

Т. А. Протасеня^{а}, А. П. Крень^а, Г. Н. Дьякова^б*

^аГосударственное научное учреждение “Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси”, Минск, Беларусь

^бБелорусский государственный технологический университет, Минск, Беларусь

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИНАМИЧЕСКОГО
ИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ ТВЕРДОСТИ И МОДУЛЯ
УПРУГОСТИ МАТЕРИАЛА ИЗДЕЛИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ
ЭКСТРУЗИОННЫМ МЕТОДОМ АДДИТИВНОГО
ПРОИЗВОДСТВА ИЗ УГЛЕНАПОЛНЕННЫХ КОМПОЗИТНЫХ
МАТЕРИАЛОВ**

T. A. Pratasenia, A. P. Kren, H. N. Dyakova*

**APPLICATION OF THE DYNAMIC INDENTATION METHOD
FOR EVALUATION OF THE HARDNESS AND ELASTIC MODULUS
OF THE MATERIAL OF PRODUCTS OBTAINED BY EXTRUSION
METHOD OF ADDITIVE PRODUCTION FROM CARBON-FILLED
COMPOSITE MATERIALS**

Keywords: hardness, elastic modulus, strength, FDM-technology, indentation

The possibility of using the dynamic indentation method (DIM) for evaluating the elastic and strength characteristics of products made of carbon-filled SAN-plastic (acrylonitrile styrene) obtained by additive synthesis using the extrusion technology of 3D printing — FDM-technology (Fused deposition modeling) — in different directions is shown. An influence of surface roughness of the products tested in the range of 2.0 to 3.6 Ra on the results of measuring the dynamic hardness and dynamic elastic modulus was investigated. It is shown that the initial roughness of the specimen surface of 3.6 Ra leads to an increase in the measurement error of the physical and mechanical characteristics using DIM up to 16% and increases the coefficient of variation. The loading parameters (spherical indenter of 5-mm dia-

*Автор, с которым следует вести переписку: 5657397@gmail.com
Corresponding author: 5657397@gmail.com

meter, impact energy of 42 mJ) for the materials investigated were determined, which allow one to obtain reliable numerical data of the physical and mechanical characteristics (in the range of variation of the strength 16—33 MPa and elastic modulus 1.4—3.0 GPa) of the products inspected. The results obtained can be used for the creation of portable measuring devices that allows one to provide in-situ testing of products manufactured by 3D printing (FDM-technology), without the use for standard destructive tests on the witness specimens.

Ключевые слова: твердость, модуль упругости, прочность, FDM-технология, индентирование

Показана возможность применения метода динамического индентирования (МДИ) для оценки упругих и прочностных характеристик изделий из угленаполненного SAN-пластика (стирола акрилонитрила), полученных путем аддитивного синтеза по экструзионной технологии 3D-печати — FDM-технологии (Fused deposition modeling) с разным направлением печати. Оценена степень влияния шероховатости контролируемой поверхности изделий в диапазоне от 2,0 до 3,6 Ra на результаты измерения динамической твердости и динамического модуля упругости. Показано, что исходная шероховатость контролируемой поверхности (около 3,6 Ra) приводит к увеличению погрешности измерения физико-механических характеристик МДИ вплоть до 16% и существенно повышает коэффициент вариации. Определены оптимальные параметры нагружения материалов (сферический индентор диаметром 5 мм, предупредительная энергия 42 мДж), позволяющие дать достоверные численные данные о физико-механических характеристиках контролируемых изделий в диапазоне изменения предела прочности 16—33 МПа и модуля упругости 1,4—3,0 ГПа. Полученные результаты являются основой для создания портативной измерительной техники, реализующей разработанные методики контроля и позволяющей оперативно контролировать продукцию, изготовленную методом 3D-печати по FDM-технологии, без необходимости проведения стандартных разрушающих испытаний на образцах-свидетелях.

Введение

Применение аддитивных технологий является современным трендом практически во всех отраслях промышленности. Создание деталей сложной геометрической формы с помощью 3D-печати в настоящее время востребовано не только в автомобиле- и машиностроении, но и в науке, образовании, медицине и многих других сферах. Как правило, экономически оправдано применение аддитивного синтеза при быстром

прототипировании либо высокоточном изготовлении ответственных изделий штучного и мелкосерийного производства. Технология послойного построения изделия из разного вида материалов (жидких фотополимеров, металлических порошков, полимеров и т. д.) позволяет не только изготовить детали любой сложности, но и за счет изменения технологии и режима печати создавать материалы с уникальным набором свойств.

Однако создание изделий путем наложения и спекания отдельных слоев не гарантирует монолитность готовой конструкции и отсутствие дефектов. По этой причине в первую очередь под сомнение ставятся прочностные свойства напечатанных 3D-моделей. Наиболее уязвимыми с этой точки зрения являются изделия, полученные по FDM-технологии, т.е. послойно сформированные из расплавленной пластиковой нити. Поскольку свойства “сгенерированного” материала (за счет используемого исходного пластика, технологии и режима печати) возможно оценить, только имея непосредственно готовую продукцию, то на сегодняшний день актуальной является задача поиска и развития методов неразрушающего контроля физико-механических характеристик материалов таких изделий.

В настоящее время одним из наиболее интенсивно развивающихся методов неразрушающего контроля является метод индентирования. Суть метода заключается в определении свойств материала по его реакции на внедрение жесткого индентора. На сегодняшний день наибольшее распространение получил метод статического индентирования, однако его реализация предполагает наличие стационарного лабораторного оборудования и соответственно подготовку специальных образцов [1—4]. По этой причине он мало применим для решения задач оперативного контроля. В работе предложено использовать метод динамического индентирования (МДИ), особенностью которого является непрерывная регистрация полной диаграммы ударного нагружения [5—9]. Это позволяет получить большое количество информативных параметров, характеризующих физико-механические свойства исследуемого материала, и оценить его реакцию на сосредоточенную нагрузку, которой наиболее часто подвергаются изделия в реальных условиях эксплуатации.

