

## **ВЛИЯНИЕ НА СКОРОСТТА НА НАТОВАРВАНЕ ВЪРХУ МЕХАНИЧНОТО ПОВЕДЕНИЕ НА ПОЛИПРОПИЛЕН ПРИ НАНОИНДЕНТАЦИОННИ ИЗМЕРВАНИЯ**

**Валентин Гайдаров, Галина Замфирова**  
[v\\_gaydarov@yahoo.com](mailto:v_gaydarov@yahoo.com), [gzamfirova@mail.bg](mailto:gzamfirova@mail.bg)

*Висше транспортно училище „Тодор Каблешков”,  
ул. „Гео Милев“ № 158, София 1574,  
БЪЛГАРИЯ*

**Ключови думи:** *наноиндентация, динамична твърдост, индентационна твърдост, дълбочинно-чувствителна индентация.*

**Резюме:** *Изследвано е влиянието на скоростта на натоварване на индентора върху някои микромеханични характеристики на полипропилен. Измерванията са направени с dynamic ultra micro hardness tester DUH-211S по дълбочината на проникване на Викерсов индентор при дадено натоварване (Depth-sensing indentation - DSI). Режимът на тестване е натоварване - задържане под товар - разтоварване, при предварително зададена дълбочина на проникване. Избрани са пет скорости на натоварване и разтоварване в интервала (1,25÷20) mN/s. От стандартните зависимости натоварване - дълбочина на проникване са определени следните индентационни характеристики, измерени при различни скорости на натоварване: динамична, Мартенсова и индентационна твърдост, индентационен модул на еластичност, пълзене и еластичност. От направения регресионен анализ са установени линейни зависимости на изследваните величини от логаритъма на скоростта на натоварване, с коефициенти на корелация близки до единица. Определена е чувствителността на индентационните характеристики от скоростта на натоварване, което се свързва от една страна с конкретните модели за тяхното изчисляване, както и със степента на повлияване от процеса на пълзене, неизбежен в процеса на натоварване. Динамичната и индентационна твърдост, както и индентационният модул, почти не се влияят от този параметър. Мартенсовата твърдост е чувствителна към скоростта на натоварване, защото се изчислява от наклона на натоварващата част на индентационната крива.*

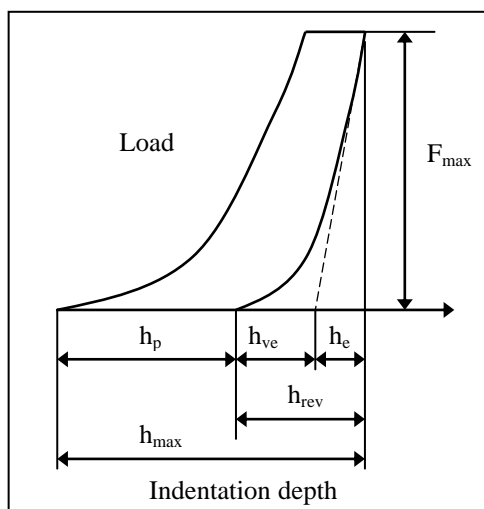
### **УВОД**

Един модерен метод за механични изпитания, превъзхождащ стандартните механични измервания е т.н. дълбочинно чувствителна индентация (Depth-sensing indentation – DSI) или наноиндентация. Той е бърз, безразрушителен и предоставя богата и ценна количествена информация по отношение на механичните свойства, включително еластичните, пластични и вискозоеластични свойства (характерни само за полимерите), пълзене, релаксация и др. [1-3].

Този метод се основава на локалната деформация върху повърхността на материала, предизвикана от индентор с определена геометрия, и прилагане на постоянна скорост на натоварване. Симултантно се отчита съответната дълбочина на проникване. Така се построяват т.н. „индентационни криви“ (натоварване - дълбочинно отместване). Сред лавинообразно нарастващия брой публикации, използващи този метод за охарактеризиране на нови материали, по-рядко се появяват такива, които развиват и обогатяват методиката с нови възможности и модели.

