А.С. Бычков, А.Г. Моляр, канд. техн. наук

## ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ МОНОСЛОЙНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ТИТАНОВЫХ ПОКРЫТИЙ

В предыдущей статье [1] нами исследовано изменение фазового состава при формировании монослойных ионно-плазменных покрытий из нитрида титана. Ниже дан анализ изменения их структуры и свойств.

Свойствами пленок нитрида титана можно управлять путем изменения условий в процессе их нанесения, то есть с помощью регулируемых параметров процесса. На установке «Булат» регулируемыми параметрами являются: ток дуги  $I_a$ , давление азота в вакуумной камере  $P_{N_a}$ 

и величина опорного напряжения (напряжения смещения)  $U_0$ . Эти параметры определяют физические характеристики процесса: как значения плотностей молекулярных пучков металла и азота в зоне конденсации и их соотношение, так и ионного пучка на подложку и энергию ионов, поступающих на поверхность растущей пленки, температуру поверхности покрытия и подложки, состав пароплазменного потока. В последнем случае при больших давлениях азота нитрид титана может образовываться в газовой фазе, и на подложку будет поступать наряду с ионизованными молекулами и атомами готовое соединение в виде блоков от дуплетов и триплетов до многоатомных комплексов. Указанные физические параметры определяют состав, структуру и скорость роста пленки и, соответственно, свойства покрытия. Чтобы управлять свойствами покрытия, необходимо знать влияние технологических параметров на процесс синтеза нитрида титана.

При осаждении нитридных покрытий путем электродугового испарения металла в среде азота давление последнего оказывает существенное влияние на процесс распыления катода и состав пароплазменного потока, условия в пролетном пространстве и на подложке и, как следствие, определяет содержание азота в пленке и ее свойства. Рабочее давление азота в камере обычно находится в пределах  $10^{-2}...10^{-1}$  Па. Повышение давления азота в указанном диапазоне приводит к уменьшению эффектов разбрызгивания катода и количества капель, генерируемых катодным пятном дуги. Это связано с образованием на поверхности катода пленки тугоплавкого нитрида и уменьшением газовыделения из титана в дуге [2]. Диаметр капель титана на подложке составляет 2...50 мкм. Высота капель обычно не превышает 1...2 мкм. Наблюдаются следы кристаллизации капель на поверхности, что свидетельствует об их конденсации в жидком состоянии.

С увеличением давления азота изменяет цвет покрытия от серого

стального ( $P_{N_2} \approx 10^{-2}$  Па) до желтого и при  $P_{N_2}$  более 5.10<sup>-1</sup> Па начинает темнеть до коричневого.



Рисунок 1 – Изменение кристаллографической ориентации титанового покрытия в зависимости от величины опорного напряжения: а – U<sub>0</sub> = 50 B; б – U<sub>0</sub> = 100…150 B; в –U<sub>0</sub> =200…250 B

При  $P_{N_2} = (2...3) \cdot 10^{-2}$  Па наблюдается резкий рост содержания азота в пленке [2], после чего его значение изменяется незначительно. В этом же диапазоне автор [2] наблюдал максимум величины микротвердости нитрида, как на стали Р18, так и сплаве Т14К8. Это связано с увеличением столкновений между частицами в пролетном пространстве. При  $P_{N_2} \approx 10^{-2}$  Па длина свободного пробега ионов титана составляет  $\lambda = 0,5$  м, что превышает, как правило, длину пролетного пространства «катод – подложка» (обычно L = 15...30 см). Длина свободного пробега частиц в газе связана с давлением и температурой выражением

$$\lambda = \frac{kT}{P\sigma},\tag{1}$$

где *k* – постоянная Больцмана; σ – сечение столкновения.

Из формулы (1) следует, что повышение температуры газа эквивалентно снижению его давления. Это необходимо учитывать при включении дуги и изменении величины ее тока. Увеличение тока дуги приводит к росту температуры газа и при тех же показаниях манометра к смещению рабочей точки в сторону низких давлений. При  $P_{N_2} \approx 10^{-2}$  Па  $L \approx (3...5)\lambda$ , что создает благоприятные условия для эффектов возбуждения, ионизации и диссоциации молекул.

