

СОЗДАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ИЗДЕЛИЯХ РАЗВИТОЙ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ.

Ключевые слова: струя, ВЧ плазма, ионизированный поток, плазма, взаимодействие с поверхностью..

В статье рассматривается перспективный метод химико-термической обработки материалов воздействием высокочастотной плазмы пониженного давления, которая позволяет варьировать как температуру обработки, так и характеристики ионного потока, поступающего из плазмы на поверхность обрабатываемого изделия. Плазма, генерируемая высокочастотным разрядом, обладает рядом преимуществ по сравнению с другими плазменными источниками. Рассмотрен механизм воздействия на изделия развитой геометрической фигуры. Предложена математическая модель взаимодействия потока ионизированного газа с поверхностью изделия..

Keywords: RF plasma, ionized stream, plasma, interaction with a surface..

In article the perspective method of chemical-and-thermal processing of materials by high-frequency plasma of the lowered pressure which allows varying both processing temperature and characteristics of the ionic stream going from plasma on a surface of the processed product is considered. The plasma generated by the high-frequency discharge has some advantages in comparison with other plasma sources. The mechanism of action on products of the developed geometrical figure is considered. The mathematical model of interaction of ionized stream with a product surface is offered.

Продукция предприятий машиностроения играет решающую роль в реализации достижений научно-технического прогресса во всех областях хозяйства любой страны. По числу занятых и по стоимости выпускаемой продукции оно занимает первое место среди всех отраслей мировой промышленности. Машиностроение определяет отраслевую и территориальную структуру промышленности мира, обеспечивает машинами и оборудованием все отрасли экономики, производит разнообразные предметы потребления. Инструментальное производство тесно связано с развитием машиностроения и металлообрабатывающей промышленности. Успешное развитие каждого производства в значительной степени зависит от того, насколько оно обеспечено надлежащим количеством инструмента, приспособлений и т.п.

Вопрос качества инструмента, реализуемого на рынке России, сегодня стоит особенно остро. На рынке появляется всё больше инструмента фирм дальнего зарубежья. Растёт предложение инструмента низкого и среднего качества из Китая и стран Юго-Восточной Азии, а также высококачественного режущего, слесарного, абразивного и электроинструмента из Германии, Франции, Швеции и других стран. К сожалению, в настоящее время потребители инструмента уделяют мало внимания оценке качества приобретаемого инструмента и недостаточно владеют методами квалиметрии режущего инструмента.

В результате этого разработка новых технологий модификации поверхности инструментов с целью увеличения сроков его службы позволит не только произвести импортозамещение, но и увеличить производительность труда на предприятиях за счет уменьшения простоя оборудования.

Распространенным способом решения этих задач является химико-термическая обработка (ХТО) изделий, в частности такие ее виды как азотирование, цементация, оксидирование. Основной недостаток

«классических» видов ХТО – большая продолжительность процесса. Так, например, для получения азотированного слоя толщиной 0.4 мм на нержавеющей стали в атмосфере частично диссоциированного аммиака требуется от 10 до 50 часов. Для интенсификации процесса ХТО используют различные методы электрофизического воздействия: нагрев токами высокой частоты, азотирование в ультразвуковом поле, в кипящем слое, при повышенных давлениях, в плазме тлеющего разряда (ионное азотирование). Однако для реализации этих процессов требуется время не менее одного часа, а в ряде случаев и нагрев до достаточно высокой температуры, приводящей к изменению структуры материала во всем объеме [1, 2].

Одним из широко используемых методов модификации поверхности инструментов является ионная имплантация. Технология основана на создании частично ионизированной плазмы в специальных устройствах – плазмотронах, на выходе из которых ионы обладают энергией достаточной для внедрения в поверхность обрабатываемого изделия на глубину до 100 нм. Преимущество ионной имплантации перед другими методами введения примеси в твердые тела состоит в универсальности процесса, позволяющего ввести любой элемент в любой материал в строго контролируемом количестве, а также задавать его распределение по глубине. Однородность имплантации по площади обеспечивается сканированием ионного пучка или смещением детали.

