

Институт Электрофизики Уральского отделения Российской Академии Наук

Тема доклада:

Исследование трибомеханических свойств Ti-Si-C-N покрытий, полученных реактивным испарением титана в парах гексаметилдисилазана



Докладчик: Брюханова Юлия Андреевна (аспирант 2 года обучения)



Руководитель: Меньшаков Андрей Игоревич (к.т.н., с.н.с. ЛПЧ)



Покрyтия на основе Ti-Si-C-N

Основные свойства

- Высокая термостойкость, позволяющая сохранять высокую твердость (50 ГПа) до 800°C
- Стойкость к окислению до 900°C
- Низкий коэффициент трения
- Превосходная износостойкость по сравнению с обычными нитридными или карбонитридными покрытиями

Области применения

- В качестве защиты компонентов от агрессивных сред, включая высокоскоростную резку в сухих или почти сухих условиях
- В качестве износостойких покрытий поршневых колец, компонентов протезов

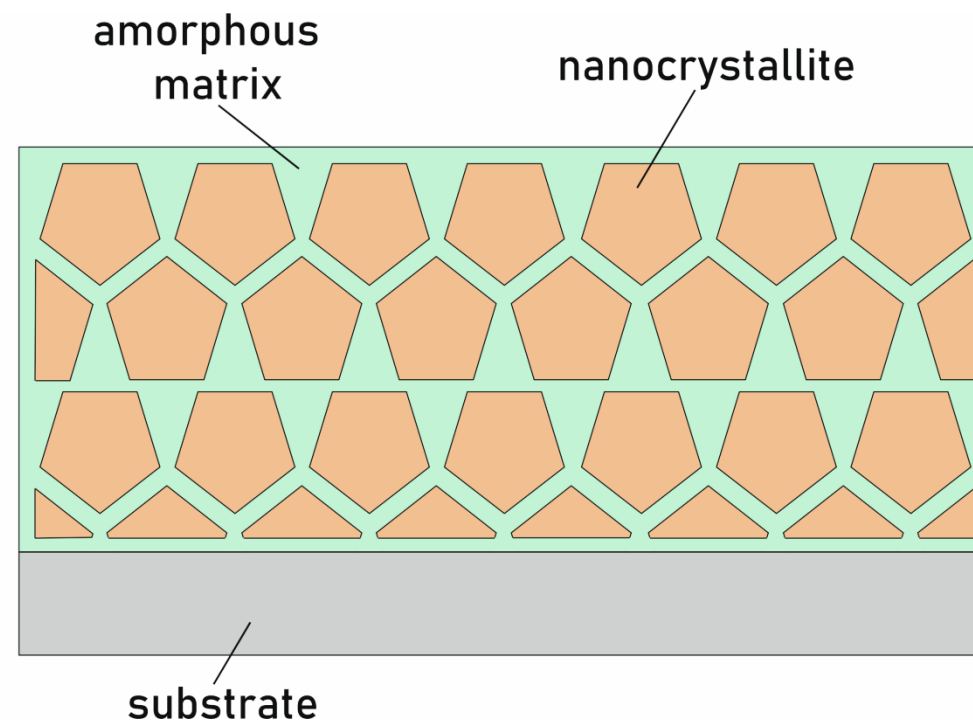


Рис. 1 – Структура нанокompозитного покрытия



Достоинства метода получения

