

**М.М. Барковская, М.С. Бондарук**  
УО «Брестский государственный технический университет»,  
Брест, Беларусь

## **СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ**

### **Введение**

Для определения механических характеристик ионно-плазменных покрытий обычные методы испытаний (растяжение, сжатие, кручение) неприменимы, поскольку толщина подложки намного больше толщины осаждаемого покрытия. К тому же точность измерения твердости покрытий на мягких подложках может быть обеспечена лишь в тех случаях, когда соблюдается «правило 10 %» Бюкле: максимальная глубина отпечатка индентирования не должна превышать 10 % от толщины покрытия [1]. Поэтому для механических испытаний таких покрытий требуются методы, обладающие высокой локальностью, например, испытания на микро- и нанотвердость, информационные возможности которых намного превосходят возможности статического индентирования.

В данной работе для исследования механических характеристик ионно-плазменных покрытий был применен метод непрерывного индентирования [1, 2], сущность которого заключается в том, что в исследуемый материал внедряется индентор и при этом регистрируют два параметра: нагрузку ( $P$ ) и глубину внедрения индентора ( $h$ ). В результате получается диаграмма нагружения индентора ( $P$ - $h$  диаграмма), состоящая из нагрузочной и разгрузочной ветвей, которую можно использовать для определения твердости по глубине отпечатка. Кривая нагружения характеризует сопротивление материала внедрению жесткого индентора и отражает пластические деформации исследуемого материала. Разгрузочная кривая определяет, главным образом, упругие свойства. Для анализа полученных  $P$ - $h$  диаграмм использовался метод У. Оливера и Дж. Фарра [3], который является наиболее универсальным для индентирования пирамидальными инденторами.

### **1. Методика эксперимента**

Покрытия на основе систем Cr-N и Ti-N осаждались методом конденсации атомов металла из плазменной фазы катодной дуги с использованием плазменных потоков одного или одновременно двух

металлов в атмосфере азота на подложки из стали Ст3 (0,2 вес.% C) [4, 5]. Толщина сформированных покрытий составляла 3,0-3,5 мкм.

Механические характеристики покрытий изучали методом непрерывного индентирования с помощью динамического ультрамикродвердомера Shimadzu DUH-202. В качестве индентора использовался индентор Берковича в форме трехгранной пирамиды с углом между гранями  $115^\circ$ , поскольку он позволяет проводить испытания при более низких нагрузках и избежать проблемы сведения четырех граней в одну точку, свойственную индентору Виккерса.

Перед измерением с помощью компьютерной программы задавались следующие параметры испытаний: нагрузка  $P_{max}$  в пределах 30 мН, 50 мН и 100 мН; скорость нагружения 0,17-4,41 мН/с (подбиралась таким образом, чтобы время нагружения было равно 10-20 с); время выдержки под нагрузкой 15 с. Для каждого значения нагрузки  $P_{max}$  выполнялось 10 измерений. Температура в помещении поддерживалась постоянной с точностью  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

Измерение твердости проводилось по следующей схеме:

1. нагружение до максимальной нагрузки (кривая 1);
2. выдержка в течение 15 с (кривая 2);
3. уменьшение нагрузки на 80 % (кривая 3);
4. выдержка при постоянной нагрузке в течение 15 с;
5. полная разгрузка индентора.

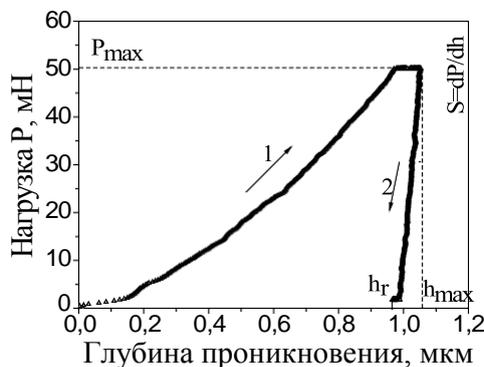
Полученные  $P$ - $h$  диаграммы обрабатывались по методу Оливера-Фарра, который состоит в подборе параметров степенной функции, описывающей экспериментальную зависимость глубины погружения от приложенной нагрузки, и расчете твердости и модуля упругости по этим данным [2, 3].

## 2. Результаты и их обсуждение

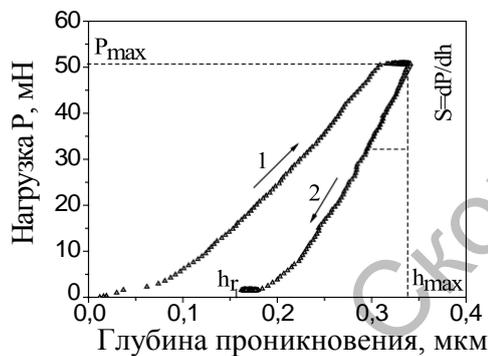
На рисунке 1 приведены некоторые из экспериментальных  $P$ - $h$  диаграмм для низкоуглеродистой стали Ст3 (подложки) и осажденных на нее покрытий на основе системы Ti-Cr-N при нагрузке на индентор Берковича равной 50 мН.

