

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 12760

(13) С1

(46) 2009.12.30

(51) МПК (2006)

С 03С 17/06

С 23С 14/00

С 23С 14/14

## (54) СПОСОБ ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННОГО НАНЕСЕНИЯ ЗАЩИТНО-ДЕКОРАТИВНОГО ПОКРЫТИЯ НА ИЗДЕЛИЯ ИЗ СТЕКЛА И/ЛИ КЕРАМИКИ

(21) Номер заявки: а 20071625

(22) 2007.12.27

(43) 2009.08.30

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Фролов Игорь Станиславович; Гречихин Леонид Иванович; Иващенко Сергей Анатольевич; Голушко Виктория Маратовна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) КОСТРЖИЦКИЙ А.И. и др. Справочник оператора установок по нанесению покрытий в вакууме. - М.: Машиностроение, 1991. - С. 52-60, 79-83.

ВУ 215 С1, 1993.

ВУ а970578, 1999.

RU 2062818 С1, 1996.

RU 2052538 С1, 1996.

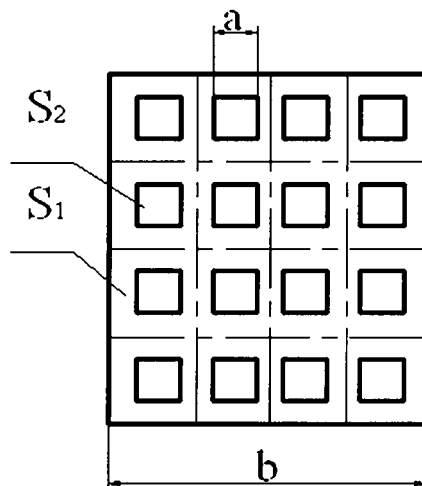
SU 1272745 А1, 1985.

JP 63062865 А, 1988.

DE 4341162 А1, 1994.

(57)

1. Способ вакуумно-плазменного нанесения защитно-декоративного покрытия на изделия из стекла и/или керамики, при котором осуществляют предварительную подготовку поверхности изделий, установку изделий на металлическую основу загрузочного стола в вакуумной камере, вакуумирование, обработку поверхности изделий бомбардировкой ионами инертного газа и последующее нанесение покрытия, **отличающийся** тем, что предварительно рассчитывают коэффициент потенциальной ионно-электронной эмиссии материала металлической основы  $\gamma$ , а установку на металлическую основу загрузочного стола изделий осуществляют в количестве  $n_{\text{опт}}$ , которое определяют из выражения:



Фиг. 1

# ВУ 12760 С1 2009.12.30

$$n_{\text{опт}} = \frac{S_1}{S_2} \gamma,$$

где  $S_1$  - площадь металлической основы загрузочного стола в вакуумной камере;

$S_2$  - площадь опорной поверхности одного изделия.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что изделия устанавливают равномерно по всей площади металлической основы загрузочного стола.

---

Изобретение относится к способам вакуумно-плазменного нанесения защитно-декоративных покрытий на изделия из стекла и/или керамики и может быть использовано в различных отраслях машиностроения, а также для производства товаров народного потребления.

Известен способ вакуумно-плазменного нанесения защитно-декоративного покрытия [1], включающий обработку поверхности изделий бомбардировкой ионами распыляемого металла и последующее нанесение покрытия в условиях прохождения плазмохимической реакции плазменного потока металла с реактивным газом.

Недостатком данного способа является невозможность нанесения защитно-декоративных покрытий на изделия из диэлектрических материалов (стекло и керамика), так как из-за невозможности ускорения положительно заряженных ионов металла путем приложения отрицательного потенциала к изделию не происходит достаточной очистки поверхности и ее разогрева до температуры, необходимой для прохождения плазмохимической реакции ионов металла с реактивным газом. В результате покрытие осаждается в виде рыхлого слоя, непригодного для практического применения.

Прототипом заявляемого способа является способ вакуумно-плазменного нанесения защитно-декоративного покрытия [2], при котором осуществляют предварительную подготовку поверхности изделий, установку изделий на металлическую основу загрузочного стола в вакуумной камере, вакуумирование, обработку поверхности изделий бомбардировкой ионами инертного газа и последующее нанесение покрытия заданной толщины.

