УДК 620.178.14:191.4(045)

## Оценка структурно-деформационной неоднородности тонкого поверхностного слоя материалов методом царапания

## С. Р. Игнатович, И. М. Закиев, Д. И. Борисов

Национальный авиационный университет, Киев, Украина

Структурно-деформационная неоднородность поверхностного слоя оценивается методом царапания с регистрацией изменения тангенциальной силы сопротивления движению индентора. При глубинах внедрения индентора Виккерса, соизмеримых с показателями шероховатости поверхности, определяется функция, описывающая неоднородность структурнодеформационных свойств материала вдоль трассы сканирования без влияния рельефа поверхности.

*Ключевые слова*: тестирование царапанием, поверхность, шероховатость, неоднородность структурно-деформационных свойств, индентор Виккерса.

Введение. Задачи диагностики и контроля несущей способности конструкций, оценки их остаточного ресурса не могут иметь адекватных решений без учета явлений деструкции материалов (структурной повреждаемости), протекающих на микроструктурном размерном уровне. Поскольку современные конструкционные материалы объективно структурно неоднородны (кристаллическая структура металлов, полифазность композитов, наличие примесей и добавок в сплавах, технологические факторы литья и обработки), необходимо определиться, насколько физически локальны структурные повреждения и в каких масштабах они локализуются.

В процессе эксплуатации структурная неоднородность эволюционирует в результате временных процессов старения (диффузия легирующих элементов и рекристаллизация при повышенных температурах, окислительные процессы и т.п.), что приводит к формированию "слабых звеньев" структуры – локальных объемов со значительно заниженными показателями прочности.

Существенный фактор эксплуатационной поврежденности многих конструкционных материалов, особенно при воздействии циклических нагрузок – деформационная неоднородность, обусловленная неравномерным по объему формированием локальных дислокационных групп (ансамблей), в которых концентрируется значительная упругая энергия и которые являются мощным источником внутренних напряжений [1]. Неоднородность микропластической деформации самым непосредственным образом связана с неоднородностью структуры конструкционных материалов [2]. Границы зерен, включения вторичной фазы и др., будучи эффективными препятствиями движению дислокаций, способствуют формированию очагов незавершенного сдвига и созданию локальных концентраторов внутренних напряжений – энергетических барьеров для подвижных дислокаций (эффект упрочнения). С учетом радиуса действия внутренних напряжений r энергетические барьеры делятся на крупно- ( $r_1 \ge 1$  мкм), средне- ( $r_2 \le \rho_D^{-0.5}$ ) и мелкомасштабные ( $r_3 = (1...5)a$ ), где  $\rho_D$  – плотность дислокаций; a – постоянная кристаллической решетки (рис. 1) [3].

© С. Р. ИГНАТОВИЧ, И. М. ЗАКИЕВ, Д. И. БОРИСОВ, 2008 70 ISSN 0556-171Х. Проблемы прочности, 2008, № 3



Рис. 1. Схема масштабности действия внутренних напряжений от дислокационных ансамблей:  $r_1$ ,  $r_2$ ,  $r_3$  – соответственно крупно-, средне- и мелкомасштабные.

Известно, что локальные процессы поврежденности материалов, связанные с формированием и эволюцией дислокационной структуры, разрыхлением и разрушением, интенсифицируются в поверхностном слое [4, 5]. Это интегрально проявляется в изменении со временем усредненных по объему значений физико-механических характеристик материалов, которые регистрируются различными физическими методами [6]: экзоэлектронной эмиссии; позитронной аннигиляции; измерением внутреннего трения и удельного остаточного сопротивления и т.п. Количественная оценка структурно-деформационной неоднородности поверхностного слоя может проводиться методом измерения микропластических деформаций с нанесением на поверхности реперных рядов [2]. Данный метод эффективен при лабораторных исследованиях, однако его практическое использование проблематично.