Одним из основных преимуществ МДИ является возможность его реализации в портативных приборах [10], что позволяет проводить контроль изделий как на стадиях их изготовления, так и в процессе технического обслуживания. Однако современные работы, в которых в качестве метода исследования используется динамическое индентирование [6, 7, 9], в основном направлены на оценку характеристик материала посредством компьютерного моделирования процесса ударного нагружения. При этом в них не уделяется должного внимания аппаратной реализации метода. В то же время для практического применения МДИ необходима разработка измерительной установки и проведение экспериментальных исследований с целью получения корреляционных зависимостей динамических характеристик с общепринятыми статическими.

В последние годы развитие МДИ было также направлено на расширение области применения в отношении неметаллических материалов [11, 12]. В том числе была установлена эффективность использования МДИ и при контроле анизотропных материалов [13, 14]. Однако исследование свойств материалов, полученных с помощью разных технологий, режимов и способов 3D-печати, пока не проводили. Эти обстоятельства определили цель настоящей работы — оценка эффективности применения МДИ для контроля изделий, полученных по FDM-технологии.

1. Объекты контроля и оценка качества их поверхности

В качестве объекта исследования были отобраны образцы из угленасыщенного стирола акрилонитрила — SAN-пластика “Aerotex” (Filamentarno, Россия) с диаметром нити 1,75 мм, содержащего хаотически распределенные короткие углеволокна с длиной элементарной нити 100—500 мкм и диаметром 5 мкм. Печать образцов осуществлялась по FDM-технологии на 3D-принтере “Sharebot” с использованием сопла экструдера 0,4 мм горизонтально по трем направлениям относительно плоскости платформы: продольном, поперечном и под углом 45° (рис. 1). Размеры и форма образцов соответствовали ISO 527-2:2012 [15] (образец 1-го типа). Режим печати следующий: температура печати 250 °С, температура подогрева платформы 90 °С, скорость печати 60 мм/с, шаблон заполнения — “линии” (толщина стенок 0,4 мм, высота слоя 0,2 мм). Для увеличения адгезии материала со столом использован тип подложки “raft”.

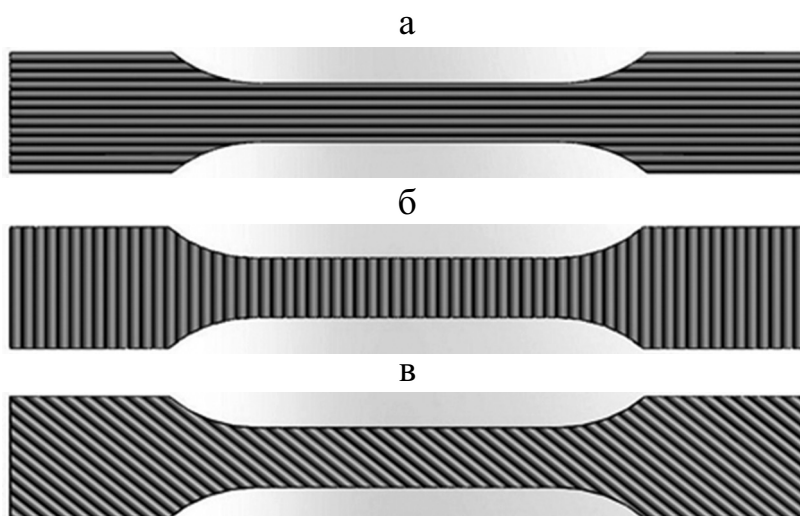


Рис. 1. Внешний вид образцов, изготовленных разными способами 3D-печати: *а* — продольное направление печати; *б* — поперечное; *в* — под углом 45°.

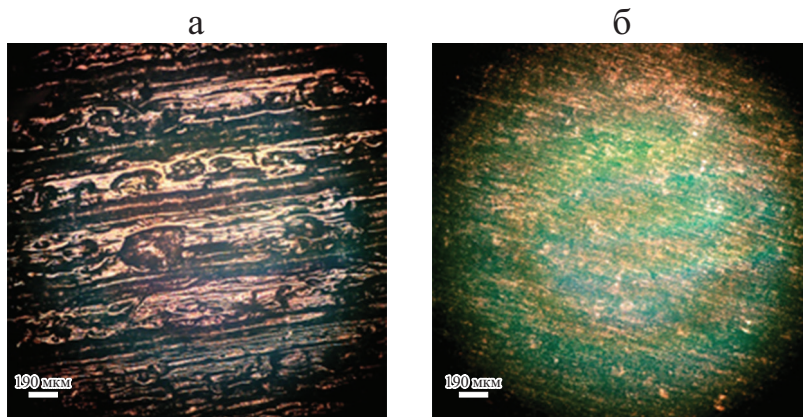


Рис. 2. Изображение поверхности образца, полученного по FDM-технологии из угленаполненного SAN-пластика “Aerotex”, при увеличении металлографического микроскопа МИ-1 в 100 крат: *а* — исходный рельеф поверхности 3,6 Ra ; *б* — отшлифованная поверхность 2,2 Ra .

Характерная особенность используемого SAN-пластика — пониженная плотность, что связано с наличием микроскопических пор в структуре (рис. 2—*а*). Благодаря вспениванию полимера при нагреве во время печати топография поверхности наносимого слоя весьма развита, что увеличивает площадь контакта с расплавом полимера при нанесении следующего слоя. Также данная способность материала позволяет получать изделия с текстурной поверхностью.

