

Антонюк¹ В. С. д.т.н., проф., Бондаренко² М. О. к.т.н., доц., Хандюк² М. В.

1 - НТУУ «Київський політехнічний інститут», м.Київ, Україна;

2 - Черкаський державний технологічний університет, м.Черкаси, Україна

ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ РОБОЧОГО ІНСТРУМЕНТУ ОБЛАДНАННЯ ПЕРЕРОБНОГО ВИРОБНИЦТВА МОДИФІКУВАННЯМ ЙОГО ПОВЕРХОНЬ НІТРИДОМ ТИТАНУ

Antonyuk¹ V., Bondarenko² M., Handyuk² N.

1 - The National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute», Kyiv, Ukraine (vp@kpi.ua);

2 - Cherkasy State Technological University, Cherkassy, Ukraine

INCREASE OF EFFICIENCY OF WORKING INSTRUMENT OF EQUIPMENT OF PROCESSING PRODUCTION AFTER MODIFICATION OF ITS SURFACES NITRIDE OF TITAN

У роботі приведені результати підвищення ефективності робочого інструменту переробного обладнання шляхом формування на їх поверхнях плазмовим напленням зносостійких покриттів на основі нітриду титану. Проведені дослідження та аналіз мікрогеометрії з використанням методів растрової електронної та атомно-силової мікроскопії. Показано, що отримані тугоплавкі покриття товщиною менше 100 нм покращують якість поверхні. Встановлено, що використовуючи електронно-променеву обробку можна отримати багатопшарову нанометричну структуру, а також модифікувати поверхню робочих інструментів переробного устаткування зі сформованими на їх поверхнях плазмовим напленням зносостійких покриттів на основі нітриду титану. Приведена методика прогнозування терміну безвідмовної експлуатації таких інструментів. Обговорюється можливий механізм осаження TiN на основі мікроскопічних даних по вивченню структури поверхні.

Ключові слова: газозфазове осаження у вакуумі, нітрид титану, растрова електронна мікроскопія, атомно-силова мікроскопія

Підвищення продуктивності харчового та переробного обладнання, а також якості харчових продуктів, що виготовляються на ньому, представляє одне з основних завдань в переробній промисловості та неможливе без подальшого поліпшення експлуатаційних властивостей робочих інструментів (свердел, подрібнювачів, шнеків тощо) цього обладнання. Одним з ефективних методів підвищення продуктивності та зносостійкості цих елементів є зміцнення їх поверхневого шару, наприклад, через їх модифікування покриттями TiN_x, які можуть бути отримані методом газозфазного осаження у вакуумі (PVD-метод).

Раніше [1] було показано, що реальна структура отримуваних газозфазним осаженням тонких покриттів, залишкові мікронерівності та однорідність їх поверхонь і відсутність на них мікрodefектів, достатньо важливий показник, що визначає експлуатаційні та технологічні показники якості робочих інструментів харчового та переробного обладнання, поверхні яких були модифіковані TiN_x PVD-методом.

Відомо [2], що структура поверхні покриття, яке утворюється, знаходиться в тісному зв'язку із структурою і хімічним складом основи, а також залежить від основних технологічних параметрів процесу осаження (температури і тиску парогазової реакційної суміші).

Численні додаткові чинники, які впливають на структуру, що формується, ускладнюють можливість отримання заданої зернистості, щільності, шорсткості та стабільності покриттів [3].

Тому, метою роботи є підвищення ефективності робочого інструменту переробного обладнання шляхом формування на їх поверхнях плазмовим напленням зносостійких покриттів на основі нітриду титану і подальше дослідження їх мікрогеометрії з використанням методів растрової електронної та атомно-силової мікроскопії, а також прогнозування терміну безвідмовної експлуатації такого інструменту.

Методика експерименту. Серед сучасних методів дослідження мікрогеометричних параметрів поверхні перспективним є методи растрової (РЕМ) та атомно-силової мікроскопії (АСМ) [4], які є експресними, прецизійними і мають нанометричну просторову роздільну здатність.

