

CORELAREA MODELELOR ANALITICE CU REZULTATELE EXPERIMENTALE OBȚINUTE ÎN CAZUL COMPOZITULUI DE TIPUL NI-P/SiC

Minodora Pasăre, *Universitatea
“Constantin BRÂNCUȘI”, Tg-Jiu,
Romania*

ABSTRACT: In this paper is about the Buckle, Jönsson, Hogmark, Chicot and Lesage analytic models for determining the deposit Ni-P/SiC hardness. The analytic models obtained by theoretical means, by applying the corresponding formulas to each model have been compared to the experimental results obtained at hardness and nano hardness tests.

KEY WORDS: modele analitice, teste de duritate, acoperiri compozite.

1. INTRODUCERE

Diferiți autori au propus câteva modele analitice pentru a determina duritatea depozitului plecând de la testele de duritate. În prezentarea de modele, ne-am folosit de următoarele notații: He-duritatea măsurată a compozitului; Hf-duritatea a filmului; Hs-duritatea substratului; e-grosimea filmului; δ -adâncimea de creștere. substrate; e-thickness of the film; δ -depth increment.

1.1. Modele analitice

1.1.1. Modelul lui Buckle

Primul model propus de Buckle [1], ia în considerare un material a cărui duritate variază în funcție de distanța până la suprafață, modelul fiind bazat pe legile suprafețelor amestecate. Buckle consideră o diviziune arbitrară a materialului realizat în 12 straturi de grosime egală cu adâncimea de penetrare, D, a diamantului în material. Stratul i, este implicat în duritatea tuturor straturilor și ponderat cu un factor p_i , care

CORRELATION OF ANALYTICAL MODELS WITH EXPERIMENTAL RESULTS MEASURED ON A COMPOSITE NI-P/SiC TYPE

Minodora Pasăre, *“Constantin
BRÂNCUȘI” University, Tg-Jiu,
Romania*

ABSTRACT: In this paper is about the Buckle, Jönsson, Hogmark, Chicot and Lesage analytic models for determining the deposit Ni-P/SiC hardness. The analytic models obtained by theoretical means, by applying the corresponding formulas to each model have been compared to the experimental results obtained at hardness and nano hardness tests.

KEY WORDS: analytic models, hardness tests, composite coatings

1. INTRODUCTION

Different authors have been proposed a few analytic models to determine the hardness of the deposit Ni-P/SiC leaving from tests of hardness. In the presentation of models, we have used: He-measured hardness of the composite; Hf-hardness of the film; Hs-hardness of the substrate; e-thickness of the film; δ -depth increment.

1.1. Analytic models

1.1.1. Model of Buckle

The first model proposed by Buckle [1], considers a material whose hardness varies with the distance to the surface, the model is based on the mixing law areas. Buckle considers an arbitrary division of the material indented by 12 layers of equal thickness to the penetration depth, D, diamond in the material. Layer i, is involved in the hardness of all by his own hardness, H_i , and weighted by a factor of p_i , which depends on the distance of the layer on the surface, p_i is

depinde de distanța stratului față de suprafața materialului, p_i fiind independent de material (Figura 1):

independent of material (Figure 1):

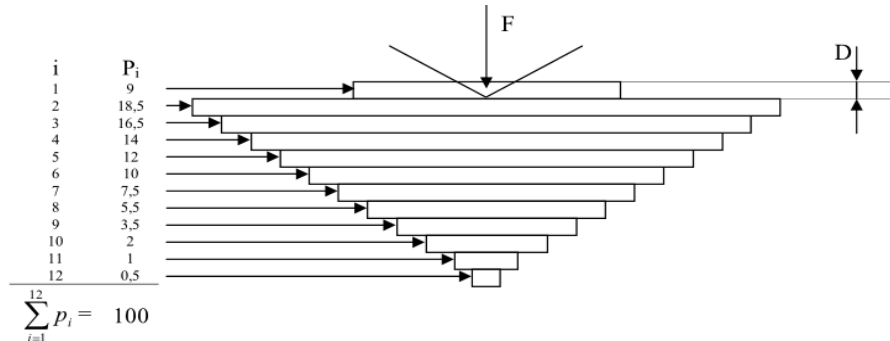


Figura 1: Distribuția empirică a ponderilor în substraturile zonei influențate de amprenta modelului studiat de Buckle [2]

