

УДК 621.793.1

ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ ВОЗДЕЙСТВИЯ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ НА ПОВЕРХНОСТЬ СТАЛИ 30ХГСА ПРИ НАНЕСЕНИИ ЭЛЕКТРОДУГОВЫХ ВАКУУМНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ¹

©2023 г. Л.М. Петров^{1*}, К.В. Григорович^{2*}, С.Я. Бецофен^{3*}, А.Н. Смирнова^{1*},
Г.С. Спрыгин^{2*}, М.И. Гордеева^{3*}

^{1*}АО Национальный институт авиационных технологий (АО НИАТ), Москва
E-mail: plm@niat.ru

^{2*}ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва
E-mail: grigorovichkv@gmail.com

^{3*}ФГБОУВО Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), Москва
E-mail: s.betsofen@gmail.com

Поступила в редакцию 6 сентября 2022 г.

После доработки 23 сентября 2022 г. принята к публикации 6 октября 2022 г.

Эффективность технологического воздействия плазменных потоков на обрабатываемую поверхность стали 30ХГСА при электродуговой вакуумной ионно-плазменной (ЭВИП) обработке оценивали по результатам измерения поверхностного рельефа, вольт-амперных характеристик, величины поверхностного потенциала, а также с помощью кратковременных коррозионных испытаний для экспериментального определения химической активности поверхности. Установлено, что при обработке несамостоятельным газовым разрядом с увеличением опорного напряжения эффективность очистки поверхности возрастает, однако при этом увеличиваются искажение рельефа и неоднородность энергетического состояния поверхности. Показано, что при обработке с использованием модуля «Плагус» достигаются высокая эффективность очистки и активация поверхности при умеренном уровне искажений рельефа и более однородном энергетическом состоянии поверхности. В результате обеспечивается более высокий уровень воспроизводимости служебных свойств покрытий.

Ключевые слова: электродуговая вакуумная ионно-плазменная обработка; поверхностный потенциал; вольт-амперные характеристики; кратковременные коррозионные испытания.

Метод электродуговой вакуумной ионно-плазменной (ЭВИП) обработки позволяет формировать широкую гамму градиентных поверхностных структур на базе конструкционных металлических материалов (КММ), включая покрытия, модифицированные слои или их комбинации, которые можно рассматривать как поверхностный композит КММ-покрытие. В основе технологии ЭВИП обработки лежат такие сложные процессы, как генерация электронно-ионных потоков газометаллической плазмы, формируемых электродуговым методом с первичной энергией ионов 60 эВ, перемещение ионных потоков и

их ускорение в рабочем объеме вакуумной камеры установок, обеспечение ударно-контактного первичного воздействия (бомбардировка) и последующего взаимодействия (осаждение, диффузия) ускоренных высокоэнергетических потоков газометаллической плазмы с обрабатываемой поверхностью [1, 2].

Указанные взаимодействия плазменных потоков с обрабатываемой поверхностью при ЭВИП обработке позволяют осуществлять электронно-ионный нагрев изделий, изменять технологическую наследственность исходной поверхности, ее структуру и свойства. В результате создается поверхностный композит КММ-покрытие с принципиально новым комплексом функциональных свойств [3]. Формируемые таким образом композиты с

¹Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ №22-19-00754.

разными структурными сочетаниями состава покрытия и его архитектуры обладают не только высокими характеристиками износостойкости, но и коррозионно-защитной стойкостью.

Сложность процессов, сопровождающих ЭВИП обработку, приводит к радикальным изменениям исходной поверхности, ее морфологии, химического и фазового составов, микротвердости, текстуры, величины и знака остаточных напряжений, величины приведенного поверхностного потенциала ($U_{п.п}$, мВ), вольт-амперных характеристик поверхностного слоя. Данные изменения поверхностного слоя оказывают значительное влияние на формирование характеристик качества и надежности деталей и узлов, изготавливаемых из КММ [4,5]. Исследованию этих изменений посвящено множество работ в направлении поиска корреляций указанных выше характеристик с технологическими параметрами ЭВИП обработки и комплексом функциональных свойств.

