

Tankoplastne prevleke za zaščito orodij za tlačno litje plastike

Thin film coatings protection of tools for die casting of plastics

M. Tasevski, Saturnus-Avtooprema, Letališka 17, Ljubljana

V članku so predstavljene tankoplastne prevleke za zaščito jekel s katerimi smo ojačili površino kalupov za tlačno litje plastike in s tem podaljšali njihovo življenjsko dobo, ter zmanjšali stroške vzdrževanja in proizvodnje. Raziskali smo prevleke trdega kroma, kemičnega in galvanskega niklja in titan nitrída. Ker morajo biti orodja zrcalno gladka zaradi optičnih refleksijskih zahtev smo posebno pozornost namenili poliranju tankih prevlek. V delu so podani rezultati meritev hrapavosti in trdote.

Ključne besede: trde prevleke, TiN galvanske Ni prevleke, netokovne Ni prevleke, orodja za tlačno litje plastike, meritve hrapavosti in trdote

The paper presents thin film coatings for steel protection. We wanted to reinforce the surface of moulds for injection moulding of plastics and to prolong their life time; this would reduce maintenance and production costs. Hard chrome-plating, chemical and galvanic nickel-plating and coatings of titanium nitride were investigated. As the tools must be mirror polished because of the optical reflection demands, special attention was paid to polishing of thin coatings. In this article are presented results of measurements of roughness and hardness.

Key words: TiN hard coatings, electroless Ni plating coatings, galvanic Ni plating coating, tools for die coating of plastic, measurements of roughness and hardness

1 Uvod

Obraba in korozija orodij za brizganje plastike povzročata visoke stroške v obratih, kjer se ta predeluje. Z obdelavo površine orodij lahko znatno zmanjšamo obrabo in korozijo.

Nadomeščanje konvencionalnih materialov s plastiko stalno poteka. Zahteve pri lastnostih v uporabi pa so vedno večje, posebno pri tehničnih izdelkih. Zadovoljive mehanske, termične in kemične lastnosti je možno doseči velikokrat le z modifikacijo plastičnih mas z dodatki. Vendar pa se zaradi tega poveča obraba orodij zaradi abrazivnih polnil (npr. steklena vlakna, pigmenti barv ali mineralne snovi) lahko pa pride tudi do tvorbe razcepnih produktov, kar je pogojeno z visokimi predelovalnimi temperaturami in hitrostmi brizgov.

Jeklo mora imeti dovolj veliko tlačno trdnost, da ne pride do vtiskavanja med delom. Z naknadno obdelavo orodij je možno selektivno vplivati na lastnosti orodij. Relativno mehko jeklo dovoljuje gospodarno proizvodnjo in tvorijo žilavo, trdno in elastično jedro orodja. Z dodatno površinsko obdelavo lahko izdelamo trde, na obrabo in korozijo odporne površine. Značilno za površinske plasti je, da morajo biti dobro oprijemljive in se kolikor je mogoče dopolnjujejo z osnovnim jeklom.

Pri tankoplastnih zaščitah nas je zanimala trdota in hrapavost, ki mora biti čim manjša, ker morajo biti refleksi žarometi optično gladki. Preučevali smo nanose trdega kroma, galvanskega in netokovnega niklja in TiN na treh različnih jeklih in sicer na dveh utopih Č.4742 (0.40% C, 0.40% Si, 1.90% Cr, 1.50% Mn, 0.20% Mo) in Č.4751 (0.39% C, 1.0% Si, 5.1% Cr, 0.35% V, 0.40% Mn, 1.20% Mo) in na uvoženem DIN 1.2767 (0.45% C, 0.20% Si, 0.30% Mn, 1.40% Cr, 0.25% Mo, 4.0% Ni). Glede trd-

nosti in zanesljivosti je površinska prevleka TiN gotovo najbolj ustrezna, vendar na orodja večjih dimenzij (od 30 cm naprej) v slovenskem prostoru ni moč nanesti tovrstnih plasti zaradi majhnih vakuumskih komor.

