

УДК 621/793.14

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ АДГЕЗИОННОЙ ПРОЧНОСТИ
Mo-Ti-N И Mo-Cu-N ПОКРЫТИЙ НА УСТАНОВКЕ «СКРЕТЧ-ТЕСТЕР»***Анищик В.М.¹, Кулешов А.К.¹, Углов В.В.¹, Русальский Д.П.¹, Сыщенко А.Ф.²*¹Белорусский государственный университет, г. Минск, Республика Беларусь²ЗАО «БМЦ», г. Минск, Республика Беларусь

e-mail: rusalsky@bsu.by

Разработана установка («скретч-тестер») для определения адгезионной прочности покрытий. Установка имеет ряд преимуществ по сравнению с известными аналогами – расширенный диапазон размеров исследуемого образца и более простая процедура его позиционирования, более точное измерение длины скрайбирования, дополнительный способ регистрации момента разрушения или отрыва покрытия по силе трения. Установка использована для исследования покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N на твердосплавных пластинах, и установлено, что покрытия Mo-Ti-N имеют в пять раз большую адгезионную прочность, чем покрытия Mo-Cu-N.

Ключевые слова: установка «скретч-тестер», адгезионная прочность, покрытия Mo-Ti-N и Mo-Cu-N, твердосплавные пластины.

Введение

В настоящее время широкое распространение получили различные методы нанесения покрытий, а наиболее важным для практического применения является такое свойство покрытий, как прочность их сцепления с матрицей – адгезия. В связи с этим необходимо развитие методов и приборов («скретч-тестеры»), которые могли бы контролировать адгезию, однако в СНГ эта проблематика исследована недостаточно.

Принцип работы «скретч-тестеров» основан на известном методе склерометрии (испытание царапанием). Этот метод основан на контролируемом царапании индентором на выбранном участке образца. Наконечник индентора (обычно алмаз или карбид вольфрама) перемещается по поверхности образца с возрастающей нагрузкой. При определенной критической нагрузке покрытие начинает разрушаться [1]. Величина этой нагрузки является характеристикой адгезионной прочности.

В настоящей работе представлена разработанная установка «скретч-тестер» для определения адгезионной прочности покрытий, имеющая расширенный диапазон размеров исследуемого образца, а также более точное измерение длины скрайбирования и дополнительный способ регистрации момента разру-

шения или отрыва покрытия по силе трения по сравнению с известными аналогами.

Приведены также результаты использования разработанной установки для тестирования покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N на твердосплавных пластинах.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

1) Установка для определения адгезионной прочности покрытий «скретч-тестер»

Установка состоит из столика с держателем образца и датчиком акустической эмиссии, блока перемещения столика с датчиком перемещения и датчиком измерения силы трения, индентора, блока нагружения с датчиком измерения нагрузки, блока оптической регистрации с микроскопом и видеокамерой, блока управления, обработки и передачи данных на ПЭВМ.

В прибор заложен следующий принцип работы. На столике держателя образца закрепляется исследуемый образец с покрытием и на его поверхность устанавливается индентор. По команде блока управления шаговый двигатель нагружения начинает по заданному алгоритму увеличивать давление на датчик силы и через

него на индентор. Одновременно второй шаговый двигатель начинает с заданной скоростью перемещать столик держателя образца через второй датчик силы, который регистрирует возникающую силу трения. Также со столиком держателя образцов связан датчик перемещения. В процессе теста управляющий блок осуществляет прием данных от датчиков силы, датчика перемещения и от акустического датчика, прикрепленного к держателю образца. По окончании теста существует возможность изучить царапину на покрытии при помощи микроскопа с видеокамерой.

