

О снижении остаточных напряжений в вакуум-плазменных покрытиях**Б. А. Ляшенко, А. В. Рутковский, Е. Б. Сорока, Н. В. Липинская**

Институт проблем прочности НАН Украины, Киев, Украина

Определены остаточные напряжения в вакуум-плазменном нитрид титановом покрытии, изменяющиеся в диапазоне $-780...-2800$ МПа в зависимости от толщины покрытия. Показано, что нанесение подслоя чистого хрома, а также замена сплошного покрытия дискретным позволяют эффективно снизить остаточные напряжения. Установлено, что остаточные напряжения сжатия могут оказывать положительное влияние на прочностные характеристики как самого покрытия, так и детали с покрытием в целом.

Ключевые слова: остаточные напряжения, вакуум-плазменные покрытия, промежуточный слой, основа, самоотслоение, дискретное покрытие.

Применение тонкопленочных износостойких покрытий, полученных на основе вакуум-плазменных (PVD) технологий, получает все большее распространение, особенно для высоконапряженных деталей. В связи с этим особое значение приобретают вопросы прочности PVD-покрытий. Выход из строя детали с покрытием в процессе эксплуатации может происходить в результате отслаивания покрытия от основы (нарушение адгезионной прочности) или разрушения самого покрытия (когезионное растрескивание). Отслаивание покрытия от основы или разрушение покрытия могут наступить под действием остаточных напряжений еще до начала эксплуатации [1, 2]. В работе [1] показано, что увеличение остаточных напряжений на контактной поверхности приводит к снижению прочности сцепления. Там же предложена зависимость прочности сцепления от толщины покрытия и остаточных напряжений и сформулировано условие самоотслоения, представляющее собой критерий, в который входят критическая толщина покрытия, величины прочности сцепления и остаточных напряжений, а также упругие характеристики основы и покрытия.

Известно, что действующие в покрытии напряжения являются алгебраической суммой эксплуатационных и остаточных напряжений. Остаточные напряжения растяжения в покрытии очень опасны. Наряду с этим можно предположить, что при отсутствии самоотслоения наличие значительных остаточных напряжений сжатия в покрытии – положительный фактор: понижается влияние приложенного напряжения растяжения. Предполагается, что остаточные напряжения сжатия в покрытии – одна из причин увеличения циклической прочности [3], а также пределов текучести и прочности при статическом нагружении [4] материалов с вакуум-плазменным покрытием из нитрида титана (α -TiN), которое имеет стехиометрический состав. Из вышеизложенного следует, что наличие информации о величине и знаке остаточных напряжений позволит принять решение о целесообразности их снижения. Таким образом, можно будет повысить прочность и надежность как самих покрытий, так и деталей с покрытиями на стадии их конструирования.

Высокий уровень остаточных напряжений в PVD-покрытиях обусловлен различием температурных коэффициентов линейного расширения материалов покрытия и основы, наличием захваченных атомов газа, неполным структурным упорядочением, а следовательно, значительной степенью дефектности конденсата [5, 6]. Эти напряжения изменяются в широком диапазоне от отрицательных до положительных значений. Авторами [7] измерены остаточные напряжения в покрытии нитрида бора, которые в зависимости от соотношения в составе покрытия атомов бора и азота составили от -5 до -1 ГПа. Остаточные напряжения сжатия, измеренные для покрытий из титан-нитрид углерода $Ti(CN)$ на образце из сплава ниобия, оказались порядка 2-3 ГПа [8]. По данным работы [9], остаточные напряжения сжатия в покрытии TiN , осажденном реактивным распылением в условиях отсутствия кислорода, достигали 7,8 ГПа. Там же показано, что с повышением концентрации кислорода в газе напряжения сжатия в пленках TiO_xN_y падают и становятся слабо растягивающими. Это обусловлено уменьшением параметра решетки вследствие замещения атомов азота атомами кислорода и образования аморфной фазы. Остаточные напряжения растяжения в покрытии из нитрида титана (ϵ - Ti_2N) на подложке из материала 20X13 составляли 800...1200 МПа [6]. Резкое снижение (от двух до четырех раз) остаточных напряжений наблюдалось при нанесении покрытия с промежуточным подслоем.

