



На правах рукописи

АБУСЕЙФ НУХА

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ
СВОЙСТВ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ ИНДЕНТИРОВАНИЕМ**

Специальность 05.16.09 – «Материаловедение (машиностроение)»

**Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

Москва – 2020

Работа выполнена на кафедре Технологии металлов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский университет «МЭИ»

Научный руководитель: **Матюнин Вячеслав Михайлович**
доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры Технологии металлов
ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», г. Москва

**Официальные
оппоненты:** **Помельникова Алла Сергеевна**
доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Материаловедение»
ФГБОУ ВО МГТУ им.Баумана, г. Москва

Тарасова Татьяна Васильевна
кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Высокоэффективные
технологии обработки»
ФГБОУ ВО МГТУ «СТАНКИН», г. Москва

Ведущая организация: АО НПО «ЦНИИТМАШ», г. Москва

Защита диссертации состоится «22» сентября 2020 года в 16 часов 00 мин. на заседании диссертационного совета МЭИ.025 при ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ» по адресу: 111250, г. Москва, ул. Красноказарменная, д. 14, Зал Ученого совета (4 этаж). Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 111250, г. Москва, Красноказарменная ул., д. 14, диссертационный совет МЭИ.025.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ».

Автореферат разослан «06» июля 2020 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

МЭИ.025 к.т.н., доцент

Марченков А.Ю.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Основное назначение упрочняющих покрытий состоит в обеспечении прочности, долговечности и безопасности эксплуатации конструкций и изделий машиностроения, работающих в условиях повышенных контактных нагрузок и износа. Упрочнение поверхностных слоев металла нанесением покрытий может выполняться как в процессе изготовления изделий, так и при их восстановлении после длительной эксплуатации. При оценке качества покрытий и технологий их нанесения большое внимание уделяется физико-механическим свойствам, по которым можно судить о способности изделий сопротивляться контактным нагрузкам и износу в условия эксплуатации. Среди механических свойств покрытий чаще всего определяют твердость, модуль нормальной упругости; реже-адгезионную прочность и трещиностойкость. Знание этих свойств необходимо при разработке новых типов и составов покрытий, технологий их нанесения, а также при расчетах на прочность, оценке остаточного ресурса и качества восстановления изношенных деталей и конструкций нанесением покрытий.

Учитывая малые толщины упрочняющих покрытий, для оценки их механических свойств широко используется индентирование. К настоящему времени, благодаря развитию приборно-методической базы, появилась возможность использования кинетического (в зарубежной терминологии-«инструментального») индентирования, в процессе которого регистрируется диаграмма в координатах «нагрузка – перемещение индентора». По таким диаграммам могут быть определены не только значения твердости на разных масштабных уровнях, но и модуль нормальной упругости покрытий. Вместе с тем традиционная методика определения микротвердости по геометрическим параметрам восстановленного отпечатка продолжает оставаться массовым видом контроля механических свойств упрочняющих покрытий. Однако при использовании любых методов определения твердости и других механических свойств покрытий необходимо соблюдать некоторые ограничения и выдерживать условия подобия, при которых возможно получение достоверных результатов испытаний, позволяющих сравнивать определяемые значения механических характеристик различных покрытий.

Одно из основных ограничений при индентировании покрытий состоит в необходимости обеспечения такого отношения толщины покрытия к глубине отпечатка, при котором исключается влияние подложки на результаты индентирования. С уменьшением толщины покрытий это условие может быть недостижимым при определении микротвердости и тогда необходимо выполнять индентирование в нанодиапазоне с использованием специальных приборов. Однако, при переходе от мезо к микро-или наноиндентированию происходит сильное влияние масштабного фактора, заключающееся в резком увеличении определяемых значений твердости одного и того же материала, что затрудняет сравнение твердости покрытий разных толщин. В связи с этим уже

были предложены различные формулы для расчета твердости весьма тонких покрытий с учетом влияния подложки, которые могут быть использованы с некоторыми ограничениями. Основной недостаток этих формул, как это отмечают и их авторы, состоит в том, что они не учитывают влияние масштабного фактора.

При использовании кинетического индентирования помимо учета масштабного фактора необходимо правильно оценивать упругую податливость прибора, от которой в сильной мере зависят определяемые значения твердости и, прежде всего, модуля нормальной упругости. Существуют различные способы оценки и учета упругой податливости твердомера при индентировании пирамидой, имеющие свои преимущества и недостатки. Накоплен некоторый опыт использования таких методик на различных масштабных уровнях индентирования пирамидой. Однако для использования их при индентировании сферическими инденторами с разными радиусами скругления необходимы дополнительные исследования и эксперименты. Это необходимо ещё и потому, что использование сферического индентора расширяет возможности кинетического индентирования, поскольку в процессе одного вдавливания можно получить разные значения деформации. В настоящее время в существующих ГОСТ представлены методики определения твердости и модуля нормальной упругости материалов кинетическим индентированием, однако отсутствуют методики определения предела упругости, предела текучести и временного сопротивления. Кроме того остается открытым вопрос о влиянии трещин, образующихся в упрочняемых покрытиях при индентировании, на результаты определения твердости, значение которой входит во все известные формулы расчета критического коэффициента интенсивности напряжений (K_{Ic}). Не менее важным является вопрос о минимальном количестве зерен разных структурных составляющих в одном материале, находящихся внутри контура отпечатка, для достоверного определения твердости. Для материалов с однородной структурой и крупным зерном (например, со структурой аустенита или феррита) значения микротвердости в центре зерна, у его границы или на стыке зерен могут различаться и поэтому необходимо выяснить насколько значимо это различие и надо ли его учитывать.

В связи с вышеизложенным в настоящей диссертационной работе была поставлена **следующая цель** – разработать методики оперативного контроля комплекса механических свойств (предела упругости, предела текучести, временного сопротивления, параметров деформационного упрочнения и др.) тонких упрочняющих покрытий кинетическим индентированием сферическим твердосплавным или алмазным инденторами.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить **следующие задачи**:

1. Выполнить анализ и экспериментальную проверку существующих методик определения твердости тонких упрочняющих покрытий с учетом влияния подложки.

2. Исследовать распределение напряжений и деформаций в деформированном объеме металла при вдавливании пирамиды. Обосновать минимально допустимое отношение толщины покрытия к глубине отпечатка, исключаящее влияние подложки на результаты индентирования пирамидой. Установить связь деформируемого объема материала при вдавливании пирамиды с объемом отпечатка.

3. Разработать методику преобразования кинетической диаграммы вдавливания «усилие – перемещение индентора» в диаграмму «невосстановленная твердость по Бринеллю – относительная глубина невосстановленного отпечатка» и установить влияние масштабного фактора на эту диаграмму.

4. Исследовать влияние границ зерен на определяемые значения твердости и определить минимальное количество зерен, охваченных контуром отпечатка для достоверного определения твердости.

5. Исследовать возможность структурно-фазовых превращений в материале при его индентировании.

6. Выявить влияние трещин, образующихся при индентировании покрытий, на определяемые значения твердости.

7. Установить условия физического, механического и геометрического подобия, необходимые для определения и сравнения микротвердости и других механических свойств покрытий на разных масштабных уровнях.

8. Разработать методики определения твердости на пределе упругости, твердости на пределе текучести кинетическим индентированием и установить их связи с пределом упругости и пределом текучести соответственно, определенными растяжением образцов.

9. Выполнить опробование разработанных методик на различных покрытиях с разным уровнем механических свойств.

Методы исследования

В ходе выполнения диссертационной работы были применены современные методы, приборы и машины для механических испытаний материалов растяжением и индентированием на разных масштабных уровнях. Для исследования микроструктуры материалов использовались методы оптической и электронной микроскопии. Результаты экспериментов обрабатывались статистическим методом. Для исследования распределения напряжений и деформаций в деформированном объеме металла по глубине отпечатка, полученного вдавливанием пирамиды, использовался метод твердости (микротвердости), предложенный Г.Д. Делем.

Объектом исследования служили упрочняющие покрытия различных типов, составов, толщин, полученные по разным технологиям нанесения, а также модельные материалы – стали, алюминиевые, магниевые и титановые сплавы для разработки методик. Кроме того были исследованы механические свойства тонких поверхностных слоев сталей после различных видов обработки.

Научная новизна диссертационной работы

1. Предложены условия физического, механического и геометрического подобия, при соблюдении которых можно определять и сравнивать твердость различных покрытий на разных масштабных уровнях индентирования.

