

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-4-56-60>

ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАЗМЕННО-ЗАКАЛЕННОЙ КОЛЕСНОЙ СТАЛИ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

© Амангельды Токешович Канаев¹, Жанат Мусановна Рамазанова², Серик Кажимович Бийжанов^{1*}

¹ Казахский агротехнический университет имени С. Сейфуллина, Казахстан, 010011, г. Нур-Султан, пр. Женис, 62; *e-mail: bjanov@mail.ru

² Национальный центр космических исследований и технологий, Казахстан, 010011, г. Нур-Султан, ул. Кажымукана, 11.

*Статья поступила 4 марта 2019 г. Поступила после доработки 8 июля 2019 г.
Принята к публикации 30 октября 2019 г.*

Механические свойства и поведение материала в нанобъеме существенно отличаются от определенных традиционными макроскопическими испытаниями. Цель работы — исследование плазменно-закаленной колесной стали с использованием метода наноиндентирования. Метод реализовывали с использованием нанотвердомера NanoHardnessTecter. Создаваемое в нанотвердомере электрическое поле давило на индентор, алмазный наконечник которого погружался в приповерхностный слой исследуемого материала. С помощью программного обеспечения определяли характеристики этого слоя. Знание физико-механических характеристик материала (твердости, модуля Юнга, упругого восстановления и др.), влияющих на износостойкость поверхностных слоев, позволяет оценить и выбрать оптимальную технологию модификации поверхности путем плазменной закалки. Отмечено, что объективность определения характеристик зависит от параметров применяемого измерительного оборудования и соблюдения требований по глубине отпечатка в зависимости от толщины закаленного слоя. Исследования проводили на образцах, вырезанных из обода и гребня железнодорожного колеса, подвергнутого поверхностной плазменной закалке, на установке УПНН-170 (Россия). Установлено, что твердость (по Виккерсу HV и H) обода больше, а модуль Юнга, напротив, меньше, чем соответствующие характеристики гребня. Кроме того, износостойкость закаленной конструкционной стали повышается после наноструктурирующей фрикционной обработки.

Ключевые слова: наноиндентирование; твердость; модуль Юнга; упругое восстановление.

STUDY OF PLASMA-HARDENED WHEEL STEEL USING NANOINDENTATION

© Amangeldy T. Kanaev¹, Zhanat M. Ramazanova², Serik K. Biizhanov^{1*}

¹ Seifullin agrotechnical university, 62 Zhenis prosp., Nur-Sultan, 010011, Kazakhstan; *e-mail: bjanov@mail.ru

² National Center for Space Research and Technology, 11 ul. Kazhymukana, Nur-Sultan, 010011, Kazakhstan.

Received March 4, 2019. Revised July 8, 2019. Accepted October 30, 2019.

The necessity and possibility of using nanoindentation in studying the physical and mechanical properties of plasma-hardened wheel steel are considered. The goal of the study is demonstration and substantiation of significant differences in the mechanical properties and behavior of the materials in nanoscale tests from those determined in traditional macroscopic tests. The method was implemented using a NanoHardnessTecter nanohardness tester. The electric field formed in the nanoscale hardness tester pressed on the indenter and the diamond tip of the indenter is immersed in the surface layer of the material under study. The characteristics of the surface layer are determined using the developed software. Knowledge of the physicomachanical characteristics of the material (hardness, Young's modulus, elastic recovery, etc.) which affect the wear resistance of the surface layers, allows one to evaluate and select the optimal surface modification technology using plasma hardening. The credibility of determination depends on the parameters of measuring equipment and compliance with the requirements to the depth of the imprint depending on the thickness of the hardened layer. The studies were carried out on the samples cut from the rim and crest of a railway wheel subjected to surface plasma hardening on a UPNN-170 installation (Russia). It is shown that the hardness (according to Vickers HV and H) of the rim is greater, and Young's modulus, on the contrary, is less than the corresponding characteristics of the crest. Moreover, the wear resistance of hardened structural steel increases after nanostructural friction treatment.

Keywords: nanoindentation; hardness; Young's modulus; elastic recovery.