Цель настоящего исследования – повышение достоверности методики определения остаточных напряжений в тонкопленочных износостойких покрытиях на основе TiN и поиск возможных путей их снижения. Нитрид-титановые покрытия наносили методом конденсации из плазменной фазы в условиях ионной бомбардировки поверхности (метод КИБ) на установке типа “Булат”. Режимы КИБ дают оптимальные по свойствам покрытия с ориентированными в плоскости [111] кристаллами TiN . Исследовали также возможность снижения остаточных напряжений еще на стадии конструирования покрытия за счет формирования промежуточного слоя (под покрытие наносился подслоем из чистого хрома) и управления структурой покрытий (исследовались остаточные напряжения в дискретном покрытии [10]). Для нанесения дискретного покрытия использовали сетчатый экран, который размещали между поверхностью детали и испарителем.

Метод определения остаточных напряжений по кривизне напыленного прямоугольного образца – наиболее простой и доступный среди известных [11]. Остаточные напряжения $\sigma_{ост}$ определяли исходя из того, что при напылении покрытия на основу небольшой толщины они приводили к деформации основы. Измеряя приобретенный таким образом прогиб или радиус кривизны образца из основного материала, можно определить $\sigma_{ост}$ по известным формулам [11–14]. С использованием уравнения упругой линии для балки в работе [12] получена зависимость для остаточных напряжений:

$$\sigma_{ост} = \frac{4EH^3}{3a^2(1-\mu)(H+h)} \frac{f}{h}, \quad (1)$$

где E, μ – модуль упругости первого рода и коэффициент Пуассона материала основы; a – длина образца; f – стрела прогиба; H, h – толщина соответственно основы и покрытия.

Для тонких покрытий ($h \ll H$) формула (1) может быть записана в виде [13]

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{4EH^2}{3a^2(1-\mu)} \frac{f}{h}, \quad (2)$$

а для линейного напряженного состояния –

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{4EH^2}{3a^2} \frac{f}{h}. \quad (3)$$

Использование методов расчета тонких пластин на изгиб позволило авторам [14] получить следующую расчетную формулу:

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{4EH^3}{6(1-\mu^2)(H+h)Rh}, \quad (4)$$

где R – радиус кривизны, приобретенный образцом в результате деформации, вызванной остаточными напряжениями.

В условиях линейного напряженного состояния при $h \ll H$ зависимость (4) преобразуется в известную формулу Стонея [11]:

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{EH^2}{6Rh}. \quad (5)$$

Покрyтия наносили на тонкие пластинки размером $73 \times 11 \times 0,3$ мм из материала Х18Н9Т с модулем упругости $E = 2 \cdot 10^5$ МПа [15]. Толщина покрытия определялась временем нанесения. Перед нанесением покрытия образец закрепляли в кондукторе, представляющем собой пластинку с двумя зажимами, выполненными в виде винтов. После нанесения покрытия зажимы снимали. Под действием остаточных напряжений образец деформировался в виде дуги окружности. Замеряли стрелу прогиба f такого образца, по величине которой определяли остаточные напряжения по формуле (3). Радиус кривизны R вычисляли через f и хорду l ($l = L_1L_2$) – рис. 1. Основываясь на сведениях из планиметрии [16], находили степень p точки O (рис. 1). С одной стороны, известно, что

$$p^2 = (OL_1)^2 = \left(\frac{l}{2}\right)^2, \quad (6)$$

с другой –

$$p^2 = EO \cdot OD, \quad (7)$$

где $EO = f$; $OD \approx 2R$, так как $f \ll R$.

Следовательно, (7) можно записать в виде

$$p^2 = 2Rf. \quad (8)$$

Приравнивая правые части (6) и (8), получаем формулу для расчета радиуса кривизны R :

$$R = \frac{(l/2)^2 - f^2}{2f}. \quad (9)$$

Величину прогиба f измеряли прямым способом после нанесения покрытия и охлаждения образцов. Затем по формулам (3), (5) вычисляли остаточные напряжения. Полученные результаты приведены в таблице. Зависимости прогибов и остаточных напряжений в покрытии TiN от толщины покрытия представлены соответственно на рис. 2, 3.

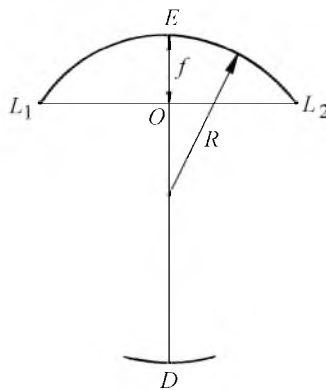


Рис. 1. Расчетная схема вычисления радиуса кривизны образца: дуга L_1EL_2 – длина образца a ; L_1L_2 – хорда сегмента l ; EO – стрела прогиба f .