Ионы с одинаковой энергией, имплантируемые в твердое тело, останавливаются в некотором интервале глубин, что обусловлено статическим разбросом энергетических потерь. Там, где требуется большая однородность, необходимо использовать ряд разных значений энергии, что за

счёт перекрывания зон даёт плоский профиль концентрации. Распределение можно дополнительно видоизменять, используя термодиффузию или радиационно-стимулированную диффузию.

Методом ионной имплантации можно существенно изменить приповерхностные механические свойства металла; можно более чем на порядок величины изменить коэффициент трения, износостойкость, твердость.

Перспективным методом ХТО материалов является воздействие высокочастотной плазмы пониженного давления, которая позволяет варьировать как температуру обработки, так и характеристики ионного потока, поступающего из плазмы на поверхность обрабатываемого изделия. Поверхность металла, помещенного в высокочастотную (ВЧ) плазму пониженного давления, бомбардируется потоком ионов с энергией 10...100 эВ. В результате такого воздействия, во-первых, удаляются поверхностные загрязнения, включая оксидные пленки, технологические смазки и т.д., которые неизбежно присутствуют на поверхности материалов. Во-вторых, в результате обработки снижается шероховатость поверхности металлов, т.к. воздействие ионов фокусируется на вершинах микронеровностей. В-третьих, бомбардировкой ионов при ВЧ плазменной обработке достигается залечивание микротрещин поверхности металла, ликвидация трещиноватого и рельефного слоев, формирование сжимающих остаточных напряжений в приповерхностном слое образца и др. В-четвертых, бомбардировка позволяет улучшать внутреннюю структуру металлов за счет перераспределения дефектных слоев. При использовании в качестве плазмообразующего газа смеси аргона с пропан-бутаном или азотом можно обеспечить газонасыщение поверхности с формированием соответствующих карбидов или нитридов. В результате обработки происходит формирование наночастиц приповерхностных слоев в глубине образца.

Плазма, генерируемая ВЧ разрядами, обладает рядом преимуществ по сравнению с другими плазменными источниками (дуговой, тлеющий разряд и др.). Например, повышенной чистотой плазмы из-за отсутствия электродов и практически неограниченным ресурсом работы.

С технологической точки зрения метод высокочастотной обработки поверхности изделий обладает рядом преимуществ [1, 3, 4]:

менее длителен процесс легирования при высокой однородности распределения имплантированного вещества по поверхности;

возможна точная дозировка легирующего (имплантируемого) элемента;

введение вещества с практически неограниченной растворимостью в твердом состоянии; константы диффузии при ионной имплантации практически не влияют на образование сплава;

отсутствие проблемы адгезии, так как нет поверхности раздела;

высокая контролируемость и воспроизводимость;

размеры детали не изменяются;

вводится очень малое количество вещества, поэтому при необходимости можно применять достаточно дорогое вещество без существенного удорожания технологии;

реализация процесса при низких температурах;

простота методов защиты поверхностей, не требующих обработки ионной бомбардировкой;

многократная имплантация с изменяющимся напряжением позволяет осуществлять нужное распределение имплантированного элемента по глубине поверхностного слоя.

Нами обработана партия фрез из быстрорежущей стали Р18 (рис. 1).

Фреза, введенная в плазму ВЧ разряда, благодаря термической неравновесности ВЧППД, приобретает отрицательный заряд, микровыступы и кромки микротрещин поверхности становятся концентраторами электрического поля. При этом поверхность фрезы подвергается бомбардировке ионами плазмообразующего газа, и происходит рекомбинация ионов, очистка



Рис.1 Фрезы профильные угловые (фасонные) для машины безогневой резки труб

поверхности от различных загрязнений, распыление и оплавление микровыступов, залечивание микротрещин, что в свою очередь приводит к уменьшению шероховатости поверхности, к изменению состава и структуры приповерхностного слоя, что обеспечивает повышение износостойкости режущих кромок фрез.

