электронный журнал
МОЛОДЕЖНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ВЕСТНИК
Издатель ФГБОУ ВПО "МГТУ им. Н.Э. Баумана". Эл No. ФС77-51038.

УДК 621.793.72

Сравнительный анализ капельной фазы в алюминиевых покрытиях

Литвинова В.В., *студент*
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Плазменные энергетические установки»

Научный руководитель: Духопельников Д.В., к.т.н, доцент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
Duh@power.bmstu.ru

В настоящее время в промышленности широко используется метод вакуумно-дугового нанесения покрытия на различные материалы. В частности, особую важность и интерес представляют износостойкие покрытия, наносимые на режущий инструмент. Покрытия на инструмент позволяют в несколько раз увеличить срок его службы, а так же скорость резания.

В методе вакуумного дугового нанесения для испарения металла используется дуговой разряд на металлическом катоде. В промышленности этот метод используется для нанесения защитных, защитно-декоративных, коррозионностойких и износостойких покрытий: TiN, TiAlN, CrN, TiCN и другие [1]. Вакуумно-дуговой разряд активно используется в технологиях нанесения тонких пленок благодаря уникальным характеристикам наносимых покрытий. В этом разряде создаются потоки плазмы, состоящей из материала катода со степенью ионизации от 60 до 100 %, значительная часть ионов многократно заряжена. Высокая степень ионизации металлической плазмы позволяет управлять потоками плазмы для нагрева и очистки подложки в вакууме. Таким образом обеспечивается высокая адгезия осаждаемого покрытия даже при относительно низкой температуре подложки (550^0C и ниже). Присутствие в вакуумной камере реактивных газов или их смесей позволяет синтезировать металлокерамические износостойкие и другие функциональные материалы [2].

Главной проблемой метода вакуумно-дугового нанесения покрытия, является наличие капель в продуктах эрозии катода (размерами от 0,01 до 10 мкм) [3, 4]. Наличие крупных капель отрицательно сказывается на качестве получаемой поверхности, а также на свойствах покрытии. Опытным путем выявлено, что для достижения требуемых

характеристик покрытия на металлорежущем инструменте при необходимой шероховатости покрытия (*Ra*=0,63 – 0,16 мкм) размер капель на поверхности, должен составлять от 0,2 до 0,8 мкм. Это достигается увеличением скорости движения катодного пятна вакуумной дуги и конструкцией дугового испарителя [5, 6, 7].

Несмотря на важность проблемы наличия микрокапель в осаждённом покрытии, в настоящее время недостаточно публикаций, посвящённых экспериментальному исследованию размеров и форм микрокапель. Практически отсутствуют данные распределения по размерам микрокапель в покрытиях, осаждаемых промышленными вакуумными дуговыми испарителями.

Цель данной работы – провести измерение размеров микрокапель в алюминиевых покрытиях, осаждённых при различных условиях торцевым вакуумным дуговым испарителем и получить гистограммы распределения микрокапель по размерам.

Оборудование

Покрытие наносилось на установке, оснащенной торцевым вакуумно-дуговым испарителем с диаметром катода 100 мм из алюминиевого сплава Д16. Дуговой испаритель был оснащен магнитной системой на постоянных магнитах, создающей на поверхности катода расходящееся осесимметричное магнитное поле.

Толщина наносимого покрытия измерялась методом «ступеньки», профилометром 107622 завода «Калибр».

Размеры капель измерялись с помощью лазерного сканирующего конфокального микроскопа Carl Zeiss LSM700. Данный микроскоп использует два метода получения изображения: традиционный оптический и лазерный конфокальный. Лазерный сканирующий конфокальный модуль позволяет построить трехмерную модель исследуемой поверхности, а также рассчитать параметры профиля поверхности образца. Разрешение микроскопа составляет от 0,12 мкм по плоскости и от 0,01 мкм по высоте.

