

Представленные результаты показывают перспективность применения метода диффузионного легирования керамических порошков для получения покрытий с высокими эксплуатационными свойствами.

Практическая значимость проведенных исследований заключается в получении исходных данных для разработки технологических процессов получения композиционных керамических покрытий с высокой адгезией с основой, в расширении области применения стандартных керамических порошков для напыления, а также в возможности получения существенной экономии средств при внедрении разработанного модифицированного керамического покрытия взамен покрытий на базе механической смеси порошков.

ЛИТЕРАТУРА

1. Восстановление деталей машин: Справочник / Ф.И. Пантелеенко, В. П. Лялякин, В.П. Иванов, В.М. Константинов; Под ред. В.П. Иванова. - М.: Машиностроение, 2003. - 672 с.
2. Газотермические покрытия из порошковых материалов. Справочник / Ю.С. Борисов, Ю.А. Харламов, С.А. Сидоренко, Е.Н. Ардатовская. – Киев.: Наукова думка, 1987. – 544 с.
3. Методы исследований материалов: структура, свойства и процессы нанесения неорганических покрытий./ Тушинский Л.И., Плохов А.В., Токарев А.О., Синдеев В.И.-М.: Мир, 2004-384 с.
4. Испытания на терние и износ. Методы и оборудование. Ясь Д.С., Подмоков В.Б., Дяденко Н.С. Техника, 1971, 140 с.

УДК621.793.1

Фролов И.С., Иващенко С.А., Мрочек Ж.А.

ФОРМИРОВАНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЯХ НА ДЕТАЛЯХ ИЗ НЕМАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

*Белорусский национальный технический университет
Минск, Беларусь*

Напряжения, возникающие при напылении тонкопленочных покрытий, оказывают существенное влияние на эксплуатационные свойства системы основа-покрытие. В ряде случаев внутренние напряжения могут привести к растрескиванию и отслаиванию покрытий, ухудшению их антифрикционных, коррозионных, декоративных и некоторых других свойств. В то же время многочисленными исследованиями показано, что внутренние напряжения можно использовать как дополнительный резерв повышения надежности и долговечности изделий и конструкций.

Вакуумно-плазменные покрытия, получаемые методом КИБ (конденсация вещества с ионной бомбардировкой), в силу ряда факторов (значительные микроискажения кристаллической решетки, морфологическая неоднородность покрытия, значительный приток тепла на основу в процессе осаждения покрытий и т.д.) характеризуются высокими внутренними напряжениями. Отсюда вытекает необходимость изучения процесса формирования напряжений в системе основа-покрытие, что, в конечном счете, даст возможность регулировать величину и знак внутренних напряжений.

Для решения данной задачи были разработаны методика и устройство для ее реализации [1]. Принцип исследования напряженно-деформированного состояния системы основа-покрытие основан на регистрации изменения радиуса кривизны плоского образца, закрепленного консольно. Радиус кривизны образца, а, следовательно, и напряжения, возникающие при нанесении покрытия, определяются по отклонению свободного конца образца, которое фиксируется лучом лазера.

Устройство (рис. 1) работает следующим образом. Образец 2 (тонколистовая пластина, закрепленный в держателе, помещают в вакуумную камеру 3 так, чтобы поток частиц наноси-

мого материала покрытия из испарителя 4 через защитный экран 5 с прорезью попадал на его поверхность. Экран служит для защиты противоположной стороны образца от запыления. Луч 1 лазера 10 типа ЛГН-105, закрепленного в специальном кронштейне 9, через смотровое окно 7 направляется на незакрепленный конец образца. Отраженный луч 6 фиксируется на шкале 8, установленной на смотровом окне. Градуировка шкалы производится по углу изгиба образца. По величине этого угла затем рассчитывается радиус кривизны образца и остаточные напряжения в покрытии.

