

2. S.-Y. Pung, K.-L. Choy, X. Hou. Structural and optical properties of ZnO thin films deposited using atomic layer deposition technique // Proceedings of IWNA-2011. Nov. 10-12. 2011. Vung Tau, Vietnam.
3. E. Guziewicz, M. Godlewski, T. Krajewski, L. Wachnicki, G. Luka, J. Dogamala, W. Paszkowicz, B. Kowalski, B. Witkowski, A. Duzynska, A. Suchock. Zinc oxide grown by atomic layer deposition - a material for novel 3D electronics // Physica Status Solidi b. 2010. V. 247. P. 7.
4. S. Sarkijarvi, S. Sintonen, F. Tuomisto, M. Bosund, S. Suihkonen, H. Lipsanen. Effect of growth temperature on the epitaxial growth of ZnO on GaN by ALD // Journal of Crystal Growth. 2014. V. 398. P. 18.
5. P.K. Song, M. Watanabe, M. Kon, A. Mitsui, Y. Shigesato. Electrical and optical properties of gallium-doped zinc oxide films deposited by dc magnetron sputtering // Thin Solid Films. 2002. V. 411. N 1. P. 82.
6. А.Х. Абдуев, А.Ш. Асваров, А.К. Ахмедов. Влияние паров металла на процесс формирования слоев ТСО на основе ZnO // Труды 10 международной специализированной конференции «Вакуумная техника, материалы и технологии», Москва, КВЦ «Сокольники» 14 - 16 апреля 2015 г.
7. И.М. Гранкин, Г.И. Кальная, В.К. Лопушенко. Рентгеноструктурные исследования текстурированных пленок окиси цинка для устройств на поверхностных акустических волнах // ЖТФ. 1983. Т. 53. № 9. С. 1754.
8. Y.E. Lee, J.B. Lee. Microstructural evolution and preferred orientation change of radio-frequency-magnetron sputtered ZnO thin films // J. Vac. Sci. Technol. A. 1996. V. 14(3). P. 1943.
9. A. Abduev, A. Akhmedov, A. Asvarov, A. Omaev. Preferred oriented ZnO films growth on nonoriented substrates by CVD // Journal of Physics: Conference Series. 2011. V. 345(1). P. 012046.
10. Е.Д. Скутин. Моделирование кинетики температурно-программированной десорбции воды с поверхности полупроводников n-GaAs(100) и n-GaP(100) // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 506. С. 101.
11. М.В. Гранкин, А.И. Бажин, Д.В. Гранкин. Диффузионный механизм роста полупроводниковых нитевидных нанокристаллов с участием горячих атомов // ФТП. 2014. Т. 48. Вып. 6. С. 845.

Исследование возможностей акустического мониторинга процессов модифицирования поверхности в вакуумных камерах

*С.В. Федоров, М.П. Козочкин, Тхеин Хту Маунг, М.А. Зыкова
Москва, ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН», Вадковский переулок, д. 3а,
sv.fedorov@icloud.com*

Представлены результаты виброакустического мониторинга процессов, происходящих в пластине из предварительно азотированной стали 08X17T при проведении в вакуумной камере импульсного электронно-пучкового поверхностного легирования ниобиевым сплавом Nb₇₀Hf₂₂Ti₈.

Research of possibilities of acoustic monitoring of the surface modification in vacuum chambers. S.V. Fedorov, M.P. Kozochkin, Thein Htoo Maung, M.A. Zykova. The results of vibroacoustic monitoring of the processes occurring in the plate of pre-nitrided 08X17T steel during pulsed electron-beam surface alloying in vacuum chamber with niobium alloy Nb₇₀Hf₂₂Ti₈ are presented.

Актуальность совершенствования технологий создания износостойких поверхностных слоев на инструменте и деталях машин при помощи импульсной электронно-пучковой технологии с использованием установки РИТМ-СП [1] подтверждена экспериментально.

Износостойкие слои получались за счет инициирования экзотермических химических реакций между материалом основы и нанесенной на нее пленкой с образованием новых фазовых составляющих [2,3]. Однако, оптимизация технологического процесса поверхностного легирования сопряжена с нестабильностью характеристик электронного пучка и процесса его взаимодействия с обрабатываемым материалом, вариативностью толщины наносимой пленки, ее характеристиками и т. п. Все это ведет к случайным изменениям, независящим от задаваемых входных параметров.

