

УДК 539.12.043

Ф.Ф. КОМАРОВ, д-р физ.-мат. наук, чл.-корр. НАНБ
(НИИПФП БГУ),
В.А. КУКАРЕКО, д-р техн. наук (ОИМ НАНБ),
С.В. КОНСТАНТИНОВ,
В.В. ПИЛЬКО, канд. физ.-мат. наук (НИИПФП БГУ)

ВЛИЯНИЕ АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ TiN*

Введение. В настоящее время актуальной задачей является создание наноструктурированных сверхпрочных покрытий. В ряде работ по этой тематике было показано, что наиболее перспективной является модификация известного покрытия TiN путем его наноструктурирования и добавки к нему 3-го компонента, такого как Al, Si, Cr [1, 2]. Однако до сих пор остается невыясненным конкретное влияние добавок 3-го элемента (тип, концентрация, способ осаждения, тип подложки) на трибомеханические свойства покрытия [3, 4]. Целью данной работы является исследование влияния состава распыляемой мишени с добавкой алюминия, режимов осаждения покрытий, типа подложки на эксплуатационные характеристики, такие как твердость и износостойкость, а также влияния режимов нанесения и типа подложки на механизм разрушения покрытий.

Методы нанесения покрытий и исследования полученных структур. Исследования проводили на образцах покрытий TiN, TiAlN, нанесенных методом магнетронного распыления на подложки из различных материалов. В качестве подложек использовали цилиндрические заготовки (диаметром 15 мм, толщиной 4 мм), изготовленные из проката стали 12X18H10T, армко-железа и твердого сплава T15K6. Некоторые подложки из армко-железа и стали 12X18H10T были предварительно подвергнуты нитроцементации

[5] для управления твердостью и адгезионной прочностью покрытий.

Для формирования указанной структуры покрытия была использована вакуумная установка магнетронного распыления УРМ 327. Нанесение покрытий осуществлялось в 3-х режимах: с недостатком, стехиометрической концентрацией и с избытком реактивного газа N_2 .

Состав сформированных покрытий изучали с помощью метода обратного резерфордовского рассеяния (РОР) на ускорителе AN 2500 фирмы «High Voltage Engineering Europe B.V.», энергия ускоренных ионов 1,5 МэВ, разрешение детектора 16 кэВ. Рентгеноструктурный анализ осуществляли на дифрактометре ДРОН-3 с фокусировкой по Брэггу-Брентано. Анализ морфологии и фазового состава покрытий проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа НІТАСНІ-Н800. ДюрOMETрические испытания проводили вдавливанием по методу восстановленного отпечатка на микротвердомере DuraScan 20 (Швейцария), а также методом наноиндентирования по методике Оливера и Фарра [6] на нанотвердомере Nanoindenter G200 (США).

Результаты эксперимента и их обсуждение. На основе полученных данных резерфордовского обратного рассеяния ионов гелия были построены графики распределения элементов по глубине покрытий и рассчитаны концентрации элементов (рисунок 1).

Кривые 1, 2, 3 на рисунке 1 соответствуют различным режимам нанесения покрытий: 1 – покрытие, наносившееся в режиме с недостатком азота, 2 – со стехиометрическим содержанием азота, 3 – с избытком азота.

Установлено, что титан и алюминий в покрытии присутствуют примерно в равных пропорциях и их концентрации однородны по глубине покрытия. Концентрация азота также однородна по глубине с небольшим градиентом у поверхности и на границе с подложкой. Исходя из результатов анализа спектра РОР и рассчитанных концентраций элементов, можно предположить, что титан и алюминий находятся в покрытии в фазах нитридов. Адгезионный подслоя представляет собой интерметаллидную фазу $TiAl$ и сплав Ti с Al .

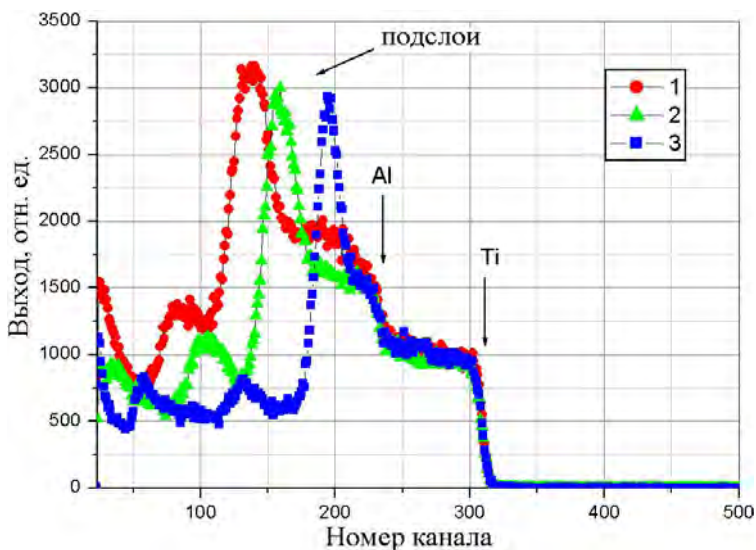


Рисунок 1 – Спектры POP ионов гелия с энергией 1,5 МэВ от углеродных подложек с покрытиями TiAlN, осажденными в различных режимах

В ходе анализа спектров POP было установлено, что концентрация кислорода в покрытиях незначительна по сравнению с концентрацией азота, что свидетельствует о высоком качестве полученных структур и об отсутствии крайне вредных для эксплуатационных свойств наноструктурированных тонкопленочных покрытий оксидов и поверхностных оксидных пленок металлов.

