2015

DOI: 10.15593/2224-9877/2015.3.03 УДК 539.121.8.04

Т.О. Сошина

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Лысьвенский филиал, г. Лысьва, Россия

РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ МНОГОСЛОЙНОЙ ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ ТІ–АІ–N С КОМПЛЕКСОМ СТАБИЛЬНЫХ И ВЫСОКИХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ

Изучено влияние фазового состава, элементного состава и микроструктуры пленок на основе Ti-Al-N, полученных методом импульсного магнетронного распыления на их физикомеханические и трибологические свойства. На основании установленных закономерностей влияния состава и структуры на функциональные свойства пленок Ti-Al-N разработана конструкция многослойной пленки Ті-ТіN-[Ті1-, Al, Nnk-Ті1-, Al, Nhk], -Ті1-, Al, Nhk], с чередующимися слоями Ті1-хАІхNпк-Ті1-хАІхNнк. Промежуточные слои Ті1-хАІхN обладают стабильным фазовым и элементным составом, заданной нанокристаллической ($Ti_{1-x}AI_xN_{Hk}$) и поликристаллической ($Ti_{1-x}AI_xN_{Hk}$) структурой. Фазовый и элементный состав слоев обеспечивает необходимый градиент физикомеханических и трибологических свойств многослойной пленки и снижает коэффициент трения. Оптимальное содержание объемной доли фазы h-Ti₃Al₂N₂ и концентрации алюминия в пленке увеличивает сопротивляемость многослойной пленки на основе Ti-Al-N к абразивному износу в условиях прерывистого резания в среде СОЖ. Ударостойкие свойства многослойной пленки на основе Ti-Al-N зависят от сочетания объемных долей фаз h-Ti₃Al₂N₂ и c-AlN. Приведены результаты промышленных испытаний режущего инструмента, упрочненного многослойной пленкой с чередующимися слоями Ti1-xAIxNпк-Ti1-xAIxNнк при обработке 12X18Н10Т, ЛС 59-1, Д16Т, 08кп, А12 40Х и стеклотекстолита СТЭФ

Ключевые слова: многослойные пленки, фазовый состав, элементный состав, физикомеханические свойства, трибологические свойства, коррозионные свойства, нанокристаллическая структура, поликристаллическая структура.

T.O. Soshina

Perm National Research Polytechnic University, Lysvensky branch, Lysva, Russian Federation

DEVELOPMENT OF THE CONSTRUCTION MULTILAYER FILM TI-AI-N WITH STABILITY AND HIGH FUNCTIONAL PROPERTIES

The effect of phase composition, elemental composition and microstructure of the films based on Ti–Al–N, obtained by pulsed magnetron sputtering on their physical, mechanical and tribological properties has been studied. The multilayer film composition having alternating layers of Ti–TiN–

 $[Ti_{1-x}AI_xN_{nk}-Ti_{1-x}AI_xN_{Hk}]_n-Ti_{1-x}AI_xN_{Hk}$ have been designed during the research of film composition and structure and their influence on the films' properties. Intermediate layers $Ti_{1-x}AI_xN$ have stable phase and elemental composition, desired nanocrystalline $(Ti_{1-x}AI_xN_{nk})$ and polycrystalline $(Ti_{1-x}AI_xN_{pk})$ structure. Phase and elemental composition of the layers ensures necessary gradient physical-mechanical and tribological properties of the multilayer film and reduces the friction coefficient. The optimal content of the volume fraction of phase $h-Ti_3AI_2N_2$ and Al concentration in the film increases the resistance of the multilayer film based on Ti–Al–N abrasion interrupted cuts in the coolant. Impact resistant properties of the multilayer film based on Ti–Al–N depend on the combination of volume fractions of the phases' $Ti_3AI_2N_2$ and h-AIN. The article represents the results of industrial testing for the cutting tool with multilayer films having alternating layers $Ti_{1-x}AI_xN_{Hk}$ in the treatment of steels 14Cr17Ni2, 10S20 and brass CuZn38Pb1,5 are demonstrated.

