

ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩАЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ И СКАНИРУЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКОГО КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА ТИТАНА

В.М. Шулаев, М.А. Запорожец, А.Л. Васильев**

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

E-mail: v.shulayev@kipt.kharkov.ua;

**Российский научный центр «Курчатовский институт», Москва, РФ*

Представлены новые результаты по исследованию наноструктуры сверхтвердых покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии. Покрытия получены вакуумно–дуговым способом, с приложением к подложке импульсного потенциала смещения в условиях однонаправленного роста по механизму «плазма–твёрдое тело». Покрытия имели двухуровневую структуру. Микроструктура покрытий являлась клиновидно–столбчатой с четко выраженной текстурой типа (111). Методом высокоразрешающей электронной микроскопии впервые выявлено, что на наноуровне структура покрытий является доменной. Размеры доменов варьировались в диапазоне 2...10 нм.

ВВЕДЕНИЕ

К настоящему времени накоплено большое количество экспериментальных данных, которые убедительно свидетельствуют о том, что наноструктурные материалы со средним размером зёрен менее 10 нм обычно обладают повышенными и нестандартными характеристиками [1]. Одной из них является твердость [2]. Качественное объяснение прироста твердости при переходе от микрокристаллического к наноструктурному состоянию сводится к тому, что при малых размерах зёрен начинают проявляться новые эффекты, связанные с возрастанием роли границ зёрен, зернограничного скольжения и т. п. [3]. В качестве механизмов, обеспечивающих это неожиданное возрастание твердости, большинство авторов обычно предлагают связанные с движением дислокаций пластические деформации, межатомные силы когезии и особенности наноструктурного состояния описываемых материалов [4].

1. ОБЩИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ О ПРИРОДЕ ПОВЫШЕННОЙ ТВЕРДОСТИ

Как схематически показано на рис. 1, для монофазных материалов (имеющих одинаковый химический, но разный гранулометрический состав) предполагается некоторое критическое значение размера зёрен (d_c), при котором ожидается максимальная твердость материала (H) [1]. Переход от микрокристаллического состояния к наноструктурному не является фазовым переходом первого рода [5]. Эффекты, связанные с уменьшением среднего размера зёрен (d), проявляются постепенно. При этом все без исключения экспериментальные исследования выполнены на материалах со значительной дисперсией размеров зёрен [6]. Таким образом, практическое получение наноструктурного материала с монодисперсной зеренной структурой,

соответствующей критическому значению размера d_c , по-видимому, событие мало реальное. Однако для удобства анализа природы наноструктурного состояния и исследования эффектов прироста твердости такой критерий иногда весьма удобен.

На общей схеме (см. рис. 1) представлены также структурно–фазовые состояния в покрытиях в зависимости от среднего размера зёрен, с учетом модели структурных зон Торнтонна [7].

В области микрокристаллического состояния (МК) уменьшение среднего размера зёрен в покрытиях нестехиометрического кубического нитрида титана до значения d_m (где d_m – зерна микрометрового размера) приводит к приросту твердости. В этом случае состояние системы микрозёрен определяется активностью дислокаций и описывается законом Холла–Петча $H \sim d^{-1/2}$ [8]. В промежуточной области (дуплексная структура), состоящей из смеси субмикро- и микрокристаллических зёрен (СМК+МК, где d_{sm} – средний размер субмикрокристаллических зёрен) процессы деформации также могут описываться законом Холла–Петча.

В покрытиях сверхтвёрдого нитрида титана было обнаружено, что в области средних размеров зёрен от d_{sm} до d_{n2} (где d_{n2} – средний размер самых крупных бездислокационных кристаллических нанозёрен) распределение зёрен по поперечному линейному размеру – бимодальное, состоящее из смеси нано- и субмикрокристаллических фракций [9]. Прирост твердости, имеющий место в этом случае, можно объяснить формированием нанозеренной матрицы, а зеренная структура субмикромасштабного уровня позволяет сохранить признаки пластичности. Впервые экспериментально такое явление наблюдалось для нанокристаллической меди с бимодальным распределением зёрен по размерам [10]. На теоретическом уровне деформационное поведение наноструктурных материалов со смешанными

нанокристаллической и субмикроструктурной зеренной микроструктурами малоизучено [11,12]. Унимодальная (однофазовая) наноструктура формируется при средних размерах бездислокационных кристаллических нанозерен от d_{n1} до d_{n2} .