Экспериментально установлено, что оптимальным диапазоном давления азота следует считать 5·10<sup>-2</sup>...2·10<sup>-1</sup> Па. Именно в этом диапазоне наблюдается максимум концентрации Ti<sup>2+</sup>, резкий рост Ti<sup>+1</sup> и уменьшение многозарядных ионов Ti<sup>3+</sup> и Ti<sup>4+</sup>. Содержание азота в пленке при давлении 1·10<sup>-1</sup> Па практически достигает насыщения и с дальнейшим ростом давления азота увеличивается незначительно.

Предельные свойства нитридных покрытий по твердости и износостойкости могут быть достигнуты при условии синтеза нитрида непосредственно на покрываемой поверхности. Однако по мере увеличения давления растет вероятность образования нитридных комплексов в газовой фазе с последующим их осаждением на покрываемой поверхности, что разрыхляет покрытие и уменьшает его характеристики. При давлении  $P > 10^{-2}$  Па нитрид титана выпадает в виде ультрадисперсного порошка с большим содержанием металлической фазы. Скорость реакции в газовой фазе можно считать пропорциональной давлению. Следовательно, с ростом давления увеличивается объемное содержание и размер нитридных блоков в покрытии, имеющих слабую адгезию и увеличивающих пористость покрытий.

При нанесении покрытий из плазменного потока покрываемое изделие находится под отрицательным потенциалом, определяемым величиной опорного напряжения, которое на существующих установках может задаваться в пределах  $U_0 = 0...-2,2$  кВ. В процессе нанесения покрываемая поверхность и растущее покрытие подвержены бомбардировке ионами азота и металла. В зависимости от энергии ионов, бомбардирующих покрываемую поверхность, могут наблюдаться три типа взаимодействия – осаждение покрытия, травление поверхности и имплантация (внедрение) бомбардирующих ионов в кристаллическую решетку подложки.

Содержание азота и свойства нитридного покрытия при осаждении нитридов из плазменного потока определяется термодинамическими характеристиками и состоянием реактивного газа, поскольку металлическая компонента поступает в зону реакции в атомарном и ионизованном состоянии. Наличие потенциального барьера реакции, определяемого энергией диссоциации азота, соответствует нижнему пределу энергии падающих ионов, после которого она не влияет на содержание неметалла в пленке, но может влиять на плотность, структуру и ее свойства.

Энергия падающего иона определяется выражением:

$$E_i = E_0 + Z e \cdot U, \qquad (2)$$

где  $E_0$  – начальная энергия; Ze – заряд иона; U – опорное напряжение.

Установлено, что при синтезе нитрида титана содержание азота в пленке и ее микротвердость достигают максимального значения при величине энергии ионов 100..150 эВ. При повышении давления азота те же результаты получаются при более высоких значениях опорного напряжения. При увеличении давления с 10<sup>-1</sup> до 4.10<sup>-1</sup> Па энергия ионов, соответствующая насыщению твердости, возрастает.

Таким образом, повышение давления азота требует повышения величины опорного напряжения, так как энергия конденсирующихся ионов рассеивается в результате столкновений.

Вакуумной дугой обычно называют низковольтный сильноточный разряд, горящий в глубоком вакууме ( $P \approx 10^{-3}$  Па) в парах материала катода, экструдирующего в микропятнах. Стационарные вакуумные дуги реализуются на принудительно охлаждаемых катодах из любых проводящих материалов. При этом средний по поверхности поток мощности отводится теплопроводностью при установлении на поверхности такой температуры, при которой процессы испарения и эмиссии электронов несущественны. На катоде разряд горит в «горячих» микропятнах с  $j_k = 10^5 \dots 10^{12}$  А/см<sup>2</sup>, где осуществляется генерация электронов плазменного пучка, ускоренных в приэлектродном слое до десятков эВ. Под действием пучка происходит локальный процесс испарения материала катода, при этом часть продуктов испарения возвращается в виде ионного пучка на катод (поддерживая процессы генерации и эмиссии электронов), а остальная их доля поступает в объем системы, формируя плазму с концентрацией  $n \approx 10^{11} \dots 10^{12}$  см<sup>-3</sup>, составляющую эффективный продукт генерации. Скорость генерации пропорциональна току дуги [3].