В отличие от известного прибора для определения адгезионной прочности [2], в котором нагружение на индентор шаговым двигателем происходит через коромысло с датчиком силы, в «скретч-тестере» весь блок нагружения расположен вертикально. Такая схема расположения менее требовательна к размерам исследуемого образца по высоте и позволяет упростить процедуру начального позиционирования индентора на его поверхность. Использование датчика перемещения позволяет более точно определять длину скрайбирования по сравнению со счетом шагов шагового двигателя. Кроме того, использование дополнительного датчика силы для измерения силы трения в блоке перемещения дает дополнительную возможность (наряду с акустической эмиссией) регистрации момента разрушения или отрыва покрытия по динамике изменения коэффициента трения в процессе теста.

Скретч-тестер обладает следующими основными характеристиками: нагружение индентора до нагрузки 200 Н с разрешением 5 мН; регистрация силы трения при царапании с разрешением 5 мН; измерение перемещения образца с разрешением 0,5 мкм; скорость царапания от 0,4 до 100 мм/мин; регистрация сигнала акустического датчика; анализ изображения царапины при помощи микроскопа с видеокамерой.

Фотография царапин, выполненных при тестировании скретч-тестера, представлена на рисунке 1.

Для управления скретч-тестером при помощи ПЭВМ разработано программное обеспечение, которое выполняет следующие основные функции: обмен данными и управление шаговыми двигателями перемещения образца и нагружения; получение данных от датчиков силы, перемещения и акустического датчика; отобража-

ние полученных данных на графике в реальном времени и сохранение данные в файлах; получение и отображение видеоизображения поверхности образца; проведение выбора режимов опыта, калибровки датчиков и отладки работы прибора.

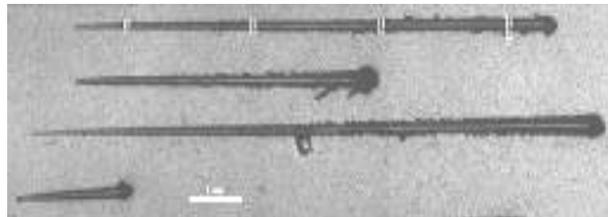
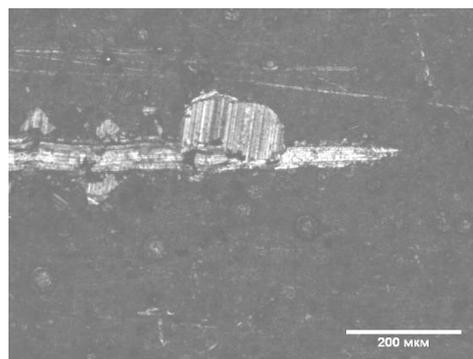


Рисунок 1 – Фотография царапин, выполненных при тестировании скретч-тестера

На рисунке 2 представлены результаты тестирования скретч-тестера на образце ножа из твердого сплава с покрытием ZrN/Cu. Установлено, что адгезионная прочность – нагрузка, при которой происходит отрыв покрытия при скрайбировании, такой системы составляет около 7,2 Н.



а

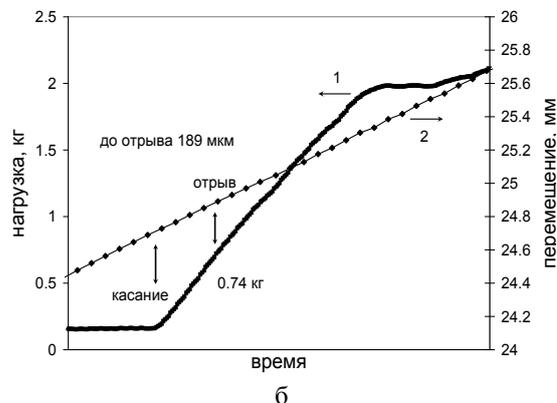


Рисунок 2 – Результаты тестирования скретч-тестера на образце ножа из твердого сплава с покрытием ZrN/Cu 3 мкм: а – фотография царапины; б – графики нагружения (1) и перемещения (2) (также отмечены моменты касания и отрыва)

2) Исследования покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N на твердосплавных ножках

Объектами исследования являлись образцы твердого сплава в виде ножей для фрезерного деревообрабатывающего инструмента, состоящие из карбида WC и связующего Co (3 ат. %) твердостью 18 ГПа.

