

А.К. Вершина

КОМБИНИРОВАННАЯ ПЛАЗМЕННО-ВАКУУМНАЯ ОБРАБОТКА ДЕРЕВОРЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

*Белорусский государственный технологический университет,
ул. Свердлова, 13а, 220006, г. Минск, Беларусь, root@bstu.unibel.by*

Введение

В современном деревообрабатывающем производстве все в большей степени применяют ресурсосберегающие, экологически чистые технологии, позволяющие не только повышать производительность обработки резанием, но и функционировать с оптимальными экономическими показателями. Станочное оборудование использует интенсивные режимы обработки, требующие высоконадежного режущего инструмента, исключающего простои и повышенный расход дорогостоящих инструментальных материалов.

Наиболее эффективный путь повышения надежности дереворежущего инструмента – формирование на его рабочих поверхностях модифицированных слоев с высокой износостойкостью методами химико-термической обработки, а также нанесение износостойких покрытий методами химического и физического осаждения [1]. Среди многочисленных методов нанесения покрытий в последние годы весьма перспективными считаются методы плазменно-вакуумного осаждения. Причем для упрочнения металлорежущего инструмента наиболее эффективными являются покрытия, формируемые карбидами и нитридами переходных металлов, а также оксидами алюминия, кремния, оксидом и нитридом бора. Применение же указанных методов нанесения и материалов покрытий для повышения режущих свойств деревообрабатывающего инструмента не дает заметных результатов вследствие принципиального различия в теплофизике резания неметаллических материалов по сравнению с металлообработкой, обусловленного не только отличием в используемом инструменте и технологических режимах, но и исключением применения смазочно-охлаждающих жидкостей.

Изучение механизма износа дереворежущего инструмента показывает [2], что нагрев последнего объективно сопровождает процесс пиления древесины и является одним из решающих факторов потери его работоспособности. При предельных значениях температуры нагрева инструментального материала наблюдаются потеря режущим инструментом плоской формы равновесия и нарушение распиловочного процесса. Анализ результатов износа дереворежущего инструмента из быстрорежущей стали показал, что упрочнение инструмента путем изменения физико-химических свойств поверхностного слоя инструментального материала должно осуществляться без резких переходных границ между упрочненным слоем (покрытием) и основой. Достижение указанного результата возможно с помощью комбинированной плазменно-вакуумной обработки, включающей формирование диффузионного слоя на поверхности инструментальной основы путем ионного азотирования в плазме тлеющего разряда и последующее осаждение износостойкого покрытия способами плазменно-вакуумного осаждения: вакуумно-дуговым разрядом, либо магнетронным распылением, либо их сочетанием. Известно [3], что указанный диффузионный слой способствует сглаживанию резких границ между свойствами инструментального материала и покрытия и снижению вероятности разрушения инструмента в процессе эксплуатации.

Методика эксперимента

Осаждение покрытий проводили на многофункциональной установке, разработанной на основе серийно выпускаемой вакуумной установки модели ВУ-1БС и оснащенной дуговым и магнетронным испарителями [4]. Магнетронная распылительная система предназначена для осаждения покрытий, а также для ионного азотирования поверхности инструмента в тлеющем разряде, осуществляемого при выключенном магнитном поле. В качестве материала мишени-катода как для дугового, так магнетронного испарителей использовался титан ВТ1-0. Магнетрон работал от источника постоян-

ного тока, оснащенного системой защиты от микродуг. Модифицированной обработке подвергались образцы из стали Р6М5, прошедшие предварительную внекамерную очистку в ультразвуковой установке УЗУ-0,25. Азотирование проводилось при температурах 400–500°C в азотаргоновой плазме при варьировании концентрации азота от 10 до 100% (об.) и суммарном давлении смеси 8 Па. Время азотирования составляло $(60-90) \cdot 10^2$ с при напряжении разряда 1,8 кВ.

