

КОМБИНИРОВАННЫЙ СПОСОБ ФИНИШНОЙ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДАМИ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА

А.Д. Тересов, П.В. Москвин, Е.А. Петрикова, О.В. Крысина, Н.Н. Коваль, Ю.Х. Ахмадеев
Институт сильноточной электроники СО РАН,
пр. Академический 2/3, 634055 Томск, Россия, ahmadeev@opee.hcei.tsc.ru

Разработан комбинированный способ финишной обработки поверхности металлических изделий, изготовленных методами аддитивного производства, сочетающий в едином вакуумном цикле предварительное дуговое напыление покрытия и последующую импульсную электронно-пучковую модификацию системы «пленка/подложка». Это позволило уменьшить шероховатость поверхности и провести легирование подложки материалом покрытия, с целью придания ей требуемых механических свойств.

Ключевые слова: импульсный электронный пучок; электронно-пучковая обработка; напыление; Zr покрытие; легирование; аддитивные технологии; выглаживание поверхности.

COMBINED METHOD OF FINISHING SURFACE TREATMENT OF METAL PRODUCTS FABRICATED BY METHODS OF ADDITIVE MANUFACTURING

A.D. Teresov, P.V. Moskvina, E.A. Petrikova, O.V. Krysinina, N.N. Koval, Yu.H. Akhmadeev
Institute of High Current Electronics SB RAS,
2/3 Akademicheskoy Ave., 634055 Tomsk, Russia, ahmadeev@opee.hcei.tsc.ru

Works on formation on a surface of the samples of Ti64 titanium alloy made by method of additive manufacturing, the film/substrate system with the subsequent mixing by means of a pulse electron beam are carried out. Zirconium film of 2 μm thick was deposited by method of plasma assisted arc in the presence of gas plasma of arc discharge generated by «PINK» plasma generator.

Superficial alloying of a substrate with material of the deposited film and finishing processing of a surface was carried out as a result of pulse melting of the film/substrate system by a high-intensity pulsed electron beam.

Mechanical properties of a surface of the modified samples (roughness, microhardness, structure, wear resistance) made by means of additive technologies and irradiated in selected optimum modes in comparison with initial samples are defined. Mechanical tests of samples on stretching are carried out («Instron», model 3369). Regularities of change of structure and mechanical properties of a surface depending on the mode of processing of samples are revealed.

It is shown that alloying of the samples of Ti64 titanium alloy made by method of additive manufacturing in a single vacuum cycle on «COMPLEX» installation by deposition of a thin film of zirconium and the subsequent liquid-phase mixing by means of pulse electron beam treatment allows considerably to reduce roughness and porosity of a surface layer and to increase its mechanical properties. In the optimum modes of processing the increase in microhardness at $\approx 40\%$ in comparison with initial samples has been received. Values of roughness, tensile strength and wear resistance correspond to initial material.

Keywords: pulsed electron beam; electron-beam processing; arc deposition; Zr coating; doping; additive technologies; surface smoothing.

Введение

В настоящее время для изготовления изделий из металла быстрыми темпами развивается повсеместное применение 3D-принтеров, использующих для сплавления металлического порошка лазерное излучение или электронный пучок [1]. Особенностью данных методов является то, что построение изделия происходит в тонком (50-100 мкм) слое металлического порошка, где отдельные частицы спекаются под действием лазерного или электронно-пучкового воздействия. В результате на границе изделие/порошок образуется пористый слой с большой шероховатостью (до $R_a=30$ мкм, $R_z=150$ мкм), обусловленный прилипанием отдельных частиц порошка. В большинстве случаев для дальнейшего использования изделия необходимо провести финишную обработку поверхности материала. Ранее [2] на примере титанового сплава ВТ6 было показано, что наряду с традиционными технологиями финишной обработки поверхности металлических изделий (механическая обработка,

химическое, электрохимическое травление), может использоваться импульсная электронно-пучковая полировка.

Целью настоящей работы является разработка комбинированного способа финишной обработки поверхности металлических изделий, изготовленных методами аддитивного производства, сочетающего в едином вакуумном цикле предварительное дуговое напыление покрытия и последующую импульсную электронно-пучковую модификацию системы «пленка/подложка», объединяющую уменьшение шероховатости и легирование поверхности подложки материалом покрытия, с целью придания ей требуемых механических свойств.

