

УДК 533.9.924 + 621.793.18

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОТЖИГА НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛЕНОК НИТРИДА ТИТАНА-ЦИРКОНИЯ

Лам Н.Н.

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,
г. Минск, Республика Беларусь

Научный руководитель: Голосов Д.А. – канд.техн.наук, доцент

Аннотация. Проведено исследование влияния отжига на механические и трибологические характеристики пленок нитрида титана циркония, нанесенных методом импульсного реактивного магнетронного распыления Ti-Zr мозаичной мишени. Получены зависимости микротвердости, коэффициента трения и объемного износа от температуры отжига. Установлено, что при увеличении температуры отжига микротвердость пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$ снижалась. При температуре отжига более 300 °С, коэффициент трения и объемный износ имели большие значения. Это можно связать с окислением поверхности кристаллов и образованием пленок из оксидов титана и циркония.

Ключевые слова: нитрид титана-циркония, импульсное реактивное магнетронное распыление, отжиг, микротвердость, коэффициент трения, объемный износ

Введение. Износостойкие покрытия на основе тугоплавких соединений широко используются для повышения работоспособности режущих инструментов. Эффективность использования покрытий определяется многими факторами: твердостью и износостойкостью, способностью к диффузионному растворению в обрабатываемом материале, прочностью сцепления с инструментальным материалом, коэффициентом термического расширения, способностью сохранять основные свойства при высоких температурах и т.д [1].

Износостойкое покрытие $Ti_xZr_{1-x}N_y$ имеет высокая твердость, термодинамическая устойчивость, прочность соединения обусловлены большим подобием структур и близкими размерами атомов, обеспечивающих наличие значительных областей взаимной растворимости атомов Ti и легирующего компонента Zr в соответствующих нитридах [2].

Исследования структурных и морфологических изменений, происходящих в тонких пленках при отжиге, представляют огромный интерес как для понимания фундаментальных и релаксационных процессов, протекающих в этих пленках, так и для решения разнообразных задач. Изучение происходящих в тонких пленках процессов изменения структур, возникающих при термическом воздействии, имеет большое прикладное значение [3].

В настоящей работе исследовано влияние отжига на процессы кристаллизации и изменения характеристик износостойких покрытий $Ti_xZr_{1-x}N_y$, нанесенных методом импульсного реактивного магнетронного распыления Ti-Zr мозаичной мишени.

Основная часть. Пленки нитрида титана-циркония наносились методом импульсного реактивного магнетронного распыления Ti-Zr мозаичной мишени \varnothing 80 мм и толщиной 5 мм в среде Ar/N₂ рабочих газов. Схема установки магнетронного нанесения и методика проведения экспериментов по нанесению пленок описана в статье [4]. Пленки $Ti_xZr_{1-x}N_y$ наносились на подложки из титана ВТ-1 при следующих условиях: ток разряда $I_t = 1,5$ А, потоки аргона и кислорода $Q_{Ar} = 50$ мл/мин, $Q_{N_2} = 4$ мл/мин, время нанесения 20 мин. При этом напряжение разряда составляло $U_t = 502$ В. Толщина нанесенных пленок составляла порядка 2,2 мкм.

Для формирования кристаллической структуры нанесенные пленки подвергались отжигу в воздушной атмосфере на установке ИК нагрева R-321B2AN (Nabertherm, Германия). Температура отжига изменялась от комнатной до 500 °С. Время отжига составляло 30 мин. Толщина нанесенных пленок определялась с помощью оптического интерферометрического

профилометра ПОИ-08. Твердость покрытий измерялась с помощью измерителя микротвёрдости *Leika VMHT Mot* с использованием индентора Кнупа. Измерения производились при нагрузке индентора 25 г и времени сохранения нагрузки 10 с. Измерения коэффициента трения и объемного износа покрытий проводились на трибометре МТ-4 методом истирания при возвратно поступательном движении контртела в условиях сухого трения. В качестве контртела использовался шарик \varnothing 6,3 мм из стали ШХ15. Нагрузка индентора составляла 500 мН, скорость скольжения 2 мм/с, длина двойного прохода 7 мм, количество циклов трения – 1000. Объемный износ покрытия рассчитывался исходя из ширины и длины дорожки трения.

