

Влияние на вида на подложката върху топографията и структурата на електродъгово отложени TiN покрития върху стомани 9XC и X12M

Десислава Миланова

Abstract: *In our work, the influence of the type of substrate on topography and structure of samples of steel X12M and 9XC. The coatings were prepared by arc evaporation in a vacuum oven. Deposited coatings are single TiN. Studies made of coatings are: topographic analysis kalotest, thickness measurement and microstructural analysis in cross joint.*

Key words: *one layer coatings, X12M, 9XC, TiN.*

ВЪВЕДЕНИЕ

Към съвременните материали се предявяват повишени, често екстремални изисквания по отношение на редица свойства като: механични, устойчивост при циклични и температурни натоварвания, повишена устойчивост при наличие на химически активни или абразивни среди, и др. За решаването на тази задача напоследък особено внимание се отделя за създаване на качествено нови композитни материали и технологии за тяхното получаване.

Еднослойните нитридни и карбидни покрития на титанова основа са сравнително евтини и могат да се използват в редица процеси за механична обработка на различни изделия. Те се характеризират с висока плътност, адхезия и добра износоустойчивост. Покритията се прилагат самостоятелно или във вид на многослойни структури от вида TiN/TiC..., повишаващи производителността на режещи инструменти и инструменти за пластична деформация за обработване на Al, Ti, Cu, Ni и сплавите им, за месинги и други сплави.

Съвременната тенденция е получаване предимно на многослойни структури, които по същество представлява композит и водят до съществено подобряване на функционалните характеристики на покритията и особено на тяхната твърдост и износоустойчивост. Поради уникалните си свойства многослойните системи се прилагат в различни области, където се изискват не само повишени механични характеристики, но и термична и корозионна устойчивост и др. Чрез управление на архитектурата на многослойните структури е възможно съчетаването на качествата и свойствата на изходните структури, при което се получават и уникални такива, нехарактерни за отделните съставни слоеве (фази).

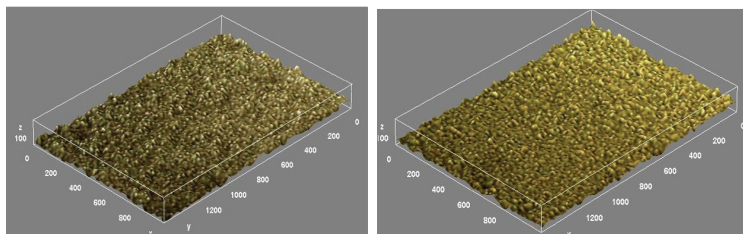
МЕТОДИКА

Покритията са нанесени върху образци с размери $d = 16$ [mm] и $\square 20/20$ [mm] и $h = 8$ [mm] и 10 [mm] от стомана 9XC (C $-0.85 \pm 0.95\%$; Mn $-0.30 \pm 0.60\%$; Si $-1.20 \pm 1.60\%$; Cr $-0.95 \pm 1.25\%$) и X12M (C $-1.45 \pm 1.7\%$; Mo $-0.40 \pm 0.60\%$; V $-0.15 \pm 0.30\%$; Cr $-11.0 \pm 12.5\%$). Мишената е изработена от титан (Ti-Al6-V4). Експериментите са извършени във вакуумна уредба ВИМ-МР/ЕДИ за магнетронно разпръскване и електродъгово изпаряване лабораторно промишлен тип.

Проведени са топографски и микроструктурен анализ и са измерени грапавост и дебелината на покритията. Микроструктурният анализ е проведен по напречен шлиф и по отпечатъци от калотест. Дебелината на покритията е измерена чрез калотест и в напречен шлиф. Грапавостта е измерена с измервателен уред DIAVITE.

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЯ

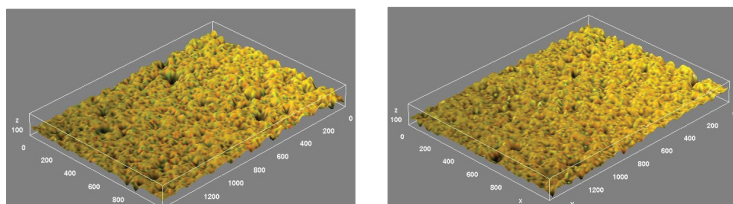
По принцип повърхността при по-тънките покрития (до 5 μm) копира релефа на подложката. Направено е измерване на образци 1.3.3 и 1.4.4 (режим 1, стомани 9XC и X12M) преди – Фиг. 1.1 - и след нанасяне на покритието - Фиг. 1.2 и Фиг. 1.3.



