электронный журнал
МОЛОДЕЖНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ВЕСТНИК
Издатель ФГБОУ ВПО "МГТУ им. Н.Э. Баумана". Эл No. ФС77-51038.

УДК 53.081.7

Исследование механических свойств износостойких покрытий, осажденных с помощью метода вакуумно-дугового испарения

Чебурова А. В., *студент*
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Плазменные энергетические установки»

Научный руководитель: Духопельников Д.В., к.т.н, доцент
кафедры «Плазменные энергетические установки»
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
Duh@power.bmstu.ru

Введение

Вакуумно-дуговое осаждение активно используется для образования на поверхности режущего инструмента твёрдых и сверхтвердых износостойких и защитных покрытий, значительно продлевающих срок его службы и позволяющих в несколько раз увеличить скорость резания [1-4]. При вакуумно-дуговом испарении синтез покрытия осуществляется из плазмы дугового разряда при высоких энергиях частиц, что обеспечивает хорошую плотность и адгезию покрытия благодаря нагреву и большой энергии ионов. Свойства покрытия зависят от режима осаждения: угла между потоком плазмы и подложкой, напряжения смещения, температуры подложки, расстояния между подложкой и катодом, химического состава покрытия, последующего отжига и др.

Основными характеристиками покрытия являются износостойкость (величина, обратная износу), твердость, модуль упругости Юнга. Для покрытий, работающих в парах трения (сменные пластины для резцов металлообрабатывающих станков, подшипники гироскопов) также важно значение коэффициента трения.

Цель работы — исследование механических свойств (твердости, модуля Юнга, коэффициента износа) нитрида титана, нанесенного на нержавеющую сталь методом вакуумно-дугового испарения на установке, разработанной в МГТУ им. Н.Э. Баумана, получение значений твердости двумя способами (микро- и наноиндентирования) и сравнение полученных результатов с данными других авторов.

Экспериментальный стенд

Нанесение износостойкого покрытия нитрида титана проводились в вакуумной камере диаметром 700 мм и длиной 500 мм (рис. 1). Торцевой вакуумный дуговой испаритель был закреплен на одном из фланцев вакуумной камеры. Катод испарителя диаметром 76 мм был выполнен из титана марки ВТ1-0. Для удержания катодного пятна на рабочей поверхности вокруг катода располагалась нейтральная вставка. На поверхности катода с помощью магнитной системы формировалось осесимметричное расходящееся магнитное поле.

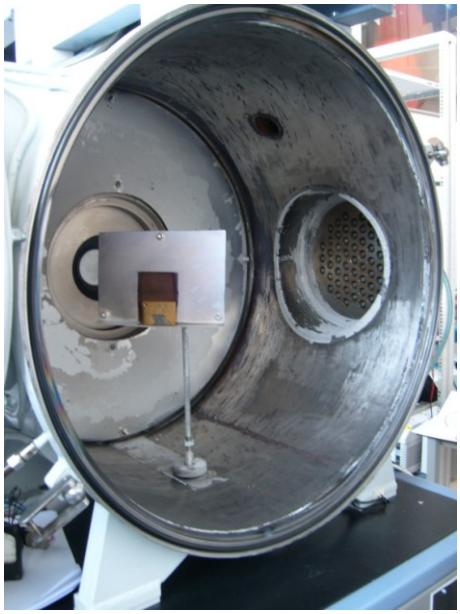

Рис. 1. Установка для напыления вакуумно-дуговых покрытий

Источником питания дугового разряда служил сварочный выпрямитель EWM Tetrix 230 AC/DC с блоком управления и зажигания разряда, разработанном в МГТУ им. Н.Э. Баумана. Инициация разряда осуществлялась бесконтактным методом — инжекцией плазмы в разрядный промежуток.

Измерение толщины нанесенного покрытия проводилось методом ступеньки с помощью контактного профилометра завода «Калибр» модель 107622 (Россия) с механотронным преобразователем для измерения поверхностных неровностей.

Измерение микротвердости тонких пленок производилось по ГОСТ 9450-76 с помощью микротвердомера EmcoTest DuraScan 20 (Австрия) индентором Виккерса при нагрузках от 0,098 до 40 Н [5]. Микротвердомер оснащен объективами с увеличением ×40 и ×100.

