

- ние : сб. трудов XII науч. конф. ТГТУ / Тамб. гос. техн. ун-т. – Тамбов, 2007. – 224 с.
7. Ультразвук. Маленькая энциклопедия. Глав. ред. И. П. Голямина. – М.: «Советская энциклопедия», 1979. – 400 с.
 8. Рубаник В.В. и др. Влияние ультразвуковых колебаний на структуру углеродного наноматериала // Наноматериалы технического и медицинского назначения (III Международная школа «Физическое материаловедение») : сб. материалов / под ред. А.А. Викарчука. Самара, Тольятти, Ульяновск, Казань, 24-28 сентября 2007 г. – Тольятти : ТГУ, 2007. – С. 175–177.
 9. Рубаник В.В. и др. Ультразвуковое диспергирование красильного раствора под избыточным гидростатическим давлением // Материалы докладов 42 научно-технической конференции преподавателей и студентов Витебского государственного технологического университета / УО «ВГТУ». – Витебск, 2009. – С. 87–89.
 10. Информационный бюллетень «ПерсТ» (Перспективные Технологии – наноструктуры, сверхпроводники, фуллерены). – 2008. – том 15, выпуск 8. – С. 5–6. <http://perst.issp.ras.ru>
 11. Информационный бюллетень «ПерсТ» (Перспективные Технологии – наноструктуры, сверхпроводники, фуллерены). – 2004. – том 11, выпуск 18. – С. 3–4. <http://perst.issp.ras.ru>
 12. Раков Э.Г. Химия и применение углеродных нанотрубок // Успехи химии. – 2001. – т. 70, № 10. – С. 934–973.
 13. Новицкий Б.Г. Применение акустических колебаний в химико-технологических процессах. М.: Химия, 1993. 192 с.
 14. Бронин Ф.А., Чернов А.П. Удаление заусенцев и диспергирование порошковых материалов при воздействии ультразвука. М., «Машиностроение», 1978. 56 с.

ИОННО-ЛУЧЕВОЕ ОСАЖДЕНИЕ TiNi ПОКРЫТИЯ

Андреев М.А.¹, Рубаник В.В.^{2,3}мл., Маркова Л.В.⁴, Рулинский В.²,
Рубаник В.В.^{2,3}

¹ ОХП «Институт сварки и защитных покрытий», г. Минск, Беларусь

² ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Беларусь

³ УО «Витебский государственный технологический университет», г. Витебск, Беларусь

⁴ ГНУ «Институт порошковой металлургии НАН Беларуси», г. Минск, Беларусь
ita@vitebsk.by

В настоящее время широкое распространение получают защитные, упрочняющие и декоративные пленочные покрытия на основе интерметаллида TiNi [1]. Для реализации процесса ионно-лучевого осаждения композиционного покрытия TiNi был применен ионный источник осесимметричной конструкции, представляющий собой прототип торцевого Холловского ускорителя с разрядом в скрещенных электрическом и магнитном полях. Два независимых по управлению плазменных генератора конструктивно объединены общей магнитной системой и формируют независимые ионные пучки, один из которых используется для распыления материала мишени, а другой – для обработки поверхности конденсации покрытия. Схема кон-

струкции ионного источника показана на рисунке 1. В устройстве использована осесимметричная компоновочная схема с центральным размещением распыляемой мишени и кольцевой конструкцией ионного источника, окружающей мишень по внешнему контуру. Конструкция фланцевого типа и рассчитана на крепление ее вместо штатного испарителя на двери рабочей камеры установки ННВ – 6.6- И1.

