

УДК 621.793.79:620.178.151.6

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ Ti-Al-Ta-N**

Ю.А. Гаранин^{1,2}, Е.Д. Кузьминов²

Научный руководитель: д.ф.-м.н. А. Р. Шугуров^{1,2}

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, 634055

E-mail: jorge.r2448@gmail.com

**INFLUENCE OF PARAMETERS OF MAGNETRON SPUTTERING ON MICROSTRUCTURE AND
MECHANICAL PROPERTIES OF Ti-Al-Ta-N COATINGS**

Yu.A. Garanin^{1,2}, E. D. Kuzminov²

Scientific Supervisor: Dr. A.R. Shugurov^{1,2}

¹Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

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

E-mail: jorge.r2448@gmail.com

Abstract. *The microstructure and mechanical properties of Ti-Al-Ta-N coatings obtained by DC and pulsed magnetron sputtering are investigated. It is shown that the coatings deposited in the pulsed regimes are characterized by denser mixed microstructure with columnar and equiaxed grains compared with the columnar DC coating. The changes in the microstructure are found to provide increased mechanical properties of the coatings obtained in the pulsed regimes.*

Введение. Несмотря на интенсивное развитие современного материаловедения, проблемы трения и износа, возникающие при эксплуатации деталей и механизмов, работающих в условиях высоких фрикционных нагрузок, по-прежнему, остаются очень актуальными. На сегодняшний день одним из основных методов повышения износостойкости материалов является модификация их поверхности путем нанесения на изделия износостойких защитных покрытий. Среди большого многообразия используемых композиций перспективными являются покрытия системы Ti-Al-Ta-N, которые обладают повышенными трещиностойкостью, термической стабильностью, стойкостью к окислению и износостойкостью [1]. Однако известно, что свойства покрытий существенно зависят от метода их нанесения на подложку. В настоящее время основными методами нанесения покрытий Ti-Al-Ta-N является ионно-плазменное напыление и магнетронное распыление. При этом магнетронное распыление покрытий Ti-Al-Ta-N, как правило, осуществляется при постоянном токе. В то же время было показано, что технология импульсного магнетронного распыления позволяет получать покрытия на основе нитридов переходных металлов с улучшенными свойствами [2]. Данный метод позволяет обеспечить более высокую степень ионизации

распыляемого материала, способствуя повышению плотности ионного потока и энергии осаждаемых ионов. Это приводит к уплотнению структуры покрытий, обуславливая повышение их твердости, адгезии к подложке и износостойкости, по сравнению с аналогичными покрытиями, полученными магнетронным распылением при постоянном токе. При этом характеристики покрытий существенно зависят от материала мишени и параметров осаждения. Целью данной работы является исследование микроструктуры и механических свойств покрытий, полученных в различных режимах магнетронного распыления.

Экспериментальная часть. Покрытия Ti-Al-Ta-N наносили на подложки из стали марки 12X18H10T методом реактивного магнетронного распыления на установке МИР-1М с помощью двух магнетронов с мишенями TiAl (50/50 ат.%) и Ta (99,9 ат.%). Процесс нанесения происходил в среде из смеси газов аргона и азота при общем давлении в рабочей камере 0,3 Па. Магнетроны были обеспечены отдельными источниками питания, что позволило задавать режим работы индивидуально для каждого магнетрона. В режиме 1 оба магнетрона работали на постоянном токе. В режиме 2 на оба магнетрона подавали импульсный ток с частотой 60 кГц. В режиме 3 на мишень TiAl подавали постоянный ток, а на мишень Ta импульсный. В режиме 4, напротив, постоянный ток подавали на мишень Ta, а импульсный – на мишень TiAl. Длительность положительного и отрицательного импульсов в режиме импульсного распыления были равны 3 и 14 мкс соответственно. Толщина покрытий составляла 3 мкм. Элементный состав покрытий Ti-Al-Ta-N определяли методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии на сканирующем электронном микроскопе EVO 50 с помощью детектора INCA X-act. Структуру и фазовый состав покрытий исследовали методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu. Твердость H и приведенный модуль упругости E* определяли методом наноиндентирования на установке NanoTest при максимальной нагрузке 20 мН.