Измерение нанотвердости и модуля упругости Юнга поверхностного слоя проводилось на нанотвердомере Nanovea с индентором Берковича (США). Диапазон нагрузок прибора от 0,5 до 300 мН при ходе индентора до 2 мкм. Значение твердости и модуля Юнга рассчитывались по кривой «нагрузки-разгрузки» по методу Оливера и Фарра [6].

Коэффициент износа и коэффициент сухого трения определялись на машине трения Nanovea (США) методом «стержень-диск» согласно стандарту ASTM G99 на воздухе. Вертикальная нагрузка на контртело могла изменяться от 0,5 до 30 Н и создавалась с помощью прецизионного груза.

Эксперимент

Покрытие осаждалось на пластины из стали 12Х18Н10Т размером 30×30 мм толщиной 3 мм. Подложки располагались на расстоянии 200 мм от поверхности катода, параллельно ему. На образцы подавалось напряжение смещения минус 200 В от источника питания ИВЭ-245. Согласно ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников», испытуемый образец должен иметь шероховатость Ra ≤ 0,32 мкм. Поэтому предварительно поверхность подложки последовательно шлифовалась с помощью наждачной бумаги зернистостью 80, 320, 1400 и 2000 и полировалась притирочной пастой с помощью торцевого войлочного полировального круга. Шероховатость образцов, измеренная по ГОСТ 19300-86 профилометром, составила Ra = 0,173 мкм; Rz = 0,852 мкм; Rmax = 1,49 мкм; S = 2,39 мкм. Затем проводилась чистка изделия в ультразвуковой ванне SONOREX Digital 10P с применением средства для мытья посуды при температуре 50 °С в течение 10 мин. Мощность излучателей ванны 600 Вт, частота ультразвуковых колебаний 30 кГц. Изделие погружалось в корзину так, что очищаемая поверхность принимала вертикальное положение, чтобы поверхностные загрязнения имели возможность удаляться с поверхности. После этого образец промывался дистиллированной водой. Далее образец высушивался под струей осушенного сжатого воздуха, направленного под углом 30° к поверхности при комнатной температуре.

После предварительной очистки образец загружался в вакуумную камеру для нанесения покрытия. Для формирования ступеньки на образец накладывалась маска из стальной пластины, закрывающей часть образца.

После загрузки деталей и откачки камеры производился технологический процесс нанесения покрытия, который проходил в три этапа: 1) очистка поверхности плазмой дугового разряда; 2) нанесение промежуточного подслоя; 3) нанесение нитрида титана.

Ток разряда составил 100 ± 1 А, напряжение разряда 19..20 В. Остальные параметры процесса нанесения покрытия приведены в таблице 1.

Таблица 1

Основные параметры этапов нанесения покрытия

Параметр	1. Чистка	2. Нанесение Ti	3. Нанесение TiN
Газ	аргон	аргон	азот
Расход газа, $см^3$/мин	70	70	300
Рабочее давление, Па	$8{,}93 \cdot 10^{-2}$	$8{,}93 \cdot 10^{-2}$	$1{,}99 \cdot 10^{-1}$
Потенциал смещения, В	-800	-200	-200
Ток разряда, А	100	100	100
Время, сек	90	45	600

Измерение толщины покрытия проводилось путем измерения высоты сформированной ступеньки в 7 разных местах (рис. 2). Средняя толщина покрытия составила 2,1 ± 0,4 мкм.

Твердость измерялась двумя методами: микроиндентированием и наноиндентированием. Различие этих методов заключается в том, что в первом случае не учитывается упругая деформация покрытия, при деформации поверхности индентором происходит продавливание самой пленки [7], измеренное значение относится к системе «покрытие-подложка», в то время как второй метод позволяет определить твердость одного только покрытия.

