

УДК 378.14

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ АДГЕЗИОННОЙ ПРОЧНОСТИ Mo-Ti-N И Mo-Cu-N ПОКРЫТИЙ

Анищик В.М.¹, Кулешов А.К.¹, Углов В.В.¹, Русальский Д.П.¹, Сыщенко А.Ф.²¹Белорусский государственный университет

Минск, Республика Беларусь

²ЗАО «БМЦ»

Минск, Республика Беларусь

В настоящее время широкое распространение получили различные методы нанесения покрытий, а наиболее важным для практического применения является такое свойство покрытий, как прочность их сцепления с матрицей – адгезия. В связи с этим необходимо развитие методов и приборов (скретч-тестеры), которые могли бы контролировать адгезию, однако в СНГ эта проблематика исследована недостаточно.

Принцип работы скретч-тестеров основан на известном методе склерометрии (испытание царапанием). Этот метод основан на контролируемом царапании индентором на выбранном участке образца. Наконечник индентора перемещается по поверхности образца с возрастающей нагрузкой. Величина критической нагрузке, при которой покрытие начинает разрушаться, является характеристикой адгезионной прочности [1].

В настоящей работе представлены результаты использования разработанной нами установки для тестирования покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N на твердосплавных пластинах.

Установка состоит из столика с держателем образца и датчиком акустической эмиссии, блока перемещения столика с датчиком перемещения и датчиком измерения силы трения, индентора, блока нагружения с датчиком измерения нагрузки, блока оптической регистрации с микроскопом и видеокамерой, блока управления, обработки и передачи данных на ПЭВМ.

Прибор работает следующим образом. На столике держателя образца закрепляется исследуемый образец с покрытием и на его поверхность устанавливается индентор. По команде блока управления шаговый двигатель нагружения начинает по заданному алгоритму увеличивать давление на датчик силы и через него на индентор. Одновременно второй шаговый двигатель начинает с заданной скоростью перемещать столик держателя образца через второй датчик силы, который регистрирует возникающую силу трения. Также со столиком держателя образцов связан датчик перемещения. В процессе измерения управляющий блок осуществляет прием данных от датчиков силы, перемещения и акустического, который прикреплен к держателю образца. По окончании измерений можно изучить царапину на покрытии при помощи микроскопа с видеокамерой.

В «скретч-тестере» весь блок нагружения расположен вертикально. Такая схема расположения

менее требовательна к размерам исследуемого образца по высоте и позволяет упростить процедуру начального позиционирования индентора на его поверхность. Использование датчика перемещения позволяет более точно определять длину скрайбирования по сравнению со счетом шагов шагового двигателя. Кроме того, использование датчика силы для измерения силы трения в блоке перемещения дает дополнительную возможность (наряду с акустической эмиссией) регистрации момента разрушения или отрыва покрытия по динамике изменения коэффициента трения в процессе теста.

Скретч-тестер обладает следующими основными характеристиками: нагружение индентора до нагрузки 200 Н с разрешением 5 мН; регистрация силы трения при царапании с разрешением 5 мН; измерение перемещения образца с разрешением 0,5 мкм; скорость царапания от 0,4 до 100 мм/мин; регистрация сигнала акустического датчика; анализ изображения царапины при помощи микроскопа с видеокамерой.

На рисунке 1 представлены результаты тестирования скретч-тестера на образце ножа из твердого сплава с покрытием ZrN/Cu. Установлено, что адгезионная прочность – нагрузка, при которой происходит отрыв покрытия при скрайбировании, такой системы составляет около 7,2 Н.

Объектами исследования являлись образцы твердого сплава в виде ножей для фрезерного деревообрабатывающего инструмента, состоящие из карбида WC и связующего Co (3 ат. %) твердостью 18 ГПа.

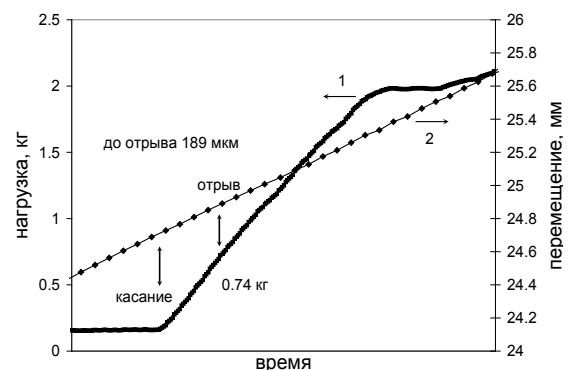


Рисунок 1 – Результаты тестирования скретч-тестера на образце ножа из твердого сплава с покрытием ZrN/Cu 3 мкм: графики нагружения (1) и перемещения (2) (также отмечены моменты касания и отрыва)

Осаждение нитридных молибден-титано-вых (Mo-Ti-N) и молибден-медных (Mo-Cu-N) покрытий на образцы твердого сплава проводилось методом конденсации с ионной бомбардировкой при одновременном горении дуг двух катодов: Mo и Ti в первом случае и Mo и Cu во втором. Толщина покрытий составила 2–3 мкм.

