

УДК 621.793; 620.179.11

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ПОКРЫТИЯ CrN/AlN

Букарев И. М., Жданов А. В.

ФГБОУ ВПО Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых, г. Владимир (600000, г. Владимир, ул. Горького, 87) tms@vlsu.ru.

В работе проведены практические исследования механических свойств многослойных покрытий. Показано влияние параметров технологического процесса на физико-механические свойства многослойного покрытия CrN/AlN , полученного с помощью технологии магнетронного осаждения. Проведено измерение микротвердости, коэффициента трения, определены модуль упругости, коэффициенты упругого восстановления и сопротивление пластической деформации, нанесённых покрытий. Для определения износостойкости, покрытий, проведены испытания на интенсивность износа при абразивном изнашивании. Получены экспериментальные значения интенсивности износа многослойных покрытий, что позволит прогнозировать срок службы покрытий при практическом использовании. На основе проведенных исследований выбраны покрытия с наибольшей скоростью осаждения и высокими механическими свойствами, для проведения дальнейших научных практических исследований, а также для упрочнения металлообрабатывающего инструмента. Приведены рекомендации для практического применения полученных покрытий.

Ключевые слова: многослойные покрытия, технология нанесения, физико-механические свойства.

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF PROCESS PARAMETERS TO WEAR MAGNETRON DEPOSITION COATINGS CrN/AlN

Bukarev I. M., Zhdanov A. V.

Vladimir State University named after Alexander and Nicolay Stoletovs (600000, Vladimir, Gorky Str., 87) tms@vlsu.ru.

We conducted case studies of the mechanical properties of multilayer coatings. The influence of process parameters on the physico-mechanical properties of multilayer coatings CrN/AlN , obtained by the magnetron sputtering technology. A measurement of microhardness, friction coefficient, defined by the elastic modulus, elastic recovery factors and resistance to plastic deformation, the applied coatings. To determine the wear resistance of coatings were tested on the wear rate of abrasive wear. The experimental values of the wear rate of multilayer coatings, which will predict the service life of coatings in practical use. Based on the studies selected cover with the highest deposition rate and high mechanical properties, for further theoretical and practical studies, as well as for hardening metal-working tools. The recommendations for the practical application of the coatings.

Keywords: multilayer coating, coating technology, physical and mechanical properties.

Введение. Многослойные покрытия показали свою эффективность для увеличения стойкости режущего инструмента [3,4]. Многослойная структура таких покрытий играет важную роль при формировании их свойств. Поэтому, важным аспектом применения таких покрытий является сохранение структуры при высоких температурах и сопутствующем высокотемпературном окислении покрытия, т.к. это может привести к снижению механических свойств и разрушению покрытия. По данным исследований [5-10], покрытие CrN/AlN обладает высокой термостойкостью и сохраняет многослойную структуру при высоких температурах. Однако, несмотря на проводимые исследования, не решенными остаются многие вопросы, такие, как: влияние технологии нанесения

на состав и свойства наносимого покрытия, а также на режущие свойства металлообрабатывающих инструментов.

Цель исследования. Определение влияния технологических параметров процесса магнетронного распыления на износостойкость многослойного покрытия CrN/AlN .

Методика проведения исследований. Для нанесения покрытий использовали магнетронную установку, с вакуумной камерой *Unicoat 600 SL*, производства НПФ «Элан-Практик» (г. Дзержинск). В установке использовались два планарных, прямоугольных магнетрона на постоянных магнитах, с мишенями из хрома и алюминия. Для получения многослойной структуры магнетроны располагались в центре рабочей камеры «спина к спине», таким образом, что потоки ионов с мишеней были направлены в противоположные друг к другу стороны. Вокруг магнетронов, на специальной оснастке вращались подложки, на которые осуществлялось осаждение покрытия. Таким образом, периодическое вращение подложек вокруг разных магнетронов, оснащенных мишенями из разных материалов (Cr и Al), позволило получить многослойную структуру покрытия.

Для определения влияния технологических режимов нанесения на физико-механические свойства многослойного покрытия CrN/AlN был проведен сравнительный эксперимент по нанесению покрытия с изменением технологических параметров процесса магнетронного осаждения.

