

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ВЫЯВЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ В ЦЕНТРАЛЬНЫХ И ГРАНИЧНЫХ УЧАСТКАХ ТОНКИХ ХРУПКИХ ОБРАЗЦОВ ПРИ НАГРУЖЕНИИ НА ПОДЛОЖКЕ ПИРАМИДКОЙ ВИККЕРСА

Ушаков И.В.* , Симонов Ю.В.**

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Ленинский проспект, 4, Москва, 119049, Россия*

** e-mail: ushakoviv@mail.ru*

*** e-mail: MAK.101@yandex.ru*

Статья поступила в редакцию 14.08.2019

Экспериментально определены закономерности деформирования и разрушения твёрдых и тонких образцов нанокристаллического материала ($\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$) при нагружении пирамидкой Виккерса на подложке. Установлено существование оптимальной нагрузки, при которой вероятность образования симметричных микрокартин разрушения максимальна. Статистический анализ таких микрокартин, а также расстояний между параллельными трещинами позволяет найти вязкость микроразрушения. Установлена зависимость симметрии микрокартин разрушения от величины нагрузки и расстояния до границы образца. Определены режимы механических испытаний, при выполнении которых удаётся получить симметричные системы микротрещин, пригодные для определения вязкости микроразрушения. Разработаны алгоритмы, позволяющие определять оптимальную нагрузку на индентор и допустимое расстояние до границы образца.

Ключевые слова: микроиндентирование, композиты, вязкость микроразрушения, механические испытания, микротрещины, покрытия.

Введение

Развитие современных двигателей летательных аппаратов во многом определяется физико-механическими свойствами материалов, которые используются при их производстве. Значительная часть деталей авиационных двигателей подвергается дополнительной обработке для создания поверхностного слоя с улучшенными эксплуатационными характеристиками. Широко применяется лазерная и плазменная обработка, напыление, химическая обработка и пр. [1–4].

Создание новых материалов и покрытий требует разработки новых методов механических испытаний, обеспечивающих возможность корректного выявления свойств новых материалов и их композиций [5–7].

К числу достаточно распространённых методов исследования твёрдых материалов можно отнести разнообразные механические испытания. Новые методы механических испытаний направлены в основном на выявление стойкости материалов к

различным воздействиям [8] или на выявление механических свойств новых материалов [9, 10], для которых не могут быть использованы стандартные методы механических испытаний.

В работе [9] рассматривалась специфика применения метода механических испытаний при исследованиях наноструктурных материалов; работа [10] посвящена методике определения микротвёрдости при испытаниях твёрдых, хрупких и тонких плёнок. Специфика таких испытаний обусловлена тем, что подложка неизбежно оказывает существенное влияние на результаты измерений. Авторы [10] предлагают использование специальных подложек и выводят формулы, позволяющие относительно корректно интерпретировать получаемые результаты. При этом не учитывается фактор времязависимого поведения таких композитов. Важность учёта времязависимого поведения при испытаниях на твёрдость тонких плёнок показана в работе [11].

Простота многих методов механических испытаний — кажущаяся, так как при их детальном рассмотрении появляется множество факторов, требующих определённого учёта [12–14]. Кроме того, экспериментально получаемые результаты измерений не всегда могут быть однозначно интерпретированы. Именно этим и объясняется многообразие методик механических испытаний разных материалов [12, 14, 15].

В данной работе рассматриваются особенности метода выявления вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических металлических образцов путём локального нагружения на подложке. Этот метод отличается высокой чувствительностью и позволяет выявлять механические свойства в локальных областях материала. Впервые необходимость учёта специфики таких материалов при проведении механических испытаний была обоснована ещё в 2000 году в работе [16], развитие метода выявления вязкости микроразрушения продолжено в [17, 18]. Метод основан на анализе специфических микрокартин разрушения, формирующихся (в определённых условиях) при локальном нагружении тонких образцов инденторами различной геометрической формы: пирамидками Виккерса, Берковича и стальным шариком [19, 20].

Предложенная методика механических испытаний обладает рядом важных достоинств, среди которых: высокая точность измерения коэффициента вязкости микроразрушения, возможность исследования наиболее хрупких и тонких металлических плёнок и покрытий, в том числе в локальных миллимасштабных областях и пр.

Данный метод не лишён недочётов. В частности, не очень тщательно прописана технология предварительного испытания материала, необходимая для выбора оптимального диапазона нагрузок на индентор, не определены минимально допустимые расстояния от точек нагружения до границы образца и т. д.

Основная цель настоящей работы — развитие методики выявления вязкости микроразрушения за счёт определения корректных режимов проведения механических испытаний методом локального нагружения пирамидкой Виккерса.

Методика эксперимента

Основная часть исследований проведена на ленте аморфного металлического сплава $\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$ (сплав № 1) толщиной 30 мкм. Для проверки и обобщения полученных результатов часть выводов проверяли на сплавах $\text{Co}_{81,92}\text{Si}_{17,2}\text{Fe}_{4,3}\text{Cr}_4\text{B}_{2,5}\text{Ni}_{1,8}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$ (сплав № 2) и $\text{Co}_{71,02}\text{Ni}_{12,4}\text{Si}_{6,7}\text{Fe}_{5,9}\text{B}_{3,8}\text{Mn}_{0,1}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$ (сплав № 3). Из лент вырезали образцы с размерами 15×25 мм. Образцы в количестве 20 штук накладывали друг на друга и размещали между пластинами из нержавеющей стали, это позволяло исключить коробление образцов при высокотемпературном отжиге. Образцы выдерживали при следующих температурах отжига: 833 К — сплав № 1, 863 К — сплав № 2, 803 К — сплав № 3 в течение 10 мин, затем вынимали из печи и давали остыть до комнатной температуры без дополнительного отвода тепла.

