ИЗМЕНЕНИЕ АДГЕЗИИ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ TiN И Ti ПРИ ОСАЖДЕНИИ ИХ НА ПОДЛОЖКИ, ПОДВЕРГНУТЫЕ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

И.А.Солодухин, В.В.Ходасевич, В.В.Углов, Ж.Л.Приходько
Белорусский государственный университет, пр. Ф. Скорины 4, 220080 Минск, Беларусь.
Тел. +375 17 2265834. E-mail: uglov@phys.bsu.unibel.by

Показано, что предварительная имплантация ионами аргона стали У8А приводит к увеличению адгезии к стальной подложке формируемых на ней методом катодно-дугового плазменного осаждения покрытий нитрида титана и чистого титана. Для покрытия TiN в случае использования максимальной дозы предварительной имплантации, равной $1\cdot10^{17}$ ион/см^2, величина критической нагрузки, при которой начинается отслаивание покрытия, составляет 11.3 Н, что в два раза больше, чем для покрытия, осажденного на неимплантированную сталь. При фрикционных испытаниях покрытий TiN и Ti, осажденных на имплантированную ионами аргона сталь, обнаружено повышение их стойкости к истиранию – до 80% для покрытий из чистого титана; а также уменьшение на 25% коэффициента трения для покрытий TiN. В случае покрытий нитрида титана наряду с изменением трибологических свойств наблюдается также усиление текстуры (220) с ростом дозы предварительной имплантации подложки.

Введение

В настоящей работе рассматривается возможность модификации адгезии и трибологических свойств вакуумно-плазменных покрытий TiN и Ti при использовании дополнительного ионного воздействия на подложку. Для этого поверхность подложки перед нанесением покрытия подвергалась имплантации ионами аргона с целью создания условий для формирования переходного слоя, обеспечивающего хорошую адгезию покрытия к подложке за счет радиационно-стимулированной активации процессов, протекающих на границе раздела между ними [1].

I. Методика эксперимента

В качестве подложек в работе использовались пластины углеродистой стали У8А. После зеркальной полировки они подвергались имплантации ионами аргона (энергия ионов E = 30 кэВ, дозы D = $1\cdot10^{16}$ – $1.5\cdot10^{17}$ ион/см^2, вакуум в камере $6\cdot10^{-4}$ Па). Разогрев подложек в ходе имплантации не превышал 470 К. На исходные и имплантированные подложки методом катодно-дугового плазменного осаждения [2-3] наносились покрытия TiN либо Ti. Осаждение велось при низких температурах (температура образцов во всех случаях не превышала 450 К). Процесс формирования покрытия TiN осуществлялся по технологии КИБ (конденсация с ионной бомбардировкой [3-4]) в две стадии: 1) формирование переходной области в результате обработки поверхности подложки потоком плазмы Ti (ток дуги титанового катода I_{arc}^{Ti} – 100 А, потенциал подложки U_{sub}= 1кВ, вакуум $2\cdot10^{-3}$ Па, продолжительность 60 с); 2) осаждение слоя TiN (I_{arc}^{Ti} = 100 А, U_{sub} = 120 В, давление азота в камере $1\cdot10^{-1}$ Па, время осаждения 10 мин). В результате толщина пленки TiN составляла 0.8 мкм.

При формировании пленки Ti поддерживались следующие параметры осаждения: I_{arc}^{Ti} = 100 А, U_{sub} = 120 В, вакуум в камере $6\cdot10^{-4}$ Па, толщина пленки 0.3 мкм.

Адгезия покрытий TiN и Ti анализировалась методом "scratch-testing" (методом царапания) [5]. Измерения выполнены на установке VTT Tech Scratch Tester с использованием алмазного индентора Роквелла (угол 120°, радиус наконечника 200 мкм) при стандартных условиях (скорость движения образца 10 мм/мин и скорость увеличения нагрузки на инденторе 100 Н/мин). Трибологические свойства полученных образцов с покрытиями анализировались с помощью измерения коэффициента трения на трибометре ТАУ-1МУ. Его принцип действия основан на использовании возвратно-поступательного движения сферического индентора (материал ВК8, радиус наконечника 1 мм) относительно поверхности образца (сухое трение). Нагрузка на инденторе составляла 0.7 Н.

Исследование структуры и фазового состава покрытий проводилось на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2 при использовании геометрии скользящего пучка [6] (излучение Co-K_α с длиной волны λ=0.17902 нм, угол скольжения $\varphi=3^0$).

II. Экспериментальные результаты

Одной из важнейших характеристик покрытий для их практического применения является прочность сцепления покрытия с подложкой, или адгезия. В работе исследовано влияние дозы предварительной имплантации стальных подложек на адгезию покрытий нитрида титана и чистого титана.

