

УДК 621.316.53.044.67.1.

ISSN 1729-4428

О.С. Завойко

Система використання високовольтних частотно-імпульсних полів для отримання зносостійких покриттів

*Чернівецьке відділення Національний Технічний Університет "Харківський Політехнічний Інститут",
м. Чернівці, Головна, 204.*

В даній статті розроблено і використано неову модель фізико-технічної обробки матеріалів технологічної оснастки методом високочастотного плазмового осадження карбідо- і нітридовмісткими з'єднаннями важко плавких металів IV - VI групи. Дослідження були направлені на розробку технології нанесення покриттів для інструментальної оснастки із допустимо робочими температурами 300-600°K. Описано технологію та методику досліджень на типових установках в межах механічних, рентгенографічних і фазових аналізів із приведеними рекомендаціями і висновками.

Стаття постуила до редакції 02.02.2014; прийнята до друку 15.06.2014.

Вступ

Підвищення продуктивності, якості і терміну використання інструменту, деталей машин і технологічної оснастки, а також пов'язана з цими факторами економія дефіцитних матеріалів, стає важливішою задачею для багатьох галузей промисловості. Одним з найважливіших шляхів підвищення економії і найдосконаліших системних рішень в цьому напрямі є розробка і впровадження у виробництво досягнень нових ефективних методів нанесення зносостійких покриттів.

Відомі основні причини стримуючі знос штамів, інструменту - це зменшення тертя в контакт з деталлю, зменшення нахилу до окислення, підвищення твердості поверхні інструменту і зменшення теплових навантажень на них [1]. Із врахуванням фізико-технічних характеристик матеріалів, що покриваються, найбільш

перспективними покриттями є карбідо- і нітридовмісткі з'єднання важкоплавких металів (TiN, TiC, WC, Mo₂C), окислів (Al₂O₃), а також їх сумішей (TiN+TiC, TiN+Al₂O₃, WC+Mo₂C і т.д.). Основні характеристики цих матеріалів наводяться в таблиці 1, 2.

Оптимальна товщина покриттів, отриманих методом високочастотної іонізації карбонілів тугоплавких металів в електростатичному полі в вакуумі, складає 5÷20 мкм для інструментів із твердих сплавів, які працюють у важких умовах різання. Зменшення товщини покриття (< 2 мкм) в цих умовах призводить до швидкого стирання покриття, а шари - 8 мкм легко відслоюються і розтріскуються. При зменшенні зусиль в контакт доцільно зменшувати і товщину покриття. Зазначимо, що Al₂O₃, MoO і деякі інші окисли володіють відмінними антифрикційними властивостями, особливо при високих температурах

Таблиця 1

Властивості деяких важкоплавких з'єднань

Матеріал	Температура плавлення, К	Мікротвердість, мН/м ²	Коефіцієнт	
			термічного розширення, 10 ⁻⁷ 1/К	теплопровідності, Вт/(м·К)
Mo ₂ C	2960	147	4,9	0,47
WC	3140	175	—	—
TiN	3220	215	6,2	1,3
TiC	3410	295	5,15	2,45
TiO ₂	2100	45	6,0	0,22
ZrO ₂	2770	66	6,50	0,01
Al ₂ O ₃	2320	107	5,2	0,018

Таблиця 2

Склад конструкційних високолегованих швидкоріжучих сталей

№ CO	Склад елементів, мас. %											
	Mn	Si	Ni	Cr	C	S	P	Mo	V	Cu	Co	W
Середньолеговані												
405	1,28	1,38	0,12	0,21	0,058	0,06	0,017	0,017	0,32	0,015	-	-
406	0,53	0,38	1,69	2,12	0,19	0,049	0,014	1,03	0,02	0,32	-	-
407	0,13	0,69	0,61	3,0	0,5	0,012	0,033	0,82	0,23	0,43	-	-
408	0,64	0,24	4,58	0,09	0,28	0,03	0,043	0,14	0,063	0,13	-	-
409	0,48	1,07	3,14	1,22	0,11	0,015	0,025	0,77	0,028	0,23	-	-
410	0,43	1,00	2,04	1,72	0,39	0,053	0,066	0,41	0,46	0,47	-	-
Хромисті												
69	0,41	0,36	0,37	12,4	0,29	0,022	0,022	-	-	-	-	-
70	0,38	0,35	0,4	16,35	0,18	0,024	0,024	-	-	-	-	-
71	0,43	0,31	0,56	24,0	од	0,024	0,016	-	-	-	-	-
Швидкоріжучі												
481	0,29	0,14	-	3,56	0,69	0,027	0,021	0,22	0,52	-	0,21	14,2
482	0,28	0,13	-	4,09	0,7	0,025	0,021	0,27	0,98	-	0,24	18,1
483	0,29	0,11	-	3,21	0,67	0,025	0,019	0,17	0,54	-	1,94	10,8
484	0,21	0,2	-	5,17	0,85	0,024	0,03	1,07	0,94	-	104	22,4
485	0,12	0,14	-	4,53	0,74	0,049	0,021	0,23	1,91	-	1,91	6,48

