

Министерство образования и науки Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.  
ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии  
и управления качеством

**ИЗУЧЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ  
МИКРОТВЕРДОСТИ РVD ПОКРЫТИЙ ОТ ТОЛЩИНЫ ПЛЕНКИ**

**БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

студента 4 курса

по направлению 27.03.02 «Управление качеством»

факультета нано- и биомедицинских технологий

Горелова Андрея Павловича

Научный руководитель

профессор, д.ф.-.м.н.

\_\_\_\_\_

должность, уч. степень, уч. звание

\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.Б. Вениг

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Консультант

Руководитель НТЦ

\_\_\_\_\_

должность, уч. степень, уч. звание

\_\_\_\_\_

подпись, дата

Д.Н Охлупин

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

профессор, д.ф.-.м.н.

\_\_\_\_\_

должность, уч. степень, уч. звание

\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.Б. Вениг

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Саратов, 2016

**Введение.** Металлические конструкции и детали различных машин, механизмов для успешного выполнения служебных функций должны обладать определенным комплексом свойств, например прочностью, которая всецело зависит от твердости и микротвердости материала.

Твердость и микротвердость изделия – одни из основных параметров, влияющих на долговечность, а как следствие на качество. В последние десятилетия при попытке увеличить долговечность металлических конструкций и механизмов, например фрез или сверл, инженеры столкнулись с проблемой недостаточной твердости материала изделий. Одним из методов решения данной проблемы стали PVD покрытия.

Микротвердость металлов и сплавов зависит от множества факторов. Можно выделить три главных фактора, от которых микротвердость зависит сильнее всего:

1. От природы металла – типа кристаллической решетки и величины межатомных сил.
2. От химического состава сплавов, имеющих как полезные компоненты, которые способствуют повышению механических свойств, так и вредные примеси.
3. От условий кристаллизации металлов и сплавов, влияющих на размер зерна, на температурный разброс кристаллизации, на размеры усадочных раковин и их количество.

При измерении параметров сверхтонких PVD покрытий (менее 4 мкм) выявилось, что при измерении их микротвердость отличается от заданной примерно на 30%, что, предположительно, уменьшает ресурс будущих изделий. Для изучения данной проблемы требуется провести ряд экспериментов, наглядно показывающих зависимость толщины пленки и ее микротвердости.

Актуальность данной темы обусловлена тем, что благодаря современным методам обработки металлических изделий, таким как PVD и

ARC-PVD стало возможно увеличить долговечность изделий в несколько раз, при увеличении их стоимости на 10-20%.

Цель дипломной работы — изучение толщины износостойких PVD покрытий и их микротвердости.

Для достижения поставленной цели необходимо на первом этапе решить следующие задачи: рассмотреть параметры износостойкости; изучить PVD покрытия; изучить измерение твердости методом Виккерса.

На втором этапе необходимо решить задачу проверки испытания на образце.

**Основное содержание работы.** Во введении обоснована актуальность, степень разработанности темы исследования, сформулированы цель и задачи, выделены объект и предмет исследования.

Работа разделена на теоретическую и практическую часть.

Теоретическая часть разделена на три раздела.

Первый раздел описывает основные виды слоев PVD и CVD покрытий, их свойства, методы применения. В результате была составлена таблица с основными используемыми на сегодняшний день покрытиями:

Таблица 1 – PVD и CVD покрытия

Материал	Слойность	Коэффициент трения	Микротвердость По Виккерсу	Максимальная температура	Цвет
TiN	моно	0,6	2100-2500	500	Золотой
TiCN	мульти	0,2	3100-3900	400	Сине-серый
ZrN	моно	0,5	2600-3000	600	Светло-желтый
AlTiN	мульти	0,7	3100-3500	800	Антрацит
AlTiCN	мульти	0,4	3100-3500	800	Серебристый
TiAlSiN	мульти	0,7	3100-3900	900	Черный
"Циркон"	мульти				Золотистый
CrN	моно	0,3-0,4	1900-2100	600	Черный

Так же в заключении первой главы сделан вывод о разнице PVD и CVD покрытий, и, как следствие, различных условий их использования.

Второй раздел посвящен основным параметрам PVD покрытий, по которым судят о их качестве, а именно. о толщине, микротвердости и адгезии.

