

**ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ
ЭЛЕКТРОИСКРОВОМ ЛЕГИРОВАНИЕМ
ЭЛЕКТРОДАМИ ИЗ СПЛАВА Al-Sn**

В.И. Агафий*, В.А. Юрченко**, В.И. Юрченко**, В.М. Фомичев**,
В.И. Петренко*, А.И. Дикусар*****

**Институт прикладной физики АН Молдовы,
ул. Академией, 5, г. Кишинев, MD-2028, Республика Молдова, dikusar@phys.asm.md
**Приднестровский государственный университет им. Т.Г. Шевченко,
ул. 25 Октября, 128, г. Тирасполь*

В [1] на примере получения покрытий в условиях электроискровой обработки (электроискрового легирования (ЭИЛ)) электродами-инструментами (ЭИ) из материала, представляющего собой механическую смесь легкоплавкого компонента, диспергированного в тугоплавком (например, при использовании сплава Al-Sn), была показана возможность образования нанонитей из материала, обогащенного легкоплавким компонентом. Благодаря переносу нанонитей на обрабатываемую поверхность формируется покрытие, которое может обладать специфическими свойствами. Исследованию износостойкости таких покрытий посвящена настоящая работа.

Методика эксперимента

Тестовые испытания полученных покрытий проводили на машине трения с возвратно-поступательным движением (Институт прикладной физики Академии наук Молдовы [2]). Испытаниям подвергались прямоугольные образцы из алюминиевого сплава Д1 (ГОСТ 4784) 3×5×55мм, подвергнутые ЭИЛ электродом из сплава AlSn20 при различных режимах. Для сравнения в некоторых экспериментах осуществляли обработку малоуглеродистой стали электродом из вышеуказанного сплава. Кроме того, опять же для сравнения, в ряде опытов проводили тестовые износные испытания необработанных образцов из алюминиевого сплава Д1.

В качестве контртела использовались прямоугольные 3×25×30 мм образцы из закаленной стали 45 с микротвердостью 650±50 кг/мм². Контакт контртела с испытуемой поверхностью осуществлялся площадью 9 мм² таким образом, чтобы контртело располагалось перпендикулярно этой поверхности. Длина рабочей поверхности, контактирующей с контртелом, составляла 48 мм. Скорость перемещения контртела относительно образца (возвратно-поступательного движения) – 45 двойных ходов в минуту. Смазочным материалом служило вазелиновое масло. ЭИЛ испытуемых образцов осуществляли в ручном режиме с использованием установки ALIER-31 (фирма SCINTI, Молдова) по методике, описанной в [1]. ЭИ также были получены по методике, приведенной в [1].

ЭИЛ образцов из сплава Д1 проводили как в обычной атмосфере, так и в атмосфере аргона при режимах обработки 4 и 6 установки ALIER-31 (амплитуда – 0,5, коэффициент энергии – 0,6) (детальное описание режимов установки ALIER-31 и параметров управления приведено в [1]).

Тестирование проводили в два этапа. На первом осуществляли приработку контртела и исследуемой поверхности. Ее проводили в течение десяти часов испытаний с изменяющейся нагрузкой от 2 до 9 кг. При этом приработка при начальной и конечной нагрузках осуществлялась в течение двух часов, а при промежуточных нагрузках – в течение часа. На втором этапе осуществляли собственно тестовые испытания при нагрузке 9 кг в течение 20 часов. После ЭИЛ, а также в тех случаях, когда поверхность перед износными испытаниями не подвергалась электроискровой обработке, измеряли вес исходного образца и его шероховатость R_a^0 (Surtronic, Taylor Hobson, GB). Изменение веса, а также шероховатость поверхности определяли после приработки R_a^1 , а также после окончания испытаний R_a^II . Поскольку в процессе испытаний происходил износ как исследуемого образца, так и контртела, фиксировали суммарный износ образца ΔU , представляющий собой сумму потери в весе после 1-го и 2-го этапов испытаний, а также суммарный износ контртела ΔU^{cb} .