Об'єктами дослідження були зразки вирізані з різальних кромek перового свердла (робочий інструмент машини для обрізання кінців цибулі та висвердлювання серцевини) у формі секторів диска із нержавіючої сталі

X18H10T, що широко використовується в харчовій промисловості, діаметром 3,5 мм і завтовшки 2 мм, які були розділені на дві групи:

зразки без покриття TiN;

зразки, які мали шар TiN (до 13 мкм).

Досліджувані зразки були отримані на установці йонно-плазмовій установці ННВ-6,6 ІІ шляхом осадження покриття нітриду титану на основу (матеріал основи – харчова неіржавіюча сталь X18H10T) у відповідному технологічному режимі (швидкість осадження покриття 13...40 мкм/годину, час осадження 2...20 хвилин, струм джерела живлення основи – 8 А, залишковий тиск у вакуумній камері $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па) з подальшою низькоенергетичною електронно-променевою обробкою (ЕПО).

Електронно-променева обробка проводилася з використанням стрічкової електронної гармати Пірса на модифікованій вакуумній установці УВН-71 за наступних режимів: прискорююча напруга $U_{пр} = 6,5$ кВ, струм електронного потоку $I_{пот} = 450$ мА, швидкість обробки $V_{обр} = 1,5$ см/с, час електронно-променевої обробки $t = 5 \dots 8$ с, залишковий тиск у вакуумній камері $p = 5,5 \cdot 10^{-5}$ Па.

Рельєф поверхні, а також кінетика розвитку шарів покриття досліджувалися методом скануючої растрової електронної мікроскопії (растровий електронний мікроскоп JEOL JSM-6700F (Японія).

Дослідження мікрогеометрії поверхонь об'єктів з обох груп проводились методом АСМ на скануючому зондовому мікроскопі "NT-206V" (виробник: ТДВ "Микротестмашины", Білорусь) із застосуванням кремнієвих зондів "Ultrasharp CSC12" (виробник: "Mikromasch", Німеччина). При цьому, для підвищення достовірності результатів, дослідження проводилися на 9 ділянках площею 13×13 мкм по поверхні кожного із зразків.

Вибір необхідної ділянки на поверхні зразка здійснювався системою мікропозиціонування і вбудованим оптичним довгофокусуєчим мікроскопом Logitech (виробник: "Logitech Inc", США).

Дослідження границі впровадження матеріалу покриття в основу інструмента проводилося на растровому електронному мікроскопі JEOL JSM-6700F в Центрі колективного користування «Токио-Боекі» (м. Київ), а його результати дозволяють судити про характер взаємодії матеріалу основи з матеріалом покриття.

Дослідження об'єктів методом атомно-силової мікроскопії проводилися таким чином. Провівши ультразвукове очищення об'єкту дослідження в етиловому спирті, його базували на магнітному предметному столику. Застосування вбудованого довгофокусуєчого мікроскопа і системи мікропозиціонування дозволяє з точністю $\pm 2,5$ мкм визначати ділянку зразка, поверхня якого досліджувалася. В якості робочого був вибраний статичний режим роботи АСМ, який має меншу точність в порівнянні з динамічним режимом, проте дозволяє досліджувати саму поверхню об'єкту, ігноруючи наявність на ній вологи і залишків органічних речовин (спирту, жирних кислот тощо).

Для підвищення точності і відтворюваності результатів дослідження, виміри проводилися на 5...6 зразках з кожної групи. Після завершення процесу вимірювання, за допомогою системи мікропозиціонування здійснюється переведення вимірювальної голівки АСМ на наступну ділянку.

Результати вимірювань заносилися в пам'ять персонального комп'ютера, який входить до складу діагностичного комплексу атомно-силового мікроскопа для подальших візуалізацій, дослідження і аналізу.

На рис. 1. а, б представлені мікрофотографії поверхні тугоплавких газозафазних покриттів на основі нітриду титану до та після низькоенергетичної електронно-променевої обробки.