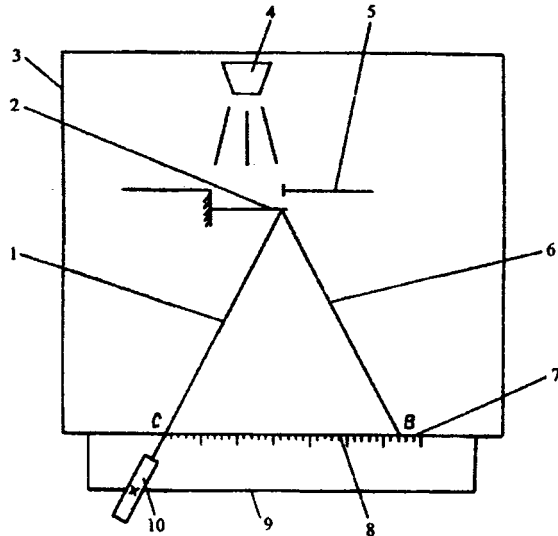


Рис. 1. Схема устройства для исследования напряженно-деформированного состояния образцов с покрытием: 1,6 - падающий и отраженный от образца лучи лазера; 2 - образец; 3 - вакуумная камера; 4 - электродуговой испаритель; 5 - защитный экран; 7 - смотровое окно; 8 - измерительная шкала; 9 - кронштейн; 10 - лазер

Для получения временной развертки угла изгиба образца используется самописец типа Н-302 со скоростью движения ленты 1 см/мин, на которую переносятся показания, снимаемые со шкалы устройства в процессе эксперимента.

Были проведены исследования процесса формирования внутренних напряжений в вакуумно-плазменных покрытиях из нитрида титана и углеродной алмазоподобной пленки (УАП), полученных методом КИБ. Исследования проводились как на стадии подготовки основы под напыление (ионная бомбардировка), так и на стадии конденсации покрытия. Толщина наносимых покрытий составляла 1...5 мкм.

Формирование покрытий осуществлялось на установке УРМЗ.279.048, оснащенной импульсным генератором углеродной плазмы. Для исследований использовались образцы из аустенитной стали 12Х18Н10Т и алюминиевого сплава Д16, отожженные в вакууме. Соотношение длины и ширины образцов равнялось 10:1, толщина образцов изменялась от 0,3 до 1 мм. Один конец образца на длине 5...7 мм полировался для обеспечения высокой отражательной способности. Непосредственно перед вакуумированием образцы подвергались ультразвуковой мойке, обезжириванию и сушке.

На стадии подготовки поверхности основы под напыление при бомбардировке ее ионами титана в поверхностном слое были зафиксированы растягивающие напряжения (рис. 2). По мере увеличения длительности бомбардировки наблюдается рост величины напряжений в поверхностном слое и одновременно сильный поверхностный разогрев образцов. Для образцов небольшой толщины разогрев приводит к потере прочностных свойств и катастрофической деформации.

При обработке поверхности основы ионами инертных газов (аргон, гелий и др.) измененный напряженный состояние поверхностного слоя образцов не зафиксировано. Очевидно, энергия ионов инертных газов недостаточна для образования в поверхностном слое образцов сколько-нибудь заметных напряжений.

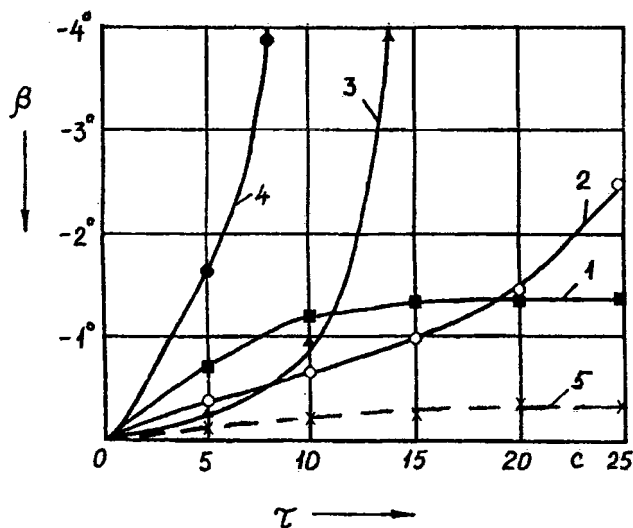


Рис. 2. Зависимость величины деформации образцов от времени бомбардировки ионами титана: 1, 2, 3, 4, – образцы из сплава Д16 толщиной 1,0; 0,8; 0,5; и 0,3 мм соответственно; 5 – образец из стали 12Х18Н10Т толщиной 0,7 мм

