

Видно, что в покрытии до облучения кроме циркония и азота в значительном количестве присутствуют углерод и кислород (С ~15 ат%, О₂ ~10 ат%). После облучения на поверхности присутствует определенное количество титана, железа, никеля.

Количество этих примесей уменьшается с увеличением толщины стравливаемого слоя, и на глубине несколько большей 150 Å становится очень малым, а концентрация остальных элементов принимает такое же значение, как и в образце до облучения. Аналогичные результаты для покрытия, полученного при давлении азота $6,6 \cdot 10^{-2}$ Па, представлены в табл. 4, после стравливания 100 Å слоя.

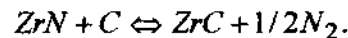
Для покрытий, полученных при давлении азота менее $1 \dots 2 \cdot 10^{-2}$ Па, концентрация элементов практически не изменяется при воздействии облучения.

Таблица 4

Элемент	Концентрация, ат%				
	Zr	N	C	O	Ti, Fe
до облуч.	38	38	14	10	нет
после облуч.	37,7	36,2	15	10,8	есть

Полученные результаты, возможно, обусловлены частичным взаимодействием свободного углерода, находящегося на поверх-

ности покрытия с нитридом циркония по реакции



Эта реакция согласно термодинамическим расчетам имеет место при температуре выше 1270 К, но в условиях облучения она может быть радиационно-стимулированной и проходить при значительно более низких температурах с заметной скоростью. В результате реакции возможно образование твердого раствора ZrC-ZrN. Еще одной возможностью является взаимодействие ионов титана и железа с углеродом с образованием соответствующих карбидов и твердых растворов, при этом покрытия, полученные при давлениях менее $1 \dots 2 \cdot 10^{-2}$ Па, представляющие собой твердые растворы С, N, О в Zr, при облучении эродируют, в то время как другие увеличивают вес.

Библиографический список

1. Perujo A., Forcey K.S. Tritium permeation barriers for fusion technology. *Fusion Engineering and Design* 28 (1995) 252-257.
2. Аксенов И.И. и др. Влияние электронов плазмы вакуумной дуги на кинетику реакций синтеза нитридосодержащих покрытий //ЖТФ.- 1981.- Вып.2.- С.303-309.
3. Nazarov N.I. et al. Use of plasma to clean the surfaces in the Uragan-3 toratron. *Sov.J. Plasma Phys.*, 1987, v.13, N 12, p.871-871-873.

УДК 669.867.00

ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ АЗОТА НА МИКРОТВЕРДОСТЬ ПОКРЫТИЯ НИТРИДА ТИТАНА, ПОЛУЧАЕМОГО ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ МЕТОДОМ ПРИ НАЛИЧИИ МАГНИТНОГО ПОЛЯ

В.М. Никитин, А.Я. Колпаков, О.А. Дручинина
г. Белгород, Белгородский государственный университет

Решение актуальных проблем разработки и внедрения энерго-ресурсосберегающих и экологически чистых технологий теснейшим образом связано с технологиями нанесения покрытий в вакууме. Данное направление интенсивно развивается в России и за рубежом.

Одним из широко распространенных методов модификации поверхности является вакуумно-дуговой метод нанесения по-

крытий нитрида титана [1]. Этому способствовала относительно простая технология нанесения покрытий, невысокая стоимость компонентов и, главное, высокие служебные характеристики наносимых покрытий [1÷4].

Покрытия на основе нитридов титана, получаемые данным методом, обладают высокой износостойкостью, химической пассивностью, поэтому обеспечивают надеж-

ную защиту от коррозии поверхности разнообразных деталей и инструментов. Окисление покрытий на воздухе начинается при температуре ~550°C [1,2]. Указанные преимущества позволяют использовать покрытия нитрида титана в качестве защитных, защитно-декоративных, а также собственно декоративных [10].

Одним из наиболее важных свойств покрытий нитрида титана является микротвердость, т.к. она определяет износостойкость (срок службы) деталей [5]. Основным технологическим параметром, определяющим микротвердость получаемых вакуумно-дуговым методом покрытий, является давление азота в вакуумной камере [8].