На спектрах видно различное расположение адгезионных подслоев по глубинам покрытий при одной и той же длительности нанесения, но различной концентрации азота. При этом фронты титана и алюминия на спектрах совпадают, следовательно, толщина покрытий и толщина адгезионного подслоя зависит от концентрации азота во время нанесения. В ходе анализа каждого спектра в отдельности было установлено, что концентрация азота, необходимая для образования нитридов, достаточна уже в режиме с недостатком реактивного газа, далее происходит диффузия азота в адгезионный подслей и подложку с нежелательным образованием там нитридов. Исходя из факта, что с увеличением концентрации N_2 толщина наносимого покрытия уменьшается, можно сделать вывод, что увели-

чение концентрации N_2 выше стехиометрической приводит к ухудшению адсорбции атомов Ti и Al к подложке и, как следствие, к ухудшению качества наносимого покрытия. Таким образом, наиболее целесообразным для получения высококачественного наноструктурированного тонкопленочного покрытия TiAlN является режим с небольшим недостатком реактивного газа.

Рентгеноструктурным анализом (рисунки 2–4) установлено, что пики нитрида титана и нитрида алюминия сильно размыты и образуют одно общее гало на дифрактограммах. Как известно, оба эти нитрида – титана и алюминия имеют изоморфную ГЦК-решетку, отличающуюся только параметром и, как следствие, взаимно неограниченно растворимы друг в друге [2, 7]. Атомный радиус алюминия меньше атомного радиуса титана [2, 7]. Если предположить что атомы алюминия будут замещать атомы титана в фазе нитрида с образованием твердого раствора замещения, то произойдет смещение пиков нитрида титана в сторону больших углов. Именно такая картина и наблюдается на полученных рентгеновских дифрактограммах от покрытий TiAlN (рисунки 2–4). Таким образом, можно утверждать, что нитриды титана и нитриды алюминия находятся в состояниях твердого раствора замещения, то есть образуют одну фазу (Ti, Al)N.

Факт сильной размытости пиков (Ti, Al)N с образованием полосы в виде гало на всех дифрактограммах (яркий пример – рисунок 3, а) свидетельствует о нанокристаллической структуре покрытий TiAlN. Рассчитанный по формуле Дебая-Шеррера [8] размер кристаллитов покрытия TiAlN составил величину 4,5 нм на нержавеющей стали 12X18H10T при времени нанесения 55 мин, 5,6 нм при времени нанесения 75 мин, на твердом сплаве T15K6 при времени нанесения 55 мин – 6,6 нм, при времени нанесения 75 мин – 15,9 нм. Видно, что с увеличением времени нанесения происходит рост размера кристаллитов покрытия ввиду разогрева подложки и активации диффузионных процессов наносимых элементов.

В первом случае (время нанесения 55 мин) пики (Ti, Al)N образуют гало, интенсивность которого заметно меньше интенсивностей пиков фаз WC, TiC, Co от подложки из твердого сплава T15K6 (рисунок 4, а). Во втором случае (время нанесения 75 мин) выделяется уже единый пик (Ti, Al)N исходящий из гало, интенсивность которого больше всех пиков фаз WC, TiC, Co от подложки твердого

сплава Т15К6 (рисунок 4, б). Уменьшение интенсивностей пиков фаз от подложки происходит по причине рассеяния мощности рентгеновского излучения на большей толщине покрытия. Из такого сравнения интенсивностей пиков фаз (Ti, Al)N и фаз подложки на дифрактограммах от образцов с покрытиями, наносившихся 55 и 75 мин (рисунок 3, 4), следует, что увеличение времени нанесения покрытия на 20 мин на подложке из твердого сплава приводит к осаждению значительно более толстого слоя покрытия. Такой же эффект наблюдается и на подложке из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, но менее выраженный (рисунок 3).

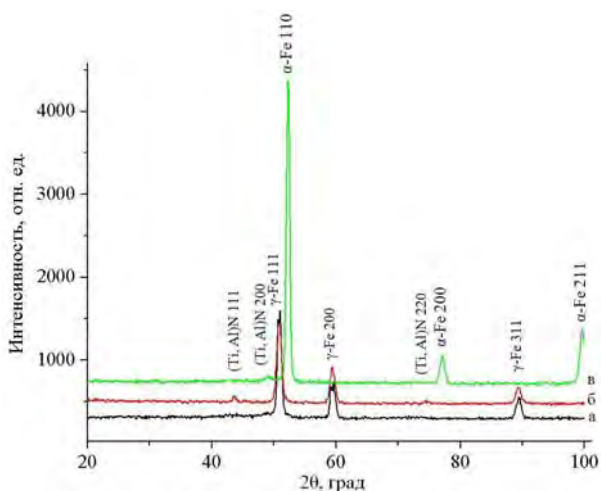


Рисунок 2 – Рентгеновские дифрактограммы от поверхности покрытия TiAlN на нержавеющей стали 12Х18Н10Т толщиной 0,63 мкм (а), покрытия TiAlN толщиной 0,86 мкм (б), покрытия TiAlN на армко-железе (в)

На образцах покрытий TiAlN на нержавеющей стали (рисунок 3) обнаружено раздвоение пиков аустенита. Этот факт свидетельствует об образовании тонкого диффузионного слоя твердого раствора внедрения азота в матрице аустенита на границе подложка-покрытие. По всей видимости, температуры процесса реактивного магнетронного нанесения достаточно для активации диффузии азота в стальную подложку.