Для проведения контроля состояния поверхностного слоя конструкционных материалов по критериям структурно-деформационной неоднородности весьма информативным является деформационно-спектральный метод (ДСМ) [7]. Метод получил развитие при трибологической идентификации – сканировании поверхности внедренным индентором и определении по изменению силы сопротивления царапанию статистических связей между структурой поверхностного слоя, процессами контактного взаимодействия и характеристиками трения [8]. Использование ДСМ для диагностирования поверхностного слоя дсталей при контактных взаимодействиях и влиянии других повреждающих факторах предопределяет наличие специальных аппаратурных средств.

Современный этап развития методов локального и сканирующего индентирования характеризуется разработкой и использованием нового поколения приборов – наноиндентомеров (нанотестеры), обладающих высокой разрешающей способностью регистрации глубины внедрения индентора (0,1...1 нм) при сверхмалых нагрузках [9]. Нанотестеры ведущих в мире производителей (Micro Photonics, Hysitron, Micro Materials, CSM Instruments и др.) при испытаниях материалов царапанием (scratch testing) способны с высокой чувствительностью регистрировать изменение нормальной и тангенциальной по отношению к поверхности сил сопротивления движению индентора, изменение глубины его внедрения по трассе сканирования. При царапании измеряются параметры сопротивления трению и износу материалов, характеристики твердости, анизотропия, а также адгезия сверхтонких пленок и покрытий [10, 11].

Очевидно, что при наноиндентировании на получаемые результаты существенно влияет шероховатость поверхности, геометрические параметры которой соизмеримы с глубиной внедрения индентора. Так, рельеф поверхности является одним из факторов, обусловливающих масштабный эффект микротвердости (indentation size effect) при локальном индентировании [12]. Влияние шероховатости поверхности на результаты сканирования внедренного на нанометровую глубину индентора не исследовалось.

Учитывая, что сопротивление царапанию будет определяться не только структурно-деформационной неоднородностью, но и рельефом поверхности, цель настоящей работы состоит в построении модели силового воздействия на индентор при царапании и в получении на ее основе функции изменения микропрочностных свойств по трассе сканирования шероховатой поверхности.

Исходные предпосылки. Процесс царапания определяется большим числом факторов, а сопровождающее его напряженное состояние – довольно сложное и трудно поддающееся анализу [13]. Поэтому при рассмотрении силового взаимодействия между царапающим индентором и материалом принимаем следующие допущения.

1. Индентором является четырехгранная алмазная пирамида Виккерса с углом между гранями 136°.

Использование при склерометрических исследованиях в качестве инденторов пирамид Виккерса или Берковича имеет большие преимущества по сравнению с другими типами инденторов [14].

2. Царапание осуществляется ребром пирамиды с постоянной скоростью перемещения индентора.

Царапание ребром пирамиды вперед обеспечивает вытеснение материала из-под индентора по механизму пластического выдавливания, аналогичного выдавливанию отпечатка при испытаниях на микротвердость по Виккерсу [14]. При сканировании индентора гранью вперед царапание приобретает характер резания, при котором диспергирование материала преобладает над пластическим вытеснением [14, 15].

3. Поскольку основная работа при царапании расходуется на перемещение материала вдоль граней пирамиды, полагаем, что силы, ответственные за пластическое деформирование материала в процессе формирования царапины, располагаются в плоскости граней индентора.

4. В процессе царапания непрерывно регистрируются: лежащая в плоскости поверхности сила сопротивления перемещению индентора вдоль трассы сканирования – тангенциальная сила  $P_x$  и нормальное к поверхности перемещение индентора.

Аппаратурная регистрация таких параметров обеспечивается практически на всех нанотестерах – склерометрах зарубежного производства, а также на аналогичных отечественных приборах [16]. 5. Сила трения между гранями пирамиды и материалом не учитывается.

Эта предпосылка базируется на том, что при обычно используемых малых скоростях сканирования работа пластического вытеснения материала существенно выше работы, рассеиваемой на трение. Кроме того, при оценке влияния рельефа поверхности на структурно-деформационную неоднородность постоянная составляющая силы трения вытесняемого материала о грани индентора не является определяющей.

6. Задается вертикальная сила P, с которой индентор внедряется в материал и которая в процессе царапания не изменяется.

