ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ОСАЖДЕНИЯ НА СТЕПЕНЬ НЕОДНОРОДНОСТИ СТРУКТУРЫ ФОРМИРУЕМЫХ ПОКРЫТИЙ

Романюк С.П.

Харьковский национальный технический университет сельского хозяйства имени П.Василенко

Сопоставительно рассмотрены две технологии упрочнения тонкостенного инструмента из стали 65Г с покрытиями TiN, полученными стандартным вакуумнодуговым методом и использованием ВЧ – разряда. Исследования изображений микроструктур покрытий выполнены с применением оптико-математического метода. Проведен анализ дисперсности структурных составляющих и оценена их локальная неоднородность. Установлено, что нанесение упрочняющего покрытия на поверхность инструмента с использованием ВЧ – разряда препятствует диффузии компонентов с основного металла, снижает структурные изменения в 5 раз по сравнению с исходным состоянием.

Ключевые слова: тонкостенный режущий инструмент, упрочнение покрытиями, изображения микроструктур, неоднородность

Актуальность проблемы. Проведенными ранее исследованиями тонкостенного режущего инструмента, изготовленного из холоднокатаной тонколистовой стали 65Г (толщиной 0,64мм и режущей кромкой - 0,1мм), установлено, что его эксплуатационная стойкость недостаточна и составляет 1-2 смены, в течение которых перерабатывается до 1,8т. сырья. Для повышения долговечности инструмент целесообразно подвергать упрочнению нанесением покрытий [1,2]. Проведенные исследования показали, что на период эксплуатации упрочненного инструмента непосредственно влияют структура основного металла, состав компонентов нанесенных покрытий, структурная неоднородность и неравновесное состояние фаз, а также их свойства [3].

На данный момент для оценки структуры и механических свойств нанопокрытий используют различные методики, такие как оптическая и электронная микроскопия, рентгеноструктурные, микрорентгеноспектральные, измерения микро- и нанотвердости [4], уровень коэрцитивной силы и др. Анализ изображений со сканирующего электронного и оптического микроскопов, позволяет получить информацию о структуре стали, определить долю фаз, плотность распределения и осуществить их классификацию. Существуют ГОСТы [5, 6] и разработаны компьютерные программы, например Thixomet Pro, позволяющие определить величину зерен, их количество в структуре металла при анализе изображений исследуемых поверхностей. Предложены методики оценки микроструктур гетерогенных сплавов с определением степени их неоднородности по выявлению изменений плотности дислокационной структуры [7]. Однако, данная методика не подходит для выявления степени неоднородности при упрочнении нанопокрытиями, потому что высокий уровень разориентировонности зерен снижает возможность изменять плотность дислокаций и их подвижность.

Актуальным является исследование структуры покрытий TiN с применением оптико-математических оценок для выявления причин различия в эксплуатационной стойкости упрочненного инструмента.

Поэтому целью работы является использование нового математического подхода для выявления степени неоднородности упрочненных покрытием TiN поверхностей

режущего инструмента, которые могут быть получены при разных методах и параметрах их формирования.

Анализ основных исследований и публикаций по данной проблеме. Из проведенного анализа следует, что фазовый состав упрочняющих покрытий зависит, в первую очередь, от концентрации и давления p_N азота в камере. При его содержании от 30 до 50% формируется соединение TiN, при понижение азота до 25% характерно получение нитрида титана Ti₂N [8]. В большинстве случаев осаждения, покрытие Ti₂N является многофазным и состоит из (Ti- TiN- Ti2N), в котором Ti2N является наиболее преобладающей фазой такого покрытия. В зависимости от давления азота в камере, покрытие может состоять из металлической α-Ті капельной фазы, количество которой уменьшается с увеличением p_N , стехиометрического нитрида титана TiN, TiN + α , TiN + α + Ti₂N, Ti₂N + α + TiN, а также нестехиометрического TiN_x, отличающегося по содержанию азота (например, TiN_{0,6}, TiN_{0,79}, TiN_{0,85} и т.д.). Нижняя концентрационная граница области гомогенности мононитрида титана соответствует TiN_{0.25} [9]. При разной концентрации азота изменяются и механические свойства упрочняющих покрытий. Так, микротвердость нитрида титана TiN_{0.98} в 1,66 раз, выше чем TiN_{0.59}. Максимальная твердость соответствует соединению Ti₂N либо структуре, которая состоит из $Ti_2N + TiN$ или $Ti_2N + TiN_x$ [10].

