

- and Plasma Flows (Tomsk, Sept. 19–24, 2010). Tomsk: IOA SB RAS, 2010. P. 359.
6. Блейхер Г. А., Кривобоков В. П., Пащенко О. В. Тепло-массоперенос в твердом теле под действием мощных импульсных пучков заряженных частиц. Новосибирск: Наука, 1999.
7. Блейхер Г. А., Кривобоков В. П. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2008. № 1. С. 23.
8. Bleykher G. A., Krivobokov V. P. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B. 2012. Vol. 292. P. 34.
9. Блейхер Г. А., Кривобоков В. П., Платонов М. А. // Изв. вузов. Физика. 2007. № 8. С. 49.

УДК 669.716.9

КЕРАМИКО-МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ (TiN–Cu) НАНОСТРУКТУРНЫЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ ВАКУУМНО-ДУГОВЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ РЕЖУЩЕГО ТВЕРДОСПЛАВНОГО ИНСТРУМЕНТА

© 2013 г. **И. В. Блинков, А. О. Волхонский, А. И. Лаптев, Т. А. Свиридова, Н. Ю. Табачкова, Д. С. Белов, А. В. Ершова**

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

И. В. Блинков – докт. техн. наук, профессор кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, В-49, Ленинский пр-т, 4). Тел.: (499) 236-70-85. E-mail: biv@misys.ru.

А. О. Волхонский – канд. техн. наук, ассистент той же кафедры. E-mail: abvest@yandex.ru.

А. И. Лаптев – докт. техн. наук, вед. науч. сотр. НИЛ «СТМ» НИТУ «МИСиС». E-mail: laptev@misys.ru.

Т. А. Свиридова – канд. физ.-мат. наук, науч. сотр. центра композиционных материалов НИТУ «МИСиС». E-mail: tim-170@yandex.ru.

Н. Ю. Табачкова – канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр. ЦКП «Металлургия и материаловедение» НИТУ «МИСиС». E-mail: ntabachkova@gmail.com.

Д. С. Белов – аспирант кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ «МИСиС». E-mail: lightning4s@yandex.ru.

А. В. Ершова – студентка той же кафедры.

Проведены исследования по изучению структуры и свойств покрытий TiN–Cu с широким интервалом концентраций меди ($C_{Cu} = 0,6 \div 20$ ат.%), полученных методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения на твердосплавном режущем инструменте ТТ10К8Б, включая его стойкостные испытания по резанию. Введение меди в состав покрытия приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы от 100 до 20 нм. При этом твердость покрытий растет с 20 до 40 ГПа при увеличении C_{Cu} до 7–8 ат.%. Дальнейшее повышение содержания меди, сопровождающееся измельчением кристаллитов нитридной фазы, характеризуется уменьшением твердости до 14–15 ГПа, которое связано с влиянием на нее мягкого пластичного металла. Проведенные стойкостные испытания по резанию стали 35ХГСА сменных многогранных пластин (СМП) с покрытиями TiN–Cu свидетельствуют о том, что оптимально подобранный состав (TiN – 7–8 ат.% Cu) увеличивает стойкость СМП более чем в 6 и 2,5 раза по сравнению с инструментом без покрытия и с покрытием TiN, нанесенным по базовой технологии, соответственно.

Ключевые слова: ионно-плазменное осаждение, покрытия для режущего инструмента, структуро- и фазообразование в системе Ti–Cu–N, твердость покрытий, стойкость инструмента с покрытием, наноструктурирование.

Studies of structure and properties of TiN–Cu coatings with a wide interval of copper concentrations from 0,6 to 20 at. % have been carried out including its cutting action tests. The coatings were produced by the ion-plasma vacuum-arc deposition onto TT10K8B carbide cutting tool. Introduction of copper into the composition of the coating results in nitride phase crystallite size reduction from 100 to 20 nm. In this case the hardness of coatings grows from 20 to 40 GPa while copper content in the coating increases up to 7–8 at. %. Further increase of copper content, which is accompanied by nitride phase crystallite size reduction, is characterized by decrease of hardness down to 14–15 GPa concerned with the effect of soft ductile metal on it. The life tests of mechanical cutting by TiN–Cu coated 35KhGSA SMP steel show that the optimum composition of the coatings (TiN – 7–8 at. % Cu) increases the durability of tools with replaceable polygonal inserts (SMP) more than 6 and 2,5 times compared with uncoated tool and TiN coated tool according to the basic technique respectively.