Покрyтия наносили вакуумным электродуговым методом из сепарированных потоков титановой плазмы при токах дугового разряда I_d 70–160 А и опорном напряжении U_n 40–160 В. Формирование покрyтий осуществляли в одном технологическом цикле сразу же после азотирования образцов, при этом процесс проходил в азотацетиленовой смеси реакционных газов. Значение парциального давления одного из компонентов указанной смеси (азота P_{N_2} или ацетилена $P_{C_2H_2}$) изменялось от 0 до 100% (об.) от общего давления смеси ($P_{N_2} + P_{C_2H_2}$), которое в процессе осаждения оставалось неизменным и составляло $1,33 \cdot 10^{-1}$ Па.

Смесь реагентов готовили путем смешивания в стальном баллоне-смесителе известных количеств чистых компонентов на установке, схема которой приведена на рис. 1. Процентное содержание компонента (m_{N_2} либо $m_{C_2H_2}$) в смеси определяли из выражения

$$m_A = \frac{P_A}{P_A + P_B} \cdot 100\%,$$

где P_A, P_B – парциальные давления в постоянном объеме компонентов A и B соответственно.

Контроль приготовленной смеси газов проводили на лабораторном газожидкостном хроматографе ЛХМ-8МД-5 с использованием плазменно-ионизационного детектора. Разделительная колонка для обеспечения работы при анализе смеси на содержание ацетилена длиной 1 м и диаметром 3 мм была заполнена сорбентом силохром С-120 с диаметром зерен 0,25–0,5 мм. Содержание ацетилена в смеси определяли на основании следующей зависимости:

$$m_{C_2H_2} = \frac{F_1}{F_2} \cdot 100\%,$$

где F_1, F_2 – площади пиков хроматограмм ацетилена в смеси и чистого соответственно.

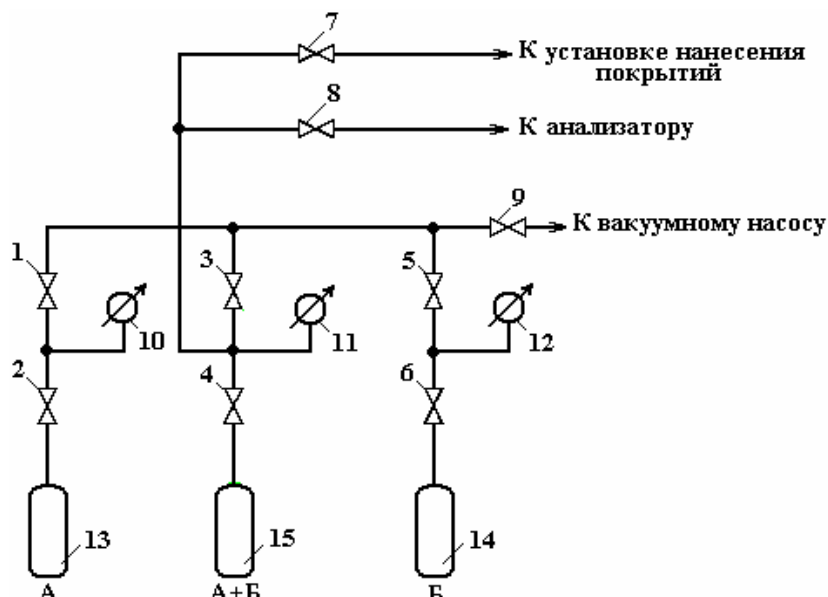


Рис. 1. Схема установки приготовления смеси двух газов. 1–7, 14, 15 – газовые вентили, 8–10 – манометры, 11, 13 – баллоны со сжатым газом, 12 – баллон для смеси газов

Изготовление поперечных шлифов для металлографических исследований осуществляли по стандартной методике [5] на шлифовально-полировальном станке LaboPol-2 с использованием приспособления LaboForce фирмы Struers (Дания). Фазовый состав и структура азотированного слоя и покрyтий исследовались на дифрактометре HZG-4A в CuK_{α} -излучении при режиме трубки 20 мА,