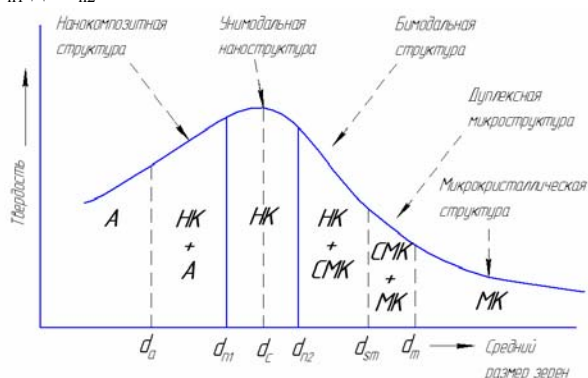


Рис.1 Общая схема изменения твердости структурно-фазового состояния материала при уменьшении в нем размера кристаллических зерен.

Принятые обозначения:

МК – микроструктурное (микроструктурное) состояние, характеризуется средним размером зерен 1...100 мкм; СМК+МК (дуплексная микроструктура) состоит из смеси субмикро- и микроструктурных зерен со средним размером 0,1...1 мкм; НК+СМК (бимодальная структура) состоит из смеси нано- и субмикроструктурных фракций со средним размером зерен 10...100 нм; НК (унимодальная структура) состоит только из нанокристаллических зерен со средним размером 3...10 нм; НК+A (нанокристаллическая структура) состоит из нанокристаллов с аморфными прослойками со средним размером 3 нм для нанокристаллов и толщиной 1 нм для аморфной прослойки; А – аморфная фаза. Схема разработана применительно к синтезу нитрида титана в различных структурно-фазовых состояниях

Соответственно область размеров зерен от d_{n1} (где d_{n1} – средний размер самых мелких бездислокационных кристаллических нанозерен) до зоны возникновения устойчивого состояния аморфной фазы d_a должна состоять из двух нитридных нанофаз с кристаллической и аморфной структурами. Экспериментально такая система наблюдалась при химическом синтезе нитрида титана с последующей термообработкой при высоких давлениях [13]. Нанозерна имели средний размер 3 нм, а аморфные прослойки – толщину не более 1 нм. Не исключен и другой вариант. При достижении среднего размера нанокристаллитов d_{n1} возможен фазовый переход первого рода из кристаллического в аморфное состояние по механизму порядок–беспорядок. В любом случае нанокристаллиты не содержат дислокации, а процессы деформации и разрушения в покрытиях с унимодальной и аморфно-нанокристаллической структурой определяются протеканием межкристаллитных процессов: скольжением вдоль границ между нанозернами или вращением нанозерен, или иными неизученными на сегодня

механизмами [14]. В этой области размеров зерен для металлических наноструктурных сплавов экспериментально наблюдается только понижение твердости [3]. Для вакуумно-дуговых покрытий нитрида титана наноструктурные состояния при $d \leq d_{n1}$ не исследованы.

В связи с тем, что нас интересует природа прироста твердости, то целью данной работы является выяснение структурного состояния сверхтвердых наноструктурных покрытий нитрида титана, полученных вакуумно-дуговым способом в области размеров зерен $d \leq d_{sm}$ методами высокоразрешающей и растровой электронной микроскопии.

2. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Образцы сверхтвердых покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана TiN с твердостью $H = 56$ и 54 ГПа (образцы №1 и 2 соответственно), толщиной 7 мкм были получены с использованием модернизированной вакуумно-дуговой установки «Булат-6» [15]. Однонаправленный рост покрытий происходил по механизму «плазма–твердое тело».

Содержание азота в образцах №1 и 2 составляло 39 ± 5 ат% и 42 ± 5 ат% соответственно. Суть модернизации состояла в оснащении установки «Булат-6» генератором высоковольтных импульсов отрицательного напряжения. В такой установке возможно осаждение TiN-покрытий как методом традиционного вакуумно-дугового осаждения, так и методом плазменной ионной имплантации и осаждения, т. е. осаждение в импульсной плазме, которое было основным режимом в данной работе.

Испаряемый материал – титан марки ВТ1-0. Постоянный ток дуги составлял 100...110 А. Давление азота в камере в процессе синтеза покрытий было постоянным: при синтезе образца №1 – 0,53 Па и для образца №2 – 0,66 Па. Расстояние от испарителя до неподвижной подложки не превышало 250 мм. Температура подложки поддерживалась при 450 °С (образец №1) и 270 °С (образец №2). Материал подложки – нержавеющая сталь 12Х18Н10Т. Очистка поверхности подложки проводилась путем бомбардировки ионами титана при приложенном постоянном потенциале смещения 1000 В в течение 5 мин.