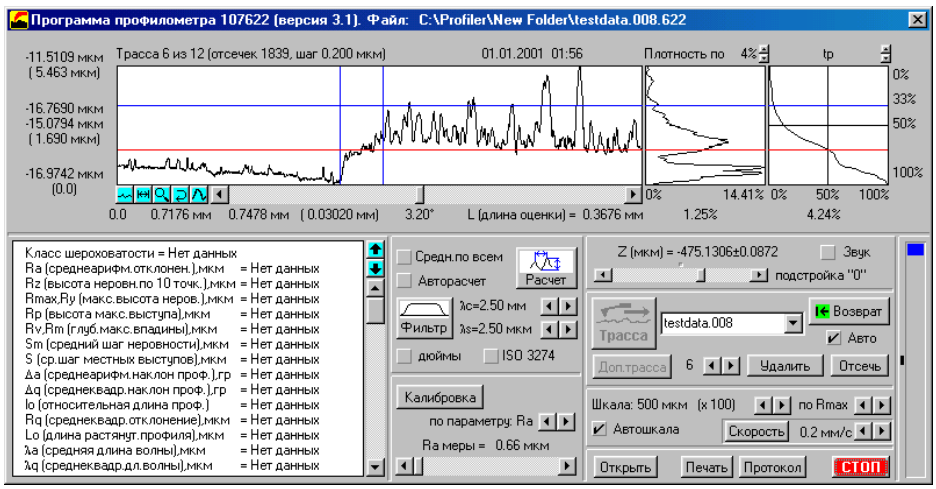

Рис. 2. Профилограмма поверхности образца с покрытием из TiN со ступенькой

Измерение микротвердости проводилось при минимально возможной нагрузке на индентор 0,025 кгс (0,245 Н), при которой возможно было провести измерение диагоналей отпечатка (рис. 3). Было проведено 4 измерения в различных местах покрытия. Средняя величина микротрвердости согласно ГОСТ 9450-70: HV0,025 = 2086 ± 169 кгс/мм². На рисунке также видны дефекты покрытия, микрокапли, осевшие из плазмы вакуумно-дугового разряда. Место для индентирования выбиралось таким образом, чтобы индентор не попал в неоднородности покрытия.

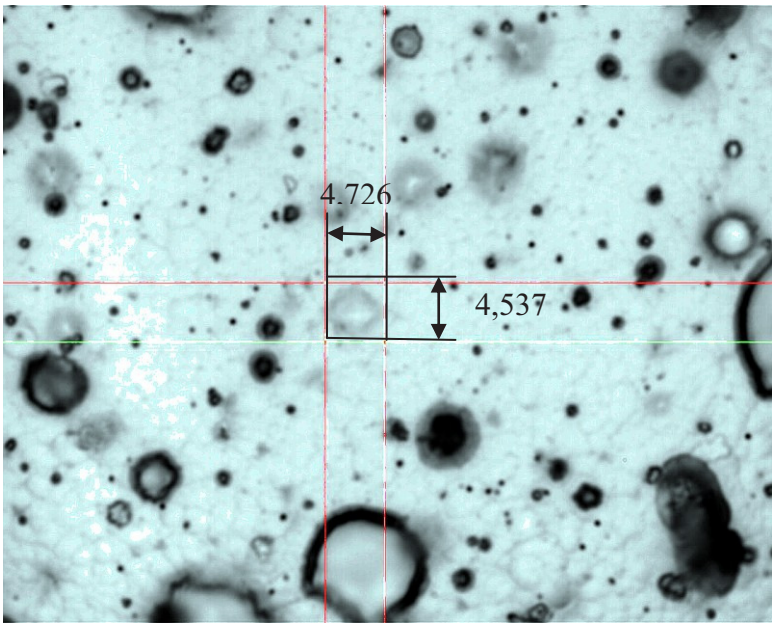

Рис. 3. Изображение с местом укола на дисплее микротвердомера EmcoTest DuraScan 20 (прямыми линиями обозначены границы отпечатка индентора)

Измерение нанотвердости поверхностного слоя проводилось на нанотвердомере Nanovea с индентором Берковича. Наноиндентор оснащен микроскопом с объективами увеличения кратности ×10, ×20, ×50, ×100. Значение нагрузки выбрано из условия, что глубина проникновения индентора должна быть в 10 раз меньше, чем толщина покрытия. При нагрузке 10 мН глубина индентирования составляет 126 нм, что в 16 раз меньше, чем толщина покрытия. Чтобы избежать значительного влияния температурной деформации, образец и прибор должны иметь одинаковую температуру, поэтому перед измерениями образцы находились рядом с индентором в течение суток. В помещении поддерживалась температура 25 ± 1 ^{o}C.

