

УДК 621.793.72

Береговский В.В., Духопельников Д.В., Марахтанов М.К., Щуренкова С.А.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ КАПЕЛЬНОЙ ФАЗЫ В ПОКРЫТИЯХ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ОСАЖДЕНИЯ НА УСТАНОВКАХ ТИПА ННВ И Platit П80

Введение

В современной промышленности широкое распространение имеет метод ионного осаждения покрытий с использованием вакуумно-дугового разряда. Получаемые этим методом покрытия используются для упрочнения режущего инструмента, нанесения триботехнических и защитных покрытий на детали машин [1, 2]. Основным недостатком этого метода является наличие капель (капельной фазы) в продуктах эрозии катода, которые приводят к снижению свойств покрытий [3–7]. Установки ARC-PVD последнего поколения все чаще оснащаются дугowymi испарителями, имеющими системы управления траекторией движения катодного пятна по поверхности катода. Считается, что подобные системы значительно сокращают долю капельной фазы в потоке испаренного материала и, следовательно, в самом покрытии.

В настоящей работе был проведен сравнительный анализ состава капельной фазы в покрытиях, получаемых на двух, различных по конструкции катода, установках с дугой, управляемой магнитным полем при одинаковых физических условиях (ток разряда) и равных толщинах осажденных покрытий. Определены размеры и форма капель, было найдено распределение капель по размерам, а также число капель каждого размера на единицу площади. Данная методика может быть использована для определения параметров капельной фазы в покрытиях, получаемых на различных промышленных установках, а также для оптимизации технологических процессов и конструкций дугowych испарителей. Результаты работы позволяют, исходя из требований к покрытиям, сделать более правильный выбор конструкции дугowego испарителя и в целом оборудования.

Эксперимент

Эксперименты проводились на установках ННВ 6.6 И1 и Platit П80.

Установка ННВ 6.6 И1 оснащена тремя торцевыми дугowymi испарителями с конусными катодами диаметром 80 мм. Стабилизация катодного пятна на испаряемой поверхности катода осуществляется магнитным полем, создаваемым электромагнитной катушкой. В установке ННВ 6.6 И1 удельная мощность, приходящая на катод при выбранных параметрах напыления составляет $2,5 \cdot 10^5$ Вт/м². Оценки показывают, что при толщине титана, равной 40 нм, температура внешней поверхности катода может быть $T=470-500^\circ\text{C}$. Тангенциальная к поверхности катода составляющая индукции магнитного поля имеет величину $B=2-3$ мТл. Нормальная к поверхности катода составляющая индукции магнитного поля имеет величину $B=10-11$ мТл.

Установка Platit П-80 содержит два вращающихся

протяженных цилиндрических водоохлаждаемых катода. Магнитное поле создается постоянными магнитами. Управление движением катодного пятна производится за счет вертикального перемещения магнитной системы по катоду и вращением самого катода. Подробная схема установки и принцип работы представлены в [8, 9]. В установке Platit П-80 удельная мощность, приходящая на катод из плазмы, составляет $1,1 \cdot 10^4$ Вт/м². Оценки показывают, что при толщине стенки катода из титана 20 мм температура поверхности может быть $T=35-40^\circ\text{C}$. Тангенциальная к поверхности катода составляющая индукции магнитного поля имеет величину $B=11-12$ мТл. Нормальная к поверхности катода составляющая индукции магнитного поля имеет величину $B=12-14$ мТл.

Покрытия из TiN осаждались на полированные образцы размером $15 \times 15 \times 2$ мм, изготовленные из нержавеющей стали марки $SS304$. Покрытия осаждались при равных давлениях азота и тока разряда. Давление азота во время напыления составляло $2 \cdot 10^{-1}$ Па, ток разряда 120 А, напряжение 24 В. Толщина покрытий для обеих установок составила 3 мкм.

