

Politechnika Koszalińska

Wydział Mechaniczny

Andrzej Czyżniewski

**Wpływ dokładności wykonania frezów ślimakowych
na zużycie i trwałość ostrzy pokrytych warstwą azotku tytanu**

Praca doktorska

Promotor:

Prof. dr hab. inż. Wojciech Kacalak

KOSZALIN 1998

Spis treści

Spis ważniejszych oznaczeń	4
1. Wstęp	6
2. Cel pracy	8
3. Stan wiedzy w zakresie tematu pracy	9
3.1. Przyczyny i postaci zużycia ostrzy narzędzi skrawających	9
3.2. Zużycie i trwałość ostrzy frezów ślimakowych	16
3.3. Wpływ parametrów frezowania obwiedniowego na zużycie ostrzy frezów ślimakowych	21
3.4. Trwałość i niezawodność narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami	25
3.5. Metody wytwarzania twardych warstw, w szczególności na narzędziach skrawających	35
3.6. Wytwarzanie warstw metodą rozpylania magnetronowego	42
3.6.1. Podstawy rozpylania magnetronowego	42
3.6.2. Klasyfikacja i budowa magnetronów	46
3.6.3. Rozpylanie reaktywne	48
3.6.4. Krystalizacja warstw, w szczególności w układach rozpylania magnetronowego	54
3.7. Właściwości warstw azotku tytanu wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego	57
3.8. Wnioski z analizy literatury	64
4. Tezy i zakres pracy	66
5. Analiza wpływu dokładności wykonania freza ślimakowego na rozkład obciążenia ostrzy	69
5.1. Analiza obciążenia ostrzy freza ślimakowego	69
5.2. Ocena wpływu wielkości odchyłek parametrów geometrycznych freza ślimakowego na rozkład obciążenia ostrzy	74
5.3. Syntetyczne wskaźniki jakości freza ślimakowego	77
6. Analiza procesu wytwarzania warstw metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego, w szczególności na narzędziach o skomplikowanym kształcie	80

7. Badania procesu wytwarzania i właściwości warstw TiN	85
7.1. Urządzenie do wytwarzania warstw TiN	85
7.2. Parametry i warunki wytwarzania warstw TiN metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego	89
7.3. Procedura wytwarzania warstw TiN	97
7.4. Metody badań właściwości warstw TiN	98
7.4.1. Pomiary grubości	98
7.4.2. Pomiary mikrotwardości	99
7.4.3. Badania adhezji	100
7.4.4. Badania struktury krystalicznej i morfologii przelomów	101
7.4.5. Pomiary właściwości elektrycznych	101
7.5. Wpływ natężenia przepływu azotu na właściwości warstw TiN	102
7.6. Wpływ napięcia polaryzacji podłoża na właściwości warstw TiN	105
7.7. Wnioski dotyczące procedury i parametrów wytwarzania warstw TiN na frezach ślimakowych	110
8. Badania zużycia i trwałości ostrzy frezów ślimakowych	113
8.1. Ocena jakości badanych frezów ślimakowych	113
8.2. Metodyka badań	117
8.3. Rozkłady i zużycie ostrzy frezów ślimakowych w funkcji czasu pracy	118
8.4. Wpływ dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy	132
8.5. Przyrost i rozrzut trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN	139
8.6. Analiza makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN	142
9. Podsumowanie i wnioski	149
10. Literatura	152

Spis ważniejszych oznaczeń

- ρ – rezystywność,
- μHV – mikrotwardość,
- δt – przesunięcie ostrza względem ostrza poprzedniego, wzdłuż osi freza ślimakowego
- 1N, 2N, 3N – frezy ślimakowe nie pokrywane, odpowiednio niskiej, średniej i wysokiej jakości,
- 1TiN, 2TiN, 3TiN – frezy ślimakowe odpowiednio niskiej, średniej i wysokiej jakości, pokryte warstwą TiN,
- a – parametr sieci krystalicznej,
- a_D – szybkość nanoszenia warstwy,
- $a_{zi\ max}$ – maksymalna grubość warstwy skrawanej ostrzem freza ślimakowego,
- d_{hkl} – odległość międzypłaszczyznowa,
- d_{T-S} – odległość target-podłoże,
- F_i – dopuszczalna (w danej klasie) wartość odchyłki parametru geometrycznego dokładności wykonania,
- f_i – rzeczywista wartość odchyłki parametru geometrycznego dokładności wykonania,
- g – głębokość frezowania,
- h_p – wskaźnik stopienia ostrzy freza ślimakowego,
- h_{p1} – wskaźnik zużycia bocznej powierzchni przyłożenia ostrza freza ślimakowego od strony wejścia w zazębienie obróbczo-toczone,
- h_{p2} – wskaźnik zużycia wierzchołkowej powierzchni przyłożenia ostrza freza ślimakowego,
- h_{p3} – wskaźnik zużycia bocznej powierzchni przyłożenia ostrza freza ślimakowego od strony wyjścia z zazębienia obróbczo-toczonego,
- $h_{p1\ max}, h_{p2\ max}, h_{p3\ max}$ – największe szerokości starcia na powierzchniach przyłożenia najbardziej zużywających się ostrzy freza ślimakowego,
- $h_{p1\ sr}, h_{p2\ sr}, h_{p3\ sr}$ – średnia wartość szerokości starcia powierzchni przyłożenia trzech najbardziej zużywających się ostrzy freza ślimakowego,
- I_B – gęstość prądu jonowego podłoża,
- I_C – prąd cewki korekcyjnej magnetronu,
- I_E – prąd elektrody dodatkowej,

- I_{EM} – prąd elektromagnesu magnetronu,
- I_{hkl} – intensywność refleksów promieniowania rentgenowskiego,
- I_M – prąd magnetronu,
- I_{N2} – natężenia przepływu azotu,
- i_r – ilość rowków wiórowych,
- L_c – obciążenie krytyczne,
- l_{zi} – długość drogi pracy ostrza freza ślimakowego,
- m – moduł obrabianego koła,
- P – moc wyładowania magnetronowego,
- p – posuw,
- p_{Ar} – ciśnienie cząstkowe argonu,
- p_c – ciśnienie całkowite,
- p_{N2} – ciśnienie cząstkowe azotu,
- p_r – ciśnienie gazów reszkowych,
- R_f – promień freza ślimakowego,
- R_w – promień wierzchołkowy obrabianego koła,
- R_{wk} – promień wrębów obrabianego koła,
- R_{zi} – odległość wierzchołka ostrza z_i od dna wrębów obrabianego koła,
- S_C – krytyczna szybkość pompowania gazu reaktywnego,
- S_{N2} – szybkość pompowania azotu,
- t – czas pracy freza ślimakowego,
- T – trwałość ostrzy freza ślimakowego,
- T_c – temperatura krytyczna,
- t_p – czas wytwarzania warstwy,
- T_p – temperatura podłoża,
- T_t – temperatura topnienia,
- U_B – napięcie polaryzacji podłoża,
- U_F – napięcie elektrody dodatkowej,
- U_M – napięcie magnetronu,
- W_A – addytywny wskaźnik jakości freza ślimakowego,
- W_i – cząstkowy wskaźnik jakości,
- W_M – multiplikatywny wskaźnik jakości freza ślimakowego,
- z_i – numer ostrza freza ślimakowego.

1. Wstęp

Aktualnie podstawowym sposobem podwyższania właściwości skrawnych ostrzy narzędzi ze stali szybko tnącej jest pokrywanie ich twardymi warstwami, najczęściej warstwą azotku tytanu (TiN).

Badania dotyczące zarówno procesów wytwarzania twardych warstw różnymi metodami PVD (Physical Vapour Deposition), jak również właściwości twardych warstw, prowadzone są od wielu lat w Politechnice Koszalińskiej. Badania właściwości narzędzi skrawających pokrytych warstwą TiN, prowadzone w Środowiskowym Laboratorium Techniki Próźniowej i Katedrze Mechaniki Precyzyjnej, pozwoliły wskazać i naukowo opisać wiele ważnych zagadnień, związanych zarówno z efektywnością wytwarzania twardych warstw różnymi metodami, jak również z wykorzystaniem potencjału obróbkowego narzędzi skrawających pokrytych warstwą TiN.

W niniejszej dysertacji przedstawiono zagadnienia związane z wytwarzaniem warstw TiN zmodyfikowaną metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego oraz problemy dotyczące mechanizmu zużycia ostrzy i trwałości frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN.

W licznych publikacjach przedstawiano wyniki badań opisujące wpływ właściwości twardych warstw, parametrów procesu wytwarzania, właściwości materiału narzędzia oraz parametrów i warunków obróbki na zużycie i trwałość ostrzy. Często jednak nie wyjaśniano przyczyn znacznego zróżnicowania efektów wynikających z pokrywania narzędzi twardymi warstwami. Już wcześniejsze badania autora niniejszej dysertacji wskazywały na to, że przyczyną tego może być nie tylko niestabilność właściwości materiałów narzędzi i przedmiotów obrabianych, ale także, a często przede wszystkim zróżnicowana dokładność wykonania badanych narzędzi. W szczególności dotyczy to narzędzi pokrywanych twardymi warstwami z uwagi na bardziej złożony mechanizm zużywania się ich ostrzy. Znaczny niekiedy rozrzut przyrostu trwałości ostrzy narzędzi skrawających po pokryciu twardymi warstwami wskazuje, że ocena uzyskanych efektów nie jest wystarczająco dokładna, jeżeli nie uwzględni się wpływu zróżnicowania dokładności wykonania narzędzi.

Niedostateczny stan wiedzy o wpływie cech geometrycznych, opisujących dokładność wykonania narzędzi skrawających, na zużycie i trwałość ostrzy, w szczególności pokrytych twardymi warstwami, ogranicza możliwości prognozowania i modelowania procesów zużycia ostrzy oraz racjonalnego doboru narzędzi do pokrywania.

Głównym celem pracy było określenie korelacji pomiędzy dokładnością wykonania frezów ślimakowych (w zakresie jednej klasy dokładności) a przyrostem trwałości ich ostrzy po pokryciu warstwą TiN. Analiza teoretyczna obejmowała określenie wpływu dokładności wykonania freza ślimakowego na rozkład obciążenia ostrzy oraz opracowanie metody oceny zróżnicowania dokładności wykonania frezów ślimakowych.

Zrealizowanie wyżej przedstawionego celu pracy wymagało opracowania powtarzalnej procedury wytwarzania warstw TiN na ostrzach frezów ślimakowych. Do wytwarzania warstw TiN zastosowano metodę stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, przy czym poprzez

modyfikację rozkładu pola magnetycznego magnetronu znacznie obniżono ciśnienie całkowite w porównaniu do zazwyczaj stosowanego w tej metodzie. Dzięki temu zastosowano niższe napięcie polaryzacji podłoża w czasie wytwarzania warstwy TiN oraz spełniono warunki stabilności procesu rozpylania reaktywnego. W efekcie uzyskano możliwość wytwarzania warstw TiN o korzystnych i powtarzalnych właściwościach na narzędziach ze stali szybko tnącej.

Wyniki badań zużycia i trwałości ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN wykazały, że istnieje wyraźna korelacja pomiędzy syntetycznym wskaźnikiem jakości freza ślimakowego a przyrostem trwałości ostrzy po pokryciu warstwą TiN. W szczególności wykazano, że efekty wynikające z zastosowanego pokrycia warstwą TiN są tym większe, im większa jest dokładność wykonania frezów ślimakowych. Ponadto na podstawie analizy makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN stwierdzono, że główną przyczyną większej trwałości ostrzy pokrytych jest ograniczenie zużycia ściernego i adhezyjnego powierzchni przyłożenia. Powyższa analiza wykazała również, że bardzo istotny wpływ na trwałość pokrytych ostrzy mają właściwości materiału narzędzi.

Wyniki badań potwierdziły słuszność przyjętych w pracy tez oraz umożliwiły weryfikację wniosków z rozważań teoretycznych. Rezultaty pracy wskazują również na konieczność opracowania specjalnych zaleceń i norm, dotyczących wymaganej dokładności wykonania narzędzi skrawających, przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami i jednocześnie mogą być pomocne w tym zakresie.

Znaczenie poznawcze pracy polega na tym, że opisano wpływ zróżnicowania dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy. Oznacza to, iż zdefiniowano ważny czynnik wpływający na trwałość narzędzi, szczególnie istotny w przypadku ostrzy pokrytych twardymi warstwami.

Ważnym rezultatem pracy jest opracowanie użytecznej metody oceny dokładności wykonania frezów ślimakowych i innych narzędzi skrawających, która może przyczynić się do racjonalnego doboru narzędzi przeznaczanych do pokrywania twardymi warstwami, a także być pomocna w prognozowaniu zużycia ich ostrzy.

Duże znaczenie poznawcze mają również wyniki badań procesu stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego oraz właściwości warstw TiN, z uwagi na zastosowanie relatywnie niskiego ciśnienia całkowitego w porównaniu do zazwyczaj stosowanego w tej metodzie wytwarzania warstw. Uzyskane rezultaty pozwalają rozszerzyć wiedzę w zakresie reaktywnego rozpylania magnetronowego twardych warstw, zwłaszcza warstw TiN.

Ważnym efektem użytkowym pracy jest opracowanie procedury wytwarzania warstw TiN na narzędziach skrawających ze stali szybko tnącej, która zapewnia uzyskanie znacznego przyrostu trwałości pokrywanych narzędzi i została wprowadzona do praktyki produkcyjnej na skalę póltechniczną. Ponadto znaczna część wyników badań przedstawionych w niniejszej pracy może być pomocna podczas wprowadzania technologii i projektowania urządzeń do wytwarzania twardych warstw na skalę przemysłową.

2. Cel pracy

Poszukiwanie parametrów umożliwiających dokładniejsze prognozowanie zużycia ostrzy, w szczególności narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami, ma duże znaczenie poznawcze i praktyczne.

Celem poznawczym pracy jest określenie wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy, w szczególności po pokryciu warstwą TiN.

Celem poznawczym pracy jest również opracowanie metody umożliwiającej ocenę różnicowania dokładności wykonania frezów ślimakowych, a ogólniej narzędzi skrawających w zakresie jednej klasy dokładności.

Znaczna niekiedy zmienność trwałości ostrzy narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami jest dla użytkownika bardzo niekorzystna, szczególnie w przypadku produkcji masowej i zautomatyzowanej. W związku z powyższym, celem praktycznym pracy jest rozszerzenie podstaw racjonalnego doboru narzędzi skrawających przeznaczanych do pokrywania twardymi warstwami.

Efekty użytkowe, wynikające z pokrywania narzędzi twardymi warstwami, zależą w dużym stopniu od właściwości twardych warstw, właściwości układu warstwa-podłoże, ale także od cech zastosowanej metody pokrywania.

Kolejnym celem pracy jest zatem opracowanie takiej procedury, która umożliwi uzyskanie warstw TiN o wysokiej twardości i adhezji oraz równomiernym rozkładzie grubości na ostrzach frezów ślimakowych i jednocześnie zapewni dużą powtarzalność procesów wytwarzania warstw. Celem poznawczym jest określenie właściwości warstw TiN wytwarzanych metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronego, gdy zastosuje się niższe ciśnienie całkowite w porównaniu z zazwyczaj stosowanym w tej metodzie. Natomiast celem praktycznym jest optymalizacja parametrów procesu stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronego, pozwalająca na uzyskanie warstw TiN o pożądanym i powtarzalnym właściwościach na narzędziach skrawających ze stali szybko tnącej, w szczególności na frezach ślimakowych.

3. Stan wiedzy w zakresie tematu pracy

Analiza literatury dotyczącej tematu pracy obejmowała zagadnienia związane ze zużyciem i trwałością narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami oraz z wytwarzaniem twardych warstw na narzędziach skrawających, w szczególności metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego.

W analizie przyczyn zużycia ostrzy frezów ślimakowych szczególną uwagę zwrócono na te czynniki, które mają największy wpływ na rozkład obciążenia ostrzy.

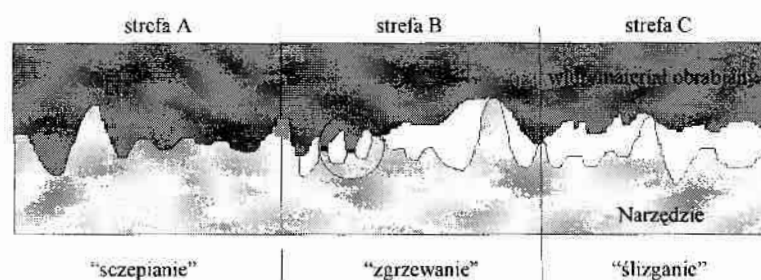
W analizie trwałości i niezawodności narzędzi skrawających pokrytych twardymi warstwami, w szczególności warstwą TiN, wskazano czynniki wpływające na właściwości układu warstwa-podłoże, a w efekcie determinujące trwałość pokrywanych narzędzi.

W zakresie wytwarzania twardych warstw, w szczególności warstw TiN otrzymywanych metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, dokonano szczegółowej analizy czynników, które w największym stopniu wpływają na właściwości warstw oraz na stabilność i powtarzalność procesów wytwarzania.

3.1. Przyczyny i postaci zużycia ostrzy narzędzi skrawających

Szybki rozwój obróbki skrawaniem zapewniający zwiększanie dokładności, wydajności i niezawodności procesu wynika przede wszystkim z dużych osiągnięć inżynierii materiałowej [Dar194, Ocz095, Dar196] i inżynierii powierzchni [Bura95] oraz ze znacznych postępów w badaniach, modelowaniu i diagnozowaniu procesów skrawania [Stor89, Kaca94, Jemi96, Dar197]. Nowe materiały narzędziowe oraz nowoczesne konstrukcje obrabiarek spowodowały znaczną intensyfikację procesów skrawania z jednej strony, a z drugiej problemy z odprowadzeniem zwiększonej ilości wiórów oraz skróceniem okresów trwałości ostrzy narzędzi skrawających. Problemy te są głównymi przyczynami zakłóceń procesu skrawania, stąd badania przyczyn i postaci zużycia ostrzy narzędzi skrawających mają bardzo istotne znaczenie.

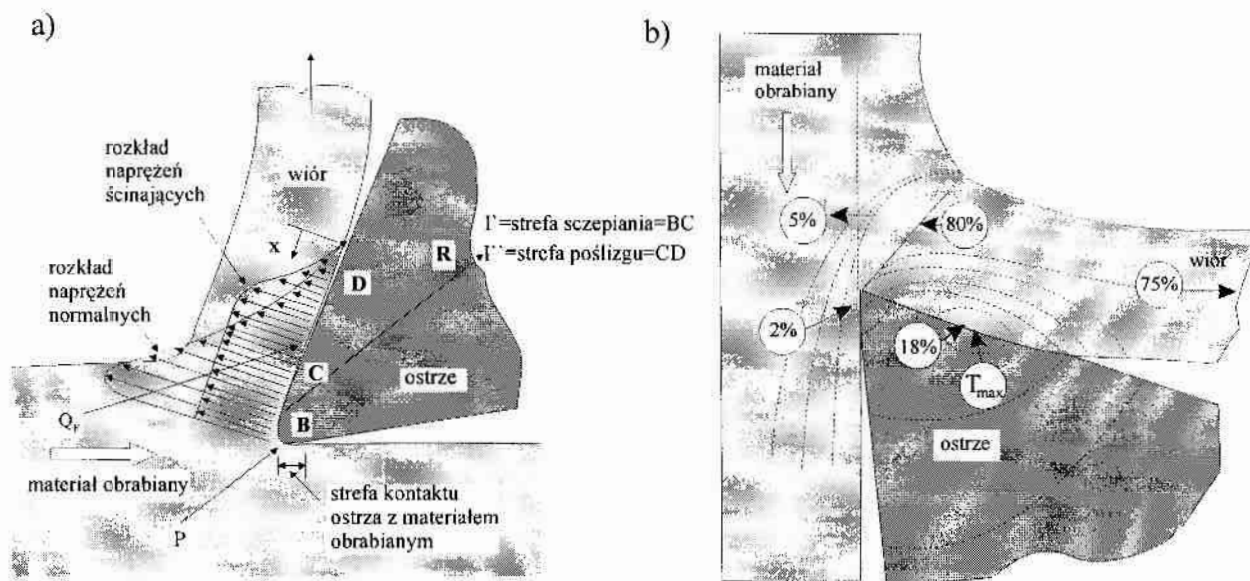
W proponowanych modelach mechanizmów zużycia ostrzy narzędzi skrawających ze stali szybko tnącej, wyróżnia się trzy [Högl76] lub nawet sześć [Kody84] podstref kontaktu ostrza z materiałem obrabianym.



Rys. 1. Strefy oddziaływania ostrza i materiału obrabianego [Högl76]

Według badań przedstawionych w pracy [Högl76] w podstrefie A (rys.1) zachodzi adhezyjne oddziaływanie przedmiotu obrabianego lub wióra na ostrze. Zachodzi tu głównie zużycie adhezyjne i dyfuzyjne. W strefie B wskutek wysokiej temperatury występującej na ostrzach nierówności dochodzi do zużycia poprzez wrywanie szepionych elementów materiału ostrza, mikropęknięcia, topnienie i utlenianie materiału ostrza. W strefie tej występuje również zużycie dyfuzyjne i ściernie. W strefie C, gdzie istotną rolę odgrywa tarcie, występuje przede wszystkim zużycie ściernie oraz w mniejszym stopniu dyfuzyjne i chemiczne.

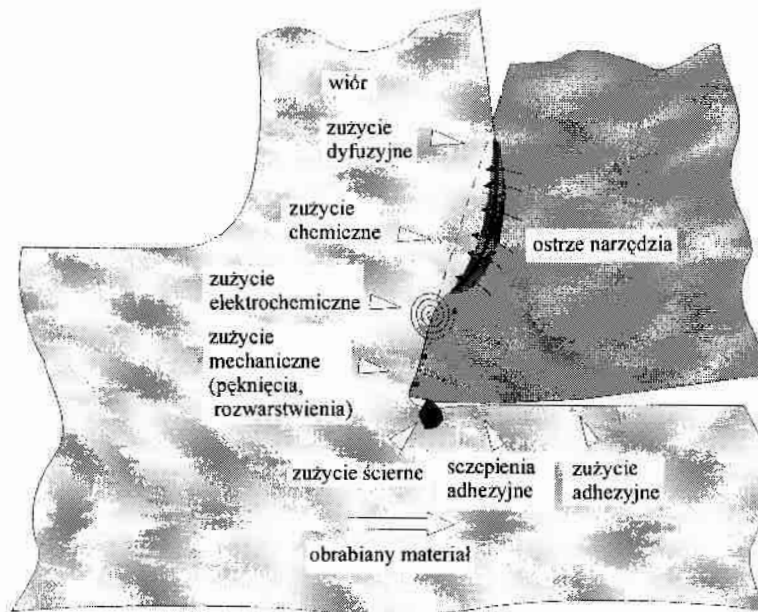
Istotną rolę w procesie zużycia może odgrywać również tzw. zużycie ciągłe [Söde86], polegające na usuwaniu atomów materiału ostrza wyłącznie z jego powierzchni poprzez spływający wiór. Zużycie to występuje już w warunkach niewielkich obciążeń ostrza, tzn. dla niskich posuwów i prędkości skrawania. Z reguły jednak zużycie ostrzy narzędzi skrawających przebiega w warunkach szczególnie dużych nacisków jednostkowych oraz w wysokiej temperaturze powierzchni natarcia i przyłożenia. W związku z tym proces zużywania się ostrzy ma charakter złożony, co jest spowodowane kumulacją skutków oddziaływań mechanicznych (rys.2a), cieplnych (rys.2b) oraz zjawisk tarcia, dyfuzji, adhezji i utleniania [Kawa80, Dmoc83, Kody84, Söde86, Lux86, Quin88, Holm93, Lim93, Lim93-1].



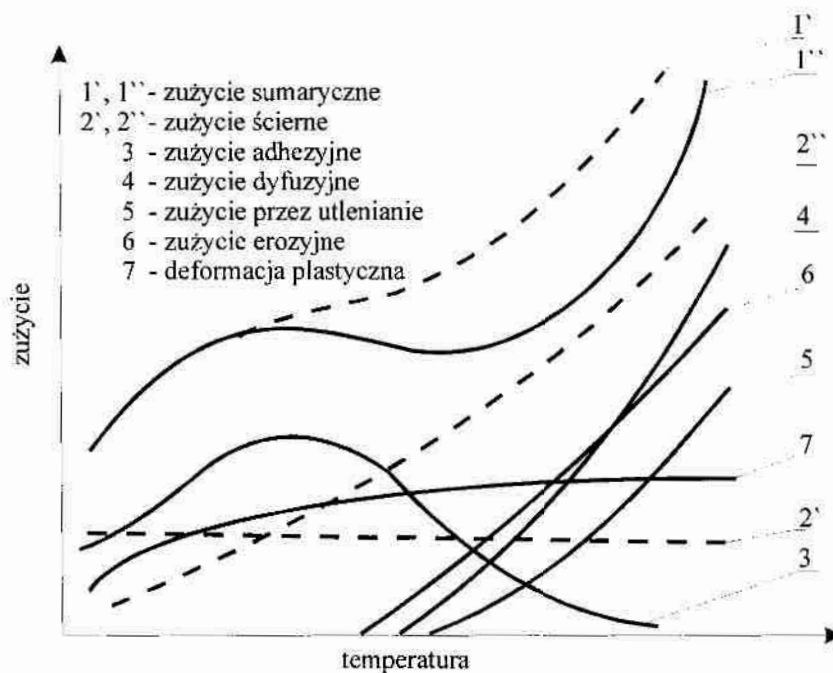
Rys.2. Obciążenie ostrza: a)-mechaniczne [Holm93], b)-cieplne [Lux86]

Udział poszczególnych przyczyn zużycia oraz intensywność zużycia ostrza skrawającego zależą od: parametrów obróbki, właściwości płynu obróbkowego, właściwości materiałów przedmiotu obrabianego i ostrza narzędzia, charakteru pracy narzędzia (np.: nieciągłość, zmienność obciążeń), sztywności układu technologicznego. Zużycie ostrza, zależne od tak wielu czynników, może przyjmować różne postaci: zużycie mechaniczne (wytrzymałościowe – wykruszenia, wyłamania, odkształcenie plastyczne oraz zużycie ściernie), adhezyjne, dyfuzyjne i cieplne oraz chemiczne (rys.3). Badania procesów zużycia ostrzy narzędzi skrawających wskazują, że

w przeważającej liczbie przypadków, przedstawione powyżej postaci zużycia są wzajemnie zależne, choć ich nasilenie zależy od warunków obróbki. Niektóre procesy zużycia mogą występować dopiero podczas obróbki z dużymi prędkościami skrawania. W wysokiej temperaturze obserwuje się jednocześnie występowanie wszystkich wymienionych postaci zużycia (rys.4).



Rys.3. Procesy zużycia zachodzące w strefie kontaktu ostrza z materiałem obrabianym [Holm93]

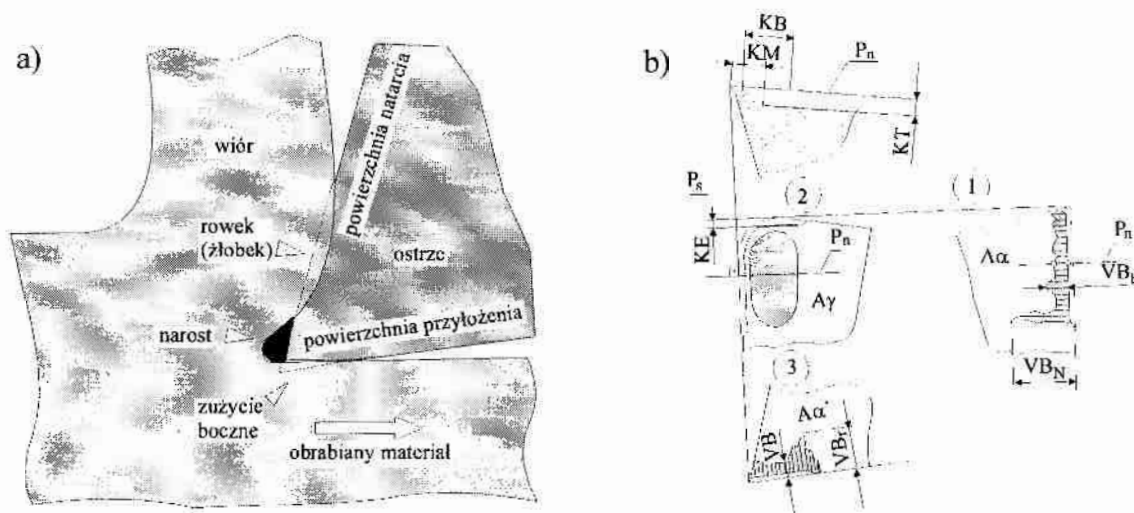


Rys.4. Udział poszczególnych postaci zużycia ostrzy w zależności od temperatury [Kody84]

W zakresie małego obciążenia ostrza, gdy temperatura jest niewysoka, największy udział w zużyciu ostrzy narzędzi skrawających wykonanych ze stali szybko tnącej ma zużycie ściernie i adhezyjne. Dla wysokich lub trudnych (małe kąty przyłożenia, skrępowanie wióra) parametrów obróbki istotną rolę zaczynają odgrywać procesy dyfuzji, erozji oraz odkształcenia i zmiany

strukturalne w wierzchniej warstwie materiału ostrza. Prowadzi to do odkształceń plastycznych wierzchniej warstwy materiału ostrza, a w konsekwencji do szybkiej utraty właściwości skrawanych i zniszczenia ostrza.

W zależności od parametrów i warunków obróbki zużycie ostrza może występować głównie na powierzchni natarcia, jednocześnie na powierzchni natarcia i przyłożenia lub głównie na powierzchni przyłożenia (rys.5). Zużycie powierzchni przyłożenia uwidacznia się w postaci starcia



Rys.5. Objawy i wskaźniki zużycia ostrza:

a) – strefa kontaktu ostrza z materiałem obrabianym, b) – wskaźniki zużycia ostrza

i zaokrąglenia krawędzi skrawającej. Gdy zużycie powierzchni przyłożenia jest duże, obserwuje się znaczny wzrost sił skrawania oraz wyraźny wzrost chropowatości obrabianej powierzchni. Zużycie powierzchni natarcia, między innymi z powodu często wstępującego narostu (rys.5a), objawia się w postaci rowka (żłobka) w miejscu zetknięcia wióra w pewnej odległości od krawędzi skrawającej. Wymiary tego rowka wzrastają z upływem czasu skrawania, powodując zbliżanie się rowka do krawędzi ostrza. Krawędź skrawająca staje się coraz słabsza i po pewnym czasie następuje jej wykruszenie, co prowadzi do zniszczenia ostrza.

Przebieg zużycia ostrza z reguły składa się z trzech etapów, w których szybkość zużycia jest znacznie zróżnicowana. W pierwszym krótkotrwałym etapie występuje duża szybkość zużycia, wynikająca z docierania się trących powierzchni. Drugi etap to okres, w którym szybkość zużycia jest umiarkowana. Jest to zasadniczy okres determinujący trwałość ostrza. W trzecim etapie szybkość zużycia zaczyna ponownie wzrastać i dłuższa praca w tym okresie trwałości ostrza może doprowadzić do uszkodzenia narzędzia. W związku z powyższym istotny jest wybór właściwego wskaźnika stępienia ostrza, po zmianach którego można by sądzić o właściwościach skrawanych ostrza. W praktyce, w przypadku obróbki toczeniem najczęściej stosowanym wskaźnikiem stępienia jest głębokość rowka na powierzchni natarcia, natomiast podczas obróbki frezowaniem – szerokość starcia na głównej powierzchni przyłożenia. Wybór określonej wartości wskaźnika stępienia zależy

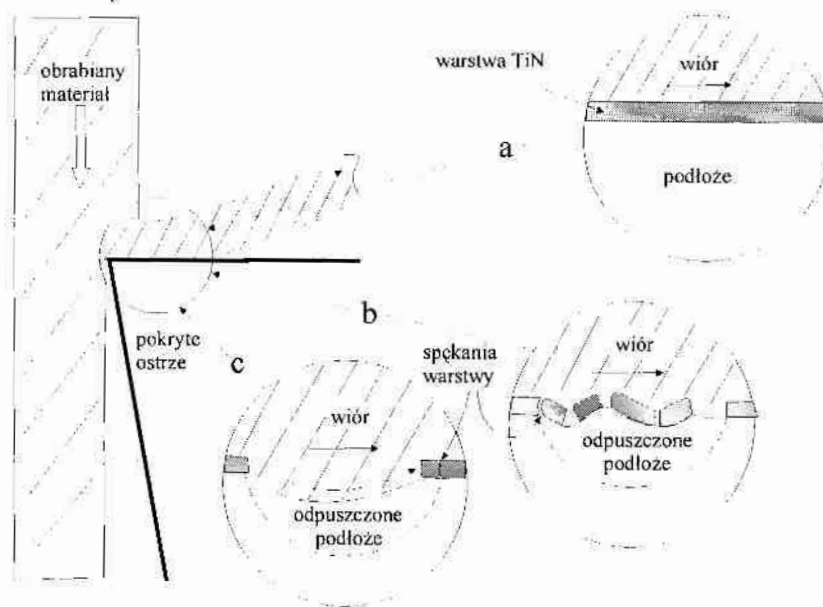
od właściwości materiału ostrza i materiału obrabianego, wymaganej dokładności i chropowatości przedmiotu obrabianego, parametrów obróbki oraz od rodzaju narzędzia.

Przedstawione wyżej zagadnienia dotyczyły narzędzi ze stali szybko tnącej nie pokrywanych twardymi warstwami. W przypadku narzędzi skrawających ze stali szybko tnącej, pokrytych twardymi warstwami typu TiN, TiCN i TiAlN (najczęściej obecnie stosowanymi), przyczyny i postaci zużycia ostrzy są praktycznie takie same jak dla narzędzi nie pokrywanych, ale mechanizm zużycia jest bardziej złożony. Badania mechanizmu zużycia ostrzy narzędzi ze stali szybko tnącej, pokrytych twardą warstwą są mniej liczne (w porównaniu z narzędziami nie pokrywanymi), ale wiele ważnych zagadnień z tego zakresu przedstawiono w pracach [Kram80, ElBi86, Spro86, Spro87, Fens88, Hede90, Spur90, Kara96].

Generalnie, wyższa odporność na zużycie ostrzy narzędzi skrawających ze stali szybko tnącej, pokrytych twardymi warstwami, wynika z takich właściwości twardych warstw jak: bardzo wysoka mikrotwardość i odporność na ścieranie, wysoka stabilność chemiczna (głównie wysoka odporność na utlenianie), wysoka odporność na obciążenia dynamiczne oraz niski współczynnik tarcia w stosunku do wielu obrabianych materiałów. Bardzo istotne znaczenie ma również dużo mniejsza skłonność azotków i węglików metali przejściowych do szepiania adhezyjnego z większością obrabianych materiałów.

Pierwsze badania mechanizmu zużycia ostrzy płytek wieloostrowych wykonanych ze stali szybko tnącej, pokrytych warstwą TiN wykazały, że wolniejsze zużywanie się ostrzy spowodowane jest szybszym powstawaniem mikronarostu w porównaniu z ostrzami bez twardej warstwy [ElBi86]. Powoduje to z kolei ograniczenie zużycia powierzchni przyłożenia. Ponadto stwierdzono, że długość strefy kontaktu wióra z powierzchnią natarcia jest mniejsza w przypadku ostrza pokrytego twardą warstwą, co powoduje ograniczenie obciążenia cieplnego ostrza [ElBi86, Hede90].

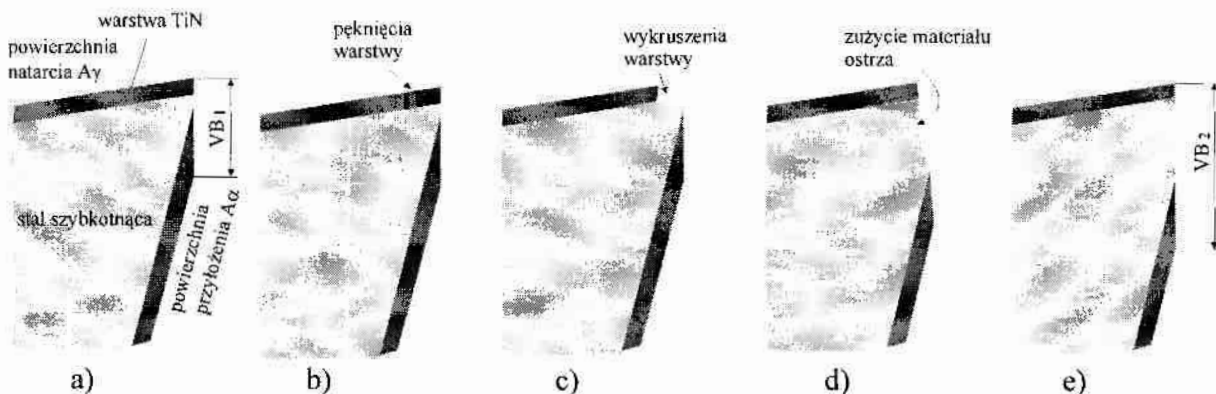
Jeden z pierwszych modeli zużycia ostrzy pokrytych twardą warstwą zakładał, że głównymi przyczynami zużycia jest zużycie ściernie oraz zużycie poprzez rozpuszczanie chemiczne [Kram80]. Model ten jednak został zaproponowany w oparciu o badania pokrytych płytek wieloostrowych wykonanych z węglików spiekanych i nie uwzględniał możliwości wystąpienia odkształcenia plastycznego materiału ostrza. W przypadku narzędzi ze stali szybko tnącej, pokrytych twardą warstwą, odkształcenie plastyczne materiału ostrza, będące efektem spadku twardości wskutek wysokiej temperatury w strefie skrawania, w wielu przypadkach odgrywa decydującą rolę [Fens86, Spro86, Spro87, Fens88]. Istotne znaczenie w procesie zużycia ostrzy pokrytych twardą warstwą mają również zjawiska pęknięcia i złuszczenia się warstwy związane z wyżej wspomnianym odkształceniem plastycznym lub niedostateczną adhezją warstwy [Spro86, Fens86, Spro87, Quin88]. Mechanizm zużycia ostrza pokrytego twardą warstwą, w warunkach znacznego obciążenia ostrza (toczenie z prędkością $v=100$ m/min, bez płynu obróbkowego) przedstawiono na rys.6.



Rys.6. Mechanizm zużycia ostrza ze stali szybko tnącej, pokrytego warstwą TiN, w warunkach toczenia z prędkością skrawania $v=100$ m/min i bez płynu obróbkowego [Fens88]

W początkowym okresie skrawania (rys.6-a) temperatura w strefie kontaktu jest wystarczająco niska i nie powoduje obniżenia twardości materiału ostrza. Wiór sływa po powierzchni warstwy (TiN) powodując jej ścieranie i rozpuszczanie chemiczne. Po pewnym czasie duża ilość ciepła generowana w wyniku ścinania i deformacji wióra powoduje wzrost temperatury w strefie kontaktu, co prowadzi do odpuszczania i obniżenia twardości materiału ostrza, a następnie do odkształcenia plastycznego (rys.6-b). Efektem odkształcenia plastycznego materiału ostrza jest pęknięcie i wykruszanie warstwy, co prowadzi do całkowitego jej usunięcia w części strefy kontaktu ostrza i materiału obrabianego (rys.6-c). Dalszy proces zużycia jest wynikiem odpuszczania coraz głębszych warstw materiału ostrza i zużycia adhezyjnego oraz pęknięcia i wykruszania warstwy, głównie w wyniku zahaczania przez sływający wiór. Późniejsze badania [Kara96] pokazały, że nawet dla stosunkowo łagodnych parametrów toczenia ($v=35$ m/min, płyn obróbkowy) mechanizm zużycia wynikający z odpuszczania materiału ostrza ma również istotne znaczenie.

Nieco inny mechanizm zużycia wykazują pokryte ostrza narzędzi do obróbki frezowaniem (rys.7) [Spur90].



Rys.7. Etapy zużycia ostrza pokrytego warstwą TiN (podczas frezowania) [Spur90]

Wynika to ze znacznie mniejszego obciążenia cieplnego ostrza. Głównymi postaciami zużycia jest ścieranie, pękanie i wykruszanie warstwy (rys.7a, b i c) oraz ściernie i adhezyjne zużycie materiału ostrza (rys.7d).

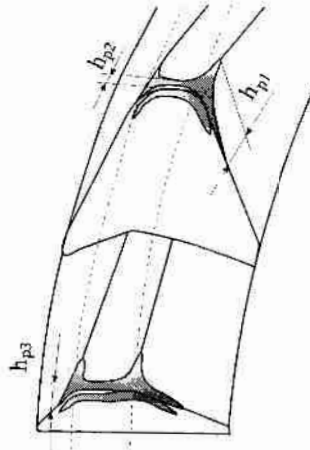
Oddzielną grupę badań, bardzo pomocną w prognozowaniu i podczas interpretacji zużycia ostrzy narzędzi pokrywanych twardymi warstwami, są badania tribologiczne [Habi86, Hode89, Arne90, Habi93, Hogm94, Celi95, Hogm97]. Między innymi wyniki badań tribologicznych właściwości stali szybko tnącej pokrytej warstwą TiN potwierdziły, że głównymi mechanizmami zużycia pokrytych ostrzy narzędzi jest ścieranie oraz pękanie i wykruszanie warstwy na skutek odpuszczania i odkształcenia plastycznego materiału podłoża [Hede89, Hede90]. Prognozując przydatność różnych warstw wskazano na: warstwy TiC i Al_2O_3 jako najbardziej odpowiednie do obróbki austenitycznej stali nierdzewnej [Hogm97], warstwy CrN do wiercenia długich otworów w miedzi [Hogm97], warstwy TiAlN do obróbki na sucho w podwyższonej temperaturze [Han91], natomiast warstwy diamentowe i diamentopodobne do obróbki aluminium i jego stopów [Hogm97].

Reasumując można stwierdzić, że w przypadku narzędzi ze stali szybko tnącej pokrywanych twardymi warstwami dominującymi postaciami zużycia są: zużycie ściernie oraz pękanie i wykruszanie fragmentów warstwy, związane z odkształceniem plastycznym materiału ostrza i/lub z niewystarczającą adhezją warstwy. Ponadto istotne znaczenie ma zużycie ściernie, adhezyjne i dyfuzyjne materiału ostrza, gdyż przez znaczną część okresu trwałości ostrza w strefie kontaktu z materiałem obrabianym występuje stan pośredni, w którym część ostrza pozbawiona jest już warstwy. Zagadnienia związane z wpływem różnych czynników na zużycie i trwałość ostrzy narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami, w szczególności warstwą TiN, obszernie przedstawiono w rozdziale 3.4.

Głównym celem badań mechanizmów zużycia narzędzi jest określenie wpływu różnych warunków i parametrów obróbki na trwałość, a szczególnie na zmienność trwałości narzędzi. Wykorzystanie bowiem potencjału obróbkowego narzędzi jest tym mniejsze, im większa jest zmienność ich trwałości. Wynika to głównie z faktu niewielkiego jeszcze zastosowania metod ciągłego diagnozowania stanu ostrza i w związku z tym statystycznego określania trwałości narzędzi. Poznanie i określenie wpływu możliwie dużej liczby czynników determinujących trwałość narzędzi pozwala na opracowanie coraz dokładniejszych modeli zużycia ostrzy narzędzi skrawających [Lim93, Lim93-1, Kows91, Kaca93, Lim95]. Analiza takich modeli może w znacznym stopniu ułatwić podjęcie decyzji dotyczących wyboru takich parametrów i warunków obróbki, które umożliwiają zachowanie właściwych proporcji między wydajnością procesu obróbki a efektywnością wykorzystania narzędzia.

3.2. Zużycie i trwałość ostrzy frezów ślimakowych

Zużycie ostrzy frezów ślimakowych, jak i innych narzędzi do obróbki wiórowej, charakteryzuje się starciem na powierzchniach przyłożenia oraz żłobkiem na powierzchni natarcia. Na rys.8 przedstawiono typowy obraz zużycia ostrza freza ślimakowego.

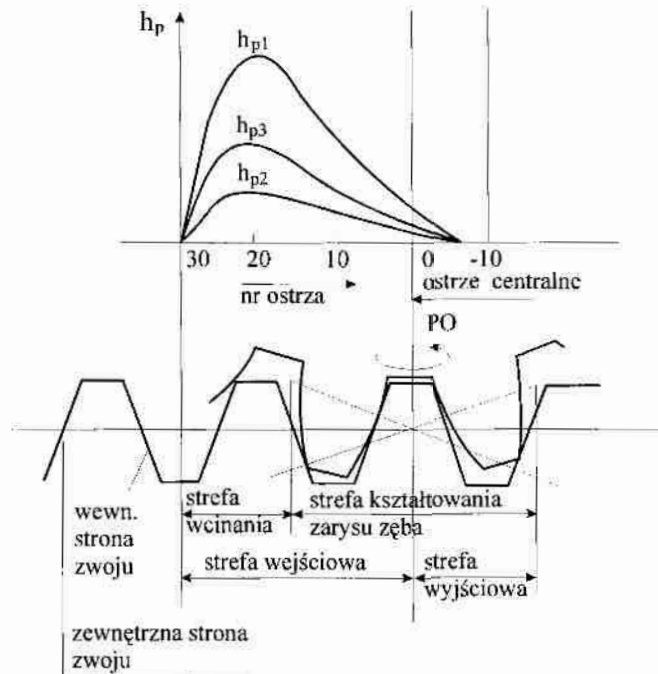


Rys.8. Zużycie ostrzy freza ślimakowego

Zużycie ostrza freza ślimakowego jest nierównomierne wzdłuż krawędzi skrawającej i jednocześnie szerokość powierzchni starcia na powierzchniach przyłożenia jest znacznie zróżnicowana. Największe szerokości starcia h_{p1} i h_{p3} (rys.8) występują na powierzchniach przejściowych między wierzchołkową a bocznymi powierzchniami przyłożenia. Są one 3÷4 razy większe od wielkości starcia h_{p2} na wierzchołkowej powierzchni przyłożenia. Zużycie powierzchni natarcia charakteryzuje się tworzeniem żłobka, który najczęściej występuje równoległe do głównej krawędzi skrawającej, niekiedy tylko w prawym lub lewym narożu powierzchni natarcia. Głębokość żłobka jest z reguły niewielka (0,05÷0,06 mm), jednak podczas obróbki z wysokimi prędkościami skrawania może osiągnąć wartości większe i stanowić kryterium zużycia [Opit70].

Analiza czynników wpływających na zużycie ostrza freza ślimakowego jest trudna ze względu na złożoność kinematyczną procesu frezowania obwiedniowego i złożoną stercometrię narzędzia. Wyniki badań przedstawione w pracach [Kiep59, Hoff71, Karp77] wskazują, że przyczynami intensywnego zużycia ostrza freza ślimakowego na powierzchniach przejściowych (na narożu ostrza - rys.8) są: skrawanie krzywoliniową w tej strefie krawędzią ostrza [Hoff71], tworzenie się pasemkowego wgłębienia o zerowym kącie przyłożenia [Hoff71] i mały boczny kąt przyłożenia [Kiep59]. Ważną przyczyną szybkiego zużywania się strefy przejściowej powierzchni przyłożenia jest hamowanie sływu wióra z tej strefy przez wióry tworzone bocznymi krawędziami ostrza [Karp77]. Jest to ponadto przyczyną większej podatności do tworzenia i zrywania narostu, którego fragmenty intensywnie ścierają powierzchnię przyłożenia w tym miejscu [Taku77].

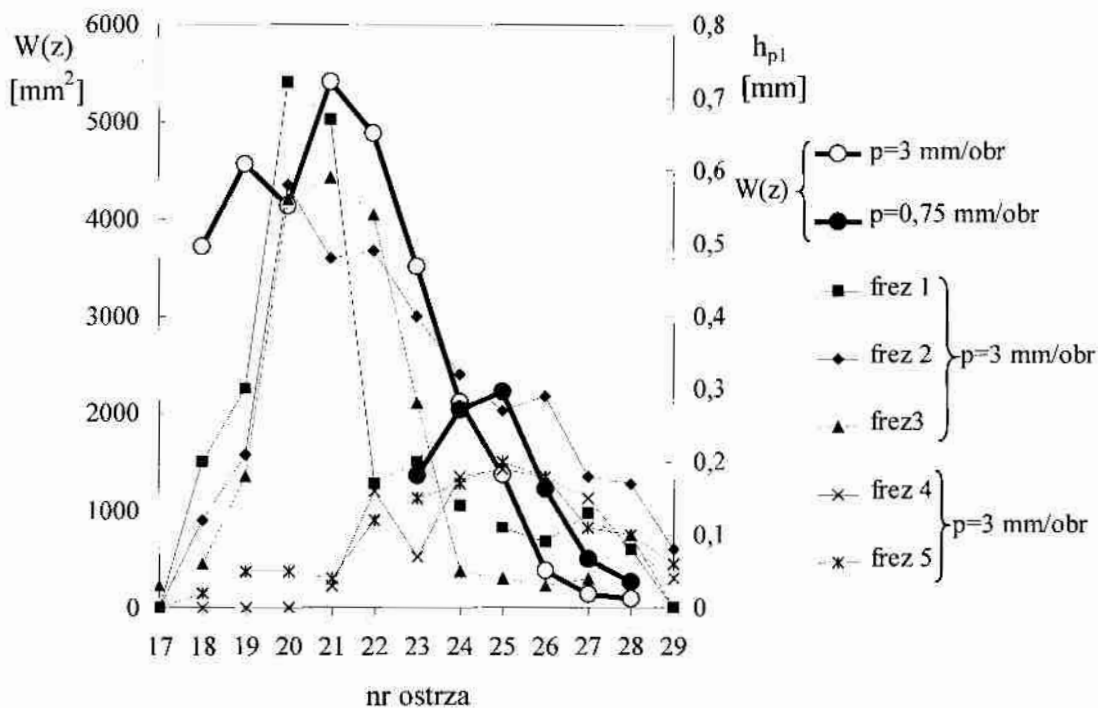
Zużycie kolejnych ostrzy freza jest nierównomierne, a największa szerokość starcia występuje na zaledwie kilku ostrzach. Typowy rozkład zużycia ostrzy freza ślimakowego przedstawiono na rys.9, na którym wskazano ponadto charakterystyczne strefy zazębienia obróbczo-tocznego oraz najczęściej stosowany system numeracji ostrzy freza ślimakowego.



Rys.9. Rozkład zużycia ostrzy freza ślimakowego [Hoff71]

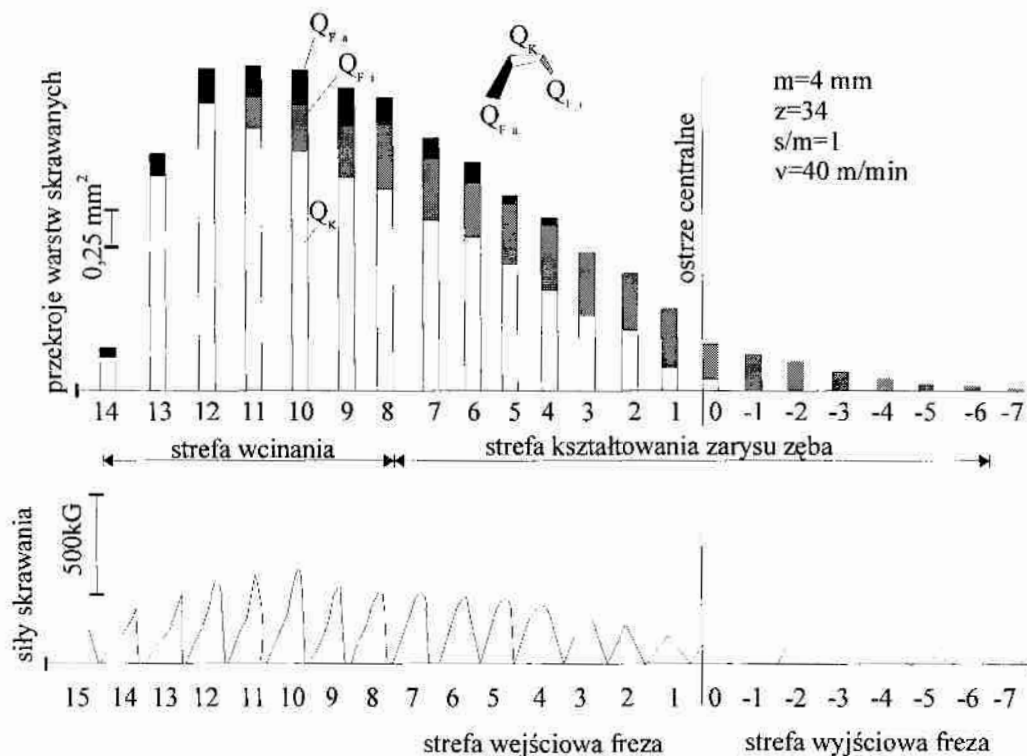
Zgodnie z wykresami przedstawionymi na rys.9 oraz danymi przedstawionymi w pracy [Karp77], w zdecydowanej większości ostrzy frezów ślimakowych szerokość starcia h_{p1} od strony wejścia w zazębienie obróbczo-toczone jest większa od szerokości starcia h_{p3} od strony wyjścia z zazębienia obróbczo-tocznego. Nierównomierne zużycie ostrzy freza ślimakowego wynika ze zróżnicowanego ich obciążenia. Przyczyną nierównomiernego obciążenia jest zróżnicowanie objętości warstw skrawanych kolejnymi ostrzami freza, zależnymi od położenia względem ostrza centralnego, długości dróg pracy ostrza, przekrojów i grubości warstw skrawanych kolejnymi ostrzami zmieniającymi się na długości pracy inaczej dla każdego z ostrzy oraz długości czynnych krawędzi skrawających poszczególnych ostrzy [Lite71, Karp77].

Szeroką analizę czynników wpływających na obciążenie ostrza freza ślimakowego przedstawiono w pracy [Karp77]. Zaproponowany wskaźnik obciążenia ostrzy freza ślimakowego, ujmujący w sposób syntetyczny obciążenie mechaniczne ostrza oraz czas jego pracy, dobrze charakteryzuje to obciążenie z uwagi na zużycie ostrzy (rys.10). Szczególnie dokładnie można na jego podstawie wyznaczyć numer ostrza, którego zużycie będzie największe. Zdaniem autorów pracy [Karp77] podczas frezowania jednoprzęściowego, gdy głębokość frezowania jest równa wysokości zębów obrabianego koła, największe zużycie występuje na ostrzach rozpoczynających kształtowanie wrębu.



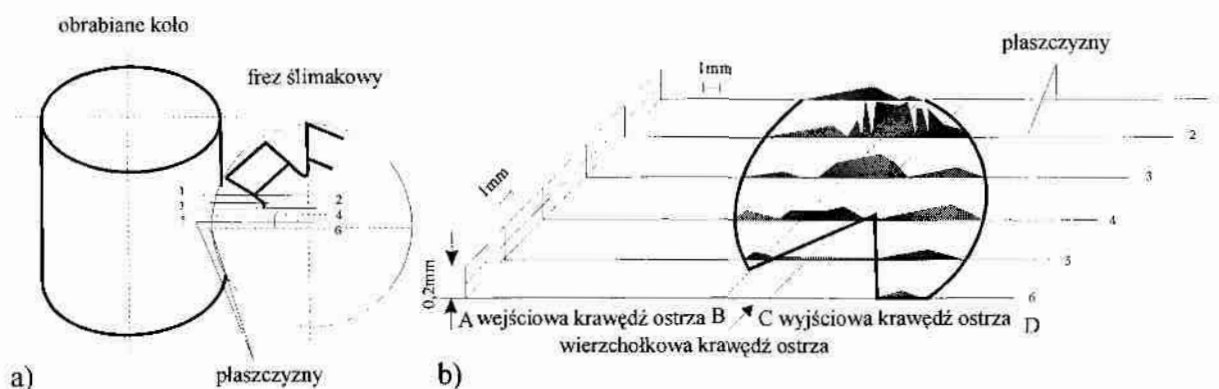
Rys. 10. Porównanie rozkładu wskaźnika obciążenia i zużycia ostrzy [Karp77]

Rozkład przekrojów warstw skrawanych kolejnymi ostrzami freza ślimakowego i odpowiadających mu sił skrawania (rys.11) zdaniem autora pracy [Schm80] również wskazuje, że największe zużycie występuje na ostrzach freza ślimakowego w strefie wcinania.



Rys. 11. Przekroje warstw skrawanych ostrzami freza ślimakowego i odpowiadające im siły skrawania [Schm80]; m – moduł, z – ilość zębów frezowanego koła, s/m – stosunek posuwu do modułu, v – prędkość skrawania

Matematyczne modelowanie [Sulz74] procesu frezowania obwiedniowego umożliwia określenie zmian przekrojów warstwy skrawanej w kolejnych fazach kontaktu ostrza z materiałem obrabianym. Zaproponowana metoda obliczeniowa pozwala uzyskać graficzny obraz zmian przekrojów warstwy skrawanej, umożliwia ponadto określenie formy wióra skrawanego ostrzem freza ślimakowego (rys.12). Przeprowadzanie analiz przedstawionych na rys.12 dla wszystkich ostrzy freza ślimakowego uczestniczących w skrawaniu pozwala uzyskać pełny obraz przekrojów i form wiórów powstających w kolejnych fazach obróbki wrębu obrabianego koła [Bouz81].



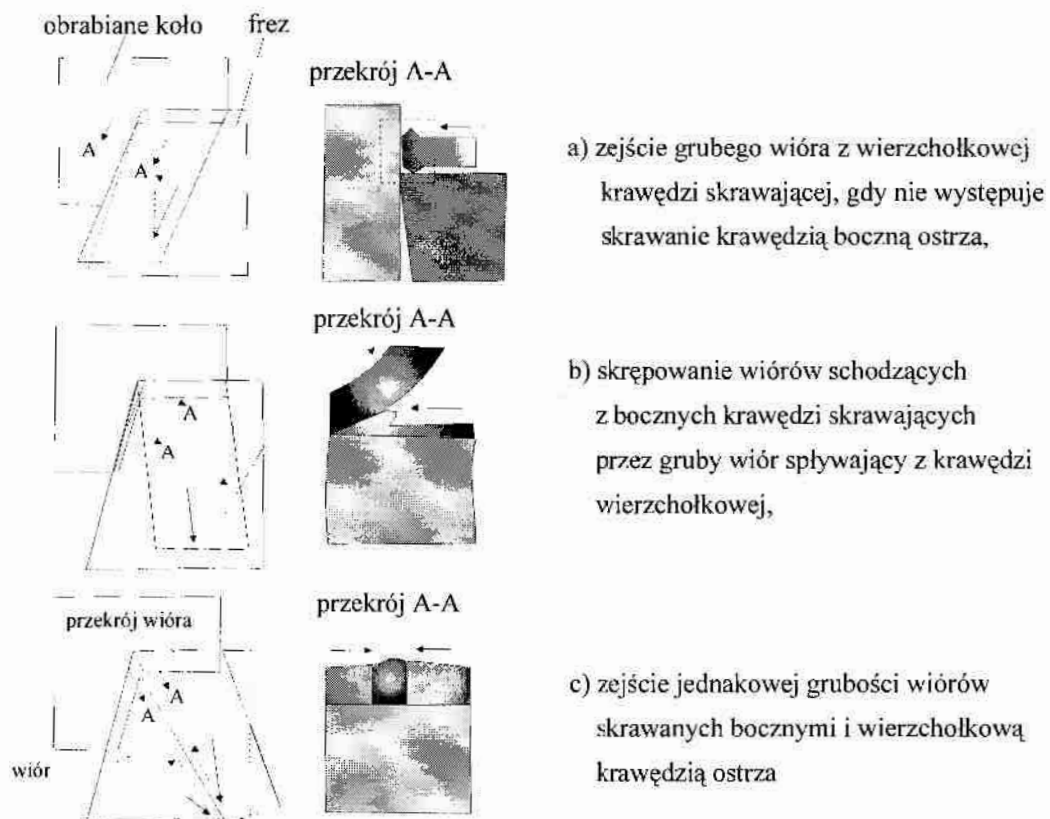
Rys.12. Obliczeniowa metoda określania przekrojów warstwy skrawanej ostrzem freza ślimakowego [Sulz74]:

- a)-sposób wyboru kolejnych płaszczyzn na drodze skrawania ostrza,*
- b)-przekroje warstw skrawanych odpowiadające kolejnym płaszczyznom*

Na podstawie otrzymanych danych (wykresów) można wnioskować o stopniu obciążenia nie tylko kolejnych ostrzy, ale również poszczególnych części krawędzi skrawającej każdego ostrza freza ślimakowego [Sulz74]. Zdaniem autora pracy [Sulz74] analiza geometrii warstw skrawanych oraz wiórów powstających w procesie frezowania obwiedniowego potwierdza wyniki wielu badań, szczególnie to, że największe zużycie ostrza freza ślimakowego występuje na przejściu między boczną a wierzchołkową powierzchnią przyłożenia. Z analizy tej wynika również, że nie występuje prosta zależność między grubością warstwy skrawanej a zużyciem krawędzi skrawającej ostrza freza ślimakowego.

W czasie skrawania na krawędzi przejściowej ostrza freza ślimakowego następuje spiętrzenie obciążenia mechanicznego i cieplnego, spowodowanego procesami deformacji wióra. Typ i stopień deformacji zależą od stopnia zróżnicowania grubości wiórów spływających z różnych krawędzi skrawających ostrza freza ślimakowego [Bouz76, Köni77, Bouz81]. Na rys.13 schematycznie przedstawiono trzy charakterystyczne dla procesu frezowania obwiedniowego typy deformacji wióra, które w sposób istotny wpływają na wielkość i geometrię zużycia strefy przejściowej krawędzi skrawającej ostrza freza ślimakowego. W przypadkach przedstawionych na rys.13a i c wzajemne oddziaływanie wióra skrawanego krawędzią wierzchołkową z boczną powierzchnią obrabianego zęba (rys.13a) lub wiórów o jednakowych grubościach skrawanych

wierzchołkową i boczną krawędzią skrawającą ostrza (rys.13c) powoduje, że obciążenie mechaniczne i cieplne strefy przejściowej jest mniejsze niż w przypadku pokazanym na rys.13b.



Rys.13. Typy deformacji wiórów, spowodowane skrępowaniem wiórów spływających z różnych części krawędzi skrawającej ostrza podczas frezowania obwiedniowego [Bouz81]

Szczególnie niekorzystne warunki pracy w strefie przejściowej krawędzi skrawającej ostrza występują, gdy grubość wióra skrawanego wierzchołkową krawędzią ostrza jest większa od grubości wióra skrawanego krawędzią boczną (rys.13b). Spływający z wierzchołkowej krawędzi skrawającej gruby wiór powoduje silną deformację wióra o mniejszej grubości, spływającego z krawędzi bocznej, a następuje to na powierzchni natarcia w bezpośrednim sąsiedztwie wierzchołkowej i bocznej krawędzi skrawającej ostrza (w sferze przejściowej). Występująca duża siła tarcia między powierzchnią natarcia a wiórem o mniejszej grubości oraz jego odkształcenie plastyczne, wywołane przez duży nacisk wióra tworzonego krawędzią wierzchołkową, powodują znaczny wzrost temperatury w tym miejscu [Bouz81]. Autor pracy [Bouz81] podkreśla, że typ deformacji wióra przedstawiony na rys.13b ma największy wpływ na zużycie strefy przejściowej krawędzi skrawającej ostrza. Jest to szczególnie wyraźne dla ostrzy freza ślimakowego, które w pierwszej fazie kontaktu z materiałem obrabianym rozpoczynają skrawanie krawędzią boczną i nieco później krawędzią wierzchołkową. Badania procesów deformacji wiórów występujących podczas obróbki kół zębatach metodą obwiedniową [Köni77, Bouz81] wskazują, że nawet niewielkie zmiany stosunku grubości warstw skrawanych wierzchołkową i bocznymi krawędziami

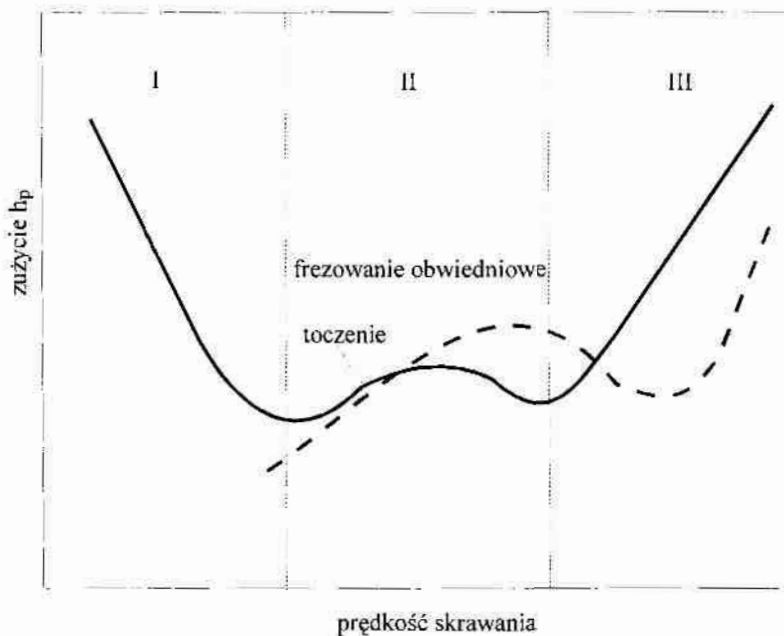
ostrza powodują zróżnicowanie procesów deformacji wióra. W konsekwencji mogą być przyczyną zróżnicowania wielkości zużycia w strefie przejściowej krawędzi skrawającej ostrza. Wyniki badań [Karp72, Karp77] wskazują, że w ustalonych warunkach obróbki zużycie najbardziej obciążonych ostrzy kolejnych badanych ostrzy frezów ślimakowych wykazuje pewien rozrzut zarówno co do wartości, jak i położenia (względem ostrza centralnego) najbardziej zużytego ostrza.

3.3. Wpływ parametrów frezowania obwiedniowego na zużycie ostrzy frezów ślimakowych

Parametry procesu frezowania obwiedniowego można podzielić na trzy grupy:

- parametry technologiczne: prędkość skrawania, posuw, głębokość frezowania, osiowy przesuw freza, metoda frezowania (współbieżnie, przeciwbieżnie), rodzaj płynu obróbkowego,
- parametry freza ślimakowego: średnica freza, ilość rowków wiórowych, liczba zwojów, geometria ostrza (kątnatarcia, kąt przyłożenia, promień wierzchołkowy), kąt pochylenia linii śrubowej, dokładność kształtowo-wymiarowa, materiał ostrzy,
- parametry obrabianego koła: promień podziałowy, moduł, kąt pochylenia linii śrubowej, korekcja zarysu, materiał koła.

Największy wpływ na zużycie ostrzy freza ślimakowego (podobnie jak i innych narzędzi skrawających) ma prędkość skrawania [Lite71]. Na rys.14 przedstawiono porównanie zależności wpływu prędkości skrawania na zużycie ostrzy narzędzi do toczenia i frezowania obwiedniowego.



Rys. 14. Porównanie zależności zużycia h_p na bocznej powierzchni przyłożenia od prędkości skrawania podczas toczenia i frezowania obwiedniowego [Lite71]

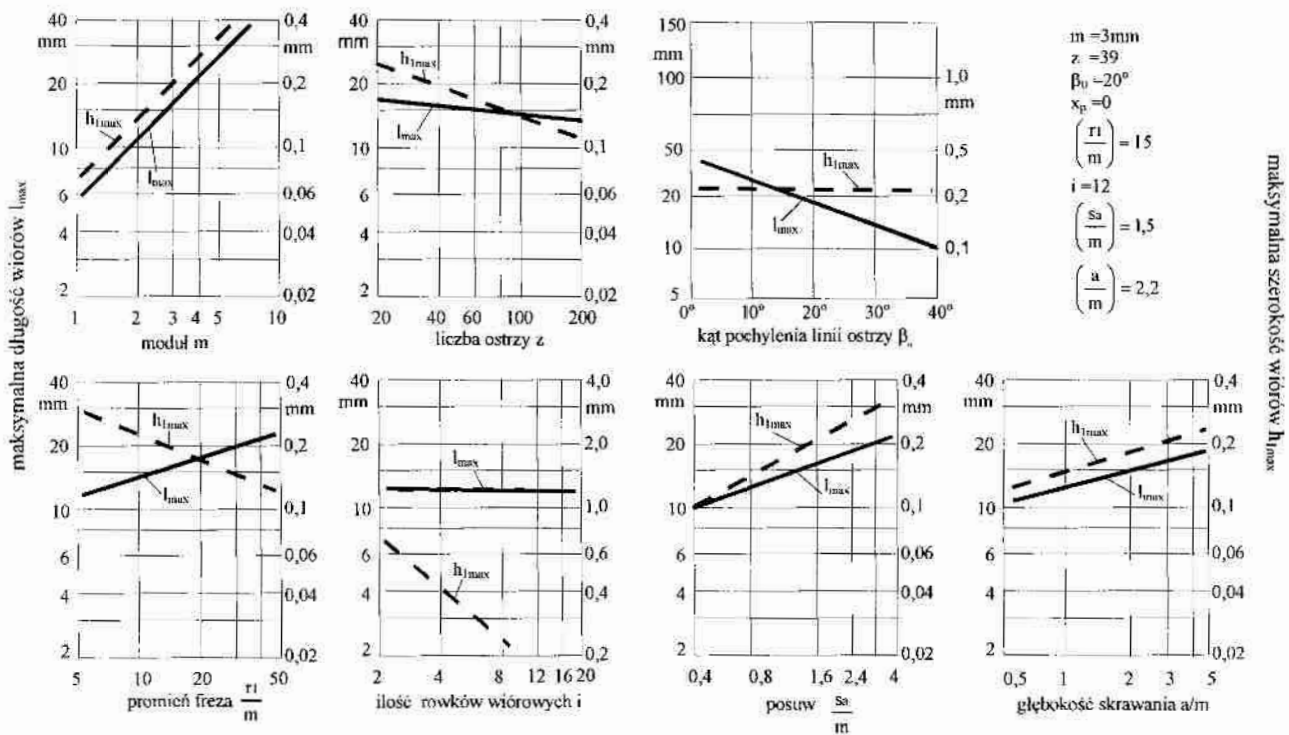
Postać zależności $h_p=f(v)$ związana jest z pierwotnym i wtórnym wpływem temperatury [Lite71] w strefie kontaktu ostrza z materiałem obrabianym. Wpływ pierwotny jest skutkiem ograniczonej odporności materiału narzędziowego na odpuszczanie. Wpływ wtórny wynika

z powstawania i zrywania narostu, co wywołuje zmęczeniowe obciążenie ostrza, powodujące szybsze jego zużycie. Podczas skrawania z małymi prędkościami (strefa I, rys.14) zużycie spowodowane jest głównie mechanicznym ścieraniem. W strefie II zużycie następuje poprzez ścieranie w warunkach powstawania i odrywania narostu na krawędzi skrawającej (zużycie adhezyjne). Strefa III charakteryzuje się zużyciem ściernym i cieplnym. Strefa ta kończy się zniszczeniem narzędzia w następstwie dużych obciążeń - cieplnego i mechanicznego. Przerwany charakter pracy ostrzy freza ślimakowego powoduje, że maksimum zużycia (w porównaniu ze skrawaniem ciągłym) przesuwa się w kierunku wyższych prędkości skrawania [Lite71].

Prędkość posuwu jest bardzo istotnym elementem warunków skrawania. Wpływa bowiem nie tylko na parametry warstwy skrawanej, ale również na ilość ostrzy freza ślimakowego biorących udział w skrawaniu [Lite71, Sulz74]. Zwiększenie wartości posuwu przypadającego na ostrze powoduje rozszerzenie strefy zazębienia freza z kołem obrabianym, szczególnie od strony wejściowej i zwiększenie grubości warstw skrawanych wierzchołkową i bocznymi krawędziami ostrzy freza ślimakowego. Ponadto zwiększa się długość dróg pracy wszystkich ostrzy skrawających, natomiast ilość ich położzeń skrawających maleje, gdyż zmniejsza się ilość obrotów obrabianego koła. Ten osobliwy wpływ posuwu sprawia, że zwiększenie posuwu (gdy inne warunki obróbki pozostają nie zmienione) nie zawsze powoduje wyraźne zwiększenie zużycia ostrzy [Sulz74], jak ma to miejsce dla innych rodzajów obróbki skrawaniem. Podczas skrawania z małymi wartościami posuwu, grubość warstw skrawanych i siły skrawania są małe, ale ilość położzeń skrawających jest duża, natomiast dla wyższych posuwów, grubość warstw skrawanych i siły skrawania są większe, ale maleje ilość położzeń skrawających, stąd w pewnym zakresie posuwów zróżnicowanie zużycia ostrzy freza ślimakowego jest niewielkie [Sulz74]. Zmiana wartości posuwu raczej nie wpływa na charakter zależności zużycie - prędkość skrawania, zwłaszcza że dla większych posuwów stosuje się mniejsze prędkości skrawania [Opit70, Lite71]. Ze wzrostem posuwu wzrasta jednostronne obciążenie freza ślimakowego względem osi przechodzącej przez ostrze centralne i oś koła obrabianego. Powoduje to również niekorzystny wzrost momentów skręcających, działających na stół obrabiarki [Lite71].

Wpływ posuwu, głębokości skrawania oraz parametrów konstrukcyjnych freza na parametry geometryczne wiórów determinujących wielkość zużycia ostrzy freza ślimakowego przykładowo przedstawiono na rys.15. Zwiększenie modułu nacinanego koła powoduje zwiększenie grubości i długości warstwy skrawanej, więc dla większych modułów zaleca się stosowanie mniejszych prędkości skrawania [Opit70, Lite71]. Zmiany ilości zębów koła oraz kąta pochylenia linii śrubowej zęba mają najmniejszy wpływ na zmianę parametrów geometrycznych warstwy skrawanej. Zwiększenie średnicy freza i jednocześnie zwiększenie ilości rowków wiórowych (zwiększenie liczby ostrzy) powoduje zmniejszenie grubości warstwy skrawanej. Umożliwia to

stosowanie wyższych prędkości skrawania [Lite71]. Ponadto zwiększona liczba ostrzy wpływa na zmniejszenie drgań w układzie technologicznym.



Rys. 15. Wpływ parametrów obróbki oraz parametrów freza ślimakowego na parametry charakteryzujące skrawaną warstwę [Opit70]

Duża liczba parametrów obróbki (zmieniających się w szerokich granicach) wpływających na zużycie powoduje, że prognozowanie optymalnych – ze względu na zużycie – parametrów obróbki dla zadanego koła zębatego jest bardzo trudne. Tylko w nielicznych przypadkach można się opierać na wynikach optymalizacji dla innych procesów frezowania obwodniowego. Jedną z prób optymalizacji i automatyzacji doboru optymalnych parametrów obróbki przedstawiono w pracy [Bouz81]. Zaproponowany matematyczny model procesu frezowania obwodniowego charakteryzuje się dużą zgodnością z wynikami eksperymentów. Pewnym utrudnieniem przy posługiwaniu się nim w praktyce jest konieczność wyznaczania kilku stałych odpowiadających tylko określonym wąskim zakresom obróbki.

Nierównomierność zużycia ostrzy freza powoduje znaczne ograniczenie jego żywotności. Dlatego stosuje się różne sposoby zmniejszania nierównomierności zużycia. Bardziej równomierne zużycie ostrzy uzyskuje się wprowadzając okresowy lub ciągły przesuw freza ślimakowego wzdłuż jego osi [Sulz74, Ochę76, Dier72]. Metoda dodatkowego przesuwu osiowego ma zwykle dwie odmiany: jedną - wywodzącą się z założenia równomiernego zużycia i drugą - z założenia stałego maksymalnego zużycia. Istota pierwszego z wymienionych sposobów polega na takim przesuwaniu freza, aby zużycie na najbardziej stępionym ostrzu po dokonaniu przesunięcia nie wzrosło ponad założoną wartość dopuszczalną. Drugi sposób polega na dopuszczeniu do założonego

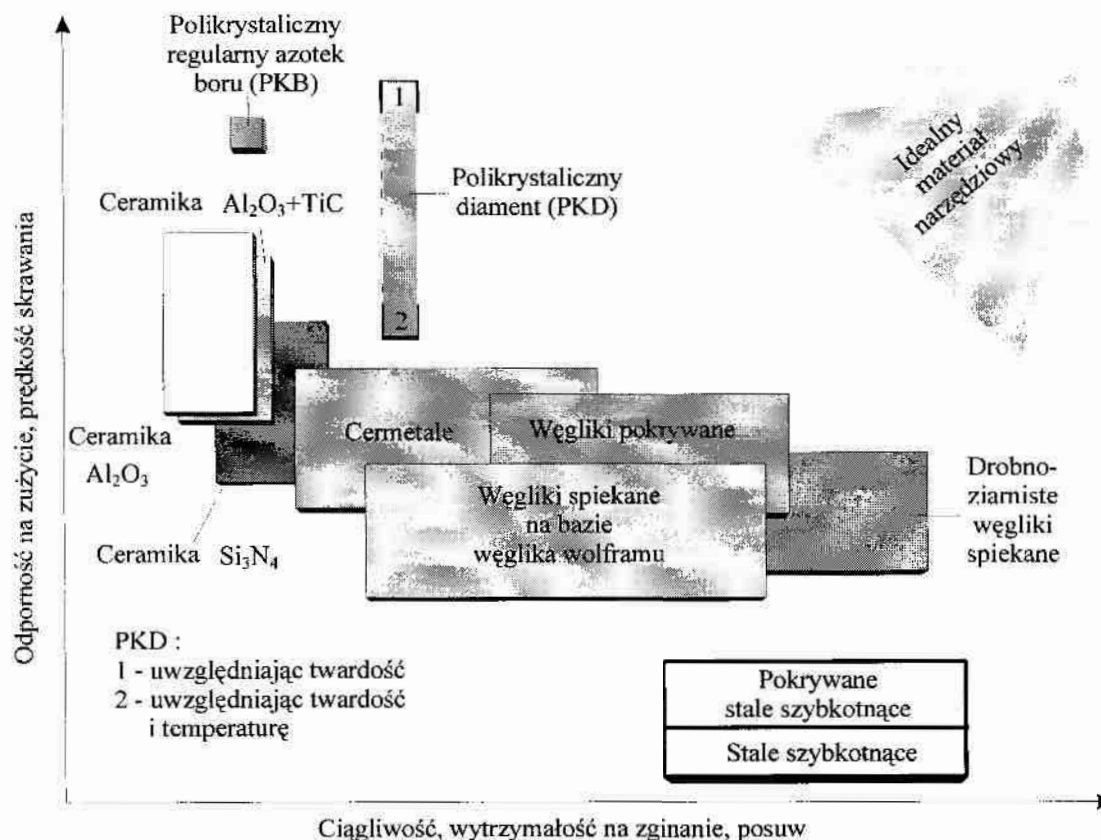
maksymalnego zużycia ostrzy i następnie przesunięciu freza w taki sposób, który nie spowoduje dalszego zużycia tego ostrza. Najbardziej korzystne jest wprowadzenie przesuwu ciągłego (tzw. frezowanie diagonalne [Ochę76]), który zapewnia optymalne wykorzystanie narzędzia. Istotnym problemem jest kwestia wyboru optymalnej (dla danych warunków obróbki) wielkości przesunięć osiowych. Podawane [Ochę76] empiryczne zależności nie zawsze sprawdzają się w rzeczywistych procesach. Zaproponowany przez autorów pracy [Karp77] wskaźnik obciążenia opisujący zależności rozkładu zużycia ostrzy od ich zróżnicowanego obciążenia, zależnego od przyjętych warunków obróbki, pozwala na przewidywanie tego rozkładu z dokładnością wystarczającą dla wyboru wielkości osiowych przesunięć freza ślimakowego. Przedłużenie żywotności frezów ślimakowych uzyskuje się również na drodze znacznego zwiększenia ich długości – co podczas frezowania obwiedniowego z zastosowaniem osiowych przesunięć zapewnia długotrwałą pracę wszystkich ostrzy [Dar194].