30 кВ с фокусировкой по Бреггу-Брентано и Зеemannу-Болину. Скорость съёмки образца составляла 1°/мин, ширина щели на первичном пучке – 0,5 мм, на вторичном – 0,25 мм. В качестве монохроматора использовался пиролютический графит. Качественный фазовый анализ проводили на основании сравнения полученных результатов со стандартами картотеки JCPDS. Измерения микротвердости образцов проводили на микротвердомере Duramin-5 (Struers, Дания). Толщину слоев, а также линейную скорость осаждения покрытий оценивали по высоте ступеньки, полученной в результате экранирования части стандартного образца, на профилометре-профилографе модели 252. Морфологию поверхности покрытий изучали с помощью атомной силовой микроскопии.

Результаты и их обсуждение

Данные рентгеноструктурного анализа, приведенные в табл. 1 для поверхностного слоя быстрорежущей стали Р6М5 после азотирования, показывают, что фазовый состав азотированного слоя весьма сильно зависит от состава азотоаргоновой смеси. Для поверхностного слоя, подвергнутого обработке в чистом азоте, характерно присутствие следующих фаз: карбида и карбонитриды типа $(Fe, W, Mo)_3(C, N)$, α -фаза Fe_2N , нитриды Mo_2N и W_2N , а также α -фаза, представляющая собой твердый раствор углерода и азота в мартенсите $Fe_2(C, N)$. Большинство из отмеченных фаз были обнаружены в азотированном слое, полученном на быстрорежущей стали Р6М5 с помощью вакуумно-дугового разряда [6], однако их процентное соотношение резко различалось.

Таблица 1. Фазовый состав азотированного слоя быстрорежущей стали Р6М5 в газовых средах с различным содержанием N_2 . Время азотирования $72 \cdot 10^2$ с, температура азотирования $500^\circ C$

Фаза	Количество фазы (% , мас.) в слое		
	100% N_2	50% (об.) N_2 + 50% (об.) Ar	10% (об.) N_2 + 90% (об.) Ar
Fe_2N	55,4	-	-
Mo_2N	6,2	5,6	4,5
$Fe_3(W,Mo)_3(C,N)$	5,2	5,3	5,4
$Fe_2(C,N)$	33,2	89,1	90,1

При увеличении содержания аргона до 50% (об.) в азотоаргоновой смеси при постоянном давлении последней фаза Fe_2N исчезает при сохранении нитридов молибдена Mo_2N . Однако наибольшее изменение претерпевает α -фаза $Fe_2(C,N)$, рост которой весьма заметен при разбавлении азотной среды аргоном.

На рис. 2 представлены зависимости микротвердости азотированного слоя от продолжительности процесса и состава газовой смеси. Результаты данного исследования показывают, что повышение содержания азота в газовой смеси аргона с азотом сопровождается увеличением микротвердости азотированного слоя. Связано это, очевидно, с формированием на поверхности образцов азотированного слоя, состоящего в основном из высокоазотистой ϵ -фазы, обладающей повышенной твердостью и хрупкостью (кривая 1). Известно, что наличие такого модифицированного слоя под покрытием снижает адгезионную прочность последнего с подложкой из быстрорежущей стали. Поэтому при разработке технологического процесса комбинированной двухступенчатой обработки дереворежущего инструмента данная зависимость приобретает особую значимость, так как именно прочность сцепления покрытия с инструментальной основой является одной из наиболее важных характеристик с точки зрения эксплуатации инструмента с покрытием.