Продукты генерации, фазовый состав которых определяется в основном видом материала катода, содержат микрокапельную (размеры частиц от нескольких десятков мкм и ниже), паровую и ионизованную фазы (ионы различной кратности). На тугоплавких металлах доля капельной фазы составляет менее 1% от полного расхода, на легкоплавких может достигать десятков процентов. Средняя энергия ускоренных в микропятнах ионов, составляющих для тугоплавких металлов основную долю продуктов генерации, изменяется в пределах 10 ... 100 эВ.

Степень ионизации плазмы для дуги, горящей в микропятнах, не зависит от тока дуги и составляет ≈40%.

Присутствие в составе покрытия α-Ті и ε-Ті<sub>2</sub>N нитрида определяется в основном давлением азота и опорным напряжением (табл. 1).

При высоких давлениях (5...10)·10<sup>-1</sup> Па покрытие имеет однофазную структуру нитрида (рис. 2, а). При более низких давлениях азота (0,8...3,0)·10<sup>-2</sup> Па и напряжениях 100...200 В, кроме δ-TiN, наблюдали также следы  $\alpha$ -Ti, (рис. 2, б), а при напряжениях 250...300 В и давлении азота (0,8...3,0)·10<sup>-3</sup> –  $\alpha$ -Ti и  $\epsilon$ -Ti<sub>2</sub>N (рис. 2, в).

N⁰	$P_{N2}, \cdot 10^{-1}$	1 0		Фазовый	Текстура	
n/n	Па	Ι, Α	О, Б	состав	δ-TiN	α-Τί
1	0	60	50	α-Ti	-	Нет
2	0	60	100150	α-Ti	-	hki0+(1011)
3	0	60	200250	α-Τί	-	(1011)
4	0,8	0	200	α-Ti+δ-Ti	(111)	Нет
5	1,5	60	190	α-Ti+δ-Ti	(111)	Нет
6	2,5	60	200	α-Ti+δ-Ti	(111)	Нет
7	5,6	60	190	δ-Τί	(111)	Нет
8	0,8	140	100	δ-Ti+α-Ti	(111)+(100)	Нет
9	5,6	140	100	δ-Τί	(111)	Нет
10	10,0	140	100	δ-Τί	(111)	Нет
11	3,0	75	250	δ-Τί+α-Τίδ+ε-Τί	(III)+(100)	Нет
12	5,6*	60	210	δ-TiN; α-Ti	(111)	(0001)

Таблица 1 – Изменение фазового состава покрытия TiN в зависимости от параметров процесса

\*) – многослойное покрытие с чередующимися слоями  $\alpha$ -Ti и  $\delta$ -TiN

Исследования текстуры покрытий представляет интерес из-за ее непосредственного влияния на служебные свойства. Кроме того, чувствительность текстуры к условиям напыления позволяет использовать эту характеристику для структурного контроля технологии, а также для выявления особенностей механизма формирования покрытий [4 – 7].



В отличие от текстуры монослоев α-Ті, в которых практически отсутствует ориентировка (0001) (рис. 1), текстура прослоек α-Ті между слоями ТіN в многослойных покрытиях характеризуется стабильно воспроизводящейся однокомпонентной текстурой (0001) (рис. 2, в). Покрытия ТiN характеризуются выраженной текстурой (111). На рис. 3, а приведена обратная полюсная фигура для нормали к плоскости подложки, полюсная плотность (111) в большинстве случаев больше 10. Полуширина текстурного максимума составляет 10...15°. Такая текстура характерна для большинства покрытий. Образованию менее выраженной текстуры (111)+(100) способствует понижение давления азота и увеличение тока или напряжения (рис. 3, б).