Результаты и их обсуждение

Результаты износных испытаний. Покрyтия ЭИЛ для испытаний получали двумя методами. В первом при общем времени осаждения, равном 4 мин, вначале осаждение проводили на ¼ часть поверхности в течение 1 мин, затем на другую и т.д. Во втором за 1 минуту проводили осаждение на всю поверхность, затем на эту же поверхность осуществляли повторное осаждение и т.д. Кривые изменения веса образца и ЭИ для ЭИЛ по второму методу представлены на рис. 1. В этом случае наблюдалась наивысшая для данного режима обработки шероховатость поверхности. Так, например, при обработке на режиме 4 установки ALIER-31 среднее значение R_a исходной поверхности после ЭИЛ первым методом оказалось равным $12,8 \pm 1,3$ мкм (опыты 4–7, табл. 1), в то время как при обработке вторым методом – 17 ± 2 мкм (опыты 8, 9, табл. 1) при том же 4-м режиме обработки.

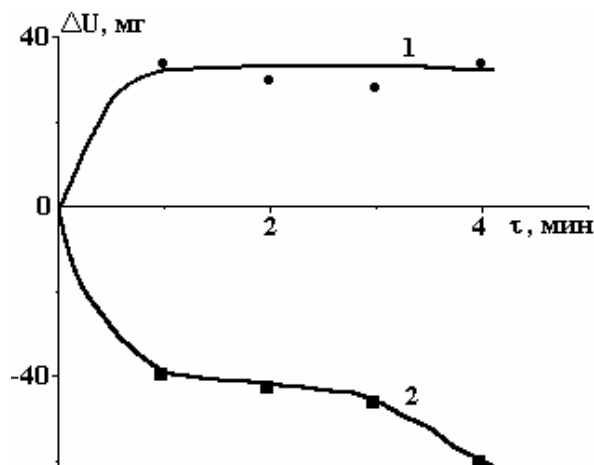


Рис. 1. Кривые изменения массы образцов (1) и ЭИ (2) при ЭИЛ (6-й режим, опыт 10-й, табл. 1)

Таблица 1. Результаты износных испытаний

№ п/п	Материал ЭИ/подложка	Режим	R_a^0 , мкм	R_a^I , мкм	R_a^{II} , мкм	ΔU , мг	ΔU^{cb} , мг	$\Delta U^{cb} / \Delta U$
1	-/Al	-	$0,72 \pm 0,08$	$0,32 \pm 0,21$	$0,25 \pm 0,15$	137,3	0,4	$2 \cdot 10^{-2}$
2	-/Al	-	$0,52 \pm 0,25$	$0,17 \pm 0,08$	$0,20 \pm 0,10$	114,3	4,3	
3	Al/Al	4	$26,0 \pm 4,6$	$11,0 \pm 1,7$	$7,6 \pm 1,7$	22,4	1,5	$7 \cdot 10^{-2}$
4	AlSn/Al	4	$13,1 \pm 2,4$	$6,5 \pm 0,9$	$5,9 \pm 1,0$	12,1	9,35	0,8
5	AlSn/Al	4	$14,2 \pm 2,6$	$7,5 \pm 2,0$	$7,8 \pm 1,3$	2,6	5,95	2,3
6	AlSn/Al	4	$13,1 \pm 1,2$	$7,6 \pm 1,6$	$7,8 \pm 1,0$	5,1	5,95	1,2
7	AlSn/Al	4	$10,7 \pm 1,6$	$8,5 \pm 1,3$	$8,8 \pm 1,0$	0,6	6,7	11,2
8	AlSn/Al	4	$15,1 \pm 3,4$	$8,6 \pm 1,0$	$5,8 \pm 1,1$	7,6	32,0	4,2
9	AlSn/Al	4	$18,9 \pm 1,5$	$10,9 \pm 1,5$	$7,5 \pm 1,5$	9,1	37,0	4,1
10	AlSn/Al	6	$17,9 \pm 1,5$	$12,9 \pm 2,2$	$12,1 \pm 2,0$	4,1	50,8	12,4
11	AlSn/Ст 45	4	$5,90 \pm 0,85$	$2,92 \pm 0,79$	$2,62 \pm 0,61$	3,3	2,85	0,9
12	AlSn/Al	6	$10,7 \pm 2,4$	$9,4 \pm 3,2$	$10,5 \pm 2,6$	0,3	1,03	3,4
13	AlSn/Al	6	$7,3 \pm 1,2$	$7,3 \pm 1,5$	$7,0 \pm 1,0$	0,25	0,9	3,6