[2]. Покриття із таких матеріалів утворюють на поверхні тверді зміцнюючі плівки.

Високі вимоги, що ставляться до якості зносостійкого покриття (твердість, висока адгезія до підкладки, щільність, рівномірність по товщині - пористість 1 %, однорідність структури), визначають і методи їх отримання. Для створення оптимального варіанту зносостійкого і стійкого покриття необхідно забезпечити потрібні експлуатаційні властивості при мінімальних розмірних відхиленнях, простоту і надійність їх як з точки зору результатів, так і з точки зору роботи обладнання: економічність, номенклатуру і об'єм оброблюваного інструменту, термін використання.

I. Матеріали і методи досліджень

Найбільш перспективним на сучасному етапі є метод іонно-плазмового нанесення покриттів у вакуумі з високочастотним імпульсним полем, що забезпечує найбільшу стійкість інструменту за рахунок високої якості отримуваних шарів,[7].

Однак, перевага даних методів пов'язана з високими енергіями осаджених частинок, які виправдовуються в першу чергу при обробці високотемпературних матеріалів. Для обробки інструментів з низькими температурами відпуску (<500 K) їх використання обмежено, так як в процесі нанесення покриття внаслідок дії високоенергетичних потоків заряджених частинок виникають неприпустимо високі температури,[5].

Стримуючими факторами широкого використання в промисловості установок типу "Булат-Г", "Пуск", "ННВ-6,6", "Эпн-12", "НЭТИ", "ВУ-1Б" та інших, заснованих на методах іонно-плазмового осадження покриттів, є складність в обслуговуванні обладнання, недостатня

сприйнятливості отри-муваних результатів,[7].

У зв'язку з викладеним було вирішено доробити конструктив установки, методику і технологію нанесення зносостійких покриттів на інструментальну оснастку з допустимими робочими температурами 300 ÷ 600 K, що забезпечує стабільність отримання результатів і простоту управління процесом. За основу був прийнятий процес нанесення покриттів в газодинамічній високочастотній плазмі розряду низького тиску. Опис установки та порядок роботи викладено в праці [7, 3].

Перед напиленням шару, після знегаження об'єму інструмент піддавався плазмовій обробці протягом 5 ÷ 10 хв, внаслідок чого з поверхні видалялись органічні і неорганічні забруднення, мілкі частинки, сортовані домішки. Після очистки наносилось зносостійке покриття Al₂O₃ в такому режимі: потужність розряду 2,5 кВт, витрати аргону 8-10 м³/с, швидкість нанесення 4·10⁻³ мкм/с, температура інструменту 470 K, товщина покриття 15 мкм, швидкість руху платформи 1,6 об/с, повний час процесу 40 хв.

Отримані плівки, не зважаючи на низький клас чистоти поверхні, відсутність тривалої підготовки поверхні і низьку температуру конденсації, мали гладку блискучу поверхню інструменту, а по структурі не відрізнялись від плівок, що наносились на поліровану поверхню металу.

Мікротвердість контролювалась на приладі ПМТ-3 з навантаженням 100 ÷ 150 гс. Встановлено, що мікротвердість системи покриття-інструментальний матеріал для сталей Р6М5, Р18, 9ХС, ХВГ збільшується на 25 %, а для високотемпературних сплавів типу ВК - зміна твердості не значна. Подібний результат закономірний, якщо врахувати низькі температури конденсації, застосування високочастотного

Таблиця 3

Зведені дані дослідження стійкості інструменту

Інструмент	Матеріал	Діаметр	Максимально допустима Т, К	Середнє значення зростання стійкості
Свердла	P6M5	16	830	3,0
		12	830	3,0
		8	830	2,5
Різці токарні	P18	прохідні	830	3,5
		підрізний	830	3,0
		відрізний	830	4,0
Мітчики	P6M5 12	16	830	3,5
		12	830	3,0
		10	830	2,5
Протяжки	9XC	8	450	3,0
	XBG	-	430	3,5
	9XC	-	450	3,0
Зенкери	P6M5 8	8	830	3,5
		12	830	2,5

генератора потужністю 300 Вт, і частотою 45 МГц,[7].

