

Ж.А. Мрочек, д.т.н., проф.
С.А. Іващенко, д.т.н., доц.
В.А. Соколовський, інж.
І.С. Фролов, к.т.н., доц.

Білоруський національний технічний університет

ВПЛИВ ПРОЦЕСУ ПІДГОТОВКИ ПОВЕРХНІ НА ЯКІСТЬ ВАКУУМНО-ПЛАЗМОВИХ ЕЛЕКТРОДУГОВИХ ПОКРИТТІВ

Представлено результати досліджень з підготовки поверхні перед осадженням вакуумно-плазмових електродугових покриттів. Проведено аналіз результатів досліджень і їх вплив на якісні показники покриттів при електроімпульсному поліруванні та іонному бомбардуванні поверхні основи.

Відомо [1]–[6], що хімічна чистота поверхні заготовки деталі є однією з основних умов високої якості утворюваного покриття. Забруднення поверхні погіршує взаємодію матеріалу покриття з основою, сприяє виникненню розривів у покритті та областей з високими локальними напруженнями. Усе це зменшує адгезію покриття з основою і, як наслідок, призводить до відшарування і розтріскування покриття. Отже, дослідження основних параметрів формування та визначення якісних показників вакуумно-плазмових електродугових покриттів має періодичне значення і значною мірою визначає працездатність деталей з покриттями.

Електроімпульсне полірування поверхні (ЕІП)

Для оцінки впливу ЕІП на якість вакуумно-плазмового електродугового покриття TiN досліджувалися такі його характеристики: параметри шорсткості (R_a , R_p , R_v , R_{max} і t_p), мікротвердість, адгезія та пористість. Експерименти проводилися на зразках зі сталі 12X18H10T, що мали різну вихідну шорсткість поверхні. Полірування зразків здійснювалося на оптимальних режимах. Після полірування на зразки методом КІБ наносилося покриття TiN товщиною до 3 мкм (установка УРМЗ.279.048). Технологія нанесення покриття дозволяла уникати появи на поверхні зразків краплинної фази.

Параметри шорсткості покриттів вимірювалися за допомогою профілографа-профілометра мод. 252. Мікротвердість визначалася приладом ПМТ-3 при навантаженні на алмазну піраміду 0,5 Н з дотриманням вимог ГОСТ 9450-76. Дослідження адгезійної міцності здійснювалося методом Вівера, а пористість оцінювалася за методом індикаторних паст згідно з ГОСТом 9.302-88. Для порівняльного аналізу використовувалися зразки-свідки, підготовлені механічним поліруванням.

Встановлено, що для всіх зразків шорсткість поверхні (R_a і R_{max}) після нанесення покриття TiN виявилася вищою ніж після електроімпульсного полірування. Причому характер зміни шорсткості є аналогічним її зміні під час електроімпульсного полірування (рис. 1). Збільшення шорсткості пов'язане мабуть з особливостями процесу нанесення покриттів методом КІБ, оскільки позитивні іони металу осаджуються в першу чергу на виступах мікронерівностей підкладки, що знаходиться під електричним потенціалом.

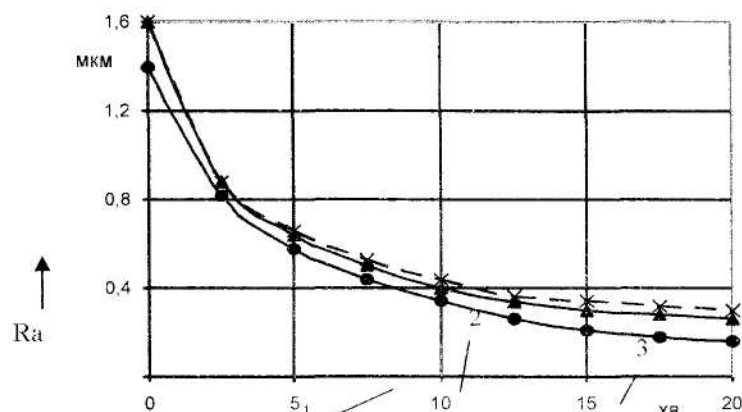
Шорсткість покриття на механічно відполірованих підкладках виявилася вищою в середньому на 0,01...0,04 мкм у порівнянні з відполірованими в електроліті, що пояснюється більш сприятливою топографією поверхні при ЕІП. Великі радіуси заокруглення елементів мікрорельєфу призводять до меншої концентрації напруженості електричного поля на вершинах мікронерівностей, що забезпечує більш рівномірне осадження покриття на поверхню підкладки.