Так, по величине приведенного поверхностного потенциала можно определить степень реакционной способности поверхности [6]. Увеличение положительного значения $U_{п.п}$ указывает на рост эффективности ударно-контактного воздействия плазменного потока в результате повышения температуры поверхности и соответственно активизации диффузионных процессов на этой поверхности.

Одной из важных характеристик покрытий является кристаллографическая текстура из-за ее высокой чувствительности к химическому составу и технологии нанесения покрытия. В работе [7] исследовали формирование текстуры полученных ЭВИП методом TiN и ZrN покрытий в зависимости от величины опорного напряжения на подложке. Показано, что при высоких значениях опорного напряжения (-100 В) в TiN покрытиях — формируется выраженная текстура (111), а в ZrN покрытиях — двухкомпонентная (111)+(113) текстура. Снижение опорного напряжения до -10 В приводит к двукратному увеличению твердости покрытий, бестекстурному состоянию TiN покрытий и ослаблению текстуры ZrN покрытий. Предложенный критерий отбора текстурных компонентов основан на предпочтительности ориентацией, обеспечивающих минимальную анизотропию модуля Юнга в плоскости текстурного компонента.

Изменению текстуры TiN покрытий способствует введение в состав данного нитрида алюминия и кремния [8, 9]. При этом выраженная текстура (111), характерная для TiN покрытий, переходит в состояние, близкое к бестекстурному. Исследования влияния силы тока дуги и давления азота на текстуру (Ti,Nb,Me)N покрытий (Me — Zr, Al, V, Cr) показали [10], что при силе тока дуги 60 А и низком давлении азота (0,04 Па) покрытия характеризуются сильной текстурой {110}, которая при повышении давления азота до 0,4 Па заменяется двухкомпонентной текстурой {110}+{111}, но при том же давлении азота и увеличении силы тока дуги до 90 и 150 А текстура {111} становится доминирующей.

Значительное место в исследованиях покрытий занимает изучение влияния на их свойства остаточных напряжений [11—15]. В работе [11] исследовали влияние состава и напряжения смещения на показатели твердости и остаточных напряжений TiC_xN_{1-x} покрытий, полученных ЭВИП методом. Многокомпонентные покрытия имеют, как правило, неравновесную искаженную структуру и характеризуются сверхвысокими остаточными напряжениями [12, 13]. В противоположность этому многослойные покрытия характеризуются значительно более низким уровнем остаточных напряжений. Так, по данным [14] в многослойных Nb/Mo покрытиях толщиной ~800 мкм уровень остаточных сжимающих напряжений значительно ниже, чем в почти на два порядка более тонких монослойных ниобиевых и молибденовых покрытиях, что связано со взаимной компенсацией термических напряжений разного знака на каждой последующей границе раздела Nb/Mo слоев с существенно различающимися значениями ТКЛР (температурный коэффициент линейного расширения). В работе [15] рассмотрены методические вопросы измерения остаточных напряжений в гетерогенных поверхностных слоях и покрытиях.

Необходимо отметить, что, несмотря на значительный прогресс в исследовании влияния структурно-фазового и напряженного состояний в результате ЭВИП обработки на функциональные свойства изделий, работ, связанных с энергетическими и морфологическими характеристиками поверхностных слоев изделий на стадии подготовки к нанесению покрытий, мало. В значительной сте-

пени это связано с методическими сложностями получения такой информации. В настоящей работе с помощью различных экспериментальных методик исследовали особенности воздействия потоков газометаллической плазмы на обрабатываемую поверхность КММ применительно к процессам ЭВИП обработки.

Материалы и методы исследования. В качестве подложки использовали сталь 30ХГСА, которая широко применяется в машиностроении для изготовления разных деталей (валы, оси, зубчатые колеса, фланцы, корпусы обшивки, лопасти компрессорных машин). Финишную операцию ионной очистки поверхности исследуемых образцов проводили в среде несамостоятельного газового разряда аргона, опорное ускоряющее напряжение на подложке $U_{оп} = -300, -500$ или -700 В. Модельные образцы закреплялись на оснастке на уровне оси катода. В процессе ионной очистки модельные образцы вращались вокруг своей оси и относительно центра барабана электродуговой установки. В связи с тем, что для основной номенклатуры деталей и изделий, поверхность которых требует модифицирования, не допускается нагрев до температур выше $200-300$ °С из-за возможных изменений структуры, в АО НИАТ разработан низкотемпературный модуль «Плагус», формирующий газовый поток с энергией ионов около 140 эВ при силе тока нагрузки модуля 1 А, рабочем напряжении 200 В и мощности 200 Вт.

