



АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ КОНТРОЛЬ ПАРАМЕТРОВ КОМПОЗИТНЫХ ИЗДЕЛИЙ С ПОМОЩЬЮ НАНОТВЕРДОМЕРА "НАНОСКАН"

AUTOMATED CONTROL OF COMPOSITE PRODUCTS USING NANOSCAN SCANNING NANO-HARDNESS TESTER

УДК 681.2.083

К.Кравчук*, А.Усеинов*, И.Маслеников*, С.Перфилов* / useinov@mail.ru
K.Kravchuk*, A.Useinov*, I.Maslenikov*, S.Perfilov*

Возможность автоматизации большого объема рутинных измерений при применении нанотвердомера "НаноСкан" продемонстрирована на примере контроля прочностных свойств композитных элементов обрабатываемого инструмента.

The ability to automate a large volume of routine measurements is demonstrated using NanoScan scanning nano-hardness tester for control of the strength properties of composite elements of the machining tool.

В создании современного обрабатываемого инструмента широко используются композиционные материалы – многокомпонентные системы, состоящие из материала связки (матрицы) и упрочняющего элемента – дисперсного порошка или армирующих волокон и нитей. Комбинация компонентов с различными характеристиками позволяет получить материалы с уникальными прочностными свойствами [1]. Важным фактором, влияющим на характеристики композита, являются свойства границы между матрицей и армирующим элементом. Также важен контроль однородности распределения плотности компонентов в рабочей области готового изделия.

Керамика на основе алмаза в виде режущих вставок, двухслойных алмазно-твердосплавных пластин и других элементов широко используется для обработки самых различных материалов. Например, для бурения твердых и абразивных пород применяются поликристаллические алмазы (polycrystalline diamond, PCD), особенностью которых является каркас из сильно связанных алмазных частиц. Такой каркас получают обработкой (спеканием) исходного алмазного порошка в условиях термодинамической стабильности при высоких давлениях (6 ГПа и более) и температурах

(1400°C) в присутствии металла. Расплав металла (обычно сплав на основе кобальта) обеспечивает в условиях спекания перекристаллизацию алмаза с образованием прочных связей между частицами. Остатки сплава наполняют каркас поликристалла, обеспечивая ему дополнительную механическую прочность.

При использовании инструмента на основе PCD для бурения горных пород в ряде случаев важной характеристикой является не только твердость материала, но также его модуль упругости и коэффициент трещиностойкости как показатель стойкости к ударным нагрузкам [2].

Для характеристики прочностных свойств широко применяются прямые контактные методы измерения твердости и модуля упругости, основанные на взаимодействии алмазного наконечника и материала. В комбинации с методами картографирования они позволяют изучать распределение свойств по поверхности образца.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Метод инструментального индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 (ISO 14577-1:2015) основан на внедрении в поверхность материала твердого наконечника известной

* Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСЧУМ) / Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials.



геометрии с непрерывной регистрацией глубины внедрения и действующей на его острие силы в течение всей процедуры индентирования [3-4]. Полученная зависимость называется кривой "нагрузка-внедрение" (рис.1).

В рамках данного метода модуль упругости рассчитывается по следующей формуле:

$$E_T = \frac{1}{\beta} \times \frac{\sqrt{\pi}}{2} \times \frac{S}{\sqrt{A_c}}, \quad (1)$$

где A_c – площадь проекции отпечатка при максимальном значении приложенной нагрузки P_{\max} . Жесткость контакта S определяется по наклону кривой разгрузки в точке P_{\max} :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{\max}}. \quad (2)$$

Одним из преимуществ инструментального индентирования является высокая производительность выполнения измерений, а также возможность обработки кривых и расчета модуля упругости и твердости в автоматизированном режиме. Для получения карт механических свойств с помощью данного метода применяют нанесение серии уколов по координатам равномерной сетки.

