

ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ ДЕФЕКТОВ И СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРНОГО ПОКРЫТИЯ Ti-Si-N, ПОЛУЧЕННОГО КАТОДНЫМ ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ ОСАЖДЕНИЕМ

*А.Д. Погребняк¹, R. Krause-Rehberg², А.И. Купчишин³, А.А. Дробышевская⁴,
В.И. Иващенко⁵, А.П. Шупиленко¹, Д.А. Колесников⁶, Н.К. Ердыбаева⁷*

¹Сумской государственной университет, Сумы, Украина

E-mail: alexp@i.ua;

²Martin-Luther-Universitat Halle-Wittenberg, Halle, Germany;

*³Казахский национальный педагогический университет им. Абая,
Алматы, Казахстан;*

*⁴Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина;*

*⁵Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины,
Киев, Украина;*

⁶Белгородский государственный университет, Белгород, Россия;

*⁷Восточно-Казахстанский государственный технический университет,
Усть-Каменогорск, Казахстан*

Представлены оригинальные результаты, полученные с помощью методов медленного пучка позитронов, рентгеновского микроанализа, РОР, РЭМ с ЭДС, АСМ, а также измерения нанотвердости, модуля упругости наноструктурных покрытий из Ti-Si-N, осажденных катодным вакуумно-дуговым испарителем, до и после отжига при температуре 600 °С (в течение 30 мин). Обнаружено образование твердого раствора (Ti, Si)N, в котором формируется напряженно-деформированное состояние (деформация сжатия – 2,6 %), а в результате термического отжига деформация уменьшается незначительно – до величины 2,3 %. В покрытии Ti-Si-N, как показали измерения S-параметра (ДУАП), за счет термодиффузии на интерфейсах сегрегируют дефекты, образуя кластеры вакансионных дефектов с высокой концентрацией – от $5 \cdot 10^{16}$ до $7,5 \cdot 10^{17}$ см⁻³.

PACS: 61.05.cm, 61.46.Hk, 62.20.Qr.68.37.Hk, 81.15.-z

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных проблем материаловедения является создание и разработка новых материалов, обладающих комплексом уникальных функциональных свойств [1–8]. К таким материалам можно с уверенностью отнести наноструктурные покрытия, обладающие высокой твердостью, высоким модулем упругости и высокой термической стабильностью, а также стойкостью к износу и т. д. [9–11].

Среди большого множества разнообразных систем (покрытий) отдельно стоят покрытия на основе Ti-Si-N, которые являются модельными по многим характеристикам. Поэтому получение новой информации об этом наноструктурном покрытии, а именно: исследование электронной дефектной структуры, фазового состава и физико-механических свойств, является актуальной задачей современной физики твердого тела.

Из литературных источников [3, 5] известно, что добавление Si в TiN-покрытие приводит к увеличению твердости покрытия, его термостойкости и при определенной концентрации Si (5...12 %) – к формированию композита, состоящего из двух фаз – TiN и SiN (Si₃N₄).

РЕЖИМЫ ОСАЖДЕНИЯ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПОКРЫТИЙ

На образцах из стали 3 размерами 20 мм в диаметре, толщиной 2 мм с полированной поверхностью осаждали покрытие на установке с катодным вакуумно-дуговым испарителем в ВЧ-разряде с использованием двух катодов из Ti и Si. В камеру напускали атомарный N. Толщина полученного покрытия из Ti-Si-N составляла около 2,2 мкм.

Исследования фазового состава и структурные проводились на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М в излучении Cu_{Kα} с использованием во вторичном пучке графитового монохроматора. Съёмки дифракционных спектров осуществлялись в поточечном режиме с шагом сканирования $2\theta = 0,05 \dots 0,1^\circ$. Для изучения напряженного состояния покрытий использовался метод рентгеновской тензометрии (« α -sin²ψ» – метод) и его модификации, применяемые к покрытиям с сильной текстурой аксиального типа [14, 15].

Элементный состав покрытий изучался с помощью резерфордовского обратного рассеяния ионов ⁴He⁺ с энергией 1,7 МэВ, разрешением детектора с энергией E = 13 кэВ, углом рассеяния ≈ 170°.

