

РАЗРАБОТКА НОВОГО ПОДХОДА МИКРОСКОПИЧЕСКОГО АНАЛИЗА СТРУКТУРЫ ПОКРЫТИЙ

Скобло Т.С., д.т.н., проф., Романюк С. П., к.т.н., докторант, Белкин Е.Л., инженер, Романченко В.Н., к.т.н., ХНТУСХ им. П. Василенко

Аннотация. В работе предложен новый подход к описанию структурообразования при исследованиях металлографических изображений с выявлением локальной неоднородности до- и после стендовых испытаний. Выполнен качественный и количественный анализ изображений наноструктурного многослойного покрытия ZrO_2/ZrN , нанесенного на режущий инструмент из стали X12. Сравнительно оценены и структурные изменения, возникающие в поверхностном слое в процессе трения.

Ключевые слова: многослойное покрытие, металлографическое изображение, режущий инструмент, неоднородность, трение.

РОЗРОБКА НОВОГО ПІДХОДУ МІКРОСКОПІЧНОГО АНАЛІЗУ СТРУКТУРИ ПОКРИТТІВ

Скобло Т.С., д.т.н., проф., Романюк С.П., к.т.н., докторант, Белкін Е.Л., інженер, Романченко В.М. к.т.н., ХНТУСГ ім. П. Василенка

Анотація. У роботі запропоновано новий підхід до опису структуроутворення при дослідженнях металографічних зображень з виявленням локальної неоднорідності до- та після стендових випробувань. Виконано якісний і кількісний аналіз зображень наноструктурного багатошарового покриття ZrO_2 / ZrN , нанесеного на ріжучий інструмент зі сталі X12. Зіставно оцінені і структурні зміни, що виникають в поверхневому шарі в процесі тертя.

Ключові слова: багатошарове покриття, металографічне зображення, ріжучий інструмент, неоднорідність, тертя.

DEVELOPMENT OF A NEW APPROACH TO MICROSCOPIC ANALYSIS OF THE COATING STRUCTURE

Skoblo T.S., Dr.T.Sc, professor, Romaniuk S.P., PhD, doctoral candidate, Belkin E.L., engineer, Romanchenko V.M, PhD, Kharkiv Petro Vasylenko National Technical University of Agriculture

Abstract. The paper proposes a new approach to the description of structure formation in the study of metallographic images with the identification of local inhomogeneity before and after tests. A qualitative and quantitative analysis of images of a nanostructured multilayer ZrO_2 / ZrN coatings deposited onto cutting tools made of X12 steel has been performed. Structural changes occurring in the surface layer during friction were comparatively assessed.

Key words: multilayer coating, metallographic image, cutting tool, heterogeneity, friction.

Введение

Для упаковки конфет используется металлизированная пленка, разрезание которой осуществляется режущим инструментом из высокоуглеродистой легированной стали X12 размером 26x25x195мм. В процессе эксплуатации ножей возникает потребность в постоянной заточке их режущих кромок, что приводит к постепенному уменьшению их размера и износу. Для предотвращения ускоренного разрушения режущего инструмента наносили упрочняющее покрытие.

В зависимости от качества исходного материала и параметров осаждения покрытия, могут проявляться дефекты в рабочем слое и изменяться свойства. Неоднородность структуры проявляется, как на макро – и микроуровне, так и в наноразмерных фазах.

Анализ публикаций

Оценку состояний металлических изделий можно осуществлять с помощью разрушающих методов [1] и с использованием новых подходов прогнозирования структурообразования. Для оценки структурных изменений авторы [2] использовали метод вычислительного моделирования процессов по коэффициенту теплоемкости. В работе [3] предложен программный продукт Visual Heat Treatment, который позволяет учитывать до пяти факторов. При оценке неоднородности макро- и микроструктуры в деталях из серого и высокохромистого чугунов [4] авторы применяют оптико-математический анализ с выявлением плотности дислокаций и дисперсности структуры. Однако, такие подходы целесообразно использовать для объемных, крупногабаритных деталей.

