

КУЖНЕНКОВ АНДРЕЙ АЛЕКСАНДРОВИЧ

**«Разработка оксидно-нитридных многослойных покрытий
для режущего твердосплавного инструмента»**

Специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертации на соискание ученой степени

Кандидата технических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»).

Научный руководитель

Аникин Вячеслав Николаевич

Кандидат технических наук

Официальные оппоненты:

Бугаков Василий Иванович

доктор технических наук,

Института физики высоких давлений им.
Л.Ф. Верещагина Российской Академии
Наук (ИФВД РАН), г. Троицк

Заместитель директора

Крит Борис Львович

доктор технических наук,

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Московский авиационный
институт (Национальный исследовательский
университет)», г. Москва

Профессор

Ведущая организация

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования Российской Федерации
Московский государственный университет
путей сообщения императора Николая II
(МГУПС (МИИТ)), г. Москва

Защита диссертации состоится «21» декабря 2016 г. в 16.30 в аудитории К-212 на заседании диссертационного совета Д212.132.05. при НИТУ «МИСиС» по адресу г. Москва ул. Крымский вал, д. 3.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте <http://www.misis.ru>.

Отзывы на автореферат направлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4 НИТУ «МИСиС», ученому секретарю диссертационного совета Лобовой Т.А.

Автореферат разослан « » октября 2016г.

Ученый секретарь совета



Т.А. Лобова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Одним из основных направлений развития металлообрабатывающей отрасли является повышение производительности процесса резания. Для достижения этой цели разработаны автоматизированные обрабатывающие центры, позволяющие значительно снизить время на изготовление деталей. Однако, реализовать все преимущества оборудования невозможно из-за низких эксплуатационных характеристик применяемого инструмента. Эксплуатационные характеристики инструмента ограничены высокой температурой (свыше 1000°C), действующей в зоне контакта инструмента и детали при обработке на интенсивных режимах резания.

Наиболее перспективным способом повышения стойкости инструмента является применение режущих пластин с износостойкими покрытиями, которые работоспособны при высокой температуре. В качестве покрытий используются карбиды, нитриды и карбо-нитриды титана, хрома, циркония или их комбинация. Применение указанных материалов ограничено их окислением при температуре от 600 до 900°C , а также взаимодействием покрытия с обрабатываемым материалом.

В последнее время разработаны покрытия AlCrN , AlTiN , позволяющие работать на повышенных скоростях резания при температуре до 1000°C . Дальнейшее повышение температуры приводит к окислению нитридов металлов покрытия, а также к перегреву и пластической деформации твердого сплава.

Разработка оксидно-нитридных многослойных покрытий, способных работать при температуре более $1100-1200^{\circ}\text{C}$, инертных к обрабатываемому материалу, а также обеспечивающих защиту твердого сплава от перегрева, является актуальной задачей. Эта задача особенно актуальна для обработки труднообрабатываемых материалов авиадвигателе- и ракетостроения и обработки деталей железнодорожного транспорта, длинномерных деталей типа осей для колесных пар и колесных пар.

Одним из путей решения этой задачи, является получение методом МДО в покрытии слоев с различными модификациями Al_2O_3 , позволяющими сочетать высокую износостойкость и теплостойкость полученного инструмента с покрытием. До настоящего времени покрытия, обладающие одновременно жаростойкими, стойкими к окислению при температуре более 1100-1200⁰С, а также способными целенаправленно снижать температуру на нижерасположенных слоях и твердосплавной основе не разрабатывались.

Цель диссертационной работы:

Создание многослойного оксидно-нитридного покрытия, обеспечивающего работоспособность инструмента при высокой температуре эксплуатации (более 1100-1200⁰С).

Для достижения указанной цели необходимо решить следующие задачи:

- изучить взаимодействие алюминия, нанесенного методом ионно-плазменного напыления (PVD), с поверхностным слоем твердого сплава;
- проанализировать возможности методов покрытия инструмента и определить метод, позволяющий получить покрытие $\alpha-Al_2O_3$ модификации, не приводящий к изменению структуры твердого сплава;
- исследовать закономерности преобразования алюминия в оксид алюминия;
- определить режимы оксидирования для получения слоев заданных размеров и модификаций Al_2O_3 . Исследовать состав, физико-механические и эксплуатационные свойства разработанного оксидно-нитридного покрытия в лабораторных и производственных условиях.

Научная новизна

1. Экспериментально установлен эффект растворения алюминия в твердосплавной подложке при осаждении его методом arc-PVD, негативно влияющий на разрабатываемый инструмент, в частности охрупчивающий его.

Для снижения вероятности протекания процесса растворения алюминия в твердом сплаве предложено в архитектуру формируемого покрытия ввести барьерный слой на основе-(Ti,Zr,Nb)N. Определены параметры процессов формирования покрытия и барьерного слоя, исключаящие указанный эффект.

2. Установлена зависимость интенсивности роста слоя оксида алюминия от плотности тока (I_a) на стадии оксидирования слоя алюминия методом МДО, разработанного комбинированного метода получения оксидно-нитридного покрытия. При превышении I_a более $5,5 \text{ A/дм}^2$ происходит процесс разрыхления формирующегося слоя оксида микродугами с одновременным ростом пористости сформированного покрытия. В этой же точке наблюдается экстремум стойкостных свойств режущих твердосплавных пластин с многослойным покрытием в испытаниях по резанию.

3. Предложен механизм формирования повышенной адгезионной прочности между слоем оксида алюминия, барьерным слоем и твердосплавной основой, связанный с процессом диффузионной «сварки» их в процессе микродугового оксидирования алюминия, за счет высокотемпературного термического воздействия микроплазмы при пробое алюминиевого слоя.

4. Проведена оценка теплопроводности трехслойного композиционного материала $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(Ti-Zr-Nb)N}$ -твердосплавный инструмент, результаты которой позволили определить размер слоя покрытия, обеспечивающий снижение температуры на твердом сплаве до 500°C и сохранение им необходимой конструкционной прочности.

Практическая значимость

1. На основе способов arc-PVD и микродугового оксидирования разработан комбинированный метод нанесения на твердосплавный режущий инструмент, используемый для высокопроизводительного резания сталей и труднообрабатываемых сплавов, износостойкого композиционного покрытия на основе Al_2O_3 толщиной 7-15 мкм и способное работать до 1200°C .

В депозитории ноу-хау «МИСиС» под №22-217-2016 ОИС от 23 сентября 2016 года зарегистрирован «Способ нанесения покрытий на твердые сплавы комбинацией методов PVD и МДО».

2. На ГКМПЦ им. М.В. Хруничева проведены сравнительные испытания твердосплавных режущих пластин из сплава А30 с покрытием $(\text{Ti,Zr,Nb)N/Al}_2\text{O}_3$ при продольном прерывистом течении с ударом заготовок типа фланец из

нержавеющей стали 12Х18Н10Т по сравнению со сплавом АР30АМ (основа А30 с покрытием А1ТiN) производства КЗТС на режимах $V=60$ м/мин, $S=0,15$ мм/об, $t=2,0$ мм. Полученные результаты свидетельствуют о повышении ресурса твердосплавного инструмента с разработанным покрытием в 1,7 раза.