2. Выявлены картины распределения микротвердости, интенсивности напряжений σ_i и деформаций ε_i в пластически деформированном объеме металла под отпечатками, полученными вдавливанием пирамиды Виккерса при разных нагрузках вдавливания. Установлена прямо пропорциональная связь деформируемого объема материала при вдавливании пирамиды с объемом отпечатка. Дано обоснование минимально допустимого отношения толщины покрытия к глубине отпечатка, исключающего влияние подложки на результаты определения твердости.

3. Предложены зависимости для описания кинетических диаграмм вдавливания шара в координатах «невосстановленная твердость по Бринеллю – относительная глубина невосстановленного отпечатка» в упругой и упруго-пластической областях индентирования. Установлено влияние масштабного фактора на эти диаграммы.

4. Разработаны новые методики определения твердости поверхностных слоев материалов и покрытий на пределе упругости, твердости на пределе текучести по кинетическим диаграммам вдавливания индентированием и установлены их связи с пределом упругости и пределом текучести соответственно, определенными растяжением образцов.

Надежность и достоверность полученных результатов подтверждены использованием в экспериментальных исследованиях современных (мирового уровня) автоматизированных аттестованных машин и приборов, государственных стандартов на методы определения механических свойств материалов и статистической обработкой экспериментальных данных.

Личный вклад автора диссертации состоял в решении поставленных задач, проведении экспериментов и обработке полученных результатов, подготовке статей для публикаций в журналах и научных докладов для выступлений на конференциях.

На защиту выносятся следующие положения и результаты:

1. Условия физического, механического и геометрического подобия, необходимые для определения и сравнения твердости покрытий.

2. Характер распределения интенсивности напряжений и деформаций в деформированном объеме металла под отпечатком, полученным вдавливанием пирамиды Виккерса. Установленная прямо пропорциональная связь деформированного объема металла с объемом отпечатка при вдавливании пирамиды под разными нагрузками.

3. Методика оценки и учета упругой податливости прибора при кинетическом индентировании шаром.

4. Методика определения микротвердости упрочняющих покрытий в случае образования трещин при индентировании.

5. Методика оперативного контроля твердости на пределе упругости, твердости на пределе текучести кинетическим индентированием сферическим индентором и установленные их связи с пределом упругости и пределом текучести, определенными растяжением образца.

6. Результаты определения и сравнения твердости и других механических свойств различных упрочняющих покрытий.

Практическая значимость результатов работы состоит в том, что полученные результаты расширяют возможности контроля механических свойств упрочняющих покрытий индентированием и позволяют:

1. Достаточно просто и достоверно оценивать и учитывать упругую податливость прибора при кинетическом индентировании сферическим индентором.

2. Обоснованно определять твердость упрочняющих покрытий при образовании трещин.

3. Оперативно контролировать и сравнивать не только твердость, но и другие механические свойства упрочняющих покрытий, определенные кинетическим индентированием на разных масштабных уровнях.

Реализация и внедрение результатов работы

Разработанная методика оперативного контроля механических свойств упрочняющих покрытий была использована в НЦ «Износостойкость» НИУ «МЭИ» при разработке новых составов и режимов нанесения упрочняющих покрытий, предназначенных для восстановления лопаток паровых турбин после длительной эксплуатации. Кроме того по этой методике был выполнен контроль механических свойств разных упрочняющих покрытий, нанесенных на стальные подложки с разным уровнем механических свойств, поверхностных слоев материалов после различных видов обработки и покрытий из наноуглеродных материалов. Некоторые результаты работы внедрены в учебный процесс кафедры Технологии металлов НИУ «МЭИ» при чтении лекций и проведении лабораторных работ по спецдисциплинам.

Апробация работы

Основные положения и результаты диссертационной работы представлены и обсуждены на следующих конференциях: X Всероссийская конференция «ТестМат. Основные тенденции, направления и перспективы развития методов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли» (г. Москва, ВИАМ, 2018 г.); Научные чтения им. чл - корр. АН СССР Ивана Августовича Одингера «Механические свойства современных конструкционных материалов» (г. Москва, ИМЕТ РАН 2018 г.); XXV Международный симпозиум «Динамические и технологические проблемы механики конструкций и сплошных сред» им. А.Г. Горшкова (г. Москва, МАИ 2019 г.); XV Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов с международным участием «Физико-химия и технология неорганических материалов» (г. Москва, ИМЕТ РАН, 2018 г.); XXIV- XXVI Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика» (г. Москва, НИУ, МЭИ 2018, 2019, 2020 гг.);

Вторая и третья международная конференция «Электронно-лучевая сварка и смежные технологии» (г. Москва, НИУ, МЭИ 2017 - 2019 гг.); XXI конференция « Взаимодействие плазмы с поверхностью» (г. Москва, НИЯУ МИФИ 2018 г.); 11-я Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии» (г. Москва, школа искусств им. М.И. Глинки 2018 г.); 26-й международный конгресс по термической обработке и инженерии поверхности (г. Москва, IFHTSE 2019 г.); Международный семинар «Передовые технологии в материаловедении, машиностроении и автоматизации» (г. Красноярск, Красноярский краевой Дом науки и техники 2019 г.); Международная научно-практическая конференция «Инженерные системы – 2019» (г. Москва, РУДН 2019 г.); Международная конференция «Прикладная физика, информационные технологии и инжиниринг - APITECH-2019» (г. Красноярск, Красноярский краевой Дом науки и техники 2019 г.); 62-ая Международная сетевая научно-техническая конференция (МСНТК) молодых ученых, аспирантов магистрантов и студентов «Наука, техника и инженерное образование в цифровую эпоху: идеи и решения» (г. Бишкек, 2020г.).

Публикации

По теме диссертации опубликовано 24 работы в российских и международных научных журналах, сборниках конференций, в том числе 5 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ, 7 статей в журналах, входящих в международную базу цитирования (Scopus, Web of Science), 12 статей в сборниках трудов, индексируемых в РИНЦ.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав и заключения. Объем диссертации составляет 190 страниц, включая 72 рисунка, 34 таблицы, 100 формул и список использованных источников из 204 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отражена актуальность настоящей диссертационной работы, описана роль упрочняющих покрытий в обеспечении прочности, долговечности и надежности эксплуатации конструкций и изделий машиностроения, работающих в условиях повышенных контактных нагрузок и износа. Изложены достоинства метода кинетического индентирования в качестве эффективного способа определения механических свойств тонких упрочняющих покрытий. Отмечена необходимость точного учета упругой податливости испытательного прибора и влияния масштабного фактора при кинетическом индентировании тонких покрытий. Обращено внимание на влияние трещин, образующихся в упрочняемых покрытиях при индентировании, на определяемые значения твердости.

В первой главе показана эффективность нанесения покрытий как одного из наиболее перспективных методов поверхностного упрочнения, в результате которого повышается сопротивление поверхностных слоев металла

воздействию многочисленных эксплуатационных факторов. Перечислены основные виды и типы упрочняющих покрытий и способы их нанесения. Описаны основные требования, предъявляемые к упрочняемым покрытиям. Подчеркнуто, что упрочняющие покрытия должны обладать высокими физико-механическими и служебными свойствами, к которым относятся прочность, твердость, трещиностойкость, износостойкость и др. Приведен обзор российских и зарубежных работ по методам определения механических свойств упрочняемых покрытий. Особое внимание уделено методу кинетического индентирования как наиболее перспективному методу определения не только твердости, но и других механических свойств материалов на разных масштабных уровнях. На основе проведенного анализа литературы сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе выполнены анализ и экспериментальная проверка известных методик определения твердости тонких покрытий с учетом влияния подложки. Для упрочняющих покрытий твердость подложки всегда меньше твердости этого покрытия и поэтому влияние подложки проявляется в снижении твердости при уменьшении некоторого значения отношения толщины покрытия к глубине отпечатка. В этом случае экспериментально определяется твердость системы «подложка – покрытие». Чем меньше указанное отношение, тем больше понижаются определяемые значения твердости системы.

В литературных источниках чаще всего встречаются методики Б. Джонсона – С. Хогмарка и А. Корсунского. В формулы, предложенные ими для расчета твердости покрытия $HV_{пок}$, входят значения твердости подложки $HV_{под}$, твердости системы (покрытие – подложка) $HV_{сис}$ и некоторые абсолютные и относительные геометрические параметры (диагональ d или глубина t отпечатка, толщина покрытия L , отношение L/t и др.).

Согласно методике Б. Джонсона – С. Хогмарка для твердого покрытия и мягкой подложки имеем:

$$HV_{пок} = HV_{под} + \left\{ (HV_{сис} - HV_{под}) / \left[2C(L/t) - C^2(L/t)^2 \right] \right\}, \quad (1)$$

где $C = 2 \sin^2 11^\circ$, L – толщина покрытия, t – глубина отпечатка.