Осаждение нитридных молибден-титановых (Mo-Ti-N) и молибден-медных (Mo-Cu-N) покрытий на образцы твердого сплава проводилось методом конденсации с ионной бомбардировкой при одновременном горении дуг двух катодов: Mo и Ti в первом случае и Mo и Cu во втором. Толщина покрытий составила 2–3 мкм. Режимы осаждения указаны в таблице 1.

Таблица 1

Режимы осаждения покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N

Образец	Материалы катодов	Ток дуги катодов, А	Давление азота, Па	Напряжение смещения, В	Время осаждения, мин
MoTiN1	Mo/Ti	210/70	10 ⁻¹	120	10
MoTiN2		190/80			
MoCuN1	Mo/Cu	190/80			
MoCuN2		190/120			

Фазовый состав покрытий исследовался методом рентгеноструктурного анализа при помощи дифрактометра *Ultima IV* в CuK_α излучении при скользшем падении рентгеновских лучей в 5°. Микротвердость поверхностных слоев измерялась методом Кнуппа на приборе *Wilson Instruments 402MVD* (нагрузка 0,25 Н, глубина индентирования 0,3–0,4 мкм). Измерение адгезионной прочности образцов с покрытиями проводилось на установке «скретч-тестер».

Анализ дифрактограмм Mo-Ti-N покрытий (рисунок 3а) показал, что дифракционные рефлексы покрытий близки к табличным значе-

ниями нитрида титана TiN с небольшим сдвигом (до 0,5°) в область меньших дифракционных углов. Дифракционные рефлексы молибдена или нитрида молибдена на дифрактограмме не наблюдались.

Известно, что атомный радиус молибдена в 1,2 раза больше титанового, поэтому замещение титана молибденом в решетке TiN приводит к увеличению параметра решетки TiN и сдвигу дифракционных рефлексов в область меньших дифракционных углов, т.е. сформированные покрытия представляют собой твердый раствор замещения в решетке TiN атомов титана молибденом – (Mo,Ti)N.

