

06

Модификация структуры градиентных покрытий Ti–Al–Si–Cu–N при механических испытаниях

© С.В. Овчинников

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
634021 Томск, Россия
e-mail: ovm@spti.tsu.ru

Поступило в Редакцию 18 июня 2019 г.

В окончательной редакции 18 июня 2019 г.

Принято к публикации 12 ноября 2019 г.

С использованием темнопольного электронно-микроскопического метода анализа изгиба-кручения кристаллической решетки выполнено исследование структурного состояния в зонах индентирования и скрэтч-тестирования градиентных покрытий Ti–Al–Si–Cu–N. Установлено, что для модификации структуры покрытия значимы прочностные свойства подложки, определяющие степень пластической релаксации приложенной нагрузки. Для материала под вершиной индентора найдены увеличение изгиба кристаллической решетки относительно недеформированного состояния, неоднородность и анизотропия его значений относительно точки и оси приложения нагрузки. Показано формирование полос локализованной деформации, в которых наблюдается рост размеров кристаллов, уменьшение изгиба кристаллической решетки и остаточных локальных напряжений.

Ключевые слова: нанокристаллические покрытия, электронная микроскопия, наноиндентирование, скрэтч, изгиб кристаллической решетки.

DOI: 10.21883/JTF.2020.05.49184.245-19

Введение

Необходимое для условий эксплуатации и обеспечивающее долговечность изделий с покрытиями сочетание прочности и пластичности композиции покрытие–подложка может быть получено на основе результатов исследований особенностей и механизмов модификации их структуры в различных условиях специфического механического нагружения. В целом такие исследования позволяют установить значение параметров дефектной субструктуры и физико-механических характеристик фаз для особенностей (интенсивность, локализация, природа носителей) пластического сдвига и разрушения.

Наиболее сложно, но информативно получение таких данных при изучении неравновесных многоэлементных нанокompозитных покрытий с градиентной (градиентно-слоистой) структурой, поэтому представляется целесообразным использовать модельные испытания, такие как индентирования или скрэтч-тестирование, поскольку они имеют широкий диапазон изменения параметров, в определенной степени соответствуют условиям эксплуатации (в частности, износостойких покрытий). Для них выполнены расчеты величин полей напряжений и деформаций [1,2], позволяющие оценивать как условия формирования дефектных структур различного типа, так и сделанные при этих расчетах приближения.

В этой связи необходимо отметить, что большинство экспериментальных работ, например [3,4], в которых рассмотрены деформация и разрушение покрытий, выполнены на покрытиях со столбчатой и/или слоистой структурой, а полученные в них данные о модифи-

кации дефектной микроструктуры немногочисленны и противоречивы. Последнее связано с отсутствием экспериментальных доказательств реализации определенных микроструктурных механизмов деформации. В частности, в большинстве известных работ, например [4–6], утверждается, что действие дислокационных механизмов деформации, выраженное в изменении плотности дислокаций, не обнаруживается. Но установленные явления пластической деформации при индентировании [4,7–10] (выдавливание материала по периферии отпечатка, образование полос сдвига под углом 45° к оси нагружения, фрагментация столбчатой структуры на разориентированные области, изгиб материала в области отпечатка) могут быть интерпретированы в рамках различных дислокационных моделей [4,7].

Эти данные, а также [9,11] для столбчатых кристаллов и слоистых структур, свидетельствуют о развитии при механическом нагружении покрытий ротационных мод деформации, структурные механизмы которых в покрытиях экспериментально не определены. Кроме того, для слоистых структур с различными свойствами образующих слоев обнаруживается при индентации формирование полос локализованного сдвига [7,12], дефектная микроструктура и механизмы формирования которых остаются невыясненными.

Практически неизученными для нанокompозитной структуры остаются микроструктурные особенности деформации, ее неоднородность в различных участках и особенности структурных изменений в отдельных нанокристаллах при отмеченных выше тестах механических испытаний. Проблемы определения указанных изменений обусловлены гетерофазностью, высокой плотностью

дефектов кристаллического строения, многообразием, взаимовлиянием механизмов релаксации напряжений, что требует методов анализа структуры с высоким разрешением и определением локальных деформаций и напряжений.

В этой связи в настоящей работе ставилась задача получения на основе методики электронно-микроскопического темнопольного анализа количественных оценок изменения ориентации кристаллической решетки, позволяющих характеризовать специфику деформационного (развитие ротационных мод) и упруго-напряженного состояний в отдельных нанокристаллах и полосах локализованной деформации при индентировании и скрэтч-тестировании градиентных по составу нанокристаллических покрытий Ti–Al–Si–Cu–N.

1. Экспериментальная методика

Покрытия получены реактивным магнетронным распылением мишеней Ti (сплав VT1-0), сплава Al₆₀Si₄₀ и меди технической чистоты в среде аргона и азота (соотношение их скоростей натекания 3:1 соответственно) в условиях ассистирования двух источников газовой плазмы на подложки из сплава T15K6 и молибдена при их планетарном вращении со скоростью 12 грм. Перед осаждением подложки были механически полированы с последующей ультразвуковой очисткой в этиловом спирте. Далее последовательно проводились: очистка и нагрев поверхности подложки ионами аргона при потенциале смещения $U_s = -350$ В; осаждение подслоя титана и его азотирование в разряде азота при отрицательном смещении на подложке 6 кВ.

Осаждение покрытий выполняли при импульсном (частота и длительность импульсов 10 кГц и 50 мкс соответственно) потенциале смещения $U_s = -200$ В и температуре подложки ~ 425 К. Для получения покрытий с градиентом концентрации меди по толщине мощность распыления медной мишени изменяли в диапазоне 0.1–0.35 кВт при неизменных мощностях распыления мишеней титана (2.4 кВт) и сплава Al₆₀Si₄₀ (0.7 кВт). Толщина покрытия вместе с подслоем составила ~ 2.4 мкм [13].

