



POLISH ACADEMY OF SCIENCES - MATERIALS SCIENCE COMMITTEE
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY OF GLIWICE
INSTITUTE OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
ASSOCIATION OF ALUMNI OF SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

Conference
Proceedings

11th INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE
ACHIEVEMENTS IN MECHANICAL & MATERIALS ENGINEERING

Struktura i własności powłoki TiAlSiN uzyskanej w procesie PVD na płytkach z ceramiki azotkowej Si₃N₄*

L.A. Dobrzański, D. Pakuła, K. Gołombek, J. Mięka

Zakład Technologii Procesów Materiałowych i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie,
Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Politechnika Śląska
ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Poland

W pracy porównano strukturę i własności powłok typu TiN+multiTiAlSiN+TiN, TiN+TiAlSiN+TiN, TiN+TiAlSiN+AlSiTiN uzyskanych w procesie katodowego odparowania łukowego na płytkach skrawających z ceramiki azotkowej Si₃N₄. Przedstawiono wyniki badań na skaningowym mikroskopie elektronowym oraz składu chemicznego, jak i wyniki badań własności mechanicznych.

1. WPROWADZENIE

Ceramika Si₃N₄ oraz sialony - należą do materiałów, które mają realne możliwości zastąpienia w przyszłości stali i węglaków spiekanych. Zastosowanie tych materiałów pozwala na skrawanie z bardzo dużymi prędkościami i posuwami zarówno w obszarze toczenia jak i frezowania. Materiały te poddawane są ciągłej modernizacji. Obok opracowywania nowych lub modyfikacji istniejących metod wytwarzania, doskonalone są techniki pokrywania tych materiałów szczególnie Si₃N₄ nowymi twardymi warstwami uzyskanymi w procesach CVD (Chemical Vapour Deposition) – chemicznego osadzania z fazy gazowej oraz PVD (Physical Vapour Deposition) – fizycznego osadzania z fazy gazowej. Narzędzia pokryte powłokami opartymi na węglkach, borkach, azotkach i tlenkach mogą pracować przy wyższych parametrach pracy [1-3].

Pokrycia otrzymane w procesach PVD w wielu zastosowaniach ugruntowały swoją pozycję, pozwalając między innymi na wyraźną poprawę własności narzędziowych materiałów pokrytych nimi. Nanoszenie nowych cienkich warstw typu TiAlSiN na powierzchniach płytek wielostrzowych z ceramiki azotkowej ma zapobiec intensyfikacji zużycia chemicznego, występującego podczas obróbki stopów bogatych w żelazo, a tym samym ma na celu kilkakrotne zwiększenie trwałości ostrza w porównaniu do narzędzi nie pokrywanych [1-5].

Celem niniejszej pracy jest zbadanie struktury i wybranych własności nowoczesnych wielowarstwowych i wieloskładnikowych powłok typu TiAlSiN uzyskanych w procesie katodowego odparowania łukowego (CAE) na podłożu z narzędziowej ceramiki azotkowej Si₃N₄.

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

2. PRZEBIEG BADAŃ

Badania przeprowadzono na płytkach wielostrzowych wykonanych z ceramiki azotkowej Si_3N_4 pokrytych wielowarstwowymi i wieloskładnikowymi pokryciami, typu $\text{TiN}+\text{multiTiAlSiN}+\text{TiN}$, $\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{TiN}$, $\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{AlSiTiN}$, uzyskanych w procesie katodowego odparowania łukowego. Charakterystykę badanych płytek przedstawiono w tabelicy 1.