При увеличении интенсивности процесса ЭИЛ (например, при переходе от 4-го режима к 6-му) исходная шероховатость R_a^0 существенно не возрастала, но была достаточно высокой, если ЭИЛ осуществляли вторым методом (сравни опыты 9 и 10 табл. 1). Как видно из рис. 1, коэффициент переноса материала в начале обработки был близок к единице, снижаясь до $\sim 0,6$ в конце обработки.

Одной из основных особенностей ЭИЛ является высокая шероховатость поверхности после обработки [3]. Полученные нами значения R_a^0 определялись не только материалом ЭИЛ, методом нанесения, но и материалом подложки. Например, при одном и том же 4-м режиме обработки при легировании Al (не сплавом) наблюдалась максимальная шероховатость ($R_a^0 = 26,0 \pm 4,6$ мкм), в то время как после обработки сплавом Al-Sn она была существенно ниже (табл. 1). При этом шероховатость необработанной поверхности находилась на уровне $0,6 \pm 0,1$ мкм (табл. 1). Наиболее низкая шероховатость после ЭИЛ наблюдалась при использовании в качестве подложки Ст45 (табл. 1).

Учитывая высокую исходную шероховатость, в некоторых экспериментах с целью ее снижения (особенно при режиме ЭИЛ с максимальной энергией разрядов (6-й режим)) перед испытаниями осуществляли механическое шлифование поверхности (при этом удалялся поверхностный слой толщиной приблизительно 0,2 мм, опыты 12, 13, табл. 1).

Результаты тестовых испытаний представлены в табл. 1 и на рис. 2. Видно, что во всех случаях происходит износ и контртела, и поверхности. При этом на степень износа существенное влияние оказывает исходная шероховатость полученного после ЭИЛ покрытия (рис. 2). Как следует из представленных в табл. 1 результатов, шероховатость, как правило, не изменялась после первого этапа испытаний.

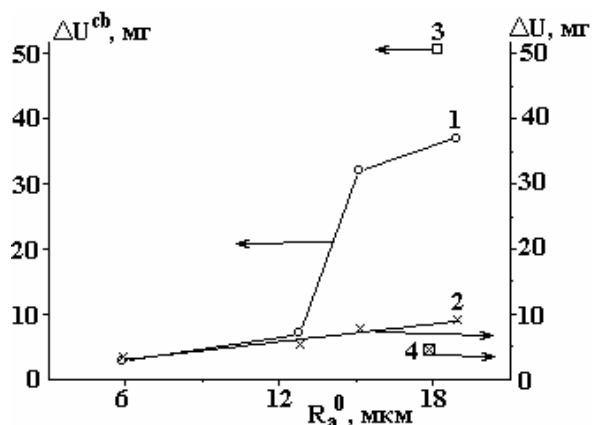


Рис. 2. Зависимость износа контртела (1, 3) и покрытий (2, 4) от исходной шероховатости последних при обработке в режимах 4 (1, 2) и 6 (3, 4)

Необходимо отметить, что максимальный износ наблюдается для необработанной поверхности (опыты 1, 2, табл. 1). В этом случае износ контртела на один-два порядка величины меньше износа образца. Аналогичная картина наблюдается при испытаниях поверхности, легированной только Al (опыт 3, табл. 1). В то же время при обработке сплавом износ контртела по порядку величины либо совпадает с износом обработанной поверхности, либо может на порядок величины превышать износ обработанной поверхности.