Teoretyczna analiza przyczyn zużycia ostrzy freza ślimakowego pozwoliła autorom pracy [Taku77] opracować zalecenia dotyczące modyfikacji zarysu ostrzy, pozwalające zmniejszyć ich zużycie. Modyfikacje te polegają na: wykonaniu ostrzy o zróżnicowanej wysokości i szerokości, wgłębień powodujących podział szerokości warstwy skrawanej, na przemian położonych faz na kolejnych ostrzach lub nadaniu falistego zarysu krawędzi skrawającej. Zastosowanie wymienionych metod modyfikacji powoduje ograniczenie intensywności deformacji wióra poprzez skuteczne rozdzielenie wiórów spływających z różnych części krawędzi skrawającej ostrza freza ślimakowego. Zmniejszenia zużycia ostrzy freza ślimakowego można oczekiwać również w efekcie modyfikacji geometrii ostrza, powodujących zwiększenie bocznego kąta przyłożenia [Dmoc83].

W literaturze nie znajduje się danych dotyczących wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie ostrzy, poza nielicznymi wzmiankami [Sulz74, Ochę76], że może być on istotny. Sprawdzenie i określenie wpływu wartości odchyłek wymiarów i kształtu ostrzy frezów ślimakowych, zwłaszcza pokrytych twardymi warstwami, na zużycie i trwałość frezów jest celem niniejszej pracy.

3.4.Trwałość i niezawodność narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami

Pokrywanie narzędzi skrawających warstwami trudno topliwych związków węgla, azotu i boru, w szczególności z metalami przejściowymi, zwiększającymi okres pracy tych narzędzi, jest obecnie często stosowane. Usytuowanie narzędzi pokrywanych twardymi warstwami na tle wszystkich stosowanych materiałów narzędziowych przedstawiono na rys.16.



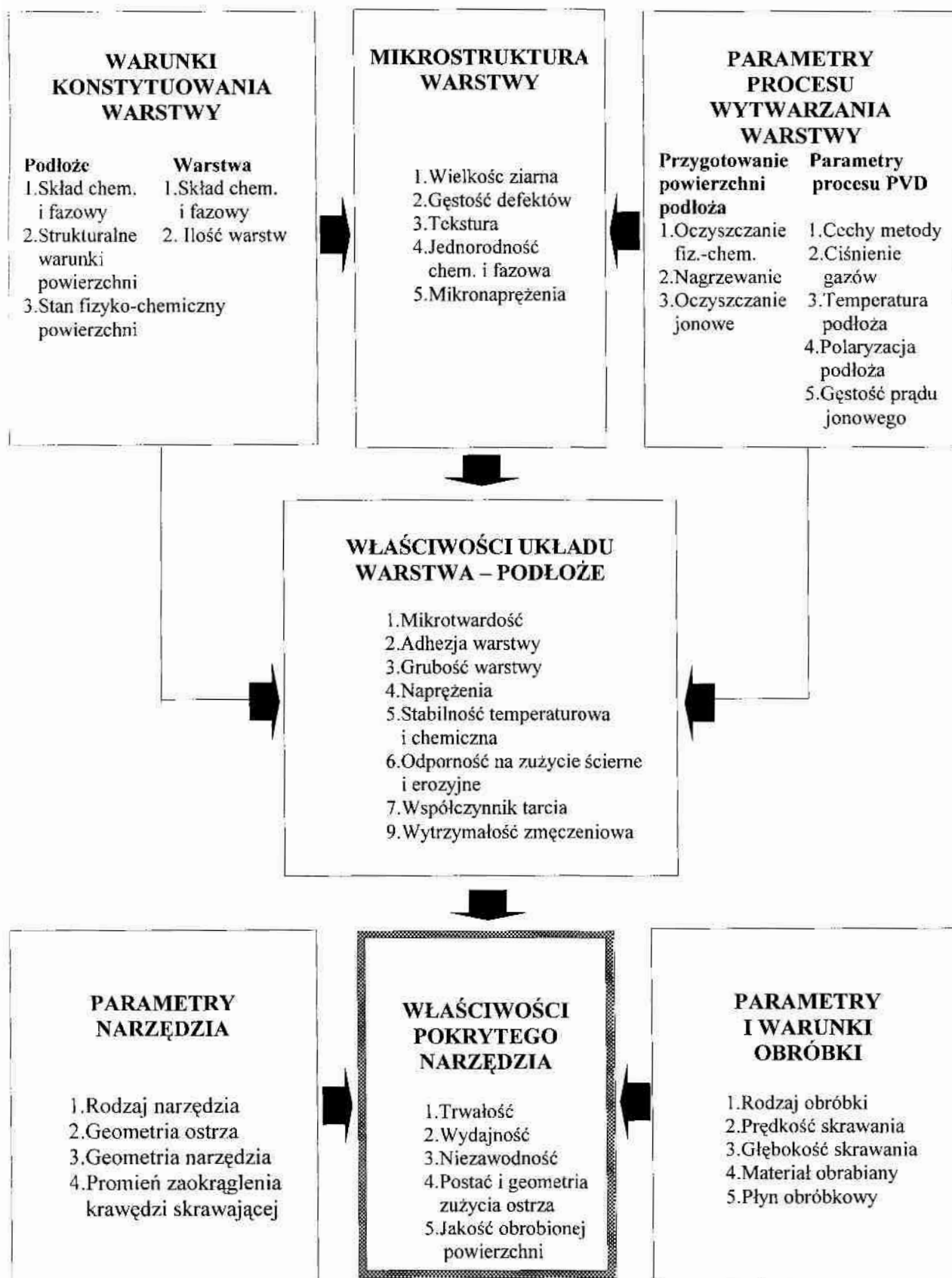
Rys.16. Wzajemne usytuowanie materiałów stosowanych na ostrza narzędzi skrawających, pod względem ich odporności na zużycie (na ciepło i ścieranie) i ciągliwości [Oczo95]

Obecnie narzędzia skrawające najczęściej pokrywa się warstwami TiN, TiCN, TiAlN [Dar194, Bura95], jednak dominującą pozycję, tj. ponad 85% rynku pokrywanych narzędzi, stanowią narzędzia pokryte warstwą TiN [Gühr98].

Korzyści wynikające z zastosowania pokrywanych narzędzi to:

- obniżenie jednostkowych kosztów produkcji w związku ze wzrostem trwałości narzędzi,
- obniżenie kosztów związanych z wymianą narzędzi, również w wyniku wzrostu trwałości,
- wzrost wydajności obróbki związany z możliwością stosowania wyższych prędkości skrawania i/lub posuwów,
- lepsza jakość obrabianych przedmiotów, przede wszystkim niższa chropowatość obrabianej powierzchni.

Trwałość, wydajność i niezawodność narzędzi pokrywanych twardymi warstwami zależą od bardzo wielu czynników wzajemnie na siebie oddziałujących, co schematycznie przedstawiono na rys.17.



Rys.17. Czynniki wpływające na właściwości narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami

Właściwości narzędzi nie pokrywanych mogą być wystarczająco dobrze scharakteryzowane przez dwa człony schematu, czyli poprzez parametry narzędzi oraz parametry i warunki obróbki. W przypadku narzędzi pokrytych twardą warstwą ich właściwości będą zależały ponadto od cech układu warstwa-podłoże (narzędzie). Analiza publikowanych wyników badań wskazuje, że właściwości twardych warstw są ściśle zależne od ich mikrostruktury, na którą z kolei wpływają skład chemiczny i fazowy warstwy oraz cechy podłoża z jednej strony, zaś z drugiej parametry procesu pokrywania. Ponadto wymienione wyżej ostatnie dwa człony schematu wpływają nie tylko na mikrostrukturę warstwy, ale również bezpośrednio na właściwości układu warstwa-podłoże. Korzystając z tak skonstruowanego schematu, na przykładzie narzędzi skrawających, przede wszystkim ze stali szybko tnącej, pokrytych głównie warstwą TiN, poniżej przedstawiono wyniki publikowanych badań obejmujących wskazane zależności.

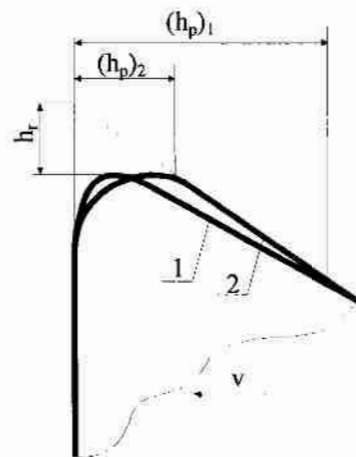
Ogólnie lepsze cechy użytkowe narzędzi ze stali szybko tnącej, pokrytych warstwą TiN, wynikają z następujących właściwości tych warstw: wysokiej twardości [Buhl81, Matt84, Bill85, Balz86, Habi86], dużej odporności na ścieranie i erozję [Habi86, Knot94-1], odporności na utlenianie do temperatury 550°C [Münz84, Vett95], niskiego współczynnika tarcia w kontakcie ze stopami żelaza [Habi86, Bura95] oraz wysokiej stabilności chemicznej [Münz84, Bura95].

Narzędzia skrawające pokrywa się warstwami o grubościach 1,5÷10 µm, przy czym dla narzędzi pracujących w ciągłym kontakcie z materiałem obrabianym (toczenie) stosuje się warstwy o większej grubości. W przypadku narzędzi pracujących w cyklu nieciągłym (frezowanie) zazwyczaj stosuje się warstwę o grubości 1,5÷6 µm, gdyż warstwy o większej grubości są mniej odporne na obciążenia dynamiczne [Quin88].

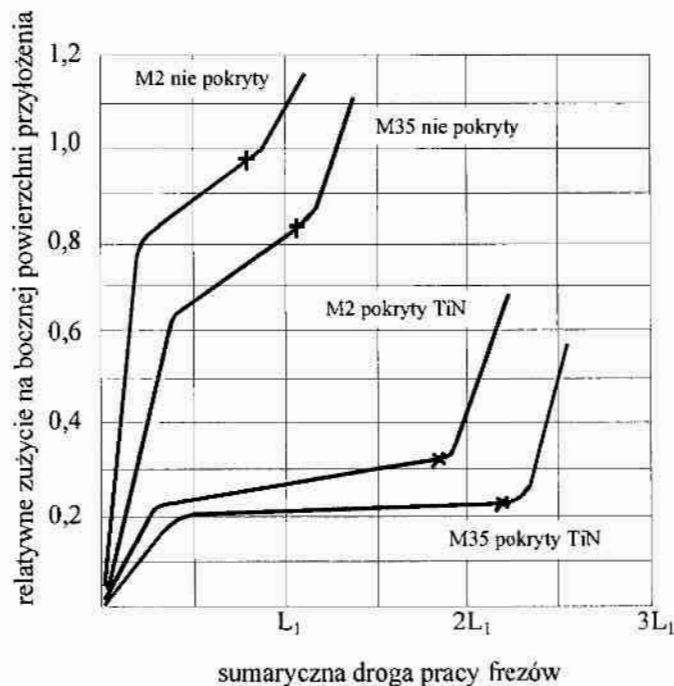
Największe korzyści, wynikające z pokrywania twardymi warstwami, osiąga się dla narzędzi do obróbki uzębień. Obecnie w krajach o wysokim poziomie technologicznym prawie wszystkie narzędzia ze stali szybko tnącej do obróbki kół zębatych są pokrywane, głównie azotkiem tytanu. Wyniki badań właściwości pokrywanych narzędzi do obróbki kół zębatych [Sund83, Hats83, Bill85, Narz84, Voge86, Legu86, Balz86, Niem86, Stos86, Bergm87, Ahar94, Vett95], wiertel [Spro85, Voge86, Rand86, Mich86, Bergm87, Rand88, Roos90, Csel95, Walk96] oraz płytek wielostrzowych [Bill85, Fens86, Mola87, Kank87, Fens88, Spur90] pokazują, że uzyskane efekty zależą od bardzo wielu czynników.

Przyrost trwałości narzędzi do obróbki uzębień, pokrywanych twardymi warstwami wynika z korzystnej zmiany geometrii zużycia ostrzy (rys.18). Dla takiej samej wartości skrócenia ostrza h_r , zużycie boczne $(h_p)_2$ ostrza pokrytego jest trzykrotnie mniejsze niż nie pokrytego $(h_p)_1$. Umożliwia to zwiększenie liczby ostrzeń narzędzi pokrytych twardą warstwą, co bezpośrednio wpływa na wydłużenie okresu ich użytkowania. Zależności parametrów zużycia od sumarycznej drogi pracy

ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN (rys.19) jednoznacznie wskazują na korzystne skutki postaci zużycia ostrzy pokrytych [Voge86, Niem86, Bill85].

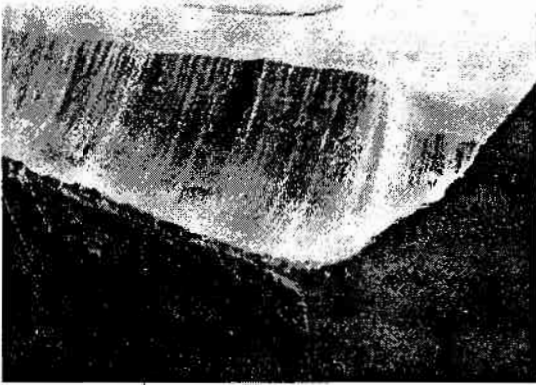


Rys.18. Geometria zużycia ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych (1) i pokrytych warstwą TiN (2) [Hats83]

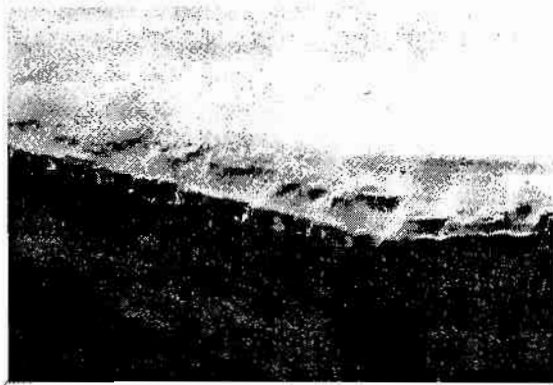


Rys.19. Zależność zużycia ostrzy frezów ślimakowych, wykonanych z różnych gatunków stali szybko tnącej nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN, od sumarycznej drogi pracy ostrzy [Voge86]. Znakiem „x” zaznaczono moment koniecznego ostrzenia narzędzi

Ponadto badania przedstawione w pracy [Niemi86] wykazały, że dopuszczalne zużycie, po wystąpieniu którego narzędzia pokrywane twardymi warstwami powinny być ostrzone należy ustalić na niższym poziomie niż dla narzędzi nie pokrytych. Wykresy przedstawione na rys.19, ale również i inne wyniki badań [Mura86] pokazują, że w zależności od gatunku stali szybko tnącej oraz warunków procesu przygotowania powierzchni, przyrost trwałości frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN w stosunku do nie pokrytych może być znacznie zróżnicowany, tj. od 3 do 6 razy [Rapo86]. Podobne wyniki w zakresie wpływu rodzaju stali szybko tnącej na przyrost trwałości po pokryciu warstwą TiN uzyskano dla płytek wielostrzowych (rys.20) [Bill85].

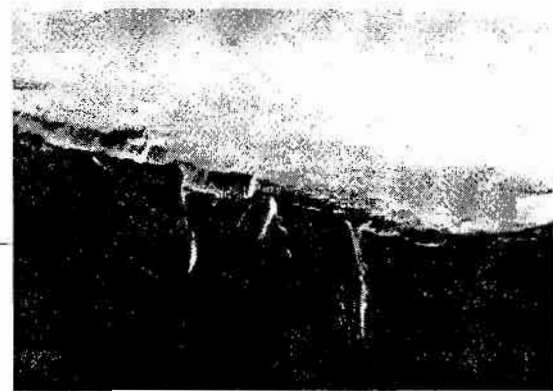
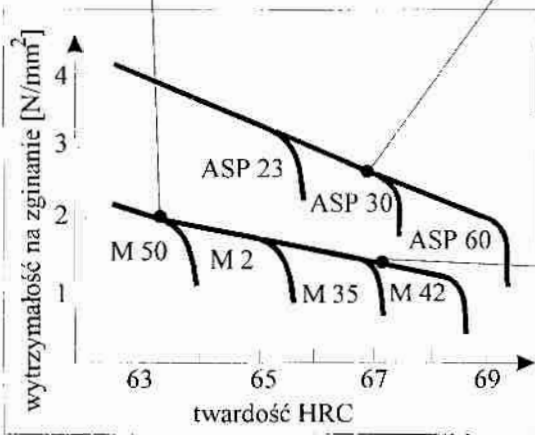


M50. Zbyt niska twardość podłoża.
Bardzo duże zużycie. Trwałość 30 min.



ASP 30. Właściwe połączenie wytrzymałości
i twardości podłoża.

Normalne zużycie. Trwałość 120min.



M 42. Zbyt niska wytrzymałość krawędzi
skrawającej. Wykruszenia. Trwałość 70 min.

*Rys.20. Geometria zużycia i trwałość płytek wielostrzowych do frezowania,
pokrytych warstwą TiN [Bill85]*

Korzystna zmiana geometrii zużycia oraz wysoka trwałość płytek wielostrzowych wykonanych ze stali ASP30 i pokrytych warstwą TiN wynika z dobrych cech wytrzymałościowych tej stali (rys.20). Ponadto wysoka trwałość pokrytych płytek wykonanych ze stali ASP30 wynika również z bardzo dobrej adhezji warstw TiN, w związku z obecnością w tej stali dużej ilości drobnych i równomiernie rozłożonych ziaren węgliku wanadu [Bill85, Hult85, Helm85]. Szczególnie niekorzystny wpływ na trwałość pokrywanych płytek ma niska twardość oraz w mniejszym stopniu inne cechy wytrzymałościowe.

Adhezja twardych warstw jest jednym z najistotniejszych czynników determinujących właściwości narzędzi pokrywanych tymi warstwami [Bill85, Matt85, Rich86, Mura86, Mola87, Spro87-1, Fens88]. Badania porównawcze płytek wielostrzowych wykonanych ze stali szybko tnącej, pokrytych warstwami azotków i węglików tytanu, cyrkonu i hafnu wykazały, że pomimo lepszych właściwości tribologicznych zarówno azotków cyrkonu, jak i hafnu, najwyższą

trwałość wykazały płytki pokryte warstwą TiN, a główną przyczyną była bardzo dobra adhezja tych warstw [Spro87-1].

Wysoką adhezję twardych warstw zapewnia przeprowadzenie procesu oczyszczania jonowego podłoża (narzędzi) w wyładowaniu jarzeniowym argonu, przy czym bardzo istotny jest właściwy dobór parametrów tego procesu [Helm85, Hult85, Matto85, Korz94, Youn95, Matto96]. Wpływ różnych czynników determinujących adhezję warstw TiN, w szczególności na stali szybko tnącej, szeroko omówiono w rozdziale 3.7.

Istotny wpływ na trwałość narzędzi pokrywanych twardymi warstwami ma również topografia powierzchni ostrzy [Bill85, Voge86, Kank87, Lewi96]. Chropowatość powierzchni ostrzy narzędzi (określona parametrem R_a) powinna być co najmniej dziesięciokrotnie mniejsza niż grubość warstwy [Bill85], natomiast wartość parametru R_z nie powinna być wyższa niż $2\ \mu\text{m}$ [Voge86, Rand86]. Doświadczenia pokazują ponadto, że docieranie powierzchni przyłożenia i natarcia ostrzy przed procesem nanoszenia warstwy znacznie wydłuża żywotność narzędzi [Kank87]. Topografia powierzchni ostrzy narzędzi ma bardzo istotne znaczenie w procesie zarodkowania i krystalizacji cienkich warstw [Thor77, Thor86, Mola87, Matto96]. Związane to jest z tzw. efektem maskującym [Thor86], polegającym na ograniczeniu dyfuzji powierzchniowej zaadsorbowanych atomów, jeżeli ich energia jest zbyt niska do pokonania nierówności występujących na powierzchni. Niska ruchliwość atomów prowadzi z kolei do wzrostu porowatej, gruboziarnistej warstwy o niekorzystnych właściwościach, głównie o niskiej twardości. Struktura takiej warstwy odpowiada strefie I modelu stref strukturalnych Thorntona (rozdz.3.6.4).

Topografia powierzchni podłoża jest tylko jednym z czynników wpływających na mikrostrukturę warstwy, a w efekcie na właściwości układu warstwa-podłoże. Znacznie większy wpływ mają parametry procesu wytwarzania warstwy. W badaniach z tego zakresu [Buns85-1, Gree85, Hatt85, Matt85-2, Voge85, Helm86] podkreśla się, że podczas optymalizacji parametrów procesu wytwarzania warstwy, w szczególności należy wziąć pod uwagę temperaturę podłoża (narzędzia), napięcie polaryzacji podłoża, gęstość prądu jonowego podłoża, szybkość nanoszenia warstwy, ciśnienie cząstkowe gazu reaktywnego, ciśnienie całkowite oraz parametry procesu oczyszczania jonowego. Wpływ wyżej wymienionych parametrów na właściwości warstw TiN, wytwarzanych metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, z uwagi na wykorzystanie tej metody do pokrywania frezów ślimakowych dla potrzeb tej pracy, szeroko omówiono w rozdziale 3.7.

Bardzo istotnym etapem procedury wytwarzania twardych warstw na narzędziach jest właściwe przygotowanie ich powierzchni [Voge86, Matt85]. Narzędzia przeznaczone do pokrywania powinny być wolne od takich wad jak: przypalenia szlifierskie, zadziory na krawędziach skrawających, pozostałości soli hartowniczych i innych zanieczyszczeń po obróbce

cieplnej. W szczególności w procesie szlifowania nie powinno się używać ściernic z węgliku krzemu oraz chłodziw na bazie związków krzemoorganicznych [Balz86]. Pozostające na powierzchni ostrzy narzędzi związki krzemu są trudne do usunięcia w procesie przygotowania powierzchni narzędzi i niekorzystnie wpływają na adhezję warstw, a ponadto powodują powstawanie silnych centrów korozyjnych [Balz86].

Najczęściej stosowaną procedurą przygotowania narzędzi jest mycie w rozpuszczalnikach organicznych oraz w wodnych roztworach detergentów alkalicznych; w obu przypadkach ze wspomaganie ultradźwiękowym. Końcową operacją jest mycie i osuszanie narzędzi w parach rozpuszczalników organicznych. Obecnie coraz częściej, z uwagi na ograniczenia w stosowaniu rozpuszczalników organicznych, np. trójchloroetylen (tri) oraz prawie całkowity zakaz używania freonu, mycie narzędzi przeprowadza się w komorach zawierających tylko roztwory detergentów alkalicznych. Końcowymi operacjami mycia w takim przypadku są: kilkakrotne płukanie w wodzie dejonizowanej, a następnie suszenie w strumieniu gorącego powietrza lub azotu. Analizę wymagań związanych ze stanem powierzchni, a ogólniej z szeroko rozumianą jakością narzędzi przeznaczanych do pokrywania, autor przedstawił w pracy [Czyż93].

Omówione wyżej zagadnienia dotyczyły przede wszystkim współzależności między czynnikami wpływającymi na właściwości układu warstwa-podłoże a właściwościami pokrywanych narzędzi. W dalszej części tego rozdziału przedstawiono wyniki badań wpływu geometrii narzędzi oraz parametrów i warunków obróbki na właściwości narzędzi pokrywanych twardymi warstwami.

Istotnym zagadnieniem podkreślanym w niektórych pracach [Kank87, Voge86] jest potrzeba wprowadzania zmian w geometrii ostrzy narzędzi przeznaczanych do pokrywania twardymi warstwami. Przykładowo zwiększenie kąta natarcia o 1° i jednoczesnym zmniejszeniu kąta przyłożenia o tą samą wartość, w przypadku płytek wielostrzowych do frezowania nie pokrywanych, powoduje przyrost ich trwałości o 40% w stosunku do płytek o standardowej geometrii [Kank87]. Podobne porównania dokonane dla płytek pokrytych warstwą TiN pokazały, że trwałość płytek o zmienionej geometrii ostrza jest o ok. 200% wyższa.

Bardzo korzystną cechą większości narzędzi pokrywanych twardymi warstwami jest to, że mogą one pracować z wyższymi parametrami obróbki [Voge86, Bill85, Rapo86]. Dla takich narzędzi zaleca się zwiększenie prędkości skrawania o 30% i posuwu o 10%, a pokrywane wiertła w dość znacznym zakresie zalecanych wartości posuwu wykazują przyrost trwałości wraz ze wzrostem posuwu [Voge86]. Zastosowanie nowoczesnych obrabiarek do kół zębatych oraz narzędzi pokrywanych twardymi warstwami, pozwala na zwiększenie zalecanych (dla narzędzi nie pokrytych) prędkości skrawania nawet o 60%, zachowując zużycie ostrzy porównywalne z narzędziami nie pokrytymi [Rapo86]. Specjalne frezy o zmodyfikowanej geometrii ostrzy,

pokrywane azotkiem tytanu, mogą pracować bez płynu obróbkowego z prędkością skrawania, która jest bliska stosowanej dla narzędzi z węglików spiekanych [Voge86]. W cytowanych wyżej publikacjach [Voge86, Kank87] zwraca się uwagę na fakt, że nawet niewielkie zmiany w geometrii ostrzy mogą być przyczyną istotnych różnic w trwałości narzędzi pokrywanych twardymi warstwami.

Korzystnym efektem technologicznym, wynikającym z zastosowania narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami jest znacznie lepsza jakość obrobionych powierzchni, np. powierzchni otworów obrobionych rozwiertakami pokrytymi warstwą TiN [Bała93].

Trwałość narzędzi pokrywanych twardymi warstwami, podobnie jak i nie pokrywanych, w znacznym stopniu zależy od rodzaju materiału obrabianego [Mich87, Rand88-1, Löff94], rodzaju płynu obróbkowego [Spro85], a ich zalety ujawniają się szczególnie podczas obróbki stali z gatunku tzw. trudnoobrabialnych [Löff94] oraz podczas obróbki bez stosowania płynu obróbkowego [Voge86, Rand88-1, Löff94].

Prezentowane wyżej zagadnienia dotyczyły narzędzi skrawających pokrywanych przede wszystkim warstwą TiN. Wyniki badań, publikowane szczególnie od początku lat dziewięćdziesiątych, jak również praktyka produkcyjna pokazują, że w wielu przypadkach znacznie lepsze efekty uzyskuje się stosując warstwy wieloskładnikowe. Podstawowe właściwości najczęściej obecnie stosowanych warstw, tj. TiN, TiCN i TiAlN, decydujące o cechach użytkowych pokrywanych nimi narzędzi, przedstawiono w tabelicy 1.

Tablica 1. Właściwości twardych warstw stosowanych do pokrywania narzędzi skrawających

Właściwość	TiN	TiCN	TiAlN
Mikrotwardość, [GPa]	20÷25	25÷50	25÷35
Współczynnik tarcia	0,7	0,2÷0,5	0,4÷0,7
Odporność na utlenianie, [K]	823	673	1100
Przewodność cieplna, [$Wm^{-1}K^{-1}$]	30	43	22

Warstwy TiCN, w stosunku do warstw TiN, mają wyższą twardość [Bergm90, Voev95, Prec96-1, Prec96-2], nawet do 50 GPa [Knot93], wyższą odporność na zużycie ściernie [Knot93, Deng94, Deng94-1, Voev95, Spro96], wyższą odporność na obciążenia dynamiczne [Knot94, Spro96] oraz niższy współczynnik tarcia [Deng94, Deng94-1, Voev95]. Jedną z istotnych wad warstw TiCN jest ich relatywnie niska odporność na utlenianie [Vett95, Spro96], (tab.1). Trwałość narzędzi pokrytych warstwą TiCN może być od 1,5 do 3 razy wyższa w stosunku do narzędzi pokrytych warstwą TiN, zależy to jednak w dużym stopniu od rodzaju narzędzi i rodzaju obróbki. Szczególnie korzystne cechy trwałościowe wykazują gwintowniki i frezy, pokrywane warstwą TiCN [Bergm90, Knot93, Vett93, Nara95, Walk96, Duba97].

Bardzo korzystną właściwością warstw TiAlN, otrzymywanych metodami rozpylania magnetronowego [Münz86, Wang95] i katodowego odparowania łukowego [Frel87, Frel88, Han96], jest ich wysoka odporność na utlenianie nawet w temperaturze 1100 K [Jehn86, Münz86, Vett95, Han96], (tab.1). Właściwość ta powoduje, że trwałość narzędzi pokrywanych warstwą TiAlN może być kilkakrotnie wyższa od pokrywanych warstwą TiN [Rand88, Münz86, Roos90, Hofm93, Kerk94,]. Zalety warstw TiAlN ujawniają się szczególnie podczas obróbki bez płynu obróbkowego [Darl94, Töns97, Töns97-1, Smit97]. Jednym z czynników zwiększających trwałość narzędzi w przypadku tych warstw jest formowanie się na powierzchni ostrza cienkiej warstwy Al_2O_3 , zapobiegającej zużyciu dyfuzyjnemu i zużyciu poprzez utlenianie [Spro96, Töns97-1].

Najbardziej wiarygodne wyniki w zakresie oceny efektów, wynikających z zastosowania twardych warstw, otrzymuje się w badaniach porównawczych, wykonywanych jednocześnie dla narzędzi pokrytych warstwami TiN, TiCN i TiAlN [Iked91, Köni91, Löff94, Vett95, Csl95, VSta95, Ruth96]. Do pokrywania narzędzi, w których obciążenie cieplne ostrza jest duże, na przykład podczas toczenia z wysoką prędkością skrawania, najkorzystniejsze jest zastosowanie warstw TiAlN. Niska przewodność cieplna warstw TiAlN (tab.1) powoduje, że duża ilość ciepła ze strefy skrawania jest odprowadzana przez wiór, co w znacznym stopniu ogranicza efekty odpuszczania i odkształcenia plastycznego materiału ostrza. Z kolei wysoka odporność na utlenianie warstw TiAlN (tab.1) zapobiega ich szybkiemu zużyciu, związanemu z wysoką temperaturą wióra [Köni91]. W warunkach gdy obciążenie cieplne ostrza jest umiarkowane (na przykład podczas frezowania z użyciem płynu obróbkowego) i gdy odporność na utlenianie ma mniejsze znaczenie, wysoka twardość, niski współczynnik tarcia oraz wysoka przewodność cieplna warstw TiCN (tab.1) powodują, że narzędzia nimi pokryte mają wyższą trwałość w porównaniu z zastosowaniem warstw TiAlN [Köni91, Löff94]. Właściwości warstw TiN wykazują cechy pośrednie pomiędzy właściwościami warstw TiCN i TiAlN. Wyniki badań porównawczych narzędzi pokrytych tymi warstwami pokazują, że zazwyczaj (w przypadku toczenia) warstwy TiN są gorsze od warstw TiAlN, ale lepsze od warstw TiCN. Natomiast w przypadku narzędzi do frezowania, warstwy TiN są mniej przydatne niż warstwy TiCN, ale lepsze od warstw TiAlN [Köni91, Iked91, Löff94]. Wyniki tych porównań pokazują, że warstwy TiN są najbardziej uniwersalne, co jest wyraźnie widoczne w ich udziale w ogólnym rynku narzędzi skrawających, pokrywanych twardymi warstwami [Gühr98].

Warstwą, która obecnie jest przedmiotem licznych badań [Jens93, Ahar93, Berg96, Hurk96] jest azotek chromu. Warstwy azotku chromu, z uwagi na relatywnie niską kruchość (w porównaniu z TiN lub TiC) jak również wysoką odporność na utlenianie (do 900 K), wykorzystywane są w szczególności do pokrywania narzędzi formujących (matryce, stemple), w tym również do pracy na gorąco [Vett95, Hogm97, Vett96]. Warstwy CrN stosuje się także do pokrywania form do odlewania

pod ciśnieniem stopów aluminium i magnezu [Vett95]. Dobre efekty uzyskuje się również podczas obróbki miedzi narzędziami pokrytymi warstwą azotku chromu [Vett95, Hogm97].

Istotne znaczenie mają narzędzia skrawające wykonywane na bazie tlenku glinu (Al_2O_3), (rys.16). Wydaje się, że wykorzystanie impulsowych metod PVD [Schi93, Spro94-1, Spro96] lub metod ze wspomaganiami mikrofalowym [Spro96-1] pozwoli na skuteczne wytwarzanie warstw Al_2O_3 na konwencjonalnych podłożach (np. na węglkach spiekanych), co w dużym stopniu ograniczy niekorzystną, niską wytrzymałość na zginanie litego tlenku glinu.

Kolejną grupą pokryć są tzw. warstwy supertwarde [Insp94, Ehrh95, Vepř95], wśród których warstwy polikrystalicznego diamentu są szeroko wykorzystywane do pokrywania narzędzi do obróbki stopów aluminium i magnezu [Insp94]. Do grupy materiałów supertwardych, których wykorzystanie pozwala rozwiązać wiele problemów obróbki stali hartowanych, należy polikrystaliczny regularny azotek boru (PCBN) [Spro96, Kawa97]. Wytwarzane obecnie warstwy PCBN wykazują jednak bardzo słabą adhezję. Należy sądzić, że zastosowanie nowoczesnych technik jonowych, w szczególności metod IBAD, pozwoli w najbliższym czasie wytwarzać warstwy PCBN na konwencjonalnych materiałach narzędziowych o wystarczająco dobrej adhezji, aby można je było wykorzystać na skalę przemysłową [Spro96].

Zdaniem autora prac [Spro96, Spro96-1] bardzo dobrych właściwości tribologicznych należy oczekiwać w przypadku powłok wielowarstwowych, zwłaszcza tzw. polikrystalicznych supersieci [Spro94, Hurk95, Dono96, Spro96-1, Dono97]. Twardość takich supersieci, np. typu TiN/VN, w których parametr supersieci $\lambda=5\div 15$ nm, może wynosić nawet 60 GPa [Spro94], a jednocześnie udarność tych powłok jest wyższa od pojedynczych warstw TiN czy VN [Spro96-1]. Należy tu jednak zaznaczyć, że zarówno technologia, jak i właściwości supersieci są jeszcze w stadium badań i początkowych zastosowań.

Grupą warstw, mogących znaleźć zastosowanie głównie do pokrywania narzędzi do obróbki różnych materiałów, które można określić wspólną cechą jako materiały nieferromagnetyczne, są warstwy węglowe diamentopodobne typu a-C, a-C:H, t-C:H [Ehrh95, Spro96, Prec97], a także typu Me-C:II [Czyż97, Czyż98-1] oraz warstwy azotku węgla (CN_x) [Czyż96, Prec96, Prec97, Czyż98]. Powyższe warstwy charakteryzują się wysoką twardością, niskim współczynnikiem tarcia w stosunku do wielu materiałów i z reguły wysoką elastycznością, ale często niską adhezją.

Wyniki analiz teoretycznych [Holl86, Holl87, Holl88] oraz badań doświadczalnych [Köni87, Knot87, Knot88, Subr93, Spro96, Dono97] wskazują na duże możliwości wytwarzania warstw metastabilnych roztworów stałych o wieloskładnikowym i wielofazowym składzie (np.:TiC/TiB₂, TiAlVN, TiAlN-TiNbN), które również mogą być wykorzystane do pokrywania narzędzi skrawających.

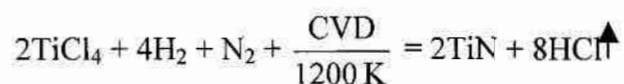
Ważnym zagadnieniem z ekonomicznego i technologicznego punktu widzenia jest niezawodność narzędzi. Często dla narzędzi pokrytych twardymi warstwami obserwuje się znacznie większy rozrzut trwałości niż dla narzędzi nie pokrywanych [Voge86, Holl86, Spur90]. Znaczna pracochłonność oraz wysokie koszty powodują, że poza nielicznymi wyjątkami [Spur90], brak jest prac na temat przyczyn rozrzutu trwałości narzędzi pokrywanych twardymi warstwami. Autor pracy [Żebr87], na podstawie analizy publikowanych w Polsce prac w zakresie badań właściwości narzędzi pokrywanych twardymi warstwami stwierdza, że brak jest badań dotyczących stabilności cech. W literaturze niewiele jest również danych, dotyczących wpływu dokładności wykonania narzędzi skrawających na zużycie i trwałość ostrzy po pokryciu twardymi warstwami. Wstępne prace autora [Czyż88, Czyż93] oraz prace [Voge86, Kaca93, Prec94] wskazują, że jest to ważne zagadnienie, szczególnie w przypadku narzędzi do frezowania obwiedniowego, którego opracowanie może pozwolić wyjaśnić jedną z przyczyn znacznego niekiedy zróżnicowania trwałości tych narzędzi.

3.5. Metody wytwarzania twardych warstw, w szczególności na narzędziach skrawających

Obecnie twarde warstwy wytwarza się dwoma podstawowymi metodami:

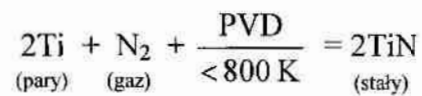
- chemicznego osadzania z fazy gazowej (CVD – Chemical Vapour Deposition),
- fizycznego osadzania z fazy gazowej (PVD – Physical Vapour Deposition).

Idea metody CVD polega na przepuszczaniu mieszanki gazowej, zawierającej tytan i azot (w przypadku warstwy TiN), nad podłożem nagrzanym do temperatury ok. 1200 K [Itoh86]. W wysokiej temperaturze następuje rozkład molekuł tych gazów i synteza związku w postaci warstwy. Najczęściej wykorzystywana jest następująca reakcja, którą w sposób symboliczny można zapisać:



Metody CVD, szeroko stosowane do pokrywania narzędzi wykonanych z węglików spiekanych są, ze względu na wysoką temperaturę procesu, nieprzydatne do nanoszenia warstw na narzędzia wykonane ze stali narzędziowej lub szybko tnącej. W ostatnich latach opracowano jednak kilka odmian tych metod, nazwanych ogólnie PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) [Carl85, Itoh86, Bura95], tzn. chemicznego osadzania z fazy gazowej w obecności wyładowania jarzeniowego, umożliwiających znaczne obniżenie temperatury procesu. Autorzy prac [Hilt86, Wier88, VWah89, Bura95] przewidują, że w najbliższych latach metody PACVD w niektórych zastosowaniach staną się konkurencyjne dla metod PVD. Duże znaczenie mogą mieć w najbliższym czasie metody hybrydowe [Frel88-1, Sant93, Oett95, Kony95], łączące i wykorzystujące cechy metod PVD i CVD.

Obecnie jednak podstawowe znaczenie dla wytwarzania twardych warstw na narzędziach skrawających ze stali szybko tnącej mają metody PVD [Voge85, Münz85, Matt85-2, Hatt85, Buns85-1, Buns85-2, Voge85, Gree85, Rand86, Münz91, Prec93, Hofm93, Spro96]. Proces wytwarzania warstwy TiN metodą PVD można ująć następującą ogólną formułą:



Często, ze względu na obecność gazu reaktywnego (np. N₂), metody te nazywa się RPVD (Reactive Physical Vapour Deposition) lub PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition), gdyż wspólną cechą tych metod jest wykorzystywanie plazmy jako ośrodka aktywującego reakcję syntezy [Buns81, Bbuns83, Buns84, Buns85].

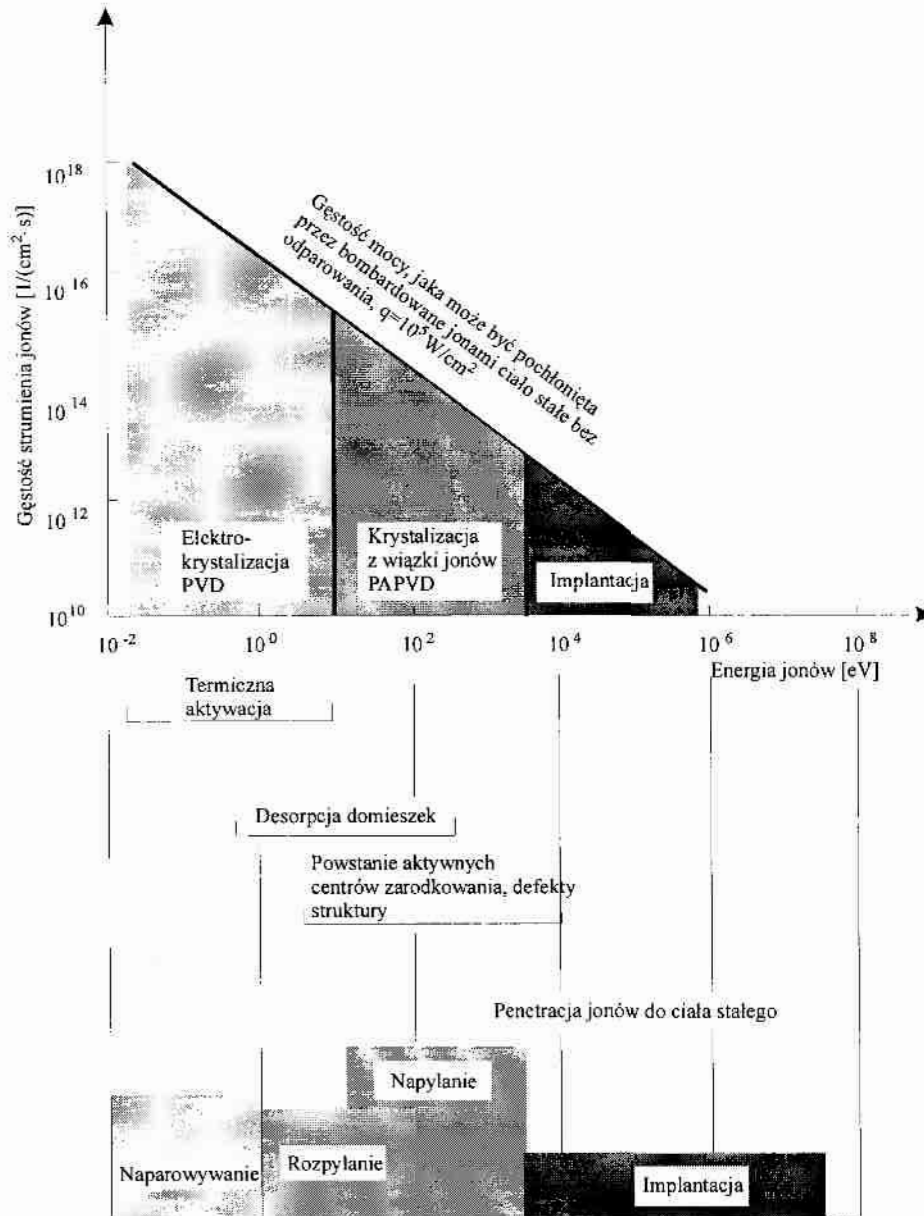
Metody PAPVD są procesami nierównowagowymi i plazma odgrywa bardzo ważną rolę podczas krystalizacji warstwy [Fanc87, Mart87, Fanc88, Mart90, Fanc90F, Matt93, Coll95, Ensi96]. Na podstawie analizy wskazanych wyżej prac można stwierdzić, że elektrony „odpowiadają” za skład chemiczny plazmy poprzez wzbudzenie, dysocjację oraz jonizację atmosfery roboczej, natomiast jony i atomy determinują właściwości warstwy. Mając powyższe na uwadze, klasyczny wysokotemperaturowy proces CVD może być „zastąpiony” przez niskotemperaturowy proces PVD, z zastosowaniem bombardowania krystalizującej warstwy jonami o energiach od 1 eV do 1 keV [Fanc87, Musi90]. Oczywiście bombardowanie jonami nie jest w pełni równoważne wysokiej temperaturze procesu CVD. Związane jest to z lokalnym wzajemnym oddziaływaniem jonu i atomów na powierzchni krystalizującej warstwy, powodującym gwałtowne „zahartowanie” (10¹²-10¹⁴ K/s) i powstanie metastabilnej struktury. Bombardowanie krystalizującej warstwy jonami powoduje wzrost ruchliwości zaadsorbowanych atomów oraz dostarcza energii potrzebnej do aktywacji reakcji chemicznych. Efekty oddziaływań jonu z ciałem stałym zależą od energii jonów i sposobu wytwarzania warstwy (rys.21).

Generalnie przyjmuje się, że strumieniowi jonów odpowiada gęstość prądu jonowego na podłożu, a strumień kondensujących atomów jest proporcjonalny do szybkości nanoszenia warstwy. Skład chemiczny i fazowy warstw wytwarzanych metodami reaktywnymi jest zdeterminowany przez stosunek gęstości strumienia cząstek gazu reaktywnego do ilości kondensujących atomów metali. Rozkład strumieni jonów i atomów metalu oraz często również strumienia cząstek gazu reaktywnego wewnątrz komory roboczej jest zazwyczaj niejednorodny [Lars88, Neid89, Musi90, Fanc90]. Fakt ten, jak też i inne problemy [Matt85] utrudniają wytwarzanie warstw o powtarzalnych właściwościach. Biorąc pod uwagę przedstawione wyżej zagadnienia, podstawowymi problemami do rozwiązania w procesach wytwarzania warstw metodami PAPVD są:

- zapewnienie wysokiego stopnia jonizacji atmosfery roboczej złożonej z par metali oraz cząstek gazu reaktywnego i/lub roboczego,

- uzyskanie możliwie najbardziej jednorodnego rozkładu poszczególnych składników atmosfery wewnątrz komory roboczej,
- zapewnienie intensywnego bombardowania jonami krystalizującej warstwy.

Powyższe wymagania osiągane są w różnym stopniu, zależnie od zastosowanej metody wytwarzania warstw, co opisano w dalszej części rozdziału.



Rys.21. Rodzaje oddziaływań jonu z ciałem stałym w zależności od energii jonu [Mich86]

W literaturze brak jest jednoznacznego nazewnictwa stosowanych metod PAPVD. Poniżej, wykorzystując nazewnictwo anglojęzyczne, przedstawiono charakterystykę metod PAPVD stosowanych do wytwarzania twardych warstw, głównie warstw TiN na narzędziach skrawających.

Metoda RIP (Reactive Ion Plating) [Matto64, Matt85-2, Mart86], czyli reaktywne napylenie jonowe (platerowanie jonowe), polega na termicznym stopieniu i odparowaniu metalu wysokonapięciowym działem elektronowym w obecności wyładowania jarzeniowego,

wzbudzanego wokół ujemnie spolaryzowanego podłoża. W pierwszej fazie procesu stosuje się bardzo wysoką ujemną polaryzację podłoża napięciem o wartości -2000 V , a następnie ok. -100 V .

W metodzie ARE (Activated Reactive Evaporation) [Buns81, Buns83, Buns85, Buns85-1], będącej aktywowanym reaktywnym naporowywaniem, podobnie jak w metodzie RIP, materiał odparowywany jest z użyciem działła elektronowego (wysokonapięciowego) w atmosferze gazu reaktywnego. W metodzie tej jednak aktywacja plazmy zachodzi dzięki przestrzennej koncentracji elektronów wtórnych (pochodzących ze źródła par metalu) poprzez dodatkową dodatnio spolaryzowaną elektrodę. Czasami stosowana jest dodatkowa, żarzona katoda, będąca źródłem elektronów.

Metoda BARE (Biased Activated Reactive Evaporation) [Mark88], czyli aktywowane reaktywne naporowywanie z ujemną polaryzacją podłoża, stanowi odmianę metody ARE. Różnica polega na zastosowaniu ujemnej polaryzacji podłoża napięciem o wartości rzędu -100 V , a ponadto w niektórych rozwiązaniach stosuje się niskonapięciowe działło elektronowe [Voge85].

Metoda HHCD (Hot Hollow Cathode Deposition) [Aoki85, Kuo86, Grim95, Leon96] jest zbliżona do metody BARE, lecz do odparowania metalu stosuje się specjalne niskonapięciowe działło elektronowe nazywane katodą wnąkową [Lunk81]. Bardzo duża gęstość strumienia elektronów, który służy do odparowania metalu, powoduje znaczną jonizację par metalu i z reguły nie wymaga się stosowania dodatkowych elementów do aktywacji plazmy.

W metodzie TRIP (Triode Reactive Ion Plating) [Voge85, Balz86, Bergm87], czyli triodowym reaktywnym platerowaniu jonowym, podobnie jak w metodzie HHCD, wykorzystuje się niskonapięciowe działło elektronowe oraz stosuje się aktywację plazmy poprzez wprowadzenie dodatkowej, dodatnio spolaryzowanej elektrody.

Metoda CAPD (Cathodic Arc Plasma Deposition) [Hatt85, Mart87, Frel87, Rand88-1, Sand89, Vett95, Coll96], czyli katodowe odparowanie łukowe lub inaczej AE (Arc Evaporation) [Sue87, Sand89] – naporowywanie łukowe. Metoda ta polega na niskociśnieniowym erodowaniu targetu płamką katodowego wyładowania łukowego w atmosferze gazu reaktywnego.

Przykładem metody wysokociśnieniowego erodowania targetu w obecności gazu reaktywnego jest metoda RPP (Reactive Pulse Plasma) [Mich86, Mich87], czyli reaktywno-impulsowo-plazmowa. Jonizacja cząstek elektrody zachodzi poprzez impulsowe gwałtowne jej odparowanie oraz poprzez ablację plazmową przemieszczającą się wzdłuż walcowej elektrody i skupiającej się na jej zakończeniu.

Charakterystycznymi cechami metod CAPD i RPP jest bardzo duży stopień jonizacji plazmy (nawet do 100%) oraz wysoka energia jonów i atomów (do 150 eV) [Rand88-1, Mich86].

Wśród metod wykorzystujących zjawisko rozpylania targetu w wyładowaniu jarzeniowym gazu obojętnego i reaktywnego wyróżnia się następujące nazwy:

- SIP (Sputter Ion Plating) [Rick88-1, Rick89], czyli rozpylanie z platerowaniem jonowym,
- MSIP (Magnetron Sputter Ion Plating) [Teer88, Teer88-1] – rozpylanie magnetronowe z platerowaniem jonowym,
- HRRS (High Rate Reactive Sputtering) [Schi83, Spro84, Spro86, Spro87] - szybkie reaktywne rozpylanie magnetronowe,
- UBM (Unbalanced Magnetron) [Wind86, Wind86-1, Savi86, Wind95, Wind96, Spro96] - rozpylanie magnetronowe z wykorzystaniem magnetronu nie zrównoważonego,
- RMS (Reactive Magnetron Sputtering) [Czyż97, Prec97, Czyż98] – reaktywne rozpylanie magnetronowe.

Procesy rozpylania przeprowadza się wykorzystując głównie wyładowanie jarzeniowe stałoprądowe (D.C.) oraz rzadziej zmiennoprądowe o częstotliwości radiowej (R.F.). W niniejszej pracy do wytwarzania warstw TiN na frezach ślimakowych wykorzystano metodę stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego (RMS), szczegółowo opisaną w rozdziale 3.6.

Często nawet niewielkie modyfikacje przedstawionych wyżej metod PAPVD autorzy poszczególnych opracowań określają w postaci nadawania im nowych lub zmienionych nazw. Dlatego też w wielu pracach [Matt85-1, Buns85-2, Mich86, Schi87-1, Bura88, Bura95] spotyka się próby usystematyzowania metod PAPVD i ich nazewnictwa, w oparciu o określone kryteria.

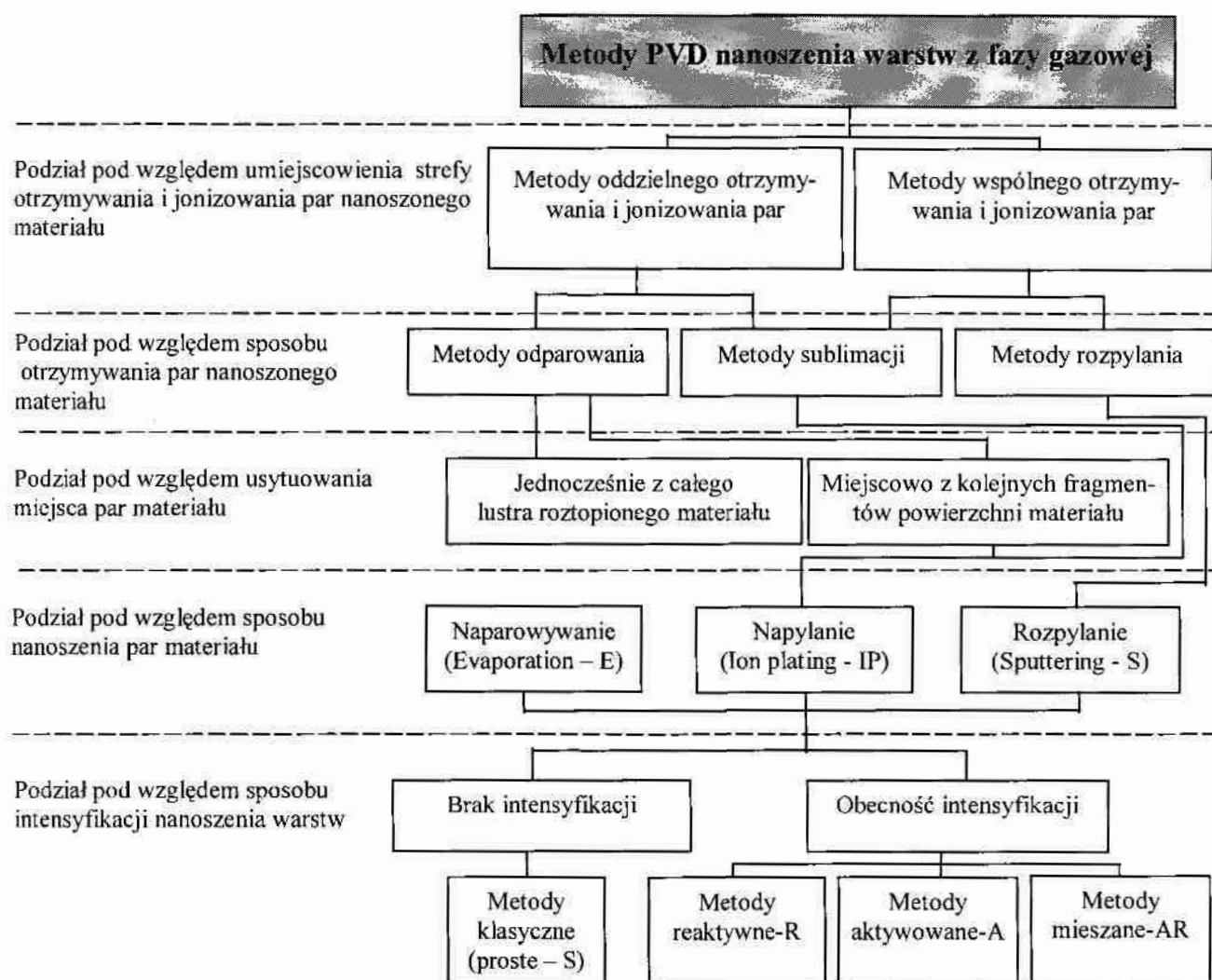
Zdaniem autora pracy [Mich86] liczne warianty rozwiązań metod PAPVD można sprowadzić do różnic występujących w zakresie miejsca otrzymywania substratów do krystalizacji warstwy oraz miejsca ich jonizacji. Przyjmując takie kryterium, wyróżnia się dwie grupy metod:

- metody, w których metal osadzanego związku jest przenoszony w stan pary w jednym miejscu, a następnie w drugim miejscu jego pary są jonizowane, np. metody ARE, RIP, BARE,
- metody, w których zjonizowane pary otrzymuje się praktycznie w tym samym czasie i w tej samej strefie.

W drugiej grupie metod można wyróżnić trzy rozwiązania. Pierwszym rozwiązaniem jest metoda, w której zjonizowaną atmosferę roboczą otrzymuje się w wyniku niskociśnieniowego erodowania targetu płamką wyładowania łukowego (np. metoda CAPD). W drugim rozwiązaniu plazmę par metalu i gazów (reaktywnego i roboczego) otrzymuje się w wyniku rozpylenia targetu (metody SIP, RMS, MISIP, HRRS, UBM). W trzecim rozwiązaniu plazmę par metalu otrzymuje się w wyniku impulsowego wysokociśnieniowego erodowania elektrody (metoda RPP).

Autorzy pracy [Schi87-1] podzielili generalnie metody PAPVD na dwie grupy – naporowywanie i rozpylanie. Za kryterium tego podziału przyjęto stan (odpowiednio ciekły lub stały), z jakiego uzyskuje się pary metalu wchodzące w reakcję z gazem reaktywnym i sposób ich otrzymywania.

Obszerną próbę usystematyzowania klasyfikacji metod PAPVD oraz ich polskiego nazewnictwa przedstawiono w pracach [Bura88, Bura95], a ideę tego podziału na rys.22.



Rys.22. Podział metod PVD nanoszenia powłok ze zjonizowanej fazy gazowej [Bura95]

Analiza problemu wyższości, czy też większej użyteczności określonej metody wytwarzania warstw, dokonywana w niektórych publikacjach wskazuje, że nie sposób przypisać priorytet jednej wybranej metodzie jako najlepszej. Wydaje się jednak, że metody, w których pary metalu uzyskuje się bez konieczności stopienia całego targetu, stwarzają możliwości swobodnego (dowolnego) umieszczania źródeł par w komorze oraz praktycznie dowolnego kształtowania składu chemicznego targetu, co w przypadku wytwarzania powłok wieloskładnikowych i/lub wielowarstwowych ma bardzo istotne znaczenie.

Potwierdzeniem powyższego stwierdzenia jest szybki rozwój i szerokie wykorzystanie do wytwarzania twardych warstw, w szczególności na narzędziach skrawających, metody CAPD i metod rozpylania magnetonowego w wersji UBM.

Podstawy wytwarzania twardych warstw (głównie TiN) metodą CAPD przedstawiono w pracach [Mart87, Rand88-1, Vysk90, Sue93, Haka94]. Głównymi zaletami metody CAPD jest

wysoki stopień jonizacji plazmy (do 100%) oraz wysoka energia jonów (do 150 eV), natomiast jedną z istotnych wad jest zanieczyszczenie wytwarzanej warstwy mikrokroplami materiału targetu, co w efekcie powoduje pogorszenie jej właściwości. Efekt mikrokropel może być znacznie ograniczony lub nawet wyeliminowany poprzez zastosowanie separatorów magnetycznych [Mart86, Bend94, Zhit95, Mart96, Boxm96, Mier97], wirującego źródła łukowego [Kang94], mechanicznej przesłony [Akar90], optymalizację parametrów technologicznych [Haka94], właściwy dobór temperatury podłoża [Nish92, Lugs96] lub zastosowanie tzw. metody łuku sterowanego [Curt95].

Bardzo korzystne właściwości twardych warstw uzyskuje się stosując metodę ABS[®] (Arc Bond Sputtering) [Münz91, Münz91-1, Ives93], wykorzystującą zalety metod CAPD i UBM. Celem uzyskania dobrej adhezji warstwy, w pierwszej fazie wytwarzania warstwy stosuje się metodę CAPD, a następnie metodę rozpylania magnetronowego w wersji UBM, pozwalającą na uzyskanie warstw pozbawionych mikrokropel.

Zalety metod rozpylania magnetronowego ujawniają się szczególnie w tzw. technice impulsowej [Schi93, Spro94-1, Frac95, Bill96]. Technika ta, polegająca na zastosowaniu impulsowych (unipolarnych lub bipolarnych) zasilaczy magnetronowych, pozwala na wytwarzanie warstw izolacyjnych (Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2) bez konieczności stosowania skomplikowanej aparatury wysokiej częstotliwości (R.F.). Zastosowanie takich zasilaczy również do polaryzacji podłoża pozwala na ograniczenie mikrowyładowań łukowych na podłożu, kształtowanie składu warstwy [Lugs95] lub utrzymanie niskiej temperatury podłoża [Grie95, Lugs95, Hofm96].

Coraz większe znaczenie, szczególnie podczas wytwarzania twardych warstw na matrycach do pracy na gorąco [Ding95-2, Höck96] lub do odlewania pod ciśnieniem [Ding95], ma metoda często nazywana Duplex Technology [VSta93, Dong97]. Metoda ta polega na przeprowadzeniu, zazwyczaj w jednym procesie, azotowania jonowego podłoża, a następnie wytworzeniu twardej warstwy (np. TiN) jedną z metod PVD. Zwiększenie twardości (w wyniku azotowania) przypowierzchniowej warstwy podłoża z reguły powoduje wzrost adhezji warstwy [VSta93, Zlat94, Höck95]. Bardzo istotne znaczenie ma tu jednak właściwe przeprowadzenie procesu azotowania jonowego, zarówno dla stali szybko tnącej [Kadl90, Buec94, Höck95], jak i dla stali niskostopowej [Ding95, Ding95-2]. Szczególnie ważne jest to, aby w procesie azotowania nie doprowadzić do wytworzenia niekorzystnej porowatej warstwy typu ϵ [Höck95].

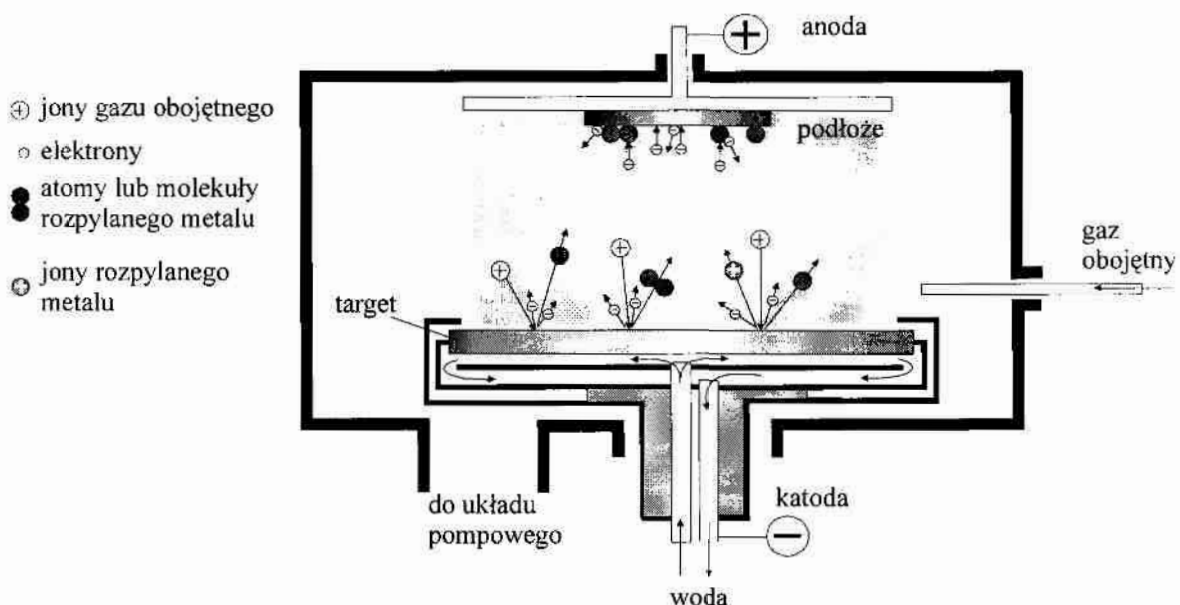
Metodami, które w przyszłości będą szeroko stosowane, są metody wykorzystujące działa jonowe zarówno do wytwarzania warstw (metody IBD – Ion Beam Deposition), jak i ich modyfikacji (metody IBAD – Ion Beam Assisted Deposition) [Mart86, Zdan94, Zdan95]. Obecnie głównym ograniczeniem w szerokim wykorzystaniu metod IBD i IBAD są problemy związane z konstrukcją i wykonaniem wydajnych i niezawodnych dział jonowych [Zdan95].

Metody PVD, oprócz zastosowania do wytwarzania twardych warstw na narzędziach i częściach maszyn, szeroko wykorzystywane są w elektronice [Witt85, Stim86], optyce [Mart86, Szcz97, Scha97], do wytwarzania warstw dekoracyjnych [Rand89, Beck93], antykorozyjnych [Korh94] oraz w medycynie [Brau93].

3.6 Wytwarzanie warstw metodą rozpylania magnetronowego

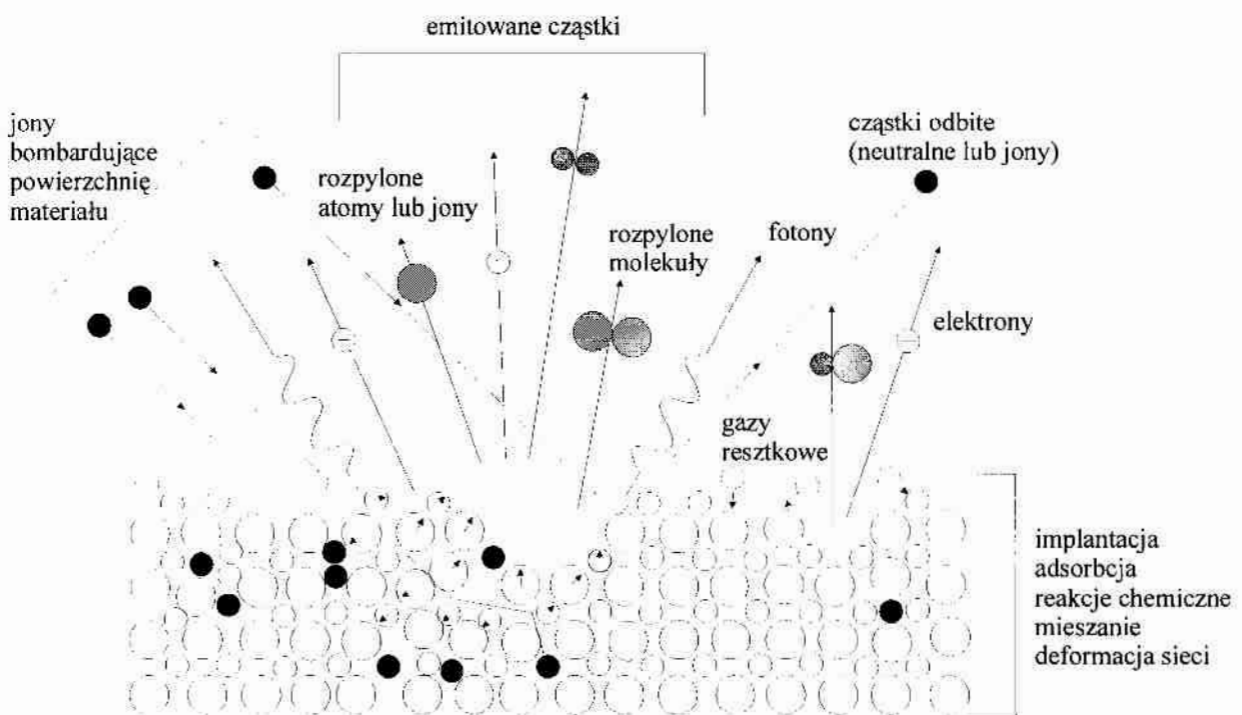
3.6.1. Podstawy rozpylania magnetronowego

Wytwarzanie cienkich warstw metodą rozpylania magnetronowego jest techniką stosunkowo młodą w porównaniu np. z naporowywaniem próżniowym. Pierwsze urządzenie pod nazwą Planar Magnetron zostało omówione i opatentowane w 1974r. [Chap74]. Szerokie wykorzystanie techniki rozpylania magnetronowego do wytwarzania cienkich warstw datuje się od końca lat siedemdziesiątych. Teoretyczne podstawy rozpylania magnetronowego omówiono w pracach [Thor79, Thor78, Thor78-1], natomiast podstawy technologii wytwarzania cienkich warstw tą metodą przedstawiono w pracach [Wait78, Thor81, Gree85, Schi83]. Wytwarzanie cienkich warstw metodą rozpylania magnetronowego wywodzi się ze znanych dużo wcześniej układów rozpylania katodowego (diodowego) [Thor78-1]. Proste rozpylanie katodowe, wykorzystujące zjawiska wyładowania jarzeniowego w gazach rozrzedzonych [Zdan75], polega na przeprowadzeniu nanoszonego materiału w fazę gazową poprzez bombardowanie go jonami gazu obojętnego, powstającymi w wyładowaniu jarzeniowym wzbudzonym w dwuelektrodowym układzie anoda – katoda, w warunkach obniżonego ciśnienia (rys.23). Rozpylany materiał stanowi katodę układu, a rozpylone atomy i jony osiadają na anodzie, będącej jednocześnie uchwytem podłoża.



Rys.23. Idea rozpylania katodowego

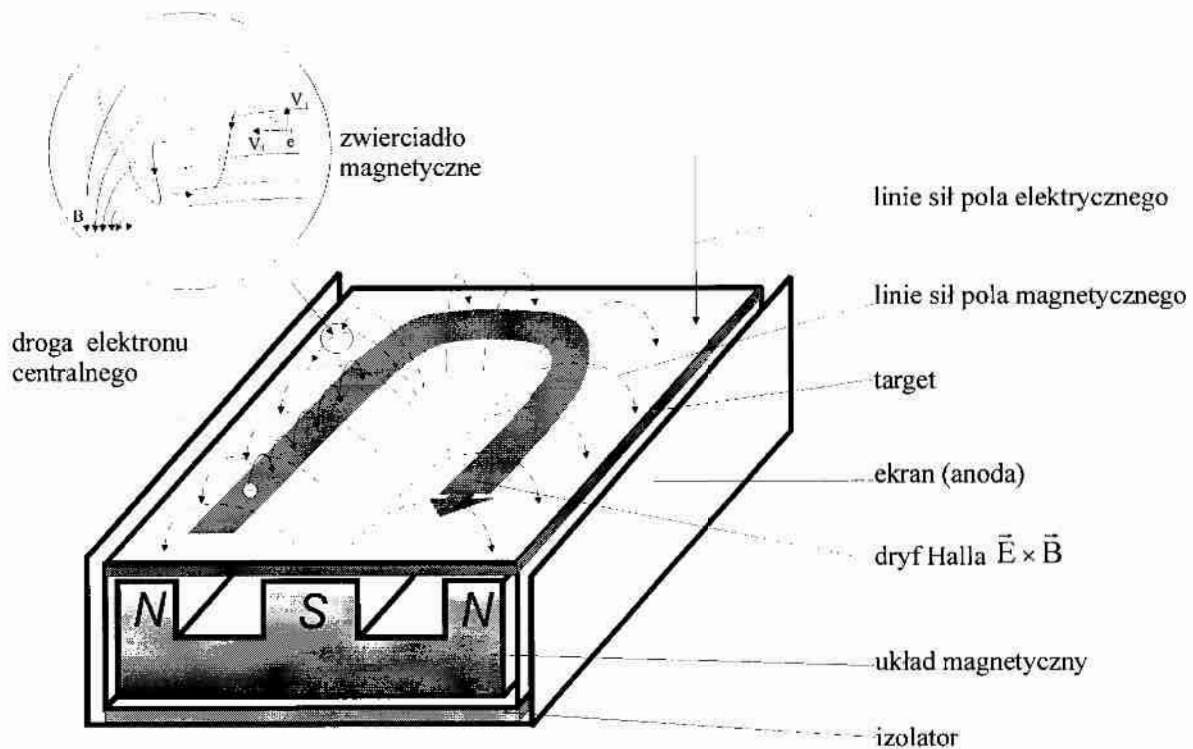
Jak dotąd nie opracowano jednolitej teorii wyjaśniającej mechanizm rozpylania w szerokim zakresie energii jonów [Hała80, Sigm69, Harr83]. Uważa się, że w przedziale energii jonów występujących podczas rozpylania katodowego, związany jest on ściśle z mechanizmem wymiany pędu między bombardującymi jonami a atomami bombardowanego materiału [Sigm69]. Jon, wnikając w głąb materiału, przekazuje podczas zderzeń swój pęd napotkanemu atomowi, wytrącając go z normalnego położenia. Od miejsca zderzenia zaczyna rozchodzić się fala zakłóceń i to zarówno w głąb materiału jak i ku jego powierzchni. W przypadku gdy energia fali wstecznej jest większa od energii wiązania atomów w warstwie przypowierzchniowej, następuje uwalnianie tych atomów. Proces rozpylania atomów zaczyna się od pewnej energii progowej, która zależy od rodzaju materiału i zawarta jest w przedziale od kilku do kilkunastu elektronowoltów [Sigm69]. W przypadku materiałów krystalicznych energia ta porównywalna jest z ciepłem sublimacji, a dla materiałów amorficznych - z ciepłem parowania. Niektóre zjawiska zachodzące na powierzchni katody (targetu) w czasie bombardowania niskoenergetycznymi jonami przedstawiono na rys.24. Dla procesu wytwarzania warstw najważniejszym zjawiskiem jest oczywiście proces rozpylania.



Rys.24. Zjawiska oddziaływania jonów z ciałem stałym [Mart86]

Podstawową wadą prostego rozpylania katodowego jest bardzo mała szybkość nanoszenia warstwy, będąca konsekwencją niskiej efektywności jonizacji, rozumianej jako ilość jonów wytworzonych przez jeden elektron na drodze jednego metra przy ciśnieniu 1 Pa [Hała80]. Drugim istotnym czynnikiem ograniczającym szybkość nanoszenia warstwy jest wysokie ciśnienie robocze, osiągające wartość 10 Pa. Efektywność jonizacji można zdecydowanie zwiększyć poprzez wytworzenie przy powierzchni targetu pola magnetycznego o takiej konfiguracji, aby było możliwe

skuteczne pułapkowanie elektronów wtórnych emitowanych z targetu (rys.25). Wykorzystuje się tu tzw. efekt magnetronowy [Penn39], zachodzący w skrzyżowanych polach – elektrycznym i magnetycznym. Tory elektronów wtórnych inicjujących i podtrzymujących wyładowanie ulegają zakrzywieniu tak, że większość z nich wykonuje złożony ruch przy powierzchni targetu, przez co zwiększa się efektywność jonizacji gazu roboczego. Prowadzi to do wzrostu wydajności rozpylania targetu, a w efekcie do znacznego wzrostu szybkości nanoszenia warstwy. Efektywność jonizacji jest na tyle duża, że ciśnienie gazu roboczego może zostać obniżone nawet do 0,13 Pa [Thor79], co również powoduje wzrost szybkości nanoszenia warstwy.



Rys.25. Idea rozpylania magnetronowego

Zjawiska zachodzące w plazmie wyładowania magnetronowego były i są przedmiotem wielu badań [Wait78, Thor78-1, Thor79, Thor81, Gree85, Ross86, Ross86-1, Ross88, Ross89-1], jednakże szereg zjawisk nie zostało w pełni wyjaśnionych i jak dotąd nie opracowano jednolitej teorii tego procesu.

Charakterystyczną cechą plazmy magnetronowej jest występowanie tzw. dryfu elektronowego, nazywanego również dryfem Halla [Thor79, Ross86-1], którego kierunek zależy od wektorów pola elektrycznego \vec{E} i magnetycznego \vec{B} (rys.25). Dryf elektronów odbywa się w tunelu magnetycznym [Thor81], nazywanym również pułapką magnetyczną, a jej skuteczność zależy od wartości indukcji i konfiguracji pola magnetycznego, w tym od efektywności tzw. zwierciadeł magnetycznych (rys.25) [Thor78-1, Mier97], zapobiegających ucieczce elektronów z przytargetowej strefy wyładowania. Wyniki pomiarów elektrycznych [Ross86-1], magnetycznych [Ross87] i optycznych [Ross89-1] wskazują, że plazma magnetronowa jest konwencjonalną,

ograniczoną przestrzenią ładunkową, w której mechanizm przewodzenia związany jest raczej z procesem dyfuzji Bohma [Ross89-3] (charakteryzującej się zbiorowym, turbulentnym ruchem elektronów), niż z klasycznym mechanizmem przewodnictwa, w którym dominującą rolę odgrywają procesy wymiany pędu między elektronami. W związku z powyższym uważa się, że dryf elektronów wtórnych jest turbulentnym ruchem, w czasie którego elektrony gwałtownie obniżają swoją energię (w wyniku zderzeń z atomami gazu) i podtrzymują w ten sposób konieczną temperaturę plazmy [Ross87, Ross89-3]. Pomiar prądu dryfu wskazuje, że jest on 3 do 9 razy większy od prądu wyładowania, a zależy to w dużym stopniu od rodzaju materiału targetu, rodzaju i ciśnienia gazu roboczego oraz konfiguracji pola magnetycznego [Ross87, Ross89-3].

W plazmie magnetronowej występuje szereg zjawisk związanych z obecnością w pobliżu targetu strumienia energetycznych cząstek rozpylonego materiału (tzw. sputtering wind [Hoff85]), co powoduje silne lokalne zaburzenia w rozkładzie gęstości i kierunku ruchu składników plazmy [Ross88, Ross89-3]. Z uwagi na wartość energii (kilkanaście elektronowoltów [Ross89-3]) oraz wartość średniej drogi swobodnej, ważnym źródłem energii w plazmie magnetronowej są procesy termalizacji energetycznych cząstek rozpylanego materiału. Występujące lokalne różnice gęstości gazu w pobliżu targetu, związane z obecnością energetycznych cząstek rozpylonego materiału, w istotny sposób wpływają na parametry wyładowania magnetronowego, bowiem prawdopodobieństwo jonizacji atomu gazu przez elektron wtórny emitowany z targetu jest wprost proporcjonalne do lokalnej gęstości gazu [Ross86]. Procesy te znajdują swoje odbicie w charakterystyce prądowo-napięciowej wyładowania magnetronowego, do opisanie której wykorzystuje się ogólnie akceptowaną [Thor78-1, Wait78, Ross86, Ross89-3], następującą półempiryczną zależność:

$$I = k \times V^n, \quad (1)$$

gdzie k jest stałą, a wykładnik n przyjmuje wartości w zakresie $5 \div 20$, zależnie od rodzaju materiału targetu, ciśnienia i rodzaju gazu, konstrukcji magnetronu, konfiguracji i wartości pola magnetycznego [Wait78, Ross89-3].

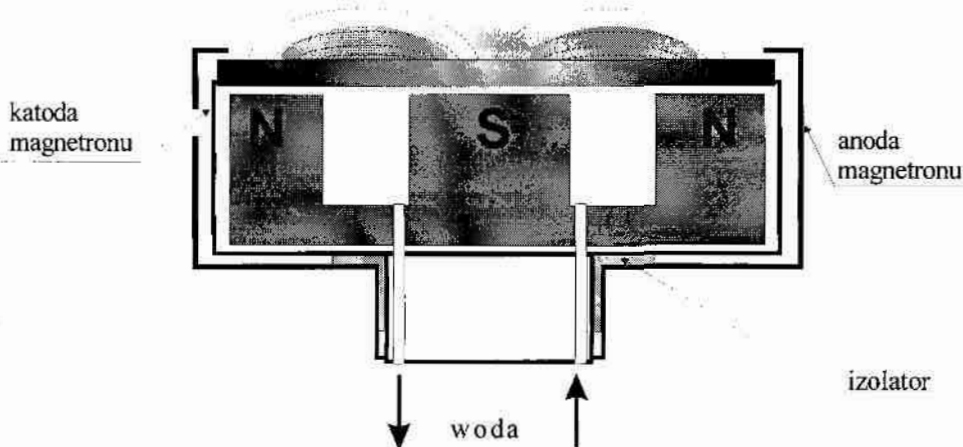
Składniki plazmy, tzn. jony i atomy gazu roboczego i reaktywnego, jony i atomy rozpylonego metalu, ale również odbite od targetu wysokoenergetyczne atomy gazu roboczego, tworzą strumień cząstek, oddziałujących na narastającą warstwę [Ross89, Wind89, Ross89-2, Wind95, Wind96]. Gęstość i energia strumienia cząstek w sposób decydujący wpływają na takie właściwości wytwarzanej warstwy jak: wielkość i kształt ziarna, parametry sieci i orientację krystalograficzną (teksturę), gęstość defektów oraz mikro- i makronapężenia. Wymienione wyżej czynniki decydują z kolei o właściwościach mechanicznych, elektrycznych i optycznych wytwarzanych warstw. O ile wielkością strumienia jonów i niskoenergetycznych cząstek rozpylanego materiału jest dość łatwo sterować, to w przypadku strumienia wysokoenergetycznych

neutralnych cząstek gazu roboczego lub reaktywnego, odbitych od targetu, występują znaczne problemy z jego kontrolą i sterowaniem. Pomimo tego, iż uważa się, że strumień wysokoenergetycznych cząstek neutralnych może w sposób znaczący determinować właściwości warstwy, brak jest jak dotychczas uogólnień co do natury tego oddziaływania [Ross89-2, Wind96]. Wynika to przede wszystkim z ograniczonych możliwości analizy energii i gęstości strumienia tych cząstek. Gęstość i energia strumienia cząstek docierających do podłoża zależą od gęstości mocy wydzielanej na tarczycie, wydajności rozpylania targetu, ciśnienia całkowitego i ciśnienia cząstkowego gazu reaktywnego, odległości target–podłoże, napięcia polaryzacji podłoża i konfiguracji układu rozpylania. Bardzo istotne znaczenie ma również konstrukcja magnetronu, a w szczególności rozkład pola magnetycznego (rozdz. 3.6.2).