Tablica 1

Charakterystyka badanej ceramiki azotkowej Si_3N_4 pokrytej pokryciami typu TiAlSiN

Rodzaj podłoża	Pokrycie	Grubość pokrycia [μm]	Rodzaj procesu
ceramika azotkowa Si_3N_4	$\text{TiN}+\text{multiTiAlSiN}+\text{TiN}$	3,0	PVD
	$\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{TiN}$	2,5	PVD
	$\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{AlSiTiN}$	2,8	PVD

Morfologię powierzchni, strukturę oraz badania składu chemicznego wytworzonych powłok wykonano na przełomach poprzecznych w skaningowym mikroskopie elektronowym XL-3 firmy Philips o napięciu przyspieszającym 15-20 kV, wyposażonym w spektrometr energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS.

Ocen składu fazowego uzyskanych powłok dokonano przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego Dron 2.0 stosując filtrowane promienie lampy kobaltowej przy napięciu 40 kV i prądzie żarzenia 20mA. Pomiarów wykonano w zakresie kątowym 2Θ od $30 - 95^\circ$.

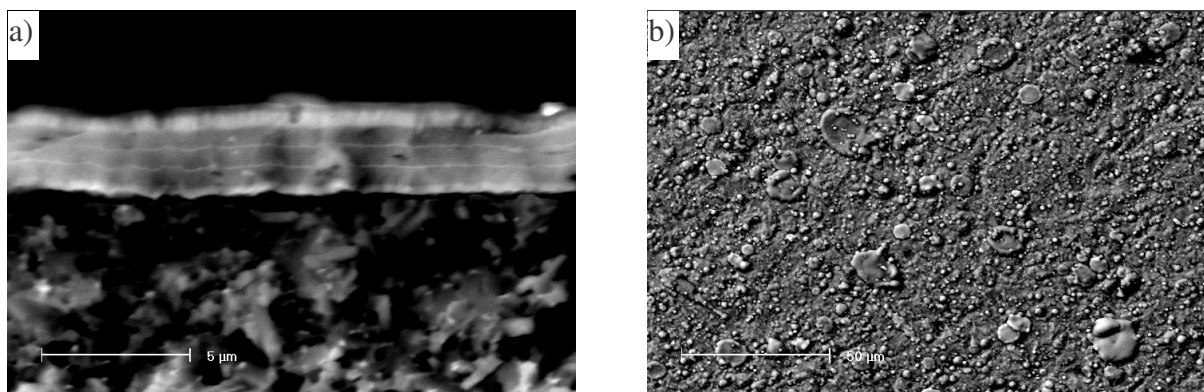
Badania przyczepności powłok na badanych płytkach wielostrzowych dokonano metodą zarysowania (scratch test) na urządzeniu REVETEST firmy CSEM, wyposażonym w detektor akustyczny. Badania wykonano przy następujących parametrach: zakres siły nacisku 0-100 N, szybkość wzrastającej siły nacisku (dL/dt) 100 N/min., prędkość przesuwu penetratora (dx/dt) 10 mm/min., czułość detektora emisji akustycznej 1. Obciążenie krytyczne L_c , przy którym następuje utrata przyczepności powłok określono na podstawie zarejestrowanej wartości emisji akustycznej AE.

Pomiary mikrotwardości powłok przeprowadzono na ultramikrotwardościomierzu DUH 202 firmy SHIMADZU. Pomiarów dokonano przy obciążeniu 0,03 N, pozwalającym w jak największym stopniu wyeliminować wpływ podłoża na otrzymany wynik pomiaru, tak by głębokość odcisków była mniejsza niż 1/10 grubości naniesionych powłok. Grubość powłok określono na podstawie pomiarów zagłębienia utworzonego w trakcie „kalotestu”. Parametr chropowatości R_a powierzchni bez powłok oraz pokrytych powłokami określono na profilometrze Surftec 3+ firmy RankTaylor Hobson przy długości pomiarowej $l = 0,25$ mm i dokładności pomiaru 0,01 μm .