3. На ОАО «ЛЛМЗ» проведены сравнительные испытания твердосплавных режущих пластин из сплава ANP200 с покрытием $(Ti,Zr,Nb)N/Al_2O_3$ при продольном черновом точении осей колесных пар из стали с твердостью $HB=160-190$ на интенсивных режимах резания ($S=1,1$ мм/об, $t=15$ мм, $n=100$ об/мин.). Расчетная температура в зоне резания при испытаниях достигала значений до $T=1182^{\circ}C$. Полученные результаты по стойкости испытуемого режущего инструмента свидетельствуют, что стойкость пластин с разработанным покрытием $(Ti,Zr,Nb)N/Al_2O_3$ увеличивается в 4,4 раза, (с 10 до 44 осей) по сравнению с покрытием $TiCN/Al_2O_3$ производства КЗТС.

4. Работа выполнена по теме соглашения о предоставлении субсидии № 14.578.21.0044 от 8.09.2014, тема НИЧ № 3217236.

На защиту выносятся:

1. Установленные закономерности осаждения алюминия на твердосплавную основу и его микродугового окисления.

2. Сочетание методов ионно-плазменного напыления (PVD) и микродугового окисления (МДО) при создании высокотемпературного многослойного покрытия.

3. Оптимизация архитектуры высокотемпературного многослойного покрытия.

4. Результаты испытаний сменных неперетачиваемых твердосплавных пластин с разработанным многослойным покрытием.

Апробация работы:

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях:

1. Аникин В.Н. Повышение производительности механической обработки деталей подвижного состава путем применения режущего инструмента с

покрытием методом МДО / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов, А.И. Пьянов, А.Ю. Попов // Безопасность движения поездов. Тринадцатая научно-практическая конференция – 2012.

2. Аникин В.Н. Композитное покрытие для режущего инструмента / В.Н. Аникин, А.И. Пьянов, А.А. Пьянов // Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: Теория и практика. Материалы 15 –й международной научно-практической конференции – 2013.

3. Аникин В.Н. Композитное покрытие / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Инновационные материалы и технологии: достижения, проблемы, решения. Школа – Семинар по фундаментальным основам создания инновационных материалов и технологий. Материалы 17-й международной научно-практической конференции – 2013.

4. Пьянов А.А. Высокоэффективный режущий инструмент для черновой механической обработки осей колесных пар вагонов / А.А. Пьянов, А.Ю. Попов, Д.В. Володяев // Труды Научно-практической конференции. Неделя науки – 2013. Наука МИИТа – транспорту – 2013.

5. Аникин В.Н. Высокотемпературное комбинированное покрытие / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: Теория и практика. Материалы 17 –й международной научно-практической конференции – 2015.

Публикации по теме диссертации:

По материалам диссертации имеется 12 публикаций, в том числе 5 статей в журналах, рекомендуемых ВАК, а также зарегистрировано ноу-хау №22-217-2016 ОИС от 23 сентября 2016 года.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования, надежных аттестованных методик проведения исследований, значительным объемом экспериментальных данных, полученных с применением статистических методов

обработки результатов. А также сравнительными испытаниями с продукцией как отечественных, так и зарубежных производителей.

Структура и объем диссертации:

Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, общих выводов, списка используемых источников и приложений. Диссертация изложена на 172 страницах, содержит 26 таблиц, 68 рисунков, 51 формулу. Список использованной литературы содержит 91 источник.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследований, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы, в котором рассмотрены различные методы нанесения покрытий и их химический состав.

Приведены данные о том, что наиболее эффективными методами покрытия твердосплавного инструмента являются два метода PVD и CVD. Приведены характеристики температурного режима работоспособности твердосплавного инструмента с нитридными покрытиями. На основании анализа литературных данных установлено, что из-за окисления нитридных покрытий, температура эксплуатации инструмента ограничена, в основном, 600-1000⁰С. Дальнейшее повышение рабочей температуры инструмента связано с применением покрытия из жаростойких, стойких к окислению химических соединений, наиболее перспективным из которых является оксид алюминия. Оксид алюминия по сравнению с другими тугоплавкими соединениями, применяемыми для покрытия, является наиболее дешевым, инертным к обрабатываемому материалу, экологически безопасным, имеет α -Al₂O₃ модификацию стабильную до температуры 2044⁰С, а также метастабильную γ -Al₂O₃ модификацию. Нанесенный на барьерный слой из нитридов тугоплавких соединений слой γ -Al₂O₃ модификации обладает низкой теплопроводностью и обеспечивает высокую стойкость твердосплавной основы к пластической деформации. Таким образом, устраняются недостатки при высокотемпературной обработке применяемых в

производстве нитридных покрытий. Наносить высокотемпературные покрытия целесообразно комбинированными методами, например, прилегающий к твердосплавной основе слой – методом ионно плазменного напыления (PVD), что обеспечивает хорошую адгезию между покрытием. Этот слой выполняет функции барьера между кобальтом и активным алюминием и исключает их взаимодействие. Доказана целесообразность использования метода МДО с рабочей температурой плазмы в зоне разряда выше 1200⁰С, достаточной для образования α -Al₂O₃ модификации (корунд) и возможности получения наружного высокотемпературного слоя покрытия. Кроме того, установлено, что в процессе МДО, полученные модификации оксида алюминия расположены послойно, внутренний и внешний слои состоят в основном из γ -Al₂O₃, а слой между ними из α -Al₂O₃.

По результатам анализа литературы сформулированы направления исследований.

Во второй главе приведено описание исходных материалов и их характеристик, применяемое при исследованиях оборудование, методики, используемые в экспериментах, а также проведены предварительные испытания лабораторных образцов.

Нанесение на твердосплавную основу барьерного слоя и «чистого» алюминия производилось на установке PVD модели ННВ6.6-И1. Для оксидирования алюминия применялась экспериментальная установка МДО, созданная в НИТУ «МИСиС» на кафедре ТЗМП.

Фазовый состав образцов изучали по рентгеновским спектрам, сделанным на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3М с использованием монохроматического Co-K α -излучения.

Измерение микротвердости покрытий производилось на нанотвердомере ННТ-ТТХ фирмы CSM Instruments (Швейцария). Измерение толщины полученных покрытий проводили двумя методами: при помощи толщиномера Elcometer 456; на установке Микрон 2 по методу “шар–шлиф”.

Для экспериментального определения температуры на пластине использовался инфракрасный термометр модели TN498LD(E) с термопарой с диапазоном измерения от -60 до 1400⁰С.

Оптимальная температура нанесения алюминия равна 700⁰С при опорном напряжении равном 120 вольт и токе, подаваемом на алюминиевый катод 90 ампер.

В исследованиях использовались следующие марки твердого сплава: TT10K8Б, PT57, BK10ХОМ, MC221. В качестве барьерных слоев, использовались покрытия ALTiN, AlCrN, (Ti,Nb,Zr)N. Катоды для нанесения несвязанного алюминия изготавливались из марки А85 (с содержанием алюминия 99,85%).

В качестве обрабатываемых материалов, при проведении экспериментальных исследований, использовались сталь 50, сталь 40Х, серый чугун СЧ-30, жаропрочный сплав ХН73МБТЮ.