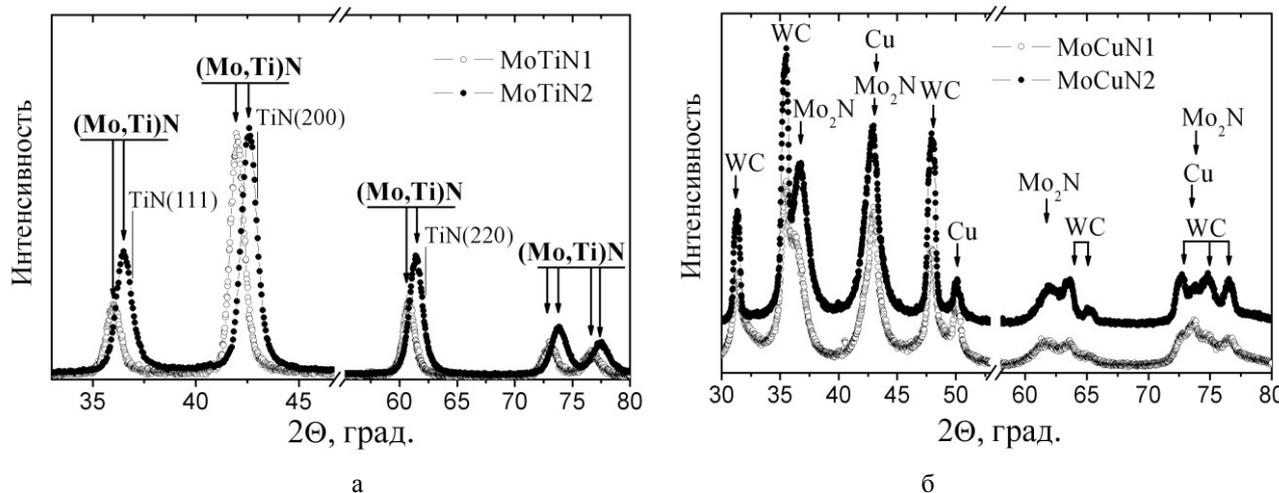


Рисунок 3 – Рентгенограммы образцов: а – покрытия Mo-Ti-N; б – покрытия Mo-Cu-N

Если бы образовался твердый раствор (Mo,Ti)N в результате замещения атомов молибдена титаном в гексагональной структуре MoN, то он должен был бы иметь гексагональную структуру, в отличие от экспериментально полученной кубической структуры синтезированного покрытия. При увеличении отношения силы тока дуг катодов молибдена и титана от 2 до 3 относительное содержание молибдена в покрытиях возрастает с 64 до 74 ат. %, а титана – уменьшается с 36 до 26 ат. % соответственно.

На дифрактограммах Mo-Cu-N покрытий (рисунок 3б) помимо рефлексов карбида вольфрама WC из подложки имеются дифракционные рефлексы нитрида молибдена Mo₂N и меди. Наблюдается сдвиг (до 1°) экспериментальных дифракционных рефлексов относительно табличных значений для Mo₂N в область меньших дифракционных углов. Учитывая, что образование нитридных фаз меди не произошло, а медь не растворяется в Mo₂N, можно предположить, что этот сдвиг обусловлен превышением стехиометрической концентрации азота в Mo₂N. Результаты микроанализа показали, что относительное содержание в покрытиях MoCuN1 и MoCuN1 молибдена составляет 70 и 62 ат. %, а меди – 30 и 38 ат. % соответственно.

Микроструктура Mo-Ti-N и Mo-Cu-N покрытий различна (рисунок 4). Для Mo-Ti-N покрытия характерна значительно более дисперсная разупорядоченная микроструктура.

Увеличение на фотографии позволяет различать структурированные объекты в микроструктуре с размером не менее 50 нм, однако они не были выявлены. Покрытия Mo-Cu-N имеют выраженную столбчатую структуру в перпендикулярном направлении с поперечным размером столбчатых образований в среднем 0,1 мкм.

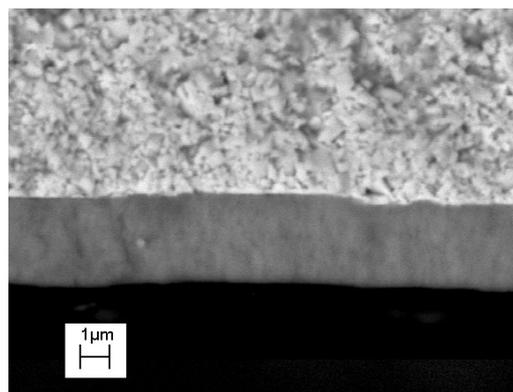
Твердость покрытий Mo-Ti-N превышает твердость Mo-Cu-N покрытий (таблица 2). Из таблицы следует, что Mo-Ti-N покрытия обладают твердостью большей (до 40 ГПа), чем твердость известных нитридных покрытий, используемых коммерчески в промышленности, обладающих в том числе и наноразмерной структурой, таких как TiAlN, (TiCrAlY)N, TiCN и других, максимальное значение твердости которых находится в интервале 28–34 ГПа [3]. Результаты адгезионных испытаний (таблица 2 и рисунок 5) показали, что адгезионная прочность покрытий Mo-Ti-N составляет порядка 22 Н, а

покрытий Mo-Cu-N – 4 Н. Такое отличие механических свойств покрытий объясняется их различной структурой – твердый раствор (Mo,Ti)N на базе нитрида титана TiN с повышенными механическими свойствами в первом случае и смесь нитрида молибдена Mo₂N и свободной меди во втором.

