

К. С. СЕЛИВАНОВ, А. М. СМЫСЛОВ, А. Н. ПЕТУХОВ

ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ СКЛЕРОМЕТРИРОВАНИЯ НА УСТАНОВКЕ CSM SCRATCH TEST

Рассматриваются новые способы испытания свойств поверхности деталей методами индентирования и склерометрии, приводятся результаты сравнительных испытаний вакуумно-плазменных многослойных защитных покрытий на основе сложных нитридов титана и циркония. *Свойства поверхности; склерометрия; вакуумно-плазменное покрытие; ионная имплантация*

ВВЕДЕНИЕ

Для экспериментального исследования динамики микро- и наноструктур в объеме материала образца или в защитном покрытии на его поверхности в настоящее время применяют так называемые прямые методы «*in situ*» (т.е. непосредственное изучение свойств структуры материала «на месте»). Уход, таким образом, от большой степени усреднения исследуемых свойств по объему образца позволяет по-новому взглянуть на ряд нерешенных проблем технологии поверхности, физики прочности и пластичности.

Из ряда существующих экспериментальных данных следует, что механические свойства большинства материалов испытывают значительные изменения в субмикронных масштабах, особенно в областях с характерным размером менее 100 нм. Помимо нанотехнологий и наноструктур существует множество других чрезвычайно распространенных ситуаций, в которых изучение нано- и субмикронного взаимодействия материала поверхности особенно важно: сухое трение шероховатых поверхностей, абразивный и эрозионный износ, контактное взаимодействие со средами. Во всех этих процессах реализуются кратковременные интенсивные микроконтактные взаимодействия, для моделирования которых широко используется динамическое индентирование или склерометрия (царапанье, или в английской нотации Scratch Test).

Более пятидесяти лет для оценки износостойкости материалов широко применяется метод склерометрических исследований [1], заключающийся в «царапании» (деформировании) твердыми инденторами поверхности металла с заданной шероховатостью.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Методика склерометрических испытаний [1–3] основана на непрерывном нагружении материала, его деформировании в упругой и упругоэластической областях до предельного состояния и последующем разрушении путем горизонтального перемещения индентора, предварительно внедренного на определенную глубину. Методика позволяет изменять нагрузку на индентор и регулировать скорость склерометрирования (царапания).

Приборы, реализующие методики индентирования и склерометрирования, принципиально устроены сходным образом. Они содержат узел нагружения и прецизионный датчик для регистрации перемещения алмазного индентора, контроллерный блок и компьютер с пакетом программ для управления всеми рабочими циклами прибора, сбора, обработки и хранения данных, а также цепи обратной связи между датчиком перемещения и силовой ячейкой, позволяющие значительно расширить набор методов нагружения и обработки сигналов.

Принципиальным отличием приборов для склерометрии является то, что они обеспечивают и позволяют регистрировать перемещение индентора не только по вертикальной оси z , но и вдоль горизонтального направления u , что при известной поперечной жесткости подвески дает возможность измерять тангенциальные силы, а следовательно, и коэффициент трения (зная нормальную силу, приложенную в данный момент к индентору). Для выбора места укола служит оптический микроскоп, а для позиционирования и перемещения образца – многокоординатный столик. Наличие моторизованного столика позволяет существенно расширить набор опций, в частности, осуществлять автоматизированное картирование механических свойств поверхности, измерять коэффициент трения, регистрировать микропрофиль вдоль заданной траектории.

Приборы индентирования и склерометрии применяют для изучения разнообразных количественных характеристик материала из первичных данных, полученных непосредственным измерением. Примерно для половины этих характеристик и свойств существуют ясные общепринятые определения и стандарты. Таковыми можно считать: а) твердость; б) вязкость; в) модуль Юнга; г) локальные контактные характеристики, в частности, контактную жесткость; д) критические значения контактных напряжений упруго-пластического перехода; е) макроскопический предел текучести; ж) диаграмму нагружения $\sigma=f(\epsilon)$, восстанавливаемую по диаграмме $P=f(h)$; и) энергию, поглощенную в цикле «нагружение-разгрузка», и энергию упругого восстановления отпечатка после разгрузки; к) долю упругой и пластической деформации под индентором по отношению к полной и некоторые другие.