Для анализа работоспособности покрытия в различных диапазонах скоростей резания, в работе использовался метод акустической эмиссии. Критерием диагностики служила среднеквадратичная амплитуда, связанная с интенсивностью износа режущего инструмента. Поэтому, большую износостойкость имеет инструмент, при обработке которым амплитуда АЭ имеет минимальное значение.

Выводы исследования подтверждались традиционными стойкостными испытаниями при резании по методике ФГУП «ВНИИТС».

Третья глава посвящена исследованию взаимодействия алюминия с твердым сплавом основы и барьерным слоем, результаты фазового и структурного анализа полученных покрытий, разработана модель оксидного покрытия, рассчитаны и экспериментально обоснованы параметры высокотемпературного покрытия.

На основании анализа распределения элементов по толщине образца с алюминиевым слоем 45 мкм, рисунок 1, сделан вывод, что Al проникает в твердый сплав основы.

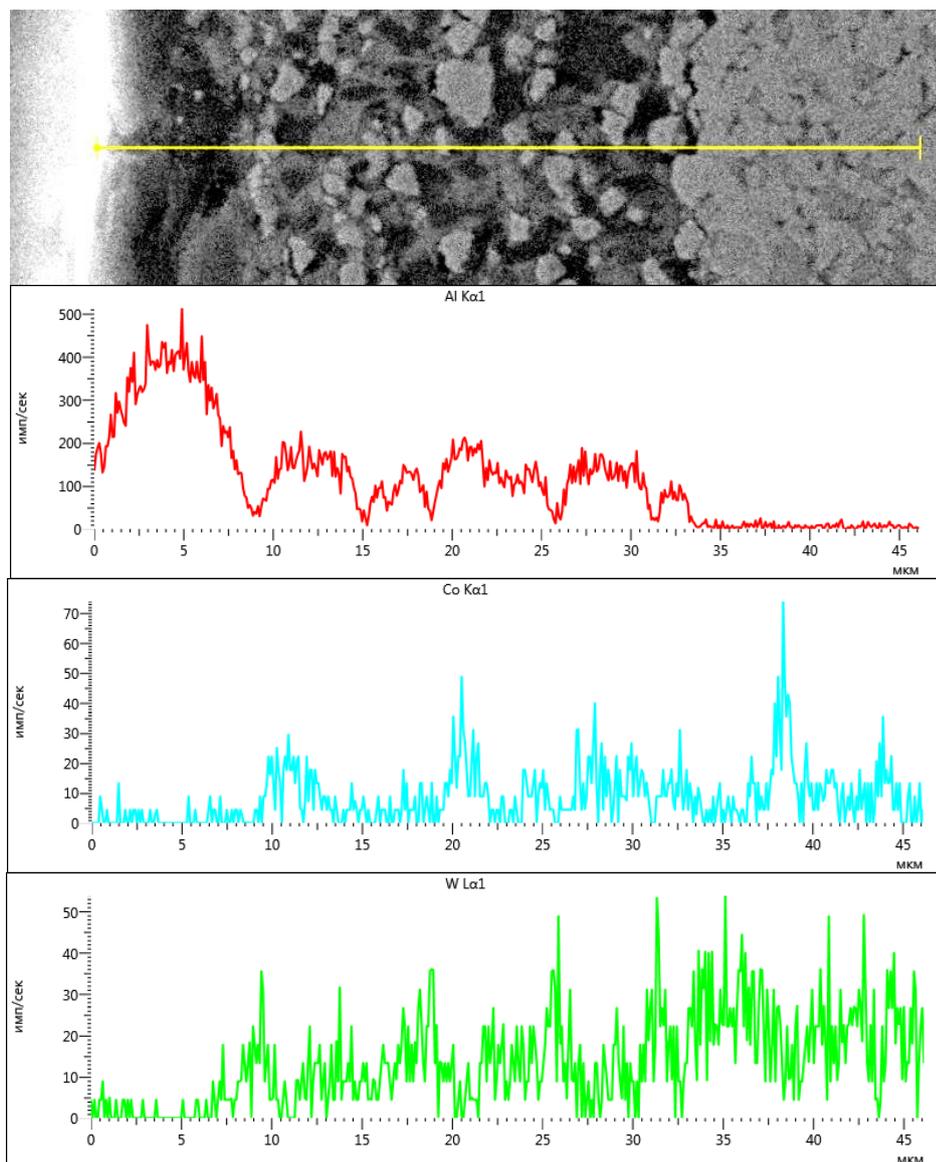


Рисунок 1. Профиль распределения элементов по толщине образца с алюминиевым слоем 45 мкм

Вывод подтверждается результатами фазового анализа состава приповерхностного слоя образцов, на поперечном шлифе пластины с покрытием. Толщина нанесенного слоя Al – 45 мкм, таблица 1.

Таблица 1. Результаты фазового анализа состава приповерхностного слоя

Отобранная фаза	Символ Пирсона	Описание	Абсолютная интенсивность	Относительная интенсивность
Al_9Co_2	hP12/18	Гексагональная кристаллическая решетка	78,23	7,16

WC	hP2/5	Гексагональная кристаллическая решетка	477,57	43,70
(W,Ti)C	cF8/2	Кубическая гранцентрированная кристаллическая решетка	466,20	42,66
Al ₃ Ti ₁₇	hP2/1	Гексагональная кристаллическая решетка	54,71	5,01

Установлено, что Со вступает в реакцию с алюминием, образуя жидкий расплав, что может негативно влиять на эксплуатационные характеристики покрытия.

Нанесенный барьерный слой, препятствует проникновению расплавленного алюминия на поверхность основы из твердого сплава (рисунок 2).

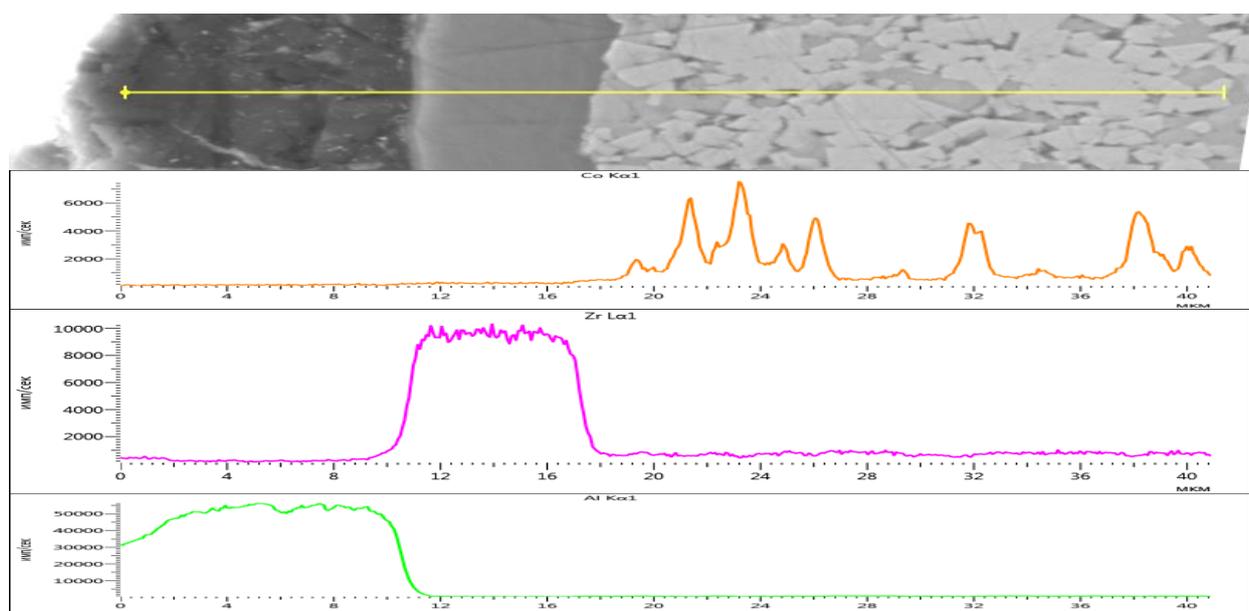


Рисунок 2. Профиль распределения элементов по толщине образца с алюминиевым покрытием 12 мкм и барьерным слоем (Ti,Nb,Zr)N