В проведенных ранее исследованиях структуры упрочняющих покрытий использовали методы оптической и электронной микроскопии с локальным микрорентгеноспектральным анализом и термоэлектронной эмиссией с оценкой распределения компонентов, а также их диффузией в зоны пограничных слоев [5]. Было установлено, что химический состав и стабильность структурных составляющих покрытия, а также их изменения в процессе эксплуатации, влияют на цветовые характеристики изображения [6].

Для количественной оценки распределения структурных составляющих предложен новый метод определения гетерогенной структурной неоднородности [7], который позволяет ее оценивать в наноструктурном покрытии по коэффициенту анизотропии. С помощью оптико-математического анализа установлено, что существенный вклад в неоднородность покрытия вносит наличие капельной составляющей на упрочненной поверхности [8]. При этом, остается актуальным анализ изображений наноструктурных многослойных покрытий с выявлением локальных участков с максимальной и минимальной неоднородностью.

Целью работы является разработка подхода к оценке локальной неоднородности структур покрытий на электроннометаллографических изображениях.

Методика исследований

В работе исследовали режущий инструмент, упрочненный наноструктурным многослойным покрытием ZrO_2 / ZrN . Осаждение такого покрытия осуществляли ионно-плазменным методом на модернизированной установке «Булат» с применением криволинейного фильтра.

Для качественной и количественной оценки локальной неоднородности на изображениях таких покрытий исследовали соотношения цветов пикселей (пикселей), расположенных друг за другом. Анализировали изменения, происходящие в структуре покрытий на разных этапах жизненного цикла изделий.

Для реализации данного процесса ввели разработанные абстрактные таблицы, которые отражали различные меньшие, равные, большие показатели (МРБ). Они существенно отличаются от используемых ранее таблиц Бозе [9], которые не зависят от порядка следования точек на изображениях. Принцип составления таблиц МРБ состоит в рассмотрении цветов последовательных точек и соотношении цветов между ними. Для трех точек может быть только 9 соотношений (табл. 1).

Таблица 1 – Таблица МРБ для трех последовательных точек на изображении структуры

Условие соотношения цветов точек		Номер случая (k)
1	2	
$c_2 < c_1$	$c_1 < c_3$	1
$c_2 = c_1$	$c_1 = c_3$	2
$c_2 > c_1$	$c_1 > c_3$	3
$c_2 < c_1$	$c_1 = c_3$	4
$c_2 > c_1$	$c_1 = c_3$	5
$c_2 = c_1$	$c_1 < c_3$	6
$c_2 = c_1$	$c_1 > c_3$	7
$c_2 < c_1$	$c_1 > c_3$	8
$c_2 > c_1$	$c_1 < c_3$	9

где c - цвет точек (пикселей).

Сканируя последовательно всю фотографию, одновременно вычисляли гистограмму случаев k значений для трех последовательных точек. Поделив каждое из 9 чисел (соответствующее определенному набору из 3 цветов, см. табл. 1) на общее число точек на фотографии, получили гистограмму МРБ. Гистограмма будет зависеть от того, в каком порядке происходит обход точек фотографии: по горизонтали, вертикали, левой или правой диагонали.

Полученные гистограммы дают представление о пиках, называемых в математике седловыми точками. В данном случае $K=8$ и $K=9$ соответствует пикам, представленным на рис. 1. Одновременно, условие $K=2$ (когда все три точки одинакового цвета) позволяет оценить уровень минимальной неоднородности на анализируемом изображении.



Рисунок 1 – Седловые точки в таблицах МРБ: а – для $K=8$; б – $K=9$

Аналогично трем последовательным точкам строили таблицу МРБ для четырех точек. Каждая строка предыдущей таблицы утраивается за счет появления 3 соотношений меньше, равно, больше для четырех последующих точек (табл. 2).