Микрорентгеноспектральный анализ элементного состава и структурные исследования покрытий выполнены методами электронно-микроскопического (на просвет и отражение) анализа с использованием микроскопов Quanta 200-3D, Philips CM-12, JEM- 2100. Нанотвердость покрытий измерена по методике Оливера и Фарра [14] с использованием прибора Настольная система индентирования (ТТХ ННТ²) в диапазоне нагрузок 10–400 мН и времени выдержки под нагрузкой 10 с, скрэтч-тесты покрытий выполнены на приборе Revetest-RST индентором Роквелл С диаметром 200 мкм в диапазоне нагрузок до 80 Н, длине царапины 3.5 мм и скорости нагружения ~ 45 Н/мин.

2. Результаты и обсуждение

Подробно структура градиентных покрытий системы Ti–Al–Si–Cu–N после осаждения рассмотрена в [13], поэтому мы ограничимся кратким изложением данных результатов. Показано [13], что нанокристаллические покрытия Ti–Al–Si–Cu–N с градиентом концентрации меди по толщине имеют однофазную ГЦК-структуру легированного нитрида титана TiN, практически неизменные размеры кристаллов при их среднем значении ~ 7 нм. Определены концентрации элементов (Al $\sim 17\%$, Si $\sim 9\%$, Cu — рост до $\sim 13\%$ (at.%) вблизи поверхности покрытия), немонотонное поведение величины периода решетки легированного нитрида (с амплитудой изменения до 5%) и рост изгиба-кручения кристаллической решетки в нанокристаллах до значений порядка $400^\circ \mu\text{m}^{-1}$ с увеличением концентрации меди к поверхности покрытия.

Выполненные исследования особенностей модификации структуры данных покрытий в зонах механических испытаний (индентирования и скрэтч-тестирования) показывают, что при нагружении покрытий на мягких подложках из молибдена их поведение исключительно хрупкое, т.е. формоизменение покрытия обеспечивается генерацией трещин (радиальных, наклонных) как в самом покрытии, так и на границе его раздела с подложкой (рис. 1, а). При этом электронно-микроскопически не обнаруживается изменений как размеров и формы кристаллов (рис. 1, б), так и изгиба-кручения кристаллической решетки в них, поэтому можно предполагать, что разрушение покрытия на мягкой подложке носит интеркристаллитный характер, что обусловлено, с одной стороны, низкой адгезионной прочностью матричной фазы и ограничивающих рост кристаллов зернограницных фаз при синтезе покрытий в неоптимальных условиях [15], а с другой — высокой сдвиговой прочностью объема кристаллов ввиду их наноразмерности, высокого изгиба-кручения кристаллической решетки и твердорастворного упрочнения.

Эффекты структурной релаксации напряжений нагружения качественно иные для покрытий на твердом сплаве. В этом случае обнаруживается рост размеров и изменение формы кристаллов покрытия в отдельных участках, которые в этой связи необходимо считать областями локализованной деформации (ОЛД). Формирование ОЛД наблюдается главным образом вблизи границы сопряжения покрытие–подложка в участках развития трещин в покрытии и подложке при скрэтч (рис. 2, а), либо в области продавливания покрытия в подложку при индентировании. В первом случае формирование ОЛД связано также с генерацией многих мелких трещин в покрытии. Однако иногда при скрэтч-тестах ОЛД в форме полос проходят через все покрытие, начинаясь на особенностях рельефа поверхности нагружения (рис. 2, б) или на периферии контакта индентора (пирамиды Берковича) в области максимальных изгибающих и растягивающих напряжений при их концентрации за

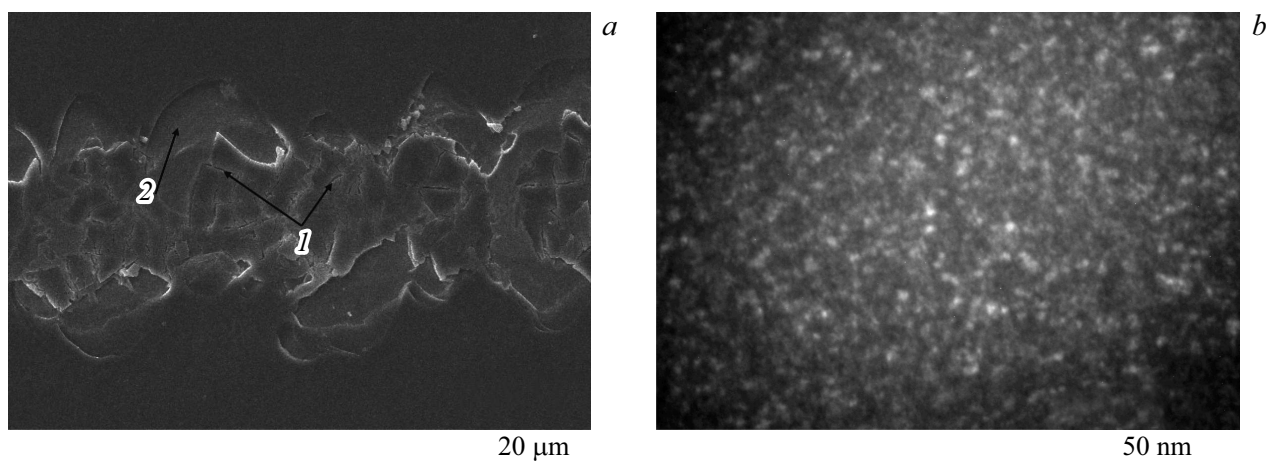


Рис. 1. Растровая электронная микроскопия поверхности скрэтч-трэка покрытия на молибдене (*a*), стрелками обозначено: *1* — трещины, *2* — участки отслоения покрытия от подложки и темнопольное электронно-микроскопическое изображение структуры покрытия в участке скрэтч-трэка (*b*), поперечное сечение.