Из рис. 2 видно, что на кривой можно выделить участок равномерного роста прогиба (AB). В дальнейшем (участок BD) его рост уменьшается, что соответствует пологому участку кривой $f(h)$. С ростом толщины покрытия (рис. 3) остаточные напряжения сжатия увеличиваются до некоторого максимального значения σ_{\max} , после чего начинают снижаться.

Образование пологого участка кривой $f(h)$ и снижение $\sigma_{\text{ост}}$ по достижении σ_{\max} , очевидно, связаны с релаксацией напряжений в покрытии. Таким образом, с ростом толщины покрытия необходимо снизить остаточные напряжения в последнем. Известным традиционным способом снижения остаточных напряжений является формирование между покрытием и основой промежуточного пластичного слоя с согласованными свойствами.

**Геометрические параметры образцов с покрытиями
и остаточные напряжения в покрытиях**

Материал покрытия	Толщина h , мкм	Стрела прогиба f , мм	Хорда сегмента l , мм	Радиус кривизны R , мм	Длина образца a , мм	$\sigma_{\text{ост}}$, МПа	
						формула (3)	формула Стонея
TiN	4,0	0,50	73,80	1361	73,9	775	786
	6,0	1,90	73,00	343	73,9	1960	2000
	8,0	3,80	72,35	172	73,9	2945	3100
	10,5	4,50	72,00	142	74,2	2650	2870
TiN + Cr	10,5 + 2,0	1,95	73,00	341	73,9	967	1004
TiN*	10,5	1,30	72,70	508	73,9	527	550

* Покрытие дискретной структуры.

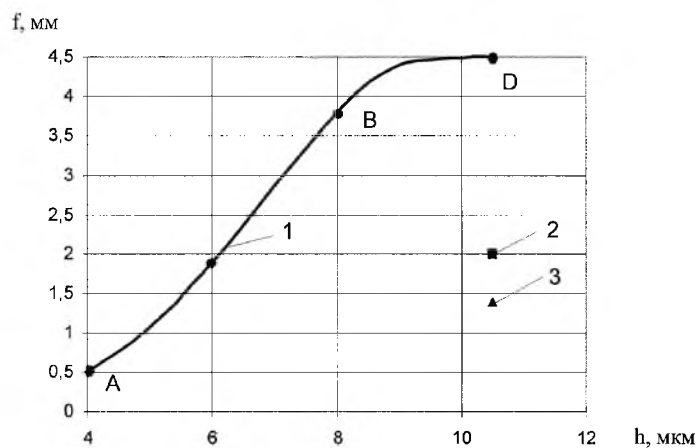


Рис. 2. Зависимость стрелы прогиба образца f в нитрид-титановом покрытии от толщины покрытия h . (Здесь и рис. 3: 1 – покрытие TiN; 2 – покрытие TiN с подслоем чистого хрома толщиной 2 мкм; 3 – покрытие TiN дискретной структуры.)

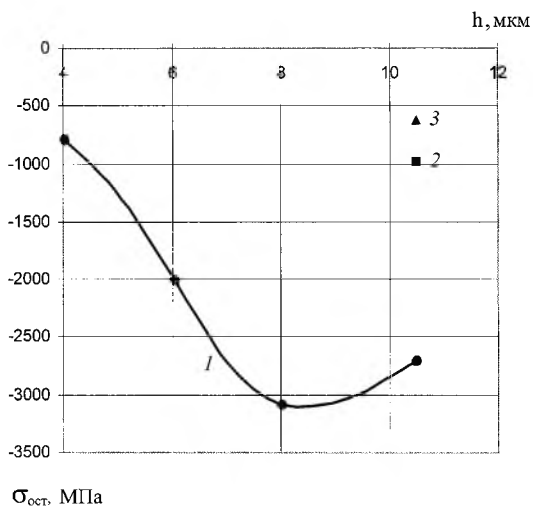


Рис. 3. Зависимость остаточных напряжений сжатия $\sigma_{\text{ост}}$ в нитрид-титановом покрытии от толщины покрытия h .

Нанесение подслоя чистого хрома толщиной 2 мкм под покрытие толщиной 10,5 мкм позволило снизить величину остаточных напряжений примерно в три раза. Один из новых способов снижения остаточных напряжений – замена сплошного слоя дискретным [10]. При этом более низкий уровень остаточных напряжений обеспечивается за счет разрывов связей в сплошном слое. Для покрытия дискретной структуры толщиной 10,5 мкм уровень остаточных напряжений снизился более чем в шесть раз.