Reasumując należy podkreślić, że opis ilościowy transportu masy i energii w plazmie wyładowania magnetronowego jest zagadnieniem bardzo złożonym i może być rozpatrywany przede wszystkim w ujęciu statystycznym [Moto84, Moto86, Turn95].

3.6.2. Klasyfikacja i budowa magnetronów

W zależności od kształtu katody i targetu oraz konfiguracji pola magnetycznego, magnetrony można podzielić na planarne i cylindryczne. Wśród magnetronów planarnych najczęściej stosowane są kołowe [Chap74, Wait78, Thor81], prostokątne [Schi87-1, Mier97] lub typu delta [Schi86]. Niekiedy target ma kształt ściętego stożka, jak np. w magnetronach typu S-Gun [Clar71, Ahn83]. Osobną, liczną grupę stanowią magnetrony cylindryczne [Penf73, Thor78-1, Thor79, Gree85, Mier97]. W procesach wytwarzania twardych warstw, w szczególności warstw azotku tytanu (TiN), zastosowanie znalazły przede wszystkim magnetrony planarne (prostokątne i kołowe – rys.26) i one zostaną omówione bardziej szczegółowo.



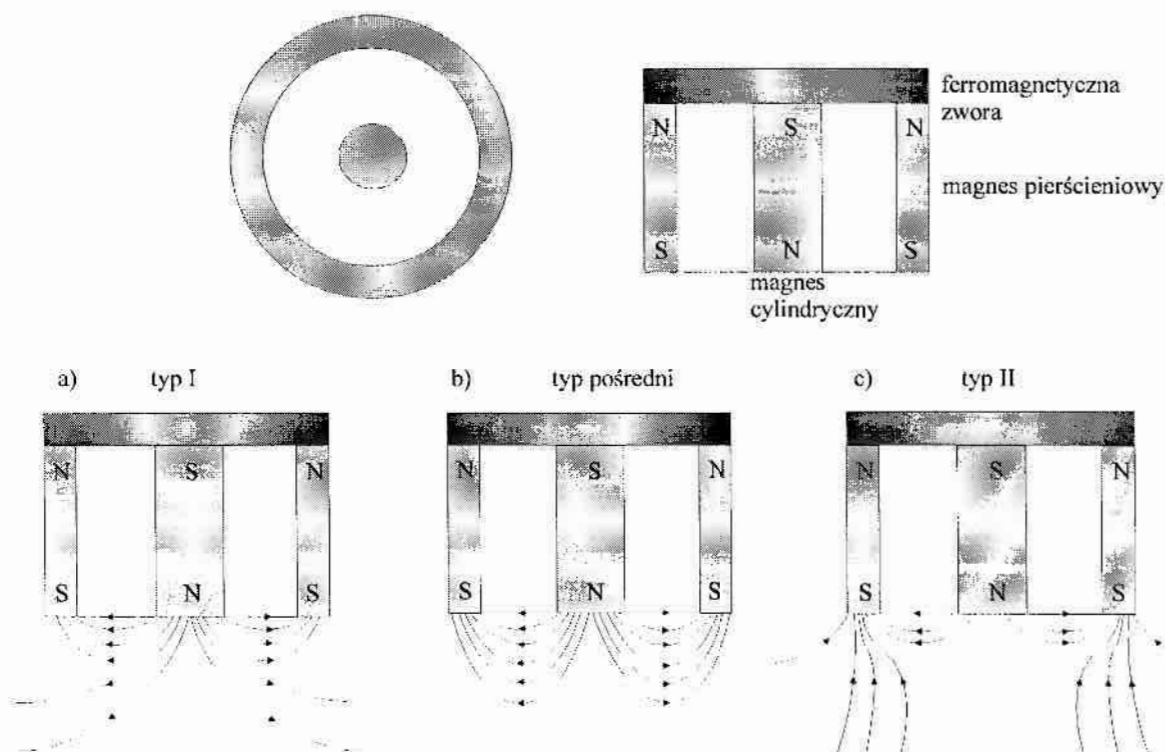
Rys.26. Schemat budowy typowego magnetronu kołowego

Katoda wraz z targetem (rys.26) osłonięta jest ekranem (stanowiącym zazwyczaj anodę magnetronu), który uniemożliwia powstanie wyładowania poza czynną powierzchnią targetu. Pod

targetem umieszczony jest układ magnetyczny o takiej konfiguracji, że linie sił pola magnetycznego zamykają się nad powierzchnią targetu, tworząc wspomniany już (rozdz.3.6.1) tunel magnetyczny, pułapujący elektrony wtórne, emitowane z targetu. Źródłem pola magnetycznego mogą być magnesy stałe [Wait78, Thor79, Wind86], elektromagnesy [Wind86, Staś89, Staś89-1, Kadl95] lub kombinacja magnesów stałych i elektromagnesów. Typowa wartość indukcji pola magnetycznego ma wartość $0,02 \div 0,03$ T [Wait78, Thor78-1], a w niektórych rozwiązaniach nawet $0,1$ T [Ahn83]. Dla typowych konfiguracji pola magnetycznego stosuje się ciśnienie z zakresu $0,2 \div 1$ Pa, napięcie katody $300 \div 800$ V i gęstość prądu wyładowania w zakresie $4 \div 60$ mA/cm², co odpowiada średniej gęstości mocy wydzielanej na targacie $1 \div 40$ W/cm² [Wait78, Thor78-1, Gree85]. Wymienione parametry pracy magnetronu dotyczą najczęściej stosowanego sposobu rozpylania, czyli w stałym polu elektrycznym (D.C.).

Specjalne rozwiązania magnetronów pozwalają uzyskiwać dużo wyższą gęstość mocy na targacie, nawet do 150 W/cm², co prowadzi do uzyskania efektu samorozpylania, tzn. podtrzymywania wyładowania magnetronowego i rozpylania przez jony rozpylanego metalu, bez udziału gazu roboczego [Posa91, Musi96].

Bardzo istotnym elementem układu rozpylania, wpływającym zarówno na parametry pracy magnetronu, jak i na właściwości wytwarzanych warstw, jest konfiguracja pola magnetycznego. Autorzy prac [Wind86, Wind86-1, Savi86], badając wpływ różnych konfiguracji pola magnetycznego kołowych magnetronów planarnych na energię i gęstość strumienia cząstek docierających do podłoża, wyróżnili trzy podstawowe typy układów magnetycznych (rys.27).



Rys.27. Typy konfiguracji pola magnetycznego w magnetronach [Wind86-1]

W pierwszym i drugim typie układu magnetycznego (rys.27) linie sił pola magnetycznego mogą obejmować swoim zasięgiem podłoże. W wyniku tego część strumienia jonów gazu, bombardujących target, może również docierać do podłoża. Rozciągnięcie plazmy w kierunku podłoża powoduje ponadto wzrost ilości cząstek rozpylanego targetu, docierających do podłoża w postaci jonów. Zjawiska te powodują wzrost gęstości prądu jonowego podłoża, a jest to szczególnie wyraźne w przypadku konfiguracji pola magnetycznego typu II. Taka konfiguracja pola magnetycznego powstaje, gdy zewnętrzny magnes jest „silniejszy” niż wewnętrzny. Magnetrony z układem magnetycznym typu II przyjęto nazywać magnetronami nie zrównoważonymi (Unbalanced Magnetron – UBM) [Wind86-1, Kadl89]. Skrót UBM jest często stosowany do określenia, a głównie wyróżnienia metody otrzymywania warstw w warunkach dużych gęstości prądu jonowego podłoża. Magnetrony, w których rozkład linii sił pola magnetycznego jest taki jak w typie I, często nazywa się magnetronami konwencjonalnymi (Conventional Magnetron – CM) [Kadl89]. W przypadku magnetronów konwencjonalnych (CM) typowa gęstość prądu jonowego podłoża ma wartość $0,1 \div 0,5 \text{ mA/cm}^2$, natomiast dla magnetronów nie zrównoważonych (UBM) uzyskuje się wartości z zakresu $1 \div 6 \text{ mA/cm}^2$ [Kadl89, Wind95, Wind96].

Zjawiska lokalizacji (pułapkowania i rozciągania) plazmy magnetronowej w obszarze target-podłoże poprzez zastosowanie różnych konfiguracji pól magnetycznych dwóch [Rodh90, Spro96], trzech [Teer88], a także czterech magnetronów [Münz91, Münz91-1] są obecnie szeroko wykorzystywane. Przykładami mogą tu być urządzenia wykorzystujące technologię ABSTM [Münz91] do wytwarzania twardych warstw, a także dane zwarte w pracach [Wind95, Spro96, Wind96].

Prace własne autora (rozdz.7.2) oraz jako współautora prac [Staś88-1, Staś89] pokazały, że możliwa jest optymalizacja rozkładu pola magnetycznego w planarnym magnetronie kołowym, pozwalająca obniżyć ciśnienie pracy magnetronu poniżej 0,1 Pa, a ponadto sterować gęstością prądu jonowego podłoża. Późniejsze prace [Ivan94, Kadl95, Mura96] z tego zakresu potwierdziły wyniki badań uzyskane przez autora niniejszej pracy.

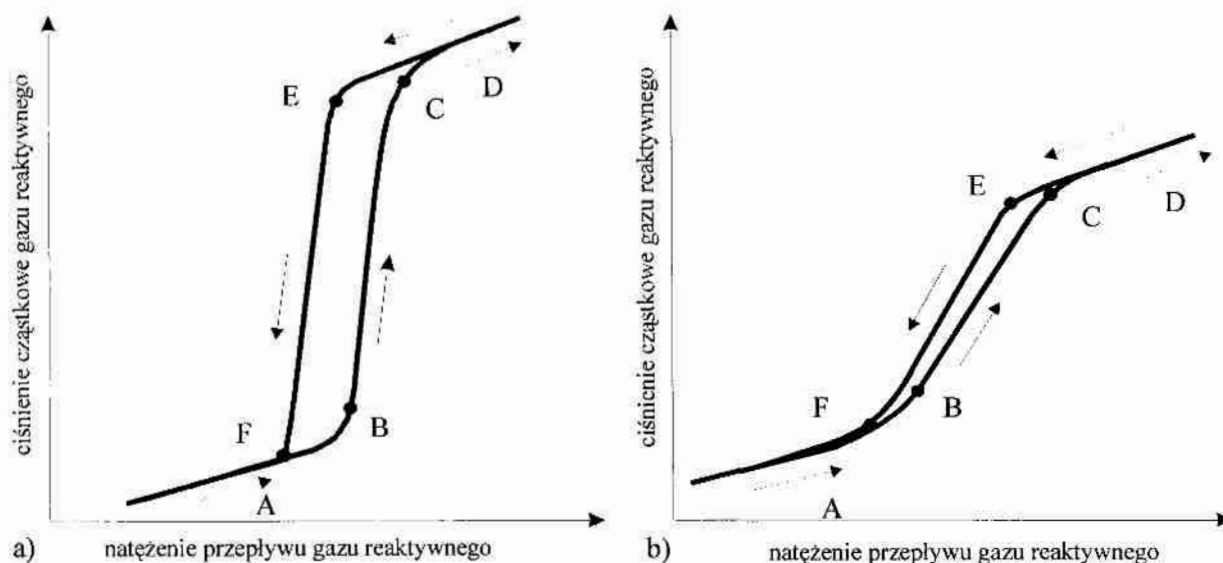
3.6.3. Rozpylanie reaktywne

W rozpylaniu reaktywnym do komory roboczej wprowadza się obok gazu roboczego (najczęściej argonu), gaz reaktywny np.: azot, tlen, acetylen itp. Przedstawiona niżej charakterystyka rozpylania reaktywnego będzie dotyczyła głównie wytwarzania warstw azotków metali (TiN), ale jest ona w znacznej części słuszna także podczas otrzymywania innych warstw, np. tlenków i węglików metali.

Rozpylanie reaktywne jest procesem o wiele bardziej skomplikowanym niż klasyczne rozpylanie w gazie obojętnym. Związane jest to z fizyczno-chemicznym oddziaływaniem gazu

reaktywnego (azotu) zarówno z powstającymi w czasie rozpylania cząstkami (jonami i atomami) metalu (tytanu), jak również z powierzchnią rozpylanego targetu i podłoża.

Typowe charakterystyki zależności ciśnienia cząstkowego azotu od natężenia jego przepływu, obrazujące procesy zachodzące w czasie rozpylania reaktywnego, przedstawiono na rys.28.



Rys.28. Zależność ciśnienia cząstkowego azotu od natężenia przepływu azotu w procesach rozpylania reaktywnego niestabilnych (a) i stabilnych (b)

Strumień azotu, wprowadzony do komory roboczej, zużywany jest przez narastającą warstwę TiN oraz pompowany przez system pompowy. Podczas stopniowego zwiększania natężenia przepływu azotu, w początkowym okresie jego ciśnienie cząstkowe rośnie bardzo wolno (rys.28a i b, odcinek A), gdyż przeważająca część wprowadzanego azotu jest zużywana na tworzenie się warstwy TiN na podłożach i innych elementach wyposażenia komory roboczej. Po przekroczeniu pewnego natężenia przepływu azotu, jego ciśnienie nagle wzrasta (rys.28a i b punkt B), gdyż w komorze roboczej znajduje się dostateczna ilość azotu do wytworzenia warstwy TiN o składzie prawie stechiometrycznym na podłożach oraz na części powierzchni targetu. Ilość azotu zużywana przez powstającą warstwę zbliża się w tym miejscu do nasycenia i każdy nawet niewielki przyrost natężenia przepływu powoduje wyraźny wzrost ciśnienia cząstkowego. Po przekroczeniu natężenia przepływu azotu odpowiadającego punktowi B, przebieg zależności zależy od tego, czy proces rozpylania w tym zakresie przepływów azotu jest niestabilny, czy stabilny [Kadl86, Spen88].

W przypadku gdy proces jest niestabilny (rys.28a), niewielki wzrost natężenia przepływu azotu powyżej punktu B spowoduje gwałtowny wzrost jego ciśnienia cząstkowego i samoistny „przeskok” do punktu C. Pośrednie wartości ciśnienia cząstkowego, tj. pomiędzy punktami B i C, nie mogą być zweryfikowane eksperymentalnie. Zjawisko to, oprócz efektu nasycenia, w znacznej części związane jest również z tzw. zatrutowaniem targetu. Nadmiar azotu powoduje bowiem to, że coraz większa część powierzchni targetu pokrywa się (zatrzuwa) warstwą TiN, która rozpyla się znacznie wolniej niż czysty tytan [Sche84, Spro87, Spro87-1]. Maleje zatem ilość rozpylonych

cząstek tytanu, a to powoduje dalszy wzrost ciśnienia cząstkowego azotu. W procesach niestabilnych zjawisko przebiega lawinowo i prowadzi do całkowitego pokrycia (zatrucia) powierzchni targetu warstwą TiN (punkt C). Zwiększanie natężenia przepływu azotu po osiągnięciu punktu C powoduje łagodny przyrost ciśnienia cząstkowego azotu (odcinek D). Podczas obniżania natężenia przepływu azotu po osiągnięciu punktu C, ciśnienie cząstkowe azotu będzie się zmieniać wzdłuż odcinka DE, gdyż w komorze wystąpi pewien nadmiar azotu, wynikający z odtruwania targetu. Po osiągnięciu punktu E nastąpi gwałtowny i samoistny spadek ciśnienia cząstkowego azotu do punktu F, wynikający z odtruwania targetu i wzrostu zapotrzebowania na azot przez narastającą warstwę. Dalsze obniżanie natężenia przepływu powoduje zmianę jego ciśnienia wzdłuż odcinka A. Opisana wyżej zależność zmian ciśnienia cząstkowego w funkcji natężenia jego przepływu w niestabilnych procesach rozpylania reaktywnego wykazuje zatem silne zjawisko histerezy.

W procesach stabilnych (rys.28b) przedstawione wyżej zjawiska również występują, ale są mniej gwałtowne i każdej wartości natężenia przepływu azotu odpowiada dobrze zdefiniowana wartość jego ciśnienia cząstkowego. Ponadto zjawisko histerezy w układach stabilnych może być prawie całkowicie wyeliminowane.

Głównym czynnikiem decydującym o stabilności bądź niestabilności procesu rozpylania reaktywnego jest szybkość pompowania gazu reaktywnego przez układ pompowy. Teoretyczne modele tego mechanizmu przedstawiono w pracach [Kadl86, Berg87, Spen88], a praktycznie potwierdzono między innymi podczas wytwarzania warstw TiN [Danr87, Bill97], ITO [Spen88] i Si₃N₄ [Okam86]. Podstawowym warunkiem stabilności procesu rozpylania reaktywnego jest to, aby każdemu przyrostowi ciśnienia cząstkowego gazu reaktywnego towarzyszył przyrost jego zużycia. Warunek ten można określić w następujący sposób [Spen88]:

$$R_p \geq - \frac{dF_g}{dp} \quad (2)$$

gdzie:

R_p – szybkość pompowania gazu reaktywnego przez układ pompowy,

F_g – natężenie przepływu gazu reaktywnego,

p – ciśnienie cząstkowe gazu reaktywnego.

Powyższe wyrażenie przedstawione w nieco innej formie, a mianowicie:

$$S_c = - \left(\frac{d\Phi_{N_2}}{dp_{N_2}} \right)_{\max} \quad (3)$$

gdzie:

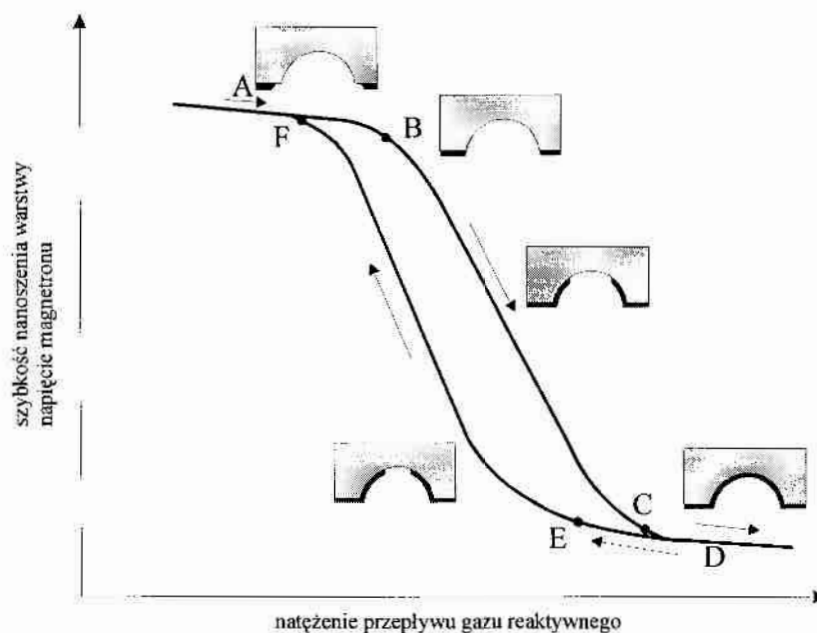
S_c – krytyczna szybkość pompowania gazu reaktywnego,

Φ_{N_2} – natężenie przepływu azotu,

p_{N_2} – ciśnienie cząstkowe azotu,

pozwała wyznaczyć tzw. szybkość krytyczną pompowania gazu reaktywnego (azotu) przez układ pompy, po zastosowaniu której proces rozpylania reaktywnego jest stabilny [Kadl86]. Badania wykazały, że efekt histerezy w stabilnych procesach rozpylania reaktywnego zanika prawie całkowicie, jeżeli szybkość pompowania gazu reaktywnego jest kilkakrotnie wyższa od szybkości krytycznej [Okam86]. Obliczenie wartości krytycznej szybkości pompowania gazu reaktywnego jest trudne, gdyż zależy ona od wielu czynników, między innymi od: stosunku wielkości powierzchni targetu do powierzchni pokrywanej [Lars88], współczynników efektywności rozpylania metalu i odpowiedniego związku [Lars88], współczynnika przylegania [Buns85], miejsca wprowadzania gazu reaktywnego do komory roboczej [Danr87, Spen88], odległości target-podłoże [Spen88], mocy rozpylania [Kadl86], ciśnienia całkowitego [Kadl86, Danr87] i stopnia zużycia targetu [Danr87].

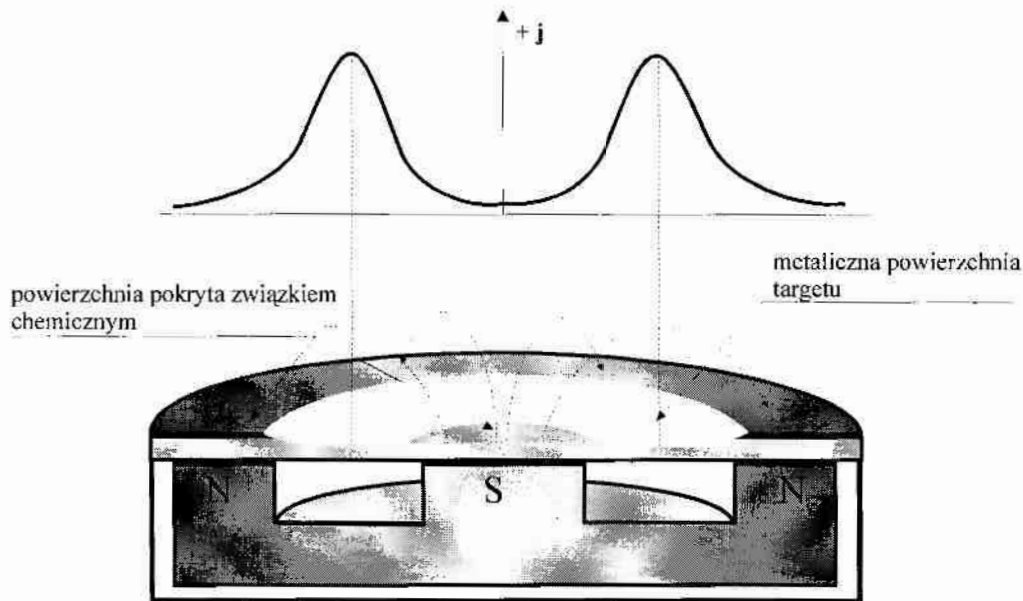
Podobnie jak dla zależności ciśnienia cząstkowego gazu reaktywnego od natężenia jego przepływu, również dla innych parametrów rozpylania reaktywnego obserwuje się zjawisko histerezy (rys.29). Na rys.29 pokazano ponadto przekroje targetu ilustrujące miejsca zatrucia, (produkty reakcji) występujące dla różnych zakresów natężenia przepływu gazu reaktywnego.



Rys.29. Zależność szybkości nanoszenia warstw oraz napięcia wyładowania magnetronowego od natężenia przepływu gazu reaktywnego [Buns85]

Pokazany rozkład produktów reakcji na targecie wynika z rozkładu gęstości prądu jonowego na jego powierzchni (rys.30). Taki rozkład gęstości prądu jonowego powoduje również nierównomierne zużywanie się targetu. Zazwyczaj [Schi84, Hmie85, Spro87-1] wyróżnia się trzy zakresy rozpylania reaktywnego (rys.28 i rys.29), związane ze stanem powierzchni targetu:

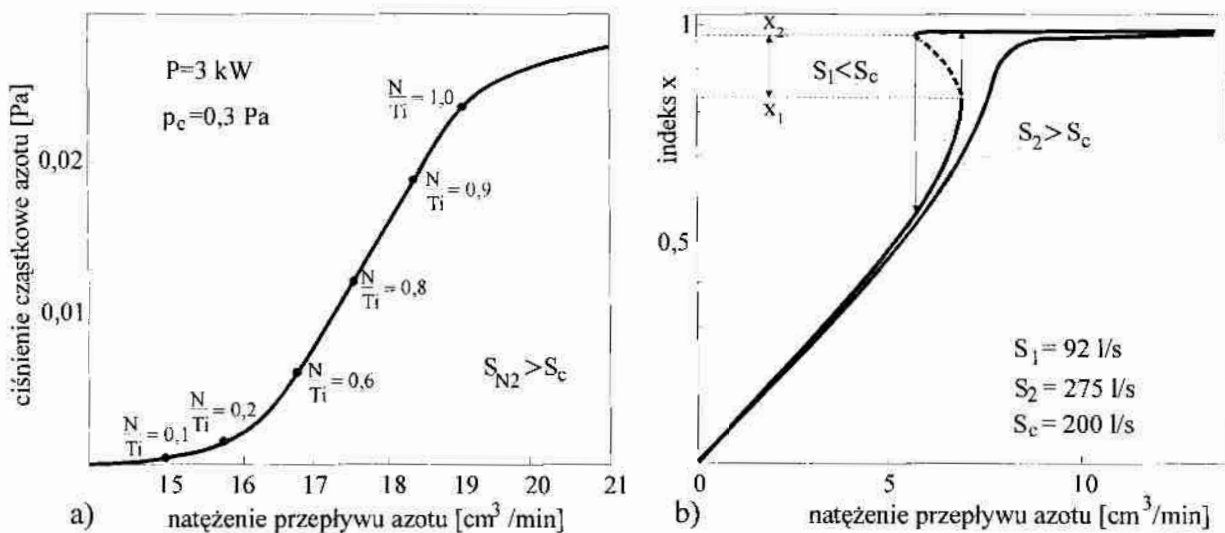
- mod metaliczny (odcinek A),
- mod przejściowy (odcinek BC),
- mod reaktywny (odcinek D)



Rys.30. Przekrój poprzeczny magnetronu oraz rozkład prądu jonowego na targecie

Zatrucie powierzchni targetu jest niekorzystnym zjawiskiem, powodującym zmniejszenie szybkości nanoszenia warstw, gdyż szybkość rozpylania na przykład azotków metali jest 2÷3 razy mniejsza od szybkości rozpylania odpowiednich metali. W przypadku wytwarzania tlenku aluminium szybkość jego rozpylania jest ponad 25 razy mniejsza niż aluminium [Schi84].

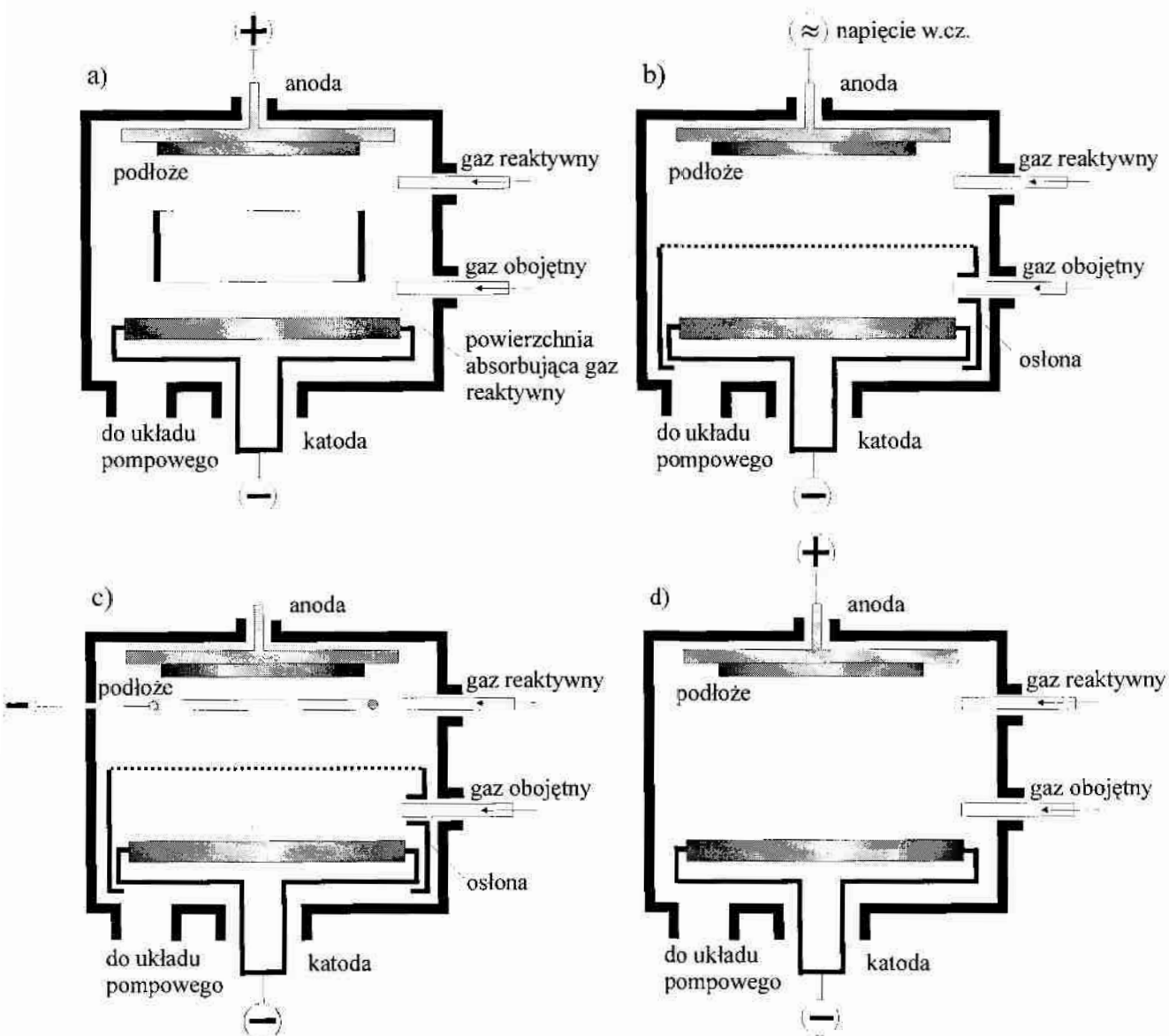
Najlepsze właściwości fizyko-chemiczne mają twarde warstwy o składzie zbliżonym do stechiometrycznego, a w przypadku azotku tytanu z niewielkim niedoborem azotu. W związku z powyższym wytwarzanie warstw azotku tytanu z dużą szybkością nanoszenia jest możliwe, jeżeli punkt pracy magnetronu ustali się w procesach niestabilnych na pograniczu modu metalicznego i przejściowego (punkt B – rys.28a), a w procesach stabilnych w zakresie modu przejściowego (odcinek BC – rys.28b). Możliwości uzyskania warstw TiN o każdym założonym składzie chemicznym są jednak znacznie większe w procesach stabilnych, gdy szybkość pompowania azotu jest duża (rys.31a).



Rys.31. Zależność składu chemicznego warstw TiN_x od natężenia przepływu azotu: a)-w procesach stabilnych [Danr87], b)-w procesach niestabilnych [Musi88]

W procesach niestabilnych uzyskanie warstw TiN_x dla $0,8 < x < 0,95$ jest praktycznie niemożliwe (rys.31b), jeżeli nie zastosuje się sprzężenia zwrotnego w układzie dozowania azotu [Hmie85, Spro87-1 Musi88, Lars88].

W celu uzyskania dużej szybkości nanoszenia oraz pożądanego składu chemicznego warstw stosuje się różne rozwiązania układów rozpylania reaktywnego (rys.32).



Rys.32. Przykłady rozwiązań układów rozpylania reaktywnego

W rozwiązaniu jak na rys.32a [Schi84], podczas wytwarzania warstw TiN , argon wprowadzano w pobliżu targetu, a azot w pobliżu podłoża. Ponadto w pobliżu targetu umieszczono „pułapkę” absorbującą azot. Szybkość nanoszenia stechiometrycznych warstw TiN w omawianym przykładzie była tylko o 40% niższa niż dla czystego tytanu. W innym rozwiązaniu [Mani80] (rys.32b), również podczas wytwarzania warstw TiN , proponuje się wprowadzenie przysłony w celu wytworzenia gradientu ciśnienia azotu. Ponadto, celem zwiększenia wydajności reakcji chemicznych, podłoże polaryzowano napięciem wysokiej częstotliwości (R.F.). Podobne

rozwiązanie (rys.32c) stosowano podczas wytwarzania warstw TiO_2 , lecz dodatkowo w pobliżu podłoża wzbudzano stałoprądowe wyładowanie jarzeniowe [Sche84]. Wprowadzanie azotu w pobliżu podłoża w postaci impulsów (rys.32d) pozwala na uzyskanie warstw TiN o składzie stechiometrycznym, z szybkością nanoszenia porównywalną z szybkością nanoszenia warstw tytanu [Spro87, Spro87-1].

W stosowanych systemach automatycznej kontroli i stabilizacji procesów rozpylania reaktywnego parametrem kontrolnym w układzie sprzężenia zwrotnego może być ciśnienie cząstkowe gazu reaktywnego [Hmie85, Spro87-1, Spro89], napięcie magnetronu [Bret83, Affi84] lub natężenie emisji wybranej linii widmowej rozpylanego metalu [Schi87-1, Comb96, Comb96-1, Spro89, Burm97]. W procesach stabilnych jako parametr kontrolny można również wykorzystać natężenie przepływu gazu reaktywnego [Danr87, Musi88-1, Bill97] lub procentowy udział gazu reaktywnego w atmosferze roboczej [Sund82, Petr94].

W niestabilnych procesach rozpylania reaktywnego systemy automatycznej stabilizacji parametrów umożliwiają uzyskanie warstw w szerokim zakresie składu chemicznego, ale jednorodność składu w całej objętości warstwy nie może być zachowana. Związane jest to z realnym czasem odpowiedzi systemu sprzężenia zwrotnego na przypadkowe zaburzenia procesu (np. mikrowyładowania łukowe). Natomiast w procesach stabilnych uzyskuje się jednorodne warstwy o każdym możliwym do osiągnięcia składzie chemicznym.

Obecnie podczas projektowania przemysłowych urządzeń do wytwarzania twardych warstw metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego coraz częściej wykorzystywane są opracowane i częściowo zweryfikowane modele procesu rozpylania reaktywnego [Lars88, Berg87, Berg88].

3.6.4. Krystalizacja warstw, w szczególności w układach rozpylania magnetronowego

W wyniku rozpylania materiału targetu atomy i jony kondensują na podłożu oraz na innych elementach wyposażenia komory roboczej. Proces wzrostu warstwy, ogólnie rzecz biorąc, jest procesem przemiany fazowej: gaz \rightarrow ciało stałe. Istnieje kilka teorii zarodkowania i wzrostu warstw [Buns85-1, Reic88, Żmij81].

W dużym uproszczeniu, proces zarodkowania można przedstawić w następujący sposób. Atom bądź jon docierający do powierzchni podłoża jest do niej przyciągany w wyniku oddziaływania momentów dipolowych i staje się tzw. adatomem. W zależności od ogólnego stanu energetycznego powierzchni, adatomy migrują po powierzchni podłoża z różną prędkością, a spotykając na swojej drodze inne adatomy, tworzą tzw. klastery. Klastery przemieszczają się po powierzchni (łącząc się z innymi) do momentu utworzenia tzw. klastra krytycznego, składającego się z kilkunastu adatomów. Klastery krytyczne stają się nieruchomymi wyspami – zarodkami. Z reguły temperatura podłoża jest stosunkowo niska i na jego powierzchni powstaje duża ilość

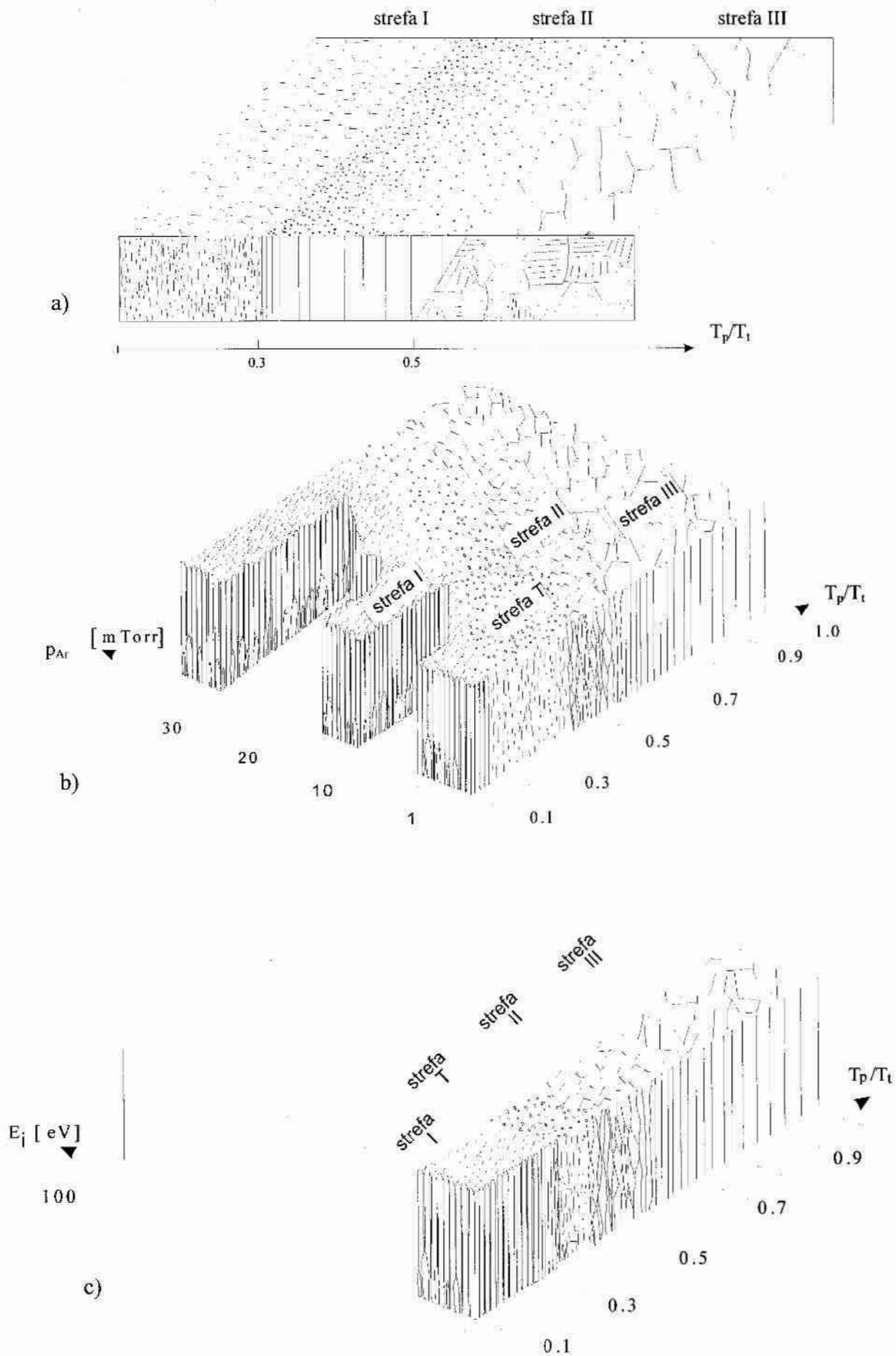
zarodków. Zarodki rozbudowują się i przekształcają w drobne ziarna, przy czym szybkość wzrostu różnych ziaren nie jest jednakowa i w dużym stopniu zależna od początkowej orientacji krystalograficznej ziarna. Struktura powstałej warstwy zależy w bardzo dużym stopniu od typu procesu wytwarzania oraz jego parametrów technologicznych.

Badania warstw metalicznych i tlenkowych wytwarzanych metodą klasycznego naparowania próżniowego wykazały, że w zależności od temperatury podłoża (T_p) odniesionej do temperatury topnienia warstwy (T_t), można wyróżnić trzy charakterystyczne strefy mikrostruktury (rys.33a) [Mowc69]. W zakresie gdy stosunek $T_p/T_t < 0,3$, warstwa charakteryzuje się wypukłościami, jednak trudno jest zdefiniować formę krystalitów. W wyższej temperaturze podłoża ($0,3 < T_p/T_t < 0,5$) krystality przyjmują wyraźną strukturę kolumnową. Natomiast dla $T_p/T_t > 0,5$ występują duże ziarna kolumnowe, będące w znacznej mierze wynikiem procesów rekrytalizacji. Badania wykazały, że twardość i wytrzymałość naparowywanych warstw maleje ze wzrostem temperatury podłoża [Mowc69].

Model stref strukturalnych warstw metalicznych, wytwarzanych metodą rozpylania magnetronowego, przedstawiono na rys.33b [Thor77, Thor86]. Powiązано tu występowanie różnych stref mikrostruktury nie tylko ze stosunkiem temperatury podłoża do temperatury topnienia warstwy T_p/T_t , ale również z ciśnieniem całkowitym procesu wytwarzania warstwy. Według przedstawionego modelu, strefa I wykazuje mikrostrukturę porowatą, zawierającą ziarna oddzielone lukami, uwarunkowaną dyfuzją powierzchniową adatomów, które nie mogą przewyciężyć efektów maskujących, wynikających z mikrochropowości powierzchni podłoża. Strefa II charakteryzuje się występowaniem ziaren kolumnowych, związanych z dominacją efektów wzrostu nad efektami rekrytalizacji. W strefie III obserwuje się wyraźną przewagę efektów rekrytalizacji. Pomiędzy strefami I i II wykazano istnienie przejściowej strefy T, nazywanej też strefą Thorntona (twórca omawianego modelu [Thor77]), charakteryzującej się zwartą, włóknistą mikrostrukturą, która tworzy się w wyniku bombardowania narastającej warstwy cząstkami (jonami i atomami) o energii kilku elektronowoltów.

Zmodyfikowany model stref strukturalnych, uwzględniający energię cząstek bombardujących narastającą warstwę, przedstawiono na rys.33c [Mess84]. Badania różnych warstw (azotków, węglików) wykazały, że dla większości zastosowań optymalne właściwości posiadają warstwy o mikrostrukturze odpowiadającej strefie T przedstawionych wyżej modeli, wytwarzane gdy temperatura podłoża T_p ma wartość ok. $0,2T_t$.

Należy tu zaznaczyć, że przedstawione na rys.33b i c modele, zbudowane na podstawie badań warstw metalicznych wytworzonych metodą rozpylania magnetronowego, są na tyle uniwersalne, że w wielu publikacjach wykorzystuje się je do oceny mikrostruktury warstw wieloskładnikowych (TiN, TiCN, TiAlN), w tym również otrzymywanych innymi metodami.



Rys.33. Modele stref strukturalnych warstw wytwarzanych metodami naporowania (a) [Mowc69] oraz rozpylania magnetonowego (b) [Thor77] i (c) [Mess84]

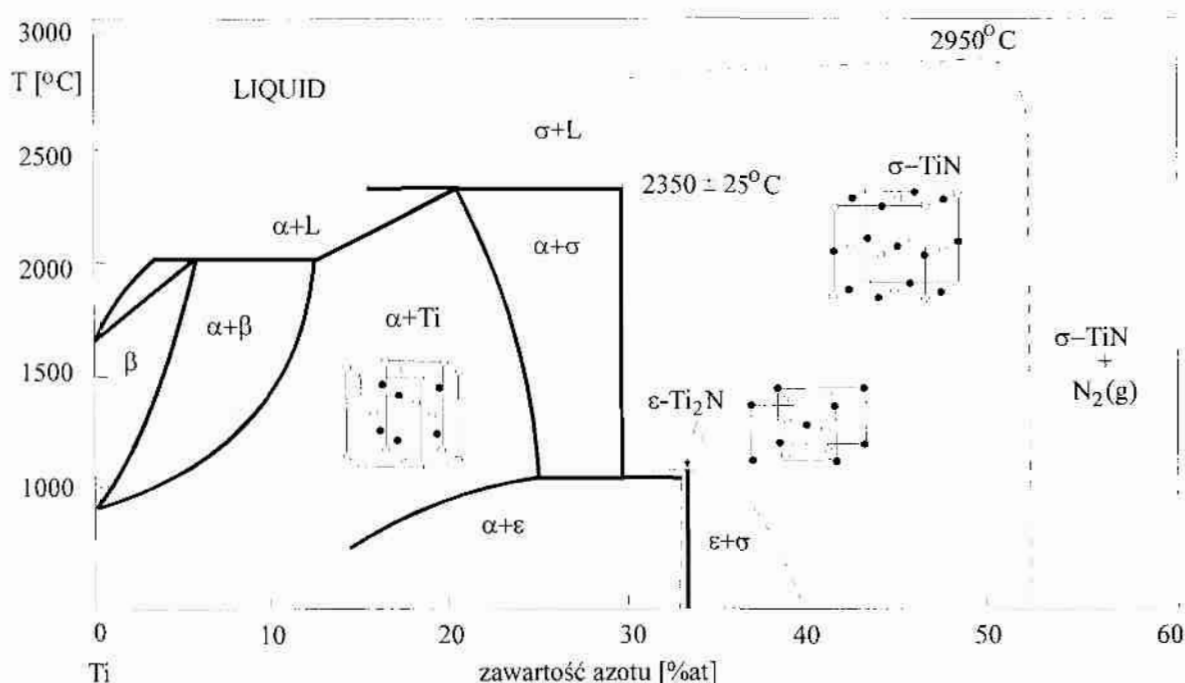
3.7. Właściwości warstw azotku tytanu wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego

Azotek tytanu (TiN) należy do grupy azotków metali przejściowych, krystalizujących w strukturze B1 (NaCl). Podstawowe właściwości fizyko-chemiczne stechiometrycznego, litego azotku tytanu oraz właściwości warstw δ -TiN_x (0,7 < x < 1,63) przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2. Właściwości azotku tytanu [Vett95, Bura95, Vsta95]

	Temp. topnienia [K]	Parametr sieci [Å]	Gęstość [g/cm ³]	Twardość [GPa]	Moduł Younga [GPa]	Współczynnik rozszerzalności termicznej [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	Przewodność cieplna [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	Odporność na utlenianie [K]	Rezystywność [μΩcm]
TiN	3223	4,24	5,4	21	590	9,4	27	-	25
δ-TiN	3222	4,23÷4,3	4,4÷5,4	4÷40	256÷590	9,35÷10,1	22	823÷873	18÷230

Wykres fazowy układu tytan – azot przedstawiono na rys.34. Jest to jedna z wersji oparta na modyfikacjach dokonanych przez autorów prac cytowanych w publikacji [Mola85].



Rys.34. Wykres fazowy układu tytan – azot [Mola85]

Badania procesów zachodzących w czasie wytwarzania warstw TiN metodą rozpylania reaktywnego wykazały, że składnikami plazmy są jony Ar⁺, Ar⁺⁺, N⁺, N₂⁺, Ti⁺ [Poit84, Petr94] oraz śladowe ilości jonów TiN⁺ [Petr94]. Autorzy prac [Poit84, Petr94] na podstawie analizy wyników badań stwierdzili, że głównym mechanizmem wzrostu warstw TiN są heterogeniczne reakcje chemiczne między tytanem i azotem, zachodzące na powierzchni narastającej warstwy. Reakcje takie zachodzą również na powierzchni targetu (zatrutowanie), a rozpylanie powstającej warstwy TiN

następuje najczęściej poprzez oddzielne uwalnianie atomów tytanu i azotu. Rozpylone molekuly TiN praktycznie natychmiast dysocjują w plazmie [Poit84].

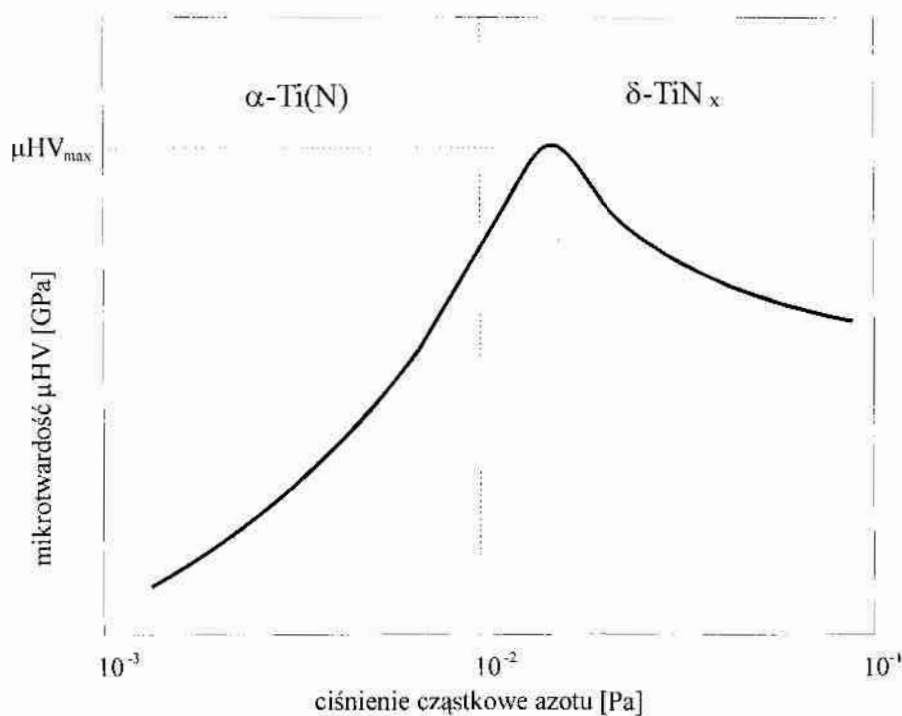
Badania wpływu ciśnienia cząstkowego azotu na właściwości warstw TiN wytwarzanych metodami reaktywnego rozpylania R.F. [Sund82, Sund84], reaktywnego rozpylania D.C. [Ahn83, Lamp84] oraz reaktywnego rozpylania magnetronowego D.C. i R.F. [Musi86, Musi88, Elst94, Meng97, Lou97] pokazują, że heksagonalna faza α -Ti(N) (rys.34) występuje, gdy zawartość azotu w warstwie nie przekracza 35% at. W fazie α -Ti(N) atomy azotu wbudowane są w luki oktaedryczne, co powoduje ekspansję sieci. W zakresie zawartości 15÷40% at. azotu, składnikiem warstwy może być tetragonalna faza ϵ -Ti₂N. Faza ta powstaje gdy szybkość nanoszenia jest niska ($a_D < 0,02 \mu\text{m}/\text{min}$) [Sund84, Mola85] i z reguły w warstwach nie jest obecna [Ahn83, Poit84, Musi86, Musi88, Elst94, Meng97, Lou97]. Uzyskanie znacznego udziału fazy ϵ -Ti₂N w warstwie, dla wyższej szybkości nanoszenia ($a_D > 0,1 \mu\text{m}/\text{min}$), jest możliwe w przypadku zastosowania wysokiej temperatury podłoża ($T_p > 823 \text{ K}$) oraz bardzo intensywnego bombardowania jonami w czasie wzrostu warstwy [Poul89]. Należy tu również podkreślić, że faza ϵ -Ti₂N jest tzw. fazą liniową [Sund84], tzn. o ściśle określonym składzie (33% at. azotu) i trudne jest jej uzyskanie w wyizolowanej postaci. Gdy zawartość azotu w warstwie przekracza 35% at., głównym jej składnikiem staje się regularna faza δ -TiN_x, a indeks x może przyjmować wartości w zakresie od 0,7 [Sund82, Sund84] do 1,63 [Lamp84].

Podstawowymi właściwościami decydującymi o przydatności twardych warstw, w tym również warstw TiN, do pokrywania narzędzi i części maszyn są mikrotwardość i adhezja, których wartości zależą od składu chemicznego i fazowego oraz mikrostruktury warstwy, tj. wielkości ziaren i ich orientacji krystalograficznej, gęstości defektów punktowych i liniowych, morfologii oraz makro- i mikronaprzeżeń.

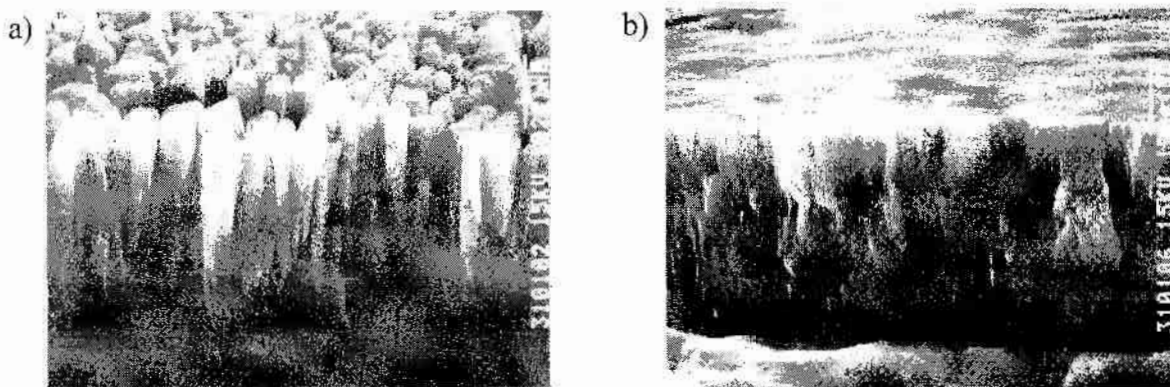
Jakościową zależność mikrotwardości warstw TiN od ciśnienia cząstkowego azotu, charakterystyczną dla warstw wytwarzanych metodami rozpylania reaktywnego, przedstawiono na rys.35. Maksymalna mikrotwardość może mieć wartość 22 GPa [Sund82], ok.30 GPa [Buch84, Münz85, Spro89-1, Elst94], 40 GPa [Musi86, Valv87], a nawet 75 GPa [Musi88]. Podane wyniki badań mikrotwardości dotyczą warstw δ -TiN_x, wytwarzanych w temperaturze z zakresu 373÷773 K.

Badania wpływu napięcia polaryzacji podłoża pokazują, że ze wzrostem tego napięcia maleje średnia wielkość ziarna [Poit84, Petr92, Joua94], natomiast wartość parametru sieci wzrasta [Poit84, Petr92]. Nieco inne wyniki badań przedstawiono w pracy [Sund82], gdzie stwierdza się, że wielkość ziaren początkowo wzrasta ze wzrostem wartości napięcia polaryzacji do $U_B = -200 \text{ V}$, a następnie maleje. Ponadto w całym zakresie zastosowanego napięcia polaryzacji podłoża

obserwowano spadek wartości parametru sieci [Sund82]. Mikrotwardość warstw TiN wzrasta ze wzrostem napięcia polaryzacji podłoża [Münz85, Schi87, Bull88, Spro89-1, Adja95], natomiast ich adhezja może ulegać pogorszeniu [Bull88]. Ogólnie można stwierdzić, że zastosowanie w czasie wzrostu warstw TiN ujemnej polaryzacji podłoża wpływa korzystnie na mikrostrukturę (rys.36) i w konsekwencji na ich właściwości.



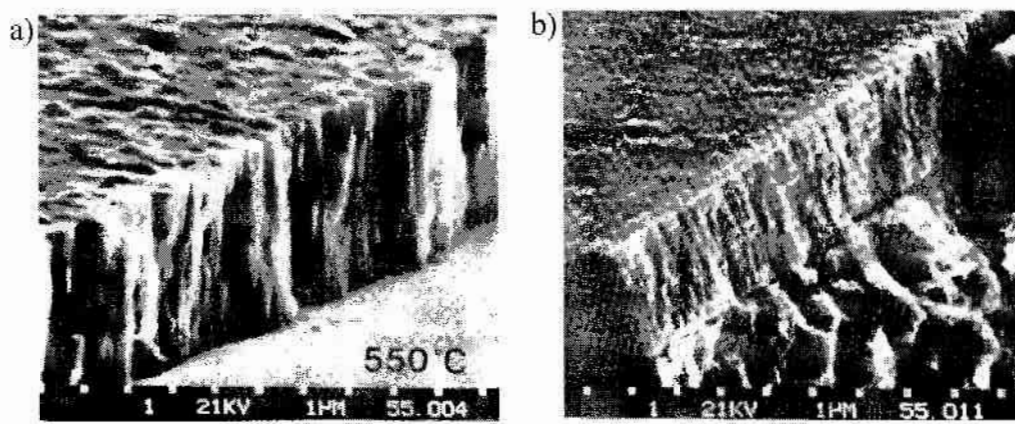
Rys.35. Jakościowa zależność mikrotwardości warstw TiN od ciśnienia cząstkowego azotu



Rys.36. Mikrostruktura warstw TiN, wytworzonych metodą reaktywnego rozpylania magnetonowego w warunkach zbyt niskiego (a) i korzystnego (b) napięcia polaryzacji podłoża [Münz85]

Bardzo istotnymi parametrami procesu wytwarzania warstw są: temperatura podłoża oraz rodzaj materiału podłoża [Hibb84, Vall87, Jaro89, Comb96-1]. Ze wzrostem temperatury podłoża w zakresie $T_p=473\div 873$ K, mikrotwardość warstw TiN wytwarzanych na stali nierdzewnej wzrasta [Hibb84, Münz85, Comb96, Comb96-1], natomiast wytwarzanych na stali szybkootanęj początkowo wzrasta (do $T_p=673$ K), a następnie maleje. Jedną z przyczyn powyższego efektu jest różnica w składzie fazowym powyższych materiałów. Stal nierdzewna nie zawiera węglików,

natomiast stal szybko tnąca zawiera ziarna węglików typu MC, głównie węglika wanadu (VC), oraz typu M_6C . Identyczna struktura krystaliczna, zbliżone wartości parametru sieci węglika wanadu ($a_{VC}=4,16 \text{ \AA}$) i azotku tytanu ($a_{TiN}=4,24 \text{ \AA}$) oraz wzajemna rozpuszczalność sprzyjają powstawaniu silnych wiązań atomowych między tymi materiałami. Gdy temperatura podłoża T_p jest wyższa niż 473 K, możliwy jest wzrost epitaksjalny azotku tytanu na ziarnach węglika wanadu [Hult85]. W wyższej temperaturze efektem epitaksji jest wzrost dużych ziaren azotku tytanu w otoczeniu mniejszych, rosnących na martenzytycznej osnowie, a to prowadzi do wytworzenia niekorzystnej, niejednorodnej mikrostruktury warstwy (rys.37a). Efekt rozrostu ziaren azotku tytanu może być znacznie ograniczony poprzez zastosowanie ujemnej polaryzacji podłoża w czasie wzrostu warstwy (rys.37b).



Rys.37. Mikrostruktura warstw TiN wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego w temperaturze $T_p=823 \text{ K}$ i napięciu polaryzacji podłoża $U_B=0 \text{ V}$ -(a) oraz $U_B=-300 \text{ V}$ -(b), [Hibb84]

Silna koherencja azotku tytanu i węglika wanadu ma bardzo pozytywny wpływ na adhezję warstw [Helm85, Hult85]. W związku z powyższym, szczególnie dobrą adhezję wykazują warstwy TiN wytwarzane na stali szybko tnącej, wykonanej metodą metalurgii proszków (np. ASP30), która zawiera dużą ilość drobnych i równomiernie rozłożonych ziaren węglika wanadu [Helm85, Bill85].

W zależności od temperatury podłoża, na jego powierzchni występują różne tlenki żelaza, przy czym identyczną strukturę krystalograficzną oraz zbliżony do azotku tytanu parametr sieci ma tlenek żelaza FeO ($a_{FeO}=4,31 \text{ \AA}$) [Helm85]. Podobnie jak w przypadku węglika wanadu, wysoki stopień koherencji FeO i TiN sprzyja dobrej adhezji warstw TiN. Ponieważ redukcja wyższych tlenków żelaza w próżni (np. Fe_2O_3 do FeO) zachodzi, gdy temperatura podłoża $T_p > 673 \text{ K}$ [Helm85], wysokiej adhezji warstw TiN należy oczekiwać, jeżeli w momencie rozpoczęcia procesu wytwarzania warstwy temperatura podłoża będzie wyższa od wyżej wskazanej.

Jednym z podstawowych warunków uzyskania epitaksjalnego wzrostu azotku tytanu na ziarnach węglika wanadu i generalnie dobrej adhezji warstw TiN jest przeprowadzenie procesu

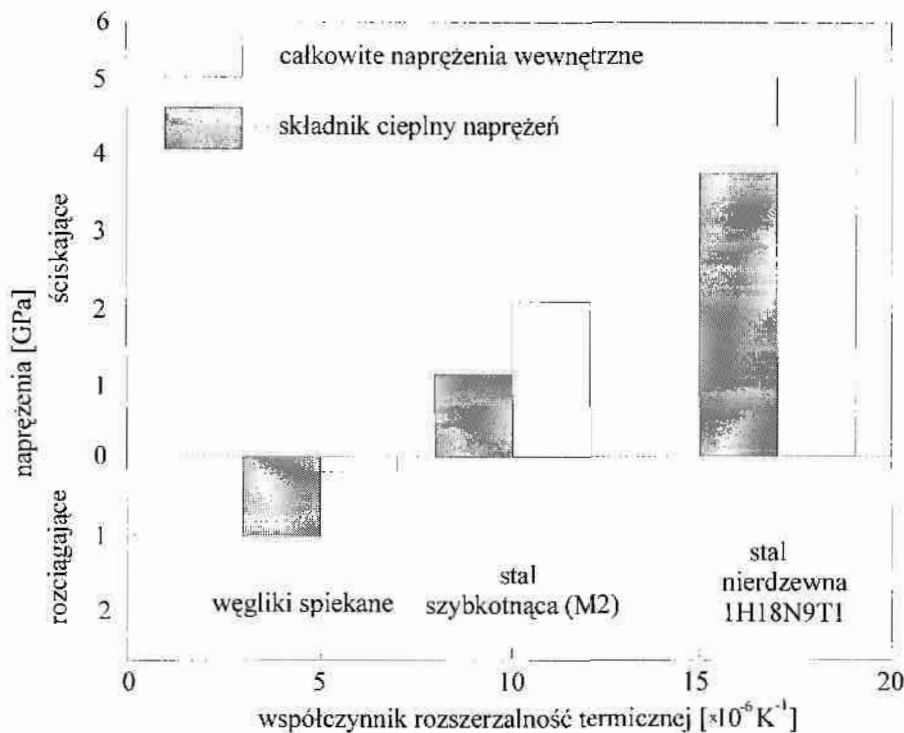
oczyszczania jonowego powierzchni podłoża [Hibb84, Hult85, Helm85, Vall85, Matto85, Matto96], przy czym autorzy cytowanych prac zwracają szczególną uwagę na właściwy dobór parametrów tego procesu.

Często w celu uzyskania dobrej adhezji warstw TiN, w pierwszej fazie procesu po oczyszczeniu jonowym, wytwarza się warstwę tytanu o grubości $0,1 \div 0,2 \mu\text{m}$ [Helm85, Vall85, Buec94]. Wykorzystuje się tu zjawisko dużego powinowactwa tytanu do tlenu, którego efektem może być korzystna redukcja wyższych tlenków żelaza i chromu [Helm85], co sprzyja utworzeniu warstwy przejściowej (pseudodyfuzyjnej), dobrze związanej z podłożem. Ponadto wprowadzenie przejściowej warstwy tytanu powoduje korzystne zmniejszenie naprężeń ścinających w strefie przejściowej między podłożem i warstwą TiN [Matt94]. Zastosowanie przejściowej warstwy tytanu zawsze korzystnie wpływa na adhezję warstw wytwarzanych gdy temperatura podłoża jest niższa od 673 K. Jednak w przypadku stali szybko tnącej, gdy temperatura podłoża $T_p > 673 \text{ K}$, lepszą adhezję wykazują warstwy TiN wytwarzane bez przejściowej podwarstwy tytanu [Helm85]. Zastosowanie przejściowej warstwy tytanu może być niekorzystne, gdy temperatura podłoża T_p jest wyższa niż 773 K, wskutek dyfuzji węgla z podłoża do warstwy tytanu i utworzenia cienkiej warstwy węgla tytanu [Vall85, Erde89]. Efektem tego procesu może być niekorzystna zmiana właściwości wierzchniej warstwy materiału podłoża (odwęglenie) oraz pogorszenie adhezji całego pokrycia (TiC+Ti+TiN), gdyż adhezja warstw węgla tytanu na stalach jest gorsza niż warstw TiN.

Badania adhezji metodą rysy wykazują, że w zależności od warunków wytwarzania warstw TiN, wartość obciążenia krytycznego może się zmieniać w szerokim zakresie, tj. od $L_c = 10 \text{ N}$ [Vall87, VSta93] do 80N [Spro89-1]. Wyniki badań adhezji twardych warstw w znacznym stopniu zależą od chropowatości powierzchni podłoża i ze wzrostem chropowatości, szczególnie gdy $R_a > 0,4 \mu\text{m}$, wartość obciążenia krytycznego wyraźnie maleje [Vall87, Prec90, Subr93-1]. Adhezja warstw TiN wzrasta ze wzrostem twardości podłoża [Helm85, Vall85, Bill85] oraz ze wzrostem grubości warstwy [Buch84, Vall85, Perr88], natomiast ze wzrostem mikrotwardości warstwy z reguły maleje [Burn87-1].

Bardzo istotną właściwością układu warstwa–podłoże są naprężenia wewnętrzne [Sund82, Valv87, Rick88, Rick88-1, Rick89, Oett95]. Wartość i rodzaj naprężeń wewnętrznych w twardych warstwach zależą od współczynników rozszerzalności temperaturowej warstwy i podłoża (rys.38) oraz od sposobu wzrostu warstwy (wielkości i jednorodności ziaren, gęstości defektów punktowych i liniowych, por itp.) [Sund82, Rick89]. Wartość ściskających naprężeń wewnętrznych w warstwach TiN, wytwarzanych na stali szybko tnącej, zależy w znacznym stopniu od parametrów procesu technologicznego, w szczególności od temperatury podłoża i napięcia polaryzacji podłoża i może osiągać 5 GPa [Schi87, Rick89, Oett95] do 9 GPa [Rick88-1]. Pozytywnym efektem wysokich naprężeń ściskających w warstwach TiN wytwarzanych na stali szybko tnącej jest wysoka

mikrotwardość warstw [Rick89], natomiast negatywnym (czasami) niska adhezja [Oett95]. Wysokie naprężenia wewnętrzne, występujące w warstwach TiN wytwarzanych na stali nierdzewnej (rys.38), są jedną z głównych przyczyn znacznie niższej adhezji tych warstw w porównaniu z wytwarzanymi na stali szybkoctnącej [Vall87].



Rys.38. Wpływ współczynnika rozszerzalności temperaturowej podłoża na wartość i rodzaj naprężeń w warstwach TiN, wytwarzanych metodą rozpylania reaktywnego [Rick89]. Zaciemnione pola reprezentują składnik naprężeń, wynikający z różnicy współczynników rozszerzalności temperaturowej podłoża i warstwy TiN

Odporność na zużycie ściernie, erozyjne i ciepłne są właściwościami, które obok mikrotwardości i adhezji twardych warstw, decydują o trwałości narzędzi i części maszyn pokrytych tymi warstwami. Odporność na zużycie ściernie warstw TiN, w przypadku kontaktu ze stalą konstrukcyjną, jest ponad dwa rzędy wyższa w porównaniu ze zużyciem ściernym stali szybkoctnącej [Hede89]. Współczynnik tarcia suchego warstw TiN w kontakcie z niskostopową stalą konstrukcyjną ma wartość ok. 0,1 [Hede89], ze stalą łożyskową od 0,3 [Hogm94] do 0,5 [Habi86], a ze stalą nierdzewną powyżej 0,5 [Hede89]. W kontakcie z innymi materiałami, np. z Al_2O_3 , współczynnik tarcia warstw TiN ma wartość 0,5 [Habi89], a z Si_3N_4 – 0,8 [Wils96]. Współczynnik tarcia warstw TiN z reguły maleje ze wzrostem prędkości poślizgu [Hede89, Habi93], natomiast zużycie ściernie wzrasta [Hede89]. Wzrost zużycia wynika głównie ze wzrostu temperatury w strefie kontaktu trących materiałów i gdy temperatura jest wyższa niż 850 K [Münz85] następuje szybkie zużywanie się warstwy TiN poprzez utlenianie. Ze wzrostem twardości warstw TiN wzrasta ich odporność na zużycie ściernie [Bull88, Habi93, Hogm94, Hogm97] i erozyjne [Rick87].

Warstwy TiN stosowane są również w elektronice, głównie jako bariery dyfuzyjne [Witt85], oraz w elektrotechnice jako substytut materiałów stosowanych na styki elektryczne [Erns85, Rudo97], stąd ich właściwości elektryczne, a szczególnie rezystywność, była i jest przedmiotem wielu badań [Sund82, Ahn83, Lamp84, Sund84, Math94, Meng97]. Najniższą rezystywność, tj. $18 \mu\Omega\text{cm}$, wykazują monokrystaliczne warstwy TiN [Sund84], natomiast dla warstw polikrystalicznych uzyskuje się wartości w zakresie $25\div 230 \mu\Omega\text{cm}$ [Sund82, Ahn83, Lamp84, Dear90, Math94, Meng97]. Znaczna rozbieżność wyników badań wynika z tego, że rezystywność warstw w dużym stopniu zależy od ich składu chemicznego i fazowego, mikrostruktury oraz rodzaju i ilości zanieczyszczeń. Zależność rezystywności warstw TiN od składu chemicznego jest na tyle wyraźna, że może być wykorzystywana do oceny ich stechiometrii [Sund82, Witt85]. Zanieczyszczenia, szczególnie tlenem, powodują znaczny wzrost rezystywności warstw TiN [Ahn83, Lamp84] oraz duże zmiany temperaturowego współczynnika rezystywności [Dear90]. Duża zależność rezystywności warstw TiN od cech mikrostruktury powoduje, że zarówno temperatura, jak i napięcie polaryzacji podłoża mają istotny wpływ na rezystywność i generalnie ze wzrostem temperatury i napięcia polaryzacji podłoża ich rezystywność maleje [Witt85, Math94].

Azotek tytanu należy do grupy materiałów o właściwościach nadprzewodzących i w postaci litej jego temperatura przejścia w stan nadprzewodzący, tj. temperatura krytyczna $T_c=5,5 \text{ K}$ [Gurv85]. Natomiast dla warstw TiN otrzymuje się wartości od $4,38 \text{ K}$ [Gurv85] do $5,2 \text{ K}$ [Staš88-1]. Temperatura krytyczna, w znacznie większym stopniu niż rezystywność, zależy od składu chemicznego i mikrostruktury, a szczególnie od czystości warstwy.

Warstwy azotku tytanu, z uwagi na ich atrakcyjną żółto-złotą barwę, wysoką odporność na zużycie ścierne oraz korozję [Korh94], stosowane są często jako pokrycia dekoracyjne [Perr88, Münz85, Beck93]. Barwę najbardziej zbliżoną do złotej mają warstwy TiN o składzie stechiometrycznym, mikrostrukturze strefy T (rozdz.3.6.4), orientacji krystalograficznej (111) oraz z niewielkim dodatkiem węgla [Perr88, Rand89].

Przedstawione wyżej wyniki badań dotyczyły warstw TiN, wytwarzanych metodą rozpylania reaktywnego diodowego w zakresie ciśnienia całkowitego $0,9\div 18,6 \text{ Pa}$ [Joha84, Poit84, Lamp84, Bull88] oraz reaktywnego rozpylania magnetronowego gdy stosowano ciśnienie całkowite $0,3 \text{ Pa}$ [Musi86, Musi88-1], $0,67 \text{ Pa}$ [Sund82, Hibb84, Hult85, Helm85, Jaro89], 1 Pa [Poit84, Spro85, Münz85, Spro87-1, Meng97] oraz 5 Pa [Kadl89]. W literaturze nie znajduje się wyników badań właściwości warstw TiN wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego w ciśnieniu całkowitym poniżej $p_c=0,3 \text{ Pa}$. Krótką informację w tym zakresie przedstawiono w pracy [Čern94], w której stwierdza się, że gdy ciśnienie całkowite ma wartość mniejszą niż $0,09 \text{ Pa}$, wytwarzane warstwy TiN mają zwartą mikrostrukturę i wysoką twardość, nawet jeżeli polaryzacja podłoża nie jest stosowana.

Wyniki badań wybranych właściwości warstw TiN wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego w warunkach niskiego ciśnienia całkowitego ($p_c=0,08$ Pa) przedstawiono w pracy [Staś88-1], której autor jest współtwórcą.

Analiza wyników badań przedstawionych w publikacjach cytowanych w niniejszym rozdziale pokazuje, że warstwy TiN wykazują korzystniejsze właściwości, jeżeli podczas ich wytwarzania ciśnienie całkowite jest niskie. Wyniki badań właściwości warstw TiN wytwarzanych metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego z zastosowaniem ciśnienia całkowitego o wartości $p_c=0,08$ Pa przedstawiono w rozdziale 7 niniejszej pracy.

3.8. Wnioski z analizy literatury

Wnioski z analizy literatury i uzupełniających ją rozważań własnych podzielono na dwie grupy. W pierwszej grupie sformułowano wnioski dotyczące zagadnień związanych z oceną efektów użytkowych, wynikających z pokrywania narzędzi skrawających twardymi warstwami, w szczególności warstwą TiN. W drugiej grupie przedstawiono wnioski dotyczące zagadnień związanych z wytwarzaniem warstw TiN, w szczególności metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego.

Pierwsza grupa wniosków jest następująca:

1. Badania i praktyka produkcyjna pokazują, że narzędzia skrawające pokrywane twardymi warstwami wykazują często znacznie większą zmienność trwałości niż narzędzia nie pokrywane.
2. W publikacjach nie znajduje się wyników badań przyczyn obserwowanego niekiedy znacznego rozrzutu przyrostu trwałości ostrzy narzędzi skrawających, w wyniku pokrycia twardymi warstwami; w szczególności brak jest badań wpływu dokładności wykonania narzędzi skrawających na zużycie i trwałość ostrzy po pokryciu twardą warstwą – analizy autora wskazują jednak, że wpływ ten może być bardzo istotny.
3. Największy przyrost trwałości wynikający z zastosowania twardych warstw, uzyskuje się dla narzędzi skrawających o dużej liczbie ostrzy, pracujących w trudnych warunkach, takich jak narzędzia do obróbki uzębień, gwintowniki oraz narzędzia specjalne – często jednak zróżnicowanie tego przyrostu przekracza akceptowalny zakres rozrzutu.
4. Najczęściej stosowanym miernikiem efektów, wynikających z pokrywania narzędzi skrawających twardymi warstwami, jest przyrost trwałości ostrzy tych narzędzi w stosunku do trwałości ostrzy narzędzi nie pokrywanych.
5. W literaturze brak jest kryteriów, na podstawie których można byłoby oceniać przydatność danej grupy narzędzi do pokrywania twardymi warstwami, w szczególności kryteriów

wskazujących, czy spodziewane efekty technologiczne i ekonomiczne będą większe od kosztów ich uzyskania.

W zakresie wytwarzania twardych warstw sformułowano następujące wnioski:

1. Reaktywne rozpylanie magnetronowe, z uwagi na wiele zalet, jest metodą często wykorzystywaną do wytwarzania twardych warstw, w tym również warstw TiN.
2. Zrealizowanie powtarzalnych procesów wytwarzania warstw TiN możliwe jest szczególnie w tzw. stabilnych procesach rozpylania reaktywnego.
3. Z uwagi na zakres ciśnienia całkowitego, stosowanego w metodach reaktywnego rozpylania magnetronowego, uzyskanie warstw TiN, o korzystnych właściwościach, na ostrzach narzędzi skrawających, wymaga z reguły zastosowania wysokiego ujemnego napięcia polaryzacji podłoża, niekorzystnego w przypadku pokrywania narzędzi o skomplikowanym kształcie.
4. Twarde warstwy o korzystnych właściwościach, tj. o wysokiej mikrotwardości, dobrej adhezji oraz zwartej włóknistej mikrostrukturze, uzyskuje się w układach reaktywnego rozpylania magnetronowego z tzw. niezrównoważonym magnetronem (UBM), zapewniających intensywne bombardowanie jonowe narastającej warstwy.
5. W publikacjach brak jest wyników badań właściwości warstw TiN, wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego z zastosowaniem ciśnienia całkowitego poniżej 0,1 Pa.

4. Tezy i zakres pracy

Właściwości użytkowe narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami, zależą nie tylko od właściwości twardej warstwy, metody i procedury jej wytwarzania oraz warunków i parametrów obróbki skrawaniem, ale również od właściwości i dokładności wykonania narzędzi przeznaczanych do pokrywania. Znaczne niekiedy zróżnicowanie efektów wynikających z zastosowania twardych warstw wskazuje na potrzebę racjonalnego wyboru narzędzi do pokrywania, jak również doskonalenia procesów wytwarzania takich warstw, szczególnie w kierunku uzyskania dużej ich powtarzalności.

Wolniejsze zużywanie się ostrzy pokrywanych narzędzi skrawających wynika przede wszystkim z wysokiej odporności twardych warstw na zużycie ściernie i adhezyjne. Jednakże mechanizm zużycia pokrytych ostrzy zależy nie tylko od właściwości twardej warstwy, ale w dużym stopniu również od właściwości materiału ostrza. Wystąpienie zużycia wytrzymałościowego, np. wskutek odkształcenia plastycznego wierzchniej warstwy materiału ostrza, wynikającego ze zwiększonego obciążenia, zależy głównie od właściwości materiału ostrza. Trudno bowiem oczekiwać, aby wytworzona warstwa o grubości kilku mikrometrów, posiadająca nawet wysoką twardość, była zdolna zapobiec procesowi powstawania naprężeń i odkształceń w warstwie wierzchniej materiału ostrza. Strefa podwyższonych temperatur i naprężeń obejmuje znacznie głębsze obszary materiału ostrza niż grubość wytworzonej twardej warstwy.

W narzędziach do obwiedniowej obróbki uzębień, zwłaszcza we frezach ślimakowych, ostrza skrawają w bardzo trudnych warunkach warstwy o zróżnicowanym kształcie i przekroju. Obciążenie kolejnych ostrzy freza ślimakowego zależy nie tylko od położenia względem ostrza centralnego, ale także od niedokładności kształtu i położenia ostrzy, które już wykonały pracę skrawania. Znajomość zależności między dokładnością wykonania freza ślimakowego, jak również i innych narzędzi skrawających, a zużyciem i trwałością ostrzy po pokryciu twardą warstwą może mieć duże znaczenie nie tylko poznawcze, ale przede wszystkim praktyczne. Mogłaby bowiem poszerzyć wiedzę w zakresie przyczyn zróżnicowania trwałości, a ponadto określić sposoby optymalizacji efektów pokrywania narzędzi skrawających.

Uwzględniając powyższe, przyjęto następującą pierwszą tezę pracy:

- 1. Zróżnicowanie dokładności wykonania frezów ślimakowych, nawet tylko w zakresie jednej klasy dokładności, ma istotny wpływ na rozrzut wartości parametrów opisujących zużycie i trwałość ostrzy pokrytych warstwą TiN. Należy oczekiwać silnej korelacji między syntetycznym wskaźnikiem jakości freza ślimakowego a przyrostem trwałości jego ostrzy po pokryciu warstwą TiN.**

Prawidłowa ocena trwałości ostrzy narzędzi pokrywanych może być dokonana, jeżeli zastosuje się taką metodę wytwarzania twardych warstw, która zapewni dużą powtarzalność procesu technologicznego. Jedną z metod wytwarzania twardych warstw, która może spełnić powyższe wymagania, jest stałoprądowe reaktywne rozpylanie magnetronowe. W typowych urządzeniach do wytwarzania warstw tą metodą stosuje się zazwyczaj ciśnienie całkowite z zakresu 0,3÷0,8 Pa. Dla takich wartości ciśnienia całkowitego zachodzi konieczność stosowania wysokiego ujemnego napięcia polaryzacji podłoża, a ponadto strefa między targetem a podłożem, w której następuje krystalizacja warstwy o pożądanym składzie chemicznym, jest bardzo wąska. Wskazane wyżej czynniki są niekorzystne podczas wytwarzania twardych warstw na narzędziach o skomplikowanym kształcie, takich jak frezy ślimakowe. Zgodnie z modelami stref strukturalnych warstw wytwarzanych metodami rozpylania magnetronowego (rozdz.3.6.4), niższe napięcie polaryzacji podłoża można zastosować, jeżeli obniży się ciśnienie całkowite procesu wytwarzania warstwy.