В процессе осаждения на подложку подавали отрицательные импульсы напряжения амплитудой 2 кВ длительностью 10 мкс с частотой 7 кГц при постоянном потенциале смещения 400 (образец №1) и 230 В (образец №2). Синтезируемые покрытия нитрида титана при таких режимах являлись сверхтвердыми.

3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРЫ

Микроструктура образцов исследовалась методами растровой электронной (РЭМ) микроскопии и растровой ионной микроскопии (РИМ) с использованием сфокусированного ионного пучка (ФИП) в ФИП-РЭМ Quanta 3G FEG и Helios (FEI, США). Наноструктура и состав образцов

изучались методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), в том числе ПЭМ высокого разрешения, и электронной дифракции (ЭД) в ПЭМ Tecnai-G₂30 (FEI, США) и TITAN-80-300 (FEI, США) при ускоряющих напряжениях 300 кВ с системой энергодисперсионного анализа (EDAX, США). ПЭМ TITAN-80-300 оснащен спектрометром характеристических потерь энергии электронов (ХПЭЭ) для определения элементного состава образцов. Образцы для ПЭМ готовили двумя способами: поперечным срезом ионным пучком в РЭМ Quanta 3G FEG и Helios и планарным срезом. В последнем случае механически удалялась подложка, затем образец утонялся ионами Ag⁺ с энергией 4 кэВ в установке Gatan PIPS 695 (Gatan, США) до образования отверстия.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

4.1 Анализ микроstructures поперечных срезов

Поперечный срез от образца №1 (параллельно направлению роста), полученный в РЭМ/РИМ Helios, показан на рис. 2. Выявляемая микроstructure характерна для обоих образцов вакуумно-дуговых покрытий нитрида титана. Морфология выявляемых элементов структуры, которые можно трактовать как микрозерна, изменяется по толщине покрытия. Можно выделить две морфологические зоны. Первая зона (клиновидно-столбчатая) распространяется от поверхности покрытия в его глубь и занимает большую часть толщины покрытия в направлении подложки. Вторая зона распространяется на расстоянии 0,5 мкм от поверхности подложки. В этом случае формируются микрозерна со столбчато-клиновидной морфологией, где направление клина ориентировано перпендикулярно поверхности подложки.

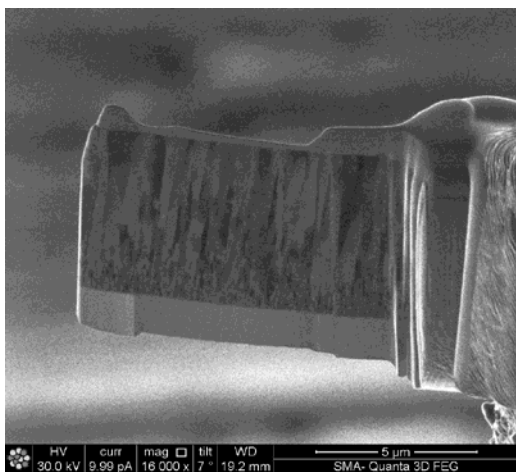


Рис. 2. Изображения поперечного среза образца №1, полученного в РИМ

Размеры микрозерен, определенных с помощью РЭМ и РИМ, составляют 1...3,7 мкм в направлении роста покрытия и 0,09...0,36 мкм в поперечном сечении. Таким образом, синтезируемые сверхтвердые покрытия демонстрируют существенную неоднородность микроstructure по толщине и сильную анизотропию.

Этот результат подтверждается и электронно-графическими исследованиями. Микрозерна в зоне покрытия, контактирующего с поверхностью подложки, имеют поликристаллическую ориентацию (рис. 3).

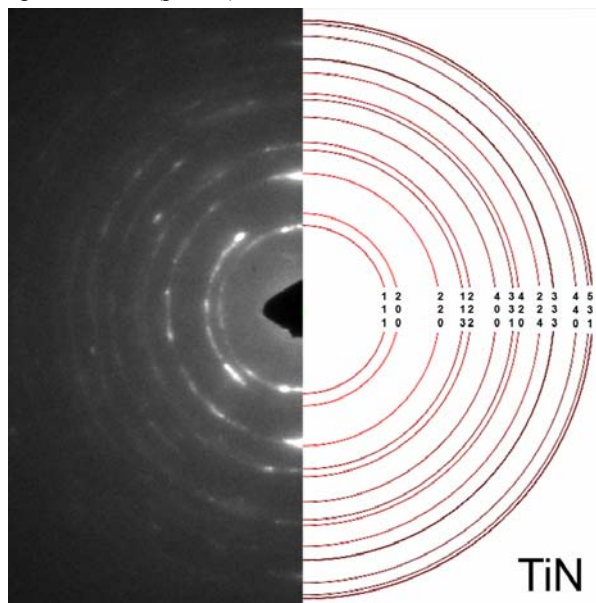


Рис. 3. Электронограмма от слоя покрытия, прилежащего к подложке (вторая морфологическая зона на рис. 2)