Keywords: multilayers, phase composition, elemental composition, physical and mechanical properties, tribological properties, corrosion properties, nanocrystalline structure, polycrystalline structure.

Инженерия поверхности является одним из наиболее перспективных и интенсивно развивающихся направлений современного материаловедения. Стремление увеличить производительность механической обработки за счет интенсификации процесса резания, применения многоинструментальной обработки приводит к необходимости увеличения стойкости режущего инструмента (РИ) против абразивного износа, задира, ударных и температурных нагрузок [1]. Применение ионно-плазменных технологий в производственном цикле предприятия позволяет многократно улучшить эксплуатационные характеристики материала PИ. Сообщение поверхности режущего инструмента комплекса функциональных свойств возможно путем проектирования многослойных пленок на основе Ti-Al-N. Концепция построения многослойных пленок может быть выработана только на основании детального знания всех структурных характеристик, фазового и элементного состава, строения, морфологии поверхности и напряженного состояния, их зависимости от технологических параметров (ТП) процесса осаждения и их влияния на свойства формируемых пленок Ti-Al-N [2, 3].

Целью настоящей работы является установление корреляционных зависимостей между технологическими параметрами процесса импульсного магнетронного распыления (ИМР), фазовым, элементным составом, микроструктурой, топографией поверхности пленок Ti–Al–N и их свойств. На основании полученных закономерностей необходимо разработать конструкцию многослойной пленки на основе слоев Ti_{1-x}Al_xN со стабильными и высокими функциональными свойствами.

Методика эксперимента

Осаждение пленок Ti_{1-x}Al_xN осуществляли методом импульсного магнетронного распыления двух мишеней из Ti марки BT-1-00 и Al марки A85. Материал тестовых образцов ($12 \times 12 \times 3$ мм) – P6M5 с температурой отпуска $T_{\text{отп}} = 773...873$ К. Подготовка поверхности образцов: ионная очистка (нагрев до температуры 540 К). Для увеличения адгезионной прочности пленки Ti_{1-x}Al_xN на подложку предварительно осаждали подслои из Ti, затем из TiN. Диапазоны экспериментальных технологических параметров процесса осаждения: P = 0,24...0,28 Па, $U_{cm} = 45...55$ В, $I_{Al} = 3...16$ А.

Ионное травление поперечного излома многослойной пленки выполнено на установке Hitachi IM4000. Микроструктуру сформированных пленок изучали на электронных микроскопах Carl Zeiss Leo1430 VP, Ultra 55 с приставкой для микроанализа EDAX Genesis 2000. Физико-механические свойства (Ф-МС) пленок определяли методом наноиндентации в соответствии с DIN EN ISO 14577-1 с использованием прибора Micro-combi tester. Адгезию пленки оценивали по величине SRC – отношению площади скола пленки вокруг отпечатка алмазного конуса Роквелла (150 кгс) к площади отпечатка в плоскости пленки (метод разработан в ХФТИ) и по стандарту VDI 3198. Трибологические свойства пленок Ti-Al-N определяли на лабораторной машине трения AE-5 по схеме палец – диск при температуре (20 ± 1) °C в среде СОЖ при осевой нагрузке на три пальца $F_a = 175$ H, линейной скорости скольжения пальца v = 0.68 м/с и пути трения $L_{\rm T} = 780$ м. В качестве контртела использовались пальцы размерами 12×14 мм, выполненные по ТУ 48-19-281-90 из стали 40Х. Расчет характеристик приведенного объемного и массового износа пленки и контртела выполнен согласно методике [4].