При контроле такой исходный рельеф поверхности может вносить как случайную, так и систематическую погрешности в результат измерения физико-механических характеристик при МДИ. Например, при меньшей предударной энергии и соответственно меньшей деформации материала влияние такой шероховатости на результат индентирования будет больше, чем при более высокоскоростном внедрении индентора. Это приведет к недостоверному результату, который ошибочно будет принят за действительные характеристики материала. В этой связи была проведена оценка профиля поверхности образцов измерителем шероховатости Time TR 210, в ходе которой было установлено, что исходно поверхность изделий имеет шероховатость в пределах от 3,2 до 3,6 Ra (см. рис. 2—*а*). При этом наихудшим качеством поверхности обладают продольно напечатанные образцы, в связи с чем в дальнейшем они были отобраны для проведения испытаний по установлению степени влияния шероховатости на результат измерения свойств МДИ. Для проведения сравнительных исследований участки пяти продольно напечатанных образцов были отшлифованы до показателей шероховатости 2,0—2,2 Ra (рис. 2—*б*).

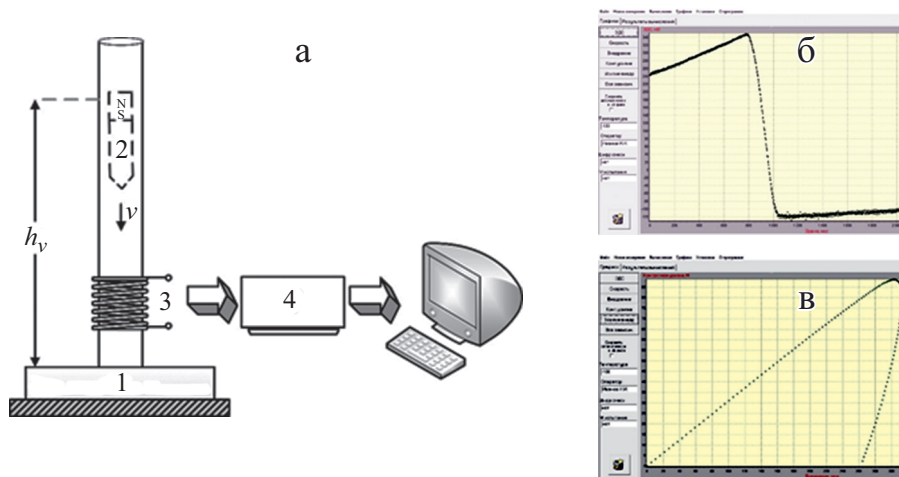


Рис. 3. Структурная схема экспериментальной установки ударного нагружения (а) и типичный вид основных регистрируемых зависимостей: ЭДС индукции от времени (б) и диаграммы ударного нагружения (в): 1 — образец; 2 — индентор; 3 — катушка индуктивности; 4 — электронный блок.

2. Оборудование и методики контроля

Для реализации процесса динамического нагружения была разработана экспериментальная установка, структурная схема которой приведена на рис. 3—а.

Основные элементы установки: индукционный преобразователь, индентор с закрепленным на нем постоянным магнитом, электронный блок регистрации и обработки измерительного сигнала и устройство отображения информации (персональный компьютер).

В момент нанесения испытательного удара кинетическая энергия индентора определяется потенциальной энергией, зависящей от его массы и высоты падения h_v (т.е. дополнительное ускорение индентору не придается). В качестве направляющей, задающей строго вертикальное направление движения индентора, использована стеклянная трубка, материал которой исключает возникновение паразитных вихревых токов в измерительной цепи. Таким образом, в момент удара на индентор действуют только сила тяжести и силы сопротивления материала образца. ЭДС индукции, наводимая при этом в индукционном преобразователе, является основным информационным сигналом (рис. 3—б), который фильтруется, линейно масштабируется и преобразуется в цифровой сигнал в электронном блоке. Регистрируемая ЭДС индукции прямо пропорциональна мгновенным значениям скорости движения индентора. Переход к значениям контактного усилия и перемещения осуществляется путем дифференцирования и интегрирования имеющихся данных о непрерывном движении

индентора. Исключив из полученных временных зависимостей параметр времени, получаем основную диаграмму ударного нагружения (рис. 3—в). Дальнейшая обработка измерительных данных осуществляется персональным компьютером по специальным алгоритмам.

Разработанная установка предусматривает возможность смены индентора, что позволяет подобрать оптимальные параметры индентирования: форму, размеры и массу индентора, а также предупредительную скорость. В рамках исследования использовали инденторы сферической и клиновидной формы.

Для расчета динамической твердости H_d и модуля упругости E_d материалов по основным параметрам диаграммы их нагружения (см. рис. 3—в) сферическим и клиновидным инденторами (рис. 4) использовали методику, представленную в [13, 16].

Согласно данным методикам формулы для расчета динамической твердости H_d и модуля упругости E_d в случае использования сферического индентора радиусом R_i имеют вид

$$H_d = \frac{P_{h_{\max}}}{\pi R_i (h_{\max} + h_p)}, \quad (1)$$

$$E_d = \frac{3P_{h_{\max}} (1 - \mu^2)}{4\sqrt{R_i} (h_{\max} - h_p)^{3/2}}, \quad (2)$$

где $P_{h_{\max}}$ — контактное усилие при максимальной глубине внедрения h_{\max} ; h_p — глубина пластического отпечатка; μ — коэффициент Пуассона контролируемого материала (принят равным 0,39 как среднее значение из

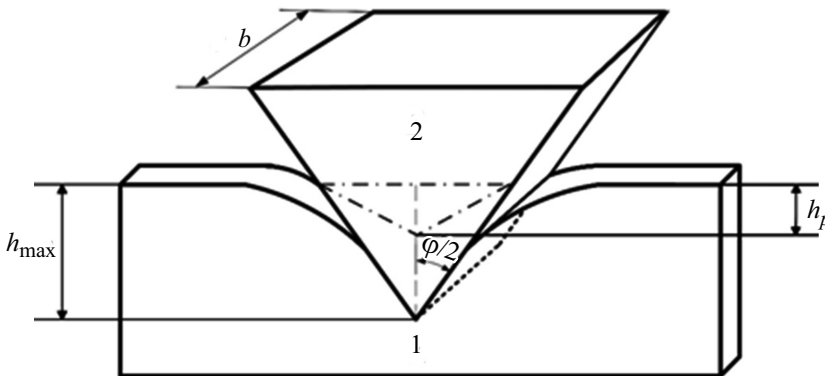


Рис. 4. Схематическое представление поперечного сечения отпечатка при деформировании материала клиновидным индентором: 1 — образец; 2 — индентор; h_{\max} — максимальная глубина внедрения; h_p — глубина пластического отпечатка; b — ширина клина; φ — угол при вершине клина.

