

Оценка трещиностойкости упрочняющих покрытий из нитрида титана по параметрам кинетического индентирования и акустической эмиссии

В. К. КАЧАНОВ, И. В. СОКОЛОВ, В. М. МАТЮНИН,
В. А. БАРАТ, В. В. БАРДАКОВ, А. Ю. МАРЧЕНКОВ

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

Показана возможность эффективного использования метода кинетического индентирования в сочетании с методом акустической эмиссии для оценки трещиностойкости упрочняющих покрытий из нитрида титана. Установлено, что появление первого перелома на линии нагружения кинетической диаграммы вдавливания в координатах «нагрузка–перемещение индентора–время» обусловлено образованием первой трещины в покрытии и практически совпадает по времени с возникновением импульса акустической эмиссии с увеличенным значением энергии. Это позволяет более точно и обоснованно определить критические нагрузку, глубину вдавливания индентора и твердость, при которых образуется первая видимая кольцевая трещина вокруг отпечатка на поверхности покрытия.

Ключевые слова: кинетическое индентирование, акустическая эмиссия, упрочняющие покрытия, кольцевые трещины, трещиностойкость.

The possibility of usage of kinetic indentation method combined with acoustic emission for TiN-based hardening coatings crack resistance evaluation is revealed. Appropriate compliance between the moments of the first crack appearance in the coating, the first notch on kinetic indentation curve registration and high-energetic acoustic emission impulse registration is established. The ability of much accurate and sound evaluation of critical indentation load causing the first ring crack appearance around the indent in the coating is shown.

Key words: kinetic indentation, acoustic emission, hardening coatings, ring cracks, crack resistance.

При разработке упрочняющих покрытий необходимо обеспечить их высокую твердость. Однако с повышением твердости, как правило, снижаются пластичность и устойчивость покрытия к трещинам. Одной из основных характеристик трещиностойкости принято считать критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} . Учитывая небольшую толщину упрочняющих покрытий, наиболее эффективным способом определения K_{Ic} является индентирование алмазным или твердосплавным инденторами [1–5].

Процесс образования и распространения трещин при индентировании сложен и разнообразен. В зависимости от химического состава покрытия, технологии его нанесения, уровня физико-механических свойств, формы индентора и условий индентирования могут возникать различные типы трещин. Эти типы условно подразделяются на герцевские (конусы Герца), радиальные (трещины Пальмквиста), медианные, круговые и др. Иногда даже на одном и том же покрытии появляются и распространяются разные типы трещин [1].

Существует способ оценки трещиностойкости хрупких материалов с помощью вдавливания алмазной пирамиды для образования радиальных трещин. На поверхности испытываемого материала следы этих трещин распространяются из углов отпечатка. В этом случае критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} определяется по формуле [3]:

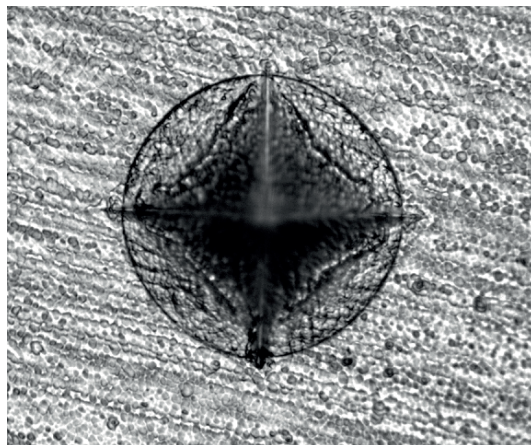
$$K_{Ic} = 0,16Ha^{1/2} (c/a)^{-3/2},$$

где H – твердость покрытия по шкалам Виккерса; a – полу-

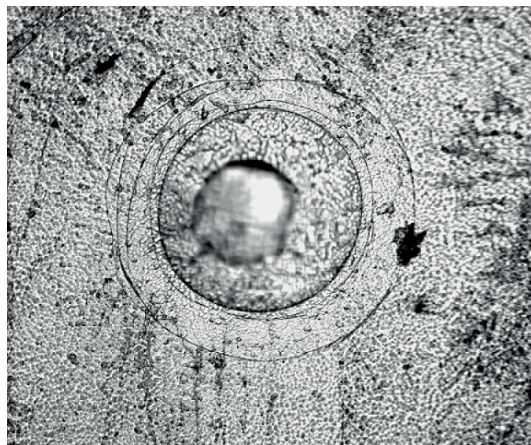
диагональ отпечатка; c – полудлина трещины.