2 Trdo kromanje

Površinske prevleke iz trdega kroma so najbolj poznana zaščita orodij. Tovrstne prevleke so bile izdelane v Saturnusu, v Kemični tovarni Podnart in pri Renduliču.

S trdim kromanjem dosežemo odpornost na obrabo in dobro ločevanje izdelkov od orodja. Pomanjkljivost tega postopka pa je, da se dajo komplicirane oblike samo pogojno trdo kromati in da pride do zaoblitve robov orodja, ki morajo biti naknadno obdelani. Orodje je treba po kromanju polirati, da doseže željeno gladkost, kakršna je bila pred nanosom. To poliranje je zamudno in počasno, trdota Cr prevlek je od 800 do 1100 HV. Debeline trdega kroma so od 5 do 1000 μm . Ker so plasti trdega kroma porozne lahko pride do korozije v primeru, da pore segajo do osnovnega materiala. Bolj ko je debela plast, boljša je korozijska odpornost. Po drugi strani pa je nevarno, da pri večjih debelinah pride do odstopanja plasti. Zaradi tega so običajni nanosi debeli 30 do 50 μm .

V Saturnusu smo kromirali v kopeli Cromylite SK 7504, v Podnartu pa v kopeli Kromal SK 750400.

2.1 Meritve trdote

Trdoto smo merili na vzorcih nanosenih v Podnartu in v Saturnusu (tabela 1).

Tabela 1. Meritve trdote trdega kroma nanosenega pri različnih tokovih na različna jekla

Jeklo	Podnart		Saturnus	
	Trdota osnovnega materiala	Trdota (HV)	j ($A\ dm^{-2}$)	Končna trdota (HV)
	(HV)	$j = 40\ A\ dm^{-2}$		
Č.4742	355	1056	25	950
			60	1080
Č.4751	335	844	25	890
			60	1157
DIN 1.2767	506	1058	25	944
			60	1085

Poliranje vpliva na meritve trdote. Spodnja plast je trša kot zgornja hrapava (tabela 2). Pri mikroskopskem pregledu smo odkrili pri nepoliranem kromu razpoke.

Tabela 2. Meritve trdote na poliranih in nepoliranih vzorcih

Material	Trdota (HV)	Obdelava
DIN 1.2767	832	nepoliran
DIN 1.2767	887	poliran

2.2 Meritve hrapavosti

Poleg čim večje trdote naj bi imela prevleka trdega kroma čim manjšo hrapavost. Z elektrolitičnim nanosom se poveča hrapavost poliranih vzorcev, zato jih je treba nujno ponovno polirati. Če je vzorec slabše pokroman in nastane hrapava, bela površina, je treba polirati z brusnim papirjem gradacije 1200, in z diamantno pasto. Če pa je trdi krom dobro nanešen, kar se vidi kot zrcalno gladka, bleščeča površina, barva je kovinsko modra, se samo rahlo spolira z najfinejšo diamantno pasto. Hrapavost smo merili na Strojni fakulteti na merilniku Perthometer C5D. Najmanjša hrapavost na instrumentu je $0.001\ \mu m$. Merili smo vzdolžno po vzorcu 3 krat, v redkejših primerih 5 meritev Ra (tabela 3).

Tabela 3. Meritve hrapavosti Ra za galvanske prevleke trdega kroma na različnih jeklih serije 90

Vrsta jekla	I ($A\ dm^{-2}$)	Ra (μm) pred nanosom	Ra (μm) trdi Cr	poveč. (krat)	Ra (μm) poliran
Č.4742	25	0.006	0.021	3.5	0.029
Č.4742	60	0.006	0.019	3.2	0.001
Č.4751	25	0.006	0.022	3.7	0.029
Č.4751	60	0.006	0.015	2.5	0.016
DIN 1.2767	25	0.005	0.023	4.6	0.022
DIN 1.2767	60	0.005	0.025	5	0.016

Na jeklih, katerih kromirana plast je bila nanešena v Podnartu so bili rezultati hrapavosti podobni. Samo polirano jeklo je imelo srednjo hrapavost $Ra = 0.016\ \mu m$. Jekli naknadno polirani v Saturnusu Č.4751 in Č.4742 sta imeli Ra 0.02 in $0.027\ \mu m$. Jeklo polirano v Podnartu DIN 1.2767 pa je imelo $Ra = 0.01\ \mu m$.

