

УДК 669.14.018

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ НАПРЯЖЕНИЙ В ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЯХ НА АЛЮМИНИЕВЫХ ПОДЛОЖКАХ

Е. В. МАКАРЕВИЧ, С. А. ИВАЩЕНКО, И. С. ФРОЛОВ<sup>+</sup>

Белорусская государственная политехническая академия, пр. Ф. Скорины 65, 220027 г. Минск, Беларусь

*Исследовалось формирование внутренних напряжений в вакуумно-плазменных электродуговых покрытиях TiN на подложках из алюминиевых сплавов. Определено влияние технологических параметров процесса нанесения покрытия на динамику изменения напряжений. Установлена зависимость напряженного состояния системы подложка–покрытие от режимов осаждения нитрида титана.*

### Введение

Алюминий и его сплавы находят применение в различных отраслях промышленности. Более широкое внедрение алюминиевых сплавов сдерживается низкой твердостью и износостойкостью поверхностного слоя деталей, изготавливаемых из данных материалов. Указанные недостатки могут быть устранены путем создания на поверхности деталей упрочняющего защитного слоя [1]. К наиболее перспективным технологическим методам поверхностного упрочнения деталей следует отнести вакуумно-плазменный [2]. Однако процесс формирования вакуумно-плазменных защитных покрытий на поверхностях деталей из алюминия и его сплавов до настоящего времени не нашел широкого применения в промышленности из-за специфических свойств этих материалов (низкая температура плавления, высокий коэффициент термического расширения, наличие устойчивой оксидной пленки). Поэтому определение основных закономерностей формирования вакуумно-плазменных покрытий на алюминиевых подложках является актуальным.

### Постановка задачи

При осаждении покрытий в системе подложка–покрытие неизбежно возникают напряжения, оказывающие существенное влияние как на показатели качества поверхности, так и на эксплуатационные характеристики упрочняемых деталей. Соответствующим образом управляя технологическими параметрами процесса упрочнения, можно получить требуемые величину и знак напряжений в покрытии. В связи с этим была поставлена

задача исследовать влияние технологических параметров процесса формирования покрытий на величину и знак внутренних напряжений в системе подложка–покрытие.

Типовой технологический процесс формирования вакуумно-плазменных покрытий включает подготовку поверхности подложки и осаждение покрытия. Поскольку все этапы технологического процесса осуществляются в вакуумной камере, изучение влияния режимов формирования покрытия на динамику изменения свойств системы подложка–покрытие затруднено. Поэтому была разработана методика экспериментальных исследований изменения напряженного состояния поверхностного слоя детали в процессе формирования покрытия [3]. Принцип определения напряжений основан на регистрации изменения угла изгиба плоского образца, закрепленного консолю, при нанесении покрытия на одну из его сторон. Для количественной оценки величины напряжений, возникающих в поверхностном слое образца с покрытием, можно использовать, например, зависимость Бреннера–Сендерофа [4].

### Методы испытаний

Исследования проводились как на стадии подготовки образца под напыление (ионная бомбардировка), так и на стадии конденсации покрытия.

Формирование покрытий осуществлялось с использованием установки вакуумного напыления УРМЗ.279.048. Катоды изготавливались из титана марки ВТ-1-0, а также армо-железа (для ионной бомбардировки). Для исследований использова-

<sup>+</sup> Автор, с которым следует вести переписку.

лись образцы из алюминиевого сплава Д16, отожженные в вакууме. Соотношение длины и ширины образцов составляла 10:1, а толщина образцов – 0,8 мм. Непосредственно перед вакуумированием образцы подвергались ультразвуковой мойке, обезжириванию и сушке.

Технологический процесс нанесения вакуумно-плазменных покрытий включал подготовку поверхности образца бомбардировкой ускоренными ионами материала катода, осаждение адгезионного слоя, состоящего из материала катода, и рабочего слоя из металлоподобного тугоплавкого соединения материала катода (TiN). Толщина наносимых покрытий составляла  $1\div 7$  мкм.