Также использовалась растровая электронная микроскопия с энергодисперсионным анализом на микроскопе Jeol 7000F (Япония) в прямом и обратном отражениях электронов и в элементном

контрасте. Для исследования морфологии поверхности использовалась атомно-силовая микроскопия AFM Objective, позволяющая получить топографию поверхности в 3D; электронно-ионно-сканирующий микроскоп Quanta 200 3D, оснащенный рентгено-флуоресцентным микроанализатором EDAX с программным обеспечением; автоматизированный прецизионный контактный профилометр SURTRONIC 25.

Измерения нанотвердости и модуля упругости проводились трехгранным индентором Берковича на нанотвердомере Nanoindenter G200, TN, USA, OakRidge, Nano Instruments Innovation Center. Для

анализа дефектов вакансионного типа в покрытии использовался микропучок медленных позитронов (SPB) Halle, Германия. Измеряли S-параметр доплеровского уширения аннигиляционного пика (ДУАП), меняя энергию падающего пучка позитронов от 1 до 30 кэВ, что позволило изменять глубину анализа [12–13].

Для получения покрытий TiN использовался титан марки BT-1-00. Толщина всех покрытий в экспериментах составляла около 2,2 мкм. Параметры осаждения приведены в табл. 1.

Таблица 1

Физико-технологические параметры осаждения покрытий

Испаряемый материал	Покрытия	I_d , А	P_N , Па	$U_{ВЧ}$, В	$U_{см}$, В	Примечания
Ti	TiN	90	0,3	200	200	Импульсная ВЧ-технология
Ti + Si	Ti-Si-N	100	0,3	200	-	Импульсная ВЧ-технология
Ti + Si	Ti-Si-N	100	0,7	200	-	Импульсная ВЧ-технология

Трибологические испытания проводили на высокотемпературной машине трения High-temperature Tribometer, CSM Instruments на воздухе по схеме «шарик–диск» при температурах 20, 300 и 500 °С.

В качестве контртела использовался шарик диаметром 6 мм, изготовленный из спеченного сертифицированного материала – Al_2O_3 . Диски, на которые наносились покрытия, изготавливались из стали 45 (HRC = 55) диаметром 50 мм, толщиной 5 мм. Нагрузка составляла 3,0 Н, скорость скольжения – 10 см/с.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показаны фрагменты дифракционных спектров, измеренные на образцах с покрытием Ti-Si-N до и после отжига при 600 °С (30 мин), из которых был посчитан параметр (а) решетки, который равен $a_0 = 0,42462 \text{ \AA}$.

Из рисунка видно сильно выраженную текстуру (111) (Ti, Si)N и (222) (Ti, Si)N (см. кривые 1, 2). Кроме того, отмечено появление слабых рефлексов от окисла TiO_2 (JCPDS-19-370). Объемное содержание окислов после термического отжига в камере мало и не превышает 5 %.

Анализ напряженно-деформированного состояния показал, что в твердом растворе (Ti, Si)N большая деформация сжатия – 2,6 %, а после отжига несколько уменьшается до величины 2,3 %.

Оценка ОКР (область когерентного рассеяния) по Шерреру показала, что размер нанозерен увеличивается от 12,5 до 13 нм, а при размере зерен 25 нм (в исходном состоянии) увеличивается до 28...30 нм. Т. е. в результате отжига при 600 °С в течение 30 мин происходит незначительное изменение размера зерен, а остальная энергия потрачена на завершение процесса спинодальной сегрегации, выстраивания в виде монослоя $\alpha-Si_3N_4$,

которую мы не можем обнаружить, так как объемная доля этой фазы на грани обнаружения дифракции рентгеновских лучей.

