

ОТЖИГ ПОКРЫТИЙ Ti-N НА УПРОЧНЕННОЙ И НЕ УПРОЧНЕННОЙ СТАЛЬНОЙ ПОДЛОЖКЕ

КОНСТАНТИНОВ В.М., КОВАЛЬЧУК А.В., ТКАЧЕНКО Г.А.
Белорусский национальный технический университет,
Минск, Беларусь, тел. +375296388827, факс +375172939116,
e-mail: V_M_Konst@mail.ru

Целью работы являлось достижение максимальной твердости топокомпозиата за счет эффекта дисперсионного твердения и образования общих связей подложки и вакуумного покрытия и оценка изменения микротвердости рабочей поверхности в системе «конструкционная сталь – PVD покрытие на основе нитрида титана» при различных режимах низкотемпературного отжига в зависимости от упрочнения стальной основы химико-термической обработкой.

Задачей исследования являлось установление закономерностей влияния температуры отжига на взаимодействие элементов подложки с вакуумным покрытием.

Получение эффекта упрочнения от термического воздействия достигалось за счет повышения диффузионной активности элементов в покрытии и в зоне контакта покрытия с основой. В качестве образцов использовались топокомпозиаты на основе нержавеющей аустенитной стали 12Х18Н10Т с покрытием на основе легированного TiN толщиной 1 микрон. Нанесение покрытий осуществлялось на автоматизированной установке магнетронного напыления Caroline D12A1 в НИИПФП им. А.Н. Севченко БГУ под руководством д-ра физ.-мат. наук, профессора, член-корр. НАН Беларуси, зав. лабораторией элионики Ф.Ф. Комарова.

Исследуемые образцы были выполнены в форме дисков диаметром 15 мм и высотой 3 мм и пластинами размером 90×90×1 мм. Отжиг проводился в камерной печи без защитной атмосферы, охлаждение производилось в печи для минимизации термических напряжений, возникающих из-за перепада температур по сечению.

Режимы проведения отжига:

1. 300 °С в течение 60 мин;
2. 620 °С в течение 60 мин.

Температура отжига выбирались из следующих соображений:

1. при температуре свыше 650 °С в нержавеющей стали может образовываться σ -фаза, вызывающая резкое охрупчивание;
2. в диффузионном слое присутствует твердый раствор азота в железе, теплостойкость которого составляет не более 500 °С, нагрев выше этой температуры обеспечит его диссоциацию;
3. термостойкость нитридов железа колеблется в пределах от 450 до 800 °С;
4. в покрытиях на основе легированного нитрида титана при отжиге в диапазоне температур 600–800 °С наблюдается увеличение твердости, что обусловлено образованием наноразмерных частиц.

Таким образом, отжиг при 300 °С обеспечивает интенсификацию диффузионных процессов без существенных преобразований микроструктуры в переходной зоне, а отжиг при 620 °С гарантирует упрочнение при диффузионных превращениях элементов структуры основы, включая эвтектоидный распад γ -фазы в диффузионном слое при 590 °С.

Значения эффективной твердости рабочей поверхности (истинной твердости, согласно способа измерения микротвердости тонких металлических покрытий, предложенного автором [1]) образцов без обработки (состояние основы равновесное, полученное полным отжигом) после отжига при различных температурах представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Твердость образцов после термической обработки

	Без обработки	Отжиг 300 °С, 1 ч	Отжиг 620 °С, 1 ч
	Микротвердость $H_{ист.}$, МПа		
12Х18Н10Т с вакуумным покрытием	2273	3050	3332
12Х18Н10Т после ХТО с вакуумным покрытием	5075	5362	5800

Фотографии образцов после отжига на 300 °С, 1 ч представлены на рисунке 1.

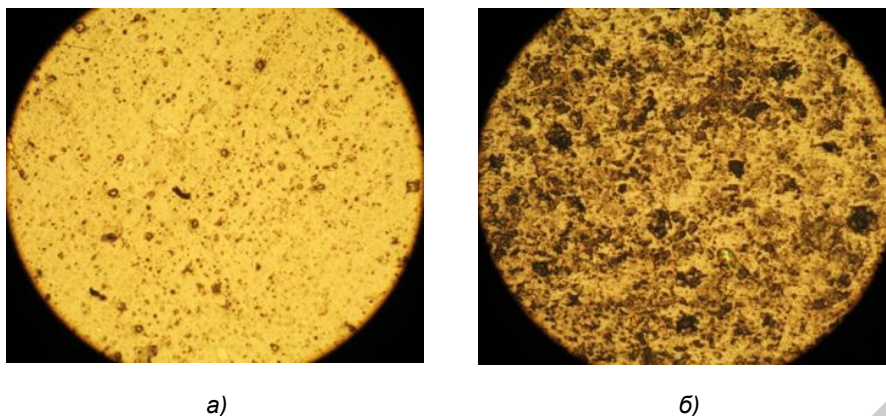


Рисунок 1 – Фотографии поверхности образцов а) стали 12Х18Н10Т с вакуумным покрытием б) стали 12Х18Н10Т с вакуумным покрытием на нитроцементованной основе после отжига на 300 °С в течение 1 ч

На рисунке 2 представлены фотографии образцов после отжига на 620 °С, 1 ч.