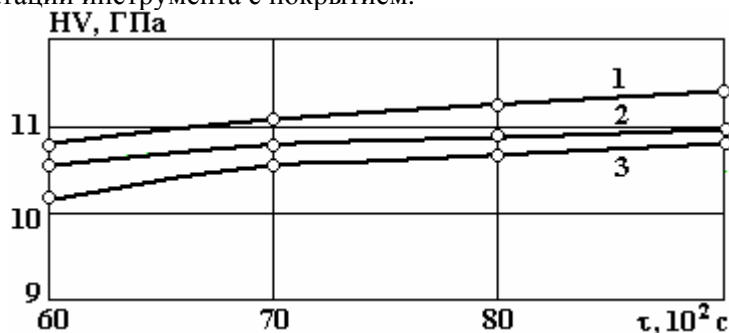


Рис. 2. Зависимость микротвердости азотированного слоя от времени азотирования при варьировании состава газовой смеси. 1 – 100% N_2 , 2 – 50% N_2 + 50% Ar, 3 – 10% N_2 + 90% Ar

Рентгеноструктурные исследования покрытий, осажденных на предварительно проазотированные в плазме тлеющего разряда подложки, показали, что количество фаз в составе конденсатов,

сформированных в атмосфере чистого азота и чистого ацетилена, разное (табл. 2). Так, при наличии в вакуумном технологическом объеме только азота наряду с образованием нитридов в покрытии присутствует значительное количество несвязанного титана. В то же время при использовании в качестве реагента лишь одного ацетилена несвязанный металл в покрытии отсутствует. Это обусловлено разницей в энергиях образования нитридов и карбидов титана, а также разницей в размерах и массах атомов азота и углерода, в результате чего процесс образования карбида титана является энергетически более выгодным и реализуется с большей степенью вероятности.

Таблица 2. Результаты рентгеноструктурных исследований карбонитридитановых покрытий

№ образца	Режим напыления				Количественный состав фаз в покрытии, %(мас.)				Стехиометрический состав покрытия TiN_xC_y	
	I_d, A	U_n, B	Состав реакционной среды		TiN	TiC	TiNC	Ti	x	y
			$m_{N_2}, \%$ (об.)	$m_{C_2H_2}, \%$ (об.)						
1	70	80	100	-	97	-	-	3	0,28	-
2	85	80	100	-	92	-	-	8	0,40	-
3	100	80	100	-	78	-	-	22	0,40	-
4	120	80	100	-	57	-	-	43	0,52	-
5	140	80	100	-	44	-	-	56	0,52	-
6	100	80	100	-	49	-	-	51	0,40	-
7	100	120	100	-	70	-	-	30	0,50	-
8	100	160	100	-	78	-	-	22	0,50	-
9	70	80	-	100	-	100	-	-	-	0,25
10	85	80	-	100	-	100	-	-	-	0,30
11	100	80	-	100	-	100	-	-	-	0,32
12	120	80	-	100	-	100	-	-	-	0,50
13	140	80	-	100	-	100	-	-	-	0,50
14	100	80	-	100	-	100	-	-	-	0,32
15	100	120	-	100	-	100	-	-	-	0,50
16	100	160	-	100	-	100	-	-	-	0,50

Представленные в табл. 2 данные показывают естественное увеличение количества чистого титана в покрытии с ростом тока дугового разряда. Однако при повышении потенциала смещения на подложке наблюдается обратная зависимость. Объясняется это, по нашему мнению, тем, что в процессе осаждения титана на поверхность азотированной подложки происходят разогрев последней и интенсификация взаимодействия атомов титана с атомами азота, диффундирующими в формируемое покрытие.

С помощью рентгенофазового анализа установлено, что при осаждении покрытий в смеси реакционных газов азота и ацетилена основной фазой является фаза TiN_xC_y с кубической решеткой В1 типа NaCl. Дополнительно в покрытиях присутствуют TiN в модификациях δ -TiN и ϵ -Ti₂N в количестве до 32%, а также Ti. Повышение потенциала смещения на подложке приводит к уменьшению основной фазы и соответствующему увеличению нитридной фазы (рис. 3). Объясняется это, по видимому, тем, что в данном случае происходит выделение азота из твердого раствора в виде дополнительных фаз по границам зерен основной фазы. Этот процесс может быть ответственным за ограничение роста зерен фазы TiN_xC_y , которое является причиной образования нанокристаллической структуры покрытия. На приведенной (рис. 4) топографии поверхности покрытия четко видна ультрадисперсная структура покрытия с размером кристаллитов 0,2-0,3 мкм, подтверждающая высказанное предположение.

