

УДК 621.793.79:620.178.2

**Исследование влияния содержания Si на деформацию  
и разрушение покрытий Ti-Al-Ta-Si-N при одноосном растяжении**Е.Д. Кузьминов<sup>1</sup>, В.С. Улько<sup>1,2</sup>, А.Ю. Дербин<sup>1</sup>Научный руководитель: д.ф.-м.н. А.Р. Шугуров<sup>1</sup>,<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,  
Россия, г. Томск, просп. Академический, 2/4, 634055<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050E-mail: [evgenij\\_kuzminov00@mail.ru](mailto:evgenij_kuzminov00@mail.ru)**Investigation of the influence of Si content on deformation  
and fracture of Ti-Al-Ta-Si-N coatings under uniaxial tension**E. D. Kuzminov<sup>1</sup>, V.S. Ulko<sup>1,2</sup>, A.Yu. Derbin<sup>1</sup>Scientific Supervisor: Dr. A.R. Shugurov<sup>1</sup><sup>1</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, Akademicheskyy str., 2/4, 634055<sup>2</sup>Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050E-mail: [evgenij\\_kuzminov00@mail.ru](mailto:evgenij_kuzminov00@mail.ru)

**Abstract.** *The effect of Si alloying of Ti-Al-Ta-N coatings on their crack resistance and adhesive strength under uniaxial tension is investigated. It is shown that the hardness, reduced Young's modulus and residual compressive stresses increase with the addition of Si. The alloying is found to lead to a shift in the ultimate strain to failure towards larger values and an increase in the density of transverse cracks. It is also revealed that the shear strength of the interface between the Ti-Al-Ta-Si-N coatings and the steel substrate increases with increasing silicon content, reaching a maximum at 7.5 at. % Si.*

**Key words:** *Ti-Al-Ta-Si-N, mechanical characteristics, uniaxial tension.*

**Введение**

Система Ti-Al-N является одним из наиболее распространенных материалов для получения защитных покрытий благодаря своей износостойкости и стойкости к окислению [1, 2]. Однако, несмотря на высокую твердость данных покрытий, введение Al в решетку TiN также может приводить к снижению их трещиностойкости, а следовательно, и к ухудшению износостойкости. Решением данной проблемы является легирование данных покрытий дополнительными химическими элементами. В частности, введение Ta в покрытия Ti-Al-N позволяет существенно повысить их трещиностойкость и термическую стабильность [3–6]. При этом покрытия Ti-Al-Ta-N, как правило, характеризуются столбчатой структурой. Границы столбчатых зерен являются путями для быстрого распространения трещин через всю толщину покрытия с их последующим отклонением на границе раздела покрытие/подложка, что обуславливает отслоение и скалывание фрагментов покрытия. Возможным решением этой проблемы может быть создание в покрытиях на основе Ti-Al-Ta-N двухфазной аморфно-нанокристаллической структуры, например, путем легирования их кремнием [7, 8]. На сегодняшний день в литературе отсутствуют данные о влиянии Si на зарождение и распространение трещин в покрытиях на основе системы Ti-Al-Ta-N. Таким образом, целью данной работы является исследование влияния содержания Si на трещиностойкость и адгезионную прочность покрытий Ti-Al-Ta-Si-N при их одноосном нагружении.

### Экспериментальная часть

Покрyтия Ti-Al-Ta-Si-N наносили методом реактивного магнетронного распыления в среде из смеси газов аргона и азота на подложки из стали марки 12X18H10T и монокристаллического кремния. Стальные подложки представляли собой лопатки толщиной 1,5 мм. Длина и ширина их рабочей части составляли 21 и 3 мм соответственно. Осаждение покрытий проводили с помощью двухмагнетронной распылительной системы с использованием мишеней Ti/Al/Si (50/40/10 ат. %) и Ta (99,9 ат. %). Элементный состав, определенный методом энергодисперсионной спектроскопии, представлен в таблице 1. Содержание Ta в покрытиях поддерживалось постоянным (5 ат.%), тогда как концентрация кремния изменялась от 0 до 10 ат. %. Толщина покрытий составила 3 мкм.

Таблица 1

Элементный состав покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-Si-N

Номер образца	Ti, ат.%	Al, ат.%	Ta, ат.%	Si, ат.%	N, ат.%
1	20,5	24,5	5,0	0,0	50,0
2	18,5	22,5	5,0	4,0	
3	18,0	22,0	5,0	5,0	
4	17,5	21,5	5,0	6,0	
5	17,0	20,5	5,0	7,5	
6	16,0	19,0	5,0	10,0	

Методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеновской дифракции были изучены внутренняя микроструктура и фазовый состав покрытий соответственно. Механические характеристики покрытий были исследованы методом наноиндентирования. Исследование деформации и разрушения покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-N проводили методом одноосного растяжения. Изучение поверхности образцов во время одноосного растяжения производили с помощью цифровой камеры с частотой съемки 1 кадр в секунду.

