

退火温度对镁合金表面 Nb_2O_5 涂层微观结构与性能的影响

doi:10.3969/j.issn.1674-7100.2023.05.003

潘旭 王皓 姚泉
李文元 丁泽良

湖南工业大学
机械工程学院
湖南 株洲 412007

摘要: 采用直流反应溅射技术在 AZ31 镁合金表面制备了 Nb_2O_5 涂层,并在不同的温度下对涂层进行退火处理,通过扫描电子显微镜 (SEM)、X 射线衍射仪 (XRD)、划痕仪和电化学工作站对 Nb_2O_5 涂层的微观形貌、晶相结构、结合性能和耐腐蚀性能进行测试与表征。研究表明,退火温度为 100~400 $^{\circ}\text{C}$ 时, Nb_2O_5 涂层的晶相未发生变化,且为非晶结构;而退火温度为 500 $^{\circ}\text{C}$ 时,出现了六方晶相。随着退火温度的升高,涂层表面开裂现象加剧,涂层的结合力减小,耐腐蚀性能下降。

关键词: 反应溅射; 氧化铌; 退火; 结合力; 耐腐蚀性能

中图分类号: TG174.4

文献标志码: A

文章编号: 1674-7100(2023)05-0015-08

引文格式: 潘旭,王皓,姚泉,等.退火温度对镁合金表面 Nb_2O_5 涂层微观结构与性能的影响[J].包装学报,2023,15(5):15-22.

1 研究背景

氧化铌 (Nb_2O_5) 具有良好的光学、电学和化学稳定等性能,被广泛用于传感器、光电子器件、能源储存等领域^[1-2]。将氧化铌制成涂层可以为基底材料提供保护的同时,还可增强其性能。如氧化铌涂层能为镁合金、钛合金和不锈钢等金属材料提供保护,并赋予其优异的耐腐蚀性能^[3-5];在模拟体液环境下,氧化铌涂层可以促进羟基磷灰石的形成和细胞的黏附、分化与增殖,改善基底材料的生物相容性^[6-7];另外,氧化铌涂层还能提高基底材料的力学性能,增强其耐磨性能^[8-9]。

Nb_2O_5 涂层的微观结构和性能受到许多因素的影

响,如制备技术、制备参数和涂层结构等^[10-13]。王皓等^[14]发现,镁合金表面的反应溅射 Nb_2O_5 涂层比射频溅射陶瓷靶材制备的 Nb_2O_5 涂层具有更强的结合力以及耐腐蚀性能。M. F. Pillis 等^[15]在不锈钢基底上沉积了 Nb_2O_5 涂层,该涂层的耐腐蚀性能随沉积时间的增加而降低。Ding Z. Y. 等^[16]研究发现,相比于 M- Nb_2O_5 多层涂层和 Nb_2O_5 单层涂层,采用磁控溅射技术在 AZ31 镁合金表面制备的 $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{Mg}$ 梯度涂层在力学性能、摩擦性和耐腐蚀性能方面得到明显提升。

退火处理对涂层的微观结构和性能也有显著影响。K. Manickam 等^[17]发现,退火处理会导致 TiO_2 涂层的厚度增加、表面粗糙度增大。H.

收稿日期: 2023-04-21

基金项目: 湖南省自然科学基金资助项目 (2023JJ50163); 湖南省教育厅科学研究基金资助项目 (20A159)

作者简介: 潘旭 (1995-), 男, 湖南岳阳人, 湖南工业大学硕士生, 主要研究方向为表面涂层材料,

E-mail: 286107250@qq.com

通信作者: 丁泽良 (1966-), 男, 湖南攸县人, 湖南工业大学教授, 博士, 主要从事表面涂层与特种加工研究,

E-mail: 10176@hut.edu.cn

Dhiflaoui 等^[18]发现,随着退火温度的升高, TiO_2 涂层会发生晶态转变,由锐钛矿相转变为金红石相。N. Ahmed 等^[19]采用射频磁控溅射工艺在石墨基底上沉积了 SiC 涂层,在氩气中退火后, SiC 涂层由非晶多孔结构转变成结晶致密结构,而且涂层的结合力和硬度随退火温度的升高而提高。Zhang L. H. 等^[20]发现,在 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 下对 60NiTi 涂覆 316 不锈钢进行的退火处理,显著提高了涂层的硬度和耐腐蚀性能。A. A. Atta 等^[21]通过磁控溅射在 Ti6Al4V 表面上制备了 Ag 涂层,并在 $750\text{ }^\circ\text{C}$ 下退火 15 min,细胞实验结果显示,涂层的抗菌性能和细胞活性显著增强。目前,国内外关于 Nb_2O_5 涂层的研究较多,但是未见关于退火处理对磁控溅射 Nb_2O_5 涂层微观结构与性能影响的研究报道。