Таблица 2 – Таблица МРБ для 4 последовательных точек на изображении структуры

Условие соотношения цветов точек			Номер случая (k)
1	2	3	
1	2	3	4
$c2 < c1$	$c1 < c3$	$c3 < c4$	1
$c2 < c1$	$c1 < c3$	$c3 = c4$	2
$c2 < c1$	$c1 < c3$	$c3 > c4$	3
$c2 = c1$	$c1 = c3$	$c3 < c4$	4
$c2 = c1$	$c1 = c3$	$c3 = c4$	5
$c2 = c1$	$c1 = c3$	$c3 > c4$	6
$c2 > c1$	$c1 > c3$	$c3 < c4$	7
$c2 > c1$	$c1 > c3$	$c3 = c4$	8
$c2 > c1$	$c1 > c3$	$c3 > c4$	9
$c2 < c1$	$c1 = c3$	$c3 < c4$	10
$c2 < c1$	$c1 = c3$	$c3 = c4$	11
$c2 < c1$	$c1 = c3$	$c3 > c4$	12
$c2 > c1$	$c1 = c3$	$c3 < c4$	13
$c2 > c1$	$c1 = c3$	$c3 = c4$	14
$c2 > c1$	$c1 = c3$	$c3 > c4$	15
$c2 = c1$	$c1 < c3$	$c3 < c4$	16
$c2 = c1$	$c1 < c3$	$c3 = c4$	17
$c2 = c1$	$c1 < c3$	$c3 > c4$	18
1	2	3	4
$c2 = c1$	$c1 > c3$	$c3 < c4$	19
$c2 = c1$	$c1 > c3$	$c3 = c4$	20
$c2 = c1$	$c1 > c3$	$c3 > c4$	21
$c2 < c1$	$c1 > c3$	$c3 < c4$	22
$c2 < c1$	$c1 > c3$	$c3 = c4$	23
$c2 < c1$	$c1 > c3$	$c3 > c4$	24
$c2 > c1$	$c1 < c3$	$c3 < c4$	25
$c2 > c1$	$c1 < c3$	$c3 = c4$	26
$c2 > c1$	$c1 < c3$	$c3 > c4$	27

Если в табл. 2. заменить с4 на с1, то можно рассматривать вместо 4 точек в одном направлении (рис. 2, а) 3 точки по замкнутому контуру (рис. 2, б).

Аналогично строили таблицы МРБ для пяти последовательных точек в ячейке 3 на 3 пикселя. Каждая строка предыдущей табл.2. утраивается за счет появления 3 соотношений, которые меньше, равны или больше для пятой точки. Расчет таблиц МРБ для 5 точек проводили по абстрактным схемам (рис. 2).

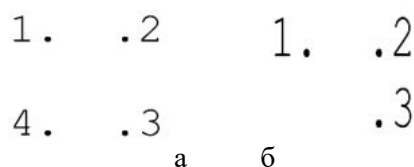


Рисунок 2 – Расположение 4 точек при расчете таблиц МРБ: а - в одном направлении, б - по замкнутому контуру



Рисунок 3 – Схемы расположения 5 точек при расчете таблиц МРБ в ячейке 3 на 3 пикселя

Результаты исследований

В качестве примера, с помощью разработанной методики оценивали локальную неоднородность наноструктурного многослойного покрытия ZrO_2/ZrN по соотношению цветов 3 последовательных точек (пикселей) с выявлением пиковых значений (табл.3) в процессе трения.

