МИКРОТВЕРДОСТЬ СТРУКТУР ПОКРЫТИЕ–СТАЛЬ, СФОРМИРОВАННЫХ ИОННО-АССИСТИРОВАННЫМ ОСАЖДЕНИЕМ

В.В.Тульев[1)], И.С.Ташлыков[2)], П.В.Уляшко[1)]

[1)]*Белорусский государственный технологический университет*

220630 Беларусь, Минск, ул. Свердлова 13а, тел.(017)2271091,факс. (017)2276217,2261075,

e-mail: physics@bstu.unibel.by

[2)]*Белорусский государственный педагогический университет им. М.Танка,*

220050, Минск, ул. Советская 18. тел. (017)2264806, факс. (017)2264024.

e-mail: tashl@bspu.unibel.by.

В данной работе исследована микротвердость структур покрытие-сталь Ст3, 45, 40Х, сформированных ионно-ассистированным осаждением тонких пленок на основе Al, Ti, Ti+Si, W. Установлено, что ионно-ассистированное осаждением покрытий на основе Ti, Ti+Si, W приводит к увеличению микротвердости образцов из сталей 45, 40Х в 1.2-2.4 раза. В работе обсуждаются возможные причины, приводящие к изменению микротвердости модифицированных сталей.

Введение

Известно [1-3], что ионно-лучевая обработка может изменять такие механические свойства материалов, как, например, микротвердость, износостойкость поверхности, твердость, коэффициент трения. Одним из важных и удобных с точки зрения практического контроля параметром изменяющихся прочностных свойств модифицированной поверхности изделий является микротвердость. В данной работе изучалась микротвердость структур покрытие-сталь, сформированных ионно-ассистированным осаждением [4].

Методика эксперимента

В качестве подложек были выбраны конструкционные стали марок Ст3, 45 и 40Х, которые нашли широкое применение в машиностроении. Образцы для нанесения покрытий, изготовленные в виде цилиндров диаметром 12 мм и толщиной 2-3 мм, шлифовались на наждачном круге разной зернистости, а затем подвергались полированию с применением окиси хрома и алмазных паст. После полировки образцы отжигались при 900° С в течении 1.5 часов и охлаждались на воздухе. На подготовленные образцы-подложки наносились покрытия на основе Al, Ti, Ti+Si и W, методом ионно-ассистированного осаждения в условиях самооблучения. Энергия ионов, ассистирующих осаждение покрытия на подложку, составляла 15 кэВ. Осаждение покрытий осуществлялось при интегральных потоках ассистирующих ионов $(1\text{-}6)\cdot10^{16}$ см$^{-2}$. Вакуум в мишенной камере при нанесении покрытий составлял ~ 10^{-2} Па.

Измерение микротвердости образцов, осуществлялось на приборе ПМТ-3. Чтобы исключить влияние масштабного эффекта [2], относительное изменение микротвердости модифицированных образцов $\Delta H/H_{исх}$ определялось для одинаковых глубин проникновения индентора. Нагрузка на индентор менялась в интервале от 0.1 до 1 Н, что соответствовало изменению глубины проникновения индентора от 1.5±0.1 до 5.5±0.3 мкм. Погрешность измерений составляла ~ 5-8 %.

Результаты и обсуждение

Из экспериментальных данных, представленных на рис.1 видно, что осаждение покрытий на основе Ti и Ti+Si при $\Phi=6\cdot10^{16}$ см$^{-2}$ приводит к упрочнению поверхности стали 40Х. Микротвердость модифицированных образцов стали 40Х увеличилась в 1.5-2.5 раза. Для сталей 45 и Ст3 при

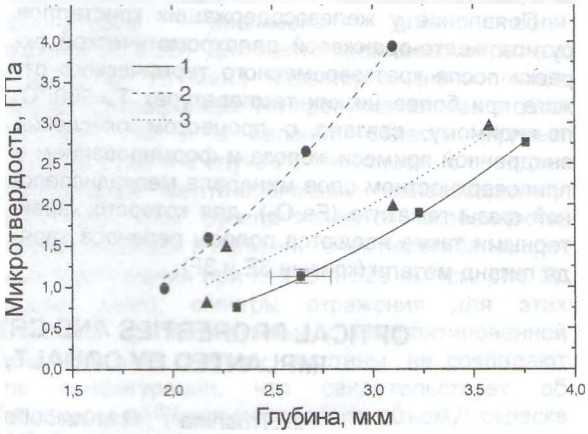

Рис.1. График зависимости микротвердости поверхности исходной (1) и модифицированной ионно-ассистированным осаждением покрытий на основе Ti (2), Ti+Si (3) стали 40Х от глубины проникновения индентора

аналогичном модифицировании микротвердость растет в 1.5-2 раза и ~ 1.5 раза соответственно.