Эксперимент и результаты

Для исследования распределения размеров микрокапель было изучено три образца покрытий, сделанных при различных условиях осаждения:

- Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при остаточном давлении $4{,}0 \cdot 10^{-4}$ Па;
- Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении аргона, равном $5{,}3 \cdot 10^{-2}$ Па;

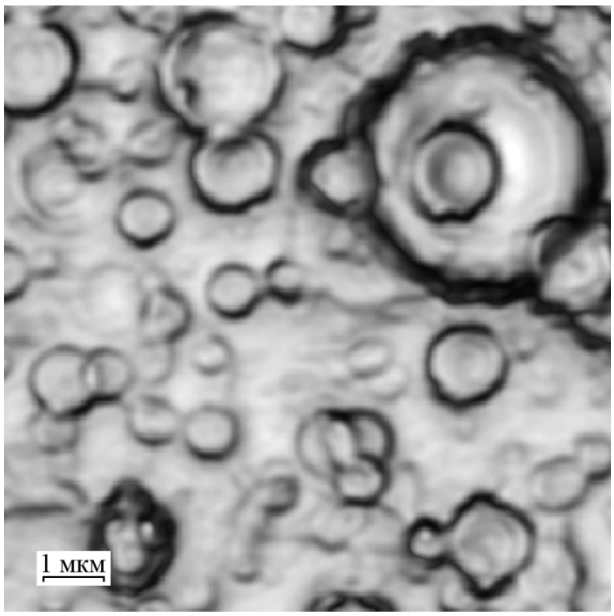
- Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении кислорода в камере, равном $2{,}0 \cdot 10^{-1}$ Па.

Время нанесения покрытия для всех образцов составляло 30 с. Ток разряда 100 А. Расстояние от подложки до поверхности катода составляло 140 мм. В качестве подложки использовалось флоат-стекло М1.

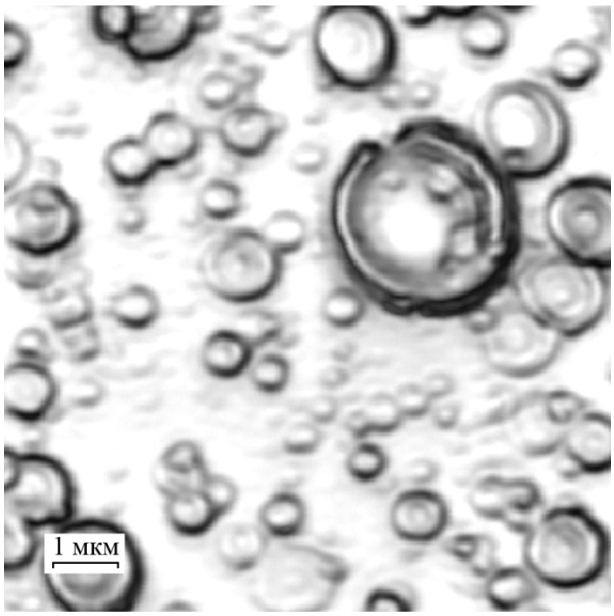
В первых двух случаях покрытие представляло собой белую матовую пленку. Матовость покрытия возникала вследствие большого количества микрокапель, в третьем случае - полупрозрачную матовую пленку оксида алюминия. Матовость покрытия обусловлена большим количеством микрокапель.

Чтобы получить распределение размеров капель по диаметрам использовался метод анализа, представленный в работе [5]. Капли по размерам разбивались на 3 группы. Капли первой группы имели размеры до 0,8 мкм (максимальный размер капель в покрытии для металлорежущего инструмента), капли второй группы – от 0,8 мкм до 2,0 мкм, к третьей группе относятся кали размерами от 2,0 мкм до 6,0 мкм (особо крупные капли). Согласно используемому методу, приведенному в работе [5], было подсчитано количество капель одной группы размеров, и соотнесено с общим количеством капель, обнаруженных на данной площади. Для оценки числа микрокапель бралась поверхность размером 50 х 50 мкм. Для каждого образца было проведено измерение не менее 1000 микрокапель.

