

**ПОЛУЧЕНИЕ ПРОЧНОГО СЦЕПЛЕНИЯ НА ГРАНИЦЕ «ГАЗОТЕРМИЧЕСКОЕ
ПОКРЫТИЕ – ОСНОВА» ЗА СЧЕТ УЛЬТРАЗВУКОВОГО МОДИФИЦИРОВАНИЯ
ПОВЕРХНОСТИ ОСНОВЫ**

*Ж.Г. Ковалевская***, к.т.н., доц., В.А. Клименов***, д.т.н., проф., К.В. Зайцев****, к.т.н., доц.*

**Томский политехнический университет*

634050, г. Томск, пр. Ленина, 30,

***Институт физики прочности и материаловедения СО РАН*

634021, г. Томск, пр. Академический, 2/4

E-mail: zhanna_kovalevskaya@mail.ru

****Томский государственный архитектурно-строительный университет*

634003, г. Томск, пл. Соляная, 2

*****Юргинский технологический институт (филиал) Национального исследовательского*

Томского политехнического университета

652055, Кемеровская обл., г. Юрга, ул. Ленинградская, 26

Предварительная подготовка поверхности детали перед газотермическим напылением играет важную роль в процессе физико-химического взаимодействия напыляемых частиц и подложки. Основная задача подготовки поверхности состоит в повышении активности атомов поверхностного слоя для облегчения их контакта с атомами напыляемого материала и протекания в контакте процессов электронного взаимодействия [1]. Одним из методов механической активации подложки является поверхностная пластическая деформация, которая увеличивает количество дефектов, выходящих на поверхность основы. Дефекты увеличивают количество очагов схватывания между напыляемыми частицами и подложкой, тем самым усиливая образование химической связи на границе раздела. Энергия, которая может высвободиться при выходе на поверхность разных типов дефектов, способствует объемной диффузии материалов в поверхностном слое подложки. Кроме того, поверхностная обработка подложки создает: сложную топографию поверхности, благоприятную для контакта напыляемых частиц и подложки; остаточные напряжения сжатия в поверхностном слое, компенсирующие негативное влияние остаточных напряжений растяжения в покрытии; градиентное увеличение твердости поверхностного слоя основы для нивелирования скачка свойств на границе твердое покрытие – мягкая деталь.

Имеется опыт применения для модификации поверхности основы таких методов поверхностной пластической деформации как дробеструйная обработка, алмазное выглаживание, накатывание регулярных микрорельефов. Эти методы подготовки поверхности могут быть использованы при плазменном, газоплазменном высокоскоростном и детонационном напылении [2].

В нашей работе предложен способ подготовки подложки ультразвуковой финишной обработкой (УФО), относящийся к методам интенсивной пластической деформации поверхности [3–5]. Особенность воздействия на поверхность ультразвукового инструмента состоит в том, что индентор ультразвукового инструмента нормально колеблющийся с ультразвуковой частотой, под действием статических сил прижимается к поверхности детали и внедряется в поверхность на глубину, задаваемую амплитудой колебания инструмента. При вращении детали и движении манипулятора, совершающего продольную подачу инструмента, образуется сложная топография поверхности детали. Она создается за счет волн деформируемого металла, вытесненного в процессе перемещения индентора и его ударов о поверхность с ультразвуковой частотой. Высокая частота ударов инструмента с наложением ультразвуковых колебаний приводит к модификации поверхности в значительно большей степени, чем при обычных методах поверхностной пластической деформации.

Целью работы было исследовать область контакта напыленного газотермического покрытия с подложкой после напыления покрытия и его отрыва от подложки. Требовалось оценить вклад в прочность образовавшейся связи предварительной ультразвуковой финишной обработки.

Для изучения образования адгезионной связи на границе раздела покрытие – подложка и влияния на данную связь состояния поверхности основы перед напылением, были приготовлены образцы из отожженной стали 45, поверхность которых полировалась или обрабатывалась УФО (рис.1). Полировка осуществлялась абразивной пастой на фетровом круге. Ультразвуковая обработка проводилась устройством для ультразвуковой финишной обработки УЗГК-02 [5].

Плазменное напыление порошкового сплава на основе никеля осуществлялось на серийной установке УПУ-3Д с использованием аргон-азотной плазменной струи [6].

