

Politechnika Koszalińska

Wydział Mechaniczny

PRACA DOKTORSKA

mgr inż. Mieczysław Pancielejko

*Wpływ parametrów procesu nakładania twardych warstw
typu TiC_xN_{1-x} na stal narzędziową metodami fizycznego
osadzania z par na ich właściwości tribologiczne*

Promotor:
prof. dr hab. inż. Witold Precht

K O S Z A L I N 2001

Spis treści

Ważniejsze oznaczenia i symbole	4
1. Wstęp	6
2. Cel pracy	8
3. Stan zagadnienia	9
3.1. Metody otrzymywania twardych warstw	9
3.1.1. Metody CVD	9
3.1.2. Metody PVD	9
3.1.3. Procesy fizyczne zachodzące podczas wzrostu warstw	13
3.1.4. Katodowe odparowanie łukowe	16
3.2. Skład chemiczny, struktura oraz właściwości twardych warstw TiC_xN_{1-x}	20
3.2.1. Skład chemiczny oraz struktura warstw TiC_xN_{1-x}	20
3.2.2. Mikrotwardość, adhezja i szybkość osadzania	22
3.2.3. Właściwości tribologiczne	24
3.2.3.1. Wybrane zagadnienia tribologii	24
3.2.3.2. Właściwości tribologiczne warstw TiC_xN_{1-x}	27
3.3. Narzędzia skrawające pokryte twardymi warstwami	29
3.3.1. Modele oraz postacie zużycia narzędzi niepokrytych	29
3.3.2. Kryteria stopienia oraz trwałość ostrza niepokrytego	33
3.3.3. Postacie zużycia ostrzy narzędzi pokrytych twardymi warstwami	35
3.3.4. Dokładność wykonania narzędzi przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami	36
3.3.5. Wymagania odnośnie warstw stosowanych do pokrywania narzędzi skrawających	38
3.3.6. Zużycie i trwałość pokrywanych narzędzi skrawających w szczególności wiertel i gwintowników	41
4. Zakres oraz tezy pracy	49
5. Część doświadczalna	50
5.1. Wytwarzanie warstw TiC_xN_{1-x}	50
5.1.1. Urządzenia do wytwarzania warstw	50
5.1.2. Podłoża i sposób ich przygotowania	54
5.2. Metodyka badań właściwości warstw	55
5.2.1. Badania morfologii przełomów oraz topografii powierzchni warstw	55
5.2.2. Badania składu fazowego i chemicznego	55

5.2.3. Pomiar mikrotwardości.....	58
5.2.4. Pomiar grubości warstw	58
5.2.5. Określanie adhezji	59
5.2.6. Badanie współczynnika tarcia i zużycia	61
5.3. Wpływ parametrów procesu CAPD na właściwości warstw TiC_xN_{1-x}	64
5.3.1. Warstwy TiC wytwarzane przy stabilizacji ciśnienia acetylenu.....	64
5.3.2. Wytwarzanie warstw TiC przy stabilizacji natężenia przepływu acetylenu.....	68
5.3.3. Warstwy TiC_xN_{1-x} wytwarzane przy stabilizacji przepływu mieszaniny gazów reaktywnych	70
5.3.4. Podsumowanie wyników badań właściwości warstw wytworzonych w urządzeniu VT-700	74
5.4. Właściwości warstw wytworzonych na próbkach testowych w urządzeniu TINA 900MOD.....	75
5.4.1. Właściwości warstw TiC_xN_{1-x} wytworzonych na próbkach testowych równocześnie z wiertłami i gwintownikami	75
5.4.2. Charakterystyka właściwości tribologicznych warstw	80
5.4.3. Struktura warstw.....	89
5.4.4. Topografia powierzchni warstw	90
5.4.5. Morfologia przełomów	91
5.4.6. Skład chemiczny warstw określony metodą EDS	94
5.4.7. Analiza składu warstw w spektrometrze GDOS	96
5.4.8. Skład warstw określony metodami RBS i ERDA	104
5.5. Badania eksploatacyjne wiertel.....	108
5.5.1. Metodyka badań	108
5.5.2. Dokładność wykonania wiertel.....	108
5.5.3. Badania zużycia i trwałości wiertel	110
5.5.4. Morfologia zużycia ostrzy wiertel	116
5.6. Badania eksploatacyjne gwintowników	120
5.6.1. Metodyka badań	120
5.6.2. Dokładność wykonania gwintowników	120
5.6.3. Badania zużycia i trwałości gwintowników	122
5.6.4. Morfologia zużycia ostrzy gwintowników	125
7. Podsumowanie oraz wnioski końcowe.....	131
8. Literatura	134

Ważniejsze oznaczenia i symbole

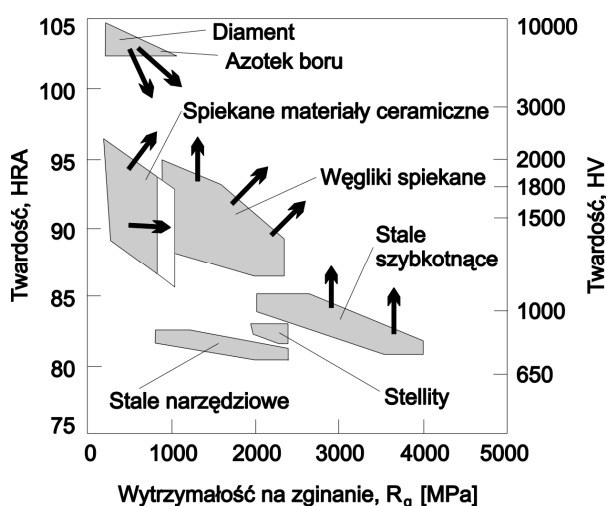
α	- współczynnik udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych
μ	- współczynnik tarcia suchego
μ_{HV}	- mikrotwardość
A_α	- powierzchnia przyłożenia narzędzia
A_γ	- powierzchnia natarcia narzędzia
a_i	- waga przykładana do cząstkowych wskaźników jakości
CAPD	- metoda katodowego odparowania łukowego
C_M, C_T	- wskaźniki zużycia krawędzi poprzecznej wiertła
d	- średnica zewnętrzna nominalna (gwintownika, wiertła)
D_w	- średnica wiertła w okolicy naroży
d_{hkl}	- odległość międzypłaszczyznowa
E_j	- energia jonów
E_{jAr}	- energia jonów argonu
$f_{C_2H_2}$	- natężenie przepływu acetylenu
f_{N_2}	- natężenie przepływu azotu
F_n	- obciążenie normalne
F_t	- siła tarcia
g	- głębokość skrawania
(hkl)	- wskaźniki Millera płaszczyzn sieciowych
I	- prąd łuku
j_i	- ilość jonów
j_n	- ilość cząstek neutralnych
k_k	- wskaźnik zużycia przeciwpróbki
k_w	- wskaźnik zużycia warstwy
KT	- głębokość żłobka na powierzchni natarcia
l	- droga tarcia
L_c	- siła krytyczna adhezji w metodzie rysy
LWN	- liczba wykonanych nakrętek
LWO	- liczba wykonanych otworów

M	- wskaźnik zużycia łysinki prowadzącej wiertła
p	- posuw
P	- skok gwintu
p_{Ar}	- ciśnienie argonu
p_c	- ciśnienie całkowite
$p_{C_2H_2}$	- ciśnienie acetylenu
p_{N_2}	- ciśnienie azotu
R_a, R_t, R_z	- parametry określające chropowatość powierzchni
t	- grubość twardej warstwy
T	- okres trwałości narzędzia
T_p	- temperatura podłoża
T_{top}	- temperatura topnienia
U	- napięcie wyładowania łukowego
U_B	- napięcie polaryzacji podłoża
v	- prędkość poślizgu
VB	- wskaźnik zużycia na powierzchni przyłożenia
VB_B	- średnia szerokość zużycia na powierzchni przyłożenia
VB_{gr}	- graniczna wartość wskaźnika zużycia na powierzchni przyłożenia
VB_{max}	- największa szerokość pasma zużycia na powierzchni przyłożenia
V_k	- objętość zużytej przeciwpróbki
V_w	- objętość zużytej warstwy
W	- wskaźnik zużycia naroża wiertła
W_{add}	- addytywny wskaźnik jakości
W_i	- cząstkowy wskaźnik jakości
W_{multi}	- multiplikatywny wskaźnik jakości
x	- współczynnik składu warstwy

1. Wstęp

W ostatnich latach nastąpił znaczny postęp w technologiach wytwarzania twardych warstw na powierzchniach ostrzy narzędzi ze stali szybko tnącej i węglików spiekanych. Stosuje się warstwy związków węgla i azotu głównie z niektórymi metalami z IV-VI grupy układu okresowego Ti, Cr, Hf oraz Al. Obok wielowarstwowych i wieloskładnikowych warstw złożonych z TiC, TiN, Ti(CN) i Ti(AlN) oraz Al_2O_3 pojawiły się jednowarstwowe z polikrystalicznego diamentu PKD i nanokrystalicznego, regularnego azotku boru a-cBN [Grze98, Subr93-1, Stie94, Bura95, Soko96, Wata97].

Pokrywanie powierzchni narzędzi i elementów maszyn cienkimi, odpornymi na zużycie twardymi warstwami jest powszechnie stosowanym sposobem zwiększania ich trwałości. Wynika to z faktu, iż warstwy te wykazują: dobrą odporność na wysokie temperatury, wysoką mikrotwardość, niski współczynnik tarcia, dobrą odporność na zużycie, oraz dobrą przewodność cieplną i elektryczną. W przypadku pokrycia twardymi warstwami narzędzi skrawających powyższe właściwości zapewniają łagodny spływ



Rys. 1. Właściwości wytrzymałościowe oraz kierunki rozwoju materiałów narzędziowych [Dobr90]

wióra, mniejsze obciążenie ostrza, zabezpieczenie przed deformacją ostrza skrawającego i zmniejszenie ryzyka jego złamania. Osiągnięcie zamierzonego efektu jest jednak zależne od prawidłowego doboru rodzaju materiału warstwy i jej właściwości w zależności od warunków pracy, oraz od rodzaju materiału z którym pokryte narzędzie współpracuje. Porównanie właściwości narzędzi ze stali szybko tnących z innymi materiałami narzędziowymi przedstawiono na rysunku 1. Zaznaczony kierunek wzrostu twardości narzędzi ze stali szybko tnących realizowany może być m.in. przez utwardzenie ich powierzchni dzięki wytworzeniu twardej warstwy.

Istnieje wiele metod wytwarzania twardych warstw i znacznego zwiększania trwałości narzędzi. Należą do nich m.in.:

- chemiczne osadzanie z fazy gazowej (CVD – Chemical Vapour Deposition),
- fizyczne osadzanie z fazy gazowej (PVD – Physical Vapour Deposition).

Techniki te pozwalają na wydatną poprawę właściwości warstwy powierzchniowej przy zachowaniu właściwości materiału podłoża.

Pierwsze narzędzia pokryte warstwą TiC zostały wprowadzone na rynek w latach 60-tych ubiegłego stulecia, kilka lat później pojawiły się narzędzia z warstwami TiN. Początkowo były one wytwarzane metodami chemicznymi. Metody fizyczne znane były już pod koniec lat 50-tych, jednak ich przemysłowe zastosowanie ograniczały: wysoki koszt aparatury, wysokie wymogi przygotowania powierzchni i mniejsza wydajność. Postęp techniczny i technologiczny, a szczególnie rozwój techniki próżniowej, spowodowały, iż w latach 80-tych ponownie zainteresowano się metodami fizycznymi. Nastąpił okres ich rozwoju oraz stopniowej dominacji w inżynierii powierzchni. Konwencjonalne chemiczne metody wytwarzania warstw często wymagają procesów

przeprowadzanych w wysokiej temperaturze, gdzie część materiałów m.in. stale szybko tnące, ulegają deformacjom i obniżeniu właściwości mechanicznych wskutek odpuszczenia. Z tego powodu rosnącym zainteresowaniem cieszą się metody PVD wytwarzania warstw w temperaturach poniżej 400°C. Obniżenie temperatury wytwarzania warstw umożliwiło stosowanie w tej technologii narzędzi wykonanych ze stali szybko tnącej oraz do pracy na zimno. O znaczeniu tych technologii wśród metod uszlachetniania powierzchni materiałów narzędziowych świadczyć może fakt, że obecnie w ofercie handlowej wszystkich liczących się producentów narzędzi znajduje się szeroki asortyment narzędzi pokrywanych twardymi warstwami w procesach PVD.

Badania nad technologią wytwarzania twardych warstw różnymi metodami PVD, a także badania właściwości tychże prowadzone są od wielu lat w Politechnice Koszalińskiej, w Katedrze Inżynierii Materiałowej oraz w Środowiskowym Laboratorium Techniki Próżniowej i Katedrze Mechaniki Precyzyjnej. Przyczyniły się do wyjaśnienia wielu zagadnień związanych z technologią nanoszenia warstw oraz zależnością między technologią ich wytwarzania a właściwościami tribologicznymi.

W pracy niniejszej przedstawiono zagadnienia związane z technologią PVD wytwarzania warstw TiC_xN_{1-x} metodą katodowego odparowania łukowego (CAPD). Przedstawiono także zagadnienia związane z badaniami tribologicznymi warstw TiC_xN_{1-x} oraz problemy dotyczące mechanizmów zużycia narzędzi pokrytych tymi warstwami.

Śród wielu metod PVD nanoszenia twardych warstw na narzędziach skrawających szerokie zastosowanie znajduje metoda katodowego odparowania łukowego. Opisywane w literaturze właściwości warstw węglazotków tytanu różnią się znacząco. W związku z powyższym w trakcie realizacji niniejszej pracy podjęto próbę ustalenia wpływu parametrów technologicznych, a w szczególności składu mieszaniny gazów reaktywnych, na właściwości tribologiczne warstw węglazotku tytanu. Określono strukturę, skład chemiczny oraz właściwości tribologiczne otrzymanych warstw węglazotków tytanu na próbkach testowych. Na podstawie uzyskanych wyników opracowano powtarzalną procedurę wytwarzania warstw węglazotków tytanu o ściśle określonych, zróżnicowanych właściwościach tribologicznych.

Kolejnym krokiem było pokrycie narzędzi skrawających (wiertła i gwintowniki) ze stali szybko tnącej. Przeprowadzono badania eksploatacyjne tak ulepszonych narzędzi oraz określono wpływ zastosowanej warstwy na trwałość. Uzyskano około dwukrotny przyrost trwałości narzędzi po pokryciu warstwą TiN i TiCN ($\alpha = 87,5\%$). Dodatkowo wykazano, że wzrost trwałości wiertel i gwintowników pokrytych twardą warstwą TiC_xN_{1-x} jest tym większy, im większa jest dokładność ich wykonania scharakteryzowana syntetycznymi wskaźnikami jakości.

Podjęto próbę ustalenia, czy informacje uzyskane na podstawie badań właściwości tribologicznych przeprowadzonych na próbkach testowych pokrytych twardymi warstwami umożliwiają prognozowanie zużycia narzędzi ze stali szybko tnących pokrytych takimi samymi warstwami. Uzyskane wyniki badań potwierdziły słuszność przyjętych w pracy tez.

Pracę wykonano częściowo w ramach projektu badawczego nr 7 T08C 026 16, finansowanego przez Komitet Badań Naukowych w latach 1999/2000.

2. Cel pracy

Celem pracy było określenie wpływu parametrów technologicznych, a w szczególności składu mieszaniny gazów reaktywnych na strukturę i skład chemiczny warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wytwarzanych metodą katodowego odparowania łukowego.

Celem poznawczym było określenie sposobu oddziaływania składu chemicznego oraz struktury warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wytwarzanych metodą katodowego odparowania łukowego na ich właściwości tribologiczne.

Badania właściwości tribologicznych przeprowadzone na próbkach testowych, pokrytych twardymi warstwami, umożliwiające prognozowanie zużycia narzędzi ze stali szybko tnących pokrytych takimi samymi warstwami są spełnieniem celu użytkowego pracy.

3. Stan zagadnienia

3.1. Metody otrzymywania twardych warstw

3.1.1. Metody CVD

W metodach CVD warstwy powstają w wyniku reakcji chemicznych przebiegających w wysokiej temperaturze z udziałem komponentów powierzchni materiału pokrywanego jako katalizatora. W przemyśle metody CVD stosuje się zwykle w celu otrzymania warstw np. węgliku tytanu (TiC) i azotku tytanu (TiN), tlenku glinu (Al_2O_3), azotku krzemu (Si_3N_4), jak również warstw wieloskładnikowych i kompozytowych, np. Ti(CN), (Ti,Al)N, Ti(OCN), TiC+TiN, TiC+Cr₇C₃.

Metody CVD [Wier96, Bura95] są realizowane zarówno przy ciśnieniu atmosferycznym, tzw. metodą APCVD (Atmospheric Pressure CVD) oraz obniżonym, metodą LPCVD (Low Pressure CVD) i aktywowane plazmą PACVD (Plasma Assisted CVD). Są to procesy wysokotemperaturowe w zakresie od 700°C [Wier96, Bura95] do 1100°C [Wysi96, Bura95]. W praktyce stosowane są one przede wszystkim do pokrywania takich materiałów jak np. węgliku spiekane [Dobr90, Bura95, Bail00], lub też w przypadku obróbki elementów i części maszyn, dla których ważna jest w eksploatacji tylko odporność na zużycie przy stosowaniu niskich obciążeń dynamicznych. Metody CVD znalazły zastosowanie przede wszystkim do otrzymywania warstw antyściernych i antykorozyjnych [Furm96, Wier96].

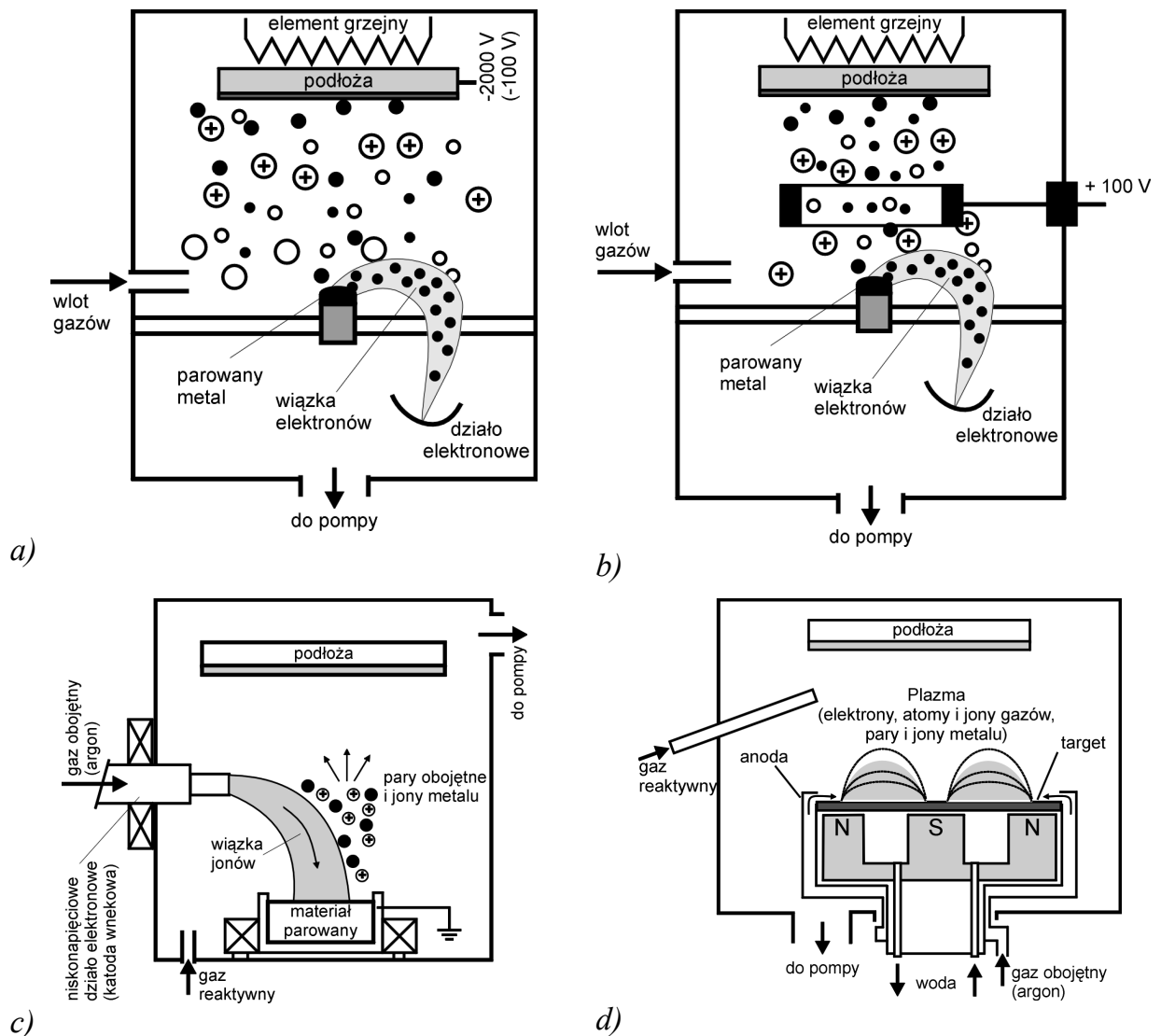
3.1.2. Metody PVD

Metody PVD wykorzystują zjawiska fizyczne, jak odparowanie metali lub stopów, lub rozpylanie jonowe w próżni, a także dodatkową jonizację gazów reaktywnych i par metali - przy wykorzystaniu różnych zjawisk fizycznych. Ich wspólną cechą jest powstawanie warstw z fazy gazowej. Pary metali osadzone są na zimnym lub podgrzanym do temperatury < 500°C podłożu, co pozwala na pokrywanie stali narzędziowych (szczególnie szybkoobrotowych) zahartowanych i odpuszczonych - bez obawy spadku twardości w trakcie wytwarzania warstwy. Prowadzi to do wytworzenia warstw bardzo cienkich i związanych dyfuzyjnie z podłożem.

Często w metodach PVD wytwarzana na podłożu warstwa powstaje ze strumienia plazmy, kierowanej polem elektrycznym na podłoże. Dlatego niekiedy metody wytwarzania warstwy z plazmy (z wykorzystaniem jonów) noszą nazwę osadzania lub pokrywania jonowego albo metod PVD wspomaganych plazmą (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition - PAPVD) lub wykorzystujących wiązkę jonów (Ion Assisted PVD - IAPVD) [Bura95, Günt89].

W wielu opracowaniach [Bura95, Zdan00] autorzy różnie klasyfikują metody PVD. Zestawienie podziału metod PVD zaproponowane w pracy [Bura95] przedstawiono na rysunku 3.1. Uwzględniono tam szereg kryteriów, pozwalających rozróżnić poszczególne metody wytwarzania warstw.

- ARE (Activated Reactive Evaporation) – aktywowane reaktywne naporowywanie (rys.3.2b). Materiał odparowywany jest z użyciem działła elektronowego (wysokonapięciowego) w atmosferze gazu reaktywnego [Zdan00, Zdan88]. Aktywacja plazmy zachodzi dzięki przestrzennej koncentracji elektronów wtórnych poprzez dodatnio spolaryzowaną dodatkową elektrodę (rys.3.2b).
- BARE (Biased Activated Reactive Evaporation) – aktywowane reaktywne naporowywanie z ujemną polaryzacją podłoża [Mura86, Zdan00, Zdan88]. Jest to odmiana metody ARE zmodyfikowana poprzez zastosowanie dodatkowej ujemnej polaryzacji podłoża napięciem rzędu -100V .
- HHCD (Hot Hollow Cathode Deposition) – urządzenie ze specjalnym niskonapięciowym działłem elektronowym określanym jako katoda wnękowa (rys.3.2c). Duża gęstość strumienia elektronów, który służy do odparowania metalu sprzyja znacznej jonizacji par metalu i z dlatego nie są wymagane dodatkowe elementy do aktywacji plazmy [Bück99, Erde90, Leon96, Stie94].
- TAE (Thermionic Arc Evaporation) – reaktywne odparowanie łukiem termojonowym przy użyciu niskonapięciowego termicznego działła elektronowego umieszczonego w górnej części komory próżniowej, a zewnętrzne pole magnetyczne skupia emitowaną wiązkę elektronową w kierunku tygla umieszczonego w podstawie komory [Zdan00]. Rozproszona część strumienia elektronów jonizuje odparowany materiał oraz gaz roboczy reaktywny i w ten sposób aktywuje reakcje syntezy i wspomaga bombardowanie narastającej warstwy.
- CAPD (Cathodic Arc Plasma Deposition) – katodowe odparowanie łukowe określane inaczej jako naporowywanie łukowe z platerowaniem jonowym (AIP – Arc Ion Plating). Polega na niskociśnieniowym odparowywaniu targetu plamką katodową wyładowania łukowego [Mart87-1, Rand88, Sand89, Gabr93, Boxm87, Kony97, Vysk92, Ljun94, Sue87, Siem95]. Szerszy opis tej metody znajduje się w rozdziale 3.1.4, z uwagi na to, że w urządzeniach technologicznych, w których wytwarzano warstwy węglazotków będące przedmiotem badań w niniejszej pracy wykorzystano właśnie tą metodę.
- RPP (Reactive Pulse Plasma) – reaktywno–impulsowa plazma polegająca na wysokociśnieniowym erodowaniu targetu w obecności gazu reaktywnego. Jonizacja cząstek elektrody zachodzi poprzez impulsowe gwałtowne jej odparowanie oraz poprzez ablację plazmową przemieszczającą się wzdłuż walcowej elektrody i skupiającej się na jej zakończeniu [Mich00-1].
- MSIP (Magnetron Sputtering Ion Plating) – rozpylanie magnetronowe z platerowaniem jonowym, HRRS (High Rate Reactive Sputtering) – wysokowydajne reaktywne rozpylanie magnetronowe [Czyż98-2, Leja82], RMS (Reactive Magnetron Sputtering) – reaktywne rozpylanie magnetronowe (rys.3.2d), UBM (Unbalanced Magnetron) – rozpylanie magnetronowe z wykorzystaniem magnetronu niezrównoważonego [Czyż98-1, Czyż00, Spro93]. We wszystkich metodach magnetronowych wykorzystywane jest zjawisko rozpylania targetu w wyładowaniu jarzeniowym gazu obojętnego i reaktywnego. W rozpylaniu wykorzystywane jest głównie wyładowanie jarzeniowe stałoprądowe (D.C.) oraz zmiennoprądowe o częstotliwości radiowej (R.F.) [Astu93, Czyż98-1, Czyż00].



Rys. 3.2. Schematy metod PAPVD: a) RIP [Bura95], b) ARE [Mich00-1], c) HHCD [Bura95], d) RMS [Mier97-2]

Podstawowe zalety metod fizycznego osadzania z fazy gazowej to:

- możliwość osadzania metali trudno topliwych,
- niska temperatura podłoża 200°C - 400°C, ma istotne znaczenie przy pokrywaniu stali, w których powyżej 500°C zachodzą przemiany fazowe np. w stalach szybkotnących,
- możliwość wytworzenia specjalnych mikrostruktur np. pokryć amorficznych,
- wytwarzane warstwy posiadają bardzo wysoką czystość, wysoką adhezję, twardość i często niski współczynnik tarcia,
- możliwość stosowania jako materiałów wyjściowych czystych metali i gazów, zamiast często toksycznych ich związków.

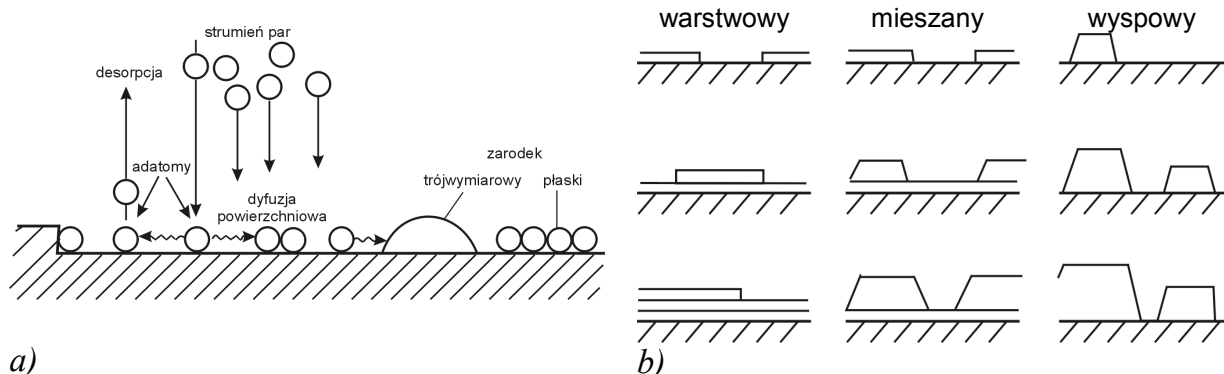
Opisane w tym rozdziale metody nie wyczerpują wszystkich rozwiązań należących do grupy metod PVD. W literaturze są także opisane metody mieszane (hybrydowe) lub ich pochodne, różniące się sposobem otrzymywania par, stopniem jonizacji i energią cząstek stanowiących składniki plazmy [Hurk96]. Najbardziej perspektywicznymi są metody wytwarzania warstw zapewniające spełnienie następujących wymagań:

- możliwość otrzymania różnego rodzaju warstw od prostych po złożone, z różnych materiałów specjalnych (np. diamentu),
- możliwość realizacji kilku metod obróbki powierzchniowej: oczyszczanie, azotowanie, wytwarzanie twardej warstwy – najlepiej w jednym urządzeniu technologicznym, np. Duplex Technology [Bück99, Spie93],
- zapewnienie powtarzalnych właściwości otrzymywanych warstw,
- jak najprostsze oprzyrządowanie, niska cena urządzeń i niskie koszty eksploatacji,
- duża wydajność osadzania.

3.1.3. Procesy fizyczne zachodzące podczas wzrostu warstw

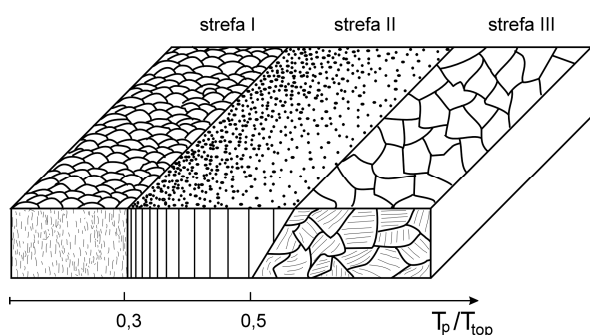
W literaturze [Żmij81, Buns82] opisanych jest kilka teorii zarodkowania i wzrostu warstw. Atomy wyemitowane ze źródła par są przyciągane do pokrywanej powierzchni, w wyniku oddziaływania momentów dipolowych atomów przypowierzchniowych zmieniają swoją składowa prędkości i stają się atomami zaadsorbowanymi (adatomy). W początkowym stadium atomy w wyniku dyfuzji powierzchniowej migrują po powierzchni podłoża (rys.3.3a) i w zetknięciu z innymi tworzą dwu- i trójwymiarowe zarodki, które w sprzyjających warunkach rozrastają się tworząc ciągłą warstwę. Wzrost warstwy uwarunkowany jest siłami oddziaływania pomiędzy warstwą a podłożem i stopniem przesylenia. W zależności od korelacji między tymi wielkościami można wyróżnić trzy modele (rys.3.3b), według których zachodzi wzrost warstwy. Wzrost wyspowy warstwy przebiega z tworzeniem się w pierwszym etapie trójwymiarowych zarodków, które następnie rozrastają się do większych rozmiarów, tzw. wysp, w wyniku przyłączenia migrujących po podłożu adatomów. Rozrastające się wyspy łączą się następnie w stadium koalescencji lub koagulacji, tworząc litą warstwę. Wzrost warstwowy przebiega z tworzeniem zarodków dwuwymiarowych, które rozrastając się pokrywają powierzchnię warstwą jednoatomową, na której, według takiego samego mechanizmu, narasta kolejna monowarstwa. Wzrost mieszany występuje, gdy parametr sieci krystalicznej zarodka znacznie różni się od parametru sieci krystalicznej podłoża. Wówczas przy wzroście na granicy warstwa-podłoże powstają duże naprężenia, które ulegają relaksacji w wyniku zmiany mechanizmu wzrostu z warstwowego na wyspowy. Po przekroczeniu krytycznej wartości przesylenia zarodkowanie trójwymiarowe przechodzi w zarodkowanie dwuwymiarowe, a wzrost wyspowy we wzrost warstwowy.

Struktura powstałej warstwy zależy w bardzo dużym stopniu od metody wytwarzania oraz zastosowanych parametrów technologicznych [Blan74, Lugs96-1, Lugs96-2, Münz02, Rick88].



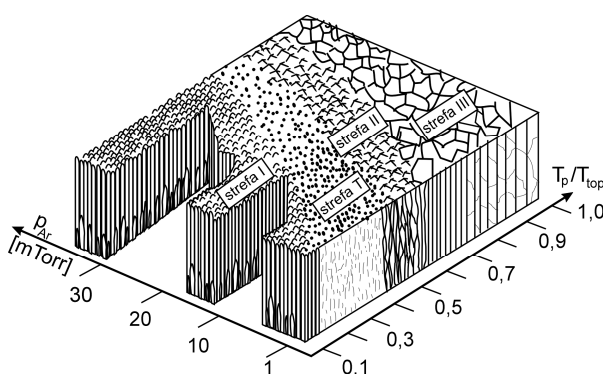
Rys. 3.3. a) kondensacja atomów na powierzchni, b) modele wzrostu warstwy [Mich00-1]

Po raz pierwszy strukturę obserwowaną w warstwach osadzanych z fazy gazowej sklasyfikowali Movcan i Demchishin [Movc69]. Stworzyli oni wykres stref strukturalnych grubych warstw



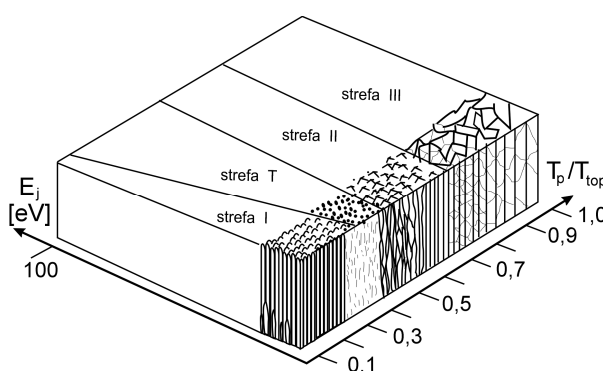
Rys. 3.4. Wpływ temperatury podłoża na strukturę warstwy [Movc69]

strukturalnych grubych warstw parowanych wiązka elektronową, przedstawiony na rysunku 3.4. Według tego wykresu zmiany struktury warstwy są zależne od stosunku temperatury bezwzględnej podłoża T_p do temperatury bezwzględnej topnienia T_{top} . Dla otrzymania gęstej struktury (strefa II) osadzanych warstw stosunek T_p/T_{top} powinien wynosić dla metali 0,25, a dla niemetalu 0,3. Stwierdzono także, że twardość warstw zwiększa się wraz ze zmniejszaniem temperatury podłoża.



Rys. 3.5. Wpływ temperatury podłoża i ciśnienia argonu na strukturę warstwy [Thor86]

Thornton [Thor86] rozszerzył opisywany wyżej wykres dodając dodatkową oś (rys. 3.5) by uwzględnić wpływ ciśnienia gazu rozpylającego podczas napyłania grubych warstw. Wykazał on istnienie dodatkowej strefy przejściowej (T) leżącej w obszarze strefy I, charakteryzującej się krystalitami posiadającymi gęstą, włóknistą substrukturę. Wzrost ciśnienia argonu powoduje wzrost znormalizowanej temperatury odpowiadającej granicy stref, a w szczególności granicy pomiędzy strefami I - T.

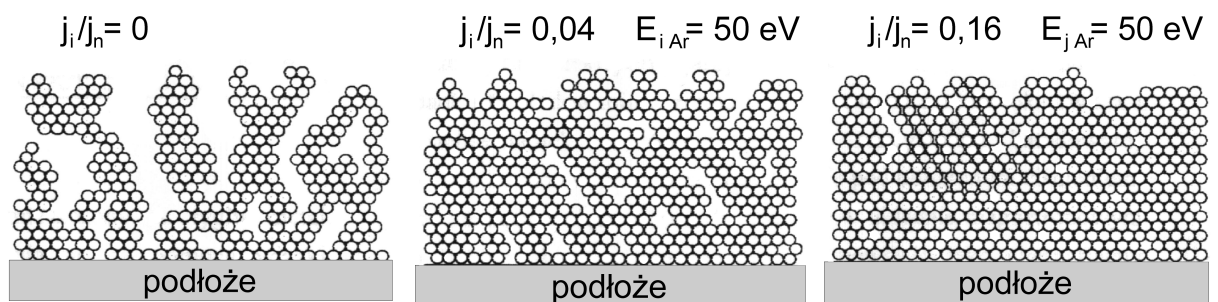


Rys. 3.6. Wpływ temperatury podłoża i energii osadzanych cząstek na strukturę warstwy [Mess84]

Messier [Mess84] zmodyfikował model stref strukturalnych (rys.3.6) wiążąc zmiany strukturalne w warstwie z energią atomów, które je tworzą. Energia E_j wydaje się oddziaływać na fizyczną strukturę w sposób bardziej podstawowy. Struktura warstwy cienkiej uwarunkowana jest ruchliwością atomów na powierzchni warstwy, ale nie tylko ruchliwością zależną od temperatury. Strefa I charakteryzuje się mikrostrukturą porowatą, która zbudowana jest ze słupkowych krystalitów, między którymi występują pustki. Przy wyższej temperaturze podłoża porowata

mikrostruktura przechodzi w ultradrobnociarnistą zorientowaną mikrostrukturę włóknistą – strefa T. Powstawanie tej strefy związane jest z bombardowaniem wzrastającej warstwy jonami o wysokiej energii. W zakresie wysokiej energii jonów obszar T

rozciąga się do $T_p/T_{top} = 0,5$. Następnie aż do $T_p/T_{top} \sim 0,7$ występuje strefa II, w której występują ziarna kolumnowe. Przy $T_p/T_{top} > 0,7$ strefa II przechodzi w strefę III z ziarnami równoosiowymi. W strefie II i III zwiększa się rozmiar ziaren, a twardość i wytrzymałość maleją, dążąc do wartości odpowiadającej materiałom litym. Warstwy o strukturze strefy T [Thor86, Mess84, Buns82, Münz02, Blan74] mają bardzo dobre właściwości mechaniczne, wysoką twardość i wytrzymałość oraz odporność na zużycie ścierne. Bombardowanie szybkimi cząstkami wpływa na ruchliwość zaadsorbowanych atomów, dostarcza energii potrzebnej do aktywacji chemicznej, modyfikuje mikrostrukturę warstwy (rys.3.7). Procesy te można intensyfikować przez ujemną polaryzację podłoża. W zależności od przyłożonego napięcia przyspieszone jony docierające do podłoża mogą ulegać płytkiej implantacji, powodują również rozpylanie wierzchołków form wypukłych (trawienie jonowe), a pochodzące z nich atomy ulegają odbiciu od atomów gazu i wypełniają zagłębienia. W zagłębienia trafia też część atomów rozpylonych ze ścian form wypukłych, powierzchnia warstwy wygładza się [Blan74].



Rys. 3.7. Zależność struktury warstwy od stosunku ilości jonów j_i do ilości cząstek neutralnych j_n w strumieniu materiału osadzanego [Mart91, Mier97-2, Blan74]

Tabela 3.1. Energia cząstek dla różnych metod wytwarzania warstw [Mich00-1]

Metoda	Cząstki docierające do podłoża	Ciśnienie [Pa]	Średnia energia kinetyczna [eV]
Naparowywanie	atomy, klastery	$< 10^{-5}$	0,2
ARE	około 1% jony, atomy	$< 10^{-3}$	0,2
IP, TRIP	około 30% jony, atomy	$10^{-2} - 10^{-1}$	0,2 – 50*
Arc Evaporation (CAPD)	około 100% jony, klastery, krople	$10^{-5} - 1$	5 – 80*
Impulsowo-plazmowa	około 100% jony, klastery, krople	> 100	około 100
Rozpylanie jonowe	około 5% jony, atomy, klastery	$10^{-5} - 5$	5 – 20*
* energia cząstek zależna od ciśnienia i napięcia między anodą a katodą			

Z uwagi na to, że najistotniejszy wpływ na wzrost warstwy z udziałem plazmy mają jony bombardujące podłoże [Blan74, Lugs96-1], w tabeli 3.1 na podstawie

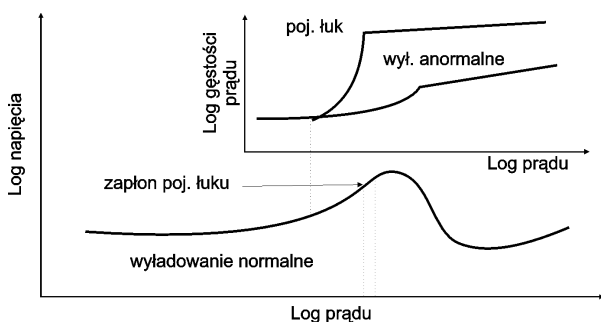
[Mich00-1, Lugs96-2, Mart87-2] przedstawiono średnią energię jonów bombardujących podłoże dla różnych metod wytwarzania warstw.

Przedstawione powyżej mechanizmy wzrostu warstwy oraz modele stref strukturalnych pomimo, że dotyczyły warstw metalicznych wytworzonych metodami odparowania lub rozpylania są dostatecznie uniwersalne i często wykorzystywane do określania mikrostruktury warstw otrzymywanych innymi metodami PVD oraz warstw wieloskładnikowych np. TiN, TiCN i TiAlN.

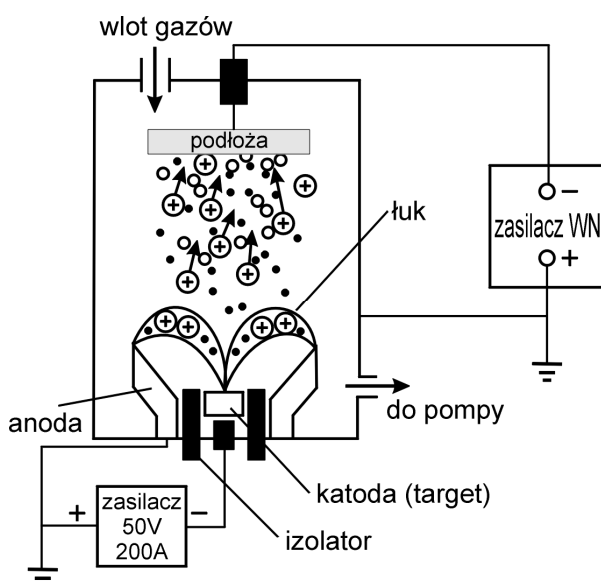
3.1.4. Katodowe odparowanie łukowe

Metoda katodowego odparowania łukowego (CAPD) została opracowana na początku lat 70-tych w Charkowskim Instytucie Fizyko-Technicznym i drogą zakupu licencji i sublicencji została szeroko rozpowszechniona przez amerykańskie firmy Multi-Arc i Vac-Tec System oraz niemiecką „Plasma und Vacuum Technik” [Gabr93, Bura95, Mier99, Kosz94].

Wyładowanie elektryczne w gazie rozrzedzonym inicjowane pomiędzy katodą i anodą musi mieć charakter tzw. normalnego (spadek napięcia słabo zależy od prądu) - rys. 3.8 [Leja97]. Wyładowanie obejmuje całą powierzchnię katody, a gęstość prądu nie przekracza kilku mA/cm². Przejście do wyładowania łukowego może nastąpić samoistnie, jeśli przy pewnym obszarze katody pojawi się (na skutek niejednorodności powierzchni) duże natężenie pola elektrycznego, rzędu kV/cm. Przejściu do wyładowania łukowego towarzyszy znaczny wzrost prądu i gwałtowny spadek napięcia. Prądowo-napięciowa charakterystyka takiego wyładowania wykazuje ujemną rezystancję dynamiczną. Spadek napięcia jest rzędu kilkudziesięciu V, natomiast gęstości prądu trudne do oceny ze względu na niemożliwość dokładnego oszacowania rozmiarów szybko przemieszczającej się plamki łuku [Leja97].



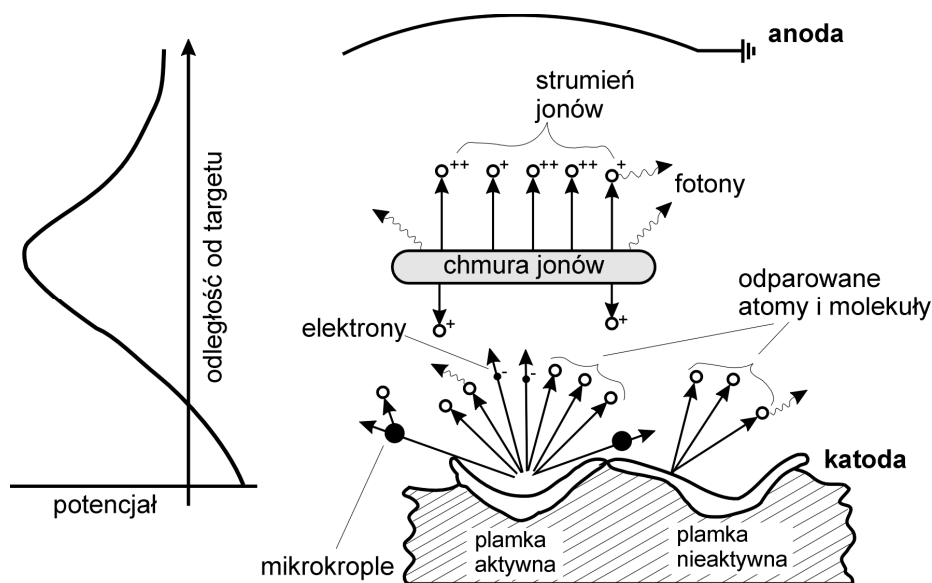
Rys. 3.8. Charakterystyki prądowo-napięciowe dla różnych typów wyładowania łukowego [Leja97]



Na rysunku 3.9 przedstawiono typowy schemat metody CAPD prezentowany w pracy [Mich00-1]. W metodzie CAPD [Mart87-1, Mart91, Rand88, Sand89, Gabr93, Boxm87, Kony97, Vysk92, Kosz94, Beti94, Ljun94, Sue87, Karl97, Siem95] materiał jest odparowywany w wyniku oddziaływania łuku elektrycznego przy niskim ciśnieniu.

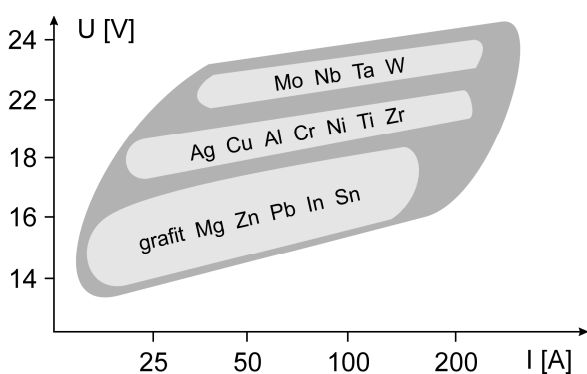
Rys. 3.9. Schemat budowy urządzenia do wytwarzania warstw metodą łukową CAPD [Bura95]

Na rysunku 3.10 przedstawiono rozkład potencjału w zależności odległości od targetu oraz schemat zjawisk zachodzących na powierzchni katody (targetu) podczas katodowego odparowania w wyładowaniu łukowym [Mart87-1, Mart91, Rand88, Boxm87].



Rys. 3.10. Rozkład potencjału oraz schemat zjawisk zachodzących na powierzchni targetu podczas katodowego odparowania w wyładowaniu łukowym [Mart87-1, Mart91]

Na powierzchni katody wywoływane jest wysokoprądowe niskociśnieniowe wyładowanie łukowe pomiędzy tarczą targetu, a anodą, chłodzonymi wodą. Źródło materiału stanowi katoda (target) w obwodzie łuku. Wyładowanie jest najczęściej inicjowane dodatkową anodą zwaną zapłonikiem i utrzymywane napięciem rzędu $15 \div 50$ V, zależnym od materiału katody – rys. 3.11. Typowy prąd łuku mieści się w zakresie $30 \div 400$ A. Przy niższym prądzie łuku w zakresie $10 \div 100$ A i w zależności od materiału,



Rys. 3.11. Obszary charakterystyk prądowo-napięciowych wyładowania łukowego w próżni dla niektórych materiałów katod [Mier97-2]

z którego wykonana jest katoda cały prąd łuku skoncentrowany jest w jednej plamce. Jeżeli stosowany jest duży prąd, łuk rozdziela się na wiele plamek katodowych o wymiarze ok. $20 \mu\text{m}$ [Siem95]. W takim przypadku średni rząd przypadający na jedną plamkę łuku wynosi około $10-75$ A [Siem95, Vysk92]. Gęstość prądu w jednej plamce waha się w przedziale $10^6 \div 10^{11}$ A/m² [Siem95, Vysk92, Gabr93]. Gęstość mocy w plamce osiąga wartości 10^7-10^8 W/cm² [Leja97]. Mechanizm przemieszczania się plamki katodowej po powierzchni katody jest bardzo skomplikowany [Walk95] i dotychczas nie został w pełni wyjaśniony.

Plamki o średnicy od 1 μm do 100 μm poruszają się chaotycznie po powierzchni katody z prędkością od ok. 1 m/s do 150 m/s i istnieją ok. 1-5 μs [Siem95, Walk95, Gabr93, Boxm87]. Kierunek, wielkość i prędkość przemieszczania mogą być sterowane za pomocą ekranów elektrostatycznych lub układów elektromagnetycznych. Zastosowanie zewnętrznego pola magnetycznego [Kosz94, Boxm87] silnie wpływa na strumień plazmy głównie poprzez skupianie wiązki w osi pola magnetycznego oraz przyspieszanie jonów w rozbieżnym polu magnetycznym.

Każda plamka katodowa wytwarza wysokojonizowany, wysokoenergetyczny strumień plazmy ze składnikiem prądu jonowego o wartości ok. 7÷12% całego prądu łuku plamki katodowej [Boxm87]. Ten strumień gęstej plazmy zawiera: elektrony, jony, atomy i mikrokrople stopionego metalu katody [Ljun94, Rand88, Boxm87]. Strumień odparowanego materiału i zawartość poszczególnych składników zależy od wielu czynników: materiału katody i jego czystości, temperatury powierzchni katody, prądu łuku, składu i ciśnienia gazu roboczego. Stopień jonizacji powstałej w ten sposób plazmy jest stosunkowo wysoki i wynosi 30 ÷ 100 % [Gabr93]. Dla tytanu stopień jonizacji w strumieniu przekracza 90%, przy czym względna zawartość jonów tytanu w plazmie łuku katodowego wynosi: Ti^+ - 27%, Ti^{++} - 67%, Ti^{+++} - 6% [Mart87-2, Rand88, Vysk92].

Bombardowanie powierzchni podłoża jonami o energii 1 – 2 keV jest podstawowym procesem jonowego czyszczenia powierzchni podłoża w metodzie łukowej [Mart87-1, Rand88]. Przebiega ono przy ciśnieniu rzędu 10^{-2} – 10^{-3} Pa i ma za zadanie nie tylko przygotowanie powierzchni podłoża, ale również nagrzanie elementów pokrywanych do odpowiedniej temperatury. Ma ono silny wpływ na granicę między warstwą i podłożem.

Przy zmianie strumienia jonów, jak i ich energii, możliwy jest wzrost warstw o wyróżnionej orientacji np. (111) dla TiN [Kosz94, Sue87, Sue88] przy energii jonów rzędu 200 – 800 eV, lub (112) dla Ti_2N przy ciśnieniu azotu 1,65-2,34 Pa [Igba98]. Zmiany w mikrostrukturze warstwy, jak wynika z prac [Rand88, Mart87-1, Mart91, Sand89, Gabr93, Boxm87, Kony97, Vysk92, Kosz94, Beti94, Ljun94, Sue87, Karl97, Igba98, Rick88] wpływają na jej właściwości:

- optyczne (kolor, współczynnik odbicia i transmisji),
- elektryczne (przewodność właściwa, temperatura przejścia w stan nadprzewodnictwa),
- mechaniczne i tribologiczne (mikrotwardość, adhezja, odporność na zużycie, współczynnik tarcia),
- chemiczne (odporność na korozję).

Wadą metody katodowego odparowania łukowego jest obecność w plazmie mikrokropeł odparowanego materiału, które osadzając się na podłożu tworzą niejednorodności w strukturze warstwy, pogarszają jej właściwości i gładkość powierzchni. Mikrokrople zawierają głównie materiał targetu z niewielką ilością rozpuszczonego gazu reaktywnego, np. 3-5 % at. N w α -Ti [Ljun94]. Zmniejszenie udziału mikrokropeł w budowie warstwy uzależnione jest od zjawisk zachodzących:

- na powierzchni targetu (miejsce generacji mikrokropli),
- w strumieniu plazmy między targetem a podłożem,
- na podłożu, na którym zachodzi wzrost warstwy.

Ograniczenie obecności mikrokropli w wytwarzanych warstwach uzyskuje się dwoma sposobami [Kony97, Kour96, Kour97, Sand89, Kosz94, Beti94, Mier97-1, Gabr93, Boxm96]:

- technologiczny przez właściwy dobór warunków procedury wytwarzania,
- konstrukcyjny przez zastosowanie odpowiednich urządzeń separujących.

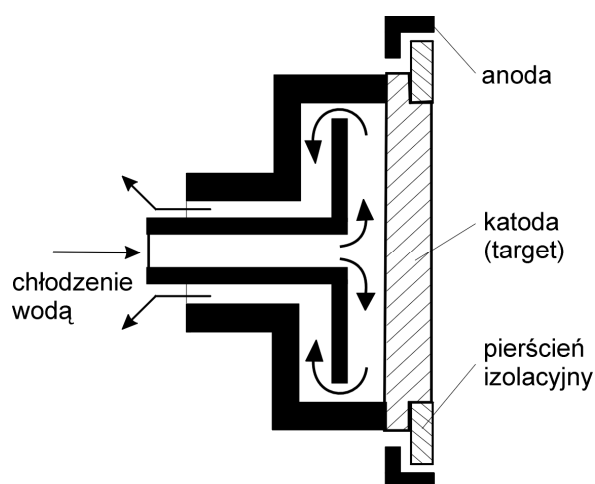
Emisja mikrokropli z płamki katodowej poprzez zmianę warunków technologicznych może być zredukowana poprzez [Gabr93, Kour96, Kour97, Mier97-1]:

- obniżenie temperatury powierzchni katody,
- użycie katody z czystego, dobrze odgazowanego materiału,
- wytworzenia na powierzchni katody substancji o wyższej temperaturze topnienia (np. TiN na powierzchni targetu Ti),
- poprzez modyfikację parametrów płamki katodowej, głównie poprzez podwyższenie prędkości płamki lub obniżenie prądu płamki katodowej.

Rozwiązania konstrukcyjne powodujące ograniczenie fazy mikrokropłowej w warstwie można podzielić na cztery podstawowe rodzaje [Boxm96, Sand89, Kour96, Kour97, Mier97-1, Kony97, Vysk92]:

- separacja mechaniczna,
- separacja elektrostatyczna,
- separacja magnetyczna,
- sposoby mieszane.

Za cenę uzyskania warstw wolnych od mikrokropli płaci się znacznym zmniejszeniem szybkości osadzania [Kony97], a co za tym idzie – zwiększeniem kosztów wytwarzania. Zaletą separatorów, przemawiającą za ich zastosowaniem, jest całkowita jonizacja materiału, z którego tworzy się warstwa, co umożliwi łatwe sterowanie jej właściwościami. Warstwy pozbawione fazy mikrokropłowej mogą również wpływać na przyrost trwałości pokrywanych narzędzi [Kony97].



Rys. 3.12. Schemat budowy źródła łukowego wg idei Mullairie'go [Rand88]

Aktualnie stosowane konstrukcje źródeł łukowych stosowanych w urządzeniach technologicznych oparte są głównie na dwóch rozwiązaniach opatentowanych na początku lat siedemdziesiątych przez Snapera i Sablewa oraz w 1984r. przez Mullairie'go [Mart87-2, Rand88, Mars01, Mier99]. Przykładowy schemat źródła łukowego wg Mullairie'go przedstawiono na rysunku 3.12 [Rand88]. W źródła zbudowane według tej idei wyposażone są urządzenia technologiczne do wytwarzania warstw węglazotków tytanu stosowane przy realizacji niniejszej pracy.

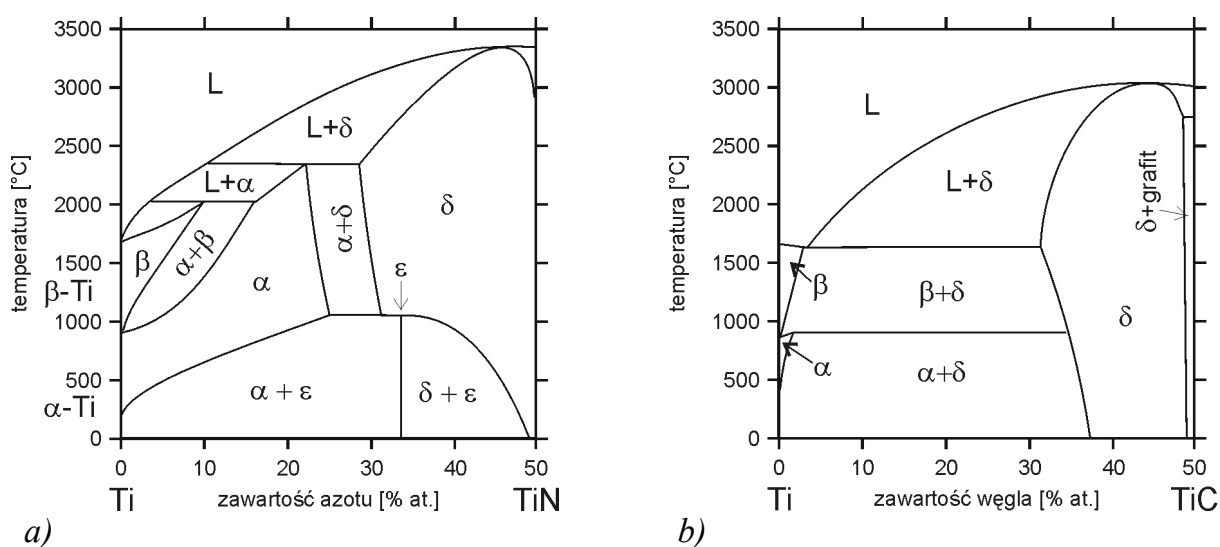
Podsumowując powyższą charakterystykę metody CAPD można stwierdzić, że występowanie atomów wielokrotnie zjonizowanych, wysoka energia kinetyczna jonów, możliwość czyszczenia jonowego podłoża oraz możliwość instalowania w jednym

urządzeniu katod z różnych materiałów, w połączeniu z możliwością odparowania w atmosferze gazów reaktywnych, czynią z odparowania łukowego metodę często stosowaną. Do zalet technologii CAPD należy zaliczyć dobrą jakość warstw w szerokim zakresie parametrów wytwarzania, wysokie szybkości osadzania metali, stopów i kompozytów przy dobrej jednorodności składu warstwy.

3.2. Skład chemiczny, struktura oraz właściwości twardych warstw TiC_xN_{1-x}

3.2.1. Skład chemiczny oraz struktura warstw TiC_xN_{1-x}

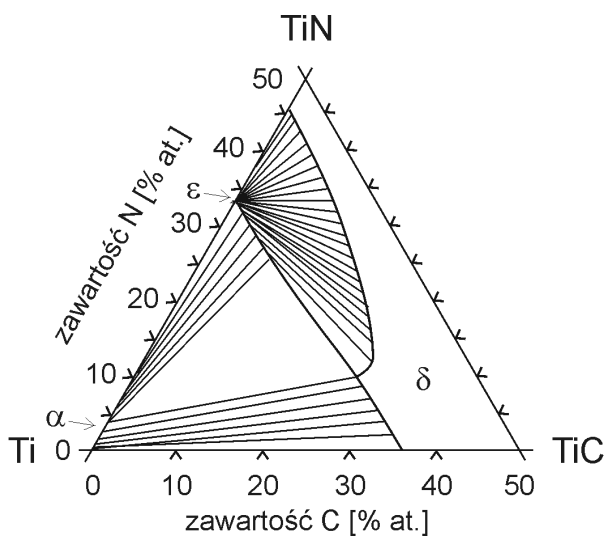
Układy równowagi faz Ti-N, Ti-C, oraz potrójny Ti-C-N, na podstawie własnych badań oraz danych literaturowych opracował i przedstawił Jonsson w pracach [Jons93, Jons92-1, Jons92-2]. W układzie Ti-N (rys.3.13a) występują cztery fazy stałe: α -Ti, β -Ti, ϵ -Ti₂N, δ -TiN_x. Faza α -Ti posiada sieć heksagonalną najgęstszego upakowania (A3), z największą rozpuszczalnością azotu w temperaturze powyżej 1049 °C. β -Ti jest wysokotemperaturową fazą występującą tylko powyżej 882 °C, o sieci regularnej przestrzennie centrowanej (A2). ϵ -Ti₂N jest powstałym w temperaturze 1059°C stechiometrycznym związkiem o sieci tetragonalnej (A5). Faza δ -TiN_x posiada strukturę typu NaCl. Układ Ti-C przedstawiony na rys.3.13b zawiera składniki: α -Ti, β -Ti, δ -TiC_x oraz grafit. Rozpuszczalność węgla w fazach α -Ti oraz β -Ti jest znacznie mniejsza niż azotu. Faza δ -TiC_x jest podobna do fazy δ -TiN_x, ale ze względu na brak stabilności fazy ϵ -Ti₂C w układzie Ti-C występuje ona w niskich temperaturach w znacznie szerszym zakresie.



Rys. 3.13. Układy równowagi fazowej: a) Ti-N [Jons93], b) Ti-C [Jons92-1]

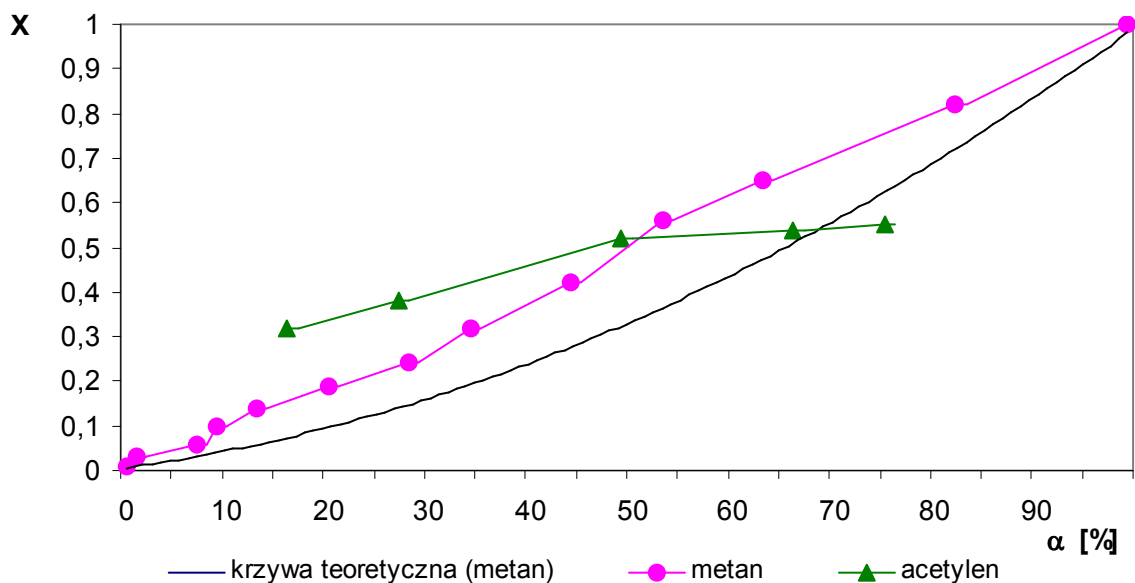
Potrójny układ Ti-C-N zawiera wszystkie fazy układów Ti-N i Ti-C, uwzględniając dodatkowo rozpuszczalność trzeciego składnika. Występują w nim analogicznie jak w poprzednich układach fazy: α -Ti, β -Ti, ϵ -Ti₂(C_xN_{1-x}), δ -Ti(C_xN_{1-x}). Na rysunku 3.14 przedstawiono izotermiczny przekrój układu Ti-C-N w temperaturze 500 °C. Wyniki pomiarów odległości międzypłaszczyznowej d_{111} warstwy TiC_xN_{x-1} [Knot93, Prec95, Prec96-1] wykazują jej stały wzrost wraz ze wzrostem procentowego udziału gazu zawierającego węgiel w czasie wytwarzania. Zależność ta jest przydatna przy

przeprowadzaniu analiz składu warstwy i wynosi według danych tablicowych ASTM dla TiN $d_{111}=2,44 \text{ \AA}$, dla TiC $d_{111}=2,51 \text{ \AA}$.



Rys. 3.14. Izotermiczny przekrój układu równowagi fazowej Ti-C-N, temperatura 500 °C [Jons92-2]

Na rys. 3.15 przedstawiona została zależność współczynnika x w warstwie $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, od składu stosowanej mieszaniny gazów podczas jej wytwarzania. Krzywa teoretyczna została wyznaczona dla czystej mieszaniny gazów zawierających C i N. Przy zastosowaniu metanu jako gazu węglonośnego, można przyjąć prostoliniowy przebieg zależności. Użycie acetyleny powoduje już jednak znacznie większe wahania, przez co proces staje się mniej stabilny i uzyskanie warstwy o oczekiwanym składzie jest utrudnione [Knot93, Karl99].



Rys. 3.15. Wpływ składu mieszaniny gazów reaktywnych na skład warstw (x) uzyskanych przy zastosowaniu metanu [Karl97] i acetyleny [Prec95]

W pracach [Karl97, Karl99] przedstawiono skład warstwy $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wytworzonej przy 36% udziale CH_4 , określony metodą GDOS (optyczna spektroskopia emisyjna w warunkach wyładowania jarzeniowego). W wierzchniej części warstwy ($\sim 0,2 \mu\text{m}$) wystąpiły zanieczyszczenia pochodzące z atmosfery (głównie tlenki), które zanikają na głębokości ok. $1 \mu\text{m}$. Średni skład warstwy na głębokości $0,2 \div 1 \mu\text{m}$ wyniósł: Ti 49,6% at.; C 15,6% at.; N 33,6% at.; O 1,2% at., co pomijając tlen i zakładając stechiometryczny związek możemy zapisać w postaci $\text{TiC}_{0,32}\text{N}_{0,68}$. Pojawiający się

w strefie przejściowej wolfram pochodzi od podłoża, a obecność jego w warstwie mogła być wynikiem rozpylania i dyfuzji z materiału podłoża w początkowej fazie wytwarzania warstwy.