Результаты. Анализ дифрактограмм (рис. 1) показал, что все исследованные покрытия Ti-Al-Ta-N имеют ГЦК структуру типа NaCl (B1), то есть представляют собой твердый раствор, в котором Al и Ta частично замещают Ti в кристаллической решетке TiN. Все покрытия демонстрируют преимущественную ориентацию (111), при этом степень текстуры больше у покрытий, нанесенных при работе магнетрона TiAl в импульсном режиме. Как видно из рис. 1, у покрытий, полученных с использованием импульсного распыления, наблюдается существенное уширение пиков Ti-Al-Ta-N, по сравнению с покрытием, полученным при постоянном токе. Это указывает на уменьшение областей когерентного рассеивания и развитие сильных микронапряжений в покрытиях, полученных импульсным магнетронным распылением.

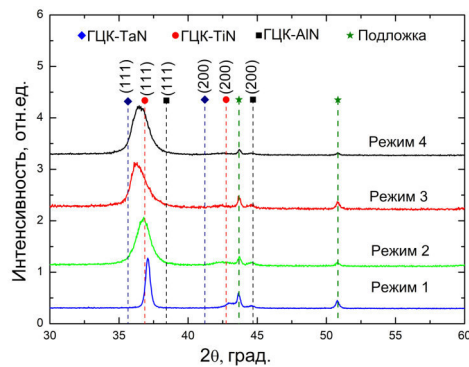


Рис. 1 Дифрактограммы покрытий Ti-Al-Ta-N, полученных в различных режимах распыления

Таблиця 1

Елементний склад і механічні властивості покриттів Ti-Al-Ta-N

Режим	Мишень TiAl	Мишень Ta	Ti, ат.%	Al, ат.%	Ta, ат.%	H, ГПа	E*, ГПа
1	Пост. ток	Пост. ток	39,3	45,5	15,2	31,4	294
2	Имп. ток	Имп. ток	45,5	38	16,5	33,1	315
3	Пост. ток	Имп. ток	42,8	38,2	19,0	32,6	314
4	Имп. ток	Пост. ток	43,7	44,7	11,6	33,6	315

Елементний склад досліджуваних покриттів приведений в таблиці 1. Необхідно відзначити, що імпульсний режим сприяє більш інтенсивному розпиленню матеріала мишеней, що сприяє збільшенню вмісту в покриттях відповідних елементів. Тому максимальний вміст Ta спостерігається в покритті, отриманому в режимі 3, а мінімальний – в режимі 4. Крім того при використанні імпульсного розпилення відбувається зростання відносного вмісту Ti/Al. Це пояснюється тим, що Ti має більш негативну енергію Гіббса порівняно з Al і Ta, що сприяє першочерговому «отравленню» (азотированию) мишені TiAl на ділянках поверхні з переважним вмістом Ti. Оскільки в імпульсному режимі розпилення ступінь «отравлення» мишені значно зменшується, то це призводить до зростання відносного вмісту Ti в покриттях.

Механічні характеристики покриттів, визначені методом наноіндентування, наведені в таблиці 1. Аналіз отриманих даних свідчить про те, що використання імпульсного магнетронного розпилення сприяє підвищенню як H, так і E*. Основною причиною цього є зміна внутрішньої мікроструктури покриттів. Дослідження поперечних перерізів покриттів методом СЕМ показало, що зразки, отримані в режимі постійного струму, характеризуються вираженою стовпчастою структурою. В той же час покриття, нанесені з використанням імпульсного струму, мають більш щільну сумішну структуру, що складається з стовпчастих і рівноосних зерен.

Висновок. Досліджена мікроструктура і механічні властивості покриттів Ti-Al-Ta-N нанесених в різних режимах магнетронного розпилення. Показано, що використання імпульсного струму дозволяє отримати покриття з більш щільною мікроструктурою, що сприяє підвищенню їх механічних характеристик. Отримані результати свідчать про можливість управління структурою і властивостями покриттів Ti-Al-Ta-N шляхом вибору оптимальних режимів магнетронного розпилення.

Робота виконана в рамках державного завдання ІФПМ СО РАН, проєкт FWRW-2021-0010.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- Grossmann B., Tkadletz M., Schalk N., Czettel C., Pohler M., Mitterer C., High-temperature tribology and oxidation of $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ hard coatings // Surf. Coat. Technol. – 2018. – V.342. – P. 190–197.
- Kelly P.J., Braucke T. vom, Liu Z., Arnell R.D., Doyle E.D., Pulsed DC titanium nitride coatings for improved tribological performance and tool life // Surf. Coat. Technol. – 2007. – V.202. – P. 774–780.