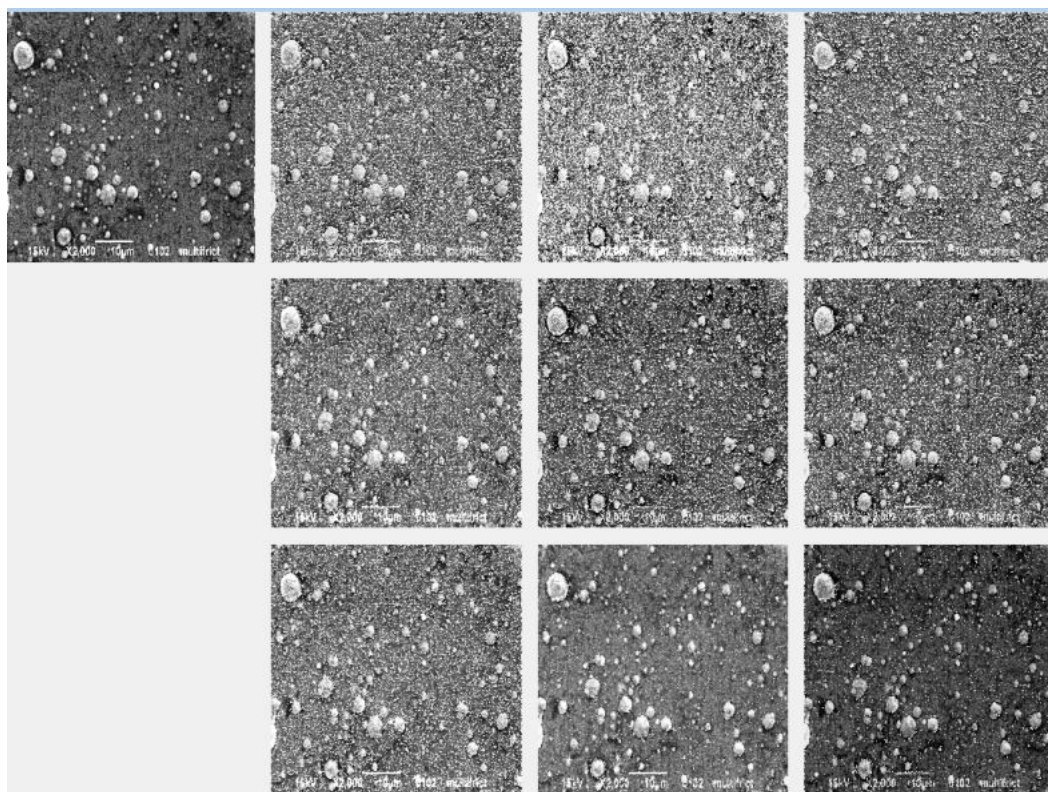
В результате проведенных исследований установили, что в новом покрытии формируется значительная неоднородность структуры с большим количеством пиковых значений - до 19,7 процентов в вертикальном и 15,8 % в горизонтальном направлениях (табл. 3, к = 8 и 9). Равномерное распределение компонентов в нанесенном покрытии не превышает 8,92% и соответствует условию $k = 2$ (см. табл. 3). На рис.4. проиллюстрировано цвет средней точки из трех, в которых выполняются условия таблицы МРБ. В левом верхнем углу представлено исходное изображение структуры, далее слева направо, а затем сверху вниз соотношение цветов от 1 до 9 (по данным табл. 3).

Таблица 3 – Результаты расчета гистограмм МРБ для многослойного покрытия

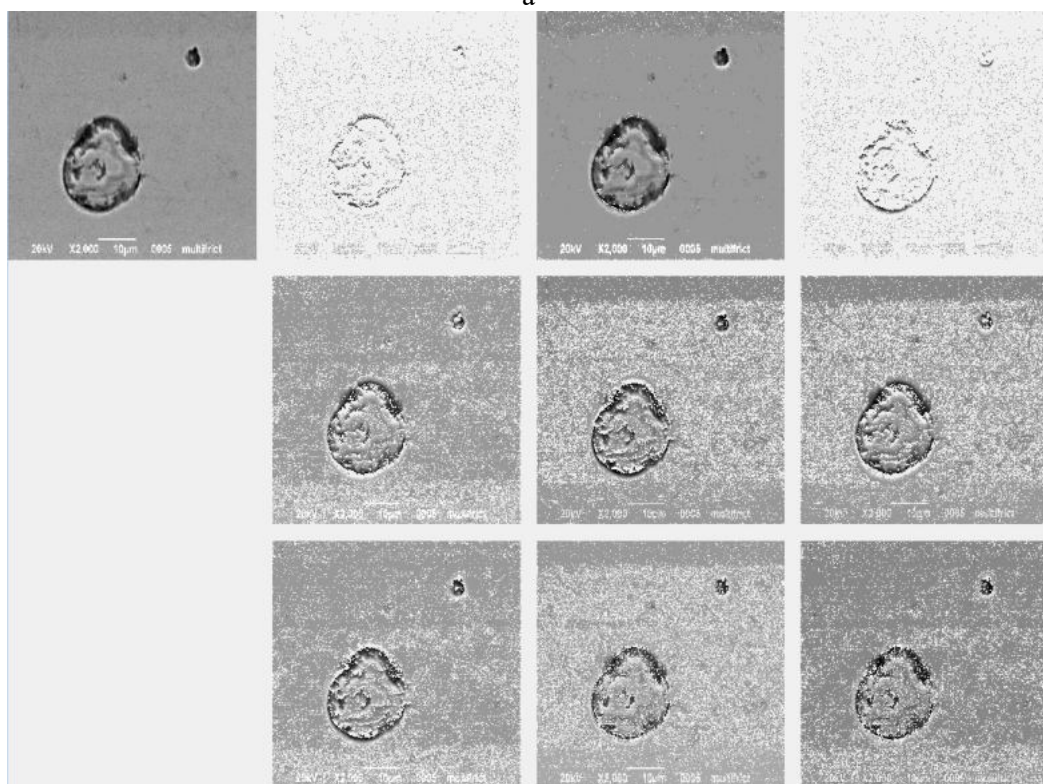
Соотношение цветов (номер случае К)									№ фото	Схема соотношения цветов
1	2	3	4	5	6	7	8	9		
10.23	8.925	10.384	9.695	9.739	9.695	9.758	15.776	15.794	1 (рис.4,а)	по горизонтали
9.695	6.654	9.686	8.635	8.664	8.665	8.632	19.699	19.665		по вертикали
0.459	48.403	0.442	8.5	6.572	6.56	8.511	9.305	11.242	2 (рис.4,б)	по горизонтали
0.6	46.824	0.672	9.578	7.372	7.369	9.586	7.891	10.103		по вертикали
1.929	33.558	1.923	11.083	10.924	10.934	11.094	9.196	9.355	3	по горизонтали
2.41	28.534	2.45	11.138	10.983	10.993	11.126	11.107	11.256		по вертикали
3.861	47.31	3.854	9.922	9.559	9.571	9.943	2.808	3.167	4	по горизонтали
3.633	49.281	3.759	9.561	9.096	9.222	9.435	2.834	3.174		по вертикали