Wyniki analizy, przeprowadzonej metodą SNMS (spektrometria masowa neutronów wtórnych) przedstawiono w pracy [Knot93]. Używano mieszaniny gazów $C_2H_2 - N_2$ z 20% udziałem azotu. Warstwa posiadała znacznie mniejszą strefę przejściową, w której występowały pierwiastki podłoża i nie stwierdzono w niej powierzchniowych zanieczyszczeń z atmosfery. Metoda SNMS umożliwiła dodatkowo stwierdzenie zawartości wodoru, którego ilość w całej warstwie i podłożu wynosiła niezmiennie 1 %.

Wyniki analiz składu chemicznego warstw metodą RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) dla tytanu, węgla i azotu oraz metodą NRA (Nuclear Reactions Analysis) dla wodoru przedstawiono w pracy [Prec95]. Ze wzrostem udziału C_2H_2 w mieszaninie gazów reaktywnych, poza oczywistymi zmianami zawartości węgla i azotu, zawartość tytanu zmalała z 55% at. do zaledwie 8% at. w warstwie TiC. Wraz ze wzrostem zawartości węgla wzrastała także zawartość wodoru pochodzącego z acetylenu.

Na podstawie mikroanalizy rentgenowskiej XTEM [Karl97, Karl99] warstw TiN, $TiC_{0,43}N_{0,57}$, TiC we wszystkich stwierdzono zwartą mikrostrukturę ziaren o budowie kolumnowej. Szerokość kolumn wahała się od 0,1 do 0,3 μm dla TiN i TiCN oraz 0,05÷0,1 μm dla warstwy TiC. Obserwowane w mikroskopie skaningowym przełomy warstw TiN oraz TiCN o małej zawartości węgla zamieszczone w pracy [Prec95] wykazały również budowę kolumnową. Jednak przy większych udziałach acetylenu w atmosferze roboczej, a szczególnie przy użyciu czystego acetylenu jako gazu reaktywnego, przełomy warstwy posiadają strukturę zwartą o charakterze szklistym, amorficznym [Prec95, Panc99-1].

Opisane w pracach [Karl97, Knot93, Prec95, Łuna96], warstwy wytworzone metodą CAPD, oprócz równomiernie rozłożonych kraterów zawierają wtrącenia mikrokropli. Udział mikrokropli w ogólnej objętości warstwy wzrastał od 1 % dla TiN do 4 % dla TiC. We wszystkich warstwach TiCN można było stwierdzić obecność podwarstwy TiN w strefie granicznej.

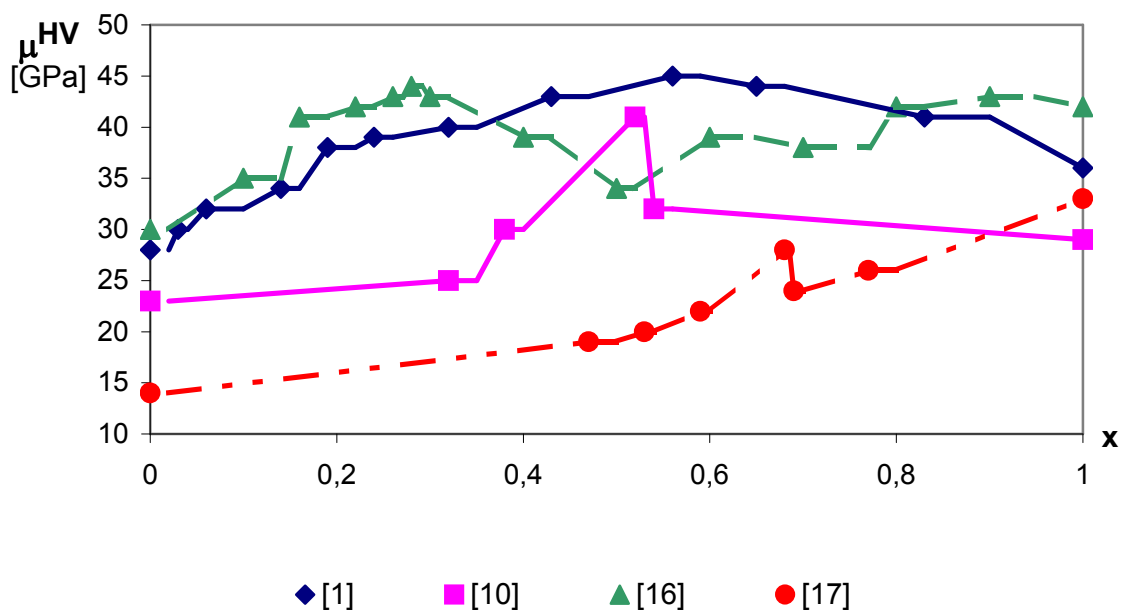
3.2.2. Mikrotwardość, adhezja i szybkość osadzania

Grubość warstwy jest podstawowym parametrem, od którego w znacznym stopniu zależą jej właściwości ochronne, dekoracyjne lub techniczne. Od właściwej grubości uzależniona jest porowatość, odporność korozyjna i mechaniczna warstw [Arra94, Subr93-3]. Dla różnych warstw grubość wpływa w różny sposób na właściwości użytkowe. Na przykład właściwości ochronne warstw rosną ze wzrostem ich grubości, podobnie jak odporność na zużycie i tarcie [Kupc93]. Odwrotny wpływ wywiera grubość na elastyczność, odporność na uderzenia, niekiedy na przyczepność. Grubość warstw badanych w pracach [Karl97, Knot93, Prec95, Łuna96, Taka96] wahała się od 1,5÷12 μm . Najczęściej jednak na narzędziach skrawających wytwarzane są warstwy o grubości 2÷3,5 μm .

Istotnym parametrem warunkującym czas wytwarzania jest szybkość osadzania warstwy. Jest ona uzależniona od składu mieszaniny gazów reaktywnych. W przypadku

użycia jako reaktywnego gazu węglonośnego acetyleny prędkość osadzania początkowo maleje wraz ze wzrostem udziału acetyleny, dalej zwiększając jego udział następuje gwałtowny wzrost [Knot93, Prec95].

Mikrotwardość warstw TiC_xN_{1-x} przedstawionych w pracach [Karl97, Knot93, Prec95, Panc99-1, Taka96, Dobr98, Rand88, Arra94] zmienia się w zależności od ich składu. Warstwy azotku tytanu wykazują mikrotwardość w zakresie 23-30 GPa, warstwy węgloazotków 26-46 GPa, a węgliku tytanu 29-36 GPa. Na rysunku 3.16 przedstawiono zestawienie, wg kilku autorów, wyników pomiarów mikrotwardości warstw węgloazotków tytanu w zależności od składu warstwy – współczynnik x .



Rys. 3.16. Mikrotwardość warstw TiC_xN_{1-x} według autorów prac 1-[Karl97], 10-[Prec95], 16-[Arra94, 17-[Guu97-1]

Pomiary adhezji warstw twardych przedstawiane w literaturze najczęściej wykonywane są metodą rysy. W pracy [Prec95] warstwy o małej zawartości węgla ($x < 0,35$) charakteryzują się stosunkowo niską adhezją około 50 N, natomiast warstwy o składzie dla $x > 0,5$ odznaczały się bardzo dobrą adhezją do podłoża, na poziomie 95 N.

Stosując tę samą metodę, autorzy pracy [Dobr98] otrzymali wartość siły krytycznej 50 N dla warstwy TiN oraz zaledwie 35 N dla warstwy $TiC_{0,5}N_{0,5}$. W czasie badań nie zaobserwowano łuszczenia się warstwy.

Siła krytyczna określona w pracy [Arra94] dla warstwy TiN była na poziomie 50 N, zaś dla TiC ~20 N. Adhezja warstwy TiC_xN_{1-x} o składzie dla $x < 0,6$ określona poprzez siłę krytyczną była w zakresie 30÷40 N. Najmniejszą wartość siły krytycznej 8 N wykazuje warstwa $TiC_{0,8}N_{0,2}$.

Znacznie wyższe wartości siły krytycznej, opisane w pracy [Knot93], uzyskano dla warstw o małej zawartości węgla, siła krytyczna dla warstwy TiN wynosi 90 N i maleje ze wzrostem zawartości węgla do 70 N przy składzie $x = 0,35$.

Porównując wyniki badań różnych autorów (np. rys.3.16) widać dużą rozbieżność, spowodowaną przede wszystkim różnymi parametrami wytwarzania. Duży wpływ na właściwości warstw (mikrotwardość, adhezję oraz właściwości tribologiczne), poza

składem mieszaniny gazów reaktywnych ma natężenie przepływu tych gazów [Knot93, Panc99-1], napięcie polaryzacji podłoża [Prec96-1, Vett90], oraz rodzaj użytego gazu węglonośnego [Knot93].

3.2.3. Właściwości tribologiczne

3.2.3.1. Wybrane zagadnienia tribologii

Tribologia jest to nauka o tarcia, zużyciu i smarowaniu. Pod pojęciem tarcia należy rozumieć zespół zjawisk fizyko-chemicznych, występujących w obszarze styku dwóch przemieszczających się względem siebie ciał, w wyniku czego powstają opory ruchu. Miarą tarcia jest opór równoważony wypadkową siłą styczną występującą podczas przemieszczania jednego ciała względem drugiego. Początkowo opory tarcia łączono z powierzchnią styku i jej chropowatością. Obecny rozwój nauki o tarcia pozwala stwierdzić, iż procesy tarcia obejmują nie tylko geometryczną powierzchnię styku, ale także warstwę wierzchnią stykających się ciał [Hebd80].

Powszechnie przyjmowaną miarą tarcia jest współczynnik tarcia μ , wyznaczony jako stosunek siły tarcia do siły normalnej. Tak sformułowane prawo tarcia zostało podane w 1699r. przez Amontonsa i przetrwało do czasów obecnych. Dalszy rozwój badań zjawisk tarcia pozwolił na sformułowanie wielu innych hipotez tarcia suchego ciał [Hebd80, Szcz97, Gier94, Sado99]:

- 1) mechaniczna (Amontsa, Coulomba, Bowdena),
- 2) molekularna (Tomlinsona, Dieriągina),
- 3) molekularno-mechaniczna (Kragielskiego),
- 4) termodynamiczna (Sadowskiego).

Hipotezy te (a nie prawa tarcia) nie wyczerpują jednak wszystkich możliwości opisu bardzo złożonych procesów fizyko-chemicznych występujących w warstwie wierzchniej stykających się ciał.

Jednym z najczęściej występujących rodzajów niszczenia roboczych powierzchni elementów maszyn jest zużycie cierne. Pod tym pojęciem rozumie się zmiany masy, mikrostruktury oraz właściwości warstwy wierzchniej współpracujących elementów (pary trącej) spowodowane oporami tarcia. Intensywność zużycia elementów pary trącej zależy od wielu czynników takich jak [Gier94, Hebd80, Szcz97]:

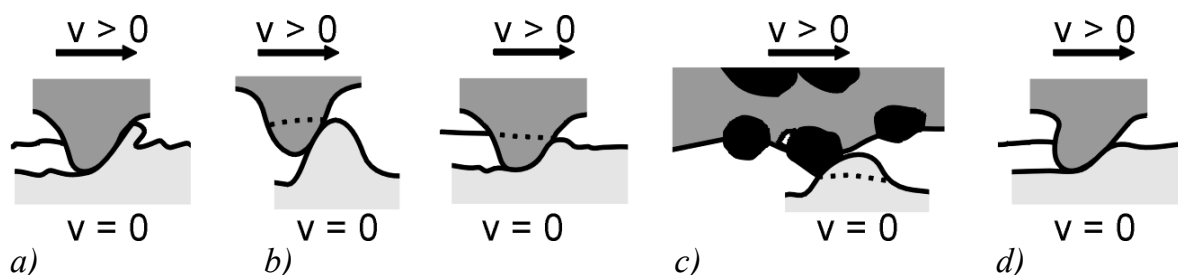
- właściwości mechaniczne pary trącej,
- geometria styku (styk liniowy, powierzchniowy),
- parametry tarcia (nacisk, prędkość poślizgu, temperatura),
- rodzaj tarcia (techniczne suche, mieszane, płynne, graniczne).

Występujące w technice postacie zużycia można podzielić następująco [Hebd80, Szcz97, Gier94]:

- a) ścierne,
- b) adhezyjne,
- c) przez utlenianie (zużycie cieplne),
- d) zmęczeniowe,
- e) chemiczne i elektrochemiczne (korozja).

Zużycie ścierne – jest to niszczenie warstwy wierzchniej współpracujących elementów w wyniku skrawającego, rysującego i ściskającego oddziaływania mikronierówności powierzchni, cząstek obcych, np. ścierniwa lub produktów zużycia,

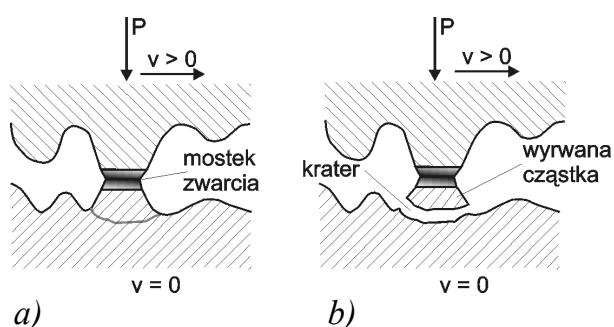
znajdujących się w strefie tarcia. Model ilustrujący elementarne procesy zużycia ściernego przedstawia rys. 3.17.



Rys. 3.17. Model dynamiczny elementarnych procesów zużywania: a) bruzdowanie, b) ścinanie nierówności, c) ścinanie nierówności występu ścierniwem, d) odształcenie plastyczne materiału [Hebd80, Gier94]

Zużycie ściernie objawia się dużym ubytkiem masy, oraz dużym uszkodzeniem powierzchni (występowanie rys i bruzd). Intensywność zużycia ściernego jest proporcjonalna do obciążenia normalnego i odwrotnie proporcjonalna do twardości. Twardość i małe wartości współczynnika tarcia są czynnikami, które decydująco wpływają na odporność materiału na ścieranie. Relacja ta nie zawsze jest słuszna, w przypadku niektórych materiałów inne właściwości fizyczne mogą również wpływać na tę zależność. Dla borków, tlenków i krzemków metali występuje zawsze zależność liniowa twardości i odporności na ścieranie. W przypadku węglików relacja ta nie znajduje potwierdzenia, co w znacznej mierze przypisuje się kruchości (zwłaszcza węglików metali przejściowych IV grupy), przejawiającej się minimalną plastycznością w warunkach mikroskrawania [Szc97, Hebd80, Wysi97].

Zużycie adhezyjne – zachodzi poprzez szepianie pierwszego i drugiego rodzaju, występuje głównie przy tarcii ślizgowym elementów maszyn, pracujących przy małych prędkościach względnych i dużych naciskach jednostkowych i jest spowodowane tworzeniem się, a następnie niszczeniem (ścianiem, rozrywaniem) powstałych połączeń adhezyjnych [Hebd80, Hira95, Gier94]. Intensywne zużycie adhezyjne występuje na ogół przy prędkościach do 0,2 m/s i naciskach nominalnych do 10 MPa. Wynikiem zużycia adhezyjnego są zwykle duże uszkodzenia w postaci wyrw i wykruszeń.



Rys. 3.18. Elementarne procesy zużycia adhezyjnego: a) szepianie adhezyjne, b) głębokie wyrwanie cząstki szepianej adhezyjnie [Hebd80]

Zdolność metali do szepiania zależy głównie od struktury elektronowej atomów, rodzaju sieci przestrzennej i makroskopowych cech plastycznych [Hebd80, Szc97]. Duże różnice tych cech przeważnie uniemożliwiają powstawanie szepień adhezyjnych. Tworzenie się warstw tlenkowych z wiązaniami o charakterze niemetalicznym zapobiega również tworzeniu się szepień adhezyjnych. Model elementarnych procesów zużycia adhezyjnego ilustruje rys. 3.18.

Główne sposoby przeciwdziałania zużyciu adhezyjnemu to:

- podwyższenie twardości elementów pary trącej (np. powierzchniowe hartowanie),
- dobór materiałów o małej skłonności do szepiania,
- nakładanie warstw niemetalicznych (np. twardych warstw ceramicznych),
- obróbka cieplno-chemiczna,
- stosowanie smarowania.

Zużyciem przez utlenianie nazywa się niszczenie warstwy wierzchniej elementów metalowych przy tarcia, na skutek oddzielania (ścierania) warstewek tlenków powstałych w wyniku adsorpcji tlenu w obszarach tarcia [Hebd80, Szcz97]. Zużycie przez utlenianie występuje przy tarcia ślizgowym i tocznym. Intensywność zużycia przez utlenianie jest znacznie mniejsza niż przy innych rodzajach zużycia, stąd też w technice dąży się do tego, aby wyeliminować inne rodzaje zużycia na rzecz zużycia utleniającego.

Zużycie zmęczeniowe jest rodzajem zużycia, w którym ubytki materiału są spowodowane zmęczeniem materiału w wyniku cyklicznego oddziaływania naprężeń kontaktowych w warstwach wierzchnich stykających się elementów.

Rozróżnia się dwa podstawowe rodzaje badań tribologicznych: badania laboratoryjne i badania eksploatacyjne [Hebd80, Gier94]. Do prowadzenia tribologicznych badań modelowych opracowano na świecie oraz w kraju bardzo dużą ilość testerów tarciovo-zużyciowych, przy czym tylko nieznaczna ich ilość jest objęta normami. Brak unifikacji w tym zakresie uniemożliwia bezpośrednie porównywanie wyników badań uzyskiwanych w różnych ośrodkach uzyskiwanych nawet na takich samych stanowiskach. Z powodu braku aktualnych krajowych norm na badania tarciovo-zużyciowe badacze korzystają często z norm zagranicznych. Liczącym się producentem urządzeń do badań tribologicznych (m.in. twardych warstw) na rynku światowym jest szwajcarska firma CSEM Instruments [Csem95], natomiast w kraju szeroki asortyment testerów do badań tribologicznych oferuje ITeE Radom [Szcz97].

Badania tribologiczne elementów pokrytych twardymi warstwami są szczególnym przypadkiem skojarzenia węzła tarcia. Na wyniki badań tribologicznych twardych warstw nanoszonych metodami PVD ma wpływ szereg czynników [Mich00-2, Szcz97, Jedy97]:

- podłoże (twardość, chropowatość),
- grubość warstwy,
- rodzaj ruchu (poślizg lub toczenie),
- warunki testu (rodzaj materiału przeciwpróbki, wilgotność powietrza, prędkość poślizgu, obciążenie, temperatura otoczenia, poziom drgań węzła tarcia).

Aby uzyskiwane wyniki badań tribologicznych były porównywalne, badania powinny być przeprowadzane w takich samych bądź zbliżonych warunkach. Potwierdzeniem tego mogą być chociażby wyniki badań współczynnika tarcia warstwy azotku tytanu względem stali uzyskane w różnych laboratoriach [Habi89, Szcz97, Mich00-1, Sant95] wahają się w zakresie od 0,1 do 1,2.

Według autorów pracy [Matt98] w strefie kontaktu pary trącej próbka pokryta warstwą – przeciwpróbka, mogą zachodzić następujące mechanizmy zużycia, zależne głównie od parametrów warstwy:

- makromechaniczne - zależne od twardości warstwy i podłoża, grubości warstwy, chropowatości powierzchni, wielkości i twardości produktów zużycia,

- mikromechaniczne – związane z chropowatością, tworzeniem się i propagacją pęknięć co w konsekwencji prowadzi do uszkodzenia warstwy; pozytywny wpływ na ograniczenie pęknięć daje stosownie pokryć wielowarstwowych [Holl95],
- tribologiczne – związane z wpływem otoczenia na węzeł tarcia w podwyższonej temperaturze, co może powodować modyfikację składu chemicznego,
- nanomechaniczne – związane z wpływem drgań atomów w sieci krystalicznej na tarcie (obserwacje prowadzone za pomocą mikroskopu sił atomowych),
- transfer materiału – zwiększone zużycie związane z transferem fragmentów materiału pomiędzy trącymi powierzchniami [Wata97].

Nie opracowano jeszcze wystarczających teoretycznych podstaw doboru materiałów warstw do konkretnych zastosowań technicznych. Dobór ten musi być realizowany eksperymentalnie, ponieważ nie istnieje ogólny ilościowy opis teoretyczny łączący parametry wytwarzania oraz właściwości warstw ze zjawiskami tarcia i zużycia. Autorzy prac [Szc97, Kozi95, Mich00-2, Czic87, Czic89, Suł99] w oparciu o badania porównawcze prowadzone w ramach programu VAMAS (Projekt Wersalski Materiałów Ulepszonych i Norm) oraz normy ASTM G 99-90 i DIN 50324 zaproponowali do badań współczynnika tarcia i zużycia twardych warstw tester wg metody kulka-tarcza (ball-on-disk). Dodatkowo dla uzyskiwania porównywalnych wyników badań tribologicznych cienkich twardych warstw, na testerze kulka-tarcza, sformułowane zostały odpowiednie wytyczne dla laboratoriów badawczych.

3.2.3.2. Właściwości tribologiczne warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$

Współczynnik tarcia dla najlepiej zbadanych i opisanych w literaturze warstw twardych TiC i TiN, w skojarzeniu ze stalą, wynosi 0,24-0,50, a współczynnik tarcia pary stal-stal 0,65-0,75 [Buns89]. Tak więc twarde warstwy mają współczynnik tarcia względem stali średnio około dwukrotnie mniejszy niż stal szybkoobrotowa w analogicznym skojarzeniu, co jest ważnym czynnikiem przemawiającym za zastosowaniem twardych warstw do pokrywania narzędzi i elementów maszyn. Współczynnik tarcia wyznaczany podczas badań zużycia twardych warstw osiąga znaczne wartości. Spowodowane to jest specyficznymi warunkami tarcia, gdzie dochodzi często do zacierania współpracujących elementów pary trącej.

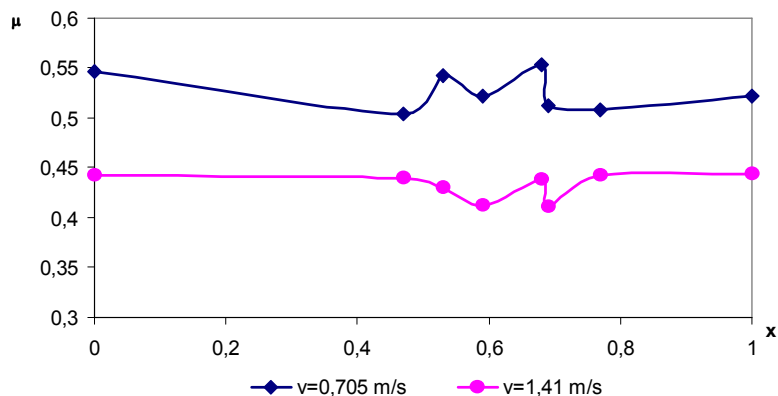
Według danych zawartych w pracy [Taka96] współczynnik tarcia warstwy $\text{TiC}_{0,6}\text{N}_{0,4}$ określony metodą ball-on-disk (kulka-tarcza) przy współpracy z kulką stalową wynosi $\mu = 0,6$. Znormalizowany względem drogi tarcia i obciążenia wskaźnik zużycia ściernego warstwy w tym teście wynosi $1,5 \times 10^{-7}$ mm/mN.

Autorzy pracy [Carb97] badali odporność na zużycie ściernie warstwy wieloskładnikowej Ti/TiN/TiCN, metodą ślizgacz-cylinder (slider-on-cylinder), przy obciążeniu 33 N i prędkości 0,3 m/s. Przy współpracy z ceramiczną przeciwpróbką współczynnik tarcia wynosi $\mu = 0,15$. Całkowite wytarcie warstwy o grubości 3 μm nastąpiło po około 8000 m drogi tarcia.

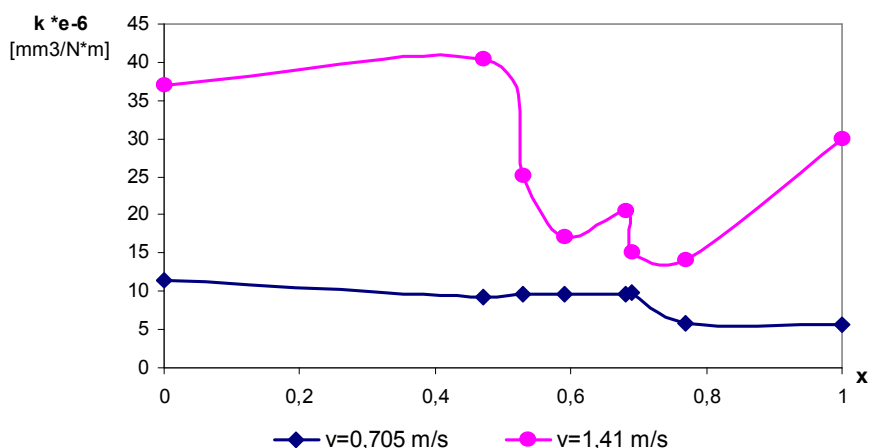
Autor [Wäns97] badał na urządzeniu ball-on-disk monowarstwę TiN oraz pokrycia wielowarstwowe m.in. typu TiN-TiCN-TiC wytwarzane metodą łukową względem stali. Przy teście z pojedynczym cyklem (mono-passage) uzyskał współczynnik tarcia $\mu \sim 0,18$ dla TiN-TiCN-TiC, oraz $\mu \sim 0,25$ dla TiN. W teście wielokrotnym (multi-passage) przy 3 różnych obciążeniach 2, 20, 60N współczynnik tarcia dla TiN wynosił $\mu = 0,52-0,63$, natomiast dla TiN-TiCN-TiC współczynnik tarcia

wynosił $\mu \sim 0,22-0,32$. Widoczna jest tendencja, że dla monowarstwy TiN współczynnik tarcia wzrasta wraz z obciążeniem, natomiast dla pokrycia wielowarstwowego TiN-TiCN-TiC tendencja jest odwrotna.

Właściwości tribologiczne warstw Ti(C,N), dla całego zakresu składu od TiC do TiN, wytworzonych metodą łukową, przedstawione zostały w pracach [Guu97-1, Guu97-2] - rys. 3.19. Autorzy posługując się testerem „thrust washer” - ASTM D 3702-78, dla wszystkich warstw otrzymali wartości współczynnika tarcia $\mu \sim 0,50-0,55$, przy prędkości 0,705 m/s, zaś przy 1,41 m/s 0,41-0,44. Najmniejsze opory tarcia przy małej prędkości wykazała warstwa $TiC_{0,47}N_{0,53}$, natomiast przy wyższej prędkości warstwa $TiC_{0,69}N_{0,31}$ - rys. 3.20.



Rys. 3.19. Współczynnik tarcia warstw TiC_xN_{1-x} w zależności od ich składu chemicznego [Guu97-2]



Rys. 3.20. Wskaźnik zużycia ściernego k warstw TiC_xN_{1-x} w zależności od ich składu chemicznego i prędkości poślizgu [Guu97-2]

Przeprowadzona charakterystyka badań tribologicznych [Guu97-1, Guu97-2, Buns89, Carb97, Wäns97], a w szczególności uzyskane wartości współczynnika tarcia i wskaźniki zużycia warstw węglazotków wskazują, że uzyskane wyniki różnią się znacznie. Spowodowane to jest stosowaniem przez badaczy różnych testerów, a nawet przy zastosowaniu urządzeń podobnej konstrukcji stosowano odmienne warunki testów (prędkość poślizgu, obciążenie, dystans) co utrudnia porównywanie prezentowanych, licznych wyników badań tribologicznych [Hogm94, Knot93, Derf99, Habi93, Habi89, Mich00-2, Panc99-1, Taka96, Vanc93, Vett90], przeprowadzonych głównie dla warstw TiN, TiCN oraz TiC, wytworzonych metodami PVD.

3.3. Narzędzia skrawające pokryte twardymi warstwami

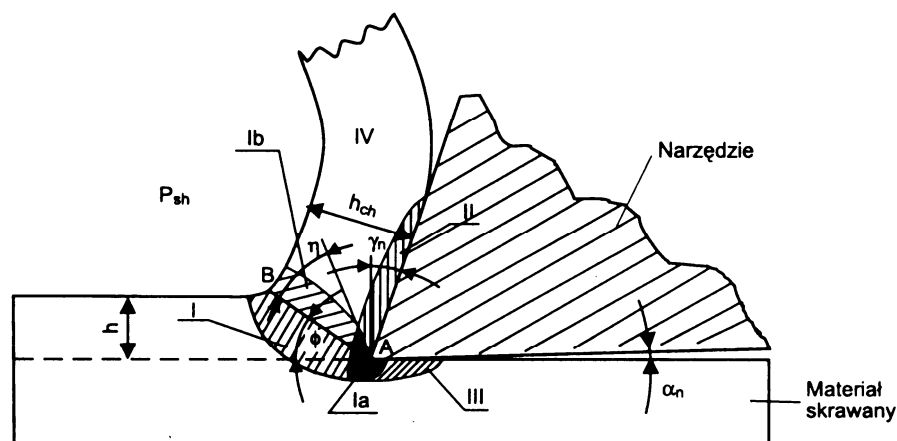
3.3.1. Modele oraz postacie zużycia narzędzi niepokrytych

Skrawanie odbywa się w tribomechanicznym systemie składającym się z trzech zasadniczych elementów: przedmiotu obrabianego, narzędzia skrawającego i otoczenia, które przez kontrolowane oddziaływanie środków technologicznych (stałych, ciekłych i gazowych) może zmieniać warunki styku [Dmoc83, Grze98]. Specyfika procesu skrawania na tle innych, klasyfikowanych w budowie maszyn systemów tribologicznych polega na [Grze98]:

- kontakcie prawie czystych chemicznie, a więc bardzo aktywnych powierzchni przedmiotu obrabianego i wióra z ostrzem narzędzia,
- koncentracji obciążenia w niewielkim obszarze,
- deformacji materiału na poziomie odkształceń granicznych i w wysokich temperaturach,
- tarcia z dużymi prędkościami poślizgu, co utrudnia dostęp cieczy obróbkowych w celu utworzenia się warstewek smarnych na ostrzu narzędzia,
- utracie początkowej stereometrii ostrza wskutek zużycia, co z kolei zmienia radykalnie warunki tarcia.

Model obszaru tworzenia się wióra w wyniku wcinania klinowo ukształtowanego ostrza narzędzia przedstawiono na rysunku 3.21 [Wysi97]. Obszar ten można podzielić na kilka stref:

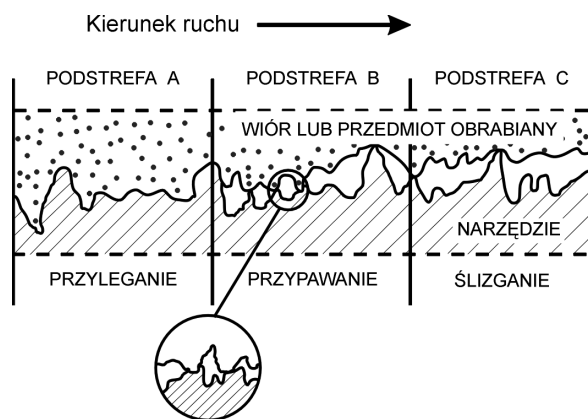
- I. strefa ścinania, zawierająca podstrefę Ia – zastoju lub stagnacji i podstrefę Ib – końcowej granicy odkształceń plastycznych (określa ją kąt zgniotu η),
- II. strefa spływu wióra po powierzchni natarcia,
- III. strefa oddziaływania powierzchni przyłożenia narzędzia i wnikania części strefy I w głąb materiału obrabianego,
- IV. strefa odkształconego materiału wióra po uprzednim jego przejściu przez strefy I i II.



Rys. 3.21. Model geometryczny strefy skrawania; h – grubość warstwy skrawanej, h_{ch} – grubość wióra, Φ – kąt ścinania, η – kąt zgniotu, γ_n – kąt natarcia, α_n – kąt przyłożenia, AB – umowna linia ścinania, P_{sh} – ślad umownej płaszczyzny ścinania [Wysi97]

Strefę II od strony powierzchni natarcia oraz strefę III od strony powierzchni przyłożenia można podzielić jeszcze na trzy podstrefy [Grze98, Wysi97] (rys. 3.22), a mianowicie:

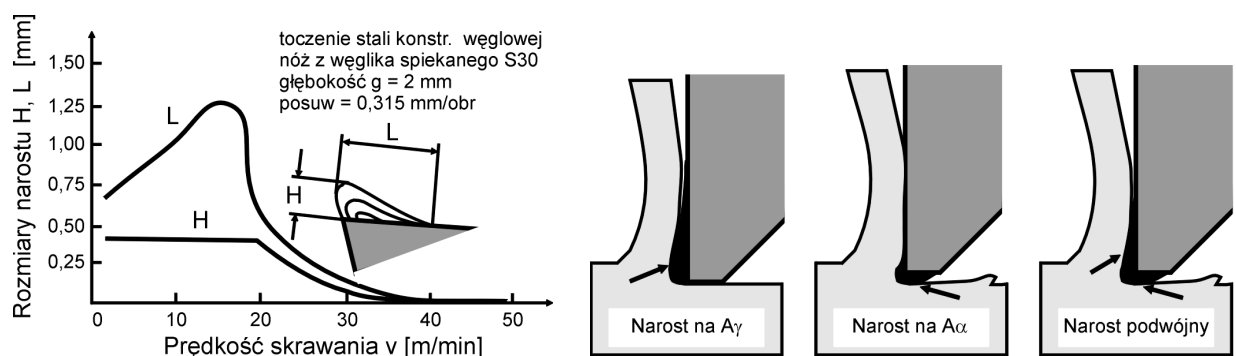
- podstrefa A, zwana strefą zastoju, gdzie para tribologiczna ostrze-materiał obrabiany osiąga pełny kontakt. Wskutek hamowania ruchu granicznych cząstek wióra powstaje efekt zatarcia. Charakterystycznymi zjawiskami tego podobszaru są adhezja i dyfuzja,
- podstrefa B o nadal silnym oddziaływaniu adhezyjnym. Pod działaniem wysokich temperatur i nacisków w obszarach kontaktu oddzielnych nierówności powstają złącza adhezyjne,
- podstrefa C, gdzie zachodzi czyste tarcie ślizgowe, tzn. oddziaływania elementów pary tribologicznej mają charakter sprężysty.



Rys. 3.22. Strefy kontaktu ostrze – materiał obrabiany [Grze98, Wysi97]

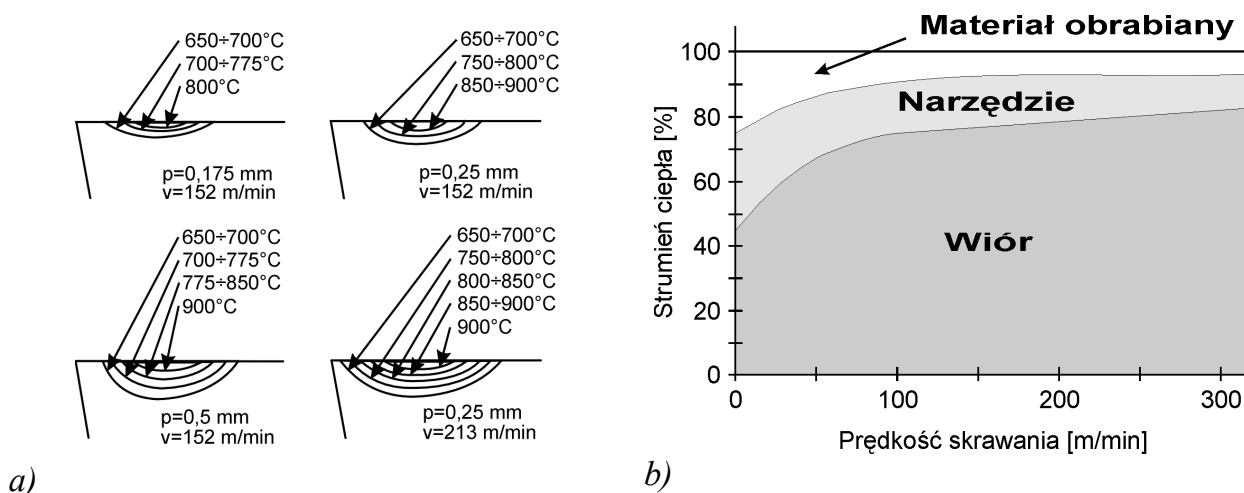
W strefie przylegającej do krawędzi skrawającej naprężenia styczne przekraczają granicę plastyczności na ścinanie materiału wióra, stąd możliwe jest wyłącznie wewnętrzne płynięcie materiału, którego skutkiem jest dodatkowe odkształcenie i umocnienie materiału. W strefie oddalonej od krawędzi skrawającej, przemieszczanie wióra występuje wskutek poślizgu zewnętrznego po powierzchni natarcia, co oznacza, że jest to klasyczne tarcie ślizgowe [Grze98, Wysi97].

W wyniku lokalnego szepiania podczas obróbki skrawaniem niektórych metali i stopów na powierzchni narzędzia może powstawać narost. Tworzenie się narostu ma charakter cykliczny, a częstotliwość jego wzrostu i zrywania zwiększa się wraz ze zwiększeniem prędkości skrawania (rys. 3.23a). Może on powstawać na powierzchni natarcia, przyłożenia lub równocześnie na obydwu powierzchniach narzędzia (rys. 3.23b). Narost ma charakterystyczną budowę włóknistą o twardości 2,5÷3 razy większej od twardości materiału obrabianego [Grze98, Dobr90, Wysi97, Dmoc83].



a) rozwój i zanik narostu w funkcji prędkości skrawania [Dmoc83],
b) przypadki usytuowania narostu na ostrzu skrawającym [Grze98]

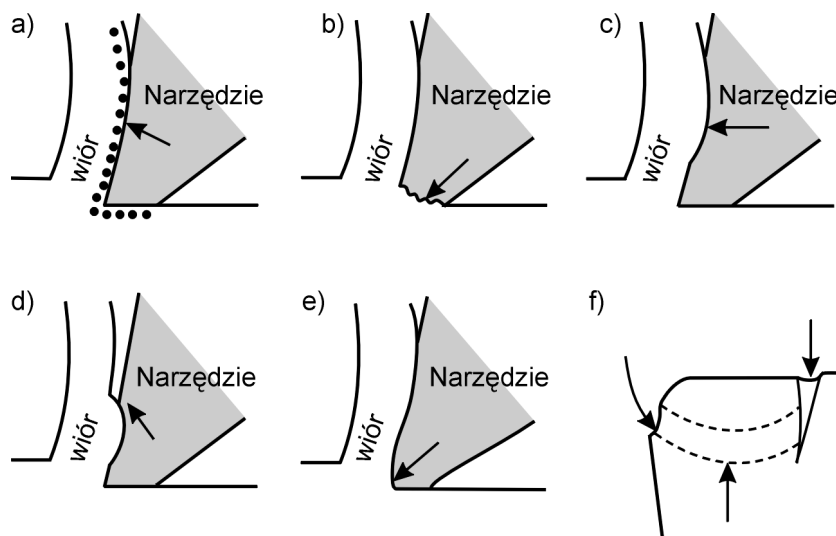
Przerywanie lokalnych spoin utworzonych w czasie skrawania wpływa na krótkotrwałe podwyższenie temperatury na powierzchni przyłożenia narzędzia i obrabianego metalu oraz na powierzchni natarcia narzędzia i wióra. Powoduje to tworzenie się pól temperaturowych na powierzchniach narzędzia (rys.3.24a) o wartościach zależnych od prędkości skrawania i posuwu [Dmoc83, Grze98, Dobr90]. Na rysunku 3.24b przedstawiono rozkład strumieni ciepła w czasie skrawania w zależności od prędkości skrawania [Grze98]. Rozkład strumieni ciepła zależy od materiału przedmiotu obrabianego. Przy skrawaniu żeliwa ok. 50%, a przy obróbce stali ok. 70% ciepła przechodzi do wióra natomiast do ostrza w obydwu przypadkach przechodzi ok. 2% całego strumienia ciepła.



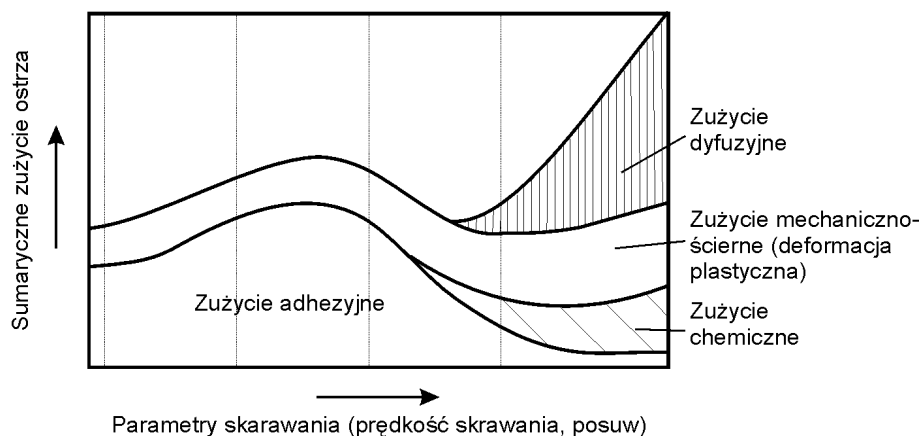
Rys. 3.24. a) pola temperaturowe w nożach tokarskich podczas obróbki stali niskowęglowej [Dobr90], b) rozkład strumieni ciepła w zależności od prędkości skrawania [Grze98]

Różne prędkości skrawania, wielkości posuwu i grubości warstwy skrawanej decydują o zróżnicowanym zużyciu narzędzi [Dobr90] co schematycznie przedstawiono na rys. 3.25. Przy małych prędkościach skrawania dominującymi mechanizmami zużycia narzędzi skrawających są: zużycie ściernie i adhezyjne. Ścieranie twardymi cząstkami występującymi w obrabianym materiale powoduje pojawienie się rowków i wyłobień na powierzchniach natarcia i przyłożenia narzędzia. W wyniku adhezyjnego mechanizmu fragment wióra adhezyjnie szczepia się z powierzchnią narzędzia i następnie odłamuje się wraz ze szczepionym z nim materiałem narzędzia, powodując ubytki narzędzia. W przypadku gdy temperatura skrawania przekracza ok. 550°C przeważające jest zużycie adhezyjne. Wielkość cząstek odrywających się zmniejsza się wraz z podwyższaniem temperatury. W wyniku wzajemnego przenikania atomów materiału ostrza do materiału skrawanego i odwrotnie, zwłaszcza w strefie styku metalicznego, występuje zużycie dyfuzyjne ostrza, bardzo gwałtowne w momencie zetknięcia obu materiałów i malejące z upływem czasu. W przypadku stosowania cieczy chłodziwo-smarujących materiał ostrza tworzy ponadto z otaczającym go ośrodkiem powierzchniowe związki chemiczne, słabo związane z podłożem i łatwo ulegające ścieraniu, co decyduje o zużyciu chemiczno-ściernym ostrza. Przy dużych prędkościach skrawania czynnikiem decydującym o zużyciu narzędzia jest jego odkształcenie plastyczne. Charakterystycznym przejawem zużycia jest wówczas zagłębienie na powierzchni natarcia na odcinku nagrzanym do najwyższej temperatury, utworzone w wyniku

powierzchniowego odkształcenia plastycznego narzędzia. W wyniku oddziaływań naprężeń normalnych krawędź skrawająca ulega odkształceniemu plastycznemu, co wpływa na zwiększenie sił skrawania i sprzyja przez to przyspieszeniu zużycia narzędzia. Lokalnie w miejscach, w których występuje przerywany lub ciągły poślizg, następuje pęknięcie i wykruszanie makrocząstek materiału narzędzia, w wyniku czego na powierzchni przyłożenia występują głębokie rowki prostopadłe do krawędzi skrawającej ostrza narzędzia.



Rys. 3.25. Schemat podstawowych mechanizmów zużycia narzędzi skrawających: a) ścierny, b) adhezyjny, c) dyfuzyjny, d) w wyniku powierzchniowego odkształcenia plastycznego, e) w wyniku odkształcenia plastycznego krawędzi skrawającej pod działaniem naprężeń normalnych, f) przez wykruszenie w wyniku poślizgu [Dobr90]



Rys. 3.26. Występowanie elementarnych procesów zużycia w funkcji temperatury (prędkości) skrawania [Grze98, Wysi97]

Interpretację graficzną o charakterze jakościowym warunków występowania podstawowych rodzajów zużycia w funkcji prędkości lub temperatury skrawania przedstawiono na rysunku 3.26 [Grze98, Wysi97]. Zużycie łączne nie jest jedynie sumą oddziaływania wymienionych postaci zużycia lecz jest również efektem ich interakcji. Nie wszystkie z tych postaci objawiają się jednocześnie. Dopiero przy znacznych

prędkościach skrawania (w wysokich temperaturach) można zaobserwować równoczesne występowanie wszystkich wymienionych postaci, a dominacja którejkolwiek z nich zależy głównie od warunków skrawania.

Rysunek 3.27 przedstawia przyczyny, postacie i objawy oraz strefy zużycia, występujące na ostrzach narzędzi skrawających [Kupc97, Wysi97].

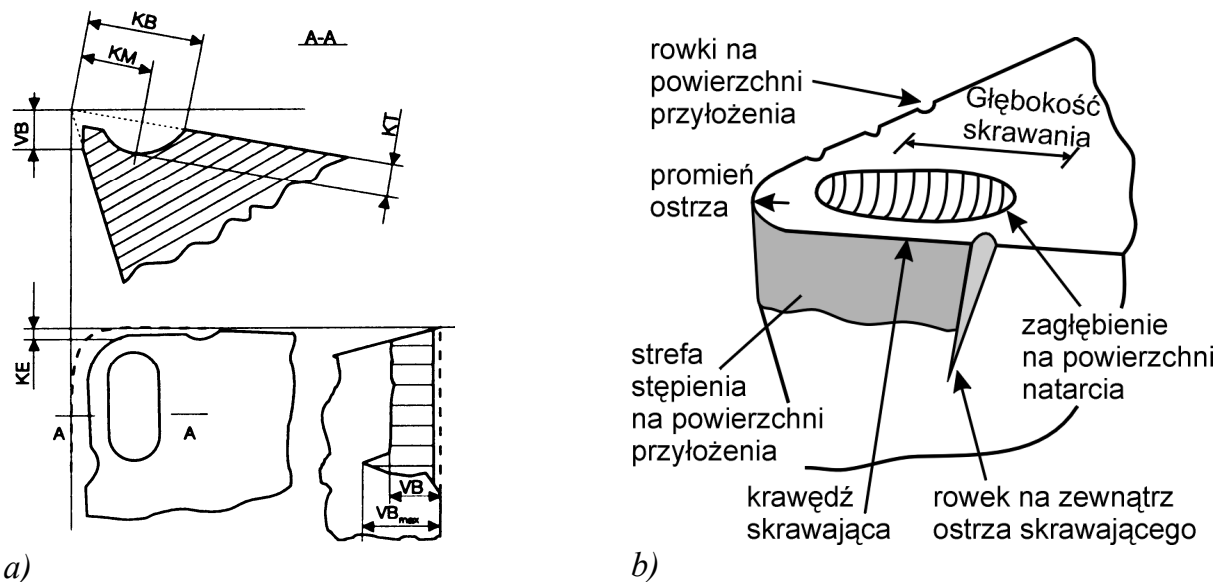


Rys. 3.27. Przyczyny, postacie i objawy zużycia ostrzy skrawających [Kupc97]

3.3.2. Kryteria stopienia oraz trwałość ostrza niepokrytego

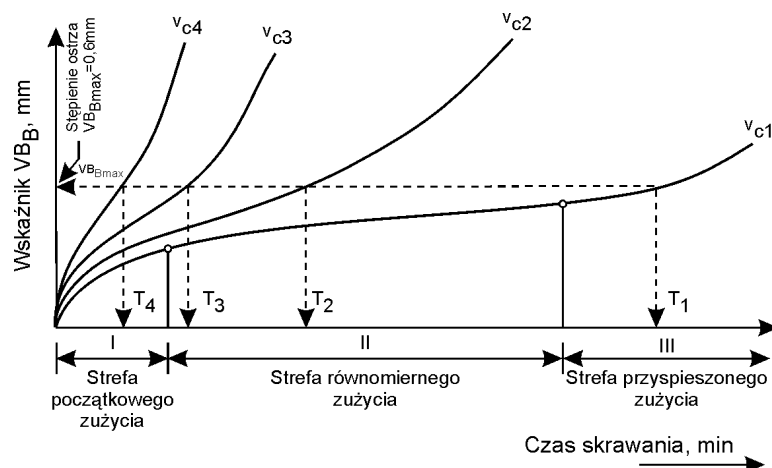
Wskutek postępujących zmian spowodowanych zużyciem ostrza w trakcie skrawania, uzyskuje ono określony stan nazywany stopieniem, w którym przyjmuje się umownie, że nastąpiła utrata właściwości skrawnych narzędzia. Bez przywrócenia tych właściwości (np. poprzez szlifowanie), skrawanie nie może być kontynuowane [Dmoc83]. Stopień stopienia ostrza jest oceniany za pomocą kryteriów stopienia, które można podzielić na [Dmoc83, Kacz71, Stor89]:

- kryteria geometryczne, do których należą takie wskaźniki jak np. skrócenie ostrza (KE), szerokość pasma zużycia ściernego na powierzchni przyłożenia (VB), głębokość rowka na powierzchni natarcia (KT) przedstawione na rys. 3.29a,b,
- technologiczne, których wskaźnikiem jest przyrost chropowatości powierzchni, zmiany wymiarów lub kształtu przedmiotu obrabianego,
- fizyczne, których wskaźnikiem jest określony przyrost sił skrawania, momentu, mocy skrawania lub temperatury,
- ekonomiczne, do których zalicza się wskaźniki stopienia w powiązaniu z kosztami eksploatacyjnymi narzędzia lub operacji, przy czym są one najczęściej ustalone w odniesieniu do narzędzi pracujących w warunkach produkcji wielkoseryjnej lub masowej.



Rys.3.29. Zużycie ostrza: a) wskaźniki zużycia ostrza wg PN-ISO 3685 oraz [Górs91, Dmoc83, Kacz71, Stor89], b) schemat objawów zużycia ostrza [Grze98, Dobr90, Lim93-1, Lim93-2, Stor89]

Trwałość ostrza narzędzia charakteryzuje się w sposób bezpośredni czasem skrawania lub pośredni liczbą wykonanych operacji, części bądź długości drogi skrawania do osiągnięcia stanu stępienia ostrza. Trwałość ostrza wyrażona czasem skrawania jest nazywana okresem trwałości ostrza [Dmoc83, Grze98]. Według zaleceń ISO trwałość ostrza należy określać z krzywej naturalnego zużycia Lorenza. Na rysunku 3.30 przedstawiono rodzinę krzywych zużycia o kształcie typowym dla zmian wskaźników VB_B i KT [Grze98, Bill86]. Trwałość ostrza jest określona punktem przecięcia danej krzywej zużycia z linią poziomą odpowiadającą przyjętej wartości granicznej wskaźnika stępienia.



Rys. 3.30. Typowe krzywe zużycia powierzchni przyłożenia dla różnych prędkości skrawania ($v_{c4} > v_{c3} > v_{c2} > v_{c1}$) [Grze98, Bill86]

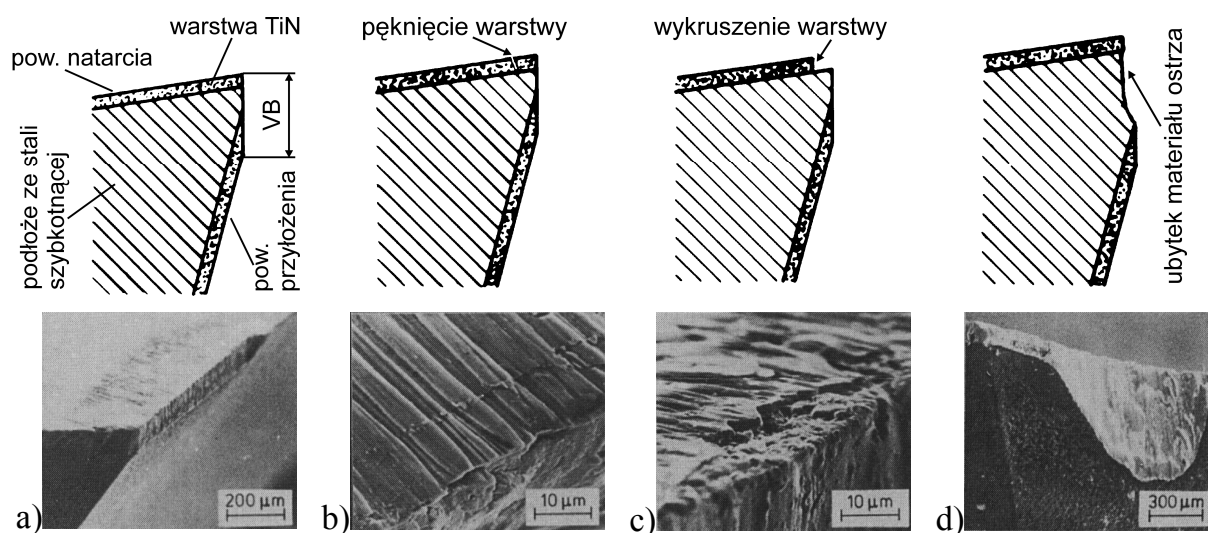
Stale szybko tnące stosowane są głównie na narzędzia wieloostrowe oraz inne narzędzia o złożonym kształcie. Do obróbki wiórowej przy wierceniu i nacinaniu gwintu stanowią one około 90% udziału stosowanych materiałów narzędziowych [Dobr90]. Zakresy dopuszczalnych zmian wskaźników zużycia w przypadku stali szybko tnącej wg [Grze98] są następujące: $VB_B = 0,2 \div 1,0$ mm, $VB_{max} = 0,35 \div 1,0$, $KT = 0,1 \div 0,3$ mm.

Górne wartości tych wskaźników odnoszą się do przypadków, gdy ostrzu można jeszcze przywrócić zdolności skrawne przez ostrzenie.

3.3.3. Postacie zużycia ostrzy narzędzi pokrytych twardymi warstwami

Opisane w poprzednich rozdziałach zagadnienia dotyczyły przyczyn, postaci i objawów zużycia ostrzy narzędzi skrawających głównie ze stali szybko tnącej bez wytworzonych twardych warstw. Zagadnienia związane ze zużyciem narzędzi niepokrytych są w literaturze szeroko opisane, natomiast odnośnie mechanizmu zużycia ostrzy pokrytych twardymi warstwami publikacje są znacznie mniej liczne.

Typowe objawy zużycia pokrytego azotkiem tytanu ostrza skrawającego zaobserwowane przez autora [Habi93] podczas frezowania przedstawiono na rysunku 3.31. W wyniku tribologicznych oddziaływań pomiędzy pokrytym narzędziem a materiałem obrabianym obserwuje się zużycie ostrza na powierzchni przyłożenia (rys. 3.31a), pęknięcia (rys. 3.31b) i wykruszenie warstwy na powierzchni natarcia (rys. 3.31c) oraz ubytek materiału na powierzchni przyłożenia (rys. 3.31d) np. w wyniku zużycia adhezyjnego.

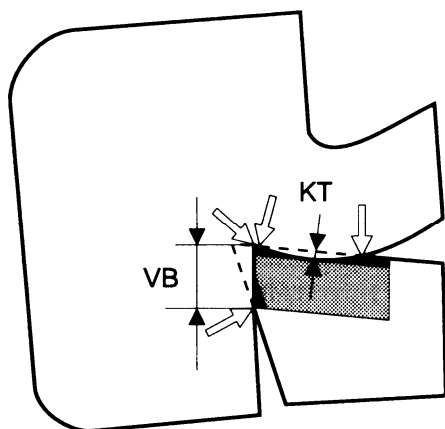


Rys.3.31. Schematy oraz obrazy zużycia ostrza narzędzia skrawającego pokrytego twardą warstwą TiN, zaobserwowane podczas frezowania [Habi93]

W pracy [Subr93-2] opisany jest mechanizm zużycia wiertel ze stali AISI M2 (wg PN SW7M) pokrytych warstwą TiN podczas obróbki stali AISI 1045 S (190HB). Na narożach i krawędziach już po pierwszym wykonanym otworze tworzyły się drobne nalepienia materiału obrabianego. Następnie usunięciu ulegała warstwa a w miejscach ubytków warstwy następowało wyokrąglenie naroży i krawędzi oraz tworzyły się narosty dużych rozmiarów. Zużycie pokrytych wiertel przebiegało w trzech fazach (typowy przebieg zużycia), z tym że faza II - równomiernego zużycia dla wiertel pokrytych warstwą TiN była dłuższa niż dla wiertel niepokrytych.

Narzędzia ze stali szybko tnącej pokryte twardą warstwą ulegają przede wszystkim odkształceniu plastycznemu w wyniku odpuszczenia spowodowanego wysoką temperaturą w strefie skrawania [Fens89]. Powoduje to powstawanie pęknięć a następnie złuszczeń warstwy w tej strefie.

Twarde warstwy nałożone na narzędziach skrawających podlegają tylko w pewnym stopniu typowemu zużyciu ściernemu [Kupc97, Wiec88]. Zużycie następuje przede wszystkim poprzez pękanie, kruszenie i odpadanie drobnych fragmentów warstwy na skutek zahaczania wióra o powstałe mikropęknięcia na powierzchni natarcia oraz przedmiotu obrabianego o powierzchnię przyłożenia ostrza. Rozdrobnienie warstwy może być związane z jej odpornością na inicjację i rozprzestrzenianie się pęknięć. Destrukcyjny wpływ powstałej szczeliny (pęknięcia) jest szczególnie groźny w materiałach kruchych z uwagi na znaczną prędkość jej propagacji. W materiałach plastycznych powstaje natomiast plastyczne płynięcie na końcach szczeliny, powodując umocnienie materiału i znaczne zmniejszenie prędkości jej propagacji. Według [Kupc97, Wiec88] nie ma prostej zależności wpływu kruchości warstwy na jej odporność na zużycie ściernie.



Rys. 3.32. Ograniczenie zużycia ostrza narzędzia przez fragmenty istniejącej jeszcze twardej warstwy [Wysi97]

Twarde warstwy nawet po ich częściowym przetarciu przejawiają jeszcze ochronne działanie i zużycie może przebiegać inaczej niż dla narzędzi niepokrytych [Wysi97, Kaca93]. Polega ono na przeciwdziałaniu ścierania powierzchni natarcia i przyłożenia przez fragmenty nie startej do końca warstwy. Miejsca te wskazują strzałki na rys. 3.32. Hamowanie zużycia następuje również wskutek dyfuzji składników twardej warstwy do podłoża, o czym świadczy zachowanie dobrych zdolności skrawanych narzędzi, nawet po pierwszym szlifowaniu [Wysi97, Legu95]. Dotyczy to narzędzi, które ostrzy się tylko ma jednej powierzchni natarcia lub przyłożenia.

3.3.4. Dokładność wykonania narzędzi przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami

Z badań doświadczalnych wiadomo, że przebiegi zużycia uzyskane w tych samych warunkach nie są powtarzalne, przez co okresy trwałości dla poszczególnych prób są różne [Grze98]. Jednym ze źródeł zmienności trwałości ostrza mogą być zmiany właściwości materiału ostrza, jego stereometrii i sposób przygotowania powierzchni. Zróżnicowanie dokładności wykonania narzędzi, nawet tylko w zakresie jednej klasy, ma istotny wpływ na rozkład obciążenia, a w efekcie na zużycie i trwałość ostrzy, dlatego autorzy prac [Kaca93, Czyż93, Czyż98-2] zaproponowali do oceny jakości wykonania narzędzi przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami syntetyczne wskaźniki jakości: multiplikatywny i addytywny.

Multiplikatywny wskaźnik jakości opisano zależnością:

$$W_{\text{multi}} = f_n(W_i, m_i) \times \prod_{i=1}^n (W_i)^{m_i} \quad (3.1)$$

gdzie: f_n jest funkcją normującą, zależną od cząstkowych wskaźników jakości W_i i wykładników m_i .

Funkcja normująca powoduje, że wskaźnik syntetyczny zawiera się w przedziale $\langle 0, 1 \rangle$. Wykładniki m_i dobiera się arbitralnie, uwzględniając dostępną wiedzę o wpływie określonych cech na proces obróbki. Multiplikatywny charakter wskaźnika powoduje, (w przypadku, gdy liczba wskaźników cząstkowych jest dość duża, a żaden z nich nie dominuje nad pozostałymi) że rozkład jego wartości jest zbliżony do rozkładu logarytmicznego. Multiplikatywny wskaźnik jakości jest najbardziej przydatny do oceny jakości narzędzi w przypadku, gdy niekorzystna wartość dowolnego ze wskaźników cząstkowych powinna dawać w wyniku znacznie obniżoną wartość wskaźnika syntetycznego wtedy, kiedy inne wskaźniki cząstkowe przyjmują wartości oceniane jako korzystne.

Addytywny wskaźnik jakości opisano zależnością:

$$W_{\text{add}} = f_n(W_i, a_i) \times \sum_{i=1}^n (a_i \times W_i) \quad (3.2)$$

gdzie: a_i są wagami, jakie przykładają się do poszczególnych wskaźników cząstkowych.

Wskaźnik addytywny przy spełnieniu opisanych powyżej warunków charakteryzuje się rozkładem zbliżonym do normalnego. Jest wskaźnikiem dobrze charakteryzującym jakość narzędzi opisywanych przez określenie wielu cech, których wpływ jest umiarkowanie zróżnicowany.

Ocenę jakości w zakresie danej klasy dokładności ze względu na wartość określonego parametru (cechy), charakteryzującego dokładność wykonania, można dokonać na podstawie następującego wskaźnika cząstkowego:

$$W_i = 1 - \frac{F_{\text{rzeczyw}}}{F_i} \quad (3.3)$$

gdzie: W_i – wskaźnik cząstkowy i -tej cechy,
 F_{rzeczyw} – rzeczywista (zmierzona) wartość cechy,
 F_i – wartość cechy dopuszczalna.

Gdy określone cechy ograniczone są górną i dolną wartością dopuszczalną, wskaźnik cząstkowy W_i tych cech był określić można następującym wzorem:

$$W_i = 1 - (\pm) \frac{(F_{g_i} - F_{\text{rzeczyw}})}{(F_{g_i} - F_{d_i})} \quad (3.4)$$

gdzie: F_{g_i} - górna wartość dopuszczalna,
 F_{d_i} - dolna wartość dopuszczalna,
 F_{rzeczyw} – rzeczywista (zmierzona) wartość cechy,

W zależności od tego, czy korzystne jest osiąganie przez cechę wartości górnej czy dolnej przyjmuje się odpowiednio znak „+” lub „-”. Konstrukcja wskaźnika cząstkowego powoduje, że jego wartość zawiera się w przedziale $\langle 0, 1 \rangle$ i rośnie ze wzrostem jakości wykonania narzędzia.

Osiągnięcie zamierzonego wzrostu trwałości narzędzi zależne jest nie tylko od prawidłowego doboru rodzaju warstwy i jej właściwości oraz materiału, z którym warstwa ma współpracować, ale również w znacznym stopniu od wstępnych operacji przygotowania, czyszczenia i aktywacji powierzchni podłoża przed naniesieniem

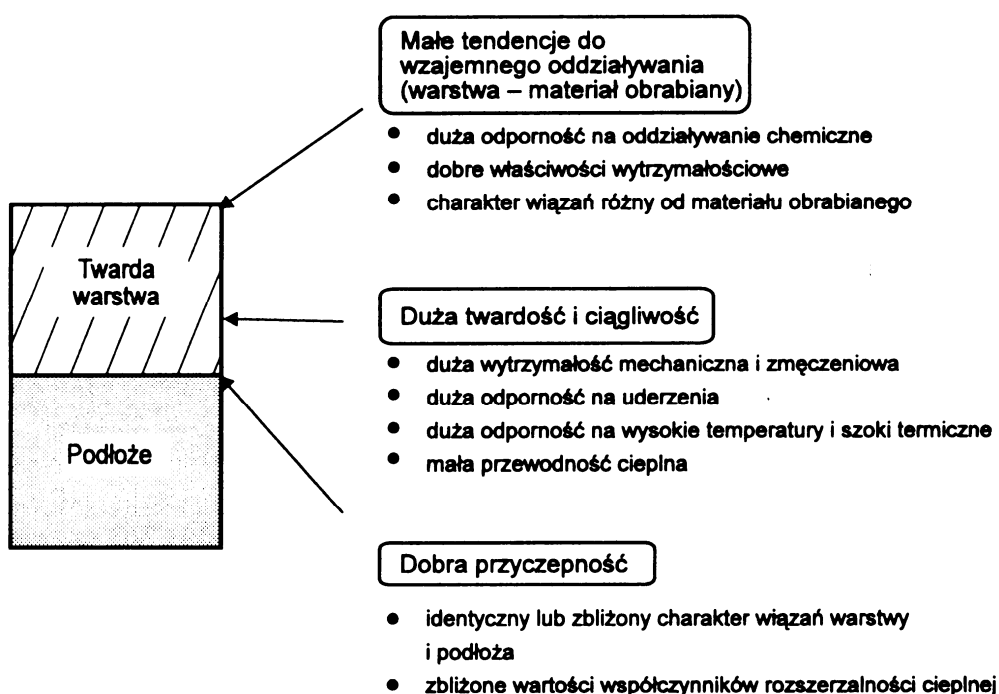
warstwy. Prawidłowo przygotowana powierzchnia gwarantuje uzyskanie odpowiedniej adhezji warstwy oraz odpowiednią jej jakość [Buja94, Prec91]:

- na powierzchni nie mogą występować produkty reakcji chemicznych (tlenki, siarczki, produkty korozji, itp.), ani resztki innych pokryć, środków polerskich i konserwujących,
- powierzchnia na którą наносzona jest warstwa, powinna być szlifowana lub polerowana,
- element powinien być rozmagnesowany,
- narzędzia nie powinny posiadać na krawędziach ostrzy zadziorów, przypaleń szlifierskich, pęknięć,
- materiał nie może być odpuszczony powierzchniowo i powinien mieć jednorodną strukturę.

Występowanie któregokolwiek z wymienionych czynników dyskwalifikuje narzędzie w tym sensie, że pokrycie go warstwami twardymi praktycznie w żadnym stopniu nie polepsza jego odporności na zużycie.

3.3.5. Wymagania odnośnie warstw stosowanych do pokrywania narzędzi skrawających

Cienkie twarde warstwy wytwarzane metodami PVD i CVD na ostrzach narzędzi powinny w istotny sposób polepszyć jego walory eksploatacyjne. Powinny one spełniać wiele wymagań w każdej strefie: na powierzchni, w przekroju warstwy oraz w dyfuzyjnej strefie przejściowej pomiędzy materiałem warstwy i podłoża. Na rysunku 3.33 przedstawiono schematycznie wymagania dla poszczególnych stref skojarzenia: twarda warstwa – podłoże [Holl90, Bura96, Walk96].