Ионная бомбардировка образцов осуществлялась в импульсном режиме при ускоряющем напряжении 1500 или 2200 В и токе дуги от 90 до 115 А. Параметры осаждения покрытия изменялись в следующих пределах: ток дугового разряда  $I - 90\div 130$  А; напряжение на подложке  $U - 20\div 150$  В; давление реакционного газа (азота)  $P - (3\div 15)\cdot 10^{-2}$  Па.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 1 показана зависимость угла изгиба и соответственно напряжений в поверхностном слое образцов от тока дуги на катоде и напряжения на подложке при бомбардировке ионами титана и железа. Отмечено, что с увеличением тока дуги и напряжения на подложке величина напряжений возрастает, причем в поверхностном слое образуются растягивающие напряжения, т. к. образцы изгибались таким образом, что меньший радиус изгиба имела поверхность со стороны покрытия.

Образование в поверхностном слое образцов растягивающих напряжений при ионной бомбардировке, на наш взгляд, обусловлено тем, что

энергия ионов Fe и Ti, приходящих к поверхности образца, составляет  $\approx 1000$  эВ [5, 6], что позволяет распылять поверхностный слой подложки. При этом идет интенсивный процесс образования выбоин и пустот, который приводит к формированию растягивающих напряжений. Отмечено, что бомбардировка поверхности ионами Fe оказывает более весомое влияние, чем ионами Ti, т. к. масса иона Fe больше и соответственно энергия воздействия на поверхностный слой выше.

Характер изменения величины напряжений в поверхностном слое объясняется тем, что с увеличением тока дуги возрастает плотность ионного потока, приходящегося на поверхность образца. При росте же напряжения на подложке происходит увеличение энергии ионов материала катода, что также ведет к интенсификации процесса формирования напряжений в системе подложка–покрытие.

На следующем этапе было проведено исследование влияния адгезионного слоя, состоящего из материала катода, на процесс формирования внутренних напряжений. Зависимость угла изгиба образца от режимов нанесения адгезионного слоя титана представлена на рис. 2.

Установлено, что осаждение адгезионного слоя приводит к образованию в покрытии сжимающих внутренних напряжений. В этом случае на величину и знак напряжений, по-видимому, оказывают влияние следующие факторы.

В отличие от процесса ионной бомбардировки энергия ионов, приходящих к поверхности при осаждении адгезионного слоя, составляет  $\approx 100$  эВ [7], поэтому отмечается лишь незначительный рост уровня внутренних напряжений в начальный момент формирования покрытия. При увеличении толщины адгезионного слоя начинает сказываться разность коэффициентов термического расширения