а) образец 1.3.3 9XC

б) образец 1.4.4 X12M

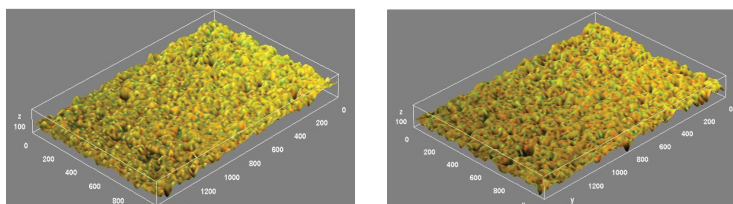
Фиг. 1.1 Топография на непокрити образци



а) режим 1 – образец 1.3.3 9XC

б) режим 2 – образец 2.4.3 9XC

Фиг. 1.2 Топография на покрити образци от 9XC



а) режим 1 – образец 1.4.4 X12M б) режим 2 – образец 2.3.4 X12M

Фиг. 1.3 Топография на покрити образци от X12M

След нанасяне на покритието при режим 1 е направено измерване на грапавостта на образците: 1.3.3 и 1.4.4. Резултатите са обобщени в Таблица 1.1

Таблица 1.1

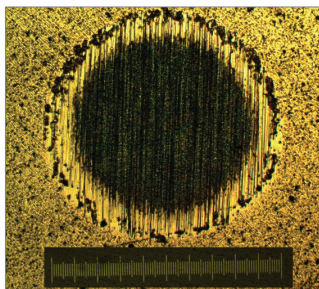
Образец	Непокрит		Покрит	
	1.3.3 9XC	1.4.4 X12M	1.3.3 9XC	1.4.4 X12M
Ra	0,063	0,045	0,25	0,47

От направените измервания се вижда, че и за двете стомани, въпреки очакванията ни покритието да копира профила на повърхността на практика получаваме увеличаване на грапавостта след нанасяне на покритието. Това се дължи на капковата фаза която е характерен недостатък на електродъговото изпаряване. Независимо, че грапавостта на образците от режим 2 не е измервана, от фигурите се вижда, че при по-голямото напрежение на разряда за еднакви големини на тока грапавостта не се изменя.

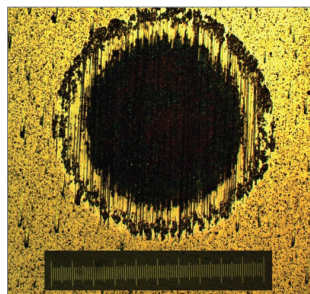
Изпитването с калотест позволява да се измери дебелината на тънки PVD покрития. Той би могъл да се използва и за изпитване на износване при определени условия.

В случая поради малката дебелина на отложените TiN слоеве за тези режими изследването с калотест е използвано освен за определяне на дебелината и за наблюдаване структурата на слоевете (фиг.1.4.). На практика този шлиф може да се счита като безкраен ред от коси шлифове с нарастващ ъгъл, като самият ъгъл се отчита чрез формулата за пресмятане на дебелината (посочен в методиката).

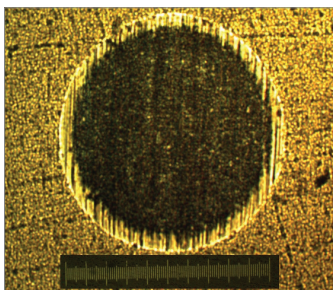
От фигурата добиваме представа не само за големината на отпечатъка като цяло, а и за дебелината на слоя и неговата структура.



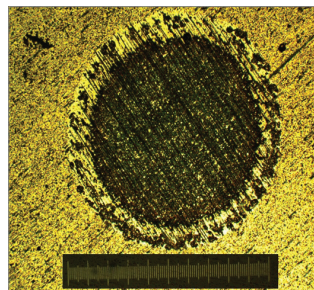
а) образец 1.3.3.



б) образец 2.4.3.



в) образец 1.4.4.



г) образец 2.3.4.

Фиг. 1.4 Калотест наTiN покритие

Ясно се очита само TiN слой, Ti отложен преди него не се вижда. Това се дължи на малката му дебелина.

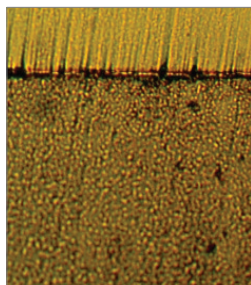
Микроструктурният анализ на покритията показва наличието на съответните слоеве в зависимост от режима на отлагане при четирите образци от 1 и 2 режим (фиг.1.5). Посочените шлифове от фигурата са допълнително проявявани поради факта, че покритията са еднослойни и не се проявяват при химико-механичното полиране.