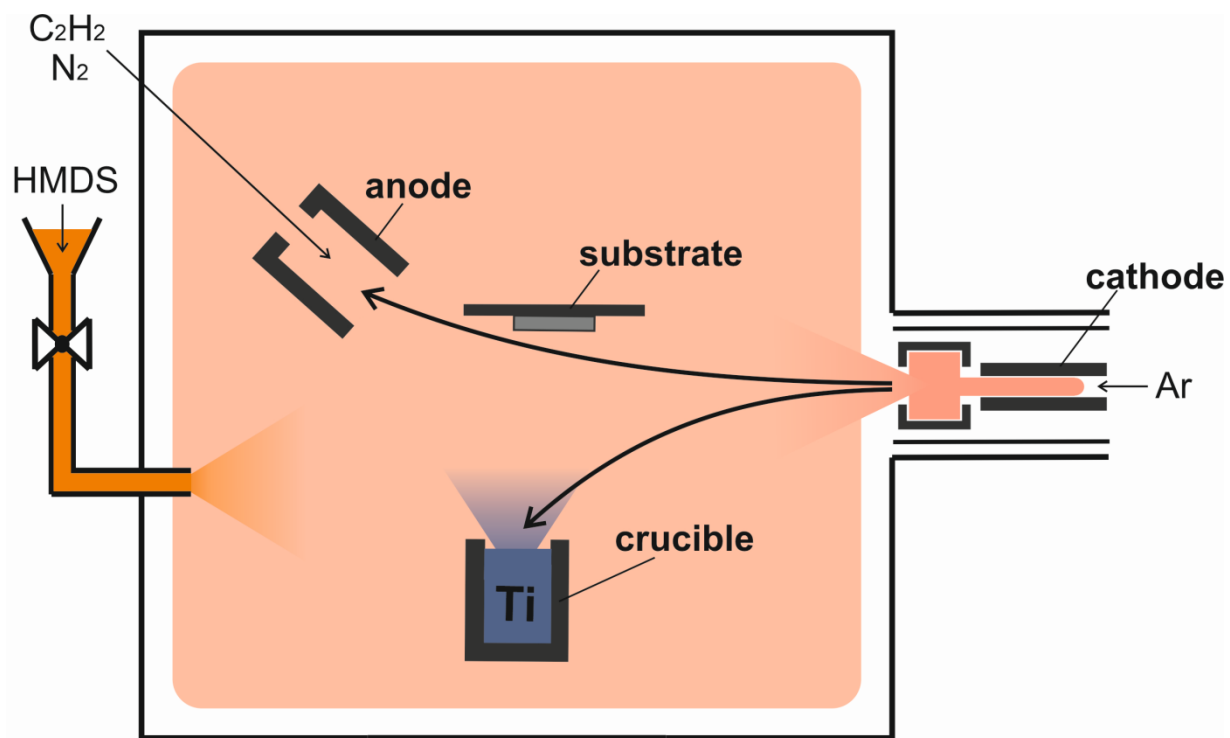


Рис. 2 – Схема распределения разряда

- ☐ Безопасность
- ☐ Экологичность
- ☐ Производительность
- ☐ Возможность контролировать изменения различных условий обработки
- ☐ Высокие скорости осаждения
- ☐ Отсутствие микрокапель в вакуумной среде
- ☐ Относительно низкие энергозатраты
- ☐ Возможность регулировки в широком диапазоне параметров нанесения покрытий



Цель

Исследование влияния параметров нанесения нанокompозитных Ti-Si-C-N покрытий, полученных реактивным испарением титана в парах гексаметилдисилазана, на их трибомеханические свойства

Задачи

1. Исследование зависимостей коэффициента износа, твёрдости Ti-Si-C-N покрытия от:

- ☐ потока гексаметилдисилазана (ГМДС)
- ☐ потока ацетилена (C_2H_2)
- ☐ тока основного разрядного промежутка (I_p)
- ☐ тока в цепи тигля (I_T)

2. Исследование химического состава и структурно-фазового состояния Ti-Si-C-N покрытий

3. Исследование зависимости морфологии поверхности от параметров нанесения покрытий

