

И. П. Акула, канд. техн. наук, **Н. М. Чекан**, канд. техн. наук, **Е. В. Овчинников**, д-р техн. наук.

Гродненский государственный университет им. Янки Купалы, г. Гродно, Беларусь

ОАО «Белкард», г. Гродно, Беларусь

Тел./Факс: +375 (152) 684108; E-mail: ovchin@grsu.by

МОРФОЛОГИЯ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ ВАКУУМНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ РЕФРАКТОРНЫХ МЕТАЛЛОВ

В статье рассмотрена морфология высокоэнтропийных покрытий, формируемых с применением вакуумных технологий на стальных подложках из низкоуглеродистой стали. Изучение методами атомно-силовой, оптической микроскопии морфологии поверхностных слоев покрытий TiAlSi (N, C), сформированных на подложках из низкоуглеродистой стали позволило установить зависимость морфологических параметров покрытий от энергетических параметров и химического состава подложки. Показана также зависимость морфологических параметров покрытий от условий формирования вакуумных слоев на низкоуглеродистых стальных субстратах.

Ключевые слова: покрытие, вакуум, морфология, свойства, низкоуглеродистая сталь.

I. P. Akula, N. M. Chekan, Y. V. Auchynnika

COMPUTER SIMULATION OF HEAVY LOADED FRICTION UNITS OF CARDAN GEARS

The article examines the morphology of high-entropy coatings formed using vacuum technologies on low-carbon steel substrates. Studying the morphology of the surface layers of TiAlSi (N, C) coatings formed on low-carbon steel substrates using atomic force and optical microscopy methods made it possible to establish the dependence of the morphological parameters of the coatings on the energy parameters and chemical composition of the substrate. The dependence of the morphological parameters of coatings on the conditions for the formation of vacuum layers on low-carbon steel substrates is also shown.

Keywords: coating, vacuum, morphology, properties, low-carbon steel.

1. Введение

В связи с экономическими требованиями дальнейшего повышения эффективности производственных процессов, важно использовать весь потенциал применения сверхтвердых покрытий. TiN и покрытия на его основе широко используются в качестве защитного материала для режущих инструментов, форм и механических компонентов в машиностроительной промышленности. Низкая химическая активность этих твердых покрытий при нанесении на обрабатываемый инструмент резко снижает адгезионное взаимодействие в процессе формоизменения изделия и, тем самым, уменьшает износ. Наиболее распространенными и износостойкими покрытиями являются покрытия с химической формулой Ti-X-(N, C и B) (X = Al, Cr, C, Si, B и т. д.), которые доказали свою высокую эффективность, особенно в процессе резания, формования и штамповки. В связи с этим были разработаны наноструктурированные твердые покрытия, которые широко используются в качестве износостойких, защитных покрытий [1, 2].

Свойства широко распространенного покрытия TiN можно значительно улучшить введением других элементов, таких как Al или Si. Включение Al в структуру ГЦК-TiN приводит к образованию покрытий TiAlN, характеризующихся высокой твердостью (около 32 ГПа) и высокой стойкостью к окислению (до 800 °C). Учитывая уникальные свойства многокомпонентных покрытий, получаемых плазмохимическим

осаждением, возможно сформировать покрытия AlTiSiN на малоуглеродистых высоколегированных сталях аустенитного класса.

Покрытия на базе «классических алтинов» высокоэффективны для металлообрабатывающего инструмента, который используется при обработке коррозионностойких металлов, сплавов на основе никеля и титана.

Обычно для формирования таких покрытий применяют два катода, изготовленных из титана и алюминия. Однако возможно использование катода из сплава на основе титана и алюминия, но в данном случае возникают технологические проблемы по совмещению данных материалов в сплаве, чтобы получить гомогенизированную структуру катода [3, 4]. Варьируя составы катодов, условия осаждения покрытий, возможно добиться формирования покрытий стехиометрического состава $Ti_{1-x}Al_xN$. Данный состав вакуумных многокомпонентных покрытий позволяет достичь значений микротвердости, находящихся в пределах 39 – 42 ГПа. Прочностные характеристики зависят от растворимости химических элементов, составляющих сплав покрытия, в решетке нитридов. В случае высокой концентрации алюминия в составе покрытия формируется гексагональная решетка типа вюрцита. Данный тип решетки характерен для соединений нитридов алюминия. Низкое содержание алюминия, т.е. менее 0,5 приводит к формированию структуры типа хлорида натрия, образуется твердый раствор на базе кубического нитрида титана.