**Решение задачи**. На каждую из двух передних граней пирамиды в плоскости, параллельной поверхности, действуют составляющие силы реакции материала на перемещение  $P_x$ : нормальная  $N_x$  и параллельная  $T_x$  грани (рис. 2,*a*). Вполне очевидно, что

$$N_x = T_x = \frac{P_x}{2\sqrt{2}}.$$
 (1)

В плоскости, перпендикулярной к поверхности и расположенной под углом  $45^{\circ}$  к направлению движения индентора, на грань действуют сила  $N_x$  и P/2 – вертикальная составляющая силы, прижимающей индентор к поверхности (при внедрении индентора без царапания эта сила распределяется по четырем граням и равна P/4). Результирующая сила при этом будет составлять (рис. 2, $\delta$ )

$$P_f = \sqrt{N_x^2 + P^2/4}.$$
 (2)

Сила  $P_f$  направлена под углом  $\gamma \kappa N_x$  и может быть разложена на составляющие: перпендикулярную  $N_f$  и параллельную  $T_f$  плоскости грани. Эти составляющие определяются из очевидных геометрических соотношений:

$$N_f = P_f \cos(\varphi - \gamma); \tag{3}$$

$$T_f = P_f \sin(\varphi - \gamma), \tag{4}$$

где  $\varphi$  – половина угла между гранями пирамиды Виккерса ( $\varphi = 68^\circ$ ).

Проекция силы  $N_f$  на вертикальную ось определяется выражением (рис. 2, $\delta$ )

$$P_{y} = P_{f} \cos(\varphi - \gamma) \sin \varphi.$$
 (5)

Подставляя в (5) соотношения (1), (2) и учитывая, что tg  $\gamma = \sqrt{2} P/P_x$ , получаем

$$P_{y} = \frac{P}{4}\sin 2\varphi \left( \operatorname{tg}\varphi + \frac{P_{x}}{\sqrt{2}P} \right). \tag{6}$$

Выражение (6) определяет зависимость между тангенциальной  $P_x$  и нормальной  $P_y$  к поверхности реакциями материала при сканировании индентором, прижатом силой P.

## С. Р. Игнатович, И. М. Закиев, Д. И. Борисов



Рис. 2. Схема сил, действующих на индентор при царапании в плоскости, параллельной поверхности (a), и на его переднюю грань в плоскости, перпендикулярной к поверхности ( $\delta$ ).

Для  $N'_x = P/2 \operatorname{tg} \varphi$  результирующая сила  $P'_f$  становится перпендикулярной к грани индентора, а ее проекция на ось у будет равна прижимающей силе:  $P_y = P/2$  (рис. 2,6). Из формулы (6) следует

$$\frac{P_x}{P} = \sqrt{2} \left( \frac{2}{\sin 2\varphi} - \operatorname{tg} \varphi \right) = 0,5714.$$
(7)

При  $P_x > 0,5714P$  вертикальная составляющая реакции материала на грань  $P_y$  будет больше величины прижимающей силы P, и индентор при царапании будет выталкиваться из материала. При малом сопротивлении сканированию ( $P_x < 0,5714P$ )  $P_y$  становится меньше силы прижатия индентора. В этом случае индентор при царапании будет внедряться в глубь материала. Далее будем рассматривать царапание при  $P_x > 0,5714P$ , тем более что сила трения, которая не учитывается в модели, увеличивает сопротивление движению внедренного индентора.

Взаимно перпендикулярные составляющие  $T_x$  и  $T_f$  определяют результирующую силу T, действующую в плоскости грани индентора и ответственную за пластическое деформирование материала при его вытеснении в процессе царапания. Для этой силы имеет место соотношение

$$T = \sqrt{T_x^2 + T_f^2}.$$
 (8)

Сила  $T_x$  задается выражением (1). Составляющую  $T_f$  определим из соотношения (4), подставив в него (1) и (2), а также учитывая равенство  $\operatorname{tg} \gamma = \sqrt{2} P/P_x$ :

$$T_f = \frac{P}{2}\cos\varphi\sin\left(\arctan\frac{\sqrt{2}P}{P_x}\right)\left(\frac{P_x \operatorname{tg}\varphi}{\sqrt{2}P} - 1\right)\sqrt{\frac{1}{2}\left(\frac{P_x}{P}\right)^2} + 1.$$
(9)