Зависимость фазового состава покрытия от скорости испарения Ti и парциального давления азота представлена на рис.1. Зона A приводит к образованию TiN без других фаз, в то время как зона C богата Ti (C1 содержит только Ti, C2 - Ti + TiN). Параметры осаждения зоны B приводят к образованию покрытий, содержащих Ti₂N [8].



Рис.1. Схематическое изображение фазового состава упрочняющих покрытий в зависимости от изменения скорости испарения Ті и парциального давления азота

В работе [12] на основе металлографического анализа показано, что Ti_2N образуется на границе контакта капельной фазы (неионизированного азотом α -Ti) с нитридом титана и дефицитом по азоту (25...42 ат. % N₂) в результате твердофазной реакции $TiN_{2-x} + \alpha$ -Ti \rightarrow Ti₂N.

Методика исследований. В данной работе использовали изображения микроструктур поверхности режущего инструмента, упрочненной покрытием TiN, полученные на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6390LV при ускоряющемх напряжении 10kV.

Нанесение покрытия TiN проведено на установке типа "Булат-6" с изготовлением специальных приспособлений, разработанных в Институте физики плазмы ННЦ ХФТИ (г. Харьков). Сопоставительно исследованы два метода очистки и нанесения упрочняющих многослойных покрытий [3].

Согласно первого метода, нанесение покрытия TiN осуществляли вакуумнодуговым методом с использованием бомбардировки ионами титана (КИБ). Для очистки поверхности инструмента в вакуумной камере было создано давление не ниже P = 5,3*10⁻³Па. Отрицательное смещение на подложке составляло U_{смещ} = - 100 В, при этом ток дуги титанового катода - I_д =100A, I_{фок} = 0,3 А. Очистку проводили импульсно во избежание перегрева тонкостенного инструмента (режущая кромка 0,1мм, основа ножа 0,64мм). Для лучшей адгезии покрытия TiN с режущим инструментом наносили подслой чистого Ti (в течение 1,5мин) при параметрах: давление не ниже P=4*10⁻³ Па, I_д = 100A, I_{фок} = 0,3 A и U_{смещ} = - 200 В. Для получения нанопокрытия TiN вакуумную камеру заполняли азотом чистотой 99,99% до давления P = 4*10⁻¹ Па. Отрицательное смещение на подложке составляло U_{смещ} = - 200, I_{под} = 2,5A при параметрах вакуумной дуги: I_д = 100A, I_{фок} = 0,3 А. Время напыления нанопокрытия TiN составляло 24мин при циклическом режиме осаждения (Змин напыление и Змин пауза). Толщина полученного многослойного покрытия TiN достигала 4мкм,

Согласно второго метода нанесение покрытия TiN, его осуществляли вакуумнодуговым методом с использованием BЧ – разряда. Для очистки поверхности инструмента BЧ – разрядом в вакуумной камере было создано давление аргона P = $1*10^{-1} - 9*10^{-2}$ Па. Отрицательное смещение на подложке составляло U_{смещ} = - 500 В. Очистку инструмента BЧ – разрядом проводили в течении 10мин. Подслой чистого Ti наносили в течении 3мин при давлении P=2*10⁻¹ Па, I_д = 110A, I_{фок} = 0,65A и U_{смещ} = -100B. Для получения многослойного нанопокрытия TiN вакуумную камеру также заполняли азотом чистотой 99,99% до давления P = 1*10⁻¹ Па. Отрицательное смещение на подложке составляло U_{смещ} = - 100B. Параметры вакуумной дуги соответствовали тем, которые использовали для подслоя из чистого титана. Суммарное время нанесения покрытия TiN соответствовало 15мин при циклическом режиме осаждения (5мин напыление с паузами по 3мин (3 цикла)). Толщина нанесенного покрытия TiN составляла 3,3мкм [11].