Key words: ion-plasma deposition, coatings for machining tools, structure and phase formation in the Ti–Cu–N system, hardness of coatings, durability of coated tool, nanostructurization.

Получение нитридных покрытий различного функционального назначения с размером зерен менее 100 нм (наноструктурирование) дает возможность реализовать в них высокие значения твердости, сочетающейся с пластичностью, что

обеспечивает повышенные характеристики износостойкости в условиях как постоянных, так и знакопеременных нагрузок [1–3]. Одним из возможных путей ограничения роста зерен материала покрытия в процессе его осаждения является

введение в состав формируемого слоя компонентов, распределенных по поверхности зародышей основной фазы покрытия [4–6]. Главным критерием при выборе этих модифицирующих добавок должно быть отсутствие заметного растворения в нитридной фазе и склонности к нитридообразованию.

В работах [5–8] проанализирована возможность использования меди и никеля для наноструктурирования покрытий на основе нитрида титана и показано, что определенное содержание этих элементов приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы. Это, в свою очередь, способствует росту твердости материала покрытия. Вместе с тем сделать вывод о перспективности использования данных составов покрытий для режущего инструмента на основе полученных результатов нельзя, поскольку они наносились на модельные подложки. Кроме того, авторами не были проведены исследования режущих свойств инструмента с сформированными покрытиями, которые, являясь многопараметрическими характеристиками, неоднозначно зависят от твердости пленок.

В настоящей работе выполнены исследования по изучению структуры и свойств покрытий TiN–Cu с широким интервалом концентраций меди, полученных методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения на твердосплавном режущем инструменте ТТ10К8Б, включая его испытания на стойкость при резании.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Покрытия наносились на установке ионно-плазменного вакуумно-дугового напыления типа «Булат», включающей 3 испарительных катода с сепараторами капельной фазы в атмосфере реакционного газа – азота ($P_{N_2} = 3 \cdot 10^{-3}$ Па). Использовались катоды из сплава ВТ-5, меди, а также из их комбинации. Ток испаряющей дуги (I_d) равнялся 120 А, отрицательное напряжение смещения (U_c), подаваемое на подложку, изменялось от –80 до –140 В. Время напыления покрытий составляло около 90 мин, их толщина была в пределах 3,9–4,1 мкм.

Изучение морфологии и состава образцов осуществлялось с применением полевого растрового

электронного микроскопа JSM-6700F с приставкой для энергодисперсионной спектроскопии JED-2300F фирмы «JEOL», Япония.

Для оценки фазового состава покрытия проводилась съемка на дифрактометре Дрон-4 с использованием CoK_α -излучения и графитового монохроматора на дифрагированном пучке в асимметричной геометрии (угол между падающим лучом и поверхностью образца составлял $\alpha = 5^\circ$) [9]. Количественный фазовый анализ выполнялся с использованием метода Ритвельда [10]. Для определения среднего размера блоков и величины микродеформаций решетки нитрида титана осуществлялась съемка двух отражений (111) и (222) в симметричной геометрии. Выделение физического уширения проводилось совместной аппроксимацией двух порядков отражений эталона и образца псевдофункциями Фойгта [11]. В качестве эталона использовался порошок мелкозернистого (10–20 мкм) германия.

Для структурных исследований покрытий применялся просвечивающий электронный микроскоп JEM 2100 высокого разрешения фирмы «JEOL», Япония. Его разрешение по точкам составляет 2,3 Å и по линиям – 1,4 Å, максимальное ускоряющее напряжение 200 кВ и прямое увеличение до 1,5 млн раз. В качестве источника электронов служит катод LaB₆.