В главе говорится, о наиболее распространенных методах определения данных параметров. Например, среди методов определения адгезии наибольшее распространение получил Роквелл-тест. Среди же методов определения микротвердости поверхности самым распространенным является метод Виккерса. Среди же методов определения толщины слоя покрытия наибольшее распространение получил метод шар-шлиф.

В третьем разделе подробным образом рассматривается метод определения микротвердости Виккерса.

В главе говорится о том что хотя из всех известных в настоящее время методов измерения твердости, основанных на использовании инденторов сферической формы, наиболее признанным, технически удобным и совершенным является метод, предложенный в 1899-1900 г. шведским инженером Бринеллем. Метод Бринелля устарел ввиду того что при больших нагрузках на индентор, происходит деформация шарика.

Позднее было предложено подсчитывать твердость как среднее давление (делением нагрузки на площадь проекции отпечатка) или по объему отпечатка (делением нагрузки на объем пирамидального отпечатка).

Как показали последующие исследования метода Виккерса, результаты измерения твердости с помощью алмазной пирамиды действительно мало зависят от нагрузки вдавливания индентора, хотя для некоторых металлов при увеличении нагрузки численная величина твердости не является постоянной. Поэтому при измерениях твердости по Виккерсу принято указывать нагрузку, при которой проводилось измерение.

Удобство применения четырехгранной пирамиды объясняется и тем, что результаты измерения твердости по этому способу сопоставимы с твердостью по Бринеллю в пределах до значений твердости 300-320 по Бринеллю и Виккерсу. Это объясняется тем, что величина  $d/D = 0,375$  при измерении твердости по Бринеллю соответствуют углу вдавливания шарика  $136^\circ$ . При дальнейшем увеличении твердости испытуемого металла значения  $HV$  и  $HB$  расходятся ввиду влияния упругой деформации шарика.

В конце главы рассматривается советский ГОСТ 2999-75 по измерению твердости и микротвердости материалов, и выводится формула, показывающая зависимость размера отпечатка и твердости материала.

Практическая часть разделена на пять разделов.

Первый раздел описывает подготовку изделий к нанесению покрытий.

Для нанесения покрытий в вакууме требуется обеспечить очень качественную подготовку поверхности. Сама подготовку поверхности под нанесение покрытий является отдельным технологическим процессом.

Повышенное требование к исходной поверхности изделий объясняется тем, что данные покрытия формируются на атомарном уровне. Так же в главе кратко объясняется суть процесса покрытия: атом нового покрытия послойно ложась на поверхность подложки, атомы нового покрытия выстраивают определенную структуру, которая повторяет поверхность заготовки. Недопустимыми дефектами исходной поверхности являются: крупные трещины, сколы, заусенцы, продукты термохимической обработки, образованию микротрещин в покрытии и к отслоению покрытий.

В разделе объясняется что подобные дефекты могут быть удалены с помощью качественной механической обработки. В зависимости от требований к покрытию могут быть выбраны различные виды механической обработки: полировка, галтовка, абразивная обработка и др. В ряде работ, приводятся примеры того, как предварительная подготовка поверхности режущего инструмента, перед нанесением покрытия, способствует

увеличению стойкости покрытия к изнашиванию за счет оптимизации скругления режущей кромки инструмента и упрочнения поверхностного слоя в результате наклепа.

В продолжении раздела подробно описывается каждый из этапов процесса

Во втором разделе описывается, что для получения достоверных результатов контроля качества нанесения PVD покрытий, необходимо введение дополнительной контрольной операции по проверке качества очистки поверхности детали после проведения технологических операций по подготовке ее к покрытию.

В разделе говорится, что для подготовки к нанесению покрытия и проверки качества поверхности изделия, необходим отдельный технологический процесс, реализация которого позволит избежать определенного процента бракованных изделий на заключительном этапе нанесения PVD покрытий.

Третий раздел кратко описывает этап нанесения покрытия пленки на подложку изделия. После подготовки поверхности, изделия загружались в рабочую камеру. Далее, происходил процесс откачки до «базового» вакуума. Эта операция являлась одной из основных, т.к. без этого дальнейший процесс нанесения покрытия не возможен. Требования к «базовому» вакууму, определяются следующими параметрами: величиной давления, до которого осуществляется откачка и величиной натекания (расходом) примесных газов, паров в вакуумную камеру. Затем, происходит нагрев рабочей камеры до рабочей температуры напыления (рабочая температура напыления TiN/AlN примерно равна 500°C). На заключительном этапе происходит плазменная очистка подложки изделия, на которое будет наноситься покрытие.