本研究利用直流反应溅射技术,在 AZ31 镁合金表面制备 Nb_2O_5 涂层,并在 $100\sim 500\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下对涂层试样进行退火处理,通过扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM)、X 射线衍射仪 (X-ray diffraction, XRD)、划痕仪和电化学工作站对 Nb_2O_5 涂层进行测试与表征,研究退火温度对涂层结构与性能的影响,以期对反应溅射 Nb_2O_5 涂层的后处理提供参考。

2 实验部分

2.1 实验材料

基底材料采用 AZ31 镁合金,尺寸 $800\text{ mm}\times 450\text{ mm}\times 2\text{ mm}$,东莞市万达金属材料有限公司; Nb 金属靶材,纯度为 99.99%,尺寸 $\Phi 75\text{ mm}\times 4\text{ mm}$,东莞市鼎伟新材料有限公司;氩气和氧气,纯度为 99.99%,株洲九方气体有限责任公司;无水乙醇,纯度为 95%,江苏吴江市仁和化工有限公司;砂纸、抛光绒布、金刚石研磨膏、氧化铝抛光粉,广州蔚仪金相试验有限公司。

2.2 实验设备

精密研磨抛光机, UNIPOL-810 型,沈阳科晶设备制造有限公司;超声清洗机, KQ2200DE 型,昆山市超声仪器有限公司;晶相切割机, SYJH-180 型,沈阳科晶设备制造有限公司;高真空磁控溅射镀膜机, JPC-450 型,北京泰科诺科技有限公司;真空干燥箱, ZKT-6050 型,上海和呈仪器制造有限责任公司;箱式电阻炉, 5X-5-12 型,北京永光明医疗仪器有限公司;扫描电镜, SU8000 型,日本日立高新技术公

司; X 射线衍射仪, Ultima IV 型,日本理学株式会社;划痕仪, MFT-4000 型,中国科学院兰州化学物理研究所;电化学工作站, SP-15/20A 型,法国 Bio-Logic 科学仪器公司。

2.3 实验方法

1) 涂层的制备

在沉积涂层前,首先采用 2000 # 和 5000 # SiC 砂纸依次打磨 2 mm 厚的镁合金板,再用 W5 金刚石研磨膏抛光,直至表面达镜面效果。然后,使用晶相切割机将镁合金板切割成 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 和 $10\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ 两种规格试样,随后放入超声波清洗机中,使用无水乙醇清洗 2 min,再置入干燥箱中烘干。将烘干后的基底试样和硅片装入磁控溅射镀膜机,对它们进行等离子清洗,以去除表面异物。清洗参数为:真空度 $1\times 10^{-3}\text{ Pa}$ 、溅射功率 200 W 、氩气流量 20 mL/min 和清洗时间 15 min。随后采用直流反应溅射模式制备 Nb_2O_5 涂层,制备参数为:真空度 $1\times 10^{-3}\text{ Pa}$ 、溅射功率 80 W 、溅射时间 300 min、氩气流量 40 mL/min 和氧气流量 0.5 mL/min 。

2) 涂层的退火处理

将涂层试样置于箱式电阻炉内,试样随炉加热至退火温度,120 min 后打开炉门,待试样冷却至室温后取出。设定 5 个退火温度,即 100, 200, 300, 400, $500\text{ }^\circ\text{C}$,对应的试样代号分别为 R1、R2、R3、R4 和 R5。另外,采用 R0 代表未进行退火处理的涂层试样。

2.4 表征与检测

1) 采用 SEM 和 XRD 分析涂层的微观形貌和晶相组成。

2) 通过划痕仪检测涂层的结合力。测试时,采用金刚石压头 (顶尖锐角 120° , 圆弧半径 $200\text{ }\mu\text{m}$) 在试样表面匀速滑行,同时经压头向试样施加法向载荷,载荷范围为 $0\sim 10\text{ N}$,加载速率为 5 N/min ,划痕距离为 6 mm 。将涂层出现连续脱落所需的加载力称为临界载荷 L_c ,并作为涂层的结合力^[22]。 L_c 的大小需通过划痕曲线和划痕形貌的综合分析来确定。

3) 利用电化学工作站进行动电位极化和阻抗谱测试,检测试样的耐腐蚀性能。测试时,采用三电极系统,其中工作电极、辅助电极和参比电极分别为涂层试样、饱和 Ag/AgCl 和铂片 (Pt)。采用 pH 为 7.4 的磷酸盐缓冲液 (phosphate buffered saline, PBS) 作为腐蚀介质,其成分为 KCl (质量浓度为 0.2 g/L ,下同)、 KH_2PO_4 (0.24 g/L)、 $\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (1.42

g/L) 和 NaCl (8 g/L)。为保证电化学系统的稳定性, 在阻抗谱和极化曲线试验前, 先进行开路电位测试, 测试参数为: 时间 30 min, 电位扫描区间 $-2.5 \sim 2.5$ V。然后, 依次进行阻抗谱和极化曲线试验。其中, 阻抗谱试验参数为: 频率范围 $10^{-2} \sim 10^5$ Hz, 交流激励信号幅值 10 mV。极化曲线试验参数为: 扫描速度 1.0 mV/s, 扫描范围开路电位 -0.25 V 至开路电位 $+0.5$ V。试验结束后, 使用 EC-Lab 软件对动电位极化曲线进

