

ВЛИЯНИЕ СЕПАРАЦИИ ПЛАЗМЫ НА СВОЙСТВА КАТОДНО-ДУГОВЫХ ПОКРЫТИЙ AlTiSiN

И. П. Акула Н. М. Чек,ан, М. Ю. Хома, С. Е. Сергеенко, Е. П. Шпак

Физико-технический институт НАН Беларуси,
г. Минск, Республика Беларусь

1 Введение

Несмотря на достаточно хорошие перспективы и изученность наноконпозиционных покрытий соединений переходных металлов [1], таких как TiAlN, AlTiSiN, AlCrN, ZrCN и др., получаемых методом катодно-дугового осаждения, большой проблемой остается наличие макрочастиц (МЧ), так называемой «капельной фазы» в формируемых слоях и рост столбчатых структур, что существенно снижает эксплуатационные характеристики покрытий.

Макрочастицы представляют собой капли расплавленного металла мишени, возникающие из катодных пятен в результате высокого газодинамического давления в расплавленной микрованне в непосредственной близости от катодного пятна. Эти макрочастицы эжектируются в поток плазмы, а затем осаждаются на подложку вместе с растущим покрытием, что ухудшает его характеристики по трем основным аспектам:

- увеличение пористости покрытия в результате попадания некоторых капель на подложку вместе с нанесенным покрытием;
- размягчение покрытия из-за большой разницы в твердости материала покрытия и капель металла;
- повышение шероховатости поверхности, что критично для инструмента, применяемого для изготовления деталей с низкими допусками на размер.

Поэтому актуальной задачей является удаление МЧ в осаждаемых покрытиях. Ключевую роль в удалении МЧ играет электромагнитный фильтр плазменного потока [2], от степени совершенства которого зависят перспективы практического применения вакуумно-дугового осаждения покрытий. Успехами в разработке этих систем определяется прогресс в освоении новых технологий не только в производстве металлообрабатывающих инструментов, но и микроэлектронике, оптике, точной механике, которые во многом определяют ход технического развития общества.

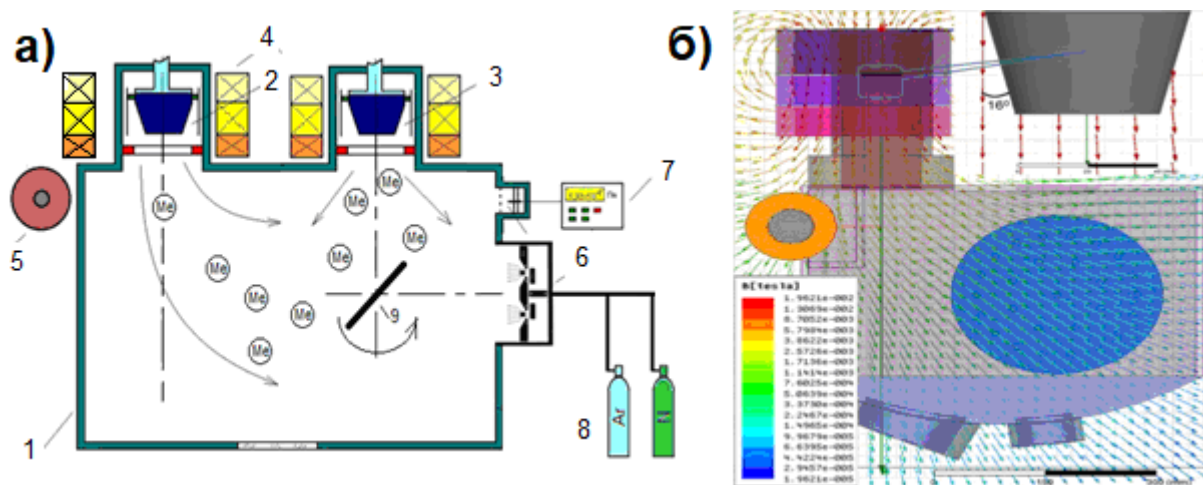
В настоящей работе приводятся результаты исследования влияния электромагнитной сепарации потока стационарной катодно-дуговой плазмы на состояние поверхности и механо-трибологические свойства композиционных покрытий AlTiSiN.

