

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 21660

(13) С1

(46) 2018.02.28

(51) МПК

G 01N 3/00 (2006.01)

(54)

## СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ ПОВЕРХНОСТНО-МОДИФИЦИРОВАННОГО СЛОЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ОБРАЗЦА

(21) Номер заявки: а 20150439

(22) 2015.08.31

(43) 2017.04.30

(71) Заявитель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О. Сухого" (ВУ)

(72) Авторы: Степанкин Игорь Николаевич; Панкратов Игорь Андреевич; Кенько Виктор Михайлович; Поздняков Евгений Петрович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О. Сухого" (ВУ)

(56) ВУ 11103 С1, 2008.

ВУ 11871 С1, 2009.

ВУ 15935 С1, 2012.

RU 2489701 С1, 2013.

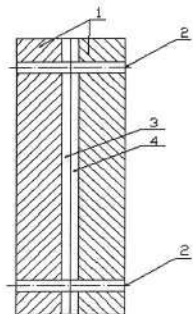
SU 1435997 А1, 1988.

UA 58680 А, 2003.

US 2010/0024534 А1.

(57)

Способ определения модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя металлического образца, при котором поверхность образца, состоящего из двух скрепленных сопрягаемыми сторонами металлических пластин с различными поверхностно-модифицированными слоями с известными модулями упругости материала пластин и одного из поверхностно-модифицированных слоев, сканируют с обстукиванием зондом атомно-силового микроскопа с вынужденными колебаниями частотой, соответствующей его собственной резонансной частоте, регистрируют изменения фазы колебаний зонда при обстукивании всех материалов, составляющих образец, сопоставляют по абсолютной величине изменения фазы колебаний, полученные для материалов с известными модулями упругости, с изменением фазы колебаний зонда, зарегистрированной при обстукивании материала с неизвестным модулем упругости с получением соответствующего соотношения между ними, посредством линейной аппроксимации которого между известными значениями модулей упругости материала пластин и материала поверхностно-модифицированного слоя определяют модуль упругости искомого слоя.



Фиг. 1

ВУ 21660 С1 2018.02.28

Способ определения модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя металлического образца.

Изобретение относится к области определения физико-механических свойств материалов, а именно к микромеханическим испытаниям металлических материалов с поверхностно-модифицированными слоями, и может быть использовано для определения упругих характеристик диффузионно-упрочненных слоев металлических материалов, а также покрытий и предназначено для определения модуля упругости поверхностных слоев материалов, применяемых для изготовления оснастки, работающей в условиях знакопеременных нагрузок, а также деталей, испытывающих фрикционное взаимодействие.

Известен способ определения модуля упругости при разрушающих испытаниях на растяжение с применением разрывной машины, с последующим построением диаграммы растяжения в координатах "напряжение - относительное удлинение" [1]. Модуль упругости определяют по тангенсу угла наклона линейного участка диаграммы. Этот метод предназначен для определения объемного модуля упругости и не подходит для определения модуля упругости диффузионных слоев и покрытий.

Наиболее близким по назначению является способ определения модуля упругости покрытия металлического материала [2]. Способ заключается во внедрении в поверхность покрытия индентора Виккерса под нагрузкой. С помощью прямых измерений методом атомно-силовой микроскопии определяют глубину восстановленного отпечатка  $h_v$ , по размеру диагонали отпечатка  $d$  рассчитывают глубину внедрения индентора  $h$ , равную  $0,14d$ , определяют величину упругого восстановления отпечатка  $h_{yn}$  как разность между  $h$  и  $h_v$  и определяют модуль упругости покрытия из выражения:

$$E = \frac{0,91}{\frac{h_{yn}^2}{0,227 \cdot P} - 0,001},$$

где  $P$  - нагрузка на индентор,  $H$ .

Недостатком способа является трудоемкость снятия параметров, обусловленная использованием индентора Виккерса с последующим применением атомно-силового микроскопа. Допуская постоянство коэффициента Пуассона, независимо от исследуемого материала, при выводе формулы вносится постоянная погрешность в определение значения модуля упругости.

Техническая задача, которую решает предлагаемое изобретение, заключается в упрощении способа и повышении точности определения модуля упругости поверхностно-модифицированных слоев металлических материалов.

Поставленная задача достигается тем, что в способе определения модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя металлического образца, при котором поверхность образца, состоящего из двух скрепленных сопрягаемыми сторонами металлических пластин с различными поверхностно-модифицированными слоями с известными модулями упругости материала пластин и одного из поверхностно-модифицированных слоев, сканируют с обстукиванием зондом атомно-силового микроскопа с вынужденными колебаниями частотой, соответствующей его собственной резонансной частоте, регистрируют изменения фазы колебаний зонда при обстукивании всех материалов, составляющих образец, сопоставляют по абсолютной величине изменения фазы колебаний, полученные для материалов с известными модулями упругости, с изменением фазы колебаний зонда, зарегистрированной при обстукивании материала с неизвестным модулем упругости, с получением соответствующего соотношения между ними, посредством линейной аппроксимации которого между известными значениями модулей упругости материала пластин и материала поверхностно-модифицированного слоя определяют модуль упругости искомого слоя.