Були проведені дослідження зміни відносної опорної довжини профілю t_p після електроімпульсного полірування та наступного нанесення покриття TiN. Спостерігалася зменшення відносної опорної довжини профілю на всіх зразках із вихідною шорсткістю $R_a < 1$ мкм (рис. 2). Пояснюється це вибірковою осадженням іонів титану під час нанесення покриття TiN методом КІБ. На зразках із вихідною шорсткістю поверхні R_a 1,5...2 мкм після нанесення TiN покриття спостерігалася збільшення відносної опорної довжини профілю для всіх значень рівня p . Це пов'язано з «заліковувальною» дією покриття [1], що особливо виявляється при іонному бомбардуванні поверхонь з розвинутою шорсткістю.

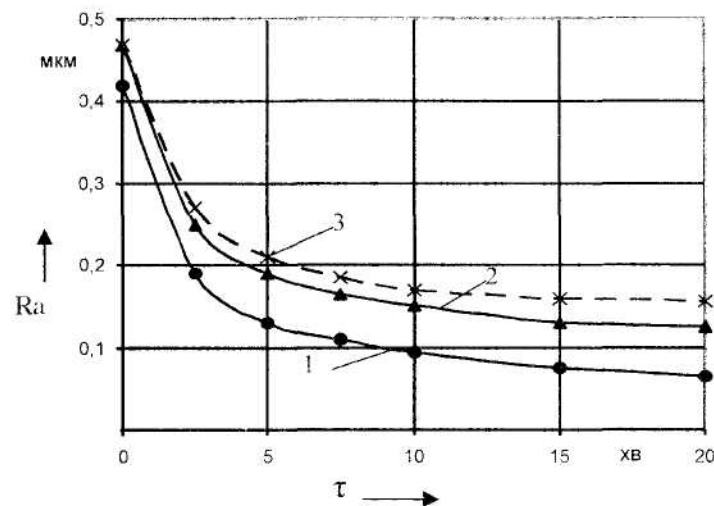
Адгезійна міцність визначалася за допомогою приладу LSRH фірми «LEYBOLD HERAEUS GmbH» за методом царапання тонкоплівкового покриття алмазним конусом Роквелла, так званого методу Вівера [2]. Відповідно до цього методу вістря алмаза з $R = 0,2$ мм проводиться по поверхні зразка з нанесеним TiN покриттям, а діюча на вістря сила збільнюється аж до початку відділення покриття від підкладки. Для визначення критичного навантаження на поверхню зразка наносилася сітка паралельних подряпин довжиною 5...7 мм. При цьому навантаження на вістря алмаза змінювалася від 10 до 80 Н із кроком 5 Н. Після нанесення сітки подряпин поверхня досліджувалася під мікроскопом зі збільшенням $\times 125$. Адгезійна міцність σ_A (МПа) визначалася за формулою:

$$\sigma_A = K \times \frac{\sqrt{W_c \times H}}{\sqrt{\pi \times R}},$$

де R – радіус заокруглення вершини алмазного конуса, мм; W_c – критичне навантаження, Н; H – твердість підкладки, Н/мм²; K – коефіцієнт Вівера.



а)



б)

Рис. 1. Зміна шорсткості (R_a) поверхні зразків (сталь 12X18H10T) залежно від часу полірування: 1 – шорсткість поверхні після ЕП; 2 – після нанесення покриття TiN на електрополіровані зразки; 3 – після нанесення покриття Ti на механічно поліровані зразки (вихідна шорсткість R_a 1,44 мкм (а) і R_a 0,41 мкм (б))

За результатами досліджень встановлено, що зі зменшенням шорсткості основи від R_a 0,4...0,45 мкм до R_a 0,08...0,15 мкм адгезійна міцність збільшується з 450 до 490 МПа. При подальшому зменшенні шорсткості основи вона зростає не пабагато (рис. 3).

