УДК 621.923.9 + 621.793.1

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПОЛИРОВАНИЯ ПОДЛОЖКИ НА КАЧЕСТВО ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ TiN

канд. техн. наук, доц. Ю.В. СИНЬКЕВИЧ, д-р техн. наук, проф. В.К. ШЕЛЕГ
(Белорусский национальный технический университет, Минск)

Исследуются характеристики качества вакуумно-плазменных покрытий TiN : шероховатость, адгезионная прочность и пористость. Показано, что электроимпульсное полирование поверхности подложки способствует получению высококачественных покрытий. Качество полированной поверхности зависит от химического и фазового состава сплава, наличия в нем неметаллических включений и размера зерна. Электроимпульсное полирование оказывает существенное влияние на физико-химическое состояние поверхностного слоя металла. В процессе полирования удаляется дефектный поверхностный слой, содержащий концентраторы напряжений, поверхность металла не повреждается и не загрязняется частицами абразива и полировочных паст. В поверхностном слое выравнивается фазовый состав и уменьшается содержание кислорода и его соединений. Предложены математические зависимости для расчета параметров шероховатости и оптимального времени полирования.

Введение. Характеристики качества поверхности деталей после нанесения тонкопленочных вакуумно-плазменных покрытий методом конденсации вещества из плазменной фазы в условиях бомбардировки во многом определяются состоянием исходной поверхности, а также технологией ее подготовки перед нанесением покрытий. Целью предварительной подготовки является создание необходимой топографии поверхности с шероховатостью не выше Ra = 1,25 мкм, удаление дефектного поверхностного слоя, поверхностных пленок различной природы и инородных включений, а также тщательная очистка поверхности от всех видов загрязнений. Традиционные методы предварительной подготовки поверхности подложки (механическое, электрохимическое и химическое полирование, ультразвуковая очистка, комбинированные методы) отличаются большой трудоемкостью и не всегда гарантируют высокую степень очистки и снижение исходной шероховатости обрабатываемой поверхности. В результате затрудняется заключительная операция по подготовке поверхности непосредственно в вакуумной камере перед нанесением покрытия. К перспективным методам предварительной подготовки поверхности относится электроимпульсное полирование (ЭИП), обладающее существенными преимуществами перед традиционными технологиями [1].

Целью настоящей работы было исследование влияния предварительного ЭИП поверхности подложки на характеристики качества формируемых вакуумно-плазменных покрытий TiN – шероховатость, адгезионную прочность и пористость.

Результаты и обсуждение. В качестве объекта исследований была выбрана коррозионностойкая аустенитная сталь 12Х18Н10Т (ГОСТ 5949-75). Электроимпульсному полированию подвергались плоские образцы размерами 25×10×4 мм с исходной шероховатостью поверхности Ra 1,44 и 0,41 мкм, которая обеспечивалась шлифованием на плоскошлифовальном станке. Образцы полировали на установке ЭИП-1 на оптимальных режимах. Рабочее напряжение поддерживалось с точностью ±2 В, температура электролита – ±0,5 ºС, время обработки ±2 с. Параметры шероховатости измерялись с помощью профилографа-профилометра модели 252.

Анализ профилограмм и измерение параметров шероховатости поверхности показали, что в результате ЭИП происходит как общее снижение высоты микронеровностей, так и сглаживание рельефа вследствие округления вершин микронеровностей и уменьшения числа выступов. Установлено, что скорость сглаживания микронеровностей поверхности зависит от исходной шероховатости поверхности, времени обработки, состава электролита и технологических режимов полирования. Скорость сглаживания микронеровностей v рассчитывалась по формуле:

$$v = \frac{Ra_1 - Ra_2}{\tau},$$

где Ra_1, Ra_2 – среднее арифметическое отклонение профиля исходной поверхности и поверхности после обработки в течение времени τ (мин), мкм.

На рисунке 1 показано, как изменяется скорость сглаживания микронеровностей в процессе ЭИП. Наибольшая скорость сглаживания наблюдается в первую минуту обработки, причем для поверхности с более грубой исходной шероховатостью она выше в 2,63 раза. Увеличение продолжительности обработки приводит к снижению скорости сглаживания.

