

ОСОБЕННОСТИ ФАЗООБРАЗОВАНИЯ ПОКРЫТИЙ (Cr, Al)N, ОСАЖДАЕМЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА

Харлан Ю.А., Латушкина С.Д., Комаровская В.М., Шкробот В.А., Мартинкевич Я.Ю.

Физико-технический институт НАН Беларуси
г. Минск, Республика Беларусь

Проведен фазовый анализ, определены физико-механические характеристики вакуумно-плазменных покрытий (Cr,Al)N. Установлено, что многокомпонентные покрытия (Cr,Al)N характеризуются повышенной твердостью, что позволяет использовать их в качестве защитных.

Ключевые слова: вакуумно-дуговое осаждение, многокомпонентные покрытия

THE FEATURES OF PHASE FORMATION OF (Cr, Al)N COATINGS DEPOSITED BY THE USE OF A VACUUM ARC PLASMA

Harlan Y.A., Latushkina S.D., Komarovskaya V.M., Shkrobot V.A., Martinkevich J.Y.

Physical-technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus
Minsk, Republic of Belarus

Phase analysis was performed. The physical-mechanical characteristics of (Cr, Al)N vacuum-plasma coatings were determined. It has been established that (Cr, Al)N multicomponent coatings are characterized by increased hardness which allows them to be used as protective coatings.

Keywords: vacuum arc deposition, multicomponent coatings

E-mail: phti@tut.by

Введение

Тройные покрытия на основе переходных металлов в настоящее время вызывают большой интерес для получения структур с различными механическими свойствами. Разнообразие процессов кристаллизации и возможность изменения элементного и фазового состава по толщине растущего слоя при использовании физических методов осаждения позволяет получить оптимальные характеристики защитных покры-

тий: высокую твердость, тепло-, износо- и коррозионную стойкость. К наиболее износостойким следует отнести тройные нитридные системы, содержащие Cr, такие как (Ti,Cr)N, (Cr,Al)N и (Cr,Ta)N в связи с хорошей износостойкостью нитрида хрома. Однако в настоящий момент недостаточно сведений о механических и, главным образом, трибологических свойствах покрытий системы (Cr,Al)N [1–3].

Цель настоящей работы заключалась в исследовании особенностей фазо- и структурообразования, а также физико-механических свойств многокомпонентных покрытий (Cr,Al)N, осажденных из потоков сепарированной плазмы, в зависимости от технологических параметров осаждения.

Методика эксперимента

Формирование покрытий (Cr,Al)N осуществлялось с использованием модернизированной установки для нанесения упрочняющих покрытий О1ИИ-6-008, оснащенной сепаратором макрочастиц, путем одновременного распыления катодов из хрома и алюминия в среде очищенного азота при парциальном давлении $1,5 \cdot 10^{-1}$ Па. Покрытия были осаждены на пластины из стали марки 12Х18Н10Т и твердого сплава марки ВК8. Потенциал смещения составлял 80 В. Соотношение элементов в составе покрытий регулировалось изменением токов дуговых разрядов для используемых катодов.

Исследование морфологии поверхности и фрактограмм покрытий проводилось на растровом микроскопе Hitashi S-480. Рентгеноструктурный анализ выполнен с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3 в интервале углов $30\text{--}100^\circ$ в фильтрованном $\text{Cu-K}\alpha$ излучении. Элементный состав покрытий определялся методом рентгеноспектрального микроанализа с использованием электронного микрозонда JXA 8500-F.

