

УДК 621.793.7

**А.В. САГАЛОВИЧ¹, А.В. КОНОНЫХИН¹, В.В. ПОПОВ¹, С.Ф. ДУДНИК²,
В.В. САГАЛОВИЧ¹**¹ *ОАО «ФЭД», Харьков, Украина,*² *ННЦ «ХФТИ», Харьков, Украина*

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОКРЫТИЙ ТИПА AVINIT

Проведены металлографические исследования усовершенствованных конструкций многослойных покрытий типа Avinit C на нитридной основе - покрытия на основе системы Ti-Al-N и покрытия на основе системы Mo-N. Использование в разрабатываемых технологиях эффективных методов очистки поверхности и трехуровневой системы дугогашения для предупреждения повреждения поверхности микродугами позволяют осаждать покрытия на прецизионные поверхности высокого класса чистоты до 12-13 класса без снижения класса чистоты поверхности. Экспериментальные результаты подтверждают возможность низкотемпературного нанесения высокотвердых покрытий Avinit C на основе нитридов металлов в режимах, обеспечивающих хорошую адгезию к материалу подложки (сталь Х12МФ) без снижения прочностных характеристик стали (< 200°C) и в отсутствие коробления покрываемых поверхностей. Полученные результаты позволяют разрабатывать программные продукты для получения многокомпонентных многослойных покрытий заданного состава на оборудовании Avinit и отработки стабильных технологий нанесения функциональных покрытий для использования в деталях прецизионных пар трения реальных деталей серийных авиационных агрегатов.

Ключевые слова: вакуум-плазменные многокомпонентные многослойные, нанослойные покрытия; трибология.

Введение

Современные исследования в области создания новых материалов с рекордными характеристиками по износостойкости, шероховатости, возможности работать в экстремальных условиях связаны с направлением нанотехнологий, позволяющих формировать многокомпонентные композиции со структурными элементами, имеющими размеры от нескольких сотен до единиц нанометров. Такие материалы по сравнению с материалами такого же состава с обычной структурой могут иметь в несколько раз более высокие соответствующие характеристики по трибологическим и другим свойствам. Это относится и к покрытиям – одному из эффективных методов расширения возможностей применения тих или иных материалов [1 – 7].

Проведенные нами исследования [8, 9] по нанесению функциональных покрытий на основе титана, молибдена и их соединений с азотом методами вакуум-плазменного осаждения показали, что многокомпонентные многослойные покрытия демонстрируют более высокие показатели износостойкости и трибологические характеристики сравнительно с однослойными покрытиями на основе одного соединения. В работах [10, 11] описано созданное нами экспериментально-технологическое оборудование - установка Avinit для нанесения многослойных

функциональных покрытий, позволяющее реализовать комплексные методы нанесения функциональных покрытий (плазмохимические CVD, вакуум-плазменные PVD (вакуум-дуговые, магнетронные), процессы ионного насыщения, имплантации и ионной обработки поверхности), объединенные в одном технологическом цикле.

Значительное увеличение спектра источников, обеспечиваемое комплексностью используемых методов, позволяет получать покрытия практически из любых элементов и сплавов, тугоплавких оксидов, карбидов, нитридов, металлокерамических композиций на основе тугоплавких металлов и оксидов, что существенно расширяет возможности создания принципиально новых материалов и покрытий узлов и деталей различного назначения, работающих в экстремальных условиях по температуре, воздействию агрессивных сред, механических нагрузок.

При получении покрытий Avinit обеспечивается возможность перехода к нанодиапазону для реализации процессов контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий с заданными характеристиками, что достигается благодаря проведенной коренной перестройке управления работой всех систем технологического оборудования на базе технологии сквозной синхронизации работы систем ионно-стимули-

рованного осаждения и оборудования диагностики наноразмерных покрытий за счет введения в состав оборудования новых микропроцессорных систем питания, синхронизации и управления процессами синтеза и диагностики и разработки комплекса методов контроля технологических параметров в процессе нанесения покрытий для целенаправленного управления технологическим процессом.

Появляется возможность формировать многослойные структуры, содержащие большое число слоев различного химического состава (металлические, нитридные, карбидные, оксидные и др.) толщиной от единиц до сотен нанометров. Структура слоев обеспечивается программируемыми согласованными режимами работы источников плазмы (как PVD, так и CVD), рабочих газов и высокого потенциала, прикладываемого к подложке.

Правильный выбор индивидуальных материалов слоев, методов осаждения и оптимизация технологических параметров создают предпосылки синтеза материалов с комплексом уникальных свойств, в т. ч. с исключительно высокой твердостью, прочностью, химической стабильностью, низким коэффициентом трения и повышенной износостойкостью.

Проведенная реконструкция технологического оборудования и разработанные программные продукты позволили выйти на качественно новый уровень по дальнейшему модифицированию и совершенствованию конструкций функциональных покрытий типа Avinit, стабильности технологий и повышения контроля их качества при нанесении таких покрытий для разработанных пар трения для возможного использования в деталях прецизионных пар трения.

В данной работе представлены результаты металлографических исследований усовершенствованных покрытий типа Avinit на основе системы Ti-Al-N и на основе системы Mo-N.

Исследования процесса осаждения вакуум-дуговых покрытий проводились с целью определения оптимальных параметров процесса получения высококачественных покрытий на основе нитридов металлов в условиях конкретного технологического оборудования Avinit. Эти данные необходимы для разработки программных продуктов получения функциональных композиционных многослойных упрочняющих покрытий для повышения износостойкости рабочих поверхностей прецизионных пар трения деталей авиационных агрегатов.

Методика получения покрытий

Разработку процессов по нанесению новых функциональных многослойных композиционных

покрытий проводили на вакуумной установке Avinit [11], созданной для реализации комплексных методов нанесения покрытий (плазмохимические CVD, вакуум-плазменные PVD (вакуум-дуговые, магнетронные), процессы ионного насыщения и ионной обработки поверхности).

В рамках работы [11] выполнен ряд аппаратных и технологических разработок (применение усовершенствованных сепарирующих устройств, улучшенная диагностика плазменных и газовых потоков, совершенствование ИК измерений (в инфракрасном диапазоне) температурных полей покрываемых изделий, совершенствование механических и электронных систем защиты от микродуг и модернизация катодных узлов и системы управления), что позволило существенно расширить возможности технологического оборудования и обеспечить нанесение качественных покрытий на прецизионные поверхности.

