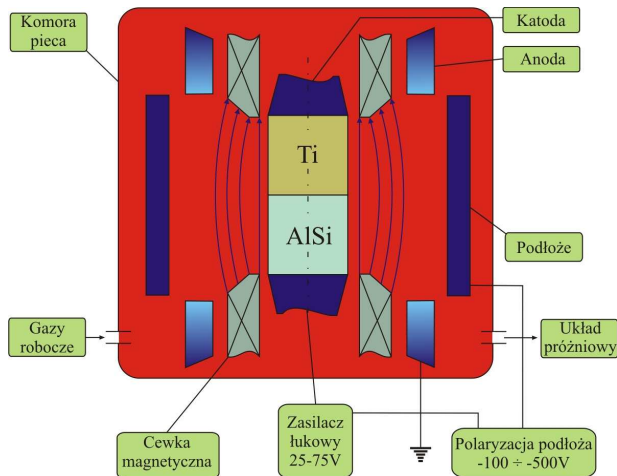


3. Materiał do badań i metodyka badań

3.1. Materiał do badań

Badania wykonano na:

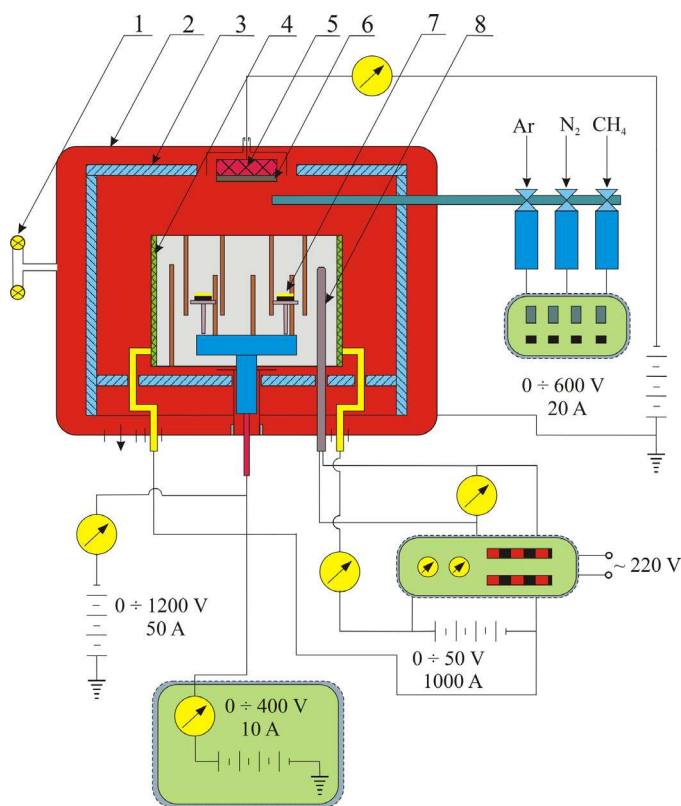
- płytkach wieloostrzowych z ceramiki azotkowej Si_3N_4 ,
- płytkach wieloostrzowych z tlenkowej ceramiki narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$,
- płytkach wieloostrzowych z tlenkowej ceramiki narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$,
- płytkach wieloostrzowych z tlenkowej ceramiki narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$,
- płytkach wieloostrzowych z cermetali narzędziowych $\text{TiCN}+\text{TiC}+\text{TaC}+\text{Co}+\text{Ni}$ (T130A),
- płytkach wieloostrzowych z cermetali narzędziowych $\text{TiCN}+\text{TiC}+\text{WC}+\text{TaC}+\text{Co}+\text{Ni}$ (CM),
- próbkach ze spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 obrabianych cieplnie niepokrytych oraz pokrytych w procesach PVD i CVD jedno- i wielowarstwowymi powłokami odpornymi na ścieranie. Badane ceramiczne materiały narzędziowe pokryto jedno- i wielowarstwowymi powłokami w procesie katodowego odparowania łukowego PVD (rys. 8) oraz w wysokotemperaturowym procesie CVD.