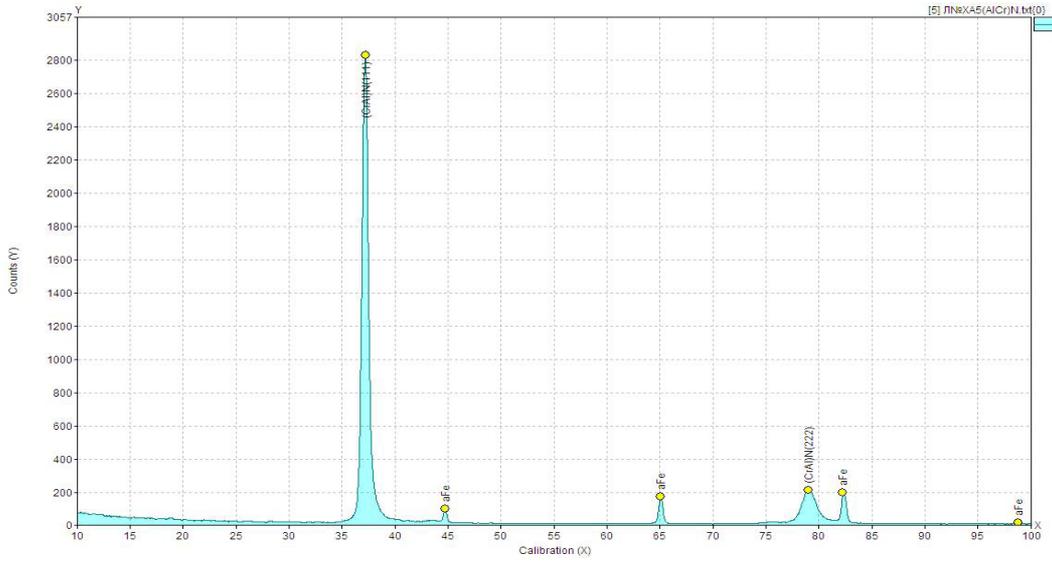
Для проведения трибологических исследований использовался испытательный стенд, реализующий трение по схеме «сфера – плоскость». Принцип действия испытательного стенда заключается в истирании пары «сфера – плоскость» при круговом вращении плоскости с использованием нормальной статической нагрузки на воздухе при отсутствии смазки. Исследования проводились при следующих параметрах: контртело – шарик $\varnothing 10$ мм, изготовленный из стали ШХ15, нагрузка на контртело составляла 0,4 Н, скорость – 120 об/мин, время испытаний – 1 ч.

Измерения микротвердости покрытий осуществлялись с помощью нанотвердомера Duramin 5 при нагрузке 25 г для предотвращения прокалывания покрытий.

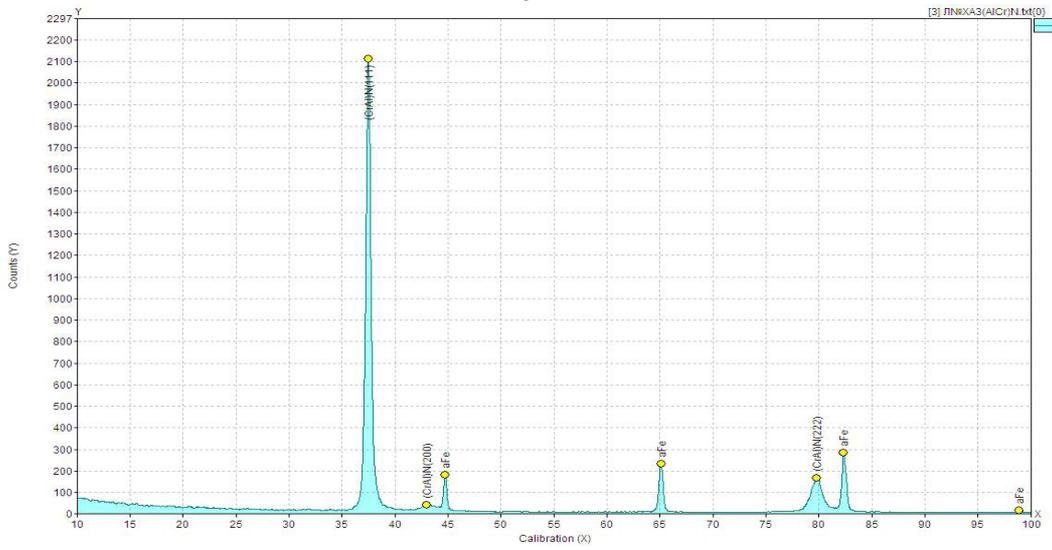
Результаты

Согласно диаграмме состояния системы Al–Cr [4] элементы Al и Cr обладают неограниченной растворимостью друг в друге, что может способствовать образованию твердых растворов и реализации механизма твердорастворного упрочнения (рис. 1).

