Влияние трибологических свойств многослойных наноструктурированных покрытий Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N на режущие свойств инструмента с данными покрытиями при точении сплава Inconel 718

Abstract. В статье исследуются трибологические свойства многокомпонентных наноструктурированных покрытий Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N, а также износостойкость и характера разрушения режущего инструмента с данными покрытиями при точении сплава Inconel 718. В качестве объекта сравнения рассматривалось также покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. При том, что покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N обладает высокой твердостью, оно также показало высокие значения коэффициента трения при температурах 600 °C и выше (то есть, при температурах в зоне резания). Покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N обладает сбалансированным сочетанием высокой твердости и низкой величины коэффициента трения при температурах зоны резания. В итоге инструмент с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N показал износостойкость в 2.4 раза выше, чем у инструмента с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. В процессе резания в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N формируются оксиды циркония и хрома, а в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N наблюдается формирование оксидов циркония и молибдена, что может оказывать позитивное влияние на условия резания. При окислительном воздействии в условиях резания наблюдалась практически полная трансформация нитридной структуры покрытия в оксидную, при этом наблюдалось частичное сохранение нанослойного строения.

Keywords:

1. Introduction

Аустенитный никель-хромовый жаропрочный сплав Inconel 718 предназначен для эксплуатации при температурах до 700 °C и является одним из наиболее распространённых сплавов семейства Inconel [1-3]. Основа сплава Inconel 718 – аустенитный твердый раствор системы никель-хром-железо (см. Таблицу 1). Такие свойства рассматриваемого сплава, как низкая теплопроводность (следствием чего является существенный нагрев передней поверхности инструмента), склонность к деформационному упрочнению, присутствие в структуре абразивных карбидных частиц, а также достаточно высокая твердость и активное адгезионное взаимодействие и интердиффузия с инструментальным материалом затрудняет его обработку резанием [4-6]. При точении данного сплава имеет место повышенный износ режущих инструментов [5,6].

Таблица 1. Химический состав сплава Inconel 718

C	P	Mn	Cr	Zr	W	Ti	Si	Ni	Nb	Mo	Fe	Al
<0.08	≤0.015	≤0.60	17.0-21.0	≤0.020	2.50-3.50	0.65-1.15	≤0,30	50.0-55.0	4.75-5.50	2.80-3.30	Balance (~18-20%)	0.20-0.80

При том, что имеется большой объем исследований, рассматривающих точение Inconel 718 твердосплавным инструментом с покрытиями, обычно рассматривается всего несколько составов покрытий (см. Таблицу 2). Чаще всего рассматриваются однослойные покрытия TiN или TiAlN, а также покрытия с многослойной/нанослойной архитектурой TiAlN и TiN/AlTiN. Кроме этого, применяются покрытия CrN и Al_2O_3. В Таблице 2 представлен обобщенный обзор инструментальных материалов (твердых сплавов), покрытий и режимов резания при точении Inconel 718 в условиях сухого резания. Можно видеть, что использование инструмента с износостойкими покрытиями позволяет заметно повысить скорость резания за счет снижения температуры в зоне резания и уменьшения интенсивности изнашивания. При скорости резания v_c = 100 m/min для инструмента с покрытием TiN/TiC температура в зоне резания составляет порядка 1050 °C [10], при этом для инструмента без покрытия уже при скорости v_c = 35 m/min температура достигает 1000 °C [6].

Таблица 2. Инструментальные материалы, покрытия и режимы резания при точении Inconel 718 (сухое резание).

Инструментальный материал	Покрытие	Режимы резания		
		Скорость резания v_c, m/min	Подача f, mm/rev	Глубина резания a_p, mm
Carbide K20, P20 [6]	-	35, 15	0.10	1.50
Carbide K20 [7]	-	19	0.09	1.00
Carbide K20 [8]	CrN, TiN (PVD)	200	0.04	0.50
Carbide K20 [9]	TiN (PVD), Al_2O_3 (CVD)	30, 40, 50	0.20, 0.30, 0.40	2.00
Carbide P20 [10]	TiN/TiC multilayered (PVD)	30, 100, 150	0.20	0.25
Carbide K20 [11]	TiN,TiCN, TiAlN (PVD)	46, 76	0.15	1.50
Carbide K20 [12]	TiAlN, TiAlN-multilayer, TiN/TiCN/TiAlN-multilayer (PVD)	61, 76		
Carbide K20 [13]	TiN/AlTiN nanolayer, CrN/TiN (PVD)	40	0.20	1.50
Carbide [14,15]	TiAlN (PVD)	30, 40, 50	0.1	1.00
Carbide P25 [16]	TiAlN (PVD)	46, 57, 74	0.20, 0.25	2.00
Carbide K20 [17]	TiN/Al_2O_3/TiCN (CVD), TiN/TiAlN (PVD)	50–90	0.05–0.20	0.50
Carbide K20 [18]	TiAlN (PVD)	20	0.025, 0.05, 0.07	1.00
Carbide K20 [19]	TiAlN (PVD)	20, 32, 45	0.10	1.00
Carbide [20]	TiCN/Al_2O_3/TiN (PVD)	20, 30, 50	0.25, 0.30	2.50, 3.00
Carbide [21]	TiAlN (PVD)	40, 80, 120	0.20	1.00
Carbide [22]	TiAlN (PVD)	80, 100, 120	0.05, 0.15, 0.25	0.40

Сопоставление износостойкости инструментов с различными покрытиями позволяет построить обобщенную шкалу эффективности использования покрытий различного состава при точении Inconel 718:

Uncoated < Al_2O_3 (CVD) < TiN (PVD) < TiAlN (PVD) < TiN/AlTiN nanolayer

Применение инструмента с инновационными покрытиями может обеспечить дальнейшее повышение производительности обработки Inconel 718. При высокой температуре в зоне резания, характерной для точения Inconel 718, особое значение приобретают диффузионные и окислительные процессы [10,21,22]. Как известно, позитивное влияние на процесс резания в условиях высоких температур могут оказывать оксиды таких металлов, как алюминий, молибден и хром [23-26]. Формирующиеся на передней поверхности инструмента плотные пленки оксидов указанных металлов с одной стороны защищают инструмент от дальнейшего окисления, а с другой стороны могут благоприятным образом трансформировать условия резания за счет снижения коэффициента трения [27-29]. С другой стороны, с точки зрения трещиностойкости и стойкости к хрупкому разрушению позитивное влияние на свойства покрытия может оказывать введение в его состав нитрида циркония [30,31].

Задачей настоящего исследования было сравнение трибологических свойств многокомпонентных наноструктурированных покрытий Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N, а также износостойкости и характера разрушения режущего инструмента с данными покрытиями при точении сплава Inconel 718. В качестве объекта сравнения было выбрано покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. Особое внимание уделялось диффузионным и окислительным процессам, а также трещинообразованию в структуре исследуемых покрытий. Использовалась предложенная ранее трехслойная архитектура покрытий, включающая адгезионный слой (обеспечивающий максимальную адгезию с субстратом, толщиной 30-50 нм), переходный слой (обеспечивающий плавное изменение механических свойств между субстратом и износостойким слоем, а также дополнительные барьерные функции, толщиной 0,7 – 1,0 мкм) и износостойкий слой (непосредственно находящийся в контакте с потоком обрабатываемого материала, имеющий нанослойное строение и толщину порядка 3 мкм) [32-34].

Рассматривались три покрытия, обладающие достаточно различающимися механическими свойствами:

- референтное покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. Данное покрытие обладает высокой твердостью и износостойкостью, но при этом достаточно хрупкое. Из элементов, потенциально формирующих трибологически активные оксиды, данное покрытие включает хром и алюминий [35-38].

- покрытие Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N, обладающее несколько меньшей твердостью по сравнению с покрытием (Ti,Cr,Al)N, но при этом демонстрирующее лучшую трещиностойкость и стойкость к хрупкому разрушению [39-41]. Данное покрытие также содержит хром и алюминий, что позволяет прогнозировать формирование трибологически активных оксидных пленок в условиях резания.

- покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N, которое теоретически может сочетать хорошую твердость, трещиностойкость и возможность формирования трибологических пленок оксидов молибдена и алюминия [42-46]

2. Materials and Methods

Исследуемые покрытия осаждались на установке VIT-2, (IDTI RAS – MSTU STANKIN, Russia) в которой применяется сочетание filtered cathodic vacuum arc deposition (FCVAD) [47-50] и Controled Accelerated Arc (CAA-PVD) [51,52]. При осаждении покрытий катод Al (99,8%) устанавливался в систему FCVAD, а катоды Cr (99,9%), Mo (99,8%), Zr (99,8%), а акже Ti (99,6 %) (в зависимости от состава покрытия) устанавливались на испарители CAA-PVD.

Основные параметры осаждения покрытий представлены в Таблице 3.

Table 3. Основные параметры процесса осаждения покрытий.

Parameters / Process	gas pressure p_N (Pa)	voltage on substrate U (V)	Cathode arc current (A)			
			Al	Ti/Zr	Cr	Mo
Coating Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N						
Heating and cleaning products with gaseous plasma	2.0	100 DC	75	110	-	-
Coating deposition	0.42	-150 DC	160	110	75	-
Coating Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N						
Heating and cleaning products with gaseous plasma	2.0	100 DC	75	110	-	-
Coating deposition	0.42	-150 DC	160	110	75	140
The reference Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N coating						
Heating and cleaning products with gaseous plasma	2.0	100 DC	75	-	75	-
Coating deposition	0.42	-150 DC	160	110	-	140
For all coatings						
Product cooling	0.06	-	-	-	-	-

Нанослойная структура покрытий формировалась за счет планетарного вращения образцов при основной частоте вращения поворотного стола $n = 0.7$ rpm [53].

Покрытие осаждалось на SNUN ISO 1832:2012 carbide inserts (WC+15% TiC+6% Co) (для проведения всех исследований кроме трибологических тестов). Для проведения трибологических тестов использовались инденторы цилиндрической формы с полусферическим окончанием. Данные инденторы изготавливались из материала, идентичного материалу carbide inserts, а осаждение покрытий на пластины и инденторы проходило в едином технологическом процессе для обеспечения идентичности свойств покрытий. Перед осаждением покрытия осуществлялась подготовка образцов,

включающая их мытье в спирте высокой чистоты, промывку в дистиллированной воде с ультразвуковой стимуляцией, а также сушку в специальной камере.

Для наноструктурных исследований использовался трансмиссионный электронный микроскоп (TEM) JEM 2100 (JEOL, Japan) at an accelerating voltage of 200 kV. Состав покрытий исследовался с помощью TEM with the EDX system INCA Energy (OXFORD Instruments, UK). Образцы (lamellas) были получены с использованием Strata focused ion beam (FIB) 205 (FEI, USA).