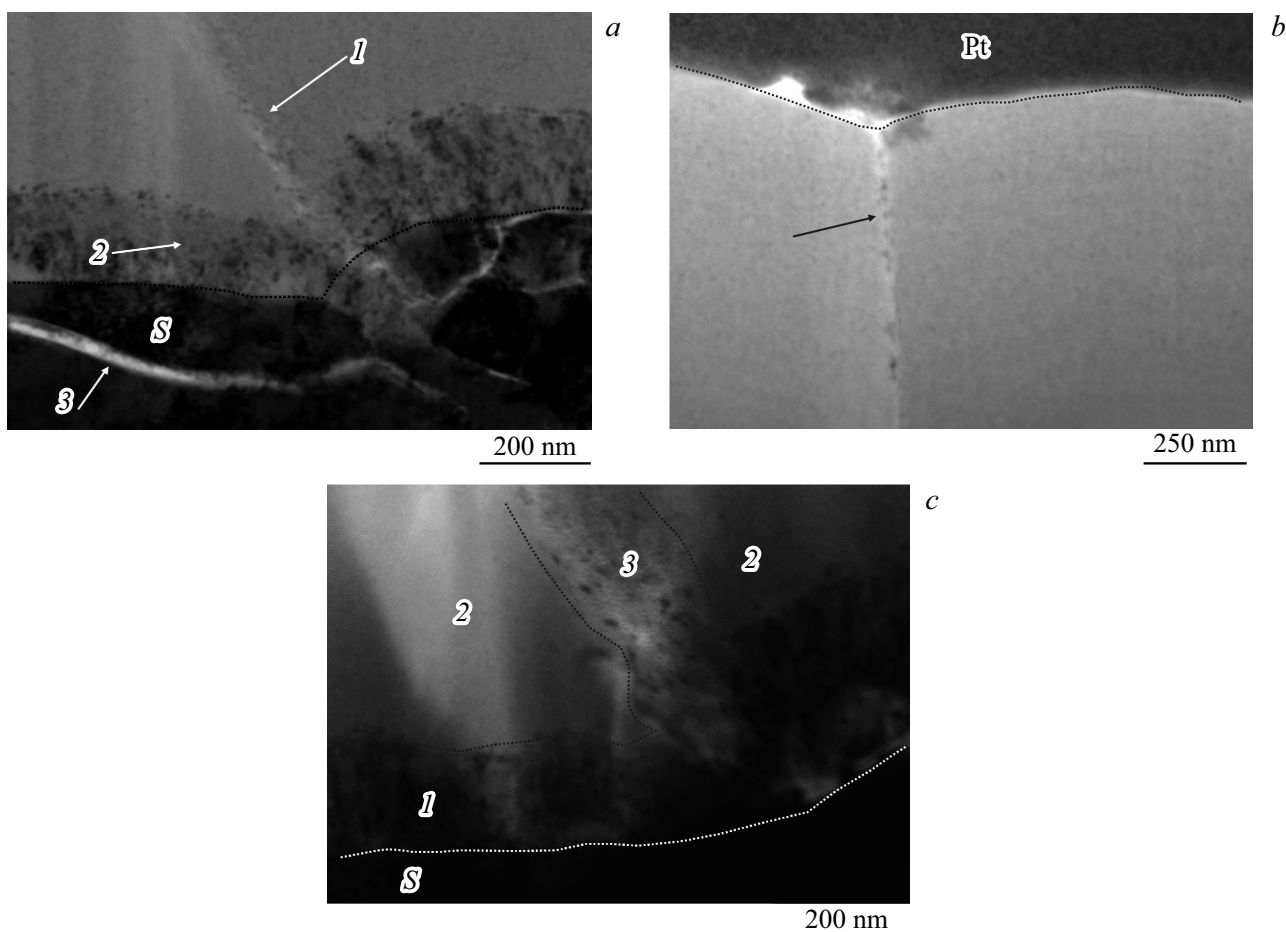


Рис. 2. Светлопольные изображения областей локализованной деформации; *a* — в участках скрэтч-теста, обозначено: *1* — область локализованной деформации в покрытии, *2* — подслой, *3* — трещины в подложке; *b* — полоса локализованной деформации (отмечена стрелкой) с поверхности покрытия в зоне скрэтч; *c* — полоса локализованной деформации при индентировании на границе раздела покрытие–подложка, обозначено: *1* — подслой, *2* — покрытие, *3* — полоса локализованной деформации, *S* — подложка.

