

## Оценка поврежденности поверхностного слоя материалов при циклическом нагружении методами наноиндентирования и наносклерометрии

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

Национальный авиационный университет, Киев, Украина

*Метод наноиндентирования базируется на автоматическом измерении и регистрации силы, действующей на индентор (от  $10^{-2}$  до 5 Н), и глубины внедрения индентора (от  $10^{-2}$  до 200 мкм). Метод царапания основан на непрерывной регистрации силы сопротивления движению внедренного в поверхность индентора.*

**Ключевые слова:** индентирование, микротвердость, поврежденность, поверхностный слой.

**Введение.** Для формализации явлений постепенного формирования отказов машин используется понятие накопления повреждений, причем повреждение материала изделия во времени трактуется как отклонение его контролируемых свойств от начальных [1]. Часто в качестве критериев поврежденности используются проявляющиеся на макроскопическом уровне и поддающиеся контролю параметры: величина остаточной пластической деформации, степень износа или коррозии, длина магистральной трещины. В этих случаях возможно проведение объективных количественных оценок текущей поврежденности, а прогнозирование предельных состояний или остаточного ресурса можно сделать с достаточно высокой степенью точности.

Однако отклонения свойств объектов от исходных значений не всегда проявляются в макроскопических масштабах. Например, поврежденность на инкубационной стадии усталости реализуется на микроструктурном размерном уровне и характеризуется отклонением от начальных значений определенных физико-механических свойств материала (экзоэлектронной эмиссии, позитронной аннигиляции, внутреннего трения, удельного остаточного сопротивления и т.п.) [2]. К одному из таких диагностических показателей относится микротвердость, которая довольно чувствительна к изменению дислокационной структуры и разрыхлению в тонких поверхностных слоях при циклическом нагружении [3, 4].

Твердость считается интегральной характеристикой прочности и пластичности материалов и определяется глубиной внедрения в поверхность индентора при вдавливании его с заданной силой. Такой метод испытаний называют индентированием (indenting). В последние годы он получил широкое применение для определения помимо твердости других физико-механических свойств поверхности материалов [5, 6].

Если испытание вдавливанием индентора относится к методу локального индентирования [6], то метод царапания (scratch testing) или склерометрии [7] позволяет оценивать твердость непрерывно вдоль трассы скани-

рования индентора. В настоящее время метод склерометрии широко используется в тонких физических исследованиях свойств поверхности материалов [8, 9].

Современный этап развития методов локального и сканирующего индентирования характеризуется разработкой и использованием нового поколения приборов с высокой разрешающей способностью регистрации глубины внедрения индентора, в том числе и в нанометрическом масштабе (наноиндентометров). Это существенно расширило диапазон регистрируемых деформационных и прочностных характеристик материалов [10], а методология наноиндентирования (depth sensing testing) в настоящее время относится к перспективным научно-практическим направлениям [11, 12].

В связи с открывающимися большими возможностями методов локального и сканирующего наноиндентирования проблема их использования для диагностики поврежденности поверхностных слоев, в частности при усталости материалов, является актуальной.

В настоящей работе рассмотрены вопросы аппаратного обеспечения наноиндентометрии, отражены некоторые методические аспекты исследований в данном направлении, а также представлены результаты по определению прочностных свойств поверхности алюминиевого сплава Д-16АТ в процессе накопления усталостных повреждений.

**Аппаратурное обеспечение и методика наноиндентирования.** С середины 40-х годов получил развитие метод микротвердости – вдавливание индентора заданной силой на глубину нескольких микрометров и регистрация с помощью оптических средств размеров невосстанавливаемых на поверхности отпечатков. Так как инденторы (Виккерса, Берковича, Кнуппа и др.) имеют стандартизованные геометрические параметры, то размер отпечатка прямо пропорционален глубине внедрения после снятия нагрузки – восстановленная микротвердость [13]. С появлением приборов, позволяющих непрерывно регистрировать в процессе нагружения силу  $P$  и глубину внедрения индентора  $h$ , получил развитие метод кинетической твердости [5]. При этом стало возможным определять не только глубину восстановленного  $h_2$ , но и невосстановленного  $h_1$  отпечатков, а также работу пластической и упругой деформации при внедрении индентора, модуль упругости и другие характеристики материала (рис. 1).

