

## СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДОВ ТИТАНА-АЛЮМИНИЯ-КРЕМНИЯ, ОСАЖДЕННЫХ НА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

А.К. Кулешов<sup>1)</sup>, Г.В. Марков<sup>2)</sup>, Д.П. Русальский<sup>1)</sup>, В.М. Анищик<sup>1)</sup>, А.Т. Волочко<sup>2)</sup>, М. Опеляк<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Белорусский государственный университет  
пр. Независимости, 4, 220030 Минск, Беларусь, тел. +375 17 2095512, e-mail: [kuleshak@bsu.by](mailto:kuleshak@bsu.by)

<sup>2)</sup>Физико-технический институт НАН Беларуси,  
ул. академика В.Ф. Купревича, 10, 220141, Минск, Беларусь,  
+375 17 2676010, e-mail: [phti@ns.igs.ac.by](mailto:phti@ns.igs.ac.by)

<sup>3)</sup>Люблинский технический университет, Люблин, Польша

Ti-Al-Si-N покрытия были сформированы на инструментальных материалах при вакуумно-дуговом осаждении в среде азота с использованием сплавленного Ti-Al-Si катода. Сформированное покрытие Ti-Al-Si представляет собой мелкокристаллическую систему с включениями Ti в виде капельной фазы. Фазовый состав покрытий представляет собой композицию из фаз Ti, TiN, (Ti<sub>3</sub>Al)N и (Ti,Al,Si)N. Твердость покрытий находится в интервале 25-35 ГПа, коэффициент трения покрытий, осажденных на стальные шлифованные подложки, имеет значение 0.2 - 0.4.

### Введение

В настоящее время широко используют для повышения стойкости инструмента как однослойные, так и многослойные покрытия на основе карбида титана, нитрида титана и оксида алюминия [1,3]. Менее распространенные покрытия состоят из нитридов и карбидов гафния, карбидов хрома, циркония, боридов титана и др.[3-5]. Известно [1-5], что при разных вариантах расположения слоев TiC, (Ti,Al)N, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в многослойном покрытии возможна максимальная реализация тех или иных свойств: жаростойкости, низкого коэффициента трения, износостойкости и др. Интенсивно исследуются покрытия, получаемые, в основном, магнетронным или плазмохимическим осаждением с участием наноструктурных и аморфных слоев на основе более сложных нитридных систем (твердые растворы металлов нитридов с аморфными включениями нитрида кремния), обладающие более высокой твердостью. Однако эффект высокой твердости наноструктурированных покрытий довольно быстро исчезает при высокотемпературном воздействии, что связано скорее всего с диффузионным рассасыванием отдельных включений или слоев [6,7]. Подобные перспективные сложные нитридные покрытия системы Ti-Al-N с добавлением Si покрытия, формируемые при ионно-плазменном нанесении, возможно, будут обладать более высокой термической стабильностью и стойкостью к окислению.

Поэтому целью данной работы было исследование структуры, механических свойств и элементного состава покрытий Ti-Al-Si-N, осажденных методом вакуумно-дугового осаждения с использованием трехкомпонентного катода Ti-Al-Si.

### Методика эксперимента

В качестве объектов исследований использовались покрытия Ti-Al-Si-N, осажденные методом вакуумно-дугового осаждения на подложки из твердого сплава T15K6, стали P6M5, стали 3, а также фольгу молибдена.

Для осаждения покрытий использовались специально изготовленные трехкомпонентные

катоды с массовым процентным содержанием элементов: 63Ti-32Al-5Si. Основные режимы осаждения были следующие: ток дуги катода 80 А, напряжение смещения минус 150 В, время осаждения 7 и 15 мин. Давление газов в камере при осаждении составляло  $5 \cdot 10^{-2}$  Па.

Фазовое состояние образцов изучалось при помощи рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-4 в геометрии Брегга-Брентано с излучением CuK $\alpha$ . Микроструктура образцов исследовалась сканирующей электронной микроскопией (СЭМ) на приборе LEO1455VP в режимах регистрации вторичных и обратно рассеянных электронов, а также в элементном контрасте (регистрация только обратно рассеянных электронов). СЭМ-исследования комбинировались с изучением элементного состава методом энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭДРМ) на микроанализаторе Rontec.