Для утонения образца использовалось ионное травление с помощью установки PIPS (Precision Ion Polishing System, Gatan). Утонение в этом методе происходит за счет бомбардировки ионами аргона.

Твердость (H) и модуль упругости (E) покрытий измерялись методом непрерывного индентирования, которое осуществлялось на микроиндентометре Micro-Hardness Tester («CSM Instruments») при фиксированной нагрузке 300 мН. Глубина проникновения индентора контролировалась таким образом, чтобы она не превышала 10 % от толщины покрытия (для ограничения влияния материала подложки).

Исследования режущих свойств при непрерывном резании (продольном точении) осуществлялись на токарном станке в соответствии с ISO 3685:1993. Обработываемый материал – цилиндрическая заготовка диаметром 200 мм из стали 35ХГСА. Режим резания: скорость $V = 200$ м/мин, подача $S = 0,2$ мм/об, глубина

резания $t = 1,0$ мм. Объектом изучения служили твердосплавные квадратные пластины без центрального отверстия размером $12,7 \times 12,7 \times 4,75$ мм (SNUN 120408). Критерием износа служил износ задней поверхности пластины с покрытием ($h^{\max} = 0,5$ мм) и без него ($h^{\max} = 0,8$ мм). Величину h^{\max} измеряли на оптическом микроскопе, фиксируя время работы инструмента (стойкость) и путь, пройденный им до момента наступления заданного износа.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Внешний вид сформированных покрытий TiN–Cu не отличается от вида ионно-плазменных покрытий, не содержащих металлической фазы [12]. Они характеризуются ячеистой структурой с шероховатостью $R_a \sim 0,2 \div 0,3$ мкм (рис. 1). Для образцов пленок с добавкой 20 ат.% Cu характерна достаточно рыхлая структура, плотность которой с уменьшением количества меди увеличивается.

Содержание меди при фиксированных значениях $I_d = 120$ А и $U_c = -120$ В варьировалось в покрытиях в пределах от 0,6 до 20 ат.% за счет изменения соотношения площадей поверхности испаряющихся катодов из сплава ВТ-5 и меди от 5 до 1. Рост U_c от -80 до -140 В, обуславливающий повышение энергии напыляемых ионов, бомбардирующих подложку, при неизменных значениях отношения площади поверхности катодов из ВТ-5 и Cu (2,4) и тока испаряющих их электрических дуг ($I_d = 120$ А) приводил к уменьшению концентрации меди в покрытии с 9 до 1,7 ат.% при равномерном ее распределении по всей поверхности подложки. При этом несколько снижалось (с 0,91

до 0,86) и содержание азота по отношению к нитридообразующему элементу – титану. Увеличение нестехиометричности TiN подтверждается и периодом его решетки: $a = 4,239$ и $4,207$ Å соответственно для образцов, полученных при $U_c = -80$ и -140 В. Данный эффект связан с предпочтительным распылением из покрытия как самого легкого элемента – азота, так и меди, энергия связи которой меньше, чем титана в нитриде.

Рентгеновский фазовый анализ свидетельствует о наличии во всех образцах пленок нитрида титана и меди ($C_{Cu} = 20 \div 9$ ат.%). При меньших количествах Cu линии ее рентгеновской дифракции на рентгенограммах не наблюдались.

Установлено, что уровень микродеформаций (ϵ) нитридной фазы покрытия снижается от 1,08 до 0,3 % (рис. 2) с возрастанием содержания меди, что может быть связано с релаксирующим влиянием на них пластичной металлической фазы. Значения растягивающих макронапряжений в полученных образцах, определенные методом $\sin^2\psi$, составляли от 60 ± 40 до 90 ± 40 МПа, что свидетельствует об отсутствии в них заметного напряженного состояния.

Были определены размеры ОКР нитридной фазы композита, составившие значения ~ 15 нм, и выявлено, что они мало зависят от количества меди в покрытии.

