

# Struktura i własności gradientowej powłoki TiAlN naniesionej na spiekaną stal szybkotnącą

W. Pakieła<sup>a</sup>, K. Gołombek<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Doktorant Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, email: wojciech.pakiela@polsl.pl

<sup>b</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie, email: Klaudiusz.golombek@polsl.pl

**Streszczenie:** W pracy przedstawiono wyniki badań własności spiekanych materiałów narzędziowych pokrywanych w procesach fizycznego (PVD) osadzania z fazy gazowej twardymi gradientowymi powłokami przeciwzużyciowymi. Przedstawiono wyniki badań mikrostruktury oraz własności gradientowej powłoki TiAlN naniesionej na komercyjną spiekaną stal szybkotnącą HS 6-5-2 oraz wzmacnianą węglikami TiC lub WC.

**Abstract:** The paper presents the results of properties of sintered tool materials with hard gradient wear-resistant coatings deposited in the physical vapour deposition (PVD) process. The results of investigations of microstructure and properties of gradient TiAlN coatings deposited on commercial sintered high speed steel HS 6-5-2 and reinforced TiC or WC carbides.

Słowa kluczowe: PVD, gradientowa powłoka, HSS

# 1. WSTĘP

Rosnące wymagania odnośnie żywotności narzędzi powodują, że coraz częściej narzędzia pokrywane są odpowiednimi powłokami zwiększającymi ich odporność na ścieranie i twardość przy jednoczesnym zachowaniu odpowiednich własności materiału wyjściowego. Powłoki naniesione przy pomocy technik PVD powinny zapewnić narzędziom m.in. [1-3]: stabilną geometrię oraz równomierne zużywanie się ostrza, optymalny stosunek twardości do naprężeń własnych, większą odporność chemiczną oraz temperaturową, możliwość pracy na sucho z większymi prędkościami, większą odporność na zużycie narzędzia, a tym samy zmniejszenie kosztów eksploatacyjnych urządzenia. [2-7]

Powłoka TiAlN charakteryzuje się stabilnością do temperatury 900°C, wysoką twardością oraz zdolnością do przenoszenia znacznych obciążeń dynamicznych, a także w dużym stopniu ogranicza przepływ ciepła do narzędzia. Te własności powodują, że powłoka TiAlN jest bardzo często nanoszona na narzędzia pracujące w wysokiej temperaturze, podlegające obciążeniom dynamicznym, a także przy obróbce bez chłodzenia lub z ograniczonym dopływem cieczy chłodzącej. Ponadto cienka i gładka powłoka TiAlN nanoszona technikami PVD znacznie zwiększa odporność narzędzi na wykruszanie się oraz zużycie typu "wyżłobienie" (tzw. krater). Zastosowanie tej powłoki na narzędzia skrawające umożliwia znaczące zwiększenie odporność na zużycie, poprawia stabilność chemiczną oraz zmniejsza skłonność do tworzenia się narostów[2]. Najważniejszymi zaletami powłoki TiAlN są [4]:

- redukcja przyczyn akumulowania wiórów w miejscu skrawania,
  - ograniczenie przepływu ciepła do narzędzia,
  - znaczne zwiększenie wytrzymałości narzędzia na ścieranie.

Celem niniejszej pracy jest zbadanie wybranych własności spiekanej stali szybkotnącej HS6-5-2 wzmacnianej węglikami TiC lub węglikami WC pokrywanej w procesie PVD gradientową powłoką TiAlN odporną na zużycie ścierne.

## 2. PRZEBIEG BADAŃ

Próbki do badań metalograficznych przygotowano z wykorzystaniem urządzeń firmy Struers, a następnie w urządzeniu DREVA ARC 400 naniesiono gradientową powłokę techniką katodowego odparowania łukowego CAD (rysunek 1, tablica 1).

Pomiar twardości badanych próbek dokonano za pomocą twardościomierza Vickersa FM-700, a mikrotwardości naniesionych powłok wykonano na ultramikrotwardościomierzu dynamicznym Vickersa SHIMADZU DUH 202.

Pomiarów grubości naniesionych powłok wykonano metodą Calo Test.

Pomiary chropowatości analizowanych powierzchni przeprowadzono przy pomocy profilografometru SUTRONIC 3+ firmy Taylor-Hobson.

Do badań metalograficznych użyto mikroskopu świetlnego firmy Leica MEF4A z systemem analizy obrazu. Badania obejmowały obserwację zgładów metalograficznych podłoża i warstwy w polu jasnym przy powiększeniach x500, x1000 oraz x1250 a także w kontraście Nomarskiego przy powiększeniach x1000 i x1250.

Obserwację zgładów metalograficznych i przełomów badanych próbek przeprowadzono przy pomocy elektronowego mikroskopu skaningowego SUPRA 35 firmy ZEISS z wykorzystaniem elektronów wtórnych (SE), wyposażonego w detektor rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS. W celu przygotowania przełomów badanych materiałów, próbki nacięto przy pomocy piły automatycznej Struers Discotom-2, schłodzono w ciekłym azocie, a następnie mechanicznie przełamano.



