

## Влияние качества подготовки поверхности образца на точность измерения микротвердости

Mike Keeble & Wendy Wang: Buehler

Испытание на твердость по Виккерсу – один из наиболее распространенных и давно существующих видов испытания на твердость во всем мире. Принцип его состоит во вдавливании алмазной пирамидки в поверхность образца и последующем измерении проекции отпечатка. Самое большое его преимущество в том, что испытания, проведенные при различных нагрузках и на разных материалах можно прямо друг с другом.

Если раньше испытания проводились при более высоких нагрузках, то по мере развития науки и совершенствования производственных технологий возникают задачи измерения с высокой точностью локальных изменений твердости по поверхности образца или детали, которые требуют применения более низких нагрузок. Однако, чем меньше испытательная нагрузка, тем выше влияние на результат таких факторов, как качество подготовки поверхности, контроль параметров испытаний и точность измерения отпечатка.

Применение высококачественного испытательного оборудования, такого как твердомер Wilson VH3100, может обеспечить значительное повышение скорости, точности и повторяемости результатов. Приложение нагрузки в течение всего цикла контролируется тензометрической ячейкой, что позволяет избежать перегрузов, свойственных твердомерам с рычажным механизмом нагружения. Автоматическая регулировка освещенности и измерение отпечатка по специализированным алгоритмам с помощью программного обеспечения WinControl, позволяет получить ранее недостижимую точность и воспроизводимость результатов.

А что же с подготовкой образца? Для всех методов измерения твердости, по любым шкалам, чем выше качество подготовки поверхности, тем точнее получаются результаты. Для испытательных нагрузок менее 1 кг (так называемый микро-Виккерс), международные стандарты рекомендуют финишную полировку с зерном абразива не более 1 мкм. Обычно считается, что плоская, гладкая поверхность с единичными царапинами – достаточное условие для измерения действительной твердости материала.

В процессе любой механической обработки материала, в т.ч. на различных стадиях подготовки металлографического шлифа, всегда будет оставаться деформированный поверхностный слой (см. Рис.1). Такая деформация, как правило, приводит к получению завышенных значений твердости. Чем глубже деформированный слой исследуемого образца, тем более завышенную твердость мы можем получить в результате. Кроме того, шероховатость поверхности сама по себе также может повлиять на результат как за счет изменения объема вдавливаемого материала образца, так и потому что затрудняется идентификация и измерение отпечатка.



Figure 1 Нежелательная деформация поверхностного слоя образца, образующаяся в процессе механической обработки

Остается вопрос, действительно ли эффект настолько существенный. По нашим данным, плохая подготовка поверхности может привести и большой ошибке в измерении твердости. По этой причине качественный материал может быть отбракован, а плохой материал пройти контроль качества, а потребитель получит продукцию с недостоверными характеристиками, что может иметь очень серьезные последствия.

С целью продемонстрировать некоторые характерные ошибки этого рода, была проведена серия испытаний с применением методов пробоподготовки, распространенных на практике, а затем сравнение с методикой, специально разработанной для минимизации деформации приповерхностного слоя. Во всех случаях, с целью обеспечить наилучшую точность и воспроизводимость результатов измерение твердости проводилось на твердомере Wilson VH3100 оснащенном электронной ячейкой нагружения и имеющем автоматическую фокусировку и улучшенный алгоритм автоматического измерения отпечатка.

### Методика проведения эксперимента

Для исследования были выбраны 4 различных группы материалов: сталь, титан, медные и алюминиевые сплавы. Из каждой группы образцов были приготовлены шлифы по 4 различным методикам. Во всех случаях использовалась автоматический станок для пробоподготовки, для того, чтобы обеспечить подготовку образцов в однотипных условиях. Используемые методики приведены в таблице 1.