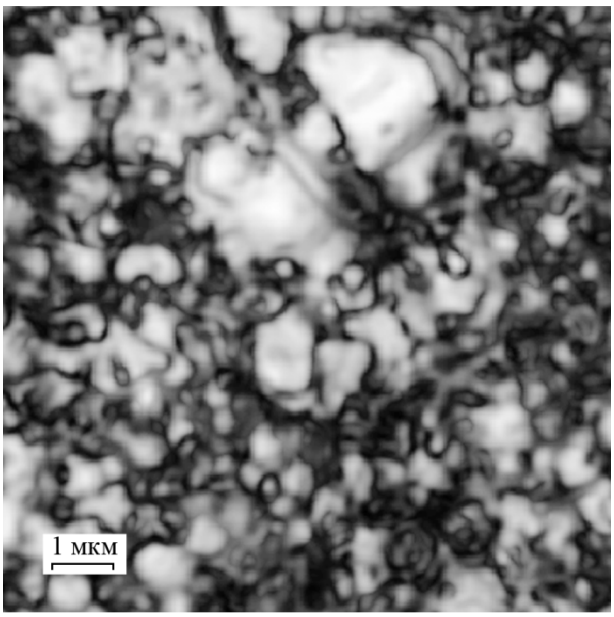
На рис.1 представлены изображения микрокапель всех трех образцов.



а)



б)



в)

Рис. 1. Фотографии поверхности образцов 10x10 мкм: а) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при остаточном давлении $4{,}0 \cdot 10^{-4}$ Па; б) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении аргона равном $5{,}3 \cdot 10^{-2}$ Па; в) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении кислорода в камере $2{,}0 \cdot 10^{-1}$ Па

Для измерения диаметра и высоты микрокапли с помощью программного обеспечения микроскопа оценивался профиль поверхности рис.2.