Несущими элементами конструкции являются внешний корпус 2 и внутренний каркас 1, между которыми располагается катушка электромагнита 3. Внешняя форма конструкции образована магнитопроводящими элементами 4, 7, 15, которые совместно с корпусом 2 и катушкой 3 образуют замкнутую магнитную систему. Образованные между элементами 4 и 7, 7 и 15 кольцевые промежутки являются зонами создания магнитного поля определенной формы и напряженности в области разряда. Внутри торообразной конструкции концентрично магнитным зазорам расположены высоковольтные электроды (аноды) 6 и 8. форма электродов выполнена таким образом, чтобы в оптимальной степени были обеспечены условия формирования плазменного разряда. Аноды закреплены на керамических высоковольтных изоляторах 5 и 10. Анод 8 расположен на держателе 9, который имеет канал водяного охлаждения. Геометрическая форма электродов, образующих зону разряда, рассчитана таким образом, чтобы формировались конические ионные пучки.

В области схождения левого ионного пучка располагается распыляемая плоскость мишени 12, которая закреплена на водоохлаждаемом основании 13. Следует отметить, что для эффективного отвода тепла от мишени должен обеспечиваться ее надежный тепловой контакт с охладителем. Мишень изолирована от корпуса с помощью втулок 14, которые необходимы для обеспечения измерения тока ионного пучка распыляющего мишень. По каналам, выполненным во внутреннем каркасе 1, через входные штуцера 11 и 16 осуществляется раздельная подача рабочего газа в левый и правый разрядные промежутки. Вакуумная камера установки, оснащенная планетарной системой перемещения подложек, обеспечивала равнодоступность поверхностей обрабатываемых образцов по отношению к плазменным потокам ионного источника, как при ионной очистке, так и при формировании покрытия.

Специальная конструкция соленоида и магнитопровода позволяет получить силовые линии в зоне разряда максимально вытянутыми, в результате чего внешняя

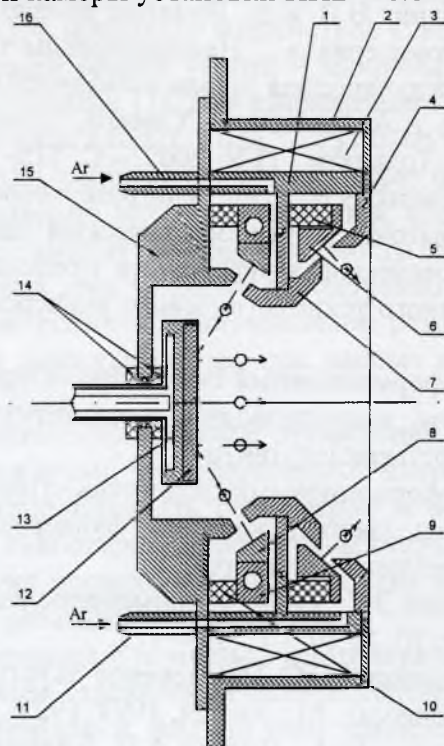


Рис. 1. Схема двухлучевого источника
1 – внутренний каркас; 2 – корпус; 3 – электромагнит; 4, 7, 15 – магнитопроводящие элементы; 5, 10 – высоковольтные изоляторы; 6, 8 – высоковольтные электроды (аноды); 9 – держатель; 11, 16 – входные штуцера; 12 – мишень; 13 – основание мишени; 14 – втулки.

торцевая насадка оказывается вне видимости разряда и практически не распыляется ионами пучка.

Взаимное расположение магнитпровода, анода и катода-нейтрализатора обеспечивает:

- минимальную энергию транспортировки электронов в разрядный слой;
- генерацию ионных пучков с большой расходимостью;
- отрицательный градиент напряженности магнитного поля от поверхности анода в направлении ускоренных ионов.

Устройства подобного типа характеризуются относительной простотой конструкции, надежностью и широкими функциональными возможностями.

Технологический процесс изготовления экспериментальных образцов с ионно-лучевым композиционным покрытием условно можно разделить на три этапа: дегазация мишени, ионная очистка поверхности образцов и нанесение покрытия.