Дослідження пористості покриттів показало, що на шліфованих зразках і зразках з часом полірування в електроліті до 4 хв. спостерігається значна дрібна пористість ($20...25 \text{ см}^2$). Це обумовлено особливостями мікрорельєфу поверхні (гострі вершини та вузькі глибокі впадини після шліфування) призводять до такого викривлення траєкторій іонів, які конденсуються, при якому поверхневі неоднорідності півки стають нестабільними, набувають здатності зростання і призводять до утворення в конденсаті не тільки відкритої, але і внутрішньої пористості [2].

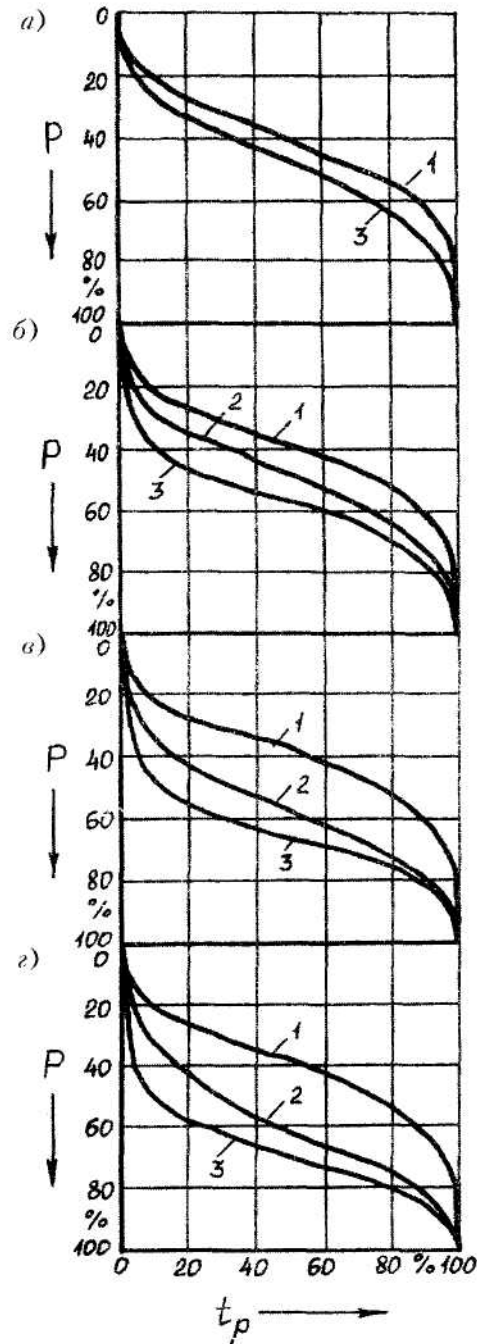


Рис. 2. Зміна відносної опорної довжини профілю поверхні зразків із сталі 12X18H10T з вихідною шорсткістю $Ra 0,41 \text{ мкм}$ після шліфування (1), електроімпульсного полірування (2) та нанесення покриття TiN (3): а – неполювані зразки; б, в, г – поліровані протягом 2, 5, 15 хв. відповідно

Утворення пористості підсилюється ефектами затінення та нецільного зрощення, для проявлення яких у даному випадку створюються сприятливі умови. Другою причиною значної пористості покриття є наявність дефектного поверхневого шару та його неповне видалення при малому часі полірування. Після 4...10 хв. полірування пористість знижується до рівня $2,8...4 \text{ см}^2$ (на

механічно відполірованих зразках $3,1...4...4,5 \text{ см}^2$) і при подальшому збільшенні часу обробки залишається майже незмінною. Це пояснюється повним зняттям дефектного поверхневого шару та формуванням під час ЕП сприятливого мікрорельєфу поверхні, що характеризується малою висотою і великими радіусами заокруглення вершин і впадин мікронерівностей [3]. Залишкова пористість покриттів у даному випадку пояснюється дефектами полірованої поверхні, на наявність яких в аустенітних сталях вказувалося вище. Навколо таких дефектів утворюється кільцева канавка [4], глибина якої є подібною до товщини покриття, що призводить до утворення в ньому наскрізних пор.