Figure 1: The empirical distribution of the weights in the sub-layers of the zone of influence of a footprint from Buckle [2]

Duritatea compozitului, H_c , se obține din formula:

The hardness of the composite, H_c , is obtained from the formula:

$$H_c = \frac{\sum_{i=1}^{12} H_i p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} \quad \text{cu} \quad \sum_{i=1}^{12} p_i \neq 0 \quad (1)$$

$$H_c = \frac{\sum_{i=1}^{12} H_i p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} \quad \text{with} \quad \sum_{i=1}^{12} p_i \neq 0 \quad (1)$$

H_i , p_i -respectiv duritatea și coeficientul de echilibrare a stratului i . În cazul în care depozitul este omogen și depus tot H_f pe un substrat omogen, cu aceeași duritate H_s , expresia de mai sus se simplifică și devine:

H_i , p_i -respectively the hardness and the coefficient of balancing of the layer i . If the deposit is homogeneous the coating H_f on a substrate homogeneous, too with hardness H_s , the expression above simplifies and gives:

$$H_c = aH_f + bH_s, \quad \text{with} \quad a + b = 1 \quad (2)$$

$$\text{sau: } H_c = H_s + a(H_f - H_s) \quad (3)$$

$$H_c = aH_f + bH_s, \quad \text{with} \quad a + b = 1 \quad (2)$$

$$\text{or again: } H_c = H_s + a(H_f - H_s) \quad (3)$$

a - factor de influență a stratului în care s-a măsurat duritatea;
 b - un număr întreg mai mic decât 12.

a - the factor of influence of the layer on the hardness measured;
 b - un număr întreg inferior lui 12.

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n p_i}{100} \quad a = \frac{\sum_{i=1}^n p_i}{100} \quad \text{cu} \quad n = \frac{e}{D} \quad (4)$$

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n p_i}{100} \quad a = \frac{\sum_{i=1}^n p_i}{100} \quad \text{with} \quad n = \frac{e}{D} \quad (4)$$

unde

- n este numărul de serie al ultimului strat care este considerat ipotetic în înveliș (n este un întreg mai mic de 12),
- adâncimea de penetrare D,
- grosimea stratului e.

Astfel, dacă a = 1, înseamnă că substratul nu are nici o influență asupra măsurării și invers, dacă a = 0, el are influență. Pentru un e/D = 10 (cazul unei adâncimi de penetrare egală cu o zecime din cea a filmului), duritatea măsurată este dată de expresia $H_c = 0,015H_s + 0,985H_f$. Această expresie permite să se evidențieze că influența substratului este minimă, iar duritatea măsurată este similară cu cea a filmului.

Acest lucru corespunde regulii empiric justificată de către Buckle ca fiind "regula a zecea", care măsoara doar o duritate intrinsecă a unui depozit în cazul în care adâncimea de indentare este mai mică de o zecime din grosimea depozitului.

Handicapul principal al acestui model este faptul că coeficienții de echilibrare "p_i" sunt stabiliți empiric. Acest model pare să fie verificat pentru condiții de testare apropiate de cele care au servit la stabilirea coeficienților de echilibrare.

1.1.2. Modelul Jönsson și Hogmark

Cei doi autori [3] propun o lege a ariilor amestecate pentru a descrie duritatea măsurată H_c:

$$H_c = \frac{H_f A_f}{A} + \frac{H_s A_s}{A}$$

(5)

cu:

$$\frac{A_f}{A} = 2C \left(\frac{e}{\delta} \right) - C_2 \left(\frac{e}{\delta} \right)^2 \quad (6)$$

sau:

were:

- n is the serial number of the last layer that is still hypothetical in the coating (n is an integer less than 12),
- the penetration depth D,
- the film thickness e.

Thus if a = 1 means that the substrate has no influence on the measurement and vice versa if a = 0. For an e/D = 10 (so in the case of a penetration depth equal to one tenth of that of the film), the measured hardness is written $H_c = 0,015 H_s + 0,985 H_f$.

This expression allows to highlight the influence of the substrate is minimal, and the measured hardness is similar to that of the film. This corresponds to the empirical rule justified by Buckle as the "tenth rule" that one measures only the intrinsic hardness of a deposit if the depth of the indentation is less than one tenth of the thickness of the deposit. The main handicap of this model is that coefficients of balancing "p_i" are established empirically. This model seems to be verified for close test conditions to those that have served to the determination of balancing coefficients; it is to tell for test of indentation Vickers on hard deposits.