Трибологические свойства образцов с покрытиями исследовались по специальной методике [54-56]. Измерялись прочность адгезионных связей τ_{nn}, а также воздействующие на поверхность индентора нормальные напряжения P_{rn}. Величина адгезионной составляющей коэффициента трения f_{adh} рассчитывалась, исходя из значений τ_{nn} и P_{rn} в соответствии с представленной ниже методикой. Схема установки представляет собой сдавленный между двумя параллельно расположенными пластинами из сплава Inconel 718 твердосплавный стержень с исследуемыми покрытием (подробнее схема установки описана в [54-56]). Пластины оказывают на индентор сжимающее воздействие с усилиями, идентичными возникающим в процессе резания, одновременно с этим происходит нагрев зоны контакта индентора и пластин до температур 500 … 900°C. Таким образом происходит физическое моделирование контактных условий в зоне резания. Измеряется сила F_{exp}, необходимой для вращения индентора, сдавленного между двумя пластинами. Зная величину данной силы, можно рассчитать сдвиговую прочность адгезионных связей τ_n и величину нормальные напряжения P_{rn} [54-56]. Адгезионная составляющая коэффициента трения f_{adh} рассчитывается по формуле:

$$f_{adh} = \frac{\tau_n}{p_n}$$

Износостойкость исследуемых образцов изучалась при точении Inconel 718 на ACU 500 MRD lathe (Sliven) with a ZMM CU500MRD variable-speed drive , без использования cutting fluid (dry cutting), при следующих параметрах резания: $\gamma = -7°$, $\alpha = 7°$, $\lambda = 0$, $r = 0.4$ mm; при cutting mode: $f = 0.1$ rpm, $a_p = 0.5$ mm, and $v_c = 200$ m/min. Так как задачей настоящего исследования было изучение влияния температуры на свойства покрытий, исследование режущих свойств проводилось при рационально максимальных (то есть, обеспечивающих сохранение обоснованного с точки зрения рациональной эксплуатации периода стойкости инструмента, (см. Таблицу 2) значениях скорости резания. Такие значения скорости резания, соответственно, обеспечивали максимальную температуру в зоне резания и, соответственно, максимальную активизацию диффузионных и окислительных процессов

[57,58]. В качестве критерия предельного износа инструмента была принята величина износа по задней поверхности VB_{max} = 0.3 мм. Было определено время достижения величины VB_{max} для инструмента с лучшей износостойкостью (в данном случае 12 минут резания). Инструменты с другими покрытиями также испытывались в течении 12 минут, даже если превышалось значение VB_{max} (чтобы обеспечить корректные условия сравнения процессов при резании). Для построения зависимостей износа по задней поверхности от времени резания было проведено по пять тестов для инструментов с каждым типом покрытия. Измерение величины износа проводилось через 5, 7, 10 и 12 минут резания. Затем определялись средние значение величин износа VB, для обозначения разброса в данных использовались соответствующие планки погрешностей. Образцы для исследования на ТЭМ были получены при точении в течение 12 минут без остановки процесса резания для проведения измерения промежуточных величин износа. Точение без остановки процесса использовалось для получения картины окислительных и диффузионных процессов, адекватной условию реального резания.

3. Results

3.1. Исследование механических свойств и фазового состава покрытий

Сравнение механических свойств покрытий (Таблица 3) показывает, что наиболее благоприятным сочетанием высокой твердости и хороших упругих свойств обладает покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N. Таким образом данное покрытие теоретически будет обладать высокой износостойкостью в сочетании со стойкостью к хрупкому разрушению. Референтное покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N также обладает высокой твердостью, однако при этом оно характеризуется высоким значением модуля упругости, что может свидетельствовать о склонности к хрупкому разрушению. Покрытие Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N имеет твердость заметно ниже, чем у двух других покрытий. При этом модуль упругости данного покрытия имеет среднее значение среди трех покрытий. Таким образом, покрытие Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N обладает относительно небольшой твердостью и достаточно низкий модуль упругости. Стоит отметить, что представленные измерения проводились при комнатной температуре, при температурах, характерных для зоны резания (500-1000°C) свойства покрытий будут иными. С точки зрения стойкости к разрушению при скретч-тестировании все три покрытия показали высокое значение критической нагрузки разрушения L_{C2}.

Таблица 3. Механические свойства исследуемых покрытий

Coating	Hardness, GPa	Elastic modulus, GPa	Критическая нагрузка разрушения

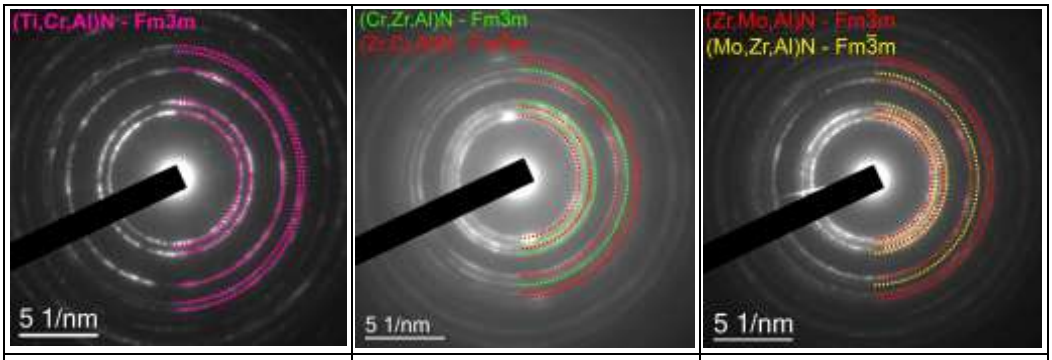
			L_{C2}, H
Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N	31.9 ± 1.4	1190.7 ± 28.2	38
Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N	32.3 ± 1.2	541.88 ± 19.7	>40
Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N	24.2 ± 0.9	746.46 ± 25.3	>40

Результаты анализа концентрации элементов в металлической подрешетке износостойкого покрытий представлены в Таблице 4. Содержание азота для всех покрытий составляло 48-51 at %. В данных Таблицы 4 и всех последующих результатах представлены данные по содержанию металлических элементов, без учета содержания азота. Стоит отметить, что, так как содержание элементов изменяется по толщине каждого нанослоя и в пределах каждого нанослойного периода, были определены усредненные значения содержания элементов (по 15 измерениям, с интервалом 10 нм).

Таблица 4. Усредненная концентрация элементов в металлической подрешетке износостойкого слоя покрытий.

Coating	Содержание элементов, at %				
	Ti	Cr	Zr	Mo	Al
Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N	49.3	38.3	-	-	12.4
Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N	-	-	51.7	35.0	13.3
Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N	-	51.3	39.1	-	9.6

С точки зрения фазового состава износостойкий слой покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N состоит из одной кубической фазы твердого раствора (Ti,Cr,Al)N, при этом покрытия Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N состоят из двух фаз кубических твердых растворов (Рис. 1). Покрытие Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N содержит (Cr,Zr,Al)N и (Zr,Cr,Al)N примерно в равных количествах, судя по интенсивностям дифракционных колец от этих фаз. Покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N содержит (Zr,Mo,Al)N и (Mo,Zr,Al)N где количество фазы твердого раствора (Zr,Mo,Al)N преобладает, судя по интенсивности дифракционных колец.



Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N	Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N	Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N

Рис. 1. Результаты исследования фазового состава покрытий.

3.2. Исследование трибологических свойств покрытий

С точки зрения адгезионной составляющей коэффициента трения f_{adh} наилучшие трибологические свойства показало покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N (Рис. 2). Если при температуре 400 °C величина f_{adh} у трех покрытий отличается очень незначительно, то при повышении температуры до 700 °C наблюдается существенный рост f_{adh} у покрытия Ti-

TiN-(Ti,Cr,Al)N, при этом f_{adh} у двух других покрытий повышается незначительно. При температуре 700 °C наблюдается максимальный разрыв в величине f_{adh} у покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N, с одной стороны, и покрытий Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N, с другой стороны. При дальнейшем повышении температуры от 700 до 900 °C начинается заметное снижение величины f_{adh} у покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N, при этом такое снижение у покрытия Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N начинается только при температуре более 800 °C. У покрытия Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N снижение f_{adh} начинается при температуре 700 °C. Таким образом, покрытия Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N при температурах 600-900 °C имеют заметно лучшие трибологические свойства по сравнению с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. Можно прогнозировать, что покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N, обладающее как лучшим сочетанием твердости и модуля упругости, так и лучшими трибологическими свойствами, покажет также хорошую износостойкость при точении сплава Inconel 718. При этом стоит учитывать, что процесс изнашивания инструмента при резании металла является весьма сложным и многофакторными. На инструмент с покрытием будут одновременно воздействовать механизмы абразивного и адгезионно-усталостного изнашивания, диффузионные и окислительные процессы и высокая температура.

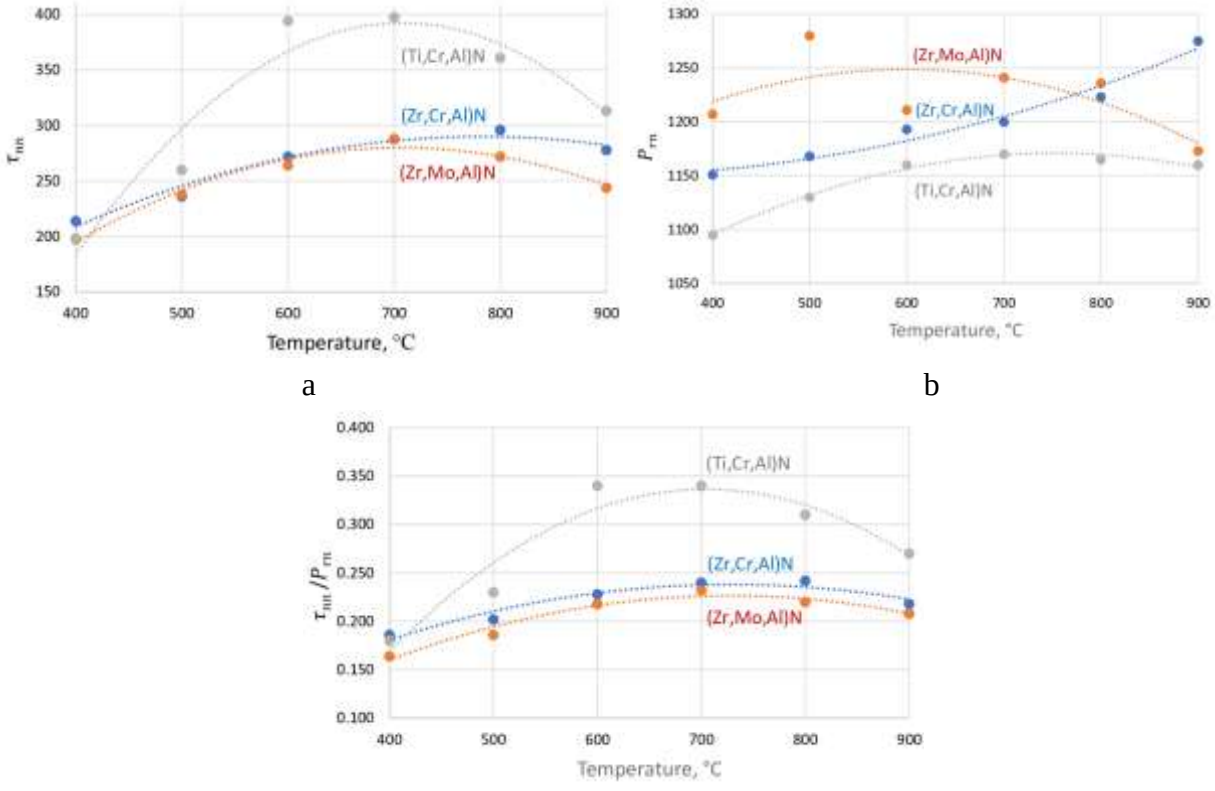


Рис. 2. Результаты исследования трибологических свойств покрытий. (a) shear strength of adhesive bonds τ_{nn}; (b) normal stresses acting on the indenter surface P_{rn} and (c) adhesion component of the COF $f_{adh} = \frac{\tau_{nn}}{p_{rn}}$

3.3. Исследование износостойкости режущего инструмента с покрытиями при точении Inconel 718

Сравнение свойств инструмента с исследуемыми покрытиями при точении сплава Inconel 718 показало, что лучшей износостойкостью обладает инструмент с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N. Данный результат хорошо коррелирует с высокой твердостью, низким модулем упругости и низким коэффициентом трения в диапазоне температур 600 – 900 °C у данного покрытия. Инструмент с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N, наоборот, показал худший результат по износостойкости. Существенный износ (превышающий VB_{max} = 0.3 мм) наблюдается у инструмента с данным покрытием уже после 5 минут резания, при том, что инструмент с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N достигает величины критерия предельного износа VB_{max} после 12 минут резания. Таким образом, период времени до достижения критерия изнашивания VB_{max} у инструмента с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N в 2.4 раза выше, чем у инструмента с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. После 12 минут резания величина износа VB составила у инструмента с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N 0.65-0.70 мм, что существенно превышает заданный критерий изнашивания. Стоит отметить, что инструмент с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N, имеющим существенно меньшую твердость по сравнению с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N, показал, тем не менее, заметно лучшую износостойкость (10 минут). Подобный эффект может быть связан как с существенным влиянием коэффициента трения на износостойкость инструмента, так и с воздействием других факторов (окислительных и диффузионных), которые будут рассмотрены ниже.