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

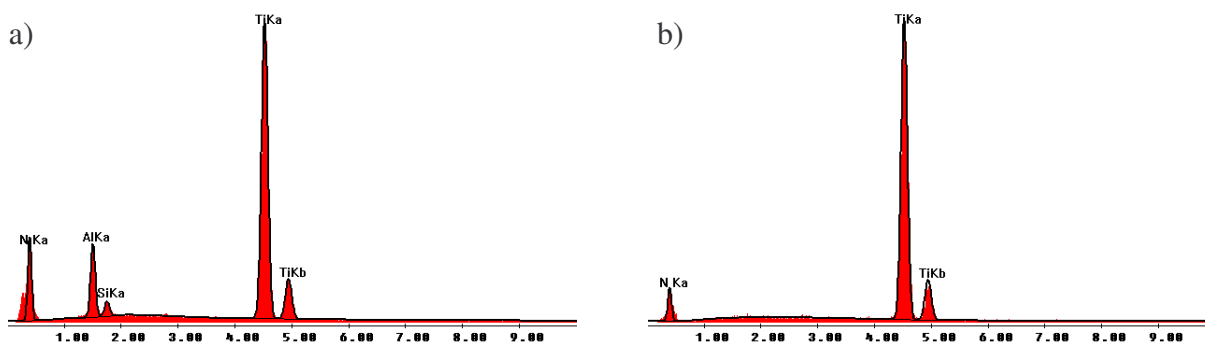
W wyniku obserwacji przełomów wykonanej w elektronowym mikroskopie skaningowym stwierdzono, że powłoki $\text{TiN}+\text{multiTiAlSiN}+\text{TiN}$, $\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{TiN}$ oraz $\text{TiN}+\text{TiAlSiN}+\text{AlSiTiN}$ naniesione na ceramikę azotkową Si_3N_4 charakteryzują się równomiernym warstwowym ułożeniem. Poszczególne warstwy badanych powłok charakteryzują się szczelnym przyleganiem do siebie i podłoża bez widocznych nieciągłości

i pęknięć (rys 1a). Topografia powierzchni tych powłok (rys. 1b) wykazuje niejednorodność związaną z pojawieniem się na powierzchni powłoki licznych mikrocząstek w kształcie kropeł, będących wynikiem rozpryskiwania się tych kropeł o podłoże próbek w trakcie trwania procesu nanoszenia powłoki.



Rys. 1. Powierzchnia przełomu (a) oraz topografia powierzchni (b) powłoki TiN+multiTiAlSiN+TiN naniesionej na podłoże z ceramiki azotkowej Si_3N_4

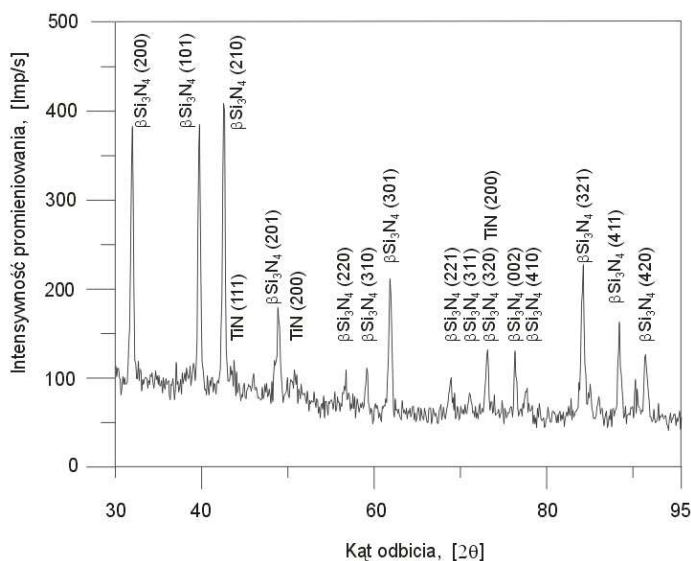
Badania składu chemicznego powierzchni powłoki przy pomocy przystawki EDS potwierdzają obecność zarówno tytanu, aluminium, krzemu jak i azotu w badanych powłokach (rys.2a). Natomiast analiza składu chemicznego kropeł utworzonych podczas procesu nakładania warstw wskazuje na to, że są to krople ciekłego metalu wybite z tarczy tytanowej, które osadzają się i krzepną na powierzchni podłoża (rys.2b).