Присутствие вольфрама и кобальта наблюдается после 16-17 мкм, т.е. после барьерного слоя. В приграничном слое алюминия наблюдаются химические элементы из барьерного слоя. Результаты подтверждены анализом состава приповерхностного слоя на поперечном шлифе образца с покрытием Al – 12 мкм и барьерным слоем (таблица 2).

Таблица 2. Результаты рентгенофазового анализа состава приповерхностного слоя образцов с барьерным слоем, пластины с покрытием.

Отобранная фаза	Символ Пирсона	Описание	Параметры решетки, нм	Плотность, 10^{-2} кг/м ³	Абсолютная интенсивность	Относительная интенсивность
WC	hP3/2	ГЦК	a = 0,438 c = 0,284	15,8	478,69	23,81
(TaTi)N	cF8/2	Кубическая гранцентрированная решетка	a = 0,433	5,44	216,73	10,78
NbN	cF8/2	Кубическая гранцентрированная решетка	a = 0,438	8,4	156,00	7,76

Схема модели покрытия, способного эффективно работать на высоких скоростях резания и, следовательно, при высоких температурах приведена на рисунке 3. Вводится допущение, что теплопередача происходит между твердыми телами, т.е. методом кондукции.

Разработанная для высокотемпературного покрытия модель, от ранее используемых моделей имеет следующие отличия:

1. Внешний слой должен быть инертен к обрабатываемому материалу, сохранять твердость и стабильность при температуре более 1200⁰С.
2. Второй слой должен иметь низкую теплопроводность, и снижать температуру барьерного слоя и твердосплавной основы до 600-500⁰С соответственно.

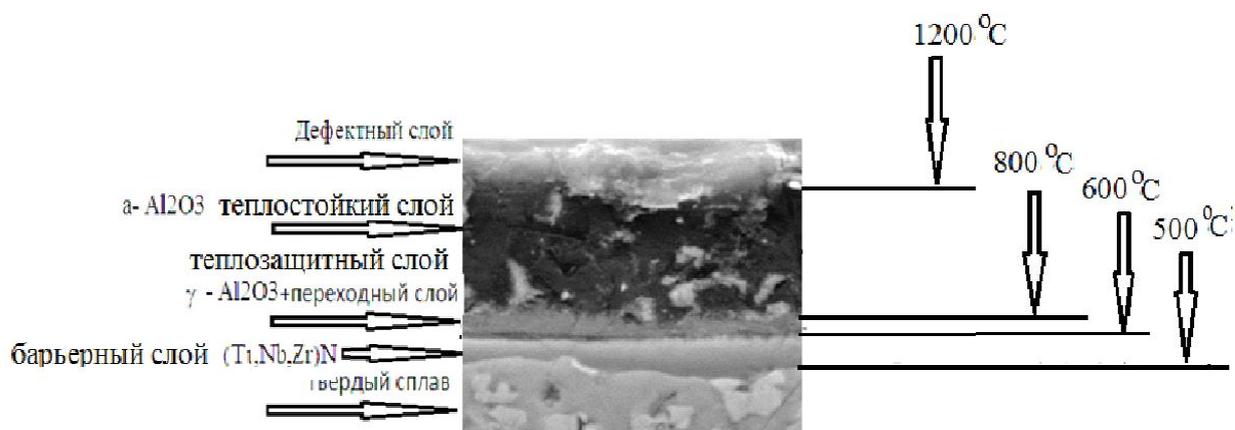


Рисунок 3. Схема модели высокотемпературного покрытия

После получения покрытия дефектный верхний пористый слой удаляется. В разработанной модели температура слоев покрытия в режущем «клине» изменяется в заданном диапазоне (рис.3), снижаясь до уровня, несколько ниже температуры структурных изменений в твердом сплаве. Избыточная температура распределяется между обрабатываемым материалом, стружкой и державкой для крепления режущей пластины, которые имеют теплопроводность значительно выше, чем оксид алюминия. Так как слои покрытия имеют разные коэффициенты линейного расширения, рассчитывались термические напряжения, возникающие в каждом слое покрытия при заданной температуре. Установлено, что величина рассчитанных термических напряжений не превышает 18% от предела прочности и не влияет на работоспособность инструмента.

Расчеты напряженного состояния перед вершиной трещины для каждого слоя покрытия, показали работоспособность модели, таблица 3.

Таблица 3. Физико-механические характеристики слоев покрытия.

Покрытие	Параметр решетки а, нм	Модуль упругости Е, ГПа	Коэффициент интенсивности напряжений K_{σ} , Н/м ^{3/2}	Максимальное разрушающее напряжение σ_1 , ГПа	Поверхностная энергия, γ_{111} , Дж/м ²	Микротвердость, ГПа
α -Al ₂ O ₃	0,512	360	1,98	0,55	5,4	21,0
γ -Al ₂ O ₃	0,7924	304	2,08	0,59	7,14	11,0
(Ti,Nb,Zr)N	0,454	380	2,02	0,57	5,23	28,0

На основании проведенных испытаний по определению адгезии установлено, что прочность сцепления покрытия с основой составляет более 120 Н. Высокая адгезия между слоем оксида алюминия, барьерным слоем и твердосплавной основой, связана с процессом диффузионной «сварки» их в процессе микродугового оксидирования алюминия, за счет высокотемпературного термического воздействия микроплазмы при пробое алюминиевого слоя.

Для высокотемпературного покрытия, работающего до температуры резания 1200⁰С, рассчитана толщина слоев по формуле:

$$h = \frac{\lambda(t_{c1} - t_{c2})2a[s(1 - tgy) + secy]t\cos\varphi}{PV}$$

Получены средние значения толщины слоев: слой $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ – 8,3 мкм; $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ – 0,25 мкм; барьерный слой – 5 мкм.

Экспериментально подтверждена работоспособность модели. При нагревании поверхности с покрытием до 1200°C , температура под покрытием, замеренная на поверхности основы составляет 560°C , что несколько выше расчетной, но находится в пределах допустимой погрешности и составляет 14%. Рассчитаны температуры на передней и задней поверхностях инструмента для различных скоростей резания по законам теплофизики при резании. Сделан вывод, что максимально допустимая скорость (стойкость инструмента на ней 15-20 мин) эксплуатации инструмента из твердого сплава А30 с разработанным покрытием при обработке сплава ХН73МБТЮ на режимах $S=0,1$ мм/об, $t=1$ мм практически соответствует (с погрешностью 4%) заданной в модели температуре резания и составляет 1157°C . Завышенное значение температуры на поверхности твердосплавной основы объясняется дрейфом тугоплавких элементов в алюминиевое покрытие и, соответственно, изменением его теплопроводности.