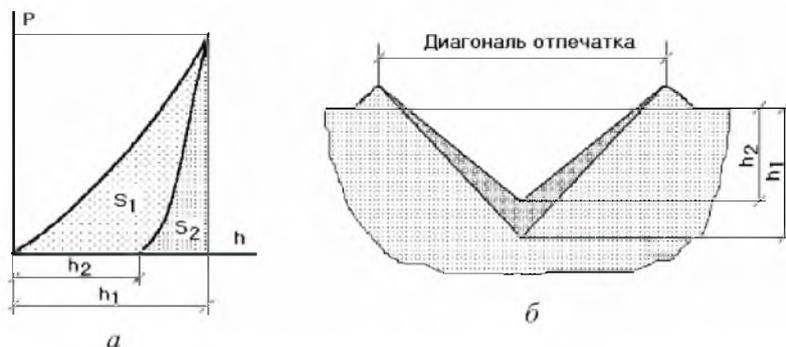


Рис. 1. Схема определения твердости по диаграмме вдавливания индентора (а) и по диагонали отпечатка (б):  $S_1$  и  $S_2$  – работа пластической и упругой деформации соответственно.

В 90-х годах с появлением нанотестеров – приборов, созданных с применением MEMS/NEMS технологий, появилась возможность регистрировать глубину внедрения инденторов с чувствительностью 0,1...1 нм. Приборы, выпускаемые фирмами Micro Photonics, CSM Instruments, MTS, Hysitron, Nano Indenter, UMIS и др., имеют широкий спектр возможностей локального и сканирующего индентирования, оборудованы автоматизированными системами сбора, хранения и обработки информации, а некоторые из них – атомно-силовыми микроскопами. Высокая чувствительность таких приборов требует сложных систем защиты от внешних воздействий, что приводит к значительному увеличению массы аппаратуры (50...150 кг).

При исследовании состояния поверхностного слоя методом индентирования нами использовался разработанный в Национальном авиационном университете компактный нанотестер “Микрон-гамма” [14]. Это компактный прибор с дифференциальной системой измерения глубины внедрения (глубина измеряется относительно поверхности образца), что позволило полностью компенсировать внешние перемещения, а также малые прогибы стола и стойки.

Локальное индентирование может осуществляться в автоматическом режиме с силой на индентор, задаваемой в диапазоне 0,01...5 Н, и со скоростью нагружения  $1 \cdot 10^{-4}$ ...1 Н/с. Диапазон регистрируемой глубины внедрения составляет 0,01...200 мкм. Процесс вдавливания отображается в виде диаграмм (рис. 2), при этом в автоматическом режиме определяются основные параметры индентирования (см. рис. 1).