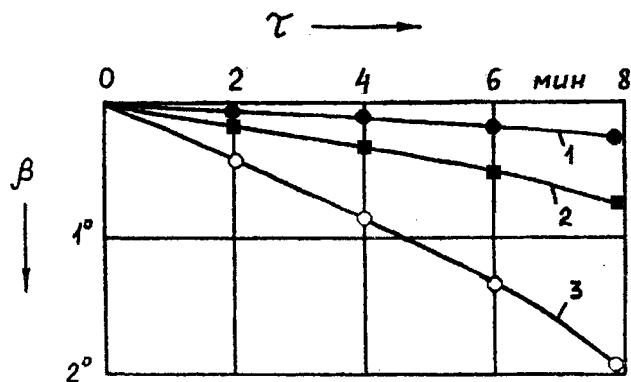


Рис. 3. Зависимость величины деформации образцов из сплава Д16 от времени при нанесении подслоя титана: 1, 2, 3 – толщина образца соответственно 0,8; 0,5; 0,3 мм

В ряде случаев перед нанесением тонкопленочного покрытия из нитрида титана или УАПП на основу наносят подслоя более мягкого материала, например, титана. Поэтому отдельно проводились исследования влияния этого фактора на изменение напряженного состояния поверхностного слоя образцов. Нанесение подслоя титана на алюминиевую основу (рис. 3) приводит к образованию в поверхностном слое образцов сжимающих напряжений. Сжимающие напряжения возникают вследствие значительного различия коэффициентов термического расширения материалов основы и покрытия, малой жесткости и теплостойкости материала основы, а также за счет образования в поверхностном слое образцов интерметаллических соединений алюминия с титаном.

При нанесении подслоя титана на образцы из стали 12Х18Н10Т изменения уровня внутренних напряжений не зафиксировано, что объясняется большей жесткостью стальной основы. При этом релаксация напряжений, очевидно, происходит за счет пластического течения материала подслоя относительно поверхности основы.

Динамика изменения деформации плоских образцов при нанесении тонкопленочных упрочняющих покрытий приведена на рис. 4. При конденсации покрытий из нитрида титана и УАПП в поверхностном слое образцов формируются сжимающие напряжения, величина которых возрастает с увеличением продолжительности процесса напыления, т.е. с ростом толщины

покрытия. Следует отметить, что величина напряжений, образующихся при конденсации покрытия из УАПП, значительно превосходит напряжения, возникающие при конденсации покрытий из нитрида титана. По-видимому, это связано с относительной пластичностью покрытий из нитрида титана, что в большей степени обеспечивает протекание релаксационных процессов при формировании покрытий.