Rys. 2. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z: a) z mikroobszaru powierzchni powłoki, b) kropli powstałej na powłoce TiN+multiTiAlSiN+TiN

Skład fazowy powłok TiAlSiN zbadano metodą rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej. Na dyfraktogramach rentgenowskich (rys.3) stwierdzono powłoki azotku tytanu, a ponadto występowanie refleksów pochodzących od podłoża ceramiki azotkowej Si_3N_4 .

Naniesione warstwy w znaczący sposób zwiększają twardość wieloostrowej płytki z ceramiki Si_3N_4 , zawierającą się w przedziale od 3900 do 4700 $\text{HV}_{0,03}$. Największą twardość wykazuje powłoka TiN+TiAlSiN+TiN - równą 4700 $\text{HV}_{0,03}$. Wyniki pomiarów twardości przedstawiono w tabelicy 2.



Rys. 3. Dyfraktogram rentgenowski powłoki TiN+TiAlSiN+TiN naniesionej na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4

Na podstawie badań przyczepności powłok do podłoża metodą „scratch test” (tablica 2), stwierdzono, że obciążenie krytyczne L_c dla badanych powłok naniesionych na podłożu z ceramiki azotkowej metodą PVD zawarte jest w przedziale 18 – 22,4 N. Na całej długości rysy pozostawionej przez diamentowy penetrator zauważono dla wszystkich powłok regularne uszkodzenia.

Chropowatość (tablica 2) badanych powłok TiN+multiTiAlSiN+TiN, TiN+TiAlSiN+TiN oraz TiN+TiAlSiN+AlSiTiN znacznie wzrasta w porównaniu do materiału podłoża i zawarta jest w przedziale od 0,32 do 0,45 μm .

Tablica 2

Właściwości mechaniczne pokryć TiAlSiN na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4

Rodzaj podłoża	Pokrycie	Chropowatość R_a , μm	Twardość, $\text{HV}_{0,03}$	Obciążenie krytyczne L_c , N
ceramika azotkowa Si_3N_4	–	0,06	1950	–
	TiN+multiTiAlSiN+TiN	0,44	4400	22,40
	TiN+TiAlSiN+TiN	0,45	4700	21,65
	TiN+TiAlSiN+AlSiTiN	0,32	3900	18,30

4. PODSUMOWANIE

Na podstawie przeprowadzonych badań metalograficznych, stwierdzono, że pokrycia TiAlSiN zostały równomiernie nałożone na podłożu, a poszczególne warstwy ściśle przylegają do siebie. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej jak i analizy składu chemicznego – EDS potwierdzają obecność zarówno tytanu, aluminium, krzemu jak i azotu w badanych powłokach. Naniesione powłoki charakteryzują się dobrą przyczepnością do podłoża oraz bardzo znacznie zwiększają twardość warstwy wierzchniej badanych płytek z ceramiki Si_3N_4 .

BIBLIOGRAFIA

1. L.A. Dobrzański, K. Gołombek, J. Kopač, M. Soković, Proc. 10th Jub. Int. Sc. Conf. „Achievements in Mechanical and Materials Engineering” AMME`2001, Gliwice-Zakopane, 2001, 137-142.
2. H. Leda, Mechanik 3/1990, 85-89.
3. M. Wysiecki, Nowoczesne materiały narzędziowe, WNT, Warszawa, 1997.
4. L.A. Dobrzański, W. Kwaśny, R. Shishkov, Proc. 8th Int. Sc. Conf. „Achievements in Mechanical and Materials Engineering” AMME`99, Gliwice-Rydzyna, 1999, 169-172.

5. P. Holubar, M Jilek, M Sima, Surface and Coatings Technology 133-134, 2000, 145-151.