Данные об относительном изменении микротвердости сталей Ст3, 45, 40Х после ионно-ассистированного осаждения покрытий на основе Ti+Si в зависимости от интегрального потока ассистирующих ионов представлены на рис.2. Экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что, во-первых, ионно-ассистированное осаждение тонких покрытий на стали 45, 40Х приводит к увеличению микротвердости при всех интегральных потоках ассистирующих ионов. Исключение отмечается для стали марки Ст3, когда при $\Phi = 2\cdot10^{16}$ см$^{-2}$ наблюдается уменьшение микротвердости в 1.4 раза. С увеличением интегрального потока Ф, микротвердость поверхности стали Ст3, как и микротвердость других модифицированных сталей, возрастает.

Изменение микротвердости поверхности стали Ст3, 45, 40Х при ионно-ассистированном осаждении покрытий, по нашему мнению, обусловлено конкуренцией двух процессов. С одной стороны, на поверхности сталей формируются слои с повышенными прочностными свойствами, вследствие образования в них оксикарбидных фаз [4] и

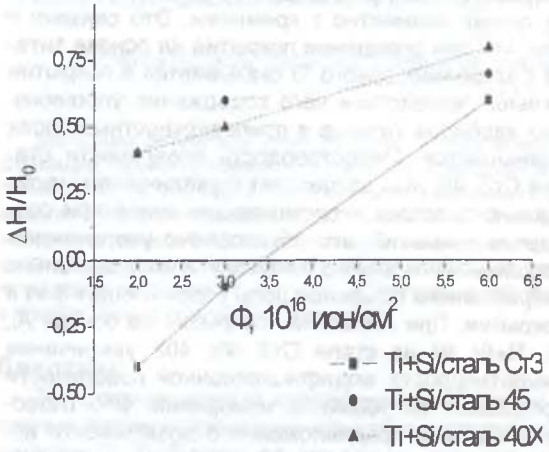

Рис.2. Относительное изменение микротвердости поверхности сталей, модифицированной осаждением Ti+Si при различном интегральном потоке ассистирующих ионов

структурных дефектов [5] при ионно-лучевом воздействии, а также твердорастворного упрочнения, обусловленного присутствием атомов легирующих элементов в железе [3]. С другой стороны, из-за наличия водорода в покрытии возможно, разупрочнения приповерхностных слоев полученных структур. Так известно, что наличие водорода в приповерхностном слое сталей приводит к понижению поверхностной энергии на границе покрытие/подложка, что в свою очередь приводит к уменьшению ее прочности [8]. Авторами [6, 7] отмечается, что при осаждении покрытий в приповерхностных слоях сформированных структур содержится водород. Нами также были проведены исследования методом резонансных ядерных реакций, в которых подтверждено, что в сформированных покрытиях содержится ~ 6-10 ат.% водорода [9]. Очевидно, что в случае модифицирования сталей 45 и 40Х при всех использованных интегральных потоках ассистирующих ионов преобладает процесс упрочнения поверхности, а в случае модифицирования стали Ст3 при Ф = $2 \cdot 10^{16}$ см$^{-2}$ преобладает процесс разупрочнения поверхности.

Отметим, что с увеличением интегрального потока ассистирующих ионов возрастает относительное изменение микротвердости для всех сталей. Данный эффект можно объяснить тем, что с увеличением интегрального потока ассистирующих ионов при неизменной плотности ионного тока увеличивается время осаждения покрытий. То есть растет толщина нанесенного покрытия, следовательно, растет объемная доля упрочняющих фаз [10]. При этом рост толщины покрытия не изменяет концентрацию водорода на границе раздела покрытие/подложка, поэтому эффект разупрочнения, связанный с водородом, остается практически неизменным при любом увеличении интегрального потока.