Методика	Описание методики	Оборудование для пробоподготовки	Оборудование для измерения твердости по Виккерсу
Методика 1	SiC бумага P400-P1200-P4000(P2500)	EcoMet-AutoMet250	VH3100
Методика 2	SiC бумага P400-P1200-(P2500) → Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (SiO <sub>2</sub> ) порошок	EcoMet-AutoMet250	VH3100
Методика 3	SiC бумага P400-P1200-(P2500) → 3 мкм алмазная суспензия	EcoMet-AutoMet250	VH3100
Методика Buehler	Рекомендованная методика SumMet + вибрационная полировка	EcoMet-AutoMet250 + VibroMet2	VH3100

Таблица 1 Методика пробоподготовки и использованное оборудование

Все операции шлифовки и полировки производились на полуавтоматическом станке EcoMet с AutoMet. Использование такого типа станка, гарантирует воспроизводимость параметров на всех шагах шлифовки и полировки для различных образцов, независимо от человеческого фактора. Методика Buehler – рекомендованная в нашем руководстве SumMet методика для каждого типа материала, дополненная вибрационной полировкой. При вибрационной полировке применяются те же самые полировальные ткани и расходные материалы, что и при традиционной полировке, но при этом оказывается крайне деликатное вибрационное воздействие. Обычно качество поверхности, подготовленной по методике SumMet, бывает достаточным для проведения испытаний с нагрузками 300 г и выше. Однако уникальное воздействие вибрационной полировки позволяет получить поверхность великолепного качества, свободную от деформации, и такая методика является наилучшей для проведения сравнения в этой экспериментальной работе.

Испытания проводились при нагрузке 500 г, за исключением алюминия. Для алюминия, по причине его мягкости, применялась нагрузка 300 г. Каждый из образцов испытывался многократно, затем рассчитывалось среднее значение. Таким образом, минимизировалась возможная ошибка, связанная с неоднородностью образца.

## Результаты

### Визуальная оценка качества поверхности

Самый распространенный метод оценки качества подготовленного шлифа – по отсутствию царапин. Действительно, минимизация царапин может свидетельствовать о качественной пробоподготовке, при этом наличием единичных царапин очень часто пренебрегают. Внизу приведены фотографии шлифов, полученных по различным методикам. Результаты измерения твердости мы рассмотрим позднее. А сейчас посмотрите, какое качество поверхности вы могли бы считать приемлемым для целей измерения твердости.

	Методика 1	Методика 2	Методика 3	Методика Buehler
Титан				
Сталь				
Медный сплав				
Алюминиевый сплав				

Таблица 2 Фотографии поверхности образцов с отпечатками по Виккерсу

Интересно отметить неправильную форму отпечатков на алюминиевых и медных сплавах. Для маленьких размеров отпечатков вступают в силу такие факторы, нарушающие форму образца, как ориентация кристаллической структуры, микроструктурные дефекты, например границы зерна, и упругое восстановление материала. Поскольку при испытании на твердость измеряется пластическая деформация, только отпечатки с одинаковыми длинами диагоналей (обычно критерием является разность длин диагоналей отпечатка, не превышающая 5%) считаются приемлемыми.

Для получения данных твердости были проведены множественные измерения с последующим анализом результатов. В данном исследовании измерение твердости производилось на прецизионном приборе с автоматическим распознаванием отпечатка с целью снизить влияние приборной ошибки и человеческого фактора на результат. Однако остается еще некоторый разброс значений вследствие природной неоднородности материала и остаточной деформации после пробоподготовки. По причине естественного разброса значений твердости по образцу, полезно бывает произвести статистическую обработку результатов

измерений, что позволит получить нам математически достоверные данные. На Рисунке 2 отмечены средние значения твердости для каждого образца, а также красными вертикальными штрихами – интервал, в который попали 95% результатов измерений. Таким образом, если эти интервалы не перекрываются, мы можем быть на 95% уверены, что действительно измерены 2 различных значения твердости.

Исходя из полученных результатов, очевидно, что измеренная твердость на образцах, приготовленных по разным методикам, значительно отличается. Особенно для образца титана. Если мы вернемся к фотографиям поверхности образцов, это поможет нам объяснить большой разброс значений при применении Методики 1. Но и для стального образца, у которого качество поверхности выглядело на первый взгляд «приемлемым», отчетливо наблюдается большой разброс значений измеренной твердости.

Для всех образцов твердость, измеренная на образцах, подготовленных по методике 1 и 2, была завышенная (5% для меди, 11-16% для других образцов). Даже после полировки 3 мкм алмазной суспензией значения твердости, за исключением меди, было статистически отличным от реальной твердости.