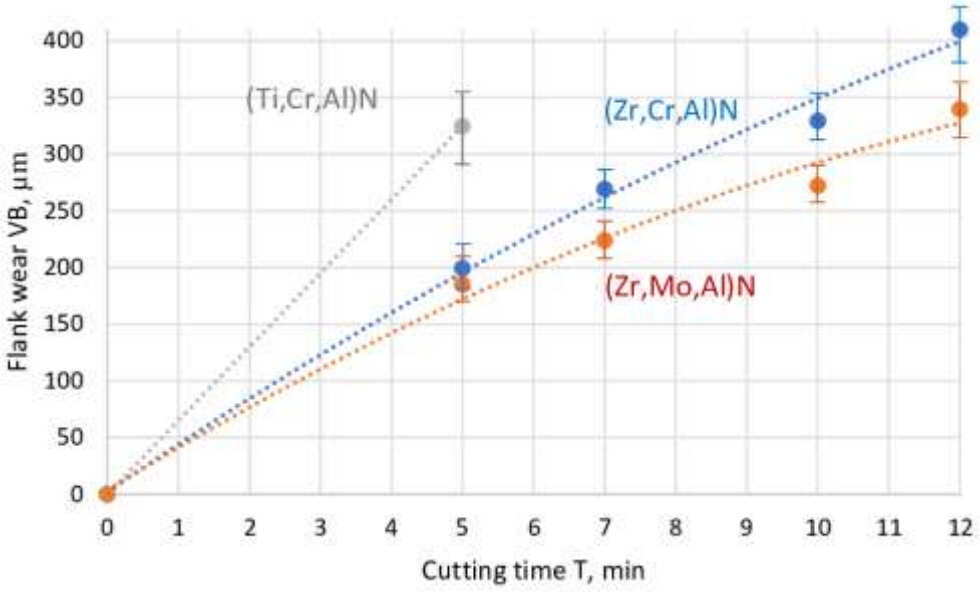


Рис. 3. Интенсивность изнашивания по задней поверхности в зависимости от времени резания при точении Inconel 718

На Рис. 4 представлен внешний вид изношенных поверхностей инструмента после достижения ими величины предельного износа. После 12 минут резания у инструмента с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N наблюдается существенный износ как по передней, так и по задней поверхности. При том, что критерий изнашивания у инструмента с данным покрытием был достигнут уже на 5-й минуте резания, резание продолжалось 12 минут, чтобы сравнение интенсивности окислительных и диффузионных процессов в покрытии Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N и других покрытиях было корректным. На Рис. 4c представлены карты распределения элементов на передней поверхности инструмента. На основе анализа данных карт были выбраны места для вырезания лемелл.

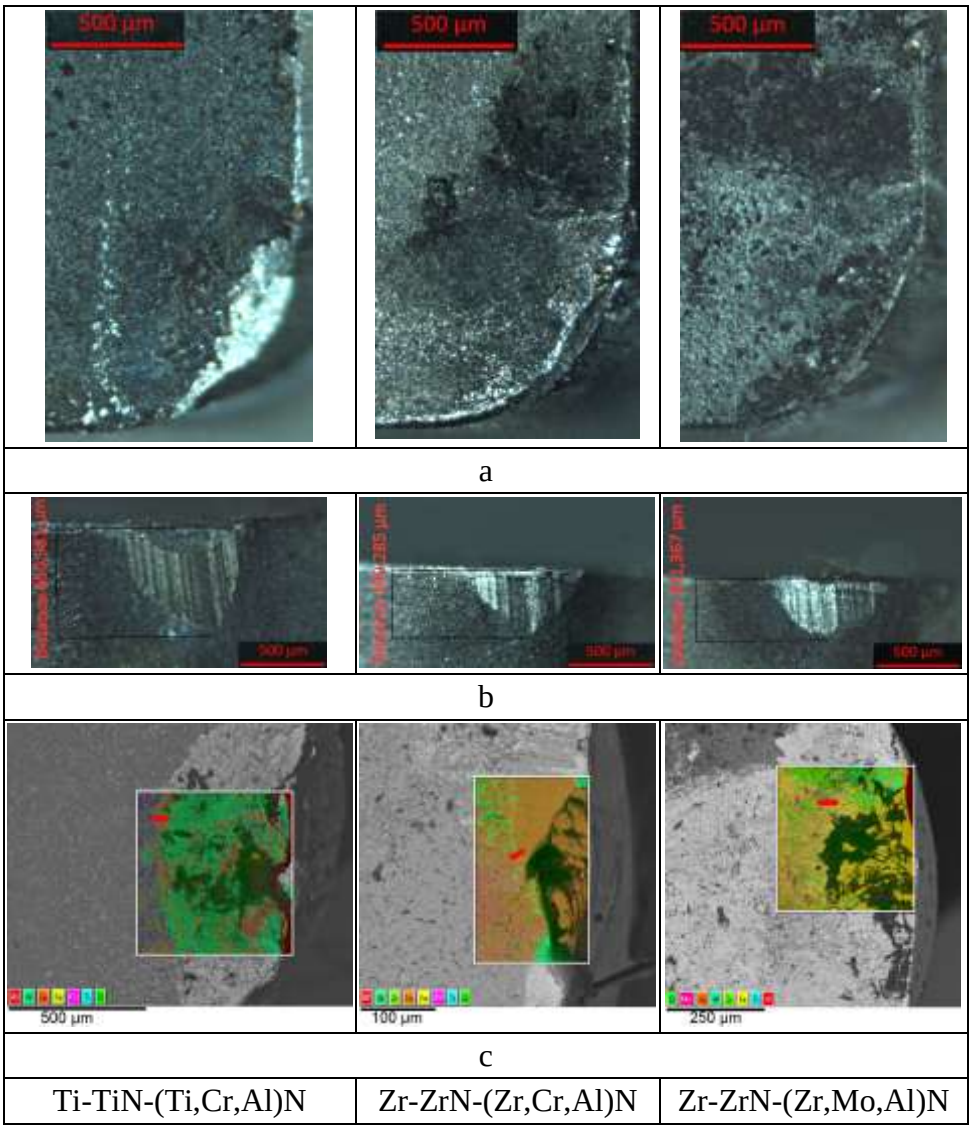


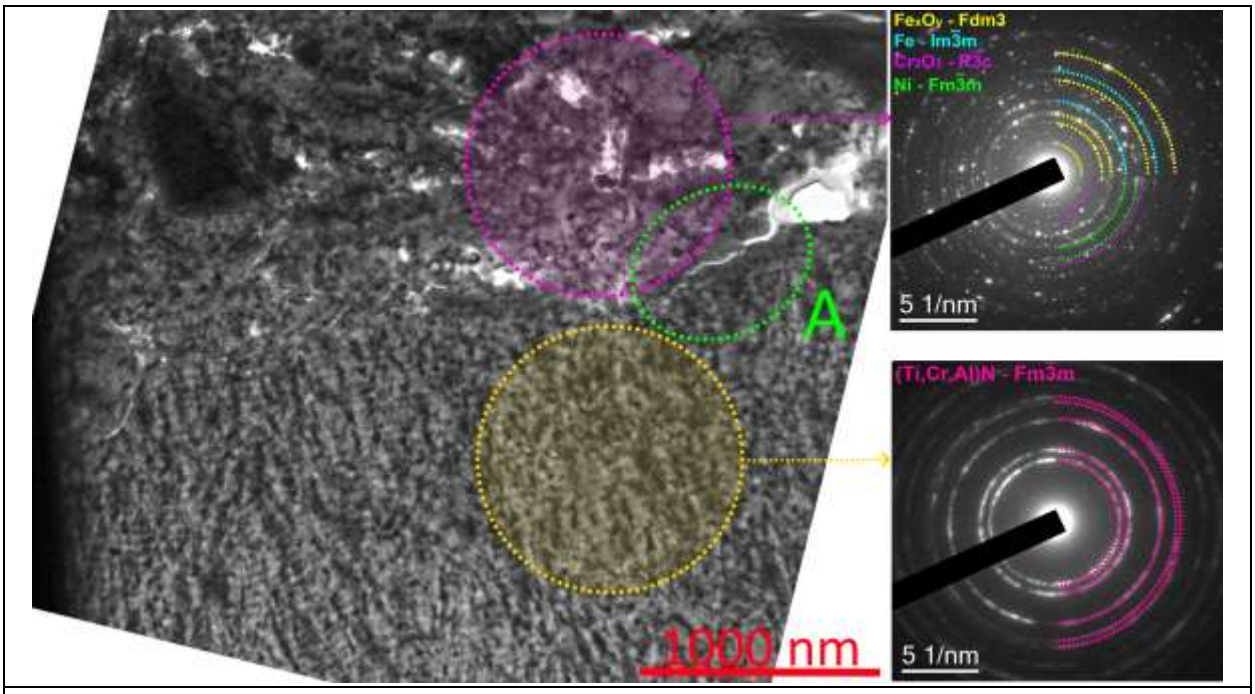
Рис. 4. Общий вид изношенного инструмента: (a) на передней поверхности, (b) на задней поверхности, (c) картирование распределения элементов на передней поверхности и обозначение мест вырезания ламелл (обозначены красными линиями).