Измерение нанотвердости и модуля упругости Юнга проводилось по методу Оливера и Фарра. Вычисление характеристик проводилось из кривой «нагрузки-разгрузки» (рис. 4).

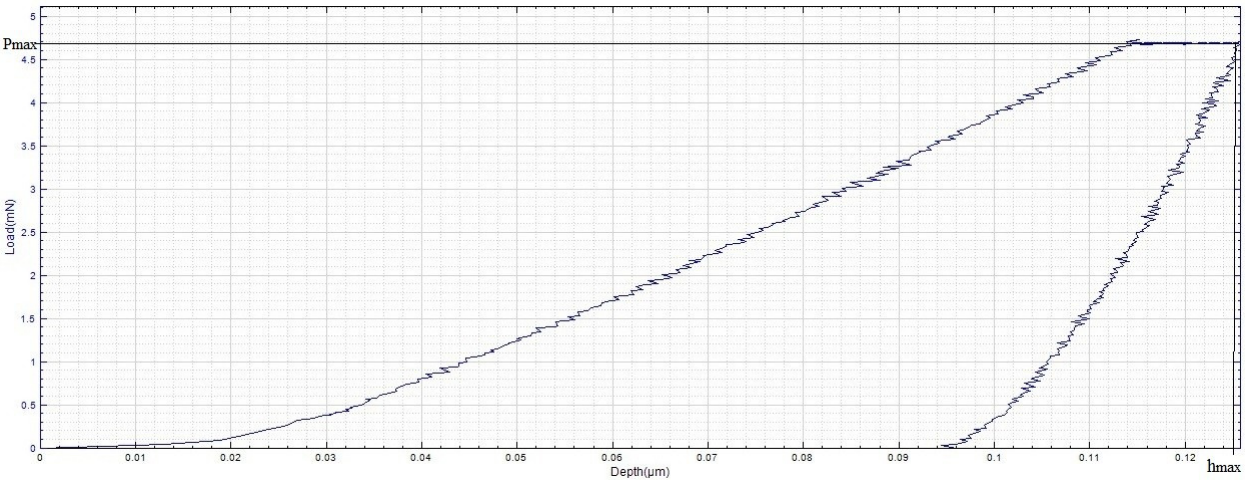

Рис. 4. Кривая «нагрузки-разгрузки»: P_{max} = 4,7 мН; h_{max} = 0,126 мкм; H = 19,8 ГПа; E = 557 Гпа

Было проведено 9 измерений по сетке 3×3 с шагом измерений 10 мкм. При максимальной нагрузке проводилась выдержка в течение 30 секунд, чтобы завершились процессы деформации покрытия. Из полученных данных 2 результата были признаны неудачными в связи с сильным искажением кривой нагрузки-разгрузки, возникающим из-за неоднородностей покрытия. Среднее значение нанотвердости по 7 испытаниям составило H = 32,0 ± 10,1 ГПа, а модуля упругости Юнга E = 510 ± 78 ГПа. Большой

разброс данных связан с большим количестком дефектов покрытия, в том числе не различимых в микроскопе прибора.

Характеристики покрытия, полученные в данной работе, и данные других авторов приведены в таблице 2.

Таблица 2

Полученные данные и результаты других авторов

Параметр	Полученные данные	[1]	[8]	[9]	[10]
Микротвердость, HV 0,025 по ГОСТ 9450-76, кг/мм^2(ГПа)	2093 (20,5)				>2000 (19,6)
Нанотвердость, ГПа	32,0	26-30	22,15	20,0	
Модуль Юнга, ГПа	510	500-640	572	500	600

Испытание износостойкости и измерение коэффициента трения проводилось методом «стержень-диск» по стандарту ASTM G99 при следующих параметрах: радиус вращения контртела 3 мм, скорость вращения 5000 мм/сек, вертикальная нагрузка на контртело 5 Н. В качестве контртела выступал шарик из сплава ВК-8 диаметром 6 мм. Было проведено 7 испытаний при длительностях: 15, 30, 60, 90, 120, 150 и 180 мин(рис. 5).