Покрытия типа "Avinit" осаждаются на прецизионные поверхности высокого класса чистоты до 12-13 класса без снижения класса чистоты поверхности. Это достигается возможностью использования в разрабатываемых технологиях эффективных методов очистки поверхности – очистка в тлеющем разряде Ag, очистка в двухступенчатом вакуум-дуговом разряде и очистка металлическими ионами при напряжении выше нулевой точки роста, а также предупреждением повреждения поверхности микродугами, для чего в установке "Avinit" предусмотрена трехуровневая система дугогашения, обеспечивающая высокое качество очистки поверхности от оксидов и других загрязнений без возникновения электрических пробоев. Осаждение происходит при низких температурах, не превышающих температур отпуска материала основы, обеспечивая сохранение механических характеристик и отсутствие коробления покрываемых изделий.

Для реализации процессов контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий с контролируемым составом с применением вакуум-плазменных и плазмохимических процессов нами разработана технология сквозной синхронизации с использованием ЭВМ для управления технологическим процессом нанесения покрытий. Она позволяет управлять работой источников напыления, напуска реакционного газа и других систем установки по заданной программе и вести протоколирование параметров работы установки в течение всего технологического цикла.

Нанесение многокомпонентных многослойных покрытий "Avinit" осуществляли по технологическим схемам, которые описанным нами в статье «Технологічні схеми формування багаточастинкових покриттів «Avinit»», которая будет издана в журнале «Вісник двигунобудування».

Для получения многослойных покрытий "Avinit" из твердых соединений в системе Ti–Al–N была использована технологическая двухкатодная схема при одновременной работе двух источников напыления, которые размещены навстречу друг другу, в среде реакционного газа с вращением образца вокруг своей оси. Для нанесения многослойных покрытий, построенных на последовательности твердого и мягкого слоев (системы TiN–Ti, MoN–Mo), использована однокатодная схема с непрерывной работой источника напыления и импульсной (периодической) подачей реакционного газа, при этом она была реализована в двух вариантах, с вращением подложек вокруг своей оси, когда покрывалась вся поверхность образца, и без вращения, когда покрывалась только одна сторона образца.

Перед загрузкой в вакуумную камеру подложки очищались от загрязнений в моющем растворе с добавками ПАВ в ультразвуковой ванне, промывались в проточной воде, дистиллированной воде и высушивались теплым воздухом. После закрепления подложек в вакуумной камере их поверхность протирали дополнительно петролевым эфиром. Вакуумная камера откачивалась до давления $(1,3-2) \cdot 10^{-3}$ Па, включался вакуум-дуговой источник и начиналась ионно-плазменная очистка поверхности подложек с постепенным увеличением потенциала смещения от 50-100 В до 700-1000 В. Время цикла очистки колебалось от 3 до 5 мин, при этом температура подложек, определяемая с помощью ИК пирометра «Raytek», достигала 200-250°C. Такой режим очистки подложек обеспечивал получение качественных прочносцепленных покрытий без сколов и локальных отслоений.

Величина тока вакуум-дугового разряда с молибденовым катодом составляла 140-150 А, соответственно с титановым или алюминиевым катодом 100-110 А. При нанесении покрытий в среде азота его давление было в пределах $(1.3-3) \cdot 10^{-1}$ Па.

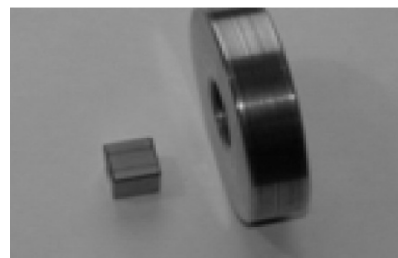
Покрытия нанесены на образцы из стали Х12Ф1 с твердостью 56...61HRC с прецизионными поверхностями, используемыми в производстве деталей агрегатов. Для этого рабочие плоскости образцов были обработаны по заводским технологиям ГП ХМЗ «ФЭД» до шероховатости 0,016-0,021 мкм (12-13 класс шероховатости).

На рис. 1, 2 приведены фото образцов с покрытиями различного состава, полученными по приведенным выше технологическим схемам.

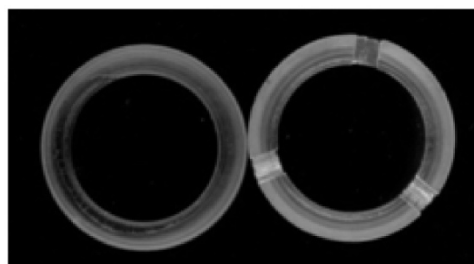
Методика проведения металлографических исследований

Металлографические исследования и определение параметров материалов (толщина покрытий,

равномерность, дефектность и структура самого материала) проводили на микроскопе ММР-4. Микротвердость покрытий определялась при помощи микротвердомера ПМТ-3 при нагрузке 50 г. Твердость материала измеряли на твердомере путем вдавливания алмазного наконечника по методу Роквелла (ГОСТ-23667-79). Шероховатость поверхности образцов до и после нанесения покрытий измерялась на профилометре - профилографе.

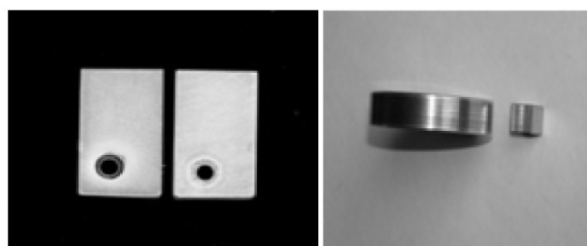


а



б

Рис. 1. Многослойные покрытия в системе Ti–Al–N



а

б

Рис. 2. Многослойные покрытия:
а – TiN – Ti; б – MoN – Mo

Измерения микротвердости и модуля Юнга в многослойных и нанослойных покрытиях типа Avinit толщиной 1...3 мкм проведены с помощью прибора для измерения нано-твердости фирмы CSM (Швейцария) (скорость нагружения 20,00 mN/min, max глубина 100,00 nm при нагрузке 0,6 г обработка результатов в модели Оливера – Фара).

Проведение исследований химической индивидуальности приповерхностной области функциональных покрытий выполнялось с помощью метода масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ), электронно-зондового рентгеновского микроанализа (ЭЗ-РМА), растровой электронной микроскопии (РЕМ). Исследования выполнены на кафедре КФТ ФТФ ХНУ Бобковым В.А.). Снятие профилей изменения

химической индивидуальности нанослоев функциональных покрытий проведено с помощью метода масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ) на вторично-эмиссионном масс-спектрометре МС 7201М. Максимальная глубина профилирования 5 мкм. Для распыления использовался пучок ионов Ag^+ с энергией 5–7 кэВ. Исследование функциональных участков поверхности образцов проводили с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ). Снятие пространственных распределений химических элементов проводили с помощью электронно-зондового рентгеновского микроанализа (ЭЗРМА).