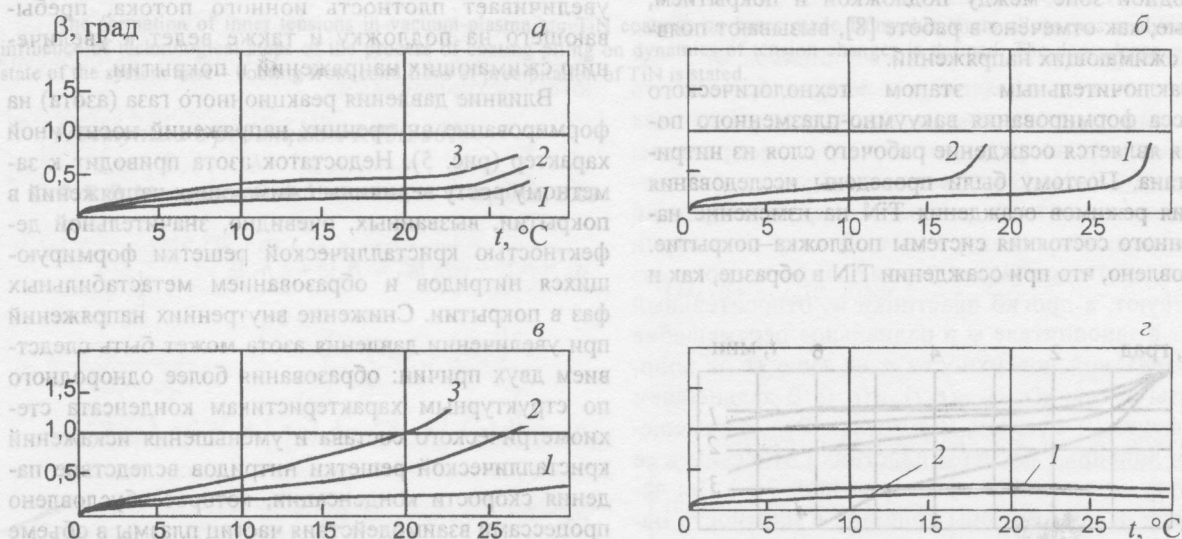


Рис. 1. Зависимость угла изгиба образца  $\beta$  от тока дуги  $I$ , А (а): 1 – 90; 2 – 102; 3 – 115 при бомбардировке ионами титана ( $U = 1500$  В); напряжения на подложке  $U$ , В (б): 1 – 1500; 2 – 2200 при бомбардировке ионами титана ( $I = 90$  А); тока дуги  $I$ , А (в): 1 – 90; 2 – 102; 3 – 115 при бомбардировке ионами железа ( $U = 1500$  В); напряжения на подложке  $U$ , В (г): 1 – 1500; 2 – 2200 при бомбардировке ионами железа ( $I = 90$  А) в течение всего времени проведения эксперимента  $t$



Рис. 2. Зависимость угла изгиба образца  $\beta$  при формировании адгезионного слоя титана от напряжения на подложке  $U$ , В (а): 1 – 100; 2 – 150 при  $I = 90$  А; тока дуги  $I$ , А (б): 1 – 90; 2 – 130; 3 – 180 при  $U = 100$  В в течение всего времени проведения эксперимента  $t$

материалов подложки и адгезионного слоя ( $\alpha_{Al(113-303^\circ C)} = 21,0 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ ;  $\alpha_{Ti(153-1133^\circ C)} = 9,2 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ ), приводящая к образованию сжимающих напряжений. Кроме этого на процесс формирования внутренних напряжений влияет температурный фактор. Адгезионный слой наносится на образец, разогретый в процессе ионной бомбардировки. По мере роста слоя и остывания образца за счет разности коэффициентов термического расширения в поверхностном слое должны появляться сжимающие напряжения. Наклеп и внедрение атомов материала катода в поверхность подложки, при котором происходит заполнение выбоин и пустот, образовавшихся в поверхностном слое при ионной бомбардировке, также способствует появлению внутренних сжимающих напряжений, т. к. размер атома Ti ( $a_{Ti} = 2,869 \text{ \AA}$ ) больше, чем атома Al ( $a_{Al} = 2,863 \text{ \AA}$ ). Необходимо также учитывать и возможность образования интерметаллических соединений (TiAl<sub>3</sub> и др.) в переходной зоне между подложкой и покрытием, которые, как отмечено в работе [8], вызывают появление сжимающих напряжений.

Заключительным этапом технологического процесса формирования вакуумно-плазменного покрытия является осаждение рабочего слоя из нитрида титана. Поэтому были проведены исследования влияния режимов осаждения TiN на изменение напряженного состояния системы подложка–покрытие. Установлено, что при осаждении TiN в образце, как и