Zazwyczaj warstwy TiN wytwarzane są w niestabilnych procesach rozpylania reaktywnego (rozdz.3.6.3). Może to powodować zakłócenia podczas rozpylania, a w konsekwencji ograniczyć powtarzalność kolejnych procesów wytwarzania warstw. Dużą powtarzalność procedury wytwarzania warstw można uzyskać w stabilnych procesach rozpylania reaktywnego, ale wymagają one zastosowania dużej szybkości pompowania gazu reaktywnego. Korzystnie na stabilność procesu rozpylania reaktywnego wpływa również zastosowanie takiego sposobu wprowadzania gazów do komory roboczej, który umożliwi izolowanie targetu od wpływu gazu reaktywnego.

Mając powyższe na uwadze, przyjęto drugą tezę pracy:

- 2. Zastosowanie ciśnienia całkowitego poniżej 0,1Pa, podczas wytwarzania warstw TiN metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, pozwoli: obniżyć wartość napięcia polaryzacji podłoża, rozszerzyć strefę między targetem a podłożem, w której powstaje warstwa o stałym składzie chemicznym oraz uzyskać dużą szybkość pompowania gazu reaktywnego (azotu) konwencjonalnym systemem pompowym z pompą dyfuzyjną. W efekcie umożliwi to wytwarzanie warstw TiN o powtarzalnych i korzystnych właściwościach na narzędziach skrawających ze stali szybkoobrotowej, w szczególności na frezach ślimakowych.**

Zakres analiz i eksperymentów, wynikający z przyjętych tez, obejmował następujące zagadnienia:

- 1^o analizę teoretyczną wpływu odchyłek parametrów, opisujących dokładność wykonania frezów ślimakowych, na rozkład obciążenia ich ostrzy,
- 2^o opracowanie metody oceny zróżnicowania dokładności wykonania narzędzi skrawających i jej eksperymentalną weryfikację w zastosowaniu do frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN,

- 3° analizę procesu wytwarzania twardych warstw TiN metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, w szczególności na narzędziach o skomplikowanym kształcie,
- 4° eksperymentalną weryfikację wniosków, wynikających z powyższej analizy, szczególnie dotyczących warunków stabilności procesu reaktywnego rozpylania magnetronowego,
- 5° opracowanie procedury wytwarzania warstw TiN o korzystnych właściwościach w zastosowaniu do pokrywania narzędzi ze stali szybko tnącej,
- 6° badania oraz analizę wyników badań zużycia i trwałości frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN,
- 7° analizę geometrii powierzchni starcia naroża oraz próbę interpretacji mechanizmu zużycia ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN.

5. Analiza wpływu dokładności wykonania freza ślimakowego na rozkład obciążenia ostrzy

Niedokładności wykonania frezów ślimakowych, wynikające z przyjętych tolerancji, mogą powodować lokalne zmiany w rozkładzie obciążenia ostrzy. W rozdziale tym przeprowadzono analizę czynników determinujących obciążenie ostrzy freza ślimakowego oraz dokonano oceny wpływu odchyłek parametrów geometrycznych, opisujących dokładność wykonania freza, na parametry charakteryzujące obciążenie ostrzy. Wyniki powyższych analiz stanowiły podstawę do opracowania metody oceny jakości frezów ślimakowych z uwagi na dokładność wykonania w zakresie jednej klasy.

5.1. Analiza obciążenia ostrzy freza ślimakowego

Frezowanie obwodniowe jest procesem bardzo złożonym. Ostrza freza ślimakowego względem koła obrabianego przemieszczają się ruchem ciągłym w dwóch płaszczyznach – płaszczyźnie prostopadłej do linii zęba oraz w płaszczyźnie równoległej do linii zęba obrabianego koła. Obciążenie kolejnych ostrzy freza jest nierównomierne i wynika z tego, że przekrój i grubość warstw skrawanych zmieniają się w czasie drogi skrawania inaczej dla każdego z ostrzy. Ponadto długość dróg pracy i długość czynnych krawędzi skrawających są również różne dla poszczególnych ostrzy. Wartości wymienionych powyżej czynników są inne w fazie wcinania i fazie wychodzenia freza ze strefy pracy niż podczas skrawania pełną głębokością.



Rys.39. Długość czynnej krawędzi skrawającej ostrza (l_c), maksymalna grubość warstwy skrawanej (a_{max}) oraz długość drogi pracy ostrza (l_p)

Mając powyższe na uwadze, obciążenie ostrza freza ślimakowego można scharakteryzować następującymi parametrami przedstawionymi na rys.39, tj.: maksymalną grubością warstwy

skrawanej ostrzem a_{max} , długością czynnej krawędzi skrawającej l_c , długością drogi pracy ostrza l_p , ilością położeń skrawających ostrza n_p , w których ostrze skrawa warstwy o stałej długości. Dwa pierwsze parametry (a_{max} i l_c) charakteryzują mechaniczne obciążenie ostrza, natomiast dwa następne (l_p i n_p) czas pracy ostrza. Powyższe parametry będą w przybliżeniu stałe w tym okresie skrawania, w którym rozpatrywane ostrze skrawa warstwy o stałej długości. Ilościowy udział warstw skrawanych (określonym ostrzem) o stałej długości w ogólnej ilości warstw będzie zależał od szerokości frezowanego uzębienia i średnicy freza.

W typowych warunkach obróbki szerokość frezowanego uzębienia jest zazwyczaj duża (koła o mniejszej szerokości frezowane są w pakietach), stąd ilościowy udział warstw skrawanych, które można scharakteryzować maksymalną grubością oraz stałą długością, jest dominujący i decyduje o obciążeniu, a w efekcie o zużyciu ostrza freza ślimakowego. W powyższych warunkach najbardziej obciążone będą ostrza kształtujące zarys zęba, chociaż przekrój maksymalny warstwy skrawanej będzie dla nich mniejszy niż dla ostrzy wcinających. Jednak długość drogi pracy i długość czynnej krawędzi skrawającej oraz ilość położeń, w których ostrza te skrawają warstwy o stałej objętości, będzie duża. W szczególności najbardziej obciążone będą ostrza między ostrzem rozpoczynającym skrawanie częścią wierzchołkową a ostrzem centralnym, gdyż będą one skrawały trzema krawędziami. Znacznie mniej obciążone będą ostrza wychodzące z zazębienia obróbczo-tocznego.

Parametry charakteryzujące obciążenie poszczególnych ostrzy freza ślimakowego zależą od:

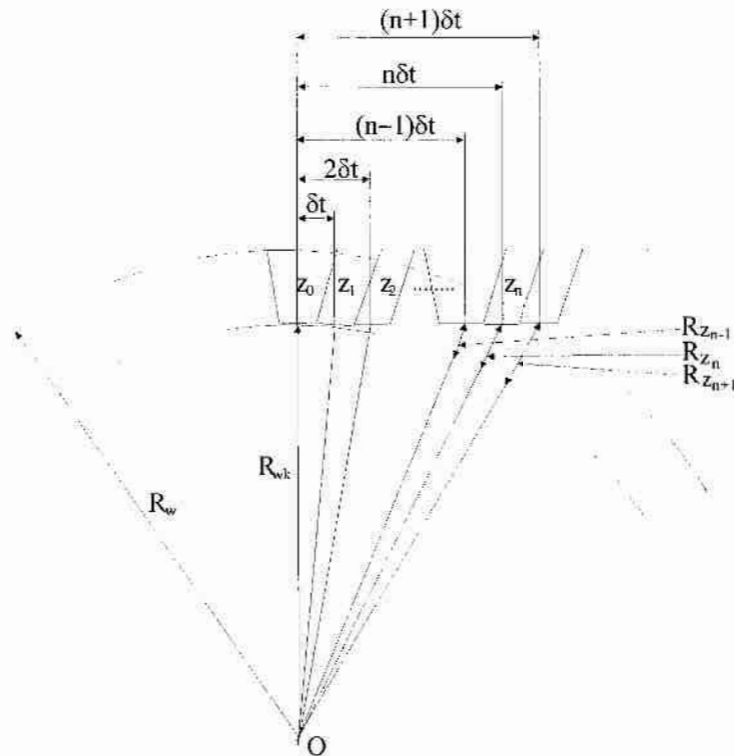
- parametrów konstrukcyjnych obrabianego koła: ilości zębów, modułu, kąta pochylenia linii śrubowej, korekcji zarysu, szerokości uzębienia,
- parametrów konstrukcyjnych narzędzia: promienia freza, liczby zwojów, liczby rowków wiórowych,
- parametrów ostrza: kąta natarcia, kąta przyłożenia, promienia wierzchołkowego ostrza,
- parametrów technologicznych: posuwu, głębokości frezowania, metody frezowania,
- odchyłek parametrów geometrycznych, określających dokładność wykonania freza ślimakowego.

Dla ustalonych parametrów i warunków frezowania obwiedniowego jednym z czynników wpływających na wartości parametrów charakteryzujących obciążenie poszczególnych ostrzy kolejnych frezów ślimakowych może być różnicowanie dokładności ich wykonania. Prowadzi to do zmian w rozkładzie obciążenia ostrzy, a w efekcie do różnicowania zużycia najbardziej obciążonych ostrzy kolejnych frezów ślimakowych.

W celu oceny wpływu wartości odchyłek parametrów geometrycznych, opisujących dokładność wykonania freza ślimakowego, na parametry warstw skrawanych ostrzami tego freza, wyznaczono rozkłady maksymalnych grubości warstw skrawanych poszczególnymi ostrzami oraz długości dróg pracy tych ostrzy. Poniżej przedstawiono analityczno-wykreślną metodę wyznaczania

wartości wyżej wskazanych parametrów charakteryzujących obciążenie poszczególnych ostrzy freza ślimakowego.

Analiza procesu frezowania obwiedniowego wskazuje, że maksymalna grubość warstwy skrawanej ostrzem oraz długość drogi pracy tego ostrza jest proporcjonalna do odległości R_{zi} (rys.40) wierzchołka danego ostrza od dna wrębu obrabianego koła.



Rys.40. Geometryczne określenie wielkości R_{zi} ;

R_{wk} – promień wrębów obrabianego koła, δt – wielkość przesunięcia ostrza względem ostrza poprzedniego, wzdłuż osi freza, R_{zn} – odległość ostrza z_n od dna wrębu obrabianego koła, R_w – promień wierzchołkowy koła

Wielkość przesunięcia δt określonego ostrza względem ostrza poprzedniego wynika z zależności:

$$\delta t = \frac{m \cdot \pi}{i_r} \quad (4)$$

gdzie:

m – moduł freza,

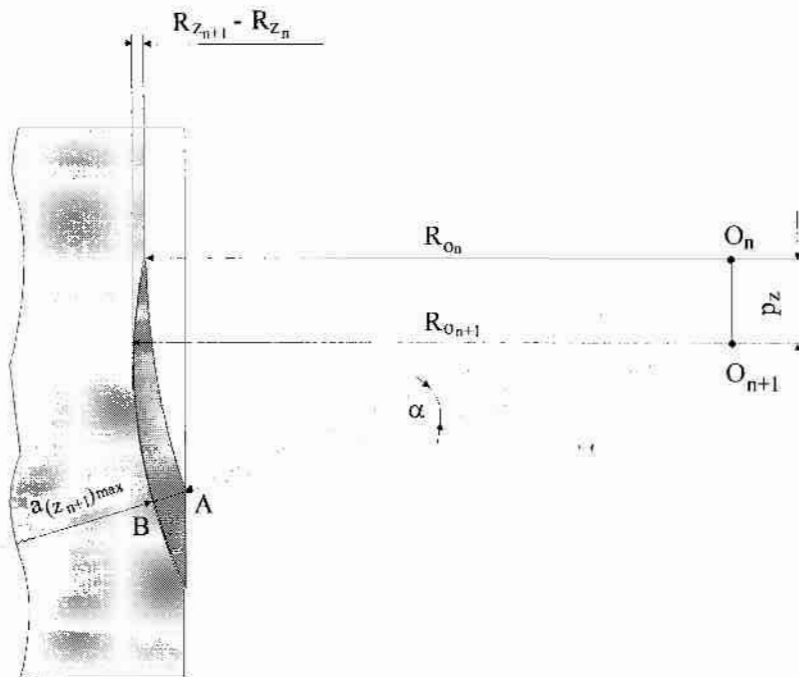
i_r – ilość rowków wiórowych.

Wielkość R_{zi} (dla dowolnego ostrza) wynikająca z zależności geometrycznych przedstawionych na rys.40 przyjmuje następującą postać analityczną:

$$R_{zi} = \sqrt{R_{wk}^2 + (i \delta t)^2} - R_{wk} \quad (5)$$

$$(i = 0, 1, 2, \dots, n)$$

Zależności geometryczne, na podstawie których można z pewnym przybliżeniem określić maksymalną grubość warstwy skrawanej ostrzem z_i (z wyłączeniem ostrza centralnego), przedstawiono na rys.41.



Rys.41. Maksymalna grubość warstwy skrawanej $a_{(z_i)max}$ ostrzem freza ślimakowego, O_n – oś obrotu ostrza z_n , R_{O_n} – promień obrotu ostrza z_n , $R_{O_{n+1}}$ – promień obrotu ostrza z_{n+1} , O_{n+1} – oś obrotu ostrza z_{n+1} , p_z – posuw freza na jedno ostrze

Maksymalna grubość warstwy skrawanej $a_{(z_{n+1})max}$ (odcinek BA) ostrzem z_{n+1} jest różnicą pomiędzy promieniem skrawania $R_{O_{n+1}}$ ostrza z_{n+1} a odległością między końcem drogi skrawania ostrza z_n i osi obrotu ostrza z_{n+1} . Zakładając, że przesunięcie p_z (rys.41) freza wzdłuż osi obrabianego koła w czasie drogi skrawania ostrza z_{n+1} jest bardzo małe, można dla dowolnego ostrza z_i (z wyjątkiem centralnego) maksymalną grubość warstwy skrawanej określić z zależności:

$$a_{(z_i)max} = R_{z_{i+1}} - R_{z_i} \quad (6)$$

Założenie o bardzo małej wartości posuwu na jedno ostrze p_z , pozwalające w znacznym stopniu uprościć metodykę obliczania grubości warstwy skrawanej określonym ostrzem freza ślimakowego, jest uzasadnione przyjętymi w badaniach doświadczalnych warunkami obróbki (rozdz.8.2). Dla wartości posuwu osiowego $p=1$ mm/obr, prędkości skrawania $v=30$ m/min i promieniu freza ślimakowego $R_f=56$ mm, wartość posuwu minutowego wyniesie $p_m=1,7$ mm/min, co daje przesunięcie freza, wzdłuż osi obrabianego koła na jeden obrót freza, o wartość $p_0=0,01$ mm. Zatem przesunięcie freza w czasie drogi skrawania jednego ostrza (czyli wartość p_z) wyniesie $p_z=p_0/i_r=0,001$ mm. Tak małe przesunięcie freza powoduje, że kąt α (rys.41) jest praktycznie równy zeru.

Długość drogi pracy (l_{zi}) dowolnego ostrza freza ślimakowego, zgodnie z zależnościami geometrycznymi przedstawionymi na rys.42, można obliczyć z następującego wzoru:

$$l_{zi} = \Lambda_{zi} B_{zi} = 2\pi R_f \times \frac{\beta_i}{360^\circ} \quad (i=1,2 \dots n) \quad (7)$$

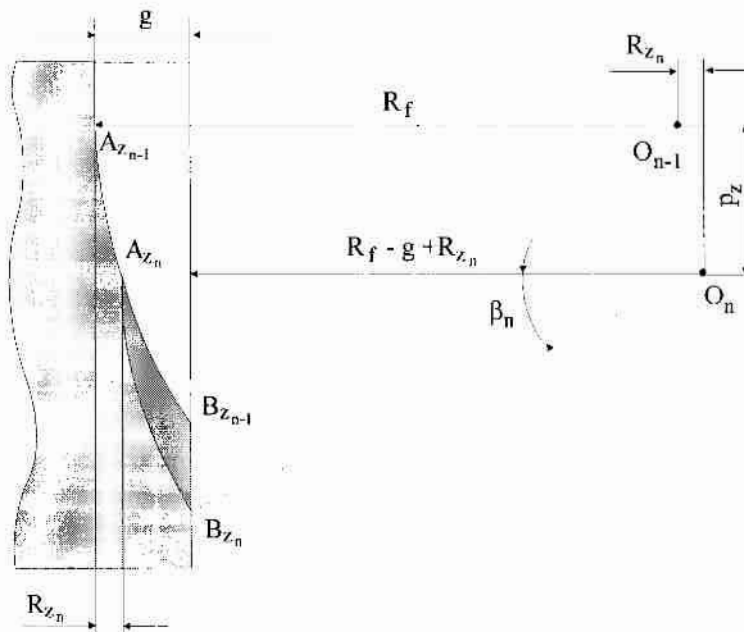
gdzie: $\beta_i = \arccos \frac{R_f - g + R_{zi}}{R_f} \quad (8)$

oraz:

R_f – promień freza,

g – głębokość frezowania,

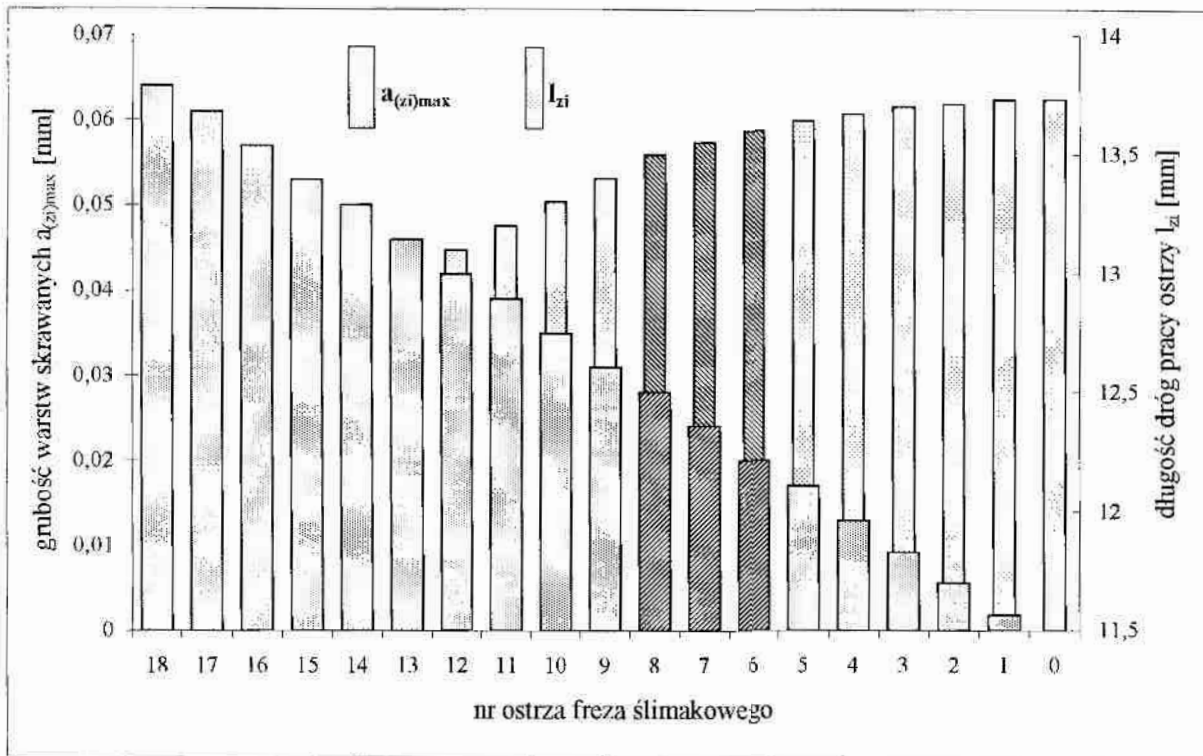
R_{zi} – odległość ostrza z_i od dna wrębu obrabianego koła.



Rys.42. Długość drogi pracy l_{zi} ostrza freza ślimakowego

Podobnie jak w przypadku wyznaczania grubości warstwy skrawanej, przesunięcie (p_z) freza w czasie drogi skrawania jednego ostrza praktycznie nie wpływa na wartość długości drogi pracy tego ostrza.

Przedstawiona powyżej metoda obliczania grubości warstw skrawanych ostrzami freza ślimakowego oraz długości dróg ich pracy zawiera pewne uproszczenia. Pozwała jednak zdaniem autora na wystarczająco dokładną ocenę ilościową wyżej wymienionych parametrów skrawanych warstw. Rozkład wartości parametrów warstw skrawanych ostrzami kształtującymi freza ślimakowego, dla warunków obróbki stosowanych w badaniach doświadczalnych, przedstawiono na rys.43. Słupki zakreśkowane na rys.43 oznaczają zakres parametrów warstwy skrawanej, dla których w badaniach doświadczalnych obserwowano największe zużycie ostrzy.



Rys.43. Rozkład maksymalnych grubości warstw skrawanych $a_{(zi)max}$ oraz długości dróg pracy l_{zi} ostrzy freza ślimakowego

Porównanie wykresu rozkładu parametrów warstw skrawanych z wynikami wstępnych testów oraz badań doświadczalnych przedstawionych w rozdziale 8 wskazuje, że największe zużycie występuje dla ostrzy, które skrawają warstwy o prawie maksymalnej długości oraz grubości $0,02 \div 0,03$ mm.

Maksymalna grubość warstwy skrawanej określonym ostrzem oraz długość drogi pracy tego ostrza są ściśle zależne od rzeczywistej odległości wierzchołka danego ostrza od powierzchni zęba, obrabianej przez ostrze, które już wykonało pracę skrawania, tzn. od wartości różnicy $R_{zi+1} - R_{zi}$ (rys.40). Wartość ta jest względną odległością wierzchołka danego ostrza od dna wrębów obrabianego koła zębatego i w warunkach badań doświadczalnych, dla najbardziej obciążonych ostrzy kształtujących zarys zęba, wynosi $0,02 \div 0,03$ mm.

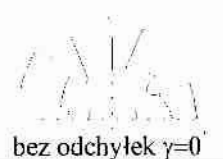





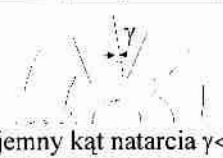


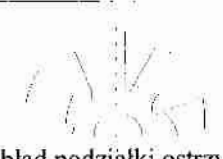


5.2. Ocena wpływu odchyłek parametrów geometrycznych freza ślimakowego na rozkład obciążenia ostrzy

Wymagana dokładność wykonania frezów ślimakowych określona jest przez kilkanaście parametrów geometrycznych (cech), których tolerancje w zależności od klasy narzędzia określone są w polskiej normie PN-82/M57552 pt. „Frezy ślimakowe do kół zębatych”. Norma wyróżnia cztery klasy dokładności wykonania, tj. AA, A, B i C.

W Polsce zdecydowaną większość produkowanych frezów ślimakowych stanowią frezy wykonywane w klasie B i to powoduje, że stanowią one potencjalnie największą grupę, którą

można poddać procesowi pokrywania twardymi warstwami, w tym warstwą TiN. Mając powyższe na uwadze w badaniach doświadczalnych (rozd.8) wykorzystano frezy ślimakowe kl.B, w szczególności o module $m=1,5$. Podobnie w przedstawionej poniżej ocenie wpływu odchyłek parametrów geometrycznych freza na rozkład obciążenia ostrzy wykorzystano dane dotyczące wymaganej dokładności wykonania frezów ślimakowych zgodnie z cytowaną wcześniej normą.

W analizie rozpatrywanego zagadnienia zwrócono szczególną uwagę na te odchyłki parametrów geometrycznych, których wartość zależy od prawidłowości procesu szlifowania i ostrzenia freza ślimakowego. Ocenę jakościową oraz elementy oceny ilościowej przeprowadzono w oparciu o analizę błędów zarysu zębów obrabianego koła, powstających w wyniku niedokładności wykonania frezów ślimakowych (rys.44).

poz.	odchyłka we frezie	kształt ostrza freza	kształt obrobionego zęba
1	 bez odchyłek $\gamma=0$		
2	 dodatni kąt natarcia $\gamma>0$		
3	 ujemny kąt natarcia $\gamma<0$		
4	 błąd podziałki ostrzy		

Liniami przerywanymi zaznaczono teoretyczny kształt ostrza i nacinanego zęba

Rys.44. Wpływ odchyłek wybranych parametrów geometrycznych freza ślimakowego na błędy zarysu zębów obrabianego koła [Dzier72, Oche76]

W pozycji 1 przedstawiono teoretyczny kształt ostrza freza ślimakowego, zapewniający dużą dokładność wykonania zęba obrabianego koła. Dla takiego freza ślimakowego obciążenie poszczególnych ostrzy zależy jedynie od ich położenia obwodniowych względem obrabianego koła. W pozycjach 2 i 3 przedstawiono wpływ odchyłki prostoliniowości i promieniowego położenia powierzchni natarcia, a w efekcie kąta natarcia. W przypadku dodatniego kąta natarcia ostrza ilość usuwanego materiału (podczas obróbki jednego wrębu) będzie mniejsza niż w przypadku ujemnego kąta natarcia. Po wykonaniu tej samej ilości kół zębatych sumaryczne obciążenie ostrza freza z dodatnim kątem natarcia będzie mniejsze niż w przypadku ostrza z ujemnym kątem natarcia.

W przypadku frezów kl.B o module $m=1,5$ zróżnicowanie odchyłki prostoliniowości i promieniowego położenia powierzchni natarcia może powodować zmiany w wartości kąta natarcia ostrzy dochodzące do $30'$. Wyniki badań przedstawione m.in. w pracy [Kank87] wskazują, że w szczególności dla pokrywanych narzędzi skrawających nawet niewielkie różnice w geometrii ostrzy, np. zróżnicowanie kąta natarcia w granicach 1° , powodują wyraźne zmiany w trwałości ostrzy.

W pozycji 4 (rys.44) przedstawiono wpływ odchyłki podziałki. Zarys obrabianego zęba jest nieregularny z dużymi błędami chropowatości i graniastości. Odchyłki podziałki mają istotny wpływ na obciążenie kolejnych ostrzy freza ślimakowego, w związku z niewłaściwym rozdziałem grubości i długości skrawanych warstw na poszczególne ostrza. Frez z dużymi wartościami odchyłki podziałki pracuje „niespokojnie”, w warunkach dodatkowych niekorzystnych obciążeń dynamicznych niektórych ostrzy, co zdecydowanie wpływa na trwałość tych ostrzy.

Według normy dla freza kl.B o module $m=1,5$ dopuszczalna wartość odchyłki różnicy dwóch dowolnych podziałek ostrzy wynosi $0,075$ mm. Z geometrycznych zależności wynika, że dla wierzchołkowego kąta przyłożenia ostrza, wynoszącego zazwyczaj $10\div 15^\circ$ [Dmoc83], różnica wysokości ostrzy, między którymi występuje wyżej wskazana wartość odchyłki podziałki, wyniesie ok. $0,013$ mm. Z porównania z rozkładem grubości warstw skrawanych ostrzami freza ślimakowego oraz z względną odległością ostrzy od dna wrębu obrabianego koła (rozdz.5.1) wynika, że jest to wartość tylko o 50% mniejsza od wyżej wskazanych parametrów dla najbardziej zużywających się ostrzy. Zatem nawet dopuszczalna odchyłka podziałki może wprowadzić wyraźne zmiany w rozkładzie obciążenia ostrzy.

Odchyłka bicia wierzchołków ostrzy powoduje zniekształcenie zarysu zęba obrabianego koła, będące sumą błędów otrzymanych dla freza z dużymi odchyłkami podziałki oraz prostoliniowości i promieniowego położenia powierzchni natarcia. Odchyłka bicia wierzchołków ostrzy może mieć największy wpływ na rozkład obciążenia, a w efekcie na trwałość ostrzy. Różnica wysokości ostrzy powoduje, że frez pracuje z uderzeniami, co wywołuje niekorzystne zmienne obciążenia dynamiczne w układzie technologicznym. Zgodnie z normą dla rozpatrywanych frezów ślimakowych dopuszczalna wartość odchyłki bicia wierzchołków ostrzy wynosi $0,04$ mm. Jeżeli taka odchyłka wystąpiłaby między dwoma kolejnymi ostrzami, to zakładając, że ostrze którego wysokość jest o $0,04$ mm mniejsza niż ostrza, które już wykonało pracę skrawania, w świetle wyników przedstawionych w rozdziale 5.1 - nie weźmie udziału w skrawaniu. Jest to sytuacja raczej teoretyczna, pozwalająca jednakże wskazać bardzo istotny wpływ odchyłki bicia wierzchołków ostrzy na rozkład obciążenia ostrzy freza ślimakowego.

Omawiane odchyłki parametrów geometrycznych są ze sobą powiązane, np. na wartość odchyłki bicia wierzchołków ostrzy wpływa odchyłka podziałki, z kolei wartość odchyłki podziałki zależy w pewnym stopniu od wartości odchyłki prostoliniowości i promieniowego położenia

powierzchni natarcia. Mogą się one zatem sumować lub odejmować, w każdym jednak przypadku prowadzi to do zróżnicowania (dla kolejnych frezów) rozkładu grubości i długości warstw skrawanych ostrzami freza ślimakowego. Wyniki badań [Karp77, Karp72] wskazują, że nawet niewielkie zmiany w stosunku do teoretycznego rozkładu grubości i długości warstw skrawanych prowadzą do widocznych zmian w wielkości i rozkładzie zużycia, a w konsekwencji w trwałości ostrzy frezów ślimakowych.

Istotny wpływ na trwałość ostrzy, szczególnie w przypadku frezów ślimakowych przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami (TiN), może mieć chropowatość powierzchni przyłożenia i natarcia ostrzy. Determinuje ona bowiem „stopień” przyczepności (adhezję) oraz mikrostrukturę warstwy. Zagadnienia te omówiono w rozdziałach 3.4 i 3.6.4.

Wpływ innych (przewidzianych w normie) odchyłek parametrów geometrycznych na rozkład obciążenia ostrzy freza ślimakowego i związane z tym zróżnicowanie zużycia ostrzy frezów ślimakowych jest trudny do interpretacji, nawet jakościowej, ze względu na bardzo ścisłą współzależność tych odchyłek oraz złożoność kinematyczną procesu frezowania obwiedniowego.

W literaturze nie znajduje się danych dotyczących wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych, zarówno nie pokrywanych jak i pokrywanych twardymi warstwami, na zużycie ostrzy, poza nielicznymi wzmiankami [Sulz74, Opit70], że może być on istotny. Wstępne prace autora wskazują, że jest to jednak ważne zagadnienie, którego opracowanie może pozwolić wyjaśnić przyczyny zróżnicowania trwałości, w szczególności ostrzy pokrywanych frezów ślimakowych.

5.3. Syntetyczne wskaźniki jakości freza ślimakowego

Przedstawiona w rozdziale 5.2 ocena wpływu odchyłek parametrów geometrycznych (cech), charakteryzujących dokładność wykonania freza ślimakowego, na rozkład obciążenia ostrzy uzasadnia wprowadzenie pojęcia jakości freza (z uwagi na zużycie i trwałość jego ostrzy), rozumianej jako stopień dokładności jego wykonania w danej klasie. Podstawowe założenia metody oceny jakości narzędzi skrawających przedstawiono w pracach [Czyż93, Kaca93].

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

$$W_i = 1 - \frac{f_i}{F_i} \quad (9)$$

gdzie:

f_i - rzeczywista wartość odchyłki parametru geometrycznego,

F_i - wartość odchyłki dopuszczalna w danej klasie (wg normy).

Konstrukcja wskaźnika cząstkowego powoduje, że jego wartość zawiera się w przedziale 0...1 i zwiększa się ze wzrostem jakości narzędzia.

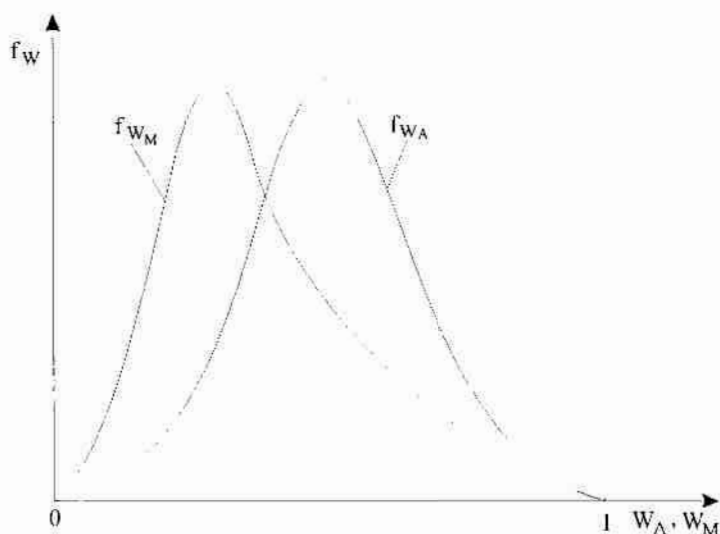
Uwzględniając wzajemne oddziaływanie parametrów (cech) oraz zróżnicowany ich wpływ na proces obróbki, do oceny dokładności wykonania opracowano syntetyczne wskaźniki jakości freza ślimakowego.

Addytywny wskaźnik jakości określono wzorem:

$$W_A = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n a_i \times W_i \quad (10)$$

gdzie: n - liczba uwzględnianych cech.

Czynniki a_i są wagami, jakie przykłada się do poszczególnych wskaźników cząstkowych, uwzględniając dostępną wiedzę o wpływie określonych cech na proces obróbki.



Rys.45. Rozkłady wskaźników jakości

Wskaźnik addytywny (W_A) charakteryzuje się rozkładem zbliżonym do normalnego obustronnie obciętego (rys.45). Wskaźnik addytywny dobrze charakteryzuje jakość narzędzi opisywanych przez określenie wielu cech, których wpływ na ogólną ocenę jakości jest umiarkowanie zróżnicowany.

Multiplikatywny wskaźnik jakości określono następującym wzorem:

$$W_M = \left(\prod_{i=1}^n (W_i)^{m_i} \right)^{\frac{1}{\sum m_i}} \quad (11)$$

gdzie: wykładniki m_i dobiera się arbitralnie, uwzględniając (podobnie jak we wskaźniku addytywnym) dostępną wiedzę o wpływie określonych cech na proces obróbki.

Multiplikatywny charakter wskaźnika powoduje (w przypadku gdy liczba wskaźników cząstkowych jest duża, a żaden z nich nie dominuje nad pozostałymi), że rozkład jego wartości jest zbliżony do rozkładu logarytm – normalnego (rys.45).

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, nawet gdy inne wskaźniki cząstkowe przyjmują wartości oceniane jako korzystne. Konstrukcja wskaźnika multiplikatywnego powoduje, że w przypadku gdy tylko jedna z cech będzie miała wartość równą lub wyższą od przewidzianej w normie, wskaźnik ten przyjmuje wartość zerową bądź ujemną i nie może być (w przyjętej postaci) wykorzystany do oceny jakości narzędzi. Wskaźnik addytywny jest pod tym względem bardziej elastyczny.

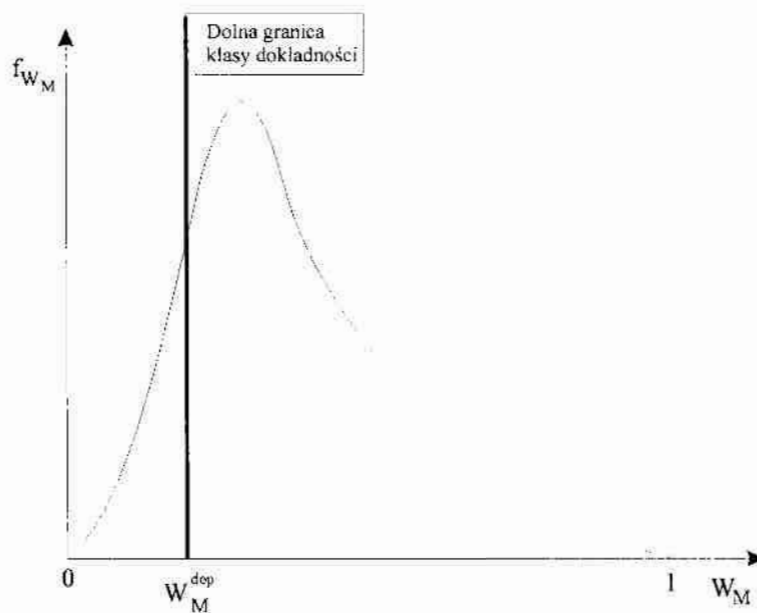
W przypadku gdy ocenie należałoby poddać narzędzia nie mieszczące się w jednej klasie lub gdy szereg narzędzi badanej grupy nie spełnia wymagań stawianych w danej klasie, możliwa jest np. następująca modyfikacja konstrukcji wskaźnika cząstkowego:

$$W_i = 1 - \frac{f_{i\text{sr}}}{k \times F_i} \quad \text{gdzie: } k > 1 \text{ i } k \times f_{i\text{sr}} > F_i \quad (12)$$

gdzie: $f_{i\text{sr}}$ jest wartością średnią rzeczywistych odchyłek.

Wartość k dobiera się arbitralnie, zazwyczaj tak, aby nierówność $k \times f_{i\text{sr}} > F_i$ była słaba.

Posługując się powyższą konstrukcją wskaźnika cząstkowego podczas oceny grupy narzędzi, z których część nie spełnia wymagań określonych normą, można (np. stosując wskaźnik multiplikatywny) określić dopuszczalną wartość, jaką może przyjąć wskaźnik multiplikatywny dla badanej grupy narzędzi (rys.46).



Rys.46. Położenie dopuszczalnej wartości wskaźnika jakości

Określenie dopuszczalnej wartości wskaźnika pozwala scharakteryzować badaną grupę narzędzi przez wskazanie, jak poszczególne narzędzia (z uwagi na rzeczywistą dokładność wykonania) usytuowane są w stosunku do dolnej granicy badanej klasy dokładności.

Reasumując, przyjęcie w rozpatrywanym zagadnieniu koncepcji wskaźników cząstkowych pozwala na szeroką modyfikację ich konstrukcji i stwarza możliwości oceny jakości różnych narzędzi skrawających.

6. Analiza procesu wytwarzania twardych warstw metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego, w szczególności na narzędziach o skomplikowanym kształcie

Przedstawione w rozdziale 3.5 metody wytwarzania twardych warstw mają swoje zalety i wady. Dokonywane czasami w publikacjach porównania wskazują, że w przypadku gdy kryterium wyboru stanowi wydajność i efektywność wytwarzania warstw na narzędziach skrawających, zdecydowanie najlepsza jest szeroko stosowana od początku lat dziewięćdziesiątych metoda katodowego odparowania łukowego (CAPD). Natomiast jeżeli kryterium wyboru stanowi konieczność precyzyjnej kontroli i powtarzalność warunków wzrostu twardych warstw, zdaniem autora najbardziej użyteczna jest metoda stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego (RMS). Z uwagi na potrzeby niniejszej pracy, użyteczność metody RMS wynika z następujących jej zalet:

- 1^o możliwości dokładnej kontroli energii i gęstości strumienia jonów docierających do podłoża, o czym może świadczyć wytwarzanie tą metodą warstw monokrystalicznych (np. TiN),
- 2^o dużej powtarzalności wytwarzania warstw w stabilnych procesach rozpylania reaktywnego,
- 3^o wysokiej czystości wytwarzanych warstw,
- 4^o relatywnie niskich kosztów (w porównaniu z innymi metodami PVD) wykonania magnetronu i adaptacji typowego zestawu próżniowego.

Do wad metody RMS należy zaliczyć:

- 1^o relatywnie niską wydajność w porównaniu z innymi metodami PVD,
- 2^o trudności w uzyskaniu powtarzalności właściwości warstw, ale tylko podczas ich wytwarzania w niestabilnych procesach rozpylania reaktywnego,
- 3^o relatywnie wysokie ciśnienie całkowite w porównaniu z innymi metodami PVD,
- 4^o niską gęstość prądu jonowego podłoża w rozwiązaniach konwencjonalnych.

Głównym celem przedstawionych poniżej analiz było określenie parametrów i warunków procesu wytwarzania warstw metodą RMS, których spełnienie pozwoli uzyskać dużą powtarzalność wytwarzania warstw TiN na narzędziach o skomplikowanym kształcie, w szczególności na frezach ślimakowych.

W procesach wytwarzania twardych warstw podstawowymi parametrami wpływającymi na mikrostrukturę, a w efekcie na właściwości warstw, są:

- ciśnienie całkowite,
- ciśnienie cząstkowe gazu reaktywnego,
- napięcie polaryzacji podłoża,
- temperatura podłoża,

- szybkość nanoszenia warstwy,
- odległość target – podłoże.

Jednym z istotniejszych parametrów jest ciśnienie całkowite. Zazwyczaj w urządzeniach do wytwarzania warstw TiN metodą RMS stosuje się ciśnienie całkowite z zakresu $0,3 \div 0,8$ Pa. We wskazanym zakresie ciśnienia, zgodnie z modelami stref strukturalnych warstw (rozd.3.6.4, rys.33b i c), ale również z wynikami badań [Sund82, Thor86], korzystną mikrostrukturę typu T dla warstw TiN można uzyskać gdy temperatura podłoża ma wartość $T_p = 0,3T_t$ (ok.970 K). Jest to temperatura, w której następuje odpuszczanie stali szybko tnącej, najczęściej stosowanej do wyrobu narzędzi skrawających przeznaczonych do pokrywania. Uzyskanie warstw o korzystnej mikrostrukturze w niższej temperaturze, tj. gdy $T_p \leq 723$ K, możliwe jest poprzez zwiększenie energii jonów bombardujących narastającą warstwę lub/i poprzez obniżenie ciśnienia całkowitego (rys.33b i c, rozdz.3.6.4). W urządzeniach do wytwarzania warstw TiN metodą RMS na narzędziach skrawających, celem uzyskania korzystnej mikrostruktury warstw, z uwagi na wartość ciśnienia całkowitego, należy zastosować wysokie ujemne napięcie polaryzacji narzędzi, $U_B = -150 \div -250$ V [Ambe85, Münz86, Schi87]. Dla takiego relatywnie wysokiego napięcia polaryzacji mogą zachodzić procesy rozpylania narastającej warstwy, które szczególnie intensywnie występują na ostrzach lub krawędziach pokrywanych elementów [Joha84, Sund84]. Zjawisko to wynika ze zniekształcenia obszaru ciemni katodowej wokół ostrza i spowodowane jest lokalnym wzrostem potencjału elektrycznego podłoża (rys.47).



Rys.47. Zniekształcenie obszaru ciemni katodowej wokół ostrza [Joha84]

Rzeczywisty potencjał elektryczny na ostrzu może być znacznie wyższy, niż wynikało to by z zastosowanego napięcia polaryzacji. Z uwagi na statystyczny rozkład energii jonów [Moto84] bombardujących pokrywane ostrze oraz wskazany wyżej efekt niejednorodności potencjału elektrycznego, energia części z nich może być na tyle duża, że spowoduje intensywne rozpylenie narastającej warstwy [Joha84, Sund84]. W krańcowym przypadku niektóre krawędzie ostrza mogą nie zostać pokryte [Joha84]. Innym skutkiem oddziaływania jonowego może być lokalny wzrost temperatury na bombardowanym ostrzu, a w konsekwencji zmiany właściwości materiału ostrza. Wyżej wskazane niekorzystne zjawiska, występujące w przypadku zastosowania napięcia polaryzacji podłoża powyżej $U_B = -200$ V mogą wystąpić podczas wytwarzania warstw TiN na

ostrzach frezów ślimakowych. Z uwagi na przypadkowy z reguły charakter powyższych zjawisk, wpływają one niekorzystnie na powtarzalność procesów wytwarzania warstw.

Analiza modeli stref strukturalnych warstw, przedstawionych w rozdziale 3.6.4 (rys.33b i c) wskazuje, że innym sposobem uzyskania warstw TiN o korzystnej mikrostrukturze, odpowiadającej strefie T, w temperaturze poniżej 773 K i niższym napięciu polaryzacji podłoża, jest obniżenie ciśnienia całkowitego. Można w ten sposób przede wszystkim wykorzystać energię cząstek (atomów i jonów) rozpylanego metalu (tytanu), w związku z ograniczeniem efektów rozproszeniowych (termalizacji) cząstek w przestrzeni target-podłoże. Średnia droga swobodna atomów tytanu o energii ok. 10 eV, rozpylonych w plazmie argonowej gdy zastosuje się ciśnienie 0,4 Pa, ma wartość ok. 1 cm [Joha84]. Natomiast gdy ciśnienie jest niższe (0,1 Pa), wzrasta do kilku centymetrów i staje się porównywalna z odległością target-podłoże. Rozpylone atomy i jony tytanu mogą zatem docierać do podłoża prawie bez kolizji i związanej z nimi utratą energii. Stwarza to możliwość zastosowania niższego napięcia polaryzacji, a w efekcie ograniczenia niekorzystnych zjawisk, występujących na ostrzach pokrywanych narzędzi.

Innym korzystnym efektem, wynikającym z obniżenia ciśnienia całkowitego jest rozszerzenie strefy między targetem a podłożem, w której następuje tworzenie się warstwy o stałym składzie chemicznym. W przypadku wytwarzania warstw TiN (ale także i innych warstw) wynika to ze wzrostu średniej drogi swobodnej rozpylanych atomów i jonów tytanu oraz z faktów, że reakcja chemiczna między azotem i tytanem zachodzi głównie na podłożu, a nie w przestrzeni target-podłoże [Poit84, Petr94] i że rozkład gęstości azotu w komorze roboczej, w odległości powyżej kilkudziesięciu milimetrów od targetu, jest stały. Ograniczenie efektów rozproszeniowych powoduje bowiem, że w pewnym zakresie odległości podłoża od targetu, porównywalnym ze średnią drogą swobodną cząstek tytanu, ilość tych cząstek wytwarzanych w jednostce czasu jest stała. W przypadku pokrywania narzędzi skrawających o skomplikowanym kształcie, np. o dużej wysokości ostrzy, obniżenie ciśnienia całkowitego pozwala uzyskać warstwy o zbliżonym składzie chemicznym na wszystkich istotnych powierzchniach narzędzia.

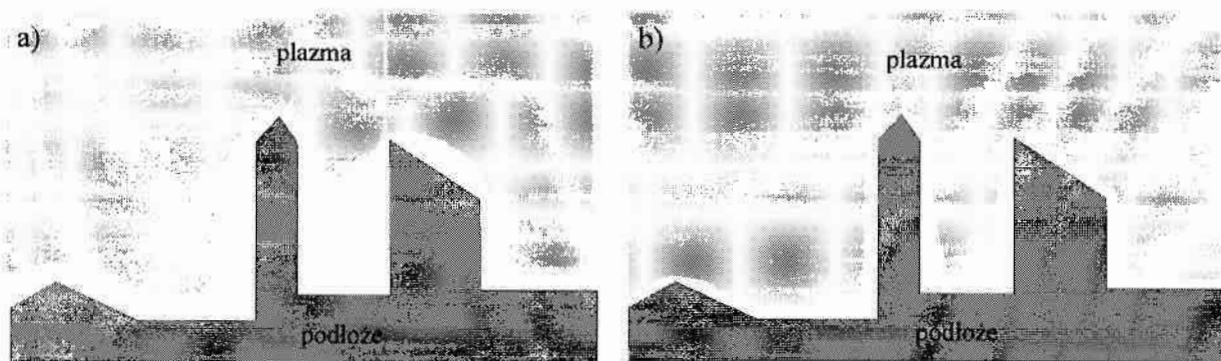
Wskazana na początku rozdziału wada metody RMS, polegająca na trudnościach w stabilizacji punktu pracy magnetronu w procesach niestabilnych, może być praktycznie całkowicie wyeliminowana, jeżeli zastosuje się układ pompowy o szybkości pompowania gazu reaktywnego kilkakrotnie wyższej niż szybkość krytyczna (rozd.3.6.3). W urządzeniach do wytwarzania twardych warstw metodą RMS, w których stosuje się konwencjonalne systemy pompowe (pompa dyfuzyjna – pompa obrotowa), utrzymanie w komorze roboczej ciśnienia całkowitego w zakresie 0,3÷0,8 Pa wymaga zastosowania pompy dyfuzyjnej o specjalnej konstrukcji [Sund82] lub zdławienia strumienia gazu na wlocie typowej pompy dyfuzyjnej. Wynika to z mechanizmu pompowania pompy dyfuzyjnej [Hała80] i w typowych konstrukcjach tych pomp

maksymalne ciśnienie na ich wlocie, pozwalające na stabilną pracę, z reguły nie może być wyższe niż 0,1 Pa. Zastosowanie zaworu dławiącego np. w postaci żaluzji, powoduje znaczne zmniejszenie szybkości odpompowania komory roboczej, a to z kolei wpływa niekorzystnie na stabilność procesu rozpylania reaktywnego. Uzyskanie w danym urządzeniu dużej szybkości pompowania jest możliwe poprzez zastosowanie pompy dyfuzyjnej o większej szybkości pompowania, co wiąże się jednak z koniecznością znacznej modyfikacji zarówno systemu pompowego, jak i komory roboczej.

Obniżając ciśnienia całkowite procesu RMS poniżej 0,1 Pa można nie stosować układu dławienia na wlocie pompy dyfuzyjnej i w ten sposób uzyskać, maksymalną dla danego zestawu próżniowego szybkość pompowania komory roboczej. Doświadczenia autora wskazują, że w typowych zestawach próżniowych, gdy ciśnienie w komorze roboczej ma wartość poniżej 0,1 Pa i całkowicie otwarty jest wlot pompy dyfuzyjnej, szybkość pompowania jest kilkakrotnie większa niż w przypadku konieczności zastosowania dławienia, celem uzyskania ciśnienia w komorze na poziomie 0,3 Pa.

W układach rozpylania magnetronowego obniżenie ciśnienia całkowitego możliwe jest poprzez modernizację magnetronu, a głównie poprzez optymalizację rozkładu linii sił pola magnetycznego w kierunku zwiększenia efektywności jonizacji. Efektywność jonizacji można zwiększyć wydłużając drogę elektronów wtórnych w przytargetowej części wyładowania, poprzez wytworzenie takiej konfiguracji pól elektrycznego i magnetycznego, aby ich wektory były do siebie prostopadłe nad możliwie największym obszarem powierzchni targetu. Ponieważ linie sił pola elektrycznego są praktycznie zawsze prostopadłe do powierzchni targetu, problem sprowadza się do wytworzenia takiego pola magnetycznego aby linie sił tego pola, w części równoległej do targetu, zajmowały jak największy obszar. Efektywność jonizacji można również zwiększyć poprzez uszczelnienie ścieżek ucieczki elektronów wtórnych, zwiększając skuteczność zwierciadeł magnetycznych (rys.25, rozdz.3.6.1 i [Thor78-1, Mier97]. Optymalizacji rozkładu linii sił pola magnetycznego można dokonać poprzez zastosowanie dwóch układów elektromagnetycznych, zewnętrznego i wewnętrznego względem targetu. Konstrukcję takiego magnetronu oraz ideę kształtowania rozkładu jego pola magnetycznego przedstawiono w opisie do patentu [Staś89], którego autor jest współtwórcą oraz w rozdziale 7 niniejszej pracy.

Istotnym czynnikiem determinującym równomierność rozkładu grubości wytwarzanej warstwy, na różnych częściach narzędzi o skomplikowanym kształcie, jest gęstość prądu jonowego. Gdy gęstość prądu jonowego podłoża jest niska, jak to ma miejsce w układach z magnetronami konwencjonalnymi, wnikanie plazmy wyładowania magnetronowego w zagłębienia ujemnie spolaryzowanego elementu jest utrudnione (rys.48a). Wnikanie plazmy jest znacznie skuteczniejsze, jeżeli zwiększy się gęstość prądu jonowego podłoża (rys.48b).



Rys. 48. Wpływ gęstości prądu jonowego na efektywność wnikania plazmy wyladowania magnetronowego [Mier97]:

a) – niska gęstość prądu jonowego podłoża, b) – duża gęstość prądu jonowego podłoża

Gęstość prądu jonowego podłoża jest zależna od ciśnienia całkowitego. Obniżenie ciśnienia powoduje zmniejszenie udziału jonów argonu, ale jednocześnie zwiększenie udziału jonów tytanu w ogólnej liczbie cząstek docierających do podłoża, z uwagi na wspomniane już ograniczenie efektów rozproszeniowych.

Gęstość prądu jonowego podłoża można zwiększyć poprzez modyfikację pola magnetycznego magnetronu, celem uzyskania efektu niezrównoważenia [Wind86, Wind95]. Osiągnąć to można wprowadzając zewnętrzne (w stosunku do targetu) pole magnetyczne, powodujące rozciągnięcie plazmy w kierunku podłoża. Pokazane w opisie do patentu [Staś89] rozwiązanie konstrukcyjne magnetronu umożliwia wykorzystanie powyższego efektu. Uzyskanie dużej gęstości prądu jonowego wymaga jednak zmian w rozkładzie pola magnetycznego, których skutkiem może być wzrost minimalnego ciśnienia stabilnej pracy magnetronu.

Wyniki badań przedstawione w rozdziale 7 pokazały, że optymalizacja rozkładu linii sił pola magnetycznego pozwala uzyskać wyladowanie magnetronowe nawet gdy ciśnienie całkowite p_c ma wartość 0,06 Pa oraz, że proces reaktywnego rozpylania magnetronowego jest stabilny w zakresie ciśnienia całkowitego $0,07 \div 0,1$ Pa, gdyż uzyskana szybkość pompowania azotu jest trzykrotnie większa od szybkości krytycznej. Ponadto osiągnięta gęstość prądu jonowego podłoża $I_B = 1,5 \text{ mA/cm}^2$ (rozd. 7.2), powinna zapewniać korzystne warunki wzrostu warstw TiN na ostrzach frezów ślimakowych.

Zdaniem autora, zastosowanie podczas wytwarzania warstw TiN metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego ciśnienia całkowitego poniżej 0,1 Pa pozwala uzyskać warstwy o korzystnych właściwościach, w szczególności na narzędziach o skomplikowanym kształcie, co potwierdzają również prace eksperymentalne [Helm86, Neid89, Čern94, Meng95] i teoretyczne [Moto84, Moto86, Turn95].

7. Badania procesu wytwarzania i właściwości warstw TiN

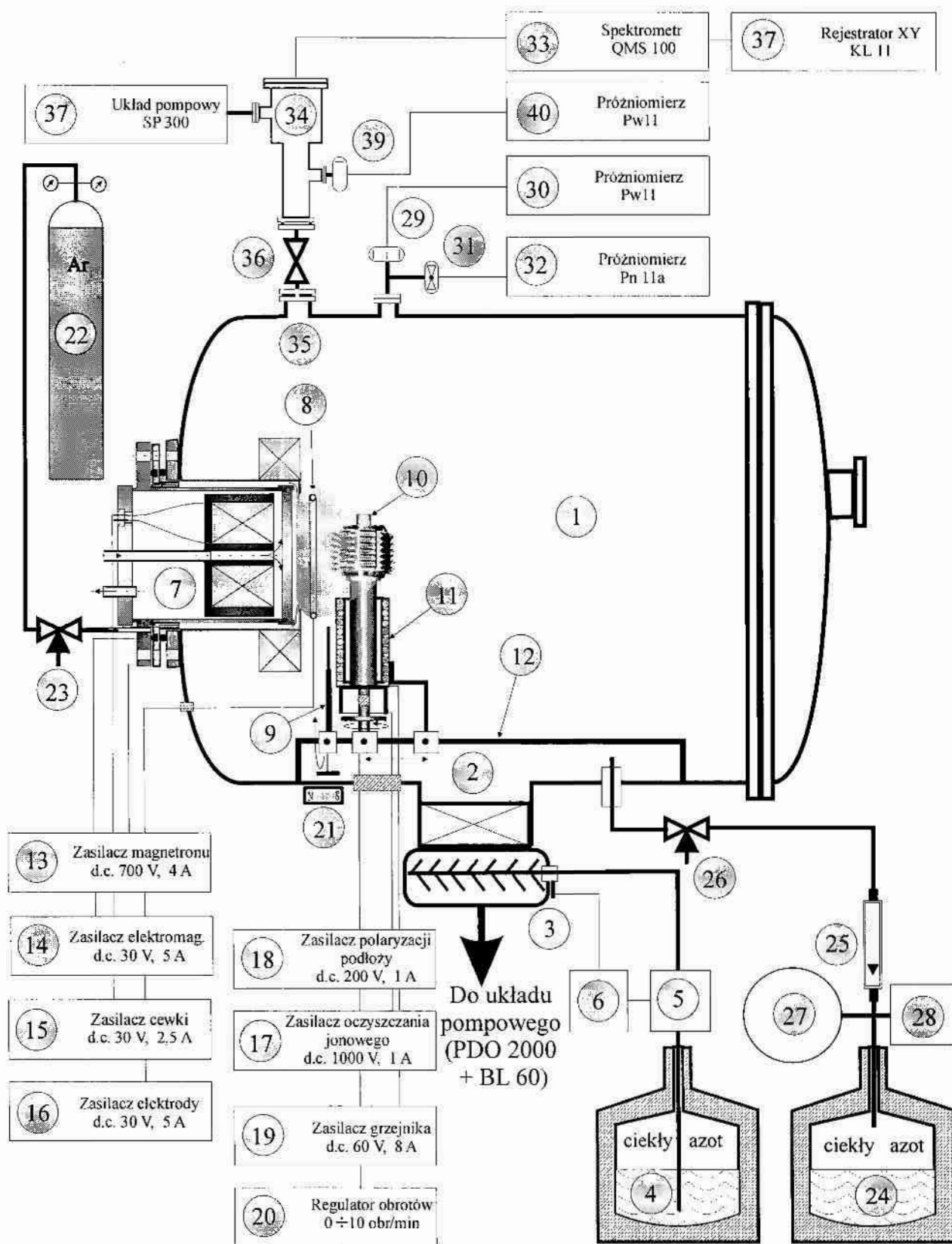
Celem badań przedstawionych w tym rozdziale było:

1. Eksperymentalne zweryfikowanie analiz i wniosków, przedstawionych w rozdziale 6, w szczególności w zakresie możliwości uzyskania stabilnego wyładowania magnetronowego gdy zastosuje się ciśnienie całkowite mniejsze niż 0,1 Pa oraz określenie warunków stabilności procesu reaktywnego rozpylania magnetronowego.
2. Opracowanie powtarzalnej procedury wytwarzania warstw TiN o optymalnych właściwościach w zastosowaniu do pokrywania narzędzi skrawających ze stali szybko tnącej.

Osiągnięcie pierwszego celu wymagało przeprowadzenia badań wpływu konfiguracji pola magnetycznego magnetronu na jego charakterystyki prądowo-napięciowe, wyznaczenia zależności ciśnienia cząstkowego azotu od natężenia jego przepływu oraz określenia wartości krytycznej szybkości pompowania azotu. Realizacja drugiego celu wymagała wyznaczenia wpływu natężenia przepływu azotu oraz napięcia polaryzacji podłoża na podstawowe właściwości warstw TiN. Inne parametry i warunki wytwarzania warstw TiN określono na podstawie analizy literatury oraz wielu badań wstępnych.

7.1. Urządzenie do wytwarzania warstw TiN

Urządzenie do wytwarzania warstw TiN przedstawiono na rys.49. Komora próżniowa 1 pompowana jest klasycznym układem pompa dyfuzyjna – pompa obrotowa. Pompa dyfuzyjna połączona jest z komorą poprzez zawór klapowy 2 i odrzutnik par oleju 3, chłodzony ciekłym azotem. Ciekły azot ze zbiornika 4 jest dozowany automatycznie z użyciem pompki 5 i układu kontrolnego 6. Komorę roboczą wyposażono w magnetron 7, elektrodę 8, przysłonę 9, uchwyt podłoży 10 i grzejnik radiacyjny 11. Zespół uchwytu podłoży oraz grzejnik radiacyjny zamontowane są na stelażu 12. Bezpośrednio chłodzony wodą target magnetronu wykonano z tytanu o czystości 99,8%. Magnetron 7 zasilany jest z zasilacza 13, a elektromagnes i cewka magnetronu oraz elektroda dodatkowa 8 z zasilaczy odpowiednio 14, 15 i 16. Obrotowy odizolowany uchwyt podłoży 10 może być polaryzowany napięciem do -1500 V, z zasilacza do oczyszczania jonowego 17 lub z zasilacza 18 do polaryzacji podłoża w czasie wytwarzania warstwy. Dolna część uchwytu podłoży umieszczona jest wewnątrz grzejnika radiacyjnego 11, zasilanego z zasilacza 19, co pozwala na nagrzanie podłoży do temperatury 800 K. Wymaganą temperaturę podłoży uzyskiwano na podstawie charakterystyk nagrzewania i stabilizacji temperatury, opracowanych dla różnych uchwytów podłoży. Charakterystyki wykonano na podstawie pomiarów temperatury termoparą sprzęgniętą cieplnie z nagrzewanym podłożem.

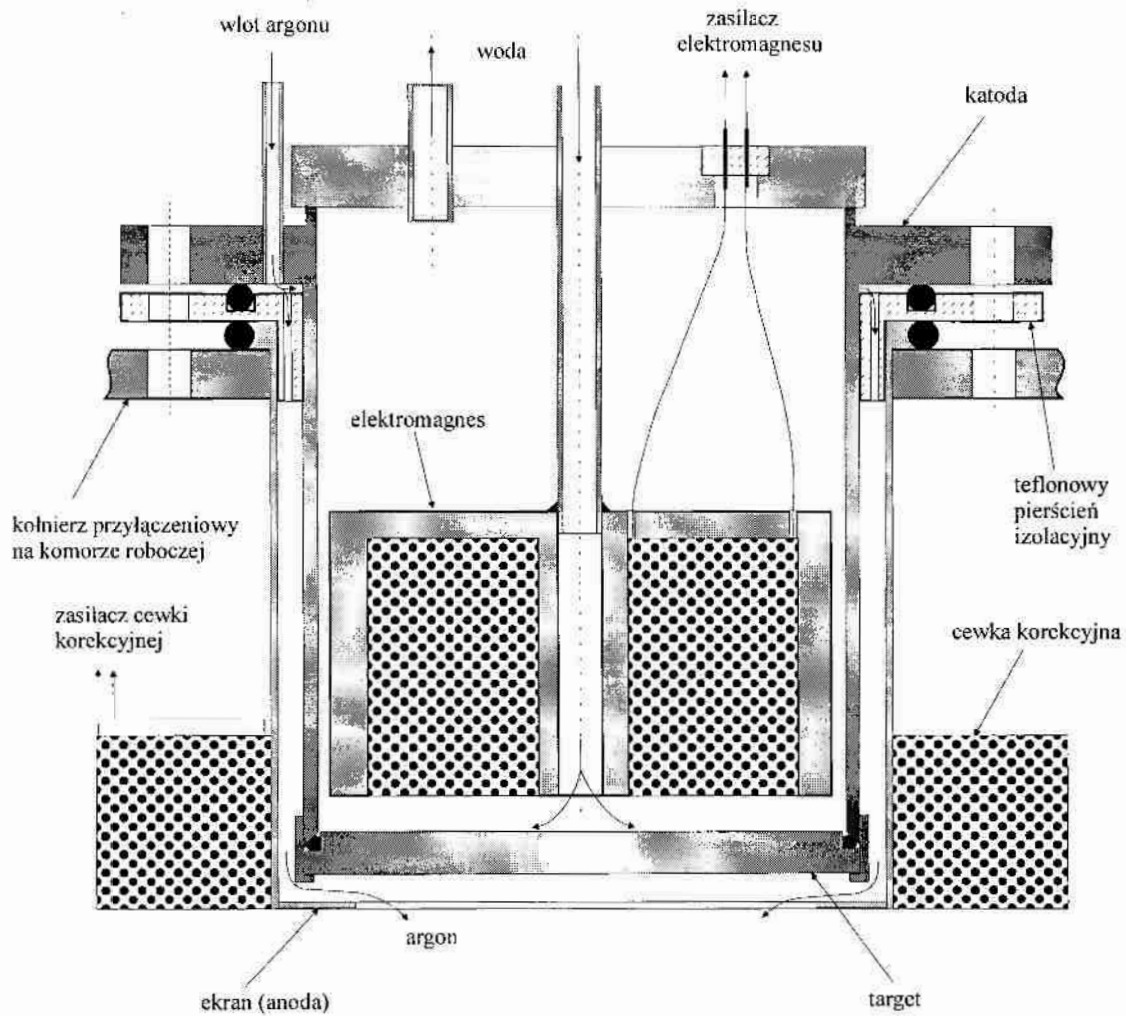


Rys.49. Schemat urządzenia do wytwarzania warstw TiN metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetonowego

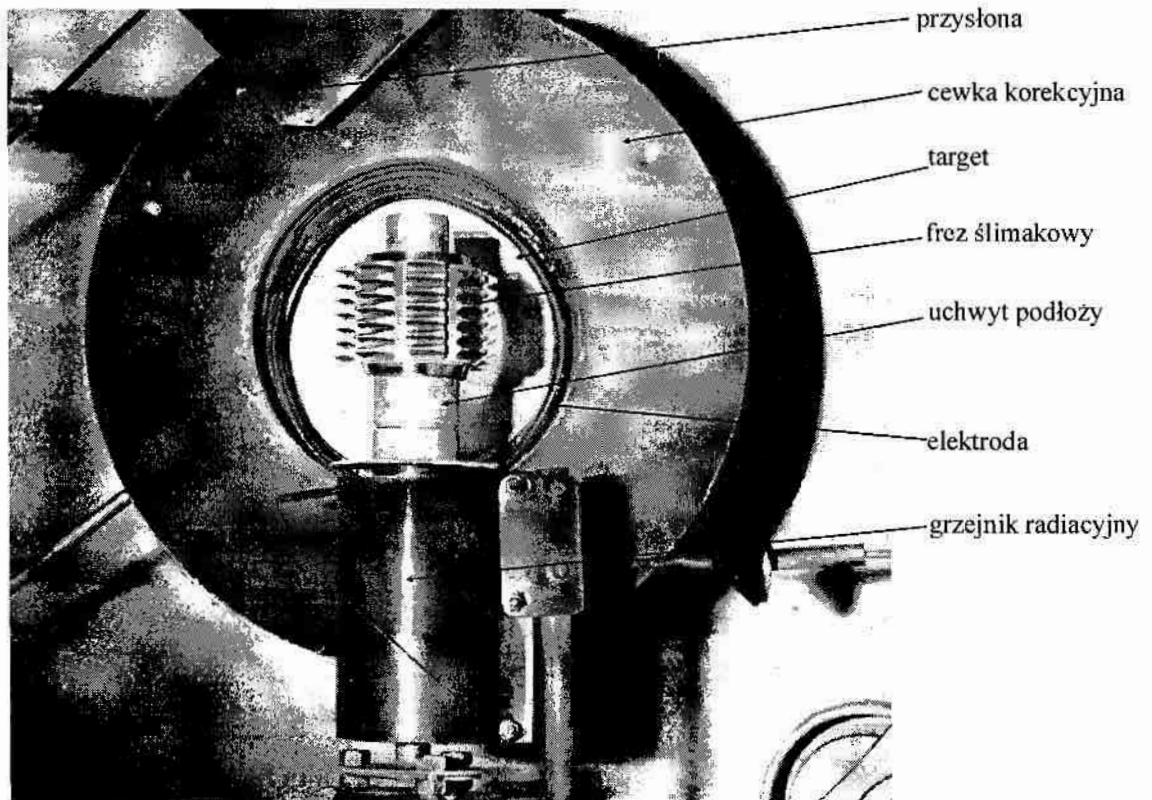
Przyjęta metoda nagrzewania i stabilizacji pozwala utrzymywać żadaną temperaturę podłoża z dokładnością ± 10 K. Obrotowy układ podłoża umożliwia regulację obrotów w zakresie $1\div 10$ obr/min zasilaczem 20. Zastosowanie przysłony 9, przesuwanej magnesem 21 umieszczonym na zewnątrz komory, umożliwia przeprowadzenie wstępnego rozpylania targetu przed właściwym procesem wytwarzania warstwy. Zabieg ten pozwala oczyścić powierzchnię targetu z zadsorbowanych gazów, w szczególności tlenu i pary wodnej, co w efekcie korzystnie wpływa na adhezję warstw. Argon o czystości 99,99% (butla 22) jest wprowadzany do komory roboczej poprzez zawór iglicowy 23 i specjalne kanały w magnetronie 7 (rys.50). Azot gazowy uzyskiwano poprzez odparowanie azotu ciekłego w zbiorniku 24 i wprowadzano do komory roboczej poprzez rotametr 25 oraz zawór iglicowy 26. Poziom zanieczyszczeń ciekłego azotu był mniejszy niż 10 ppm. W układzie dozowania azotu zastosowano zbiornik buforowy 27, co w połączeniu z regulatorem ciśnienia 28 umożliwiało utrzymywanie stałego, niewielkiego nadciśnienia w tym układzie. Azot wprowadzano do komory roboczej w znacznej odległości od układu rozpylania.

Pomiary ciśnienia w komorze roboczej dokonywano głowicą jonizacyjną typu Bayarda-Alperta (29), sprzężoną z próżniomierzem Pw11 (30) oraz głowicą termoelektryczną 31, współpracującą z próżniomierzem Pn11a (32). Głowice Bayarda-Alperta są skalowane dla suchego powietrza lub azotu, dlatego podczas odczytu ciśnienia roboczego argonu stosowano współczynnik konwersji $\lambda=0,73$ [Hala80]. Do pomiaru ciśnień cząstkowych gazów reszkowych i azotu zastosowano kwadropolowy spektrometr masowy QMS100 (33), współpracujący z głowicą 34. Głowicę 34 połączono z komorą roboczą poprzez diafragmę o średnicy 1mm oraz zawór kątowy 36 i odpompowywano układem próżniowym SP300. Konieczność różnicowego pompowania głowicy spektrometru wynikała z faktu zastosowania w niej powielaczy elektronowych, dla których maksymalne ciśnienie pracy nie może być wyższe niż 3×10^{-3} Pa. W związku z powyższym podczas pomiaru ciśnienia cząstkowego azotu stosowano współczynniki konwersji, wyznaczone doświadczalnie. W celu automatycznego zapisu zmian ciśnienia cząstkowego danego gazu, do spektrometru QMS100 podłączono rejestrator XY typu KL11 (38). Ciśnienie całkowite w głowicy spektrometru mierzono sondą jonizacyjną Bayarda-Alperta (39) i próżniomierzem Pw11 (40).

Rozwiązanie konstrukcyjne magnetronu pokazano na rys.50. Sposób wprowadzania argonu bezpośrednio na powierzchnię targetu pozwala ograniczyć w pewnym stopniu dostęp azotu do targetu i jego zatrucie. Sposób wprowadzania argonu oraz metodę wytwarzania pola magnetycznego w magnetronie przedstawiono w opisach do patentów [Staś89, Staś89-1], których autor jest współtwórcą. Podstawowe elementy układu rozpylania bliżej przedstawiono na rys.51.



Rys.50. Schemat magnetronu



Rys.51. Podstawowe elementy układu rozpylania

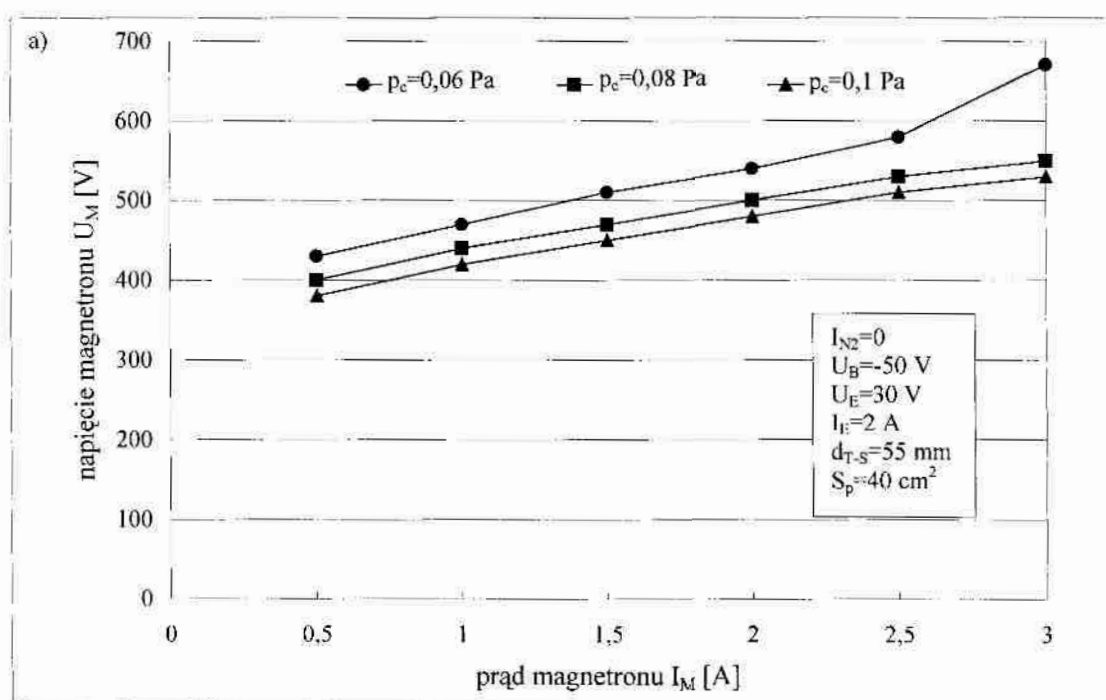
7.2. Parametry i warunki procesu wytwarzania warstw metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego

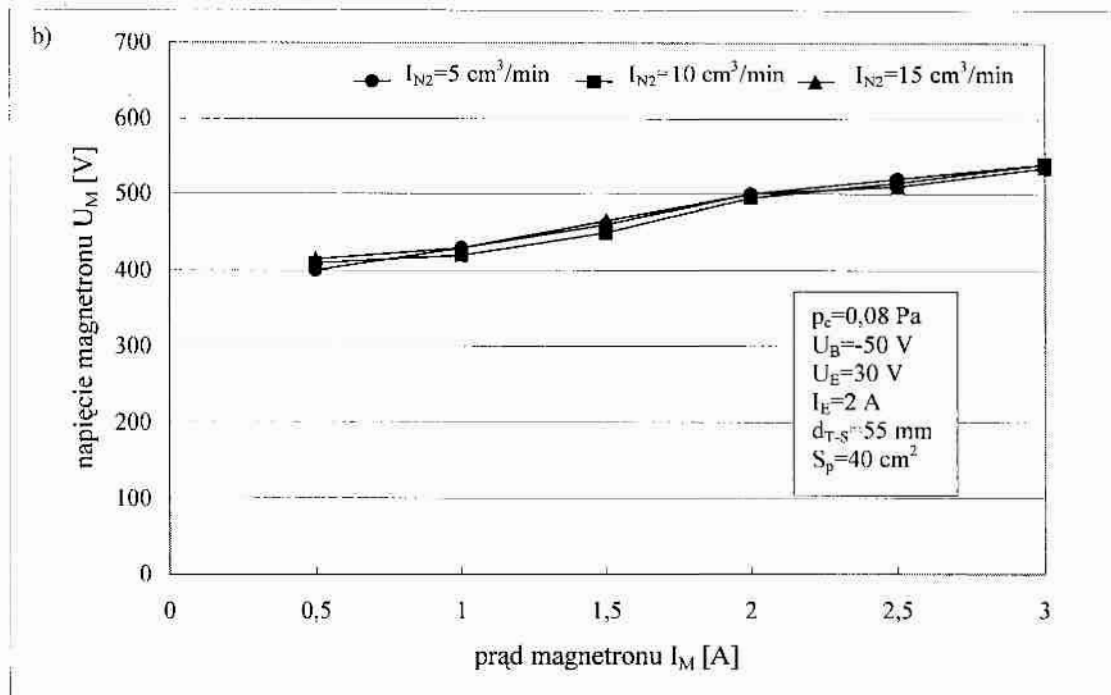
W celu określenia parametrów i warunków pozwalających na przeprowadzanie powtarzalnych procesów wytwarzania warstw TiN wykonano następujące testy i badania:

- 1^o określono warunki stabilnej pracy układu pompowego,
- 2^o dokonano optymalizacji rozkładu linii sił pola magnetycznego,
- 3^o wyznaczono charakterystyki prądowo-napięciowe magnetronu,
- 4^o określono zależność szybkości nanoszenia warstw tytanu od odległości target-podłoże oraz od ciśnienia całkowitego,
- 5^o wyznaczono zależność natężenia przepływu azotu od jego ciśnienia cząstkowego i obliczono krytyczną szybkość pompowania azotu.

Zgodnie z danymi zawartymi w literaturze (rozdz.3.6.3) oraz analizą przedstawioną w rozdziale 6, zastosowanie dużej szybkości pompowania gazu reaktywnego jest jednym z warunków uzyskania stabilnego procesu rozpylania reaktywnego. Ustalono podczas testów, że gdy zawór klapowy jest całkowicie otwarty (co zapewnia dużą szybkość pompowania), maksymalne ciśnienie stabilnej pracy zastosowanej pompy dyfuzyjnej, nie może być wyższe niż 0,15 Pa. Stwierdzono ponadto, że zastosowanie stabilizacji napięcia zasilania grzejnika pompy dyfuzyjnej wpływa korzystnie na stabilność szybkości pompowania.

W kolejnym etapie testowania urządzenia dokonano optymalizacji rozkładu linii sił pola magnetycznego i wyznaczono charakterystyki prądowo-napięciowe magnetronu (rys.52). Optymalizację rozkładu linii sił pola magnetycznego magnetronu przeprowadzono dla kilkunastu różnych wartości prądu i napięcia wyładowania magnetronowego oraz ciśnienia całkowitego.