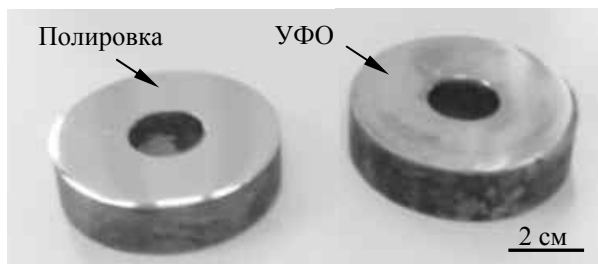


Рис. 1. Фотографии образцов после полирования и УФО

Напыление производилось послойно, с формированием покрытия толщиной до 300 мкм. Для оценки состояния поверхности на границе раздела покрытие – основа проводили оптическую металлографию поперечного сечения покрытия после химического травления на микроскопе Carl Zeiss Axio Observer. Для исследования поверхности основы после отрыва на границе контакта наводилась трещина и покрытие отрывали. Полное представление о морфологии поверхности исследуемых образцов и состоянии их поверхности после отрыва покрытия было получено благодаря использованию профилометрического комплекса MICRO MEASURE 3D station, позволяющего оценить состояние поверхности в трехмерном изображении и произвести количественную оценку интересующих параметров. Данный метод оценки состояния поверхности подложки после отрыва покрытия уже использовался при исследовании адгезии покрытий, нанесенных высокоскоростным газопламенным и детонационным напылением [7, 8]. Микротвердость измерялась на приборе ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 100 г. Степень наклепа поверхности оценивали по относительному приращению микротвердости $\Delta H_{\mu}/H_{\mu}$. За исходное значение было взято значение микротвердости поверхности стали после полировки.

После полировки основа имеет гладкую поверхность с шероховатостью $R_z = 0,09$ мкм (рис. 1а). На поверхности видны тонкие риски от абразивных частиц, глубина которых не превышает сотых долей микрометра. Так как степень наклепа на этой поверхности мы принимаем за ноль, то пластическую деформацию основы считаем минимальной.

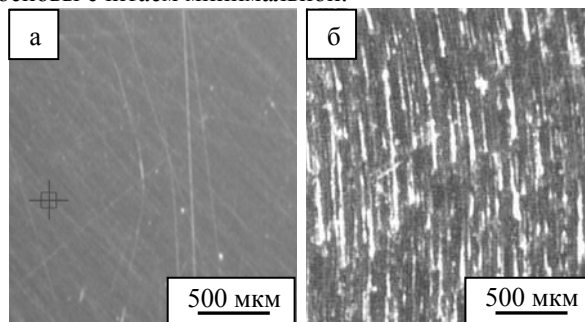


Рис. 2. Изображение поверхности стали после полирования (а) и УФО (б)

При УФО микрорельеф поверхности имеет другую топографию. Он задается микронеровностями, обусловленными относительным движением выглаживающего инструмента и образца. На поверхности подложки формируется микрорельеф как след от единичных ударов инструмента с равномерным натеканием деформируемого металла во всех направлениях. По направлению движения инструмента формируется визуально различимая строчность, задающая параметры поперечной шероховатости (рис. 2б). На профилограмме поверхности виден периодический микропрофиль чередующихся выступов и впадина, заданный подачей инструмента. При этом высота неровностей поперечного профиля невелика и соизмерима по величине с высотой неровностей от пластического течения металла в продольном направлении. В этом направлении также формируются выступы и впадины, но их расположение не систематично относительно выступов и впадин соседних строчек. В конечном результате, по всей поверхности формируется из отдельных, повторяющихся фрагментов субмикрорельефа без значительной анизотропии. Шаг микронеровностей в поперечном направлении составляет около 100 мкм, в продольном 5–10 мкм. Высота выступов шероховатости меняется от 0,5

до 0,8 мкм. Выступы плавно переходят во впадины уступами без формирования острых кромок. Формируется так называемая террасная топография поверхности. Такой микрорельеф без значительных концентраторов напряжения на поверхности детали обеспечивает при эксплуатации изделия повышенные характеристики усталостной прочности. Шероховатость поверхности составляет по R_z 0,72 мкм.

