

ИОННО-ПЛАЗМЕННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ УПРОЧНЕНИЯ ДЕФОРМИРУЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

Целью проведенной работы является повышение эксплуатационных свойств штампов и пресс-форм, изготовленных из легированных термообработанных инструментальных сталей и предназначенных для холодной и жидкой штамповки, литья под давлением методом нанесения на формующие поверхности инструмента ионно-плазменных покрытий сложного состава на основе нитридов и карбонитридов тугоплавких металлов.

Вакуумная ионно-плазменная технология нанесения покрытий различного функционального назначения предусматривает проведение в одном технологическом цикле очистки деталей плазмой тлеющего разряда, нагрев деталей ионной бомбардировкой до необходимой температуры и конденсацию покрытий оптимального состава. Совмещение основных технологических операций, сравнительная простота их реализации в одном вакуумном цикле определяют высокую эффективность ионно-плазменной технологии. Отмеченные операции оказывают значительное влияние на физико-механические и эксплуатационные свойства деталей с покрытиями.

Изучение операции очистки деталей плазмой тлеющего разряда проводилось при использовании в качестве реакционных газов азота и аргона. Качество очистки деталей оценивалось по данным металлографии и рентгеноструктурного анализа.

В результате проведенной работы установлено, что использование азота не позволяет полностью устранить следы предварительной подготовки поверхности деталей. Формируются нитридные и оксидные соединения нестехиометрического состава, которые образуются в результате плазмохимических реакций азота и кислорода с остаточными загрязнениями поверхности деталей. В частности, обнаружен оксид азота с концентрацией кислорода до 11 %, что вдвое превосходит максимально возможную термодинамически равновесную концентрацию.

Учитывая полученные результаты, в качестве реакционного газа при очистке поверхности плазмой тлеющего разряда использовался аргон, что позволило в 2 – 3 раза сократить время качественной очистки и устранить вероятность формирования нежелательных соединений.

Диапазон парциального давления реакционного газа должен обеспечивать минимальный потенциал зажигания разряда и максимальную проводимость плазмы, что позволяет реализовать максимальную скорость травления обрабатываемых сталей. Расчет величины давления реакционного

газа и оценка эффективности его использования проводились по эмпирическим выражениям:

$$P_{\text{опт}} = 6 \cdot 10^3 f \cdot \lambda_{\Gamma} \frac{1}{\sqrt{T_{\text{э}}}}, \quad (1)$$

$$\varphi = \frac{N_{\text{А}} \cdot V_{\text{ТР}} \cdot F_{\mu}}{A_{\text{м}} \cdot Q_{\text{Р.Г}}}, \quad (2)$$

где $f = 30\text{--}50$ гц – частота электромагнитного поля;

λ_{Γ} – средняя длина свободного пробега ионов аргона, отнесенная к давлению 1 Па и $T=273$ К с размерностью Па·мм, которая лежит в диапазоне 0,4–0,6 Па·мм;

$T_{\text{э}} = 120\text{--}150$ эВ – температура электронов;

ρ – плотность материала подложки;

$N_{\text{А}}$ – число Авогадро;

$V_{\text{ТР}}$ – скорость травления;

F_{μ} – площадь обрабатываемой поверхности;

$A_{\text{м}}$ – атомная масса материала;

$Q_{\text{Р.Г.}}$ – расход реакционного газа.

Расчет по выражению (1) дает значение парциального давления в интервале 5,3–5,8 Па. Учитывая, что расход 1 см³/мин эквивалентен потоку ионов аргона $2,69 \cdot 10^{19}$ мин⁻¹, коэффициент « φ » для стали ХВГ при скорости травления 6 нм/сек, площади поверхности деталей 5,3 см², получим, что коэффициент расхода аргона составит 0,65 и находится в прямой зависимости от площади обрабатываемых деталей, с ростом которой он возрастает. Поэтому для повышения эффективности процесса подготовки поверхности деталей рационально увеличивать загрузку реакционной камеры.

Изучение распределения энергии аргонной плазмы при проведении очистки плазмой тлеющего разряда показывает, что 20 – 30 % выделяется в материалах в виде теплоты, 50 – 60 % энергии расходуется на распыление поверхностных атомов сталей, оставшаяся часть энергии расходуется на формирование радиационных повреждений /1/.