Введение

Надежность и долговечность деталей машин и механизмов во многих случаях обеспечивают за счет повышения твердости поверхностного слоя. В реальных условиях эксплуатации износ зависит не только от твердости, но и от упругости и стойкости к деформациям поверхностного слоя [4, 5].

Его основные физико-механические характеристики (твердость, модуль упругости и др.) определяют с использованием инструментального индентирования (наноиндентирования) (ГОСТ Р 8.748–2011, ISO 14577-1:2015). Изменение характеристик возможно путем модификации поверхности (например, плазменной закалкой).

С развитием метода непрерывного измерительного наноиндентирования стала возможной количественная оценка характеристик (в частности, твердости по Виккерсу, модуля Юнга, напряжения течения) [6].

Отметим, что несмотря на возросший объем фактической информации, полученной методом наноиндентирования, физически обосновать микромеханизмы твердости до конца не удается. Например, не ясны причины масштабного размерного фактора, проявляющегося в увеличении твердости с уменьшением нагрузки и размеров отпечатка, особенно при глубинах $h < 1$ мкм. Объяснение причин размерного фактора дислокационным механизмом пластичности (путем введения необходимого количества дислокаций) не решает проблему [7–9]. Формально можно ввести необходимое количество дислокаций в исследуемый материал, однако их плотность при $h < 100$ нм становится невероятно большой ($> 10^{14}$ см⁻²). Кроме того, это противоречит результатам микроструктурных исследований, которые не обнаруживают такого количества дислокаций.

Очевидно, механические свойства и поведение материалов в нанобъемах сильно отличаются от получаемых при традиционных макроскопических испытаниях. Локализация нагрузки приводит к существенному упрочнению материала в зоне деформации. Возникающие при этом большие градиенты напряжений оказывают значительное влияние на механизмы пластического течения. Считается, что в пластичном материале его масса из-под индентора выдавливается в сторону свободной поверхности. На самом деле его масса переносится в объем, в результате чего материал в зоне локальной деформации уплотняется.

При уменьшении размеров пятна контакта значительную роль играют неравновесные то-

чечные дефекты в массопереносе. Структура материала под индентором в результате аморфизации, фазовых превращений, образования нанокристаллической структуры существенно меняется. Ввиду малых размеров деформированной области реализуются большие скорости относительной деформации даже при небольших абсолютных скоростях внедрения. В итоге нанотвердость материала может на порядки превышать предел текучести.

Цель работы — исследование физико-механических свойств плазменно-закаленной колесной стали методом наноиндентирования.

Материалы, методы, оборудование

Исследовали образцы колесной стали, подвергнутой поверхностной плазменной закалке, с использованием установки УПНН-170 (номинальная сила тока — 120 А, номинальное напряжение — не более 42 В, расход аргона — 5 л/мин, расход охлаждающей воды — 180–220 л/ч). Образцы размером 20 × 30 мм, вырезанные из обода (образец 1) и гребня (образец 2) железнодорожного колеса, шлифовали и полировали на станке LaboPol-5 (Дания). После электрохимической полировки высота неровностей поверхности не превышала 10 нм. Для каждой выбранной поверхности образца методом сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) получали изображение. Обработку и анализ СЗМ-изображений проводили с помощью программы Nova. При проведении испытания применяли зондовый датчик типа SPMProdeNSC 15/AIBS.

В качестве индентора при определении твердости по Виккерсу *HV*, равной среднему давлению на контактную поверхность индентор — образец, использовали равностороннюю четырехгранную алмазную пирамиду. Измерение проводили в условиях непрерывного линейно нарастающего во времени нагружения (до 150 мН) при комнатной температуре. Нагружение и разгружение индентора, а также запись диаграммы $P(h)$ (P — прикладываемая нагрузка, h — глубина внедрения индентора) осуществляли автоматически. Такой способ измерения твердости (непрерывным вдавливанием индентора) позволяет в одном цикле нагружения — разгружения определять глубину невосстановленного и восстановленного (пластического) отпечатков, модуль Юнга и работу пластической и упругой деформации в процессе индентирования.