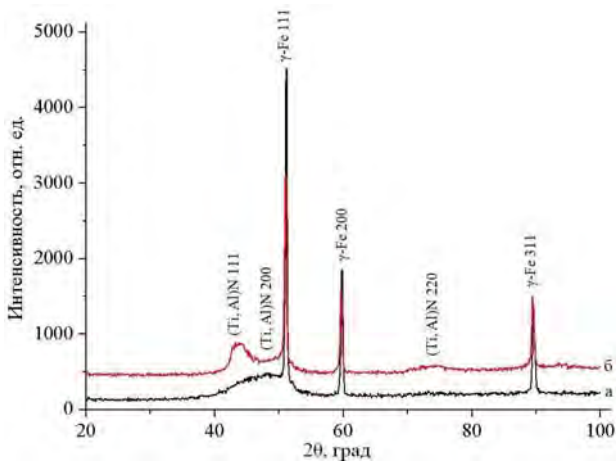


Рисунок 3 – Рентгеновские дифрактограммы от поверхности покрытия TiAlN на нержавеющей стали 12X18N10T, время нанесения 55 мин (а), 75 мин (б)

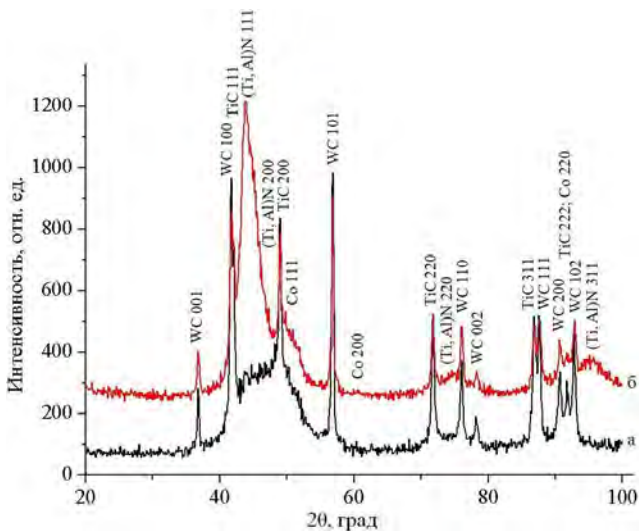


Рисунок 4 – Рентгеновские дифрактограммы от поверхности покрытия TiAlN на твердом сплаве T15K6, время нанесения 55 мин (а), 75 мин (б)

Из приведенных результатов электронной микроскопии (рисунок 5) видно, что кристаллиты имеют дисперсную, однородную наноструктуру. В случае покрытия наносившегося 75 мин (рисунок 5, в) картина более размытая ввиду большей толщины слоя. Факт сильного уширения дифракционных пиков на картинах дифракции электронов свидетельствует о наноструктурированности покрытий (рисунок 5, б, г). Этот вывод подтверждает результаты рентгеноструктурного фазового анализа сформированных покрытий TiAlN, где также установлен факт сильного уширения пиков фазы покрытия (Ti, Al)N. Рассчитанный по формуле Дебая-Шеррера [8] размер кристаллитов покрытия составил величину 5 нм при времени нанесения 55 мин и 7 нм при времени нанесения 75 мин, что также подтверждает результаты рентгеноструктурного фазового анализа.

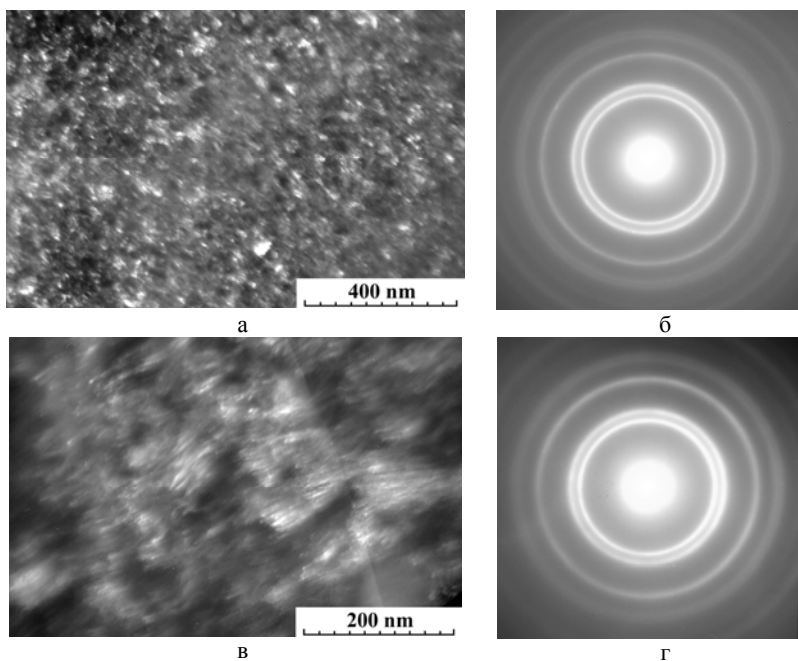


Рисунок 5 – Микроизображение структуры покрытий TiAlN, время нанесения 55 мин (а), 75 мин (в); картины электронной дифракции от покрытий TiAlN, время нанесения 55 мин (б), 75 мин (г)

Была также исследована микротвердость и упругость покрытий и измерены модули Юнга для покрытий TiAlN разной толщины и на разных подложках (рисунок 6).

