

АЗОТИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО АЛЮМИНИЯ В ПЛАЗМЕ НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНОГО ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА С ПОЛЫМ КАТОДОМ

О.В. Крысина, В.В. Денисов, Е.В. Островерхов, О.С. Толкачев

*Институт сильноточной электроники СО РАН, пр. Академический 2/3, 634055 Томск, Россия,
krysina_82@mail.ru, volodyadenisov@yandex.ru, evgeniy86evgeniy@mail.ru, ole.ts@mail.ru*

Представлены результаты азотирования технически чистого алюминия в плазме тлеющего разряда. Выявлено увеличение твердости алюминия в 4.3 раза и увеличение его износостойкости в 40 раз по сравнению с исходным образцом из сплава А7. Коэффициент трения азотированных образцов снижается с 0.6 до 0.2. Показано, что выявленное улучшение механических и трибологических характеристик образцов алюминия обусловлено образованием на поверхности азотирования нитрида алюминия, наличие которого обнаружено методом рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии.

Введение

Алюминиевые сплавы широко используются благодаря своей легкости в обработке и дешевизне. Однако вопрос значительного улучшения механических и трибологических свойств алюминия остается актуальным до сих пор. Поэтому исследования, направленные на кратное увеличение эксплуатационных свойств алюминия, являются перспективными.

В последнее время для модификации поверхностных слоев материалов и изделий, а также для увеличения их характеристик используют ионно-плазменные методы воздействия, такие как азотирование, травление, нанесение покрытий [1-3].

Целью данной работы было (1) разработка метода азотирования технически чистого алюминия в плазме тлеющего разряда, (2) комплексное исследование структуры, состава и свойств обработанных образцов и (3) выявление оптимальных режимов азотирования, при которых происходит максимальное увеличение твердости и износостойкости поверхностного слоя алюминия.

Основная часть

В качестве подложек был выбран технически чистый алюминий марки А7 (Al – 99.7%; Fe – до 0.16%; Si – до 0.16%; Ti – до 0.02%; Cu – до 0.01%; Zn – до 0.01%).

Азотирование алюминия производилось в плазме несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом при низком давлении на экспериментальной установке, схема которой приведена на рис. 1 [4]. Основной несамостоятельный тлеющий разряд в стационарном режиме горения зажигался между полым катодом (стенки камеры) 1 и неохлаждаемым плоским анодом 2. Электропитание тлеющего разряда осуществлялось от источника напряжения с выходным напряжением $U_{тл}$ до 300 В и средним током $I_{тл}$ до 100 А. Для стабильного горения стационарного тлеющего разряда при низких напряжениях использовался источник электронов на основе стационарного дугового разряда с интегрально холодным полым катодом [5], из плазмы которого через сеточный анод дугового разряда электроны инжектировались в плазму тлеющего разряда. Ускоряясь в прикатодном падении потенциала основного разряда, электроны осциллировали в полном катоде,

ионизируя рабочий газ. Напуск азота особой чистоты производился через источник электронов. Четыре режима азотирования, в которых проводилась обработка алюминия, приведены в таблице 1. Образец №4 помещался под электрический потенциал полого катода. Эксперименты по азотированию алюминия проводились для двух материалов полого катода: из нержавеющей стали 12Х18Н10Т и титана ВТ1-0. Использование титанового полого катода было обусловлено необходимостью в ряде экспериментов (образцы № 1, 2, 3) избежать присутствия железа в плазме, расплавленного со стенок нержавеющей полого катода.