Металлофизические измерения полученных покрытий на макетных деталях проведены в ОАО «Мотор-Сич» на растровом электронном микроскопе JSM T-300.

Результаты экспериментальных исследований

Изучено влияние основных параметров на изменение свойств получаемых покрытий на основе нитридов молибдена, титана, алюминия.

Важным параметром является температура формирования покрытия. Во многих случаях при нанесении покрытий необходимо сохранить механические свойства материала основы, что может быть достигнуто соответствующими режимами термообработки, при этом температуры отпуска не превышают 180–240°C. Это накладывает соответствующие ограничения и на температуру нанесения покрытий на такие материалы. Достижение достаточной адгезии покрытий при таких температурах даже для вакуум-дуговых методов, которые в этом отношении являются одними из лучших по сравнению с другими методами, не всегда легкая задача и требует тщательной подготовки и выбора режимов вакуум-плазменной обработки поверхностей, особенно, при работе с прецизионными поверхностями, и последующего нанесения покрытий. Этот момент выбран в качестве одного из исходных при отработке режимов нанесения покрытий.

Как показали проведенные исследования, при нанесении покрытий в различных технологических режимах степень равномерности распределения покрытия очень чувствительна к параметрам процесса нанесения покрытия. Выбирая оптимальным образом параметры процесса, можно формировать покрытия на острых кромках и на сферической поверхности. Вместе с тем, чувствительность равномерности нанесения покрытия к условиям проведения процесса обуславливает целесообразность оптимизации последнего на стадии отработки техпроцесса нанесения покрытий на макетные и натурные изделия.

Проведенные исследования положены в основу при выборе температурно-временных параметров получения упрочняющих покрытий для повышения износостойкости рабочих поверхностей прецизионных пар трения, что обеспечивает получение покрытий заданного состава.

Одним из показателей многослойных покрытий, во многом определяющим их свойства, является, безусловно, толщина отдельного слоя. При формировании покрытия необходимая толщина слоя задается временем работы соответствующего источника, что требует знания скорости роста. Скорость роста покрытия в общем случае зависит от мощности источника напыления, расстояния от источника до подложки, ориентации и положения ее по отношению к оси диаграммы направленности атомарного потока источника напыления, формы самой диаграммы направленности, потенциала смещения, подаваемого на подложку. Подложка может быть неподвижной, вращаться вокруг фиксированной оси или совершать планетарное движение.

При нанесении покрытий на поверхность подложки накладывали маску, которая частично ее прикрывала. Толщина маски составляла 0,1 мм и была плотно прижата к поверхности подложки. Благодаря этому на поверхности подложки формировалась ступенька, высота которой соответствовала толщине покрытия. Это позволило по профилограмме, снятой на границе перехода от поверхности подложки до поверхности покрытия, не только определить его толщину (и по ней скорость роста), но и избежать возможных расхождений при сравнении значений шероховатости покрытия за счет несовпадения мест их определения на плоскости подложки.

В табл. 1 приведены результаты экспериментов по определению скорости роста различных покрытий, полученных как на неподвижных подложках, так и на подложках, совершающих планетарное движение.

Полученные результаты совпадают с оценками, которые можно сделать из сравнения величины полного ионного тока, составляющего около $0,1I_d$, где I_d - величина тока дугового разряда, и величины ионного тока на выходе сепаратора, составляющего около $0,01I_d$, т.е. приблизительно в 10 раз меньше. Именно в таком соотношении находятся величины скорости роста покрытий, полученные без сепарирующих устройств.

Для определения радиального распределения скорости роста покрытий относительно оси источника напыления в перпендикулярной плоскости была использована возможность определения толщины оптически прозрачных покрытий по количеству интерференционных максимумов на участках с переменной толщиной [12].

Таблица 1
Скорость роста покрытий различного состава

№ п/п	Покрытие	Скорость роста, V, мкм/час	Примечания
1	Ti	0,25	Планетарное движение
2	Mo	0,2	-----x-----
3	TiN	0,16	-----x-----
4	MoN	0,14	-----x-----
5	TiAlN	0,7	
6	TiN	0,9	Фиксированное положение
7	MoN	0,7	-----x-----

В качестве оптически прозрачных покрытий были использованы покрытия на основе нитрида алюминия, которые формировались на подложках при нанесении покрытий из металлических мишеней в среде реакционного газа (азота). В качестве подложек использовали полосы из листовой стали шириной 20 и длиной 400 мм. Подложки размещали перпендикулярно оси вакуум-дугового источника с сепаратором на расстоянии 160 и 370 мм от торцевой части сепаратора диаметром на выходе 190 мм. Покрытия наносили при токе вакуумной дуги 120 А. На начальном этапе на подложку подавалось смещение 400 В, и ее поверхность очищалась в плазме тлеющего разряда при давлении Ar 5 Па в течение 30 мин. После этого останавливали подачу Ar в камеру, снимали потенциал смещения и напускали азот до давления $3 \cdot 10^{-1}$ Па с одновременным включением вакуум-дугового разряда. Процесс напыления покрытия длился 30-45 мин. Во время напыления подложка находилась под плавающим потенциалом. На рис. 3 приведены кривые распределения скорости роста покрытия в зависимости от расстояния до оси источника для различных условий напыления.

Из кривых распределения скорости видно, что имеется смещение их центра симметрии по отноше-

нию к геометрической оси источника. По отношению к центру вакуумной камеры отклонение плазменного потока наблюдается в сторону фланца пристыковки системы откачки установки. Подобная асимметрия радиального распределения скорости имела место и в исследованиях для несепарированного плазменного потока вакуум-дугового источника [13], т.е. в данных исследованиях асимметрия сепарированного потока не связана с сепаратором как конструктивным элементом установки, а присуща данной конструкции установки.

Увеличение тока фокусирующей катушки до величины 0,5 А, предварительно определенного как оптимальный для такого сепаратора, не только привело к повышению скорости роста покрытия в центре приблизительно на 20 %, а и несколько уменьшило неоднородность ее распределения. Таким образом, скорость роста покрытий при применении сепаратора в зависимости от материала покрытия и условий его формирования может колебаться в пределах от нескольких десятых до нескольких микрометров в час.

На основании данных о скорости роста покрытий были введены данные в программу управления установкой Avinit для нескольких вариантов нанослойных покрытий, а именно:

– покрытия Ti-TiN с периодом повторяемости 10 нм и толщиной отдельных нанослоев соответственно 2 нм и 8 нм;

– покрытия Mo-MoN с периодом повторяемости 20 нм и равной толщиной отдельных нанослоев;

– покрытия TiN-AlN с периодом повторяемости 12 нм и толщиной отдельных нанослоев 4 и 8 нм.