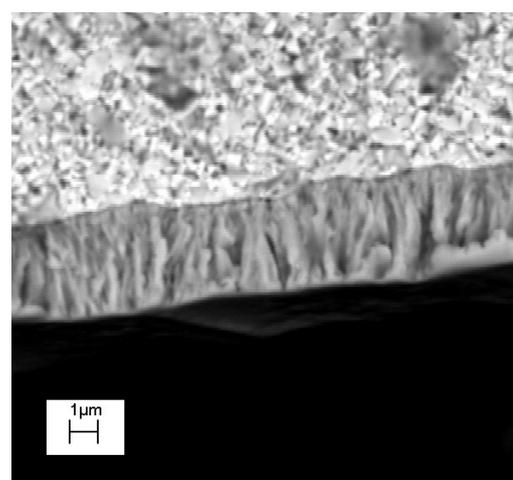
Таблица 2

Механические свойства покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N

Образец	Твердость, ГПа	Адгезионная прочность, Н
MoTiN1	40 ± 2	22
MoTiN2	34 ± 2	20
MoCuN1	22 ± 1	4
MoCuN2	28 ± 1	4



а



б

Рисунок 4 – СЭМ-фотографии изломов твердосплавных ножей с покрытиями: а – покрытие MoTiN1; б – покрытие MoCuN1

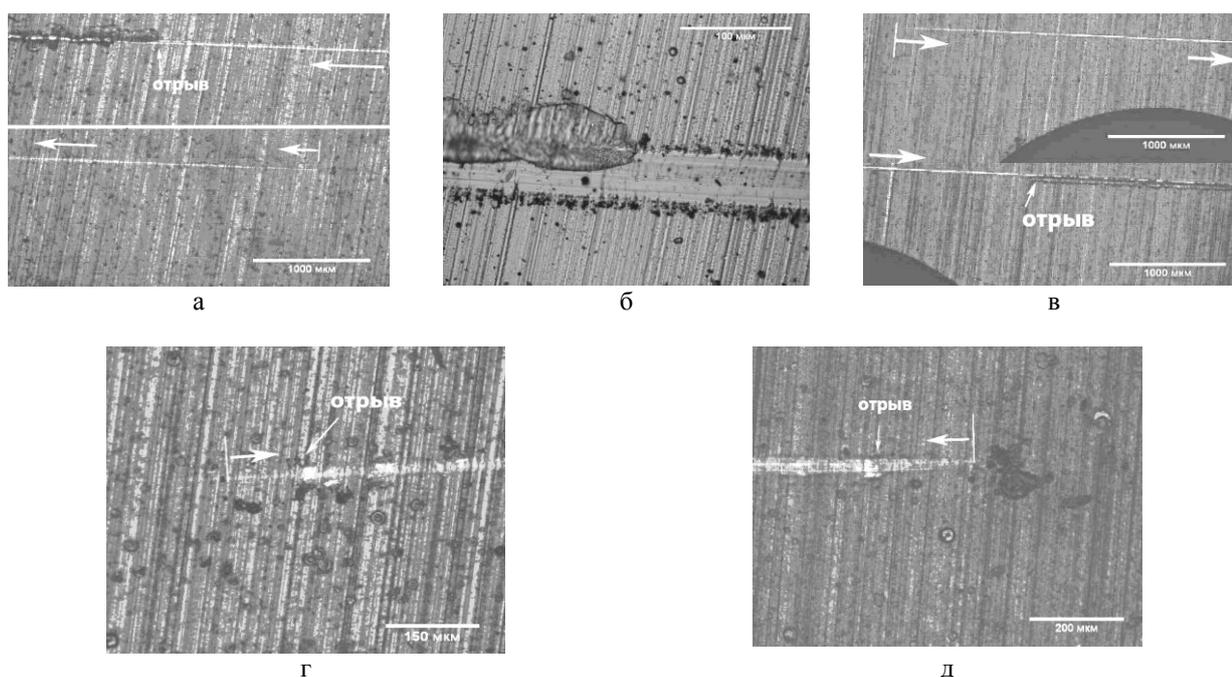


Рисунок 5 – Оптические фотографии царапин после адгезионных испытаний образцов с покрытиями: а – MoTiN1; б – увеличенное место отрыва покрытия MoTiN1; в – MoTiN2; г – MoCuN1; д – MoCuN2

Заключение

Разработана установка «скретч-тестер» для определения адгезионной прочности покрытий, имеющая ряд преимуществ по сравнению с известными аналогами – расширенный диапазон размеров исследуемого образца и более простая процедура его позиционирования, более точное измерение длины скрайбирования, дополнительный способ регистрации момента разрушения или отрыва покрытия по силе трения.