Износ контртела существенно зависит от исходной шероховатости. И при ее увеличении растет как износ обработанной поверхности, так и контртела (рис. 2). Из результатов, приведенных в табл. 1 и на рис. 2, следует, что максимальное увеличение отношения степени износа контртела по отношению к износу поверхности наблюдается при переходе к более интенсивному режиму легирования (6-му). Видно также, что если использовать менее интенсивный режим (4-й), то при относительно низкой шероховатости степень износа контртела и обработанной поверхности близки ($\Delta U^{cb}/\Delta U \sim 1$), а при высокой вышеуказанное соотношение значительно возрастает. Данные рис. 2 свидетельствуют о том, что увеличение шероховатости выше определенного предела при одной и той же интенсивности режима легирования в существенно большей степени сказывается на износе контртела, увеличивая его в несколько раз, в отличие от степени износа покрытия.

Помимо износных испытаний, результаты которых приведены в табл. 1, проводились эксперименты при ЭИЛ сплавом Al-Sn20 в атмосфере аргона, а также обработка электродом из олова (то есть в условиях, когда возможность образования нанонитей отсутствует (так же, как и при обработке алюминием)).

Результаты этих испытаний включены в табл. 2, а не в табл. 1 по той причине, что вследствие очень высокой шероховатости, к тому же крайне хаотичного распределения участков легированной поверхности, ее (шероховатость) не удалось измерить. Тем не менее тестовые испытания были проведены. Ограничения времени обработки, а также интенсивности режимов (например, при ЭИЛ оловом использованы только 2-й и 4-й режимы) обусловлены высокой шероховатостью получаемых поверхностей.

Результаты, представленные в табл. 2, позволяют заключить, что во всех случаях износ обработанной поверхности существенно превышает степень износа контртела.

Кроме того, видно, что при увеличении интенсивности легирования, то есть при увеличении переноса олова на обрабатываемую поверхность, степень износа контртела уменьшается.

Полученные результаты тестовых испытаний суммированы на диаграммах рис. 3. Видно, что в отличие от легирования сплавом Al-Sn, то есть от тех условий, при которых при электроискровом

легировании образуются нанонити легкоплавкого компонента электрода (см. [1]), при легировании и Al, и Sn износостойких покрытий не образуется (табл. 1, 2, рис. 3,а). Кроме того, кажется очевидным, что определяющую роль в наблюдаемом эффекте чрезвычайно высокой степени износа контртела из закаленной стали при контакте с легированной поверхностью играет образование нанонитей не олова, а его оксида, поскольку при получении покрытий в атмосфере аргона подобного эффекта не наблюдается (рис. 3,б).

Таблица 2. Результаты износных испытаний в различной атмосфере

N п/п	Материал ЭИ/подложка	Режим	Атмосфера	Время обработки, мин	ΔU , мг	ΔU^{cb} , мг	$\Delta U^{cb} / \Delta U$
1	Al-Sn/Al	4	Аргон	2	13,0	1,9	0,15
2	Al-Sn/Al	6	Аргон	2	44,9	1,15	$2,6 \cdot 10^{-2}$
3	Sn/Al	2	Воздух	4	12,9	1,5	0,12
4	Sn/Al	4	Воздух	2	8,6	0,4	0,05