Методика исследования свойств поверхности методом склерометрии заключается в следующем [3]. К поверхности образца с покрытием подводят индентор Роквелла, алмазный наконечник с радиусом при вершине 20 мкм и углом 120°. Далее индентор перемещают вдоль поверхности на заданное расстояние и одновременно прикладывают постепенно увеличивающуюся нагрузку в пределах от 0,3 до 30 Н так, что на поверхности формируется канавка (царапина) переменной глубины (рис. 2). При этом на компьютере проводят регистрацию

прилагаемой нагрузки (F_n , Н), глубины проникновения индентора (Pd , мкм) и сигнала акустической эмиссии ($Aэ$, дБ), отражающего процесс разрушения, отслоения или скалывания покрытия (рис. 3). После этого нагрузка снимается и индентор перемещают в обратную сторону, измеряя восстановленную глубину царапины (Rd , мкм).

По виду полученной царапины определяют характер разрушения (вязкий или хрупкий) и критическую нагрузку разрушения (скола) покрытия (L_c , Н), приводят фотографии места разрушения (рис. 4).

На основе экспериментальных данных по формуле (1) рассчитывают напряжения, действующие на инденторе при царапании в момент разрушения (σ_{ind} , МПа):

$$\sigma_{ind} = L_c / S_c, \text{ МПа}, \quad (1)$$

где S_c – площадь контакта индентора с испытываемой поверхностью.

По формуле (2) рассчитывают величину твердости покрытия при царапании:

$$H_s = L_c / S, \text{ МПа}, \quad (2)$$

S – площадь пятна контакта индентора после снятия нагрузки.

Величины нагрузки на инденторе и расчетные значения прочности удобно представить в виде графиков (рис. 5), где выделяют области упругого, упруго-пластического деформирования и разрушения покрытия.

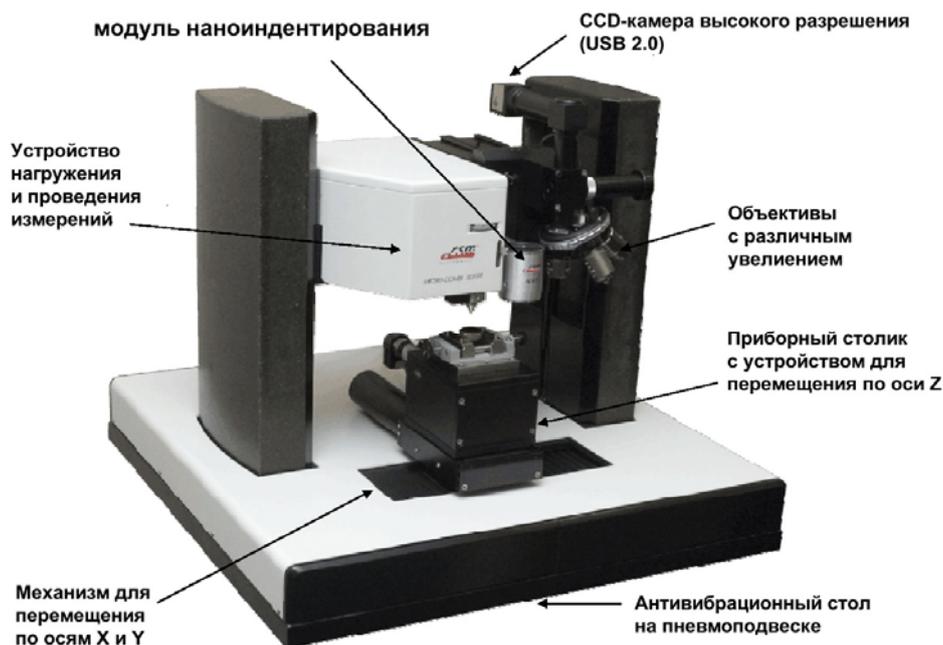


Рис. 1. Внешний вид установки «CSM Scratch Tester»

