

6. Романов, О.Н. Вязкость разрушения конструкционных сталей / О.Н. Романов. – М.: Metallurgy, 1979. – 176 с.

7. Вознесенский, В.А. Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях / В.А. Вознесенский. – М.: Статистика, 1974. – 192 с.

8. Сарак, В.И. Неоднородное распределение внутренних напряжений и склонность стали к хрупкому разрушению / В.И. Сарак, В.Н. Шубин, Р.И. Энтин // Физика металлов и металловедение. – 1970. – № 1. – Т. 29. – С. 143–149.

9. Jonari, O. Structures and Strength of Ausformed Steels – Transactions Quarterly / O. Jonari, G. Thomas // Transactions of American Society for Metals. – 1965. – V. 58, № 4. – P. 563–578.

УДК 621.79 + 669.14

**В.М. КОНСТАНТИНОВ, д-р техн. наук,
Г.А. ТКАЧЕНКО, канд. техн. наук,
А.В. КОВАЛЬЧУК (БНТУ)**

АДГЕЗИЯ ПОКРЫТИЙ Ti-N НА МОДИФИЦИРОВАННОЙ СТАЛЬНОЙ ПОДЛОЖКЕ

Введение. Среди современных технологий поверхностного упрочнения деталей машин и механизмов, инструмента и др., проблема покрытий является наиболее обширной. Это связано с наличием широкого спектра материалов покрытий, множеством технологических приемов их получения и многообразием областей их применения и функциональными качествами. Использование покрытий позволяет, по сравнению с другими видами обработки, объединить свойства как минимум двух материалов – подложки и самого покрытия и получить поверхностную слоистую композицию, обладающую свойствами, которые не могут быть получены при использовании одного материала. Одними из наиболее эффективных по ряду показателей для создания износостойких поверхностных слоев и покрытий являются вакуумные ионно-плазменные технологии [1, 2], пришедшие в машиностроение из микромеханики.

При получении модифицированных поверхностных слоев и тонких твердых покрытий при использовании вакуумных ионно-плазменных методов происходит образование некоторой поверхностной конструкции, включающей в себя материал подложки и материал поверхностного слоя и обеспечивающей поверхностному слою и детали в целом такие уровни свойств, техническую эффективность и экономическую целесообразность, какие не могут дать элементы этой конструкции по отдельности. Опыт традиционного триботехнического материаловедения последних лет по применению износостойких покрытий в узлах трения свидетельствует о перспективности применения в качестве материалов поверхностного слоя именно таких конструкций [3].

Одними из основных критериев качества PVD и CVD покрытий принято считать пористость и адгезию к материалу подложки. Фактором, в большей степени влияющим на эксплуатационные свойства, является, прежде всего, адгезионная способность (прочность) покрытия. Пористость покрытий зависит от технологических факторов, адгезия покрытий, сила которой чаще всего является определяющим показателем стойкости упрочненных изделий, – от природы наносимого материала и материала подложки, а также от характера преобладающего типа зацепления покрытия на подложке (химическое или диффузионное, физическое, механическое). И даже покрытие, не имеющее пор, без должных сил адгезии к подложке в процессе работы узла трения будет отслаиваться, и становится абразивом для рабочей поверхности – оголенной подложки.

Модифицирование металлической подложки в слоистых системах с PVD или CVD покрытием для нанесения тонких твердых покрытий можно условно разделить на две группы, в одной из которых основной целью является увеличение сил адгезии покрытия к подложке, а во второй – получение для подложки твердости и износостойкости, близких к покрытию (рисунок 1).

В первом случае наиболее часто рассматриваются предварительный подогрев (для уменьшения растягивающих напряжений на границе раздела между покрытием и подложкой и дополнительной взаимной диффузии); облучение (для увеличения содержания углерода и уменьшения содержания кислорода в зоне нанесения покрытия, а также уменьшения коэффициента трения покрытия на 20–30 %); ионная имплантация (модифицирование тонкого поверх-

ностного слоя подложки – изменение условий зарождения покрытия и характера сопряжения с подложкой); ионная бомбардировка (на начальной стадии осаждения покрытия обеспечивает формирование на межфазной границе протяженного переходного слоя комбинированного состава с градиентом концентрации элементов подложки и покрытия и получение текстуры); различные виды очистки поверхности (выявление границ зерен, углублений, дислокаций, дислокационных трубок) [4, 5].



Рисунок 1 – Способы модифицирования стальных подложек

Во втором случае внимание акцентируется в основном на возможности применения способов химико-термической обработки

для повышения твердости и износостойкости подложки, необходимой для увеличения времени до наступления момента исчерпания несущей способности покрытия из-за локальных повреждений на участке трения [6].

