

05;11;12

Влияние наноструктурирования подложки Cu на разрушение теплозащитных покрытий Si–Al–N при одноосном растяжении

© А.В. Панин, А.Р. Шугуров, М.С. Казаченок, В.П. Сергеев

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
634021, Томск, Россия
e-mail: shugurov@ispms.tsc.ru

(Поступило в Редакцию 21 июля 2011 г.)

Исследовано влияние наноструктурирования поверхностных слоев подложки Cu на микроструктуру, механические свойства и механизмы разрушения теплозащитных покрытий Si–Al–N при одноосном растяжении. Наноструктурирование подложки проведено двумя методами: бомбардировкой пучками ионов Zr^{+} и ультразвуковой ударной обработкой. Установлено, что в зависимости от состояния подложки в процессе механического нагружения действуют различные механизмы скалывания покрытий Si–Al–N. Показано, что наиболее высокая сдвиговая прочность границы раздела покрытие–подложка достигается в результате ионной обработки подложки.

Введение

Теплозащитные покрытия на основе нитридов кремния–алюминия широко применяются в газотурбинных двигателях для снижения воздействия высокой температуры на основные узлы камеры сгорания, сопловых и рабочих лопаток турбины и т.д. [1,2]. Существенное различие коэффициентов термического расширения керамического покрытия и металлической подложки, их упругих характеристик, и др. обуславливает развитие сильных термических, механических, фазовых напряжений в теплозащитных покрытиях в процессе эксплуатации изделий. Релаксация этих напряжений может вызывать интенсивное растрескивание керамических покрытий с последующим их скалыванием. Поэтому одним из основных параметров, определяющих надежность и долговечность теплозащитных покрытий, является их адгезия к металлической подложке.

Перспективным направлением повышения адгезионной прочности теплозащитных покрытий является предварительное наноструктурирование металлической подложки, обеспечивающее наилучшее согласование кристаллических решеток сопрягающихся материалов, а также их механических свойств. Ранее было показано, что бомбардировка медной подложки низкоэнергетическими пучками ионов металлов приводит к существенному увеличению адгезии и измельчению структуры теплозащитных покрытий Si–Al–N [3]. Поскольку ионно-пучковая обработка не только формирует нанокристаллическую структуру в поверхностных слоях подложки, но и изменяет их фазовый состав, то представляет интерес выявить роль каждого из этих факторов в отдельности. Согласно [4], ультразвуковая ударная обработка также является эффективным методом измельчения зеренной структуры материалов до нанометровых размеров, который, однако, не сопровождается фазовыми превращениями. В связи с этим, в настоящей работе изучены микроструктура, механи-

ческие свойства и адгезионная прочность теплозащитных покрытий Si–Al–N, нанесенных на подложку Cu, наноструктурированную двумя различными методами: бомбардировкой пучками ионов Zr^{+} и ультразвуковой обработкой.

Для оценки адгезионной прочности на границе раздела между покрытием и подложкой используются различные методы, такие как трех- [5] или четырехточечный [6] изгиб, скотч-тест [7], скретч-тест [8] и наноиндентирование [5,9,10]. Однако испытания на изгиб не позволяют количественно охарактеризовать прочность границы раздела покрытие–подложка. Методы, связанные с внедрением наноиндентора, во многих случаях также не дают возможность корректно измерить данную величину, поскольку предел текучести металлических подложек может быть ниже, чем предельная сдвиговая прочность границы раздела. В работах [6,11–14] предложен и развит простой и надежный метод оценки предельной сдвиговой прочности границы раздела покрытие–подложка с помощью одноосного растяжения посредством измерения расстояния между соседними трещинами в покрытии. На основе данного подхода в работе исследованы влияние наноструктурирования подложки Cu на адгезионную прочность теплозащитных покрытий Si–Al–N, а также механизмы их разрушения при одноосном растяжении.

1. Методика эксперимента

В качестве материала для подложек использовали медь марки М1 (99,94% Cu), находящуюся в состоянии поставки. Образцы были изготовлены в форме двусторонней лопатки с размерами рабочей части $30 \times 5 \times 1$ мм. Перед нанесением покрытия часть подложек подвергали ультразвуковому воздействию, а часть — бомбардировке пучком ионов Zr^{+} . Ультразвуковую обработку (УЗО) выполняли путем возбуждения

Средний размер зерна (d), твердость (H) и модуль Юнга (E) поверхностных слоев подложек Cu и покрытий Si–Al–N

	Исходная подложка Cu	Подложка Cu после УЗО	Подложка Cu после ионной бомбардировки	Покрытие Si–Al–N		
				на исходной подложке	на подложке после УЗО	на подложке после ионной бомбардировки
d , nm	15 000	5 000(20)	50	300(30)	20	50
H , GPa	0.9	1.4	6.7	8.8	16.1	11.5
E , GPa	130	110	140	132	172	140

в обрабатывающем инструменте ультразвуковых колебаний. Обрабатывающим инструментом являлся стержень из твердого сплава ВК (карбид вольфрама) диаметром 5 mm со сферическим закруглением на конце. Амплитуда и частота колебаний рабочей поверхности стержня составляли 15–20 μm и 24 kHz соответственно. Деформирующий инструмент прижимали к поверхности обрабатываемой пластины со статической нагрузкой 70–80 N. Обработку подложек Cu непрерывным потоком ионов Zr^+ выполняли с помощью вакуумно-дугового импульсного ионного источника при потенциале смещения на подложке –900 V и токе дугового разряда 60 A. Время обработки составляло 3 min.

