



Struktura i własności powłok uzyskanych w procesach PVD i CVD na płytkach ceramiki tlenkowej Al_2O_3 wzmocnianej wiskerami $SiC_{(w)}$ *

L.A. Dobrzański, J. Mikuła

Division of Materials Processing Technology and Computer Techniques in Materials Science,
Institute of Engineering Materials and Biomaterials, Silesian University of Technology
ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Poland

W pracy porównano strukturę i własności powłok $TiAlN$, $TiN+TiAlSiN+TiN$ i $TiN+TiAlSiN+AlSiTiN$, uzyskanych w procesie PVD oraz $TiCN+Al_2O_3+TiN$ i $TiCN+TiN$ uzyskanych w procesie CVD na płytkach skrawających z tlenkowej ceramiki narzędziowej Al_2O_3 wzmocnianej wiskerami SiC . Przedstawiono wyniki badań metalograficznych oraz składu chemicznego, jak też wyniki badań przyczepności i chropowatości powłok.

1. WPROWADZENIE

Szybki rozwój przemysłu i coraz wyższe wymagania dotyczące jakości produktów pociągają za sobą konieczność ciągłego doskonalenia materiałów narzędziowych mających bezpośredni wpływ na efektywność, powtarzalność i precyzję procesu wytwarzania. Szybki rozwój w ostatnich latach odnotowały ceramiczne materiały narzędziowe a szczególnie ceramika tlenkowa. W poszukiwaniu nowych rozwiązań technologicznych związanych z poprawą własności wytrzymałościowych ceramiki, firma Krupp-Widia w roku 1988 wprowadziła materiał zwany Wiskeritem. Wiskery to nitkowate monokryształy metali lub niemetalu odznaczające się prawie bezdefektową budową krystaliczną. Do spieków ceramicznych wprowadza się ok. 20% (udział najkorzystniejszy) wiskerów o parametrach: grubość: $d = 0,1-0,5 \mu m$ i smukłości: $l=(5-10)d$. Spieki ceramiczne zawierające wiskery otrzymuje się głównie poprzez izostatyczne spiekanie na gorąco oraz jednoosiowe prasowanie na gorąco. Pierwsza z metod posiada niestety ograniczenia dotyczące udziału wprowadzonych wiskerów. Otrzymany spiek może ich zawierać do 15% [1-4].

Wprowadzenie wiskerów do spieków ceramiki tlenkowej zaowocowało wzrostem twardości, odporności na pękanie i wytrzymałości na zginanie. Narzędzia zawierające wiskery SiC przewyższają trwałością inne materiały skrawające nawet o 300%. Do wad ceramiki umocnionej zalicza się rozpad wiskerów w przypadku obróbki stopów zawierających żelazo, co znacznie obniża jej stosowanie. W związku z niewystarczającymi rezultatami wprowadzenia do ceramiki tlenkowej wiskerów SiC i poważnymi ograniczeniami

* Autorzy uczestniczą w realizacji projektu CEEPUS No PL-013/02-03 kierowanego przez Prof. L.A. Dobrzańskiego

w jej stosowaniu prowadzone są badania nad możliwością poprawy własności tych materiałów przez wykorzystanie warstw powierzchniowych [2-4].

2. PRZEBIEG BADAŃ

Badania wykonano na płytkach wielostrzowych wykonanych z tlenkowej ceramiki narzędziowej Al_2O_3 wzmocnionej wiskerami SiC, pokrytych jedno i wielowarstwowymi, wieloskładnikowymi powłokami, typu TiAlN, TiN+TiAlSiN+TiN i TiN+TiAlSiN+AlSiTiN, uzyskanymi w procesie katodowego odparowania łukowego oraz TiCN+ Al_2O_3 +TiN i TiCN+TiN uzyskanymi w procesie chemicznego osadzania z fazy gazowej. Charakterystykę badanych powłok przedstawiono w tabelicy 1.