В четвертой главе рассмотрены закономерности оксидирования методом МДО нанесенного алюминия, образования оксидного покрытия, оптимизированы его параметры, экспериментально доказана работоспособность инструмента с разработанным покрытием.

Методом РФА установлено, что у оксидированных пластин с барьерным слоем, взаимодействие алюминия и оксидов с материалом твердого сплава отсутствует (таблица 4).

Таблица 4. Фазовый состав образцов алюминиевого слоя $K_{ан}/K_{кат}=1,0$

Образец	Отобранная фаза	Символ Пирсона	Описание	Абс. Инт.	Отн. Инт.	Параметры решетки, Å	Плотность, г/см ³
$\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{Ti},\text{Nb},\text{Zr})\text{N}$ 20 мкм	(Nb,Ti)N	cF8/2	Кубическая гранцентрированная кристаллическая решетка	86,43	7,18	$a=4,340$	NbN=8,4 TiN=5,44
	(Ti,Zr)N	cF8/2	Кубическая	78,51	6,52	$\alpha=55,25^\circ$	TiN=5,44

			гранцентрированная кристаллическая решетка			a=4,440	ZrN=7,09
	Al ₂ O ₃ – gamma	cF16/6	Кубическая гранцентрированная кристаллическая решетка	10,55	0,88	a=7,924	3,68
	Al ₂ O ₃ – alpha	R3c	Ромбоэдрическая кристаллическая решетка	8,44	0,70	a=5,120	3,99

С помощью рентгенофазового анализа был исследован фазовый состав образцов на тонких пленках толщиной до 20 мкм, используемых для режущего инструмента. Была получена стабильная α -Al₂O₃ и метастабильные пористые модификации – Al₂O₃ (таблица 4).

Микротвердость полученного покрытия измерялась послойно (таблица 5).

Таблица 5. Микротвердость покрытия

Образец	Толщина слоя, мкм	Микротвердость (HV ₅₀), ГПа	Примечания
Al ₂ O ₃ с (Ti,Nb,Zr)N подслоем. Общая толщина 15 мкм	0 – 2	0,7 ± 0,3	Высокая пористость до 10% (верхний технологический слой)
	2 – 9	22,0 ± 0,5 Включения тугоплавких соединений до 35,0	Низкая пористость до 2%. (незначительные включения)
	9 – 10	10,5 ± 0,2 Включения тугоплавких соединений до 35,0	Пористость до 7%. метастабильные фазы β , η , θ -Al ₂ O ₃ (присутствуют включения)
	10 – 11	29,0 ± 0,9 Включения тугоплавких соединений до 35,0	тёмно – серый слой (переходной слой, присутствуют включения)
	11 – 15	27,0 ± 0,9	Барьерный слой
	основа	18,0 ± 0,9	Твердый сплав

Переходный слой (10-11 мкм, таблица 5) образуется, как результат проникновения активного алюминия в поры барьерного слоя с последующим окислением при МДО.

Для обеспечения максимальной работоспособности инструмента, производилась корректировка расчетных значений толщины слоев, полученных в модели, путем оптимизации режимов оксидирования.

При оптимизации толщины покрытия установлено, что оптимальной для непрерывного течения является общая толщина покрытия 20 мкм. При прерывистой обработке, оптимальной является общая толщина покрытия 10 мкм.

Плотность тока, при окислении алюминия, определяет скорость роста и пористость оксидной пленки. При плотностях тока до $5,5 \text{ A/дм}^2$ нарастание интенсивности оксидного слоя происходит медленно (рисунок 4). Это связано с ростом плотной твердой пленки из Al_2O_3 . Дальнейшее повышение плотности тока приводит к резкому увеличению роста оксидного слоя, что связано с одновременным протеканием двух процессов: электрохимического окисления металла и разрыхления дугowymi разрядами формирующегося покрытия.

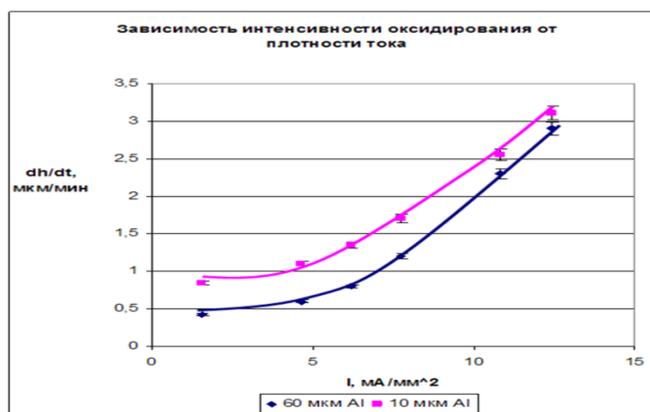


Рисунок 4. Нарастание скорости роста покрытия от плотности тока

На рисунке 5 приведены результаты экспериментальных исследований по определению стойкости пластин со слоем Al_2O_3 , полученным окислением при различных плотностях тока при тчении стали 40X на режимах $V=200 \text{ м/мин}$, $S=0,2 \text{ мм/об}$, $t=1,0 \text{ мм}$.

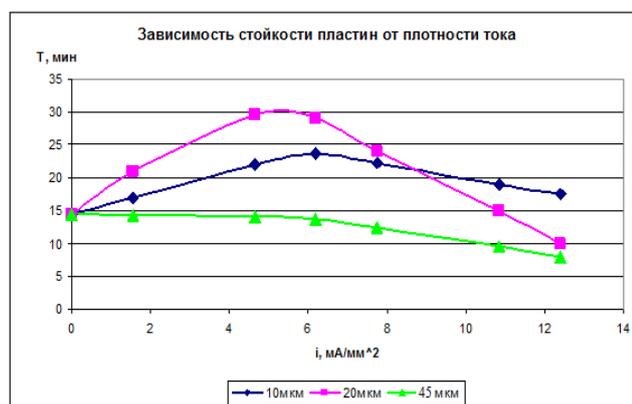
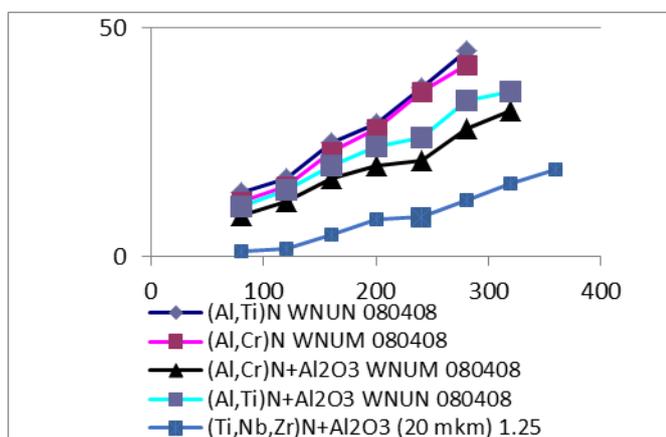