Покрытия Si–Al–N наносили методом магнетронного распыления мишени из сплава SiAl (90 at.% Si и 10 at.% Al) в реактивной среде из смеси газов аргона и азота при температуре 350–450°C. Толщина покрытий составляла 3.5 μm . Методика нанесения исследуемых покрытий подробно описана в [3].

Микроструктуру и фазовый состав покрытий Si–Al–N исследовали методом рентгеновской дифракции на дифрактометре „ДРОН-7“ с использованием $\text{CoK}\alpha$ -излучения. Элементный состав покрытий определяли методом рентгеновского микроанализа на растровом электронном микроскопе „EVO 50“ фирмы Carl Zeiss с помощью детектора „INCA X-act“ фирмы Oxford Instruments. Измерение твердости и модуля упругости покрытий Si–Al–N и модифицированных поверхностных слоев медной подложки выполняли на нанотвердомере „NanoTest“ с использованием пирамидки Берковича. Зависимость глубины проникновения от приложенной силы анализировали по методу Оливера и Фарра [15].

Одноосное статическое растяжение образцов проводили на испытательной машине „INSTRON“ при комнатной температуре со скоростью нагружения 0.3 mm/min. Изменение рельефа на лицевой поверхности композиций покрытие–подложка изучали с помощью оптического микроскопа „Zeiss Axiovert 25“, оптического профилометра „New View 600“, растрового электронного микроскопа (РЭМ) „EVO 50“, а также атомно-силового микроскопа (АСМ) „Solver HV“, работающего в контактном режиме.

2. Экспериментальные данные

2.1. Влияние наноструктурирования подложки Cu на микроструктуру, фазовый состав и механические характеристики покрытий Si–Al–N

Под действием твердосплавного стержня, колеблющегося с ультразвуковой частотой, происходит интенсивная пластическая деформация поверхностных слоев подложки Cu, которая сопровождается существенным измельчением ее зеренной (до 5 μm) и субзеренной структуры (до 0.1–0.25 μm), а также увеличением плотности дислокаций. При этом твердость наноструктурированного поверхностного слоя возрастает в 1.5 раза по сравнению с исходной (необработанной) подложкой Cu (см. таблицу). Одновременно наблюдается снижение модуля Юнга, что, по-видимому, связано с интенсивным образованием вакансионных дефектов [16].

В результате ионной бомбардировки поверхностных слоев меди происходит их интенсивное насыщение цирконием. Энергодисперсионный микроанализ показал, что содержание Cu и Zr в поверхностном слое образца глубиной 1 μm составляет 80 и 20 at.% соответственно. На поверхности подложки формируется однородная зеренная структура со средним латеральным размером зерен 30–50 nm. Изменение структуры и химического состава поверхностного слоя подложки Cu сопровождается более существенным увеличением его твердости по сравнению с УЗО (таблица).

Наноструктурирование поверхностного слоя подложки Cu оказывает существенное влияние на морфологию поверхности покрытий Si–Al–N. Покрытия Si–Al–N, нанесенные на исходную (необработанную) подложку Cu, имеют многоуровневый характер: зерна со средним размером 300 nm состоят из более мелких кристаллитов (см. рис. 1, *a, b* и таблицу). В результате УЗО подложки покрытие оказывается более однородным со средним размером зерна 20 nm (рис. 1, *c*). После бомбардировки подложки ионами Zr^+ размеры зерен в покрытии Si–Al–N составляют 50 nm (рис. 1, *d*).

Методом рентгеновской дифракции установлено, что основными фазами в покрытии Si–Al–N, нанесенном на исходную подложку и подвергнутую УЗО, являются Si_3N_4 и AlN с гранецентрированной плотноупакованной