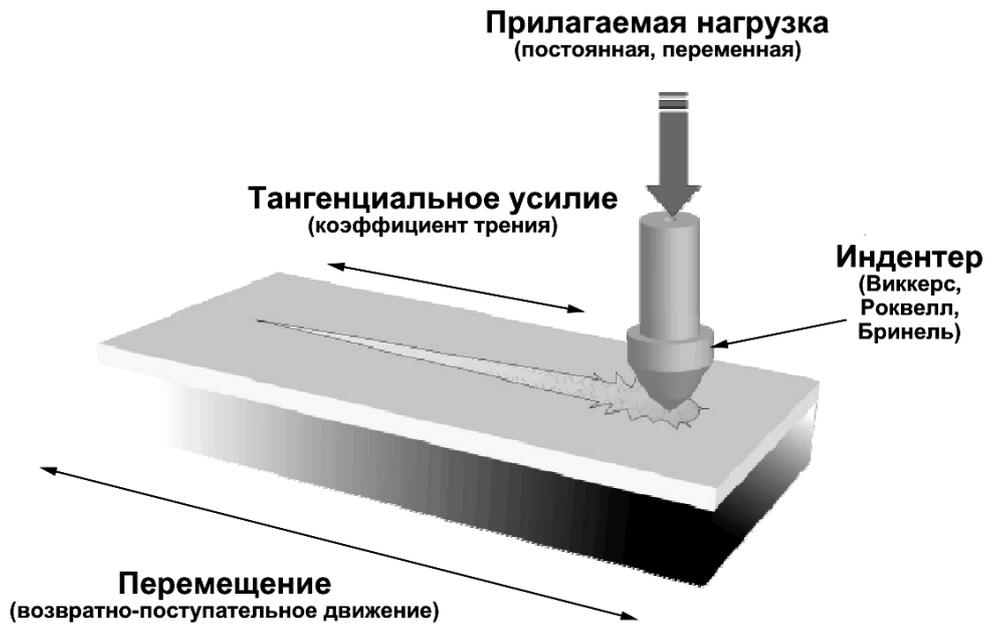


Рис. 2. Схема проведения исследования покрытия методом склерометрии

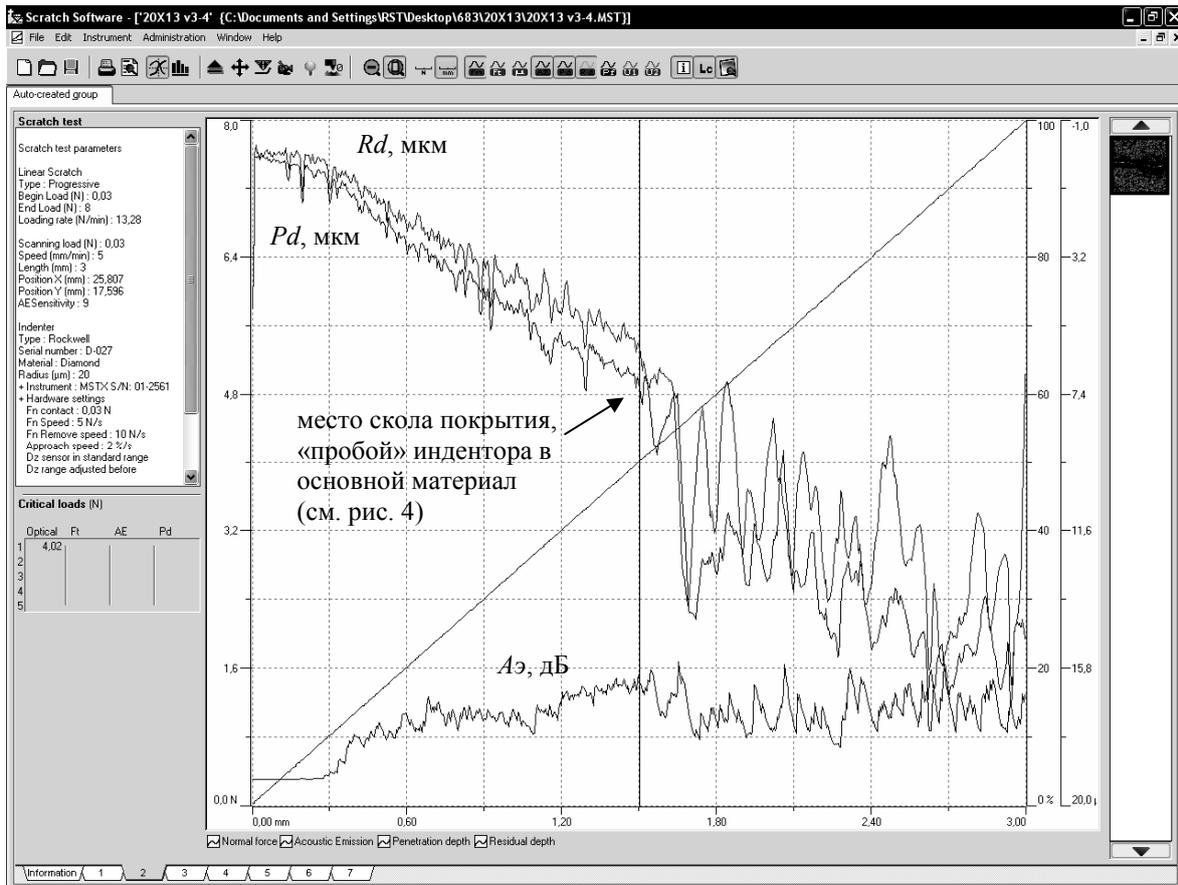


Рис. 3. Пример регистрации измерений на ПЭВМ:

R_d – изменение глубины индентора при упруго-пластическом деформировании покрытия;
 P_d – изменение глубины индентора после упругого восстановления материала покрытия;
 $A_э$ – величина акустической эмиссии при царапании