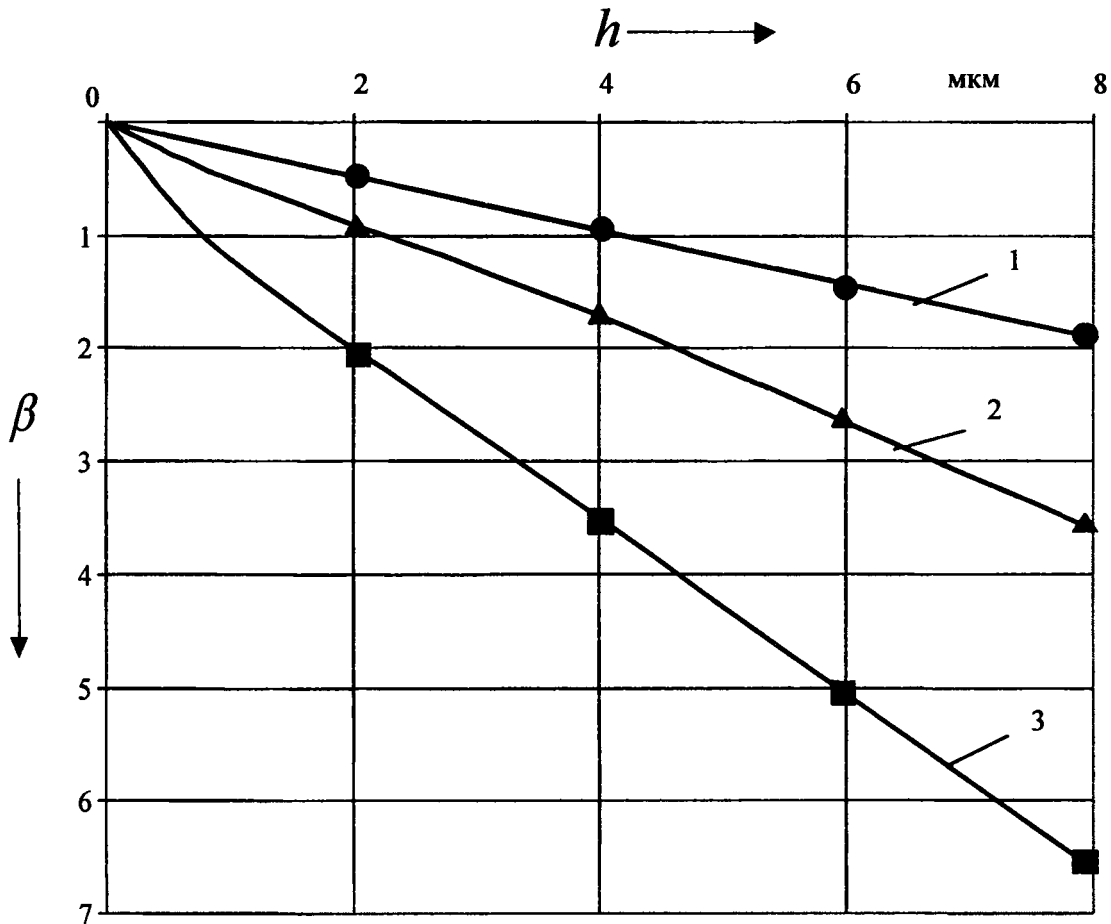


Рис. 4. Зависимость величины деформации образцов от толщины покрытия:
 1 — нитрид титана на стали 12Х18Н10Т; 2 — нитрид титана на сплаве Д16;
 3 — углеродная алмазоподобная пленка на сплаве Д16

Результаты измерений деформации образцов, приведенные на рис. 4, объясняют различную адгезионную прочность покрытий из нитрида титана и УАПП большими напряжениями, возникающими при нанесении последней, а также указывают на основную причину, по которой на практике весьма трудно получить качественное покрытие из УАПП толщиной более 5 мкм.

Уменьшение величины остаточных напряжений в вакуумно-плазменных покрытиях может быть достигнуто двумя путями: использованием эффекта компенсации напряжений, вызываемых различными факторами, например, ионной бомбардировкой и осаждением покрытия или проведением мероприятий, обеспечивающих релаксацию напряжений, возникающих в процессе получения покрытия. Одним из таких мероприятий, как указывалось выше, является нанесение между основой и покрытием подслоя более мягкого и вязкого материала (титана). Поэтому были проведены исследования влияния толщины подслоя титана на величину остаточных напряжений в покрытии TiN. Результаты экспериментов приведены на рис. 5. Анализ результатов показывает, что при толщине подслоя титана до 15% от суммарной толщины покрытия (зависимости 2 и 3) наблюдается значительное (в 1,3...1,6 раза) снижение остаточных напряжений, а при толщине подслоя в 30% (зависимость 4) они уменьшаются в 2,1 раза. Одна-

ко такие большие толщины подслоев не применяются на практике из-за резкого ухудшения эксплуатационных свойств деталей вследствие продавливания и разрушения покрытия даже при небольших нагрузках в паре трения. Снижение уровня остаточных напряжений в данном случае можно объяснить высокой пластичностью титана [2], в котором релаксируется большая часть напряжений покрытия TiN.