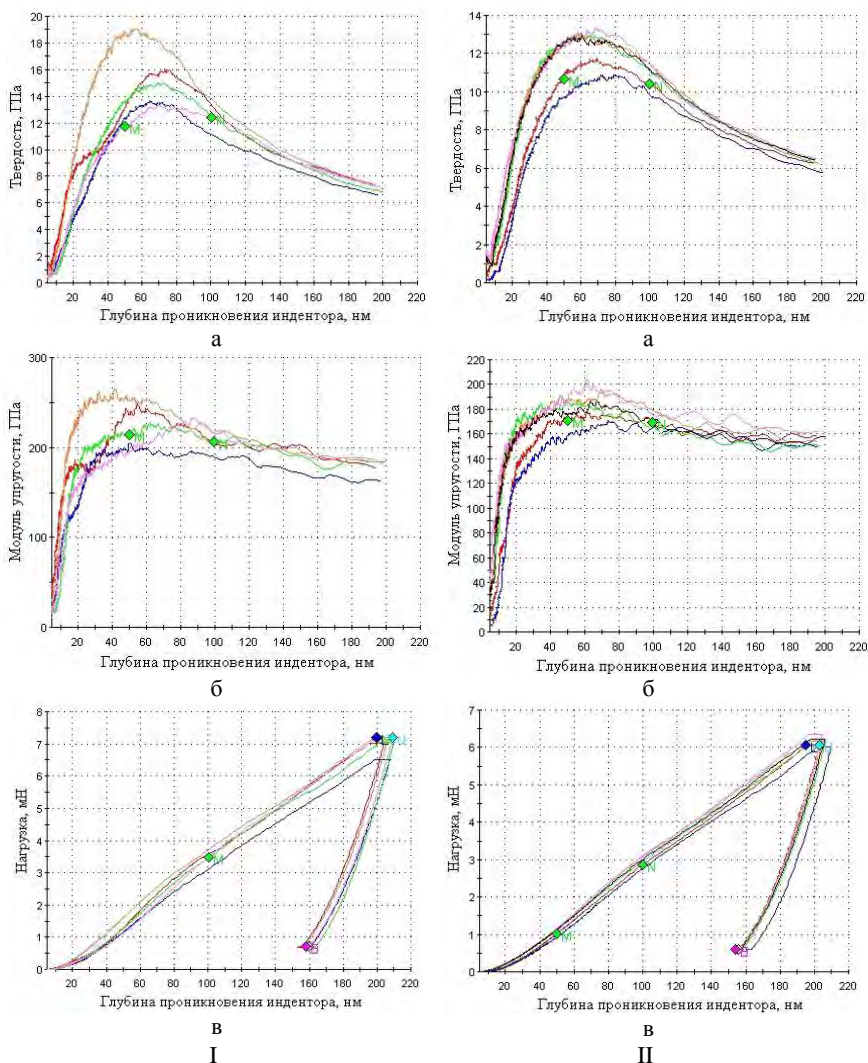


Рисунок 6 – Графики микротвердости (а), упругости (б), кривые нагрузки-разгрузки индентора (в) для покрытий TiAlN со стехиометрическим содержанием N₂ (I) и избытком N₂ (II) в процессе нанесения

Различные кривые на рисунке 6 характеризуют повторные измерения. Хорошая воспроизводимость результатов различных измерений наноиндентированием свидетельствует об однородности покрытий по площадям исследуемых образцов и об однородности свойств покрытий TiAlN. Также характер кривых микротвердости указывает на достаточно высокую однородность свойств покрытий TiAlN по глубине. Во всех случаях микротвердость покрытий растет до глубины проникновения индентора 80–90 нм, далее происходят только небольшие флуктуации значений микротвердости за счет термических колебаний кристаллической решетки.

Наибольшая микротвердость была зафиксирована на покрытии TiAlN, нанесенном на подложку из твердого сплава T15K6 (время нанесения 55 мин) – 16 116 МПа (таблица 1). В случае покрытия на нержавеющей стали 12X18H10T при времени нанесения 55 мин микротвердость составила 15 851 МПа, что на несколько процентов меньше чем на твердом сплаве T15K6. Этот факт указывает на неизбежное влияние подложки на свойства покрытия даже в случае приложения нагрузок наномасштаба. Еще более наглядная ситуация характерна случаю при времени нанесения 75 мин: микротвердость на различных подложках различается на 3,28 %. Для сравнения микротвердость самих подложек была измерена и составила на нержавеющей стали 12X18H10T – 3 594 МПа, на твердом сплаве T15K6 – 11 608 МПа. Микротвердость покрытия TiN той же толщины что и изучаемое покрытие TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T также была измерена и составила 2630 МПа [5, 9]. Существенной причиной низкой микротвердости TiN является мягкая подложка из нержавеющей стали. Подтверждение этого – резкое повышение микротвердости до значения 12500 МПа на нитроцементированной подложке. Видно, что микротвердость покрытия TiAlN превосходит микротвердость TiN на 602,7 % (на стали 12X18H10T) – 612,78 % (на твердом сплаве T15K6). Наибольшее значение модуля упругости было зафиксировано на образце покрытия TiAlN на подложке из нержавеющей стали 12X18H10T – 230,286 ГПа, наименьшее – на образце покрытия TiAlN на подложке из твердого сплава T15K6 – 189,62 ГПа.