Эксперимент

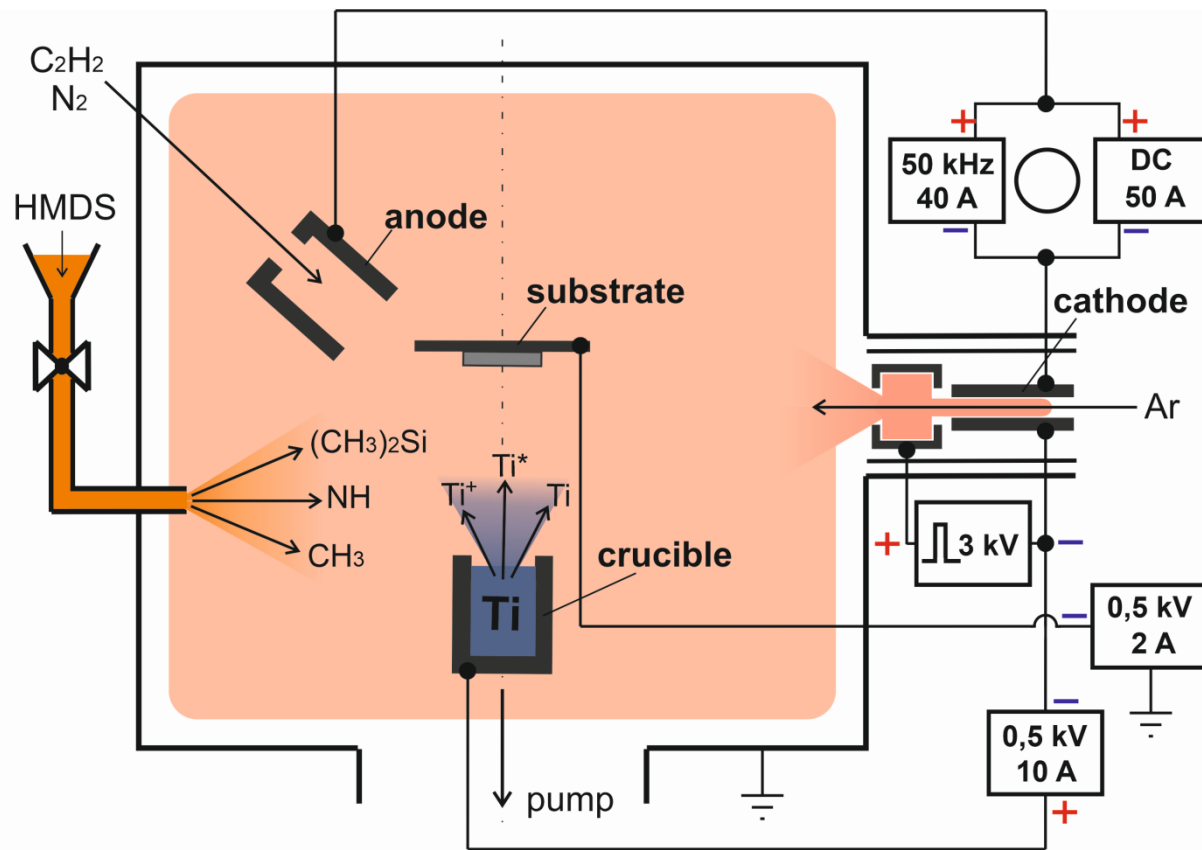


Рис. 3 – Схема экспериментальной установки

Рабочие параметры

Используемые газы:

Ar (30 – 80 sccm), N₂ (5 – 10 sccm),
C₂H₂ (1 – 3 sccm)

Используемый прекурсор:

Гексаметилдисилазан (ГМДС) $[(CH_3)_3Si]_2NH$
(0,25 – 1 g/h)

Рабочий диапазон давлений: 0,5 – 1 mThorr

Диапазон тока разряда: 10 – 50 A

Диапазон тока тигля: 2 – 8 A

Самонакаливаемый полый катод (СНПК):

прессованный порошок TiN,
внутренний диаметр 6 мм, внешний 10,5 мм,
длина 70 мм

Охлаждаемый полый анод: сталь 12X18H10T

Неохлаждаемый анод – тигель: графит
МПГ-7, диаметр выходной апертуры 7 мм



Определение коэффициента износа. «Шар по диску»

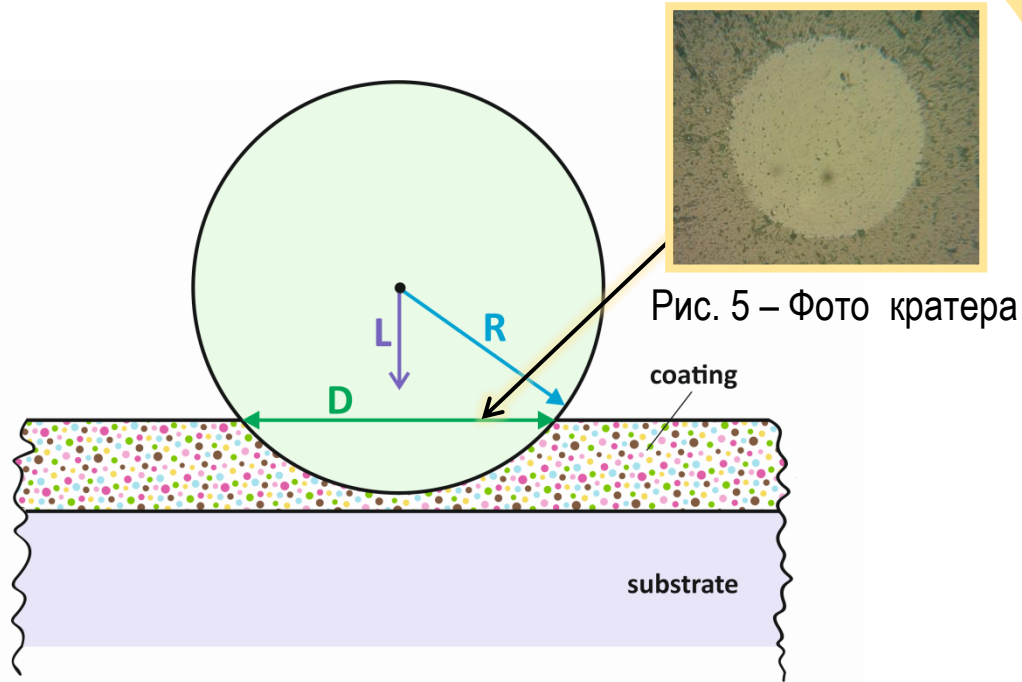


Рис. 4 – Схема износа

R – радиус шарика [м]

D – диаметр области истирания [м]

L – прикладываемая нагрузка [Н]