Согласно методике [4] в формулу для расчёта K_{Ic} входит также модуль упругости E . Тогда $K_{Ic} = 0,067Ha^{1/2} (E/H)^{0,4} (c/a)^{-3/2}$. При индентировании алмазной пирамидой покрытий из нитрида титана в них образуются не радиальные, а конические трещины, которые на поверхности проявляются в виде окружностей или изогнутых линий, расположенных вокруг отпечатка (рис. 1). Материал используемой подложки – аустенитная сталь 08X18H10T. Следует отметить, что при наличии и развитии образовавшихся вокруг отпечатка трещин можно количественно определить сопротивление материала распространению этих трещин. Не менее важной механической характеристикой материалов, включая покрытия, является их способность сопротивляться зарождению первой трещины. Для определения этой характеристики целесообразно использовать кинетическое индентирование с регистрацией диаграмм вдавливания в координатах «нагрузка F –перемещение индентора t –время τ » [6]. По первому перелому на линии нагружения можно определить нагрузку, глубину отпечатка, твердость и время образования первой трещины. Для дополнительного обоснования момента образования этой трещины было совмещено кинетическое индентирование с регистрацией сигналов акустической эмиссии (АЭ).

Метод АЭ основан на регистрации упругих волн, возникающих в результате деформации материала,



а



б

Рис. 1. Отпечатки, полученные на поверхности покрытия из нитрида титана при различных нагрузках вдавливания пирамидальным (а) и сферическим (б) инденторами

и образования дефектов. Данный метод можно эффективно применять в экспериментальном материаловедении для исследования механизма упругопластической деформации при различных видах нагружения материалов, включая индентирование [7–10].

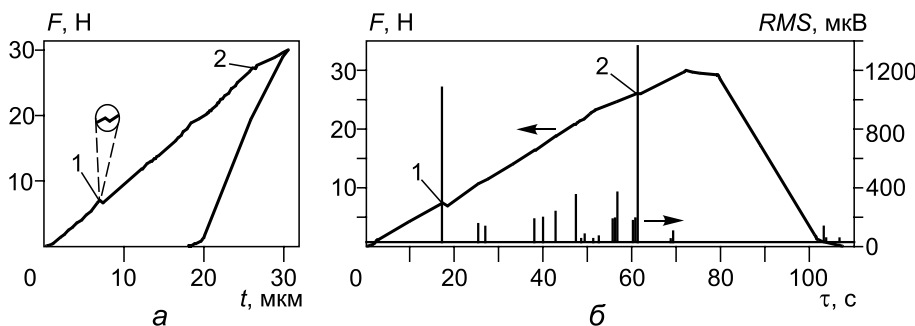


Рис. 2. Диаграммы вдавливания алмазной четырёхгранной пирамиды в координатах «нагрузка F –перемещение индентора t » (а) и «нагрузка F –время τ » с наложением сигналов акустической эмиссии RMS (б):

1 – момент образования первой трещины в покрытии; 2 – момент начала внедрения индентора в подложку покрытия

Для разработки методики регистрации момента появления первой трещины на поверхности покрытия и соответствующих ему нагрузки и глубины вдавливания индентора были выполнены следующие эксперименты с использованием методов кинетического индентирования и АЭ.

Кинетическое индентирование выполнялось на универсальной испытательной машине Instron 5982 в режиме нагружения сжатием. Для жёсткого крепления индентора было изготовлено приспособление, позволяющее прилагать нагрузку вдоль оси нагружения нормально к поверхности покрытия. Точность измерения нагрузки составляла $\pm 0,1$ Н, а точность перемещения индентора – $\pm 0,25$ мкм. Скорость деформирования при индентировании была 0,025 мм/мин. Для достоверного определения перемещения индентора t и глубины отпечатка h учитывалась жёсткость, т. е. упругая податливость испытательной машины, вычисляемая по методике Оливера–Фарра с применением кинетической диаграммы вдавливания [11].