Из таблицы 2 и рисунка 6 видно, что покрытие большей толщины имеет большее значение микротвердости. Увеличение толщины

покрытия увеличивает его несущую способность. При малой толщине покрытия индентор внедряется на глубину, сопоставимую с толщиной покрытия (таблица 2).

Таблица 1 – Микротвердость покрытия TiAlN (МПа) на различных подложках при нагрузке 0,09 Н

| | | |
|--------------------------|--------|--------|
| Подложка/время нанесения | 75 мин | 55 мин |
| сталь 12Х18Н10Т | 14 655 | 15 851 |
| сплав Т15К6 | 14 175 | 16 116 |

Таблица 2 – Микротвердость покрытия TiAlN различной толщины

| | | |
|----------------------|--------|--------|
| Толщина покрытия | 0,86 | 0,63 |
| Микротвердость (МПа) | 15 552 | 12 536 |

Микротвердость покрытия TiAlN в режиме I (стехиометрическое содержание азота в процессе нанесения) составила 15 552 МПа, модуль упругости – 220,131 ГПа, а в режиме II (избыток азота в процессе нанесения) – 12 536 МПа микротвердость и 178,933 ГПа модуль упругости. Это значит, что в режиме реактивного магнетронного нанесения со стехиометрическим содержанием азота достигаются более высокие прочностные качества и большая толщина покрытия, чем в режиме с избытком азота (рисунок б).

Результаты микроиндентирования (таблица 3) также свидетельствуют о наличии размерного эффекта толщины покрытия, описанного выше.

Таблица 3 – Влияние нагрузки на микротвердость покрытий TiAlN (МПа) на различных подложках, нанесенных в различных режимах

| Подложка | Время нанесения (мин) | Нагрузка на индентор, Н | | | |
|-----------------|-----------------------|-------------------------|--------|--------|--------|
| | | 0,09 | 0,24 | 0,49 | 0,98 |
| сталь 12Х18Н10Т | 55 | 15 562 | 13 188 | 8 472 | 3 268 |
| | 75 | 18 434 | 16 632 | 12 954 | 6 460 |
| сплав Т15К6 | 55 | 18 772 | 17 320 | 15 676 | 14 682 |
| | 75 | 19 706 | 16 964 | 14 452 | 13 584 |

С уменьшением нагрузки на индентор увеличивается значение микротвердости исследуемого покрытия. Этот факт объясняется неизбежным продавливанием тонкой пленки покрытия в массив подложки при приложении нагрузки. При этом твердость самой подложки играет важную роль. Так увеличение твердости с изменением нагрузки на индентор от 0,98 до 0,09 Н, в случае покрытия TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T, приводит к изменению величины микротвердости с 3 268 МПа до 15 562 МПа и с 6 460 МПа до 18 434 МПа, то есть на 476,2 % и 285,36 % соответственно. В случае покрытия TiAlN на твердом сплаве T15K6 это увеличение с 14 682 МПа до 18 772 МПа и с 13 584 МПа до 19 706 МПа, то есть на 127,86 % и на 145,07 % соответственно. Следовательно, более твердая подложка позволяет покрытию лучше работать и максимально проявлять свои трибомеханические свойства даже при высоких нагрузках.

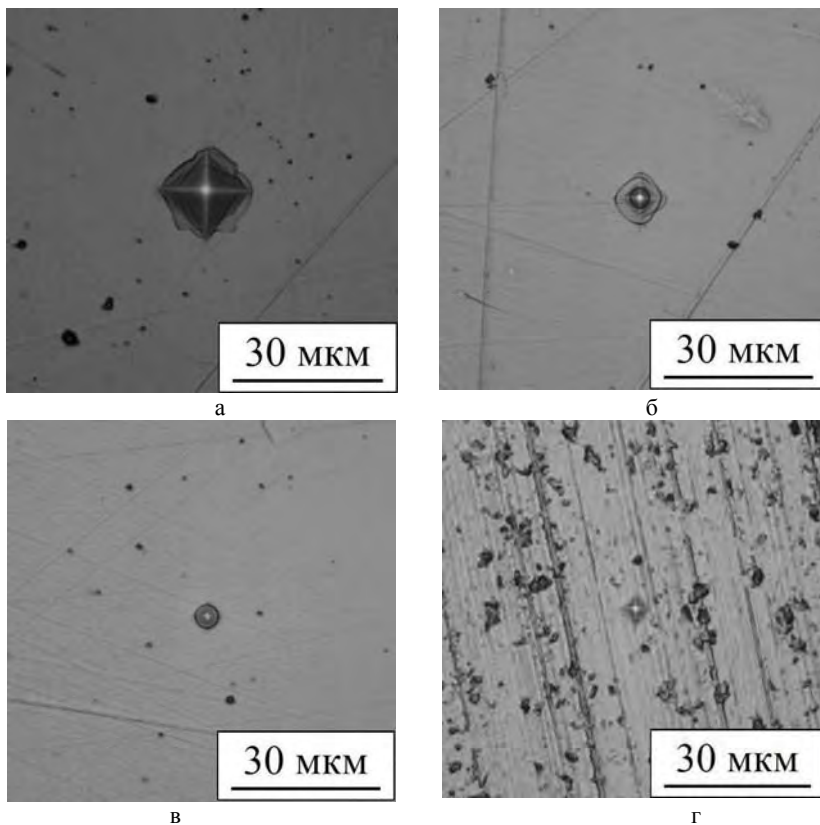
В ходе исследований было установлено, что значительное влияние на микротвердость покрытия TiAlN оказывает состав исходной распыляемой мишени. Так при соотношении компонент Ti:Al = 1:1 было получено покрытие TiAlN с твердостью 52 ГПа.