2 Методика эксперимента

Для экспериментов использовалась установка вакуумного нанесения покрытий УВНИПА-1-001 (рисунок 1а). На вакуумной камере, установлена конструкция конкоаксиальных (смещенных от осевой линии катода) электромагнитных катушек. Управление потоком плазмы осуществляется с помощью магнитного поля, создаваемого тремя катушками, размещенными вокруг катодно-

го узла, как схематически показано на рисунке 1а, а также двумя дополнительными катушками со стальными сердечниками (так называемые «дополнительные поворотные катушки»), размещенными соосно сбоку от источника плазмы. Их ось перпендикулярна оси блока из трех основных катушек. Особенностью дополнительных поворотных катушек является то, что они питаются электрическими токами, идущими в противоположных направлениях, то есть по часовой стрелке и против часовой стрелки, создавая одинаковые встречно направленные магнитные полюса в верхней части нижней катушки и в нижней части верхней катушки.

Для определения оптимальных параметров работы электромагнитных катушек моделировалась конфигурация магнитного поля с использованием специального программного обеспечения *ANSYS® Maxwell*. Моделирование проводилось через 20 итераций, что приводило к ошибке сходимости менее 1 %. В качестве граничных условий устанавливалось нулевое значение магнитного поля на расстоянии 100 см от центра катода. Влияние стенок вакуумной камеры из аустенитной стали 12Х18Н10Т на магнитное поле не учитывалось. Для моделирования поля, создаваемого дополнительной катушкой, учитывался стальной сердечник из стали 49К2ФА с магнитной проницаемостью 704. Структура наложенного магнитного поля в виде 2D-проекции представлена на рисунке 1б.



1 – вакуумная камера; 2 – источник сепарированного потока плазмы; 3 – источник несепарированного потока плазмы; 4 – электромагнитная система управления потоком плазмы; 5 – поворотные катушки; 6 – источник ионов; 7 – система управления вакуумом; 8 – технологические газы; 9 – подложка

Рисунок 1 – Вакуумная установка УВНИПА-1-001 с источником несепарированного и сепарированного потока плазмы (а) и двухмерная конфигурация магнитного поля для сепарированного потока плазмы (б)

В результате моделирования определено, что система катушек со следующими параметрами: ток стабилизирующей катушки 2,0 А, ток управляющей катушки 2,5 А, ток фокусирующей катушка 1,0 А, ток поворотных катушек 0,7 А, создает магнитное поле в конфигурации, подходящей для эффективного

непрямолинейного переноса плазмы из источника плазмы параллельно его оси, предотвращая контакт со стенками вакуумной камеры. Магнитное поле направляет плазму в область держателя подложки под углами от 75° до 45° для краев держателя подложки вблизи и вдали от источника плазмы соответственно.

Покрyтия AlTiSiN были получены с использованием мишени состава Al/Ti/Si – 60/30/10 ат.% в двух сериях экспериментов – в потоке сепарированной плазмы и в потоке несепарированной плазмы (таблица 1).

Таблица 1 – Условия получения покрытий AlTiSiN

№ серии – № эксп.	Ток дуги, А	Поток плазмы	Давление N ₂ , Па×10 ⁻³	U _{см} , В	Примечание
1-1	55	сепарированный	5,6	-100	подложки: полиров. сталь Р6М5, полиров. кремний
1-2			7,5		
1-3			11		
1-4			15		
2-1		несепарированный	5,6		
2-2			7,5		
2-3			11		
2-4			15		

