

Упрочнение и разупрочнение тонких приповерхностных слоев монокристаллов LiF и циркониевой керамики в условиях циклического наноиндентирования

© Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, Б.Я. Фарбер*

Тамбовский государственный университет,
392622 Тамбов, Россия
E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

*Zircoa Corp.,
Cleveland, Ohio, USA
E-mail: bfarber@zircoa.com

(Поступила в Редакцию 15 марта 2001 г.)

Малоцикловая поверхностная усталость остается относительно малоизученной областью. Особенно это относится к накоплению поверхностных повреждений при наноконтактном взаимодействии твердых тел. Предлагается новый метод моделирования усталости при быстропотекающем наноконтактном взаимодействии, основанный на циклическом динамическом наноиндентировании. Результаты исследований на модельных монокристаллах LiF и промышленной керамике ZrO₂ показывают, что при малом числе циклов $N \sim 20$ происходит упрочнение материала под индентором, которое с увеличением N сменяется разупрочнением, проявляющемся в образовании и росте микротрещин.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 01-02-16573) и Министерства образования Российской Федерации (грант № E00-34-123).

Наиболее часто встречающимся видом нагружения при эксплуатации конструкций, машин и механизмов является циклическое (знакопеременное или более сложное) нагружение, при котором развиваются усталостные явления. По некоторым оценкам [1], более 80% всех разрушений носят усталостный характер. Они характерны для авиационной и ракетной техники, всех видов двигателестроения, транспорта и т.д. Исключительная важность диагностики усталостных разрушений способствовала развитию многочисленных и разнообразных контактных (например, визуализация микротрещин с помощью люминофоров) и бесконтактных (ультразвуковая и γ -дефектоскопия, магнитные и электромагнитные методы) методов обнаружения усталостных трещин, а недостаточно ясный до сих пор вопрос о природе усталостных разрушений является причиной интенсивных лабораторных исследований различных видов усталости: многоцикловой и малоцикловой, фреттинг-усталости, ударной, термической, поверхностной, коррозионной и т.д. [2,3]. За последние годы существенный прогресс достигнут в понимании физической природы усталости: установлен механизм образования и развития усталостных трещин, показана решающая роль дефектов кристаллической решетки в упрочнении и разрушении металлов и важная роль окислительных процессов. Наряду с этим относительно малоизученной остается область так называемой малоцикловой усталости, связанной с работой материала в области значительных пластических деформаций, когда суммикротрещины возникают уже после нескольких десятков или сотен циклов нагружения [4].

До последнего времени лабораторные испытания материалов на усталость проводились главным образом на

макроскопических объемных образцах по традиционной методике одноосного циклического растяжения–сжатия или изгиба. Вместе с тем уже в ранних исследованиях начала XX века [5] была установлена исключительная роль поверхности в зарождении и развитии усталостных трещин (по некоторым оценкам, до 75% усталостных разрушений зарождается на поверхности материала конструкции). Более того, развитие современных технологий требует перехода к новому масштабу размеров и в поверхностной усталости, когда кратковременному циклическому нагружению подвергается пятно контакта размером от единиц нанометров до десятков микрометров. Характерный пример — рабочий элемент (шарик из износостойчивого материала, например, керамики ZrO₂) в шаровой мельнице для получения мелкодисперсных порошков. Поверхность такого керамического шарика испытывает периодически повторяющийся быстропотекающий (десятки–сотни микросекунд) контакт как с обрабатываемым материалом, так и с соседними шариками. При этом усталостное разрушение поверхности только одного из них вызывает лавинообразное разрушение других, так как порошок ZrO₂ — сильнейший абразив. Макроскопические усталостные испытания такого материала [6] мало пригодны для прогнозирования его работоспособности в реальной эксплуатации, так как с уменьшением размеров нагружаемой области на много порядков величины начинает действовать множество новых факторов, влияющих на свойства материала [7]. Высокая степень локализации нагрузки приводит к большому упрочнению материала в зоне деформации, так что даже в мягких материалах напряжения могут приближаться к теоретическому пределу прочности (~ 0.1 модуля Юнга) [8].