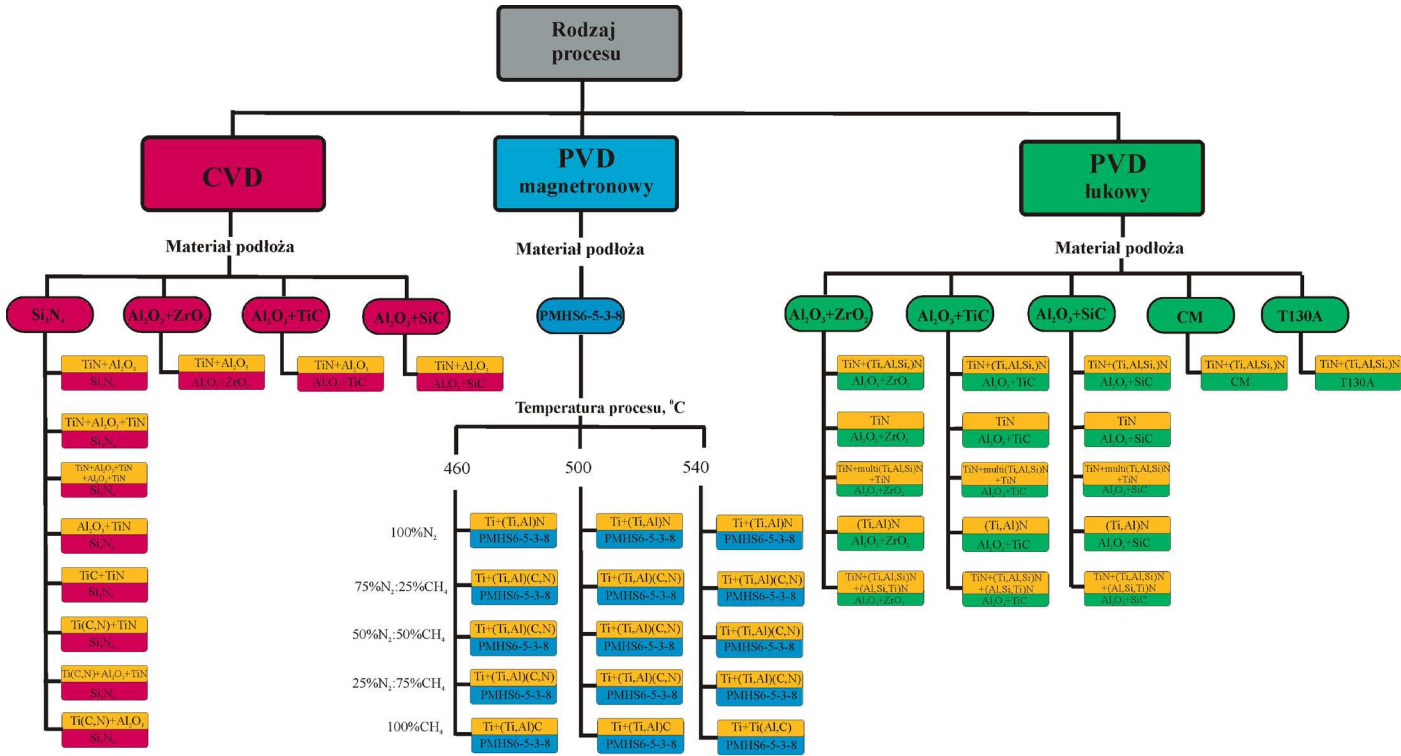
Rysunek 8. Schemat stanowiska do nanoszenia powłok metodą odparowania w łuku elektrycznym CAE (Cathodic Arc Evaporation)

3. Materiał do badań i metodyka badań

Badane spiekane stале szybkoznące obrobiono cieplnie w piecach kąpielowych solnych z austenitizowaniem w 1180°C oraz trzykrotnym odpuszczaniem w 540°C. Po obróbce cieplnej stal uzyskuje twardość 67-68 HRC. Na powierzchni próbek stalowych w magnetronowym procesie PVD (rys. 9) wytworzono powłoki $Ti+(Ti,Al)N$, $Ti+(Ti,Al)(C_xN_{1-x})$ uzyskane przy różnych stężeniach N_2 i CH_4 w komorze pieca próżniowego oraz $Ti+(Ti,Al)C$ w 460, 500 i 540°C. Charakterystykę badanych materiałów przedstawiono na rysunku 10 oraz zestawiono w tabelcy 1.



