

# СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ Ti-Si-Al-N, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО НАПЫЛЕНИЯ

С.В. Злоцкий, Д.В. Никончик, М.А. Пашкевич,

А.Л. Старцева, В.В. Углов

Белорусский государственный университет,

pr. Независимости 4, Минск 220030, Беларусь, uglov@bsu.by

Покрытия Ti-Si-Al-N применимы для улучшения механических свойств, устойчивости в агрессивных и высокотемпературных средах. Градиентные покрытия обладают лучшими показателями адгезии к подложке, что важно учитывать для любых практических целей применения. Поэтому в данной работе были исследованы градиентные покрытия Ti-Si-Al-N: распределение элементов, зависимость макронапряжений и параметров решетки от глубины. В результате исследования была выявлена связь между распределением напряжений в покрытии и адгезионной прочностью. Также было проведено исследование стойкости к процессу электрохимической коррозии в зависимости от режима нанесения.

**Ключевые слова:** градиентные покрытия; Ti-Si-Al-N; механические свойства; коррозионная стойкость.

## STRUCTURE, MECHANICAL PROPERTIES AND CORROSION RESISTANCE OF GRADIENT Ti-Si-Al-N COATINGS OBTAINED BY VACUUM-ARC SPRAYING

S.V. Zlotsky, D.V. Nikonchik, M.A. Pashkevich,

A.L. Startseva, V.V. Uglov

Belarusian State University,

4 Nezavisimosti Ave., Minsk 220030, Belarus, uglov@bsu.by

Ti-Si-Al-N coatings are applied to enhance mechanical properties, resistance to aggressive environments, and high-temperature stability. But they exhibit high stress levels, therefore their adhesive strength significantly weak. To maintain Ti-Si-Al-N important properties and achieve good adhesive performance their gradient configuration is used. These coatings exhibit superior adhesion to the substrate, which is a critical factor for any practical application. Therefore, this study focuses on investigating multilayer coatings, including element distribution, the relationship between macro-stresses and lattice parameters as a function of depth. The results reveal a correlation between stress distribution within the coating and its adhesive strength. Additionally, electrochemical corrosion resistance was examined in relation to the deposition parameters.

**Keywords:** gradient coatings; Ti-Si-Al-N; mechanical properties; corrosion behavior.

### Введение

В данной работе исследуются градиентные покрытия Ti-Si-Al-N, нанесенные методом вакуумно-дугового напыления. Интерес к исследованию данных покрытий обуславливается их нанокомпозиционной структурой. Характерными свойствами однослойных покрытий Ti-Si-Al-N с данным типом структуры являются высокая твердость, повышенные показатели термической и коррозионной стойкости [1, 2]. Од-

нако высокий уровень макронапряжений в данных покрытиях приводит к ухудшению адгезионных свойств [3]. Градиентные покрытия решают данную проблему за счет плавного изменения химического состава по толщине, что снижает внутренние напряжения и повышает адгезионную прочность при сохранении исходных свойств [4]. Таким образом, данные покрытия стали объектами исследования в данной работе.

## Материалы и методы исследования

Объектами исследования в данной работе являются покрытия Ti-Si-Al-N, нанесенные методом вакуумно-дугового напыления на титановой подложке TC25 (Ti-6.5Al-2.0Mo-1.0Zr-1.0Sn-1.0W-0.2Si).

Осаждение основного покрытия осуществлялось в трех режимах с использованием двух многокомпонентных катодов TiAlSi и дополнительного титанового катода при потенциале  $-100$  В и давлении азота 1 Па. Параметры осаждения покрытий представлены в таблице 1.

Табл. 1. Параметры осаждений покрытий TiAlSiN

Режим	Состав катода	Тосажд., °C	Осаждение основного слоя						Толщина, мкм	$C_{\text{Ti}}/C_{\text{Al}}$
			I, А	t, мин	I <sub>п</sub> , А	t, мин	I, А	t, мин		
1	Ti45Al45Si10	400	100-120	40	-	-	120	60	100	4.4
2	Ti60Al30Si10 Ti	300	120	50	120	10	120	50	110	5.5
3	Ti70Al20Si10 Ti	300	120	50	120	10	120	50	110	3.8

