

Исследование трибологических свойств тонкопленочных покрытий, формируемых методом магнетронного распыления композитной мишени Ti+MoS₂

77-30569/229269

09, сентябрь 2011

Беликов А. И., Дмитриев А. М., Калинин В. Н., Никонов И. И.,
Барсуков Н. М.

УДК 621.793.182, 621.893

МГТУ им. Н.Э. Баумана

belikov@bmstu.ru

countess.olga@gmail.com

kalinin_vn@mail.ru

nikonigor@yandex.ru

nick_turner@mail.ru

ВВЕДЕНИЕ

Одним из факторов повышения надежности функционирования и времени безотказной работы вакуумного технологического оборудования является увеличение ресурса работы механизмов, использующих в своей основе пары сухого трения, за счет снижения интенсивности изнашивания и уменьшения коэффициента трения контактирующих поверхностей. С этой целью широко применяются тонкопленочные покрытия на основе таких слоистых твердосмазочных материалов (ТСМ), как дисульфиды и диселениды тугоплавких металлов (например, MoS₂, WS₂ и др.), формируемые методами вакуумного осаждения. В настоящее время для повышения износостойкости таких тонкопленочных покрытий ведется поиск новых технологических решений и оптимальных вариантов композитных структур. В таких композициях объемное соотношение компонент износостойкого и антифрикционного материалов при определенных структурных параметрах композиции должны обеспечивать как высокую износостойкость, так и высокие антифрикционные характеристики. Одним из перспективных вариантов композиции является изотропная 3D-структура, формируемая путем одновременного осаждения на изделие потоков износостойкого и твердосмазочного материалов. Очевидно, что объемное соотношение этих материалов в композиции, их химический и фазовый состав, геометрические (размерность, форма) параметры структуры композита в конечном итоге определяют трибологические свойства полученного покрытия.

Возможным технологическим вариантом формирования покрытий изотропной 3D-структуры является осаждение компонентов будущего покрытия из отдельных технологических источников. Так,

например, в докладе, представленном на конференции «NANO 2004» [1], были приведены результаты исследования влияния на коэффициент трения покрытия TiAlCN включенного в его состав дисульфида молибдена. В рассматриваемой работе покрытие TiAlCN+MoS₂ нанокompозитной структуры формировалось распылением материала из трех мишеней: TiAl, графитовой и MoS₂. В сравнении с коэффициентом трения исходного покрытия (TiAlCN), составлявшим значение на уровне 0.7-0.8, наблюдалось существенное снижение (по истечении этапа приработки на пути трения 20 м) коэффициента трения до значения 0.1 и сохранении этого значения на протяжении пути трения 200 м.

Следует отметить, что технологический вариант осаждения композитного покрытия из нескольких пространственно разнесенных источников обладает рядом существенных недостатков. Прежде всего, во-первых, это связано с формированием композитных структур различного стехиометрического соотношения для точек поверхности изделия, находящихся на различных удалениях от источников нанесения, что особенно существенно, если изделие имеет большие размеры. Во-вторых, для повышения качества и воспроизводимости процесса осаждения покрытий необходимо обеспечивать стабилизацию и согласование параметров распыления для работающих одновременно источников нанесения, исключить их взаимное влияние. В-третьих, повышается сложность технологической системы напылительного оборудования, особенно при увеличении количества отдельно распыляемых материалов, а следовательно, снижается его надежность, увеличиваются стоимость и затраты на обслуживание.

Одним из путей преодоления недостатков приведенного технологического решения является использование технологической системы формирования композитного антифрикционного покрытия на основе одного источника с распыляемой комбинированной прессованной мишенью, содержащей в необходимом процентном соотношении все компоненты будущего покрытия. В этом случае технология является промышленно ориентированной, существенно упрощается оборудование и технологический процесс. В случае отклонения режимов распыления мишени это одновременно сказывается на распылении всех компонент мишени, что в меньшей степени влияет на изменение состава покрытия.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Формирование покрытий на подложках

Целью данной работы являлось: отработка технологии формирования композитного покрытия TiN-MoS₂ методом магнетронного распыления прессованной композитной мишени состава Ti+MoS₂ и экспериментальные исследования трибологических характеристик полученного покрытия.