Результирующая сила *T*, рассчитанная по формуле (8) с учетом соотношений (1) и (9), при  $P_x \ge 0.5714P$  может быть аппроксимирована линейной функцией (рис. 3):

$$T = 0,41245P_{\rm r} - 0,055464P. \tag{10}$$

В частном случае при внедрении индентора силой *P* без последующего его сканирования ( $P_x = 0$ ,  $\gamma = \pi/2$ ) из (8), (1) и (9) следует  $T_h = P \cos \varphi/4$ , где  $T_h -$  сила, действующая в плоскости грани индентора.



Рис. 3. Зависимость силы T(1) и ее линейная аппроксимация (2) от соотношения тангенциальной и вертикальной сил, действующих на индентор.

Как отмечалось выше, процесс царапания состоит в преодолении индентором сопротивления пластическому деформированию материала при сго вытеснении. Поскольку пластическое вытеснение материала контролируется силой T, для текущей координаты x индентора на трассе сканирования можно записать

$$T(x) = H(x)S(x),$$
(11)

ISSN 0556-171Х. Проблемы прочности, 2008, № 3

75

где H(x) – твердость материала при царапании; S(x) – площадь контакта поверхности граней внедреннего индентора с материалом.

При царапании контакт индентора с материалом осуществляется двумя передними гранями (рис. 2,*a*). Поэтому при внедрении пирамиды Виккерса на глубину h(x) имеем

$$S(x) = \frac{2\sin\varphi}{\cos^2\varphi} h^2(x).$$
(12)

Подставляя соотношение (12) в (11) и учитывая выражение (10), получаем

$$P_x(x) \approx 0.1345P + \frac{4.85\sin\varphi}{\cos^2\varphi} H(x)h^2(x).$$
 (13)

Опишем изменение контактной глубины внедрения индентора вдоль трассы царапания в виде

$$h(x) = h_0 [1 + f(x)], \tag{14}$$

где  $h_0$  – среднее значение глубины внедрения индентора силой P при локальном индентировании перед сканированием; f(x) – безразмерная случайная функция, описывающая отклонение профиля поверхности от его средней линии вдоль трассы сканирования (рис. 4).



Рис. 4. Схема описания контактной глубины внедрения индентора при изменении рельефа повсрхности.

Данная функция определяется по профилограмме поверхности вдоль трассы царапания и нормируется исходя из следующих условий: f(0) = 0;  $f_{\max} = R_{\max}/h_0$ ;  $f_{\min} = -R_{\min}/h_0$ , где  $R_{\max}$  и  $R_{\min}$  – соответственно максимальная высота выступа и минимальная глубина впадины по отношению к средней линии профиля по трассе сканирования (рис. 4). Для царапания необходимо, чтобы f(x) > -1.

Принимаем, что микротвердость вдоль трассы царапания описывается функцией

$$H(x) = H_0[1 + g(x)],$$
(15)

где g(x) – безразмерная случайная функция, причем g(0) = 0;  $H_0$  – среднее значение твердости материала, равное отношению вдавливающей силы P к площади проекции контактной поверхности индентора при царапании [14],

$$H_0 = \frac{4P}{d^2} = \frac{P}{2h_0^2 \operatorname{tg}^2 \varphi};$$
(16)

d – ширина царапины (рис. 2,a).

Формула (13) с учетом выражений (14)–(16) для  $\varphi = 68^{\circ}$  примет вид

$$\frac{P_x(x)}{P} = 0,1345 + 2,615[1 + g(x)][1 + f(x)]^2.$$
(17)

Из (17) определяем функцию, описывающую изменение твердости материала в процессе царапания:

$$g(x) = \frac{0.382}{\left[1 + f(x)\right]^2} \left[\frac{P_x(x)}{P} - 0.1345\right] - 1.$$
 (18)

Согласно формуле (18), регистрируемая при царапании тангенциальная сила сопротивления движению индентора  $P_x(x)$  с учетом изменения рельефа поверхности трансформируется в функцию g(x), характеризующую структурно-деформационную неоднородность поверхностного слоя.