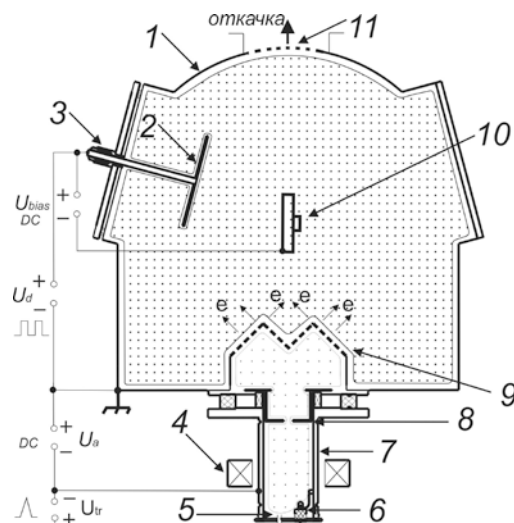


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 – полый катод тлеющего разряда, 2 – анод тлеющего разряда, 3 – ввод Вильсона, 4 – катушка магнитного поля, 5 – ввод газа, 6 – поджиг, 7 – плазменный источник с холодным полым катодом, 8 – дугогаситель, 9 – сеточный анод, 10 – сеточный анод вспомогательного дугового разряда, 11 – откачка

При использовании титанового полого катода он отстоял от водоохлаждаемых стенок камеры на расстоянии 3 мм и нагревался до температуры несколько сотен градусов. Это позволяло снизить плотность ионного тока на образец за счет дополнительного теплового излучения от стенок титанового полого катода. Более того, для снижения тепловой нагрузки для образцов № 1, 2, 3 на

них подавалось отрицательное напряжение смещения $U_{см}$ относительно анода тлеющего разряда от отдельного источника питания при коэффициенте заполнения импульса $\gamma_{см} = 15$ или 50 % в зависимости от подаваемого напряжения. Температура образцов во всех экспериментах измерялась термопарой и составляла 550 °С.

Таблица 1. Режимы азотирования образцов из А7: t – длительность процесса, p – рабочее давление (N_2), $U_{тл}$ – напряжение горения тлеющего разряда, $I_{тл}$ – ток тлеющего разряда, $U_{см}$ – напряжение электрического смещения образцов, $\gamma_{см}$ – коэффициент заполнения импульса

Параметр	№ образца			
	1	2	3	4
t , ч	1	1	5	5
p , Па	1.4	1.4	1.4	1
$U_{тл}$, В	75	70	78	200
$I_{тл}$, А	55	40	41	51
$U_{см}$, В	-50	-470	-200	-200
$\gamma_{см}$, %	50	15	50	100

Состав и структуру алюминиевых образцов до и после азотирования исследовали методами оптической микроскопии (микровизор металлографический $\mu Vizo$ -MET-221), сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного анализа рентгеновских лучей (растровый электронный микроскоп Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV), рентгеноструктурного анализа (рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD 6000) и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F, JEOL). Микротвердость измеряли на микротвердометре PMT-3 при нагрузке на индентер 10 г. Трибологические исследования проводили на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOTester (TRIBOTechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из стали ШХ15 диаметром 6 мм, радиус трека – 2 мм, нагрузка – 1 Н, дистанция – 5-80 м.

Таблица 2. Свойства образцов из А7 до и после азотирования (№5 – исходный образец)

№	Твердость $HV_{0.1}$	Коэффициент трения μ	Параметр износа V , $10^{-3} \text{ мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$
1	35.6	0.2-0.7	7.0
2	34.1	0.2-0.8	1.3
3	29.5	0.2-0.8	24
4	117.3	0.2-0.7	0.5
5	27.1	0.6	20

Максимальное увеличение твердости и износостойкости наблюдается у образца, обработанного по режиму № 4 (табл. 1, 2). Его твердость увеличилась в 4.3 раза, а износостойкость – в 40 раз. Для остальных образцов после азотирования наблюдается незначительное увеличение твердости. Увеличение износостойкости наблюдается у образца № 1 (в ≈ 3 раза) и у образца № 2 (в ≈ 15 раз).

Стоит отметить, что начальный коэффициент трения у алюминиевых образцов после азотирования составляет 0.2 и увеличивается до 0.7-0.8 в ходе теста (рис. 2).