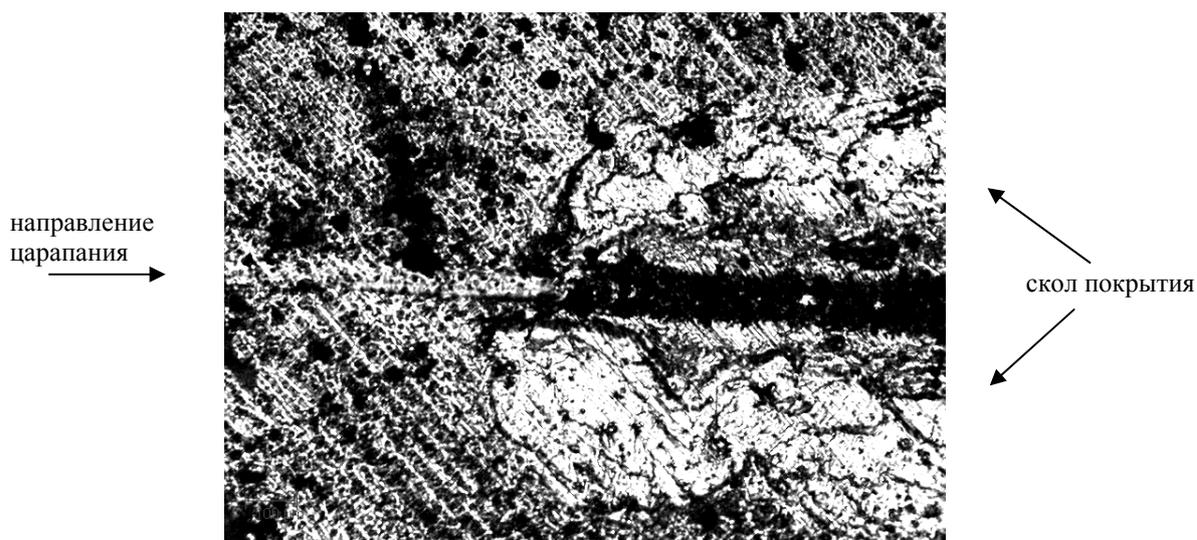


Рис. 4. Характерный вид места разрушения покрытия скалыванием

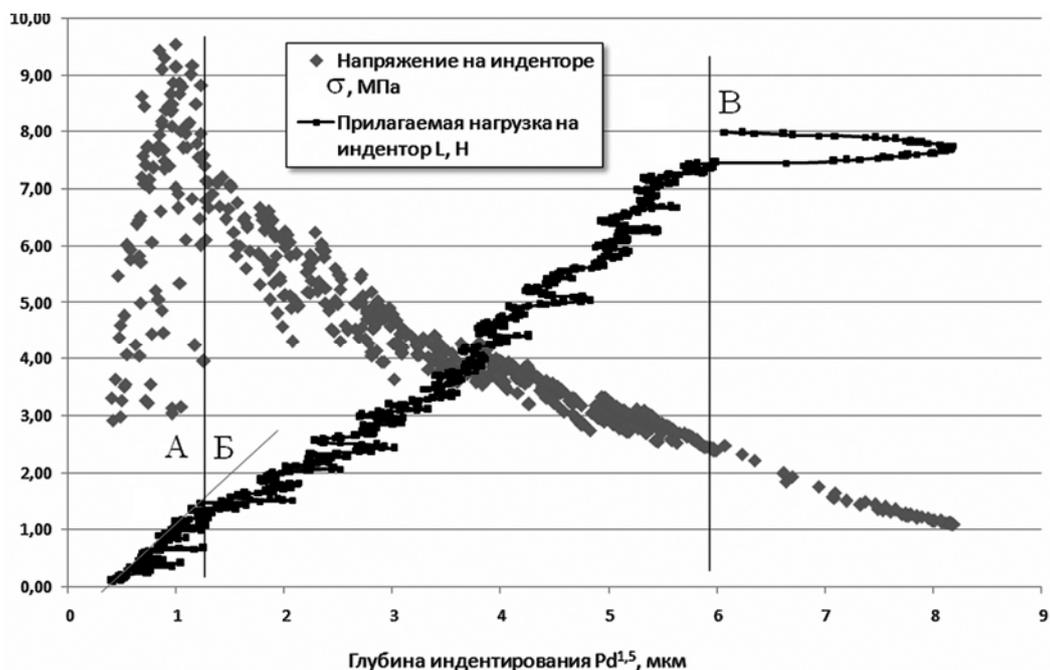


Рис. 5. Изменение параметров царапания по глубине поверхностного слоя с покрытием: А – упругая область деформирования покрытия; Б – область упруго-пластического деформирования; В – область разрушения покрытия скалыванием (см. рис.4)

По формуле (3) рассчитывают коэффициент упругого восстановления материала покрытия K , % [1]:

$$K = (Pd - Rd) / Pd, \% \quad (3)$$

Величина максимального напряжения на инденторе характеризует прочность покрытия при его упругопластическом деформировании, способность сопротивляться разрушению под действием внешней нормальной нагрузки.

Твердость отражает способность материала покрытия сопротивляться локальной пластической деформации.

Коэффициент упругого восстановления показывает насколько полно происходит восстановление материала после снятия нормальной нагрузки, которая вызывает упругопластическую деформацию. Очевидно, что чем больше величина этого коэффициента, тем более упругими свойствами обладает исследуемое покрытие. По полученным значениям

σ_{ind} , H_s и K делают вывод о прочности покрытия и его упругопластическим свойствам.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследование проводили на образцах с нанесенными по различным вариантам вакуумно-плазменными покрытиями на основе нитридов титана и циркония (табл. 1). Ионно-плазменное модифицирование и нанесение покрытий проводили в режиме ассистирования ионами азота на установке ВУ-1БС с двумя электродуговыми испарителями и плазмогенератором «Пинк».

Нанесение покрытия производилось с двух катодов: ВТ1-0 (Ti) и ВТ20 (Ti, Al, Mo, Zr, V) или Zr. Температура образцов не превышала 450..500 °С и контролировалась пирометром IP-140 через кварцевое стекло.

Микротвердость определялась на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузках 50 и 100 г. Толщина покрытий измерялась непосредственно на образцах после изготовления поперечных шлифов и сферических шлифов на металлографическом микроскопе «NIKON-100M».