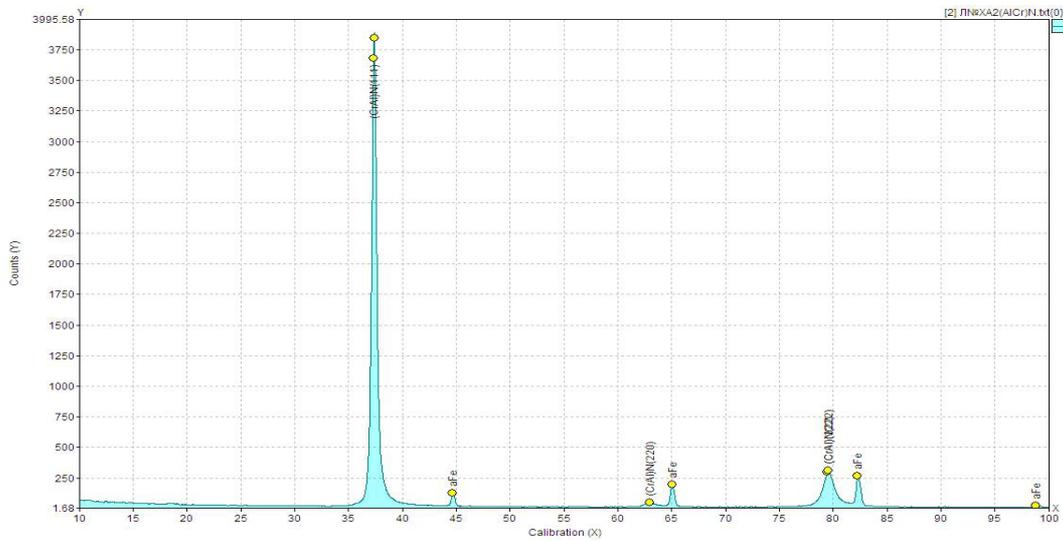
Для оптимизации технологических параметров осаждения покрытий с высокими эксплуатационными свойствами в настоящей работе изучались особенности фазо- и структурообразования покрытий (Cr,Al)N в зависимости от элементного состава. В результате рентгеновских исследований (рис. 2) было установлено, что в осажденных покрытиях (Cr,Al)N вне зависимости от соотношения элементов Al, Cr основной кристаллической составляющей является твердый раствор Al в кубической решетке CrN структурного типа NaCl.



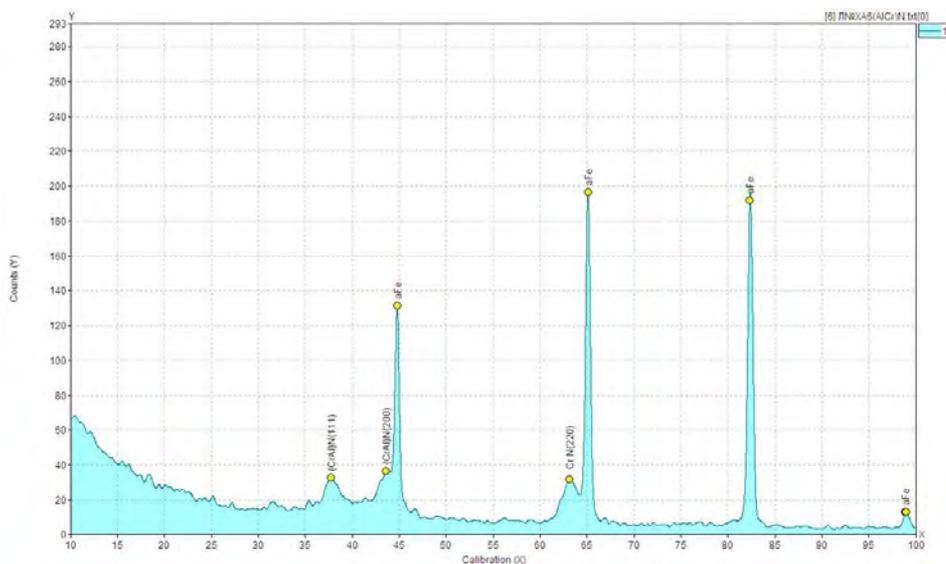
β



B



Γ



д

Рис. 2. Рентгеновские диффрактограммы покрытия (Cr, Al)N с различной концентрацией Cr, at. %: а – 24,24; б – 32,01; в – 36,08; г – 36,67; д – 40,83