Един от проблемите, особено при изследване на полимерни материали и композити, е чувствителността на някои микромеханични показатели към скоростта на натоварване. Както при класическите изпитания на опън кривите напрежение-деформация се повлияват от скоростта на деформация, така и при DSI метода индентационните криви зависят от скоростта на натоварване. Това е така, защото успоредно с основния зададен режим при натоварване протичат и процеси на пълзене, а при разтоварване - релаксационни процеси. Тези времезависими процеси са тясно свързани с молекулната и надмолекулна структура на полимерните материали, кохезионните сили, физични оплитания, химично омреждане, нанопори, позволяващи конформационна свобода на движение, моларният обем на страничната верига, гъвкавостта на сегментите на главната верига и др. [4,5]. Затова засега няма единна теория или модел, който да взема предвид всички тези фактори. При материали със значителен вискозоеластичен деформационен компонент, индентационните криви са повлияни от скоростта на товарене и разтоварване [6,7]. В повечето случаи, за да се избегне пълзенето, се прави опит за т.н. "изтощаване" на пълзенето чрез прилагане на продължително време на задържане при максимално натоварване, с цел да се получи истинско еластично разтоварване [8].

Най-изявеният и най-широко прилаган е методът, предложен от Oliver и Pharr [9,10]. Много търговски тестери имат софтуер за изчисляване на основните параметри на наноиндентацията, съгласно този модел. Типична форма на индентационната крива при режим натоварване – задържане - разтоварване и много характерни разстояния, използвани за микромеханичния анализ, са представени на фиг. 1 [11].



**Фиг.1. Индентационна крива и разстоянията, които могат да се отчетат от нея:**

- $h_{max}$  – максималната дълбочина на проникване при натоварване;
- $h_p$  - остатъчната дълбочина на отпечатъка след разтоварване;
- $h_{rev}$  – еластично възвръщане на отпечатъка;
- $h_e$  – мигновено еластично възвръщане на отпечатъка (Хуковска деформационна компонента);
- $h_{ve}$  – вискозоеластично възвръщане на отпечатъка (времезависима еластична деформация)

Целта на тази разработка е изследване влиянието на скоростта на натоварване на индентора върху някои микромеханични характеристики на полипропилен.

## МАТЕРИАЛИ И МЕТОДИКА

Като експериментален материал е използван полипропилен (Morlen C30G) под формата на пластинка с дебелина 3 mm, получен чрез леене под налягане.

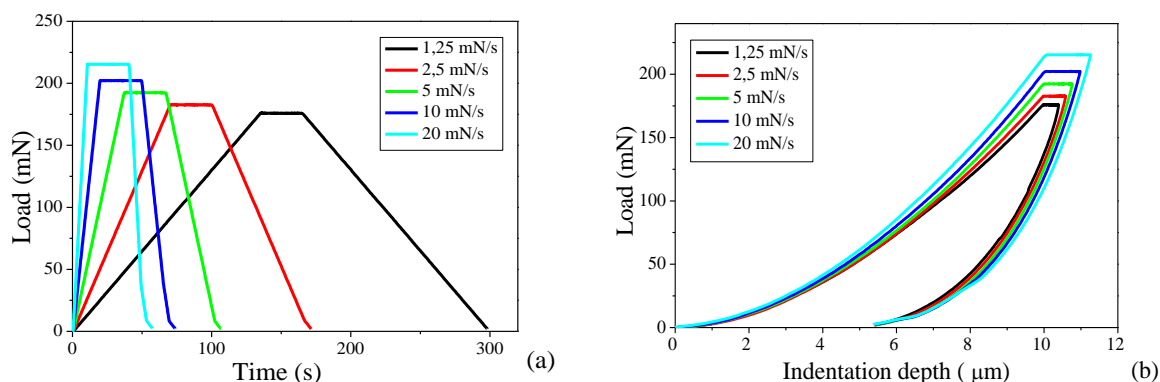
Измерванията са направени с dynamic ultra micro hardness tester DUH-211S, на фирмата Shimadzu, Япония. Режимът на тестване е натоварване - задържане под товар - разтоварване, при предварително зададена дълбочина на проникване 10  $\mu\text{m}$  и време на задържане 30 s. Избрани са пет скорости на натоварване и разтоварване в интервала (1,25 ÷ 20) mN/s.