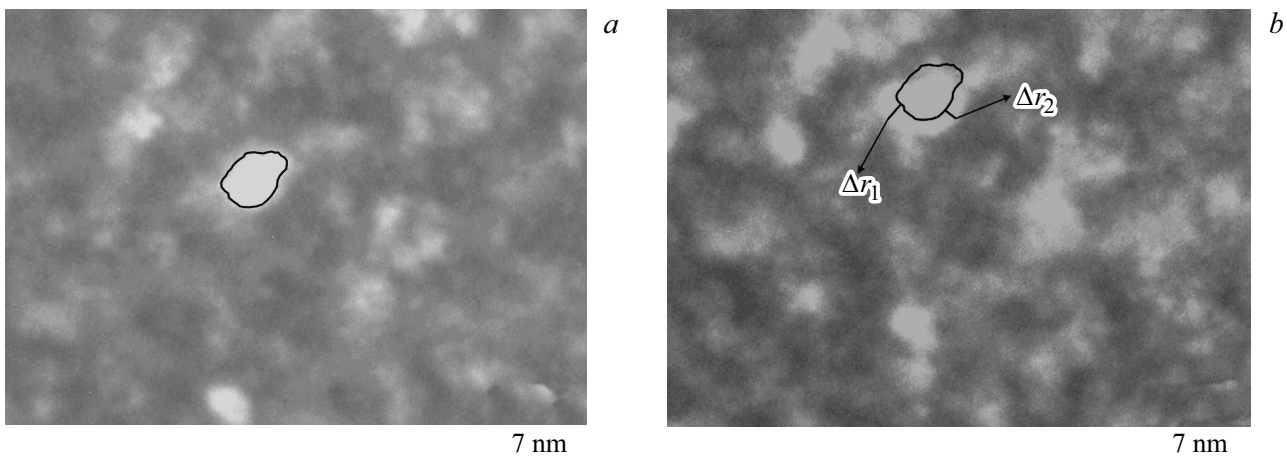


Рис. 3. Темнопольные электронно-микроскопические изображения структуры покрытия под вершиной индентора, иллюстрирующие смещения (Δr_1 и Δr_2) контура экстинкции при наклоне образца (исходное положение контура на *a* обведено, различие угла наклона для изображений *a* и *b* составляет 0.4°).

счет потери несущей способности нагрузки с противоположной стороны отпечатка ввиду образования трещин.

Как видно из сравнения рис. 2, *a* и *c*, ОЛД имеюткратно большие размеры при индентировании, что, вероятно, определяется большими контактными давлениями в этих тестах, тогда как при скрэтч их формирование связано с локализацией разрушения подложки или концентрацией напряжения и деформации на нагруженной поверхности. Таким образом, с нашей точки зрения, подобная картина возникновения ОЛД обусловлена формированием высоких напряжений в покрытии на твердой подложке при сохранении совместности их деформации, релаксации напряжений при достижении критических значений и возникновении пластической деформации (разрушении) подложки и покрытия.

Ясно, что геометрия индентора и величина нагрузки наряду с представленной выше макроскопической картиной совместного пластического формоизменения покрытия и подложки будут определять локальные характеристики упруго-напряженного и деформированного состояния кристаллов в различных участках покрытия. Рассмотрим отмеченные характеристики для отдельных нанокристаллов в ОЛД и участках под вершиной отпечатка с использованием возможностей темнопольного электронно-микроскопического анализа. Пример такого анализа для структуры под вершиной отпечатка представлен на рис. 3. Отмеченные на данном рисунке квазинепрерывные смещения (Δr_1 и Δr_2) контура экстинкции в различных направлениях показывают изгиб отражающих плоскостей, формально выражаемый компонентами тензора изгиба-кручения (χ_{ij}) кристаллической решетки из соотношения [16]:

$$\chi_{21} = \Delta\varphi \sin\beta / \Delta r, \quad (1)$$

где $\Delta\varphi$ — разность углов наклона гониометра, соответствующая смещению контура на величину Δr , β —

угол между проекцией оси наклона и направлением действующего отражения. Измеренные значения Δr_1 и Δr_2 составляют ~ 1.35 и 0.95 nm, а их подстановка в (1) при $\Delta\varphi \approx 0.4^\circ$ и $\beta \sim 90^\circ$ дает $\chi_{21} \approx 295$ и $420^\circ/\mu\text{m}$ соответственно. Из большого (несколько десятков) числа подобных измерений были определены среднее значение $350^\circ/\mu\text{m}$ и диапазон изменений (110 – $600^\circ/\mu\text{m}$) величин изгиба-кручения решетки χ_{21} .

Необходимо отметить, что полученные значения характерны для материала вблизи (не более 100 nm) вершины отпечатка. Их сопоставление с аналогичными данными вне зоны деформации показывает более высокие (на $\sim 15\%$) величины, большую однородность значений изгиба кручения кристаллической решетки под вершиной, а также рост доли кристаллов с наибольшими ($\geq 400^\circ/\mu\text{m}$) значениями χ_{21} . Ввиду существенной анизотропии неоднородности полей напряжений и деформаций под вершиной индентора [1] было выполнено сравнение значений χ_{21} в направлении приложенной нагрузки и перпендикулярно к нему. Как оказалось, более высокие (в среднем $\sim 400^\circ/\mu\text{m}$) величины χ_{21} характерны для первого указанного направления.

Вместе с тем измерения показывают неоднородность значений изгиба-кручения кристаллической решетки в направлении действующей нагрузки — ближе к вершине (до 50 nm) его среднее значение составляет $\sim 290^\circ/\mu\text{m}$, тогда как в диапазоне 50 – 100 nm оно больше на $\sim 60\%$ с постепенным уменьшением до средних значений зоны индентации. Эти данные, очевидно, показывают, что в нанокристаллической структуре покрытия релаксация напряжений сжатия под вершиной зависит от расстояния, так что в слое вблизи вершины уровень локальных остаточных напряжений (пропорциональны изгибу-кручению кристаллической решетки) ниже, что должно повышать ресурс пластического формоизменения как

отдельных кристаллов, так и данного слоя в целом в соответствии с формой индентора.

