

11, ноябрь 2015

УДК 621.793.14

Свойства алюминиевого сплава, полученного конденсацией ионного потока

*Дайнеко М. А., студент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Плазменные энергетические установки»*

*Наткина О. С., студент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Плазменные энергетические установки»*

*Научный руководитель: Марахтанов М.К., д.т.н., профессор,
зав. кафедрой Э8 «Плазменные энергетические установки»
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
marahthanovmk@bmsru.ru*

Введение

В работе использован вакуумный дуговой разряд с охлаждаемым катодом для нанесения тонких пленок. В результате непрерывного горения катодных пятен на поверхности катода формируется поток металлической плазмы, из которой затем осаждались металлические и керамические покрытия на стальной подложке [1, 2, 3]. Плазма, получаемая в вакуумно-дуговом разряде, состоит из ионов материала катода, микрокапель и практически полностью ионизована, что определяет специфические процессы конденсации вещества из ионной фазы.

С помощью вакуумно-дугового испарения получают покрытия широкого спектра применений, например, защитно-декоративные, коррозионно-стойкие, износостойкие и жаростойкие покрытия, в том числе наноструктурированные износостойкие покрытия на инструмент и жаростойкие покрытия на лопатки авиационных турбин. В качестве катода испарителя может выступать практически любой проводящий материал: металл, кремний, графит [4, 5, 6]. Относительная простота и дешевизна метода вакуумно-дугового испарения стимулировали перенос этой технологии на обработку деталей более крупного размера (например, листовые материалы такие как: стекло, пластик, металл). Поэтому

новые сведения о характеристиках покрытий расширяют круг возможностей данного метода.

Тонкие плёнки, осаждённые ионно-плазменными методами, отличаются по структуре от исходного массивного материала катода. Следовательно, могут отличаться и их физико-механические свойства [7].

Объектом исследования являются покрытия, осажденные на стальную подложку из ионного потока, полученного дуговым испарением дюралевого катода в вакууме.

Цель работы – проведение сравнительного анализа свойств исходного материала катода (алюминиевый сплав Д16) и полученного материала - покрытия, осажденного на стальную подложку в вакууме.

Приведены расчеты и экспериментальные данные для плотности, твердости и электрического сопротивления исходного и полученного материалов. Выполнены испытания образцов на разрыв и получены изображения поверхности образца при помощи конфокального микроскопа марки ZEISS LSM700. Проведён сравнительный анализ физических свойств двух материалов.

Объект исследования

При напылении вакуумно-дуговым методом, угловое распределение потока материала из плоского точечного источника подчиняется косинусоидальному закону Ламберта – Кнудсена (рис. 1):

$$dM(\varphi) = \frac{M_0 \cos(\varphi)}{\pi} d\omega, \quad (1)$$

где $dM(\varphi)$ – масса вещества, испаряемая в телесный угол $d\omega$ в направлении угла φ ; M_0 – полная масса испаренного вещества; $d\omega$ – телесный угол, в который поступает поток $dM(\varphi)$.

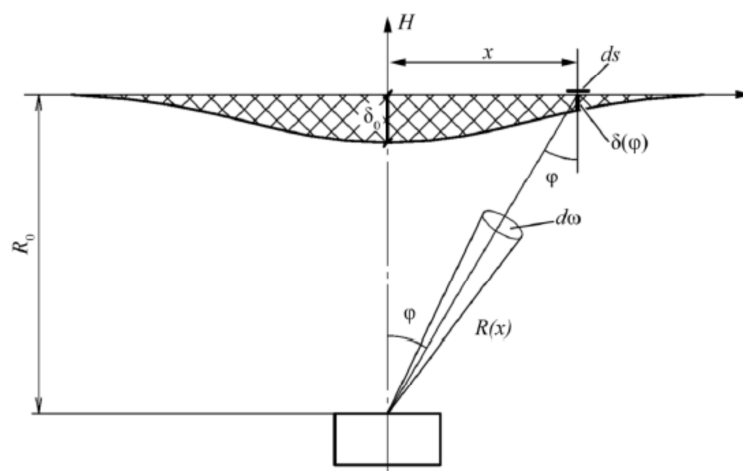


Рис. 1. Косинусоидальный закон Ламберта – Кнудсена

Данное распределение, построенное в полярных координатах, представляет собой окружность с диаметром, равным M_0/π . В безразмерной нормализованной форме закон Ламберта-Кнудсена принимает вид