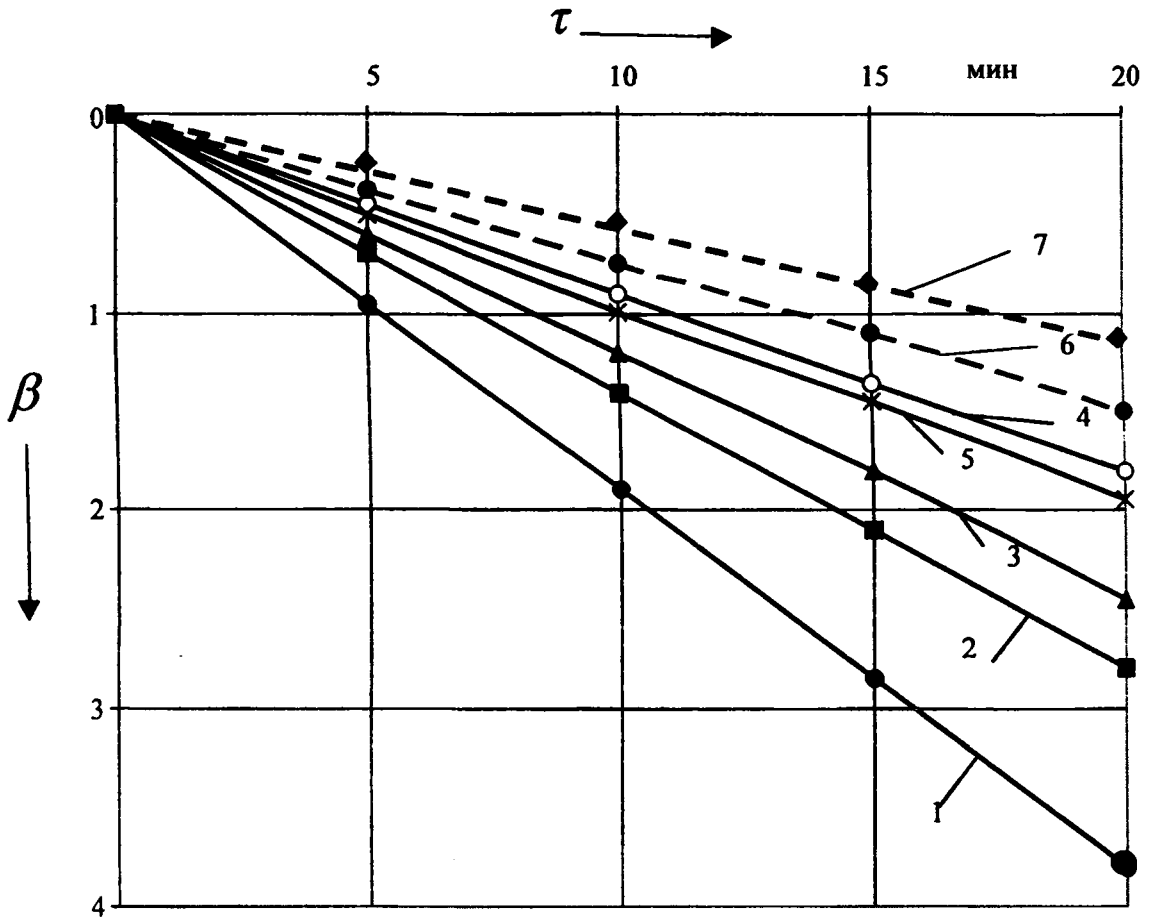


Рис. 5. Зависимость величины деформации образцов из стали 12X18H10T от времени нанесения покрытия: 1 – покрытие TiN без подслоя; 2, 3, 4 – покрытие TiN при толщине подслоя Ti 0,05; 0,15 и 0,3 суммарной толщины покрытия соответственно; 5 – покрытие TiN с подслоем Ti и переходным слоем α -Ti + TiN толщиной 1,5 мкм; 6, 7 – мультиязыное полосчатое покрытие Si-TiN при площади полос Si 0,05 и 0,15 площади покрытия соответственно

Дополнительное снижение напряжений можно обеспечить нанесением между подслоем и рабочим слоем покрытия переходного слоя, представляющего собой смесь твердого раствора α -Ti и нитрида титана. Переходный слой получается путем плавного увеличения давления реакционного газа в рабочей камере в течение определенного промежутка времени (2...3 мин) до величины, соответствующей осаждению рабочего слоя покрытия. Такой слой особенно необходим для немагнитных материалов, имеющих большой коэффициент термического расширения по сравнению с материалом покрытия. Проведенные эксперименты по напылению переходного слоя толщиной 1,2...1,5 мкм показали (рис. 5, зависимость 5), что такой слой обеспечивает дополнительное снижение напряжений на 20...45% по сравнению с покрытием, имеющим подслоем титана оптимальной толщины, при полном сохранении работоспособности покрытия.

Еще более высокие результаты дает метод разделения температурных потоков. Суть его заключается в разделении плоской основы с покрытием на большое количество изолированных друг от друга участков. В качестве температурных барьеров, которые делят покрытие на отдельные участки, используются полосы из материала, имеющего отличные от покрытия физ-

ко-механические свойства. Практической реализацией этого метода являются полосчатые покрытия. Как видно из рис. 5 (зависимости 6 и 7) мультислойные полосчатые покрытия Cu-TiN, нанесенные методом масок, обеспечивают снижение уровня внутренних напряжений в 2,8...3,5 раза по сравнению с монослойным покрытием TiN и в 1,7...2,6 раза по сравнению с аналогичным покрытием, имеющим подслоя титана оптимальной толщины.