Сопоставление текстур ионно-плазменных покрытий из  $\alpha$ -Ті и ТіN, полученных в аналогичных условиях, отличающихся только присутствием или отсутствием азота в камере, позволяет выявить закономерности формирования TiN покрытий. Наличие текстуры (0001) в прослойках α -Ti, расположенных между слоями TiN с текстурой (111), свидетельствует о когерентной связи между слоями  $\alpha$ -Ті и  $\delta$ -ТіN, а также о реализации ориентационного соотношения между гранецентрированной кубической и плотноупакованными решетками (ГПУ и ГЦК) этих фаз в виде: (0001) α-Ті//(111) δ-ТіΝ. Однако при самостоятельном образовании α-Ті покрытия текстура (0001) не образуется, при этом выраженная однокомпонентная текстура образуется только при напряжениях 200...250 В и характеризуется ориентировкой (1011). Исходя из этого, можно предположить, что взаимодействие азота с титаном при напылении происходит до формирования кристаллического покрытия, при этом происходит осаждение на подложке кристаллов твердого раствора азота в α-Ті титане с текстурой (0001). Формирование такой текстуры, вероятно, обусловлено присутствием в решетке α-Ті титана внедренных атомов азота.

Окончательное формирование TiN покрытия включает в себя диффузионное насыщение  $\alpha$ -твердого раствора титана азотом с образованием TiN нитрида, ориентированного плоскостями (111) параллельно плоскости (0001)  $\alpha$ -твердого раствора, то есть параллельно плоскости подложки. Такой механизм формирования TiN покрытия косвенно подтверждается результатами изучения образования покрытий из  $\alpha$  твердого раствора титана при напылении титана при низких давлениях азота в камере, когда наблюдали преимущественную ориентировку (0001)  $\alpha$ -Ti [8, 3].

Возможно также, что на подложке сразу образуется кристаллическая фаза δ-TiN с текстурой (111), которая обусловлена анизотропией решетки нитрида δ-TiN. Во всяком случае результаты текстурных исследований противоречат механизму формирования кристаллической фазы из α-Ti последующим взаимодействием этой фазы с азотом. В этом случае α-Ti должен был иметь текстуру (1011) и текстура формирующегося в результате взаимодействия α-Ті с азотом нитрида не могла бы быть (111), так как это противоречило бы найденному ориентационному соответствию: (0001) α-Ті //(111) δ-ТіN.



Д

0,1

0,2

0,2

Рисунок 3 – Обратные полюсные фигуры для нормали к плоскости покрытий TiN на сталях 13Х11Н2В2МФА (а-в) и 12Х18Н10Т (г, д); образцы: 8 (а), 9 (б), 10 (в), 11 (г), 12 (д) (см. табл. 1)

Анализ угловой зависимости дифракционных линий ионноплазменных покрытий из  $\alpha$ -Ті и  $\delta$ -ТіN показал, что уровень искажений решетки заметно выше для  $\delta$ -ТіN по сравнению с  $\alpha$ -Ті. Величина микродеформации решетки ( $\Delta a/a$ ) составила 3,0·10<sup>-3</sup> для  $\alpha$ -Ті и 8,0 10<sup>-3</sup> для  $\delta$ -ТіN. Этим величинам микродеформаций соответствуют плотности дислокации 5·10<sup>9</sup> и 4·10<sup>10</sup> см<sup>-2</sup>.

В табл. 2 приведены результаты измерения остаточных макронапряжений в TiN покрытиях, нанесенных на различные подложки и при различных давлениях азота в камере [9].