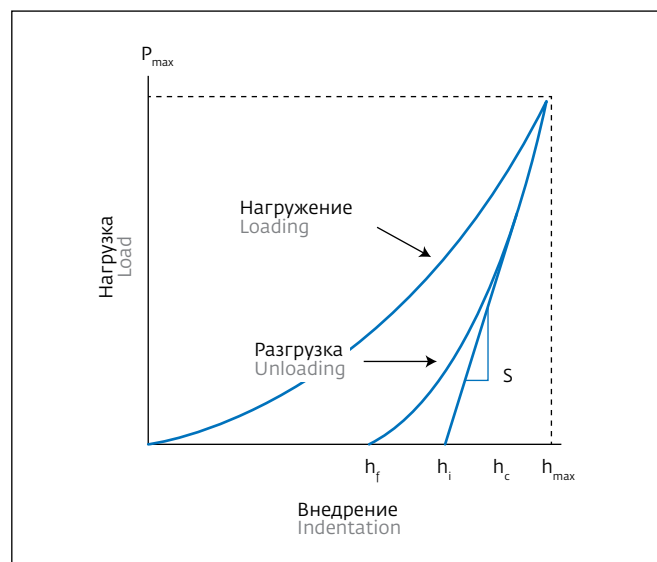


Рис.1. Типичный вид кривой "нагрузка-внедрение"

Fig.1. Typical "load-indentation" curve

В сканирующем нанотвердомере "НаноСкан-4D" (ФГБНУ "ТИСНУМ", Россия) реализованы функции автоматизированных измерений по методу инструментального индентирования. "НаноСкан" – единственный отечественный серийный измерительный

Composite materials – the multicomponent systems consisting of a matrix and reinforcing element (a dispersion powder or reinforcing fibers and filaments) – are widely used in the creation of a modern machining tool. The combination of components with different characteristics allows to obtain materials with unique strength properties [1]. Properties of the boundary between matrix and reinforcing element are an important factor affecting the characteristics of the composite. Control of the density distribution homogeneity of components in the working area of the finished product is also important.

Diamond-based ceramics in the form of cutting inserts, double-layer diamond-carbide plates

and other elements is widely used for the processing of a various materials. For example, polycrystalline diamond (PCD), which feature is the frame of strongly coupled diamond particles, are used for drilling of hard and abrasive rocks. This frame is made by processing (sintering) of the diamond powder in the conditions of thermodynamic stability at high pressures (6 GPa or more) and temperatures (1400°C) in the presence of metal. Metal melt (usually an alloy based on cobalt) provides during sintering the diamond recrystallization with the formation of strong bonds between particles. The remains of the alloy fills the frame of the polycrystal, providing it with additional mechanical strength.

When PCD based tools are used for drilling of rocks, in some cases, the important characteristic is not only the hardness of the material, but also its young's modulus and fracture strength as an indicator of resistance to impact load [2].

The direct contact methods of measuring the hardness and elastic modulus, which are based on the interaction between the diamond tip and the material, are widely used to characterize the strength properties. In combination with the mapping methods they allow to study the distribution of properties over the sample surface.

EXPERIMENT

The instrumental indentation in accordance with



Рис.2. Нанотвердомер "НаноСкан-4D+"

Fig.2. NanoScan-4D+ scanning nano-hardness tester

прибор, позволяющий проводить комплексные исследования физико-механических свойств материалов на субмикрометровом и нанометровом масштабе линейных размеров [5–6]. Общий вид измерительного комплекса "НаноСкан-4D+" приведен на рис.2. Приборы "НаноСкан" оснащены моторизованным предметным столиком, позволяющим с высокой точностью позиционировать индентор в плоскости XY над поверхностью образца.

При контроле свойств однотипных образцов часто требуется проведение одинаковых серий испытаний.

В программном обеспечении приборов "НаноСкан" реализован язык макрокоманд, позволяющий пользователю описывать алгоритм работы прибора при проведении серии испытаний в автоматическом режиме без участия оператора. Пример последовательности макрокоманд для серии индентов по квадратной сетке с шагом 10 мкм приведен на рис.3.

Программное обеспечение для обработки экспериментальных данных позволяет строить карты твердости и модуля упругости с заданными параметрами: размером, шагом между точками испы-

GOST R 8.748-2011 (ISO 14577-1:2015) is based on the introduction into the surface of the solid material of the tip of the specified geometry with continuous recording of the penetration depth and of the force on its edge during the entire indentation procedure [3–4]. The obtained correlation is called "load-indentation" curve (Fig.1).