В этом свете становятся особенно актуальными варианты мониторинга технологического процесса, происходящего в вакууме, позволяющие оперативно проводить коррекцию режимов обработки [4]. Было предложено использовать метод акустической эмиссии (АЭ), показавший себя эффективным инструментом при изучении фазовых превращений и пластической деформации.

Сигналы АЭ возникают всегда, когда в материале упругой среды возникают короткие импульсы изменения напряжения, порождающие волновые процессы, распространяющиеся со скоростью, зависящей от типа волн и материала среды. Частотный диапазон сигналов АЭ тем выше, чем меньше длительность импульсов, которые могут возникать в результате, как внутренней перестройки структуры материала, так и при внешнем взаимодействии поверхностей, например, при трении и резании [5,6]. Частотный состав сигналов АЭ, регистрируемых с помощью пьезопреобразователей, зависит не только от формы и длительности возмущающих импульсов, но и от частотных характеристик упругой среды, связывающей область протекания технологического процесса с местом установки преобразователя. Для защиты регистрирующей аппаратуры от электромагнитных помех, возникающих при подаче электронных импульсов, был применен длинный волновод в виде тонкой проволоки. Это позволило расположить измерительную аппаратуру на отдалении от источника электромагнитного излучения. Состав канала наблюдения сигналов АЭ показан на рис. 1.

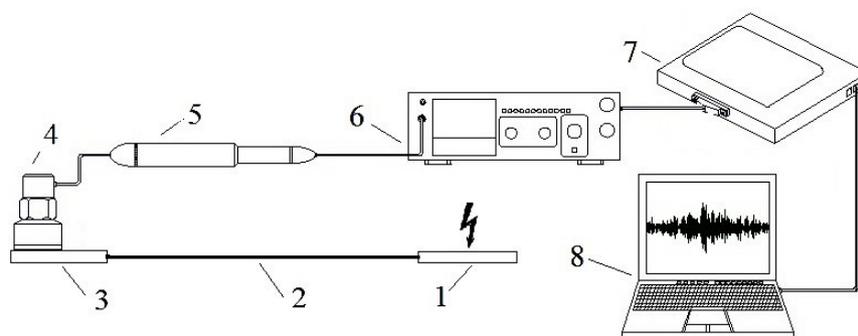


Рис.1. Схема канала для регистрации сигналов АЭ: 1 – испытываемый образец; 2 – проволочный волновод; 3 – приемная пластина; 4 – акселерометр КД-35 с магнитом; 5 – предусилитель ПМ-3; 6 – усилитель ВШВ-003; 7 – АЦП Е440; 8 – регистрирующий компьютер.

Экспериментальные исследования показали, что при данной схеме контроля основная энергия сигналов АЭ сосредоточена в частотном диапазоне до 35 кГц. При этом надо учитывать, что скорость затухания сигналов АЭ при прохождении по тонкому волноводу быстро растет с увеличением их частоты. Внешние помехи, связанные с работой установки, располагаются в диапазоне до 1 кГц и их достаточно просто отфильтровать.

Для получения информации о процессах, происходящих на облучаемом объекте, записанный сигнал подвергался статистическому, временному и частотному анализу. Сравнивались спектры сигналов вибраций, полученные для разных временных интервалов от момента возникновения импульса, а также записи эффективных значений сигналов после фильтрации в разных частотных полосах.

Обнаруженное резкое возрастание амплитуды виброакустического сигнала при больших значениях величины зарядного напряжения на генераторе импульсного (5 мкс)

электронного пучка можно связать ростом энергии теплового удара и с интенсификацией процесса испарения металла с поверхности образца и, как следствие, усилением импульса отдачи, связанного с разлетом паров. Были определены значения в 20-22 Кв, при превышении которых происходило испарение большей части предварительно нанесенной на поверхность стальной пластины пленки из ниобиевого сплава.

В структуре поверхности исходного стального образца после воздействия электронным пучком наблюдается ферритная (мартенситная) составляющая и незначительное количество карбидов хрома ($\text{FeCr}_{23}\text{C}_6$).