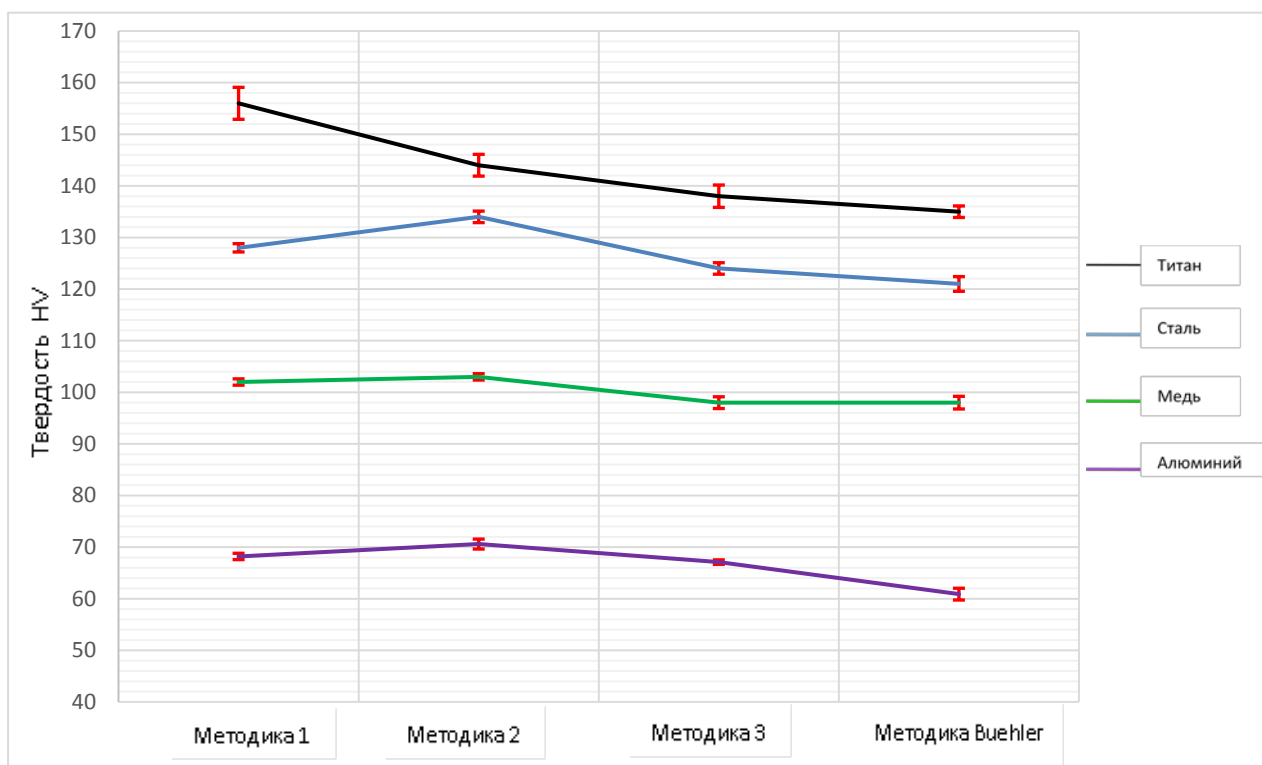


Рисунок 2 Среднее значение твердости для каждого образца. Вертикальными штрихами показан диапазон 95%  $\delta$  Методика Buehler

	Методика 1	Методика 2	Методика 3	Методика Buehler
Титан	156	144	138	135
Сталь	128	134	124	121
Медный сплав	102	103	98	98
Алюминиевый сплав	68	71	67	61