На рисунке 7 показаны наиболее характерные типы разрушения покрытия TiAlN под воздействием индентора, установленные в ходе исследований.

В первом случае (рисунок 7, а) покрытие абсолютно хрупко разрушилось, фактически прокололось до подложки из нержавеющей стали 12X18H10T. Отчетливо видны острые края сколов покрытия. Это наихудший тип разрушения покрытия, при таком разрушении покрытие весьма слабо упрочняет поверхность (увеличение по твердости на 15–20 %). Такой тип разрушения был зафиксирован у покрытий TiAlN, TiSiN, TiCrN толщиной 1 и менее микрометра, нанесенных в режиме с избытком реактивного газа N₂ на подложки из нержавеющей стали 12X18H10T и армко-железа [5, 9, 11].

Во втором случае (рисунок 7, б) произошло частично хрупкое разрушение покрытия. Виден прокол до массива подложки и спиральные трещины вокруг. Этот тип разрушения покрытия характеризуется повышенным влиянием подложки и связанностью свойств подложки-покрытия. Чем тверже подложка и выше адгезия покрытия, тем менее хрупкий характер разрушения будет наблюдаться.

При таком типе разрушения покрытие позволяет несколько упрочнить поверхность (увеличение по твердости на 50–60 %). Частично хрупкий характер разрушения наблюдался у покрытий TiAlN, нанесенных в режиме со стехиометрическим содержанием реактивного газа N₂ на подложках из нержавеющей стали 12X18H10T [5, 9, 11].



а – абсолютно хрупкое; б – частично хрупкое; в – частично вязкое;
г – абсолютно вязкое

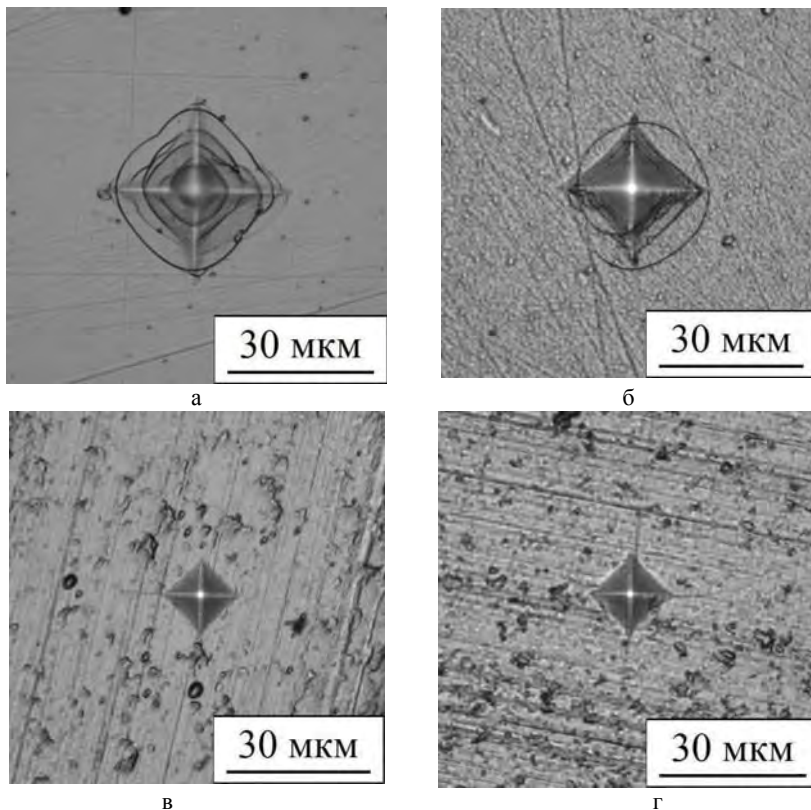
Рисунок 7 – Типы разрушения покрытий TiAlN

В третьем случае (рисунок 7, в) наблюдается частично вязкий характер разрушения покрытия. Прокол до массива подложки отсутствует, видны кольцевые трещины вокруг отпечатка индентора.

Такой тип разрушения покрытия уменьшает влияние подложки и позволяет покрытию проявить свои упругие свойства и частично восстановить прогиб после снятия нагрузки. При таком типе разрушения наблюдается значительное увеличение твердости (на 80–300 %), и можно судить о хорошей адгезии покрытия, так как оно не откалывается от поверхности подложки и сохраняет свою структуру. Такой тип разрушения был зафиксирован на образцах покрытий TiAlN, нанесенных в режимах со стехиометрическим содержанием реактивного газа N₂ на подложках из нержавеющей стали 12X18H10T с предварительной нитроцементацией поверхностного слоя для улучшения несущей способности, а также на покрытиях TiAlN, нанесенных в режиме с недостатком реактивного газа N₂ на мягкой подложке из нержавеющей стали 12X18H10T. Следует заметить, что только режим нанесения с недостатком реактивного газа N₂ позволяет сформировать тонкопленочное покрытие на мягкой подложке и при этом избежать хрупкого или частично-хрупкого разрушения покрытия.