Из анализа литературных источников и предварительных экспериментов для исследования выбраны следующие факторы (влияющие на изменение свойств покрытия): концентрация реакционного (реактивного) газа (N_2) в рабочей камере(%); сила тока на магнетроне 1 (мишень Cr) – А; сила тока на магнетроне 2 (мишень Al) – А. Остальные факторы зафиксированы: время процесса 2 ч; напряжение смещения 70 В; рабочее давление в камере 0,2 Па. Технологические режимы магнетронного напыления в процессе работы подвергались изменению. Режимы, при которых происходило нанесение покрытий, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы процесса магнетронного распыления, подвергавшиеся изменению

Наименование и обозначение технологических параметров	Диапазон изменения	
	минимум	максимум
Ток на магнетроне 1 (мишень – Cr), А	10	18
Ток на магнетроне 2 (мишень – Al), А	10	18
Концентрация реактивного газа (N_2), %	10	20

Выбор диапазона изменения технологических параметров обоснован физической моделью магнетронного распыления. При высоких концентрациях газа происходит значительное осаждение соединений металла и реактивного газа на саму мишень, в результате этого происходит её засорение и снижение эффективности работы. При низких концентрациях газа поток металлических ионов не успевает соединиться с газом, в результате многие ионы осаждаются на подложку в виде чистого металла, а не керамического соединения. Сила тока влияет на эффективное распыление ионов металла с мишени. При низких значениях тока ионы будут обладать меньшей энергией, в результате чего свободная длина пробега сократится, и на подложку попадут не все ионы, а те, что осядут, будут иметь низкую энергию, что сильно снизит адгезию покрытия. При высоких значениях силы тока между магнетроном и подложкой может возникнуть дуговой разряд, что также не желательно и может привести к неравномерному осаждению покрытия, пористой структуре, а также к повреждению поверхности подложек [10].

Исследование физико-механических свойств нанесенных покрытий включало в себя: измерение толщины покрытия (h), микротвердости (H), твердости по Викерсу (HV), модуля упругости (E), коэффициента трения (μ). Методики этих измерений более подробно изложены в работе [1]. Измерение интенсивности износа (I_w) полученных покрытий в условиях абразивного изнашивания, с размером абразивных частиц 0,2 – 1 мкм. Процесс был реализован на установке «калотетст» (модель *CAT-S-AE*), производства *CSM Instruments* (Швейцария). Интенсивность износа (I_w) рассчитывалась в соответствии с методикой [1].

Обсуждение результатов. В табл. 2 приведены физико-механические свойства восьми составов покрытия *CrN/AlN*, полученных в результате нанесения покрытия с изменением технологических режимов процесса магнетронного осаждения.

Таблица 2

Свойства многослойного покрытия *CrN/AlN*, полученные в результате изменения технологических параметров магнетронного распыления

№ п/п	H (ГПа)	HV	E (ГПа)	H/E	H^3/E^2	μ	h (мкм)
1	41	3915	457	0,09	0,34	0,72	5,3
2	24	2270	334	0,07	0,12	0,75	3,6
3	27	2588	344	0,08	0,17	0,74	4,8
4	34	3202	400	0,08	0,24	0,75	2,8
5	42	3921	433	0,10	0,38	0,75	4,5
6	35	3319	418	0,08	0,25	0,55	2,5
7	37	3520	435	0,08	0,27	0,70	4,8
8	40	3725	444	0,09	0,32	0,72	3,9

Режимы нанесения покрытия значительно повлияли на свойства полученных покрытий. Толщина покрытий, при постоянном времени процесса нанесения, отличается более чем в 2 раза между минимальной (2,5 мкм) и максимальной (5,3 мкм) толщиной (составы покрытий 1 и 6, соответственно). Максимальная твердость покрытий проявилась у составов 1 и 5 (41 и 42 ГПа, соответственно). Минимальная твердость наблюдалась у покрытий 2 и 3 (24 и 27 ГПа), что более чем в 1,5 раз меньше, чем у составов 1 и 5. Модуль упругости покрытий также изменялся под воздействием режимов нанесения покрытия, причем характер изменений соответствует характеру изменения твердости составов покрытий. Изменение твердости и модуля упругости, в зависимости от составов, представлены на рис.1а в виде кривой. Как видно из рис.1а, максимальные и минимальные значения твердости и модуля упругости имеют качественные совпадения у всех составов покрытий. По характеру изменения, а также отношению твердости к модулю упругости в каждом составе покрытия можно судить о сопротивлении пластической деформации и упругом восстановлении [7].