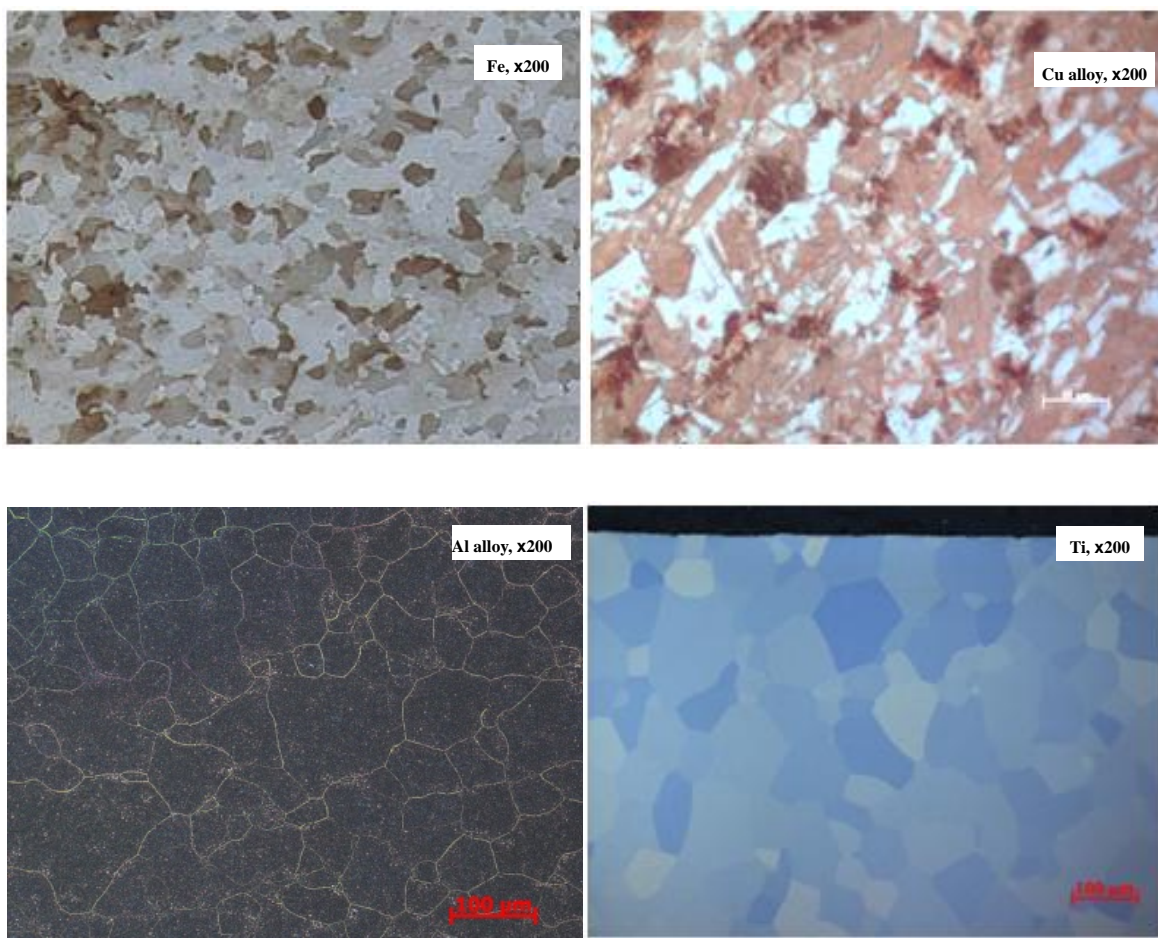
Таблица 3 Средние значения твердости образцов

Красным выделены значения, статистически отличные от реальной твердости (Student T-test)

Совершенно очевидно, что существует корреляция между методом подготовки шлифа и дефектами, наблюдаемыми на поверхности. Использование порошков оксида алюминия и кремния - Метод 2 для полировки, помимо того, что не удаляет надлежащим образом деформированный слой, медленно удаляет царапины. В результате, по сравнению с Методом 1, или вообще нет улучшения точности результатов, или оно незначительное. Метод 3 с применением алмазной суспензии 3 мкм показывает лучшую скорость съема материала и сам по себе наносит меньшие повреждения поверхности образца, поэтому во всех случаях наблюдается значительное улучшение результатов.

Фотографии микроструктуры испытываемых образцов приведены внизу. Вибрационный полировальный станок создает вибрацию в горизонтальной плоскости с высокой частотой (до 7200 циклов в минуту), что позволяет производить полировку без деформирования микроструктуры поверхности образца. Возможность одновременной обработки до 20 образцов в автоматическом режиме делает вибрационную полировку на VibroMet2 – экономичным, эффективным и несложным процессом. Таким образом, этот этап пробоподготовки настоятельно рекомендуется производить для повышения точности измерений твердости на малых нагрузках.