К реальным условиям быстропротекающего наноконтактного взаимодействия при помоле, измельчении, сухом трении, фреттинге и т.д., в том числе и под действием периодических знакопеременных нагрузок, можно приблизиться, проводя многократно повторяющееся динамическое наноиндентирование одного и того же участка поверхности. Использование нанотестера с высоким пространственным (~ 0.1 nm) и временным (до 0.3 μ s) разрешением обеспечивает высокую степень контроля условий динамического контактного нагружения и деформирования, что весьма ценно для моделирования реального наноконтактного взаимодействия. В отличие от макроскопических методов исследования контактных взаимодействий, в которых усредняются во времени и пространстве результаты взаимодействия тел по большому числу точек контакта, динамическое наноиндентирование позволяет перейти к изучению динамики элементарных актов на уровне одного кратковременно возникающего пятна наноконтакта. Аналогично циклическое нагружение одного и того же отпечатка может позволить смоделировать элементарный акт малоциклового усталости, а варьирование в широких пределах амплитудой, длительностью, скважностью и числом импульсов прилагаемой нагрузки различной формы — исследовать временные и скоростные характеристики появления и накопления усталостных трещин в тонких приповерхностных слоях материала.

Для апробации применимости метода наноиндентирования к исследованию малоциклового усталости использовалась разработанная в лаборатории наноиндентирования Тамбовского университета экспериментальная установка, устройство и принцип действия прототипа которой подробно описаны в [8]. Управляемый компьютером электродинамический привод установки позволяет создавать нагрузки от 10 μ N до 250 mN в диапазоне длительностей от 10 ms до 50 s. В данной работе нагружение осуществлялось симметричным импульсом треугольной формы длительностью $\tau = 0.02, 0.04, 0.1$ и 0.2 s амплитудой $100, 125, 150, 200$ и 250 mN. Циклирование нагружения могло осуществляться либо непрерывно, либо с задержкой между циклами, равной 5 или 10 ms (рис. 1). В зависимости от твердости образца измерения глубины внедрения индентора h проводились на пределе 10 μ m с разрешением $\Delta h = 10$ nm или 1 μ m ($\Delta h = 1$ nm). Для того чтобы обеспечить в течение всего эксперимента нагружение одного и того же участка поверхности, помимо циклического нагружения приводом обеспечивалось постоянное подгружение отпечатка на уровне 5% от максимальной нагрузки, используемой в эксперименте. Основные параметры эксперимента — глубина внедрения индентора h и величина нагрузки P в функции времени — записывались в память компьютера, а получаемая на основании этих данных зависимость $P(h)$ в реальном времени индицировалась на экране монитора. В качестве объекта исследований использовались номинально чистые монокристаллы LiF (как модельный материал для индентометрии) и объемный образец кера-