Покрyтия осаждались в течение 60 минут и 15 минут для сепарированного и несепарированного потока плазмы соответственно. Толщина покрытия AlTiSiN, измеренная на микроинтерферометре МИИ-4, составила (0,5–1,1) мкм. Фазовый состав покрытий определялся методами рентгеновского дифракционного анализа на дифрактометре GNR Explorer с Kα излучением медного катода на длине волны $\lambda = 0,154060$ нм в диапазоне углов сканирования 2θ (10–100)°. Твердость покрытий определялась методом индентирования на микротвердомере Struers Duramin 5 при нагрузке 25 г на алмазный наконечник Кнупа. Трибологические характеристики исследовались на трибометре, работающем по схеме «палец – плоскость диска» при следующих параметрах: палец (контртело) – шарик из стали ШХ15 диаметром 5,5 мм и твердостью 63 HRC; диск (образец с покрытием) – диаметр 25 мм, радиус дорожки трения 10 мм; нагрузка на образец 1 Н; частота вращения диска – 80 об/мин при температуре окружающей среды 23,5 °С и относительной влажности 50 %. Состояние поверхности осажденных покрытий AlTiSiN на предмет присутствия дефектов в виде капельной фазы из потока стационарной металлической плазмы, распространяющейся в условиях прямой видимости поверхности катода и электромагнитной сепарации, искривляющей траекторию ее движения, исследовали с помощью оптической микроскопии на инструментальном микроскопе "ПЛАНАР" при увеличении 1000×. Дефектность поверхности определялась путем подсчета капель с размерами от субмикронных до >5 мкм на площади 120×80 мкм.

3 Результаты

На рисунке 2 представлены результаты исследования влияния давления азота на скорость осаждения покрытий AlTiSiN. Можно видеть, что скорость осаждения покрытия из несепарированного и сепарированного потоков плазмы отличается в (4–6) раз. При этом рост давления азота до $1,1 \times 10^{-2}$ Па в вакуумной камере приводит к увеличению скорости осаждения AlTiSiN из сепарированной плазмы более чем в 1,5 раза – с 0,55 мкм/ч до 1,0 мкм/ч. Дальнейшее повышение давления в реакционной области приводит к снижению скорости осаждения покрытия до 0,9 мкм/ч. Вероятно, это связано с тем, что более низ-