Сравнение сигналов АЭ при облучении стальных пластин в исходном состоянии и после азотирования показало, что характер отклика на импульсное воздействие меняется незначительно, несмотря на существенное изменение структуры металла в поверхностном слое, где стала преобладать аустенитная составляющая, хотя замечен сдвиг по времени его возникновения. Сигнал возникает приблизительно на 5 мс ранее, что можно связать с выделением мелких (до 10 нм) частиц нитридной фазы, идентифицированной, как Fe_3N .

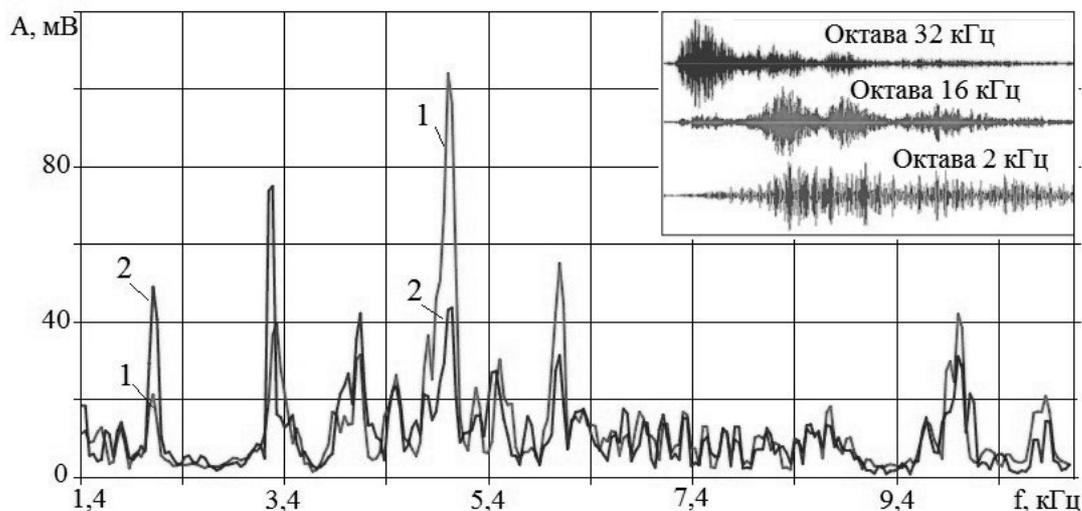


Рис. 2. Спектры сигнала АЭ при облучении стальной пластины с пленкой из сплава $\text{Nb}_{70}\text{Hf}_{22}\text{Ti}_8$ для первых (спектр 1) и вторых (спектр 2) 25 мс; на вставке показаны записи сигнала АЭ в разных октавах.

После облучения образца с нанесенным на него слоем пленки из сплава $\text{Nb}_{70}\text{Hf}_{22}\text{Ti}_8$ происходит перемешивание материалов покрытия и основы и запускается экзотермическая химическая реакция с образованием нитридных фаз на основе ниобия и гафния. Следствием ее прохождения является образование новых нитридных фаз, приводящее к обеднению аустенитной составляющей азотом, что вызывает мартенситное превращение (МП). Как образование нитридных фаз, так и мартенсита в приповерхностном слое образца сопровождается изменением объема и способствует пластической деформации, что может являться достаточно сильным источником виброакустического сигнала. Формирование мартенситной фазы (МФ) хорошо отображается в параметрах сигнала АЭ, сопровождающей МП. На рис. 2 показаны спектры для первых и вторых 25 мс от момента облучения.

Особенностью записей сигнала АЭ в разных октавах является то, что с ростом частоты максимум амплитуды записи смещается ближе к началу процесса. В записях просматривается относительно низкочастотная модуляция, показывающая многоэтапность проходящего процесса. Она также прослеживается на записях в виде огибающих сигнала, отфильтрованного в разных октавах (рис.3).