Как показали результаты рентгеноструктурных исследований покрытий (Cr,Al)N, в интервале концентраций хрома в 24–36,7 ат. % интенсивность отражения от кристаллографической плоскости (111) имеет ярко выраженный пик. Следует отметить, что преимущественная ориентация (111), возможно, связана с минимизацией общей свободной энергии покрытия, которая включает в себя энергию деформации и поверхностную энергию. При увеличении содержания Cr свыше 40,0 ат. % в покрытии наблюдается значительное уменьшение интенсивности отражения от плоскости (111) и возрастание интенсивности фона рентгеновского излучения на малых углах отражения, что может свидетельствовать об изменении текстуры покрытия и увеличении доли рентгеноаморфной составляющей в покрытии, полученном при данных режимах осаждения.

Согласно полученным результатам (табл. 1), с увеличением содержания Cr в покрытии, параметр решетки увеличивается от 0,4163 нм до 0,4196 нм, приближаясь, согласно правилу Вегарда, к табличному значению для CrN.

Табл. 1

Структурные характеристики покрытий (Cr,Al)N

№	$P \times 10^{-1}$, Па	I_{Cr} , А	I_{Al} , А	Содержание элементов, ат. %			d , нм	L , нм	Фазы
				Cr	Al	N			
1	1,5	60	80	24,24	26,92	45,58	0,4163	20	(Cr, Al) N
2		80	80	32,01	17,39	45,79	0,4176	23	(Cr, Al) N
3		80	40	36,08	13,11	45,25	0,4178	18	(Cr, Al) N
4		100	80	36,67	12,03	46,38	0,4196	16	(Cr, Al) N
5		80	60	40,83	13,84	36,15	0,4165	11	(Cr, Al) N, CrN

Как следует из расчетов с использованием уравнения Селякова-Шеррера, для покрытий (Cr,Al)N характерна нанокристаллическая структура с размером кристаллитов порядка 11–23 нм, причем, с увеличением содержания Cr их размер уменьшается.

В ходе исследования влияния концентрации элементов на микротвердость покрытий (Cr,Al)N (рис. 3) было установлено, что увеличение концентрации хрома приводит к снижению микротвердости, в то время как для алюминия эта зависимость носит экстремальный характер (рис. 3).

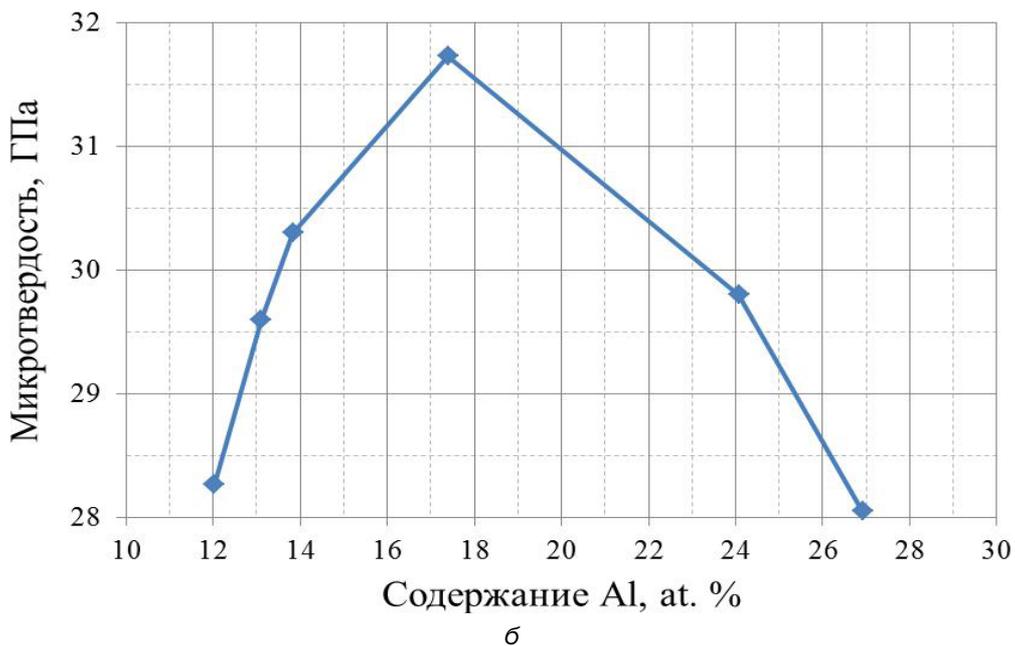
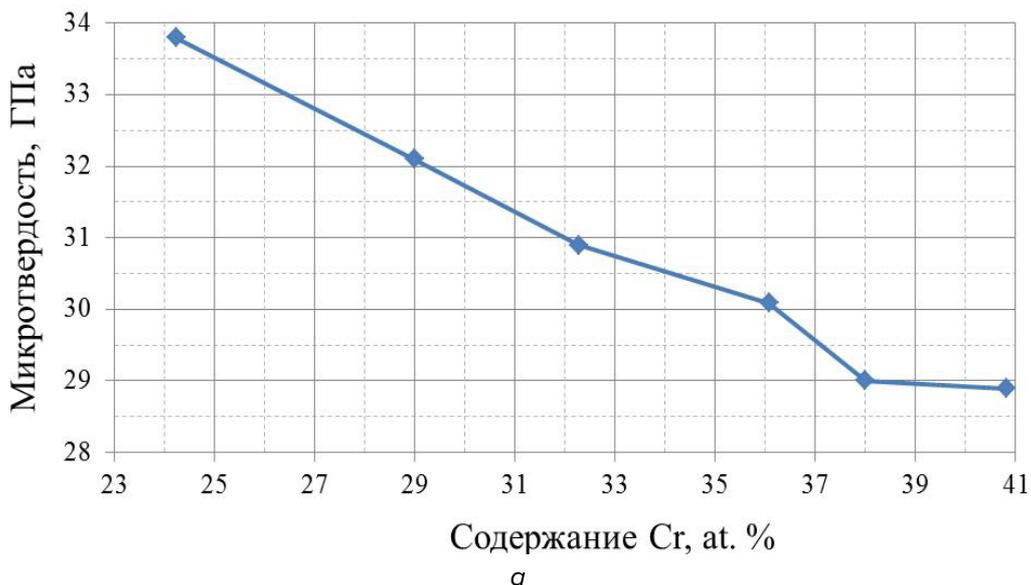


