

## ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА МНОГОКОМПОНЕНТНОГО ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПОКРЫТИЯ

*Н.Н. Рахымтай<sup>1</sup>, студент, Е.А. Кайролла<sup>1</sup>, студент, И.М. Гончаренко<sup>1,2</sup>, к.т.н., доц.*

*<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет*

*634050, г. Томск, пр. Ленина 30, тел. (3822)-70-16-19*

*<sup>2</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН*

*634055, г. Томск, пр.-т Академический, 2/3, тел. (3822)-49-13-00*

*E-mail: saya\_rakhumtay@mail.ru, erbulan---94@mail.ru*

Исследован процесс плазменно–ассистированного вакуумно-дугового синтеза износостойких покрытий состава Ti-Al-Si-N, предназначенных для защиты режущего инструмента. Описаны особенности структуры и механических свойств таких пленочных материалов в зависимости параметров технологического процесса и взаимодействия с материалом подложки. Выполнен сравнительный анализ механизмов разрушения покрытий и выявлены оптимальные режимы обработки.

The process of plasma assisted vacuum-arc synthesis of wear-resistant coatings of Ti-Al-Si-N composition is investigated, designed to protect the cutting tool. The features of the structure and mechanical properties of such film materials were being describe, depending on the parameters on technological process and the interaction with the substrate material. A comparative analysis of the mechanisms of the destruction of coatings was carrying out and the optimal processing regimes were revealing.

Для обеспечения защиты рабочей поверхности инструмента и увеличения срока его службы в условиях роста скоростей обработки материалов на практике используют жаростойкие износостойкие покрытия на основе нитридов металлов. Основными методами однородного нанесения тонкопленочных покрытий на инструмент в больших технологических объемах являются электрофизические способы, проводимые в вакууме, такие как магнетронное и вакуумно-дуговое распыление металлических мишеней (катодов) в азотосодержащей среде.

Сегодня среди видов функциональных покрытий, обладающих высокой твердостью (HV ~ 30 - 50 ГПа) и способных работать в условиях высоких температур (> 700 °C), относят промышленное применение следующие сложные композиционные соединения: TiN/CrN, TiN/BN, TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и TiN/AlN [1-4]. Однако, наряду с высокой твердостью, эти материалы обладают повышенной хрупкостью. Известно, что серьёзной проблемой для промышленного применения упрочняющих защитных покрытий, наносимых на детали различного назначения, является непредсказуемость момента начала их растрескивания, причина которого – внутренние напряжения в области границы «подложка – покрытие».

Поэтому с целью оптимизации состава и морфологии покрытий требуются исследования, направленные на изучение влияния параметров воздействия заряженных частиц на эволюцию физико-механических свойств нитридных покрытий в сочетании с силой их адгезионного взаимодействия с подложкой, выполненной из инструментального материала.

В данной работе представлены результаты проведенных экспериментов при формировании покрытий многокомпонентной системы Ti-Al-Si-N при распылении дуговым разрядом поверхности композиционного порошкового спеченного катода, содержащем в определенной пропорции такие элементы как титан, алюминий и кремний. Заменяя несколько катодов на одну Ti-Al-Si (композиционным), которая содержит необходимые компоненты в требуемом соотношении, можно достигнуть существенную оптимизацию конструкции оборудования для нанесения покрытий и повышения надежности и стабильности процесса.

Синтез многокомпонентных покрытий указанной выше системы толщиной порядка 1-3 мкм осуществлялся на специализированной вакуумной установке. «При формировании многокомпонентной плазмы, основными ее устройствами являлись следующие: источник газоразрядной плазмы на основе несамостоятельного дугового разряда низкого давления, обеспечивающий активацию рабочего газа и электродуговой испаритель (источник металлической плазмы из катодного пятна вакуумно-дугового разряда), оснащенный композиционными порошковыми катодами»

В ходе выполнения представленной работы были проведены несколько экспериментальных исследований, а именно, структуры, формирующейся в нитридных износостойких покрытиях; изменения механических свойств данных покрытий при разных параметрах электродугового плазменно-ассистированного процесса; были изучены оптимизация технологических режимов, механизмы и

закономерности синтеза; были исследованы основные свойства инструмента, на которые наносились покрытия. Также был повышен эффективность и очистка плазменного потока от макрочастиц, которые генерируются с холодного катода электрического дугового разряда, путем пропускания его через криволинейный плазмод по прототипу, отмеченному в [8, 9].