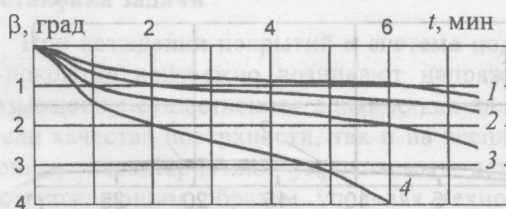


Рис. 3. Зависимость угла изгиба образца  $\beta$  при формировании рабочего слоя из нитрида титана от напряжения на подложке  $U$ , В: 1 – 20; 2 – 50; 3 – 100; 4 – 130 при  $I = 90$  А и  $P = 8 \cdot 10^{-2}$  Па в течение всего времени проведения эксперимента  $t$

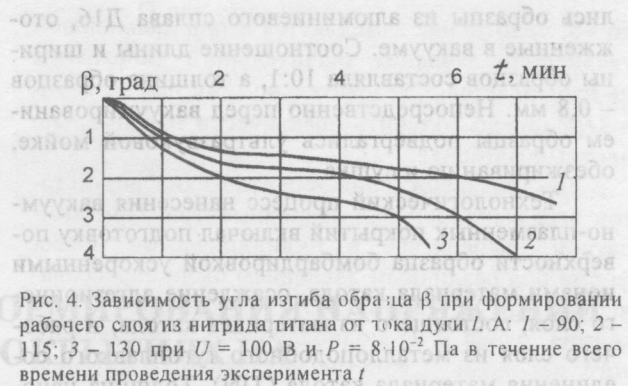


Рис. 4. Зависимость угла изгиба образца  $\beta$  при формировании рабочего слоя из нитрида титана от тока дуги  $I$ , А: 1 – 90; 2 – 115; 3 – 130 при  $U = 100$  В и  $P = 8 \cdot 10^{-2}$  Па в течение всего времени проведения эксперимента  $t$

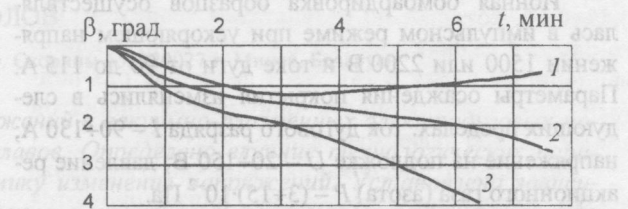


Рис. 5. Зависимость угла изгиба образца  $\beta$  при формировании рабочего слоя из нитрида титана от давления азота  $P \cdot 10^{-2}$  Па: 1 – 15; 2 – 8; 3 – 3 при  $I = 90$  А и  $U = 100$  В в течение всего времени проведения эксперимента  $t$

при осаждении адгезионного слоя, появляются сжимающие напряжения, которые возрастают с увеличением времени напыления и, соответственно, толщины покрытия. Зависимость угла изгиба образца от режимов осаждения представлена на рис. 3–5.

С увеличением потенциала на подложке (рис. 3) энергия осаждаемых ионов возрастает, что ведет к формированию более плотно упакованной структуры покрытия и, как следствие, к росту напряжений.

Увеличение тока дуги (рис. 4) ведет к росту интенсивности испарения материала катода, что увеличивает плотность ионного потока, пребывающего на подложку и также ведет к увеличению сжимающих напряжений в покрытии.

Влияние давления реакционного газа (азота) на формирование внутренних напряжений носит иной характер (рис. 5). Недостаток азота приводит к заметному росту величины сжимающих напряжений в покрытии, вызванных, очевидно, значительной дефектностью кристаллической решетки формирующихся нитридов и образованием метастабильных фаз в покрытии. Снижение внутренних напряжений при увеличении давления азота может быть следствием двух причин: образования более однородного по структурным характеристикам конденсата стехиометрического состава и уменьшения искажений кристаллической решетки нитридов вследствие падения скорости конденсации, которое обусловлено процессами взаимодействия частиц плазмы в объеме вакуумной камеры и уменьшением энергии ионов титана на газовой мишени.

Расчеты, проведенные по зависимости Бреннера–Сендерофа, показали, что величина напряжений поверхностного слоя образцов из алюми-

ниевых сплавов с покрытием из нитрида титана составляет  $\approx 600$  МПа [9]. Такая величина напряжений в вакуумно-плазменных покрытиях согласуется с данными работы [10].