Рис. 3. Зависимость микротвердости покрытий (Cr,Al)N:
 а – от содержания хрома ($I_{Al} = 80$ А); б – от содержания алюминия ($I_{Cr} = 80$ А)

Таким образом, с технологической точки зрения для формирования покрытий с высокой твердостью важной характеристикой является соотношение элементов в покрытии (рис. 4). Согласно полученным результатам было установлено, что диапазон 0,9–2,5 соотношения концентраций элементов Al/Cr обеспечивает наибольшие значения микротвердости покрытий (Cr,Al)N (рис. 5).

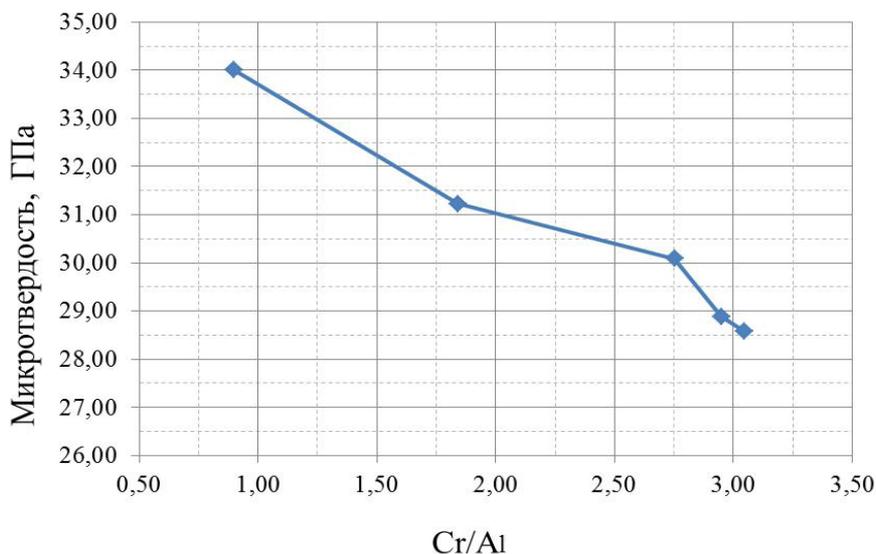


Рис. 4. Зависимость микротвердости покрытий (Cr,Al)N от соотношения элементов Al/Cr

Изучение зависимости коэффициента трения покрытий от концентрации элементов показало, что наибольшее влияние на эту характеристику оказывает концентрация алюминия в покрытии. Установлено, что минимальные значения коэффициента бессмазочного трения (0,28–0,35) соответствуют концентрации алюминия в покрытии в диапазоне 12–17 ат.%. (рис. 5).

