

В.В. Поплавский, доц.;
О.Г. Бобрович, доц.; В.Г. Лугин, доц. (БГТУ, г. Минск);
А.А. Могдалова, научн. сотр., И.Л. Поболь, проф.
(ФТИ НАН Беларуси, г. Минск)

МИКРОСТРУКТУРА И СОСТАВ СЛОЕВ, ФОРМИРУЕМЫХ НА ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА АД1 В ПРОЦЕССАХ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ И ИОННО-АССИСТИРУЕМОГО ОСАЖДЕНИЯ МЕТАЛЛОВ

Вследствие образования на поверхности алюминия и его сплавов в атмосферных условиях стабильной и плотной оксидной пленки толщиной ~10 нм материалы обладают химической инертностью и могут, в частности, применяться в качестве электродов и основы электрокатализаторов электрохимических устройств. В условиях работы таких устройств исходной коррозионной стойкости материалов зачастую недостаточно. Для достижения необходимых свойств требуется модифицирование поверхности материалов с целью формирования устойчивых к коррозии и каталитически активных слоев, что может быть обеспечено ионно-плазменной обработкой.

Цель данной работы – формирование на поверхности алюминиевого сплава слоев посредством ионно-плазменного азотирования и последующего ионно-ассистируемого осаждения металлов из плазмы вакуумного дугового разряда; исследование их микроструктуры и состава.

Ионно-плазменное азотирование поверхности образцов сплава АД1 проводили на установке, разработанной и изготовленной в ФТИ НАН Беларуси. Процесс ионно-плазменного азотирования включал несколько технологических стадий: разогрев, очистку и выдержку при температуре азотирования. Осуществлялась предварительная ионно-плазменная очистка поверхности в газовой среде, содержащей аргон (физическое распыление) и водород (плазменно-химическое удаление загрязнений, в т.ч. кислорода поверхностной оксидной пленки). В качестве среды на стадии выдержки использовали газовые смеси азота, аргона и водорода в различных комбинациях. Водород в смесь технологических газов включали для удаления с поверхности алюминия оксидного слоя, наличие которого блокирует обрабатываемую поверхность, а также для предотвращения повторного окисления поверхности во время самого процесса азотирования. Азотирование проводили при температурах 420, 450 и 500 °С.

Ионно-ассистируемое осаждение металлов (Cr, Zr, W, Mo, Ce и др.)

осуществляли в режиме, при котором в качестве ассистирующих процессу осаждения используются ионы осаждаемого металла. Осаждение металла и перемешивание осаждаемого слоя с поверхностным слоем подложки ускоренными ($U = 10$ кВ) ионами того же металла проводили в экспериментальной установке, соответственно, из нейтральной фракции пара и плазмы вакуумного ($\sim 10^{-2}$ Па) дугового разряда импульсного электродугового ионного источника [1].