Структура однофазных покрытий обычно описывается на основе моделей структурных зон [7, 8], предсказывающих столбчатый либо глобулярный характер покрытия в зависимости от соотношения температур конденсации и плавления материала покрытия. Однако эти модели значительно видоизменяются при введении легирующих элементов (металлических либо неметаллических) в состав покрытия. Последние способны остановить рост зерен и стимулировать их рекристаллизацию. Это приводит к появлению новой зоны с глобулярной мелкодисперсной структурой при температурах конденсации порядка $0,1 T_{пл}$ ($T_{пл}$ – температура плавления материала покрытия), причем значение

этой температуры повышается при увеличении концентрации легирующих элементов [9].

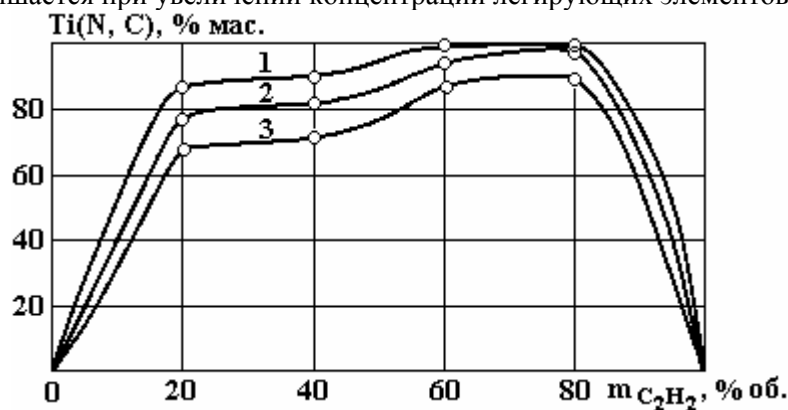


Рис. 3. Количество фазы $Ti(N, C)$ в составе покрытия в зависимости от содержания ацетилена $m_{C_2H_2}$ в составе реакционной смеси при различных значениях потенциала смещения U_n на подложке ($I_0=100A$): 1–80 В; 2–120 В; 3–160 В

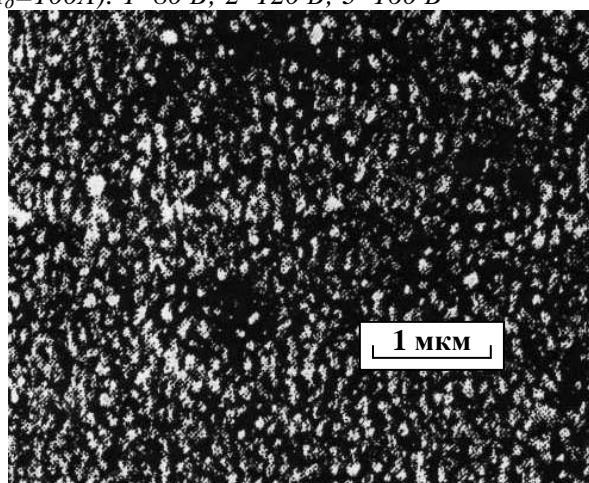


Рис. 4. Топография поверхности быстрорежущей стали Р6М5 с покрытием $TiCN$



Рис. 5. Микроструктура поперечного среза покрытия $TiCN$

На основе анализа изображения поперечного среза покрытия установлено, что последнее имеет столбчатую структуру (рис. 5). Обусловлено это, по-видимому, тем фактом, что концентрация легирующего элемента (углерода) при рассматриваемых режимах осаждения карбонитридтитановых покрытий недостаточна, чтобы изменить структуру покрытия.