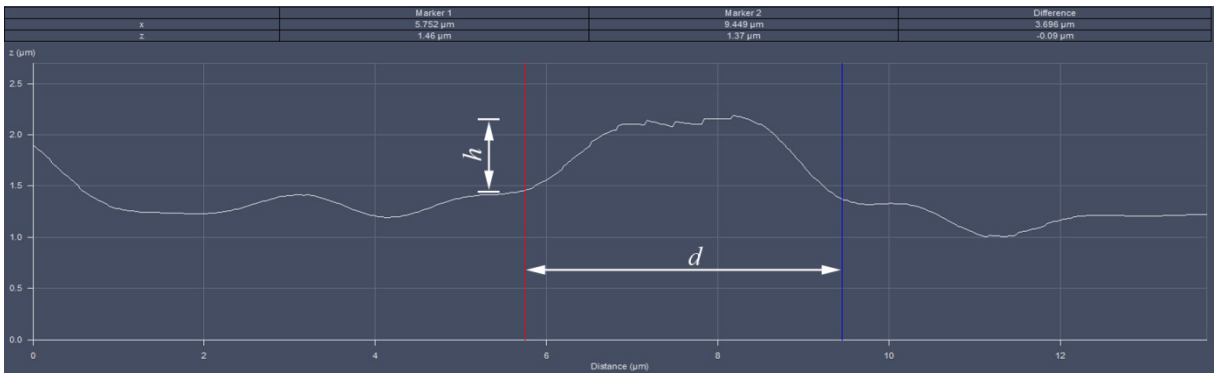
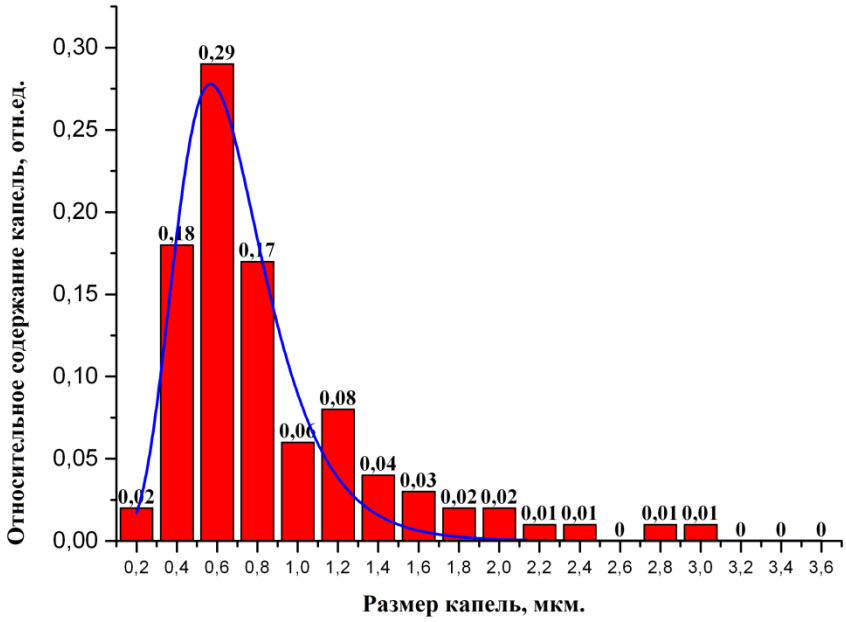
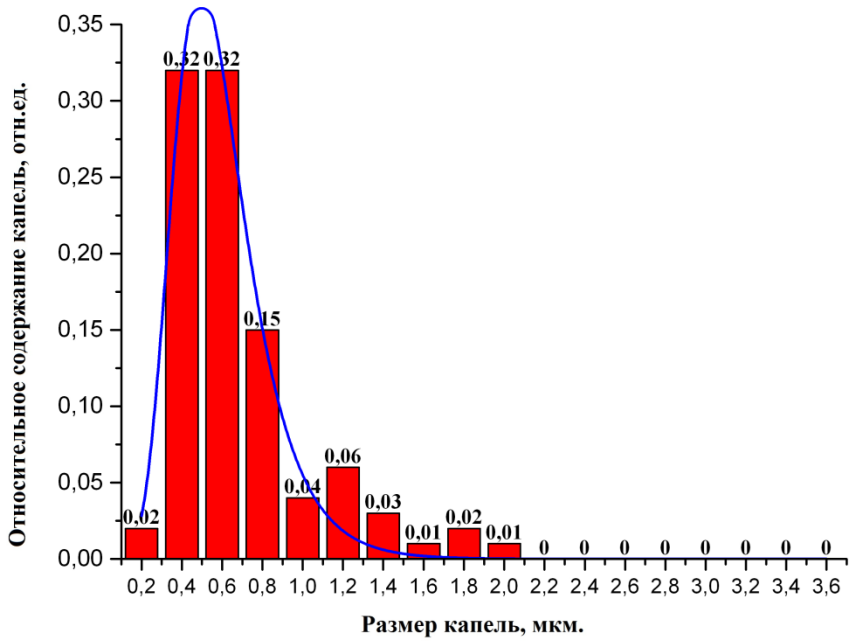