В процессе индентирования допускалась регистрация одновременно двух диаграмм вдавливания в координатах «нагрузка F –перемещение индентора t » и «нагрузка F –время τ ». Для регистрации сигналов АЭ на боковую поверхность шлифа, имеющего покрытие, наносили слой контактной жидкости, а затем прикрепляли преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ). В качестве ПАЭ использовали резонансный преобразователь GT200 с частотой резонанса 150 кГц. Сигнал с ПАЭ поступал на усилитель с коэффициентом усиления 34 дБ и частотным фильтром 1–500 кГц. В качестве системы сбора данных АЭ применяли отечественный портативный акустико-эмиссионный двухканальный прибор UNISCOPE. Поступающие сигналы измеряли с частотой дискретизации 2,5 МГц, что согласовывалось с полосой частот измерительного тракта.

На рис. 2, а показана кинетическая диаграмма вдавливания пирамиды в одно из покрытий из нитрида титана толщиной 25 мкм. Покрытие нанесено на подложку из углеродистой стали марки 45. Эта диаграмма была зарегистрирована в координатах «нагрузка F –перемещение индентора t ». Следует отметить, что на рис. 2, а перемещение индентора t показано без учёта упругой податливости установки. На рис. 2, б приведена диаграмма в координатах «нагрузка F –время τ », совмещённая с сигналами акустической эмиссии RMS .

Сигнал АЭ $RMS(\tau)$ характеризует смещение поверхности объекта S во времени τ под действием акустической волны. На рис. 2, б представлено также среднее квадратичное значение сигнала $RMS(\tau)$, рассчитанное в скользящем окне длительностью $I_\tau = 0,4$ мс. Формула для расчёта $RMS(\tau)$ имеет следующий вид:

$$RMS(\tau) = \frac{1}{I_\tau} \left(\sum_{\tau-I_\tau/2}^{\tau+I_\tau/2} S^2(\tau) \right)^{1/2},$$

где τ – время; I_τ – длительность скользящего окна.

Сигнал АЭ содержит импульсные составляющие. Каждому импульсу соот-

ветствует событие, связанное с изменениями структуры материала или механизма пластической деформации, или появлением дефектов на разных масштабных уровнях. Временная реализация сигнала АЭ содержит порядка 20 импульсов, которые регистрируются как при нагружении, так и при разгрузке испытуемого покрытия.

На линии нагружения кинетической диаграммы вдавливания (см. рис. 2, а) показаны переломы в виде резкого локального спада нагрузки. При появлении первого перелома (точка 1) возникает импульс АЭ, характеризующийся высокими амплитудой и энергией. Время появления первого перелома совпадает с временем возникновения импульса АЭ в точке 1. По диаграмме вдавливания можно определить нагрузку F_1 и перемещение индентора t_1 , соответствующее первому перелому. Повторное вдавливание индентора в другом месте покрытия с нагрузкой F_1 и последующей разгрузкой позволяет обнаружить с помощью микроскопа первую кольцевую трещину вокруг отпечатка. При нагрузках меньше F_1 и последующих разгрузках трещина на поверхности покрытия не появлялась. Следующий резкий перелом на линии нагружения появляется в точке 2, соответствующей глубине отпечатка и примерно равной толщине покрытия. После этого индентор начинает внедряться в подложку. В точке 2 также наблюдается импульс АЭ с высокими амплитудой и энергией.

Основной интерес всё же представляет перелом в точке 1 и соответствующие ему нагрузка F_1 и перемещение t_1 , при которых появляется первая кольцевая трещина на поверхности покрытия. Неоднократные испытания покрытия вдавливанием пирамиды с регистрацией кинетической диаграммы вдавливания « $F-t$ » показали повторяемость результатов определения нагрузки F_1 и перемещения t_1 . Погрешность определения нагрузки F_1 не превышала $\pm 1,3\%$, а перемещения $t_1 - \pm 4,2\%$.

Нагрузка вдавливания F_1 является первичным силовым параметром, характеризующим образование первой кольцевой трещины. Чем меньше эта нагрузка, тем слабее трещиностойкость покрытия. По нагрузке F_1 и соответствующей ей глубине невосстановленного отпечатка h_1 можно рассчитать значение твёрдости покрытия по Мартенсу.