Для изучения морфологии поверхности покрытий использовался электронный микроскоп JEOL JSM6060A (Япония), толщину покрытия определяли методом «ступеньки» с помощью профилометра «Модель 70622» тип 2 завода «Калибр».

На рис. 1 показана микрофотография поверхности покрытия, осажденного на установке ННВ. Фотография сделана при увеличении 1000. Как видно из рисунка, покрытие содержит мелкие сферические и крупные расплюснутые капли, а также небольшое количество кратеров.

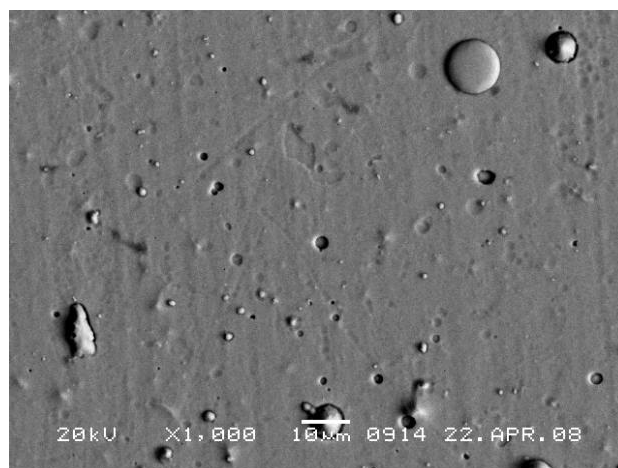


Рис. 1. Микрофотография поверхности покрытия, полученного на ННВ, $\times 1000$

На рис. 2 представлены микрофотографии покрытия, полученного на установке Platit $\pi 80$. Фотографии сняты при увеличении 800 и 3000. Из рис. 2 видно, что покрытие, полученное на установке Platit $\pi 80$, в основном содержит мелкие капли и кратеры. Большая часть капель имеет форму, близкую к сферической, что говорит о том, что капли успевают остыть за время полета до поверхности образца. Однако присутствуют и более крупные, расплюснутые капли разме-