3.4. Исследования характера изнашивания, диффузионных и окислительных процессов в покрытии Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N

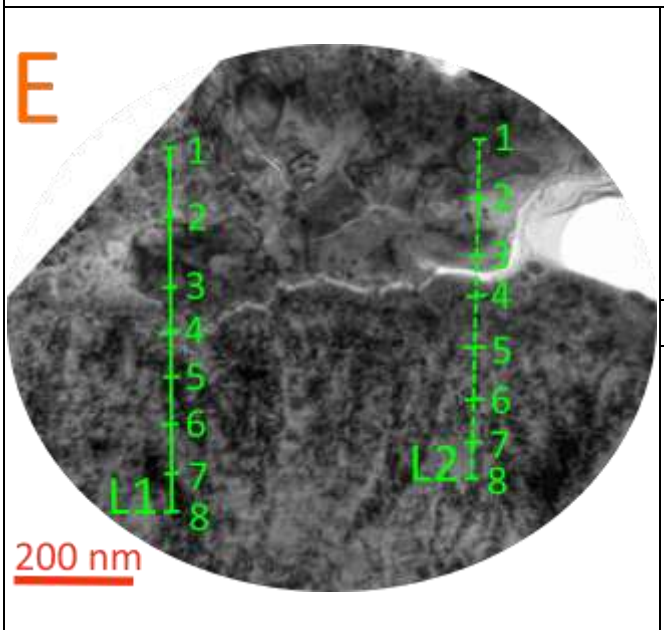
Рассмотрим особенности процессов на границе изнашивания покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N (Рис. 5). На границе налипа обрабатываемого материала и покрытия со стороны обрабатываемого материала, исходя их данных SAED, фиксируется наличие как оксидов Fe_xO_y, Cr_2O_3, так и металлических Fe и Ni (Рис. 5a). Как известно, оксид Fe_2O_3 существует в двух основных модификациях: α с ромбоэдрической решеткой и γ с кубической. Последняя представляет собой метастабильную фазу. Данная фаза очень близка по структуре и межплоскостным расстояниям к Fe_3O_4. Следовательно, различить Fe_2O_3 и Fe_3O_4 с помощью SAED крайне сложно, поэтому оксид железа в дальнейшем обозначается, как Fe_xO_y. Со стороны покрытия каких-либо оксидных фаз не обнаружено, присутствует только основная фаза покрытия – кубический (Ti,Cr,Al)N.

Исследования содержания элементов по линиями L1 и L2 (Рис. 5c) показало наличие кислорода в прилегающей к покрытию области налипа, однако в покрытии кислород не обнаружен даже в ближайших к налипу слоях. Эти данные хорошо коррелируют с результатами SAED. Анализ диффузии элементов покрытия в обрабатываемый материал затрудняется тем фактором, что в состав Inconel 718 входят в небольших количествах Ti и Al и в существенном количестве – Cr (см. Таблица 1). Однако можно видеть, что содержание Al и, особенно, Ti в прилегающей к покрытию области налипа выше фоновых значений (Рис. 5 d,e). То же самое можно сказать о хроме, содержание которого в пограничной с покрытием области налипа заметно выше по сравнению с содержанием в глубинных слоях. Таким образом можно говорить о диффузии элементов покрытия в обрабатываемый материал на глубину до 300 нм. Можно также наблюдать диффузию элементов обрабатываемого материала (Ni и Fe) в поверхностные слои покрытия, на глубину до 100 нм. Отдельно стоит обратить внимание на достаточно высокое содержание вольфрама в прилегающей к покрытию области налипа. При том, что в составе Inconel 718 вольфрам присутствует в количестве 2.50-3.50 %, в некоторых областях налипа его содержание достигает 30%. Возможно, в данном случае наблюдается сформировавшееся в процессе выплавки Inconel 718 наноразмерное зерно с высоким содержанием вольфрама. Очевидно, что подобные зерна могут оказывать определенное влияние на процесс резания, так как твердость вольфрама заметно выше твердости остальных элементов Inconel 718. Другим возможным объяснением высокой концентрации вольфрама в данной области мог бы быть захват зерна WC из твердосплавного субстрата потоком срезаемого металла. Подобное явление наблюдалось ранее [**]. Однако в рассматриваемом случае

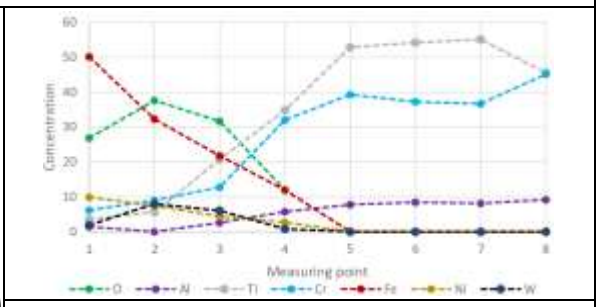
данная область не имеет заметных структурных отличий от основного материала налипа, что делает маловероятным наличие здесь зерна WC. Таким образом можно утверждать, что в исследованной области границы покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N и налипа Inconel 718 имеет место активное окисление элементов налипа (Fe и Cr), однако заметных признаков окисления покрытия не наблюдается.



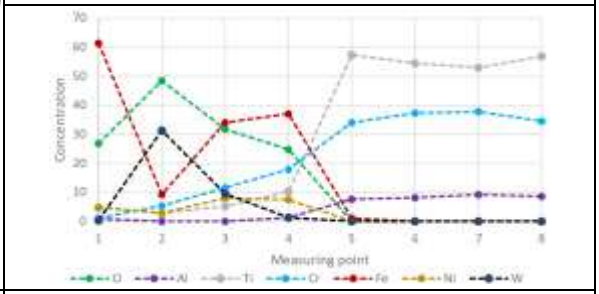
a



c



d. L1

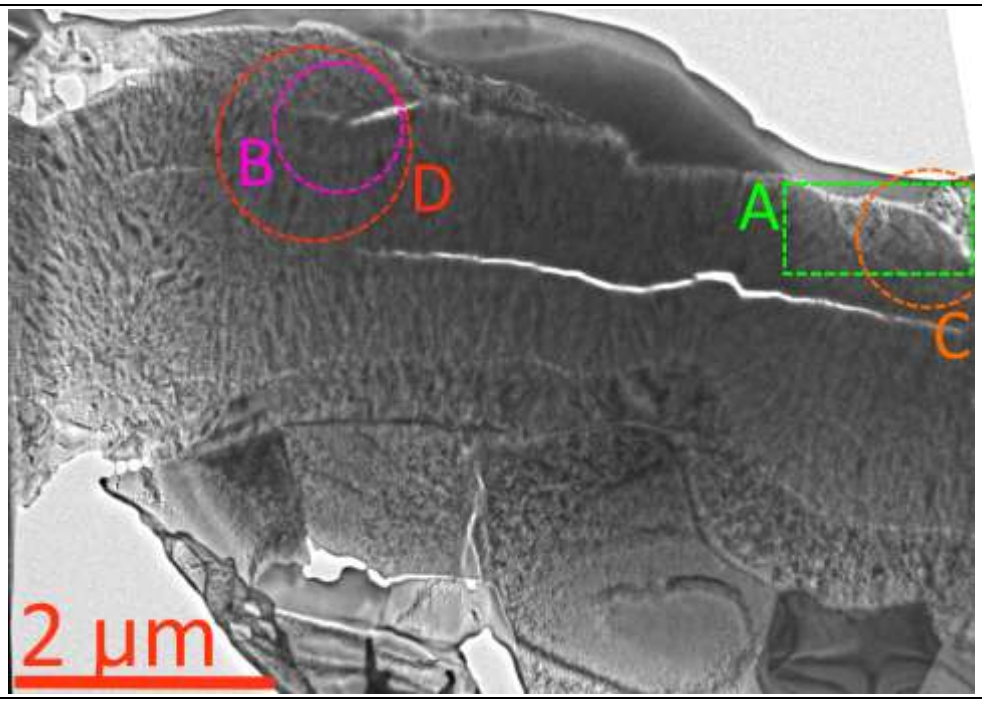


e. L2

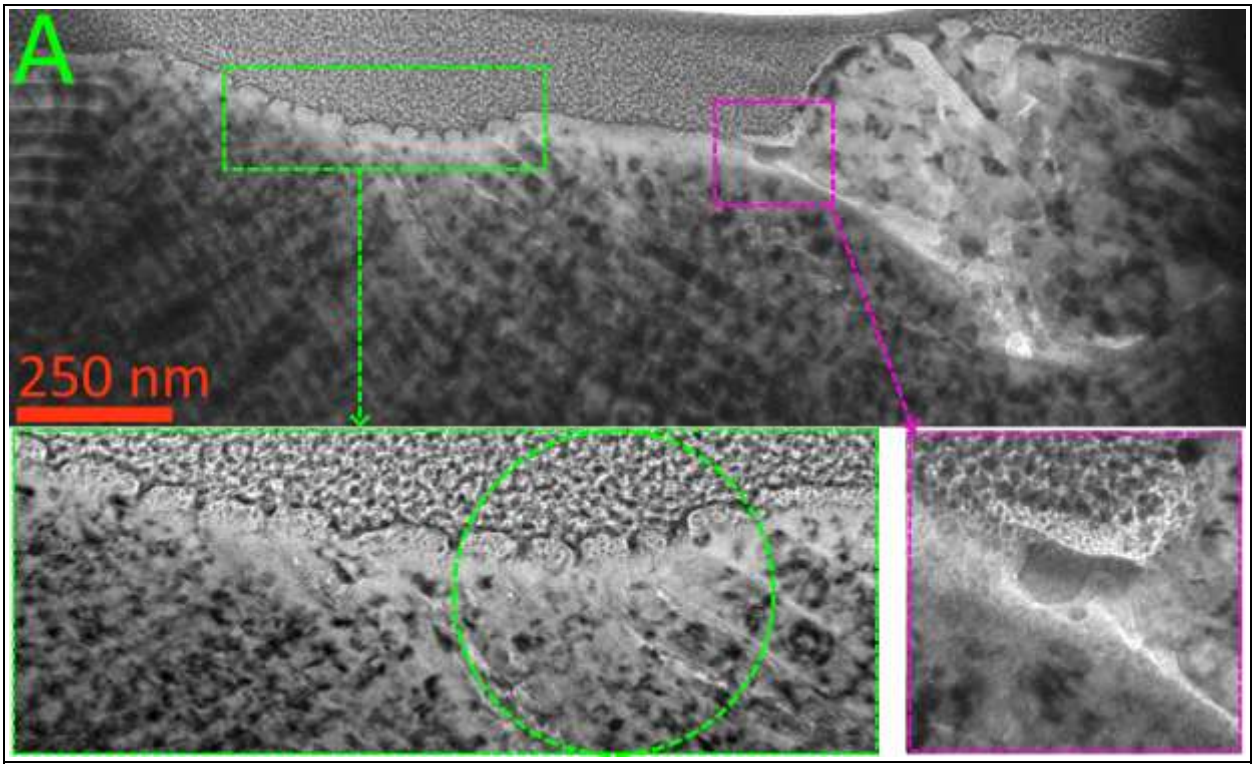
Рис. 5. Исследования характера изнашивания, диффузионных и окислительных процессов в покрытии Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N. (a) общий вид исследуемой области и результаты SAED, (b) граница между покрытием и налипом обрабатываемого материала, (c) индикация линий исследования изменения элементного состава, результаты исследования изменения элементного состава по линиям (d) L1 и (e) L2, нанослойная структура покрытия (f)

3.5. Исследования характера изнашивания, диффузионных и окислительных процессов в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N

На Рис. 6a представлен общий вид ламеллы с обозначением областей дальнейших исследований A-D. Особый интерес представляет граница обрабатываемого материала и покрытия, так как данная область соответствует области контакта покрытия и потока срезаемого материала. В области A границы нанослоев покрытия направлены под углом к границе разрушения. Здесь стоит отметить интересный «эрозионный» характер разрушения покрытия (Рис. 6b). Более активно разрушаются светлые по контрасту (с повышенным содержанием алюминия) нанослои, при этом темные по контрасту (пониженное содержание алюминия) нанослои показывают лучшую стойкость к разрушению.