Недостатком данного способа при нанесении покрытия на изделия из стекла и/или керамики является низкая производительность процесса и невозможность нанесения качественного покрытия толщиной более 0,5 мкм - 1 мкм. Это связано с накоплением по мере роста толщины покрытия большого положительного заряда у поверхности изделия, который из-за невозможности его нейтрализации препятствует осаждению положительно заряженных ионов металла с необходимой для эффективного протекания плазмохимических реакций энергией. Поэтому дальнейшее осаждение происходит в основном за счет нейтральных атомов и капельной фазы, а получаемое покрытие характеризуется высокой пористостью, низкой адгезией и плохими декоративными свойствами.

Задачей, решаемой изобретением, является повышение производительности процесса нанесения покрытия.

Поставленная задача достигается тем, что в заявляемом способе, при котором осуществляют предварительную подготовку поверхности изделий, установку изделий на металлическую основу загрузочного стола в вакуумной камере, вакуумирование, обработку поверхности изделий бомбардировкой ионами инертного газа и последующее нанесение покрытия, предварительно рассчитывают коэффициент потенциальной ионно-электронной эмиссии материала металлической основы  $\gamma$ , а установку на металлическую основу загрузочного стола изделий осуществляют в количестве  $n_{\text{опт}}$ , которое определяют из выражения:

$$n_{\text{опт}} = \frac{S_1}{S_2} \cdot \gamma,$$

где  $S_1$  - площадь металлической основы загрузочного стола в вакуумной камере;

$S_2$  - площадь опорной поверхности одного изделия.

# ВУ 12760 С1 2009.12.30

При этом изделия устанавливаются равномерно по всей площади металлической основы загрузочного стола.

При количестве устанавливаемых изделий  $n > n_{\text{опт}}$  не обеспечивается нейтрализация положительного заряда, образующегося на поверхности конденсации диэлектрического изделия. В результате производительность процесса значительно уменьшается вследствие падения скорости осаждения покрытия. Кроме того, вследствие превалирования в этом случае процесса объемной конденсации покрытие осаждается в виде рыхлого слоя нейтральных частиц и не пригодно для практического применения.

При количестве устанавливаемых изделий  $n < n_{\text{опт}}$  производительность процесса также уменьшается, так как уменьшается количество готовых изделий, получаемых за один цикл нанесения покрытия.

Равномерность установки изделий по всей площади металлической основы загрузочного стола обеспечивает равную производительность нанесения покрытия на все изделия за счет равных условий нейтрализации положительного заряда для каждого изделия загрузочной партии.

Сущность изобретения поясняется следующими чертежами: на фиг. 1 изображен пример установки изделий на металлической основе в соответствии с заявляемым способом; на фиг. 2 - схема процесса осаждения положительно заряженных ионов материала катода на диэлектрическое изделие.

Сущность способа поясняется следующим примером конкретного выполнения. На установке вакуумно-плазменного напыления УРМ 3.279.079 производилось нанесение покрытия TiN на квадратные изделия со стороной  $a = 2 \cdot 10^{-2}$  м из стекла марки М1 ГОСТ 111-2001. Толщина изделий была равна  $4 \cdot 10^{-3}$  м. Предварительная подготовка изделий заключалась в последовательной промывке их в моющем средстве "Эффекта 1" на основе ПАВ и дисцилированной воде с последующей сушкой в сушильном шкафу при  $150^\circ\text{C}$ . Перед установкой в вакуумную камеру изделия дополнительно протирались бязью, смоченной в спиртерефектате. Подготовленные изделия равномерно устанавливались в вакуумной камере на квадратной металлической основе загрузочного стола со стороной  $b = 4 \cdot 10^{-1}$  м и приводом от ввода вращения установки (фиг. 1). После вакуумирования изделия подвергались бомбардировке ионами аргона в течение 7 мин при ускоряющем напряжении  $U = 1500$  В. Нанесение покрытия TiN производилось при следующих режимах: ток дуги  $I_d = 90$  А, ускоряющее напряжение  $U = 50$  В, давление реакционного газа (азота)  $P = 3,2 \cdot 10^{-2}$  Па. Время нанесения покрытия  $t$  составляло 20 мин.