Процесс формирования покрытия начинается с момента уменьшения потенциала смещения до величины, при которой скорость конденсации покрытия превышает скорость его распыления ускоренными ионами. Процесс нанесения покрытия Ti-TiN длился 1,5 часа, покрытий Mo-MoN и TiN-AlN три часа.

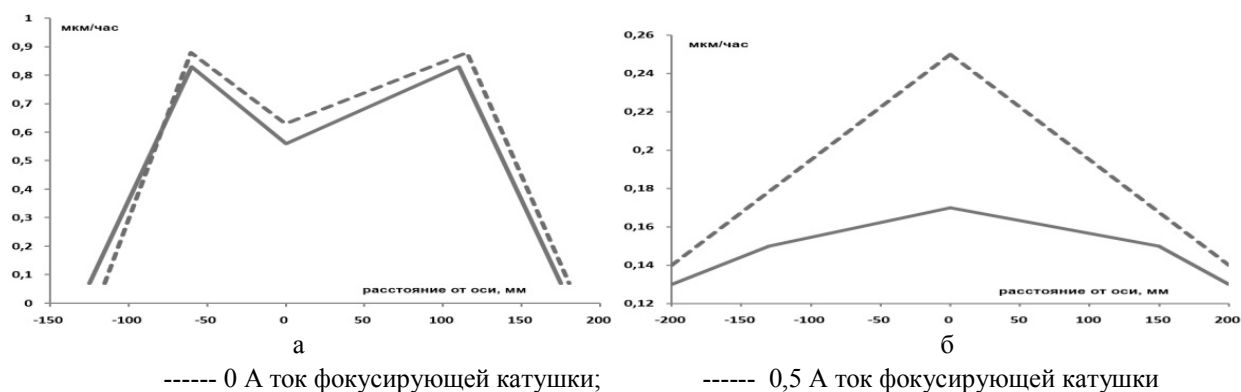


Рис. 3. Зависимость распределения скорости роста от расстояния до оси источника для подложек, расположенных на расстоянии: а – 160 мм и б – 370 мм от сепаратора, при различных значениях тока фокусирующей катушки

Система управления Avinit обеспечила устойчивое формирование нанослоев заданного состава и соотношений по толщине в течение всего процесса. При этом была реализована схема формирования как однокомпонентных нанослойных конструкций из двух источников, так и схема формирования нанослойных покрытий типа Me, Me-MeN, Me1N-Me2N с привлечением плазмохимических реакций образования нитридов металла (реактивное напыления).

При горении вакуум-дугового разряда наряду с атомарным высокоионизованным потоком частиц часть материала катода переносится к поверхности роста покрытия в виде капель. Наличие капельной составляющей в структуре покрытия является одной из характерных особенностей вакуум-дуговых покрытий. При формировании нанослойных покрытий и изучении зависимости их характеристик от состава и периодичности структуры наличие макрочастиц, генерируемых катодным пятном вакуумной дуги, будет существенно снижать характеристики получаемых покрытий, особенно, при нанесении покрытий на прецизионные поверхности. Размеры капель, плотность потока, угловое распределение зависят от режима работы вакуум-дугового источника напыления, материала катода. Это дает возможность в определенной мере влиять на величину этой составляющей в общем потоке вещества, конденсируемого на подложке в виде покрытия.

Нами использован и усовершенствован применительно к задаче нанесения нанослойных покрытий на прецизионные поверхности прямолинейный сепаратор островкового типа как одна из простых в реализации и в то же время достаточно эффективная конструкция [14]. Он имеет заслонку и систему колец-улавливателей из тугоплавкого материала, что обеспечивает надежную защиту анода от проплавления пятном дуги.

Эффективность работы вакуум-дугового источника с сепарацией плазменного потока зависит от конструкции устройства для сепарации, конфигурации

магнитного поля и его напряженности. Поэтому были проведены эксперименты по оптимизации параметров сепарирующего устройства, смонтированного на основе использования фокусирующей катушки стандартного вакуум-дугового источника напыления.

Положение и размер непрозрачного для капель элемента сепаратора выбирались из условия максимально возможного отсечения капель при сохранении достаточной величины общего ионного тока на выходе сепаратора, который принимался коллектором Ø 250 мм. Величина напряженности магнитного поля в плазмопроводе зависела от тока соленоида, который выбирался так, чтобы ионный ток на выходе сепаратора был максимальным. Исследования зависимости величины ионного тока от потенциала смещения, подаваемого на коллектор, показали, что кривая ионного тока достигает насыщения при напряжении около 60 В, и в последующих экспериментах была неизменна.

В оптимальном режиме путем выбора оптимальной величины тока фокусирующей катушки (около 0,5 А) в зависимости от размеров и положения сепарирующего островка было достигнуто максимальное значения общего ионного тока на выходе сепаратора, который составлял 1,2 А при токе дуги 120 А.

Как показали экспериментальные результаты, использование такого прямолинейного сепаратора обеспечивает формирование плазменных потоков, существенно очищенных от микрочастиц катодного материала, что позволяет осаждать покрытия на поверхности V 11-13 класса практически без изменения класса чистоты поверхности. Все последующие экспериментальные и технологические разработки были выполнены с использованием данного прямолинейного сепарирующего устройства.

Состав и некоторые характеристики по твердости, микротвердости и шероховатости исследованных покрытий, полученных при различных технологических схемах [12], приведены в табл. 2.

Таблица 2

Характеристики образцов

N п/п	Состав покрытия	Технологическая схема *)	Исходные параметры		Конечные параметры		
			Твердость основы, HRC	Микротвердость поверхности образца, H _v (МПа)	Толщина покрытия, мкм	Микротвердость поверхности образца с покрытием, H _v (МПа)	Шероховатость
1	Без покрытия		59 – 60	770 - 800			0,025 (12б)
2	TiN	1	59 – 60	770 - 800	1,0	1500-1900	0,040(11в)
3	TiN-Ti	2	59 – 60	770 - 800	1,0	1300-1800	0,036 (12а)
4	MoN	1	59 – 60	770 - 800	1,0	2000-2300	0,040(11в)
5	MoN-Mo	2	59 – 60	770 - 800	1,0	2000-2200	0,036 (12а)
6	TiN-AlN	3	59 – 60	770 - 800	1,0	2600-3500	0,025 (12б)
7	MoN	1 (без сепаратора)	59 – 60	770 - 800	10,0	2000-2200	0,60(8а)
8	TiN	1 (без сепаратора)	59 – 60	770 - 800	12,0	1500-1800	0,70(7в)

*) 1 – однокатодная схема с непрерывной работой источника напыления в среде реакционного газа с вращением подложек вокруг своей оси; 2 – однокатодная схема с непрерывной работой источника напыления в среде реакционного газа и без него с вращением подложек вокруг своей оси; 3 – двухкатодная схема при одновременной работе двух источников напыления, размещенных навстречу друг другу, в среде реакционного газа с вращением подложек вокруг своей оси.