Подложка	<b>І<sub>д</sub></b> , А	<i>U<sub>оп</sub></i> , в	$P_{N_2}^{}$ ·10 <sup>1</sup> , Па	σ <sub><i>н</i></sub> , МПа
12X18H10T	95	130	3,0	-3000
13Х11Н2В2МФА	140	100	0,8	-900
13Х11Н2В2МФА	140	100	5,6	-1400
13Х11Н2В2МФА	140	100	10,0	-1600

Таблица 2 – Изменение остаточных напряжений в покрытии TiN в зависимости от параметров напыления и материала подложки

Покрытия характеризуются высокими сжимающими напряжениями, уровень которых зависит от типа подложки и давления азота. Наиболее высокие значения напряжений получены на покрытиях, нанесенных на нержавеющую сталь 12Х18Н10Т, напряжения увеличиваются при повышении давления азота. Обычно остаточные напряжения в покрытиях  $\sigma_H$  рассматривают как сумму двух составляющих [5]. Термические напряжения  $\sigma_{mepm}$  обусловлены различием в коэффициентах теплового расширения покрытия  $\alpha_1$  и подложки  $\alpha_2$ . Напряжения роста  $\sigma_{pocm}$  возникают в процессе формирования покрытия в основном в результате механического воздействия ионной бомбардировки:

$$\sigma_{H} = \sigma_{pocm} + \sigma_{mepM} = \sigma_{pocm} + (\alpha_{1} - \alpha_{2})\Delta T \frac{E_{1}}{1 - v_{1}}, \qquad (3)$$

где α<sub>1</sub>, *E*<sub>1</sub> и ν<sub>1</sub> – коэффициент теплового расширения, модуль Юнга и коэффициент Пуассона покрытия; α<sub>2</sub> – коэффициент теплового расширения подложки; Δ*T* – температура максимального нагрева покрытия при напылении.

Приняв следующие значения параметров:  $\alpha_1 = 9,5 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>,  $E_1 = 250$  ГПа,  $v_1 = 0,2$  для TiN,  $\alpha_2 = 17 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup> для стали 12X18H10T;  $\alpha_2 = 1 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup> для стали 13X11H2B2MФА и  $\Delta T = 500^{\circ}$ С, получим значения термических напряжений соответственно для сталей 12X18H10T и 13X11H2B2MФА: 1200 и 450 МПа. Поскольку измеренные значения остаточных макронапряжений составляют 3000 МПа для нержавеющей стали и 900...1600 МПа для стали 13X11H2B2MФА, можно заключить, что напряжения роста в методе КИБ превалируют над термическими напряжениями, что свидетельствует о сильном энергетическом воздействии ионной бомбардировки.

В табл. 3 приведены значения микротвердости  $H_{\mu}$ , полученные при измерениях на различных покрытиях с нагрузкой 0,5 Н. Как это следует из табл. 3, микротвердость покрытий варьируется в широких пределах 4000...22000 МПа. В обзоре [10] указывают на вариации микротвердости в пределах 4000...40000 МПа. Наши результаты демонстрируют, что величина микротвердости во многом определяется толщиной покрытия.

Nº n/n	<i>Н</i> , мкм	$oldsymbol{H}_{\!\mu}$ ,МПа	<i>В</i> ₁*, МПа мкм	<i>Н</i> <sub>µ</sub> *, МПа
1	5,7	4200	18030	-
2	5,4	5250	38560	16260
3	4Д	6650	42680	16800
4	1,1	8850	64400	12660
5	2,5	8520	61210	12610
6	3,3	6750	42590	16130
7	4,7	7550	55690	16520
8	8,2	15600	92110	18520
9	10,8	18100	89300	18130
10	11,5	22000	139800	22990
11	16,5	24200	144680	33470

Таблица 3 – Изменение толщины и микротвердости покрытия TiN в зависимости от параметров напыления и материала подложки

\* – расчетные величины  $B_1$  и  $H_{\mu}$ .