行拟合, 基于塔菲尔外推法得到试样的相关腐蚀参数。每个试样平行测试 3 次, 结果取平均值。

3 结果与讨论

3.1 退火处理对涂层微观结构的影响

图 1 为不同温度退火后 Nb_2O_5 涂层试样表面的 SEM 照片。

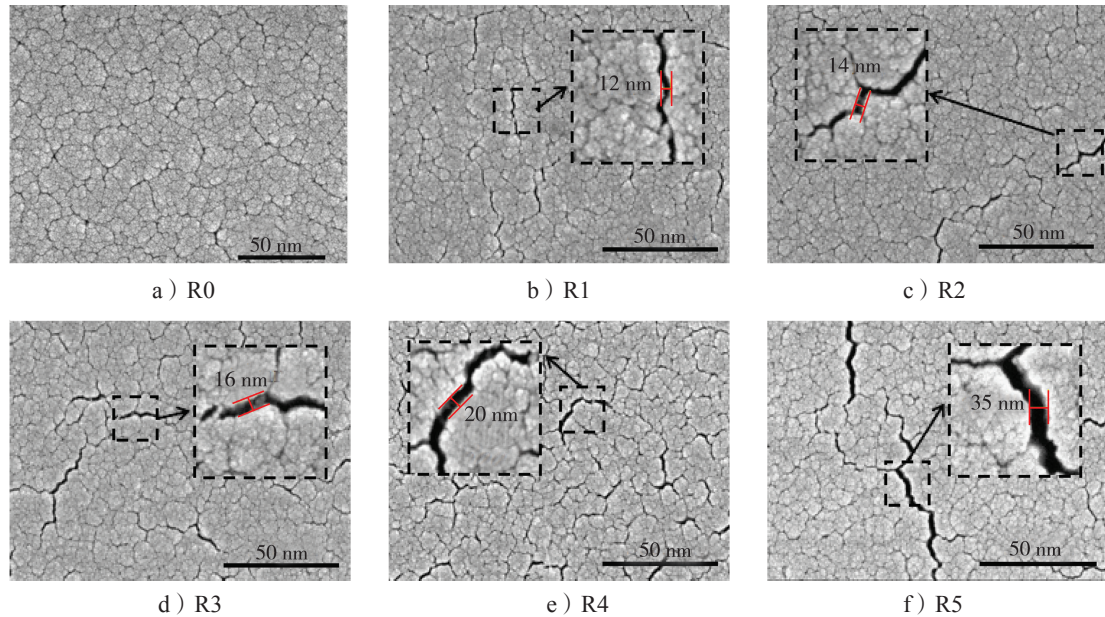


图 1 不同温度下退火后 Nb_2O_5 涂层试样表面 SEM 照片

Fig. 1 SEM photos of Nb_2O_5 coating surface annealed at different temperature

由图 1 可知, 相较于未退火处理的 R0 试样, 退火后试样表面都出现了不同程度的裂纹。随着退火温度的升高, 裂纹宽度由 12 nm(R1) 增大至 35 nm(R5)。这说明退火温度越高, 涂层开裂越严重。因此, 退火处理会使 Nb_2O_5 涂层的致密性变差、表面质量降低。导致涂层开裂的原因是涂层与基材的热膨胀系数不匹配, 退火处理后涂层内存在较大的残余热应力; 当残余应力超过涂层的内聚强度时涂层开裂, 严重时会导致涂层脱落^[23]。

3.2 退火处理对涂层晶相结构的影响

图 2 为经过退火处理的 Nb_2O_5 涂层试样 XRD 谱图。由图可知, 所有试样的 XRD 谱图中均出现了 Mg 的特征峰, 这是由基底镁元素的扩散所致。此外, R0 至 R4 试样的 XRD 谱图中未出现与 Nb_2O_5 相关的衍射峰, 这说明 Nb_2O_5 涂层在 400 °C 下进行退火处理时, 晶态未发生变化, 仍为非晶结构。但是, 当退火温度升至 500 °C 时, 在 R5 试样 XRD 谱

图中 $2\theta=58.9^\circ$ 位置出现了微弱的衍射峰, 该位置与 Nb_2O_5 六方晶相的峰位吻合 (JCPDS27-1312#)。这说明, 在 500 °C 退火时 Nb_2O_5 涂层出现了六方晶相。这一现象与 R. A. Rani 等^[24] 的发现一致。

