

DOI: 10.26896/1028-6861-2017-83-11-58-61

УДК (UDC) 620.178:620.191.33

УДЕЛЬНАЯ ЭНЕРГИЯ УПРУГОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ, НЕОБХОДИМАЯ ДЛЯ ОБРАЗОВАНИЯ ТРЕЩИНЫ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ¹

© В. М. Матюнин, А. Ю. Марченков, Н. А. Стасенко²

¹ Работа выполнена в ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ» за счет средств гранта Российского научного фонда (проект № 15-19-00166).

² Национальный исследовательский университет «МЭИ», Москва, Россия; e-mail: MatiuninVM@mpei.ru

Статья поступила 1 ноября 2016 г.

Известные методики оценки трещиностойкости высокопрочных или упрочненных поверхностных слоев материалов вдавливанием пирамиды предназначены для случаев образования радиальных трещин вокруг отпечатка. Однако при вдавливании пирамиды в некоторые типы упрочняющих покрытий, например, из нитрида титана, образуются не радиальные, а кольцевые трещины вокруг отпечатка. Для этого случая трещинообразования предложена методика определения удельной энергии упругопластической деформации, необходимой для образования первой видимой трещины, с использованием кинетической диаграммы вдавливания. По этой энергии возможно сравнение способности покрытий сопротивляться образованию трещин любого вида.

Ключевые слова: упрочняющие покрытия; кинетическое индентирование; кольцевые трещины; сопротивление образованию трещины.

DETERMINATION OF THE SPECIFIC ENERGY OF ELASTOPLASTIC STRAIN REQUIRED FOR CRACK FORMATION IN HARDENING COATINGS UPON INDENTATION

© V. M. Matyunin, A. Yu. Marchenkov, and N. A. Stasenko

Submitted November 1, 2016.

Current methods of assessing crack resistance of strengthened surfaces using pyramidal indenter are intended only for the case of radial crack formation around the indenter. However, for certain types of hardening coatings, e.g., titanium nitride based coatings, indentation leads to formation of ring rather than radial cracks around the indenter. For this case of crack formation, we propose to use kinetic diagram of indentation to determine the specific energy of elastoplastic deformation which provides formation of the first visible crack. This energy can be used to compare the ability of coatings to withstand any kind of crack formation.

Keywords: hardening coatings, kinetic indentation, ring cracks, crack resistance.

Нанесение упрочняющих покрытий на детали и конструкции, работающие в условиях повышенных контактных нагрузок и износа, является эффективным способом увеличения ресурса их эксплуатации. Качество нанесенных покрытий оценивают по многим параметрам, среди которых важное место занимает трещиностойкость. От этого параметра зависит конструкционная прочность всего изделия, на которое нанесено покрытие. Обычно при разработке новых составов упрочняющих покрытий и технологий их нанесения стремятся повысить твердость. Однако с увеличением твердости запас пластичности, как правило, уменьшается, что может привести к хрупкости и снижению трещиностойкости покрытия.

Наиболее эффективным методом механических испытаний, позволяющим оценить трещиностойкость покрытий, является индентирование. Это связано с тем, что упрочняющие покрытия обычно имеют малую толщину, а поэтому изготовить из них микро-

образцы весьма проблематично, а во многих случаях и невозможно.

Одна из основных характеристик трещиностойкости — критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} . Однако если для определения K_{Ic} на образцах из однородного материала с выращенной трещиной существует ГОСТ 25.506–85, то стандарта для оценки K_{Ic} методом индентирования в нашей стране пока нет. Вместе с тем еще в конце 70-х — начале 80-х годов прошлого века уже были предложены методики и формулы для определения K_{Ic} индентированием пирамидой Виккерса тонких слоев высокопрочных материалов. В эти формулы входят значения твердости по Виккерсу HV , геометрические параметры отпечатка и трещины. В некоторые формулы дополнительно включен модуль упругости E , который также можно определить индентированием.

На рис. 1 представлена схема образования радиальных трещин на поверхности материала при вда-

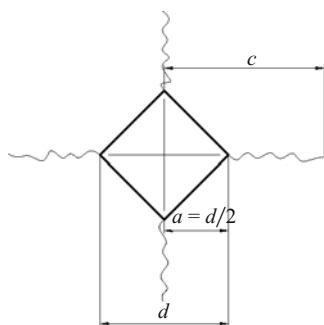


Рис. 1. Схема образования радиальных трещин при вдавливании пирамиды Виккерса

ливании пирамиды Виккерса с указанием характеристик геометрических параметров отпечатка и трещины, а ниже в качестве примера приведены известные формулы для определения K_{1c} :

$$K_{1c} = 0,16HV a^{1/2} \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} [1], \quad (1)$$

$$K_{1c} = 0,067HV a^{1/2} \left(\frac{E}{HV} \right)^{0,4} \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} [2], \quad (2)$$

где $a = d/2$ — полудиagonalь отпечатка; c — условная длина трещины; E — модуль упругости; HV — твердость по Виккерсу.