Изменение упруго-напряженного состояния свидетельствует о модификации дефектной структуры объема или границ кристаллов, что может привести к изменению их размеров и формы. Оценка на основе обработки темнопольных изображений размеров кристаллов в различных направлениях показывает, что их среднее значение (~ 6 nm) примерно на четверть больше в перпендикулярном к оси нагрузки направлении при более низких значениях χ_{21} , чем приведенные выше для направления, параллельного оси нагрузки. Следовательно, в кристаллах под вершиной движение, перегруппировка дефектов приводит к относительному увеличению разориентаций (плотности дефектов ротационного типа) в направлении оси нагрузки относительно перпендикулярного оси направления. Такое распределение дефектов как увеличивает сопротивлению сжатия под вершиной, так и показывает пластичность в направлении сдвиговых напряжений, обеспечивающих выдавливание материала из-под вершины.

Ясно, что пластичность материала при индентировании будет определяться деформационным механизмом с наименьшей энергией (напряжениями) активации, а также невысоким уровнем упрочнения, что выражается в величине остаточных локальных напряжений. Оценка последних может быть сделана на основе результатов измерений перемещений контуров экстинкции и зависит от типа структурных дефектов, которые являются источниками данных напряжений.

Считается [17], что в нанокристаллических материалах при размерах кристаллов, менее критических, происходит изменение механизмов деформации с дислокационных на зернограничные, что обуславливает инверсию соотношения Холла–Петча. В нашем случае размеры кристаллов составляют, как правило, единицы нанометров, так что действие дислокационных механизмов деформации в них представляется маловероятным. В этой связи, а также ввиду сделанных оценок развития ротационных мод (изгиба кристаллической решетки) деформации, определим напряжения (σ) в отдельных нанокристаллах исходя из их дисклинационной природы из следующего соотношения [18]:

$$\sigma \approx G\Omega/2\pi(1 - \nu), \quad (2)$$

где G — модуль сдвига покрытия, равный $E/2(1 + \nu)$, Ω — вектор Франка дисклинации, равный $\chi_{21}d_{cr}$ (E — модуль Юнга, ≈ 300 GPa из измерений нанотвердости), d_{cr} — средний размер кристаллов в покрытии, ν — коэффициент Пуассона покрытий, принятый для оценки равным 0.23 [19]. Подставляя в эти выражения величины $d_{cr} \sim 4.5$ nm, $\chi_{21} \sim 400^\circ/\mu\text{m}$ получим значение $\sigma \approx E/350$, т.е. менее 1 GPa. Эти относительно невысокие значения показывают, что данный механизм деформации не приводит к росту напряжений внутри

кристаллов, а для величины твердости покрытия определяющее значения будут иметь напряжения реализации данного дисклинационного механизма деформации.

Иная, качественно и количественно, картина деформации (изгиба-кручения кристаллической решетки) и упруго-напряженного состояния должна быть в кристаллах ОЛД ввиду наличия выделенного направления сдвига, связанного с деформацией (разрушением) подложки. Фрагмент темнопольного анализа структуры кристаллов ОЛД представлен на рис. 4. Изображение ОЛД (рис. 2, *c*) показывает, что она имеет форму полосы шириной около 180 nm и длиной до 400 nm. На темнопольном изображении при более высоком увеличении видно (рис. 4, *a*), что полоса фрагментирована вытянутыми в направлении роста границами (обозначены стрелками 1) длиной до 40 nm с расстояниями между ними до 15 nm (среднее около 8 nm). Обнаруживаются в структуре и полосы, поперечные к направлению роста границы (стрелки 2 на рис. 4, *a*).

В объеме данной фрагментированной структуры сохраняются относительно невысокие значения компонент тензора изгиба-кручения решетки. Так, на рис. 4, *b, c* в кристалле, с контуром экстинкции обведенном темной линией, контур при наклоне на 0.35° смещается на расстояние Δr около 3.9 nm, что соответствует величине χ_{21} порядка $90^\circ/\mu\text{m}$. Большие значения изгиба-кручения кристаллической решетки обнаруживаются в кристалле на рис. 4, *d, e*. В этом случае при наклоне на 0.35° контур экстинкции смещается на ~ 2.2 nm (см. Δr на рис. 4, *e*), что связано с изгибом-кручением решетки величиной $\sim 160^\circ/\mu\text{m}$. Приведенные значения являются типичными и в 1.5–2 раза ниже, чем в недеформированном состоянии в нижней части покрытия.

Аналогичная представленной выше оценка величины упругих напряжений в ПЛД, выполненная с использованием средних значений размера кристаллов (8 nm) и изгиба-кручения кристаллической решетки ($165^\circ/\mu\text{m}$), приводит к значению $\sigma \approx E/470$. Таким образом, в сравнении со структурой под вершиной индентора в ПЛД остаточные напряжения меньше примерно на четверть, что отражает деформационный возврат структуры в этой области.

В целом при изучении структуры таких полос для обоих видов нагружения установлено, что, во-первых, полосы структурно-неоднородны и, в частности, в малых (< 5 nm) кристаллах изгибы на $\sim 20\%$ меньше, чем вне полосы локализованной деформации (ПЛД). Это означает, что росту кристаллов предшествует релаксация изгиба. Во-вторых, в зоне индентирования вне ПЛД изгиб кристаллической решетки примерно в 1.5 раза выше (до $300^\circ/\mu\text{m}$), чем вдали от этой зоны, поэтому можно предполагать, что релаксации изгиба с образованием ПЛД предшествует рост изгиба-кручения решетки. В-третьих, обнаруживается корреляция роста размеров кристаллов и уменьшения величины изгиба-кручения кристаллической решетки. Например, для аналогичных ПЛД при скрэтч, в которых рост размеров кристаллов