На первом этапе производится распыление материала мишени на заслонку, исключая попадание продуктов распыления на поверхность образцов, при постоянном контроле давления в вакуумной камере. Если давление в камере превысит $9 \cdot 10^{-2}$ Па, то процесс распыления приостанавливается и производится откачка камеры до давления $5 \cdot 10^{-3}$ Па, после чего процесс распыления возобновляется. Продолжительность этого этапа составила 15-20 минут.

Второй этап проводится с целью очистки поверхности образцов от загрязнений, ее активации перед нанесением покрытия, а также предварительного разогрева материала образцов. На этом этапе задействована секция ионной очистки двухлучевого ионного источника. Распылительная секция отключается. Интенсивность разогрева регулируется подачей отрицательного напряжения смещения в диапазоне от 250 до 1500 В на подложку с образцами и регулировкой ускоряющего напряжения на аноде секции ионной очистки двухлучевого источника в пределах 3-5 кВ, а также регулировкой давления рабочего газа Ar от $7 \cdot 10^{-2}$ Па до $5 \cdot 10^{-2}$ Па. Оптимальное время проведения процесса очистки, нагрева и активации поверхности образцов составляет 25 минут при давлении рабочего газа $6 \cdot 10^{-2}$ Па, напряжении на подложке 1300 В, и ускоряющем напряжении источника 4 кВ. При меньшем времени проведения данного подготовительного этапа адгезия покрытия с подложкой недостаточна и наблюдается локальное отслоение материала покрытия от поверхности образцов.

На этапе нанесения покрытия основным критерием качества получаемых пленок является правильный выбор давления рабочего газа подаваемого в распылительную секцию ионного источника. При повышенных давлениях качество пленок получается низким ввиду интенсивного распыления загрязнений со стенок вакуумной камеры, рабочих элементов ионного источника и оснастки. При пониженных – скорость распыления материала мишени значительно падает, и получение пленки заданной толщины является проблематичным. Экспериментально подобраны следующие оптимальные величины давления в камере: $P_{\text{ост}} = 6,5 \cdot 10^{-3}$ Па, $P_{\text{раб}} = 5,2 \cdot 10^{-2}$ Па.

Величина тока подмагничивания соленоида, влияющая на фокусировку потока ионов рабочего газа падающего на поверхность распыляемой мишени, подбиралась экспериментально и составила 9 А. При больших значениях тока подмагничивания зона активной распыляемой области мишени уменьшается, что ведет к локальному износу поверхности мишени и уменьшению скорости распыления. При токе меньше 6 А ионный распылительный источник работает нестабильно.

Условием нормальной работы распылительной секции источника ионов является отношение $I_M / I_P = 0,9 \div 1,1$, где I_M – ток распыляемой мишени, I_P – ток разряда.

Основываясь на этой зависимости, оптимальными параметрами процесса формирования ионно-лучевых композиционных покрытий были выбраны следующие:

- ток мишени 0,1 А; ток разряда 0,11 А;
- напряжение разряда 3,6 кВ;
- ток соленоида 9А;
- давление рабочего газа $5,2 \cdot 10^{-2}$ Па.

Для композиционных мишеней TiNi эти режимы являются оптимальными. Скорость роста пленки покрытия на подложке составляет ≈ 1 мкм/ч при хорошей адгезии покрытия с поверхностью материала образцов.

Покрытие наносили в течение двух часов на предварительно обработанные ионным пучком и подогретые до 200°C подложки. Предварительную обработку подложек проводили в течение 10 минут. Толщина покрытия, сформированного при таких условиях, составила порядка 1 мкм [2].

Определение состава сформированных покрытий проводили на сканирующем электронном микроскопе «Нанолаб-7» фирмы «Оптон» (ФРГ) с микрорентгеноспектральным анализатором AN 10000 фирмы «Линк Аналитикл» (Великобритания) по программе количественного анализа ZAF4-FLS. Погрешность метода составляла 3–5%. Из данных микрорентгено-спектрального анализа следует, что состав покрытия, сформированного методом ионно-лучевого распыления, практически полностью соответствует составу распыляемой композиционной мишени (Ti55%Ni45%).

