

## ОЦЕНКА ПЛАСТИЧНОСТИ ТОНКИХ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ИССЛЕДОВАНИЕМ ОТПЕЧАТКОВ МИКРОТВЕРДОСТИ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Т. А. Кузнецова, М. А. Андреев, Л. В. Маркова

ГНУ "Институт порошковой металлургии", Минск, Беларусь

### Введение

Важным свойством материала является пластичность. Пластичность – свойство твердых тел необратимо деформироваться под действием механической нагрузки. Пластичность снимает концентрацию напряжений, обеспечивает надежность и безопасность конструкций. Особенно важным это свойство является для тонких покрытий из нитридов тугоплавких металлов, которые традиционно отличаются хрупкостью. Стандартных методик для определения пластичности тонких покрытий (до 5 мкм) не существует. Разработаны различные методы для оценки пластичности материалов: ударные испытания на изгиб, испытания на сжатие, испытания на растяжения и др. Все они не дают возможности зафиксировать вклад покрытия толщиной 4–5 мкм и составляющего менее 0,01% от объема детали в пластические свойства образца.

В последнее время широкое распространение (особенно в зарубежных лабораториях) получил метод испытания материалов с регистрацией процесса вдавливания индентора в виде диаграммы "нагрузка на индентор  $P$  – глубина отпечатка  $h$ " [1–5]. Сюда же можно отнести метод наноиндентирования. Данным методом можно определить не восстановленную глубину отпечатка  $h$ , упругую составляющую деформации  $h_{уп}$  и охарактеризовать, помимо твердости, упругость и пластичность материала. Однако данные измерения не являются прямыми. Погрешность средств регистрации перемещения индентора и неточность определения момента касания индентора с поверхностью образца могут вносить значительную ошибку в точное определение глубины отпечатка. Кроме того, недостаточно широкое распространение данного оборудования в Республике Беларусь позволяет предложить новую эффективную методику оценки пластичности тонких защитных покрытий. Она состоит в исследовании следов микротвердости, полученных на обычном оборудовании, методом атомно-силовой микроскопии (АСМ), расширяя при этом возможности традиционных методик.

Существуют работы [4], в которых отпечаток от наноиндентирования исследовался методом АСМ, но в них ставилась задача зафиксировать микротрещины в углах отпечатка и по его периметру.

Статические испытания на микротвердость вдавливанием индентора являются надежным, широко распространенным методом. Он универсален, распространен и в научных лабораториях, и на производстве. Метод обладает высокой локальностью, позволяющей применять его для тонких покрытий. При внедрении индентора в материал возникает местная деформация, имеющая упругую и пла-

стическую составляющие (рис. 1). При традиционном определении твердости материала величина упругой деформации  $h_{уп}$  никак не учитывается.

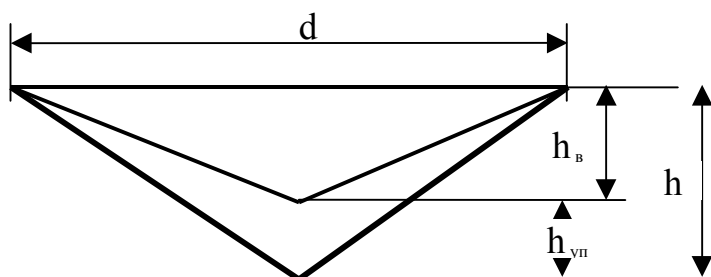


Рис. 1. Схематическое изображение поперечного сечения отпечатка микротвердости, где  $d$  – диагональ отпечатка;  $h_в$  – глубина восстановленного отпечатка;  $h_{уп}$  – величина упругого восстановления отпечатка при снятии нагрузки;  $h$  – глубина внедрения индентора

Предлагаемый подход позволяет кроме микротвердости дополнительно оценить несколько характеристик материала.

Во-первых, это упругость и пластичность. Прямым методом АСМ-измерений, не опираясь на какие-либо теоретические модели, определяется глубина восстановленного отпечатка  $h_в$  (рис. 1). По диаметру отпечатка и форме индентора рассчитывается глубина внедрения индентора  $h$ . Так, для пирамиды Виккерса с квадратным основанием, углом между гранями  $136^\circ$  и диагональю отпечатка  $d$  она составляет

$$h = 0,14 * d. \quad (1)$$

Соотношение

$$(h_в/h) * 100 \% \quad (2)$$

определяет пластичность материала, а

$$((h_в - h) / h) * 100 \% \quad (3)$$

– упругость материала.