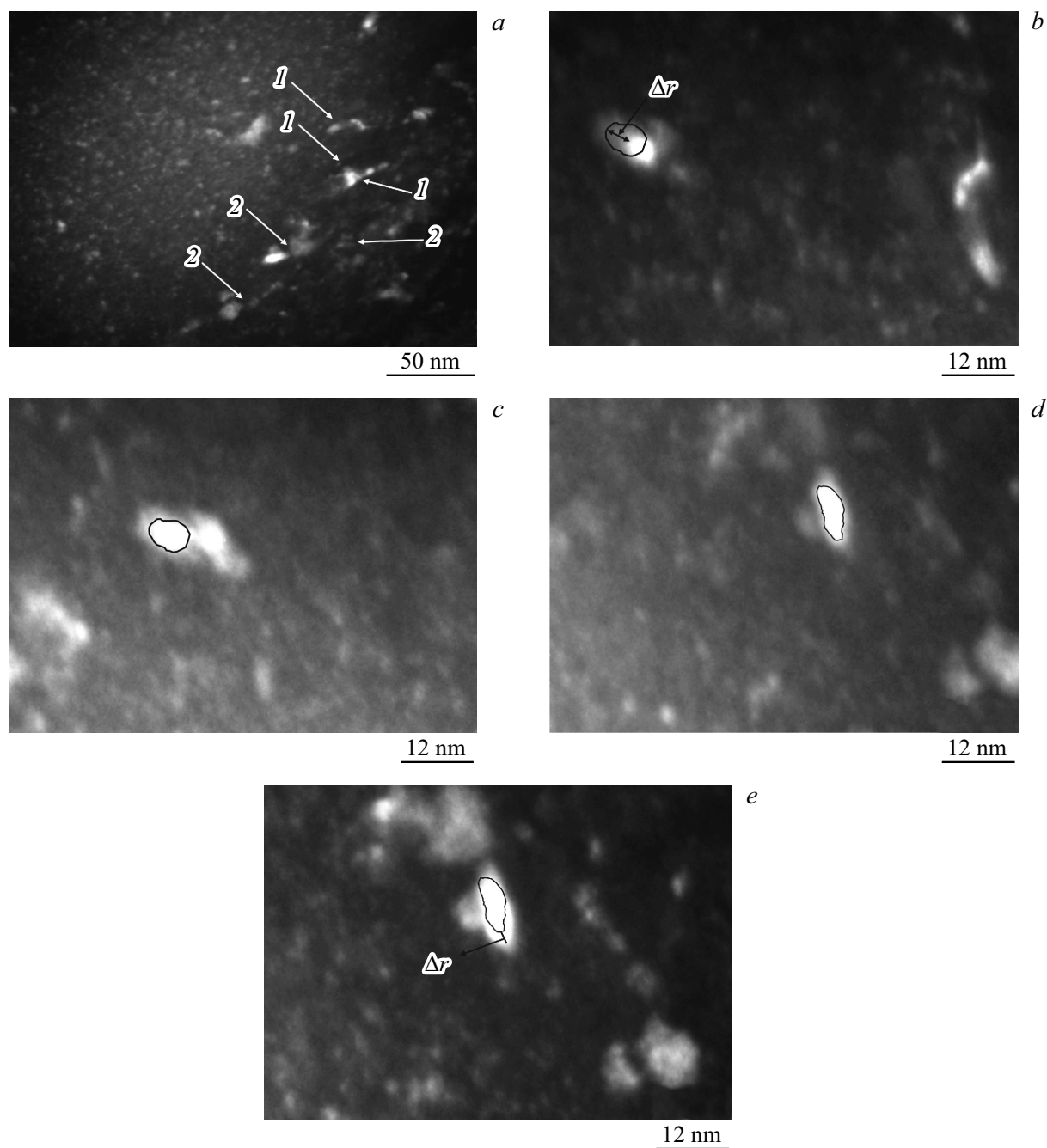


Рис. 4. Темнопольные изображения структуры полосы локализованной деформации при индентировании; *a* — обзорное изображение, обозначено: *1* — границы кристаллов вдоль полосы, *2* — границы кристаллов поперек полосы; *b–e* — иллюстрации движения контуров экстинкции (обведены) при наклоне образца (пояснения см. в тексте).

менее выражен (до 10–15 nm), а уровень изгиба-кручения решетки относительно высок (в среднем порядка $225^\circ/\mu\text{m}$), в кристаллах наибольшего размера χ_{21} составляет $100^\circ/\mu\text{m}$.

Таким образом, представленные выше данные свидетельствуют о релаксации изгиба-кручения кристаллической решетки и напряжений в ПЛД. Ввиду того, что такая релаксация наблюдается в областях, близких к подслою под вершиной индентора, то, вероятно, согласо-

но [1], причиной их образования могут быть макроскопические относительно размеров кристаллов градиенты нормальных (вдоль оси нагружения) и сдвиговых (в поперечном к оси нагрузки направлении) напряжений, а также действующие в данной области растягивающие напряжения, возникающие при деформации подложки и подслоя.

Для уточнения возможных факторов, условий формирования ПЛД имеет значение выяснение неоднород-