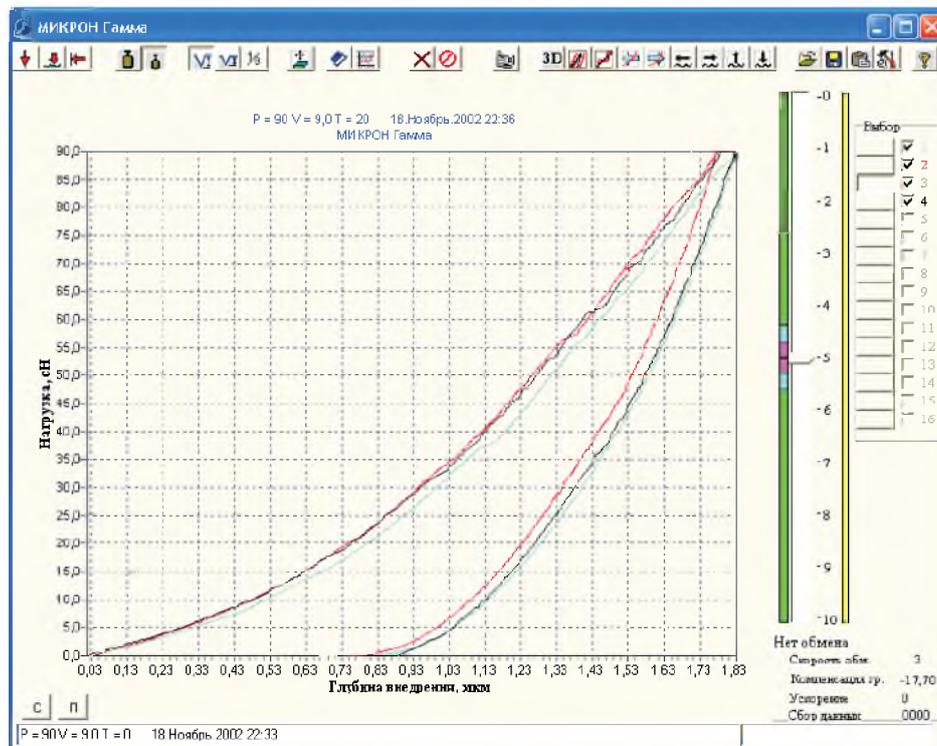


Рис. 2. Внешний вид интерфейса при непрерывном вдавливании индентора.

На основании регистрируемых параметров индентирования определяются деформационно-прочностные характеристики поверхностного слоя. Например, микротвердость по Виккерсу (в ГПа) рассчитывалась по формуле

$$H_i = 37,84 \frac{P}{h_i^2}, \quad (1)$$

где  $P$  – сила внедрения индентора (Н);  $h_i$  – глубина внедрения (мкм). При  $i=1$  получаем невосстановленную микротвердость, а при  $i=2$  – восстановленную.

Сканирующее индентирование выполняется царапанием внедренного силой  $P$  в поверхность индентора. При этом возможны два режима царапания: сканирование с одновременным углублением индентора (рис. 3,а) и сканирование с постоянной силой  $P$  (рис. 3,б).

При царапании регистрируется сила трения на инденторе – сила сопротивления, действующая перпендикулярно направлению сканирования (верхняя и нижняя линии сигналов на рис. 3,а), а также глубина внедрения индентора по трассе сканирования (рис. 3,б). При  $P=0$  вертикальное перемещение индентора дает топографию профиля поверхности.

Применение современных средств регистрации сверхмалых перемещений и автоматизации обработки данных расширяет возможности использования метода наносклерометрии при исследовании структурных и субструктурных изменений в тонких поверхностных слоях. Например, по изменению силы трения при сканировании с одновременным вдавливанием индентора определялась толщина поверхностного покрытия (нижняя линия сигналов на рис. 3,а). Регистрируемая в реальном масштабе времени глубина царапины (рис. 3,б) дает объективную информацию об микротвердости структурных элементов вдоль трассы сканирования [15].

По физической природе данный метод можно отнести к методу “непрерывного” определения микротвердости [16]. Кроме этого он позволяет оценивать по трассе сканирования неоднородность деформационно-прочностных свойств поверхностного слоя – один из определяющих факторов долговечности конструкций [17, 18].

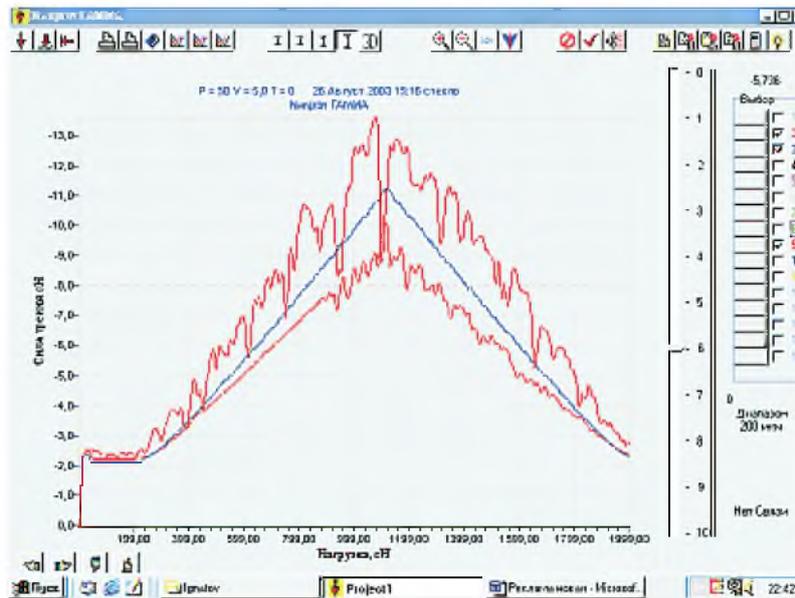
**Результаты исследований.** В работе представлены результаты экспериментальных исследований, иллюстрирующие отдельные аспекты использования методов наноиндентирования для диагностики усталостной поврежденности поверхностного слоя материалов.