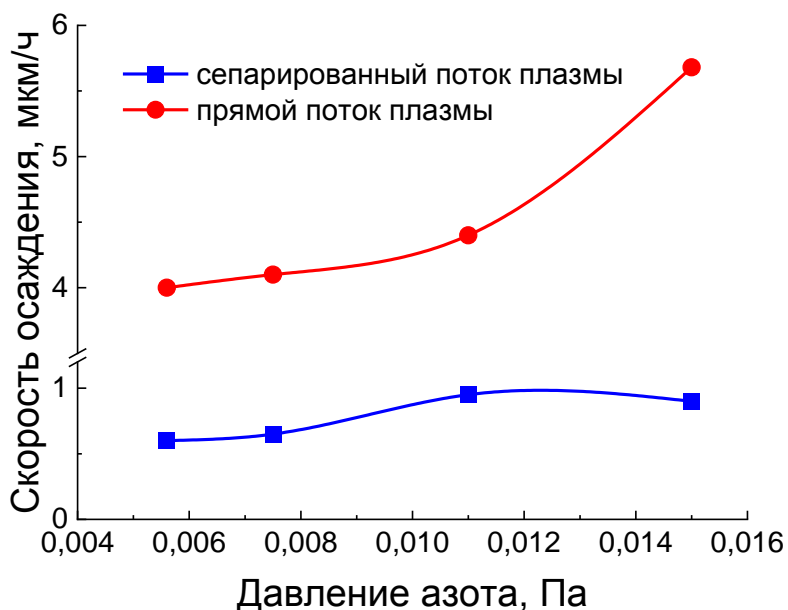


Рисунок 2 – Скорость роста покрытия AlTiSiN

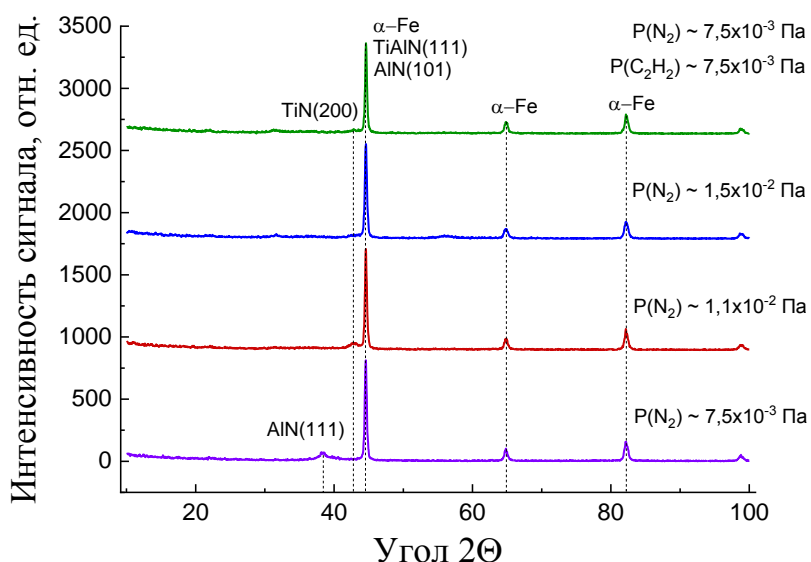


Рисунок 3 – Фазовый состав покрытия AlTiSiN

ственно более коротким путем транспорта ионов и уменьшением эффекта рассеяния на соударениях ионов плазмы.

коэнергетические ионы сепарированного потока металлической плазмы в результате повышения давления газа выше определенного значения начинают испытывать многочисленные столкновения с молекулами окружающей среды. Это в свою очередь приводит к рассеянию и потере энергии ионов плазменного потока. В результате снижается вероятность образования конденсата на ростовой поверхности. Для несепарированного потока плазмы наблюдается обратный эффект – когда рост давления азота приводит к увеличению скорости осаждения AlTiSiN покрытия. При этом при давлении газа менее $1,1 \times 10^{-2}$ Па скорость роста покрытия увеличивается незначительно с 4 мкм/ч до 4,4 мкм/ч. Повышение давления азота до $1,5 \times 10^{-2}$ Па приводит к росту скорости осаждения покрытия до 5,6 мкм/ч. Вероятно, это связано с суще-

ственно более коротким путем транспорта ионов и уменьшением эффекта рассеяния на соударениях ионов плазмы.

На рисунке 3 представлены результаты исследования фазового состава покрытий AlTiSiN, полученных из сепарированного потока плазмы на стали Р6М5. Дифрактограммы демонстрируют пики при $44,55^\circ$; $64,78^\circ$ и $82,12^\circ$, которые соответствуют различным состояниям кристаллической решетки α -Fe (основа). Непосредственно с покрытием могут быть сопоставлены пики при $38,30^\circ$ и $42,77^\circ$, которые соответствуют фазам AlN (111) и TiN (200). Низкая интенсивность пиков от покрытия связана с его малой толщиной.

В то же время по литературным данным [1] в нанокompозитных пленках TiAlSiN формируется двухфазная структура в виде фазы ГЦК (Ti,Al)N типа B1-NaCl и фазы аморфного нитрида кремния (Si_3N_4). Небольшое количество кремния в пленках $\text{Ti}_{1-x-y}\text{Al}_x\text{Si}_y\text{N}$ улучшает твердость ГЦК (Ti,Al)N, поскольку способствует снижению размера кристаллитов, препятствуя росту кристаллизации (Ti,Al)N для достижения сильного измельчения зерна и высокой плотности границ зерен [3]. Однако дополнительно поступающий в растущую пленку кремний приводит к снижению твердости формируемого конденсата, поскольку появляется избыток сравнительно мягкой фазы аморфного Si_3N_4 между нанокристаллитами [1], что препятствует кристаллографической когерентности и когерентным напряжениям решетки [4]. Структура пленок TiAlSiN также сильно зависит от состава пленки. Формирование твердых растворов замещения титана алюминием и кремнием приводит к локальным деформациям кристаллической решетки, что препятствует движению дислокаций под нагрузкой и тем самым способствует повышению твердости покрытий. Однако избыточное добавление Al и Si снижает твердость пленки. В работе [5] отмечается, что когда атомное отношение (Al+Si)/Ti достигает примерно 0,8, происходит фазовое разделение на две кубические фазы $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ типа NaCl и типа цинковой обманки AlN, вследствие чего твердость композита падает. При еще более высоком отношении (Al+Si)/Ti, равном 1,3, начинает формироваться гексагональная фаза AlN типа вюрцита, при этом твердость уже не снижается. Расслоению фазы AlN способствует увеличение толщины нанослоев нитрида с высоким содержанием (Al+Si) [5]. По результатам рентгеноструктурных исследований содержание нитрида титана не менее 0,39 необходимо для сохранения однофазной кубической структуры типа TiN.