На рис. 3 приведены фотографии структуры пленок TiN–Cu, содержащих 20 и 7 ат.% Cu, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии. Из его данных видно, что средний размер кристаллитов нитрида титана (d), оцененный по темнопольным изображениям структуры покрытий и фотографиям отдельных частиц, изменяется от 20 до 100 нм при уменьшении содер-

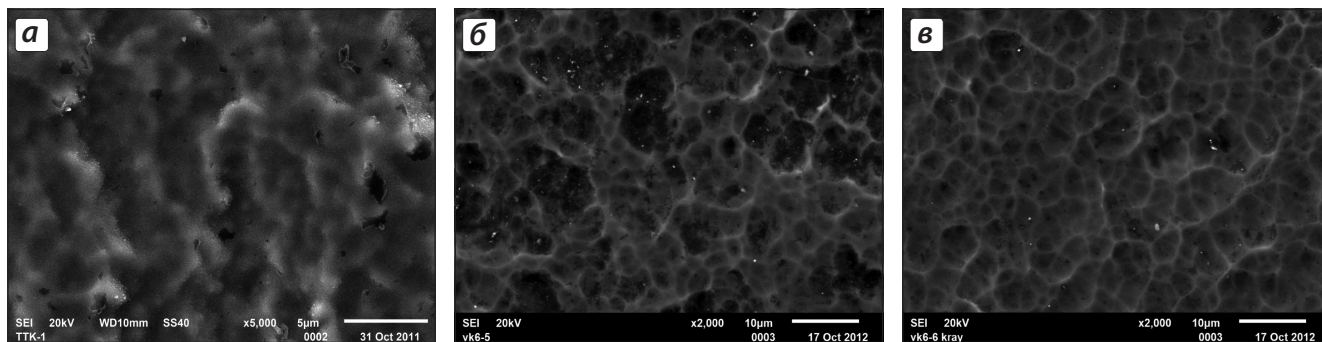


Рис. 1. Внешний вид покрытий TiN–Cu с различным содержанием меди C_{Cu} , ат.‰: 20 (а), 9 (б) и 3 (в)

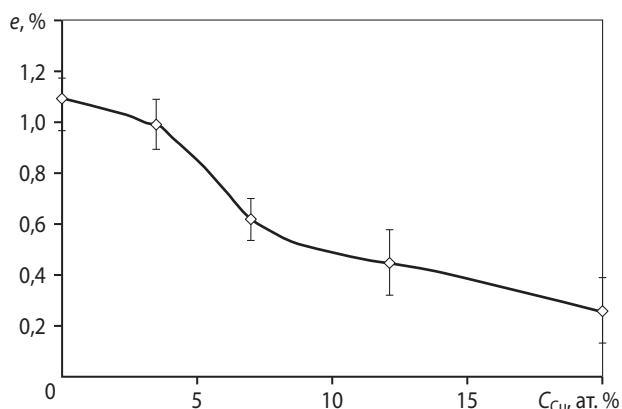


Рис. 2. Изменение значений микродеформаций TiN в покрытиях TiN-Cu в зависимости от содержания меди

жания меди от 20 ат.% до 0 (чистый нитрид титана) (рис. 4). Сопоставление их величин с размерами ОКР показывает, что зерна нитридной фазы фрагментированы малоугловыми границами на субзерна. Покрытия состоят из случайно ориентированных относительно друг друга кристаллитов. Об этом говорят ярко выраженные кольца на электронограмме (см. рис. 3, ж). Отсутствие заметной текстуры нитридной фазы подтверждается и данными рентгеноструктурного анализа, который свидетельствует о большей интенсивности линии рентгеновской дифракции TiN (200) по отношению к (111). Уменьшение размера кристаллитов нитридной фазы с увеличением кон-

центрации меди говорит о ее блокирующем влиянии на процесс роста зерен TiN.

Однако, как видно из графика рис. 4, с возрастанием содержания Cu более 7–10 ат.% заметного измельчения структуры покрытия не происходит. Данный факт может свидетельствовать о том, что именно это количество меди обеспечивает полное покрывание растущих зерен нитрида титана, и дальнейшее ее введение в состав покрытия с целью измельчения структуры нитридной фазы нецелесообразно.