Для анализа дисперсности структурных составляющих и оценки локальной неоднородности предложена методика с использованием оптико-математического анализа, описывающая степень изменчивости в выявленных фазах [12]. При обработке изображений рассматривали равномерную прямоугольную сетку точек (пикселей) размерами ячеек 3×3 , 4×4 и 5×5 , на которых задавали значения функций. В данном случае это цвета или оттенки этих точек. Пример схемы расположения точек вокруг средней с₁ показан на рис. 2. Степень неоднородности в каждой из них вычисляли как соотношение данного показателя относительно 9, 16 или 25 точек соответственно.

$$c_3 \, . \, c_4 \, . \, c_5 \, .$$

 $c_2 \, . \, c_1 \, . \, c_6 \, .$
 $c_9 \, . \, c_8 \, . \, c_7 \, .$

Рис.2. Схема нумерации точек вокруг средней в ячейке 3×3 пикселя

Рассчитаны гистограммы распределения цветов, полученных с помощью специально разработанной программы, которая включает 256 цветов (оттенков от черного до белого) от 0 до 255. Они поделены на 16 интервалов, описывающих 3 группы фаз: 1- чистый компонент основы покрытия Ті, 2 - 10 – не стабильные соединения Ті, N с Fe и C (соответствует диффузии компонентов в покрытие из металла ножа), 11-16 нитриды ТіN и соединения различного нестехиометрического состава.

Результаты исследований и их обсуждение. С помощью термоэлектронной эмиссии выполнены исследования по распределению компонентов, упрочненной различными способами поверхности режущего инструмента. Установлено, что среднее

количественное соотношение распределенных компонентов на всей поверхности тонкостенного ножа, упрочненного TiN (методом КИБ), составляет: 71.21% титана, 25.59% азота, 1.88% углерода и 1.32% кислорода [3]. При осаждении покрытия с использованием ВЧ – разряда получены следующие данные: 63.43% титана, 31.76% азота, 2.25% углерода, 1.84% кислорода, 0.03кремния и 0.69% железа. Компоненты и их доля, которые выявлены в локальных зонах, представлены в табл.1 и табл.2.

Таблица.1

| Анализируемые спектры | С | Ν | 0 | Al | Si | S | Ca | Ti |
|-----------------------|-------|-------|-------|------|------|------|------|-------|
| 1 | 1.64 | 25.63 | 1.82 | | | | | 70.91 |
| 2 | 13.47 | 19.19 | 10.02 | 0.21 | 0.65 | 0.34 | 1.57 | 54.54 |
| 3 | 18.17 | 21.10 | 14.29 | | 0.64 | | 3.87 | 41.93 |
| 4 | 2.40 | 20.45 | 2.26 | 0.31 | | | | 74.58 |
| 5 | 1.59 | 26.16 | 1.29 | 0.08 | 0.08 | | | 70.79 |

Результаты локального микрорентгеноспектрального анализа после КИБ

Таблица.2

Результаты локального микрорентгеноспектрального анализа после ВЧ обработки

| Анализируем ые спектры | С | Ν | 0 | Na | Al | Si | S | Cl | Fe | K | Ca | Ti |
|------------------------|-----------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| 1 | 4.47 | 39.32 | 5.01 | 0.44 | 0.03 | 0.07 | | | 0.43 | | | 50.24 |
| 2 | 5.45 | 26.40 | 4.78 | 0.38 | | 0.09 | | 0.09 | 12.2 | | | 50.62 |
| 3 | 35.5 6 | 4.73 | 16.27 | 5.13 | 0.04 | 0.17 | 0.34 | 3.13 | 0.68 | 0.64 | 0.43 | 32.88 |
| 4 | 27.4 1 | 8.20 | 13.96 | 1.59 | 0.02 | 0.07 | 0.12 | 0.58 | 0.43 | 0.21 | 0.17 | 47.23 |
| 5 | 5.71 | 31.06 | 5.61 | 0.57 | 0.05 | | | | 0.64 | | | 56.37 |
| 6 | 3.00 | 32.05 | 2.13 | 0.27 | | | | | 0.68 | | | 61.85 |

Полученные данные позволяют заключить, что формирование покрытия TiN сопровождается образованием соединений азота с металлами подложки типа Me_xN_y , в основном из фаз типа Fe_xN_y , Ti_xC_y , Ti_xN_y , Fe_xO_y , Ti_xO_y [13], а также составляющие сложных включений углерода, кислорода и других микродобавок (см.табл1 и 2), которые соответствуют цветам под номерами 2 – 10.

О наличии в составе покрытия приведенных фаз разного состава и свойств свидетельствует и выявленный разброс показаний нанотвердости от 16,24 ГПа до 34,31ГПа.

