

Исследование разрушения твердых покрытий системы Ti – Al – N при трении скольжения с использованием акустической эмиссии

Е. А. Колубаев, М. И. Лобач, И. М. Гончаренко, Ю. А. Колубаева

Исследована взаимосвязь между параметрами сигналов акустической эмиссии и характером трения и изнашивания твердых нанокристаллических покрытий системы Ti – Al – N, полученных при различных напряжениях отрицательного смещения на образце. Установлена корреляция между параметрами сигналов акустической эмиссии, процессами разрушения покрытий и коэффициентом трения.

Ключевые слова: трение скольжения, коэффициент трения, акустическая эмиссия, акустический сигнал, частотный спектр, твердые PVD покрытия, дуговой разряд.

The interrelation between parameters of acoustic emission signals and character of a friction and wear process of hard nanocrystalline coatings of Ti-Al-N system received at various negative displacement voltage on the sample is investigated. Correlation between parameters of signals of acoustic emission, processes of coatings destruction and friction coefficient is established.

Keywords: sliding friction, friction coefficient, acoustic emission, acoustic signal, frequency spectrum, hard PVD coatings, cathodic arc.

Введение

Твердые покрытия, получаемые различными методами физического осаждения, вызывают не только научный интерес из-за особенностей формирования их структуры, но имеют широкое практическое применение, поскольку обеспечивают повышенную износ-, жаро- и коррозионную стойкость, при сохранении объемной прочности и вязкости изделий [1 – 4]. В настоящее время получили развитие технологии ионно-плазменного нанесения покрытий с нанокристаллической структурой, которая, как правило, обеспечивает высокую твердость и улучшение эксплуатационных характеристик покрытий, что позволяет рассматривать их в дальнейшем как перспективные материалы для широкого применения. Особый интерес представляют триботехнические свойства данных покрытий, так как, обладая высокой твердостью, они могут обеспечить и высокую износостойкость. Однако для успешной реализации технологии получения износостойких покрытий необходим комплексный анализ их поведения при

трении. Поскольку изнашивание представляет собой процесс накопления дефектов в поверхностном слое материала и его разрушение, то в качестве метода диагностики часто выбирают метод акустической эмиссии (АЭ) [5 – 8]. Это связано, прежде всего, с возможностью диагностирования трения непосредственно в процессе трибоиспытаний, а также с высокой информативностью АЭ, поскольку она позволяет получать сведения о различных этапах эволюции структуры поверхности и их длительности вплоть до отделения частиц износа. Вместе с тем существует проблема интерпретации возникающих сигналов АЭ и связанной с этим количественной оценкой износа. В исследованиях сложных процессов деформационного поведения материалов современная акустико-эмиссионная аппаратура позволяет получать информацию о стадийности процессов деструкции и разрушения, в том числе и в поверхностном слое, на различных масштабных уровнях их проявления [9, 10]. При трении наиболее интенсивно протекают стадии накопления дефектов, образования деформированного поверхностного слоя и его разрушения.

Различные стадии эволюции структуры поверхностных слоев сопровождаются изменениями параметров сигналов акустической эмиссии, поскольку в процессе деградации поверхности изменяются механизмы, вызывающие генерацию АЭ [11].

Цель данной работы — изучение особенностей трения и разрушения покрытий на основе системы Ti – Al – N, полученных методом ионно-плазменного осаждения на подложку из твердого сплава ВК-8, по сигналам АЭ, зарегистрированным в процессе трения.

Материалы и методы испытаний

Твердые покрытия системы Ti – Al – N получали методами плазменно-ассистированного дугового напыления с пропуском потока металлической электродуговой плазмы сквозь магнитное и электрическое поля, создаваемые криволинейным плазмодом, изготовленным по прототипу [12], для фильтрации продуктов эрозии катода и снижения концентрации капельной фракции в покрытии. В качестве катода электродугового испарителя использовали композиционный спеченный материал Ti – Al, полученный методами порошковой металлургии [13]. Следует отметить, что для подбора оптимальных характеристик покрытия при данной технологии напыления существовала возможность регулирования величины кинетической энергии ионов, извлекаемых из объемной плазмы дуговых разрядов. Это достигалось изменением подачи стационарного напряжения отрицательного смещения на образец. Для качества получаемых покрытий это имеет большое значение, так как слишком малая величина напряжения смещения на этапе осаждения покрытия снижает активность процессов химических реакций при формировании пленки конденсата и может ухудшать адгезию покрытия к подложке. В свою очередь слишком высокое напряжение смещения приводит к существенному распылению растущей пленки, к увеличению внутренних напряжений в покрытии и повышенной хрупкости, поэтому в данной работе абсолютная величина отрицательного напряжения смещения не превышала 300 В.