Сравнение шероховатости подложки и покрытия по профилограммам (рис. 4, табл. 2) показывает, что после нанесения покрытий на образцы с шероховатостью 12-13 класса чистоты шероховатость поверхности практически не изменяется, либо имеет место незначительное увеличение шероховатости, которое практически не выходит за пределы одного класса в соответствии с классификацией по классам шероховатости поверхности.

Без применения прямолинейного сепаратора качество поверхности покрытия, как показывают результаты профилографических исследований, существенно ухудшается. На поверхности покрытий появляется большое количество макрочастиц (главным образом, капель металла), характерных для конденсации из несепарированных потоков плазмы. Шероховатость исходной поверхности (класс 12б) при нанесении таких покрытий очень сильно снижается (класс 7в, табл. 2).

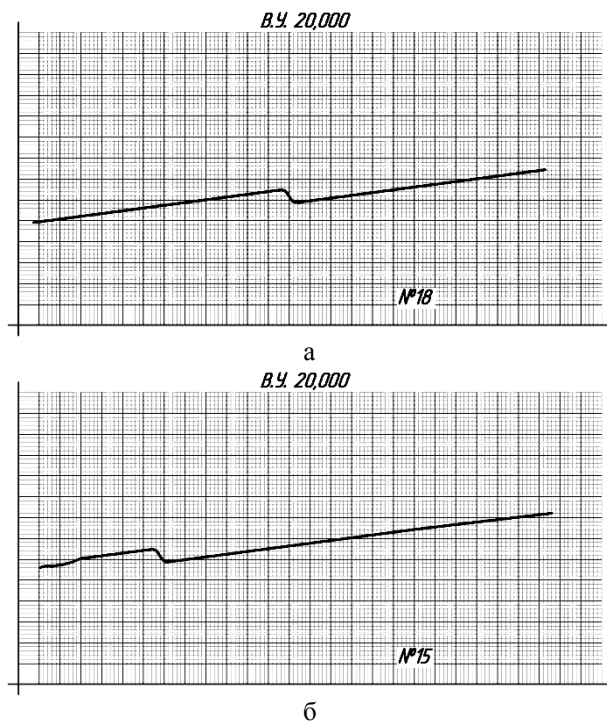


Рис. 4. Профилограмма подложки с покрытием:
а – Ti-TiN, б – Mo-MoN

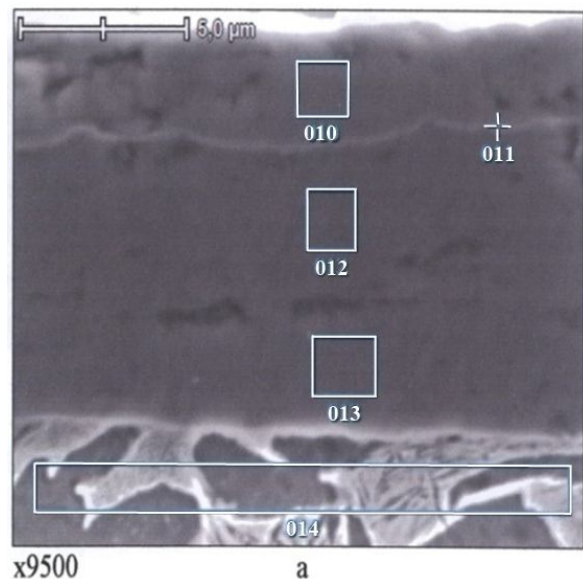
При осаждении покрытий на основе молибдена без применения сепарирующих устройств шероховатость поверхности покрытий соответствует V 7-8 классу при осаждении на отполированную до V 12 класса чистоты поверхность стали X12МФ1.

Как и следовало ожидать, покрытия на основе титана имеют несколько большую шероховатость по сравнению с покрытиями на основе молибдена, обусловленную большей капельной составляющей и большими размерами капель по сравнению с плазмой, генерируемой дугой с молибденовым катодом [14].

Проведенные рентгеновские исследования покрытий типа Avinit C/P 320-n1 показали, что покрытия в своем составе имеют ~ 45 ат % Al. Кристаллическая структура соответствовала структуре TiN с параметром решетки, близким к значениям этого соединения. По данным рентгеновских исследований размер областей когерентного рассеяния (ОКР) в покрытии составлял 32 nm. Эта величина хорошо согласуется с размерами отдельных нанослоев TiN и AlN, вычисленных, исходя из скорости роста нанослоя за один оборот, которая составляла ~ 35 nm, что, в целом, подтверждает наличие нанослойной структуры в соответствии с технологической схемой формирования покрытия.

С целью определения толщины покрытия и визуальной оценки качества сцепления покрытия Ti-Al-N с материалом опытных деталей в ОАО «Мотор-Сич» были проведены металлофизические измерения покрытия Avinit C/P 320-n1 на растровом электронном микроскопе JSM T-300 (рис. 5, 6).

Для измерения толщины был изготовлен поперечный статический излом деталей с покрытиями. Толщина покрытия составляет ~ 9 мкм. Отслоения покрытия от основы, на исследованных участках, не обнаружено.