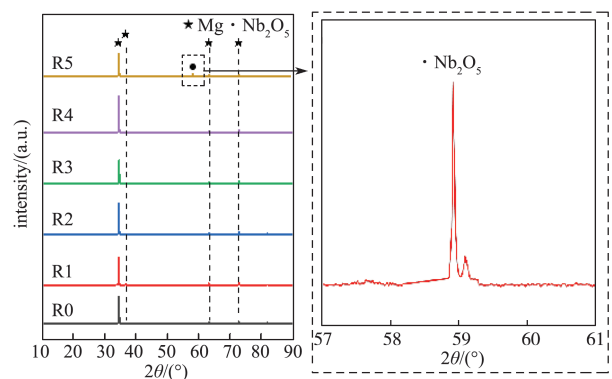


图 2 不同温度下退火后 Nb_2O_5 涂层试样的 XRD 谱图

Fig. 2 XRD patterns of Nb_2O_5 coating samples annealed at different temperature

3.3 退火处理对涂层结合性能的影响

图3为不同温度下退火后 Nb_2O_5 涂层试样的划痕测试结果。由图3a可知,在划痕距离4.58 mm处, R0试样的涂层出现了连续脱落,此时的临界载荷为7.63 N,说明未退火处理的 Nb_2O_5 涂层结合力为7.63 N。随着退火温度的提升,涂层被连续划穿的划痕距离越来越短,涂层的结合力也越来越小。由图3b至图3f可知,当退火温度由100℃升高到500℃时,

涂层发生连续脱落的划痕距离由4.29 mm减小到0.16 mm,其对应的临界载荷由7.15 N降低为0.26 N,涂层结合力降低约96.4%。划痕测试结果表明,AZ31镁合金表面 Nb_2O_5 涂层的结合性能随退火温度的升高而降低。这是由于退火后涂层内部和涂层/基底结合界面出现了较大的残余热应力,导致了涂层开裂和结合性能下降;退火温度越高,残余热应力越大,在划痕载荷的作用下,涂层越容易脱落和划穿^[25]。