Эффективность технологического воздействия газометаллических плазменных потоков на обрабатываемую поверхность на разных этапах ЭВИП обработки оценивали с помощью вольт-амперных характеристик (ВАХ) с использованием туннельного микроскопа (УМКА) [16]. Энергетические характеристики поверхностного слоя определяли с помощью устройства АЭСП (анализатор энергетического состояния поверхности), разработанного в АО НИАТ [17]. Фиксировали изменение величины поверхностного потенциала $U_{п.п.}$, зависящей от наличия на поверхности разного рода технологических загрязнений и оксидов, удаляемых при очистке поверхности в процессе ЭВИП обработки [18]. Для экспериментальной оценки химической активности поверхности после этапа подготовки поверхности к нанесению покрытий использовали кратковременные корро-

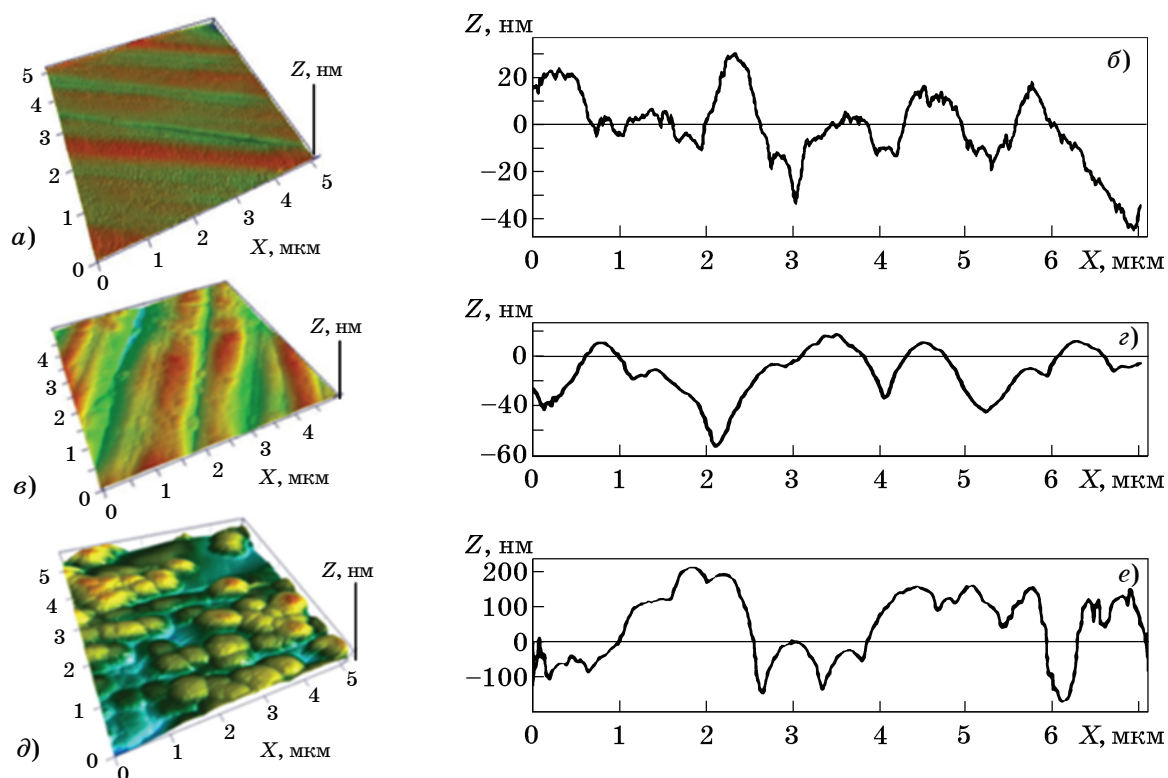
зионные испытания, которые включали выдержку полированных образцов в течение 5–30 мин в 3%-ном растворе NaCl. Об уровне химической активности поверхности судили по степени S коррозионного поражения поверхности (доля зерен, %, с заметными следами коррозии).