Анализ состояния поверхности полученных покрытий показал, что магнитная сепарация потока плазмы является эффективным инструментом сокращения количества микрокапель, как в этом можно убедиться из сравнения морфологии поверхности покрытий, полученных из сепарированной и несепарированной плазмы (рисунок 4). На поверхности покрытий, полученных из не сепарированного потока плазмы, часто встречаются агломерации капель различных размеров. В тоже время следует отметить, что сепарация не позволяет полностью избавиться от присутствия дефектов на поверхности покрытия AlTiSiN.

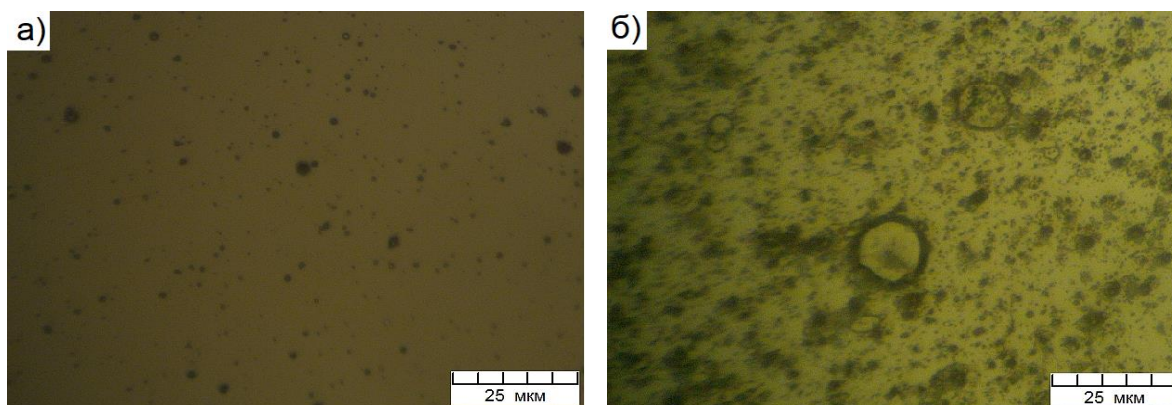


Рисунок 4 – Поверхность покрытия AlTiSiN из сепарированного (а) и несепарированного (б) потока плазмы

Вероятно, это связано с тем, что мишень является не литой, а изготовлена путем прессования порошкового материала, который в процессе горения дуги может уходить с поверхности катода в виде кластеров зерен. Кроме того, алюминий, входящий в состав катода, имеет низкую температуру плавления $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ и до испарения при температуре $2470\text{ }^{\circ}\text{C}$ достаточно длительное время находится в катодной ванне в жидком состоянии. В это время алюминий может увлекаться катодной дугой в поток плазмы в виде нейтральных капель, которые, переотражаясь от стенок полого анода и вакуумной камеры, попадают на подложку.

На рисунке 5 представлена информация о влиянии условий осаждения покрытий AlTiSiN на плотность расположения и размер капель, попадающих на поверхность подложки. Сепарация плазмы позволяет существенно, на порядок, снизить общее число капель на поверхности AlTiSiN. Основную долю как в не сепарированном, так и в сепарированном потоке составляют капли с размером менее 1 мкм. Также в сепарированных покрытиях на контролируемой области 120×80 мкм полностью отсутствуют дефекты с размерами более 5 мкм, а число дефектов с размерами (3–5) мкм не превышает 6.