Методика эксперимента

Материалом исследования являлись образцы титанового сплава ВТ6 в виде плоских пластин размером 15×15×2 мм, изготовленные методом послойного селективного электронно-пучкового сплавления в вакууме (установка «Arcam A2X»

фирмы Arcam (Швеция) [3]) металлического порошка с размером частиц 40-100 мкм. Кроме того, для механических испытаний на растяжение были вырезаны образцы с узкой частью с параллельными сторонами и прямоугольными концами.

Комплексная обработка поверхности образцов выполнялась в едином вакуумном цикле на установке «КОМПЛЕКС» [4] и включала в себя два основных этапа: осаждение металлической пленки Zr, поверхностное легирование электронным пучком системы «пленка/подложка». Дополнительно варьировалось использование предварительного электронно-пучкового выглаживания поверхности образцов перед напылением пленок и применение финишной обработки после легирования.

Осаждение металлической пленки Zr толщиной 2 мкм, выполнялось методом вакуумного дугового распыления при испарении Zr-катода. Осаждению пленки предшествовал этап очистки подложки в плазме дугового разряда низкого давления. С использованием плазмогенератора «ПИНК» [5] в объеме вакуумной камеры зажигался дуговой разряд с током 20 А при давлении рабочего газа – аргона $7 \cdot 10^{-2}$ Па. На образцы подавалось импульсное отрицательное относительно стенок камеры электрическое смещение амплитудой 900 В, частотой 50 кГц, коэффициентом заполнения 50%. Время обработки составляло 15 минут.

В присутствии плазмы дугового разряда плазмогенератора «ПИНК» с током 20 А производилось вакуумно-дуговое распыление Zr-катода при токе разряда испарителя 80 А и давлении аргона $7 \cdot 10^{-2}$ Па. На образцы подавалось импульсное отрицательное смещение амплитудой 35 В, частотой 50 кГц, коэффициентом заполнения 60%. Скорость осаждения пленки Zr составляла 18 мкм/час.

Поверхностное легирование подложки материалом осажденной пленки, осуществленное в результате импульсного плавления системы «пленка/подложка» высокоинтенсивным импульсным электронным пучком [6] выполнялось при следующих параметрах: давление рабочего газа (Ar) в вакуумной камере – $3 \cdot 10^{-2}$ Па, длительность импульса разряда – 200 мкс, энергия электронов – 15 кэВ, плотность энергии электронного пучка в импульсе – 45 Дж/см². Легирование производилось под действием 10-и импульсов с частотой следования 0.3 с⁻¹ (режим №1). Этот же режим применялся для предварительного выглаживания и уменьшения пористости поверхностного слоя образцов перед напылением покрытия.

Финишная обработка поверхности образцов импульсным электронным пучком выполнялась при следующих параметрах: давление рабочего газа – $3 \cdot 10^{-2}$ Па, длительность импульса тока плазменного катода – 50 мкс, энергия электронов – 15 кэВ, что соответствовало плотности энергии электронного пучка в импульсе – 20 Дж/см². Обработку производили под действием 3-х импульсов с частотой следования 0.3 с⁻¹ (режим №2). Ранее проведенные исследования [2] показали, что режим №1 позволяет значительно снизить шероховатость и пористость поверхности исходных образцов сплава ВТ6, изготовленных методом послойного селективного электронно-пучкового сплавления в вакууме, а режим №2 модифицировать механические свой-

ства и выполнить финишную обработку поверхностного слоя.

Экспериментальным путем было выбрано четыре режима модификации поверхности (табл. 1), отличающихся наличием предварительного выглаживания и уменьшения пористости поверхностного слоя (режим №1) и использованием режима финишной обработки (режим №2).

Шероховатость поверхности образцов исследовалась с помощью оптического профилометра МНП-1 (базовая длина 0.8 мм, не менее десяти измерений на образце). Исследование микротвердости поверхности образцов проводили на приборе «ПМТ-3М». Измерение осуществляли не менее чем в десяти точках на разных участках поверхности при нагрузке 0.5 Н.