Рис. 2. Профилограмма с обозначенной микрокаплей

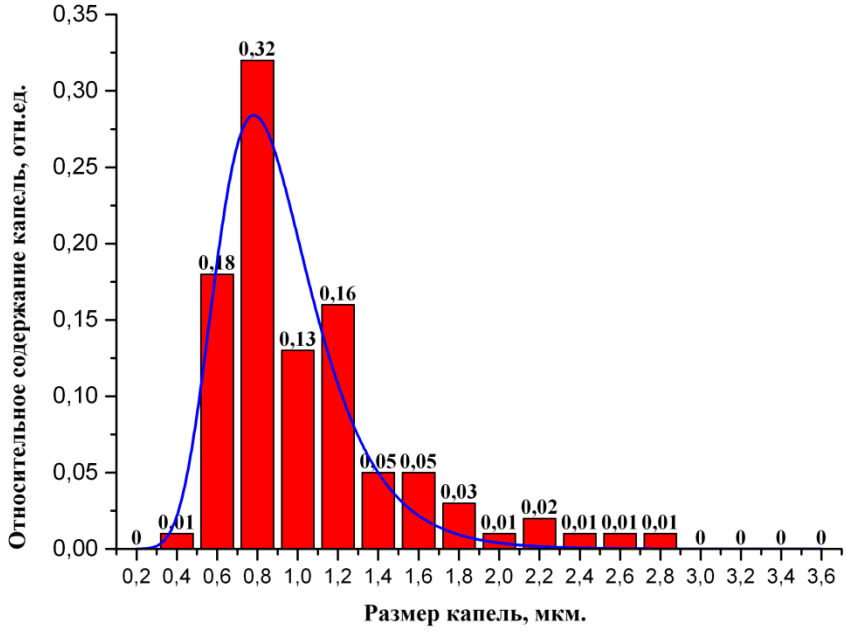
На рис.3 приведены диаграммы распределения размеров капель для различных режимов нанесения покрытия.


Относительное содержание капель, отн.ед.
0,30
0,25
0,20
0,15
0,10
0,05
0,00
0,02
0,18
0,29
0,17
0,06
0,08
0,04
0,03
0,02
0,02
0,01
0,01
0
0,01
0,01
0
0
0
0,2 0,4 0,6 0,8 1,0 1,2 1,4 1,6 1,8 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,0 3,2 3,4 3,6
Размер капель, мкм.

а)


Относительное содержание капель, отн.ед.
0,35
0,30
0,25
0,20
0,15
0,10
0,05
0,00
0,02
0,32
0,32
0,15
0,04
0,06
0,03
0,01
0,02
0,01
0
0
0
0
0
0
0
0
0,2 0,4 0,6 0,8 1,0 1,2 1,4 1,6 1,8 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,0 3,2 3,4 3,6
Размер капель, мкм.

б)



в)

Рис.3. Диаграммы распределения капель по размерам для различных покрытий: а) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при остаточном давлении $4{,}0 \cdot 10^{-4}$ Па; б) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении аргона равном $5{,}3 \cdot 10^{-2}$ Па; в) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении кислорода в камере $2{,}0 \cdot 10^{-1}$ Па

В первом образце алюминиевого покрытия, нанесенном при остаточном давлении, количество капель диаметром до 0,8 мкм составило 66 %. 29 % капель имеют размеры от 0,8 до 6,0 мкм. Были обнаружены и большие, свыше 6,0 мкм, размеры капель но их количественное содержание составило менее 1 %. Максимальный размер капли, обнаруженной на поверхности составил в диметре 44,0 мкм.

Во втором образце алюминиевого покрытия, нанесенном в среде аргона, количество капель размерами до 0,8 мкм составило 81 %. 17 % капель имеют размеры от 0,8 до 6,0 мкм. Количество капель размерами более 6,0 мкм составило менее 1 %. Максимальный размер капли, обнаруженной на поверхности, составил в диаметре 7,0 мкм.

Третий образец – покрытие из оксида алюминия имеет на поверхности 51 % капель размерами до 0,8 мкм. 48 % капель имеют размеры от 0,8 до 6,0 мкм. Количество капель размерами более 6,0 мкм составило менее 1 %. Максимальный размер капли составил 35,4 мкм в диаметре.

В таблице обобщены сведения по всем трем образцам.

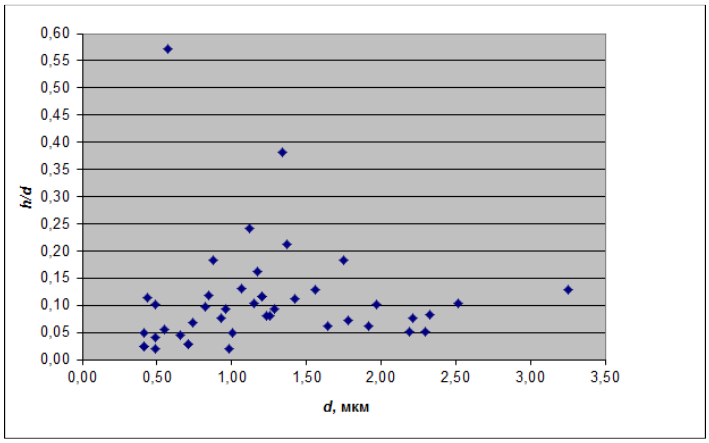
Параметры капельной фазы для образцов покрытия