Для каждого из испытаний рассчитывался коэффициент износа исходя из объема истертого материала по формуле:

$$I = \frac{V}{P \cdot l}$$

где V — объем изношенной части образца, который определялся с помощью профилометра, мм^3; P — нагрузка на контртело, Н; l — пройденный контртелом путь, м.

Объем истертого материала принимался равным объему образовавшейся канавки. Поперечное сечение каждой канавки было получено с помощью контактного профилометра в 8 взаимно перпендикулярных положениях. По ширине канавки

восстанавливалась её площадь, затем объем. При этом принято допущение, что канавка имеет сферическую форму радиусом, равным радиусу контртела. Объем, истертый при испытаниях, определялся по формуле:

$$V = 2\pi r \cdot S = 2\pi r \cdot \frac{R^2}{2} \cdot \left(\frac{\pi\alpha}{180} - \mathrm{Sin}\alpha\right), \text{где}\ \alpha = 2 \cdot \arcsin\left(\frac{h}{2R}\right).$$

В приведенных формулах h — средняя ширина выработанной канавки, r = 3 мм — радиус вращения контртела, R = 3 мм — радиус контртела.

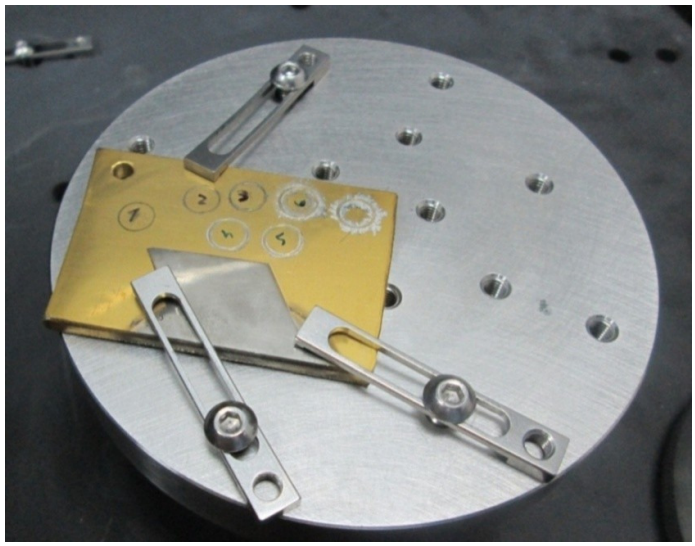

Рис. 5. Исследуемый образец на предметном столе трибометра Nanovea (вокруг некоторых дорожек видны продукты истирания TiN)

Значения истертого объема покрытия и коэффициента износа, полученные в результате расчета, а также полученные экспериментальным путем ширина выработанной канавки, коэффициенты трения в начале и в конце испытания представлены в таблице 3.

Таблица 3

Результаты измерения выработки и расчета коэффициентов износа и трения

Время t, мин	Пройденный контртелом путь l,м	Средняя ширина канавки h, мм	Объем выработки V, мм^3	Коэффициент износа I, 10^{-5} мм^3/(Н·м)	Коэффициент трения начальный/конечный
15	75	0,2119±0,009	0,0049	1,329	0,234 / 0,493

30	150	0,2739±0,007	0,0108	1,436	0,147 / 0,537
60	300	0,3939±0,008	0,3204	2,136	0,192 / 0,700
90	450	0,4370±0,008	0,0438	1,946	0,198 / 0,672
120	600	0,4714±0,007	0,0549	1,832	0,230 / 0,725
150	750	0,4872±0,017	0,0606	1,618	0,209 / 0,728
180	900	0,6197±0,017	0,1250	2,779	0,523 / 0,693

На рисунке 6 приведена зависимость объема истертого материала в зависимости от длины, пройденной контртелом.