Как описывалось в предыдущих работах [3–5], многократная пластическая деформация поверхности ультразвуковым инструментом приводит к изменению не только геометрии поверхности, но и его структуры. В приповерхностном модифицированном слое стали происходит измельчение структурных элементов и формирование дефектной субструктуры [3]. Подобное строение поверхности приводит к значительному повышению количества дефектов кристаллического строения, выходящих на поверхность подложки. На поверхности стали степень наклепа составляет 0,38.

Таким образом, максимальная эффективная площадь контакта поверхности формируется при ультразвуковой обработке. При соударении деформирующего инструмента с поверхностью основы на ее поверхности образуются углубления. Поверхность основы при этом растягивается на величину, примерно равную диаметру углубления, и возникает сжимающая сила, стремящаяся сохранить первоначальную форму поверхности, то есть создаются сжимающие напряжения. Для УФО также характерна значительная деформация поверхности, обеспечивающая выход на поверхность структурных дефектов – дислокаций и границ зерен.

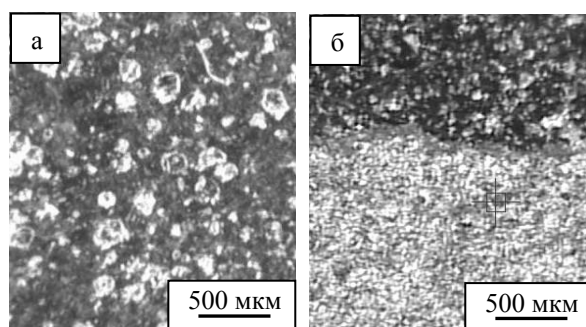


Рис. 3. Изображение поверхности стали после отрыва напыленного покрытия от полированной (а) и обработанной ультразвуковым инструментом (б) основы

При отрыве покрытия от полированной основы поверхность имеет следующий вид: прикрепленные к подложке и отделенные от покрытия частицы чередуются с зонами вторичного окисления (рис. 3а). Частицы имеют близкую к округлой форму с размером в диаметр около 100 мкм и высотой около 10 мкм. Такую форму имеют сплэты – частицы жидкого металла, ударившиеся и растекшиеся по подложке [6]. Кроме целых частиц, удержанных на подложке, топографически наблюдаются участки напыленного материала меньшей площади. Они представляют собой только очаги схватывания между частицей и подложкой, имеющие прочную металлическую связь. Основной объем материала частицы в этом случае отделился вместе с покрытием. По результатам количественной оценки, общая площадь очагов схватывания и приваренных частиц на полированной подложке составила около 30%.

Покрытие, напыленное на подложку с УФО, при отрыве отделилось по границе раздела лишь частично (рис. 3б). Следовательно, на большей площади поверхности образца сила адгезионной связи превысила силу когезии. В верхней части фотографии (рис.3б) изображена область отрыва покрытия по границе покрытие – основа. На поверхности подложки наблюдается большое количество очагов схватывания. Размер отдельного очага совпадает с размером очага схватывания на полированной поверхности и составляет в ширину 15–20 мкм, в высоту около 2–5 мкм. Расстояние между очагами совпадает с расстоянием между выступами поверхности 50–100 мкм. В некоторых местах поверхности сохраняются небольшие участки покрытия, не отделившиеся от подложки и представляющие агломераты напыленных частиц, удерживаемых комплексом близко расположенных очагов схватывания. Общая площадь очагов схватывания и не отделившихся агломератов составляет около 40%. Однако, в данной количественной оценке не учитывалась площадь подложки, на которой произошло когезионное разрушение покрытия.

Для оценки особенностей взаимодействия материала на границе покрытие – основа были проведены металлографические исследования поперечных шлифов напыленных на основу покрытий. Сразу отметим, что оптическая металлография состояния границы раздела покрытие – основа за-

труднительна. Это обусловлено наличием на границе раздела скачка физико-механических свойств материалов. Поэтому, для наглядности описания происходящих на границе процессов используются как нетравленные, так и травленные шлифы.

Для оценки состояния границы раздела покрытие – полированная подложка, рассмотрены поперечные шлифы с покрытием без химического травления (рис. 4). После травления на границе раздела сформировалось контрастное углубление, затрудняющее металлографический анализ.