А.М. Корсунский предложил следующую формулу:

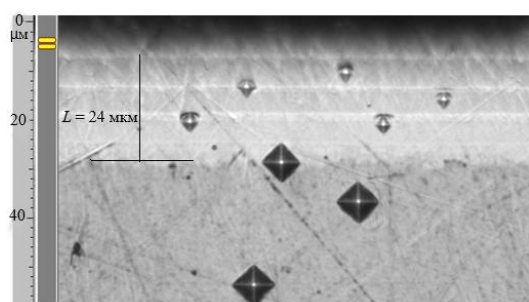
$$HV_{пок} = HV_{под} + (HV_{сис} - HV_{под})(1 + K\beta^2), \quad (2)$$

где $\beta = t/L$, K – безразмерный параметр, зависящий от $HV_{сис}$ и β .

Основная трудность реализации этой методики состоит в определении параметра K при разных значениях $HV_{сис}$ и β .

Экспериментальная проверка этих методик была проведена на твердых покрытиях из нитрида титана TiN, полученных методом ионно-плазменного напыления и нанесенных на подложку из стали 15X11МФ. Исследование твердости выполнено вдавливанием четырехгранной алмазной пирамиды по

методу Виккерса на автоматизированном твердомере Instron Tukon 2500. По результатам исследований поперечных шлифов покрытий с помощью оптического микроскопа Zeiss Observer AxioVert были определены их толщины L . На рисунке 1а представлена фотография поперечного шлифа с покрытием из TiN толщиной 24 мкм. График изменения микротвердости $HV_{0,1}$ на разном расстоянии от поверхности покрытия представлен на рисунке 1б. Далее проводили индентирование поверхности этого шлифа с покрытием при разных нагрузках, определяли значения диагонали отпечатка d , глубины вдавливания t , твердости системы $HV_{сис}$, твердости подложки $HV_{под}$ при каждой нагрузке вдавливания F . Твердость покрытий $HV_{пок}$ была определена расчетным способом с использованием перечисленных выше методик.



а



б

Рисунок 1 – Фотография поперечного шлифа со слоистым покрытием из TiN (а) и график изменения микротвердости $HV_{0,1}$ на разном удалении от поверхности покрытия (б)

Экспериментальные результаты определения $HV_{сис}$, $HV_{под}$ и расчетные значения $HV_{пок}$ представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Экспериментальные результаты определения $HV_{сис}$, $HV_{под}$ и расчетные значения $HV_{пок}$

F		$HV_{под}$		$HV_{сис}$		d , мкм	t , мкм	L/t	$HV_{пок}$ по формуле (1)		$HV_{пок}$ по формуле (2)	
									Н/мм²	кгс/мм²	Н/мм²	кгс/мм²
49,050	5,0	1668	170	2296	234	199,00	28,40	0,85	6936	707	9055	923
19,620	2,0	1678	171	2992	305	110,00	15,70	1,50	7936	809	7318	746
9,810	1,0	1727	176	6367	649	53,50	7,64	3,10	13185	1344	9987	1018
4,905	0,5	1756	179	11752	1198	27,80	3,97	6,00	16334	1665	13862	1413
2,943	0,3	1874	191	15225	1552	18,90	2,70	8,90	17138	1747	16530	1685
1,962	0,2	1825	186	17746	1809	14,35	2,05	11,70	18099	1845	18639	1900
0,981	0,1	1854	189	19492	1987	9,70	1,93	17,30	19649	2003	20366	2076

Анализ таблицы 1 показывает, что определяемые значения твердости постепенно возрастают по мере снижения нагрузки F и повышения отношения L/t . Если ориентироваться на $L/t = 11,7$, то значения твердости, полученные по двум формулам достаточно близки и, весьма вероятно, соответствуют твердости покрытия при $F = 1,962$ Н (0,2 кгс). Однако, при уменьшении

нагрузки до 0,981 Н (0,1 кгс) значения твердости значительно возрастают за счет влияния масштабного фактора. Твердость подложки также возрастает по той же причине по мере снижения нагрузки вдавливания. Из полученных результатов можно сделать вывод, что в проведенном эксперименте формулы (1) и (2) могут быть применимы до значений L/t не менее 11. При меньших L/t расчетные значения $HV_{пок}$ начинают резко снижаться.

В третьей главе проведено комплексное экспериментальное исследование деформированного объема металла под отпечатками, полученными пирамидой Виккерса при разных нагрузках вдавливания F .

Экспериментальное обоснование необходимого отношения толщины покрытия к глубине отпечатка, исключающего влияние подложки на твердость покрытия, определяемую вдавливанием шара, было дано в работе А.Ю. Марченкова. Это отношение было установлено с использованием методики Г.Д. Деля, в основе которой лежат связи интенсивности пластической деформации и интенсивности напряжения, полученные в деформированном металле независимо от вида нагружения, с твердостью. Эти связи характерны для каждого испытуемого материала. Анализируя изменение твердости HV , интенсивности деформации и интенсивности напряжения в деформированном металле под отпечатком, было показано, что указанное отношение равно не 8 – 10, как это принято без доказательства, а 15 – 16. В связи с этим в настоящей работе были выполнены эксперименты с использованием аналогичной методики для случая вдавливания пирамиды. Для этого были получены на плитке из углеродистой стали 10 три больших отпечатка под разными нагрузками вдавливания пирамиды Виккерса. Сделаны поперечные сечения по центрам отпечатков и подготовлены микрошлифы поверхностей сечений для определения микротвердости $HV_{0,1}$ под нагрузкой 0,1 кгс в различных зонах деформированного металла на разном расстоянии от поверхности отпечатка. Контрольные точки, расположенные в виде сетки, для определения микротвердости в количестве от 130 до 180 охватывали с запасом весь деформированный объем металла под отпечатком. Используя тарифовочные графики зависимостей интенсивности пластической деформации ε_i и интенсивности напряжения σ_i от твердости $HV_{0,1}$, полученные для той же стали при растяжении плоского образца, было выявлено распределение этих характеристик и оценена максимальная глубина распространения зоны пластической деформации под каждым отпечатком. При этом было установлено, что для каждого отпечатка отношение максимальной глубины распространения этой зоны к глубине отпечатка примерно постоянно и составляет в среднем 9,9. Полученное отношение действительно подтверждает известное условие, что для исключения влияния подложки на определяемые значения твердости вдавливанием пирамиды толщина покрытия должна быть примерно в 10 раз больше глубины отпечатка. Однако ранее не было дано такого теоретического или экспериментального обоснования. Можно предположить, что это отношение можно и просто и быстро установить определением твердости покрытия, вдавливая в его поверхность индентор при

постепенно увеличивающейся нагрузке и глубине отпечатка. Затем, определив глубину отпечатка, при которой начинает снижаться твердость, можно определить искомое минимальное отношение. Однако известно, что с увеличением нагрузки вдавливания пирамиды снижаются значения определяемой твердости из-за влияния масштабного фактора. Поэтому при таком подходе трудно выявить, что повлияло на снижение твердости – подложка или масштабный фактор.

При определении объемов отпечатков и объемов деформированной зоны металла под отпечатком была установлено, что объем деформированной зоны превосходит объем отпечатка примерно в 100 раз независимо от нагрузки вдавливания. Это дает возможность рассчитать деформированный объем металла по объему отпечатка. Известно, что определяемые значения твердости одного и того же материала зависят от величины деформированного объема под отпечатком. С уменьшением этого объема увеличиваются определяемые значения твердости вследствие влияния масштабного фактора. При переходе на микро и особенно на наноуровень индентирования это увеличение становится весьма сильным. Поэтому для корректного сравнения твердости по Виккерсу HV разных материалов и покрытий следует обеспечить при индентировании пирамидой одинаковые деформируемые объемы. Для этого необходимо получить одинаковые значения диагонали или глубины отпечатка, от которых однозначно зависит объем отпечатка. А деформированный объем материала под отпечатком однозначно зависит от объема самого отпечатка. Это условие подобия легко выдержать при кинетическом индентировании материала пирамидой с регистрацией диаграммы вдавливания в координатах «нагрузка – глубина внедрения».

При индентировании материала сферическими инденторами разных диаметров D (радиусов R) масштабный эффект проявляется в увеличении твердости по Бринеллю HB при уменьшении D (R), но при одинаковых отношениях диаметра отпечатка d к D (d/D) или – глубины отпечатка t к R (t/R). Поэтому твердость по Бринеллю HB разных материалов и покрытий или одного и того же материала или покрытия после различных режимов обработки надо сравнивать при $D = \text{const}$ и $d/D = \text{const}$ (или $t/R = \text{const}$). При таком условии деформируемые объемы материала под отпечатком будут одинаковые. А заданное отношение $t/R = \text{const}$ также можно легко зафиксировать при регистрации кинетической диаграммы вдавливания.