Na 1 serijo vzorcev smo nanesli trdi krom na 2 ploščici DIN 1.2767 pri $j = 40\ A/dm^2$. To je bil najboljši krom

doslej. Ob robu ima premajhen nanos kroma, ker so bile odvodne elektrode preblizu vzorcem. Debelina je bila $15\ \mu m$, čas nanosa je bil 0.5 ure.

Izboljšave: sveže čiščenje, razmaščevanje, nova kopel, nove elektrode, zato je manj vodika v plasti.

Trdi Cr smo nanesli na jeklo DIN 1.2767, ki je imelo začetno hrapavost po poliranju 0.002 do $0.003\ \mu m$. Po nanosu je bil krom videti zrcalno gladek, vendar je imel hrapavost $0.022\ \mu m$, kar je 10-krat več od začetne hrapavosti. Potem smo vzorec rahlo spolirali 10 min in smo dobili hrapavost 0.003 do $0.005\ \mu m$. To pomeni, da smo znižali hrapavost blizu tiste pred nanosom.

2.3 Nanos plasti trdega kroma na orodje

Orodje za traktorsko zadnjo svetilko 120×100 — rdeči del in 4 žarilci za traktorsko lečo je bilo pokromano pri Renduliču. Žarilci, ki so bili ravni, so bili kolikor toliko svetli, vendar so bili ob robu odebeljeni. Njihovo poliranje ni bilo težavno. Kalup za lečo je bil poglubljen in je imel veliko zrcalnih površin — (3/4) leče. Površina trdega kroma je bila bela, hrapava, neizpolirana. Zaradi velike površine in trdote je poliranje potekalo počasi in je trajalo približno 2 tedna.

3 Prevleke kemijskega niklja

Kemijsko nanešen nikelj je relativno nov postopek za zaščito orodij. Struktura prevleke kemijskega niklja je amorfná brez kristalnih vključkov. Te prevleke so kompaktne in brez prekinitev¹. Prevleke trdega kroma so kot večina elektrolitičnih nanosov izrazito kristalinične, poleg tega pa imajo lahko tudi razpoke in različne vključke².

Prevleke kemijsko nanešenega niklja vsebujejo okoli 10% fosforja, ki jim zagotavlja večjo trdoto, kot je pri elektrolitskem niklju. Če pa rabimo zelo trde prevleke, lahko z naknadno termično obdelavo (npr. 1 uro pri $400^\circ C$) dosežemo celo trdoto 1000 HV.

Kemijsko nanešena nikljeva plast je pri debelini $30\ \mu m$ zelo dobra zaščita proti koroziji³. Ker se plast nanaša brez električnega toka se lahko nanese tudi v najbolj komplicirane oblike enakomerno.

Polirane ploščice smo v Podnartu najprej razmastili, dekapirali in aktivirali. Delovna temperatura v kopeli KT je bila $90^\circ C$. Ploščice smo vpeli v nosilec in nato so se stalno premikale v kopeli, da se zmanjša možnost sledov izhajajočega vodika (proge, žlebovi, luknjičavost) na površini predmetov, obenem pa se homogenizira raztopina. Pri kopeli je nujna filtracija, da preprečimo hrapave prevleke in nekontrolirano izrabljanje ali celo razpad kopeli. Filtrirna črpalka prečrpa celoten volumen kopeli 5–10 krat v eni uri, filter zadrži delce, večje od $10\ \mu m^4$. Po eni uri nanosa je bila debelina prevleke $20\ \mu m$. Nato smo v Saturnusu zavili vzorce v oglje in jih greti 1 uro na $400^\circ C$. Pri tem se je površina rahlo oksidirala, vendar smo zgornji sloj odpolirali. Na ta način smo trdoto precej povečali.

