

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

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

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

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

(Поступила в Редакцию 15 марта 2001 г.)

Малоцикловая поверхностная усталость остается относительно малоизученной областью. Особенно это относится к накоплению поверхностных повреждений при наноконтактном взаимодействии твердых тел. Предлагается новый метод моделирования усталости при быстропотекающем наноконтактном взаимодействии, основанный на циклическом динамическом наноиндентировании. Результаты исследований на модельных монокристаллах LiF и промышленной керамике ZrO<sub>2</sub> показывают, что при малом числе циклов  $N \sim 20$  происходит упрочнение материала под индентором, которое с увеличением  $N$  сменяется разупрочнением, проявляющемся в образовании и росте микротрещин.

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

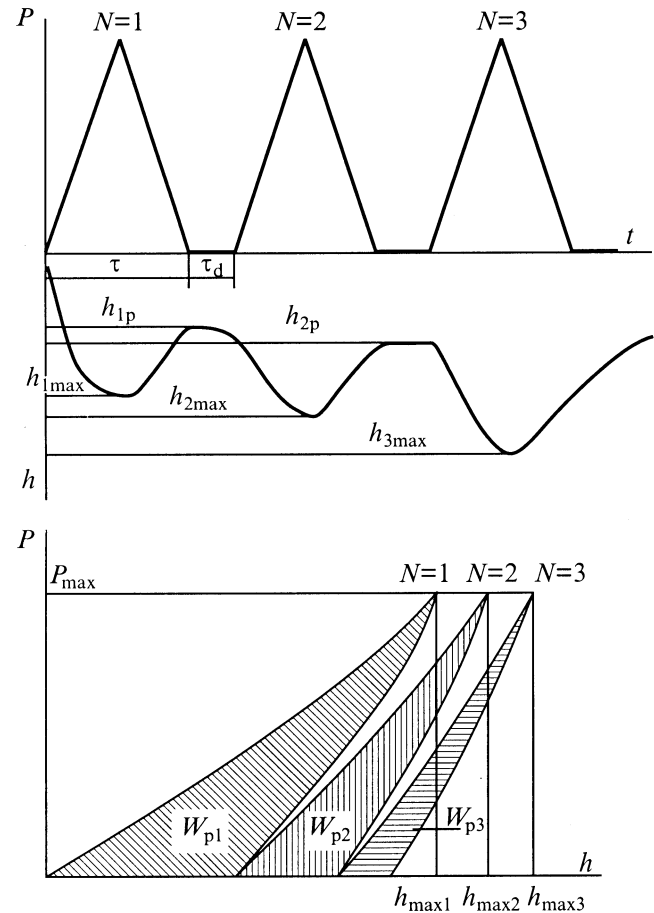
Наиболее часто встречающимся видом нагружения при эксплуатации конструкций, машин и механизмов является циклическое (знакопеременное или более сложное) нагружение, при котором развиваются усталостные явления. По некоторым оценкам [1], более 80% всех разрушений носят усталостный характер. Они характерны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

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

макроскопических объемных образцах по традиционной методике одноосного циклического растяжения–сжатия или изгиба. Вместе с тем уже в ранних исследованиях начала XX века [5] была установлена исключительная роль поверхности в зарождении и развитии усталостных трещин (по некоторым оценкам, до 75% усталостных разрушений зарождается на поверхности материала конструкции). Более того, развитие современных технологий требует перехода к новому масштабу размеров и в поверхностной усталости, когда кратковременному циклическому нагружению подвергается пятно контакта размером от единиц нанометров до десятков микрометров. Характерный пример — рабочий элемент (шарик из износостойчивого материала, например, керамики ZrO<sub>2</sub>) в шаровой мельнице для получения мелкодисперсных порошков. Поверхность такого керамического шарика испытывает периодически повторяющийся быстропотекающий (десятки–сотни микросекунд) контакт как с обрабатываемым материалом, так и с соседними шариками. При этом усталостное разрушение поверхности только одного из них вызывает лавинообразное разрушение других, так как порошок ZrO<sub>2</sub> — сильнейший абразив. Макроскопические усталостные испытания такого материала [6] мало пригодны для прогнозирования его работоспособности в реальной эксплуатации, так как с уменьшением размеров нагружаемой области на много порядков величины начинает действовать множество новых факторов, влияющих на свойства материала [7]. Высокая степень локализации нагрузки приводит к большому упрочнению материала в зоне деформации, так что даже в мягких материалах напряжения могут приближаться к теоретическому пределу прочности ( $\sim 0.1$  модуля Юнга) [8].