Процесс нанесения покрытий состоял из трех основных этапов: генерации плазмы, транспортировки плазменного потока и роста наносимого слоя. На начальном этапе нагрев и очистку образцов от оксидных пленок и адсорбированных газов проводили ионами аргона, ускоренными в дебаевском слое, образуемом в плазме газового дугового разряда вблизи поверхности обрабатываемой детали, находящейся при отрицательном смещении при давлении

в рабочей камере порядка $\sim 10^{-3}$ мм рт. ст. При токе разряда генератора газовых ионов $I_{dis} = 50$ А и напряжении смещения $U_b = -600$ В кинетическая энергия ионов и плотность тока составили соответственно $E_i = 600$ эВ и $j = 1 - 2$ мА/см².

В качестве инертного газа для очистки был выбран аргон из-за своей сравнительно большой атомной массы. Первый этап обработки изделий длился 20 – 30 мин и заканчивался при нагреве образцов до температуры $\sim 300^\circ\text{C}$. После ионной очистки осуществляли этап формирования промежуточного (демпфирующего) слоя толщиной в десятки доли микрометра, который получали распылением материала катода электродугового испарителя в газоразрядной плазме инертного аргона. Эта процедура может длиться несколько минут. После формирования подслоя, не выключая электродуговой испаритель металла, к аргону добавляли азот и устанавливали все параметры генерации многоэлементной плазмы, необходимые для получения оптимальных характеристик покрытия. Основные параметры этапа плазменно-ассистированного нанесения нитридного покрытия находились в следующем диапазоне: ток разряда дугового испарителя ~ 50 А; ток разряда плазмодуговой генерации — 5 – 10 А; отрицательное смещение — 0 – 300 В; давление смеси газов аргон-азот в камере — $1 \cdot 10^{-3} - 4 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.; температура образцов — 150 – 300 $^\circ\text{C}$; время напыления — 2 ч.

Скорость роста покрытия зависела от тока разряда и отрицательного потенциала смещения, но не превышала $\sim 2 - 3$ мкм/ч. После завершения процесса разряд и газовое питание отключали, и остывание образцов происходило в вакууме при работающей системе вакуумной откачки в течение $\sim 60 - 90$ мин. Дальнейшее остывание образцов до комнатной температуры происходило при остаточном вакууме выключенной установки.

Триботехнические свойства полученных покрытий исследовали в зависимости от изменения значений отрицательного стационарного потенциала подложки в диапазоне абсолютных значений 0 – 300 В при одинаковых величинах прочих основных параметров дуговых разрядов. Триботехнические испытания проводили на триботестере фирмы TRIBOtechnic (Франция) в НОЦ НИ ТГУ, используя схему возвратно поступательного движения при нагрузке на индентор 10 Н и линейной скорости скольжения 3 мм/с. Длина дорожки скольжения составляла 5 мм. Образцы сплава ВК-8 с покрытием имели размер $15 \times 10 \times 5$ мм, в качестве индентора применяли стержень из твердого сплава ВК-8 с радиусом закругления $R = 3$ мм на конце. Низкая скорость скольжения была выбрана с целью минимизации сигналов АЭ, обусловленных причи-

нами различной природы, не связанными с разрушением покрытия.

Сигналы акустической эмиссии записывали с помощью модуля регистрации акустической эмиссии ЭЯ-2 (изготовленном в Тольяттинском государственном университете), который позволяет сохранять и анализировать сигналы АЭ. Сравнивали коэффициент трения (диаграмму трения) и параметры сигналов АЭ. Регистрация акустических сигналов позволяет с высокой точностью определить время происходящих событий, однако соотнести тип акустического сигнала с тем или иным событием чрезвычайно трудно. Для описания последовательности деградации поверхностного слоя в работе проводили детальный анализ всех сигналов АЭ и сопоставление их с трибологическими параметрами процесса трения с целью разделения процессов адгезионного взаимодействия, пластической деформации и разрушения поверхностных слоев.

Структуру поверхностного слоя покрытий после испытаний на трение изучали с помощью растрового электронного микроскопа Philips SEM 515 с рентгеновским энергодисперсионным микроанализатором "EDAX Genesis". Измерения микротвердости покрытий проводили на микротвердомере ПМТ-3 с нагрузкой 0,2–0,5 Н.