Так же в разделе сообщается, что подготовка подложек перед нанесением на них покрытий должна учитывать множество факторов, таких

как теплостойкость подложки, материал распыляемой мишени, мощность заряда, пониженное давление в установке.

Для обеспечения качественного прилегания покрытия (к подложке, используется переходный слой, который обеспечивает удовлетворительную адгезию покрытия к рабочей поверхности. Такие слои являются буфером между рабочим слоем и подложкой, тормозят развитие трещин и распространение их в инструментальный материал. Кроме того, они нивелируют резкий переход от материала инструмента к материалу покрытия (перепад физико-механических свойств). Далее, за переходным слоем наносится основной слой покрытия, либо несколько чередующихся слоев. Это основная, завершающая операция нанесения PVD покрытий. Длительность процесса зависит от необходимой толщины покрытия и режимов, которые задаются в технологическом процессе. Как правило, это величина тока, подаваемого на изделия, и тока разряда на магнетронах.

В четвертом разделе описываются главные этапы испытания изделий на микротвердость. Для получения более достоверной статистической информации микротвердость измерялась не менее чем на трех участках образца с покрытием, с различными видами нагрузки. На каждом образце можно было нанести по три отпечатка как на подложку, так и на покрытие: вблизи границы с основой, в середине среза и на поверхности. После получения результатов всех измерений определялось максимальное значение микротвердости на каждом участке образца и толщины покрытия.

Нагрузка для вдавливания индентора выбиралась, исходя из размеров изучаемого объекта, его толщины, цели испытания микротвердости, уровня ожидаемой твердости, получения необходимой точности измерений. В данных условиях при измерении микротвердости плазмонапыленных нитрид титанового покрытия, имеющего высокий уровень твердости, при сверхмалой толщине покрытия, применлись нагрузки 0,1 кг, 0,05 кгс, 0,025 кгс и 0,01кгс.

В пятом разделе проводилось непосредственное испытание на толщину, микротвердость и адгезию образцов.

Для определения толщины пленки использовался прибор для измерения толщины покрытия «Calotest» и микроскопом «OlympusBX-51». Изделие, покрытое износостойким покрытием на прибор «Calotest», который вращает шарик, покрытый алмазной суспензией со скоростью 300 об/мин в течение 30 секунд, в результате трения образовывался шлиф. Далее, зная ширину полученного кольца ( $x$ ) и сумму ширины кольца с диаметром внутренней окружности ( $y$ ), а так же радиуса шарика ( $R$ ) по формуле рассчитывается толщина данной пленки:

$$S=x*y/2R \quad (1)$$

На следующем этапе работы проводился контроль изделий, покрытых нитрид титановой пленкой (TiN) по микротвердости и адгезии. Для определения микротвердости использовался микротвердомер «Duracsan-20».

В основу работы твердомера положен метод измерения твердости, базирующийся на вдавливании алмазного наконечника в форме правильной четырехгранной пирамиды с углом между гранями  $136^\circ$  в образец (изделие) под действием силы  $F$ , приложенной в течение определенного времени, и измерении диагоналей отпечатка  $d_1$ ,  $d_2$ , оставшихся на поверхности образца после снятия нагрузки.

Измерение микротвердости проводилось при четырех возможных нагрузках на индентор 0,1кг, 0,05 кгс, 0,025 кгс и 0,01 кгс, при которой возможно было провести измерение диагоналей отпечатка. Было проведено по 3 измерения в различных местах покрытия. Нормальная величина микротвердости нитрид титана для режущих инструментов должна составлять  $2000 \pm 100$  единиц по Виккерсу.

Место для индентирования выбиралось таким образом, чтобы индентор не попал в неоднородности покрытия. В некоторых случаях для этого используется край отшлифованной поверхности, полученной при измерении

твердости покрытия. Главной проблемой при использовании шлифованного края пленки является неточное определение ее параметров микротвердости, ввиду того, что при шлифовании теряется толщина пленки, а, как следствие, индентор углубляется в исследуемую пленку более чем на 15%.

Перед исследованием образцов на микротвердость был проведен эксперимент по измерению микротвердости нитрид титановой пленки в месте шлифовки, доказывающий негативное влияние на показания прибора.