Rys. 3.33. Wymagania dotyczące materiałów stosowanych jako warstwy w skojarzeniu z określonym podłożem oraz warunki ich realizacji [Holl90]

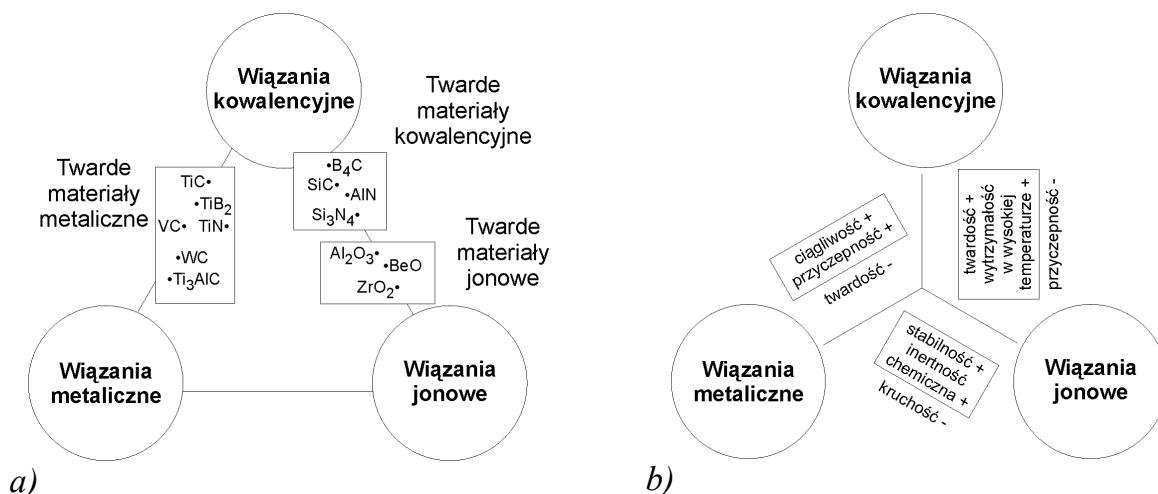
Powierzchnia warstwy, która jest narażona na bezpośredni kontakt z materiałem obrabianym, powinna charakteryzować się małą reaktywnością oraz możliwie niskim współczynnikiem tarcia [Holl90, Bura96].

Warstwa w przekroju powinna mieć dużą twardość, a jednocześnie dobrą ciągliwość aby zapewnić rozładowanie naprężeń własnych bez obawy jej uszkodzeń i pęknięć.

Dyfuzyjna strefa przejściowa pomiędzy materiałem podłoża a nałożoną warstwą powinna zapewniać dobrą adhezję [Kupc97, Walk96].

Twarde warstwy można podzielić przede wszystkim pod względem charakteru wiązania lub dominującego typu wiązania występującego w danej grupie co przedstawiono na schemacie – rys.3.34a [Holl90, Buns89, Bura95, Bura96].

Do grupy materiałów jonowych należą twarde tlenki Al, Zr, Be i inne. Materiały kowalencyjne to borki, węgliki, azotki Al, Si oraz diament. Twarde materiały metaliczne to borki, węgliki i azotki metali przejściowych. Właściwości twardych materiałów są zależne przede wszystkim od rodzaju wiązania. Każda z trzech grup materiałów charakteryzuje się zarówno korzystnymi, jak i niekorzystnymi właściwościami z punktu widzenia zastosowania ich jako warstwy na narzędziach skrawających. Ilustruje to schemat na rysunku 3.34b [Holl90].



Rys. 3.34. Klasyfikacja twardych materiałów: a) w zależności od charakteru wiązania, b) wpływ wiązania na właściwości [Holl90]

Materiały o wiązaniach kowalencyjnych, które nawet w wysokiej temperaturze zachowują wysoka twardość, charakteryzują się małą stabilnością i słabą przyczepnością.

Materiały o wiązaniach jonowych wykazują dużą stabilność i małą skłonność do wzajemnego oddziaływania. Posiadają jednak niższą twardość i przez to są mniej kruche. Zaleca się je stosować jako warstwy zewnętrzne, które kontaktują się bezpośrednio z materiałem obrabianym.

Twarde materiały o wiązaniach metalicznych są najbardziej uniwersalne. Charakteryzują się dobrą adhezją do podłoża stalowych i dobrą ciągliwością, chociaż jednocześnie odznaczają się dużą reaktywnością z materiałem współpracującym [Holl90]. Większość nietypowych właściwości materiałów spowodowana jest zdefektowaniem ich struktury. Związki te są niestechiometryczne, a ich skład zmienia się

w dużym zakresie. Węglik i azotki wykazują z reguły zdolność do całkowitej wzajemnej rozpuszczalności w stanie stałym, a właściwości powstałych związków osiągają wartości ekstremalne.

Na podstawie analizy właściwości twardych materiałów w poszczególnych grupach można stwierdzić, że żadna z nich nie zapewnia wszystkich wymagań stawianych warstwom nakładanym na narzędziach skrawających [Holl90]. Dlatego też w celu uzyskania optymalnych właściwości warstwy nakładanej na narzędziach skrawających oprócz warstw określanych jako proste (np. TiN, TiC, CrN) wytwarza się warstwy określane jako złożone. Rozróżnia się następujące warstwy złożone [Holl90, Bura96, Baum94]:

- wielowarstwowe – w skład ich wchodzi od kilku nawet do tysiąca pojedynczych warstw prostych, każda o grubości mierzonej w nanometrach, np.: TiC-TiB₂, TiN-TiB₂, TiC-TiN, TiN-Ti-AlN, NbN-TiN, TiC-VC, TiCN/VCN oraz TiN-TiC-DLC [Holl90, Smol98, Baum94, Dumk97, Brom96, Wend99],
- wieloskładnikowe – są to mieszaniny dwóch lub więcej rozdzielnych faz składników np. węglików i azotków metali przejściowych, np.: Ti(C,N) [Brom96, Carb97, Knot93, Guu97-1, Habi93, Habi89, Hogm94, Stoc98, Taka96, Smol95, Vett93, Gabr93]; (Ti,Al)N [Brom96, Gabr93, Hogm94, Habi93, Habi89, Spro93, Stoc98, Baum94] oraz (Ti,W)C, (TiZr)N, (TiCr)N, (TiHf)N [Musi93],
- wielofazowe – będące mieszaniną dwóch lub więcej rozdzielnych faz składników, np.: TiN-Ti₂N lub TiC-TiB₂,
- kompozytowe – są to warstwy metastabilne powstające podczas kondensacji atomów z fazy gazowej z dużymi szybkościami chłodzenia, jakie występują w metodach PVD, np.: SiC-TiC lub TiC-Al₂O₃ [Holl95],
- gradientowe – są to warstwy o gradiencie właściwości (np. twardość) i składu zmieniającym się w sposób ciągły. Strefa będąca przy podłożu stalowym posiada duży udział wiązań metalicznych dla zachowania dobrej adhezji, następnie homogenicznie przechodzi w strefę zewnętrzną warstwy o dużej stabilności i małej reaktywności. Przykładem warstw gradientowych są: TiC-Ti(C,N)-TiN, TiC-NbC-TaC, Ti-TiN lub TiC-Al₂O₃-TiN [Smol98, Vett93, Baum94].

We wszystkich warstwach złożonych wykorzystywane są głównie dwa mechanizmy optymalizacji struktury i właściwości, a mianowicie umocnienie roztworowe i tworzenie powierzchni międzyfazowych.

W tabeli 3.2 zestawiono najważniejsze właściwości warstw twardych wytwarzanych metodami PVD najczęściej stosowanych na narzędziach skrawających ze stali szybko tnących [Arra94, Brom96, Buns89, Bura95, Guu97-2, Habi93, Habi89, Kloc99, Knot93, Münz85, Spro93, Walk96, Prec95, Prec92-2, Panc99-1, Panc99-2 Wäns97, Wysi97]. Widoczny duży rozrzut wartości poszczególnych właściwości warstw wynika z różnic składu chemicznego, grubości oraz parametrów technologicznych ich wytwarzania.

Mniejszy współczynnik tarcia warstwy względem stali, prowadzący do mniejszej ilości ciepła wydzielanego w strefie kontaktu narzędzia z materiałem obrabianym i obniżenia temperatury ostrza narzędzia, oraz spełnianie przez warstwę roli bariery cieplnej powodują zmniejszenie sił występujących przy obróbce, poprawiają warunki pracy narzędzia i powodują wzrost jego trwałości w stosunku do narzędzi bez warstwy [Lugs96-2]. Dzięki rozwojowi technologii wytwarzania twardych i supertwardych warstw praktycznie zlikwidowane zostały ostatnie bariery w obróbce wiórowej, takie jak:

dokładne kształtowanie zahartowanych stali i żeliw (tzw. obróbka na twardo), obróbka materiałów trudnoskrawalnych, a w szczególności kompozytów o osnowie metalowej [Berg94], superstopów na bazie niklu i kobaltu i materiałów kosmicznych oraz obróbka na sucho z zastosowaniem warstw TiAlN+WC/C lub TiN+WC/C [Derf01, Lugs96-2] i z dużymi prędkościami skrawania - tzw. skrawanie ekologiczne [Csel95, Kloc99, Grze98].

Tabela 3.2. Właściwości warstw twardych najczęściej stosowanych do pokrywania narzędzi skrawających ze stali szybkoobrotowej

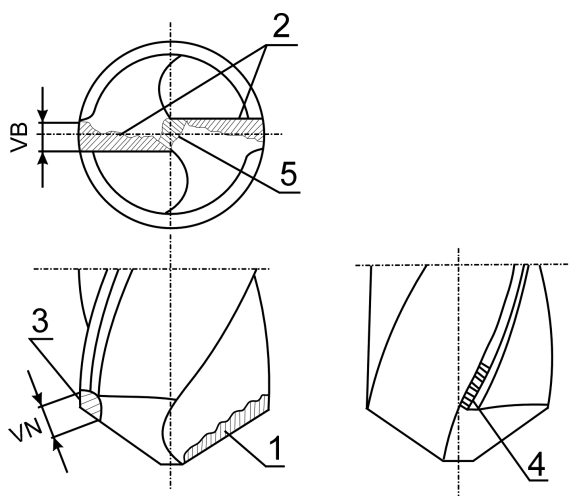
Właściwości	Rodzaj warstwy				
	TiN	Ti(CN)	TiC	(TiAl)N	CrN
Mikrotwardość [GPa] w temperaturze 20°C	20-25	28-45	20-40	25-35	18-25
Mikrotwardość w temperaturze ok. 1000°C [GPa]	5	8	-	12	-
Temperatura początku utleniania [°C]	500	450	350	800	700
Maksymalna temperatura pracy [°C]	600	450	400	800	750
Współczynnik rozszerzalności cieplnej [$10^{-6}K^{-1}$]	9,35-10,1	9,4	7,61-8,6	6-8	12
Przewodność cieplna [$Wm^{-1}K^{-1}$]	30	43	17-35	22	25
Współczynnik tarcia suchego względem stali	0,3-0,9	0,25-0,5	0,15-0,4	0,3-0,6	0,4-0,9

3.3.6. Zużycie i trwałość pokrywanych narzędzi skrawających w szczególności wiertel i gwintowników

W zależności od warunków skrawania objawy zużycia wiertel krętych podczas wiercenia w materiale pełnym wg autora [Dmoc83] mogą występować na powierzchniach natarcia i przyłożenia, narożach, łysinkach prowadzących, a także na poprzecznej krawędzi skrawającej rys. 3.35.

Podczas wiercenia materiałów plastycznych o niezbyt korzystnych własnościach wytrzymałościowych dominuje zużycie powierzchni przyłożenia, w czasie wiercenia materiałów kruchych (brąz, żeliwo) – zużycie naroży, a materiałów o wysokiej wytrzymałości – zużycie łysinek prowadzących. Zużycie poprzecznej krawędzi skrawającej (ścina) może występować niekiedy przy nieprawidłowej obróbce cieplnej wiertel ze stali szybkoobrotowej [Dmoc83]. Przypadek silnego stopienia na narożach tak, że

widoczne są wtopione małe wióry na powierzchni przyłożenia zaobserwowano w czasie wiercenia żeliwa szarego o średniej twardości [Kacz71].



Rys. 3.35. Zużycie wiertła krętego: 1 – na powierzchni natarcia, 2 – na powierzchni przyłożenia, 3 – w narożach, 4 – na łysinkach prowadzących, 5 – na krawędzi poprzecznej (ścinie) [Dmoc83]

Przyczyną różnorodnego przebiegu ścierania się ostrza może być niejednorodność materiału ostrza oraz przede wszystkim kształt ostrza, który jest wynikiem ostrzenia. Przy prawidłowym zaostreniu wiertła oraz przy odpowiednim doborze warunków skrawania za normalny objaw zużycia się wiertła można przyjąć [Kacz71]:

- przy wierceniu stali – ścieranie się powierzchni przyłożenia wzdłuż krawędzi skrawającej, przy czym starcie to zwiększa się ku obwodowi (zmniejszający się kąt klina ostrza, większe prędkości skrawania i przez to wyższa temperatura),
- przy wierceniu żeliwa – intensywne ścieranie się naroży wraz z łysinkami lub tylko naroży.

Najczęściej spotykanymi wskaźnikami stopnia wiertel krętych są wielkości stopnia na głównej powierzchni przyłożenia (VB) oraz zużycie naroży (VN), dla których na podstawie [Dmoc83] wartości podano w tabeli 3.3. Mniejsze wartości wskaźników stopnia odpowiadają mniejszym średnicom wiertel.

Tabela 3.3. Wartości wskaźników stopnia wiertel krętych [Dmoc83]

Wskaźniki		Odmiana wiercenia	Materiał wiercony	Materiał ostrza
VB	VN			
0,4÷1,0	-	pełne, wtórne	stale (z chłodzeniem)	stale stopowe, stal szybko tnąca
-	0,5÷1,2	pełne, wtórne	żeliwo (na sucho)	stale stopowe, stal szybko tnąca
0,4÷1,2	-	wtórne stali i żeliw, pełne żeliw	stal, żeliwo	węgliki spiekane

Ze względu na różnorodną morfologię zużycia ostrza, którą uzyskuje się przy wierceniu różnych materiałów i różnymi wiertłami, ustalenie jakiegokolwiek stałego bardzo ograniczonego zbioru wskaźników reprezentujących zużycie ostrza byłoby zbyt dużym uproszczeniem, stosowanym niestety dotychczas. Poszukiwanie rozwiązania

problemu na tej drodze może być mało efektywne. Zarówno wskaźniki zużycia jak i kryteria ilościowe zużycia muszą mieć charakter indywidualny (materiał obrabiany, geometria i materiał ostrza) gdyż brak jest naukowych przesłanek do ich uogólniania. Proces skrawania, a w ślad za tym zużywanie się ostrza ma zbyt zróżnicowany charakter.

Jakość gwintowników wyraża się zbiorem cech technicznych, użytkowych, estetycznych i ekonomicznych, które decydują o stopniu ich przydatności w konkretnych warunkach użytkowania. Przy tak dużej liczbie wskaźników jakości wytypować należy podstawowe, decydujące o wykonaniu poprawnego gwintu, przy najniższych kosztach wytwarzania. Sprawdzenie jakości gwintowników według tych wskaźników możliwe jest tylko podczas ich pracy, dlatego też próby eksploatacyjne są podstawą do oceny jakości gwintowników.

Badanie trwałości gwintowników przeprowadza się przez określenie ilości nagwintowanych otworów do chwili wystąpienia określonych wartości wskaźników stopienia. Jako wskaźniki zużycia przyjmuje się następujące wielkości [Prec91]:

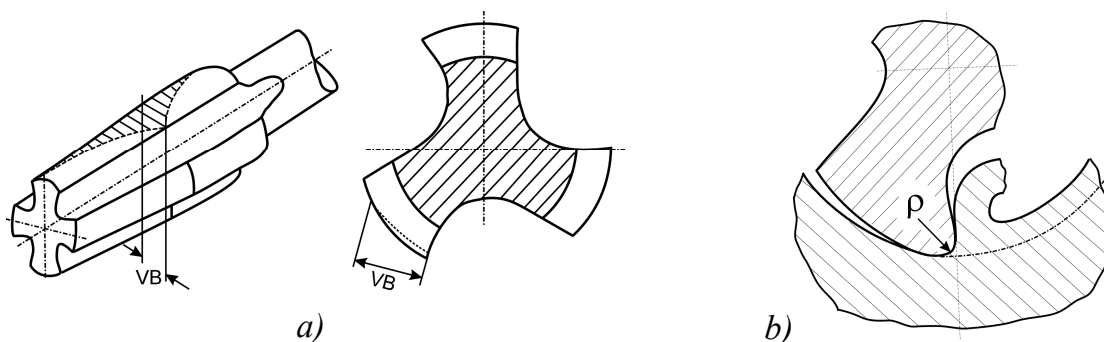
- a) dokładność profilu naciętego gwintu,
- b) chropowatość naciętego gwintu,
- c) starcie powierzchni przyłożenia ostrza skrawającego (VB),
- d) zatarcia lub narosty na ostrzach skrawających,
- e) wykruszenie ostrzy,
- f) wzrost momentu gwintowania do wartości odpowiadającej gwintownikowi stopionemu.

W trakcie gwintowania stali niskowęglowej autorzy [Kody82, Legu95] zaobserwowali że zużywanie adhezyjne dominuje nad innymi procesami zużywania i przebiega w trzech fazach:

- 1) zmatowienie bocznych powierzchni przyłożenia w okolicach wierzchołkowej powierzchni przyłożenia,
- 2) nalepianie się niewielkich, niedostrzegalnych nieuzbrojonym okiem cząstek materiału obrabianego na zmatowionych obszarach,
- 3) rozrastanie się nalepionych cząstek, dalsze nawarstwianie się materiału obrabianego aż do utworzenia nalepienia dostrzegalnego bez trudu nieuzbrojonym okiem.

Adhezyjne zużywanie gwintowników nie jest zjawiskiem sporadycznym, lecz w sposób ciągły i systematyczny towarzyszy gwintowaniu otworów gwintownikami [Kody82].

Typowe objawy zużycia na powierzchni przyłożenia oraz zaokrąglenie krawędzi skrawającej występujące dla gwintowników przedstawiono na rysunkach 3.36.



Rys. 3.36. Ocena stopienia gwintownika przez: a) pomiar liniowego starcia na powierzchni przyłożenia (wskaźnik VB), b) zaokrąglenie krawędzi skrawającej gwintownika [Dmoc83, Biał73]

W przypadku gdy wskaźnikiem stopienia gwintownika jest zużycie powierzchni przyłożenia VB, zalecane wartości tego wskaźnika, uzależnione są przeważnie od średnicy gwintownika (d) i materiału obrabianego. W przypadku gwintowników maszynowych ze stali szybko tnących podczas gwintowania stali przyjmuje się wskaźnik $VB = 0,125d$, a podczas gwintowania w żeliwie $VB = 0,07d$ [Górs91].

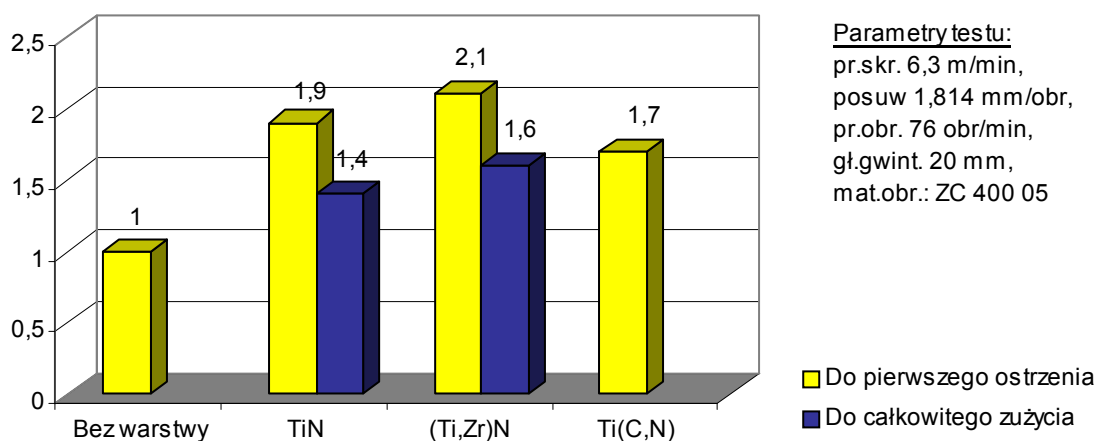
Obszerne wyniki badań narzędzi pokrytych warstwą TiN i TiCN przy różnych rodzajach obróbki (wiercenie, gwintowanie, toczenie, frezowanie, wykrawanie, wyciskanie, formowanie na zimno i operacjach mieszanych) zamieszczono w pracy [Berg90]. Przykładowo wiertła $\varnothing 6,5$ mm pokryte TiCN, podczas obróbki stali 42CrMo4, wykazują około 2-krotny przyrost trwałości względem pokrytych TiN. Gwintowniki M8 podczas obróbki stopu odlewniczego aluminium wykazują około 10-krotny przyrost trwałości po pokryciu warstwą TiCN, pokryte TiN ok. 3-krotny przyrost trwałości względem niepokrytych. Podobnie efekty uzyskano dla gwintowników M10 przy obróbce żeliwa szarego GG20. We wszystkich pozostałych rodzajach obróbki najlepsze efekty przyrostu trwałości uzyskano również dla narzędzi pokrytych TiCN. Korzystne oddziaływanie warstwy TiCN wynikać może z niskiego współczynnika tarcia, natomiast ograniczeniem zastosowania warstwy TiCN niższa stabilność termiczna w porównaniu do TiN [Berg90].

W pracach [Smol93, Smol95] warstwy TiN oraz Ti(C,N) wytworzono metodą łukową na wiertłach $\varnothing 10$ ze stali szybko tnącej SW7M. Obrabiano stal 45 (32 HRC). Badania prowadzono w warunkach przyspieszonego zużycia, bez chłodzenia. Przy prędkości obrotowej 900 obr/min i posuwie 0,1 mm/obr, obydwie warstwy przyczyniły się do ok. 13-krotnego wzrostu trwałości wiertel. Przy prędkości obrotowej 1250 obr/min uzyskano wzrost trwałości narzędzi z warstwą TiN ok. 34-krotny, a dla pokrytych warstwą Ti(C,N) 45-krotny względem niepokrytych. Dla większego posuwu 1,25 mm/obr i prędkości obrotowej 900 obr/min uzyskano 63-krotny wzrost trwałości wiertel pokrytych warstwą TiN i 47-krotny warstwą Ti(C,N). Autorzy [Walk94] podczas wiercenia stali wiertłami pokrytymi warstwą Ti(C,N) i TiC/Ti(C,N)/TiN stwierdzili, że występuje obniżenie o 15% momentu skrawania i o 20-40% wartości siły osiowej w stosunku do wiertel niepokrytych. Mniejsze opory skrawania mają swoje odzwierciedlenie w trwałości narzędzi, co jest szczególnie istotne w przypadku narzędzi o skomplikowanych kształtach, drogich w wykonaniu, jak np. przeciągacze, narzędzia do obróbki gwintów i uzębień.

Uzyskany przez [Smol95, Walk96, Walk94] wzrost trwałości gwintowników pokrytych warstwami o różnym składzie chemicznym przedstawiono na rys. 3.37. Najkorzystniejsze rezultaty uzyskano poprzez pokrycie gwintowników warstwą (Ti,Zr)N. Podobny rezultat uzyskano dla warstwy Ti(C,N) na frezogwintownikach. Natomiast po zastosowaniu tej warstwy na rozwiertakach i nożach tokarskich trwałość ich wzrosła czterokrotnie, zaś w przypadku narzędzi do obróbki plastycznej nastąpił trzykrotny przyrost ich trwałości [Smol95].

W pracy [Smol95] przeprowadzono badania wstępne, eksploatacyjne w warunkach laboratoryjnych, a następnie w warunkach przemysłowych warstw ZrN, CrN, (Ti,Zr)N, (Ti,Cr)N oraz Ti(C,N) wytworzonych metodą łukową na wiertłach i gwintownikach. Narzędzia bez warstwy oraz pokryte zastosowano do obróbki stopów aluminium (siluminów AK52, AK132). Zauważono ciekawą zależność, że powierzchnia otworów uzyskanych w wyniku wiercenia wiertłami pokrytymi wykazuje tendencję do

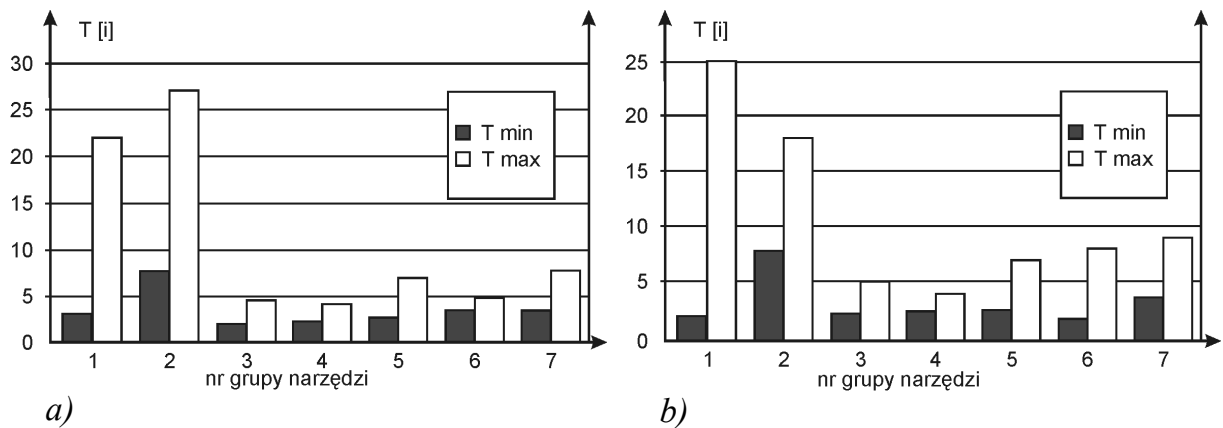
zmniejszenia chropowatości w funkcji ilości wywierconych otworów, zjawisko to nasila się wraz ze wzrostem prędkości skrawania. W przypadku wiercenia otworów narzędziami niepokrytymi występuje zjawisko odwrotne. Najmniejszą chropowatość powierzchni otworów uzyskano dla wiertel pokrytych powłoką Ti(C,N) otrzymaną w atmosferze gazów reaktywnych o składzie $C_2H_2/N_2 = 25\%/75\%$. Zauważono również, że gwintowniki pokryte warstwą ZrN, która w badaniach wstępnych spowodowała dużą chropowatość nacinanego gwintu, na etapie badań w warunkach przemysłowych wykazały 2,5-krotny wzrost trwałości. Natomiast dla gwintowników pokrytych warstwą Ti(C,N) uzyskano ponad 3-krotny wzrost trwałości.



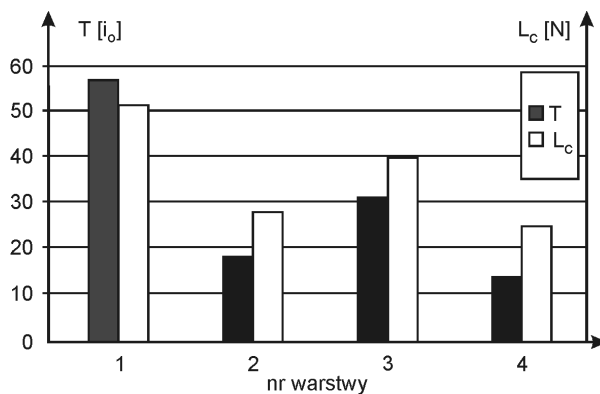
Rys. 3.37. Średni wzrost trwałości gwintowników wykonanych ze stali szybko tnącej pokrytych warstwami przeciwwżyciowymi [Smol95, Walk96, Walk94]

Autor [Kupc97] przeprowadził liczne badania trwałościowe narzędzi ze stali szybko tnących pokrytych warstwami TiN, TiCN, ZrN i (TiZr)N, TiN+iC. Dla każdego typu narzędzi zanotowano wzrost trwałości wyrażony najmniejszą i największą krotnością okresu trwałości (T) w stosunku do narzędzi niepokrytych. Przykładowe wykresy zaczerpnięte z pracy [Kupc97] przedstawiono na rysunku 3.38. Widoczne jest, że największe przyrosty trwałości zanotowano dla pokrytych wiertel i gwintowników niezależnie od dominującego typu zużycia (adhezyjnego lub ściernego). Jednocześnie dla wszystkich narzędzi widoczne jest duże zróżnicowanie przyrostu trwałości, co autor tłumaczy warunkami w poszczególnych metodach obróbki.

Na rysunku 3.39, na podstawie pracy [Kupc97] zamieszczono zestawienie wyników badań siły krytycznej L_c i średnich trwałości pokrytych wiertel, wyznaczonych liczbą wykonanych otworów w specjalnej stali dla kolejnictwa (90PA). Najlepszą korelację trwałości pokrytych narzędzi z wartościami siły krytycznej charakteryzującej adhezję zastosowanych warstw autor uzyskiwał przy najmniejszych prędkościach skrawania tj. dla najniższej temperatury skrawania. Pomiar adhezji warstw metodą rysy uwzględnia w znacznym stopniu charakter obciążenia ostrza w czasie skrawania. Utracie przyczepności warstwy towarzyszą w metodzie rysy duże naciski jednostkowe i tarcie (punktowe lub liniowe w zależności od plastyczności materiału podłoża), wywołujące naprężenia ścinające w warstwie przejściowej. Działanie węgelnika na system warstwa-podłoże narzędziowe jest podobne do oddziaływania wióra na powierzchnię natarcia oraz przedmiotu obrabianego na powierzchnię przyłożenia.



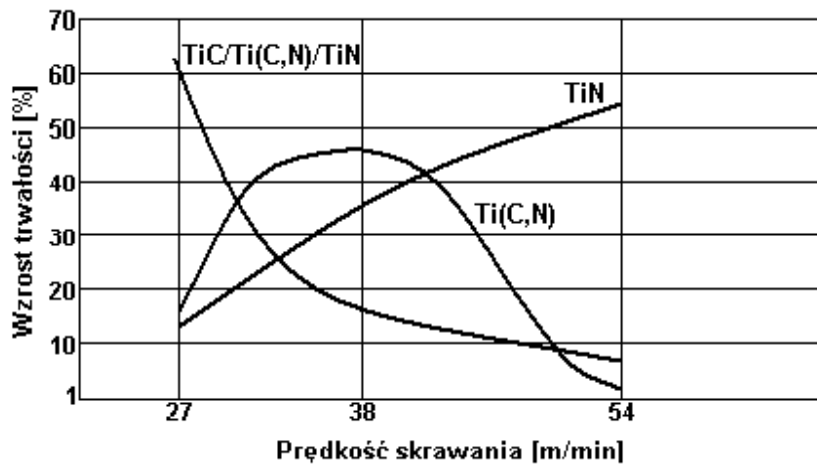
Rys. 3.38. Efekty wynikające z zastosowania twardych warstw na ostrzach narzędzi ze stali szybko tnących (1-wiertła kręte, 2-gwintowniki, 3-dłutaki modułowe, 4-noże tokarskie, 5-frezy krążkowe, 6-frezy palcowe, 7-rozwiertaki) mierzone krotnością minimalnej i maksymalnej średniej trwałości w warunkach dominacji zużycia: a) adhezyjnego; b) ściernego [Kupc97]



Rys. 3.39. Wyniki badań trwałości T wiertel z wytworzonymi warstwami twardymi (1- $TiN_{0,98}$, 2- $TiCN$, 3- $TiN_{0,85}$, 4- $TiN+iC$) oraz siły krytycznej L_c określającej adhezję tych warstw [Kupc97]

Zamieszczone w pracy [Kupc97] pomiary mikrotwardości warstw monoazotków Ti i Zr, otrzymywanych metodą łukową, wskazują na zgodność twardości tych związków określoną w temperaturze pokojowej z wynikami trwałości pokrytych twardymi warstwami ostrzy podczas skrawania metali. Autor [Kupc97] potwierdził na podstawie badań eksploatacyjnych narzędzi skrawających, że im większa twardość warstw tym wyższa jest ich odporność na zużycie ściernie. Regule tej nie podlegają jedynie węgliki metali przejściowych ze względu na znaczną kruchość i niższe temperatury utleniania.

Zależność zmian trwałości od prędkości skrawania dla warstw związków tytanu podczas wiercenia przedstawiono na rys. 3.40 [Walk94]. Wiertła pokryte warstwą $Ti(C,N)$ wykazują największą trwałość w przedziale średnich prędkości skrawania. Przy wysokich prędkościach skrawania wiertła pokrywane TiN wykazują wyższą trwałość niż pokryte $Ti(C,N)$ i $TiC/Ti(C,N)/TiN$. Takie rezultaty testów eksploatacyjnych tłumaczyć należy właściwościami warstwy $Ti(C,N)$ tzn. większą twardością i odpornością na ścieranie w stosunku do TiN gdy dominuje zużycie ściernie. Przy zwiększonej prędkości skrawania wydziela się większa ilość ciepła i następuje intensywniejsze utlenianie warstwy $Ti(CN)$ i TiC co potwierdzają dane z tabeli 3.2 oraz przebiegi intensywności utleniania twardych warstw w zależności od temperatury na rys. 3.41.

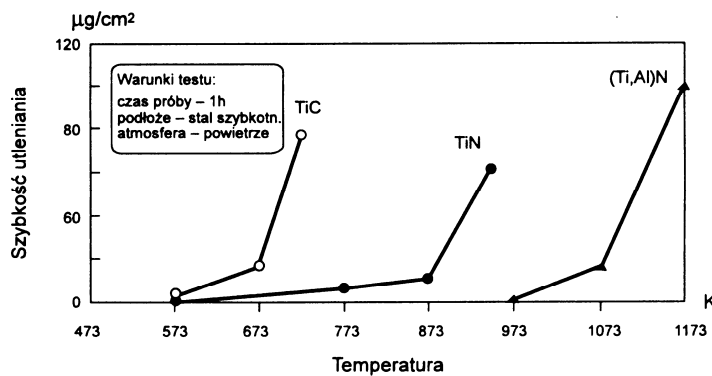
Parametry testu

posuw 0,1 mm/obr,

materiał obrabiany:
stal 45 ulepszona
cieplnie (32 HRC),

bez płynu obróbkowego

Rys.3.40. Trwałość wiertel pokrytych różnymi rodzajami warstw w zależności od prędkości skrawania [Walk94]



Rys. 3.41. Wpływ temperatury na szybkość utleniania twardych warstw [Münz85]

Wzrost intensywności obróbki prowadzi do wzrostu temperatury ostrza, intensywniejszego utleniania mało odpornej warstwy oraz odpuszczania podłoża, a w konsekwencji zużycia narzędzia.

Na podstawie danych materiałowych oraz modeli teoretycznych autorzy pracy [Arma00] przewidują, że po pokryciu wiertel warstwą TiN lub TiCN, przy obróbce stali i żeliwa możliwe jest obniżenie wartości siły oporu, momentu obrotowego i poboru mocy.

Analizując cytowane przykłady wzrostu trwałości pokrytych wiertel i gwintowników [Berg90, Gabr93, Zhan93-1, Zhan93-2, Smol93, Smol95, Walk96, Walk94, Legu95, Kupc97, Subr93-1] należy pamiętać, że trwałość tych narzędzi często wyznaczana była w warunkach przyspieszonego zużycia (przy wyższej prędkości skrawania i posuwie).

Podsumowując można stwierdzić, że badania procesu skrawania opisane w literaturze wskazują na występowanie ważnych efektów, przemawiających za stosowaniem twardych warstw do pokrywania narzędzi skrawających, a mianowicie:

- Zmiany rozkładu i intensywności strumieni cieplnych, generowanych w obszarach odkształceń plastycznych i tarcia. Wzrasta procentowy udział ciepła unoszonego przez wiór, zmniejszają się natomiast strumienie ciepłe wnikaące do ostrza i materiału obrabianego, co w efekcie powoduje obniżenie temperatury w strefie kontaktu i wzrost trwałości ostrza.

- Hamowanie dyfuzji w strefie odkształcenia plastycznego, a w szczególności zabezpieczenie przed rozpuszczaniem się materiału narzędzia w materiale obrabianym.
- Przeciwdziałanie w tworzeniu się intensywnego narostu lub powodowanie jego zaniku. W warunkach niestabilnego narostu szczególną rolę odgrywa duża kruchość twardych warstw.
- Zmiany warunków tarcia prowadzących do zawężenia strefy pierwotnych odkształceń plastycznych, zmniejszenia długości styku plastycznego i całkowitej długości kontaktu pomiędzy powierzchnią natarcia i wiórem.
- Wywoływanie efektu bimetalicznego w styku wiór ostrze, prowadzącego do kontrolowanego zwijania i łamania wióra. Warstwa spełnia funkcję bariery cieplnej, przez co powstają duże gradienty temperatury w strefie tworzenia wióra.
- Zmiana charakteru obciążenia ostrza. O ile maksymalne wartości naprężeń stycznych w strefie styku maleją, to wartość naprężeń normalnych zależy od charakteru zmian siły normalnej i pola powierzchni styku. Gdy warstwa zmniejsza długość styku intensywniej niż obciążenie normalne, wtedy skutkiem jest widoczny wzrost naprężeń w pobliżu krawędzi skrawającej.

Powyższa analiza ukazuje złożony charakter oddziaływań twardej warstwy w procesie skrawania oraz możliwość wpływania na właściwości tribologiczne pokrytych narzędzi poprzez odpowiedni dobór rodzaju i składu chemicznego warstwy przez optymalizację parametrów procesu nakładania warstw. Dla każdego rodzaju narzędzia oraz każdego rodzaju warstwy istnieje optymalna intensywność obróbki skrawaniem (prędkość skrawania, głębokość, posuw), zwykle większa niż intensywność obróbki narzędziem niepokrytym, różna dla różnych narzędzi z identycznymi warstwami i różna dla takich samych narzędzi z różnymi warstwami.

4. Zakres oraz tezy pracy

W realizacji niniejszej pracy ustalono następujący zakres badań:

- ustalenie parametrów technologicznych nakładania warstw węglazotku tytanu TiC_xN_{1-x} na próbkach ze stali szybko tnącej SW7M metodą katodowego odparowania łukowego przy zmianach składu atmosfery gazów reaktywnych,
- określenie struktury, składu oraz właściwości tribologicznych otrzymanych warstw węglazotków tytanu TiC_xN_{1-x} na próbkach testowych w warunkach laboratoryjnych,
- opracowanie technologii nakładania warstw węglazotków tytanu o zróżnicowanych właściwościach tribologicznych na narzędziach skrawających,
- przeprowadzenie badań eksploatacyjnych pokrytych narzędzi (gwintowników i wiertel) oraz określenie wpływu zastosowanej warstwy na postacie zużycia oraz trwałość pokrytych narzędzi.

Tezy pracy:

Możliwe jest poprzez zmianę parametrów technologicznych, a w szczególności zmianę składu atmosfery gazów reaktywnych uzyskanie warstw węglazotków tytanu TiC_xN_{1-x} na podłożach ze stali szybko tnącej metodą katodowego odparowania łukowego o znacznie różniących się właściwościach tribologicznych.

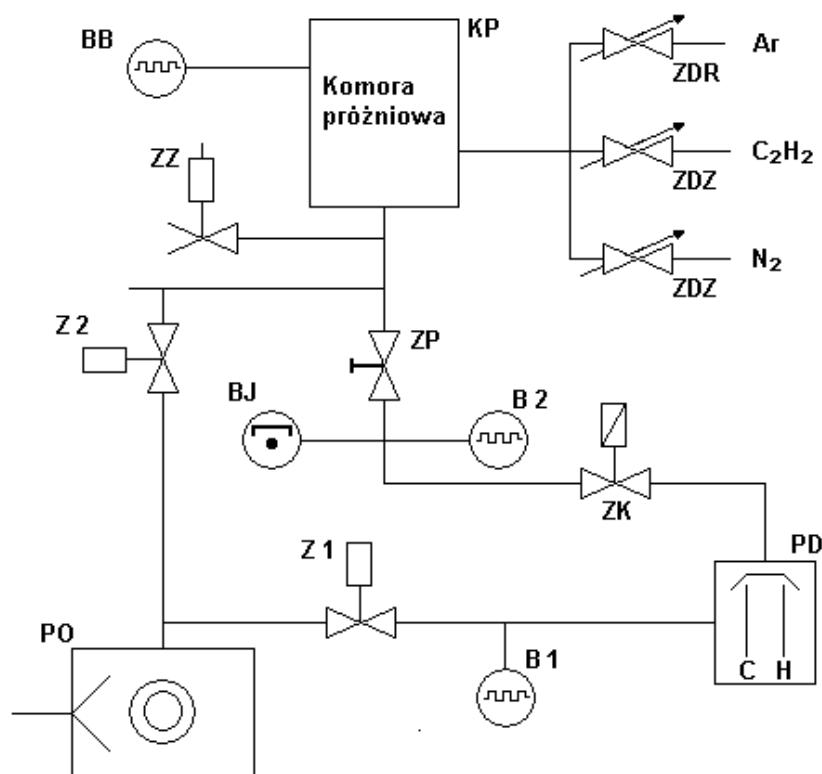
Na podstawie badań właściwości warstw na próbkach testowych, a w szczególności pomiarów współczynnika tarcia, zużycia warstw i przeciwpróbek w połączeniu z badaniami struktury oraz składu chemicznego, możliwe jest prognozowanie właściwości eksploatacyjnych narzędzi pokrytych takimi warstwami.

5. Część doświadczalna

5.1. Wytwarzanie warstw TiC_xN_{1-x}

5.1.1. Urządzenia do wytwarzania warstw

Badania nad ustaleniem parametrów technologicznych wytwarzania warstw TiC_xN_{1-x} na próbkach testowych prowadzone były na urządzeniu VT-700. Urządzenie to wyposażone jest w źródła łukowe, umieszczone w komorze kubicznej o objętości $0,7\text{ m}^3$ oraz system pompowy składający się z pompy dyfuzyjnej typu DIF-400 o szybkości pompowania 6000 l/s , oraz pompy obrotowej typu E-250 o szybkości pompowania $250\text{ m}^3/\text{h}$. Schemat układu pompowego i układu sterowania urządzenia przedstawiono na rys. 5.1. Widok ogólny oraz wnętrze komory roboczej urządzenia technologicznego VT-700 przedstawiono na rys. 5.2.



Rys.5.1. Schemat układu pompowego i sterowania urządzenia VT-700 [DTR90]

PO - pompa obrotowa firmy Leybold, typ E- 250,

PD - pompa dyfuzyjna firmy Balzers, typ DIF-400,

Z1,Z2 - zawory odcinające firmy Balzers,

ZK - zawór klapowy firmy Tepro, typ ZK-4008,

ZZ - zawór zapowietrzający firmy Edwards, typ PV-10

ZP - zawór dławiący firmy Tepro, typ ZNW-400,

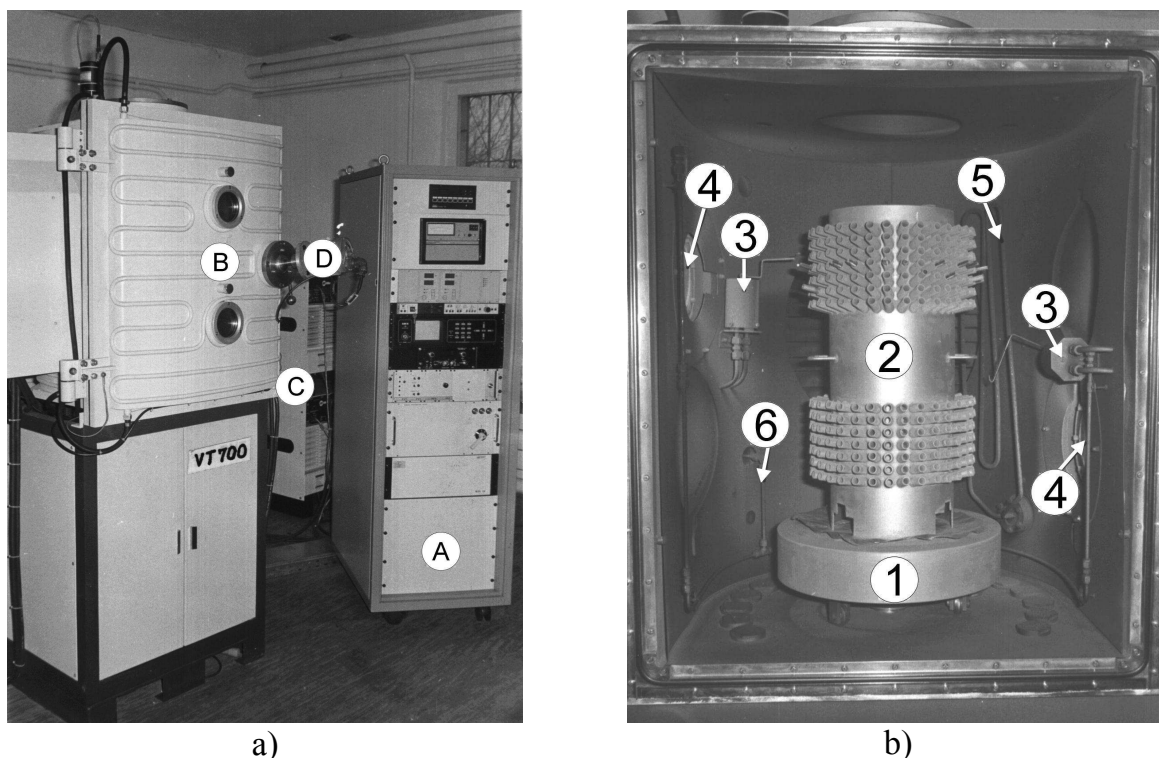
KP - komora próżniowa firmy Tepro, typ 700

ZDR, ZDZ - zawory dozujące firmy MKS, typ 12598Y,

B1, B2 - sondy pomiarowe Pirani'ego firmy Edwards, typ PRH10,

BJ - sonda pomiarowa Penning'a firmy Edwards, typ CP25EK,

BB - sonda pomiarowa Baratron firmy MKS, typ 127 AAX



Rys 5.2. Urządzenie VT-700 [DTR90]

a) widok ogólny,

A - szafa sterownicze, B – komora, C – zasilacze źródeł, D - termometr

b) wnętrze komory roboczej,

1 – stół obrotowy, 2 – uchwyt narzędzi, 3 – zapłonniki, 4 - źródła łukowe,
5 – grzejnik radiacyjny, 6 – doprowadzenie gazów

Parametry niezmiennie w kolejnych etapach wytwarzania wszystkich rodzajów warstw w urządzeniu VT-700,

a) uzyskanie próżni wstępnej:

- ok. 20min,
- próżnia wstępna: 4×10^{-5} hPa

b) nagrzewanie grzejnikiem radiacyjnym:

- czas: 30min,
- temperatura podłoży po nagrzewaniu: ok. 200°C,

c) czyszczenie jonowe:

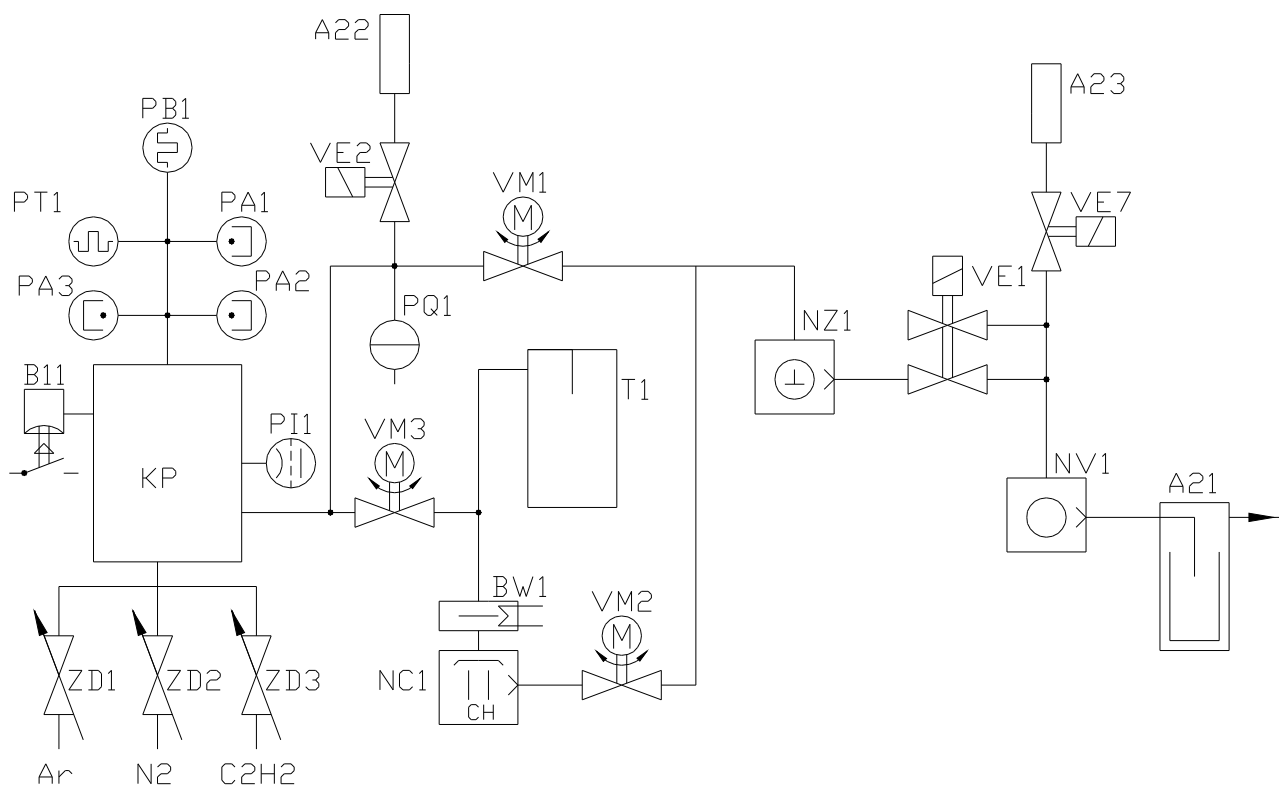
- prąd katodowy: 86A,
- napięcie katodowe: 20V,
- czas: 1,5min,
- napięcie polaryzacji podłoży: - 600V,
- ciśnienie argonu: 5×10^{-3} hPa,
- temperatura podłoży po czyszczeniu: ok. 300°C,

d) odległość podłoże – tarcza tytanowa (target) 15-20 cm,

e) studzenie próbek w próżni po procesie ponad 1h.

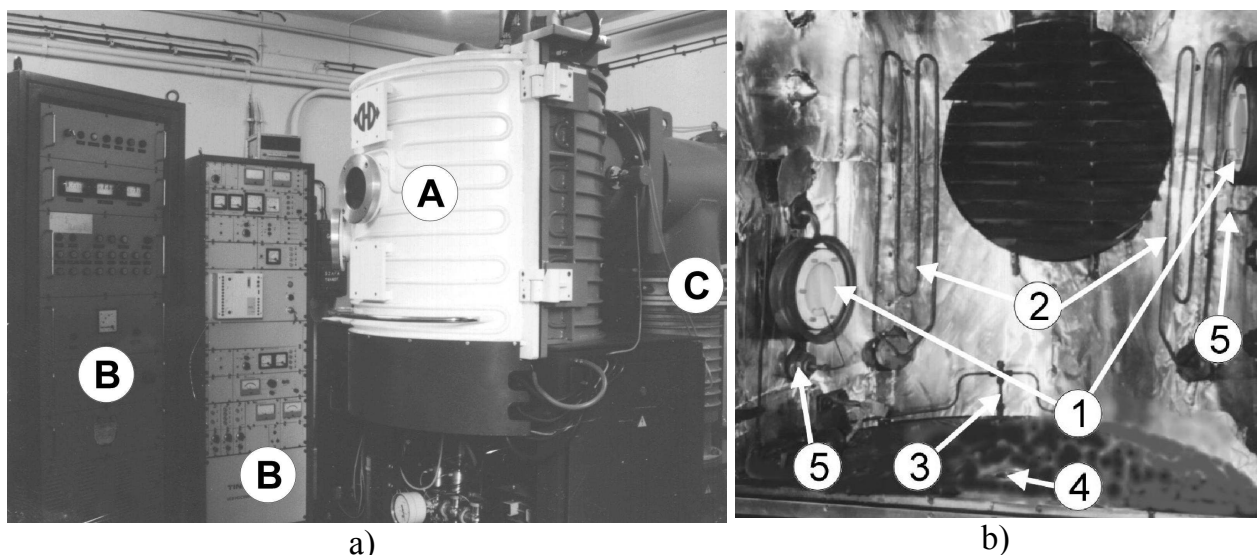
Wszystkie narzędzia i równocześnie z nimi próbki testowe pokrywane były w zmodernizowanym urządzeniu TINA 900MOD firmy Hoch-Vakuum Dresden. Schemat układu pompowego i układu sterowania urządzenia przedstawiono na rys. 5.3. Do komory kubicznej o objętości 0,9 m³ podłączony jest w układ pompowy złożony

z pompy dyfuzyjnej typu EDO 500 o szybkości pompowania 8000 l/min, pompy Roots'a typu RPW 1800 o szybkości pompowania 1800 m³/h oraz pompy obrotowej typu A2 DS 150 o szybkości pompowania 150 m³/h. Widok ogólny oraz wnętrze komory roboczej urządzenia TINA 900MOD przedstawiono na rys. 5.4.



Rys 5.3. Schemat układu pompowego zmodernizowanego urządzenia TINA 900MOD [DTR88]

- | | |
|--|-----------------------------------|
| KP – komora próżniowa | A21 – separator oleju AD65 |
| A22, A23 – filtry mechaniczne | BW1 – odrzutnik par oleju FOW 500 |
| NV1 – pompa obrotowa A DS 150 | NZ1 – pompa Roots'a RPw 1800 Sp |
| NC1 – olejowa pompa dyfuzyjna EDO 500 | |
| T1 – wymrażarka ZBK | B11 – próżniomierz membranowy |
| PA1, PA2, PA3 – próżniomierze z zimną katodą M 301 | |
| PI1 – próżniomierz z gorącą katodą M321 | |
| PT1 – próżniomierz cieplnoprzewodnościowy M221 | |
| PQ1 – próżniomierz membranowy VM 101 | |
| VE1 – zawór bezpieczeństwa VVm 63 | |
| VE2, VE7 – zawory zapowietrzające ZK 25 E | |
| VM1 – zawór sterowany silnikiem VD mot 150 | |
| VM2 – zawór sterowany silnikiem VD mot 100 | |
| VM3 – zawór sterowany silnikiem VD mot 500 | |
| PB1 – próżniomierz Baratron MKS 127 AAX | |
| ZD1, ZD2, ZD3 – zawory dozujące MKS 2598 Y | |



Rys 5.4. Urządzenie TINA 900MOD.

a) widok ogólny,

A – komora, B – szafy sterownicze, C – układ pompowy

b) wnętrze komory roboczej,

1 – źródła łukowe, 2 – grzejniki radiacyjne 3 – doprowadzenie gazów

4 – doprowadzenie napędu stołu przedmiotowego, 5 – zapłonniki

Parametry niezmiennie w kolejnych etapach wytwarzania wszystkich rodzajów warstw w urządzeniu TINA 900MOD:

a) uzyskanie próżni wstępnej:

- ok. 30 min,
- próżna wstępna: 4×10^{-5} hPa,

b) nagrzewanie grzejnikiem radiacyjnym:

- czas: 30 min,
- temperatura podłoża po nagrzewaniu $\sim 200^\circ\text{C}$,

c) czyszczenie jonowe:

- prąd katody 80 A,
- napięcie katodowe: 18 V,
- czas: 1,5 min,
- napięcie polaryzacji podłoża: - 600 V,
- ciśnienie argonu 5×10^{-3} hPa,
- temperatura podłoża po czyszczeniu ok. 300°C ,

d) odległość podłoża – tarcza tytanowa (target) 15-20 cm,

e) prędkość obrotowa stołu przedmiotowego 2 obr/min,

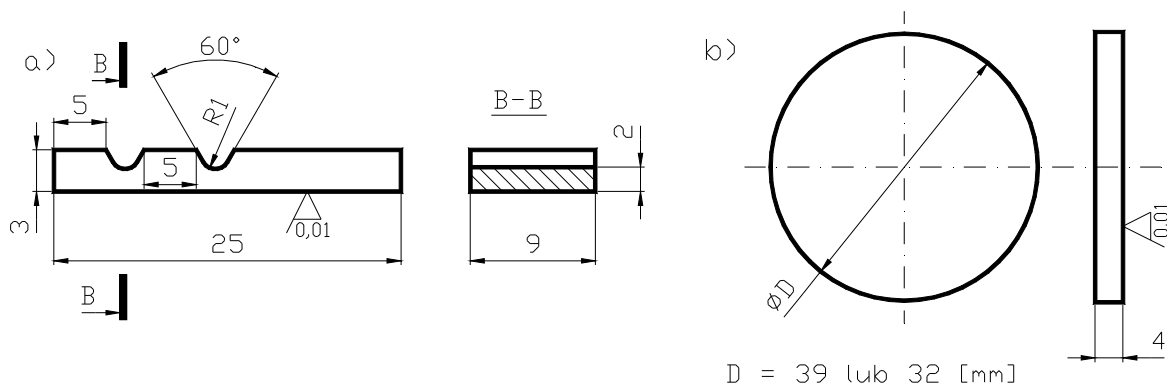
f) studzenie próbek w próżni po procesie ponad 1h.

Zawory dozujące firmy MKS umożliwiają dostarczanie gazów ze stałą wartością przepływu, a także w połączeniu z próżniomierzem Baratron umożliwiają dozowanie gazów z zachowaniem stałej wartości ciśnienia w komorze.

W komorach obydwu urządzeń technologicznych VT-700 oraz TINA 900MOD zainstalowane są źródła łukowe o budowie zgodnej ze schematem przedstawionym na rys. 3.12 w rozdziale 3.1.4, podłączone do niezależnych zasilaczy stałoprądowych.

5.1.2. Podłoża i sposób ich przygotowania

Przed pokrywaniem narzędzi warstwy wytwarzano na próbkach testowych. Umożliwiły one dokonanie pomiarów właściwości warstw. Na ich podstawie dokonano wyboru odpowiednich składów warstw i parametrów technologicznych. Razem z narzędziami warstwy wytwarzano na próbkach, aby upewnić się, że uzyskane warstwy posiadają zakładane właściwości i skład chemiczny. Do badań wykorzystywano dwa rodzaje próbek różniących się kształtem. Próbki okrągłe (rys. 4.1.b) służyły do określenia: grubości warstwy, mikrotwardości, adhezji, chropowatości oraz innych właściwości tribologicznych. Próbki prostokątne, z podcięciami do wykonywania przełomów (rys. 4.1.a), wykorzystywano do określenia: składu, struktury i morfologii przełomów warstw oraz do potwierdzenia ich grubości.



Rys. 5.5. Kształt i wymiary próbek: a) prostokątnych, b) okrągłych

Tabela 5.1. Skład chemiczny stali SW7M wg PN-86/H-85022, wykorzystanej do wykonania próbek testowych

Pierwiastek	W	Mo	Cr	V	C	Si	Mn	Ni	P	S
Zawartość [% wag.]	6,0 ÷7,0	4,5 ÷5,5	3,8 ÷4,8	1,7 ÷2,2	0,82 ÷0,92	max 0,5	Max 0,4	Max 0,4	max 0,03	max 0,03

Próbki testowe przygotowano z tego samego materiału co narzędzia – stali szybko tnącej. Wybór stali SW7M (tabela 4.1) do badań wynikał również z faktu, iż według normy PN-ISO 3685 uznaje się ją jako jedną ze wzorcowych w badaniach trwałości narzędzi skrawających. Po obróbce cieplnej uzyskano twardości próbek 64 ± 1 HRC, natomiast mikrotwardość wszystkich próbek była w zakresie 8,6-9,4 GPa.

Po nadaniu kształtu i obróbce cieplnej próbek, wszystkie powierzchnie poddane zostały szlifowaniu. Kolejne etapy przygotowania były przeprowadzane już tylko na jednej powierzchni podłoża. W przypadku podłoży okrągłych dokonywano wyboru powierzchni o lepszej jakości (brak zarysowań), w przypadku podłoży prostokątnych obrabiano powierzchnię płaską bez karbów. Podłoża docierano przy użyciu past diamentowych na urządzeniu firmy Montasupol oraz ręcznie. Ostatnim etapem obróbki powierzchni podłoży było polerowanie na urządzeniu Metasinex na tarczach polerskich z wodną zawiesiną Al_2O_3 . Przed pokrywaniem próbki myto na linii myjącej firmy Schöllerschall, w kąpeli tetrachloroetylenu C_2Cl_4 (PER) z ultradźwiękami oraz w parach.

Ostateczne przygotowanie podłoży - trawienie jonowe, przeprowadzone zostało w komorze urządzenia technologicznego bezpośrednio przed nałożeniem warstwy.

Polega ono na bombardowaniu podłoża jonami tytanu w atmosferze argonu. Poza oczyszczeniem powierzchni trawienie jonowe ma na celu także podgrzanie detali oraz aktywowanie ich powierzchni. Czyszczenie było jednakowe w przypadku próbek testowych, jak i badanych narzędzi (gwintowników i wiertel).

5.2. Metodyka badań właściwości warstw

5.2.1. Badania morfologii przełomów oraz topografii powierzchni warstw

Obserwacje przełomów i topografii powierzchni warstw oraz postacie zużycia próbek testowych, a także narzędzi po próbach eksploatacyjnych, przeprowadzono przy użyciu elektronowych mikroskopów skaningowych o następujących, podstawowych, parametrach pracy:

1) JEOL 5500 LV o charakterystyce:

- rozdzielczość 4 nm;
- katoda wolframowa;
- napięcie przyspieszające 500V ÷ 30 kV;
- powiększenie $\times 18 \div 300000$;
- pompy: rotacyjna i dyfuzyjna olejowa;
- prąd wiązki $10^{-12} \div 10^{-6}$ A;
- detektory elektronów wtórnych (SE), elektronów wstecznie rozproszonych (BE).

2) LEO 435 Vpi, o charakterystyce:

- rozdzielczość 4,0 nm (6,0 nm w trybie pracy w zmiennej próżni)
- katoda wolframowa;
- napięcie przyspieszające 300V ÷ 30 kV;
- powiększenie $\times 15 \div 290000$;
- pompy: rotacyjna i turbomolekularna;
- prąd wiązki $10^{-12} \div 10^{-6}$ A;
- detektory: elektronów wtórnych (SE), elektronów wstecznie rozproszonych (BSE).

5.2.2. Badania składu fazowego i chemicznego

Dyfrakcja rentgenowska

Skład fazowy warstw określony został na dyfraktometrze rentgenowskim Dron 2. Do przeprowadzenia badań wykorzystano lampę z katodą kobaltową lub chromową. Na otrzymanych dyfraktogramach zaobserwowano refleksy od charakterystycznych płaszczyzn krystalograficznych. Wartości odległości międzypłaszczyznowej d_{hkl} wyznaczono przy pomocy wzoru Bragga [Oleś98]:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda_{K\alpha(\beta)}}{2 \times \sin\Theta} \quad [\text{Å}] \quad (5.1)$$

gdzie: λ_K – długość fali promieniowania rentgenowskiego, Θ - kąt odbicia.

Porównując otrzymane wartości odległości międzypłaszczyznowej z danymi zawartymi w tablicach ASTM oraz w literaturze, określone zostały fazy krystaliczne wchodzące w skład warstw oraz podłoża.

Skład chemiczny określony metodą mikroanalizy rentgenowskiej

Metody spektrometrii z dyspersją energii EDS (Energy Dispersive Spectrometry) są odmianą dyfraktometrii klasycznej, polegającej na analizie energetycznej rozpraszanego na próbce promieniowania rentgenowskiego. Na próbkę pada promieniowanie o widmie ciągłym. Detektor jest umieszczony pod stałym kątem w stosunku do padającego promieniowania. Dzięki różnym długościom fal zawartym w promieniowaniu pierwotnym warunek Bragga może być spełniony dla różnych

płaszczyzn krystalograficznych. Detektor, sprzężony z wielokanałowym analizatorem amplitudy umożliwia równoczesne gromadzenie danych o wielu refleksach. Dodatkową zaletą tej metody jest stałość kąta pomiędzy wiązką pierwotną i ugiętą. Metoda dyspersji energii zapewnia znaczną dokładność pomiaru - natężenie całkowite refleksów określane jest z dokładnością 5-procentową [Oleś98, Szum94].

Badania składu chemicznego warstw metodą EDS przeprowadzono w Wojskowym Instytucie Techniki Pancernej i Samochodowej w Sulejówku. Z mikroskopem LEO 435 VPi (opis wcześniej) zintegrowany jest system analizy firmy LINK – Oxford ISIS, Seria 300, z półprzewodnikowym detektorem PENTAFET PLUS/S-ATW - z kryształem Si(Li), wykorzystywanym do określania składu chemicznego warstw. Umożliwia on wykonanie analizy jakościowej i ilościowej. Rozdzielczość: dla Mn - 133eV, dla Fe - 75eV. Metody korekcji wyników ZAF i Phi-Rho-Z. System umożliwia analizę pierwiastków w zakresie od berylu.

Do określania składu warstw stosowano także metodę mikroanalizy rentgenowskiej określanej jako EDAX (Energy Dispersive X-ray Analysis). Badania wykonywano w Instytucie Fizyki Czeskiej Akademii Nauk w Pradze za pomocą mikroanalizatora rentgenowskiego EDAX - KEVEX DELTA klasa V, zainstalowanego na mikroskopie JEOL Superprobe JXA-733. Na podstawie standardu tytanu określano jego zawartość w % at. w badanych warstwach, pozostałe pierwiastki (niemetale) stanowiły resztę do 100 % at.

Spektrometria GDOS

Zmiany stężenia składu chemicznego warstw oraz materiału podłoża w kierunku prostopadłym do jej powierzchni oraz zmiany stężenia w strefie przejściowej pomiędzy warstwą i podłożem określano wykorzystując optyczną spektroskopię wyładowania jarzeniowego GDOS (Glow Discharge Optical Spectrometry) GDS-750 QDP firmy Leco Instruments. Do rozpylania badanej warstwy stosowana jest lampa Grimma, jako generator charakterystycznego promieniowania (UV i widzialnego) w odniesieniu do składu próbki. Lampa Grimma jest sprzężona ze spektrometrem optycznym, umożliwiającym pomiar intensywności wybranych linii emisyjnych. Badana próbka stanowi katodę w stałoprądowym wyładowaniu jarzeniowym, realizowanym w lampie. Intensywność linii emisyjnych, rejestrowanych ze strumienia rozpylanych atomów z powierzchni próbki odzwierciedla jej skład chemiczny. Gdy intensywność wybranych linii zostanie zarejestrowana w funkcji czasu rozpylania, można uzyskać informację o rozkładzie koncentracji składników próbki w funkcji głębokości. Po badaniu na powierzchni próbki pozostaje wypalony ślad o średnicy równej wewnętrznej średnicy lampy Grimma [Etzk84, Payl00, Wěis97].