Основные технические характеристики установки следующие: нагружение индентора при скрайбировании до нагрузки 200 Н с разрешением по нагрузке и силе трения 5 мН и с разрешением по перемещению образца 0,5 мкм.

Установка использована для исследования покрытий Mo-Ti-N и Mo-Cu-N на твердосплавных пластинах. Установлено, что механические свойства покрытий Mo-Ti-N (твердость до 40 ГПа, адгезионная прочность до 22 Н) значительно лучше, чем у покрытий Mo-Cu-N (твер-

дость до 22 ГПа, адгезионная прочность не более 4 Н). Это связано с формируемой структурой покрытий – твердый раствор (Mo,Ti)N на базе нитрида титана TiN с повышенными механическими свойствами в первом случае и смесь нитрида молибдена Mo₂N и свободной меди во втором.

Список использованных источников

1. TiN coating adhesion studies using the scratch test method / Valli J. // Journal of Vacuum Science and Technology A3. – 1985. – № 6. – P. 2411–2414.
2. Устройство для измерения адгезионной прочности покрытия : патент ВУ 6468 от 30.08.2010 / М.А. Андреев, Е.П. Макаревич, А.Н. Суворов, А.Н. Мойсейчик, Л.В. Маркова, Т.А. Кузнецова.
3. Береснев, В.М. Нанокристаллические и нанокompозитные покрытия, структура, свойства / В.М. Береснев [и др.] // Физическая инженерия поверхности. – 2007. – Т. 5. – № 1–2. – С. 4–27.

MEASUREMENT OF ADHESION STRENGTH OF Mo-Ti-N AND Mo-Cu-N COATINGS USING «SCRATCH-TESTER» DEVICE

Anischik V.M.¹, Kuleshov A.K.¹, Uglov V.V.¹, Rusalsky D.P.¹, Syschenko A.F.²

¹Belarusian State University, Minsk, Belarus

²JSC «BMC», Minsk, Belarus

Abstract. The new «scratch-tester» device for measurement of adhesion strength of coatings is presented. The device has a number of advantages as compared with known analogues – the expanded range of investigated sample sizes and more simple procedure of sample positioning, more precise measurement of scratching length, additional manner of registration of coating destruction or tearing off instant on the base of friction force. The device was used for investigation of Mo-Ti-N and Mo-Cu-N coatings on carbide cutting insert. It was found that Mo-Ti-N coatings have five times greater adhesion strength as compared with Mo-Cu-N coatings.

Keywords: «scratch-tester» device, adhesion strength, Mo-Ti-N and Mo-Cu-N coatings, carbide cutting insert.

References

1. Valli J. TiN coating adhesion studies using the scratch test method. *Journal of Vacuum Science and Technology A3*, 1985, no 6, pp. 2411–2414.
2. Andreev M.A., Makarevich E.P., Suvorov A.N., Mojseljchik A.N., Markova L.V., Kuznetsova T.A. *Ustrojstvo dlya izmereniya adgezionnoj prochnosti pokrytiya* [The device for measurement of adhesion strength of coating]. Patent BY, no. 6468, 2010.
3. Beresnev V.M., Pogrebnyak A.D., Azarenkov N.A., Farenik V.I., Kirik G.B. [Nanocrystalline and nanocomposite coatings, structure, properties]. *Fizicheskaya inzheneriya poverhnosti*, 2007, vol. 5, no 1–2, pp. 4–27 (in Russian).

Поступила в редакцию 19.01.2015.