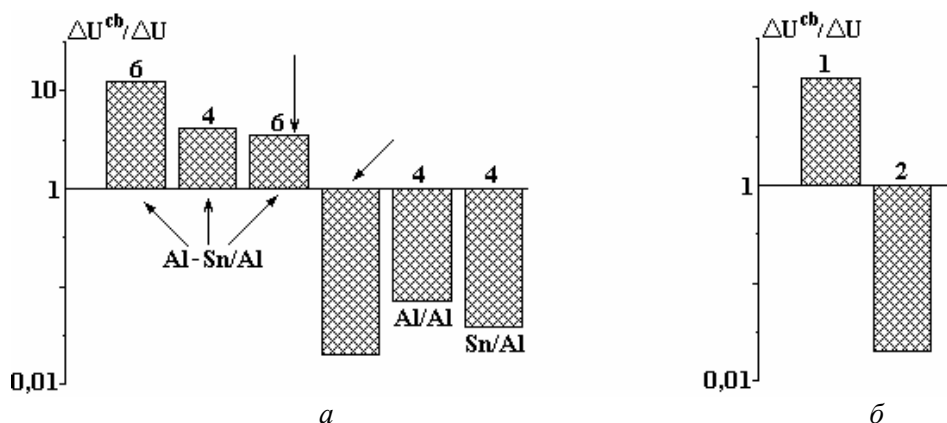


Рис. 3. Относительный износ поверхностей при ЭИЛ на воздухе (а) и сравнение износа поверхностей (б) при обработке на воздухе (1) и в атмосфере аргона (2). Цифры на рис. 3, а соответствуют режимам обработки

О причинах аномально высокой степени износа контртела из закаленной стали, работающей в контакте с поверхностью, обработанной ЭИЛ с образованием нанонитей из легкоплавкого компонента. Кажется очевидным, что наблюдаемый эффект является “аномальным” в силу следующих причин: 1. Классические измерения микротвердости получаемых после ЭИЛ поверхностей показали, что она (микротвердость) практически не отличается от микротвердости основы (~ 100 кг/мм²). 2. Результаты рентгенофазового анализа (ДРОН УМ1, FeK_α-излучение, Mn фильтр, $\theta/2\theta$ метод) показали, что либо покрытие является аморфным, либо концентрация измеряемых кристаллических компонентов находилась вне пределов измерения данным методом. Не было обнаружено ни кристаллических оксидов алюминия, ни оксидов олова. Однако элементный анализ (EDX-анализ, используемый совместно со сканирующей электронной микроскопией (SEM TESCAN и INCA Energy EDX, GB)) показал наличие и Al, и Sn в покрытии, причем как до, так и после испытаний (рис. 4). На рис. 4, а представлены два островка легированной поверхности, полученной после тестовых испытаний (опыт 12, табл. 1), между которыми находится практически необработанная поверхность. Видно, что в состав “островков” входят и Al, и Sn, а результатом испытаний является износ закаленной стали, в несколько раз превышающий износ покрытия (табл. 1).

Объяснить всю совокупность полученных результатов можно, предположив, что полученное покрытие представляет собой поверхность алюминиевого сплава с вкрапленными в него нанонитями SnO₂, которые и определяют свойства поверхности, обеспечивающие преимущественный износ контртела из закаленной стали. Действительно, микротвердость минерала касситерита, основу которого составляет SnO₂, находится в пределах 1008–1228 кг/мм² [4]. Не исключено, что нанотвердость нанонитей из этого материала существенно превышает данную величину. Существование размерного эффекта твердости SnO₂ описано в литературе [5].

Тот факт, что свойства покрытия практически не изменяются после частичного удаления поверхностного слоя в 0,2 мм, свидетельствует, что нанонити образуются по всему объему покрытия (в [1] методом сканирующей электронной микроскопии они были зафиксированы в поверхностном слое). Кроме того, они образуются при разных режимах ЭИЛ, но при более интенсивных режимах и использовании установки ALIER-31 их концентрация в покрытии больше (см. также [1]).

