

**ВОДОРОДОПРОНИЦАЕМОСТЬ ПОКРЫТИЙ НИТРИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ
МЕТОДОМ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО
ОСАЖДЕНИЯ**

Чжан Ле, А.Н. Сутыгина, Е.Б. Кашкаров

Научный руководитель, д.ф.-м.н, профессор Н.Н. Никитенков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина,
30, 634050

E-mail: 304060488@qq.com

**HYDROGEN PERMEABILITY COATING OF TITANIUM NITRIDE, OBTAINED BY VACUUM ARC
DEPOZITION**

Zhang Le, A.N. Sutygina, E.B. Kashkarov

Scientific Supervisor, N.N. Nikitenkov

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

E-mail: 304060488@qq.com

***Abstract.** This paper is devoted to investigation of element distribution and microparticles formation during deposition of titanium nitride coatings by cathodic vacuum arc with pulsed bias voltage. The results revealed that with the increase in bias voltage from -50 to -300 V, the quantity and size of microparticles decreased.*

Введение. Нитрид титана, применяется в качестве защитного покрытия благодаря своей износостойкости, твердости и химической стабильности. Покрытия нитрида титана (TiN) получили широкое применение в различных отраслях промышленности: в качестве покрытий для режущего инструмента, коррозионно-стойких покрытий, в биомедицинских целях для имплантантов и др. Известный недостаток данного метода заключается в присутствии микрокапельной фракции в получаемом покрытии [1]. Для борьбы с микрокапельной фракцией используются различные методы, в частности используются плазменные фильтры (в данной работе используется фильтр, разработанный авторами работы [2]). В последние годы всё чаще эти покрытия используются как защитный барьер от проникновения водорода и водородного охрупчивания. Вместе с тем, процессы, приводящие к улучшению эксплуатационных и защитных свойств к настоящему времени мало изучены.

Часто перед нанесением покрытия TiN, создают подслоя Ti для увеличения адгезии покрытия. В настоящей работе вместо нанесения подслоя мы используем ПИИИ.

Таким образом, целью настоящей работы является Исследование водородопроницаемости сплава Zr-1%Nb после ионно-иммерсионной имплантации титана и нанесения покрытий TiN на имплантированный титаном сплав Zr-1%Nb.

Схема эксперимента. Были проведены исследования структура (методом РФА), морфология поверхности (методом АСМ), послойное распределения элементов в модифицированном слое (методом оптической спектроскопии плазмы тлеющего разряда), водородопроницаемости (методом Сивертса) следующих образцов: 1) Zr1%Nb после ионно-иммерсионной имплантации титана; 2) после нанесения покрытий TiN на Zr1%Nb и; 3) после ионно-иммерсионной имплантации титана в Zr1%Nb и затем нанесения (TiN) на имплантированный Zr1%Nb.

Режим нанесения нитрида титана и ионной очистки представлен в табл.1.

Таблица.1

Параметры очистки, ПИИИ и нанесения покрытий

Параметры	Ток в разряде, А	Давление, Па	Смещение, В	Ar, %	N ₂ , %	Время, мин
Ионная очистка	50 (тлеющий)	0,15	1500	100	0	3
ПИИИ	70(дуговой)	0,15	500, 1000, 1500	100	0	5
Нанесение покрытия	70	0,3	0 – 300	20	80	30

Результаты и их обсуждение.

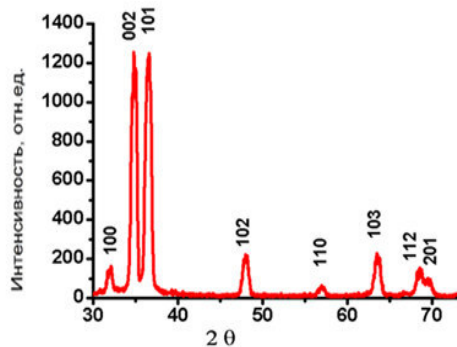


рис.1а)

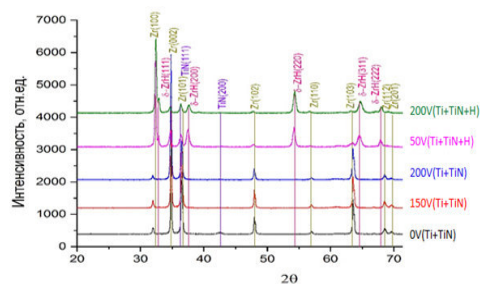


рис.1с)

Рис.2-Рентгеновские дифрактограммы образцов циркониевого сплава Zr1%Nb: а)после ПИИИ, б)после нанесения покрытия TiN, с)после ПИИИ и нанесения покрытий.

Изменение текстуры в покрытии TiN объясняется в термодинамическом аспекте.