Рентгеновские спектры покрытий были получены на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием медного излучения. Фазовый анализ осуществлялся в геометрии Брега-Брентано и при малых углах падения ( $1-7^\circ$ ) рентгеновских лучей. Расчет макронапряжений проводился с помощью стандартного метода  $\sin^2 \psi$ . Особенности микроструктуры покрытий и распределение элементов по глубине были получены методами СЭМ и РСМА. Измерения твердости приnanoиндентировании выполнялись на нанотвердомере Nano Indenter II (MTS Systems, США) с алмазным трехгранным пирамидальным индентором Берковича радиусом закругления 220 нм. Твердость и модуль Юнга рассчитывались по методике Оливера и Фара. Адгезионные свойства покрытий исследовались методом царапания на установке Scratch Tester (скорость увеличения нагрузки на инденторе 0.71 Н/с, скорость движения столика с образцом 20 мм/мин, длина трека 10 мм). Поляризационные кривые получены с помощью электрохимической трехэлектродной ячейки, напряжение на которой регулировалось потенциостатом-гальваностатом в пределах от -1 до 1 В с точностью из-

мерения  $10^{-5}$  В и  $10^{-8}$  А. Коррозии испытания проводились в среде 3.5 % раствора NaCl при комнатной температуре.

## Результаты и их обсуждение

Методом РСМА исследован состав покрытий TiAlSiN, сформированных при использовании различных катодов (таблица 2). Глубина генерации рентгеновского излучения составляет несколько микрометров.

Табл. 2. Элементный состав покрытий TiAlSiN

Режим	Состав катода	Концентрация элементов, ат. %				$C_{\text{Ti}}/C_{\text{Al}}$
		Ti	Al	Si	N	
1	Ti45Al45Si10	27.4	17.9	4.0	50.7	1.5
2	Ti60Al30Si10	33.0	12.1	3.6	51.3	2.7
3	Ti70Al20Si10	34.0	5.9	6.7	53.4	5.8

На рис. 1 представлены СЭМ изображения поперечного сечения и распределение элементов в покрытиях Ti-Si-Al-N, полученных при различных режимах осаждения.

У покрытия, соответствующего режиму 1, образуются 4 слоя. Первый слой – подслой Ti, образованный при предварительной ионной обработке. Второй слой – переходный TiN. Третий слой градиентный с увеличением содержания Al и уменьшением Ti. Четвертый слой имеет постоянный состав.

У покрытий, соответствующих режимам 2 и 3, формируются 5 слоев, первые два из которых аналогичны покрытиям режима 1; в последующих слоях химический состав изменяется слабо. Основной фазой является твердый раствор  $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$  с ГЦК-решеткой и преимущественной ориентацией (200), типичной для нанокомпозитов TiAlSiN [1-4]; дополнительно присутствует фаза  $\text{Ti}_2\text{N}$ . Фазовый состав по глубине покрытия остается неизменным.

У покрытий, соответствующих режимам 1 и 2, сжимающие напряжения в  $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$  (рис. 2) сначала увеличиваются с глубиной, затем снижаются; при этом в режиме 1 у подложки они переходят в растягивающие.

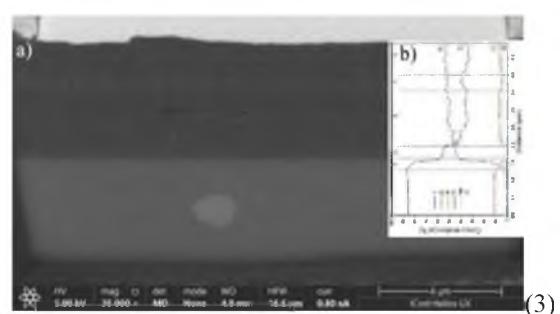
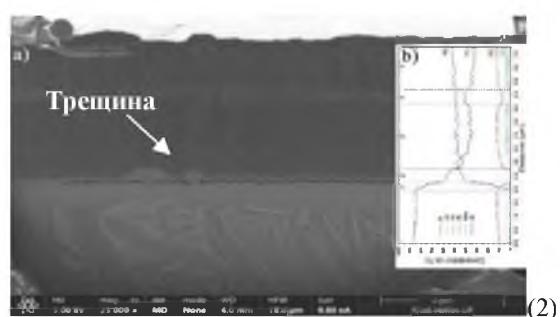
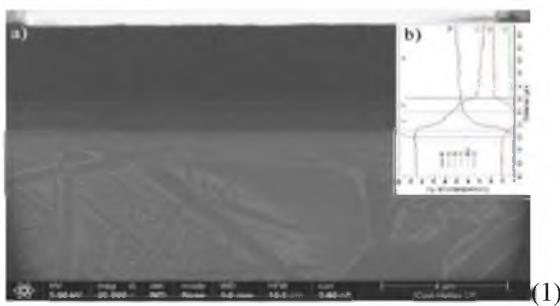


Рис. 1. СЭМ микрофотографии поперечного сечения (а) и распределение элементов (б) в покрытиях: 1 – режим 1, 2 – режим 2, 3 – режим 3

На рисунке 3 представлена зависимость тока коррозии от времени. Потенциалы коррозии незначительно изменялись со временем.