$$\frac{dm(\varphi)}{d\omega} = \frac{dM(\varphi)}{dM_0} = \cos(\varphi) \quad (2)$$

Угловые распределения вещества показаны в полярных координатах на рис. 2. Здесь сплошной линией обозначено распределение вещества от плоского точечного источника.

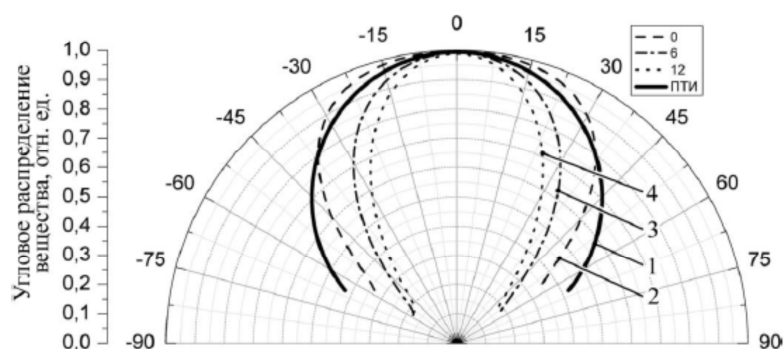


Рис. 2. Угловое распределение вещества [Ошибка! Закладка не определена.]

Полученный материал конденсируется на плоскую подложку, расположенную на расстоянии 385 мм от источника под углом 90° к траектории частиц. Для полученного материала установлены следующие параметры: плотность, микротвердость и электрическое сопротивление материала образцов. Так же были проведены испытания на

разрыв и получена микроструктура поверхности образцов. В эксперименте проведено сравнение свойств исходного материала – сплава Д16 – со свойствами полученных образцов.

Плотность образцов

Было предоставлено 4 образца. С помощью микрометра были измерены их линейные размеры (рис. 3). Масса образца измерялась взвешиванием на аналитических весах (модель CPA225D).

Полученные таким образом результаты представлены в таблице 1.

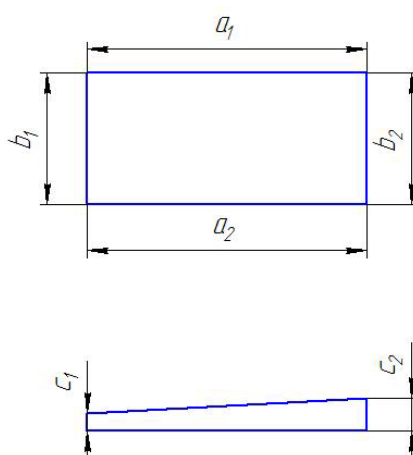


Рис. 3. Схема измерения линейных размеров образцов

Таблица 1

Сводная таблица измерений

	a ₁ , мм	a ₂ , мм	b ₁ , мм	b ₂ , мм	c ₁ , мкм	c ₂ , мкм	М, гр	V, мм ³	ρ, кг/м ³
Образец 1	50.57	51.16	25.62	25.81	175	200	0.61	277.92	2192.1
Образец 2	44.5	43.77	45.03	44.6	175	200	1.20	398.86	3007.17
Образец 3	49.05	49.7	42.95	44.66	250	255	1.09	546.41	1998.17
Образец 4	55.06	56.15	26.91	27.79	185	195	1.05	296.38	3534.96
Сплав Д16	-	-	-	-	-	-	-	-	2800

Итак, значение плотности для образца покрытия составило $\rho = 2863 \pm 620$ кг/м³, что соответствует плотности исходного материала $\rho = 2800$ кг/м³. Разброс значений в 1240 кг/м³ объясняется тем, что удаленность от катода варьируется в пределах от 385 до 425 мм.