Осаждение покрытий на основе алтинов в большинстве случаев проводится без фильтрации вакуумно-дуговой плазмы. Использование систем для осуществления фильтрации вакуумно-плазменного потока позволяет существенно увеличить эксплуатационный ресурс металлообрабатывающего инструмента. В частности, формирование фильтрованного покрытия $Ti_{0,5}Al_{0,5}N$ позволило увеличить эксплуатационный ресурс режущего инструмента от 4 и более раз. Вопрос синтеза покрытий с фильтрованным плазмо-химическим потоком, состоящим из ионов, электронов и нейтральных частиц недостаточно исследован, что в ряде случаев ограничивает применение данного технологического подхода для формирования покрытий на основе систем Al-Ti-N [5, 6].

Добавление углерода в AlTiSiN приводит к образованию AlTiSi(NC) покрытия, что повышает износостойкость по сравнению с покрытиями TiAlN и TiBN [7]. Однако оксидные слои, образующиеся в зоне трибоконтакта, не всегда эффективно снижают значение силы трения и износ контактирующих материалов, которые зависят от морфологии покрытий. В связи с этим представляет интерес изучить морфологию получаемых многокомпонентных покрытий методами оптической микроскопии.

2. Методика эксперимента

В качестве объекта исследований использовали покрытия AlTiSi (C, N) покрытия. Нанесение покрытий осуществлялось в вакуумной установке УВНИПА-1-001, оборудованной катодно-дуговым испарителем с системой электромагнитной фильтрации плазмы, а также ионным источником ИИ-4-0,15. Для удаления тонкого приповерхностного слоя толщиной порядка 100 – 300 нм, содержащего загрязнения, перед нанесением покрытия образцы подвергались интенсивной обработке высокоэнергетичными ионами аргона. При этом происходит нагрев поверхностей до 450 С, разрушение окисных пленок и частичное удаление растворенных в металле газов. В качестве подложек использовали сталь 20. Поверхность подложек из стали шлифовке и полировке до чистоты не ниже 8 – 10 класса.

Обработка проводилась при следующих параметрах: давление аргона в вакуумной камере $1,5 \times 10^{-2}$ Па; ток фокусирующего соленоида 3,0 А; ускоряющее напряжение 3500 В при токе 0,06 А. Время ионно-лучевой обработки составляло 30 мин. Для повышения эффективности ионно-лучевой очистки и увеличения глубины проникновения ионов аргона на обрабатываемые изделия подавался отрицательный электрический потенциал 800 – 1500 В. Осаждение покрытия проводилось при токе стабилизирующей катушки 1,7 А, токе управляющей катушки 2,0 А и токе дуги 90 А. Давление реакционного газа (азот) находилось в пределах $(0,87 - 5) \times 10^{-2}$ Па.

Условия формирования покрытий в зависимости от номера субстрата следующие: покрытие на образце №1 – слой AlTiSi (ток 55 А, напряжение смещения минус 100 В); №2 – слой AlTiSi (ток 55 А, напряжение смещения минус 100 В) + слой AlTiSiN (ток 55 А, напряжение смещения минус 50 В, $P_{N_2} \sim 1,1 \cdot 10^{-2}$ Па); №3 – слой AlTiSi (ток 55 А, напряжение смещения минус 100 В) + слой AlTiSiN (ток 55 А, напряжение смещения минус 50 В, $P_{N_2} \sim 1,8 \cdot 10^{-2}$ Па); №4 – слой AlTiSi (ток 55 А, напряжение смещения минус 100 В) + слой AlTiSiNC (ток 55 А, напряжение смещения минус 50 В, $P_{N_2} \sim 1,8 \cdot 10^{-2}$ Па, $P_{C_2H_2} \sim 0,8-1,0 \cdot 10^{-2}$ Па).

Особенности морфологии поверхностных слоев в нанокпозиционных покрытиях функционального назначения исследовали с привлечением современных методов: растровой электронной, атомно-силовой микроскопии по стандартным методикам.

3. Результаты исследований

На рисунках 1, 2 представлены данные оптических исследований покрытий AlTiSi(CN), сформированных на поверхности низкоуглеродистой стали 20.