Исследовались плоские образцы из алюминиевого сплава Д16АТ и стали 0,8кп. Образцы из сплава Д16АТ подвергались циклическому пульсирующему растяжению, а стальные – испытывались на изгиб.

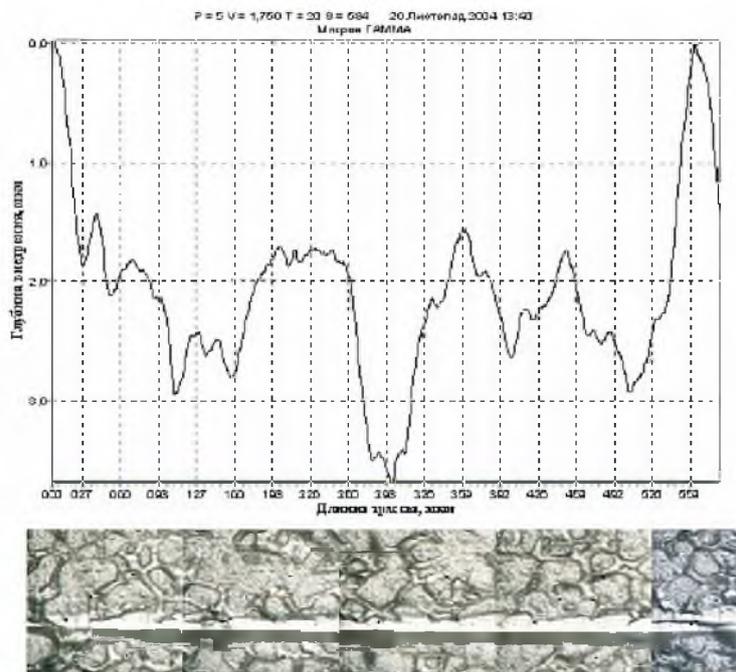
На поверхности рабочей части образцов из сплава Д16АТ исследовались два одинаково нагруженных участка. Один участок полировался, другой, с целью устранения поверхностных напряжений, протравливался.

На полированной поверхности инкубационная стадия усталостной поврежденности характеризуется ростом микротвердости, что обусловлено процессами упрочнения материала (рис. 4). На последующей стадии сопротивление локальному пластическому деформированию снижается, что при-

водит к уменьшению микротвердости. На стадии, предшествующей разрушению, наблюдается значительное увеличение микротвердости. Значение  $H_1$  возрастает в 4 раза. Этот параметр может использоваться в качестве диагностического показателя усталостной поврежденности сплава.



а



б

Рис. 3. Внешний вид интерфейса при царапании с непрерывным вдавливанием индентора (прямая линия) и регистрацией силы трения (а), изменение глубины внедрения индентора вдоль трассы сканирования при  $P = \text{const}$  (б).