Rys.1. Próbka gradientowej stali HS6-5-2 wzmacnianej węglikami TiC lub WC z naniesioną powłoką TiAlN w procesie PVD

# Tablica 1.

Typ powłoki	Proces	Typ procesu	Grubość, µm
TiAlN	PVD	katodowe odparowanie łukowe	1,8-2,2

# 3. WYNIKI BADAŃ

## Wyniki badań własności mechanicznych gradientowej powłoki TiAIN

Pomiary twardości przeprowadzono przy użyciu twardościomierza Vickersa FM-700, natomiast mikrotwardość warstwy zbadano za pomocą urządzenia DUH 202. Na podstawie otrzymanych wyników badan stwierdzono, że twardość na powierzchni badanych gradientowych materiałów narzędziowych z naniesiona powłoką TiAlN wzrasta prawie trzykrotnie w porównaniu do podłoża ze spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2 bez powłoki, w wyniku czego wzrosną własności eksploatacyjne tak wytworzonych materiałów. Wyniki badań przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2.

Wyniki pomiarów twardości badanego podłoża

Rodzaj badanego materiału	Twardość HV	
HS 6-5-2	1050	
TiAlN	2950	

## Wyniki badań chropowatości

Badania chropowatości przeprowadzono przy użyciu profilografometru SUTRONIC 3+ firmy Taylor-Hobson, współpracującego z komputerem umożliwiającym analizę danych oraz graficzne przedstawienie wyników pomiaru. Badaniu średniego odchylenia profilu chropowatości "Ra" poddano powierzchnię spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwy TiAlN naniesionej techniką PVD. Wyniki pomiarów chropowatości badanych powierzchni przedstawiono w tablicy 3.

Tablica 3.

Wynik pomiaru chropowatości badanego podłoża

Rodzaj badanej powierzchni	Chropowatość Ra [µm]	
TiAlN	0,22	
HS 6-5-2	0,60	

#### Obserwacje metalograficzne

Obserwacje metalograficzne przeprowadzone przy użyciu mikroskopu świetlnego Leica MEF4A oraz elektronowego mikroskopu transmisyjnego SUPRA35 firmy ZEISS potwierdziły otrzymanie powłoki TiAlN dobrze przylegającej do powierzchni spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2, bez widocznych porów, pęknięć i nieciągłości. Wyniki Obserwacji przedstawiono na rysunkach 2-7.



Rys. 2. Stal HS 6-5-2 + WC z naniesioną powłoką TiAlN przy powiększeniu 1250x



Rys. 4. Stal HS 6-5-2 + WC pokryta powłoką TiAlN przy powiększeniu 20000x



Rys. 5. Stal HS 6-5-2 + WC z naniesioną powłoką TiAlN przy powiększeniu 30000x



Rys. 3. Stal HS 6-5-2 + WC z naniesioną powłoką TiAlN przy powiększeniu 1000x, wytrawiana przez 10 sekund



Rys. 4. Przełom stali HS 6-5-2 + TiC oraz powłoki TiAlN przy powiększeniu 30000x



Rys. 6. Stal HS 6-5-2 + WC pokryta powłoką TiAlN przy powiększeniu 15000X

Analizę składu chemicznego wraz z mapami rozkładu powierzchniowego oraz gradientu składu chemicznego w powłoce przeprowadzono przy użyciu detektora energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS w elektronowym mikroskopie skaningowym SUPRA35 firmy ZEISS. Badania potwierdziły, przewagę stężenia aluminium nad tytanem w górnej części warstwy, oraz stopniowy wzrost stężenia tytanu w kierunku styku warstwy TiAlN z podłożem - stalą szybkotnącą HS 6-5-2, potwierdzając naniesienie w procesie PVD gradientowej powłoki TiAlN. Zmianę stężenia, wyraźny wzrost pierwiastków pochodzących z podłoża zaobserwowano na granicy powłoka-podłoże, w tym m.in. żelaza, chromu, wanadu, wolframu i molibdenu. Wyniki badań składu chemicznego oraz rozkładu pierwiastków występujących w badanej powłoce TiAlN przedstawiono na rysunkach 8÷17 oraz w tablicy 4.



