

Вплив товщини шарів $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ у багатшаровому покритті і азотування на структурні і механічні характеристики

В.О. Столбовий

Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут», вул. Академічна, 1,
61108 Харків, Україна

(Одержано 15.08.2017, у відредагованій формі – 08.09.2017, опубліковано online 16.10.2017)

В даній роботі розглянуто процеси утворення багатшарових $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покриттів на азотованій поверхні сталі 12X18H10T. Показана зміна концентрації азоту в шарах Mo, Cr та по глибині сталі. Мікротвердість азотованого шару сталі досягає 9 ГПа, що підвищує адгезійні властивості з багатшаровим покриттям. В багатшарових $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покриттях концентрація азоту значно більше в шарах CrN ніж Mo_2N .

Ключові слова: Багатшарові покриття, $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$, Азотування, Товщина шарів, Структура, Твердість.

DOI: 10.21272/jnep.9(5).05038

PACS numbers: 61.46. – w, 62.20. Op. 62-65. – g

1. ВСТУП

Технології зміцнення ріжучого інструменту і оснастки на даний момент активно розвиваються у всьому світі. Для цього розробляються і впроваджуються у виробництво нові матеріали, виробляються різні маніпуляції щодо захисту поверхні від зносу. Одним з головних напрямків в зміцненні поверхні є розробка і нанесення зносостійких покриттів на ріжучі інструменти. Ще одним способом зміцнення поверхні є азотування самого матеріалу [1].

Азотування застосовують для деталей машин і механізмів з метою збільшення терміну служби зношуваних вузлів. Для зміцнення ріжучого інструменту застосовується технологія нанесення різного роду функціональних покриттів. Вакуумно-дуговий метод дозволяє отримувати покриття, які здатні працювати в умовах високих температур і тисків при одночасному впливі агресивних середовищ і інтенсивному абразивному впливі. Одними з перспективних матеріалів що забезпечує гарну зносостійкість і корозійну стійкість різального інструменту, що працюють при високих швидкостях різання, відноситься нітрид хрому і нітрид молібдену. Ці два види матеріалів володіють низьким коефіцієнтом тертя, при осадженні в покритті практично не створюється крапельна фаза, і при різанні стружка не прилипає до покриття. Однак нітриди хрому не володіють достатньою твердістю і в деякій мірі піддаються абразивного зносу. Нітриди молібдену, навпаки, більш тверді, і в той же час більш крихкі, а так само схильні до «старіння», тобто при тривалому зберіганні твердість покриттів знижується.

Одним з можливих методів підвищення робочих характеристик нітридів Mo і Cr є створення багатшарових структур з нанорозмірними періодами. Багатшарові покриття з нанометровим періодом шарів мають поліпшені міцності і збільшеною мікротвердістю.

Метою роботи було дослідження фізико-механічних характеристик азотованих шарів сталі 12X18H10T з нанесеними багатшаровими $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покриттями в єдиному технологічному процесі.

2. МЕТОДИКА

Як об'єкт дослідження в роботі використовувалася високолегована сталь 12X18H10T аустенітного класу з вмістом хрому 17-19 ат.% і Ni від 9 до 11 мас.%. Розмір зразків $20 \times 20 \times 3$ мм, які попередньо промивали лужним розчином в ультразвукової ванні і потім нефрасом C2-80/120. Зразки завантажувалися в модернізовану установку типу «БУЛАТ-6» рис. 1.

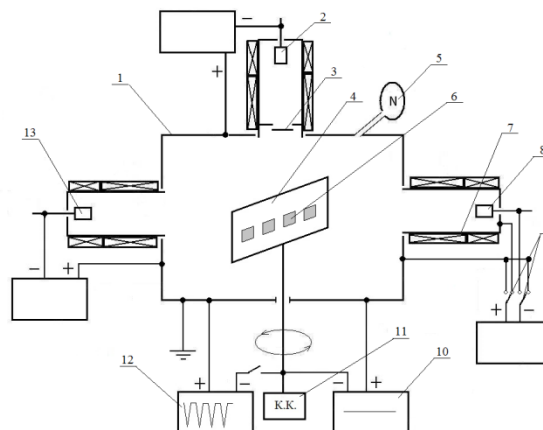


Рис. 1 – Принципова схема вакуумно-дугової установки типу «БУЛАТ-6» для азотування з наступним нанесенням багатшарових покриттів 1 – вакуумна камера, 2 – катод для створення газометалевої плазми; 3 – металевий екран, 4 – екран-держатель зразків, 5 – натікатіль азоту, 6 – напілювані зразки, 7 – анод для газового розряду, 8 – катод Cr, 9 – реле перемикання, 10 – джерело постійної напруги, 11 – командо-контролер, 12 – джерело імпульсної напруги, 13 – катод Mo