Результаты экспериментальных исследований и их обсуждение

Сравнение внешнего вида полученных покрытий показало, что их цвет зависел от напряжения смещения и изменялся от темного сине-сиреневого к светлому красно-сиреневому. Это может свидетельствовать об изменении фазового состава, в частности, за счет увеличения азота в покрытии и изменения соотношения Al:Ti. Увеличение напряжения, по видимому, приводит к дополнительной ионизации азота вблизи поверхности конденсации. Активный азот (не молекулярный, а именно ионизированный) вступает в реакцию с ионами металла Ti и Al. С помощью элементного анализа, проведенного на микроанализаторе "Genesis", было установлено, что при нулевом напряжении смещения соотношение атомов Al и Ti составило примерно 1:1, а при напряжении смещения –300 В — 1:2. При этом доля азота в покрытии увеличилась не более чем на 10%. Анализ микроструктуры покрытий, проведенный в [14], свидетельствует о том, что они являются нанокристаллическими со средним размером структурных элементов ~ 6–8 нм.

С помощью растровой электронной микроскопии было установлено, что толщина, получаемого

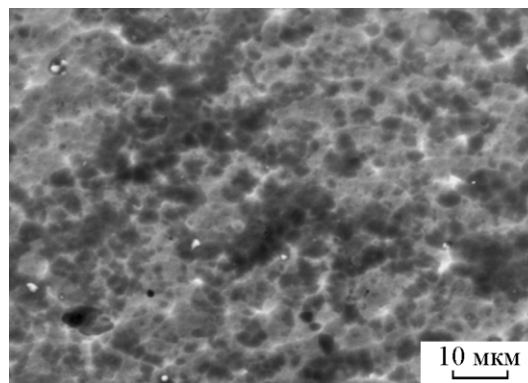


Рис. 1. Поверхность покрытия TiAlN, полученная при наложении отрицательного напряжения смещения.

покрытия существенно зависит от времени напыления и слабо зависит от кинетической энергии ионов, которая эквивалентна величине отрицательного смещения в выбранном диапазоне. Поверхность покрытия, полученного при нулевом отрицательном смещении, имела более низкую шероховатость в отличие от поверхности, полученной при напряжении смещения –300 В. В покрытии, полученном при отрицательном напряжении смещения –300 В, несмотря на применение криволинейного плазменного фильтра, наблюдалось присутствие незначительного количества капельной фракции в покрытии. Кроме того возрастает степень шероховатости покрытия и появляется большее количество поверхностных дефектов, связанных с активным травлением покрытия в процессе его нанесения при плотности ионного тока $j = 1 - 2 \text{ mA/cm}^2$ из-за высокой кинетической энергии ионов (рис. 1).

Результаты измерений микротвердости покрытий показали, что величина напряжения отрицательного смещения не оказала заметного влияния на изменение микротвердости покрытий, которая составила от 17 до 34 ГПа. При малых нагрузках (0,2 Н) трещины вокруг отпечатков не образовывались, а при более высоких нагрузках наблюдалось растрескивание и частичное отслоение покрытия вблизи отпечатка, что оказывало отрицательное влияние на точность измерения. Разброс значений микротвердости указывает на неоднородную структуру покрытий, твердость которой зависит от наличия капельной фракции, пор и микротрещин, образующихся при напылении покрытий.

Испытания на трение покрытий, полученных при разных величинах напряжения смещения, проводили при одновременной регистрации коэффициента трения и АЭ. На рис. 2 показана зависимость коэффициента трения от времени испытаний образца с покрытием, который был получен при нулевом

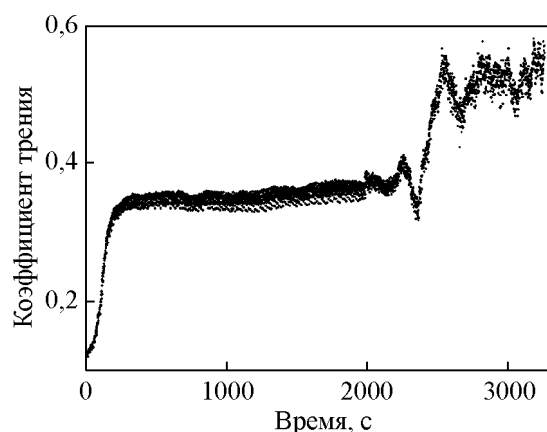


Рис. 2. Зависимость коэффициента трения от времени испытаний покрытия, полученного с нулевым напряжением смещения.