Использовались образцы, не контактировавшие с пластинами из нержавеющей стали, это позволяло перевести исследуемый материал в аморфно-нанокристаллическое состояние. Структура образцов исследовалась на дифрактометре ДРОН-2.

Отожжённые образцы наносили на подложку из полимерного композита VodiFiber: 67/548/ЕЕС с металлическим основанием. Механические испытания образцов производились на модернизированном микротвердомере ПМТ-3М (АО «ЛОМО»). Диапазон нагрузок этого микротвердомера согласно инструкции — от 0,0196 до 4,9 Н. Усилие воздействия до ~2 Н при испытаниях рассматриваемых образцов не вызывает их разрушения. Такие нагрузки не позволяют создать геометрию систем трещин, необходимую для оценки вязкости микроразрушения. Этим обусловлено использование модернизированной версии микротвердомера. В качестве индентора использовали четырёхгранную пирамидку Виккерса. Анализ и сопоставлению подвергались микрокартины разрушения, сформир-

рованные в «центральных» областях и вблизи границ образца. Подробно методика эксперимента приведена в [17–19]; в [19, 20] изложено детальное описание метода выявления вязкости микроразрушения и приведена формула её расчёта (в первоначальной терминологии – коэффициент пластичности).

Результаты и обсуждение

Метод выявления вязкости микроразрушения требует формирования симметричной системы микротрещин. В случае использования пирамидки Виккерса — это трещины, ориентированные параллельно граням индентора, которые в совокупности образуют систему вложенных квадратов [16–18].

Возможность инициирования симметричной системы трещин, пригодной для статистического анализа, зависит от нагрузки на индентор и расстояния от соответствующей точки нагружения до границы образца.

Все использованные при экспериментах плёнки имели толщину от 30 до 35 мкм. На достаточно тонких (менее 10–20 мкм) или толстых (более 45–50 мкм) могут реализоваться другие механизмы разрушения, а рассматриваемый метод механических испытаний на таких материалах экспериментально не апробирован.

Первая серия экспериментальных испытаний направлена на выявление диапазона оптимальных и допустимых нагрузок. Очевидно, что в зависимости от типа материала, особенностей подложки и геометрии индентора диапазон нагрузки может меняться, однако алгоритм выбора допустимого диапазона нагрузок останется неизменным.

Качественная и пригодная для анализа микрокартина разрушения должна содержать трещины, ориентированные параллельно граням индентора (рис. 1, *a*). При этом необходимо, чтобы параллельно грани индентора располагалось не менее трёх параллельных ей трещин.

Идеальная картина на практике является труднодостижимой. Это учтено в патентах [19, 20], где предложена методика расчёта вязкости микроразрушения при асимметрии отдельных трещин и расстояний между ними. Тем не менее, надо стремиться к получению возможно более симметричной микрокартины разрушения.

Выделим критерии «хорошего» микроразрушения, предполагающие отсутствие:

- 1) макротрещин (за исключением трещин, иницированных на рёбрах индентора и пересекающих анализируемые трещины в углах вложенных четырёхугольников);
- 2) густой сетки трещин и крошева из отколотых участков;
- 3) чётко выраженных провалов материала.

Процедуры определения оптимальной нагрузки на индентор, а также минимально допустимого расстояния от мест испытаний до границ образца подробно описаны ниже. Приведённое описание относится к образцам, полученным из ленты сплава № 1. Отметим, что при испытаниях сплавов № 2 и № 3 фиксировали аналогичные картины микроразрушения. Отличия связаны с другими диапазонами температур отжига, при которых на охрупченном материале возможно получение симметричных микрокартин разрушения.