### Результаты

Методом рентгеновской дифракции установлено, что исследованные покрытия имеют ГЦК структуру типа NaCl (B1), преимущественная ориентация которых изменялась с (111) для покрытий Ti-Al-Ta-N на (200) для покрытий с 6 ат.% Si. Дальнейшее увеличение содержания кремния до 10 ат. % привело к аморфизации покрытия, что выражено в снижении интенсивности и уширении рентгеновских пиков покрытий. Исследования поперечного сечения образцов методами СЭМ и ПЭМ показали, что при введении 5 ат. % кремния и выше покрытия приобретают двухфазную аморфно-нанокристаллическую структуру, которая становится менее выраженной при увеличении содержания Si.

Методом наноиндентирования показано, что твердость и приведенный модуль Юнга покрытий сначала увеличиваются с ростом содержания кремния, достигая максимальных значений 41,0 ГПа и 360 ГПа соответственно в покрытиях с 5 ат. % Si. Причина этого заключается в образовании в данном покрытии тонких прослоек аморфной зернограничной фазы нитрида кремния. Дальнейшее увеличение содержания легирующего элемента приводит к снижению механических характеристик покрытий Ti-Al-Ta-Si-N вследствие увеличения толщины прослоек аморфной фазы между зернами основной фазы. Аналогичную зависимость демонстрируют остаточные сжимающие напряжения, максимальная величина которых (-5,9 ГПа) достигается в покрытиях с 5 ат. % Si.

Проведенные исследования выявили у всех покрытий четырехстадийный характер разрушения при одноосном растяжении. На первой стадии в покрытиях возникли поперечные трещины (при деформациях  $\epsilon_I = 1,72\text{--}3,45\%$ ), плотность распределения которых  $N_I$  быстро росла с увеличением степени деформации. Вторая стадия разрушения ( $\epsilon_{II} = 3,44\text{--}5,52\%$ )

характеризовалась снижением скорости роста плотности распределения поперечных трещин. При деформациях  $\varepsilon_{III} = 6,96\text{--}9,53\%$  наступила третья стадия разрушения покрытий на основе системы Ti-Al-N, на которой в них образовались диагональные трещины. Четвертая стадия, характеризующая начало скалывания покрытий, наступила при деформациях  $\varepsilon_{IV} = 14,78\text{--}18,34\%$ . Согласно полученным результатам у всех исследованных покрытий, легированных Si, величина  $N_t$  оказалась выше, чем у покрытия Ti-Al-Ta-N. Сдвиговая прочность границы раздела покрытие/подложка также увеличилась при добавлении кремния, что свидетельствует о повышении адгезионной прочности покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-N при их легировании Si. Максимальное значение сдвиговой прочности было получено у покрытия с 7,5 ат. % Si, тогда как дальнейшее повышение содержания легирующего элемента приводит к снижению данного параметра.

### Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что легирование покрытий Ti-Al-Ta-N кремнием приводит к формированию в них двухфазной аморфно-нанокристаллической структуры вместо столбчатой, которая наблюдалась у покрытий Ti-Al-Ta-N. Увеличение содержания Si способствует повышению твердости, приведенного модуля Юнга и остаточных сжимающих напряжений в покрытиях, достигающих максимума в покрытиях, содержащих 5 ат. % Si. Испытания на одноосное растяжение продемонстрировали рост трещиностойкости и адгезионной прочности покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-N при повышении содержания кремния до 7,5 ат. %.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ № 22-19-00441). Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН*

### Список литературы

1. PalDey S., Deevi S.C. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review // Mater. Sci. Eng. A. – 2003. – Vol. 342. – P. 58–79.
2. Bartosik M., Rumeau C., Hahn R., Zhang Z.L., Mayrhofer P.H. Fracture toughness and structural evolution in the TiAlN system upon annealing // Sci. Rep. – 2017. – Vol. 7. – P. 16476.
3. Shugurov A.R., Kuzminov E.D., Kasterov A.M., Panin A.V. & Dmitriev A.I. Tuning of mechanical properties of Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N coatings through Ta alloying // Surf. Coat. Technol. – 2020. – Vol. 382. – P. 125219.
4. Rachbauer R., Holec D., Mayrhofer P.H. Increased thermal stability of Ti–Al–N thin films by Ta alloying // Surf. Coat. Technol. – 2012. – Vol. 211. – P. 98–103.
5. Mayrhofer P.H., Rachbauer R., Holec D., Rovere F., Schneider J.M. Protective Transition Metal Nitride Coatings // Comprehensive Materials Processing. Elsevier Ltd. – 2014. – P. 355–388.
6. Yang Y., Xu Y.X., Chen L., Mayrhofer P.H. Improved Ti-Al-N coatings through Ta alloying and multilayer architecture // Surf. Coat. Technol. – 2017. – Vol. 328. – P. 428–435.
7. Veprek S., Veprek-Heijman M. G., Karvankova, P. & Prochazka J. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites // Thin solid films. – 2005. – Vol. 476, № 1. – P. 1–29.
8. Chen M., Cai F., Chen W., Wang Q., Zhang S. Influence of vacuum annealing on structures and properties of Al-Ti-Si-N coatings with corrosion resistance // Surf. Coat. Technol. – 2017. – Vol. 312. – P. 25–31.