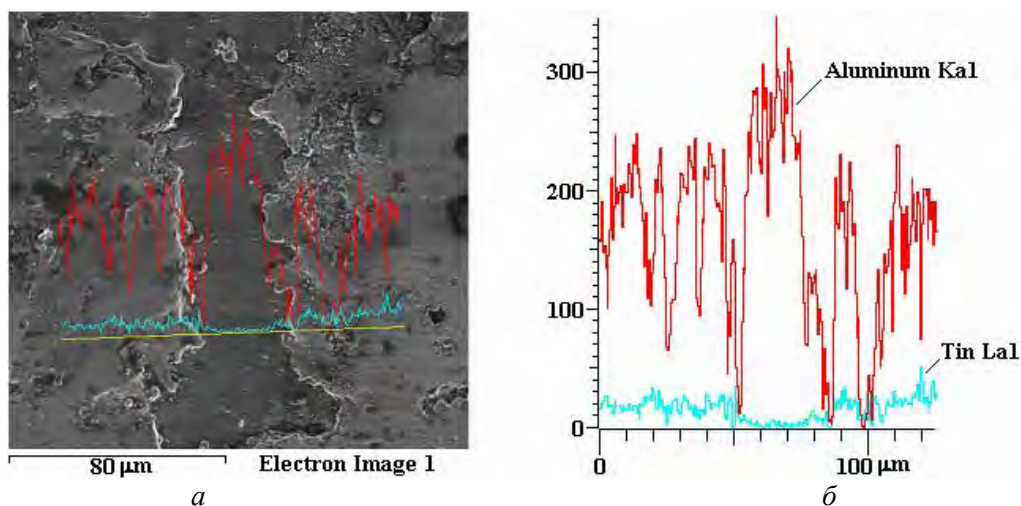


Рис. 4. Морфология поверхности после износных испытаний (опыт 12, табл. 1)(а), распределение алюминия (верхняя кривая) и олова (нижняя кривая) (б) в покрытии. Распределение концентраций алюминия и олова представлено в относительных единицах

Заключение

Обнаружен эффект аномального износа контртела из закаленной стали при испытаниях покрытий, полученных электроискровым легированием алюминиевого сплава электродом из сплава Al-Sn, при котором в состав покрытия переносятся нанонити из SnO₂, образующиеся в процессе обработки. Поскольку микротвердость такого покрытия практически не отличается от микротвердости основы (~ 100 кГ/мм²), а при обработке электродами из индивидуальных компонентов (Al и Sn) подобного эффекта не наблюдается, предполагается, что причина его возникновения обусловлена включением в состав покрытия нанонитей, обладающих специфическими механическими свойствами. Отсутствие описанного выше эффекта при обработке в атмосфере аргона свидетельствует, что легкоплавкий компонент переносится в покрытие в виде нанонитей из оксида олова.

Авторы выражают благодарность О. Шикимака и Д. Грабко за полезное обсуждение результатов.

Финансовая поддержка работы осуществлена в рамках бюджетного финансирования АН Молдовы (Проект № 11.817.05.05.А “Электрофизикохимические методы получения и обработки новых материалов и покрытий, обладающих улучшенными функциональными свойствами”), а также бюджетного финансирования Приднестровского государственного университета им. Т.Г.Шевченко.

ЛИТЕРАТУРА

1. Yurchenko V.I., Yurchenko E.V., Fomichev V.M., Baranov S.A., Dikuser A.I. Obtaining of Nanovires in Conditions of Electrodischarge Treatment with Al-Sn Alloy. *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*. 2009, **45**(4), 259–264.
2. Agafii V., Parsutin V. *Instalatie de incercare a materialelor la frecare*. Brevet de inventie MD 2966 C2 2006. 01.31, ВОПИ nr 1/2006.
3. Гитлевич А.Е., Михайлов В.В., Парканский Н.Я., Ревуцкий В.М. *Электроискровое легирование металлических поверхностей*. Кишинев: Штиинца, 1985. 196 с.
4. Лебедева С.И. *Определение микротвердости минералов*. М.: Изд. АН СССР, 1963. 104 с.
5. Grabco D., Harea E., Shikimaka O., Danitsa Z., Mirgorodskaya I., Zalamai V. Deformation Microstructures Near Vickers Indentation in SnO₂/Si. *Nanoscale Phenomena. Fundamentals and Applications. Chapter 7*. Eds. H. Hahn, A. Sidorenko, I. Tiginyanu. Series Nanoscale and Technology. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2009, 67–74.

Поступила 22.02.11

После доработки 25.08.11

Summary

The effect of anomalous wear of the tempered steel counterbody during testing of coatings obtained by the electric spark plating (ESP) with alloy AlSn (20 wt% Sn) was observed. It is proposed that the reason for effect origin is the SnO₂ nanowires inclusion in the coating composition during ESP with electrode-tool formed of the mentioned alloy.