### Заключение

Покрытие с наименьшим содержанием алюминия характеризуется максимальным увеличением параметров решетки и снижением микронапряжений к подложке, что обуславливает его высокие механические и адгезионные свойства.

Покрытие режима 3 характеризуется повышенными напряжениями на границе с подложкой, что обеспечивает его высокую адгезию, тогда как у покрытия режима 2 формирование трещин вследствие релаксации напряжений снижает адгезионную прочность.

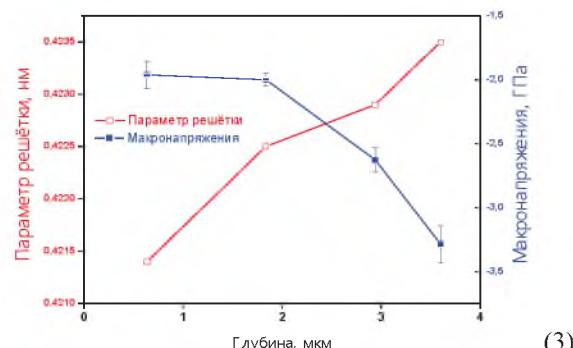
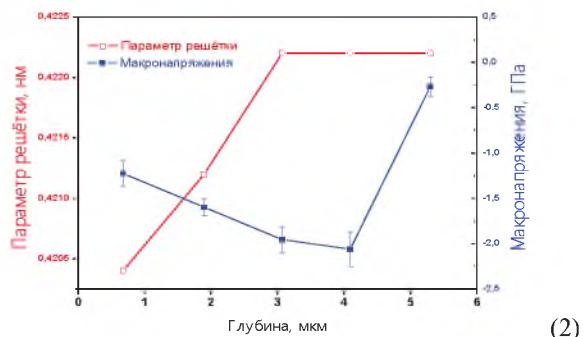
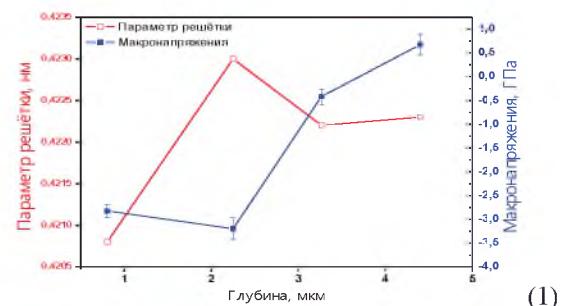


Рис. 2. Распределение параметра решетки и напряжений в  $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$  по глубине в покрытиях: 1 – режим 1, 2 – режим 2, 3 – режим 3

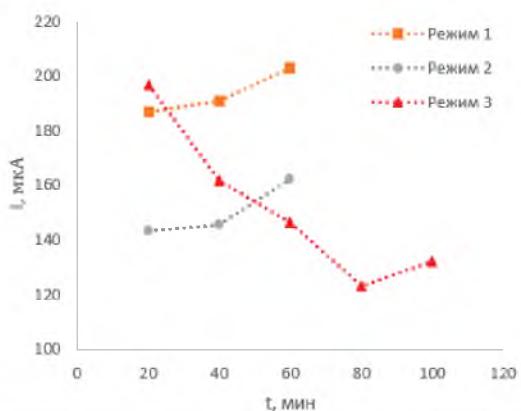


Рис. 3. Зависимость тока коррозии I от времени t

Наилучшая коррозионная стойкость наблюдается у покрытия режима 3, благодаря высокой концентрации кремния и пассивации поверхности за счет образования оксидов.

### Библиографические ссылки

1. Tillmann W., Dildrop M. Influence of Si content on mechanical and tribological properties of TiAlSiN PVD coatings at elevated temperatures. *Surface and Coatings Technology* 2017; 321: 448–454.
2. Chi-Lung Changa, Jyh-Wei Leeb, Ming-Don Tsenga. Microstructure, corrosion and tribological behaviors of TiAlSiN coatings deposited by cathodic arc plasma deposition. *Thin Solid Films* 2009; 517: 5231–5236.
3. Yvonne Moritz, Christina Kainz, Michael Tkadletz, Christoph Czettl, Markus Pohler, Nina Schalk. Microstructure and mechanical properties of arc evaporated Ti(Al,Si)N coatings. *Surface and Coatings Technology* 2021; 421: 1-7.
4. Lianggang Ji, Hanlian Liu, Chuanzhen Huang, Shijie Li, Mingyue Yin, Zhili Liu, et al. Effect of TiAlSiN gradient structure design on mechanical properties and microstructure of coatings. *Surface and Coatings Technology* 2025; 496: 131617.