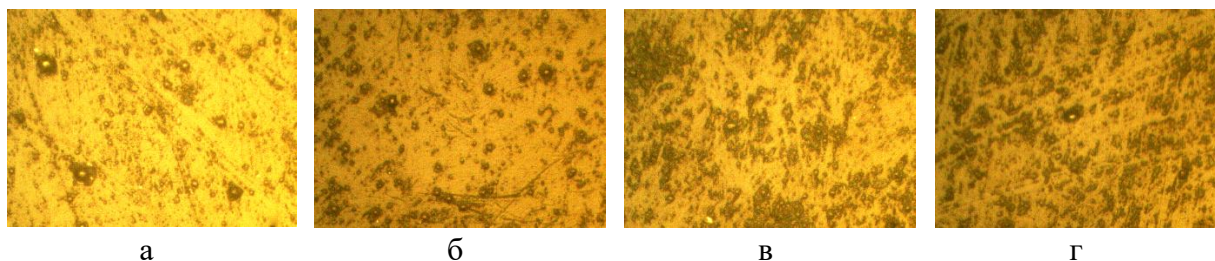


Рисунок 1. Морфология покрытий AlTiSi (NC), сформированных на стали 20, в зависимости от технологии получения: а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4. $\times 500$

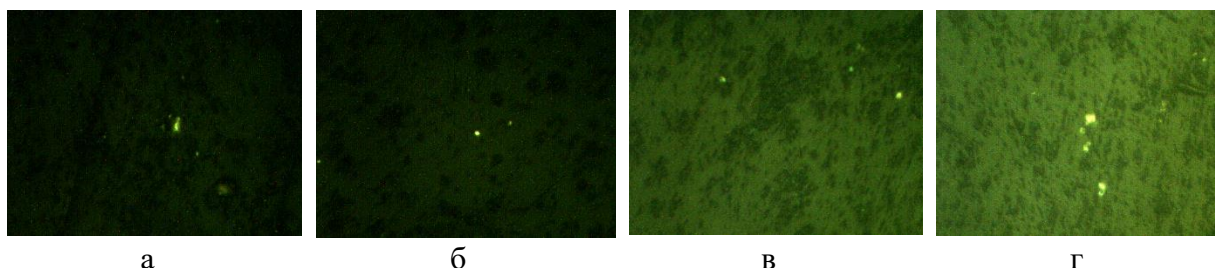


Рисунок 2. Морфология покрытий AlTiSi (NC), сформированных на стали 20, в зависимости от технологии получения: а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4 (снимки сделаны в поляризованном свете). $\times 500$

Согласно полученных данных, в покрытии возможно наличие трех фаз: основной матрицы, скорее всего, это соединения на основе (Ti, Al) (фаза №1), затем сложные нитриды или карбиды металлов (включения более темного цвета, фаза №2), частицы металлов (включения светлого цвета, фаза №3). Распределение включений в матрице неравномерное и зависит от условий формирования покрытий (рисунок 3).

Проведенный анализ концентрации данных фаз в структуре покрытия показал увеличение нитридных и карбидных оставляющих с увеличением концентрации углерода и азота в вакуумной камере при формировании данных защитных слоев. Анализ проводился с использованием программы Autoscan производства ЗАО «Спектроскопические системы» г. Минск.

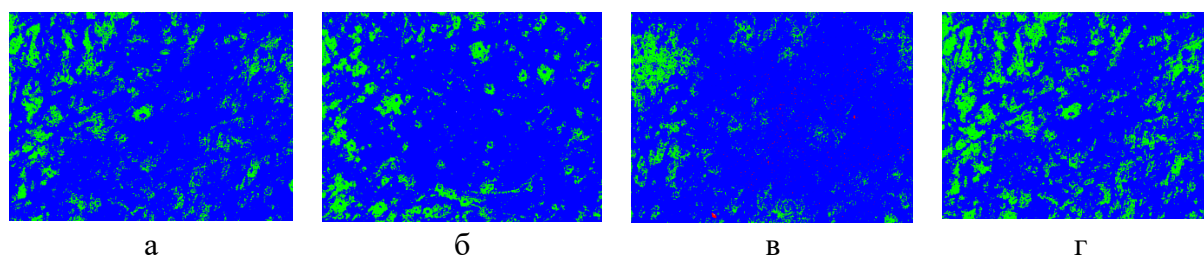


Рисунок 3. Фазовый анализ покрытий AlTiSi (NC), сформированных на стали 20, в зависимости от технологии получения: а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4; фаза.

1 –синий цвет; фаза 2 – зеленый цвет; фаза 3 –красный цвет. ×500

На рисунках 4, 5 представлено процентное распределение фаз в покрытиях AlTiSi (NC).