В четвертом случае (рисунок 7, г) наблюдается абсолютно вязкий характер скорее деформации, чем разрушения покрытия. Не наблюдается ни прокола до массива подложки, ни трещин на покрытии, есть только след от индентора, который представляет собой не восстановленную упруго часть отпечатка и царапины от алмазной пирамидки. Это наиболее перспективный и наиболее эффективный характер работы покрытия на поверхности упрочняемого тела. При таком характере деформации покрытие не разрушается, а упруго вдавливается в массив подложки и, после снятия нагрузки с индентора, частично упруго восстанавливается. Этот факт доказывается кривыми нагрузки-разгрузки, полученными при наноиндентировании (рисунок б) и динамическом микроиндентировании. Такой тип деформации был зафиксирован на образцах покрытий TiAlN, нанесенных в режимах с недостатком и стехиометрическим содержанием реактивного газа N₂ на подложках из нержавеющей стали 12X18H10T с предварительной нитроцементацией поверхностного слоя для улучшения несущей способности и на твердом сплаве Т15К6. При вязком характере деформации покрытия TiAlN были достигнуты значительные улучшения прочностных свойств (увеличение твердости в несколько раз).

На основе полученных микрофотографий покрытий была оценена трещиностойкость. Оценка производилась путем расчета общей длины трещин на покрытии, образовавшихся после приложения нагрузки в 1,96 Н (таблица 4, рисунок 8).



а – покрытие TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T, время нанесения 55 мин; б – покрытие TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T, время нанесения 75 мин; в – покрытие TiAlN на твердом сплаве T15K6, время нанесения 55 мин; г – покрытие TiAlN на твердом сплаве T15K6, время нанесения 75 мин

Рисунок 8 – Трещины на покрытиях TiAlN после снятия нагрузки с индентора

Таблица 4 – Суммарная длина трещин на покрытиях TiAlN (мкм)

| Подложка/время нанесения | 55 мин | 75 мин |
|--------------------------------|--------|--------|
| нержавеющая сталь 12X18H10T | 258 | 110 |
| твердый сплав Т15К6 | 10 | 35 |

Наибольшая суммарная длина трещин при нагрузке на индентор 1,96 Н была зафиксирована на образце с покрытием TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T, время нанесения 55 минут – 258 мкм (рисунок 8, а). Это покрытие является наименее трещиностойким и наиболее склонным к хрупкому разрушению. Наименьшая суммарная длина трещин была зафиксирована на образце с покрытием TiAlN на подложке из твердого сплава Т15К6, время нанесения 55 мин – 10 мкм (рисунок 8, в). Это покрытие является наиболее трещиностойким и не склонно к хрупкому разрушению. Таким образом, на более мягкой подложке покрытие более склонно к хрупкому разрушению, и трещиностойкость его меньше чем на более твердой подложке, где наблюдается преимущественно вязкий характер разрушения. Аналогичные закономерности по трещиностойкости наблюдаются и при других условиях нагружения индентора (2,94 Н и 4,9 Н).

При дальнейшем увеличении нагрузки на индентор до 98–196 Н наблюдается полное отслаивание хрупким сколом покрытия TiAlN на подложке из твердого сплава Т15К6 (рисунок 9).

Отслаивания хрупким сколом покрытия не наблюдается на подложке из нержавеющей стали 12X18H10T ни при нагрузке 98 Н, ни при нагрузке 196 Н. Вероятно, данный факт объясняется формированием небольшого диффузионного переходного слоя от подложки к покрытию во время нанесения и, как следствие, лучшей адгезией покрытия TiAlN на нержавеющей стали 12X18H10T, чем на твердом сплаве Т15К6. Наличие переходного слоя доказывается результатами РОР (рисунок 1), где установлен факт диффузионного азотирования поверхностного слоя подложки в процессе реактивного магнетронного осаждения вследствие термического разогрева. Также этот факт доказывается результатами рентгеноструктурного фазового анализа, где обнаружено образование твердого раствора Al

(рисунки 2, 3, 4). Установлено, что покрытие $TiAlN$ имеет различный характер разрушения на разных типах подложки. На нержавеющей стали 12Х18Н10Т покрытие разрушается, как правило, хрупко или частично хрупко с образованием спиралевидных и кольцевых трещин вокруг отпечатка индентора (рисунки 7, б, 8, а, б). На подложке из твердого сплава Т15К6 покрытие имеет более вязкий характер разрушения с образованием прямых трещин от углов отпечатка индентора (рисунок 8, в, г) или без образования трещин (рисунок 7, г).