В табл. 2 приведены соотношения, описывающие упругое восстановление (H/E) и сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) в покрытиях при индентировании. С точки зрения высокой износостойкости наибольший интерес представляет покрытие 5, т.к. соотношение H/E здесь равно 0,1. Согласно исследованиям *Musil* и др. [7], чем выше значение упругого восстановления (H/E), тем выше устойчивость к абразивному износу. Для покрытия 5 сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) равно 0,38, что более чем в три раза выше показателя для покрытия 2, которое обладает самым низким значением 0,12. Из рис. 1а видно, что для покрытия 5 характерна высокая твердость при достаточно низком модуле упругости (в отличие от других составов), что делает это покрытие более вязким.

а)

б)

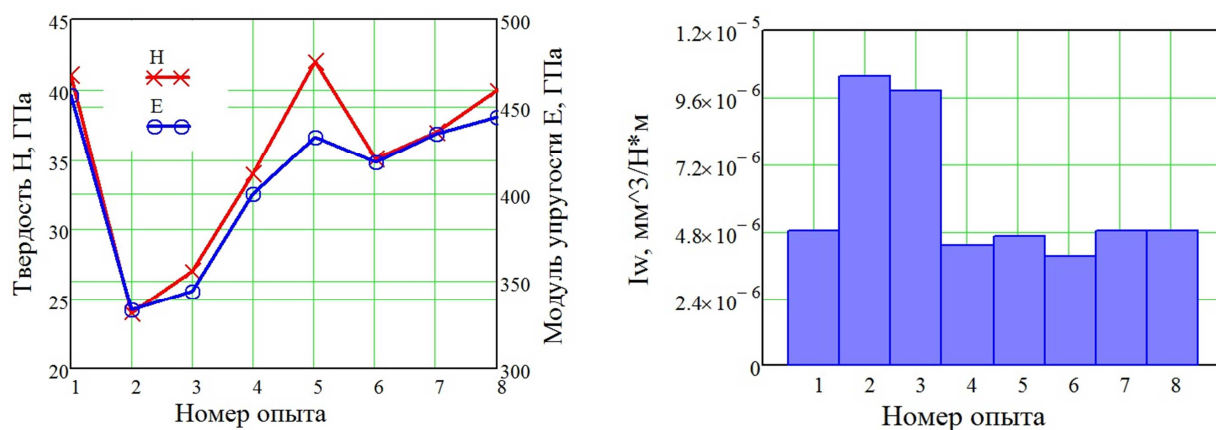


Рис. 1. Исследование физико-механических свойств покрытия CrN/AlN : а) зависимость твердости и модуля упругости от изменения технологических параметров нанесения покрытия; б) интенсивность изнашивания покрытия CrN/AlN , при абразивном изнашивании

На рис.1б представлены результаты расчета энергетической интенсивности изнашивания для случая абразивного износа. Из диаграммы следует, что наиболее изнашиваемыми являются составы 2 и 3, так интенсивность изнашивания для этих покрытий более чем в 2 раза превышает показатели других составов, что свидетельствует о низкой износостойкости составов 2 и 3. В отношении других составов покрытия интенсивность износа отличается незначительно.

Концентрация реактивного газа оказала существенное влияние на свойства покрытий. При концентрации реактивного газа 20 % наблюдается увеличение твердости и низкая интенсивность износа (см. табл.1,2; рис.1).