1.1.2. Model of Jönsson and Hogmark

They proposing [3] a law of mix area to describe the hardness measured H_c:

$$H_c = \frac{H_f A_f}{A} + \frac{H_s A_s}{A}$$

(5)

with:

$$\frac{A_f}{A} = 2C \left(\frac{e}{\delta} \right) - C_2 \left(\frac{e}{\delta} \right)^2 \quad (6)$$

or again:

$$H_f = \frac{H_s + (H_c + H_s)}{2C \left(\frac{e}{\delta}\right) - C_2 \left(\frac{e}{\delta}\right)^2} \quad (7)$$

$$H_f = \frac{H_s + (H_c + H_s)}{2C \left(\frac{e}{\delta}\right) - C_2 \left(\frac{e}{\delta}\right)^2} \quad (7)$$

A_f și A_s sunt arii pe care se concentrează presiunea H_c și H_s . A este suprafața totală a amprentei și C o constantă (figura 2).

A_f and A_s have been respectively areas on which concentrate respectively pressure H_c and H_s . A is the total area of the imprint and C a constant (figure 2).

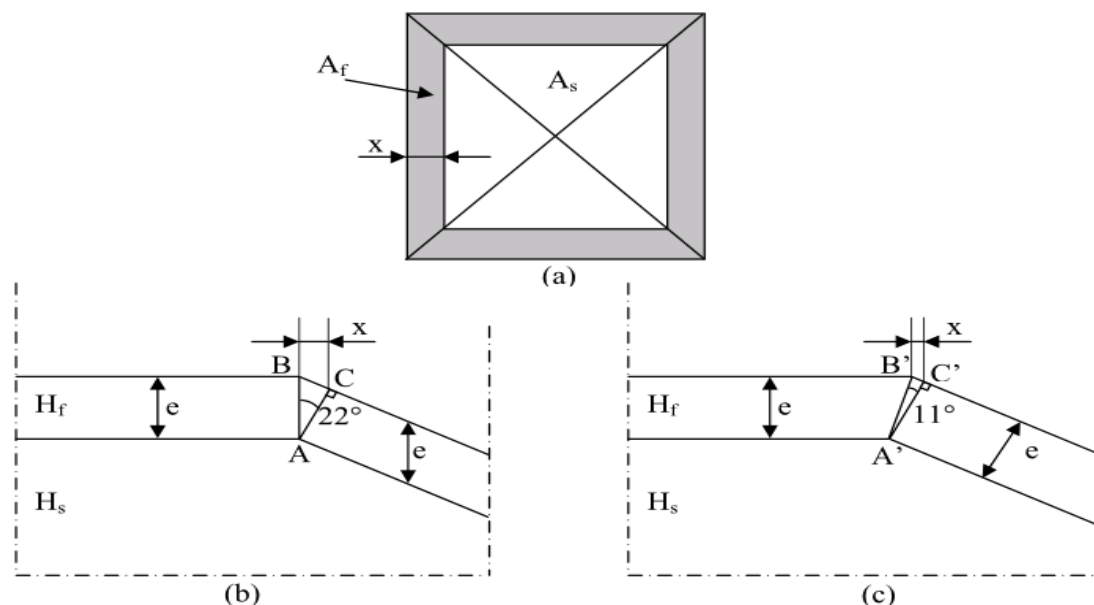


Figura 2: Modelul Jönsson și Hogmark [3]

- (a) zonele supuse fenomenului de indentare atât în film (A_f) cât și în substratul (A_s),
- (b) deformarea plastică a filmului care permite forma amprentei (constanta $C_1 = 2\sin^2 22^\circ$),
- (c) rupura filmului (constanta $C_2 = 2\sin^2 11^\circ$)

Figure 2: Geometric model of Jönsson and Hogmark [3]

- (a) areas indented in the film (A_f) and the substrate (A_s), (b) plastic deformation of the film that follows the shape of the footprint (constant $C_1 = 2\sin^2 22^\circ$),
- (c) rupture of the film (constant $C_2 = 2\sin^2 11^\circ$)

Potrivit acestora, stratul se deformează sub amprentă fără a se subția și puterea disipată de modul de deformare este localizată pe flancurile amprentei. În funcție de modul de deformare a depozitelor în funcție de încărcare, se disting două posibilități de calcul al constantei C .

