

Металлургия и материаловедение

УДК 621.9.025.7

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ ИЗ КАРБИДА НИОБИЯ НА ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ПОДЛОЖКАХ

А.Н. Белов

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Представлен метод нанесения карбида ниобия на инструментальные твердосплавные подложки из парогазовой фазы. Коротко рассмотрены методы, которые применялись для исследования структуры и свойств покрытия из карбида ниобия. Представлены микрофотографии поверхности покрытия с различным увеличением, а также фотографии поперечных шлифов покрытия на твердосплавной подложке. Даны результаты исследования влияния компонентов парогазовой среды на микротвердость и параметр решетки покрытия, а также графические зависимости микротвердости и параметров решетки от соотношения компонентов газовой фазы.

Ключевые слова: покрытие, карбид ниобия, твердосплавная подложка, поперечный шлиф, микроструктура покрытия.

Нанесение карбида ниобия осуществлялось на экспериментальной установке методом CVD (осаждение из газовой фазы) при пониженном давлении. Суть метода состоит в том, что парогазовая смесь, содержащая пары летучих соединений металлов, чаще хлориды, и углеродсодержащий газ, пропускаются над образцами, нагретыми до температуры 900÷1000 °С. В реакционном объеме происходит реакция восстановления и диспропорционирования хлоридов, в результате чего выделяется металл. Выделившийся металл, взаимодействуя с углеродом, образует карбид [1].

Исходными компонентами для реакции осаждения карбида ниобия являлись пентахлорид ниобия ($NbCl_5$) и метан (CH_4).

Термодинамическим анализом установлено, что наиболее вероятной является реакция



Для исследования структуры и свойств покрытий из карбида ниобия применялись металлографический, электронно-микроскопический, дюротрический, рентгеноструктурный и микрорентгеноспектральный анализы.

Металлографический анализ покрытий NbC проводился на световых микроскопах МИМ-7 и ММВ на поперечных и косых шлифах, а также с поверхности образцов. Для приготовления поперечного шлифа образец заливался быстро-

твердеющей пластмассой «Протакрил», затем снимался слой покрытия на алмазном круге вручную.

Поверхность шлифа доводилась на стекле с алмазной пастой различной зернистости. После доводки на стекле шлифы полировались на фотобумаге с нанесенной на ее обратную сторону алмазной пастой.

Подготовленные таким образом шлифы промывались ацетоном и спиртом и просушивались обеззоленной фильтровальной бумагой.

Для выявления микроструктуры покрытия и переходной зоны между покрытием и основой шлифы подвергались травлению в различных реактивах: кипящем 3%-м растворе перекиси водорода, растворе «Муроками», смеси плавиковой и азотной кислот и в «царской водке».

Изучение тонкой структуры покрытия и диффузионной зоны проводилось на электронном микроскопе ЭММА с помощью серебряно-угольных реплик, получаемых с подготовленных указанным способом шлифов. Образцы из твердых сплавов ВК-8, Т15К6 и Т15К4, покрытые карбидом ниобия, подвергались предварительному осмотру с помощью лупы Бринеля.

В большинстве случаев покрытие имело светло-коричневый цвет с металлическим блеском. Микроструктура поверхности покрытия на твердом сплаве ВК8 показана на рис. 1. Структура покрытия мелкозернистая, размер зерна изменяется в пределах 0,5–1,0 мкм.

Микроструктура NbC , полученная на электронном микроскопе, представлена на рис. 2.