При отсутствии прибора для регистрации кинетической диаграммы вдавливания предлагаемую методику определения и сравнения микротвердости нескольких покрытий вдавливанием пирамиды можно реализовать следующим образом. Для этого достаточно вначале выявить наиболее мягкое покрытие, вдавливая пирамиду под одинаковой нагрузкой F_1 , а затем для более твердых покрытий выполнить еще одно вдавливание под нагрузкой $F_2 = (2-3)F_1$. Связь нагрузки вдавливания с диагональю отпечатка достаточно точно аппроксимируется степенным уравнением, аналогичным уравнению Мейера:

$$F = k d^m,$$

где k и m – постоянные коэффициенты для каждого материала.

По результатам двух вдавливания для более твердых покрытий коэффициенты k и m рассчитываются по следующим формулам:

$$m = \ln(F_2 / F_1) / \ln(d_2 / d_1); \quad k = F_2 / d_2^m,$$

где d_1 и d_2 – диагонали отпечатков, соответствующие нагрузкам F_1 и F_2 .

Зная, k и m , можно рассчитать необходимую нагрузку вдавливания F^* для более твердых покрытий, при которой будет достигнута диагональ отпечатка d_{m1} , равная диагонали отпечатка для наиболее мягкого материала при нагрузке F_1 :

$$F^* = k d_{m1}^m.$$

А далее микротвердость более твердых покрытий HV рассчитывается по значениям F^* и d_{m1} по формуле:

$$HV = 1,854 F^* / d_{m1}^2.$$

Для практического опробования изложенной методики выполнены следующие эксперименты по определению значений твердости упрочняющих покрытий с разным уровнем твердости по существующей и предлагаемой методикам. Уровень твердости различался в зависимости от режимов нанесения покрытий. Основные результаты определения микротвердости упрочняющих покрытий на основе TiN, имеющих разные толщины, существующим и предлагаемым способами представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты определения микротвердости упрочняющих покрытий на основе TiN, существующим и предлагаемым способами

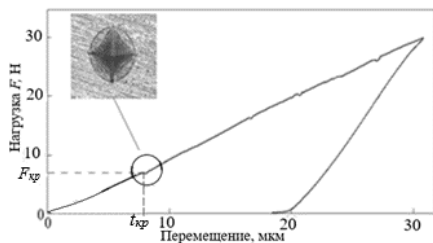
Покрытие и его толщина L , мкм	Существующая методика			Предлагаемая методика						$\frac{HV_{0,01} - HVF^*}{HVF^*},$ %
	F_1 , Н (кгс)	d_1 , мкм	$HV_{0,01}$, Н/мм ² (кгс/мм ²)	F_2 , Н (кгс)	F^* Н (кгс)	d_2 , мкм	m	k , Н/мм ^{m} (кгс/мм ^{m})	HVF^* , Н/мм ² (кгс/мм ²)	
Твердое, $L = 7$ мкм	0,0981 (0,01)	1,91	49609 (5057)	0,245 (0,025)	0,166 (0,017)	3,39	1,597	2158 (220)	43625 (4447)	13,7
Менее твердое, $L = 24$ мкм	0,0981 (0,01)	2,66	25653 (2615)	-	-	-	-	-	-	-

Как следует из таблицы 2 значение твердости более твердого покрытия, определенное по существующей методике при $F = \text{const}$, завышено на 13,7% по

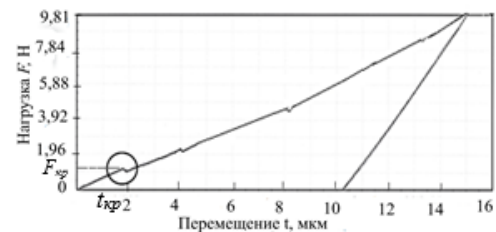
сравнению с твердостью, определенной по предлагаемой методике при $d = \text{const}$.

В этой главе также предложена методика определения твердости упрочняющих покрытий, у которых образуются трещины. Анализ литературных источников показывает, что существуют противоречивые взгляды о влиянии трещин, образующихся в процессе индентирования, на значения твердости материалов. Некоторые авторы установили, что при образовании трещины определяемые значения твердости повышаются. А другие сообщили о так, называемом, обратном размерном эффекте. Это явление обратного размерного эффекта, происходящее в результате образования трещин, приводит к снижению значения твердости при уменьшении нагрузки индентирования и размеров отпечатка. Однако, в литературе не было никаких предложений по определению твердости материалов и в том числе упрочняющих покрытий в случае образования трещин. Автор настоящей работы предлагает определить твердость покрытий в случае образования трещин не при F_{max} (ГОСТ Р 56232-2014) а при нагрузке F немного меньше критической нагрузки $F_{\text{кр}}$, необходимой для образования первой трещины. Для определения $F_{\text{кр}}$ необходимо зарегистрировать кинетическую диаграмму вдавливания « $F - \alpha$ » с получением первого перелома на линии нагружения, при появлении которого образуется в покрытии первая трещина.

На рисунке 2 представлены диаграммы « $F - \alpha$ » для покрытий из TiN (а) и VT20/N₂ (б) при вдавливании пирамиды. При достижении $F_{\text{кр}}$ появляется четкий первый перелом на линии нагружения, а вокруг отпечатка образуется кольцевая трещина, что хорошо можно рассмотреть под микроскопом. При нагрузке $F > F_{\text{кр}}$ возможно появление и других переломов, при которых образуются очередные трещины. В таблице 3 представлены результаты определения микротвердости разных покрытий кинетическим индентированием до и после образования первых трещин. В этой таблице твердость, определенная при $F_{\text{кр}}$ обозначена $HVF_{\text{кр}}$, а при $F' < F_{\text{кр}}$ – HVF' .



а



б

Рисунок 2 – Кинетические диаграммы вдавливания покрытий, у которых образуются трещины при индентировании: а – покрытие TiN;

б – покрытие VT20/N₂

Таблица 3 – Результаты определения микротвердости разных покрытий кинетическим индентированием пирамидой до и после образования трещин

Материал покрытия	L , мкм	$F_{кр}$, Н (кгс)	$F' < F_{кр}$, Н (кгс)	$HVF_{кр}$, Н/мм ² (кгс/мм ²)	HVF' , Н/мм ² (кгс/мм ²)	$\frac{HVF' - HVF_{кр}}{HVF'}$, %
BT20/N ₂	15	0,981 (0,1)	0,735 (0,075)	10879 (1109)	10212 (1041)	6,5
TiN	25	6,67 (0,68)	5,88 (0,6)	5513 (562)	6072 (619)	9,2

Из таблицы 3 видно, что наблюдается существенное различие между значениями твердости, определенными до и после образования трещин. При образовании трещины в покрытии BT20/N₂ значения твердости HVF' снижаются. Это снижение составляет 6,5%. А для покрытия из TiN твердость HVF' увеличивается на 9,2%. Эти эксперименты подтверждают результаты экспериментов других исследователей, в которых наблюдалось неоднозначное изменение твердости покрытий в случае образования трещин. Поэтому целесообразно в этом случае воспользоваться предложенной методикой.

В четвертой главе изложены результаты разработок новых методик определения характеристик твердости и других механических свойств поверхностных слоев материалов и покрытий кинетическим индентированием сферическим индентором. Целесообразность такого индентирования объясняется прежде всего тем, что при использовании сферического индентора можно зарегистрировать упругую и упругопластическую области деформации.

Кроме того, как уже было сказано, в процессе непрерывного нагружения сферического индентора постепенно увеличивается упругопластическая деформация за счет увеличения, так называемого, угла контакта, который однозначно связан с относительной глубиной отпечатка t/R и относительным диаметром отпечатка d/D . А параметры t/R и d/D характеризуют условную контактную деформацию материала при вдавливании шара. Поэтому имеется возможность обеспечения заданной деформации с использованием этих параметров, что необходимо для установления связей между напряжениями при растяжении образца и вдавливании индентора.

Первоначально при поисковых исследованиях на модельных конструкционных материалах (стали, алюминиевые, магниевые и титановые сплавы) были изучены первичные кинетические диаграммы вдавливания сферического индентора в координатах «нагрузка F – упругопластическое сближение α » с ветвями нагружения и разгрузки. На рисунке 3 приведены диаграммы « $F - \alpha$ » для нескольких конструкционных материалов. Вдавливание выполнялось сферическим индентором диаметром $D = 1$ мм на автоматизированном приборе МЭИ-ТА.