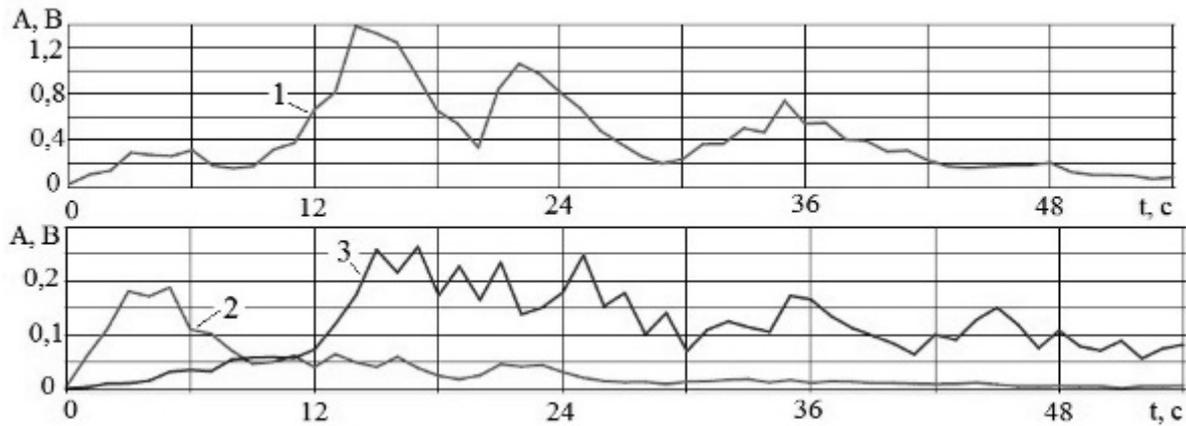


Рис. 3. Огибающие записей сигналов АЭ в разных октавах: 1 – октава 16 кГц; 2 – октава 32 кГц; 3 – октава 2 кГц.

Хорошо заметно, что максимум амплитуды в октаве 32 кГц достигается уже на 4 мс, а в октаве 16 кГц только на 14 мс. В октаве 2 кГц максимум амплитуды расположен на отрезке 15-25 мс. Обращает на себя и тот факт, что в октавах 32 и 16 кГц к 54 мс сигналы практически затухают, а в октаве 2 кГц к этому моменту амплитуда составляет 30% от максимального значения. Низкочастотная модуляция особенно хорошо просматривается в октаве 16 кГц, в которой сосредоточена основная энергия сигнала АЭ.

После проведения операции поверхностного легирования резко до 10% падает содержание аустенитной фазы в приповерхностном слое. Размер зерна аустенита составляет 3-5 мкм. Внутри зерна наблюдается регулярная ячеистая структура размером до 0.1 мкм. Ячейки разделены дислокационными малоугловыми границами. Границы зерна ступенчатые и проходят по границам ячеек. Тонкая структура ячеек на границе с зернами α фазы характеризуется высокой плотностью плоских дефектов, которые могут являться двойникованными прослойками, либо дефектами упаковки, свидетельствующих о возникновении высокого уровня остаточных напряжений.