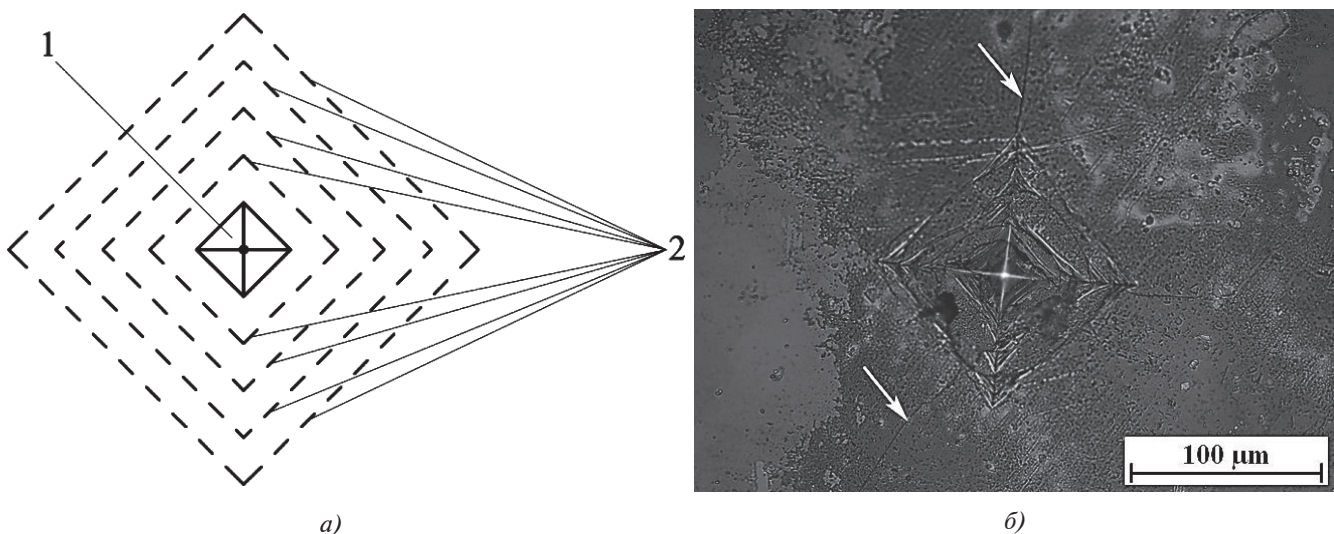


Рис. 1. Идеализированная схема микрокартины разрушения (*a*): 1 – зона отпечатка от индентора; 2 – трещины, ориентированные параллельно граням пирамидки Виккерса; микрокартина разрушения «удовлетворительного» качества (*b*) с искажением симметрии. Стрелками указаны радиальные трещины

Экспериментальное нахождение оптимальной нагрузки на индентор

При значениях нагрузки, не превышающих 1,96 Н, формируются только симметричные отпечатки от пирамидки Виккерса. При наличии пор в подложке возможно искажение симметрии отпечатков вблизи областей нагружения.

При нагрузке 2,94 Н возможно образование трещин. Как правило, формируются кольцевые или незамкнутые кольцевые трещины. Вероятность формирования таких трещин составляет 0,2. Не должно происходить объединения радиальных трещин, распространяющихся навстречу друг другу из соседних областей разрушения. Объединение трещин приводит к некорректности проводимых испытаний. Минимальное расстояние между областями нагружения при такой нагрузке не менее 170—200 мкм, при данном расстоянии между соседними областями нагружения не происходит объединения радиальных трещин.

С увеличением прилагаемой к индентору нагрузки до 3,43 Н микрокартины разрушения начинают существенно изменяться. С вероятностью 0,6 на поверхности материала формируются микрокартины разрушения, которые пригодны для анализа. Допустимые расстояния между соседними областями нагружения при этом составляют не менее 255—300 мкм.

В случае использования нагрузки 3,92 Н все 100 % испытаний сопровождаются формированием разрушения. С вероятностью 0,85 формируются симметричные микрокартины разрушения, пригодные для расчёта вязкости микроразрушения, из

них с вероятностью 0,1 формируются микрокартины разрушения несколько худшего качества (рис. 1, б). В этих микрокартинах присутствуют радиальные трещины и мало трещин, параллельных граням индентора.

Учитывая, что разрушения от соседствующих областей нагружения не должны взаимодействовать, расстояния между ними при такой нагрузке должны быть не менее 340—400 мкм.

Дальнейшее увеличение силы вдавливания до 4,9 Н приводит к некоторому снижению качества микрокартин разрушения. Вероятность формирования разрушения при нагружении также остаётся равной 100 %. В то же время вероятность получения «хороших» микрокартин разрушения (рис. 1, а) не превышает 0,4. Остальные микрокартины разрушения из-за множества трещин и отколов имеют существенно худшее качество. Минимально допустимые расстояния между центрами нагружения составляют 425—450 мкм.

Таким образом, для образцов данного конкретного материала (отожжённого при температуре 833 К) оптимальной с точки зрения выявления вязкости микроразрушения является нагрузка в 3,92 Н. При этом вероятность формирования пригодных для анализа микрокартин разрушения составляет 0,85. Зависимость вероятности P формирования симметричной и пригодной для анализа микрокартины разрушения от значения нагрузки на индентор F , Н для материала № 1 приведена на рис. 2.

Нагрузка ниже 2,94 Н недостаточно велика: инициирует симметричное разрушение (вложенные квадраты) менее чем в 40 % испытаний. На-

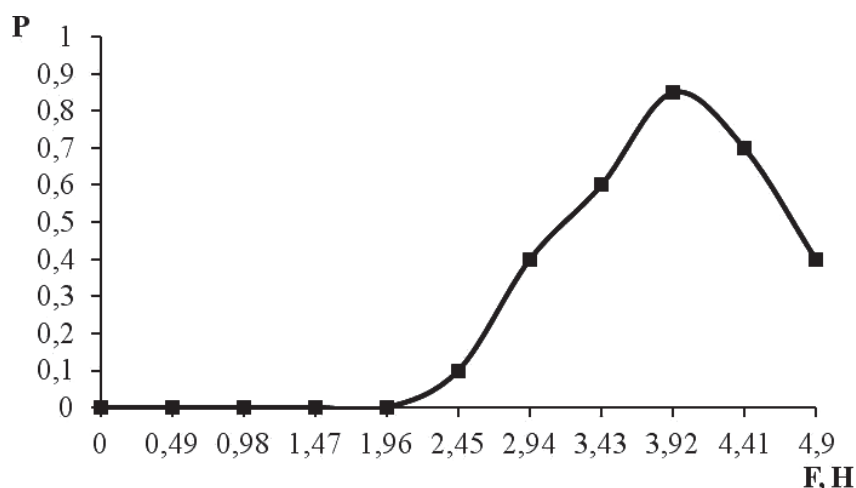


Рис. 2. Зависимость вероятности P формирования симметричных микрокартин разрушения на поверхности образцов $\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$ от нагрузки на индентор F : минимальная нагрузка $F_{\min} \approx 2,94$ Н ($P \approx 0,4$), оптимальная нагрузка $F_{\text{opt}} \approx 3,92$ Н ($P \approx 0,85$), максимальная нагрузка $F_{\max} \approx 4,9$ Н ($P \approx 0,4$). При нагрузках от 0 до 1,96 Н разрушения не происходит (трещины не образуются), соответственно $P = 0$

грузки свыше 4,9 Н слишком велика: формируются разрушения и сильные искажения, вероятность формирования пригодной для анализа микрокартины разрушения не более 0,4.