От експериментално получените индентационни криви са определени следните индентационни характеристики:

- *Динамична твърдост* (H<sub>MV</sub>). Тази характеристика е свързана с общата деформация по време на теста, включваща пластична, еластична и вискозоеластична компоненти;
- *Мартенсова твърдост* (H<sub>MS</sub>). Тя се определя от наклона на нарастващата част на индентационната крива. Има същата физична природа като динамичната твърдост, но с предимството, че се избягва определянето на нулева точка;
- *Индентационна твърдост* (H<sub>it</sub>). Изчислява се съгласно модела на Oliver-Pharr;
- *Индентационен модул на еластичност* (E<sub>it</sub>). Определя се от наклона на допирателната към началната част на кривата на разтоварване;
- *Индентационно пълзене* (C<sub>it</sub>). Тази характеристика се дефинира като относителна промяна на дълбочината на проникване на индентора при постоянно натоварване;
- *Еластичната компонента на деформацията* ( $\eta_{it}$ ). Изчислява се от площите под кривите на натоварване и разтоварване.

## РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЯ

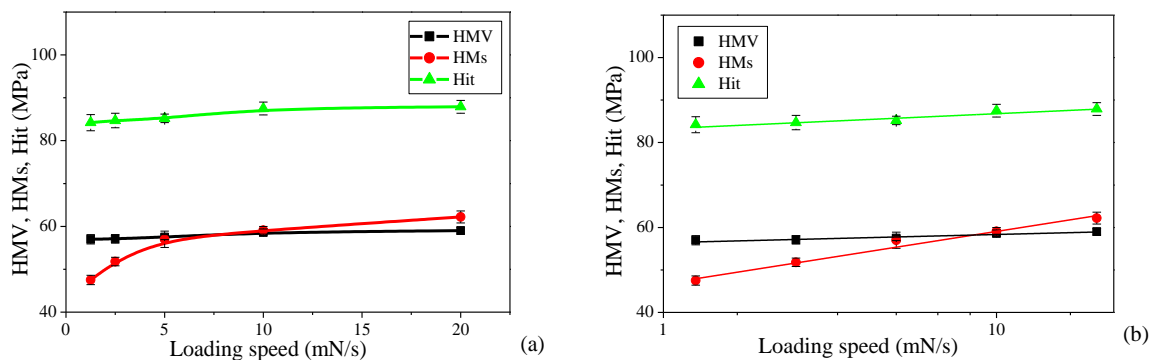
На фиг. 2(a) е представено графично изобразяване на приложените режими на тестване, а на фиг. 2(b) - получените индентационни криви. С увеличаване на скоростта на натоварване нараства наклона на нарастващата част на индентационната крива, нараства максималната сила, която се достига при една и съща дълбочина на проникване.



Фиг. 2. Зависимост на натоварването от времето (a) и индентационни криви (b)