Niklanje smo izvedli v dveh serijah.

Glede na meritve hrapavosti so te najbolj gladke prevleke, pa tudi zelo trde s 1100 HV (tabela 4).

Plast kemijskega niklja so nanesli na orodje za TAM-ovo zadnjo svetilko. To sta bila trn in skodela velikosti približno 30 cm. Orodja pred nanosom nismo spolirali, prav tako pa tudi ne po nanosu, ker je bila površina zrcalno gladka. Zaradi upada naročil orodje še ni bilo v uporabi.

Tabela 4. Trdota in hrapavost kemijsko nanešenih nikljevih prevlek

Serijska	Trdota (HV)	Povp.	Hrapavost Ra (μm)
1	1168; 1168; 1097	1144	0.002; 0.001; 0.001
1*	635; 657; 642	645	0.033; 0.032; 0.03
2	1064; 1132; 1027; 1132	1089	0.002; 0.001; 0.002
2	1027; 1097; 1132; 1064	1080	0.001; 0.001; 0.003; 0.001

* vzorec ni bil pregret in ni bil poliran (DIN 1.2767); ostali vzorci so bili Č.4751

4 Galvanski nanos niklja

Galvanski nanos niklja od letos uporabljamo v Saturnusu za zaščito orodij, ki jih naredijo v orodjarni za firmo Haidlmair. Uporabljajo se za korozijsko zaščito, niso pa to trde prevleke.

Prva serija ni najbolj uspela. Vzorci so imeli majhne vdolbine — pike. Ponovno smo ponikljali 2 ploščici jekla DIN 1.2767 iz serije 1. Ni je bil dobro nanešen, videti je bil gladek, zrcalen. Debelina je bila 15–18 μm . Izboljšave: čiščenje pred nanosom, nove elektrode.

V tabeli 5 so poprečne hrapavosti 5 meritev Ra. Vzorce smo rahlo spolirali s diamantno pasto 1 μm . Drugi vzorec smo spolirali še z diam. pasto 0.25 μm , ki je najfinejša. Vendar je bilo prvo poliranje najboljše, nato pa smo vzorec v bistvu prepolarirali. Z rahlim poliranjem smo uspeli hrapavost zmanjšati za faktor 10.

Tabela 5. Trdota in hrapavost Ra (μm) galvansko nanešenega niklja

Vzorec	Trdota (HV)	Ra v μm pred polir.	Ra v μm po polir.
1	696	0.03	0.003
2	698	0.01	0.005

5 Titan nitrid prevleke

Te prevleke so po splošnem mnenju najboljše. Prednosti so velika trdota — okrog 2300 HV in žilavost, majhen koeficient trenja, kemijska stabilnost, kompaktnost in izredna obrabna obstojnost. Tako na primer TiN trde prevleke povečajo obrabno obstojnost orodja in strojnih delov od 3 do 20-krat^{5,6}.

To trdo prevleko, smo začeli preučevati pred dvema leti. Že na začetku smo naleteli na težave zaradi hrapavosti. Naparili smo trn za Tomosov žaromet. Izdelan je bil iz jekla Č.4831. Trn smo pred naparivanjem nanovo fino spolirali, tako da je imel zrcalen odboj. Po nanosu TiN, ki ima zlato barvo, pa je odboj postal difuzen, površina je imela mat sijaj. Vendar se ta mat sijaj ne vidi toliko na sanem trnu, kot bolj na plastičnem odlitku, oziroma po naparivanju Al na izdelanem žarometu. Žaromet je imel drobne pikice na površini, vendar je zaradi večje rezerve odgovarjal zahtevanim optičnim predpisom. Zaradi dodatne raze smo (zelo težko) spolirali TiN iz orodja. Leto dni kasneje smo na orodje ponovno nanesli TiN, spolirali in orodje od takrat uspešno deluje.