Для сплавов № 2 и № 3 получали аналогичные зависимости, но в отличие от сплава № 1 оптимальное значение нагрузки для сплава № 2 равно 2,94 Н и для сплава № 3 – 3,43 Н.

Таким образом, исследования, проведённые на трёх разных сплавах, показывают схожие качественные результаты. Для этих материалов несколько различаются оптимальные, минимальные и допустимые нагрузки. Очевидно, что это обусловлено разными механическими характеристиками металлических сплавов. При этом алгоритм, позволяющий определять оптимальные условия формирования симметричных микрокартин разрушения (для вычисления вязкости микроразрушения), остаётся одинаковым для всех испытанных материалов.

Необходимо также отметить, что ранее, в работах [16–18] измерения вязкости микроразрушения, полученные данным методом, сопоставлялись с результатами, полученными при испытаниях на изгиб. Была установлена качественная корреляция результатов методов. При этом метод выявления вязкости микроразрушения при локальном нагружении оказался более чувствительным к механическим свойствам материала и особенностям его структурного состояния.

Алгоритм нахождения допустимого (приемлемого) диапазона нагрузок на индентор и оптимального значения нагрузки

Алгоритм позволяет определить минимально допустимую F_{\min} , максимально допустимую F_{\max} и оптимальную F_{opt} нагрузки на индентор для выявления вязкости микроразрушения. F_{opt} – это нагрузка, при которой вероятность P формирования симметричной и пригодной для анализа микрокартины разрушения максимальна (в идеальном варианте – 1); F_{\min} – минимальное значение нагрузки (меньшее F_{opt}), при котором можно определять вязкость микроразрушения, $P \approx 0,4$; F_{\max} – максимальная нагрузка (большая F_{opt}), при которой можно определять вязкость микроразрушения, $P \approx 0,4$. Интервал нагрузок от F_{\min} до F_{\max} является допустимым (приемлемым) диапазоном нагрузок и обязательно включает в себя оптимальную нагрузку F_{opt} . В зависимости от особенностей исследуемых образцов соответствующее значениям F_{\min} и F_{\max} значение P (в нашем случае 0,4) может быть другим.

При определении нагрузки проводится первичная оценка качества микрокартин разрушения. Осуществляется анализ полученных микрокартин разрушения с точки зрения наличия в них трещин, ориентированных параллельно граням индентора. Оценивается симметрия имеющихся трещин и соответствие указанным выше требованиям. Фиксируется также количество хороших и допустимых микрокартин разрушения.

Рассматриваются только микрокартины, характеризующиеся независимыми друг от друга разрушениями. Результаты некорректных испытаний, а также микрокартины разрушения, связанные с макродефектами (например, порами, расположенными в поверхностном слое основания/подложки), исключаются из анализа.

1. Выбираем центральную область образца.

Рекомендуемое расстояние между областями нагружения 100 мкм. Не допускается образование трещин, соединяющих соседние области нагружения. При необходимости увеличиваем расстояние между областями нагружения.

Желательно проводить не менее 20 испытаний при каждой нагрузке.

2. На первом этапе требуется определить минимальное значение нагрузки на индентор F_{\min} , в результате воздействия которой на поверхности материала формируются пригодные для анализа симметричные микрокартины разрушения из трещин, ориентированных параллельно граням индентора (рис. 1,а) с вероятностью не менее 0,4.

Начинаем испытания с нагрузки 0,049 Н. В случае отсутствия разрушений увеличиваем нагрузку (например, в два раза).

Если разрушения формируются при нагрузке 0,049 Н – уменьшаем нагрузку (например, в два раза).

3. В соответствии с п. 2 находим интервал величин нагрузки, при нижнем значении которого симметричные микрокартины разрушения не формируются, а при верхнем – формируются с вероятностью 0,4. Верхнее значение интервала будет F_{\min} .

4. Для нахождения F_{opt} увеличиваем нагрузку на индентор и подбираем такое её значение, при котором вероятность формирования симметричных микрокартин разрушения максимально приближается к 1. Данная величина нагрузки будет оптимальной F_{opt} .

Шаг увеличения нагрузки – от 5 до 50 % от нижнего значения интервала нагрузки, определённого в п. 3. Шаг подбираем исходя из особенностей конкретных образцов.

При чрезмерных нагрузках, как правило, больших F_{opt} , ранее симметричные картины разрушения вновь начинают искажаться. Поэтому оптимальной F_{opt} считаем нагрузку, при которой процент симметричных и пригодных для анализа микрокартин разрушения будет максимален.

5. Увеличиваем нагрузку с шагом от 5 до 50 % от F_{opt} . При этом количество искажений и асимметричных картин разрушения будет возрастать. Находим такое значение нагрузки, при котором вероятность формирования симметричных разрушений, пригодных для анализа, снижается до 0,4. Это значение соответствует F_{max} .

6. Если при соблюдении указанных выше требований не удаётся получить микрокартины разрушения, аналогичные показанным выше на рис. 1, а, то данный способ механических испытаний непригоден для выявления свойств исследуемого материала. В этом случае можно попробовать использовать вместо пирамидки Виккерса пирамидку Берковича или стальные шарики.