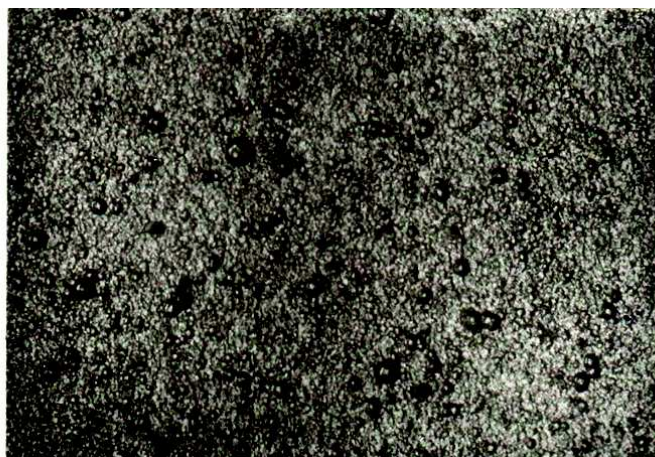


Рис. 1. Микроструктура поверхности карбида ниобия. X 1000

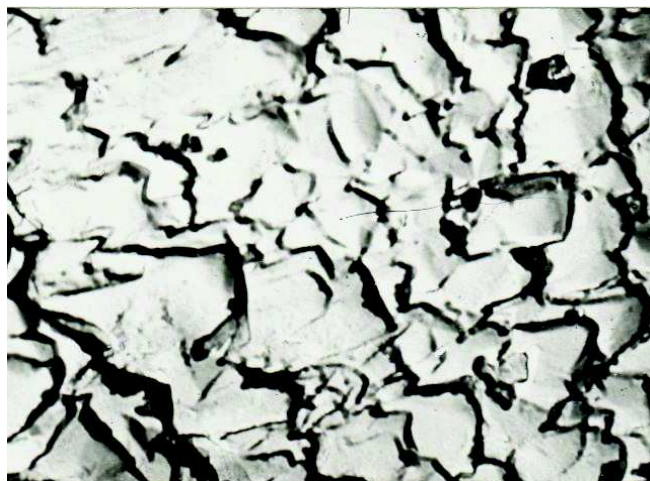


Рис. 2. Микроструктура поверхности карбида ниобия. X 15000

При большом увеличении на поверхности покрытия наблюдается характерная ступенчатая структура. Отметим, что покрытие достаточно плотное, пор практически нет.

Поперечный шлиф твердосплавного образца из ВК8 с покрытием представлен на рис. 3.

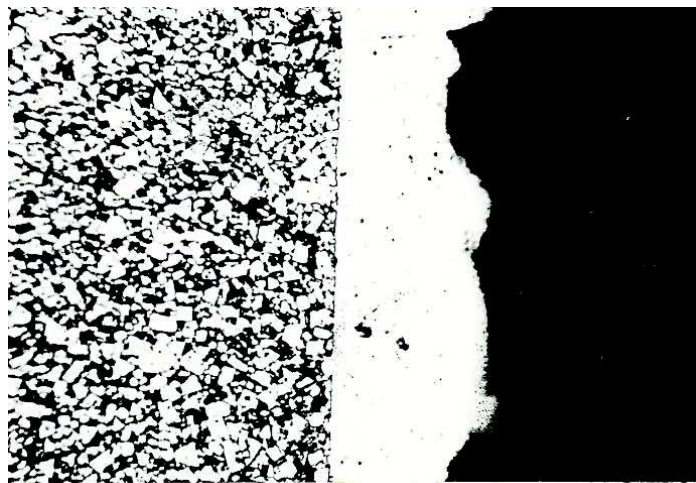


Рис. 3. Поперечное сечение покрытия на твердосплавной подложке ВК8 Х1400

На микрофотографии отчетливо виден слой покрытия, твердосплавная подложка и четкая граница раздела покрытия и основы.

Практический интерес представляет изучение микротвердости карбида ниобия, нанесенного на твердосплавную подложку.

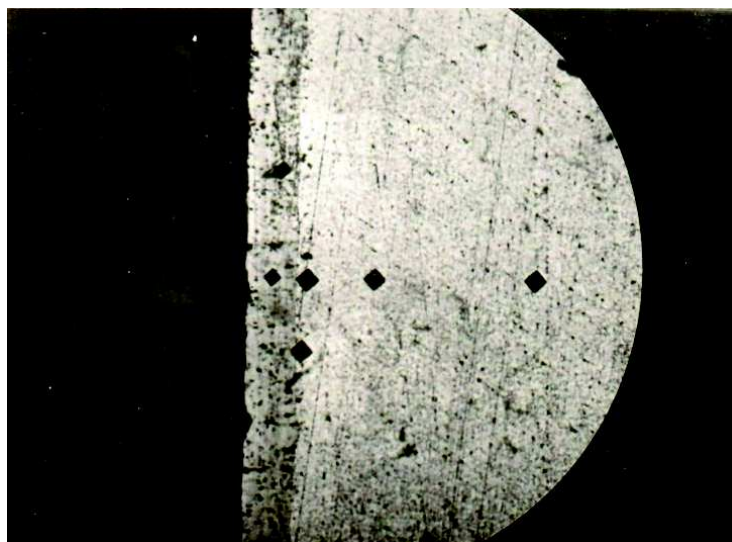


Рис. 4. Поперечное сечение покрытия на твердосплавной подложке ВК8 Х440

Карбид ниобия является соединением переменного состава, имеющим широкую область гомогенности, в пределах которой изменяются свойства, в том числе и такие, как микротвердость и параметр решетки. Проведенные исследования покрытия NbC , полученные при различных режимах осаждения, показали, что его микротвердость изменяется в широких пределах. На рис. 4 в качестве иллюстрации к исследованиям микротвердости дано поперечное сечение покрытия на твердосплавной подложке с отпечатками уколов.

Исследованиям на микротвердость подвергались образцы с покрытием, полученные при постоянном расходе пентахлорида ниобия ($NbCl_5$), равном 10 г/ч, различном расходе метана – от 0,4 до 2,0 л/ч и соответственно различном соотношении компонентов в газовой среде [2].