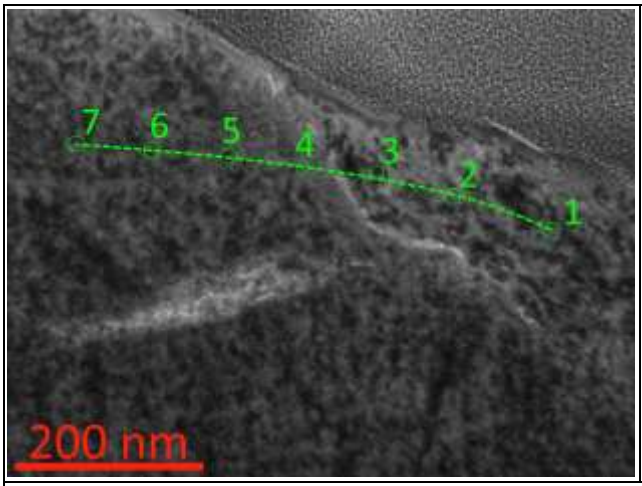
a

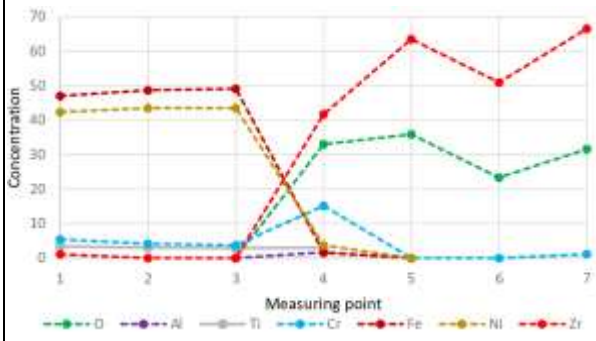


b

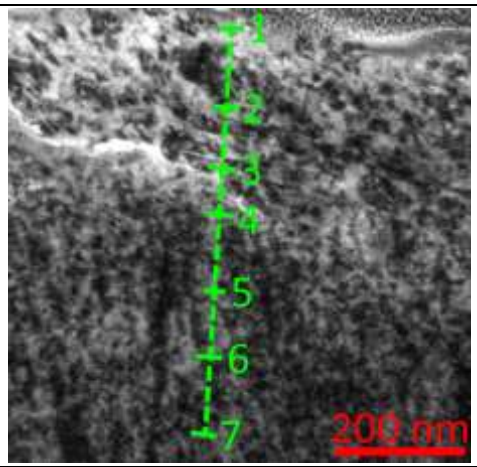
Рис. 6. (a) общий вид ламеллы и локализация областей дальнейшего исследования, (b) особенности границы разрушения покрытия.

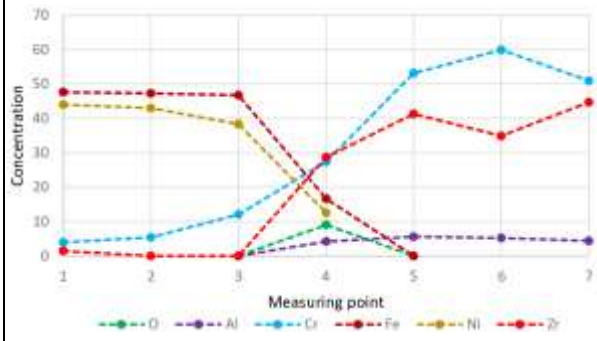
Линейный анализ содержания элементов в исследуемых областях показывает (Рис. 7) наличие диффузии элементов покрытия (Cr и Zr) в обрабатываемый материал на глубину 200-250 нм, а также – диффузию элементов обрабатываемого материала (Ni и Fe) в покрытие на глубину до 100 нм. Рассмотрим особенности окислительных процессов в данном покрытии. На Рис. 7a имеет место скачок в содержании хрома при достаточно высоком содержании кислорода, причем эта точка (4) относится к покрытию. Можно предположить формирование оксида хрома в данной области. На Рис. 7b фиксируется кислород на границе покрытия и налипа. Однако, так как в данной точке присутствует ряд потенциально оксидообразующих элементов, как покрытия (Zr, Cr, Al), так и сплава (Fe, Cr), невозможно идентифицировать конкретный оксид. Интересная ситуация наблюдается в области, на которой нанослои покрытия направлены под большим углом к границе его разрушения. Здесь имеет место диффузия кислорода на достаточно большую глубину (до 150 нм). Данная особенность может быть связана с рассмотренной ранее «транспортной» ролью межнанослойных интерфейсов по отношению к диффузии кислорода [59]. На Рис. 7d, исходя из некоторой синхронии изменения содержания кислорода, с одной стороны, и хрома/циркония, с другой стороны, можно предположить формирование оксидов данных металлов.