W trakcie badań stosowano następujące warunki pracy lampy Grimma spektrometru: średnica wewnętrzna lampy 4 mm, napięcie zasilające lampę 700 V, prąd lampy 20 mA, ciśnienie robocze 100 Pa, czas analizy 400 s. W urządzeniu tym wykorzystano spektrometr z ciągłym pomiarem w układzie Paschen-Runge o ogniskowej 750 mm z holograficzną siatką o 2400 liniach na milimetr. Maksymalna głębokość analizy składu chemicznego 18 μm [Wěis97].

Analizy RBS i ERDA

Analizy RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) i ERDA (Elastic Recoil Detection Analysis) są to metody jądrowe, gdzie rejestruje się naładowane cząstki poruszające się pierwotnie w badanej substancji. Metoda RBS umożliwia jednoczesne określenie rozkładów głębokościowych praktycznie wszystkich pierwiastków zawartych w badanej warstwie nie powodując zmian składu oraz struktury badanej substancji. Charakteryzuje się ona wysoką rozdzielczością głębokościową - rzędu kilkudziesięciu angstromów. Metoda ERDA stosowana jest do określenia koncentracji wodoru w warstwach. Metody te nie wymagają najczęściej żadnej procedury przygotowania wstępnego badanego materiału [Rajc97].

Pomiary metodami RBS i ERDA wykonane zostały w Instytucie Fizyki Jądrowej w Krakowie. Zastosowano akcelerator Van de Graaffa. Jest on źródłem wysokoenergetycznych, naładowanych cząstek (protony, jony He^+ , cząstki α , ciężkie jony). Zasadnicze parametry pracy akceleratora o mocy 3 MW użytego do analiz przedstawiono w tabeli 5.2 [Rajc97].

Warunki detekcji w stosowanych metodach RBS i ERDA, były następujące:

- kąt detekcji wstecznie rozproszonych cząstek w metodzie RBS to 170° , tzn. 10° od osi wiązki,
- kąt ustawienia tarczy (próbki z warstwą) względem wiązki w czasie pomiaru ERDA 15° (pomiędzy powierzchnią tarczy a wiązką); kąt detekcji wybitych cząstek w metodzie ERDA 15° (lub 20°) względem powierzchni próbki; zdolność rozdzielcza – energetyczna zainstalowanych detektorów lepsza niż 15 keV,
- detektor promieniowania charakterystycznego X (w metodzie PIXE) to detektor krzemowy o zdolności rozdzielczej ok. 180 eV, ustawiony pod kątem 90° do wiązki; rozmiary wiązki mierzone na tarczy to kwadrat o bokach do 2 mm (najczęściej mniejszy niż 1×1 mm).

Tabela 5.2. Zasadnicze parametry akceleratora liniowego Van de Graffa [Rajc97]

Parametr	Uwagi
Rodzaje przyspieszonych jonów	jony H^+ (protony), jony H_2^+ , jony He^+
Napięcie przyspieszające	600 kV ÷ 3000 kV
Stabilność napięcia przyspieszającego	lepsza niż 5 kV
Prąd wiązki jonów	- maksymalny prąd wyprowadzany ze źródła: do kilkuset μA - typowe prądy pracy, mierzone na badanej próbce: od kilku nA do kilkuset nA
Magnetyczna analiza wiązki jonów	możliwość odchylenia wiązki jonów o kąt $+ 30^\circ$ lub $- 30^\circ$
Ilość traktów pomiarowych	3 trakty, w tym trakt pomiarowy do analiz materiałowych metodami RBS/NRA/Channeling oraz PIXE/PIGE oraz trakt pomiarowy do analiz biologicznych materiałów metodami PIXE/PIGE

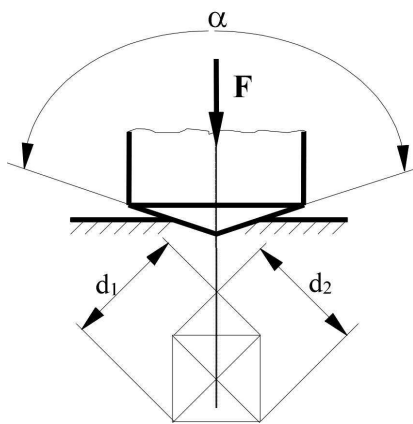
5.2.3. Pomiar mikrotwardości

Pomiary mikrotwardości podłoży i warstw wykonano na mikroskopie metalograficznym Neophot 2 firmy Carl Zeiss Jena, wyposażonym w przystawkę Hannemana. Do określenia mikrotwardości cienkich warstw wykorzystuje się metodę Vickers'a, gdyż umożliwia ona pomiar wglębniakiem o małych gabarytach i przy niewielkim obciążeniu. Na każdej z próbek wykonano co najmniej sześć odcisków.

Mikrotwardość wg Vickers'a wyznaczono na podstawie wzoru:

$$\mu\text{HV} = 1,854 \frac{F}{d^2} \text{ [GPa]} \quad (5.2)$$

gdzie: F – stosowane obciążenie [N]; $F = 1\text{N}$ przy pomiarach twardości podłoża, $F = 0,4\text{N}$ i $0,65\text{N}$ przy pomiarach twardości kompozytu,
 d – średnia wartość przekątnych odcisku d_1 i d_2 [m] jak na rys. 5.6.



Rys. 5.6. Zasada pomiaru przekątnych odcisku przy pomiarze mikrotwardości metodą Vickers'a

Wzór 5.2 był wykorzystany do wyznaczenia mikrotwardości podłoża μHV_s [GPa], oraz kompozytu (podłoże + warstwa) μHV_c [GPa]. Jednak dla określania mikrotwardości warstwy, ze względu na jej małą grubość, konieczne jest uwzględnienie oddziaływania podłoża. Przyjmując model plastycznie odkształconej twardej warstwy, jej mikrotwardość można wyznaczyć z przedstawionej w pracach [Hogm94, Rick88] zależności:

$$\mu\text{HV} = \mu\text{HV}_s + \frac{\mu\text{HV}_c - \mu\text{HV}_s}{2 \cdot C_1 \cdot \frac{t}{D} - \left(C_1 \cdot \frac{t}{D}\right)^2} \text{ [GPa]} \quad (5.3)$$

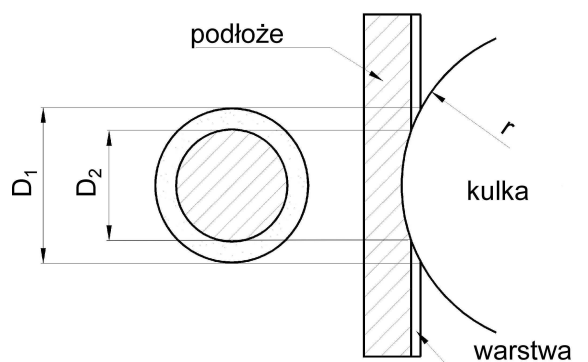
gdzie: t – grubość warstwy [m], D – głębokość odcisku [m], C_1 – współczynnik korelacyjny

Dla modelu twarda warstwa na twardym podłożu przyjęto współczynnik $C_1 = \sin^2 22^\circ$.

Do wyznaczenia mikrotwardości podłoża i warstw przyjmowano wartość średnią przekątnych odcisku z co najmniej sześciu odcisków. Na dokładność pomiaru mikrotwardości wpływa głównie dokładność odczytu wartości przekątnych odcisku i dokładność pomiaru grubości warstwy. Dlatego błąd pomiaru mikrotwardości warstw oszacowano na $\pm 0,2$ GPa.

5.2.4. Pomiar grubości warstw

Grubości warstw określano na zglądach metodą Callotte'a, wykonanych na urządzeniu Kulotester produkcji Instytutu Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa. Na każdej próbce wykonane zostały co najmniej trzy zglądy w różnych miejscach. Zglądy wykonane zostały przy użyciu stalowej kulki o średnicy 30 mm, zwilżonej pastą diamentową.



Rys. 5.7. Zasada pomiaru grubości warstwy na zglądzie Callotte'a

Pomiaru średnic, powstałych w ten sposób pierścieni (rys. 5.7) dokonano na mikroskopie metalograficznym firmy Nikon. Wartości grubości warstw t wyznaczone zostały na podstawie wzoru:

$$t = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4r^2 - D_1^2} - \sqrt{4r^2 - D_2^2} \right) \text{ [mm]} \quad (5.4)$$

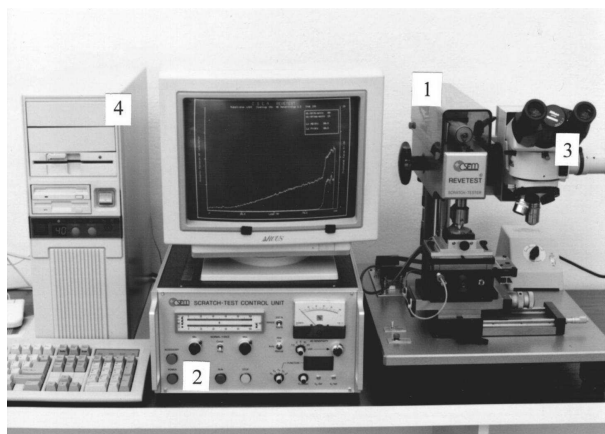
gdzie: D_1 – średnica pierścienia zewnętrznego [mm],

D_2 – średnica pierścienia wewnętrznego [mm], r – promień kulki [mm].

Dokładność pomiaru grubości tą metodą oszacowano na $\pm 0,1 \mu\text{m}$.

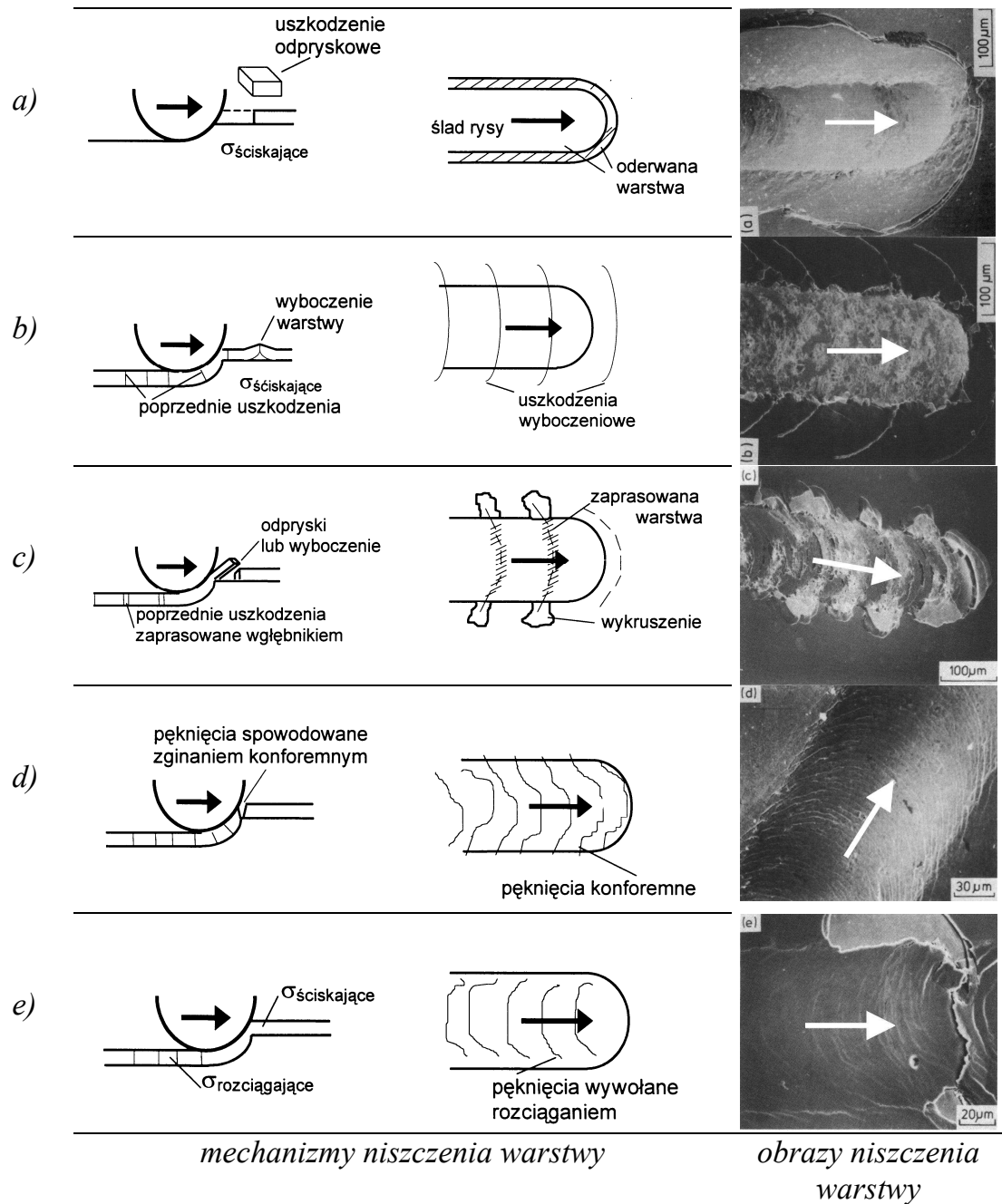
5.2.5. Określanie adhezji

Przyczepność warstw do podłoża charakteryzowano metodą rysy na urządzeniu Revetest® Scratch-Tester, produkcji CSEM Instruments Szwajcaria. Próba polega na zarysowaniu powierzchni warstwy stożkiem diamentowym Rockwella typu C o promieniu zaokrąglenia wierzchołka 0,2 mm, przy stale wzrastającym obciążeniu i jednoczesnym liniowym przemieszczaniu się próbki z warstwą. Miarą adhezji jest najmniejsza siła (określana jako siła krytyczna L_c) powodująca adhezyjne uszkodzenie warstwy [Sek188, Hint93]. Widok ogólny testera zamieszczono na rys. 5.8.



Rys. 5.8. Widok urządzenia do badania adhezji metodą rysy [Csem00, Walk97], 1–tester, 2–panel kontrolno-pomiarowy, 3–optyczny mikroskop metalograficzny Nikon, 4 – komputer PC

Obciążenie przyłożone do ostrza wzrasta w miarę wykonywania rysy, a na podłączonym do urządzenia komputerze rejestrowane są jednocześnie trzy parametry służące do detekcji siły krytycznej: emisja akustyczna AE, siła tarcia F_t , współczynnik tarcia μ , w funkcji wzrastającej siły normalnej L (F_n) [Csem00, Hint93]. Na podstawie uzyskanych wykresów, a głównie poprzez obserwację powstałych rys na mikroskopie metalograficznym, określone zostały wartości siły krytycznej L_c , powodującej uszkodzenie warstwy wg mechanizmów i obrazów pokazanych na rys. 5.9. Na każdej próbce wykonywano od trzech do sześciu rys. Błąd z jakim określano wartości siły krytycznej oszacowano na $\pm 5 \%$.



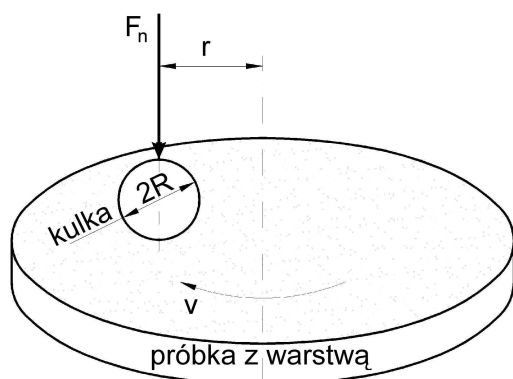
Rys. 5.9. Schematy mechanizmów niszczenia warstw powstające w metodzie rysy stosowane do określania siły krytycznej L_c metodą optyczną [Burn87, Burn88]

Nastawy urządzenia podczas wykonywania pomiarów:

- zmiany obciążenia w zakresie $0 \div 100$ N lub $0 \div 200$ N,
- szybkość wzrostu obciążenia 100 N/min lub 200 N/min,
- względna szybkość przesuwu stolika z próbką 10 mm/min,
- długość wykonywanej rysy 10 mm,
- w odległość między rysami ≥ 1 mm.

5.2.6. Badanie współczynnika tarcia i zużycia

Współczynnik tarcia oraz zużycie określono w teście metodą kulka - tarcza, na urządzeniu T-01M produkcji ITeE Radom. Płaska próbka zamocowana w uchwycie obraca się z określoną prędkością wokół własnej osi, trąc o przeciwpróbkę (kulkę) dociskaną z góry zadaniem obciążeniem normalnym (rys. 5.10).



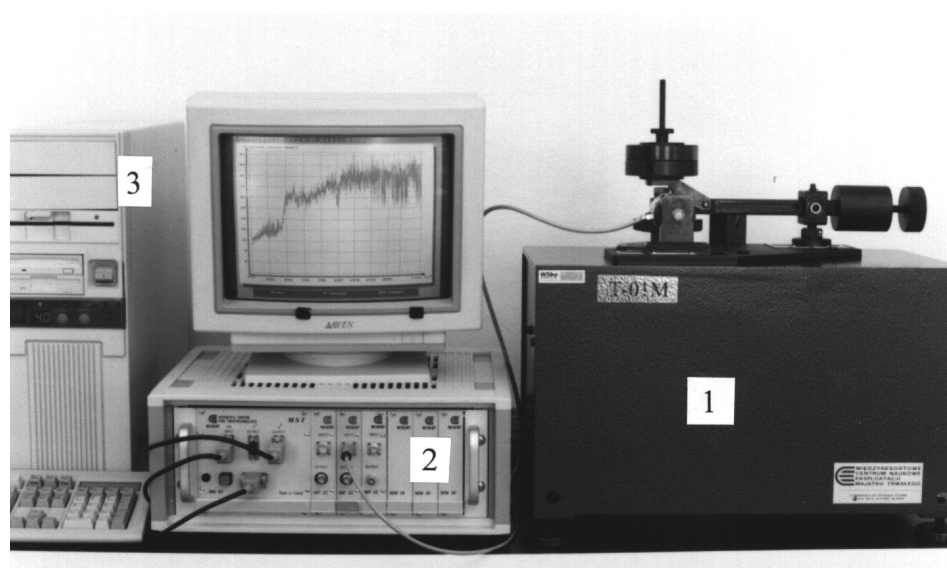
Rys. 5.10. Schemat węzła tarcia testera wg metody kulka-tarcza [Czic87, Czic89]

Na rys. 5.11 przedstawiono widok ogólny testera do badań tribologicznych T-01M wg metody kulka-tarcza. Czujnik tensometryczny mierzy siłę tarcia występującą pomiędzy oboma elementami, która jest rejestrowana na komputerze. Znając obciążenie normalne F_n przyłożone do ramienia przeciwpróbki można wyznaczyć współczynnik tarcia μ w dowolnym momencie testu, oraz średni współczynnik tarcia z dowolnego okresu lub też z całego testu na podstawie wzoru:

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (5.5)$$

gdzie: F_t – siła tarcia [N], F_n – obciążenie normalne [N].

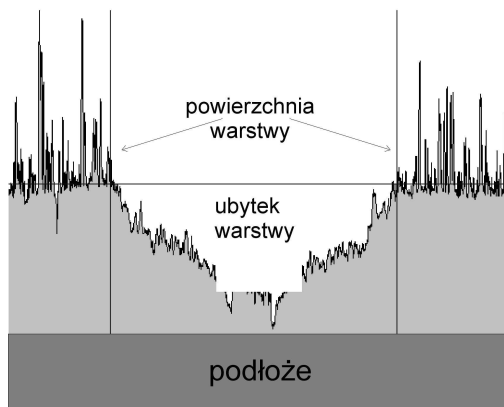
Zarejestrowane wartości siły tarcia przeliczono wg wzoru 5.5 na współczynnik tarcia, a następnie poddano obróbce w programie Statistica wersja 5.0, firmy StatSoft, Inc. Na podstawie tych danych sporządzono wykresy $\mu = f(\text{czas testu})$ z rzeczywistymi wahaniami współczynnika tarcia suchego w czasie testu. Dla wyraźniejszego zobrazowania charakteru zmian współczynnika tarcia, metodą wygładzania odwrotnie wykładniczego, sporządzono dodatkowo wykresy z uśrednionymi jego wartościami.



Rys. 5.11. Widok urządzenia T-01M [Iter94, Walk97], 1 – tester, 2 – panel pomiarowy, 3 – komputer PC

Parametry zastosowane podczas testów: prędkość poślizgu 0,1 m/s; obciążenie normalne 20 N; droga tarcia 2000 m; przeciwpróbka: kulka $\varnothing 10$ (ŁH15, 62 HRC); warunki otoczenia - temperatura 22 ± 1 °C i wilgotność względna powietrza 50 ± 5 %.

Po zakończeniu prób na testerze T-01M wykonano pomiary profilu śladu wytarcia na powierzchni próbki, na profilografometrze Homell-Tester T3000. Na każdej z próbek mierzono wytarcie wzdłuż promienia, w co najmniej trzech miejscach (co 120°) na obwodzie śladu tarcia.



Rys. 5.12. Przekrój poprzeczny profilu wytarcia próbki z warstwą

Na podstawie otrzymanych profili wytarcia (lub narostu) na powierzchni próbki (rys. 5.12), przy użyciu programu komputerowego „Rysy 2” opracowanego w Katedrze Mechaniki Precyzyjnej Politechniki Koszalińskiej, obliczone zostały powierzchnie przekrojów poprzecznych profili, a następnie objętość V_w wytartej warstwy, lub kompozytu warstwa-podłoże. Obliczono unormowany wskaźnik zużycia warstwy k_w , względem długości drogi tarcia oraz stosowanego obciążenia normalnego, wg wzoru:

$$k_w = \frac{V_w}{F_n \times l} \left[\frac{\text{mm}^3}{\text{N} \cdot \text{m}} \right] \quad (5.6)$$

gdzie: V_w – objętość zużytej warstwy (lub powstałego narostu) [mm^3],
 F_n – obciążenie normalne [N], l – droga tarcia [m].

Profilografometr Hommel-Tester używano także do pomiaru chropowatości warstw. Mierzono następujące parametry: R_a , R_z , i R_t , zdefiniowane w PN-87/M-04256/02 następująco:

- średnie arytmetyczne odchylenie R_a profilu nierówności od linii średniej:

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} |y_i| \quad (5.7)$$

gdzie: $|y_i|$ - wartości bezwzględne odległości punktów profilu od linii średniej na długości L odcinka pomiarowego,

- wysokość chropowatości R_z będąca średnią odległością pięciu najwyższych położonych wierzchołków nierówności od pięciu najniższych położonych punktów wgłębień na długości l elementarnego odcinka, mierzonych od linii odniesienia równoległej do linii średniej:

$$R_z = \frac{(R_1 + R_3 + \dots + R_9) - (R_2 + R_4 + \dots + R_{10})}{5} \quad (5.8)$$

- największa wysokość R_t nierówności, czyli największa odległość między dwoma liniami równoległymi do linii odniesienia, z których jedna przechodzi przez wierzchołek największego wzniesienia, a druga przez najniższy punkt wgłębienia profilu w granicach elementarnego odcinka l .

Podstawowe nastawy profilometru (z czujnikiem TK300): zakres pomiarowy $2\ \mu\text{m}$; długość odcinka pomiarowego - 5; 2,5 lub 4,8 mm; prędkość przesuwu igły czujnika - $0,15 \div 0,5\ \text{mm/s}$.

Wytarcie przeciwpróbek (kulek) poddane było również analizie. Promień śladu wytarcia kulki mierzono na mikroskopie metalograficznym wg schematu na rys. 5.13.

Objętość V_k zużytej przeciwpróbki wyznaczono na podstawie wzoru:

$$V_k = \frac{1}{3} \pi (R - \sqrt{R^2 - r^2})^2 \times (2R + \sqrt{R^2 - r^2}) \quad [\text{mm}^3] \quad (5.9)$$

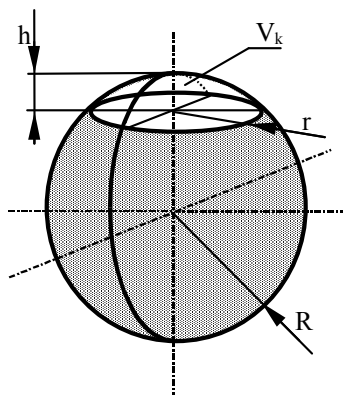
gdzie: R – promień kulki, r – promień starcia na kulce.

Na podstawie wzoru 5.9 obliczono unormowany wskaźnik zużycia przeciwpróbki (kulki) k_k , względem długości drogi tarcia oraz stosowanego obciążenia normalnego, wg wzoru:

$$k_k = \frac{V_k}{F_n \times l} \quad \left[\frac{\text{mm}^3}{\text{N} \cdot \text{m}} \right] \quad (5.10)$$

gdzie: V_k – objętość zużytej przeciwpróbki [mm^3],

F_n – obciążenie normalne [N], l – droga tarcia [m].



Rys.5.13. Schemat pomiaru objętości zużytej przeciwpróbki (kulki)

Do charakterystyki trójwymiarowej topografii powierzchni warstw oraz profili śladu wytarcia (3D) po badaniach tribologicznych stosowano profilografometr skanujący Form Talysurf Series 2 firmy Rank Taylor Hobbson Ltd. Profilografometr jest przyrządem uniwersalnym, umożliwiającym pełną ocenę składników jakości powierzchni o złożonych kształtach, a więc zarówno cech struktury geometrycznej powierzchni (mikro i makrogeometrii) jak również promieni, kątów pochylenia powierzchni itp.

Dane techniczne profilografometru:

- głowica pomiarowa; długość ruchu poprzecznego 120 mm, 1mm przy każdym końcu; prędkość pomiarowa $1,0\ \text{mm/s} \pm 5\%$; czujnik indukcyjny jest przyłączony do głowicy,
- igła pomiarowa standardowa, stożkowa, diamentowa 112/2009 na ramieniu o zakresie 1mm, promień zakończenia igły $2\ \mu\text{m}$, nacisk igły ok. $0,7 \div 1\ \text{mN}$.

Pomiary stereometryczne 3D, będące rozszerzeniem możliwości pomiarowych 2D przyrządu, realizowane są przy wykorzystaniu stolika skanującego, sterowanego programowo. Powierzchnia badana jest przesuwana, przy wykorzystaniu tego stolika w kierunku prostopadłym do kierunku przesuwu głowicy o zadany stały odstęp (minimalna rozdzielczość $1\ \mu\text{m}$). Cały cykl pomiarów przestrzennych realizowany jest automatycznie. Wyznaczono również powierzchnie przekrojów poprzecznych profili do weryfikacji obliczeń objętości ubytku warstw po badaniach tribologicznych z testera kulka-tarcza tak jak na schemacie z rys. 5.12. Uzyskane dane z pomiarów obrabiane i przetwarzane były w demonstracyjnej wersji 2.0.16 programu MontainsMap Universal[®] firmy Digital Surf [Digi00].

5.3. Wpływ parametrów procesu CAPD na właściwości warstw TiC_xN_{1-x}

5.3.1. Warstwy TiC wytwarzane przy stabilizacji ciśnienia acetylenu

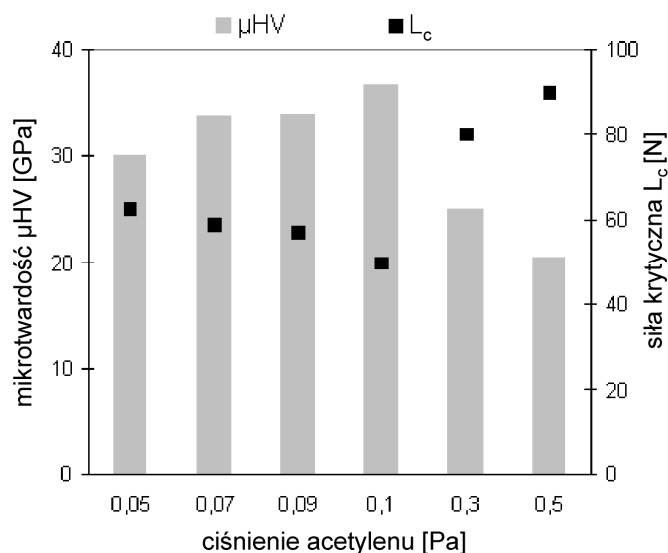
Wszystkie próbki testowe, w urządzeniu VT-700, pokrywane były w układzie stacjonarnym przed jednym z dwóch źródeł łukowych. W układzie takim uzyskiwano prawie 3-krotnie większe szybkości osadzania niż przy ruchu planetarnym podłoża. Skracало to czas kosztownej procedury wytwarzania warstw. Zmieniano i stabilizowano ciśnienie acetylenu, w zakresie od 0,05 do 0,5 Pa, przy utrzymywaniu ujemnego napięcia polaryzacji podłoża $U_B = -70$ V. Nakładano warstwy węgla tytanu o grubości ok. 4 μm . Parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC na próbkach testowych przy stabilizowanym ciśnieniu acetylenu w zakresie $p_{C_2H_2} = 0,05$ Pa do 0,5 Pa i stałym napięciu polaryzacji podłoża $U_B = -70$ V przedstawiono w tabeli 5.3.

Zawartość tytanu w warstwach TiC, określona metodą mikroanalizy rentgenowskiej (EDAX), maleje przy wzrastającym ciśnieniu acetylenu: od ok. 60 % at. przy $p_{C_2H_2} = 0,05$ Pa do blisko 10 % at. Ti - przy 0,5 Pa.

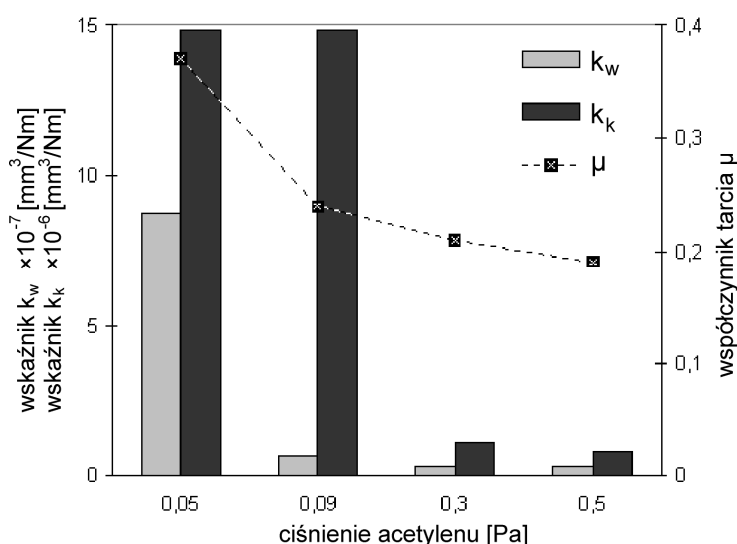
Tabela 5.3. Parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC oraz zawartość tytanu w warstwach określona metodą EDAX

nr próbki	$p_{C_2H_2}$ [Pa]	$f_{C_2H_2}$ [cm^3/min]	U_B [V]	zawartość tytanu [% at.]
TiC01, 10, 18	0,05	30-33	-70	60,9
TiC02	0,07	44-48	-70	55,1
TiC07	0,09	32-65	-70	52,8
TiC03,05	0,1	43	-70	54,0
TiC05,19	0,3	127-186	-70	14,1
TiC06,14	0,5	241-251	-70	9,9

Warstwy TiC wytworzone przy wyżej wymienionych parametrach, posiadają dobrą adhezję do podłoża oraz wysoką mikrotwardość, co przedstawiono na rysunku 5.14. Mikrotwardość warstw wzrasta wraz ze wzrostem ciśnienia acetylenu, od 30 GPa przy ciśnieniu 0,05 Pa do blisko 40 GPa przy ciśnieniu 0,1 Pa. Przy ciśnieniu 0,1 Pa powstają warstwy TiC o zawartości około 50 % atomowych tytanu tzn. o składzie zbliżonym do stechiometrycznego. Przy ciśnieniu powyżej 0,1 Pa następuje obniżenie mikrotwardości, co może być związane z powstawaniem warstw polimerowych typu Ti-C:H o dużej zawartości węgla i wodoru przy małym udziale atomów Ti, co potwierdzają wyznaczone metodą EDAX zawartości tytanu w warstwie - tabela 5.3, oraz wcześniejsze badania składu tego typu warstw metodami RBS i NRA zamieszczone we współautorskich publikacjach autora niniejszej pracy [Prec95, Prec96-1, Łuna96]. Adhezja określona poprzez siłę krytyczną L_c w miarę wzrostu ciśnienia acetylenu maleje z 65 N do blisko 50 N przy 0,1 Pa. Zmniejszenie wartości siły krytycznej może mieć związek z powstawaniem twardszych warstw o większej kruchości i skłonności do pękania. Większe wartości siły krytycznej (blisko 80 N) wykazują warstwy wytwarzane przy ciśnieniu powyżej 0,3 Pa. Warstwy otrzymywane przy wyższym ciśnieniu charakteryzowały się niższym współczynnikiem tarcia.



Rys. 5.14. Mikrotwardość μHV , siła krytyczna L_c warstw TiC w zależności od ciśnienia acetylenu

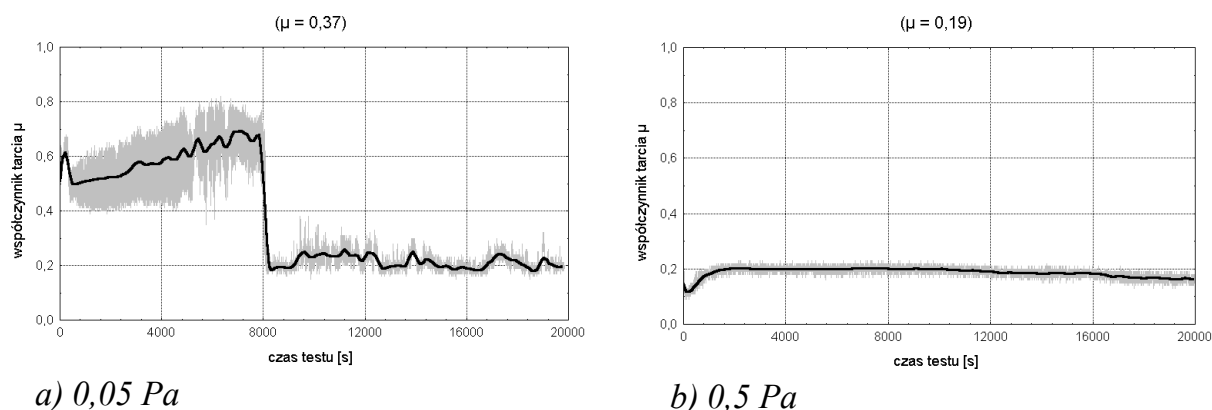


Rys. 5.15. Wskaźnik zużycia k_w warstw TiC, wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_k oraz współczynnik tarcia suchego μ w zależności od ciśnienia acetylenu

Wraz ze wzrostem ciśnienia acetylenu maleją wskaźniki charakteryzujące zużycie warstw k_w i zużycie przeciwpróbek k_k , określone na podstawie wzorów 5.6 i 5.10. Zmiany zużycia mają związek ze zmianami współczynnika tarcia zarejestrowanymi w czasie badań zużycia. Średnie wartości współczynnika tarcia wyznaczano z przebiegów zmian współczynnika tarcia z całego testu, podczas badań zużycia. Współczynnik tarcia maleje dla warstw otrzymanych przy wyższym ciśnieniu tzn. powyżej 0,09 Pa, co widoczne jest na rysunku 5.15 i 5.16. Może to sugerować, że przy wysokim ciśnieniu acetylenu otrzymuje się warstwy polimerowe typu Ti-C:H, o niskim współczynniku tarcia [Bewi93, Prec98]. Pomimo tych hipotez, w dalszych częściach niniejszej pracy, warstwy otrzymane w atmosferze samego acetylenu nadal określane będą jako TiC.

Widoczne na rysunku 5.16a skokowe obniżenie wartości współczynnika tarcia podczas badań zużycia spowodowane może być oddziaływaniem produktów zużycia oraz

transferem materiału w węzle tarcia pomiędzy warstwami TiC, a stalowymi przecipróbkami.



Rys. 5.16. Współczynnik tarcia suchego warstw TiC względem przeciwpróbki stalowej, nakładanych w urządzeniu VT-700 przy zmianach ciśnienia acetyleny

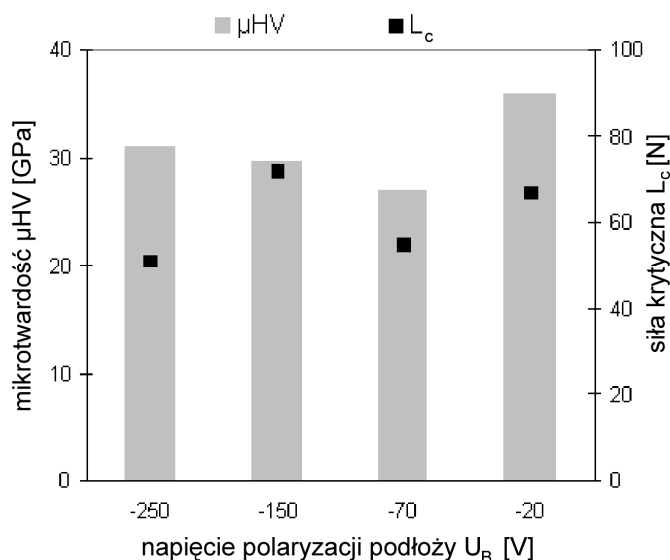
W badaniach z użyciem dyfrakcji rentgenowskiej zarejestrowano charakterystyczne refleksy od płaszczyzn węgla tytanu $(111)_{\text{TiC}}$, $(200)_{\text{TiC}}$ i $(113)_{\text{TiC}}$. Wraz ze wzrostem ciśnienia acetyleny refleksy od płaszczyzn $(111)_{\text{TiC}}$, $(200)_{\text{TiC}}$ są coraz słabsze i stają się niewidoczne przy najwyższym ciśnieniu (0,5 Pa). Przy ciśnieniu powyżej 0,3 Pa pojawiają się również słabe refleksy od płaszczyzn $(113)_{\text{TiC}}$.

W następnej kolejności wytwarzano warstwy węgla tytanu przy stałym ciśnieniu acetyleny 0,05 Pa, parametrem zmienianym było napięcie polaryzacji podłoża. Przyjęto wartości $U_B = -20, -70, -150$ i -250 V. Główne wartości parametrów technologicznych oraz skład warstw TiC określony metodą EDAX zamieszczono w tabeli 5.4. Nakładano warstwy TiC o grubości ok. 4 μm . Zmiany właściwości warstw otrzymanych przy stałym ciśnieniu acetyleny $p_{\text{C}_2\text{H}_2} = 0,05$ Pa i zmianach napięcia polaryzacji podłoża w zakresie od $U_B = -20\text{V}$ do -250V przedstawiono na rysunkach 5.17 i 5.18. Zwiększenie ujemnych wartości napięcia polaryzacji podłoża nieznacznie wpływa na obniżenie zawartości tytanu w warstwach w zakresie od 61,6 do 58 % atomowych.

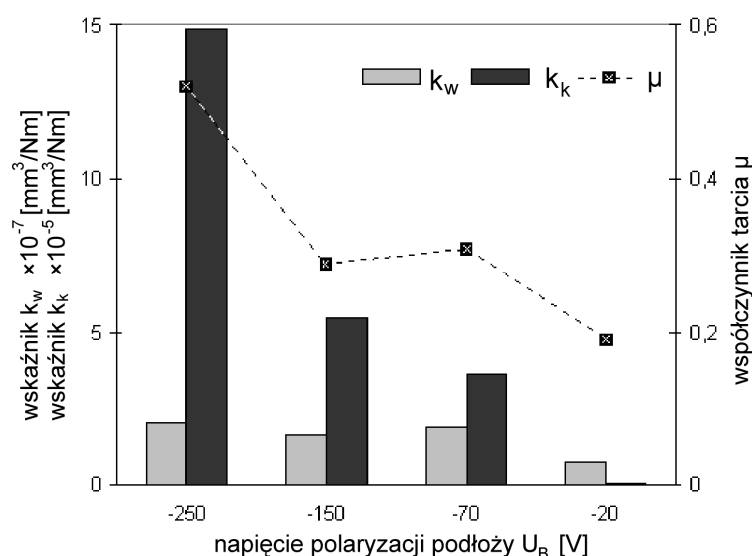
Zmiany napięcia nie wpływają wyraźnie na mikrotwardość uzyskiwanych warstw TiC. Najwyższą mikrotwardość uzyskano dla warstw nakładanych przy napięciu polaryzacji $U_B = -20\text{V}$. Siła krytyczna L_c nie zależy w sposób wyraźny od polaryzacji podłoża.

Tabela 5.4. Parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC oraz zawartość tytanu w warstwach określona metodą EDAX

nr próbki	$p_{\text{C}_2\text{H}_2}$ [Pa]	U_B [V]	zawartość tytanu [% at.]
TiC11	0,05	-20	61,6
TiC01, 10, 18	0,05	-70	60,9
TiC12	0,05	-150	58,5
TiC13	0,05	-250	58,0



Rys. 5.17. Mikrotwardość μHV , siła krytyczna L_c warstw TiC w zależności od napięcia polaryzacji podłoża, przy stałym ciśnieniu acetyleny



Rys. 5.18. Wskaźnik k_w zużycia warstw TiC, wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_k oraz współczynnik tarcia suchego μ w zależności od napięcia polaryzacji podłoża

Najmniejsze wartości współczynnika tarcia 0,2 oraz najmniejsze zużycie warstw k_w i przeciwpróbek k_k uzyskano dla warstw nakładanych przy niskiej wartości napięcia polaryzacji podłoża $U_B = -20V$. Zwiększenie ujemnej wartości polaryzacji podłoża wyraźnie nie wpływa na zwiększenie zużycia warstw, znacząco wzrasta wskaźnik zużycia przeciwpróbek. Współczynnik tarcia suchego warstw TiC względem stalowych przeciwpróbek był w zakresie pomiędzy 0,2 - 0,5, co widoczne jest na rysunku 5.18. Większe wahania oraz wyższe wartości współczynnika tarcia suchego zarejestrowano dla warstw nakładanych przy wyższej wartości napięcia polaryzacji podłoża.

Podczas badań składu fazowego warstw zarejestrowano refleksy od charakterystycznych płaszczyzn węgla tytanu. Przy zwiększaniu wartości napięcia

polaryzacji podłoży zarejestrowano wzrost intensywności refleksów od charakterystycznych płaszczyzn (111)_{TiC} oraz słabe refleksy od płaszczyzn (113)_{TiC}.

5.3.2. Wytwarzanie warstw TiC przy stabilizacji natężenia przepływu acetylenu

Po analizie wyników badań warstw TiC otrzymanych przy stabilizacji ciśnienia acetylenu zauważono, że zastosowanie stabilizacji ciśnienia acetylenu w czasie wytwarzania warstw powoduje duże wahania natężenia przepływów tego gazu (tabela 5.3) prawdopodobnie z powodu zmiany reaktywności i powstającej histerezy przy wzroście i obniżaniu ciśnienia acetylenu [Knot93]. W dalszej części badań nad uzyskiwaniem warstw węglików oraz węgloazotków tytanu wytwarzano je przy stabilizacji natężenia przepływu acetylenu $f_{C_2H_2}$. Ciśnienie w czasie wytwarzania warstw przy stabilizacji przepływu acetylenu utrzymywało się na stałym poziomie. Osadzano warstwy TiC przy przepływie acetylenu, jako gazu reaktywnego, w zakresie $20 \div 250 \text{ cm}^3/\text{min}$ i jednocześnie utrzymywano napięcie polaryzacji podłoży na poziomie $U_B = -70 \text{ V}$. Po ustaleniu szybkości osadzania przy określonych przepływach acetylenu nakładano warstwy o grubości około $4 \mu\text{m}$.

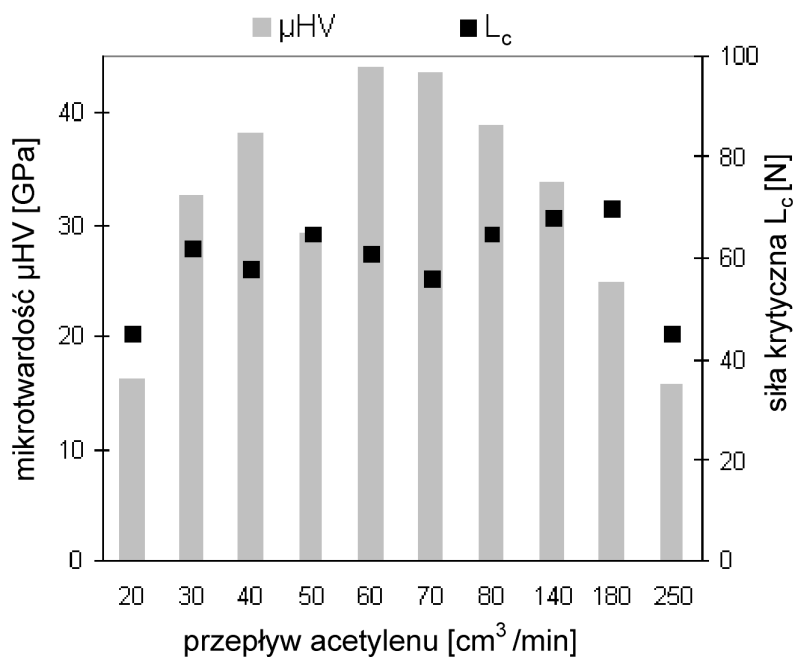
W tabeli 5.5 zamieszczono główne parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC przy stabilizacji przepływu acetylenu oraz zawartość tytanu w warstwach określoną metodą EDAX.

Tabela 5.5. Parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC przy stabilizacji przepływu acetylenu oraz zawartość tytanu w warstwach określona metodą EDAX

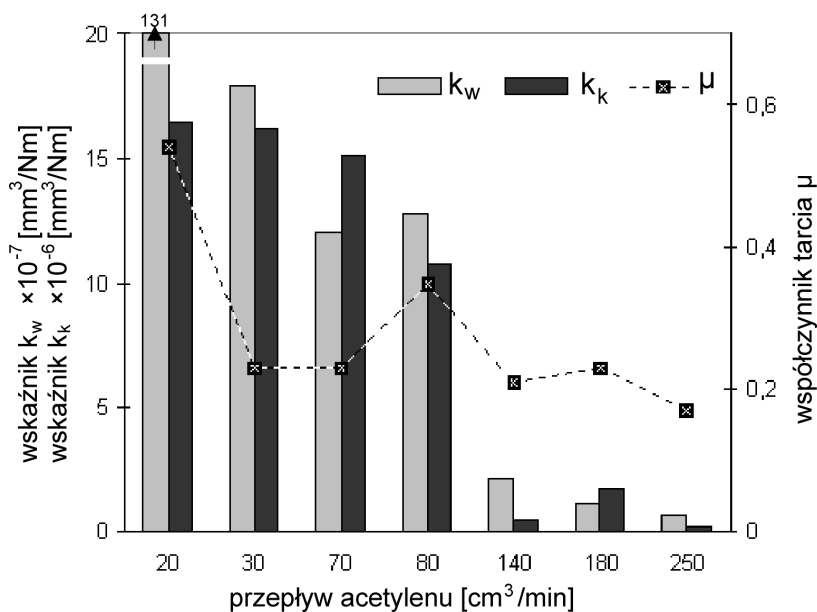
nr próbki	$f_{C_2H_2}$ [cm^3/min]	$p_{C_2H_2}$ [Pa]	zawartość tytanu [% at.]
TiC26	20	0,03	71,7
TiC23	30	0,04	50,0
TiC22, 33	40	0,06	-
TiC32	50	0,08	-
TiC25	60	0,10	-
TiC27, 34	70	0,12	36,3
TiC28	80	0,13	37,0
TiC35	140	0,26	21,1
TiC30	180	0,33	11,9
TiC31	250	0,50	8,9

Na rysunku 5.19 przedstawiono wpływ przepływu acetylenu podczas wytwarzania warstw TiC na mikrotwardość μHV i adhezję warstw określoną poprzez siłą krytyczną L_c . Najwyższe wartości mikrotwardości ok. 40 GPa wykazują warstwy TiC wytwarzane przy przepływie acetylenu w zakresie $60 \div 140 \text{ cm}^3/\text{min}$. Przy przepływie $f_{C_2H_2} = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ uzyskiwano warstwy, z dużą zawartością tytanu powyżej 70 % at., o niskiej mikrotwardości. Przy przepływie acetylenu powyżej $180 \text{ cm}^3/\text{min}$ warstwy również charakteryzowały się niską mikrotwardością około 15 GPa. Siła krytyczna określająca adhezję warstw jest na poziomie około 60N. Najmniejsze wartości L_c około

45 N zarejestrowano dla warstw uzyskiwanych przy przepływie acetyleny 20 i $250 \text{ cm}^3/\text{min}$.



Rys. 5.19. Mikrotwardość μHV , siła krytyczna L_c warstw węgla tytanu w zależności od przepływu acetyleny



Rys. 5.20. Wskaźnik zużycia k_w warstw TiC , wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_k oraz współczynnik tarcia suchego μ w zależności od przepływu acetyleny

Wskaźnik zużycia warstw k_w , oraz przeciwpróbek k_k , nie zależy w sposób istotny od współczynnika tarcia co przedstawiono na rys. 5.20. Maksymalną wartość zużycia wykazały warstwy o współczynniku tarcia $\mu = 0,55$. Wskaźniki k_w i k_k maleją wraz ze zmniejszaniem się współczynnika tarcia.

Współczynnik tarcia zależy od zastosowanego przepływu acetyleny. Dla warstw nakładanych przy małych przepływach w zakresie od 20 do $80 \text{ cm}^3/\text{min}$ zarejestrowano

najwyższe wartości średnie współczynnika tarcia z całego testu oraz duże jego wahania. W miarę wzrostu przepływu acetyleny uzyskane warstwy wykazywały coraz mniejsze wartości współczynnika tarcia względem stalowych przeciwpróbek. Najmniejsze wahania oraz wartości współczynnika tarcia suchego $\mu \sim 0,2$ wykazały warstwy TiC wytwarzane przy najwyższych przepływach acetyleny - $f_{C_2H_2} > 80 \text{ cm}^3/\text{min}$. Podobny efekt obserwowano dla warstw, otrzymywanych wcześniej, wraz ze wzrostem ciśnienia acetyleny (rozdział 5.3.1).

Podczas badań składu fazowego warstw stwierdzono obecność refleksów od charakterystycznych płaszczyzn krystalicznych $(111)_{TiC}$, $(220)_{TiC}$ i $(113)_{TiC}$. Wraz ze wzrostem przepływu acetyleny refleksy od płaszczyzn $(111)_{TiC}$ są coraz słabsze i stają się niewidoczne przy przepływie acetyleny powyżej $30 \text{ cm}^3/\text{min}$. Przy przepływie $f_{C_2H_2} \sim 70 \text{ cm}^3/\text{min}$ pojawiają się refleksy od płaszczyzn $(220)_{TiC}$ i $(113)_{TiC}$. Dla przepływu acetyleny powyżej 140 do $250 \text{ cm}^3/\text{min}$ rejestrowane są tylko słabe refleksy od płaszczyzn $(113)_{TiC}$. Podobne zjawisko występowało podczas badania warstw TiC otrzymywanych przy wysokich wartościach stabilizowanego ciśnienia acetyleny (rozdział 5.3.1).

5.3.3. Warstwy TiC_xN_{1-x} wytwarzane przy stabilizacji przepływu mieszaniny gazów reaktywnych

Podczas wytwarzania warstw TiC_xN_{1-x} przyjęto sumaryczny przepływ gazów reaktywnych (acetylen + azot) równy $140 \text{ cm}^3/\text{min}$. Przy tej wielkości przepływu, samego acetyleny, w poprzedniej serii badań uzyskiwano warstwy TiC o jednym z najmniejszych współczynników tarcia suchego $\mu \sim 0,2$ i dobrej odporności na zużycie. Warstwy te posiadały mikrotwardość powyżej 30 GPa i dobrą adhezję $L_c \sim 70 \text{ N}$. Procentowy udział azotu (α) w mieszaninie gazów reaktywnych określano na podstawie następującego wzoru:

$$\alpha = \frac{f_{N_2}}{f_{N_2} + f_{C_2H_2}} \times 100 \quad [\%] \quad (5.11)$$

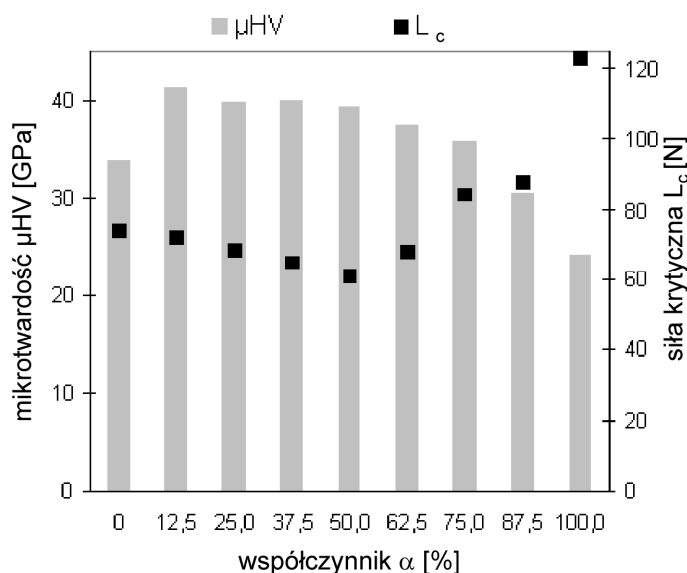
gdzie: f_{N_2} - natężenie przepływu azotu [cm^3/min], $f_{C_2H_2}$ - natężenie przepływu acetyleny [cm^3/min].

W tabeli 5.6 przedstawiono parametry technologiczne wytwarzania warstw w mieszaninie azotu i acetyleny dla współczynnika α w zakresie $0 \div 100 \%$ i przy stałym napięciu polaryzacji podłoży $U_B = -70 \text{ V}$.

Na rysunku 5.21 przedstawiono przebieg zmian mikrotwardości μHV i siły krytycznej L_c charakteryzującej adhezję warstw w zależności od udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych (współczynnik α). Najwyższe wartości mikrotwardości, około 41 GPa wykazują warstwy uzyskane przy $\alpha = 12,5\%$. Wraz ze wzrostem udziału azotu ($\alpha > 12,5\%$) następuje zmniejszanie wartości mikrotwardości. Najniższą mikrotwardość (około 24 GPa) uzyskano dla warstw azotku tytanu ($\alpha = 100\%$). Przy wzrastającym udziale azotu dla α od 0 do 50% wartość siły krytycznej L_c , charakteryzującej adhezję, maleje w zakresie 74 N do 61 N . Następnie dla większych udziałów azotu tj. dla $\alpha > 62,5 \%$, następuje wzrost siły krytycznej. Najwyższą adhezję ($L_c > 120 \text{ N}$) wykazały warstwy azotku tytanu ($\alpha = 100 \%$).

Tabela 5.6. Parametry technologiczne wytwarzania warstw TiC_xN_{1-x} w urządzeniu VT-700 przy zmianach składu mieszaniny gazów reaktywnych

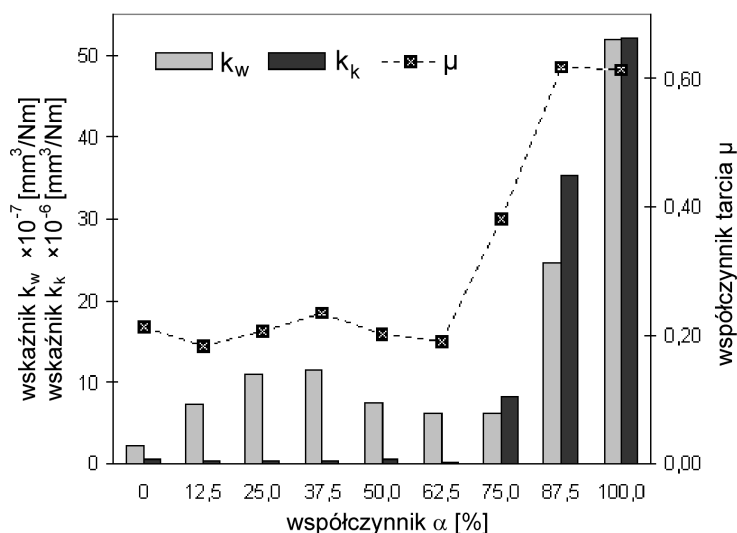
Nr pr.	α [%]	f_{N_2} [cm ³ /min]	$f_{C_2H_2}$ [cm ³ /min]	p_c [Pa]
TiC35	0	0	140,0	0,26
TiCN16	12,5	17,5	122,5	0,28
TiCN11	25,0	35,0	105,0	0,32
TiCN15	37,5	52,5	87,5	0,39
TiCN10	50,0	70,0	70,0	0,38
TiCN14	62,5	87,5	52,5	0,46
TiCN12	75,0	105,0	35,0	0,52
TiCN13	87,5	122,5	17,5	0,54
TiN03	100	140,0	0	0,62

Rys. 5.21. Zmiany mikrotrwałości μHV i siły krytycznej L_c w zależności od udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych

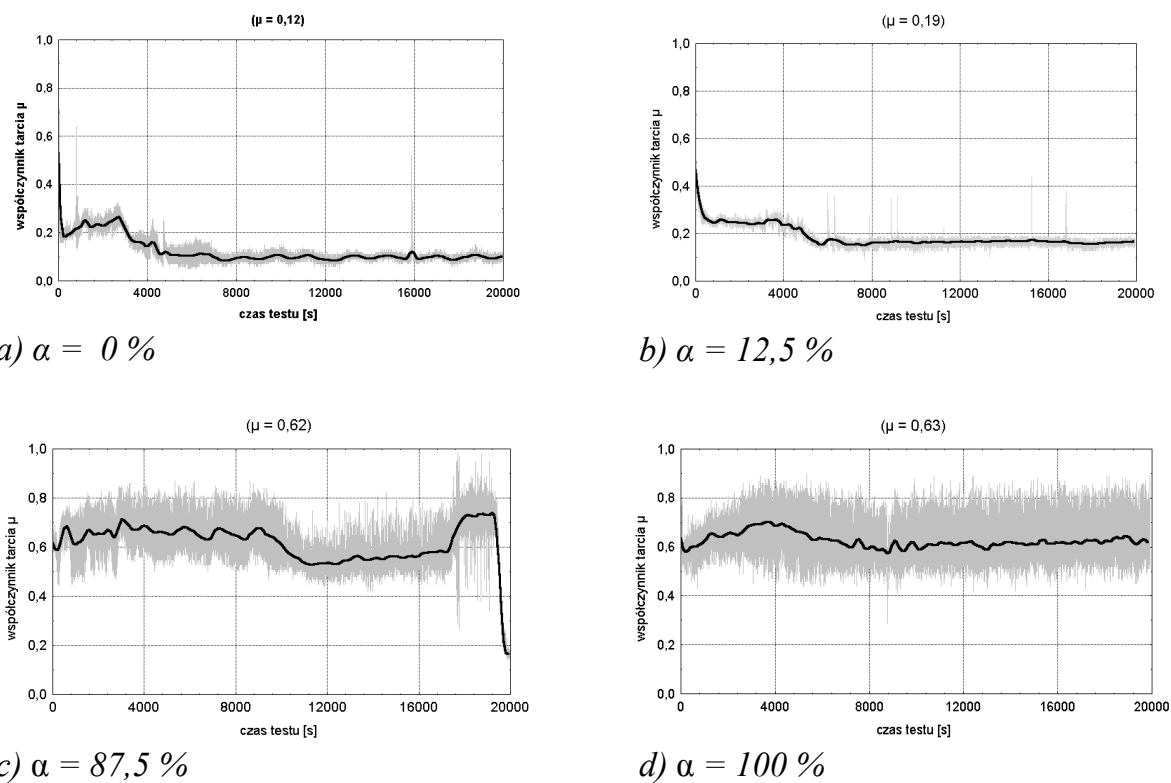
Na rysunku 5.22 przedstawiono wpływ procentowego udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych (współczynnik α) na wskaźnik zużycia warstw k_w , wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_k oraz średnią wartość współczynnika tarcia suchego μ . Najmniejsze zużycie warstwy oraz przeciwpróbki uzyskano dla węglika tytanu ($\alpha = 0$). Dla współczynnika α w zakresie od 0 do 75 % wskaźnik zużycia warstwy k_w utrzymuje się na poziomie $6 \div 11 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$; a wskaźnik zużycia przeciwpróbek zmienia się w zakresie $k_k = 0,5 \div 8,2 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Dla współczynnika α powyżej 62,5 % następuje wzrost wartości obydwu wskaźników charakteryzujących zużycie. Najwyższe wartości wskaźnika zużycia warstwy i przeciwpróbek wykazują dla warstwy azotku tytanu ($\alpha = 100\%$).

Na rysunku 5.23 przedstawiono przykładowe przebiegi zmian współczynnika tarcia suchego μ , dla próbek z warstwami nałożonymi przy różnych udziałach azotu w mieszaninie gazów reaktywnych (dla $\alpha = 0 \div 100\%$). Współczynnik tarcia μ dla warstw osadzanych przy współczynniku $\alpha = 0 \div 62,5\%$, osiąga małe wartości w zakresie

od 0,12 do 0,24. Przy wyższych udziałach azotu w mieszaninie gazów reaktywnych ($\alpha > 62,5\%$) następuje wzrost współczynnika tarcia od 0,32 do 0,63. Zwiększenie udziału azotu w atmosferze gazów reaktywnych wpływa na wzrost współczynnika tarcia suchego warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ w kontakcie ze stalowymi przeciwpróbkami, co w konsekwencji wpływa też na zwiększone zużycie warstw (wskaźnik k_w) oraz zużycie przeciwpróbek (wskaźnik k_k).



Rys. 5.22. Zmiany wskaźnika zużycia warstw k_w , wskaźnika zużycia przeciwpróbek k_k oraz współczynnika tarcia suchego μ w zależności od udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych



Rys. 5.23. Współczynnik tarcia suchego warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wytwarzanych w urządzeniu VT-700 przy zmianach udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych

Do wyjaśnienia zjawisk zachodzących w węźle tarcia przydatne są badania składu materiału warstwy na powierzchni śladu tarcia i na powierzchni wytartej przeciwpróbki. Badania składu chemicznego produktów zużycia wykazały, że mogą to być, oprócz produktów ścierania warstwy i przeciwpróbki, powstałe tlenki zarówno materiału warstwy jak i przeciwpróbki [Taka96, Vanc93].

W tabeli 5.7 przedstawiono wyniki badań składu fazowego warstw TiC_xN_{1-x} przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej.

Tabela 5.7. Skład fazowy warstw TiC_xN_{1-x} określony przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej

α [%]	d_{hkl} [Å]	(hkl) -	Faza krystaliczna -
0	2,53	(111)	δTiC
	1,30	(113)	δTiC
12,5	1,54	(220)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,29	(202)	ϵTi_2CN
25,0	2,51	(111)	$\delta TiCN$
	1,54	(220)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,29	(202)	ϵTi_2CN
37,5	2,52	(111)	$\delta TiCN$
	2,12	(200)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,29	(202)	ϵTi_2CN
50,0	2,51	(111)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,29	(202)	ϵTi_2CN
62,5	2,50	(111)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,28	(202)	ϵTi_2CN
75,0	2,48	(111)	$\delta TiCN$
	2,13	(200)	$\delta TiCN$
	1,30	(113)	$\delta TiCN$
	1,28	(202)	ϵTi_2CN
87,5	2,47	(111)	$\delta TiCN$
	2,13	(200)	$\delta TiCN$
	1,24	(222)	$\delta TiCN$
100	2,46	(111)	δTiN
	2,12	(200)	δTiN
	1,23	(222)	δTiN

Dla warstw otrzymanych w atmosferze acetyleny, $\alpha = 0\%$, zarejestrowano refleksy od charakterystycznych płaszczyzn dla TiC. Przy współczynniku $\alpha=100\%$ zarejestrowano refleksy od charakterystycznych płaszczyzn dla TiN. Przy składach atmosfery pośrednich $0\% < \alpha < 100\%$ zarejestrowano refleksy od charakterystycznych płaszczyzn dla TiC i TiN przy odpowiednio zmienionych wartościach odległości międzypłaszczyznowych d_{hkl} . Szczególnie jest to widoczne dla płaszczyzn (111) gdzie

odległość d_{111} dla węgla wynosiła 2,53 Å, systematycznie malała do wartości 2,46 Å dla azotku tytanu. Podobne wyniki uzyskali autorzy prac [Jeon91, Mart87-1, Kauf87, Taka96, Vanc93, Ilia95, Zhan93-1].

Podczas obserwacji w elektronowych mikroskopach skaningowych stwierdzono, że wszystkie otrzymane warstwy posiadają na powierzchni charakterystyczne dla metody łukowej mikrokrople. Obrazy morfologii przełomów oraz topografii powierzchni warstw otrzymywanych metodą łukową w urządzeniu VT-700 prezentowano we wcześniejszych współautorskich publikacjach autora niniejszej pracy [Panc99, Panc97, Zawa00].

5.3.4. Podsumowanie wyników badań właściwości warstw wytworzonych w urządzeniu VT-700

Po analizie wyników badań właściwości warstw przeprowadzonych na próbkach testowych pokrywanych w urządzeniu VT-700 można wysunąć następujące wnioski:

- 1) Większość warstw ma mikrotwardość znacznie przekraczającą 30 GPa. Warstwy TiC_xN_{1-x} wykazują również dobrą adhezję o czym świadczą wartości siły krytycznej $L_c > 60$ N. Najlepszą adhezję ($L_c > 120$ N) uzyskano dla warstw TiN.
- 2) Współczynnik tarcia suchego warstw TiC_xN_{1-x} względem stali łożyskowej zmienia się od 0,2 do 0,6 i zwiększa się wraz ze wzrostem udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych. Ten sam charakter ma również zmiana zużycia warstwy oraz zużycie objętościowe przeciwpróbki.
- 3) Badania składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej potwierdzają uzyskanie warstw z fazami krystalicznymi TiC w atmosferze acetyleny, warstw z fazami TiN w atmosferze azotu oraz faz krystalicznych węgloazotków w warstwach nakładanych w mieszaninie tych gazów.
- 4) W celu wyjaśnienia mechanizmów zużycia oraz zjawisk zachodzących w węźle tarcia pomiędzy pokrytymi próbkami a przeciwpróbkami w czasie badań tribologicznych, konieczne było przeprowadzenie dodatkowych badań składu chemicznego z powierzchni trących warstwy i przeciwpróbki.
- 5) W urządzeniu VT-700, metodą katodowego odparowania łukowego, uzyskano warstwy węgloazotków o wysokich właściwościach tribologicznych. Sądzić można, że zastosowanie warstw TiC_xN_{1-x} do pokrycia narzędzi wykonanych ze stali szybkoobrotowych pozwoliłoby na znaczne przedłużenie ich trwałości.