На рис. 1 представлены изменения нагрузки P и глубины внедрения h индентора в цикле нагружение — разгружение и диаграмма зависимости P от h ($P_{\max}$ — максимальная нагрузка,

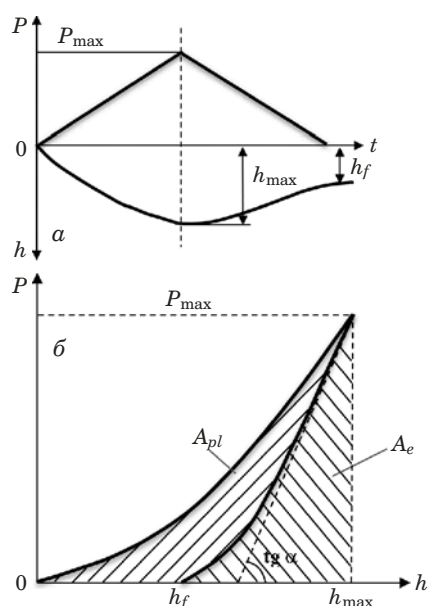


Рис. 1. Зависимости нагрузки P и глубины внедрения h индентора от времени t (а) и диаграмма зависимости P от h (б)

Fig. 1. Dependence $P(t)$ and $h(t)$ (a) and $P(h)$ diagram (b)

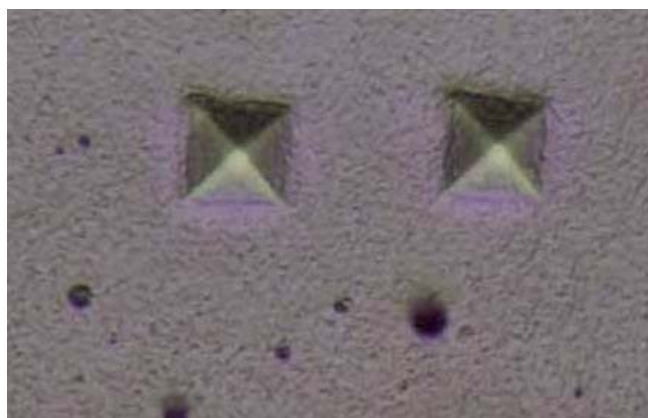


Рис. 2. Отпечатки индентора в приповерхностном слое материала

Fig. 2. Imprint indenter in the near-surface layer

прикладываемая к образцу; $h_{\max}$ — глубина проникновения индентора; h_f — остаточная глубина после разгрузки; A_{pl} и A_e — работа пластической и упругой деформации; $\tan \alpha$ — наклон линейного участка разгрузочной кривой).

Размер отпечатка индентора определяли по максимальной глубине погружения индентора, для чего использовали данные полуконтактной СЗМ. Скорость нагружения и разгрузки индентора составляла 300 мН/мин. Результаты испытаний обрабатывали с помощью метода Оливера и Фарра [10].

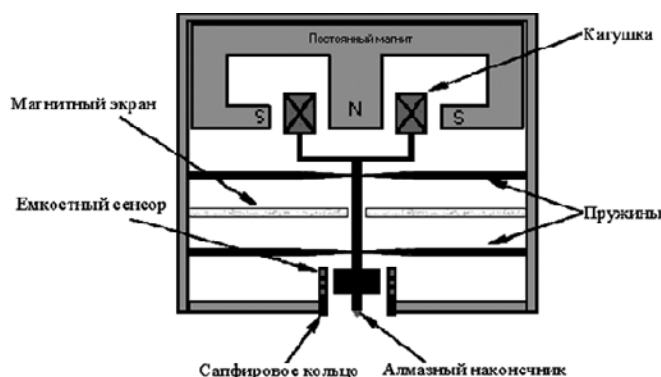


Рис. 3. Принципиальная схема нанотвердомера NanoHardnessTester

Fig. 3. Schematic diagram of the nanohardness gage "NanoHardnessTester"

Твердость определяли по формуле

$$H = P_{\max}/A_c,$$

где A_c — площадь контакта после разгрузки.

Твердость по Виккерсу

$$HV = P_{\max}/(9,81A_c),$$

где 9,81 — коэффициент перевода в единицы СИ.