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

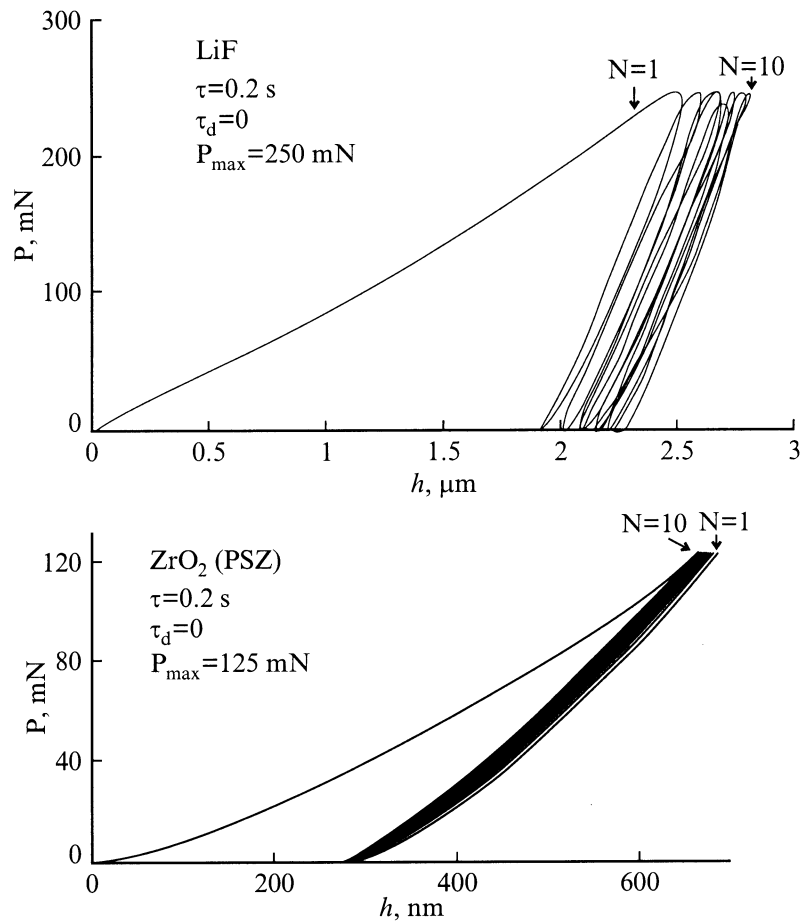
Для апробации применимости метода наноиндентирования к исследованию малоциклового усталости использовалась разработанная в лаборатории наноиндентирования Тамбовского университета экспериментальная установка, устройство и принцип действия прототипа которой подробно описаны в [8]. Управляемый компьютером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



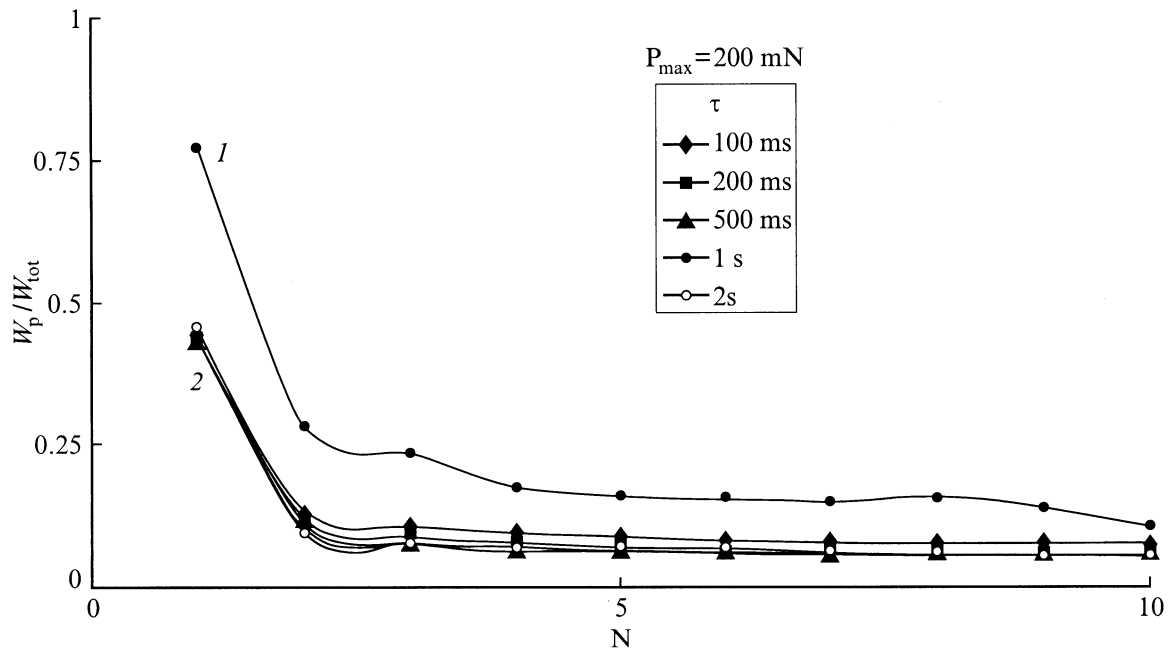
**Рис. 1.** Схема циклического нагружения и кинетика формирования отпечатка для симметричной треугольной нагрузки, используемой в эксперименте.