5.4. Właściwości warstw TiC_xN_{1-x} wytworzonych na próbkach testowych w urządzeniu TINA 900MOD

5.4.1. Właściwości warstw TiC_xN_{1-x} wytworzonych na próbkach testowych równocześnie z wiertłami i gwintownikami

W urządzeniu TINA 900MOD pokrywano serię próbek testowych przed pokrywaniem narzędzi, następnie narzędzia przeznaczone do badań eksploatacyjnych wraz z próbkami testowymi. W urządzeniu VT-700 warstwy nakładano tylko w układzie stacjonarnym. W urządzeniu TINA 900MOD pokrywane próbki obracały się, aby uzyskać warunki osadzania zbliżone do panujących w czasie pokrywania narzędzi.

Przeprowadzono badania nad ustaleniem relacji pomiędzy właściwościami warstw, a rodzajem ruchu podłoża. Stosowano w trakcie wytwarzania warstw, przy określonym składzie atmosfery gazów roboczych, ruch obrotowy pojedynczy (tylko wokół osi stolika) podłoży oraz ruch planetarny (wokół osi narzędzia i dodatkowo wokół osi stolika - próbki z oznaczeniem „pl”). W dotychczasowych badaniach stwierdzono, że najlepszą adhezję do podłoży ze stali szybko tnącej posiadają warstwy TiN. W celu polepszenia adhezji warstw węglików oraz węgloazotków tytanu nakładano je na wstępnie naniesioną podwarstwę TiN - o grubości ok. $0,5\mu m$. Technologia nakładania warstw azotku tytanu została opanowana w Środowiskowym Laboratorium Techniki Próżniowej i uzyskiwanie warstwy TiN o zakładanych właściwościach jest już rutynową czynnością. Porównując próbki z warstwami wytworzonymi przy ruchu obrotowym pojedynczym i planetarnym (pl) zauważono, iż poza różnicami w szybkości osadzania, warstwy te nie wykazują znaczących różnic co do ich właściwości tribologicznych.

W tabeli 5.8 przedstawiono parametry technologiczne osadzania warstw TiC_xN_{1-x} , w urządzeniu TINA 900MOD, przy różnych składach mieszaniny gazów reaktywnych (współczynnik $\alpha = 0 \div 100\%$).

Tabela 5.8. Parametry procesów technologicznych osadzania warstw TiC_xN_{1-x} w urządzeniu TINA 900MOD

Nr próbki (procesu)	α [%]	czas osadzania		ciśnienie p_c [Pa]	przepływ	
		podw. TiN	warstwy		N ₂	C ₂ H ₂
		[min]			[cm ³ /min]	
TiC52	0	18	27	0,20	0	300
TiCN27	12,5	18	31	0,25	45	315
TiCN30	50	18	30	0,42	180	180
TiCN29	87,5	18	50	0,74	315	45
TiN06	100	-	75	0,50	280	0

Po analizie danych z tabeli 5.9 do pokrycia gwintowników i wiertel ze stali szybko tnącej wybrane zostały parametry technologiczne osadzania warstw TiC_xN_{1-x} w mieszaninie gazów reaktywnych azotu i acetyleny o współczynnikach $\alpha = 0; 12,5; 87,5$ i 100% . Wytypowano właśnie takie warstwy (od węglika poprzez węgloazotki do azotku tytanu), które na podstawie danych z wcześniejszych badań, znacznie różniły się właściwościami tribologicznymi. Miało to na celu sprawdzenie, które z właściwości, określone podczas badań tribologicznych na próbkach testowych, będą miały istotny wpływ na zachowanie się narzędzi skrawających w czasie badań eksploatacyjnych,

pokrytych tak różniącymi się warstwami. Charakterystykę właściwości poszczególnych rodzajów warstw TiC_xN_{1-x} wytypowanych do pokrywania narzędzi można przedstawić schematycznie tak jak w tabeli 5.10.

Tabela 5.9. Właściwości warstw TiC_xN_{1-x} otrzymanych w urządzeniu TINA 900MOD

nr próbki	α [%]	t [μm]	μHV [GPa]	L_c [N]	R_a [μm]	μ [-]	$k_w \times 10^{-7}$ [mm^3/Nm]	$k_k \times 10^{-6}$ [mm^3/Nm]
TiC52	0	2,6	21,8	83	0,25	0,22	3,7	1,033
TiCN27	12,5	3,2	19,1	75	0,30	0,16	3,8	0,205
TiCN30	50	2,7	19,4	77	0,20	0,18	12,9	0,773
TiCN29	87,5	3,5	29,2	84	0,27	0,42	8,0	22,830
TiN06	100	2,5	21,8	104	0,17	0,73	57,6	24,523

Tabela 5.10. Charakterystyka warstw TiC_xN_{1-x} różniących się właściwościami tribologicznymi, wytypowanych do pokrywania narzędzi

rodzaj warstwy, współczynnik α	badana właściwość warstwy			
	μHV	L_c	μ	k_w
TiC $\alpha = 0 \%$	↑	↑	↑↑	↑
TiCN $\alpha = 12,5 \%$	↑↑	↑	↑↑	↑
TiCN $\alpha = 87,5 \%$	↑↑	↑	↓	↓
TiN $\alpha = 100 \%$	↑	↑↑	↓↓	↓↓
charakterystyka właściwości:				
↑ - korzystna		↓ - niekorzystna		
↑↑ - bardzo korzystna		↓↓ - bardzo niekorzystna		

Na podstawie danych z tabeli 5.8 ustalono parametry technologiczne pokrywania narzędzi skrawających. Parametry zastosowane do pokrywania gwintowników i wiertel, oraz równocześnie z nimi próbek testowych („świadców”) ze stali szybkotnącej, zamieszczono w tabeli 5.11.

Na próbkach testowych, które były pokryte w komorze urządzenia technologicznego, równocześnie z gwintownikami i wiertłami, przeprowadzono serię badań. Uzyskane wyniki badań istotnych właściwości warstw TiC_xN_{1-x} , przedstawiono w tabeli 5.12. Pokryte i dla porównania niepokryte narzędzia poddano badaniom eksploatacyjnym w zakładach produkcyjnych. Wyniki tych badań zamieszczono w dalszej części niniejszej pracy.

Tabela 5.11. Parametry procesów technologicznych osadzania warstw TiC_xN_{1-x} na gwintownikach i wiertłach

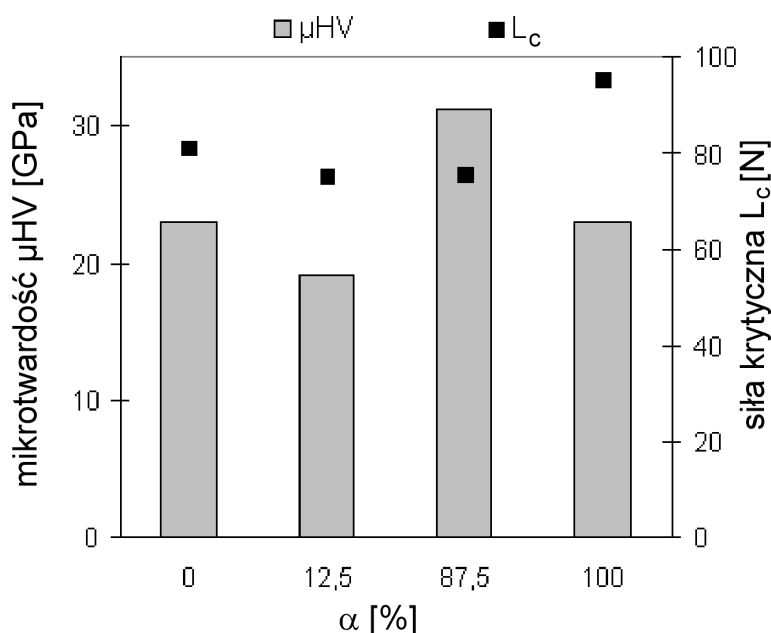
nr próbki (procesu)	α [%]	czas osadzania		ciśnienie p_c [Pa]	przepływ	
		podw. TiN	warstwy		N ₂	C ₂ H ₂
		[min]			[cm ³ /min]	
procesy pokrywania gwintowników						
TiC53	0	18	27	0,20	0	300
TiCN32	12,5	18	26	0,26	45	315
TiCN31	87,5	18	40	0,75	315	45
TiN07	100	-	70	0,50	280	0
procesy pokrywania wiertel						
TiC55	0	18	27	0,20	0	300
TiCN35	87,5	18	40	0,90	315	45
TiN09	100	-	70	0,50	280	0

Tabela 5.12. Właściwości warstw określone na próbkach testowych pokrytych równocześnie z narzędziami

t [μm]	μHV [GPa]	L _c [N]	μ [-]	k _w × 10 ⁻⁷ [mm ³ N ⁻¹ m ⁻¹]	k _k × 10 ⁻⁶ [mm ³ /Nm]
próbki testowe pokryte wraz z gwintownikami					
α = 0 %, próbka nr TiC53					
2,7	20,9	85	0,15	7,3	0,367
α = 12,5 %, próbka nr TiCN32					
2,8	19,2	75	0,14	5,3	0,204
α = 87,5 %, próbka nr TiCN31					
2,7	29,5	73	0,38	10,1	19,823
α = 100 %, próbka nr TiN07					
2,4	21,8	104	0,53	-26,2	31,500
próbki testowe pokryte wraz z wiertłami					
α = 0 %, próbka nr TiC55					
2,4	25,3	77	0,12	4,01	0,165
α = 87,5 %, próbka nr TiCN35					
2,7	32,7	78	0,46	13,76	16,067
α = 100 %, próbka nr TiN09					
2,4	24,1	86	0,54	-19,45	19,823

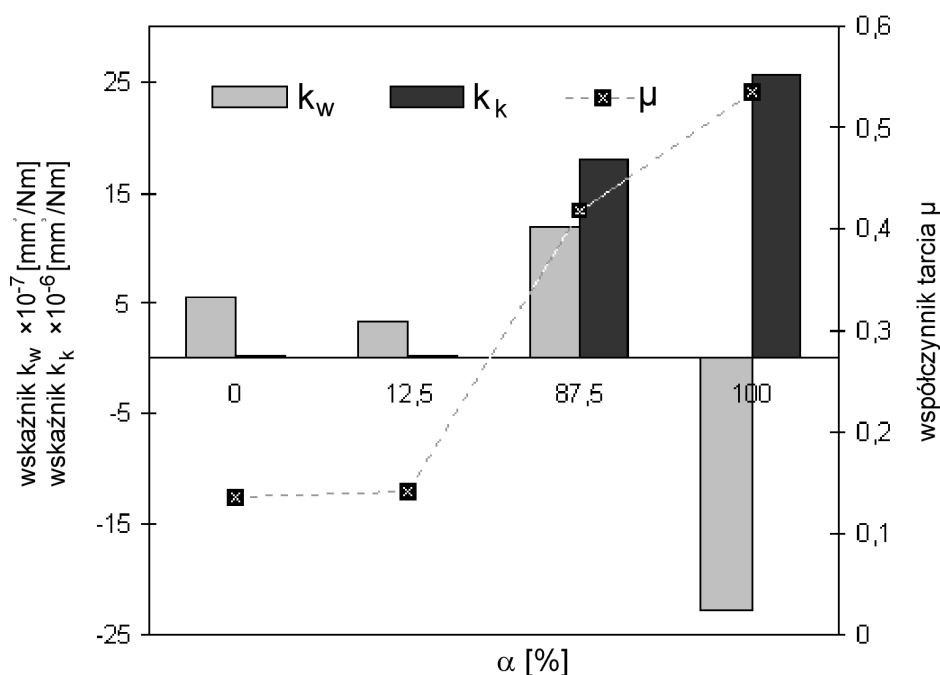
Dla lepszego scharakteryzowania właściwości tribologicznych warstw TiC_xN_{1-x} , naniesionych na próbki testowe, na podstawie średnich wartości zamieszczonych w tabeli 5.12 sporządzono wykresy obrazujące zmiany poszczególnych właściwości. Na rysunku 5.24 przedstawiono jak zmienia się mikrotwardość oraz adhezja (charakteryzowana poprzez siłę krytyczną) warstw TiC_xN_{1-x} , otrzymanych podczas pokrywania narzędzi, w zależności od składu atmosfery gazów roboczych. Najwyższą mikrotwardość, ok. 30 GPa, posiadały warstwy węglazotków tytanu otrzymane przy dużym udziale azotu i niewielkiej ilości acetyleny w mieszaninie gazów reaktywnych (dla współczynnika $\alpha = 87,5\%$). Najwyższe wartości siły krytycznej $L_c \sim 100$ N, wykazywały warstwy azotku tytanu TiN.

Próbki testowe poddano również badaniom zużycia. Zmiany wskaźnika zużycia warstw k_w , wskaźnika zużycia stalowych przeciwpróbek k_k , a także współczynnika tarcia suchego μ warstw TiC_xN_{1-x} względem stalowych przeciwpróbek w zależności od składu mieszaniny gazów reaktywnych przedstawiono na rysunku 5.25. Współczynnik tarcia suchego μ warstw TiC_xN_{1-x} przyjmuje najmniejsze wartości (ok. 0,15) dla warstw TiC ($\alpha = 0\%$) oraz warstw nakładanych przy małym udziale azotu - TiCN ($\alpha = 12,5\%$). Wraz ze zwiększającym się udziałem azotu następuje wzrost współczynnika tarcia suchego oraz zużycia (wskaźniki k_w i k_k). Największe jego wartości zarejestrowano podczas badań warstw azotku tytanu TiN ($\alpha = 100\%$).



Rys. 5.24. Zmiany mikrotwardości μHV oraz siły krytycznej L_c warstw TiC_xN_{1-x} nałożonych na próbki testowe równocześnie z pokrywaniem narzędziami, w zależności od składu mieszaniny gazów reaktywnych α

Zużycie warstw, opisywane wskaźnikiem k_w , wzrasta wraz ze zwiększającym się udziałem azotu w mieszaninie gazów reaktywnych. Związane to jest ze wzrostem współczynnika tarcia. Podczas badania warstw azotku tytanu nie zawsze zachodzi tylko zużycie warstwy TiN. Ujemne wartości wskaźnika zużycia k_w widoczne na rysunku 5.25 wskazują, że zamiast ubytku warstwy zmierzono przyrost materiału w śladzie tarcia na badanych próbkach. Mogą to być narosty pochodzące z materiału startej stalowej przeciwpróbki bądź wtarte produkty powstające w czasie tarcia suchego np. w wyniku utleniania.



Rys. 5.25. Wskaźnik zużycia warstw k_w , wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_k oraz współczynnik tarcia suchego μ warstw TiC_xN_{1-x} nałożonych na próbki testowe równocześnie z wiertłami i gwintownikami, w zależności od składu mieszaniny gazów reaktywnych α

Wskaźnik zużycia stalowych przeciwpróbek k_k również wzrasta wraz ze zwiększającym się udziałem azotu w mieszaninie gazów reaktywnych. Bardzo wyraźnie zależy od współczynnika tarcia suchego wskaźnik k_k , zwiększa się przy badaniu warstw, dla których zmierzono większe wartości współczynnika tarcia.

Właściwości warstw TiC_xN_{1-x} nałożonych na próbki testowe podczas pokrywania narzędzi zgodne są z zamieszczoną wcześniej charakterystyką tych warstw na próbkach testowych - schematycznie przedstawioną w tabeli 5.10.

Ocena właściwości warstw, wytworzonych w urządzeniu TINA 900MOD, na próbkach testowe równocześnie z pokrywanymi narzędziami:

- najwyższą mikrotwardość ok. 30 GPa, posiadały warstwy węglazotków tytanu otrzymane przy dużym udziale azotu dla współczynnika $\alpha = 87,5\%$,
- najlepszą adhezję posiadały warstwy azotku tytanu, dla których wartość siły krytycznej wynosi ok. 100 N,
- zużycie warstw wzrasta wraz ze zwiększającym się udziałem azotu w mieszaninie gazów reaktywnych; związane to jest ze wzrostem współczynnika tarcia.
- podczas badania zużycia warstw azotku tytanu tworzyły się na powierzchni próbek narosty (ujemne wartości k_w na rysunku 5.25),
- zużycie stalowych przeciwpróbek wzrasta również wraz ze wzrostem współczynnika tarcia.

5.4.2. Charakterystyka właściwości tribologicznych warstw

Na rysunkach od 5.26 do 5.33 przedstawiono analizę śladów zużycia warstw TiC_xN_{1-x} wytworzonych na próbkach testowych równocześnie z narzędziami. Inne istotne właściwości tych warstw przedstawiono w rozdziale poprzednim niniejszej pracy (tabela 5.12 oraz na rysunkach 5.24 i 5.25).

Obserwowano ślady wytarcia warstw po badaniu na testerze T-01M typu kulka-tarcza. W elektronowym mikroskopie skaningowym przeprowadzono także analizy linowe składu chemicznego metodą EDS w poprzek śladu wytarcia na próbkach z warstwami. Dla zobrazowania charakteru i zasięgu zużycia warstw wykonano trójwymiarowe profilogramy (3D) śladu wytarcia. Przedstawiono wykresy przebiegu zmian współczynnika tarcia suchego w czasie badania zużycia. Morfologię zużycia stalowych przeciwpróbek obserwowano również w elektronowym mikroskopie skaningowym.

Próbki pokryte warstwą TiC ($\alpha = 0\%$)

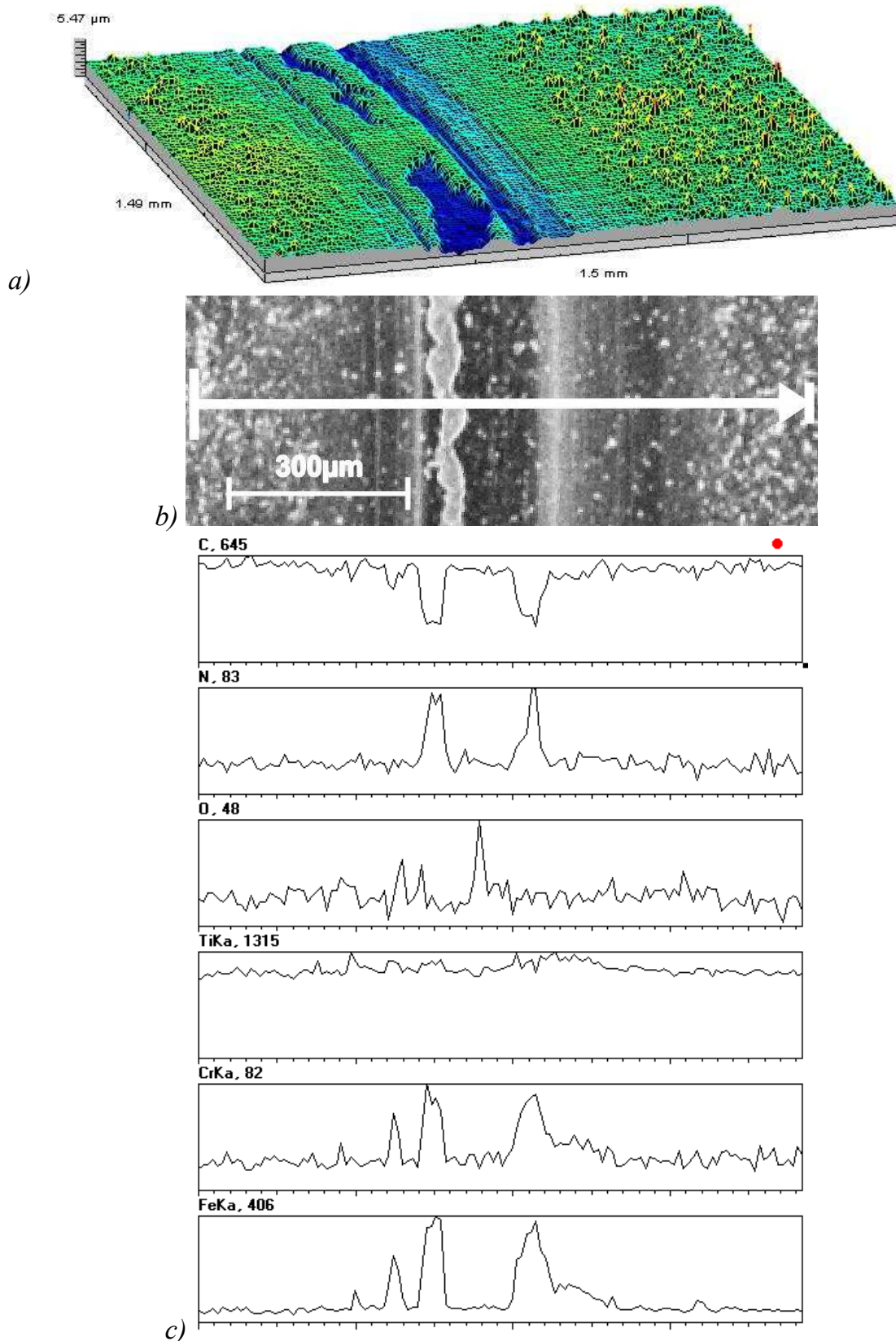
Warstwa TiC (próbka nr TiC55), wykazywała najniższe średnie wartości współczynnika tarcia suchego $\mu = 0,12$ (rys. 5.27a i tabela 5.12). Wskaźnik zużycia warstwy $k_w = 4,01 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ i przeciwpróbki $k_k = 0,165 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (tabela 5.12). Wyniki powyższe potwierdzają obrazy zużycia warstwy widoczne na rys. 5.26a,b. Widoczny jest wąski ślad wytarcia z miejscowymi, drobnymi ubytkami, które świadczą o uszkodzeniu kohezyjnym warstwy. Największe głębokości wytarcia zmierzone na profilach poprzecznych oraz widoczne na rys. 5.26a nie przekraczają $1,8 \mu\text{m}$, a zatem w czasie całego testu był kontakt pomiędzy przeciwpróbką i warstwą – nie nastąpiło przetarcie warstwy.

Na przeciwpróbkach (kulki ze stali ŁH15) widoczne jest starcie w przybliżeniu równe szerokości wytarcia warstwy – rys. 5.27b. Od strony natarcia na kulce (rys. 5.27bc) widoczne są uszkodzenia spowodowane oddziaływaniem produktów zużycia, od strony przeciwnej (rys. 5.27d) uszkodzeń tego typu nie zaobserwowano

Na profilach liniowych analizy składu chemicznego metodą EDS w poprzek śladu wytarcia na rys. 5.26c w miejscach głębszych ubytków warstwy uzyskano mniejszą zawartość węgla niż przy analizie z powierzchni warstwy poza śladem zużycia. Podwyższone zawartości azotu w miejscach najgłębszych uszkodzeń, mogą pochodzić z zastosowanej podwarstwy azotku tytanu. Zawartość tytanu na całym analizowanym odcinku nie ulega wyraźnym zmianom. Podwyższona zawartość żelaza i chromu w miejscach najgłębszych uszkodzeń pochodzić może od materiału wtartej stalowej przeciwpróbki lub od stalowego podłoża. Zwiększone zawartości tlenu w śladzie wytarcia pochodzą od produktów utleniania materiału warstwy lub przeciwpróbki. Z analizy powyższej sądzić można, że w węzle tarcia warstwa TiC-stalowa przeciwpróbka (ŁH15), poza zużyciem ściernym i adhezyjnym zachodzi również zużycie chemiczne poprzez utlenianie.

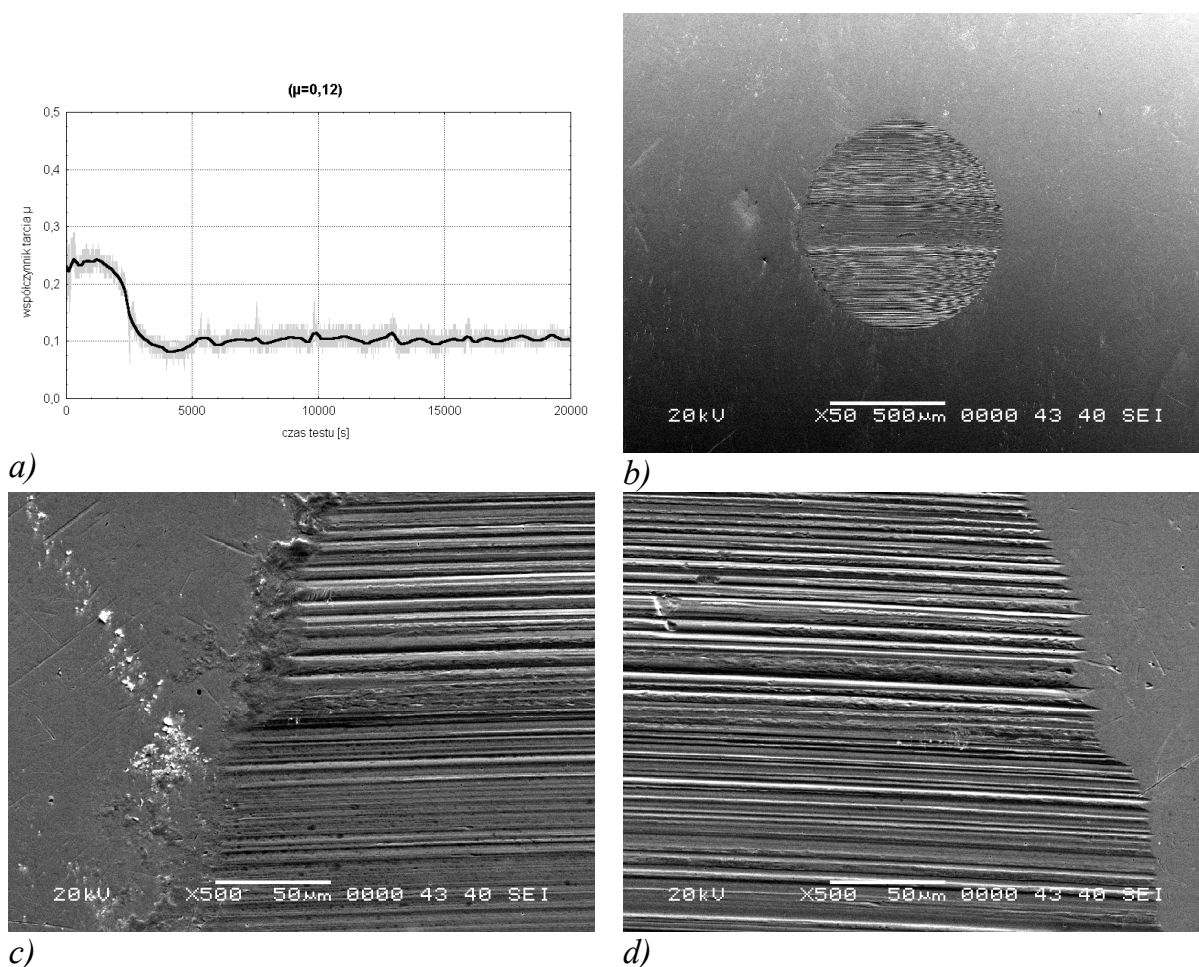
Próbki pokryte warstwą TiC_xN_{1-x} ($\alpha = 12,5\%$)

Podczas badania zużycia warstwy węgloazotku tytanu wytwarzanej przy małym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych (próbka nr TiCN32), zarejestrowano wartości średnie współczynnika tarcia $\mu = 0,14$ (rys. 5.28a i tabela 5.12), zbliżone jak dla węgla tytanu. Wskaźniki zużycia są również niewielkie $k_w = 5,3 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ i $k_k = 0,204 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (tabela 5.12).



Rys. 5.26. Charakterystyka śladu wytarcia po badaniu zużycia, metodą kulka-tarcza, próbki z warstwą TiC ($\alpha = 0\%$) nałożoną równocześnie z narzędziami

a) profilogram 3D śladu wytarcia,
 b) obraz SEM wytarcia warstwy z zaznaczoną linią analizy pierwiastków,
 c) profile składu chemicznego (EDS) w poprzek śladu wytarcia

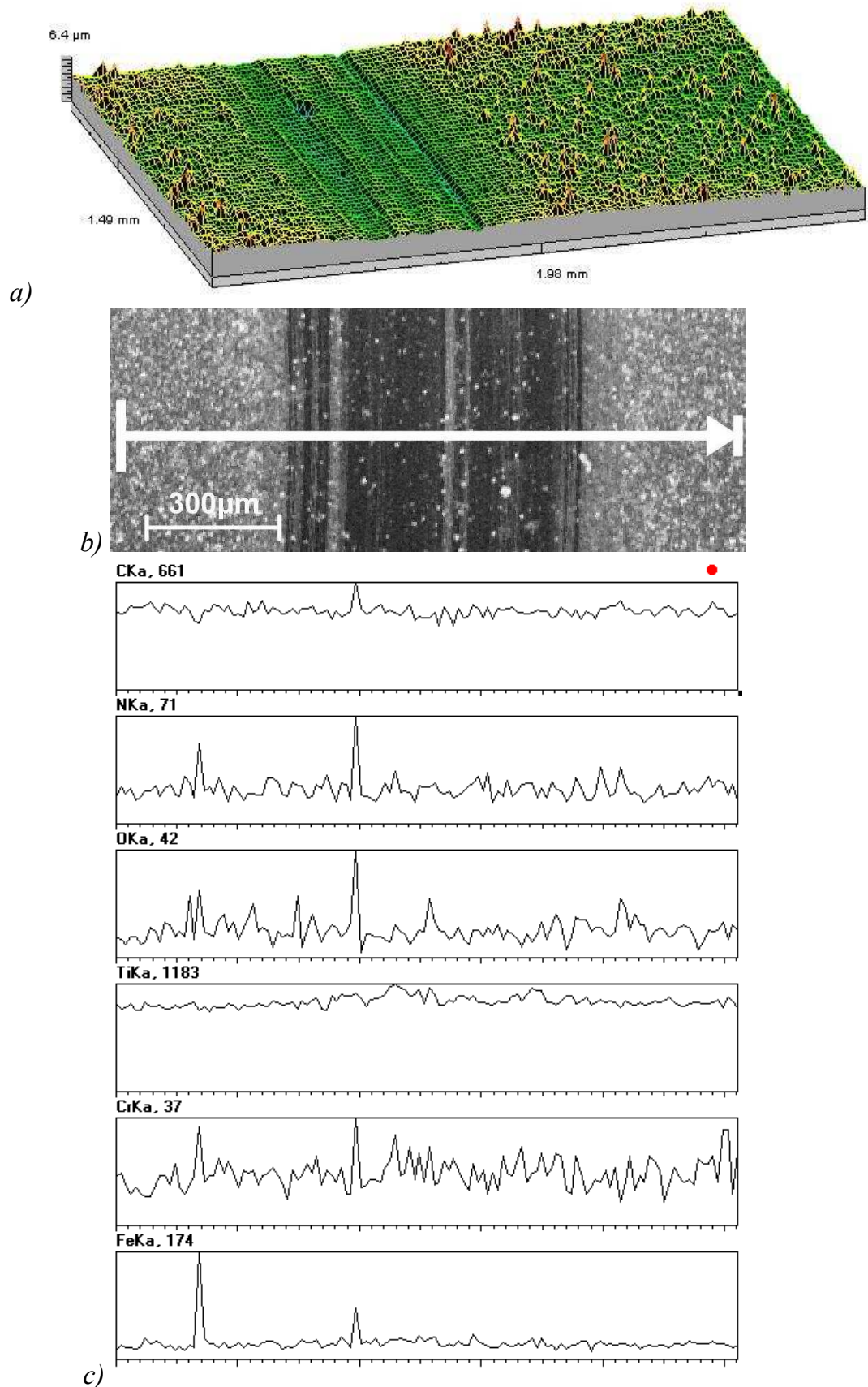


Rys. 5.27. Współczynnik tarcia suchego oraz zużycie stalowej przeciwpróbki podczas badania zużycia próbki pokrytej warstwą TiC ($\alpha = 0\%$)

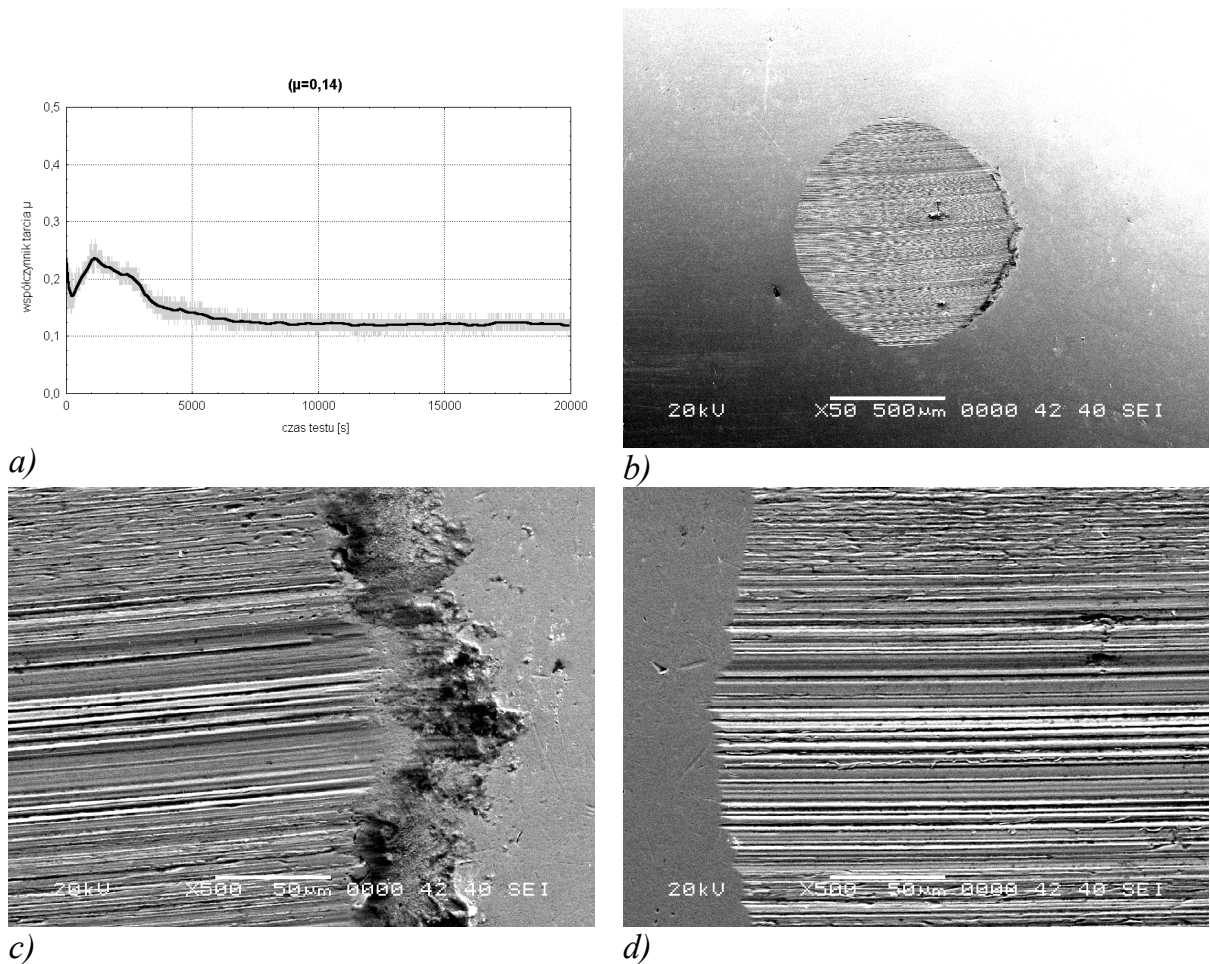
- a) zmiany współczynnika tarcia w czasie testu
- b) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki ze stali ŁH15
- c) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony powierzchni natarcia
- d) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony przeciwnej

Ślad wytarcia warstwy jest równomierny na całej szerokości, największe głębokości wytarcia zmierzone na profilach poprzecznych oraz widoczne na trójwymiarowym profilogramie powierzchni (rys. 5.28a) nie przekraczają $1\mu\text{m}$. W czasie całego testu nie nastąpiło przetarcie warstwy. Szerokość wytarcia warstwy i przeciwpróbki (rys. 5.28b i 5.29b) jest taka sama. Na kulce (rys. 5.29c) widoczne są uszkodzenia spowodowane oddziaływaniem produktów zużycia; od strony przeciwnej (rys. 5.29d) uszkodzeń tego typu nie zaobserwowano.

Z analizy profili liniowych analizy składu chemicznego metodą EDS w poprzek śladu wytarcia wynika (rys. 5.28c), że koncentracja węgla, tytanu oraz chromu nie zmienia się w sposób wyraźny. W miejscach gdzie wystąpiły większe ilości tlenu podwyższone są również koncentracje innych analizowanych pierwiastków. Świadczyć to może o występowaniu utlenionych produktów zużycia materiału warstwy i przeciwpróbki w śladzie wytartej warstwy.



Rys. 5.28. Charakterystyka śladu wytarcia po badaniu zużycia, metodą kulka-tarcza, próbki z warstwą TiCN ($\alpha = 12,5\%$) nałożoną równocześnie z narzędziami
 a) profilogram 3D śladu wytarcia,
 b) obraz SEM wytarcia warstwy z zaznaczoną linią analizy pierwiastków,
 c) profile składu chemicznego (EDS) w poprzek śladu wytarcia

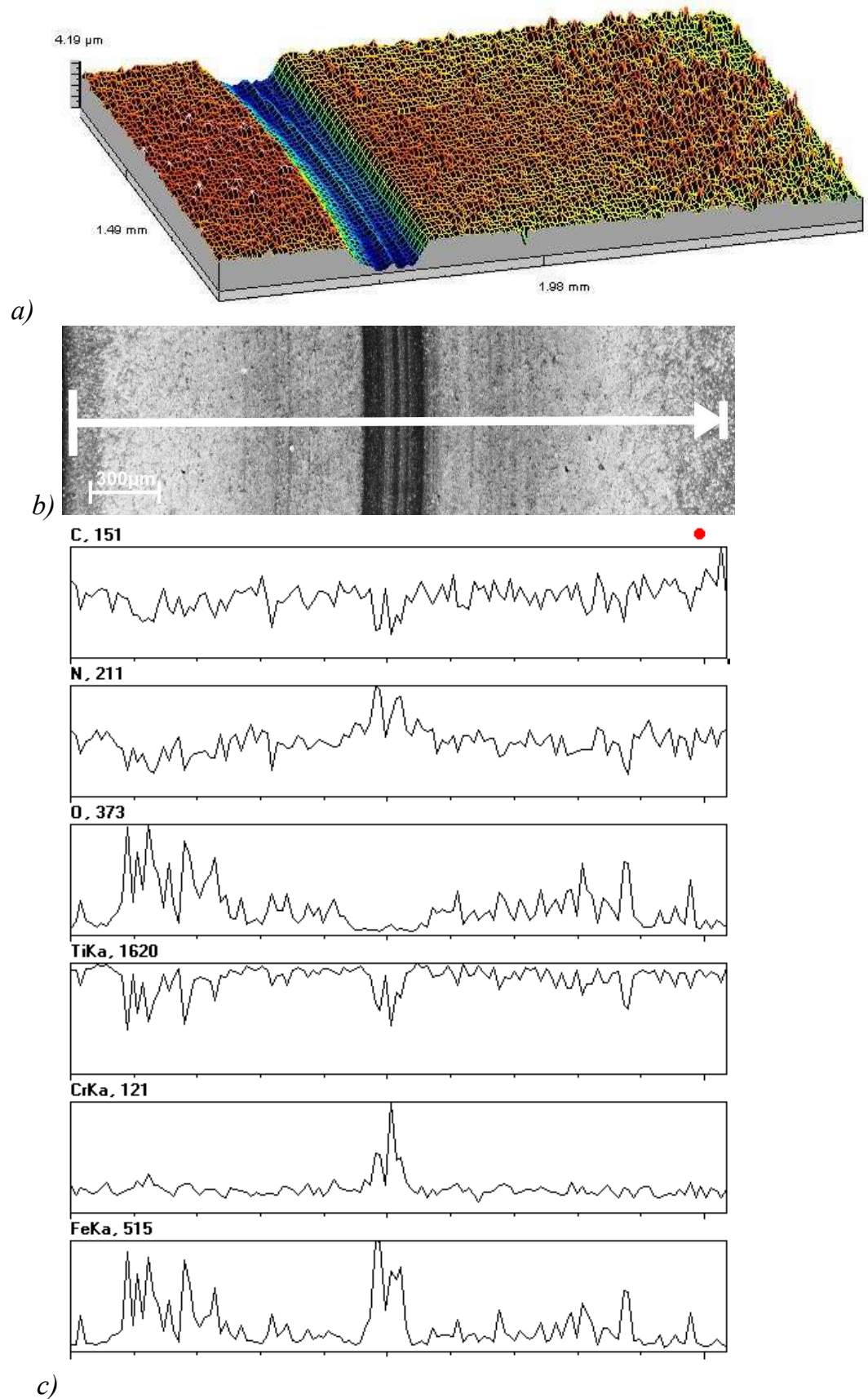


Rys. 5.29. Współczynnik tarcia suchego oraz zużycie stalowej przeciwpróbki podczas badania zużycia próbki pokrytej warstwą TiCN ($\alpha = 12,5\%$)

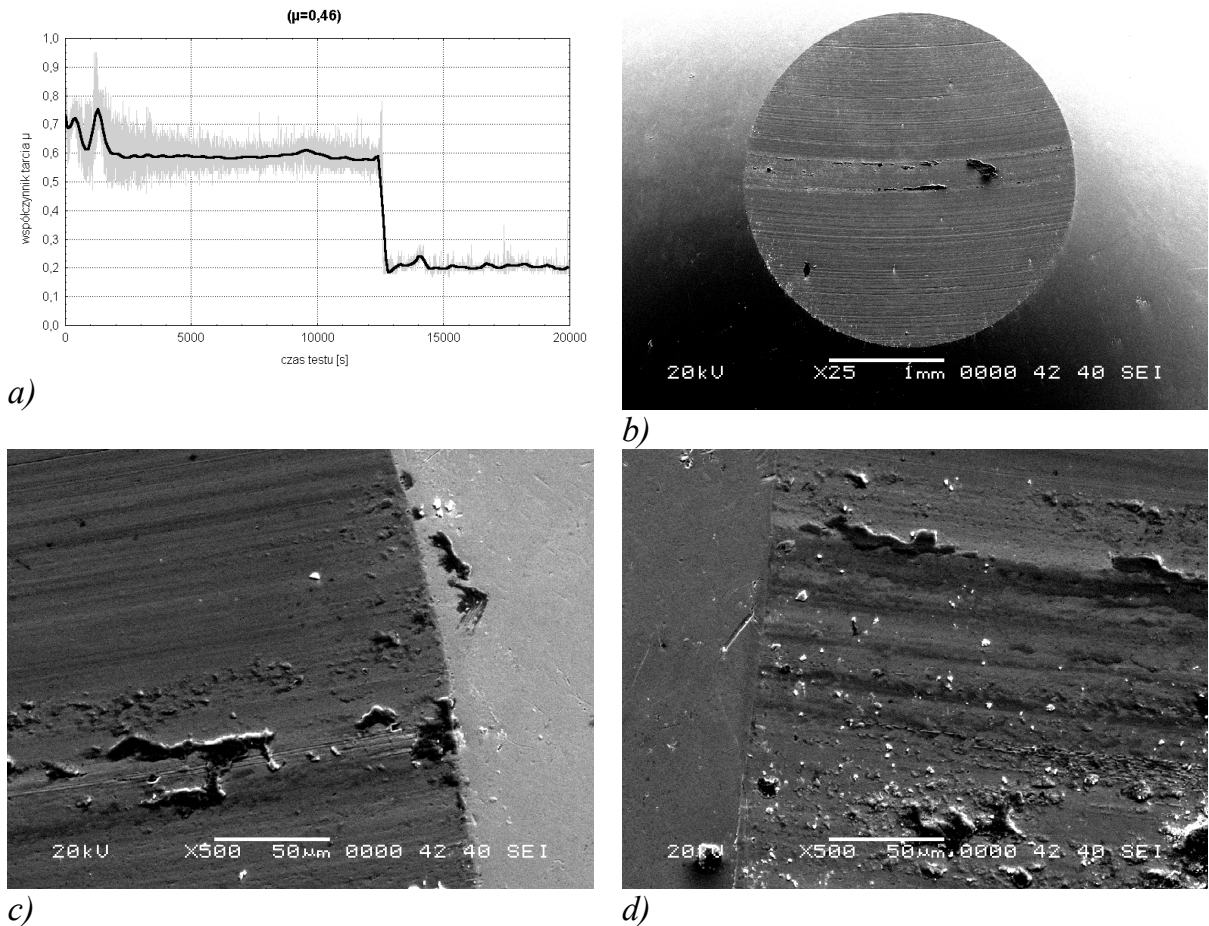
- a) zmiany współczynnika tarcia w czasie testu
- b) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki ze stali ŁH15
- c) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony powierzchni natarcia
- d) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony przeciwnej

Próbki pokryte warstwą $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ($\alpha = 87,5\%$)

Warstwa węgloazotku tytanu wytwarzana przy dużym udziale azotu (próbka nr TiCN35) wykazuje wyższe wartości średnie współczynnika tarcia $\mu = 0,46$ (rys. 5.31a i tabela 5.12) niż węgiel i węgloazotek tytanu wytwarzany przy małym udziale azotu. Od początku testu (przez ok. 3,5 godziny) rejestrowano wysokie wartości współczynnika tarcia suchego (około 0,6) z dużymi wahaniami. Po tym czasie nastąpiło gwałtowne obniżenie jego wartości do blisko 0,2 z jednoczesnym zmniejszeniem jego wahań. Spowodowane to może być transferem materiału warstwy lub innych produktów zużycia do startej przeciwpróbki. Potwierdzeniem tej hipotezy jest obraz powierzchni startej przeciwpróbki (rys. 5.31bcd) pokrytej fragmentami produktów zużycia różnych rozmiarów. Dzięki temu zachodzi tarcie powierzchni warstwy o stalową przeciwpróbkę przysłoniętą produktami zużycia. Drobne fragmenty przywartych produktów widoczne na kulce od strony powierzchni natarcia powodować mogą również zmniejszenie bezpośredniego kontaktu pomiędzy stalową przeciwpróbką i powierzchnią warstwy – w konsekwencji obniżenie wartości współczynnika tarcia.



Rys. 5.30. Charakterystyka śladu wytarcia po badaniu zużycia, metodą kulka-tarcza, próbki z warstwą TiCN ($\alpha = 87,5\%$) nałożoną równocześnie z narzędziami
 a) profilogram 3D śladu wytarcia,
 b) obraz SEM wytarcia warstwy z zaznaczoną linią analizy pierwiastków,
 c) profile składu chemicznego (EDS) w poprzek śladu wytarcia

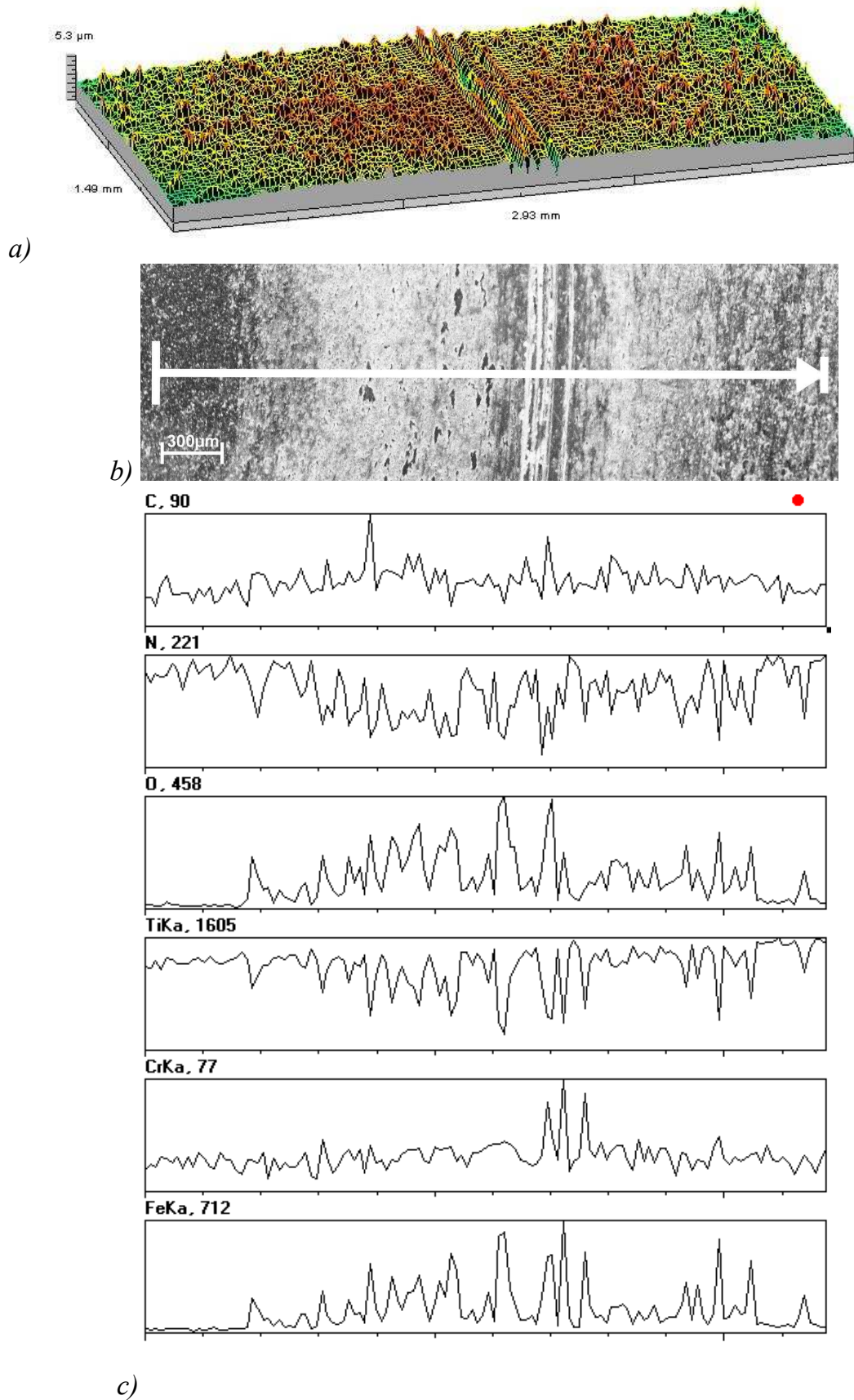


Rys. 5.31. Współczynnik tarcia suchego oraz zużycie stalowej przeciwpróbki podczas badania zużycia próbki pokrytej warstwą TiCN ($\alpha = 87,5\%$)

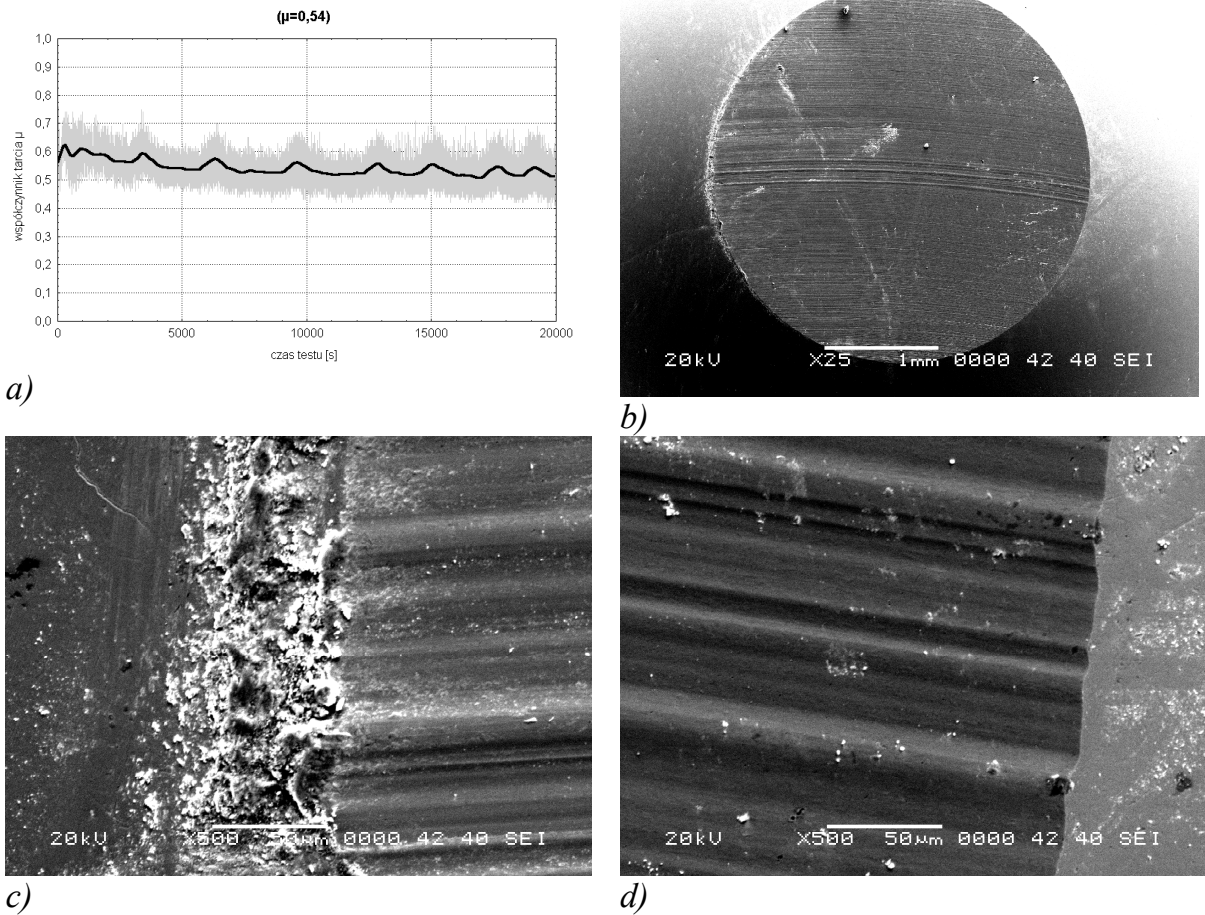
- a) zmiany współczynnika tarcia w czasie testu
 b) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki ze stali ŁH15
 c) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony powierzchni natarcia
 d) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony przeciwnej

Zużycie warstwy określone wskaźnikiem $k_w = 13,76 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ jest prawie 2-3 razy większe niż miało to miejsce przy badaniu warstw wytwarzanych przy małym udziale azotu. Duże wartości wskaźnika wynikają z tego, że nastąpiło wąskie i głębokie wytarcie warstwy, w niektórych miejscach na głębokości prawie $2,5 \mu\text{m}$, pośrodku śladu tarcia, widoczne na rys. 5.30ab. Z powodu wysokiego współczynnika tarcia w początkowej fazie testu nastąpiło szerokie starcie stalowej przeciwpróbki - wskaźnik $k_k = 13,76 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (tabela 5.12), świadczące o prawie 100 razy większym zużyciu niż ma to miejsce dla warstw TiC i TiCN ($\alpha=12,5\%$). Szerokość śladu wytarcia warstwy (rys. 5.30ab) i przeciwpróbki (rys. 5.31b) jest taka sama.

W środkowej części nastąpiło wytarcie warstwy węgloazotku i częściowe podwarstwy azotku tytanu ponieważ widoczne są podwyższone zawartości azotu, a obniżone dla węgla i tytanu (rys.5.30c). Na prawie całej szerokości śladu tarcia występuje zwiększona zawartość tlenu i żelaza co świadczyć może o wtarceniu w powierzchnię warstwy produktów utleniania. Podwyższona zawartość chromu i żelaza a obniżona tytanu w środkowej części śladu wynikać może z tego, że nastąpiło tam prawie całkowite zużycie warstwy. Zmniejszona zawartość tlenu wskazywać może, że dominujący w tej środkowej części śladu było ścieranie warstwy a w mniejszym



Rys. 5.32. Charakterystyka śladu wytarcia po badaniu zużycia, metodą kulka-tarcza, próbki z warstwą TiN ($\alpha = 100\%$) nałożoną równocześnie z narzędziami
 a) profilogram 3D śladu wytarcia,
 b) obraz SEM wytarcia warstwy z zaznaczoną linią skaningu pierwiastków,
 c) profile składu chemicznego (EDS) w poprzek śladu wytarcia



Rys. 5.33. Współczynnik tarcia suchego oraz zużycie stalowej przeciwpróbki podczas badania zużycia próbki pokrytej warstwą TiN ($\alpha = 100\%$)
 a) zmiany współczynnika tarcia w czasie testu
 b) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki ze stali ŁH15
 c) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony powierzchni natarcia
 d) obraz SEM wytarcia przeciwpróbki od strony przeciwnej

utlenianie. Na podstawie powyższego wnioskować można, że w trakcie badania tej warstwy na szerokości śladu tarcia zachodzi równocześnie kilka mechanizmów zużycia tribologicznego warstwy i przeciwpróbki.

Próbki pokryte warstwą TiN ($\alpha = 100\%$)

Warstwa azotku tytanu (próbka nr TiN09) wykazuje najwyższe średnie wartości współczynnika tarcia $\mu = 0,54$ (rys. 5.33a i tabela 5.12) spośród wszystkich przebadanych warstw TiC_xN_{1-x} . Wysokie wartości współczynnika tarcia spowodowały, że nastąpiło największe zużycie przeciwpróbek – wskaźnik zużycia kulek $k_k = 19,823 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (tabela 5.12). Na powierzchni warstwy na całej szerokości występowały narosty o wysokości około $1 \mu\text{m}$, stąd wyliczona jest ujemna wartość wskaźnika zużycia warstwy $k_w = -19,45 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (tabela 5.12). W środkowej części śladu widoczny jest ubytek warstwy na niewielkiej szerokości ok. $300 \mu\text{m}$, największe głębokości tych uszkodzeń w śladzie tarcia zmierzone na profilogramach poprzecznych oraz widoczne na profilogramie 3D - rys. 5.32a, są nie głębsze niż $1 \mu\text{m}$. Szerokość starcia warstwy (rys. 5.32ab) i przeciwpróbki (rys. 5.33b) jest taka sama.

Na podstawie analizy profili liniowych składu chemicznego w poprzek śladu wytarcia (rys. 5.32c) widoczna jest na prawie całej szerokości podwyższona zawartość tlenu i żelaza. Świadczyć to może o wtarciu w powierzchnię warstwy materiału przeciwpróbki i produktów utleniania. Również na całej szerokości widoczna jest mniejsza zawartość azotu i tytanu gdyż warstwa została przysłonięta przez powstały narost. Podwyższona zawartość chromu, żelaza i tlenu a wyraźnie obniżona tytanu i azotu, w środkowej części śladu tarcia, potwierdzać może, że nastąpiło zużycie warstwy na większej głębokości z jednoczesnym utlenianiem.

Podsumowanie charakterystyki właściwości tribologicznych określonych na próbkach testowych z warstwami TiC_xN_{1-x} wytworzonymi równocześnie z narzędziami:

- zużycie warstw TiC_xN_{1-x} oraz zużycie przeciwpróbek wzrasta dla warstw osadzanych przy dużych udziałach azotu w mieszaninie gazów reaktywnych,
- po badaniach zużycia warstwy azotku tytanu zarejestrowano oprócz niewielkiego zużycia warstwy powstawanie narostów w śladzie tarcia,
- na podstawie analiz liniowych składu chemicznego EDS w poprzek śladów tarcia stwierdzić można, że oprócz zużycia ściernego, adhezyjnego warstw i stalowych przeciwpróbek w węzle tarcia zachodzą również procesy utleniania,
- analizy liniowe składu chemicznego EDS w poprzek śladów tarcia wskazują, że powstające produkty zużycia przywierają do powierzchni badanej warstwy,
- z obserwacji morfologii zużycia stalowych przeciwpróbek widoczne jest, że starcie przeciwpróbek jest równe szerokości śladu tarcia na warstwie,
- w trakcie tarcia zachodzą procesy transferu materiału pomiędzy trącymi powierzchniami, mogące wpływać na gwałtowne zmiany współczynnika tarcia.

5.4.3. Struktura warstw

Badano próbki pokryte warstwami TiC_xN_{1-x} przy opracowywaniu technologii oraz próbki znajdujące się w komorze urządzenia technologicznego TINA 900MOD podczas wytwarzania warstw na narzędziach skrawających ze stali szybko tnącej.

Skład fazowy warstw TiC_xN_{1-x} określono metodą dyfrakcji rentgenowskiej. Po analizie otrzymanych dyfraktogramów z refleksami od charakterystycznych płaszczyzn obliczono ze wzoru 5.1 wartości d_{hkl} i na tej podstawie zidentyfikowano fazy krystaliczne występujące w warstwach. Warstwy węglazotków tytanu zostały ujęto w jednej grupie, ponieważ dyfraktogramy otrzymane przy badaniu próbek o różnych składach posiadały charakterystyczne refleksy odpowiadające zbliżonym wartościom kątów 2Θ .

Za kryterium do identyfikacji danej fazy krystalicznej w warstwie przyjęto występowanie refleksów od co najmniej trzech płaszczyzn sieciowych tejże fazy. Przeprowadzono również badania rentgenowskie próbek stali SW7M w celu wyeliminowania ewentualnych refleksów pochodzących od podłoża. Porównując otrzymane wartości odległości międzypłaszczyznowych d_{hkl} z danymi zawartymi w tablicach ASTM oraz z danymi literaturowymi [Ilya95, Zhan93-1] określone zostały fazy krystaliczne wchodzące w skład warstw oraz podłoża. Wyniki badań składu fazowego warstw TiC_xN_{1-x} metodą dyfrakcji rentgenowskiej przedstawiono w tabeli 5.13.

Tabela 5.13. Struktura krystaliczna warstw TiC_xN_{1-x}

rodzaj warstwy	d_{hkl}			(hkl)	faza
	obliczone	wg ASTM	dane literaturowe		
	[Å]				
TiC	2,49	2,51	2,49 ⁽¹⁾	111	δTiC
	1,30	1,31	1,30 ⁽¹⁾	113	
	2,13	2,12	2,13 ⁽²⁾	200	$\delta TiCN$
	2,54	-	2,55 ⁽²⁾	101	ϵTi_2N + αTi
		2,56	-	010	
TiCN	2,47	-	-	111	$\delta TiCN$
	2,13	-	-	200	
	1,23	-	-	222	
	1,95	-	-	004	ϵTi_2N
	1,30	-	-	202	
TiN	2,46	2,44	2,46 ⁽²⁾	111	δTiN
	2,13	2,12	2,13 ⁽²⁾	200	
	1,23	1,23	1,23 ⁽²⁾	222	
	1,95	-	1,95 ⁽²⁾	004	ϵTi_2N
	1,30	1,29	1,30 ⁽²⁾	202	

(1) - [Ilya95], (2) - [Zhan93-1]

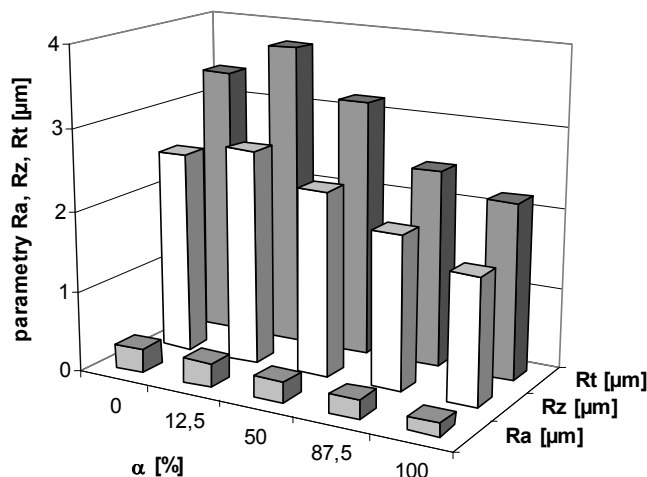
Dominujący refleks dla wszystkich warstw pochodził od płaszczyzny (111) odpowiednio od faz δTiC , $\delta TiCN$ lub δTiN , o sieci regularnej ściennie centrowanej. Drugą z faz, w przypadku warstw dla azotku tytanu była faza ϵTi_2N , dla węglaozotku tytanu była ϵTi_2CN o sieci tetragonalnej. W warstwach węgla tytanu, ze względu na niewystępowanie w układzie równowagi fazowej Ti-C analogicznej fazy ϵ , zidentyfikowano jedną z odmian alotropowych tytanu o sieci heksagonalnej αTi oraz fazy węglaozotków $\delta TiCN$, ϵTi_2CN pochodzące od zastosowanej podwarstwy.

5.4.4. Topografia powierzchni warstw

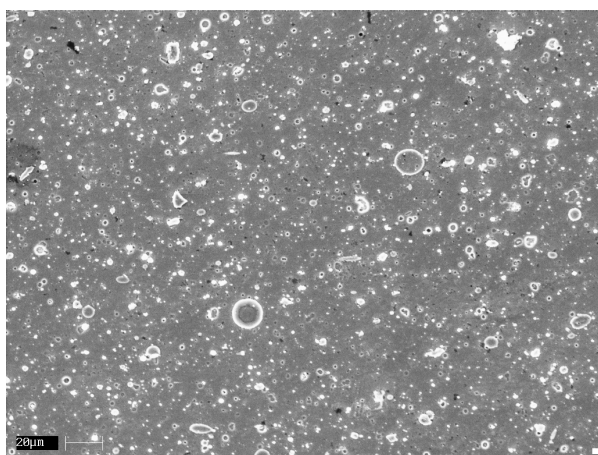
Topografię powierzchni warstw obserwowano na elektronowych mikroskopach skaningowych. Podczas badań na profilografometrze zarejestrowano również parametry charakteryzujące chropowatość. Średnie wartości parametrów R_a , R_z oraz R_t z pomiarów na powierzchni warstw TiC_xN_{1-x} nakładanych przy zmieniających składach mieszaniny gazów reaktywnych (współczynnik α) zamieszczono na rysunku 5.34. Dla każdej grupy warstw wykonywano pomiary na przynajmniej kilku próbkach, w co najmniej trzech różnych miejscach na powierzchni warstwy.