Во-вторых, детальным исследованием морфологии граней отпечатка можно определить микромеханизм пластической деформации покрытий.

### Методика эксперимента

Объектами исследования в данной работе являлись тонкие вакуумные покрытия (ZrHf)N на подложке из полированной стали Р6М5. Одно покрытие было получено методом КИБ (конденсация с ионной бомбардировкой) по стандартной технологии: на полированную подложку после ионной очистки и бомбардировки наносилось покрытие (ZrHf)N толщиной 3 мкм. Мишень представляла собой сплав 80% Zr и 20% Hf. Второе покрытие наносилось по комбинированной технологии. Вначале методом КИБ наносили 1 мкм подслоя ZrHf. Затем в плазме тлеющего разряда было проведено его азотирование. После этого методом КИБ нанесли 3 мкм (ZrHf)N.

На микротвердомере “Micromet II” фирмы “Buehler Met” с использованием индентора Виккерс на покрытиях были сделаны отпечатки микротвердости с нагрузкой от 50 до 500 г и определено значение микротвердости.

Внешний вид отпечатков исследовался методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на поверенном микроскопе “Camscan” фирмы “Oxford instruments”.

Отпечатки, полученные при нагрузке 100 г, исследовались методом АСМ на приборе “NT-206” (ОДО “Микротестмашины”) с использованием зондов CSC38 фирмы “Mikromasch”. Оснащенность данного прибора оптической камерой и системой микропозиционирования дает возможность выбирать для исследования нужный участок поверхности образца. При этом определялась глубина отпечатка и морфология граней. Величина отпечатка и форма индентора были выбраны для создания более жестких условий для испытания покрытий на способность к пластической деформации. Более мелкие отпечатки Кнупа могли не выявить эту способность также как и отпечатки Виккерса с нагрузкой 25 и 50 г. Кроме того, требование “глубина отпечатка должна быть в 10 раз меньше толщины покрытия” невозможно выполнить для тонких покрытий. Особенно если иметь в виду невосстановленный отпечаток. В этой области нагрузок на индентор (менее 1Н) происходит существенное завышение результатов микротвердости, что известно как “размерный эффект индентирования” [6].

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Исследование следов индентирования методом СЭМ дает возможность правильно выбрать отпечаток для его изучения методом АСМ. На гранях отпечатков с малыми нагрузками слабо проявляются пластические изменения материала, при нагрузках 200 г и выше размер отпечатка таков, что его трудно исследовать методом АСМ по всей глубине отпечатка. Кроме того, вокруг отпечатков при нагрузках от 300 г и выше появляются микротрещины.

Отпечатки при нагрузке в 100 г на поверхности стандартного покрытия и покрытия, выполненного по комбинированной технологии, имеют близкие диагонали – 15 и 14,4 мкм соответственно (рис. 2). Глубина же этих отпечатков существенно отличается. Так у покрытия, выполненного по комбинированной технологии, она составляет 2,28 мкм (рис. 3) и даже на 160 нм превышает расчетную глубину невосстановленного отпечатка. Таким образом, пластичность покрытия, выполненного по комбинированной технологии, 113%. При этом оно обладает более высокой микротвердостью – 14,8 ГПа. Глубина отпечатка на стандартном покрытии при измерении его АСМ составила 1,13 мкм (рис. 5). Пластичность его составила 53%. Микротвердость данного покрытия 13,7 ГПа.



Рис. 2. Следы индентора после измерения микротвердости на покрытии (ZrHf)N при нагрузке на индентор 100 г, полученные методом электронной микроскопии,  $\times 5000$ ; а – покрытие, полученное по комбинированной технологии; б – покрытие, полученное по стандартной технологии