Исследуя показания прибора, был сделан вывод, что при нагрузке в 0,05 кгс пленка была проколота индентором насквозь, и ее влияние на показания прибора незначительны. При нагрузке в 0,025 кгс показания прибора  $HV0.025=847$  единиц свидетельствовали о том что индентор так же углубился в пленку на величину сравнимую с толщиной данной пленки. При нагрузке величиной 0,01 кгс получаем микротвердость величиной 1409 единиц, которые так же ниже нормы. Таким образом, для данного эксперимента можно сделать вывод, что проведение испытаний на шлифованной части покрытия ведет к уменьшению показателей твердости.

После была проведена серия экспериментов, показывающая микротвердость покрытия на образцах свидетелях. В результате чего была получена таблица, на основании которой были сделаны выводы о зависимости микротвердости и толщины покрытия:

Таблица 2 — Параметры твердости и толщины PVD покрытий

№	Толщина покрытия	HV0.01	HV0.025	HV0.05	HV0.1
1	$x=19$ $y=83$ $h=(19*83*25)/(20*1000)$ $h\approx 2.0\text{мкм}$	2380	2200	1100	670
2	$h=2.2\text{ мкм}$	1640	1000	740	540
3	$h=3.8\text{ мкм}$	3040	2600	1830	1400
4	$h=2.5\text{ мкм}$	2110	1450	1000	580
5	$h=2.9\text{ мкм}$	2420	2160	1140	870
6	$h=2.2\text{ мкм}$	1750	1060	1080	600
7	$h=2.7\text{ мкм}$	2230	1840	1110	790

## Продолжение таблицы 2 — Параметры твердости и толщины PVD покрытий

№	Толщина покрытия	HV0.01	HV0.025	HV0.05	HV0.1
8	h=2.2 мкм	1810	1130	790	570
9	h=3.6 мкм	2780	2420	1800	1330
10	h=2.6 мкм	2270	1530	990	620
11	h=3.3 мкм	2690	2410	1680	1260
12	h=2.4 мкм	2070	1400	970	560

**Заключение.** На практике выяснено что существует зависимость микротвердости PVD покрытий от их толщины, связанная с влиянием микротвердости подложки изделия при проверке на твердость. Для достоверной проверки этой зависимости требуется применять минимальные из возможных нагрузок, для недопущения прокола пленки более чем на 15% от ее толщины.

Так же, исходя из полученных данных, был сделан вывод, что на производстве, при использовании материалов прошедших контроль качества, таким образом не влияющих негативно на итоговое качество изделия, для проверки качества нанесенного покрытия можно использовать только один параметр: толщину нанесенного покрытия. Так же было добавлено, что для каждого производства, ввиду разницы в оборудовании, наносящем покрытие, а так же из-за разницы в технологических процессах нанесения покрытий, возможно определение экспериментальным путем своей и только своей зависимости твердости PVD покрытия от его толщины.

В заключении работы было отмечено, что введение контроля качества покрытия от его толщины с использованием диаграмм разброса, а так же других инструментов качества позволит снизить трудоемкость контроля качества выпускаемой продукции, с сохранением достоверности результатов контроля, и, как следствие, снизить себестоимость продукции.

### **Список использованных источников.**

1. ГОСТ 27674-88. Трение, изнашивание и смазка. Термины и определения. М.: Стандартиформ, 1992. 21с.

2. Собачкин, А.В. Применение порошковых СВС - материалов для наплавки износостойких покрытий рабочих органов сельскохозяйственных машин: автореф. дис. ... канд. техн. наук А. В. Собачкин. Новоалтайск. 4с.
3. Твердый сплав с покрытием [Электронный ресурс] // Sandvik Comprant [Электронный ресурс]: [сайт]. URL: [http://www.sandvik.coromant.com/ru-ru/knowledge/materials/cutting\\_tool\\_materials/coated\\_cemented\\_carbide/pages/default.aspx](http://www.sandvik.coromant.com/ru-ru/knowledge/materials/cutting_tool_materials/coated_cemented_carbide/pages/default.aspx) (дата обращения 12.05.2016). Загл. с экрана. Яз.рус.
4. Черненко К.Ю. Методика выполнения измерений на определение микротвердости по Виккерсу №ТТС-04.
5. ГОСТ 2999-75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. М.: Стандартинформ, 1986. 31с
6. Черненко К.Ю. МЕТОДИКА выполнения измерений на определение свойств PVD-покрытий № ТТС-03.
7. Андриевский Р.А. Наноструктурные материалы / Р.А. Андриевский, А.В. Рагуля. М.: Издательский центр «Академия», 2005. –192с.
8. Табаков В.П. Износостойкие покрытия для поверхностного упрочнения режущих инструментов / В.П. Табаков, М.Ю. Смирнов, А.В. Циркин, А.В. Чихранов. М.: Издательский центр «Академия» 2005. - 171с.

