

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ КЕРАМИЧЕСКОГО НАНОКОМПОЗИТНОГО
ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ Si-Al-N****К.С. Пузанова¹, И.А. Божко^{1,2}, М.П. Калашников²**

Научный руководитель профессор, д.т.н. В.П. Сергеев

¹Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет,

Россия, г.Томск, пр.Ленина, 30, 634050

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

Россия, г.Томск, пр. Академический 2/4, 634021

E-mail: retc@ispms.tsc.ru

**STRUCTURAL-PHASE STATE OF CERAMIC NANOCOMPOSITE COATINGS ON THE BASIS OF
Si-Al-N****K.S. Puzanova¹, I.A. Bozhko^{1,2}, M.P. Kalashnikov²**

Supervisor Prof. Dr. V.P. Sergeev

¹National Research Tomsk Polytechnic University,

Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

²Institute of Strength Physics and Materials Science,

Russia, Tomsk, Academichesky ave, 2/4, 634021

Structural-phase state of coatings on the basis of Si-Al N formed by magnetron sputtering was investigated by TEM, SEM and X-ray analysis. It was established that the coatings on the basis of Si-Al-N are polyphase. They have a nanocrystalline structure and there is the aluminum nitride, the silicon nitride α -Si₃N₄ in their compound

Теплозащитные покрытия на основе нитридов кремния – алюминия применяются в турбореактивных и ракетных двигателях для снижения воздействия высокой температуры на основные узлы камеры сгорания, сопловые и рабочие лопатки и т. д. В работе в качестве покрытия выбран нитрид кремния алюминий, который отвечает основным требованиям материала покрытия для использования в условиях высоких ударных нагрузок при высоких температурах [1].

Целью данной работы является исследование структурно-фазового состояния наноструктурных покрытий на основе Si-Al-N, полученных методом магнетронного напыления.

В качестве материалов для исследования использовали стекло марки КВ как исходный материал и стекло той же марки с нанесенным на него покрытием Si-Al-N. Покрытия наносили методом магнетронного напыления на установке типа «КВАНТ». На предварительно очищенные стеклянные диски сначала наносили слой покрытия на основе никеля (подслой для обеспечения адгезии). Затем наносили второй основной слой нанокompозитного покрытия на основе Si-Al-N.

Элементный состав образцов с покрытием и без него исследовали методом микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) [2], используя энергодисперсионный рентгеновский микроанализатор (EDX) INCA-Energy (Oxford Instruments), встроенный в сканирующий электронный микроскоп LEO EVO-50XVP (Carl Zeiss GmbH). Структурно-фазовое состояние образцов исследовали

методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) [3] на микроскопе JEM-2100 и методом рентгеноструктурного анализа на приборе «ДРОН-7» [4] (ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН). Изображения структуры материала, полученные при просмотре в электронном микроскопе, использовали для классификации структуры и установления фазового состава и идентификации фаз. Для решения этих задач использовались изображения структуры совместно с соответствующими микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз.

Фольги для ПЭМ готовили методом «cross-section», на установке ION SLISER EM-09100IS (Jeol, Япония). Ускоряющее напряжение 4 кВ угол полировки 4° , тонкая полировка 2 кВ, угол полировки $4,5^\circ$.

На рис. 1 приведено электронно-микроскопическое изображение поперечного сечения покрытия на основе Si - Al - N. Видно, что покрытия на основе Si - Al - N имеют аморфно - нанокристаллическую структуру. Об этом свидетельствуют микродифракционные картины. Рефлексы являются точечно-кольцевыми, причем контраст точечных рефлексов более яркий по сравнению с кольцевыми (рис.1, а).