Результаты эксперимента и обсуждение

Осажденные пленки Ti–Al–N состоят из фаз: кубической TiN (c–TiN с решеткой типа NaCl), кубической AlN (c–AlN с решеткой типа NaCl) с ориентацией зерен относительно плоскости (111), гексагональной Ti₃Al₂N₂ (h–Ti₃Al₂N₂ с решеткой типа P6₃mc) с ориентацией зерен относительно плоскости (107) и гексагональной AlN (w–AlN

с решеткой типа ZnS) с ориентацией зерен относительно плоскости (100). Увеличение давления газовой смеси *P* до 0,28 Па, напряжения смещения на подложке U_{cM} до 50 В и разрядного тока на алюминиевой мишени I_{A1} до 15 А приводит к фазовому переходу от (111)*c*–TiN к (107)*h*–Ti₃Al₂N₂, росту объемной доли фазы (107)*h*–Ti₃Al₂N₂ ($V_{h-Ti_3Al_2N_2}$ до 86 %), содержания Al в пленке (Ti_{0,62}Al_{0,38}N), увеличению степени текстурированности пленки ($T_{(107)}$ до 0,86), уменьшению параметров кристаллической решетки (КР) основной фазы (*a* и *c*) и снижению микродеформации КР основной фазы ($\varepsilon_{(107)Ti_3Al_2N_2}$ до 0,24 %), уменьшению размеров областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (ОКР до 6 нм) пленки (рис. 1, *a–6*).

Рост U_{cm} до 55 В приводит к увеличению объемной доли фазы (111)*c*–AlN (V_{h-AlN} до 25 %), снижению объемной доли фазы (107)*h*–Ti₃Al₂N₂ ($V_{h-Ti_3Al_2N_2}$ до 65 %) и содержания Al в пленке Ti_{0,65}Al_{0,35}N с уменьшением T₍₁₀₇₎ (см. рис. 1, δ). Фаза (100)*w*-AlN образуется при повышении разрядного тока до $I_{Al} = 16$ A и увеличении содержания Al в пленке Ti_{0,40}Al_{0,60}N.

Микроструктура поверхности пленок Ti-Al-N с увеличением P, U_{см} и I_{A1} изменяется от глобулярной и неравномерной крупноячеистой (при P = 0,24 Па, $U_{cm} = 40$ В и $I_{A1} = 3...7$ А) до плотной упорядоченной равномерно зернистой структуры (рис. 2), полученной при P == 0,28 Па, U_{cm} = 50...55 В и I_{Al} = 15...16 А. Рост *P*, U_{cm} и I_{Al} приводит к снижению размера кристаллитов до 10...20 нм, увеличивает их относительную плотность, уменьшает количество и размеры 3D-образований и дефектов поверхности, снижает шероховатость поверхности пленки Ra до 17,5 нм. Формирование ячеистой структуры и разрушение поверхностных слоев обусловлено разнородными напряжениями в пленке. Снижение внутренних напряжений, первичное упорядочение пленки и начало процесса наноструктурирования с формированием нанокристаллической структуры (нк) выявлено при достижении комплекса ТП: P = 0,28 Па, $U_{cm} = -50$ В, $I_{Al} = 15$ А. Поликристаллическая структура (пк) пленок с размером зерна до 50 нм формируется при $U_{cm} = -55$ В и $I_{Al} = 14$ А.



Рис. 1. Зависимость фазового состава и структуры пленок Ti–Al–N от технологических параметров процесса осаждения



Рис. 2. Микроструктура пленок на основе Ti–Al–N: *a* – нанокристаллическая структура; *б* – поликристаллическая структура

Сопоставление результатов механических и трибологических испытаний пленок Ti–Al–N с полученными результатами фазового, элементного и структурного анализов показало, что комплекс высоких Ф-MC: $H_{\mu} = 40,2$ ГПа, E = 305 ГПа, $H^3/E^2 = 1,27$ ГПа, H/E = 0,14, $W_e =$ = 73 %; и трибологических свойств: $\mu_{\rm H} = 0,08$, $\mu_{\rm c\kappa} = 0,07$, $L_{\rm n} = 12$ м при $L_{\rm T} = 780$ м, $I_{\rm n}^{\nu} = 0,04 \cdot 10^{-4}$ мм³ · H⁻¹ · м⁻¹, $I_{\rm n}^{m} = 0,07 \cdot 10^{-5}$ мг · H⁻¹ · м⁻¹, $I_{\kappa}^{\nu} = 0,05 \cdot 10^{-8}$ мм³ · H⁻¹ · м⁻¹ – может быть получен при следующих параметрах состава, структуры и напряженного состояния пленки:

- 1) максимальное содержание $V_{h-\text{Ti}_3\text{Al}_2\text{N}_2}$ 86 % (рис. 3, *a*);
- 2) оптимальное содержание Al в пленке $C_{Al} = x = 0.38$ (рис. 3, δ);
- 3) стехиометрический состав пленки: a = 0,2994 нм и c/a = 7,826 нм;
- 4) минимальный средний размер ОКР 6 нм;
- 5) максимальная степень текстурированности $T_{(107)} = 0,80$ (рис. 3, *в*);

6) нанокристаллическая структура с максимальной плотностью кристаллитов, наименьшей дефектностью и шероховатостью поверхности;

7) минимальный уровень внутренних сжимающих напряжений: степень деформации КР-фазы h-Ti₃Al₂N₂ ($\varepsilon_{(107)Ti_3Al_2N_2}$ не более 0,24 %) (рис. 3, ε), отклонение расстояния между дифракционными пиками (105) и (0020) фазы h-Ti₃Al₂N₂ относительно аналогичного расстояния в порошковой рентгенограмме ($\Delta 2\theta_{Ti_3Al_2N_2}$ не более -0,10 %).

Пленки на основе фазы h-Ti₃Al₂N₂ и c-AlN с поликристаллической структурой и двухкомпонентной текстурой имеют сниженные значения $H_{\mu} = 35,6 \ \Gamma\Pi a, \ H^3/E^2 = 0,94 \ \Gamma\Pi a, \ H/E = 0,118, \ \mu_{c\kappa} = 0,11, \ I_{\pi}^{\nu} =$ = $0,12 \cdot 10^{-4} \text{ мм}^3 \cdot \text{H}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}, I_{\kappa}^{\nu} = 0,21 \cdot 10^{-8} \text{ мм}^3 \cdot \text{H}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$. Высокие ударостойкие свойства пленкам с поликристаллической структурой обеспечивают низкие значения E = 298,8 ГПа и высокие значения $W_e = 75$ %.



Рис. 3. Зависимость физико-механических свойств от состава и структуры пленок Ti–Al–N

Фазовый переход кубической фазы *c*–AlN в фазу вюрцита *w*–AlN ($V_{(100)w-AlN} = 19$ %) при $x \ge 0,60$ в пленке $Ti_{1-x}Al_xN$ приводит к ухудшению ее Ф-МС и трибологических свойств вследствие несоответствия молярных объемов фазы *h*–Ti₃Al₂N₂ и фазы *w*–AlN.

Установлено, что стабильность коэффициента трения на протяжении пути трения зависит от содержания $V_{h-\text{Ti}_3\text{Al}_2\text{N}_2}$, C_{Al} в пленке $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ и шероховатости ее поверхности (рис. 4).



Рис. 4. Зависимости коэффициента трения пленки Ti–Al–N от состава, структуры и шероховатости ее поверхности

Решение задачи по обеспечению высокой стойкости РИ, работающих в условиях совместного действия абразивного износа и ударных нагрузок, возможно только при проектировании многослойных пленок, каждый слой которых обладает гарантированно заданным составом, структурой, оптимальными Ф-МС, трибологическими и ударостойкими свойствами [5].