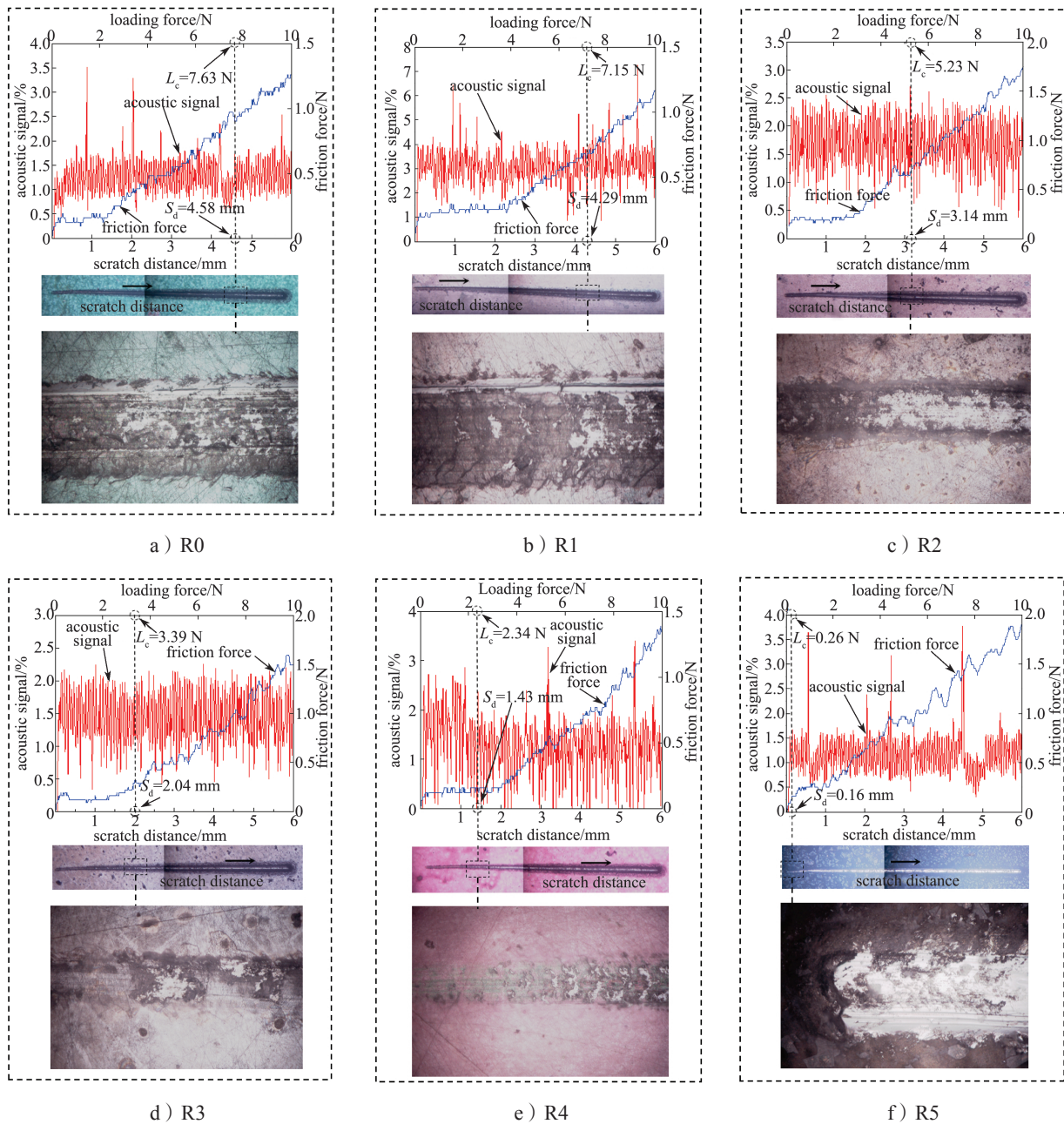


图3 不同温度下退火后 Nb_2O_5 涂层试样的划痕曲线及划痕形貌

Fig. 3 Scratch curves and scratch morphology of Nb_2O_5 coating samples annealed at different temperature

3.4 退火处理对涂层耐腐蚀性能的影响

图 4 为不同温度下退火后 Nb₂O₅ 涂层的动电位极化曲线。通过 Tafel 外推法拟合动电位极化曲线, 得到腐蚀电位 (E_{corr})、腐蚀电流密度 (I_{corr}) 和腐蚀保护率 (P_i) 等电化学腐蚀数据如表 1 所示。

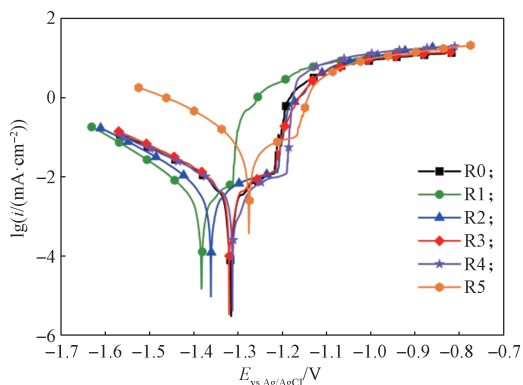


图 4 不同温度下退火后 Nb₂O₅ 涂层试样的动电位极化曲线

Fig. 4 Potentiodynamic polarization curves of Nb₂O₅ coating samples annealed at different temperature

表 1 不同温度下退火后 Nb₂O₅ 涂层试样的腐蚀参数

Table 1 Corrosion parameters of Nb₂O₅ coating samples annealed at different temperature

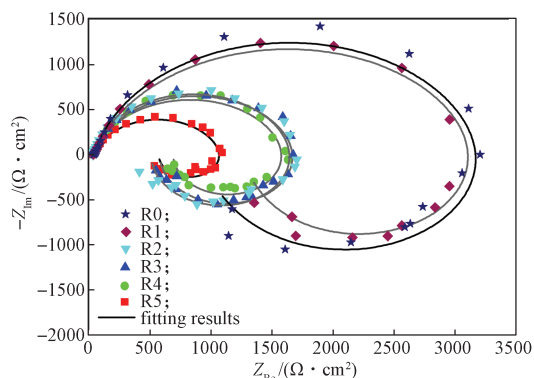
试样代号	E_{corr}/V	$I_{\text{corr}}/(\text{A} \cdot \text{cm}^{-2})$	$P_i/\%$
R0	-1.317	1.04×10^{-7}	98.3
R1	-1.380	1.52×10^{-7}	97.5
R2	-1.360	2.97×10^{-7}	95.0
R3	-1.319	3.36×10^{-7}	94.4
R4	-1.310	3.96×10^{-7}	93.4
R5	-1.274	4.89×10^{-6}	18.0

腐蚀电流密度越大, 材料的耐腐蚀性能越差^[26]。由表 1 数据可知, 所有试样中, 未退火处理的 R0 试

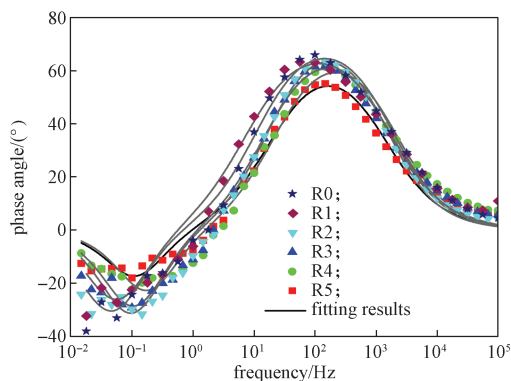
样具有最小的电流密度 ($1.04 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$) 和最高的腐蚀保护率 (98.3%), 即耐腐蚀性能最好。当退火温度由 100 °C 增大至 500 °C 时, 腐蚀电流密度由 R1 的 $1.52 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 增至 R5 的 $4.89 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$, 腐蚀保护率降低约 81.5%。极化曲线数据说明, 涂层试样的耐腐蚀性能随退火温度的升高而降低。这是由于退火温度升高后, 涂层表面开裂加重和结合力减小, 为腐蚀离子侵蚀基底提供了条件, 使得涂层对基底的腐蚀保护效果减弱。与 R1 相比, R5 表面的裂纹宽度增大 23 nm, 结合力降低 96.4%, 因此其耐腐蚀性能最差。