На рисунке 1 представлена морфология поверхности образцов до и после отжига при температуре 500 °С. Также как для пленок нитрида титана-циркония, при отжиге пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$ не отмечалось значительных изменений микрорельефа поверхности пленок. Также отсутствовало отслоение пленок от подложки.

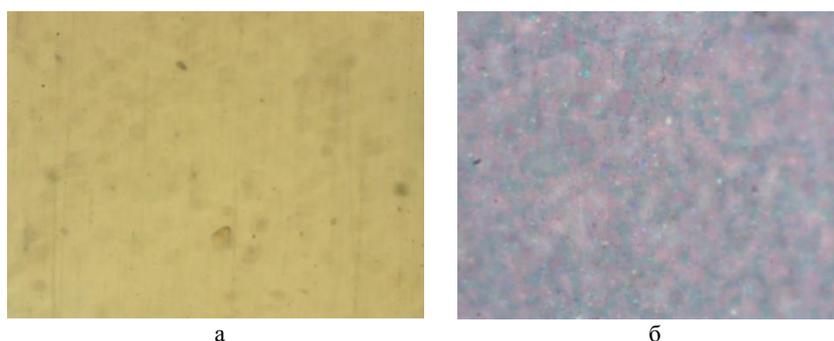


Рисунок 1 – Морфология поверхности пленок нитрида титана-циркония после нанесения (а) и после отжига при температуре 500 °С (б)

Проведены исследования влияния отжига на механические характеристики пленок нитрида титана-циркония при различных температурах. На рисунке 2 представлена зависимость микротвердости пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$ от температуры отжига. Видно, что после отжига при $T = 200$ °С микротвердость пленок снижалась с 25,69 до 17,75 ГПа. При дальнейшем увеличении температуры до 300 °С микротвердость пленок увеличилась и достигала значения 24,24 ГПа. При $T > 300$ °С микротвердость практически линейно снижалась и достигала значения менее 5,13 ГПа при $T = 500$ °С.

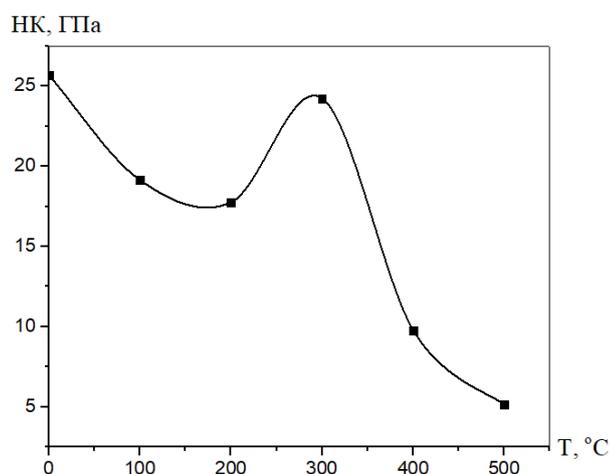
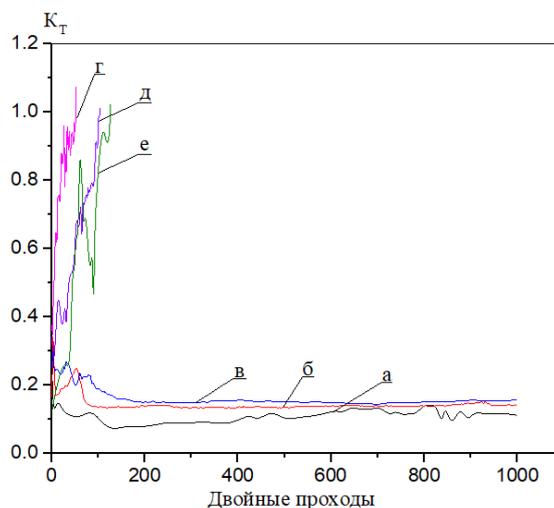


Рисунок 2 – Зависимость микротвердости пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$ от температуры отжига

Проведены исследования влияния отжига на трибологические характеристики нанесенных пленок нитрида титана-циркония на подложки из титана при различных температурах.