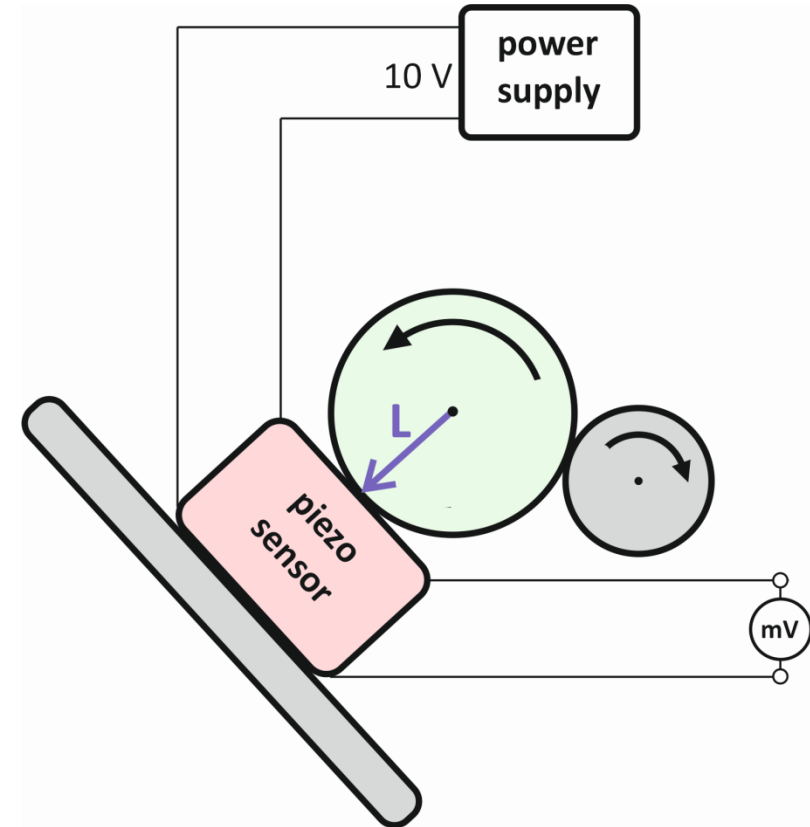


Рис. 6 – Схема измерения выходного напряжения пьезодатчика от прикладываемой к нему нагрузки (шарика)



Расчёт коэффициента износа

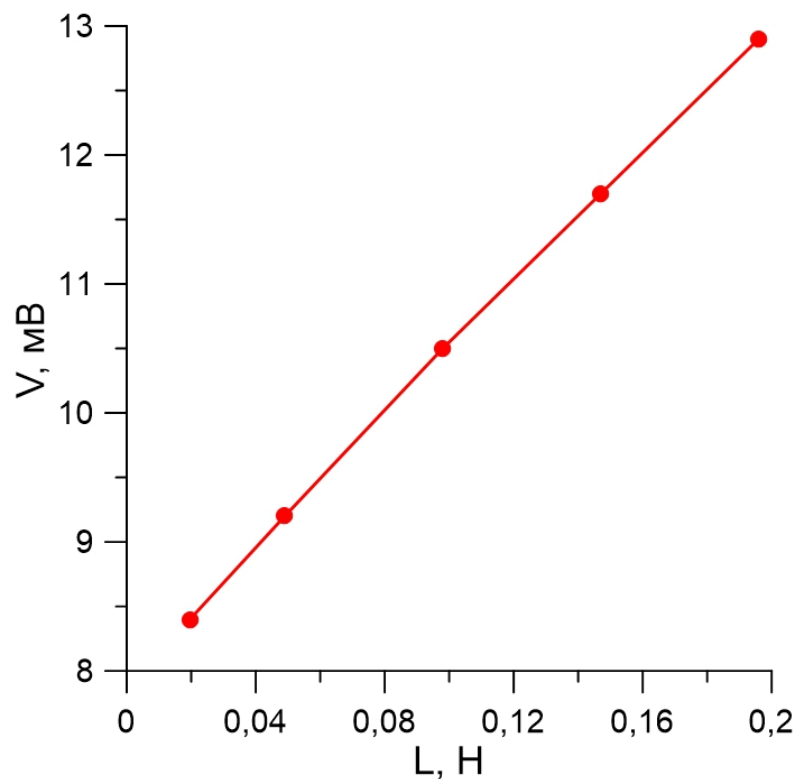


Рис. 7 – Зависимость выходного напряжения пьезодатчика V от прикладываемой к нему нагрузки L

Расчёт коэффициента износа k

Прикладываемая к поверхности нагрузка L находится исходя из построенной калибровочной прямой на (рис. 7) по формуле:

$$L = \frac{V - b}{a}$$

a, b – коэффициенты уравнения калибровочной кривой: $a = 27.20$, $b = 7.86$

Коэффициент износа находится по формуле [1]:

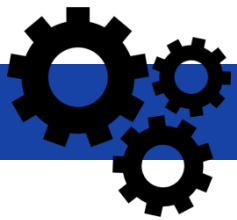
$$k = \frac{\pi \cdot D^4}{64 \cdot S \cdot L \cdot R}$$

