

ВПЛИВ УМОВ ФОРМУВАННЯ ПОКРИТТІВ, ОДЕРЖАНИХ ІЗ ВАКУУМНИХ ЙОННО-ПЛАЗМОВИХ КОНДЕНСАТІВ, НА ЇХНЮ ЗНОСОСТІЙКІСТЬ

© Гасій О.Б., 2008

Проаналізовано вплив сили струму дуги, кута падіння плазмового потоку, вмісту краплинної фази, застосування сепарації плазмового потоку на товщину і шорсткість йонно-плазмових покриттів, нанесених методом КІВ. Наведено результати дослідження зносостійкості одно- і двошарових покриттів на основі нітриду титану.

The influence of the arc current strength, the plasma flow angle of incidence, the content of drop phase, the application of plasma flow separation on ion-plasma coatings thickness and roughness, sputtered by the CIB method, was analyzed in the article. The results of the analysis of wear resistance of one- and two-layers coatings based on TiN were given.

Вступ. Вакуумні технології одержання покриттів на інструментах і вузлах машин є ефективним способом підвищення ресурсу їхньої роботи, залишаючись при цьому одними з найбільш екологічно чистих методів поверхневого зміцнення. Метод конденсації речовини з плазмової фази в умовах йонного бомбардування (КІВ), що є результатом удосконалення попередніх способів осадження покриттів із парів і плазми металів (термічного і катодного розпилення, реактивного електронно-променевого плазмового напилення (РЕП), активованого реактивного напилення (ARE), реактивного іонізаційного напилення (Sputtering), магнетронного напилення), вигідно відрізняється порівняно низькими енергозатратами, високим (до 90%) рівнем іонізації, можливістю одержання багатокомпонентних покриттів [1, 2].

Мета роботи. Метою роботи було дослідження впливу основних режимних параметрів нанесення вакуумних йонно-плазмових покриттів на їхні геометричні характеристики; розглянута можливість регулювання вмісту краплинної фази в плазмовому потоці, проаналізовано її вплив на триботехнічні характеристики інструментальної сталі Р6М5 з одношаровими йонно-плазмовими покриттями на основі систем Ti-N і Ti-Ni-N і двошаровими покриттями на основі систем (Ti-N + Ti) і (Ti-N + Ti-Ni-N).

Виклад основного матеріалу. Нанесення покриттів здійснювали на установці “Булат – 3 Т”. Вакуумна система, яка складається з форвакуумного і дифузійного насосів, а також із системи вентилів, забезпечує відкачку камери в робочому стані до вакууму $(4...6) \times 10^{-3}$ Па. Джерелами живлення є зварювальні випрямлячі ВД-305, які під'єднані до випаровувачів через баластні реостати РБ-301У2, якими обмежується величина струму дуги. Випрямляч являє собою високовольтне джерело живлення (підвищувальний трансформатор і тиратронний випрямляючий міст) з напругою 2,2 і 1,1 кВ і максимальним струмом 10 А. Вимірювання температури під час напилення проводиться оптичним пірометром “Смотрич-1” з діапазоном вимірювання 300...700 °С. Для запускання до камери робочих або реакційних газів установка обладнана автоматичним натікачем, який працює в парі з вакуумметром ВІТ-3. Катоди, які є джерелом атомів напилюваного матеріалу, виготовляли суцільними з чистих металів: титану марки ВТ1-0, нікелю НІ-2, а також комбінованими з різних сплавів. Одержаний диск напаявали на корпус катода зі сталі 12Х18Н10Т або міді відповідно міддю або срібним припоєм ПСр72 (рис. 1, а). Після напаявання катод зточували до діаметра 50 мм (рис. 1, б). Для напилення покриттів із нітридів застосовували газоподібний азот

(ГОСТ 9293-74). Перед напуском у вакуумну камеру ці гази додатково просушували пропусканням через холодильник-змійовик з мідної трубки, занурений в посудину Дюара з рідким азотом. Для забезпечення стабільного горіння дуги під час випаровування чистих металів у вакуумну камеру напускали інертний газ – аргон до тиску 0,4–0,04 Па.