Полученные корреляционные зависимости состава, структуры и свойств позволили выработать концепцию построения многослойной пленки Ti–TiN–[Ti_{1–x}Al_xN_{пк}–Ti_{1–x}Al_xN_{нк}]_n–Ti_{1–x}Al_xN_{нк} с чередующимися слоями [Ti_{1–x}Al_xN_{пк}–Ti_{1–x}Al_xN_{нк}]_n, адаптированными под заданные функциональные задачи, определенные условиями эксплуатации (рис. 5).

Стойкость к абразивному износу в процессах прерывистого резания в среде СОЖ многослойной пленки Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{пк}-Ti_{1-x}Al_xN_{нк}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{нк} определена функциями слоев:



Рис. 5. Многослойная пленка Ti–TiN–[Ti_{1-x}Al_xN_{пк}–Ti_{1-x}Al_xN_{нк}]_n–Ti_{1-x}Al_xN_{нк} с чередующимися слоями Ti_{1-x}Al_xN_{пк}–Ti_{1-x}Al_xN_{нк}

1. Адгезионный подслой Ті и переходный слой ТіN обеспечивают адгезионную прочность пленки (SRC = 0 %, HF1), полученную за счет близких коэффициентов термического расширения $\alpha_{Ti}/\alpha_{nodn} = 0.8$ и $\alpha_{Ti}/\alpha_{TiN} = 0.9$.

2. Промежуточные слои с поликристаллической структурой $Ti_{1-x}Al_xN_{n\kappa}$ обладают стабильным фазовым составом: $V_{h-Ti_3Al_2N_2} = 65$ %, $V_{c-AIN} = 25$ %; элементным составом $C_{AI} = 0,35$; низким значением E = 298,8 ГПа, высоким значением $W_e = 75$ %; выполняют функцию демпфера и обеспечивают улучшенные ударостойкие свойства.

3. Нанесение промежуточных слоев и верхнего слоя Ti_{1-x}Al_xN_{нк} с нанокристаллической структурой обеспечивает пленке комплекс высоких Ф-МС и трибологических свойств.

4. Многократное чередование промежуточных слоев $[Ti_{1-x} Al_x N_{пк} - Ti_{1-x} Al_x N_{н\kappa}]_n$ толщиной не более 220 нм для $Ti_{1-x} Al_x N_{н\kappa}$ и 110 нм для $Ti_{1-x} Al_x N_{п\kappa}$ обеспечивает необходимый градиент Ф-МС по сечению пленки, что способствует эффективному торможению развития «хрупкой трещины», повышению износо-, ударостойкости осаждаемой пленки.

Промышленные испытания по поперечному фрезерованию, нарезанию резьб и сверлению материалов 12Х18Н10Т, ЛС-59-1, Д16Т, 08кп, А12, 40Х, стеклотекстолита СТЭФ мелкоразмерными фрезами, метчиками и сверлами из стали Р6М5, Р18, упрочненными многослойной пленкой Ti–TiN–[Ti_{1–x}Al_xN_{пк}–Ti_{1–x}Al_xN_{нк}]_n–Ti_{1–x}Al_xN_{нк}, выполненные в производственных условиях ООО ИПК «Техноконтроль» и ООО «Лысьвенский завод бытовой техники», показали увеличение стойкости РИ до 2,35–4,8 раз (рис. 6).



Рис. 6. Результаты промышленных испытаний режущего инструмента при обработке различных групп материалов

На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

Установлены закономерности изменения фазового и элементного составов, структуры и топографии поверхности пленок Ti–Al–N от технологических параметров процесса ИМР. Показано, что увеличение P до 0,28 Па, U_{см} на подложке до 50 В и I_{Al} до 15 А приводит к увеличению объемной доли термически стабильной фазы h–Ti₃Al₂N₂, содержания Al до 0,38, степени текстурированности пленки до 0,80, снижению степени деформации КР; способствует формированию стабильной нанокристаллической структуры пленки с размером зерна до 20 нм. Плотная поликристаллическая структура пленок на основе фаз h-Ti₃Al₂N₂ и c-AlN формируется при увеличении $U_{cм}$ до 55 В и снижении I_{Al} до 14 А.

