

УДК 762

Р. М. КИРЕЕВ

СИНТЕЗ ПОКРЫТИЙ ИЗ НИТРИДОВ И КАРБИДОВ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА СИСТЕМ Ti–Al КОНДЕНСАЦИЕЙ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ, ГЕНЕРИРУЕМЫХ ВАКУУМНОЙ ДУГОЙ

Рассматриваются результаты исследований покрытий формируемых с помощью вакуумной дуги с интегрально-холодным катодом. Обсуждаются результаты взаимодействия потоков титана и алюминия на холодных и горячих подложках в среде различных газов. Осажденные покрытия исследовались с помощью рентгеноструктурного и оптического методов исследования. Установлено что покрытия состоят из Ti, Al, интерметаллида Ti–Al, нитридов и карбидов интерметаллида Ti–Al. *Вакуумные покрытия; интерметаллиды; синтез; фазовый состав*

Интерметаллиды системы Ti–Al обладают целым рядом уникальных свойств: высокая температура плавления, низкая плотность, высокий модуль упругости, стойкость к окислению и возгоранию, жаропрочность. Область применения указанных соединений обширна и включает в себя: компоненты двигателей, реактивные сопла, элементы обшивки космических аппаратов, сотовые конструкции сверхзвуковых летательных аппаратов и элементы их теплозащитных систем. Существует еще одна область использования интерметаллидов: высокотемпературные штампы и формы, зажимные приспособления в высокотемпературных печах, роллеры для прокатки стальных слябов, детали роторов гидротурбин, клапанов для автомобильных двигателей, режущий инструмент.

Основной объем интерметаллидных материалов систем Al–(Ti, Co, Ni, Fe), а так же их нитриды и карбиды в настоящее время формируют следующими методами.

1. Посредством спекания под давлением из порошковой смеси чистых элементов при высокой температуре. Интерметаллиды формируются на границах зерен порошков. Объемное содержание полученных интерметаллидов при спекании зависит от давления, температуры и процентного содержания элементов в зоне обработки [1]. Существенным недостатком является трудность обеспечения однородности состава по всему объему.

2. Интерметаллиды системы Al–Ti могут быть получены путем внедрения алюминия в титан при ионной имплантации с последу-

ющим отжигом. Интерметаллидное соединение формируется на глубине 100–200 нм при дозе $1,0 \times 10^{18} - 7 \times 10^{17}$ ион/см² и при температуре отжига 600–700°С [2, 3, 4]. Недостатком метода является малая толщина получаемых слоев и неоднородность химического состава интерметаллидных соединений по толщине слоя.

3. Для синтеза композиции Al–Ti используется принцип одновременного поатомного напыления слоев, в вакууме при давлении 0,1–5 Па, различных компонентов на охлаждаемую подложку [5]. Температура подложки не превышает 50°С. В качестве материалов подложек используются монокристаллический кремний и арсенид галлия, а также пластины из полированной нержавеющей стали и оптического стекла. Для получения интерметаллида Ti–Al требуется кратковременный локальный нагрев, после чего реакция становилась самоподдерживающейся с быстро распространяющимся фронтом, скорость которого составляет примерно 5 м/с.

Существующие методы получения интерметаллидов основаны на двух этапах: 1 этап — получение заготовки путем спекания порошков или нанесением послойного покрытия, состоящего из различных материалов; 2 этап — последующее термическое воздействие или легирование поверхности для синтеза интерметаллидов. Такие методы получения деталей из интерметаллидов требуют, во-первых, существенные материальные затраты на оборудование и обработку и, во-вторых, интерметаллиды трудно обрабатываются ме-

ханически, что затрудняет изготовление деталей со сложно-фасонной поверхностью.

В данной статье рассматривается метод получения интерметаллидов систем Al–Ti, а также их нитридов и карбидов непосредственно на поверхности детали посредством конденсации из плазменных потоков, генерируемых вакуумными дугами. Преимущество данного метода заключается в том, что возможно получать покрытия толщиной до 100 мкм с однородным составом по всему объему и равномерным по всей поверхности детали независимо от ее конфигурации. Данный метод получения покрытий из интерметаллидов не требует последующей дополнительной термической обработки [6].

Формирование покрытий проводилось с двух ускорителей плазмы в среде различных реакционных газов. Были проведены исследования зависимости получения интерметаллидов от режимов обработки. Образцы были расположены в различных точках вакуумной камеры. В процессе проведения экспериментов контролировалось положение и расстояние образцов от катода, а также их пространственная ориентация относительно потока плазмы. Проводились исследования двух различных методов: одновременное осаждение из плазмы, генерируемой титановым и алюминиевым катодами и послойное.