Вакуумну камеру 1 відкачували до тиску $p = 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па, виробляли іонну очистку і нагрівання поверхні підкладок бомбардуванням іонами азоту в плазмі газового дугового розряду. Для створення газового розряду необхідно запалити дугу на катоді 2, і в обсязі до металевому екрану 3 буде газометалева плазма [2]. Перемикачем 9 подаючи на корпус магнітної котушки позитивний потенціал, спільно з цим в вакуумну камеру напускається газ азот 5 до тиску $p = 0,5$ Па, що забезпечує газовий

розряд в камері. При подачі постійної негативної потенціалу – 1300 В на підкладку 4 відбувається її швидкий розігрів зразків до температури 480-540 °С, що забезпечувало дифузію азоту вглиб металу. Температуру в подальшому підтримували за рахунок зміни величин постійного та імпульсного потенціалів на підкладці. Процес азотування проводився 60 хвилин.

Після досягнення певної глибини азотування проводиться осадження багатошарового покриття $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$. Струм дугового розряду на хромовому катоді становив 95 А, на молібденовому 140 А. Відстань від катодів до зразків 500 мм. Командо-контролером 11 регулювали тривалість осадження кожного шару, зокрема, час осадження становила від 30 секунд до 10 хвилин. Осадження покриттів здійснювалося при негативному потенціалі від 30 В до 200 В і імпульсному потенціалі – 900 В і частотою 7 кГц.

Фазовий склад і структурний стан досліджували методом рентгенівської дифракції на дифрактометрі ДРОН-3М в випромінюванні $\text{Cu-K}\alpha$ з використанням у вторинному пучку графітового монохроматора. Зйомку здійснювали з точкового режиму з кроком сканування $\Delta(2\theta) = 0,05-0,2^\circ$ і тривалістю накопичення імпульсів в кожній точці 20-40 с. Виділення дифракційних профілів в разі їх накладення здійснювали за програмою поділу ліній «New_profile».

Аналіз мікроструктури і морфології покриттів проводили за допомогою растрової електронної мікроскопії (РЕМ) з використанням растрових електронних мікроскопів Quanta 600 FEG і НаноСкан 450.

Дослідження елементного складу зразків проводили методом аналізу спектрів характеристичного рентгенівського випромінювання, що генеруються електронним пучком в растровому електронному мікроскопі. Спектри знімали за допомогою енергодисперсійного спектрометра рентгенівського випромінювання системи PEGASUS фірми EDAX, встановленого в мікроскопі. Дозвіл по енергії цього методу становить 120 еВ, а по концентрації до 0,1% для Ar і більш важких елементів, близько 0,5% для C, N і O. Зйомка спектрів проводилася в тих же умовах, при яких були проведені зйомки спектрів від еталонів, а саме:

- рівень сигналу становив близько 2500-3000 імпульсів в секунду,
- мертве час детектора становило 20-30%.

Розрахунок вмісту елементів в досліджуваному матеріалі проводили за допомогою програми, що додається до растровому електронному мікроскопу.

3. РЕЗУЛЬТАТИ І ОБГОВОРЕННЯ

Осадження нітридів Cr і Mo вакуумно-дуговим методом дозволяє отримувати покриття з низьким коефіцієнтом тертя (близько 0,1) і з малою кількістю крапельної фази як на поверхні, так і в середині шарів (рис. 2) [3]. Характерною особливістю багатошарових покриттів з малим періодом шарів є відсутність стовбчатої структури аж до періодів в 1 мкм.

Визначено, що з ростом U_n в покритті поліпшується однорідність внаслідок зменшення крапельної складової.

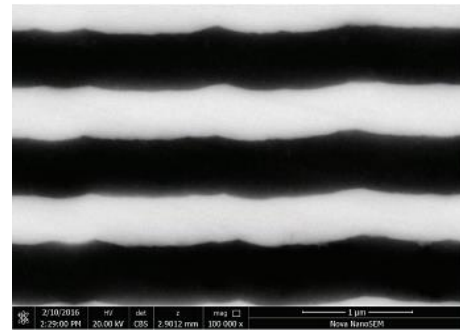


Рис. 2 – Фотографія поперечного зрізу багатошарового покриття $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$

Рентгеноструктурні дослідження показують присутність двофазного стану (рис. 3). Покриття має ГЦК структуру, що характерно для CrN і $\gamma\text{-Mo}_2\text{N}$. Спостерігається переважна орієнтація зростання кристалітів з віссю [111] і [311] перпендикулярною площині зростання, що проявляється у відносному посиленні інтенсивності відповідних піків. Дослідження субструктурних характеристик показало зменшення розміру кристалітів зі зменшенням товщини шарів [4].