S – путь, пройденный шариком, находится по формуле:

$$S = \pi \cdot 2 \cdot R \cdot n \cdot t \cdot c_1 \cdot c_2,$$

n – количество оборотов ротора за минуту; t – время истирания [мин];

c_1, c_2 – коэффициенты передачи: $c_1 = 0.8$, $c_2 = 0.9$



Трибомеханические характеристики покрытия Ti-Si-C-N

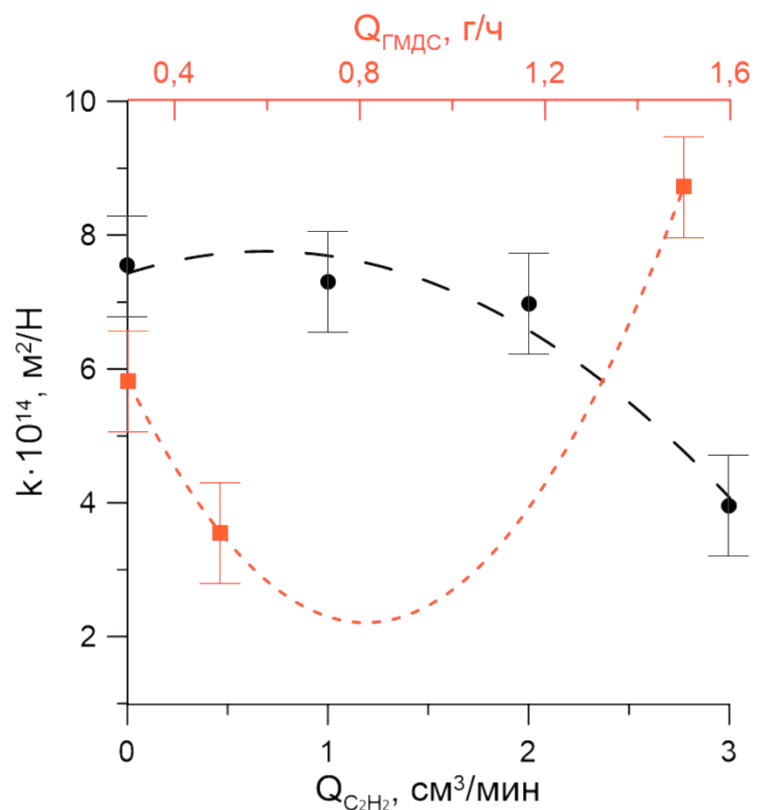


Рис. 8 – Влияние потока ГМДС и C_2H_2 на коэффициент износа покрытий Ti-Si-C-N

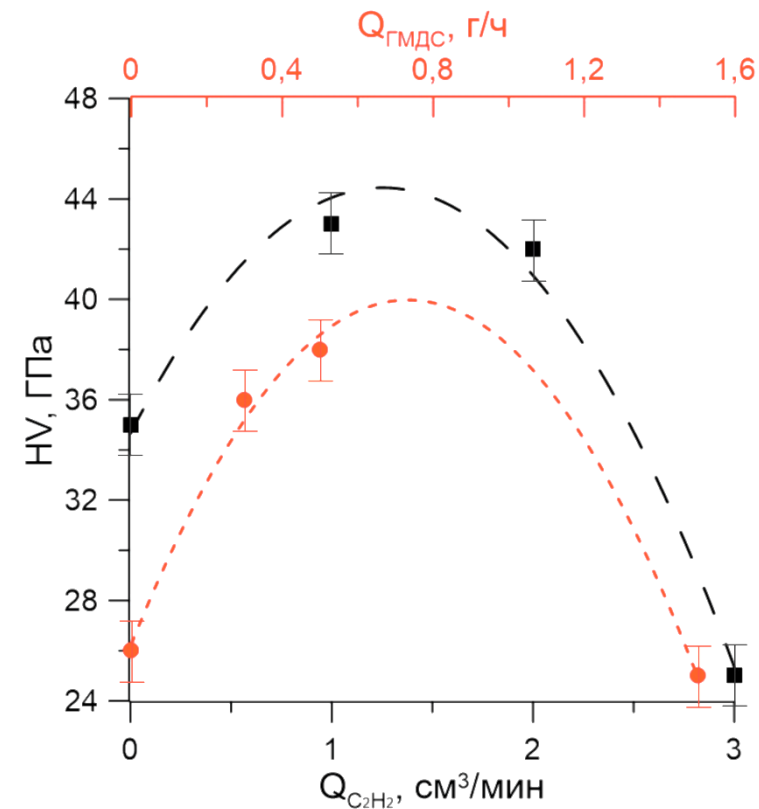
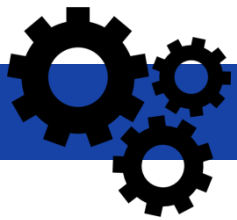


