

УДК 538.97; 539.216.2; 539.231

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ МИКРОСТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТНЫХ СВЕРХТВЁРДЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ TiN

В.Ю. Мошков, А.Д. Коротаев, С.В. Овчинников

ОСП «Сибирский физико-технический институт имени акад. В.Д. Кузнецова»
Томского государственного университета,
пл. Новособорная 1, Томск, 634050, Россия, e-mail: moshkov_v@mail.ru

Аннотация. Методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), измерением микротвёрдости и скретч-тестированием проведены исследования особенностей структурно-фазового и упруго-напряжённого состояния многоэлементных покрытий системы Ti-C-Ni-Cr-Al-Si-Cu-O-N в исходном состоянии и после отжига до 1000 °С.

Ключевые слова: многокомпонентные сверхтвёрдые покрытия, упруго-напряжённое состояние.

1. Введение. С применением физических принципов создания наноконкомпозитных покрытий с самоорганизацией микроструктуры в процессе спинодального распада при их росте, который существенно ограничивает выбор составов и условий их получения, были созданы сверхтвёрдые ($H_{\mu} > 40$ ГПа) наноконкомпозитные покрытия двух типов n-MeN/a-фаза [1] и n-MeN/Me [2] с невысокой когезивной прочностью.

С нашей точки зрения в качестве перспективных наноконкомпозитных покрытий следует использовать многоэлементные композиции, синтезированные в соответствии с предложенным в [3] принципом их конструирования.

В качестве экспериментального подтверждения работоспособности предложенных принципов конструирования многоэлементных наноконкомпозитных покрытий в настоящей работе выполнено экспериментальное исследование микроструктуры, фазово-структурного и упруго-напряжённого состояния, твёрдости и термической стабильности указанных характеристик покрытий состава Ti-29.5, Al-9.7, Si-1.6, Ni-7.7, Cr-3.9, Cu-3.6, O-1.2, C-4.1, N-36.8 (ат. %).

2. Материалы и методика проведения эксперимента. Покрытия получены с использованием плазменного магнетронно-дугового комплекса «СПРУТ» [4]. В качестве основного метода аттестации структурно-фазового и упруго-напряжённого состояний в данной работе использован метод электронно-микроскопического темнопольного анализа изгиба-кручения кристаллической решётки [5].

3. Результаты исследования. Методом электронной микроскопии в покрытиях, после напыления, обнаруживается фаза TiN с параметром решётки $a = 0.414$ нм. При темнопольном анализе микроструктуры (рисунок 1 а), выполненном при различных углах наклона гониометра с интервалом 1° в направлении, перпендикулярном проекции оси наклона в рефлексах (111) + (200) дифракционных колец TiN обнаруживаются сложные высокодефектные области.

Результаты анализа выделенной на рисунке 1 б области, проведенные с применением методики [5], показали, что в участках (1, 2) размером $(10 \div 15)$ нм интервал существования дифракционного контраста обнаруживается в процессе наклона образца на $3 \div 4^{\circ}$. При этом кривизна решётки составляет $\chi_{31} = 150 \div 200$ град/мкм. Аналогичные измерения для участков (3, 5) размером около 30 нм показали значения $\chi_{31} = 90 \div 120$ град/мкм.

Следовательно, участки (1-5) могут рассматриваться как нанокристаллы с малоугловыми границами, а вся приведенная на рисунке 1 *б* область размером около 70 нм, находящаяся в отражающем положении при $(8 \div 10)^\circ$, как нанокристалл с высокоугловыми границами разориентации.

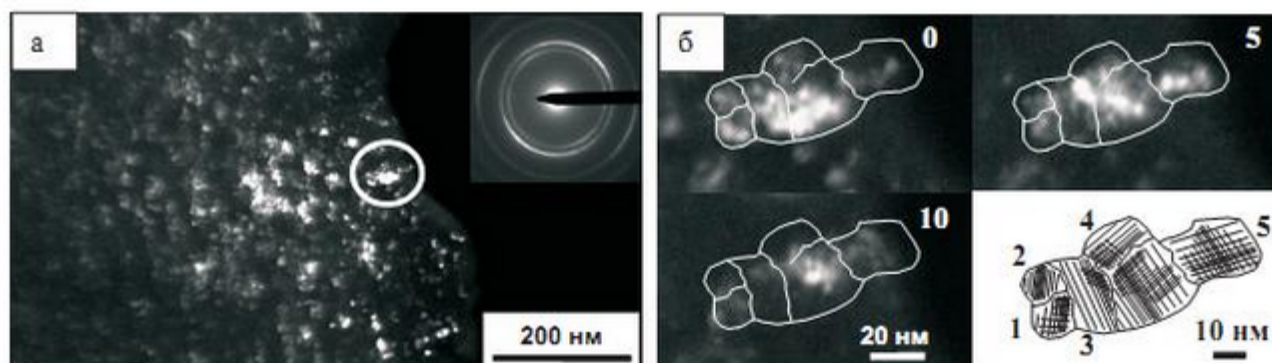


Рис. 1. *а* - ПЭМ изображение структуры, *б* - пример анализа и схема выделенной области многокомпонентного покрытия в исходном состоянии.