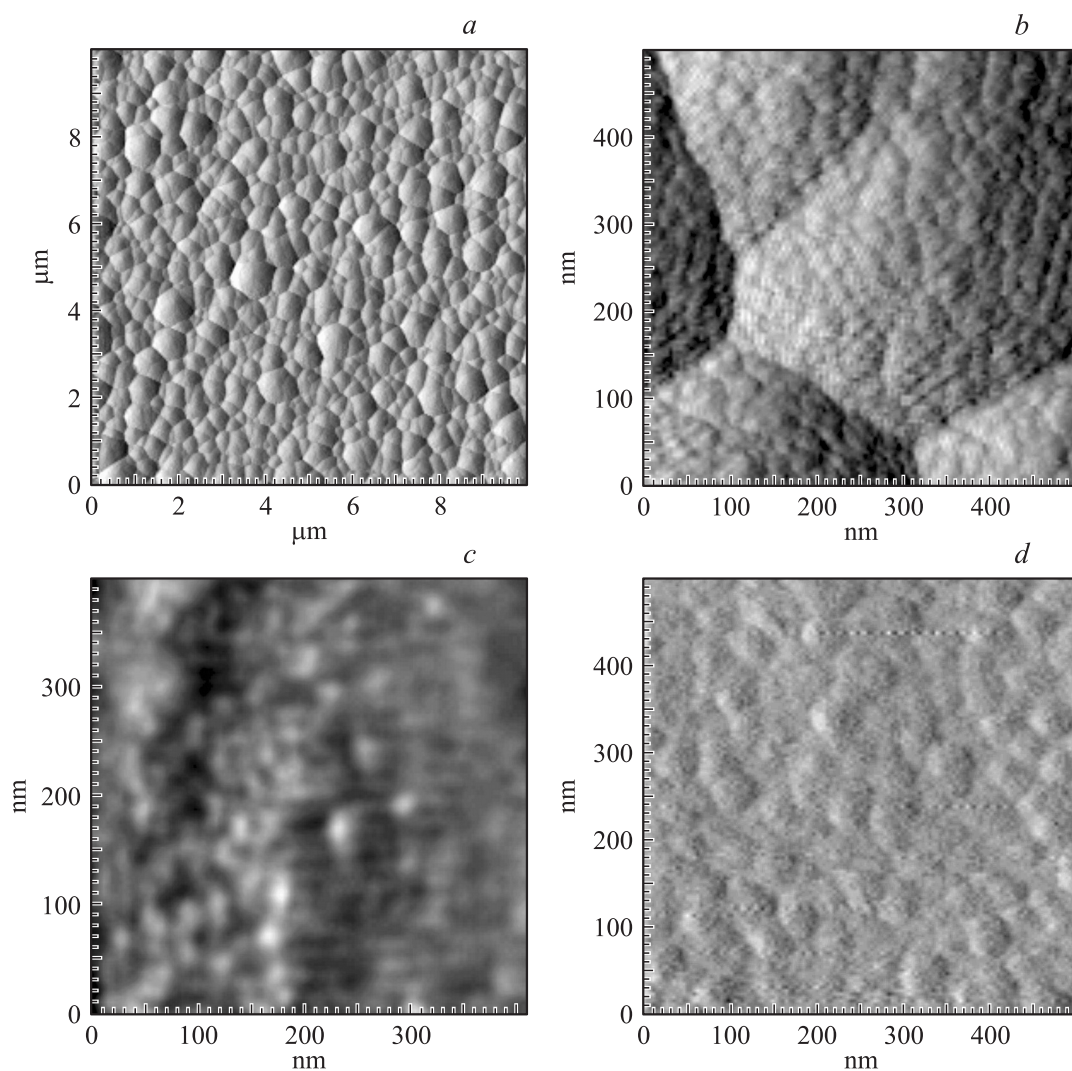


Рис. 1. АСМ-изображения покрытий Si–Al–N, нанесенных на исходную подложку Cu (*a, b*), а также подложки Cu, подвергнутые УЗО (*c*) и бомбардировке ионами Zr⁺ (*d*).

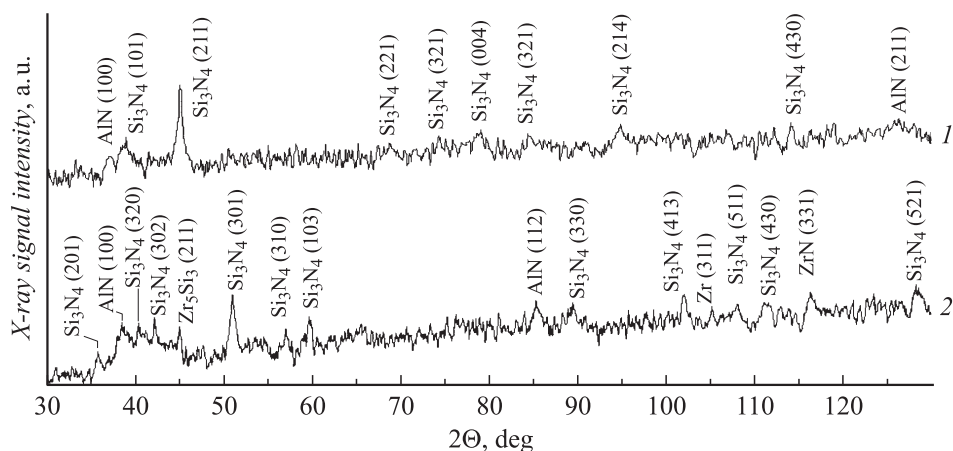


Рис. 2. Дифрактограммы покрытий Si–Al–N, осажденных на исходную медную подложку (*1*) и наноструктурированную пучком ионов Zr⁺ (*2*).