В результате проведенного анализа с помощью оптико - математического метода оценили среднее количество выявленных фаз по площади исследуемых фотографий, упрочненных поверхностей. Для сопоставительного анализа были отобраны изображения, полученные с электронного микроскопа: 7 фотографий поверхности режущего инструмента, упрочненного покрытием TiN, нанесенного методом КИБ и 10 - с использованием ВЧ – разряда. Полученные расчетами фазы представлены в табл.3 и 4 соответственно.

Таблица 3

| аспределения цветов на прображениях упрочняющего покрытия тпл, нанесенного методом Кг | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|---|
| | Herene Aberen | | | | | | | | | | | | | | N⁰ | |
| помера цветов | | | | | | | | | | | | | | | фото | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | |
| 00,0 | 00,1 | 02,6 | 00,6 | 00,1 | 02,3 | 32,1 | 41,5 | 11,3 | 03,4 | 02,5 | 00,4 | 00,8 | 00,5 | 00,4 | 01,3 | 1 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 03,3 | 38,0 | 40,9 | 09,7 | 02,9 | 02,2 | 00,4 | 00,7 | 00,5 | 00,3 | 01,1 | 2 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 03,0 | 29,9 | 44,2 | 14,7 | 03,4 | 01,8 | 00,3 | 00,6 | 00,5 | 00,4 | 01,2 | 3 |
| 00,4 | 00,3 | 00,7 | 03,3 | 10,7 | 18,9 | 22,0 | 17,3 | 09,8 | 04,8 | 03,6 | 00,7 | 01,4 | 01,1 | 00,9 | 04,2 | 4 |
| 00,0 | 00,6 | 02,7 | 07,0 | 11,7 | 19,8 | 21,7 | 15,3 | 08,9 | 04,4 | 03,0 | 00,4 | 00,9 | 00,8 | 00,7 | 02,2 | 5 |
| 00,0 | 00,5 | 09,7 | 39,1 | 31,2 | 10,2 | 03,4 | 01,8 | 01,1 | 00,7 | 00,7 | 00,1 | 00,2 | 00,1 | 00,1 | 01,0 | 6 |
| 00,5 | 07,6 | 40,9 | 30,6 | 10,7 | 03,7 | 01,9 | 01,1 | 00,7 | 00,4 | 00,4 | 00,1 | 00,2 | 00,1 | 00,1 | 00,9 | 7 |

Распределения цветов на изображениях упрочняющего покрытия TiN, нанесенного методом КИБ

Примечание: номер 1 соответствует чистому компоненту Ті, цвета 2 - 10 – не стабильным соединениям Ті, N, Fe и C, которые, в том числе, соответствуют диффузии компонентов основного металла, 11-16 - нитридные фазы стехиометрического и нестехиометрического состава.

Таблица 4

Распределения цветов на изображениях упрочняющего покрытия TiN, нанесенного с использованием ВЧ – разряда

| | Homena | | | | | | | | | | | | | | N⁰ | |
|------|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | | | | | | | | | | | | | | | фото |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 03,7 | 12,0 | 65,5 | 15,1 | 01,5 | 00,7 | 00,4 | 00,1 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 1 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 01,2 | 17,0 | 71,3 | 08,1 | 00,9 | 00,3 | 00,2 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 2 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 03,0 | 50,6 | 42,1 | 02,4 | 00,5 | 00,3 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 3 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,6 | 20,7 | 69,2 | 07,0 | 00,9 | 00,3 | 00,2 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 4 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,8 | 46,1 | 50,5 | 01,2 | 00,3 | 00,1 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 5 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 05,4 | 69,3 | 22,8 | 01,2 | 00,2 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 6 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 03,5 | 69,4 | 22,6 | 02,6 | 00,6 | 00,2 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 01,0 | 7 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 02,1 | 60,1 | 34,3 | 01,9 | 00,5 | 00,1 | 00,1 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 8 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,9 | 07,8 | 26,8 | 41,5 | 18,5 | 01,0 | 01,2 | 00,6 | 00,3 | 01,4 | 9 |
| 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,0 | 00,1 | 06,0 | 30,6 | 41,7 | 15,7 | 03,9 | 00,3 | 00,4 | 00,2 | 00,1 | 01,0 | 10 |

Из полученных данных табл.3 следует, что в разных зонах упрочненной поверхности концентрация фаз существенно отличается. Доля суммарной нитридной составляющей (номера цветов 11-16) изменяется от 1,8% до 11,9%. Кроме того, выявлено значительное количество различных нестабильных соединений, включающих компоненты основы (цвета 2-10). Анализом покрытия, нанесенного методом КИБ показано, что на его поверхности формируется большое количество таких фаз (их доля в локальных зонах изменяется от 0 до 44,2%). Доля чистого Ті (цвет 1) на поверхности покрытия не превышает 0,4-0,5% и выявлена только в двух случаях из семи рассмотренных зон. Он находится в капельной фазе. Полное отсутствие чистого компонента характерно для покрытия, нанесенного с использованием ВЧ – разряда (см.табл.4, номер цвета 1).