В результате исследований взаимодействия ВЧ плазмы пониженного давления аргона с образцами из титановых сплавов, сталей, алюминиевых образцов получены зависимости изменения микротвердости, газонасыщения и шероховатости поверхности от режима обработки, ее продолжительности и состава плазмообразующего газа. Установлено, что снижение шероховатости максимально при обработке деталей на установке ПУ-ВЧЕ (рис. 2) емкостным разрядом.

Разрядная камера – кварцевая водоохлаждаемая, с кольцевыми медными электродами, помещенными в охлаждающую воду.

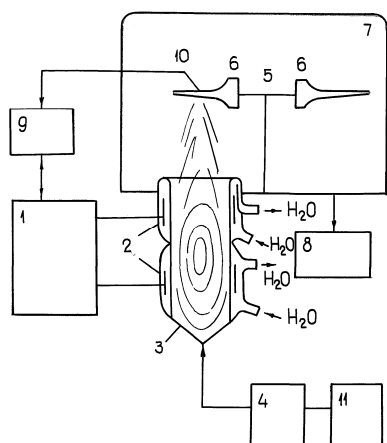


Рис.2 Установка ПУ-ВЧЕ для полировки и очистки: 1 – ВЧ-генератор, 2 – электроды, 3 – водоохлаждаемая РК, 4 – устройство очистки аргона, 5 – карусельное устройство, 6 – обрабатываемая деталь – лопатка газотурбинного двигателя, 7 – вакуумная камера, 8 – система откачки, 9 – система контроля-управления, 10 – термопары, 11 – система газоснабжения.

С целью установления оптимальных параметров взаимодействия ВЧ плазмы с поверхностью материалов проводилась обработка изделий при варьировании входных параметров установки в следующих диапазонах: расход плазмообразующего газа 0,025-0,15 г/с, потребляемая мощность – от 2,5 до 10 кВт, частота генератора – 13,56 МГц. [5, 6]

В качестве рабочего газа при исследовании процессов финишной очистки и нанополировки поверхностей использовался технически чистый аргон. Для повышения микротвердости поверхности изделия использовалась смесь газов из аргона и азота в соотношении 70% на 30%. Предварительное давление в рабочей камере – от 1,33 до 13,3 Па, рабочее давление – от 13,3 до 133 Па, расход плазмообразующего газа – до 0,15 г/с.

Внутренние характеристики разряда и плазменной струи при этом изменяются в следующих диапазонах: концентрация электронов $n_e=1017-1019$ 1/м³, плотность тока в плазме $j=0,8-1,0$ А/м², напряженность магнитного поля в ВЧИ разряде $H_z=(0,6-2,5) \cdot 10^3$ В/м, скорость потока 70-500 м/с, толщина СПЗ до 1,5–2 мм, энергия ионов $W_i=40-80$ эВ и плотность ионного тока $j_i=0,3-15$ А/м².

Образцы материалов закреплялись в специальных креплениях на карусельных устройствах таким образом, чтобы при вводе их в поток неравновесной низкотемпературной плазмы проводилась обработка строго определенной зоны образца.

Образец устанавливался перпендикулярно потоку. Для устранения побочных эффектов образцы перед плазменной обработкой при изучении состава и структуры обезжиривались и обезвоживались.

Температура образца при установлении закономерностей изменения свойств поверхностного слоя от плазменных параметров выбиралась такой,

чтобы, с одной стороны, максимально интенсифицировать плазменные процессы, а с другой – чтобы при этой температуре термообработка не была бы доминирующим фактором.

Экспериментально было установлено, что время достижения рабочей температуры и получения равномерного распределения температуры по всему объёму материала составляет 15 – 20 минут, поэтому все изделия обрабатывались в плазме чистого аргона в течении 25 минут. Это было сделано также для удаления сорбированных молекул на поверхности («низкоэнергетическая ионная очистка»).

Параметры обработки

Таблица 1

	Номер фрезы	Состав газа / соотношение в %	Время обработки
Диаметр 135	1	Ar + пропан-бутан / 70% + 30%	40 мин.
	2	Ar + пропан-бутан / 60% + 40%	40 мин.
	3	Ar + пропан-бутан / 70% + 30%	60 мин.
Диаметр 140	4	Ar + пропан-бутан / 70% + 30%	30 мин.
	5	Ar + пропан-бутан / 60% + 40%	20 мин.
	6	Ar + пропан-бутан / 70% + 30%	60 мин.