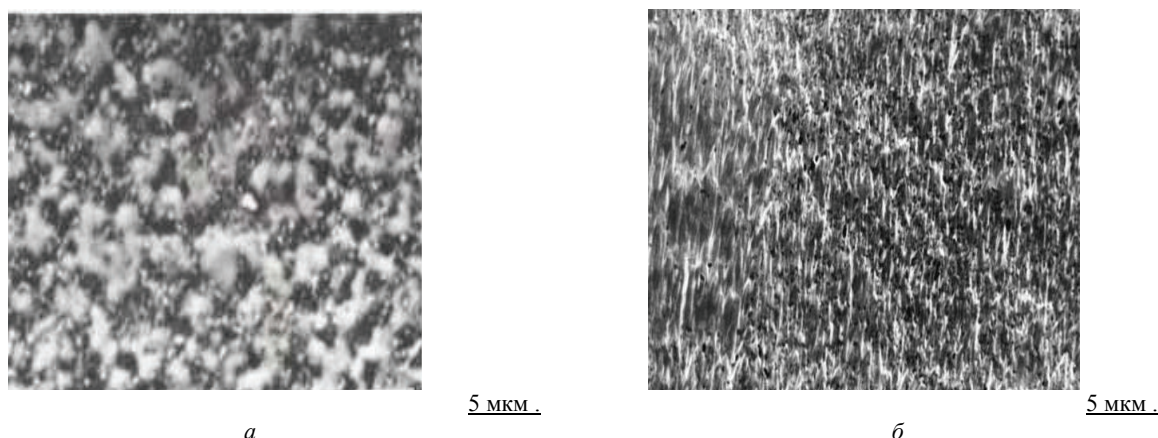


Рис. 1. Електронно-мікроскопічні знімки поверхні газозафазного покриття TiN на сталі X18H10T (час осадження 15 хвилин) (а) та подальшої ЕПО протягом 7 сек (б)

Як видно із рис. 1.а, в результаті осадження газозафазних покриттів на основі нітриду титану утворюються поруваті покриття, що мають структурні утворення порядку 3...8 мкм. Структура таких покриттів, враховуючи ударне навантаження на інструмент, не дозволяє суттєво покращити термін їхньої надійної експлуатації, який становить 900...1020 годин (проти 800 годин експлуатації такого інструменту без покриття) при зусиллі на

свердло 186 Н. В той же час, при подальшій електронно-променевої модифікації осаджених покриттів TiN (рис.1.б), спостерігається зменшення їх поруватості, а кристаліти утворених формувань мають голкоподібну форму з чітко вираженим напрямком їх утворення вздовж напрямку дії електронного потоку стрічкової форми.

Така електронна дія дозволила суттєво покращити структуру поверхні сформованого газозфазним осадженням покриття TiN. При цьому, підвищення часу ЕПО понад 10 сек призводить до значного випаровування матеріалу покриття, що значно погіршує його експлуатаційні характеристики (мікронерівності збільшуються з 50...60 нм до 325...512 нм, суцільність покриття порушується, місцями спостерігається його відокремлення від матеріалу основи), тоді, як зменшення часу до 3 сек не призводить до очевидної структуризації поверхні.

Адгезійні властивості покриттів TiN, досліджувалися склерометричним методом (методом дряпання). В результаті цих досліджень виявлено, що критичне навантаження, при якому з'являлися перші відколи і відшаровування покриття, складало 135...165 Н, що значно перевищує критичне ударне навантаження в 10 Н/мм² яке виникає при експлуатації інструментів перового свердла машини для обрізання кінців цибулі та висвердлювання серцевини.

Отримані методом атомно-силової мікроскопії за допомогою приладу NT-206V профілі інструменту із сталі X18H10T без покриття і з покриттями TiN вказують на високу суцільність покриття навіть після його тривалої експлуатації, яка в 1,35...1,5 рази перевищує час експлуатації інструменту без покриття за тих же режимів.

На рис.2 наведені результати дослідження методом АСМ різальних кромок перового свердла зразків без (а) та з покриттям TiN (б), отриманими методом PVD після їх експлуатації упродовж 2200 годин при зусиллі на свердло 186 Н.