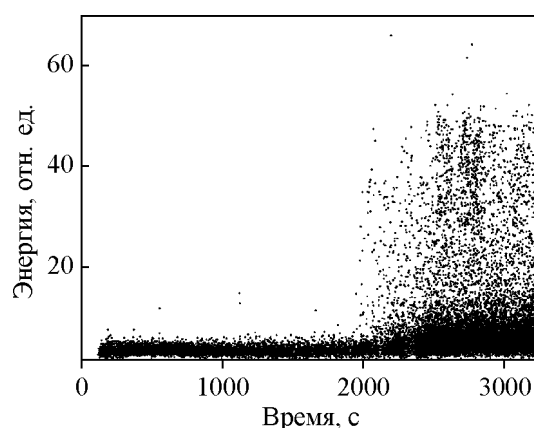


Рис. 4. Зависимость энергии АЭ от времени для образца с покрытием, полученным при нулевом напряжении отрицательного смещения.

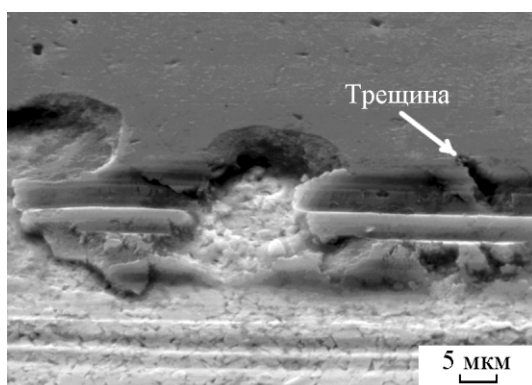


Рис. 3. Разрушение покрытия, полученного при нулевом напряжении смещения, при испытании на трение скольжения. Стрелкой отмечена трещина вблизи зоны трения.

напряжении смещения. Из рисунка видно, что процесс трения можно разделить на три этапа, которые характеризуются различным поведением коэффициента трения. Первый этап — приработка, когда формируется фрикционный контакт, соответствующий условиям испытания. При этом коэффициент трения возрастает и выходит на некоторый стационарный уровень, который свидетельствует о втором этапе — этапе установившегося режима трения. Третий этап с явно выраженными колебаниями коэффициента трения и значительным его увеличением, соответствует разрушению покрытия.

По виду покрытия (рис. 3) после испытаний и изменению коэффициента трения (рис. 2) можно судить о том, какие механизмы ответственны за его разрушение. Прежде всего, заметны следы резания на покрытии вблизи зоны разрушения. Это может быть в том случае, когда средняя твердость покрытия меньше, чем твердость частиц карбида вольфрама. Кроме того, видно, что покрытие отслоилось на

отдельных участках вне дорожки трения. Это характерно для хрупкого разрушения покрытия, этому должно предшествовать образование трещин, которые, действительно, наблюдаются на поверхности (показано стрелкой). Кроме того отсутствуют остатки покрытия в зоне трения, что является свидетельством его разрушения в результате отслаивания фрагментов покрытия из-за низкой адгезии к подложке. Такой механизм деструкции покрытия подтверждается поведением коэффициента трения, скачкообразный рост которого на третьей стадии, указывает на катастрофический износ. Измерение АЭ также выявило значительное возрастание энергии акустического излучения на последней стадии испытаний (рис. 4), что характерно для процесса разрушения покрытия.

Совершенно иной характер трения показывают покрытия, полученные при отрицательном напряжении смещения, равном –200 и –300 В. Прежде всего эти покрытия не разрушаются за такой же промежуток времени, как в предыдущем случае (рис. 5а). Это свидетельствует о более высоких физико-механических свойствах данных покрытий. Отличается и зависимость коэффициента трения от времени (рис. 5б). После стадии приработки наблюдаются колебания коэффициента трения, что можно связать с проскальзыванием индентора из-за рыхлой структуры поверхности, обусловленной повышенной шероховатостью и наличием капельной фракции. Последняя стадия характеризуется равномерным ростом коэффициента трения, что свойственно скольжению индентора со сферической поверхностью при постепенном его внедрении в поверхностный слой покрытия в результате изнашивания покрытия. При этом площадь сопряжения индентора и образца увеличивается. Такая зависимость коэффициента трения — его рост из-за увеличения числа