Определение твердости поверхности образцов

Твердость поверхностного слоя была измерена на двух образцах согласно ГОСТ 9450-76. Использовался микротвердомер EMCO-TEST DuraScan 20 с индентором Виккерса (алмазная четырехгранная пирамидка) (рис. 4). Толщина обоих образцов лежала в диапазоне 175–250 мкм.

При измерении твердости индентор вдавливается в образец под действием нагрузки силой F . Время нагрузки было установлено 15 секунд. Согласно ГОСТ 9450-76 твердость по Виккерсу определяется по формуле

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2},$$

где d – средняя диагональ отпечатка пирамиды, оставшегося на поверхности образца после снятия нагрузки (см. рис. 4). Во всех измерениях среднее значение d не превышало 20 – 40 мкм.

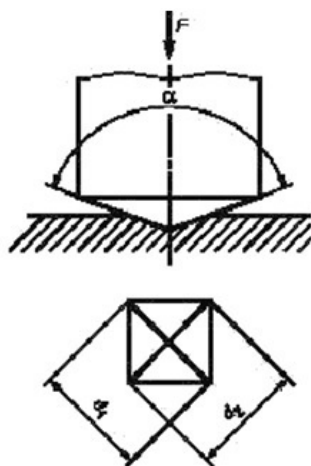


Рис. 4. Схема индентора Виккерса

Для корректного измерения образцы должны отвечать следующим требованиям:

- толщина образца в 1,5 раза больше диагонали отпечатка;
- так как во всех измерениях $h \gg \frac{d}{7} = \frac{20..40}{7} = 3..5$ мкм, можно считать, что

индентор перемещается только в поверхностном слое образца, не разрушая его массу, и предыдущее условие выполняется ($h = 175 - 200$ мкм);

- шероховатость поверхности не более 0,16 мкм и быть свободной от оксидной пленки и посторонних веществ.

Таблица 2

Поверхностная твердость образца №1

Нагрузка F , кгс	Значение твердости			
HV0.01	309	277	240	240
HV0.025	180	256	343	272
HV0.05	200	261	175	236
HV0.1	156	202	143	142
HV0.2	121	118	114	-
HV0.3	122	121	118	-
HV0.5	111	118	116	-

Таблица 3

Поверхностная твердость образца №2

Нагрузка F , кгс	Значение твердости			
HV0.01	192	150	170	209
HV0.025	193	215	182	277
HV0.05	184	203	201	182
HV0.1	186	168	186	165
HV0.2	144	159	153	-
HV0.3	137	154	159	-
HV0.5	142	124	112	-

Таблица 4

Поверхностная твердость исходного материала катода (сплав Д16), распылением которого формировались исследуемые образцы

Нагрузка F , кгс	Значение твердости			
HV0.01	93,5	87,8	76,6	107
HV0.025	60,6	90,8	91,4	107
HV0.05	98,9	95,9	85,6	100
HV0.1	86,6	86,1	83,2	98
HV0.2	89,2	75,6	81,7	-
HV0.3	80,6	84,1	84,3	-
HV0.5	80	80,5	88,2	-

Таким образом, при нагрузке на индентор 0,1 кгс среднее значение твердости первого напылённого образца (таблица 2) составило $HV_{0,1}$ 160,8 единиц. Твердость второго образца (таблица 3) составляет $HV_{0,1}$ 176,3 единиц. Твердость исходного материала катода (таблица 4) составляет $HV_{0,1}$ 88,5 единиц.