Также элементный состав покрытий определялся с помощью Оже-спектроскопии с использованием прибора PHI-660 (Perkin Elmer).

Микротвердость поверхностных слоев покрытий на инструменте измерялась методом Виккерса на приборах Wilson Instruments 402MVD и ПМТ-3 путем вдавливания алмазной пирамидки при нагрузках 0.1-2 Н, что позволяло изменять глубину индентирования от 0.3 до 2 мкм.

Фрикционные испытания по методу "палец-поверхность" проводились на трибометре в условиях сухого трения при возвратно-поступательном скольжении индентора по поверхности покрытия. Скорость движения столика с образцом составляла 4 мм/с, закругленный индентор с радиусом закругления 0.5 мм был выполнен из твердого сплава ВК8, нагрузка на индентор при испытаниях составляла 0,5 Н.

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены результаты исследований морфологии (СЭМ) и элементного состава (ЭДРМ) образцов с покрытиями Ti-Al-Si-N на молибденовой фольге. Обнаружено, что сформированные покрытия являются сплошными, без об-

ластей отслоения и растрескивания. Покрытия содержат небольшое количество капельной фазы, некоторые капли достигают размера около 10 мкм. При помощи исследования распределения элементов вдоль линии на поверхности покрытия (рис.1 б,в) удалось изучить элементный состав капель. Обнаружено, что основным элементов капель является титан. Интенсивность его характеристического излучения в месте расположения капель резко возрастает. В этих же местах наблюдается также и увеличение интенсивности характеристического излучения кремния, т.е. в состав капель помимо титана также входит и кремний.

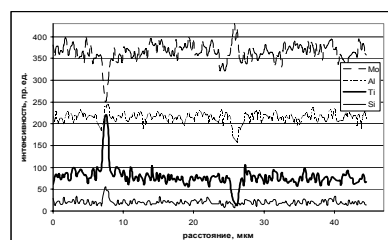
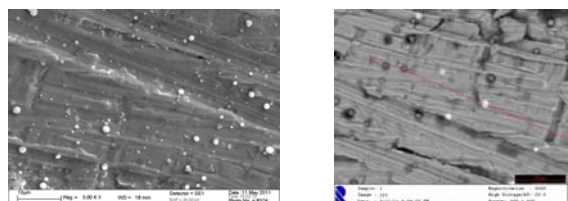


Рис. 1. СЭМ-фотографии поверхности покрытия Ti-Al-Si-N на молибдене (осаждение 7 минут) (а,б) и распределение характеристического рентгеновского излучения элементов (в) при сканировании вдоль линии по поверхности покрытия на вставке (б).

Концентрации элементов в Ti-Al-Si-N покрытии, полученные с помощью метода стандартов, используя экспериментальные данные Оже-спектроскопии, показаны на рис. 2. Половинная атомная концентрация азота указывает на формирование нитридного покрытия. В этом покрытии соотношение металлических элементов (59Ti, .35Al, 6Si) близко к исходному катодному составу.

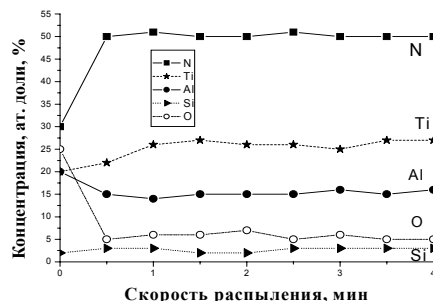


Рис. 2. Распределение элементов в Ti-Al-Si-N покрытии на стали Р6М5 (осаждение 15 мин).

Результаты рентгеноструктурного анализа образцов с покрытиями на инструментальных под-

ложках представлены на рис. 3. Помимо рефлексов, которые принадлежат исходным материалам, присутствуют дополнительные рефлексы, принадлежащие фазам Ti, TiN, (Ti<sub>3</sub>Al)N и (Ti,Al,Si)N. Значительное уширение рефлексов нитридных фаз свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в покрытии.