приведенного в справочниках интервала 0,37—0,41 для широкого ряда пластмасс).

В случае использования индентора в форме клина выражения (1) и (2) имеют вид

$$H_d = \frac{P_{h_{\max}}}{2b \operatorname{tg} \frac{\varphi}{2} (0,27h_{\max} + 0,73h_p)}, \quad (3)$$

$$E_d = \frac{2P_{h_{\max}} (1 - \mu^2)}{b(h_{\max} - h_p)}. \quad (4)$$

где b — ширина клина; φ — угол при вершине клина (см. рис. 4).

Поскольку измеренные МДИ значения твердости и модуля упругости являются динамическими характеристиками, то для установления их полного (численного) соответствия значениям, полученным в ходе стандартных испытаний, необходимо построение градуировочной зависимости. Поэтому в рамках исследования действительные значения прочностных и упругих характеристик определяли согласно ISO 527-1:2012 [17] на универсальной испытательной машине MTS Citerion 43 с использованием одноосевого экстензометра MTS 624.25F-24.

3. Предварительные исследования

Для проведения испытаний по установлению степени влияния шероховатости поверхности изделий из SAN-пластика, полученных по FDM-технологии, на результат измерения свойств МДИ было принято решение провести индентирование образцов твердосплавным индентором сферической формы диаметром 5 мм, массой 6,8 г с предупредительной скоростью 3 м/с. Такие параметры нагружения позволили получить стабильный информационный сигнал и обеспечивали достаточный объем деформации слоистого материала для интегральной оценки его свойств.

Результаты испытаний представлены в табл. 1.

На каждом участке образца проводили серию из 10 измерений. Средние значения H_d , E_d и коэффициента вариации для каждой серии приведены в табл. 1. Из представленных данных следует, что в результате шлифовки усредненное по пяти образцам абсолютное значение твердости увеличилось примерно на 9%, также на 2% вырос модуль упругости. В общем случае шероховатость вносит погрешность при измерении физико-механических характеристик МДИ вплоть до 16% и существенно повышает коэффициент вариации. Поэтому далее для получения более точной оценки свойств материалов экспериментальные исследования МДИ проводили на отшлифованных образцах.

Табл. 1

Результаты оценки степени влияния шероховатости поверхности продольно напечатанных образцов на результат измерения величин H_d и E_d МДИ сферическим индентором диаметром 5 мм с предупредной скоростью 3 м/с

| Номер образца | Участки образца с шероховатостью 3,2—3,6 Ra | | | | Участки образца с шероховатостью 2,0—2,2 Ra | | | |
|---------------|---|--------------------------------|-------------|--------------------------------|---|--------------------------------|-------------|--------------------------------|
| | H_d , МПа | Коэффициент вариации H_d , % | E_d , ГПа | Коэффициент вариации E_d , % | H_d , МПа | Коэффициент вариации H_d , % | E_d , ГПа | Коэффициент вариации E_d , % |
| 1 | 124,38 | 10 | 4,18 | 8 | 134,38 | 3 | 4,43 | 1 |
| 2 | 122,89 | 9 | 4,40 | 10 | 136,68 | 1 | 4,45 | 2 |
| 3 | 124,04 | 10 | 4,43 | 9 | 143,14 | 5 | 4,48 | 3 |
| 4 | 123,42 | 12 | 4,17 | 9 | 126,39 | 4 | 4,22 | 3 |
| 5 | 125,86 | 12 | 4,27 | 11 | 134,13 | 2 | 4,31 | 2 |
| Среднее | 124,12 | 11 | 4,29 | 9 | 134,94 | 3 | 4,39 | 2 |

Результаты динамического индентирования хоть и дают количественную оценку свойств, но для установления их соответствия значениям, получаемым при стандартных испытаниях, нужно провести разрушение образцов.

Предварительные исследования образцов на растяжение [17] проводили со скоростью нагружения 2 мм/мин. Испытанию были подвергнуты 15 образцов (по пять образцов для каждого направления печати).

Результаты стандартных разрушающих испытаний приведены в табл. 2.

Табл. 2

Результаты испытаний, проведенных на испытательной машине MTS Criterion 43, на растяжение образцов, изготовленных разными способами печати

| Номер образца | Продольное направление печати | | Печать под углом 45° | | Поперечное направление печати | |
|-------------------------|-------------------------------|-------------|----------------------|-------------|-------------------------------|-------------|
| | σ_m , МПа | E_s , ГПа | σ_m , МПа | E_s , ГПа | σ_m , МПа | E_s , ГПа |
| 1 | 30,70 | 3,11 | 27,20 | 1,59 | 18,10 | 1,42 |
| 2 | 31,60 | 2,77 | 26,70 | 1,66 | 15,30 | 1,46 |
| 3 | 32,40 | 2,94 | 26,40 | 1,64 | 16,80 | 1,51 |
| 4 | 36,30 | 3,03 | 24,40 | 1,69 | 16,70 | 1,42 |
| 5 | 31,40 | 2,84 | 26,10 | 1,60 | 16,90 | 1,38 |
| Среднее | 32,48 | 2,94 | 26,16 | 1,63 | 16,76 | 1,44 |
| Коэффициент вариации, % | 6,11 | 4,22 | 3,64 | 2,20 | 5,30 | 3,06 |

Анализ полученных данных — измеренного предела прочности при растяжении σ_m и модуля упругости E_s — в первом приближении свидетельствует о наличии анизотропии свойств материалов образцов. При этом наибольшими прочностными и упругими характеристиками обладают образцы с продольным направлением печати, наименьшими — с поперечным. На первый взгляд прослеживается сходство с анизотропными композитами, армированными непрерывными волокнами, но в случае исследуемых образцов использован один, исходно изотропный, материала. В то же время можно предположить, что различие свойств продольно и поперечно напечатанных образцов может быть лишь свидетельством лучшей межслойной адгезии и является оценкой качества технологии и способа печати, а не характеристикой полученного таким образом материала.

