

**Яворська Н.М.,
Підгайчук С.Я.,
Дробот О.С.**

Хмельницький національний університет,
м. Хмельницький, Україна
E-mail: nataly_yavorska@mail.ru

СКРЕЧ - МЕТОД В ДОСЛІДЖЕННІ ЯКОСТІ КОМПОЗИЦІЙНИХ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНИХ ПОКРИТТІВ НА ОСНОВІ НІКЕЛЮ

УДК 621.891.78, УДК 621.357:621.891

Досліджено вплив хімічного складу нанопорошків та термічної обробки на якість композиційних електролітичних покриттів (КЕП) з застосуванням скреч-методу. Виявлено позитивний вплив нітридних включень на міцність зчеплення КЕП з основою із-за ущільнення покриттів при впровадженні наночастинок нітриду бору та композиції наночастинок нітриду силіцію та титану. Визначено вплив режимів термічної обробки на міцність зчеплення гальванічного шару та основи зразка.

Ключові слова: композиційні електрохімічні покриття, термічна обробка, нанопорошки, нітриди бору, суміш нітриду титану і силіцію, міцність зчеплення, скреч-метод.

Вступ

Створення електролітичних покриттів є однією з ланок розв'язання проблем підвищення якості деталей машин та механізмів, що невід'ємно пов'язано з іншими прогресивними напрямками у підвищенні зносостійкості вузлів деталей машин. Однак, гальванічним покриттям притаманні суттєві недоліки, зокрема, наводнювання основи, не якісне зчеплення покриття з основою. Такі явища є основною причиною недостатньо ефективної роботи гальванічних покриттів, особливо в специфічних умовах (при підвищених температурах, в агресивних середовищах, тощо).

Суттєво покращити експлуатаційні властивості гальванопокриттів можна за рахунок введення в матрицю покриття нанодисперсних включень (створення композиційних електролітичних покриттів (КЕП)). Важливим позитивним економічним фактором КЕП є можливість нанесення покриттів на поверхню відносно дешевих сталей.

Для надійної працездатності захисного шару важливим та визначальним чинником є міцність зчеплення з основним матеріалом. Перспективним напрямком покращення властивостей КЕП є відпрацювання складів та технологій нанесення КЕП з застосуванням термічної обробки.

Різноманітність складів КЕП, а також вимог до умов їх експлуатації зумовлюють необхідність проведення наукових досліджень для знаходження оптимальних рішень.

Мета і постановка задачі

Мета роботи – визначення впливу складу та дифузійного відпалу КЕП на основі нікелю з добавками нанорозмірних включень нітриду бору та суміші нітриду силіцію та титану на міцність зчеплення покриттів з основою.

Об'єктом дослідження були КЕП на основі гальванічного нікелю товщиною 20 мкм, які осаджені на зразки зі сталі 08. Дисперсною фазою слугували нанопорошки нітриду бору розміром 0,01 мкм та сумісно синтезована композиція нітриду силіцію та титану (70 % TiN + 30 % Si₃N₄) з розміром частинок від 0,01 мкм до 0,05 мкм [1]. З метою підвищення зчеплення отриманих КЕП було проведено дифузійний відпал нанесених шарів у вакуумній електропечі СГВ-2.4-2/15-ИЗ.

Виклад матеріалів досліджень

Для дослідження якості та міцності запропонованих покриттів, товщина яких вимірюється мікронами, розглядалося застосування наступних методів: 1) вдавлення мікротвердоміру з переміщенням по нормалі, відносно поверхні; 2) вдавлення з переміщенням по дотичній до поверхні – дряпання. Другий метод називається склерометрією (скреч - метод) – спосіб руйнування поверхні [2, 3]. В наших умовах він виявився найбільш точним та простим для розв'язку поставленої задачі.

В цьому методі дряпання поверхні проводиться рухом пірамідки вперед, як гранню так і ребром. При русі гранню вперед подряпина утворюється за рахунок вдавлення матеріалу зразка. Рух пірамідки вперед ребром створює подряпину головним чинником якої є прорізання матеріалу основи. Враховуючи головну задачу визначення міцності поверхні, в якості основної схеми було вибрано рух пірамідки гранню вперед. При такому виборі типу руху, подряпина (канавка) утворюється переважно вдавленням індентора при контактному навантаженні. При цих умовах оцінюється міцність поверхні на вдавлення.

Дряпання виконувалось алмазною пірамідкою з кутом при вершині 136° (піраміда Віккерса) на пристрої скреч – метр (СМ – 01) [4]. Поверхнею слугував поперечний мікрошліф досліджуваного зразка,

рух поверхні прямолінійний, зворотно-поступальний, зі швидкістю 3,35 мм/хв. Лінійні розміри подряпин визначалися на мікроскопі мікротвердоміра ПМТ – 3 при збільшенні в 462 рази.