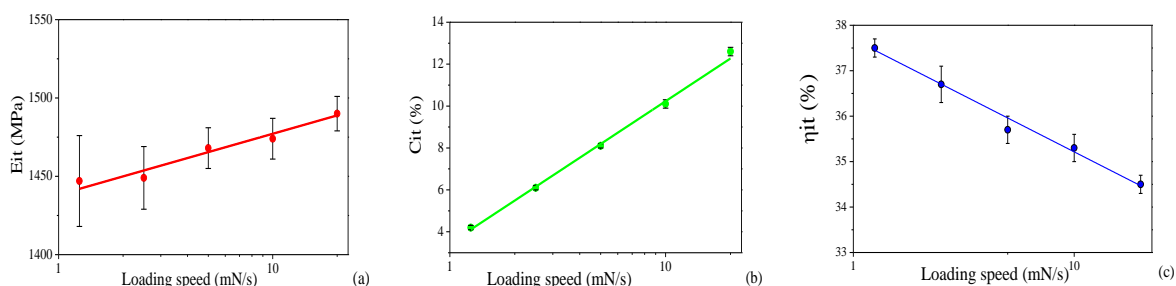
Фиг. 3 показва как се променят твърдостните характеристики с промяна на скоростта на натоварване в линейни (a) и полулогаритмични (b) координати. Въпреки че максималната сила нараства значително със скоростта на натоварване (от 176 до 214 mN или с 21,6%), следните твърдостни характеристики нарастват незначително: H<sub>MV</sub> се променя от 57 до 59 MPa (3,5%); H<sub>it</sub> 84 до 88 MPa (4,8%). Малката чувствителност на тези величини към скоростта на натоварване е свързана с моделите за тяхното определяне - дълбочината на проникване не е еднаква. Фактът, че H<sub>it</sub>, която характеризира съпротивлението срещу пластична деформация, се променя по-силно от

НМV, която е свързана с общото съпротивление, означава, че увеличаването на скоростта на натоварване, респективно на деформацията, засяга предимно тези структурни единици, чрез които се осъществява пластичната компонента на деформацията. Най-силно чувствителна към скоростта на натоварване се явява величината НMs (промяна от 47 до 62 МПа – 31,9%). Тя има същата физична природа както НМV, т.е. изразява общото съпротивление срещу проникване, но се изчислява от наклона на натоварващата част на индентационните криви, които се променя значително.



Фиг. 3. Динамична, Мартенсова и индентационна твърдosti като функция от скоростта на натоварване в нормална (a) и полулогаритмична (b) координатна система

Подобна зависимост е установена и при останалите микроиндентационни характеристики (фиг. 4). Нарастването на индентационния модул е в рамките на средноквадратичната грешка, т.е. може да се приеме, че остава константа. Наблюдава се около трикратно нарастване на индентационното пълзене, Cit. Това се дължи на факта, че постоянното натоварване, при което се измерва пълзенето, не е еднакво, а е по-голямо при високите скорости на натоварване. С увеличаване скоростта на натоварване еластичната компонента намалява незначително (3%), а нараства пластичната, което се дължи на възможността на материала да прояви пластично приплъзване в кристалните образувания при по-продължително време за натоварване. Подобни изследвания на аморфни метали показват, че твърдостта, модулът на еластичност и еластичната енергия на деформация не зависят от скоростта на натоварване [12].



Фиг. 4. Влияние на скоростта на натоварване върху индентационния модул, Eit, (a), индентационното пълзене, Cit, (b) и еластичната деформационна компонента, ηit (c)

От направения регресионен анализ са установени линейни зависимости на изследваните величини от логаритъма на скоростта на натоварване ( $y = A + B \cdot x$ ), с коефициенти на корелация близки до единица (таблица 1).

Таблица 1

Величини	A	B	Коеф. на корелация
HMV	56,40774	1,94375	0,94861
HMs	46,73485	12,33342	0,99475
Hit	83,24347	3,54516	0,93377
Eit	1438,23607	38,91636	0,97944
Cit	3,45239	3,45239	0,99875
ηit	37,69043	-2,47523	-0,99622

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изследвано е влиянието на скоростта на натоварване върху редица наноиндентационни механични характеристики. Установено е, че:

- динамичната и индентационна твърдост, както и индентационния модул, почти не се влияят от този параметър, което се дължи на моделите за тяхното определяне – по-големите натоварвания се компенсират от по-големите дълбочини на проникване. Това определено може да се изтъкне като още едно преимущество на DSI метода пред класическите механични изпитания;
- Мартеновата твърдост е чувствителна към скоростта на натоварване, защото се изчислява от наклона на натоварващата част на индентационната крива, нарастваща със скоростта на натоварване;
- пълзенето е най-силно повлияно от скоростта на натоварване, защото започва да се развива едновременно с процеса на натоварване.