В настоящей работе твёрдость покрытия по Мартенсу HM при вдавливании четырёхгранной пирамиды рассчитывалась по формуле [12]:

$$HM = F / (26,43h^2). \quad (1)$$

Приняв алмазную пирамиду упругонесжимаемой, можно приравнять глубину h при заданной нагрузке вдавливания к перемещению индентора t , если вычесть из него дополнительное перемещение, обусловленное упругой податливостью испытательной установки. Однако при определении твёрдости HM под нагрузкой F_1 не было выдержано условие, при котором согласно стандарту [12] отношение толщины покрытия H к глубине отпечатка h должно быть не менее 10. Если отношение $\phi = H/h$ меньше 10, то происходит влияние подложки на

определяемые значения твёрдости покрытия. В рассматриваемом эксперименте глубина отпечатка при нагрузке F_1 составляла $h_1 \approx 6$ мкм, что соответствовало $\phi \approx 4,2$ при толщине $H \approx 25$ мкм. Поэтому для определения твёрдости покрытия при $\phi < 10$ необходимо использовать формулы, учитывающие влияние подложки. Для этого была применена формула, предложенная в [13]:

$$HM_{\text{пок}} = HM_{\text{под}} + [HM_{\text{сис}} - HM_{\text{под}}] / [2C_2 H/h - C_2^2 (H/h)^2],$$

где $HM_{\text{пок}}$ – твёрдость покрытия; $HM_{\text{под}}$ – твёрдость подложки; $HM_{\text{сис}}$ – твёрдость системы «подложка–покрытие»; $C_2 = 0,0728$ – коэффициент для модели деформирования «хрупкое покрытие–мягкая подложка».

В таблице приведены значения F_1 , h_1 , $HM_{\text{пок}}$, $HM_{\text{сис}}$ и $HM_{\text{под}}$, определённые при двух испытаниях одного и того же образца в разных точках подложки и покрытия.

Результаты определения нагрузки F_1 , глубины отпечатка h_1 , твёрдости системы «подложка – покрытие» $HM_{\text{сис}}$, твёрдости подложки $HM_{\text{под}}$ и твёрдости покрытия $HM_{\text{пок}}$ из нитрида титана, нанесённого на подложку из стали 45

Параметр	Первый опыт	Второй опыт
F_1 , Н (кГ)	7,95 (0,81)	7,65 (0,78)
h_1 , мкм	6,04	5,95
$HM_{\text{под}}$, Н/мм ² (кГ/мм ²)	2158 (220)	2178 (222)
$HM_{\text{сис}}$, Н/мм ² (кГ/мм ²)	8231 (839)	8182 (834)
$HM_{\text{пок}}$, Н/мм ² (кГ/мм ²)	14019 (1429)	13763 (1403)

Следует отметить, что согласно стандарту [12] формулу (1) не рекомендуется использовать при глубине отпечатка менее 6 мкм. В рассматриваемом случае при определении $HM_{\text{сис}}$ глубина отпечатка h_1 была близка к 6 мкм. Если h_1 окажется менее 6 мкм, то необходимо определять твёрдость при индентировании H_{IT} по кинетической диаграмме вдавливания [12]. При снижении h_1 уменьшается деформированный объём материала под отпечатком, что приводит к увеличению вычисляемых значений твёрдости из-за влияния масштабного фактора [14, 15]. Это надо учитывать при определении и сравнении твёрдости разных материалов, в том числе и при определении твёрдости покрытий под нагрузкой F_1 , при которой образуется первая кольцевая трещина.

Исследование выполнено в ФГБОУ ВО НИУ «МЭИ» при поддержке Российского научного фонда (проект № 15-19-00166).

Л и т е р а т у р а

1. Колесников Ю. В., Морозов Е. М. Механика контактного разрушения. М.: Наука, 1989.
2. Морозов Е. М., Зернин М. В. Контактные задачи механики разрушения. М.: Машиностроение, 1999.
3. Evans A. G., Charles E. A. Fracture toughness determinations by indentation // J. American ceramics society. 1976. V. 58. No. 7–8. P. 371–372.
4. Shetty D. K., Wright I. G., Mincer P. N., Clauser A. H. Indentation fracture of WC-Co cermets // J. materials science. 1985. V. 20. No. 5. P. 1873–1882.
5. Niihara K., Morena R., Hasselman H. Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios // J. materials science. 1982. V. 1. No. 1. P. 13–16.

