

DOI: <https://doi.org/10.33408/2519-237X.2021.5-4.418>

УДК 614.256

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ НА ОГНЕЗАЩИЩЕННЫХ ТКАНЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ

Латушкина С.Д., Посылкина О.И., Артемчик А.Г.

Цель. Изучение особенностей формирования металлопокрытий методом магнетронного распыления с целью повышения огнезащитных свойств тканевых материалов.

Методы. Элементный состав образцов исследовался методом рентгенофлуоресцентного анализа, изучение морфологии поверхности образцов осуществлялось с использованием растровой электронной микроскопии. Триботехнические испытания проводили на трибометре JLTВ-02.

Результаты. Установлены технологические особенности формирования металлизированных слоев с использованием системы несбалансированного магнетрона на текстильных материалах с предварительной химической обработкой. Исследованы морфология поверхности и физико-механические свойства покрытий (адгезионная прочность, коэффициент трения). Определено оптимальное значение мощности магнетронного разряда для обеспечения удовлетворительной адгезионной прочности покрытий на тканевых материалах с химической пропиткой.

Область применения исследований. Представленные результаты исследований могут быть использованы при изготовлении огнезащитной спецодежды, необходимой для спасателей-пожарных, а также для работников нефтегазовой отрасли, сварщиков, металлургов и военных.

Ключевые слова: магнетронное распыление, металлическое покрытие, тканевый материал, структура, адгезия, коэффициент трения.

(Поступила в редакцию 29 октября 2021 г.)

Введение

В настоящее время большое внимание уделяется вопросам создания текстильных материалов с комплексом заданных свойств, которые необходимы для создания спецодежды. Применение огнестойкой спецодежды требуется на большинстве рабочих мест, где присутствует потенциальная опасность возникновения пожара, взрыва, ожогов при контакте с расплавленным металлом. Огнезащитная спецодежда необходима для пожарных и спасателей, а также для работников нефтегазовой отрасли, сварщиков, металлургов и военных. Огнезащитная специальная одежда и средства индивидуальной защиты играют важную роль в снижении травматизма на производстве и сохранении жизни, здоровья и трудоспособности работающих. Поэтому проблема снижения горючести и расширения ассортимента огнезащитных текстильных материалов является актуальной [1–4].

В настоящее время в современной промышленности материалы с металлическими покрытиями приобретают большое практическое значение. Применение металлизации текстильных материалов для защитной одежды позволит повысить такие их функциональные свойства, как огнестойкость, свето- и теплоотражающая способность и др.

В настоящее время одним из прогрессивных методов получения металлических покрытий, широко применяющихся в различных отраслях промышленности, является вакуумная металлизация [5; 6]. Технология вакуумных покрытий позволяет наносить металлы, сплавы, окислы и другие соединения не только на металлическую основу, но и на стекло, пластмассу, керамику, фарфор, ткани, бумагу, пленочные материалы. По своим качествам вакуумные покрытия не уступают покрытиям, получаемым термодиффузией, лужением

и гальваническим методом, а по многим показателям превосходят последние. Внедрение вакуумной металлизации дает большой экономический эффект, позволяет резко сократить или полностью исключить применение остродефицитных и драгоценных металлов.

Метод магнетронного распыления как способ вакуумной металлизации является перспективным для металлизации текстильных материалов и позволяет наносить на ткани тонкие пленки меди, алюминия, титана, латуни, серебра, нержавеющей стали, бронзы, других металлов и их сплавов, а также соединения некоторых металлов с кислородом или азотом [7; 8]. Метод, основанный на использовании аномального тлеющего разряда в инертном газе с наложением на него кольцеобразной зоны скрещенных неоднородных электрического и магнитного полей, позволяет достаточно тонко регулировать толщину металлического слоя, а значит, и его структуру, что важно при создании покрытий с определенными функциональными свойствами.

Также необходимо отметить, что данный метод является экологически безопасным, т. к. отсутствует необходимость в применении каких-либо химических материалов и практически не загрязняет окружающую среду. Оборудование не требует наличия специальных инженерных коммуникаций: станций очистки сточных вод, парогенераторов и паропроводов, химических станций и т.п.

Основная часть

Методика эксперимента. Покрытия были получены с использованием системы магнетронного распыления несбалансированного типа на установке ВУ-1А.

