ISSN: 0368-0797. Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2015. Том 58. № 5. С. 341 – 345. © 2015. Осколкова Т.Н.

УДК 621.793.184:621.762.8

СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ КАРБИДОВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ*

Осколкова Т.Н., к.т.н., доцент, заместитель заведующего кафедрой обработки металлов давлением и металловедения. EBPA3 3CMK (oskolkova@kuz.ru)

Сибирский государственный индустриальный университет

(654007, Россия, Кемеровская обл., г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

Аннотация. Получены новые знания о влиянии циркония в составе ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N, наносимого на сплав BK10KC. Ионно-плазменное покрытие (Ti, Zr)N наносили на установке «Квант-6», используя раздельные катоды из титана и циркония из расчета 50 % Ti + 50 % Zr с применением азота в качестве реакционного газа. В этом случае два катода из титанового сплава расположены в камере установки друг против друга, а катод из циркониевого сплава – между ними. Установлено, что введение циркония в состав покрытия (Ti, Zr)N приводит к увеличению (на 23 %) нанотвердости до 38 500 МПа, модуля Юнга – на 67 %, который свидетельствует об увеличении энергии связей между атомами и прочности материала покрытия, а также к повышению износостойкости и снижению коэффициента трения покрытия до 0,07, удовлетворительной адгезионной прочности покрытия, т.е. в целом улучшает эксплуатационные характеристики всего твердого сплава.

Ключевые слова: твердый сплав, покрытие, нанотвердость, износостойкость, шероховатость, адгезия, структура, ионно-плазменное покрытие.

DOI: 10.15825/0368-0797-2015-5-341-345

Карбидовольфрамовые твердые сплавы остаются основным материалом при производстве режущего, бурового, горно-режущего, штампового инструментов. Одной из причин образования дефектов, возникающих в рабочем слое вставки из твердого сплава, является абразивный износ поверхности [1].

Анализ специальной технической литературы свидетельствует об интенсивной работе многих ученых и фирм-изготовителей в направлении нанесения покрытий на твердые сплавы группы ВК с целью повышения твердости, износостойкости, уменьшения коэффициента трения, увеличения трещиностойкости и в целом повышения долговечности инструмента [2-6]. Выявлено, что основным наносимым покрытием является ионно-плазменное покрытие из нитрида титана, обладающее высокими температурой плавления и твердостью. Толщина покрытий колеблется от 3 до 20 мкм [7 – 10]. Однако при высоких скоростях эксплуатации происходит резкое снижение защитных свойств этих покрытий из-за невысокой теплостойкости. В этой связи в рамках настоящей работы с целью исключения отрицательного влияния высоких температур на твердый сплав ВК10КС при повышении скорости эксплуатации предлагается в состав ионно-плазменного покрытия TiN дополнительно ввести цирконий из расчета 50 % Ti + 50 % Zr [11].

Ионно-плазменное покрытие состава (Ti, Zr)N наносили на установке «Квант-6» производства ОАО «Научно-производственное предприятие космического приборостроения «Квант», используя раздельные катоды из титана и циркония с применением азота в качестве реакционного газа. В этом случае два катода из титанового сплава расположены в камере установки друг против друга, а катод из циркониевого сплава – между ними.

Исследование особенностей структуры твердого сплава ВК10КС после нанесения ионно-плазменного покрытия осуществляли с помощью растрового электронного микроскопа «Philips XL-30». Исследования поперечных шлифов (рис. 1) показали, что нанесенные ионно-плазменные покрытия (Ti, Zr)N толщиной 15 мкм на твердосплавные пластины ВК10КС не приводят к образованию микротрещин как в самом покры-



Рис. 1. Микроструктура твердого сплава ВК10КС с ионно-плазменным покрытием (Ti, Zr)N

^{*} Работа выполнена в рамках проектной части государственного задания Минобрнауки России № 11.153.2014/К.

Fig. 1. Microstructure of VK10KS hard alloy with ion-plasma (Ti, Zr)N coating

тии, так и на его границе с основой сплава. Выявлена выраженная микрослоистость покрытия, связанная с технологией его нанесения из раздельных катодов. Наличие двух фаз TiN и ZrN подтверждает микрослоистость (рис. 2).

