

МОДЕРНИЗИРОВАННЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СТЕНД, ОРИЕНТИРОВАННЫЙ НА ВОЗМОЖНОСТЬ НАНЕСЕНИЯ ТОНКИХ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ИМПЛАНТАТЫ ИЗ СПЛАВА ВТ6 С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОДУГОВОГО РАСПЫЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ С ПЛАЗМЕННЫМ АССИСТИРОВАНИЕМ

Н.А. Прокопенко¹⁾, В.В. Шугуров¹⁾, Е.А. Петрикова¹⁾, М.С. Воробьев¹⁾,
Н.Н. Коваль¹⁾, Ю.Ф. Иванов¹⁾, А.А. Долгалева²⁾

¹⁾*Институт сильноточной электроники СО РАН,*

пр. Академический 2/3, Томск 634055, Россия,

nick08_phantom@mail.ru, shugurov@opee.hcei.tsc.ru, elizmarkova@yahoo.com,

vorobyovms@opee.hcei.tsc.ru, koval@opee.hcei.tsc.ru, yufi55@mail.ru

²⁾*Ставропольский государственный медицинский университет*

Министерства здравоохранения РФ, ул. Мира 310, Ставрополь 355017, Россия,

dolgalev@dolgalev.pro

Сформированы на модернизированном экспериментальном стенде вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом покрытия диоксида титана и исследованы их свойства, состав и структура. Выполнены исследования радиального распределения плотности ионного тока при совместной и независимой работе источников плазмы разной конструкции. Построены азимутальные характеристики плотности ионного тока и показано, что совместная работа генераторов газовой (аргон + кислород) и металлической (титан) плазмы повышает равномерность распределения плазмы в объеме камеры. Выявлено азимутальное распределение концентрации плазмы. Установлено влияние величины тока разряда плазмогенератора с накаливаемым катодом на структуру, фазовый состав, механические (микротвердость) и трибологические (параметр износа и коэффициент трения) свойства покрытий. Показано, что увеличение тока газового разряда плазмогенератора ПИНК в пределах до 160 А сопровождается изменением соотношения фаз диоксида титана анатаз/рутил, прочностных и трибологических характеристик покрытия. Можно предположить, что это обусловлено изменением отношения плотности ионного тока газовой и металлической плазмы, что дает возможность значительно изменять количество кислорода в покрытии и, соответственно, его фазовый состав.

Ключевые слова: оксиды титана; вакуумно-дуговое плазменно-ассистированное напыление; структура; свойства.

UPDATED EXPERIMENTAL STAND FOCUSED ON THE POSSIBILITY OF APPLYING THIN OXIDE COATINGS TO VT6 ALLOY IMPLANTS USING PLASMA-ASSISTED ARC SPRAYING OF METALS

N. Prokopenko¹⁾, V. Shugurov¹⁾, E. Petrikova¹⁾, M. Vorobiev¹⁾,

N. Koval¹⁾, Yu. Ivanov¹⁾, A. Dolgalev²⁾

¹⁾*Institute of High-Current Electronics SB RAS,*

2/3 Akademicheskii Ave., 634055 Tomsk, Russia,

nick08_phantom@mail.ru, shugurov@opee.hcei.tsc.ru, elizmarkova@yahoo.com,

vorobyovms@opee.hcei.tsc.ru, koval@opee.hcei.tsc.ru, yufi55@mail.ru

²⁾*Stavropol State Medical University of the Ministry of Health of the Russian Federation,*

310 Mira Str., 355017 Stavropol, Russia,

dolgalev@dolgalev.pro

A promising ion-plasma method for synthesizing multicomponent wear-resistant ceramic (nitride, oxide, boride, etc.) coatings is vacuum-arc deposition due to the high degree of ionization of vacuum-arc plasma (20–100%), a wide range of operating pressure (10^{-4} –1 Pa) and the ability to adjust the parameters of the coating synthesis process in a