Отметим также, что значения динамического модуля упругости E_d продольно напечатанных образцов (см. табл. 1) были больше значений E_s , полученных в ходе стандартных испытаний на растяжение (см. табл. 2). Это связано с динамическим характером нагружения образца при индентировании. Увеличение скорости деформации полимера при ударной нагрузке сопровождается появлением вязкой составляющей силы сопротивления материала, приводящей к увеличению измеренного значения модуля упругости.

В идеальном случае для однозначного установления наличия (либо отсутствия) анизотропии материалов, полученных разными способами 3D-печати, стандартным методом на растяжение требуется изготовление образцов, вырезанных по разным направлениям из одного полотна материала (рис. 5—а).

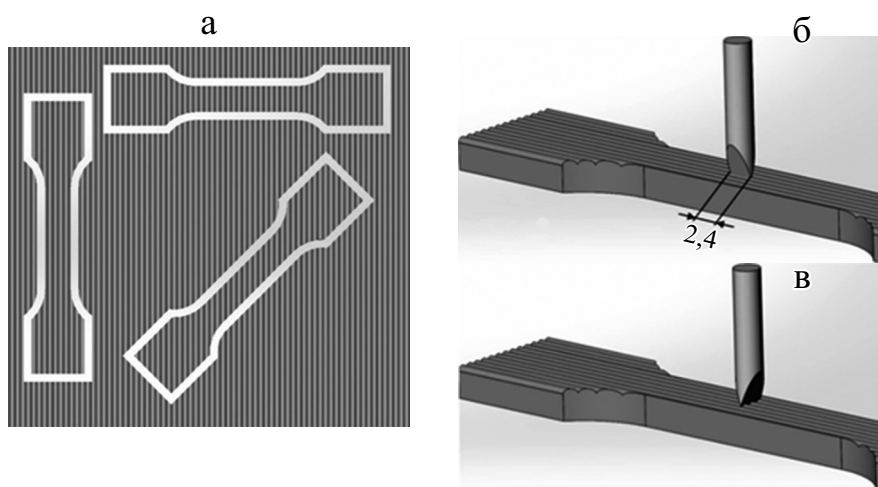


Рис. 5. Схематическое представление заготовки для изготовления стандартных образцов на растяжение (а) и схема нагружения образца клиновидным индентором вдоль (б) и поперек плоскости образца (е).

Табл. 3

Результаты измерения физико-механических характеристик образцов МДИ клиновидным индентором

| Номер образца | Продольное направление печати | | | | Печать под углом 45° | | | | Поперечное направление печати | | | |
|-------------------------|-------------------------------|-------------|--------------------------------|-------------|------------------------------|-------------|--------------------------------|-------------|-------------------------------|-------------|--------------------------------|-------------|
| | Клин вдоль плоскости образца | | Клин поперек плоскости образца | | Клин вдоль плоскости образца | | Клин поперек плоскости образца | | Клин вдоль плоскости образца | | Клин поперек плоскости образца | |
| | H_d , МПа | E_d , ГПа | H_d , МПа | E_d , ГПа | H_d , МПа | E_d , ГПа | H_d , МПа | E_d , ГПа | H_d , МПа | E_d , ГПа | H_d , МПа | E_d , ГПа |
| 1 | 195 | 1,55 | 194 | 1,46 | 159 | 0,87 | 154 | 0,96 | 130 | 0,75 | 129 | 0,78 |
| 2 | 183 | 1,40 | 193 | 1,42 | 161 | 0,93 | 155 | 0,91 | 133 | 0,81 | 135 | 0,81 |
| 3 | 194 | 1,53 | 189 | 1,38 | 158 | 0,86 | 156 | 0,9 | 131 | 0,79 | 134 | 0,83 |
| 4 | 186 | 1,38 | 193 | 1,45 | 160 | 0,94 | 159 | 0,94 | 134 | 0,8 | 138 | 0,85 |
| 5 | 187 | 1,51 | 191 | 1,39 | 164 | 0,97 | 166 | 0,93 | 135 | 0,81 | 133 | 0,8 |
| Среднее | 189 | 1,47 | 192 | 1,42 | 160 | 0,91 | 158 | 0,93 | 133 | 0,79 | 134 | 0,81 |
| Коэффициент вариации, % | 2,48 | 4,75 | 0,93 | 2,23 | 1,28 | 4,62 | 2,74 | 2,30 | 1,40 | 2,81 | 2,19 | 2,97 |

Такой подход оценки свойств материала достаточно трудоемок и в разы увеличивает его расход. Кроме того, это не решает задачу оперативной диагностики свойств готовых изделий, которые по конфигурации и габаритам могут значительно отличаться от испытываемых образцов-свидетелей. В этой связи было предложено провести ударное индентирование образцов каждого вида клиновидным индентором (массой 4 г, с углом при вершине $\varphi = 45^\circ$, шириной $b = 2,4$ мм) с предупредительной скоростью 3 м/с в продольном (см. рис. 5—б) и поперечном (см. рис. 5—в) направлениях относительно плоскости образца. Данная схема нагружения позволит не только выявить анизотропию исследуемого материала, но и дать численную оценку его физико-механических свойств.

В результате реализации описанной схемы нагружения клиновидным индентором были определены значения динамической твердости H_d и модуля упругости E_d образцов, приведенные в табл. 3.