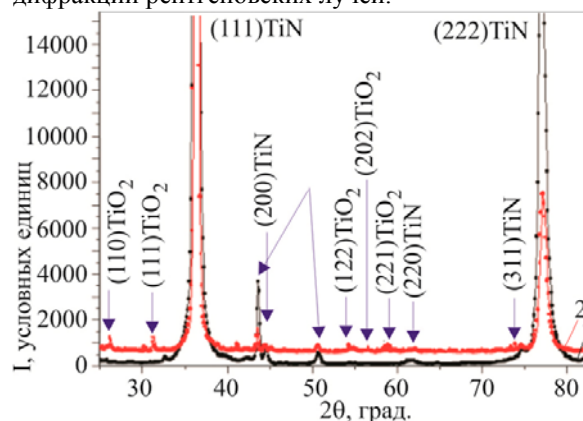


Рис. 1. Участки рентгенограмм покрытий на основе Ti-Si-N после отжига: 1 – исходное состояние, 2 – после отжига при $T = 600 \text{ °C}$ (30 мин)

Можно сделать промежуточный вывод, что при сильной деформации сжатия и высокой степени текстурированности отжиг при температуре 600 °С в течение 30 мин не приводит к катастрофическим изменениям как в фазовом составе и структуре, так и в напряженно-деформированном состоянии. Происходит формирование слоя в виде твердого раствора (Ti, Si)N и силиконитридной фазы вокруг нанозерен. Вследствие этого происходит уменьшение концентрации Si в твердом растворе, а часть атомов Ti формирует TiO_2 -пленку на поверхности покрытия.

Структура покрытий Ti-Si-N характеризуется высоким уровнем микродеформаций решетки (более 1 %) [9]. Большая величина микродеформаций решетки свидетельствует, скорее всего, о химической неоднородности состава в каждой фазе покрытия.

Покрyтия имеют ярко выраженную текстуру [6]. Конденсационные сжимающие напряжения в пленках твердого раствора (Ti, Si)N приводят к формированию текстуры [111]. Определенные методом аппроксимации средние размеры кристаллитов (Ti, Si)N твердого раствора составили от $L = 12,5$ до 25 нм.

Полученные покрyтия имеют следующую твердость: TiN ($H = 28$ ГПа, $E = 312$ ГПа); Ti-Si-N ($H = 38 \dots 39$ ГПа, $E = 356$ ГПа). В табл. 2 приведены результаты трибологических испытаний.

Таблица 2
Результаты трибологических свойств нанокompозитных покрyтий

Покрyтия	Температура испытаний, °C	Фактор износа покрyтия, мм ³ /нм	Фактор износа контртела, мм ³ /нм	$f_{тр}$
Ti-Si-N	30	$7,69 \cdot 10^{-5}$	$3,28 \cdot 10^{-5}$	0,88
	300	$2,63 \cdot 10^{-5}$	$3,49 \cdot 10^{-5}$	0,82
	500	$1,95 \cdot 10^{-5}$	$2,75 \cdot 10^{-5}$	0,69
TiN	30	$6,75 \cdot 10^{-5}$	$3,30 \cdot 10^{-5}$	0,81
	300	$3,62 \cdot 10^{-5}$	$3,51 \cdot 10^{-5}$	0,87
	500	$5,16 \cdot 10^{-5}$	$3,83 \cdot 10^{-5}$	0,91

Как видно из представленных результатов, с увеличением температуры испытания у покрyтия TiN увеличивается коэффициент трения, а для Ti-Si-N (при $T = 500$ °C) коэффициент трения уменьшается до 0,69, что примерно на 25 % меньше значения, чем при комнатной температуре.

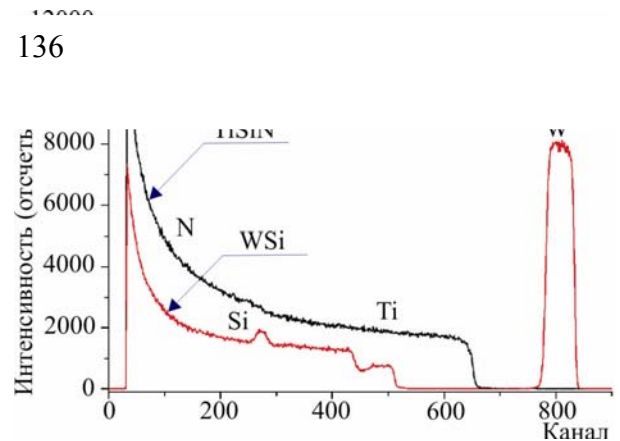
На рис. 2 а, б приведены результаты элементного анализа, полученные с помощью метода POP, а также с помощью ЭДС (энергодисперсионная спектроскопия). Как видно из полученных результатов, концентрация Si меньше 5 ат. %, концентрация N $\approx 15 \dots 20$ ат. %, остальное Ti. Толщина покрyтия, полученная из данных POP-анализа, показывает значения $(2,18 \pm 0,01)$ мкм.