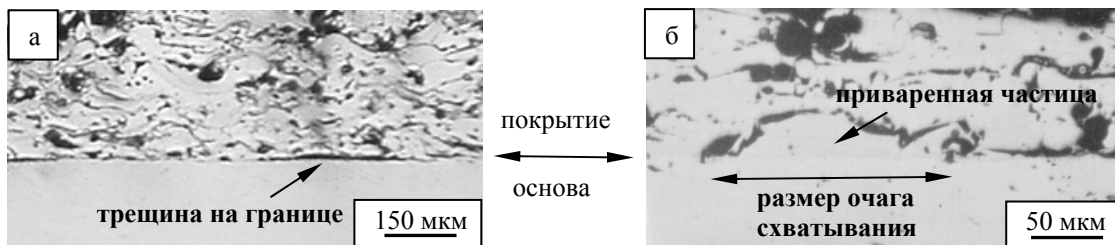


Рис. 4. Металлографическое изображение граница раздела покрытие – полированная основа

Как показано на рисунке 4а, между основой и покрытием видна четкая линейная граница. Часть прилегающего к подложке материала имеет с основой прочную связь, образованную в процессе химического взаимодействия. Прочную связь с основой имеют, как целые напыленные частицы, что иллюстрирует рис.4б, так и фрагменты частиц. Большую часть границы образуют трещины, сформировавшиеся либо в процессе нанесения и охлаждения покрытия, либо в процессе приготовления шлифа. В обоих случаях рост трещин связан с большими остаточными напряжениями, имеющимися на границе раздела и в самом покрытии.

Причиной возникновения остаточных напряжений может быть несоответствие коэффициентов термического расширения напыляемых частиц и основы, усадка при кристаллизации частиц, жесткость системы покрытие – основа и др. Обычно, при осаждении жидких частиц, как в нашем случае, на границе раздела в процессе усадки кристаллизующегося материала образуются микропоры. Под действием остаточных напряжений растяжения микропоры трансформируются в микротрещины, распространяющиеся либо по границе раздела, либо вглубь покрытия. В случае напыления материала на полированную основу, микротрещины распространились по границе покрытие – основа (рис. 3а). Этого не произошло лишь на участках границы, где напыленные частицы и подложка образовали прочную металлическую связь, то есть в очагах схватывания. Поэтому, при отрыве покрытия от основы на этих участках разрушение происходит выше границы раздела либо по объему материала частицы, либо по границе между вышележащими напыленными частицами (рис. 4б). Картину такого отрыва мы и наблюдаем на рис. 3а.

На рисунке 5 представлено строение поперечного сечения границы раздела покрытие – подложка с УФО. Поперечный шлиф был приготовлен после отрыва покрытия из участка образца, где разрушение произошло по материалу покрытия. Так как на нетравленном шлифе граница раздела не выявлялась, было проведено химическое травление стальной подложки 4% спиртовым раствором азотной кислоты.

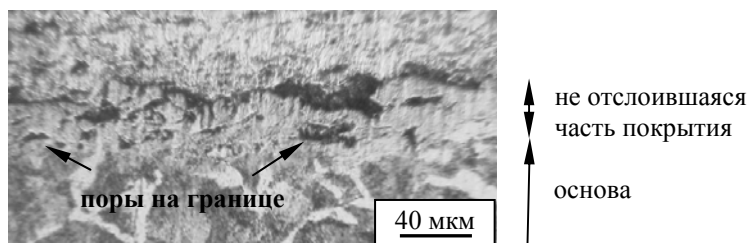


Рис. 5. Металлографическое изображение граница раздела покрытие – обработанная ультразвуковым инструментом основа

После химического травления основы обнаружено, что граница раздела повторяет рельеф подложки, сформированный ультразвуковой обработкой. На границе наблюдаются как участки, имеющие прочную связь между напыленными частицами и основой, так и поры. Однако, разрушение материала при отрыве покрытия произошло не за счет разрастания граничных пор в микротрещины с

дальнейшим разрушением по границе раздела. Разрушение произошло несколько выше границы раздела, за счет чего на поверхности подложки сохранился тонкий слой напыленного материала, соизмеримый с высотой двух-трех деформированных частиц.