为了解不同温度下退火后的 Nb₂O₅ 涂层试样的电化学性能, 采用图 5d 所示的等效电路对涂层试样进行了电化学阻抗谱测试, 结果如图 5a~c 所示。由图 5a 可知, 所有试样的奈奎斯特图中都包含高频区的容抗弧和低频区的感抗弧。与未退火的 R0 试样相比, 退火处理后涂层试样的容抗弧半径明显减小, 并且退火温度越高, 容抗弧半径越小; 此外, 退火处理试样的相位角峰值 (图 5b) 和最大阻抗模值 (图 5c) 都较 R0 试样要小, 并且随着退火温度的上升而减小。容抗弧半径、相位角峰值和阻抗模值与涂层的耐腐蚀性能密切相关, 其数值越大, 材料的耐腐蚀性能越强^[27]。以上结果表明, 退火温度越高, 涂层的耐腐蚀性能越差。

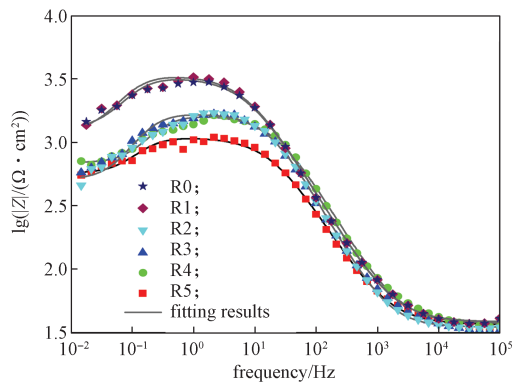
图 5d 等效电路中的元件 R_s 、 R_{ct} 和 R_L 分别表示溶液电阻、电荷转移电阻和感抗电阻, 而 L 和 CPE_{dl} 分别代表感抗和双电层常相位角元件。各元件的拟合数据见表 2 所示。材料的 R_{ct} 值越大, 其耐腐蚀性能越强^[28]。由表 2 中数据可知, R0 试样的 R_{ct} 值最大, 退火温度越高, 试样的 R_{ct} 值越小, 其耐腐蚀性能越差。这一结果与极化曲线的测试结果完全一致。



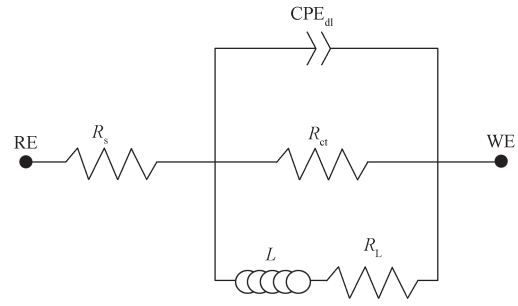
a) 奈奎斯特图



b) 伯德 - 相位角图



c) 伯德 - 幅值图



d) 等效电路

图5 不同温度下退火后的 Nb₂O₅ 涂层试样阻抗谱Fig. 5 Impedance spectra of Nb₂O₅ coating samples annealed at different temperature表2 不同温度下退火后的 Nb₂O₅ 涂层试样的阻抗谱拟合结果

Table 2 Impedance spectrum fitting results of niobium oxide coating specimens annealed at different temperature

试样代号	$R_s/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$	$\text{CPE}_{dl}/(10^{-6} \text{ F} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{n-1})$	n	$R_{ct}/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$	$R_L/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$	$L/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$
R0	41.94	7.88	0.86	3210	8690	1357
R1	37.97	12.72	0.82	3197	7752	2083
R2	34.19	11.93	0.85	1690	2161	811
R3	34.78	9.42	0.88	1648	2089	673
R4	37.18	9.48	0.84	1595	1588	1115
R5	36.32	18.11	0.81	1064	2195	1087

4 结论

通过直流反应溅射技术在 AZ31 镁合金表面制备了 Nb₂O₅ 涂层,并在 100, 200, 300, 400, 500 °C 的温度下对涂层试样进行了退火处理,研究了退火温度对涂层微观结构、结合力和耐腐蚀性能的影响,可以得到如下结论:

1) 退火处理对 Nb₂O₅ 涂层的微观结构有显著影响。当退火温度为 100~400 °C 时, Nb₂O₅ 涂层呈非晶结构;退火温度升至 500 °C 时,出现了六方晶相;随着退火温度的升高,涂层开裂加剧,致密性下降。