Благодаря использованию данного образца и возможностей атомно-силового микроскопа, с учетом того, что изменение разности фаз сканированной поверхности образца

пропорционально его упругим характеристикам [3], способ определения модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя металлического материала упрощается. А наличие трех поверхностей с известными модулями упругости позволяет обеспечить достоверность получаемых значений модуля упругости искомого покрытия при сопоставительном анализе данных фазового контраста.

На фиг. 1 изображен продольный разрез образца. На фиг. 2 представлено графическое изображение фазового контраста поверхностно-модифицированных слоев из боридов железа и нитрида титана, сформированных на пластинах, изготовленных из стали Х12. На фиг. 3 представлено графическое изображение фазового контраста поверхностно-модифицированных слоев из боридов железа и нитрида титана, сформированных на пластинах, изготовленных из сталей Х12 и Р6М5. На фиг. 4 приведены результаты определения модуля упругости боридов железа, сформированного путем диффузионного борирования стали Х12, при исследовании этого слоя, а также поверхностного слоя из нитрида титана на образце, изготовленном из пластин одного и того же материала - стали Х12. На фиг. 5 приведены результаты определения модуля упругости боридов железа, сформированного путем диффузионного борирования пластины из стали Х12. Его исследование осуществлено с поверхностным слоем из нитрида титана, нанесенным на пластину из стали Р6М5, на образце, изготовленном из пластин различных материалов - сталей Х12 и Р6М5.

Образец содержит две пластины 1 из металлического материала, имеющие отверстия 2 под крепеж, и поверхностно-модифицированные слои 3, 4, образованные на поверхности пластин (фиг. 1).

Способ осуществляется следующим образом: используют образец, состоящий из двух металлических пластин 1 (фиг. 1) с различными поверхностно-модифицированными слоями 3, 4, скрепленными сопрягаемыми сторонами. Модули упругости материала пластин и одного из слоев известны. Образец помещают на предметный столик атомно-силового микроскопа. Подают модулирующее напряжение к пьезоактюатору, возбуждая колебания зонда. Частота колебаний зонда выбирается соответствующей собственной резонансной частоте зонда. Перемещаясь по поверхностям пластин и модифицированных слоев, зонд совершает вынужденные колебания с резонансной частотой, обстукивает поверхность образца, регистрируя изменение фазы колебаний, тем самым регистрируя фазовый контраст слоев, который проявляется в изменении фазы колебаний зонда. Проводя сопоставительный анализ фазового контраста слоев (фиг. 2), определяют модуль упругости исследуемого поверхностно-модифицированного слоя.

Сопоставительный анализ проводится следующим образом: изменения фазы колебаний зонда всех материалов, составляющих образец, соотносятся между собой по абсолютной величине. При этом как минимум два из трех результатов отражают изменение фазы колебаний материалов с известными модулями упругости. В рассматриваемом случае это материал пластин и материал поверхностно-модифицированного слоя с известными модулями упругости. Третий результат изменения фазы колебаний зонда отражает искомое значение модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя, что показано на фиг. 2.

Изменение фазы колебаний зонда, полученной для материалов с известными модулями упругости, сопоставляют с изменением фазы колебаний зонда, полученной при обстукивании материала с неизвестным модулем упругости. Полученное между ними соотношение является основанием для определения модуля упругости искомого материала путем его линейной аппроксимации между известными значениями модулей упругостей материала пластин и материала поверхностно-модифицированного слоя.

Пример 1 осуществления способа.

Провели исследование образца, состоящего из двух пластин, изготовленных из стали Х12, на одной из которых находится поверхностно-модифицированный слой, состоящий

из нитрида титана TiN, а на другой поверхностно-модифицированный слой, состоящий из борида железа FeB. Просканировали поверхности образца в динамическом режиме атомно-силового микроскопа НТ-206 (ОДО "Микротестмашины", Беларусь) с частотой колебаний зонда, соответствующей собственной резонансной частоте. Получена зависимость изменения фазы колебаний зонда по оси Z от значения координаты его линейного перемещения по поверхности образца (фиг. 2). Из нее видно, что при обстукивании поверхности пластин, состоящих из стали X12, фаза колебаний зонда составляет порядка 68°. При обстукивании поверхностно-модифицированных слоев из нитрида титана TiN и борида железа FeB фаза колебаний зонда изменилась на 44° и 40° соответственно, достигнув значений 112° и 108° (фиг. 2).

Так как использовался один и тот же зонд, то его жесткость является постоянной величиной и не оказывает влияния на полученные данные.

Определение модуля упругости боридного слоя FeB путем линейной аппроксимации показывает, что искомая величина составляет порядка 400,9 ГПа (фиг. 4).