Результаты исследований показали наличие связи динамической твердости H_d и модуля упругости E_d образцов, измеренных МДИ (см. табл. 3), со значениями прочности при растяжении σ_m и модуля упругости E_s (см. табл. 2), установленными в ходе стандартных разрушающих испытаний. В свою очередь можно говорить и о наличии чувствительности МДИ к изменению свойств материалов, полученных разными способами 3D-печати. В то же время результаты индентирования клином всех образцов (с продольным и поперечным направлением печати, а также печатью под углом 45°) вдоль плоскости образца не имеют существенного отличия

от полученных при поперечной ориентации клина. В отличие от данных табл. 2 это свидетельствует об отсутствии анизотропии их свойств и подтверждает ранее высказанное предположение о зависимости свойств материала только от способа печати.

Полученные результаты позволили перейти к следующему этапу исследований — установлению оптимальных параметров индентирования (формы и размера наконечника индентора, величины предупредительной энергии) и разработке методики контроля материалов и готовых изделий, полученных по FDM-технологии 3D-печати.

4. Определение оптимальных параметров нагружения

В силу того что предварительные результаты индентирования материалов показали отсутствие у них анизотропии, использование клиновидного индентора в дальнейших исследованиях представляется нецелесообразным. Кроме того, применение в измерительных приборах инденторов острой формы (например, клина, пирамиды Виккерса, пирамиды Берковича и т. д.) нежелательно ввиду их низкой износостойкости. Как правило, при разработке портативных приборов неразрушающего контроля предпочтение отдается бойкам со сферическими наконечниками. Такая форма индентора позволяет максимально корректно оценить интегральные свойства структурно неоднородного материала (в нашем случае полученного послойной печатью). В этой связи подбор параметров индентора, обеспечивающих наибольшую чувствительность при контроле изделий, напечатанных по разным направлениям, осуществлялся для бойков сферической формы.

Оценить чувствительность МДИ при контроле образцов, полученных разными способами печати, в зависимости от деформации материала предложено посредством внедрения сферического индентора диаметром 5 мм, массой 6,8 г с предупредительной скоростью 2,5; 3,0 и 3,5 м/с. Индентор с указанными массогабаритными параметрами использовали и при оценке влияния шероховатости контролируемой поверхности на результаты контроля МДИ, что показало наличие чувствительности метода к изменению качества поверхности образцов. Поэтому предположительно использование данного индентора будет эффективно и при контроле свойств изделий, полученных разными способами 3D-печати. Результаты индентирования представлены на графиках (рис. 6 и 7). Следует отметить, что установление связи динамической твердости со значениями предела прочности при растяжении σ_m носит частный характер, поскольку, как уже было отмечено ранее, при индентировании полимерного материала проявляется вязкоупругий характер деформации, обусловленный ударным приложением нагрузки.

Из данных рисунков видно, что при оценке как прочностных, так и упругих характеристик МДИ с использованием индентора диаметром 5 мм наибольшая чувствительность метода к изменению свойств мате-

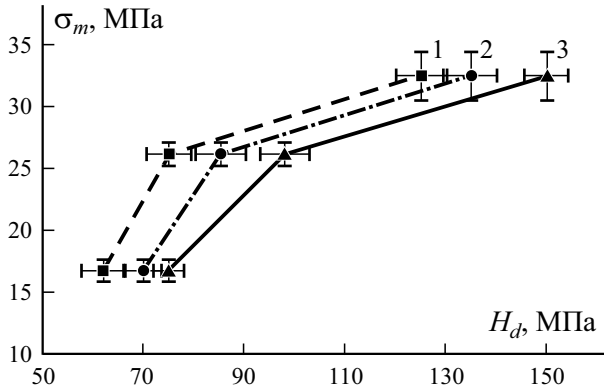


Рис. 6. Корреляционная зависимость предела прочности при растяжении σ_m от динамической твердости H_d , измеренной МДИ при нагружении образцов сферическим индентором диаметром 5 мм и скорости нагружения 2,5 (1); 3,0 (2); 3,5 м/с (3).

риалов образцов наблюдается при предупредной скорости 3,5 м/с. При таких параметрах нагружения чувствительность МДИ при измерении динамической твердости (рассчитанная как отношение $\Delta H_d / \Delta \sigma_{pm}$) поперечно напечатанных образцов и напечатанных под углом 45° (в диапазоне 16,67—26,16 МПа) равна примерно 2,45, а при контроле продольно напечатанных образцов и образцов, напечатанных под углом 45° (в диапазоне 26,16—32,48 МПа) — 8,23 (см. рис. 6). При этом регистрируемая МДИ относительная разность предела прочности при растяжении σ_m для продольно напечатанных образцов и полученных при поперечном направлении печати равна 94%, а динамической твердости — 103%.

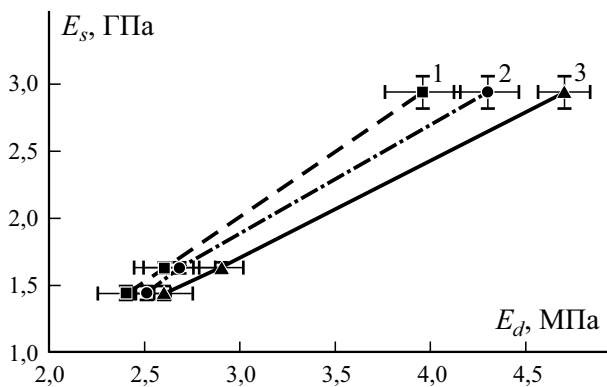


Рис. 7. Корреляционная зависимость модуля упругости при растяжении E_s от величины E_d , измеренной МДИ при нагружении образцов сферическим индентором диаметром 5 мм и скорости нагружения 2,5 (1); 3,0 (2); 3,5 м/с (3).