Для определения оптимального количества изделий  $n_{\text{опт}}$ , устанавливаемых в вакуумную камеру, предварительно рассчитывался коэффициент потенциальной ионно-электронной эмиссии  $\gamma$ , который характеризует вероятность нейтрализации электронами материала металлической основы 2 (фиг. 2) положительного заряда на поверхности диэлектрического изделия 1, препятствующего осаждению ионов материала катода 3 и, как следствие, дальнейшему росту покрытия:

$$\gamma = q_e \cdot n_{\text{кл}} \cdot dt,$$

где  $q_e$  - константа прямой реакции фотоионизации кластера металлической основы;

$n_{\text{кл}}$  - концентрация кластеров металлической основы;

$dt$  - время взаимодействия фотона с кластером металлической основы.

На основании расчетных и экспериментальных данных для пары материал катода (Ti) - материал металлической основы (Fe) получено значение  $\gamma = 0,1$ .

Тогда:

$$n_{\text{опт}} = \frac{S_1}{S_2} \cdot \gamma = \frac{b^2}{a^2} \cdot \gamma = \frac{(4 \cdot 10^{-1})^2}{(2 \cdot 10^{-2})^2} \cdot 0,1 = 40.$$

Кроме того, были проведены эксперименты для условий  $n < n_{\text{опт}}$  и  $n > n_{\text{опт}}$ .

После нанесения покрытия контролировали толщину покрытия  $h$  и определяли скорость его осаждения  $v$  ( $v = h/t$ ), а также рассчитывали производительность процесса по формуле:

# BY 12760 C1 2009.12.30

$$\Pi = \frac{n \cdot h}{t}$$

Оценивался также внешний вид покрытия и прочность его сцепления с поверхностью изделия методом истирания. Полученные данные представлены в таблице.

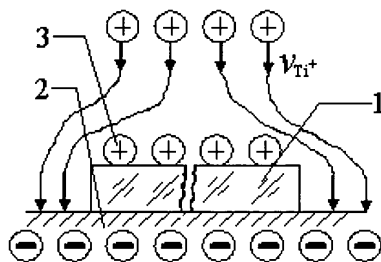
Кол-во изделий n	Толщина покрытия h, мкм	Скорость осаждения покрытия v, мкм/мин	Производительность процесса П	Внешний вид	Прочность сцепления
20	0,8	0,04	0,8	глянцевое, блеск равномерный	не отслаивается
30	0,8	0,04	1,2	глянцевое, блеск равномерный	не отслаивается
40	0,8	0,03	1,6	глянцевое, блеск равномерный	не отслаивается
50	0,6	0,04	1,5	матово-глянцевое, блеск неравномерный	частично отслаивается
60	0,45	0,022	1,35	матовое, блеск неравномерный	частично отслаивается

Как видно из таблицы, при оптимальном количестве изделий, устанавливаемых в вакуумной камере, обеспечивается как высокая производительность процесса, так и качественные параметры покрытия. При  $n > n_{\text{опт}}$  производительность процесса уменьшается, а качество получаемых покрытий не позволяет их использовать ни в качестве защитных, ни в качестве декоративных. При  $n < n_{\text{опт}}$  качество покрытий и скорость осаждения являются высокими, но производительность процесса снижается из-за уменьшения выхода готовых изделий за одну загрузку. Поэтому такой процесс нельзя оценить как производительный и энергоэффективный.

К дополнительным преимуществам заявляемого способа относится: увеличение толщины наносимого покрытия; повышение качества покрытий за счет снижения пористости, а также увеличения плотности покрытия и прочности его сцепления с основой; повышение износостойкости покрытий; оптимизация работы вакуумно-плазменного оборудования и повышение его энергоэффективности.

Источники информации:

1. Внуков Ю.Н., Марков А.А., Лаврова Л.В., Бердышев Н.Ю. Нанесение износостойких покрытий на быстрорежущий инструмент. - К.: Техника, 1992. - С. 10-12.
2. Костржицкий А.И., Карпов В.Ф., Кабанченко М.П., Соловьева О.Н. Справочник оператора установок по нанесению покрытий в вакууме. - М.: Машиностроение, 1991. - С. 52-60, 79-83.



Фиг. 2