Адгезия покрытий анализировалась методом "scratch-testing" по степени отслаивания покрытия вдоль границ царапины, оставляемой индентором с возрастающей нагрузкой при его движении вдоль поверхности образца. Величина критической нагрузки (L_c) на инденторе, при которой начинается отслаивание покрытия TiN, полученная для различных образцов, приведена в табл. 1. Из таблицы следует, что для покрытия нитрида титана, сформированного на облученной до дозы

$1 \cdot 10^{17}$ $Ar^+/см^2$ подложке, величина L_c в 2 раза больше, чем в случае осаждения TiN на необлученную подложку.

Таблица 1
Величина критической нагрузки (L_c), характеризующая адгезию покрытия TiN

Доза предварительной имплантации подложки, 10^{16} $Ar^+/см^2$	L_c, Н
0	5.6+0.5
1	6.6±0.5
10	11.3±0.7

В случае системы титановое покрытие – сталь установлено, что, если для неимплантированного образца отслаивание пленки происходит уже при начальном нагружении индентора, то для образцов, имплантированных до доз $3 \cdot 10^{16}$ и $1.5 \cdot 10^{17}$ ион/см^2, критическая нагрузка L_c составляет 1.8 и 2.5 Н, соответственно. Здесь следует отметить, что анализ адгезии титановых покрытий методом царапания проводился при стандартных условиях тестирования, используемых при исследовании адгезионных характеристик износостойких покрытий типа TiN. Этим и обусловлена малость полученных значений критической нагрузки, что характерно для относительно мягких покрытий, типа титанового [7].

Таким образом, увеличение дозы предварительной имплантации стальных подложек приводит к усилению адгезии покрытий TiN и Ti.

Трибологические свойства полученных образцов анализировались по изменению коэффициента трения при фрикционных испытаниях. Как видно из рис. 1, в случае системы TiN/сталь использование предварительной имплантации позволяет существенно сократить этап приработки (характеризующийся повышенными значениями коэффициента трения μ) при трении по покрытию TiN (в 3 раза при дозе облучения $1 \cdot 10^{17}$ ион/см^2). На стадии установившегося трения для покрытия на облученных подложках коэффициент трения на 25% меньше, чем для покрытия на необлученной подложке (рис. 1). Кроме того, анализ треков износа слоя нитрида титана на стали свидетельствовал о меньшей степени разрушения покрытия в ходе фрикционных испытаний в случае его формирования на имплантированной до дозы $1 \cdot 10^{17}$ ион/см^2 подложке.

Исследования коэффициента трения, выполненные для образцов системы Ti/сталь, указывают на увеличение стойкости к истиранию покрытий в случае их нанесения на предварительно имплантированные подложки. При этом достигается увеличение пути, который необходимо пройти индентору для полного разрушения покрытия, с 4 до 7-8 метров (рис. 2). Увеличение стойкости к истиранию подтверждалось также тем, что ширина трека

Рис.1. Зависимость коэффициента трения (μ) пути (L) индентора по поверхности об покрытием TiN, осажденным на неимпланти (1) и имплантированную до дозы $1 \cdot 10^{1}$ (2), 5 $1 \cdot 10^{17}$ $Ar^+/см^2$ (4) подложку

износа покрытия при фрикционных исп меньше в том случае, когда оно осажда подложку, подвергнутую имплантации. Г имела место обратная зависимость трека от величины дозы предвари имплантации.

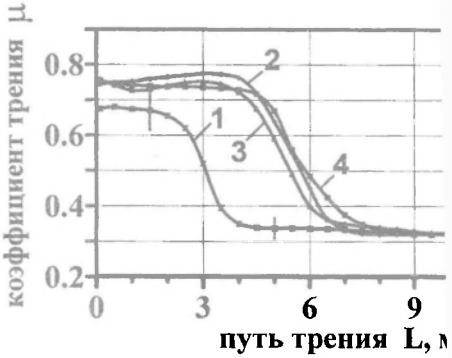

Рис.2. Зависимость коэффициента трения длины пути (L) индентора по поверхности об покрытием Ti, осажденным без (1) использованием предварительной импл подложки до дозы $3 \cdot 10^{16}$ (2), $7.5 \cdot 10^{16}$ (3) и $Ar^+/см^2$ (4)

В случае покрытий нитрида наряду с изменением трибологических наблюдается также усиление текстуры ростом дозы предварительной импла подложки (рис. 3).

Таким образом, полученные резу исследования механических свойств по TiN и Ti свидетельствуют о возмо существенного улучшения этих свойст использовании имплантации подложек Ar, предшествующей осаждению пок Поскольку, как было показано ранее предварительная имплантация подлож приводит к увеличению толщины перех слоя между ними и осаждаемыми покрь TiN и Ti, то можно предположить модификация механических свойств по связана с изменением условий их зарожд роста вследствие радиационной модифи поверхностного слоя подложки Наблюдаемое изменение текстуры покрыт (рис. 3) в случае их осаждения на под

подвергнутые ионной имплантации, может служить подтверждением данного предположения.