Исследование свойств поверхности методом склерометрии проводили на приборе CSM Scratch Tester алмазным индентором Роквелла

с углом при вершине 120° и радиусом 0,020 мм. Режимы испытания:

– начальная нагрузка на инденторе – 0,03 Н;

– конечная нагрузка на инденторе – 20,0 Н;

– длина царапания – 5 мм;

– скорость царапания – 5 мм/мин.

Предварительно для каждого образца проводили регистрацию профиля шероховатости поверхности для уменьшения погрешности определения глубины проникновения индентора в поверхность под нагрузкой. При проведении испытания регистрировали фактически приложенную нагрузку, глубину внедрения индентора, уровень сигнала акустической эмиссии. После снятия приложенной нагрузки проводили повторное снятие профиля шероховатости в месте царапания для расчета величины упругопластического восстановления материала.

Изучая полученный трек царапины под микроскопом, определяли места разрушения покрытий и по полученным данным – величины критической нагрузки разрушения L_c , Н и соответствующей глубины P_c , мкм. Результаты испытаний вариантов покрытий приведены в табл. 2, 3 и на рис.5.

Таблица 1

Варианты нанесения покрытий и результаты измерения толщины и микротвердости

Последовательность нанесения покрытий / архитектура многослойного покрытия	Материал образца	Микротвердость H_{50} , МПа	Общая толщина, мкм
1. $Ti^{10^7} + (Ti_{\Sigma})N^{25^7} + Ti_{\Sigma}^{5^7} + (Ti_{\Sigma})N^{25^7}$	ВТ-6 20X13	21568 12413	5,5 5,3
2. $Ti^{10^7} + \underbrace{(Ti_{\Sigma})N^{5^7} + Ti_{\Sigma}^{1^7} + \dots + Ti_{\Sigma}N^{8^7}}_{7 \text{ раз}}$	ВТ-6 20X13	26098 16700	5,5 5,5
3. $Ti^{10^7} + (Ti+Zr)N^{20^7} + (Ti+Zr)^{5^7} + (Ti+Zr)N^{25^7}$	ВТ-6 20X13	13510 10000	5,5 5
4. $Ti^{5^7} + (Ti+Zr)N^{5^7} + (Ti+Zr)^{5^7} + (Ti+Zr)N^{5^7} + (Ti+Zr)^{5^7} + (Ti+Zr)N^{20^7} + (Ti+Zr)^{5^7} + (Ti+Zr)N^{20^7}$	ВТ-6 20X13	12283 ~ 9000	5,3 5,2
5. $Ti^{10^7} + \underbrace{(Ti+Zr)N^{5^7} + (Ti+Zr)^{1^7} + \dots + (Ti+Zr)N^{8^7}}_{7 \text{ раз}}$	ВТ-6 20X13	10000 13846	6,1 7,0

Примечание. Ti_{Σ} – Ti+(TiAlMoZr), 10^7 – время осаждения

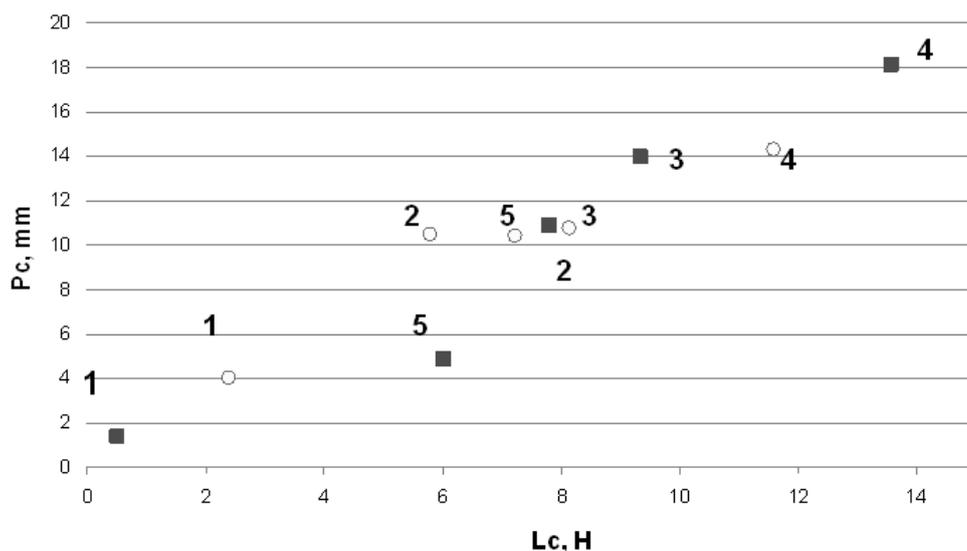


Рис. 5. Прочностные свойства вариантов покрытий:

 P_c – глубина разрушения (скола) покрытия, мкм L_c – критическая нагрузка разрушения, Н

Материалы образцов: ■ – 20X13; ○ – VT6

Таблица 2
Свойства покрытий образцов из материала VT6

Вариант покрытия	Критическая нагрузка разрушения L_c , Н	Глубина внедрения индентора при разрушении P_c , мкм
1	2,4	4,0
2	5,8	10,5
3	8,1	10,7
4	11,6	14,3
5	7,2	10,4

Таблица 3
Свойства покрытий образцов из материала 20X13

Вариант покрытия	Критическая нагрузка разрушения L_c , Н	Глубина внедрения индентора при разрушении P_c , мкм
1	0,53	1,4
2	7,8	10,9
3	9,35	13,95
4	13,56	18,11
5	6,04	4,83

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Наиболее прочным покрытием является то, которое способно выдерживать максимальную нагрузку без разрушения, что было установлено у многослойного покрытия №8 на основе нитридов титана и циркония. Его разрушение было зарегистрировано при нагрузке на индентор 12...14 Н, что соответствует значению прочности $\sigma_{ind}=6,4$ ГПа. Покрытие характеризуется

тонкими (до 0,35 мкм) прослойками нитридов (Ti+Zr)N и сравнительно невысокой величиной микротвердости от 9 до 12 ГПа.

Наименее прочным и хрупким является покрытие, нанесенное по варианту №1. Основу покрытия составляют сложнелегированные нитриды (TiAlMoZr)N, которые обеспечивают сравнительно высокую микротвердость от 12 до 21 ГПа, но при этом характеризуются минимальной прочностью $\sigma_{ind}=4,1$ ГПа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хрущев М. Н. Склерометрия. М.: Наука, 1968. 205 с.
2. Определение механических свойств и адгезионной прочности ионно-плазменных покрытий склерометрическим методом / В. М. Матюнин, П. В. Быков, Р. Х. Сайдахмедов и др. // МИТОМ. 2002. № 3. С. 36–39.
3. К исследованию механических свойств защитных покрытий методом царапания / В. Н. Гадалов, Ю. В. Болдырев, Ю. Г. Алехин и др. // Конструирование, использование и надежность машин с/х назначения: сб. науч. работ. межвуз. науч.-практ. конф. Брянск.: БрянскГСХА, 2004. С. 245–250.
4. Левашов Е. А. Многофункциональные наноструктурные пленки // Нанометр. Нанотехнологическое сообщество. 2008. С. 28–32.

ОБ АВТОРАХ

Селиванов Константин Сергеевич, доц., ст. науч. сотр. НИЧ каф. технологии машиностроения. Дипл. инженер по технологии машиностроения (УГАТУ, 1997). Канд. техн. наук по технологии машиностроения (УГАТУ, 2000). Иссл. в обл. физ.-хим., структурно-фазового состояния и эксплуатац. свойств поверхности детали после ее ионно-имплантац., вакуумно-плазмен. модифицирования.

Смыслов Анатолий Михайлович, зав. каф. технол. машиностроения. Дипл. инж.-технол. (УАИ, 1973). Д-р техн. наук по производству двигателей ЛА (УГАТУ, 1993). Иссл. в обл. ионно-имплант. и вакуумно-плазм. модиф. поверхности.

Петухов Анатолий Николаевич, д-р. техн. наук, профессор, начальник сектора «Усталость конструкционных материалов и деталей ГТД» ФГУП ЦИАМ им. П. И. Баранова, г. Москва. Иссл. в обл. фреттинга, многоцикловой усталости конструкционных материалов и деталей ГТД.