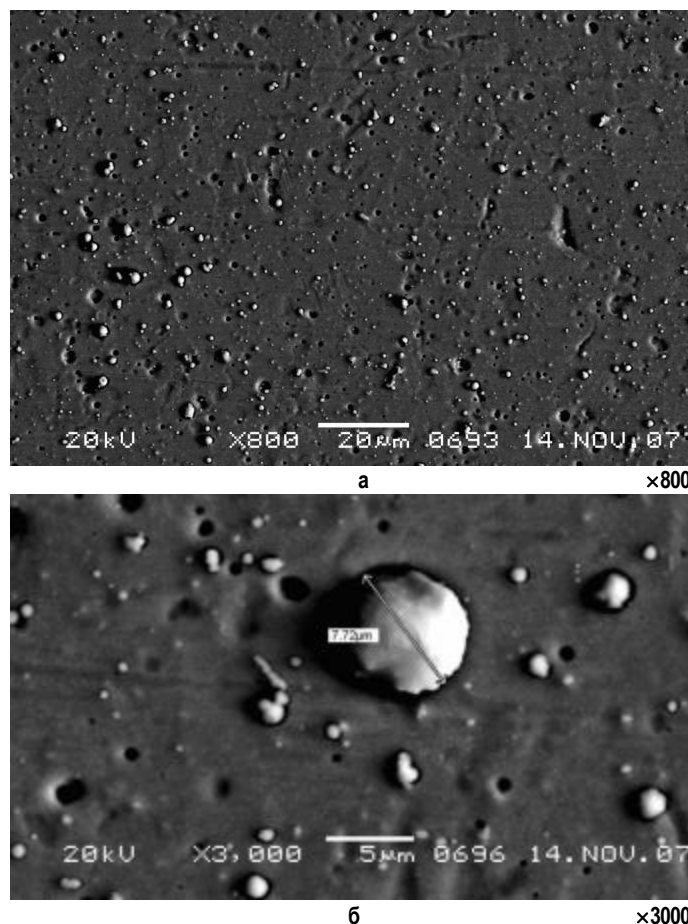


Рис. 2. Микрофотография поверхности покрытия, полученного на Platit $\pi 80$

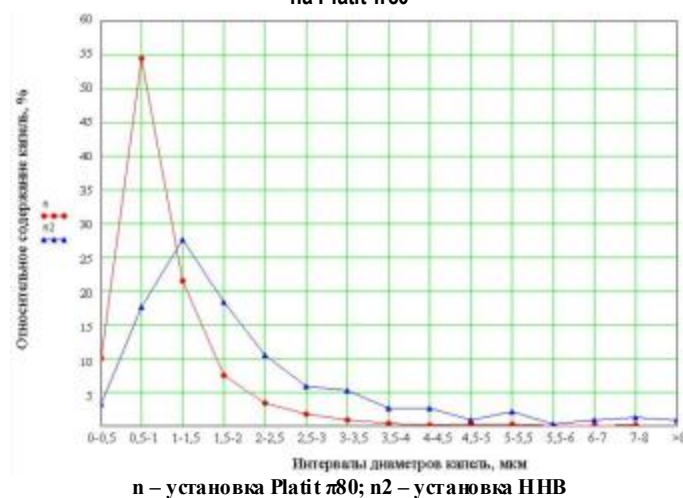


Рис. 3. Распределение капель по диаметрам

ром до 7,7 мкм (рис. 2, б). Содержание таких капель менее 1%. Размер капель в покрытии в основном не превышает 3 мкм, при этом большая часть капель (около 55%) имеют диаметр 0,5–1 мкм.

Определение параметров капельной фазы

Для расчета была принята следующая модель: капли и кратеры представлялись в виде сфер, объем которых определялся по диаметру правильных окружностей, описанных вокруг капли или кратера. Возникновение кратеров может быть вызвано выпавшими остывшими каплями, поэтому при расчете капельной фазы учитывались и кратеры, которые, в рамках данной работы, считались составляющими капельной фазой.

Область исследования капель ограничивалась прямоугольником, а капли, расположенные внутри прямоугольника, выделялись правильными окружностями. Затем производился подсчет капель с различными диаметрами.

В результате подсчета капель различных диаметров в нескольких произвольно выбранных прямоугольниках для установок ННВ и Platit $\pi 80$ было получено распределение капель по диаметрам (рис. 3). Из распределения для установки Platit $\pi 80$ видно, что размер капель в исследуемых покрытиях, в основном, не превышает 3 мкм, при этом большая часть капель (около 55%) имеет диаметры 0,5–1 мкм. Максимальный размер капель в покрытии 7,7 мкм, содержание таких капель менее 0,3%.

Капли в покрытиях, полученных на установке ННВ, имеют более широкий разброс по диаметрам. Большая часть капель (около 27%) имеет диаметры 1–1,5 мкм, значительное количество капель (18%) – диаметры 1,5–2,5 мкм. Таким образом, основное количество капель (около 75%) имеют диаметры 1–3 мкм. Максимальный размер капель, обнаруженных в покрытии, 16–18 мкм, таких капель менее 1%.

Для обеих установок была произведена оценка количества капель каждого диаметра, приходящегося на единицу площади. Результаты представлены на рис. 4. Из рис. 4 видно, что количество мелких капель в покрытиях, полученных на установке Platit $\pi 80$, на порядок выше, чем для установки ННВ. Это хорошо согласуется с работами [4, 5], где было обнаружено, что при уменьшении размера капель возрастает их количество.

Был проведен анализ относительного содержания капель в объеме покрытия, при этом, аналогично работе [10], учитывались капли, замурованные в толще покрытия. В результате установлено, что относительное содержание капель в объеме покрытия, полученного на установке ННВ, составляет 7,4%, а на установке Platit $\pi 80$ – 9%.

