

УДК 621.791.9

DOI 10.17073/1997-308X-2015-1-62-65

Методика расчета коэффициента отслоения вакуумных износостойких покрытий и его корреляция с адгезионной прочностью, полученной на скретч-тестере

© 2015 г. **А.В. Даньков, В.В. Береговский, И.Ф. Арутюнова, Н.В. Комаров**

ОАО НПО «ЦНИИТМАШ», г. Москва

Статья поступила в редакцию 27.02.14 г., доработана 29.04.14 г., подписана в печать 13.05.14 г.

Даньков А.В. — мл. науч. сотр. Института технологии поверхности и наноматериалов (ИТПН) ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» (109088, г. Москва, ул. Шарикоподшипниковская, 4). E-mail: dankov-alexey@yandex.ru.

Береговский В.В. — канд. техн. наук, зам. ген. директора ОАО НПО «ЦНИИТМАШ», директор ИТПН. Тел.: (495) 675-89-83. E-mail: beregovsky@cniitmash.ru.

Арутюнова И.Ф. — канд. техн. наук, ст. науч. сотр. ИТПН ОАО НПО «ЦНИИТМАШ». Тел.: (495) 675-89-83. E-mail: ir.arutyunova@yandex.ru.

Комаров Н.В. — ст. науч. сотр. ИТПН ОАО НПО «ЦНИИТМАШ». Тел.: (495) 675-89-83. E-mail: vcch-plasma@mail.ru.

Рассмотрена методика, повышающая точность определения коэффициента отслоения покрытий и упрощающая исследование адгезионной прочности ионно-вакуумных покрытий. При отработке технологии нанесения, определении толщины и корректировке состава покрытий наиболее простым и эффективным является метод определения площади поверхности отслоения покрытия от основы после алмазного индентирования на твердомере Роквелл при нагрузке в 150 кгс. В основу метода положен немецкий стандарт DIN German-VDI 3198 для CVD- и PVD-покрытий. Приведена методика расчета площади поверхности отслоения покрытия после индентирования с использованием компьютерных программ «Adobe Photoshop CS3» и «kaloSOFT Version 3.54e». Выявлена корреляция коэффициента отслоения с адгезионной прочностью покрытия TiN с основой из WC.

Ключевые слова: адгезионная прочность, коэффициент отслоения, износостойкие покрытия, PVD-покрытия, скретч-тестер.

A procedure increasing the accuracy of determining the delamination coefficient of coatings and simplifying the investigation into the adhesion strength of ion-vacuum coatings is considered. When developing the deposition technology, determining the thickness, and correcting the coating composition, the method of determining the surface area of coating delamination from the base after diamond indentation using a Rockwell hardness meter at a load of 150 kgf is simplest and most efficient. The method is based on the DIN German-VDI 3198 German Standard for CVD and PVD coatings. A procedure for calculating the surface area of coating delamination after indentation using Adobe Photoshop CS3 and kaloSOFT Version 3.54e is presented. A correlation of the delamination coefficient with the adhesion strength of the TiN coating with the WC base is revealed.

Keywords: adhesion strength, delamination coefficient, wear-resistant coatings, PVD coatings, scratch-tester.

Одним из важных критериев качества покрытия является его адгезионная прочность с материалом основы. Для оценки этого показателя используются: клеевой метод на стандартной разрывной машине с применением тестового элемента; штифтовой метод, заключающийся в определении величины разрушающей нагрузки при вытягивании штифта усилием, направленным по нормали к торцевой плоскости штифта, на которую нанесено покрытие; метод царапания и др. [1–4].

Предлагаемая методика оценки адгезионной прочности представляет собой экспресс-метод

оценки нанесенного покрытия, который основан на стандарте DIN German-VDI 3198 [5, 6]. Метод не требует специального оборудования и основан на определении площади отслоения покрытия после алмазного индентирования поверхности образца. Для корреляции качественной и количественной оценки адгезионной прочности использовали прибор скретч-тестер системы «Nanovea».