На рис. 2 приведены отпечатки индентора в приповерхностном слое материала. Проводили измерения не менее трех отпечатков, полученных при одинаковых условиях.

При наноиндентировании использовали нанотвердомер NanoHardnessTester фирмы CSEM (рис. 3). При пропускании импульса тока по катушкам нанотвердомера, находящимся в магнитном поле постоянного магнита, создавалось электрическое поле, которое давило на индентор с алмазным наконечником. Индентор опускался в точку поверхности образца с заданной заранее нагрузкой. После того как нагрузка достигала максимального значения, а направление тока катушек менялось на противоположное, индентор начинал разгружаться (нагрузка, действующая на него, постепенно сводилась к нулю) и затем возвращался в исходное положение. С помощью сапфирового кольца проверяли перпендикулярность расположения образца относительно индентора. Если это условие не выполнялось (образец находился под наклоном), то на одном из емкостных датчиков возникал сигнал, который блокировал процесс индентации. В этом случае исследуемый образец заново переустанавливали. Пружины удерживали индентор, а магнитный экран обеспечивал защиту прибора от электромагнитных наводок.

Обсуждение результатов

На рис. 4 для обода колеса приведены экспериментальные кривые нагружения и разгрузки, отображающие процесс индентации (аналогичные кривые получали и для гребня колеса), в таблице — механические характеристики образцов.

Несовпадение кривых 1 и 2 говорит о наличии остаточной деформации после завершения процедуры индентирования (материал из-под индентора не полностью возвращался в свое прежнее положение). Об упругих свойствах стали можно судить по релаксации энергии, накопленной в процессе упругопластической деформации при внедрении индентора. Механические характеристики образцов свидетельствуют, что обод колеса имеет большие по сравнению с гребнем значения HV и H и меньший модуль Юнга E .

Заключение

Таким образом, проведенные исследования показали, что локализация нагрузки приводит к упрочнению плазменно-закаленной колесной стали в зоне деформации (показатели твердости обода колеса выше, чем гребня). Возникающие при этом градиенты напряжений оказывают значительное влияние на механизмы пластического течения, а структура материала под индентором меняется в результате аморфизации, фазовых превращений и образования нанокристаллической структуры.

Механические характеристики образцов Mechanical characteristics of the samples

Расстояние от поверх- ности вглубь металла, мкм	Пара- метр	Испытание											Ср.
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
Образец 1													
20	HV	398,0	385,32	361,22	389,10	358,02	395 26	366,76	386,15	406,59	463,92	366,71	388,8
	H, МПа	4222,86	4082,4	3827,01	4122,39	3793,15	4187,66	3885,8	4191,21	4307,7	3855,66	3885,21	4032,8
	E, ГПа	217,32	226,33	211,70	221,29	229,06	252,30	243,07	235,22	233,89	236,25	242,59	231,7
1700	HV	466,22	378,08	373,25	354,25	383,95	397,99	385,83	369,62	398,50	386,23	—	384,38
	H, МПа	4939,52	4005,66	3954,54	3753,25	4067,88	4216,62	4087,81	3916,01	4222,04	4092,04	—	4072,39
	E, ГПа	254,11	245,44	254,95	245,98	230,76	248,90	230,62	261,58	253,07	251,74	—	241,41
Образец 2													
40	HV	350,74	354,93	334,65	365,16	367,65	—						354,6
	H, МПа	3715,99	3760,39	3545,52	3568,82	3895,16	—						3697,2
	E, ГПа	287,72	254,69	219,53	232,74	239,30	—						246,8
100	HV	392,01	356,29	387,87	370,25	375,79	366,42						
	H, МПа	4153,16	3774,81	4109,37	3922,27	3981,44	3882,17						
	E, ГПа	210,41	210,65	230,99	241,84	247,86	337,77						

