

А. А. Хубатхузин, И. Ш. Абдуллин, В. И. Христолюбова,
Н. Р. Христолюбов

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ УГЛЕРОДИСТОЙ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ СТАЛИ У8

Ключевые слова: ВЧ плазма, пониженное давление, инструментальная сталь.

Рассмотрены методы упрочнения металлов. Проведен анализ и сопоставление рассмотренных методов. Получено покрытие на поверхности инструментальной стали магнетронным распылением, с помощью дугового разряда, реализованного на установке марки ННВ-6.6 и высокочастотной (ВЧ) плазмы пониженного давления. В результате формирования покрытия на поверхности получено улучшение физико-механических свойств металлов и повышение износостойкости.

Keywords: RF plasma, low pressure, tool steel.

Methods of hardening of metals are considered. The analysis and comparison of the considered methods is carried out. The covering on a surface of a tool steel by means of magnetron sputtering, NNV and RF plasma of lowered pressure is received. As a result of covering formation on a surface improvement of physical and mechanical properties of metals and hardness increase is received.

Тенденции развития промышленности в мире показывают, что увеличение ресурса металлических и материалосодержащих изделий позволяет получить экономико-экологические эффекты, что значительно снижает производственные затраты. Одним из эффективных способов увеличения срока службы изделий машиностроения является модификация свойств рабочих поверхностей, подвергающихся износу в процессе эксплуатации. Результаты исследований процессов износа и разрушения различных изделий при их эксплуатации показали, что надежность изделия и срок службы зависят, а нередко и полностью определяются состоянием поверхностного слоя [1, 2].

Одним из перспективных методов, позволяющих решить задачу повышения износостойкости поверхности, является новый, эффективный и экологически чистый способ нанесения покрытий, например, с помощью конденсации из газовой фазы, ионной бомбардировки или ионно-плазменный метод.

Нанесение покрытий проводилось за счет плазменной конденсации из паро-плазменной фазы, которая относится к методам физического осаждения.

Покрытие наносилось на установке марки ННВ-6.6, которая используется для нанесения ионно-плазменным методом защитных, износостойких и декоративных покрытий из различных материалов (Ti, Zr, Cr, Mn, Al, Mo, W, их оксиды, нитриды и карбиды, сплавы). Особенности установки позволяют получать высококачественные однослойные и многослойные покрытия при разных температурах конденсации.

Установка имеет три дуговых испарителя 3, предназначенных для создания и подачи в камеру (на изделие) потока металлической плазмы. Испарители имеют герметический водоохлаждаемый корпус, в глухом конце которого расположен изолированный от корпуса и водоохлаждаемый катод. У катода имеется система инициирования дуги и система ее стабилизации в виде катушки соленоида, намотанной поверх корпуса испарителя. Далее по потоку плазмы

расположена фокусирующая катушка. Анодом служит корпус дугового испарителя.

Система подачи и контроля расхода газа предназначена для поддержания в камере определенного давления при подаче одного или нескольких реагирующих газов. От расхода реагирующего газа зависит концентрация азота при протекании плазмохимической реакции синтеза нитрида. Натекатели имеют электронно-механическое устройство связанное с системой измерения вакуума. Газ подается порциями электромеханическим клапаном, длительность открытия которого регулируется автоматической системой, связанной с задатчиком давления через вакуумметр.

Система вращения изделий состоит из планетарного механизма вращения с гнездами или подвесками. Вращатель расположен в камере, электрически изолирован от камеры и имеет вакуумный ввод вращения. Планетарная система вращения способствует более равномерному покрытию изделий защитным покрытием.

Электрические источники питания дуги, опорного напряжения, напряжения очистки оформлены отдельными блоками, имеют специальные нагрузочные характеристики и общую мощность 20—50 кВт. Кроме того, установка имеет источники поджига дуги, питания стабилизирующих и фокусирующих катушек и другие источники. Источник питания дуги имеет постоянное напряжение холостого хода 80—100 В, рабочее напряжение 25—30 В при рабочем токе 50—200 А. Источник имеет крутопадающую нагрузочную характеристику.

Источник опорного напряжения имеет жесткую нагрузочную характеристику. Дает регулируемое напряжение постоянного тока от 0 до 300 В при токе до 10 А. Снабжен электронным устройством защиты от короткого замыкания, как защита от микродуговых разрядов на изделии. Источник питания ионной очистки дает постоянное регулируемое напряжение от 100 до 2000 В при токе

до 20 А, имеет жесткую нагрузочную характеристику, снабжен системой защиты от коротких замыканий и прерывания микродуговых разрядов.