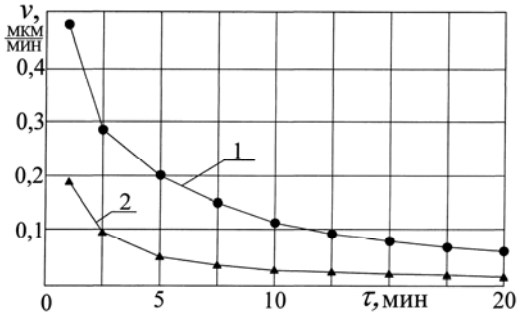


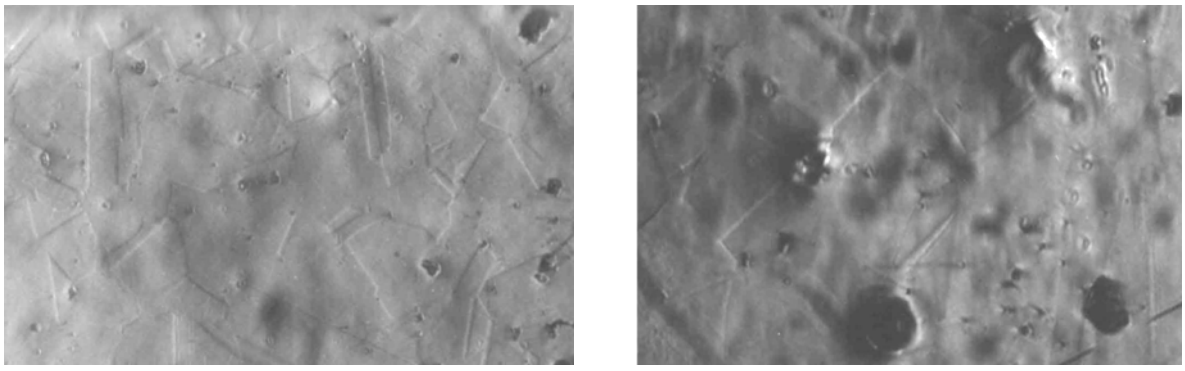
Рис. 1. Скорость сглаживания микронеровностей:
1 – Ra_1 = 1,44 мкм; 2 – Ra_1 = 0,41 мкм

Математическая обработка полученных результатов показала, что изменение параметров шероховатости *Ra*, *Rz* и *Rmax* при ЭИП в течение до 20 мин происходит по экспоненциальному закону, а математическую модель описания данных параметров можно представить в виде

$$П_2 = П_1 e^{-k\cdot\tau},$$

где $П_2$ – исследуемый параметр (*Ra*, *Rz* или *Rmax*), мкм; $П_1$ – исходное значение исследуемого параметра, мкм; *k* – коэффициент; τ – время обработки, мин.

Проведенные исследования показали, что качество полированной поверхности зависит также от химического и фазового состава сплава, наличия в нем неметаллических включений и размера зерна. Минимальная шероховатость достигается при полировании сталей с мелким зерном и минимальным содержанием неметаллических включений и составляет *Ra* = 0,02…0,03 мкм. Наличие титана в стали 12Х18Н10Т приводит к образованию карбидов титана. Несмотря на то, что при ЭИП происходит снижение карбидной фазы на обработанной поверхности более чем в 3,3 раза [2], она может привести к появлению характерных поверхностных дефектов – «кратеров», выступающих под полированной поверхностью и ограничивающих минимально достижимую шероховатость на уровне *Ra* = 0,05…0,08 мкм (рис. 2).



а) б)

Рис. 2. Поверхность стали 12Х18Н10Т после ЭИП:
а – ×200; б – ×1000

Для проверки гипотезы об удалении дефектного поверхностного слоя при полировании было проведено исследование фазового и химического состава поверхности после ЭИП. Фазовый состав исследовался на рентгеновском дифрактометре ДРОН 3,0 в C_0 – Кα-излучении, а химический – на электронном спектрометре ЭС 2401 методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Установлено, что в ис-

ходном состоянии поверхностный слой стали 12Х18Н10Т состоит из двух фаз. Основной фазой является γ-железо, а второй фазой – α-железо. После ЭИП в течение 5 мин α-железо удаляется полностью. Исследование химического состава поверхности показало, что при ЭИП на оптимальных режимах удаляется аморфизированный поверхностный слой и снижается содержание кислорода в поверхностном слое на 23…35 %.