Этот вывод подтверждается и результатами определения твердости сформированных слоев. Ее средняя величина по 12 измеренным значениям уменьшалась с 46–49 до 14–15 ГПа для покрытий, содержащих от 3,5 до 20 ат.% меди соответственно. Это может говорить о возрастающем влиянии на эту характеристику (по мере увеличения C_{Cu}) не уменьшающегося размера кристаллитов, а растущего содержания в композите мягкого пластичного металла. Снижение твердости нанесенного покрытия может отрицательно сказаться на стойкости (или наработке до отказа) режущего инструмента, являющейся важнейшим критерием для оценки его работоспособности и эффективности.

Она оценивалась для сменных многогранных пластин (СМП) с нанесенными покрытиями

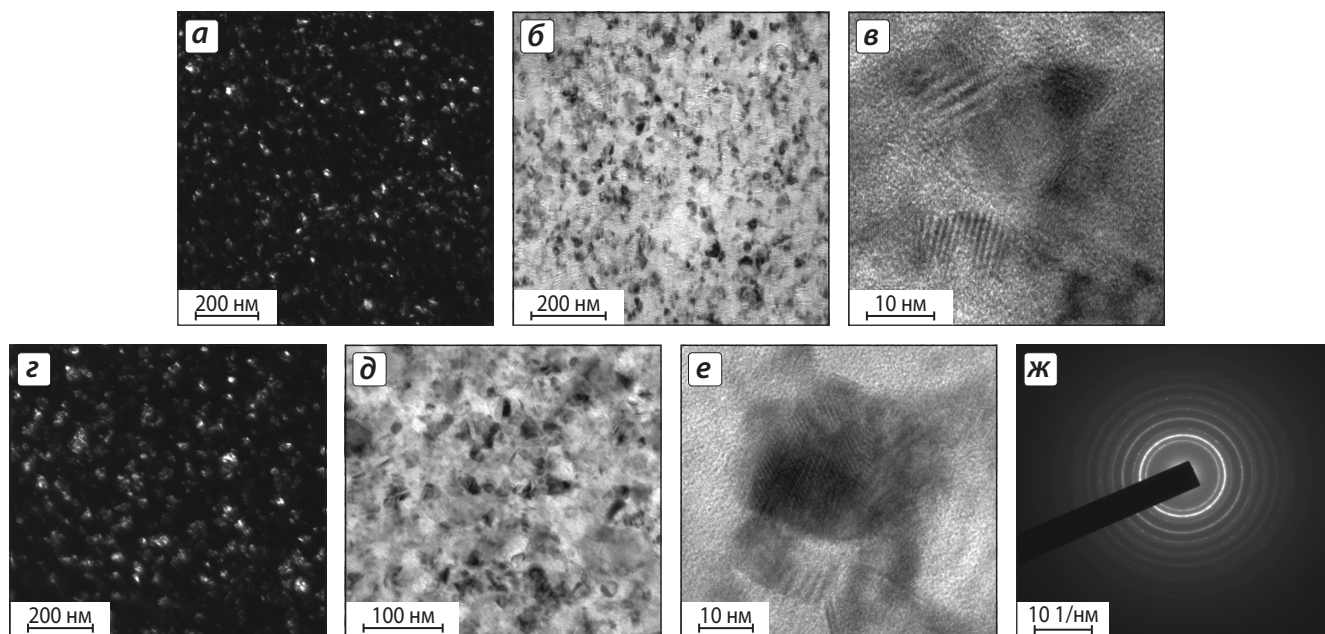


Рис. 3. Электронно-микроскопические изображения структуры покрытий TiN-Cu с содержанием меди: 20 (а–в) и 7 ат.% (з–е) а, з – темнопольное; б, д – светопольное; в, е – высокого разрешения; ж – электронограмма покрытия TiN-20ат.%Cu