№ точки	N	Al	Ti	Mo	Всего, %
010	9,10	27,93	62,96		100
011	6,89	16,73	76,38		100
012	10,7	45,87	43,44		100
013	10,71	47,22	42,07		100
014		3,64	88,94	7,41	100

б

Рис. 5. Внешний вид покрытия Avinit C/P 320-n1 (поперечный шлиф): а – с отмеченными зонами анализа; б – примерный химический состав анализируемых зон

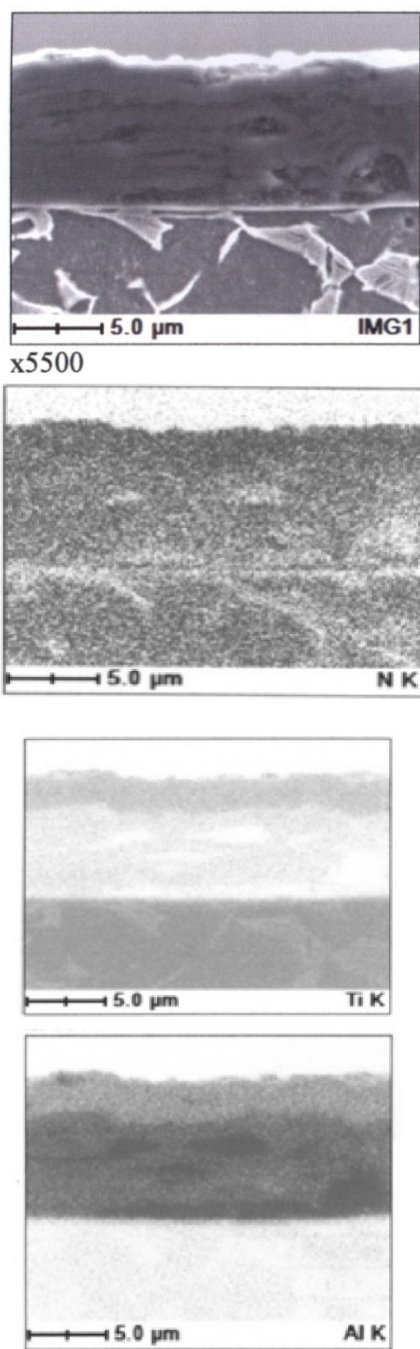


Рис. 6. Внешний вид покрытия Avinit C/P 320-p1 (поперечный шлиф) в режиме картирования участка покрытия. Большему содержанию элемента соответствует более интенсивная окраска (толщина покрытия ~ 9 мкм)

Толщина толстых нефiltroванных многослойных покрытий Avinit C/P 100-t10 и Avinit C/P 220-t10 - 10...15 мкм, микротвердость покрытий - 2000 - 2500 кГ/мм².

Толщина тонких многослойных и нанослойных покрытий типа Avinit C/P 320-ms1 и Avinit C/P 210-m1 - 1...2 мкм.

Измеренные значения твердости покрытий типа Avinit C/P 320-ms1 составляли не менее

HV = 3500 кГ/мм², покрытий типа Avinit C/P 210-m1 - не менее HV = 2000-2500 кГ/мм².

Для определения микротвердости тонких покрытий (< 4 мкм) были проведены измерения нанотвердости с помощью нанотвердомера фирмы CSM (Швейцария) (скорость нагружения 20,00 мН/мин, max глубина 100,00 nm при нагружении 0,6 Г), обработка результатов с использованием стандартного программного обеспечения на основе применения модели Оливера - Фара.

Проведенные измерения микротвердости и модуля Юнга в покрытиях Avinit C/P 320-ms1 толщиной 1,4 мкм дали значения Hv = 1600 - 2300 кГ/мм², E = 250 - 300 ГПа, коэффициент Пуассона K = 0,30 (диаграммы нагружения и полученные значения нанотвердости, модулей Юнга и коэффициентов Пуассона приведены на рис. 7, а).

Аналогичные измерения на покрытиях Avinit C/P 210-m1 толщиной 1,0 мкм дали следующие результаты - Hv = 1500 - 1800 кГ/мм², E = 200 - 260 ГПа, коэффициент Пуассона K = 0,30 (рис. 7, б).

Необходимо отметить, что в модели Оливера - Фара модуль Юнга покрытия и основы предполагаются одинаковыми, и поэтому вычисленные величины могут быть несколько занижены.

Выполненные измерения нанотвердости показывают, что и в тонких слоях твердых и сверхтвердых покрытий, где применение обычных методов измерения микротвердости с помощью микротвердомера ПМТ-3 невозможно (толщина покрытия для получения достоверной информации должна быть не менее 5 мкм) реализуются столь же высокие значения твердости, как и в толстых слоях. Это позволяет утверждать, что многие технологические обработки, выполненные нами для толстых покрытий, могут быть с успехом перенесены на тонкие покрытия для прецизионных поверхностей.

Проведены металлографические исследования покрытий типа Avinit с применением методов масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ), электронно-зондового рентгеновского микроанализа (ЭЗРМА), растровой электронной микроскопии (РЭМ).

На рис. 8, а для покрытия Avinit C/P 310-ms1 представлены зависимости токов вторичных ионов Al⁺, Ti⁺ от времени распыления и соответственно глубины профиля распределения компонентов.

Изменение тока вторичных ионов для обоих экспериментов характеризует изменение концентрации соответствующих элементов вглубь образца по мере распыления приповерхностной области пучком первичных ионов Ag⁺. Из полученных зависимостей следует, что верхний слой покрытия имеет повышенную концентрацию алюминия, которая с глубиной уменьшается.

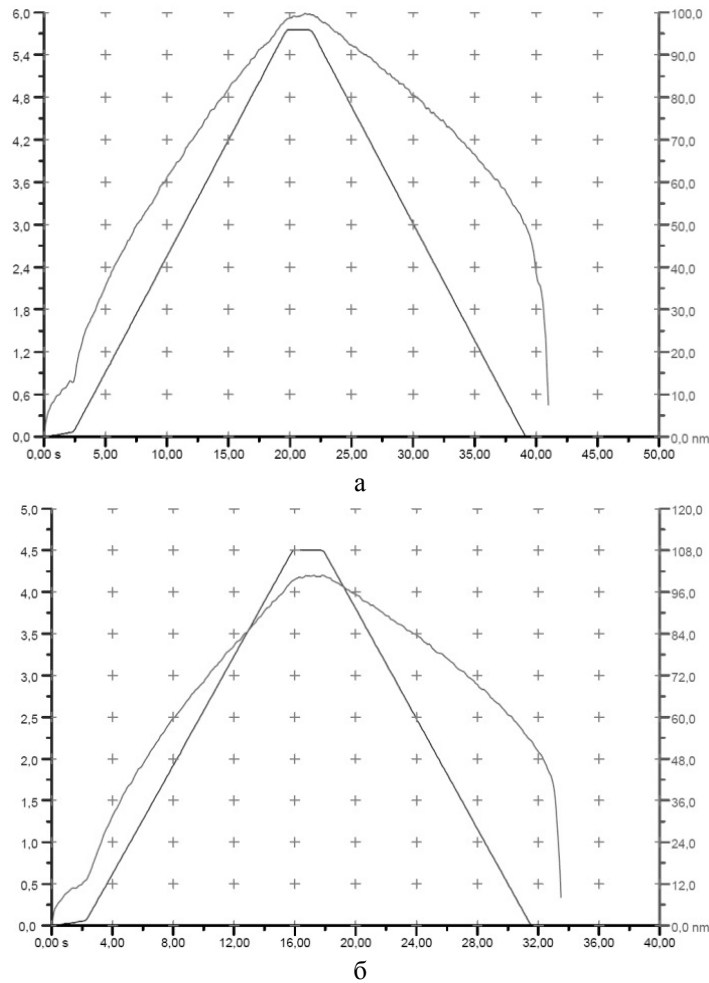


Рис. 7. Измерения нанотвердости и модуля Юнга:
а – покрытие Avinit C/P 320-ms1; б – покрытие Avinit C/P 210-m1