Экспериментальные данные о влиянии ионно-ассистированного осаждения титановых покрытий на изменение микротвердости сталей разного состава представлены в табл.1. В случае осаждения покрытий на основе Ti наблюдается качественно подобная картина, как при осаждении покрытий на основе Ti+Si, однако рост микротвердости выше. Мы полагаем, что различие в поведении микротвердости поверхности сталей, модифицированных осаждением тонких пленок, обусловлено различием в фазовом составе приповерхностных слоев сталей, на которые нанесены разные покрытия. Послойный элементный анализ показал, что при совместном осаждении покрытий на основе титана и кремния содержание Si в покрытии в 2 раза больше, чем Ti [11]. Таким образом, в приповерхностных слоях (Ti+Si)/сталь структур содержится меньше титана, чем в Ti/сталь структурах при сравнимых условиях осаждения. Поэтому можно предположить, что одной из причин повышения микротвердости поверхности сталей может быть формирование в покрытии включений карбида титана, упрочняющих поверхность сформированных структур.

Таблица 1

Относительное изменение микротвердости сталей Ст3, 45 и 40Х, модифицированных осаждением покрытий на основе Ti, в зависимости от интегрального потока ассистирующих ионов (энергия ионов 15 кэВ)

	Марка стали	Интегральный поток ассистирующих ионов Ф, 10^{16} см$^{-2}$		
		2.0	3.0	6.0
$\Delta H/H_{ac}$	Ст 3	-0.4	-0.1	+0.6
	45	+0.4	+0.6	+0.7
	40Х	+0.4	+0.5	+0.8

Осаждение покрытий на основе W при интегральных потоках в интервале (1-6)·1016 см-2, как и в случае осаждения покрытий на основе Ti или

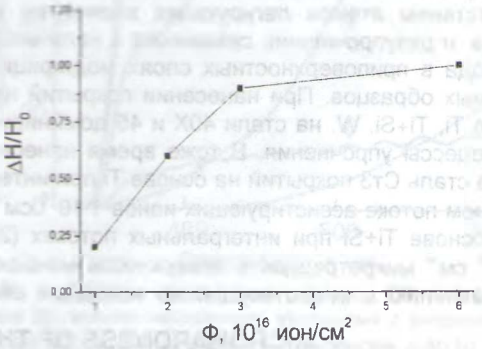

Рис.3. Относительное изменение микротвердости поверхности стали 45, модифицированной осаждением W при различном интегральном потоке ассистирующих ионов

Ti+Si, приводит к увеличению микротвердости поверхности стали на 20-100 %, рис.3. Увеличение микротвердости модифицированной стали 45 с ростом интегрального потока Ф, мы также объясняем увеличением объемной доли упрочняющих фаз в приповерхностном слое образцов.

Сравнительные данные об изменении микротвердости стали 40Х, модифицированной ионно-ассистированным осаждением покрытий на основе различных материалов при $\Phi=2\cdot10^{16}$ см$^{-2}$, представлены в табл. 2. Из данных табл.2 следует, что упрочнение поверхности стали марки 40Х происходит при осаждении титана или титана совместно с кремнием. В этом случае преобладает процесс упрочнения, вследствие формирования на поверхности слоев с повышенными прочностными свойствами. При осаждении алюминия наблюдается разупрочнение модифицированной поверхности стали. Уменьшение микротвердости поверхности стали при осаждении покрытий на основе алюминия, можно объяснить тем, что в этом случае преобладает процесс разупрочнения поверхности, обусловленный наличием водорода на границе раздела покрытие/подложка. Как отмечалось выше, присутствие водорода ведет к понижению поверхностной энергии на границе покрытие/подложка, а следовательно к уменьшению прочности поверхности стали. Эффект упрочнения незначителен, так как алюминий не образует упрочняющих карбидных фаз.

Таблица 2

Относительное изменение микротвердости стали 40Х, модифицированной осаждением покрытий на основе Al, Ti, Ti+Si, при интегральном потоке $\Phi = 2\cdot10^{16}$ см$^{-2}$