Табл. 1. Режимы обработки поверхности образцов титанового сплава ВТ6

Tab. 1. Surface treatment modes for samples of titanium alloy VT6

№ образца	Предварительная обработка в режиме №1	Напыление Zr-покрытия	Последующая обработка в режиме №1	Финишная обработка в режиме №2
1	да	да	да	да
2	да	да	да	нет
3	нет	да	да	да
4	нет	да	да	нет

Механические испытания материала на растяжение осуществляли на установке «Instron», модель 3369. Начальная толщина, ширина и длина рабочей части образцов 2 мм, 2 мм и 10 мм, соответственно; скорость испытания 0.2 мм/мин; температура 20 °С. Напыление покрытия и облучение образцов осуществлялось с обеих плоских сторон.

Трибологические свойства образцов изучали при сухом трении по схеме диск-шарик на установке «TRIBOtechnic». Индентором (контртелом) служил шарик диаметром 6 мм из твердого сплава WC-Co. Испытания проводили при комнатной температуре и относительной влажности 50% при следующих условиях: нормальная нагрузка на индентор 3 Н, скорость скольжения 2.5 см/с, диаметр дорожки 4 мм, дистанция, пройденная шариком, 15 м. Объем износа материала определялся после проведения профилометрии образовавшегося трека.

Для исследования структуры поверхности образцов использовался растровый электронный микроскоп SEM-515 «Philips» ($U_{\max}=30$ кВ).

Результаты и их обсуждение

Фотографии поверхности образцов после легирования цирконием, сделанные с помощью сканирующего микроскопа, представлены на рис. 1. Показано, что использование режима финишной обработки поверхности (режим №2) приводит к образованию пластинчатой структуры, напоминающей мартенсит (рис. 1, а, в). Режим легирования по-

верхностного слоя (режим №1) формирует структуру ячеистой кристаллизации с размером ячеек 0.5-1.5 мкм (рис. 1, б, г). Микрорентгеноспектральный анализ поверхности не выявил отличия в элементном составе для всех режимов облучения.

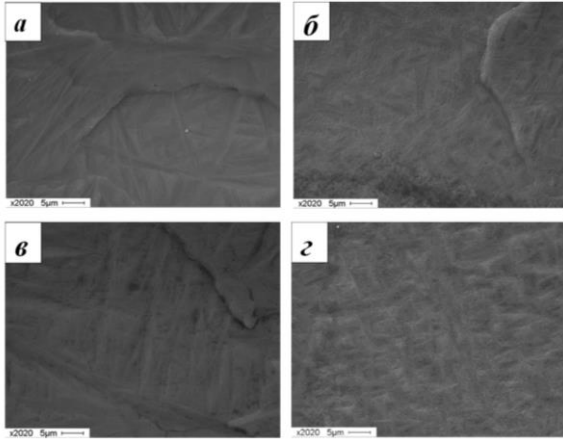


Рис. 2. Структура поверхности титанового сплава VT6 легированного цирконием в разных режимах: а – режим №1+№2 с предварительной обработкой; б – режим №1 с предварительной обработкой; в – режим №1+№2 без предварительной обработки; г – режим №1 без предварительной обработки

Fig. 2. The surface structure of the titanium alloy VT6 doped with zirconium in different modes: а - mode No. 1 + No. 2 with pre-treating; б - mode No. 1 with pre-treating; в - mode No. 1 + No. 2 without pre-treating; г - mode number 1 without pre-treating

Исследования шероховатости, микротвердости и трибологических свойств образцов представлены в таблице 2. Оптимальное улучшение механических свойств поверхности образцов VT6, легированных цирконием, относительно исходных образцов показали режимы с использованием финишной обработки (№1+№2 с предварительной обработкой, №1+№2 без предварительной обработки). Микротвердость поверхности при этом увеличилась на $\approx 40\%$ относительно исходного материала. Увеличение коэффициента трения на $\approx 24\%$ сопровождается ростом параметра износа на $\approx 43\%$ для образцов без предварительной обработки. Образец с предварительной обработкой показал схожий с исходным результат. Шероховатость поверхности образцов, легированных в оптимальных режимах, оказалась на уровне $R_a = 0.8-1.8$ мкм, что близко к значениям, полученным на исходных образцах при электронно-пучковом выглаживании.

Результаты испытания легированных образцов на растяжение представлены на рис. 3.

Максимальные значения прочности на разрыв также показали образцы, легированные в режимах №1+№2 (с предварительной обработкой и без нее). Их значения сравнимы с испытаниями исходных образцов без электронно-пучкового воздействия ($\pm 7\%$). Несмотря на разницу в предельной прочности все образцы показали близкие значения пластичности (табл. 3).