На рисунке 2 представлена микроструктура ионно-лучевых покрытий на основе нитинола, полученная на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения «Mira» при увеличении 5000–25000 крат. На снимке отчетливо прослеживается однородность и равномерность покрытия, которое повторяет рельеф поверхности основы, в нашем случае стали марки 45.

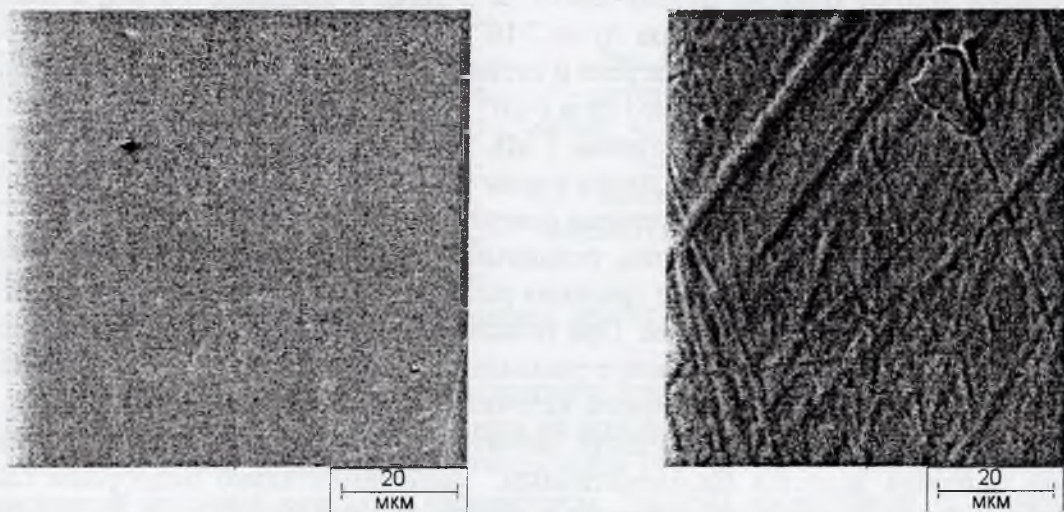


Рис. 2. Морфология поверхности покрытия из нитинола

Съемка в характеристическом рентгеновском излучении (рис. 3) показала, что титан и никель распределены равномерно по всей поверхности образца. Проведенное линейное сканирование по поверхности образца, также подтвердило равномерность распределения титана и никеля на модифицированной поверхности. Концентрационные кривые распределения Ti, Ni полученные с помощью микрорентгено-спектрального анализа показывают равномерное распределение интенсивностей всех элементов (рис. 3). Состав покрытия соответствует примерно эквиатому.