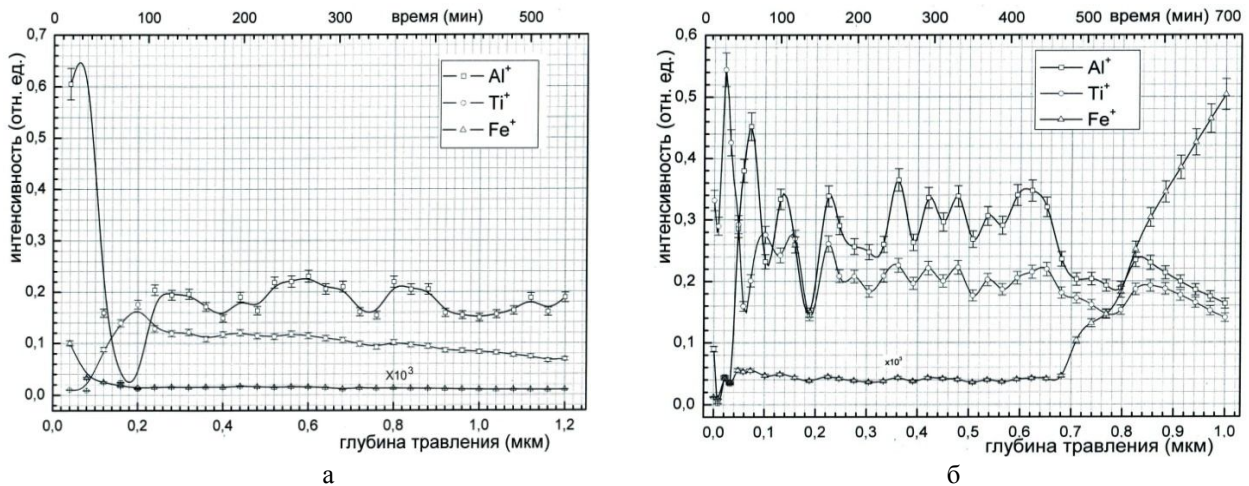


Рис. 8. Зависимости токов вторичных ионов Al⁺, Ti⁺ от времени распыления:
а – покрытие Avinit C/P 310-ms1, б - покрытие Avinit C/P 320-n1

Дальнейшие изменения интенсивностей токов Al⁺ и Ti⁺ являются, в основном, отражением процессов, происшедших при нанесении покрытия и ведущих к изменению концентрации соответствующих компонентов за счет режима нанесения. Возможно также поведение зависимостей может характеризо-

вать изменение химической индивидуальности соединений алюминия и титана в процессе формирования толщины покрытия.

Аналогичные зависимости по профилям распределения алюминия и титана в приповерхностной зоне образца с нанесенным функциональным по-

крытием Avinit C/P 320-n1 приведены на рис. 8, б. Синхронные изменения интенсивностей токов Al+ и Ti+ с глубины ~ 1,8 мкм от поверхности связаны с технологией формирования покрытия.

Выполненные исследования позволили оптимизировать технологические параметры процесса нанесения нанослойных покрытий с более высокой (или более низкой) концентрацией алюминия в приповерхностных слоях.

Металлографические исследования образцов после нанесения покрытий различного состава показывают, что отработанные режимы обеспечили формирование качественных покрытий. Твердость и микротвердость материала основы в выбранных режимах нанесения покрытий практически не снижаются в сравнении с исходным состоянием. Покрытия имели хорошее сцепления с материалом подложки. Случаев отслоения покрытий при нанесении сетки царапин не наблюдалось.

Таким образом, экспериментальные результаты подтверждают возможность низкотемпературного нанесения высокотвердых покрытий Avinit C на основе нитридов металлов в режимах, обеспечивающих хорошую адгезию к материалу подложки (сталь Х12МФ) без снижения прочностных характеристик стали (< 200°C) и без ухудшения класса чистоты исходной поверхности.

Выводы

1. Проведены металлографические исследования усовершенствованных конструкций многослойных покрытий типа Avinit C на нитридной основе - покрытия на основе системы Ti-Al-N - Avinit C/P 310-ms1, Avinit C/P 300-t10, Avinit C/P 100-t10, Avinit C/P 320-n1, Avinit C/P 350-t10 и покрытия на основе системы Mo-N - Avinit C/P 210-m1 и Avinit C/P 220-t10.

Покрытия типа "Avinit" осаждаются на прецизионные поверхности высокого класса чистоты до 12-13 класса без снижения класса чистоты поверхности, что достигается использованием в разрабатываемых технологиях эффективных методов очистки поверхности, а также предупреждением повреждения поверхности микродугами, для чего в установке "Avinit" предусмотрена трехуровневая система дугогашения, обеспечивающая высокое качество очистки поверхности от оксидов и других загрязнений без возникновения электрических пробоев.

2. Экспериментальные результаты подтверждают возможность низкотемпературного нанесения высокотвердых покрытий Avinit C на основе нитридов металлов в режимах, обеспечивающих хорошую адгезию к материалу подложки (сталь Х12МФ) без снижения прочностных характеристик

стали (< 200°C) и в отсутствие коробления покрываемых поверхностей.

3. Проведенные исследования позволили выбрать температурно-временные параметры получения упрочняющих покрытий Avinit C для повышения износостойкости рабочих поверхностей прецизионных пар трения, что необходимо для разработки программных продуктов для получения таких покрытий заданного состава на оборудовании Avinit и отработки стабильных технологий нанесения функциональных многокомпонентных многослойных покрытий для возможного использования в деталях прецизионных пар трения реальных деталей серийных авиационных агрегатов.