Для тонкого покрытия  $H_{\mu}$  лишь немного превышает твердость подложки (3000 МПа). Для покрытий толщиной 7...16 мкм твердость составляет 10000...22000 МПа. Приведенные результаты относятся к покрытиям, полученным при различных режимах напыления, за исключением первых трех образцов из одной партии, которые отличаются только расположением в камере. Для этих образцов вариации микротвердости однозначно связаны с разной толщиной покрытий. Для образцов

№ 6, 9, 10, условия нанесения которых отличаются только временем напыления (соответственно 15, 60 и 90 минут), вариации толщины от 2,5 до 10,8 мкм обусловливают различия в измеренных значениях микро-твердости от 8250 до 18100 МПа. Расчетная твердость покрытий также меняется в зависимости от условий напыления: достаточно сравнить  $H_{\mu}$  и толщины образцов № 5 и 6.

Однако, как это следует из анализа табл. 3, различия в толщине покрытий являются основной причиной наблюдаемого на практике разброса в значениях микротвердости. Сопоставление твердости различных покрытий возможно только при одинаковой толщине покрытий. В реальности же трудно обеспечить равнотолщинность покрытий при различных режимах напыления и даже при аналогичных режимах. В связи с этим делаются попытки создания аналитических методов введения поправок на толщину путем измерения твердости покрытий [11].

Исследования показали необходимость контроля толщины покрытий не только для обеспечения сопоставимости результатов измерения микротвердости, но и с точки зрения оценки работоспособности покрытий, которая во многом определяется толщиной слоя покрытия. Существенно и то, что измерение микротвердости с переменной нагрузкой дает возможность оценивать толщину покрытий.

Рентгеноструктурные исследования ионно-плазменных покрытий позволяют получить ценную информацию об их структуре, включающую в себя фазовый состав, параметры решетки, текстуру, остаточные макронапряжения, искажения решетки. Однако до сих пор не вполне очевидна корреляция между параметрами процесса напыления и характеристиками структуры. Также нет полной ясности в том, какое влияние оказывают эти структурные характеристики на служебные свойства. Как было установлено в [1], фазовый состав покрытий отличается стабильностью, во всех исследованных случаях доминирует δ-TiN. Измерения периодов решетки δ-TiN представляют незначительный интерес из-за наличия в покрытиях высоких сжимающих напряжений. Вклад напряжений в величину параметров решетки сопоставим с эффектом от вариации состава, что не позволяет использовать измерение параметров для оценки состава нитрида.

Важной структурной характеристикой покрытия является кристаллографическая текстура. Однако следует иметь в виду, что почти во всех случаях напыления текстура ионно-плазменных покрытий однотипна и характеризуется расположением плоскостей (111) параллельно подложке. В этой связи для использования текстурных данных необходимо анализировать количественную информацию. Благодаря аксиальной симметрии текстуры покрытий можно ограничиться информацией в виде обратных полюсных фигур или измерением ширины текстурного в виде обратных полюсных фигур или измерением ширины текстурного максимума (222). До сих пор нет достоверной информации о влиянии величины остаточных макронапряжений на служебные свойства покрытий, несмотря на их высокие значения [12 – 14]. Возможно положительное воздействие сжимающих напряжений, действующих в покрытиях, на усталостные характеристики.

Ценную информацию для осуществления контроля процесса нанесения покрытий дает измерение толщины. Прежде всего это связано с очевидным влиянием толщины покрытия на его работоспособность и интерпретацию результатов измерения микротвердости. Кроме того, как показали наши исследования, наблюдаются значительные вариации толщины покрытий, полученных при идентичных условиях напыления. Это свидетельствует о нестабильности процесса нанесения покрытий и недостаточности контроля стандартных параметров процесса (давление азота, ток и напряжение) для обеспечения воспроизводимых результатов. Существенно, что структурные характеристики, такие как фазовый состав, текстура, остаточные напряжения, при этом могут оставаться без изменения.

При формировании износостойких покрытий на твердосплавных материалах картина изменения свойств несколько меняется. Так, остаточные напряжения в покрытиях на твердосплавных материалах являются растягивающими, в то время как на сталях они – сжимающие и гораздо более высокие (250...600 МПа на твердосплавных материалах и 1000...1700 МПа на сталях) (рис. 4).