Распределение элементов в сплаве с покрытием (Ti, Zr)N представлено на рис. 3. Несмотря на микрослоистость структуры покрытия, можно наблюдать равномерное распределение элементов в покрытии без образования микропор между слоями.

В результате наноиндентирования твердого сплава с ионно-плазменным покрытием (Ti, Zr)N установлено, что оно является сверхтвердым с нанотвердостью 38 500 МПа.

Ниже представлены результаты механических свойств износостойких ионно-плазменных покрытий TiN и (Ti, Zr)N (данные для покрытия TiN взяты из работы [3]):

Характеристика	Значение характеристики для покрытия	
	TiN	(Ti, Zr)N
Нанотвердость, МПа	31 450	38 499
Модуль Юнга (Е), ГПа	307,00	511,67

Как видно, введение легирующего элемента (циркония) в состав покрытия TiN приводит к существенному изменению его механических свойств: нанотвердость увеличивается на 23 %, величина E – на 67 %. Рост значений модуля Юнга свидетельствует о повышении энергии связей между атомами и, следовательно, прочности материала покрытия.

Трибологические испытания образцов с ионно-плазменными покрытиями (Ti, Zr)N проводили с помощью высокотемпературного трибометра «PC-Operated High Temperature Tribometer» при комнатной температуре. Износ образцов с покрытием определяли путем измере-





Fig. 2. Fragment of diffraction pattern of VK10KS alloy with ion-plasma (Ti, Zr)N coating

ния глубины и площади трека после испытаний, образованного в результате действия неподвижного алмазного индентора на вращающийся образец при нагрузке 3 H, числе оборотов 12 000, линейной скорости движения 2,5 см/с. Для сравнения аналогичные испытания проводили на исходных образцах при таких же параметрах, но количестве оборотов 4000 (меньше в 3 раза) (рис. 4).

Измерение глубины и площади трека износа, а также коэффициента трения после испытаний на измерительной установке «High Temperature Tribometer» произведено с помощью высокоточного измерительного оборудования «Micro Measure 3D station» с программным обеспечением. Анализ полученных профилей произведен с использованием компьютерной программы Mountains Map Universal (версия 2.0.13).

Трибологические испытания образцов с ионно-плазменным покрытием показали, что глубина трека износа у сплава ВК10КС составляет 76,6 нм, а у исходного образца – 58 мкм. Площадь сечения трека изношенных образцов с покрытием на сплаве ВК10КС составляет 4,2 мкм², на сплаве без покрытия – 12 921 мкм². Коэффициент µ трения сплава ВК10КС с ионно-плаз-



Рис. 3. Микроструктура, × 1000, сплава ВК10КС с ионно-плазменным покрытием (Ti, Zr)N в характеристических рентгеновских излучениях титана (*a*), циркония (*б*)

Fig. 3. Microstructure, \times 1000, of VK10KS alloy with ion-plasma (Ti, Zr)N coating in distinctive X-rays titanium (*a*), zirconium (δ)



Рис. 4. Внешний вид треков при трибологических испытаниях: *a* – сплав BK10KC с ионно-плазменными покрытием (Ti, Zr)N; *б* – исходный сплав

Fig. 4. Appearance of tracks when they are tribologically tested: a - VK10KS alloy with ion-plasma (Ti, Zr)N coating; δ – original alloy

менными покрытиями (Ti, Zr)N после приработки устанавливается на значении 0,067 по сравнению с коэффициентом трения исходного образца, равном 0,41.

Известно, что инструмент с большей шероховатостью эксплуатируется небольшой срок, поэтому при конструировании детали задается допустимая микрогеометрия ее поверхности, обеспечивающая длительную ее работоспособность. В этой связи, в настоящей работе изучали микрогеометрию поверхности твердого сплава после нанесения ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N методом профилометрии на установке «Місго Measure 3D station», которая является высокоточной измерительной установкой для получения 3D-микрофотографий высокого разрешения и используется для измерения геометрических линейных величин, из которых формируются профили и топологии поверхности исследуемого образца (рис. 5). Профилометрические исследования показали, что ионно-плазменное покрытие улучшает качество поверхности образцов [12]. Шероховатость поверхности исходного образца составляет $R_{a} = 1,32$ мкм. После нанесения ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N на твердый сплав ВК10КС шероховатость поверхности образца составляет 0,97 мкм.