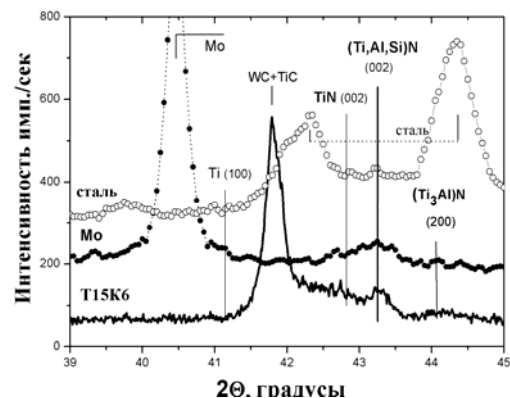


Рис. 3. Дифрактограммы от поверхностных слоев покрытия Ti-Al-Si-N на твердом сплаве Т15К6, стали (ст. 3) и молибденовой фольге.

Твердость покрытий на стали и сплаве (рис. 3), осажденных в течение 15 мин, превышает твердость стали и твердого сплава в 2-2.5 раза и составляет в среднем соответственно 25 и 35 ГПа. На основе анализа зависимости твердости от глубины индентирования и СЭМ исследования отслоившихся во время трения участков покрытия была установлена толщина покрытий, осажденных в течение 7 мин – 0.2÷0.3 мкм, в течение 15 мин – 0.4÷0.5 мкм.

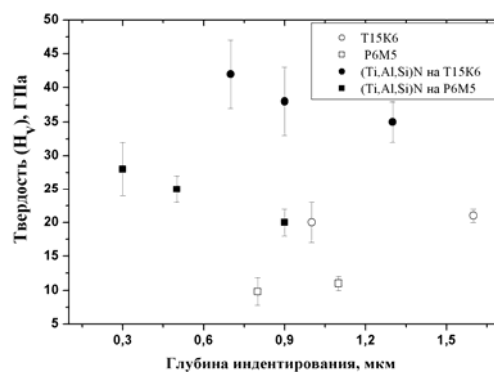


Рис. 4. Микротвердость покрытия Ti-Al-Si-N на твердом сплаве Т15К6 и стали Р6М5 (осаждение 15 мин) в зависимости от глубины индентирования.

Результаты фрикционных испытаний образцов с покрытиями на твердом сплаве и стали Р6М6 (рис. 5 а, б) показали, что зависимость коэффициента трения от пути трения в случае подложки из твердого сплава имеет вначале некую периодическую зависимость, а затем, после 4,5 метров истирания, покрытие начинает интенсивно разрушаться. Возможно, проявляется высокая шероховатость поверхности исходного твердого сплава.

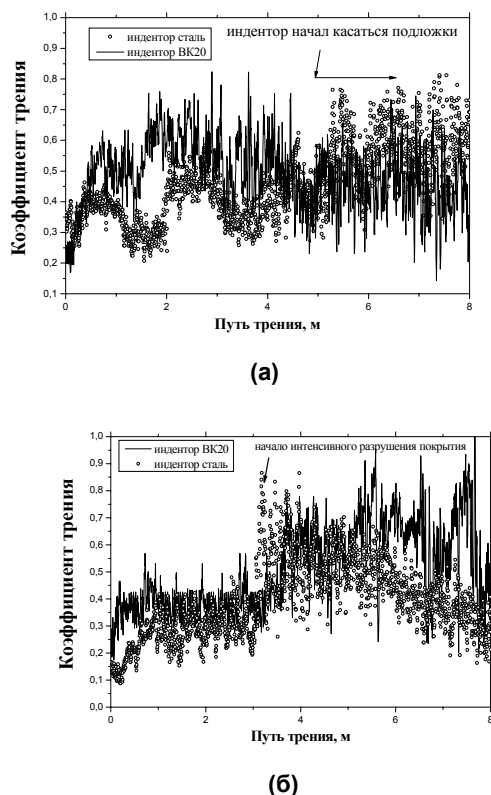


Рис. 5. Зависимости коэффициента трения от пути трения для образцов покрытия Ti-Al-Si-N на твердом сплаве Т15К6 (а) и стали Р6М5 (б) для стального и твердосплавного индентора.