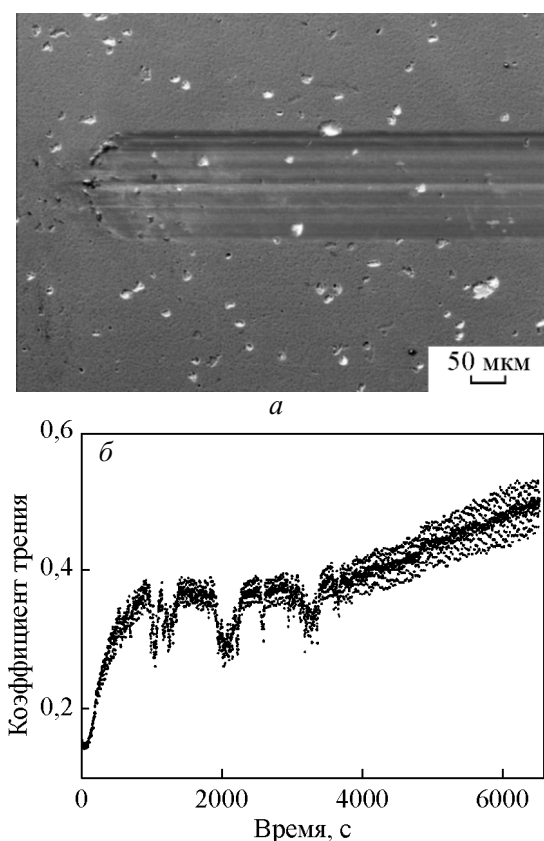


Рис. 5. Участок дорожки трения (а) и коэффициент трения (б) при испытании покрытия, полученного при отрицательном напряжении смещения, равном -300 В.

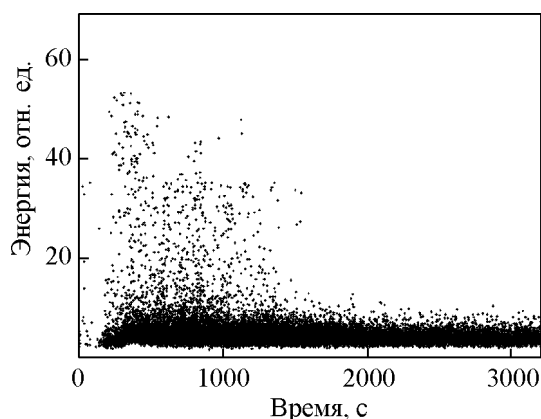


Рис. 6. Зависимость энергии акустической эмиссии от времени для случая, показанного на рис. 5.

пятен контактирования (фактической площади), характерна для адгезионного взаимодействия [15].

Зависимость энергии акустического излучения от времени испытаний в этом случае состоит из двух областей (рис. 6). Начальная стадия характеризуется колебаниями акустических сигналов с чередованием высокоэнергетического и низкоэнергетического

излучения. На стадии стационарного изнашивания, когда коэффициент трения равномерно растет, энергия АЭ имеет стабильно низкое значение. При этом качественных изменений сигналов АЭ на данном этапе испытания нет, что указывает на постоянство процесса трения и изнашивания покрытия.

Выводы

1. Установлена взаимосвязь между параметрами сигналов АЭ и характером трения и изнашивания твердых нанокристаллических покрытий системы Ti – Al – N, полученных методом плазменно-ассистированного дугового напыления при различных значениях напряжения смещения на образце.

2. Выявлено разделение акустического сигнала на группы с разной энергией сигнала, которые характеризуют разные стадии протекающего процесса трения: стадию приработки, стадию установившегося трения и стадию катастрофического изнашивания.

3. Испытания на трение подтвердили литературные данные о положительном влиянии технологии нанесения ионноплазменных покрытий с отрицательным напряжением смещения на образце на физико-механические характеристики покрытия.

Работа выполнена по проекту № III.20.2.4 "Изучение механизмов трения и эволюции структуры поверхностных слоев металлов, сплавов и композиционных материалов в различных условиях фрикционного контакта на основе многоуровневого подхода" Программы III.20.2 фундаментальных исследований СО РАН на 2010–2012 гг. при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 10-08-00629-а).