На рисунке 3 представлена зависимость коэффициента трения от количества двойных проходов пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$, отожженных при различных температурах.



а – 0; б – 100 °C; в – 200 °C; г – 300 °C; д – 400 °C; е – 500 °C

Рисунок 3 – Зависимость коэффициента трения от пути трения пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$, отожженных при различных температурах

На рисунке 4 представлены зависимости коэффициента трения и объемного износа пленок $Ti_xZr_{1-x}N_y$ на подложки из титана от температуры отжига. Пленки, отожженные при $T < 300$ °C имели низкий коэффициент трения (K_T) = 0,12 – 0,15 и объемный износ (W) таких пленок составлял $8,60 \times 10^{-8}$ мм³ – 10^{-7} за двойной проход (рисунок 3, кривые а - в). При повышении температуры от 300 °C до 500 °C коэффициент трения увеличился и достигал 1,0 после 50 – 120 циклов трения (рисунок 3, кривые г - е). При этом $W = 3,17 \times 10^{-6}$ – $5,82 \times 10^{-5}$ мм³ за двойной проход.

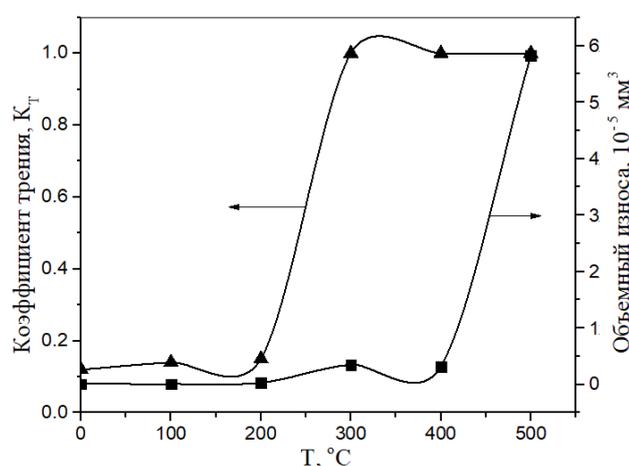
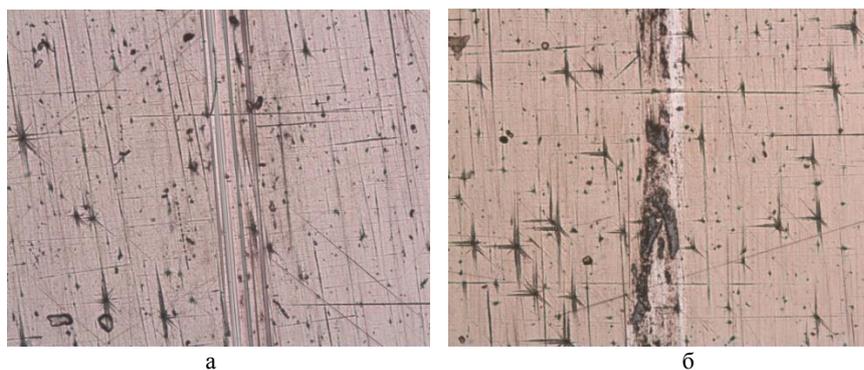


Рисунок 4 – Зависимость коэффициента трения и объемного износа пленок нитрида титана-циркония от температуры отжига

На рисунке 5 представлены изображения дорожки трения пленок нитрида титана-циркония, отожженных при различных температурах. Так при температуре отжига $T = 100$ °C ширина дорожки трения составила 78 мкм (рисунок 5, а). При этом видно, что дорожка трения имеет равномерный износ по всей длине. Отсутствует разрушение покрытия и его отслоение от подложки. При температуре отжига $T = 300$ °C ширина дорожки трения увеличилась составляла 97,6 мкм (рисунок 5, б). На изображении видно, что разрушение покрытия идет с отслоением пленки от подложки.