Распыляемые мишени для исследований были изготовлены методом холодного прессования из смеси порошков титана и дисульфида молибдена [2] в объемном соотношении 1:1. Внешний вид полученной мишени приведен на рис. 1.

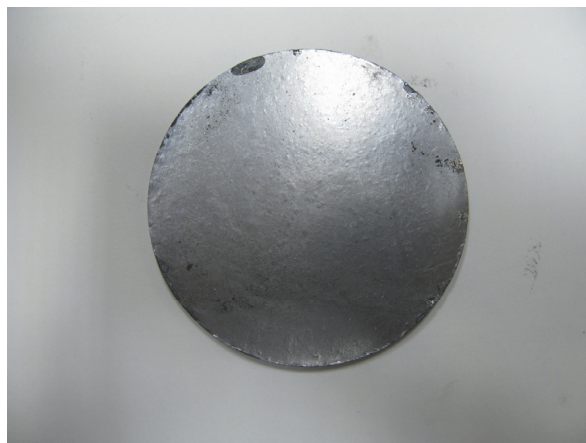


Рис. 1. Внешний вид распыляемой мишени, полученной прессованием исходных порошков

Эксперименты по формированию покрытий на опытных образцах осуществлялись на модернизированной установке вакуумного осаждения упрочняющих покрытий (рис. 2), оснащенной автономным источником ионов типа «Радикал» и двумя магнетронными источниками, функционирующими на постоянном токе. Установка оснащена газовой системой, обеспечивающей подготовку газовой смеси на основе аргона и азота в требуемом соотношении [3].

В качестве подложек под покрытие использовались пластинки из стали X18H10T размером 20 X 20 мм, толщиной 1 мм. Подложки проходили полный комплекс предварительной очистки, включая механическую чистку, полировку, обработки в ультразвуковой ванне в среде ацетона в течение 20 минут и затем размещались в вакуумной камере на специальной оснастке. Предварительно проводилась обработка поверхности пучком ионов аргона из автономного источника ионов на следующих режимах: давление аргона – $4 \cdot 10^{-4}$ Торр, ускоряющее напряжение – 2100 В, время обработки – 30 мин.

Установленная на магнетроне распыляемая мишень подвергалась предварительной тренировке. Затем осуществлялось нанесение покрытий на подложки и свидетели (для измерения толщины покрытия) при давлении смеси газов аргон+азот $3 \cdot 10^{-4}$ Торр, напряжении и токе магнетронного разряда соответственно 420 В и 0.8 А в течение 30 мин.

Для определения толщины, полученные на свидетелях покрытия, исследовались на атомном силовом микроскопе (АСМ) "Solver-NEXT" компании "NT-MDT". Измеренная толщина для полученных покрытий составляла примерно 0.4 мкм.



Рис. 2. Установка вакуумного осаждения антифрикционных и упрочняющих тонкопленочных покрытий

Исследование характеристик покрытий

Трибологические характеристики покрытий определялись на трибометрическом стенде (рис. 3) по схеме "pin-on-disk". Измерительная система стенда на основе тензодатчика обеспечивала с помощью блока аналого-цифровых и цифро-аналоговых преобразователей (АЦП-ЦАП) ввод информации в персональный компьютер и ее программную обработку. Нагружение индентора 3 с контртелом в виде шарика обеспечивалось посредством коромысла 5 через блок 6 грузом весом 1 Н, поз. 7. Измерения проводились на режимах, представленных в табл. 1. В процессе испытаний в результате постепенного изнашивания покрытия увеличивалась фактическая площадь контакта шарика с поверхностью, поэтому в таблице приведены номинальные контактные давления, определенные на основании измеренной ширины дорожки износа по окончании испытаний, что и характеризует минимальную величину контактного давления.