В процессе эксплуатации под воздействием внешних факторов наблюдается изменчивость структуры покрытия. Оно становится менее неоднородным с 6,65 до 46,82% (рис.4). В зоне трения

достигает 49,3%, а количество пиковых значений не превышает 3,17 %.



а



б

Рисунок 4 – Схематическое изображение соотношения цветов в вертикальном направлении, а - новое покрытие, б - после эксплуатации (капли на поверхности трения)

На изображении дорожки трения (рис.5) проанализировали изменение доли пиковых значений (%) и структурной неоднородности по соотношению цветов трех последовательных точек (пик-

селей). Вокруг дорожки трения в покрытии наблюдается уменьшение в 2,04 раза доли пиков. Структура становится существенно более однородной (в 1,7 раза), о чем свидетельствуют данные табл.4 (при $k = 2$). Аналогичные результаты получили при исследовании пяти последовательных точек, где различия в данных не более 2 %.

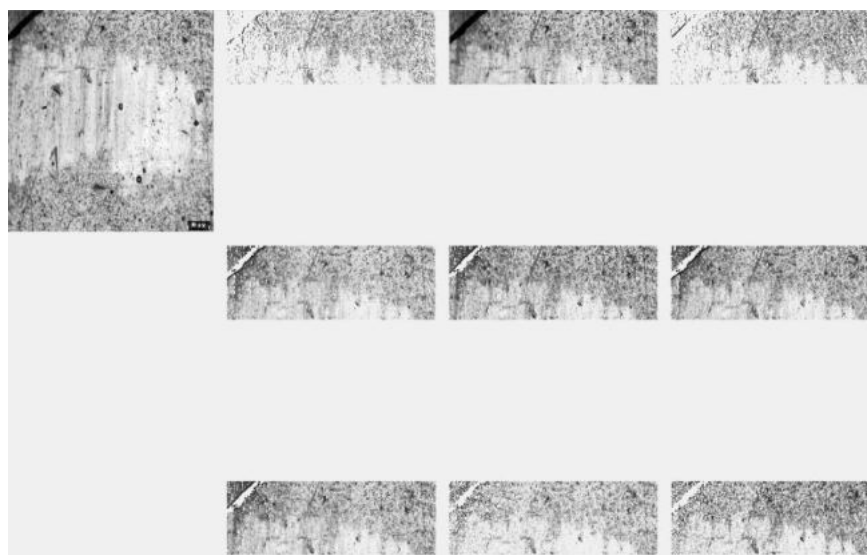
Таким образом, предложенный подход при использовании оптико-математического метода описания структурообразования позволил провести качественный и количественный анализ структурных изменений в многослойном покрытии после испытаний на трение. Полученные данные выявили наличие в структуре покрытия на поверхности трения локальные участки (пиков) с максимальной и минимальной степенью неоднородности.