Rys. 7. Struktura spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwy TiAlN, (SEM), obszar wybrany do analizy składu chemicznego EDS



Rys. 8. Rozkład stężenia tytanu w analizowanej próbce stali HS 6-5-2 z powłoką TiAlN



Rys. 9 Rozkład stężenia azotu w analizowanej próbce stali HS 6-5-2 z powłoką TiAlN



Rys. 10. Rozkład stężenia aluminium w analizowanej próbce stali HS 6-5-2 z powłoką TiAlN



Rys. 11. Struktura spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwy TiAlN, (SEM), obszar wybrany do analizy punktowej składu chemicznego EDS warstwy TiAlN



Rys. 12. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z powierzchni przełomu powłoki TiAlN naniesionej na spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2

## Tablica 4.

Wyniki pomia	ru składu	chemicznego	warstwy	TiAlN
--------------	-----------	-------------	---------	-------

Element	Wt%	At%
NK	26,58	49,27
AIK	26,00	25,02
TiK	47,42	25,71
Matrix	Correction	ZAF



Rys. 13. Struktura spiekanej stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwy TiAlN, (SEM), obszar wybrany do analizy liniowej składu chemicznego EDS, pow. 50000x



Rys. 14. Wykres rozkładu stężenia azotu w stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwie TiAlN



Rys. 15. Wykres rozkładu stężenia aluminium w stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwie TiAlN



Rys. 16. Wykres rozkładu stężenia tytanu w stali szybkotnącej HS 6-5-2 oraz warstwie TiAlN

#### 4. PODSUMOWANIE

Na podstawie badań metalograficznych w skaningowym mikroskopie elektronowym oraz na mikroskopie świetlnym, stwierdzono że w wyniku zastosowania hybrydowej metody wytwarzania PIM/PVD otrzymano spiekany materiał narzędziowy o strukturze gradientowej HS6-5-2+WC oraz HS6-5-2+TiC, charakteryzujący się wzrostem udziału twardych faz węglikowych w warstwie wierzchniej o grubości około 0.5-1.0 mm spiekanego narzędzia oraz cienkich powłok gradientowych typu TiAlN otrzymywanych w procesie PVD o grubości około 1.8-2.2 µm na jego powierzchni.

Na podstawie badań strukturalnych zaobserwowano, że zarówno wytworzone FGM z gradientowymi strefami wzmacnianymi twardymi fazami węglikowymi, jak i gradientowa powłoka TiAlN charakteryzują się zwarta strukturą bez widocznych porów, pęknięć i nieciągłości.

Badania FGM z naniesioną powłoką TiAlN przy użyciu detektora energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS w elektronowym mikroskopie skaningowym SUPRA 35 firmy ZEISS wykazały wyższe stężenie aluminium w górnej części powłoki TiAlN oraz przewagę stężenia tytanu w objętości warstwy przylegającej do materiału podłoża, co świadczy o gradientowym charakterze wytworzonej powłoki, a w przypadku podłoża zaobserwowano wzrost udziału twardych faz węglikowych WC lub TiC w kierunku od rdzenia do powierzchni spiekanej stali szybkotnącej HS6-5-2.

Badania własności mechanicznych powłoki TiAlN naniesionej na spiekanej stali szybkotnącej HS6-5-2 z węglikami wolframu oraz HS6-5-2 z węglikami tytanu potwierdzają, ponad dwukrotny wzrost twardości warstwy wierzchniej, w porównaniu do stali HS6-5-2 bez powłoki, co pozytywnie wpływa na własności eksploatacyjne badanych materiałów.

#### LITERATURA

- L.A. Dobrzański, K. Lukaszkowicz, A. Križ, Properties of the multi-layer Ti/CrN and Ti/TiAlN coatings deposited with the PVD technique onto the brass substrate, Journal of Materials Processing Technology, 143-144 (2003) 832-837.
- L.A. Dobrzański, L.W. Żukowska, J. Mikuła, K. Gołombek, D. Pakuła, M. Pancielejko, Structure and mechanical properties of gradient PVD coatings, Journal of Materials Processing Technology, 201/1-3 (2008) 310-314.
- L.A. Dobrzański, K. Lukaszkowicz, K. Labisz, Structure, texture and chemical composition of coatings deposited by PVD techniques, Archives of Materials Science and Engineering, 37/1 (2009) 45-52.
- 4. L.A. Dobrzański, L.W. Żukowska, J. Mikuła, K. Gołombek, T. Gawarecki, Hard gradient (Ti,Al,Si)N coating, Archives of Materials Science and Engineering, 36/2 (2009) 69-75
- L.A. Dobrzański, Gołombek K., J. Mikuła, D. Pakuła, Multilayer and gradient PVD coatings on the sintered tool materials, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 31/2 (2008) 170-190.
- 6. Panckow A. N., Steffenhagen J., Wegener B., Dubner L., Lierath F., Application of a novel vacuum-arc ion-plating technology for the design of advanced wear resistant coatings, Surface Coatings Technology 138 (2001).
- 7. Czechowski K., Wronska I., Pelczar P., Fedaczyński A., Właściwości użytkowe płytek skrawających z węglików spiekanych z nanostrukturalnymi powłokami zawierającymi azotki CrN i TiAlN naniesionymi łukową metodą PVD, Inżynieria Materiałowa 6 (2008).
- 8. BALZERS: "Przyszłość to nano", Materiały informacyjne 2006
- 9. http://www.pwkozlowski.pl/pokrycie\_tialn.html