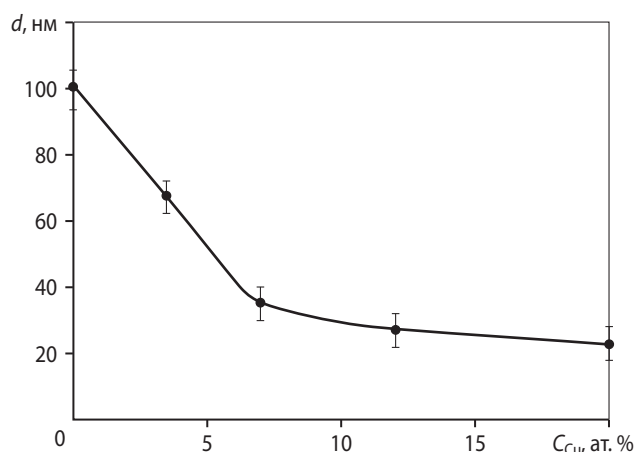


Рис. 4. Зависимость размера кристаллитов TiN в покрытии TiN-Cu от содержания меди

TiN-Cu по зависимостям величины износа их задней поверхности (h^{\max}) от времени резания (рис. 5). В областях приработки и нормального износа изнашивание инструмента с покрытием уменьшается. Присутствие меди в покрытии до определенного значения C_{Cu} увеличивает стойкость СМП. Ее максимальным значением (> 6) обладают твердосплавные пластины с покрытием, содержащим 7–8 ат.% Cu. Они характеризуются твердостью ~ 40 ГПа. Однако дальнейший рост C_{Cu} в композите приводит к существенному снижению его твердости, а следовательно, и износостойкости.

Для оценки влияния добавки меди на работоспособность покрытия из нитрида титана, нанесенного на режущий инструмент, надо иметь в виду не только ее модифицирующее воздействие на структуру покрытия, но и то, что она существенно влияет на его теплопроводность (λ). Повышение концентрации Cu увеличивает теплоотвод из зоны контакта режущей кромки инструмента с обрабатываемым материалом, что способствует уменьшению температуры в зоне резания. Проведенный анализ теплопроводности покрытий TiN-Cu по правилу Курнакова [13], аддитивно связывающему характеристики композита со свойствами компонентов через их массовые концентрации, показал, что для покрытия TiN-20ат.%Cu величина λ возрастает до 116 Вт/(м·К) против 37 Вт/(м·К) – значения λ , характерного для TiN, а для образца TiN-7ат.%Cu теплопроводность составляет 65 Вт/(м·К).

Кроме этого, мягкая пластичная медь может существенно влиять на трибологические свойства

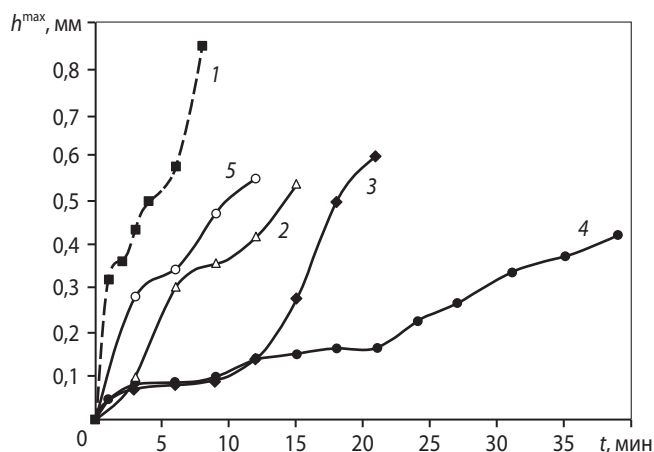


Рис. 5. Зависимость величины износа СМП ТТ10К85 по ее задней поверхности от времени резания при продольном точении стали 35ХГСА
1 – без покрытия, 2–5 – с покрытием TiN-Cu, содержащим 0 (2), 3,5 (3), 7 (4) и 20 (5) ат.% Cu

композитного покрытия, в частности уменьшая коэффициент трения, что должно положительно сказаться на стойкости твердосплавного режущего инструмента с керамико-металлическими покрытиями TiN-Cu.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения получены керамико-металлические покрытия TiN-Cu ($C_{Cu} = 0 \div 20$ ат.%) на твердосплавном режущем инструменте.