Результаты исследования и их обсуждение. Сравнительные измерения поверхностного потенциала, вольт-амперных характеристик и кратковременные коррозионные испытания проводили применительно к двум основным процедурам подготовки поверхности изделий к ЭВИП обработке: с помощью несамостоятельного газового разряда и плазменного газового ускорителя «Плагус».

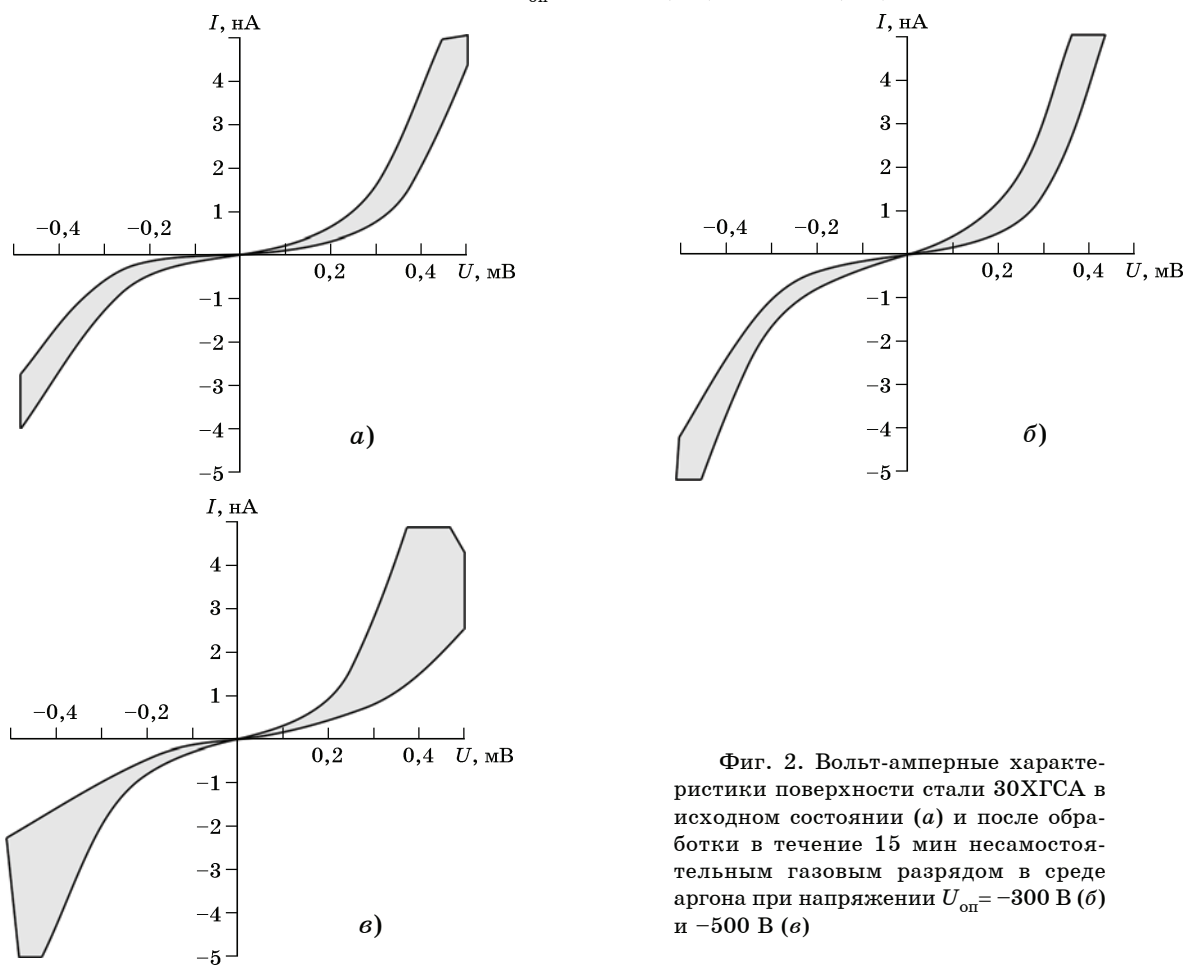
На фиг. 1 приведены данные о рельефе поверхности в исходном состоянии и после обработки несамостоятельным газовым разрядом в среде аргона при $U_{оп} = -300$ и -500 В. В исходном состоянии поверхность имеет максимальное значение высоты неровностей по профилю скана порядка 30 нм (фиг. 1, а). В процессе очистки поверхности при $U_{оп} = -300$ В отмечается некоторое сглаживание геометрии ее неровностей до 18 нм (фиг. 1, б). Очистка при $U_{оп} = -500$ В приводит к радикальному изменению морфологии поверхности, происходит растрав исходной поверхности, сопровождающийся резким ростом до 100 нм высоты неровностей по профилю (фиг. 1, в).