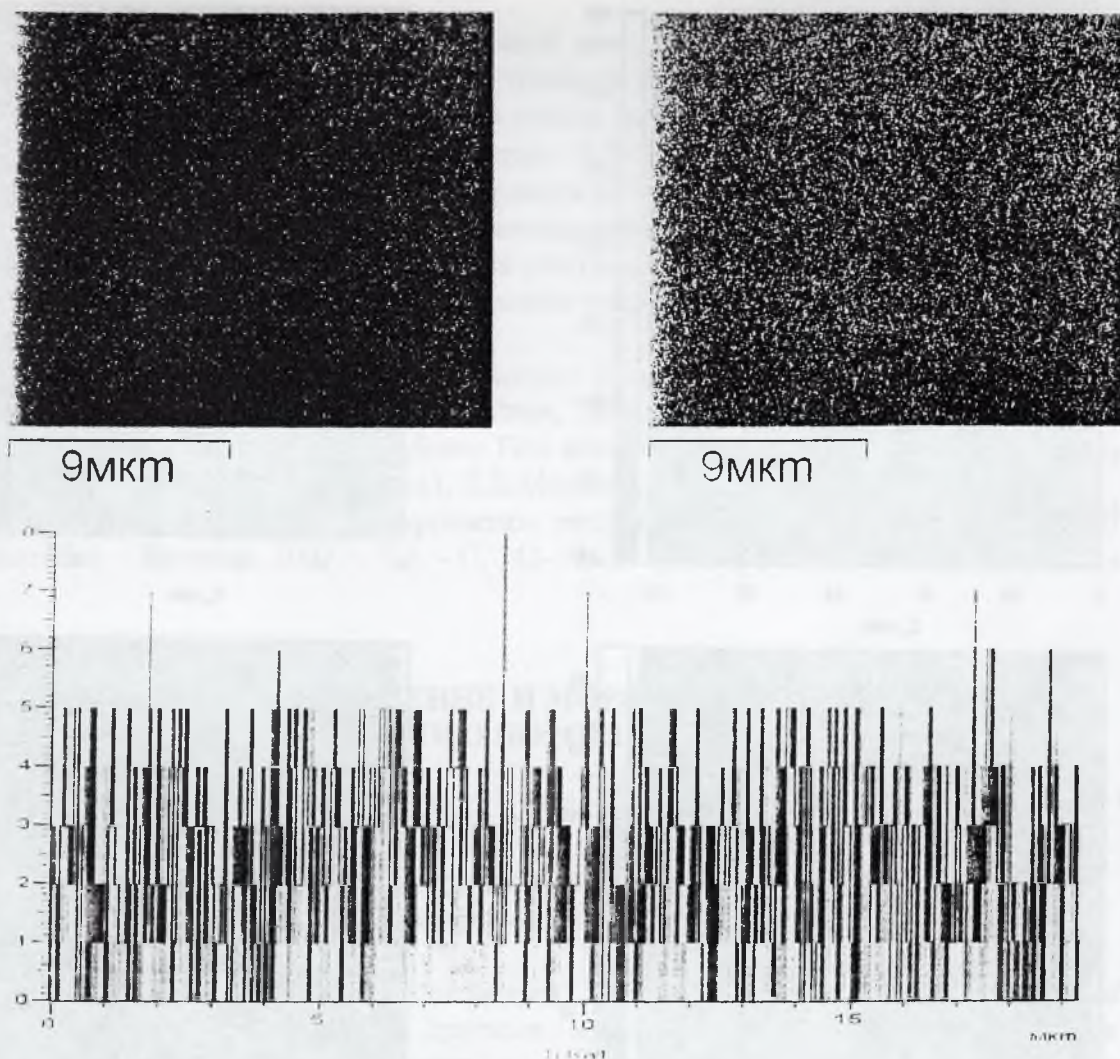


Рис. 3. Распределения Ni, Ti и их концентрационные кривые

Исследование морфологии поверхности композиционного покрытия на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения «Mira» показали, что его разрешение не позволяет исследовать структуру композиционных покрытий и для этого необходимо использовать более высокоразрешающие методы исследований такие как атомно-силовая микроскопия.

Исследование образцов на атомно-силовом микроскопе NT-206 (ОДО «Микрогестмашина», г. Гомель) проводили со стандартными кремниевыми кантилеверами. Радиус закругления стандартного кремниевого зонда составляет 10 мкм. Разрешение АСМ составляло: вертикальное – 0,2 нм, горизонтальное – 2 нм. Структуру поверхности анализируемых образцов исследовали с использованием изображений рельефа поверхности в режиме «Gortion».

На рисунке 4 приведены снимки топографии поверхности покрытия из нитиола, сформированного на кремниевой подложке. Исследование морфологии поверхности ионно-лучевых покрытий полученных на атомно-силовом микроскопе четко показало, что при напылении в покрытие формируется слабовыраженная зернистая структура. Размер зерен колеблется от 10 нм до 70 нм, а высота их – от 1 нм до 8 нм.