Tabela 1: Charakterystyka badanej ceramiki tlenkowej $Al_2O_3+SiC_{(w)}$ pokrytej w procesach PVD i CVD

Rodzaj podłoża	Powłoka	Grubość powłoki [μm]
ceramika tlenkowa $Al_2O_3+SiC_{(w)}$	TiAlN	2
	TiN+TiAlSiN+TiN	2,8
	TiN+TiAlSiN+AlSiTiN	2,6
	TiCN+ Al_2O_3 +TiN	5,6
	TiCN+TiN	2

Grubość pokryć obliczono na podstawie pomiarów średnicy krateru utworzonego w trakcie „kalotestu”. (tabela 1)

Badania morfologii powierzchni, struktury oraz składu chemicznego wytworzonych powłok dokonano w elektronowym mikroskopie skaningowym DSM 940 firmy OPTON o napięciu przyspieszającym 15 kV, wyposażonym w spektrometr energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS. Do badań użyto przełamów poprzecznych wykonanych w temperaturze ciekłego azotu dla zapewnienia kruchego przełomu.

Skład fazowy badanych materiałów oceniono za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego DRON 2.0 wyposażonego w lampę kobaltową, przy napięciu 40 kV, prądzie żarzenia 20mA w zakresie kątów $2\theta = 25 \div 100^\circ$.

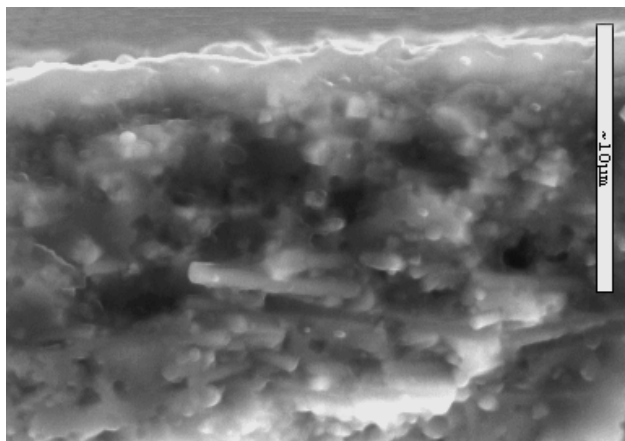
Badania przyczepności pokryć na badanych płytkach wielostrzowych dokonano metodą zarysowania (scratch test) na urządzeniu REVETEST firmy CSEM, wyposażonym w detektor emisji akustycznej. Badania wykonano przy następujących parametrach: zakres siły nacisku 0-100 N, szybkość wzrostu siły nacisku 100 N/min., prędkość przesuwu penetratora 10 mm/min.

Parametr chropowatości R_a badanych powierzchni określono na profilometrze Surftec 3+ firmy RankTaylor Hobson. Przyjęto odcinek pomiarowy $l = 0,25$ mm oraz dokładność pomiaru 0,01 μm .

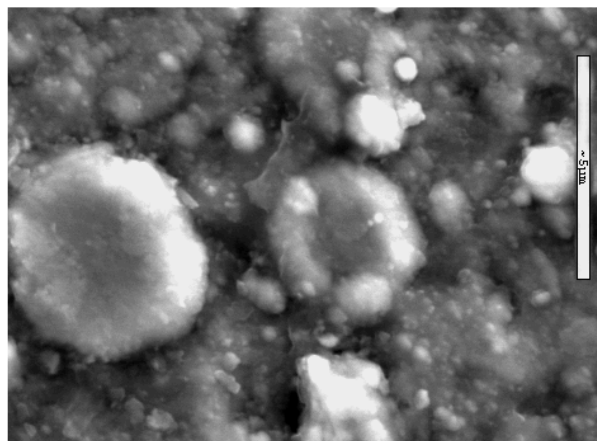
3. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

