

Е.А. Кулеш (ГГУ имени Ф. Скорины, Гомель)
Науч. рук. **А.В. Рогачев**, д-р хим. наук, профессор,
чл.-кор. НАН Беларуси

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ МЕТАЛЛ-УГЛЕРОДНЫХ ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ

Нанесение износостойких алмазоподобных покрытий (а-С), обладающих высокой твердостью, низким коэффициентом трения и превосходной химической стабильностью, на поверхность режущего инструмента и узлов трения является широко используемым способом увеличения их ресурса [1]. Однако, алмазоподобные покрытия демонстрируют низкую адгезионную прочность к мягким подложкам, таким как сталь, из-за наличия высоких внутренних напряжений в покрытии. Перспективным методом снижения внутренних напряжений и увеличения адгезии является технология формирования нанокomпозиционных металл-углеродных градиентных покрытий, структура которых изменяется по толщине слоя от металлической компоненты до алмазоподобной, при этом содержание карбидной фазы в объеме покрытия регулируется за счет изменения технологических параметров осаждения. Проведение отжига позволяет изменить структурные свойства, что приводит к изменению механических свойств покрытий [2]. Основными параметрами, влияющими на изменение структуры, являются время отжига, температура и тип среды в которой проводится отжиг.

Цель исследования заключалась в определении влияния параметров отжига на структурные свойства градиентных металл-углеродных покрытий, сформированных импульсным катодно-дуговым методом осаждения.

Градиентные металл-углеродные покрытия получали из совмещенных потоков ионов металла (Ti, Al, Cr) и ионов углерода. Отношение металлических и углеродных ионов регулировалось за счет увеличения частоты генератора углеродной плазмы в диапазоне $5 \div 20$ Гц. Отжиг проводили с использованием муфельной печи СНОЛ в воздушной среде при температурах 150, 250 и 350 °С в течении 1 часа. Микроструктуру покрытий исследовали методом спектроскопии комбинационного рассеивания с помощью КР микроскопа Senterra (Bruker). Поверхностную структуру исследовали методами

атомно-силовой микроскопии (Solver 47, NT-MDT) в режимах топографии и фазового контраста.

Анализ результатов спектроскопии комбинационного рассеянии показал, что для Al/a-C(5...20 Гц):Al/a-C покрытия с ростом температуры отжига характерно существенное уменьшение I_D/I_G отношения с 1,24 до 0,47 с одновременным уширением G пика и его смещением в область высоких волновых чисел, что свидетельствует об увеличении количества ароматических колец в Csp^2 кластере, а также снижении доли групп, образующих линейные –C=C– цепи.

Для Ti/a-C(5...20 Гц):Ti/a-C и Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C покрытий характерно увеличение I_D/I_G отношения с ростом температуры отжига, что определяется уменьшением количества Csp^2 кластеров углерода и свидетельствует об образовании на поверхности соединений типа TiC и CrC. Однако для Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C покрытия ширина G-пика изменяется аномально, а именно при температуре отжига 250 °C достигает минимального значения, что является признаком уменьшения размеров и степени упорядоченности Csp^2 -кластеров при данной температуре отжига. При температуре отжига 350 °C произошло полное разрушение покрытия Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C.

Методом АСМ установлено, что поверхность градиентных покрытий неоднородна, для Ti/a-C(5...20 Гц):Ti/a-C и Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C покрытий с увеличением температуры отжига поверхность становится более однородной с частицами площадью не превышающей 0,2 мкм² и 0,1 мкм² соответственно. При температуре отжига 150 °C на поверхности регистрируется большее количество частиц достаточно малого размера.

На основании анализа изображений фазового контраста, можно сделать предположение, что частицы на поверхности Ti/a-C(5...20 Гц):Ti/a-C и Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C покрытий могут быть графитовыми агломератами углерода, образование которых обусловлено особенностями импульсного испарения графитового катода. Для Al/a-C(5...20 Гц):Al/a-C покрытия характерно наличие частиц во всем диапазоне температур отжига, что на наш взгляд определяется особенностями генерации потока ионов алюминия методом электродугового распыления и наличием значительной капельной фазы в потоке, что определяется низкой, в сравнении с катодами, выполненными из титана и хрома, температурой плавления.

Шероховатость Ti/a-C(5...20 Гц):Ti/a-C и Cr/a-C(5...20 Гц):Cr/a-C покрытий значительно снижается с ростом температуры отжига (таблица 1).

Таблица 1 – Параметры морфологии градиентных покрытий

Образец	R _a , нм	d, средний диаметр зерна, нм
<i>Температура отжига 350 °С</i>		
Ti/α-C(5...20 Гц):Ti/α-C	6,2	156,6
Al/α-C(5...20 Гц):Al/α-C	8,4	35,2
Cr/α-C(5...20 Гц):Cr/α-C	–	–
<i>Температура отжига 250 °С</i>		
Ti/α-C(5...20 Гц):Ti/α-C	7,4	13,2
Al/α-C(5...20 Гц):Al/α-C	8,9	32,1
Cr/α-C(5...20 Гц):Cr/α-C	5,6	73,1
<i>Температура отжига 150 °С</i>		
Ti/α-C(5...20 Гц):Ti/α-C	9,4	193,4
Al/α-C(5...20 Гц):Al/α-C	8,5	50,1
Cr/α-C(5...20 Гц):Cr/α-C	5,9	49,4

Шероховатость Al/α-C(5...20 Гц):Al/α-C покрытия практически не изменяется с ростом температуры отжига и как правило определяется капельной фазой алюминия и оксида алюминия.

Cr/α-C(5...20 Гц):Cr/α-C покрытие характеризуется минимальной шероховатостью R_a 5,6 нм и минимальным размером зерна при всех температурах отжига.

Таким образом, методом спектроскопии комбинационного рассеивания установлено, что для градиентных металл-углеродных покрытий ширина пиков и их интенсивность зависят от природы металлического наполнителя и температуры отжига.

Литература

1. Vetter, J. 60 years of DLC coatings: Historical highlights and technical review of cathodic arc processes to synthesize various DLC types, and their evolution for industrial applications / J.Vetter // Surface and Coatings Technology. – 2014. – Vol. 257. – P. 213 – 240.
2. Monteiro, O.R. Annealing of nonhydrogenated amorphous carbon films prepared by filtered cathodic arc deposition. / O.R. Monteiro [et al.] // J. Appl. Phys. – 2000. – Vol. 88. – P. 2395–2399.