Покрытие только тогда будет полностью выполнять свои функции, когда будет существовать высокая прочность сцепления его с материалом подложки.

Одной из основных характеристик получаемых тонких твердых покрытий является адгезия, которая определяет прочность контакта образовавшегося соединения покрытия с подложкой. Предполагается, что прочность сцепления во многом зависит от энергии падающей на подложку частицы: чем выше энергия, тем лучше адгезионная прочность. При ионно-плазменном распылении за счет полученного от иона импульса выбитые атомы пересекают разрядный промежуток и осаждаются на подложку, причем энергия, с которой они подходят к подложке, существенно больше, чем, например, при методе термического вакуумного напыления [13], поэтому можно предположить, что адгезия ионно-плазменных покрытий с подложкой из твердого сплава будет удовлетворительной.

Адгезионные характеристики ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N на карбидовольфрамовом твердом сплаве BK10KC изучали с помощью установки Micro Scratch Tester (MST).

В измерительной установке MST для определения адгезионных свойств покрытий реализуется методика «царапания». На поверхности исследуемой системы (покрытие-подложка) алмазным индентором с пос-





Fig. 5. Microgeometry of VK10KS alloy: a -with (Ti, Zr)N coating; $\delta -$ original alloy тоянной скоростью наносится царапина. Причем, во время процесса на индентор действует линейно-возрастающая сила нагружения. Характеристикой адгезионной прочности выступает сила нагружения в момент начала отслаивания покрытия, которая определяется очень точно при помощи акустического датчика, датчиков тангенциальной нагрузки и глубины проникновения, нормальной нагрузки и изображений встроенного оптического микроскопа.

В рамках настоящей работы испытания на адгезионную прочность ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N на примере сплава ВК10КС проводили на измерительной установке Micro Scratch Tester с использованием качающегося модуля при соблюдении следующих режимов: скорость движения алмазного индентора – 7,97 мм/мин при постоянно растущей нагрузке, начиная с первоначальных значений 0,1 до 150,0 H; уровень сигнала с датчика акустической эмиссии – 9; длина царапины – 8 мм.

По данным теста при нормальном нагружении 22,3 Н начинает образовываться царапина на покрытии. При дальнейшем увеличении нагрузки до 46,8 Н наблюдается увеличение ширины царапины. При значении 56,6 Н выявлен одновременный внезапный скачок сигналов акустической эмиссии и силы трения. Это значение является критическим, поскольку соответствуют моменту начала отслоения покрытия.

В целом, адгезию ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N с твердосплавной подложкой можно считать достаточно высокой, исходя из следующих позиций. Известно, что повышение твердости материала ведет к снижению его пластичности. Отсюда следовало ожидать, что увеличение твердости покрытий (Ti, Zr)N при повышении содержания легирующего компонента (циркония) должно способствовать повышению площади отслоения покрытий при индентировании и, следовательно, приводить к увеличению отслоения покрытия в целом. В действительности высокая адгезия (снижение отслоения) ионно-плазменного покрытия (Ti, Zr)N с твердосплавной подложкой объясняется наличием в покрытиях, полученных из раздельных электродов, слоистости. Граница между микрослоями покрытия тормозит рост трещины, образовавшейся при внедрении в него индентора, что способствует снижению отслоения покрытия и, следовательно, повышает его трещиностойкость.