Головними критеріями якості покриттів, при їх дослідженні за допомогою скреч – методу, запропоновано вважати: значення міцності зчеплення покриттів з основою при дряпанні σ_p ; коефіцієнт опору тертя алмазної пірамідки по покриттю f [5].

Для отримання порівняльних даних в роботі досліджено міцність зчеплення гальванічних нікелевих покриттів, КЕП без термічної обробки та КЕП з термічною обробкою. На рис. 1 представлено фотографію поперечного мікросліфа покриття Ni + BN з треком (утворення канавки) для визначення міцності зчеплення з основою.



Рис. 1 – Покриття Ni + BN з треком для визначення міцності зчеплення з основою (x 462)

В табл. 1 наведено склади покриттів, режими термічної обробки, міцність зчеплення шару покриття з основою зразка при дряпанні та коефіцієнт опору тертя індентора по матеріалу покриття.

Таблиця 1

Результати досліджень зразків скреч - методом на пристрої СМ-01

Режим обробки зразка	Матеріал покриття	Міцність зчеплення, σ_p , МПа	Коефіцієнт опору тертя індентора по матеріалу, f
Без термообробки	Ni	181	0,135
	Ni+BN	276	0,073
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	321	0,187
Після термообробки, 760°, 1 год	Ni	352	0,158
	Ni+BN	406	0,134
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	369	0,227
Після термообробки, 760°, 2 год	Ni	357	0,153
	Ni+BN	411	0,131
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	378	0,233
Після термообробки, 760°, 3 год	Ni	363	0,149
	Ni+BN	415	0,128
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	386	0,237
Після термообробки, 860°, 1 год	Ni	355	0,155
	Ni+BN	408	0,133
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	375	0,231
Після термообробки, 860°, 2 год	Ni	365	0,148
	Ni+BN	420	0,124
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	394	0,242
Після термообробки, 860°, 3 год	Ni	376	0,150
	Ni+BN	429	0,114
	Ni+(TiN+Si ₃ N ₄)	410	0,248

За результатами експериментів (табл. 1) були побудовані графіки залежностей міцності зчеплення покриттів з основою при дряпанні та коефіцієнта опору тертя індентора по матеріалу покриттів від режимів термічної обробки зразків (рис. 2, 3).

Проведений аналіз отриманих результатів показав, що покриття без термообробки мають мінімальну міцність зчеплення: $\sigma_p = 181$ МПа (покриття на основі гальванічного Ni), $\sigma_p = 276$ МПа (нікелеве покриття з добавкою нітриду бору) та $\sigma_p = 321$ МПа (нікелеве покриття з добавкою суміші нанопорошків TiN+Si₃N₄). Очевидними є підвищення крихкості та відшарування гальванічного нікелевого покриття. Добавка нанодисперсних включень підвищила міцність зчеплення покриттів з основою в 1,5 разів (при використанні частинок нітриду бору) та 1,8 разів (при використанні суміші нітридів титану та силіцію, табл. 1). Кращі показники міцності зчеплення в КЕП, ніж у гальванічного нікелевого покриття можна пов'язати з ущільненням покриттів при впровадженні наночастинок.

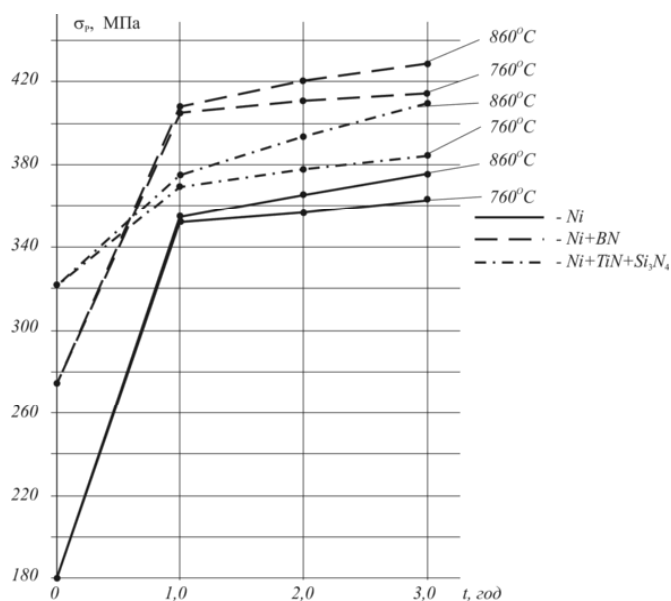


Рис. 2 – Залежність міцності зчеплення покриттів з основою від температури та тривалості процесу відпалу

В результаті термічної обробки відбулася дифузійна взаємодія між покриттям та основою, яка підвищила їх зчеплення. Глибина проникнення Ni (Fe), а відповідно і міцність зчеплення гальванічного шару та основи зразка залежать від режимів термообробки.