Исследование проводили на сменных многогранных пластинах из WC с покрытием TiN средней толщиной 3,2 мкм. Индентирование осуществляли на твердомере ТК-2М при нагрузке 150 кгс по шкале HRC в соответствии с ГОСТ 9013. Далее

образец помещался на предметный столик микроскопа МСП-2. Добивались такого разрешения (кратности), при котором вся изучаемая область — лунка и отслоение — была полностью видна на мониторе компьютера, к которому микроскоп был подключен посредством цифровой камеры. Диаметр лунки, оставшейся после воздействия индентора твердомера, определяли при помощи программы «kaloSOFT Version 3.54e», которая является приложением к прибору «kaloMAX NT» для измерения износостойкости и толщины покрытий. Затем находили площадь проекции лунки ($S_{\text{л}}$), для этого выполняли следующий алгоритм:

Включали программу «kaloSOFT» при помощи ярлыка (рис. 1, а). В верхней панели программы нажимали значок в виде двух кругов (Layer thickness on flat surfaces), после чего в открывшемся окне записывали диаметр шара (Ball diameter/mm) и фокусировались на образце с приемлемым разрешением (кратностью). В верхней панели программы выставляли разрешение (кратность) полученного изображения (рис. 1, б).

На изображении тремя точками задавался диаметр окружности лунки. Наведя курсор на центр окружности и зажав при этом правую клавишу мыши, можно было передвигать получившийся диаметр. Таким же образом можно было менять размер данной окружности, поместив курсор на ее сторону и зажав правую кнопку мыши (рис. 2, а). После этого в верхней панели программы выводилось значение диаметра получившейся окружности, по которому рассчитывалась площадь проекции лунки:

$$S_{\text{л}} = \pi(d_{\text{л}}/2)^2 [\text{мкм}^2]. \quad (1)$$

Величина $S_{\text{л}}$ принималась равной средней площади лунки, определенной по трем отпечаткам (изображениям). Отображаемое на мониторе изображение образца сохранялось в буфере обмена компьютера при помощи нажатия клавиши



Рис. 1. Ярлык программы «kaloSOFT» (а) и панель разрешения изображения (б)

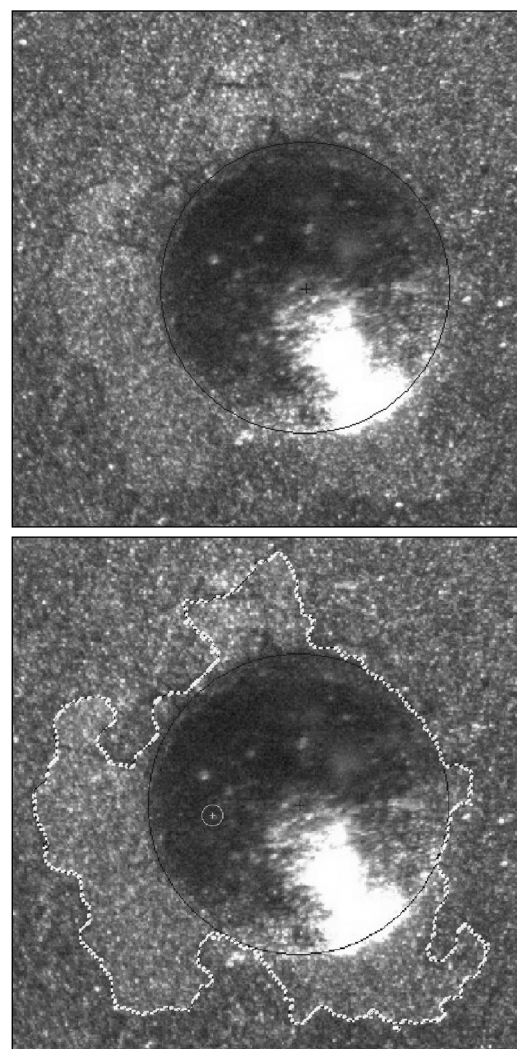


Рис. 2. Программное определение площади отслоения
а — заданный диаметр окружности лунки
б — выделенная область отслоения

«PrtScr» клавиатуры. Далее в запущенной программе «Adobe Photoshop CS3» создавался новый слой с помощью сочетания клавиш «Ctrl» + «N» с предлагаемыми настройками, и при помощи сочетания клавиш «Ctrl» + «V» вставлялось ранее сохраненное изображение.