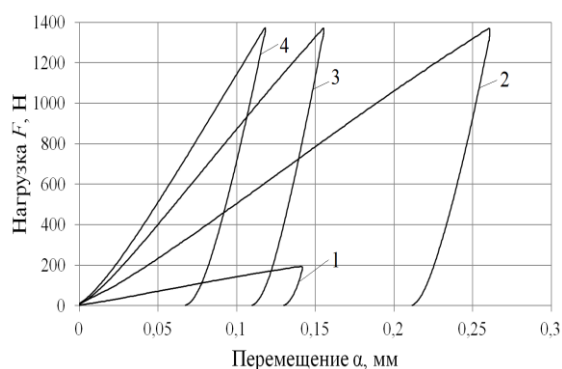


Рисунок 3 – Диаграммы вдавливания « $F - \alpha$ » для материалов: 1 – АМц; 2 – ЭП17; 3 – 35ХВФЮА; 4 – ЭИ474 ($D = 1$ мм)

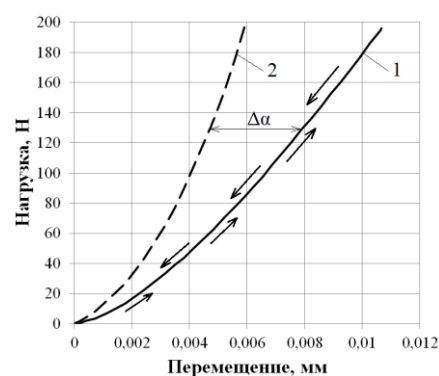


Рисунок 4 – Диаграммы вдавливания « $F - \alpha_y$ » (1) и « $F - \alpha_0$ » (2) в упругой области индентирования шара для стали 35ХВФЮА ($D = 15$ мм)

Для выбранных материалов и $D = 1$ мм упругий участок диаграмм весьма мал в том масштабе, в котором изображены диаграммы. Поэтому для получения достаточно продолжительного упругого участка диаграммы были выбраны сталь 35ХВФЮА и индентор с $D = 15$ мм. На рисунке 4 представлен упругий участок диаграммы вдавливания в координатах «нагрузка F – упругое сближение α_y » для выбранной стали. Следует заметить, что α_y включает и упругие деформации звеньев испытательного прибора. Подтверждением упругого вдавливания явилось совпадение линий нагружения и разгрузки диаграммы (показаны стрелками) при полном снятии нагрузки. На этом же рисунке 4 штрихами нанесена теоретическая линия, описывающая зависимость F от упругого сближения α_0 согласно формуле Г. Герца:

$$F = a_0 \alpha_0^{1,5}, \quad (3)$$

где $a_0 = 4R^{0,5} / 3 \left(\frac{1-\nu_M^2}{E_M} + \frac{1-\nu_{ш}^2}{E_{ш}} \right)$; R – радиус шара; ν_M и $\nu_{ш}$ – коэффициенты

Пуассона; E_M и $E_{ш}$ модули нормальной упругости испытуемого материала и материала индентора соответственно.

Большое различие α_y и α_0 при одном значении F вызвано упругими деформациями звеньев прибора, которые характеризуют его упругую податливость. Для оценки дополнительного упругого сближения $\Delta\alpha = \alpha_y - \alpha_0$ в настоящей работе была установлена связь $\Delta\alpha_y$ с F , которая использовалась при оценке упругой податливости прибора при кинетическом индентировании.

Затем диаграммы « $F - \alpha$ » с учетом упругой податливости прибора перестраивались в диаграммы в координатах «невосстановленная твердость по Бринеллю HB_t – относительная глубина невосстановленного отпечатка t/R ». Невосстановленная глубина отпечатка t рассчитывалась по следующим формулам:

$$t_y = \gamma(\alpha_0) - \text{упругая область}; \quad (4)$$

$$t = h + \gamma(\alpha - h) - \text{упругопластическая область}, \quad (5)$$

где $\gamma = E_u / (E_u + E_m)$ – коэффициент, учитывающий соотношение модулей нормальной упругости материала индентора E_u и испытуемого материала E_m ; h – остаточная глубина отпечатка.

Остаточную глубину отпечатка h для заданного значения F можно рассчитать по параметру деформационного упрочнения q в пластической области индентирования:

$$h = F / (qR), \quad (6)$$

где $q = F / (hR)$.

Параметр q исходит из прямопропорциональной зависимости F от h , установленной А. Мартенсом. Как показали эксперименты, выполненные в настоящей диссертационной работе, параметр q остается постоянным до нагрузки вдавливания F_{max} , рекомендуемой ГОСТ Р56232. При превышении этой нагрузки параметр q снижается.

Текущие значения HB_t рассчитывались по формуле:

$$HB_t = F / (2\pi Rt). \quad (7)$$

Исходя из той же формулы (3) Г.Герца, можно получить связь нагрузки вдавливания F с глубиной упругого отпечатка t_y :

$$F = (\alpha_0 \gamma^{-1.5}) t_y^{1.5}. \quad (8)$$

В упругой области индентирования зависимость $(HB_t)_y$ от t_y/R с учетом (7) и (8) примет вид:

$$(HB_t)_y = b (t_y / R)^{0.5}, \quad (9)$$

где $b = \alpha_0 / (2\pi R^{0.5} \gamma^{1.5})$.

В упругопластической области индентирования зависимость F от t можно аппроксимировать степенным уравнением;

$$F = at^n, \quad (10)$$

где a и n постоянные коэффициенты для данного материала, причем n характеризует его упрочняемость.

Из (7) и (10) можно получить:

$$HB_t = c (t / R)^{n-1}, \quad (11)$$

где $c = a R^{n-2} / (2\pi)$.

На рисунке 5а представлены диаграммы вдавливания « $HB_t - t/R$ », полученные на приборе МЭИ-ТА вдавливанием шара диаметром $D = 1$ мм, а на рисунке 5б – диаграммы растяжения « $\sigma - \delta$ » для нескольких материалов.

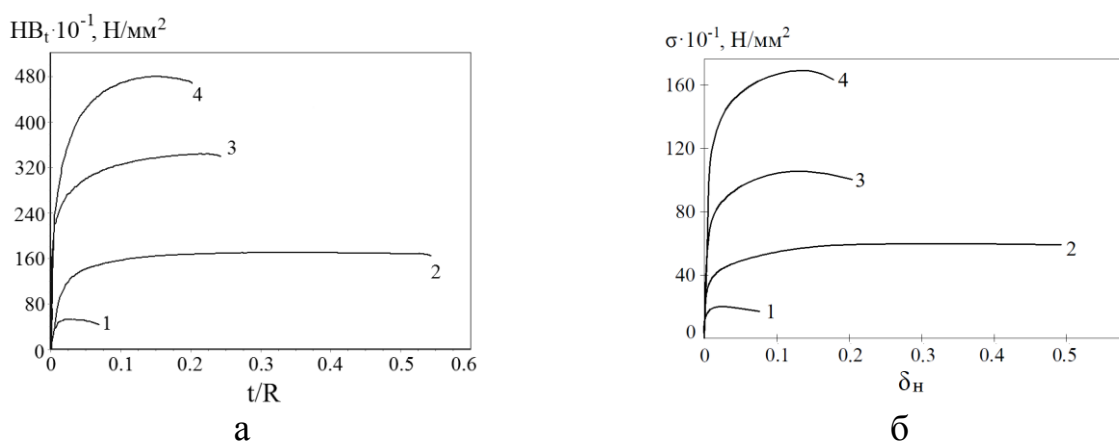


Рисунок 5 – Диаграммы вдавливания « $HB_t - t/R$ » (а) и растяжения « $\sigma - \delta$ » (б) для материалов: 1 – АМц; 2 – ЭП17; 3 – 35ХВФЮА; 4 – ЭИ474

На этих диаграммах отчетливо виден максимум, где твердость HB_t достигает своего максимального значения $(HB_t)_s$, после чего наступает её снижение. В области максимума значения HB_t изменяются незначительно, вследствие чего образуется практически горизонтальная линия, протяженность которой тем больше, чем выше предельная равномерная деформация. Так, например, для стали ЭП17 с высокой предельной равномерной деформацией эта линия наиболее протяженная по сравнению с другими материалами. Следует отметить, что и на диаграмме растяжения образца « $\sigma - \delta$ » для этой стали также наблюдается аналогичный затяжной максимум в виде горизонтальной линии (рисунок 5б).