а – $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (увеличение $\times 10$); б – $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (увеличение $\times 10$)

Рисунок 5 – Изображения дорожки трения пленок нитрида титана-циркония, отожженных при различной температуре

Заключение. Проведены исследования влияния температуры и времени отжига в воздушной атмосфере на механические и трибологические характеристики пленок нитрида титана-циркония. Установлено, что при отжиге пленок $\text{Ti}_x\text{Zr}_{1-x}\text{N}_y$ отсутствовало отслоение пленок от подложки. При увеличении температуры отжига микротвердость пленок практически снижалась и достигала значения менее 5 ГПа при $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Коэффициент трения и объемный износ пленок имели высокие значения при высокой температуре отжига ($T > 300\text{ }^{\circ}\text{C}$). Это можно связать с окислением поверхности кристаллов и образованием пленок из оксидов титана и циркония.

Исследования выполнены при финансовой поддержке БРФФИ в рамках научного проекта № Т20Р-199 и РФФИ в рамках научного проекта № 20-58-00010 Бел_а.

Список литературы

1. Табако, В.П. Технологические методы нанесения износостойких покрытий режущего инструмента : учебное пособие / В.П. Табаков и Д.И. Сагитов. – Ульяновск: УлГТУ, 2014. – 91 с.
2. Structure and Properties of Nanocrystalline $(\text{TiZr})_x\text{N}_{1-x}$ Thin Films Deposited by DC Unbalanced Magnetron Sputtering / Y.W. Lin [et al.] // Journal of Nanomaterials. – 2016. – P. 354–366.
3. Влияние температуры отжига на микроструктуру и морфологию пленок TiN, синтезированных методом дуального магнетронного распыления / С.В. Зайцев [и др.] // Журнал технической физики. – 2018. – Т. 88. – № 8. – С. 1224–1228.
4. Лам Н.Н. Формирование защитных покрытий на титане методом импульсного реактивного магнетронного распыления / Н.Н. Лам [и др.] // Международная юбилейная научно-практическая конференция, посвященная 90-летию со дня образования Гомельского Государственного университета имени Франциска Скорины, Гомель, 19–20 ноября 2020 г. : в 3 ч. / редкол. : С. А. Хахомов (гл. ред.) [и др.]. – Гомель : ГГУ им. Ф. Скорины, 2020. – Ч. 3. – С. 134–138.

UDC 533.9.924 + 621.793.18

STUDY OF THE INFLUENCE OF ANNEALING ON THE MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL CHARACTERISTICS OF TITANIUM-ZIRCONIUM NITRIDE FILMS

Lam N.N

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus

Golosov D.A. – PhD, associate professor

Annotation. The effect of annealing on the mechanical and tribological characteristics of titanium-zirconium nitride films deposited by pulsed reactive magnetron sputtering of a Ti-Zr mosaic target was studied. The dependences of microhardness, friction coefficient and volumetric wear on the annealing temperature are obtained. It was found that with an increase in the annealing temperature, the microhardness of the $\text{Ti}_x\text{Zr}_{1-x}\text{N}_y$ films decreased. At an annealing temperature of more than $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, the coefficient of friction and volumetric wear were large. This can be attributed to the oxidation of the crystal surface and the formation of films of titanium and zirconium oxides.

Keywords. titanium-zirconium nitride, pulsed reactive magnetron sputtering, annealing, microhardness, friction coefficient, volumetric wear