-primul caz: depozitul se deformează plastic și ia forma penetratorului: $C_1 = \sin^2 22^\circ$

-al doilea caz: depozitul fisurează: $C_2 = 2\sin^2 11^\circ$

Acești autori au găsit o corelare între rezultatele experimentale și valorile date de model pentru valorile raportului e/D între 2 și

According to them, the layer deforms under the imprint without thinning and the power dissipated by the mode of deformation is localized on flanks of the imprint. In function of the mode of deformation of the deposit under cost, one distinguishes two possibilities for the calculation of C .

-1st case: the deposit deforms plastic and takes the form of imprinter: $C_1 = \sin^2 22^\circ$

-2nd case: the deposit fissures: $C_2 = 2\sin^2 11^\circ$.

These authors find a good agreement between experimental results and values given by the model for values of the report e/D understood

3. De fapt, este necesar să se ia în considerare două cazuri. Pentru un raport între 1,8 și 2,3, primul model este mai bine adaptat în timp ce, al doilea model, este mai adecvat pentru un raport între 6,3 și 12,9. Acest lucru implică faptul că modelul este valabil pentru rapoarte e/D ridicate.

1.1.3 Modelul lui Chicot și Lesage

Acest model [4] se bazează pe volumul deformat plastic în film și substrat sub acțiunea indentorului. Această abordare consideră că zonele plastic deformate în substrat și în stratul de acoperire sunt modificate, de la ceea ce au fost, într-un material omogen și combinate în conformitate cu o lege a amestecurilor în serie (figura 3).

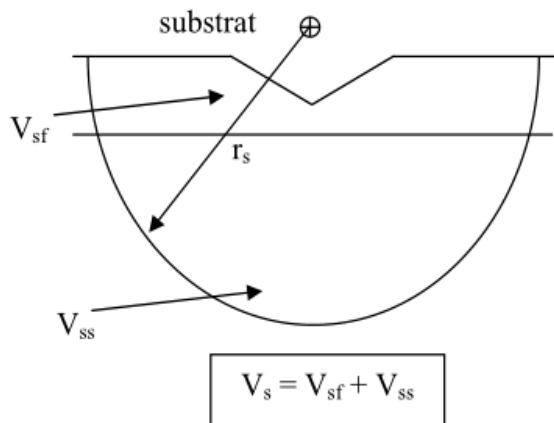


Figura 3: Reprezentarea geometrică și legea de conectare în serie a modelului Chicot-Lesage [5]

Duritatea măsurată a "compozitului" are expresia:

$$H_c = \alpha_1 \left(\frac{V_{FF}}{V_F} + \frac{V_{SF}}{V_S} \right) H_f + \alpha_2 \left(\frac{V_{FS}}{V_F} + \frac{V_{SS}}{V_S} \right) H_s \quad (8)$$

unde: α_1 and α_2 sunt doi coeficienți egali cu $\frac{1}{2}$.

The total volume of the zone deformed by the indentation is equal to:

between 2 and 3. In fact, it is necessary to consider two cases. For a report understood between 1,8 and 2,3, the first model is the better adapted while the second model is the more appropriate for a report understood between 6,3 and 12,9. This implies that the model is valid for a reports e/δ raised.

1.1.3 Model of Chicot and Lesage

This model [4] is based on the volume plastically deformed in the film and the substrate under the indenter. This approach considers that the plastically deformed zones in the substrate and the coating are changed from what they would in a homogeneous material and combine according to a law of mixtures in series (Figure 3).

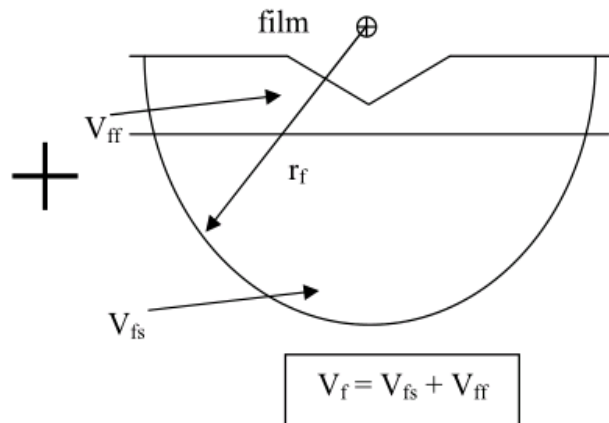


Figure 3: Geometric representation and law of series connection of the model of Chicot- Lesage [5]