В качестве предварительной обработки обычно используют методы, направленные на повышение жесткости подложки и реализующие процесс модифицирования поверхности при повышенных температурах, в насыщающих активных средах и других, которые обычно не обеспечивают высокого качества поверхности и требуют дополнительных операций финишной обработки, после которых непосредственно перед нанесением покрытия подложку модифицируют для повышения сил адгезии.

Целью данной работы является оценка сил адгезии покрытий на основе наноструктурированного нитрида титана к стальной подложке, модифицированной в результате термического и термохимического воздействия при сравнительных испытаниях, а также установление характера влияния предварительной обработки подложки на надежность слоистой композиции в условиях, максимально приближенных к возможным условиям ее эксплуатации.

Наиболее распространенными методами определения силы адгезии покрытий является метод отрыва покрытия от подложки и метод царапания.

Отрыв покрытия от металлической подложки происходит в момент, когда сила, возникающая в покрытии, превышает силы сцепления. Вместе с тем, метод из-за сравнительной сложности не нашел широкого применения.

Для определения прочности сцепления покрытий и их физико-механических свойств используют также метод царапания алмазным индентором [7–10]. Нагрузка на индентор создается с помощью добавочных грузов, система балансируется так, что индентор слегка касается поверхности образца, размещенного на горизонтальном столе, во время передвижения которого происходит царапание покрытия. Метод царапания является наиболее простым и быстрым способом оценки адгезионных характеристик покрытий и тонких пленок. Однако, несмотря на его распространенность, имеются трудности в количественной оценке прочности сцепления. Прочность сцепления принято характеризовать величиной критиче-

ской нагрузки на острие индентора, при которой происходит сцарапывание пленки.

Метод отрыва применяют, как правило, для толстых покрытий, а метод царапания – для тонких. В методе отрыва прочность сцепления определяется в МПа, при использовании метода царапания величину адгезии характеризуют критической нагрузкой, при которой происходит отслоение покрытия. Контроль этой величины позволяет оптимизировать технологические процессы получения покрытий.

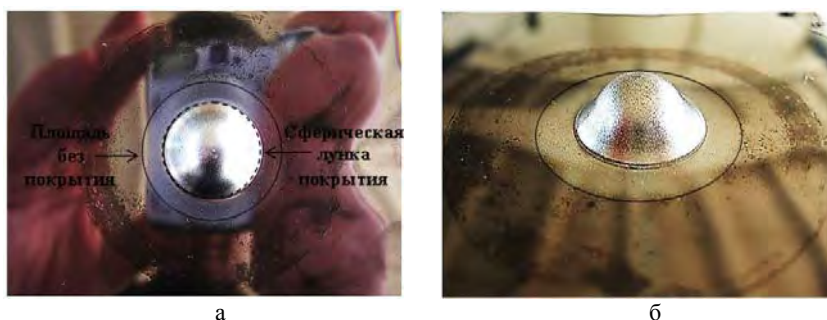
В данной работе предложен метод оценки адгезионных свойств покрытий при использовании нетрадиционного способа – вытяжки сферической лунки. Применение этого метода для слоистых систем позволит судить о проявлении в них эффекта снижения несущей способности покрытия по наличию трещин, отслоений и сколов на начальной стадии испытаний, а также быстро провести сравнительный качественный анализ сил адгезии покрытий на различных подложках при исследовании результатов вытяжки сферической лунки под микроскопом.

Материалы и методики эксперимента. Сравнительную оценку адгезии покрытий проводили при определении пластичности по методу испытания на вытяжку сферической лунки с помощью специальных пуансонов, имеющих сферическую поверхность на приборе Эриксона – штамп Эриксона. Этот метод относится к технологическим испытаниям и применяется для оценки способности материала воспринимать определенную величину остаточной деформации в условиях, максимально приближенных к производственным (операции холодной штамповки). Мерой способности материала к вытяжке служила глубина вытянутой лунки. Усилия воздействия на пластины, радиус изгиба и скорость нагружения являются постоянными характеристиками. Качество адгезии оценивали по площади сколов и трещин на сферической части пластины. Для анализа количества и вида сколов и трещин использовали бинокулярный микроскоп.

Испытаниям на адгезию подвергали покрытия на основе нитрида титана на подложках из упрочненной в результате низкотемпературной нитроцементации (550–600 °С, 7 ч) и не упрочненной стали 12Х18Н10Т, а также такие же образцы после изотермического отжига (620 °С, 1 ч). Эта сталь относится к аустенитному классу и обладает высокой пластичностью, величина изгиба на пробе для нее

составила 8,5 мм. Покрытия были получены на установке Caroline D12A1 в НИИ ПФП им. А.Н. Севченко БГУ под руководством чл. корр. НАН Беларуси Комарова Ф.Ф.