С ростом толщины покрытия в направлении роста ориентация микрозерен становится преимущественной. В этом случае электронограмма от утоненного образца от поперечного среза состоит из дискретных рефлексов, растянутых в дуги (рис. 4,а). Это свидетельствует о попадании в область селективной диафрагмы (≈ 1 мкм) небольшого числа зерен, имеющих малую разориентацию относительно друг друга (в пределах 4...5 град). Определенный из дифракционных картин набор межплоскостных расстояний сопоставлялся с табличными значениями для TiN со структурой каменной соли. Использовалась международная база данных – Inorganic Crystal Structure Database: ICSD #26947 (пространственная группа Fm3m (B1), $a=4,24$). Было обнаружено полное соответствие межплоскостных расстояний между полученными из эксперимента и табличными данными [17].

Был проведен также анализ межплоскостных расстояний электронограмм, которые получали от образцов, вырезанных параллельно поверхности подложки. Съемки при нулевом угле наклона образца (когда электронный пучок направлен строго перпендикулярно подложке) выявили, что особенность этих дифракционных картин состоит в присутствии на ней только рефлексов, соответствующих межплоскостным расстояниям с индексами 220, 422, 440, 642 и т.д., которые удовлетворяют условию $h+k+l=0$ (с учетом знаков индексов). Это обстоятельство также подтверждает, что в образце присутствует ярко выраженная текстура, при которой все микрозерна ориентированы осью [111] вдоль направления пучка

электронов. Для подтверждения наличия текстуры держатель образца наклоняли на 30 и 15 град (см. рис. 4,б) вследствие чего на дифракционной картине появились все разрешенные отражения для

ГЦК-решетки нитрида титана. Из рис. 4,а и б следует, что практически все микрозерна ориентированы вдоль электронного пучка преимущественно направлением [110].

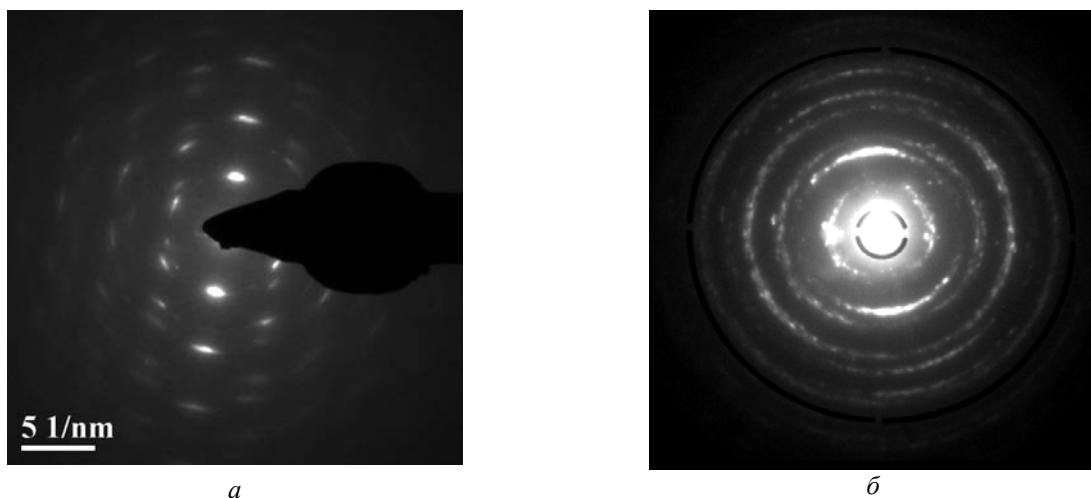


Рис. 4. Электронограмма (образец №1, поперечное сечение) от области вблизи поверхности покрытия (первая морфологическая зона, рис. 2) (а). Электронограмма от выделенного участка покрытия (образец №2, продольное сечение) «в плане» с наклоном образца в 15 град (б)

4.2. Электронно-микроскопическое исследование на просвет поперечных и продольных срезов

На рис. 5 приведены изображения поперечного среза образца №2 в режиме ПЭМ, с разным увеличением. Исследования в этом режиме согласуются с результатами растровой микроскопии. Зерна вблизи межфазной границы покрытие–подложка имеют форму перевернутого клина, а при удалении от межфазной границы – приобретают вытянутую (клиновидно-столбчатую) форму в направлении роста покрытия. Внутри вытянутых зерен наблюдается неоднородный

контраст, который свидетельствует о доменном строении зерен нитрида титана. Такое двухуровневое строение зерен нестехиометрического кубического нитрида титана наблюдается впервые.