**Введение.** Металлические конструкции и детали различных машин, механизмов для успешного выполнения служебных функций должны обладать определенным комплексом свойств, например прочностью, которая всецело зависит от твердости и микротвердости материала.

Твердость и микротвердость изделия – одни из основных параметров, влияющих на долговечность, а как следствие на качество. В последние десятилетия при попытке увеличить долговечность металлических конструкций и механизмов, например фрез или сверл, инженеры столкнулись с проблемой недостаточной твердости материала изделий. Одним из методов решения данной проблемы стали PVD покрытия.

Микротвердость металлов и сплавов зависит от множества факторов. Можно выделить три главных фактора, от которых микротвердость зависит сильнее всего:

1. От природы металла – типа кристаллической решетки и величины межатомных сил.
2. От химического состава сплавов, имеющих как полезные компоненты, которые способствуют повышению механических свойств, так и вредные примеси.
3. От условий кристаллизации металлов и сплавов, влияющих на размер зерна, на температурный разброс кристаллизации, на размеры усадочных раковин и их количество.

При измерении параметров сверхтонких PVD покрытий (менее 4 мкм) выявилось, что при измерении их микротвердость отличается от заданной примерно на 30%, что, предположительно, уменьшает ресурс будущих изделий. Для изучения данной проблемы требуется провести ряд экспериментов, наглядно показывающих зависимость толщины пленки и ее микротвердости.

Актуальность данной темы обусловлена тем, что благодаря современным методам обработки металлических изделий, таким как PVD и

ARC-PVD стало возможно увеличить долговечность изделий в несколько раз, при увеличении их стоимости на 10-20%.

Цель дипломной работы — изучение толщины износостойких PVD покрытий и их микротвердости.

Для достижения поставленной цели необходимо на первом этапе решить следующие задачи: рассмотреть параметры износостойкости; изучить PVD покрытия; изучить измерение твердости методом Виккерса.

На втором этапе необходимо решить задачу проверки испытания на образце.

**Основное содержание работы.** Во введении обоснована актуальность, степень разработанности темы исследования, сформулированы цель и задачи, выделены объект и предмет исследования.

Работа разделена на теоретическую и практическую часть.

Теоретическая часть разделена на три раздела.

Первый раздел описывает основные виды слоев PVD и CVD покрытий, их свойства, методы применения. В результате была составлена таблица с основными используемыми на сегодняшний день покрытиями:

Таблица 1 – PVD и CVD покрытия

Материал	Слойность	Коэффициент трения	Микротвердость По Виккерсу	Максимальная температура	Цвет
TiN	моно	0,6	2100-2500	500	Золотой
TiCN	мульти	0,2	3100-3900	400	Сине-серый
ZrN	моно	0,5	2600-3000	600	Светло-желтый
AlTiN	мульти	0,7	3100-3500	800	Антрацит
AlTiCN	мульти	0,4	3100-3500	800	Серебристый
TiAlSiN	мульти	0,7	3100-3900	900	Черный
"Циркон"	мульти				Золотистый
CrN	моно	0,3-0,4	1900-2100	600	Черный

Так же в заключении первой главы сделан вывод о разнице PVD и CVD покрытий, и, как следствие, различных условий их использования.

Второй раздел посвящен основным параметрам PVD покрытий, по которым судят о их качестве, а именно. о толщине, микротвердости и адгезии.

В главе говорится, о наиболее распространенных методах определения данных параметров. Например, среди методов определения адгезии наибольшее распространение получил Роквелл-тест. Среди же методов определения микротвердости поверхности самым распространенным является метод Виккерса. Среди же методов определения толщины слоя покрытия наибольшее распространение получил метод шар-шлиф.

В третьем разделе подробным образом рассматривается метод определения микротвердости Виккерса.