Структура поверхности разрушения лучшего и худшего (по пределу прочности) легированных образцов представлена на рис. 4. Фотографии по-

верхности разрушения демонстрируют наличие полостей и пор в объеме исходного материала, что свидетельствует о недостаточно качественном сплавлении частиц металлического порошка в процессе выращивания образцов.

Табл. 2. Шероховатость, микротвердость и трибологические свойства поверхности образцов VT6, легированных цирконием

Tab. 2. Roughness, microhardness and tribological properties of the surface of VT6 specimens doped with zirconium

Режим	HV ₅₀	μ	$V, 10^{-4} \text{ мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$	R_a	R_z
Исходный	306	0.36	4.6	20.2 ± 1.5	93.8 ± 10
№1+№2	303	0.32	5.2	1 ± 0.5	5 ± 1.5
№1 без ПО	462	0.46	6.6	2,3 ± 0.5	9.6 ± 1.5
№1 с ПО	364	0.47	7.7	1,8 ± 0.5	11.6 ± 1.5
№1+№2 без ПО	437	0.45	6.6	0.8 ± 0.5	5.2 ± 1.5
№1+№2 с ПО	420	0.44	4.7	1.6 ± 0.5	8.1 ± 1.5

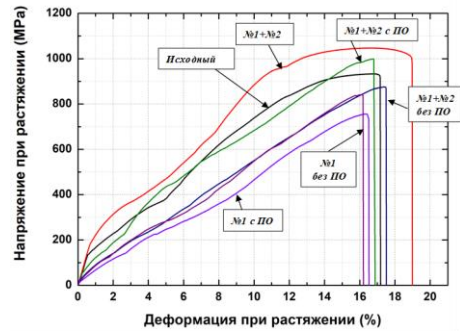


Рис. 3. Результаты испытаний на растяжение образцов титанового сплава VT6, легированного цирконием в разных режимах

Fig. 3. The results of tensile testing of samples of titanium alloy VT6 doped with zirconium in different modes

Табл. 3. Испытания на растяжение образцов титанового сплава VT6, изготовленных методом аддитивного производства.

Tab. 3. Tensile testing of samples of titanium alloy VT6, produced by the method of additive manufacturing.

Номер режима	Предел прочности на разрыв, МПа	Деформация при растяжении, %
№1+№2 с ПО	999.3	17.3
№1+№2 без ПО	874.5	17.6
№1 с ПО	755.7	16.6
№1 без ПО	840.6	16.2
Исходный	933.2	17.2
№1+№2	1047.2	19

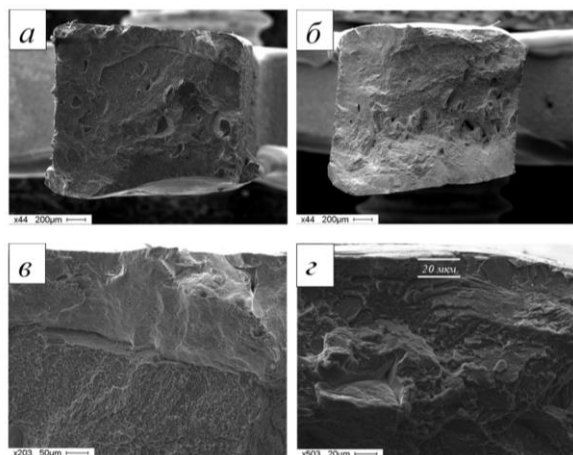


Рис. 4. Фотографии поверхности разрушения образцов титанового сплава VT6, легированного цирконием: а, в - режим №1+№2 с предварительной обработкой; б, г - режим №1 с предварительной обработкой

Fig. 4. Images of the surface of samples destruction of titanium alloy VT6 doped with zirconium: а, в - mode No. 1 + No. 2 with pre-treating; б, г - mode No. 1 with pre-treating

Закключение

Таким образом в результате проведенных исследований было показано, что комплексная технология легирования цирконием в одном вакуумном цикле поверхности образцов титанового сплава VT6, изготовленных методом аддитивного производства, позволяет осуществлять одновременное выглаживание и модификацию прочностных свойств поверхностного слоя. В оптимальных режимах обработки было получено увеличение микротвердости на $\approx 40\%$ по сравнению с нелегированными образцами. Значения шероховатости, прочности на разрыв и износостойкости при этом соответствуют исходному материалу.