Rysunek 9. Schemat stanowiska do nanoszenia powłok metodą magnetronową
(1 – układ do pomiaru próżni, 2 – komora próżniowa, 3 – komora pieca, 4 – piec próżniowy,
5 – magnetron, 6 – tarcza magnetronu, 7 – próbka, 8 – termopara)



Rysunek 10. Klasyfikacja badanych materiałów

3. Materiał do badań i metodyka badań

Tablica 1. Charakterystyka badanych powłok uzyskanych w procesach PVD i CVD

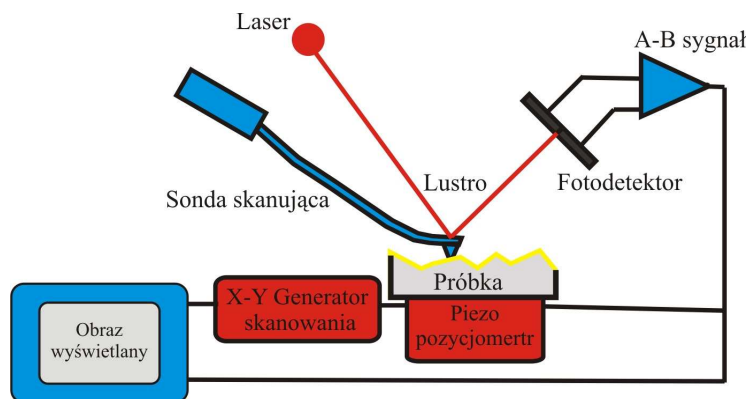
| L.P. | Materiał podłoża | Typ powłoki | Rodzaj procesu | Temperatura procesu, °C |
|------|--|---|---|-------------------------|
| 1 | Si ₃ N ₄ | TiN+Al ₂ O ₃ | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 2 | Si ₃ N ₄ | TiN+Al ₂ O ₃ +TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 3 | Si ₃ N ₄ | TiN+Al ₂ O ₃ +TiN+Al ₂ O ₃ +TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 4 | Si ₃ N ₄ | Al ₂ O ₃ +TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 5 | Si ₃ N ₄ | TiC+TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 6 | Si ₃ N ₄ | Ti(C,N)+TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 7 | Si ₃ N ₄ | Ti(C,N)+Al ₂ O ₃ +TiN | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 8 | Si ₃ N ₄ | Ti(C,N)+Al ₂ O ₃ | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 9 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | TiN+Al ₂ O ₃ | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 10 | Al ₂ O ₃ +TiC | TiN+Al ₂ O ₃ | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 11 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | TiN+Al ₂ O ₃ | CVD wysokotemperaturowy | 1000 |
| 12 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)N | PVD magnetrony (100%N ₂) | 460 |
| 13 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)N | PVD magnetrony (100%N ₂) | 500 |
| 14 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)N | PVD magnetrony (100%N ₂) | 540 |
| 15 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (75%N ₂ ;25%CH ₄) | 460 |
| 16 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (75%N ₂ ;25%CH ₄) | 500 |
| 17 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (75%N ₂ ;25%CH ₄) | 540 |
| 18 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (50%N ₂ ;50%CH ₄) | 460 |
| 19 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (50%N ₂ ;50%CH ₄) | 500 |
| 20 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (50%N ₂ ;50%CH ₄) | 540 |
| 21 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (25%N ₂ ;75%CH ₄) | 460 |
| 22 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (25%N ₂ ;75%CH ₄) | 500 |
| 23 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)(C,N) | PVD magnetrony (25%N ₂ ;75%CH ₄) | 540 |
| 24 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)C | PVD magnetrony (100%CH ₄) | 460 |
| 25 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)C | PVD magnetrony (100%CH ₄) | 500 |
| 26 | PM HS6-5-3-8 | Ti+(Ti,Al)C | PVD magnetrony (100%CH ₄) | 540 |
| 27 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | TiN+(Ti,Al,Si)N | PVD lukowy | 550 |
| 28 | Al ₂ O ₃ +TiC | TiN+(Ti,Al,Si)N | PVD lukowy | 550 |
| 29 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | TiN+(Ti,Al,Si)N | PVD lukowy | 550 |
| 30 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | TiN | PVD lukowy | 550 |
| 31 | Al ₂ O ₃ +TiC | TiN | PVD lukowy | 550 |
| 32 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | TiN | PVD lukowy | 550 |
| 33 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN | PVD lukowy | 550 |
| 34 | Al ₂ O ₃ +TiC | TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN | PVD lukowy | 550 |
| 35 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN | PVD lukowy | 550 |
| 36 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | (Ti,Al)N | PVD lukowy | 550 |
| 37 | Al ₂ O ₃ +TiC | (Ti,Al)N | PVD lukowy | 550 |
| 38 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | (Ti,Al)N | PVD lukowy | 550 |
| 39 | Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ | TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N | PVD lukowy | 550 |
| 40 | Al ₂ O ₃ +TiC | TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N | PVD lukowy | 550 |
| 41 | Al ₂ O ₃ +SiC _(w) | TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N | PVD lukowy | 550 |
| 43 | Cermetal TI 30A | TiN+(Ti,Al,Si)N | PVD lukowy | 550 |
| 44 | Cermetal CM | TiN+(Ti,Al,Si)N | PVD lukowy | 550 |