В главе говорится о том что хотя из всех известных в настоящее время методов измерения твердости, основанных на использовании инденторов сферической формы, наиболее признанным, технически удобным и совершенным является метод, предложенный в 1899-1900 г. шведским инженером Бринеллем. Метод Бринелля устарел ввиду того что при больших нагрузках на индентор, происходит деформация шарика.

Позднее было предложено подсчитывать твердость как среднее давление (делением нагрузки на площадь проекции отпечатка) или по объему отпечатка (делением нагрузки на объем пирамидального отпечатка).

Как показали последующие исследования метода Виккерса, результаты измерения твердости с помощью алмазной пирамиды действительно мало зависят от нагрузки вдавливания индентора, хотя для некоторых металлов при увеличении нагрузки численная величина твердости не является постоянной. Поэтому при измерениях твердости по Виккерсу принято указывать нагрузку, при которой проводилось измерение.

Удобство применения четырехгранной пирамиды объясняется и тем, что результаты измерения твердости по этому способу сопоставимы с твердостью по Бринеллю в пределах до значений твердости 300-320 по Бринеллю и Виккерсу. Это объясняется тем, что величина  $d/D = 0,375$  при измерении твердости по Бринеллю соответствуют углу вдавливания шарика  $136^\circ$ . При дальнейшем увеличении твердости испытуемого металла значения  $HV$  и  $HB$  расходятся ввиду влияния упругой деформации шарика.

В конце главы рассматривается советский ГОСТ 2999-75 по измерению твердости и микротвердости материалов, и выводится формула, показывающая зависимость размера отпечатка и твердости материала.

Практическая часть разделена на пять разделов.

Первый раздел описывает подготовку изделий к нанесению покрытий.

Для нанесения покрытий в вакууме требуется обеспечить очень качественную подготовку поверхности. Сама подготовку поверхности под нанесение покрытий является отдельным технологическим процессом.

Повышенное требование к исходной поверхности изделий объясняется тем, что данные покрытия формируются на атомарном уровне. Так же в главе кратко объясняется суть процесса покрытия: атом нового покрытия послойно ложась на поверхность подложки, атомы нового покрытия выстраивают определенную структуру, которая повторяет поверхность заготовки. Недопустимыми дефектами исходной поверхности являются: крупные трещины, сколы, заусенцы, продукты термохимической обработки, образованию микротрещин в покрытии и к отслоению покрытий.

В разделе объясняется что подобные дефекты могут быть удалены с помощью качественной механической обработки. В зависимости от требований к покрытию могут быть выбраны различные виды механической обработки: полировка, галтовка, абразивная обработка и др. В ряде работ, приводятся примеры того, как предварительная подготовка поверхности режущего инструмента, перед нанесением покрытия, способствует

увеличению стойкости покрытия к изнашиванию за счет оптимизации скругления режущей кромки инструмента и упрочнения поверхностного слоя в результате наклепа.

В продолжении раздела подробно описывается каждый из этапов процесса

Во втором разделе описывается, что для получения достоверных результатов контроля качества нанесения PVD покрытий, необходимо введение дополнительной контрольной операции по проверке качества очистки поверхности детали после проведения технологических операций по подготовке ее к покрытию.

В разделе говорится, что для подготовки к нанесению покрытия и проверки качества поверхности изделия, необходим отдельный технологический процесс, реализация которого позволит избежать определенного процента бракованных изделий на заключительном этапе нанесения PVD покрытий.

Третий раздел кратко описывает этап нанесения покрытия пленки на подложку изделия. После подготовки поверхности, изделия загружались в рабочую камеру. Далее, происходил процесс откачки до «базового» вакуума. Эта операция являлась одной из основных, т.к. без этого дальнейший процесс нанесения покрытия не возможен. Требования к «базовому» вакууму, определяются следующими параметрами: величиной давления, до которого осуществляется откачка и величиной натекания (расходом) примесных газов, паров в вакуумную камеру. Затем, происходит нагрев рабочей камеры до рабочей температуры напыления (рабочая температура напыления TiN/AlN примерно равна 500°C). На заключительном этапе происходит плазменная очистка подложки изделия, на которое будет наноситься покрытие.

Так же в разделе сообщается, что подготовка подложек перед нанесением на них покрытий должна учитывать множество факторов, таких

как теплостойкость подложки, материал распыляемой мишени, мощность заряда, пониженное давление в установке.