7
6
5
4
3
2
1
200 nm

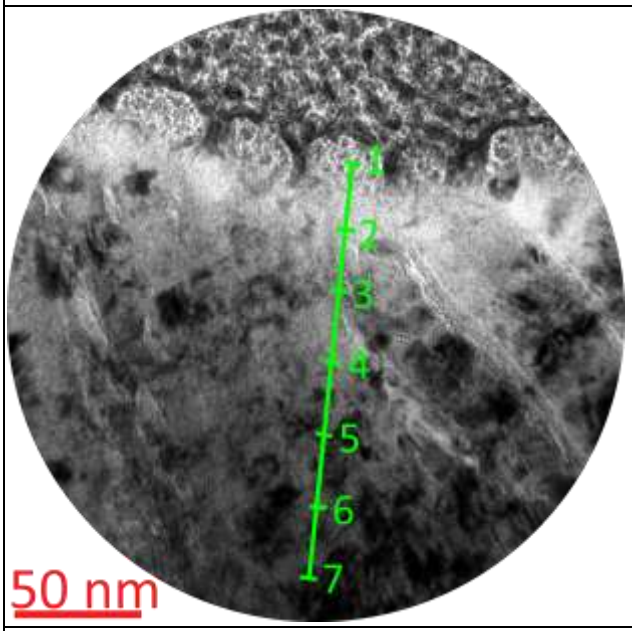

Concentration
Measuring point
O
Al
Ti
Cr
Fe
Ni
Zr

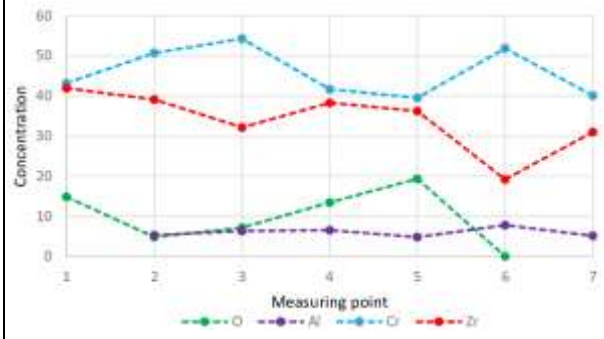
a


1
2
3
4
5
6
7
200 nm

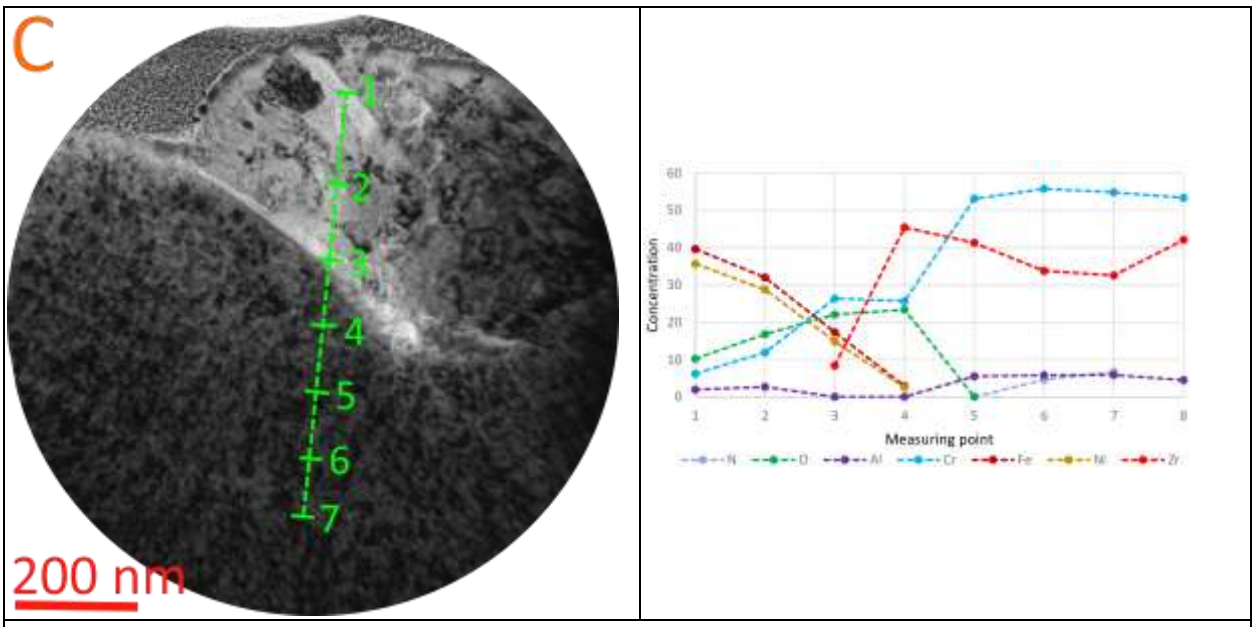

Concentration
Measuring point
O
Al
Cr
Fe
Ni
Zr

b


1
2
3
4
5
6
7
50 nm


Concentration
Measuring point
O
Al
Cr
Zr

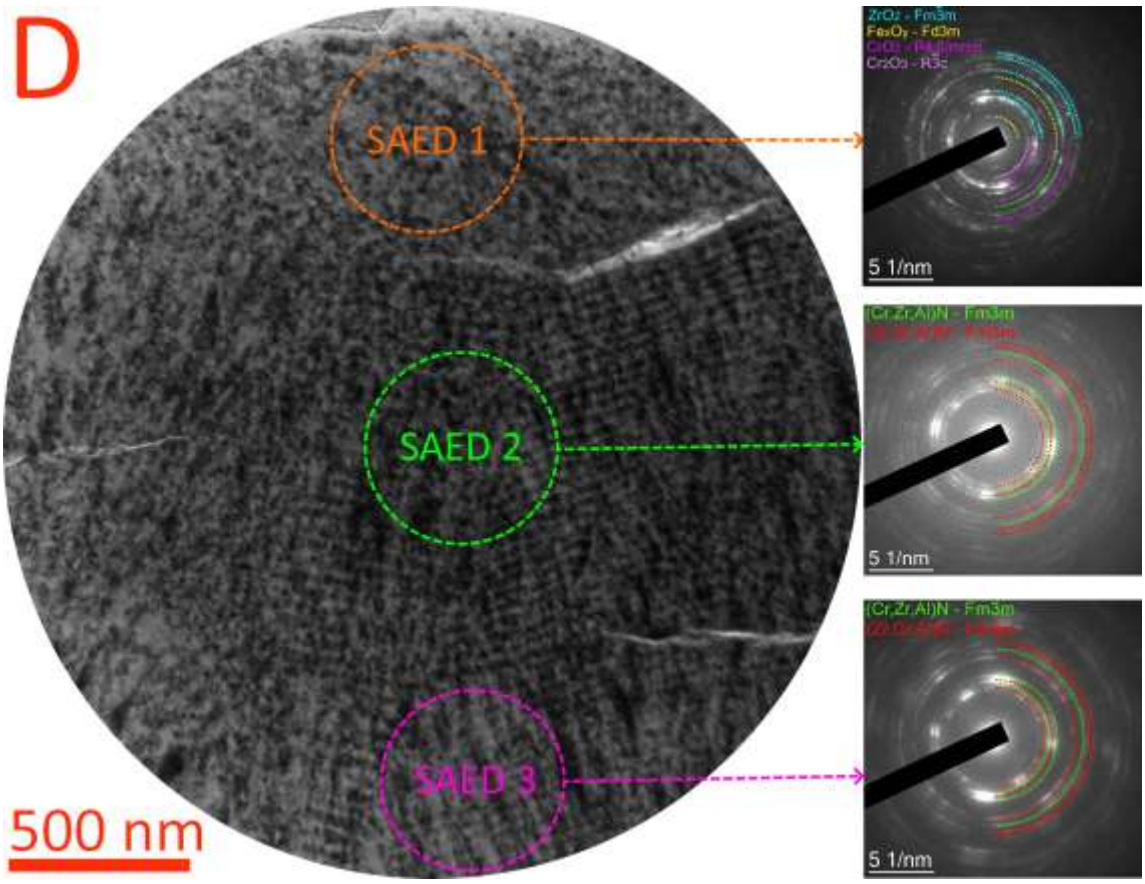
c



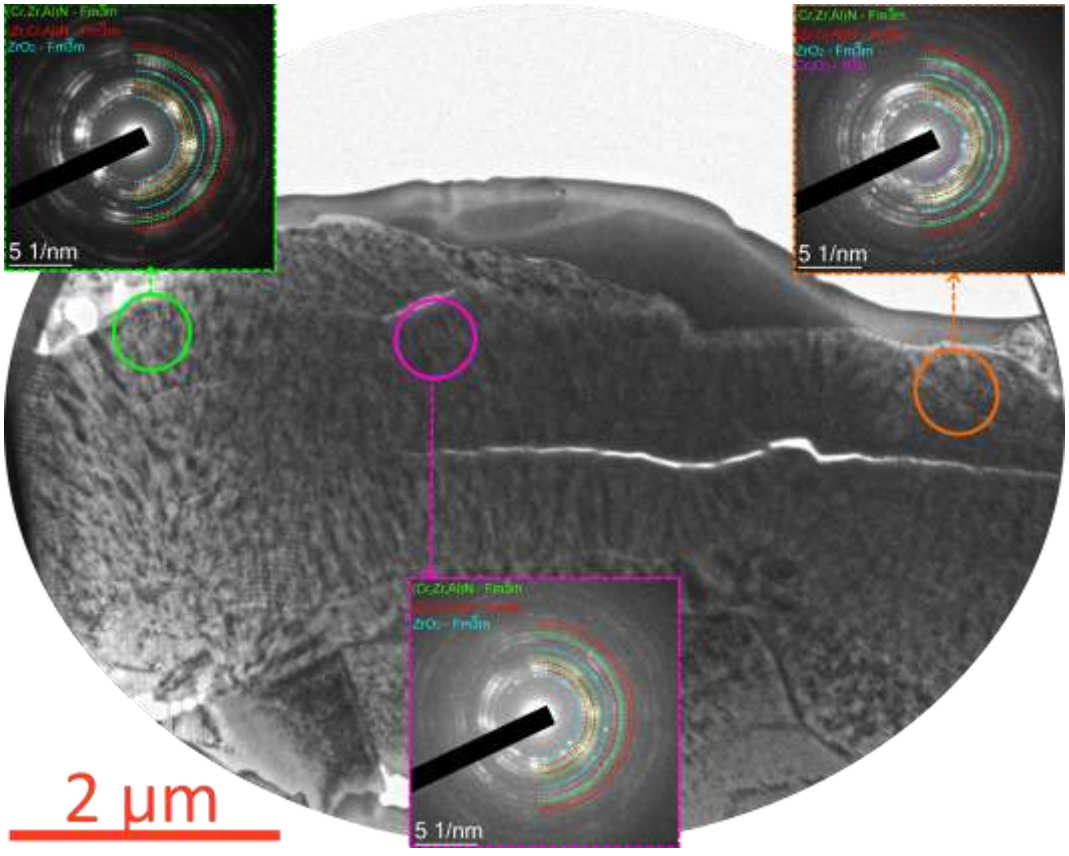
d

Рис. 7. Исследования характера изнашивания, диффузионных и окислительных процессов в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N.

Какие-либо изменений фазового состава покрытия на глубине 250 и 1500 нм от границы с налипом обнаружено не было (Рис. 8a). Исходя из анализа данных SAED, полученных непосредственно с граничной зоны покрытия и налипа (Рис. 8a,b), было обнаружено наличие ~~небольшого количества~~ оксида циркония ZrO_2 и небольшого количества двух фаз оксида хрома (Cr_2O_3 и CrO_2). Хочется отметить, что хром присутствует как в обрабатываемом материале (в виде элемента сплава), так и в покрытии (в виде элемента нитридной фазы). При этом во внешних слоях покрытия формируется в заметных количествах только оксид CrO_2, а в обрабатываемом материале фиксируется также Cr_2O_3.



a



b

Рис. 8. SAED анализ границы покрытия Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N и налипа Inconel 718. (a) в области D, (b) непосредственно на границе налипа и покрытия.

3.6. Исследования характера изнашивания, диффузионных и окислительных процессов в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N

Характер разрушения покрытия Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N имеет существенные отличия от рассмотренных ранее покрытий (Рис. 9). Внешние слои данного покрытия имеют признаки существенного разрушения, при этом внутренние слои сохраняются в виде единой системы. Структура разрушенных слоев покрытия неоднородна, наблюдаются как области с частично сохранившимся нанослойным строением (например, область B), так и области с полностью утраченной структурой (область E). В процессе разрушения структуры может происходить поворот отдельных фрагментов покрытия с сохранившимся нанослойным строением (область A), формироваться деламинации между отдельными нанослоями (области B и C), формироваться поперечные трещины, перерезающие нанослои (область B). SAED анализ показывает существенное различие в фазовом составе сохранившейся и разрушенной областей покрытия. В сохранившейся области присутствуют две кубические твердых раствора (Zr,Mo,Al)N и (Mo,Zr,Al)N, то есть фазовый состав данной области идентичен начальному фазовому составу покрытия после осаждения (см. Рис. 1). У разрушенной области покрытия фазовый состав иной. Здесь доминируют две оксидные фазы – кубический оксид циркония ZrO_2 и оксид молибдена MoO_2. Исходя из данных SAED, можно утверждать, что оксид циркония состоит из мелких зерен, в то время как зерна оксида молибдена крупные и их количество существенно меньше, чем зерен ZrO_2.

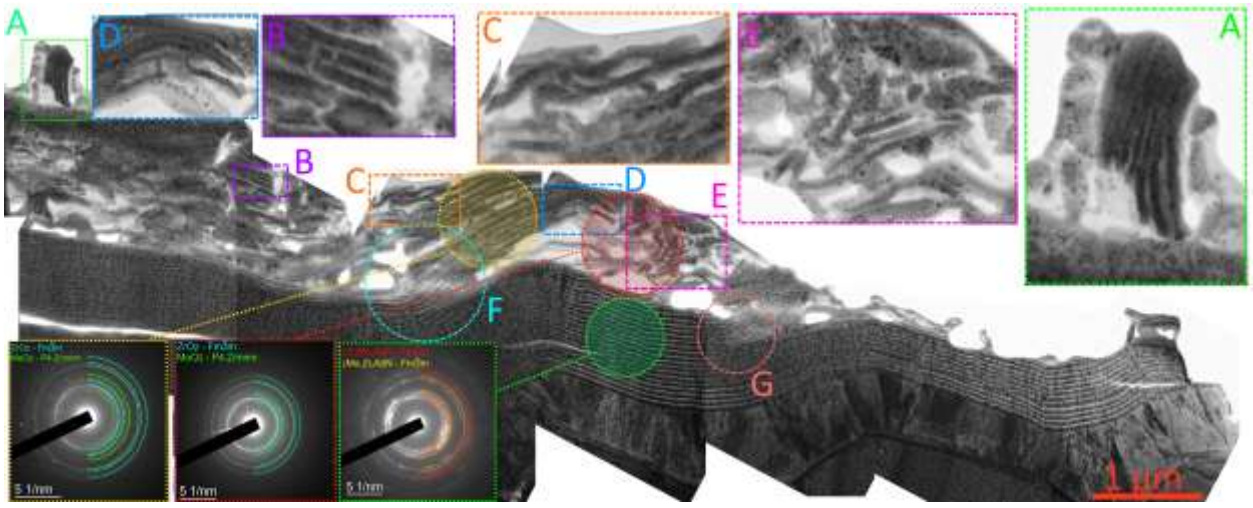
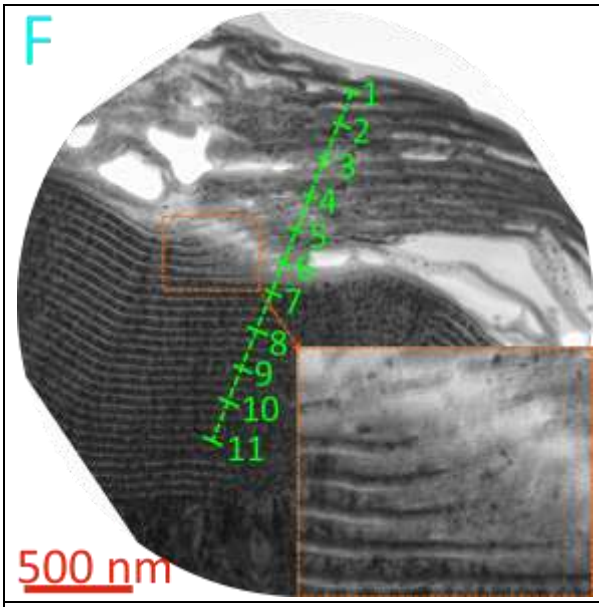
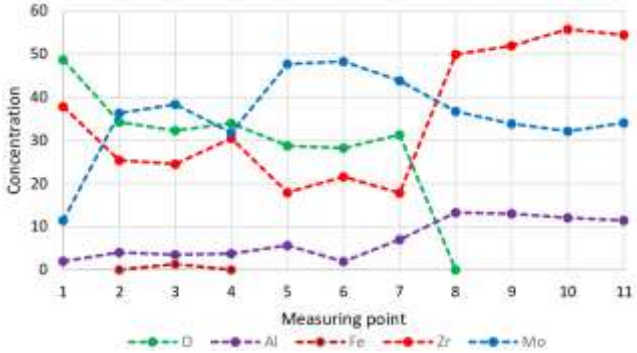


Рис. 9. Общий вид ламеллы, исследование характера разрушения покрытия и результаты SAED анализа покрытия Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N после 12 минут резания.