Проведенная экспериментальная работа по оптимизации технологических параметров очистки поверхности деталей плазмой тлеющего разряда позволила установить, что максимальная доля

энергии ионов аргона расходуется на очистку при высоком напряжении в интервале 0,8-1,2 кВ, что соответствует энергии ионов 300 – 500 эВ и парциальном давлении 5,2 – 5,6 Па.

Вакуумная ионная бомбардировка подготавливает поверхность деталей перед нанесением плазменных покрытий и заключается в термической активации поверхности и образовании центров конденсации, что обеспечивает высокую адгезионную прочность ионно-плазменных покрытий.

Плотность плазменного потока $10^{10} - 10^{11}$ при степени ионизации 0,8-0,9 и средней энергии плазмы в момент соударения с поверхностью доходит до 40 кэВ при ускоряющем напряжении 1,0-2,5 кВ, что определяет формирование большого количества активных центров: дислокаций и их комплексов, пар Френкеля. По данным рентгеноструктурного анализа параметры элементарных ячеек сталей ХВГ, 4Х5МФС после ионной бомбардировки значительно изменяются, что служит подтверждением формирования радиационных повреждений, значительно возрастает плотность дислокаций.

Количество активных центров, образующихся на единице площади поверхности подложки при термической активацией плазменным потоком, подчиняется закону:

$$N_t = \nu \cdot \tau \cdot \exp\left(-\frac{E_d - E_a}{k \cdot T}\right), \quad (3)$$

где ν – частота колебаний валентных электронов активируемой подложки

τ – время воздействия источника внешней энергии;

$(E_d - E_a)$ – увеличение термодинамического потенциала;

k – постоянная Больцмана;

T – абсолютная температура подложки.

Расчет по выражению (3) при энергии плазменного потока в диапазоне 100 – 300 КэВ при температуре подложки 293 – 773 К дает количество активных центров $(1,22 - 2,41) \cdot 10^8$.

При преобразовании энергии плазменного потока в тепловую энергию кристаллической решетки подложки происходит локальное повышение температуры, при этом отвод тепла от малого теплового источника проходит за время $10^{-6} - 10^{-8}$ сек., что может вызвать разогрев деталей до высоких температур и кардинальные необратимые структурные превращения и потерю прочностных свойств деталей, что является недопустимым при нагреве ионной бомбардировкой /2/.

При бомбардировке образцов из термообработанной инструментальной стали 4Х5МФС, по дан-

ным растровой электронной микроскопии и микронного анализа, плазменным потоком Ti(22), Cr(24), Mo(42) глубина воздействия находится в интервале 50 – 160 нм и растет с повышением атомного номера источника плазменного потока.

Для структуры поверхности сталей характерна высокоразвитая система межкристаллитных границ с широким интервалом по дисперсности и наличие значительного количества двойников, что определяет высокий уровень микронапряжений и дисперсность областей когерентного рассеяния, которые по данным рентгеноструктурного анализа равны $a / \Delta a = 3 \cdot 10^{-3}$ и $D = 5 \cdot 10^{-4}$ нм. После ионной бомбардировки титановой плазмой в течение 15 мин. микронапряжения практически снимаются, возрастает плотность дислокации от $4 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ до $2 \cdot 10^{-9} \text{ см}^{-2}$, кардинально изменяется морфология поверхности, формируются лунки с размерами от 20 до 300 нм.

Различия по величине адгезионной прочности микроучастков поверхности деталей, безусловно, сказывается на адгезионной прочности конденсированных покрытий, на их однородности и физико-механических свойствах, что, в конечном счете, определяет работоспособность инструмента.

В результате проведенной работы по изучению технологического процесса ионной бомбардировки образцов из различных инструментальных сталей можно сделать ряд заключений: по механизму воздействия на поверхность сталей следует разделить на три составляющих – ионный, поток нейтральных микрочастиц и электродуговые разряды. Они вносят значительный вклад в очистку поверхности, активируют поверхностный слой, разогревают подложку, этими процессами возможно активно управлять, изменяя электропотенциал между катодами и деталями и время ионной бомбардировки; глубина с измененной структурой не превышает 120 нм и зависит от атомного номера источника плазменного потока; уменьшается шероховатость поверхности деталей из-за увеличения радиуса, вершин микронеровностей; структурные изменения поверхностного слоя обрабатываемых сталей зависят от вида бомбардирующих ионов, энергии плазменного потока.