Wysokie wartości parametrów R_a , R_z oraz R_t charakteryzujące chropowatość warstw TiC_xN_{1-x} wynikają ze specyfiki katodowego odparowania łukowego, gdzie zawsze występują wbudowane charakterystyczne mikrokrople lub występują krater – pozostałości po mikrokroplach. Szczególnie wysokie wartości parametru R_t obrazującego maksymalną wysokość nierówności wynikać mogą z obecności mikrokropeli i kraterów w badanych warstwach. Zarejestrowano ponad 10-krotny wzrost parametru R_a na powierzchni warstw TiC_xN_{1-x} względem polerowanego podłoża ze stali SW7M, dla

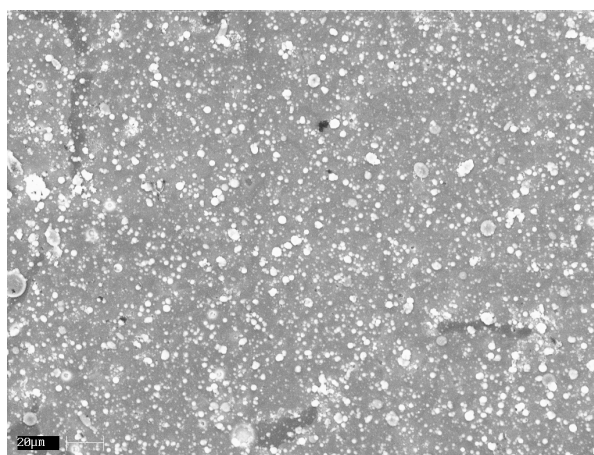
którego zmierzony parametr $R_a < 0,02 \mu\text{m}$. Największe wartości parametrów charakteryzujących chropowatość zmierzono dla warstw węglików i węglazotków tytanu otrzymywanych przy małych współczynnikach α . W miarę wzrostu udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych, w czasie osadzania, otrzymywano warstwy o lepszej gładkości. Stwierdzono występowanie dużej ilości mikrokropi pogarszających gładkość powierzchni (rys. 5.35). Niezależnie od składu mieszaniny gazów reaktywnych w czasie wytwarzania warstw, gęstość, oraz rozmieszczenie mikrokropel jest zbliżone.



Rys. 5.34. Parametry R_a , R_z i R_t charakteryzujące chropowatość powierzchni warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ w zależności od zastosowanego składu mieszaniny gazów reaktywnych α



a) $\alpha = 100 \%$, próbka nr TiN07



b) $\alpha = 0 \%$, próbka nr TiC52

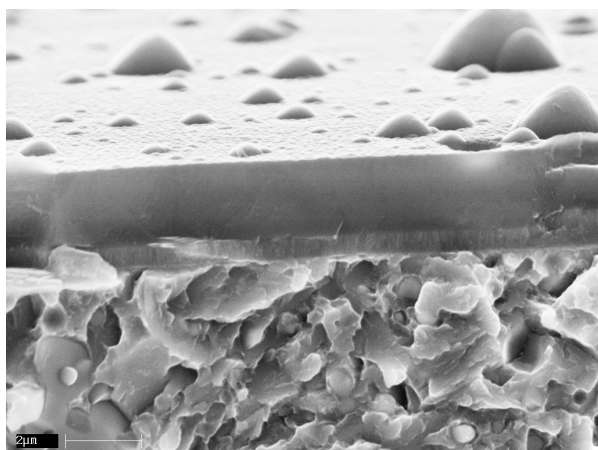
Rys. 5.35. Topografia powierzchni warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ obserwowana w mikroskopie skaningowym

5.4.5. Morfologia przelomów

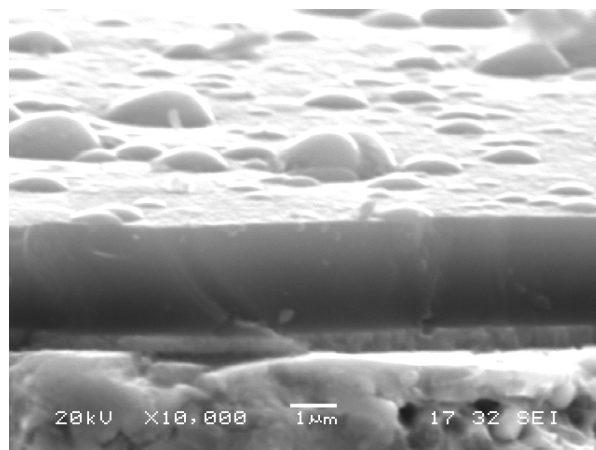
Morfologię przelomów warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ oraz ich topografię powierzchni obserwowano w elektronowym mikroskopie skaningowym.

Warstwy węglików tytanu TiC posiadają zwartą drobnoziarnistą strukturę o charakterze szklistym (fotografie na rys. 5.36a,b). Wyraźnie widoczna jest podwarstwa

TiN. Na powierzchni widoczne są kuliste mikrokrople o średnicy ok. $0,5 \div 2 \mu\text{m}$, a czasami nawet bardzo dużych rozmiarów do kilkunastu μm .



a) próbka nr TiC53

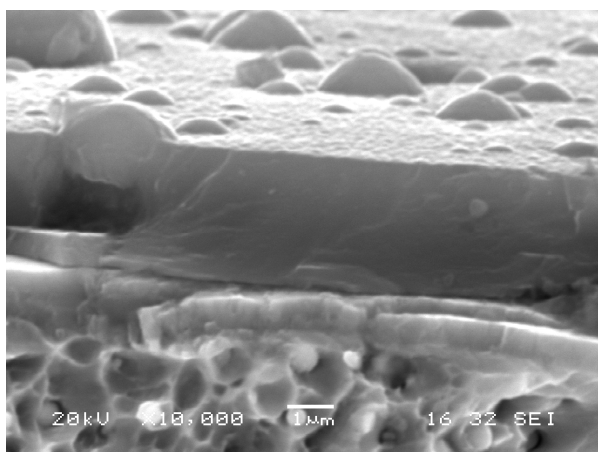


b) próbka nr TiC55

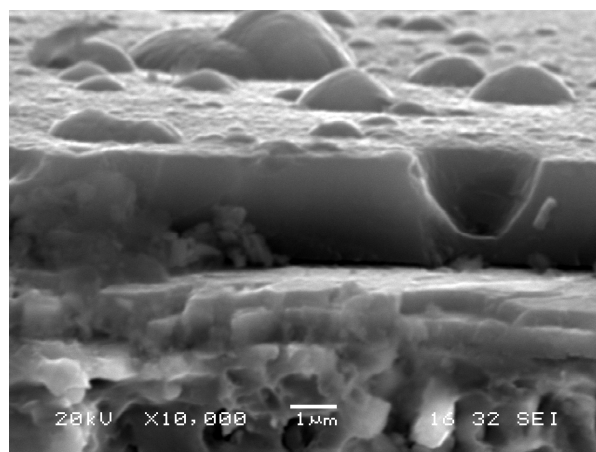
Rys. 5.36. Morfologia przelomów oraz topografia powierzchni warstw TiC ($\alpha = 0\%$) obserwowana na mikroskopie skaningowym

Przelomy warstw węglazotków tytanu otrzymywanych przy małym udziale azotu ($\alpha = 12,5\%$, rys. 5.37a, b), podobnie jak warstwy TiC posiadają drobnoziarnistą strukturę o charakterze szklistym z widoczną podwarstwą TiN. Podczas obserwacji tych warstw prowadzonych nawet przy bardzo dużych powiększeniach nie uwidoczniiono elementów struktury krystalicznej.

Warstwy węglazotków tytanu ($\alpha = 87,5\%$), pokazane na rys.5.38a,b oraz rys. 5.40a, posiadają strukturę kolumnową. Zarówno wewnątrz warstwy, jak i na jej powierzchni występują mikrokrople i kraterki. Miejscami na granicy podwarstwy TiN – warstwa TiCN widoczne są pęknięcia – rys. 5.38a. Zjawisko to może świadczyć o miejscowym zerwaniu sił adhezji warstwy węglazotku tytanu od podwarstwy TiN.



a) próbka nr TiCN27

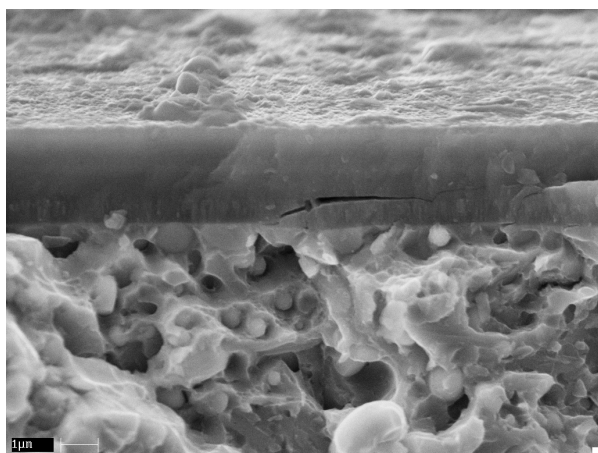


b) próbka nr TiCN27

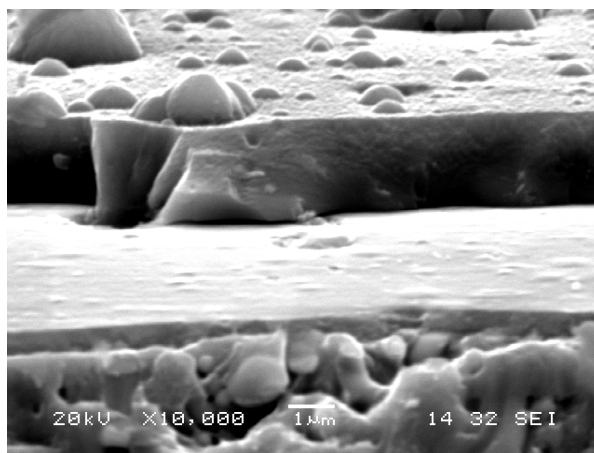
Rys. 5.37. Morfologia przelomów oraz topografia powierzchni warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ($\alpha = 12,5\%$) obserwowana na mikroskopie skaningowym

Podczas obserwacji przelomów warstw azotku tytanu (rys. 5.39a,b oraz rys. 5.40b) widoczne są również drobne ziarna o wydłużonych kolumnowych kształtach. Na powierzchni poza mikrokroplami zaobserwować można także charakterystyczne dla

metody łukowej krater. Mikrokrople mogą osiągnąć rozmiary nawet do kilkunastu mikrometrów. Obserwacje warstw azotku tytanu oraz węglazotku tytanu uzyskane przy dużym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych prowadzone przy dużych powiększeniach, tak jak na rys. 5.40a,b, lepiej uwidaczniają drobne elementy struktury kolumnowej tych warstw.



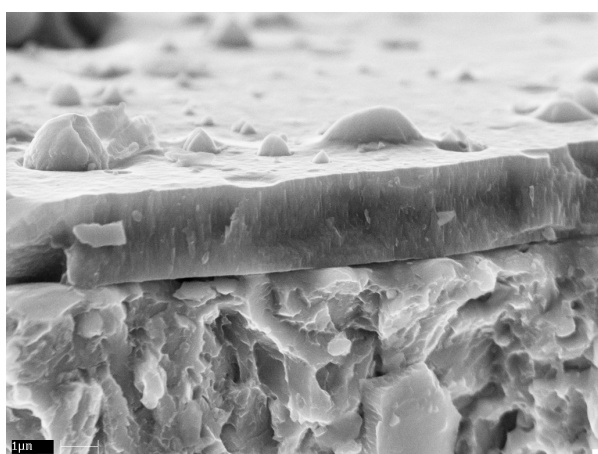
a) próbka nr TiCN31



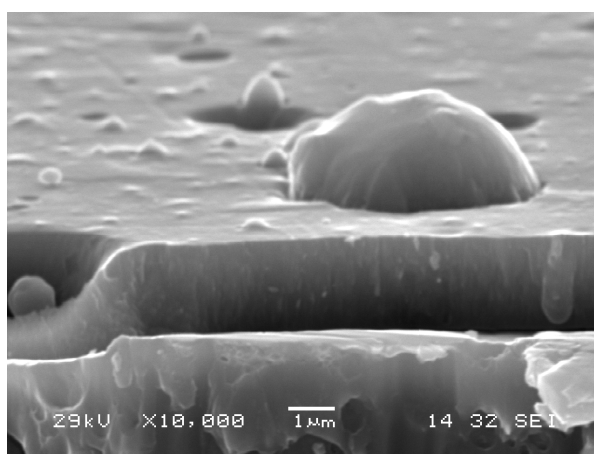
b) próbka nr TiCN35

Rys. 5.38. Morfologia przelomów oraz topografia powierzchni warstw TiC_xN_{1-x} ($\alpha = 87,5\%$) obserwowana na mikroskopie skaningowym

Widoczne na powierzchniach warstw TiC_xN_{1-x} krater (rys. 5.37b, 5.39a,b oraz 5.40b) powstawać mogą w wyniku wypychania istniejących mikrokropel. Mechanizm ten tłumaczyć można wysokimi naprężeniami ściskającymi wewnątrz twardych cienkich warstw [Münz95, Beti94]. Występujące mikrokrople i krater na powierzchniach warstw wpływać mogą na wysokie wartości parametrów opisujących ich chropowatość.

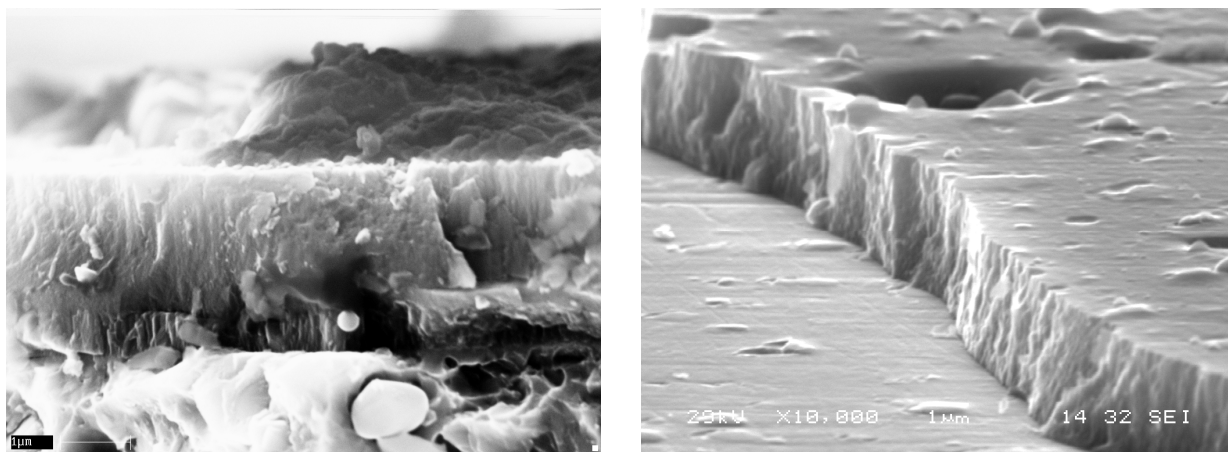


a) próbka nr TiN07



b) próbka nr TiN09

Rys. 5.39. Morfologia przelomów oraz topografia powierzchni warstw TiN ($\alpha = 100\%$) obserwowana na mikroskopie skaningowym

a) $\alpha = 87,5 \%$, próbka nr TiCN31b) $\alpha = 100 \%$, próbka nr TiN09

Rys. 5.40. Morfologia przełamów warstw TiC_xN_{1-x} z obserwowana w mikroskopie skaningowym przy dużych powiększeniach

Podsumowanie odnośnie badań struktury, topografii powierzchni i morfologii przełamów warstw TiC_xN_{1-x} nałożonych na próbki testowe:

- na podstawie badań składu fazowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej stwierdzono występowanie w warstwach TiC i TiN faz krystalicznych tych związków; w warstwach o składach pośrednich występowały fazy krystaliczne TiC i TiN o zmienionych parametrach sieciowych,
- na podstawie pomiarów chropowatości oraz obserwacji topografii powierzchni stwierdzono, że wszystkie warstwy TiC_xN_{1-x} nałożone metodą katodowego odparowania łukowego posiadają większą chropowatość niż podłoża, wynika to występowania charakterystycznych dla metody łukowej mikrokropel i kraterów,
- warstwy TiN i węglazotków tytanu, wytwarzanych przy dużym udziale azotu, posiadają strukturę o drobnych ziarnach kolumnowych,
- przełomy warstw węglazotków tytanu otrzymane przy dużym udziale acetylenu oraz warstw węgla tytanu mają charakter szklisty.

5.4.6. Skład chemiczny warstw określony metodą EDS

Wyniki badań składu uzyskane metodą EDS, wybranych warstw TiC_xN_{1-x} , wytwarzanych w dwóch urządzeniach technologicznych, przy zmianach udziału azotu w mieszaninie gazów reaktywnych przedstawiono w tabelach 5.14 i 5.15.

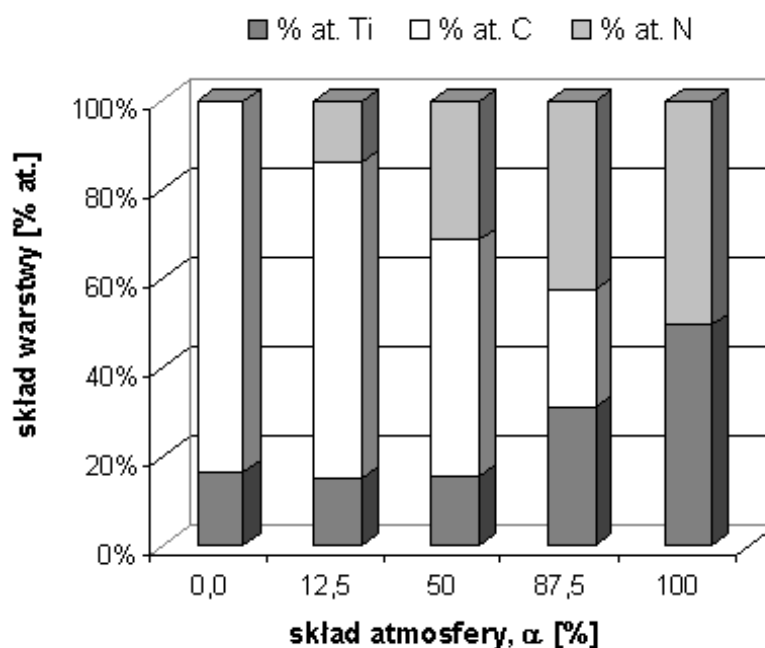
Tabela 5.14. Skład chemiczny warstw TiC_xN_{1-x} , wytworzonych w urządzeniu VT-700, określony metodą EDS

nr próbki	skład atmosfery α [%]	skład warstwy w % at.		
		Ti	C	N
TiN04	100	49,1	-	50,9
TiCN13	87,5	27,2	26,1	46,7
TiC38	0	16,7	83,3	-

Tabela 5.15. Skład chemiczny warstw TiC_xN_{1-x} wytworzonych w urządzeniu TINA 900MOD, określony metodą EDS

nr próbki	skład atmosfery α [%]	skład warstwy w % at.		
		Ti	C	N
TiN07	100	48,4	-	51,6
TiN07pl	100	48,8	-	51,2
TiN09	100	50,2	-	49,8
TiCN31	87,5	38,0	21,2	40,9
TiCN35	87,5	29,2	31,6	39,2
TiCN26	50	15,9	52,8	31,3
TiCN27	12,5	15,2	70,9	13,9
TiC53	0	17,1	82,9	-
TiC55	0	16,4	83,6	-

Azotek tytanu ($\alpha = 100\%$) jest prawie stechiometryczny pod względem udziału azotu i tytanu. Stosowanie ruchu podłoża tylko wokół osi stołu przedmiotowego czy też ruchu planetarnego (próbki z oznaczeniem pl) nie ma wyraźnego wpływu na koncentrację składników warstwy TiN. Skład warstw TiN jest porównywalny niezależnie od urządzenia technologicznego, w którym były wytwarzane.



Rys. 5.41. Skład chemiczny warstw TiC_xN_{1-x} otrzymanych w dwóch urządzeniach technologicznych przy zmianach składu atmosfery gazów reaktywnych (współczynnik α), określony metodą EDS

W warstwach węglazotków tytanu, wytwarzanych w mieszaninie gazów reaktywnych, przy zwiększającym się udziale acetylenu rosła koncentracja węgla a malała zawartość azotu i tytanu. Zawartość tytanu w warstwach otrzymanych dla współczynnika $\alpha \leq 50\%$ stabilizuje się i jest nie mniejsza niż 15 % at. Na rysunku 5.41 zamieszczono wyniki badań składu chemicznego warstw otrzymanych w dwóch

urządzeniach technologicznych przy zmianach składu atmosfery gazów reaktywnych. Warstwy otrzymane przy współczynniku $\alpha = 87,5\%$ zawierały zbliżone ilości tytanu i azotu po ok. 30-40 % at. Warstwy węgla tytanu ($\alpha = 0\%$) zawierają ponad 80 % at. węgla i blisko pięciokrotnie mniejszą zawartość tytanu ok. 16-17 % at. Wysokie koncentracje węgla w warstwach w stosunku do azotu świadczyć mogą o większej reaktywności acetyleny jako gazu węglonośnego. Wpływa to na wzrost szybkości osadzania warstw wytwarzanych przy większych udziałach acetyleny w mieszaninie gazów reaktywnych. Zawartość tytanu i węgla w warstwach TiC wytwarzanych w atmosferze tylko acetyleny ($\alpha = 0\%$) jest porównywalna, niezależnie od urządzenia technologicznego, w którym były wytwarzane.

Podsumowanie wyników badań składu chemicznego warstw określonego metodą EDS:

- warstwy azotku tytanu wytwarzane w atmosferze azotu posiadają skład stechiometryczny,
- w warstwach węglazotków tytanu w miarę zwiększającego się udziału acetyleny rosła zawartość węgla, zmniejszeniu ulega zawartość azotu i tytanu,
- w warstwach węgla tytanu występuje wysoka koncentracja węgla, a zawartość tytanu jest na poziomie kilkunastu % atomowych,
- wszystkie warstwy uzyskane przy tych samych parametrach technologicznych, niezależnie od urządzenia, w którym były wytwarzane, posiadają zbliżone koncentracje składników i nie zależą od sposobu obrotów.

5.4.7. Analiza składu warstw w spektrometrze GDOS

Zmiany rozkładu stężenia składników warstw TiC_xN_{1-x} oraz materiału podłoża (stal SW7M) w funkcji głębokości analizowano w spektrometrze GDOS. Skład podłoży ze stali SW7M określony za pomocą spektroskopii GDOS odpowiada koncentracji pierwiastków zgodnej z Polską Normą (tabela 5.1, rozdział 5.1.2).

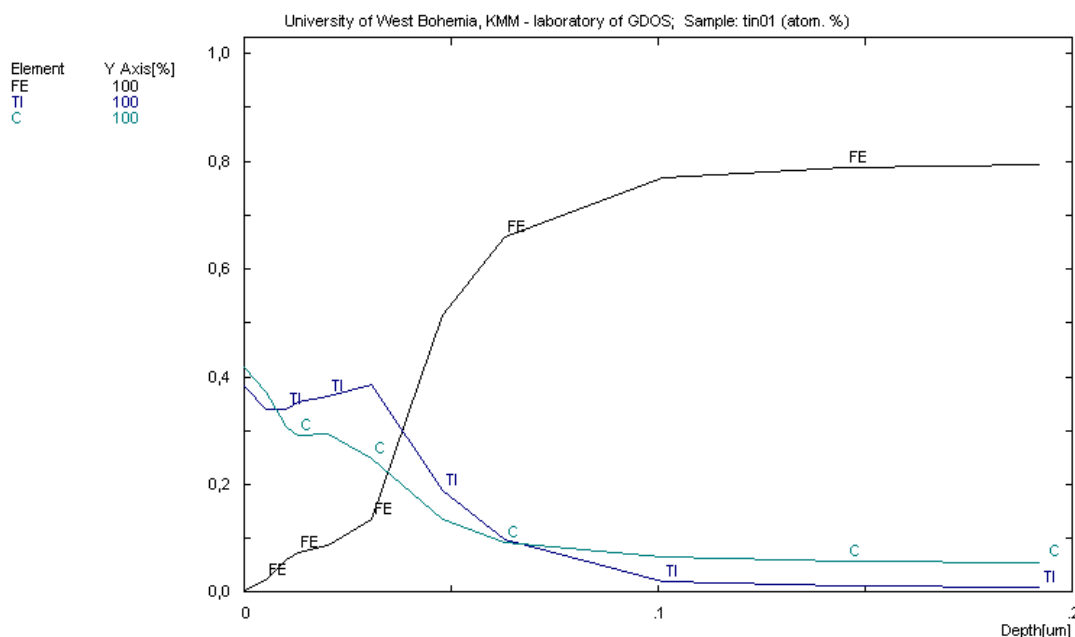
Przeprowadzono pomiar zmiany stężenia tytanu i żelaza na próbce ze stali SW7M tylko po czyszczeniu jonowym – rys. 5.42. Od powierzchni do głębokości ok. 0,1 μm widoczna jest wysoka koncentracja tytanu. Potwierdza to, że trakcie czyszczenia jonowego, przed zasadniczym wytwarzaniem warstwy, tworzyła się bardzo cienka (ok. 0,05 μm) podwarstwa tytanu.

Na wszystkich zamieszczonych wykresach z analiz składu warstw uzyskanych w spektrometrze GDOS, dla ich lepszej przejrzystości, ze składników materiału podłoża stalowego zamieszczano tylko zmiany koncentracji żelaza i węgla.

Na kolejnych rysunkach zamieszczono wykresy zmian stężenia składników warstw TiC_xN_{1-x} , wytwarzanych w dwóch urządzeniach technologicznych (VT-700 i TINA 900MOD), przy różnych składach mieszaniny gazów reaktywnych (współczynnik $\alpha = 0 \div 100\%$).

Na rysunkach 5.43 i 5.44 przedstawiono zmiany stężenia (w % at.) składników warstwy TiN analizowane w spektrometrze GDOS. Badano warstwy otrzymane w urządzeniu VT-700 (rys.5.43a) oraz TINA 900MOD (rys.5.43b), z ruchem podłoży wokół osi (rys.5.44a) i z ruchem z ruchem planetarnym (rys.5.44b). Wykresy obrazujące profil

koncentracji pierwiastków (Fe, Ti, N, C) w funkcji głębokości są porównywalne. Zawartość azotu systematycznie zmniejsza się od maksymalnego wynoszącego przy powierzchni ok. 70 % atomowych do ok. 50 % at. na głębokości 1 μm ; zawartość tytanu zwiększa się z ok. 20 % at. przy powierzchni do ok. 50 % at. na głębokości 1 μm . Na głębokości 0,5÷1 μm warstwy azotku tytanu posiadają skład zbliżony do stechiometrycznego. Na głębokości większej niż 1,5 μm aż do podłoża koncentracje azotu i tytanu systematycznie maleją. Dla azotku tytanu otrzymanego w obydwu urządzeniach technologicznych występują podobne zmiany stężenia pierwiastków. Rodzaj urządzenia do nakładania warstw oraz rodzaj obrotów nie ma większego wpływu na zmiany koncentracji składników warstwy, wpływa tylko na szybkość osadzania czyli otrzymaną grubość.

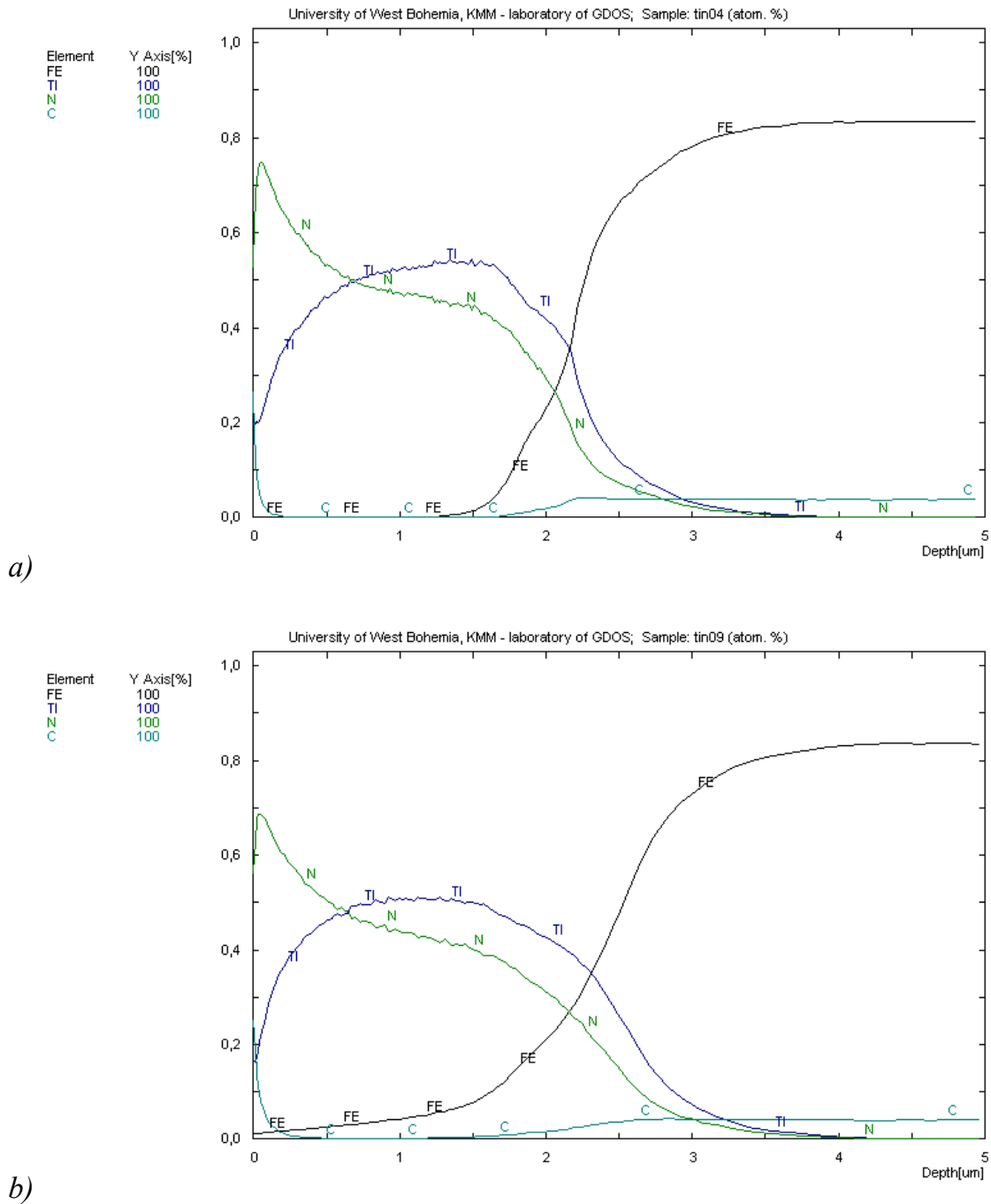


Rys. 5.42. Zmiany stężenia tytanu i żelaza oraz węgla z podłoża (w % at.) na próbce ze stali SW7M po trawieniu jonowym w urządzeniu TINA 900MOD

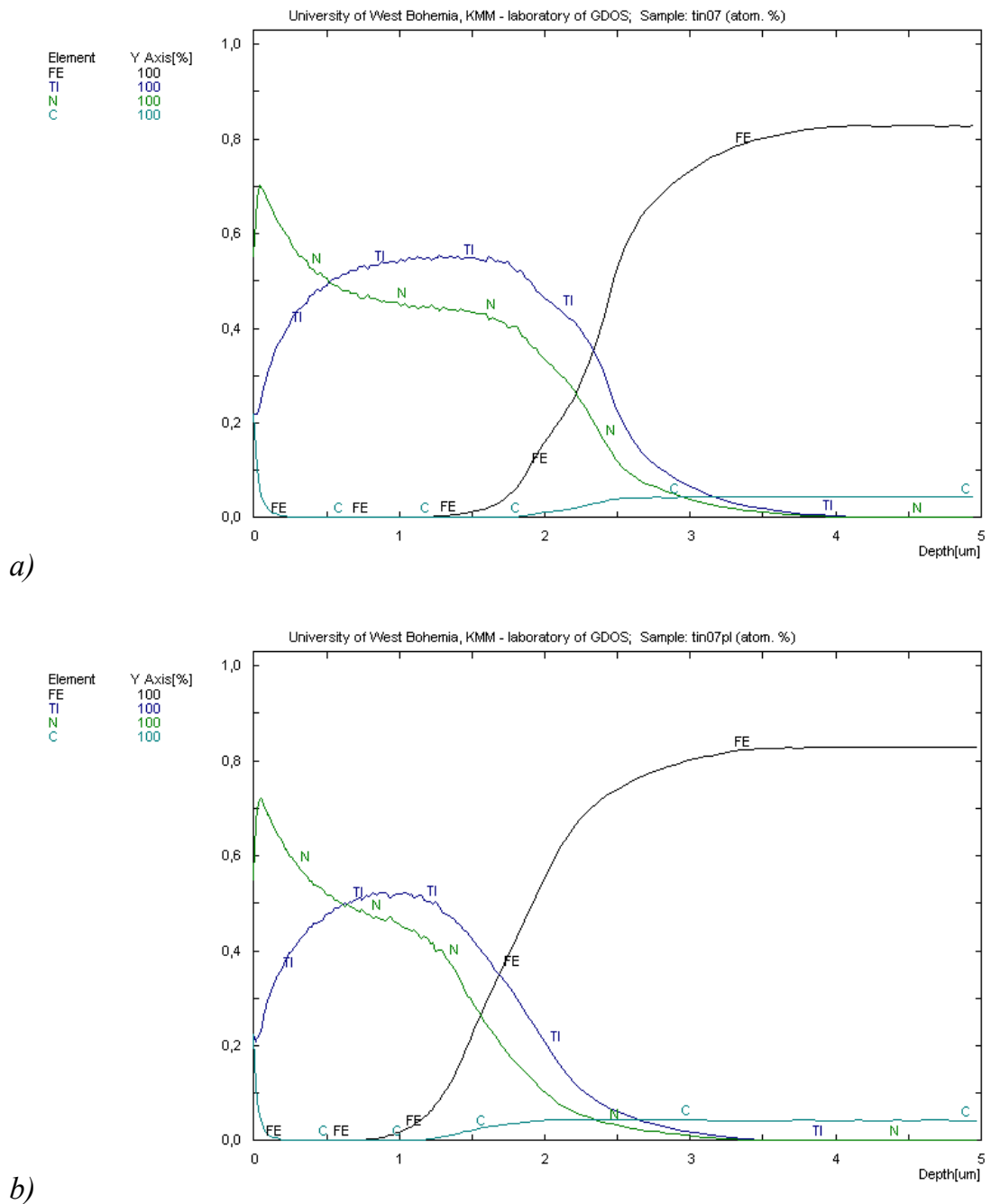
Stężenie pierwiastków tworzących warstwy węglazotków tytanu zmienia się wraz z odległością od powierzchni. Dla warstw uzyskanych przy dużym udziale azotu i niewielkim acetyleny w atmosferze gazów reaktywnych ($\alpha = 87,5\%$, rys. 5.45a,b) stężenie węgla zmniejsza się od ok. 30 % at. na powierzchni do ok. 20 % at. na głębokości powyżej 0,5 μm . Powyżej 1 μm skład chemiczny ustala się następująco: Ti – 45 ÷ 55 % at., N – 30 ÷ 40 % at., C – 15 ÷ 20 % at. Przy większej grubości warstw uzyskuje się bardziej równomierny skład chemiczny warstwy – rys. 5.45a.

Na kolejnych rysunkach przedstawiono zmiany stężenia składników warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, uzyskanych przy zwiększonym udziale acetyleny w atmosferze gazów reaktywnych, w urządzeniu TIN 900MOD. Odpowiednio rys. 5.46a,b – dla $\alpha = 50\%$ dla dwóch próbek: z ruchem tylko wokół osi stolika i z ruchem planetarnym podłoży. Na rys. 5.47 przedstawiono zmiany składu warstwy węglazotku tytanu uzyskanej dla $\alpha = 12,5\%$. W warstwach tych również stwierdzono występowanie zmian koncentracji składników od powierzchni do podłoża. Z tym, że dla warstw uzyskanych przy coraz większym udziale acetyleny w atmosferze gazów reaktywnych wykrywano większą zawartość węgla oraz mniejszą azotu i tytanu. Sposób obrotów próbek względem źródeł

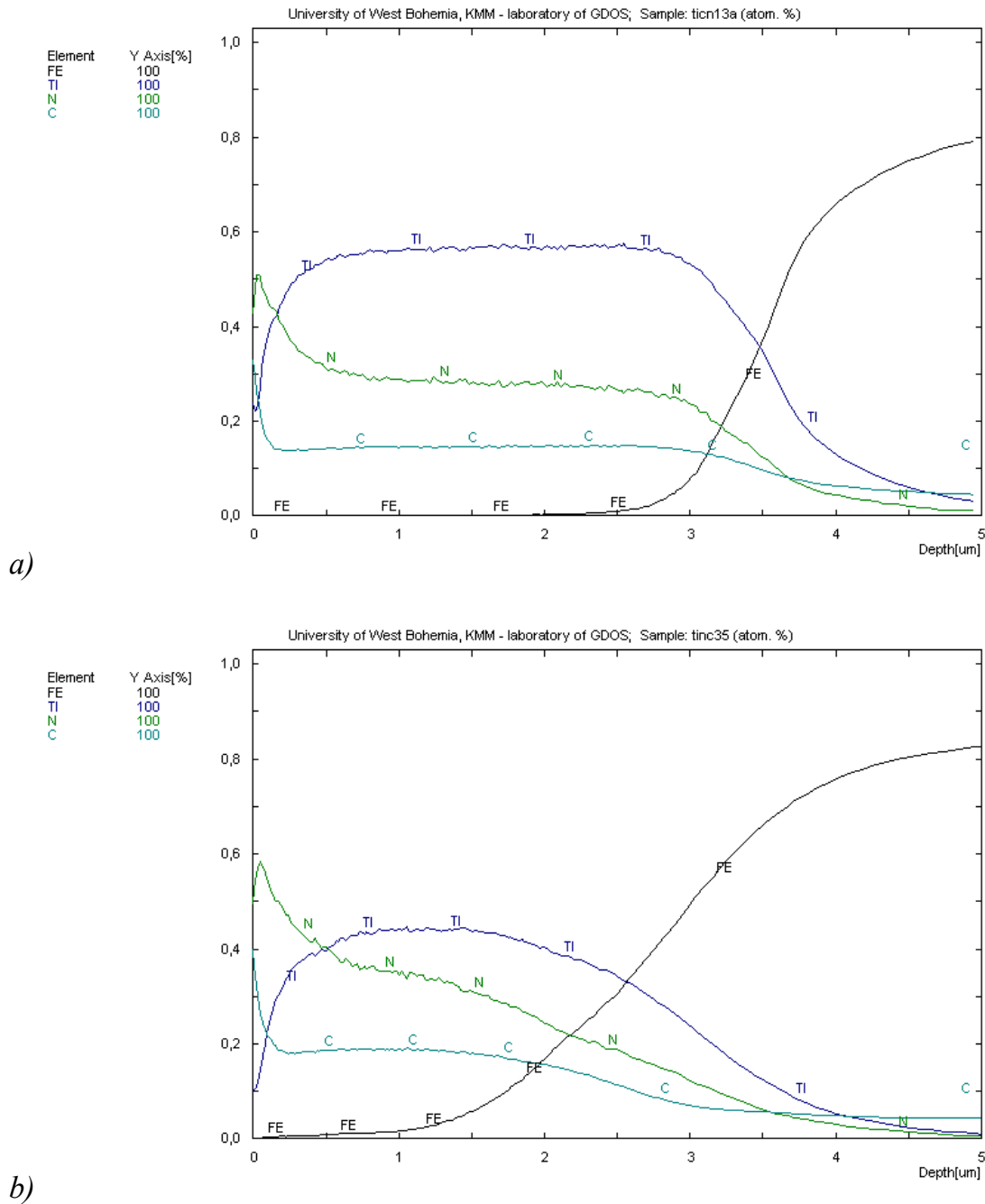
nie ma większego wpływu na zmiany koncentracji składników warstwy $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ co widoczne jest na rys. 5.46a,b, wpływa to tylko na otrzymane grubości.



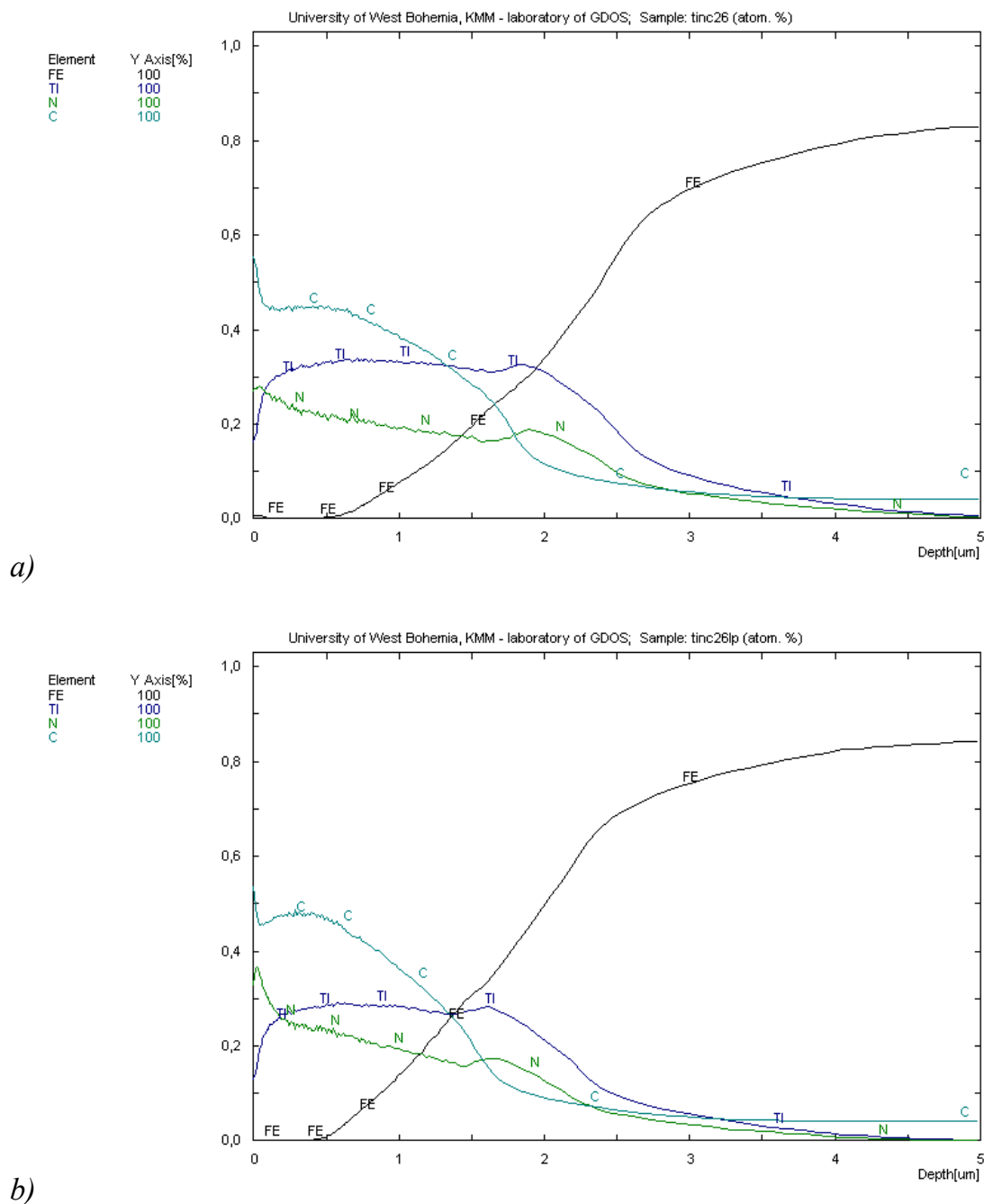
Rys. 5.43. Zmiany stężenia (w % at.) składników warstwy TiN ($\alpha = 100\%$) i żelaza oraz węgla z podłoża (stal SW7M); z urządzenia: a) VT-700, grubość całkowita ok. $2,5 \mu\text{m}$, b) TINA 900MOD, grubość całkowita ok. $2,3 \mu\text{m}$



Rys. 5.44. Zmiany stężenia składników warstwy TiN, oraz żelaza i węgla z podłoża, wytwarzanych w urządzeniu TINA 900MOD: a) z ruchem podłoża tylko wokół osi stołu - próbka nr TiN07, grubość ok. $2,4 \mu\text{m}$, b) z ruchem planetarnym - próbka nr TiN07pl, grubość ok. $2,1 \mu\text{m}$



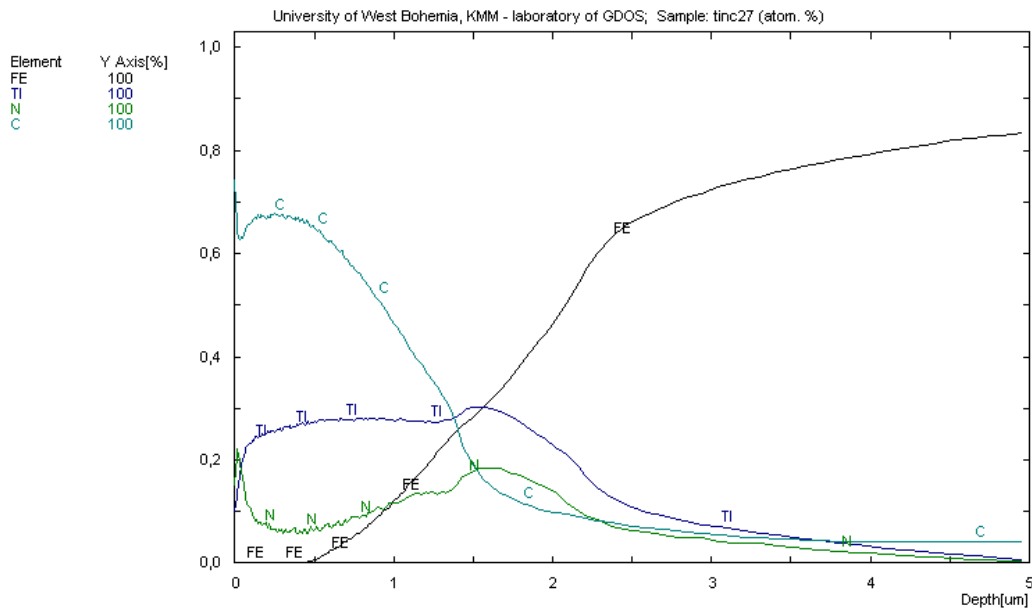
Rys. 5.45. Zmiany stężenia (w % at.) składników warstwy TiC_xN_{1-x} ($\alpha = 87,5\%$) i żelaza z podłoża (stal SW7M); z urządzenia: a) VT-700, grubość całkowita ok. $3,8\ \mu m$ bez podwarstwy, b) TINA 900MOD, grubość całkowita $2,7\ \mu m$ (razem z podwarstwą TiN ok. $0,45\ \mu m$)



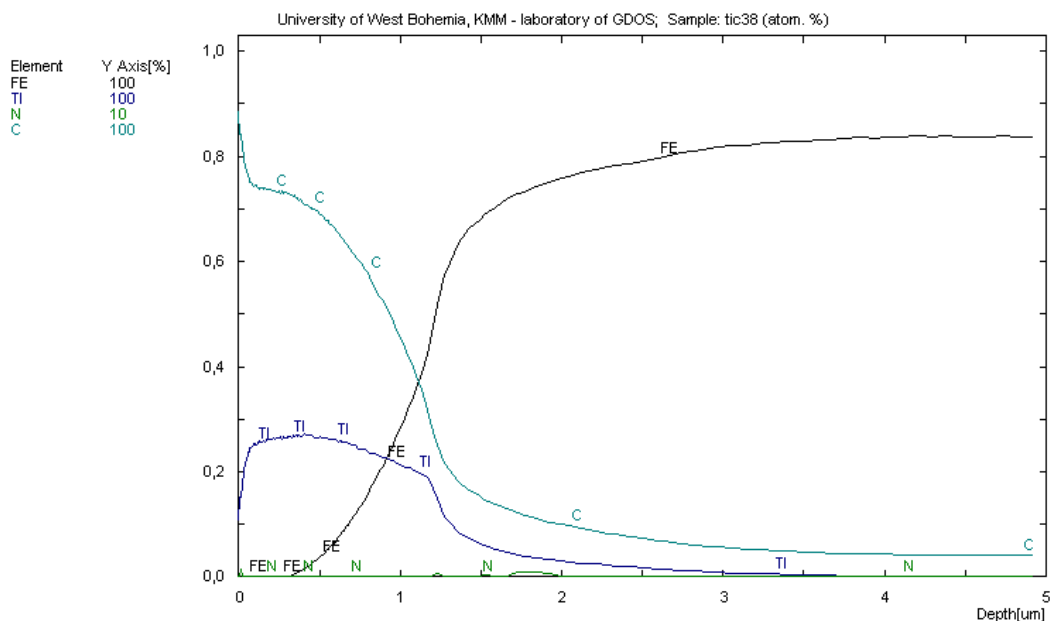
Rys. 5.46. Zmiany stężenia składników warstw TiC_xN_{1-x} ($\alpha = 50\%$), oraz żelaza i węgla z podłoża, wytwarzanych w urządzeniu TINA 900MOD: a) z ruchem podłoża tylko wokół osi stołu - próbka nr TiCN26, grubość ok. $2,9\ \mu m$ (razem z podwarstwą TiN ok. $0,6\ \mu m$), b) z ruchem planetarnym - próbka nr TiCN26pl, grubość ok. $2,7\ \mu m$ (razem z podwarstwą TiN ok. $0,5\ \mu m$)

Dla warstw węgla tytanu TiC (rys. 5.48a,b), otrzymanych w atmosferze acetyleny ($\alpha = 0\%$), określono również koncentracje składników w funkcji głębokości. Zawartość węgla od powierzchni na poziomie ok. 70 - 80 % at. zmniejsza się systematycznie do podłoża; stężenie tytanu utrzymuje się w zakresie 20 - 30 % at. Dla warstwy wytwarzanej w urządzeniu TiNA 900MOD, zawartość tytanu przy podłożu wzrasta oraz występuje azot, z powodu zastosowanej podwarstwy TiN (rys.5.48b).

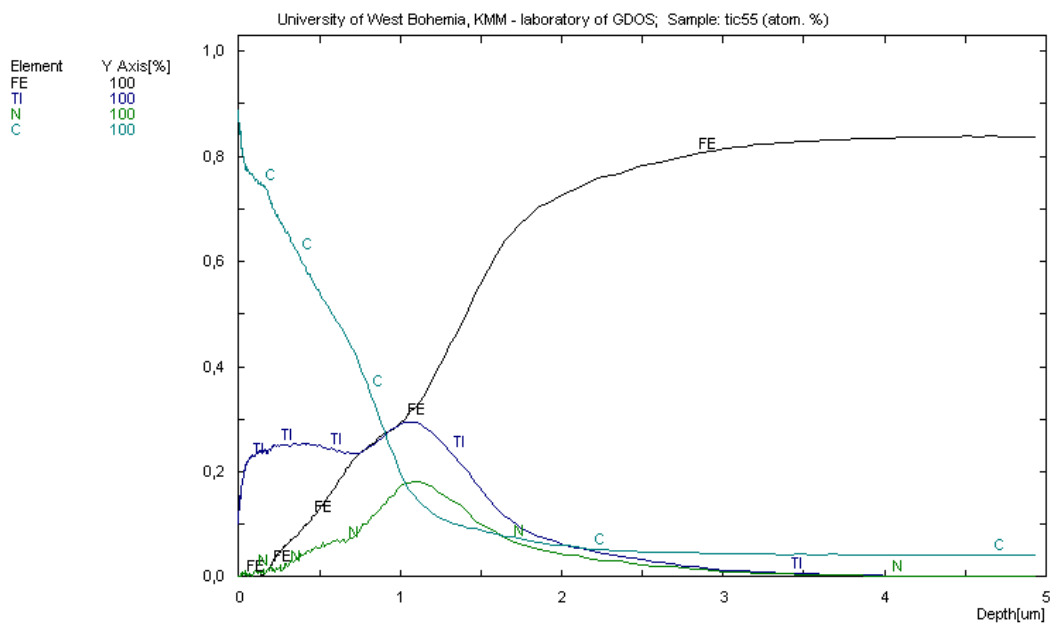
Dla wszystkich warstw węglików lub węgloazotków tytanu gdzie zastosowano podwarstwy TiN, w celu polepszenia ich przyczepności, widoczne są w pobliżu podłoża stalowego podwyższone koncentracje tytanu i azotu.



Rys. 5.47. Zmiany stężenia (w % at.) składników warstwy TiC_xN_{1-x} ($\alpha = 12,5\%$) i żelaza z podłoża (stal SW7M); z urządzenia TINA 900MOD, grubość całkowita ok. $3,2\ \mu m$ (razem z podwarstwą TiN ok. $0,65\ \mu m$)



a)



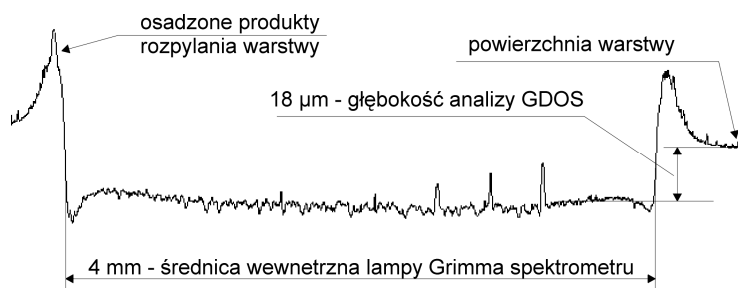
b)

Rys. 5.48. Zmiany stężenia (w % at.) składników warstw TiC ($\alpha = 0\%$), i żelaza z podłoża (stal SW7M); z urządzenia: a) VT-700, grubość całkowita ok. $2,6\ \mu\text{m}$ bez podwarstwy, b) TINA 900MOD, grubość całkowita $2,4\ \mu\text{m}$ razem (razem z podwarstwą TiN ok. $0,5\ \mu\text{m}$)

Skład warstw o składzie pośrednim pomiędzy azotkiem a węglikiem tytanu wskazuje na występowanie roztworu stałego o składzie chemicznym i parametrze sieciowym zawartym pomiędzy odpowiadającym azotkiem tytanu a węglikiem tytanu, co potwierdzają również wcześniej opisane badania struktury tych warstw za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej.

W strefie przejściowej warstwa – podłoże następuje zwiększenie stężenia węgla, żelaza i pozostałych pierwiastków wchodzących w skład podłoża, przy gwałtownie zmniejszającym się stężeniu tytanu i azotu wchodzących w skład naniesionych warstw.

Potwierdzeniem wątpliwości co do jednorodności rozpylania powierzchni badanych warstw jest przykładowy profilogram (rys. 5.49), wykonany w śladzie rozpylonej warstwy TiN po analizie w spektrometrze GDOS. Dno powstałego krateru nie jest płaskie, widoczne są zagłębienia i wystające nierówności, dlatego też analizowany może być skład chemiczny próbki rozpylanej z różnych głębokości. Na brzegach powstałego krateru osadzone zostają produkty rozpylania badanej próbki.



Rys. 5.49. Profilogram miejsca po analizie GDOS na powierzchni warstwy TiN (próbka nr TiN09)

Poza niejednorodnym rozpylaniem materiału z powierzchni próbki w czasie badania w spektrometrze GDOS, nie można wykluczyć również niewielkiego przemieszczania się pierwiastków w strefie przejściowej związanego z dyfuzją. Temperatura podłoży wynosi ok. 400°C, a długi czas osadzania warstwy sprzyja jej. Nie można też wykluczyć chociażby częściowej implantacji lub rozpylania materiału podłoża i osadzonej warstwy podczas czyszczenia jonowego (polaryzacja podłoża i wysoka energia katodowego odparowania łukowego). Tworzące się strefy przejściowe o charakterze dyfuzyjnym pomiędzy warstwą i podłożem mogą wpływać korzystnie na ich adhezję.

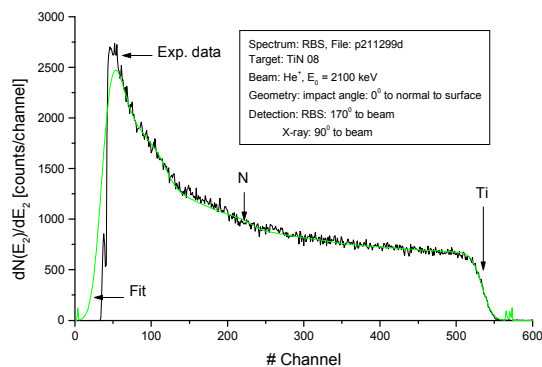
Podsumowanie wyników badań składu chemicznego warstw metodą GDOS:

- na powierzchni próbek po czyszczeniu jonowym, przed zasadniczym osadzaniem, tworzy się bardzo cienka (ok. 0,05 μm) warstwa tytanu,
- skład warstw azotku tytanu jest stechiometryczny na głębokości 0,5÷1 μm od powierzchni,
- w warstwach węgla tytanu występuje wysoka koncentracja węgla 80-90 % at., zawartość tytanu jest na poziomie kilkunastu % atomowych,
- wszystkie warstwy wytwarzane przy tych samych parametrach technologicznych, niezależnie od urządzenia i sposobu obrotów próbek względem źródeł posiadają zbliżone składy chemiczne,
- tworzące się strefy dyfuzyjne pomiędzy warstwą i podłożem wpływają korzystnie na adhezję warstw.

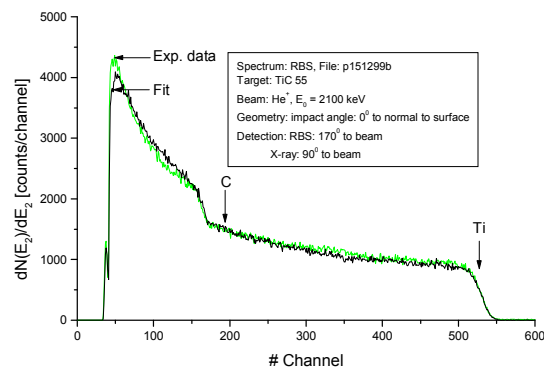
5.4.8. Skład warstw określony metodami RBS i ERDA

Wyniki badań składu warstw metodą RBS

Na rysunku 5.50 zamieszczono przykładowe widma RBS dla warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, wytwarzanych w urządzeniu TINA 900MOD, przy różnych składach atmosfery gazów reaktywnych (współczynnik α). Strzałki pozycjonujące dla N, C i Ti na widmach RBS są to znaczniki miejsca, od którego zaczyna się część widma pochodząca od danego pierwiastka. Znaczniki: „Exp. data” – widmo doświadczalne, „Fit” – widmo teoretyczne, uzyskane na podstawie funkcji dopasowującej. Dopasowanie widm wykonywano przy pomocy programu RUMP, opracowanym w USA do analiz RBS. Program ten uznawany jest jako standard dla innych programów analitycznych oraz jako modelowy program do analiz RBS [Vizk94, Rajc97, Clim94].



a) warstwa TiN ($\alpha = 100\%$)



b) warstwa TiC ($\alpha = 0\%$)

Rys.5.50. Przykładowe widma RBS dla warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, wytworzonych przy różnych składach atmosfery roboczej w urządzeniu TINA 900MOD

Początkowo podczas dopasowywania warstwę dzielono na cieńsze strefy po ok. 0,05 μm (lub 0,1 μm), gdy otrzymywano zbliżone wartości w poszczególnych strefach łączono je w grubsze (np. 0,6 μm). Koncentracje składników warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, uzyskane na podstawie widm RBS, zamieszczono w tabeli 5.16.

Tabela 5.16. Koncentracje składników warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, określone na podstawie analizy widm RBS

nr próbki	skład atmosfery współczynnik α [%]	strefa od powierzchni [μm]	skład warstwy w % at.		
			Ti	C	N
TiN08	100	0 ÷ 1,2	50,00	-	50,00
		1,2 ÷ 1,8	51,28	-	48,72
		1,8 ÷ 2,4	52,08	-	47,92
		2,4 ÷ 2,7	71,43	-	28,57
		pow. 2,7	warstwa przejściowa: Fe, Ti i N		
TiCN35	87,5	0 ÷ 0,6	33,33	33,33	33,33
		0,6 ÷ 1,0	41,67	29,17	29,17
		1,0 ÷ 1,2	45,45	27,27	27,27
		1,2 ÷ 1,4	50,00	25,00	25,00
		1,4 ÷ 1,6	55,56	22,22	22,22
		1,6 ÷ 1,85	66,67	16,67	16,67
		1,85 ÷ 2,15	90,91	4,55	4,55
pow. 2,15	warstwa przejśc.: Fe, Ti, C, N				
TiCN30	50	0 ÷ 0,6	33,33	33,33	33,33
		0,6 ÷ 1,7	34,48	32,76	32,76
		1,7 ÷ 1,75	35,71	32,14	32,14
		1,75 ÷ 2,1	40,00	30,00	30,00
		2,1 ÷ 2,45	47,62	26,19	26,19
		pow. 2,45	warstwa przejśc.: Fe, Ti, C, N		
TiCN27	12,5	0 ÷ 0,6	33,33	33,33	33,33
		0,6 ÷ 1,2	33,33	33,33	33,33
		1,2 ÷ 1,7	33,33	33,33	33,33
		1,7 ÷ 1,71	33,33	33,33	33,33
		1,71 ÷ 2,41	45,45	27,27	27,27
		pow. 2,41	warstwa przejśc.: Fe, Ti, C, N		
TiC55	0	0 ÷ 0,6	48,98	51,02	-
		0,6 ÷ 1,23	28,57	71,43	-
		pow. 1,23	warstwa przejściowa: Fe, Ti i C		

Równomierne zawartości węgla i azotu w warstwach węglazotków tytanu wynikają z bliskości położenia energii rozproszenia dla tych pierwiastków na widmie (dla azotu 622 eV, dla węgla 505 eV) oraz zdolności rozdzielczej całego traktu pomiarowego ok. 35 eV, co nie pozwala pierwiastków tych rozróżnić. W wyniku tego ograniczenia w trakcie dopasowywania widma teoretycznego i doświadczalnego przyjęto, że w warstwach węglazotku tytanu, oprócz metalu (Ti), koncentracja dwóch niemetalu (N i C) jest równomierna (są w stechiometrii). Co do interpretacji stosunku C/N/Ti jest to stosunek ilości atomów C i N (C lub N) do Ti jaki należało wprowadzić,

by opisać widmo RBS. Jest to stosunek rzeczywistej liczby atomów C i N do liczby atomów Ti, a nie ich względnej koncentracji. Pomimo ograniczeń metody RBS, istotnym faktem wynikającym z powyższych analiz jest stwierdzenie, że w większości badane warstwy TiC_xN_{1-x} posiadają niejednorodny skład chemiczny w funkcji głębokości. Potwierdzają to również zamieszczone w poprzednim rozdziale niniejszej pracy wyniki analiz GDOS.

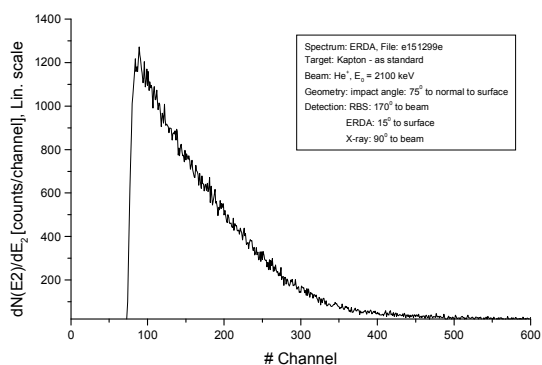
Obecność wodoru nie wpływa w istotny sposób na straty energetyczne jonów helu w badanych próbkach z warstwami. Dla określenia jego udziału mierzone były dodatkowo widma wybiciowe ERDA.

Określenie koncentracji wodoru w warstwach metodą ERDA

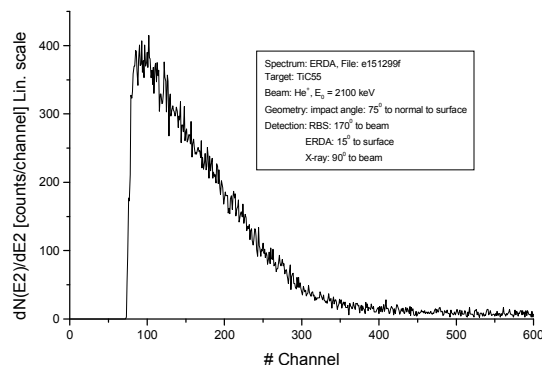
Badania składu warstw TiC_xN_{1-x} wykonane metodami EDX, GDOS oraz RBS nie umożliwiają oceny zawartości wodoru w warstwie. Jego udział jest z pewnością znaczący, gdyż pierwiastek ten wchodzi w skład węglonośnego gazu reaktywnego – acetyleny. Znajduje to potwierdzenie w literaturze [Bewi93] oraz wynikach badań prowadzonych w jednostkach Politechniki Koszalińskiej (KIMat., ŚLTP) m.in. także przez autora niniejszej pracy [Prec92-2, Prec06, Czyż98-1, Czyż00, Panc99-1].

Analiza metodą ERDA [Rajc97], ze względu na mały kąt padania wiązki ($15-20^\circ$ do powierzchni) daje informacje o koncentracji wodoru z cienkiej strefy przypowierzchniowej (praktycznie nie większej niż $0,5 \mu m$). W tym obszarze w próbkach, na podstawie analizy RBS określono, że jest praktycznie stała koncentracja C/Ti lub (C+N)/Ti i nie ma problemu z uwzględnieniem niejednorodności warstwy badanych próbek. Podawany stosunek C/Ti lub (C+N)/Ti jest stały w granicach błędu doświadczalnego. W niniejszych analizach względny błąd statystyczny był na poziomie 3 – 5 %.

Jako standard do określania koncentracji wodoru w warstwach TiC_xN_{1-x} stosowano folię kaptonu $H_{10}C_{22}N_2O_5$ o masie molowej 382. W molu jest $6,02 \times 10^{23}$ cząstek kaptonu. Ponieważ gęstość kaptonu to $1,44 \text{ g/cm}^3$, to w 1 cm^3 jest $2,25 \times 10^{22}$ atomów H. Przyjmując, że gęstość TiC jest $3,39 \text{ g/cm}^3$ to w 1 cm^3 TiC jest $3,39 \times 10^{22}$ cząstek TiC. Korzystając z powyższego można określić udział wodoru w warstwach w postaci proporcji H/TiC. Na rysunku 5.51a przedstawiono widmo ERDA dla kaptonu, przyjętego jako standard o określania koncentracji wodoru w warstwach.



a) kapton ($H_{10}C_{22}N_2O_5$)



b) warstwa TiC (nr próbki: TiC55)

Rys. 5.51. Widma energetyczne ERDA

Na rysunku 5.51b przedstawiono przykładowe widmo ERDA dla warstwy TiC. Wszystkie widma energetyczne ERDA uzyskane dla próbek z warstwami TiC znormalizowane zostały ładunkowo do widma uzyskanego dla kaptonu. Na podstawie widm wyznaczone zostały stosunki pomiędzy wodorem, a poszczególnymi warstwami TiC (z uwzględnieniem w nich koncentracji tytanu i węgla, określonej wcześniej w analizie RBS). Koncentracje wodoru w warstwach TiC określone metodą ERDA zamieszczono w tabeli 5.17.