Для определения физико-механических свойств применялось измерение твердости на твердомере ТП-2, микротвердости с помощью микротвердомера ПМТ-3, шероховатости поверхности на профилометре (модель 283), рельеф и микрорельеф поверхности исследовался на электронных микроскопах “JSM-35”.

Замеры микротвердости проводились на поверхности полированных образцов на микротвердомере ПМТ-3 по ГОСТ 2999-75 при нагрузке 100 гс. Измерения микротвердости проводились в соответствии с ТУ 9437-025-40686779-2001. Увеличение значения микротвердости составило от 12 до 29 %. Исследование шероховатости поверхности проводилось на профилометре (модель 283). Было установлено уменьшение шероховатости на 24-37%, определены оптимальные параметры достижения этого значения. Микрорельеф поверхности, который исследовался на электронных микроскопах “JSM-35” показал отсутствие трещиноватого и рельефного слоев. Исследования износостойкости проводились

экспериментальным путем на натурных испытаниях в ОАО «Северо-Западные магистральные нефтепроводы». Они показали, что у всех обработанных фрез увеличился срок службы, однако наилучший результат был достигнут у фрезы №1 со следующими параметрами обработки

Состав газа / соотношение в %	Время обработки
Ar + пропан-бутан / 70% + 30%	40 мин.

На наш взгляд при меньших временах обработки не происходит равномерного формирования нанодиффузионного покрытия, слишком же большая толщина покрытия приводит к охрупчиванию поверхности.

Для численного исследования газодинамики струйного течения нейтральной компоненты ВЧ плазмы пониженного давления в вакуумной камере ВЧИ плазменной установки использован метод, предложенный в [7]. Метод основан на численном моделировании потока трёхкомпонентной ВЧ плазмы пониженного давления с учетом передачи энергии от электронов атомам в упругих столкновениях. [11]. Проведены расчеты газодинамических параметров струи ВЧ плазмы для модели вакуумной камеры радиусом $R=0.2$ м, радиусом входного отверстия $r=0.012$ м, длиной камеры $l=0.5$ м. Давление на входе в вакуумную камеру устанавливалось 35-105 Па. Расчеты проводились для модели вакуумной камеры с образцом, находящимся в струе ВЧ плазмы на расстоянии $l_b=0.21$ м от входного отверстия для плазмообразующего газа Аргон (Ar). Расчеты показали, что для равномерной обработки материалов необходимо учитывать распределение температуры на поверхности образца за счет регулировки температуры плазмы, скорости течения и расхода плазмообразующего газа. На рис. 3. и рис. 4. показаны графики распределения температуры и скорости течения нейтральной компоненты ВЧ плазмы в зависимости от расстояния от входного отверстия для следующих параметров на входе в вакуумную камеру: $T_a = 500$ К, $P = 55$ Па, $V = 1000$ м/с. Центр струи находится в точке $x=0$. Из представленных графиков видно, что на расстоянии 0.01 м от входного отверстия профиль модуля скорости имеет колоколообразную форму (кривая 1 рис.3.), однако заметен температурный перегрев более чем на 100 К на краях струи по сравнению с её центром (кривая 1 рис.4.), что можно объяснить торможением газа на входе в вакуумную камеру и переходом части кинетической энергии в тепловую. Однако уже на расстоянии 0.1 м от входного отверстия, и далее, газодинамические параметры плазмы благоприятны для обработки образца (кривые 2, 3 рис.3., кривые 2, 3 рис.4.). Таким образом, расчет газодинамических параметров ВЧ плазмы пониженного давления важен для определения параметров равномерной обработки образцов в ВЧ плазменной установке и снижения отклонения полученной микротвердости и других параметров обрабатываемого изделия от среднего значения по обрабатываемому образцу и требует дальнейшего уточнения математической модели.