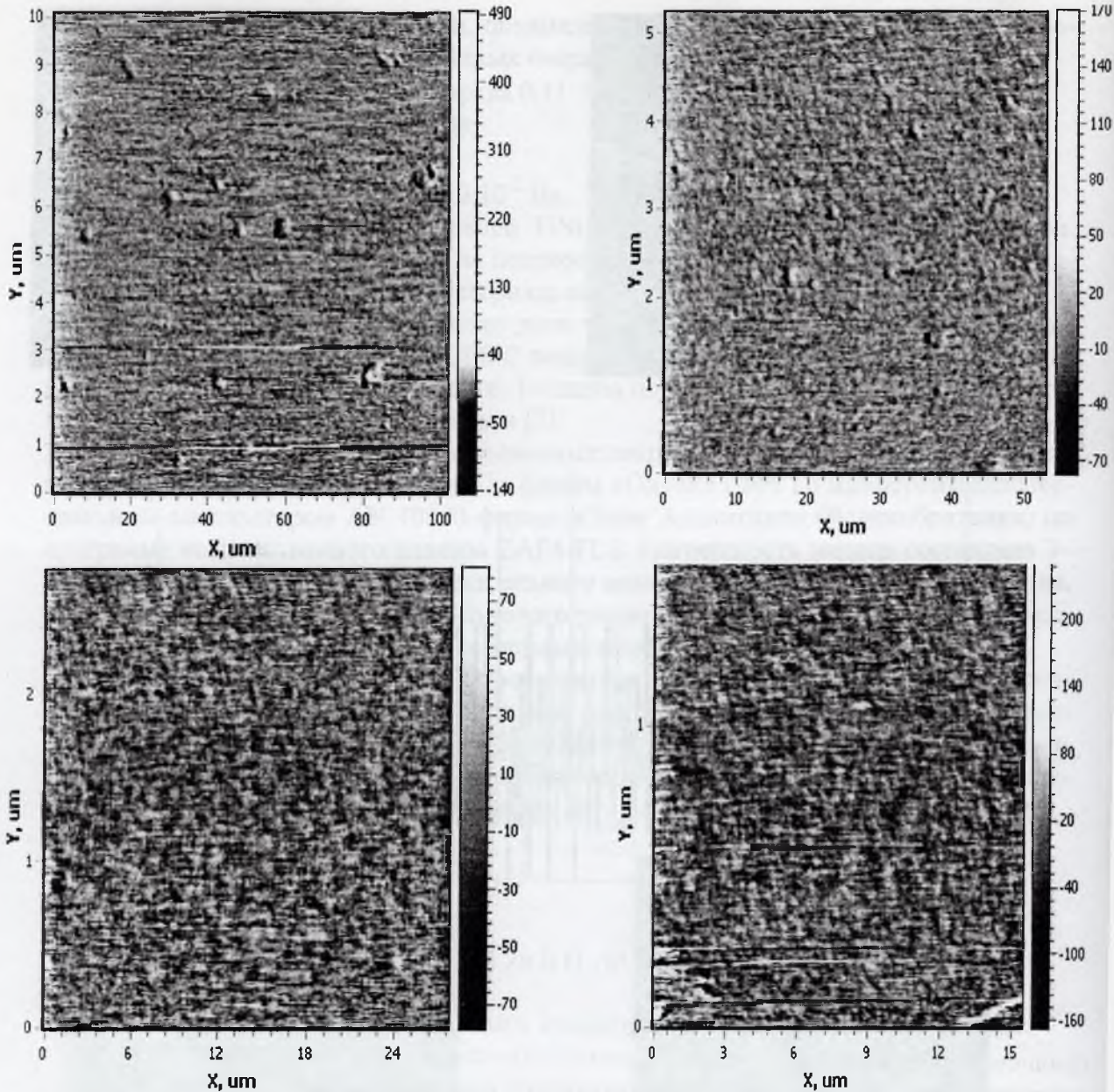


Рис. 4. Морфология поверхности TiNi покрытия

Для оценки прочностных свойств сформированных покрытий проводили замеры микротвердости. Сложность измерения твердости тонких покрытий заключается в том, что даже при оценке микротвердости с помощью прибора ПМТ-3 (по ГОСТ 9450-76) происходит прокалывание покрытия, и фактически измерение в этом случае дает значение микротвердости композиции покрытие-подложка. Очевидно, что с уменьшением нагрузки на индентор глубина отпечатка уменьшается, при этом доля участия покрытия в поверхностной микротвердости возрастает и результат измерения будет больше соответствовать реальной твердости покрытия.

