

**ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЯХ
НА ОСНОВЕ Zr-Y-O**

А.В. Никоненко¹, М.П. Калашников^{2,3}, В.В. Нейфельд², М.В. Федорищева^{2,3}

Научный руководитель: доцент, к.ф-м.н. М.В. Федорищева^{2,3}

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия, г. Томск, Академический 2/4, 634055

³Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: fed_mv@mail.ru

**TEM INVESTIGATION OF PHASE TRANSFORMATIONS OF NANOSTRUCTURED COATINGS
ON THE BASIS OF Zr-Y-O**

A.V. Nikonenko¹, M.P. Kalashnikov^{2,3}, V.V. Neyfeld², M.V. Fedorischeva^{2,3}

Scientific Supervisor: Ass. Prof., Dr. M.V. Fedorischeva

¹National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str. 36

²Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

³Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Russia, Tomsk, av. Academicheskii, 2/4, 634055

E-mail: fed_mv@mail.ru

Abstract. *The deposition of the multilayer nanostructuring coatings on the basis of Zr-Y-O are formed by pulse magnetron method. Structure-phase state of nanostructuring coatings was investigated by X-ray and TEM. It was established, that there are the ZrO₂ phases in tetragonal and monoclinic modifications in layers on the basis of Zr-Y-O system.*

Введение. Керамические материалы на основе стабилизированного иттрием диоксида циркония обладают уникальными физическими и механическими свойствами, имеет высокие прочностные показатели, трещиностойкость при сохранении устойчивости к коррозии и износу. Высокие значения коэффициента термического расширения благоприятствует сочленения деталей из диоксида циркония с металлическими и стальными деталями, имеющими близкие значения КТР. Помимо этого, такие материалы занимают лидирующие позиции среди огнеупорных конструкционных материалов, благодаря тому, что сохраняют высокие механические свойства до температур $(0.8 - 0.9) T_{пл}$, равной 3173 К. Поэтому покрытия на основе диоксида циркония используются как теплозащитные покрытия в горячих газовых секциях турбин [1].

Диоксид циркония имеет три устойчивых кристаллических структуры: моноклинная (М) от температуры 1170°C, тетрагональная (Т) от температуры 1170°C - 2370°C и кубическая (С) от температуры 2370°C [2-3].

Особое внимание исследователей обращено на обратимые мартенситные превращения в металлических сплавах (так называемые трансформационные превращения). Такие сплавы относятся к группе так называемых "умных" (smart) функциональных материалов, так как позволяют управлять своим поведением [2-3]. Тетрагональная фаза способна испытывать мартенситный фазовый переход в

моноклинную фазу. Фазовый переход сопровождается развитием сдвиговых и объемных деформаций, обеспечивающих релаксацию напряжений и смыкание поверхностей трещин. Реализующийся эффект упрочнения позволяет достигать в керамических материалах прочностных характеристик (трещиностойкости, прочности), сопоставимых с конструкционными материалами.

Методы и Материалы. Целью работы является изучение структурно-фазового состояния многослойных покрытий на основе диоксида циркония, полученных методом импульсного магнетронного распыления.

Осаждение многослойных покрытий на основе чередующихся слоев Si-Al-N и Zr-Y-O проводили на вакуумной установке УВН-02МИ «КВАНТ», оснащенной двумя магнетронами с цирконий-иттриевой и кремний-алюминиевой мишенями и вакуумно-дуговым ионным источником с титановым катодом по методу, описанному в. Образец помещался в камеру на вращающийся стол, с помощью которого можно переводить его без развакуумирования в положение напротив любого из двух магнетронов или напротив ионного источника. Температура подложек при осаждении покрытий была 623К.

Методами рентгеноструктурного анализа (РСА) и электронной микроскопии исследовали тонкую структуру и фазовый состав многослойных покрытий. Для расшифровки рентгенограмм использовали банк данных JCPDS. Элементный состав и морфологию поверхности покрытий определяли с помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализатора (EDX) INCA-Energy (Oxford Instruments), встроенного в просвечивающий микроскоп JEOL-2100 и сканирующего электронного микроскопа LEO EVO-50XVP.

На рис. 1 представлены рентгенограммы двуслойного (Zr-Y-O/Si-Al-N) и однослойного (Zr-Y-O) покрытий с толщиной каждого слоя покрытия 3 мкм. В дальнейшем, двуслойное покрытие будем называть покрытием, полученным в условиях стесненного объема, однослойное покрытие покрытием, полученным в условиях свободного объема.