Аналогичный вывод можно сделать, проанализировав график для модуля упругости образцов с разным направлением печати (см. рис. 7). Здесь чувствительность МДИ (определяемая отношением $\Delta E_d / \Delta E_s$) в диапазоне 1,44—1,63 ГПа (что соответствует значениям, измеренным в ходе испытаний на растяжение образцов с поперечным направлением печати и под углом 45°) равна 1,58. В диапазоне изменения модуля упругости 1,63—2,94 ГПа (соответствующем данным, полученным на образцах с продольным направлением печати и под углом 45°) чувствительность МДИ равна примерно 1,37. При этом установленная в ходе разрушающих испытаний разность значений модуля упругости продольно и поперечно напечатанных образцов равна 104%, а установленная МДИ — 81%. Эти результаты подтверждают эффективность применения МДИ для контроля физико-механических характеристик материалов изделий, полученных путем аддитивного синтеза по FDM-технологии.

Для решения вопроса дальнейшего повышения чувствительности МДИ за счет изменения параметров нагружения была проведена оценка тенденции регистрируемых изменений величин H_d и E_d в зависимости от предударной скорости (см. рис. 6 и 7). Анализ показал, что чувствительность МДИ в рамках данного исследования можно повысить, обеспечив большую деформацию материала. В случае внедрения используемого индентора (диаметром 5 мм, массой 6,8 г) с предударной скоростью 3,5 м/с деформация была равна приблизительно 0,362 для образцов с продольным направлением печати; 0,403 — для образцов, напечатанных под углом 45° , и 0,416 — для образцов с поперечной печатью. Наиболее простыми и очевидными способами увеличения деформации является увеличение предударной энергии или использование индентора с меньшим диаметром сферического наконечника.

Результаты предварительных исследований по индентированию образцов сферическим индентором диаметром 1,58 мм, массой 6,5 г и предударной скоростью 2,5 м/с показали, что в данном случае деформация материала равна приблизительно 0,710—0,770, что превосходит предыдущие показатели примерно вдвое. Поэтому было принято решение дальнейшие экспериментальные исследования проводить, используя индентор с такими массогабаритными характеристиками. Результаты индентирования образцов представлены на рис. 8 и 9.

Из данных рис. 8 видно, что при нагружении индентором диаметром 1,58 мм со скоростью 3,0 и 3,5 м/с чувствительность МДИ к изменению прочностных свойств в диапазоне 16,76—26,16 МПа примерно одинаковая и равна 2,10, а в диапазоне 26,16—32,48 МПа — 9,83. При этом регистрируемое МДИ относительное изменение динамической твердости H_d для продольно и поперечно напечатанных образцов равно 83% наряду с указанными ранее 94% для измеренного предела прочности при растяжении σ_m .

Аналогичный вывод можно сделать и при анализе данных по модулю упругости (см. рис. 9). Примерно равную чувствительность к изменению

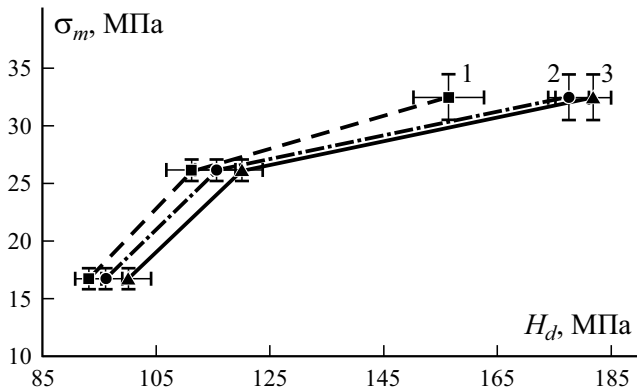


Рис. 8. Корреляционная зависимость предела прочности при растяжении σ_m от величины H_d , измеренной МДИ при нагружении образцов сферическим индентором диаметром 1,58 мм и скорости нагружения 2,5 (1); 3,0 (2); 3,5 м/с (3).

упругих свойств образцов, выполненных разными способами печати, МДИ показал при скорости нагружения как 3,0, так и 3,5 м/с. Для данных скоростей в диапазоне изменения модуля упругости E_s 1,44—1,63 ГПа чувствительность метода приблизительно равна 1,33, а в диапазоне 1,63—2,94 ГПа — 1,01. При этом регистрируемое МДИ различие свойств поперечно и продольно напечатанных образцов приблизительно 50%.

Таким образом, проанализировав полученные экспериментальные данные, можно сделать вывод о том, что для получения в одном измерительном цикле численной оценки упругих и прочностных характеристик материалов во всем диапазоне изменения величины σ_m (16,76—32,48 МПа)

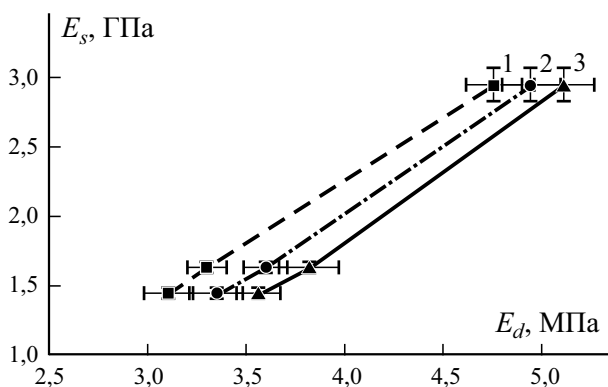


Рис. 9. Корреляционная зависимость модуля упругости при растяжении E_s от величины E_d , измеренной МДИ при нагружении сферическим индентором диаметром 1,58 мм и скорости нагружения 2,5 (1); 3,0 (2); 3,5 м/с (3).

оптимальным является использование сферического индентора диаметром 5 мм, массой 6,8 г с предупредительной скоростью 3,5 м/с (либо с предупредительной энергией ~ 42 мДж). При необходимости же измерения только прочностных свойств материала в диапазоне изменения предела прочности 26,16—32,48 МПа предпочтительным является использование индентора со сферическим наконечником диаметром 1,58 мм, массой 6,5 г, а скорость ударного импульса должна быть равной 3,5 м/с, что соответствует энергии удара 40 мДж.