2) 退火处理会减小 Nb₂O₅ 涂层的结合力。当退火温度由 100 °C 升至 500 °C 时,涂层的结合力由 7.15 N 减小至 0.26 N,降幅 96.4%。

3) 退火处理会降低涂层试样的耐腐蚀性能。随着退火温度由 100 °C 升至 500 °C 时,涂层的腐蚀保护率由 97.5% 降低至 18%。

参考文献:

- [1] MORETO J A, GELAMO R V, NASCIMENTO J P L, et al. Improving the Corrosion Protection of 2524-T3-Al Alloy Through Reactive Sputtering Nb₂O₅ Coatings[J]. Applied Surface Science, 2021, 556: 149750.
- [2] FENG J S, YANG Z, YANG D, et al. E-Beam Evaporated Nb₂O₅ as an Effective Electron Transport Layer for Large Flexible Perovskite Solar Cells[J]. Nano Energy, 2017, 36: 1-8.
- [3] 袁乾鸿, 丁子彧, 王 皓, 等. AZ31 和 Ti6Al4V 表面 Nb₂O₅ 涂层的微观结构与性能研究 [J]. 包装学报, 2022, 14(4): 20-27.
- [4] YUAN Qianhong, DING Ziyu, WANG Hao, et al. Microstructure and Performance of Nb₂O₅ Coatings on AZ31 and Ti6Al4V[J]. Packaging Journal, 2022, 14(4): 20-27.
- [5] WADULLAH H M, TALIB MOHAMMED M, KHALID ABDULRAZZAQ T. Structure and Characteristics of Nb₂O₅ Nanocoating Thin Film for Biomedical Applications[J]. Materials Today: Proceedings, 2022, 62: 3076-3080.
- [6] PIERETTI E F, PILLIS M F. Electrochemical Behavior of Nb₂O₅ Films Produced by Magnetron Sputtering[J]. International Journal of Electrochemical Science, 2018, 13(8): 8108-8115.
- [6] de ALMEIDA BINO M C, EURÍDICE W A, GELAMO R V, et al. Structural and Morphological Characterization of Ti6Al4V Alloy Surface Functionalization Based on Nb₂O₅ Thin Film for Biomedical Applications[J]. Applied