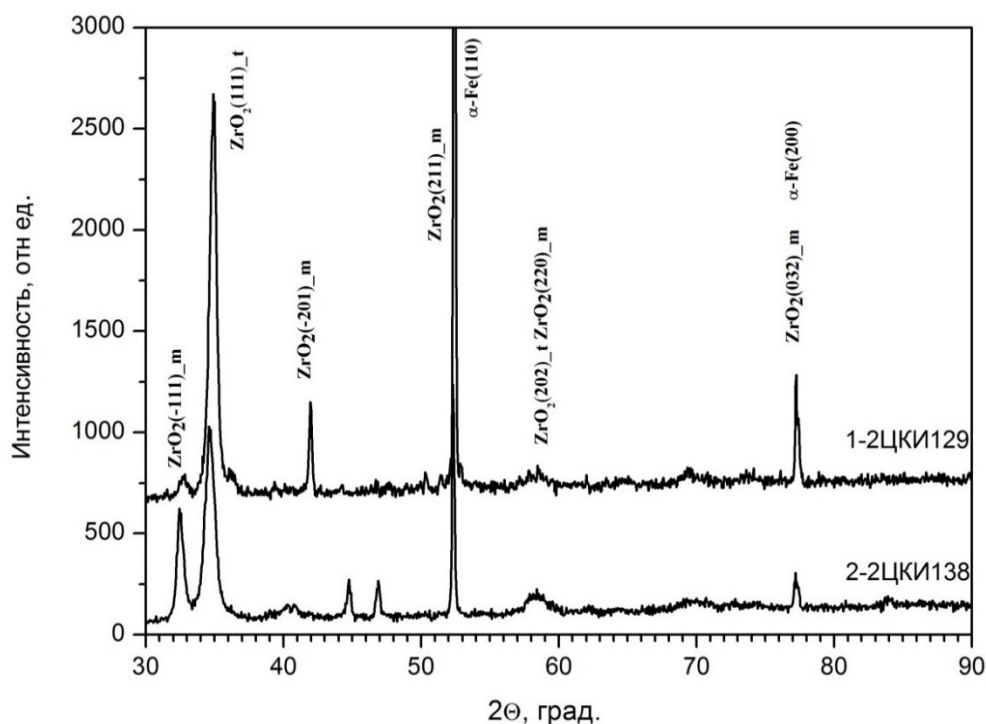


Рис.1. Рентгенограммы покрытия на основе Zr-Y-O: 1- в условиях свободного объема, 2- в условиях стесненного объема.

Видно, что оба покрытия в своем составе имеют фазу ZrO_2 в моноклинной и тетрагональной модификации. Интересно отметить, что покрытие, полученное в условиях свободного объема, имеет значительно меньше моноклинной фазы. По всей видимости, нанесение второго слоя на основе Si-Al-N предполагает дополнительную деформацию во время осаждения и формирования слоя покрытия, которая и приводит к мартенситным фазовым переходам и, соответственно, увеличению количества моноклинной фазы.

На рентгенограмме видно, что материал покрытия на основе ZrO_2 имеет ярко выраженную текстуру, что характерно для столбчатой структуры типичной для этого типа покрытий.

На рис.2 представлено электронно-микроскопическое изображение столбчатой структуры покрытия на основе ZrO_2 в условиях свободного объема. На рис.2, в показана морфология поверхности для этого покрытия. Видны поперечные сечения столбцов, выходящих на поверхность. Интересно отметить, что такая структура характерна как для образцов, полученных в условиях стесненного объема, так и для образцов, в условиях свободного объема.

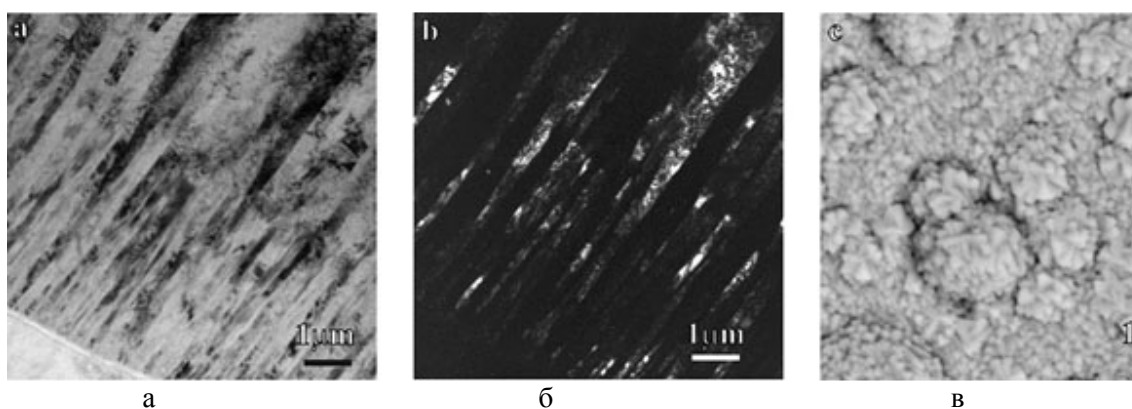


Рис.2. Электронно-микроскопическое изображение поперечного сечения покрытия на основе $Zr-Y-O$, в условиях свободного объема: а-светлопольное изображение, б-темнопольное изображение, в-морфология поверхности покрытия.

Результаты и обсуждения

1. Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что слои на основе $Zr-Y-O$ имеют в своем составе кристаллическую фазу ZrO_2 в двух модификациях: тетрагональной и моноклинной. Фаза ZrO_2 состоит из столбчатых зерен со средним поперечным размером до 80 нм.
2. Количество моноклинной и тетрагональной фаз в условиях свободного и стесненного объемов существенно отличается.

Работа выполнена в рамках основной научной программы исследований академии наук за 2013-2020 годы и при финансовой поддержке РФФИ № 16-48-700198.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Жаростойкие и теплозащитные покрытия для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТВ // Авиационные материалы и технологии. -2012. № 5. С. 60-70.
2. Ciao Y.H. and Chen I - Wei. Martensitic growth in ZrO_2 -AN in situ, small particle, TEM study of a single-interface transformation// Acta metal. mater.- 1990.-Vol. 38. - No. 6. - P. 1163-1174.
3. Hannink R. H. J., Kelly P.M., Muddle B. C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics // J. Am. Ceram. Soc.- 2000. -V. 83. -P. 461-487.