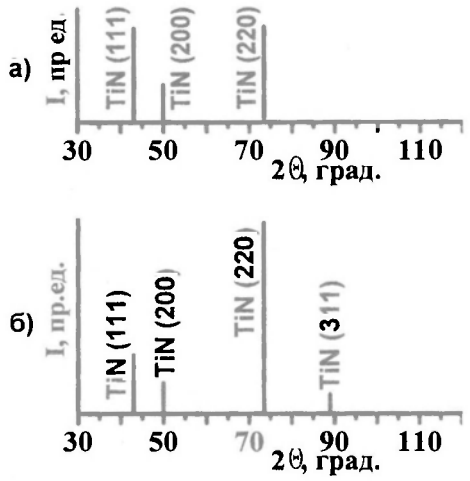

Рис.3. Штрих-рентгенограмма образца с покрытием TiN, осажденным на неимплантированную (а) и имплантированную до дозы $1 \cdot 10^{17}$ $Ar^+/см^2$ (б) подложку

Заключение

Полученные результаты свидетельствуют о том, что предварительная имплантация ионами аргона стали У8А приводит к увеличению адгезии к стальным подложкам осаждаемых на них покрытий нитрида титана и чистого титана. Для покрытия TiN величина критической нагрузки на инденторе, при которой начинается отслаивание покрытия, увеличивается в два раза при достижении максимальной дозы предварительной имплантации подложки.

При фрикционных испытаниях покрытий TiN и Ti, осажденных на имплантированную ионами аргона сталь, обнаружено повышение их стойкости к истиранию – до 80% для покрытий из чистого титана; а также уменьшение на 25% коэффициента трения для покрытий TiN.

В случае покрытий нитрида титана наряду с изменением трибологических свойств наблюдается также усиление текстуры (220) с ростом дозы предварительной имплантации подложки.

Список литературы

1. *В.В.Ходасевич, И.А.Солодухин, И.И.Приходько, В.В.Углов* // Поверхность. Сер.: Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исслед.– 1997.– №6.– С.93.
2. *H.Randhawa* // Thin Solid Films.– 1991.– V.196, №2.– P.329.
3. *М.М.Никитин.* Технология и оборудование вакуумного напыления.– М.: Металлургия, 1992.– 112 с.
4. *А.С.Верещака, И.П.Третьяков.* Режущие инструменты с износостойкими покрытиями.– М.: Машиностроение, 1986.– 191 с.
5. *T.Arai, H.Fujita, M.Watanabe* // Thin Solid Films.– 1987 – V.154.– P.387.
6. *C.Friedrich, G.Berg, E.Broszeit, K.-H.Kloos* // Surf. Coat. Techn.– 1995.– V.74-75.– P.279.
7. *L.P.Ward, P.K.Datta* // Thin Solid Films.– 1995.– V.271, №1-2.– P.101.
8. *В.В.Ходасевич, И.А.Солодухин, В.В.Углов, И.И.Приходько* // Вакуумная техника и технология.– 1997.– Т.7, №2.– С.3.
9. *В.В.Ходасевич, И.А.Солодухин.* Роль предваритель-ного облучения и нагрева подложки в модификации переходного слоя и механических свойств покрытий TiN // Взаимод. излучений с тв. телом: Материалы III междунар. конф. / Белорус. гос. университет.– Минск, 1999.– Т.2.– С.109.
10. *А.А.Бабад-Захряпин.* Дефекты покрытий.– М.: Энергоатомиздат, 1987.– 152 с.

THE CHANGE OF ADHESION AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF TiN AND Ti COATINGS IN THE CASE OF THEIR DEPOSITION ON SUBSTRATES SUBJECTED TO ION IMPLANTATION

I.A.Solodukhin, V.V.Khodasevich, V.V.Uglov, Zh.L.Prikhodko
Belarussian State University, pr. F. Scoriny 4, 220080 Minsk, Belarus.
Tel. +375 17 2265834. E-mail: uglov@phys.bsu.unibel.by

It was shown that preliminary implantation of У8А steel with argon ions leads to adhesion increase of titanium nitride and pure titanium coatings deposited by a cathodic arc plasma deposition method on this steel. The value of critical load L_c (at which coating destruction starts) for TiN coating deposited on the substrate implanted up to the dose of $1 \cdot 10^{17}$ ions/cm^2 is equal to 11.3 N. This value is twice as large than L_c for the coating deposited on unimplanted steel. As the result of the friction tests it was found that TiN and Ti coatings are more resistant to abrasion when deposited on the implanted steel; friction coefficient decrease (by 25%) for TiN coatings is also observed. The change of tribological properties for titanium nitride coatings is also accompanied by (220) texture intensification with the substrate implantation dose increase.