**Выводы**

При осаждении вакуумно-плазменных электродуговых покрытий из нитрида титана на алюминиевые подложки формируются достаточно большие по величине внутренние напряжения, соизмеримые с пределом прочности для этих материалов.

Учитывая, что изменение угла изгиба образца соответствует характеру изменения внутренних напряжений в образце при нанесении покрытия, этот параметр и был принят для оценки напряженного состояния системы подложка–покрытие.

На формирование внутренних напряжений в покрытиях оказывают влияние следующие факторы: температура, материал покрытия и подложки, режимы нанесения и толщина покрытия.

В процессе ионной бомбардировки подложек формируются растягивающие, а при конденсации покрытия – сжимающие напряжения.

Основным параметром, определяющим уровень внутренних напряжений является время осаждения и соответственно толщина покрытия.

С увеличением тока дуги и напряжения на подложке внутренние напряжения увеличиваются, а при увеличении давления реакционного газа – уменьшаются.

**Обозначения**

$a$  – размер атома химического элемента;  $I$  –

ток дугового разряда;  $P$  – давление реакционного газа;  $t$  – время проведения эксперимента;  $U_n$  – напряжение на подложке;  $\beta$  – угол изгиба образца.

**Литература**

1. Спиридонов Н. В., Кобяков О. С., Куприянов И. Л. Плазменные и лазерные методы упрочнения деталей машин. Мн.: Высшая школа (1988)
2. Ивашенко С. А., Самаль А. М., Плахотнюк В. И. и др. Эксплуатационные характеристики тонкопленочных покрытий на немагнитных деталях. Мн.: Машиностроение (1988), вып. 13, 81–86
3. Ивашенко С. А., Макаревич Е. В., Плахотнюк В. И., Моисеенко С. И. Устройство для определения напряжений в тонкопленочных покрытиях. Мн.: Машиностроение (1987), вып. 12, 62–66
4. Хасуй А. Техника напыления. М.: Машиностроение (1975)
5. Будяков В. П., Плиско-Виноградский А. Ф. Ионно-плазменные процессы обработки поверхностей и возможности их использования в технологии авиационной промышленности // Импульсная обработка металлов давлением. М.: (1985), вып. 10, 100–104
6. Ion plating technology. The current industrial applications of ion plating – VLVAC. Japan (1978), 35
7. Хасенов И. И., Андреев А. А., Брень В. Г. Покрытия, полученные конденсацией плазменных потоков в вакууме // Украинский физический журнал, 24 (1974), № 4, 515–525
8. Беркин А. Б., Яровая В. Ф. Использование ВИЧ разряда для получения износостойких покрытий // Электронная обработка материалов (1983). № 3, 33–36
9. Ивашенко С. А., Фролов И. С., Мрочек Ж. А. Газотермические и вакуумно-плазменные покрытия со специальными физико-механическими свойствами. Мн.: УП «Технопринт» (2001)
10. Матвеев Н. В., Краснов А. Н., Милосердов И. В. и др. Остаточные напряжения в покрытиях из нитрида титана, осажденного в вакууме // Проблемы прочности (1985), № 5, 90–93

Makarevich E. V., Ivaschenko S. A., Frolov I. S.

**Research into the process of formation of tensions in vacuum – plasma coatings made on aluminium bases.**

The formation of inner tensions in vacuum-plasma arc TiN coatings on bases made from aluminium alloys was analyzed. The influence of technological steps of the process of coating piling on dynamics of tension changes is defined. The dependence of tense state of the system base – coating from conditions of precipitation of TiN is stated.

Поступила в редакцию 11.05.2001.

© Е. В. Макаревич, С. А. Ивашенко, И. С. Фролов, 2002.

0	3,196	5	18,8
1	6,306	6	1,997
2	9,439	7	3,138
3	12,577		
4	15,717		