При проведении экспериментальной части в качестве объектов были применены, такие материалы как: сталь 12X18H10T (HV~300-350 кг/мм<sup>2</sup>), сталь P6M5 (HV~940-980 кг/мм<sup>2</sup>) и твердый сплав BK-8 (HV~1600-1800 кг/мм<sup>2</sup>).

Основные свойства полученных покрытий были исследованы большим набором современных методик. Оптические приборы MMP-4 и OLYMPUS GX-71 и на сканирующий электронный микроскоп SEM-515 «Philips» были применены для наблюдения поверхности хрупкого излома образца и микроструктуру поверхности. На микротвердомере ПМТ-3 и нанотесте NHT-S-AX-000X измеряли твердость покрытия. Толщина покрытий определена с помощью прибора Calotest; адгезию определили скретч-тестером модели Micro-Scratch Tester MST. Все устройства были представлены от фирмы CSEM Instruments.

Нанесение покрытий на подложки были подразделены на несколько этапов. Ключевыми параметрами процессов, влияющие на свойства покрытий, являлись следующие: ток дуговых разрядов (I<sub>d</sub>), давление газа (p), отрицательный потенциал смещения, подаваемый на образцы (U<sub>см</sub>).

При напылении были применены следующие параметры: давление в камере P=1,8×10<sup>-3</sup>Торр; рабочий газ - смесь азота с аргоном (Ar:N<sub>2</sub>-50:50); время напыления t=30мин.; величина отрицательного смещения U=0В; 100В; 200В; 300В ток дугового разряда I<sub>D</sub>=50А .

После измерений лунок абразивного износа, оставленных вращающимся испытательным шаром на поверхностях образцов с помощью прибора Calotest, выяснилось, что зависимости от величины отрицательного смещения толщина покрытия меняется в (таб.1). Эти изменения носят немонотонный характер.

Таблица 1

Зависимость толщины покрытия Ti-Al-Si-N от величины напряжения смещения (U<sub>см</sub>).

U <sub>см</sub> , В	BK-8	12X18H10T
0	0,856	0,856
100	0,783	0,783
200	0,595	0,595
300	1,100	1,100

Визуальное изучение поверхностей образцов показало, что покрытия, сформированные с использованием криволинейного плазмодо, однородны без наличия каких-либо загрязнений, пор и трещин, в точности повторяют микрорельеф подложки. Покрытия, полученные на традиционных источниках без отсеки макрочастиц, имеют поры и в разной степени запылены макрокаплями – продуктами эрозии катода. В следствии измерения шероховатости с помощью высокоточной измерительной установки для получения 3D-микрофотографий высокого разрешения “Micro Measure 3D station” показали, что в моменте напыления без фильтрации макрочастиц увеличение параметра Ra может достигать 10 раз. При с использованием плазменного фильтра размер микронеровностей практически повторяет рельеф подложки (Ra ~ 0,02 мкм) и не изменяет с увеличением толщины защитного покрытия.

Проведенный при помощи просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) структурно-фазовый анализ покрытий, показал, что конденсат имеет элементный состав – Ti, Si, N; фазовый состав – δ-TiN и γ-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>; средний размер кристаллитов δ-TiN составляет D = 7 нм, кристаллитов γ-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – d = 2-3 нм. Распыление катода состава Ti-Al-Si в среде ионизированного азота позволяет возможность формирования нитридов кремния, наиболее стабильным среди которых является нитрид состава Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Судя по дифракционной картине расположение частиц нитрида кремния, обнаруживается на границах кристаллов TiN.