ПЭМ позволила выявить также и другие детали тонкой структуры. На изображении с большим увеличением (см. рис. 5,б) регистрируется также переходный слой между покрытием и подложкой толщиной около 70 нм. Обсуждение природы этого слоя выходит за рамки данной работы.

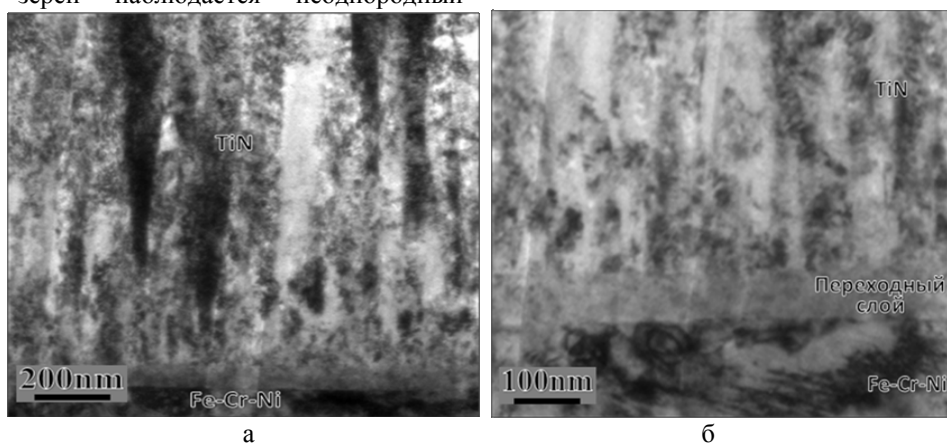


Рис. 5. Изображение поперечного среза образца №2 в ПЭМ с разным увеличением

На планарном срезе (рис. 6) преобладающий контраст обусловлен изображением от поперечных срезов вытянутых микрозерен покрытия. Изображение «в плане» также обнаруживает доменное строение микрозерен покрытия («крапчатый контраст» на фоне светлых областей).

Для детального наблюдения доменной структуры зерен были проведены исследования в темном поле (рис. 7). На рисунке видно, что зерна состоят из доменов размером менее 10 нм, которые, судя по микродифракционным картинкам, разориентированы относительно друг друга.

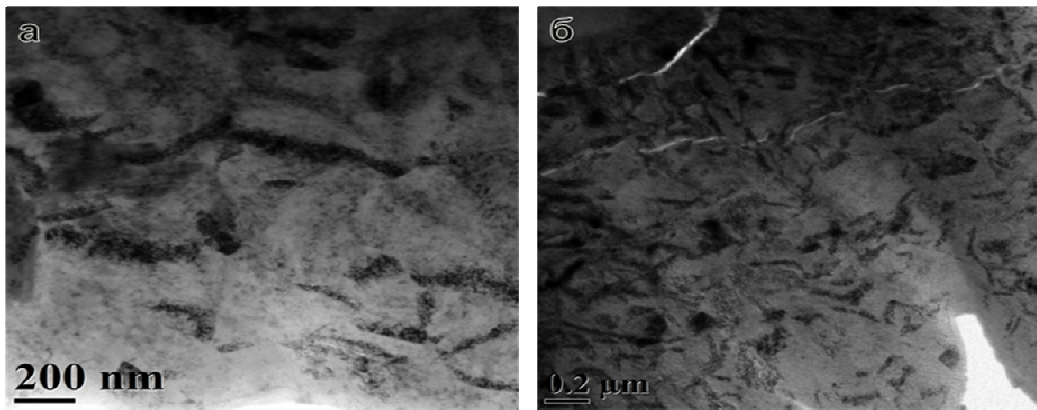


Рис. 6. Изображение в ПЭМ планарного среза образцов №1 (а) и 2 (б).