Приведенные результаты исследований напряжений дают лишь качественную оценку процессов, происходящих при нанесении упрочняющих тонкопленочных покрытий. Для количественной оценки напряжений, возникающих в поверхностном слое образца с покрытием, была использована зависимость Бреннера-Сендерофа [3], позволяющая определить величину напряжений в системе основа-покрытие в каждый момент времени формирования покрытия по изменению радиуса кривизны образца:

$$\sigma = \frac{E_2 h_2}{6R h_1} \left[h_2 + \left(\frac{E_1}{E_2} \right)^{5/4} h_1 \right],$$

где E_1 и E_2 — модули упругости материалов покрытия и подложки соответственно;

h_1 — толщина покрытия;

h_2 — толщина подложки;

R — радиус кривизны образца.

В результате расчетов установлено, что максимальная величина напряжений поверхностного слоя образцов с покрытием из нитрида титана составляет от 600 МПа на алюминиевой основе до 900 МПа на стальной основе, а с покрытием из УАПП превышает 900 МПа. Такие величины остаточных напряжений в вакуумно-плазменных покрытиях согласуются с данными других исследователей. В частности авторы работы [4] определили, что величина остаточных напряжений в покрытиях из нитрида титана достигает 650...700 МПа.

В тонкопленочных покрытиях остаточные напряжения определяются как термически, так и структурными факторами [5]. Можно предположить, что основную роль в образовании остаточных напряжений играет структурный механизм. При росте конденсат пресыщается различными дефектами кристаллического строения (дислокациями, внедренными или замещенными атомами примесей, избыточными вакансиями и т.п.), в нем существуют и микропоры. После установления прочного сцепления его с основным металлом процесс залечивания этих несовершенств (аннигиляция и уход дислокаций, сток вакансий в микропоры, их коалесценция, зарастание микропор) сопровождается изменением объема конденсата, что приводит к возникновению внутренних напряжений.

Тот факт, что в вакуумно-плазменных конденсатах структурные напряжения после конденсации носят сжимающий характер, указывает, что вызывающие их субструктурные изменения сопровождаются увеличением удельного объема конденсата. Наибольшее изменение объема наблюдается вследствие ухода вакансий к стокам. Энергия вакансий на несколько порядков больше энергии возникших упругих напряжений [5], поэтому уход вакансий и возникновение вследствие этого напряжений энергетически выгодно. Процессы, приводящие к увеличению удельного объема конденсата и формированию сжимающих напряжений, могут быть обусловлены также коалесценцией вакансий в «каверны» и микропоры, так как объем поры равен сумме объемов атомов, ушедших из нее, а объем такого же числа отдельных вакансий примерно вдвое меньше [5].

Полученные результаты исследований позволяют сделать следующие выводы:

- в вакуумно-плазменных электродуговых покрытиях имеют место достаточно большие по величине остаточные внутренние напряжения, соизмеримые с пределом прочности для компактных материалов;
- в процессе ионной бомбардировки подложки формируются растягивающие напряжения, а при конденсации покрытия — сжимающие;
- основным фактором, определяющим уровень остаточных напряжений, является время осаждения и соответственно толщина покрытия;

- наличие подслоя мягкого металла снижает величину остаточных напряжений покрытия в 1,3...1,6 раза, а переходного слоя — дополнительно на 20...45%. Нанесение покрытия чередованием мультислойных полос из различных материалов (Cu-TiN) снижает остаточные напряжения в 2,8...3,5 раза;
- остаточные напряжения в покрытиях имеют как термическую, так и структурную природу. Основной вклад в величину напряжений вносит структурный механизм их образования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методика исследования напряженно-деформированного состояния системы подложка-покрытие при напылении тонких пленок в вакууме / С.А. Иващенко, Е.В. Макаревич, В.И. Плахотнюк, И.С. Фролов // Проблемы обработки поверхностей деталей машин концентрированными потоками энергии: Тез. докл. науч.-техн. конф., Минск, 19-20 сент. 1988 г. — Минск, 1988. — С. 32. 2. Корнилов И.И. Титан: Источники, составы, свойства, металлохимия и применение. — М.: Наука, 1975. — 308 с. 3. Хасуй А. Техника напыления. — М.: Машиностроение, 1975. — 288 с. 4. Остаточные напряжения в покрытии из нитрида титана, осажденного в вакууме / Н.В. Матвеев, А.Н. Краснов, И.В. Милосердов и др. // Проблемы прочности. — 1985. — № 5. — С. 90-93. 5. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Косевич В.М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок. — М.: Наука, 1972. — 320 с.