При изготовлении штампов и пресс-форм в зависимости от условий работы деформирующего инструмента используются термообработанные инструментальные стали различного состава. Нагрев инструмента ионной бомбардировкой перед конденсацией покрытий необходимо проводить до температур, исключая структурные превращения в сталях, приводящие к уменьшению физико-

механических свойств, при этом должен обеспечиваться сквозной прогрев упрочняемых деталей.

В результате проведения комплекса работ по изучению структуры и свойств инструментальных сталей определены температурные интервалы нагрева, которые не приводят к развитию необратимых структурных превращений.

Нагрев инструмента из стали ХВГ ионной бомбардировкой следует проводить до температуры 573–623 К; стали состава Х12Ф1, 40Х. 9ХС, 30ХГСА нагревались до температуры 623–653 К; стали Х12М, 4Х5МФС, 4Х17Н2, 4Х3ВМФ, 3Х2М2ФА и аналогичные по составу нагревались до температур 703–723 К, нагрев углеродистых сталей У8, У10 не должен превышать 473 К.

С целью оптимизации технологических параметров конденсации покрытий проведен комплекс работ по определению оптимального давления реакционного газа, времени конденсации покрытий, ориентации поверхности деталей к оси плазменного потока и ряда других параметров, которые определяют физико-механические и эксплуатационные свойства деталей с покрытиями, особенно важное значение имеют технологические факторы при нанесении покрытий сложного состава – многослойных, композиционных и их комбинаций /3/.

Цикл экспериментов по нанесению нитридо-титановых покрытий в диапазоне парциального давления азота $6,65 \cdot 10^{-2} - 0,33$ Па позволяют сделать заключение, что наиболее качественные покрытия с высокой твердостью, с небольшим разбросом микротвердости, сравнительно гомогенной структурой по сечению получены при парциальном давлении азота в интервале 0,532 – 0,799 Па.

При использовании технологии ионно-плазменной конденсации покрытий на формующие части штампов и пресс-форм большое значение имеет толщина покрытий и ее распределение на поверхностях, по-разному ориентированных к оси плазменного потока. Микроструктура покрытий при нормальном падении плазменного потока имеет сравнительно гомогенную структуру, с небольшим количеством микрокапельной фазы, с высокой твердостью и микротвердостью, что определяет высокую износостойкость деталей с покрытиями.

Увеличение угла наклона поверхности до 45° приводит к развитию микротрещин в покрытиях из-за высокого уровня микронапряжений. Скользящее падение плазменного потока приводит к формированию покрытий с невысокой адгезионной прочностью с низкими физико-механическими свойствами. В результате проведенной работы

установлено, что геометрия расположения деталей к оси плазменного потока должна обеспечивать ориентацию поверхностей, не превышающую 30° .

Наиболее важной особенностью ионно-плазменных покрытий является высокая адгезионная прочность даже в случаях, когда материал покрытий и подложки не образуют переходного диффузионного слоя. Ионы плазменного потока, имеющие высокую энергию, проникают в кристаллическую решетку сталей на глубину пропорционально энергии плазменного потока. По данным микронзондового анализа глубина проникновения ионов титана и молибдена составляет 50–100 Å/кэВ. Глубина внедрения ионов титана составляет 40–45 Å, молибдена 25–30 Å, хрома 60–80 Å.

Многослойные комбинированные или композиционные ионно-плазменные покрытия обладают более высокими физико-механическими и эксплуатационными свойствами по сравнению с покрытиями однофазного типа, при этом большие перспективы имеют покрытия сложного состава на основе нитридов, карбидов и карбонитридов тугоплавких металлов.