Следует отметить, что для некоторых упрочняющих покрытий, например из TiN, при внедрении пирамиды образуются не радиальные, а кольцевые трещины вокруг отпечатка. На рис. 2 приведены картины образования первой и последующих кольцевых трещин вокруг отпечатка при вдавливании пирамиды в покрытие из TiN, нанесенного на подложку из стали 45.

Одной из первичных количественных характеристик сопротивления материала образованию первой видимой трещины является критическая нагрузка вдавливания пирамиды $F_{кр}$. Определить ее при ступенчатом вдавливании пирамиды весьма сложно. Мы предлагаем использовать для этого кинетическое индентирование с регистрацией диаграммы вдавливания

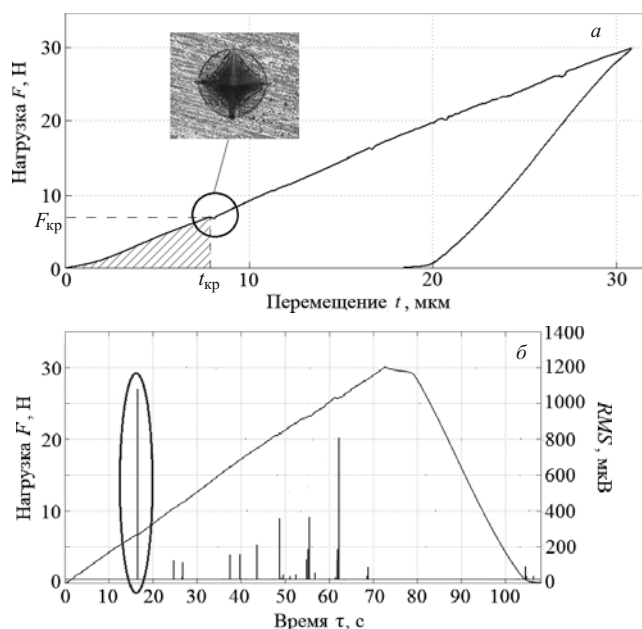


Рис. 3. Диаграммы вдавливания алмазной четырехгранной пирамиды в покрытие из TiN в координатах нагрузка F — перемещение индентора t (а) и нагрузка F — время τ с наложением сигналов акустической эмиссии RMS (б)

нагрузка F — перемещение индентора t . Для дополнительного обоснования момента образования первой трещины кинетическое индентирование совместили с регистрацией сигналов акустической эмиссии (АЭ). В качестве преобразователя акустической эмиссии (ПАЭ) использовали резонансный преобразователь GT200 с частотой резонанса 150 кГц. Сигнал с ПАЭ поступает на усилитель с коэффициентом усиления 34 дБ и частотным фильтром 1 – 500 кГц. Для сбора данных АЭ использовали двухканальный прибор UNISCOPE. Сигналы измеряли с частотой дискретизации 2,5 МГц, что согласуется с полосой частот измерительного тракта.

Кинетическое индентирование выполняли на автоматизированном приборе МЭИ-ТА [3]. Для индентирования покрытий толщиной менее 10 мкм использовали универсальную машину Instron 5982 в режиме нагружения сжатием. Скорость деформирования при