wide range (discharge current, working gas pressure, bias voltage, etc.), which allows for targeted influence on the structural and physical-mechanical characteristics of the resulting condensates. Titanium dioxide coatings were formed on a modernized experimental setup using the vacuum-arc plasma-assisted method and their properties, composition and structure were studied. The radial distribution of ion current density was studied during joint and independent operation of plasma sources of different designs. Azimuthal characteristics of ion current density were constructed and it was shown that joint operation of gas (argon + oxygen) and metal (titanium) plasma generators increases the uniformity of plasma distribution in the chamber volume. The effect of the discharge current of a plasma generator with a thermionic cathode on the structure, phase composition, mechanical (microhardness) and tribological (wear parameter and friction coefficient) properties of coatings was established. It is shown that an increase in the gas discharge current of the PINK plasma generator (I_p) within the limits of up to 160 A is accompanied by a change in the phase ratio of titanium dioxide anatase/rutile, strength and tribological characteristics of the coating. It is suggested that this is due to a change in the ratio of the ion current density of gas (j_p) and metal (j_{Ti}) plasma, which makes it possible to significantly change the amount of oxygen in the coating and, accordingly, its phase composition.

Keywords: titanium oxides; vacuum arc plasma-assisted spraying; structure; properties.

Введение

Перспективным ионно-плазменным методом синтеза износостойких керамических (нитридных, оксидных, боридных и т.д.) покрытий является вакуумно-дуговое осаждение за счет высокой степени ионизации вакуумно-дуговой плазмы (20-100 %), широкого диапазона рабочего давления (10^{-4} -1 Па) и возможности регулировки параметров процесса синтеза покрытий в широком диапазоне (ток разряда, давление рабочего газа, напряжение смещения и др.), что позволяет целенаправленно воздействовать на структурные и физико-механические характеристики получаемых конденсатов. В лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН был разработан плазмогенератор «ПИНК», использующий накаливаемый катод в комбинации с полым катодом [1, 2]. Это позволило увеличить ток газового разряда до величин ≈ 200 А в диапазоне рабочего давления, совпадающем с вакуумно-дуговыми испарителями, используемыми для нанесения металлических и керамических покрытий.

Целью настоящей работы является исследование влияния режимов плазменного ассистирования на свойства синтезированных оксидных покрытий.

Результаты и их обсуждение

Напыление диоксида титана осуществляли на установке «КВИНТА», оснащенной плазменным источником на основе са-

мостоятельного дугового разряда с интегрально-холодным катодом $\varnothing$ 80 мм и источником газовой плазмы «ПИНК-П» на основе несамостоятельного дугового разряда с накаливаемым и полым катодами. В качестве распыляемого катода использовался технически чистый титан марки ВТ1-0. Подложками являлись образцы сплава титана ВТ6 и твердого сплава ВК-8 размерами 15x15x5 мм.

Напыление покрытий велось в аргоно-кислородной смеси при общем давлении 0.3 Па и соотношении Ar/O₂-смеси 5/95. Ток дугового разряда с катода ВТ1-0 70 А, напряжение смещения –35 В, ток газового разряда плазмогенератора «ПИНК-П» I_p = 0, 30, 60, 90, 130 и 160 А.

Элементный состав и структуру покрытий изучали методами растровой (Philips SEM-515, оснащенный микроанализатором EDAX ECON IV) и просвечивающей (JEOL JEM-2100F) электронной микроскопии. Фазовый состав исследовали методом рентгеноструктурного анализа (РФА, дифрактометр Shimadzu XRD-6000; геометрия Брегга – Брентано). Определение микротвердости осуществляли методом Виккерса (микротвердомер ПМТ-3, нагрузка на индентор 0.2 Н). Трибологические измерения проводили на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester в геометрии «шарик (Al₂O₃)-диск». Профили треков износа оценивали с помощью контактного профилометра («TRIBOtechnic», Франция).

Для реализации возможности нанесения тонких пленок оксидов установка «КВИНТА» была модернизирована (рис. 1). При нанесении оксидных покрытий, которые являются диэлектриками, появляется проблема «исчезающего анода», заключающаяся в том, что осаждение непроводящих покрытий на стенки вакуум-

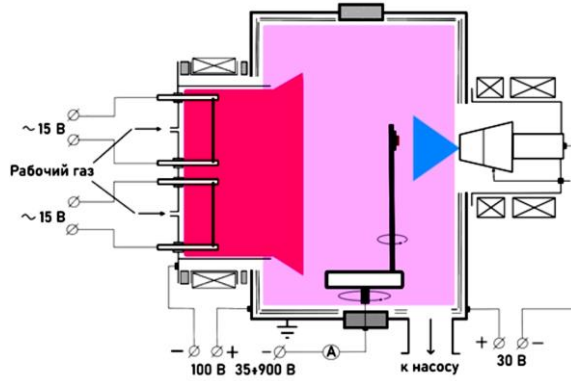


Рис. 1. Блок-схема разрядной системы модернизированной установки «КВИНТА»