На рис. 3 изображены поверхности покрyтия до и после отжига при 600 °C (30 мин). Как видно из этих фотографий, на поверхности имеются расплюснутые «капли» расплавленной фазы, несмотря на ВЧ-стимуляцию. Часть плазменного потока имеет капельную фракцию. Анализ таких капель не проводился в этих экспериментах.

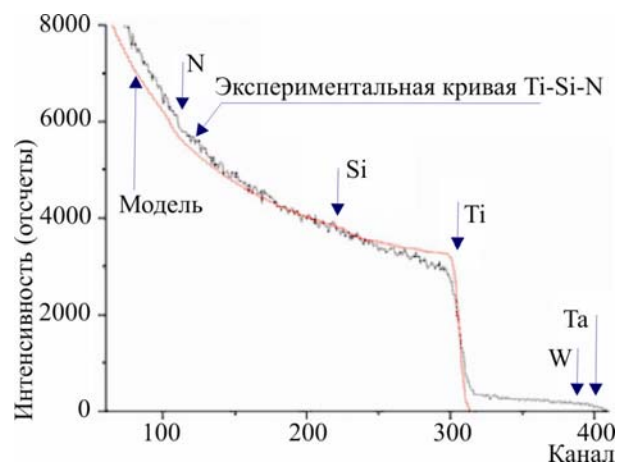
Наиболее эффективным, чувствительным и надежным методом изучения свободных объемов нанокристаллических материалов является метод аннигиляции позитроном (его возможный интервал анализа дефектов от 10^{-6} до 10^{-3} дефектов на атом) [12, 13]. Часть позитронов может захватываться на границе раздела двух соседних нанозерен или стыках трех соседних нанокристаллов, что дает возможность решить одну из самых сложных и интересных проблем наноматериалов – понять структуру (в том числе и электронную) границ раздела, так как длина (объем) границ определяет большинство свойств нанокompозитных покрyтий [1–9].

Рис. 4 показывает зависимость S-параметра (кривых ДУАП) или, другими словами, на этом рисунке приведены профили дефектов, полученные в покрyтии Ti-Si-N до (см. рис. 4,а) и после термического отжига при 600 °C (30 мин) (см.

рис. 4,б). Из полученных зависимостей хорошо видно, что произошли значительные изменения в электронной и дефектной структурах покрyтия. Обращает на себя внимание тот факт, что концентрация дефектов выросла по всей толщине покрyтия.



а



б

Рис. 2. Энергетические спектры POP-анализа для образцов с покрyтиями Ti-Si-N, полученные при разных режимах осаждения: а – потенциал на подложку -50 В, $P_N = 0,5$ Па, вторая кривая получена как эталон SiW для сравнения; б – потенциал на подложку -100 В, $P_N = 0,7$ Па

Можно сказать, что все позитроны локализируются и затем аннигилируют в вакансиях, на дефектах, расположенных на границах зерен. А так как глубина диффузии термолизованных позитронов равна примерно 100 нм, а размер нанозерен – 12,5...13 нм, то практически все позитроны захватываются на дефектах интерфейсов. При приближении к межфазной границе (покрyтие–подложка) S-параметр значительно увеличивается, т. е. дефекты также мигрируют в результате термической диффузии к границе подложка–покрyтие, причем толщина этого переходного дефектного слоя составляет не более 250 нм. Расчет концентрации вакансионных дефектов, согласно модели захвата с двумя типами вакансионных дефектов [14], по из-

менению S-параметра кривых ДУАП [9, 12, 13], по глубине наноструктурного покрытия (после отжига) показал, что концентрация дефектов (вакансионных кластеров) увеличивается от $5 \cdot 10^{16}$ до $7,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, а

концентрация термически активированных вакансий – от 10^{16} до $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ (см. рис. 4,б).