Зазначимо, що подача від'ємного зміщення на інструмент (до -200 В і більше) приводить до ущільнення плівки і підвищення твердості покриття, але це викликає значний перегрів інструменту, що не можливо для низькотемпературних матеріалів, середньолегованих та хромистих,[4].

В таблиці 3 наведені результати досліджень різних інструментів, а зростання стійкості оцінювалось середньостатично для трьох партій кожного з інструментів (25 - 30 штук).

В даній роботі досліджувалось осадження з плазмового потоку методом генерування вакуумною електричною дугою. Прикладений прискорюючий високочастотний потенціал дозволяє створити умови, що забезпечують високу адгезійну міцність покриття і суттєво впливає на умови проходження плазмохімічних реакцій на поверхні деталі. Так зростання прискорюючого потенціалу при випаровуванні однокомпонентного катоду в середовищі реакційного газу викликає зростання у покритті фази матеріалу катоду реакційного газу, і як правило супроводжує ріст мікротвердості конденсату [4]. У випадку випаровування сплавів, можливе протікання реакцій як між компонентами сплавів, так і між ними й реакційним газом, що визначає газовий склад і фізико-механічні властивості покриттів.

II. Аналіз результатів досліджень, рекомендації

Приведені наслідки досліджень залежностей фазового складу і мікротвердості покриттів типу Ti-Si-N від прискорюючого потенціалу U_n , відхилення деталі від осі випаровувача (кут α) і температури поверхні деталі оцінюють ступінь впливу деталі від випаровувача (до $\alpha = 18^\circ$) і прискорюючого високочастотного потенціалу на мікротвердість покриття.

Сплав Ti-Si, що вміщав 70 ваг.% Si випарювався

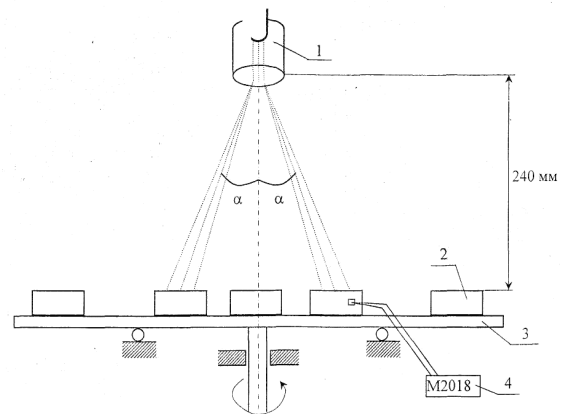


Рис. 1. Схема розташування зразка в камері. 1 - катод, 2 - зразки, 3 - стіл обертальний, 4 - вольтметр.

в середовищі азоту ($P = 8 \cdot 10^{-2}$ Па). Твердосплавні зразки 2 розташовувалися в площині перпендикулярній вісі випаровувача і знаходилися на віддалі $l = 240$ мм від випарованої поверхні катоду 1, (рис. 1). Температура підкладки вимірювалася за допомогою вольтамперметра M2018 показники якого порівнювали з вольтметром ПП-63. Мікротвердість H, отриманих покриттів, вимірювали за допомогою твердоміру ПМТ—3 при навантаженні 200 гс.

Якісний рентгенофазовий аналіз проводився з використанням установки ДРОН-3.0 в SiKa-випромінюванні з графітовим монохроматором. Даний аналіз отриманих покриттів показав, що зростання прискорюючого потенціалу і частоти веде до зміцнення фазового складу покриття в сторону утворення нітридів і нижчих силіцидів титану (таблиця 4). Це повинно супроводжуватись змінами механічних властивостей покриттів, що підтверджується результатами наведеними на рис.2. Як показав рентгенофазовий аналіз покриттів, отриманих при від'ємному прискорюючому потенціалі -350 і -450 В, відхилення деталі від осі

Таблиця 4

Фазовий склад покриття в залежності прискорюючого потенціалу ($\alpha=0^\circ$). Відповідно присутні і відсутні фази "+" і "-".