Сопоставительным анализом полученных результатов установили, что в покрытии, нанесенного с использованием ВЧ – разряда, существенно меньше нестехиометрических соединений (полностью отсутствуют фазы, соответствующие номерам цветов 2,3,4, а также практически – 12,13,14,15). Концентрация нитридной составляющей изменяется от 0,9% да 18,5% (цвета 11-16).

При такой технологии нанесения покрытий наибольшая доля фаз в упрочненном слое принадлежит соединениям Ti, N, Fe, C (цвета 5-10), которые соответствуют максимальной концентрации компонентов основы (Fe, C), что связано не со способом нанесения покрытия, а с низким качеством металла изделия – наличием большого количества пор. Такие дефекты поверхности при упрочнении нанопокрытиями сохраняются и оказывают влияние на диффузионные процессы, способствующие частичному взаимодействию с компонентами покрытия (см.табл.2).

Такие фазы, соответствующие цветам 5-10 изменяется в пределах от 0 до 71,3%. Исходя из этого следует, что проводить упрочнение нанопокрытиями для обеспечения максимального эффекта, следует на качественном инструменте. Учитывая этот факт, можно заключить, что в отсутствии цветов 2,3,4 и при условии наиболее высокой доли цветов только в нескольких случаях (цвета 6,7 или 8,9,10) подтверждается влияние низкого качества упрочняемого металла (пористость). Аналогичная картина проявляется и при нанесении покрытий методом КИБ, где доля пор менее заметна, их существенно меньше и они не такие глубокие (точечные).

Проведен также анализ степени неоднородности структурных составляющих, упрочненного режущего инструмента оптико-математическим методом при разных способах осаждения покрытия TiN. Количественное значение анализируемого показателя для способа КИБ представлены в табл.5.

Таблица 5

| Средня | | | | |
|---------|---------|----------|----------------|----------|
| 3×3 | 4×4 | 5×5 | Ho BOOMY thora | № фото |
| пикселя | пикселя | пикселей | по всему фото | |
| 0,495 | 0,453 | 0,428 | 0,292 | 1 |
| 0,525 | 0,489 | 0,467 | 0,324 | 2 |
| 0,535 | 0,504 | 0,488 | 0,309 | 3 |
| 0,51 | 0,476 | 0,458 | 0,142 | 4 |
| 0,518 | 0,485 | 0,467 | 0,14 | 5 |
| 0,68 | 0,639 | 0,611 | 0,272 | 6 |
| 0,718 | 0,69 | 0,671 | 0,281 | 7 |
| | | | | Среднее |
| 0,569 | 0,534 | 0,513 | 0,251 | значение |

Расчет гистограмм неоднородности распределения нитридной фазы (КИБ)

Сопоставительно анализировали степень неоднородности на электронных изображениях поверхности, упрочненной покрытием TiN, на заданных фрагментах (3×3 , 4×4 , 5×5 и по всему фото). Чем ближе этот показатель к единице, тем формируется менее неоднородная структура. Из полученных данных табл.3. следует, что анализ минимальных областей позволяет локально выявить однородные зоны и дефекты структуры. Чем больше площадь анализируемой области изображения, тем слабее проявляется структурная неоднородность. Для инструмента, упрочненного вакуумно-дуговым методом с использованием КИБ выявлен более низкий показатель однородности состава покрытия, который не превышает 0,309. Так как структура покрытий мелкодисперсная, то анализ рекомендуется проводить по схеме 3×3 пикселя.

При такой оценке структуры меньшей степенью неоднородности характеризуется зона 7 (см.табл.5) и она составляет 0,718. Разброс показаний по степени неоднородности для упрочненного тонкостенного режущего инструмента по схеме 3×3 пикселя составил от 5,9% до 26,3%. С увеличением площади анализируемой области повышается и разброс в полученных результатах. В ячейках 5×5 пикселей выявленные отклонения достигают 4,8-30,8%. Для всего изображения данный показатель составил от 8,2% до 44,3%. Однородная структура наблюдается только в крупной капельной фазе. При этом установлено, что в мелких каплях и по краю - крупных выявлено наименьшее значение анализируемого показателя степени неоднородности.