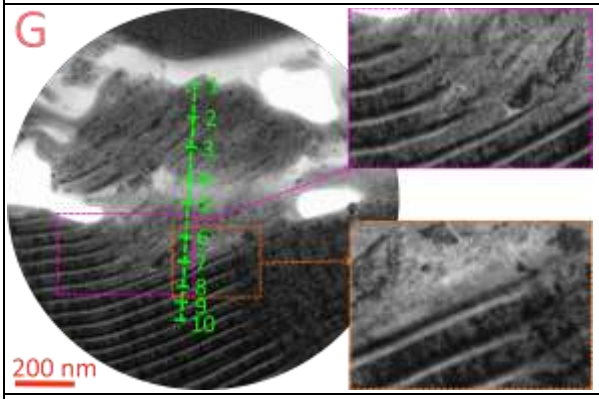
Рассмотрим результаты анализа элементного состава в области границы между сохранившимися и разрушенными слоями покрытия. На Рис 10 a и b можно видеть, как

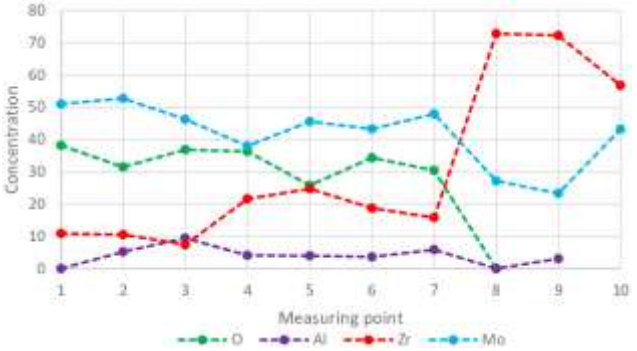
происходит трансформация нанослойной структуры под воздействием температурно-окислительных процессов. На врезках к указанным изображениям можно видеть, как нанослои покрытия постепенно утрачивают четкую структуру, происходит разбухание, характерное для оксилительного разрушения [60,61]. В то же время, на нижней врезке к Рис 10 b можно видеть, что граница нанослоя становится также границей зоны разрушения, что подтверждает предположение о том, что межнанослойные интерфейсы могут сдерживать рост зоны окислительного разрушения и спинодального распада структуры покрытий [62]. С точки зрения элементного состава полученные данных хорошо коррелируют с данными SAED. В разрушенной области наблюдается высокое содержание кислорода, который отсутствует в сохранившейся области покрытия. Можно отметить заметное снижение содержания циркония в разрушенной области при сохранении содержания молибдена. При этом в области с практически полным разрушением структуры (Рис. 10c и 11) можно видеть резкие скачки в содержании циркония и молибдена. Наблюдается как зоны с доминирующим содержанием молибдена, так и зоны с доминирующим содержанием циркония. Можно предположить, что в данной области имеет место трансформация структуры покрытия в отдельные кластеры с доминирующим содержанием оксидов молибдена или циркония. Подобный характер распределения Zr/Mo наблюдается также в области, представленной на Рис 10 d. В области точки измерения 11 (Рис. 11) молибден не фиксируется, наблюдается только присутствие циркония и кислорода, а также алюминия. Можно предположить, что в данной точке доминирует оксид циркония. В ряде случаев (Рис. 10 a,c,d) в разрушенной зоне покрытия наблюдается также снижение содержания алюминия, что может быть связано с процессом спинодального распада кубической структуры покрытия [62,63]. В некоторых зонах разрушенной части покрытия наблюдается присутствие железа (Рис 10 a,d), что может быть связано с диффузией этого элемента из обрабатываемого материала. При этом диффузия никеля и хрома не наблюдается.


F
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
500 nm

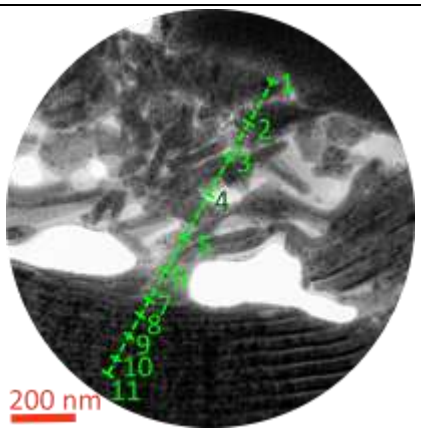

Concentration
Measuring point
O
Al
Fe
Zr
Mo

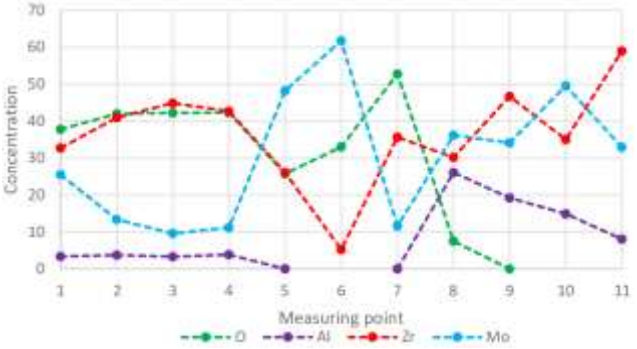
a


G
200 nm

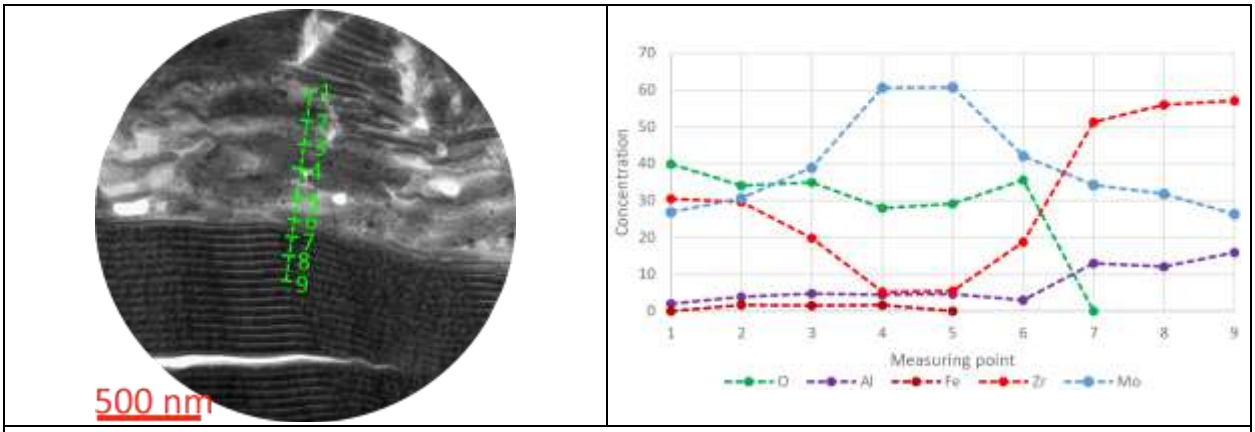

Concentration
Measuring point
O
Al
Zr
Mo

b

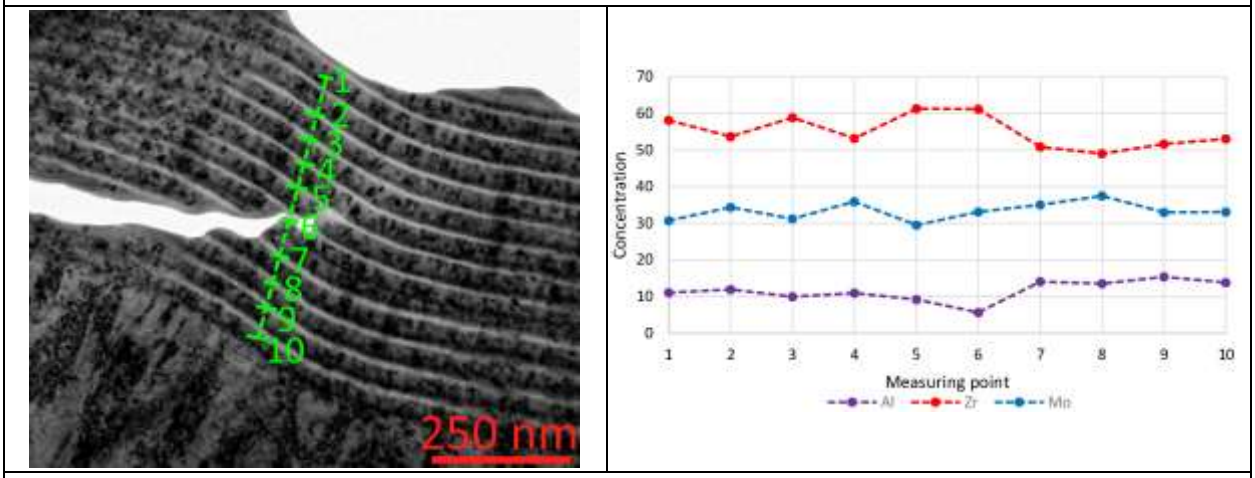

200 nm


Concentration
Measuring point
O
Al
Zr
Mo

c

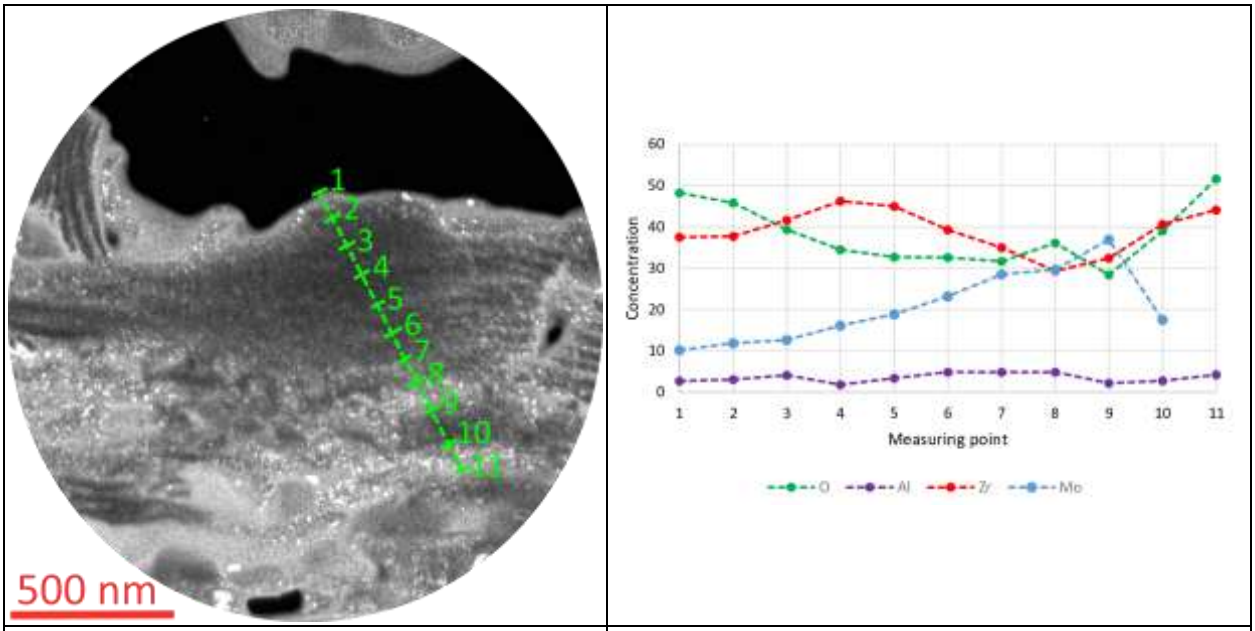


d



e

Рис. 10. Исследование характера разрушения покрытия и результаты анализа элементного состава в области границы между сохранившимися и разрушенными слоями.



a b

Рис. 11. Окисленные области покрытия с сохранившейся наноструктурой (точки измерения 1-7) и утраченной наноструктурой (точки измерения 8-11). (а) общий вид

области исследования (в негативном контрасте) с локализацией точек измерения, (b) результаты анализа элементного состава.

4. Дискуссия.