Under this method, the modulus of elasticity is calculated according to the following formula:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \times \frac{\sqrt{\pi}}{2} \times \frac{S}{\sqrt{A_c}}, \quad (1)$$

where A_c is the area of the imprint at the maximum applied load P_{max} . The contact stiffness S is determined by the slope of the curve of unloading in the P_{max} point:

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{max}}. \quad (2)$$

One of the advantages of instrumental indentation is high speed of measurements, as well as the possibility of curves handling and calculation of elastic modulus and hardness in the automated mode. A series of pricks in the points of coordinates map are

used to obtain the maps of mechanical properties by this method.

Automated measurements according to the method of instrumental indentation are implemented in the NanoScan-4D scanning nano-hardness tester (TISNCM, Russia). NanoScan-4D is the only Russian measuring instrument, which allows to carry out complex studies of physical-mechanical properties of materials at submicron and nanometer scale of linear dimensions [5–6]. General view of the device is shown in Fig.2. NanoScan is



```

1 SUBFOLDER_ASK; // запрос имени каталога для хранения данных
2 WAIT; 5000;
3 LOOPSTART; 40; // цикл по строкам
4 LOOPSTART; 40; // цикл по столбцам
5 INDENT1; FORCE; 50000; 5000; 1000; 0; 1; // выполнить измерение
6 WAIT; 1000;
7 MOVEX; 10; // смещение по оси X на 10 мкм
8 WAIT; 1000;
9 LOOPEND;
10 MOVEX; -400;
11 WAIT; 2000;
12 MOVEY; 10; // смещение по оси Y на 10 мкм
13 WAIT; 2000;
14 LOOPEND;
15 MESSAGE; Complete!;

```

Рис.3. Пример последовательности макрокоманд, формирующей два вложенных цикла для выполнения серии из 1600 измерений

Fig.3. An example of a sequence of macro commands, forming two nested loops for series of 1600 measurements

таний, силой нагружения. С использованием автоматизированного контроля механических свойств были получены карты распределения модуля упругости для элементов обрабатывающего инструмента с поликристаллическими алмазами, полученными в ФГБНУ "ТИСНУМ". Исследованные образцы синтезированы при давлении более 6 ГПа и температуре порядка 1400°C из алмазных микропорошков, пропитанных сплавом на основе кобальта.

Модуль упругости косвенно характеризует трещиностойкость, а потому является важнейшим параметром качества таких элементов, особенно изделий на основе PCD, используемых в буровом инстру-

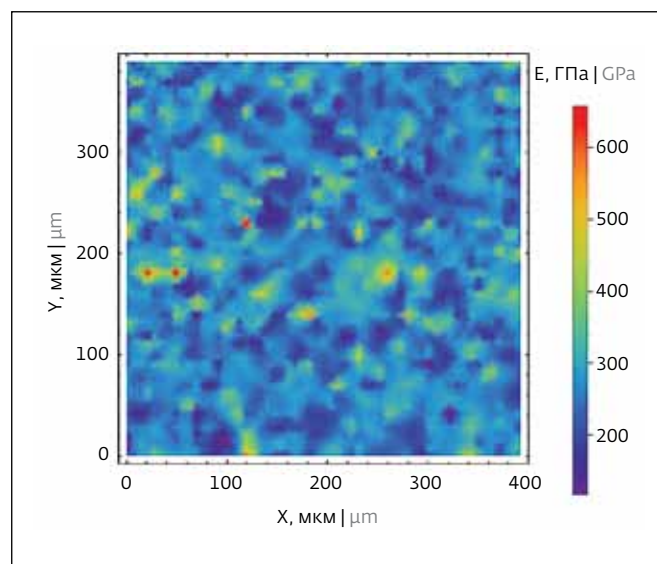


Рис.4. Карта распределения модуля на поверхности алмазно-твердосплавной пластины

Fig.4. A module distribution map for the surface of diamond-carbide inserts

менте. На рис.4 приведена карта распределения модуля упругости с шагом 10 мкм между точками измерений, что сравнимо с размером алмазных кристаллов. Нагрузка при индентировании составляла 50 мН. Данная карта демонстрирует однородность распределения алмазов по поверхности.

Таким образом, режим картографирования дает возможность оценить однородность распределения механических свойств, характеристики границ, раз-

equipped with motorized sample stage for high accuracy positioning of the indenter in the XY plane over the sample surface.