The measured hardness of the “composite” has the expression:

$$H_c = \alpha_1 \left(\frac{V_{FF}}{V_F} + \frac{V_{SF}}{V_S} \right) H_f + \alpha_2 \left(\frac{V_{FS}}{V_F} + \frac{V_{SS}}{V_S} \right) H_s \quad (8)$$

where: α_1 and α_2 are two equal coefficients of $\frac{1}{2}$.

The total volume of the zone deformed by the indentation is equal to:

$$V_i = \frac{2}{3} \pi r_i^3 \quad (9)$$

$$V_{iF} = \pi e \left(r_i^2 - \frac{e^2}{3} \right)$$

(10)

Luând expresia legii lui Lawn obținem:

$$H_C = H_S + \frac{1}{2} \left\{ 3 \operatorname{tg} \frac{1}{3} \xi \frac{e}{d} \left[\left(\frac{H_F}{E_f} \right) \frac{1}{2} + \left(\frac{H_S}{E_s} \right) \frac{1}{2} \right] \right\} (H_F - H_S)$$

(11)

2. PARTEA EXPERIMENTALĂ

În acest aliniat verificăm, prin integrarea rezultatelor experimentale, pertința modelului analitic prezentat în bibliografie. Aceste modele permit determinarea durității depozitului în cadrul testelor efectuate. Modulul lui Young utilizat în modele este cel dat de testele de nano indentație. Rezultatele obținute cu modelul lui Chico-Lesage nu vor fi prezentate deoarece acestea diferă în totalitate având în vedere că materialul nu se găsește în condițiile care au fost stabilite inițial. Într-adevăr, una din ipotezele de plecare al acestui model presupune că are o continuitate de deformare între acoperire și substrat. Testele au fost făcute pentru fiecare serie, constând din patru compozite Ni-P/SiC. Materialele compozite au fost obținute din electrolit în cazul în care conținutul de acid fosforic a variat iar conținutul de carbură de siliciu a rămas constant. În tabelul 1 sunt prezentate rezultatele obținute din aplicarea modelelor analitice amintite mai sus.

$$V_i = \frac{2}{3} \pi r_i^3 \quad (9)$$

with r_i laughed ray the volume deforms in the film is equal to:

$$V_{iF} = \pi e \left(r_i^2 - \frac{e^2}{3} \right) \quad (10)$$

by taking the relationship of Lawn already quoted, one obtains:

$$H_C = H_S + \frac{1}{2} \left\{ 3 \operatorname{tg} \frac{1}{3} \xi \frac{e}{d} \left[\left(\frac{H_F}{E_f} \right) \frac{1}{2} + \left(\frac{H_S}{E_s} \right) \frac{1}{2} \right] \right\} (H_F - H_S)$$

(11)

2. THE EXPERIMENTAL PART

In this paragraph, we verify by integrating there our experimental results of the analytic model pertinence presented in the bibliography. These models allow determining the intrinsic deposit hardness from tests of hardness. The module of Young used in models is that given by tests of nano indentation. Results obtained with the model of Chico-Lesage will not be presented because it diverges totally considering that one is not found in conditions with which it has been established. Indeed, one of the hypotheses of departure of this model supposes that one has a continuity of the deformation between the coating and the substrate.

Tests have been made for the series each consisting of four Ni-P/SiC composites. The composite materials were obtained from the electrolyte where varied content of phosphoric acid and containing SiC particles remained constant. In table 1 are given the results obtained from applying analytical models.