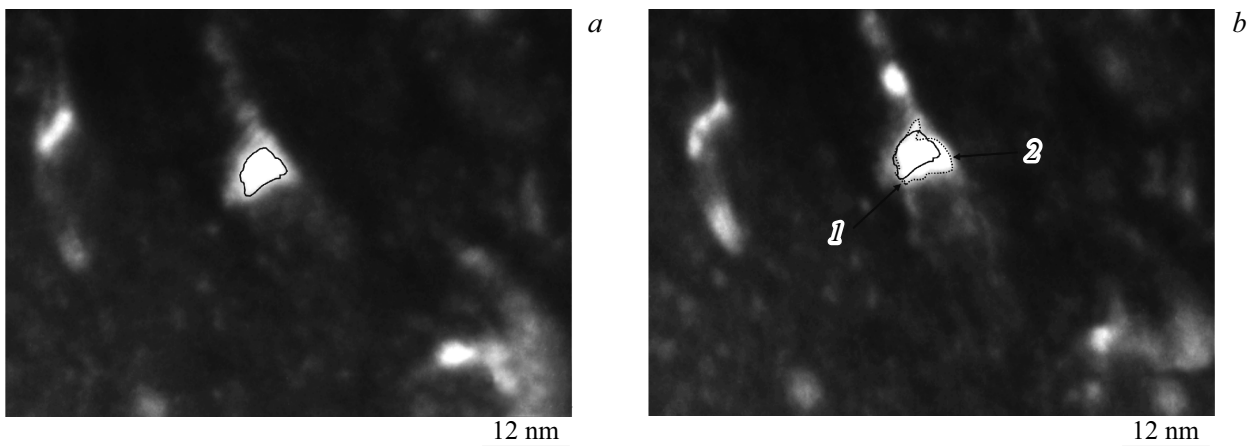


Рис. 5. Темнопольные изображения, иллюстрирующие неоднородность смещения контура экстинкции в кристалле при наклоне образца (различие угла наклона для изображений *a* и *b* составляет 0.35° , остальные пояснения см. в тексте).

ностей деформированного состояния в ее отдельных кристаллах, т.е. наличие градиентов изгиба-кручения кристаллической решетки в продольных и поперечных сечениях вытянутых кристаллов, обнаруживаемых по различной величине перемещения контура экстинкции в разных участках кристалла при наклоне на фиксированный угол. Иногда изменения значений компонент χ_{21} в отмеченных сечениях происходят квазинепрерывно. Установленный диапазон значений градиента изгиба-кручения составляет $\sim (10^{-2} - 10^{-3})^\circ/\text{nm}^2$. В частности, как видно из сопоставления темнопольных изображений контуров в кристаллах на рис. 5, при наклоне на 0.35° (при наклоне обозначение положения контура меняется со сплошной линии на точечную) приграничная область контура, отмеченная стрелкой *1*, сместилась на $\sim 0.8 \text{ nm}$, тогда как часть контура (см. стрелку *2*) у противоположной границы кристалла диаметром около 7 nm — на $\sim 2.2 \text{ nm}$. Такое различие смещений соответствует градиенту величины χ_{21} в поперечном сечении кристалла $\sim 3.9 \cdot 10^{-3}^\circ/\text{nm}^2$.

Согласно [16], наличие ненулевых значений компонент тензора изгиба-кручения χ_{21} отражает наличие по толщине кристаллов (перпендикулярно плоскости фольги) градиента напряжений, ориентированных вдоль их длинной оси. В то же время градиенты χ_{21} в поперечном сечении кристаллов могут быть представлены через квазинепрерывный азимутальный разворот отражающих плоскостей вокруг нормали к плоскости фольги, который может быть выражен через градиент напряжений с указанным выше направлением, но лежащих в плоскости фольги, в направлении нормали к длинной стороне кристаллов. Таким образом, структуру внутри полосы можно охарактеризовать наличием многомерных градиентов напряжений.

Ввиду малости различия ориентаций у противоположных границ таких кристаллов, квазинепрерывности изгиба-кручения решетки, а также малости размеров

кристаллов, исключая генерацию в их объеме дефектов, вероятным механизмом его (градиента напряжений) формирования может быть движение зернограницных ротационных дефектов — частичных дисклинаций. Различие мощностей таких дисклинаций в противоположных границах и соответствующая ему релаксация поля смещений в объеме кристалла обуславливает обнаруживаемые неоднородности изгиба кристаллической решетки.

О релаксации напряжений при индентации ротационными модами свидетельствует и рост величины изгиба-кручения кристаллической решетки вне ПЛД, а также влияние движения зернограницных дисклинаций на возможный механизм роста кристаллов, представленный в [17]. Согласно этой работе, движение частичных дисклинаций по границам кристаллов может переориентировать их кристаллические решетки в положение, благоприятное для деформирования движением дефектов в объеме кристаллов. Ввиду того, что такие дефекты (дислокации, малоугловые границы переориентации) действительно иногда обнаруживаются в нанокристаллической структуре покрытия [13], их движение и аннигиляция в границах будут увеличивать размер кристаллов в направлении сдвига.

Кроме того, диссоциация решеточных дислокаций в зернограницных, их расщепление в тройных узлах и последующее движение по смежным границам в виде дисклинационного диполя приводит к ротации кристаллической решетки в смежных кристаллах [20], обеспечивая распространение деформации вдоль полосы. Дополнительным структурным механизмом формирования полосы локализованной деформации в условиях стесненного сдвига при индентации может быть миграция границ кристаллов под напряжением, которую для металлических материалов наблюдали экспериментально [21] и рассчитывали в рамках дислокационно-дисклинационных моделей [22]. Согласно [17], действие данного механизма приводит к параллельности границ

кристаллов, что облегчает развитие локализованного зернограничного проскальзывания. Эти механизмы обеспечивают совместность деформации покрытия и нижележащего подслоя, тогда как размер (ширина) самой полосы деформации, вероятно, связан с размерами области локализации деформации в подложке.

Таким образом, на основе полученных данных можно выделить следующие условия формирования ПЛД: высокая твердость подложки, способствующая сохранению упругих деформаций и напряжений в покрытии; локализация деформации (разрушения) подложки; высокодисперсная структура покрытия с высоким изгибом-кручением кристаллической решетки, релаксация которого под нагрузкой структурными механизмами ротационного типа обеспечивает локализованный сдвиг и рост размеров кристаллов.