Предварительная очистка образцов проводилась при малых токах магнетрона и потенциале смещения $U = 1000$ В в среде аргона в течение $t = 30$ с. Осаждение покрытий проводилось при следующих параметрах работы магнетрона: $P = 1,2-2,0$ кВт, $I = 4,5$ А, $U = 360$ В, время осаждения составляло 30 мин. Вакуумная откачка проводилась до остаточного давления атмосферы 10^{-3} Па. Для распыления использовались мишени на основе алюминия марки А99 (ГОСТ 4784-2019¹) и латуни марки Л63 (ГОСТ 15527²). В качестве материала основы использовался арселон, обработанный составом КБ-мiх (Са, Sn, Fe, гипофосфит Na, ПЭГ), затем раствором фторопласта Ф-42. Толщина покрытий (алюминий, латунь) составляла $2 \pm 0,01$ мкм.

Элементный состав образцов исследовали методом РФА на энергодисперсионном микроанализаторе Quantex 200 (Thermo Fisher Scientific, США). Исследование морфологии поверхности проводили на растровом электронном микроскопе S-4800 (Hitachi, Япония).

Для оценки адгезионной прочности покрытий, сформированных на тканевых материалах методом магнетронного распыления, использовалась методика измерения с использованием клейкой ленты с решетчатым надрезом³.

Триботехнические испытания проводили на трибометре JLTB-02 (J&L Tech Co., Корея) в отсутствие смазки, работающем по схеме «шар – диск». Материал шарика – сталь ШХ 15, твердость – 58...63 HRC, нагрузка на шарик – 1 Н, скорость вращения диска – 380 об/мин, время испытаний – 55 ч.

Выбор алюминия и латуни в качестве материала покрытий был обусловлен высокой отражательной способностью и термостойкостью данных материалов.

Результаты исследования. На первоначальном этапе в работе были проведены эксперименты по определению скорости осаждения покрытий от мощности электрического разряда магнетрона (рис. 1).

¹ Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки: ГОСТ 4784-2019. – Введ. 01.07.19. – М.: Стандартинформ, 2019. – 30 с.

² Сплавы медно-цинковые (латуни), обрабатываемые давлением. Марки: ГОСТ 15527-2004. – Введ. 01.07.05. – М.: Издательство стандартов, 2019. – 7 с.

³ Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические, неорганические. Методы контроля. ГОСТ 9.302-88. – Введ. 01.01.90. – М.: Издательство стандартов, 2001. – 38 с.

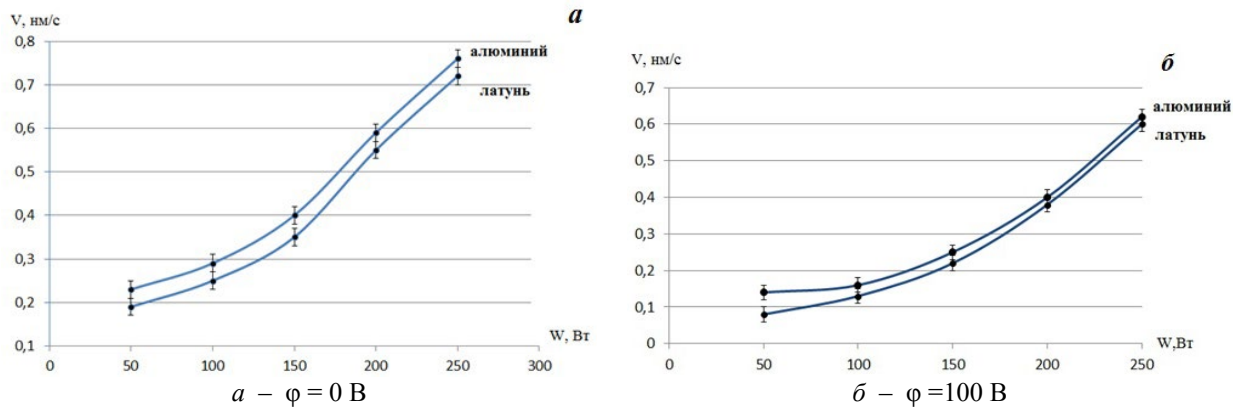


Рисунок 1. – Скорость осаждения покрытий в зависимости от мощности магнетрона при различных потенциалах смещения (ϕ)

Анализ результатов исследований показал, что для обеспечения требуемой толщины осаждаемого слоя на защищаемой поверхности нецелесообразно подавать отрицательный потенциал смещения на основу, что позволяет предотвратить процесс реиспарения материала покрытия с защищаемой поверхности. Уменьшение толщины осаждаемого покрытия при даже минимальных значениях потенциала смещения обусловлено эффектом обратного рассеяния частиц от поверхности, по-видимому, вследствие невысокой массы атомов и ионов материала покрытий.