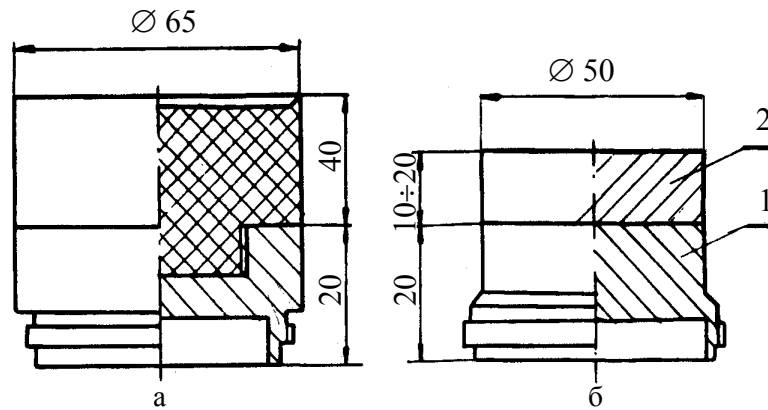


Рис. 1. Схема виготовлення комбінованих катодів:
1 – випарований матеріал; 2 – корпус катода

Дослідження зносостійкості зразків з покриттями під час тестування в лабораторних умовах виконували за схемою “клин-диск” (рис. 2). За таких умов забезпечувались порівняно високі локальні тиски в контакті, наближені до умов тертя під час роботи металорізального інструмента. Дослідження за схемою “клин-диск” виконували на машині тертя М-22П конструкції ІПМ НАН України, де величину лінійного зносу вимірювали безпосередньо під час експерименту без зняття зразків, що дало змогу виділити величину зносу під час припрацювання і за сталого процесу тертя. Момент тертя і сумарну величину лінійного зносу зразка і контртіла вимірювали за допомогою індуктивних давачів і відповідної апаратури, яка записувала їхні електричні сигнали.

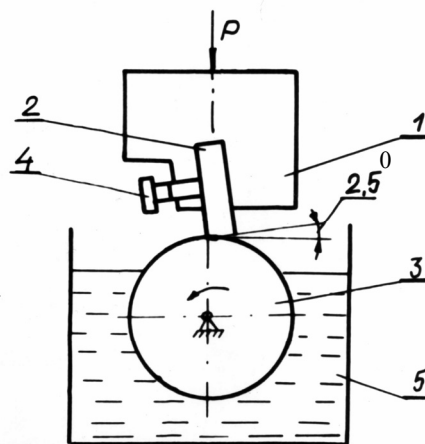


Рис. 2. Схема пари тертя “клин-диск”:
1 – змінна державка; 2 – зразок; 3 – контртіло; 4 – гвинт; 5 – камера

Випробування зносостійкості виконували на зразках (рис. 3) зі сталі Р6М5, термообробленої до твердості 62...64 НRC. Шліфування поверхонь здійснювали згідно з рекомендаціями [3] ельборовими кругами за режимом: $V_{кр} = 35$ м/с; $S_{под} = 12...16$ м/хв; $t = 0,01$ мм/подв. хід.

Матеріалом для контргіла діаметром 40 мм і шириною 10 мм використовували сталь 45 після нормалізації. Покрыття наносили на поверхні А і Б зразка. Під час досліджень зі змащувально-охолоджуючими рідинами (ЗОР) камеру 5 (рис. 2) заповнювали необхідним середовищем. Зразки кріпили змінною державкою на шпindelьному блоці установки так, щоб робоча площина була нахилена до дотичної площини під кутом $2,5^\circ$. Випробовували за швидкостей ковзання $V = 1 \dots 3$ м/с і навантаженнях $P = 0,23 \dots 0,63$ кН. Довжина контакту становила 10 мм. Зносостійкість покриттів і силу тертя оцінювали під час тертя на повітрі і в середовищі ЗОР. В якості ЗОР застосовували 3%-ну водну емульсію “Укринол-1”, враховуючи існуючу у світовій практиці тенденцію розширення обсягів використання ЗОР на водній основі. Згідно з [4] “Укринол-1” є універсальною емульсією і його можна застосовувати під час всіх основних видів лезової обробки: точіння, свердління, фрезерування, рiзенарізування.