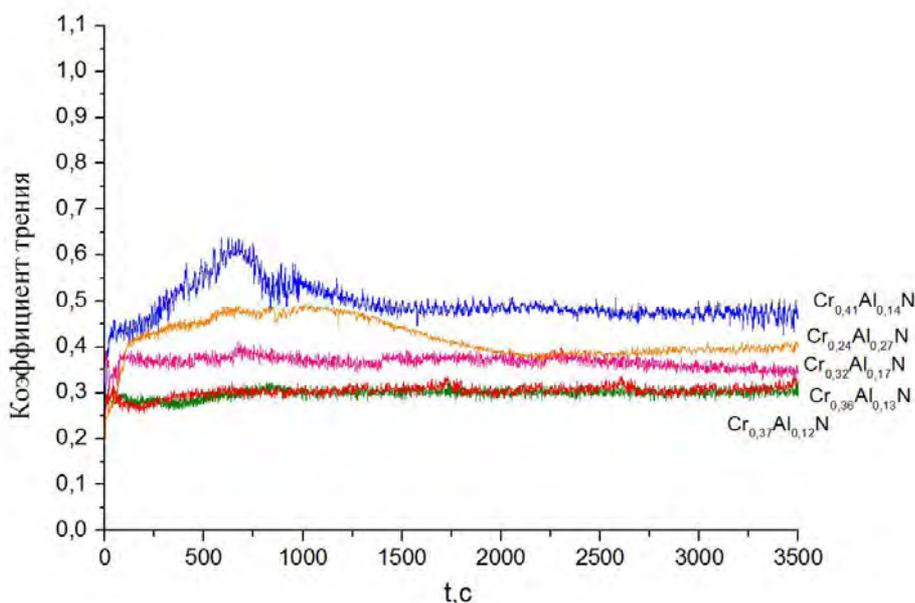


Рис. 5. Зависимость коэффициента трения покрытий (Cr, Al)N с различной концентрацией Cr и Al

Следует отметить, что полученные значения коэффициента трения покрытий (Cr,Al)N смогут обеспечить снижение длины контакта стружки обрабатываемого металла с передней поверхностью режущего инструмента, что приведет к снижению температуры и силы резания в процессе обработки. Однако, в реальных условиях обработки металлов резанием поверхность инструмента все равно будет подвергаться

нагреву, следовательно, важную роль в данном случае играет именно термическая стабильность эксплуатационных характеристик упрочняемого покрытия. В данной работе был проведен анализ трибологических характеристик покрытий (Cr,Al)N после их нагрева до температуры 900 °С (рис. 6).

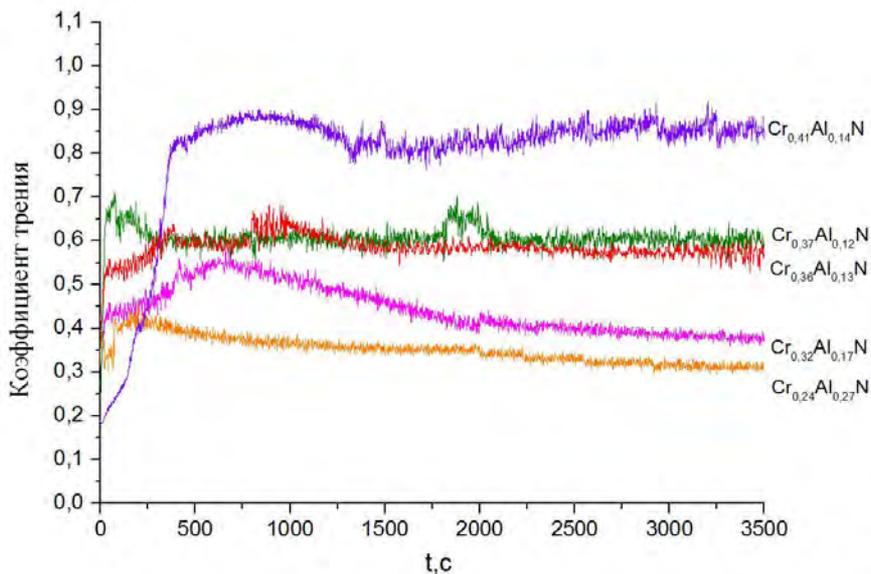


Рис. 6. Зависимость коэффициента трения покрытий (Cr, Al)N после нагрева образцов до температуры 900 °С