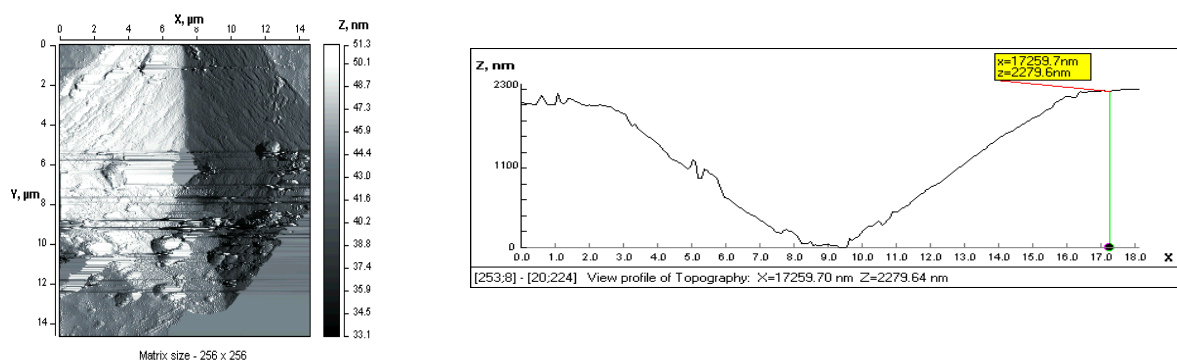


Рис. 3. АСМ-изображение следа микротвердости на поверхности покрытия (ZrHf)N, полученного по комбинированной технологии; а – топография поверхности, размер поля сканирования 14x14 мкм; б – профиль поперечного сечения следа индентора

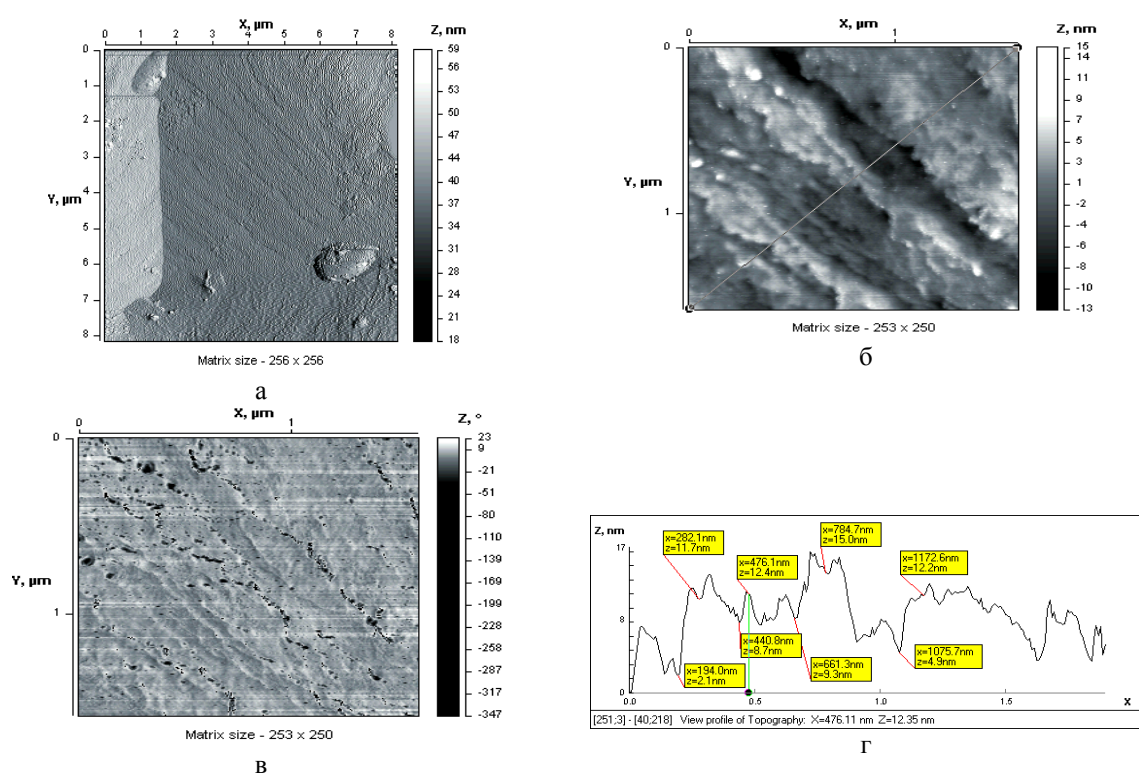


Рис. 4. АСМ-изображение граней следа микротвердости на поверхности покрытия (ZrHf)N, полученного по комбинированной технологии; а – общий вид грани следа, размер поля сканирования 8x8 мкм; б – топография грани следа, размер поля сканирования 1,5x1,5 мкм; в – фазовый контраст грани следа, размер поля сканирования 1,5x1,5 мкм; г - профиль поперечного сечения поверхности грани

Таким образом, у стандартного покрытия и покрытия, выполненного по комбинированной технологии при одинаковой температуре, нагрузке и скорости деформирования оказалось различное соотношение между упругой и пластической составляющей деформации. Такой различный характер отпечатков может объясняться упругостью подложки из стали Р6М5 в стандартном покрытии и пластичностью подслоя ZrHf в комбинированном.