Tabela 5.17. Koncentracje wodoru warstwach TiC ($\alpha = 0\%$) określone na podstawie widm energetycznych ERDA

nr próbki	koncentracja wodoru w warstwie	wzór stechiometryczny
Warstwy TiC z podwarstwą azotku tytanu ok. 0,5 μm		
TiC54(55)	21 %H/TiC	(TiC)H _{0,21}
TiC53	15,33 %H/TiC	(TiC)H _{0,1533}
TiC52	9,35 %H/TiC	(TiC)H _{0,0935}
TiC51	23,55 %H/TiC	(TiC)H _{0,2355}
TiC51pl	11 % H/TiC	(TiC)H _{0,11}
warstwy TiC bez podwarstwy:		
TiC43	7,56 % H/TiC	(TiC)H _{0,0756}
TiC43pl	14,66 %H/TiC	(TiC)H _{0,1466}
pl – ruch planetarny próbek w czasie wytwarzania warstwy		

Koncentracja wodoru w warstwach TiC jest wysoka - od 7 do 23 % at. Zawartość wodoru w warstwach nie zależy, w sposób jednoznaczny, od sposobu obrotu próbek względem źródła łukowego, jak też od tego, czy były wytworzone na podwarstwie azotku tytanu, czy bez takiej podwarstwy. Wysokie koncentracje wodoru w warstwach od kilku do ponad 20 % atomowych mogą sugerować, że warstwy określane jako TiC, są to warstwy typu Ti-C:H zwane w literaturze jako uwodornione warstwy węglowe domieszkowane tytanem [Czyż00]. Wysokie koncentracje węgla i wodoru w warstwach otrzymanych w atmosferze tylko acetyleny ($\alpha = 0\%$) lub bogatej w acetylen (współczynnik $\alpha < 50\%$) potwierdzają jego wysoką reaktywność.

W warstwach TiN wodoru nie wykryto. Natomiast w warstwach TiCN na podstawie widm ERDA stwierdzono, że wodór występuje tylko w śladowych ilościach, dlatego jego koncentracja w warstwach tych nie była określana.

Podsumowanie wyników badań składu warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ metodami RBS i ERDA:

- przybliżone określenie zmian składu chemicznego, metodą RBS, badanych próbek pozwoliło jedynie na jakościowe określenie zmian stężeń wraz z analizowaną głębokością,
- pomimo niedokładności metody potwierdzono, że badane warstwy posiadają zmieniający się skład na głębokości oraz skład warstw nie zależy od urządzenia technologicznego, w którym były wytwarzane,
- w warstwach TiC oszacowano zawartość wodoru od 7 do ponad 20 % at. co potwierdzać może hipotezę, że mogą to być warstwy polimerowe typu Ti-C:H.

5.5. Badania eksploatacyjne wiertel

5.5.1. Metodyka badań

Badania eksploatacyjne wiertel prowadzono w zakładzie produkcyjnym przy wierceniu otworów w bębnach hamulcowych z żeliwa szarego ZI250. Stosowano wiertarkę LSB-2 [DTR87]. Jest to wiertarka 16-sto wrzecionowa z przestawnymi wrzecionami, przeznaczona do operacji wiercenia, pogłębiania lub rozwiercania otworów w stali i żeliwie.

Stosowano następujące parametry obróbki:

- wiercenie jednoczesne 8 otworów $\varnothing 21$ mm,
- prędkość skrawania 24 m/min,
- prędkość obrotowa wrzecion 355 obr/min,
- posuw 0,3 mm/obr,
- wiercenie na sucho (bez płynu obróbkowego).

Wiertła mocowano w ośmiu wrzecionach obrabiarki. Używano 2 komplety po 8 wiertel - odpowiednio po cztery bez warstwy i pokryte warstwą TiC oraz drugi komplet po cztery z warstwą TiN i TiCN ($\alpha=87,5\%$). Po każdej serii otworów wiertła demontowano, oczyszczano i mierzono ich zużycie.

5.5.2. Dokładność wykonania wiertel

W badaniach stosowano wiertła NWKc $\varnothing 21$ mm, ze stali szybko tnącej SW7M z chwytem stożkowym Morse'a 2A wg PN-86/M-59601. Przed pokryciem oraz badaniami eksploatacyjnymi przeprowadzono obserwację wiertel w celu wyeliminowania takich, które posiadały uszkodzenia naroży i krawędzi skrawających oraz przypalenia szlifierskie, występujące grady usunięto. Wstępnie sprawdzono grupę 24 wiertel, z których część nie spełniała powyższych wymagań. Do dalszych badań wytypowano 16 wiertel.

Poddano kontroli 17 parametrów geometrycznych wiertel pod względem zgodności wykonania ich z dokumentacją producenta, zaleceniami Polskich Norm oraz danymi z literatury [Kuns73, Górs91]. Do oceny dokładności wykonania wiertel zastosowano wskaźniki jakości opisane w rozdziale 3.3.4 niniejszej pracy. Po przeprowadzeniu analizy wartości wskaźnika addytywnego stwierdzono, że największy wpływ na jego wartość ma 8 parametrów, dla których oznaczenia, odchyłki oraz przyjęte do obliczenia wskaźników cząstkowych W_i (ze wzorów 3.3 i 3.4) wagi zamieszczono w tabeli 5.18. W tabeli 5.19 zamieszczono oznaczenia wiertel użytych w badaniach oraz wyliczone na podstawie wzoru 3.2 wartości syntetycznych, addytywnych wskaźników jakości ich wykonania W_{add} .

Średnia wartość addytywnego wskaźnika jakości wykonania W_{add} dla wszystkich wiertel wynosiła 0,48. Wartości średnie wskaźników w poszczególnych czterech grupach zbliżone były do wartości średniej wszystkich wiertel i wynosiły odpowiednio: 0,47; 0,48; 0,49 oraz 0,48. Ujęte w tabeli 5.19 wiertła 1÷4 po określeniu wskaźników jakości wykonania pozostawiono bez warstwy. Wiertła 5÷16 po sprawdzeniu jakości ich wykonania pokryto.

Tabela 5.18. Parametry geometryczne wiertel z odchyłkami oraz wagi przyjęte do wyliczenia wskaźników cząstkowych W_i

lp.	W_i	Mierzony parametr	Oznaczenie parametru wg PN i producenta	Jedn. miary	Wartość parametru i odchyłka	Waga a_i
1	W_1	Odchyłka średnicy wiertła	d	mm	$21^{+0,000}_{-0,033}$	$a_1 = 1$
2	W_2	Zbieżność średnicy wiertła	$(d - d_1)/100\text{mm}$	mm	$0,05 \div 0,10 / 100$	$a_2 = 1$
3	W_3	Zbieżność rdzenia	$(g - g_1)/100\text{mm}$	mm	$1,36 \div 1,94 / 100$	$a_3 = 0,5$
4	W_4	Odchyłka długości ścinu	l_{sc}	mm	$3,04 \pm 0,43$	$a_4 = 0,5$
5	W_5	Odchyłka kąta krawędzi poprzecznej	λ_{sc}	°	$55^\circ \pm 3^\circ$	$a_5 = 0,7$
6	W_6	Różnica długości głównych krawędzi skrawających	$l_1 - l_2$	mm	max 0,1	$a_6 = 0,5$
7	W_7	Prostoliniowość krawędzi skrawających	$fl_{1,2}^{(*)}$	mm	max 0,3 dop. wypukłość	$a_7 = 0,6$
8	W_8	Szerokość łysinek prowadzących	a	mm	$1,2^{+0,3}_{-0,4}$	$a_8 = 0,3$

Tabela 5.19. Oznaczenia wiertel w grupach oraz wartości addytywnych W_{add} wskaźników jakości

przeznaczone do badań bez warstwy				
nr kolejny	1	2	3	4
oznaczenie	21	22	23	24
wartość W_{add}	0,47	0,41	0,51	0,50
przeznaczone do pokrycia warstwą azotku tytanu TiN ($\alpha = 100\%$)				
nr kolejny	5	6	7	8
oznaczenie	17	18	19	20
wartość W_{add}	0,43	0,51	0,44	0,54
przeznaczone do pokrycia warstwą węgloazotku tytanu TiCN ($\alpha = 87,5\%$)				
nr kolejny	9	10	11	12
oznaczenie	9	10	12	13
wartość W_{add}	0,51	0,52	0,53	0,41
przeznaczone do pokrycia warstwą węgla tytanu TiC ($\alpha = 0\%$)				
nr kolejny	13	14	15	16
oznaczenie	11	14	15	16
wartość W_{add}	0,53	0,58	0,48	0,33
parametry technologiczne wytwarzania warstw zamieszczono w tabeli 5.11 - rozdział 5.4.1				

5.5.3. Badania zużycia i trwałości wiertel

Mierzono zużycie naroży zewnętrznych, na powierzchniach przyłożenia, łysinek prowadzących oraz krawędzi poprzecznej (ścinu). Na rysunkach 5.52 i 5.53 przedstawiono klasyfikację charakterystycznych cech geometrycznych zużycia wiertel oraz sposób ich wyznaczania na podstawie PN-96/M-01019, PN-86/M-59601 oraz literatury [Kosm96, Adam95, Will74, Kuna78, Dmoc83, Kacz71]. Zdefiniowane w ten sposób wskaźniki zużycia wiertel zastosowano w niniejszej pracy.

Wielkość zużycia naroża zewnętrznego pierwszej (W_1) lub drugiej (W_2) głównej krawędzi skrawającej wg rysunku 5.52a wyznaczono z następującego wzoru:

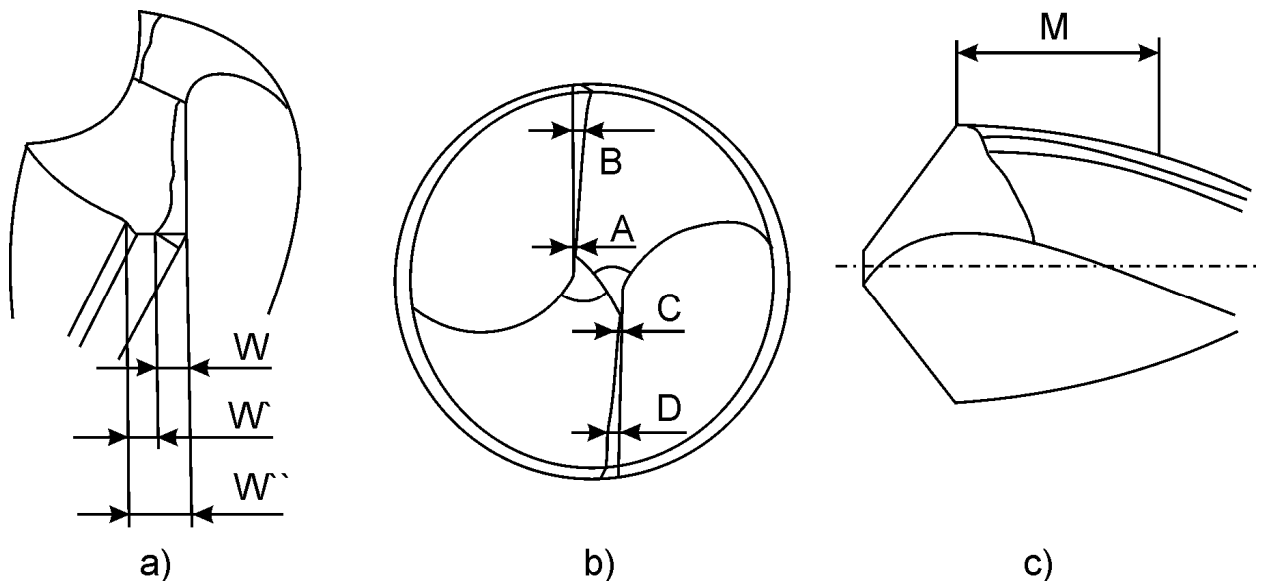
$$W_{1(2)} = W'' - W' \quad [\text{mm}] \quad (5.12)$$

gdzie: W'' - początkowa szerokość ostrza przy narożu (przed badaniem) w [mm],
 W' - pozostała szerokość zużytego ostrza przy narożu w [mm].

Średnie wartości zużycia naroży wiertła określone wskaźnikiem W wyliczono ze wzoru:

$$W = \frac{W_1 + W_2}{2} \quad [\text{mm}] \quad (5.13)$$

gdzie: W_1 - wartość zużycia naroża wiertła pierwszej krawędzi skrawającej w [mm],
 W_2 - wartość zużycia naroża wiertła drugiej krawędzi skrawającej w [mm].



Rys. 5.52. Wskaźniki charakteryzujące zużycie ostrza wiertła: a) wskaźnik W zużycia naroża zewnętrznego wiertła, b) wskaźnik VB średniego zużycia powierzchni przyłożenia, c) wskaźnik M zużycia łysinki prowadzącej wiertła

Średnie wartości zużycia powierzchni przyłożenia określone wskaźnikiem VB wyliczono ze następującego wzoru:

$$VB = \frac{A + B + C + D}{4} \quad [\text{mm}] \quad (5.14)$$

gdzie: A i C - wartości zużycia powierzchni przyłożenia mierzone na długości $1/4$ promienia wiertła w [mm] widoczne na rysunku 5.52b,
 B i D - wartości zużycia powierzchni przyłożenia mierzone na długości $3/4$ promienia wiertła w [mm] widoczne na rysunku 5.52b.

Średnią wartość zużycia łyśinki M mierzoną na obwodzie wzdłuż osi wiertła zgodnie z rysunkiem 5.52c obliczono ze wzoru:

$$M = \frac{M_1 + M_2}{2} \text{ [mm]} \quad (5.15)$$

gdzie: M_1 – wartość zużycia jednej łyśinki w [mm],
 M_2 – wartość zużycia drugiej łyśinki w [mm].

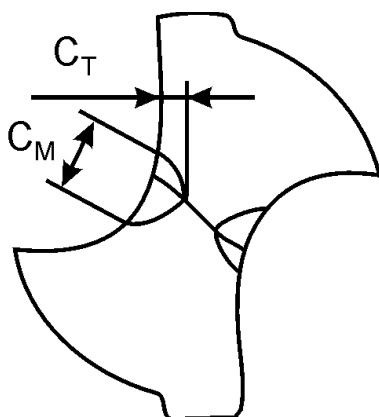
Średnie wartości zużycia krawędzi poprzecznej (ściny) określone wskaźnikami C_T i C_M w [mm] wg schematu na rysunku 5.53 wyliczone zostały z wzorów:

$$C_T = \frac{C_{T1} + C_{T2}}{2} \text{ [mm]} \quad (5.16)$$

gdzie: C_{T1} – głębokość zużycia pierwszego naroża krawędzi poprzecznej,
 C_{T2} – głębokość zużycia drugiego naroża krawędzi poprzecznej.

$$C_M = \frac{C_{M1} + C_{M2}}{2} \quad (5.17)$$

gdzie: C_{M1} – szerokość zużycia pierwszego naroża krawędzi poprzecznej,
 C_{M2} – szerokość zużycia drugiego naroża krawędzi poprzecznej.



Rys. 5.53. Wskaźniki C_M i C_T charakteryzujące zużycie krawędzi poprzecznej (ściny) wiertła

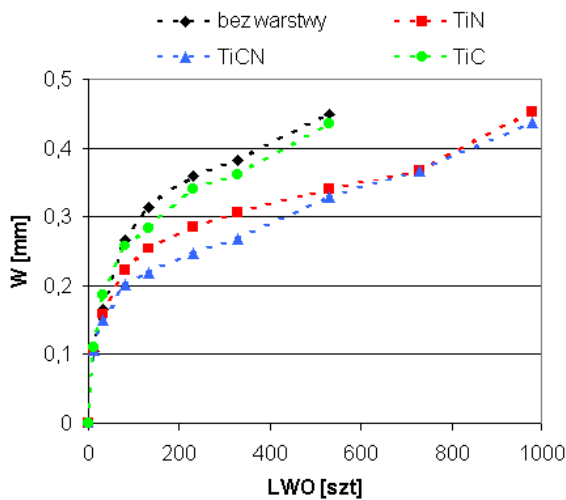
Pomiary zużycia prowadzono na uniwersalnym mikroskopie warsztatowym produkcji Carl Zeiss Jena. Dokładność pomiaru możliwa na tym mikroskopie to $0,2 \mu\text{m}$. Dokładność pomiaru zużycia wiertel oszacowano na $\pm 0,01 \text{ mm}$. Z uwagi na wymagania odnośnie zachowania wymiaru wierconego otworu dodatkowo mierzono również, po każdej serii wykonanych otworów, średnicę D_w wiertel w okolicy naroży. Do pomiaru używano transmetru MMCf 0-25 wg PN-75/M-53259. Zgodnie z normą błąd pomiaru

średnicy tym przyrządem wynosił $\pm 1 \mu\text{m}$ ponieważ odchyłki od wymiaru nominalnego były mniejsze od 10 działek ($20 \mu\text{m}$).

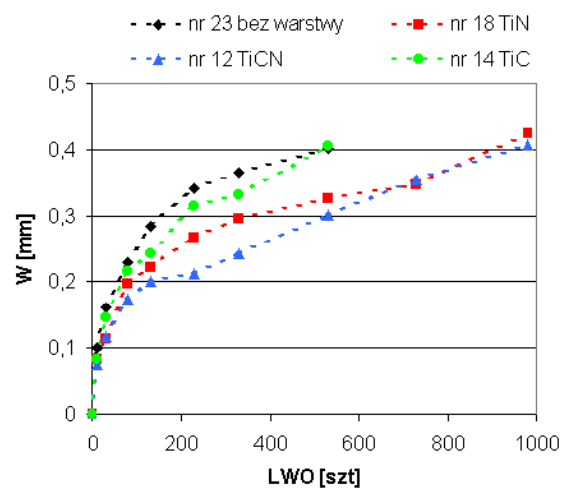
Po analizie literatury [Dmoc83, Kacz71, Kosm96, Adam95, Will74, Kuna78] oraz wcześniejszych badań autora niniejszej pracy [Panc99-3] przy wierceniu żeliwa szarego spodziewano się intensywnego zużywania naroży zewnętrznych wiertel. Dlatego jako kryterium zużycia w niniejszych badaniach przyjęto graniczną wartość zużycia naroży wiertel określoną wskaźnikiem $W \geq 0,4 \text{ mm}$ - po przekroczeniu którego wiertła były wycofywane z dalszych badań. Wskaźnik ten przyjęto również dlatego gdyż wielkość zużycia naroży warunkuje prawidłowe wykonanie otworu z zachowaniem wymaganego wymiaru średnicy i gładkości powierzchni.

Na podstawie danych z pomiarów sporządzono wykresy przebiegu zużycia wiertel określonego zastosowanymi wskaźnikami zużycia w zależności od liczby wykonanych

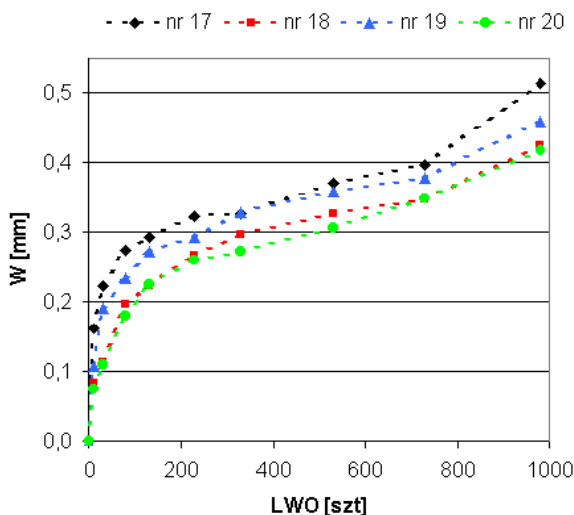
otworów (LWO). Na rysunku 5.54a÷c przedstawiono zależność zużycia naroża zewnętrznego określonego wskaźnikiem W wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO). Na rysunku 5.54a przedstawiono średnie wartości wskaźników dla wszystkich wiertel w 4 grupach. Graniczne zużycie $W \geq 0,4$ mm dla wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwą TiC osiągnięto po wykonaniu 530 otworów. Wiertła pokryte warstwą azotku tytanu TiN oraz warstwą węglazotku tytanu TiCN osiągnęły takie wielkości zużycia po wykonaniu 980 otworów. Wskazuje to na prawie dwukrotny wzrost trwałości wiertel pokrytych warstwami TiN i TiCN względem niepokrytych i pokrytych warstwami TiC. Na rysunku 5.54b przedstawiono przebieg zużycia naroża dla wiertel najwyższej jakości. Przebieg zużycia ma podobny charakter jak dla wartości średnich (rys.5.54a) jednak wartości zużycia dla tej grupy wiertel są najmniejsze.



a) wartości średnie w grupach



b) wiertła najwyższej jakości



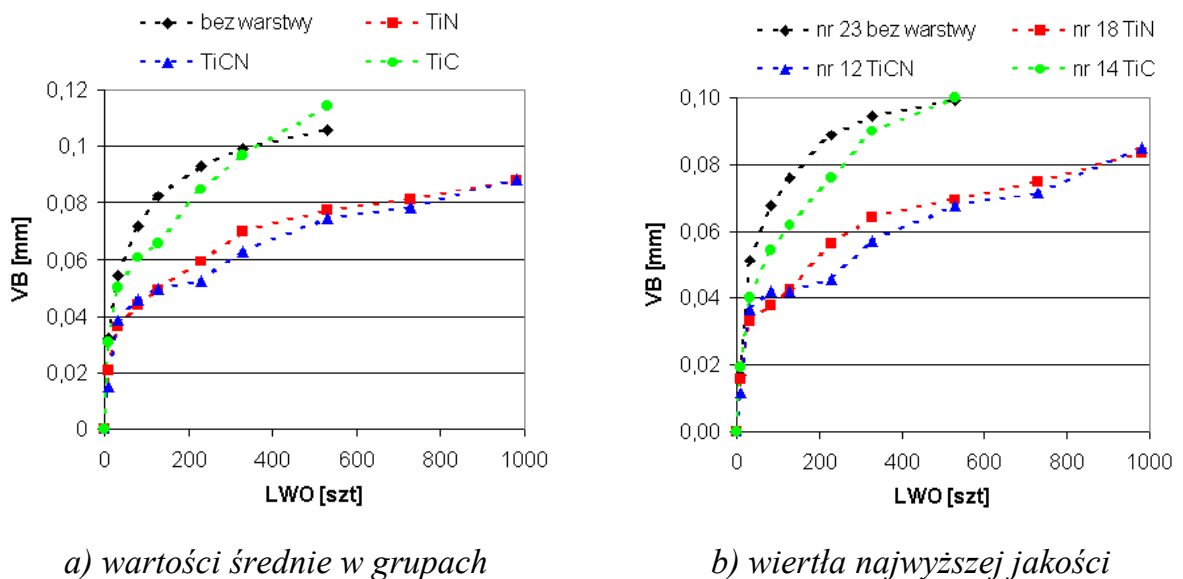
c) wiertła pokryte warstwą TiN

Rys. 5.54. Przebieg zużycia naroża zewnętrznego (określonego wskaźnikiem W) wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)

Widoczne nierównomierności w zużyciu poszczególnych wiertel wynikać mogą z różnic w dokładności ich wykonania (tabela 5.19). Wiertła nr 18 i 20 o najwyższej jakości w tej grupie wykazują mniejsze wartości zużycia. Wiertła o niższych wskaźnikach jakości (nr 17 i 19) wykazują nieznacznie większe wartości zużycia naroży. Wyniki te potwierdzają słuszność stosowania wskaźników jakości narzędzi, gdy rozrzut

dokładności ich wykonania w danej klasie jest duży co potwierdzają wyniki przedstawione w pracach [Kaca93, Prec90]. Ze względu na nieznaczne tylko różnice zużycia wiertel, o zbliżonej dokładności wykonania, w dalszej części analizowane będą zależności ich zużycia na podstawie średnich wartości w poszczególnych czterech grupach badanych wiertel oraz dla porównania wiertel o najwyższej jakości.

Wartość zużycia na powierzchni przyłożenia charakteryzowana wskaźnikiem VB wszystkich badanych wiertel była niewielka tzn. w zakresie 0,08 do 0,12 mm (rys. 5.55a,b). Najmniejsze i zbliżone wartości zużycia wykazały wiertła pokryte warstwami TiN i TiCN. Największe zużycie 0,1-0,12 mm występowało dla wiertel bez warstwy i pokrytych TiC już po wykonaniu 530 otworów. Ze względu na to, że błąd pomiaru zużycia oszacowano na $\pm 0,01$ mm różnice w wielkości zużycia pomiędzy poszczególnymi grupami wiertel są jednak mało istotne. Niewielkie zużycie na głównych powierzchniach przyłożenia wiertel przy wierceniu w żeliwie szarym sygnalizowane było również w literaturze [Dmoc83, Kacz71, Adam95, Górs91].

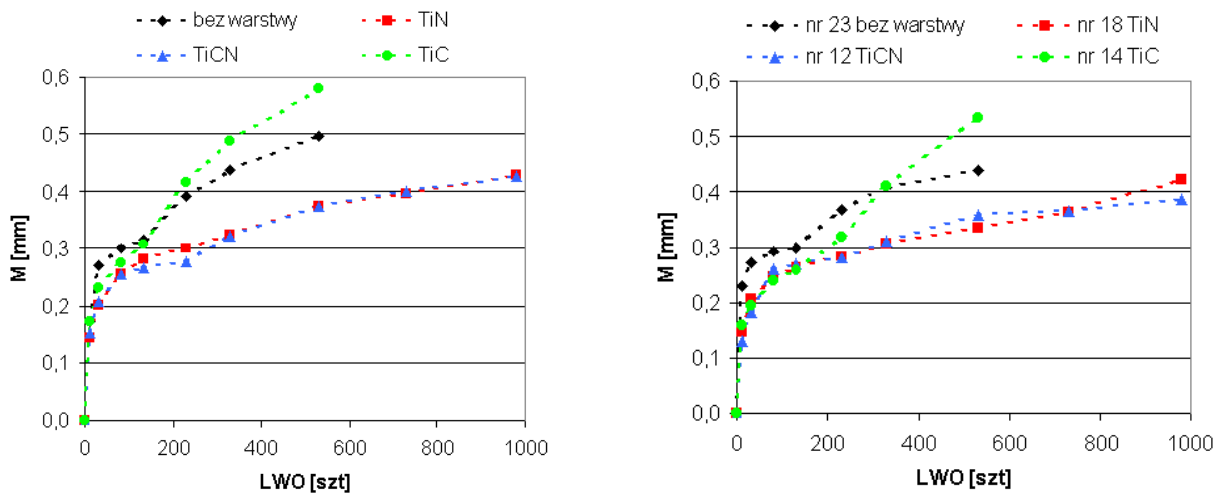


Rys. 5.55. Przebieg zużycia (określonego wskaźnikiem VB) na powierzchni przyłożenia wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)

Zużycie łysinek prowadzących określone wskaźnikiem M, w funkcji liczby wykonanych otworów, wzrasta intensywniej dla wiertel bez warstwy i pokrytych warstwami TiC (rysunek 5.56a,b). Wartość wskaźnika $M \sim 0,4$ mm dla tych wiertel osiągnięto po wykonaniu 230 otworów podczas gdy taką samą wartość dla wiertel pokrytych warstwami TiN i TiCN osiągnięto po wykonaniu 980 otworów. Świadczy to o blisko 4-krotnym zwiększeniu trwałości na łysinkach prowadzących wiertel pokrytych warstwami TiCN i TiN względem wiertel bez warstwy i pokrytych TiC.

Przebiegi zużycia krawędzi poprzecznej (ściny) scharakteryzowane wskaźnikami C_T (rys. 5.57a,b) i C_M (rys. 5.58a,b) w zależności od liczby wykonanych otworów posiadają podobny charakter. Wyraźny wpływ na ograniczenie zużycia ścinu mają warstwy TiCN i TiN. Najmniejsze zużycie ścinu występowało dla wiertel pokrytych warstwą TiCN. Wiertła bez warstwy oraz pokryte warstwą TiC ulegają zbliżonym wartościom zużycia, określonym wskaźnikami C_T i C_M po wykonaniu o połowę mniejszej liczby otworów niż pokryte warstwami TiN i TiCN. Widoczne jest nieznacznie

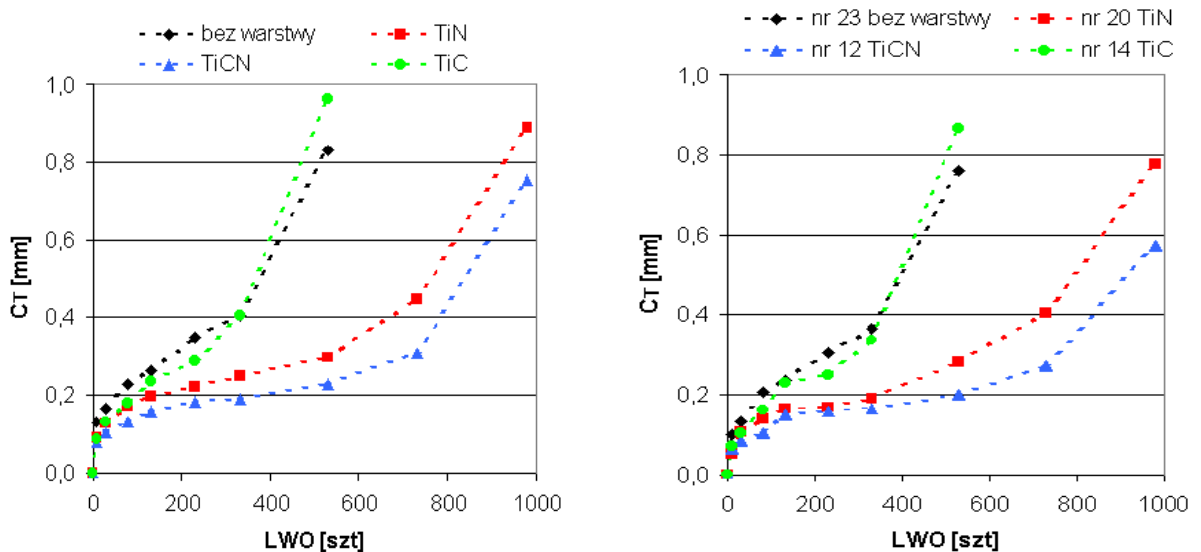
mniejsze zużycie wiertel pokrytych warstwą TiC w stosunku do wiertel bez warstwy w początkowym okresie tj. do 330 wykonanych otworów.



a) wartości średnie w grupach

b) wiertła najwyższej jakości

Rys. 5.56. Przebieg zużycia łysinek prowadzących, określony wskaźnikiem M , wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)



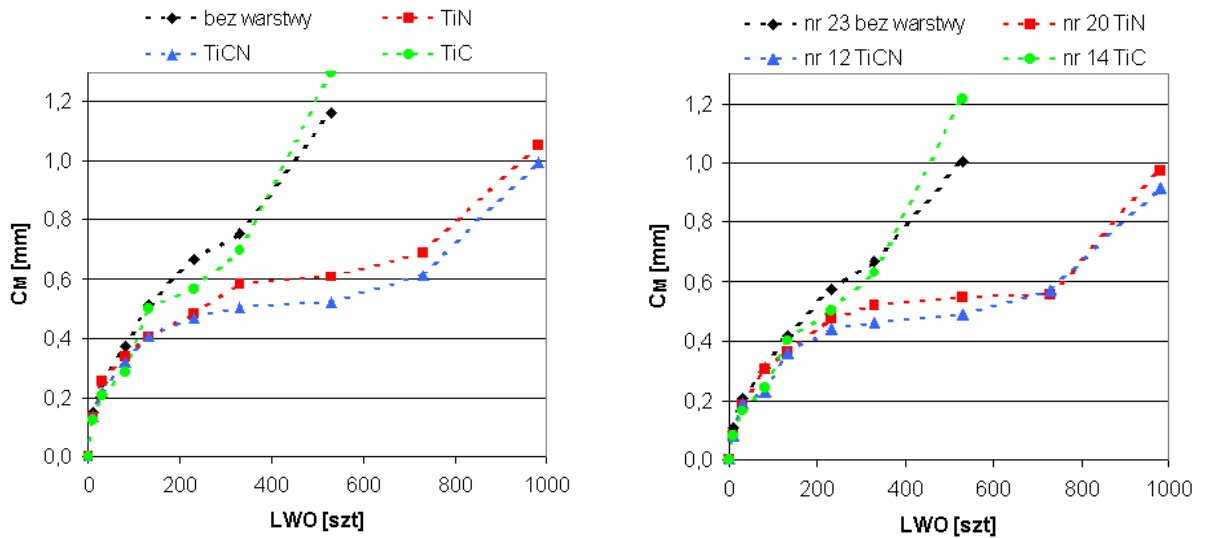
a) wartości średnie w grupach

b) wiertła najwyższej jakości

Rys. 5.57. Przebieg zużycia krawędzi poprzecznej (określonego wskaźnikiem C_T) wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)

Na rysunku 5.59 przedstawiono wyniki pomiarów średnicy wiertel w okolicy naroży po każdej partii wykonanych otworów. W przypadku wiertel bez warstwy następuje przyrost wymiaru średnicy zewnętrznej o około $4 \mu\text{m}$. Spowodowane jest to tworzeniem się na powierzchniach łysinek prowadzących, w okolicy naroży, drobnych narostów materiału obrabianego. W przypadku wiertel z wytworzonymi warstwami TiN, TiCN i TiC zaobserwowano zmniejszenie wymiaru średnicy co świadczy o zmniejszonej

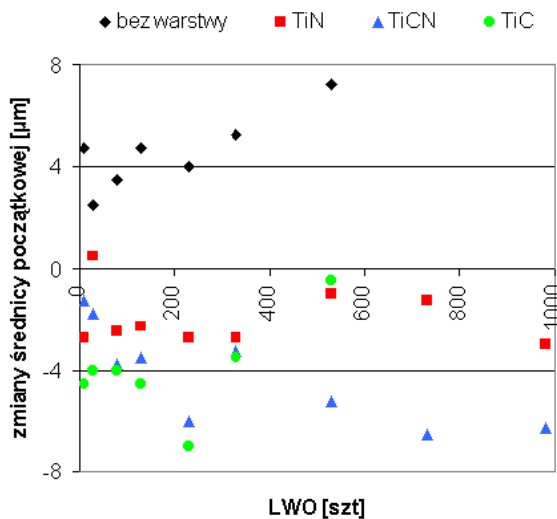
tendencji do tworzenia się narostów na powierzchniach narzędzi pokrytych warstwami oraz systematycznego ich zużywania się. Średnica wiertel pokrytych warstwą TiC ulegała zmniejszaniu do liczby 230 wykonanych otworów. Po wykonaniu następnych partii otworów następuje przyrost wymiaru średnicy. Świadczyć to może o tym, że w początkowej fazie następuje zużywanie warstwy, która przeciwdziała powstawaniu narostów, a po jej usunięciu zaczyna się tworzenie narostów na materiale rodzimym wiertła, a przez to przyrost wymiaru średnicy.



a) wartości średnie w grupach

b) wiertła najwyższej jakości

Rys. 5.58. Przebieg zużycia krawędzi poprzecznej (określonego wskaźnikiem C_M) wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)



Rys. 5.59. Zmiany średnicy początkowej wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} w funkcji liczby wykonanych otworów (LWO)

Przy określaniu zużycia wiertel bez warstwy jak i pokrytych twardymi warstwami, dla pełniejszej interpretacji jego charakteru, wskazane jest stosowanie kilku wskaźników zużycia. Ograniczenie się do jednego (najczęściej VB) może okazać się mało przydatne dla pełnej charakterystyki przebiegu zużycia oraz prowadzić może do nadmiernego zużycia ostrzy wiertel w innych strefach.

5.5.4. Morfologia zużycia ostrzy wiertel

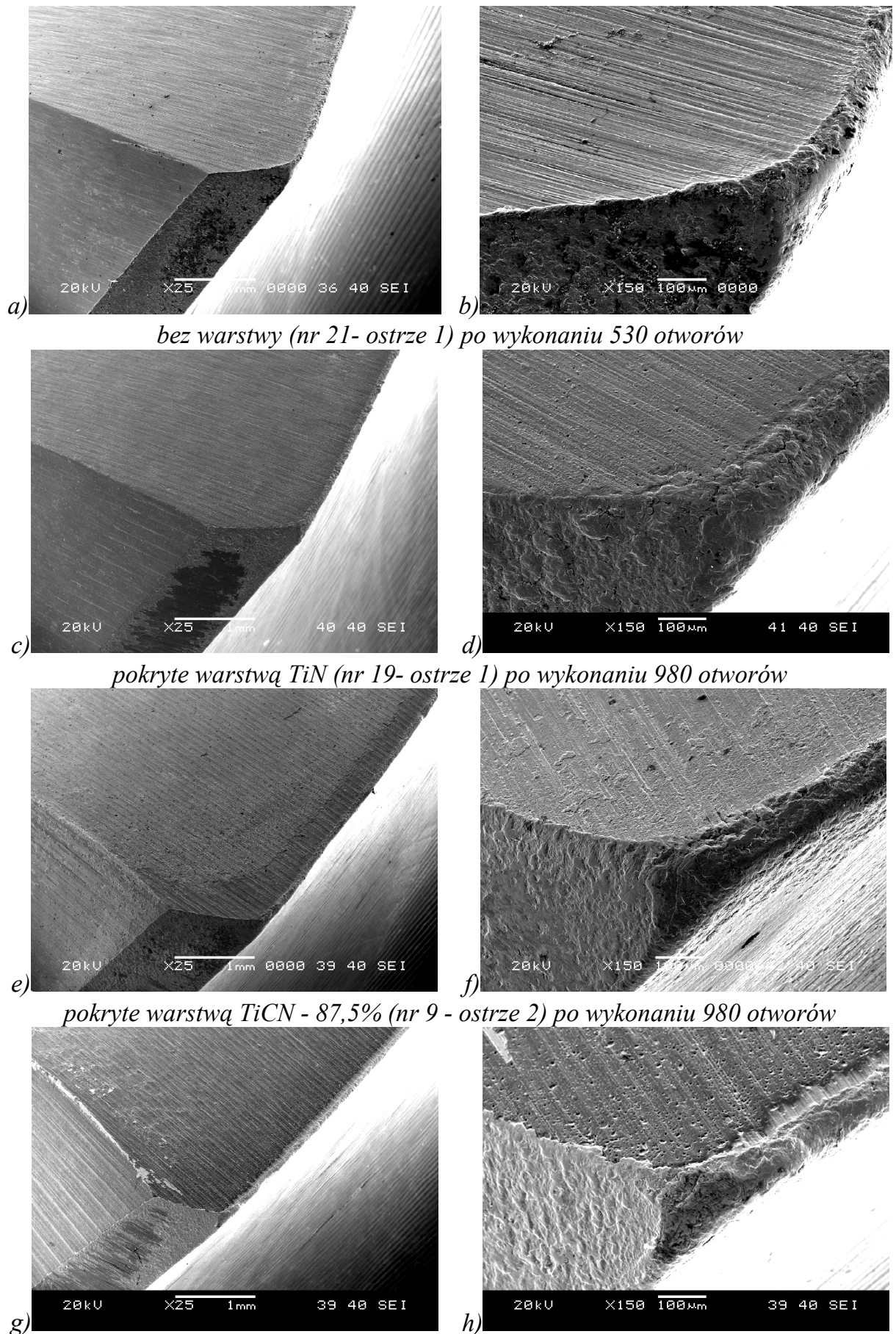
Obserwację morfologii zużycia wiertel prowadzono na elektronowym mikroskopie skaningowym. Obserwowano zużycie głównych krawędzi skrawających, naroży, łysinek prowadzących oraz krawędzi poprzecznych (ścienu). Obrazy zużycia ostrzy wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} zamieszczono na rysunkach 5.60 i 5.61.

Zużycie głównych krawędzi skrawających od strony powierzchni przyłożenia jest porównywalne dla wszystkich narzędzi, co widoczne jest na rysunku 5.60a,c,e,g pomimo, że wiertłami pokrytymi warstwami TiN i TiCN (87,5%) wykonano prawie dwukrotnie większą ilość otworów. Największa szerokość zużycia głównych krawędzi skrawających występuje w pobliżu naroży zewnętrznych (rys.5.60b,d,f,h) i naroży krawędzi poprzecznej 5.61b,d,f,h. Warstwy TiN i TiCN-87,5% ulegają systematycznemu zużyciu ściernemu z materiałem wiertła jednak w pewnym stopniu zużycie to ograniczając - rys. 5.60d,f. W przypadku narzędzi pokrytych warstwą TiC widoczne są ubytki warstwy w pewnej odległości od głównych krawędzi skrawających (rys. 5.60h). Świadczyć to może o wcześniejszym pękaniu i odpryskach warstwy poprzedzających zużycie ostrza narzędzia. Podobny mechanizm zaobserwowali autorzy pracy [Habi93, Subr93-2] przy badaniach zużycia pokrytych ostrzy.

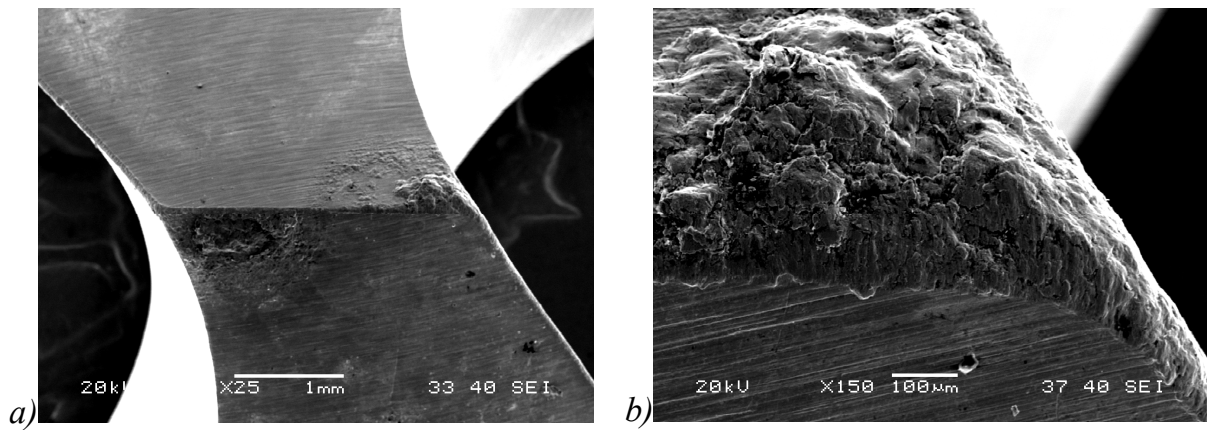
Najintensywniejsze zużycie wszystkich wiertel zachodzi w okolicy naroży zewnętrznych. Wynika to z konstrukcji wiertła, które przy narożach posiadają najmniejsze grubości ostrza, a jednocześnie występują tu największe prędkości skrawania. Wartość zużycia naroży wiertel bez warstwy (rys.5.60a,b) oraz pokrytych TiC (rys.5.60g,h) po wykonaniu 530 otworów jest porównywalna do zużycia wiertel pokrytych TiN (rys.5.60c,d) i TiCN ($\alpha=87,5\%$, rys.5.60e,f) po wykonaniu 980 otworów. Charakter zużycia jest podobny - występuje ubytek i zaokrąglenie naroży szczególnie dla wiertel niepokrytych (rys.5.60b). W początkowej fazie obróbki zachodzi zużycie ściernie warstwy na krawędziach i narożach. Po usunięciu warstwy tworzą się narosty materiału obrabianego i występować może dodatkowo zużywanie adhezyjne.

Na łysinkach prowadzących wiertel niepokrytych (rys.5.60a,b) w pobliżu naroży występują drobne fragmenty zatartego materiału obrabianego (ciemne obszary). Podobny charakter zużycia wiertel na łysinkach prowadzących świadczący o występowaniu zużycia adhezyjnego, opisywano w pracy [Legu95]. W przypadku wszystkich wiertel pokrytych na łysinkach prowadzących, w pobliżu naroży, widoczne jest mniejsze zużycie niż dla narzędzi niepokrytych. Pozostające fragmenty warstw ograniczają ścieranie i tworzenie się narostów materiału obrabianego na powierzchniach narzędzia (rys.5.60c÷h). Odmienny charakter zużycia na powierzchniach łysinek prowadzących wiertel bez warstwy (duże narosty) oraz wiertel pokrytych (mniejsza ilość narostów) wyjaśniać mogą wyniki pomiarów średnicy badanych wiertel przedstawionych na rysunku 5.59 w poprzednim rozdziale.

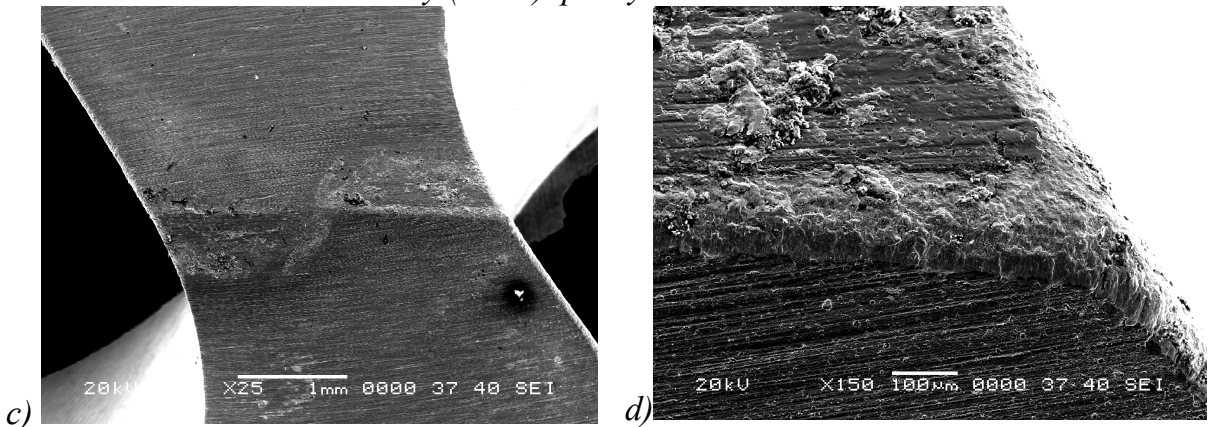
Zużycie krawędzi poprzecznych, w przypadku wszystkich wiertel, ma podobny charakter. Widoczne są obszary powierzchni narzędzia o kształcie łukowym (rys.5.61a,c,e,g), które mają kontakt w trakcie skrawania z materiałem obrabianym - podobne do opisanego w pracach [Adam95, Will74]. Na narzędziach niepokrytych powstają narosty dużych rozmiarów (rys.5.61b). W przypadku narzędzi z wytworzonymi warstwami TiC_xN_{1-x} (rys.5.61c÷h) następuje systematyczne usuwanie warstwy, a w miejscach ubytku warstwy zaczynają tworzyć się narosty materiału obrabianego.



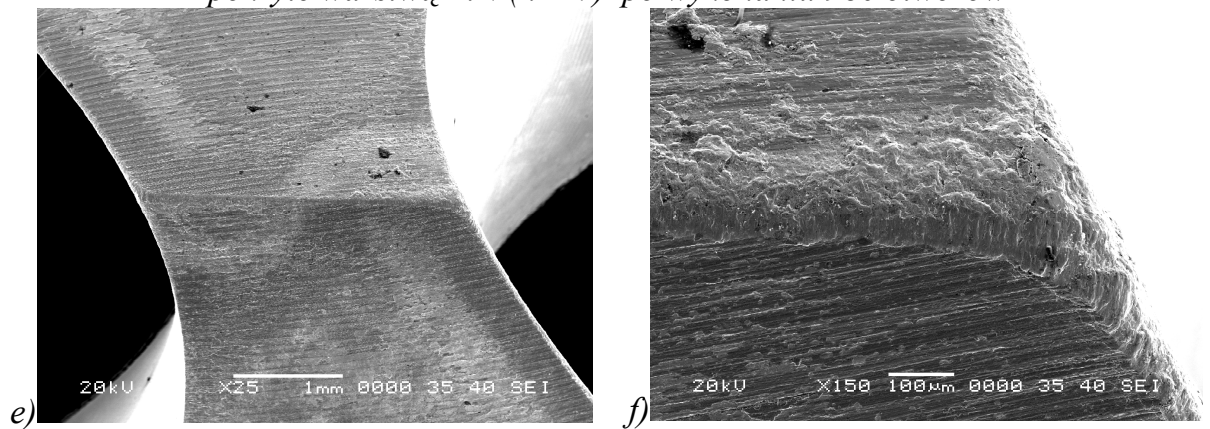
Rys. 5.60. Morfologia zużycia głównej krawędzi skrawającej, łysinki prowadzącej oraz naroży zewnętrznych wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x}



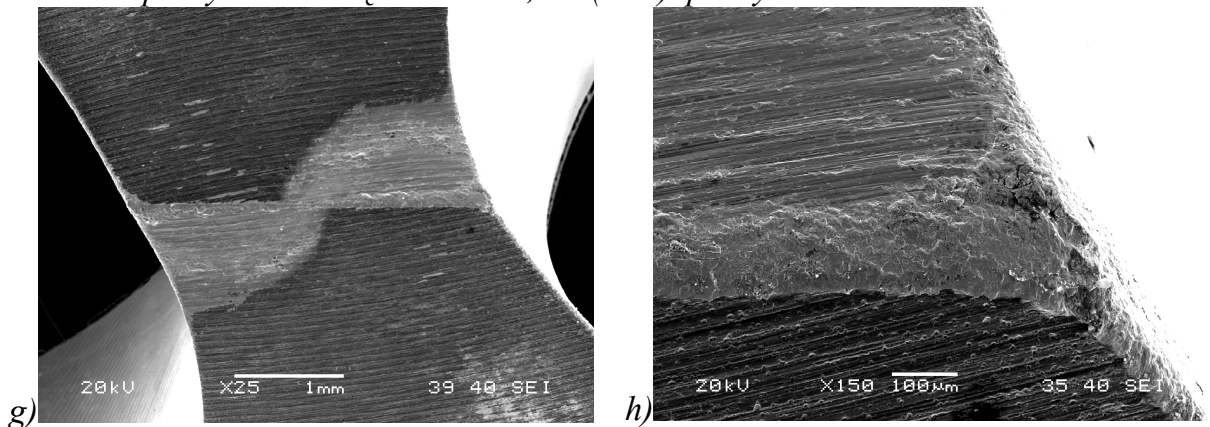
bez warstwy (nr 22) po wykonaniu 530 otworów



pokryte warstwą TiN (nr 17) po wykonaniu 980 otworów



pokryte warstwą TiCN – 87,5% (nr 9) po wykonaniu 980 otworów



pokryte warstwą TiC (nr 14) po wykonaniu 530 otworów

Rys. 5.61. Morfologia zużycia krawędzi poprzecznej (ściny), naroża ściny oraz głównej krawędzi skrawającej wiertel bez warstwy oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x}

Podobne zjawisko zaobserwowano w pracy [Subr93-1]. Najszybciej w okolicy ścinu ulega zużyciu warstwa TiC odsłaniając podwarstwę azotku tytanu - jaśniejsze obszary widoczne na rysunku 5.61g. Pomimo, że zastosowana podwarstwa azotku tytanu jest niewielkiej grubości (ok. $0,5 \mu\text{m}$) wpływa na zmniejszenie tendencji do tworzenia się narostów w tym obszarze - rys.5.61h, w porównaniu do wiertel niepokrytych (rys.5.61b). Wpływa ona również na zmniejszenie intensywności zużycia ostrzy w stosunku do wiertel bez warstwy, co widoczne jest na przebiegach zużycia przedstawionych w rozdziale poprzednim. W okolicy krawędzi poprzecznej powstają trwałe narosty nawet dużych rozmiarów. Spowodowane to może być geometrią narzędzia i warunkami skrawania tej części wiertła. Krawędź poprzeczna pracuje w zupełnie innych warunkach niż naroże i główna krawędź skrawająca. Występują tu dodatnie kąty natarcia i mała prędkość skrawania - przy osi wiertła równa zero. Badania autora niniejszej pracy wykazały, że zużycie ścinu przy wierceniu żeliwa ma odmienny charakter niż obserwowany przy wierceniu stali co również pokazano w pracach [Adam95, Dmoc83, Kacz71, Kuna78]. Z obserwacji autora pracy [Adam95] wynika, że zestaw wskaźników charakteryzujących zużycie ostrza jest zmienny w zależności od wierconego materiału i materiału ostrza. Rozważania teoretyczne przeprowadzone przez autora pracy [Will74] pokazują również, że w morfologii zużycia krawędzi poprzecznej wiertła mogą wystąpić, podobne do obserwowanych w niniejszej pracy, charakterystyczne postacie zużycia.

Wszystkie zastosowane warstwy polepszały właściwości skrawne wiertel. Otwory wiercone pokrytymi narzędziami wykazywały niższą chropowatość niż przy wierceniu wiertłami bez warstwy. Z uwagi na niskie wymagania co do dokładności wykonania otworów (obróbka zgrubna) nie podjęto badań wpływu pokrycia wiertel warstwami $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ na chropowatość powierzchni wierconych otworów.

Podsumowanie wyników badań trwałości wiertel oraz morfologii ich zużycia:

- pokrycie wiertel warstwami TiCN i TiN wpływa na zwiększenie ich trwałości, szczególnie jest to widoczne dla narzędzi o najwyższej dokładności wykonania,
- przyjmując jako kryterium stopienia zużycie naroży (wskaźnik W), jako istotny parametr charakteryzujący zużycie wiertel, uzyskano około dwukrotny wzrost trwałości po pokryciu ich warstwami TiN i TiCN,
- warstwa TiCN wpływa w największym stopniu na ograniczenie zużycia w okolicy ścinu wiertła (wskaźniki C_T i C_M), gdzie występuje najmniejsza prędkość skrawania i duże naciski,
- zastosowane wskaźniki zużycia wiertel, na narożach (W), łysince prowadzącej (M) i krawędzi poprzecznej (C_T , C_M) dobrze charakteryzują przebieg zużycia badanych wiertel; często stosowany jako jedyny wskaźnik VB charakteryzujący zużycie na powierzchni przyłożenia w przypadku wiercenia żeliwa szarego nie odzwierciedla rzeczywistego zużycia,
- na podstawie dokładnych pomiarów średnicy wiertel zauważono, że na powierzchniach wiertel bez warstwy tworzą się narosty, natomiast zastosowanie warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ogranicza tendencję do ich tworzenia,
- największe narosty materiału obrabianego tworzą się na powierzchniach przy krawędzi poprzecznej wiertel bez warstwy oraz na powierzchniach wiertel pokrytych w miejscach, w których warstwa w wyniku zużycia uległa usunięciu,
- na podstawie obserwowanych postaci zużycia ostrzy wiertel można sądzić, że pokrycie warstwami $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ogranicza zużycie ściernie i tendencję do tworzenia się narostów.

5.6. Badania eksploatacyjne gwintowników

5.6.1. Metodyka badań

Celem niniejszych badań było wyznaczenie wpływu pokrycia gwintowników warstwami TiC_xN_{1-x} na ich trwałość, w porównaniu z trwałością gwintowników niepokrytych. Do badań eksploatacyjnych porównawczych użyto gwintowników maszynowych z chwytem wzmocnionym i prostymi rowkami wiórowymi, produkcji FWP VIS Warszawa. Były to gwintowniki typu CM10 6H HSS-E, wg PN-92/M-57767, PN-92/M-57800 oraz PN-94/M-5780, wykonane ze stali szybko tnącej SK5 wg PN-86/85022. Detalami obrabianymi były znormalizowane półfabrykaty nakrętek sześciokątnych o wysokości 12 mm wg PN-74/M-82155, ze stali niestopowej konstrukcyjnej wyższej jakości, ogólnego przeznaczenia - gatunek 55, wyprodukowane w FWP VIS Warszawa.

Użyta obrabiarka i oprzyrządowanie:

- gwinciarka pionowa półautomatyczna, model 2056 produkcji Stankoimport [DTR80],
- oprawka do mocowania narzędzi z kompensacją osiową i promieniową oraz ze sprzęgłem przeciążeniowym,
- uchwyt do szybkiego mocowania półfabrykatów nakrętek.

Stosowano prędkość obrotową wrzeciona 450 obr/min, co daje prędkość skrawania ok. 14 m/min. Jest to prędkość z górnego zakresu zalecanych dla gwintowników niepokrytych. Stosowano chłodzenie ciągłe, 20 % roztworem wodnym oleju „Emulgol”.

5.6.2. Dokładność wykonania gwintowników

W celu pełniejszej oceny wpływu warstw węglazotków tytanu na właściwości eksploatacyjne gwintowników określono dokładność ich wykonania za pomocą syntetycznych wskaźników jakości. Dokładność wykonania narzędzi przed pokryciem ma bardzo duży wpływ na ich zachowanie się, np. przyrost trwałości, po pokryciu [Kaca93, Czyż93]. Wytypowano do badań 50 gwintowników, podzielono je na 5 grup po 10 sztuk, oznakowano każdą grupę, a następnie sprawdzono dokładność ich wykonania. Po analizie przydatności wskaźników syntetycznych przyjęto do oceny jakości gwintowników wskaźnik addytywny W_{add} , opisany we wcześniejszej części niniejszej pracy (wzór 3.1, rozdział 3.3.4). Wskaźniki cząstkowe W_i wyznaczono na podstawie wzorów 3.3 i 3.4 przedstawionych również w rozdziale 3.3.4 niniejszej pracy.

Poddano kontroli 23 parametry geometryczne gwintowników pod względem zgodności wykonania ich z dokumentacją i zaleceniami Polskich Norm. Po przeprowadzeniu analiz wartości wskaźnika addytywnego stwierdzono, że największy wpływ na jego wartość ma 10 parametrów, dla których oznaczenia, odchyłki oraz przyjęte wagi zamieszczono w tabeli 5.20. W tabeli 5.21 zamieszczono oznaczenia pięciu grup gwintowników oraz wyliczone dla nich wartości addytywnych wskaźników jakości (W_{add}). Gwintowniki 1÷10 pozostawiono bez warstwy. Gwintowniki 11÷50 pokryto warstwami TiC_xN_{1-x} z zastosowaniem czterech składów atmosfery roboczej - współczynnik $\alpha = 100\%$, 87,5%, 12,5% oraz 0%.

Tabela 5.20. Parametry geometryczne gwintowników z odchyłkami oraz wagi przyjęte do wyliczenia wskaźników cząstkowych W_i

lp.	W_i	Mierzony parametr	Oznaczenie parametru wg PN (i producenta)	Jednostka miary	Wartość parametru i odchyłka	Waga a_i
1	W_1	Odchyłka średnicy podziałowej nominalnej	$d_2 (d_p)$	mm	$9,96^{+0,000}_{-0,028}$	$a_1 = 0,5$
2	W_2	Zbieżność średnicy podziałowej	-	mm	$0,1 \div 0,15 / 100\text{mm}$	$a_2 = 0,4$
3	W_3	Zatoczenie części skrawającej	$S_5 (e)$	mm	$1^{+0,0}_{-0,5}$	$a_3 = 1$
4	W_4	Zatoczenie na średnicy podziałowej	$S_1 (e_1)$	mm	$0,07 \div 0,02$	$a_4 = 0,5$
5	W_5	Odchyłka kąta przystawienia	$\kappa_r (\kappa_K)$	°	$15^\circ \pm 1^\circ$	$a_5 = 0,4$
6	W_6	Odchyłka kąta natarcia oraz różnica pomiędzy kątami	$\gamma_p (\gamma)$	°	$10^\circ \pm 2^\circ$ max różnica 2°	$a_6 = 1$
7	W_7	Chropowatość powierzchni przyłożenia	R_a	μm	0,63	$a_7 = 0,3$ dla $R_a \leq 0,32$
8	W_8	Bicie na poszczególnych ostrzach w części skrawającej	t_1	μm	< 18	$a_8 = 0,8$ dla $t_1 = 0 \mu\text{m}$
9	W_9	Bicie na poszczególnych ostrzach w części wykańczającej	t_2	μm	< 18	$a_9 = 0,5$ dla $t_2 = 0 \mu\text{m}$
10	W_{10}	Twardość części roboczej	HRC	-	> 63 HRC	$a_{10} = 0,5$ dla \geq 66 HRC

Średnia wartość wskaźnika dokładności wykonania W_{add} dla wszystkich 50 gwintowników wynosiła 0,44. Wartości średnie wskaźników w poszczególnych pięciu grupach zbliżone były do wartości średniej wszystkich gwintowników i wynosiły odpowiednio: 0,43; 0,44; 0,45; 0,43 oraz 0,44. Szare pola w tabeli 5.21 wskazują gwintowniki użyte w badaniach eksploatacyjnych.

Tabela 5.21. Oznaczenia gwintowników w grupach oraz wartości addytywnych W_{add} wskaźników jakości wykonania

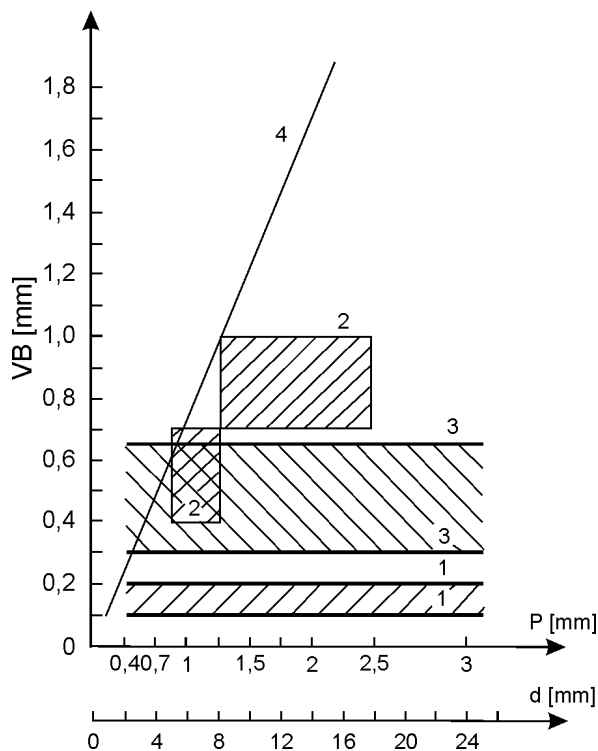
przeznaczone do badań bez pokrywania										
nr kolejny	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
oznaczenie	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
wartość W_{add}	0,34	0,38	0,38	0,47	0,52	0,57	0,38	0,43	0,39	0,37
przeznaczone do pokrycia warstwą azotku tytanu TiN ($\alpha = 100\%$)										
nr kolejny	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
oznaczenie	AI	AII	AIII	AIV	AV	AVI	AVII	AVIII	AIX	AX
wartość W_{add}	0,38	0,40	0,42	0,54	0,56	0,41	0,43	0,35	0,49	0,29
przeznaczone do pokrycia warstwą węgloazotku tytanu TiCN ($\alpha = 87,5\%$)										
nr kolejny	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
oznaczenie	BI	BII	BIII	BIV	BV	BVI	BVII	BVIII	BIX	BX
wartość W_{add}	0,39	0,44	0,51	0,49	0,45	0,61	0,32	0,37	0,45	0,43
przeznaczone do pokrycia warstwą węgloazotku tytanu TiCN ($\alpha = 12,5\%$)										
nr kolejny	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
oznaczenie	CI	CII	CIII	CIV	CV	CVI	CVII	CVIII	CIX	CX
wartość W_{add}	0,43	0,62	0,31	0,36	0,40	0,52	0,49	0,36	0,40	0,47
przeznaczone do pokrycia warstwą węgla tytanu TiC ($\alpha = 0\%$)										
nr kolejny	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
oznaczenie	DI	DII	DIII	DIV	DV	DVI	DVII	DVIII	DIX	DX
wartość W_{add}	0,31	0,41	0,56	0,44	0,50	0,44	0,46	0,44	0,41	0,44
parametry technologiczne wytwarzania warstw zamieszczono w tabeli 5.11 - rozdział 5.4.1										

5.6.3. Badania zużycia i trwałości gwintowników

Jako kryterium stopienia gwintowników przyjmuje się najczęściej wielkość starcia na powierzchni przyłożenia. Wartość VB mierzy się wzdłuż powierzchni przyłożenia na każdym z ostrzy gwintownika i wylicza arytmetyczną wartość średnią, przy czym maksymalne zużycie na jednym z ostrzy nie powinno przekraczać 1,5 VB. Najbardziej intensywne zużycie występuje zwykle na przejściu pomiędzy częścią skrawającą a wykańczającą ostrzy gwintownika [Kaca93, Prec90]. Przedstawiony sposób pomiaru wskaźnika VB przyjęto w niniejszych badaniach. Przyjmowana wielkość graniczna tego zużycia zależy głównie od średnicy gwintownika. O niejednoznaczności przyjmowanych wartości granicznych wskaźnika VB świadczy wykres (rys. 5.62) zamieszczony w pracy [Biał73] przedstawiający wartości VB w funkcji średnicy i skoku gwintu gwintownika.

Obserwacje krawędzi i powierzchni gwintowników oraz pomiary zużycia VB prowadzono po każdym 100 nagwintowanych nakrętkach. Kontrolę naciętego gwintu sprawdzianem MS Bg M10 prowadzono co 20 nakrętek. Do kontroli parametrów geometrycznych oraz pomiaru zużycia na powierzchni przyłożenia gwintowników stosowano uniwersalny mikroskop warsztatowy produkcji Carl Zeiss Jena.

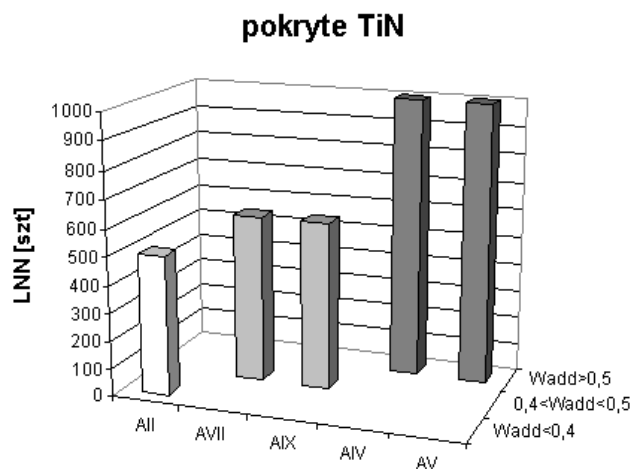
Dokładność pomiaru możliwa na tym mikroskopie to $0,2 \mu\text{m}$. Dokładność pomiaru, parametru VB ostrzy gwintowników, oszacowano na $\pm 5 \mu\text{m}$.