Zaradi problemov s hrapavostjo ni bilo smiselno nadaljevati poskuse na orodjih, ampak smo nadaljevali raziskave na manjših testnih ploščicah. Najprej smo ugotovili, da

se hrapavost ne poveča med čiščenjem v topilih in ultrazvoku. Možno bi bilo, da se polirna pasta zapolira v osnovno podlogo⁶ in po čiščenju bi lahko ostala bolj hrapava površina. Ravno tako se je hrapavost le za malenkost povečala po pregrevanju v vakuumu na 500°C, kar je tudi sestavni del postopka nanašanja TiN.

V tabeli 6 so prikazane poprečne vrednosti Ra in sicer meritve hrapavosti pred nanosom TiN na 6 vzorcih po 3 meritve na vsakem v vzdolžni smeri. S TiN smo nanesli 4 vzorce vsakega jekla, polirali pa smo le po en vzorec. Rezultati poliranja so bili zelo vzpodbudni⁶. Po naparivanju se je hrapavost povečala za 4-krat. Po ponovnem poliranju pa je bila površina TiN skoraj tako gladka, kot je bila površina jekla pred naparivanjem. Statistično razmerje za vsa tri jekla s spoliranim TiN proti spoliranim jeklom je le 1.06, oziroma hrapavost se je povečala le za 6%.

Tabela 6. Meritve hrapavosti Ra titan nitridne prevleke

Jeklo	Pred nanosom	TiN	Hrapavost pred polir.	Hrapavost po polir.
Č.4742	0.0057	0.02	0.037	0.006
Č.4751	0.006	0.018	0.021	0.004
DIN 1.2767	0.0053	0.033	0.043	0.008

Trdoto smo pomerili na merilniku za mikrotldoto pri standardni obteži 0.25 N na Strojni fakulteti. Z naparivanjem TiN se trdota zelo poveča. Trdota je odvisna tudi od trdote podlage. Jeklo Č.4751 smo v Saturnusu poboljšali na 500°C in s tem povečali začetno in končno trdoto. Razmere prikazuje tabela 7, kjer so povprečni rezultati na več vzorcih, na vsakem pa je bilo več meritev.

Tabela 7. Mikrotldota (HV) TiN na različnih jeklih

Vrsta jeklo	HV osnovni material	HV naparjeni	HV trdota TiN
Č.4742	355.2	355.3	2334
Č.4751	334.9	355.3	2330
DIN 1.2767	506.3	410.7	2626
Č.4751*	561	560	2700

* poboljšani

Iz tabele 7 se še vidi, da se je jeklo DIN zaradi vakuumskega čiščenja-pregrevanja in naparivanja pri 500°C zmehčalo za 20%. Vendar se je potem bistveno utrdilo. Te meritve smo izvedli na zadnji strani ploščic, kjer TiN ni bil naparjen.



Slika 1. Orodje za traktorsko lečo neparjeno s TiN.