Методика испытаний заключалась в следующем. Установленные на предметном столике трибометра образцы с покрытиями исследовали на двух дорожках трения, подбирая частоту вращения привода таким образом, чтобы обеспечить одинаковую скорость скольжения на контакте. Результаты измерения (величина динамического коэффициента трения) в реальном масштабе времени отображалась с помощью программы на мониторе (рис.4). Характерным являлось наличие этапа приработки покрытия в течение 20-30 секунд, во время которого коэффициент трения возрастал до 0.3, а затем снижался до значений

0.08÷0.1 и сохранялся на этом уровне до окончания наблюдений. По истечении четырех с половиной часов испытаний (путь трения 2.5 км) величина коэффициента трения оставалась минимальной.

После испытаний на трибометре на поверхности образцов образовывались дорожки износа, которые в дальнейшем измеряли и оценивали на ACM Solver NEXT по методике полуконтактного зондирования и входящем в его состав оптическом микроскопе при увеличении в 500 раз (рис. 5).

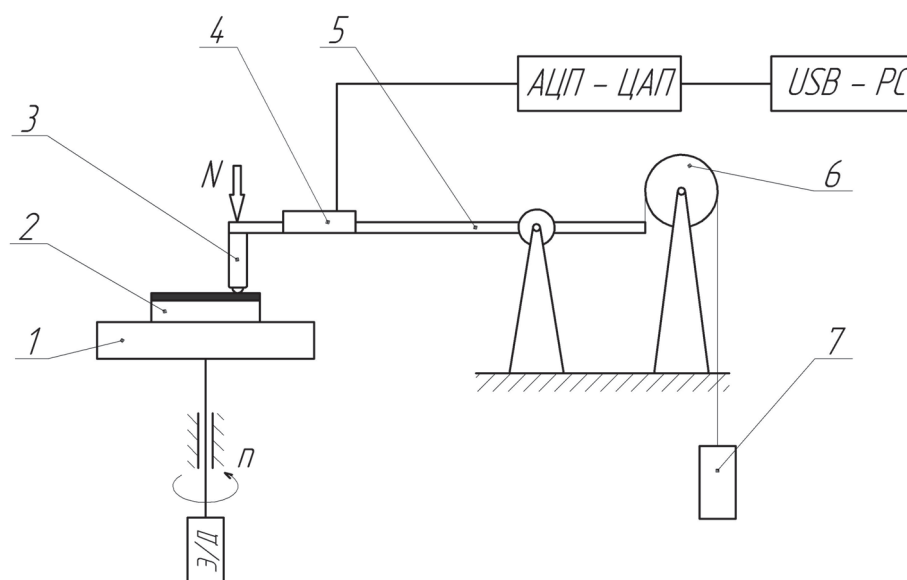


Рис. 3. Схема трибометрического стенда. 1 – предметный столик; 2 – исследуемый образец; 3 – индентор; 4 – измерительная система; 5 – коромысло; 6 – блок; 7 – система нагружения индентора.

Таблица 1. Режимы испытаний на трибометрическом стенде

Контртело	Режим трения	Контактное давление, минимум, МПа	Радиус дорожки трения, мм	Линейная скорость на контакте, м/с	Время испытания, мин	Путь трения, м
Стальной шарик, ШХ15, Ø3 мм	Сухой, нормальные атмосферные условия, 25°C	32	10	0.16	210	2016
		127	8		60	576