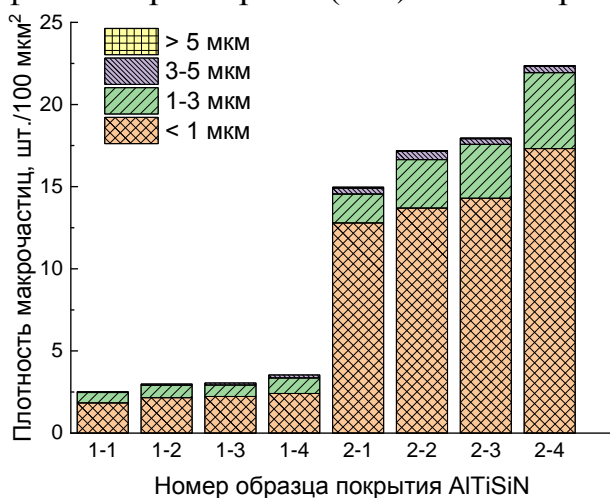


Рисунок 5 – Влияние сепарации плазмы на дефектность покрытия AlTiSiN

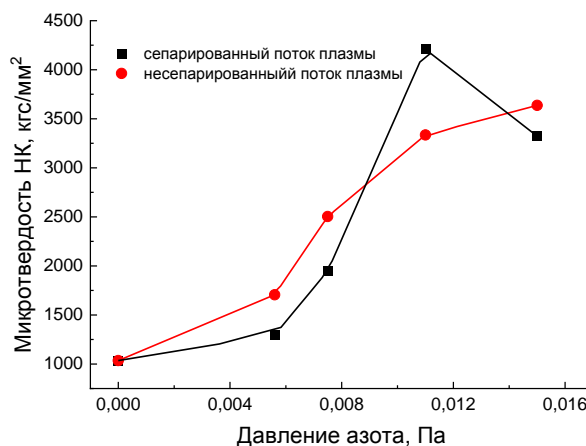


Рисунок 6 – Влияние давления азота на твердость покрытия AlTiSiN

Результаты исследований демонстрируют, что рост давления азота приводит к увеличению твердости покрытий AlTiSiN, полученных как из сепарированного, так и не сепарированного потока плазмы катодно-дугового разряда (рисунок 6). Стоит обратить внимание на тот факт, что максимальная твердость, достигающая порядка НК 4200 кгс/мм², измерена для образца покрытия AlTiSiN № 1–3, полученного из сепарированного потока плазмы при давлении азота около $1,1 \times 10^{-2}$ Па.

При большем давлении реакционного газа твердость сепарированных покрытий начинает снижаться в отличие от покрытий AlTiSiN из не сепарированного потока плазмы. Вероятно, это связано с более длинной траекторией движения заряженных частиц в сепарированном плазменном потоке, что в свою очередь приводит к энергетическим потерям при увеличении вероятности столкновения ионов с возросшим числом молекул азота при росте его давления в вакуумной камере. Снижение энергии ионов прекурсора уменьшает вероятность образования нитридных соединений непосредственно на поверхности основы.

Характерные особенности процесса трения для покрытия AlTiSiN, полученного при давлении азота $1,5 \times 10^{-2}$ Па как в несепарированном, так и в сепарированном потоке плазмы, представлены на рисунке 7. Почти для всех образцов покрытия AlTiSiN наблюдается достаточно высокое значение устоявшегося коэффициента трения. После кратковременной притирки и удаления естественного оксидного слоя поверхности контртела в течение первых (3–5) минут коэффициент трения начинает медленно, практически линейно, возрастать от 0,45 и в дальнейшем стабилизируется на уровне 0,85 – 0,95. Ближе к окончанию испытаний на графике трения для покрытия, полученного из сепарированного потока плазмы, наблюдаются флуктуации значе-