Также проведены сопоставительные исследования изображений структуры упрочненного покрытием TiN инструмента с использованием ВЧ – разряда. Полученные данные по неоднородности представлены в табл.6.

Разброс показаний по степени неоднородности для упрочненного покрытием TiN тонкостенного режущего инструмента с использованием ВЧ – разряда по схеме ячейки 3×3 пикселя составил от 1,3% до 27,3%. Наблюдается существенное увеличение в разбросе полученных результатах и по схеме 5×5 пикселей. Выявленные отклонения достигают 1,8-35,6%. Для всего изображения данный показатель составил от 2,4% до 37,6%.

Выявленная минимальная неоднородность связана с порами в основном металле инструмента, которые приводят к локальной деформации и развитию повреждаемости при эксплуатации. Из полученных результатов следует, что необходимо особое внимание уделять выбору качественного материала для изготовления тонкостенного инструмента с учетом его дальнейшей эксплуатации.

Таблица 6

| Cl | | | | |
|---------|---------|-------------------------|---------------|----------|
| 3×3 | 4×4 | 4×4 5×5 He peoply there | | № фото |
| пикселя | пикселя | пикселей | по всему фото | |
| 0,852 | 0,816 | 0,787 | 0,468 | 1 |
| 0,92 | 0,903 | 0,888 | 0,545 | 2 |
| 0,892 | 0,869 | 0,848 | 0,435 | 3 |
| 0,825 | 0,784 | 0,752 | 0,527 | 4 |
| 0,876 | 0,852 | 0,831 | 0,467 | 5 |
| 0,911 | 0,895 | 0,879 | 0,536 | 6 |
| 0,87 | 0,837 | 0,809 | 0,534 | 7 |
| 0,809 | 0,764 | 0,729 | 0,479 | 8 |
| 0,608 | 0,542 | 0,498 | 0,285 | 9 |
| 0,799 | 0,752 | 0,711 | 0,297 | 10 |
| | | | | Среднее |
| 0,836 | 0,801 | 0,773 | 0,457 | значение |

Расчет гистограмм неоднородности распределения нитридной фазы в покрытии с использованием ВЧ – разряда при нанесении покрытий

В результате статистического анализа полученных данных (см.табл.5 и 6) установлено, что покрытие TiN в этом случае уменьшает структурную неоднородность покрытия на 76,4%. При анализе ячейки 3 × 3 пикселя данный показатель стремится к единице и достигает 0,92.

В методике математической обработки изображений [14] были введены такие понятия, как:

- абсолютное значение дивергенции, описывающее плотность фрагмента изображения. Чем больше значение дивергенции, тем больше структурных изменений отмечается в покрытии;

- абсолютное значение лапласиана, описывающего диффузию химических компонентов;

- обобщенный градиент, который является средней эффективной скоростью изменения цвета, что соответствует интенсивности возникающих деформаций. Полученные результаты значения функций оценены в соответствии с работой [14] и представлены в табл.7.