$U_n, \text{В}$	Si	Ti_5Si_3	Ti_5Si_4	TiSi_2	Ti	Ti_2N	TiN	Si_2N_4
-30	+	+	-	+	+	+	-	-
-90	+	+	+	+	+	+	-	-
-150	+	+	-	+	-	+	-	-
-250		+	-	+	-	-	-	-
-350	+	+	+	-	+	+	-	+
-450	+	+	-	-	-	-	+	-

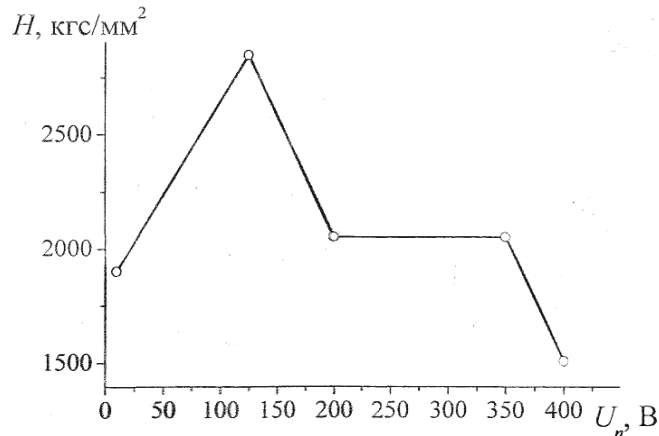


Рис. 2. Залежність мікротвердості покриття від прискорюючого потенціалу (зразок розташований в центрі камери), МПа

випаровувача на 18° , суттєво не змінює їх фазовий склад, [7].

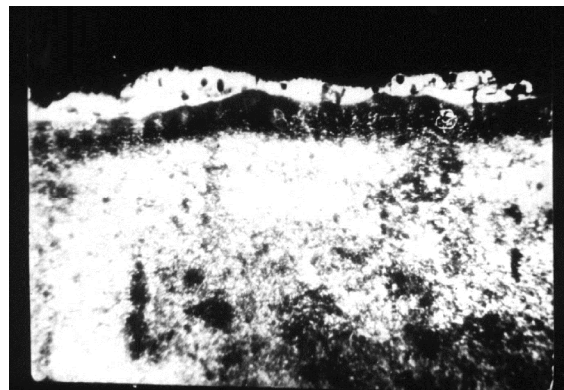
У всіх досліджуваних зразках присутні покриття β -фаза Si_3N_4 , Ti_2N і нижчі силіциди титану. Крім цих з'єднань у покриттях присутні і вільний кремній. Вільний титан в покриттях, навіть при $U_n = -450 \text{ В}$, не знайдено. Одночасно не встановлена будь-яка закономірність у поведінці мікротвердості отриманих покриттів у залежності від віддалі деталі до випаровувача.

Для пояснення характеру залежності фазового складу і мікротвердості покриттів від температури підкладки були проведені напильники на основу сталених заготовок різної висоти. Площа перерізу заготовок (конденсації) була однаковою. Це дозволяло, змінюючи висоту заготовок, отримувати задані температури поверхні іонно-плазмового потоку в інтервалі температур $270 - 450^\circ\text{C}$, [7].

Якісний рентгенофазовий аналіз складу отриманих покриттів (таблиця 5, рис. 3) показав наявність силіцидів титану та вільних кремнію і титану в усьому інтервалі температур конденсації. Як видно з таблиці 5, не має суттєвих відмінностей у фазовому складі покриттів цих зразків. Суттєво також не змінилось значення мікротвердості покриття ($H \sim 1700 \text{ МПа}$).