The control of properties of samples of the same type often requires the same series of tests. The software of NanoScan devices includes a macro language that allows the user to describe the algorithm of the measurements and to conduct a series of tests in automatic mode without operator intervention. An example of a sequence of macro commands for a series of tests on a square

grid with a step of 10 μm is shown in Fig.3.

Software for processing of experimental data allows mapping of the hardness and elastic modulus with the given parameters, including size, step between test points, loading. The distribution maps of the elastic modulus for the elements of the machining tool with polycrystalline diamonds, which were manufactured in TISNCM, were obtained in automated mode. The studied samples were synthesized at pressure higher than 6 GPa and at temperature of about 1400°C

using diamond micro powders, impregnated with cobalt based alloy.

The modulus of elasticity indirectly characterizes the fracture strength, and therefore is the most important parameter of the quality for such items, especially for PCD based products for use in the drilling tool. Fig.4 shows a distribution map of the elastic modulus with a step of 10 μm between the measuring points, which is comparable with the size of the diamond crystals. The load during indentation was 50 mN. This map shows uniform distribution of diamonds on the surface.



мер зерен или фаз на поверхности. Полученные данные позволяют контролировать технологические процессы синтеза материалов, а также выходные параметры готовых изделий.

Величина модуля упругости материала на основе PCD также может характеризовать свойства связей алмаз-алмаз в каркасе алмазного поликристалла. Его большая величина может свидетельствовать об образовании более сильных межатомных связей в образце. При индентировании частицы алмаза, имеющей сильную связь с соседними частицами, значение модуля упругости приближается к модулю упругости алмаза.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В представленной работе продемонстрирована возможность автоматизированного выполнения множества рутинных операций. Язык макроманд позволяет реализовывать различные измерения (единичное индентирование, многоцикловое индентирование с частичной разгрузкой или динамическое индентирование) совместно с операциями позиционирования и подстройки рабочих параметров прибора. Совокупность команд позволяет проводить измерение больших поверхностей, в том числе характеризующихся значительным перепадом высот. Полученный массив данных обрабатывается пакетным образом, причем результаты могут быть представлены как с помощью ПО "НаноСкан" так и выведены в текстовый формат для дальнейшего использования в сторонних программных пакетах.

Thus, the mapping mode allows to evaluate the homogeneity of mechanical properties, the characteristics of the boundaries, the size of the grains or phases on the surface. The obtained data allow to monitor the synthesis of materials and the output parameters of the finished products.

The value of the modulus of elasticity of the PCD based material can also characterize the properties of the "diamond-diamond" bonds in a frame of diamond polycrystal. Its higher value may indicate the formation of stronger interparticle

bonds in the sample. At indentation of the diamond particle, which has a strong bond with neighboring particles, the value of the elastic modulus approaching to one of diamond.

CONCLUSION

The presented paper demonstrates the possibility of automation of many routine operations. The macro language allows to conduct different measurements – a single indentation, multi-cycle indentation with partial unloading, dynamic indentation – together with the positioning and

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках соглашения № 14.577.21.0159 (уникальный идентификатор проекта RFMEFI57715X0113).

ЛИТЕРАТУРА

1. Evans A.G., Charles E.A. J. American Ceramic Society 59 (1976), 371–372.
2. Морозов Е.М., Зернин М.В. Контактные задачи механики разрушения. – М.: Машиностроение, 1999. 544 с.
3. ISO 14577-1:2015 Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method.
4. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании.
5. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Русаков А., Гладких Е., Беспалов В., Логинов Б. Исследование свойств тонких покрытий в режиме динамического механического анализа с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-4D" // Наноиндустрия. 2016. № 1. С. 80–87.
6. Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Построение карт модуля упругости поверхности сканирующим зондовым микроскопом "НаноСкан 3D" // Приборы и техника эксперимента. 2015. № 5. С. 136–142.

adjustment of the device. A set of commands allows to measure large surfaces, including those with a significant height difference. The resulting data is processed in a batch manner, and the results can be represented using the NanoScan software or converted in text format for further use in third party software packages. ■

The project is financially supported by the Ministry of education and science of the Russian Federation under the agreement No.14.577.21.0159 (unique identifier of project RFMEFI57715X0113).