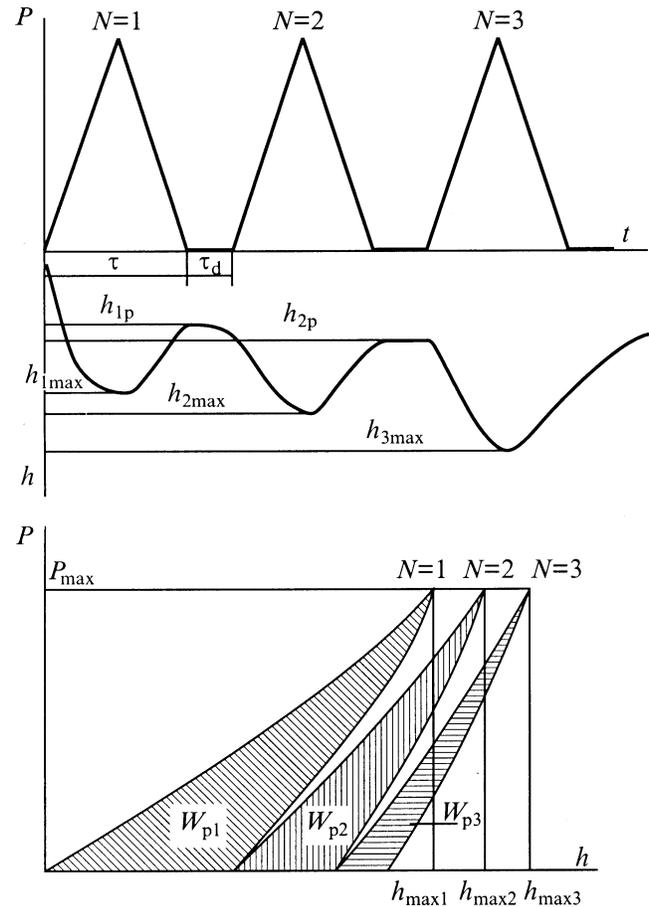


Рис. 1. Схема циклического нагружения и кинетика формирования отпечатка для симметричной треугольной нагрузки, используемой в эксперименте.

мики ZrO_2 , легированный MgO для получения стабильной (Partially Stabilized Zirconia (PSZ)) структуры.

На рис. 2 представлен характерный вид зависимостей величины нагрузки от глубины внедрения индентора для исследуемых материалов после первых 10 циклов нагружения–разгрузки при $\tau = 0.2$ s для LiF (a) и ZrO_2 (b). Традиционно в качестве фактора механических потерь в макроскопических испытаниях на усталость принимается отношение энергии W_p (рис. 1), затраченной на пластическую деформацию, к полной энергии W_{tot} , затраченной приводом, $\Psi = W_p/W_{tot}$. Как следует из рис. 2, доля энергии пластической деформации в работе, затрачиваемой приводом определяемая площадью петли, ограниченной кривыми нагружения и разгрузки [9], велика только в первом цикле нагружения, а уже в следующем цикле она составляет всего несколько процентов от энергии пластической деформации в первом цикле. К четвертому–пятому циклу характер деформации материала под индентором становится практически полностью макроскопически упругим. Как следует из наших результатов (рис. 3), и для LiF, и для ZrO_2 при различных длительностях цикла нагружения–разгрузка Ψ быстро уменьшалась уже к четвертому–пятому ци-

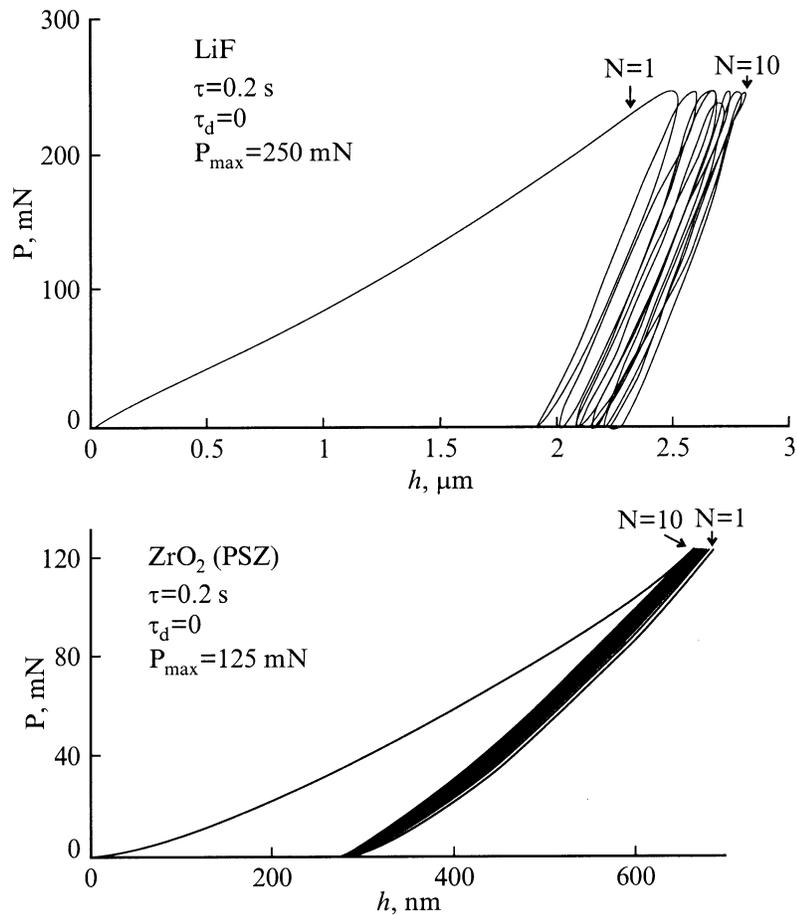


Рис. 2. Характерный вид зависимостей величины нагрузки от глубины внедрения индентора при циклическом нагружении ($N = 10$) для LiF (a) и ZrO₂ (b). Длительность цикла $\tau = 0.2$ s, максимальная нагрузка на индентор $P_{\max} = 250$ (a) и 125 mN (b).