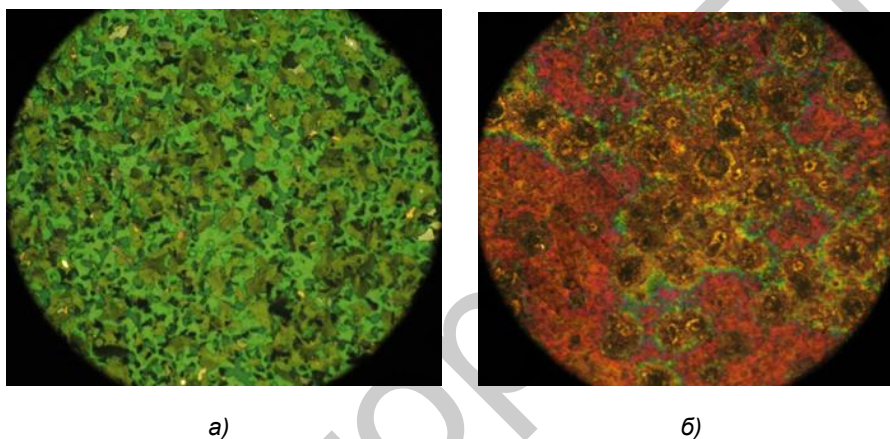


Рисунок 2 – Фотографии поверхности образцов а) стали 12Х18Н10Т с вакуумным покрытием б) стали 12Х18Н10Т с вакуумным покрытием на нитроцементованной основе после отжига на 620 °С в течение 1 ч

Полученные результаты показали, что твердость топокомполитов системы «конструкционная сталь – PVD покрытие на основе нитрида титана» с предварительно модифицированной основой значительно выше, эффективная твердость образцов увеличивается с увеличением температуры отжига. Так увеличение твердости образцов с «сырой» основой составило 1,3 и 1,5 раза при отжиге соответственно на 300 и 620 °С. Для образцов с нитроцементованной основой увеличение твердости при отжиге на 300 и 620 °С составило соответственно 1,1 и 1,2 раза.

Увеличение твердости в процессе отжига покрытий на основе легированного нитрида титана обычно связывают с выделением нанокристаллических доменов в результате спинодального распада твердого раствора [2]. Поэтому прирост твердости для топокомполитов с модифицированной основой несколько меньше, так как распад твердого раствора на границе раздела между покрытием и основой несколько затруднен.

Основным механизмом упрочнения при отжиге следует считать затруднение движения дислокаций через образовавшиеся в результате спинодального распада домены. Также на протяжении всего времени отжига происходит релаксация точечных дефектов кристаллической структуры, возникших в процессе осаждения покрытия и уменьшение величин сжимающих напряжений. При нагреве на воздухе также происходит окисление поверхности с образованием некоторого количества оксидов элементов покрытия [3].

Основным процессом при отжиге на 300 °С является релаксация точечных дефектов и напряжений на границе раздела между покрытием и основой и в самом покрытии. Отжиг приводит к формированию диффузионной зоны между покрытием и основой, покрытие приобретает оттенок золотисто-желтого цвета. Возможно дисперсионное твердение из-за образования небольшого количества сложных нитридов.

При отжиге образцов на 620 °С помимо релаксации точечных дефектов и уменьшения остаточных напряжений возможно протекание начальных процессов возврата и полигонизации.

Имеет место начало выделения σ -фазы в материале основы (для стали 12X18H10T), которое начинается при температуре около 600 °С [4]. Также при этих температурах на поверхности образуется однородный слой оксидов элементов покрытия. Преобладающий красный цвет поверхности образца с основой, упрочненной в результате нитроцементации, свидетельствует о появлении нитридов при температуре отжига и большого количества азота, продиффундирующего в покрытие.

Отслоения покрытий на подложках после низкотемпературной нитроцементации не наблюдалось, в то время как на не упрочненных подложках были заметны участки отслоения покрытия. Данный факт объясняется формированием диффузионного переходного слоя от подложки к покрытию, что доказывается результатами Резерфордского обратного рассеяния, где установлен факт диффузионного азотирования поверхностного слоя подложки в процессе реактивного магнетронного осаждения вследствие термического разогрева [5].

Таким образом, установлено, что изотермический отжиг в течение 1 ч покрытий на основе легированного нитрида титана на подложке из стали 12X18H10T приводит к повышению микротвердости рабочей поверхности в 1,3 и 1,5 раза при отжиге соответственно на 300 и 620 °С; для покрытий на упрочненной подложке увеличение твердости при отжиге на 300 и 620 °С составляет соответственно 1,1 и 1,2 раза за счет затруднения движения дислокаций через образовавшиеся в результате спинодального распада домены, релаксации дефектов структуры, возникших при осаждении покрытия и уменьшения остаточных напряжений.

Литература

1. Чумиков А.Б., Анифьев В.А. Способ измерения микротвердости тонких металлических покрытий // патент РФ № 2132546, 1999.
2. Белоус В.А., Васильев В.В., Лучанинов А.А. и др. Твердые покрытия Ti-Al-N, осажденные из фильтрованной вакуумно-дуговой плазмы. //Физическая инженерия поверхности. – 2009. – Т. 7 – № 3. – С. 216–222.
3. Ходасевич В.В., Солодухин И.А. Роль предварительного облучения и нагрева подложки в модификации переходного слоя и механических свойств покрытий TiN. // 3-я международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». Октябрь 6–8. – 1999. – БГУ, Минск. С. 109–111.
4. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали. – М.: Металлургия. – 1967. – 800 с.
5. Ф.Ф. Комаров, К.К. Кадыржанов, А.Д. Погребняк, В.С. Русаков, Т.Э. Туркобаев. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов. – М.: изд-во МГУ. – 2005. – 672 с.