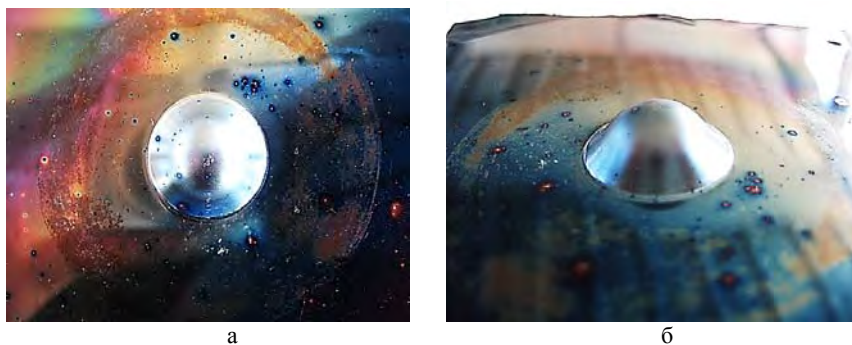
Результаты исследований и их обсуждение. При испытании пластин с покрытием вдавливание сферического пуансона ограничили до 5,5 мм, так как образцы пластин с модифицированной подложкой обладают заведомо меньшей пластичностью, что обусловлено упрочнением поверхности за счет формирования нитридов. Очевидно, что поведение покрытия при растяжении материала подложки зависит от предварительной термической обработки и упрочнения подложки. Покрытия, нанесенные на пластину, и не подвергнутые отжигу, продемонстрировали наименьшие адгезионные свойства – полное отслоение от подложки. Этот эффект наблюдался как на сферической лунке, так и у ее основания (рисунок 2).



а – вид сверху; б – вид сбоку

Рисунок 2 – Проба Эриксона на пластине с покрытием Ti-N

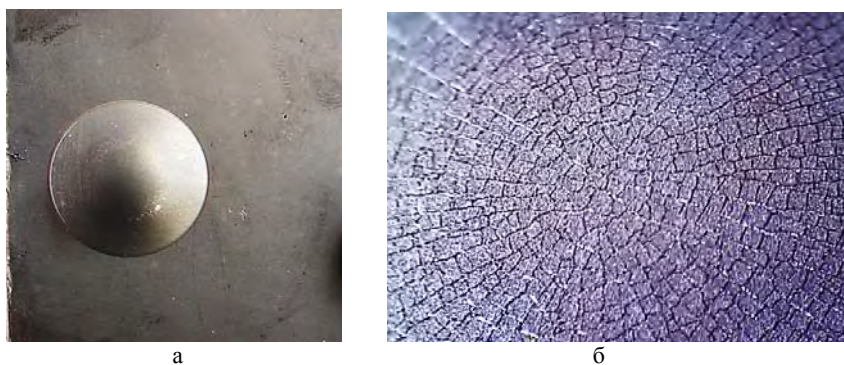
Пластина нержавеющей стали после отжига 620 °С в течение 1 ч сохранила свою пластичность. Адгезия и пластичность самого покрытия увеличились. При прогибе 5,5 мм на покрытии не обнаружено трещин и сколов, покрытие полностью приняло форму лунки. На фотографии (рисунок 3) видно, как покрытие с тонким оксидным серебристо-синим слоем равномерно огибает образовавшуюся лунку, вокруг которой нет кольца с отслоившимся покрытием, а виден только сплошной оксидный слой.



а – вид сверху; б – вид сбоку

Рисунок 3 – Проба Эриксона на пластине с покрытием Ti-N после отжига 620 °С, 1 ч

При испытаниях пластин после химико-термической обработки сколов покрытия также не наблюдалось ни на поверхности сферической лунки, ни у ее основания (рисунок 4). В то же время поверхность лунки покрылась сеткой микротрещин в результате упрочнения и некоторого снижения пластичности. Таким образом, можно отметить, что такая обработка одновременно повышает прочность слоистой композиции с сохранением высокой адгезии покрытия.

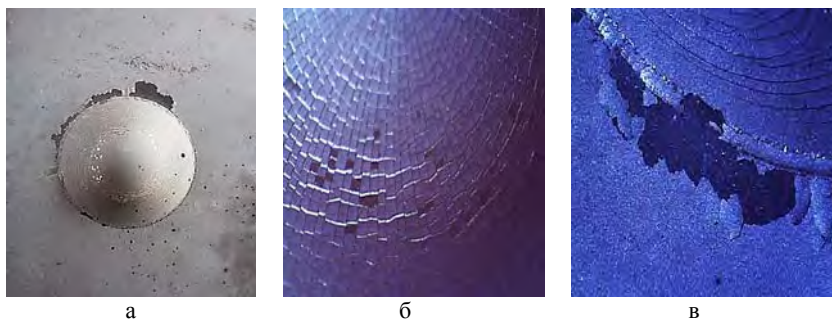


а – вид сверху; б – покрытие на сферической лунке, $\times 80$

Рисунок 4 – Проба Эриксона на пластине после низкотемпературной нитроцементации 550–600 °С, 7 ч с покрытием Ti-N

При испытаниях покрытия на пластине нержавеющей стали после химико-термической обработки с последующим отжигом слоистого композита $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч покрытие частично отслоилось – на отдельных участках более $0,1\text{ мм}^2$ покрытие отсутствует (рисунок 5). Наблюдается сетка трещин, как на сферической лунке, так и у ее основания. Это объясняется общим повышением твердости за счет дисперсионного твердения в процессе отжига и как результат охрупчивания, в том числе за счет диффузии азота из диффузионного слоя в покрытие.