Выводы. Изучено структурообразование ионноплазменного покрытия (Ti, Zr)N, нанесенного из раздельных катодов титана и циркония на твердый сплав ВК10КС при содержании циркония и титана в покрытии по 50 %. Наличие двух фаз TiN и ZrN в покрытии свидетельствует о микрослоистости его структуры, которая, несмотря на высокую (38 500 МПа) нанотвердость этих покрытий, сдерживает в нем процессы трещинообразования и отслоения от основы. Установлено, что введение циркония в состав покрытия (Ti, Zr)N приводит к увеличению (на 23 %) нанотвердости до 38 500 МПа, модуля Юнга – на 67 %, а также к снижению коэффициента трения покрытия до 0,07.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Панов В.С., Чувилин А.М., Фальковский В.А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСиС, 2004. – 464 с.
- 2. Осколкова Т.Н. Покрытия на карбидовольфрамовых твердых сплавах с повышенной твердостью // Изв. вуз. Черная металлургия. 2010. № 6. С. 53 55.
- Верещака А.С. Некоторые методологические принципы создания функциональных покрытий для режущих инструментов. В кн.: Современные технологии в машиностроении. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2007. С. 210 – 231.
- Пат. 2211879 РФ. Способ получения твердосплавного инструмента / В.С. Фадеев, Ю.Л. Чигрин, Б.Я. Мокрицкий, А.В. Конаков; опубл. 10.09.2003, бюл. № 25.
- Пат. 6756111 США. Покрытый твердый сплав / Okada Yoshin, Moriguchi Hideki, Ikegaya Akihiko; Sumitomo Electric Ind. Ltd; опубл. 29.06.2004.
- Костюк Г.И. Физические процессы плазменно-ионных, ионно-лучевых, плазменных, светолучевых и комбинированных технологий. Физико-технические основы нанесения покрытий, ионной имплантации и ионного легирования, лазерной обработки и упрочения комбинированных технологий. – Киев: Издво АИНУ, 2002. – 587 с.
- Пат. 2087258 РФ. Материал для покрытия на металлорежущий и штамповый инструмент из стали и твердого сплава / Б.С. Хомяк; опубл. 20.08.1997; бюл. № 23.
- Табаков В.П. Формирование износостойких ионно-плазменных покрытий режущего инструмента. – М.: Машиностроение, 2008. – 311 с.
- Верещака А.С., Верещака А.А. Повышение эффективности инструмента путем управления составом, структурой и свойствами покрытий // Упрочняющие технологии и покрытия. 2005. № 9. С. 9 – 18.
- Бобров Г.В., Ильин А.А. Нанесение неорганических покрытий (теория, технология, оборудование). – М.: Изд-во Интермет Инжиниринг, 2004. – 624 с.
- Осколкова Т.Н. Твердый сплав на основе карбида вольфрама с ионно-плазменным TiZrN покрытием // Известия Самарского научного центра РАН. 2010. Т. 12. № 1 (2). С. 476 – 478; Карбидовольфрамовый твердый сплав с износостойким покрытием. 2013. Т. 15. № 4 (2). С. 473 – 475.
- 12. Осколкова Т.Н. Влияние способов нанесения покрытий на шероховатость WC Со твердого сплава // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 10. С. 15 19.
- **13.** Марголин В.И., Жабреев В.А., Тупик В.А. Физические основы микроэлектроники. М.: Академия, 2008. 400 с.

Поступила 28 января 2015 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2015. VOL. 58. No. 5, pp. 341-345.

THE WAYS OF INCREASING WEAR RESISTANCE ABILITY OF WC - Co HARD ALLOY

Oskolkova T.N., Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor, Deputy Head of the Chair "Metal Forming and Metal Science. OJSC "EVRAZ ZSMK" (oskolkova@kuz.ru)

Siberian State Industrial University (42, Kirova str., Novokuznetsk, Kemerovo Region, 654007, Russia)

- *Abstract*. The paper presents the new knowledge about influence of zirconium as an ingredient of ionic-plasma (Ti, Zr)N coating which was spread on VK10 KS alloy. Ionic-plasma (Ti, Zr)N coating was spread with the use of "Kvant-6" equipment and separate cathodes made from 50 % Ti + 50 % Zr. N₂ was used as a reaction gas. In this case two cathodes made from TiN were situated in the chamber of the equipment one against another but the cathode made from ZrN was between them. It was found out that introduction of zirconium into composition of the coating leads to increase of nanohardness as much as 23 % up to 38 500 MPa and Young's modulus as much as 67 %, which characterizes the increase of energy of atomic bonds and materials strength. Also it leads to increase of antifriction ability and decrease of friction constant of coating up to $\mu = 0.07$, satisfactory adhesive strength of coating, i.e. generally improves the service features of the whole alloy.
- *Keywords*: hard alloy, coating, nanohardness, antifriction ability, roughness, adhesion, structure, ionic-plasma coating.