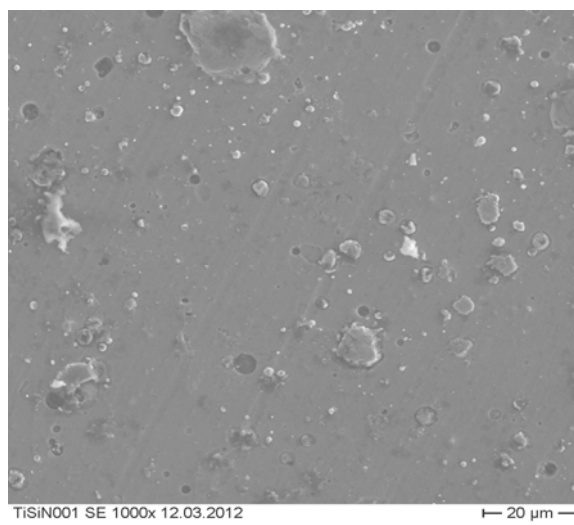
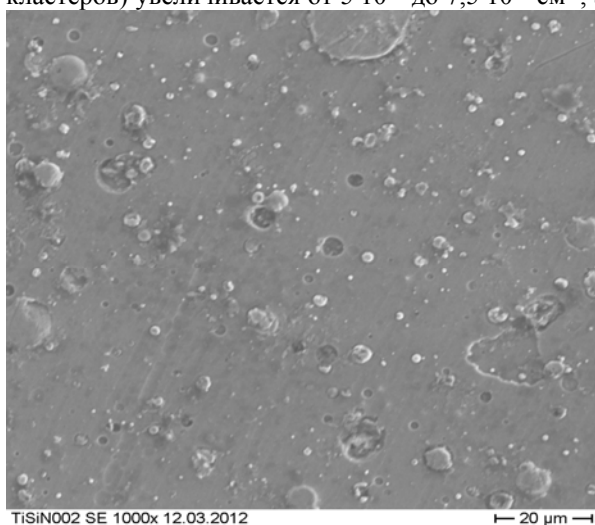


Рис. 3. Топография поверхности покрытия Ti-Si-N: а – исходное состояние; б – после отжига при $T = 600 \text{ °C}$

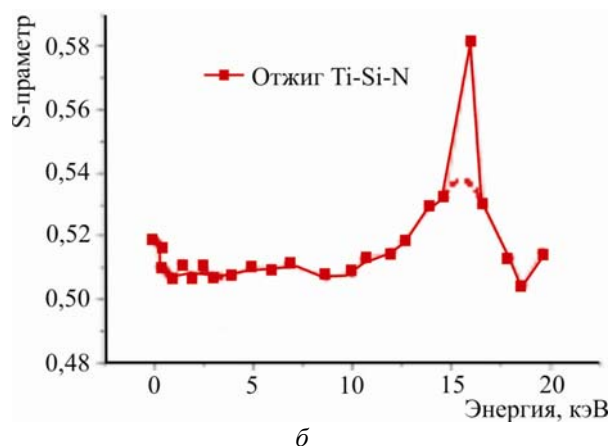


Рис. 4. Зависимость S-параметра от энергии микропучка позитронов: а – покрытие после осаждения; б – покрытие после отжига в вакууме при $T = 600 \text{ °C}$ (30 мин)

На рис. 5 приведены кривые нагрузки и разгрузки при внедрении наноиндентора в поверхностный слой наноструктурного покрытия из Ti-Si-N (три разные нагрузки). Как видно из результатов расчета по методике Оливера-Фарра, твердость, полученная для данных режимов осаждения, дает среднее значение $38,7 \text{ ГПа}$ при модуле упругости $(370 \pm 12) \text{ ГПа}$. Отжиг до 600 °C в вакууме приводит к увеличению нанотвердости до $(46,7 \pm 1,3) \text{ ГПа}$ и повышению модуля упругости до $430 \dots 448 \text{ ГПа}$, что, в первую очередь, связано с окончанием процесса спинодальной сегрегации по границам нанозерен, т. е. с формированием тонкой прослойки из SiN (Si_3N_4) квазиаморфной или аморфной фазы, о чем свидетельствуют результаты, полученные с помощью аннигиляции позитронов.

Кроме того, термический отжиг в вакууме до 600 °C также изменяет морфологию поверхности

покрытия из Ti-Si-N, а именно, происходит уменьшение средних размеров шероховатостей, но при этом увеличивается их число, по крайней мере, это видно визуально (рис. 6).