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

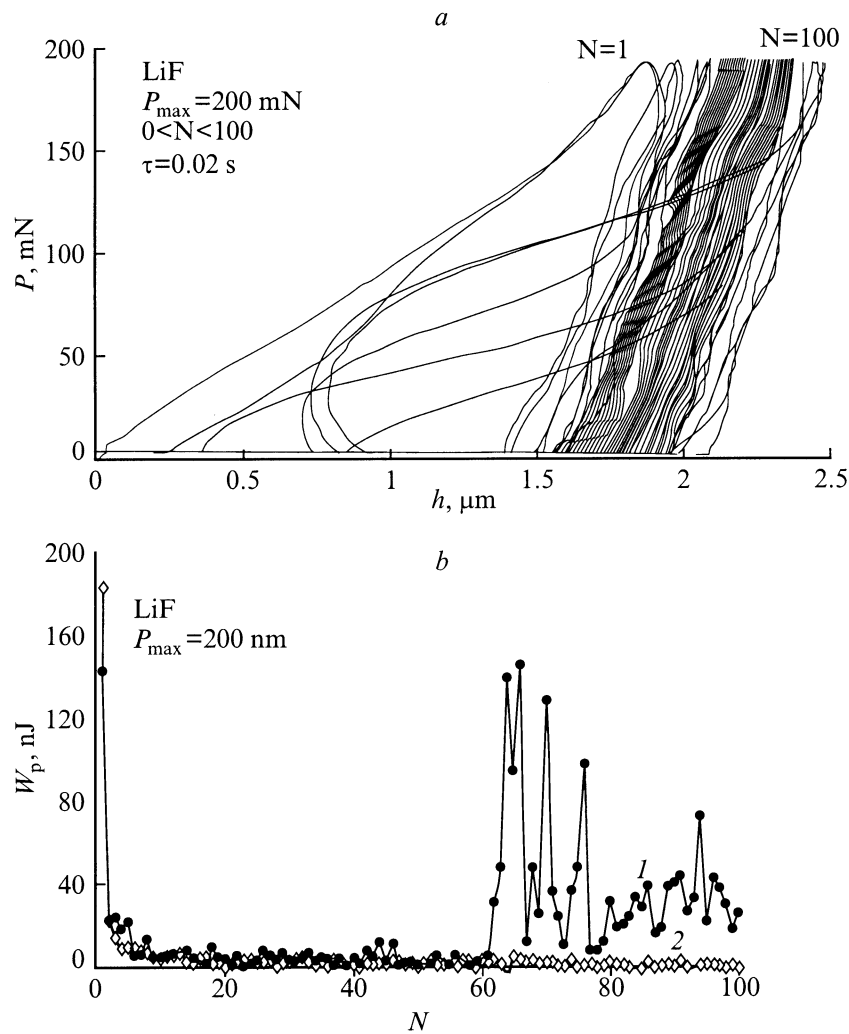
На рис. 2 представлен характерный вид зависимостей величины нагрузки от глубины внедрения индентора для исследуемых материалов после первых  $10$  циклов нагружения–разгрузки при  $\tau = 0.2$  s для LiF (a) и  $ZrO_2$  (b). Традиционно в качестве фактора механических потерь в макроскопических испытаниях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



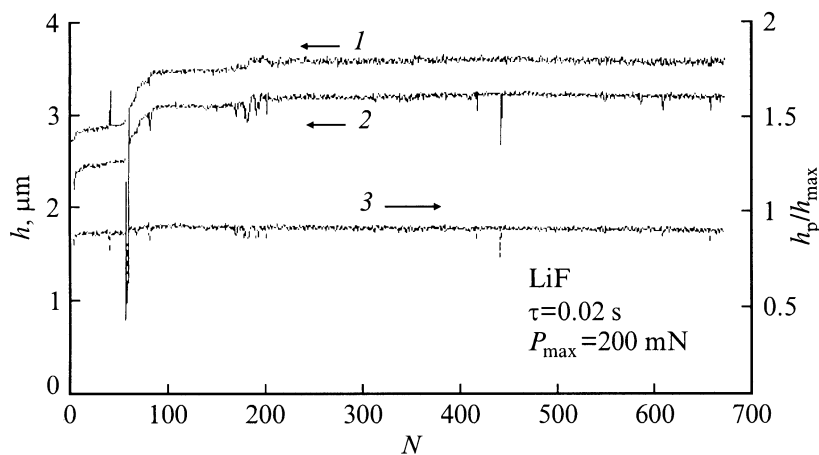
**Рис. 2.** Характерный вид зависимостей величины нагрузки от глубины внедрения индентора при циклическом нагружении ( $N = 10$ ) для LiF (a) и ZrO<sub>2</sub> (b). Длительность цикла  $\tau = 0.2$  s, максимальная нагрузка на индентор  $P_{\max} = 250$  (a) и 125 mN (b).