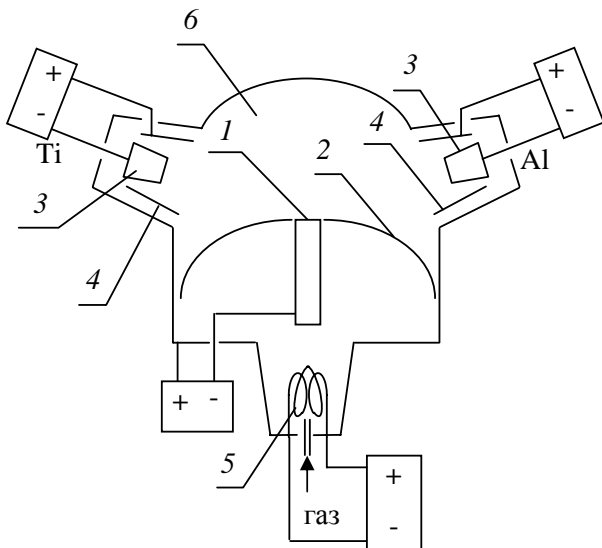


Рис. 1. Схема проведения эксперимента: 1 — подложка, 2 — экран, 3 — катоды, 4 — аноды, 5 — источник ионов газа, 6 — камера

Исследовались следующие режимы: ток дуги — 40 ... 120 А; давление — 10^{-1} ... 10^{-2} Па; время обработки — 1 ... 60 минут. Температура подложки варьировалась в

диапазоне 40–300° С. Чтобы сохранять температуру подложки на более низком уровне, применялся радиационный метод охлаждения (рис. 1). Регулировались следующие факторы: температура подложки, ток дуги, давление, скорость вращения образцов относительно собственных осей и осей рабочего стола, угол между осями плазменного потока и поверхности образцов. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре общего назначения Shimadzu XRD 6000.

На первом этапе определялась зависимость распределения скорости прироста материала в различных точках рабочей камеры от режимов обработки. Данные зависимости определялись как для титана, так и для алюминия, при этом поверхность образцов располагалась под различными углами к оси потока плазмы (рис. 2).

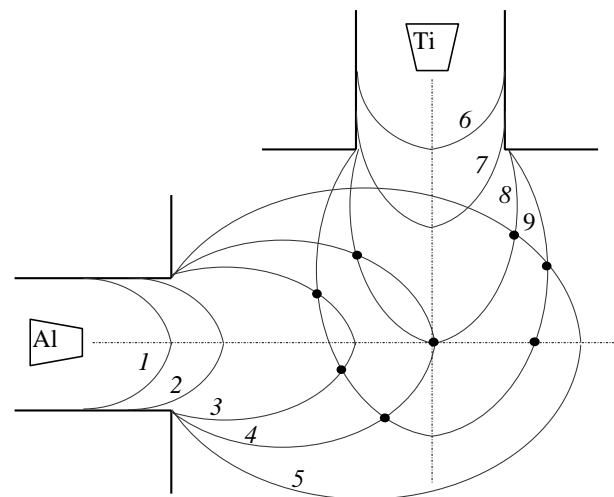


Рис. 2. Распределение скорости прироста покрытий, мкм/мин: Al — 1 — 2,5; 2 — 1,7; 3 — 1,3; 4 — 0,17; 5 — 0,08; Ti — 6 — 1; 7 — 0,86; 8 — 0,73; 9 — 0,25, • — образцы

Проведенный анализ результатов позволил определить распределение процентного содержания ионов в плазме по объему вакуумной камеры.

При центральном расположении образца (рис. 1) происходило одновременное нанесение покрытия из Ti и Al. Предполагалось, что на поверхности образца будет образовываться интерметаллиды. Результаты исследование образцов (№ 1–9) показали, что в зависимости от режимов обработки на поверхности образуется покрытие из α Ti или β Ti, образование интерметаллидов не происходило (табл. 1). В таблице приведены данные, полученные при нанесении Ti и Al в среде аргона (1), азота (2), азота и ацетилена (3).