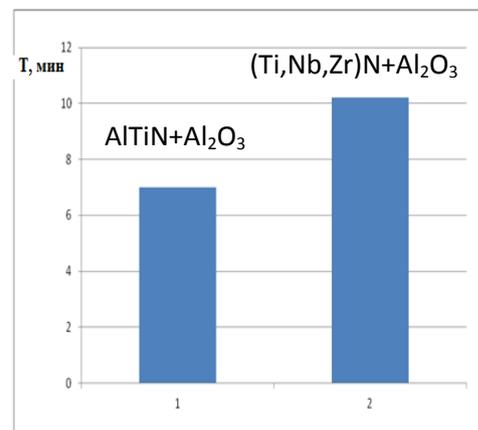
Рисунок 5. Зависимость стойкости пластин от плотности тока при оксидировании

Как следует из анализа испытаний, стойкостная зависимость имеет экстремальный характер. При плотности тока до $5,5 \text{ A/дм}^2$ стойкость пластин возрастает, дальнейшее увеличение плотности тока приводит к снижению стойкости пластины.

Для оптимизации химического состава барьерного слоя исследовались слои следующего химического состава: $(\text{Ti,Zr,Nb})\text{N}$, AlTiN , AlCrN . Установлено, что при точении стали и чугуна (рисунок б) наиболее эффективным является барьерный слой $(\text{Ti,Zr,Nb})\text{N}$.



а)



б)

Рисунок 6. Определение оптимального состава барьерного слоя в диапазоне скоростей резания чугуна: а) экспресс методом; б) стойкостными испытаниями ($V=180 \text{ мм/мин}$, $S=0,2 \text{ мм/об}$, $t=1,0 \text{ мм}$)

При прерывистом резании более высокую стойкость имеют пластины с барьерным покрытием AlCrN (рисунок 7). Это связано с тем, что барьерный слой AlCrN более пластичен, по сравнению с (Ti,Nb,Zr)N и AlTiN.

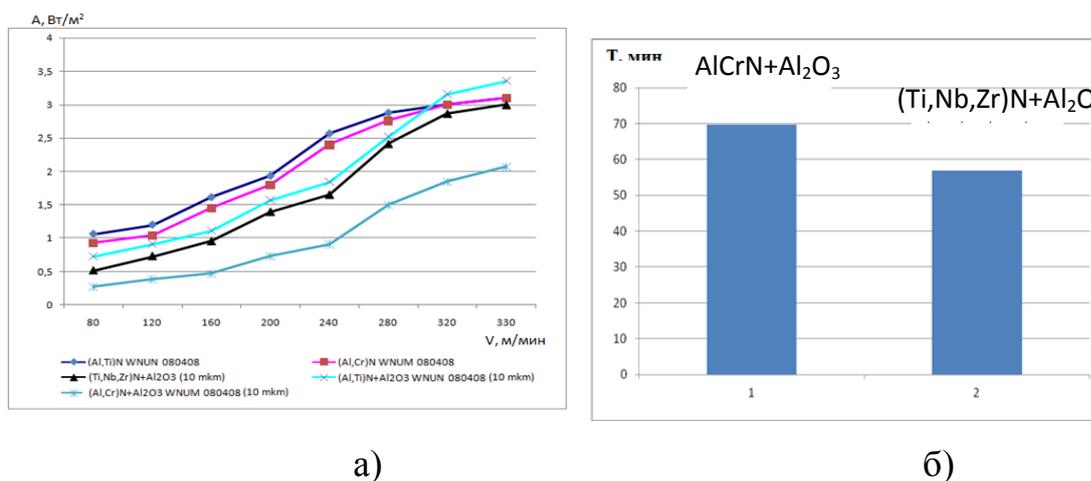


Рисунок 7. Определение оптимального состава барьерного слоя при точении по пазам: а) экспресс методом; б) стойкостными испытаниями ($V=200$ м/мин, $S=0,2$ мм/об, $t=1,0$ мм)

В результате оптимизации толщины барьерного слоя установлено, что лучшие результаты по стойкости имеют пластины с барьерным слоем 5 мкм.

Большое влияние на свойства покрытий оказывает соотношение анодной составляющей тока к катодной. Более высокое значение анодного тока приводит к увеличению толщины α -модификации Al₂O₃.

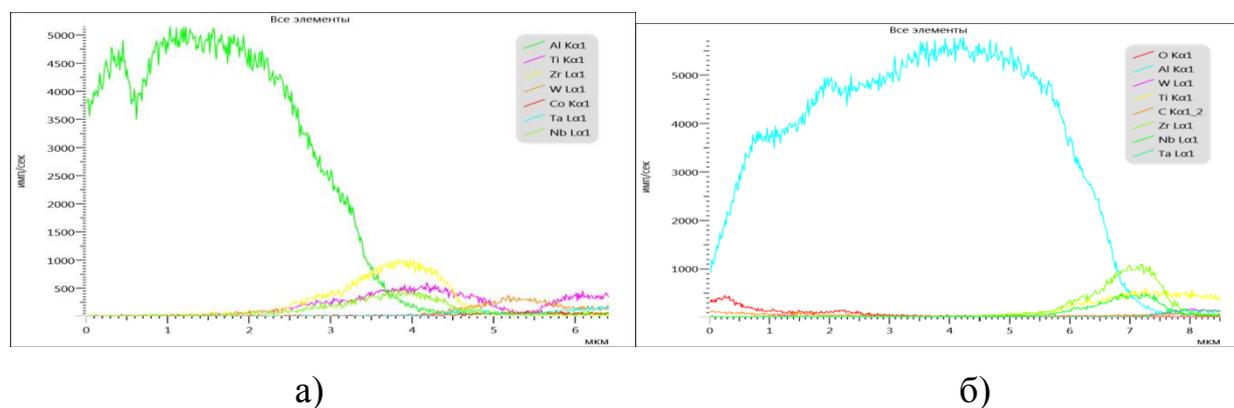


Рисунок 8. Распределение химических элементов по толщине покрытия полученного при соотношении составляющих тока: а) $K_{ан}/K_{кат}=1,0$; б) $K_{ан}/K_{кат}=1,25$

Это положение доказывается увеличением количества кислорода по мере роста соотношения (рисунок 8) анодного тока к катодному до $K_{ан}/K_{кат}=1,25$.