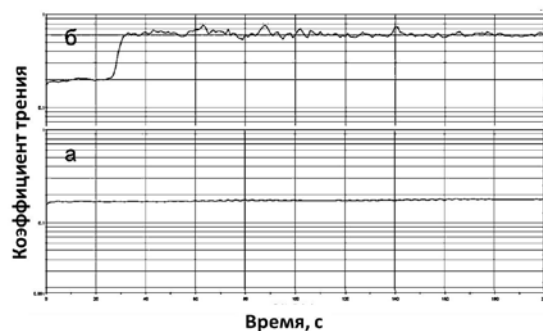


Рис. 2. Коэффициент трения в зависимости от пройденной шариком дистанции на отрезке 1-10 м: а – образец №4, б – образец №2

На рис. 3 приведены РЭМ-изображения, на рис. 4 – результаты рентгеноструктурного анализа для образца №4.

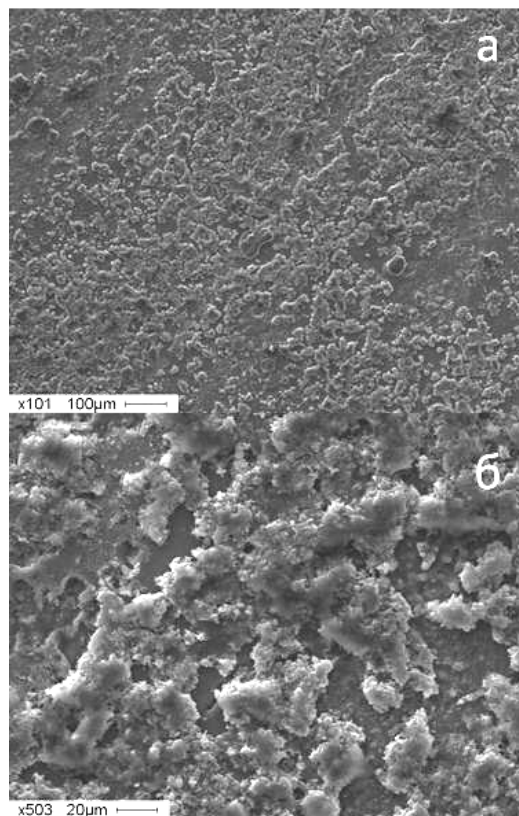


Рис. 3. РЭМ изображения поверхности А7 после азотирования по режиму 4: а - $\times 100$, б - $\times 500$

Из рис. 4 видно, что поверхностный слой азотированного образца содержит нитрид алюминия (5 об.%). Наличие нитридов подтверждают и результаты анализа структурно-фазового состояния поверхностного слоя, выполненные методами просвечивающей электронной микроскопии (рис. 5).

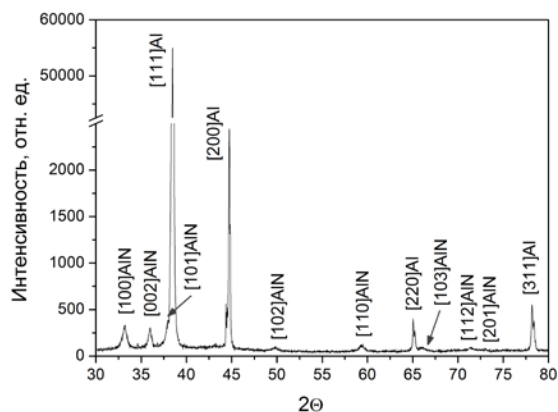


Рис. 4. Участок рентгенограммы поверхностного слоя алюминия А7 после азотирования по режиму 1

Заключение

Показана принципиальная возможность азотирования алюминия в плазме тлеющего разряда. Выявлен режим азотирования, обработка в котором приводит к увеличению твердости в 4.3 раза и износостойкости в 40 раз по сравнению с исходным образцом из сплава А7. При этом коэффициент трения азотированных образцов снижается с 0.6 до 0.2. Показано, что улучшение механических и трибологических характеристик азотированных образцов обусловлено образованием на поверхности нитрида алюминия, наличие которого обнаружено методами РФА и ПЭМ.

Выражаем искреннюю благодарность д.ф.-м.н., в.н.с. ИСЭ СО РАН Иванову Ю.Ф. за проведение ПЭМ-исследований, анализ и обсуждения полученных результатов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 16-58-00075-Бел_а.