Влияние шероховатости поверхности на изменение тангенциальной силы  $P_x(x)$  проиллюстрируем с помощью следующей расчетной модели.

Пусть

$$f(x) = \frac{h_a}{h_0} \sin\left(k_1 2\pi \frac{x}{L}\right),\tag{19}$$

где  $h_a$  – амплитудное отклонение высоты рельефа от среднего значения, равного глубине внедрения  $h_0$ ; L – длина трассы сканирования;  $k_1$  – параметр периодичности изменения рельефа.

Задаем изменение твердости по трассе сканирования периодичной функцией вида

$$g(x) = \frac{H_a}{H_0} \sin\left(k_2 2\pi \frac{x}{L}\right),\tag{20}$$

где  $H_a$  – амплитудное отклонение твердости материала от среднего значения  $H_0$ ;  $k_2$  – параметр периодичности изменения твердости.

Расчеты, проведенные по формуле (17) с учетом соотношений (19) и (20) для  $h_a/h_0 = H_a/H_0 = 0,3$ , показывают, что тангенциальная сила  $P_x$ 

при сканировании внедренного индентора существенно зависит от рельефа поверхностного слоя (на рис. 5 кривые l и 2). Для идеально гладкой поверхности ( $\bar{h} = 1$ ) периодичность функции  $P_x$  соответствует периодичности микротвердости (на рис. 5 кривая 2). Рельеф поверхности влияет на размах и уровень среднего значения силы сопротивления движению индентора (на рис. 5 кривая l).



Рис. 5. Изменение по трассе сканирования относительных значений тангенциальной силы сопротивления движению индентора ( $\overline{P_x} = P_x/P$ ) для шероховатой (кривая 1) и идеально гладкой (кривая 2) поверхностей, глубины внедрения индентора ( $\overline{h} = h/h_0$ , кривая 3) и твердости ( $\overline{H} = H/H_0$ , кривая 4) при различной периодичности изменения функций f(x) и  $g(x): a - k_1 = 1; k_2 = 3; 6 - k_1 = 3; k_2 = 1.$ 

Методика идентификации сигнала, описывающего структурно-деформационную неоднородность поверхностного слоя, опробована при царапании металлических образцов с использованием универсального нанотестера "Микрон-гамма" [16]. При сканировании интентором поверхности регистрируются его вертикальное перемещение в широком диапазоне (10 нм ... ... 200 мкм) и тангенциальная сила сопротивления царапанию.

Перед царапанием индентор (пирамида Виккерса) опускается на поверхность образца и без приложения вертикальной силы (P = 0) осуществляется его сканирование по заданной трассе. Регистрируемое при этом вертикаль-

Оценка структурно-деформационной неоднородности ...

ное перемещение соответствует профилограмме поверхности (рис. 6,*a*). По полученной профилограмме определяется функция f(x). Затем из начальной точки трассы производится царапание индентором с заданной вертикальной силой *P*. В процессе царапания регистрируется тангенциальная сила сопротивления движению индентора  $P_x(x)$  (рис. 6,*б*). С помощью программного обеспечения прибора на основании полученной информации и в соответствии с формулой (18) рассчитывается функция g(x), описывающая структурно-деформационную неоднородность поверхностного слоя материала на глубине внедрения индентора. Далее полученная информация может обрабатываться соответствующими методами для определения статистических характеристик структурно-деформационной неоднородности и для верификации диагностических признаков состояния поверхностного слоя.



Рис. 6. Зависимости профиля поверхности сплава Д16АТ (*a*), тангенциальной силы (б) и функции g(x) (*в*) вдоль трассы сканирования индентора. (Сила внедрения индентора P = 0,2 H.)