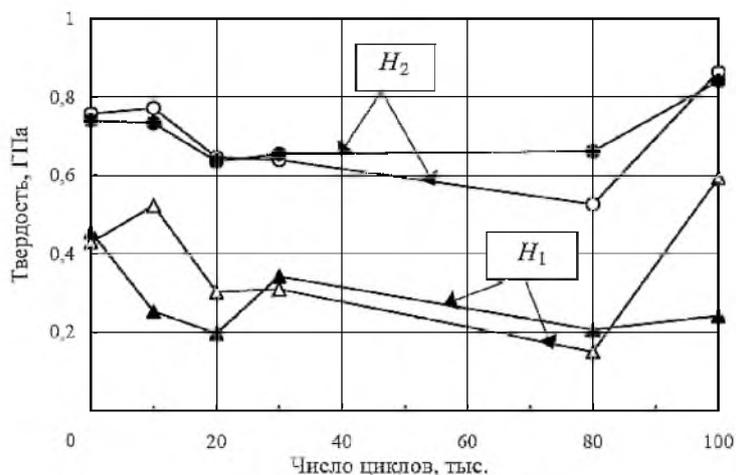


Рис. 4. Изменение невосстановленной  $H_1$  и восстановленной  $H_2$  микротвердости сплава Д16АТ в зависимости от числа циклов нагружения: температурные точки – протравленная поверхность, светлые – полированная.

Для протравленной поверхности получены несколько отличные результаты. Если  $H_2$  близка по значениям и характеру изменения микротвердости для полированной поверхности, то для  $H_1$  начальная стадия – разупрочнение, а упрочнение, предшествующее разрушению, отсутствует.

Рассеивание глубины внедрения индентора как и микротвердость нерегулярно в процессе циклической наработки (рис. 5).

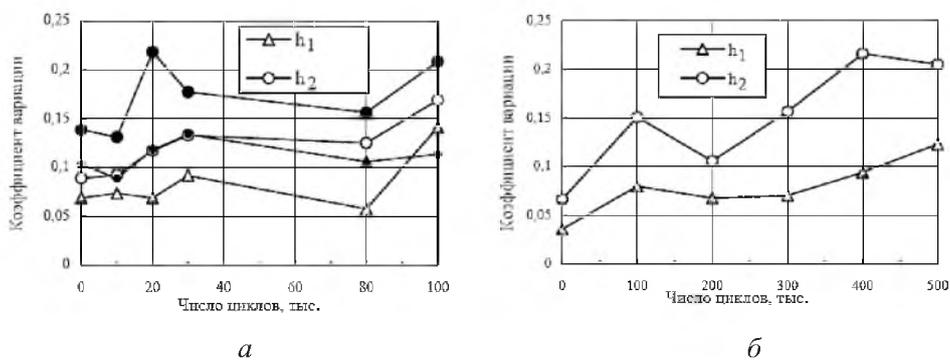


Рис. 5. Изменение коэффициента вариации невосстановленной  $h_1$  и восстановленной  $h_2$  глубины внедрения индентора для алюминиевого сплава (а) и стали (б) в зависимости от числа циклов нагружения: темные точки – протравленная поверхность, светлые – полированная.

Наблюдаются три характерные стадии изменения рассеивания. На первой коэффициент вариации увеличивается, затем уменьшается и перед разрушением опять возрастает (рис. 5).

Стадийность усталостной поврежденности проявляется и при индентировании царапанием. Проявление стадий на полированной и протравленной поверхности зеркально противоположно (рис. 6).

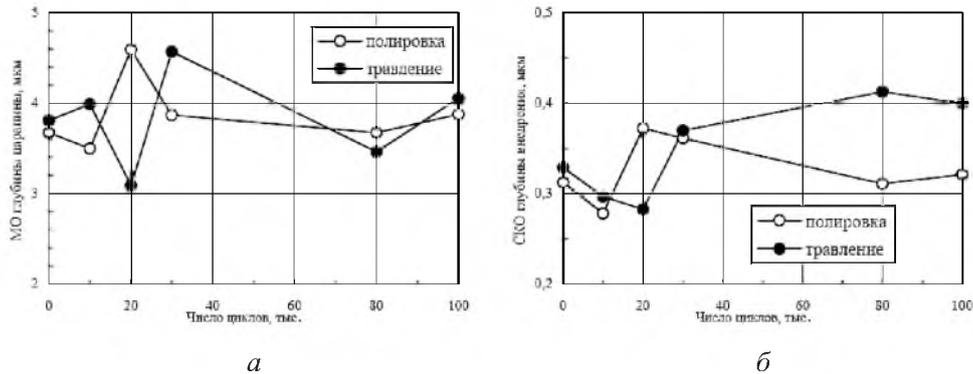


Рис. 6. Изменение математического ожидания (а) и среднего квадратичного отклонения (б) глубины царапины для полированной и протравленной поверхности алюминиевого сплава в зависимости от числа циклов нагружения. Сила внедрения индентора  $P = 0,2$  Н.