3.2. Metodyka badań

Strukturę wytworzonych powłok obserwowano na przelomach poprzecznych w wysokorozdzielczym elektronowym mikroskopie skaningowym SUPRA 35 firmy ZEISS, wyposażonym w system analizy składu chemicznego EDS. Do tworzenia obrazów SEM zastosowano detektor boczny (SE) oraz wewnątrzsoczewkowy (InLens), wykorzystując detekcję elektronów wtórnych (secondary electrons) przy napięciu przyspieszającym w zakresie 1-20 kV i maksymalnym powiększeniu 35 000x.

Próbki ceramiczne przygotowano nacinając karby tarczą diamentową na urządzeniu firmy Struers, natomiast próbki stalowe nacinano na przecinarce elektroiskrowej, a następnie oziębiano je w ciekłym azocie i łamano. Ponadto, skład chemiczny powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD określono w spektrometrze wyładowania jarzeniowego GDS-750 QDP firmy Leco Instruments.

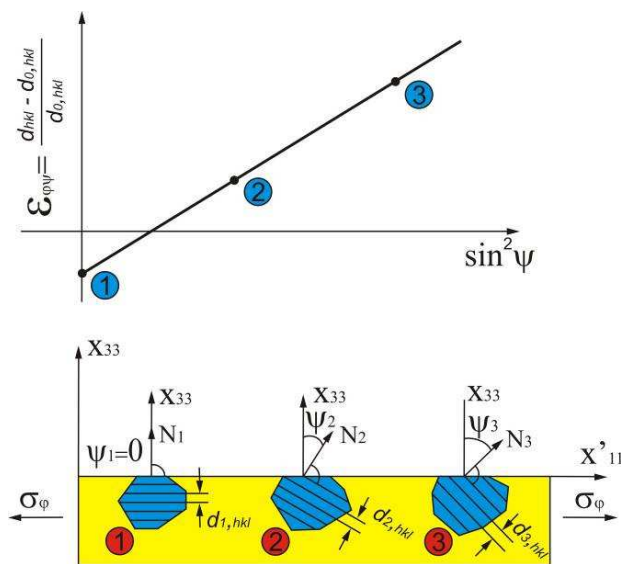
Badania topografii powierzchni materiału podłoży oraz wytworzonych powłok przeprowadzono w wymienionym skaningowym mikroskopie elektronowym oraz z wykorzystaniem metody mikroskopii oddziaływań międzyatomowych (AFM) w urządzeniu Nanoscope E firmy Digital Instruments (rys. 11). Dla każdej z analizowanych powierzchni przeprowadzono sześć pomiarów przy zakresie skanowania wynoszącym 5 μm .



Rysunek 11. Schemat ideowy mikroskopu oddziaływań międzyatomowych AFM [8]

Badania rentgenowskie analizowanych materiałów przeprowadzono na aparacie X'Pert PRO firmy Panalytical stosując filtrowane promieniowanie lampy o anodzie kobaltowej. Rentgenowską jakościową analizę fazową badanych materiałów przeprowadzono w układzie Bragg-Brentano z wykorzystaniem detektora paskowego Xcelerator oraz w geometrii stałego kąta padania (SKP) wiązki pierwotnej z wykorzystaniem kolimatora wiązki równoległej przed detektorem proporcjonalnym.