Препоръчва се преди всяко измерване на нов материал, особено при такива с изразено времезависимо вискозоеластично поведение, да се изследва влиянието на скоростта на натоварване върху наноиндентационните характеристики. Това ще осигури избор на най-подходящ режим и експериментални условия, осигуряващи максимално количество достоверна информация за механичното поведение и като следствие - за структурните особености на материала.

**Благодарност:** Работният колектив благодари на Фонд „Научни изследвания“ за финансовата помощ по проект ДНТС/Китай 01/10 16.12.2016 г.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] Fischer-Cripps A.C., Nanoindentation, 2nd ed., New-York, Springer, 2004
- [2] Zamfirova G., Indentation methods for the characterization of carbon-based polymer nanocomposites, in carbon-based polymer nanocomposites for environmental and energy applications, Ed. A. F. Ismail and P. S. Goh, Elsevier, pp. 79-111, 2018
- [3] Vandamme M., Ulm F.J., Viscoelastic solutions for conical indentation, Int J Solids Struct 43(10), pp. 3142-3165, 2006
- [4] Delhaye V., et al., Influence of stress state and strain rate on the behaviour of a rubber-particle reinforced polypropylene, Int J Impact Eng 38(4), pp. 208-218, 2011
- [5] Mckown S., Cantwell W.J., Investigation of strain-rate effects in self-reinforced polypropylene composites, J. Compos Mater 4(20), pp. 2457-2470, 2007
- [6] Mencík J., et al., Determination of viscoelastic-plastic material parameters of biomaterials by instrumented indentation. J Mech Behav Biomed Mater 2(4), pp. 318-325, 2009
- [7] Mencík J., He L., Nemecek J., Characterization of viscoelastic-plastic properties of solid polymers by instrumented indentation, Polym Test 30(1), pp.101-109, 2011
- [8] Feng G., Ngan A.H.W., Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation, J Mater Res 17(3), pp. 660-668, 2002

- [9] Oliver W. C., Pharr G. M., Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology, J Mater Res 19(1), pp. 3-20, 2004
- [10] Oliver W. C., Pharr G. M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J Mater Res 7(6), pp.1564-1583, 1992
- [11] Замфирова Г., Микроиндентацията като метод за изследване на полимерни материали, дисертационен труд, ВТУ “Т. Каблешков”, София, 2015
- [12] Burgess T., Laws K.J., Ferry M., Effect of loading rate on the serrated flow of a bulk metallic glass during nanoindentation, Acta Materialia 56(17), pp. 4829–4835, 2008

## **INFLUENCE OF THE LOADING SPEED ON MECHANICAL BEHAVIOR POLYPROPYLENE DURING NANOINDENTATION**

**Valentin Gaydarov, Galina Zamfirova**  
[v\\_gaydarov@yahoo.com](mailto:v_gaydarov@yahoo.com), [gzamfirova@mail.bg](mailto:gzamfirova@mail.bg)

*Todor Kableshkov University of Transport, 158 Geo Milev Street, Sofia,  
BULGARIA*

**Key words:** *nanoindentation, dynamic hardness, indentation hardness, indentation Depth-sensing indentation.*

**Abstract:** *The influence of the loading speed on some micromechanical characteristics of a polypropylene was investigated. The measurements were performed by dynamic ultra micro hardness tester DUH – 211S by penetration depths measuring at constant loading rate. The indenter was a Vickers pyramid. The measurement mode was load – hold - unload till preset depth. Five loading speeds in the interval (1.25 ÷ 20) mN/s were chosen. From dependences load - depth at different loading rate the following microindentation characteristics were determined: dynamic, Martens and indentation hardnesses, indentation elastic modulus, creep and elasticity. Linear dependences of the studied characteristics on logarithm of loading rate were established with correlation coefficient very close to one. The sensitivity of the indentation quantities were commented and attributed to the specific models for their calculation, as well as the degree of influence by the creep process, inevitable in the loading process. Dynamic and indentation hardnesses, as well as the indentation elastic modulus, are almost unaffected by this parameter. Martens hardness is sensitive to loading speed because it is calculated from the slope of the loading part of the indentation curve.*