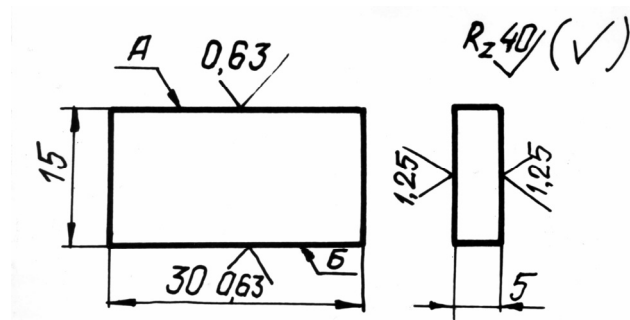


Рис. 3. Зразок для дослідження зносостійкості покриттів за схемою “клин–диск”

Дослідження впливу сили струму дуги на товщину і шорсткість покриттів виконували з використанням катодів з Ni, TiN, Ti (без газу та у середовищі Ar). Встановлено, що зі збільшенням сили струму майже пропорційно зростає товщина покриттів як з чистих металів, так і з нітридів (рис. 4).

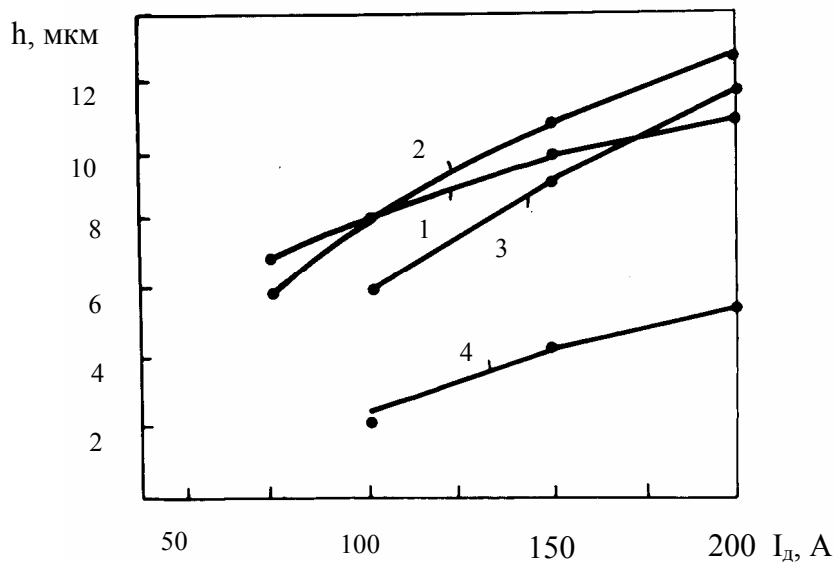


Рис. 4. Залежність товщини покриттів h від сили струму дуги I_d випаровувача ($U_n=150$ В, відстань між випаровувачем і підкладкою 250 мм, тиск газів $P_{N_2} = 0,4$ Па; $P_{Ar} = 0,06$ Па; $\tau = 1$ ч):
 1 – покриття з Ti; 2 – покриття з TiN; 3 – покриття з Ni (у середовищі Ar);
 4 – покриття з Ni на зразку, що обертається

З наведених результатів можна зробити такі висновки [5]:

- зі зростанням сили струму дуги спостерігається стабільне збільшення товщини покриття;
- найбільший приріст товщини спостерігається у покриттів, одержаних із TiN та Ni (в середовищі Ar) – на 6,3 мкм та 6,8 мкм відповідно або у 2,1 і 2,7 раза;
- різниця між товщинами покриттів, отриманих із титану, нітриду титану і нікелю (в середовищі аргону) для різних значень струму дуги, є порівняно невелика і знаходиться в діапазоні від 15 % при $I_d = 200$ А до 29 % при $I_d = 75$ А.
- нікелеве покриття, отримане у вакуумі, поступається за товщиною аналогічному покриттю, отриманому в середовищі аргону, у 2,1–2,6 раза, але є рівномірнішим і суцільнішим завдяки постійному обертанню зразка під час напилення.

У зв'язку з тим, що під час йонно-плазмового напилення осадження іонів відбувається не тільки на поверхні, що розташовані фронтально до випаровувачів, досліджено закономірність зміни товщини покриття залежно від кута падіння плазмового потоку.