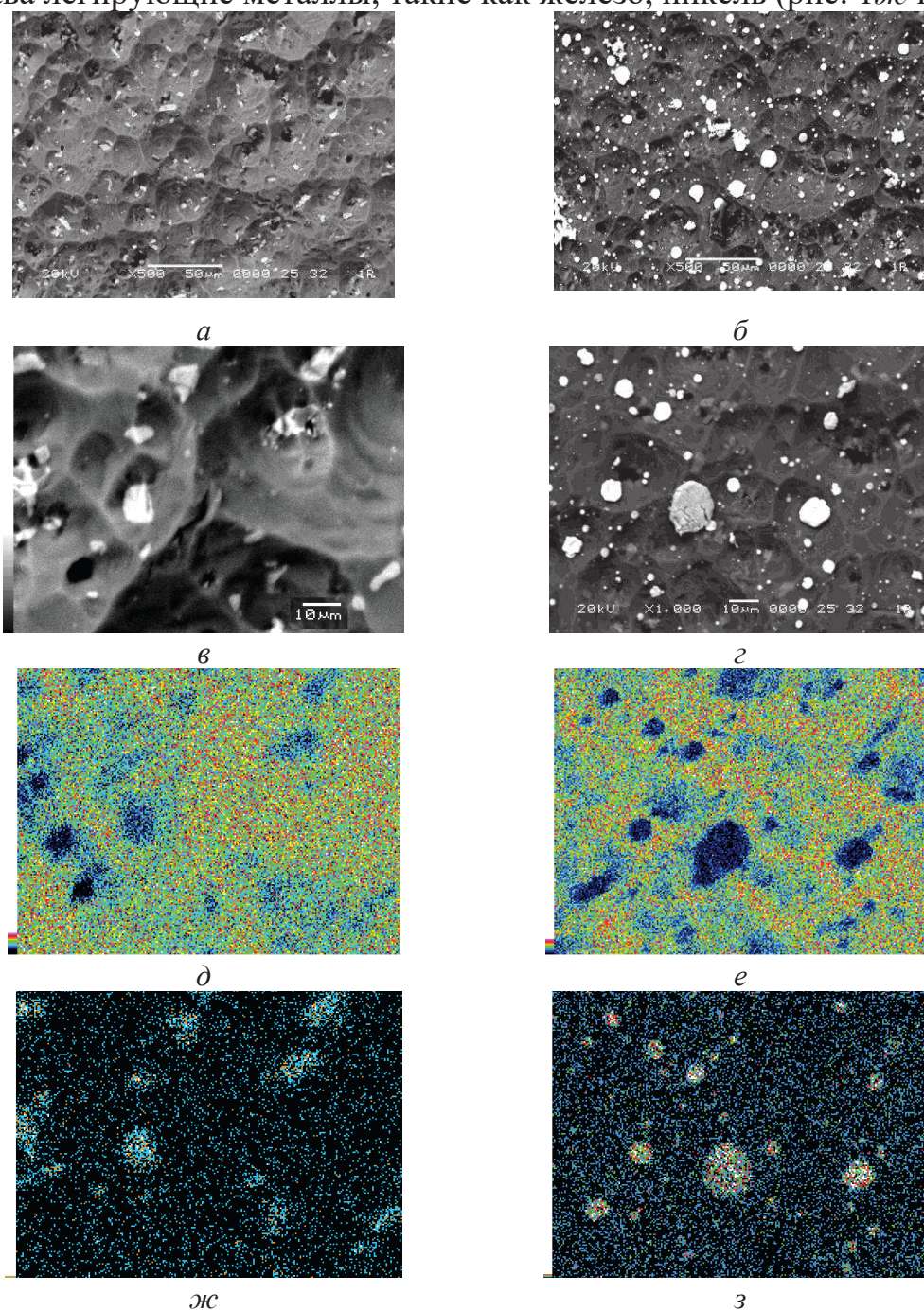
Анализ микроструктуры и элементного состава исследуемых слоев проведен методами сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного микроанализа с применением микроскопа JSM-5610LV и спектрометра EDX JED-2201 (JEOL).

На рис. 1, 2 представлены типичные результаты электронно-микроскопических исследований и рентгеновского энергодисперсионного микроанализа образцов на примере сплава АД1, подвергнутого ионно-плазменному азотированию (левая колонка) и последующему легированию в процессе ионно-ассистируемого осаждения церия (правая колонка).

В процессе ионно-лучевой обработки микроструктура сплава не претерпевает существенных изменений. Морфология поверхности несколько изменяется за счет ионно-ассистируемого осаждения металла. Имеются кластеры размером порядка нескольких микрометров, наличие которых обусловлено осаждением капель металла из электродугового ионного источника. Отчетливо наблюдается характерная при осаждении церия капельная фаза (рис. 1 б, в, г). Интенсивность осаждения капель и их размеры зависят от рода осаждаемого металла; наиболее интенсивно идет процесс при осаждении церия, а также легкоплавких металлов, таких как олово, свинец. Капли имеются и при осаждении тугоплавких металлов, таких как вольфрам, молибден.

По данным энергодисперсионного анализа в составе исследуемых поверхностей содержатся атомы осаждаемых металлов, азота и компонентов самого сплава, кислорода оксидной пленки на их поверхности, а также углерода. Содержание осажденных металлов невелико и составляет несколько процентов. Кислород входит в состав поверхностной оксидной пленки и сорбируется из остаточной атмосферы вакуумной камеры. Источником углерода является сорбция углеводородов – компонентов вакуумного масла. Атомы легирующего элемента в составе слоя распределены по поверхности практически равномерно за исключением капельной фазы. В составе капельной фазы преобладает содержание осаждаемого металла, хотя также имеются атомы других компонентов слоя (рис. 2б).