В результате экспериментов показано, что с увеличением напряжения смещения адгезия нитридной пленки уменьшается, о чем свидетельствуют значения критической нагрузки в процессе тестирования с помощью скретч-теста. Измерения микротвердости с помощью прибора ПМТ-3М при высоких ис-

пытательных нагрузках ( $L_N=50\text{гр.};100\text{гр}$ ) не выявили существенного влияния напряжения смещения на изменение твердости поверхности для всех образцов. Вероятно, на эти измерения оказал существенное влияние размерный фактор толщин покрытий. Тем не менее, при значительном уменьшении вдавливающей нагрузки ( $L_N=1\text{гр.}$ ) в процессе измерения твердости при помощи динамического нанотвердомера “Nano-Hardness Tester” фирмы CSEM Instruments было зафиксировано влияние интенсивности ионной бомбардировки на изменение поверхностной твердости образцов (таб.2).

Таблица 2.

*Зависимость твердости покрытия Ti-Al-Si-N от величины напряжения смещения ( $U_{см}$ ).*

$U_{см}, \text{В}$	Экспериментальные значения твердости, $\text{кГ/мм}^2$	
	HV, ( $L_N=1\text{гр}$ )	
	Материал подложки	
	ВК-8	12X18H10Г
0	3563,75	3122,37
100	3268,29	3152,52
200	3015,27	1523,51
300	3231,25	2216,68

Можно заметить, что формирование служебных характеристик материала имеет многофакторный характер; вклад одного или другого механизма упрочнения существенным образом зависит от составов материалов катодов и параметров разряда.

Экспериментальные результаты позволяют утверждать, что изменение параметров технологического процесса формирования защитных покрытий в вакуумно-дуговом методе, а именно смещение отрицательного напряжения, влияет на толщину, твердость и адгезию получаемого покрытия. Оптимизация шероховатости покрытий, получаемых данным методом, может быть достигнута применением искривленного электромагнитного поля для транспортировки плазменного потока.

Не смотря на хорошие физико-механические показатели многокомпонентных покрытий, в частности, твердость покрытия, проблемы с адгезией из-за напряженного состояния материала конденсата в каждом конкретном случае требуют своих путей решения. В связи с этим необходимо продолжение проведения дальнейших исследований.

#### Список литературы

1. Vlcek J., Musil J. Magnetron sputtering of alloy and alloy based films // Thin solid films. – 2000. – (April) - P. 104-109.
2. PetrzikhM.I., Shtansky D.V., Kiryukhantsev-KorneevF.V., SheveikoA.N., Leyland A., LevashovE.A., Yerokhin A.L., Matthews A. Hard tribological Ti–B–N, Ti–Cr–B–N, Ti–Si–B–N and Ti–Al–Si–B–N coatings //Surf. And Coat. Technol. – 2005. – Vol. 200. – P. 208-212.
3. Cairney J.M., Martin P.J., Hoffman M., Bendavid A. Nanocomposite Ti–Si–N, Zr–Si–N, Ti–Al–Si–N, Ti–Al–V–Si–N thin film coatings deposited by vacuum arc deposition. // Surf. Coat. Technol. 2005. V.200. P. 2228–2235.
4. Саблев Л.П., Андреев А.А., Григорьев С. Н., Шулаев В.М. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Под общей редакцией Неклюдова И.М., Шулаева В. М. Харьков 2005.
5. В.Ф. Карпов, А.И. Костржицкий др. Справочник оператора установок по нанесению покрытий в вакууме. М.: Машиностроение, 1991, 176 с.
6. Григорьев С.В. Винтизенко Л.Г., Толкачев В.С., Коваль Н.Н., Щанин, П.М.Лопатин И.В., Дуговые разряды низкого давления с полым катодом и их применение в генераторах плазмы и источниках заряженных частиц. // Изв. вузов. Физика.-2001.-№9.-С.28-35.