Tabelul 1. Valori obținute prin aplicarea modelelor analitice studiate/
Table 1. Values obtained by models on deposits

Depozit	Forță/Duritate	Modelul lui Buckle (HV)	Modelul lui Jönsson și Hogmark (HV)	
			Hf ₁	Hf ₂
P0S40	25/205,5	199,9	278,4	398,3
	50/203	207	344,4	537,3
	300/198	265,3	719,8	1278,6
	500/117	144,1	308,72	507,2
P5S40	25/413	403,3	55,2	1176,5
	50/430	428,5	-164	508
	300/402	492	402,6	509
	500/321	430	338,4	465,6
P20S40	25/437	397	-73	483,2
	50/429	408,1	-937	433
	300/418	425,8	423,2	592,7
	500/400	455,2	394,3	553,5

Studiind valorile din tabelul 1, se observă că aceste modele nu se pot aplica după o regulă anume, astfel că modelul lui Buckle se aplică pentru P0S40 (la 25g, 50g și 500g), P5S40 (la 25g și 50g) și P20S40 (50g, 300g). Modelul Jonsson și Hogmark, Hf₁- fără fisuri, funcționează pentru P5S40 (la 300g și 500g) și pentru P20S40 (la 300g și 500g). Modelul Jonsson și Hogmark, Hf₂-cu fisuri, funcționează doar pentru P20S40 (la 50g). Valorile negative rezultate arată faptul că au existat erori fie în procesul de citire, fie erori apărute la aparatele utilizate.

3. CONCLUZII

Corelarea rezultatelor experimentale cu cele teoretice arată faptul că unele modele analitice pot fi aplicate la compozitele Ni-P/SiC, obținute din electrolit cu conținut variabil de H₃PO₃, iar altele nu. Acest aspect arată că unele dintre modelele prezentate sunt doar teoretice și nu pot fi aplicate practic pentru compozite. Totodată, neaplicarea lor poate să apară și datorită erorilor (de citire sau ale aparatelor). Modelul lui Buckle se poate aplica, în general pentru sarcini mici, iar modelul Jonsson- Hogmark se poate aplica, în general pentru sarcini mai mari.

Studying the values in Table 1, we see that these models may not apply after a certain rule, so that his model applies to P0S40 Buckle (from 25g, 50g and 500g), P5S40 (25g and 50g on) and P20S40 (50g, 300g). The Jonsson and Hogmark, Hf₁-no cracks, work for P5S40 (at 300g and 500g) and P20S40 (300g and 500g in). The Jonsson and Hogmark, Hf₂-with crack, works only for P20S40 (to 50g). Negative results show that there were errors in the reading either or errors occurring in the devices used.

3. CONCLUSION

Correlation of experimental results with theoretical models shows that can be applied to analytical Ni-P/SiC composites produced from electrolyte containing H₃PO₃ variable, and others not. This shows that some of the models presented are only theoretical and cannot be applied for the composites. However, their failure can occur due to errors (from reading or from the apparatus).Buckle's model can be applied generally for small loads, and model-Hogmark Jonsson can be applied generally for larger loads.

BIBLIOGRAFIE

- [7] Buckle H., Publications Scientifiques et Techniques de Ministere de l’Air, p.38-47; 1984.
- [8] Buckle H., Use of the hardness test to determine other material properties, in: Science of hardness testing and its research applications, Edited by J.H.Westbrook and Conrad Metals Park, Ohio, pp.453-491, 1971.
- [3] Chicot, D., Lesage, V., Materiaux et Techniques, 10-12, p.19-23, 1994.
- [4] Etcheverry B., These, l’Institut national Polytechnique de Toulouse, 2006.
- [5] Jonson B., Hogmark S., Hardness measurements of thin films, Thin Solid Films, volume 114, , pp.257-269, 1984.
- [6] Lesage, J., Chicot, Vers une optimisation des modèles de dureté de films minces, La Revue de Métallurgie, (1999), pp.1121-1130.
- [7] Pasăre M., Referat doctorat, ENIT, France, 2002.

REFERENCES

- [9] Buckle H., Publications Scientifiques et Techniques de Ministere de l’Air, p.38-47; 1984.
- [10] Buckle H., Use of the hardness test to determine other material properties, in: Science of hardness testing and its research applications, Edited by J.H.Westbrook and Conrad Metals Park, Ohio, pp.453-491, 1971.
- [3] Chicot, D., Lesage, V., Materiaux et Techniques, 10-12, p.19-23, 1994.
- [4] Etcheverry B., These, l’Institut national Polytechnique de Toulouse, 2006.
- [5] Jonson B., Hogmark S., Hardness measurements of thin films, Thin Solid Films, volume 114, , pp.257-269, 1984.
- [6] Lesage, J., Chicot, Vers une optimisation des modèles de dureté de films minces, La Revue de Métallurgie, (1999), pp.1121-1130.