- Surface Science, 2021, 557: 149739.
- [7] DINU M, BRAIC L, PADMANABHAN S C, et al. Characterization of Electron Beam Deposited Nb_2O_5 Coatings for Biomedical Applications[J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2020, 103: 103582.
- [8] 丁子戔. 镁合金表面氧化铌基涂层的制备与性能研究[D]. 株洲: 湖南工业大学, 2022.
DING Ziyu. Preparation and Performance of Nb_2O_5 Based Coatings on Magnesium Alloy[D]. Zhuzhou: Hunan University of Technology, 2022.
- [9] FALS H C, BELÉM M J X, ROCA A S, et al. Phase Transformation of Nb_2O_5 During the Formation of Flame Sprayed Coatings and Its Influence on the Adhesion Strength, Abrasive Wear and Slurry Erosive Wear[J]. Wear, 2019, 426/427: 277–284.
- [10] YEH T H, LIN R D, CHERNG B R, et al. Effects of Sputtering Mode on the Microstructure and Ionic Conductivity of Yttria-Stabilized Zirconia Films[J]. Journal of Crystal Growth, 2018, 489: 57–62.
- [11] YADAV V S, KUMAR A, DAS A, et al. Degradation Kinetics and Surface Properties of Bioceramic Hydroxyapatite Coated AZ31 Magnesium Alloys for Biomedical Applications[J]. Materials Letters, 2020, 270: 127732.
- [12] ŁATKA L, PAWŁOWSKI L, WINNICKI M, et al. Review of Functionally Graded Thermal Sprayed Coatings[J]. Applied Sciences, 2020, 10(15): 5153.
- [13] DHIFLAOUI H, BEN JABER N, LAZAR F S, et al. Effect of Annealing Temperature on the Structural and Mechanical Properties of Coatings Prepared by Electrophoretic Deposition of TiO_2 Nanoparticles[J]. Thin Solid Films, 2017, 638: 201–212.
- [14] 王皓, 丁子戔, 袁乾鸿, 等. 溅射方式对氧化铌涂层微观结构与性能的影响[J]. 包装学报, 2022, 14(5): 28–35.
WANG Hao, DING Ziyu, YUAN Qianhong, et al. Effect of Sputtering Methods on Microstructure and Properties of Niobium Oxide Coating[J]. Packaging Journal, 2022, 14(5): 28–35.
- [15] PILLIS M F, GERIBOLA G A, SCHEIDT G, et al. Corrosion of Thin, Magnetron Sputtered Nb_2O_5 Films[J]. Corrosion Science, 2016, 102: 317–325.
- [16] DING Z Y, YUAN Q H, WANG H, et al. Microstructure and Properties of $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{Mg}$ Gradient Coating on AZ31 Magnesium Alloy by Magnetron Sputtering[J]. Ceramics International, 2023, 49(1): 154–167.
- [17] MANICKAM K, MUTHUSAMY V, MANICKAM S, et al. Effect of Annealing Temperature on Structural, Morphological and Optical Properties of Nanocrystalline TiO_2 Thin Films Synthesized by Sol-Gel Dip Coating Method[J]. Materials Today: Proceedings, 2020, 23: 68–72.
- [18] DHIFLAOUI H, KHLIFI K, BARHOUMI N, et al. The Tribological and Corrosion Behavior of TiO_2 Coatings Deposited by the Electrophoretic Deposition Process[J]. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science, 2020, 234(6): 1231–1238.
- [19] AHMED N, KHAN Z S, ASHRAF A, et al. Si Diffusion Induced Adhesion and Corrosion Resistance in Annealed RF Sputtered SiC Films on Graphite Substrate[J]. Ceramics International, 2022, 48(8): 11009–11017.
- [20] ZHANG L H, PENG H B, QIN Q H, et al. Effects of Annealing on Hardness and Corrosion Resistance of 60NiTi Film Deposited by Magnetron Sputtering[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 746: 45–53.
- [21] ATTA A A, EL-NAHASS M M, HASSANIEN A M, et al. Effect of Thermal Annealing on Structural, Optical and Electrical Properties of Transparent Nb_2O_5 Thin Films[J]. Materials Today Communications, 2017, 13: 112–118.
- [22] 周泉. 医用钛合金表面 $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{Ta}_2\text{O}_5\text{-Ti/Ti}$ 复合涂层的制备与性能研究[D]. 株洲: 湖南工业大学, 2020.
ZHOU Quan. Preparation and Properties of $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{Ta}_2\text{O}_5\text{-Ti/Ti}$ Composite Coatings on the Surface of Medical Titanium Alloys[D]. Zhuzhou: Hunan University of Technology, 2020.
- [23] 古一, 王志法, 夏长清. 涂层与基底的热膨胀系数差对垂直界面的微裂纹的影响[J]. 湖南有色金属, 2007, 23(3): 33–36.
GU Yi, WANG Zhifa, XIA Changqing. Effect of the Difference of Thermal Expansion Coefficients Between Ceramic Coatings and Metal on Vertical Micro-Cracks[J]. Hunan Nonferrous Metals, 2007, 23(3): 33–36.
- [24] RANI R A, ZOOLFAKAR A S, O'MULLANE A P, et al. Thin Films and Nanostructures of Niobium Pentoxide: Fundamental Properties, Synthesis Methods and Applications[J]. Journal of Materials Chemistry A, 2014, 2(38): 15683–15703.
- [25] GODOY C, SOUZA E A, LIMA M M, et al. Correlation Between Residual Stresses and Adhesion of Plasma Sprayed Coatings: Effects of a Post-Annealing Treatment[J]. Thin Solid Films, 2002, 420/421: 438–445.

- [26] WANG L, CHEN L, YAN Z C, et al. Effect of Potassium Fluoride on Structure and Corrosion Resistance of Plasma Electrolytic Oxidation Films Formed on AZ31 Magnesium Alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 480(2): 469–474.
- [27] HSU R W W, YANG C C, HUANG C A, et al. Electrochemical Corrosion Properties of Ti-6Al-4V Implant Alloy in the Biological Environment[J]. Materials Science and Engineering: A, 2004, 380(1/2): 100–109.
- [28] ZHANG H D, CHEN A Y, GAN B, et al. Corrosion Protection Investigations of Carbon Dots and Polydopamine Composite Coating on Magnesium Alloy[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2022, 10(5): 1358–1367.
- (责任编辑: 李玉华)

Effect of Annealing Temperature on Microstructure and Properties of Nb₂O₅ Coating on Magnesium Alloy

PAN Xu, WANG Hao, YAO Quan, LI Wenyuan, DING Zeliang

(College of Mechanical Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China)

Abstract: The Nb₂O₅ coating was prepared on AZ31 magnesium alloy by DC reactive sputtering technique and the coating was annealed at different temperatures. The microscopic morphology, crystal structure, bonding properties, and corrosion resistance of the Nb₂O₅ coating were tested and characterized through scanning electron microscope (SEM), X-ray diffractometer (XRD), scratch tester, and electrochemical workstation. The results show that the crystalline phase of the Nb₂O₅ coating remained unchanged and amorphous at annealing temperatures of 100 °C to 400 °C, while the hexagonal phase appeared at annealing temperatures of 500 °C. As the annealing temperature increased, the cracking phenomenon on the surface of the coating intensified, the bonding force of the layer decreased, and the corrosion resistance weakened.

Keywords: reactive sputtering; niobium oxide; annealing; adhesion; corrosion resistance