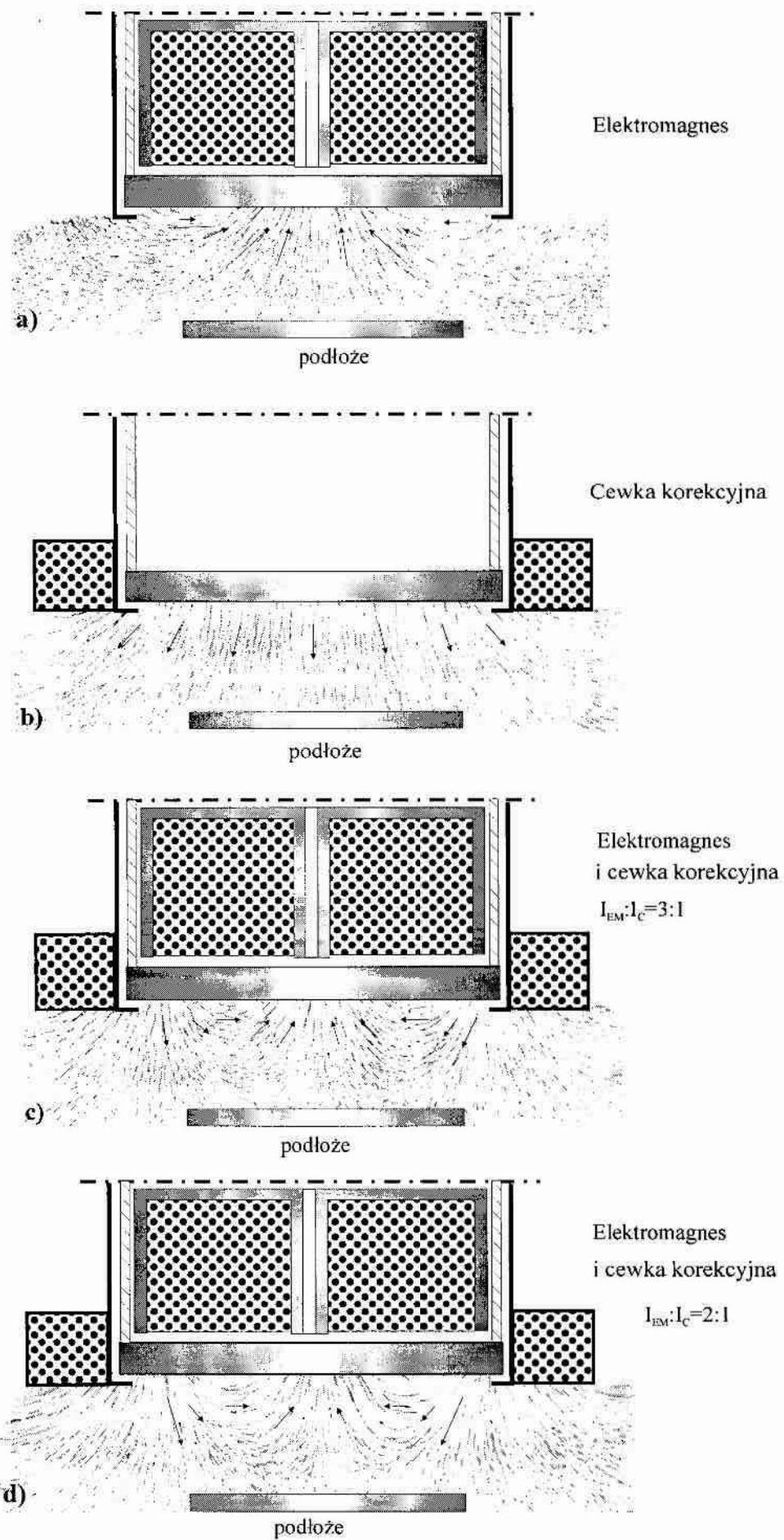




Rys.52. Charakterystyki prądowo-napięciowe magnetronu dla różnych wartości ciśnienia całkowitego (a) i natężenia przepływu azotu (b)

Kryterium doboru stanowiła maksymalna, w danych warunkach, wartość prądu wyładowania magnetronowego i jednocześnie możliwie najniższe napięcie tego wyładowania. Zmiany wartości indukcji magnetycznej oraz rozkładu linii sił pola magnetycznego dokonywano zmieniając prąd elektromagnesu i cewki korekcyjnej (rys.50, rozdz.7.1). Najkorzystniejsze warunki wyładowania magnetronowego uzyskiwano, gdy stosunek prądu elektromagnesu i cewki korekcyjnej wynosił 3:1, natomiast indukcja składowej pola magnetycznego równoległej do targetu, w pobliżu jego powierzchni, miała wartość ok. 30 mT. Charakterystyki prądowo-napięciowe magnetronu przedstawione na rys.52, wyznaczono dla wyżej wskazanych warunków. Pomiary indukcji pola magnetycznego wykonywano teslomierzem hallotronowym TH23 produkcji ASPAN.

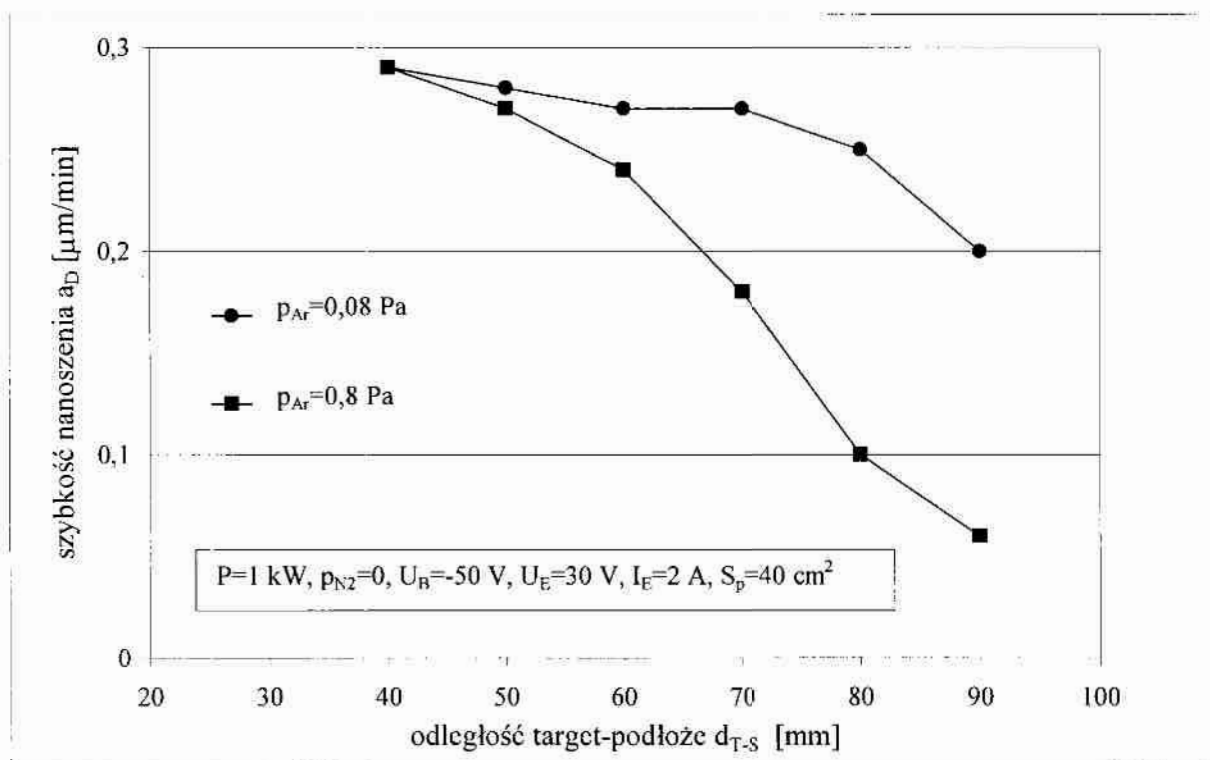
Przykładowe rozkłady linii sił pola magnetycznego magnetronu, uzyskane z użyciem ferromagnetycznego proszku, przedstawiono na rys.53. Na rys.53a pokazano rozkład linii sił pola magnetycznego wytwarzanego przez elektromagnes, a na rys.53b przez cewkę korekcyjną. Rozkłady linii sił pola magnetycznego będące wynikiem superpozycji pól elektromagnesu i cewki korekcyjnej pokazano na rys.53c i d. Najkorzystniejszy, z uwagi na ciśnienie całkowite i stabilność wyładowania, jest rozkład linii sił pola pokazany na rys.53c. Powyższy rozkład linii sił pola magnetycznego pozwala uzyskać gęstość prądu jonowego podłoża $I_B=1,5 \text{ mA/cm}^2$, dla mocy rozpylania $P=1 \text{ kW}$ i ciśnienia całkowitego $p_c=0,08 \text{ Pa}$. Wyższą gęstość prądu jonowego podłoża (ok. $2,5 \text{ mA/cm}^2$) można uzyskać dla rozkładu linii sił pola magnetycznego przedstawionego na rys.53d, przy założeniu, że wartość indukcji pola magnetycznego w pobliżu targetu jest podobna jak w przypadku pokazanym na rys.53c.



Rys.53. Rozkłady linii sił pola magnetycznego w magnetronie, uzyskane z użyciem ferromagnetycznego proszku. Strzałkami oznaczono kierunki wektorów indukcji magnetycznej

Jednakże w tych warunkach minimalne ciśnienie stabilnej pracy magnetronu musi być wyższe niż 0,12 Pa. Do wytwarzania warstw TiN w ramach niniejszej pracy zastosowano indukcję pola magnetycznego $B=30$ mT i rozkład linii sił tego pola przedstawiony na rys.53c.

Na rys.54 przedstawiono zależność szybkości nanoszenia warstw tytanu od odległości target-podłoże, dla różnych wartości ciśnieniu argonu. Uzyskane zależności stanowią praktyczną ilustrację rozważań przedstawionych w rozdziale 6. W szczególności potwierdzają to, że gdy ciśnienie jest niskie



Rys. 54. Zależność szybkości nanoszenia warstw tytanu od odległości target-podłoże dla różnych wartości ciśnienia argonu

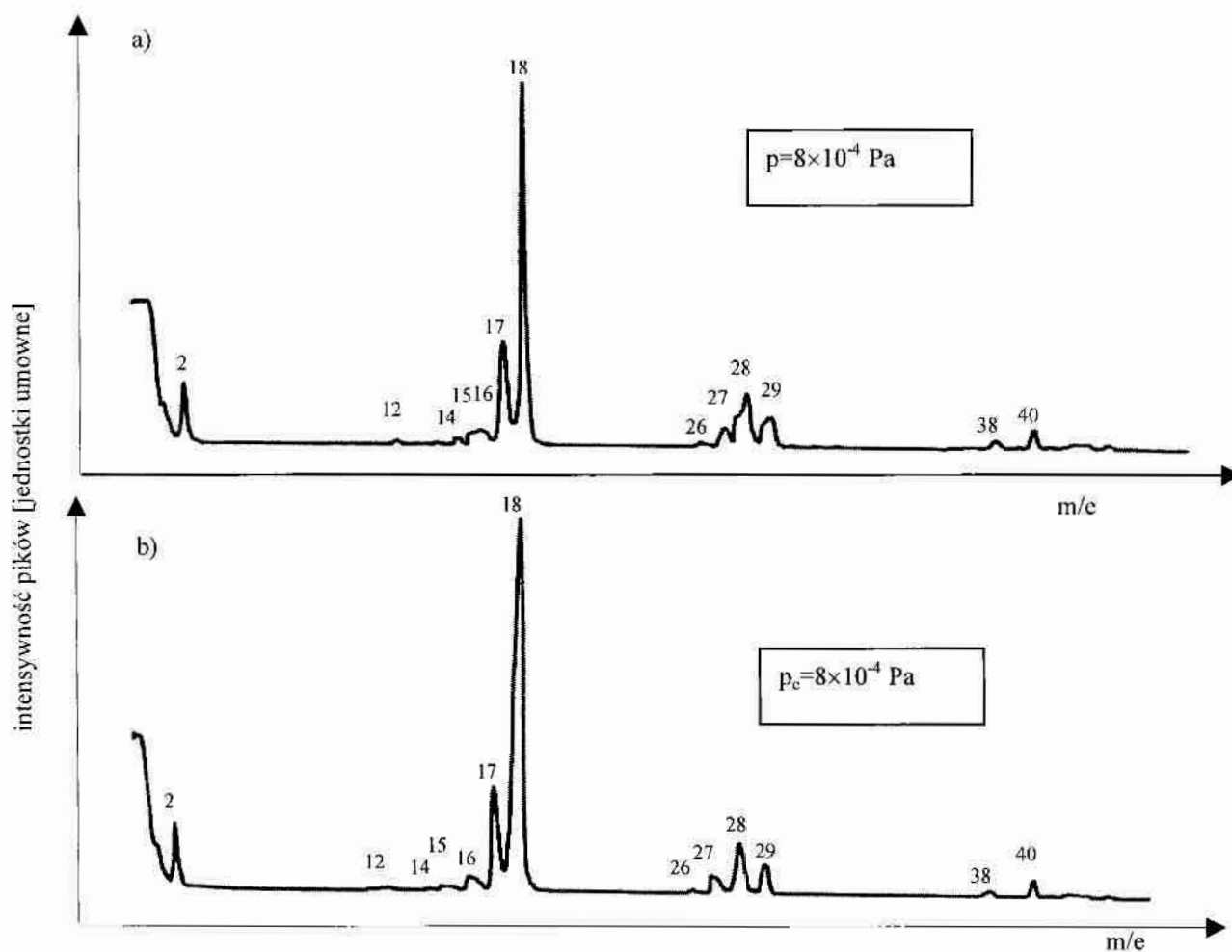
($p_c=0,08$ Pa) przestrzeń pomiędzy targetem a podłożem, w której szybkość nanoszenia warstwy jest w przybliżeniu stała, jest znacznie szersza niż w przypadku rozpylania w wyższym ciśnieniu całkowitym ($p_c=0,8$ Pa). Z wyłączeniem przytargetowej strefy wyładowania magnetronowego, rozkład gęstości azotu w komorze roboczej jest praktycznie jednorodny. Biorąc pod uwagę fakt, że reakcja między azotem i tytanem zachodzi prawie wyłącznie na podłożu [Poit84, Petr94], jednorodność składu chemicznego warstw TiN wytwarzanych na elementach o zróżnicowanych wysokościach powierzchni roboczych będzie większa w przypadku zastosowania niskiego ciśnienia całkowitego.

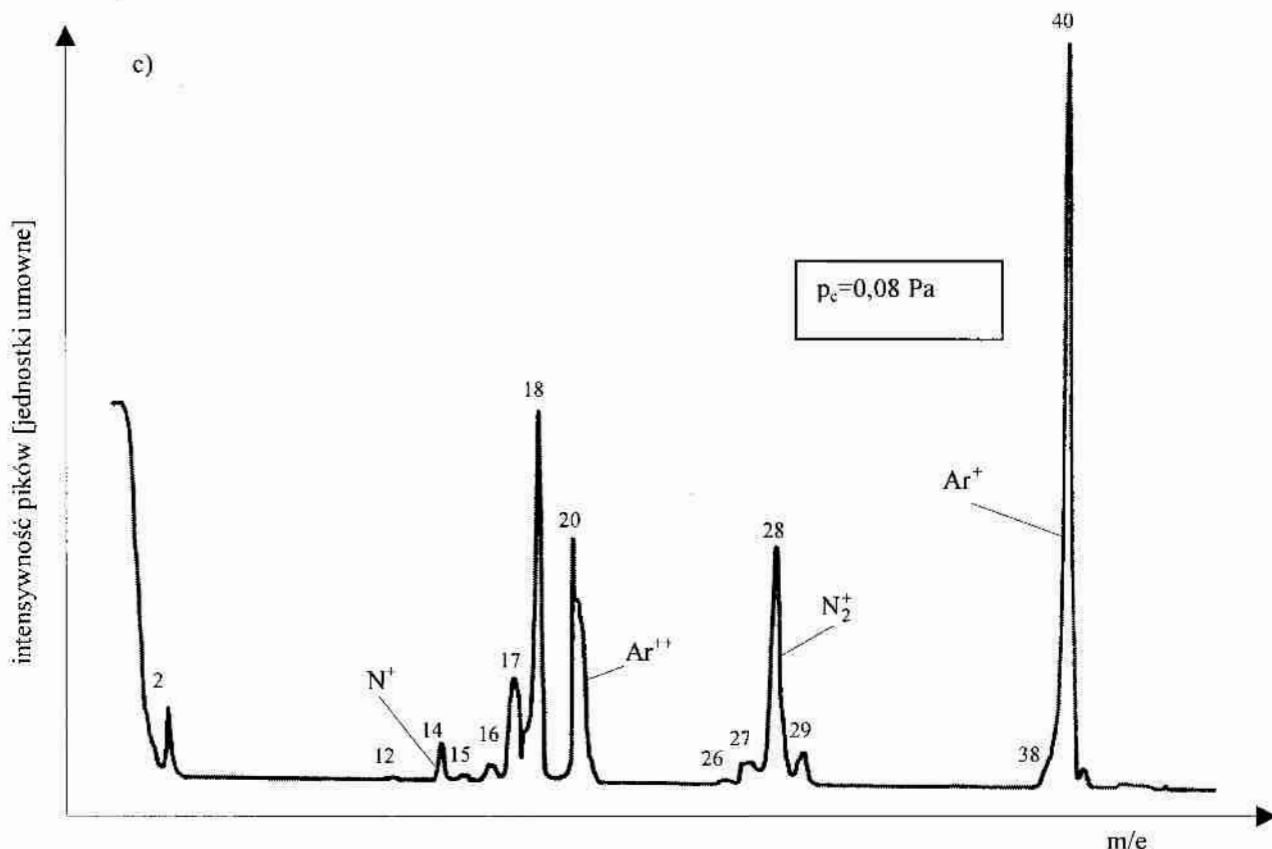
Na podstawie przedstawionych wyżej wyników badań oraz analizy publikacji w zakresie rozpylania reaktywnego i wytwarzania warstw TiN, podczas wyznaczenia zależności ciśnienia cząstkowego azotu od natężenia jego przepływu zastosowano następujące parametry i warunki rozpylania:

- ciśnienie całkowite $p_c=0,08$ Pa,

- zakres zmian natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=0\div 20\text{ cm}^3/\text{min}$,
- moc rozpylania $P=1\text{ kW}$,
- rozkład linii sił pola magnetycznego jak na rys.53c,
- napięcie polaryzacji podłoża $U_B=-50\text{ V}$,
- odległość target-podłoże $d_{T,S}=55\text{ mm}$,
- temperatura uchwyty podłoża $T_p=723\text{ K}$,
- powierzchnia uchwyty podłoża $S_p=40\text{ cm}^2$,
- ciśnienie gazów reszkowych $p_r=8\times 10^{-4}\text{ Pa}$,
- całkowicie otwarty zawór klapowy pompy dyfuzyjnej,
- sposób wprowadzania argonu i azotu jak na rys.49,
- odrzutnik par oleju pompy dyfuzyjnej chłodzony ciekłym azotem.

Przed wyznaczeniem zależności $p_{N_2}=f(I_{N_2})$, spektrometrem masowym QMS100 zarejestrowano skład gazów reszkowych w samej głowicy spektrometru (rys.55a) oraz jednocześnie w głowicy i komorze roboczej (rys.55b). Wartości liczbowe przypisane poszczególnym pikom są liczbami masowymi (tab.3).





Rys.55. Skład gazów resztkowych w głowicy spektrometru QMS100 (a) i w komorze roboczej (b) oraz skład atmosfery w głowicy spektrometru po wprowadzeniu azotu i argonu do komory roboczej (c), p_c – całkowite ciśnienie w komorze roboczej

Z przedstawionych pomiarów wynika, że głównym składnikiem gazów resztkowych jest para wodna (tab.3).

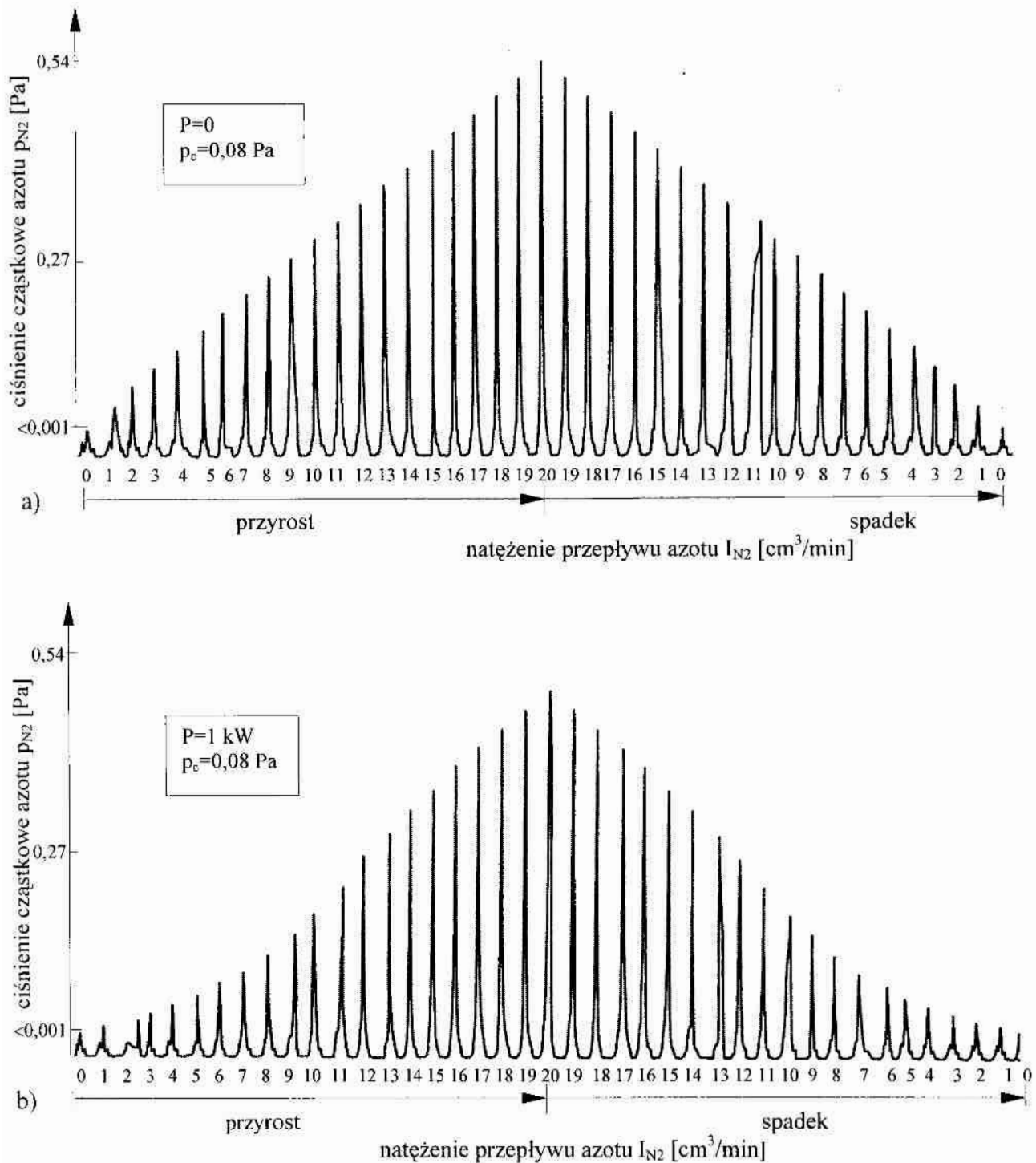
Tablica 3. Skład gazów resztkowych w głowicy spektrometru i w komorze roboczej

Liczba Masowa	2	12	14	15	16	17	18	20	26	27	28	29	38	40
Składnik atmosfery	H_2^+ He^{++}	C^+	N^+ CH_2^+ CO^{++}	CH_3^+	O^+ CH_4^+	OH^+	H_2O^+	Ar^{++}	$C_2H_2^+$	$C_2H_3^+$	N_2^+ CO^+ $C_2H_4^+$	$C_2H_5^+$ $^{15}N^{14}N^+$	$^{38}Ar^+$	Ar^{++} $C_3H_4^+$

Na rys.55c przedstawiono przykładowy zapis składu gazów w komorze roboczej po wprowadzeniu azotu i argonu. Na podstawie szeregu takich zapisów dokonano skalowania wskazań spektrometru QMS100 oraz próżniomierzy Pw11 w zakresie ciśnienia cząstkowego azotu $p_{N_2}=0\div 0,06$ Pa i całkowitego $p_c=0,06\div 0,1$ Pa.

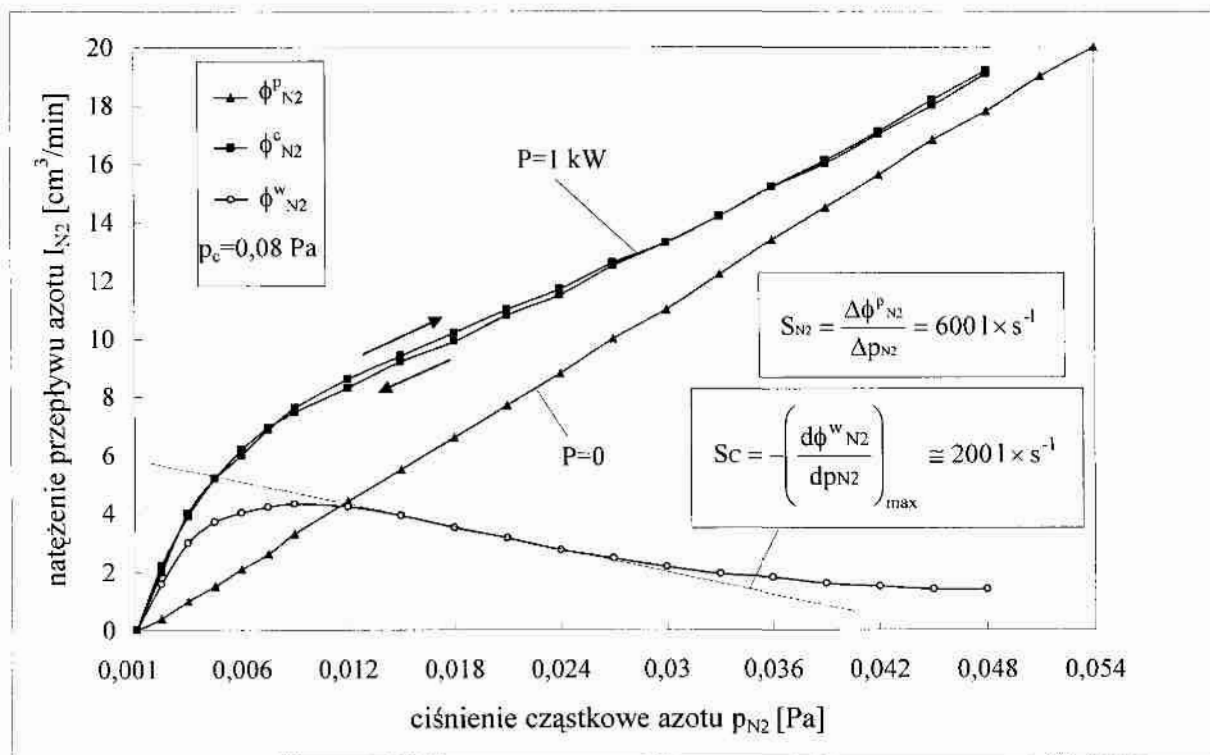
W celu wyznaczenia zależności $p_{N_2}=f(I_{N_2})$, pomiarów ciśnienia cząstkowego azotu dokonywano spektrometrem masowym QMS100 i sprzężonym z nim rejestratorem XY KL11. Zapis wartości ciśnienia cząstkowego azotu był wykonywany automatycznie co 30 s. W okresie pomiędzy kolejnymi zapisami zmieniano natężenie przepływu azotu oraz ilość wprowadzanego

argonu tak, aby całkowite ciśnienie w komorze roboczej nie ulegało zmianie. Ciśnienie całkowite kontrolowano próżniomierzem Pw11, współpracującym z głowicą jonizacyjną Bayarda-Alperta. Zarejestrowane wyniki pomiarów ciśnienia cząstkowego azotu, podczas zwiększania i zmniejszania natężenia przepływu azotu, przedstawiono na rys.56.



Rys.56. Zarejestrowana zależność ciśnienia cząstkowego azotu od natężenia jego przepływu z wyłączonym magnetrone (a) i podczas rozpylania (b)

Zapis przedstawiony na rys.56a wykonano gdy magnetron był wyłączony ($P=0$), a na rys.56b podczas rozpylania ($P=1$ kW). Na podstawie powyższych pomiarów wykreślono zależność natężenia przepływu azotu od jego ciśnienia cząstkowego (rys.57), pozwalającą obliczyć krytyczną szybkość pompowania azotu [Spn88, Kadl86].



Rys.57. Zależność natężenia przepływu azotu od jego ciśnienia cząstkowego;

$\phi_{N_2}^P$ – strumień azotu pompowany przez pompę,

$\phi_{N_2}^C$ – strumień azotu pompowany przez warstwę i pompę,

$\phi_{N_2}^W = (\phi_{N_2}^C - \phi_{N_2}^P)$ – strumień azotu pompowany przez warstwę,

S_{N_2} – szybkość pompowania azotu przez układ pompowy,

S_C – krytyczna szybkość pompowania azotu

Szybkość pompowania azotu przez układ pompowy ($S_{N_2} \approx 600 \text{ l} \times \text{s}^{-1}$, rys.57) jest trzykrotnie większa od krytycznej szybkości pompowania ($S_C \approx 200 \text{ l} \times \text{s}^{-1}$) co oznacza, że proces rozpylania jest stabilny w całym zastosowanym zakresie natężenia przepływu azotu [Spn88, Kadl86]. Ponadto zależność $I_{N_2} = f(p_{N_2})$ wykazuje tylko niewielki efekt histerezy, co również jest korzystne i zgodne z danymi zawartymi w pracach [Okam86, Spro87]. W związku z powyższym do wytwarzania warstw TiN zastosowano parametry stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, wskazane podczas wyżej omawianych badań.

Wyniki badań przedstawione w tym rozdziale stanowią eksperymentalną ilustrację wniosków przedstawionych w rozdziale 6 i potwierdzają w znacznej części słuszność drugiej tezy pracy.

7.3 Procedura wytwarzania warstw TiN

Warstwy TiN wytwarzano na próbkach 20×10×2 mm wykonanych ze stali szybko tnącej SW7M, obrobionej cieplnie do twardości 64 HRC. Jedną powierzchnię próbek szlifowano, a następnie polerowano pastą diamentową o ziarnistości 1 μm do uzyskania chropowatości $R_a < 0,05 \mu\text{m}$. Na próbkach wykonano podcięcia, ułatwiające wykonanie przelomu wytworzonej warstwy TiN. Celem uzyskania kruchych przelomów, próbki przed złamaniem ochładzano w ciekłym azocie.

Do pomiarów rezystywności i temperatury przejścia w stan nadprzewodzący, warstwy TiN wytwarzano na płytkach 30×20×1 mm ze szkła typu Corning 7059, utlenionych płytkach krzemowych $\phi 30$ mm oraz na próbkach 20×10×1 mm ze stopu „Permalloy”.

Powierzchnie podłoży oczyszczano w dwóch etapach, tj. poprzez oczyszczanie chemiczne oraz oczyszczanie jonowe. Oczyszczanie chemiczne zawierało następujące operacje:

- mycie w wodnym roztworze detergentu alkalicznego ze wspomaganie ultradźwiękowym,
- płukanie w wodzie destylowanej,
- osuszanie w strumieniu ciepłego powietrza,
- mycie w trójchloroetylenie ze wspomaganie ultradźwiękowym,
- mycie i osuszanie w parach trójchloroetyleny,
- mycie i osuszanie w parach acetonu,
- mycie i osuszanie w parach etanolu.

Tak przygotowane podłoża umieszczano na odpowiednim uchwycie w komorze roboczej. Po odpompowaniu komory i nagraniu podłoży, realizowano drugi etap przygotowania podłoży, tj. oczyszczanie jonowe. Oczyszczanie jonowe realizowano poprzez wzbudzenie wyładowania jarzeniowego wokół ujemnie spolaryzowanego podłoża. Parametry oczyszczania jonowego określono doświadczalnie. Kryterium doboru stanowiła maksymalna gęstość mocy wyładowania jarzeniowego, która powoduje niewielkie podtrawianie powierzchni podłoży. Zastosowanie takich parametrów oczyszczania jonowego umożliwia uzyskanie wysokiej adhezji warstw TiN, w szczególności na stali szybko tnącej [Helm85].

Typowa procedura wytwarzania warstw TiN zawierała następujące operacje:

1. Załadowanie podłoży i odpompowanie komory roboczej do ciśnienia co najmniej 2×10^{-3} Pa.
2. Nagrzewanie podłoży do temperatury $T_p = 720$ K.
3. Oczyszczanie jonowe podłoży w wyładowaniu jarzeniowym argonu (zastosowano ciśnienie argonu $p_{Ar} = 10$ Pa, gęstość mocy ok. $0,2 \text{ W/cm}^2$ i czas poniżej 15 min).
4. Rozpylanie targetu tytanowego w argonie z zamkniętą przysłoną. Parametry rozpylania: $P = 1$ kW, $p_c = 0,08$ Pa, $U_E = 30$ V, czas rozpylania 3 min.

5. Rozpylanie reaktywne tytanu z zamkniętą przysłoną. Parametry rozpylania: $p_c=0,08$ Pa, $I_{N_2}=0\div 20$ cm³/min (w zależności od potrzeb), $P=1$ kW, $U_E=30$ V, $U_B=0\div -150$ V (w zależności od potrzeb), czas rozpylania 3 min.
6. Odsunięcie przysłony i wytwarzanie warstwy TiN, stosując parametry wskazane w pkt.5, przez określony czas lub do uzyskania założonej grubości warstwy.
7. Ochładzanie podłoża w próżni do temperatury $T_p < 350$ K.
8. Zapowietrzenie komory i wyjęcie podłoża.

Po procesach wytwarzania warstw TiN, w których stosowano relatywnie wysokie natężenie przepływu azotu, tj. powyżej 12 cm³/min, przeprowadzano oczyszczanie targetu poprzez jego rozpylanie w argonie przez ok. 60 min.

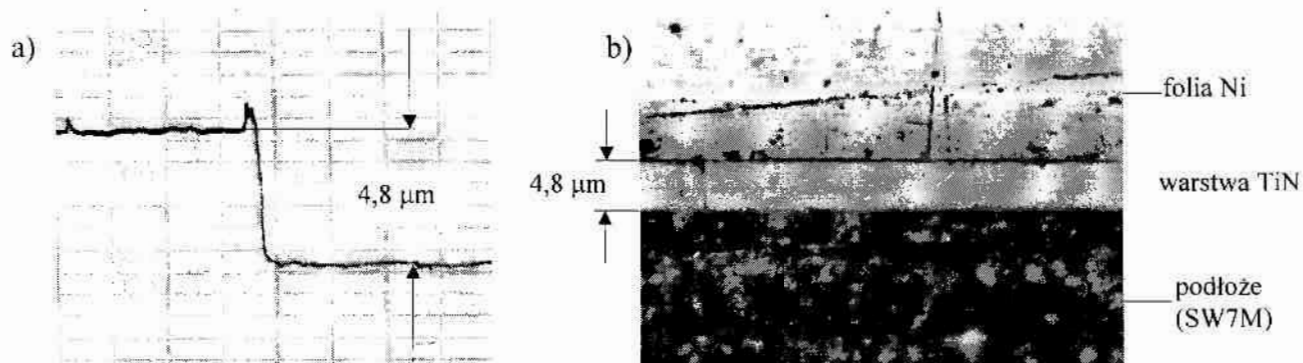
7.4. Metody badań właściwości warstw TiN

7.4.1. Pomiary grubości

Grubość warstw mierzono następującymi metodami:

- utworzenia uskoku,
- zglądu metalograficznego,
- przelomu warstwy,
- interferometryczną.

Pierwsza metoda polega na zamaskowaniu pewnej części podłoża w czasie wytwarzania warstwy i następnie zarejestrowaniu powstałego uskoku między warstwą a podłożem, występującego na granicy maski (rys.58a). Pomiary uskoku wykonywano z użyciem profilografometru ME-10 produkcji Carl Zeiss Jena. Dokładność pomiaru grubości tą metodą oszacowano na $\pm 0,1$ μ m.



Rys.58. Pomiar grubości warstw metodą rejestracji uskoku (a) i metodą zglądu metalograficznego (b)

Następna metoda polega na wykonaniu poprzecznego zglądu metalograficznego próbki z wytworzoną warstwą i następnie dokonaniu pomiaru grubości warstwy z użyciem mikroskopu optycznego (rys.58b). Do pomiaru grubości warstw TiN zastosowano mikroskop metalograficzny Neophot 2 produkcji Carl Zeiss Jena, a dokładność pomiaru tą metodą oszacowano na $\pm 0,2 \mu\text{m}$.

Metodą zglądu metalograficznego dokonano pomiarów rozkładu grubości warstwy TiN na ostrzu freza ślimakowego, wykonując poprzeczny zgląd metalowej maski, która była nałożona na jedno z ostrzy w czasie wytwarzania warstwy. Rozkład grubości warstwy na metalowej masce, odzwierciedlający ten rozkład na ostrzu freza ślimakowego, pokazano na rys.65 w rozdziale 8.1.

Pomiary grubości warstw metodą przełomu wykonywano bezpośrednio na ekranie mikroskopu skaningowego JSM-S1 produkcji Jeol Japonia. Dokładność pomiaru grubości warstw tą metodą oceniono na $\pm 0,2 \mu\text{m}$.

Do pomiaru grubości warstw TiN, wytwarzanych na płytkach szklanych i krzemowych, zastosowano metodę interferometryczną [Prac80], wykorzystując w tym celu mikrointerferometr Linnika IL10. Dokładność pomiaru grubości warstw tą metodą oszacowano na $\pm 0,1 \mu\text{m}$.

7.4.2. Pomiary mikrotwardości

Do pomiaru mikrotwardości podłoży i warstw TiN zastosowano mikroskop metalograficzny Neophot 2 produkcji Carl Zeiss Jena Niemcy, wyposażony w przystawkę Ilanemanna. Pomiary wykonywano stosując obciążenie wglębniaka $F=6,4 \text{ N}$. Mikrotwardość obliczano z zależności:

$$HV = 0,1854 \times \frac{F}{d^2} \quad (13)$$

gdzie d jest średnią arytmetyczną pomiarów przekątnych kilku odcisków. Powyższą formułę stosowano do określenia mikrotwardości podłoża, natomiast bezpośrednio jej wykorzystanie do obliczania mikrotwardości warstw TiN powoduje duże błędy w otrzymanych wynikach. Związane jest to z tym, że głębokość wnikania stożka Vickersa dla zastosowanego obciążenia jest porównywalna z grubością warstwy i istotny wpływ na wynik pomiaru ma oddziaływanie podłoża. Pomiary mikrotwardości cienkich warstw [Sund82, Jöns84] pokazują, że wpływ podłoża na wyniki pomiaru jest niewielki, jeżeli głębokość odcisku jest mniejsza niż 1/7 grubości warstwy. Spełnienie tego warunku jest możliwe poprzez zmniejszenie obciążenia, co jednak powoduje znaczne zmniejszenie średnicy odcisku i zwiększenie błędu związanego z odczytem jej wartości. Innym sposobem jest zastosowanie formuł matematycznych, wyznaczonych na podstawie modeli oddziaływań plastyczno-sprężystych w warstwie i podłożu [Burn87, Jöns84]. Bardzo często wykorzystywany jest model przedstawiony w pracy [Jöns84], opracowany dla przypadku warstw twardszych od podłoża. W modelu tym wyróżnia się dwa przypadki - miękkiego i twardego podłoża. Według tego modelu mikrotwardość warstw można obliczyć z zależności:

$$H_w = H_p + \frac{H_k - H_p}{2C_{1,2} \left(\frac{a}{d}\right) - C_{1,2}^2 \left(\frac{a}{d}\right)^2} \quad (14)$$

gdzie:

H_w – mikrotwardość warstwy [GPa],

H_p – mikrotwardość podłoża [GPa],

H_k – mikrotwardość kompozytu (warstwa + podłoże) [GPa],

a – grubość warstwy [m],

d – głębokość odcisku [m],

$C_1 = \sin^2 22^\circ$ – współczynnik dla przypadku: twarda warstwa na twardym podłożu,

$C_2 = 2\sin^2 11^\circ$ – współczynnik dla przypadku: twarda warstwa na miękkim podłożu.

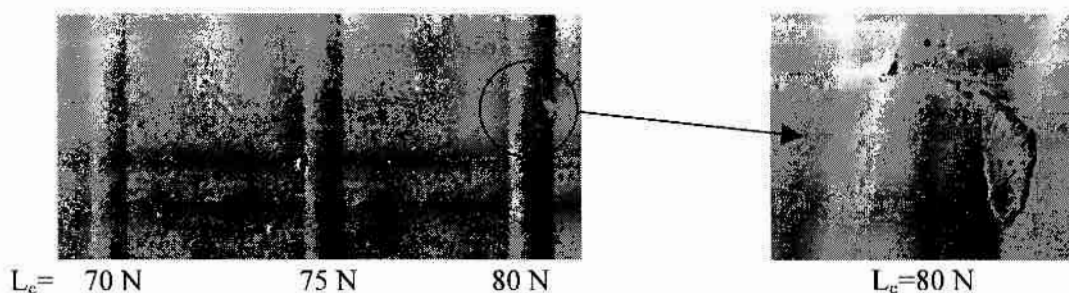
Z uwagi na wysoką mikrotwardość warstw TiN, w obliczeniach zastosowano współczynnik C_2 . Do obliczenia mikrotwardości warstw TiN i podłoża przyjmowano średnią wartość przekątnej pięciu odcisków. Błąd pomiaru mikrotwardości warstw zastosowaną metodą zależy od wielu czynników; między innymi od dokładności odczytu wartości przekątnych odcisku i dokładności pomiaru grubości warstwy oraz od poprawności zastosowanej formuły obliczania mikrotwardości. Błąd pomiaru mikrotwardości warstw TiN oszacowano na $\pm 0,2$ GPa.

7.4.3. Badania adhezji

Istnieje kilka metod oceny adhezji cienkich warstw [Pawe88]. Do oceny adhezji twardych warstw najczęściej stosowana jest metoda rysy (scratch test). Uwarunkowania metody rysy szeroko omówiono między innymi w pracach [Hint85, Burn87-1, Pawe88], a ponadto w pracy [Burn87-1] przedstawiono klasyfikację różnych uszkodzeń warstwy, występujących w czasie wykonywania testu. Metoda rysy polega na przesuwaniu diamentowego wgłębnika (najczęściej stożka Rockwella) po powierzchni warstwy ze stałą prędkością i na określonej długości. Wgłębnik jest obciążony siłą stałą lub liniowo narastającą na długości odcinka pomiarowego. W przypadku zastosowania stałego obciążenia, wykonuje się szereg rys stopniowo zwiększając obciążenie. Wykonane rysy obserwuje się wykorzystując mikroskop optyczny lub skaningowy i jakościowo ocenia regularność powstałego rowka. Uszkodzenia warstwy objawiają się poprzez pęknięcia, odpryski, wyboczenia itp. Wystąpienie nieciągłości warstwy w obserwowanym rowku stanowi jakościowy miernik adhezji. Ilościowym miernikiem adhezji jest tzw. obciążenie krytyczne L_c , a jego wartość jest równa wartości zastosowanego obciążenia, dla którego obserwuje się uszkodzenie warstwy. W automatycznych urządzeniach do badania adhezji, np. w urządzeniu Revetest® (CSEM, Szwajcaria), wskaźnikiem uszkodzenia warstwy, mogą być zmiany wartości sygnału emisji

akustycznej, siły tarcia lub współczynnika tarcia, co jest automatycznie rejestrowane podczas wykonywania testu.

Do badania adhezji warstw TiN zastosowano urządzenie przedstawione w pracy [Prec90]. Rysy wykonywano wglębniakiem diamentowym Rockwella z szybkością przesuwu 70mm/min oraz na długości odcinka pomiarowego 10 mm. Kolejne rysy wykonywano zwiększając obciążenie co 5 N. Przykładowe obrazy rys, uzyskane z użyciem mikroskopu skaningowego przedstawiono na rys.59. Jakościowym miernikiem adhezji jest pęknięcie i wykruszenie warstwy TiN.



Rys.59. Obrazy rys wykonanych wglębniakiem Rockwella dla różnych wartości obciążenia krytycznego

7.4.4. Badania struktury krystalicznej i morfologii przełomów

Do badań struktury krystalicznej warstw TiN wykorzystano dyfraktometr rentgenowski DRON 2, stosując promieniowanie $\text{CuK}_{\alpha,\beta}$ lub $\text{CrK}_{\alpha,\beta}$, napięcie lampy $U=30$ kV i prąd lampy $I=20$ mA. Na podstawie zarejestrowanych dyfraktogramów określano orientację krystalograficzną oraz obliczano odległość międzyplaszczynową i stałą sieci warstw TiN.

Obserwacje przełomów i ocenę morfologii warstw TiN wykonywano z użyciem mikroskopu skanningowego JSM-S1 produkcji Jeol Japonia. Próbkę do badań (po wykonaniu przełomów w temperaturze ciekłego azotu) umieszczano na specjalnych stolikach. Stoliki wraz z próbkami pokrywano warstwą złota o grubości ok. 200 Å w celu ujednorodnienia przewodności elektrycznej analizowanych przełomów.

7.4.5. Pomiary właściwości elektrycznych

Rezystywność warstw TiN mierzono metodą czterosondową. Zasadę pomiaru i urządzenie przedstawiono w pracy [Czyż78]. Pomiary wykonywano dla warstw TiN, wytworzonych na płytkach szklanych i krzemowych.

Pomiary temperatury przejścia w stan nadprzewodzący wykonywano dla warstw TiN, wytwarzanych na próbkach ze stopu „Permalloy”. Próbkę zwijano do postaci rurki o średnicy 2mm (warstwą na zewnątrz) i umieszczano w jednej z cewek mostka indukcyjnego. Powodowało to silne niezrównoważenie mostka, które kompensowano odpowiednim układem. Mostek indukcyjny

umieszczano w górnej części zbiornika z ciekłym helem, a następnie powoli opuszczano. Gdy temperatura próbki osiągała wartość odpowiadającą temperaturze krytycznej, następowało ponowne niezrównoważenie mostka w wyniku wystąpienia efektu Meissnera [Mend66]. Procedurę pomiaru oraz opis mostka indukcyjnego przedstawiono w pracy [Staś88], której autor jest współtwórcą.

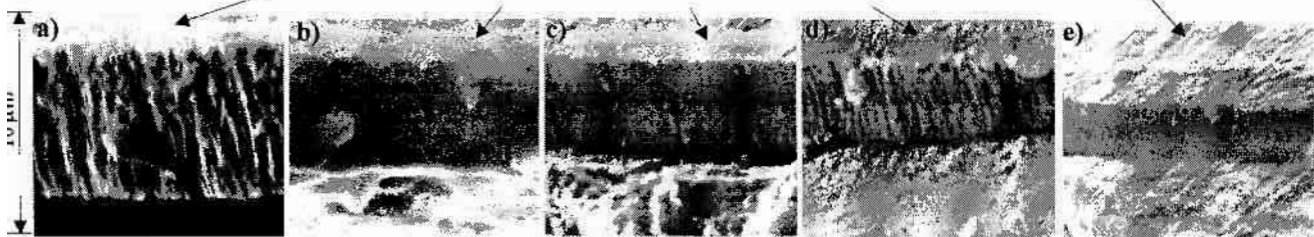
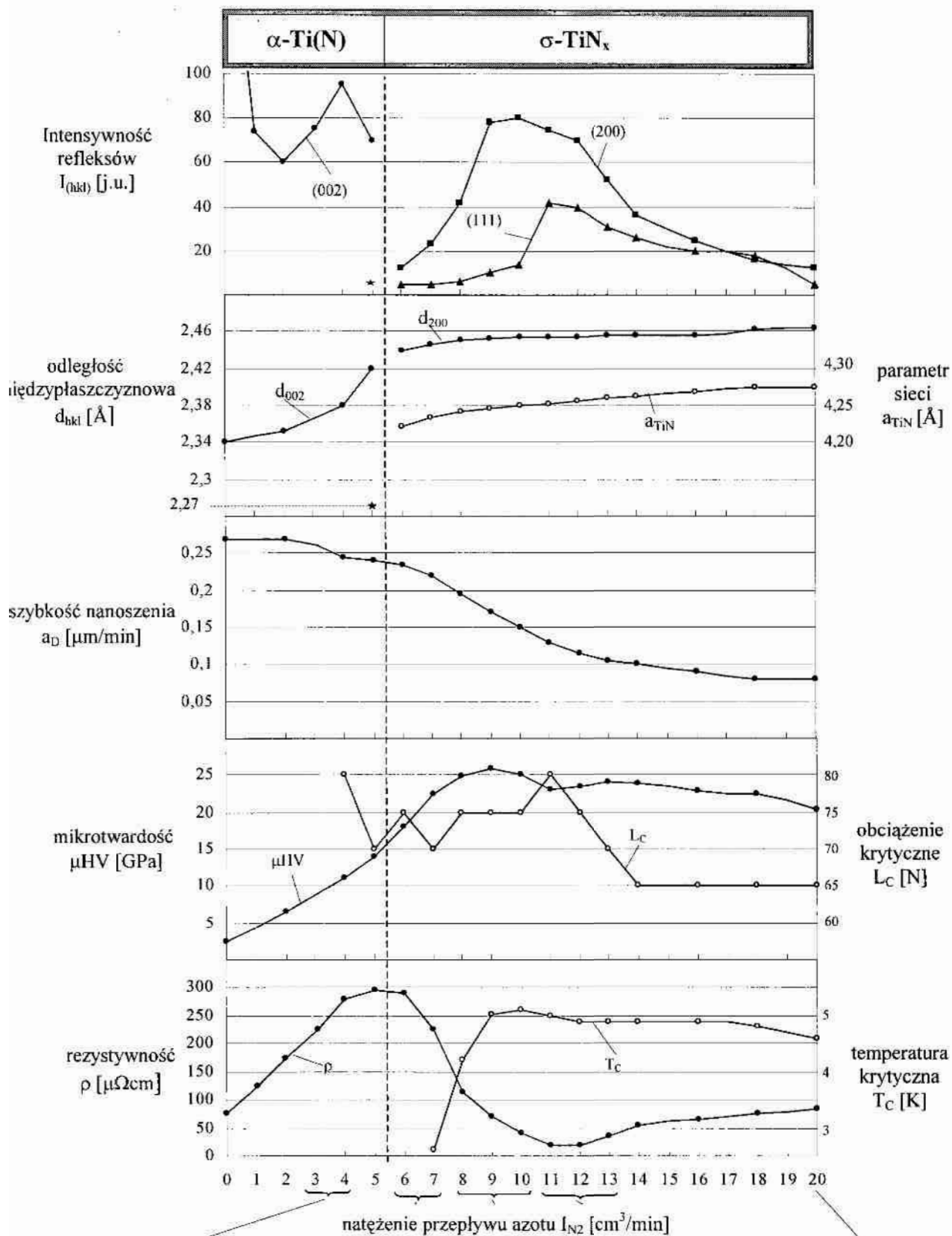
7.5 Wpływ natężenia przepływu azotu na właściwości warstw TiN

W celu określenia zależności, wskazanej w tytule rozdziału do wytwarzania warstw TiN na próbkach ze stali szybko tnącej SW7M i stopu „Permalloy”, zastosowano następujące parametry stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego:

- ciśnienie całkowite $p_c=0,08$ Pa,
- natężenie przepływu azotu $I_{N_2}=0\div 20$ cm³/min,
- moc rozpylania $P=1$ kW,
- temperaturę podłoża $T_p=723$ K,
- napięcie polaryzacji podłoża $U_B=0$ V,
- odległość target-podłoże $d_{T-S}=55$ mm,
- czas trwania procesu wytwarzania warstwy $t_p=30$ min.

Do badań rezystywności, warstwy TiN wytwarzano na utlenionych płytkach krzemowych (100) oraz szklanych (Corning 7059) i zastosowano krótszy czas procesu, tj. $t_p=3\div 5$ min. Procedury przygotowania podłoża oraz wytwarzania warstw przedstawiono w rozdziale 7.3, a metodykę badań właściwości warstw TiN w rozdziale 7.4.

Zależność właściwości warstw α -Ti(N) i δ -TiN_x od natężenia przepływu azotu przedstawiono na rys.60. W zakresie natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=0\div 5$ cm³/min warstwy są roztworami stałymi azotu w tytanie o silnej orientacji krystalograficznej (002), heksagonalnej struktury tytanu. Szybkość nanoszenia warstw wykazuje niewielki spadek powyżej natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=4$ cm³/min. Mikrotworomość warstw wzrasta ze wzrostem natężenia przepływu i gdy $I_{N_2}=5$ cm³/min - osiąga wartość 15,2 GPa. Warstwy α -Ti(N) mają wyraźną mikrostrukturę kolumnową (rys.60a), odpowiadającą strefie II modeli przedstawionych na rys.33b i c w rozdziale 3.6.4, a wynikającą z relatywnie wysokiej temperatury podłoża $T_p=0,37T_t$ (temperatura topnienia tytanu $T_t=1941$ K). Ponadto istotne znaczenie ma ograniczone bombardowanie jonowe warstwy w czasie procesu z uwagi na to, że napięcie polaryzacji podłoża miało wartość $U_B=0$ V. Na dyfraktogramie warstwy wytworzonej gdy $I_{N_2}=5$ cm³/min występuje słaby refleks odpowiadający odległości międzypłaszczyznowej $d_{hkl}=2,27$ Å. Może on świadczyć o obecności (w niewielkiej ilości) fazy ϵ -Ti₂N ($d_{111}=2,292$ Å), ale może to być również refleks od płaszczyzny (011) tytanu ($d_{011}=2,25$ Å). Relatywnie wysoka szybkość nanoszenia warstw ($a_D>0,2$ μm/min) oraz ograniczone bombardowanie jonowe nie sprzyjają jednak tworzeniu się fazy ϵ -Ti₂N [Mola85, Sund84, Poul89].



Rys. 60. Zależność właściwości i mikrostruktury warstw α -Ti(N) i δ -TiN_x od natężenia przepływu azotu; $p_c=0,08 Pa$, $P=1 kW$, $U_B=0 V$, $d_{T-S}=55 mm$

Wydaje się zatem, że efekt dylatacji heksagonalnej sieci tytanu w wyniku wprowadzenia azotu do luk oktaedrycznych jest bardziej prawdopodobny i stąd refleks ten pochodzi od płaszczyzny (011) tytanu.

W zakresie natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=5\div 6\text{ cm}^3/\text{min}$ następuje zmiana struktury warstwy na regularną azotku tytanu ($\delta\text{-TiN}_x$). Warstwy wytwarzane w zakresie do $I_{N_2}=7\text{ cm}^3/\text{min}$ charakteryzują się bardzo małym ziarnem, o czym świadczą słabe i rozmyte refleksy I_{111} oraz I_{200} , a także morfologia warstw (rys.60b). Parametr sieci w omawianym zakresie natężenia przepływu azotu jest zbliżony ($a_{\text{TiN}}=4,23\text{ \AA}$) do wartości stechiometrycznego, litego azotku tytanu ($a_{\text{TiN}}=4,24\text{ \AA}$). Następuje również wyraźne zmniejszenie się szybkości nanoszenia.

W zakresie wyższego natężenia przepływu azotu, tj. gdy $I_{N_2}=8\div 10\text{ cm}^3/\text{min}$, następuje wzrost wielkości ziaren, przy czym dominują ziarna o orientacji krystalograficznej (200), a parametr sieci ma wartość odpowiadającą stechiometrycznemu azotkowi tytanu. Mikrotwardość warstw wzrasta, osiągając maksimum wynoszące 25,8 GPa, gdy $I_{N_2}=9\text{ cm}^3/\text{min}$, a szybkość nanoszenia dla tego natężenia przepływu azotu ma wartość $a_D=0,16\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$. Mikrostruktura warstw (rys.60c) wykazuje cechy strefy T modelu Thorntona. Gdy natężenie przepływu azotu osiąga wartość $I_{N_2}=11\text{ cm}^3/\text{min}$, występuje lokalne minimum mikrotwardości warstw (23,1 GPa), dla którego udział ziaren o orientacji krystalograficznej (111) osiąga wartość maksymalną. Dla wyższego natężenia przepływu azotu udział ziaren o orientacji krystalograficznej (111) i (200) staje się zbliżony, a mikrostruktura warstw (rys.60d) wykazuje cechy z pogranicza strefy I i strefy T modelu Thorntona ($T_p=0,22T_t$), co powoduje niewielki spadek mikrotwardości warstw.

Powyżej natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=14\text{ cm}^3/\text{min}$ mikrotwardość warstw i szybkość nanoszenia monotonicznie maleją osiągając dla $I_{N_2}=20\text{ cm}^3/\text{min}$ wartości odpowiednio: $\mu\text{HV}=20,6\text{ GPa}$ i $a_D=0,08\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$. W powyższym zakresie natężenia przepływu azotu parametr sieci wzrasta do wartości $a_{\text{TiN}}=4,26\text{ \AA}$, co wynika prawdopodobnie z dylatacji sieci, spowodowanej nadmiarem azotu. Znaczny spadek szybkości nanoszenia, wynikający ze zjawisk opisanych w rozdziale 3.6.3, w całym zakresie zastosowanego natężenia przepływu azotu jest wyraźnie widoczny na przełomach w postaci zmniejszającej się grubości warstw (rys.60a÷d). Spadek grubości warstw jest też główną przyczyną spadku intensywności refleksów I_{111} i I_{200} , gdy natężenie przepływu azotu jest większe niż $14\text{ cm}^3/\text{min}$.

Adhezja warstw w zakresie natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=4\div 12\text{ cm}^3/\text{min}$ utrzymuje się na wysokim poziomie ($L_C\geq 70\text{ N}$), porównywalnym z danymi przedstawionymi w pracach [Helm85, Spro89-1]. Spadek adhezji dla wyższych wartości natężenia przepływu azotu wynika prawdopodobnie ze spadku grubości warstw [Buch84, Vall85, Per88].

Charakter zmian rezystywności warstw TiN w całym zakresie natężenia przepływu azotu (rys.60) jest zbliżony do często obserwowanego [Sund82, Ahn83, Witt85]. Jednak rezystywność

$\rho=22 \mu\Omega\text{cm}$, jaką wykazują warstwy otrzymane gdy natężenie przepływu azotu ma wartość $I_{N_2}=11 \text{ cm}^3/\text{min}$, jest jedną z najniższych dotychczas uzyskanych dla polikrystalicznych warstw TiN. Temperatura przejścia w stan nadprzewodzący warstw TiN wzrasta od $T_C=2,7 \text{ K}$ dla $I_{N_2}=7 \text{ cm}^3/\text{min}$ do ponad $T_C=5 \text{ K}$ dla $I_{N_2}=9\div 11 \text{ cm}^3/\text{min}$ i następnie powoli maleje ze wzrostem natężenia przepływu azotu.

Właściwości warstw TiN uzyskane dla natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=11 \text{ cm}^3/\text{min}$, tj. mikrotwardość $\mu\text{HV}=23,1 \text{ GPa}$, rezystywność $\rho=22 \mu\Omega\text{cm}$, temperatura krytyczna $T_C=5,2 \text{ K}$, parametr sieci $a_{\text{TiN}}=4,25 \text{ \AA}$ oraz stosunek intensywności refleksów $I_{111}/I_{200}=0,55$ wskazują, że skład chemiczny warstwy jest zbliżony do stechiometrycznego [Sund82, Sund84]. Niska wartość rezystywności oraz wysoka wartość temperatury przejścia w stan nadprzewodzący świadczą ponadto o dużej czystości tych warstw TiN [Ahn83, Gurv85, Dear90]. Należy tu podkreślić, że pomimo iż warstwy wytwarzano gdy napięcie polaryzacji podłoża miało wartość $U_B=0 \text{ V}$, a ciśnienie całkowite $p_c=0,08 \text{ Pa}$, uzyskane właściwości warstw TiN są porównywalne z właściwościami warstw otrzymywanych w warunkach wyższego ciśnienia całkowitego ($p_c=0,4\div 0,8 \text{ Pa}$) i jednocześnie wyższego napięcia polaryzacji podłoża (co najmniej -100 V) [Münz85, Schi87, Spro89-1, Elst94].

Korzystną cechą wytwarzanych warstw TiN są małe zmiany ich właściwości, szczególnie mikrotwardości, adhezji oraz mikrostruktury, w relatywnie szerokim zakresie zmian natężenia przepływu azotu, tj. $I_{N_2}=8\div 13 \text{ cm}^3/\text{min}$. Ten pozytywny efekt wynika głównie z powolnych zmian składu chemicznego w funkcji ilości azotu wprowadzanego do komory roboczej, w przypadku warstw TiN wytwarzanych w warunkach dużej szybkości pompowania azotu [Danr87, Musi88].

Wyniki badań właściwości warstw TiN przedstawiane w wielu publikacjach, jak również wyniki badań pokrywanych narzędzi pokazują, że najlepsze właściwości mają warstwy TiN_x , gdy $0,8 < x < 0,95$. Wyniki badań przedstawione w tym rozdziale pokazują, że najlepsze właściwości, tj. wysoką mikrotwardość, dobrą adhezję i korzystną mikrostrukturę uzyskuje się jeżeli podczas wytwarzania warstw TiN zastosuje się natężenie przepływu azotu $I_{N_2}=9\div 10 \text{ cm}^3/\text{min}$ czyli w zakresie, dla którego zawartość azotu w warstwach wykazuje prawdopodobnie pewien niedobór. W związku z powyższym optymalizację napięcia polaryzacji podłoża przeprowadzono dla obydwu wyżej wskazanych wartości natężenia przepływu azotu, a wyniki badań przedstawiono w rozdziale 7.6.

7.6. Wpływ napięcia polaryzacji podłoża na właściwości warstw TiN

Mechanizm oddziaływania jonów z ciałem stałym jest bardzo złożony (rozdz.3.6.1), a jest on jeszcze bardziej skomplikowany, gdy oddziaływanie jonów zachodzi w trakcie wzrostu warstwy. W przypadku wytwarzania warstw TiN, ale także i innych warstw, metodą rozpylania reaktywnego, głównymi skutkami oddziaływania jonów z narastającą warstwą są:

- zwiększenie ruchliwości zaadsorbowanych atomów tytanu, azotu oraz molekuł TiN,
- aktywacja reakcji chemicznych tytan – azot,
- generacja i anihilacja defektów mikrostruktury narastającej warstwy,
- generacja i relaksacja naprężeń wewnętrznych w warstwie,
- „zanieczyszczanie” warstwy atomami gazu roboczego (argonu) i atomami azotu nie związanymi chemicznie z tytanem,
- zanieczyszczanie warstwy atomami gazów reszkowych (pary wodnej, tlenu, wodoru, węglowodorami, węglem),
- rozpylanie narastającej warstwy TiN jako związku chemicznego i nie związanych chemicznie atomów tytanu i azotu oraz atomów gazów reszkowych.

Zwiększenie ruchliwości atomów i molekuł TiN prowadzi do zwiększenia ilości zarodków oraz ogranicza rozrost ziaren. W efekcie powoduje to wzrost warstw o zwartej, drobnokrystalicznej mikrostrukturze, charakteryzującej się dobrymi właściwościami mechanicznymi, w szczególności wysoką mikrotwardością.

Aktywacja reakcji chemicznych tytan – azot powoduje ujednorodnienie warstwy pod względem składu chemicznego, co korzystnie wpływa na jej właściwości.

Efektom bombardowania jonowego jest generowanie defektów mikrostruktury, prowadzące do wytworzenia ścisających naprężeń wewnętrznych, które z reguły korzystnie wpływają na mikrotwardość warstw, ale często są przyczyną niskiej adhezji. Objawem naprężeń jest zniekształcenie sieci krystalicznej, co jest wyraźnie widoczne w postaci zmian wartości parametrów sieci.

Wprowadzenie do warstwy atomów argonu, azotu (w postaci nie związanej chemicznie) oraz atomów gazów reszkowych z reguły ma negatywne skutki w postaci utworzenia się pęcherzy gazowych, a w skali atomowej powoduje zdefektowanie sieci krystalicznej. Wprowadzenie niewielkiej ilości atomów argonu w luki tetraedryczne regularnej sieci azotku tytanu może być korzystne, gdyż prowadzi do wzrostu naprężeń wewnętrznych w warstwach [Math92].

Proces rozpylania narastającej warstwy może być zjawiskiem pozytywnym lub negatywnym, a zależy to od jego intensywności. Dla właściwie dobranej energii i gęstości strumienia jonów zjawisko rozpylania jest korzystne, gdyż powoduje usuwanie z powierzchni narastającej warstwy słabo związanych atomów azotu i tytanu, atomów gazów reszkowych oraz atomów zanieczyszczeń obecnych w gazach (argonie i azocie), wprowadzanych do komory roboczej. Ponadto zjawisko rozpylania w dość dużym nasileniu często wykorzystuje się we wstępnej fazie wytwarzania warstwy, celem uzyskania dobrej adhezji. Jeżeli jednak nasilenie procesu rozpylania w sposób istotny wpływa na obniżenie szybkości nanoszenia warstwy, to z reguły jest to niekorzystne, gdyż prowadzi nie tylko do zmniejszenia efektywności procesu wytwarzania, ale również do wytworzenia warstw o niekorzystnej, porowatej mikrostrukturze.

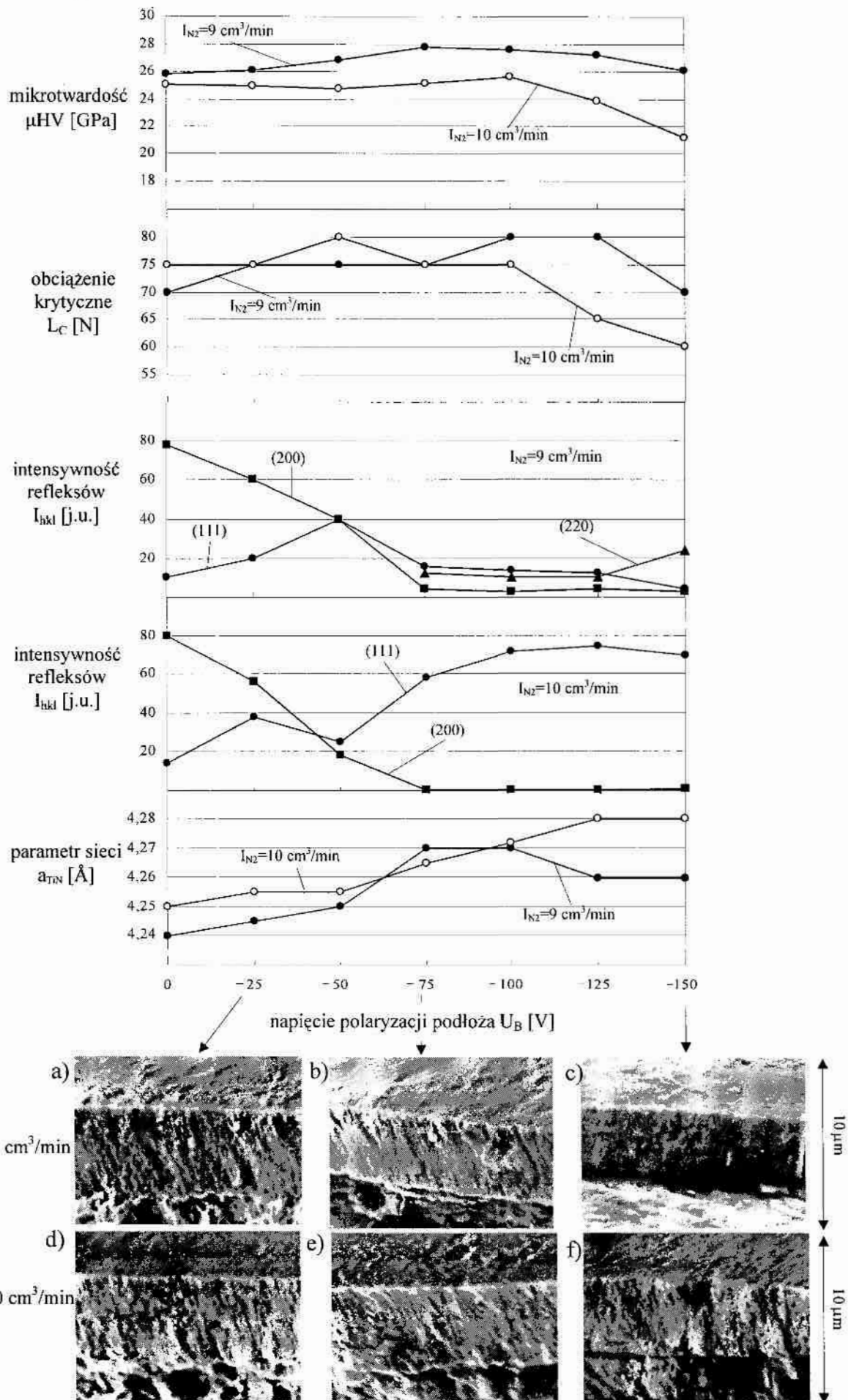
Jak już wskazano wyżej, nasilenie skutków oddziaływań jonów z narastającą warstwą zależy od energii jonów i gęstości strumienia jonów. Sterując powyższymi wielkościami poprzez zastosowanie ujemnej polaryzacji podłoża, można znaleźć właściwy kompromis między pozytywnymi i negatywnymi skutkami oddziaływań jonów.

Zgodnie z sugestią zawartą w rozdziale 7.5 badania właściwości przeprowadzono dla warstw TiN wytworzonych dla dwóch wartości natężenia przepływu azotu, tj. $I_{N_2}=9$ i $10 \text{ cm}^3/\text{min}$ oraz w zakresie napięcia polaryzacji podłoża $U_B=-25 \div -150 \text{ V}$ (rys.61). Gęstość prądu jonowego podłoża dla powyższego zakresu zmian napięcia miała wartości odpowiednio $I_B=1,3 \text{ mA}/\text{cm}^2$ i $I_B=1,6 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Wyniki pomiarów właściwości warstw TiN, wytwarzanych gdy $U_B=0 \text{ V}$, uzyskano z wykresów przedstawionych na rys.60.

Wyniki badań właściwości i mikrostruktury warstw TiN (rys.61) pokazują, że w zakresie napięcia polaryzacji podłoża do $U_B=-100 \text{ V}$, wzrost energii jonów wywołuje pozytywne skutki w postaci wzrostu mikrotwardości warstw, w szczególności wytwarzanych gdy $I_{N_2}=9 \text{ cm}^3/\text{min}$. Wynika to z tworzenia się coraz korzystniejszej, mikrostruktury warstw (rys.61a,b,c,d), odpowiadającej strefie T modeli przedstawionych w rozdziale 3.6.4. Wyraźny spadek mikrotwardości warstw, występujący od napięcia polaryzacji podłoża $U_B=-125 \text{ V}$, jest spowodowany zbyt intensywnym bombardowaniem jonowym, które wywołuje niekorzystne zmiany w mikrostrukturze warstw. Jest to wyraźnie widoczne na przelomie warstwy TiN, gdy zastosowano napięcie polaryzacji podłoża $U_B=-150 \text{ V}$ i natężenie przepływu azotu $I_{N_2}=10 \text{ cm}^3/\text{min}$ (rys.61f). Warstwa jest drobnokrystaliczna, ale jednocześnie porowata, co jest wyraźnie widoczne w postaci nieciągłości w mikrostrukturze (rys.61f). Ponadto wykazuje gorszą adhezję (nieciągłości między podłożem a warstwą), co potwierdza relatywnie niska wartość obciążenia krytycznego ($L_C=60 \text{ N}$).

Warstwy TiN, wytwarzane dla obu wartości natężenia przepływu w zakresie napięcia polaryzacji podłoża do $U_B=-100 \text{ V}$, wykazują dobrą adhezję o czym świadczy wysoka wartość obciążenia krytycznego ($L_C=75 \div 80 \text{ N}$), porównywalna z wynikami przedstawionymi między innymi w pracach [Helm85, Per88, Spro89-1].

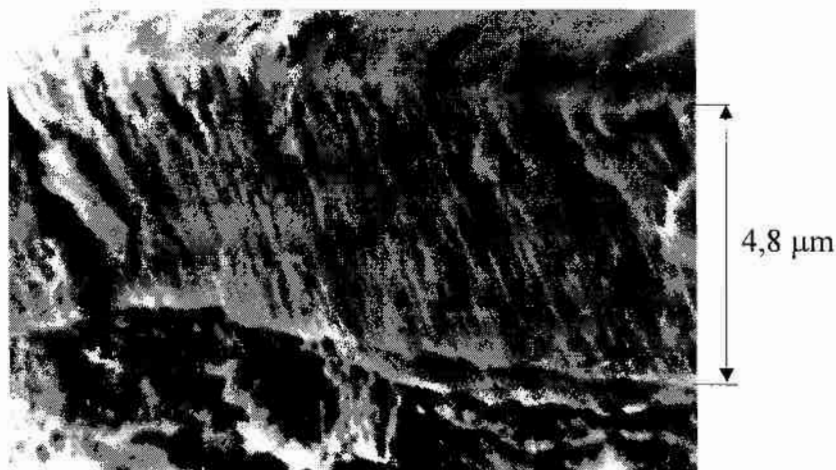
Bombardowanie jonowe powoduje aktywację reakcji chemicznych między tytanem i azotem [Adja95] i dlatego ze wzrostem napięcia polaryzacji podłoża w warstwach wytwarzanych, gdy $I_{N_2}=10 \text{ cm}^3/\text{min}$, wzrasta udział ziaren o orientacji krystalograficznej (111). Wynika to z faktu tworzenia się warstwy o składzie zbliżonym coraz bardziej do składu stechiometrycznego, dla którego udział ziaren o orientacji (111) osiąga wartość maksymalną [Sund82]. Silna tekstura (111) jest często obserwowana w warstwach o składzie zbliżonym do stechiometrycznego, wytwarzanych z zastosowaniem napięcia polaryzacji podłoża $U_B \geq -100 \text{ V}$ [Poit82, Vall87, Kadl89, Čern94].



Rys. 61. Wpływ napięcia polaryzacji podłoża na właściwości i mikrostrukturę warstw TiN

Dla natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=9 \text{ cm}^3/\text{min}$, z uwagi na mniejszą ilość dostarczanego azotu, a jednocześnie większą ilość atomów tytanu docierających do podłoża (mniejsze zatrucie targetu i w związku z tym wyższa szybkość rozpylania), warunki wzrostu warstwy są inne niż dla natężenia przepływu azotu $I_{N_2}=10 \text{ cm}^3/\text{min}$. Gdy $I_{N_2}=9 \text{ cm}^3/\text{min}$ aktywacja reakcji chemicznych między atomami tytanu i azotu prowadzi również do wzrostu zawartości azotu w warstwie, ale z uwagi na mniejszą ilość azotu proces ten dla napięcia polaryzacji podłoża $U_B \geq -50 \text{ V}$ prawdopodobnie ulega zahamowaniu. Świadczyć o tym może spadek intensywności refleksów płaszczyzn (111), obserwowany dla warstw wytwarzanych gdy $U_B \geq -50 \text{ V}$. W zakresie napięcia polaryzacji podłoża $U_B = -75 \div -125 \text{ V}$ intensywność refleksów płaszczyzn (111) utrzymuje się na stałym poziomie, podobnie jak pojawiających się od $U_B = -75 \text{ V}$ refleksów płaszczyzn (220). Ponadto intensywność refleksów płaszczyzn (200) w powyższym zakresie napięcia polaryzacji podłoża również utrzymuje się na stałym, choć niskim poziomie. Relatywnie słabe i rozmyte refleksy (111), (220), (200) wskazują na obecność w warstwach małych włóknistych ziaren (rys.61b), różnie zorientowanych w stosunku do powierzchni podłoża, a charakterystyczną cechą tych warstw jest ich wysoka mikrotwardość ($\mu\text{HV}=27,6 \text{ GPa}$) oraz dobra adhezja ($L_c \geq 75 \text{ N}$).

Wartość parametru sieci warstw wytwarzanych gdy $I_{N_2}=9 \text{ cm}^3/\text{min}$ wzrasta od $a=4,24 \text{ \AA}$ do $a=4,27 \text{ \AA}$ ze wzrostem napięcia polaryzacji podłoża od $U_B=0 \text{ V}$ do $U_B=-75 \text{ V}$, a następnie maleje. Podobny charakter zmian parametru sieci warstw TiN obserwowali autorzy prac [Petr92, Joua94, Čern94]. Natomiast stały wzrost parametru sieci ze wzrostem napięcia polaryzacji podłoża, jak ma to miejsce w przypadku warstw wytwarzanych gdy natężenie przepływu azotu ma wartość $I_{N_2}=10 \text{ cm}^3/\text{min}$, uzyskali autorzy prac [Poit82, Rick89, Math92]. Zmiany wartości parametru sieci spowodowane są dylatacją sieci, związaną z generacją i relaksacją naprężeń wewnętrznych powstających w wyniku intensywnego bombardowania jonowego narastającej warstwy [Rick89, Joua94, Čern94, Oett95].



Rys.62. Morfologia przelomu warstwy TiN; $p_c = 0,08 \text{ Pa}$, $U_B = -75 \text{ V}$, $I_{N_2} = 9 \text{ cm}^3/\text{min}$

Na podstawie przedstawionej analizy wyników badań można stwierdzić, że najlepsze właściwości, tj. najwyższą mikrotwardość ($\mu\text{HV}\cong 28\text{ GPa}$), dobrą adhezję ($L_C=75\text{ N}$) oraz korzystną, zwartą, drobnokrystaliczną mikrostrukturę (rys.61b i rys.62) wykazują warstwy TiN, wytwarzane gdy zastosuje się natężenie przepływu azotu $I_{N_2}=9\text{ cm}^3/\text{min}$, i napięcie polaryzacji podłoża $U_B=-75\text{ V}$. Bardzo korzystną cechą warstw TiN wytwarzanych gdy $I_{N_2}=9\text{ cm}^3/\text{min}$ jest również to, że w szerokim zakresie zmian napięcia polaryzacji podłoża ($U_B=-50\div-125\text{ V}$) zmiany ich właściwości są niewielkie.

Powyższe podsumowanie wyników badań potwierdza słuszność drugiej tezy pracy, dotyczącej możliwości stosowania relatywnie niskiej wartości napięcia polaryzacji podłoża podczas wytwarzania warstw TiN, pod warunkiem zastosowania niższego ciśnienia całkowitego w porównaniu do zazwyczaj stosowanego w metodzie stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego.

7.7. Wnioski dotyczące procedury i parametrów wytwarzania warstw TiN na frezach ślimakowych

Na podstawie analizy wyników badań przedstawionych w kolejnych punktach rozdziału 7 ustalono następujące warunki i parametry procedury wytwarzania warstw TiN na narzędziach ze stali szybko tnącej:

1. Przygotowanie powierzchni narzędzi poprzez oczyszczanie chemiczne według procedury podanej w rozdziale 7.2.
2. Nagrzewanie radiacyjne narzędzi do temperatury $T_p\cong 720\text{ K}$ i utrzymywanie tej temperatury w czasie całego procesu wytwarzania warstwy TiN.
3. Oczyszczanie jonowe narzędzi w wyładowaniu jarzeniowym argonu w czasie do 15 min przy czym gęstości mocy wydzielanej na podłożu nie powinna być wyższa niż $0,2\text{ W}/\text{cm}^2$.
4. Wytwarzanie warstwy TiN według procedury przedstawionej w rozdziale 7.2 i z zastosowaniem następujących parametrów i warunków rozpylania:
 - ciśnienie całkowite $p_c=0,08\text{ Pa}$,
 - natężenie przepływu azotu $I_{N_2}=9\text{ cm}^3/\text{min}$,
 - moc rozpylania $P=1\text{ kW}$ ($U_M=500\text{ V}$, $I_M=2\text{ A}$),
 - napięcie elektrody dodatkowej $U_E=30\text{ V}$,
 - napięcie polaryzacji narzędzi $U_B=-100\text{ V}$,
 - gęstość prądu jonowego podłoża $I_B=1,5\text{ mA}/\text{cm}^2$,
 - odległość target-podłoże $d_{T-S}=55\text{ mm}$,
 - prędkość obrotowa narzędzi $v=6\text{ obr}/\text{min}$,
 - czas wytwarzania warstwy $t_p=60\div 90\text{ min}$.

Przedstawione wyżej warunki i parametry procedury wytwarzania warstw TiN zweryfikowano na podstawie wyników badań testowych różnych narzędzi skrawających (tab.4), pokrytych według podanej procedury. Przedstawione w tablicy 4 wyniki testów uzyskano od użytkowników narzędzi, które były pokrywane warstwą TiN przez autora niniejszej pracy.