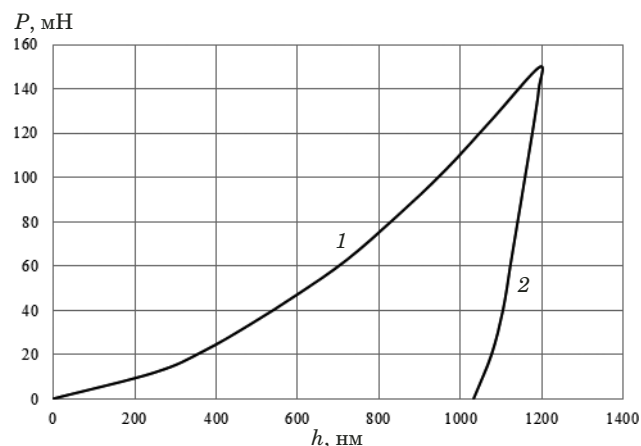


Рис. 4. Кривые нагружения (1) и разгрузки (2) для образца 1

Fig. 4. Loading (1) and unloading (2) curves for sample 1

ЛИТЕРАТУРА

1. Фирстов С. А., Горбань В. Ф., Печковский Э. П. Установление предельных значений твердости, упругой деформации и соответствующего напряжения материалов методом автоматического индентирования / Материаловедение. 2008. № 8. С. 15 – 21.
2. Макаров А. В., Поздеева Н. А., Саврай Р. А. Повышение износостойкости закаленной конструкционной стали наноструктурирующей фрикционной обработкой / Трение и износ. 2012. Т. 33. № 6. С. 444 – 455.
3. Гоголинский К. В., Львова Н. А., Усеинов А. С. Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для изучения механических свойств твердых материалов на наноуровне / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. № 6. Т. 73. С. 28 – 36.
4. Tsui T., Pharr G., Oliver W., Bhatin C., White R., Anders S., Anders A., Brown I. Nanindentation and nano-scratching of hard carbon coatings for magnetic disks / Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 383. 1995. P. 447 – 452.