Следует отметить, что при локальном (рис. 5,а) и сканирующем (рис. 6,б) индентировании рассеивание глубины внедрения индентора для протравленной поверхности больше. Это свидетельствует о том, что на поверхности, свободной от остаточных напряжений, неоднородность деформационно-прочностных свойств проявляется более значимо.

**Заключение.** Современный этап развития наноиндентирования открывает широкие возможности в развитии методологии оценки состояния конструкционных материалов по критериям поврежденности поверхностного слоя.

## Резюме

Метод наноіндентування базується на автоматичному вимірюванні та реєстрації сили, що діє на індентор (від  $10^{-2}$  до 5 Н), та глибини впровадження індентора (від  $10^{-2}$  до 200 мкм). Метод подряпини засновано на неперервній реєстрації сили опору руху впровадженого в поверхню індентора.

1. Проников А. С. Надежность машин. – М.: Машиностроение, 1978. – 592 с.
2. Яковлева Т. Ю. Локальная пластическая деформация и усталость металлов. – Киев: Наук. думка, 2003. – 238 с.
3. Хартмут И. Исследование закономерностей изменения микротвердости при статическом и циклическом нагружениях легких сплавов // Пробл. прочности. – 1974. – № 11. – С. 19 – 23.
4. Погребняк А. Д., Желдубовский А. В. К вопросу об оценке сопротивления усталости жаропрочных материалов на основе измерений микротвердости. Сообщ. 1. Закономерности изменения состояния поверхности в процессе усталости // Там же. – 1983. – № 12. – С. 27 – 31.
5. Булычев С. И., Алехин В. П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. – М.: Машиностроение, 1990. – 224 с.

6. Мильман Ю. В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Современное материаловедение. XXI век. – Киев: Наук. думка, 1998. – С. 637 – 655.
7. Склерометрия. Теория, методика, применение испытаний на твердость царапанием / Под ред. М. М. Хрущова. – М.: Наука, 1968. – 219 с.
8. Щукина Е. Д., Михалескс Т. А., Грин Р. Е. и др. Микросклерометрия в изучении влияния среды на механические свойства металлов // Физика и химия обработки материалов. – 1988. – № 3. – С. 99 – 104.
9. Sundararajan S. and Bhushan B. Development of a continuous micro-scratch technique in an atomic force microscope and its application to study scratch resistance of ultrathin hard amorphous carbon coatings // J. Mater. Res. – 2001. – **16**, No. 2. – P. 437 – 445.
10. Головин Ю. И., Иволгин В. И., Коренков В. В., Рябко Р. И. Определение комплекса механических свойств материалов в нанобъемах методами наноиндентирования. // Конденсированные среды и межфазные границы. – 2001. – **3**, № 2. – С. 122 – 135.
11. Wolf B. Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths // Cryst. Res. Technol. – 2000. – **35**, No. 4. – P. 377 – 399.
12. Van Landingham M. R. Review of instrumented indentation // J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. – 2003. – **108**, No. 4. – P. 249 – 265.
13. Бульчев С. И. Соотношение между восстановленной и невосстановленной твердостью при испытании наномикроиндентированием // Журн. техн. физики. – 1999. – **69**. – Вып. 7. – С. 42 – 48.
14. 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.-космич. техника и технология. – 2004. – Вып. 8 (16). – С. 163 – 166.
15. Хрущов М. М. Современные методы испытания на микротвердость царапанием, их варианты, применение и перспективы использования // Склерометрия / Под ред. М. М. Хрущова. – М.: Наука, 1968. – С. 5 – 24.
16. Григорович В. К. К методике определения микротвердости царапанием // Склерометрия / Под ред. М. М. Хрущова. – М.: Наука, 1968. – С. 44 – 49.
17. 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.
18. Лебедев А. А., Музыка Н. Р., Волчек Н. Л. Метод диагностики состояния материала по параметрам рассеяния характеристик твердости // Завод. лаб. – 2003. – **69**, № 12. – С. 49 – 51.

Поступила 04. 11. 2005