Tablica 4. Wyniki badań testowych narzędzi skrawających pokrytych warstwą TiN

Lp.	Rodzaj narzędzi	Ilość pokrytych narzędzi szt.	Użytkownik narzędzi	Stosunek trwałości ostrzy narzędzi pokrytych warstwą TiN do trwałości ostrzy narzędzi nie pokrywanych
1.	Frezy ślimakowe kl.B, m=2	4	Politechnika Koszalińska	2 ÷ 4
2.	Frezy ślimakowe kl.Bp, m=2	3	„Befared” Bielsko-Biała	1,5 ÷ 1,7
3.	Dłutaki Fellowsa 3” m=2	15	„Wiepofama” Poznań	5 ÷ 7
4.	Frezogwintowniki ϕ 42	6	„Wiepofama” Poznań (producent i użytkownik)	2 ÷ 3
5.	Frezogwintowniki ϕ 42	6	„Dozamet” Nowa Sól (producent i użytkownik)	4 ÷ 5
6.	Frezy piłkowe ϕ 50x0,4	10	„Kazel” Koszalin	3 ÷ 10
7.	Gwintowniki M8	20	„VIS” Koszalin	2 ÷ 4
8.	Gwintowniki M20 i M22	30	„IOS” Wrocław	2 ÷ 4
9.	Płytki wieloostrzowe do głowic frezerskich	50	Politechnika Koszalińska	2 ÷ 4
10.	Płytki wieloostrzowe do toczenia i frezowania	800	„KZNS” Koszalin	ok. 3

Wydaje się, że duży rozrzut przyrostu trwałości ostrzy narzędzi pokrytych warstwą TiN może być spowodowany między innymi różnicowaniem dokładności wykonania kolejnych narzędzi. Istotnym potwierdzeniem powyższego stwierdzenia może być porównanie przyrostu trwałości frezów ślimakowych kl.B (tab.4, poz.1) i kl.Bp (tab.4, poz.2). Większe dopuszczalne niedokładności wykonania frezów ślimakowych kl.Bp są prawdopodobnie przyczyną relatywnie niskiego przyrostu ich trwałości po pokryciu warstwą TiN. Analiza przyczyn bardzo dużego rozrzutu przyrostu trwałości frezów piłkowych (tab.1, poz.6) wykazała, że głównym powodem tego rozrzutu było niewielkie różnicowanie wartości bicia osiowego kolejnych narzędzi.

Znaczny przyrost trwałości ostrzy narzędzi pokrytych warstwą TiN, nawet do 10 razy, świadczy o dużej przydatności opracowanej procedury wytwarzania warstw.

Przeprowadzenie kilkudziesięciu procesów wytwarzania warstw TiN na narzędziach skrawających miało na celu ocenę:

- stabilności stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego poprzez ciągłą kontrolę i rejestrację parametrów podczas kolejnych procesów wytwarzania warstw TiN,

- powtarzalności procedury wytwarzania warstw TiN,
- niezawodności urządzenia.

Analiza danych zawartych w protokołach kolejnych procesów potwierdziła wystarczająco dobrą, zdaniem autora, powtarzalność opracowanej procedury wytwarzania warstw TiN na narzędziach skrawających ze stali szybko tnącej. W związku z powyższym wytypowane frezy ślimakowe pokryto warstwą TiN zgodnie z opracowaną procedurę. Wyniki badań właściwości warstw TiN wytworzonych na ostrzach frezów ślimakowych przedstawiono w rozdziale 8.1.

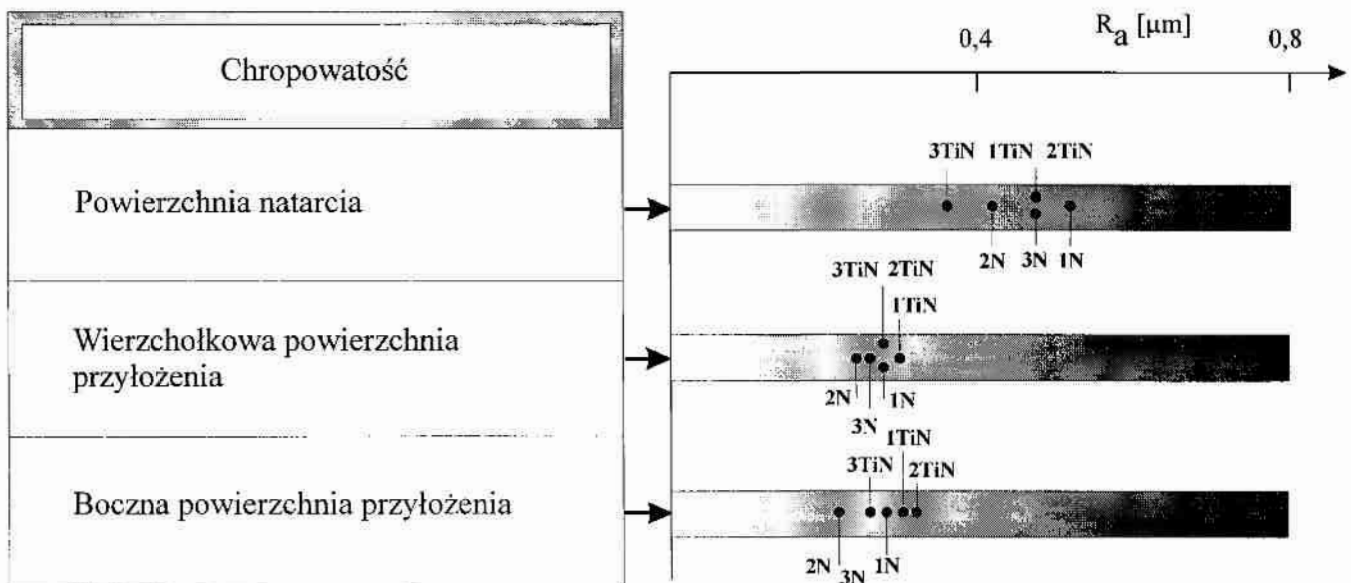
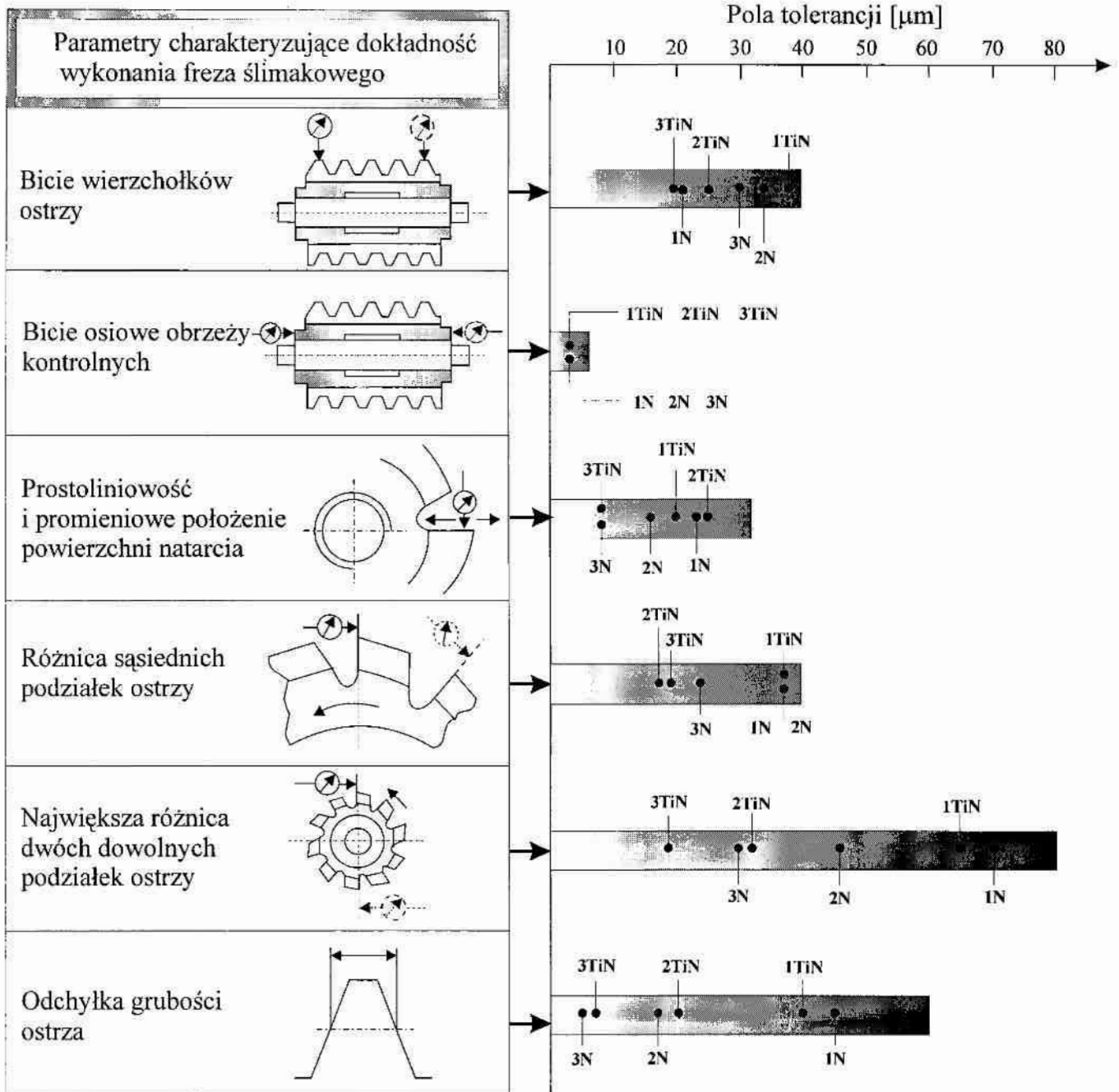
8. Badania zużycia i trwałości ostrzy frezów ślimakowych

Badania zużycia i trwałości ostrzy frezów ślimakowych przeprowadzono dla frezów nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN. Przeprowadzenie badań dla obydwu rodzajów narzędzi miało na celu:

- 1° zweryfikowanie przyjętej metody oceny dokładności wykonania obydwu rodzajów frezów ślimakowych, w aspekcie trwałości i wskaźnika jakości,
- 2° określenie rzeczywistych efektów, wynikających z zastosowanych pokryć warstwą TiN, przez porównanie trwałości ostrzy frezów pokrytych z trwałością ostrzy frezów nie pokrywanych, przy założeniu, że obydwie grupy frezów będą charakteryzowały się zbliżoną dokładnością wykonania,
- 3° porównanie geometrii zużycia ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN i ostrzy nie pokrywanych.

8.1. Ocena jakości frezów ślimakowych

W badaniach wykorzystano frezy ślimakowe kl.B wykonane ze stali szybkotnącej SW7M. Wstępnej selekcji frezów ślimakowych dokonano na podstawie mikroskopowej obserwacji stanu powierzchni i krawędzi skrawających ostrzy. Frezy z wykruszeniami ostrzy, "przypaleniami" szlifierskimi oraz śladami korozji nie były kwalifikowane do dalszych badań. Kolejnym etapem selekcji były pomiary mikrotwardości ostrzy. Pomiary wykonywano na wierzchołkowej powierzchni przyłożenia w odległości około 0,2 mm od krawędzi skrawającej, na kilku ostrzach środkowej części freza ślimakowego. Kryterium selekcji stanowiła tu minimalna wartość mikrotwardości wynosząca $\mu\text{HV}=8,7$ GPa. Dla wytypowanych frezów ślimakowych dokonano pomiarów parametrów geometrycznych, określających dokładność ich wykonania. Kryterium selekcji stanowiły dopuszczalne wartości wybranych parametrów geometrycznych (rys.63), określone przez polską normę PN-82/57552 pt. „Frezы ślimakowe do kół zębatych”. Pokazanie położenia wartości określonego parametru względem granic pola tolerancji (rys.63) ułatwia ocenę dokładności wykonania poszczególnych frezów. Ocenę różnic w dokładności wykonania przeprowadzono z wykorzystaniem syntetycznych wskaźników jakości freza ślimakowego (rozdz.5.3), nazywanych dalej wskaźnikami jakości freza. Na podstawie przeprowadzonych pomiarów i obliczonych wartości wskaźników jakości frezów utworzono umowną skalę dokładności wykonania frezów ślimakowych, nazywaną dalej skalą jakości frezów (tab.5) Frezy przyjęte do badań zostały ponumerowane w sposób trwały. Do każdej grupy jakościowej zakwalifikowano po dwa frezy ślimakowe o najbardziej zbliżonych wskaźnikach jakości. Jeden frez ślimakowy z każdej grupy jakościowej pokryto warstwą TiN. Parametry i warunki procesu wytwarzania warstw TiN przedstawiono w rozdziale 7.4.



Rys. 63. Wyniki pomiarów parametrów geometrycznych badanych frezów ślimakowych. Frezy oznaczono w sposób przyjęty w tabelicy 6

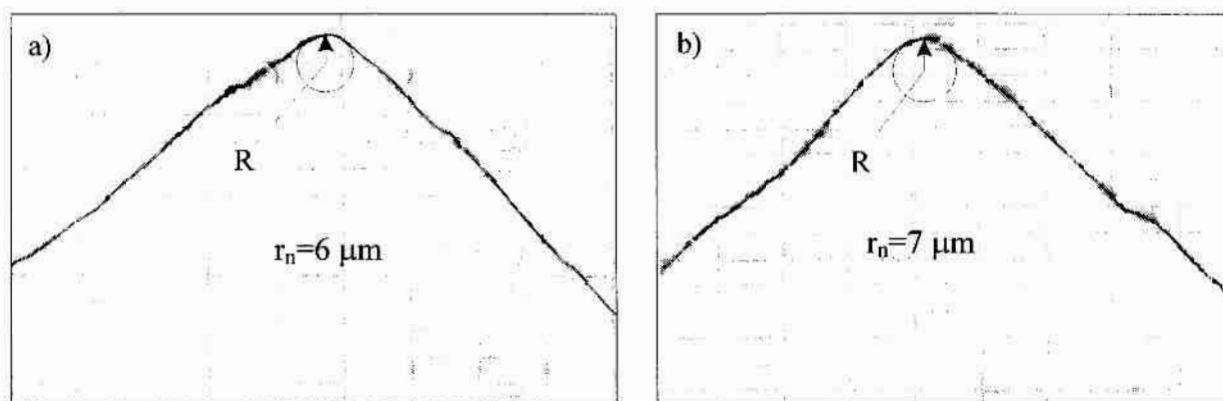
Tablica 5. Umowna skala jakości frezów ślimakowych kl.B

Wartość wskaźnika jakości freza ślimakowego	Skala jakości frezów ślimakowych
$0,2 < (W_A, W_M) < 0,35$	Frezy ślimakowe niskiej jakości
$0,4 < (W_A, W_M) < 0,5$	Frezy ślimakowe średniej jakości
$(W_A, W_M) > 0,52$	Frezy ślimakowe wysokiej jakości

W_A – addytywny wskaźnik jakości

W_M – multiplikatywny wskaźnik jakości

Celem określenia wpływu procesu pokrywania na stan krawędzi skrawającej ostrza freza ślimakowego dokonano pomiarów promieni zaokrąglenia krawędzi skrawającej r_n przed i po procesie wytwarzania warstwy TiN. Pomiarów promienia r_n dokonywano poprzez zarejestrowanie profilu krawędzi skrawającej między wierzchołkową powierzchnią przyłożenia a powierzchnią natarcia ostrza. Do rejestracji profili zastosowano profilografometr ME-10, a zarejestrowane profilogramy przedstawiono na rys.64.



Rys.64. Profile i promienie r_n krawędzi skrawającej ostrzy frezów ślimakowych przed (a) i po pokryciu (b) warstwą TiN

Przybliżoną wartość promienia r_n obliczano według następującego wzoru:

$$r_n = \frac{R}{V} \quad (15)$$

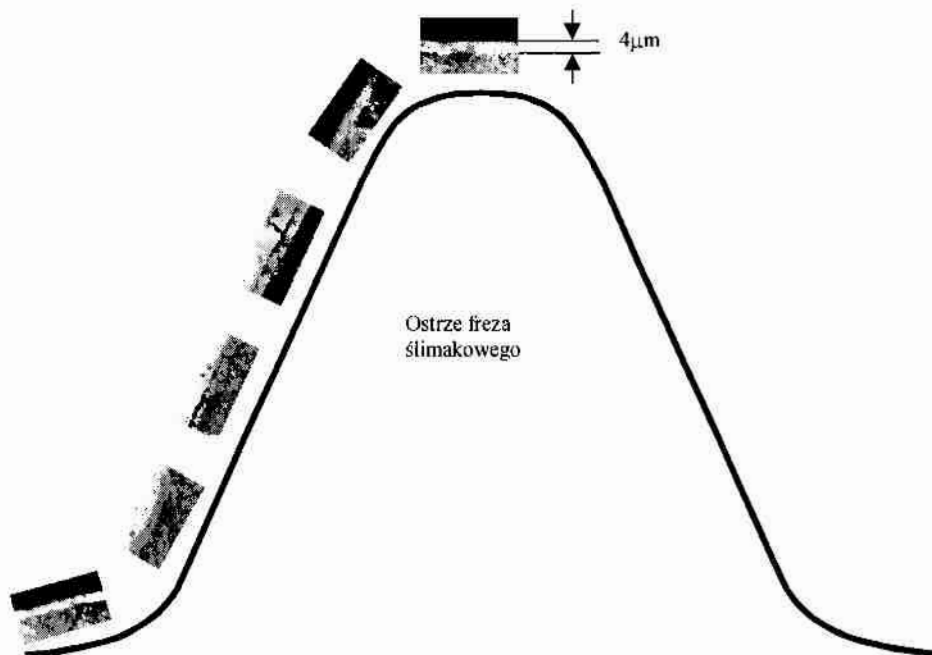
r_n – promień zaokrąglenia krawędzi skrawającej,

R – promień zarejestrowanego profilu krawędzi skrawającej,

V – powiększenie poziome profilografometru.

Po wykonaniu wielu pomiarów na wielu ostrzach nie stwierdzono praktycznie zmian w wartości promienia zaokrąglenia krawędzi skrawającej ostrza po procesie wytwarzania warstwy TiN. Ponowne pomiary wartości parametrów geometrycznych przyjętych do oceny dokładności, dokonane dla frezów ślimakowych pokrytych, nie wykazały zmian w porównaniu z wartościami mierzonymi przed procesem wytwarzania warstwy TiN. Na ostrzach frezów ślimakowych

pokrytych dokonano pomiarów mikrotwardości warstwy TiN. Mikrotwardość mierzono na wierzchołkowej powierzchni przyłożenia w odległości 0,2 mm od krawędzi skrawającej, na kilku ostrzach w środkowej części freza. Procedurę pomiaru mikrotwardości przedstawiono w rozdziale 7.4.2. Żądaną grubość warstwy TiN uzyskiwano na podstawie czasu trwania procesu wytwarzania, a weryfikowano poprzez mikroskopowe pomiary na zglądzie metalograficznym, wykonanym na metalowej masce, która była nałożona na ostrze freza ślimakowego w czasie wytwarzania warstwy (rys.65).



Rys. 65. Rozkład grubości warstwy TiN na wierzchołkowej i bocznej powierzchni przyłożenia ostrza freza ślimakowego

Wyniki pomiarów właściwości frezów ślimakowych zakwalifikowanych do badań zestawiono na rys.63 i w tabelicy 6.

Tablica 6. Właściwości frezów ślimakowych zakwalifikowanych do badań

Oznaczenie frezów	Wskaźnik jakości frezów		Jakość frezów	Mikrotwardość ostrzy [GPa]	Mikrotwardość warstwy TiN [GPa]	Grubość warstwy TiN [μm]
	W _A	W _M				
1TiN	0,33	0,25	Frezы niskiej jakości	8,8	27,1	4,0
1N	0,33	0,25		8,9		
2TiN	0,50	0,47	Frezы średniej jakości	8,8	26,0	4,0
2N	0,48	0,49		8,9		
3TiN	0,66	0,63	Frezы wysokiej jakości	8,8	26,6	4,0
3N	0,58	0,54		8,8		

xTiN – frezy ślimakowe pokryte warstwą TiN

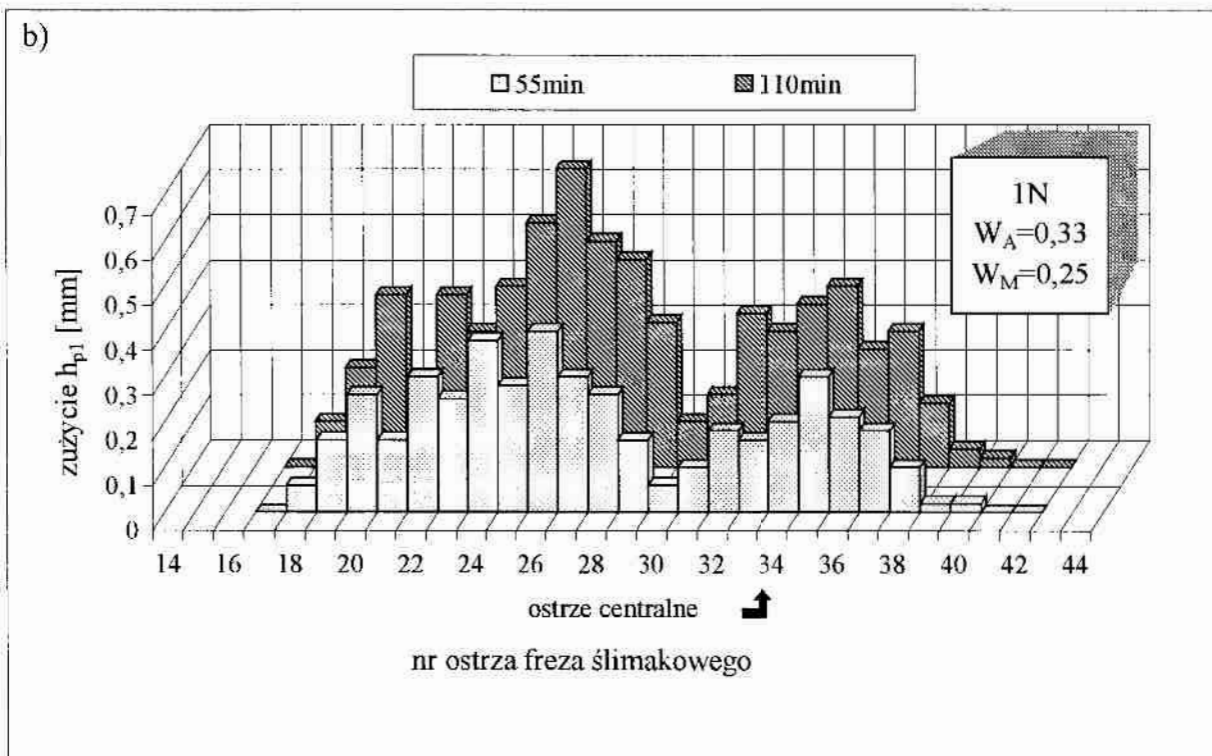
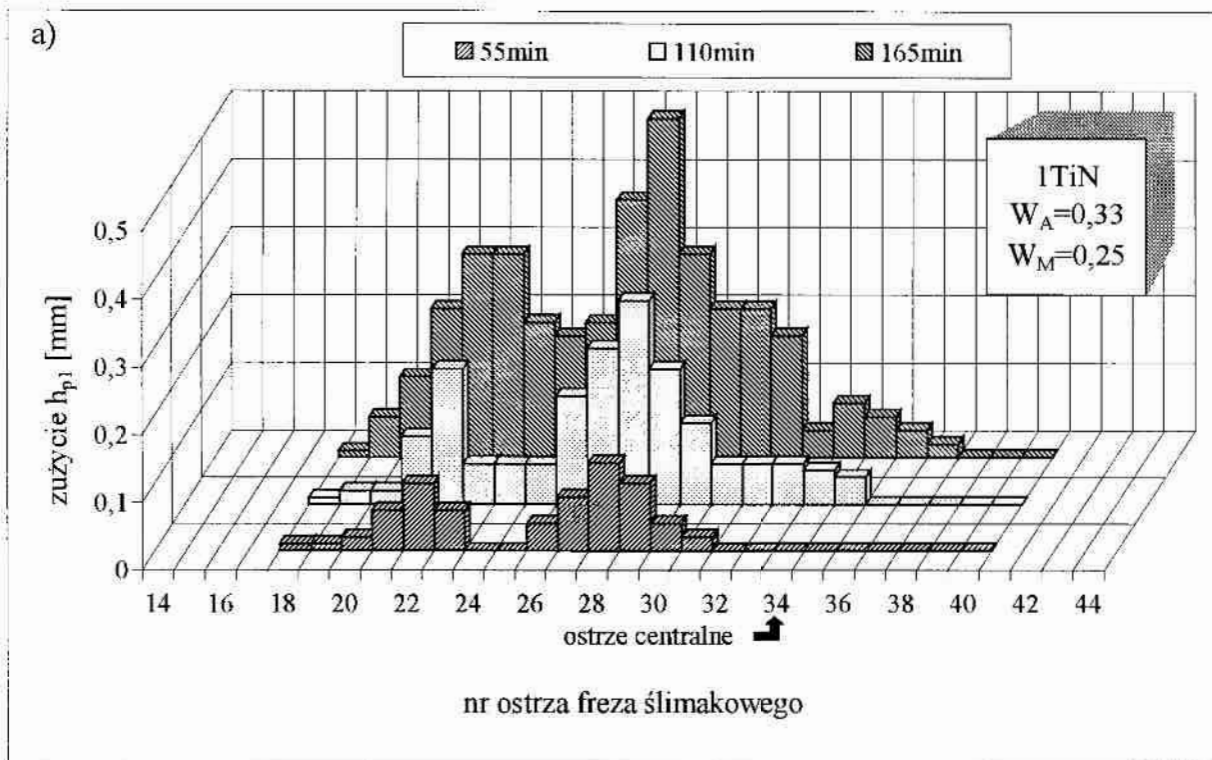
xN – frezy ślimakowe bez warstwy

Badania jakości frezów ślimakowych wykazały, że w zakresie określonych wymagań, wynikających z obowiązujących norm dotyczących dokładności wykonania, posługiwanie się syntetycznym wskaźnikiem jakości pozwala na podział narzędzi na grupy różniące się jakością. Stwierdzono ponadto, że wiele badanych frezów ślimakowych kl.B nie odpowiadało wymaganiom stawianym przez polskie normy.

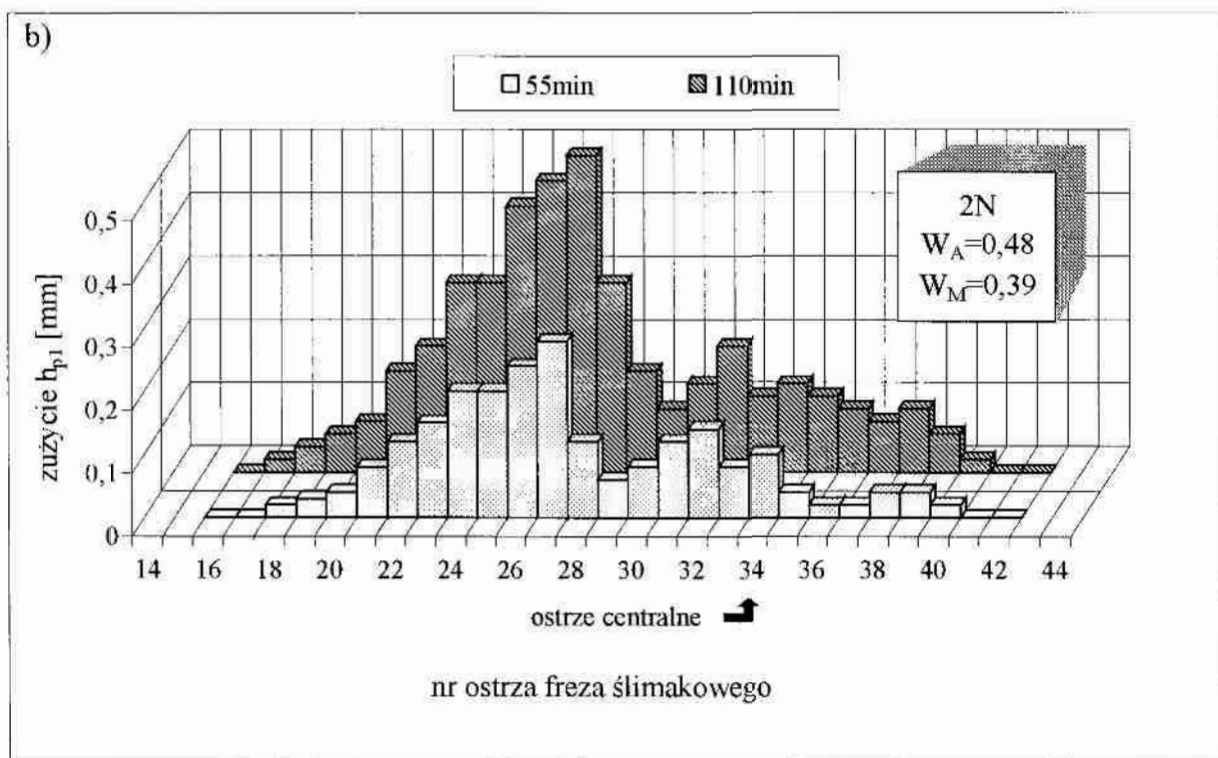
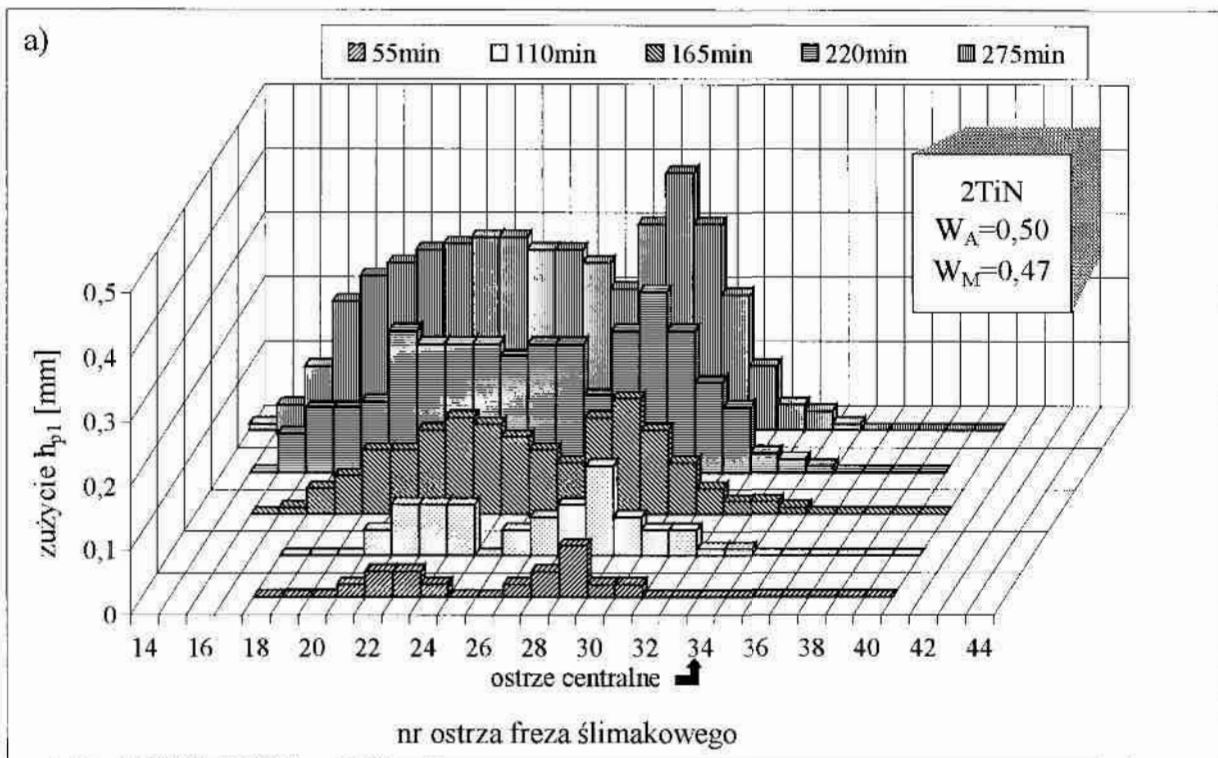
8.2. Metodyka badań

Frezowano walcowe koła zębate o zębach prostych bez korekcji, o parametrach: $m=1,5$, $z=100$, $b=80$ mm; wykonane ze stali 40H w stanie normalizowanym i twardości 210-220 HB. Zastosowano następujące (zalecane dla obróbki wykańczającej) parametry i warunki obróbki: prędkość skrawania $v=30$ m/min, posuw $p=1$ mm/obr, ilość przejść $i_p=1$, głębokość frezowania $g=3,3$ mm, frezowanie przeciwbieżne, płyn obróbkowy – olej maszynowy CL22.

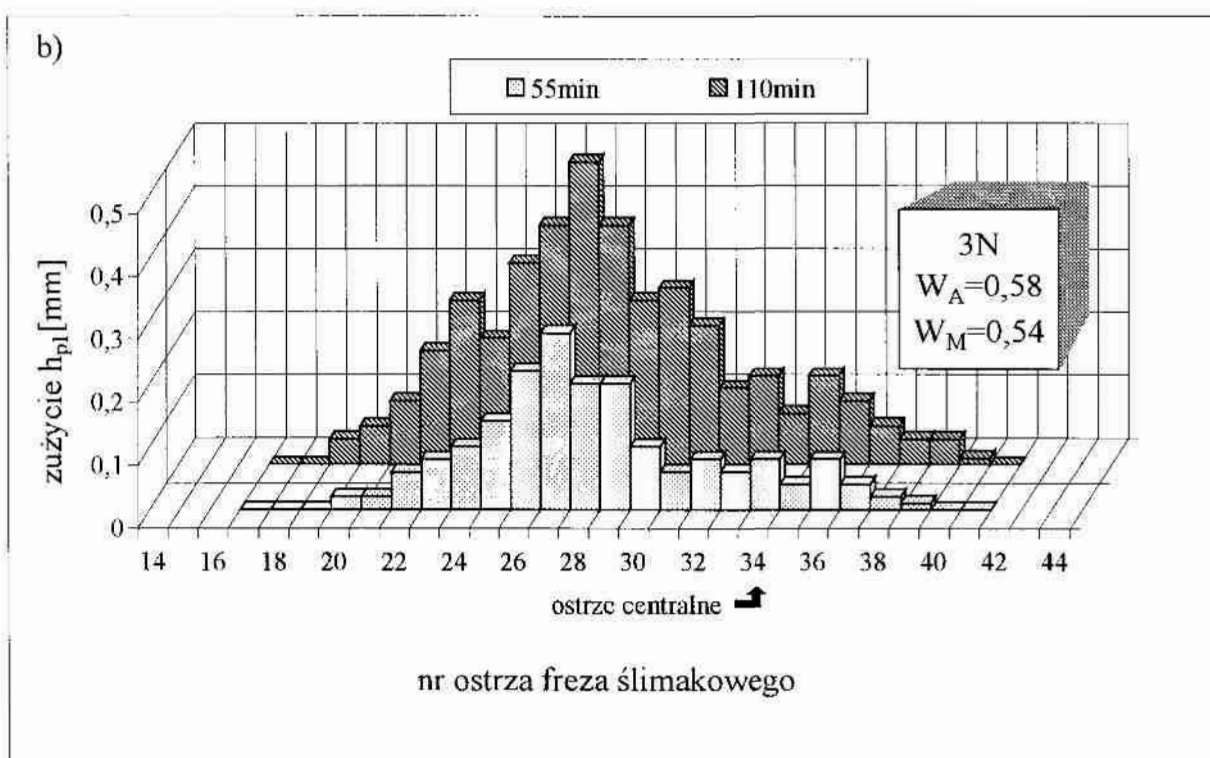
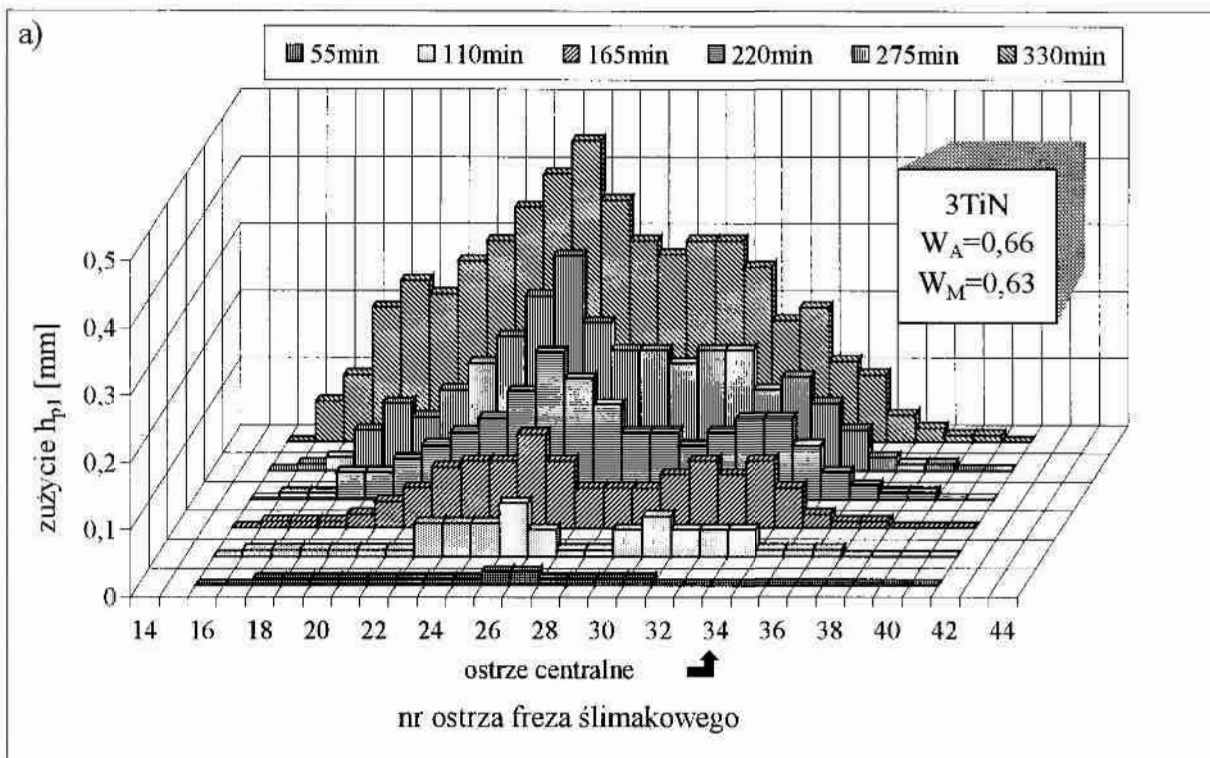
Ustalono, że kryterium stopienia stanowić będzie największa szerokość starcia na powierzchni przyłożenia ostrzy. Przyjęto dopuszczalną wartość stopienia ostrzy $h_p=0,4$ mm przy założeniu, że wartość ta wynikać będzie ze średniej wartości zużycia trzech najbardziej zużywających się ostrzy. Przyjęcie górnej wartości dopuszczalnego stopienia stosowanej w obróbce wykańczającej frezami ślimakowymi miało na celu zweryfikowanie wyników badań, w całym stosowanym dla tej obróbki zakresie dopuszczalnych stopień. Pomiary wartości zużycia (h_{p1} , h_{p2} , h_{p3}) wykonano po każdym obrobionym kole z użyciem mikroskopu metalograficznego Neophot 2 produkcji Carl Zeiss Jena, wykorzystując przystawkę do obserwacji makroskopowych. Zastosowano powiększenie $12,5x \div 25x$. Niedokładność pomiaru nie przekraczała $\pm 0,01$ mm.



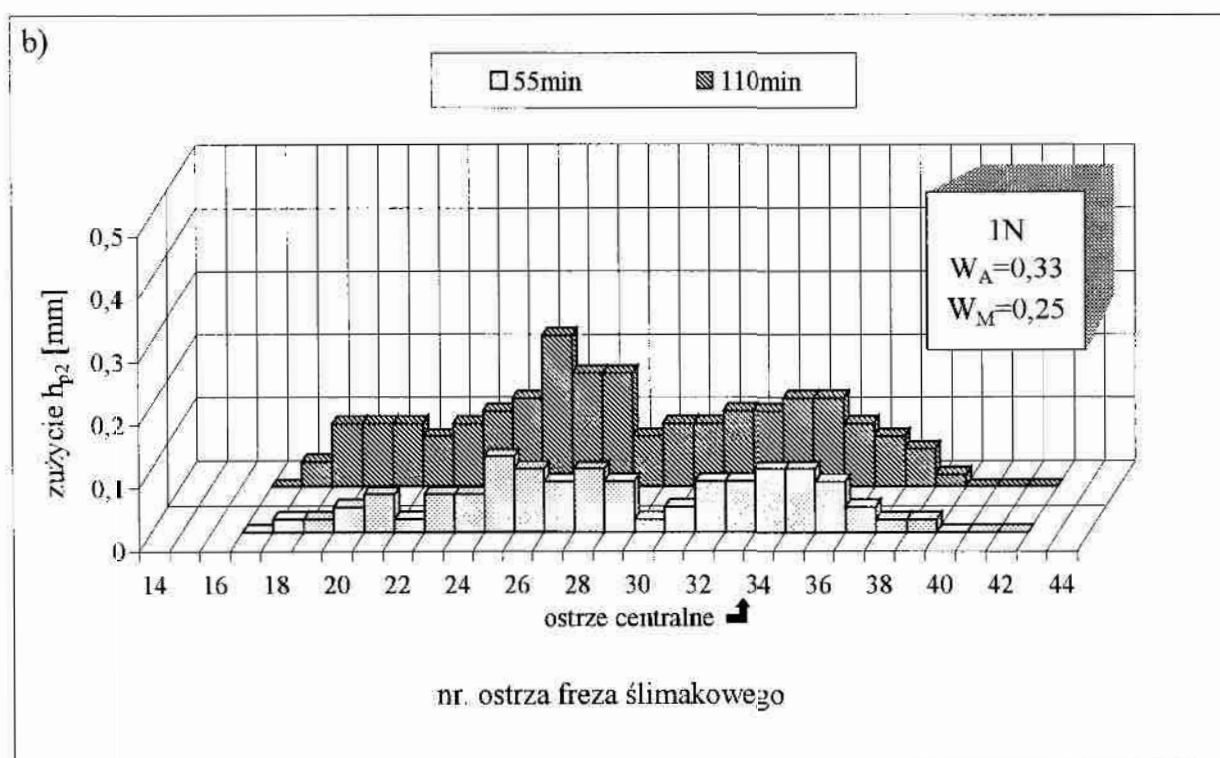
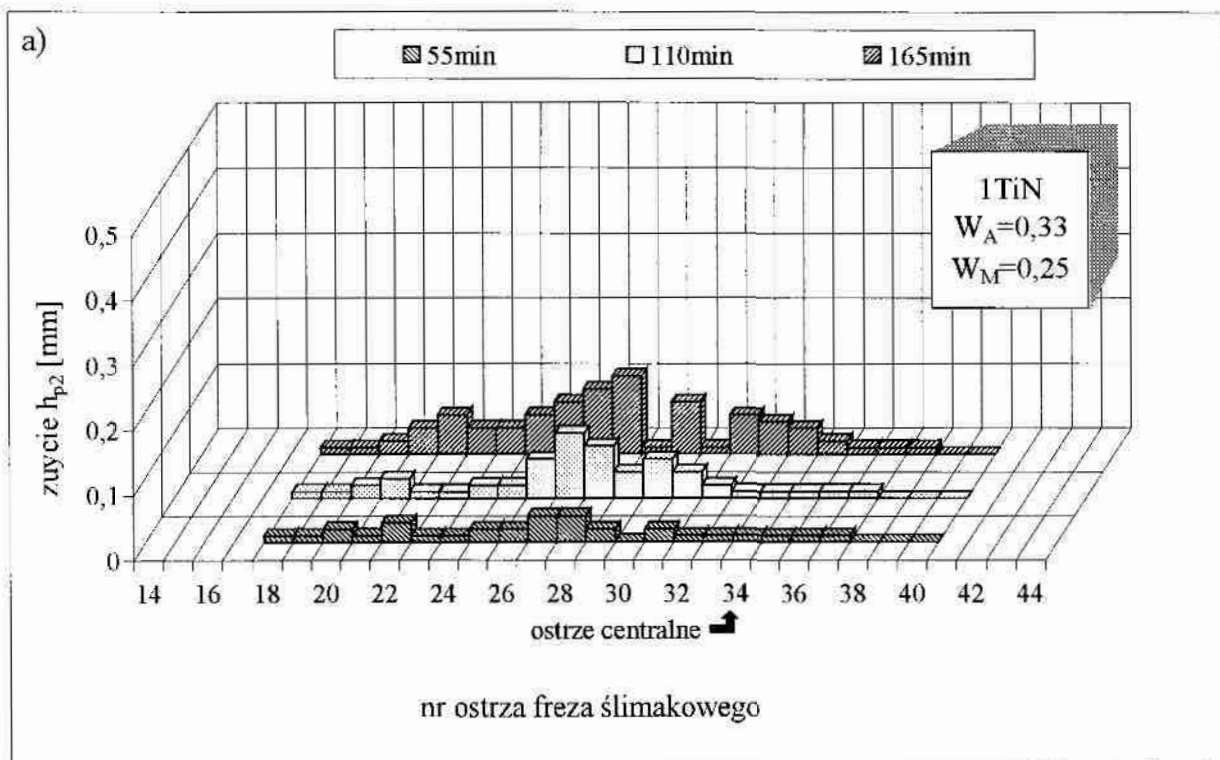
Rys.67. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



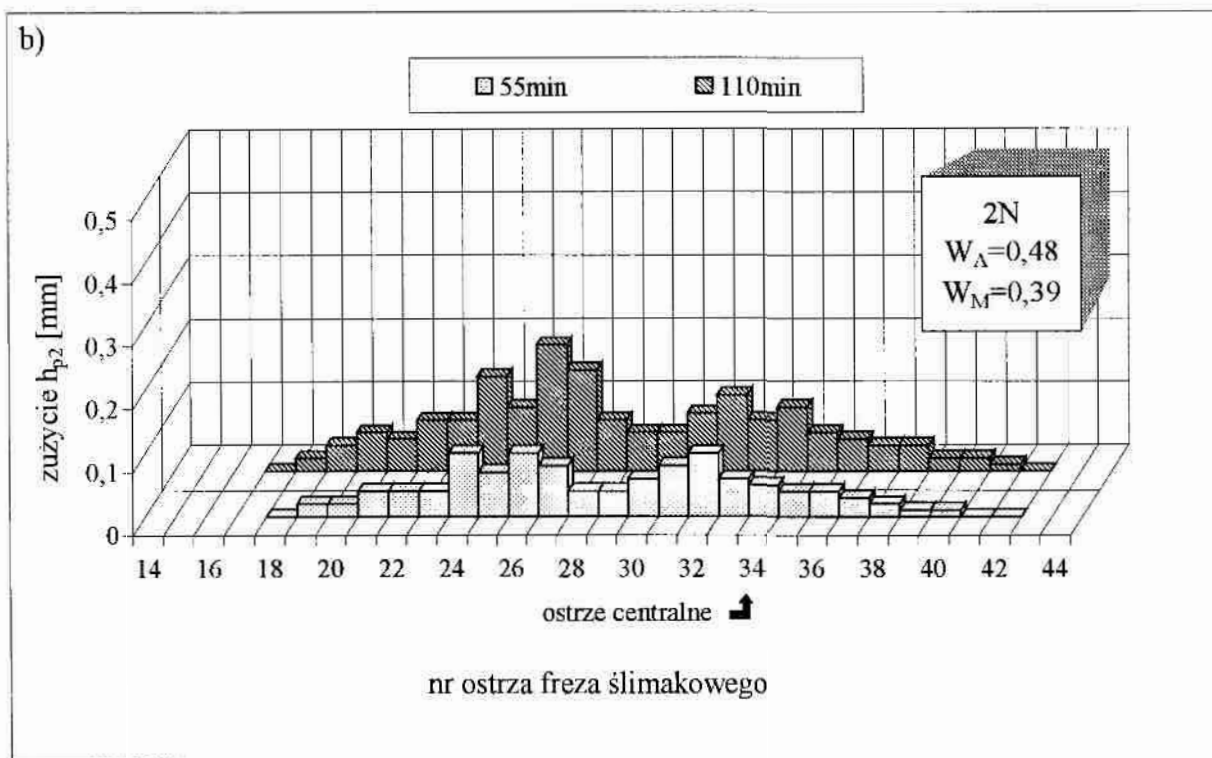
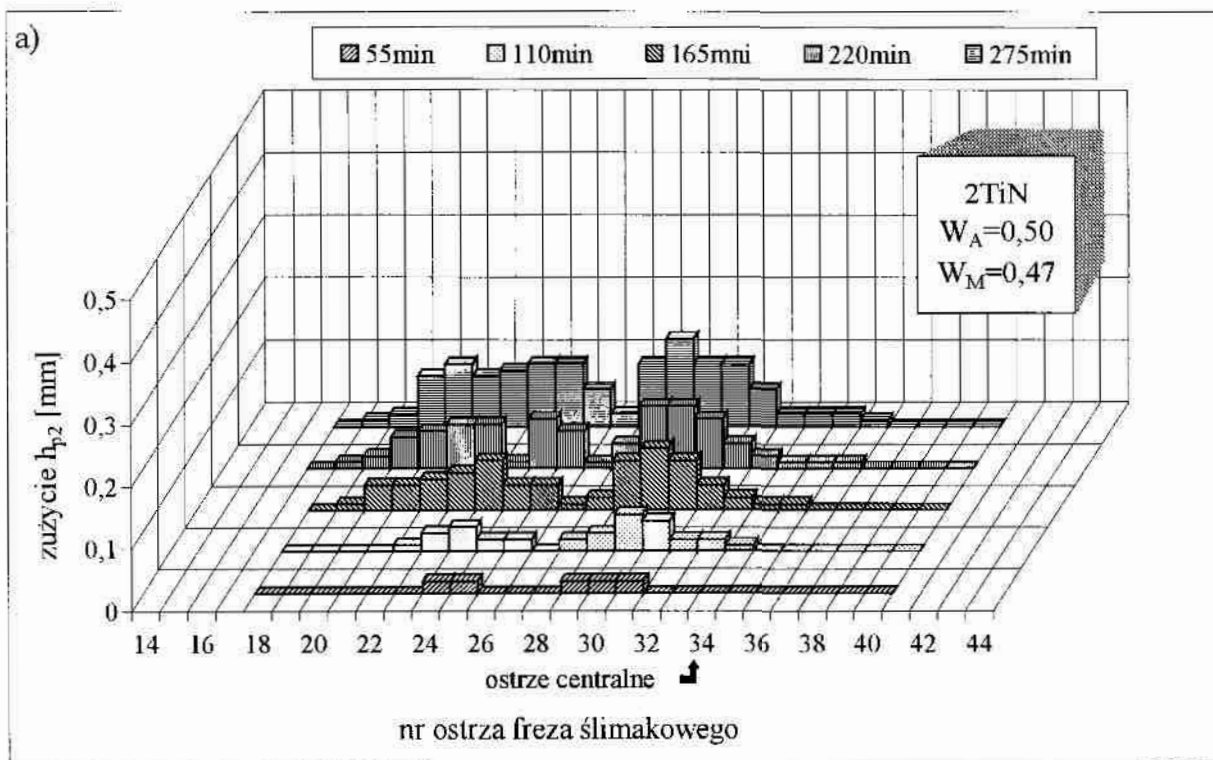
Rys. 68. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



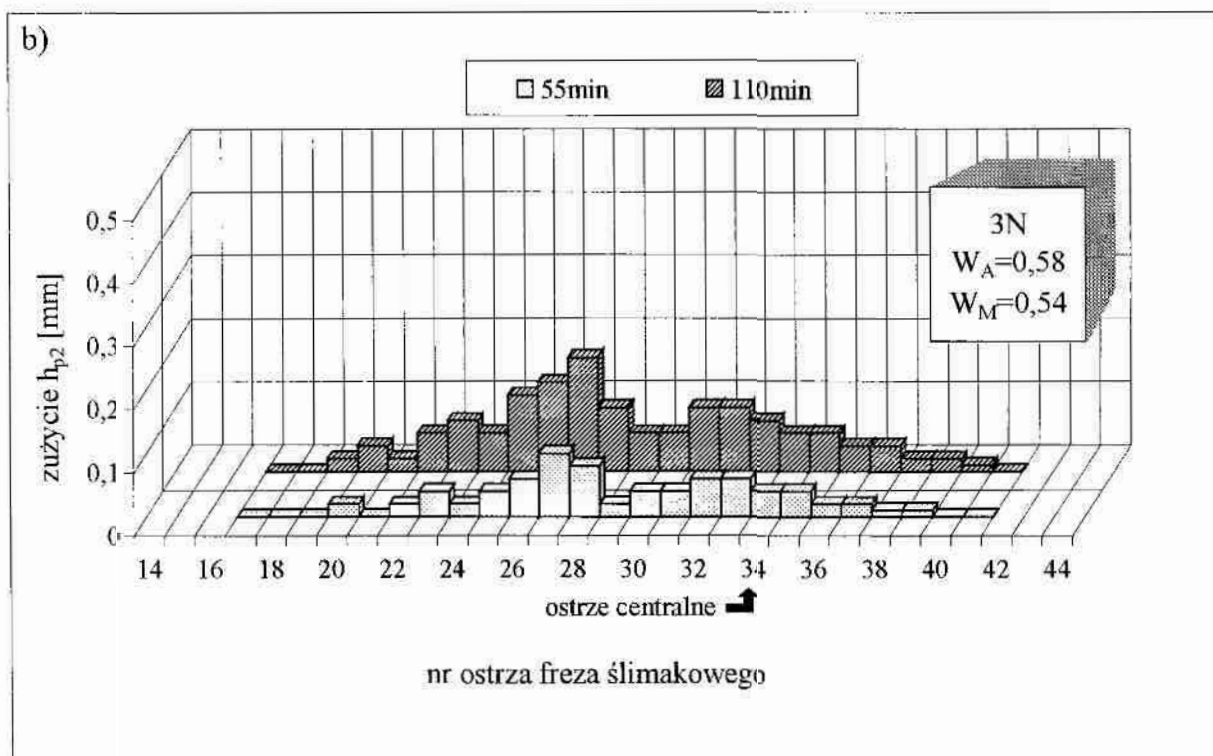
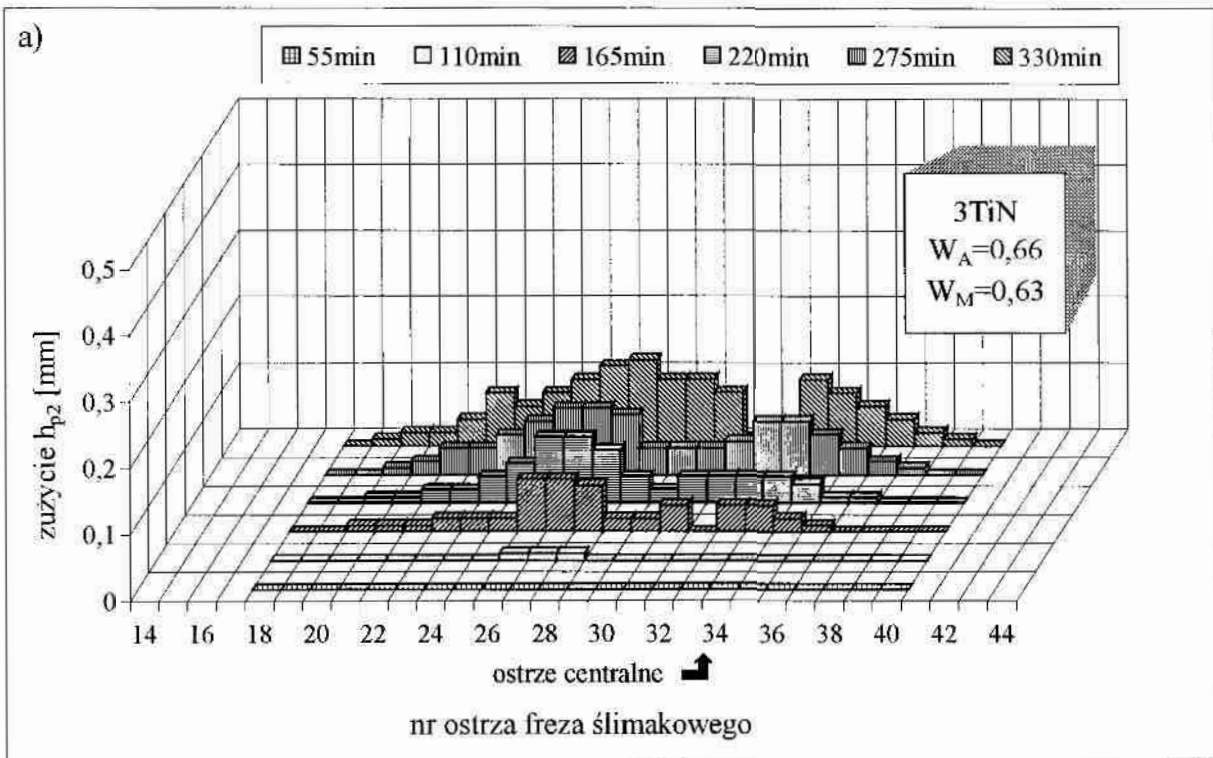
Rys. 69. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych wysokiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



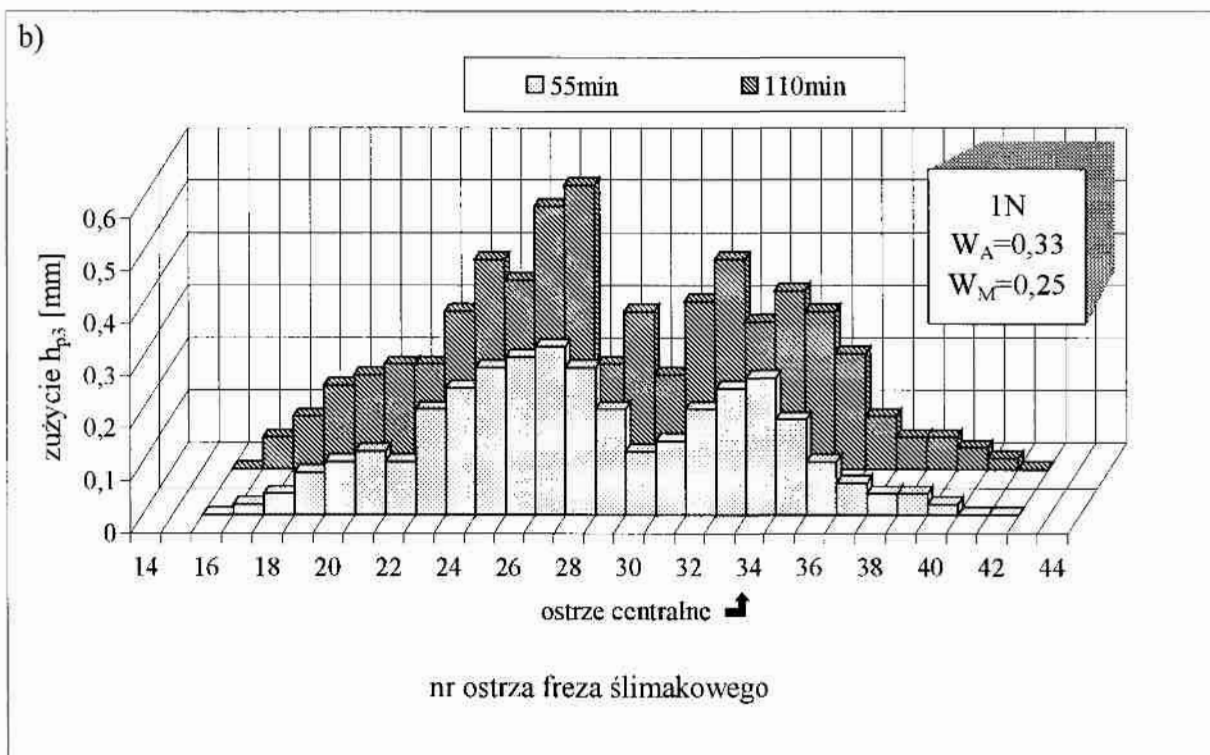
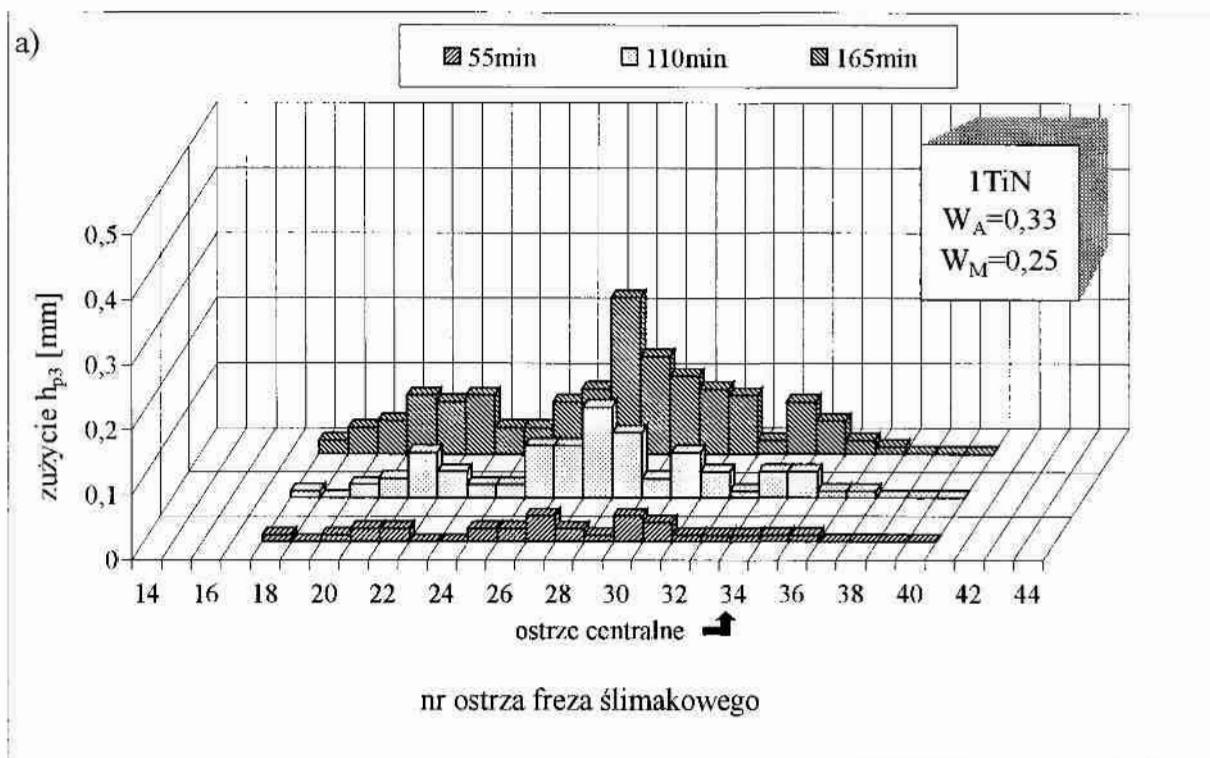
Rys. 70. Rozkłady zużycia h_{p2} ostrzy frezów ślimakowych niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



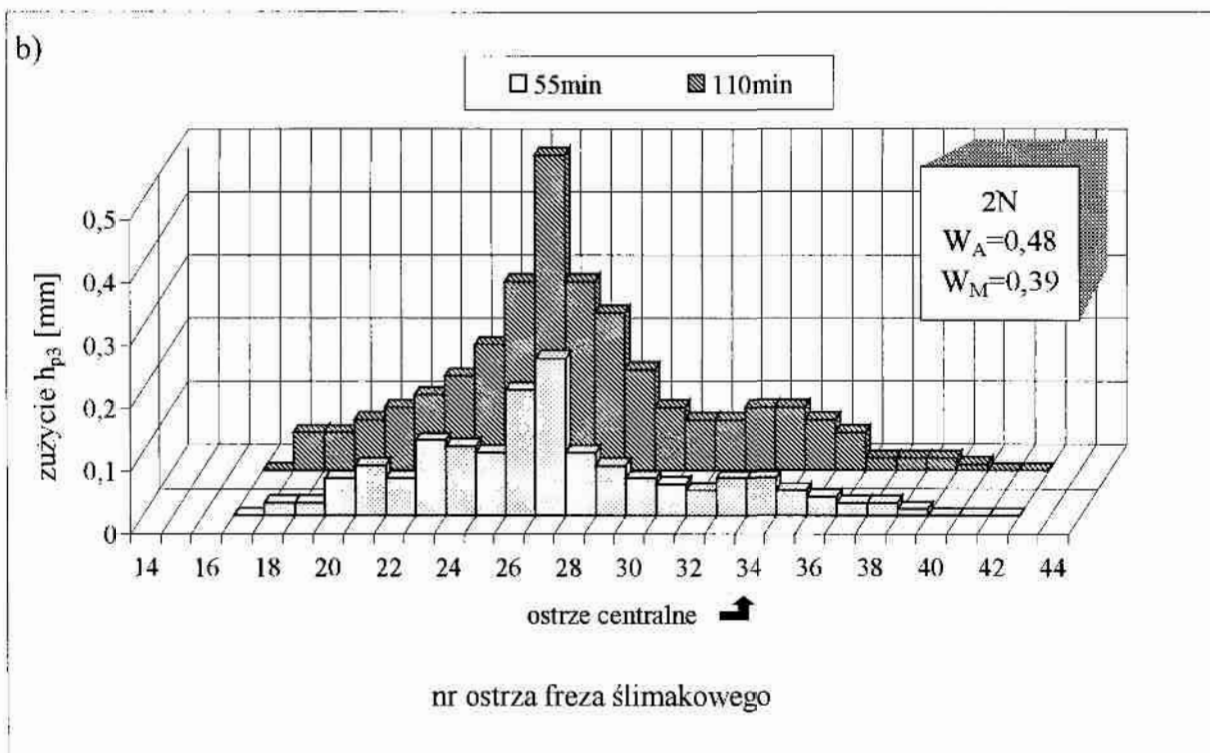
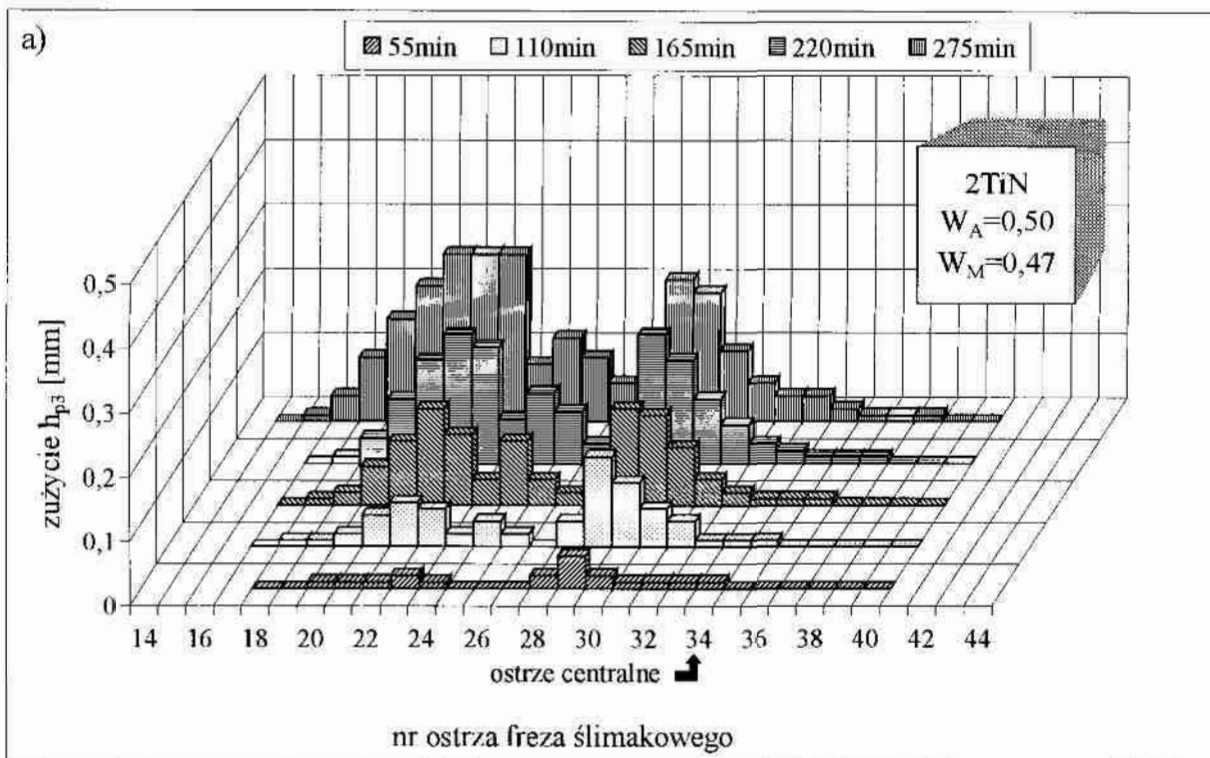
Rys. 71. Rozkłady zużycia h_{p2} ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



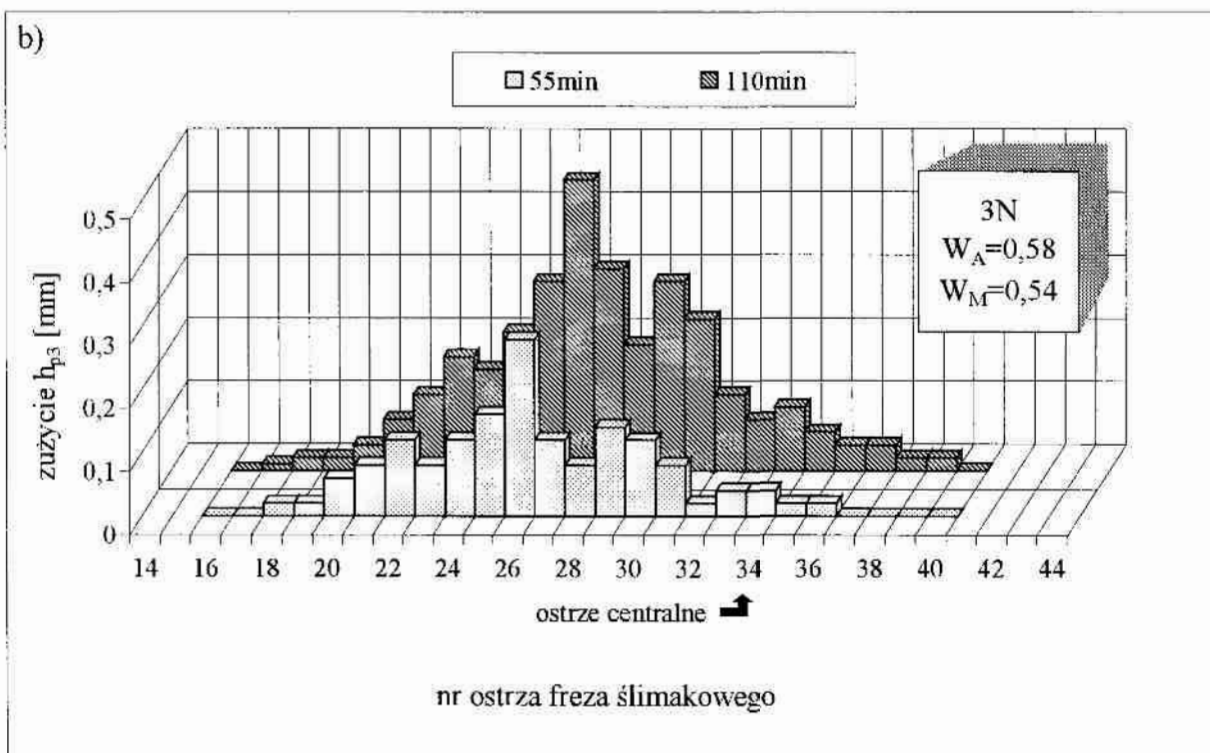
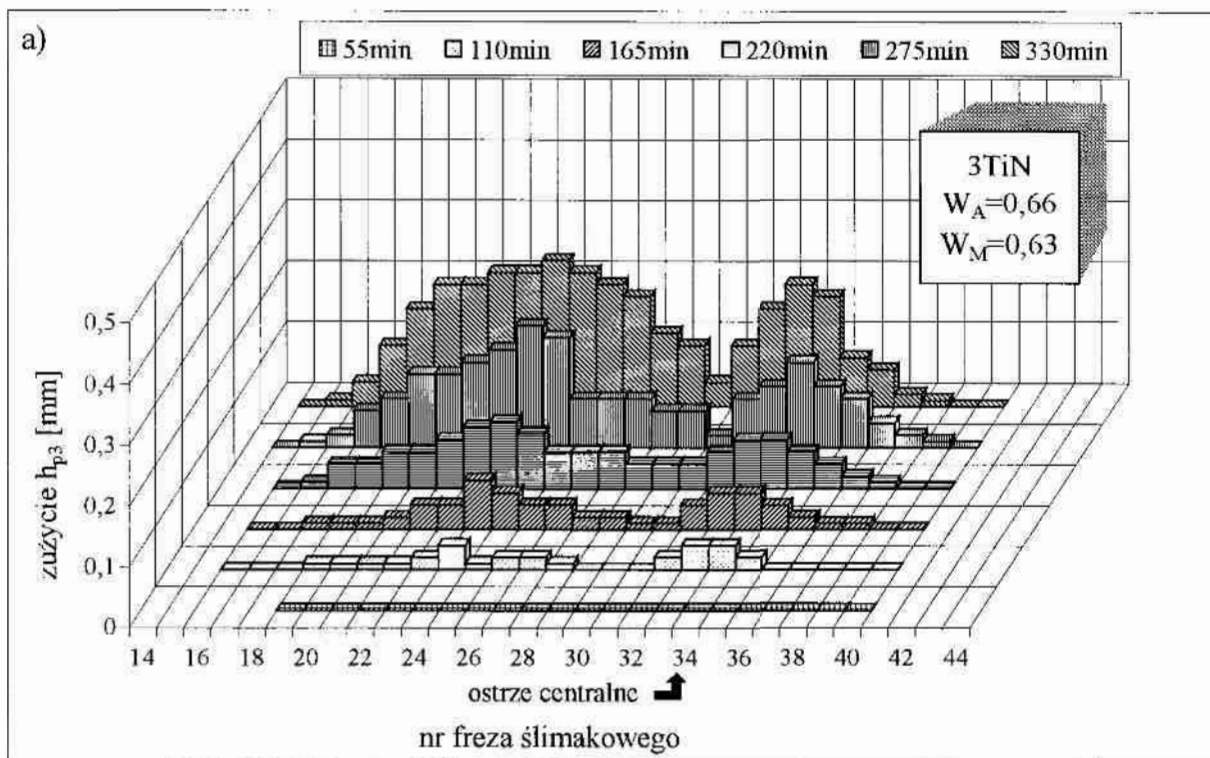
Rys. 72. Rozkłady zużycia h_{p2} ostrzy frezów ślimakowych wysokiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



Rys. 73. Rozkłady zużycia h_{p3} ostrzy frezów ślimakowych niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)

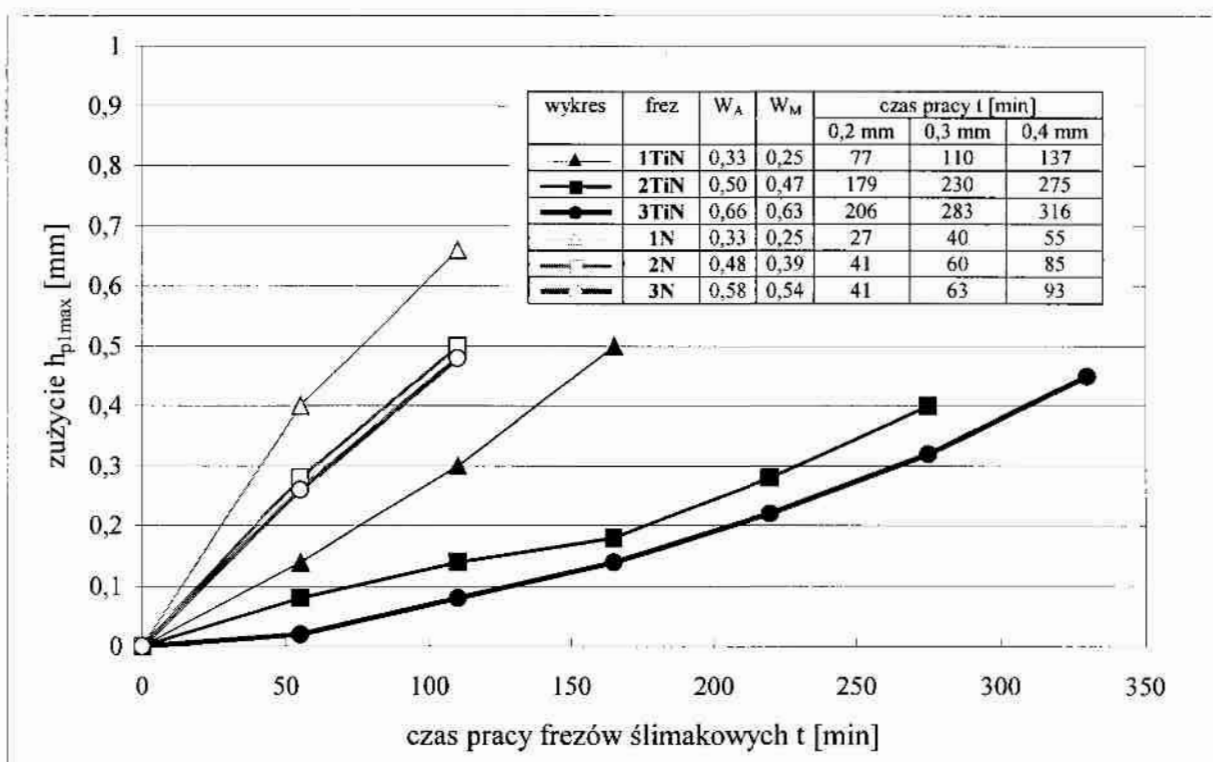


Rys.74. Rozkłady zużycia h_{p3} ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)



Rys. 75. Rozkłady zużycia h_{p3} ostrzy frezów ślimakowych wysokiej jakości, pokrytego warstwą TiN (a) i nie pokrytego (b)

Celem wyboru właściwego wskaźnika zużycia decydującego o trwałości ostrzy badanych frezów oraz określenia okresów ich trwałości, wykonano wykresy zużycia określonego wskaźnikami h_{p1} , h_{p2} i h_{p3} w funkcji czasu pracy. Na rys.76 przedstawiono zależność zużycia (określonego wskaźnikiem h_{p1max}) najbardziej obciążonego ostrza, a na rys.77 zależność zużycia określonego wskaźnikiem h_{p1sr} (średnia wartość zużycia trzech najbardziej obciążonych ostrzy) od czasu pracy badanych frezów. Podobne zależności dla wskaźników h_{p3} i h_{p2} przedstawiono na rys.78÷81. W prawych górnych rogach poniższych wykresów podano okresy pracy, po których zużycie ostrzy określone poszczególnymi wskaźnikami osiąga wartości odpowiadające kolejnym granicom stępienia.