Известно, что применение магнитного поля позволяет интенсифицировать процесс синтеза покрытий нитрида титана [9].

В настоящей работе исследовано влияние давления азота на микротвердость покрытий при наличии магнитного поля.

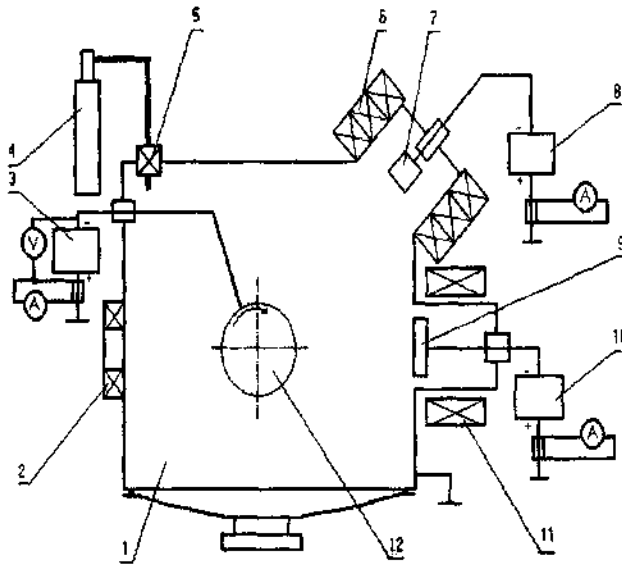


Рис. 1. Структурная схема установки УВНИПА-1-002.

Компоновка вакуумной камеры:

1 – вакуумная камера; 2 – соленоид для создания магнитного поля; 3 – источник высокого напряжения; 4 – баллон с азотом; 5 – нагнетатель газа регулируемый; 6, 11 – магнитная система дугового источника; 7 – катод титановый (Ø60 мм) вакуумно-дугового источника; 8, 10 – блок питания стационарного дугового источника плазмы; 9 – катод титановый (Ø120мм) вакуумно-дугового источника; 12 – устройство для закрепления деталей (карусель).

Нанесение покрытия нитрида титана осуществлялось в вакуумной камере установки УВНИПА-1-002, оснащенной двумя стационарными электродуговыми источниками плазмы для очистки поверхности и

для нанесения покрытия, а также специальным соленоидом для создания магнитного поля. Структурная схема установки представлена на рис.1.

Процесс включал два основных этапа: очистку поверхности подложки и конденсацию. Очистка предварительно механически полированных и обезжиренных образцов из стали X12 размерами 15×15×10 мм проводилась в вакууме $2,4 \cdot 10^{-3}$ Па путем распыления поверхностных слоев ускоренными ионами титана. Ускоряющий потенциал подложки (U_n), обеспечивающий эффективную очистку за время ~6 мин. при бомбардировке ионами титана, составлял 1000÷1200В. Ток дуги – 60÷66 А.

Процесс конденсации осуществлялся непосредственно после операции очистки поверхности при снижении ускоряющего потенциала до 100÷150В. Для получения конденсата, представляющего собой соединение титана с азотом, в камеру при помощи игольчатого нагнетателя вводился азот. Его давление поддерживалось на заданном уровне и контролировалось вакуумметром ВМБ-14. Ток дуги при этом составлял 150÷175А. Время конденсации 10 мин.

В экспериментах покрытие нитрида титана наносилось на образцы вначале без магнитного поля, а затем при его наличии при одних и тех же значениях давления азота.

Толщина покрытий определялась при помощи микроинтерферометра МИИ-4, согласно методике, описанной в [7]. Микротвердость конденсатов измерялась на микротвердомере ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 50 Гс.

Полученные по условиям эксперимента покрытия имели толщину 1,5 – 1,7 мкм, и при измерении микротвердости глубина индентирования превышала толщину пленки, поэтому эти экспериментальные значения соответствуют микротвердости композиции нитрид титана - сталь. Для определения истинных значений микротвердости покрытия использовались результаты работы [6] и полученная в ней зависимость:

$$H_{\mu} = H_k + \frac{(H_k - H_0)}{\left[2 \cdot \left(\frac{h}{t} \right) + 3 \cdot \left(\frac{h}{t} \right)^2 \right]}$$

где H_k – микротвердость композиции; H_0 – микротвердость подложки; t – толщина пленки; h – глубина индентирования.