Характеру изменений структуры рельефа поверхности на фиг. 1 соответствуют измеренные вольт-амперные характеристики (фиг. 2). Очистка поверхности несамостоятельным газовым разрядом при $U_{оп} = -300$ В не приводит к существенным изменениям вида ВАХ (фиг. 2, б) по сравнению с исходным состоянием (фиг. 2, а). Вероятно, такая процедура очистки мало эффективна, поскольку не приводит к полному удалению оксидной пленки. После очистки поверхности при $U_{оп} = -500$ В отмечается не только существенное изменение морфологии поверхности (фиг. 1, в), но и принципиальное изменение вида ВАХ (фиг. 2, в): расширение диапазона вариации измеряемых величин, свидетельствующее о неоднородности энергетического состояния поверхности.

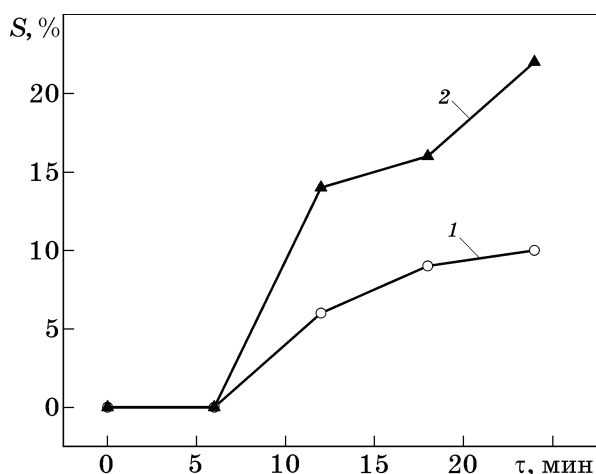
Данные по изменению степени коррозионного поражения в зависимости от режима поверхностной обработки несамостоятельным газовым разрядом представлены на фиг. 3.



Фиг. 1. Рельеф поверхности (*а, в, д* — 3D-изображение; *б, г, е* — профилограмма скана) подложки из стали 30XГСА в исходном состоянии (*а, б*) и после обработки в течение 15 мин несамостоятельным газовым разрядом в среде аргона при напряжении $U_{\text{оп}} = -300$ В (*в, г*) и -500 В (*д, е*)



Фиг. 2. Вольт-амперные характеристики поверхности стали 30XГСА в исходном состоянии (*а*) и после обработки в течение 15 мин несамостоятельным газовым разрядом в среде аргона при напряжении $U_{\text{оп}} = -300$ В (*б*) и -500 В (*в*)