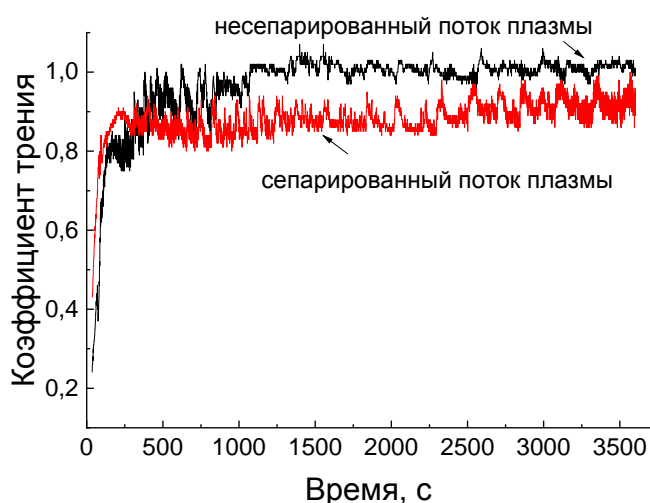


Рисунок 7 – Коэффициент трения покрытия AlTiSiN

ния коэффициента трения с возрастающей амплитудой, что является характерным для случая попадания отслоившихся частиц покрытия в зону трения в результате усталостного изнашивания покрытия при длительной циклической нагрузке. Также из-за твердости покрытия значительно выше твердости контртела из стали ШХ15 наблюдается его повышенный износ с увеличением площади контакта трущихся тел и появлением продуктов износа. Их наличие в треке износа приводит к абразивному изнашиванию трущихся тел, а их удаление к появлению флуктуаций на графике трения.

ближе к окончанию испытаний на графике трения для покрытия, полученного из сепарированного потока плазмы, наблюдаются флуктуации значе-

Заключение

Проведенные исследования показали, что электромагнитная сепарация стационарной плазмы существенно влияет как на состояние поверхности осаждаемых покрытий, так и на их свойства. Показано, что количество капель на поверхности покрытия AlTiSiN, полученного из сепарированной плазмы многократно ниже, чем для покрытий, сформированных в несепарированном потоке плазмы. Сепарированные покрытия демонстрируют максимальную твердость на уровне НК 3500–4000 и более низкий коэффициент трения по сравнению с покрытиями из не сепарированного потока плазмы. При этом морфология поверхности покрытий несильно сказывается на этом параметре.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Veprek, S., Reiprich. S. A concept for the design of novel superhard coatings / S. Veprek, S. Reiprich. // *Thin Solid Films*. – 1995. – Vol. 268, Is. 1–2. – P. 64–71.
2. Comparison of filtered high-current pulsed arc deposition (ϕ -HCA) with conventional vacuum arc methods/ T. Witke [at al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2000. – Vol. 126. – P. 81–88.
3. Microstructure of (Ti,Si,Al)N nanocomposite coatings / S. Carvalho [at al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2004. – Vol. 177–178. – P. 369–375.
4. Microstructure and hardness of nanocrystalline $Ti_{1-x-y}Al_xSi_yN$ thin films Materials / D. Rafaja [at al.] // *Science and Engineering: A*. – 2007. – Vol. 462, Is. 1–2. – P. 279–282.
5. Morstein. Characterization of thermally treated TiAlSiN coatings by TEM and nanoindentation / M. Parlinska-Wojtan [at al.] // *Surface and Coatings Technology*. 2004. – Vol. 188–189. – P. 344–350.

УДК 519.85

ТОПОЛОГИЧЕСКАЯ ОПТИМИЗАЦИЯ УСТРОЙСТВ СТАЦИОНАРНОГО НАГРЕВА

Глебов А.О.

Тамбовский государственный технический университет,
г. Тамбов, Российская Федерация

В настоящее время методы топологической оптимизации (ТО) находят широкое применение в различных предметных областях благодаря быстрому развитию вычислительной техники и прикладного программного обеспечения. На этапе поиска структуры (топологии) объекта методы параметрической оптимизации показывают низкую эффективность из-за сложности формализации задачи и трудоемкого вычисления градиента целевой функции, в то время как методы ТО позволяют приблизиться к наилучшему распределению материала в заданной области за приемлемое время.