Так как в настоящей работе для повышения многофункциональности текстильных материалов проводилась комбинированная обработка (обработка в растворе, осаждение металлизированного слоя), возрастала актуальность контроля адгезионной прочности защитных металлизированных слоев. Для контроля технологических операций проводились исследования элементного состава и структуры образцов (рис. 2–5).

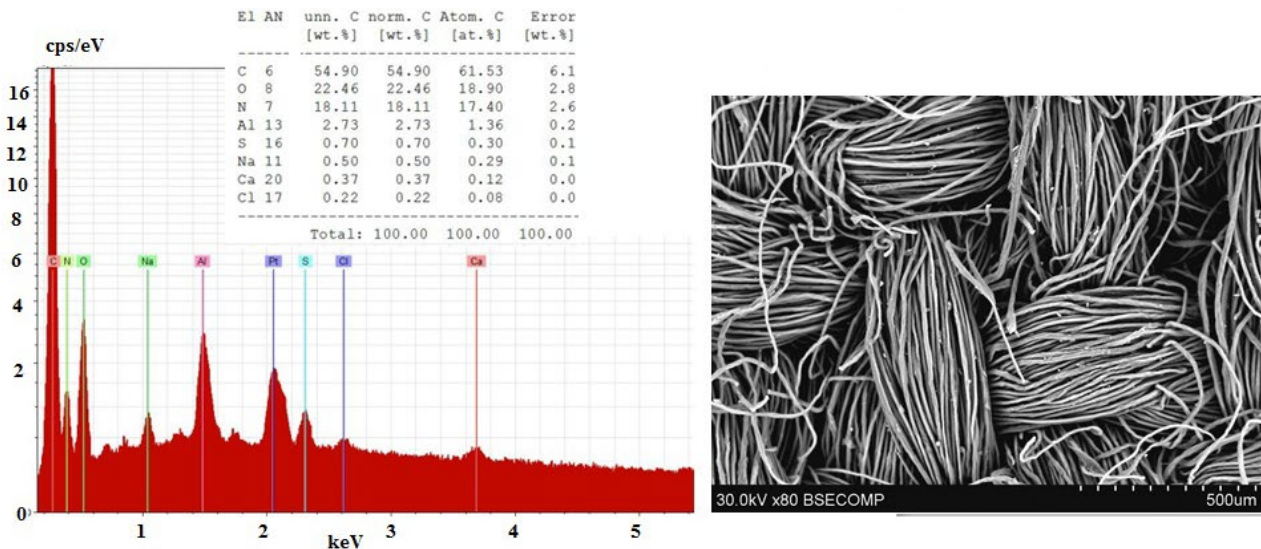


Рисунок 2. – Элементный анализ и структура исходного материала

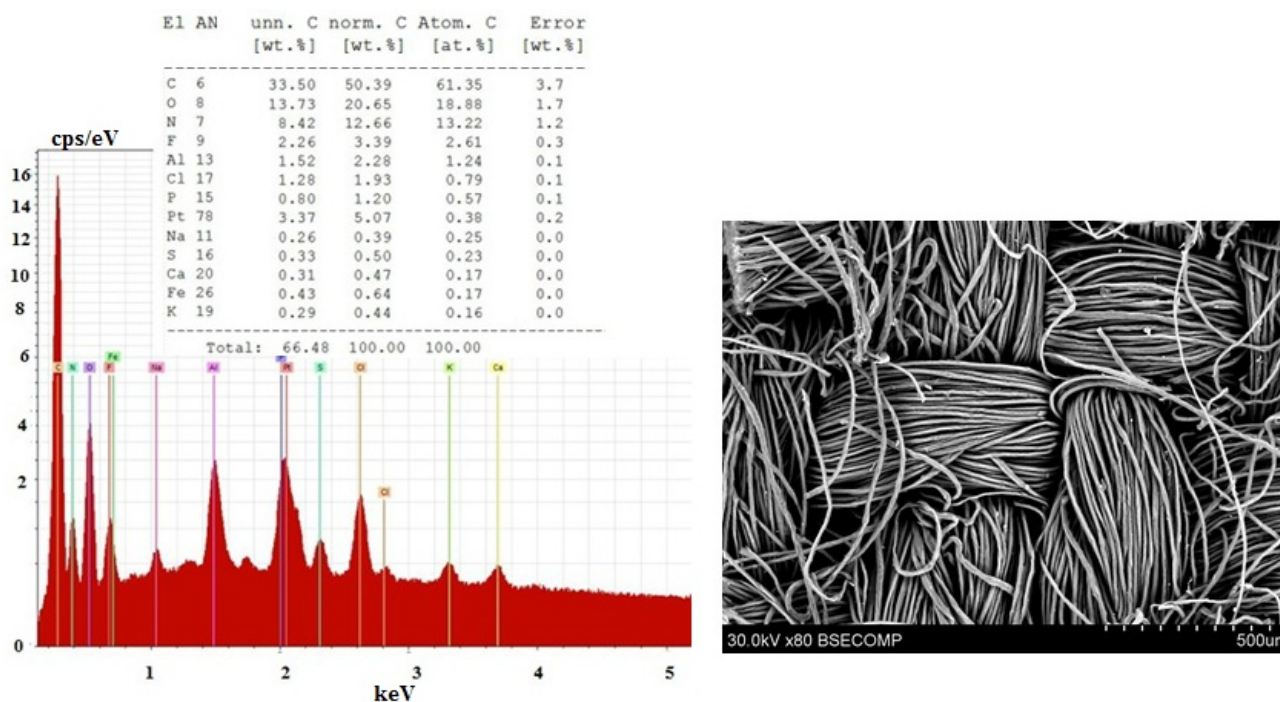


Рисунок 3. – Элементный анализ и структура материала с пропиткой

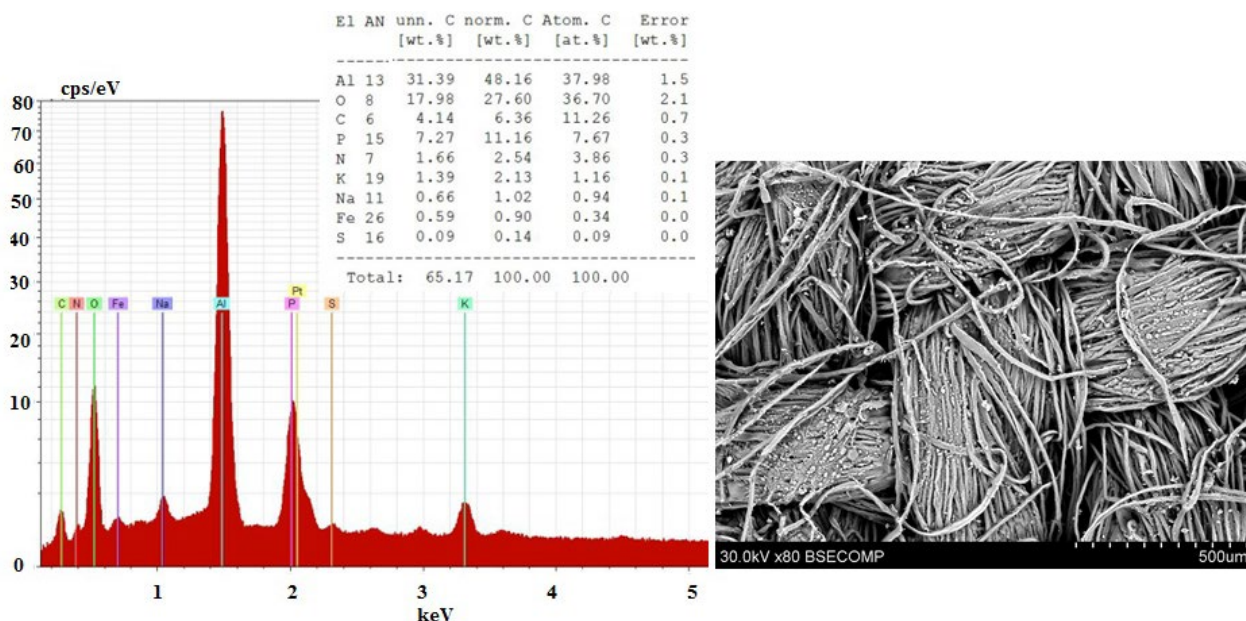


Рисунок 4. – Элементный анализ и структура материала с пропиткой и покрытием из алюминия