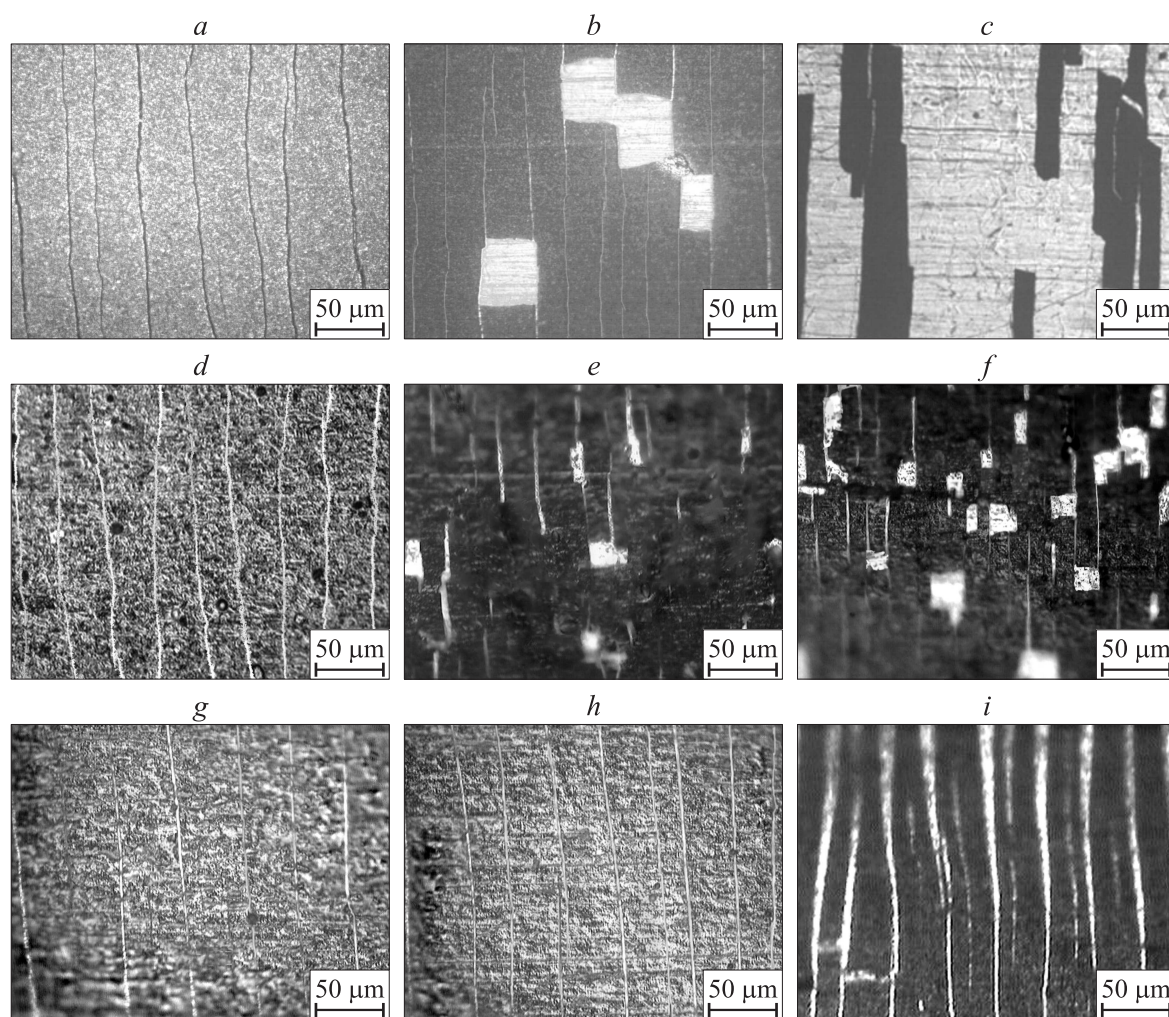


Рис. 3. Оптические изображения покрытий Si–Al–N, нанесенных на исходную подложку Cu (*a–c*) и подложки Cu, подвергнутые УЗО (*d–f*) и ионной бомбардировке (*g–i*); одноосное растяжение, $\varepsilon = 2$ (*a, d, g*), 5 (*b, e, h*) и 20% (*c, f, i*).

решеткой (рис. 2). В то же время, на рентгенограммах покрытия Si–Al–N, осажденного на подложку, подвергнутую ионной бомбардировке, фиксируются пики циркония, который находится как в свободном состоянии, так и образует нитриды и силициды.

2.2. Разрушение покрытий Si–Al–N при одноосном растяжении

Независимо от состояния поверхностного слоя подложки Cu, в процессе одноосного растяжения имеет место квазипериодическое поперечное растрескивание покрытий Si–Al–N (рис. 3). Растрескивание начинается при степени деформации подложки $\varepsilon \approx 1.8\%$ с внезапного появления на поверхности образцов большого числа трещин. При последующем нагружении число трещин на единицу длины образца быстро увеличивается (рис. 4), причем зарождение и рост новых трещин происходит приблизительно в середине фрагментов, расположенных

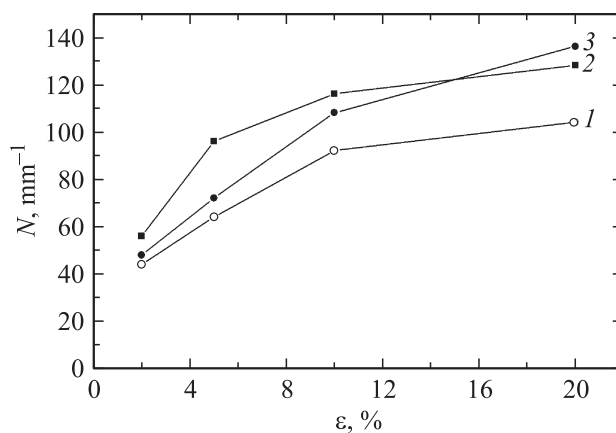


Рис. 4. Зависимость числа трещин в покрытии на единицу длины образца от степени деформации покрытий Si–Al–N, нанесенных на исходную подложку Cu (1), а также подложки Cu, подвергнутые УЗО (2) и ионной бомбардировке (3).

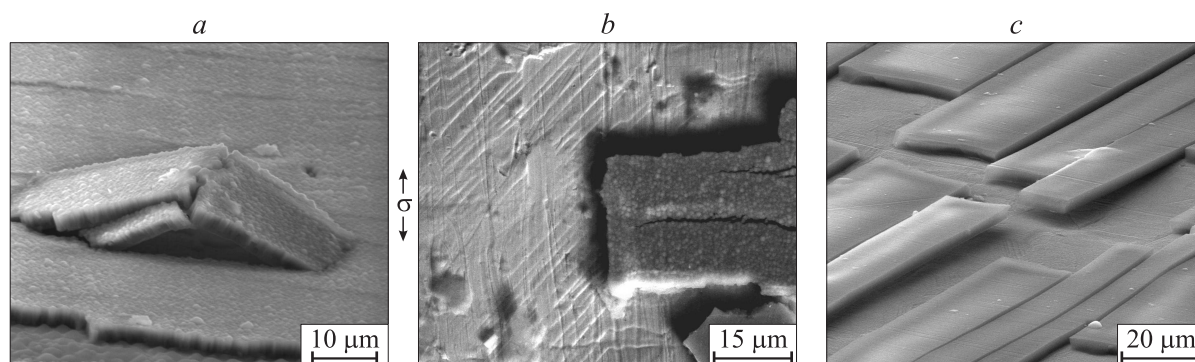


Рис. 5. Коробление (*a*) и скалывание (*b, c*) покрытий Si–Al–N, нанесенных на исходную подложку Cu; одноосное растяжение, $\varepsilon = 5$ (*a*), 6 (*b*) и 8% (*c*); растровая электронная микроскопия.