Найбільш швидко зростання величини міцності зчеплення відбувалось у нікелевих зразків без добавок при $T = 760$ °C та $T = 860$ °C на протязі 1 години відпалу (відповідно $\sigma_p = 352$ МПа та $\sigma_p = 355$ МПа), та у нікелевих зразків з включеннями нітриду бору при таких же режимах відпалу ($\sigma_p = 406$ МПа та $\sigma_p = 408$ МПа). Менші темпи покращення зчеплення системи покриття - основа було виявлено в зразках із включеннями нанодисперсної суміші нітридів титану та силіцію ($\sigma_p = 369$ МПа та $\sigma_p = 375$ МПа). Слід відмітити, що температура відпалу при тривалості термічної обробки 1 година незначно впливає на міцність зчеплення всіх видів досліджуваних покриттів. Тобто такі режими дають однаковий ефект.

Збільшення тривалості термічної обробки підвищує міцність зчеплення всіх видів досліджуваних покриттів. При термічній обробці ($T = 860$ °C, $\tau = 3$ год) зчеплення поверхні з основою для покриття на основі Ni досягає $\sigma_p = 376$ МПа, дана величина є найменшою. Для нікелевого покриття з нановключеннями BN вона дорівнює $\sigma_p = 429$ МПа, що дещо вище, ніж для нікелевого покриття з добавкою суміші нітридів титану та силіцію, для цього покриття $\sigma_p = 410$ МПа. Підвищення міцності зчеплення при збільшенні тривалості відпалу викликано зміною структури перехідного шару внаслідок взаємної дифузії компонентів покриття-основа.

Відпал покриттів сприяє незначному збільшенню коефіцієнтів опору тертя індентора по матеріалу для всіх КЕП, що пов'язуємо з зміною структури та морфології перехідного шару. Найнижчий коефіцієнт мають нікелеві покриття з нанодобавкою BN, отримані при таких режимах відпалу: температура

$T = 760\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T = 860\text{ }^{\circ}\text{C}$ та час $\tau = 2, 3$ год. Залежність коефіцієнта опору тертя індентора по матеріалу від режимів відпалу зображено на рис. 3.

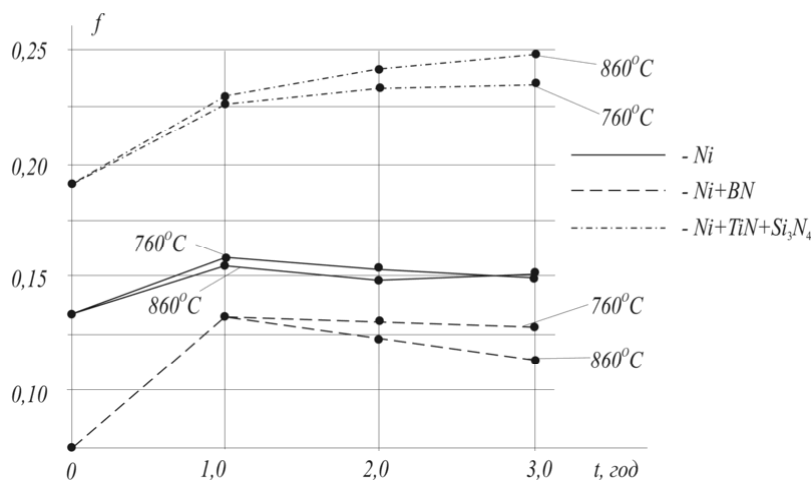


Рис. 3 – Залежність коефіцієнта опору тертя індентора по матеріалу від температури та тривалості відпалу

Таким чином, застосування термічної обробки для отримання нікелевих покриттів та КЕП значно покращує їх адгезійні властивості: міцність зчеплення та коефіцієнт опору тертя індентора по матеріалу.

Висновки

Для встановлення впливу хімічного складу та дифузійного відпалу КЕП на основі нікелю з добавками нанорозмірних включень нітриду бору та суміші нітриду силіцію та титану на міцність зчеплення покриттів з основою застосовано скреч-метод. При цьому доведено, що нанесення КЕП з наступним дифузійним відпалом, дозволяє усунути недоліки електролітичного способу та досягнути наступних переваг: утворити більш щільні покриття, підвищити міцність зчеплення покриття з основою за рахунок формування перехідних шарів та зменшення внутрішніх напружень в покриттях.

Експериментально доведено, що покриття без термообробки володіють значно меншою міцністю зчеплення ніж відпалені, однак очевидно, що дисперсні частинки нанопорошків впливають на якість покриттів, так введення в нікелеву матрицю нітридних включень підвищує міцність зчеплення в 1,5 - 1,8 разів для КЕП з добавкою нітриду бору та добавкою суміші нітридів титану і силіцію відповідно. Значне підвищення міцності зчеплення при застосування дифузійного відпалу та збільшенні тривалості відпалу викликано зміною структури перехідного шару внаслідок взаємної дифузії компонентів “покриття - основа”.