Заключение

На основе проведенных исследований можно выделить следующие основные результаты:

1. Показано, что в условиях испытаний твердых покрытий на мягкой (молибден) подложке их деформация осуществляется за счет разрушения при отсутствии видимых изменений микроструктуры.

2. Исследование изменений микроструктуры покрытий при их испытаниях на твердой подложке показывают их неоднородность с формированием областей локализованной деформации. В целом картина формирования областей локализованной деформации позволяет предполагать, что их возникновение связано с высокими напряжениями в покрытии на твердой подложке при сохранении совместности их деформации, релаксации напряжений при достижении критических значений и возникновении пластической деформации (разрушении) подложки.

3. При изучении структуры материала покрытия под вершиной индентора найдены более высокие значения изгиба-кручения кристаллической решетки в отдельных нанокристаллах в сравнении с состоянием после осаждения, а также большая однородность этих значений и рост доли кристаллов с наибольшими величинами χ_{21} . Установлено, что в нанокристаллической структуре покрытия релаксация напряжений сжатия под вершиной зависит от направления относительно оси нагрузки и расстояния от вершины, так что в слое вблизи вершины уровень локальных остаточных напряжений (пропорциональных изгибу-кручению кристаллической решетки) ниже, что должно повышать ресурс пластического формоизменения как отдельных кристаллов, так и данного слоя в целом в соответствии с формой индентора.

4. Полученные результаты свидетельствуют о релаксации изгиба-кручения кристаллической решетки и напряжений в полосах локализованной деформации, уровень которых 1.5–2 раза ниже, чем в недеформированном состоянии. Установлено, что полосы локализованной

деформации структурно неоднородны, причем в них обнаруживается корреляция роста размеров кристаллов и уменьшения величины изгиба-кручения кристаллической решетки.

Финансирование работы

Работа выполнена в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук Российской Федерации на 2013–2020 гг., направление III.23 при использовании оборудования Томского материаловедческого центра коллективного пользования Томского государственного университета и ЦКП Нанотех Института физики прочности и материаловедения СО РАН.

Конфликт интересов

Автор заявляет, что у него нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] *Tilbrook M.T., Paton D.J., Xie Z., Hoffman M.* // *Acta Mater.* 2007. Vol. 55. P. 2489–2501.
- [2] *Li J., Beres W.* // *Wear.* 2006. Vol. 260. P. 1232–1242.
- [3] *Ma L.W., Cairney J.M., Hoffman M., Munroe P.R.* // *Surf. Coat. Tech.* 2005. Vol. 192. P. 11–18.
- [4] *Verna N., Cadambi S., Jayaram V., Biswas S.K.* // *Acta Mater.* 2012. Vol. 60. P. 3063–3073.
- [5] *Xie Z.H., Hoffman M., Munroe P., Bendavid A., Martin P.J.* // *Acta Mater.* 2008. Vol. 56. P. 852–861.
- [6] *Parlinska-Wojtan M., Meier S., Patscheider J.* // *Thin Solid Films.* 2010. Vol. 518. P. 4890–4897.
- [7] *Yalamanchili K., Forsén R., Jiménez-Piqué E., Johansson Jësaar M.P., Roa J.J., Ghafoor N., Odén M.* // *Surf. Coat. Technol.* 2014. Vol. 258. P. 1100–1107.
- [8] *Wu Z.T., Qi Z.B., Zhang D.F., Wang Z.C.* // *Mater. Lett.* 2016. Vol. 164. P. 120–123.
- [9] *Roa J.J., Jiménez-Piqué E., Martín R., Tarrado J.M., Rodríguez R., Leanes L.* // *Thin Solid Films.* 2014. Vol. 571. P. 308–315.
- [10] *Carvalho N.J.M., De Hosson J.Th.M.* // *Acta Mater.* 2006. Vol. 54. P. 1857–1862.
- [11] *Wu Z., Zhong X., Wang Z., Dai W., Wang Q.* // *Coatings.* 2018. Vol. 8. N 1. P. 11.
- [12] *Bigelow S., Shen S.-L.* // *Surf. Coat. Technol.* 2018. Vol. 350. P. 779–787.
- [13] *Oliver W.C., Pharr G.M.* // *J. Mater. Res.* 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564–1583.
- [14] *Ovchinnikov S.V., Pinzhin Yu.P.* // *Russ. Phys. J.* 2016. Vol. 59. N 6. P. 799–808.
- [15] *Veprek S., Veprek-Heijman M.G.J., Karvankova P., Prochazka J.* // *Thin Solid Films.* 2005. Vol. 476. P. 1–29.
- [16] *Коротаев А.Д., Тюменцев А.Н., Суховаров В.Ф.* Дисперсное упрочнение тугоплавких металлов. Новосибирск: Наука, 1989. 210 с.
- [17] *Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J.* // *Prog. Mater. Sci.* 2006. Vol. 51. P. 427–556.
- [18] *Тюменцев А.Н., Коротаев А.Д., Пинжин Ю.П.* // *Физическая мезомеханика.* 2004. Т. 7. Вып. 4. С. 35–53.

- [19] *Carvalho N.J.M., Zoestbergen E., Kooi B.J., De Hosson J.Th.M.* // *Thin Solid Films*. 2003. Vol. 429. P. 179–189.
- [20] *Ovid'ko I.A.* *Nanostructured Coatings* / Ed. by A. Cavaleiro, J.Th.M. De Hosson. NY: Springer, 2006. P. 78–108.
- [21] *Jin M., Minor A.M., Jr. Morris J.W.* // *Thin Solid Films*. 2007. Vol. 515. P. 3202–3207.
- [22] *Гуткин М.Ю., Дынкин Н.К.* // *ФТТ*. 2012. Т. 54. Вып. 4. С. 750–758.