а



б



В

Рисунок 5 – Изображения соотношения цветов в зоне трения

Таблица 4 – Результаты расчета гистограмм МРБ для многослойного покрытия после испытаний на трение

Соотношение цветов (номер случае К)									Часть фото
1	2	3	4	5	6	7	8	9	
6.408	32.627	6.464	11.714	11.048	11.133	11.659	4.173	4.768	Для первых $m/6$ строк (рис. 4, а)
2.337	55.467	2.339	8.977	8.73	8.72	9.02	2.069	2.336	От $m/6$ до $2/3 \cdot m$ строк (рис. 4, б)
4.882	42.37	4.828	10.45	10.063	10.073	10.475	3.237	3.616	От $2/3 \cdot m$ до m строк $1/6$ (рис. 4, в)

Дальнейшие исследования могут быть направлены на выявление суммы сочетаний трех цветов на изображениях структуры покрытий, которые влияют на твердость или износостойкость, с расчетом уравнений регрессии и определением коэффициентов корреляции.

Выводы

Предложен новый подход к исследованиям изображений структуры покрытий с выявлением локальных участков с максимальной и минимальной неоднородностью. Это позволило проанализировать изменения, происходящие в структуре упрочняющего многослойного покрытия ZrO_2 / ZrN на режущем инструменте из стали X12 в процессе трения. Данная методика позволила установить, что в исходном состоянии в покрытии формируется большое количество пиковых значений - до 19,7 % в вертикальном и 15,8 % в горизонтальном направлениях. В зоне трения количество пиковых значений не превышает 3,17. В процессе эксплуатации при циклическом воздействии наблюдается перестройка структуры покрытия и оно становится менее неоднородным и повышается с 6,65 до 46,82 %.

Литература

1. ДСТУ БА.1.1 -10-94. Метод мікроскопічного кількісного аналізу структури матеріалів. Терміни та визначення.
2. Математическое моделирование процесса термической обработки изделий со сложной внутренней структурой /А.Н. Чичко, В.Ф. Соболев, О.И. Чичко [и др.] // Литье и металлургия, №2(60), 2011. – С.73-78.

3. Математическая модель структурной диаграммы малоуглеродистых коррозионноустойчивых сталей и ее применение при разработке новых материалов / Г.С. Кривоногов, Е.Н. Каблов // «Металлы», ВИАМ, № 5, 2001.

4. Клочко О.Ю. Применение методов оптико-математического анализа оценки дисперсности структуры высокоуглеродистых сплавов // Технический сервис агропромышленного, лесного та транспортного комплексов. – Харьков. – 2016. – №6. – С. 112-117.

5. Романюк С.П. Застосування цифрових технологій для аналізу зображень наноструктурних покриттів // Збірник матеріалів міжнародної науково-методичної конференції «Проблеми надійності машин» – Харків, ХНТУСГ, 2019. – С.52-53.

6. Romaniuk S.P. New Comprehensive Approach to Mathematical Modeling of Metallographic Images of Tool Structures // Journal of mechanical engineering. – 2019. – Vol . 22. – № 4. – С.67-73.

7. Метод визначення гетерогенної структурної неоднорідності: *пат. 137100 Україна* : МПК С 22С 38/00 (2019.01) / Скобло Т.С., Романюк С.П., Клочко О.Ю. та інші; № u201805708; заявл.22.05.2018; висн. про видачу 1.08.2019.

8. Skoblo T.S. Complex evaluation of structural state degree of strengthening nanocoatings / T.S. Skoblo, S.P. Romaniuk, A.I. Sidashenko, V.S. Taran, A.V. Taran, I.I. Dorozhko N.N. Pilgui // Problems of atomic science and technology. Series: Plasma Physics (25). – 2019. - №1. - p. 225-228.

9. Скобло Т.С. Методика математической оценки фазового состава стали / Т.С. Скобло, Е.Л. Белкин, С.П. Романюк // Вісник ХНТУСГ. – 2014. – №146. – С. 8-24.