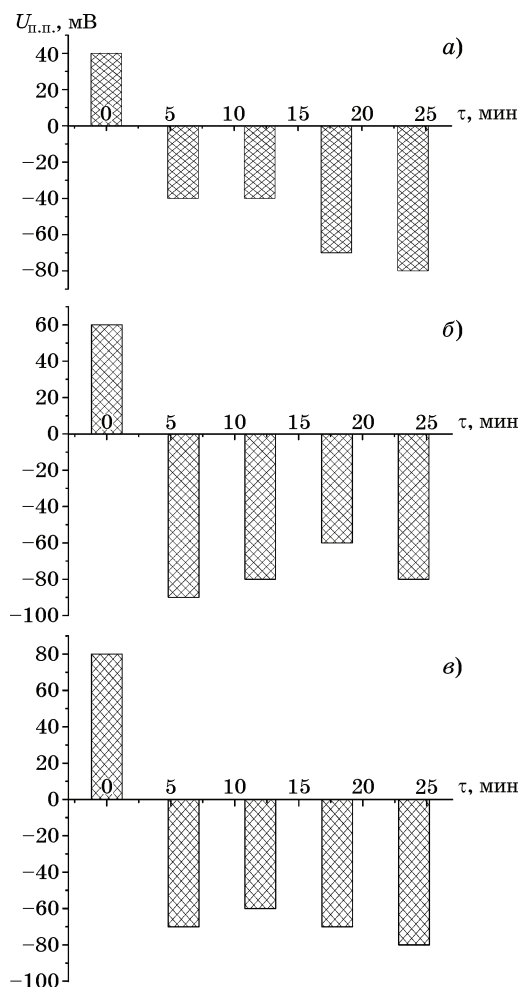


Фиг. 3. Степень S коррозионного поражения поверхности стали 30ХГСА в зависимости от длительности τ выдержки в коррозионной среде после обработки в течение 15 мин несамостоятельным газовым разрядом при $U_{\text{оп}} = -300$ В (1) и -500 В (2)

Обработка поверхности при $U_{\text{оп}} = -500$ В по сравнению с $U_{\text{оп}} = -300$ В дает наибольший положительный эффект по ее очистке и активации.

При измерении приведенного поверхностного потенциала $U_{\text{п.п}}$ после обработки несамостоятельным газовым разрядом при $U_{\text{оп}} = -300$ В получено значение $U_{\text{п.п}}$ (фиг. 4, а), аналогичное значению в исходном состоянии (+45 мВ). При $U_{\text{оп}} = -500$ В отмечается увеличение $U_{\text{п.п}}$ до +60 мВ (фиг. 4, б), что свидетельствует об эффективном удалении оксидов, а при $U_{\text{оп}} = -700$ В поверхностный потенциал возрос до +80 мВ (фиг. 4, в). Таким образом, наиболее эффективна очистка в среде несамостоятельного газового разряда при $U_{\text{оп}} = -700$ В, так как именно в этом случае значение показателя $U_{\text{п.п}}$ в зоне положительных значений наиболее высокое.