У чітко вираженому білому шарі карбиди розподіляються в залізі нерівномірно, наявність їх у шарі пояснюється присутністю вуглецю у розплавленій ванні, а також дифузиею його із перехідної зони-зони термічного впливу. Перша зона складається із дисперсних частинок карбиду титану

твердістю $3200 - 3600 \text{ МПа}$ і прожилок світлої фази, мікротвердість якої неможливо виміряти, а також частинки відщепленої форми. У другій зоні спостерігаються частки евтектичного типу твердістю $700 - 800 \text{ МПа}$. Структура третьої зони уявляє собою скупчення часток, які є в першій і другій зонах, розміром набагато більших $50 - 70 \text{ мкм}$, твердістю $3000 - 4000 \text{ МПа}$, які розташовані в евтектичній



x

x 800

Рис. 3. Мікроструктура зразків із сталі ($\text{№CO} - 406$, хромо-молібдено-ванадієво-нікелево-марганцева, середньо-легована швидкорізальна сталь із таблиці 2) легована і зміцнена методом газового осадження із матеріалу ($\text{TiN} + \text{TiC}$) при температурі 450°K на установці "ННВ-6,6" в режимі розряду $2,5 \text{ кВт}$, в аргонному середовищі, товщина покриття 25 мкм .

Таблиця 5

Фазовий склад покриття і температурних режимів підкладки для зразків довільної висоти

Висота зразків, см	Температура по верхні конденсації °С	Фазовий склад						
		Ti	Ti ₂ N	TiSi ₂	TiSi	α-β-Si ₃ N ₄	Ti ₅ Si ₄	Si
10	450	+	+	+	сліди	сліди	—	+
25	380	+	сліди	+	сліди	сліди	+	+
30	350	+	+	+	сліди	сліди	+	+
60	300	+	сліди	+	сліди	сліди	-1-	+
10	280	+	-	+	сліди	сліди	+	+

Таблиця 6

Первинна обробка результатів досліджень

X1	X2					Середнє по рядкам
	-18°	-9°	0°	+9°	+18°	
-30	695	1345	960	620	800	822,8
-80	785	448	440	778	1322	754,6
-150	437	1390	1632	1500	1093	1210,5
-250	1120	686	1093	930	1056	977,0
-350	1142	1415	1142	1300	1027	1205,0
-450	901	768	78	561	600	581,5
Середнє по стовпикам	847	1008	889	947	983	μ = 935

матриці твердістю 750 - 850 МПа.

З фотографії мікроструктури видно, що у верхній частині зони термічного впливу зерна фериту при високій температурі встигають розчинитися в аустеніті і при прискореному охолодженні ця структура виявляється. Безпосередньо за білим шаром спостерігається сіра зона подібно до дрібнозернистого перліту, яка досягає твердості 460 ÷ 550 МПа. Це суміші α-Fe, γ-Fe, які вказують на наявність у структурі зони залишкового аустеніту.

На рис. 3 вимальовується чітка границя між "білим" шаром і перехідним. Перехідний шар має значно менший розмір зерна, порівнянно з основним, що і є наслідком термодинамічної дії електричного розряду на поверхню зміцненої деталі.

Аналіз проведених досліджень дозволяє зробити висновок, що на відміну від величини прискорюючого потенціалу і віддалі деталі від осі випарника, зміна температури поверхні конденсації від 280 до 450 °С практично не впливає на фазовий склад і мікротвердість конденсату. Водночас, як слідує із отриманих результатів, прискорюючий високочастотний потенціал і величина відхилення деталі від осі випарника по-різному впливають на мікротвердість.

Для виявлення ступеня впливу двох цих факторів на мікротвердість покриттів був проведений дисперсійний аналіз та порівняння результатів вимірювань (таблиця 6). Тут X₁ - значення прискорюючого потенціалу, X₂ - відхилення деталі від осі випаровувала, [7].

В комірках (таблиці 6) приведені значення $H_{1000} = y_{ij}$; число рівнів фактора: X₁ n = 6; X₂ - n = 5. Розраховуючи середні значення по рядкам \bar{y}_i і стовпцям \bar{y}_j , а також середнє по всій таблиці μ, згідно [5], знайдемо дисперсії зміни відгуку під

впливом факторів X₁ і X₂. $S^2(X_1) = 310777,4$; $S^2(X_2) = 26474,9$ і дисперсію впроваджуваності відгуку для двохфазового дисперсійного аналізу з одним експериментом в комірці [6]: $S^2_B = 106297,1$. Критерій Фішера для кожного фактора ($F_{\alpha}(\chi_i)$) для ступенів вільності: $f_{\alpha} = 20$, $f(\chi_1) = 5$ $f(\chi_2) = 4$ і його критичне значення ($F(\chi_i)$) для дозволеної ймовірності $P = 0,95$ з [5]: $F_{\alpha}(\chi_1) = 2,92 > F_{\alpha}(\chi_1) = 2,72$; $F_{\alpha}(\chi_2) = 0,25 < F_{\alpha}(\chi_2) = 2,9$.