Таким образом, новый материал, полученный в экспериментальных образцах, обладает поверхностной твердостью в 1,82...1,99 раза большей, чем исходный материал катода.

Испытание экспериментальных образцов на временное сопротивление разрушению

Временное сопротивление разрушению есть напряжение σ_b , соответствующее наибольшему усилию, предшествующему разрыву образца при статических механических испытаниях.

Во время опытов один конец экспериментального образца крепился на неподвижной опоре, а на другой конец подвешивали груз переменной массы (рис. 5). Значение растягивающей силы F контролировалось посредством увеличения массы груза M , которую увеличивали до полного разрушения образца.

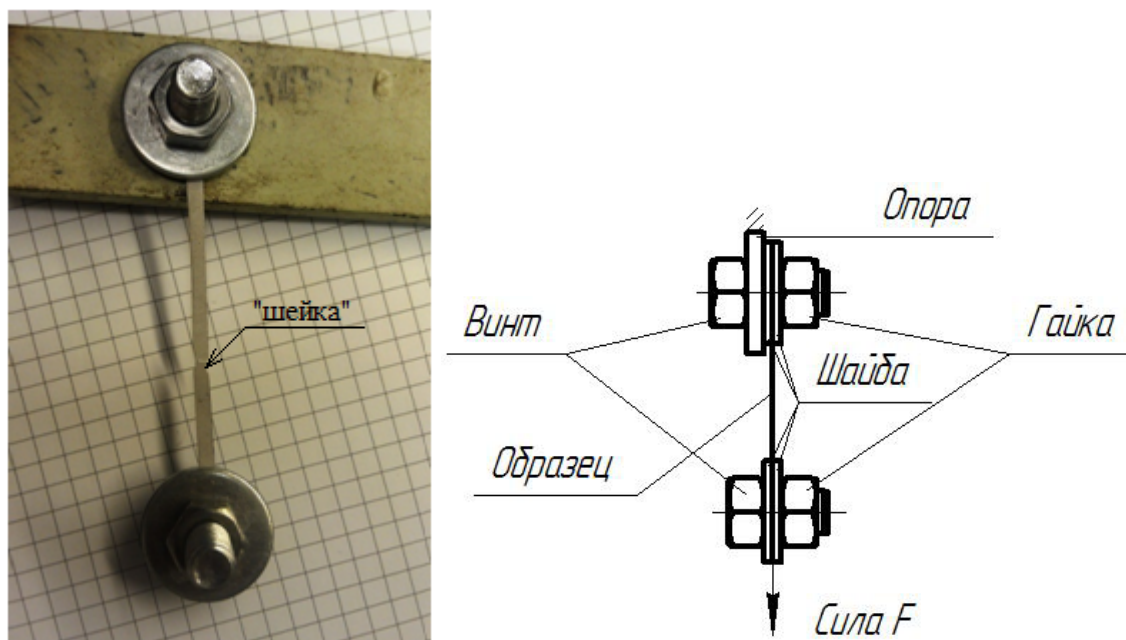


Рис. 5. Схема испытания образца на разрыв

Показано, что в начале нагружения образец не удлиняется. После достижения критической нагрузки порядка 30 Н образец разрушается (рис. 6) без предшествующей

деформации и без местных сужений и разрывается, сохраняя своё сечение. Для изготовления узких образцов использовались гильотинные ножницы, поскольку при использовании обычных ножниц по металлу, материал крошился, оставляя неровные края.

Предел прочности определялся как:

$$\sigma_B = \frac{F}{A_{ш}},$$

где $A_{ш}$ – площадь поперечного сечения «шейки» образца в месте разрыва.

«Шейка» (рис. 5) на образцах вырезалась заранее перед опытом, т.к. ни один из образцов не поддавался пластической деформации, и многие образцы рвались у места закрепления образца. Результаты испытания приведены в таблице 5.