Следует отметить, что величины остаточных напряжений, по данным различных авторов, например в азотированном слое хромоникелевых (12Х2Н4ВА), хромистых (25Х3М), углеродистых (Ст45) сталей и армко-железа, несколько ниже: 400...700 МПа [15 – 17]. Остаточные напряжения в покрытиях из нитрида толщиной 6 мкм на титановом сплаве ВТ3-1 (определенные по стандартной методике [18, 19] по линии (422) нитрида титана) являлись сжимающими и достигали величины 760 МПа. В то же время у покрытий нитрид титана на волокнах остаточные напряжения могут достигать значения ≈4000 МПа [20]. Высокий уровень внутренних напряжений в тонких покрытиях из нитрида титана отмечается также в работе [21], где величину остаточных напряжений связывают с концентрационным распределением компонентов в покрытии по толщине.

По-видимому, остаточные напряжения в покрытиях на твердосплавных материалах во многом определяются термической компонентой в отличие от тонких покрытий на сталях, поскольку значения коэффициентов термического расширения карбидных и нитридных покрытий (7,4 и 9,5·10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) выше, чем у твердых сплавов (5,7...7,2·10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>), но ниже, чем у сталей (11...17·10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) Однако такое распределение величин остаточных напряжений не ухудшает их работоспособность в данных композициях [22 – 24].



Рисунок 4 – Зависимость параметров решетки от *Sin*<sup>2</sup> ψ при несимметричной съемке покрытий TiN и TiC на материалах из стали 13X11H2B2MΦA и твердом сплаве T15K10

## Выводы

1. Исследования остаточных микронапряжений показали, что напряжения роста в покрытиях, нанесенных методом КИБ, превалируют над термическими.

2. Анализ изменений микротвердости покрытий показал большую зависимость ее от толщины покрытия: сопоставление твердости покрытий возможно только при одинаковой их толщине.

3. Разработан метод определения толщины покрытий на деталях различной формы с точностью 0,2 мкм, основанный на эффекте поглощения материалом покрытия рентгеновского флуоресцентного излучения, возбужденного в одном из элементов подложки. 1. Бычков, А.С. Изменение фазового состава при формировании монослойных ионно-плазменных титановых покрытий [Текст] / А.С. Быч-ков // Вопросы проектирования и производства конструкций летательных аппаратов: сб. науч. тр. Нац. аэрокосм. ун-та им. Н.Е. Жуковского «ХАИ». – Вып. 3 (87).– Х., 2016. – С. 91 – 98.

2. Петров, Л.М. Формирование фазового состава, структуры и свойств функциональных ионно-плазменных покрытий для деталей широкого применения и инструмента: дис. ... д-ра техн. наук: 05.02.01 / Петров Леонид Михайлович. – М., 2000. – 280 с.

3. Самсонов, Г.В. Получение и методы анализа нитридов [Текст] / Г.В. Самсонов, О.П. Кулик, В.С. Полищук. – Киев: Наук. думка, 1978. – 315 с.

4. Структура и свойства ионно-плазменных покрытий [Текст] / С.Я. Бецофен, Л.М. Петров, Э.М. Лазарев и др. // Известия АН СССР, Металлы. – 1990. – № 3. – С. 158 – 165.

5. Betsofen, S.Ja. The influence of the parameters of the lon-plating process on microstructure of TiN coatings [Tekct] / S.Ja. Betsofen, L.M. Petrov // Proceedings of 3rd International Symposium on Trends and New Applications in Thin Films. November 1991, Strasbourg, France. – P. 131 – 134.

6. Бецофен, С.Я. Исследование характеристик тонких керамических покрытий с помощью измерения микротвердости [Текст] / С.Я. Бецофен // Изв. РАН, Металлы. – 1993. – № 2. – С. 181 – 186.