Анализ морфологии поверхности металлизированных слоев из алюминия и латуни на микроуровне показал, что при прочих равных условиях формирования покрытия из алюминия отличаются большей равномерностью и сплошностью. По-видимому, это обусловлено особенностями процесса магнетронного распыления алюминия, меди и цинка. Известно, что энергия ионизации алюминия ниже, чем энергия ионизации меди и цинка. Следовательно, в потоке частиц, вылетающих из распыляемой мишени, доля ионизированной составляющей будет выше при формировании покрытия из алюминия. В свою очередь, силовые линии магнитного поля несбалансированного магнетрона (рис. 6) обеспечивают высокую кинетическую энергию ионов, что повышает вероятность их осаждения на обрабатываемой поверхности.

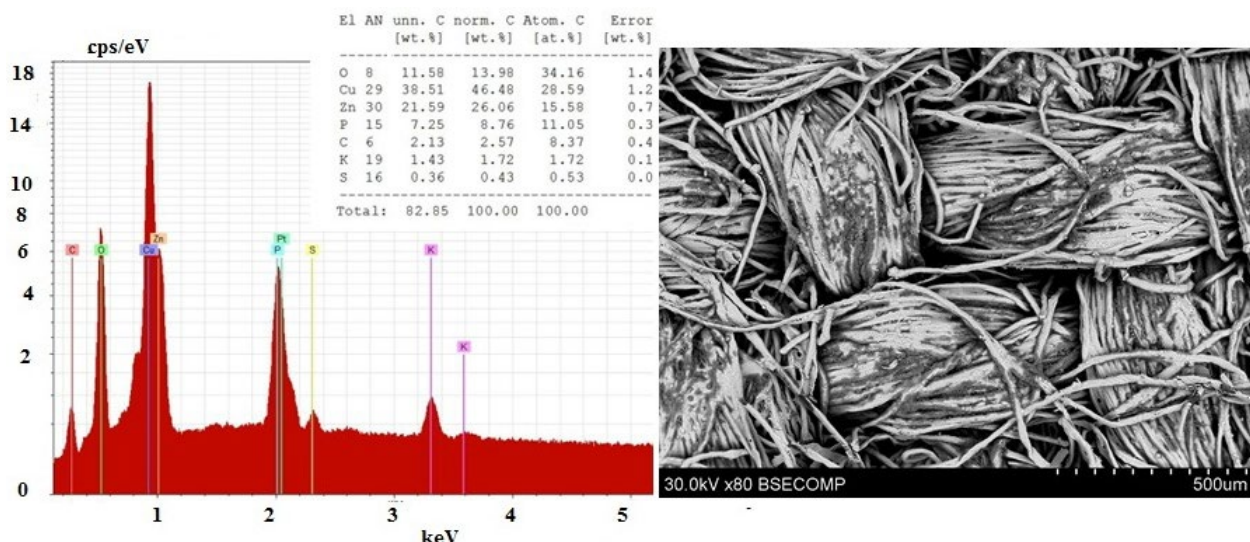


Рисунок 5. – Элементный анализ и структура материала с пропиткой и покрытием из латуни

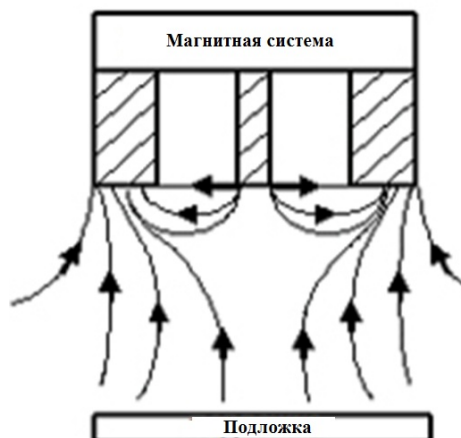


Рисунок 6. – Схема силовых линий магнитного поля несбалансированного магнетрона

Как показали эксперименты, мощность разряда магнетрона является важным технологическим параметром, определяющим адгезионную прочность покрытий. Согласно полученным результатам оптимальное значение данного технологического параметра составляет 1,8 кВт (рис. 7) как для распыления алюминиевой, так и латунной мишени. По-видимому, в этом случае обеспечивается достаточная степень ионизации потока частиц на подложку и не наблюдается процесс реиспарения материала покрытия и повышения дефектности слоев из-за избыточной энергии ионизированных атомов.