5. **Leyland A., Matthews A.** On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coatings approach to optimized tribological behaviour / *Wear*. 2000. Vol. 246. N 1 – 2. P. 1 – 11.
6. **Чикова О. А., Шишкина Е. В., Петрова А. Н., Бродова И. Г.** Измерение методом наноиндентирования твердости субмикроструктурных промышленных алюминиевых сплавов, полученных динамическим прессованием / *Физика металлов и металловедение*. 2014. Т. 115. № 5. С. 555 – 560.
7. **Головин Ю. И., Иволгин В. И., Коренков В. В., Коренкова Н. В., Рябко Р. И.** Определение комплекса механических свойств материалов в нанобъемах методами наноиндентирования / *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2001. Т. 3. № 2. С. 122 – 135.
8. **Гольдштейн М. И., Литвинов В. С., Бронфин Б. М.** Металлофизика высокопрочных сплавов. — М.: Металлургия, 1986. — 310 с.
9. **Соснин Н. А., Ермаков С. А., Тополянский П. А.** Плазменные технологии. — СПб.: Политех. ун-т, 2013. — 403 с.
10. **Oliver W. C., Pharr G. M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / *J. Mat. Res.* 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564 – 1583.
11. **Головин Ю. И.** Наноиндентирование и механические свойства материалов в наномасштабе (обзор) / *ФТТ*. 2008. Т. 50. № 12. С. 1113 – 2142.
12. **Канаев А. Т., Орынбеков Д. Р., Канаев А. А., Тайманова Г. К.** Повышение износостойкости и контактно-усталостной прочности колесной стали плазменным упрочнением / *Вестник ЕНУ*. 2015. № 4(107). С. 197 – 205.
13. **Канаев А. Т., Алексеев С. В., Пальчун Б. Г.** Модернизация структуры поверхностного слоя конструкционной стали плазменной струей / *Вестник науки Казахского агротех. ун-та*. 2015. № 3(86). С. 78 – 86.
14. **Рыбин В. В., Малышевский В. А., Хлусова Е. И.** Технология создания конструкционных наноструктурированных сталей / *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2009. № 6(648). С. 3 – 7.
15. **Козлов Э. В., Попова Н. А., Конева Н. А.** Фрагментированная структура, формирующаяся в ОЦК-сталях при деформации. / *Известия РАН. Серия физическая*. 2004. Т. 68. № 10. С. 1419 – 1427.
16. **Тупинский Л. И.** Структурная теория конструктивной прочности материалов. — Новосибирск: НГТУ, 2004. — 400 с.
17. **Урцев В. Н., Горностырев Ю. Н., Корнилов В. Л., Шманов А. В.** Наноинженерия в черной металлургии / *Сталь*. 2012. № 2. С. 130 – 131.
- friction treatment / *Trenie Iznos*. 2012. Vol. 33. N 6. P. 444 – 455 [in Russian].
3. **Gogolinsky K. V., Lvova N. A., Useinov A. S.** The use of scanning probe microscopes and nanosolid testers to study the mechanical properties of solid materials at the nanoscale / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2007. Vol. 73. N 6. P. 28 – 36 [in Russian].
4. **Tsui T., Pharr G., Oliver W., Bhatin C., White R., Anders S., Anders A., Brown I.** Nanoidentation and nano-scratching of hard carbon coatings for magnetic disks / *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 383. 1995. P. 447 – 452.
5. **Leyland A., Matthews A.** On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coatings approach to optimized tribological behaviour / *Wear*. 2000. Vol. 246. N 1 – 2. P. 1 – 11.
6. **Chikova O. A., Shishkina E. V., Petrova A. N., Brodova I. G.** Measurement by hard nanoindentation of hardness of submicrocrystalline industrial aluminum alloys obtained by dynamic pressing / *Fiz. Met. Metalloved.* 2014. Vol. 115. N 5. P. 555 – 560 [in Russian].
7. **Golovin Yu. I., Ivolgin V. I., Korenkov V. V., Korenkova N. V., Ryabko R. I.** Determination of the complex of mechanical properties of materials in nanovolumes by nanoindentation methods / *Condens. Sredy Mezhfaz. Granitsy*. 2001. Vol. 3. N 2. P. 122 – 135 [in Russian].
8. **Goldstein M. I., Litvinov V. S., Bronfin B. M.** Metallophysics of High-Durable Alloys. — Moscow: Metallurgiya, 1986. — 310 p. [in Russian].
9. **Sosnin N. A., Ermakov S. A., Topolyansky P. A.** Plasma technology. — St. Petersburg: Polytekhn. Univ., 2013. — 403 p. [in Russian].
10. **Oliver W. C., Pharr G. M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / *J. Mat. Res.* 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564 – 1583.
11. **Golovin Yu. I.** Nanoindentation and mechanical properties of materials in a nanoscale (review) / *Fiz. Tv. Tela*. 2008. Vol. 50. N 12. P. 1113 – 2142 [in Russian].
12. **Kanaev A. T., Orynbekov D. R., Kanaev A. A., Taimanova G. K.** Improving the wear resistance and contact fatigue strength of wheel steel by plasma hardening / *Vestnik ENU*. 2015. N 4(107). P. 179 – 205 [in Russian].
13. **Kanaev A. T., Alekseev S. V., Palchun B. G.** Modernization of the structure of the surface layer of structural steel by a plasma jet / *Vestn. Nauki Kazakh. Agrotekhn. Univ.* 2015. N 3(86). P. 78 – 86 [in Russian].
14. **Rybin V. V., Malyshevsky V. A., Khlusova E. I.** Technology for creating structural nanostructured steels / *Metalloved. Term. Obrab. Met.* 2008. N 6(648). P. 3 – 7 [in Russian].
15. **Kozlov E. V., Popova N. A., Koneva N. A.** Fragmented structure formed in bcc steels during deformation / *Izv. RAN. Fiz. Ser.* 2004. Vol. 68. N 10. P. 1419 – 1427 [in Russian].
16. **Tushinsky L. I.** Structural theory of structural strength of materials. — Novosibirsk: NGTU, 2004. — 400 p. [in Russian].
17. **Urtsev V. N., Gornostyrev Yu. N., Kornilov V. L., Shmanov A. V.** Nanoengineering in the steel industry / *Stal'*. 2012. N 2. P. 130 – 131 [in Russian].

REFERENCES