Обсуждение

Отличия параметров капельной фазы в полученных покрытиях, по нашему мнению, могут быть обусловлены:

– различными скоростями движения катодного пятна, определяемыми различными величина-

ми магнитных полей испарителей;

- различными условиями охлаждения катода;
- различными условиями конденсации покрытия.

Для установки ННВ величина тангенциальной к поверхности катода составляющей магнитной индукции невелика, 2–3 мТл, поэтому и скорость движения катодного пятна (КП) будет небольшой, 6–7 м/с. Оценку скорости можно провести по фото скоростной камеры и величине времени экспозиции, приведенными в работе [11]. При большей величине, 11 мТл, тангенциальной к поверхности катода составляющей индукции магнитного поля (в установке Platit π -80) возрастает скорость движения КП (группы КП), скорость КП можно оценить как 20–25 м/с [12]. Таким образом, для установки Platit π -80 скорость КП в 3–4 раза больше, чем для ННВ. При этом уменьшается время нахождения КП в одном месте и размер кратеров, которые оставляет КП на поверхности катода [12]. Это может приводить к уменьшению размера капель, выбрасываемых из кратера.

Температура катода установки ННВ составляет 470–500°C, температура катода установки Platit π -80 порядка 35–40°C. Интенсивное охлаждение катода, которое обеспечивается небольшой его толщиной и постоянным вращением относительно области испарения, также способствует снижению количества испаряемого материала и размера капель.

При большей толщине и неподвижном катоде, а следовательно, и более высокой температуре его рабочей поверхности (470–500°C) может возникнуть перегрев катода, изменение режима горения дуги, вследствие чего испарение материала из кратера катодного пятна в виде паровой (или ионной) фазы может происходить более интенсивно, что приводит к снижению относительного содержания капель в покрытии и их укрупнению.

Кроме того, на процесс каплеобразования оказывают влияние условия конденсации покрытия. Плазма вакуумной дуги имеет высокую степень ионизации [3]. При конденсации покрытия из интенсивного ионного потока на подложке могут возникать различные образования в виде капель, конусов, усов и т.п. (см. верхний правый угол на рис. 1).

Выводы

1. Покрытия, полученные на установке Platit π -80, имеющей хорошо охлаждаемый катод большой площади и величину тангенциальной к поверхности катода составляющей магнитного поля 11–12 мТл, со-

Список литературы

1. Дороднов А.М. Некоторые применения плазменных ускорителей в технологии // Физика и применение плазменных ускорителей. М.: Наука и техника, 1974. С. 330–365.
2. Вакуумные высокопоточные плазменные устройства и их применение в технологическом оборудовании микроэлектроники / Блинов И.Г., Дороднов А.М., Минайчев В.Е., Мирошкин С.И., Мубояджян С.А., Помелов Я.А. М.: Изд-во ЦНИИ «Электроника», 1974. Ч. I и II.
3. Саксаганский Г.Л. Электрофизические вакуумные насосы. М.: Энергоатомиздат, 1988. 280 с.
4. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия // Андреев А.А.,

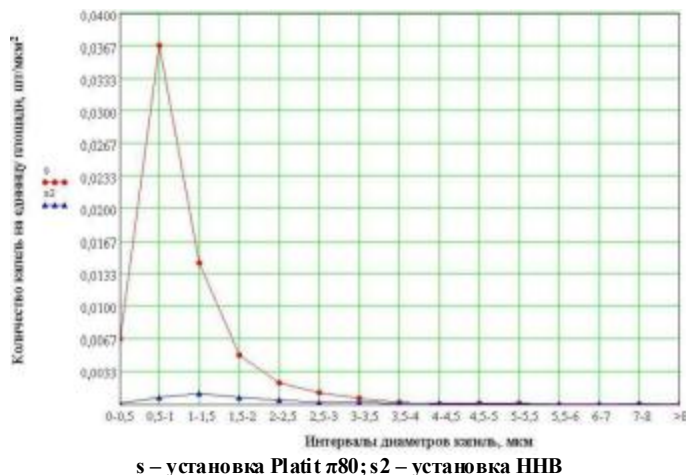


Рис. 4. Распределение капель каждого диаметра на единицу площади

держат около 55% капель диаметром 0,5 – 1 мкм, а максимальный диаметр капель покрытия в основном не превышает 3 мкм. Относительное содержание капель в объеме покрытия составляет 9%.