	Алюминиевое покрытие при $P_{ост} = 4{,}0 \cdot 10^{-4}$ Па	Алюминиевое покрытие при $P_{Ar} = 5{,}3 \cdot 10^{-2}$ Па	Покрытие из оксида алюминия при $P_{O2} = 2{,}0 \cdot 10^{-1}$ Па
Относительное количество капель с размерами до 0,80 мкм, %	66	81	51
Относительное количество капель с размерами от 0,80 до 2,00 мкм, %	25	17	43
Относительное количество капель с размерами от 2,00 до 6,00 мкм, %	4	2	5
Максимальный размер обнаруженной капли, мкм	44,0	7,0	35,4

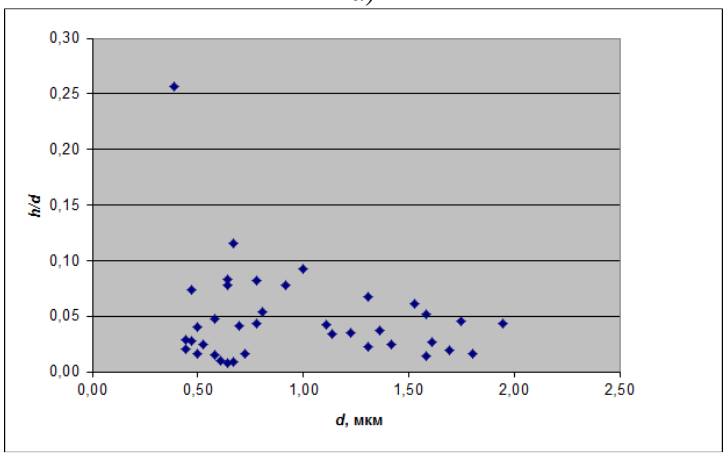
Все три образца покрытий имеют наибольшее количество капель диаметрами до 0,8 мкм. Из этого следует, что рабочая среда в камере незначительно влияет на процесс их образования. Таким образом капли на всех трех покрытиях образуются из одного и того же материала, но при этом на третьем образце получен оксид алюминия. Исходя из этого, можно сказать, что при образовании покрытия оксид был сформирован не на катоде, а непосредственно на подложке.

Следует отметить, что разрешение микроскопа не позволяло регистрировать капли, меньшие 0,2 мкм. Таким образом, наличие микрокапель с размерами в нанометровом диапазоне и влияние их на распределение микрокапель по размерам остаётся открытым. Помимо измерения диаметра микрокапель было произведено измерения их высот. Известно [5], что микрокапли могут иметь как приплюснутую форму, так и округлую. По форме микрокапель можно косвенно судить о фазовом состоянии вещества микрокапли, прилетающей на подложку. В работе было оценено отношение высоты микрокапли к ее диаметру (*h/d)* для каждого из покрытий. Чем больше отношение *h/d*, тем более сферическую форму имеют капли. Полученные значения в зависимости от размера