Poleg trna za Tomosov žaromet smo neparili še orodje — skodelo za traktorsko lečo — rumeni del, kjer je zrcalne površine 1/4 skodele (slika 1). Tudi tu smo spolirali orodje pred nanosom. Ker je bila skodela velika približno 30 cm so nanegli TiN v eksperimentalni napravi na IJS. Naknadno smo zrcalno površino še enkrat rahlo spolirali. Poleg orodja za plastiko smo nanegli TiN tudi na orodja za preoblikovanje pločevine, to je za delo v hladnem. Narejena so iz jekla Č.4150 (OCR12), ki ni najbolj primerno za nanos TiN, ker mu pade trdota po naših meritvah iz 62 na 54 Rc, vendar zaradi novo nastale plasti postane zopet trši in obstojnejši. Bolj ustrezno je jeklo Č.4850, ker ima višjo temperaturo popuščanja in večjo trdoto. Orodje izdelano iz tega jekla je bil centrini obroč za vlek pločevine s premerom 225 mm. Zaradi velikosti je bil neparjen v eksperimentalni napravi na IJS. Po naparevanju se je v kotu orodja v najbolj nedostopnem območju za poliranje odlučil TiN 2 mm široko po celem obodu obroča. Predvidevali smo, da je nastala tako imenovana mrtva plast zaradi prehitrega poliranja in s tem premočnega pregrevanja. Vzrok

take slabe adhezije je lahko tudi zapoliranje ostankov lepila in papirja v jeklo. TiN smo odbrusili in jeklo smo znova skrbno spolirali. Potem smo znova neparili TiN, vendar se je luščenje v kotu orodja v sicer malo manjši meri znova pojavilo. Potem smo to napako pustili, ker orodje preoblikuje pločevino predvsem na robovih. Orodje od takrat uspešno deluje.

6 Zaključek

Če primerjamo različne nanose glede hrapavosti glede na naše rezultate je najbolj gladek kemijsko nanešen nikelj z $Ra = 0.001 \mu\text{m}$, potem sledi galvansko nanešen nikelj z $Ra = 0.003 \mu\text{m}$, trdi krom z $Ra = 0.004 \mu\text{m}$ in TiN z $Ra = 0.006 \mu\text{m}$. Ker so bili poskusi z TiN narejeni najprej in osnovne ploščice še niso bile najbolj polirane, je možno da bi TiN imel manjšo hrapavost. Glede trdote je najboljši TiN z 2700 HV, potem sta enaka trdi krom in kemijski nikelj z 1100 HV in končno galvanski nikelj z 700 HV. Ker so skoraj vsa nova orodja nikotrirana, je bolj kot trdota pomembna korozijska zaščita. Ponovljivost rezultatov galvanskih nanosov je problematična.

Zahvala

Avtor se zahvaljuje Mitji Gvardjančiču in Ludviku Sevcniku, galvana Saturnus za izdelavo vzorcev trdega kroma in galvanskega niklja; dipl. ing. Silvu Vovku za nanos trdega kroma, dipl. ing. Janezu Šemetu za nanos kemičnega niklja, oba iz kemične tovarne Podnart; Janezu Rajglu in Kropu za nanos kemičnega niklja na orodje, dr. Borisu Navinšku in dipl. ing. Petru Panjanu iz IJS za vakuumsko nanašanje vzorcev s TiN, mag. Mariji Kesin za meritve mikrotredote in mag. Jožetu Jurkoviču za meritve hrapavosti, oba s Strojne fakultete v Ljubljani, in sodelavcem orodjarne Saturnus za pripravo, popuščanje in poliranje vzorcev.

7 Literatura

- ¹ J. Šeme: Hemijsko niklovanje i tvrdo hromiranje kao dopunski ili alternativni postupci. Površinska zaštita 1987. zbornik strokovnih referatov. Bled 13–14 maj 1987. str. 55–63.
- ² S. Jerič, M. Kocmur: Netokovno nanašanje prevlek Ni-P na Al in zlitine. Vakuumist 27 (1992) 2. str. 20–22.
- ³ P. Thienel, R. Saß, Ludenscheid: Oberflächenebehandlungen von Spritzgießwerkzeugen. Kunststoffe 81 (1991) 7. str. 591–602.
- ⁴ Kemična tovarna Podnart: Navodilo za uporabo, kemični nikelj KT-739800.
- ⁵ Institut Jožef Stefan: Zakaj Jostin? prospekt.
- ⁶ R. Wild: PVD hard coating prerequisites and use in plastics processing. Plastverarbeiter nr. 4/1988.