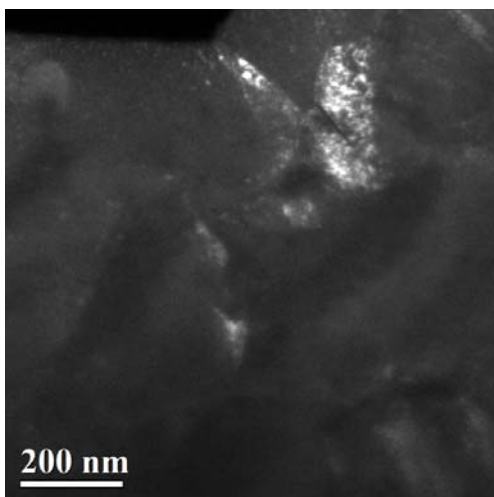


Рис. 7. Изображение отдельных зерен в образце №2 в режиме темного поля

Таким образом, исследование поперечных и планарных срезов покрытий в просвечивающем электронном микроскопе, в режиме светлого и темного поля обнаруживает доменное строение кристаллических микрозерен покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана.

4.3. Анализ доменной наноструктуры электронной микроскопией высокого разрешения

На рис. 8 приведено общее изображение наноструктуры в покрытии и отдельных доменов с разной ориентацией от утоненных образцов поперечных срезов (рис. 8,а – образец №1, рис. 8,б – образец №2). Присутствуют также картины муарового узора, которые возникают из-за наложения изображений разориентированных микрозерен (муар вращения).

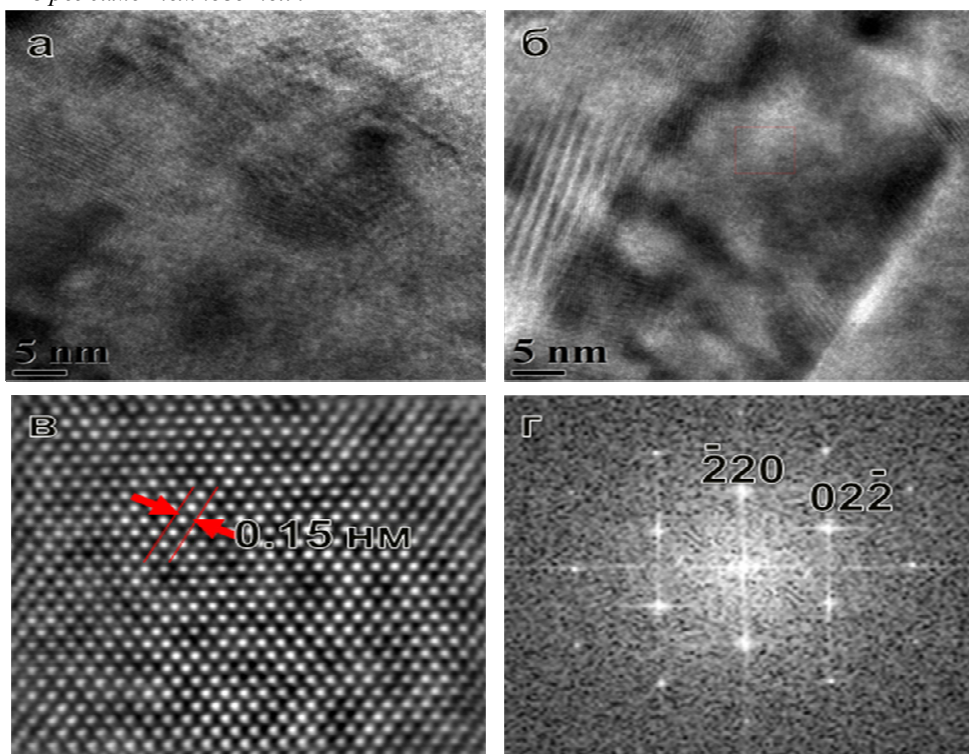


Рис. 8. Высокорастворяющие изображения доменной структуры микрозерен нитрида титана в покрытии образцов №1 (а), №2 (б) и отдельного бездислокационного домена с ориентацией (111) (в), а также Фурье-картина изображения от домена (г)

На электронно-микроскопическом изображении высокого разрешения от продольного утоненного среза видно, что на наноструктурном уровне покрытие также имеет доменное строение. Размеры доменов полидисперсны в диапазоне 2...10 нм (см. рис. 8). Домены также сильно разориентированы относительно друг друга. Главная особенность состоит в том, что структура доменов является бездислокационной, что в покрытиях нестехиометрического кубического нитрида титана выявляется впервые.