Материал основы покрытия	Al	Ti+Si	Ti
$\Delta H/H_{исх}$	-0.28	+0.4	+0.4

Заключение

Изменение микротвердости поверхности сталей, модифицированных ионно-ассистированным осаждением, обусловлено конкуренцией двух процессов: упрочнения за счет образования упрочняющих (оксидных, карбидных) фаз, структурных радиационных дефектов, формирующихся в процессе ионно-ассистированного осаждения, твердорастворное упрочнение, обусловленное присутствием атомов легирующих элементов в железе, и разупрочнения, связанного с наличием водорода в приповерхностных слоях модифицированных образцов. При нанесении покрытий на основе Ti, Ti+Si, W, на стали 40Х и 45 доминируют процессы упрочнения. В тоже время нанесение на сталь Ст3 покрытий на основе Ti при интегральном потоке ассистирующих ионов $1\cdot10^{16}$ см$^{-2}$ и на основе Ti+Si при интегральных потоках $(2\text{-}3)\cdot10^{16}$ см$^{-2}$ микротвердость поверхности меньше по сравнению с микротвердостью исходных образцов. В этом случае доминируют процессы разупрочнения поверхности. Нанесение покрытий на основе Al приводит к уменьшению микротвердости поверхности стали 40Х, так как при осаждении алюминий не образует упрочняющих карбидных фаз. Осаждение покрытий на основе титана приводит к большему возрастанию микротвердости, чем при осаждении покрытий на основе титана совместно с кремнием. Это связано с тем, что при осаждении покрытий на основе титана с кремнием самого Ti оказывается в покрытии меньше, вследствие чего содержание упрочняющих карбидов титанов в приповерхностных слоях уменьшается. Микротвердость поверхности сталей Ст3, 45, 40Х возрастает с увеличением интегрального потока ассистирующих ионов при осаждении покрытий, что обусловлено увеличением толщины нанесенного покрытия, а следовательно возрастанием объемной доли упрочняющих фаз в покрытии. При осаждении покрытий на основе Al, Ti, Ti+Si, W на стали Ст3, 45, 40Х увеличение микротвердости модифицированной поверхности превышает погрешность измерений. Это позволяет сделать предположение о возможности использования данных микротвердости для оперативного контроля при ионно-ассистированной модификации поверхности стальных изделий.

Список литературы

1. *Гусева М.И., Гордеева Г.М., Мартыненко Ю.В. и др.* // ФХОМ. - 1999. - № 2. - С.11.
2. *Анищик В.М., Васильева Л.А., Жукова СИ.* // ФХОМ. - 1998. - № 1. - С.5.
3. *Клименов В.А., Иванов Ю.Ф., Перевалова О.Б. и др.* // ФХОМ. - 2001. - № 2. - С.41.
4. *Тульев В.В.* Ионно-ассистированное осаждение покрытий на Fe, Al и сплавы сталь 45, сталь 40Х, АЛ4: Автореф. дис. к.ф.-м.н. - Мн.: БГУ, 2004. - 23 с.
5. *Гольцев М.В., Хофман А.* // Взаимодействие излучений с твердым телом: Материалы III междунар. науч. конф. - Мн., 1999. - Ч. 2. - С.42.
6. *Sahu B.S., Srivastava P., Sehgal H.K. e.a.* // Thin Solid Films. 2002. - V. 415, № 1-2. - P.53.
7. *Wistron R.E., Brgesen P., Sass S.L.* // Acta Metall. Mater. - 1993. - V. 41, № 12. - P.3549.
8. *Ростокер У., Мак-Коги Дж., Маркус Г.* Хрупкость под действием жидких металлов. - М., 1962. 192 с.
9. *Тульев В.В., Ташлыков И.С.* // Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах: Труды IV междунар. науч. конф. – Томск, 2004. – С.92.
10. *Углов В.В., Черенда Н.Н., Данилюк А.Л., Ходасевич В.В.* // ФХОМ. - 2000. - № 2. - С.12.
11. *Tashlykov I.S., Bobrovich O.G., Palchekh V.Ch. e.a.*// Surf. Coat. Technol. - 1995. - V. 74-75. - P.945.

MICROHARDNESS OF THE STRUCTURE OF COAT-STEEL FORMED BY ION ASSISTED DEPOSITION

V.V.Tuliev[1)], I.S.Tashlykov[2)], P.V.Uljashko[1)]

[1)]*Belorussian State Technological University, 13-a Sverdlova str., 220630 Minsk, Belarus, tel. (017)2271091, fax: (017)2276217, 2261075, e-mail: physics@bstu.unibel.by*

[2)]*Belorussian State Pedagogical University, 18 Sovetskaya str.,220050 Minsk, Belarus, tel.: (017) 226-48-06, fax: (017)226-40-20, e-mail: tashl@bspu.unibel.by.*

Al-, Ti-, Ti+Si- and W-based films were deposited on steel St3, 45, 40Cr using ion assisted deposition technique in conjunction with self irradiation. It is estimated that microhardness steel 45, 40Cr increases 1.2-2.4 times when Ti-, Ti+Si- and W-based ion assisted deposition on steel. Possible reasons of change in microhardness of modified specimen were discussed.