Таблица 7

| Цвет | Среднеквад- | Обобщен- | Лапла- | 3-й | 4-й | Диверген- | | Метод |
|-------|-------------|----------|--------|--------|--------|-----------|------|-----------|
| | ратичное | ный | сиан | лапла- | лапла- | ция | N⁰ | нанесения |
| | отклонение | градиент | | сиан | сиан | | фото | покрытий |
| | цвета | | | | | | | |
| 118.3 | 17.5 | 16.6 | 52.9 | 91.6 | 175.6 | 29.3 | 1 | КИБ |
| 118.3 | 16.3 | 15.2 | 50.2 | 87.9 | 169.6 | 27.4 | 2 | |
| 120.7 | 16.3 | 15.3 | 50.4 | 89.5 | 173.0 | 27.4 | 3 | |
| 114.7 | 31.9 | 27.7 | 87.2 | 156.0 | 300.3 | 49.3 | 4 | |
| 105.2 | 31.2 | 28.0 | 90.7 | 168.2 | 326.0 | 49.7 | 5 | |
| 66.2 | 19.0 | 15.9 | 52.3 | 93.2 | 178.8 | 29.2 | 6 | |
| 50.1 | 18.9 | 15.7 | 53.3 | 96.5 | 186.8 | 29.2 | 7 | |
| 104.1 | 10.5 | 8.2 | 29.8 | 54.5 | 105.5 | 15.9 | 1 | с |
| 102.1 | 8.3 | 6.3 | 23.4 | 42.7 | 83.0 | 12.4 | 2 | использов |
| 94.6 | 9.8 | 7.5 | 28.2 | 49.4 | 96.3 | 14.8 | 3 | анием ВЧ |
| 101.5 | 8.8 | 7.0 | 25.6 | 45.8 | 89.0 | 13.5 | 4 | – разряда |
| 95.7 | 9.2 | 7.2 | 27.8 | 48.2 | 95.0 | 14.2 | 5 | |
| 90.2 | 8.3 | 6.4 | 24.2 | 43.3 | 84.5 | 12.6 | 6 | |
| 91.3 | 9.0 | 7.0 | 26.4 | 47.4 | 92.7 | 13.7 | 7 | |
| 93.1 | 9.4 | 7.4 | 28.0 | 48.7 | 95.3 | 14.5 | 8 | |
| 151.4 | 15.1 | 13.0 | 42.4 | 74.4 | 141.5 | 23.7 | 9 | |
| 134.7 | 13.8 | 11.2 | 38.8 | 70.0 | 134.3 | 21.3 | 10 | |

Значения средних исследованных функций

Проведенными расчетами установлено, что нанесение покрытия с использованием ВЧ – разряда в 2 раза повышается стабильность структуры по сравнению с методом КИБ, препятствуя тем самым диффузии компонентов с основного металла и в процессе эксплуатации.

Все анализируемые функции в 5 раз ниже в упрочненном инструменте с использованием ВЧ – разрядом по сравнению с исходным состоянием [15]. Это способствует повышению стойкости упрочненного покрытием TiN инструмента в эксплуатации в 47 раз при толщине циклически нанесенного покрытия до 3,3мкм.

В дальнейшем важно установить корреляционные зависимости между степенью неоднородности структуры и механическими свойствами упрочняющего покрытия TiN, а также определить влияние стабильности структурных составляющих в процессе эксплуатации для корректировки параметров технологического процесса осаждения упрочняющих покрытий и дальнейшего повышения их стойкости.

Выводы

Проведен сравнительный формируемой степени неоднородности анализ, упрочненной поверхности режущего инструмента тонкостенного по электронномикроскопическим снимкам с использованием комплексного подхода (локального спектрального анализа, электронной микроскопии) в зависимости от параметров метода обработки. Выполнен сопоставительный И анализ металлографических изображений упрочненной нанопокрытием TiN поверхности тонкостенного инструмента с помощью оптико - математического описания структурообразования. Оценено количество фаз на 17 исследуемых фотографиях инструмента (7- нанесенного методом КИБ и 10 - с использованием ВЧ – разряда). Выявлены различные типы соединений титана, азота с компонентами основы, что связано с низким качеством исходного инструмента из-за наличия пор в металле. Установлено, что нанесение покрытия на поверхность инструмента с использованием ВЧ – разряда препятствует диффузии компонентов с основного металла, снижает в 5 раз по сравнению с исходным состоянием. Это структурные изменения препятствует деградации рабочего слоя, обеспечивая его стабильность при эксплуатации, и повышает долговечность в 47раз. Показано, что дальнейшая стойкость упрочненного инструмента может быть повышена при использовании качественного холоднокатаного металлопроката.

Список использованной литературы

1. Nanocomposite thin films and coatings: processing, properties and performance / Eds S. Zhang, A. Nasar. Imperial College Press, London, 2007, - 617 p.

2. Nanostructured materials: processing, properties and applications / Ed. C.C. Koch. William Andrews Publ., N.Y. 2002, - 546 p.

3. Development of complex technology of strengthening of thin-walled cutting tools / T.S. Skoblo, A.I. Sidashenk1, S.P. Romaniuk, I.E. Garkusha, V.S. Taran, Yu.N. Nezovibat'ko, N.N. Pilgui // Problems of atomic science and technology. Series: Plasma Physics (22). – Kharkov, 2016, – $N_{\rm D}$ 6. – P.286-290.

4. Nanostructured Coatings/ Ed. Albano Cavaleiro, Jeff Th. M. De Hosson. Springer Science+Business Media, LLC, N.Y. 2006, - 650p.