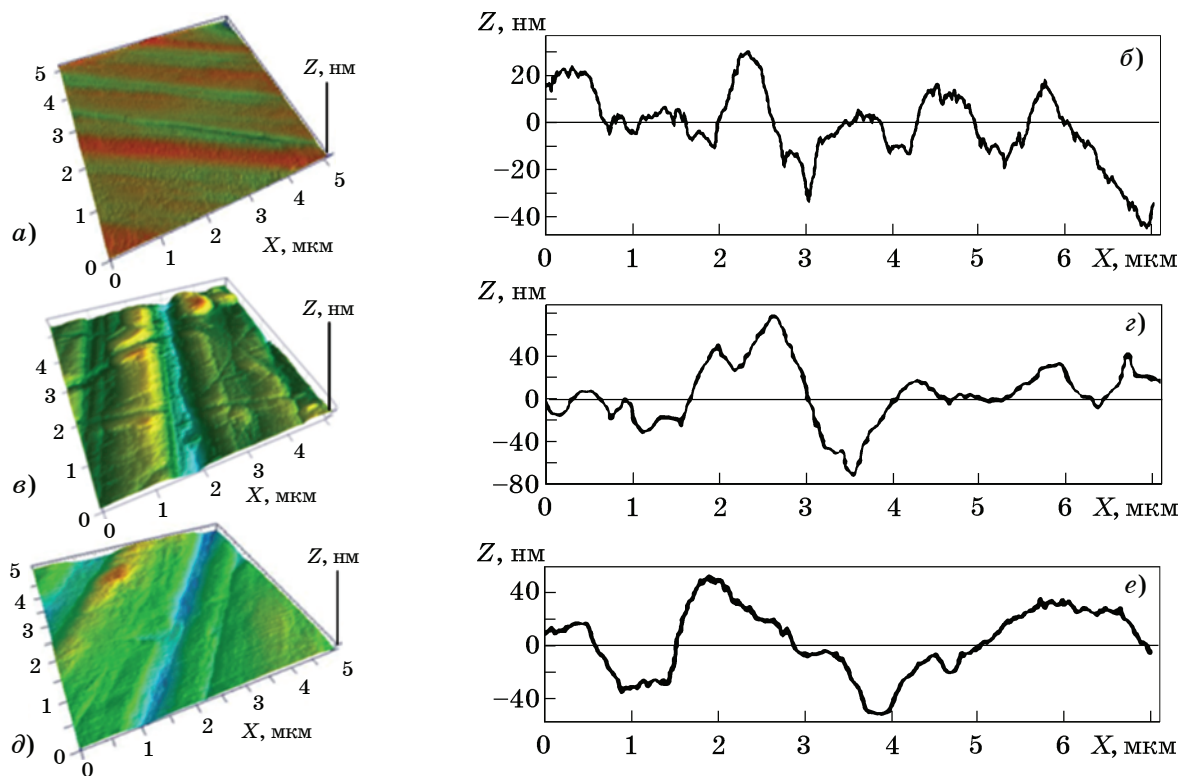
На фиг. 5, а–е приведены характеристики рельефа поверхности исследуемого модельного образца 30ХГСА в исходном состоянии и после обработки с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = 0$ В и -100 В. В отличие от обработки несамостоятельным разрядом, когда с увеличением опорного напряжения максимальные отклонения рельефа возрастали (см. фиг. 1), при обработке с использованием модуля «Плагус» отмечается немонотонная зависимость отклонений рельефа от величины опорного напряжения. При обработке с использованием модуля «Плагус» в отсутствие опорного напряжения



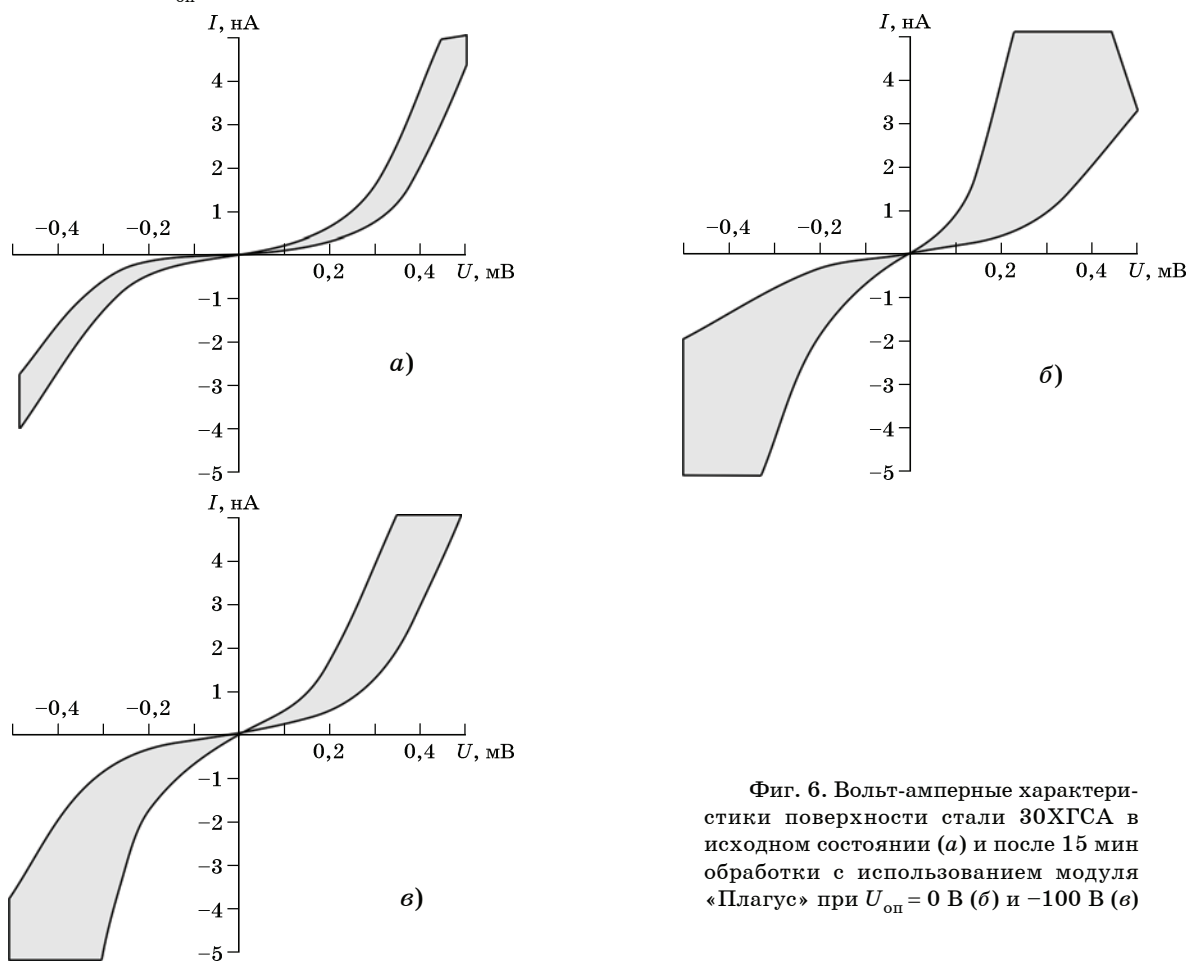
Фиг. 4. Изменение величины поверхностного потенциала стали 30ХГСА в зависимости от длительности выдержки в коррозионной среде ее образцов, обработанных несамостоятельным газовым разрядом в течение 15 мин при $U_{\text{оп}} = -300$ В (а), -500 В (б) и -700 В (в)