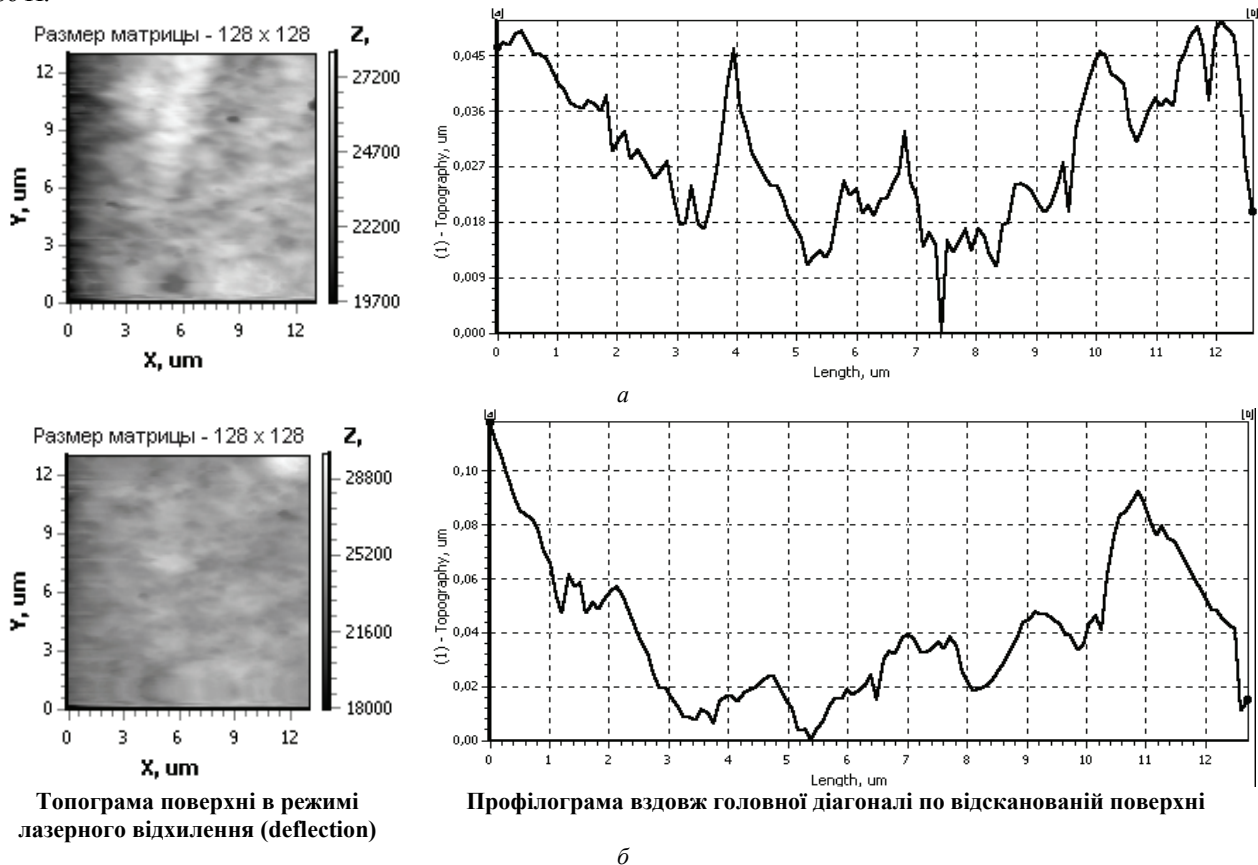


Рис. 2. Мікрогеометрія поверхні без покриття (а) та з покриттям TiN (б) після експлуатації протягом 800 годин

Аналіз результатів топограм поверхні в режимі лазерного відхилення та профілограф поверхонь зразків без покриття (рис.2.а) дозволив встановити, що в процесі тривалої експлуатації (800 годин) відбувається руйнування робочих поверхонь (збільшення мікронерівностей з 60...90 нм до 280...350 нм, поява мікротріщин, відколів та інших мікродфектів), яке призводить до різкого зниження функціональних властивостей і продуктивності інструменту в цілому.