Дополнительным преимуществом использования VibroMet2 является получения качественной поверхности образца, которая облегчает последующие исследования в оптическом и электронном микроскопе и даже позволяет производить кристаллографический анализ методом EBSD (Electron Back Scatter Diffraction – дифракция отраженных электронов) – метод, который в принципе невозможно осуществить при наличии механической деформации поверхностного слоя глубиной 10-50 нм.



*Figure 3* Фотографии микроструктуры образцов стали, медного сплава, алюминиевого сплава, титана, полученных по методике Buehler (травление или поляризованный свет)

Мы уже упомянули о возможных последствиях неправильного измерения твердости. Один из распространенных в промышленности методов контроля качества, где применяется измерение твердости, - измерение глубины термоупрочненного слоя. В результате термообработки поверхность детали упрочняется с целью повышения износостойкости. В то же время термоупрочненный слой относительно хрупкий, и если он оказывается слишком глубоким, то снижается прочность детали в целом. С другой стороны, если упрочнение недостаточно, или слой получился слишком тонким, и требуемые характеристики износостойкости не будут достигнуты. Для целей измерений твердости в глубину приповерхностного слоя изготавливается поперечное сечение образца, и производятся замеры твердости через определенные интервалы перпендикулярно поверхности детали. Целью данного испытания является измерение расстояния от поверхности детали, на котором твердость падает до заранее известного уровня.

В приведенном внизу примере измерялось расстояние от поверхности детали, на котором твердость падает до 550 HV. Измерение проводилось на стальном образце, подготовленном по Методике 1. На фотографии в Таблице 1 поверхность образца выглядела достаточно неплохо, хотя твердость получилась на 5,8 процентов завышенной. Если мы перенесем эти данные на график изменения твердости по глубине образца, то окажется, что ошибка в измерении твердости может привести к гораздо большей ошибке при определении глубины упрочненного слоя – в нашем случае примерно на 10% выше, чем реальная глубина. Наглядно видно, как такая ошибка может привести к тому, что качественный образец не пройдет контроль, целая партия материала может быть отправлена в брак или, что хуже, образец ненадлежащего качества пройдет контроль и приведет к проблемам в эксплуатации.