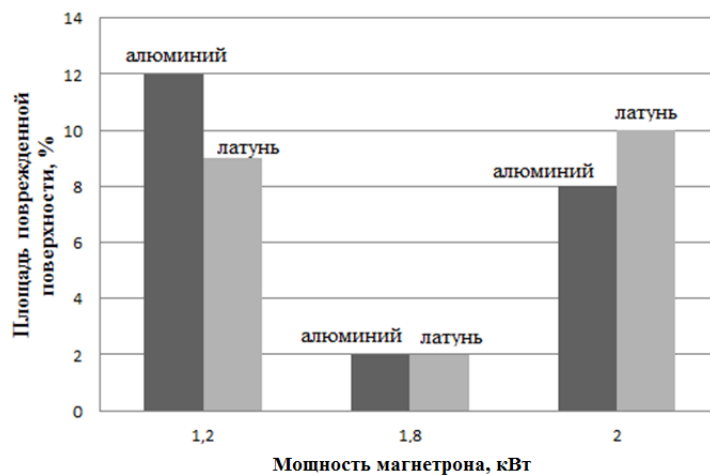


Рисунок 7. – Зависимость площади поврежденной поверхности покрытий при адгезионных испытаниях от мощности магнетронного разряда

Испытания показали, что коэффициент трения у алюминиевых и латунных покрытий практически одинаков по значению, но в случае латунного покрытия фиксируются значительные колебания значений, обусловленные выявленными ранее микронеровностями покрытия (рис. 8).

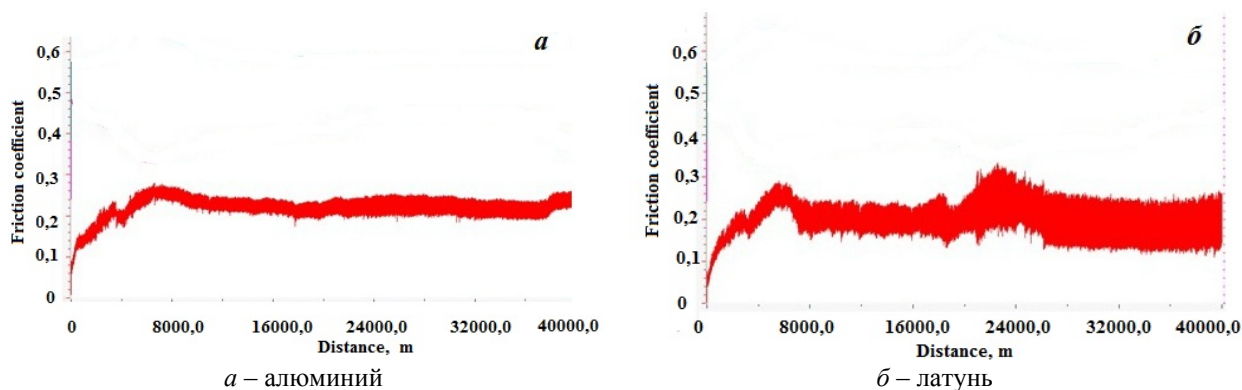


Рисунок 8. – Коэффициент трения покрытий из различных материалов

Однако при этом ширина дорожки трения на латунных покрытиях после прохождения индентором 40 000 м в 2,3 раза меньше, чем для алюминиевых покрытий, что свидетельствует об их более высокой износостойкости. Наблюдаемый эффект может быть связан с различным механизмом изнашивания таких покрытий вследствие их различного фазового состава и, соответственно, связей в кристаллической решетке.

Заключение

Проведены исследования особенностей формирования алюминиевых и латунных покрытий методом магнетронного распыления на текстильных материалах с предварительной химической обработкой. Определены оптимальные значения мощности магнетронного разряда для обеспечения удовлетворительной адгезионной прочности таких покрытий. Проведена сравнительная оценка физико-механических свойств (коэффициент трения, износостойкость).