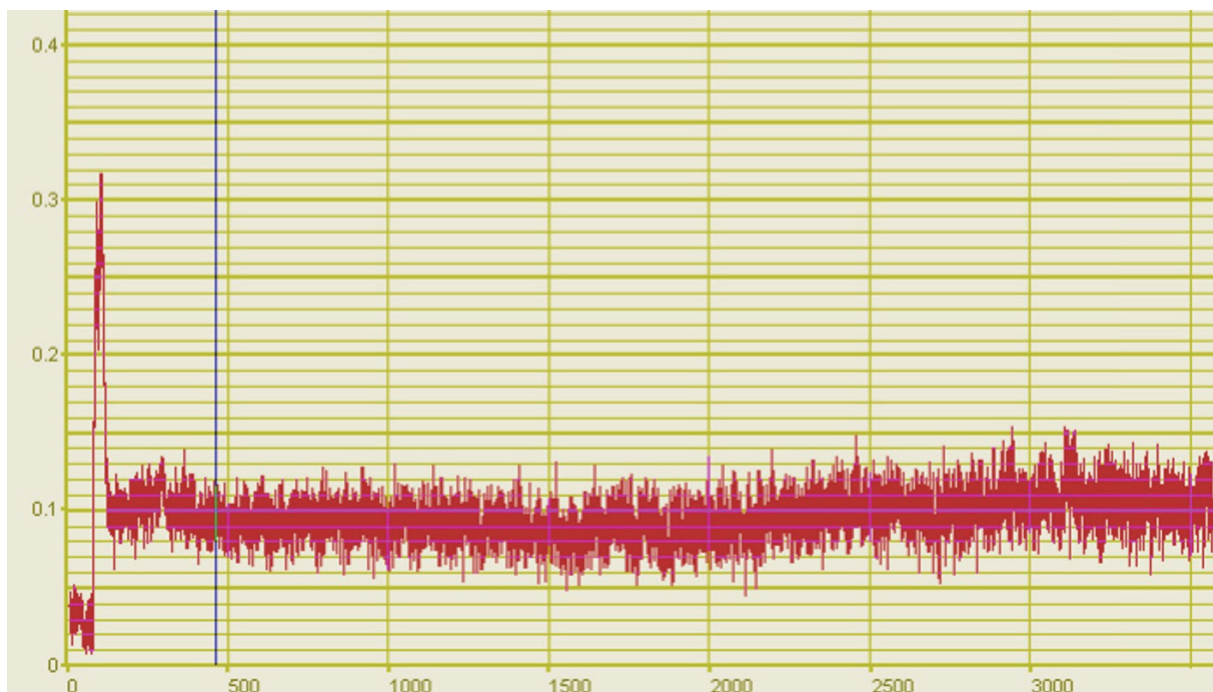


Рис. 4. Динамика изменения коэффициента трения с течением времени.

На рис. 6 приведено трехмерное АСМ-изображение поперечного профиля дорожки износа. По результатам выполненных замеров можно отметить следующее. Максимальная ширина дорожек износа составляла от 100 нм (для меньшего пути трения) до 200 нм (для большего пути трения). Измеренные максимальные глубины на профиле износа, соответственно, – от 20÷30 нм для меньшего пути трения до 150÷200 нм на большем пути трения.

Таким образом, оценивая износостойкость полученных покрытий на основании режимов испытаний и геометрических параметров дорожек износа, можно определить наиболее важные параметры: среднее значение линейной интенсивности изнашивания покрытия – порядка $3 \div 7 \cdot 10^{-11}$. Величина контактных напряжений на конечной стадии трения – не менее 32 МПа.