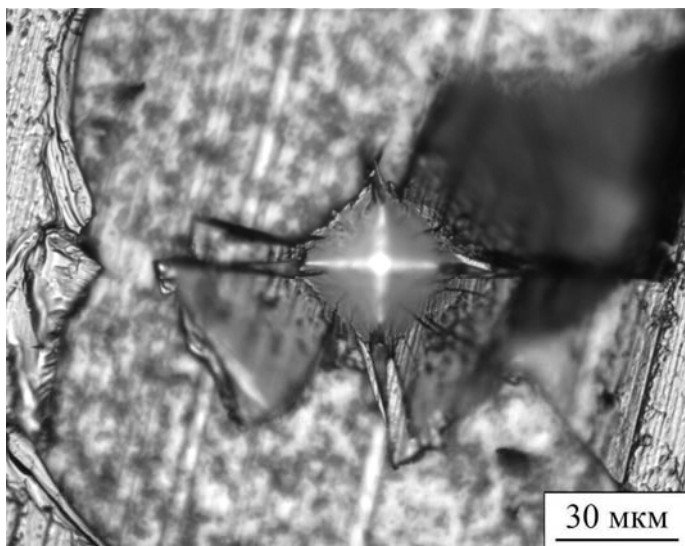


Рисунок 9 – Отслаивание хрупким сколом покрытия $TiAlN$ на подложке из твердого сплава Т15К6, нагрузка 98 Н

Заключение. Установлено, что добавка алюминия в покрытие нитрида титана, путем совместного распыления данных элементов в единой мишени методом реактивного магнетронного нанесения, существенно изменяет структуру и эксплуатационные свойства покрытия. Алюминий в составе покрытия, не образуя отдельной выделенной фазы, находится в состоянии твердого раствора замещения в нитриде титана, то есть формируется комплексный нитрид $(Ti, Al)N$ с гранецентрированной кубической решеткой и параметр-

ром, большим параметра кристаллической решетки TiN и AlN. Также установлено образование тонкого переходного диффузионного слоя твердого раствора внедрения азота в аустените на границе подложка-покрытие при нанесении покрытий методом реактивного магнетронного распыления на подложки из нержавеющей стали 12X18H10T. Концентрации титана и алюминия равномерны и однородны по толщине и площади покрытия.

Установлено, что при концентрации алюминия в 50 % в распыляемой мишени, концентрация алюминия в покрытии нитрида титана соответствует 23–25 %. Такое количество алюминия позволяет добиться увеличения микротвердости с 2630 МПа покрытия чистого нитрида титана до 19 706 МПа для покрытия TiAlN, то есть более чем в 7 раз. Также с добавкой Al значительно повышается вязкость разрушения покрытия и степень адгезионного сцепления с подложкой, что приводит к комплексному улучшению эксплуатационных свойств покрытия.

Выявлено сильное влияние на эксплуатационные характеристики твердых тонкопленочных покрытий свойств подложки. Разработана методика определения относительной трещиностойкости и характера разрушения покрытий на основе анализа микрофотографий разрушенных участков с подсчетом суммарной и удельной длины трещин покрытий. Оцененная трещиностойкость оказалась наибольшей в случае покрытия TiAlN на твердой подложке из сплава Т15К6.

Наиболее перспективным, в целях получения оптимальных механических и трибомеханических свойств, является метод реактивного магнетронного нанесения со стехиометрической концентрацией или недостатком активного газа азота N₂.

Литература

1. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites / S. J. Veprek [et al.] // *Thin Solid Films*. – 2005. – Vol. 476, Issue 1. – P. 1–29.

2. Cavaleiro, A. Nanostructured Coatings / Cavaleiro A., De Hosson J. T. – 2006. – Berlin: Springer-Verlag. – 651 p.

3. Musil, J. Toughness of hard nanostructured ceramic thin films / Musil J., Jirout M. // *Proceedings of the Fifth Asian-European Interna-*

tional Conference on Plasma Surface Engineering. – Sept. 12–16, 2005. – Qingdao City, China, Surf. Coat. Technol. – V. 201. – P. 5148–5152.

4. Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокomпозиционных покрытий / А.Д. Погребняк [и др.] // Успехи физических наук. – 2009. – Т. 179, № 1. – С. 35–64.

5. Свойства нанокристаллических покрытий на основе легированного примесью нитрида титана / Ф.Ф. Комаров [и др.] // Вестник Барановичского гос. ун-та. – 2013. – Вып. 1. – С. 14–21.

6. Oliver, W.C. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments / W.C. Oliver, G.M. Pharr // J. Mater. Res. – 1992. – Vol. 7 (No. 6). – P. 1564–1583.

7. Русаков, А.А. Рентгенография металлов: учебник для вузов по специальности «Физика металлов» / А.А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. – 480 с.

8. Hanawalt, J.D. Chemical analysis by X-ray diffraction – classification and use of X-ray diffraction patterns / J.D. Hanawalt // Adv. X-ray anal. – 1977. – V. 22. – P. 63–73.

УДК 621.794.61:620.197

А.А. ПАРШУТО (ФТИ НАН Беларуси)

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДОВ ОКСИДИРОВАНИЯ

Анодная электрохимическая обработка металлов (оксидирование) является наиболее эффективным методом получения покрытий с заданными свойствами. С помощью анодного оксидирования можно изменять такие свойства металлов, как прочностные и электроизоляционные характеристики, износо- и термостойкость, каталитическую активность.

К наиболее распространенным методам получения оксидных пленок относится обработка в растворах электролитов. Эти методы можно разделить на следующие типы: электрохимическое оксидирование при постоянном и импульсном токе [1], твердое анодиро-