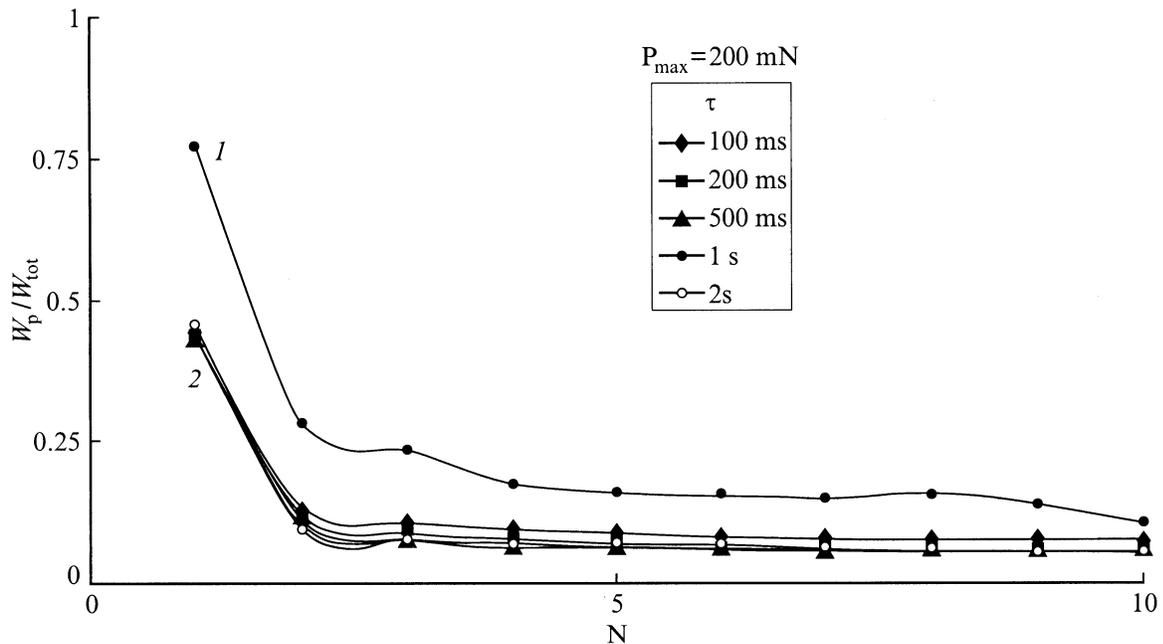


Рис. 3. Фактор механических потерь $W_p / (W_p + W_e)$ при циклическом нагружении ($N \leq 10$) в материалах с различной твердостью, динамической вязкостью и износоустойчивостью: 1 — LiF, 2 — ZrO₂.