Система измерения давления в камере состоит из термпарного преобразователя для низкого вакуума и ионизационного преобразователя для высокого вакуума. Термпарная часть вакуумметра измеряет вакуум до 1,33 Па и не боится напуска системы воздухом. Низкий вакуум обычно измеряется на входе вакуумной магистрали. Ионизационная часть вакуумметра измеряет вакуум от 1,33 до 0,000133 Па. Высокий вакуум измеряется в камере установки, измерительная система связана с натекателем газа.

Система охлаждения и прогрева камеры предназначена для отвода тепла при работе установки в режиме конденсации покрытия и прогрева камеры перед ее открыванием для исключения конденсации на стенках камеры влаги. Система состоит из трубопроводов, электроклапанов, реле протока и подогрева воды.

Система контроля температуры изделий включает смотровое окно со шторкой, разделяющее вакуум камеры и окружающую среду, а также пирометр излучения. Пирометр инфракрасного излучения регистрирует интегральную температуру изделия по интенсивности его излучения с точностью до 5°C. Для пирометра «Смотрич» диапазон измеряемых температур от 300 до 700 °C.

Система автоматики и блокировок предназначена для исключения неправильных действий персонала при работе на установке. Блокировки предотвращают аварийные ситуации, устанавливают соблюдение условий техники безопасности, производят отключение установок в аварийных ситуациях. Блокировки не позволяют оператору открыть высоковакуумный затвор при наличии в камере атмосферного давления, или подать на изделие высокое напряжение при открытой дверце вакуумной камеры.

Установка снабжена контрольно-измерительными приборами, по показаниям которых судят о режиме ее работы. Контролируется ток дуги, ток фокусировки и стабилизации, опорное напряжение.

При нанесении покрытий из плазменной фазы образцы размещаются в вакуумной камере на вращателе, на подвесках или на поверхности сетчатого металлического барабана. После предварительной откачки воздуха из вакуумной камеры в неё напускается рабочий газ. В камере на катоде поджигается электрическая дуга. При поджоге вакуумной дуги на торцевой поверхности катода возникают катодные пятна. Из катодных пятен эродирует материал катода, состоящий из ионной, паровой и микрокапельной фазы. Катод при этом испаряется и частично ионизируется в электрическом поле дугового источника. Поток электронов течет в сторону анода (корпуса), а ионы испарившегося материала бомбардируют катод. За счет потока электронов с катода, металлической плазмы и остаточной газовой фазы в промежутке анод-катод

поддерживается электропроводность и течет электрический ток. Металлическая плазма и пары материала катода за счет газодинамических сил, обусловленных разностью давлений в дуговом испарителе и камере, истекают в рабочее пространство вакуумной камеры. Плазменный поток, выйдя со среза испарителя в свободномолекулярном режиме, проходит вакуумную камеру, взаимодействует с поверхностями конденсации и образует покрытие.

Таблица 1 - Параметры нанесения покрытий

1	2
Технологический процесс	Нанесение покрытия
Материал катода	Ti, Hf
Ток дуги на гафниевом катоде, А	73±3
Ток дуги на титановом катоде, А	2×62±3
Плазмообразующий газ	N ₂
Давление в камере, мм.рт.ст.	(1-2)·10 ⁻³
Время конденсации, мин.	60±5
Опорное напряжение, В	150
Скорость вращения приспособления, об/мин	1,8

Следующим рассмотренным методом является магнетронное распыление и ионно-плазменная конденсация, которые относятся к методам физического осаждения из вакуума. В основе метода магнетронного распыления лежит процесс распыления материала катода в результате бомбардировки ионами рабочего газа (обычно аргона) и осаждение продуктов распыления, представляющих собой в основном нейтральные атомы, на обрабатываемой поверхности. Под распыляемым катодом находятся магниты. Силовые линии магнитного поля в виде дуг замыкаются между полюсами магнитов. При подаче постоянного напряжения между катодом и анодом возникает нелинейное неоднородное электрическое поле и возбуждается электрический разряд. Силовые линии электрического поля перпендикулярны к силовым линиям магнитного поля и поверхности катода. Таким образом, распыление происходит в скрещенных электрическом и магнитном полях. Электроны, эмитируемые с поверхности катода под действием ионной бомбардировки, "захватываются" магнитным полем и совершают сложное циклоидальное движение по замкнутым траекториям в окрестности катода. В результате столкновений электронов с атомами рабочего газа происходит их ионизация.