При конденсации вакуумных плазменных покрытий следует рассматривать сочетание подложка – покрытие как композиционный материал. В этом случае в качестве основного критерия служат физико-механические свойства материала покрытия; его адгезионная прочность и наличие когерентной диффузионной связи между различными слоями в покрытии. Оптимальное сочетание этих свойств определяется правильным выбором строения и составов покрытий сложной комбинации, которые определяют эксплуатационные свойства штампов и пресс-форм /4/.

Проведенные исследования структуры и свойств покрытий состава (Ti,Mo)CN показали наличие корреляции между механическими характеристиками и формированием сложных многофазных систем. При этом для увеличения адгезионной и когезионной прочности рекомендуется конденсировать промежуточные подслои из чистых тугоплавких металлов при невысоком уровне микронапряжений с учетом теплофизических свойств промежуточных слоев.

На основе полученной информации о влиянии напряжения смещения, числа работающих катодных узлов при генерации плазменного потока и расстояния в системе катод – поверхность деталей на температуру конденсации покрытий, а также влияния величины напряжения смещения на скорость осаждения покрытий выбирались параметры конденсации покрытий, обеспечивающие вы-

сокие физико-механические свойства покрытий сложного состава.

Проведен комплекс исследований многослойных, композиционных покрытий и их комбинаций составов: Ti-TiN; Ti-TiN-ZrN; Ti-Mo-(Ti,Mo)N; Ti-Zr-(Ti,Zr)N; (Ti,Cr)-(Ti,Cr)N. Приведенные составы покрытий выбраны на основании предварительно проведенной работы и предназначены для упрочнения формующих частей штампов и пресс-форм, работающих в различных технологических условиях.

Анализ результатов исследований влияния температуры конденсации на структурные, механические свойства и работоспособность деформирующего инструмента с покрытиями позволил разработать схему комбинированного температурного режима. Целенаправленное изменение свойств покрытий включает два основных фактора: повышение прочности связи покрытий с поверхностью деталей при максимально возможной температуре нагрева деталей – адгезионная прочность и конденсацию внешнего рабочего слоя покрытий при пониженной температуре конденсации, что обеспечивает высокую износостойкость.

Таким образом, проведенный комплекс работ по изучению структурных параметров, механических свойств и характеристик износостойкости однослойных, многослойных и композиционных покрытий на инструментальных сталях позволяет наметить пути по повышению эксплуатационных свойств деформирующего инструмента конденса-

цией ионно-плазменных покрытий, к которым следует отнести:

– нанесение покрытий сложного состава, в которых последний слой является композиционным;

– осаждение покрытий в комбинированном температурном режиме, при котором первые внутренне слои покрытий проводятся при максимальной высокой температуре в зависимости от состава сталей, внешний слой конденсируется при пониженной температуре;

– направленное изменение состава реакционного газа путем варьирования азота и углеродосодержащего газа при получении карбонитридных покрытий с оптимальным сочетанием свойств, которые получены при использовании реакционного газа состава: 40-60% ацетилена и 60-40% азота.

Разработанные технологические процессы упрочнения штампов и пресс-форм покрытиями сложного состава, включая карбонитридные покрытия, в результате производственных испытаний показали повышение эксплуатационных свойств в среднем в 5-6 раз, что следует считать достаточно эффективным.

На основании проведенных исследований разработаны схемы управления технологическими параметрами при получении покрытий сложного состава с заданным комплексом эксплуатационных свойств и графоаналитические модели, позволяющие прогнозировать ряд свойств покрытий сложного состава.

Список использованной литературы:

1. Ройх И.Л., Колтузова Л.Н. Защитные вакуумные покрытия на стали. М.: Машиностроение, 1985. – 240 с.
2. Волин Э.В., Суров И.С., Булычев Г.Т. Нанесение ионно-плазменных покрытий на деформирующий инструмент // Материалы международной конференции, Саратов, 1988. – С. 27-32.
3. Борисов С.В., Митрофанов Б.В., Швейкин Г.П. Исследование свойств твердых растворов в системах Ti-M-C-N, где M – Zr, V, Nb, Hf // Известия АН. Неорганические материалы. 1989. №12. – С. 2142-2145.
4. Высокотемпературные неорганические покрытия. Пер. с англ. Под редакцией Самсонова У.Д. М.: Металлургия, 1987. – 284 с.