Стоит отметить, что в окисленной области покрытия отсутствуют в заметных количествах нитридные фазы (Zr,Mo,Al)N или (Mo,Zr,Al)N, наблюдаются только оксидные фазы ZrO_2 и MoO_2. Присутствие Al в данной области может говорить как о наличии металлического алюминия, так и присутствии его нитридной (гексогональной) фазы или оксида. К сожалению, используемые методы исследования фазового состава не позволяют достоверно идентифицировать данные фазы. Таким образом, при окислительном воздействии в условиях резания возможна практически полная трансформация нитридной структуры покрытия в оксидную, при этом возможно частичное сохранение нанослойного строения.

При том, что в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N формируются заметные области окислительного изнашивания, причем покрытие в данных областях имеет заметные признаки разрушения, именно это покрытием обеспечивает максимальную износостойкость режущего инструмента. В других покрытиях таких областей не наблюдается. Данный феномен может быть объяснен тем, что резания осуществлялось при чрезвычайно высоких для обработки Inconel 718 скоростях, что что приводит к существенному росту температуры. При этом температура повышается по мере увеличения времени резания [65,66] и может достигать 1000-1100 °C, что близко к пределу теплостойкости покрытия [67,68]. При превышении предела теплостойкости покрытия начинается активное разрушение за счет таких процессов, как окисление и спинодальный распад. Таким образом, можно предположить, что в течение 12 минут покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N эффективно функционировало, обеспечивая хорошую износостойкость. При этом, за счет постепенного изнашивания инструмента, и отсутствия эффективного теплоотвода (сухое резание) температура повышалась. В итоге началось активное оксиление покрытия под воздействием высокой температуры. Стоит отметить, что внутренние слои покрытия в данной области не разрушены и, соответственно, покрытие и инструмент с ним сохраняют работоспособность.

5. Conclusions

1. При том, что покрытие Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N обладает высокой твердостью, оно также показало высокие значения коэффициента трения при температурах 600 °C и выше (то есть, при температурах в зоне резания). Покрытие Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N обладает сбалансированным сочетанием высокой твердости и низкой величины коэффициента трения при температурах зоны резания. В итоге инструмент с покрытием Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N показал износостойкость в 2.4 раза выше, чем у инструмента с покрытием Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N.

2. Исследование контактной области покрытия Ti-TiN-(Ti,Cr,Al)N после резания не выявило заметных следов окисления. В покрытии Zr-ZrN-(Zr,Cr,Al)N формируются оксиды циркония и хрома. В поверхностных слоях покрытия Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N имеют место активные окислительные процессы, приводящие к разрушению данных слоев. Наблюдается формирование оксида циркония ZrO_2, так и молибдена MoO_2.

3. В структуре сплава Inconel 718 могут присутствовать отдельные кластеры с высоким (порядка 30 at%) содержанием вольфрама. В связи с высокой твердостью вольфрама такие зоны могут оказывать влияние на процесс изнашивания инструмента.

4. При окислительном воздействии в условиях резания возможна практически полная трансформация нитридной структуры покрытия в оксидную, при этом возможно частичное сохранение нанослойного строения.

5. При том, что в покрытии Zr-ZrN-(Zr,Mo,Al)N формируются заметные области окислительного изнашивания, причем покрытие в данных областях имеет заметные признаки разрушения, именно это покрытием обеспечивает максимальную износостойкость режущего инструмента в данных условиях резания.

References

1. INCONEL® Alloy 718. UNS N07718/W.Nr. 2.4668. Publication Number SMC-045. https://www.specialmetals.com/ Special Metals Corporation (2007)

2. "What are the applications for Inconel 718?". Langley Alloys. Retrieved 2022-03-23. https://www.langleyalloys.com/knowledge-advice/what-are-the-applications-for-inconel-718/

3. https://www.americanelements.com/inconel-718-alloy. American Elements, Los Angeles, California, USA

4. Thakur, D.G., Ramamoorthy, B., Vijayaraghavan, L. Effect of posttreatments on the performance of tungsten carbide (K20) tool while machining (turning) of Inconel 718. International Journal of Advanced Manufacturing Technology 76(1-4) (2015) 587-596

5. Dudzinski, D., Devillez, A., Moufki, A., Larrouquère D, Zerrouki, V., Vigneau, J. A review of developments towards dry and machining (turning) of Inconel 718 alloy. International Journal of Machine Tools and Manufacture 44(4) (2004) 439-456

6. R. Arunachalam, M.A. Mannan, Machinability of nickel-based high temperature alloys, Machining Science and Technology 4(1) (2000) 127–168.

7. Y.S. Liao, R.H. Shiue, Carbide tool wear mechanism in turning of Inconel 718 superalloy, Wear 193 (1996) 16–24.

8. M. Alaudin, M.A. El Baradie, M.S.J. Hashmi, Tool life testing in the end milling of Inconel 718, Journal of Materials Processing Technology 55 (1995) 321–330.

9. S. Derrien, J. Vigneau, High speed milling of difficult to machine alloys, in: A. Molinari, H. Schulz, H. Schulz (Eds.), Proceedings of the First French and German Conference on High Speed Machining, University of Metz, France, 1997.

10. K. Itakura, M. Kuroda, H. Omokawa, H. Itani, K. Yamamoto, Y. Ariura, Wear mechanism of coated cemented carbide tool in coated tool in cutting of Inconel 718 super-heat resisting alloy, International Journal of Japanese Society for Precision Engineering 33 (4) (1999) 326–333.

11. P.C. Jindal, A.T. Santhanam, U. Schleinkofer, A.F. Shuster, Performance of PVD TiN, TiCN and TiAlN coated cemented carbide tools in turning, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 17 (1999) 163–170.

12. H.G. Prengel, P.C. Jindal, K.H. Wendt, A.T. Santhanam, P.L. Hedge, R.M. Penich, A new class of high performance PVD coatings for carbide cutting tools, Surface and Coatings Technology 139 (2001) 25–34.

13. C. Ducros, V. Benevent, F. Sanchette, Deposition, characterization and machining performance of multilayer PVD coatings on cemented carbide cutting tools, Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) 681–688

14. Mahesh, K., Philip, J. T., Joshi, S. N., & Kuriachen, B. Machinability of Inconel 718: A critical review on the impact of cutting temperatures. Materials and Manufacturing Processes, 36(7), (2021) 753–791.

15. Hao, Z.-P.; Lu, Y.; Gao, D.; Fan, Y.-H.; Chang, Y.-L. Cutting Parameter Optimization Based on Optimal Cutting Temperature in Machining Inconel718. Mater. Manuf. Process. 2012, 27(10), 1084–1089

16. Courbon, C.; Kramar, D.; Krajnik, P.; Pusavec, F.; Rech, J.; Kopac, J. Investigation of Machining Performance in High-Pressure Jet Assisted Turning of Inconel 718: An Experimental Study. Int. J. Mach. Tools Manuf. 2009, 49(14), 1114–1125

17. Thakur, D. G.; Ramamoorthy, B.; Vijayaraghavan, L. Some Investigations on High Speed Dry Machining of Aerospace Material Inconel 718 Using Multicoated Carbide Inserts. Mater. Manuf. Process. 2012, 27(10), 1066–1072

18. Zhao, J.; Liu, Z.; Shen, Q.; Wang, B.; Wang, Q. Investigation of Cutting Temperature during Turning Inconel 718 with (Ti,Al)N PVD Coated Cemented Carbide Tools. Materials 2018, 11(8), 1281

19. Fan, Y. H.; Hao, Z. P.; Lin, J. Q.; Yu, Z. X. Material Response at Tool–Chip Interface and Its Effects on Tool Wear in Turning Inconel718. Mater. Manuf. Process. 2014, 29(11–12), 1446–1452

20. Ezugwu, E. O.; Bonney, J. Effect of High-Pressure Coolant Supply When Machining Nickel-Base, Inconel 718, Alloy with Coated Carbide Tools. J. Mater. Process. Technol. 2004, 153–154, 1045–1050

21. Chandra Behera, B.; Sudarsan Ghosh, C.; Paruchuri, V. R. Study of Saw-Tooth Chip in Machining of Inconel 718 by Metallographic Technique. Mach. Sci. Technol. 2019, 23(3), 431–454

22. Hua, Y.; Liu, Z. Effects of Cutting Parameters and Tool Nose Radius on Surface Roughness and Work Hardening during Dry Turning Inconel 718. Int. J. Adv. Manuf. Technol.

23. Zhao, Y., Feng, K., Yao, C., Li, Z. Effect of MoO3 on the microstructure and tribological properties of laser-clad Ni60/nanoCu/h-BN/MoO3 composite coatings over wide temperature range. Surface and Coatings Technology 387 (2020) 125477

24. Tao, H., Tsai, M.T., Chen, H.W., Huang, J.C., Duh, J.G. Improving high-temperature tribological characteristics on nanocomposite CrAlSiN coating by Mo doping. Surface and Coatings Technology, 349 (2018) 752-756

25. Koshy, R.A., Graham, M.E., Marks, L.D. Temperature activated self-lubrication in

CrN/Mo2N nanolayer coatings, Surf. Coat. Technol. 204 (2010) 1359–1365

26. Vetter, J., Eriksson, A.O., Reiter, A., Derflinger, V., Kalss, W. Quo vadis: Alcr-based coatings in industrial applications. Coatings 11(3) (2021) 344

27. Fox-Rabinovich, G.S., Yamamoto, K.,Veldhuis, S.C., Kovalev, A.I., Dosbaeva, G.K. Tribological adaptability of TiAlCrN PVD coatings under high performance dry machining conditions. Surface & Coatings Technology. 200 (2005) 1804-13

28

29

30

31

32

33

34

35

36

37. Saladukhin, I.A., Abadias, G., Michel, A., Zlotski, S.V., Uglov, V.V., Tolmachova, G.N., Dub, S.N. Influence of Al content on the phase formation, growth stress and mechanical properties of TiZrAlN coatings. Thin Solid Films 538 (2013) 32-41

38

39

40. Uglov, V.V., Anishchik, V.M., Zlotski, S.V., Abadias, G., Dub, S.N. Structural and mechanical stability upon annealing of arc-deposited Ti–Zr–N coatings. Surf. Coat. Technol. 202(2008) 2394-2398

41. Abadias, G., Saladukhin, I.A., Uglov, V.V., Zlotski, S.V., Eyidi, D. Thermal stability and oxidation behavior of quaternary TiZrAlN magnetron sputtered thin films: Influence of the pristine microstructure. Surf. Coat. Technol. 237(2013)187-195

42. Nguyen, T.D., Kim, Y.J., Han, J.G., Lee, D.B. Oxidation of TiZrAlN nanocomposite thin films in air at temperatures between 500 and 700 °C. Thin Solid Films517(17)(2009)5216-5218

43. Sergevnin, V.S., Blinkov, I.V., Volkhonskii, A.O., Belov, D.S., Kuznetsov, D.V., Gorshenkov M.V., Skryleva, E.A. Wear behaviour of wear-resistant adaptive nano-multilayered Ti-Al-Mo-N coatings. Applied Surface Science 388 (2016) 13-23

44. Bobzin, K., Brögelmann, T., Kalscheuer, C., Stahl, K., Lohner, T., Yilmaz, M. Effects of (Cr,Al)N and (Cr,Al,Mo)N coatings on friction under minimum quantity lubrication. Surface & Coatings Technology 402 (2020) 126154

45. Grigoriev, S., Vereschaka, A., Milovich, F., SitnikovN.,Andreev N., Bublikov, J., Kutina, N.Investigation of the properties of the Cr,Mo-(Cr,Mo,Zr,Nb)N-(Cr,Mo,Zr,Nb,Al)N multilayer composite multicomponent coating with nanostructured wear-resistant layer. Wear 468-469 (2021) 203597

46.

47.

48

49

50