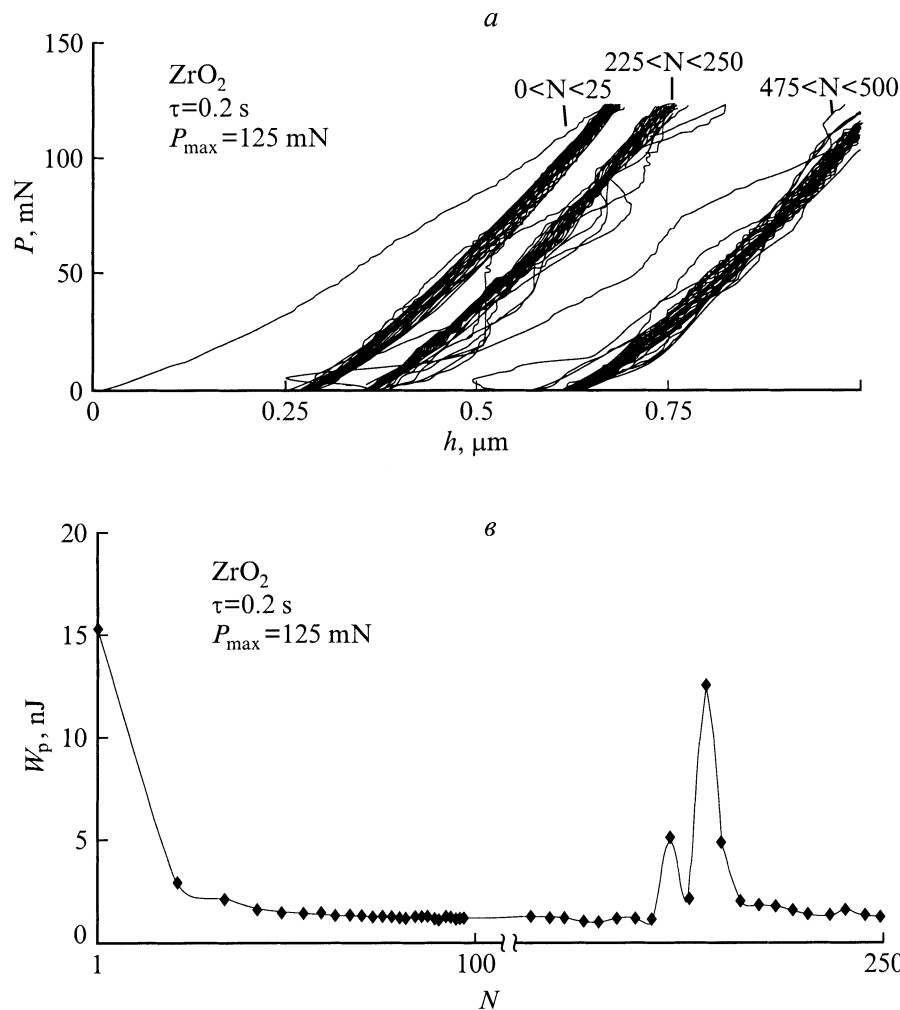
**Рис. 3.** Фактор механических потерь  $W_p/(W_p + W_e)$  при циклическом нагружении ( $N \leq 10$ ) в материалах с различной твердостью, динамической вязкостью и износоустойчивостью: 1 — LiF, 2 — ZrO<sub>2</sub>.



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



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



**Рис. 6.** Усталостное разупрочнение в керамике  $ZrO_2$  при  $\tau = 0.2$  s и  $P_{\max} = 125$  mN, проявляющееся в расширении гистерезисных петель (a) и изменении энергии, расходуемой на пластическую деформацию (b).

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

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

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

В керамике  $ZrO_2$  признаки появления усталостного разрушения проявляются в аналогичном возрастании вибраций индентора (рис. 6, a), но при значительно большем числе циклов ( $N \sim 150-200$ ) и при  $\tau \geq 0.2$  s (рис. 6, b). Это косвенно подтверждает вывод, сделанный в [13] о том, что в PSZ-керамиках длина трещин, полученных при статических испытаниях на твердость, много больше, чем при динамических испытаниях, т.е. вязкость разрушения PSZ увеличивается с ростом скоро-

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

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

## Список литературы

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