Положительные ионы, образующиеся в разряде, ускоряются в направлении катода, бомбардируют его поверхность в зоне эрозии, выбивая из нее частицы материала. Покидающие поверхность мишени частицы осаждаются в виде пленки на подложке.

Внешний вид установки магнетронного распыления приведен на рис. 1.



Рис. 1 – Установка магнетронного распыления, общий вид

Метод ионно-плазменной конденсации основан на электродуговом способе испарения материала. Механизм нанесения заключается в следующем, в вакууме на катоде поджигается электрическая дуга. При поджиге вакуумной дуги на торцевой поверхности катода возникают сначала быстро перемещающиеся катодные пятна, которые через время порядка 1 - 0,5 мс переходят в медленно перемещающиеся катодные пятна. В катодных пятнах дугового разряда достигается температура порядка 10^4 К. Подвижные катодные пятна, удерживаются на торце катода электромагнитным полем. Катод представляет собой сменную деталь из эродируемого материала, закрепленную в электродуговом испарителе. Из медленно перемещающихся катодных пятен эродирует материал катода, состоящий из ионной и паровой фазы. Катод имитирует электроны, металл катода при этом испаряется и частично ионизируется. Поток электронов течет в сторону анода (корпуса), а ионы испарившегося материала осаждаются на изделие.

Таблица 2 - Параметры нанесения покрытий

1	2
Технологический процесс	Нанесение покрытия
Материал катода	Ti, Hf
Ток дуги на катоде, А	73±3
Плазмообразующий газ	N ₂ , Ar
Давление в камере, мм.рт.ст.	(1-2)·10 ⁻³
Время конденсации, мин.	120±5
Скорость вращения приспособления, об/мин	1,8

Для исследования влияния взаимодействия высокочастотной (ВЧ) плазмы пониженного давления с поверхностью материала проведен третий эксперимент в плазме инертного газа, аргона, 0,06 г/с и в среде смеси плазмохимического газа, метана, 0,004 г/с и аргона 0,06 г/с. Рабочее давление в камере 24-26 Па.

В результате воздействие ВЧ плазмы пониженного давления происходит ионная имплантация атомов плазмообразующего газа в объем металла глубиной до 100 нм [3].

Отличительной особенностью технологии является использование «холодной» плазмы: газовая температура в плазменном потоке может регулироваться в диапазоне от 40 до 600 °С.

Принцип действия основан на формировании потока ионов, обладающих энергией 10 – 100 эВ, за счет образования слоя положительного заряда на границе между поверхностью тела и квазинейтральной плазмой.

Энергии ионов достаточно для залечивания микропор и микротрещин, ликвидации трещиноватого и рельефного слоев, формирования сжимающих остаточных напряжений в приповерхностном слое образца и др.

Использование газа в качестве рабочего тела – позволяет обрабатывать внутренние полости изделий.

Характеристики плазменного ВЧ генератора: потребляемая мощность 3,5 кВт, частота на выходе 13,56 МГц. С целью концентрации электрического поля вблизи поверхности на изделие подавался дополнительный отрицательный потенциал в размере -20 В. Время обработки в общей сложности составило ~40 минут: 20 минут в аргоне, 20 минут в смеси газов, инертного и плазмохимического.

Результаты исследования были получены при помощи оптического конфокального микроскопа Olympus OLS LEXT 4100. Данный микроскоп обладает высокой точностью измерения субмикронных расстояний по оси X-Y (боковое разрешение достигает 0,12 микрон) благодаря большей апертуре объектива и меньшей длине волны. Также LEXT OLS4100 позволяет с высокой точностью определять субмикронную высоту по оси Z (разрешение до 10 нанометров) благодаря конфокальной оптической системе и маленькой длине волны.