Определение допустимых расстояний $L_{\text{мин доп}}$ от точек надавливаний до границы образца

Локальное нагружение вблизи границы образца часто сопровождается формированием асимметричного отпечатка от индентора, асимметричной системы трещин и пр. Необходимо предложить и обосновать методику определения допустимых расстояний от границ тонкой плёнки до точек локального нагружения. Данная задача решена на основе сравнения двух групп микрокартин разрушения: получаемых в результате надавливаний на различных расстояниях от границы образца и образованных вследствие нагружения «центральных» участков.

Испытания участков, удалённых от границы на 170 мкм, нагрузками 3,92 Н и 4,9 Н показывают схожие результаты. При этом, как правило, формируются трещины (длиной ≈ 250 мкм), ориентированные параллельно той грани образца, около которой совершены нагружения. Реже встречаются трещины, перпендикулярные этой грани. Все эти трещины имеют ширину в 2–2,5 мкм. Это связано с пластическим движением материала подложки при разрушении. Трещины, параллельные граням индентора, формируются в основном со стороны «внутренней» части образца; со стороны границы происходит наваливание подложки на образец.

В случаях использования нагрузки 3,92 Н на «внутренней» части образца присутствует больше элементов симметричного разрушения, чем при нагрузке в 4,9 Н. Кроме того, большая нагрузка

вызывает зарождение большего количества отколов и фрагментов кольцевой трещины.

На рис. 3 показана асимметричная микрокартина разрушения. На фотографии чётко видны засечки от рёбер пирамидки, возникшие при упругом вдавливании подложки на глубину примерно 26 мкм. В верхней части фотографии виден материал подложки. Во время вдавливания пирамидки материал подложки под действием остаточных механических напряжений смещается на 30–40 мкм на поверхность граничащей с ним части образца.

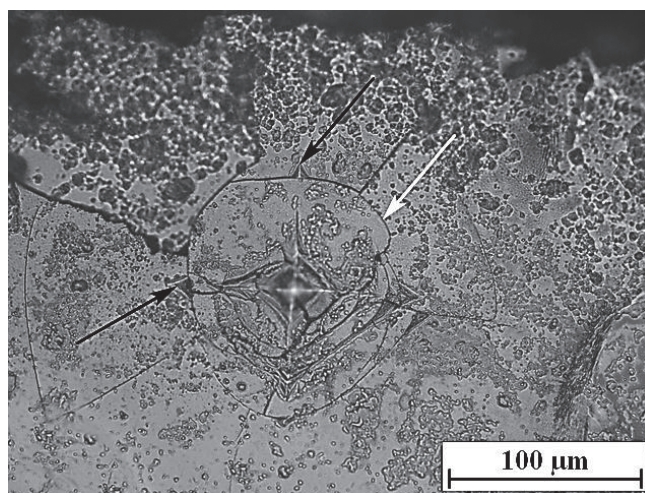


Рис. 3. Асимметричная картина разрушения, сформированная нагружением граничной области материала (170 мкм от границы образца) нагрузкой 4,9 Н. Белой стрелкой показана кольцевая трещина; чёрными стрелками показаны засечки на материале от рёбер пирамидки Виккерса

Расстояние в 170 мкм от границы является недопустимо малым и непригодным для получения качественных и симметричных микрокартин разрушения.

Эксперименты на 255-микрометровом удалении от края дают несколько лучшие микрокартины, на данном расстоянии увеличивается количество симметрично расположенных трещин, не фиксируется наваливаний подложки, которые возникали при расстоянии 170 мкм. Полученные результаты демонстрируют заметное снижение влияния краевых зон на процесс формирования разрушения.

Следующую серию механических испытаний проводили на расстоянии 340 мкм от границы образца. Количество микрокартин разрушения, пригодных для статистического анализа и выявления вязкости микроразрушения, составляет 20 % (как для силы воздействия 3,92 Н, так и для 4,9 Н).

Микрокартины разрушения сохраняют значительные различия в качестве от микрокартин разрушения, полученных в «центральных» областях образца.

Следующая серия экспериментов проведена на расстоянии 425 мкм от границы образца. Асимметричная часть микрокартин разрушения, как правило, ориентирована в сторону границы образца: это хаотическое расположение трещин и осколков материала, асимметричные системы трещин, наличие кольцевых или спиралевидных трещин, прилегающих к отпечатку от индентора. Соответственно, расстояние 425 мкм от границы образца ещё недостаточно для корректного определения значения вязкости его микроразрушения.

На расстоянии 680 мкм от границы образца микрокартины разрушения в целом схожи с полученными в «центральных» участках материала. Вероятность формирования качественных микрокартин, напоминающих изображённые на рис. 1, а, при нагрузке 3,92 Н достигает 0,7. Остальные 15 % микрокартин разрушения при той же нагрузке аналогичны приведённым на рис. 1, б. Это хорошо соотносится с результатами механических испытаний в центральных участках образца.

Сравнивая качество (симметрию) микрокартин разрушения, сформированных нагрузками 3,92 Н и 4,9 Н, можно сделать однозначное заключение, что оптимальной нагрузкой является 3,92 Н. Данное значение нагрузки совпадает для «центральных» и граничных участков образца. Таким образом, минимально допустимым расстоянием $L_{\text{мин доп}}$ от границ образца № 1 при оптимальной нагрузке следует считать 680 мкм. На указанном и большем расстоянии можно выявлять вязкость микроразрушения образца в соответствии с методикой, описанной в патентах [19, 20].