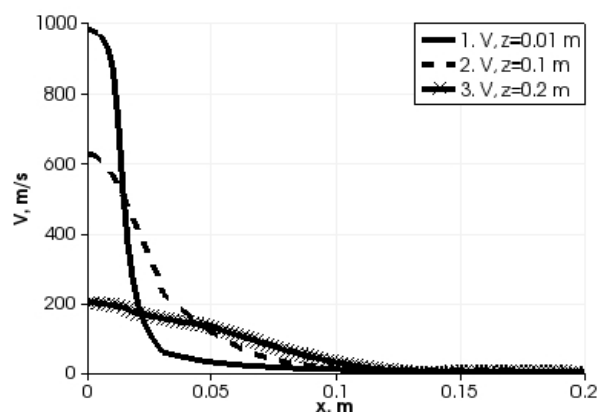


Рис.3. Модуль скорости плазмообразующего газа в зависимости от расстояния от входного отверстия при наличии образца в струе

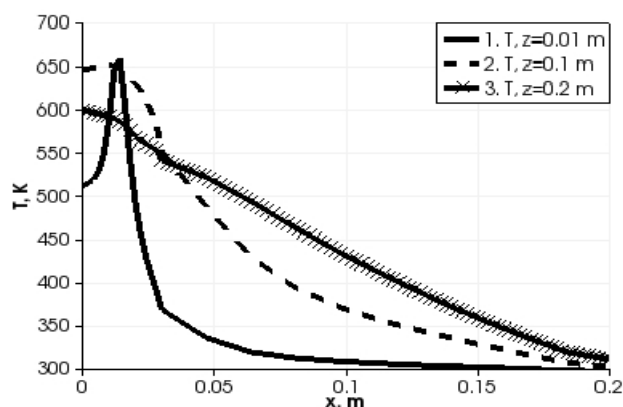


Рис.4. Температура плазмообразующего газа в зависимости от расстояния от входного отверстия при наличии образца в струе

Анализ характеристик фрез, обработанных в плазме ВЧ разряда, показал, что физико-механические значения опытных образцов обладают улучшенными технологическими, эксплуатационными показателями по сравнению с контрольными, также были установлены оптимальные режимы для технологических процессов получения этих изделий и проведены численные расчеты газодинамических параметров нейтральной компоненты ВЧ плазмы пониженного давления в рабочей области плазменной установки.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты 10-01-00728а, 11-01-00864а, 12-01-00955а и Минобрнауки РФ, госконтракт от 06.09.2010г. № 14.740.11.0080

Литература

1. Ламберов А.А., Башева И.А., Ситникова Е.Ю., *Вестник Казанского технологического университета*, - 3, 178-187. (2007).
2. Рыкалин Н.Н., Кулагин И.Д., Сорокин Л.М., Гугняк А.Б., *ЖТФ*, **46**, 4, 730-736, (1976).
3. D.F. Ollis, H. Al-Ekabi (Eds.). *Photocatalytic Purification of Water and Air*. Elsevier, Amsterdam, 1993. 432 p.
4. M. Xu, N. Huang, Z. Xiao, Z. Lu, *Supramol. Sci.*, 5, 449 – 451 (1998).
5. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 625 – 627 (2010).
6. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 628 – 629 (2010).
7. Желтухин В.С., Шемахин А.Ю. *Учен. зап. Казан. ун-та. Сер. Физ.-матем. Науки*, Е. 153, кн.4, 135-142 (2011).

А.А. Хубатхузин - к. т. н., доцент кафедры вакуумная техника электрофизических установок, КНИТУ, al_kstu@mail.ru

И.Ш. Абдуллин – д.т.н., профессор кафедры плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов, КНИТУ, abdullin_i@kstu.ru

Э.Б. Гатина – к.м.н., с.н.с. кафедры плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов, КНИТУ, mukalia@mail.ru

В.С. Желтухин — д.ф.-м.н., заведующий кафедрой математической статистики КФУ, vzheltukhin@gmail.com

А.Ю. Шемахин — аспирант, ассистент кафедры математической статистики КФУ, shemakhin@gmail.com