

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Zr-Ti-Cu-N ПУТЁМ ВОЗДЕЙСТВИЯ НА НИХ ИОННЫХ ПОТОКОВ

¹Волочко А.Т., ¹Гусаров С.В., ¹Марков Г.В., ²Асташинская М.В.

*¹ГНУ Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь,
E-mail: volochkoat@mail.ru*

*²Белорудский государственный университет, г. Минск, Беларусь,
E-mail: astashynskaya@rambler.ru*

Введение

В настоящее время в стране и за рубежом активно развивается принципиально новый подход к созданию материалов, при котором механическая прочность детали обеспечивается за счет нанесения на её поверхность покрытия, свойства которого соответствуют эксплуатационным требованиям. Для получения многокомпонентных функциональных покрытий используются различные PVD-методы (Physical Vapor Deposition), такие как магнетронное распыление, вакуумно-дуговое осаждение, комбинированные методы, включающие одновременное использование ионных источников, магнетронов, электродуговых испарителей и др. Также исследователями активно ведётся работа не только по нахождению новых методов формирования покрытий, но и ставится цель – повысить эффективность процесса осаждения или минимизировать недостатки выбранного метода [1].

Целью данной работы являлось исследование формирования многокомпонентных Zr-Ti-Cu-N покрытий нанесенных вакуумным электродуговым методом (метод КИБ) путём воздействия ионных потоков на подложки из твердых сплавов ВК6 и Т15К8.

Методика эксперимента

Нанесение многокомпонентных покрытий осуществлялось на полированную поверхность двух видов твёрдосплавных пластин ВК6 и Т15К8 методом КИБ с использованием многокомпонентного катода (ат.%) 88Ti-6Zr-6Cu [2]. После размещения твёрдосплавных пластин воздух из вакуумной камеры откачивался до давления остаточных газов в ней не более $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Формирование многокомпонентного покрытия Zr-Ti-Cu-N осуществлялось в двух режимах путём воздействия на них ионных потоков.

В начале на подложку подавался отрицательный относительно стенок вакуумной камеры потенциал величиной ~ 2500 В, в камеру напускался азот до парциального давления $7 \cdot 10^{-2} - 1 \cdot 10^{-1}$ Па и включалась вакуумная дуга. Во избежание большого количества микрокапель в составе формируемого покрытия ток вакуумной дуги устанавливался на уровне 35 А в случае режима 1, и на уровне 25 А в случае режима 2. В ходе нанесения Zr-Ti-Cu-N покрытия в режиме 1 ионная обработка осуществлялась непрерывно в течение 7 минут и в результате образцы нагревались предположительно до температуры 900 К. В случае режима 2 процесс нанесения имел циклический характер и заключался в обработке в течение 1 минуты, затем перерыв 15 секунд. При таких параметрах процесс ионной очистки поверхности образцов проводился в течение 5 минут. В результате, образцы нагревались до температуры 720-840 К и предполагалось, что на поверхности образцов формировался слой имплантированных атомов катода толщиной 0,5–2 нм. Такой слой обеспечивает максимальное сцепление покрытия с поверхностью образцов [3].

После проведения такой модифицирующей ионной очистки и нагрева образцов (режим 1, режим 2), величина потенциала на подложке уменьшалась до 150-180 В. Тем самым режим ионной очистки сменялся режимом нанесения покрытия. Само нанесение покрытия на поверхность образцов продолжалось в течение 5 минут, что позволило сформировать покрытие толщиной ~ 1 мкм.

После нанесения покрытия вакуумная дуга выключалась, на подложку прекращали подавать отрицательный потенциал, а в вакуумную камеру азот. Образцы находились и охлаждались в вакуумной камере в течение не менее 30 минут.

Результаты и их обсуждение

Особенности структурно-фазового состояния Zr-Ti-Cu-N покрытий после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: режим 1 – непрерывный, режим 2 – циклический, были выявлены методом рентгеноструктурного анализа (РСА). При непрерывном и циклическом режимах нанесения в образцах были выявлены следующие фазы: (Zr,Ti)N, TiC, WC, Co (рис.1а). Исходя из ширины дифракционных пиков, пренебрегая величиной микронапряжений можно сказать, что фаза твёрдого раствора (Zr,Ti)N характеризуется мелкокристаллической структурой, формирование которой обеспечивается присутствием атомов меди, нерастворимой в кристаллической решётке нитридов [2]. Так как на спектрах РСА Zr-Ti-Cu-N покрытий фаза меди не была зарегистрирована, то, возможно, медь была локализована на межзеренных границах и находилась в аморфном состоянии, что подтверждается литературными данными [4,5].

Известно, термическое воздействие на покрытие способствует кристаллизации меди за счёт диффузионных процессов. В данной работе был проведён отжиг покрытий при температуре 1073 K на воздухе в течение часа, что позволило выявить дифракционный пик меди, зафиксированный при значении $2\theta \sim 43^\circ$ (рис.1,б). Таким образом, медь может препятствовать росту кристаллических (Zr,Ti)N зёрен из-за нерастворимости в решётке, способствуя тем самым формированию мелкокристаллической структуры.