В образцах сплава, не подвергавшихся обработке ионами металла, имеются включения, содержащие введенные при изготовлении сплава легирующие металлы, такие как железо, никель (рис. 1ж и 2а).



а, б – $\times 500$; *в, з* – $\times 1000$; *д, е* – Al; *ж* – Fe; *з* – Ce

Рисунок 1 – Сравнение микроструктуры и состава поверхности образца сплава АД1, подвергнутого ионно-плазменному азотированию (*а, в, д, ж*) и последующему легированию (*б, з, е, з*) в процессе ионно-ассистированного осаждения церия

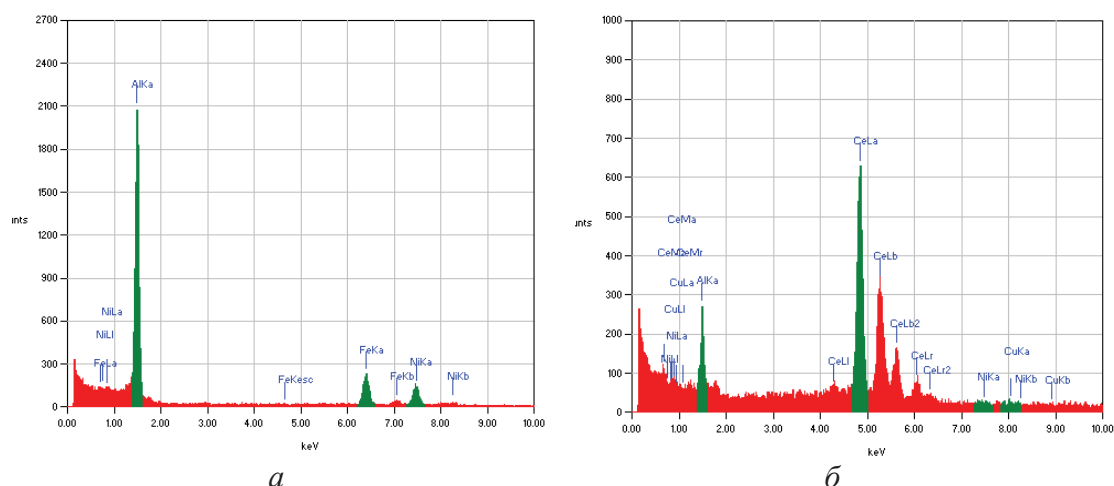


Рисунок 2 – Спектры эмиссии характеристического рентгеновского излучения атомов элементов, входящих в состав поверхности образца сплава АД1, подвергнутого ионно-плазменному азотированию (а) и последующему легированию (б) в процессе ионно-ассистированного осаждения церия

Таким образом, в процессе ионно-плазменного азотирования алюминиевого сплава в среде, содержащей азот, аргон и водород в различных комбинациях, получены азотсодержащие с включением кислорода слои толщиной $\sim(1,0\text{--}1,5\text{ мкм})$.

При последующем ионно-ассистированном осаждении металлов из плазмы вакуумного дугового разряда сформированы многокомпонентные аморфные слои толщиной до 50 нм, включающие атомы осажденного металла, азота, компонентов подложки, в т.ч. кислород оксидной пленки, и примеси углеводородов.

Захват значительного количества газов из остаточной атмосферы вакуумной рабочей камеры и включение их в состав формируемого слоя имеют место при осаждении на поверхность алюминия и других вентильных металлов (титана, тантала) и их сплавов переходных металлов, обладающих геттерными свойствами [2].

ЛИТЕРАТУРА

1. Poplavsky V.V., Mishchenko T.S., Matys V.G. Composition and Electrocatalytic Properties of the Coatings Formed by the Ion-Beam-Assisted Deposition of Platinum from a Pulsed Arc-Discharge Plasma onto Aluminium // Technical Physics. – 2010. – Vol. 55, No. 2. – P. 296–302.

2. Poplavsky V.V., Bobrovich O.G., Dorozhko A.V., Matys V.G. Features of Layer Formation on the Surface of Valve Metals in the Process of the Ion-Beam-Assisted Deposition of Metals from Vacuum-Arc Discharge Plasma // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. – 2024. – Vol. 18, No. 5. – P. 1065–1071.