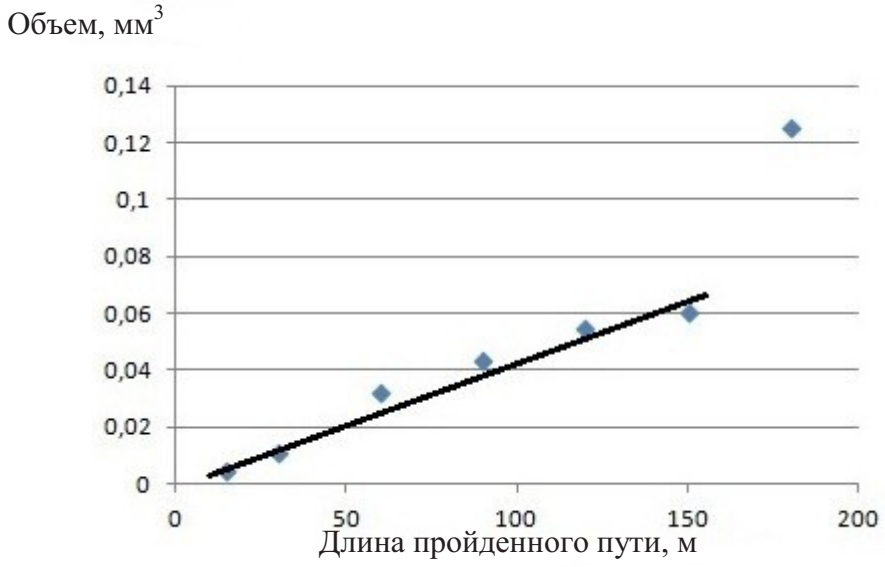

Рис. 6. Зависимость объема выработки *V* от длины пройденного контртелом пути *l*

Заключение

Сравнение полученных характеристик покрытия TiN с данными других авторов показало хорошее соответствие. Измеренные значения микротвердости, нанотвердости и модуля упругости Юнга осажденного покрытия согласуются с ранее опубликованными данными и близки к максимальным значениям, что говорит о хорошо настроенном технологическом процессе.

Исследования потери объема материала покрытия при сухом трении в зависимости от времени испытания показали, что объем потерянного материала линейно зависит от времени испытаний и резко увеличивается после протирания покрытия. Коэффициент

износа материала покрытия не зависит от времени испытания в пределах погрешности измерений.

Список литературы

1. Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия / под общ. ред. И.М. Неклюдова, В.М. Шулаева. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005. 236 с.
2. Духопельников Д.В., Жуков А.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К. Структура и особенности движения катодного пятна вакуумной дуги на протяжённом титановом катоде // Измерительная техника. 2005. № 10. С.42-44.
3. Кунченко Ю.В., Кунченко В.В., Картмазов Г.Н. О повышении стойкости инструмента с нанослойными n-TiNx/CrNx покрытиями в процессе резания // Физическая инженерия поверхности. 2007. № 1-2. С. 62-68.
4. Береговский В.В., Марахтанов М.К., Духопельников Д.В., Щуренкова С.А. Объемное содержание и дисперсный состав капельной фазы в покрытиях, полученных вакуумно-дуговым методом на установке PLATIT П-80 // Упрочняющие технологии и покрытия. 2009. № 1. С. 3-5.
5. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвёрдости методом вдавливания алмазных наконечников. Введ. 1977-01-01. М.: Изд-во стандартов, 1977. 34с.
6. Oliver W. C. and Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. P. 1564-1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
7. Быков Ю.А., Карпухин С.Д., Бойченко М.К., Чепцов В.О. Способ определения твёрдости покрытия: пат. 2222801 Российская Федерация. 2002. Бюл. № 3. 4 с.
8. Панфилов Ю.В. , Булыгина М.В. Исследование микротвердости тонких пленок // 9-я международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология» (Москва, 15-17 апреля 2014г.): тез. докл. Москва, 2014. С. 216-218.
9. Edward Bailey, Nicole M. T. Ray, Andrew L. Hector, Peter Crozier, William T. Petuskey and Paul F. McMillan. Mechanical Properties of Titanium Nitride Nanocomposites Produced by Chemical Precursor Synthesis Followed by High-P,T Treatment // Materials. 2011. Vol. 4. P. 1747-1762; DOI: 10.3390/ma4101747.

10. Advanced Metallurgical Coatings. Режим доступа: http://www.brycoat.com/coating-services/pvd-coatings/titanium-nitride-tin/tin-physical-properties.html (дата обращения: 26.03.2014).