Кроме концентрации реактивного газа, на свойства покрытия важное влияние оказала сила тока на первом магнетроне (мишень Cr) и на втором магнетроне (мишень Al). При максимальной величине тока (18А) наблюдается возрастание твердости и модуля упругости покрытия (см. табл. 2; рис.1а), что ведет к снижению интенсивности износа, что наглядно представлено на рис.1б. Снижение силы тока на одном из магнетронов ведет к снижению механических характеристик покрытия. Это объясняется способностью материалов к магнетронному распылению (интенсивность распыления или распыляемость). Для случая распыления в аргоне (плазмообразующий газ), алюминий стоит в конце ряда и обладает меньшей интенсивностью распыления, чем хром [8]. Вследствие этого наблюдается интенсивный рост покрытия при максимальной силе тока на двух магнетронах (покрытия 1 и 5, соответственно) [7].

Выбор технологических режимов для практического применения многослойного покрытия CrN/AlN должен быть обоснован не только высокими механическими свойствами и абразивной стойкостью покрытия, но и высокой скоростью роста покрытия. Процесс магнетронного осаждения

требует высоких затрат энергии для распыления ионов металла с мишеней, а экономия энергоресурсов для промышленного применения, в условиях рыночной экономики, играет немаловажную роль. Поэтому из всех составов покрытий наиболее перспективными представляются составы покрытий 1 и 5, т.к. кроме низкой интенсивности изнашивания и высокого сопротивления пластической деформации, оба покрытия обладают высокой скоростью роста, которая в 1,5 – 2 раза выше, чем у других составов покрытий.

Выводы

1. Проведение сравнительного эксперимента показало значительное влияние технологических параметров на изменение физико-механических свойств покрытий. Так, значения твердости в некоторых составах отличаются в 1,5 раза, а сопротивление пластической деформации и толщины покрытий в 2 – 3 раза.

2. Из всех рассмотренных составов покрытий для практического применения на металлорежущем инструменте, штамповой оснастке, а также парах трения наиболее целесообразно использовать составы покрытий 1 и 5. Это объясняется их высокими механическими свойствами и высокой скоростью роста покрытия.

Список литературы

1. Богданович П. Н., Прушак В. Я. Трение и износ в машинах: учеб. для вузов. Мн.: Высш. шк., 1999. С. 374.
2. Букарев И. М., Жданов А. В. Экспериментальные исследования физико-механических свойств многослойных наноструктурных покрытий // Научно-технический вестник Поволжья. 2011. №6. С. 116-118.
3. Симагина Е. В., Агабеков Ю. В. Повышение работоспособности режущего инструмента с наноструктурными покрытиями // Труды НГТУ им. Р. Е. Алексеева. 2010. №2 (81). С. 98 – 103.
4. Сутягин В. В., Сайкин С. А. Повышение ресурса концевой инструмента за счет применения нанокompозитных PVD-покрытий при обработке титан сплавов в авиастроении// Упрочняющие технологии и покрытия. 2008. №5. С. 41-44.
5. Jong-Keuk Park *Surface & Coatings Technology*, no. 200 (2005): 1519 – 1523.
6. Lin J., Moore J. J., Mishra B., Pinkas M., Sproul W. D. *Surface & Coatings Technology* no. 204 (2009): 936 – 940.
7. Musil J., Kunc F., Zeman H., Polakova H. *Surface & Coatings Technology*, no. 154 (2002): 304–313.
8. Peter M. Martin *Handbook of deposition technologies for films and coatings*. Kennewick, Washington: Elsevier Inc. 2010. 912 p.

9. Shih-Kang Tien, Jenq-Gong Duh *Thin Solid Films*, no. 494 (2006): 173 – 178.

10. Shih-Kang Tien, Jenq-Gong Duh, Jyh-Wei Lee *Surface & Coatings Technology*, no. 201 (2007): 5138 – 5142.

Рецензенты:

Кульчицкий Алексей Рэмович, д.т.н., профессор, заместитель главного конструктора по испытаниям ООО «ВМТЗ», г. Владимир.

Гоц Александр Николаевич, д.т.н., профессор кафедры тепловых двигателей и энергетических установок ФГБОУ ВПО «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых», г. Владимир.