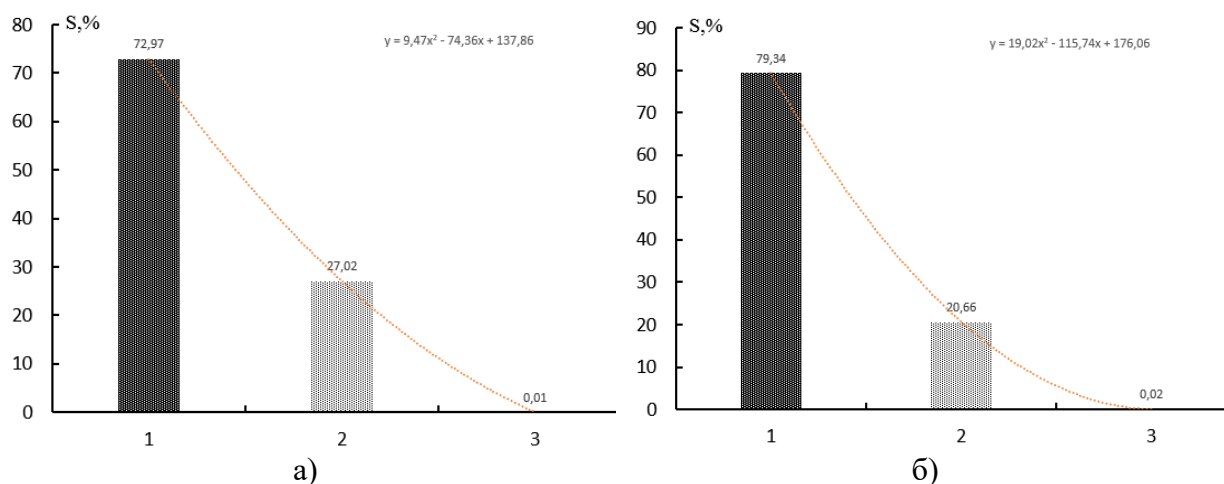


Рисунок 4. Концентрация фаз в вакуумном высокоэнтропийных покрытиях: а – покрытие №1, б-покрытие №2

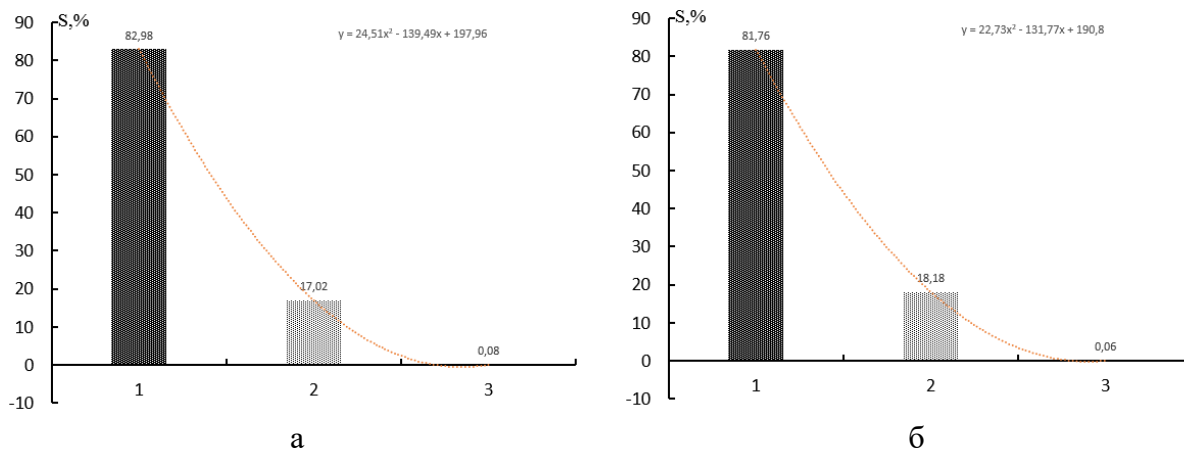


Рисунок 5. Концентрация фаз в вакуумном высокоэнтропийных покрытиях. а- покрытие №3, б-покрытие №4

С помощью программного пакета «AutoscanStudio» было построено обеспечения изображение рельефа изучаемых образцов (рисунок 6).