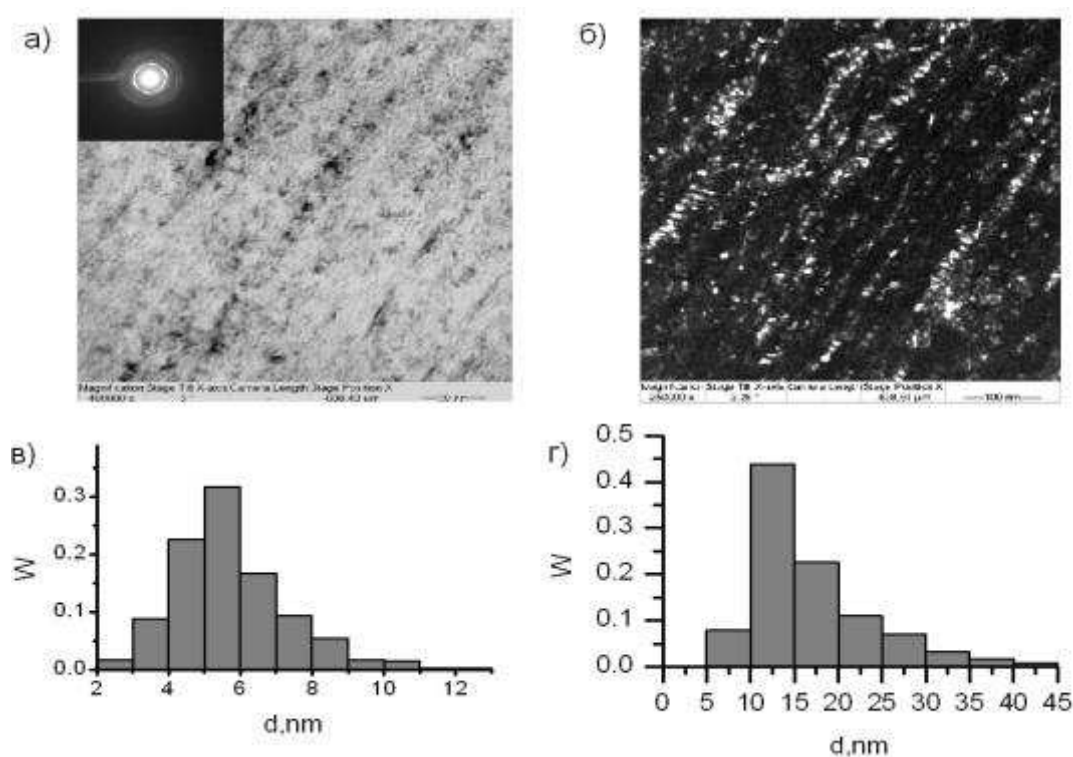


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры покрытия на основе Si – Al - N в светлом (а) и темном (б) поле; в верхнем левом углу изображения микроструктуры (а) показаны микродифракционные картины покрытий, распределение зерен по размерам (в) и распределение столбцов по поперечному размеру (г).

Видно, что покрытие материала представляет собой сложный кристаллический агрегат. В материале покрытия можно выделить образования трех масштабных уровней. Первое, это столбцы, проходящие практически по всей толщине покрытия. Их средний поперечный размер составляет около 17 нм. Максимальный поперечный размер столбцов около 45 нм (первый масштабный уровень). Распределение столбцов по поперечному размеру приведено на рис.1, г. Внутри столбцов находятся более мелкие зерна (рис.1,в). Их средний и максимальный размер составляет 2 и 12 нм соответственно (второй масштабный уровень). Располагаются они достаточно хаотично. И последние образования представляют собой прослойки, располагающиеся между мелкими зернами, размер которых составляет несколько нанометров (третий масштабный уровень).

Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (рис.1) установлено, что покрытия Si-Al-N имеют многофазную структуру и включают в свой состав: нитрид алюминия (AlN) с ГПУ-решеткой с параметрами $a=3,114$, $c=4,9792\text{Å}$, нитрид кремния: $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ с ГПУ-решеткой с параметрами $a=7,754$ и $c=5,621\text{Å}$.

Данные, полученные методом ПЭМ, подтверждают данные рентгеноструктурного анализа. На рис. 2 приведен участок рентгенограммы, демонстрирующий наличие фаз, которые были обнаружены методом ПЭМ.

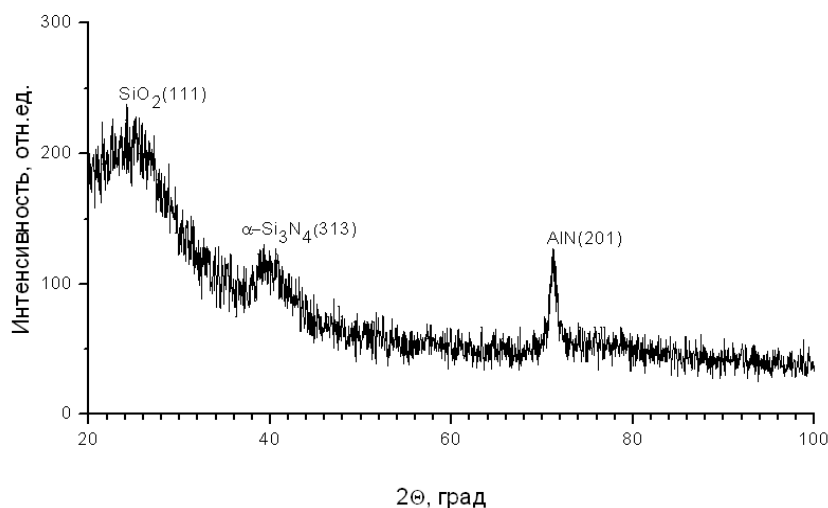


Рис.2. Участок рентгенограммы покрытия на основе Si-Al-N (Cок_α-излучение)

Методом МРСА был определен элементный состав покрытия на основе Si-Al-N. Содержание элементов в покрытии составляет Si – 12,9 ат.%, Al – 36,9 ат.%, N – 50,2 ат.%. .

Таким образом, методами ПЭМ, РСА и МРСА установлено, что магнетронное покрытие на основе Si-Al-N представляет собой сложный аморфно-нанокристаллический агрегат, в котором содержатся образования трех масштабных уровней. Покрытие состоит из нескольких фаз: нитрида алюминия AlN, нитрида кремния $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В.П. Сергеев, М.В. Федорищева и др. Структура и термомеханические свойства покрытий на основе Si-Al-N при их осаждении методом импульсного магнетронного распыления// Известия Томского Политехнического Университета. – 2011. – Т. 329. - № 2. – С. 103–108.
2. Физические основы рентгеноспектрального локального анализа. – М: Наука. – 1973. – 312с.
3. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. – М.: Мир. – 1971. – 256 с.
4. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электроннооптический анализ. – Москва: МИСИС. – 1994. – 328 с.