Наилучший комплекс Ф-МС и трибологических свойств получен для пленки Ti–Al–N с нанокристаллической структурой. Высокие ударостойкие свойства получены у пленки с поликристаллической структурой. Показано, что основными параметрами, определяющими стойкость многослойной пленки на основе Ti–Al–N к абразивному износу в условиях прерывистого резания в среде СОЖ, являются объемная доля фазы h–Ti₃Al₂N₂, концентрация Al и градиент структуры чередующихся нанокристаллического и поликристаллического слоев Ti_{1-x}Al_xN_{пк} – Ti_{1-x}Al_xN_{нк}.

Список литературы

1. Григорьев С.Н. Повышение надежности режущего инструмента путем комплексной ионно-плазменной поверхностной обработки: дис. ... д-ра техн. наук. – М., 1995. – 448 с.

2. Improvement of mechanical and tribological properties in steel surfaces by using titanium–aluminum/titanium–aluminum nitride multilayered system / L. Ipaz, J.C. Caicedo, J. Esteve, F.J. Espinoza-Beltran, G. Zambrano // Applied Surface Science. – 2012 – Vol. 258, iss. 8. – P. 3805–3814.

3. Mechanical properties and machining performance of $Ti_{1-x}Al_xN$ -coated cutting tools / A. Hörling, L. Hultman, M. Oden, J. Sjölen, L. Karlsson // Surface and Coatings Technology. – 2005. – Vol. 191. – P. 384–392.

4. Каменева А.Л., Караваев Д.М., Пименова Н.В. Методики изучения трибологических характеристик пленок // Технология металлов. – 2012. – № 2. – С. 34–38.

5. Патент № 2533576 РФ, МПК С23С14/06. Способ получения многослойного многофункционального покрытия / Каменева А.Л., Сошина Т.О. Опубл. 20.11.2014. Бюл. № 32.

References

1. Grigor'ev S.N. Povyshenie nadezhnosti rezhushchego instrumenta putem kompleksnoi ionno-plazmennoi poverkhnostnoi obrabotki [Improving the reliability of the cutting tool by someone the complex ion-plasma surface treatment]. Doctor's degree dissertstion. Moscow, 1995. 448 p.

2. Ipaz L., Caicedo J.C., Esteve J., Espinoza-Beltran F.J., Zambrano G. Improvement of mechanical and tribological properties in steel surfaces by using titanium–aluminum/titanium–aluminum nitride multilayered system. *Applied Surface Science*, 2012, vol. 258, no. 8, pp. 3805-3814.

3. Hörling A., Hultman L., Oden M., Sjölen J., Karlsson L. Mechanical properties and machining performance of $Ti_{1-x}Al_xN$ -coated cutting tools. *Surfaceand Coatings Technology*, 2005, vol. 191, pp. 384-392.

4. Kameneva A.L., Karavaev D.M., Pimenova N.V. Metodiki izucheniia tribologicheskikh kharakteristik plenok [Methods of studying the tribological characteristics of films]. *Tekhnologiia metallov*, 2012, no. 2, pp. 34-38. 5. Kameneva A.L., Soshina T.O. Sposob polucheniia mnogosloinogo mnogofunktsional'nogo pokrytiia [A method for producing a multilayer coating multifunction]. *Patent № 2533576 RF, MPKS23S14/06.* 20.11.2014. Biulleten' no. 32.

Получено 29.06.2015

Об авторе

Сошина Татьяна Олеговна (Пермь, Россия) – заведующая лабораторией металлургии, доцент кафедры «Технические дисциплины» Лысьвенского филиала Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: soshtanya@rambler.ru.

About the author

Tat'iana O. Soshina (Lysva, Russian Federation) – Head of the Laboratory of Metallurgy, Associate Professor, Department "Engineering Disciplines", Perm National Research Polytechnic University, Lysvensky branch; e-mail: soshtanya@rambler.ru.