Заключение. При тестировании материалов царапанием с регистрацией тангенциальной силы сопротивления, действующей на индентор, существенное влияние на получаемые результаты оказывает рельеф поверхности. Для исключения этого влияния на основании анализа сил, действующих на индентор при царапании, получено выражение для функции, описывающей изменение микротвердости, характеризующей неоднородные структурнодеформационные свойства материала по трассе сканирования. Аппаратурная реализация предлагаемого метода возможна на базе универсального нанотестера "Микрон-гамма", что открывает широкие возможности диагностирования тонких поверхностных слоев конструкционных материалов методом царапания.

## Резюме

Структурно-деформаційна неоднорідність поверхневого шару оцінюється методом подряпини з реєстрацією в процесі сканування тангенціальної сили опору руху індентора. При глибині проникання індентора Віккерса на величину, що сумірна з показниками шорсткості поверхні, визначається функція, яка описує неоднорідність структурно-деформаційних властивостей матеріалу по трасі сканування без впливу рельєфу поверхні.

- 1. Владимиров В. И. Коллективные эффекты в ансамблях дефектов // Вопросы теории дефектов в кристаллах. Л.: Наука, 1987. С. 43 57.
- 2. Гурьев А. В., Митин В. Я. Особенности развития локальных микронеоднородных деформаций и накопления усталостных повреждений в углеродистых сталях // Пробл. прочности. – 1978. – № 11. – С. 19 – 23.
- 3. *Владимиров В. И.* Физическая природа разрушения металлов. М.: Металлургия, 1984. 280 с.
- 4. Горицкий В. М., Терентьев В. Ф. Структура и усталостное разрушение металлов. М.: Металлургия, 1980. 208 с.
- 5. Прокопенко А. В., Маковецкая И. А., Штукатурова А. С. Поверхностные свойства и предел выносливости металла. Сообщ. 2. Неравномерность свойств на поверхности // Пробл. прочности. – 1986. – № 6. – С. 41 – 44.
- 6. *Яковлева Т. Ю*. Локальная пластическая деформация и усталость металлов. Киев: Наук. думка, 2003. 238 с.
- 7. Запорожец В. В., Кордонский Х. Б., Оре О. В. Деформационно-спектральный метод исследования однородности поверхностного слоя металлов // Надежность и долговечность машин и сооружений. 1990. № 17. С. 57 65.
- 8. Бердинских В. А., Запорожец В. В. Стохастическое решение обратной задачи трибометрии // Трение и износ. 1980. 1, № 6. С. 976 986.
- 9. Головин Ю. И., Иволгин В. И., Коренков В. В., Рябко Р. И. Определение комплекса механических свойств материалов в нанообъемах методами наноиндентирования // Конденсированные среды и межфазные границы. 2001. **3**, № 2. С. 122 135.
- 10. *Miyoshi K*. Surface characterization techniques: an overview // NASA / TM–2002-211497, Glenn Research Center of NASA. 2002, July. 45 p.
- Sundararajan S. and Bhushan B. Development of a continuous microscratch technique in an atomic force microscope and its application to study scratch resistance of ultrathin hard amorphous carbon coatinds // J. Mat. Res. – 2001. – 16, No. 2. – P. 437 – 445.
- Zhang T. Y., Xu W. H., and Zhao M. H. The role of plastic deformation of rough surfaces in the sizedependent hardness // Acta Mater. – 2004. – 52. – P. 57 – 68.

- 13. *Маслов Е. Н.* Теоретические основы процесса царапания металлов // Склерометрия / Под ред. М. М. Хрущова. М.: Наука, 1968. С. 24 44.
- 14. *Григорович В. К.* Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976. 230 с.
- 15. *Беркович Е. С.* Новый прибор ИМАШ для склерометрических исследований материалов // Склерометрия / Под ред. М. М. Хрущова. М.: Наука, 1968. С. 88 100.
- 16. Игнатович С. Р., Закиев И. М., Борисов Д. И., Закиев В. И. Методика исследования физико-механических свойств поверхностных слоев материалов при усталости с использованием многофункционального прибора "Микрон-гамма" // Авиац.-косм. техника и технология. – 2004. – Вып. 8 (16). – С. 163 – 166.

Поступила 15. 05. 2006