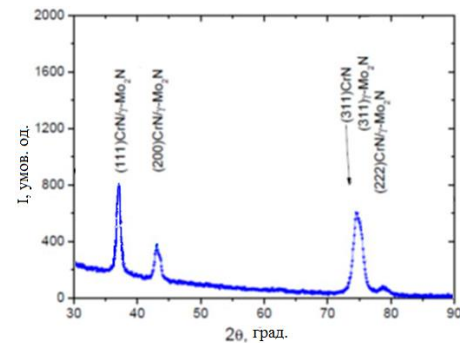


Рис. 3 – Ділянка дифракційного спектра покриття $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$

Азотування нержавіючої сталі 12Х18Н10Т призводить до збільшення твердості до 9 ГПа, на глибину близько 20 мкм і потім поступово твердість знижується аж до глибини 40-50 мкм.

На рис. 4 показаний поперечний зріз азотованого шару з багатошаровим $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покриттям. Товщина покриття складає ~9 мкм, а глибина азотування ~17 мкм. При осадженні покриття з часом експозиції кожного шару 30 сек. на малюнку не видно шаруваті структури багатошарового покриття.

Розподіл елементного складу по товщині (мал. 5) показує в покритті наявність $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ і відсутність прояви окремих шарів. Подальше сканування поверхні супроводжується зниженням концентрації молібдену і зростанням нікелю і заліза. Концентрація хрому практично однакова як в покритті, так і в нержавіючій сталі. Кількість азоту протифундованого в підкладку зменшується в залежності від глибини, проте на 50 мкм азот присутній. Відомості про розподіл азоту за глибиною добре корелюють з даними по вимірюванню твердості.

Збільшення періоду шарів призводить до фіксації

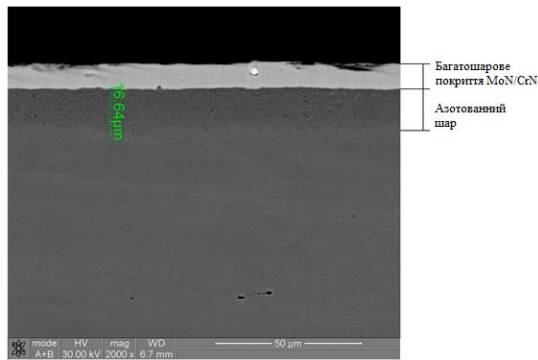


Рис. 4 – Поперечний зріз азотованого шару з багатшаровим покриттям $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$

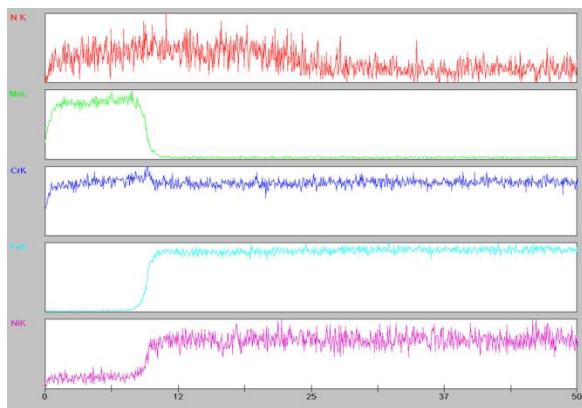


Рис. 5 – Розподіл елементів вздовж осі поперечного зрізу (див. рис. 4).

шаруватої структури (рис. 6), в даному випадку 9 шарів. Така товщина періоду шарів дозволяє побачити концентрацію елементів по товщині. Піки Cr і Mo носять хвилеподібний характер (рис. 7), наприклад, при зростанні концентрації Cr зменшується концентрація Mo.

Концентрація азоту в приповерхневих шарах багатшарового покриття мінімальна. Максимальний вміст азоту досягається на глибині 7-8 мкм і потім знижується в міру переходу покриття до азотованого шару. Кількість азоту в шарах CrN істотно більше, ніж в $\gamma\text{-Mo}_2\text{N}$.

Глибина дифузії атомів азоту в нержавіючу сталь 12X18H10T досягає 40 мкм і більше.