Алгоритм определения допустимого расстояния $L_{\text{мин доп}}$ от точек нагружения до границ образца при выявлении вязкости микроразрушения

1. Найти на поверхности испытуемого образца граничные области.
2. Вблизи границ образца желательно проводить испытания при нагрузках, которые в условиях использования в «центральных» зонах образца инициировали хорошие и качественные разрушения ($\approx F_{\text{опт}}$).
3. Первоначальное расстояние до границы ($L_{\text{гр}}$) не должно превышать допустимое расстояние между участками нагружения при оптимальной нагрузке.

В силу неизбежного влияния границы образца на формирование трещин и отколов, допустимые

расстояния между соседними надавливаниями около границы нужно выбирать как минимум в 1,5–2 раза большими по сравнению с таковыми в «центральных» участках.

4. С учётом требований, указанных в пп. 2 и 3, проводим первую серию из 10 испытаний с выбранной нагрузкой $F_1 \approx F_{\text{опт}}$ и выбранным расстоянием от границы $L_{\text{гр1}}$. Анализируем асимметрию картин микроразрушения, сравнивая их с микрокартинами, полученными при локальном нагружении в «центральных» участках образца.

Обращаем внимание на различия в разрушении с внутренней и граничной частей образца. Количество трещин во внутренней части и количество трещин в граничной части, определённые по результатам 10 испытаний, не должны различаться более чем в полтора раза. В противном случае увеличиваем расстояние $L_{\text{гр}}$ с шагом 20–50 % от первоначального расстояния $L_{\text{гр1}}$ и проводим следующую серию механических испытаний.

5. Увеличение расстояния до границы образца $L_{\text{гр}}$ и, следовательно, проведение соответствующих ему серий механических испытаний производим до тех пор, пока доля симметрии в микрокартинах разрушения не достигнет 80–100 %. При этом вероятность формирования симметричных микрокартин, подобных изображённым на рис. 1, должна соотноситься с максимальным её значением в «центральных» участках образца. Это обеспечивается использованием оптимальной или близкой к ней нагрузки как в «центральных», так и в граничных участках образца.

6. Минимально допустимым расстоянием до границы образца $L_{\text{мин доп}}$ принимается расстояние $L_{\text{гр}}$, на котором после проведения соответствующей экспериментальной серии испытаний содержание симметричных элементов (фрагментов) в микрокартинах разрушения перестаёт существенно изменяться. В данном случае доля симметрии микрокартин принимает некоторое установившееся значение, оно является наибольшим (максимальным) по сравнению со значениями симметрии, получаемыми на расстояниях от границ, меньших $L_{\text{мин доп}}$.

Дальнейшее удаление точек нагружения от граничных зон образца, а именно на расстояния, большие $L_{\text{мин доп}}$, не изменяет качества формируемых микрокартин разрушения и в целом может быть приравнено к испытаниям в «центральных» областях образца.

Выводы

1. Экспериментально исследованы закономерности формирования микрокартин разрушения в

«центральных» участках образца при нагружении четырёхгранной пирамидкой Виккерса. Установлен допустимый (приемлемый) диапазон нагрузок, в пределах которого возможно формирование симметричных микрокартин разрушения, пригодных для выявления параметра вязкости микроразрушения. Установлена величина оптимальной нагрузки на индентор F_{opt} , которая для сплава $\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$, отожжённого при температуре 833 К и нанесённого на подложку, составляет 3,92 Н.

2. Перед экспериментальным выявлением вязкости микроразрушения, в ходе подготовительных экспериментов следует определить оптимальную нагрузку F_{opt} и только затем проводить механические испытания и собирать статистический материал. Разработан алгоритм для экспериментального определения оптимальной нагрузки F_{opt} на индентор при выявлении вязкости микроразрушения.

3. Исследована специфика деформирования и разрушения при нагружении вблизи границы образца, расположенного на подложке. Показано влияние величины нагрузки и расстояния до границы на характер трещинообразования и деформирования.

Установлено минимально допустимое расстояние $L_{\text{мин доп}}$ до границы образца, при котором асимметрия микрокартин разрушения не является критической и возможно выявление вязкости микроразрушения.

4. Разработанный метод механических испытаний достаточно трудоёмкий и требует обязательных предварительных измерений для определения корректных условий испытания каждого конкретного материала; он дополняет традиционные методы механических испытаний, а его применение будет оправдано в тех случаях, когда другие методы не могут быть использованы.

5. Предложена методика определения величины допустимого расстояния $L_{\text{мин доп}}$ до границы тонкого образца, к которому прилегает материал основания (подложки), при выявлении вязкости микроразрушения. Оптимальная величина нагрузки F_{opt} при локальном нагружении вблизи границы образца совпадает со значением таковой для «центральных» участков материала. Составлен универсальный алгоритм экспериментального нахождения допустимого расстояния $L_{\text{мин доп}}$ от точек нагружения до границ тонкого образца.