6. Матюнин В. М. Индентирование в диагностике механических свойств материалов. М.: Издательский дом МЭИ, 2015.

7. Пат. 2149396 РФ. Бакиров М. Б. Способ акустическо-эмиссионного определения момента возникновения начальной пластической деформации. 2000.

8. Качанов В. К., Карташов В. Г., Соколов И. В. Ультразвуковая помехоустойчивая дефектоскопия. М.: Издательский дом МЭИ. 2008.

9. Семашко Н. А., Шпорт В. И., Марьин Б. М., Пекарш А. И., Муравьев В. И., Евстигнеев А. И. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении. М.: Машиностроение, 2002.

10. Мерсон Д. Л. Применение метода акустической эмиссии в физическом материаловедении. В кн.: Перспективные материалы. Структура и методы исследования. ТГУ, МИСиС, 2006.

11. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Materials Research. 1992. V. 7. No. 6. P. 1564–1583.

12. ГОСТ Р 8.748–2011 (ISO 14577-1:2002) Металлы и сплавы. Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний.

13. Jonnson B., Hogmark S. Hardness measurements of thin films // Thin films. 1984. V. 114. No. 3. P. 257–269.

14. Федосов С. А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. М.: МГУ им. М. В. Ломоносова, 2004.

15. Матюнин В. М. Размерный эффект и его влияние на механические свойства материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. № 2. С. 64–68.

Дата принятия: 23.08.2016.

681.586 (075)

Совмещение функций измерения и управления в структуре многослойного пьезоэлектрического актюатора нано- и микроперемещений

В. А. БАРДИН, В. А. ВАСИЛЬЕВ

Пензенский государственный университет, Пенза, Россия, e-mail: opto@bk.ru

Исследованы принципы создания прецизионных устройств позиционирования на основе пьезоэлектрического эффекта. Выделено перспективное научное направление в развитии пьезоактюаторов – создание саморегулируемых устройств, одновременно выполняющих функции исполнительного механизма (актюатора) и первичного измерительного преобразователя (датчика обратной связи). Разработана оригинальная структура алаптивного многослойного пьезоэлектрического актюатора нано- и микроперемещений. Приведена его структурная схема и показаны её достоинства.

Ключевые слова: пьезоэлектрический актюатор, саморегулируемый актюатор, многослойная структура, управление, нано- и микроперемещение, прецизионное позиционирование.

The principles of creation precision positioning devices which based on piezoelectric effect were studied. A promising scientific direction in the development of piezo actuators – self-sensing actuators, which simultaneously perform two functions: actuating mechanism (actuator) and the primary measuring transducer (sensor feedback), was selected. An original structure of the self-sensing multilayer piezoelectric actuator of nano- and micromovings is suggested. It was given a structural variant of the control circuit of the self-sensing multilayer piezoelectric actuator, in which the integrating scanning frequency converter used as the measuring transducer. The advantages of such a structural control scheme are shown.

Key words: piezoelectric actuator, self-sensing actuator, multilayer structure, control, nano- and micromoving, precision positioning.

Для позиционирования объектов с нано- и микрометровой точностью требуются различные датчики нано- и микроперемещений, с помощью которых получают сигнал обратной связи об ошибке позиционирования и корректируют управляющий сигнал, подаваемый на исполнительный механизм [1, 2]. В качестве первичных измерительных преобразователей нано- и микроперемещений применяют датчики тензо- и пьезорезистивного, ёмкостного, пьезоэлектрического, оптического (интерферометры, энкодеры) и других типов.

В качестве исполнительного механизма достаточно перспективно использование пьезоэлектрических актюаторов – пьезоактюаторов. Для обеспечения высокой точности и эффективности работы этих приборов необходимо корректировать управляющий сигнал в зависимости от отклонения реального перемещения относительно заданного. Расхождение реального и заданного перемещений без корректировки может составлять 5–15 %, что является проявлением свойств пьезоэлектрических материалов [3–7].