По литературным данным значение модуля упругости нитрида титана варьируется от 256 до 620 ГПа, а модуля упругости борида железа от 240 до 420 ГПа, что обусловлено различными способами получения данных соединений [4, 5]. Полученное в примере 1 значение модуля упругости борида железа совпадает со справочными данными и подтверждает достоверность результата, определенного с использованием данного способа.

Пример 2 осуществления способа.

Провели исследования образца, состоящего из пластин, изготовленных из различных металлических сплавов - сталей X12 и P6M5. На пластине из стали P6M5 находился поверхностно-модифицированный слой, состоящий из нитрида титана TiN. На пластине из стали X12 - поверхностно-модифицированный слой, состоящий из борида железа FeB.

В результате сканирования поверхности образца в динамическом режиме атомно-силового микроскопа НТ-206 с частотой колебаний зонда, соответствующей собственной резонансной частоте, получена зависимость изменения фазы колебаний зонда по оси Z от значения координаты его линейного перемещения по поверхности образца (фиг. 3). Из нее видно, что при обстукивании поверхности пластин, состоящих из стали X12 и P6M5, фаза колебаний зонда составляет 68° и 71° соответственно. При обстукивании поверхностно-модифицированных слоев из нитрида титана TiN и борида железа FeB фаза колебаний зонда достигла значений 110° и 105° соответственно (фиг. 3).

Как и в предыдущем примере, использовали один и тот же зонд, с постоянной величиной жесткости. Определение модуля упругости боридного слоя FeB путем линейной аппроксимации показывает, что искомая величина составляет около 395 ГПа (фиг. 5).

Найденное значение модуля упругости соответствует справочным данным, приведенным в примере 1. Это подтверждает достоверность результатов по примеру 2 в отношении образца, состоящего из пластин, изготовленных из различных металлических материалов.

Таким образом, предложенное изобретение обеспечивает возможность определения модуля упругости поверхностно-модифицированного слоя металлического материала.

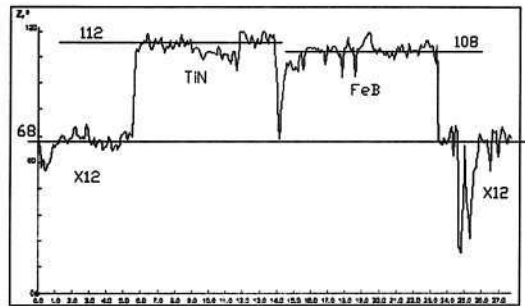
Заявляемый способ прост в осуществлении и обеспечивает достаточную точность.

Источники информации:

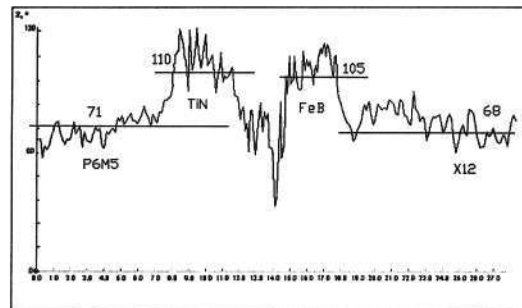
1. ГОСТ 1497-84. Металлы: Методы испытания на растяжение.
2. Патент РБ 11103, 2008 (прототип).
3. Чижик С. А. Трибомеханика прецизионного контакта (сканирующий зондовый анализ и компьютерное моделирование): Автореф. дис. ... д-р тех. наук. - Гомель, 1998.
4. Самсонов Г.В., Виницкий И.М. Тугоплавкие соединения: Справочник. - М.: Металлургия, 1976. - С. 560.

# BY 21660 C1 2018.02.28

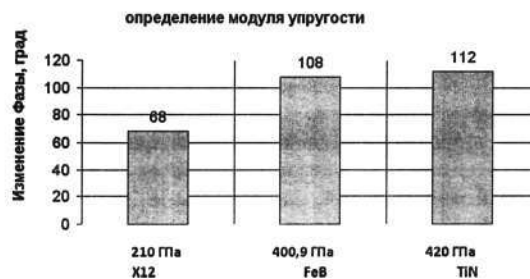
5. Кайдаш Н.Г., Четверикова Л.Н., Структура и свойства боридосилицидных покрытий на железе и стали // Вісник Черкаського національного університету. - 2007. - Вип. 114: Серія "Фізико-математичні науки". - С. 89-115.



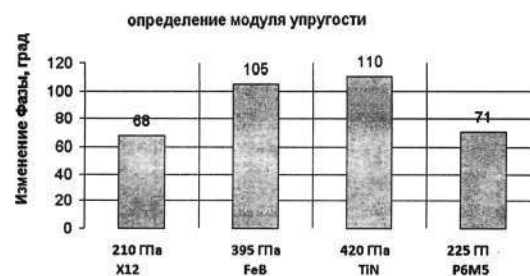
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5