Дослідження виконували на плоских зразках товщиною 1 мм і діаметром 20 мм з шорсткістю $R_a = 0,63$ мкм, підвішених на столі підкладкотримача під кутом 90^0 , 180^0 (0^0) і 270^0 до напрямку плазмового потоку. Час напилювання покриттів з Ti і Ni становив 90 хв за сили струму дуги 100 А (табл. 1). Як зрозуміло з таблиці, зі зростанням кута падіння плазмового потоку товщина покриттів істотно (у 3,5–4 рази) зменшується. Причому, незважаючи на те, що товщина покриттів, одержаних з Ni, стабільно менша від титанових при всіх досліджуваних значеннях кута, її відносне зменшення відбувається приблизно в 1,1 раза повільніше, що пояснюється більшим вмістом парової фази в плазмовому потоці під час випаровування Ni.

Таблиця 1

Товщина йонно-плазмових покриттів за різних значень кута падіння плазмового потоку

Товщина покриття, мкм	Матеріал катода	Кут падіння плазмового потоку, град
10,9	Ti	90
8,8	Ni	90
4,5	Ti	180
3,9	Ni	180
2,7	Ti	270
2,5	Ni	270

Відомо, що осадження покриттів з чистих металів, а також за підвищених струмів дуги характеризується збільшенням вмісту крапельної фази [6]. Для відокремлення мікрокраплин застосовували крапельну сепарацію напилюванням з-за екрана [7]. Для цього між катодом випаровувача і підкладкою (на відстані 100 мм від випаровувача) встановили екран, що цілком затуляє підкладку від випаровувача (рис. 5). При цьому більша частина плазмового потоку конденсується на екрані, а йонна складова огинає його та осаджується на підкладці. Застосовували два типи екранів: у вигляді суцільної пластини, вертикально закріпленої на штативі, та у вигляді жалюзі.

Підтверджено, що зі збільшенням сили струму дуги різко зростає вміст крапельної фази, потрапляння якої на підкладку збільшує шорсткість поверхні за рахунок утворення на ній великої кількості мікрочлуків у вигляді краплин розмірами від десятих часток до 10–20 мкм (рис. 6). Наявність таких включень особливо не бажана у разі одержання зносостійких покриттів. Застосування способу сепарації дозволяє майже повністю виключити можливість потрапляння мікрокраплин на поверхню, внаслідок чого шорсткість зразка з покриттям дорівнює шорсткості зразка без покриття і в три рази менша, ніж під час напилення зразка без застосування сепарації плазмового потоку.

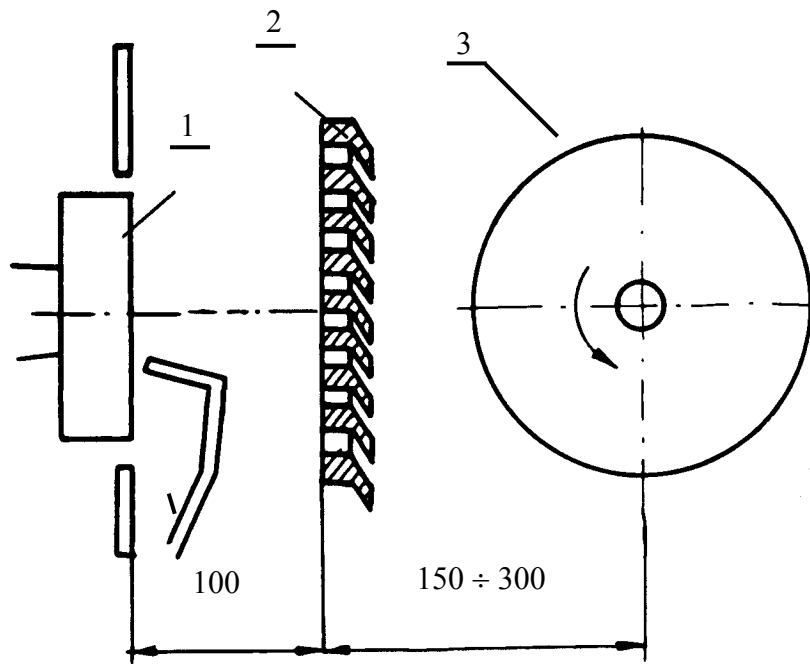


Рис. 5. Схема наплення із сепарацією крапельної фази потоку:
 1 – катод випаровувача, 2 – екран,
 3 – підкладка