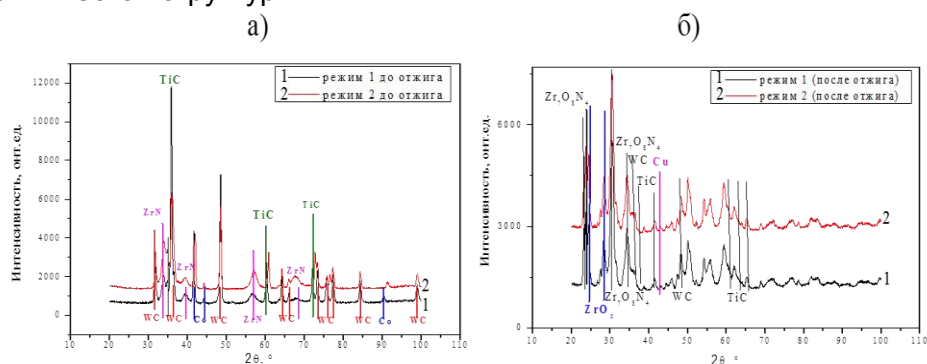


Рисунок 1 – Рентгенограммы системы Zr-Ti-Cu-N покрытий/твердосплавный элемент после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: а – до отжига, б – после отжига

Особенности структуры Zr-Ti-Cu-N покрытий были выявлены методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Таким образом, при непрерывном режиме нанесения происходит перераспыление покрытия, сопровождающееся выбиванием отдельно взятых микрокапель больших размеров, в результате чего формируется пористая структура покрытия (рис.2, режим 1). При циклическом режиме нанесения формируется более плотная структура Zr-Ti-Cu-N покрытий (рис.2, режим 2).

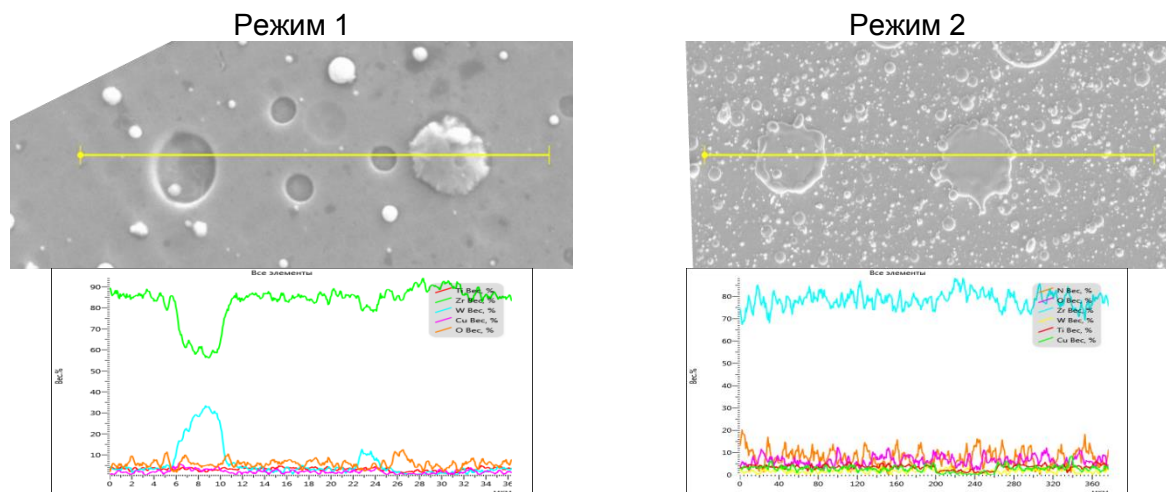


Рисунок 2 – РЭМ-изображения поверхности Zr-Ti-Cu-N покрытий, сформированных в двух режимах нанесения

Заключение

В результате были установлены особенности структурного состояния Zr-Ti-Cu-N покрытий после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: непрерывный и циклический, осуществляемых с помощью технологии конденсации вещества катода с ионной бомбардировкой при ускоряющем напряжении 2,0 кВ. Метод РСА выявил формирование в покрытиях твёрдого раствора (Zr,Ti) и позволил установить кристаллическую фазу меди после термического отжига. Данные исследования позволяют сделать вывод о локализации меди по межзёренным границам (Zr,Ti)N мелкокристаллических зёрен. Метод РЭМ позволил выявить повышенную пористость покрытий, сформированных при непрерывном режиме нанесения, за счёт перераспыления поверхности. Таким образом, при циклическом режиме происходит формирование более плотной структуры покрытия.

Список литературы:

1. Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, О.В. Крысина, И.В. Лопатин, В.В. Шугуров. Особенности формирования многокомпонентных нанокристаллических покрытий на основе нитрида титана вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом // Труды IV международного Крейнделевского семинара "Плазменная эмиссионная электроника", Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2012. - С.150-156.
2. Б.Б. Гуляев, О.Н. Магницкий, А.А. Демидова. Литье из тугоплавких металлов. – М.–Л. Машиностроение, 1964. – 292 с.
3. Поут Дж.М. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками. М.: Машиностроение, 1987. – 424с.
4. С.Д. Латушкина, И.М. Романов, А.Г. Жижченко, О.И. Посылкина, В.М. Комаровская, О.Ю. Пискунова. Формирование износостойких наноразмерных покрытий Ti/Cu // Трение и износ. – 2016. – Том 37, № 1. – С.36-41.
5. H.S. Myung, H.M. Lee, L.R. Shaginyan, J.G. Han. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings // Surface and Coating Technology. – 2003. – Vol. 163-164. – P.591-596.