Для оценки твердости самого покрытия была использована подложка из стали марки 45. Измерения микротвердости проводили на приборе Micromet-I с помощью индентора Кнупа, который используется для измерения микротвердости очень тонких поверхностных слоев и особо хрупких материалов. Величина нагрузки составляла 30 мН. Толщина исследуемых покрытий не превышала 2,0 мкм. Отпечаток имеет вид сильно вытянутого ромба, большая диагональ в семь раз превышает малую, глу-

бина отпечатка в 30 раз меньше большой диагонали. Сильно вытянутая большая диагональ обуславливает повышенную точность измерения микротвердости при малых нагрузках, что особенно важно для тонких покрытий. Значения микротвердости составили: основа – $2,8 \div 3,2$ ГПа, покрытие – $6,7 \div 7,3$ ГПа. То есть нанесение TiNi покрытия вызывает увеличение микротвердости почти в два раза.

Таким образом, результаты экспериментальных исследований позволяют сделать вывод о возможности получения методом ионно-лучевого распыления тонких TiNi пленок в качестве упрочняющих покрытий.

Литература:

1. Miyazaki, S. Thin Film Shape Memory Alloys / S. Miyazaki, Yong Qing Fu, Wei Min Huang // Cambridge University Press, 2009, 486 p.

2. Заболотина, Ю.А. Осаждение TiNi пленок ионно-лучевым распылением / Ю.А. Заболотина, В.В. Рубаник (мл.), Л.В. Маркова, М.А. Андреев // XLVI междунар. конф. «Актуальные проблемы прочности»: материалы конф.: в 2-х ч., 15-17 окт. 2007 г., Витебск. – Витебск, 2007. – Ч.1. – С. 342-345.

ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЕ И МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ КОМПОЗИЦИОННОГО ПОРОШКА ТИТАН-НИКЕЛЬ

Клубович В.В.¹, Сарасеко М.Н.¹, Рубаник В.В.¹, Рубаник В.В. мл.¹,
Гамзелева Т.В.², Лобанов В.Ю.¹

¹Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь

²Институт порошковой металлургии НАН Беларуси

Порошковая металлургия позволяет создавать новые конструкционные материалы, получать которые другими методами не всегда представляется возможным. К таким материалам в первую очередь необходимо отнести композиционные с металлической матрицей.

Одними из перспективных функциональных материалов, обладающих уникальными физическими свойствами, в частности эффектом памяти формы (ЭПФ), являются сплавы на основе никелида титана с составом близким к эквиатому. Покрытия из таких сплавов наряду с защитными износостойкими свойствами могут обладать и специальными функциональными.

Представляется возможным получение интерметаллического TiNi покрытия методом газодинамического напыления (ГДН) с последующим восстановлением хотя бы в локальных объемах эффекта памяти формы. Получение таких покрытий из смеси порошков титана и никеля неэффективно различия их свойств, которые обуславливают различные условия осаждения при ГДН. Наиболее целесообразно получение покрытий путем напыления TiNi порошка. Однако получение TiNi порошка является трудоемкой и сложной технологически задачей. Поэтому вполне оправдано вместо TiNi порошка использовать порошок титана плакированный никелем.

В работе показана возможность получения композиционного титан-никелевого порошкового материала, предназначенного для нанесения износостойких покрытий методом газодинамического напыления.

В качестве исходного материала использовали порошок титана с размером частиц 30-40 мкм. Плакирование проводили методом химического осаждения из рас-