В результате экспериментов были получены две зависимости, связывающие давление азота с микротвердостью покрытия нитрида титана (рис. 2). Кривая 1 (H_v) получена при нанесении покрытия в отсутствие магнитного поля, а кривая 2 (H_{vm}) – при его наличии. И в первом случае, и во втором имеется ярко выраженный максимум.

Ход кривых в целом аналогичен зависимости, представленной в работах сотрудников Харьковского научного центра [5,8].

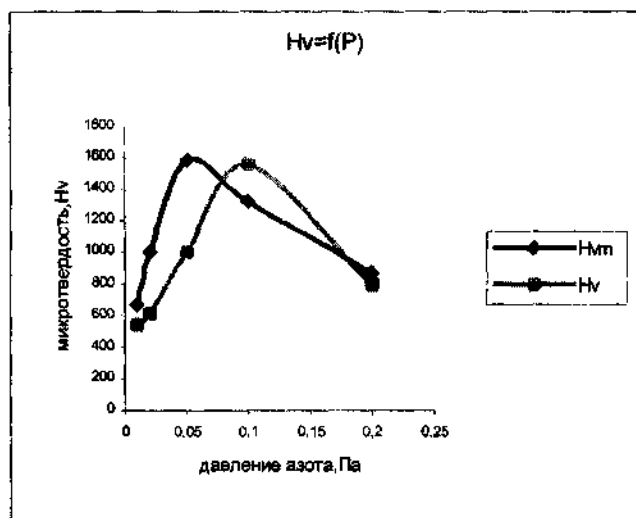


Рис. 2. Зависимость микротвердости покрытия нитрида титана от давления азота в отсутствие магнитного поля и при его наличии.

Повышение значений микротвердости покрытия с увеличением давления азота в вакуумной камере связано с образованием пересыщенного твердого раствора азота в кристаллической решетке материала, фазового упрочнения за счет выпадения фаз нитридов, образованием твердых растворов на основе решетки нитридов. Максимумом микротвердости обладают конденсаты до стехиометрического состава [5, 8].

Уменьшение значений микротвердости покрытия нитрида титана с дальнейшим повышением давления азота при конденсации может быть следствием образования более однородного по структурным характеристикам покрытия и уменьшения искажений кристаллической решетки образующихся нитридов [5].

В отсутствие магнитного поля взаимодействие компонентов плазмы вакуумной

дуги с газом несущественно, и содержание азота в покрытиях определяется количеством поступающего на подложку молекулярного азота. Количество связывающегося азота можно определить в первом приближении с помощью уравнения теплового баланса на поверхности конденсации с учетом того, что энергия образования соединения по порядку величины равна энергии диссоциации азота ΔH_N [3]:

$$C_N \approx \frac{j_i \cdot (\epsilon_0 - ZeU) - Q(T)}{Z \cdot e \cdot \Delta H_N},$$

где U – потенциал подложки,

$Q(T)$ – потери энергии излучением и теплопроводностью.

При наложении магнитного поля происходит замагничивание электронного компонента плазмы, в то время как на ионы поле не оказывает существенного влияния. Замагничивание электронов эквивалентно повышению эффективного давления газа на величину ΔP , связанную с магнитным полем H , массой m_e и температурой T_e электронов соотношением

$$\frac{\Delta P}{P} = \frac{C_1}{m_e \cdot T_e} \left(\frac{H}{P} \right)^2,$$

где P – давление азота в камере, C_1 – константа [9].

Эффект замагничивания объясняется тем, что электроны теряют возможность беспрепятственно проходить пространство от катода к аноду. Траектория движения их сильно изменяется, в связи с чем повышается вероятность взаимодействия с газом. Это приводит к активации азота, в результате чего интенсифицируются реакции синтеза нитрида титана. Об этом свидетельствует увеличение яркости свечения в вакуумной камере.

Экспериментально установлено наличие в реакционном объеме ионизированных молекул газа N_2^+ [9]. В нашем случае это подтверждается повышением значений ионного тока при включении соленоида, создающего магнитное поле.