Таким образом, установлено, что при нанесении нитрид-титанового покрытия в нем возникают значительные напряжения сжатия. При отсутствии самоотслоения эти напряжения могут оказывать положительное влияние на прочностные характеристики как самого покрытия, так и детали с покрытием в целом [3, 4]. В то же время показано, что при опасности самоотслоения покрытия с ростом толщины эффективными способами снижения остаточных напряжений на стадии конструирования являются нанесение промежуточного пластичного слоя с согласованными свойствами или формирование покрытия дискретной структуры.

Резюме

Визначено залишкові напруження у вакуум-плазмових нітрид-титанових покриттях, що змінюються у діапазоні $-780...-2800$ МПа в залежності від товщини покриття. Показано, що нанесення прошарку чистого хрому, а також заміна суцільного покриття дискретним дозволяють ефективно знизити залишкові напруження. Установлено, що залишкові напруження стиску можуть позитивно впливати на характеристики міцності як самого покриття, так і деталі з покриттям у цілому.

1. *Ляшенко Б. А.* Несущая способность материалов и конструктивных элементов с защитными покрытиями в экстремальных условиях эксплуатации: Автореф. дисс. ... докт. техн. наук. – Киев, 1976. – 55 с.
2. *Аппен А. А.* Основные физико-химические принципы создания жаростойких неорганических покрытий // Жаростойкие покрытия. – Л.; М.: Наука, 1965. – С. 3 – 54.
3. *Трапезон А. Г., Ляшенко Б. А., Рутковский А. В.* О влиянии вакуумных покрытий на сопротивление усталости технического титана // Пробл. прочности. – 1995. – № 11-12. – С. 32 – 38.
4. *Рутковский А. В., Ляшенко Б. А., Гопкало А. П., Сорока Е. Б.* Об упрочняющей роли вакуум-плазменных покрытий // Там же. – 1999. – № 6. – С. 123 – 127.
5. *Внуков Ю. Н., Марков А. А., Лавров Л. В., Бердышев Н. Ю.* Нанесение износостойких покрытий на быстрорежущий инструмент / Под общ. ред. Ю. Н. Внукова. – Киев: Техніка, 1992. – 143 с.
6. *Матвеев Н. В., Краснов А. Н., Милосердов И. В. и др.* Остаточные напряжения в покрытии из нитрида титана, осажденного в вакууме // Пробл. прочности. – 1985. – № 5. – С. 90 – 93.

7. *Djouadi M. A., Bouchier D., and Stambouli V.* Effets thermiques sur la contrainte interne dans le nitrure de bore depose par evaporation assistes par faisceau d'ions // Mem. Etud. Sci. Rev. Met. – 1991. – **88**, No. 9. – P. 628 – 630.
8. *Changqing Liu, Zhujing Jin, and Weltao Wu.* Residual stress and damage mode of hard Ti(CN) coating // Acta Met. Sci. – 1990. – **26**, No. 1. – P. B27 – B32.
9. *Ping Jin and Shigeo Maruno.* Stress relaxation in reactively sputter-deposited TiO_xN_y films // Jap. J. Appl. Phys. Pt. 1. – 1991. – **30**, No. 9A. – P. 2052 – 2062.
10. *Ляшенко Б. А., Кузема Ю. А., Дигам М. С.* Упрочнение поверхности металлов покрытиями дискретной структуры с повышенной адгезионной и когезионной стойкостью. – Киев, 1984. – 57 с. (Препр. / АН УССР. Ин-т пробл. прочности).
11. *Хасуй А.* Механика напыления. – М.: Машиностроение, 1975. – 288 с.
12. *Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов / Под общ. ред. А. Т. Туманова.* – М.: Машиностроение, 1974. – Т. 1. – 320 с.
13. *Hu M. S., Thouless M. D., and Evans A. G.* The decohesion of thin films from brittle substrates // Acta Met. – 1988. – **36**, No. 5. – P. 1301 – 1307.
14. *А. с. 1675689 СССР*, кл G01L1/00. Способ определения остаточных напряжений в полосовых заготовках / Г. Л. Колмогоров. – Оpubл. 19.10.88, Бюл. № 33.
15. *Писаренко Г. С., Яковлев А. П., Матвеев В. В.* Справочник по сопротивлению материалов / Под ред. Г. С. Писаренко. – Киев: Наук. думка, 1988. – 736 с.
16. *Выгодский М. Я.* Справочник по элементарной математике. – М.: Наука, 1966. – 423 с.

Поступила 21. 02. 2000