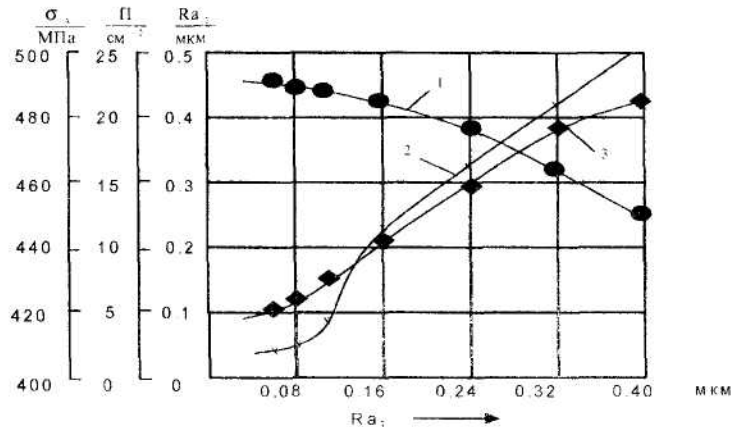


Рис. 3. Характеристики якості покриття TiN залежно від шорсткості Ra_1 електрополірованої основи із сталі 12X18H10T; 1 – адгезійна міцність σ_a ; 2 – пористість Π ; 3 – шорсткість покриття Ra_2

При вимірюванні мікротвердості покриттів TiN на електрополірованих зразках не було виявлено яких-небудь її відмінностей порівняно із зразками, отриманими за традиційною технологією підготовки поверхні. В обох випадках мікротвердість становила 19000 МПа. Час полірування також не впливає на мікротвердість системи основа–покриття, що, мабуть, пов'язано з відсутністю зневуглецювання поверхневого шару матеріалу зразка.

Таким чином, електроімпульсне полірування поверхонь деталей до шорсткості Ra 0,07...0,25 мкм забезпечує одержання високоякісних вакуумно-плазмових електродугових покриттів.

Іонне бомбардування поверхні

Іонно-плазмові процеси одержання покриттів, і зокрема метод КІБ, складаються з двох основних стадій: бомбардування поверхні основи прискореними іонами матеріалу катода (іонного бомбардування) та конденсації покриття внаслідок проходження плазмохімічних реакцій плазмового потоку матеріалу покриття з реактивним газом. Попередня обробка поверхні основи іонами матеріалу катода з енергією в декілька кілоелектрон-вольт [5] проводиться з метою внутрішньокамерного очищення і термічної активації основи. Наслідком іонного бомбардування поверхні є формування рельєфу, обумовленого процесами розпилення виступів і травлення западин. Внаслідок цього утвориться поверхня з показниками шорсткості, відмінними від вихідних, на яку здійснюється осадження покриттів.

На першому етапі визначалася зміна топографії та формування врівноваженої шорсткості поверхні підкладки в процесі іонного бомбардування.

Процес іонного бомбардування здійснювався з використанням установки вакуумного напильовання УРМЗ.279.048 при тиску $6,5 \times 10^{-3}$ Па. Як матеріал катода використовувався титан марки ВТ-1-0. Іони титана прискорювалися прикладеним до зразків негативним потенціалом – 1000В, струм дугового розряду становив 80 А. Дослідження проводилися на зразках з аустенітної сталі 12X18H10T, що мають різну вихідну шорсткість поверхні за параметром Ra : 0,3; 0,1 і 0,03 мкм. Тривалість іонного бомбардування варіювалася в інтервалі 30...150 с із кроком 30 с. Технологія транспортування титанової плазми виключала осадження краплинної фази на зразки. Параметр шорсткості Ra зразків вимірювався профілографом-профілометром.

Аналіз результатів експериментів показує, що характер зміни топографії поверхні залежить як від дози іонів, взаємодіючих з основою, так і від вихідної шорсткості поверхні (рис. 4).