Таблица 1

Методы обработки и характеристики покрытий

Метод обработки, положение источников		Процент объемного содержания элементов, (погрешность 3-5 %)											
		№ Обр.	Ti	Al	TiAl	TiAl ₂	TiAl ₃	Ti ₃ Al	Ti ₃ AlC ₂	Ti ₃ AlN	TiAlN ₂	Ti ₃ Al ₂ N ₂	
Одновременный центральный	1	1-7, 9	α										
	1	8	100, β										
Последовательный асимметричный	1	10	12 α	88									
		11	10 α	90									
Последовательный асимметричный + ассистирование	1	15	21 α	79									
		20	24 α	76									
Одновременный асимметричный	1	21	+	+	+	80	+	+					
		140	+	+	+	20	52	+					
	2	105	+	+	+	+	+	+		19	36	14	
		106	+	+	+	+	+	+		12	54	9	
	3	84	+	+	+	+	+	+	16	+	42	17	
		85	+	+	+	+	+	+	14	+	48	23	
	Одновременный асимметричный + ассистирование	1	19	+	+	+	90	+	+				
			145	+	+	+	+	92	+				
2		118	+	+	+	+	+	+		21	42	16	
		119	+	+	+	+	+	+		18	53	15	
3		35	+	+	+	+	+	+	15	+	43	24	
		36	+	+	+	+	+	+	11	+	51	25	

При последовательном (послойном) нанесении Ti и Al на подложке образовывалось покрытие, состоящее из слоев Ti-Al (образцы № 10, 11, 15). Образование интерметаллидов также не обнаружено.

При одновременном нанесении покрытий из Ti, Al и асимметричном расположении электродуговых испарителей исследовались как различные режимы обработки, так и различное пространственное расположение подложки относительно электродуговых испарителей (рис. 2).

Исследование образцов показало, что при определенных режимах обработки и пространственном расположении на образцах формируется покрытие из интерметаллидов и их нитридов и карбидов.

Анализ результатов фазового состава покрытий на образцах показал, что на процентное содержание интерметаллида, а так же их карбидов и нитридов в покрытии влияет:

- пространственное расположение образцов (расстояние до электродуговых испарителей, угол между осью плазменного потока и поверхностью подложки);
- дополнительная бомбардировка поверхности подложки ионами реакционного газа;
- режимы обработки (соотношение тока дуги Ti и Al испарителей соответственно, давление, энергии ионов).

Анализ процентного содержания интерметаллидов Ti-Al в покрытии показал, что увеличение концентрации ионов алюминия в плазме приводил к повышению процентного содержания интерметаллида в покрытии. Дополнительная бомбардировка ионами инертного газа также приводит к повышению процентного содержания интерметаллида в покрытии.

Установлено, что фазовый состав покрытия из карбидов и нитридов интерметаллида Ti-Al зависит от энергии ионов. Увеличение энергии ионов приводит к образованию выс-

ших нитридов и карбидов TiAl, а уменьшение — к образованию низших нитридов и карбидов TiAl.

ВЫВОДЫ

- Последовательное (последовательное) нанесение Ti и Al на подложку не позволяет синтезировать покрытия из интерметаллидов.
- При одновременном нанесении Ti и Al, как с ассистированием так и без, на образцах синтезируются интерметаллиды, а так же их нитриды и карбиды.
- На фазовый состав покрытия из карбидов и нитридов интерметаллида Ti-Al влияют: процентное содержание ионов Ti, Al и реакционного газа в плазме, угол между осями плазменных потоков и поверхностью подложки, температура подложки.
- Повышение энергии ионов приводит к увеличению процентного содержания высших нитридов и карбидов Ti-Al в покрытии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Fedorischeva, M. V.** Structure of intermetallic Ni₃Al synthesized under pressure / M. V. Fedorischeva // *Physics and Chemistry of Materials Treatment*. 1999. № 5. P. 61–70.
2. **Tsyganov, I. A.** Formation of the Phases Ti₃Al and TiAl by High Dose Implantation of Aluminium into Titanium / I. A. Tsyganov // *Materials of 5th Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows*. Tomsk, 2000. P. 341–345.
3. **Bhattacharya, P.** / P. Bhattacharya, K. N. Ishibara, K. Chattopadhyay // *Mater. Sci. Eng.* 2001. A304–306. P. 250–254.
4. **Sampath, S.** / S. Sampath, X. Jiang // *Mater. Sci. Eng.* 2001. A304–306. P. 144–150.
5. **Anciferov, V. N.** / V. N. Anciferov, S. P. Kosogorov // *Physics and Chemistry of Materials Treatment*. 1996.
6. **Budilov, V.** Intermetallic products formed by joint cold cathode vacuum arc sputtering of titanium and aluminium / V. Budilov, R. Kireev, Z. Kamalov // *Mater. Sci. Eng.* 2004. A 375–377. P. 656–660.

ОБ АВТОРЕ



Киреев Радик Маратович, доц. каф. технол. машиностроения. Дипл. инж.-мех. (УГАТУ, 1993). Канд. техн. наук по тепл. двиг. ЛА (УГАТУ, 2000). Иссл. в обл. вакуумных ионно-плазменных методов модифицирования поверхности.