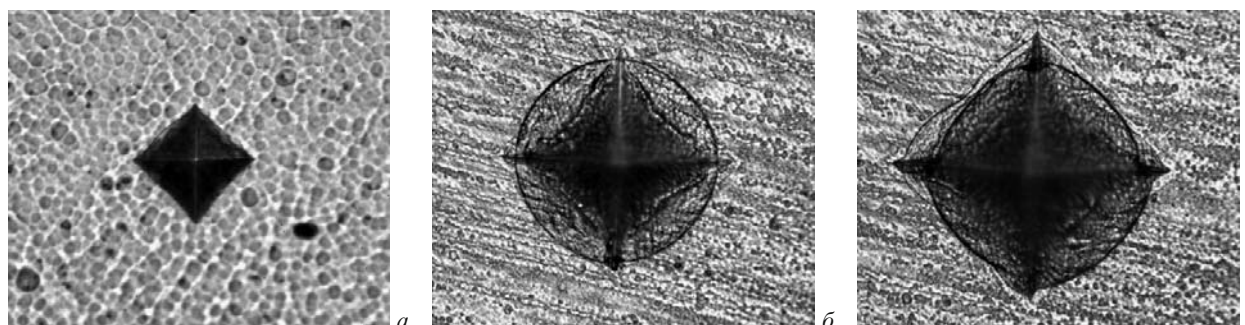


Рис. 2. Результаты вдавливания пирамиды Виккерса под разными нагрузками F в покрытие из TiN, нанесенное на подложку из стали 45: а — нет трещин ($F = 200$ Г); б — образование первой видимой кольцевой трещины ($F = 700$ Г); в — образование нескольких видимых трещин ($F = 1500$ Г)

индентировании составляла 0,025 мм/мин. Точность измерения нагрузки — $\pm 0,01$ Н, а перемещения индентора — $\pm 0,25$ мкм. Для достоверного определения перемещения индентора t учитывали жесткость (упругую податливость) прибора и машины, определенную по методике Оливера – Фарра с использованием кинетической диаграммы вдавливания с ветвями нагружения и разгрузки [4]. На рис. 3, а представлена кинетическая диаграмма вдавливания $F-t$ для покрытия из TiN, нанесенного на подложку из стали 45. Толщина покрытия составляла примерно 25 мкм.

На линии нагружения диаграммы вдавливания наблюдаются переломы, которые вызваны образованием кольцевых трещин вокруг отпечатка. Первый перелом — при нагрузке $F_{кр}$ и глубине отпечатка $t_{кр}$ — соответствует образованию первой кольцевой трещины вокруг отпечатка. Это подтверждено повторными вдавливаниями в других местах покрытия при нагрузках $F \leq F_{кр}$ с последующей полной разгрузкой. Только при достижении $F_{кр}$ и последующей полной разгрузке на поверхности покрытия с помощью микроскопа можно было увидеть первую кольцевую трещину вокруг отпечатка. При нагрузках $F > F_{кр}$ могли возникать и последующие кольцевые трещины. Дополнительное физическое подтверждение образования первой кольцевой трещины получено наложением сигналов акустической эмиссии на диаграмму вдавливания (см. рис. 3, б). В момент достижения $F_{кр}$ возникали импульсы с высокими амплитудой и энергией, совпадающие по времени с появлением перелома на линии нагружения диаграммы вдавливания.

Таким образом, установлено, что нагрузка $F_{кр}$ является количественным параметром, характеризующим сопротивление материала образованию первой трещины в покрытии вокруг отпечатка. Однако более полно это сопротивление можно оценить по твердости или удельной работе упругопластической деформации при $F_{кр}$ и $t_{кр}$. Согласно ГОСТ Р 8.748–2011 при кинетическом индентировании («инструментальном индентировании» в зарубежной терминологии) можно определить твердость по Мартенсу HM , которую обозначим как $HM_{кр}$ при $F_{кр}$ и $t_{кр}$:

$$HM_{кр} = \frac{F_{кр}}{26,43t_{кр}^2}. \quad (3)$$

Вместе с тем при определении $HM_{кр}$ могут возникнуть ограничения в соответствии с ГОСТ Р 8.748–2011. Одно из них связано с допускаемой минимальной глубиной отпечатка, равной 6 мкм, а другое — с необходимостью обеспечения отношения толщины покрытия к глубине отпечатка, равного не менее 10. В связи с этим для тонких покрытий определение твердости $HM_{кр}$ чаще всего может быть некорректным. Поэтому целесообразно находить удельную работу упругопластической деформации. Абсолютная работа упругопластической деформации на начальном участке диаграммы вдавливания до $F_{кр}$ и $t_{кр}$ равна:

$$W_{кр} = \int_0^{t_{кр}} F dt. \quad (4)$$

Как следует из рис. 3, $W_{кр}$ характеризуется заштрихованной площадью диаграммы вдавливания, ограниченной линией нагружения до $F_{кр}$ и $t_{кр}$. Поскольку на рассматриваемом участке диаграммы зависимость F от t близка к прямолинейной, то приближенно

$$W_{кр} = F_{кр}t_{кр}/2. \quad (5)$$

Если $W_{кр}$ отнести к упругопластическому объему материала $(V_{уп})_{кр}$, то получим удельную работу $\omega_{кр}$. Однако определение $(V_{уп})_{кр}$ весьма сложно, а поэтому, учитывая прямо пропорциональную связь $(V_{уп})_{кр}$ с объемом отпечатка $V_{кр}$ [5], $W_{кр}$ можно отнести к этому объему, в результате чего получим условную удельную работу $\omega_{кр}$. Если учесть, что объем отпечатка $V_{кр} = 8,167t_{кр}^3$, то

$$\omega_{кр} = \frac{W_{кр}}{V_{кр}} = 0,0612 \frac{F_{кр}}{t_{кр}^2}. \quad (6)$$

Удельную работу $\omega_{кр}$ можно выразить в Дж/мм³ или МДж/м³.