Задаваясь принятыми допусками на малую остаточную деформацию, например по аналогии с методом растяжения, 0,05 или 0,2%, можно получить значения твердости на пределе упругости $(HB_t)_{0,05}$ или на пределе текучести $(HB_t)_{0,2}$. Однако для этого необходимо располагать такой формулой для определения пластической деформации при вдавливании, которая была бы близка к пластической деформации, определяемой растяжением образца. Экспериментально было установлено, что в области малых пластических деформаций относительная остаточная глубина отпечатка h/R может служить мерой условной пластической деформации при вдавливании сферического индентора, которая близка к условному относительному остаточному удлинению образца при его растяжении. Тогда глубины остаточных отпечатков $h_{0,05}$ и $h_{0,2}$ для остаточных деформаций 0,05 и 0,2% будут соответственно равны:

$$h_{0,05} = 0,0005R; \quad h_{0,2} = 0,002R. \quad (12)$$

А нагрузки вдавливания $F_{0,05}$ и $F_{0,2}$, соответствующие этим остаточным глубинам, можно рассчитать по формулам:

$$F_{0,05} = 0,0005qR^2; \quad F_{0,2} = 0,002qR^2. \quad (13)$$

В результате формулы для расчета твердости на пределе упругости $(HB_t)_{0,05}$ и пределе текучести $(HB_t)_{0,2}$ с учетом (12) и (13) примут вид;

$$(HB_t)_{0,05} = \left[a^{1/n} (0,0005q)^{(n-1)/n} R^{(n-2)/n} \right] / 2\pi; \quad (14)$$

$$(HB_t)_{0,2} = \left[a^{1/n} (0,002q)^{(n-1)/n} R^{(n-2)/n} \right] / 2\pi. \quad (15)$$

Невосстановленная твердость по Бринеллю $(HB_t)_{max}$ в конечной точке диаграммы вдавливания при нагрузке F_{max} будет равна:

$$(HB_t)_{max} = F_{max} / (2\pi R t_{max}), \quad (16)$$

где $t_{max} = h_{max} + \gamma(\alpha_{max} - h_{max})$.

Располагая методикой определения $(HB_t)_{0,05}$ и $(HB_t)_{0,2}$, можно установить более обоснованные их связи с пределом упругости $\sigma_{0,05}$ и пределом текучести $\sigma_{0,2}$ материалов за счет обеспечения одинаковых значений остаточных деформаций при вдавливании и растяжении. Что касается временного сопротивления σ_B , то уже известна его связь с $(HB_t)_{max}$.

Выполненные испытания разных конструкционных материалов на растяжение и вдавливание с проведением статистической обработки экспериментальных данных показали, что наблюдается общая устойчивая прямопропорциональная связь $\sigma_{0,05}$ с $(HB_t)_{0,05}$, $\sigma_{0,2}$ с $(HB_t)_{0,2}$ и σ_B с $(HB_t)_{max}$ с коэффициентом пропорциональности, близким к 1/3.

В таблице 4 представлены результаты определения механических характеристик некоторых конструкционных материалов, определенных кинетическим индентированием и растяжением. В эту таблицу включены только значения предела упругости $\sigma_{0,05}$, предела текучести $\sigma_{0,2}$ и временного сопротивления σ_B , определенные растяжением, а также отношения $\sigma_{0,05} / (HB_t)_{0,05}$, $\sigma_{0,2} / (HB_t)_{0,2}$ и $\sigma_B / (HB_t)_{max}$.

Следует отметить, что во многие формулы, приведенные выше, входит модуль нормальной упругости E_m испытуемого материала. Для его определения была использована формула М.М. Матлина, полученная из зависимости Г. Герца с поправкой на пластическую деформацию:

$$E_m = \frac{1 - \nu_m^2}{\frac{4(\alpha_{max} - h_{max}) \sqrt{R(\alpha_{max} + h_{max})}}{3F_{max}} - \frac{1 - \nu_u^2}{E_u}}. \quad (17)$$

В таблице 4 также представлены значения E_m , определенные по формуле (17) для испытанных материалов.

Таблица 4 – Результаты определения механических характеристик конструкционных материалов кинетическим индентированием и растяжением ($R = 0,5$ мм, $E_u = 210915$ Н/мм², $\nu_u = \nu_m = 0,3$)

Материал	Вдавливание				Растяжение					
	E_M , Н/мм ²	$(HB_t)_{0,05}$, Н/мм ²	$(HB_t)_{0,2}$, Н/мм ²	$(HB_t)_{max}$, Н/мм ²	$\sigma_{0,05}$, Н/мм ²	$\sigma_{0,2}$, Н/мм ²	σ_s , Н/мм ²	$\frac{\sigma_{расч}}{\sigma_{0,05}}$ $(HB_t)_{0,05}$	$\frac{\sigma_{расч}}{\sigma_{0,2}}$ $(HB_t)_{0,2}$	$\frac{\sigma_{расч}}{\sigma_B}$ $(HB_t)_{max}$
АМц	75046	328	359	465	107	121	157	0,326	0,337	0,338
15Х1М1Ф	211403	999	1126	1610	335	357	521	0,335	0,317	0,324
Сталь 50	204097	1612	1760	2158	508	556	725	0,315	0,316	0,336
35ХВФЮА	205688	1716	2012	3390	570	680	1059	0,332	0,338	0,312

Таким образом, проведя однократное кинетическое индентирование с регистрацией диаграммы « $F - \alpha$ », содержащей ветви нагружения и разгрузки, можно определить следующие механические характеристики материала: a , n , q , E_M , $(HB_t)_{0,05}$, $(HB_t)_{0,2}$, $\sigma_{0,05}$, $\sigma_{0,2}$, σ_s .

В настоящей диссертационной работе проведены эксперименты для выявления влияния масштабного фактора на кинетические диаграммы вдавливания сферического индентора в координатах « $HB_t - t/R$ ». В качестве образцов была использована стальная образцовая плитка с твёрдостью по Бринеллю $209HB_{2,5/187,5/10}$. Кинетическое индентирование выполнялось сферическими инденторами, имеющими различные диаметры $D = 0,4, 1, 2,5$ мм, степень нагружения составляла $F = 30D^2$.

Индентирование проводилось на универсальной машине Instron 5982, переоборудованной для испытаний вдавливанием в режиме сжатия. Невосстановленная твердость по Бринеллю HB_t определялась по формуле (7). По результатам экспериментов были построены кинетические диаграммы вдавливания сферических инденторов разных диаметров в координатах « $HB_t - t/R$ » (см.рисунок 6).

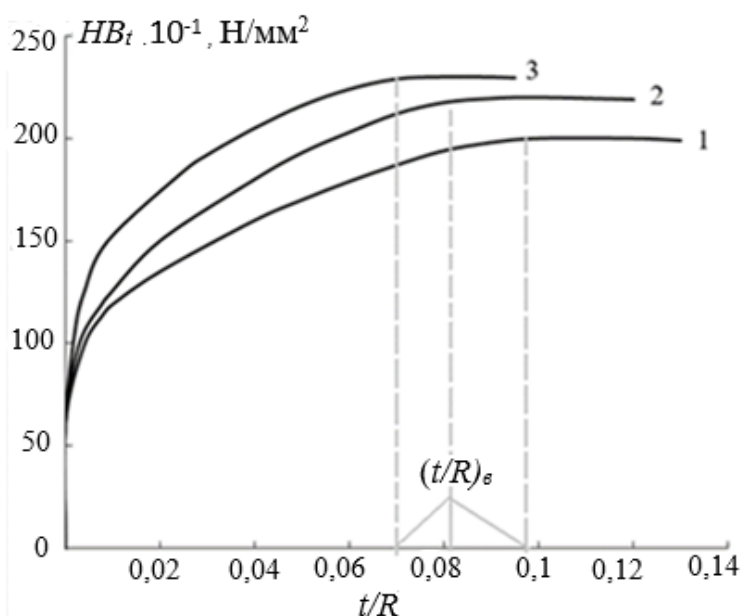


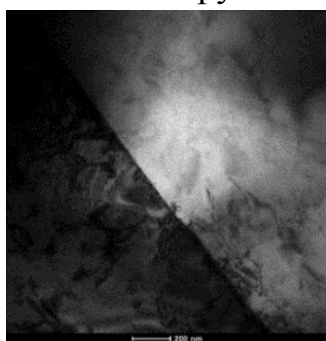
Рисунок 6 – Влияние масштабного фактора на кинетические диаграммы вдавливания сферических инденторов разных диаметров D в координатах « $HB_t - t/R$ »: 1 – $D = 2,5$ мм; 2 – $D = 1$ мм; 3 – $D = 0,4$ мм

Из рисунка видно, что чем меньше радиус индентора R тем больше определяемые значения твердости HB_t при одинаковых значениях t/R . Вместе с тем выход диаграммы вдавливания на максимум происходит при меньших значениях $(t/R)_c$ для инденторов с меньшим D .