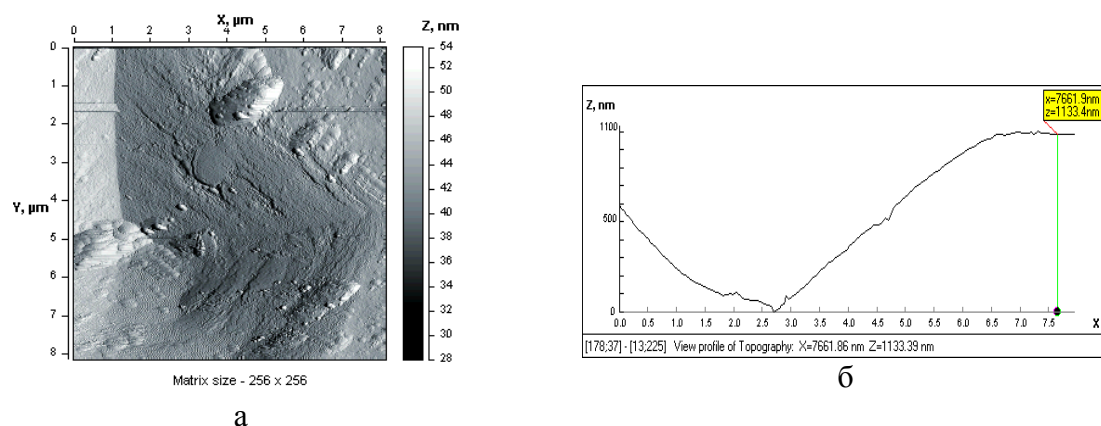


Рис. 5. АСМ-изображение следа микротвердости на поверхности покрытия (ZrHf)N, полученного по стандартной технологии; а – общий вид грани следа, размер поля сканирования 8x8 мкм; б – профиль поперечного сечения следа индентора

Исследование граней отпечатков микротвердости дополнило полученные данные о пластических свойствах покрытий. У покрытия, выполненного по комбинированной технологии, перемещение дислокаций под действием нагрузки привело к фрагментации покрытия – разбиению его на области параллельной ориентации размером 0,2–0,5 мкм (рис. 4,а) – и образованию текстуры деформации [7]. В свою очередь, более крупные фрагменты состоят из микроскопических “ступеней” шириной около 200 нм и высотой менее 10 нм. На поверхности “ступеней” различаются ряды зерен той же ориентации с перепадом высот между отдельными слоями 3 нм. Очень малые перепады высот между слоями и ступенями говорят об отсутствии разрывов в сплошности покрытия. Это значит, что на данном этапе пластической деформации скорость накопления внутренних напряжений меньше скорости их пластической релаксации. По границам “ступеней” и “рядов” осуществляется зернограничное проскальзывание. Таким образом, на границах слоев и ступеней происходит релаксация напряжений. Развитая структура параллельных границ и небольшой, в несколько нанометров, перепад между границами свидетельствуют о хорошей пластичности покрытия.

Покрытие, выполненное по стандартной технологии, также обнаруживает фрагментацию на гранях отпечатка. Однако фрагменты значительно крупнее, размер их 1–2 мкм и границы между ними уже преобразуются в микротрещины. Их глубина около 50 нм. На поле сканирования 1,5x1,5 мкм в структуре поверхности не выявляется текстура деформации (рис. 6). Первые зародышевые микротрещины будут раскрываться вдоль границ фрагментов и произойдет это значительно раньше, чем у покрытия, выполненного по комбинированной технологии. Таким образом, способность к пластической деформации стандартного покрытия хуже, чем у покрытия, выполненного по комбинированной технологии.

## Выводы

Предложена эффективная методика оценки пластичности тонких защитных покрытий. Глубину восстановленного отпечатка микротвердости предлагается определять прямыми измерениями методом АСМ.

Исследование граней отпечатка методом АСМ позволяет определить микро-

механизм пластической деформации и оценить способность покрытия к пластическому деформированию. Для покрытий (ZrHf)N, полученных по комбинированной технологии, пластическая деформация идет по дислокационному механизму с элементами зернограничного проскальзывания.