Rys. 5.62. Wartości zużycia VB powierzchni przyłożenia, określającego stopień gwintowników maszynowych przy gwintowaniu stali (P – skok gwintu, d – średnica gwintownika); 1, 2, 3, 4 – dane zaczerpnięte z publikacji, zamieszczone w pracy [Biał73]

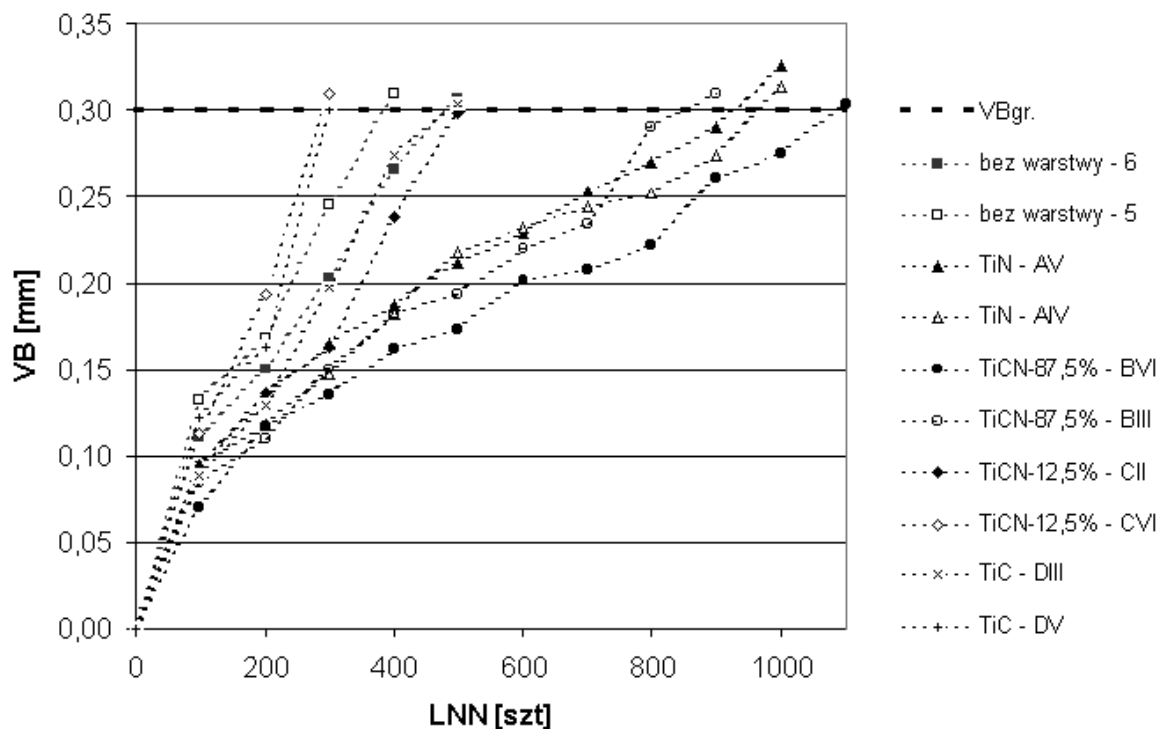
Określano zużycie gwintowników bez warstwy oraz gwintowników pokrytych warstwami $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wytwarzanych przy różnych składach mieszaniny gazów reaktywnych (współczynnik α). Kryteriami wycofania gwintowników przyjętymi w czasie badań były cechy opisane w pracach [Kaca93, Prec90]. Spośród kryteriów stopienia, dla wszystkich przebadanych gwintowników najczęściej występującym było osiągnięcie starcia na powierzchni przyłożenia $\text{VB} \geq 0,3 \text{ mm}$.

Na rysunku 5.63 przedstawiono wykres trwałości gwintowników pokrytych warstwą TiN w zależności od dokładności ich wykonania określonej wskaźnikiem jakości W_{add} . Trwałość gwintowników zależy wyraźnie od ich jakości wykonania. Podobne zależności trwałości narzędzi od dokładności wykonania przedstawiono w pracach [Kaca93, Prec90]. W związku z powyższym w dalszej części niniejszej pracy, w celu określenia wpływu zastosowanej warstwy $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ na trwałość gwintowników, uwzględniono tylko wyniki badań trwałości gwintowników o najwyższej dokładności wykonania, dla których wskaźnik jakości $W_{\text{add}} \geq 0,5$.



Rys. 5.63. Trwałość gwintowników, określona liczbą nagwintowanych nakrętek (LNN), pokrytych warstwą TiN w zależności od dokładności ich wykonania (wskaźnik jakości W_{add})

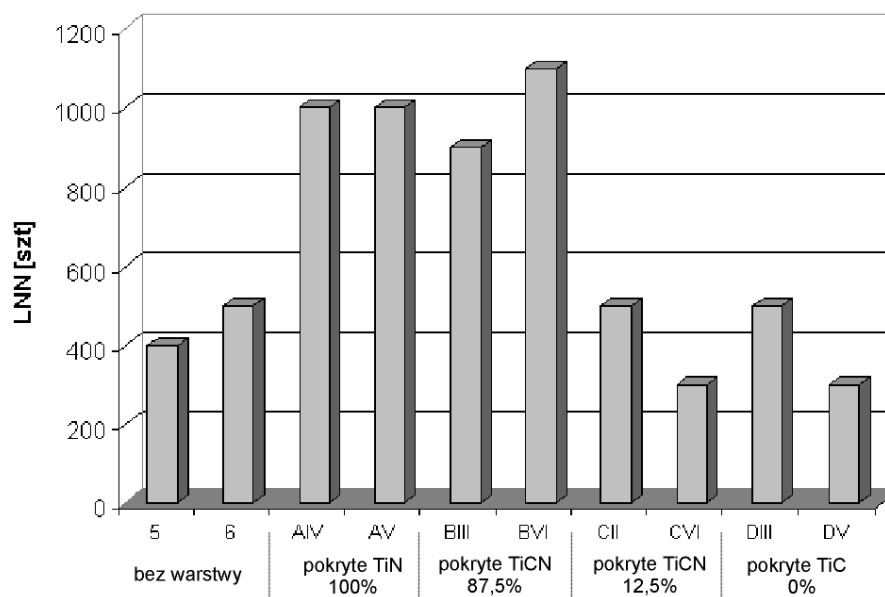
Na rysunku 5.64 przedstawiono przebiegi zużycia w zależności od liczby nagwintowanych nakrętek (LNN) dla gwintowników najwyższej jakości niepokrytych i pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} .



Rys. 5.64. Przebieg zużycia gwintowników w zależności od liczby nagwintowanych nakrętek (LNN), dla gwintowników najwyższej jakości, niepokrytych i pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x}

Na rysunku 5.65 przedstawiono zależność trwałości tych gwintowników, określonej ilością nagwintowanych nakrętek, do osiągnięcia granicznego zużycia ($VB_{gr} \geq 0,3$ mm), dla gwintowników niepokrytych oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} . Stosunek średnich trwałości gwintowników pokrytych warstwą TiN i warstwą TiCN ($\alpha = 87,5\%$) do trwałości gwintowników niepokrytych wynosi 2,22. Widoczne niewielkie różnice w trwałości dla gwintowników niepokrytych oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x} wynikać mogą z różnic w dokładności ich wykonania pomimo, że wybrano narzędzia o najlepszej jakości. Gwintowniki pokryte warstwą TiCN ($\alpha = 12,5\%$) i warstwą TiC praktycznie nie wykazują wzrostu trwałości, a nawet niewielkie obniżenie, w stosunku do gwintowników niepokrytych - proporcja ta wynosi 0,89. Z powodu braku widocznych efektów zwiększenia trwałości, po przebadaniu trzech gwintowników z warstwą TiCN ($\alpha=12,5\%$) i trzech pokrytych warstwą TiC, nie prowadzono dalszych, długotrwałych badań tych gwintowników.

Jak wynika z powyższych badań dokładność wykonania narzędzi ma bardzo duży wpływ na ich trwałość. Podobne wyniki uzyskali autorzy prac [Kaca93, Prec94, Prec90] przy badaniu gwintowników i innych rodzajów narzędzi. Gwintowniki pokryte wszystkimi rodzajami warstw wykazywały lepsze właściwości skrawne w stosunku do gwintowników niepokrytych. Wszystkie nakrętki przeszły kontrolę jakości z użyciem sprawdzianu MS Bg M10, a poprawność naciętego gwintu nie budziła zastrzeżeń po osiągnięciu granicznego zużycia gwintowników.



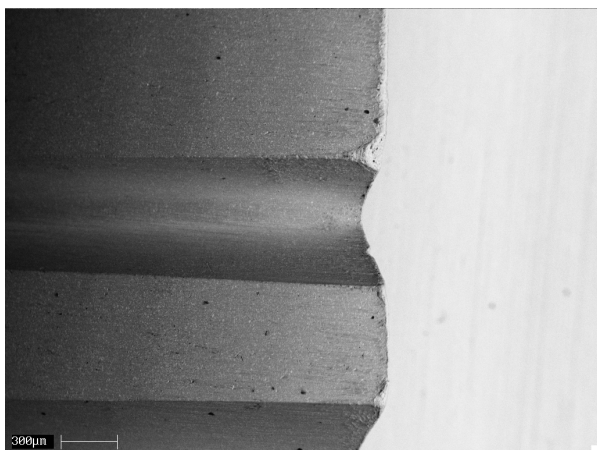
Rys. 5.65. Trwałość gwintowników, określona liczbą nagwintowanych nakrętek (LNN), dla gwintowników niepokrytych i pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x}

5.6.4. Morfologia zużycia ostrzy gwintowników

Obserwację morfologii zużycia gwintowników przeprowadzono w elektronowym mikroskopie skaningowym. Obserwowano głównie zużycie powierzchni przyłożenia i krawędzi skrawających gwintowników. Przykładowe fotografie z zaobserwowanymi obrazami zużycia ostrzy gwintowników zamieszczono na rysunkach 5.66 ÷ 5.68.

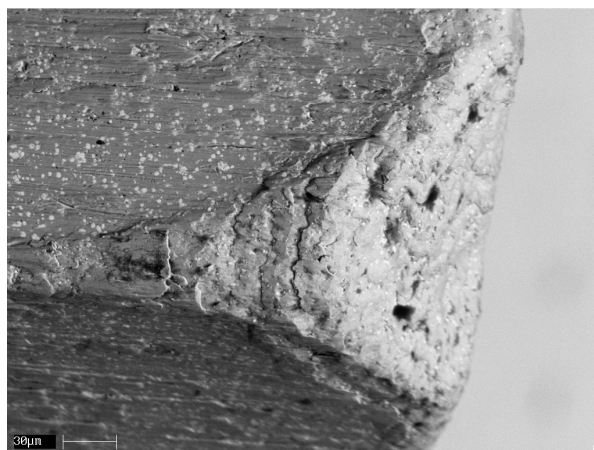
Dla gwintowników niepokrytych zużycie przejawiało się poprzez starcie ostrzy skrawających w okolicy naroża pomiędzy wierzchołkową a boczną powierzchnią przyłożenia, co widoczne jest na rysunku 5.66a,b. Widoczne w okolicy największego zużycia ostrzy pęknięcia oraz odkształcenia materiału wskazywały, że zachodzi plastyczna deformacja naroży. W miejscach największego zużycia ostrzy gwintowników niepokrytych zaobserwowano, że wykazywały tendencję do tworzenia się narostów materiału obrabianego - co widoczne jest na rysunku 5.67a,b. Przeprowadzono analizę składu chemicznego metodą EDS z tego obszaru, co przedstawiono na rysunku 5.68a÷c. Analizę wykonano z samego naroża (rys. 5.68b) oraz w pewnym oddaleniu od krawędzi skrawającej (rys. 5.68a), gdzie kontakt narzędzia z materiałem obrabianym był ograniczony z powodu geometrii gwintownika (zatoczenie na powierzchni przyłożenia). Na powierzchni narzędzia, gdzie styczności z materiałem obrabianym nie było, w widmie składu chemicznego widoczne są głównie piki od żelaza, węgla, wolframu, molibdenu, kobaltu i wanadu tzn. składników stali szybko tnącej SK5. Na podstawie widma składu chemicznego z miejsca zużytego naroża, pomiędzy główną i pomocniczą krawędzią skrawającą (rysunek 5.68b), stwierdzić można, że piki od składników stopowych stali SK5 są prawie niewidoczne. Występują głównie pierwiastki, które są składnikami materiału obrabianego (stali 55).

Powyższa analiza potwierdza, że w miejscu największego zużycia ostrzy gwintowników powstają narosty z materiału obrabianego, a zatem zachodzi zużywanie adhezyjne ostrza. Narosty materiału obrabianego obserwowano na ostrzach wszystkich gwintowników niepokrytych już po pierwszych seriach 100 nagwintowanych nakrętek.



a) ostrze 2, zwój 2 i 3

nr 4 niepokryty, po 400 nagwintowanych nakrętkach

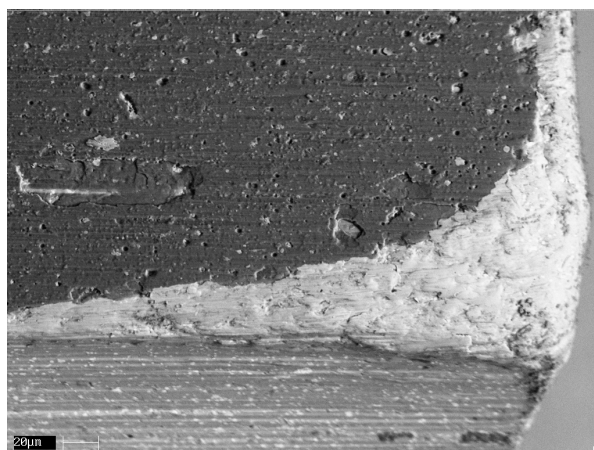


b) ostrze 2, zwój 2



c) ostrze 1, zwój 1 i 2

nr AIV pokryty warstwą TiN, po 1000 nagwintowanych nakrętek

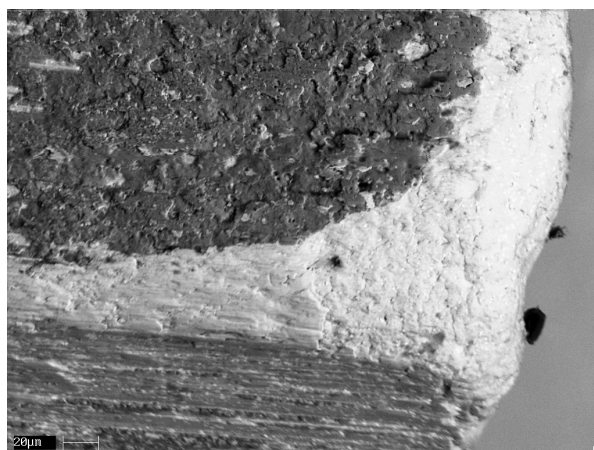


d) ostrze 1, zwój 1

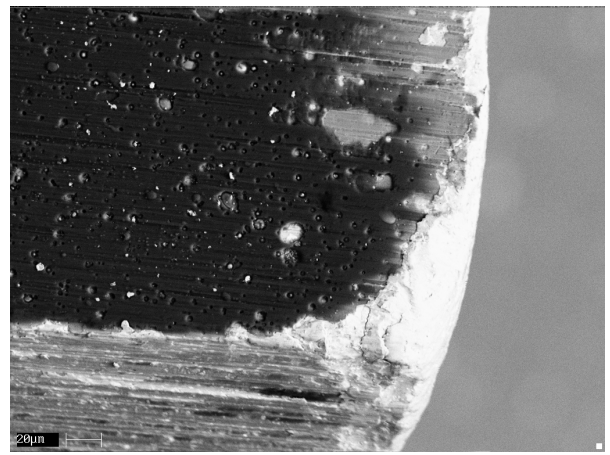
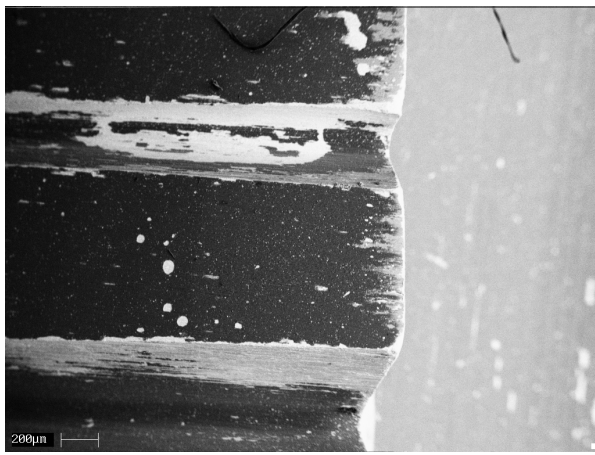


e) ostrze 3, zwój 1 i 2

nr BVI pokryty warstwą TiCN ($\alpha = 87,5\%$), po 1100 nagwintowanych nakrętkach

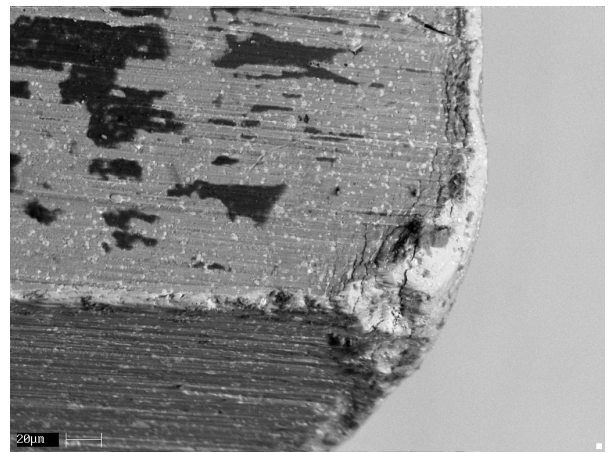


f) ostrze 3, zwój 1



g) ostrze 3, zwój 1 i 2
nr CIX pokryty warstwą TiCN ($\alpha = 12,5\%$), po 300 nagwintowanych nakrętkach

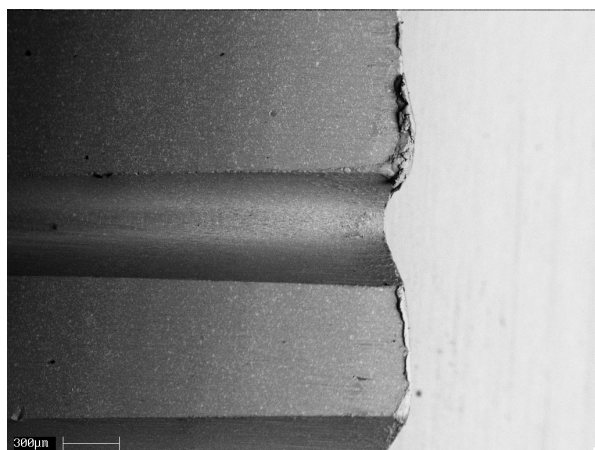
h) ostrze 3, zwój 2



i) ostrze 3, zwój 1 i 2
nr DV pokryty warstwą TiC ($\alpha = 0\%$), po 300 nagwintowanych nakrętkach

j) ostrze 3, zwój 2

Rys. 5.66. Obraz zużycia ostrzy gwintowników niepokrytych oraz pokrytych warstwami TiC_xN_{1-x}



a) ostrze 3, zwój 1 i 2

nr 6 niepokryty, po 500 nagwintowanych nakrętkach

b) ostrze 3, zwój 1

Rys. 5.67. Obraz zużycia ostrza gwintownika niepokrytego z charakterystycznymi narostami materiału obrabianego

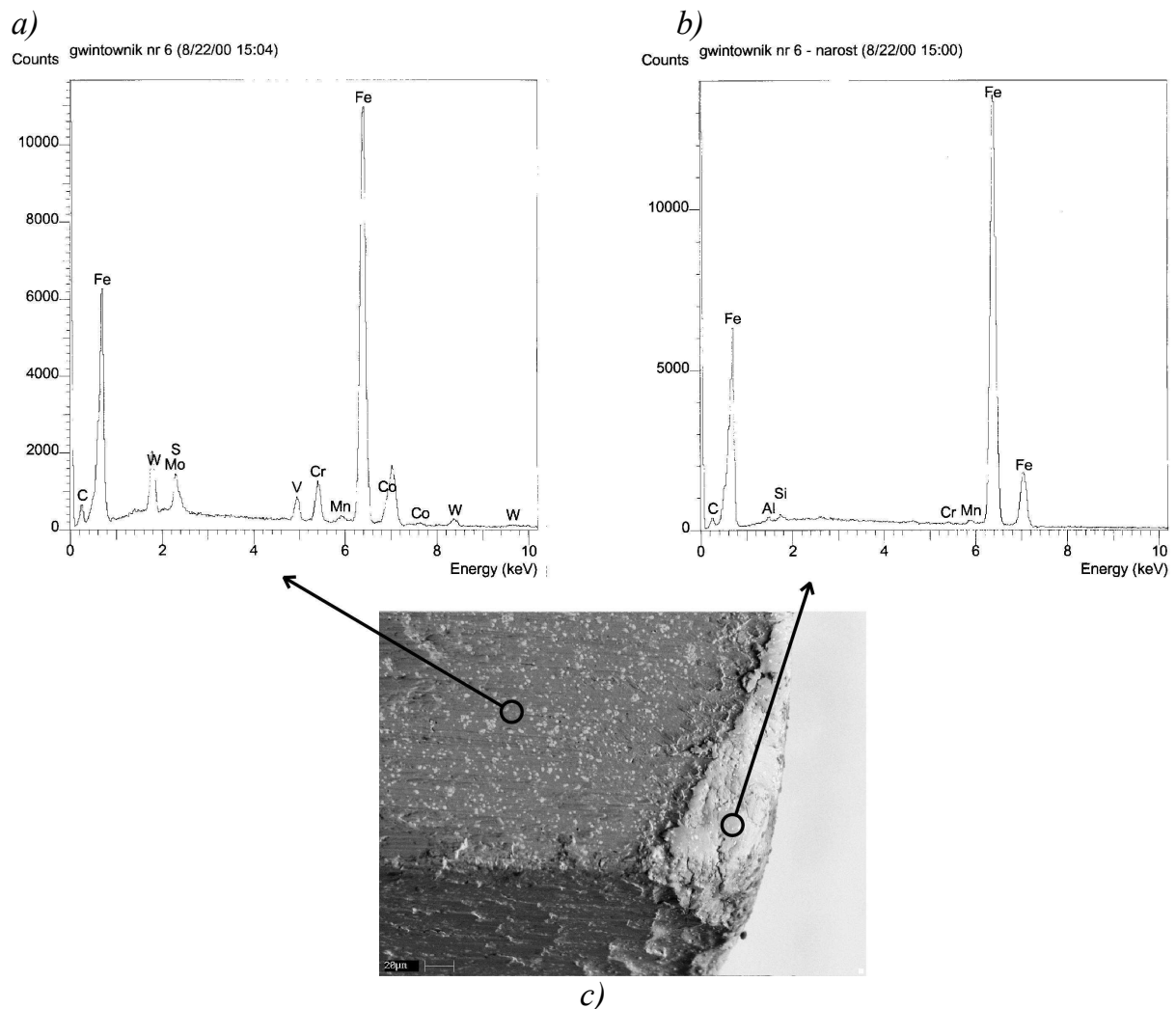
Gwintowniki pokryte warstwą TiN ulegają podobnym mechanizmom zużycia jak niepokryte, co przedstawiono na rysunku 5.66c,d. Największych rozmiarów zużycie występuje również na ostrzach części skrawającej lub pierwszych ostrzach części wykańczającej. Warstwa TiN zostaje usunięta prawie całkowicie z bocznych powierzchni przyłożenia. Na głównej powierzchni przyłożenia warstwa utrzymuje się i podlega powolnemu usuwaniu z równoczesnym ubytkiem materiału ostrza. Zużycie postępuje wzdłuż krawędzi pomiędzy wierzchołkową a boczną powierzchnią przyłożenia. Szerokość zużycia jest mniejsza aniżeli dla gwintowników niepokrytych. Pomimo podobnego charakteru takie samo zużycie gwintowników pokrytych warstwą TiN występuje po większej liczbie nagwintowanych nakrętek niż dla gwintowników niepokrytych. Na powierzchniach ostrzy gwintowników pokrytych warstwą TiN narosty materiału obrabianego tworzą się dopiero po odsłonięciu materiału gwintownika – po zużyciu warstwy.

Gwintowniki pokryte warstwą TiCN ($\alpha = 87,5\%$) ulegają także podobnym mechanizmom zużycia jak pokryte warstwą TiN. Warstwa zostaje usunięta z bocznych powierzchni przyłożenia co widoczne jest na rysunku 5.66e,f. Z wierzchołkowej powierzchni przyłożenia warstwa ulega równomiernemu zużywaniu w trakcie pracy gwintownika wraz z częścią rodzimego materiału ostrza. Uzyskuje się podobne objawy zużycia po zbliżonej ilości nagwintowanych nakrętek jak dla gwintowników pokrytych warstwą TiN. Na krawędziach ostrzy pokrytych warstwą TiCN ($\alpha=87,5\%$) tworzą się narosty materiału obrabianego mniejszych rozmiarów i w mniejszej ilości niż dla gwintowników niepokrytych i pokrytych warstwą TiN.

Warstwa TiCN ($\alpha = 12,5\%$) nałożona na gwintowniki ulega szybkiemu zużyciu. Po nagwintowaniu kilkunastu nakrętek w pobliżu głównej krawędzi skrawającej odsłonięta zostaje podwarstwa TiN (jaśniejsze obszary) co widoczne jest na rysunku 5.66g,h. Z powierzchni bocznych prawie całkowicie zostaje usunięta warstwa TiCN razem z podwarstwą TiN. W wyniku zużycia następuje zaokrąglenie naroża, a w miejscach zużycia warstwy tworzą się na nim narosty materiału obrabianego. Jak wynika z powyższej obserwacji warstwa TiCN ($\alpha = 12,5\%$) nie ma większego wpływu na ograniczenie zużycia, a pozostająca podwarstwa TiN bardzo dobrze przylega do powierzchni gwintownika. Trwałość gwintowników pokrytych warstwą TiCN ($\alpha = 12,5\%$), jest porównywalna do gwintowników niepokrytych, zastosowanie jej ogranicza w pewnym stopniu tworzenie się narostów materiału obrabianego w początkowym okresie pracy gwintowników.

Gwintowniki pokryte warstwą TiC ($\alpha = 0\%$) ulegają zużyciu podobnemu do zużycia gwintowników niepokrytych, co widoczne jest na rysunku 5.66i,j. Warstwa TiC razem z podwarstwą TiN zostaje bardzo szybko usunięta z powierzchni narzędzi w pobliżu krawędzi skrawających z dużych obszarów głównej oraz bocznej powierzchni przyłożenia. Na krawędziach skrawających, w wyniku usunięcia warstwy TiC razem z podwarstwą, zachodzi intensywne zużycie ostrzy i tworzenie się narostów materiału obrabianego.

Zastosowanie warstw TiC_xN_{1-x} , w całym zakresie składu ($0 \leq x \leq 1$), obniża skłonność do tworzenia się narostów co świadczyć może o ograniczeniu mechanizmu zużywania adhezyjnego. Podobne efekty, w wyniku pokrycia gwintowników twardymi warstwami, zaobserwowali autorzy pracy [Legu95]. Narosty na narzędziach pokrytych zaczynają tworzyć się w miejscach największego zużycia warstwy.



Rys. 5.68. Obraz zużycia ostrza gwintownika bez warstwy oraz widma analiz składu chemicznego wykonane metodą EDS

Podsumowanie wyników badań trwałości oraz morfologii zużycia gwintowników:

- trwałość gwintowników niepokrytych i pokrytych warstwami $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ulega zwiększeniu wraz ze zwiększeniem dokładności ich wykonania, podobnie jak w przypadku wiertel,
- największy wzrost trwałości, ponad 2-krotny, w stosunku do gwintowników niepokrytych, wykazują gwintowniki pokryte warstwą azotku tytanu i warstwą węglazotku wytworzona przy dużym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych (współczynnik $\alpha = 87,5\%$),
- warstwy węgla tytanu oraz węglazotku tytanu, wytwarzanym przy małym udziale azotu ($\alpha = 12,5\%$), nie wpływają na zwiększenie trwałości gwintowników,
- niezależnie od wpływu na wzrost trwałości wszystkie gwintowniki pokryte warstwami $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ wykazywały lepsze właściwości skrawne, w stosunku do gwintowników niepokrytych, a poprawność naciętego gwintu wszystkimi badanymi gwintownikami nie budziła zastrzeżeń,
- podobny charakter zużycia gwintowników pokrytych warstwą azotku i węglazotku tytanu ($\alpha = 87,5\%$), do zużycia gwintowników niepokrytych, ujawnia się po około

dwukrotnie większej liczbie wykonanych nakrętek; warstwy TiCN ($\alpha = 12,5\%$) i TiC ulegają szybkiemu zużyciu i nie wpływają istotnie na wzrost trwałości narzędzi,

- najbardziej intensywne zużycie wszystkich zastosowanych warstw zachodzi na bocznych powierzchniach przyłożenia gwintowników,
- za pomocą analizy składu metodą EDS stwierdzono, że na zużytych krawędziach ostrzy skrawających tworzą się narosty materiału obrabianego, świadczyć to może o dużym udziale w mechanizmie zużycia gwintowników - zużycia adhezyjnego,
- zastosowanie warstw $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$, w całym zakresie składu chemicznego, obniża skłonność do tworzenia się narostów materiału obrabianego, przez co ograniczone zostaje zużycie adhezyjne ostrzy gwintowników; narosty tworzą się w miejscach zużycia warstwy.

7. Podsumowanie oraz wnioski końcowe

Podsumowanie dotyczące badań nad procedurą wytwarzania warstw TiC_xN_{1-x} w urządzeniach technologicznych VT-700 i TINA 900MOD oraz wyników badań właściwości warstw określonych na próbkach testowych:

- Ustalono parametry procesów technologicznych katodowego odparowania łukowego do wytwarzania twardych warstw TiC_xN_{1-x} gwarantujących uzyskiwanie założonych składów chemicznych, struktury i właściwości tribologicznych.
- Określone na próbkach testowych zużycie warstw TiC_xN_{1-x} oraz zużycie przeciwpróbek wzrasta dla warstw wytwarzanych przy dużym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych i związane jest to ze wzrostem współczynnika tarcia. Warstwy TiC i TiC_xN_{1-x} otrzymane przy małym udziale azotu ($\alpha=12,5\%$) wykazały najniższe współczynniki tarcia suchego oraz najmniejsze wartości wskaźników zużycia.
- Wszystkie warstwy TiC_xN_{1-x} wytworzone przy tych samych parametrach technologicznych, niezależnie od konstrukcji urządzenia technologicznego, w którym były wytwarzane, posiadają zbliżony skład chemiczny.
- Na podstawie analizy liniowej składu chemicznego wykonanej metodą EDS w poprzek śladów tarcia można sądzić, że oprócz zużycia ściernego i adhezyjnego warstw oraz stalowych przeciwpróbek w węźle tarcia zachodzi również zużycie chemiczne, wywołane utlenianiem podczas tarcia i zużycia.
- Obserwacje śladów tarcia na pokrytych próbkach testowych oraz wytarcia na przeciwpróbkach wskazują, że w węźle tarcia zachodzi przemieszczanie materiału pomiędzy trącymi powierzchniami, mogące istotnie wpływać na zmiany współczynnika tarcia i wartości wskaźników zużycia.

Podsumowanie wyników badań trwałości narzędzi skrawających (gwintowników i wiertel) pokrytych twardymi warstwami TiC_xN_{1-x} w połączeniu z właściwościami warstw, określonymi na próbkach testowych pokrytych równocześnie z narzędziami:

- Stosując jako kryterium graniczne trwałości narzędzi zużycie naroży wiertel ustalono, że nałożenie warstw TiN oraz TiCN o wysokiej zawartości azotu i niskiej węgla ($\alpha=87,5\%$) pozwala na około dwukrotny wzrost trwałości narzędzi.
- Zastosowane wskaźniki charakteryzujące zużycie wiertel na narożach (W), łysince prowadzącej (M) i krawędzi poprzecznej (C_T , C_M) dobrze charakteryzują przebieg zużycia badanych wiertel. Często stosowany jako jedyny wskaźnik VB charakteryzujący zużycie na powierzchni przyłożenia w przypadku wiercenia żeliwa szarego nie odzwierciedla rzeczywistego stopnia zużycia wiertel.
- Największy ponad 2-krotny wzrost trwałości gwintowników pokrytych względem niepokrytych wykazują gwintowniki z wytworzoną warstwą azotku tytanu lub warstwą węgloazotku otrzymaną przy dużym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych ($\alpha = 87,5\%$).
- Za pomocą analizy składu chemicznego metodą EDS stwierdzono, że na zużytych krawędziach ostrzy skrawających tworzą się narosty materiału obrabianego, co świadczyć może o dużym udziale mechanizmu adhezyjnego w zużyciu badanych narzędzi.

- Pokrycie narzędzi warstwami TiC_xN_{1-x} w całym zakresie składów ($0 \leq x \leq 1$) obniża skłonność do tworzenia się narostów przez co ograniczone zostaje zużycie adhezyjne ostrzy narzędzi.
- Najmniejsze wartości wskaźników zużycia narzędzi uzyskano przy zastosowaniu warstw charakteryzujących się w badaniach tribologicznych na próbkach testowych dobrą adhezją (TiN) i wysoka mikrotwardością (TiCN $\alpha = 87,5\%$) oraz wysokim współczynnikiem tarcia.
- Informacje o właściwościach tribologicznych uzyskane podczas badań na pokrytych próbkach testowych w warunkach laboratoryjnych mogą być użyte w prognozowaniu trwałości pokrytych tymi samymi warstwami narzędzi pod warunkiem zastosowania parametrów pracy węzła tarcia w badaniach próbek testowych, zbliżonych do rzeczywistych warunków, panujących podczas skrawania.
- Ogólnie można sądzić, że warstwy węgloazotków, a szczególnie zawierające większą ilość azotu i mniejszą węgla, charakteryzują się wyższą twardością i niższym współczynnikiem tarcia w porównaniu do warstw TiN. Podczas skrawania cechy te przynoszą wymierne efekty największego wzrostu trwałości narzędzi pokrytych warstwami węgloazotków, gdy stosowane są płyny obróbkowe, a dodatkowo ostrze narzędzia pracuje przy dużych naciskach i niskich prędkościach skrawania w warunkach ograniczonego utleniania warstwy.
- Powszechnie stosowane i cytowane w literaturze parametry badań tribologicznych zużycia warstw w warunkach laboratoryjnych znacznie odbiegają od rzeczywistych warunków panujących podczas skrawania. Chcąc prognozować zachowanie się pokrytych takimi samymi warstwami narzędzi należy odejść od dotychczas stosowanych parametrów badań testowych na próbkach, albo bardzo dobrze dopasować warunki testów (kształt próbek i przeciwpróbek, prędkość poślizgu, obciążenie) do rzeczywistych warunków skrawania.

Wnioski końcowe:

- 1. Postawiony w pracy cel tj. określenie wpływu parametrów technologicznych metody CAPD, a w szczególności składu mieszaniny gazów reaktywnych na strukturę, skład chemiczny i właściwości tribologiczne warstw TiC_xN_{1-x} został osiągnięty.**
- 2. Wyniki badań na próbkach testowych pozwoliły poszerzyć wiedzę na temat złożonych procesów fizyczno-chemicznych, zachodzących w węzle tarcia w świetle wzajemnego oddziaływania materiału twardej warstwy i przeciwpróbki. W ten sposób spełniono cel poznawczy pracy.**
- 3. Określone na próbkach testowych zużycie warstw TiC_xN_{1-x} oraz zużycie przeciwpróbek wzrasta dla warstw wytwarzanych przy dużym udziale azotu w mieszaninie gazów reaktywnych i związane jest to ze wzrostem współczynnika tarcia. Warstwy TiC i TiC_xN_{1-x} otrzymane przy małej zawartości azotu ($\alpha=12,5\%$) wykazały najniższe współczynniki tarcia suchego oraz najmniejsze wartości wskaźników zużycia.**

- 4. Najmniejsze wartości wskaźników zużycia narzędzi uzyskano przy zastosowaniu warstw charakteryzujących się dobrą adhezją (TiN) i wysoką mikrotwardością ($\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ o wysokiej zawartości azotu - $\alpha = 87,5\%$) oraz wysokim współczynnikiem tarcia.**
- 5. Badania eksploatacyjne pokrytych narzędzi potwierdziły dwukrotny wzrost trwałości oraz wskazały na możliwość prognozowania zachowania się pokrytych narzędzi w procesie skrawania na podstawie wyników badań próbek testowych pod warunkiem, że zostaną określone parametry pracy węzła tarcia próbek testowych, zbliżone do rzeczywistych parametrów skrawania pokrytych narzędzi. Potwierdziło to duże znaczenie przeprowadzonych badań zarówno w sensie poznawczym jak i użytkowym.**

8. Literatura:

1. [Adam95] Z. Adamczyk, *Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń*, vol. 20, 4 (1995) 5
2. [Arma00] E. J. A. Armarego, S. Verezub, *The Influence of Tool Surface Coatings on the Cutting Action, friction and Performance of Various Machining Operations*, 12th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress, 29.10-2.11.2000, Congress Proceedings, vol. 2 (2000) 69
3. [Arra94] F. Arrando, M. C. Polo, P. Molera, J. Esteve, *Surface and Coating Technology*, 68/69 (1994) 536
4. [Astu93] O. Asturizaga, R. Sanjinés, G. Margaritondo, F. Lévy, *Surface and Coatings Technology*, 61 (1993) 30
5. [Bail00] Baidon – BAILDONIT, *Płytki wielostrzowe*, katalog: Sandvik Baidonit S.A., (2000)
6. [Baum94] I. J. R. Baumvol, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B 85 (1994) 230
7. [Beti94] M. Betiuk, *Materiały I Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Nowoczesne Technologie w Inżynierii Powierzchni”*, Łódź-Spała 20-23.09 (1994) 229
8. [Berg90] E. Bergman, H. Kaufman, R. Schmidt, J. Vogel, *Surface and Coatings Technology*, 42 (1990) 237
9. [Berg94] F. Bergman, S. Jacobson, *Wear*, 179 (1994) 89
10. [Bewi93] K. Bewilogua, H. Dimigen, *Surface and Coating Technology*, 61 (1993) 144
11. [Biał73] M. Białek, O. Kupść, *Gwintowniki i gwintowanie*. WNT Warszawa (1973)
12. [Bill86] S. B. Billatos, A. E. Bayoumi, L. A. Kendal, S. C. Saunders, *Wear*, 112 (1986) 257
13. [Blan74] R. D. Bland, G. J. Kominiak, D. M. Mattox, *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11(4) (1974) 672
14. [Boxm87] R. L. Boxman, S. Goldsmith, *Surface and Coating Technology*, 33 (1987) 153
15. [Boxm96] R. L. Boxman, V. Zhitomirsky, B. Alterkop, E. Gidalevich, I. Beilis, M. Keidar, S. Goldsmith, *Surface and Coatings Technology*, 86-87 (1996) 243
16. [Brom96] M. Bromark, *Wear resistance of PVD Coatings for Tool Applications*, Compressive Summaries of Uppsala Dissertations from The Faculty of Science and Technology 192, Acta Universitatis Upsaliensis, Uppsala (1996)
17. [Buja94] J. Bujak, K. Miernik, R. Rogowska, J. Smolik, J. Walkowicz, *Przegląd Mechaniczny*, 14 (1994) 14
18. [Buns82] R. F. Bunshah, J. M. Blocher Jr., T. D. Bonifield, J. G. Fish, P. B. Ghate, B. E. Jacobson, D. M. Mattox, G. E. McGuire, M. Schwartz, J. A. Thornton, R. C. Tucker Jr., *Deposition Technologies for Films and Coatings. Developments and Applications*, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, USA, (1982)
19. [Buns89] R. F. Bunshah, C. V. Deshpandey, *Vacuum*, 39(10) (1989) 955
20. [Bura95] T. Burakowski, T. Wierzchoń, *Inżynieria powierzchni metali*. WNT Warszawa (1995)

21. [Bura96] T. Burakowski, K. Miernik, J. Walkowicz, Współczesne kierunki rozwoju metod PVD, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 205
22. [Burn87] P. J. Burnett, D. S. Rickerby, Thin Solid Films, 154 (1987) 403
23. [Burn88] P. J. Burnett, D. S. Rickerby, Journal of Materials Science, 23 (1988) 2429
24. [Bück99] B. Bücken, M. Falz, R. Wilberg, G. Leonhardt, Process technological aspects of production and properties of in situ combined plasma-nitrided and PVD hard-coated high alloy tool steels, Materiały XI Międzynarodowej Szkoły Letniej MIELNO'99 „Modern Plasma Surface Technology”. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (1999) 109
25. [Carb97] M. Carbucichio, C. Martini, G. Palombarini, M. Rateo, Philosophical Magazine B 76 (1997) 669
26. [Clim94] A. Climent-Font, M. T. Fernández-Jiménez, U. Wätjen, J. Perrière, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A 353 (1994) 575
27. [Csel95] T. Csele, A. Barimani, Surface and Coatings Technology, 76-77 (1995) 712
28. [Csem95] CSEM-REVETEST®, Automatic Scratch-Tester, Directions for use, S/N: 19-333, User's Instructions (1995)
29. [Csem00] adres internetowy: www.csem.ch/instrum (2000)
30. [Czic87] H. Czichos, S. Becker, J. Lexow, Wear, 114 (1987) 130
31. [Czic89] H. Czichos, S. Becker, J. Lexow, Wear, 135 (1989) 191
32. [Czyż93] A. Czyżniewski, W. Precht, Ocena własności narzędzi skrawających, przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami, Materiały III Szkoły Letniej MIELNO'92 „Nowoczesne Technologie Próżniowe”, Wyd. WSInż Koszalin, czerwiec (1993) 91
33. [Czyż98-1] A. Czyżniewski, W. Precht, Elektronika, 5 (1998) 15
34. [Czyż98-2] A. Czyżniewski, Wpływ dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy pokrytych warstwą azotku tytanu, Praca doktorska, Politechnika Koszalińska (1998)
35. [Czyż00] A. Czyżniewski, Inżynieria Materiałowa, 6 (2000) 258
36. [Derf99] V. Derflinger, H. Brändle, H. Zimmermann, Surface and Coatings Technology, 113 (1999) 286
37. [Digi00] adres internetowy: www.digitalsurf.fr (2000)
38. [Dobr90] L. A. Dobrzański, E. Hajduczek, J. Marciniak, R. Nowosielski, Metaloznawstwo i obróbka cieplna materiałów narzędziowych, WNT, Warszawa (1990)
39. [Dobr98] L. A. Dobrzański, M. Adamiak, Inżynieria materiałowa, 4 (1998) 986
40. [Dmoc83] J. Dmochowski, Podstawy obróbki skrawaniem, PWN, Warszawa (1983)
41. [DTR90] Dokumentacja techniczno-ruchowa. Prototyp VT-700, WSInż. Koszalin (1990)
42. [DTR88] Dokumentacja techniczno ruchowa TINA 900, HVD Drezno (1988)
43. [DTR87] Wiertarka LSB instrukcja obsługi i smarowania, KOMETAL Koszalin (1987)
44. [DTR80] DTR - Gwinciarka półautomatyczna - model 2056. Wytyczne eksploatacji. KFN VIS Koszalin (1980)
45. [Dumk97] C. Dumkum, D. M. Grant, I. R. McColl, Diamond and Related Materials, 6 (1997) 802
46. [Erde90] A. Erdemir, C. C. Cheng, Surface and Coatings Technology, 41 (1990) 285

47. [Etzk84] H. –W. Etzkorn, W. O. Hofer, S. Hofmann, J. E. Kempf, J. Kischner, U. Littmark, H. J. Mathieu, H. Oechsner, J. M. Sanz, H. H. Wagner, H. W. Werner, Thin Film and Depth Profile Analysis, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg New York Tokyo (1984)
48. [Fanc88] K. S. Fancey, A. Matthews, Surface and Coatings Technology, 36 (1988) 233
49. [Fens89] G. Fenske, Tribology Trans., 32 (1989) 339
50. [Furm96] P. Furman, J. Głuszek, J. Masalski, Struktura i własności elektrochemiczne warstwy TiO_2 otrzymanej metodą MOCVD, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 229
51. [Gabr93] H. M. Gabriel, IEEE Transactions on Plasma Science, 21(5) (1993) 416
52. [Gier94] M. Gierzyńska-Dolna, „Badania tribologiczne”, Zbiór wykładów i komunikatów, Szkoła Letnia Inżynierii Powierzchni, Kielce 6-9.09,1993, Politechnika Świętokrzyska, Kielce (1994) 165
53. [Górs91] E. Górski i inni, Poradnik inżyniera, Obróbka skrawaniem, tom1, WNT Warszawa (1991)
54. [Grze98] W. Grzesik, Podstawy skrawania materiałów metalowych, WNT, Warszawa (1998)
55. [Guu97-1] Y. Y. Guu, J.F. Lin, Wear, 210 (1997) 245
56. [Guu97-2] Y. Y. Guu, J.F. Lin, C.F. Ai, Thin Solid Films, 302 (1997) 193
57. [Günt89] K. G. Günther, H. Freller, H. E. Hinterman, W. König, D. Kammermeier, Advanced Coatings by Vapour Phase Processes, Annals of the CIRP, vol. 38/2 (1989) 645
58. [Habi89] K. -H. Habig, Tribology International, 22(2) (1989) 65
59. [Habi93] K.-H. Habig, G. Meier zu Köcker, Surface and Coatings Technology, 62 (1993) 428
60. [Hebd80] M. Hebda, A. Wachal, Trybologia, WNT, Warszawa (1980)
61. [Hint93] H. E. Hintermann, Fresenius Journal of Analytical Chemistry, 346 (1993) 45
62. [Hira95] K. Hiratsuka, Tribology International, 28(5) (1995) 279
63. [Hogm94] S. Hogmark, P. Hedenqvist, Wear, 179 (1994), 147
64. [Holl90] H. Holleck, Vacuum, 41 (1990) 2220
65. [Holl95] H. Holleck, V. Schier, Surface and Coatings Technology, 76-77 (1995) 328
66. [Hurk96] T. Hurkmans, D. B. Lewis, J. S. Brooks, W. –D. Münz, Surface and Coatings Technology, 86-87 (1996) 192
67. [Igba98] Z. Igbal, A. Rauf, A. Ali, A. ul Haq, A. Q. Khan, Vacuum 51(4) (1998) 629
68. [Ilya95] V. V. Ilyasov, S. M. Zaitsev, A. T. Kozazov, A. N. Pityulin, Acta metall. mater. 43 (1995) 2115
69. [Iter94] ITE Radom, Zakład Tribologii, T-01M tester typu trzpień-tarcza. Instrukcja obsługi (1994)
70. [Jedy97] R. Jedynek, W. Sulek, Inżynieria Powierzchni, 4 (1997) 3
71. [Jeon91] J. I. Jeong, J. H. Hong, J. S. Kang, H. J. Shin, Y. P. Lee, Journal of Vacuum Science and Technology, A9(5) (1991) 2618
72. [Jons92-1] S. Jonsson, An assessment of Ti-C System, Trita-Mac 487, The Royal Institute of Technology, Div. Physical Metallurgy, Stockholm (1992)
73. [Jons92-2] S. Jonsson, An assessment of Ti-C-N System, Trita-Mac 506, The Royal Institute of Technology, Div. Physical Metallurgy, Stockholm (1992)

74. [Jons93] S. Jonsson, An assessment of Ti-N System, Trita-Mac 505, The Royal Institute of Technology, Div. Physical Metallurgy, Stockholm (1993)
75. [Kaca93] W. Kacalak, Modele zużycia ściernego narzędzi pokrytych warstwą azotku tytanu, Materiały III Szkoły Letniej MIELNO'92 „Nowoczesne Technologie Próżniowe”, Wyd. WSIInż Koszalin, czerwiec (1993) 67
76. [Kacz71] J. Kaczmarek, Podstawy obróbki wiórowej, ścierniej i erozyjnej, WNT, Warszawa (1971)
77. [Karl97] L. Karlsson, Residual stresses and mechanical properties of Ti(CN) thin films deposited by arc evaporation, Linköping University, Sweden, Linköping Studies in Science and Technology, Licentiate Thesis No. 633 (1997)
78. [Karl99] L. Karlsson, Arc Evaporated Titanium Carbonitride Coatings, Linköping University, Sweden, Linköping Studies in Science and Technology, Dissertation No. 565 (1999)
79. [Kauf87] N. Kaufherr, G. R. Fenske, D. E. Bush, P. Lin, C. Deshpandey, R. F. Bunshah, Thin Solid Films, 153 (1987) 149
80. [Kloc99] F. Klocke, T. Krieg, Coated Tools for Metal Cutting – Features and Applications, Annals CIRP, vol. 48/2 (1999) 515
81. [Knot93] O. Knotek, F. Löffler and G. Krämer, Surface and Coating Technology, 61 (1993) 320
82. [Kody82] J. Kodym, Mechanik, 8/9 (1982) 443
83. [Kony97] I. Konyashin, G. Fox-Rabinovich, A. Dodonov, Journal of Material Science, 32 (1997) 6029
84. [Kour96] J. Kourtev, R. Pascova, E. Weißmantel, Thin Solid Films, 287 (1996) 202
85. [Kour97] J. Kourtev, R. Pascova, E. Weißmantel, Vacuum, 48(1) (1997) 7
86. [Kosm96] J. Kosmol i inni, Monitorowanie ostrza skrawającego. Metody konwencjonalne i sieci neuronowe, WNT FKNT, Warszawa (1996)
87. [Kosz94] M. Koszałka, E. Leja, K. Musiałek, Z. Wiślańska, Warstwy TiN otrzymywane metodą katodowego, łukowego platerowania jonowego, Materiały I Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Nowoczesne Technologie w Inżynierii Powierzchni”, Łódź-Spała 20-23.09 (1994) 225
88. [Kozi95] S. Kozioł, W. Piekoszewski, M. Szczerek, W. Tuszyński, Problemy Eksploatacji, 2(15) (1995) 5
89. [Kuna78] M. Kunac, M. Zwata, S. Fugii, Y. Kanadu, Statistical Characteristics of Drill Wear and Drill Life for the Standardised Performance Tests. Annals of the CIRP. Vol.27, No. 1 (1978)
90. [Kuns73] S. Kunstetter, Narzędzia skrawające do metali – konstrukcja, WNT, Warszawa (1973)
91. [Kupc93] M. Kupczyk, Surface and Coatings Technology, 60 (1993) 446
92. [Kupc97] M. Kupczyk, Jakość Technologiczna i użytkowa ostrzy skrawających z powłokami przeciwzużyciowymi, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Rozprawa nr 320, Poznań (1997)
93. [Legu95] S. Legutko, Badania adhezyjnego zużycia narzędzi skrawających, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Rozprawa nr 304, Poznań (1995)
94. [Leja82] E. Leja, T. Horodyski, K. Budzyńska, Elektronika, 9(XXIII) (1982) 5
95. [Leja97] E. Leja, K. Marszałek, A. Mazurkiewicz, Technika ARC, Materiały VI Konferencji Naukowej „Technologia Elektronowa ELTE '97”, (1997) 253

96. [Leon96] G. Leonhardt, R. Wilberg, Anwendung der Hohlkatodensmaquelle in der Vacuumtechnik, *Materiały VI Szkoły Letniej MIELNO'95 „Modern Plasma Surface Technology”*, Wyd. WSInż Koszalin (1996) 9
97. [Lim93-1] S. C. Lim, Y. B. Liu, S. H. Lee, K. H. W. Seach, *Wear*, 162-164 (1993) 971
98. [Lim93-2] S. C. Lim, S. H. Lee, Y. B. Liu, K. H. W. Seach, *Wear*, 170 (1993) 137
99. [Ljun94] H. Ljungcrantz, L. Hultman, J.-E. Sundgren, G. Håkansson, L. Karlson, *Surface and Coating Technology*, 63 (1994) 123
100. [Lugs96] E. Lugscheider, H. D. Geiler, M. Lake, H. Zimmermann, *Surface and Coatings Technology*, 86-87 (1996) 803
101. [Lugs96] E. Lugscheider, C. Barimani, C. Wolff, S. Guereiro, G. Doepper, *Surface and Coatings Technology*, 86-87 (1996) 177
102. [Łuna96] E. Łunarska, W. Precht, A. Czyżniewski, M. Pancielejko, W. Walkowiak, Odporność korozyjna warstw TiC_xN_{1-x} naniesionych różnymi metodami na stal SW7M, *Materiały VI Szkoły Letniej MIELNO'95 „Modern Plasma Surface Technology”*, Wyd. WSInż Koszalin (1996) 79
103. [Mars98] K. Marszałek, E. Leja, Przemysłowe urządzenie do produkcji powłok dekoracyjnych ze źródłem łukowym, *Materiały X Międzynarodowej Szkoły Letniej MIELNO'98 „Modern Plasma Surface Technology”*. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (1998) 283
104. [Mart87-1] P. J. Martin, D. R. McKenzie, R. P. Netterfield, P. Swift, S. W. Filipczuk, K. H. Müller, C. G. Pacey, B. B. James, *Thin Solid Films*, 153 (1987) 91
105. [Mart87-2] P. J. Martin, R. P. Netterfield, W. Filipczuk, C. G. Pacey, *Proc. of International Tribology Conference 1987, Melbourne, 2-4 December (1987)*
106. [Mart91] P. J. Martin, R. P. Netterfield, T. J. Kinder, L. Descoôtes, *Surface and Coating Technology*, 49 (1991) 239
107. [Matt98] A. Matthews, A. Leyland, K. Holmberg, H. Ronkainen, *Surface and Coatings Technology*, 100-101 (1998) 1
108. [Mess84] R. Messier, A. P. Giri, R. A. Roy, *Journal of Vacuum Science and Technology*, A2(2) (1984) 500
109. [Mier97-1] K. Miernik, *Przegląd Mechaniczny*, rok wyd. LVI, nr 22, listopad (1997) 9
110. [Mier97-2] K. Miernik, *Działanie i budowa magnetronowych urządzeń rozpylających*, Biblioteka Problemów Eksploatacji, ITE, Radom (1997)
111. [Mier99] K. Miernik, *Elektronika*, 4 (1999) 5
112. [Mich00-1] A. J. Michalski, *Fizykochemiczne podstawy otrzymywania powłok z fazy gazowej*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa (2000)
113. [Mich00-2] R. Michalczewski, W. Piekoszewski, M. Szczerek, W. Tuszyński, J. Wulczyński, *Inżynieria Materiałowa*, 6 (2000) 344
114. [Movc69] V. A. Movcan, A. V. Demchishin, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, t.28 (1969) 83
115. [Mura86] V. Murawa, *Heat Treatment of Metals*, 2 (1986) 49
116. [Musi93] J. Musil, I. Štěpánek, J. Musil Jr., M. Kolega, O. Bláhová, Vyskočil, J. Kasl, *Materials Science and Engineering*, A163 (1993) 211
117. [Münz85] W.-D. Münz, *Reactive Sputtering of Nitrides and Carbides, Nitride and Carbide Coatings – Course*, LSRH, Neuchatel Switzerland, September 9-13 (1985)
118. [Münz95] W.-D. Münz, D. B. Lewis, S. Creasey, *Vacuum* vol. 46, 4 (1995) 323
119. [Oleś98] A. Oleś, *Metody doświadczalne fizyki ciała stałego*, WNT Warszawa (1998)

120. [Panc97] M. Pancielejko, W. Precht, Z. Kukliński, F. Fendrych, A. Chom, Warstwy TiC otrzymywane metodą odparowania łukowego. Materiały VII Międzynarodowej Szkoły Letniej MIELNO'96 „Modern Plasma Surface Technology”. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, listopad (1997) 147
121. [Panc99-1] M. Pancielejko, W. Precht, Vacuum, 53 (1999) 57
122. [Panc99-2] M. Pancielejko, W. Precht, A. Gilewicz, Z. Kukliński: „Otrzymywanie oraz właściwości tribologiczne warstw TiC_xN_{1-x} ”. Materiały XI Międzynarodowej Szkoły Letniej MIELNO'99 „Modern Plasma Surface Technology”. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (1999) 287
123. [Panc99-3] M. Pancielejko, W. Precht, A. Gilewicz, Z. Kukliński, A. Łuczak: „Badania eksploatacyjne wiertel ze stali SW7M pokrytych twardą warstwą TiN przy obróbce żeliwa szarego”. Materiały XI Międzynarodowej Szkoły Letniej MIELNO'99 „Modern Plasma Surface Technology”. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (1999) 341
124. [Payl00] R. Payling, M. Aeberhard, D. Delfosse, „Glow Discharge Analysis of Hard Coatings and Metallic Coatings on Steels”, 12th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress, Melbourne, Australia, 29 October – 2 November, Congress Proceedings, Vol. 2 (2000) 97
125. [Prec90] W. Precht, W. Kacalak, A. Czyżniewski, A. Gilewicz, B. Goluch, Z. Kulkiński, R. Lewkowicz, P. Murawski, P. Myśliński, Z. Pluta, K. Reszka, Technologia nakładania twardych warstw TiN na narzędzia skrawające. Urządzenie technologiczne do nakładania warstw TiN, Sprawozdanie końcowe celu W1 RPBR 7, WSI Inż. Koszalin, listopad (1990)
126. [Prec91] W. Precht, A. Czyżniewski, A. Gilewicz, B. Goluch, Z. Kukliński, P. Myśliński, Metody oceny, normy i zalecenia dotyczące jakości narzędzi przeznaczonych do pokrycia twardymi warstwami. WSI Koszalin (1991)
127. [Prec94] W. Precht, W. Kacalak, A. Czyżniewski, Materials Science Forum Vols. 166-165 (1994) 539
128. [Prec95] W. Precht, A. Czyżniewski, M. Pancielejko, W. Walkowiak, A. Rylski, Materiały V Szkoły Letniej MIELNO'94 „Modern Plasma Surface Technology”, Wyd. WSI Inż Koszalin (1995) 128
129. [Prec96-1] W. Precht, A. Czyżniewski, M. Pancielejko, W. Walkowiak, Structure and properties of TiC_xN_{1-x} coatings obtained by different PVD methods, Materiały VI Szkoły Letniej MIELNO'95 „Modern Plasma Surface Technology”, Wyd. WSI Inż Koszalin (1996) 195
130. [Prec96-2] W. Precht, E. Łunarska, A. Czyżniewski, M. Pancielejko, W. Walkowiak, Vacuum, Vol. 47, 6-8 (1996) 867
131. [Prec98] W. Precht, A. Czyżniewski, P. Myśliński, Z. Kukliński, M. Pancielejko, NATO ASI Series, Kluwer Academic Publishers Dordrecht, Boston, London, 3 High Tech. Vol.59 (1998) 487
132. [Rajc97] B. Rajchel, T. Burakowski, E. Wantuch, Inżynieria Powierzchni, 1 (1997) 37
133. [Rand88] H. Randhawa, Thin Solid Films, 167 (1988) 175
134. [Rick88] D. S. Rickerby, P. Burnet, Thin Solid Films, 157 (1988) 195
135. [Sado99] J. Sadowski, Termodynamiczna interpretacja tarcia i zużywania, Wydawnictwo Politechniki Radomskiej, Radom (1999)
136. [Sand89] D. M. Sanders, Journal of Vacuum Science and Technology, A 7(3) (1989) 2339

137. [Sant95] E. Santer, Comparison of wear and friction measurements of TiN coatings, *Tribologia*, 1 (1995) 7
138. [Sekl88] J. Sekler, P. A. Steinmann, H. E. Hintermann, *Surface and Coatings Technology*, 36 (1988) 519
139. [Siem95] P. Siemroth, B. Schultrich, T. Schülke, *Surface and Coating Technology*, 74-75 (1995) 92
140. [Smol93] J. Smolik, K. Miernik, J. Walkowicz, J. Bujak, *Materiały II Ogólnopolskiej Konferencji „Obróbka powierzchniowa”*, Częstochowa-Kule (1993) 159
141. [Smol95] J. Smolik, J. Walkowicz, J. Bujak, K. Miernik, *Problemy Eksploatacji*, 2(15) (1995) 23
142. [Smol98] J. Smolik, K. Zdunek. *Vacuum*, 51(3) (1998) 441
143. [Soko96] A. Sokołowska, Warstwy twardych wysokociśnieniowych faz: diament, borazon, azotek węgla. Analiza krytyczna, *Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”*, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 396
144. [Spie93] H. –J. Spies, K. Hoeck, E. Broszeit, B. Matthes, W. Herr, *Surface and Coatings technology* 60 (1993) 441
145. [Spro93] W. D. Sproul, M. E. Graham, Ming-Show Wong, P. J. Rudnik, *Surface and Coatings Technology*, 61 (1993) 139
146. [Stoc98] H. –R. Stock, A. Schulz, M. Kopnarski, T. Gross, *Surface and Coatings Technology*, 98 (1998) 918
147. [Stor89] B. Storch, Wzajemne oddziaływanie naroża ostrza i materiału skrawanego, *Prace naukowe Instytutu Technologii Budowy Maszyn Politechniki Wrocławskiej, Seria – monografie 40/8*, Wrocław (1989)
148. [Subr93-1] C. Subramanian, K. N. Strafford, *Wear*, vol. 165 (1993) 85
149. [Subr93-2] C. Subramanian, K. N. Strafford, T. P. Wilks, L. P. Ward, M. A. McPhee, *Surface and Coatings Technology*, 62 (1993) 641
150. [Subr93-3] C. Subramanian, K. N. Strafford, T. P. Wilks, L. P. Ward, W. McMillan, *Surface and Coatings Technology*, 62 (1993) 529
151. [Sue87] J. A. Sue, H. H. Troue, *Surface and Coatings Technology*, 33 (1987) 169
152. [Sue88] J. A. Sue, H. H. Troue, *Surface and Coatings Technology*, 36 (1988) 695
153. [Sułek99] W. Sułek, R. Jedynak, *Inżynieria Powierzchni*, 3 (1999) 29
154. [Stie94] J. Stiegler, S. Laufer, B. Mainz, T. Weber, G. Scharschmidt, *Diamond and Related Materials*, 3 (1994) 1235
155. [Szc97] M. Szczerek, Metodologiczne problemy systematyzacji eksperymentalnych badań tribologicznych. *Biblioteka Problemów Eksploatacji, ITE, Radom* (1997)
156. [Szum94] A. Szummer, *Podstawy ilościowej mikroanalizy rentgenowskiej*, WNT Warszawa (1994)
157. [Taka96] J. Takadom, H. Houmid Bennani, M. Allouard, *Surface and Coating Technology*, 88 (1996) 232
158. [Thor86] J. A. Thornton, *Journal of Vacuum Science and Technology*, A4(6) (1986) 3059
159. [Vanc93] E. Vancoille, J. P. Celis, J. R. Roos, *Wear*, 165 (1993) 41
160. [Vett90] J. Vetter and R. Rochotzki, *Thin Solid Films*, 192 (1990) 253
161. [Vett93] J. Vetter, W. Burgmer, H. G. Dederichs, *Surface and Coatings Technology*, 61 (1993) 209

162. [Vizk94] G. Vizkelethy, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B 89 (1994) 122
163. [Vysk92] J. Vyskočil, J. Musil, Journal of Vacuum Science and Technology, A10(4) (1992) 1740
164. [Walk94] J. Walkowicz, J. Bujak, K. Miernik, J. Smolik, Badania trwałościowe powłok TiN, Ti(C,N), TiC/Ti(C,N)/TiN, Materiały I Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Nowoczesne Technologie w Inżynierii Powierzchni”, Łódź-Spała 20-23.09 (1994) 219
165. [Walk95] J. Walkowicz, K. Miernik, J. Smolik, J. Bujak, Problemy Eksploatacji, 2(15) (1995) 39
166. [Walk96] J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, J. Bujak, Własności przeciwzużyciowych powłok wieloskładnikowych, wielowarstwowych i kompozytowych osadzanych metodą łukową, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 535
167. [Walk97] W. Walkowiak, M. Pancielejko, W. Precht, Metodyka badań tribologicznych przy użyciu testera typu Pin-on-Disk oraz metodą rysy, Materiały VII Szkoły Letniej MIELNO'96 „Modern Plasma Surface Technology”, Wyd. Politechniki Koszalińskiej (1997) 159
168. [Wata97] S. Watanabe, S. Miyake, M. Murakawa, Diamond Films and Technology, 7(2) (1997) 139
169. [Wäns97] O. Wänstrand, R. Fella, N. Axén, Surface and Coatings Technology, 94-95 (1997) 469
170. [Wend99] B. Wendler, Inżynieria Materiałowa, 5 (1999) 506
171. [Wëis97] Z. Wëiss, K. Marshall, Thin Solid Films, 308-309 (1997) 382
172. [Wiec88] K. Wieczorowski, M. Kupczyk, Pękanie jako jedna z postaci zużycia warstewki azotku tytanu na ostrzach narzędzi skrawających ze stali szybko tnących, Materiały II Międzynarodowego Sympozjum Badania Narzędzi Skrawających w Warunkach Laboratoryjnych i Przemysłowych – „Badania Narzędzi'88”, Kraków, Sekcja Podstaw Technologii KBM PAN, Politechnika Krakowska (1988) 223
173. [Wier96] T. Wierzchoń, Metody CVD – kierunki rozwoju, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 214
174. [Will74] R. A. Williams, Journal of Engineering for Industry, November (1974) 1207
175. [Wysi97] M. Wysiecki, Nowoczesne materiały narzędziowe, WNT, Warszawa (1997)
176. [Wysi96] M. Wysiecki, W. Jasiński, A. Biedunkiewicz, Badania metodą AES i XPS powłok TiCN wytwarzanych techniką MT CVD, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Obróbka Powierzchniowa”, Częstochowa-Kule 9-12.10 (1996) 529
177. [Zawa00] A. Zawada-Tomkiewicz, M. Pancielejko, Zużycie ostrzy skrawających z węglików spiekanych pokrytych warstwami typu TiC_xN_{1-x} , Materiały XII Międzynarodowej Szkoły Letniej KOŁOBRZEG '2000 „Modern Plasma Surface Technology”. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (2000) 393
178. [Zdan88] J. Zdanowski, Elektronika, 2 (1988) 3
179. [Zdan00] J. Zdanowski, W. Oleszkiewicz: „Rola jonów w procesach nanoszenia warstw cienkich z fazy gazowej”, Materiały XII Międzynarodowej Szkoły Letniej KOŁOBRZEG '2000 „Modern Plasma Surface Technology”.

- Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, czerwiec (2000) 75
180. [Zhan93-1] N. Zhang, W. Zhai, Y. Wang, A. Wagendristel, *Vacuum*, 44 (1993) 51
181. [Zhan93-2] S. Zhang, W. Zhu, *Journal of Materials Processing Technology*, 39 (1993) 165
182. [Żmij81] J. Żmija, *Podstawy teorii zarodkowania i wzrostu kryształów*, WSIInż. Radom (1981)
- PN-ISO 3685 *Badanie trwałości noży tokarskich punktowych*, wrzesień (1996)
- PN-ISO 3002-1+A1 *Podstawowe pojęcia w obróbce wiórowej i ściernej. Geometria części roboczej narzędzi skrawających. Terminologia ogólna, układy odniesienia, kąty narzędzia i kąty robocze oraz łamacze wióra*, czerwiec (1996)
- PN-96/M-01019 *Wiertła kręte. Terminy i oznaczenia*
- PN-86/M-59601 *Narzędzia do skrawania metali. Wiertła kręte*
- PN-92/M-57767 *Gwintowniki. Podział i terminologia*
- PN-92/M-57800 *Gwintowniki z zarysem szlifowanym do gwintów metrycznych ISO zwykłych i drobnozwojowych z polami tolerancji od 4H do 8H i od 4G do 6G. Tolerancje części roboczej*
- PN-79/M-57802 *Narzędzia do skrawania metali. Gwintowniki do gwintu metrycznego. Wymiary*
- PN-72/M-57803 *Narzędzia do skrawania metali. Gwintowniki do gwintu metrycznego. Rodzaje*