Для обеспечения качественного прилегания покрытия (к подложке, используется переходный слой, который обеспечивает удовлетворительную адгезию покрытия к рабочей поверхности. Такие слои являются буфером между рабочим слоем и подложкой, тормозят развитие трещин и распространение их в инструментальный материал. Кроме того, они нивелируют резкий переход от материала инструмента к материалу покрытия (перепад физико-механических свойств). Далее, за переходным слоем наносится основной слой покрытия, либо несколько чередующихся слоев. Это основная, завершающая операция нанесения PVD покрытий. Длительность процесса зависит от необходимой толщины покрытия и режимов, которые задаются в технологическом процессе. Как правило, это величина тока, подаваемого на изделия, и тока разряда на магнетронах.

В четвертом разделе описываются главные этапы испытания изделий на микротвердость. Для получения более достоверной статистической информации микротвердость измерялась не менее чем на трех участках образца с покрытием, с различными видами нагрузки. На каждом образце можно было нанести по три отпечатка как на подложку, так и на покрытие: вблизи границы с основой, в середине среза и на поверхности. После получения результатов всех измерений определялось максимальное значение микротвердости на каждом участке образца и толщины покрытия.

Нагрузка для вдавливания индентора выбиралась, исходя из размеров изучаемого объекта, его толщины, цели испытания микротвердости, уровня ожидаемой твердости, получения необходимой точности измерений. В данных условиях при измерении микротвердости плазмонапыленных нитрид титанового покрытия, имеющего высокий уровень твердости, при сверхмалой толщине покрытия, применлись нагрузки 0,1 кг, 0,05 кгс, 0,025 кгс и 0,01кгс.

В пятом разделе проводилось непосредственное испытание на толщину, микротвердость и адгезию образцов.

Для определения толщины пленки использовался прибор для измерения толщины покрытия «Calotest» и микроскопом «OlympusBX-51». Изделие, покрытое износостойким покрытием на прибор «Calotest», который вращает шарик, покрытый алмазной суспензией со скоростью 300 об/мин в течение 30 секунд, в результате трения образовывался шлиф. Далее, зная ширину полученного кольца ( $x$ ) и сумму ширины кольца с диаметром внутренней окружности ( $y$ ), а так же радиуса шарика ( $R$ ) по формуле рассчитывается толщина данной пленки:

$$S=x*y/2R \quad (1)$$

На следующем этапе работы проводился контроль изделий, покрытых нитрид титановой пленкой (TiN) по микротвердости и адгезии. Для определения микротвердости использовался микротвердомер «Duracsan-20».

В основу работы твердомера положен метод измерения твердости, базирующийся на вдавливании алмазного наконечника в форме правильной четырехгранной пирамиды с углом между гранями  $136^\circ$  в образец (изделие) под действием силы  $F$ , приложенной в течение определенного времени, и измерении диагоналей отпечатка  $d_1$ ,  $d_2$ , оставшихся на поверхности образца после снятия нагрузки.

Измерение микротвердости проводилось при четырех возможных нагрузках на индентор 0,1кг, 0,05 кгс, 0,025 кгс и 0,01 кгс, при которой возможно было провести измерение диагоналей отпечатка. Было проведено по 3 измерения в различных местах покрытия. Нормальная величина микротвердости нитрид титана для режущих инструментов должна составлять  $2000 \pm 100$  единиц по Виккерсу.

Место для индентирования выбиралось таким образом, чтобы индентор не попал в неоднородности покрытия. В некоторых случаях для этого используется край отшлифованной поверхности, полученной при измерении

твердости покрытия. Главной проблемой при использовании шлифованного края пленки является неточное определение ее параметров микротвердости, ввиду того, что при шлифовании теряется толщина пленки, а, как следствие, индентор углубляется в исследуемую пленку более чем на 15%.

Перед исследованием образцов на микротвердость был проведен эксперимент по измерению микротвердости нитрид титановой пленки в месте шлифовки, доказывающий негативное влияние на показания прибора.

Исследуя показания прибора, был сделан вывод, что при нагрузке в 0,05 кгс пленка была проколота индентором насквозь, и ее влияние на показания прибора незначительны. При нагрузке в 0,025 кгс показания прибора  $HV0.025=847$  единиц свидетельствовали о том что индентор так же углубился в пленку на величину сравнимую с толщиной данной пленки. При нагрузке величиной 0,01 кгс получаем микротвердость величиной 1409 единиц, которые так же ниже нормы. Таким образом, для данного эксперимента можно сделать вывод, что проведение испытаний на шлифованной части покрытия ведет к уменьшению показателей твердости.