У той же час, на зразках з покриттям TiN (рис.2.б), отриманих PVD-методом на йонно-плазменій установці ННВ-6,6 ІІ не спостерігаються мікродфекти, а мікронерівності за цей же час експлуатації збільшувалися з 50...60 нм лише до 85...130 нм, що не є суттєвими.

Математична обробка результатів експерименту. Аналіз даних досліджень, отриманих методом атомно-силової мікроскопії зразків з покриттями, проводився методом планування двохфакторного експерименту [5], де в якості вхідних змінних обиралися приріст величин залишкових мікронерівностей (%) і кількість мікродефектів на поверхні зразка в процесі його зношування при критичному ударному навантаженні 10 Н/мм^2 .

В якості відгуку вибирався час зношування зразка (години). Отримання значущих коефіцієнтів при X_1 і X_2 проводилось в пакеті програм для статистичної обробки експериментів (Statistik). Результати експерименту представлені у вигляді рівняння регресії:

$$Y = 1328 - 0,71 \cdot X_1 - 63 \cdot X_2,$$

де Y - відгук - час зносу зразка (години);

X_1 - приріст значень залишкових мікронерівностей (нм);

X_2 - кількість мікродефектів.

Отримане рівняння регресії дозволяє встановити, що під час зношування зразка кількість мікродефектів має значно більший вплив, чим приріст значень залишкових мікронерівностей. При цьому, експериментально встановлено, що час зношування зразка залежить від лінійних розмірів залишкових мікродефектів на поверхні зразка а також їхнього характеру (мікротріщини, поруватості, зколювання, тощо). Наприклад, мікротріщини довжиною до 15 мкм майже не впливають на час зношування зразка і заліковуються в процесі ЕПО на 96%, тоді, як мікротріщини довжиною 25...30 мкм зменшують час зношування зразка на 18...20%.

Зіставлення результатів розрахунку по лінеаризованій моделі з експериментальними даними показало, що відносна похибка ϵ визначення часу безвідмовної експлуатації робочої частини інструменту не перевищує 8%.

Обговорення результатів дослідження. В результаті проведених досліджень встановлено, що на поверхні основи інструменту в процесі нанесення покриття відбувається адсорбція активних молекул з їх термічним розкладанням і взаємодією активних атомів титана і азоту. Зародкоутворення TiN на неіржавіючій сталі X18H10T можна представити наступним чином.

Дефекти, пов'язані з відшаруванням покриття, спостерігаються більше в інтерметалідах, які утворені на хромовій матриці, що має більш складну структуру. Титанова фаза, яка при утворенні інтерметалідів перебуває, переважно, в рідкому стані має меншу кількість дефектів в структурі.

Таким чином, кількість зародків TiN на титановій фазі повинна бути більшою, що й призводило би до переважного росту покриття. Проте, особливості формування наноструктурних покриттів нітриду титану на робочих інструментах комбінованим PVD-методом з подальшою низькоенергетичною електронно-променевою обробкою полягають у адсорбції активних молекул атомів титана і азоту з матеріалом основи, а саме – титановою фазою.

Це пов'язано з тим, що слідом за утворенням молекул TiN йде стадія взаємодії цих молекул з решіткою основи. Цей процес направлений у бік зниження вільної поверхневої енергії і здійснюється при кристалізації нітриду титану з найменшими спотвореннями в кристалічній решітці.

В результаті каталітичної дії металів основи, енергетичне перебування молекул на межі розділу фаз відрізняється від молекул, які залягають в об'ємі покриття. Таким чином, в процесі нанесення покриття нагріта поверхня сталі (титанової фази) активує процес утворення TiN.