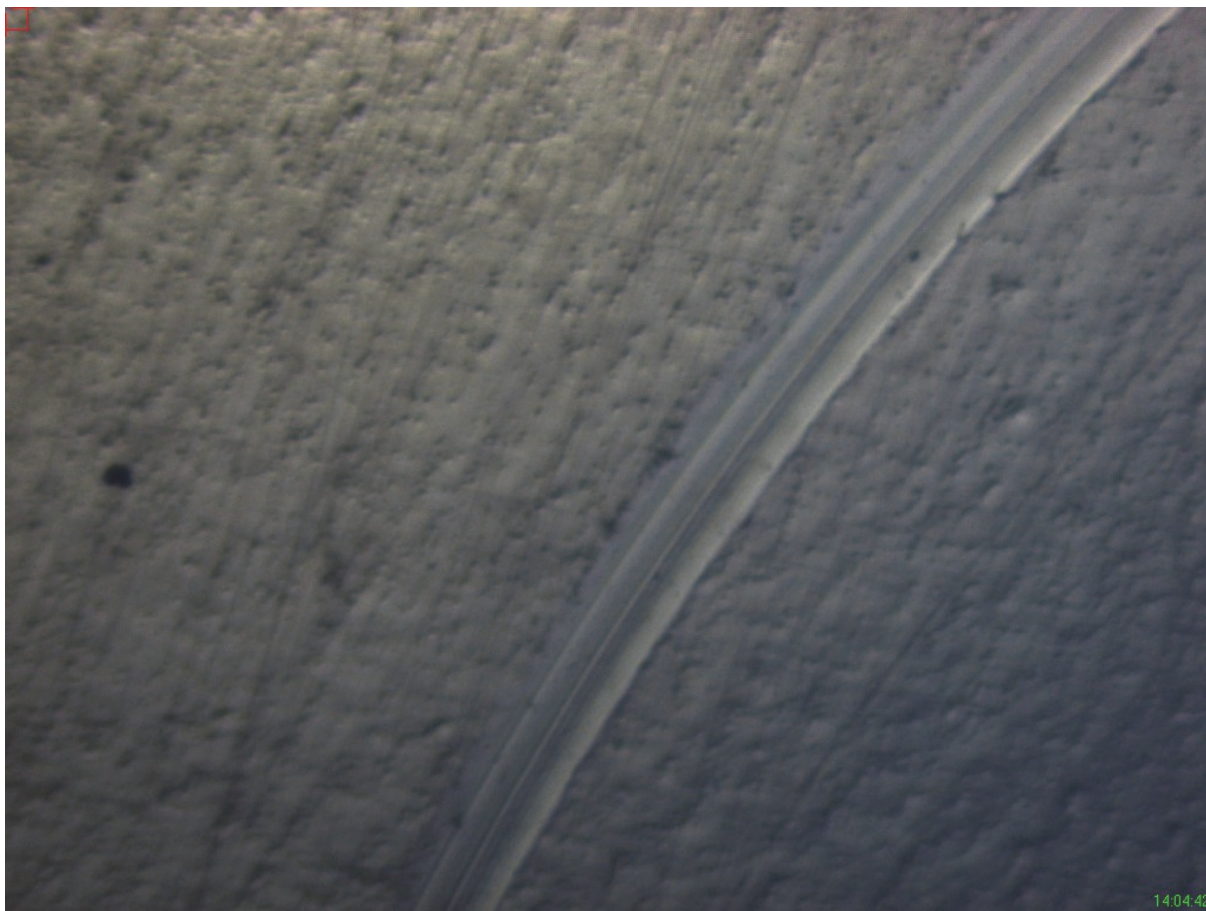


Рис. 5. Фотография поверхности образца и дорожки трения (шириной около 200 нм) после испытаний на трибометре.