Таким образом, в исходных покрытиях наблюдается аналогичная ранее обнаруженной нами в покрытиях TiN, Ti-Al-Si-N, Ti-Si-B-N [5] высокодефектная двухуровневая зёрнистая структура. Вместе с тем, обнаруживаются индивидуальные нанокристаллы размером $10 \div 20$ нм с высокоугловыми границами и кривизной-кручением решётки в них до $\chi_{31} = 100$ град/мкм, которая уменьшается до $40 \div 50$ град/мкм после отжига в течение 1 ч. при 1000°C . После отжига при $T_o = 1000^\circ\text{C}$ на картине микродифракции обнаруживаются также слабые дополнительные отражения, анализ которых свидетельствует об образовании твёрдого раствора Cu-Ni и о выделении фазы Ti_2N (рис. 2).

Высокая термическая стабильность наноструктурного состояния хорошо согласуется с данными измерения микротвёрдости. Сверхтвёрдость покрытий сохраняется практически без изменения ($H_\mu = 46,3 - 47,1$ ГПа) при отжиге до 900°C и незначительно снижается после отжига при 1000°C . При этом значения $H_\mu = 36$ ГПа остаются значительно выше стандартных для TiN $H_\mu = 20 - 25$ ГПа.

Результаты характеристик когезии и адгезии для исходных и отожжённых до $T_o = 1000^\circ\text{C}$ покрытий аналогичны – обнаруживается низкий уровень акустической эмиссии и невысокие значения коэффициента трения при нагрузках до $P = 30$ Н. Это свидетельствует о достаточно высоких когезивных и адгезионных свойствах покрытий по сравнению со свойствами TiN, разрушение которого начинается при нагрузке около 10 Н и полное отслоение происходит при $P = 18$ Н.

Таким образом, качественно подтверждается представление о возможности повышения вязкости сверхтвёрдых многоэлементных покрытий в результате их легирования пластичной металлической фазой.

4. Заключение. На примере покрытий системы Ti-Al-Si-Ni-Cr-Cu-C-O-N получено экспериментальное подтверждение эффективности предложенных в [3] принципов конструирования многоэлементных нанокомпозитных покрытий, перспективных для целенаправленного увеличения твёрдости, когезивной и адгезионной прочности.

Выполненное исследование позволило обнаружить высокую кривизну-кручения наноразмерных (менее 30 нм) областей когерентного рассеяния субструктуры покрытий с размером зерна до 100 нм и отдельных нанокристаллов.

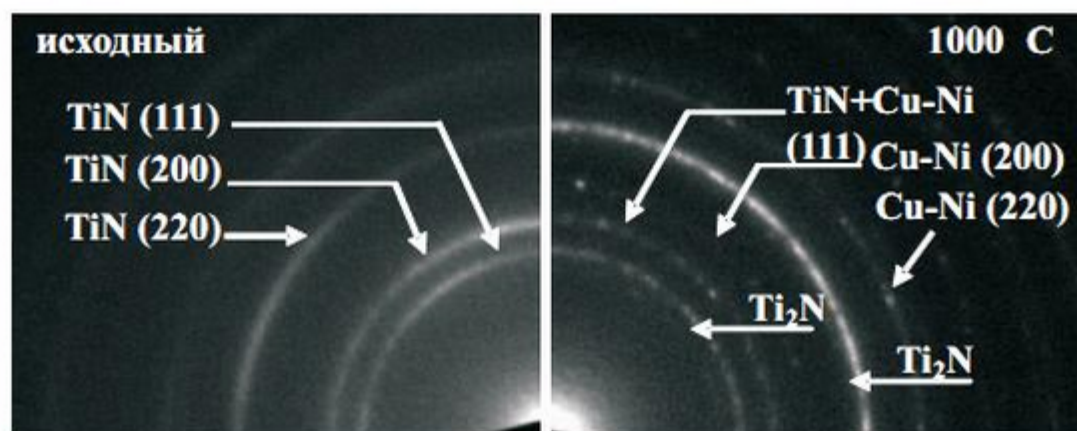


Рис. 2. Картины микродифракции многокомпонентного покрытия в состоянии после напыления и отжига 1000 °С в течение 1 ч.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Федерального агентства по образованию ГК № 14.740.11.0986.

Литература

1. Veprek S., Reiprich S. // Thin Solid Films. – 1995. – 268. - P.64-71.
2. Musil J. // Surf. Coat. Technol. – 2000. – V.125. - P.322-330.
3. Коротаяев А.Д., Борисов Д.П., Овчинников С.В. и др. Материалы LI Международной конференции «Актуальные проблемы прочности». 16-20 мая 2011 г., Харьков, Украина. – С. 203.
4. Борисов Д.П., Детистов К.Н., Коротаяев А.Д. и др. / Диагностика материалов / Заводская лаборатория. – 2010. – 76;12. – С.32-36.
5. Овчинников С.В., Пинжин Ю.П., Коротаяев А.Д. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2009. – № 9/2. – С.35-40.

INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURE FEATURES OF TiN-BASED NANOCOMPOSITE SUPERHARD COATINGS

V.Yu. Moshkov, A.D. Korotayev, S.V.Ovchinnikov

V.D. Kuznetsov's sibirian physical and technical institute
of Tomsk's state university,

Novosobornaya sq., 1, Tomsk, 634050, Russia, e-mail: moshkov_v@mail.ru

Abstract. Investigations of the phase-structure and elastic-strained state features of multielement coating system Ti-C-Ni-Cr-Al-Si-Cu-O-N both at initial conditions and after annealing up to 1000 °C were carried out with the using of transmission electron microscopy, microhardness measurements and scratch tests.

Keywords: multielement superhard coatings, elastic-strained state.