Зоны прочного соединения материала покрытия и основы с УФО составляют большую часть границы, что, скорее всего, связано с интенсификацией химического взаимодействия напыляемых частиц и материала подложки за счет выхода на поверхность подложки большего количества дефектов. Не менее важным для формирования очагов схватывания является наличие вершин шероховатости на обработанной ультразвуковым инструментом поверхности основы. Выступы шероховатости при осаждении расплавленных частиц нагреваются в большей степени и фактически свариваются с кристаллизующимися частицами, формируя очаги схватывания. Это подтверждает фотография подложки в области отрыва покрытия по границе раздела (рис. 3б). Как уже отмечалось выше, порядок расположения очагов схватывания соответствует расположению выступов шероховатости.

На возрастание адгезионной прочности, в случае подготовки поверхности УФО, наряду с увеличением площади очагов схватывания влияет и наличие напряженного состояния подложки. Предварительное создание на поверхности сжимающих напряжений способствует эффективной компенсации растягивающих напряжений покрытия. Этим и может быть объяснено то, что на большей площади образца разрушение происходит не по границе раздела покрытие – основа, а несколько выше.

На основе полученных результатов исследования можно констатировать, ультразвуковая финишная обработка поверхности дает возможность формировать на границе раздела плазменное покрытие-основа адгезионную связь и достигать уровня прочности сцепления, достаточную для решения практических задач.

Литература.

1. Siegmann S. D., Brown C. A. Investigation of substrate roughness in thermal spraying by a scale-sensitive 3-D fractal analysis method / 15th International thermal spray conference – thermal spray: meeting the challenges of the 21st century, Nice, France. – 1998. – P. 831-836.
2. Smith R. W., Novak R. Advanced and application in U.S. thermal spray technology // Powder metallurgy international. – 1991. – №3. – P. 147-156.
3. Ковалевская Ж.Г., Иванов Ю.Ф., Перевалова О.Б., Клименов В.А., Уваркин П.В. Исследование микроструктуры поверхностных слоев малоуглеродистой стали после точения и ультразвуковой финишной обработки // Физика металлов и металловедение. – 2013. – Т. 114. – № 1 – С. 47-60.
4. Лотков А.И., Батурин А.А., Гришков В.Н., Ковалевская Ж.Г., Кузнецов П.В. Влияние ультразвуковой пластической обработки на структурно-фазовое состояние поверхности никелида титана / Письма в ЖТФ. – 2005. – том 31. – вып. 21. – С. 24-29.
5. Klimentov V.A., Kovalevskaya Zh.G., Borozna V.Yu., Sun Zeming, Zhu Qifang Nanocrystallization surface treatment of titanium alloys // Rare metals. – 2009. – Vol. 28. Spec. Issue. – №10. – P.195-198.
6. Klimentov V.A., Ivanov Yu.F., Perevalova O.B., Senchilo Z.G. Structural and phase transformation in the Ni- and Fe- based plasma coating under the effect of high energy // Materials and manufacturing. – 1997. – Vol. 12. – №5. – P.849–861.
7. Клименов В.А., Ковалевская Ж.Г., Зайцев К.В., Толмачев А.И. Исследование адгезии покрытий, полученных высокоскоростным газопламенным напылением // Известия Томского политехнического университета. – 2007. – Т. 310. – №3. – С. 57-61.
8. Клименов В.А., Ковалевская Ж.Г., Ульяницкий В.Ю., Зайцев К.В., Борозна В.Ю. Влияние ультразвуковой обработки основы на формирование покрытия при детонационном напылении // Технология машиностроения. – 2008. – №7. – С. 22-26.

STRUCTURE AND PROPERTIES OF POWDER CATHODE MATERIALS OF TITANIUM – TITANIUM CARBIDE SYSTEM

*E.N. Korosteleva***, PhD., docent, G.A. Pribytkov**, PhD, prof., M.G. Krinitcyn*, postgraduate*

**Tomsk Polytechnic University*

634050, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, +7 (3822) 56-38-65

***Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS*

634021, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, +7 (3822) 49-25-76

E-mail: krinmax@gmail.com

Titanium-based cathodes, which nowadays are used for obtaining coatings made with vacuum-arc and magnetron methods, have a complex elemental composition. According to recent studies, complication of the cathode composition is necessary because multicomponent nitride coatings based on titanium with