между уже существующими трещинами. После деформации $\sim 10\%$ наступает стадия насыщения, на которой новые трещины в покрытиях почти не образуются. На данной стадии минимальное расстояние между соседними трещинами у покрытий, нанесенных на исходную подложку, а также на подложки, подвергнутые УЗО и ионной бомбардировке, составляет 16, 8 и $5\ \mu\text{m}$ соответственно. Следует отметить, что на стадии насыщения у покрытий, нанесенных на подложку, подвергнутую ионной бомбардировке, наблюдается ярко выраженное раскрытие трещин (рис. 3, *i*).

Как видно из рис. 4, на начальной стадии растрескивания (до $\varepsilon \approx 5\%$) число трещин быстрее всего увеличивается у покрытий, нанесенных на подложку, подвергнутую УЗО. При дальнейшем растяжении скорость роста числа трещин с увеличением степени деформации у данных покрытий примерно совпадает с покрытиями, нанесенными на исходную подложку (рис. 4, кривые 1 и 2). В то же время, после деформации 10% наиболее быстрый рост плотности трещин наблюдается у покрытий, осажденных на подложку, обработанную ионным пучком (рис. 4, кривая 3).

При деформации 5% и более наблюдается отслоение и скалывание покрытий, нанесенных на исходную подложку Cu, которое происходит в два этапа. Первоначально, имеет место локальное коробление и скалывание квадратных фрагментов покрытия, обусловленное развитием полос скольжения в зернах подложки (рис. 3, *b* и рис. 5, *a, b*). На втором этапе на всей поверхности образца происходит отслоение покрытия в виде полос, ограниченных продольными и поперечными трещинами, за которым следует его почти полное скалывание (рис. 3, *c* и рис. 5, *c*).

Скалывание покрытий, нанесенных на подложку, подвергнутую УЗО, также начинается с локального коробления квадратных фрагментов и носит случайный характер (рис. 3, *e*). Однако количество сколов существенно меньше, чем в случае исходной подложки. При дальнейшем нагружении сколотые фрагменты располагаются друг относительно друга под углом 45° к оси растяжения

(рис. 3, *f* и 6, *a*). На данной стадии скалыванию квадратных фрагментов покрытия предшествует их разворот (рис. 6, *b*).

При растяжении покрытий Si–Al–N, осажденных на подложки меди, подвергнутые бомбардировке ионами циркония, их скалывания не происходит вплоть до полного разрушения медной подложки. В то же время, кроме поперечного растрескивания данных покрытий, при деформации 15% начинается формирование в них трещин под углом 45° к оси нагружения и смещение вдоль них фрагментов покрытия (рис. 7, *a, b*).

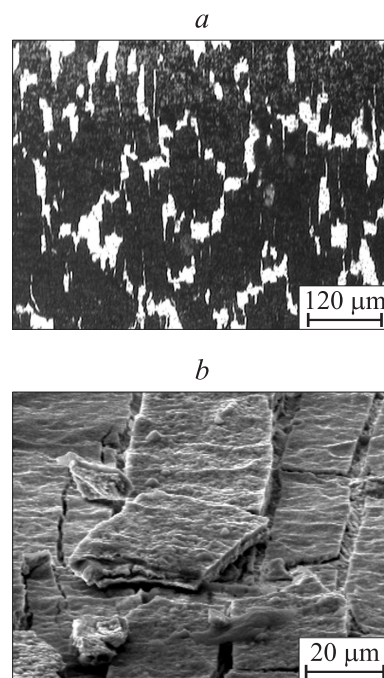


Рис. 6. Скалывание покрытий Si–Al–N, нанесенных на подложку Cu, подвергнутую УЗО, одноосное растяжение; $\varepsilon = 15\%$, оптическая (*a*) и растровая электронная микроскопия (*b*).

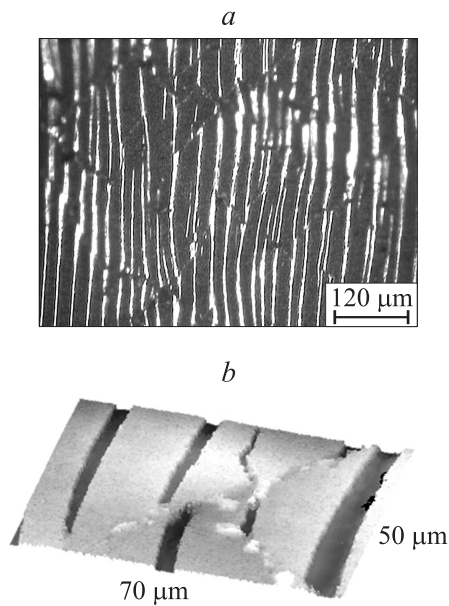


Рис. 7. Растрескивание покрытий Si–Al–N, нанесенных на подложку Cu, наноструктурированную пучком ионов Zr⁺; одноосное растяжение, $\varepsilon = 15\%$; оптическая микроскопия.