7. Rikerby, D.C. Internal stress and microstructure of titanium nitride coatings [Terct] / D.C. Rikerby, B.A. Bellamy Jones // Surface Eng. – V.3, N $_{2}$  – P. 138.

8. Корнилов, И.И. Титан [Текст] / И.И. Корнилов. – М.: Наука, 1975. – 308 с.

9. Бецофен, С.Я. Особенности рентгеновского измерения остаточных напряжений в тонких покрытиях из TiN [Текст] / С.Я. Бецофен, Л.М. Петров // Изв. АН СССР, Металлы. – 1991. – № 1. – С. 179 – 185.

10. Sundgreen, J.E. Structure and properties of TiN coatings [Текст] / J.E. Sundgreen // Thin solid films, 1985. – V. 128. – Р. 21.

11. Thomas, A. Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coatings [Teкct] / A. Thomas // Surface Engng., 1987. – V.3, №12. – P. 117.

12. Костецкий, Б.И. Поверхностная прочность материалов при трении [Текст] / Б.И. Костецкий, И.Г. Носовский, А.К. Караулов. – Киев: Техника, 1976. – 296 с. 13. Крагельский, И.В. Основные расчеты на трение и износ [Текст] / И.В. Крагельский, М.Н. Добычин, В.С. Комбадов. – М.: Машиностроение, 1977. – 526 с.

14. Попова, Г.И. Фазовые превращения в сплавах титана [Текст] / Г.И. Попова. – М.: Металлургия, 1968. – 180 с.

15. Солодкин, Г.А. Расчет остаточных напряжений в азотированном слое стали [Текст] / Г.А. Солодкин, Л.Я. Ратгауз, М.Я. Береговский // Изв. АН СССР. Металлы. – 1990. – № 6. – С. 129 – 132.

16. Александров, Б.И. Усталостная прочность стали 18Х2Н4В4 после ТО и ХТО [Текст] / Б.И. Александров, Е.Г. Мемелова // МИТОМ. – 1971. – № 3. – С. 51 – 53.

17. Лахтин, Ю.М. Структура и прочность азотированных слоев [Текст] / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган. – М.: Металлургия, 1982. – 184 с.

18. Маркин, И.Л. Справочник по рентгеноструктурному анализу [Текст] / И.Л. Маркин. – М.: Физматгиз, 1961. – 255 с.

19. Рентгенография в физическом металловедении [Текст] / под ред. Ю.А. Багаряцкого– М.: Металлургиздат, 1961. – 368 с.

20. Perry, A.J. Tempering effects in ion-plated TiN fibres: texture, residual stress, adhesion and colour [Текст] / A.J. Perry, A. Chollet // Thin solid films. 1987. – V. 146. – P. 165 – 174.

21. Kopasz U. Einige Aspekte der Abscheidung von Hartsoffen auf Schnellarbeitsstahlbohrem [Текст]/ U. Kopasz., H. Lehn. – Arbeitsbericht MPJ/83/W5, Stuttgart, 1984. – 255 p.

22. Иванов, А.Ф. Замена твердого сплава ВК-6М на сталь с износостойким покрытием [Текст] / А.Ф. Иванов, А.Н. Михайлова, В.М. Львовский. – Материалы семинара, Москва, 1983. – 50 с.

23. Исследование износа вакуумно-плазменных покрытий из TiN при трении по металлическим материалам / А.П. Любченко [и др.] // Трение и износ. – 1983. – № 5. – С. 892 – 897.

24. Лазарев, Э.М. Фазовый состав, структура, текстура и остаточные напряжения в покрытиях из нитрида и карбида титана на твердых сплавах и сталях [Текст] / Э.М. Лазарев, С.Я. Бецофен // Физика и химия обработки материалов. – 1993, – № 6. – С. 60 – 65.

> Поступила в редакцию 30.11.2016. Рецензент: д-р техн. наук, проф. В.Е. Гайдачук, Национальный аэрокосмический университет им. Н.Е. Жуковского «ХАИ», г. Харьков.