ной камеры, являющейся анодом разряда, приводит сначала к повышению напряжения его горения, затруднению функционирования, а потом и погасанию разряда. В данной работе эта проблема решалась с помощью установки на стенки вакуумной камеры системы двойных экранов.

Выполнены исследования, и показано, что (1) значения плотности ионного тока металлической плазмы с титанового катода линейно возрастает с ростом тока разряда; (2) наблюдается линейное уменьшение плотности ионного тока на коллектор с увеличением расстояния от катода; (3) с увеличением доли кислорода плотность ионного тока на подложку уменьшается. Подобные зависимости выявлены и для генератора газовой плазмы. Установлено, что в среднем генератор газовой плазмы ПИНК-П имеет плотность ионного тока в 2 раза выше, чем плотность ионного тока генератора металлической плазмы при аналогичных условиях и токах разряда плазмогенераторов. Показано, что совместная работа плазмогенераторов повышает равномерность распределения плазмы в объеме камеры. Выявлено, что концентрация

металлической и газовой плазмы уменьшается с увеличением расстояния от катода (рис. 2).

Методами РФА показано, что основной фазой покрытий является диоксид титана (рутил и анатаз). Максимальное содержание рутила ($R/A = 5.86$) наблюдается в покрытии, сформированном при выключенном плазмогенераторе; максимальное содержание анатаза ($A/R = 6.88$) – при $I_p = 90$ А. Методами ПЭМ анализа установлено, что покрытия имеют столбчатую структуру; столбики сформированы кристаллитами размером (1.4-2.5) нм.

Выявлено, что параметр износа (k) и микротвердость (HV) покрытия изменяются немонотонным образом, достигая минимального значения $k=0.02 \cdot 10^{-5}$ мм³/Нм и максимального значения $HV=9.5$ ГПа при выключенном генераторе газовой плазмы.

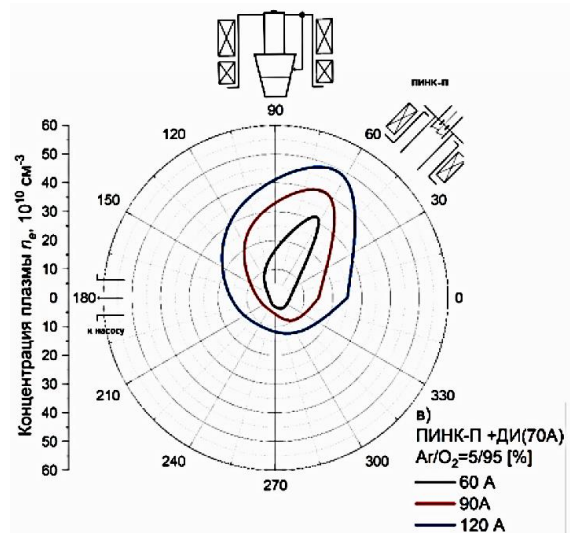


Рис. 2. Азимутальное распределение концентрации плазмы при совместной работе генераторов металлической и газовой плазмы

Закключение

Показано, что покрытия диоксида титана, формируемые вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом, являются нанокристаллическим материалом, имеющем столбчатую структуру не зависимо от величины тока разряда плазмогенератора ПИНКа. Различие в фазовом составе покрытия (формирование анатаза или рутила) может быть обусловлено изменением отношения плотности ионного

тока газовой и металлической плазмы, что дает возможность значительно изменять количество кислорода в покрытии и, соответственно, его фазовый состав.

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (Грант № 24-69-00074).

Библиографические ссылки

1. Борисов Д.П., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Устройство для создания низкотемпературной газоразрядной плазмы. Патент № 2116707. РФ. 27.07.1998.
2. Борисов Д.П., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Генерация объемной плазмы дуговым разрядом с накалимым катодом. *Известия Вузов. Физика* 1994; 37(3): 115-120.