3. Обсуждение экспериментальных данных

Механическое поведение исследованных композиций керамика–металл зависит от характера деформации и прочностных характеристик покрытия Si–Al–N, подложки Cu, а также границы раздела между ними. В процессе одноосного растяжения вследствие жесткой связи между покрытием и подложкой, которая обуславливает необходимость совместности их деформаций, растягивающие напряжения переносятся от подложки к покрытию. При этом различие характеристик керамики и металла вызывает развитие сдвиговых напряжений на границе раздела покрытие–подложка. Если растягивающие напряжения, действующие в плоскости покрытия, превышают его предел прочности $\sigma_f = E\varepsilon_f$ (E — модуль упругости покрытия, ε_f — его предельная деформация), происходит разрушение покрытия посредством формирования поперечных трещин нормального отрыва. Если же сдвиговые напряжения становятся выше предельной сдвиговой прочности границы раздела, то вдоль нее образуются трещины сдвига.

Поскольку теплозащитные покрытия Si–Al–N, нанесенные на подложку Cu методом магнетронного напыления, обладают достаточно высокой адгезионной прочностью, их разрушение начинается с образования поперечных трещин. При дальнейшем растяжении деформация отдельных фрагментов покрытия, ограниченных соседними трещинами, происходит независимо друг от друга. Напряжения внутри каждого фрагмента являются неоднородными вследствие образования свободных краев покрытия в местах трещин. Растягивающие на-

пряжения в плоскости покрытия достигают максимального значения в средней части фрагмента, а вблизи трещины быстро убывают до нуля [17]. Сдвиговые напряжения на границе раздела покрытие–подложка, напротив, равны нулю в центре фрагмента и постепенно увеличиваются к его краям, достигая максимума вблизи трещины [11,17]. С увеличением степени деформации конкуренция описанных выше механизмов разрушения в системе покрытие–подложка приводит либо к формированию в покрытии вторичных трещин нормального отрыва, либо к образованию сдвиговых трещин на границе раздела.

Новая поперечная трещина появляется только после того, как максимальное значение растягивающих напряжений во фрагменте покрытия становится выше предела его прочности. Скорость возникновения новых трещин определяется жесткостью покрытия. У более жестких покрытий предел прочности достигается в результате меньшей деформации. Поэтому на начальной стадии растрескивания (до $\varepsilon = 5\%$) плотность трещин растет быстрее всего у покрытий Si–Al–N, нанесенных на подложку Cu подвергнутую УЗО, которые характеризуются максимальным модулем упругости (см. рис. 4).

Поскольку поперечное растрескивание эффективно релаксирует растягивающие напряжения в покрытии, то с уменьшением расстояния между соседними трещинами требуется все большее приращение деформации для превышения предела прочности покрытия. Это приводит к снижению скорости появления новых поперечных трещин (на рис. 4 величина N стремится к насыщению) и росту сдвиговых напряжений на границе раздела покрытие–подложка. Поэтому поперечное растрескивание продолжается только в случае, когда покрытие обладает хорошей адгезией к подложке. В противном случае, релаксация сдвиговых напряжений приводит к возникновению трещин сдвига по краям фрагментов. Последнее обуславливает релаксацию растягивающих напряжений в покрытии и препятствует образованию новых поперечных трещин. Таким образом, тот факт, что при деформации выше 5%, наиболее быстрый рост плотности трещин наблюдается у покрытий Si–Al–N, нанесенных на подложку, подвергнутую ионной бомбардировке, указывает на то, что они обладают самой высокой адгезией к подложке.

Для оценки влияния наноструктурирования поверхностных слоев подложки Cu на величину предельной сдвиговой прочности границы раздела покрытие–подложка был использован метод, предложенный в работе [11]. Из уравнения равновесия сил следует, что предел прочности покрытия при растяжении σ_f связан с предельной сдвиговой прочностью границы раздела τ_f следующим образом [11]:

$$\tau_f = \frac{\pi h}{\lambda_{\max}} \sigma_f, \quad (1)$$

где h — толщина покрытия, λ_{\max} — максимальное расстояние между соседними трещинами на стадии на-

гружения, когда плотность распределения трещин стремится к насыщению. Позднее, вместо максимального расстояния между трещинами для оценки предельной сдвиговой прочности границы раздела было предложено использовать минимальное расстояние между ними [13]. Этот параметр легче определить, поскольку для того, чтобы найти максимальное расстояние между трещинами, нужно изучить достаточно большое число трещин на стадии насыщения. В то же время, минимальное расстояние между трещинами легко определяется, если новая трещина расположена точно посередине между двумя первыми, возникшими ранее, т. е. $\lambda_{\min} = 1/2\lambda_{\max}$. Таким образом, соотношение (1) переписывается в виде [13]:

$$\tau_f = \frac{2\pi h}{\lambda_{\min}} \sigma_f. \quad (2)$$

Следует отметить, что если в покрытии присутствуют остаточные напряжения σ_R , то определяемое из эксперимента значение предела прочности покрытия σ_f^{exp} , соответствующее деформации, при которой начинается его растрескивание, не совпадает с реальным пределом прочности σ_f . С учетом остаточных напряжений σ_f определяется как

$$\sigma_f = \sigma_f^{\text{exp}} + \sigma_R, \quad (3)$$

и данное выражение необходимо использовать для получения корректных оценок τ_f .