Література

1. Пат. 29705. Україна, МПК С25D 15/00. Склад для отримання КЕП на основі Ni з добавками нанорозмірних нітридів / Покришко Г. А., Дробот О. С., Підгайчук С. Я., Яворська Н. М.; заявник та патентовласник Хмельницький національний університет – № u 2007 10329; заявл. 17/09/2007; опубл. 25.01.2008, Бюл. № 2.
2. Хрущов М. М. Склерометрия. Теория, методика, применение испытаний на твердость царапаньем / Хрущов М. М. – М. : Наука. – 1968. – 218 с.
3. Кузьменко А. Г. Скреч-метод определения трибологических свойств поверхности: [Ч. 1. Обзор] / Кузьменко А. Г., Волинский Б. С. // Проблемы трибологии. – 1998. – № 1 (7). – С. 3 - 19.
4. Волинский Б. С. Экспериментальная установка для исследования изнашивания и электрических свойств контактов / Волинский Б. С. // Применение композиционных материалов в узлах трения технологического оборудования. – Хмельницкий, 9 – 10 октября, 1986г. – С. 24 - 25.
5. Волинский Б. С. Скреч-метод визначення трибологічних властивостей поверхні : дис.... кандидата технічних наук : 05.02.04 /Волинський Борислав Савелійович. – Хмельницький, 1998. – 143 с.

Надійшла в редакцію 19.09.2015

Yavorska N.M., Pidgaichuk S.Ya., Drobot O.S. **The scratch method in research of quality of compositional electrochemical coating on the basis of nickel.**

Decision of problems improving the quality of machine parts and mechanisms inseparably linked with creation of electrochemical coating. Significantly improve of operating characteristics of electrochemical coating are possible through introduction to base of coating nanopowders (creation of compositional electrochemical coating (CEC)).

The operational reliability of protective layer is based to adhesion durability with base material. Improvement of characteristics coating requiring of working out composition and obtaining technologies CEC with used heat treatment.

In the article presents the results of experimental researches effect of chemical composition and heat treatment CEC on the basis of nickel with the addition of nitrides boron and the compound of nitrides titanium and silicium using of scratch method. For definition of endurance of surface sturdiness conducted motion of diamond pyramid (the angle at vertex 136°) edge forward.

The positive effect of inclusions nitrides on adhesion durability of CEC with the base at the expense of compression of coatings through the introduction of nanopowders is revealed.

It was experimentally proven that the coatings without heat treatment have considerably smaller endurance capability of bond than annealed ones. The dispersible particles of nanopowders influence on the grade of coatings, so introduction to the nickeliferous stencil of nitrides inclusions improves the adhesion durability in 1,5 - 1,8 times for CEC with the addition of nitrides boron and addition compound of nitrides titanium and silicium, respectively.

The considerable increase of adhesion at application of the diffusive annealing and increase of duration of annealing it is caused the change of structure of transitional layer as a result of interdiffusion of components "coating-base".

Key words: compositional electrochemical coating, heat treatment, nanopowders, nitrides boron, compound of nitrides titanium and silicium, adhesion durability, scratch method.

References

1. Pat. 29705. Ukraine, MPK C25D 15,00. Sklad dlya otrumannya KEP na osnovi Ni z dobavkami nanorozmirnux nitridiv, Pokrishko G.A., Drobot O.S., Pidgaichuk S.Ya., Yavors'ka N.M.; zayavnik ta patentovlasnik Xmel'nicz'kij naczional'nij universitet. No u 2007 10329, zayavl. 17,09,2007; opubl. 25.01.2008, Byul. No 2.
2. Xruschov M. M. Sklerometriya. Teoriya, metodika, primeneniye ispy'tanij na tvyordost' tsarapaniem. M. : Nauka. 1968. 218 s.
3. Kuzmenko A. G., Volyinskiy B.S. Skrech-metod opredeleniya tribologicheskikh svoystv poverhnosti. [Ch. 1. Obzor]. Problemy tribologii. 1998. No 1 (7). S. 3 – 19.
4. Volyinskiy B.S. Eksperimentalnaya ustanovka dlya issledovaniya iznashivaniya i elektricheskikh svoystv kontaktov. Primeneniye kompozitsionnykh materialov v uzlah treniya tehnologicheskogo oborudovaniya. Hmelnitskiy, 9 – 10 oktyabrya, 1986g. S. 24 – 25.
5. Volinskiy B.S. Skrech-metod viznachennya tribologicheskikh vlastivostey poverhni : dis.... kandidata tehniknih nauk : 05.02.04 ,Volinskiy Borislav Savelliyovich. Hmelnitskiy, 1998. 143 s.