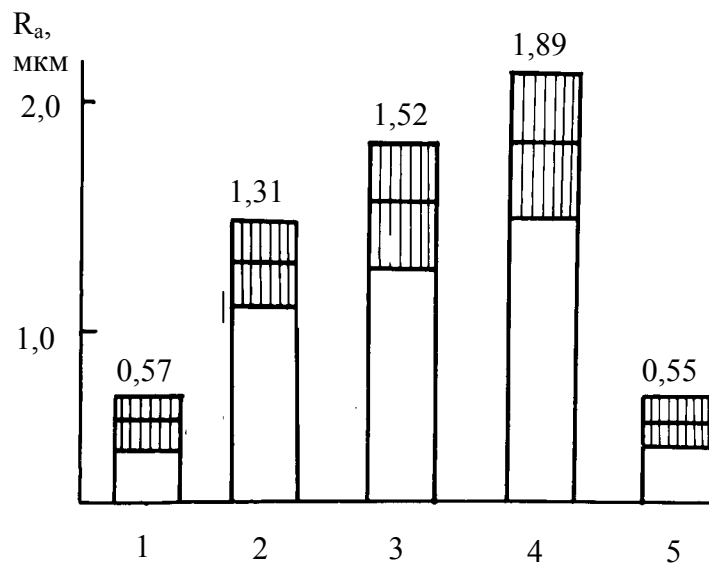


Рис. 6. Шорсткість поверхні R_a вихідного зразка і зразків з покриттям з Ni ($U_n=150$ В, $L=250$ мм, $\tau=1$ ч, $P_{Ar}=0,06$ Па):
 1 – вихідний зразок; 2 – $I_0=100$ А; 3 – $I_0=150$ А;
 4 – $I_0=200$ А; 5 – $I_0=150$ А (із сепарацією)

Покриття, отримані з використанням цього методу, було досліджено на зносостійкість. Експерименти виконували як з одно-, так і з двошаровими покриттями, режими нанесення яких наведено в табл. 2.

Компоненти покриттів і режими їхнього нанесення

№ покриття	Компоненти покриття	Матеріал випаровувача і струм дуги, А		Робочий газ	Тиск газу, Па	Опорна напруга, В	Температура підкладки, °С	Товщина покриття мкм
		I випаровувач	II випаровувач					
1	Ti	Ti /100	–	–	–	150	350	5...6
2	Ti-N	Ti /100	–	N ₂	0,4...0,5	150	350	5...6
10	Ti-Ni-N	Ti /100	Ni/70 ^{*)}	N ₂	0,4...0,5	200	400	4
14	Ti-Ni-N	Ti /100	Ni/100 ^{*)}	N ₂	0,4...0,5	200	400	4...5

*) Напилення з нікелевого катода з щільним сепаратором з метою відокремлення мікрокрапельних фаз у разі осадження покриття

З погляду узгодження призначення кожного елемента багатокомпонентного покриття найбільш вдалим і класичним прикладом була композиція TiC – Ti(CN) – TiN на твердосплавному інструменті WC-Co (рис. 7), розроблена фірмою “Sandvik Koromant” (Швеція) ще в шістдесятих роках. Різні шари цього покриття мають відповідне функціональне призначення: I шар слугує для міцного зчеплення покриття з основою; II – для забезпечення еластичності, запобігання зростанню наскрізних тріщин і узгодження теплофізичних характеристик робочого (III) і адгезійного (I) шарів; III – для забезпечення високої механічної стійкості, зносостійкості та покращання інших експлуатаційних характеристик.

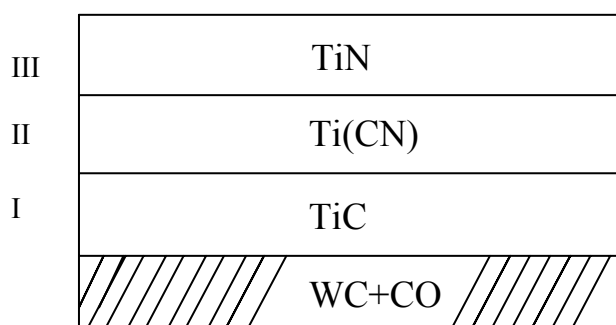


Рис. 7. Модель йонно-плазмового покриття

Значення основних величин, що характеризують покриття, які досліджували на зносостійкість, наведено в табл. 3 [8, 9].