Рис. 6. Результат испытания на разрыв

Результаты испытаний на разрыв образцов № 1-3

Таблица 5

Испытание на разрыв

Образец	1	2	3
Масса груза M , кг	3,74	4,75	2,60
Сила разрыва F , Н	36,69	46,60	25,51
Ширина a , мм	2,29	2,29	1,99
Высота b , мм	0,21	0,23	0,20
Площадь $A_{ш}$, мм ²	0,48	0,53	0,40
Напряжение разрыва σ_B , МПа	76,4	87,9	65,0

Отсюда следует, что испытуемый материал, в отличие от материала катода, не обладает пластической деформацией и разрушается без площадки текучести. В то время как исходный материал является пластичным. Среднее значение предела прочности,

полученного материала составляет $\sigma_b = 76,4$ МПа, что значительно ниже сопротивления разрыву сплава Д16, из которого изготовлен материал катода. У последнего $\sigma_b = 205..273$ МПа.

Определение удельного сопротивления

Удельное электрическое сопротивление вещества определялось высокоточным мультиметром Tektronix DMM4050. Единица измерения удельного сопротивления в Международной системе единиц (СИ) — Ом·м. Физический смысл удельного сопротивления в СИ: сопротивление однородного куска проводника длиной 1 м и площадью поперечного сечения 1 м².

Результаты измерений представлены в таблице 6, где приводится и полное сопротивление образцов рассчитано по формуле $R = \frac{\rho \cdot l}{S}$.

Таблица 6

Результаты измерений удельного сопротивление образцов

Образец	1	2	3	4
Длина l , мм	136	128	85	51
Ширина b , мм	3,6	3,1	3,8	3,7
Высота c , мкм	190	185	200	195
Площадь S , мм²	0,68	0,57	0,76	0,72
Сопротивление R , Ом	0,0178	0,0191	0,0060	0,0030
Удельное сопр. ρ , Ом·м	$8,9 \cdot 10^{-8}$	$8,5 \cdot 10^{-8}$	$5,4 \cdot 10^{-8}$	$4,2 \cdot 10^{-8}$
Удельная проводимость σ , $\frac{См}{м}$	$1,12 \cdot 10^7$	$1,18 \cdot 10^7$	$1,85 \cdot 10^7$	$2,38 \cdot 10^7$

В итоге, среднее значение удельного сопротивления материала образцов составляет $6,8 \cdot 10^{-8}$ Ом·м, что больше, но близко к табличному значению сопротивления алюминия — $2,95 \cdot 10^{-8}$ Ом·м.

Конфокальная микроскопия

Конфокальный микроскоп ZEISS LSM700, использованный в работе, позволяет получить объемное изображение наблюдаемого образца, путём сканирования лазерным лучом по изучаемой поверхности. Для того, чтобы регистрировать микроскопом свет, отраженный только от одной точки, после объектива прибора устанавливается диафрагма малого размера. Свет, испускаемый анализируемой точкой, проходит через апертуру

диафрагмы и регистрируется прибором, а свет от остальных точек задерживается диафрагмой. Конфокальная микроскопия обеспечивает увеличение контраста (рис. 7 – 8).

В ходе эксперимента, были получены изображения (рис. 7 - 9) поверхностей материала, обращенных к стенке камеры. Микроскопия показывает, что поверхность напыленного материала является шероховатой и содержит застывшие капли расплавленного металла. Средняя высота выступов 8 мкм, и шероховатость соответствует $Ra=5,0$ мкм. Местами на поверхности локализованы капли материала катода со средним диаметром 0,4 мм. (рис 9).