Висновки

1. Встановлені особливості формування наноструктурних покриттів нітриду титану на робочих інструментах харчового та переробного обладнання комбінованим PVD-методом з подальшою низькоенергетичною електронно-променевою обробкою. Особливості такої дії полягають у адсорбції активних молекул атомів титана і азоту з матеріалом основи, що призводить до зростання покриття на титановій фазі внаслідок взаємодії цих молекул з кристалічною решіткою основи.

2. Аналіз поверхонь зразків показав, що в процесі тривалої експлуатації (більше 2000 годин) відбувається їх руйнування (збільшення мікронерівностей з 60...90 нм до 280...350 нм, поява мікротріщин, відколів та інших мікродефектів), яке призводить до різкого зниження функціональних властивостей цих покриттів і працездатності інструмента в цілому. При цьому, на зразках з покриттям TiN, яке було отримане PVD-методом мікродефекти не спостерігаються, а мікронерівності за цей же час експлуатації (800 годин) збільшувалися з 50...60 нм до 85...130 нм що не є критичним для стану поверхні.

3. В результаті склерометричних досліджень встановлено, що критичне навантаження, при якому з'являлися перші відколи і відшарування покриття з нітриду титану, складало 135...165 Н, що значно перевищує критичне ударне навантаження в 10 Н/мм^2 при експлуатації інструментів перового свердла машини для обрізання кінців цибулі та висвердлювання серцевини.

4. Результатами дослідження робочих інструментів харчового та переробного обладнання на прикладі перового свердла машини для обрізання кінців цибулі та висвердлювання серцевини без та покриттям TiN дозволили підвищити термін експлуатації інструменту з покриттям до 2200 годин (55 робочих днів експлуатації) порівняно з свердлом без покриття - 800 годин (20 робочих днів експлуатації) при зусиллі на свердло 186 Н.

Аннотация. В работе приведены результаты повышения эффективности рабочего инструмента перерабатывающего оборудования путем формирования на их поверхностях плазменным напылением износостойких покрытий на основе нитрида титана. Проведены исследования и анализ микрогеометрии с использованием методов растровой электронной и атомно-силовой микроскопии. Показано, что полученные тугоплавкие покрытия толщиной меньше 100 нм улучшают качество поверхности. Установлено, что используя электронно-лучевую обработку можно получить многослойную нанометрическую структуру, а также модифицировать поверхность рабочих инструментов перерабатывающего оборудования со сформированными на их поверхностях плазменным напылением износостойких покрытий на основе нитрида титана. Приведена методика прогнозирования срока безотказной эксплуатации таких инструментов. Обговаривается возможный механизм осаждения TiN на основе микроскопических данных по изучению структуры поверхности.

Ключевые слова: газозащитное осаждение в вакууме, нитрид титана, растровая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия

Abstract. Results over of increase of efficiency of working instrument of processing equipment are in-process brought due to forming plasma besieging of wearproof coverages on the basis of nitrite of titan on its surfaces. One of effective methods of increase of the productivity and wearproofness of such instrument is strengthening of it superficial layer by education on its surface nanostructural coverages of nitrite of titan. As a result of the conducted analysis of methods of formation of such structures, it is shown that perspective is retrofitting of basis of instrument by coverages of TiN_x, that can be got a method gas of the phase vacuum-depositing (PVD - method). Forming feature such nanostructural coverages of nitrite of titan on the working instruments of food and processing equipment combined PVD - method with further low a power beam-processing consists in adsorption of active molecules of atoms of titan and nitrogen with material of basis. It results in the height of coverage on a titanic phase as a result of co-operating of molecules of coverage with the crystalline grate of basis.

The possible mechanism of besieging of TiN comes into question on the basis of microscopic data on the study of structure of surface. He consists in that the defects related to removing layer by layer of coverage are observed anymore in intermetallide, that is formed on the chromic matrix of material of basis - X18H10T. Titanic phase that at formed the intermetallide is, mainly, in the liquid state has less of defects in a structure.