Работа подготовлена в рамках выполнения задания № 3.2.1 «Разработать комплексные методы получения функциональных текстильных материалов для защитной одежды, обладающих огнестойкостью, электропроводностью, свето- и теплоотражающей способностью» государственной программы научных исследований «Цифровые и космические технологии, безопасность общества и государства» (подпрограмма «Безопасность общества и государства»), номер госрегистрации 20211789.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сабирзянова, Р.Н. Ассортимент и область применения огнестойких текстильных материалов / Р.Н. Сабирзянова, И.В. Красина // Вестник Казанского технологического университета. – 2014. – Т. 17, № 22. – С. 101–105.
2. Бобрышева, С.Н. Снижение горючести полимерных материалов / С.Н. Бобрышева, Д.Л. Подобед, Л.О. Кашлач // Чрезвычайные ситуации: образование и наука. – 2013. – Т. 8, № 2. – С. 51–57.
3. Сергеева, Е.А. Анализ ассортимента арамидных волокон и их свойства / Е.А. Сергеева, К.Д. Костина // Вестник технологического университета. – 2015. – Т. 18. – № 14. – С. 124–125.
4. Коринтели, А.М. Исследование технологических ресурсов применения продуктов из арамидных волокон / А.М. Коринтели, И.В. Куренова // Современные научные исследования и разработки. – 2016. – № 6 (6). – С. 306–309.
5. Горберг, Б.Л. Модифицирование текстильных материалов нанесением нанопокровов методом магнетронного ионно-плазменного распыления / Б.Л. Горберг [и др.] // Российский химический журнал. – 2011. – Т. 55 – № 3. – С. 7–13.

6. Берлин, Е.В. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок / Е.В. Берлин, С.А. Двинин, Л.А. Сейдман. – М.: Техносфера, 2007. – 176 с.
7. Musil, J. Pulsed DC magnetron discharge for high-rate sputtering of thin films / J. Musil, J. Lestina, J. Vlcek, T. Tolg // *Journal of Vacuum Science & Technology*. – 2001. – Vol. 19. – No. 2. – P. 420–424. DOI: 10.1116/1.1339018.
8. Alami, J. Plasma dynamics in a highly ionized pulsed magnetron discharge / J. Alami, J.T. Gudmundsson, J. Bohlmark, J. Birch, U. Helmersson // *Plasma Sources Science and Technology*. – 2005. – Vol. 14. – No. 3. – P. 525–531. DOI: 10.1088/0963-0252/14/3/015.

Исследование особенностей формирования металлопокрытий методом магнетронного распыления на огнезащищенных тканевых материалах

Investigation of the features of the metal coatings formation by magnetron sputtering on fire-proof fabric materials

Латушкина Светлана Дмитриевна

кандидат технических наук, доцент

Государственное научное учреждение
«Физико-технический институт
национальной академии наук Беларуси»,
лаборатория вакуумно-плазменных покрытий,
заведующий лабораторией

Адрес: ул. Купревича, 10,
220141, г. Минск, Беларусь

Email: latushkina@phti.by

ORCID: 0000-0001-9409-5749

Svetlana D. Latushkina

PhD in Technical Sciences, Associate Professor

State Scientific Institution
«Physical-Technical Institute
of the National Academy of Sciences of Belarus»,
Laboratory of Vacuum-plasma Coatings,
Head of the Laboratory

Address: Kuprevicha str., 10,
220141, Minsk, Belarus

Email: latushkina@phti.by

ORCID: 0000-0001-9409-5749

Посылкина Ольга Ивановна

кандидат технических наук

Государственное научное учреждение
«Физико-технический институт
национальной академии наук Беларуси»,
лаборатория вакуумно-плазменных покрытий,
старший научный сотрудник

Адрес: ул. Купревича, 10,
220141, г. Минск, Беларусь

Email: ola-gapa@yandex.ru

ORCID: 0000-0002-9104-9883

Olga I. Posylkina

PhD in Technical Sciences

State Scientific Institution
«Physical-Technical Institute
of the National Academy of Sciences of Belarus»,
Laboratory of Vacuum-plasma Coatings,
Senior Researcher

Address: Kuprevicha str., 10,
220141, Minsk, Belarus

Email: ola-gapa@yandex.ru

ORCID: 0000-0002-9104-9883

Артемичик Александр Григорьевич

Государственное научное учреждение
«Физико-технический институт
национальной академии наук Беларуси»,
лаборатория вакуумно-плазменных покрытий,
научный сотрудник