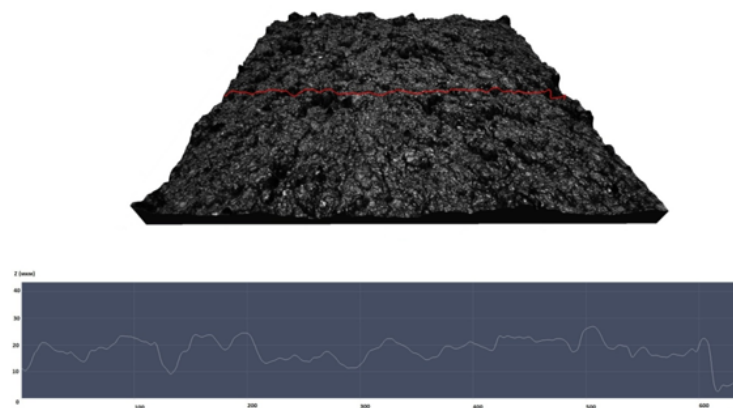


Рис. 7. Профиль поверхности образца

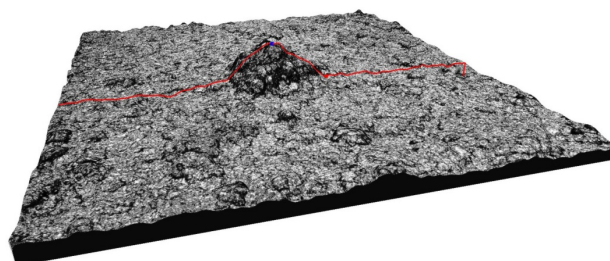


Рис. 8. Профиль оборотной поверхности образц

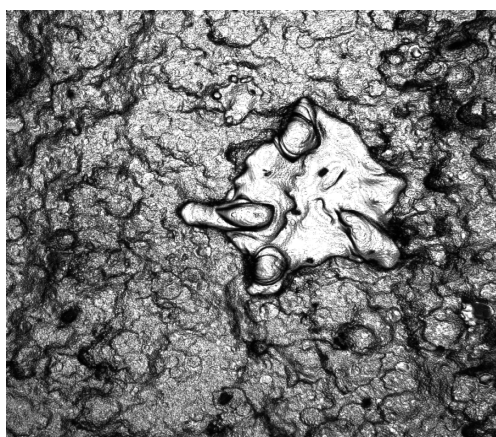


Рис. 9. Капля металла на поверхности образца

Список литературы

1. Саксаганский Г.Л. Электрофизические вакуумные насосы. М.: Энергоатомиздат, 1988. 280 с.
2. Духопельников Д.В., Жуков А.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К. Структура и особенности движения катодного пятна вакуумной дуги на протяженном титановом катоде // Измерительная техника. 2005. № 10. С. 42-44.
3. Дороднов А.М. Некоторые применения плазменных ускорителей в технике // Физика и применение плазменных ускорителей: сб. под ред. А.И. Морозова. Минск: Издательство «Наука и техника», 1974. С. 330-365.
4. Марахтанов М.К., Духопельников Д.В., Жуков А.В., Кириллов Д.В., Мелик-Парсаданян А.К., Пархоменко Ю.Н. // Вакуумная дуга с монокристаллическим кремниевым катодом для получения наноструктурированных материалов. Справочник. Инженерный журнал с приложением. 2008. № 9. С. 22-27.
5. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К., Воробьев Е.В., Булычёв В.С. Вакуумная дуга на поликристаллическом кремниевом катоде. // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2014. № 11.
6. Takikawa H., Tanoue H. Review of Cathodic Arc Deposition for Preparing Droplet-Free Thin Films // IEEE transactions on plasma science. 2007. Vol. 35, No. 4. P. 992-999. DOI:10.1109/DEIV.2006.357354
7. Марахтанов М.К., Духопельников Д.В., Воробьев Е.В., Кириллов Д.В. Трибологические свойства серебряных покрытий, полученных методом магнетронного распыления // Наноинженерия. 2014. № 9 (39). С. 30-32.
8. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г. Влияние выработки катода дугового испарителя на равномерность толщины покрытия и угловое распределение продуктов эрозии // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2014. № 4. DOI:10.7463/0414.0707391.