После ЭИП в вакуумной установке УРМЗ 279.048, дополнительно оснащенной импульсным генератором и системой газонапуска с плавной регулировкой, проводилось напыление вакуумно-плазменных покрытий TiN толщиной до 3 мкм. Технология нанесения покрытия не допускала появления на поверхности образцов капельной фазы.

По сравнению с полированной поверхностью шероховатость поверхности (*Ra*, *Rz* и *Rmax*) после нанесения покрытия увеличилась для всех образцов. Очевидно, это связано с особенностями процесса нанесения покрытий методом конденсации вещества из плазменной фазы в условиях бомбардировки, поскольку положительные ионы Ti осаждаются в первую очередь на выступах микрорельефа поверхности подложки, находящейся под напряжением.

Исследование шероховатости поверхности с покрытием (Ra_3) выявило следующие закономерности:

- при шероховатости поверхности подложки $Ra_2 > 0{,}5$ мкм покрытие существенно не изменяет ее шероховатость;
- при $Ra_2 < 0{,}5$ мкм шероховатость поверхности увеличивается в среднем на 0,02…0,04 мкм.

Важнейшими свойствами износо- и коррозионностойких вакуумно-плазменных покрытий являются адгезионная прочность и пористость. Адгезионная прочность определялась на приборе LSRH фирмы Leybold Heraeus Gmbh по методике царапания тонкопленочного покрытия алмазным конусом Роквелла с радиусом вершины $R = 0{,}2$ мм [3]. Адгезионная прочность σ_A рассчитывалась по формуле

$$\sigma_A = k_v \frac{1}{\sqrt{\pi R}} \sqrt{W_c H} ,$$

где W_c – критическая нагрузка; H – твердость поверхности подложки; k_v – коэффициент Вивера.

Для определения критической нагрузки W_c на поверхности образца с покрытием TiN наносилась сетка параллельных царапин длиной 5…7 мм. Нагрузка на конус для каждой последующей царапины изменялась от 10 до 80 Н с шагом 5 Н.

После этого поверхность исследовалась под микроскопом с увеличением ×125.

В качестве критической принималась нагрузка, при которой происходило полное или частичное отслаивание покрытия от подложки.

Испытания показали, что при уменьшении шероховатости поверхности полированной подложки с $Ra_2 = 0{,}7…0{,}9$ мкм до $Ra_2 = 0{,}07…0{,}16$ мкм адгезионная прочность покрытия увеличивается с 380 до 490 МПа. При дальнейшем снижении шероховатости подложки адгезионная прочность возрастает незначительно (рис. 3).

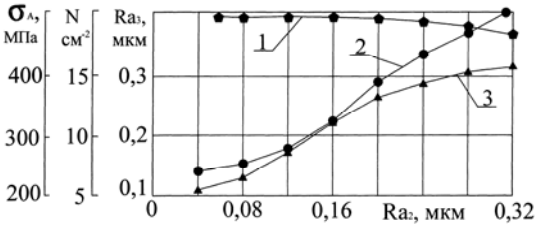


Рис. 3. Характеристики качества покрытия TiN:
1 – адгезионная прочность σ_A; 2 – пористость N покрытия;
3 – шероховатость поверхности с покрытием Ra_3

Пористость вакуумно-плазменных покрытий TiN исследовалась методом индикаторных паст по ГОСТ 9.302-79. Шлифованные до $Ra_1 = 0{,}3…0{,}5$ мкм образцы электрополировались в течение 1…20 мин, после чего на них наносилось покрытие TiN толщиной до 3 мкм.

Анализ результатов показал, что пористость покрытия на полированных в течение 4…5 мин подложках стабилизируется на уровне 3,8…5,1 см$^{-2}$. Это ниже в 2,6…3,1 раза по сравнению со шлифованны-

ми подложками (см. рис. 3), для которых характерна мелкая пористость порядка 10…16 см$^{-2}$. Объясняется это тем, что при ЭИП формируется благоприятная для нанесения вакуумно-плазменных покрытий топография микропрофиля поверхности подложки, характеризующаяся плавным, сглаженным микрорельефом с малой высотой и большими радиусами закругления вершин и впадин микронеровностей.

Исследовалось также влияние предварительного ЭИП на качество подготовки поверхности подложки путем ионной очистки непосредственно в вакуумной камере. В этом случае сравнивалась адгезионная прочность покрытий на механически- и электрополированных подложках. Установлено, что при длительности очистки в вакуумной камере менее 30…45 с адгезионная прочность покрытий TiN в обоих случаях практически одинакова (рис. 4).