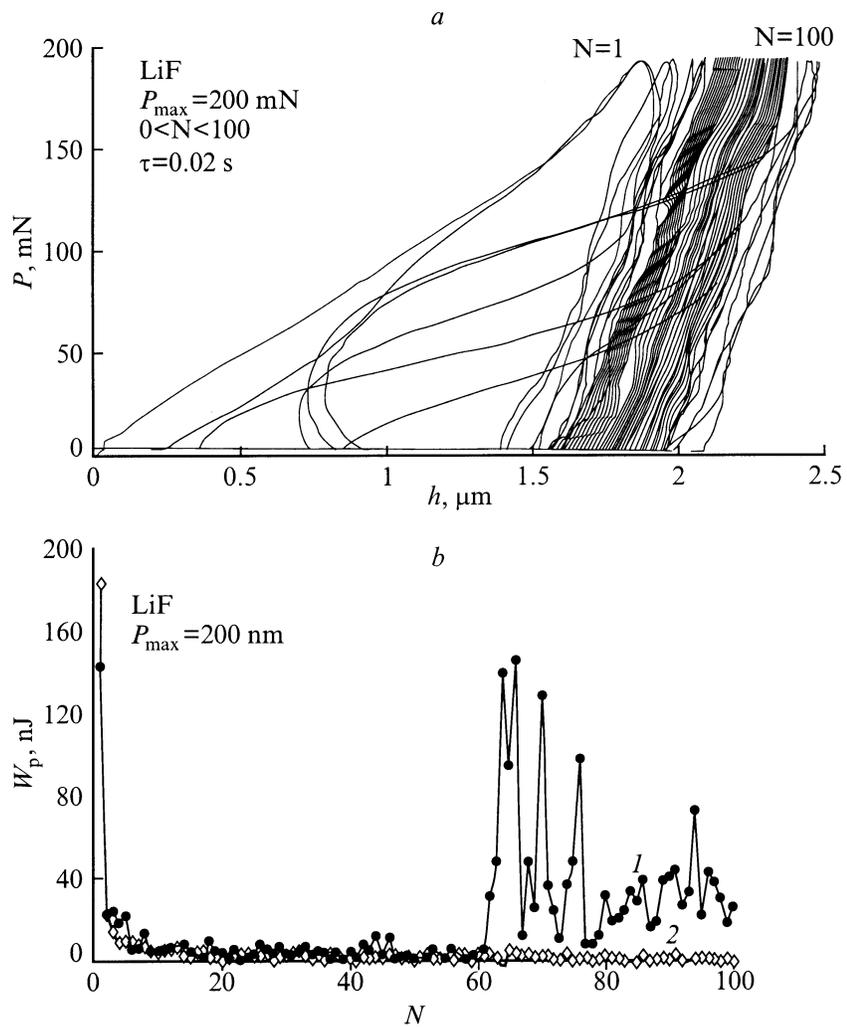


Рис. 4. Разупрочнение монокристаллов LiF при циклическом нагружении для $N \leq 100$, проявляющееся в расширении гистерезисных петель (*a*) и изменении энергии, расходуемой на пластическую деформацию (*b*) в одинаковых условиях. 1 — $\tau = 20$ ms, $P_{\max} = 200$ mN; 2 — $\tau = 100$ ms, $P_{\max} = 200$ mN.

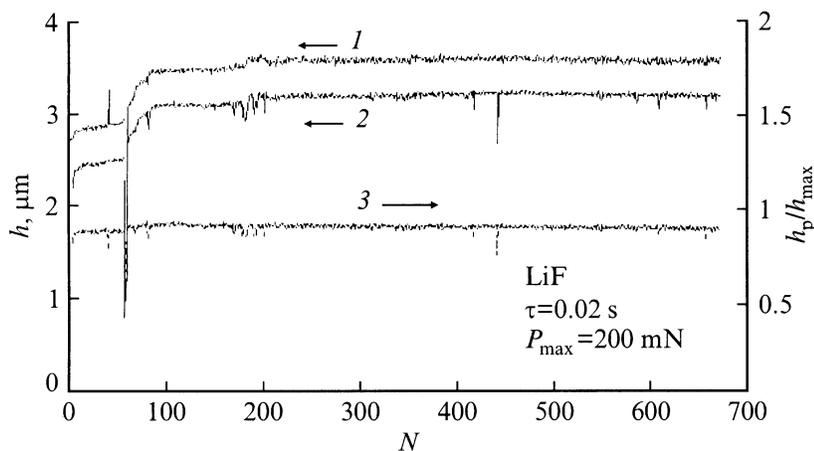


Рис. 5. Кинетика изменения глубины внедрения индентора при циклических испытаниях в LiF для $\tau = 20$ ms и $P_{\max} = 200$ mN: 1 — глубина h_{\max} невосстановленного отпечатка в цикле, 2 — глубина h_p восстановленного отпечатка в цикле, 3 — степень упругого восстановления глубины отпечатка η .