При впливі потоку високоенергетичних іонів на основу із шорсткістю Ra 0,03 мкм спочатку спостерігається процес розвитку поверхневого рельєфу, обумовленого взаємодіями в системі іон-тверде тіло. Параметр шорсткості Ra зростає в 3...4 рази у порівнянні з вихідним. Подальше збільшення тривалості іонного бомбардування призводить до утворення квазірівноважного рельєфу, для якого характерною є рівність швидкостей зростання виступів і їх розширення. При цьому величина Ra майже не змінюється.

При іонному бомбардуванні зразків із шорсткістю Ra 0,1 мкм початковий етап характеризується переважним розтравленням впадин, внаслідок чого шорсткість поверхні трохи збільшується. Однак при збільшенні часу іонного бомбардування до 60...90 с починає превалювати розширення виступів і спостерігається спадання величини Ra майже до вихідного рівня.

Вивчення топографії зразків із шорсткістю Ra 0,3 мкм, які піддаються іонному бомбардуванню, показує, що в цьому випадку через підвищену напруженість електричного поля на виступах спочатку переважає розширення піків мікронерівностей, але потім, після 60 с, починає домінувати процес розтравлення впадин і шорсткість поверхні зростає. Тому залежність параметра Ra від часу іонного бомбардування має чітко виражений мінімум.

Результати експерименту показують, що різна вихідна шорсткість поверхні за інших рівних умов визначає різні початкові умови зростання товщини покриття. Оптимальна вихідна шорсткість поверхні знаходиться в інтервалі Ra 0,07...0,25 мкм. Обробка поверхні на меншу шорсткість недоцільна через огрубіння поверхні в процесі іонного бомбардування, а при шорсткості більше Ra 0,25 мкм погіршуються якісні характеристики вакуумно-плазмових покриттів. Тривалість іонного бомбардування не повинна перевершувати 60...90 с, оскільки що при більшому терміні впливу іонів на основу шорсткості поверхні майже не поліпшується.

На другому етапі досліджувався вплив імпульсного іонного бомбардування на параметри якості (шорсткість, пористість, адгезійна міцність вакуумно-плазмових покриттів TiN).

Експерименти проводилися з використанням зразків з аустенітної сталі 12X18H10T з вихідною шорсткістю поверхні Ra 0,2 мкм і 0,1 мкм.

При проведенні експериментів тривалість імпульсу варіювалося у межах 15...75 с із кроком 15 с, а кількість імпульсів змінювалася від 1 до 3. Між імпульсами витримувалась пауза тривалістю 10 с.

Аналіз профілограм і результати вимірювання параметра Ra після напилювання покриття показують, що залежність шорсткості покриття від тривалості імпульсу має екстремальний характер. Зі збільшенням тривалості імпульсу шорсткість покриття зменшується і досягає найменшого значення при $\tau_u = 60$ с (рис. 4). Це пов'язано з поліпшенням якості очищення поверхні підкладки і кращим її прогріванням, що забезпечує оптимальні умови осадження покриття. При подальшому збільшенні тривалості імпульсу відбувається збільшення шорсткості за параметром Ra . Це пов'язано, мабуть, з ефектом розтравлювання поверхні основи під час бомбардування її прискореними іонами металу. При цьому помітне деяке збільшення шорсткості основи, а кути при вершинах мікронерівностей зменшуються. Тому в процесі напилювання покриття біля вершин мікронерівностей виникає велика напруженість електричного поля, що сприяє більш інтенсивному осадженню позитивно заряджених іонів титану на виступах мікронерівностей і, як наслідок, – збільшення шорсткості покриття.

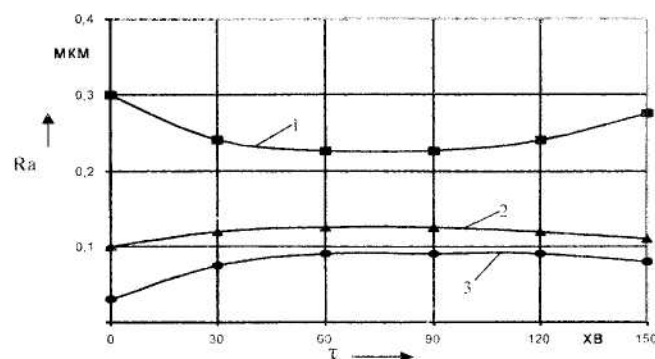


Рис. 4. Залежність шорсткості основи (сталі 12X18H10T) від тривалості іонного бомбардування (вихідна шорсткість поверхні: 1 – Ra 0,3 мкм; 2 – Ra 0,1 мкм; 3 – Ra 0,03 мкм)