Анализ полученных результатов показывает, что твердость покрытий  $\text{Ti}_{1-x}\text{Cr}_x\text{N}$  ( $0,36 < x < 0,64$ ) повышается до 1,2 раз по сравнению с покрытием TiN, причем уменьшение концентрации хрома в покрытии от 32 до 20 ат.% приводит к возрастанию истинной твердости до максимального значения 35,9 ГПа. При дальнейшем понижении его концентрации до 18 ат.% значение твердости незначительно снижается до 34,8 ГПа. Высокая твердость покрытий  $\text{Ti}_{1-x}\text{Cr}_x\text{N}$  ( $0,36 < x < 0,64$ )

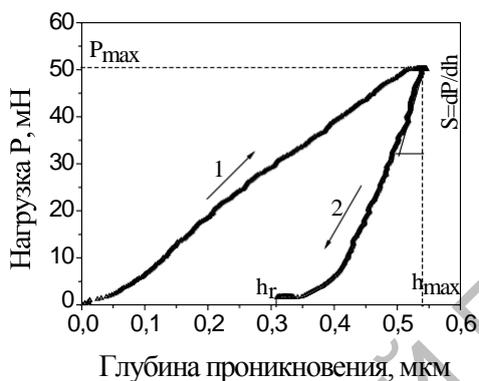
обусловлена твердорастворным, зернограничным и деформационным механизмами упрочнения. При этом наибольший вклад в эффект упрочнения вносит твердорастворный механизм. [4, 5].



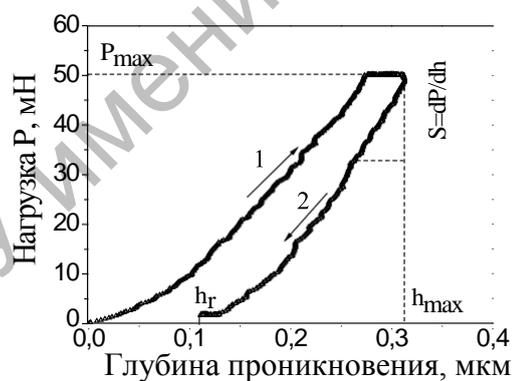
а



б



в



г

- 1 – кривая нагружения;      2 – кривая разгрузки;  
 а – сталь Ст3,                      б – покрытие TiN;  
 в – покрытие Cr<sub>0,82</sub>N<sub>0,18</sub>,      г – покрытие Ti<sub>0,60</sub>Cr<sub>0,40</sub>N

Рисунок 1 –  $P-h$  диаграммы при максимальной нагрузке на индентор Берковича равной 50 мН для стали Ст3 (а) и покрытий (б-г)

Другой важной механической характеристикой покрытия является модуль Юнга. Поскольку влияние подложки практически отсутствует при нагрузках, при которых глубина индентирования составляет 1/10 и менее толщины покрытия, то, используя метод Оливера-Фарра, по кривой разгрузки  $P-h$  диаграммы можно рассчитать модуль Юнга  $E$  покрытий [4, 5]. Полученные результаты показывают, что более низким модулем Юнга обладают покрытия Ti<sub>0,60</sub>Cr<sub>0,40</sub>N и Cr<sub>0,82</sub>N<sub>0,18</sub> по сравнению с покрытиями других составов (таблица 1), что предпочти-

тельно с точки зрения уменьшения напряжений между покрытием и стальной подложкой вследствие близости их модулей упругости [5].

Кроме того, методом НИ на  $P-h$  диаграмме в одном цикле по измеряемому смещению индентора  $h_{max}$  возможно определить не только прочностные свойства (твердость и модуль Юнга) покрытий, но и изучить их характеристики пластичности, в частности упругое восстановление. Представленные на рисунке 1  $P-h$  диаграммы характеризуют различную реакцию системы «покрытие-подложка» на прилагаемую нагрузку на индентор. Так, на всех  $P-h$  диаграммах кривые нагрузки 1, отражающие пластические деформации исследуемого покрытия, можно описать примерно параболами, обрывающимися на значениях нагрузки  $P_{max}$ .

Таблица 1 – Механические характеристики ионно-плазменных покрытий, измеренные методом непрерывного индентирования при нагрузке на индентор 50 мН

| покрытие                                | твердость $H$ , ГПа | модуль Юнга $E$ , ГПа | $W_e$ , % |
|---|---------------------|-----------------------|-----------|
| TiN                                     | 30,8                | 320±8                 | 47        |
| Cr <sub>0,82</sub> N <sub>0,18</sub>    | 21,9                | 198±13                | 41        |
| Ti <sub>0,36</sub> Cr <sub>0,64</sub> N | 35,9                | 356±14                | 64        |
| Ti <sub>0,60</sub> Cr <sub>0,40</sub> N | 39,6                | 285±8                 | 60        |
| Ti <sub>0,64</sub> Cr <sub>0,36</sub> N | 38,2                | 358±12                | 58        |