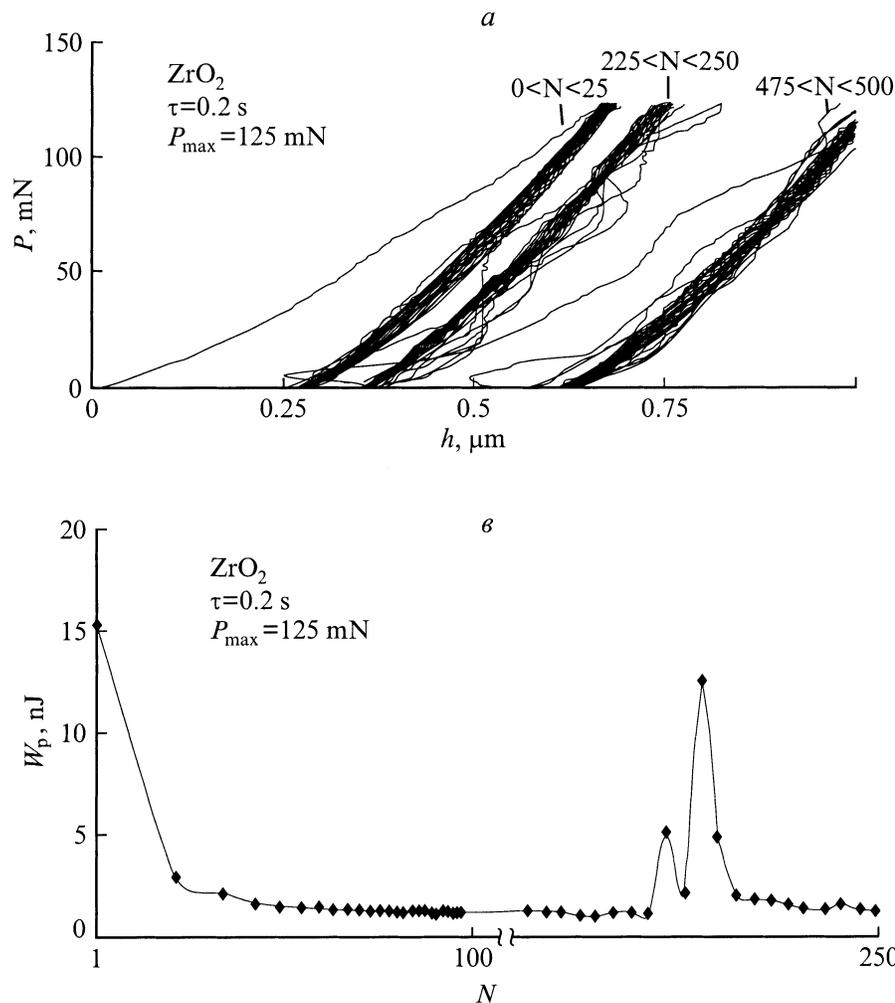


Рис. 6. Усталостное разупрочнение в керамике ZrO₂ при $\tau = 0.2$ s и $P_{\text{max}} = 125$ mN, проявляющееся в расширении гистерезисных петель (a) и изменении энергии, расходуемой на пластическую деформацию (b).

клу и выходила на постоянный уровень, сохранявшийся затем на протяжении сотен, а в некоторых случаях и многих тысяч циклов. Изменения этого состояния можно ожидать только с началом усталостного разрушения, т.е. при зарождении микротрещины в зоне контакта индентора с материалом [10,11].

При наличии общих тенденций в поведении ионного кристалла и керамики, которые можно квалифицировать как упрочнение приповерхностных слоев под действием локальной нагрузки, существуют количественные различия. Одно из таких различий — сильная скоростная зависимость малоциклового усталости у LiF. Так, при $\tau = 0.02$ s и $P_{\text{max}} = 200$ mN первые признаки усталостного разрушения появляются в пределах первых $N = 50$ – 100 циклов (рис. 4, a), чего не происходит при $\tau = 0.2$ s. Этим признаком служит резкое увеличение вибрации индентора, приводящее к соответствующему расширению петли гистерезиса и росту W_p , а следовательно, и Ψ (так как энергия упругой деформации W_e после первых четырех–пяти циклов практически не изменяется). Эту стадию можно рассматривать как разу-