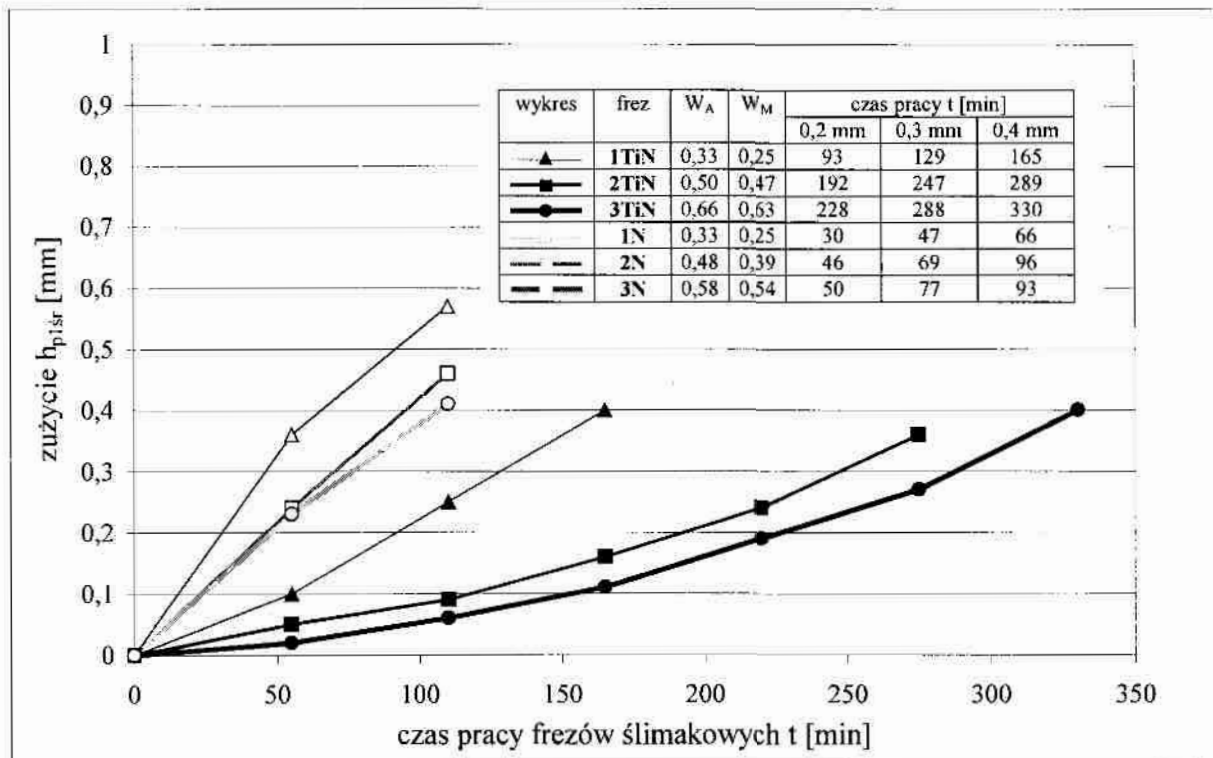


Rys. 76. Zależność zużycia h_{p1max} najbardziej obciążonego ostrza frezów ślimakowych od czasu pracy

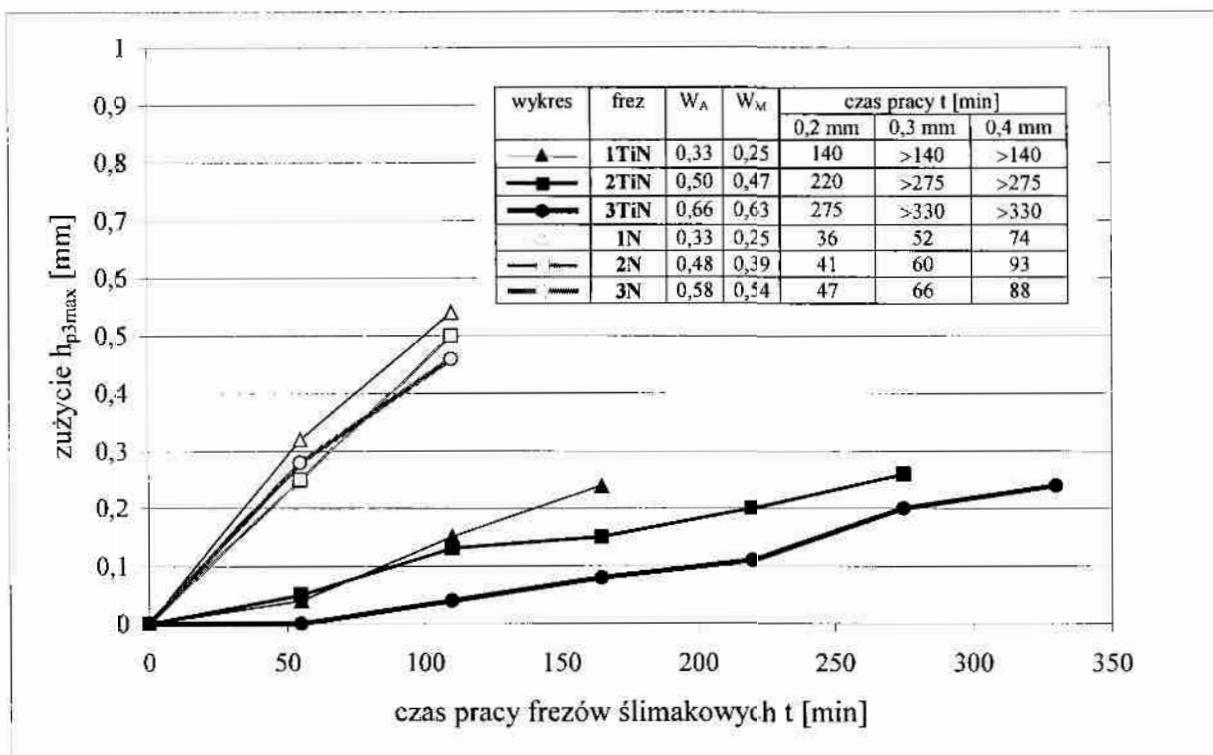
W przypadku frezów nie pokrytych okresy pracy określone wskaźnikiem zużycia h_{p1max} (rys.76) są porównywalne z okresami pracy określonymi wskaźnikiem h_{p3max} (rys.78). Jednakże okresy pracy określone wskaźnikiem h_{p1sr} (rys.77) są mniejsze niż określone wskaźnikiem h_{p3sr} (rys.79). Analiza przebiegów zużycia ostrzy frezów pokrytych warstwą TiN wskazuje, że okresy pracy określone wskaźnikami zużycia h_{p1max} lub h_{p1sr} są zdecydowanie mniejsze niż określone wskaźnikami h_{p3max} i h_{p3sr} . Zużycie ostrzy określone wskaźnikami h_{p2max} (rys.80) i h_{p2sr} (rys.81) jest bardzo małe i nie osiąga nawet najmniejszej wartości dopuszczalnego stępienia, szczególnie dla frezów pokrytych warstwą TiN.

Na podstawie analizy rozkładów i przebiegów zużycia ostrzy frezów pokrytych i bez warstwy TiN uznano, że właściwym kryterium oceny trwałości badanych frezów jest średnia wartość zużycia trzech najbardziej zużytych ostrzy.

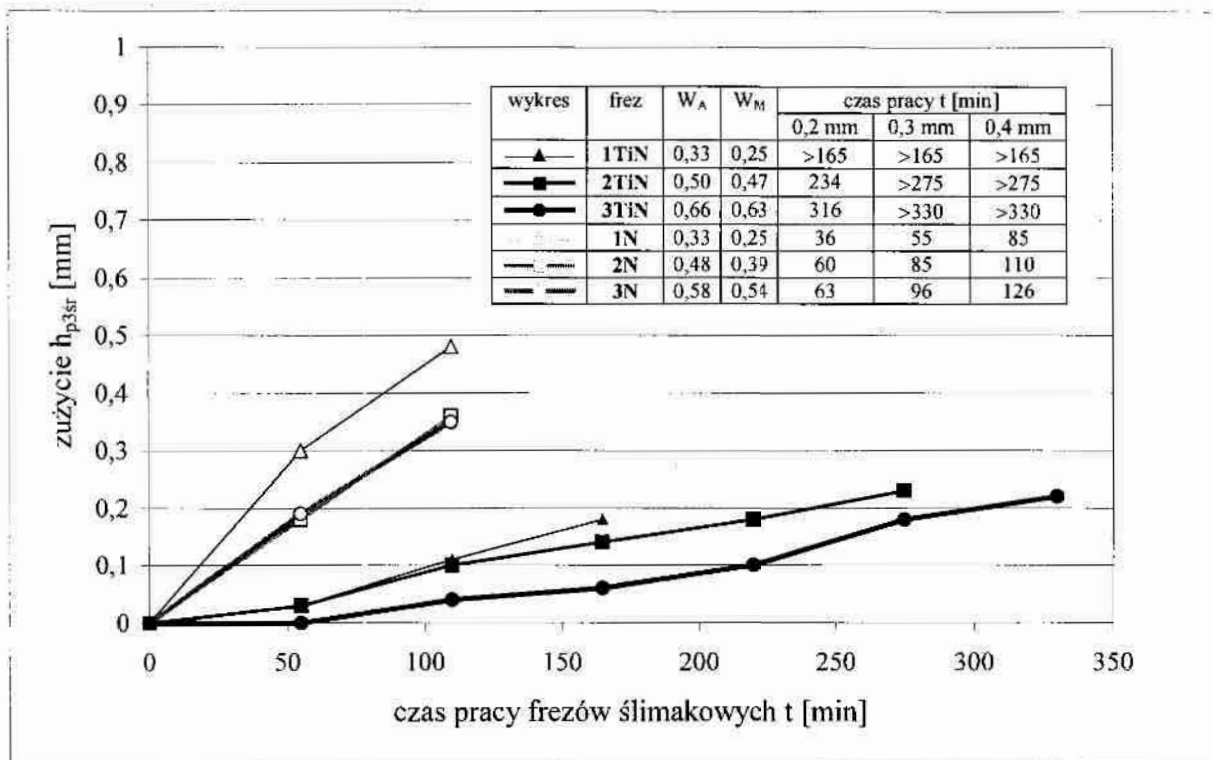
W związku z powyższym, dla frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN decydującym o trwałości ostrzy jest zużycie na bocznej powierzchni przyłożenia (h_{p1}), od strony wejścia w zazębienie obróbczo-toczne.



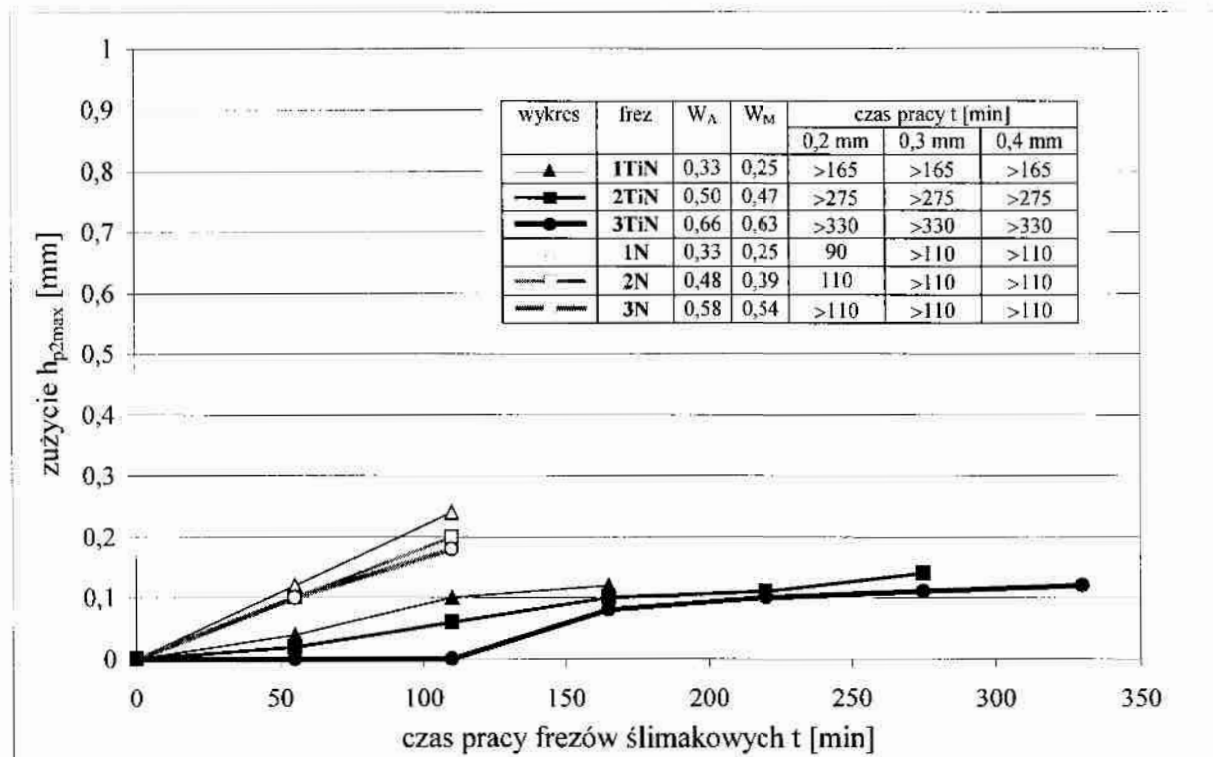
Rys. 77. Zależność zużycia h_{p1sr} (średnia wartość trzech najbardziej zużytych ostrzy frezów ślimakowych) od czasu pracy



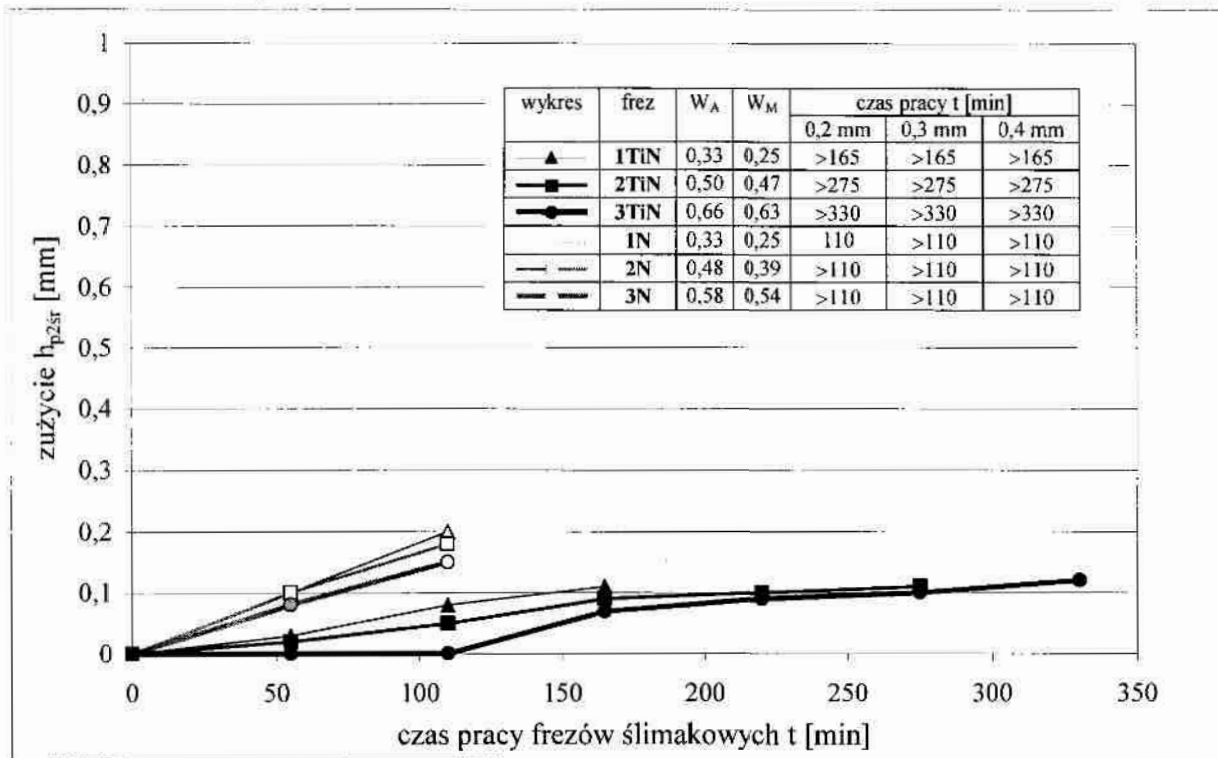
Rys. 78. Zależność zużycia h_{p3max} najbardziej obciążonego ostrza frezów ślimakowych od czasu pracy



Rys.79. Zależność zużycia h_{p3sr} (średnia wartość trzech najbardziej zużytych ostrzy frezów ślimakowych) od czasu pracy



Rys.80. Zależność zużycia h_{p2max} najbardziej obciążonego ostrza frezów ślimakowych od czasu pracy

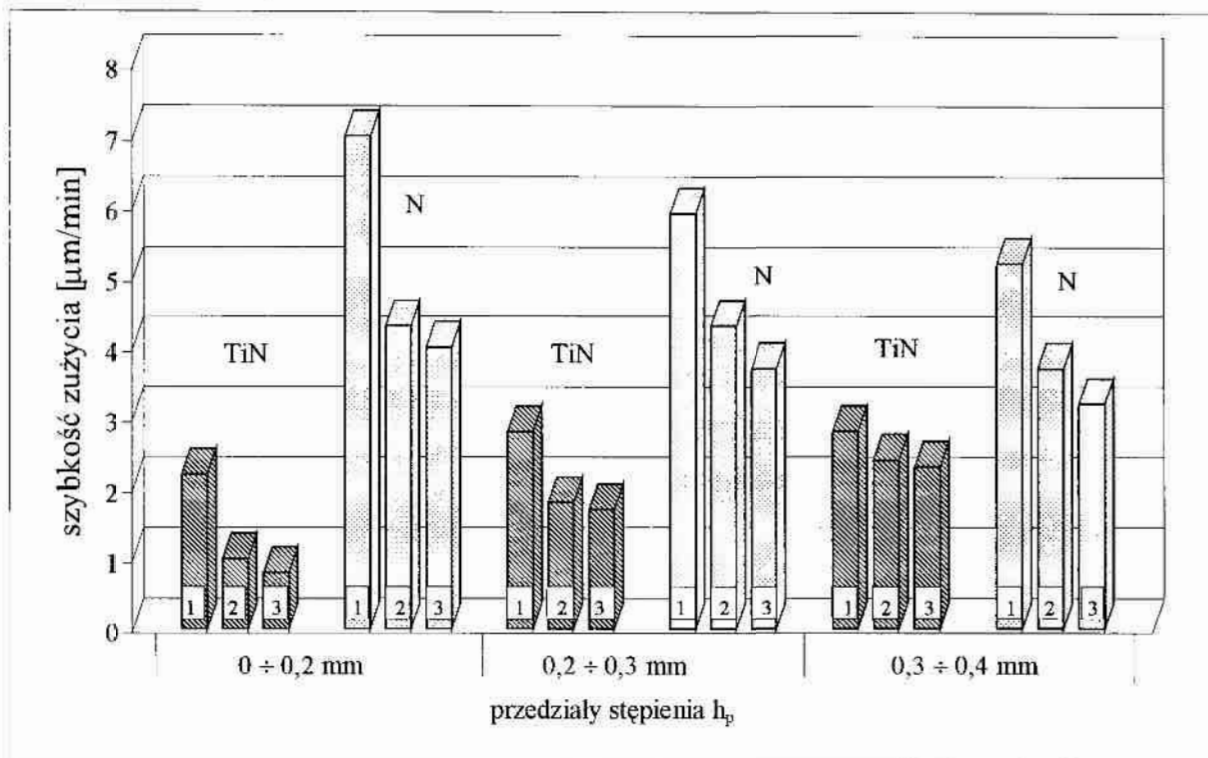


Rys.81. Zależność zużycia h_{p2sr} (średnia wartość trzech najbardziej zużytych ostrzy frezów ślimakowych) od czasu pracy

Okresy pracy przedstawione w zestawieniu na rys.77 określają zatem trwałości ostrzy badanych frezów ślimakowych, odpowiadające przyjętym wartościom dopuszczalnego stępienia. Wskaźnik zużycia h_{p1sr} nazywany będzie w dalszej części niniejszej pracy wskaźnikiem stępienia i oznaczany jako h_p .

Analizując zależności wskaźników $h_{p1}=f(t)$ (rys.76 i rys.77), obserwuje się wyraźne różnice między frezami niskiej jakości a frezami średniej i wysokiej jakości. Różnice te są bardzo duże dla frezów pokrytych warstwą TiN. Szybkość zużywania się ostrzy freza niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN jest tylko dwukrotnie mniejsza w porównaniu z szybkością zużywania się ostrzy frezów nie pokrytych (rys.82). Frezy ślimakowe średniej i dobrej jakości, pokryte warstwą TiN przez dłuższy okres pracy wykazują stałą i niską szybkość zużycia. Dopiero gdy stępienie ostrzy przekracza wartość 0,3mm zaczyna się zwiększać szybkość ich zużywania, choć nadal jest mniejsza niż dla ostrzy freza niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN. Charakterystyczną cechą frezów nie pokrytych jest to, że szybkość zużycia ich ostrzy w pierwszym okresie pracy jest wysoka i następnie wyraźnie maleje.

Uzyskane wyniki badań oraz analiza przedstawionych wyżej zależności wykazały, że niedokładności wykonania frezów ślimakowych mogą powodować niekorzystne zmiany w rozkładzie obciążenia ostrzy, polegające na lokalnym zróżnicowaniu ich obciążenia, a w konsekwencji większe zużycie ostrzy, szczególnie najbardziej obciążonych.

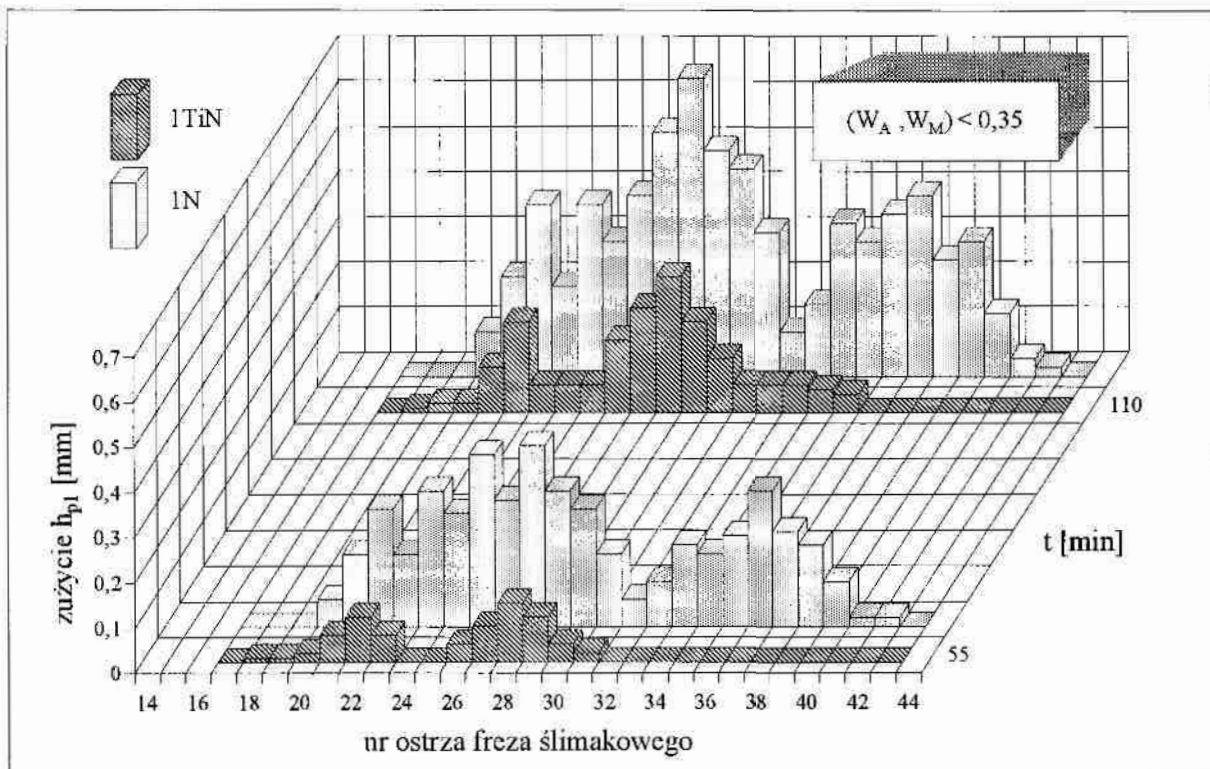


Rs.82. Szybkość zużycia ostrzy frezów ślimakowych w kolejnych przedziałach stępienia

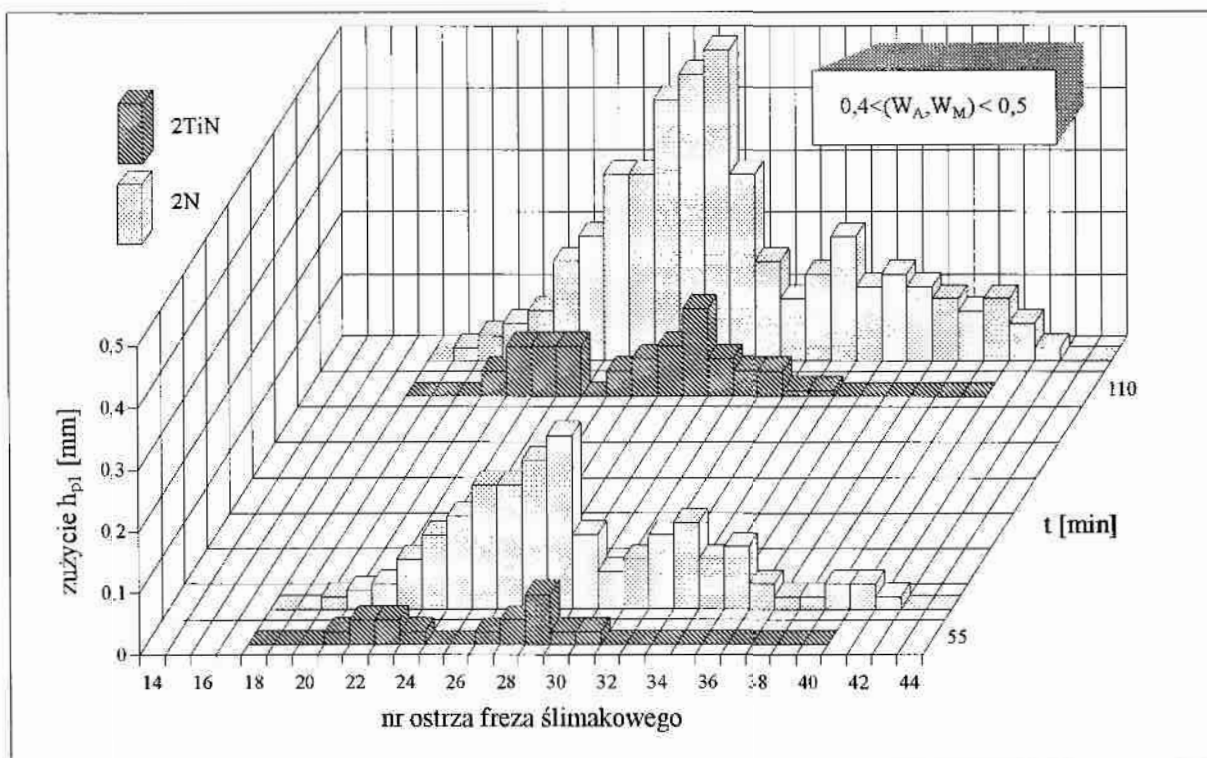
8.4. Wpływ dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy

Analizę wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN i nie pokrytych na zużycie i trwałość ostrzy przeprowadzono w dwóch etapach. W pierwszym etapie dokonano jakościowej oceny wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych na rozkład zużycia ich ostrzy. W drugim określono zależność między trwałością ostrzy frezów a wskaźnikiem jakości freza.

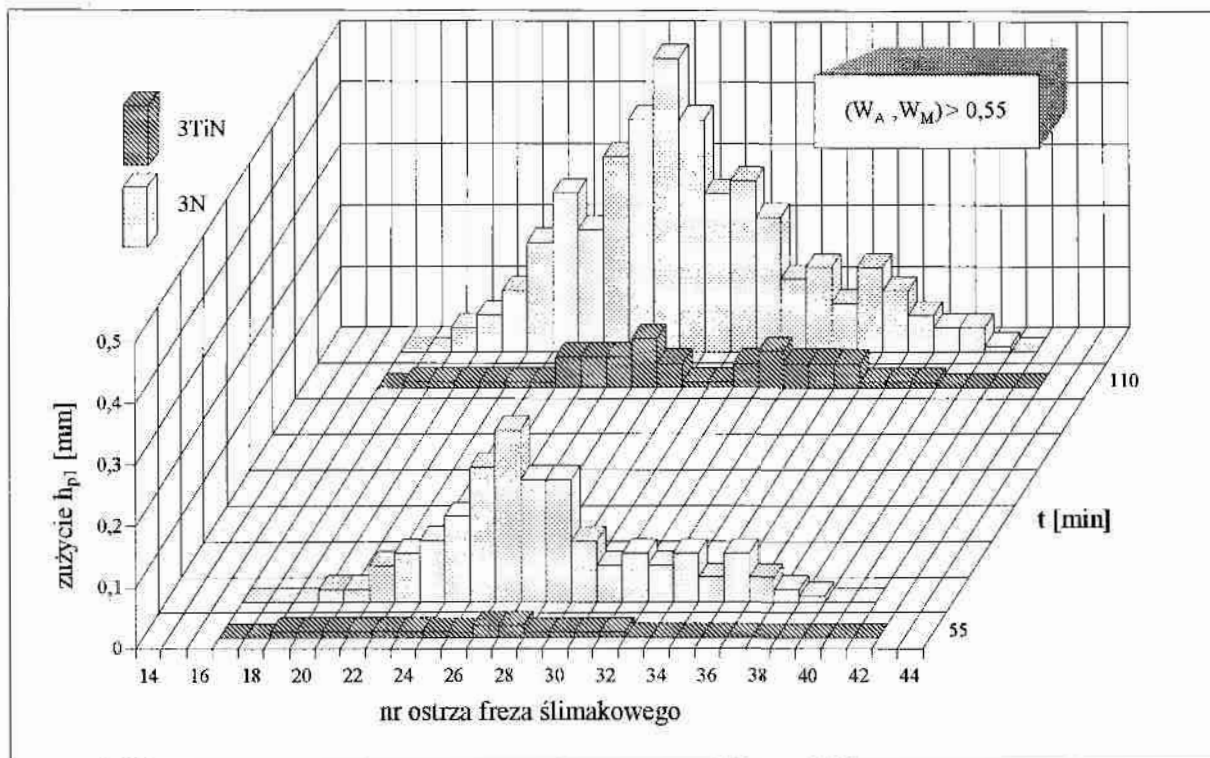
Na rys.83÷85 przedstawiono rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów pokrytych warstwą TiN i ostrzy nie pokrytych. Z analizy przedstawionych wykresów wynika, że w obu grupach frezów najbardziej nieregularne rozkłady zużycia ostrzy obserwuje się dla frezów niskiej jakości (rys.83). Rozkłady zużycia ostrzy frezów średniej (rys.84) i wysokiej jakości (w danej klasie dokładności) (rys.85) są podobne i zbliżone do typowego rozkładu obciążenia (rozdz.3.3). Charakterystyczną cechą rozkładów zużycia jest występowanie lokalnych minimów zużycia między zróżnicowanymi co do wartości lokalnymi wartościami maksymalnymi. Cechą charakterystyczną jest również zróżnicowanie zużycia sąsiednich ostrzy. Wyjaśnić to można znacznymi odchyłkami podziałek i biciem wierzchołków ostrzy tych frezów (rys.63, rozdz.8.1). Rozrzuty wartości zużycia sąsiednich ostrzy są tym mniejsze, im wyższa jest jakość freza. Widać to szczególnie we frezach bez warstwy, gdyż frezy pokryte warstwą TiN wykazywały po 55 i 110 min pracy jeszcze bardzo małe zużycie.



Rys.83. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych niskiej jakości, po 55 min i 110 min pracy



Rys.84. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, po 55 min i 110 min pracy

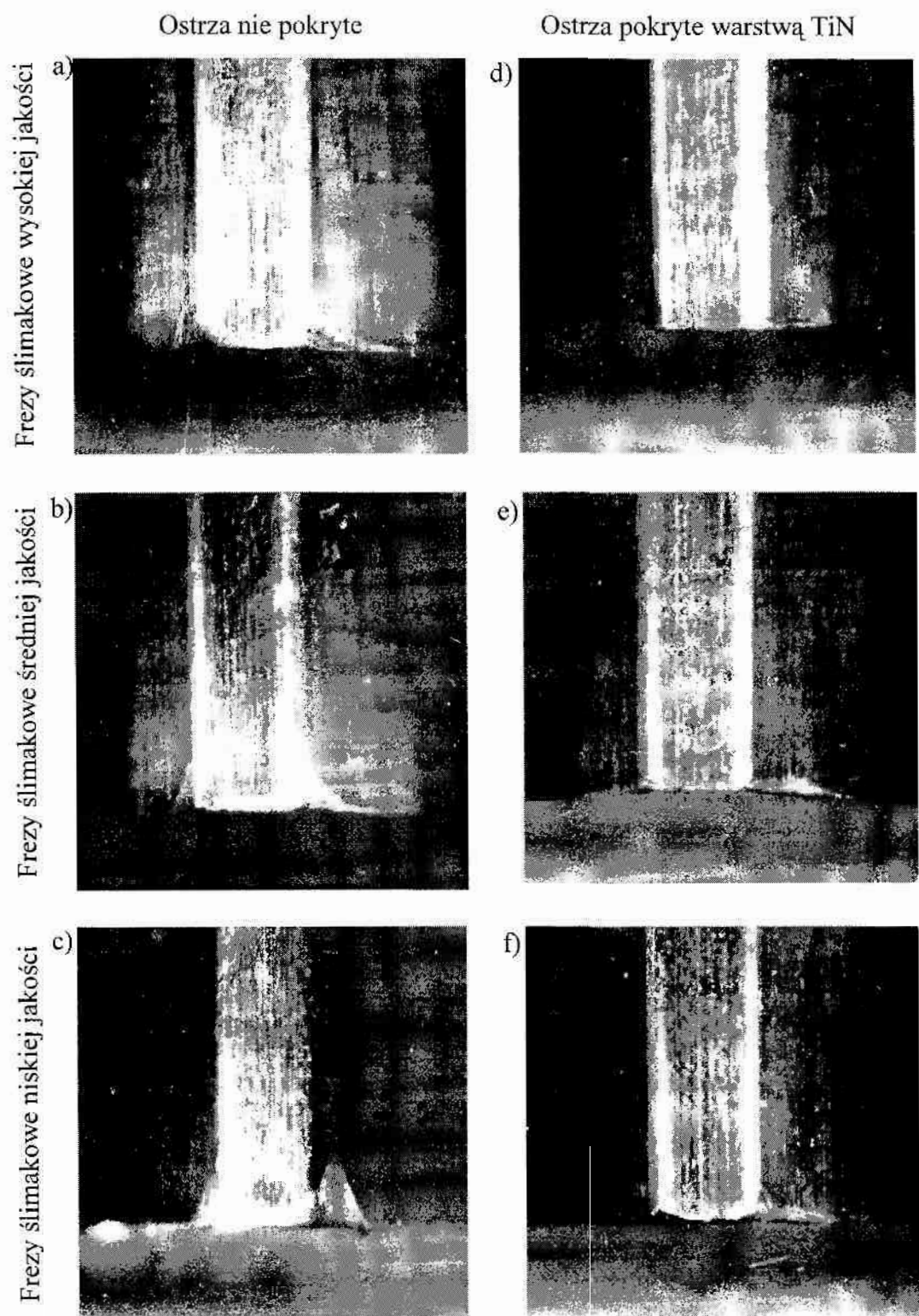


Rys.85. Rozkłady zużycia h_{p1} ostrzy frezów ślimakowych wysokiej jakości, po 55 min i 110 min pracy

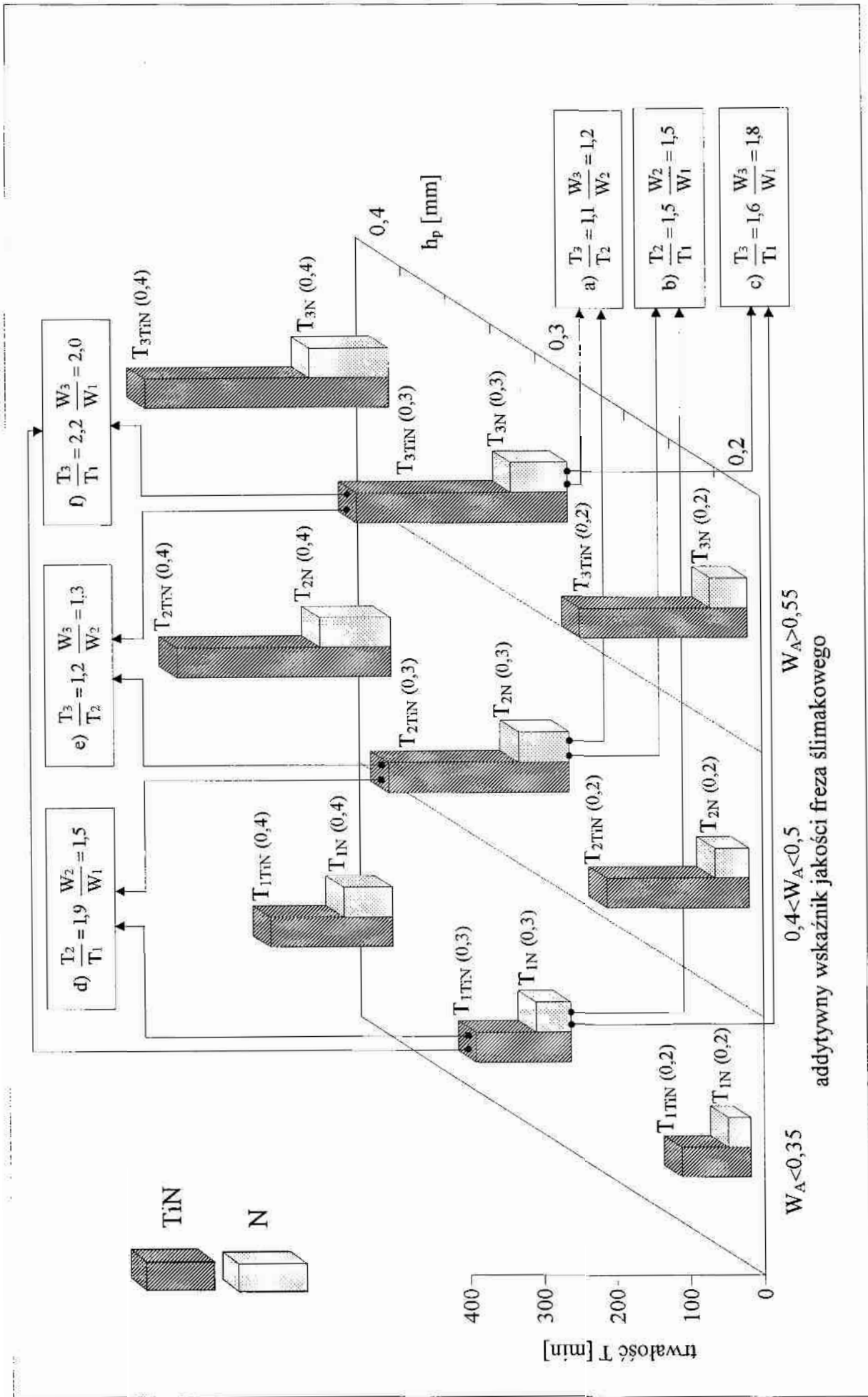
Rozkłady zużycia ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN po dłuższym okresie pracy, przedstawione w rozdziale 8.3, wykazują małe zróżnicowanie wskaźnika zużycia sąsiednich ostrzy, zwłaszcza we frezach wysokiej jakości. Niezależnie od jakości frezów zużycie ostrzy frezów pokrytych warstwą TiN jest znacznie mniejsze od zużycia ostrzy frezów nie pokrytych. Zużycie najbardziej obciążonych ostrzy obu rodzajów frezów maleje ze wzrostem ich jakości. Szczególnie wyraźna różnica występuje między zużyciem ostrzy frezów niskiej jakości (rys.83) i zużyciem ostrzy frezów średniej jakości (rys.84). Potwierdzają to obrazy zużycia najbardziej obciążonego ostrza każdego z badanych frezów, przedstawione na fotografiach na rys.86. Zużycie ostrzy frezów średniej jakości (rys.86d) i wysokiej jakości (rys.86e), pokrytych warstwą TiN jest wyraźnie mniejsze nie tylko od zużycia ostrzy frezów nie pokrytych (rys.86a, b i c), ale również od zużycia ostrza freza pokrytego niskiej jakości (rys.86f).

Przedstawione obrazy zużycia ostrzy potwierdzają również wcześniej stwierdzony fakt, że zużycie określone wskaźnikiem h_{p3} najbardziej obciążonego ostrza frezów nie pokrytych jest porównywalne ze zużyciem h_{p1} , natomiast w przypadku frezów pokrytych warstwą TiN zużycie h_{p3} jest wyraźnie mniejsze od h_{p1} . Szczegółową analizę geometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN, o zbliżonych parametrach starcia, przedstawiono w rozdziale 8.6.

Zależność trwałości ostrzy frezów ślimakowych frezów nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN od wskaźnika jakości freza przedstawiono w formie diagramu na rys.87.



Rys.86. Mikroskopowe obrazy zużycia najbardziej obciążonego ostrza frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN, po 110 min pracy

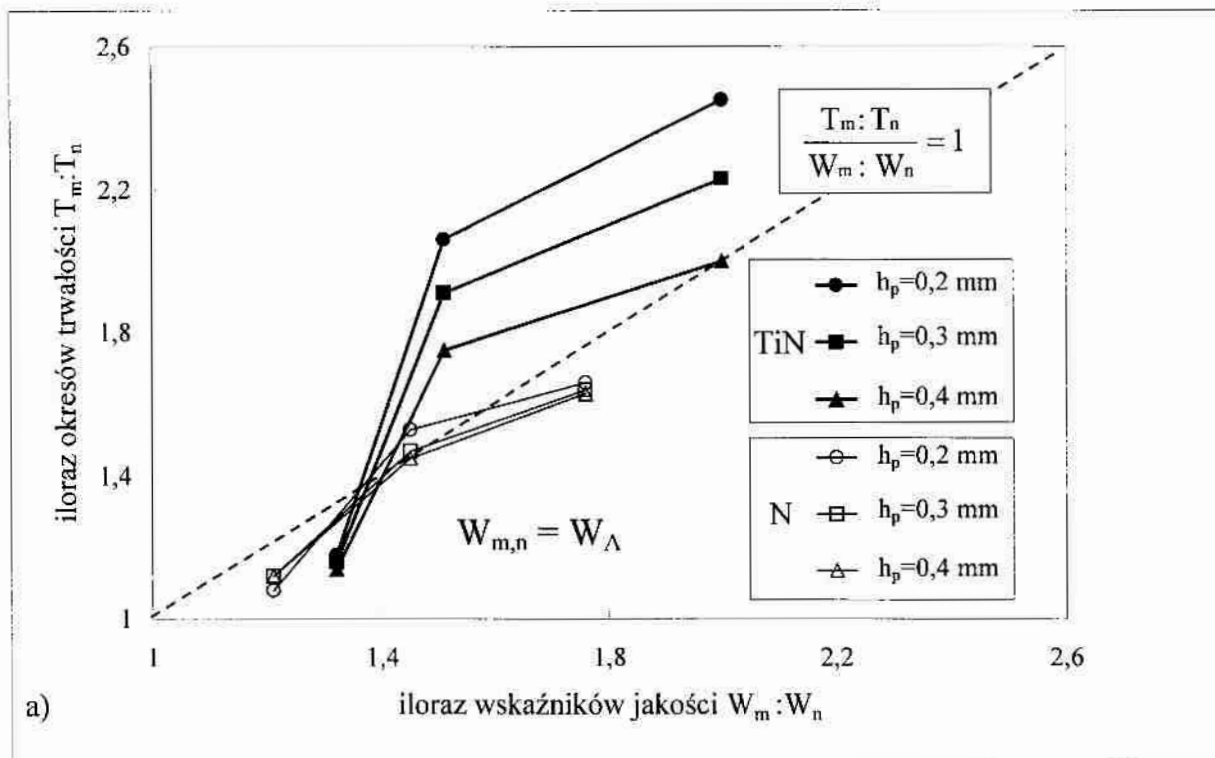


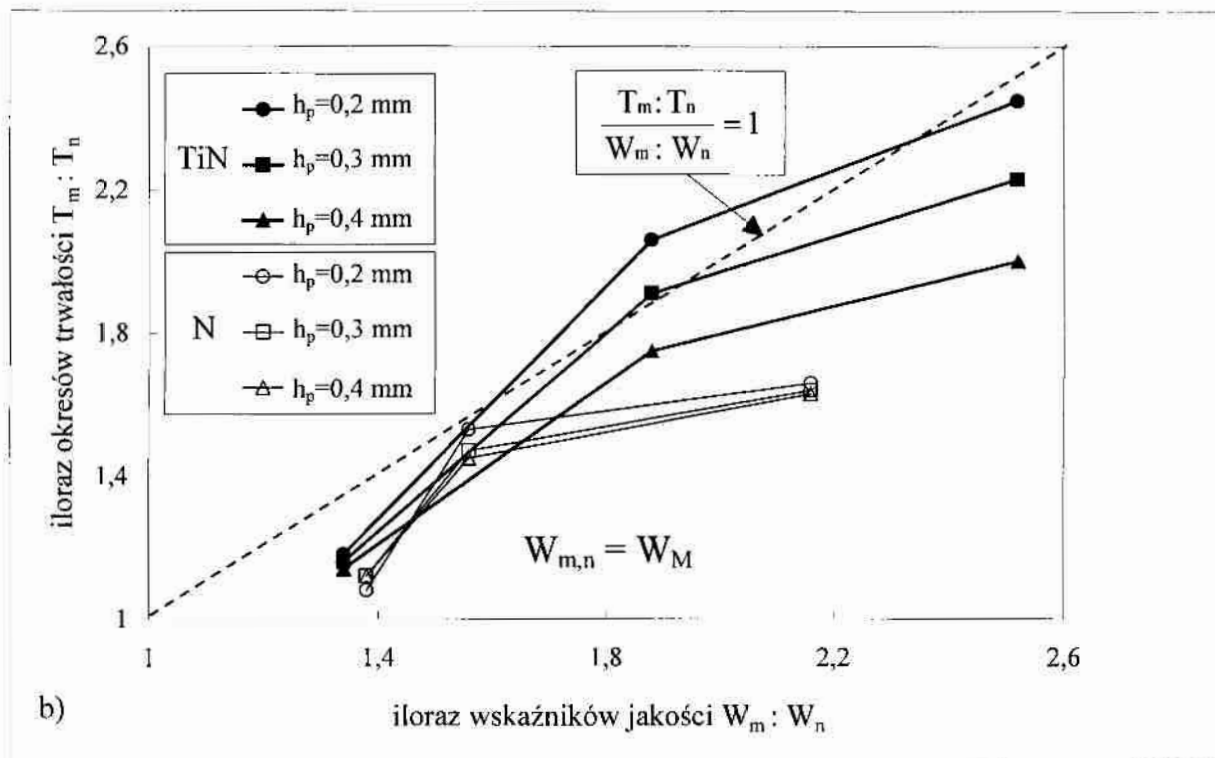
Rys. 87. Zależność trwałości T ostrzy frezów ślimakowych od addytywnego wskaźnika jakości W_A dla różnych wartości stopienia h_p

Trwałość ostrzy frezów ślimakowych wzrasta ze wzrostem wskaźnika jakości freza, przy czym trwałość ostrzy pokrytych warstwą TiN jest znacznie większa od trwałości nie pokrytych (rys.87). W celu określenia zależności między trwałością ostrzy frezów ślimakowych a wskaźnikiem jakości freza dokonano porównań okresów trwałości ostrzy i wskaźników jakości. Ramki a, b, c (rys.87) zawierające ilorazy trwałości i wskaźników jakości dotyczą frezów nie pokrytych, natomiast ramki d, e, f (rys.87) zawierają dane odnoszące się do frezów pokrytych warstwą TiN. Wyniki takich porównań dla różnych wartości wskaźnika stopienia h_p oraz obu rodzajów wskaźnika jakości przedstawiono na rys.88.

Analiza zależności przedstawionych na rys.87 i rys.88 wskazuje, że do oceny wpływu dokładności wykonania frezów ślimakowych nie pokrytych na trwałość ich ostrzy korzystne jest zastosowanie addytywnego wskaźnika jakości W_A (rys.88a). Natomiast w przypadku frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN właściwszej oceny można dokonać wykorzystując wskaźnik multiplikatywny W_M .

Wyniki badań pokazują również, że trwałość ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN wzrasta ze wzrostem wskaźnika jakości znacznie szybciej niż dla frezów nie pokrytych (rys.87).





Rys.88. Zależności ilorazu trwałości frezów ślimakowych od ilorazu wskaźników jakości: addytywnych W_A (a) i multiplikatywnych W_m (b), dla różnych wartości stopienia ostrzy: $T_m:T_n = T_2:T_1, T_3:T_2, T_3:T_1$, $W_m:W_n = W_2:W_1, W_3:W_2, W_3:W_1$

Przedstawione wyżej wyniki badań oraz ich analiza uzasadniają sformułowanie następujących wniosków:

1. Monotoniczne przebiegi zależności trwałości ostrzy od addytywnego i multiplikatywnego wskaźnika jakości freza, otrzymane zarówno dla frezów pokrytych warstwą TiN, jak i nie pokrytych wskazują, że zaproponowane wskaźniki jakości stanowią dobre kryterium oceny dokładności wykonania freza ślimakowego.
2. Zróżnicowanie dokładności wykonania frezów ślimakowych ma znacznie większy wpływ na trwałość ostrzy pokrytych warstwą TiN niż nie pokrytych.
3. Przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN, ze wzrostem wskaźnika jakości, jest znacznie większy niż dla frezów nie pokrytych.
4. Zdecydowanie najniższą trwałość wśród frezów pokrytych warstwą TiN wykazał frez ślimakowy niskiej jakości.

Przedstawione wyżej wnioski w znacznej części potwierdzają słuszność przyjętej pierwszej tezy pracy.

8.5. Przyrost i rozrzut trwałości ostrzy pokrytych warstwą TiN

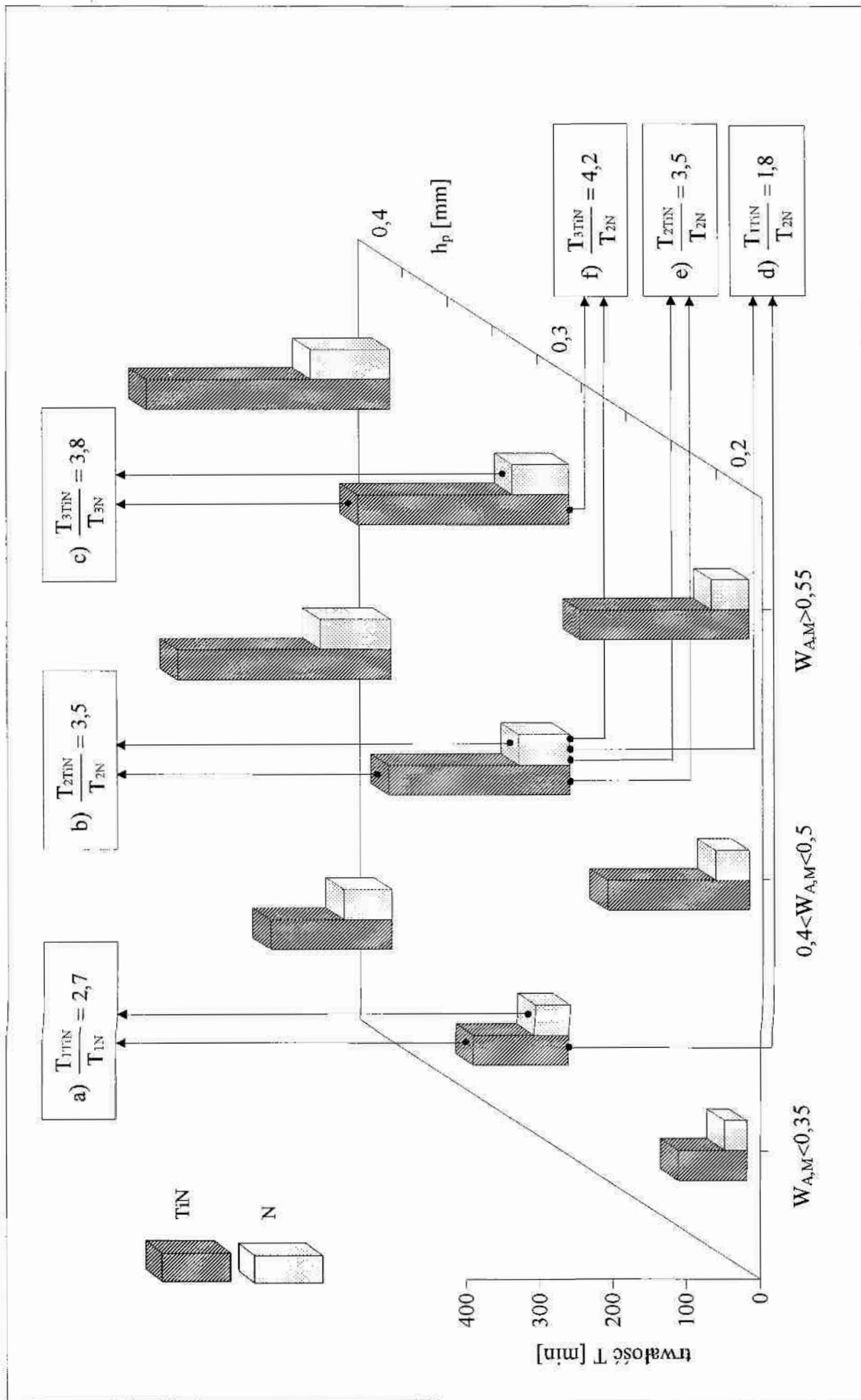
Najczęściej stosowanym miernikiem efektów wynikających z zastosowania pokrycia narzędzi skrawających twardą warstwą jest przyrost ich trwałości w stosunku do narzędzi nie pokrytych, przy założeniu, że dla obu rodzajów narzędzi stosuje się takie same warunki obróbki.

Efekty wynikające z zastosowanego pokrycia frezów ślimakowych warstwą TiN, uzyskane w warunkach badań, przedstawiono na rys.89. W ramkach a, b, c, d, e, f przedstawiono wyniki porównań trwałości ostrzy frezów pokrytych warstwą TiN z trwałością nie pokrytych, dla wskaźnika stępienia $h_p=0,3$ mm. W ramkach a, b, c (rys.89) przedstawiono wyniki porównań trwałości ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN, o zbliżonych wartościach wskaźnika jakości freza. Najmniejszy przyrost trwałości ostrzy (2,7x, ramka c) uzyskano dla frezów ślimakowych niskiej jakości, a największy dla frezów wysokiej jakości (3,8x, ramka c). Różnica jest wyraźna i wskazuje, że przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych w wyniku pokrycia warstwą TiN jest tym wyższy, im wyższa jest jakość freza ślimakowego.

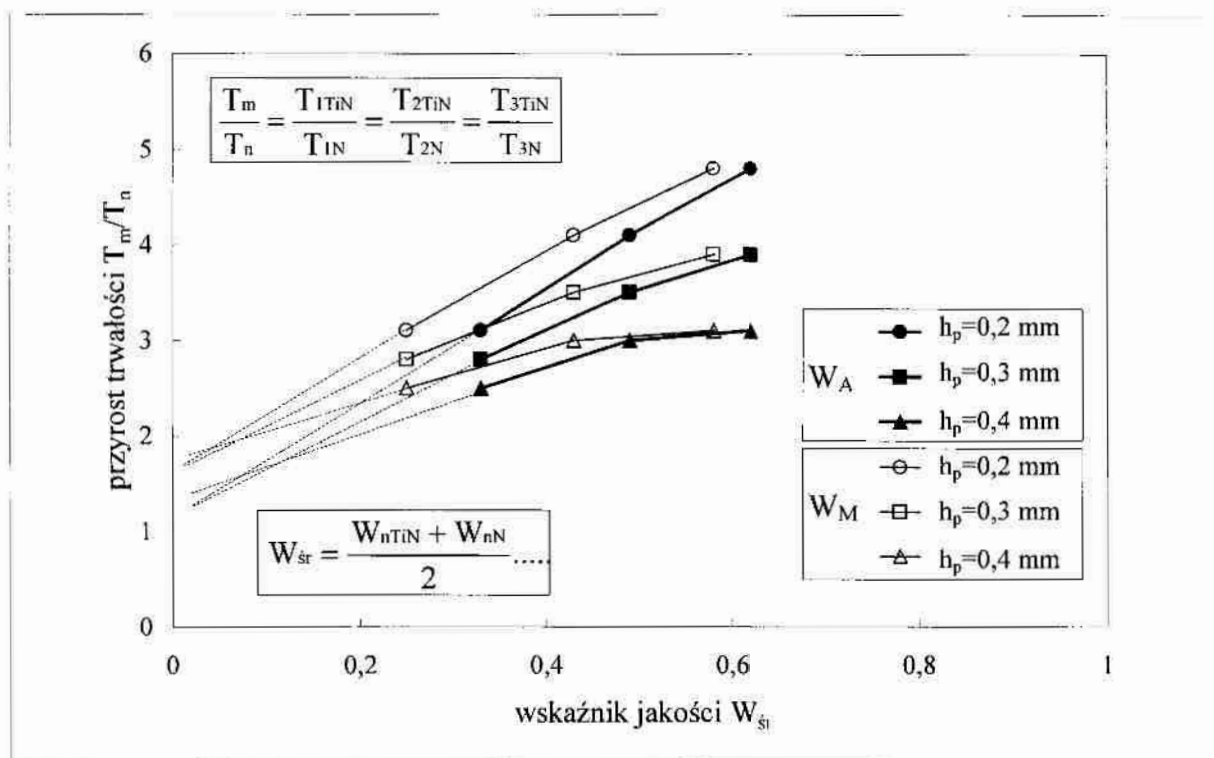
W ramkach d, e, f (rys.89) przedstawiono wyniki porównań trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN z trwałością ostrzy freza ślimakowego nie pokrytego, reprezentującego średnią jakość badanej klasy frezów ślimakowych. Wyniki porównań stanowią miarę rozrzutu przyrostu trwałości ostrzy frezów ślimakowych badanej klasy B, po pokryciu warstwą TiN. Występujący duży rozrzut przyrostu trwałości ostrzy ($1,8x \div 4,2x$) jest w znacznym stopniu spowodowany zróżnicowaniem dokładności wykonania frezów ślimakowych. Uzyskane efekty wynikające z zastosowania pokrycia warstwą TiN mogą być dla użytkownika nie wystarczające właśnie z powodu tak znacznego rozrzutu przyrostu trwałości, gdyż ma to istotne znaczenie w produkcji seryjnej, masowej lub zautomatyzowanej.

Otrzymane wyniki mogą stanowić miarę przydatności frezów ślimakowych klasy B do pokrywania, bowiem znaczna część frezów po pokryciu twardą warstwą może mieć niewielki przyrost trwałości (1,8x), w porównaniu ze średnią trwałością ostrzy frezów ślimakowych nie pokrywanych.

Zróżnicowany (w stosunku do frezów bez warstwy TiN) charakter zależności zużycia ostrzy frezów pokrytych twardą warstwą od czasu pracy powoduje, że wyniki porównań trwałości ostrzy frezów zależą od wartości przyjętego dopuszczalnego stępienia h_p (rys.90). Zbieżność przedstawionych zależności w kierunku mniejszych wartości wskaźnika jakości pozwala sądzić, że dla frezów ślimakowych „bardzo” złej jakości przyrost trwałości po pokryciu warstwą TiN będzie niewielki. Potwierdzeniem tego mogą być wyniki prób eksploatacyjnych frezów ślimakowych klasy Bp (rozdz.7.7), dla których uzyskano wzrost trwałości rzędu $1,5x \div 1,7x$. Silna zależność uzyskanego przyrostu trwałości ostrzy od wartości stępienia, dla frezów średniej i wysokiej jakości pokrytych warstwą TiN, może być miernikiem wyboru wielkości stępienia, po którym frez ślimakowy pokryty powinien być ostrzony.



Rys.89. Zależność przyrostu trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN od wskaźnika jakości W_{AM} dla różnych wartości stopienia h_p



Rys.90. Przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN w stosunku do nie pokrytych, w zależności od wskaźnika jakości freza oraz od wskaźnika stopienia h_p

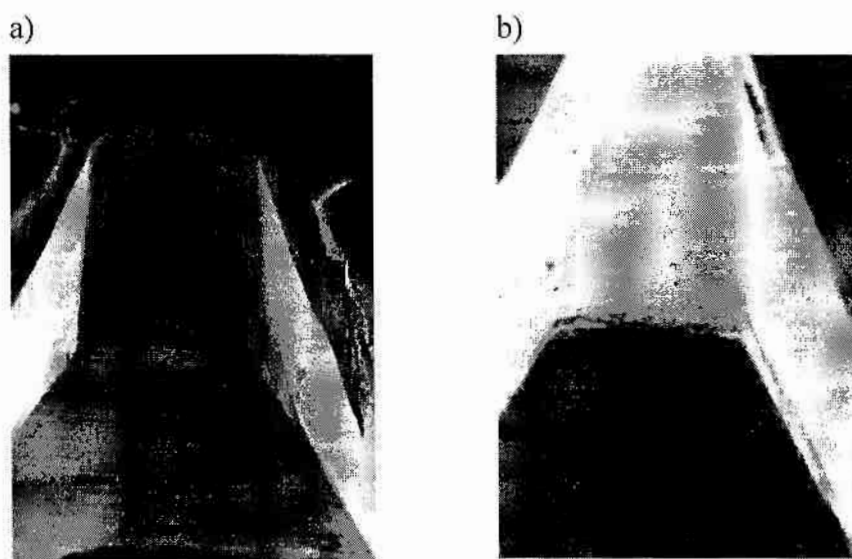
Wyniki badań przedstawione w tym rozdziale uzasadniają sformułowanie następujących wniosków:

1. Istotną przyczyną rozrzutu przyrostu trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN jest zróżnicowanie dokładności wykonania kolejnych narzędzi.
2. Względny przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN w stosunku do frezów nie pokrytych jest tym większy, im wyższa jest dokładność wykonania frezów ślimakowych.
3. Najwyższy przyrost trwałości po pokryciu warstwą TiN (ponad 4-krotny) wykazał frez ślimakowy wysokiej jakości. Analiza wartości cech opisujących dokładność wykonania tego freza ślimakowego (rys.63) pokazuje, że większość cech ma wartości odpowiadające wyższej klasie dokładności, tj. kl.A.
4. Biorąc pod uwagę stosunkowo wysokie koszty wytwarzania twardych warstw oraz powyższy wniosek wydaje się, że uzyskiwanie najwyższych jakości narzędzi skrawających przeznaczonych do pokrywania staje się ekonomicznie uzasadnione.

8.6. Analiza makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN

Analizę makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN przeprowadzono w celu identyfikacji szczegółów objawów i postaci zużycia ostrzy. Na tej podstawie podjęto próbę wskazania przyczyn zróżnicowania geometrii powierzchni starcia ostrzy obu grup narzędzi. Zróżnicowanie to zauważono podczas obserwacji ostrzy frezów ślimakowych w trakcie badań eksploatacyjnych. Przeprowadzone obserwacje sugerowały również, że ostrza frezów nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN ulegają przede wszystkim zużyciu ściernemu. Mała głębia ostrości oraz niewielkie pole obserwacji w mikroskopie optycznym (gdy stosuje się duże powiększenia), ograniczały jednak możliwość przeprowadzenia analizy szczegółów zużycia ostrzy. Dlatego identyfikacji objawów i postaci zużycia ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN dokonano w oparciu o: obserwacje powierzchni starcia ostrzy z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego JSM-1 oraz analizę profili powierzchni starcia ostrzy, zarejestrowanych profilografometrem ME-10. Obserwacji dokonano po zakończeniu badań eksploatacyjnych, gdyż wymagało to wycięcia ostrzy. Uznano, że właściwe będzie przeprowadzenie analizy makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia najbardziej zużytego ostrza freza ślimakowego nie pokrytego i pokrytego warstwą TiN, w obu przypadkach średniej jakości.

Zużycie ostrza nie pokrytego (rys.91a) charakteryzuje się typowym, znacznym starciem występującym w strefach przejściowych powierzchni przyłożenia (h_{p1} i h_{p3}) oraz wyraźnie mniejszym starciem wierzchołkowej powierzchni przyłożenia (h_{p2}).



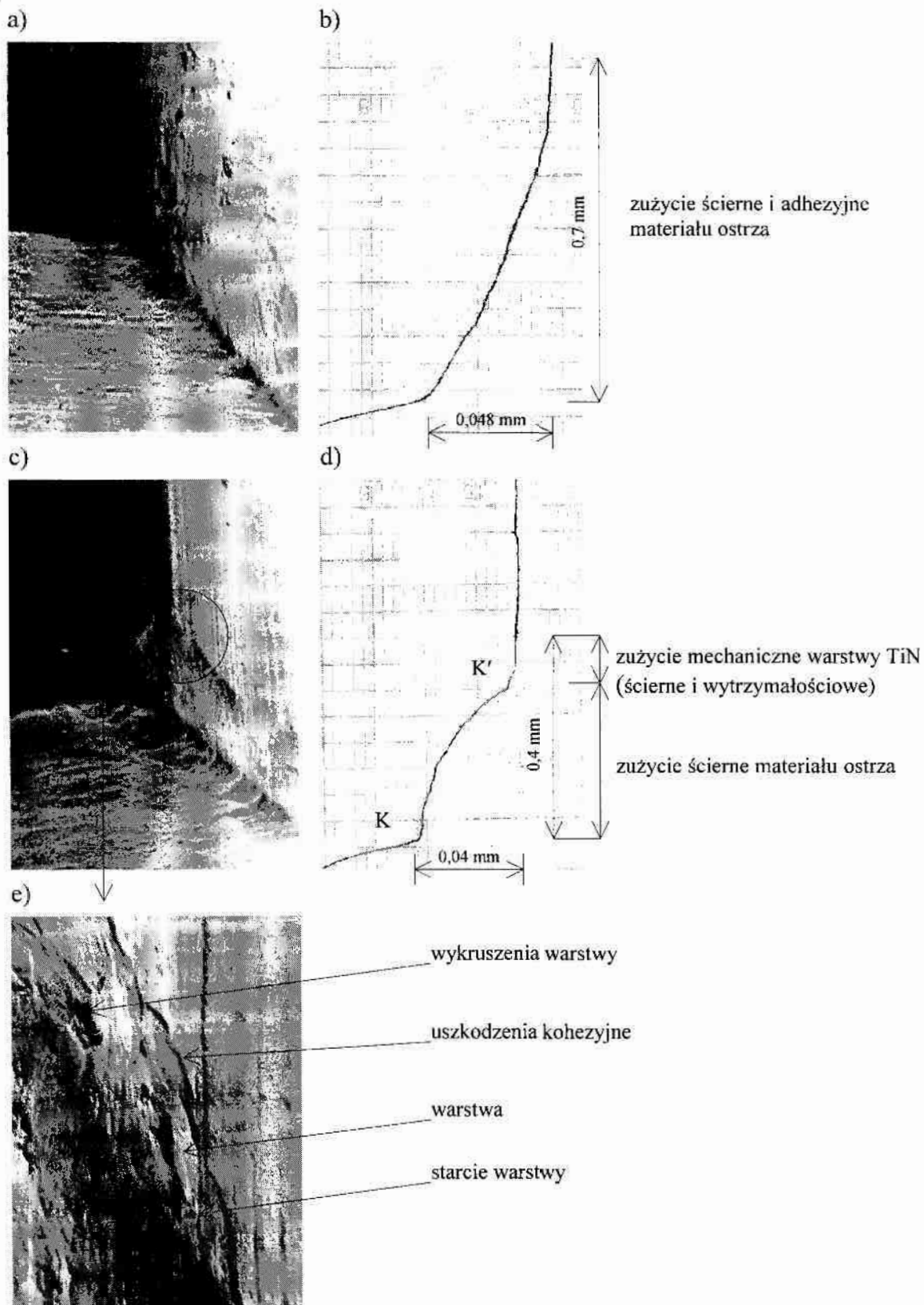
Rys.91. Ogólne obrazy zużycia ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, $0,4 < (W_A, W_M) < 0,5$:
a) – ostrze nie pokryte po 110 min pracy, (pow. 30x),
b) – ostrze pokryte warstwą TiN po 275 min pracy, (pow. 30x)

Ogólny obraz zużycia ostrza freza ślimakowego pokrytego warstwą TiN (rys.91b) jest inny w porównaniu ze zużyciem ostrza nie pokrytego. Szczególnie geometria powierzchni starcia zarówno w strefie przejściowej powierzchni przyłożenia, jak i wzdłuż krawędzi skrawającej, różni się dość znacznie.

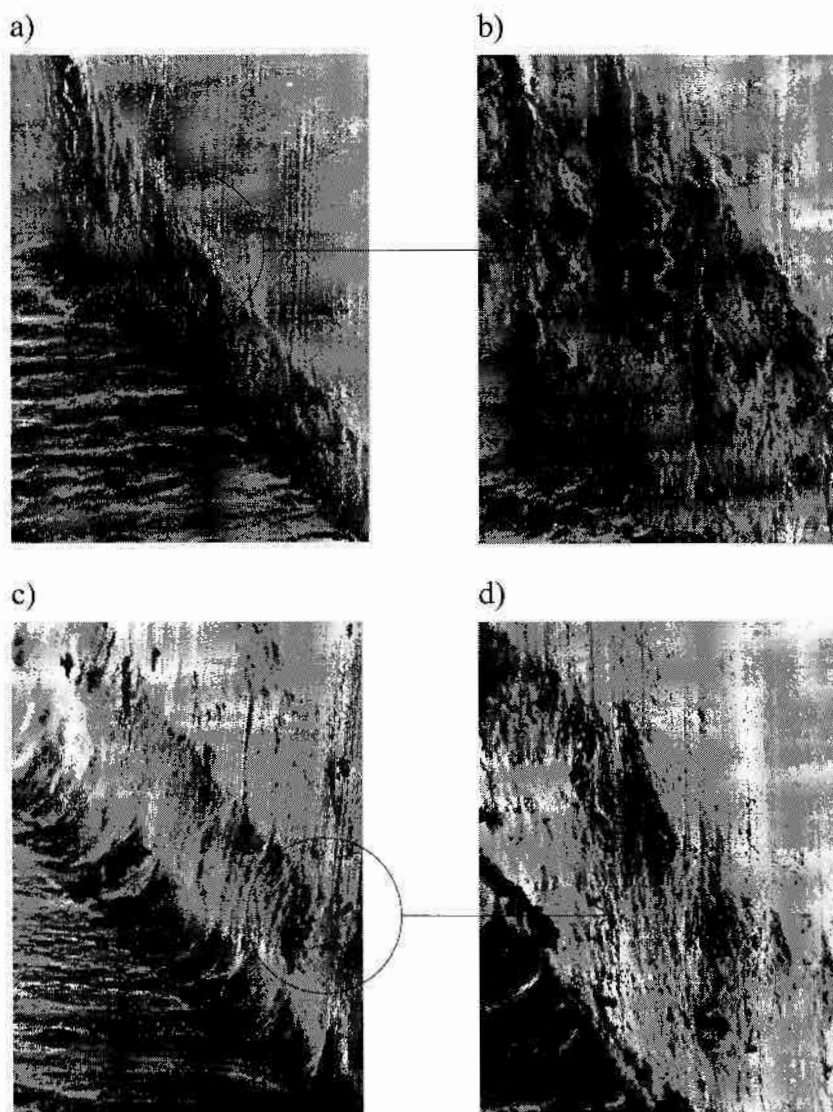
Identyfikacji objawów i postaci zużycia dokonano w oparciu o szczegółowe obserwacje strefy przejściowej powierzchni przyłożenia ostrza (naroża) oraz krawędzi skrawającej od strony wejścia w ząbienie obróbczo-toczone (rys.92). Na rys.92 przedstawiono ponadto profilogramy starcia bocznej powierzchni przyłożenia ostrzy w pobliżu strefy przejściowej (rys.92b i d) oraz objawy zużycia warstwy TiN (rys.92e). Głównym objawem zużycia ostrza nie pokrytego (rys.92a) jest starcie strefy przejściowej powierzchni przyłożenia (naroża), w wyniku którego następuje zaokrąglenie krawędzi skrawającej. W efekcie położenie powierzchni przyłożenia i powierzchni natarcia w tej części ostrza jest trudne do zdefiniowania. Starcie strefy przejściowej powierzchni przyłożenia ostrza oraz bocznej krawędzi skrawającej jest wynikiem zużycia ściernego oraz adhezyjnego.

Istotny wpływ na zużycie ostrza nie pokrytego może mieć również widoczne na rys.93a i b prawdopodobnie odkształcenie plastyczne wierzchniej warstwy materiału ostrza. Sprzyja ono powstawaniu narostów (rys.93b), co prowadzi do zużycia adhezyjnego. Występowanie odkształcenia plastycznego wierzchniej warstwy materiału ostrza należy tłumaczyć znaczną koncentracją obciążenia cieplnego (w wyniku tarcia), spowodowaną bardzo małym kątem przyłożenia w tej strefie krawędzi skrawającej ostrza. Okresowe powstawanie i zrywanie narostów jest również przyczyną zużycia ściernego, gdyż fragmenty narostów, których twardość jest z reguły większa niż materiału obrabianego, intensywnie ścierają boczną powierzchnię przyłożenia ostrza.

Geometria powierzchni starcia strefy naroża ostrza pokrytego warstwą TiN (rys.92c i d) jest inna niż ostrza nie pokrytego. Charakteryzuje się występowaniem dwóch krawędzi skrawających (K i K' – profilogram), a powierzchnia przejściowa między tymi krawędziami ma kształt wgłębienia. Wgłębienie to obserwuje się na znacznej długości bocznej krawędzi skrawającej ostrza (rys.93c i d). W pobliżu naroża ostrza pokrytego (rys.92a) oraz wzdłuż jego bocznej krawędzi skrawającej (rys.93c) wyróżnić można dwie strefy zużycia, tj. strefę, w której występują procesy zużycia warstwy TiN oraz strefę zużycia materiału ostrza. Obserwacje mikrogeometrii powierzchni starcia strefy zużycia warstwy TiN (rys.92e i rys.93d) wskazują, że objawami zużycia są adhezyjne i kohezyjne wykruszenia warstwy TiN, a ponadto pęknięcia i starcie warstwy. W strefie zużycia materiału ostrza nie obserwuje się narostów, a także objawów odkształcenia plastycznego warstwy wierzchniej. Należy sądzić, że starcie strefy materiału ostrza następuje głównie w wyniku zużycia ściernego.



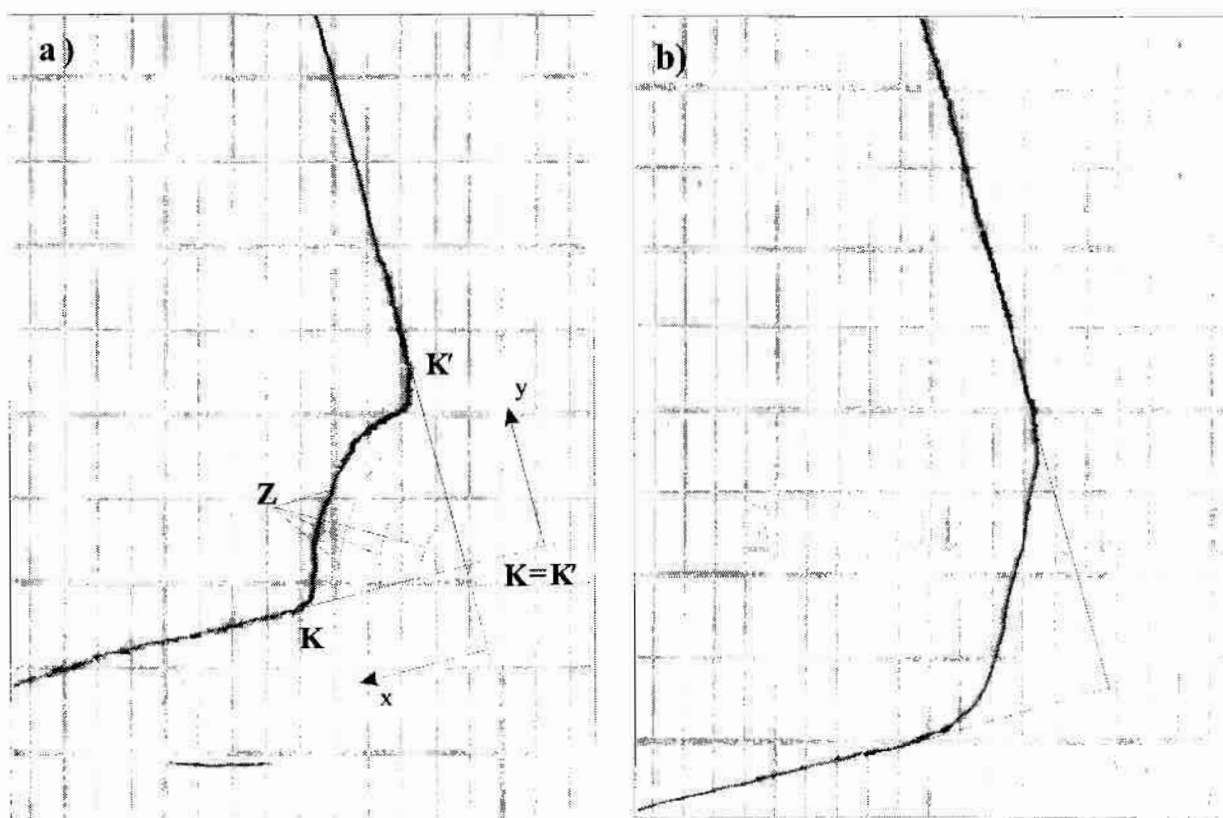
Rys. 92. Geometria powierzchni starcia i objawy zużycia naroży ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, $0,4 < (W_A, W_M) < 0,5$:
 a) – naroże ostrza nie pokrytego po 110 min pracy, (pow. 100x),
 b) – profilogram powierzchni starcia ostrza nie pokrytego,
 c) – naroże ostrza pokrytego warstwą TiN po 275 min pracy, (pow. 100x),
 d) – profilogram powierzchni starcia ostrza pokrytego warstwą TiN,
 e) – objawy zużycia warstwy TiN (pow. 1000x)



Rys.93. Geometria powierzchni starcia i objawy zużycia krawędzi skrawającej ostrzy frezów ślimakowych średniej jakości, $0,4 < (W_A, W_M) < 0,5$:
 a) – ostrze nie pokryte po 110 min pracy, (pow. 300x),
 b) – ostrze nie pokryte po 110 min pracy, (pow. 1000x),
 c) – ostrze pokryte warstwą TiN po 275 min pracy, (pow. 300x),
 d) – ostrze pokryte warstwą TiN po 275 min pracy, (pow. 1000x)

O ile proces zużywania się ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych można określić jako stopniowe zwiększanie się promienia zaokrąglenia krawędzi skrawających (rys.94b), to w przypadku ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN jest on bardziej złożony. W początkowym okresie pracy, z uwagi na duże obciążenie mechaniczne i cieplne, intensywnemu zużyciu ulega powierzchnia natarcia ostrza w bezpośrednim sąsiedztwie krawędzi skrawającej. (rys.94a). Po pewnym okresie pracy następuje rozdzielenia krawędzi skrawającej ostrza na dwie krawędzie K i K', między którymi powstaje przejściowa powierzchnia natarcia „Z” (rys.94a). Tworzenie się krawędzi K' następuje w wyniku znacznego ograniczenia szybkości zużywania się powierzchni przyłożenia ostrza w następstwie wytworzenia warstwy TiN, charakteryzującej się

wysoką twardością, odpornością na ścieranie oraz niskim współczynnikiem tarcia w kontakcie ze stalą.



Rys.94. Profile krawędzi skrawającej ostrza freza ślimakowego pokrytego warstwą TiN po 275 min pracy (a) i nie pokrytego po 110 min pracy (b)

W wyniku rozdzielenia krawędzi skrawającej wystąpi również rozdział wióra na część skrawaną krawędzią K' i część skrawaną krawędzią K . Deformacja i skrępowanie części wióra skrawanego krawędzią K' wywołuje wysokie obciążenie mechaniczne i cieplne, co prowadzi do znacznego zużywania się przejściowej powierzchni natarcia „Z”, z której warstwa TiN została już usunięta. Jest to przyczyną powstawania charakterystycznego wgłębienia (widocznego na prezentowanych wyżej fotografiach) gdyż szybkość zużycia tej części strefy krawędzi skrawającej ostrza jest znacznie większa niż obszarów, z której warstwa TiN nie została jeszcze usunięta. Rozdział obciążenia między powierzchnią natarcia a przejściową powierzchnią natarcia „Z” będzie zależał od wielkości przesunięć „x” krawędzi K i „y” krawędzi K' (rys.94a) w stosunku do pierwotnego zarysu krawędzi skrawającej oraz od grubości warstwy skrawanej.