Аналогичные результаты видно на рис. 1.с). Кроме этого, на рис. 1.с) показаны рефлексы ориентации δ-Zr. Образование гидроксида δ-Zr указывает на проникновение большого количества водорода в глубь материала, что, может привести к ухудшению механических свойств циркониевого сплава. При относительно низком напряжении смещения (50 В) цирконий в большей мере подвержен проникновению

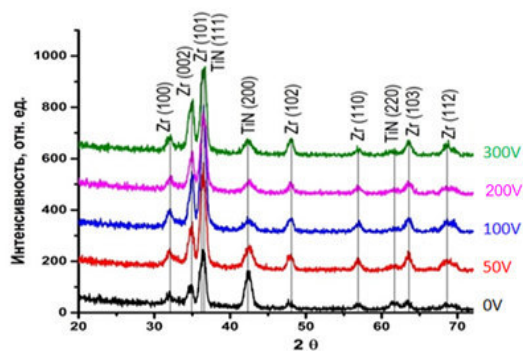


рис.1б)

Рис. 1 Рентгенограммы образцов циркониевого сплава Zr–1%Nb: а) после имплантации; б) после нанесения покрытия TiN; в) после нанесения покрытия TiN на имплантированный Zr–1%Nb.

На рис. 1а) виден только Zr, то есть, титан находится в растворенном состоянии и никаких фаз Ti не формируется. Из рис. 1б), при отсутствии потенциала смещения присутствуют рефлексы в направлении плоскости (200), (220). Видно, что при увеличении потенциала смещения от -50 В до -300 В, ориентация кристаллитов TiN постепенно перерастет в направлении (111). Как правило, это

водорода, что, возможно, связано с образованием пленки титана на поверхности, которая активно сорбирует водород.

Исследование морфологии поверхности циркониевого сплава Zr1%Nb представлено на рис. 3. Из анализа рис. 3 следует, что в результате ПИИИ изменяется топография поверхности характеризующееся выделением зерен и наличием микрокапель.

Нанесение покрытия TiN на не имплантированную подложку приводит к микрокаплям и, по-видимому, к образованию чешуек. Нанесение покрытия TiN на имплантированную подложку (рис. 3с)

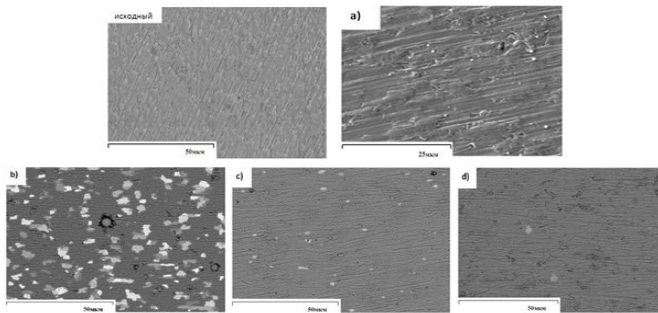


Рис. 3-СЭМ поверхности образцов циркониевого сплава Zr1%Nb :

а) после ПИИИ(1500V), б) после нанесения покрытия (200V), без ПИИИ, с) после нанесения покрытия на имплантированный образец(200V), д) после наводороживания образца .

приводит к практически полному исчезновению названных чешуек и уменьшению количества и размера микрокапель. Это свидетельствует о улучшении адгезии покрытия. Насыщение водородом приводит к появлению темных островков, которые, по-видимому, являются результатом взаимодействия водорода с дефектами поверхности (возможно, теми же вышеупомянутыми отслаиваниями покрытия).

Заключение. Из анализа рис. 2 и рис.3 следует, что ионно-иммерсионная имплантация из плазмы дугового разряда титана в сплав Zr1%Nb приводит к

изменению морфологии поверхности. Не приводит к изменению фазового состава, но приводит к изменению параметров кристаллической решётки (к деформации решётки). То есть имплантированный титан находится в Zr1%Nb в растворённом состоянии. Из анализа рис. 2 следует, что в результате ПИИИ изменяется топография поверхности, характеризующееся выделением зерен и наличием микрокапель. Нанесение покрытия TiN на не имплантированную подложку приводит к микрокаплям и, по-видимому, к образованию чешуек (светлые пятна на рис. 2б, которые, вероятнее всего, связаны с локальными межслойными расслаиваниями покрытия [не от подложки]). Нанесение покрытия TiN на имплантированную подложку (рис. 2 с) приводит к практически полному исчезновению названных чешуек и уменьшению количества и размера микрокапель. Это свидетельствует о улучшении адгезии покрытия. Насыщение водородом приводит к появлению темных островков, которые, по-видимому, являются результатом взаимодействия водорода с дефектами поверхности (возможно, теми же вышеупомянутыми отслаиваниями покрытия

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Xu Xinlei. High quality TiN film preparation by multi-arc ion plating // Materials Protection. – 2000. – Vol. 33. – №8. – P. 28-32.
2. Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B. // Vacuum. – 2005. – Vol. 78 (2-4). – P. 331-336.