прочнение, приводящее к появлению усталостных трещин. При дальнейшем росте N величина ψ флуктуирует около значения, в несколько (а иногда и в десятки) раз превышающего характерные для $5 \leq N \leq 10$ (рис. 4, b). При этом глубины как невосстановленного h_{max} , так и восстановленного h_p отпечатков в LiF увеличиваются с ростом N , но их отношение $\eta = h_p/h_{\text{max}}$, характеризующее упругое восстановление [12], практически не изменяется (рис. 5). При тех же значениях P_{max} и N , но $\tau = 0.1$ s признаки усталостного разрушения в LiF проявляется много слабее (кривая 2 на рис. 4, b), а для $\tau = 0.2$ s вплоть до $N = 10^3$ они не выявлены вообще.

В керамике ZrO₂ признаки появления усталостного разрушения проявляются в аналогичном возрастании вибраций индентора (рис. 6, a), но при значительно большем числе циклов ($N \sim 150$ – 200) и при $\tau \geq 0.2$ s (рис. 6, b). Это косвенно подтверждает вывод, сделанный в [13] о том, что в PSZ-керамиках длина трещин, полученных при статических испытаниях на твердость, много больше, чем при динамических испытаниях, т.е. вязкость разрушения PSZ увеличивается с ростом скоро-

сти нагружения. Восстановленная и невосстановленная глубина отпечатка после начала усталостного разрушения увеличивается скачком и к исходному состоянию не релаксирует на протяжении всех 800 циклов нагружения. К тому же воспроизводимость результатов в керамике значительно ниже — только в двух испытаниях из десяти при одинаковых условиях эксперимента удалось обнаружить признаки усталостного разрушения, тогда как в LiF они проявлялись со 100% вероятностью.

Таким образом, первые эксперименты показали принципиальную возможность применения метода динамического индентирования для малоцикловых испытаний на усталость тонких приповерхностных слоев материалов с различной структурой, твердостью и ударной вязкостью. Как и в макроиспытаниях, сначала происходит упрочнение материала в первых циклах нагружения, а затем — разупрочнение, сопровождающееся появлением трещин. Усталостное разрушение проявляется в резком увеличении вибраций индентора при зарождении микротрещины и ее последующем росте, что ведет к резкому возрастанию необратимых потерь энергии в данном цикле. Кроме того, появление в приповерхностном слое усталостной трещины вызывает скачкообразное изменение как невосстановленной h_{\max} , так и восстановленной глубины отпечатка h_p , хотя их отношение $\eta = h_p/h_{\max}$ на возникновение усталостного разрушения практически не реагирует, т. е. упругое восстановление глубины отпечатка слабо зависит от числа циклов нагружения, генерации и роста усталостных микротрещин.

Список литературы

- [1] С. Коцаньда. Усталостное разрушение металлов. Металлургия, М. (1976). 455 с.
- [2] Дж. Коллинз. Повреждение материалов в конструкциях. Мир, М. (1984). 624 с.
- [3] R.B. Waterhouse. Fretting Fatigue. Applied Science Publ., Barking (1981). 433 p.
- [4] S. Suresh. Fatigue of Materials. Cambridge University Press, Cambridge (1998).
- [5] В.С. Иванова, В.Ф. Терентьев. Природа усталости металлов. Металлургия, М. (1975). 456 с.
- [6] M. Fiset, G. Huard, M. Grenier, C. Jacob, G. Comeau. Wear **217**, 271 (1998).
- [7] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. Материаловедение *1*, 14 (2001); *2*, 10 (2001).
- [8] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. ЖТФ **70**, 5, 82 (2000).
- [9] M. Sakai. Acta Metal. et Mater. **41**, 6, 1751 (1993).
- [10] M.Z. Huq, J.P. Celis. Wear **225**, 53 (1999).
- [11] M.D. Kriese, D.A. Boismier, N.R. Moody, W.W. Gerberich. Engineering Fracture Mechanics **61**, 1 (1998).
- [12] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh. Scripta Materiala **40**, 10, 1191 (1999).
- [13] R.J. Anton, G. Subhash. Wear **239**, 27 (2000).