Поскольку исследуемые покрытия Si–Al–N наносились при температуре 350–450°C, то вследствие различия коэффициентов термического расширения покрытия ($\alpha_{\text{AlN}} = 4.6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ и $\alpha_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 3.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) и подложки Cu ($\alpha_{\text{Cu}} = 16.5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), после остывания в них развиваются остаточные сжимающие напряжения. По данным рентгеновской дифракции, их величина изменяется от 1.7 GPa у покрытий, нанесенных на исходную подложку, до 2.2 GPa в покрытиях на подложке, обработанной ионным пучком. Таким образом, из выражений (2) и (3) получаем, что минимальная предельная сдвиговая прочность границы раздела покрытие–подложка имеет место в случае покрытий на исходной подложке и равна 230 МПа. В свою очередь, максимальным значением $\tau_f = 350$ МПа обладают покрытия, нанесенные на подложку Cu, подвергнутую ионной бомбардировке.

Величина предельной сдвиговой прочности границы раздела определяет характер не только растрескивания, но и последующего скалывания керамических покрытий. В случае покрытий, нанесенных на исходную подложку Cu, процесс их скалывания в значительной мере определяется пластической деформацией подложки Cu, которая развивается путем скольжения дислокаций в отдельных зернах. В результате выхода полос скольжения на границе раздела покрытие–подложка возникают неровности, которые способствуют ослаблению связи между ними. Поскольку растяжение металлической подложки сопровождается ее сужением, то это приводит к

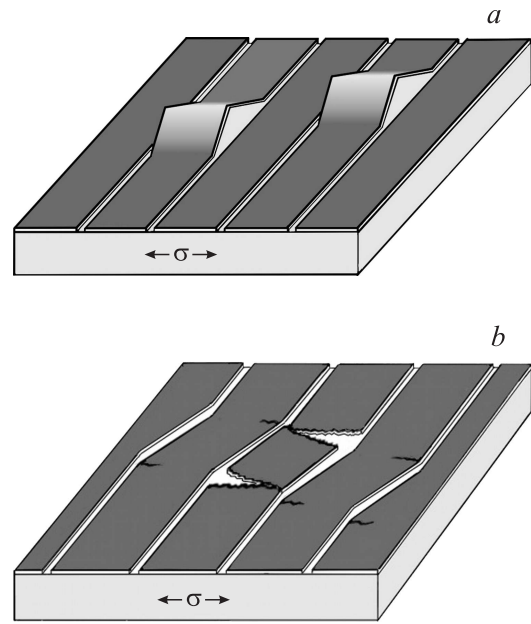


Рис. 8. Схемы коробления (а) и разворота (б) квадратных фрагментов покрытия при одноосном растяжении.

сжатию покрытия в поперечном направлении. В условиях сжатия неплоскостность границы раздела в местах полос скольжения обуславливает возникновение локальных растягивающих напряжений, нормальных к границе раздела. Их релаксация может приводить к отслоению покрытия от подложки с образованием полостей на границе раздела. Дальнейшее сжатие покрытия в поперечном направлении вызывает коробление (рис. 8, а) и скалывание отслоившихся фрагментов покрытия Si–Al–N, размеры которых сопоставимы со средним размером зерна в подложке Cu.

Скалывание квадратных фрагментов приводит к тому, что теплозащитное покрытие превращается в систему прямоугольных полос, ограниченных поперечными и продольными трещинами. Края каждой полосы покрытия, за исключением внешних краев образца, где сдвиговые напряжения частично релаксируют за счет упругой деформации подложки, представляют собой мощные концентраторы сдвиговых напряжений [18]. Релаксация данных напряжений, которые вызваны либо продольным растяжением покрытия, либо его поперечным сжатием, приводит к распространению трещины по границе раздела покрытие–подложка от края полосы к ее центру. В результате имеет место повсеместное отслаивание прямоугольных полос покрытия, их изгиб и скалывание.

Вследствие более высокой адгезии покрытий, нанесенных на подложку Cu, предварительно подвергнутые УЗО, их скалывание происходит при больших степенях деформации. В этом случае основной вклад в отслоение покрытий вносят сдвиговые напряжения в покрытии, вызванные суперпозицией растягивающих напряжений в направлении приложенной нагрузки и сжимающих

напряжений, ориентированных перпендикулярно оси нагружения. Сдвиги в покрытии, распространяющиеся примерно под углом 45° к оси растяжения, обуславливают изгиб полосы покрытия, ограниченной соседними поперечными трещинами (рис. 8, b). Релаксация напряжений в точках максимальной локальной кривизны на противоположных краях полосы приводит к возникновению двух симметричных продольных трещин и формированию квадратных фрагментов покрытия. В процессе дальнейшего нагружения происходит разворот этих фрагментов и их последующее скалывание с подложки. Данный механизм приводит к упорядоченному расположению сколотых фрагментов друг относительно друга под углом 45° к оси растяжения.

Так же как в случае УЗО, наноструктурирование пучком ионов Zr^+ подавляет скольжение дислокаций в зернах поверхностного слоя подложки Cu. Кроме того, адгезионная прочность покрытия Si–Al–N существенно возрастает вследствие взаимного перемешивания имплантированных атомов Zr и атомов Si, Al и N с образованием соединений типа Zr_5Si_3 и ZrN. В результате в данных покрытиях также реализуется сдвиговая деформация, обусловленная сочетанием продольного растяжения и поперечного сжатия. Однако в случае обработки подложки Cu потоком ионов Zr^+ , покрытие Si–Al–N обладает более низким пределом прочности, по сравнению с покрытием, нанесенным на подложку, подвергнутую ультразвуковой обработке, на что указывает его меньшая твердость. В результате вместо изгиба полосы покрытия с последующим образованием двух продольных трещин, развиваются сдвиговые трещины, направленные под углом 45° к оси растяжения. Поскольку сдвиговые напряжения в покрытии начинают превышать предел его прочности только на стадии существенного сужения образца (в области шейки), то сдвиговые трещины возникают существенно позже, чем поперечные трещины. В результате расстояние между соседними сдвиговыми трещинами оказывается существенно выше, чем при поперечном растрескивании.