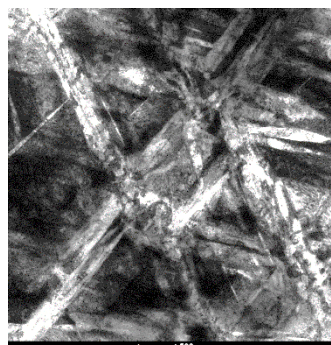
В предложенных формулах для определения $(HB_t)_{0,05}$ и $(HB_t)_{0,2}$ входит параметры a и n , определенные по линии нагружения диаграммы вдавливания « $F - a$ ». Однако эти параметры могут быть константами материала в том случае, если в процессе индентирования не происходят структурно-фазовые превращения в деформированном объеме. В настоящей работе было выявлено образование мартенсита в метастабильной аустенитной стали ДИ-59 при кинетическом индентировании сферическим индентором. Для подтверждения образования мартенсита в деформированном металле было проведено исследование и сравнение микроструктуры в исходном состоянии и после индентирования с использованием просвечивающей электронной микроскопии.

Исследования структуры образцов проводили на просвечивающем электронном микроскопе Теснаі G2 20 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Микроскоп оснащен вольфрамовым термоэмиссионным катодом, гониометром, позволяющим перемещать образец по трем направлениям и вращать по двум, а так же - CCD камерой, позволяющей получать снимки в электронном виде. Изучение строения металла проводили в режиме ТЕМ (светлое поле) с использованием как фазового, так и дифракционного контраста и режима STEM (сканирующая просвечивающая электронная микроскопия). Используемый диапазон увеличений 5 000х...100 000х.

Микроструктура исходного металла (рисунок 7а) представляет собой аустенит с отдельными неметаллическими включениями и карбидными частицами. Вокруг них наблюдаются скопления дислокаций, возникшие в результате технологической обработки металла. Следов структурно-фазовых превращения не было обнаружено.



а



б

Рисунок 7 – Микроструктура недеформированной (а) и деформированной (б) стали ДИ-59, 12500х

В отличие от исходного металла, структура металла после индентирования имеет характерную для мартенсита реечную структуру, состоящую из кристаллов мартенсита с прожилками аустенита (рисунок 7б). Наблюдаемые кристаллы мартенсита ориентированы друг относительно друга под углами 60 и 120°, что тоже характерно для мартенситного превращения

(рисунок 76). Дополнительным подтверждением образования мартенсита явилась намагниченность аустенитной стали после индентирования.

В пятой главе представлены результаты практического опробования разработанных методик, предложены условия подобия и некоторые практические рекомендации по определению и сравнению механических свойств упрочненных поверхностных слоев материалов и покрытий.

Прежде всего были испытаны упрочняющие покрытия, нанесенные на стали с разным уровнем механических свойств, используемые в машиностроении: углеродистые стали, стали перлитного и феррито-мартенситного классов и др. Большое внимание было уделено исследованию механических свойств упрочняемых покрытий из TiN, наносимых на лопатки паровых турбин из стали 18ХГТ в научном центре «Износостойкость» НИУ «МЭИ». Для быстрорежущей стали Р6М5, упрочненной нанесением дискретных ячеистых покрытий малой толщины, были выполнены испытания наноиндентированием с регистрацией диаграммы вдавливания пирамидой Берковича на приборе Nano Scan 3D.

Кроме покрытий были испытаны поверхности сталей, упрочненных химико-термической обработкой (сталь 20), электронно-лучевой закалкой (40Х13), металлизацией (Cr+Ni) при использовании абляции (4ХМФС), нанесением покрытия из фуллерена C₆₀ с последующей обработкой лазерным излучением.

Эффект от упрочнения оценивался по изменению твердости и прочности при соблюдении следующих условий физического, механического и геометрического подобия:

Физическое подобие состояло в обеспечении одинаковых температуры, влажности, атмосферного давления и агрессивности окружающей среды;

Механическое подобие соблюдалось при одинаковых скоростях деформирования (перемещения индентора) и нагружения материала;

Геометрическое подобие выдерживалось при одинаковой глубине внедрения пирамиды или шара с $D = \text{const}$. При этом достигаются одинаковые условные контактные деформации на поверхности отпечатка при вдавливании шара, а также обеспечиваются одинаковые деформируемые объемы материала под отпечатком и, как следствие, - одинаковый масштабный уровень индентирования.

Если при индентировании могут происходить структурно-фазовые превращения, то сравнение определяемых значений твердости будет некорректно.

Безусловно, для достоверного определения и сравнения твердости покрытий необходимо выдержать одинаковое отношение толщины покрытия к глубине отпечатка, которое не должно быть менее 10 при использовании пирамиды и 15 - при использовании шара.

Кроме того, должен быть выбран одинаковый способ подготовки поверхности покрытия с доведением до заданной чистоты. Материал, из которого изготовлены инденторы, также должны быть одинаковым с

известными твердостью, модулем нормальной упругости и коэффициентом Пуассона.

В практических рекомендациях уделено внимание влиянию границ зерен на определяемые значения микротвердости по сравнению с твердостью в центре зерна, а также выявлению минимального количества зерен, охваченных контуром отпечатка, необходимого для достоверного определения твердости. Показано, что границы зерен не оказывают существенного влияния на определяемые значения микротвердости, а минимальное количество зерен разных структурных составляющих, охваченных контуром отпечатка, для достоверного определения мезо – или макротвердости составляет не менее 5.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Разработана методика учета упругой податливости испытательного прибора при кинетическом индентировании сферическим индентором. В основе этой методики лежит уравнение Г. Герца для случая упругого вдавливания шара в плоскую поверхность материала. Методика позволяет легко автоматизировать учет упругой податливости прибора в процессе кинетического индентирования в зависимости от прилагаемой нагрузки на индентор.

2. Разработана методика преобразования кинетической диаграммы вдавливания сферического индентора «усилие F – перемещение индентора α » в диаграмму «невосстановленная твердость по Бринеллю HB_t – относительная глубина невосстановленного отпечатка t/R ».

3. Предложены расчетно-экспериментальные зависимости, описывающие диаграмму « $HB_t - t/R$ » в упругой и упругопластической областях кинетического индентирования.

4. Разработаны методики определения твердости на пределе упругости $(HB_t)_{0,05}$ и твердости на пределе текучести $(HB_t)_{0,2}$ по кинетической диаграмме вдавливания « $HB_t - t/R$ ». Установлены связи этих характеристик твердости с пределом упругости $\sigma_{0,05}$ и пределом текучести $\sigma_{0,2}$ материалов соответственно.

5. Выявлено влияние масштабного фактора на кинетические диаграммы вдавливания « $HB_t - t/R$ » при использовании инденторов с разными R . Установлено, что при уменьшении R и $t/R = \text{const}$ происходит повышение всех характеристик твердости $(HB_t)_{0,05}$, $(HB_t)_{0,2}$, $(HB_t)_s$, а достижение $(HB_t)_s$ происходит при меньших значениях $(t/R)_s$.

6. Выявлено распределение микротвердости $HV_{0,1}$, интенсивности напряжений σ_i и деформаций ε_i в пластически деформированном объеме материала под отпечатками, полученными вдавливанием пирамиды Виккерса при разных нагрузках. Установлена общая прямопропорциональная связь деформируемого объема материала с объемом отпечатка при разных нагрузках вдавливания. Дано экспериментальное обоснование минимально допустимого отношения толщины покрытия к глубине отпечатка, при котором исключается влияние подложки на определяемые значения твердости.

7. Проанализированы и экспериментально проверены существующие методики определения твердости покрытий в условиях влияния подложки при различных отношениях толщины покрытия к глубине отпечатка менее 10. Показано, что эти методики имеют ограничения в зависимости от интервала изменения указанного отношения. Кроме того, эти методики не учитывают влияние масштабного фактора на определяемые значения твердости покрытий.

8. Предложены условия физического, механического и геометрического подобия, которые необходимо выдерживать при определении и сравнении твердости и других механических свойств поверхностных слоев материалов и покрытий по предложенным методикам.

9. Исследовано образование мартенсита при индентировании аустенитной стали, которое сопровождается намагниченностью и оказывает влияние на характер упрочнения.

10. Разработана методика определения твердости покрытий при образовании трещин в процессе кинетического индентирования.