Рис. 9 – Влияние потока ГМДС и C_2H_2 на твёрдость покрытий Ti-Si-C-N



Трибомеханические характеристики покрытия Ti-Si-C-N

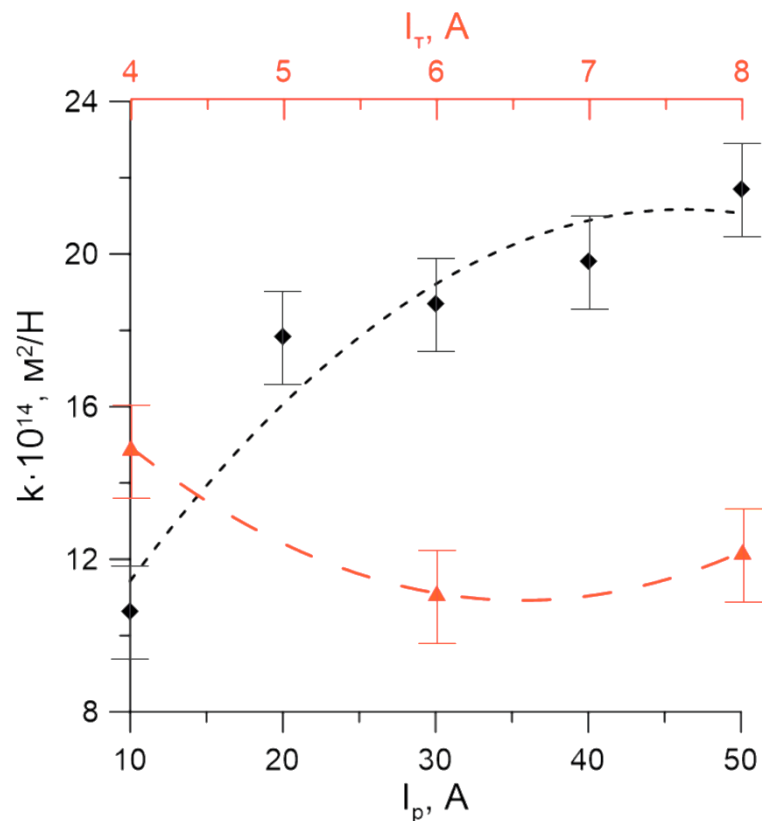


Рис. 10 – Влияние тока в цепи тигля и тока основного разрядного промежутка на коэффициент износа покрытий Ti-Si-C-N

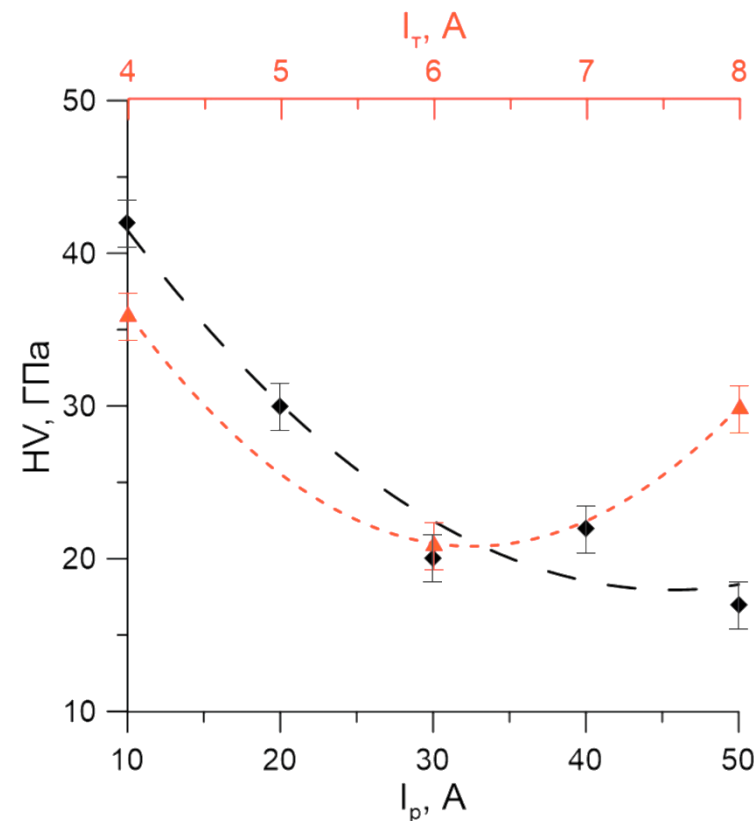
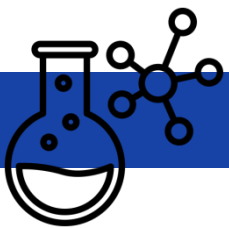
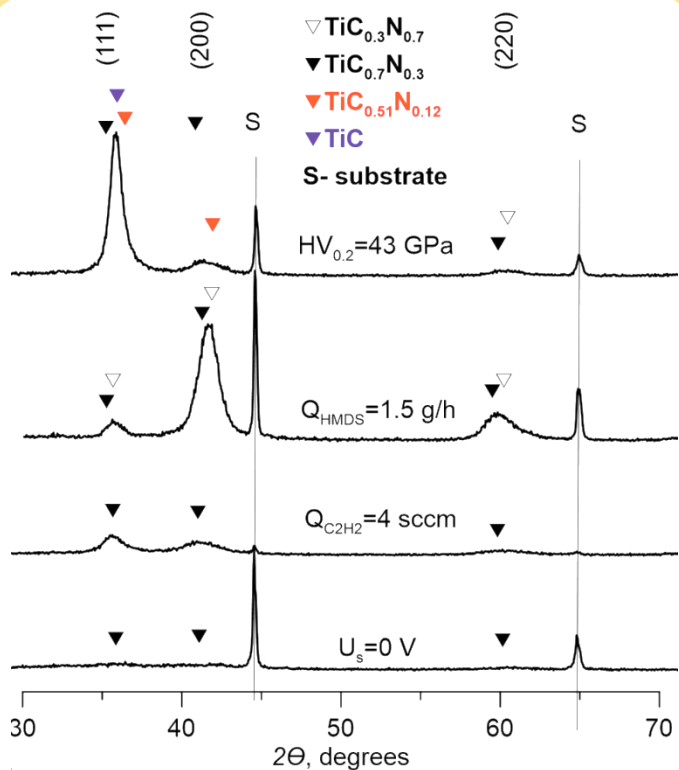