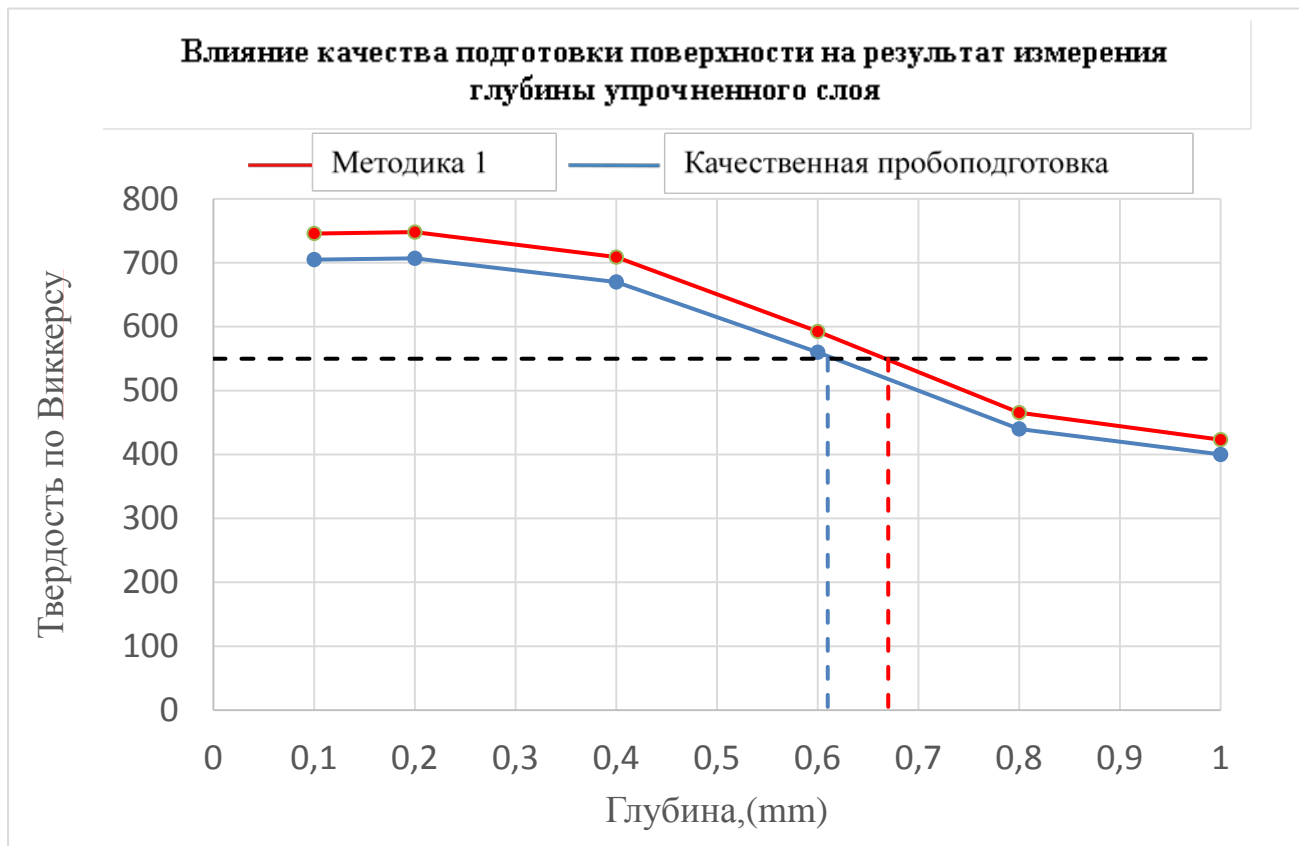
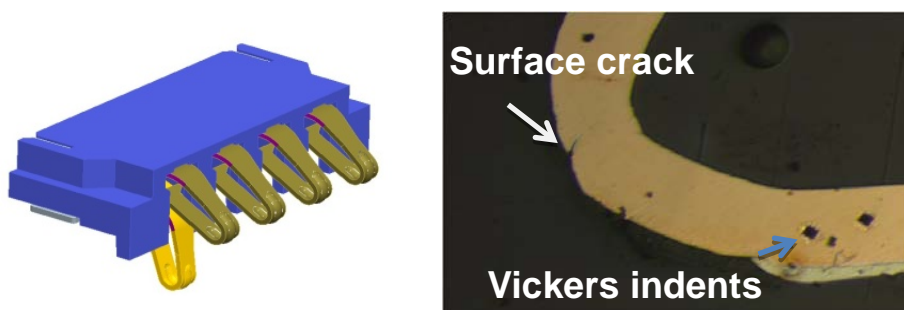


Рисунок 4 Реальная твердость и данные, полученные на образце, подготовленном по Методике 1

Ненадлежащее качество подготовки поверхности образца может также повлиять на результаты анализа разрушения и последующие выводы. Например, медь широко используется в качестве конструкционного материала для производства деталей для электронных компонентов, например контакты. В следующем примере реальной производственной ситуации происходило неожиданное разрушение блока контактов батареи. Была измерена твердость по Виккерсу на образцах медного сплава, подготовленных путем шлифовки и грубой полировки. Твердость оказалась немного выше, чем предусмотренная спецификацией, и металл был отбракован. После поставки новой партии металла продукция была произведена повторно и опять имели место случаи разрушения контактов в процессе эксплуатации. Более тщательные исследования показали, что причина разрушения – поверхностные трещины, вызванные ошибками в технологии обработки металла. Упрощенная методика пробоподготовки в конечном итоге привела к задержке поставки продукции, дополнительным затратам времени на повторное производство и материальным убыткам.



*Рисунок 5 Образец блока батареи: поверхностные трещины и отпечатки по Виккерсу*

### **Выводы**

Существует множество областей, где в качестве оценки годности детали используется метод измерения твердости, и где цена отказа детали очень велика. Важно осознавать последствия некачественной подготовки образца для измерения твердости. Небольшие дополнительные усилия и затраты времени, необходимые для доводки поверхности образца до надлежащего качества зачастую несущественны по сравнению с потенциальными последствиями получения ошибочных результатов твердости.

Если вы работаете с ответственными деталями и в областях, требующих высокой надежности, необходимо применять правильную методику подготовки образца для получения достоверных значений твердости.



*Рисунок 6 Оборудование, использованное в настоящей работе: EcoMet/AutoMet 250 для шлифовки и полировки; VibroMet2 для вибрационной полировки; VH3100 для измерения твердости по Виккерсу.*