Влияние толщины слоев $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ в многослойном покрытии и азотирования на структурные и механические характеристики

В.А. Столбовой

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», ул. Академическая, 1, 61108 Харьков, Украина

В данной работе рассмотрены процессы образования многослойных $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покрытий на азотированных поверхности стали 12X18H10T. Показано изменение концентрации азота в слоях Mo, Cr и по глубине стали. Микротвердость азотированного слоя стали достигает 9 ГПа, что повышает адгезионные свойства с многослойным покрытием. В многослойных $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ покрытиях концентрация азота значительно больше в слоях CrN чем Mo_2N .

Ключевые слова: Многослойные покрытия, $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$, Азотирования, Толщина слоев, Структура, Твердость.

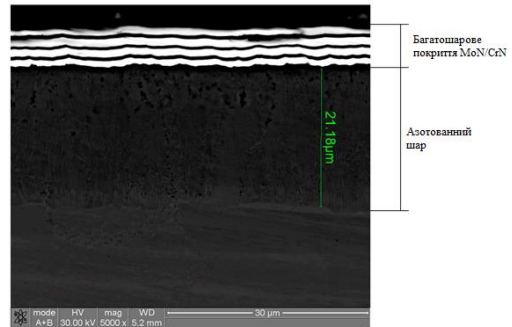


Рис. 6 – Поперечний зріз азотованого шару з багатшаровим покриттям $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$.

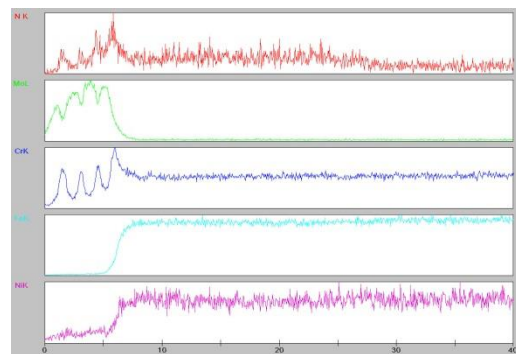


Рис. 7 – Розподіл елементів вздовж осі поперечного зрізу (див. рис. 6)

4. ВИСНОВКИ

1. Розроблено методику азотування сталей з наступним нанесенням багатшарових захисних покриттів $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ в вакуумно-дугових установках.
2. Визначено що глибина азотування нержавіючої сталі 12X18H10T може досягати 40 -50 мкм за годину.
3. Виявлено що в шарах CrN концентрація азоту істотно більше ніж в Mo_2N .

ПОДЯКА

Автор висловлює подяку доктору технічних наук, старшому науковому співробітнику Бересневу Вячеславу Мартиновичу за плідну дискусію.

Influence of Thickness of Layers $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ in Multilayer Coating and Nitriding on Structural and Mechanical Characteristics

V.O. Stolboviiy

National Scientific Center "Kharkiv Physical-Technical Institute", 1, Academichna Str., 61108 Kharkiv, Ukraine

In this paper, the processes of formation of multilayer $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ coatings on the nitrided surface of steel 12X18H10T are considered. The change in the concentration of nitrogen in the Mo, Cr, and in the depth of the steel is shown. The microhardness of the nitrated steel layer reaches 9 GPa, which increases adhesion properties with a multilayer coating. In multi-layer $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$ coatings, nitrogen concentration is much higher in CrN than Mo_2N .

Keywords: Multilayer coating, $\text{MoN}_x/\text{CrN}_y$, Nitriding, Thickness of layers, Structure, Hardness.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. А.А. Андреев, Л.П. Саблев, С.Н. Григорьев, *Вакуумно-дуговые покрытия*, 318 (Харьков: НИЦ ХФТИ: 2010) (A.A. Andreyev, L.P. Sablev, S.N. Grigoryev, *Vakuumno-dugovyye pokrytiya*, 318 (Kharkov: NNTS KHFTI: 2010)).
2. O. Sobol, A. Andreev, V. Stolboviiy, S. Knyazev, A. Barmin, N. Krivobok, *Easter-European J. Enterprise Technol.*, **2** No 5, 63 (2016).
3. V.A. Stolboviiy, *J. Surf. Phys. Engineer.* **1** No 3, 320 (2016).
4. S.S. Grankin, V.M. Beresnev, O.V. Sobol, V.A. Stolboviiy, V.Yu. Novikov, S.V. Lytovchenko, U.S. Nyemchenko, A.A. Meylehov, M.G. Kovaleva, A.A. Postelnyk, I.N. Toryanik, *J. Nano- Electron. Phys.* **7** No 4, 04050 (2015).