Рис. 11 – Влияние тока в цепи тигля и тока основного разрядного промежутка на твёрдость покрытий Ti-Si-C-N



Химический состав и РФА покрытий Ti-Si-C-N



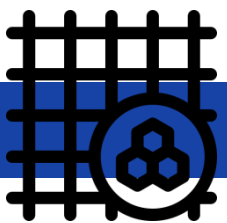
* Рис. 17 – РФА анализ Ti-Si-C-N покрытий, полученных при различных параметрах нанесения

** Таблица 1 – Химический состав Ti-Si-C-N покрытий, полученных при различных параметрах нанесения

№	Q_{N_2} sccm	$Q_{C_2H_2}$ sccm	Q_{HMDS} g/h	P_{Ar} mTorr	I_{cr} , A	nTi, %	nSi, %	nN, %	nC, %	HV, GPa
1	10	1	0.5	0.5	4	52	13.2	22.7	12.1	43
2	30	1	0.5	1	4	38	19.8	37.8	4.3	28
3	10	1	0.5	1	8	35.1	27.6	24.1	13.2	21
4	10	4	0.5	0.5	4	48.9	20.9	15.5	14.7	29
5	10	0	0.25	0.5	6	63.4	6.3	22	8.3	38
6	10	0	1.5	0.5	6	57	16.6	10.4	16	25

* - исследование проведено Анатолием Ивановичем Медведевым в ИЭФ УрО РАН

** - исследование проведено Полиной Андреевной Скорыниной в ИМАШ УрО РАН



Морфология поверхности покрытий Ti-Si-C-N

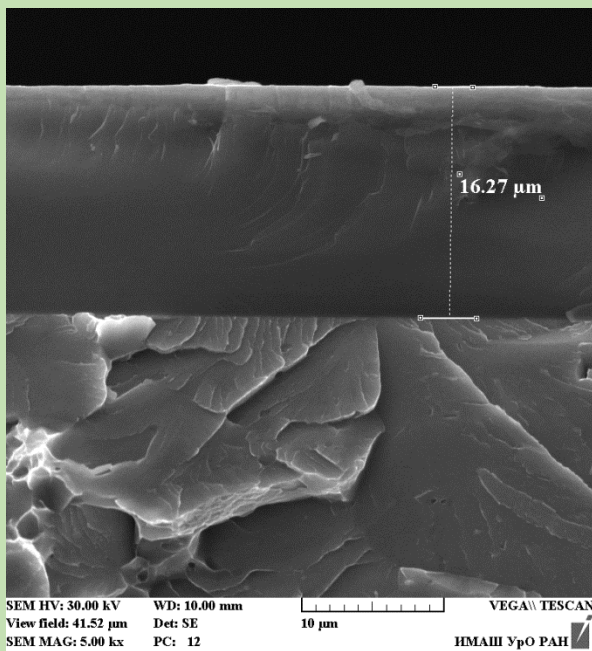
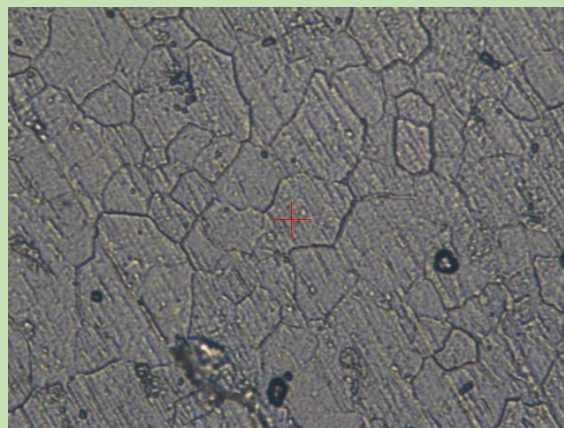