W wyniku wykonanych badań metalograficznych w elektronowym mikroskopie skaningowym stwierdzono, że powłoki TiAlN, TiN+TiAlSiN+TiN, TiN+TiAlSiN+AlSiTiN, TiCN+ Al_2O_3 +TiN i TiCN+TiN naniesiono równomiernie na podłoże z tlenkowej ceramiki narzędziowej Al_2O_3 wzmocnionej wiskerami SiC a nierówności powierzchni są pochodną chropowatości podłoża. Wszystkie naniesione powłoki charakteryzują się zwartą budową bez widocznych pęknięć i szczelnym przyleganiem do podłoża (rys. 1). Ponadto na powierzchni

powłok TiN+TiAlSiN+TiN oraz TiN+TiAlSiN+AlSiTiN stwierdzono występowanie mikrocząstek o kształcie kropeł powstałych w trakcie procesu nanoszenia powłoki i będących wynikiem rozpryskiwania się kropeł tytanu o powierzchnię podłoża (rys. 2) a badanie składu chemicznego kropeł potwierdza obecność w nich tytanu.



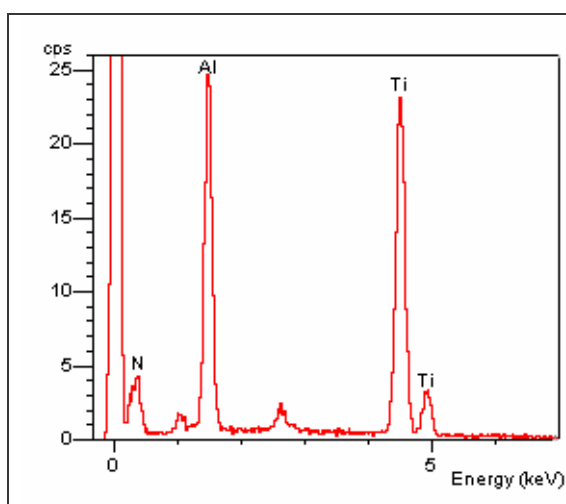
Rys. 1. Powierzchnia przelomu powłoki TiN+TiAlSiN+AlSiTiN naniesionej na podłoże z ceramiki tlenkowej $Al_2O_3+SiC_{(w)}$



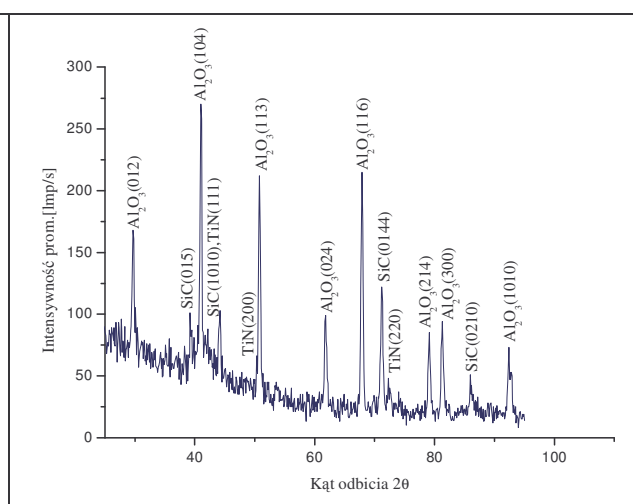
Rys. 2. Topografia powierzchni powłoki TiN+TiAlSiN+AlSiTiN naniesionej na podłoże z ceramiki tlenkowej $Al_2O_3+SiC_{(w)}$

Badania składu chemicznego powłoki przy pomocy spektrometru EDS potwierdzają obecność tytanu, azotu i aluminium w powłoce TiAlN, tytanu, azotu, aluminium i krzemu w powłokach TiN+TiAlSiN+TiN i TiN+TiAlSiN+AlSiTiN, tytanu, azotu, węgla, aluminium i tlenu w powłoce TiCN+ Al_2O_3 +TiN oraz tytanu, azotu i węgla w powłoce TiCN+TiN (rys.3).

Rentgenowska jakościowa analiza składu fazowego wykazuje obecność azotku tytanu we wszystkich badanych powłokach, węglikoazotku tytanu w przypadku powłok TiCN+ Al_2O_3 +TiN i TiCN+TiN oraz tlenku glinu w powłoce TiCN+ Al_2O_3 +TiN. Dyfraktogramy rentgenowskie badanych próbek zawierają również refleksy od faz Al_2O_3 oraz SiC pochodzące od podłoża (rys. 4).