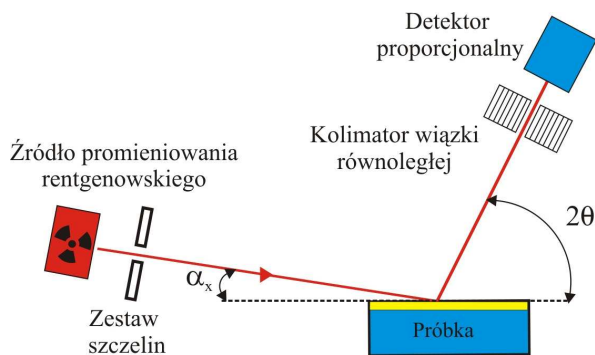
W celu określenia rozkładu normalnych do wybranej płaszczyzny oraz wyznaczenia FRO (funkcji rozkładu orientacji) powłok uzyskanych w procesach PVD oraz wysokotemperaturowym CVD, zmierzono nie mniej niż 3 figury biegunowe dla każdej analizowanej powłoki metodą odbiciową z wykorzystaniem koła Eulera o średnicy 187 mm w zakresie kątów nachylenia próbek od zera do 75°. Analizę FRO badanych materiałów przeprowadzono za pomocą procedur dostępnych w programie LaboTex 3.0 z zastosowaniem dyskretnej metody ADC, korzystającej z operatora iteracyjnego. Metoda pozwala obliczyć FRO ze zmierzonych figur biegunowych wraz z korekcją zaburzeń (tzw. korekcją duchów) [39].



Rysunek 12. Liniowa zależność w klasycznej metodzie $\sin^2 \psi$ ważna dla założeń jednorodnego i płaskiego stanu naprężeń; punkty 1, 2, 3 odpowiadają pomiarom wartości odległości międzyplaszczynowej w odpowiednio zorientowanych ziarnach mikrostruktury w różnych kierunkach pod kątem ψ [91]

Pomiary naprężeń analizowanych powłok wykonano techniką $\sin^2\psi$ i/lub $g\text{-}\sin^2\psi$ w zależności od własności badanych próbek, opierając się na firmowym programie X'Pert Stress Plus, który zawiera w formie bazy danych niezbędne do obliczeń wartości stałych materiałowych [92].

W metodzie $\sin^2\psi$ (rys. 12) opartej na efekcie przesunięcia linii dyfrakcyjnych dla różnych kątów ψ występujących w warunkach naprężenia materiałów o strukturze krystalicznej wykorzystano krzemowy detektor paskowy po stronie wiązki ugiętej. Kąty nachylenia próbek ψ względem wiązki pierwotnej zmieniano w zakresie $0^\circ \div 75^\circ$. Ponadto, pomiary naprężeń wykonano techniką dyfrakcji przy stałym kącie padania (rys. 13) z zastosowaniem kolimatora wiązki równoległej przed detektorem proporcjonalnym [33, 93].



Rysunek 13. Układ goniometru do rejestracji obrazu dyfrakcyjnego w geometrii stałego kąta padania [33]

Dobór kąta padania wiązki pierwotnej ($\alpha_x = 0,5^\circ; 1^\circ; 2^\circ; 3^\circ; 5^\circ; 7^\circ$) uzależniony był głównie od liniowego współczynnika absorpcji i kombinacji zastosowanych warstw, a efektywną głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego g oszacowano na podstawie zależności:

$$g = \left(\frac{\mu}{\sin \mu} + \frac{\mu}{\sin(2\theta_{\{hkl\}} - \alpha_x)} \right)^{-1} \quad (1)$$

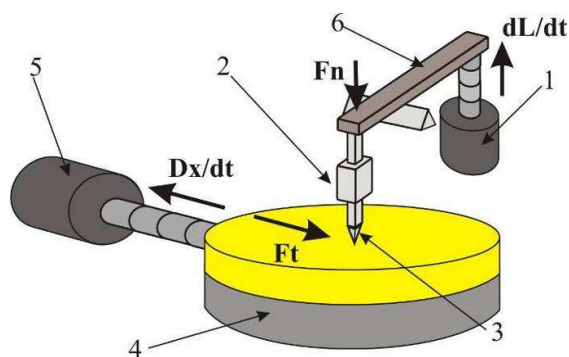
gdzie:

- μ – liniowy współczynnik absorpcji promieniowania rentgenowskiego,
- α_x – kąt padania wiązki pierwotnej.