Литература

- Jiang S., Peng D., Zhao X., Xie L., Li Q. Study on the mechanical and chemical properties of (Ti,Al)N films prepared by DC magnetron sputtering. Appl. Surf. Science, 1995, v. 84, p. 373 – 377.
- Musil J. Hard and superhard nanocomposite coatings. Surf. Coat. Technol., 2000, v. 125, p. 322 – 330.
- Ribeiro E., Malczyk A., Carvalho S., Rebouta L., Fernandes J.V., Alves E., Miranda A.S. Effects of ion bombardment on properties of d.c. sputtered superhard (Ti,Si, Al)N nanocomposite coatings. Surf. Coat. Technol., 2002, v. 151 – 152, p. 515 – 520.
- Endrino J.L., Fox-Rabinovich G.S., Gey C. Hard AlTiN, AlCrN PVD coatings for machining of austenitic stainless steel. Surf. Coat. Technol., 2006, v. 200, p. 6840 – 6845.
- Семашко Н.А., Шпорт В.И., Марьин Б.Н. и др. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении. М.: Машиностроение, 2002, 240 с.

6. Колубаев Е.А., Колубаев А.В. Сизова О.В. Анализ акустической эмиссии при трении скольжения высокомарганцевистой стали. Письма в ЖТФ, 2010, т. 36, вып. 16, с. 55 – 61.
7. Мерсон Д.Л., Разуваев А.А., Виноградов А.Ю. Применение методики анализа спектральных образов сигналов акустической эмиссии для исследования повреждаемости покрытий TiN на стальной подложке. Дефектоскопия, 2002, № 7, с. 37 – 46.
8. Фадин Ю.А. Применение акустической эмиссии для оценки массового износа. Трение и износ, 2008, т. 29, № 1, с. 29 – 32.
9. Баранов В.М., Кудрявцев Е.М., Сарычев Г.А., Щавелин В.М. Акустическая эмиссия при трении. М.: Энергоатомиздат, 1998, 317 с.
10. Панин С.В., Бяков А.В., Гренке В.В., Шакиров И.В., Юсиф С.А.К. Многомасштабное исследование стабильности локализованной деформации при растяжении образцов сплава Д16АТ с надрезами акустико-эмиссионным и оптико-телевизионным методами. Физическая мезомеханика, 2009, т. 12, № 6, с. 63 – 72.
11. Мерсон Д.Л., В.И. Полуниин, Б.А. Чуудинов, И.А. Растегаев, А.А. Разуваев. Изучение процессов разрушения поверхностей, деформируемых трением, методом акустической эмиссии. Трение и смазка в машинах и механизмах, 2007, № 8, с. 9 – 13.
12. Патент № 2173911. Додонов А.И., Башков В.М. Получение электродуговой плазмы в криволинейном плазмоводе и нанесение покрытия на подложку. Заявлено 04.04.1997, БИ 2001.
13. Прибытков Г.А., Андреева И.А., Коржова В.В. Объемные изменения и формирование структуры при твердофазном спекании порошковых смесей Ti-TiAl₃. Порошковая металлургия, 2008, № 11 – 12, с. 79 – 86.
14. Goncharenko I.M., Ivanov Yu.F., Lobach M.I., Krysina O.V., Pribitkov G.A., Andreeva I.A., Korjova V.V. Nanostructured nitride coatings produced by vacuum arc evaporation of sintered Ti-Al cathodes. In: Proc. 9th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, September 21 – 26, 2008, Tomsk, Russia, p. 430 – 433.
15. Современная трибология: Итоги и перспективы. Отв. ред. К.В. Фролов. М.: Издательство ЛКИ, 2008, 480 с.

Статья поступила в редакцию 21.07.2011 г.

Колубаев Евгений Александрович — Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (ИФПМ СО РАН) (г.Томск), кандидат физико-математических наук, научный сотрудник. Специалист в области физики трения и физического материаловедения. E-mail: eak@ispms.tsc.ru.

Лобач Максим Ильич — Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН (ИСЭ СО РАН) (г. Томск), инженер. Специалист в области технологии, оборудования и автоматизации машиностроительных производств. E-mail: lotaxx83@mail.ru.

Гончаренко Игорь Михайлович — Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН (ИСЭ СО РАН) (г. Томск), кандидат технических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области вакуумной и плазменной электроники, металлургии и термической обработки металлов. E-mail: potter@opee.hcei.tsc.ru.

Колубаева Юлия Александровна — Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН (г. Томск), младший научный сотрудник. Специалист в области физики конденсированного состояния и физического материаловедения. E-mail: yukolubaeva@mail.ru.