4.4. Обсуждение результатов

В исходном состоянии покрытия имеют достаточно однородную структуру без трещин и пор на всех участках, свободных от макрочастиц титана. Поэтому в исследованных образцах причиной сверхвысокой твердости покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана, по-видимому, является формирование доменной наноструктуры в пределах каждого микрозерна.

Природа этого явления может быть обусловлена особенностями структуры нестехиометрического кубического нитрида титана. Основным элементом этой структуры является идеальный или искаженный координационный многогранник – октаэдр из шести атомов титана. Октаэдрические междоузлия занимают атомы азота. Октаэдры типа NTi_6 , связанные между собой всеми 12 ребрами, образуют наиболее плотную упаковку. Характерная особенность этого соединения состоит, как бы, в независимом сосуществовании металлической ГЦК-подрешетки, которая служит матрицей для атомов азота, внедряющихся в октаэдрические междоузельные пустоты и образующие собственную неметаллическую ГЦК-подрешетку. Неметаллическая подрешетка атомов азота сдвинута относительно подрешетки атомов титана в направлении пространственной диагонали куба так, что узел $[[000]]$ азотной ячейки совпадает с узлом $[[\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}]]$ титановой ячейки. В нашем случае имеет место дефицит атомов азота. ГЦК-подрешетка титана полностью комплектна, а в неметаллической ГЦК-подрешетке наблюдается лишь частичное заполнение атомами азота октаэдрических междоузлий с образованием определенного количества октаэдров типа $\square \text{Ti}_6$, где \square – структурная вакансия. В процессе синтеза покрытий традиционным вакуумно-дуговым способом распределение структурных вакансий в нитриде титана – статистическое (неупорядоченное) [18]. Такое состояние в покрытиях является метастабильным. При определенных условиях возможно протекание фазового перехода первого рода – «беспорядок–порядок», приводящий к образованию упорядоченного состояния в неметаллической подрешетке. Статистически распределенные структурные вакансии и атомы азота перераспределяются упорядоченно в металлической ГЦК-подрешетке титана в процессе диффузии. Чтобы такой процесс протекал интенсивно, необходим непрерывный подвод энергии. Она в избытке поступает в результате

подачи на подложку высоковольтных однополярных импульсов напряжения в процессе синтеза покрытия.

ВЫВОДЫ

Синтез сверхтвердых покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана методом плазменной ионной имплантации осаждения приводит к формированию двухуровневой структуры.

Первый уровень – микрокристаллический со столбчато-клиновидной морфологией. Размеры столбчато-клиновидных зерен, определенные с помощью растровой электронной микроскопии, составляют 1,0...3,7 мкм в продольном направлении и 0,09...0,36 мкм в поперечном.

Второй уровень – наноструктурный. В пределах каждого микрозерна возникает доменная структура. Дисперсия распределения доменов по размерам в пределах 2...10 нм. Все домены являются бездислокационными.

Двухуровневая структура покрытий нестехиометрического кубического нитрида титана не описывается традиционной моделью структурных зон Торнтона [7].

Таким образом, метод плазменной ионной имплантации и осаждения является эффективным способом формирования наноструктуры доменного типа в покрытиях нестехиометрического кубического нитрида титана и обеспечивает более чем двухкратный прирост твердости по сравнению с микрокристаллическим (Н~20 ГПа) нитридом титана, получаемого по традиционной технологии.

Авторы выражают благодарность за синтез покрытий нитрида титана – В.А. Столбовому и их предоставление для электронно-микроскопических исследований – А.А. Андрееву.

ЛИТЕРАТУРА

1. Наноструктурные покрытия / Под ред. А. Кавалейро, Д. де Хоссона. 2011, 752 с.
2. Ю.И. Головин. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких поверхностных слоях и пленках // *Физика твердого тела*. 2008, т. 50, №12, с. 2113-2142.
3. Р.А. Андриевский, А.М. Глезер Прочность наноструктур // *УФН*. 2009, т. 179, №4, с. 337-358.
4. P.H. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, Clemens H. Microstructural design of hard coatings // *Progress in Materials Science*. 2006, v. 51, iss. 8, p. 1032-1114.
5. А.И. Гусев, А.А. Ремпель. *Нанокристаллические материалы*. М.: «Физматлит», 2001, 224 с.
6. А.И. Гусев. *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии*. М.: «Физматлит», 2009, 416 с.
7. J.A. Thornton. Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings // *J. Vac Sci. Technol*. 1974, v. 11, p. 666-670.