Разработанный способ уменьшения шероховатости (исходная $R_a \sim 20$ мкм) и улучшения прочностных свойств поверхности материалов и изделий, изготовленных с помощью аддитивных технологий, заключается легировании поверхности другим материалом или композитом путем создания в едином вакуумном цикле системы «пленка/подложка» (толщина пленки 2–4 мкм) и последующем облучении импульсным электронным пучком в режиме выглаживания поверхности (плотность энергии в импульсе > 30 Дж/см², длительность импульса 150–200 мкс), а затем в режиме финишной обработки (плотность энергии в импульсе ≤ 20 Дж/см², длительность импульса 50–100 мкс). Степень воздействия обоих режимов определяется количеством импульсов, которые подбираются индивидуально для каждого материала. Дополнительно перед нанесением покрытия может использоваться режим предварительной обработки, который соответствует режиму выглаживания.

Исследование выполнено за счет гранта РФФИ №19-48-700021.

Библиографические ссылки

1. Гибсон Я., Розен Д., Стакер Б. Технологии аддитивного производства. Трёхмерная печать, быстрое прототипирование и прямое цифровое производство, Москва: Техносфера; 2016. 656 с.
2. Тересов А.Д., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Коваль Н.Н. Структура и свойства сплава VT6, полученного методом послойного селективного спекания порошка, *Известия высших учебных заведений. Физика* 2017; 60(8): 93-97.
3. Additive Manufacturing (2018). Режим доступа: <http://www.arcam.com/technology/additive-manufacturing/> (дата обращения 05.01.2018).
4. Devyatkov V.N., Ivanov Y.F., Krysinina O.V., Koval N.N., Petrikova E.A., Shugurov V.V. Equipment and processes of vacuum electron-ion plasma surface engineering. *Vacuum* 2017; (143): 464-472.
5. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф., Лопатин И.В., Ахмадеев Ю.Х., Шугуров В.В., Крысина О.В., Денисов В.В. Генерация низкотемпературной газоразрядной плазмы в больших вакуумных объемах для плазмохимических процессов. *Российский химический журнал* 2013; LVII(3-4): 121-133.
6. Koval N.N., Grigoryev S.V., Devyatkov V.N., Teresov A.D., Schanin P.M. Effect of intensified emission during the generation of a submillisecond low-energy electron beam in a plasma-cathode diode. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 2009; 37(10): 1890-1896.

References

1. Gibson Ya., Rozen D., Staker B. Tekhnologii additivnogo proizvodstva. Trekhmernaya pechat', byst-roe prototipirovanie i pryamoe tsifrovoe pro-izvodstvo, Moskva: Tekhnosfera; 2016. 656 s. (In Russian).
2. Teresov A.D., Ivanov Yu.F., Petrikova E.A., Koval' N.N. Struktura i svoystva splava VT6, poluchennogo metodom posloynogo selektivnogo spekaniya poroshka. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Fizika* 2017; 60(8): 93-97. (In Russian).
3. Additive Manufacturing (2018). Rezhim dostupa: <http://www.arcam.com/technology/additive-manufacturing/> (data obrashcheniya 05.01.2018).
4. Devyatkov V.N., Ivanov Y.F., Krysinina O.V., Koval N.N., Petrikova E.A., Shugurov V.V. Equipment and processes of vacuum electron-ion plasma surface engineering. *Vacuum* 2017; (143): 464-472.
5. Koval' N.N., Ivanov Yu.F., Lopatin I.V., Akhmadeev Yu.Kh., Shugurov V.V., Krysinina O.V., Denisov V.V. Generatsiya nizkotemperaturnoy gazorazryadnoy plazmy v bol'shikh vakuumnykh ob'emakh dlya plazmohimicheskikh protsessov. *Rossiyskiy khimicheskii zhurnal* 2013; LVII(3-4): 121-133. (In Russian).
6. Koval N.N., Grigoryev S.V., Devyatkov V.N., Teresov A.D., Schanin P.M. Effect of intensified emission during the generation of a submillisecond low-energy electron beam in a plasma-cathode diode. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 2009; 37(10): 1890-1896.