Фазовый состав покрытий исследовался методом рентгеноструктурного анализа при помощи дифрактометра Ultima IV в CuK α излучении при скользящем падении рентгеновских лучей в 5°. Микротвердость поверхностных слоев измерялась методом Кнуппа на приборе Wilson Instruments 402MVD (нагрузка 0,25 Н, глубина индентирования 0,3–0,4 мкм).

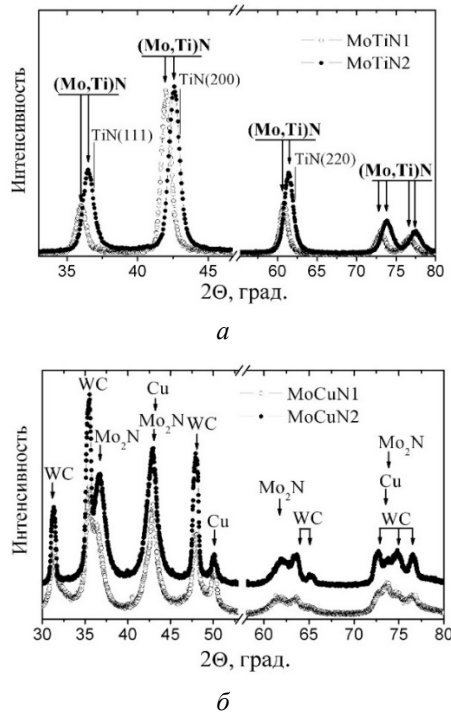


Рисунок 2 – Рентгенограммы образцов: а – покрытия Mo-Ti-N; б – покрытия Mo-Cu-N

Анализ дифрактограмм Mo-Ti-N покрытий (рисунок 2а) показал, что дифракционные рефлексы покрытий близки к табличным значениями нитрида титана TiN с небольшим сдвигом (до 0,5°) в область меньших дифракционных углов. Дифракционные рефлексы молибдена или нитрида молибдена на дифрактограмме не наблюдались. Таким образом, сформированные покрытия представляют собой твердый раствор замещения в решетке TiN атомов титана молибденом – (Mo,Ti)N.

На дифрактограммах Mo-Cu-N покрытий (рисунок 2б) помимо рефлексов карбида вольфрама WC из подложки имеются дифракционные рефлексы нитрида молибдена Mo₂N и меди. Наблюдается сдвиг (до 1°) экспериментальных дифракционных рефлексов относительно табличных значений для Mo₂N в область меньших дифракционных углов. Учитывая, что образование нитридных фаз меди не произошло, а медь не растворяется в Mo₂N, можно предположить, что этот сдвиг обусловлен превышением стехиометрической концентрации азота в Mo₂N.

По результатам исследований установлено, что микроструктура Mo-Ti-N и Mo-Cu-N покрытий различна. Для Mo-Ti-N покрытия характерна значительно более дисперсная разупорядоченная микроструктура.

Измерение адгезионной прочности с помощью скретч-тестера показало, что твердость покрытий Mo-Ti-N превышает твердость Mo-Cu-N покрытий (таблица 1). Из таблицы следует, что Mo-Ti-N покрытия обладают твердостью большей (до 40 ГПа), чем твердость известных нитридных покрытий, коммерчески используемых в промышленности, таких как TiAlN, (TiCrAlY)N, TiCN и других, максимальное значение твердости которых находится в интервале 28–34 ГПа [2]. Установлено, что адгезионная прочность покрытий Mo-Ti-N составляет около 22 Н, а покрытий Mo-Cu-N – 4 Н. Такое отличие механических свойств покрытий объясняется их различной структурой – твердый раствор (Mo,Ti)N на базе нитрида титана TiN с повышенными механическими свойствами в первом случае и смесь нитрида молибдена Mo₂N и свободной меди во втором.

Таблица 1 – Механические свойства покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N

Образец	Твердость, ГПа	Адгезионная прочность, Н
MoTiN1	40 ± 2	22
MoTiN2	34 ± 2	20
MoCuN1	22 ± 1	4
MoCuN2	28 ± 1	4

1. TiN coating adhesion studies using the scratch test method / Valli J. // Journal of Vacuum Science and Technology A3. – 1985. – № 6. – P. 2411-2414.
2. Береснев, В.М. Нанокристаллические и нанокompозитные покрытия, структура, свойства / В.М. Береснев [и др.] // Физическая инженерия поверхности. – 2007. – Т. 5. – № 1-2. – С. 4-27.