8. A.J. Sue. Development of arc evaporation of non-stoichiometric titanium nitride coatings // *Surf. and Coat. Tech.* 1993, v. 61, №1, p. 115-120.
9. В.М. Шулаев, А.Л. Васильев, В.Я. Шкловер и др. Структура сверхтвердых покрытий нитрида титана, полученных в условиях однонаправленного роста по механизму «плазма–твердое тело» // *Восточно-европейский журнал передовых технологий.* 2008, №6/1(36), с. 41-47.
10. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, Ma E. High tensile ductility in a nanostructured metal // *Letters to Nature.* 2002, v. 419, p. 912-915.
11. В.А. Поздняков Пластичность нанокристаллических материалов с бимодальной зеренной структурой // *Письма в ЖТФ.* 2007, т. 33, в. 23, с. 36-42.
12. Г.А. Малыгин. Влияние дисперсии распределения зерен по размерам на прочность и пластичность нанокристаллических металлов // *Физика твердого тела.* 2008, т. 50, в. 6, с. 1013-1017.
13. E. Bailey, M.T. Ray Nicole, L. Hector Andrew, P. Crozier, Petuskey William T., McMillan Paul F. Mechanical Properties of Titanium Nitride Nanocomposites Produced by Chemical Precursor Synthesis Followed by High-P, T Treatment // *Materials.* 2011, v. 4, p. 1747-1762.
14. В.А. Поздняков, А.М. Глезер. Структурные механизмы разрушения нанокристаллических материалов // *Физика твердого тела.* 2005, т. 47, в. 5, с. 793-800.
15. В.М. Шулаев, А.А. Андреев, В.П. Руденко. Модернизация вакуумно-дуговых установок для синтеза покрытий и азотирования методом ионной имплантации и осаждения // *Физическая инженерия поверхности.* 2006, т. 4, №3-4, с. 136-142.
16. В.М. Шулаев, А.А. Андреев, В.Ф. Горбань, В.А. Столбовой. Сопоставление характеристик вакуумно-дуговых наноструктурных TiN-покрытий, осаждаемых при подаче на подложку высоковольтных импульсов // *Физическая инженерия поверхности.* 2007, т. 5, №1-2, с. 94-97.
17. С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. *Рентгенографический и электронно-оптический анализ.* М.: МИСИС, 2002, 360 с.
18. В.М. Шулаев, А.Л. Васильев, М.А. Запорожец. Изучение наноструктуры сверхтвердых покрытий нитрида титана, получаемого методом плазменной ионной имплантации и осаждения // *Nano Studies.* 2011, v. 4, p. 49-54.

Статья поступила в редакцию 02.12.2011 г.

ВИСОКОРОЗПОДІЛЬНА ПРОСВІЧУЮЧА ТА СКАНУЮЧА ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ НАНОСТРУКТУРНИХ ПОКРИТТІВ НЕСТЕХІОМЕТРИЧНОГО КУБІЧНОГО НІТРИДУ ТИТАНУ

В.М. Шулаєв, М.А. Запорожець, О.Л. Васил'єв

Представлені нові результати дослідження наноструктури надтвердих покриттів нестехіометричного кубічного нітриду титану методами просвічуючої та растрової електронної мікроскопії. Покриття отримані вакуумно-дуговим способом, з прикладанням до підкладки імпульсного потенціалу зміщення в умовах односпрямованої зростання за механізмом «плазма–тверде тіло». Покриття мали дворівневу структуру. Мікроструктура покриттів була клиновидно-стовпчастою з чітко вираженою текстурою типу (111). Методом високорозподільної електронної мікроскопії вперше виявлено, що на нанорівні структура покриттів є доменною. Розміри доменів варіювалися в діапазоні 2...10 нм.

HIGH-RESOLUTION TRANSMISSION AND SCANNING ELECTRON MICROSCOPY OF NON-STOICHIOMETRY CUBIC TITANIUM NITRIDE NANOSTRUCTURE COATINGS

V.M. Shulayev, M.A. Zaporozhets, A.L. Vasil'ev

Are performed the new results, concerning investigations of non-stoichiometry cubic titanium nitride ultra-hard coatings by means of SEM and TEM. The coatings have been obtained by vacuum-arc deposition with pulse substrate bias via one-direction growth following "plasma-solid" mechanism. The coatings have two-level structure. The microstructure of coatings has been wedge-columnar with sharply defined (111) texture. By means of high-resolution transmission it has been for the first time revealed the domain nano-level structure of coatings. The domain dimensions varied in the range from 2 to 10 nm.