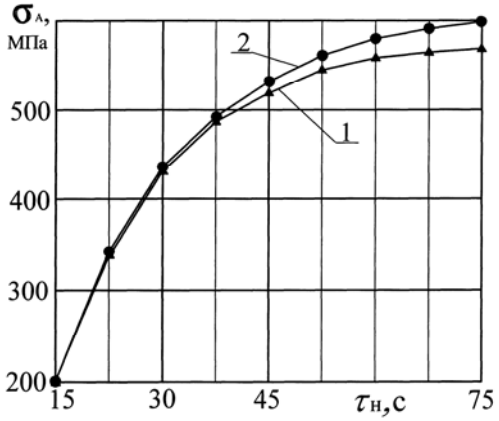


Рис. 4. Изменение адгезионной прочности покрытия σ_A
при очистке в вакуумной камере в течение времени $\tau_н$:
1 – механически полированная подложка; 2 – электрополированная подложка

Покрытия характеризуются низким качеством вплоть до частичного отслаивания от подложки и непригодны для использования по прямому назначению. Обусловлено это тем, что за это время не обеспечивается полное удаление окисных пленок с поверхности подложки, а ее температура недостаточна для эффективного протекания плазмохимических реакций. При длительности очистки более 45 с покрытия обладают хорошими качественными характеристиками, однако адгезионная прочность покрытий на электрополированных подложках оказалась выше на 25…30 МПа. Связано это с тем, что при механическом полировании образуется дефектный поверхностный слой, включающий аморфизированные структуры, препятствующие образованию прочных адгезионных связей между покрытием и подложкой [4].

Для обеспечения точности обработки, экономичности процесса ЭИП и высокого качества вакуумно-плазменных покрытий величины Ra_1 и Ra_2 рекомендуется ограничить значениями $Ra_1 \le 1{,}25\ldots1{,}5$ мкм, $0{,}04\ldots0{,}06 < Ra_2 \le 0{,}07\ldots0{,}16$ мкм при $Ra_1 / Ra_2 \le 17$, а продолжительность ЭИП рассчитывать по формуле

$$\tau = a\frac{h}{\upsilon_м} - \frac{b}{k}\ln\frac{Ra_2}{Ra_1},$$

где h – толщина дефектного поверхностного слоя металла; $\upsilon_м$ – скорость съема металла; a, b, k – коэффициенты.

Коэффициенты a и b выбирают из условия

$$\begin{cases} a = 1, b = 0, \text{если} \dfrac{h}{c} \ge -\dfrac{1}{k}\ln\dfrac{Ra_2}{Ra_1}; \\ a = 0, b = 1, \text{если} \dfrac{h}{c} < -\dfrac{1}{k}\ln\dfrac{Ra_2}{Ra_1}. \end{cases}$$

Выводы

1. Электроимпульсное полирование оказывает существенное влияние на физико-химическое состояние поверхностного слоя металла. В процессе полирования удаляется дефектный поверхностный слой, содержащий концентраторы напряжений, поверхность металла не повреждается и не загрязняется частицами абразива и полировочных паст. В поверхностном слое выравнивается фазовый состав и уменьшается содержание кислорода и его соединений.

2. При ЭИП формируется благоприятная топография микрорельефа поверхности; шероховатость поверхности по параметрам *Ra*, *Rz* и *Rmax* снижается более чем в 4…10 раз.

3. Электроимпульсное полирование стальных подложек до *Ra* = 0,07…0,16 мкм обеспечивают получение высококачественных вакуумно-плазменных покрытий.

ЛИТЕРАТУРА

1. Метод электроимпульсного полирования металлов / Е.Я. Головкина [и др.] // Машиностроение. – Минск, 1988. – Вып. 13. – С. 40 – 43.
2. Исследование процесса получения высокопрочной проволоки из стали 12Х18Н10Т волочением с электролитно-плазменной обработкой поверхности / Л.А. Исаевич [и др.] // Вестн. БНТУ. – 2005. – № 6. – С. 30 – 33.
3. Benjamin, P. Measurement of adhesion of thin films / P. Benjamin, C. Weaver // Proc. Roy. Soc. – 1960. – № 254. – P. 163 – 176.
4. Поверхностная прочность материалов при трении / под ред. Б.И. Костецкого. – Киев: Техника, 1976. – 296 с.

Поступила 30.05.2007