Таким образом, отжиг слоистых композитов с диффузионным подслоем способствует разрушению покрытий на пробе Эриксона. Нет оснований утверждать, что адгезионное взаимодействие в анализируемом случае ухудшается. Обнаруженное явление, по-видимому, обусловлено упрочнением и охрупчиванием покрытия и переходной зоны [11].



а – вид сверху; б – покрытие, $\times 80$; в – покрытие, $\times 120$

Рисунок 5 – Проба Эриксона на пластине после низкотемпературной нитроцементации $550\text{--}600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 7 ч с покрытием Ti-N после отжига $620\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 ч

Заключение. Исследована адгезия покрытий на основе нитрида титана к различным стальным подложкам. Установлено, что адгезия покрытий Ti-N к нитроцементованному диффузионному подслою на стали выше, чем после отжига композита. Выявлено, что покрытие Ti-N имеет различный характер разрушения на разных типах подложки. На нержавеющей стали 12X18H10T покрытие разрушается, как правило, хрупко или частично хрупко с образованием спи-

ралевидных и кольцевых трещин от основания сферической лунки. На подложке из стали 12Х18Н10Т после низкотемпературной нитроцементации покрытие разрушается более вязко с образованием прямых трещин от основания или без образования трещин. Таким образом, на более мягкой подложке (сталь 12Х18Н10Т без упрочняющей обработки) покрытие более склонно к хрупкому разрушению, и трещиностойкость его меньше, чем на более твердой подложке из стали 12Х18Н10Т после низкотемпературной нитроцементации, где наблюдается преимущественно вязкий характер разрушения покрытия.

Литература

1. Семенов, А.П. Применение вакуумных ионно-плазменных методов нанесения покрытий для повышения износостойкости и снижения трения / А.П. Семенов // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 1994. – № 1. – С. 59–67.

2. Методы и средства упрочнения поверхностей деталей машин концентрированными потоками энергии / А.П. Семенов [и др.]. – М: Наука. – 1992. – 404 с.

3. Методы упрочнения поверхностей деталей машин / Под ред. Г.В. Москвитина. – М.: КРАСАНД. – 2008. – 400 с.

4. Ходасевич, В.В. Роль предварительного облучения и нагрева подложки в модификации переходного слоя и механических свойств покрытий TiN / В.В. Ходасевич, И.А. Солодухин // Взаимодействие излучений с твердым телом: материалы 3-й Международ. конф., Минск, 6–8 октября 1999 г. / БГУ. – Минск, 1999. – С. 109–111.

5. Мухин, В.С. Поверхность технического объекта: физика, химия, механика, нанотехнология модифицирования / В.С. Мухин, С.Р. Шехтман // Вестник УГАТУ, 2007. – № 2. – С. 84–91.

6. Андреев, А.А. Вакуумно-дуговое модифицирование поверхности стальных изделий / А.А. Андреев // Технология машиностроения. – 2007. – Т. 5, – № 3. – С. 140–148.

7. Зимон, А.Д. Адгезия пленок и покрытий / А.Д. Зимон. – М.: Химия. – 1977. – 351 с.

8. Головин, Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикроробъектах, тонких приповерхностных слоях

ях и пленках (обзор) / Ю.И. Головин // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 5, № 12. – С. 2113–2142.

9. Improvement for adhesion of thin metal films on ceramics by ion bombardment and application to metal-ceramic joining / Shoji Noda [et all.] // Journal of materials science letters. – 1986. – Vol. 5. – P. 381–383.

10. Костиков, В.И. Свойства плазменных вольфрамовых покрытий / В.И. Костиков, Ю.А. Шестерин // Физика и химия обработки материалов. – 1982. – № 6. – С. 47–51.

11. Структурные особенности и микротвердость слоев TiN, TiCrN, TiSiN и TiAlN, нанесенных магнетронным методом на подложки из стали 12X18H10T / Ф.Ф. Комаров [и др.] // Металлургия : Республ. межведом. сб. науч. тр. : в 2 ч. – Минск: БНТУ, 2013. – Вып. 34, ч. 2. – С. 161–167.