Для повышения информативности снимка в верхней панели программы «Photoshop» во вкладке «Изображения» → «Коррекция» открывалось меню «Яркость/Контрастность». Для упрощения задачи определения границы отслоения авторами методики рекомендуется уменьшить яркость до –100 и увеличить контрастность до 80.

На панели инструментов выбирался инструмент «Быстрое выделение». Отрегулировав размер инструмента (Brush) и зажав правую клавишу

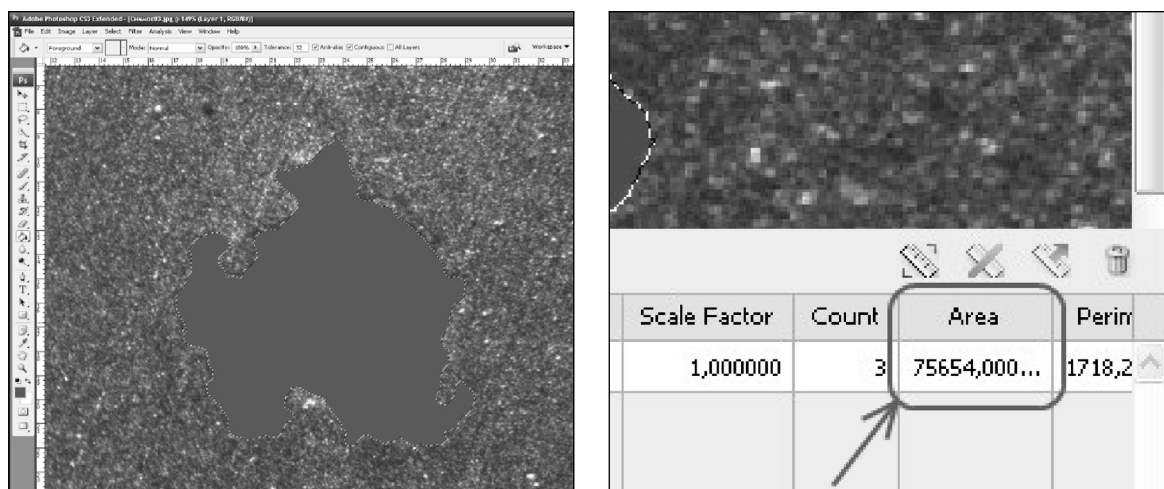


Рис. 3. Заливка области отслоения (а) и площадь области отслоения в pix^2 (б)

мыши, выделялась область отслоения (рис. 2, б). Если в выделенной области присутствуют фрагменты покрытия, то на клавиатуре зажимают клавишу «Alt» и тем же инструментом удаляют ненужное выделение. Для более точного определения площади отслоения необходимо добиться максимального соответствия выделенной области и изображения отслоения. Не снимая выделения, в нижней правой панели создавался новый слой с помощью кнопки «Создать новый слой». Из панели инструментов или с помощью горячей клавиши «G» выбирался инструмент «Заливка». Выбрав основной цвет заливки в панели инструментов (Set foreground color) и кликнув на выделенной области левой клавишей мыши, производилась заливка (рис. 3, а).

В верхней панели программы «Photoshop» во вкладке «Анализ» выбиралось меню «Записать измерение» или нажималось горячее сочетание клавиш «Shift» + «Ctrl» + «М». В открывшемся снизу меню находится колонка «Площадь» (Area) (рис. 3, б). Полученное число соответствует площади выделенной области $S_{л+о}$ в квадратных пикселях (pix^2) — площадь лунки и отслоения.

На изображении, полученном при помощи микроскопа, в нижнем левом углу находится шкала кратности (масштаб изображения), которая была выставлена в программе «kaloSOFT». Для точного перевода размерности из pix^2 в мкм^2 изображение увеличивалось при помощи панели «Навигатор» и выделялся фрагмент шкалы посредством инструмента «Прямоугольная область».