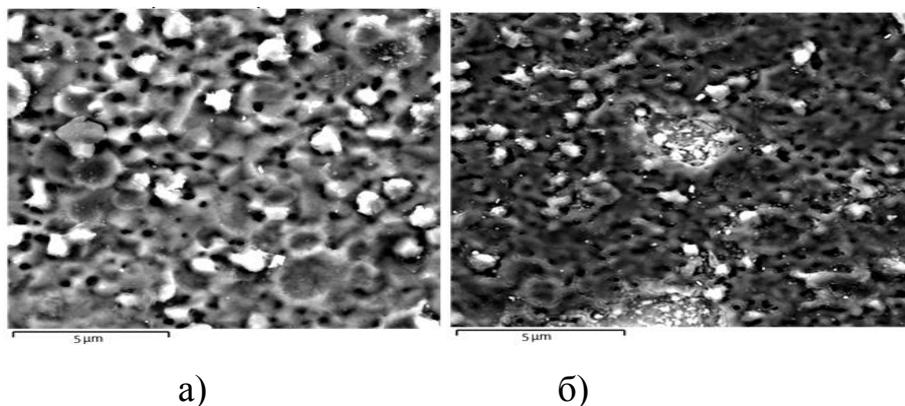


Рисунок 9. Поверхностный слой покрытия при соотношении токов:

а) до – $K_{ан}/K_{кат}=1,25$; б) $K_{ан}/K_{кат}=1,3$

При достижении соотношения составляющих тока отношения $K_{ан}/K_{кат}=1,3$ происходит пробой (рисунок 9б) оксидного покрытия, что приводит к потере эксплуатационных свойств инструмента.

Исследования влияние асинхронности токов $K_{ан}/K_{кат}$ в процессе получения оксида алюминия на режущие свойства пластин, показали, что при непрерывистой обработке стали и чугуна максимальную стойкость имеют пластины, оксидированные при отношении анодного тока к катодному $K_{ан}/K_{кат}=1,25$. При прерывистом резании оптимальным является отношение анодного тока к катодному $K_{ан}/K_{кат}=1,2$, что связано с большей толщиной «мягкой» прослойки. При исследовании влияния длительности процесса оксидирования на свойства покрытия (рисунок 10) установлено, что для обработки стали оптимальное время оксидирования составляет 18-20 мин. Для чугуна время оксидирования смещается до 22-25 мин. Меньшее время оксидирования приводит к образованию более толстого слоя $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, имеющего меньшую твердость по сравнению с $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Незначительное время оксидирования приводит к появлению не связанного алюминия, что значительно снижает стойкость инструмента. При оксидировании алюминиевого слоя выше 20-22 мин уменьшается содержание в алюминиевом покрытии γ - Al_2O_3 модификации, что снижает способность покрытия противостоять действующим напряжениям, которые имеют место в условиях сливного стружкообразования, характерного для обработки стали.

При обработке чугуна оптимальное время оксидирования смещается до 25 мин, это связано с особенностями образования стружки и более низкими напряжениями, действующими на покрытие в процессе резания. Меньшие действующие напряжения допускают меньшую толщину слоя γ - Al_2O_3 модификации. Однако, более тонкий слой γ - Al_2O_3 из-за снижения защитных свойств, пропускает больше тепла к твердосплавной основе, что несколько снижает стойкость пластин с покрытием.

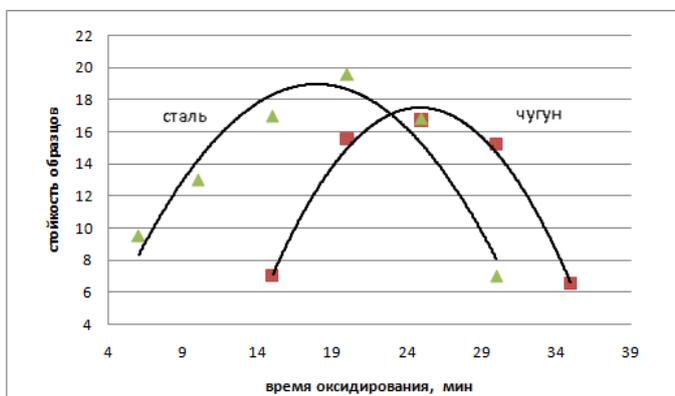


Рисунок 10. Зависимость стойкости оксидных пластин от времени оксидирования при обработке стали 40X и чугуна СЧ30

Оптимизированное покрытие для непрерывного резания представлено на рисунке 11.

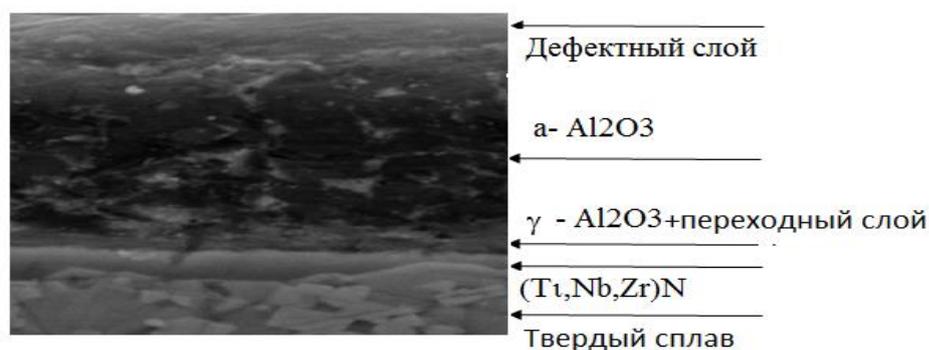


Рисунок 11. Оптимизированное оксидно-нитридное покрытие

Соотношение слоев расчетного и оптимизированного покрытий представлены в таблице 6.

Таблица 6. Расчетные и оптимизированные параметры покрытия

№ п/п	модификация покрытия	Расчетное покрытие, мкм		Оптимизированное покрытие, мкм	
		Непрерывная обработка		Прерывистая обработка	
	дефектный слой	1,8	2,0	1,2	
	слой α-Al ₂ O ₃	8,3	10,8	4,5	
	γ-Al ₂ O ₃	0,2	0,26	0,32	
	переходный слой	0,8	1,0	0,4	
	барьерный слой	5	4,5	4,5	
	общая толщина	16,1	18,62	11,0	

Сравнительные стойкостные испытания разработанного покрытия были проведены в лабораторных и производственных условиях. На основании проведенных сравнительных стойкостных испытаний пластин с покрытиями других фирм установлено, что разработанное покрытие (Ti,Nb,Zr)N+Al₂O₃ имеет стойкость большую на 26%, чем покрытие у «SHM» Чехия и значительно превосходят отечественные покрытия. Производственные испытания, проведенные при обработке деталей авиа-двигателестроения, при использовании одной основы из А30 (КЗТС) показали повышение в 1,7 раза стойкости разработанного покрытия (Ti,Nb,Zr)N+Al₂O₃ по сравнению с покрытием AlTiN при обработке фланцев из нержавеющей стали 12X18H10T.

Для РЖД при обработке осей стойкость пластин LNMX301940-77 из сплава ANP200-КП (КЗТС) с разработанным покрытием (Ti,Zr,Nb)N/Al₂O₃ в 4,4 раза

выше, чем у пластин ANP200 с покрытием TiCN/Al₂O₃ (КЗТС), и практически равна стойкости пластин марки GC4025.

При обработке колесных пар повышение скорости резания в 1,8 раза позволило повысить стойкость пластин LNMX301940 с высокотемпературным покрытием (Ti,Zr,Nb)N/Al₂O₃ на 40% и составляет 7 колесных пар.

В связи с тем, что оксид алюминия является основой для разработанного покрытия и некоторых марок режущей оксидной керамики, сравнивались их эксплуатационные характеристики. Пластины с покрытием (Ti,Nb,Zr)N+Al₂O₃ с асинхронностью токов $K_{ан}/K_{кат}=1,25$ при обработке чугуна ($V=240$ м/мин, $S=0,1$ мм/мин, $t=0,5$ мм) имеют стойкость 23 мин, что на 20-25% выше, чем керамика ЦМ332 и ВOK71.