Заключение

На этапе предварительных исследований предложена схема динамического нагружения клиновидным индентором (массой 4 г, с углом при вершине $\varphi = 45^\circ$, шириной $b = 2,4$ мм) образцов из угленаполненного SAN-пластика, изготовленных по FDM-технологии путем 3D-печати по трем направлениям относительно плоскости платформы: продольном, поперечном и под углом 45° . Данная схема является альтернативой стандартным разрушающим испытаниям и позволяет получить более достоверные данные о свойствах контролируемого материала без необходимости изготовления специальных образцов-свидетелей, что существенно повышает оперативность контроля и снижает трудоемкость и расход материала при испытаниях.

Проведенные исследования позволили оценить степень влияния шероховатости поверхности изделий из угленаполненного SAN-пластика, полученных путем аддитивного синтеза по FDM-технологии, на результаты измерения физико-механических характеристик материала МДИ. Показано, что шероховатость необработанной поверхности образцов около $3,2\text{—}3,6$ Ra, что является источником случайной и систематической погрешности, и при измерении физико-механических характеристик МДИ вносит погрешность вплоть до 16%. Исходное качество поверхности образцов приводит также к увеличению коэффициента вариации серии измерений в среднем до 11%. При обработке поверхности до показателей шероховатости $2,0\text{—}2,2$ Ra коэффициент вариации снижается примерно до 3%. Также в результате шлифовки абсолютное значение твердости, усредненное по пяти образцам, увеличилось примерно на 9%, а модуль упругости — на 2%.

Экспериментальные исследования по индентированию материалов показали, что для измерения твердости и модуля упругости изделий, полученных по FDM-технологии, оптимальным является использование индентора со сферическим наконечником диаметром 5 мм, а нагружение следует проводить с предупредительной энергией, равной 42 мДж. При необходимости контроля только прочностных характеристик материала в диапазоне изменения предела прочности 26,16—32,48 МПа предпочтительно использовать сферический индентор диаметром 1,58 мм, а ударное нагружение реализовать с энергией, равной 40 мДж.

Работа выполнена в рамках Национальной программы стипендий для молодых ученых при финансовой поддержке Всемирной федерации ученых (World Federation of Scientists National Scholarship Programme).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Panpan W. et al.* Piecewise linear deformation characteristics and a contact model for elastic-plastic indentation considering indenter elasticity // *Tribology Int.* — 2021. — Vol. 162. — P. 107 — 114.
2. *Cheng Y.-T., Cheng C.-M.* Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation // *Appl. Phys. Lett.* — 1998. — Vol. 73, No. 5. — P. 614 — 616.
3. *Nishimori F. et al.* Characterization of the surface degraded layer of polymers using an indentation method // *Mater. Today Communications.* — 2021. — Vol. 26. — P. 101873.
4. *Zhao Z. et al.* Indentation experiments and simulations of nonuniformly photo-crosslinked polymers in 3D printed structures // *Additive Manufacturing.* — 2020. — Vol. 35. — P. 101420.
5. *Idury S. et al.* Room temperature dynamic indentation response of partially crystallized Zr—Cu metallic glass // *J. Alloys Compounds.* — 2020. — Vol. 834. — P. 155161.
6. *Lee A., Komvopoulos K.* Dynamic spherical indentation of strain hardening materials with and without strain rate dependent deformation behavior // *Mech. Mater.* — 2019. — Vol. 133. — P. 128 — 137.
7. *Noroozi M., Zajkani A., Ghadiri M.* Dynamic plastic impact behavior of CNTs/fiber/polymer multiscale laminated composite doubly curved shells // *Int. J. Mech. Sci.* — 2021. — Vol. 195. — P. 106223.
8. *Xiaosheng L.* The mechanical response characteristics of sapphire under dynamic and quasi-static indentation loading // *Ceramics Int.* — 2018. — Vol. 44, No. 13. — P. 15208—15218.
9. *Lee A., Komvopoulos K.* Dynamic spherical indentation of elastic-plastic solids // *Int. J. Solids Struct.* — 2018. — Vol. 146, No. 1. — P. 180—191.
10. *Крень А. П., Делендик М. Н., Протасеня Т. А., Кинжагулов И. Ю.* Применение метода ударного микроиндентирования для оценки механических характеристик и дефектности структуры углеродных материалов и изделий // *Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук.* — 2018. — Т. 63, № 4. — С 469—477.
11. *Abraham A. C. et al.* Microstructural and compositional contributions towards the mechanical behavior of aging human bone measured by cyclic and impact reference point indentation // *Bone.* — 2016. — Vol. 87. — P. 37—43.
12. *Lei Z. et al.* *In vivo* measurement of the anisotropic mechanical properties of human skin by indentation test // *Mech. Mater.* — 2021. — Vol. 158. — P. 103851.
13. *Крень А. П., Протасеня Т. А., Рудницкий В. А.* Повышение информативности контроля анизотропных углеродных материалов методом низкоскоростного ударного индентирования // *Материалы. Технологии. Инструменты.* — 2014. — Т. 19, № 3. — С. 88—94.
14. *Kren A. P., Pratasenia T. A., Arnautov A. K., Rudnitskii V. A.* Complex of devices for determining the physical and mechanical properties of the carbon materials used in the rocket and space technology by the impact indentation method // *Mech. Compos. Mater.* — 2015. — Vol. 51, No. 2. — P. 323—328.
15. ISO 527-2:2012 *Plastics. Determination of Tensile Properties. Part 2. Test Conditions for Moulding and Extrusion Plastics.* — Edition 15.02.2012. — 18 p.

16. *Kren A. P., Pratasenia T. A.* Determination of the physic and mechanical characteristics of isotropic pyrolytic graphite by dynamic indentation method // Russian J. Nondestructive Testing. — 2014. — Vol. 50, No. 7. — P. 419—425.

17. ISO 527-1:2012 Plastics. Determination of Tensile Properties. Part 1. General Principles. — Edition 15.02.2012. — 23 p.

Поступила в редакцию 28.06.2021

Окончательный вариант поступил 04.11.2021

Received June 28, 2021 (Nov. 4, 2021)