Триботехнічні характеристики йонно-плазмових покриттів

№	Компоненти	Швидкість ковзання, м/с	Навантаження на зразок, кН	Середня інтенсивність зносу, мм/км	Сила тертя, Н	Температура ЗОР, °С	Товщина, мкм	Мікротвердість, ГПа
	Б/п	1,2	0,43	-	40	-	-	-
2	Ti-N	1,2	0,43	0,26	55	-	5...6	21
10	Ti-Ni-N	1,2	0,53	0,19	35	75	4	23
1+2	Ti+(Ti-N)	1,2	0,43	0,14	20	65	8...9	20
2+14	(Ti-N)+(Ti-Ni-N)	1,2	0,43	0,08	35	45	8...9	22

Аналізуючи наведені результати, можна відзначити таке. Незважаючи на те, що мікротвердість розглянутих покриттів практично однакова (максимальне і мінімальне значення відрізняються на 14 %), сила тертя відрізняється в 2,25 рази. У загальному можна зробити висновок про те, що вищу зносостійкість мають двошарові покриття, особливо ті, що нанесені з використанням сепарації плазмового потоку. Аналіз фотографій поверхонь тертя після дослідів показав також, що як на самих цих покриттях, так і на контртілі спостерігається менша кількість задирів і виривів, що свідчить про рівномірніший характер зносу [9]. Для виникнення схоплювання необхідним є наявність на поверхні контактуючих тіл активних центрів, що виникають внаслідок розриву зв'язків між поверхневими атомами внаслідок термічної чи механічної активації, а також у зв'язку з підвищеною шорсткістю. Вакуумні покриття на основі Ti, володіючи значною енергією зв'язку в кристалічних ґратках завдяки високій температурі плавлення і твердості, послабляють як механічний, так і термічний механізми активації, що зумовлює зменшення кількості активних центрів, і відповідно, імовірності схоплювання.

Висновки. За триботехнічними характеристиками оптимальнішим можна вважати двошарове покриття (Ti-Ni-N) + (Ti-N) (№ 14 + № 2). Основним матеріалом робочого шару цього покриття є Ti, що має задовільні фізико-механічні (високу твердість і великий модуль пружності) і зносостійкі властивості за високих температур, є хімічно інертним (зменшує коефіцієнт тертя і температуру в зоні різання). Підшар Ti+Ni слугує для міцного зчеплення покриття з основою, забезпечує еластичність і погоджує теплофізичні характеристики з робочим шаром.

1. Толлок В.Т. Вакуумно-плазмова технологія високих енергій // Вісн. АН УРСР. – 1980. – № 11. – С. 63–66. 2. Голубець В.М. Технологічні методи поверхневого зміцнення металічних конструкційних матеріалів. – Львів, 2000. – 177 с. 3. Сухенко Ю.Г. Исследование процесса резания тонколистовых оберточных материалов в заверточных автоматах: Автореф. дис. ...канд. техн. наук. – К., 1981. – 24 с. 4. Рутман П.А., Бровин И.Л., Сафина Р.А. Опыт внедрения смазочно-охлаждающих жидкостей взамен импортных на Камском автомобильном заводе // Обработка конструкционных материалов резанием с применением СОЖ. – М.: ДНТП, 1978. – С. 52–55. 5. Голубець В.М., Гасій О.Б. Вплив технологічних режимів на формування зносостійких йонно-плазмових покриттів // Праці І Міжнар. НТК “Динаміка, міцність і надійність машин” (DSR AM–1). – Тернопіль: ТДТУ, 2004. – С. 310–321. 6. Лунев В.М., Овчаренко В.Д., Хороших В.М. Исследование некоторых характеристик плазмы вакуумной металлической дуги // ЖТФ. – 1977. – Т. 47, № 7. – С. 1486–1490. 7. Голубець В.М., Гасій О.Б. Вплив технологічних параметрів на деякі характеристики йонно-плазмових покриттів // Проблеми трибології. – 2004. – № 1. – С. 67–71. 8. Голубець В.М., Гасій О.Б. Зносостійкість інструментальної сталі Р6М5 з одношаровими йонно-плазмовими покриттями в умовах моделювання процесу різання // Проблеми трибології. – 2005. – № 3. – С. 29–33. 9. Голубець В.М., Гасій О.Б. Лабораторні тестування двошарових йонно-плазмових покриттів для поверхневого зміцнення інструментальної сталі // Проблеми трибології. – 2005. – № 4. – С. 178–185.