An amount of embryos of TiN on a titanic phase must be large, that would result in the height of coverage. However, forming features nanostructural coverages of TiN on working instruments combined PVD - method with further low a power beam-processing consist in adsorption of active molecules of atoms of titan and nitrogen with material of basis, namely - by a titanic phase. It is related to that right behind formation of molecules of TiN the stage of co-operation of its molecules goes with the grate of basis. This process is directed toward the decline of free superficial energy and comes true during crystallization of TiN with the least distortions in a crystalline grate.

As a result of catalytic action of metals of basis, the power stay of molecules on verge of division of phases differs from molecules that bed in the volume of coverage. Consequently, in the process of overcoating the heated surface of steel (titanic phase) activates the process of formation of TiN.

Thus, by the main result of research of working instruments of food and processing equipment on the example of feathering drill of machine for cutting of ends of bow and drilling of core without and with coverage of TiN there is an increase of term of exploitation of instrument with coverage to 2200 hours (55 working days of exploitation) by comparison to a drill without coverage - 800 hours (20 working days of exploitation) at effort on a drill 186 H.

Keywords: physical vapour deposition in vacuum, nitrite of titan, raster electronic microscopy, atomic-force microscopy

1. Bondarenko M.A., Handyuk N.V., Batrachenko A.V. ets. Prognostication the term of exploitation of workings elements of cutters and grinding downer after it finish pvd with the used of method of atomic force microscopy / M.A. Bondarenko, N.V. Handyuk, A.V. Batrachenko // Вісник Черкаського державного технологічного університету, Черкаси: ЧДТУ – 2009. – Р.111-113.
2. Тополянський П.А. Исследование адгезионных свойств и механизма образования покрытия, наносимого методом финишного плазменного упрочнения. Часть 2 / П.А.Тополянський // Матеріали 7-ї Міжнародної практичної конференції-виставки «Технології ремонту, відновлення і упрочнення деталей машин, механізмів, обладнання, інструмента і технологічної оснастки» Санкт-Петербург. Изд. СПбГПУ – 2005. – С. 316-333.
3. Антонюк В.С. Повышение эксплуатационных характеристик деталей машин и режущего инструмента покрытиями дискретной структуры. / В.С. Антонюк // Резание и инструмент в технологических системах. – Межд. науч.-техн. сборник. - Харьков: НТУ “ХПИ” – 2007, Вып.73. – С. 20-24
4. Дубровська Г.М. Приклади застосування фізичних методів дослідження структури поверхні / Г.М. Дубровська, Г.В. Канашевич, Н.І. Божко // Сільхет: Шобуж Біпоні, Удоун Офсет Принтерс – 2007. – 248 с.
5. Бондаренко М.А. Применение метода атомно-силовой микроскопии в прогнозировании срока эксплуатации пьезоэлектрических преобразователей медицинских приборов / М.А. Бондаренко, Ю.Ю. Бондаренко, А.К. Бабаев // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии. VII Междунар. семинар. Сб. науч. тр. – Минск. – 2006. – С.143–147.

REFERENCES

1. Bondarenko M.A., Handyuk N.V., Batrachenko A.V. Visnik Cherkas'kogo derzhavnogo tehnologichnogo universitetu, Cherkasi: ChDTU 2009. PP.111-113.
2. Topoljanskij P.A. Issledovanie adgezionnyh svojstv i mehanizma obrazovaniya pokrytija, nanosimogo metodom finishnogo plazmennogo uprochnenija. Izd. SPbGPU 2005. PP. 316-333.
3. Antonjuk V.S. Rezanie i instrument v tehnologicheskikh sistemah. Mezhd. nauch.-tehn. sbornik. - Harkov: NTU “HPI” 2007, Vyp.73. PP. 20-24
4. Dubrovs'ka G.M. Prikladi zastosuvannja fizichnih metodiv doslidzhennja strukturi poverhni Sil'het: Shobuzh Biponi, Udoun Ofset Printers 2007. 248 p.
5. Bondarenko M.A., Bondarenko Ju.Ju., Babaev A.K Metodologicheskie aspekty skanirujuwej zondovoj mikroskopii. VII Mezhdunar. seminar. Sb. nauch. tr. Minsk. 2006. PP.143–147.