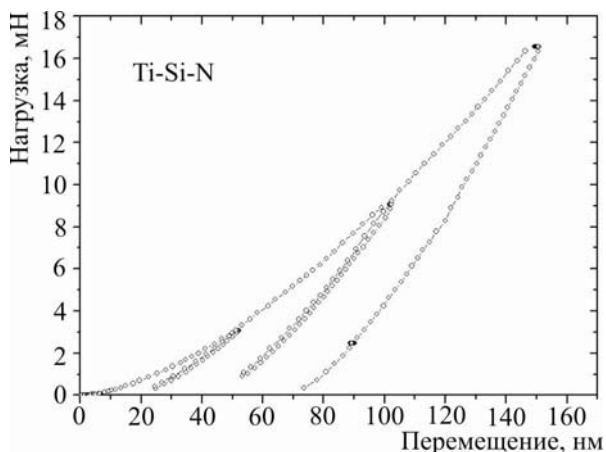


Рис. 5. Кривые нагрузки и разгрузки, полученные при индентировании наноиндентора на глубину 50, 100, 150 нм, для покрытия из Ti-Si-N ($U = -100$ В, $P_N = 0,7$ Па)

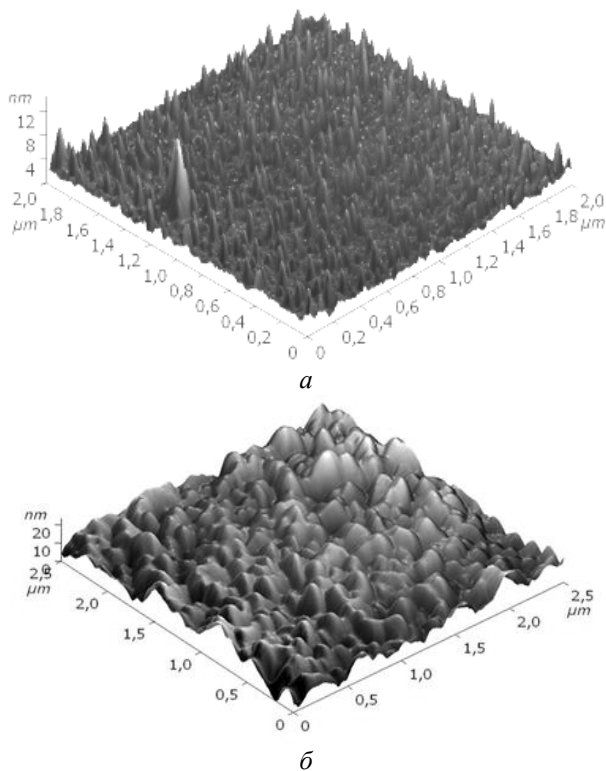


Рис. 6. Морфология поверхности покрытия Ti-Si-N, полученного вакуумно-дуговым испарением: а – трехмерное изображение поверхности покрытия нк-Ti-Si-N, полученное с помощью АСМ; б – после отжига при температуре 600 °С

ВЫВОДЫ

В результате анализа можно отметить, что в процессе отжига изменяется дефектная структура на стыках нанозерен (электронная структура), изменяется размер шероховатостей (уменьшение средних размеров) и увеличивается на 20 % твердость по сравнению с исходным состоянием, что коррелирует с нашими предыдущими работами [15, 16], а коэффициент трения уменьшается на 25 %, что является основным отличием от работ

[17-19].

Авторы признательны за помощь в измерении профилей дефектов с помощью медленного пучка позитронов М.В. Каверину (Сумы, Украина) и за помощь в измерении элементного состава с помощью РОР-анализа G. Abrasonis (Дрезден, Германия), а также О.В. Соболю (ХНТУ, Харьков) за измерения остаточных напряжений. Работа выполнялась при финансовой поддержке Министерства образования и науки, молодежи и спорта Украины в рамках государственной программы (приказ №411), а также при сотрудничестве с NIMS, Tsukuba (Япония) и Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Ion Beam Center, FWIZ (Дрезден, Германия). Часть работы была выполнена на оборудовании в Белгороде в Центре коллективного пользования научным оборудованием БелГУ «Диагностика структуры и свойства наноматериалов» в рамках госконтракта №16 55211 7087 при финансовой поддержке Минобнавки РФ.