5. ISO 643:2012. Steels - Micrographic determination of the apparent grain size, International Organization for Standardization, 2012, - 35p.

6. GOST 8233-56 Steel. Standards of microstructure. Moscow: IPK Publishing House of Standards, 2004, - 10 p.

7. Effective Technological Process of Crystallization of Turning Rollers' Massive Castings: Development and Analysis / Tamara Skoblo, Oksana Klochko, Efim Belkin, Aleksandr Sidashenko // International Journal of Mineral Processing and Extractive Metallurgy - NY, U.S.A., Vol. 2, Issue 3, May 2017, PP. 34-39.

8. Protective Coatings and Thin Films: Synthesis, Characterization and Applications Y. Pauleau, Péter B. Barna ,- Kluwer Academic Publishers, Boston, - 1997, - 664p.

9. В.В. Кунченко, И.И. Аксёнов. Формирование TiNx-покрытий конденсацией плазмы дуги низкого давления с положительным анодным падением потенциала // ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение». 2000, №4, с.165-172.

10. Щерба В.Я. Особенности формирования тонкопленочных вакуумных покрытий из композиционных материалов на поверхностях трения машиностроительных изделий// Вестник Полоцкого государственного университета 2013, - 102-106с.

11. Патент №101699 Україна, МПК (2006.01) С23С 14/48, С23С 14/16. Спосіб підвищення експлуатаційної стійкості тонкостінного ріжучого інструменту/ Скобло Т.С., Романюк С.П., Сідашенко О.І., Гаркуша І. Є., Таран В.С., Незовибатько Ю. М.; заявник та патентоутримувач Романюк С.П. - №u201503179. заявл. 06.04.2015.; опубл. 25.09.15., Бюл. № 18.

12. Применение оптико - математического метода для описания неоднородности структуры режущего инструмента / Т.С. Скобло, С.П. Романюк, А.И. Сидашенко и др.// Технічний сервіс агропромислового, лісового та транспортного комплексів. - Харьков, 2017. - №8. С. 159-166.

13. Киреев Р. М. Технологии получения защитных покрытий на деталях ГТД на основе интеграции вакуумных ионно-плазменных методов обработки. Автореферат, 2000

14. Скобло Т.С. Методика математической оценки фазового состава стали /Т.С.Скобло, Е.Л.Белкин, С.П.Романюк // Вісник ХНТУСГ: [«Ресурсозберігаючі технології, матеріали та обладнання у ремонтному виробництві»]. - Випуск 146. – Харків, 2014. - С.8-24.

15. Математическая оценка структурообразования при эксплуатации ножей, используемых в кондитерском производстве / Т.С. Скобло, С.П. Романюк, А.И. Сидашенко, Е.Л. Белкин//Современные проблемы освоения новой техники, технологии, организации технического сервиса в АПК: – Минск: БГАТУ, 2014. -№41. – С.225-234.

Анотація

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ТЕХНОЛОГІЇ ОСАДЖЕННЯ НА РІВЕНЬ НЕОДНОРІДНОСТІ СТРУКТУРИ ФОРМОВАНИХ ПОКРИТТІВ

Романюк С.П

Порівняльно розглянуті дві технології зміцнення тонкостінного інструменту зі сталі 65Г з покриттями TiN, отриманими стандартним вакуумно-дуговим методом і використанням ВЧ - розряду. Дослідження зображень мікроструктур покриттів виконані із застосуванням оптико-математичного методу. Проведено аналіз дисперсності структурних складових і оцінена їх локальна неоднорідність. Встановлено, що нанесення зміцнюючого покриття на поверхню інструменту з використанням ВЧ - розряду перешкоджає дифузії компонентів з основного металу, знижує структурні зміни в 5 разів у порівнянні з вихідним станом.

Abstract

INVESTIGATION OF INFLUENCE OF DEPOSITION TECHNOLOGY ON THE DEGREE OF INHOMOGENEITY OF STRUCTURE OF FORMED COATINGS

Romaniuk S.P.

Two technologies of hardening thin-walled tools made from steel 65G with TiN coatings, obtained by the standard vacuum-arc method and using RF discharge, are considered comparatively. The studies of the images of coatings microstructures were carried out using the optical-mathematical method. The analysis of the dispersion of structural components was carried out and their local inhomogeneity was estimated. It has been established that the application of hardening coating on the surface of the instrument using an RF discharge prevents diffusion of components from the base metal, reduces structural changes by 5 times compared with the initial state.