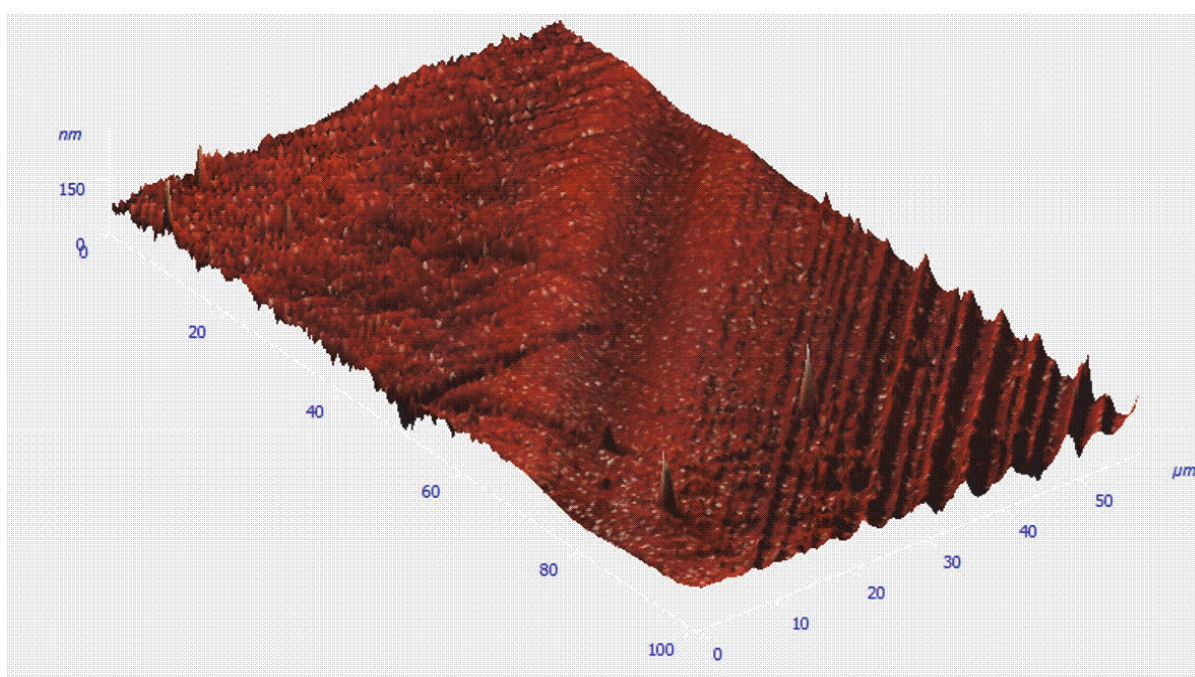


Рис. 6. АСМ – изображение фрагмента дорожки износа.

ВЫВОДЫ

По результатам проделанной работы, можно отметить следующее.

1. Предложенная технология формирования композитных тонкопленочных покрытий методом магнетронного распыления комбинированной мишени $Ti+MoS_2$ обеспечивает получение антифрикционных упрочняющих покрытий, обладающих повышенными трибологическими характеристиками в атмосферных условиях: низким коэффициентом динамического трения (на уровне 0.1), малой интенсивностью изнашивания и высокой нагрузочной способностью.

2. Полученные антифрикционные упрочняющие покрытия $TiN-MoS_2$ на основе композитной 3D-структуры обладают малым периодом приработки и обеспечивают высокую стабильность по параметру "динамический коэффициент трения" в режиме сухого трения.

3. Представленные покрытия могут быть использованы для повышения трибологических характеристик пар сухого трения механизмов (в том числе и вакуумного технологического оборудования), а также для целей упрочнения режущего и деформирующего инструмента.

ЛИТЕРАТУРА

1. Spassov V., Savan A., Phani A.R., Haefke H. Self-lubricating nanocomposite hard coatings for wear protection of cutting tools // CSEM Swiss Center for Electronics and Microtechnology (конференция NANO 2004).
2. Дмитриев А.М., Панфилов Ю.В., Беликов А.И., Коробова Н.В. Технология создания наноструктурированных износостойких покрытий с использованием отходов титана // Ремонт восстановление модернизация: Производственный, научно-технический и учебно-методический журнал ISSN 1684-2561. - М.: Наука и технологии - 2010, №4, с.30-33.
3. Беликов А.И., Шарапов М.А., Хабинская Е.И. Исследование механических и трибологических свойств тонкопленочных структур на основе слоев MoN , $TiCN$ и MoS_2 // Высокие технологии в промышленности России: Материалы XIV Международной научно-технической конференции. – М., 2008 – С.474-477.