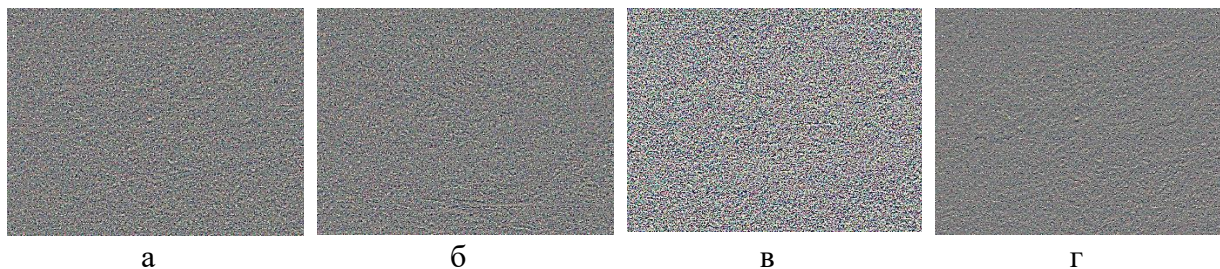
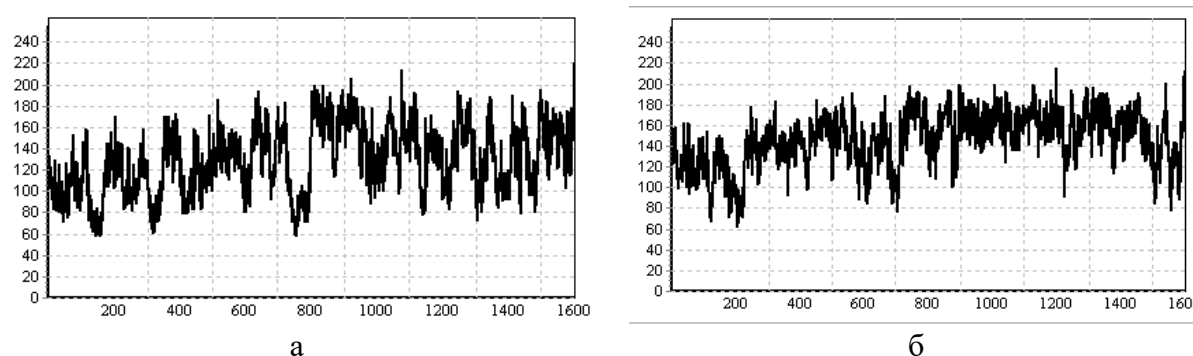


Рисунок 6. Рельеф плазмохимических вакуумных покрытий AlTiSi (NC): а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4. ×500

Согласно полученных данных, в поверхностных слоях покрытий наблюдаются глобулярные включения, находящиеся в области от 0,1 мкм до 3 мкм. Таким, образом исходя из современного определения наночастиц, методами оптической микроскопии показано наличие нанообъектов при формировании покрытий AlTiSi (С,Т).

Также была проанализирована шероховатость сформированных покрытий с помощью программного пакета «AutoscanStudio». Результаты исследований представлены на рисунке 7.



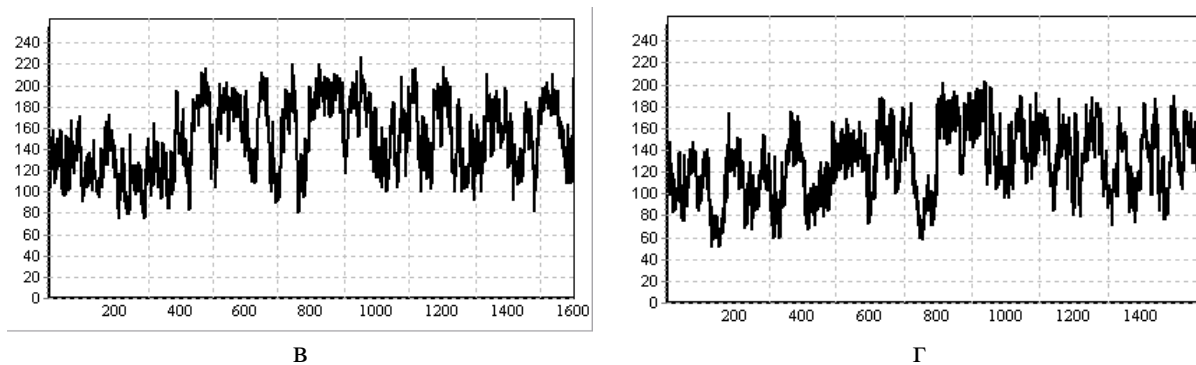


Рисунок 7. Шероховатость плазмохимических вакуумных покрытий AlTiSi (NC): а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4. $\times 500$