Как видно из полученных результатов, наименьший коэффициент трения (0,35) после нагрева наблюдается для покрытия $Cr_{0,24}Al_{0,27}N$. Кроме того, анализируя полученные зависимости, можно сделать вывод, что сохранение высоких фрикционных свойств характерно для покрытий (Cr, Al) с повышенной атомной концентрацией алюминия. В этом случае велика вероятность формирования при высоких температурах на их поверхности оксидной пленки Al_2O_3 , которая препятствует дальнейшему разрушению покрытия и повышает трибологические свойства системы покрытие – основа в результате окисления.

Однако исключением является образец с покрытием $Cr_{0,41}Al_{0,14}N$, которое при достаточном содержании алюминия имеет низкую микротвердость и самый высокий коэффициент трения (0,9). Вероятно, полученный эффект можно связать с изменением текстуры покрытия (111) на (220) и образованием дополнительной фазы CrN.

Как показали проведенные исследования, концентрация хрома и алюминия оказывает существенное влияние на физико-механические свойства защитных покрытий системы (Cr,Al)N. Это увеличивает значимость оптимизации технологических параметров процесса осаждения покрытия, обеспечивающих заданное соотношение Cr/Al и, соответственно, требуемый уровень его эксплуатационных свойств.

Заключение

Исследованы особенности фазо- и структурообразования вакуумно-плазменных покрытий (Cr,Al)N, осаждаемых в условиях сепарации плазменного потока, при различных атомных концентрациях алюминия и хрома. Установлено, что размер кристаллитов данных осажденных покрытий составляет 16–23 нм, а период решетки – 0,4163–0,4196 нм.

Получены зависимости микротвердости и коэффициента трения от соотношения Al/Cr в осажденных покрытиях. Трибологические исследования показали, что с умень-

шением атомной концентрации алюминия в покрытиях (Cr,Al)N после нагрева до температуры 900 °С их коэффициент трения повышается.

ЛИТЕРАТУРА

1. Veprek, S. Industrial applications of superhard nanocomposite coatings / S. Veprek, M. Veprek-Heijman // Surf. And Coat. Technol. – 2008. – Vol. 202. – P. 5063–5073.
2. Gleiter, H. Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure / H. Gleiter // Acta Materialia. – 2000 (48) N°1. – P. 1–29.
3. Вакуумно-плазменные защитные покрытия на дереворежущий инструмент / Латушкина С.Д. [и др.] // Упрочняющие технологии и покрытия. –2014. – N°4. – С. 23–28.
4. Алисова, С.П. Диаграммы состояния металлических систем / С.П. Алисова, П.Б. Будберг, Н.В. Агеев. – М.: Производственно-издательский комбинат ВИНТИ, 1975. – 268 с.

REERENCES

1. Veprek, S., Veprek-Heijman M. Industrial applications of superhard nanocomposite coatings // Surf. And Coat. Technol. – 2008. – Vol. 202 . – P. 5063–5073.
2. Gleiter, H. Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure // Acta Materialia. – 2000 (48) N°1. – P. 1–29.
3. Latushkina, S.D., Zhizhchenko, A.G., Komarovskaya, V.M., Rudak, P.V., Posylkina, O.I. Vakuumno-plazmennye zashchitnye pokrytiya na derevorezhushchij instrument [Vacuum-plasma protective coatings for wood-cutting tools] // Strengthening technologies and coatings. 2014. N°4, P. 23–28. (in Russian)
4. Alisova S.P., Budberg P.B., Ageev N.V. Diagrammy sostoyaniya metallicheskih sistem [Diagrams of the state of metallic systems]. Moscow, Production and Publishing Complex VINITI, 1975. 268 p. (in Russian)

Статья поступила в редакцию в окончательном варианте 13.06.18