Адрес: ул. Купревича, 10,
220141, г. Минск, Беларусь

Email: aleksandr.artiomchik@gmail.com

Aleksandr G. Artemchik

State Scientific Institution

«Physical-Technical Institute
of the National Academy of Sciences of Belarus»,
Laboratory of Vacuum-plasma Coatings,
Researcher

Address: Kuprevicha str., 10,
220141, Minsk, Belarus

Email: aleksandr.artiomchik@gmail.com

DOI: <https://doi.org/10.33408/2519-237X.2021.5-4.418>

INVESTIGATION OF THE FEATURES OF THE METAL COATINGS FORMATION BY MAGNETRON SPUTTERING ON FIRE-PROOF FABRIC MATERIALS

Latushkina S.D, Posylkina O.I., Artemchik A.G.

Purpose. Study of the peculiarities of the formation of metal coatings by the method of magnetron sputtering in order to increase the fire-retardant properties of fabric materials.

Methods. The elemental composition of the samples was studied by X-ray fluorescence analysis, the morphology of the surface of the samples was studied using scanning electron microscopy. Tribotechnical tests were carried out on the JLTB-02 tribometer.

Findings. The technological features of the formation of metallized layers using an unbalanced magnetron system on textile materials with preliminary chemical treatment are established. The morphology of the surface, the physical and mechanical properties of the coatings (adhesive strength, coefficient of friction) are investigated. The optimal value of the magnetron discharge power has been determined to ensure satisfactory adhesive strength of coatings on fabric materials with chemical impregnation.

Application field of the research. The presented research results can be used in the manufacture of fire-resistant workwear necessary for rescuers-firefighters, as well as for oil and gas industry workers, welders, metallurgists and the military.

Keywords: magnetron sputtering, metal coating, fabric material, structure, adhesion, coefficient of friction.

(The date of submitting: October 29, 2021)

REFERENCES

1. Sabirzyanova R.N., Krasina I.V. Assortiment i oblast' primeneniya ognestoykikh tekstil'nykh materialov [The range and scope of fire-resistant textile materials]. *Vestnik Kazanskogo tehnologicheskogo universiteta*, 2014. Vol. 17, No. 22. Pp. 101–105. (rus)
2. Bobrysheva S.N., Podobed D.L., Kashlach L.O. Snizhenie goryuchesti polimernykh materialov [Reducing the flammability of polymer materials]. *Chrezvychaynye situatsii: obrazovanie i nauka*, 2013. Vol. 8. No. 2. Pp. 51–58. (rus)
3. Sergeeva E.A., Kostina K.D. Analiz assortimenta aramidnykh volokon i ih svoystva [Analysis of the assortment of aramid fibers and their properties]. *Vestnik tehnologicheskogo universiteta*, 2015. Vol. 18. No. 14. Pp. 124–125. (rus)
4. Korinteli A.M., Kurenova I.V. Issledovanie tekhnologicheskikh resursov primeneniya produktov iz aramidnykh volokon [Research of technological resources for the use of aramid fiber products]. *Sovremennye nauchnye issledovaniya i razrabotki*, 2016. No. 6 (6). Pp. 306–309. (rus)
5. Gorberg B.L., Ivanov A.A., Mamontov O.V., Stegnin V.A., Titov V.A. Modifitsirovanie tekstil'nykh materialov naneseniem nanopokrytiy metodom magnetronnogo ionno-plazmennogo raspyleniya [Modification of textile materials by nanocoating by magnetron ion-plasma sputtering]. *Rossiyskiy khimicheskii zhurnal*, 2011. No 3. Pp. 7–13. (rus)
6. Berlin E.V., Dvinin S.A., Seydman L.A. *Vakuumnaya tekhnologiya i oborudovanie dlya nanoseniya i travleniya tonkikh plenok* [Vacuum technology and equipment for applying and etching thin films]. Moscow: Tekhnosfera, 2007. 176 p. (rus)
7. Musil J., Lestina J., Vlcek J., Tolg T. Pulsed DC magnetron discharge for high-rate sputtering of thin films. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 2001. Vol. 19, No. 2. Pp. 420–424. DOI: 10.1116/1.1339018.
8. Alami J., Gudmundsson J.T., Bohlmark J., Birch J., Helmersson U. Plasma dynamics in a highly ionized pulsed magnetron discharge. *Plasma Sources Science and Technology*, 2005. Vol. 14, No. 3. Pp. 525–531. DOI: 10.1088/0963-0252/14/3/015.