Библиографический список

1. *Климов В.Г.* Применение лазерной импульсной наплавки при разработке технологии восстановления рабочих лопаток турбины газотурбинного двигателя // Вестник Московского авиационного института. 2017. Т. 24. № 1. С. 170-179.
2. *Duradji V.N., Kaputkin D.E.* Metal Surface Treatment in Electrolyte Plasma during Anodic Process // Journal of The Electrochemical Society. 2016. Vol. 163. No. 3, pp. E43-E48. DOI: 10.1149/2.0011603jes
3. *Бабин С.В., Фурсов А.А., Егоров Е.Н.* Исследование влияния плазменно-напыленного промежуточного слоя на адгезионную прочность соединения стеклопластик–металл // Вестник Московского авиационного института. 2017. Т. 24. № 3. С. 195-201.
4. *Гравин А.А., Симагин Д.Н., Литовка Ю.В., Дьяков И.А.* Технология получения оксидных покрытий из электролитов с добавками нанокремниевых материалов // Автомобильная промышленность. 2015. № 5. С. 28–30.
5. *Махутов Н.А., Москвичев В.В., Морозов Е.М., Гольдштейн Р.В.* Унификация методов испытаний конструкционных материалов на трещиностойкость. История проблемы и формирование нормативной базы // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 10. С. 41–54. DOI: 10.26896/1028-6861-2017-83-41-54
6. *Чжо А.Л., Артемьев А.В., Рабинский Л.Н., Афанасьев А.В., Семенов Н.А., Соляев Ю.О.* Идентификация свойств монослоя в углепластике с наномодифицированной матрицей // Вестник Московского авиационного института. 2017. Т. 24. № 2. С. 197-208.
7. *Махутов Н.А.* Механические испытания в проблемах машиноведения и машиностроения // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 10. С. 38–44.
8. *Чухлебов Р.В., Лошкарев А.Н., Сидоренко А.С., Дмитриев В.Г.* Экспериментальное исследование вибрации конструкции авиационного изделия при действии полетных нагрузок // Вестник Московского авиационного института. 2017. Т. 24. № 3. С. 51-59.
9. *Столяров В.В.* Механические испытания на растяжение наноструктурных материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 1. С. 54–57.
10. *Jönsson B., Hogmark S.* Hardness measurements of thin films // Thin Solid Films. 1984. Vol. 114. No. 3, pp. 257–269. DOI: 10.1016/0040-6090(84)90123-8
11. *Трунов М.Л., Биланич В.С., Дуб С.Н.* Исследование времязависимого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость // Журнал технической физики. 2007. Т. 77. № 10. С. 50–57.
12. *Глинер Р.Е., Дубинский В.Н., Катюхин Е.Б., Пряничников В.А., Шабин А.В.* Инновационные механические испытания металла, подвергаемого технологическому деформированию и термической обработке: Монография. — Нижний Новгород: Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, 2016. — 123 с.
13. *Адамов А.А., Лантев М.Ю., Горшкова Е.Г.* Анализ отечественной и зарубежной нормативной базы по механическим испытаниям полимерных компози-

- ционных материалов // Конструкции из композиционных материалов. 2012. № 3. С. 72–77.
14. Гольдштейн Р.В., Ченцов А.В., Кадушников Р.М., Штуркин Н.А. Методы и метрологическое обеспечение механических испытаний нано- и микромасштабных объектов, материалов и изделий нанотехнологий // Российские Нанотехнологии. 2008. Т. 3. № 1-2. С. 114–124.
 15. Лахов В.М., Кривов А.С., Александров В.С. Какими будут механические измерения и испытания в XXI веке // Приборы. 2008. №. 7(97). С. 2–11.
 16. Ушаков И.В., Федоров В.А., Судакова Л.И. Деформирование и разрушение металлического стекла при индентировании на подложках // Вестник Тамбовского государственного университета. Естественные и технические науки. 2000. Т. 5. Вып. 2-3. С. 384-386.
 17. Ushakov I.V. Method of mechanical testing of laser treated metallic glass by indenters with different geometry // Proceedings of SPIE. The International Society for Optical Engineering. 2007. Vol. 6597, p. 659714. DOI: 10.1117/12.726773.
 18. Ушаков И.В., Поликарпов В.М. Испытания тонких лент металлического стекла инденторами различной геометрической формы // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. № 2. С. 68–71.
 19. Ушаков И.В., Сафронов И.С. Способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов. Патент RU 2494039 С1. Бюл. № 27, 27.09.2013.
 20. Ушаков И.В., Батомункуев А.Ю. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов (варианты). Патент RU 2561788 С1. Бюл. № 25, 10.09.2015.

EXPERIMENTAL DETECTION OF MICRO-DESTRUCTIONS VISCOSITY IN CENTRAL AND BOUNDARY AREAS OF BRITTLE SAMPLES WHILE LOADING ON THE SUBSTRATE BY VICKERS PYRAMID

Ushakov I.V.* , Simonov Yu.V.**

*National University of Science and Technology "MISIS",
4, Leninsky av., Moscow, 119049, Russia*

** e-mail: ushakoviv@mail.ru*

*** e-mail: MAK.101@yandex.ru*

Abstract

The main purpose of the work consists in developing the earlier proposed technique for viscosity detection of micro-fracture of thin brittle amorphous nano-crystalline samples.

The regularities of deformation and fracture under local loading of solid thin samples of nano-crystalline material by Vickers pyramid are determined experimentally. The main studies were performed on amorphous metallic alloy $\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$, converted into the nano-crystalline state by controlled isothermal annealing.

The dependency of the symmetry of micro-patterns of destruction from the load value and a distance to the sample boundary was established. It is established that with the load growth occurrence of symmetry elements starts to be observed in the initially asymmetric fracture patterns. Statistical analysis of symmetric cracks, as well as the distances between them, allows find the micro-destruction viscosity of the material. At a certain optimal load, the probability of symmetrical micro-patterns formation is maximal. A

further load increase leads to the symmetry reduction, and, accordingly, to the decrease of micro-destruction viscosity calculation accuracy.