Как известно, пластины из керамики имеют низкую прочность при изгибе. Для сравнения эксплуатационной прочности пластин с разработанным покрытием и керамики определялась их максимально допустимая подача, определяемая началом сколов режущей кромки.

Установлено, что максимально допустимая подача для пластин с оксидно-нитридным покрытием (Ti,Nb,Zr)N+Al₂O₃ составляет $S=0,62$ мм/об. Максимально допустимая подача при резании керамикой ВOK71 составляет $S=0,45$ мм/об. Разница в прочности связана со снижением действующих при резании напряжений в разработанном оксидном покрытии, за счет «мягкого» слоя, состоящего из γ -Al₂O₃ модификации.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ:

1. Разработано и оптимизировано многослойное покрытие на основе оксида алюминия и нитридов Ti, Zr, Nb, Al для режущего твердосплавного инструмента. Оптимизация архитектуры высокотемпературного многослойного покрытия, получаемого сочетанием двух методов PVD и МДО позволила увеличить ресурс твердосплавного инструмента более чем в 2 раза, по сравнению с серийно применяемым и быть конкурентоспособным с лучшими зарубежными аналогами.

2. По результатам РФИ и сканирующей электронной микроскопии установлена необходимость нанесения барьерного слоя перед осаждением алюминия и его оксидированием с целью исключения образования нежелательных химических соединений компонентов твердого сплава с алюминием и кислородом. Оптимизированы параметры нанесения на барьерный слой алюминия и его последующее оксидирование.

3. Отработаны параметры нанесения многослойного покрытия для различных обрабатываемых материалов, видов обработки, марок твердого сплава.

4. На кафедре ТТМ и ПС МИИТ проведены сравнительные испытания режущего инструмента LNMХ различной геометрии с покрытиями фирм ОАО КЗТС, Sandvik Coromant(Швеция), «Taegu Tec»(Южная Корея), «ZCCСТ» (Китай) и разработанным режущим инструментом с покрытием. Оси из поковок, твёрдостью НВ=160 – 190 обрабатывалась на технически исправных осетокарных гидрокопировальных станках КЖ1832.02, (2005 и 2002 г. выпуска) на следующих режимах резания: частота вращения $n=100$ об/мин, подача $S=0,9-1,1$ мм/об, глубина резания $t=5-15$ мм. Обработка производилась без применения СОЖ. Анализ результатов сравнительных испытаний показал, что стойкость пластин LNMХ301940 с разработанным оксидно-нитридным покрытием $(Ti,Zr,Nb)N/Al_2O_3$ в 4,4 раза выше, чем у пластин с покрытием $TiCN/Al_2O_3$ (ОАО «КЗТС»), в 3 раза выше, чем пластин фирмы «ZCCСТ» (Китай), в 1,5 раза выше, чем пластин фирмы «Taegu Tec»(Южная Корея) и практически равна стойкости пластин фирмы Sandvik Coromant.

5. В депозитории ноу-хау «МИСиС» под №22-217-2016 ОИС от 23 сентября 2016 года зарегистрирован «Способ нанесения покрытий на твердые сплавы комбинацией методов PVD и МДО».

6. Проведены производственные испытания твердосплавных СМП марки ANP200 (КЗТС) формы LNMХ-301940-77 с покрытием $(Ti,Zr,Nb)N/Al_2O_3$ в условиях ж/д депо «Люблино» г. Москва в сравнении с аналогичными пластинами фирмы «Corun» (Сербия). При токарной обработке ж/д колесных пар бывших в эксплуатации. Диаметр колеса 860-960 мм. Режимы резания: $n=8,8-15$ об/мин,

$t=4-6$ мм, $S=0,5-0,8$ мм/об. Охлаждение – не применяется. На высокой скорости резания у пластин с разработанным покрытием (Ti,Zr,Nb)N/Al₂O₃ стойкость на 75% выше, чем у пластин фирмы «Corun» (Сербия).

ПУБЛИКАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЕ

1. Аникин В.Н. Основные закономерности нанесения алюминия на твердый сплав при получении оксидного покрытия / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Упрочняющие технологии и покрытия – 2015. – №1. – С. 26-32.

2. Аникин В.Н. Композитное покрытие / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Инновационные материалы и технологии: достижения, проблемы, решения. Школа – Семинар по фундаментальным основам создания инновационных материалов и технологий. Сборник материалов и докладов 17-ой международной научно-практической конференции – 2013. – С. 10-13.

3. Аникин В.Н. Композитное покрытие для режущего инструмента / В.Н. Аникин, А.И. Пьянов, А.А. Пьянов // Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: Теория и практика. Сборник материалов и докладов 15 –ой международной научно-практической конференции – 2013. С. 360-365.

4. Пьянов А.И. Композитное покрытие для высокопроизводительной обработки /, А.И. Пьянов, В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // РИТМ. Инструмент, оснастка комплектующие – 2012. – № 9. – С.38-40.

5. Аникин В.Н. Композитное покрытие режущего инструмента / В.Н. Аникин, А.И. Пьянов, А.А. Пьянов // Станочный парк. Металлообрабатывающее оборудование и инструмент –2013. – № 10. – С. 47-48.

6. Аникин В.Н. Повышение производительности механической обработки деталей подвижного состава путем применения режущего инструмента с покрытием методом МДО / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов, А.Ю. Попов // Безопасность движения поездов. Тринадцатая научно-практическая конференция – 2012. С. 159-160.

7. Пьянов А.А. Высокоэффективный режущий инструмент для черновой механической обработки осей колесных пар вагонов / А.А. Пьянов, А.Ю. Попов,

Д.В. Володяев // Труды Научно-практической конференции. Неделя науки-2013. Наука МИИТа – транспорту – 2013. С. 104-105.

8. Пьянов А.И. Исследование возможности определения усталости инструмента при резании / А.И. Пьянов, В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Станочный парк. Металлорежущее оборудование и инструмент – 2014. – № 3. – С. 32-35.

9. Пьянов А.И. Исследование возможности определения усталости инструмента с покрытием / А.И. Пьянов, В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Справочник. Инженерный журнал – 2015 – № 9. – С. 37-44.

10. Аникин В.Н. Высокотемпературное комбинированное покрытие / В.Н. Аникин, А.А. Пьянов // Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: Теория и практика. Материалы 17 –й международной научно-практической конференции – 2015. – С. 366-369.

11. Anikin V. N. BASIC PRINCIPLES OF ALUMINUM DEPOSITION ON A HARD ALLOY IN PRODUCING OXIDE COATING / V.N. Anikin., A.A. Pryanov // Nanomechanics Science and Technology. An International Journal – 2014 – № 5(4). – P. 303-312.

12. Pryanov A. I. INVESTIGATING THE OPPORTUNITIES FOR DEFINING THE FATIGUE CHARACTERISTICS OF TOOLS WITH A NANOLAYER COATING DURING CUTTING / A.I. Pryanov, V.N. Anikin, A.A. Pryanov // Nanomechanics Science and Technology. An International Journal – 2014 – № 5(3). – P. 239-248.