Резултатите от изследването на микроструктурата на покритията показват следните особености:

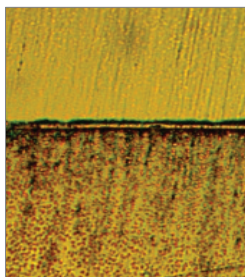
- На образци 1.3.3 и 1.4.4 се вижда покритието от TiN, е с нарушена цялост. Това съответства на външния вид на покритието наблюдаван след нансянето му. Това се дължи на ниското преднапрежение при което е проведен режима и показва

лоша адхезия. Докато при образци 2.4.3 и 2.3.4 се наблюдава слой, което е следствие на повишаването на преднапрежението подавано към подложката.

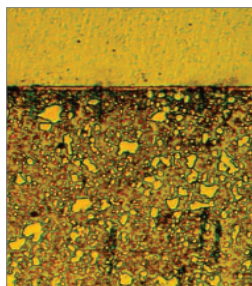
- Междия Ti слой се открива само при някои от резултатите. Това се дължи на факта, че неговата дебелина е много малка.



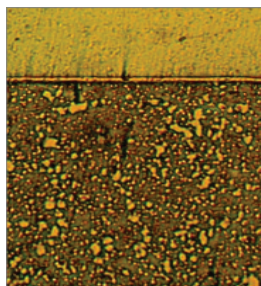
а/ образец-1.3.3*



б/ образец-2.4.3*



в/ образец-1.4.4*



г/ образец-2.3.4*

Фиг. 4.5 Напречен шлиф на покритията

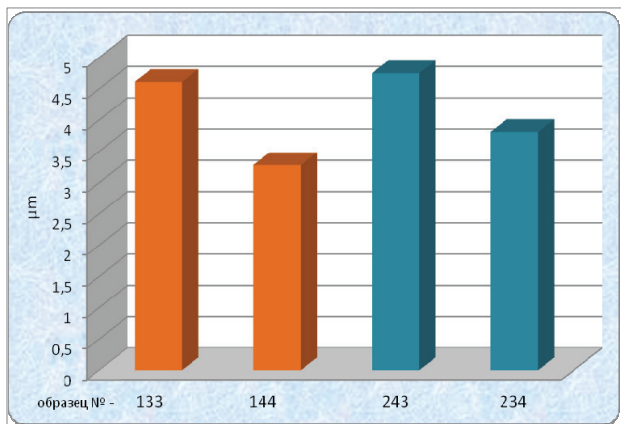
Дебелината на покритието е важен параметър. Тя оказва влияние върху редица свойства на покритията и възможността за използването му в практиката. Влиянието ѝ е сложно и зависи от много фактори.

Резултатите (фиг.1.6) показват следното:

- Режимите се различават само по потенциала на подложките U_n . Константира се, че с увеличаването на U_n дебелините на покритията върху подложките и за двете стомани се увеличават. По-отрицателният потенциал предизвиква в по-голяма степен привличане и отлагане на метални йони, т.е. увеличават скоростта на отлагане и дебелината на покритията.

- И при двата режима на отлагане, при еднакви условия (параметри на режима, разположение на подложките, скорост на въртене на масата с подложките) за всеки от тях, дебелината на покритията върху стомана 9ХС е по-голяма от тази на покритията върху стомана Х12М. Поради по-голямата степен на легираност (около 13%) на Х12М, нейната топлопроводност е по-малка. Това води до по-силно прегряване на повърхностния и срой и на израстващото покритие. Прегряването

повишава степента на реизпаряване на кондензиращия паров поток и съответно - по малка дебелина на покритието.



Фиг. 1.6 Дебелина на покритията

Точни данни за дебелините на покритията могат да се получат с помоща на GDOES анализ поради по-голямата точност на метода, стъпката му е 0,5÷1,0 [nm]. Такъв предстои да се извърши при по нататъшни изследвания.

ИЗВОДИ:

1. Независимо, че тънките покрития копират релефа на повърхността, а с увеличаване на дебелината намаляват грапавостта, при конкретните условия на получаване и при двата режима последната се увеличава. Това се дължи на получаваната капкова фаза при формиране на покритието.
2. Увеличаването на потенциала на подложките и при двете стомани не променя степента на грапавост.
3. Видът на подложката оказва влияние върху дебелината на покритията. Тези върху стомана X12M са с по-малка дебелина поради по-малката и топлопроводност, респективно – по-голямо прегряване и реизпаряване от повърхностните слоеве на израстващото покритие.

За контакти:

Маг.инж. Десислава Миланова, тел.082/888204 e-mail: dmilanova@uni-ruse.bg

Докладът е рецензиран.