Таким образом, наличие магнитного поля ведет к увеличению вероятности элек-

трон-молекулярного взаимодействия и сопровождается увеличением степени возбуждения, диссоциации и ионизации азота, что приводит к уменьшению энергии активации, необходимой для синтеза нитрида титана и росту содержания азота в покрытиях [9].

Таким образом, из всего вышеизложенного можно сделать следующие выводы.

1. В результате эксперимента получены зависимости, описывающие влияние давления азота на микротвердость покрытия нитрида титана в условиях магнитного поля и без него.

2. Показано, что при конденсации потока плазмы вакуумной дуги в присутствии реактивного газа наличие магнитного поля, обеспечивающее замагничивание электронов, приводит к интенсификации процессов синтеза нитрида титана. Причиной этого является активация азота электронами.

3. Установлено, что наличие магнитного поля позволяет понизить величину давления азота в вакуумной камере, что дает возможность экономить азот, уменьшать нагрузку на систему откачки, а также получать более твердые покрытия.

Библиографический список

1. Андреев А.А. Вакуумно-дуговые износостойкие покрытия // Труды научно-практического

симпозиума, ОТТОМ. – Харьков, 2000. – С.179.

2. Самсонов Г.В., Эпик А.П. Тугоплавкие покрытия. – М., 1973.

3. Аксенов И.И., Брень В.Г. и др. Об условиях протекания химических реакций при конденсации потоков металлической плазмы // ЖТФ. – Т.48. – Вып. 6. – 1978. – С.1165-1169.

4. Барвинок В.А., Богданович В.И. и др. Закономерности формирования покрытий в вакууме // ФИХОМ. – 1986. – №5. – С. 92-97.

5. Андреев А.А., Гавриленко И.В. и др. Исследование некоторых свойств конденсатов Ti-N₂, Zr-N₂, полученных осаждением плазменных потоков в вакууме (способ КИБ) // ФИХОМ. – 1980. – №3. – С.64-67.

6. Романов И.Г., Царева И.Н., Кривина Л.А. Структура, механические и фрикционные свойства пленок нитрида титана, подвергнутых облучению непрерывными потоками ионов // Письма в ЖТФ. – 1998. – Т. 24. – №3. – С.64-68.

7. Каширский И.М., Булышев Ю.С., Синицкий В.В. Оптический способ измерения толщины прозрачных и полупрозрачных пленок // ПТЭ. – 1982. – №2. – С.195.

8. Аксенов И.И., Антуфьев Ю.П., Брень В.Г. и др. Влияние давления газа в реакционном объеме на процесс синтеза нитридов при конденсации плазмы металлов // Химия высоких энергий. – 1986. – Т.20. – №1. – С.82-86.

9. Аксенов И.И., Антуфьев Ю.П., Брень В.Г., Падалка В.Г., Попов А.И. и др. Влияние замагниченности электронов плазмы вакуумной дуги на кинетику реакций синтеза нитридосодержащих покрытий // ЖТФ. – 1981. – Т.51. – №2. – С.303-309.

10. Вершина А.К., Пителько А.А. Фотометрические характеристики титановых ионно-плазменных покрытий // ФИХОМ. – № 5. – 1991. – С. 67-70.

УДК 620.1

ВЛИЯНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ПРОЧНОСТЬ СТАЛИ 12Х18Н10Т

И.М. Неклюдов; И.В. Неласов

г. Белгород, Белгородский государственный университет

Введение. Современное машиностроение требует новых материалов, способных работать в различных агрессивных средах, в условиях высоких температур и давлений, повышенных вибраций. Нужный комплекс свойств можно получить, нанося на материал специальные покрытия, так как многие рабочие параметры изделия определяются состоянием поверхностного слоя материала, из которого оно изготовлено. Прогрессив-

ным технологическим процессом является ионно-плазменное напыление в вакууме [1].

В данной работе исследовалось влияние алмазоподобных покрытий и покрытий из TiN на пределы пропорциональности и прочности, микротвердость образцов из стали 12Х18Н10Т.

Методика эксперимента. Покрытие из TiN наносилось на предварительно очищенную ускоренными ионами титана подложку