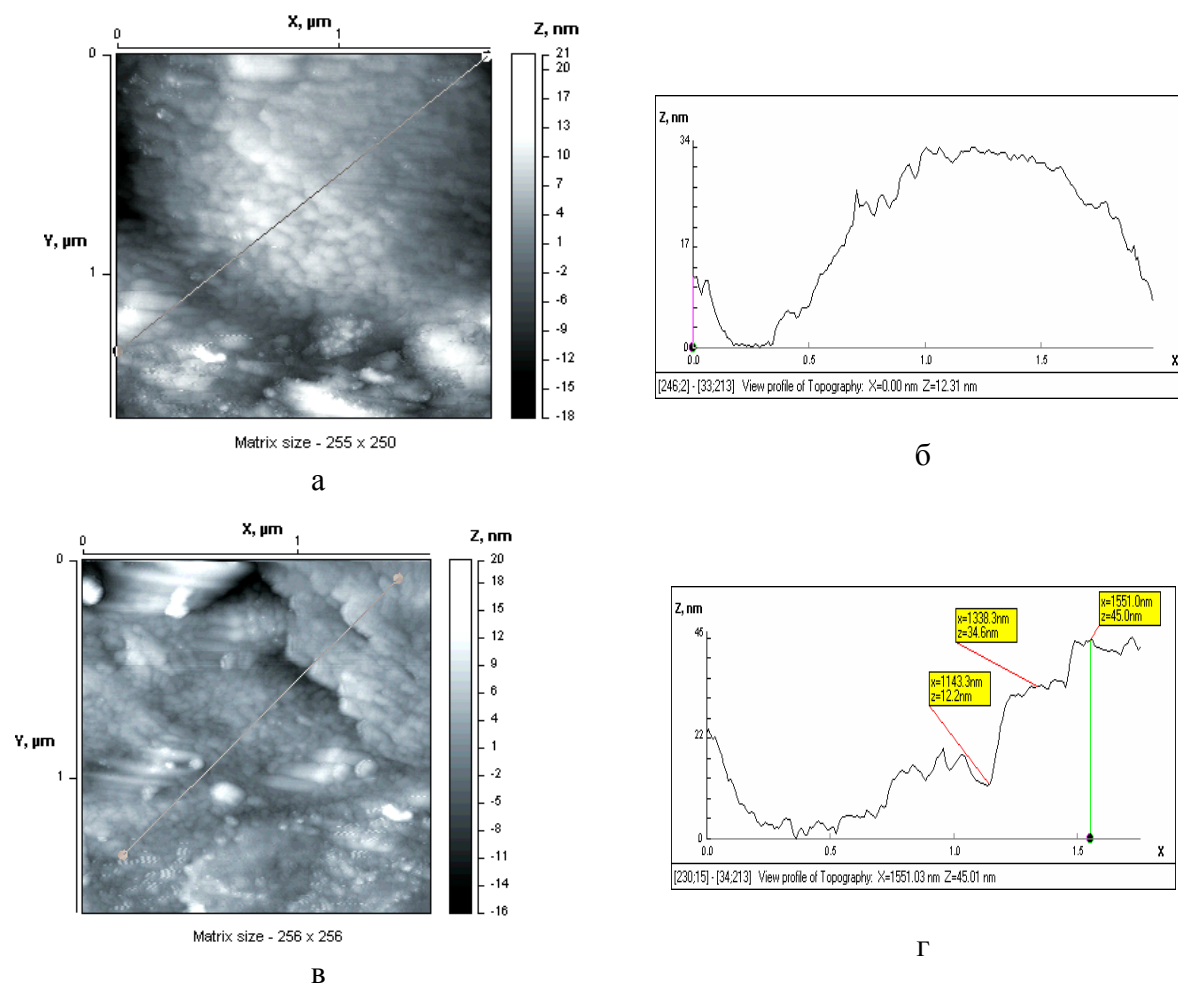


Рис. 6. АСМ-изображение граней следа микротвердости на поверхности покрытия (ZrHf)N, полученного по стандартной технологии; а, в – топография, размер поля сканирования 1,5x1,5 мкм; б, г – профили поперечного сечения поверхности грани

## Литература

1. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение. 1990. С. 224.
2. Булычев С.И. // Заводская лаборатория. 2001. Т.67, №11. С.33-41.
3. Булычев С.И. // Заводская лаборатория. 2001. Т.67, №6. С.55-58.
4. Durand-Drouhin O., Santana A.E., Karimi A., Derflinger V.H., Schütze A. // Surf. Coat. Technol. 2003. № 163-164. P. 260-266.
5. Hainsworth S.V., Soh W.C. // Surf. Coat. Technol. 2003. № 163-164. P. 515-520.
6. Баринов С.М., Де Мариа Д., Ферро Д. // Заводская лаборатория. 2001. Т. 67, №11. С.42-47.
7. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир. 1972. 408 с.