Отже, порівнюючи результати вимірювань, можна вважати, що вплив відхилення деталі від осі випарника на мікротвердість покриття Ti-Si-N у порівнянні з впливом прискорюючого потенціалу можна вважати незначним.

Однією із переваг методів кристалізації із газової фази при здійсненні високочастотних полів є відносно невисока температура процесу при якій можна здійснювати також і розпад карбонілів металів, що дозволяє проводити їх при температурі $T = 200 \div 700$ °С, водневе відновлення фторидів при $T = 400 \div 1000$ °С, хлоридів при $T = 500 \div 1500$ °С, при цьому застосовуються високочастотні генератори потужністю 300 Вт із частотою здійснення операцій у 45 МГц.

Очевидно з аналізу, що покриття типу Ti-Si-N, отримані розпиленням і осадженням з парової фази сплаву Ti-Si у середовищі газу носія азоту, є багатофазними при порівняно низьких значеннях прискорюючого потенціалу ($U_n < -250$ В); покриття в більшості складаються із силіцидів титану (утворення TiN і β- фази Si 3N 4) воно ж спостерігається зі зростанням потенціалу: $U_n \leq -350$ В.

Висновки

Підвищення стійкості для різних інструментів, технологічної оснастки із низькотемпературних сталей пояснюється тим, що наявність твердого змащування понижує тертя між ріжучою кромкою інструменту і оброблювальною деталлю, а також збільшує цим самим твердість системи покриття-інструмент, покращує стискоутворення і різання металу.

Зміна в фазовому складі покриттів супроводжується немонотонними змінами їх мікротвердості, максимум якої досягається при $U_n = 150$ В, а температура підкладки в межах $280 \div 450$ °С не впливає на фазовий склад і мікротвердість конденсату.

Аналіз ролі покриттів в процесі різання, буріння, обробки металів показує, що підвищення стійкості

ріжучого інструменту забезпечується комплексом властивостей покриттів, серед яких велике значення має зносостійкість і величина коефіцієнту тертя при ковзанні по оброблюваному металу.

Характеристики процесу тертя при ковзанні важливі для оцінки застосування покриттів деталей машин і механізмів. Залишається на майбутнє дослідити властивості і зносостійкість вакуумно-плазмових покриттів на основі карбіду титану TiC і нітриду титану TiN та деякі властивості впливу щільності теплових потоків і композиції сплавів на конденсацію парів карбонилів важкоплавких металів в умовах тліючого розряду та надвисоких частот конденсації потоку металічної плазми.

Завойко О.С. - асистент кафедри ТОМ, здобувач наукового ступеня кандидата технічних наук

- [1] L.I. Dzhelamanova, Progressivnye metody nanesenija iznosostojkih pokrytij na rezhushhij instrument (Obzor NIIMash, Moskva, 1979).
- [2] A.A. Appen, Temperaturoustojchivye neorganicheskie pokrytija (Himija, Leningrad, 1976).
- [3] B.N. Gul'ko, A.B. Berkij, VChN plazmotron dlja nanesenija tonkih plenok v vakuume (MTCNTI, Novosibirsk, 1979).
- [4] I.I. Aksenov, V.T. Bren#, V.T. Podalka, V.M. Horoshih, ZhTF 48(6), 1165 (1978).
- [5] P.N. Jashhericin, E.N. Maharskij, Planirovanie jeksperimenta v mashinostroenii (Minsk: 1985).
- [6] G. Sheffe, Dispersionnyj analiz (Moskva, 1963).
- [7] O.S. Zavoiko, Teoretichne materialoznavstvo v teorijah mizhatomnih peretvoren' pokryttiv, metaliv, splaviv. Т. 4 ("Ruta", Chernivci, 2012).

A.S. Zavoiko

Sistem Criate Hight Vojltag Frequency-Impuls Electric Fields for the Obtaining Stress-Strain Surface

In this article development and criate new model phizical-technical obtaining material technological equipment the method high-friquency plazmy plating-flame carboids and nitralloy cohesion high-temepature metal IV - VI grope. Experimental description was lengthen for the creation technology layer surface instrumental steel in width temperature 300 – 600 K . Design technology and method experiments on equipment in term mechanical,rentgenografics and faise analisis for the adoption,recognition and resume