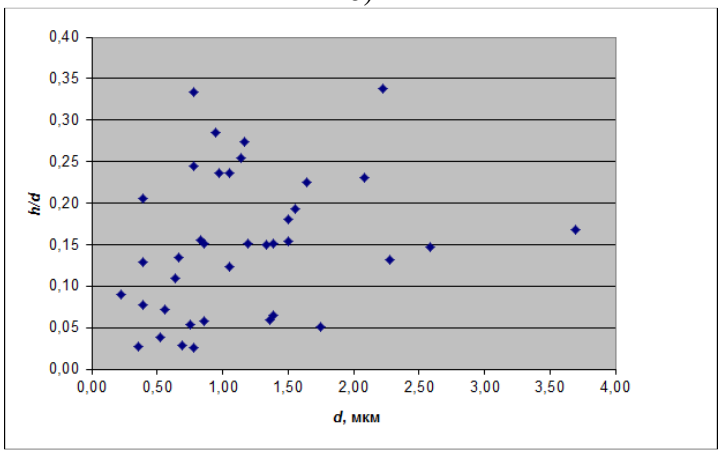
микрокапли были нанесены на график (рис. 4), где каждая точка на графике представляет собой отдельно взятую каплю.



а)



б)



в)

Рис.4. Зависимость отношения высоты микрокапли к ее диаметру, в зависимости от ее размера *h/d* (*d*). а) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при остаточном давлении $4{,}0\cdot10^{-4}$ Па; б) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении аргона равном $5{,}3\cdot10^{-2}$ Па; в) Покрытие из алюминиевого сплава Д16, осажденное при давлении кислорода в камере $2{,}0\cdot10^{-1}$ Па

В работе [5], где проводилась работа с покрытием из титана ВТ1-0, было показано, что капли меньшего диаметра приходили на подложку в твердом состоянии, а крупного диаметра приходили в жидком состоянии. На графиках рис.4 ожидалось получить аналогичные результаты на алюминиевом покрытии из сплава Д16. Однако, никакой зависимости формы микрокапель от её диаметра выявить не удалось. Значение *h/d* имеет разброс от 0,025 до 0,3 для большинства измерений. Большая часть капель имеет отношение $h/d < 0{,}2$, что свидетельствует о приплюснутой форме большинства капель.

Заключение

При осаждении алюминиевых покрытий, все капли приходят на подложку в жидком состоянии, в отличие от титана, где капли малого диаметра приходят на подложку в твердом состоянии.

Покрытия из сплава Д16, нанесенные при остаточном давлении ($4{,}0 \cdot 10^{-4}$ Па), и в среде аргона ($5{,}3 \cdot 10^{-2}$ Па), имеют наибольшее количество капель диаметром 0,6 мкм. Покрытие из оксида алюминия имеет наибольшее количество капель диаметром 0,8 мкм, из чего можно сделать вывод, что присутствие и тип газа не значительно влияют на образование микрокапель, а оксид алюминия образуется не на катоде, а непосредственно на подложке.

Список литературы

1. Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия / под общ. ред. И.М. Неклюдова, В.М. Шулаева. Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005. 236 с.
2. Аксенов А.И. Вакуумная дуга в эрозионных источниках плазмы / под общ. ред. И.М. Неклюдова, В.М. Шулаева. Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005. 212 с.
3. 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 π80 // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. Электрон. журн. 2008. № 4. Режим доступа: http://vestnik.magtu.ru/content_en/Vestnik%20MSTU%20for%202008,%20Number%204.pdf (дата обращения 20.03.2014).
4. Monteiro O., Anders A.. Vacuum Arc Generated Macroparticles in the Nanometer Range // IEEE Transactions on plasma science. 1999. Vol. 27. P 1030-1033: DOI: 10.1109/27.782276.

5. Щуренкова С.А. Исследование влияния теплофизических процессов в катодной области вакуумной дуги на дисперсный состав капельной фазы в продукции эрозии катода: дис… канд. техн. наук. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2013, 153 с.
6. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Щуренкова С.А. Динамика движения катодных пятен по поверхности катода в поперечном магнитном поле // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2012. № 1. Режим доступа: http://technomag.bmstu.ru/doc/256359.html (дата обращения 20.03.2014).
7. Takikawa H., Tanoue H.. Review of Cathodic Arc Deposition for Preparing Droplet-Free Thin Films // IEEE Transactions on plasma science. 2007. Vol. 35. P 992-999. DOI: 10.1109/TPS.2007.897907.