В таблице приведены значения $F_{кр}$, $t_{кр}$, $W_{кр}$ и $\omega_{кр}$ для нескольких покрытий из TiN разной толщины, нанесенных при разных режимах.

Из таблицы следует, что $\omega_{кр}$ значительно различается для приведенных покрытий. Поэтому по $\omega_{кр}$ можно сравнивать упрочняющие покрытия по их способности сопротивляться образованию первой трещины любого вида. Чем выше $\omega_{кр}$, тем лучше эта способность и тем более качественным является покрытие.

Результаты экспериментальной оценки сопротивления образованию первой видимой трещины некоторых покрытий на основе TiN кинетическим индентированием

Номер покрытия	$F_{кр}$, Н	$t_{кр}$, мкм	$V_{кр}$, мм ³	$W_{кр}$, Дж	$\omega_{кр}$, Дж/мм ³
1	6,70	7,4	$3309,5 \cdot 10^{-9}$	$2,48 \cdot 10^{-5}$	7,49
2	0,83	1,7	$40,1 \cdot 10^{-9}$	$7,06 \cdot 10^{-7}$	17,61
3	1,47	1,8	$47,6 \cdot 10^{-9}$	$1,32 \cdot 10^{-6}$	27,73
4	1,86	3,2	$267,6 \cdot 10^{-9}$	$2,98 \cdot 10^{-6}$	11,14
5	1,27	4,0	$522,7 \cdot 10^{-9}$	$2,54 \cdot 10^{-5}$	4,86

Кинетическое индентирование с регистрацией диаграмм вдавливания является эффективным методом механических испытаний покрытий с определением их физико-механических свойств. Особый интерес представляет определение этим методом сопротивления образованию трещин упрочняющих покрытий. Использование диаграммы вдавливания индентора с оценкой нагрузки и глубины вдавливания индентора в первой точке перелома линии диаграммы позволяет оценить удельную энергию упругопластической деформации, затраченную на образование первой видимой трещины. Эта энергия является количественным параметром трещиностойкости покрытия, с увеличением которого повышается его качество, при этом сам параметр можно использовать для выбора оптимальных режимов нанесения упрочняющих покрытий, обеспечивающих их максимальную трещиностойкость.

ЛИТЕРАТУРА

1. Evans A. G., Charles E. A. Fracture toughness determinations by indentation / *Journal of American ceramics society*. 1976. Vol. 58. Issue 7 – 8. P. 371 – 372.
2. Niihara K., Morena R., Hasselman H. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios / *Journal of materials science letters*. 1982. Vol. 1. Issue 1. P. 13 – 16.
3. Матюнин В. М. Индентирование в диагностике механических свойств материалов. — М.: Издательский дом МЭИ, 2015. — 288 с.
4. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / *Materials research soc.* 2004. Vol. 19. N 1. P. 3 – 20.
5. Matyunin V. M., Dragunov V. K., Marchenkov A. Yu. A size effect in the indentation of materials at the micro- and nanoscale strained volumes / *Piezoelectrics and Nanomaterials: Fundamentals, Developments and Applications* / Ed. by I. A. Parinov. — N.Y.: Nova publishers, 2015. — 288 p.

REFERENCES

1. Evans A. G., Charles E. A. Fracture toughness determinations by indentation / *Journal of American ceramics society*. 1976. Vol. 58. Issue 7 – 8. P. 371 – 372.
2. Niihara K., Morena R., Hasselman H. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios / *Journal of materials science letters*. 1982. Vol. 1. Issue 1. P. 13 – 16.
3. Matyunin V. M. Indentation as the materials mechanical properties diagnostics method. — Moscow: Izdatel'skii dom MEI, 2015. — 288 p. [in Russian].
4. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / *Materials research soc.* 2004. Vol. 19. N 1. P. 3 – 20.
5. Matyunin V. M., Dragunov V. K., Marchenkov A. Yu. A size effect in the indentation of materials at the micro- and nanoscale strained volumes / *Piezoelectrics and Nanomaterials: Fundamentals, Developments and Applications* / Ed. by I. A. Parinov. — N.Y.: Nova publishers, 2015. — 288 p.