При этом ширина выделения должна равняться одному пикселю, а длина — соответствовать одному делению шкалы программы «kaloSOFT» (рис. 4). В открытом журнале измерений (Анализ → Запись измерений), нажав на кнопку «Записать измерение» (Record Measurements), в столбце «Площадь» (Area) отображалось численное значение длины деления шкалы в пикселях. Записывались соответствующие значения длины шкалы на изображении в мкм ($L_{\text{шм}}$) и в пикселях ($L_{\text{шп}}$).

Площадь отслоения вычислялась по формуле

$$S_o = \frac{S_{л+о} L_{\text{шм}}^2}{L_{\text{шп}}^2} - S_{л} \text{ [мкм}^2\text{]}, \quad (2)$$

где $S_{л+о}$ — площадь выделенной области.

Полученные данные измерений использовались для определения коэффициента отслоения [7, 8]:

$$K_o = S_o / S_{л}, \quad (3)$$

где S_o — площадь отслоения покрытия вокруг лунки, оставшейся от индентора; $S_{л}$ — площадь проекции лунки.

Вычисленные средние значения K_o были оформлены в виде сводной таблицы и применялись для



Рис. 4. Шкала масштаба изображения и выделенная область

корреляции качественного и количественного методов оценки адгезионной прочности покрытия TiN с основой из WC [8, 9]. Для определения количественной оценки адгезии использовали скретч-тестер системы «Nanovea», производивший царапание изучаемой поверхности алмазным индентором [10].

Корреляция коэффициента отслоения с прочностью сцепления

K_0 (ср.)	0,8	0,55	0,4	0,31	0,23	0,11	0,07	Без отсл.
$\sigma_{\text{сцеп}}$ (ср.), МПа	30,0	35,0	40,0	45,0	50,0	55,0	60,0	65,0

Заключение

Методика оценки адгезионной прочности покрытий по их площади отслоения с определением коэффициента K_0 с помощью прибора «kaloMAX NT» и компьютерных программ «kaloSOFT» и «Photoshop» позволяет повысить точность измерения и использовать ее при отработке технологии нанесения покрытий, определении толщины покрытия и корректировке его состава. Корреляция результатов качественного и количественного метода дает возможность проводить их сравнительный анализ с данными по адгезионной прочности, полученными по другим методикам.

Основные отличительные черты предлагаемой методики следующие:

— определение площади отслоения покрытия с использованием компьютерных программ, что позволяет на современном уровне точно и быстро получить результат;

— сопоставление относительной оценки адгезионной прочности (измерение площади отслоения) и абсолютной (определение прочности сцепления на скретч-тестере) для использова-

ния результатов корреляции при экспресс-анализе;

— применение современного прецизионного оборудования для исследования свойств вакуумных износостойких покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007–2013 годы», госконтракт № 12.527.11.0001 от 10.05.2012 г.

Литература

1. Гринченко В.Т., Капралова Н.А., Кудряшев Н.И., Левин А.М. // Изв. РАН. Неорган. материалы. 1992. Т. 28, № 8. С. 1630.
2. Piekoszenwski J., Krajewski A., Senkara J., Stanis J. // Vacuum. 2003. Vol. 70. P. 307.
3. Sheng Zhu, Wlosinski W. // J. Mater. Proc. Technol. 2001. Vol. 109. P. 277.
4. Schmidbauer S., Hahn J., Richter F. // Surf. Coat. Technol. 1993. Vol. 59. P. 325.
5. VDI 3198:1992-08. Coating (CVD, PVD) of Cold Forging Tools. Düsseldorf: VDI-Verlag, 1991.
6. Riester L., Bell T.J., Fischer-Cripps A.C. // J. Mater. Res. Vol. 16, № 6. P. 1660.
7. Циркин А.В. // Разработка конструкций многослойных покрытий для повышения работоспособности торцовых фрез: Дис. ... канд. техн. наук. Ульяновск: УлГТУ, 2004.
8. Табаков В.П. Формирование износостойких ионно-плазменных покрытий режущего инструмента. М.: Машиностроение, 2008.
9. Табаков В.П., Смирнов М.Ю., Циркин А.В. Работоспособность торцовых фрез с многослойными износостойкими покрытиями. Ульяновск: УлГТУ, 2005.
10. Блинков И.В., Волхонский А.О., Кузнецов Д.В. // Изв. вузов. Цв. металлургия. 2011. № 4. С. 56.