Badania mikrotwardości wytworzonych powłok oraz twardości podłoża przeprowadzono na ultramikrotwardościomierzu DUH 202 firmy Shimadzu wykorzystując metodę Vickersa przy obciążeniu 0,05 N dla powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD oraz 0,07 N dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD i wysokotemperaturowym CVD. Precyzyjny układ pomiarowy pozwala rejestrować głębokość tworzonego odcisku podczas obciążania, a także podczas odciążania wgłębnika. Zastosowane obciążenie dobierano tak, aby głębokość odcisku była mniejsza niż 1/10 grubości wytworzonych powłok, co eliminuje w dużym stopniu wpływ podłoża na uzyskane wyniki pomiarów [34].

Oceny przyczepności powłok do materiału podłoża dokonano metodą zarysowania [35] na urządzeniu Revetest firmy CSEM (rys. 14). W metodzie tej diamentowy wgłębnik przemieszcza się po badanej powierzchni ze stałą prędkością przy ciągle wzrastającej sile obciążenia. Najmniejszą siłą, przy której następuje uszkodzenie powłoki, zwaną obciążeniem krytycznym L_c , określono na podstawie wartości wzrostu emisji akustycznej zarejestrowanej w czasie pomiaru, a powstającej na styku wgłębnik-badana próbka. Badania wykonano przy następujących parametrach:

- zakres siły nacisku 0-200 N,
- szybkość wzrastającej siły nacisku (dL/dt) – 100 N/min,
- prędkość przesuwu penetratora (dx/dt) – 10 mm/min,
- czułość detektora emisji akustycznej – 1,2.



Rysunek 14. Schemat ideowy stanowiska do pomiaru przyczepności twardych powłok (1 – napęd wywołujący siłę nacisku, 2 – detektor emisji akustycznej, 3 – penetrator, 4 – próbka, 5 – napęd posuwu próbki, 6 – dźwignia docisku) [35]

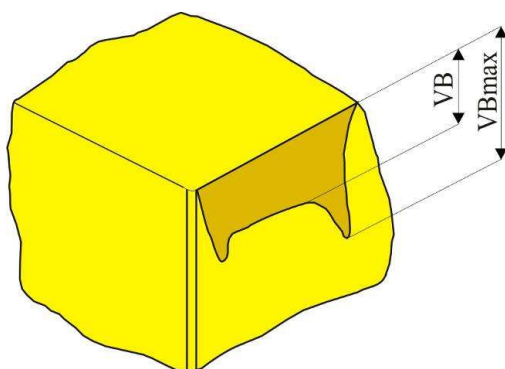
Badania chropowatości wytworzonych powłok oraz powierzchni podłoży wykonano na profilometrze Stronic3+ firmy Taylor-Hobson. Za wielkość opisującą chropowatość powierzchni przyjęto parametr R_a , zgodnie z PN-EN ISO 4287.

Trwałość płytek bez powłok oraz z naniesionymi powłokami w wysokotemperaturowym procesie CVD i łukowym procesie PVD określono na podstawie technologicznych prób skrawania w temperaturze pokojowej. Testy skrawności badanych materiałów wykonano jako próbę ciągłego toczenia na tokarce PDF D180 bez użycia cieczy chłodząco-smarujących. Materiałem poddanym skrawaniu było żeliwo szare EN-GJL-250 o twardości ok. 215 HBW. W badaniach skrawności przyjęto następujące parametry:

- posuw $f = 0,2$ mm/obr,
- głębokość toczenia $a_p = 2$ mm,
- prędkość skrawania $v_c = 400$ m/min.

Trwałość płytek określono na podstawie pomiarów szerokości pasma zużycia na powierzchni przyłożenia, mierząc średnią szerokość pasma zużycia VB po skrawaniu w określonym czasie (rys. 15). Próby skrawania przerywano, gdy wartość VB przekroczyła założone kryterium ($VB = 0,3$ mm) zarówno dla narzędzi niepokrytych, jak i z naniesionymi powłokami.