138

2. R.W. Siegel. Cluster-Assembled Nanophase Materials // *Annual Review of Materials Science*. 1991, v. 21, p. 559-579.

3. S. Veprek, S.A. Reiprich. Concept for the design of novel superhard coatings // *Thin Solid Films*. 1995, v. 268, p. 64-71.

4. A.D. Pogrebnyak, A.P. Shpak, N.A. Azarenkov, V.M. Beresnev. Structures and properties of hard and superhardnanocomposite coatings // *Physics-Uspokhi*. 2009, v. 52, p. 29-54.

5. P.H. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, H. Clemens. Microstructural design of hard coatings // *Progress in Materials Science*. 2006, v. 51, p. 1032-1114.

6. J. Musil. Hard and superhardnanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2000, v. 125, p. 322-330.

7. R.A. Andrievski. Nanomaterials based on high-melting carbides, nitrides and borides // *Russian Chemistry Reviews*. 2005, v. 74, p. 1061-1072.

8. J. Musil. Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness // *Surface and Coatings Technology*. 2012, v. 207, p. 50-65.

9. A.D. Pogrebnyak, A.G. Ponomarev, A.P. Shpak, Yu.A. Kunitskii. Application of micro- and nanoprobe to the analysis of small-sized 3D materials, nanosystems, and nanoobjects // *Physics-Uspokhi*. 2012, v. 55, p. 270-300.

10. A. Pogrebnyak, M. Danilionok, V. Uglov, N. Erdybaeva, G. Kirik, S. Dub, V. Rusakov, A. Shpylenko, P. Zukovski, Y. Tuleushev. Nanocomposite Protective Coatings Based on Ti-N-Cr/Ni-Cr-B-Si-Fe, Their Structure and properties // *Vacuum*. 2009, v. 83, p. S235-S239.

11. A.D. Pogrebnyak, V.V. Uglov, M.V. Il'yashenko, V.M. Beresnev, A.P. Shpak, M.V. Kaverin, N.K. Erdybaeva, Yu.A. Kunitskiy, Yu.N. Tyurin,

O.V. Kolisnichenko, N.A. Makhmudov, and A.P. Shpylenko. Nano-Microcomposite and Combined Coatings on Ti-Si-N/C-Co-Cr/Steel and Ti-Si-N/(Cr₃C₂)₇₅-(NiCr)₂₅ Base: Their Structure and Properties. *Nanostructured Materials and Nanotechnology IV: Ceramic Engineering and Science Proceedings*. 2010, v. 31, p. 127-138.

12. В.И. Лаврентьев, А.Д. Погребняк, Р. Шандрик. Эволюция вакансионных дефектов в поверхностных слоях металла при импульсном воздействии электронным пучком // *Письма в ЖЭТФ*. 1997, №65, с. 618-622.

13. С.В. Ремпель, А.И. Гусев. Поверхностная сегрегация в распадающихся карбидных твердых растворах // *Письма в ЖЭТФ*. 2008, №88, с. 508-513.

14. R. Krause-Rehberg, H.S. Leipner. *Positron Annihilation in Semiconductors: Defect Studies*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1999, p. 378.

15. A.D. Pogrebnyak, M.V. Il'yashenko, M.V. Kaverin, A.P. Shpylenko, A.V. Pshyk, V.M. Beresnev, G.V. Kirik, N.K. Erdybayeva, N.A. Makhmudov, O.V. Kolisnichenko, Yu.N. Tyurin, A.P. Shpak. Physical And Mechanical Properties Of The Nanocomposite And Combined Ti-N-Si/WC-Co-Cr/ and Ti-N-Si/(Cr₃C₂)₇₅-(NiCr)₂₅ Coatings // *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2009, v. 1, p. 66-77.

16. A.D. Pogrebnyak, A.M. Mahmud, I.T. Karasha, G.V. Kirik, R.Y. Tkachenko, A.P. Shpylenko. Structure and Physical-Mechanical Properties of nc-TiN Coatings Obtained by Vacuum-Arc Deposition and Deposition of HF Discharge // *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2011, v. 3, p. 97-105.