Такое поведение, по-видимому, обусловлено тем, что упругие напряжения при индентировании остаются малыми (по сравнению с напряженной пластической деформацией), в результате чего упругая реакция системы остается слабой. В то же время по кривой разгрузки 2 определяют упругие характеристики покрытия, отражающиеся на взаимном расположении ветвей нагружения и разгрузки записанной  $P-h$  диаграммы индентирования (рисунок 1). Можно заметить, что на  $P-h$  диаграмме (рисунок 1 а), полученной от стальной подложки (сталь Ст3), кривая разгрузки 2 имеет вид почти вертикальной прямой линии (глубина остаточного отпечатка  $h_r$  равна 0,96 мкм при максимальной глубине проникновения индентора  $h_{max}$  1,05 мкм). Следовательно, даже при малых нагрузках ( $P_{max} = 50$  мН) пластические деформации в стали Ст3 проявляются сильнее, и она обладает высокой вязкостью (~91 %). В то время как в нитридных покрытиях TiN, Cr<sub>0,82</sub>N<sub>0,18</sub> и Ti<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>N (0,36<x<0,64), в противоположность стальной подложке, при уменьшении (снятии) нагрузки проявляется заметное

упругое восстановление ( $h_r \ll h_{max}$ ), демонстрирующее упругую аккомодацию значительной доли упругих деформаций (рисунок 1 б-г).

Согласно расчетам, при максимальной глубине проникновения индентора  $h_{max} = 350 \pm 30$  нм при снятии нагрузки величина упругого восстановления в покрытиях  $Ti_{1-x}Cr_xN$  ( $0,36 < x < 0,64$ ) составляет  $\sim 58-64$  % (таблица). В то время как в покрытиях  $TiN$  и  $Cr_{0,82}N_{0,18}$  эта величина имеет значения 47 и 41 %, соответственно [5]. Более высокие значения упругого восстановления  $W_e$  покрытий подтверждаются тем, что ветвь разгрузки 2 располагается ближе к ветви нагружения 1 (рисунок 1 б-г).

Меньшее упругое восстановление  $W_e$  для покрытия  $Cr_{0,82}N_{0,18}$  свидетельствует об уменьшении относительно вклада покрытия в механический отклик полной системы «покрытие-подложка», т.е. вид кривой подобен кривой для стали Ст3 (рисунок 1 а и в). С другой стороны, при малых максимальных нагрузках на индентор  $h_{max}$  влияние подложки становится очень незначительным и показывает, что при таком контакте отклик системы определяется, прежде всего, способностью покрытия выдерживать прилагаемую нагрузку. Следовательно, можно предположить, что для всех исследуемых покрытий с уменьшением глубины проникновения индентора все более возрастает величина упругого восстановления  $W_e$ , что обусловлено тем, что с переходом в область малых глубин часть вязкоупругих механизмов восстановления блокируется, что и дает рост  $W_e$  [1, 2]. Кроме этого, покрытия  $Ti_{1-x}Cr_xN$  ( $0,36 < x < 0,64$ ) характеризуются высоким упругим восстановлением, достигающим  $\sim 58-64$  %. Лимитирующим механизмом деформации нанокристаллического покрытия становится диффузионный массоперенос и/или зернограничное скольжение, тогда как движение дислокаций затруднено из-за малого размера кристаллитов.

### **Заключение**

Таким образом, зная связь между параметрами  $H$ ,  $E$  и  $W_e$ , можно спрогнозировать механическое поведение сформированных ионно-плазменных покрытий, в частности, определить связь между свойствами и их структурно-фазовым состоянием. Определение этих характеристик позволяет прогнозировать их возможные механизмы разрушения, контролируемые структурным состоянием поверхности, что важно для создания новых материалов. На примере  $Ti_{1-x}Cr_xN$  ( $0,36 < x < 0,64$ ), показана возможность получения покрытий, обладающих одинаковой твердостью и различным модулем Юнга, что позволяет подбирать защитные материалы для конкретных целей и задач.

## Литература

1. Наноструктурные покрытия / под ред. А. Кавалейро, Д. де Хоссона. – М.: Техносфера, 2011. – 752 с.
2. Головин, Ю. И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикронных, тонких приповерхностных слоях и пленках / Ю. И. Головин // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50, Вып. 12. – С. 2113–2142.
3. Oliver, W. C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W. C. Oliver, G. M. Pharr // Journal of Materials Research. – 2004. – Vol. 19, № 1. – P. 3–20.
4. Thermal stability of nitride coatings formed by ion-plasma deposition / V. V. Uglov, V. M. Anischik, V. V. Khodasevich, M. M. Danilionak, D. P. Rusalsky, V. A. Ukhov // Vacuum. – 2007. – Vol. 81. – P. 1345–1347.
5. Барковская, М. М. Механические свойства вакуумно-дуговых покрытий / М. М. Барковская, В. В. Углов, В. В. Ходасевич // Быстро-закаленные материалы и покрытия: сб. трудов 12-ой Всероссийской с международ. участием научн.-техн. конф., Москва, Россия, 26–27 ноября 2013 г. / Моск. авиа-техн. ин-т ; редкол.: А. П. Петров (пред.) [и др.]. – Москва, 2013. – С. 231–235.