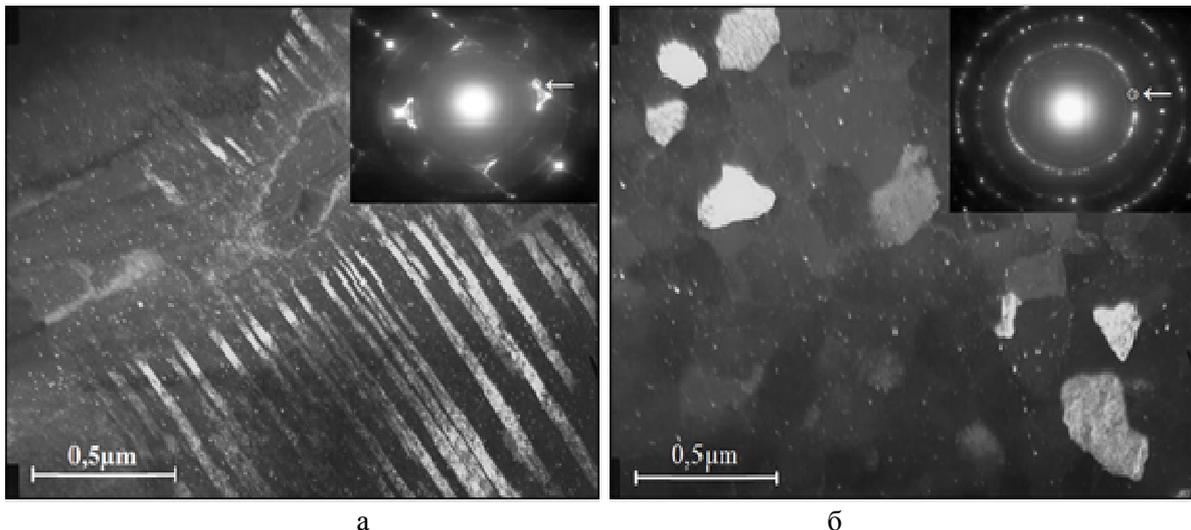


Рис.4 Изменение морфологии мартенситной фазы после проведения процесса импульсного электронно-пучкового облучения: а) реечный мартенсит в образце азотированной стали 08X17T, б) мартенсит деформации, образовавшийся после обработки по нанесенной пленке из сплава $Nb_{70}Hf_{22}Ti_8$.

Поля, занятые α фазой, представляют собой мелкозернистую структуру мартенсита деформации (рис.4б), образовавшегося в соответствии с записями виброакустического сигнала в то время, когда облучаемый образец уже успевает остыть в неравновесных условиях во

внешнем упругом поле, когда переход в новое структурное состояние связан с преодолением некоего энергетического барьера и становится возможным, если уровень деформации превышает некоторое пороговое значение [7], которое в нашем случае достигается приблизительно через 10 мс после подачи рабочего импульса.

Подобный механизм является механизмом положительной обратной связи, преобразующим часть энергии, освобождающейся в процессе превращения, в энергию смещения атомов, которая в свою очередь способна вызвать новую волну мартенситного превращения, что можно было наблюдать при проведении вышеописанных экспериментов. Постепенно скорость превращения уменьшается, что ведет к росту низкочастотной составляющей в сигнале. На каком-то этапе упругой энергии не хватает, и процесс преобразования прекращается. Это и показано на рисунках 2 и 3, где представлены параллельные записи ВА сигналов в октавных полосах 32, 16, 2 кГц. Здесь хорошо видно, что максимальные значения амплитуды на записях тем дальше от начала процесса МП, чем ниже границы частот записи.

Размер мартенситного зерна согласуется с размерами ячеек в аустенитном зерне и составляет 0.1 - 0.3 мкм. В теле зерен аустенита преимущественно по дислокационным границам ячеек и по границам мартенситных зерен наблюдаются выделения нитридных фаз: нитрида гафния HfN и нитридов ниобия NbN и Nb₄N₅.

Выводы

Эффективность управления поверхностным электронно-пучковым легированием может быть значительно повышена при наличии системы мониторинга технологического процесса. Такая система может быть построена на основе контроля сигналов АЭ, которые показали высокую чувствительность к фазовым превращениям, происходящим в слоях легирующих сплавов. Мониторинг технологического процесса с помощью сигналов АЭ сохраняет эффективность, несмотря на большую длину волновода.

Литература

1. Markov A.B., Yakovlev E.V., Petrov V.I., Formation of Surface Alloys with a Low-Energy High-Current Electron Beam for Improving High-Voltage Hold-Off of Copper Electrodes, IEEE Transactions on Plasma Science, 2013, v 41, 2177-2182.
2. Fedorov S.V., Aleshin S.V., Min Htet Swe, Abdirova R.D., Kapitanov A.V., Egorov S.B., Comprehensive surface treatment of high speed steel tool // Mechanics and Industry, vol 18, No 7, 711, 2017.
3. Fedorov S.V., Min Htet Swe, Kapitanov A.V., Egorov S.B., Wear of carbide inserts with complex surface treatment when milling nickel alloy // Mechanics and Industry, vol 18, No 7, 710, 2017.
4. Федоров С.В., Козочкин М.П., Маунг Т.Х., Зыкова М.А. Виброакустическое диагностирование процесса поверхностного электронно-пучкового легирования ферритной нержавеющей стали//Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2018. № 4(47). С. 37-41.
5. Козочкин М.П., Порватов А.Н. Влияние адгезионных связей во фрикционном контакте на виброакустический сигнал и автоколебания // Трение и износ. 2014 (35). №5. С. 575-583.
6. Козочкин М.П. Виброакустический мониторинг фрикционного контакта при шлифовании // Трение и износ. 2017 (38). №4. С. 386-391.
7. Kashchenko M.P., Semenovih A.G., Chashchina V.G., Cryston model of α strain induced martensite. J. Phys. IV France №112, p. 147-150, 2003.