Исходя из данных оптической микроскопии, шероховатость сформированных покрытий различается в зависимости от режимов получения покрытий. Наблюдается наличие объектов, которые можно отнести к наночастицам, а также более крупные агломераты. Данные структурные объединения состоят в большинстве своем из групп наночастиц. Согласно данным представленных в работе [8] при формировании высокоэнтропийных покрытий на субстрате из углеродистой стали 45, в структуре покрытий образуется достаточно большое количество образований сферической формы, латеральные размеры которых находятся в нанодиапазоне. Размеры и форма получаемых образований зависит от технологических режимов формирования покрытий. Так, морфология покрытия AlTiSi характеризуется большим количеством крупных глобулярных образований с невысокой высотной характеристикой по оси Z [8]. Введение в вакуумную камеру азота приводит к дальнейшему укрупнению глобулярных структур с увеличением размеров по оси Z, с уменьшением концентрации в поверхностных слоях покрытия. Увеличение концентрации азота в вакуумной камере при формировании покрытия приводит (образец №3 с покрытием) к увеличению концентрации сферических образований с уменьшением латеральных размеров в плоскости XY. Условия формирования покрытий оказывают существенное влияние на морфологию, формируемых защитных слоев на субстратах из стали 45 [8]. Таким образом, независимо от состава стальных подложек и условий осаждения в высокоэнтропийных покрытиях формируются наночастицы и нанофазы. Однако количество нанообъектов и их размеры зависят от условий формирования покрытий и химического состава субстрата.

4. Заключение

Согласно данным оптической и растровой электронной микроскопии, в структуре покрытий образуется достаточно большое количество глобулярных образований, размеры и концентрация которых зависит от технологии формирования и химического состава покрытий. В результате осаждения материала покрытий в вакууме с использованием ионно-плазменного потока в структуре покрытий формируются нанофазные объекты, которые должны приводить к существенным изменениям прочностных и адгезионных характеристик осаждаемых слоев.

В покрытиях AlTiSi (C, N) наблюдается большое количество включений, находящихся по размерам в микронной области. Данные образования являются агломератами более низкоразмерных частиц. Возможно, данные частицы являются

фазами трехкомпонентных и более соединений, наподобие МАХ-фаз. Проведенный анализ по определению количества данных частиц в исследуемых образцах показал зависимость количества данных частиц от условий формирования покрытий. Исходя из представленных данных, в структуре покрытий образуется достаточно большое количество образований сферической формы, латеральные размеры которых находятся в нанодиапазоне.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Wang X., Kwon P. Y., Schrock D. Friction coefficient and sliding wear of AlTiN coating under various lubrication conditions // *Wear*. – 2013. – Vol. 304. – P. 67–76.
2. Chen L. [et al.] Effect of bilayer period on structure, mechanical and thermal properties of TiAlN/AlTiN multilayer coatings // *Thin Solid Films*. – 2015. – Vol. 592. – P. 207–214.
3. Овчинников Е. В. [и др.] Триботехнические характеристики покрытий на основе карбонитрида циркония, подвергнутых криогенной обработке // *Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения*. – 2018. – Т. 18. № 2. – С. 358–362.
4. Овчинников Е. В. [и др.] Физико-механические характеристики вакуумных покрытий, обработанных при криогенной температуре // *Вестник Гродненского государственного университета имени Янки Купалы. Серия 6. Техника*. – 2018. – Т. 8. № 2. – С. 6–16.
5. Hsu Cheng-Hsun [et al.] Effect of (Ti, Al) N Nanostructured Arc-Coatings on Wear and Corrosion Properties of 4340 Alloy Steel. // *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. – 2018. – Vol. 18. – P. 2823-2829.
6. Овчинников Е. В., Чекан Н. М., Акула И. П. /Триботехнические характеристики плазмохимических покрытий AlTiN / *Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии*. - 2014. -№ 1 (303). - С. 55-63.
7. Fei G. [et al.] Improved adhesion and cutting performance of AlTiSiN coatings by tuning substrate bias voltage combined with Ar ion cleaning pre-treatment // *Ceram. Int.* – 2018. – Vol. 44. – P. 18894–18902.
8. Овчинников Е. В. [и др.] Морфологические особенности высокоэнтропийных вакуумных покрытий // *Прогрессивные технологии и системы машиностроения*. – 2023. – № 2 (81). – С. 35-44.

Поступила в редколлегию 31.01.2024 г.