Рис. 12 – Фото скола

Время нанесения – 3 часа
Скорость нанесения – 5,3 мкм/ч



Режим А

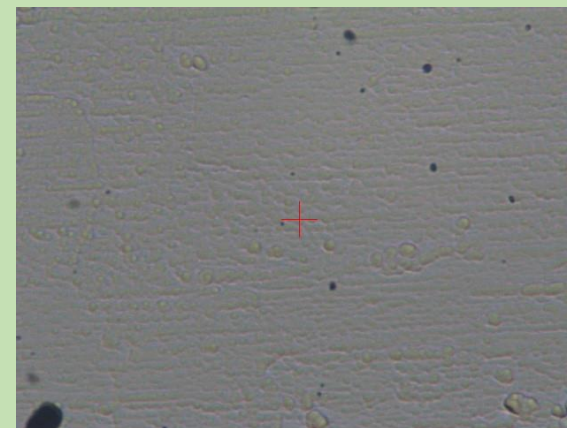
$I_d = 12 \text{ A}$

$I_{cr} = 6 \text{ A}$

$Q_{N_2} = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{C_2H_2} = 1 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{HMDS} = 0.3 \text{ g/h}$



Режим В

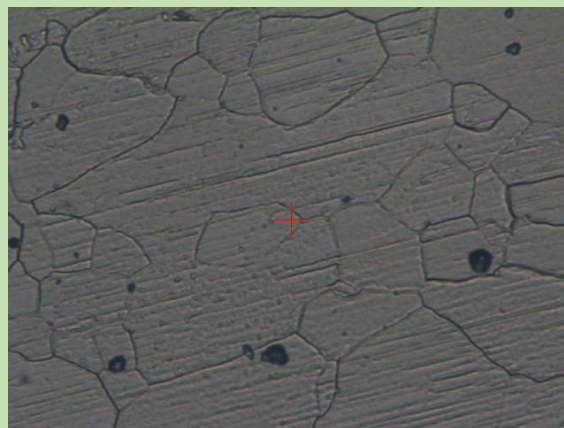
$I_d = 12 \text{ A}$

$I_{cr} = 4 \text{ A}$

$Q_{N_2} = 10 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{C_2H_2} = 1 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{HMDS} = 0.5 \text{ g/h}$



Режим С

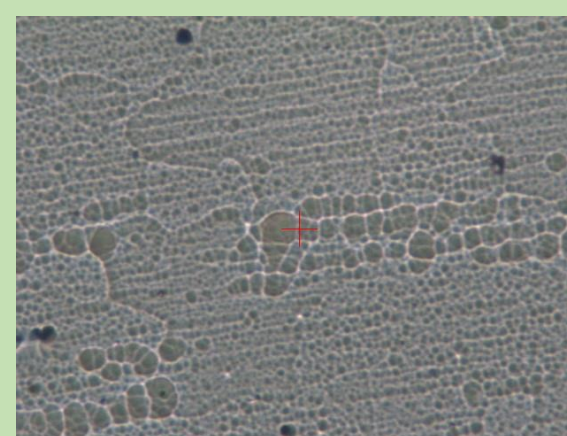
$I_d = 12 \text{ A}$

$I_{cr} = 6 \text{ A}$

$Q_{N_2} = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{C_2H_2} = 3 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{HMDS} = 0.3 \text{ g/h}$



Режим D

$I_d = 12 \text{ A}$

$I_{cr} = 4 \text{ A}$

$Q_{N_2} = 10 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{C_2H_2} = 3 \text{ cm}^3/\text{min}$

$Q_{HMDS} = 0.5 \text{ g/h}$

Рис. 13 – Фото поверхности в различных режимах нанесения



Заключение

- ✓ **Исследовано влияния параметров нанесения нанокompозитных Ti-Si-C-N покрытий, полученных реактивным испарением титана в парах гексаметилдисилазана, на их трибомеханических свойства:**
Получены покрытия толщиной 10 – 16 мкм со скоростью осаждения 3 – 5 мкм/ч. Наименьшие коэффициенты износа k ($2,8 \cdot 10^{-14}$ – $3,2 \cdot 10^{-14}$ м²/Н) и высокая твёрдость HV 42 – 43 ГПа были достигнуты при токе в цепи тигля 4 А и токе основного разряда 12 А при потоках C₂H₂ (1 см³/мин) и ГМДС (0,3 - 0,5 г/ч). Полученные значения k существенно ниже коэффициента износа стальной подложки ($1,2 \cdot 10^{-13}$ м²/Н) и TiN покрытия ($5 \cdot 10^{-14}$ м²/Н).
- ✓ **Проведён анализ РФА и химического состава получаемых Ti-Si-C-N покрытий:**
С точки зрения максимальной твёрдости (42 – 43 ГПа) и минимального коэффициента ($2,8 \cdot 10^{-14}$ м²/Н) износа оптимальным является химический состав: Ti 52 %, Si 13,2 %, N 22,7 %, C 12,1 %, со структурой нанокompозита, состоящего из нанокристаллических фаз TiCN /TiC и кремнийсодержащей аморфной фазы
- ✓ **Исследована морфология поверхности и поперченного сечения покрытия:**
В оптимальной режиме синтеза покрытие имеет однородную структуру и хорошую адгезионную прочность.

Спасибо за внимание!