Соотношение компонентов $CH_4/NbCl_5$ изменялась от 0,5 до 2,5. Установленная зависимость микротвердости и параметра решетки покрытия карбида ниобия от соотношения компонентов парогазовой смеси иллюстрируется на рис. 5.

С ростом соотношения $CH_4/NbCl_5$ от 0,5 до 2,5 микротвердость карбида ниобия непрерывно уменьшается от 320 до 170 МПа.

С изменением микротвердости и состава карбида меняется и параметр кристаллической решетки. Изучались образцы с различной микротвердостью – от 170 до 296 МПа.

Параметр решетки определялся рентгенографически в камере РКЭ с использованием медного излучения с точностью $\pm 0,001 \text{ \AA}$.

Как показали измерения параметра решетки, с увеличением соотношения $CH_4/NbCl_5$ параметр решетки возрастает.

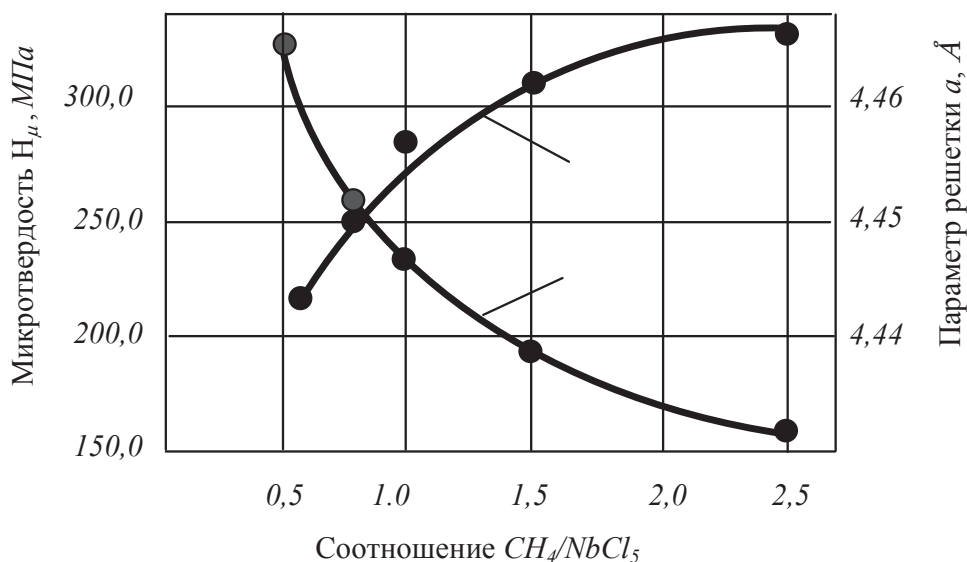


Рис. 5. Зависимость микротвердости и параметра решетки карбида ниобия от соотношения $CH_4/NbCl_5$:

1 – параметр решетки; 2 – микротвердость

Важным технологическим параметром наряду с микротвердостью и параметром решетки является фазовый состав покрытия.

Рентгеноструктурный фазовый анализ показал, что состав покрытия в целом однофазный и представляет собой монокарбид ниобия. Однако необходимо отметить, что в некоторых случаях при отклонениях от стандартных условий осаждения отмечались следы Nb_2C и Nb . Это говорит о том, что получение однофазного покрытия возможно лишь в узких пределах концентрации газовой смеси. При этом необходимо точно выдерживать и тщательно контролировать расходы метана и пентахлорида ниобия.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Белов А.Н. Исследование технологических показателей процесса обработки титановых сплавов твердосплавными резцами с покрытием NbC : автореферат дисс. ... канд. техн. наук: 05.02.08 / Куйбышев: Куйбыш. политехн. ин-т, 1979. – 16 с.
2. Белов А.Н. Исследование характера износа инструмента с покрытием NbC // Актуальные проблемы автотранспортного комплекса: Межвуз. сб. науч. статей. – Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2015. – С. 3–10.

Статья поступила в редакцию 25 марта 2016 г.

RESEARCH OF NIOBIUM CARBIDE COVERINGS STRUCTURE AND CHARACTERISTICS ON HARD ALLOYED BASES

A.N. Belov

Samara State Technical University
224, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

The method of niobium carbide covering on hard-alloyed tool bases from a steam-gas phase is presented. The method, which have been used for investigations of niobium carbide coverings structure and characteristics, are briefly examined. The microphotographs of the covering surfaces with various enlargement as well as the photographs of the transverse grinds for coverings on the hard-alloyed base are introduced. The investigations results of steam-gas medium influence on micro hardness and a parameter of a covering grating are given as well as graphic dependence of micro hardness and the grating parameters on proportion of gas phase components.

Keywords: *covering, niobium carbide, hard-alloyed base, transverse grind, covering's microstructure.*