2. Покрытия, полученные на установке ННВ 6.6 И1, у которой охлаждение катода затруднено и величина магнитной индукции невелика (2–3 мТл), содержат около 46% капель с диаметром 1–2 мкм, а максимальный диаметр капель может превышать 8 мкм. Относительное содержание капель в объеме покрытия составляет 7,4%.

3. Разница в параметрах капельной фазы в покрытиях может быть объяснена различными скоростями движения катодного пятна, которые определяются различными величинами магнитных полей в испарителях, а также различными условиями охлаждения катода и конденсации покрытия.

4. Исходя из количественного состава капельной фазы в покрытии для требований к повышенной твердости и сплошности покрытий можно рекомендовать системы типа ННВ с торцевыми катодами и невысокой скоростью движения катодного пятна.

Для триботехнических покрытий, где важны именно поверхностные характеристики покрытия (антифрикционные, износостойкие), можно рекомендовать системы с вращающимися протяженными цилиндрическими катодами, с высокой скоростью перемещения катодного пятна, низкой температурой катода.

List of literature

1. Dorodnov A.M. Certain uses of plasma accelerators in technology // Physics and uses of plasma accelerators. M.: Science and technics, 1974. P. 330–365.
2. Vacuum high-current plasma installations and their uses in the technological equipment of microelectronics / Blinov I.G., Dorodnov A.M., Minaichev V.E., Miroshkin S.I., Muboyadzhyan S.A., Pomelov A.A. M.: Edition of the Central Research Institute "Electronics", 1974. Parts 1 and 2.
3. Saksagansky G.L. Electrophysical vacuum pumps. M.: Energiatomedit, 1988. P. 280.
4. Vacuum and arc installations and coatings // Andreev A.A.,

- Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н. Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005. 236 с.
- Хороших В.М. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги // Физическая инженерия поверхности. 2004. Т. 2. № 4. С. 200–213.
 - Аксенов А.И. Вакуумная дуга в эрозионных источниках плазмы. Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005. 212 с.
 - Аксёнов И.И., Падалка В.Г., Хороших В.М. Формирование потоков металлической плазмы: Обзор. М.: ЦНИИАтоминформ, 1984. 84 с.
 - Сайт фирмы PLATIT: [http://www.platit.com], 07.06.2008.
 - Локтев Д. А. Наноструктурные покрытия высокопроизводительного инструмента // Стружка. 2004. № 4(7). С. 12–17.
 - Исследование капельной фазы эрозии катода стационарной вакуумной дуги / Аксенов И.И., Коновалов И.И., Кудрявцева Е.Е. и др. // ЖТФ. 1984. Т. 54. № 8. С. 1530–1533.
 - Марахтанов М.К., Марахтанов А.М. Эффект термоэлектронного вентиля и ритм катодного кратера в низковольтной вакуумной дуге с холодным катодом // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. В. 14.
 - Структура и особенности движения катодного пятна вакуумной дуги на протяженном титановом катоде / Духопельников Д.В., Жуков А.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К. // Измерительная техника. 2005. № 10. С. 42–44.
 - Sablev L.P., Shulaev V.M., Grigoriev S.N. Kharkov: NNC "СРТИ", 2005. P. 236.
 - Khoroshikh V.M. Drop phase of the cathode erosion of the stationary vacuum arc // Physical engineering of the surface. 2004. V. 2. № 4. P. 200–213.
 - Aksenov A.I. Vacuum arc in the erosion sources of plasma. Kharkov: NNC "СРТИ", 2005. P. 212.
 - Aksenov I.I., Padalka V.G., Khoroshikh V.M. The formation of metal plasma stream: Review. M.: Central Research Institute atominform, 1984. P. 84.
 - Site of the firm PLATIT: [http://www.platit.com], 07.06.2008.
 - Loktev D.A. Nanostructural coatings of the highly-productive instrument // Chipping. 2004. № 4(7). P. 12–17.
 - Drop phase research of the cathode erosion of the stationary vacuum arc / Aksenov I.I., Konovalov I.I., Kudryavtseva E.E. and others // ZTF. 1984. V. 54. № 8. P. 1530–1533.
 - Marakhtanov M.K., Marakhtanov A.M. The effect of thermoelectronic valve and the rhythm of the cathode crater in the low voltage vacuum arc with a cold cathode // Letters to ZTF. 1998. V. 24. V. 14.
 - Structure and peculiarities of the cathode spot movement of the vacuum arc at the extensive titanic cathode / Dukhopelnik D.V., Zhukov A.V., Kirillov D.B., Marakhtanov M.K. // Instrumentation technology. 2005. № 10. P. 42–44.