Литература

1. Veprek, S. Concept for the design of novel superhard coatings [Текст] / S. Veprek, S. Reiprich // *Thin Solid Films*. – 1995. – V. 268. – P. 64-67.
2. Наноструктурные и нанокомпозитные сверхтвердые покрытия [Текст] / А.Д. Коротаев, В.Ю. Мошков и др. // *Физическая мезомеханика*. – 2005. – Т. 8, № 5. – С. 103-116.
3. Haurt, R. From alloying to nanocomposites – improved performance of hard coatings [Текст] / R. Haurt, J. Patscheider // *Advanced Engineering Materials*. – 2000. – V. 2, № 5. – P. 247-259.
4. Veprek, S. The search for novel, superhard materials [Текст] / S.Veprek // *J. Vac. Sci. Technol.* – 1999. – V. 17, № 5. – P. 2401-2420.
5. ZrN/Cu nanocomposite film—a novel superhard material [Текст] / J. Musil, P. Zeman, H. Hruby, P.H. Mayrhofer // *Surface and Coatings Technology*. – 1999. – V. 120-121. – P. 179-183.
6. Magnetron sputtering of nanocomposite (Ti,Cr)CN/DLC coatings [Текст] / Sam Zhang, Yongqing Fu, Hejun Du ea. // *Surface and Coatings Technology*. – 2002. – V. 162. – P. 42-48.
7. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites [Текст] / S. Veprek, M. Veprek-Heijman, P. Karvankova, J. Prochazka // *Thin Solid Films*. – 2005. – V. 476. – P. 1-29.
8. Исследование характеристик трения и износа ионно-плазменных покрытий, полученных на алюминиевом сплаве [Текст] / А.П. Любченко, А.В. Сагалович, В.В. Сагалович и др. // *Физическая инженерия поверхности*. – 2004. – Т. 2, № 1-2. – С. 110-114.
9. Разработка многокомпонентных покрытий для повышения износостойкости поверхностей пар трения в прецизионных узлах [Текст] / В.В. Попов, А.В. Сагалович, С.Ф. Дудник [и др.] // *Физическая инженерия поверхности*. – 2007. – Т. 5, № 3-4. – С. 154-165.
10. Сагалович, А.В. Автоматизированная система нанесения функциональных нанопокровтий [Текст] / А.В. Сагалович, В.В. Сагалович, С.Ф. Дудник // *Оборудование и инструмент*. – 2005. – Т. 12. – С. 2-3.

11. Установка Avinit для нанесения багатощарових функціональних покриттів [Текст] / О.В. Сагалович, О.В. Кононихін, В.В. Попов [та ін.] // Физическая инженерия поверхности. – 2010. – Т. 8. – С. 336-347.

12. Валитов, А.М.-З. Приборы и методы контроля толщины [Текст] / А.М.-З. Валитов, Г.И Шиллов. – Л.: Энергоатомиздат, 1985. – 256 с.

13. Хороших, В.М. Пространственное распределение потоков частиц в стационарном дуговом

разряде низкого давления [Текст] / В.М. Хороших, М.Г. Холомеев // Фізична інженерія поверхні. – 2004. – Т. 2, № 1-2. – С. 24-27.

14. Прямолинейный сепаратор углеродной плазмы вакуумной дуги [Текст] / И.И. Аксенов, В.А. Белоус, В.В. Васильев [и др.] // Вопросы атомной науки и техники, серия “Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение”. – 2002. – № 2. – С. 127-130.

Поступила в редакцию 19.05.2011

Рецензент: д-р техн. наук, проф., проф. кафедры технологии производства летательных аппаратов С.И. Планковский, Национальный аэрокосмический университет им. Н.Е. Жуковского "ХАИ", Харьков.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОКРИТТІВ ТИПУ AVINIT

О.В. Сагалович, О.В. Кононихін, В.В. Попов, С.Ф. Дуднік, В.В. Сагалович

Проведені металографічні дослідження вдосконалених конструкцій багатощарових покриттів типу Avinit C на нітридній основі - покриття на основі системи Ti-Al-N та покриття на основі системи Mo-N. Використання в розроблюваних технологіях ефективних методів очищення поверхні і трьохрівневої системи дугогасіння для попередження пошкоджень поверхні мікродугами дозволяє отримувати покриття на прецизійних поверхнях високого класу чистоти (до 12-13 класу) без зниження класу чистоти поверхні. Експериментальні результати підтверджують можливість низькотемпературного нанесення високотвердих покриттів Avinit C на основі нітридів металів в режимах, що забезпечують гарну адгезію до матеріалу підкладки (сталь X12MФ) без зниження міцносних характеристик сталі (< 200°C) та у відсутності короблення поверхонь, що покриваються. Отримані результати дозволяють розроблювати програмні продукти для отримання багатокomпонентних багатощарових покриттів Avinit заданого складу та відпрацювання стабільних технологій нанесення функціональних покриттів для використання в деталях прецизійних пар тертя реальних деталей серійних авіаційних агрегатів.

Ключові слова: вакуум-плазмові багатокomпонентні багатощарові, нанощарові покриття.

EXPERIMENTAL INVESTIGATIONS OF “AVINIT” TYPE COATINGS

A.V. Sagalovych, A.V. Kononyhin, V.V. Popov, S.F. Dudnik, V.V. Sagalovych

Were carried out metallographic investigations of modernized constructions of multilayered coatings type Avinit C on the nitride base. Avinit C are coatings on the base of system Ti-Al-N and coatings on the base of system Mo-N. Utilizing in developing technologies effective methods of surface etching and cleaning and multistage arc suppression system for prevention of surface deterioration by microarcs made it possible to deposit coatings on precision surfaces of high-class roughness up to 12-13 without increasing surface roughness. Obtained experimental results gives an idea of possibility low temperature deposition of hard coatings Avinit C on the base of metal nitrides in regimes which guarantees vivid adhesion to the base material (steel X12MФ, Din 1.2379, BOHLER X155CrVMo12-1, ASTM D2) without decreasing of strength properties of steel (< 200°C) and without buckling of coated surfaces. Obtained results allows us to develop software for deposition of multilayered multicomponent coatings of pre-given composition on Avinit equipment and working out of stable technologies of functional coatings deposition for utilizing in precision friction pairs of aviation units.

Key words: vacuum-plasma multicomponent multilayered coatings, tribology.

Сагалович Алексей Владиславович – начальник отдела тонких технологий, ОАО «ФЭД», Харьков, Украина.

Кононыхин Александр Владимирович – зам. председателя правления, ОАО «ФЭД», Харьков, Украина.

Попов Виктор Васильевич – канд. техн. наук, председатель правления, ОАО «ФЭД», Харьков, Украина.

Дудник Станислав Федорович – канд. техн. наук, ст. науч. сотр., ННЦ «ХФТИ», Харьков, Украина.

Сагалович Владислав Викторович – д-р техн. наук, профессор, ОАО «ФЭД», Харьков, Украина.