В случае шлифованной стальной подложки граница интенсивного разрушения покрытия проявляется более четко, а до этого коэффициент трения имеет низкое значение 0.2-0.4. Резкий переход от трения индентора в покрытии с низким коэффициентом трения к абразивному трению, когда значение коэффициента трения колеблется в широком интервале значений, свиде-

тельствует о хрупком, абразивном механизме разрушения покрытия в результате слабой адгезии покрытия. При этом в треке износа формируются крупные и твердые частицы износа.

### Закключение

В результате использования катода с массовым процентным содержанием металлических элементов 63Ti-32Al-5Si с помощью вакуумно-дугового осаждения в среде азота были сформированы покрытия на основе нитридов (Ti,Al,Si)N, TiN, (Ti<sub>3</sub>Al)N, имеющие микрокристаллическую структуру с включениями Ti в виде капельной фазы. Элементный состав металлических фаз в покрытии близок к составу используемого катода. Твердость покрытий имеет среднее значение для стальной подложки 25 ГПа, а для твердосплавной 35 ГПа. Коэффициент трения покрытий, осажденных на стальные шлифованные подложки, имеет значение 0.2 - 0.4.

### Список литературы

1. Вережца А.С. Работоспособность режущего инструмента с износостойкими покрытиями. – М.: Машиностроение, 1993. – 336 с.
2. Береснев В.М., Погребняк А.Д., Азаренков Н.А., Фареник В.И., Кирик Г.В. // ФИП PSE – 2007. – Т. 5. – 1-2. – С. 4-26.
3. Huang P.K., Yeh J.W. // Surface & Coatings Technology – 2009. – 203 (13). – P.1891-1896.
4. Uglov V.V., Anishchik V.M., Zlotski S.V. and Abadias G. // Surface and Coatings Technology. – 2006. – 200 (22-23). – P. 6389-6394.
5. Углов В. В., Кулешов А. К., Анищик В. М., Злоцкий С. В., Даниленок М. М. // Вакуумная техника и технология. – 2007. – Т. 17. – 4. – С. 281-284.
6. Avi Raveh, Ido Zukerman, Roni Shneck, Rudi Avni, Ilana Fried // Surface & Coatings Technology. – 2007. – 201. – P. 6136–6142.
7. Veprek, S., Veprek-Heijman, M.J.G. // Surface & Coatings Technology. – 2008. – 202. – P. 5063-5073.

## STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES TITANIUM-ALUMINIUM-SILICON NITRIDE COATING DEPOSITED ON INSTRUMENTAL ALLOYS

A.K. Kuleschov<sup>1)</sup>, G.V. Markov<sup>2)</sup>, D.P. Rusalsky<sup>1)</sup>, V.M. Anisthik<sup>1)</sup>, A.T. Volochko<sup>2)</sup>, M. Opielak<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Belarusian State University

4, Nezavisimosti ave., 220030 Minsk, Belarus tel. +375 17 2095512, e-mail: [kuleshak@bsu.by](mailto:kuleshak@bsu.by)

<sup>2)</sup>Physical-technical institute of National academy of sciences of Belarus,

220141, Minsk, Belarus, Kuprevich Str. 10, +375 17 2676010, e-mail: [phti@ns.igs.ac.by](mailto:phti@ns.igs.ac.by)

<sup>3)</sup>Lublin University of Technology, Lublin, Poland

Ti-Al-Si-N coating on instrumental alloys tools were formed by vacuum arc deposition using three-component cathode. The structure of Ti-Al-Si coating is fine crystalline with Ti precipitates. The phase composition of Ti-Al-Si-N coating consists of phases of Ti, TiN, (Ti<sub>3</sub>Al)N and (Ti,Al,Si)N. The hardness of coating on hard alloy and P6M5 steel is in range 25-35 ГПа, friction coefficient of this coatings on polished steel is value in the range 0.2 - 0.4.