Кількість імпульсів n робить менш значний вплив на шорсткість покриття у порівнянні з тривалістю імпульсу τ_u . Установлено, що зі збільшенням кількості імпульсів шорсткість покриття зменшується не набагато при всіх величинах тривалості імпульсу. Зменшення шорсткості покриття зі збільшенням кількості імпульсів пов'язане, мабуть, як з кращим очищенням поверхні основи від забруднень і її частковою дегазацією, так і з більшим ступенем активації атомів поверхні, що призводить до більш рівномірного утворення зародків у початковий момент часу при нанесенні покриття, а надалі – і до більш рівномірного їх зростання.

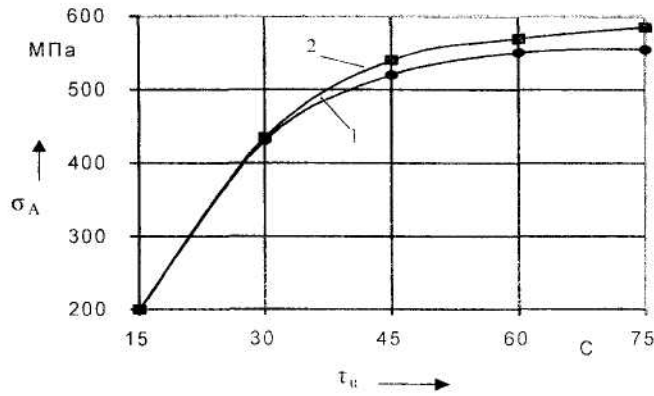


Рис. 5. Зміна шорсткості (R_a) поверхні зразків (сталь 12X18H10T) з покриттям TiN залежно від тривалості імпульсу (вихідна шорсткість: 1 – R_a 0,2 мкм; 2 – R_a 0,1 мкм)

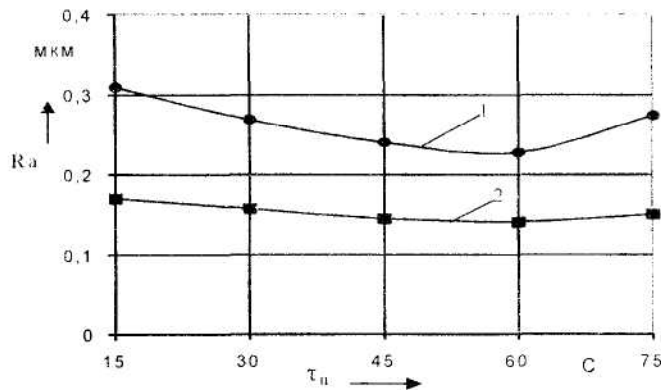


Рис. 6. Зміна адгезійної міцності покриття TiN залежно від тривалості імпульсу (зразки зі сталі 12X18H10T поліровані механічним (1) і електроімпульсним (2) методами)

Проводилися також дослідження пористості покриття TiN, осадженого на зразки після очищення поверхні у вакуумній камері методом імпульсного іонного бомбардування. Пористість покриття оцінювалася методом індикаторних паст із подальшим підрахунком кількості пор, що проявилися, на одиницю площі покриття. Результати досліджень показують, що зі збільшенням часу тривалості імпульсу спостерігається незначне зменшення пористості з 5...7,5 cm^2 при $\tau_u = 30$ с до 4,2...6,5 cm^2 при $\tau_u = 60$ с. При подальшому збільшенні тривалості імпульсу пористість покриттів не змінюється. Залежно від кількості імпульсів n зміни пористості наношуваних покриттів не виявлено. Це говорить про те, що при якісній попередній підготовці поверхні основи етап очищення поверхні у вакуумній камері безпосередньо перед нанесенням покриття неістотно впливає на пористість останнього, а незначні зміни, що спостерігаються, перекриваються факторами, пов'язаними з процесом осадження вакуумно-плазмового покриття.