Список литературы

1. Ivanov Yu.F., Koval N.N., Krysin O.V., Baumbach T., et al. // Surface and Coatings Technology. 2012. V. 207. № 3. P. 430–434.
2. Koval N.N., Ivanov Yu.F., Lopatin I.V., et al. // Russian Journal of General Chemistry. 2015. V. 85. № 5. P. 1326–1338.
3. Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / Под ред. Н.Н. Ковалю, Ю.Ф. Иванова. Томск: Издательство НТЛ. 2016. 298 с.

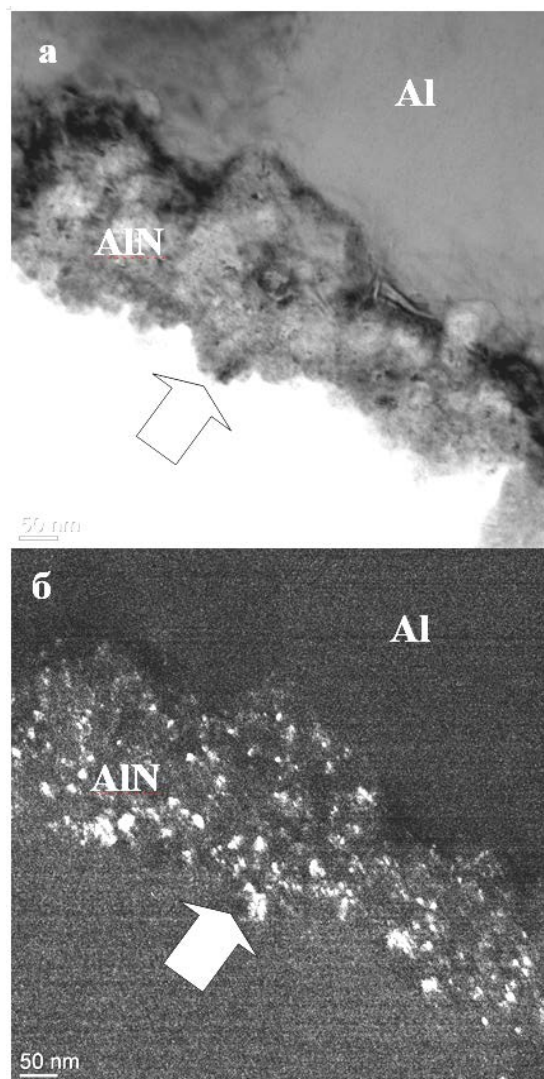


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя алюминия (обр. №4) после азотирования; а – светлое поле, б – темное поле. Стрелкой указана поверхность азотирования.

4. Ахмадеев Ю.Х., Денисов В.В., Коваль Н.Н., Ковальский С.С., Лопатин И.В., Щанин П.М., Яковлев В.В. // Физика плазмы. 2017. Т. 43. № 1. С. 63–70.
5. Щанин П.М., Коваль Н.Н., Ахмадеев Ю.Х., Григорьев С.В. // ЖТФ. 2004. Т.74. № 5. С. 24.

NITRIDING OF SURFACE OF TECHNICALLY PURE ALUMINUM IN PLASMA OF NON-SELF-SUSTAINED GLOW DISCHARGE WITH HOLLOW CATHODE

Olga Krysin, Vladimir Denisov, Evgeniy Ostroverhov, Oleg Tolkachev

Institute of High Current Electronics SB RAS, 2/3 Akademicheskoy ave., 634055 Tomsk, Russia,
krysin_82@mail.ru, volodyadenisov@yandex.ru, evgeniy86evgeniy@mail.ru, ole.ts@mail.ru

The results of nitriding of technically pure aluminum in plasma of glow discharge are presented. The increase of aluminum hardness in 4.3 times and wear resistance in 40 times compared with initial A7 specimen is revealed. In addition, the friction coefficient of nitrided specimens decreases from 0.6 to 0.2. This improvement of mechanical and tribological characteristics of nitrided aluminum specimens can be explained by formation of aluminum nitride on the surfaces. That was observed by X-ray diffraction analysis and transmission electron microscopy.