Для определения физико-механических свойств применялось измерение микротвердости, шероховатости, модуля упругости и коэффициента упругого восстановления, исследовался рельеф и структура поверхности на субмикронном и нанометровом масштабе с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан- 3D». На базе «НаноСкан» реализован метод измерения твердости, основанный на измерении и анализе зависимости нагрузки при вдавливании индентора в поверхность материала от глубины внедрения индентора. Данный метод лежит в основе стандарта на измерение твердости ISO 14577. Для механических испытаний применяется индентор типа Берковича, который представляет из себя трехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине около 142°. Метод измерительного динамического индентирования заключается в следующем: индентор вдавливается в поверхность образца с постоянной скоростью, при достижении заданной нагрузки индентор отводится в обратном направлении. В процессе такого испытания производится запись значений нагрузки и соответствующего ей смещения индентора [4]. Особенность: пьезорезонансный кантилевер камертонной конструкции с высокой изгибной жесткостью консоли (~2·10⁴ Н/м).

Проведенные исследования показали, что твердость образцов инструментальной стали при нанесении покрытия в первом случае с помощью установки марки ННВ-6 снизилась с 12,08 ГПа до 5,15 ГПа, что свидетельствует о повышении вязкости и пластичности, снижении внутренних напряжений. Шероховатость образца увеличилась со 113 нм до 1701,13 нм. Это позволяет сделать вывод, что данный способ не эффективен и требует дополнительной обработки в плазме индукционного разряда с целью полировки материала и повышения физико-механических свойств. При магнетронном распылении установлено повышение твердости до 18,9 ГПа и шероховатости – 298,24 нм. Исследуемые характеристики при обработке материала в плазме емкостного разряда: твердость – 15,1 ГПа, шероховатость – 224 нм.

Таким образом, выявлено, что физико-механические показатели деталей, обработанных в плазме емкостного ВЧ разряда, обладают более высокими технологическими и эксплуатационными характеристиками в сравнении с приведенными методами, магнетронное распыление и нанесение покрытий за счет плазменной конденсации из пароплазменной фазы на установке ННВ-6. Происходит газонасыщение (карбидирование) поверхностных слоев металлов и сплавов на глубину до 500 нм за время обработки до 40 минут, результатом чего является повышение прочностных свойств,

долговечности и срока службы изделий. Преимуществом ионной имплантации перед другими методами введения примеси в твердые тела является универсальность процесса, позволяющего ввести любой элемент в любой материал в строго контролируемом количестве, а также задавать его распределение по глубине.

Изучен и освоен комплексный подход к изучению покрытий с применением методов измерения рельефа, шероховатости, твердости, износостойкости, модуля упругости, коэффициента упругого восстановления и толщины модифицированного слоя в рамках одного измерительного прибора.

Литература

1. В.В. Савич, Конструкции из композиционных материалов, 4, 114 – 119 (2006).
2. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, Вестник Казан. технол. ун-та, 11; 625 – 627 (2010).
3. Хубатхузин А. А. Повышение твердости физико-механических свойств металлов и их сплавов с помощью ВЧ-плазмы пониженного давления / А. А. Хубатхузин, И. Ш. Абдуллин, В.И. Христолюбова // Вестник Казан. технол. ун-та. - 2013. - Т. 16; №23. – С. 25-28.
4. Хубатхузин А. А. Особенности измерения физико-механических свойств нанопокровов / А. А. Хубатхузин, И. Ш. Абдуллин, В.И. Христолюбова, С. В. Прокудин // Вестник Казан. технол. ун-та. - 2014. - Т. 17; №2. – С. 39-42.

© **А. А. Хубатхузин** - к. т. н., доц. каф. вакуумной техники электрофизических установок КНИТУ, al_kstu@mail.ru; **И. Ш. Абдуллин** – д.т.н., проф., зав. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, abdullin_i@kstu.ru; **В. И. Христолюбова** – асп. той же кафедры, valllerrriya@mail.ru; **Н. Р. Христолюбов** – магистр каф. общей химической технологии КНИТУ, nikrud@mail.ru.

© **A. A. Khubatkhusin** – Ph.D., Plasma Technology and Nanotechnology of High Molecular Weight Materials Department, KNRTU, al_kstu@mail.ru; **I. Sh. Abdullin** – Ph.D., Plasma Technology and Nanotechnology of High Molecular Weight Materials Department, KNRTU, abdullin_i@kstu.ru; **V. I. Khristoliubova** – Ph.D. student, Plasma Technology and Nanotechnology of High Molecular Weight Materials Department, KNRTU, valllerrriya@mail.ru; **N. R. Khristoliubov** – holder of a master's degree of General Chemical Technology Department, KNRTU, nikrud@mail.ru.