Заключение

В работе исследовано влияние ультразвуковой и ионно-пучковой обработок подложки Cu на морфологию поверхности, фазовый состав и механические характеристики теплозащитных покрытий. Установлено, что минимальным размером зерна и максимальной твердостью обладают покрытия, нанесенные на подложку Cu, подвергнутую предварительной ультразвуковой обработке.

Показано, что наноструктурирование поверхностного слоя подложки Cu существенно повышает адгезионную прочность теплозащитных покрытий Si–Al–N. Максимальное значение предельной сдвиговой прочности границы раздела покрытие-подложка достигается в результате бомбардировки подложки низкоэнергетическими

пучками ионов Zr^+ за счет образования соединений типа Zr_5Si_3 и ZrN.

Скалывание покрытий Si–Al–N на необработанной подложке Cu при одноосном растяжении связано с развитием локальных растягивающих напряжений нормальных к границе раздела покрытие–подложка, возникающих вследствие поперечного сжатия. На первом этапе происходит локальное коробление и скалывание квадратных фрагментов покрытия, обусловленное развитием полос скольжения в зернах подложки. На втором этапе на всей поверхности образца происходит отслоение покрытия в виде полос, ограниченных продольными и поперечными трещинами, за которым следует повсеместное скалывание покрытия.

Наноструктурирование поверхностного слоя подложки Cu подавляет отслаивание теплозащитного покрытия Si–Al–N при механическом нагружении. В результате в данных покрытиях реализуется сдвиговая деформация, обусловленная сочетанием их продольного растяжения и поперечного сжатия. В случае УЗО релаксация сдвиговых напряжений приводит к скалыванию квадратных фрагментов покрытия, расположенных под углом 45° к оси растяжения. При растяжении покрытий Si–Al–N, осажженных на подложки меди, подвергнутые бомбардировке ионами циркония, релаксация сдвиговых напряжений вызывает лишь развитие трещин в покрытии под углом 45° к оси нагружения и смещение фрагментов покрытия в латеральной плоскости. При этом скалывание фрагментов покрытия не происходит вплоть до полного разрушения медной подложки.

Авторы статьи выражают признательность к.ф.-м.н. Ю.И. Почивалову за проведение УЗО подложек Cu, А.Р. Сунгатулину за нанесение покрытий Si–Al–N, а также к.ф.-м.н. М.В. Федорищевой и д.ф.-м.н. О.Б. Переваловой за рентгеноструктурные исследования покрытий.

Исследования покрытий Si–Al–N методами растровой электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа (микроскоп „EVO-50“), а также рентгеновской дифракции (дифрактометр „ДРОН-7“) проводились в ЦКП „Нанотех“ ИФПМ СО РАН.

Работа выполнена при финансовой поддержке СО РАН (проект III.20.1.1) и Госконтракта № 16.513.11.3030.

Список литературы

- [1] *Tamarin Y.* Protective Coatings for Turbine Blades. USA: ASM International, 2002. 300 p.
- [2] Новые технологические процессы и надежность ГТД. Вып. 7. Обеспечение прочностной надежности рабочих лопаток высокотемпературных турбин. / Научно-технический сборник под ред. Ю.А. Ножницкого и Р.И. Ткаченко. М.: ЦИАМ, 2008. 172 с.
- [3] *Панин В.Е., Сергеев В.П., Панин А.В.* Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий. Томск: Изд-во Том. политех. ун-та, 2008. 286 с.

- [4] *Алехин В.П., Алехин О.В.* // Деформация и разрушение материалов. 2008. № 9. С. 32–39.
- [5] *Muller D., Fromm E.* // Thin Solid Films. 1995. V. 270. N 1–2. P. 411–416.
- [6] *Hu M.S., Evans A.G.* // Acta Metall. 1989. Vol. 37. P. 917–925.
- [7] *Kim J., Kim K.S., Kim Y.H.* // J. Adhesion Sci. Technol. 1989. Vol. 3. N 1. P. 175–187.
- [8] *Bull S.J., Berasetegui E.G.* // Tribol. Int. 2006. Vol. 39. N 2. P. 99–114.
- [9] *Marshall D.B., Evans A.G.* // J. Appl. Phys. 1984. Vol. 56. P. 2632–2638.
- [10] *Volinsky A.A., Moody N.R., Gerberich W.W.* // Acta Mater. 2002. Vol. 50. P. 441–466.
- [11] *Agrawal D.C., Raj R.* // Acta Metall. 1989. Vol. 37. N. 4. P. 1265–1270.
- [12] *Agrawal D.C., Raj R.* // Mater. Sci. Eng. A. 1990. Vol. 126. P. 125–131.
- [13] *Chen B.F., Hwang J., Yu G.P., Huang J.H.* // Thin Solid Films. 1999. Vol. 352. P. 173–178.
- [14] *Ohmura T., Matsuoka S.* // Surf. Coat. Technol. 2003. Vol. 169–170. P. 728–731.
- [15] *Oliver W., Pharr G.* // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564–1583.
- [16] *Батурин А.А., Лотков А.И., Гришков В.Н.* // Вопросы материаловедения. 2008. Т. 53. № 1. С. 166–171.
- [17] *Xie C., Tong W.* // Acta Mater. 2005. Vol. 53. P. 477–485.
- [18] *Yu H., He M.Y., Hutchinson J.W.* // Acta Mater. 2001. Vol. 49. P. 93–107.