После была проведена серия экспериментов, показывающая микротвердость покрытия на образцах свидетелях. В результате чего была получена таблица, на основании которой были сделаны выводы о зависимости микротвердости и толщины покрытия:

Таблица 2 — Параметры твердости и толщины PVD покрытий

№	Толщина покрытия	HV0.01	HV0.025	HV0.05	HV0.1
1	$x=19$ $y=83$ $h=(19*83*25)/(20*1000)$ $h\approx 2.0\text{мкм}$	2380	2200	1100	670
2	$h=2.2\text{ мкм}$	1640	1000	740	540
3	$h=3.8\text{ мкм}$	3040	2600	1830	1400
4	$h=2.5\text{ мкм}$	2110	1450	1000	580
5	$h=2.9\text{ мкм}$	2420	2160	1140	870
6	$h=2.2\text{ мкм}$	1750	1060	1080	600
7	$h=2.7\text{ мкм}$	2230	1840	1110	790

## Продолжение таблицы 2 — Параметры твердости и толщины PVD покрытий

№	Толщина покрытия	HV0.01	HV0.025	HV0.05	HV0.1
8	h=2.2 мкм	1810	1130	790	570
9	h=3.6 мкм	2780	2420	1800	1330
10	h=2.6 мкм	2270	1530	990	620
11	h=3.3 мкм	2690	2410	1680	1260
12	h=2.4 мкм	2070	1400	970	560

**Заключение.** На практике выяснено что существует зависимость микротвердости PVD покрытий от их толщины, связанная с влиянием микротвердости подложки изделия при проверке на твердость. Для достоверной проверки этой зависимости требуется применять минимальные из возможных нагрузок, для недопущения прокола пленки более чем на 15% от ее толщины.

Так же, исходя из полученных данных, был сделан вывод, что на производстве, при использовании материалов прошедших контроль качества, таким образом не влияющих негативно на итоговое качество изделия, для проверки качества нанесенного покрытия можно использовать только один параметр: толщину нанесенного покрытия. Так же было добавлено, что для каждого производства, ввиду разницы в оборудовании, наносящем покрытие, а так же из-за разницы в технологических процессах нанесения покрытий, возможно определение экспериментальным путем своей и только своей зависимости твердости PVD покрытия от его толщины.

В заключении работы было отмечено, что введение контроля качества покрытия от его толщины с использованием диаграмм разброса, а так же других инструментов качества позволит снизить трудоемкость контроля качества выпускаемой продукции, с сохранением достоверности результатов контроля, и, как следствие, снизить себестоимость продукции.

### **Список использованных источников.**

1. ГОСТ 27674-88. Трение, изнашивание и смазка. Термины и определения. М.: Стандартиформ, 1992. 21с.

2. Собачкин, А.В. Применение порошковых СВС - материалов для наплавки износостойких покрытий рабочих органов сельскохозяйственных машин: автореф. дис. ... канд. техн. наук А. В. Собачкин. Новоалтайск. 4с.
3. Твердый сплав с покрытием [Электронный ресурс] // Sandvik Comprant [Электронный ресурс]: [сайт]. URL: [http://www.sandvik.coromant.com/ru-ru/knowledge/materials/cutting\\_tool\\_materials/coated\\_cemented\\_carbide/pages/default.aspx](http://www.sandvik.coromant.com/ru-ru/knowledge/materials/cutting_tool_materials/coated_cemented_carbide/pages/default.aspx) (дата обращения 12.05.2016). Загл. с экрана. Яз.рус.
4. Черненко К.Ю. Методика выполнения измерений на определение микротвердости по Виккерсу №ТТС-04.
5. ГОСТ 2999-75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. М.: Стандартинформ, 1986. 31с
6. Черненко К.Ю. МЕТОДИКА выполнения измерений на определение свойств PVD-покрытий № ТТС-03.
7. Андриевский Р.А. Наноструктурные материалы / Р.А. Андриевский, А.В. Рагуля. М.: Издательский центр «Академия», 2005. –192с.
8. Табаков В.П. Износостойкие покрытия для поверхностного упрочнения режущих инструментов / В.П. Табаков, М.Ю. Смирнов, А.В. Циркин, А.В. Чихранов. М.: Издательский центр «Академия» 2005. - 171с.