УДК 621.785.533

Цих С.Г., Гришин В.И., Лисицкий В.Н.

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ КАРБОНИТРАЦИИ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ И ИНСТРУМЕНТА В МАШИНОСТРОЕНИИ

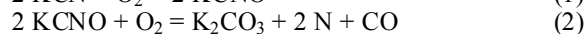
Карбонитрация – высокоэффективная технология поверхностного упрочнения деталей машин, штамповой и прессовой оснастки различного назначения, режущего инструмента. Ее применение взамен газового азотирования позволяет многократно сократить длительность цикла обработки и повысить эксплуатационные свойства упрочняемых деталей.

История низкотемпературного процесса жидкостного азотирования берет начало с 30-х годов прошлого столетия, когда Д.А. Прокошкин [1,2] сообщил о технических возможностях жидкостного цианирования, его простоте и высокой эффективности. Впервые было отмечено, что поверхностное упрочнение при низкотемпературном процессе связано не с формированием мартенситных структур, как в случае высокотемпературного цианирования, а с образованием нитридов и карбонитридов, и сам процесс протекает в условиях, исключая $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение, как это имеет место при других видах поверхностного упрочнения (цементация, нитроцементация, высокотемпературное цианирование, поверхностная закалка). Поэтому локальные разогревы в месте контакта при трении, контактном нагружении не приводят к местному разупрочнению азотированных и карбонитрированных слоев, чего нельзя избежать в случае мартенситных структур, получаемых при закалке. Это объясняет и предельно малые величины деформации и коробления деталей при низкотемпературном насыщении деталей азотом (газовое азотирование) и азотом и уг-

леродом (жидкостное азотирование, карбонитрация).

Широкое освоение технологии низкотемпературного цианирования сдерживалось использованием в составе расплава высокотоксичных цианидов. В 50-х годах XX в. фирма «Дегусса» (ФРГ) внесла коррективы и предложила состав ванны, содержащий наряду с цианидами 50% цианатов щелочных металлов, и тем самым положила начало знаменитому «Тенифер» процессу – «мягкому азотированию». По сравнению с цианированием «ядовитость» процесса сократилась вдвое и он был принят на более чем 1000 машиностроительных предприятиях многих западных стран и Японии. Учитывая высокую эффективность технологии жидкостного азотирования в плане существенного повышения эксплуатационных свойств деталей, технологичность, экономичность и простоту процесса, в дальнейшем развитие технологии было направлено на поиск состава расплава на неядовитой основе.

В результате исследования химизма процесса низкотемпературного цианирования было установлено, что реакции в расплаве идут путем окисления:



с выделением атомов азота и углерода в результате окисления цианата. Не сам цианид калия (KCN), а продукт его окисления – цианат калия (KCNO) – является поставщиком активных атомов азота и углеро-