11. Выполнены эксперименты по практическому опробованию разработанных методик определения и сравнения механических свойств упрочняющих покрытий, полученных по различным технологиям нанесения на подложки из разных материалов при соблюдении предложенных условий подобия.

Основные публикации по теме диссертации

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ

1. Матюнин, В.М. Оценка упругой податливости твердомера при кинетическом индентировании материалов [Текст] / В.М. Матюнин, А.Ю. Марченков, **Н. Абусейф**, Н.А. Стасенко // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2019. – Том 85. – No 4. – С.57–63.

2. Матюнин, В.М. Определение и сравнение микротвердости упрочняющих покрытий [Текст] / В.М. Матюнин, А.Ю. Марченков, **Н. Абусейф**, Н.А. Стасенко // Технология металлов. – 2018. – No11. – С. 30–33.

3. Matyunin, V.M. Regularities and properties of instrumented indentation diagrams obtained by ball-shaped indenter [Текст] / V.M. Matyunin, A.Yu. Marchenkov, **N. Abusaif**, P.V. Volkov, D.A. Zhgut // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2020. – Том 86. – No 5. – С.43–51.

4. Бочаров, Г. Лазерное упрочнение стальной поверхности с фуллереновым покрытием [Текст] / Г. Бочаров, А. Дедов, А.В. Елецкий, А. Захаренков, О.Зилова, **А. Нуха**, С. Федорович // Доклады Академии наук. – 2018. – Т. 483. – No 4. – С. 379–383.

5. Матюнин, В.М. Контроль механических свойств разнородных сварных соединений сталей разных структурных классов [Текст] / В.М. Матюнин, А.Л. Гончаров, А.Ю. Марченков, Д.А. Жгут, **Н. Абусейф**, А. Бободжанов // Сварочное производство. – 2020. – No 8. – С. 11–14.

Публикации в рецензируемых научных журналах, индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science

6. Matyunin, V.M. Characteristics of the deformed zone around Vickers indentations in metals [Текст] / V.M. Matyunin, **Nuha Abusaif**, A.Yu. Marchenkov. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. –2019. – Vol.537. – Issue 3.– doi:10.1088/1757-899X/537/3/032004.

7. Matyunin, V.M. Influence of grains and grain boundaries on hardness values [Текст] / V M. Matyunin, **Nuha Abusaif** and A.Yu. Marchenkov // Journal of Physics: Conference Series.– 2019. – Vol. 1399. – Issue 4. doi: 10.1088/1742-6596/1399/4/044002.

8. Matyunin, V.M. Analysis of the indentation size effect on the hardness measurements of materials [Текст] / V.M. Matyunin, **Nuha Abusaif** and A.Yu. Marchenkov // Journal of Physics: Conference Series.– 2019. – Vol. 1399. – Issue 4. doi: 10.1088/1742-6596/1399/4/044016.

9. Matyunin, V.M. Determination and comparison of the microhardness of hardening coatings [Текст] / V.M. Matyunin, A.Y. Marchenkov, **N. Abusaif**, N.A. Stasenko // Russian Metallurgy (Metally).– 2019.– No. 13.– pp. 30–32.

10. **Abusaif, Nuha** Surface Reinforcement Of Metals By Carbon Nanomaterials Followed By High Intense Energy Irradiation [Текст] / **Nuha Abusaif**, G.S. Bocharov, A.V. Eletskii, A.V. Uvarov, S.D. Fedorovich // Adv. Mater. Lett.– 2018. – Vol. 9. Issue 10. – pp 733–736.

11. Bocharov, G.S. Laser Strengthening of the Steel Surface with Fullerene Coating [Текст] / G. S. Bocharov, V. Dedov, A. V. Eletskii, A. V. Zaharenkov, O. S. Zilova, **A. Nuha**, S. D. Fedorovich // Doklady Physics.–2018. – Vol.63.– Issue 12. – pp 489–492.

12. Matyunin, V.M. Express evaluation of welded joints cool resistance [Текст] / V.M. Matyunin, A.Yu. Marchenkov, M.A. Karimbekov, A.N. Demidov, P.V. Volkov, **N. Abusaif**, E.I. Geraskin and D. A. Zhgut IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. –2020. – Vol.759. doi: 10.1088/1757-899X/759/1/012016.

Публикации в других изданиях по перечню РИНЦ

13. Матюнин, В.М. Сопротивление покрытий образованию трещин [Текст] / В.М. Матюнин, М.К. Соловьев, Р.Ю. Агафонов, К.А. Аникин, А.А. Тюлькова, А.Ю. Марченков, Н.А. Стасенко, **Н. Абусейф** // X Всероссийская конференция «ТестМат. Основные тенденции, направления и перспективы развития методов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли». ФГУП «ВИАМ». – М.: ВИАМ, 2018. – С.170–176.

14. Матюнин, В.М. Условия физического, механического и геометрического подобия, необходимые для установления связи прочности и твердости материалов [Текст] / В.М. Матюнин, А.Ю. Марченков, **Н. Абусейф**, Н.А. Стасенко // Научные чтения им. чл.-корр. РАН Ивана Августовича Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов». Сборник материалов. - М: ИМЕТ РАН, 2018. – С.89.

15. **Абусейф, Н.** Распределение напряжений и деформаций в металле под отпечатками, полученными при индентировании пирамидой Виккерса [Текст] / **Н. Абусейф**, Д.А. Жгут, А.Ю. Марченков, В.М. Матюнин // Материалы XXV Международного симпозиума «Динамические и технологические проблемы механики конструкций и сплошных сред» им. А.Г. Горшкова. Том 2. – М. ТРП, 2019. – С. 15–17.
16. **Абусейф, Н.** Исследование деформируемого объема металла при испытании царапанием индентором [Текст] / **Н. Абусейф** // XV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физикохимия и технология неорганических материалов». Сборник трудов. – М: ИМЕТ РАН, 2018. – С. 155.
17. **Абусейф, Н.** Определение микротвердости стальной поверхности упрочненный углеродным наноматериалом с помощью электронного пучка [Текст] / **Н. Абусейф**, Н.А. Стасенко, М.А. Каримбеков // XXIV Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика». Тезисы докладов в трех томах М.: «НИУ «МЭИ», 2018. – С.969.
18. Матюнин, В.М. Исследование распределения напряжений и деформаций в деформированном объеме металла при вдавливании пирамиды Виккерса [Текст] / В.М. Матюнин, **Н. Абусейф**, А.Ю. Марченков // Труды научно-практической конференции с международным участием «Инженерные системы – 2019». РУДН, 2019. – С. 111–119.
19. **Абусейф, Н.** Распределение напряжений и деформаций под отпечатком при вдавливании пирамиды [Текст] / **Н. Абусейф** // XXV Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика». Тез. докл. – М: НИУ «МЭИ», 2019. – С.943.
20. **Абусейф, Н.** Оценка упругой податливости твердомера при кинетическом индентировании материалов [Текст] / **Н. Абусейф** // XXVI Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика». Тез. докл. – М: НИУ «МЭИ», 2020. – С.985.
21. **Abusaif, N** Evaluation of metal hardness at elastic limit by ball instrumented indentation [Текст] / **N. Abusaif**, V.M. // XXVI Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика». Тез. докл. – М: НИУ «МЭИ», 2020. – С.989.
22. Matyunin, V.M. Instrumented indentation application for express control of materials surface layers mechanical properties after various treatment [Текст] / V.M. Matyunin, A. Yu. Marchenkov, A.L. Goncharov, A.P. Sliva, **Nuha Abusaif** // 26th IFHTSE CONGRESS 2019. 26th ifhtse congress 2019. International Congress on Metal Science and Heat Treatment. Moscow: Metallurgizdat, 2019. Pp 163–167.
23. Бочаров, Г. С. Оптимизация упрочнения стальной поверхности в результате покрытия фуллереном C60 и последующей обработкой лазерным излучением [Текст] / Г.С. Бочаров, А.В. Елецкий, А.В. Захаренков, О.С. Зилова,

Н. Абусейф, С.Д. Федорович // Вторая международная конференция «Электронно-лучевая сварка и смежные технологии» // НИУ "МЭИ" 2017: Сборник материалов и докладов -М.: Издательство МЭИ, 2017. – С.204–208.

24. Елецкий, А.В Поверхностное модифицирование металлов в результате покрытия наноуглеродным материалом с последующим высокоинтенсивным облучением [Текст] / А.В. Елецкий, **Н. Абусейф**, Г.С. Бочаров, А.В. Уваров, С.Д. Федорович // 11-я Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии». Сборник тезисов докладов. – М., 2018.–С.155–157.