For the first time, a technique for determining the minimum allowable distance to the boundary of a thin sample, on which the micro-destruction viscosity determining was possible, was proposed. It was established that the optimal load value while determining the micro-fracture viscosity near the sample boundary coincides with the value of such for the central areas.

For the first time, mechanical testing modes, which allow obtain symmetrical and analyzable micro-patterns of destruction were determined. These conditions include the following: using the optimal load on the indenter; accounting for the allowable distance between the adjacent loading areas and a distance from the loaded area to the sample boundaries. Based on the experimental results analysis, algorithms for to determining the optimal load on the indenter and the allowable distance to the sample boundary have been

developed. The obtained results allowed improve the earlier proposed technique for micro-fracture viscosity detection by local loading of thin, hard and brittle samples.

Keywords: micro-indentation, composites, viscosity of micro-fracture, mechanical testing, micro-cracks, coatings.

References

1. Klimov V.G. Implementing laser pulse buildup for GTE turbine rotor blades reconditioning process design development. *Aerospace MAI Journal*, 2017, vol. 24, no. 1, pp. 170-179.
2. Duradji V.N., Kaputkin D.E. Metal Surface Treatment in Electrolyte Plasma during Anodic Process. *Journal of The Electrochemical Society*, 2016, vol. 163, no. 3, pp. E43-E48. DOI: 10.1149/2.0011603jes
3. Babin S. V., Fursov A. A., Egorov E. N. The study of intermediate plasma-sprayed layer effect on fiberglass-metal junction strength. *Aerospace MAI Journal*, 2017, vol. 24, no. 3, pp. 195-201.
4. Gravin A.A., Simagin D.N., Litovka Yu.V., D'yakov I.A. *Avtomobil'naya promyshlennost'*, 2015, no. 5, pp. 28-30.
5. Makhutov N.A., Moskvichev V.V., Morozov E.M., Gol'dshtein R.V. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2017, vol. 83, no. 10, pp. 41-54. DOI: 10.26896/1028-6861-2017-83-41-54
6. Kyaw A.L., Artem'ev A.V., Rabinsky L.N., Afanas'ev A.V., Semenov N. A., Solyaev Yu. O. Monolayer properties identification in carbon composite with nano-modified matrix. *Aerospace MAI Journal*, 2017, vol. 24, no. 2, pp. 197-208.
7. Makhutov N.A. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2008, vol. 74, no. 10, pp. 38-44.
8. Chukhlebov R.V., Loshkarev A.N., Sidorenko A.S., Dmitriev V.G. Experimental research of an aircraft product's structure vibrations under flight loads action. *Aerospace MAI Journal*, 2017, vol. 24, no. 3, pp. 51-59.
9. Stolyarov V.V. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2008, vol. 74, no. 1, pp. 54-57.
10. Jönsson B., Hogmark S. Hardness measurements of thin films. *Thin Solid Films*, 1984, vol. 114, no. 3, pp. 257-269. DOI: 10.1016/0040-6090(84)90123-8
11. Trunov M.L., Bilanich V.S., Dub S.N. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2007, vol. 77, no. 10, pp. 50-57.
12. Gliner R.E., Dubinskii V.N., Katyukhin E.B., Pryanichnikov V.A., Shabin A.V. *Innovatsionnye mekhanicheskie ispytaniya metalla, podvergaemogo tekhnologicheskomu deformirovaniyu i termicheskoi obrabotke* (Innovative mechanical testing of metal subjected to technological deformation and heat treatment), Nizhnii Novgorod, Nizhegorodskii gosudarstvennyi tekhnicheskii universitet im. R.E. Alekseeva, 2016, 123 p.
13. Adamov A.A., Laptev M.Yu., Gorshkova E.G. *Konstruktzii iz kompozitsionnykh materialov*, 2012, no. 3, pp. 72-77.
14. Gol'dshtein R.V., Chentsov A.V., Kadushnikov R.M., Shturkin N.A. *Rossiiskie Nanotekhnologii*, 2008, vol. 3, no. 1-2, pp. 114-124.
15. Lakhov V.M., Krivov A.S., Aleksandrov V.S. *Pribory*, 2008, no. 7(97), pp. 2-11.
16. Ushakov I.V., Fedorov V.A., Sudakova L.I. *Vestnik Tambovskogo gosudarstvennogo universiteta. Estestvennye i tekhnicheskie nauki*, 2000, vol. 5, no. 2-3, pp. 384-386.
17. Ushakov I.V. Method of mechanical testing of laser treated metallic glass by indenters with different geometry. *Proceedings of SPIE. The International Society for Optical Engineering*, 2007, vol. 6597, p. 659714. DOI: 10.1117/12.726773
18. Ushakov I.V., Polikarpov V.M. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2007, vol. 73, no. 2, pp. 68-71.
19. Ushakov I.V., Safronov I.S. *Patent RU 2494039 C1*, 27.09.2013.
20. Ushakov I.V., Batomunkuev A.Yu. *Patent RU 2561788 C1*, 10.09.2015.

Редакторы *М.С. Винниченко, Е.Л. Мочина*
Художественное оформление *В.И. Володиной, И.В. Романовой*
Компьютерная верстка *О.Г. Лавровой*

Сдано в набор 25.09.19. Подписано в печать 13.12.19.
Бумага писчая. Формат 60×84 1/8. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 27,90. Уч.-изд. л. 30,00. Тираж 130 экз. Заказ 1076/753.

Издательство МАИ
(МАИ), Волоколамское ш., д. 4, Москва, А-80, ГСП-3 125993
Типография Издательства МАИ
(МАИ), Волоколамское ш., д. 4, Москва, А-80, ГСП-3 125993