17. A.D. Pogrebnyak, Sh.M. Ruzimov, D.L. Alontseva, P. Zukowski, C. Karwat, C. Kozak, M. Kolasik. Structure and properties of coatings on Ni base deposited using a plasma jet before and after electron a beam irradiation // *Vacuum*. 2007, v. 81, p. 1243-1251.

18. O.V. Sobol', A.D. Pogrebnyak, V.M. Beresnev. Effect of the Preparation Conditions on Phase Composition, Structure, and Mechanical Characteristics of Vacuum-Arc Zr-Ti-Si-N Coatings // *Phys. Met. Metallogr.* 2011, v. 112, p. 188-195.

19. A.D. Pogrebnyak, A.P. Shpak, V.M. Beresnev, D.A. Kolesnikov, Yu.A. Kunitskii, O.V. Sobol', V.V. Uglov, F.F. Komarov, A.P. Shpylenko, N.A. Makhmudov, A.A. Demyanenko, V.S. Baidak, and V.V. Grudnitskii. Effect of Thermal Annealing in Vacuum and in Air on Nanograin Sizes in Hard and Superhard Coatings Zr-Ti-Si-N // *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2012, v. 12, p. 9213-9219.

Статья поступила в редакцию 27.12.2012 г.

ВПЛИВ ТЕРМІЧНОГО ВІДПАЛУ НА СТРУКТУРУ ДЕФЕКТІВ ТА ВЛАСТИВОСТІ НАНОСТРУКТУРОВАНОГО ПОКРИТТЯ Ti-Si-N, ОТРИМАНОГО КАТОДНИМ ВАКУУМНО-ДУГОВИМ ОСАДЖЕННЯМ

О.Д. Погребняк, Р. Краусе-Рехберг, А.І. Купчишин, А.О. Дробишевська, В.І. Іващенко, А.П. Шпиленко, Д.А. Колесніков, Н.К. Єрдибаєва

Представлено оригінальні результати, які отримані за допомогою методів повільного пучка позитронів, рентгенівського мікроаналізу, РЗР, РЕМ з ЕДС, АСМ, а також вимірювання нанотвердості, модуля пружності при дослідженні наноструктурних покриттів з Ti-Si-N, осаджених катодним вакуумно-дуговим випаруванням до і після відпалу при температурі 600 °С (на протязі 30 хв). Виявлено утворення твердого розчину (Ti, Si) N, в якому формується напружено-деформований стан (деформація стиску – 2,6 %), а в результаті термічного відпалу деформація зменшується незначно – до 2,3 %. У покритті Ti-Si-N, як показали вимірювання S-параметра (ДУАП), за рахунок термодифузії на інтерфейсах сегрегують дефекти, утворюючи класери вакансій їх дефектів з високою концентрацією – від $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ до $7,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$.

INFLUENCE OF THERMAL ANNEALING ON THE STRUCTURE OF DEFECTS AND PROPERTIES OF NANOSTRUCTURES Ti-Si-N COATINGS OBTAINED BY CATHODE VACUUM ARC DEPOSITION

A.D. Pogrebnyak, R. Krause-Rehberg, A.I. Kupchishin, A.A. Drobyshevskaya, V.I. Ivaschenko, A.P. Shpylenko, D.A. Kolesnikov, N.K. Erdybaeva

Original results of investigations of Ti-Si-N nanostructured coatings deposited by cathodic vacuum arc evaporation are presented in this work. Investigations are provided by the supplementing each other methods: slow positron beam, XRD, SEM with EDS, RBS, AFM, as well as measurement of nanohardness and elastic modulus before and after annealing at 600 °C (for 30 min). It was found that after deposition the solid solution (Ti, Si) N is formed in coatings. In this solid solution the stress-strain state (compressive strain – 2,6 %) is occurring. As a result of thermal annealing the deformation slightly decreases to – 2,3 %. Measurements provided by method of Positron annihilation spectroscopy (PAS) show that at the interfaces of coatings the segregated defects are occurring as a result of thermal diffusion process. These defects form clusters of vacancy-type defects of a high concentration – from $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ to $7,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$.