Rys. 3. Energodyspersyjne widmo rentgenowskie z mikroobszaru powierzchni powłoki TiAlN



Rys. 4. Dyfraktogram rentgenowski powłoki TiN+TiAlSiN+TiN naniesionej na podłoże z ceramiki tlenkowej $Al_2O_3+SiC_{(w)}$

Na podstawie badań adhezji powłok do podłoża wykonanych metodą zarysowania, stwierdzono, że obciążenie krytyczne L_c , ustalone jako odpowiadające wzrostowi natężenia emisji akustycznej, dla badanych powłok wynosi od 39N w przypadku powłoki TiN+TiAlSiN+TiAlSiN do 70N w przypadku powłok TiN+TiAlSiN+TiN oraz TiCN+Al₂O₃+TiN (tablica 2). Wzdłuż rys będących śladami po diamentowym penetratorze zauważono regularne uszkodzenia w przypadku wszystkich badanych powłok.

W wyniku badań chropowatości stwierdzono, że naniesienie powłok typu TiAlN oraz TiCN+TiN na podłoże z ceramiki tlenkowej Al₂O₃+SiC_(w) nie powoduje wzrostu chropowatości powierzchni płytki i wynosi 0,25-0,26 μm natomiast naniesienie na badaną ceramikę powłok typu TiN+TiAlSiN+TiN, TiN+TiAlSiN+AlSiTiN oraz TiCN+Al₂O₃+TiN powoduje nieznaczny wzrost chropowatości do wartości 0,33-0,37 μm (tablica 2).

Tablica 2: Własności mechaniczne powłok naniesionych na podłoże z ceramiki tlenkowej Al₂O₃+ SiC_(w)

Rodzaj podłoża	Powłoka	Chropowatość Ra, μm	Obciążenie krytyczne L _c , N
ceramika tlenkowa Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	-	0,26	-
	TiAlN	0,26	57
	TiN+TiAlSiN+TiN	0,37	70
	TiN+TiAlSiN+AlSiTiN	0,32	39
	TiCN+Al ₂ O ₃ +TiN	0,33	70
	TiCN+TiN	0,25	40

4. PODSUMOWANIE

Na podstawie wykonanych badań metalograficznych, stwierdzono równomierność i spójność powłok naniesionych w procesach PVD i CVD na ceramikę tlenkową Al₂O₃+SiC_(w). Wyniki analizy składu chemicznego – EDS potwierdzają obecność tytanu, azotu, węgla, krzemu, aluminium i/lub tlenu odpowiednio w powłokach, w których występowanie danych pierwiastków jest oczekiwane a rentgenowska jakościowa analiza składu fazowego potwierdza obecność faz TiN, TiCN i Al₂O₃ w odpowiednich powłokach a także faz Al₂O₃ i SiC w podłożu. Naniesione powłoki charakteryzują się dobrą przyczepnością do podłoża, obciążenie krytyczne L_c waha się od 39N w przypadku powłoki TiN+TiAlSiN+TiAlSiN do 70N w przypadku powłok TiN+TiAlSiN+TiN oraz TiCN+Al₂O₃+TiN. Stwierdzono, że naniesienie powłoki TiAlN oraz TiCN+TiN na podłoże z ceramiki tlenkowej Al₂O₃+SiC_(w) nie powoduje wzrostu chropowatości powierzchni płytki.

BIBLIOGRAFIA

1. L.A. Dobrzański: Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo. Materiały inżynierskie z podstawami projektowania materiałowego, WNT, Warszawa, 2002.
2. M. Wysiecki, Nowoczesne materiały narzędziowe, WNT, Warszawa, 1997.
3. L.A. Dobrzański, K. Gołombek, J. Kopać, M. Soković, Proc. 10th Jub. Int. Sc. Conf. „Achievements in Mechanical and Materials Engineering” AMME`2001, Gliwice-Zakopane, 2001, 137-142.
4. Maňkova I., State of the art of development and application in ceramic cutting tools, Arch.Technol.Masz.i Autom., 1999, t. 19, nr 2, s. 25-34.