Заключение

Полученные в результате проведенных экспериментов результаты, описывающие влияние режимов азотирования в плазме тлеющего разряда образцов из быстрорежущей стали Р6М5 и последующего нанесения вакуумным электродуговым методом карбонитридтитановых покрытий на структуру и свойства модифицированных слоев, показали следующее.

1. Состав газовой среды, образующей азотоаргоновую плазму, оказывает существенное влияние на фазовый состав упроченного слоя. Нитридный слой, состоящий из карбидов и карбонитридов типа $(Fe, W, Mo)_3(C, N)$, α -фазы Fe_2N , нитридов легирующих элементов Mo_2N, W_2N , а также твердого раствора азота и углерода в мартенсите, получен на образцах, подвергнутых азотированию при отсутствии аргона в газовой среде. Введение в состав последней аргона позволяет подавить образование высокоазотитой ϵ -фазы Fe_2N , обладающей повышенной твердостью и хрупкостью.

2. С увеличением времени азотирования независимо от состава насыщающей среды микротвердость упроченного слоя увеличивается. Причем зависимость микротвердости от указанного параметра обработки имеет почти линейный характер.

3. При формировании покрытий на модифицированных в тлеющем разряде подложках из быстрорежущей стали в реакционной среде азота с ацетиленом основной фазой является карбонитрид титана TiN_xC_y с кубической решеткой В1, дополнительными – фазы δ - TiN , ϵ - Ti_2N и α - Ti . С повышением потенциала смещения на подложке имеют место уменьшение доли основной фазы и соответствующее увеличение дополнительных фаз.

4. При разработке технологии комбинированного упрочнения дереворежущего инструмента

из быстрорежущей стали необходимо учитывать не только параметры азотирования в плазме тлеющего разряда, но и последующего плазменно-вакуумного процесса нанесения износостойких карбонитридитиановых покрытий в силу его высокоэнергетического воздействия на подложку, способного вызвать существенное изменение характеристик слоя, сформированного при азотировании.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Верещака А.С.* Работоспособность режущего инструмента с износостойкими покрытиями. М.: Машиностроение. 1993. 336 с.
2. *Грубе А.Э., Санев В.И., Пашиков В.К.* К вопросу о температурном поле дисковых пил для продольной распиловки древесины // Лесной журнал. 1966. № 3. С. 92–104.
3. *Григорьев С.Н., Кутергина Т.В.* Оценка эффективности технологий нанесения покрытий на режущий инструмент // Вестник машиностроения. 2005. № 2. С. 68–72.
4. *Вершина А.К., Агеев В.А.* Многофункциональная установка для комбинированного упрочнения дереворежущего инструмента // Труды БГТУ. Сер. II, Лесная и деревообрабатывающая промышленность. 2009. Вып. XVII. С. 280–282.
5. *Вейнберг Ф.* Приборы и методы физического металловедения. М.: Мир, 1973. 427 с.
6. *Григорьев С.Н., Волосова М.А., Климов В.Н.* Модификация поверхности режущего инструмента из быстрорежущей стали путем вакуумно-плазменной обработки // Физика и химия обработки материалов. 2005. № 5. С. 11–18.
7. *Мовчан Б.А., Демчишин А.В.* Получение покрытий при вакуумной конденсации металлов и сплавов // ФММ. 1969. Т. 28. С.83–90.
8. *Thornton J.A.* Impurity effect on structure of metal films // Ann. Rev. Mater. Sci. 1977. V.7. P. 239–246.
9. *Musil J., Vlcek J.* Physical and Mechanical Properties of Hard Nanocomposite Films Prepared by Magnetron Sputtering. Proc. 5th Int. Conf. On Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Tomsk. 2002. V. 3. P. 393–398.

Поступила 27.02.09

Summary

The influence of combined vacuum plasma processing regimes on structure, phase composition and micro hardness of modified layer and carbonitride titanium coatings formed on samples from high speed cutting steel P6M5 is investigated. Combined processing consist of ion nitration in glow discharge plasma and arc plasma deposition of coatings in united cycle.