Analiza rozkładu grubości warstw skrawanych ostrzami freza ślimakowego (rozd.5.1) wykazała, że w warunkach badań eksploatacyjnych grubość warstw skrawanych najbardziej obciążonymi ostrzami frezów ślimakowych ma wartość około 0,03 mm. Należy sądzić, że gdy wielkość przesunięcia „x” krawędzi K (rys.94a) jest mniejsza od grubości warstwy skrawanej, szybkość zużywania się ostrza pokrytego warstwą TiN jest mała, ponieważ w wyniku rozdzielenia

wióra obciążenie przejściowej powierzchni natarcia „Z” jest umiarkowane. Po dłuższym okresie pracy ostrza, gdy wartość „x” staje się porównywalna z grubością warstwy skrawanej, czynny udział w skrawaniu bierze tylko krawędź skrawająca K' i całe obciążenie koncentruje się na przejściowej powierzchni natarcia „Z”. Prowadzi to do wzrostu szybkości zużycia przejściowej powierzchni natarcia i „osłabienia” krawędzi K', a w konsekwencji do zwiększenia się udziału zużycia warstwy TiN poprzez jej pękanie i wykruszanie na powierzchni przyłożenia. W tych warunkach szybkość zużywania się ostrza pokrytego warstwą TiN będzie w głównej mierze zależała od właściwości materiału ostrza, co w znacznym stopniu wyjaśnia zależności przedstawione na rys.82 w rozdziale 8.3. Wynika z nich bowiem, że dla znacznego stopnia ostrzy ($h_p > 0,3$ mm) szybkość zużywania się ostrzy pokrytych warstwą TiN staje się coraz bardziej zbliżona do szybkości zużycia ostrzy nie pokrytych.

Obserwowane odkształcenie plastyczne materiału ostrza freza ślimakowego nie pokrytego (rys.93a i b) sugeruje, że ta postać zużycia może również wystąpić na ostrzach frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN. Wyniki badań [Fens88, Kara96] pokazują, że odkształcenie plastyczne wierzchniej warstwy materiału ostrza powoduje szybkie niszczenie twardej warstwy w wyniku jej pękania i wykruszenia oraz odrywania przez zahaczanie o nierówności powierzchni obrabianego przedmiotu i spływającego wióra. Odkształcenie plastyczne materiału ostrza spowodowane jest wysokim obciążeniem cieplnym i mechanicznym ostrza. W związku z powyższym, obserwowana (rys.82, rozdz.8.3) relatywnie wysoka szybkość zużywania się ostrzy freza ślimakowego niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN (w porównaniu z frezami ślimakowymi średniej i wysokiej jakości pokrytymi warstwą TiN), szczególnie w początkowym okresie pracy frezów gdy stopień jest mały ($h_p = 0 \div 0,2$ mm), może być spowodowana odkształceniem plastycznym materiału ostrza tego freza ślimakowego. Związane jest to z tym, że prawdopodobieństwo wystąpienia znacznie wyższego obciążenia (w stosunku do obciążenia wynikającego z zastosowanych parametrów i warunków obróbki) na niektórych ostrzach freza ślimakowego niskiej jakości, pokrytego warstwą TiN, jest znacznie większe niż na ostrzach frezów średniej i wysokiej jakości. Wraz ze wzrostem zużycia ($h_p > 0,3$ mm), gdy właściwości skrawne ostrza pokrytego warstwą TiN zaczynają zależeć w większym stopniu od właściwości materiału ostrza, szybkość zużywania się ostrzy frezów ślimakowych niskiej, średniej i wysokiej jakości, pokrytych warstwą TiN, staje się porównywalna (rys.82, rozdz.8.3).

Analiza makro- i mikrogeometrii starcia na ostrzach frezów ślimakowych wskazuje, że głównym powodem znacznego przyrostu trwałości oraz odmiennej geometrii powierzchni starcia ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN, w porównaniu z nie pokrytymi, jest przede wszystkim ograniczenie szybkości zużycia ściernego powierzchni przyłożenia oraz w mniejszym stopniu ograniczenie szybkości zużycia powierzchni natarcia ostrzy pokrytych warstwą TiN.

Powyższy wniosek znajduje szerokie potwierdzenie, gdyż jak wskazują wyniki publikowanych badań oraz praktyka produkcyjna, ostrza frezów ślimakowych, a ogólnie narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami, w których w czasie ostrzenia szlifowaniu podlega powierzchnia natarcia, nawet po kilku ostrzeniach nadal wykazują wyższą trwałość w stosunku do narzędzi nie pokrywanych.

9. Podsumowanie i wnioski

Analiza teoretyczna oraz wyniki badań przedstawione w niniejszej pracy pozwoliły dokładniej poznać wpływ dokładności wykonania frezów ślimakowych na zużycie i trwałość ostrzy, w szczególności po pokryciu warstwą TiN.

W części teoretycznej dokonano analizy wpływu parametrów warstwy skrawanej ostrzami freza ślimakowego oraz parametrów opisujących dokładność wykonania frezów na rozkład obciążenia ostrzy. Na podstawie powyższych analiz opracowano wskaźniki jakości frezów ślimakowych, pozwalające na ocenę zróżnicowania dokładności wykonania frezów, szczególnie w zakresie jednej klasy. Jest to ważny rezultat, który może być wykorzystany również do oceny innych narzędzi.

Analiza wyników badań potwierdziła poprawność wniosków wynikających z powyższych analiz i wykazała, że:

1. Opracowane syntetyczne wskaźniki jakości charakteryzują się dużą wrażliwością na zmiany odchyłek wartości cech, określających dokładność wykonania frezów ślimakowych i mogą być wykorzystywane do oceny jakości narzędzi w danej klasie dokładności.
2. Zróżnicowanie dokładności wykonania frezów ślimakowych, nawet tylko w zakresie jednej klasy, ma istotny wpływ na rozkład obciążenia, a w efekcie na zużycie i trwałość ostrzy, zwłaszcza najbardziej obciążonych. Jest to szczególnie widoczne w przypadku frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN.
3. Przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN w stosunku do nie pokrytych jest tym większy, im większa jest dokładność wykonania frezów.
4. Frezy ślimakowe badanej klasy B, po pokryciu warstwą TiN, mogą wykazywać duży rozrzut przyrostu trwałości ($2x \div 4x$) i w związku z tym przydatność tej klasy frezów ślimakowych do pokrywania twardymi warstwami wydaje się być ograniczona.

Przedstawione wyżej wnioski 1÷3 stanowią ostateczne potwierdzenie słuszności postawionej pierwszej tezy pracy, co jest głównym poznawczym rezultatem pracy. Wnioski 3 i 4 mają istotne znaczenie praktyczne, gdyż wskazują, że wysokich efektów technologicznych i ekonomicznych należy oczekiwać w przypadku pokrywania narzędzi o wysokiej dokładności wykonania.

Wyniki badań zużycia ostrzy oraz analiza makro- i mikrogeometrii powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN wykazały, że:

- największe zużycie determinujące trwałość ostrzy frezów ślimakowych nie pokrytych i pokrytych warstwą TiN występuje na bocznej powierzchni przyłożenia od strony wejścia w zazębienie obróbczo-toczone,

- głównymi przyczynami zużycia ostrzy frezów ślimakowych nie pokrywanych są: zużycie ściernie, adhezyjne oraz odkształcenie plastyczne wierzchniej warstwy materiału ostrza,
- przyczyną wolniejszego zużywania się ostrzy pokrytych jest ograniczenie zużycia ściernego i adhezyjnego bocznej powierzchni przyłożenia, wynikające z wysokiej mikrotwardości i odporności na zużycie ściernie wytworzonej warstwy TiN,
- z uwagi na geometrię powierzchni starcia na ostrzach frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN, wykorzystanie potencjału obróbkowego narzędzia zależy w sposób istotny od właściwie ustalonej wartości dopuszczalnego stopienia, przy którym powinno być ono ostrzone.

Odkształcenie plastyczne wierzchniej warstwy materiału ostrza, które może wystąpić również na ostrzach frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN, ma szczególnie niekorzystny wpływ na trwałość pokrywanych ostrzy. Stąd wskazane we wniosku 2 zróżnicowanie obciążenia, a zatem i intensywności odkształcenia plastycznego wierzchniej warstwy materiału ostrzy kolejnych frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN, może być główną przyczyną różnic w trwałości ostrzy, szczególnie wyraźnie widocznych między frezami niskiej i średniej jakości.

W zakresie wytwarzania warstw TiN dokonano analizy procesu reaktywnego rozpylania magnetronowego, w szczególności pod kątem możliwości uzyskania dużej powtarzalności kolejnych procesów wytwarzania warstw. W analizie tej wskazano, że korzystny wpływ zarówno na właściwości warstw TiN, jak i na powtarzalność procedury wytwarzania tych warstw na ostrzach frezów ślimakowych będzie miało zastosowanie niskiego ciśnienia całkowitego.

Analiza wyników badań procesu stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego oraz właściwości warstw TiN pozwala na sformułowanie następujących wniosków:

1. Właściwy dobór rozkładu pola magnetycznego magnetronu pozwala na uzyskanie wyładowania magnetronowego, nawet jeżeli zastosuje się ciśnienie całkowite $p_c=0,06\text{Pa}$, tzn. znacznie niższe w porównaniu do zazwyczaj stosowanego w tej metodzie wytwarzania warstw.
2. Warstwy TiN wytwarzane metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego, gdy ciśnienie całkowite ma wartość $p_c=0,08\text{Pa}$, charakteryzują się wysoką mikrotwardością, dobrą adhezją oraz zwartą drobnoziarnistą mikrostrukturą, nawet jeżeli zastosuje się niskie napięcie polaryzacji podłoża. Ponadto niska rezystywność i wysoka wartość temperatury przejścia w stan nadprzewodzący świadczą o wysokiej czystości chemicznej wytwarzanych warstw.
3. Opracowana procedura wytwarzania warstw metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego charakteryzuje się dużą powtarzalnością, o czym świadczą: wysoka szybkość pompowania azotu, trzykrotnie wyższa od krytycznej, bardzo mały efekt

histerezy podstawowych parametrów rozpylania oraz szeroki zakres natężenia przepływu azotu i napięcia polaryzacji podłoża, dla których właściwości warstw TiN mają zbliżone i korzystne wartości.

4. Prawidłowość i przydatność opracowanej procedury wytwarzania warstw TiN na narzędziach ze stali szybko tnącej, w szczególności na frezach ślimakowych, potwierdzają: nieistotne zmiany promienia zaokrąglenia krawędzi skrawających ostrzy po procesie wytwarzania warstwy, wysoka mikrotwardość warstw TiN na wierzchołkowej powierzchni przyłożenia ostrzy, duża równomierność rozkładu grubości warstwy na znacznej długości krawędzi skrawającej ostrzy oraz prawie czterokrotny przyrost trwałości ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN w stosunku do nie pokrytych.

Przedstawione wyżej wnioski potwierdzają ostatecznie słuszność drugiej tezy pracy, co jest ważnym poznawczym rezultatem niniejszej pracy.

Opracowana procedura wytwarzania warstw TiN ma istotne znaczenie użytkowe, gdyż została wykorzystana do pokrywania narzędzi na skalę półtechniczną, a także może być pomocna podczas projektowania przemysłowych urządzeń do wytwarzania twardych warstw, w szczególności na narzędziach skrawających.

Poznawcze efekty pracy w postaci wskazania ważnej przyczyny zmienności trwałości ostrzy narzędzi skrawających pokrywanych twardymi warstwami oraz identyfikacji mechanizmu zużywania się ostrzy frezów ślimakowych pokrytych warstwą TiN mogą mieć istotne znaczenie dla rozwoju wiedzy w zakresie modelowania i optymalizacji zużycia ostrzy różnych narzędzi pokrywanych twardymi warstwami.

Praktyczne efekty pracy w postaci użytecznej metody oceny narzędzi oraz powtarzalnej procedury wytwarzania warstw TiN mogą być przydatne w planowaniu i przeprowadzaniu badań trwałości różnych narzędzi pokrytych twardymi warstwami i przyczynić się do opracowania coraz lepszych metod racjonalnego doboru narzędzi przeznaczanych do pokrywania.

10. Literatura

- [Adja95] Adjaottor A.A., Meletis E.I., Logothefidis S., Alexandrou I., Kokkou S.: *Effect of substrate bias on sputter-deposited TiC_x , TiN_x , and TiC_xN_y thin films*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.142.
- [Affi84] Affinto J., Parsons R.R.: *Mechanisms of voltage controlled reactive planar magnetron sputtering of Al In Ar/ N_2 and Ar/ O_2 atmospheres*. J. Vac. Sci. Technol., A 2(3), 1984, s.1275.
- [Ahar93] Aharonov R.R., Coll B.F., Fontana R.D.: *Properties of chromium nitride coatings deposited by cathodic arc evaporation*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.223.
- [Ahar94] Aharonov R.R., Dotta S., Fontana R.P.: *Failure characterization of tools coated with hard compound coatings*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.755.
- [Ahn83] Ahn K.Y., Wittmer M., Ting C.Y.: *Investigation of TiN films reactively sputtered using a sputter gun*. Thin Solid Films, 107, 1983, s.45.
- [Akar90] Akari K., Tamagaki H., Kmakiri T., Tsuji K., Koh E.S., Tai C.N.: *Reduction in macroparticles during the deposition of thin films prepared by arc ion plating*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.312.
- [Alme85] Almeida J.B.: *Design of magnetrons for D.C. sputtering*. Vacuum, 39, 7, 1989, s.717.
- [Ambe85] Amberg S.: *Wear resistant TiN coatings produced in an in-line coating system*. Vakuu-Technik, 34, Jahrgang, Heet 8, 1985, s.227.
- [Aoki85] Aoki I., Fukutome R., Enomoto Y.: *Relation between the hue and composition of TiC_xN_y film prepared using multiple hollow cathode discharge ion plating*. Thin Solid Films, 130, 1985, s.253.
- [Arai87] Arai T., Fujita H., Watanabe M.: *Evaluation of adhesion strenght of thin hard coating*. Thin Solid Films, 154, 1987, s.387.
- [Arne90] Arnell R.D.: *The mechanics of the tribology of thin film systems*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.674.
- [Balz86] Balzers, Application Report, „Ballinit”, 1986.
- [Bała93] Bałamucki J., Żebrowski H.: *Efektywność wykonywania otworów o małych średnicach rozwiertakami pokrytymi warstwą TiN*. Przegląd mechaniczny, 15-16, 1993, s.33.
- [Beck93] Beck U., Reines G., Urban I., Jehn H.A., Kopacz U., Schack H.: *Decorative hard coating: new layer system without allergy risk*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.215.
- [Bend94] Bendavid A., Martin P.J., Netterfield R.P., Kinder T.J.: *The properties of TiN films deposited by filtered ARC evaporation*. Surf. Coat. Technol., 70, 1994, s.97.
- [Berg87] Berg S., Blom H.-O., Larson T., Nender C.: *Modeling of reactive sputtering of compound materials*. J. Vac. Sci. Technol. A, 5(2), 1987, s.202.
- [Berg88] Berg S., Blom H.-O., Oredi M.M., Nender C.: *Process modeling of reactive sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 7(3), 1988, s.1225.
- [Berg96] Berg G., Friedrich Ch., Broszeit E., Berger Ch.: *Development of chromium nitride coatings substituting titanium nitride*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.184.

19. [Bergm87] Bergmann E., Vogel J., Simmen L.: *Failure mode analysis of coated tools*. Thin Solid Films, 153, 1987, s.219.
20. [Bergm90] Bergmann E., Kaufmann H., Schmid R., Vogel J.: *Ion-plated titanium carbonitride films*. Surf. Coat. Technol., 42, 1990, s.237.
21. [Bill85] Billgren P.: *The use of nitride and carbide coatings on high speed steel tools*. Speedsteel, Technical Report, SP 22/84, Short Course on Nitride and Carbide Coatings, September 1985, Neuchetel, Switzerland.
22. [Bill94] Billard A., Franz C.: *Low-frequency modulation of pulsed D.C. or R.F. discharge for controlling the reactive magnetron sputtering process*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.722.
23. [Bill97] Billard A., Perry F., Franz C.: *Stable and unstable conditions of the sputtering mode by modulation at low frequency the current of a magnetron discharge*. Surf. Coat. Technol., 94-95, 1997, s.345.
24. [Bouz76] Bouzakis K.: *Erhöhung der Wirtschaftlichkeit beim Wälzstoben durch Optimierung des Zerspanprozesses und der Werkzeugauslegung*. Dissertation, TH, 1976.
25. [Bouz81] Bouzakis K., König W.: *Process models for the incorporation of gear hobbing into an information for machining data*. Ann. CIRP, 30, 1, 1981, s.77, (Ekspress – informacija, Rezuszcziye instrumenty, 8, Moskwa, 1982, s.5.)
26. [Boxm96] Boxman R.L., Zhitomirsky V., Alterkop B., Gidalevich E., Beilis I., Keidar M., Goldsmith S.: *Recent developments in filtered vacuum arc deposition*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.243.
27. [Brau93] Brauner H.: *Corrosion resistance and biocompatibility of physical vapour deposition coating for dental applications*. Surf. Coat. Technol., 62, 1993, s.618.
28. [Bret83] Brett M.J., McMahon R.W., Affinto J., Parsons R.R.: *High rate planar magnetron deposition of transparent, conducting and heat reflection films on glass and plastic*. J. Vac. Sci. Technol. A, 1(2), 1983, s.352.
29. [Buch84] Bucher J.P., Ackerman K.P., Buschor F.P.: *R.F. reactively sputtered TiN: Characterization and adhesion to materials of technical interest*. Thin Solid Films, 122, 1984, s.63.
30. [Buec94] Buecken B., Leonhardt G., Wilberg R., Hoeck K., Spies H.J.: *Direct combination of plasma nitriding and PVD hardcoating by a continuous process*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.244.
31. [Buhl89] Buhl R., Pulker H.K., Moll E.: *TiN coatings on steel*. Thin Solid Films, 80, 1989, s.265.
32. [Bull88] Bull S.J., Rickerby D.S., Robertson T., Hendry A.: *The abrasive wear resistance of sputter ion plated titanium nitride coatings*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.743.
33. [Buns81] Bunshah R.F.: *The activated reactive evaporation process: developments and applications*. Presented at the 3rd Intern. Conf. On Ion and Plasma Assisted Techniques, Amsterdam, The Netherlands, June 30 – July 2 1981.
34. [Buns83] Bunshah R.F.: *Processes of the activated reactive evaporation type and their tribological applications*. Thin Solid Films, 107, 1983, s.21.
35. [Buns84] Bunshah R.F.: *Vacuum evaporation - History, Recent Developments and Applications*. Z. Metallkunde Bd, 75, 1984, s.840.

36. [Buns85] Bunshah R.F., Deshpandey C.V.: *Plasma assisted physical vapour deposition processes: A Review*. J. Vac. Sci. Technol. A3(3), 1985, s.553.
37. [Buns85-1] Bunshah R.F.: *Basic of PVD coatings*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 2, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland, 1985.
38. [Buns85-2] Bunshah R.F.: *Introduction to PVD processes*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland, 1985.
39. [Bura88] Burakowski T.: *Techniki wytwarzania warstw powierzchniowych – inżynieria powierzchni metali*. Konferencja Naukowo-Techniczna, „Techniki wytwarzania warstw powierzchniowych metali”, Rzeszów, 9-10 czerwca 1988, s.5.
40. [Bura95] Burakowski T., Wierchoń T.: *Inżynieria powierzchni metali*. WNT, Warszawa 1995.
41. [Burm97] Burmakov A., Gulbiński W., Staśkiewicz J., Kazimierowicz R.: *Zastosowanie emisyjnej analizy plazmy do kontroli i sterowania procesami reaktywnego rozpylania magnetronowego*. VI Konferencja Naukowa „Technologia Elektronowa”, ELTE'97, Krynica, 6.05-9.05.97, s.274.
42. [Burn87] Burnett P.J., Rickerby D.S.: *The mechanical properties of wear-resistance coatings. I. Modeling of hardness behaviour*. Thin Solid Films, 148, 1987, s.41.
43. [Burn87-1] Burnett P.J., Rickerby D.S.: *The relationship between hardness and scratch adhesion*. Thin Solid Films, 154, 1987, s.403.
44. [Carl85] Carlsson J.O.: *CVD deposition and applications*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 13, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland, 1985.
45. [Celi95] Celis J.P.: *A system approach to the tribological testing of coated materials*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.15.
46. [Čern94] Černý R., Kužel R., Valvoda V., Kadlec S., Musil J.: *Microstructure of titanium nitride thin films controlled by ion bombardment in a magnetron-sputtering device*. Surf. Coat. Technol., 64, 1994, s.111.
47. [Chap74] Chapin J.S.: U.S. Patent, Appl. Sev. 438482, 1974.
48. [Clar71] Clarke P.: U.S Patent, No3616450, October 1971.
49. [Coll95] Colligon J.S.: *Energetic condensation: processes, properties and products*. J. Vac. Sci. Technol. A, 13(3), 1995, s.1649.
50. [Coll96] Coll B.F., Sanders D.M.: *Design of vacuum arc-based sources*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.42.
51. [Comb96] Combadiere L., Machet J.: *Reactive magnetron sputtering deposition of TiN films. I. Influence of the substrate temperature on structure, composition and morphology of the films*. Surf. Coat. Technol., 88, 1996, s.17.
52. [Comb96-1] Combadiere L., Machet J.: *Reactive magnetron sputtering deposition of TiN films. II. Influence of substrate temperature on the mechanical properties of the films*. Surf. Coat. Technol., 88, 1996, s.28.
53. [Csle95] Cselle T., Barimani A.: *Today's application and future developments of coatings for drills and rotating cutting tools*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.712.

54. [Curt95] Curtins H.: *Platit: a new industrial approach to cathodic arc coating technology*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.632.
55. [Czyż78] Czyżniewski A.: *Badania wybranych właściwości warstw dwutlenku cyny domieszkowanych antymonem, otrzymanych metodą pirohydrolytyczną*. Praca magisterska, Instytut Inżynierii Materiałowej, WSIInż., Koszalin 1978.
56. [Czyż88] Czyżniewski A.: *Wyniki prób eksploatacyjnych narzędzi pokrywanych azotkiem tytanu metodą stałoprądowego reaktywnego rozpylania magnetronowego*. Hard Coating Mielno'88, 24-26 maja 1988.
57. [Czyż93] Czyżniewski A., Precht W.: *Ocena właściwości narzędzi skrawających, przeznaczonych do pokrywania twardymi warstwami*. 3 Szkoła Letnia Mielno'92, „Nowoczesne Technologie Próżniowe”, 26-28 listopada 1992, Wydawnictwo Uczelniane WSIInż. Koszalin, 1993, s.91.
58. [Czyż96] Czyżniewski A., Precht W., Pancielejko M., Walkowiak W., Myśliński P.: *Warstwy azotku węgla otrzymywane metodami rozpylania magnetronowego i odparowania łukowego*. III Ogólnopolska Konferencja Naukowa, „Obróbka powierzchniowa”, Częstochowa-Kule'96, 9-12.10.1996, s.406.
59. [Czyż97] Czyżniewski A., Precht W., Przybylak K.: *Właściwości warstw Nb-C:H wytwarzanych metodą reaktywnego rozpylania magnetronowego (RMS)*. 7 Międzynarodowa Szkoła Letnia Mielno'96, „Modern Plasma Surface Technology”, 30.05-01.06.1996, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, 1997, s.133.
60. [Czyż98] Czyżniewski A., Precht W., Pancielejko M., Myśliński P., Walkowiak W.: *Structure, composition and tribological properties of carbon nitride films*. Thin Solid Films, 317, 1998, s.384.
61. [Czyż98-1] Czyżniewski A., Precht W.: *Wytwarzanie i właściwości warstw Me-C:H na stopach aluminium*. Elektronika, 5, 1998, s.15.
62. [Danr87] Danroc J., Aubert A., Gillet R.: *Reactive magnetron sputtering of TiN: analysis of the deposition process*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.83.
63. [Dar194] Darlewski J.: *Tendencje rozwoju narzędzi do obróbki wiórowej*. Mechanik, 1, 1994, s.7.
64. [Dar196] Darlewski J.: *Postępy w obróbce wiórowej*. Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń, 20, 3, 1996. s.5.
65. [Dar197] Darlewski J.: *Postępy w modelowaniu procesu skrawania*. Mechanik, 8-9, 1997, s.387.
66. [Dear90] Dearnaley G., Saini R.K.: *Ion-assisted coatings for tribological and electrical applications*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.779.
67. [Deng94] Deng J., Braun M., Gudowska I.: *Properties of TiCN coatings prepared by magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(3), 1994, s.733.
68. [Deng94-1] Deng J., Braun M.: *Tribological behavior of TiN, TiC_xN_y and TiC coatings prepared by unbalanced magnetron sputtering techniques*. Surf. Coat. Technol., 70, 1994, s.49.
69. [Ding95] Dingremont N., Bergmann E., Collignon P., Michel H.: *Optimization of duplex coating for metal injection moulding*. Surf. Coat. Technol., 72, 1995, s.157.

70. [Ding95-1] Dingremont N., Bergmann E., Hans M., Collignon P.: *Comparisation of corrosion resistance of different steel grades nitrided coated and duplex treated*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.218.
71. [Dmoc83] Dmochowski J.: *Podstawy obróbki skrawaniem*. PWN, Warszawa 1983.
72. [Dong97] Dong H., Sun Y., Bell T.: *Enhanced corrosion resistance of duplex coatings*. Surf. Coat. Technol., 90, 1997, s.91.
73. [Dono96] Donohue L.A., Cawley J., Lewis D.B., Brooks J.S., Münz W.-D.: *Investigation of superlattice coatings deposited by combined steered arc evaporation and unbalanced magnetron sputtering*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1996, s.149.
74. [Dono97] Donohue L.A., Münz W.-D., Lewis D.B., Cawley J., Hurkmans T., Trinh T., Petrov I., Greene J.E.: *Large scale fabrication of hard superlattice thin films by combined steered arc evaporation and unbalanced magnetron sputtering*. Surf. Coat. Technol., 93, 1997, s.69.
75. [Duba97] Dubach R., Curtins H., Rechberger H.: *Improved tool performance through metastability in hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 94-95, 1997, s.622.
76. [Dzier72] Dzierżkowski A.: *Frezowanie obwiedniowe walcowych kół zębatych*. WNT, Warszawa 1972.
77. [Ehrh95] Ehrhardt H.: *New developments in the field of superhard coatings*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.29.
78. [ElBi86] El-Bialy B.H., Redford A.H., Mills B.: *Proposed wear mechanism for titanium nitride coated high speed steel*. Surf. Engineering, 2, 1, 1986, s.29.
79. [Elst94] Elstner F., Erlich A., Giegengack H., Kupfer H., Richter F.: *Structure and properties of titanium nitride thin films deposited at low temperatures using direct current magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(2), 1994, s.476.
80. [Ensi96] Ensinger W.: *The influence of ion irradiation during film growth on chemical stability of film/substrate systems*. Surf. Coat. Technol., 80, 1996, s.35.
81. [Erde89] Erdemir A., Cheng C.C.: *Cross-sectional transmission electron microscopy of the interfaces between physical vapour deposited TiN_x coatings and steel substrates*. J. Vac. Sci. Technol. A, 7(3), 1989, s.2486.
82. [Erns85] Ernsberg C., Nickerson J. Miller A., Banks D.: *Contact resistance behavior of titanium nitride*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(6), 1985, s.2303.
83. [Fanc87] Fancey K.S., Matthews A.: *Some fundamental aspects of glow discharge in plasma-assisted processes*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.17.
84. [Fanc88] Fancey K.S., Matthews A.: *Ion plating process: design criteria and system optimization*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.647.
85. [Fanc90] Fancey K.S., Matthews A.: *Evaporative ion plating: Process mechanism and optimization*. IEEE Tran. Plasma. Sci. 18, 6, 1990, s.869.
86. [Fens86] Fenske G.R., Kaufherr N., Albertson C., Mapalo G., Nielsen R., Kaminsky M.: *Characterization of hard nitride and carbide titanium and zirconium coatings on high speed steel cutting inserts*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2879.
87. [Fens88] Fenske G.R., Kaufherr N., Lee R.H., Kramer B.M., Bunshah R.F., Sproul W.D.: *Characterization of coating wear phenomena in nitride- and carbide-coated tool inserts*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.791.

88. [Frac95] Frach P., Goedicke K., Winkler T., Gottfried Chr., Walde H., Hentsch W.: *Advantageous possibilities, design aspects and technical use of double-ring magnetron sputter sources*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.85.
89. [Frel87] Freller H., Haessler H.: *Ti_xAl_y-N films deposited by ion plating with an arc evaporation*. Thin Solid Films, 153, 1987, s.67.
90. [Frel88] Freller H., Günther K.G., Hässler H.: *Progress in physical vapour deposited wear resiting coatings on tool and components*. Ann. CIRP, 37, 1, 1988, s.165.
91. [Frel88-1] Freller H., Haessler H.: *Evaluation of existing ion plating processes for deposition of multicomponent hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.219.
92. [Gree85] Green J.E.: *Sputter deposition. „Nitride and carbide coatings”*, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 6, September 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland.
93. [Grie95] Grienpentrop M., Mackrodt B., Mark G., Linz T.: *Properties of TiN hard coatings prepared by unbalanced magnetron sputtering and cathodic arc deposition using a uni- and bipolar pulsed bias voltage*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.326.
94. [Grim95] Grimm L., Leonhardt G., Lunow T., Wilberg R.: *Application of hollow cathodes in the field of vacuum coating technology*. 5 Szkoła Letnia Mielno'94, „Modern Plasma Surface Technology”, Wydawnictwo Uczelniane WSInż. w Koszalinie, 1995, s.83.
95. [Gühr98] Gühring Gottlieb KG.: *Artykuł promocyjny*. Mechanik, 1, 1998, s.12.
96. [Gurv85] Gurvitez H., Remeika J.P., Rowell J.M., Geerk J., Lowe P.: *Tunnelling, resistive and structure study on NbN and other superconductivity nitrides*. IEEE Transactions on Magnetic, 21, 2, 1985, s.509.
97. [Habi86] Habig K.-H.: *Chemical vapour deposition and physical vapour deposition coatings: properties, tribological behavior and applications*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2832.
98. [Habi89] Habig K.-H.: *Wear behaviour of surface coatings on steels*. Tribology International, Butterworth & Co. Ltd, 1989.
99. [Habi93] Habig K.-H., Meier zu Köcker G.: *Possibilities of model wear testing for the preselection of hard coating for cutting tools*. Surf. Coat. Technol., 62, 1993, s.428.
100. [Haka94] Hakansson G., Löf G., Ljungcrantz H., Ivanov P.: *Effects of nitrogen pressure on arc-evaporated TiN coatings*. Surf. Coat. Technol., 67, 1994, s.17.
101. [Hała80] Hałas A.: *Technologia wysokiej próżni*. PWN, Warszawa 1980.
102. [Han96] Han J.G., Syoon J., Kim H.J., Song K.I.: *High temperature resistance of (Ti,Al)N films synthesized by cathodic arc plasma deposition*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.82.
103. [Harr83] Harrison D.E. Jr.: *Sputtering models - a synoptic view*. Radiation Effects, 70, 1983, s.1.
104. [Hats83] Hatschek R.L.: *Coatings: revolution in HSS tools*. Am. Mach., 127, 1983, s.129.
105. [Hatt85] Hatto P.W.: *Arc evaporation and the ion bond TM process. „Nitride and carbide coatings”*, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 4, September 9-13 1985, LSRH, Neuchatel, Switzerland.

106. [Hede89] Hedenqvist P., Olsson M., Söderberg S.: *Influence of TiN coating on wear of high speed steel tools as studied by new laboratory wear test*. Surf. Engineering, 5, 2, 1989, s.141.
107. [Hede90] Hedenqvist P., Olsson M., Wallen P., Kassman A., Hogmark S., Jacobson S.: *How TiN coating improve the performance of high speed steel cutting tools*. Surf. Coat. Technol., 41,1990, s.243.
108. [Helm85] Helmersson U. Johanson B.-O., Sundgren J.-E., Hentzell H.T.G., Billgren P.: *Adhesion of titanium nitride coatings on high-speed steels*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(2), 1985, s.308.
109. [Helm86] Helmer J.C., Wickershan C.E.: *Pressure effects in planar magnetron deposition*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(3), 1986, s.408.
110. [Hibb84] Hibbs M.K., Johansson B.-O., Sundgren J.-E., Helmersson U.: *Effects of substrate temperature and substrate material on the structure of reactively sputtered TiN films*. Thin Solid Films, 122, 1984, s.115.
111. [Hilt86] Hilton M.R., Narasimhan Y., Nakamura S., Salmeron M., Somorja G.A.: *Composition, morphology and mechanical properties of plasma assisted chemically vapour deposited TiN films on M2 tool steel*. Thin Solid Films, 139, 1986, s.247.
112. [Hint85] Hintermann H.E., Laeng P.: *The adhesion of hard and wear resistant coatings*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 4, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland.
113. [Hmie85] Hmiel A.F.: *Partial pressure control of reactively sputtered titanium nitride*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(3), 1985, s.592.
114. [Höck95] Höck K., Leonhardt G., Bücken B., Spies H.-J., Larisch B.: *Process technological aspects of the production and properties of in situ combined plasma-nitrided and PVD hard-coated high alloy tool steels*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.339.
115. [Höck96] Höck K., Spies H.-J., Larisch B., Leonhardt G., Bücken B.: *Wear resistance of prenitrided hardcoated steels for tools and machine components*. Surf. Coat. Technol., 88, 1996, s.44.
116. [Hoff71] Hoffmeister B.: *Der Verschleiss Am Walzfräser*. Industrie Anzeiger, 99, 1971.
117. [Hoff85] Hoffman D.W.: *Sputtering wind*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(3), 1985, s.5621.
118. [Hofm93] Hofmann D., Hensel B., Masuoka M.Y., Kato N.: *New multilayer PVD-coating technique for cutting tools*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.326.
119. [Hofm96] Hofmann D., Kunkel S., Schüssler H., Teschner G., Gruen R.: *Etching and sputter-ion plating using pulsed D.C*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.146.
120. [Högl76] Höglund U.: *Cutting edge wear in microscale physical conditions wear procesess*. Ann. CIRP, 1, 1976.
121. [Hogm94] Hogmark S., Hedenqvist P.: *Tribological characterisation of thin, hard coatings wear*. Wear, 179, 1994, s.147.
122. [Hogm97] Hogmark S., Hedenqvist P., Jacobsen S.: *Tribological properties of thin hard coatings: demands and evaluation*. Surf. Coat. Technol., 90, 1997, s.247.
123. [Holl86] Holleck H.: *Material selection for hard coatings*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2661.

124. [Holl87] Holleck H., Schulz H.: *Advanced layer constitution*. Thin Solid Films, 153, 1987, s.11.
125. [Holl88] Holleck H.: *Metastable coatings – prediction of composition and structure*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.151.
126. [Holm93] Holmberg K.: *Tribology of cutting tools*. Tribologia, Finnish Journal of Tribology, 12, 2-3, 1993, s.19.
127. [Hult85] Hultman L., Hentzell H.T.G., Sundgren J.-E., Johansson B.-O., Helmersson U.: *Initial growth of TiN on different phases of high-speed steel*. Thin Solid Films, 124, 1985, s.163.
128. [Hurk95] Hurkmans T., Trinh T., Lewis D.B., Brooks J.S., Münz W.-D.: *Multilayered titanium tungsten nitride coatings with a superlattice structure grown by unbalanced magnetron sputtering*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.159.
129. [Hurk96] Hurkmans T., Blewis D., Brooks J.S., Münz W.-D.: *Chromium nitride coatings grown by unbalanced magnetron (UBM) and combined arc/unbalanced magnetron (ABSTTM) deposition techniques*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.192.
130. [Ikeda91] Ikeda T., Satoh H.: *Phase formation and characterization of hard coatings in the Ti-Al-N system prepared by cathodic arc ion plating method*. Thin Solid Films, 195, 1991, s.99.
131. [Insp94] Inspektor A., Bauer C.E., Oles E.J.: *Superhard coatings for metal cutting applications*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.359.
132. [Itoh86] Itoh h., Kato K., Sugiyama K.: *CVD process*. J. Mat. Sci., 21, 1986, s.751.
133. [Ivan94] Ivanov I., Kazansky P., Hultman L., Petrov I., Sundgren J.-E.: *Influencing of external axial magnetic field on the plasma characteristic and deposition conditions during direct current planar magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(2), 1994, s.314.
134. [Ives93] Ives M., Cawley J., Brooks J.S.: *Fundamental studies of the ABS-enhanced magnetron sputter technique*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.127.
135. [Jaro89] Jaroudi M.Y., Hentzell H.T.G.: *The influence of titanium nitride sputter deposition temperature on surface-hardened 2,5% silicon iron*. Thin Solid Films, 170, 1989, s.293.
136. [Jehn86] Jehn H.A., Hofmann S., Rückborn V.-E., Münz W.-D.: *Morphology and properties of sputtered (Ti,Al)N layers on high speed steel substrates as a function of deposition temperature and sputtering atmosphere*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2701.
137. [Jemi96] Jemielniak K., Kosmol J.: *Diagnostyka narzędzia i procesu skrawania – stan aktualny i kierunki rozwoju*. Mechanik, 10, 1996, s.429.
138. [Jens93] Jensen H., Jensen U.M., Pedersen G.N., Sorensen G.: *Influence of the reactive gas flow on chromium nitride sputtering*. Surf. Coat. Technol., 59, 1993, s.135.
139. [Joha84] Johansson B.-O., Sundgren J.-E., Hentzell H.T.G., Karlson S.-E.: *Influence of substrate shape on TiN films prepared by reactive sputtering*. Thin Solid Films, 111, 1984, s.313.
140. [Jöns84] Jönsson B., Hogmark S.: *Hardness measurements of thin film*. Thin Solid Films, 114, 1984, s.257.

141. [Joua94] Jouan P.Y., Lemperiere G.: *Influence of low energy ion bombardment on the properties of TiN films deposited by R.F. magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 237, 1994, s.200.
142. [Kaca93] Kacalak W.: *Modele zużycia ściernego narzędzi pokrywanych warstwą azotku tytanu*. 3 Szkoła Mielno'92, „Nowoczesne Technologie Próżniowe”, 26-28 listopada 1992, Wydawnictwo Uczelniane WSiInż. Koszalin, 1993, s.67.
143. [Kaca94] Kacalak W.: *Zastosowanie sieci neuronowych w budowie i eksploatacji maszyn*. Mechanik, 2, 1994, s.45.
144. [Kadl86] Kadlec S., Musil J., Vyskočil H.: *Hysteresis effect in reactive sputtering: a problem of system stability*. J. Phys. D: Appl. Phys., 19, 1986, L.187.
145. [Kadl89] Kadlec S., Musil J., Münz W.-D., Hakanson G., Sundgren J.-E.: *Reactive deposition of TiN films an unbalanced magnetron*. Surf. Coat. Technol., 39/40, 1989, s.487.
146. [Kadl90] Kadlec S.: *Influencing properties of high-speed cutting steel, ion-nitrided and subsequently coated*. Vacuum, 41, 7-9, 1990, s.2226.
147. [Kang94] Kang G.H., Uchida H., Koh A.S.: *Macroparticles - free TiN films prepared by arc ion-plating process*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.141.
148. [Kank87] Kankaanpää H., Korhonen A.S.: *Effects of cutting geometry in turning with TiN-coated tools*. Int. J. Mach. Tools Manufact., 27, 3, 1987, s.305.
149. [Kara96] Karagöz S., Fishmeister H.F.: *Metallographic observations on the wear process of TiN-coated cutting tools*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.190.
150. [Karp72] Karpiński T.: *Wyniki badań zużycia frezów ślimakowych*. Mechanik, 1, 1972.
151. [Karp77] Karpiński T., Kacalak W.: *Analiza obciążenia i zużycia ostrzy frezów ślimakowych w procesie frezowania kół walcowych o zębach prostych*. Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń, 1, 1977, s.31.
152. [Kawa80] Kawalec M.: *Fizyczne i technologiczne zagadnienia przy obróbce z małymi grubościami warstwy skrawanej*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, seria: Rozprawy, Nr 106, Poznań 1980.
153. [Kawa97] Kawalec M., Barbacki A.: *Mikrostruktura i twardość technologicznej warstwy wierzchniej po toczeniu zahartowanej stali narzędziowej*. Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń, 21, 3, 1997, s.29.
154. [Kiep59] Kiepuszewski B., Wieczorkowski W.: *Trwałość i zużycie narzędzi do obwodniowej obróbki kół zębatych*. Zeszyty Naukowe Politechniki Poznańskiej, Nr 2, 1959.
155. [Knot87] Knotek O., Leyendecker T., Jungblut F.: *On the properties of physically vapour-deposited Ti-Al-V-N coatings*. Thin Solid Films, 153, 1987, s.83.
156. [Knot88] Knotek O., Böhmer M., Leyendecker T., Jungblut F.: *The structure and composition of Ti-Zr-N, Ti-Al-N and Ti-Al-V-N coatings*. Mat. Sci. And Engn. A, 105/106, 1988, s.481.
157. [Knot93] Knotek O., Löffler F., Krämer G.: *Deposition, properties and performance behaviour of carbide and carbonitride PVD coatings*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.320.
158. [Knot94] Knotek O., Lugscheider E., Löffler F., Schrey A., Bosserhoff B.: *Behaviour of CVD and PVD coatings under impact load*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.253.

159. [Knot94-1] Knotek O., Lugscheider E., Löffler F., Krämer G., Zimmermann H.: *Abrasive wear resistance and cutting performance of complex PVD coatings*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.489.
160. [Kody84] Kodym J.: *Próba określenia mechanizmu zużycia ostrzy skrawających*, Materiały Komisji Technologii Budowy Maszyn PAN, Zeszyt 3-4, Poznań 1984.
161. [Köni77] König W., Bouzakis B.: *Chip formation in gear shaping*. Ann. CIRP, 26, 1, 1977, s.17. (Ekspress – informacja, Rezuszcziye instrumenty, 2, Moskwa, 1978, s.1.)
162. [Köni87] König U.: *Deposition and properties of multicomponent hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.91.
163. [Köni91] König W., Fritsch R., Kammermeier D.: *Physically vapour deposition coatings on tools: performance and wear phenomena*. Surf. Coat. Technol., 49, 1991, s.316.
164. [Kony95] Konyashin I.Y.: *PVD/CVD technology for coating cemented carbides*. Surf. Coat. Technol., 71, 1995, s.277.
165. [Korh94] Korhonen A.-S.: *Corrosion resistance of hard PVD coatings*. Vacuum, 45, 10/11, 1994, s.1031.
166. [Korz94] Korzec D., Rapp J., Theirisch D., Engemann J.: *Cleaning of metal parts in oxygen radio frequency plasma: process study*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(2), 1994, s.369.
167. [Kows91] Kowstubhan M.V., Philip P.K.: *On the tool-life equation of TiN-coated high speed steel tools*. Wear, 143, 1991, s.267.
168. [Kram80] Kramer B., Suh N.P.: *Tool wear by solution: quantitative understanding*, J. of Engineering, 102, 1980, s.303.
169. [Kuo86] Kuo Y.S., Bunshah R.F., Okrent D.: *Hot hollow cathode and its applications in vacuum coating: a concise review*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(3), 1986, s.397.
170. [Lamp84] Lamperiere G., Poitevin J.M.: *Influence of the nitrogen partial pressure on the properties D.C.-sputtered titanium and titanium nitride films*. Thin Solid Films, 111, 1984, s.339.
171. [Lars88] Larsson T., Blom H.-O., Nender C., Berg S.: *A physical model for eliminating instabilities in reactive sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 6(3), 1988, s.1832.
172. [Legu86] Legutko S.: *Porównawcze badania eksploatacyjne narzędzi skrawających z warstwą TiN_x-Ti* . IV Konferencja Naukowo-Techniczna, „Narzędzia skrawające”, Prace Naukowe ITBM Politechniki Wrocławskiej, 31, S.9, 1986, s.139.
173. [Leon96] Leonhardt G., Wilberg R.: *Anwendung Der Hohlkatodensmaquelle in Der Vakuumtechnik*. 6 Międzynarodowa Szkoła Letnia Mielno'95, „Modern Plasma Surface Technology”, 30.05-10.06.1995, Wydawnictwo Uczelniane WSInż. w Koszalinie, 1996, s.9.
174. [Lewi96] Lewis D.B., Bradley S.B., Sarwar M.: *Effect of substrate preparation on the performance and life of TiN-coated high speed steel circular saw blades*. Surf. Coat. Technol., 82, 1996, s.187.
175. [Lim93] Lim S.C., Liu Y.B., Lee S.H., Seah K.H.: *Mapping the wear of some cutting-tool materials*. Wear, 162-164, 1993, s.971.
176. [Lim93-1] Lim S.C., Liu Y.B., Lee S.H., Seah K.H.: *Wear maps for uncoated high-speed cutting tools*. Wear, 170, 1993, s.137.

177. [Lim95] Lim S.C., Lim C.Y.H., Lee K.S.: *The effects of machining conditions on the flank wear of TiN-coated high speed steel tool inserts*. Wear, 181-183, 1995, s.901.
178. [Lite71] Literath F., Seifert M.: *Optimierung des Walzfräser zur Herstellung geradzahnter Stirnräder . Teil I , Verschleissverhalten von Walzfräswerkzeugen*. Fertigung und Betrieb 1, 1971.
179. [Löff94] Löffler F.H.W.: *Systematic approach to improve the performance of PVD coatings for tool applications*. Surf. Coat. Technol., 68/69, 1994, s.729.
180. [Lou97] Lou H.Q., Axen N., Somekh R.E., Hutchings I.M.: *Effect of deposition conditions on the characteristic of reactively sputtered titanium nitride films*. Surf. Coat. Technol., 90, 1997, s.123.
181. [Lugs95] Lugscheider E., Knotek O., Löffler F., Barimani C., Zimmermann H.: *Deposition of arc TiAlN coatings with pulsed bias*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.700.
182. [Lugs96] Lugscheider E., Barimani C., Wolf C., Guerreiro S., Doepper G.: *Comparison of the structure of PVD-thin coatings deposited with different deposited energies*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.177.
183. [Lunk81] Lunk A., Schrade F., Wilberg R.: *Eine Neue Hohlkatoden-Dampfquelle für Die Hochratenbeschichtung im Der Ionengestützten Verfahrenstechnik* Vakuum Information, 11 Ausgabe Veb Hochvacuum Dresden, 1981, s.351.
184. [Lux86] Lux B., Clomber C., Altena H., Stjernberg K.: *Preparation of alumina coatings by chemical vapour deposition*. Thin Solid Films, 138, 1986, s.49.
185. [Mani80] Maniv S., Westwood W.D.: *Oxidation of aluminium magnetron sputtering target in Ar/O₂ mixtures*. J. Appl. Phys., 51(1), 1980, s.718.
186. [Mark88] Markowski J., Marków Z., Prajzner A.: *Urządzenie do nanoszenia warstw azotku tytanu metodą aktywowanego reaktywnego naparowywania (BARE)*. Elektronika, 2, 1988, s.28.
187. [Mart86] Martin P.J.: *Review ion-based methods for optical thin films deposition*. J. Mat. Sci. 21, 1986, s.1.
188. [Mart87] Martin P.J., McKenzie D.R., Netterfield R.P., Switt P., Filipczuk S.W., Müller K.H., Pacey C.G., James B.: *Characteristic of titanium arc evaporation processes*. Thin Solid Films, 153, 1987, s.91.
189. [Mart90] Martin P.: *Ionization-Assisted evaporative processes: techniques and film properties*. IEEE, Tran. Plasma Sci. 18, 6, 1990, s.855.
190. [Mart96] Martin P.J., Bendavid A., Kinder T.J., Wielunski L.: *The deposition of TiN thin films by nitrogen ion assisted deposition of Ti from a filtered cathodic arc source*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.271.
191. [Math92] Matheo D., Poitevin J.M.: *Structure of TiN films deposited on heated and negatively biased silicon substrates*. Thin Solid Films, 215, 1992, s.8.
192. [Math94] Matheo D., Poitevin J.M.: *Structure of TiN films deposited on heated and negatively biased silicon substrates*. Thin Solid Films, 237, 1994, s.76.
193. [Mat:85] Matthews A., Lefkov A.R.: *Problems in the physical vapour deposition of titanium nitride*. Thin Solid Films, 126, 1985, s.283.
194. [Mat:85-1] Matthews A.: *Titanium nitride coating technology*. Surf. Engin. 1, 2, 1985, s.93.

195. [Matt85-2] Matthwes A.: *Ion plating: basic & applications*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 5, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland.
196. [Matt93] Matthews A., Fancey K.S., James A.S., Leyland A.: *Ionization in plasma assisted physical vapour deposition systems*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.121.
197. [Matt94] Matthews A., Eskildsen S.S.: *Engineering applications for diamond-like carbon*. Diamond and Related Materials, 3, 1994, s.902.
198. [Matto64] Mattox D.M.: *Ion plating process*. J. Vac. Sci. Technol., 2, 1964, s.283,
199. [Matto85] Mattox D.M.: *Substrate preparation for thin films deposition – survey*. Thin Solid Films, 124, 1985, s.3.
200. [Matto96] Mattox D.M.: *Surface effect on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.8.
201. [Mend66] Mendelssohn K.: *Fizyka niskich temperatur*. PWN, Warszawa 1966, s.106.
202. [Meng95] Meng L.J., Azevedo A., dos Santos M.P.: *Deposition and properties of titanium nitride films produced by d.c. reactive magnetron sputtering*. Vacuum, 4, 3, 1995, s.233.
203. [Meng97] Meng Li-Jang, dos Santos M.P.: *Characterization of titanium nitride films prepared by d.c. reactive magnetron sputtering at different pressures*. Surf. Coat. Technol., 90, 1997, s.64.
204. [Mess84] Messier A.P., Giri A.P., Roy R.A.: *Revised structure zone model for thin film physical structure*. J. Vac. Sci. Technol. A, 2(2), 1984, s.500.
205. [Mich86] Michalski A.: *Metody PVD stosowane do nanoszenia warstw materiałów twardych i trudnotopliwych na narzędzia skrawające*. MOC, 79, 1986, s.18.
206. [Mich87] Michalski A.: *Krystalizacja warstw wielofazowych z plazmy impulsowej*. Zeszyty Naukowe Politechniki Warszawskiej, Mechanika, z.108, 1987.
207. [Mier96] Miernik K.: *Magnetronowe osadzanie powłok*. Inżynieria powierzchni, 3, 1996, s.22.
208. [Mier97] Miernik K.: *Działanie i budowa magnetronowych urządzeń rozpylających*. ITE, Radom 1997.
209. [Mier97-1] Miernik K.: *Separacja mikrokropel w metodzie lukowo-próżniowej*. Przegląd Mechaniczny, 22, 1997, s.9.
210. [Mola85] Molarius J.M., Korhonen A.S., Ristolainen E.O.: *Ti-N phase formed by reactive ion plating*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(6), 1985, s.2419.
211. [Mola87] Molarius J.M., Korhonen A.S., Harju E., Lappalainen R.: *Comparison of cutting performance of ion-plated NbN, ZrN, TiN and (Ti,Al)N coatings*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.117.
212. [Moto84] Motohiro T., Taga Y.: *Monte Carlo simulation of the particle transport process in sputter deposition*. Thin Solid Films, 112, 1984, s.161.
213. [Moto86] Motohiro T.: *Applications of Monte Carlo simulation in the analysis of sputter deposition process*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(2), 1986, s.189.
214. [Mowc69] Mowczan B.A., Demcziszin A.W.: *Issledowanije struktury i swoistw tolstych wakumnykh kondensatow nikela, titana, wolframa, okisi alumina i dwuokisi cyrkonija*. Fizika Metalłow i Metalłowiedzenie, 28, 4, 1969.

215. [Münz85] Münz W.-D.: *Reactive sputtering of nitrides and carbides*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, September 9-13 1985 LSRH, Neuchatel, Switzerland.
216. [Münz86] Münz W.-D.: *Titanium aluminium nitrides films: a new alternative to TiN coatings*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2717.
217. [Münz91] Münz W.-D., Hauzer F.J.M., Schulze D., Buil B.: *A new concept for physical vapour deposition coating combining the method of arc evaporation and unbalanced magnetron sputtering*. Surf. Coat. Technol., 49, 1991, s.161.
218. [Münz91-1] Münz W.-D.: *The new way to hard coatings arc bond sputtering: ABS™ Part 1, The machine design HTC 1000-4ABS™*. Hauzer Techno Coating, NL, 5916, Venlo, The Netherlands, 1991.
219. [Mura86] Murawa V.: *Titanium nitride coatings of tools by the physical vapour deposition (PVD) process*. Heat Treatment of Metals, 2, 1986, s.48.
220. [Mura96] Muralidhar G.K., Musil J., Kadlec S.: *Discharge characteristic of a facing target sputtering device using unbalanced magnetrons*. J. Vac. Sci. Technol. A, 14(4), 1996, s.2182.
221. [Musi86] Musil J. Bardos L., Raysky A., Vyskočil J., Doležal B., Lončar G., Dadourek K., Kubiček V.: *TiN_x coatings prepared by D.C. reactive magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 136, 1986, s.229.
222. [Musi88] Musil J., Kadlec S., Vyskočil J., Valvoda V.: *New results in D.C. reactively magnetron deposition of TiN_x films*. Thin Solid Films, 167, 1988, s.107.
223. [Musi88-1] Musil J., Poulek V., Vyskočil V., Kadlec S., Valvoda V., Kužel K., Černý R.: *Influence of deposition rate on properties of reactively sputtered TiN_x films*. Vacuum, 38, 6, 1988, s.459.
224. [Musi90] Musil J., Kadlec S., Valvoda V., Kužel R., Černý R.: *Ion-assisted sputtering of TiN films*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.259.
225. [Musi96] Musil J., Raysky A., Bell J., Matouš J., Čepera M., Zeman J.: *High-rate magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 14(4), 1996, s.2187.
226. [Nara95] Narasimhan K., Boppana S.P., Bhat D.G.: *Development of a graded TiCN coating for cemented carbide tools - a design approach*. Wear, 188, 1995, s.123.
227. [Narz84] *Narzędzia ze stali szybko tnącej pokrywane azotkiem tytanu*. (według American Mechanist, 3/1983), Mechanik, 6, 1984.
228. [Neid89] Neidhardt N., Reinhold U., Schoeter E., Wuttke W.: *Position dependences in planar magnetron sputtering of TiN films*. Thin Solid Films, 173, 1989, s.107.
229. [Niem86] Niemi E., Korhonen A.S., Harju E., Kauppinen V.: *Comparison of wear characteristic and properties of TiN-coated gear cutting hobs*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.1763.
230. [Nish92] Nishibori M.: *How to solve problems of films coated by arc methods*. Surf. Coat. Technol., 52, 1992, s.229.
231. [Ochę76] Ochęduszek K.: *Koła zębate. Tom 2. Wykonanie i montaż*. WNT, Warszawa 1976.
232. [Oczo95] Oczko K.E.: *Cermetale -- charakterystyka, zakres zastosowań i szlifowanie*. Mechanik, 2, 1995, s.37.

233. [Oett95] Oettel H. Wiedemann R.: *Residual stress in PVD hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.265.
234. [Okam86] Okamoto A., Serikawa T.: *Reactive sputtering characteristic of silicon in Ar-N mixture*. Thin Solid Films, 137, 1986, s.143.
235. [Opit70] Opitz H.: *Moderne Produktionstechnik*. Verlag W. Girardet, Essen, 1970, s.275
236. [Pawe88] Pawel J.E., Harque C.J.: *Testing of adhesion of films to substrate*. J. Adhesion Sci. Technol., 2, 5, 1988, s.369.
237. [Penf73] Penfold A.S., Thornton J.A., U.S. Patent, 3884793, 1973.
238. [Penn39] Penning S., U.S. Patent, 2, 146025, 1939.
239. [Perr86] Perry A., Schoenes J.: *Variation in the colour of group IVB nitride films*. Vacuum, 1-3, 36, 1986, s.149.
240. [Perr88] Perry A.J., Valli J., Steinmann P.A.: *Adhesion scratch testing: a round-robin experiment*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.559.
241. [Petr92] Petrov I., Hultman L., Sundgren J.-E., Greene J.E.: *Polycrystalline TiN films deposited by reactive magnetron sputtering: effects of ion bombardment on resputtering rates, film composition and mikrostructure*. J. Vac. Sci. Technol. A, 10(2), 1992, s.265.
242. [Petr94] Petrov I., Myers A., Greene J.E., Abelson J.R.: *Mass and energy resolved detection of ions and neutral sputtered species incident at the substrate during reactive magnetron sputtering of Ti in mixed Ar + N₂ mixtures*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(5), 1994, s.2846.
243. [Poit82] Poitevin J.M., Lemperiere G.: *Influence of substrate bias on the composition, structure and electrical properties of reactively D.C.-sputtered TiN films*. Thin Solid Films, 97, 1982, s.69.
244. [Poit84] Poitevin J.M., Lemperiere G.: *Mechanizm of the biased sputtering of titanium in Ar-N₂ mixture*. Thin Solid Films, 120, 1984, s.223.
245. [Posa91] Posadowski W.: *Low pressure magnetron sputtering using ionized, sputtered species*. Surf. Coat. Technol., 49, 1991, s.290.
246. [Poul89] Poulek V., Musil J., Černý R., Kužel R. Jr.: *ε-Ti₂N phase growth control in titanium nitride films*. Thin Solid Films, 170, 1989, s.55.
247. [Prac80] Praca zbiorowa: *Procesy technologiczne w elektronice półprzewodnikowej*. WNT, Warszawa 1980, s.187.
248. [Prec90] Precht W., Sterma F.: *The influence of substrate topography on the adhesion a TiN layer as a hard coatings on different materials*. Vacuum, 41, 7-9, 1990, s.2223.
249. [Prec93] Precht W.: *Współczesne trendy w technologii uszlachetniania powierzchni*. 3 Szkoła Mielno'92, „Nowoczesne Technologie Próżniowe”, 26-28 listopada 1992, Wydawnictwo Uczelniane WSInż. Koszalin, 1993, s.9.
250. [Prec94] Precht W., Kacalak W., Czyżniewski A.: *Wear and lifetime of PVD TiN coated Tools*. Mat. Sci. Forum, 163-164, 1994, s.539.
251. [Prec96] Precht W., Czyżniewski A., Czerwosz E., Pancielejko M., Myśliński P.: *Carbon nitride layer deposited on different substrates by magnetron sputtering*. Journal of CVD, 3, 1996, s.213.

252. [Prec96-1] Precht W., Łunarska E., Czyżniewski A., Pancielejko M., Walkowiak W.: *Corrosion resistance, structure and mechanical properties of PVD TiC_xN_{x-1} coatings*. Vacuum, 47, 1996, s.867.
253. [Prec96-2] Precht W., Czyżniewski A., Pancielejko M., Walkowiak W.: *Structure and properties of TiC_xN_{1-x} coatings obtained by different PVD methods*. 6 Międzynarodowa Szkoła Letnia Mielno'95, „Modern Plasma Surface Technology”, 30.05-01.06.1995, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, 1996, s.195.
254. [Prec97] Precht W., Czyżniewski A., Walkowiak W., Pancielejko M., Myśliński P.: *Niskotemperaturowe metody PVD nanoszenia cienkich warstw węglowych*. 7 Międzynarodowa Szkoła Letnia Mielno'96, „Modern Plasma Surface Technology”, 30.05-01.06.1996, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, 1997, s.63.
255. [Quin88] Quinto D.T.: *Mechanical property and structure relationships in hard coatings for cutting tools*, J. Vac. Sci. Technol. A, 6(3), May/June, 1988, s.2149.
256. [Rand86] Randhawa H.: *Nitride coatings for high speed steel cutting applications*. Proc. of Intern. Conf. On Metall. Coatings, San Diego, California, May 1986.
257. [Rand88] Randhawa H., Johnson P.C., Cunningham R.: *Deposition and characterization of ternary nitrides*. J. Vac. Sci. Technol. A, 6(3), 1988, s.2136.
258. [Rand88-1] Randhawa H.: *Cathodic arc plasma deposition technology*. Thin Solid Films, 167, 1988, s.175.
259. [Rand89] Randhawa H.: *Hard coating for decorative applications*. Surf. Coat. Technol., 36, 1989, s.829.
260. [Rapo86] Raport firmy Samputensili: *Proces TiN*. 1986.
261. [Reic88] Reichelt K.: *Nucleation and growth of thin films*. Vacuum, 38, 12, 1988, s.1083.
262. [Rich86] Rich D.J., Woerner P.F.: *Spalling resistance of physical vapour deposited and chemical vapour deposited TiN coated carbide indexable inserts in a short duration molling test*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2759.
263. [Rick87] Rickerby D.S., Burrnet P.J.: *The wear and erosion resistance of hard PVD coatings*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.191.
264. [Rick88] Rickerby D.S., Jones A.M.: *Internal stress in titanium nitride coating: modelling of complex stress systems*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.661.
265. [Rick88-1] Rickerby D.S., Jones A.M., Perry A.J.: *Structure of titanium nitride coating deposited by physical vapour deposition: a unified structure model*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.631.
266. [Rick89] Rickerby D.S., Jones A.M., Bellamy B.A.: *X-ray diffraction studies of physically vapour-deposited coatings*. Surf. Coat. Technol., 37, 1989, S.111.
267. [Rodh90] Rodhe S.L., Petrov I., Sproul W.D., Barnett S.A., Rudnik P.J., Graham M.E.: *Effects of an unbalanced magnetron in a unique dual-cathode, high rate reactive sputtering system*. Thin Solid Films, 193/194, 1990, s.117.
268. [Roos90] Roos J.R., Celis J.P., Vancoille E., Veltrop H., Boelens S., Jungbluit F., Ebberink J., Holmberg H.: *Interrelationship between processing, coating properties and functional properties of steered arc physically vapour deposited (Ti,Al)N and (Ti, Nb)N coatings* Thin Solid Films, 193/194, 1990, s.547.

269. [Ross86] Rossnagel S.M., Kaufman H.R.: *Current-voltage relations in magnetrons*. J. Vac. Sci. Technol. A, 6(2), 1986, s.223.
270. [Ross86-1] Rossnagel S.M., Kaufman H.R.: *Langmuir probe characterization of magnetron operation*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(3), 1986, s.1822.
271. [Ross87] Rossnagel S.M., Kaufman H.R.: *Induced drift currents in circular planar magnetrons*. J. Vac. Sci. Technol. A, 5(1), 1987, s.88.
272. [Ross88] Rossnagel S.M.: *Gas density effects in magnetrons*. J. Vac. Sci. Technol. A, 6(1), 1988, s.19.
273. [Ross89] Rossnagel S.M., Cuomo J.J.: *Film modification by low energy ion bombardment during deposition*. Thin Solid Films, 171, 1989, s.143.
274. [Ross89-1] Rossnagel S.M., Saenger K.L.: *Optical emission in magnetrons: nonlinear aspects*. J. Vac. Sci. Technol. A, 7(3), 1989, s.968.
275. [Ross89-2] Rossnagel S.M.: *Energetic particles bombardment of films during magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 7(3), 1989, s.1025.
276. [Ross89-3] Rossnagel S.M.: *Magnetron plasma deposition process*. Thin Solid Films, 171, 1989, s.125.
277. [Rudo97] Rudolphi A.K., Jacobson S.: *On the use of ceramic PVD coatings to replace metallic coatings in electrical contacts*. Surf. Coat. Technol., 89, 1997, s.270.
278. [Ruth96] Rutheford K.L., Bull S.J., Doyle E.D., Hutchings I.M.: *Laboratory characterization of the wear behaviour of PVD-coated tool steels and correlation with cutting tool performance*. Surf. Coat. Technol., 80, 1996, s.176.
279. [Sand89] Sanders M.D.: *Review of ion-based coating processes derived from the cathodic arc*. J. Vac. Sci. Technol. A, 7(3), 1989, s.2339.
280. [Sant93] Santhanam A.T., Godse R.V., Grab G.P., Quinto T.P., Undercoffer K.E., Jindal R.C., US Patent, 5, 250367, October, 1993.
281. [Savi86] Savides N., Window B.: *Unbalanced magnetron ion-assisted deposition and property modification of thin films*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(3), 1986, s.504.
282. [Sche84] Scherer M., Wirz P.: *Reactive high rate D.C. sputtering of oxides*. Thin Solid Films, 119, 1984, s.203.
283. [Schi83] Schiller S., Beister G., Sieber W.: *Reactive D.C. high rate sputtering – deposition rate, stoichiometry and feature of TiO₂ and TiN films with respect to the target mode*. Presented at The 10th Intern. Conf. On Metall. Coat., San Diego, California, April, 1983.
284. [Schi84] Schiller S., Heisig U., Beister G., Steinfelder K., Strümpfel J., Korndörfer Chr., Sieber W.: *Deposition of hard wear-resistant coatings by reactive D.C. plasmotron*. Thin Solid Films, 118, 1984, s.255.
285. [Schi86] Schiller S., Hestig U., Beister G., Sieber W.: *Processing and instrumentation in PVD techniques*. Vakuum Technik, 35, 2, 1986, s.35.
286. [Schi87] Schiller S., Beister G., Reschke J., Hoetzsch G.: *TiN hard coatings deposited on high-speed steel substrate by reactive direct current magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 5(4), 1987, s.2180.
287. [Schi87-1] Schiller S., Heisig U., Neuman M., Beister G.: *Processing and instrumentation in PVD techniques*. Presented on 8th Conference on Vacuum Metallurgy, 30.09-04.10, 1987.

288. [Schi93] Schiller S., Goedicke K., Reschke J., Kirchoff V., Schneider S., Milde F.: *Pulsed magnetron sputter technology*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.331.
289. [Schm80] Schmidhammer A.: *Die Verschleiberscheinungen An Walzfräsern Und Ihre Ursachen*. Technische Nachrichten Fette, 270, 1980, s.2.
290. [Sigm69] Sigmund P.: *Theory of sputtering. Sputtering yield of amorphous and polycrystalline targets*. Phys. Rev. 184, 1969, s.383.
291. [Smit95] Smith I.J, Gillbrand D., Brooks J.S., Münz W.-D., Harvey S., Goodin R.: *Dry cutting performance of HSS twist drills coated with improved TiAlN*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.312.
292. [Söde86] Södenberg S., Hogmark S.: *Wear mechanism and tool life of high speed steels related to microstructure*. Wear, 110, 1986, s.315.
293. [Spen88] Spencer A.G., Houson R.P., Lewin R.W.: *Pressure stability in reactive magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 158, 1988, s.141.
294. [Spro83] Sproul W.D.: *Very high rate reactive sputtering of TiN, ZrN and HfN*. Thin Solid Films, 107, 1983, s.141.
295. [Spro84] Sproul W.D.: *Rapid rate reactive sputtering of a group IVB metal*. USA Patent, 4 428,811, Jan. 31, 1984.
296. [Spro85] Sproul W.D., Rothstein R.: *High rate reactively sputtered TiN coating on high speed steel drills*. Thin Solid Films, 126, 1985, s.257.
297. [Spro86] Sproul W.D.: *Reactively sputtered nitrides and carbides of titanium, zirconium and hafnium*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2874.
298. [Spro87] Sproul W.D.: *High rate reactive sputtering process control*. Presented at The 14th Intern. Conf. On Metall. Coat., San Diego, California, March 23-27, 1987.
299. [Spro87-1] Sproul W.D.: *Turning test of high rate reactively sputter coated T-15 HSS inserts*. Presented at The 14th Intern. Conf. On Metall. Coat., San Diego, California, March 23-27, 1987.
300. [Spro89] Sproul W.D., Gogol C.A., Rudnik P.J.: *The effect of target power on the nitrogen partial pressure level and hardness of reactively sputtered titanium nitride coatings*. Thin Solid Films, 171, 1989, s.171.
301. [Spro89-1] Sproul W.D., Rudnik P.J., Graham M.E.: *The effect of N₂ partial pressure, deposition rate and substrate bias potential on the hardness and texture of reactively sputtered TiN coatings*. Surf. Coat. Technol., 39/40, 1989, s.355.
302. [Spro94] Sproul W.D.: *Multilayer, multicomponent and multiphase physical vapour deposition coating for enhanced performance*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12(4), 1994, s.1595.
303. [Spro94-1] Sproul W.D.: *Pulsed-D.C. reactive sputtering - new opportunities*. 37th Ann. Technical Conf. Proc., 1994.
304. [Spro96] Sproul W.D.: *Physical vapour deposition tool coatings*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.1.
305. [Spro96-1] Sproul W.D.: *Reactive sputter deposition of polycrystalline nitride and oxide superlattice coatings*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.170.
306. [Spur90] Spur G., Byrne G., Bienia B.: *The performance of high speed steels inexecutable of ductile materials*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.1074.

307. [Staś88] Staśkiewicz J., Czyżniewski A., Szypowski Cz., Gulbiński W.: *Improvement of the sensitivity of a bridge for inductive measurement of superconducting critical temperature*. J. Phys. E. : Sci. Instrum. 21, 1988, s.62.
308. [Staś88-1] Staśkiewicz J., Czyżniewski A.: *Warstwy azotku tytanu otrzymywane zmodyfikowaną metodą reaktywnego stałoprądowego rozpylania magnetronowego*. Konferencja Naukowo-Techniczna, „Techniki wytwarzania warstw powierzchniowych metali”, Rzeszów, 9-10 czerwca 1988, s.99.
309. [Staś89] Staśkiewicz J., Czyżniewski A., Szypowski Cz., Gulbiński W.: *Sposób napyłania oraz planarna wyrzutnia magnetronowa*. Patent 146632, 20.04.1989.
310. [Staś89-1] Staśkiewicz J., Szypowski Cz., Gulbiński W., Czyżniewski A.: *Sposób napyłania oraz planarna wyrzutnia magnetronowa*. Patent 146633, 20.04.1989.
311. [Stim86] Stimmell J.: *Properties of D.C. magnetron reactively sputtered TiN*. J. Vac. Sci. Technol. B, 4(6), 1986, s.1377.
312. [Stor89] Storch B.: *Wzajemne oddziaływanie naroża ostrza i materiału obrabianego*, Prace Naukowe ITBM Politechniki Wrocławskiej, Seria: Monografie, 40, 8, Wrocław, 1989.
313. [Stos86] Stosic P.: *Some observations of gear-cutting operations with TiN-coated hobs and sharper cutters*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2768.
314. [Subr93] Subramanian C., Strafford K.N.: *Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications*. Wear, 165, 1993, s.85.
315. [Subr93-1] Subramanian Ch., Strafford K.N, Wilks T.P, Ward L.P., McMillan W.: *Influence of substrate roughness on the scratch adhesion of titanium nitride coatings*. Surf. Coat. Technol., 62, 1993, s.529.
316. [Sue87] Sue J.A., Troue H.H.: *Effect of crystallographic orientation on erosion characteristics of arc evaporation titanium nitride coatings*. Surf. Coat. Technol., 33, 1987, s.169.
317. [Sue93] Sue J.A.: *Development of arc evaporation non-stoichiometric titanium nitride coatings*. Surf. Coat. Technol., 61, 1993, s.115.
318. [Sulz71] Sulzer C.: *Bestimmung Der Spannungsquerschnitte Beim Walzfräsen*. Industrie Anzeiger 96, 12, 8(2), 1971, s.246.
319. [Sund82] Sundgren J.-E.: *Formation and characterization of titanium nitride and titanium carbide films prepared by reactive sputtering*. Linköping Studies in Science and Technology, Dissertations. No 79, Linköping 1982.
320. [Sund83] Sundqvist H.A., Sirvio E.H., Kurkinen M.T.: *Wear of metal-working tools ion plated with titanium nitride*. Metals Technology, 10, 1983, s.130.
321. [Sund84] Sundgren J.-E., Jacobsen B.E., Hibbs M.K.: *Microstructure of nitride and carbide coatings prepared by PVD methods*. Z. Metallkunde Bd 75, 1984, s.855.
322. [Taku77] Taku U., Kenichi T., Kazunori H.: *The corner wears of hob teeth*. Congr. Mond. Engn., Paris, 22-24 June 1977, s.991.
323. [Teer88] Teer D.G.: *A magnetron sputter ion plating system*. D.G.Teer Coating Service Limited, 285 Hartlebury Trading Estate, Hartlebury, NR Kidderminster, Worcs DY 104JB, UK, 1988.
324. [Terr88-1] Teer D.G.: *A magnetron sputter ion plating system*. Surf. Coat. Technol., 36, 1988, s.901.

325. [Thor77] Thornton J.A.: *High rate thick film growth*. Ann. Rev. Mater. Sci., 7, 1977, s.239.
326. [Thor78] Thornton J.A.: *Diagnostic methods for sputtering plasmas*. J. Vac. Sci. Technol., 15(2), 1978, s.188.
327. [Thor78-1] Thornton J.A.: *Magnetron sputtering: basic physics and application to cylindrical magnetrons*. J. Vac. Sci. Technol., 15(2), 1978, s.171.
328. [Thor79] Thornton J.A.: *Recent developments in sputtering - magnetron sputtering*. Metal Finishing, April, 1979.
329. [Thor81] Thornton J.A.: *High rate sputtering techniques*. Thin Solid Films, 80, 1981, s.1.
330. [Thor86] Thornton J.A.: *The microstructure of sputter-deposited coatings*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.3059.
331. [Töns97] Tönshoff H.K., Mohlfed A.: *PVD-coating for wear protection in dry cutting operation*. Surf. Coat. Technol., 93, 1997, s.88.
332. [Töns97-1] Tönshoff H.K., Mohlfed A., Leyendecker T., Fuß H.G., Erkens G., Wenke R., Cselle T., Schwenck T.: *Wear mechanism of (Ti_{1-x}Al_x)N coatings in dry drilling*. Surf. Coat. Technol., 94-95, 1997, s.6603.
333. [Turn95] Turner G.M.: *Monte Carlo calculations of gas rarefaction in a magnetron sputtering discharge*. J. Vac. Sci. Technol. A, 13(4), 1995, s.2161.
334. [Vall85] Valli J., Mäkelä U., Matthews A., Murawa V.: *TiN coatings adhesion studies using the scratch test method*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(6), 1985, s.2411.
335. [Vall87] Valli J., Molarius J., Korhonen A.S.: *The effect of nitrogen content on the critical normal force in scratch testing of Ti-N films*. Thin Solid Films, 154, 1987, s.351.
336. [Valv87] Valvoda V., Musil J.: *X-ray analysis of strain in titanium nitride layers*. Thin Solid Films, 149, 1987, s.49.
337. [Vepř95] Vepřek S., Reiprich S.: *A concept for the design of novel superhard coatings*. Thin Solid Films, 268, 1995, s.64.
338. [Vett93] Vetter J., Burgmer W., Dederichs H.G., Perry A.: *The architecture and performance of multilayer and compositionally gradient coatings made by cathodic arc evaporation*. Surf. Coat. Technol., 621, 1993, s.209.
339. [Vett95] Vetter J.: *Vacuum arc coatings for tools: potential and applications*. Surf. Coat. Technol., 76-77, 1995, s.719.
340. [Vett96] Vetter J., Knaup R., Dwuletzi H., Scheider E., Vogler S.: *Hard coating for lubrication reduction in metal forming*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.739.
341. [Voev95] Voevodin A.A., Rebholz C., Schneider J.M., Stevenson P., Matthews A.: *Wear resistance composite coatings deposited by electron enhanced closed field unbalanced magnetron sputtering*. Surf. Coat. Technol., 73, 1995, s.185.
342. [Voge85] Vogel J.: *Ion plating of nitrides*. „Nitride and carbide coatings”, CEI, Europe, Industry-University Short Course Program, Chapter 6, September 9-13 1985, LSRH Neuchatel, Switzerland, 1985.
343. [Voge86] Vogel J., Bergmann B.: *Problems encountered with the introduction of plating to large-scale coating of tools*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(6), 1986, s.2731.
344. [VSta93] Van Stappen M., Kerkhofs M., Quaeysaegens S., Stals L.: *Introduction in industry of a duplex treatment consisting of plasma nitriding and PVD deposition of TiN*. Surf. Coat. Technol., 62, 1993, s.655.

345. [VSta95] Van Stappen M., Stals L.M., Kerkhofs M., Quaeeyhaegens S.: *State of the art. For the industrial use of ceramic PVD coatings*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.629.
346. [VWah89] Von Wahl G.: *CVD processes*. Vakuuum Technik, 38, 7, 1989, s.195.
347. [Vysk90] Vyskočil J., Musil J.: *Reactive evaporation of hard coatings: process and film properties*. Surf. Coat. Technol., 43/44, 1990, s.299.
348. [Wait78] Waits R.K., *Planar magnetron sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. 15(2), 1978, s.179.
349. [Walk96] Walkowicz J., Smolik J., Miernik K., Bujak J.: *Anti-wear properties of Ti(C,N) layers deposited by the vacuum arc method*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.201.
350. [Wang95] Wang Y.K., Cheng X.Y., Wang W.M., Gu X.H., Xia L.F., Lei T.C., Liu W.H.: *Microstructure and properties of (Ti, Al)N coating on high speed steel*. Surf. Coat. Technol., 72, 1995, s.71.
351. [Wier88] Wierzchoń T., Michalski J., Karpiński T.: *Warstwy powierzchniowe wytwarzane w procesach PACVD i LPCVD oraz ich własności*. Hard Coating Mielno'88, 24-26 maja 1988.
352. [Wils96] Wilson S., Alpas A.T.: *Dry sliding wear of a PVD TiN coating against Si₃N₄ at elevated temperatures*. Surf. Coat. Technol., 86-87, 1996, s.75.
353. [Wind86] Window B., Savides N.: *Charge particles fluxes from planar magnetron sputtering sources*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(2), 1986, s.196.
354. [Wind86-1] Window B., Savides N.: *Unbalanced dc magnetrons as sources of high ion fluxes*. J. Vac. Sci. Technol. A, 4(3), 1986, s.453.
355. [Wind89] Window B., Müller K.-H.: *Strain, ion bombardment and energetic neutrals in magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 17, 1989, s.183.
356. [Wind95] Window B.: *Recent advanced in sputter deposition*. Surf. Coat. Technol., 71, 1995, s.93.
357. [Wind96] Window B.: *Issues in magnetron sputtering of hard coatings*. Surf. Coat. Technol., 81, 1996, s.92.
358. [Witt85] Wittmer M.: *Properties and microelectronics applications of thin films of refractory metal nitrides*. J. Vac. Sci. Technol. A, 3(4), 1985, s.1797.
359. [Youn95] Young S.J., James A.S., Matthews A.: *Investigation on the sputtering effects on R.F. plasma processing*. Surf. Coat. Technol., 74-75, 1995, s.206.
360. [Zdan75] Zdanowski J.: *Wyladowanie elektryczne w gazach*. Skrypty Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1975.
361. [Zdan94] Zdanowski J.: *Nanoszenie warstw z ciągłym bombardowaniem jonowym*. V Konferencja Naukowa, „Technologia elektronowa”, ELTE'94, Szczyrk 20.04-23.04.1994, s.812.
362. [Zdan95] Zdanowski J.: *Nanoszenie warstw z ciągłym bombardowaniem jonowym*. 5 Międzynarodowa Szkoła Letnia Mielno'94, „Modern Plasma Surface Technology”, 30.09-02.10.1994, Wydawnictwo Uczelniane WSInż. w Koszalinie, 1995, s.49.
363. [Zhit95] Zhitomirsky V.N., Boxman R.L., Goldsmith S.: *Unstable arc operation and cathode spot motion in a magnetically filtered vacuum-arc deposition system*. J. Vac. Sci. Technol. A, 13(4), 1995, s.2233.

364. [Zlat94] Zlatanovic M., Gredic T., Kunosic A., Backovic N., Whittle N.: *Substrate-induced changes of TiN and (Ti, Al)N coatings due to plasma nitriding*. Surf. Coat. Technol., 63, 1994, s.35.
365. [Żebr87] Żebrowski H.: *Badania porównawcze wiertel pokrytych warstewką azotku tytanu (TiN)*. Raport ITBM Politechniki Wrocławskiej, 45, Wrocław 1987.
366. [Żmij81] Żmija J.: *Podstawy teorii zarodkowania i wzrostu kryształów*. Wyd. WSIŃz. Radom 1981.