DOI: 10.15825/0368-0797-2015-5-341-345

REFERENCES

- Panov V.S., Chuvilin A.M., Fal'kovskii V.A. *Tekhnologiya i svoist-va spechennykh tverdykh splavov i izdelii iz nikh* [Technology and properties of sintered hard alloys and items made from them]. Moscow: MISiS, 2004. 464 p. (In Russ.).
- Oskolkova T.N. Coatings based on WC Co hard alloys with the increased hardness. *Izvestiya VUZov. Chernaya metallurgiya = Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2010, no. 6. pp. 53–55. (In Russ.).
- Vereshchaka A.S. Some methodological principles of the creation of functional coatings for cutting instruments. In.: Sovremennye tekhnologii v mashinostroenii [Modern technologies in machine-building industry]. Kharkov: NTU «KhPI», 2007, pp. 210–231.
- Fadeev V.S., Chigrin Yu.L., Mokritskii B.Ya., Konakov A.V. Sposob polucheniya tverdosplavnogo instrumenta [Way of production of hard-alloy instruments]. Patent RF no. 2211879, Buyl. Izobretenii no. 25, 2003. (In Russ.).

- Okada Yoshin, Moriguchi Hideki, Ikegaya Akihiko; Sumitomo Electric Ind. Ltd. *Coated hard alloy*. Patent US 6756111, Published Jun 29, 2004.
- 6. Kostyuk G.I. Fizicheskie protsessy plazmenno-ionnykh, ionnoluchevykh, plazmennykh, svetoluchevykh i kombinirovannykh tekhnologii. Fiziko-tekhnicheskie osnovy naneseniya pokrytii, ionnoi implantatsii i ionnogo legirovaniya, lazernoi obrabotki i uprocheniya kombinirovannykh tekhnologii [Physical processes of plasma-ion, ion-beam, plasma, light-beam and mixed technologies. Physicotechnical bases of coating, ion implantation and ion alloying, laser treatment and hardening of mixed technologies] Kiev: Izd-vo AINU, 2002. 587 p. (In Russ.).
- 7. Khomyak B.S. *Material dlya pokrytiya na metallorezhushchii i shtampovyi instrument iz stali i tverdogo splava* [Coating material for metal-cutting and punching tools of steel and hard alloys]. Patent RF no. 2087258, *Buyl. Izobretenii* no. 23, 1997. (In Russ.).
- Tabakov V.P. Formirovanie iznosostoikikh ionno-plazmennykh pokrytii rezhushchego instrumenta [Formation of wear-resistant ionplasma coatings of cutting instruments]. Moscow: Mashinostroenie, 2008. 311 p. (In Russ.).
- **9.** Vereshchaka A.S., Vereshchaka A.A. Effectiveness increase of the instrument by controlling the composition, structure and properties of coatings. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*. 2005, no. 9, pp. 9–18. (In Russ.).
- Bobrov G.V., Il'in A.A. Nanesenie neorganicheskikh pokrytii (teoriya, tekhnologiya, oborudovanie) [Inorganic coatings (theory, technology, equipment)]. Moscow: Izd-vo Intermet Inzhiniring, 2004. 624 p. (In Russ.).
- Oskolkova T.N. Hard alloys based on tungsten carbide with ionplasma TiZrN coating. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN*. 2010. Vol. 12, no. 1 (2), pp. 476–478; Tungsten carbide hard alloy with wear-resistant coating. 2013. Vol. 15, no. 4 (2), pp. 473–475. (In Russ.).
- Oskolkova T.N. Influence of coating ways on roughness of WC Co hard alloy. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*. 2011, no. 10, pp. 15–19. (In Russ.).
- Margolin V.I., Zhabreev V.A., Tupik V.A. *Fizicheskie osnovy mikroelektroniki* [Physical properties of microelectronics]. Moscow: Akademiya, 2008. 400 p. (In Russ.).
- *Acknowledgements*. The work was performed in the frames of the designed part of the state task of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation no. 11.1531/2014/K.

Received January 28, 2015