Досліджувався вплив імпульсного іонного бомбардування на адгезійну міцність покриття TiN. При цьому адгезійна міцність на електрополірованих зразках порівнювалася з аналогічною величиною для механічно полірованих зразків.

Помічено істотний вплив тривалості імпульсу на адгезійну міцність покриття (рис. 6). У діапазоні $\tau_u = 15...60$ с вона зростає з 155 МПа до 580 МПа. При подальшому збільшенні тривалості імпульсу адгезійна міцність покриття майже не змінюється.

Встановлено, що при тривалості очищення у вакуумній камері менше 30 с адгезійна міцність TiN покриттів для обох методів підготовки поверхні майже однакова. При цьому покриття характеризуються низькою якістю аж до часткового їхнього відшаровування від підкладки і непридатності для використання. Пояснюється це тим, що при зазначеній тривалості іонного очищення не забезпечується повне зняття окисних плівок з поверхні основи, а її температура недостатня для ефективного протікання плазмохімічних реакцій. При тривалості очищення більше 30 с покриття володіють хорошими якісними характеристиками, однак адгезійна міцність покриттів на електрополірованих зразках виявилася на 25...30 МПа більшою. Це обумовлено зняттям у процесі ЕІП дефектного поверхневого шару з меншою товщиною окисної плівки, а також формуванням при механічному поліруванні у поверхневому шарі аморфозованих структур, які перешкоджають утворенню міцних адгезійних зв'язків між покриттям і основою [6]. Кількість імпульсів n при оптимальній тривалості імпульсу в межах 45...60 с не впливає на адгезійну міцність покриття.

ЛІТЕРАТУРА:

1. Сенчило И.А., Власов В.Б., Волков С.Е. Повышение работоспособности изделий за счет ионно-вакуумного нанесения покрытий и низкоэнергетической имплантации их рабочих поверхностей // Повышение качества изготовления деталей и изделий в машиностроении: Материалы семинара. – М., 1988. – С. 16–9.
2. Палатник Л.С., Черепской П.Г., Фукс М.Я. Поры в пленках. – М.: Энергоиздвлия, 1982. – 216 с.
3. Синкевич Ю.В., Фролов И.С., Симанович Л.П. Использование электроимпульсного полирования для повышения качества ионно-плазменных покрытий // Упрочнение и защита поверхностей газотермическим и вакуумным напылением: Материалы III Международ. науч.-техн. конф. – Киев, 1990. – С. 111–115.
4. Карпенко Г.Д., Лойко В.А. Исследование структуры покрытий на основе нитрида титана // Известия АН БССР / Физико-технические науки. – 1986. – № 1. – С. 31–34.
5. Брень В.Г., Кутченко В.В., Мирошниченко Ю.Т. Изменение фазового состава поверхностных слоев стали под воздействием бомбардировки ионами молибдена // ФХОМ. – 1979. – № 4. – С. 19–25.
6. Костецкий Б.И. Износостойкость деталей машин. – М.: Машгиз, 1950. – 168 с.

МРОЧЕК Жорж Адамович – доктор технічних наук, професор кафедри технології машинобудування Білоруського національного технічного університету.

Наукові інтереси:

- нанесення зносостійких, антикорозійних покриттів;
- модифікування поверхні концентрованими потоками енергії;
- системи менеджменту якості підприємств машинобудування.

ІВАЩЕНКО Сергій Анатолійович – доктор технічних наук, доцент, декан інженерно-педагогічного факультету Білоруського національного технічного університету.

Наукові інтереси:

- створення газотермічних та вакуумно-плазмових покриттів на виробх машинобудівної галузі.

СОКОЛОВСЬКИЙ В.А. – інженер кафедри машинобудування Білоруського національного технічного університету.

ФРОЛОВ Ігор Станіславович – кандидат технічних наук, доцент кафедри технології машинобудування Білоруського національного технічного університету.

Наукові інтереси:

- формування газотермічних та вакуумно-плазмових покриттів зі спеціальними фізико-механічними властивостями.