Установлено, что введение меди в состав покрытия приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы от 100 до 20 нм при изменении ее концентрации в указанном выше интервале. При этом твердость покрытий растет с 20 до 40 ГПа при увеличении C_{Cu} до 7–8 ат.%. Однако при превышении этого значения, сопровождающемся измельчением кристаллитов нитридной фазы, твердость снижается до 14–15 ГПа, что связано с влиянием на нее мягкого пластичного металла.

В работе высказано предположение о влиянии на стойкость режущего инструмента с нанесенным покрытием TiN-Cu его увеличивающейся теплопроводности, по мере роста содержания в нем меди, а также об изменяющихся при этом трибологических свойствах.

Проведенные стойкостные испытания по резанию стали 35ХГСА СМП с покрытиями TiN-Cu

свидетельствуют о том, что оптимально подобранный их состав ($\text{TiN} - 7 \div 8 \text{ ат.}\% \text{Cu}$) увеличивает стойкость пластин более чем в 6 и 2,5 раза по сравнению с инструментом без покрытия и с покрытием TiN , нанесенным по базовой технологии, соответственно.

*Работа выполнена при финансовой поддержке
Министерства образования и науки РФ
при частичном использовании оборудования
ЦКП «Материаловедение и металлургия»
НИТУ «МИСиС».*

ЛИТЕРАТУРА

1. Штанский Д. В., Кулинич С. А., Левашов Е. А., Moore J. J. // Физика твердого тела. 2003. Т. 45, № 6. С. 1122–1129.
2. Блинков И. В., Волхонский А. О., Юдин А. Г. // Физика и химия обраб. матер. 2011. № 6. С. 18.
3. Volkhonsky A., Blinkov I. V. // Rus. J. Non-Ferrous Metals. 2012. Vol. 53, № 3. P. 259–265.
4. Veprek S., Veprek-Heijman M. G. J., Karvankova P., Prochazka J. // Thin Solid Films. 2005. Vol. 476. P. 1–9.
5. Ivanov Yu. F., Koval N. N., Krysin O. V. et al. // Surface and Coat. Technol. 2012. Vol. 207. P. 430–434.
6. Patsalas P., Abadias G., Matenoglou G. M. et al. // Ibid. 2010. Vol. 205. P. 1324–1330.
7. Li Z. G., Miyake S., Kumagai M. et al. // Ibid. 2004. Vol. 183. P. 62–68.
8. Akbari A., Riviere J. P., Templier C., Bourhis E. Le // Ibid. 2006. Vol. 200. P. 6298–6302.
9. Шелехов Е. В., Иванов А. Н., Фомичева Е. И. // Завод. лаб. 1989. № 12. С. 41–45.
10. Шелехов Е. В., Свиридова Т. А. // МиТОМ. 2000. № 8. С. 16–19.
11. Иванов А. Н., Шелехов Е. В., Кузьмина Е. Н. // Завод. лаб. Диагностика материалов. 2004. Т. 70, № 11. С. 29–33.
12. Блинков И. В., Анкин В. Н., Волхонский А. О. и др. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2009. № 1. С. 44–52.
13. Дульнев Г. Н., Заричняк Ю. П. Теплопроводность смесей и композиционных материалов: Справочник. Л.: Энергия, 1974.

Уважаемые авторы и читатели!

Предлагаем вам подписаться на журнал

«Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия»

Оформить подписку можно в местных отделениях связи по каталогам АО «Роспечать» (индекс **80752**) и АПР, т. 1 (индекс **44337**), а также непосредственно в редакции

Журнал выходит 4 раза в год

Стоимость подписки на II полугодие 2013 г. составляет **2000** руб.

Справки по тел./факс: (495) 638-45-35

E-mail: izv.vuz@misis.ru