Pomiarów VB z dokładnością do 0,01 mm dokonano z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Carl Zeiss Jena.



Rysunek 15. Kryterium VB zużycia głównej krawędzi skrawającej zastosowane do oceny okresu trwałości płytek

Klasyfikację własności użytkowych powłok PVD naniesionych na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 określono w teście erozyjnym na urządzeniu strumieniowo powietrznym typu Falex Air Jet Eroder firmy Falex Corporation, w którym proszkowy erodent wydobywający się z dyszy przy zadanym ciśnieniu uderza o powierzchnię badanej próbki ustawionej pod ustalonym kątem względem dyszy. Obserwacje mikroskopowe uzyskanych uszkodzeń przeprowadzono w mikroskopie świetlnym Axiovert 405, wykorzystując różnicowanie zabarwienia materiału podłoża i powłoki oraz dodatkowo w mikroskopie skaningowym, gdzie wykonano mikroanalizę rentgenowską. Biorąc pod uwagę, że analizowane powłoki wykazują różną grubość uzależnioną od parametrów naparowania, w pracy przedstawiono czas, po którym następuje usunięcie warstwy o grubości 1 μm .

Wyznaczenie wymiaru fraktalnego oraz analizę multifraktalną badanych materiałów przeprowadzono na podstawie pomiarów otrzymanych przy użyciu mikroskopu AFM, opierając się na skalowaniu metodą pokryciową [60]. W trakcie analizy wykonywano $N_s=512 \times 512$ pomiarów wysokości próbki h_i , gdzie pierwsza liczba określa liczbę linii skanowania, natomiast druga jest liczbą punktów pomiarowych w każdej z nich. Odległość między liniami i punktami pomiarowymi jest stała i jednakowa.

Przeprowadzone pomiary z wykorzystaniem mikroskopu oddziaływań międzyatomowych AFM firmy Digital Instruments umożliwiły ponadto wyznaczenie wielkości określonej przez autora jako R_{2D} i charakteryzującej chropowatość analizowanej powierzchni próbki. Chropowatość R_{2D} wyznaczano w dwóch etapach. W pierwszym każdy zestaw wyników pomiarów wysokości próbki h_i aproksymowano płaszczyzną regresji $H(x,y)$, dla której suma kwadratów odległości od danych eksperymentalnych jest minimalna, a następnie określono wartość parametru chropowatości R_{2D} analizowanej powierzchni próbki na podstawie zależności:

$$R_{2D} = \left[\frac{\sum_i (h_i - H_i)^2}{N_s} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

gdzie:

- N_s – liczba punktów pomiarowych,
- h_i – wysokość próbki w i -tym punkcie,
- H_i – wartość funkcji H w punkcie (x_i, y_i) .

Zastosowanie opisanej procedury wyeliminowało wpływ pochylenia (błędu wypoziomowania) próbki na uzyskaną wartość obliczanej wielkości.

Do weryfikacji istotności przedstawionych w dalszej części pracy współczynników korelacji liniowej uzyskanych wielkości mechanicznych, eksploatacyjnych i fraktalnych zastosowano statystykę t podlegającą rozkładowi Studenta z liczbą stopni swobody równą $n - 2$, gdzie n jest liczbą pomiarów uwzględnionych w obliczeniach. Analizy wykonano na poziomie istotności $\alpha_{\text{stat}}=0,05$. Empiryczna wartość statystyki testowej t była wyznaczana zgodnie ze wzorem:

$$t = \frac{r}{\sqrt{1-r^2}} \sqrt{n-2} \quad (3)$$

gdzie r jest empirycznym współczynnikiem korelacji (współczynnikiem korelacji Pearsona). Symbolem t_{kryt} oznaczono wartość krytyczną odczytaną z tablic rozkładu statystyki testowej. Decyzję o ewentualnym odrzuceniu hipotezy zerowej (braku korelacji) podejmowano na podstawie wyniku porównania empirycznej wartości statystyki testowej z wartością krytyczną odczytaną z tablic rozkładu statystyki testowej. Jeżeli $|t| > t_{\text{kryt}}$, to hipoteza zerowa o braku korelacji była odrzucana jako statystycznie mało prawdopodobna i przyjmowano hipotezę alternatywną o istotności korelacji [94].