отклонение рельефа максимальное (80 нм, см. фиг. 5, з). При $U_{\text{оп}} = -100$ В отклонение рельефа снижается до 40 нм (фиг. 5, е), что незначительно больше, чем в исходном состоянии (30 нм, фиг. 5, б).

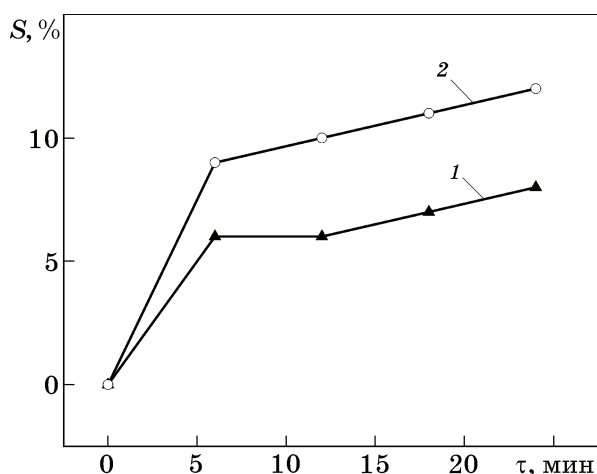
Аналогичное поведение демонстрируют вольт-амперные характеристики (фиг. 6). Вольт-амперные характеристики после обработки с использованием модуля «Плагус» в случае отсутствия опорного напряжения показывают расширение диапазона вариации измеряемых величин (фиг. 6, б), свидетельствующее о неоднородности энергетического состояния поверхности. При величине опорного напряжения -100 В диапазон вариации измеряемых величин уменьшается (фиг. 6, в), что свидетельствует о более однородном энергетическом состоянии повер-



Фиг. 5. Рельеф поверхности (*а, в, д* — 3D-изображение; *б, г, е* — профилограмма скана) подложки из стали 30ХГСА в исходном состоянии (*а, б*) и после обработки в течение 15 мин с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = 0$ В (*в, г*) и -100 В (*д, е*)



Фиг. 6. Вольт-амперные характеристики поверхности стали 30ХГСА в исходном состоянии (*а*) и после 15 мин обработки с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = 0$ В (*б*) и -100 В (*в*)

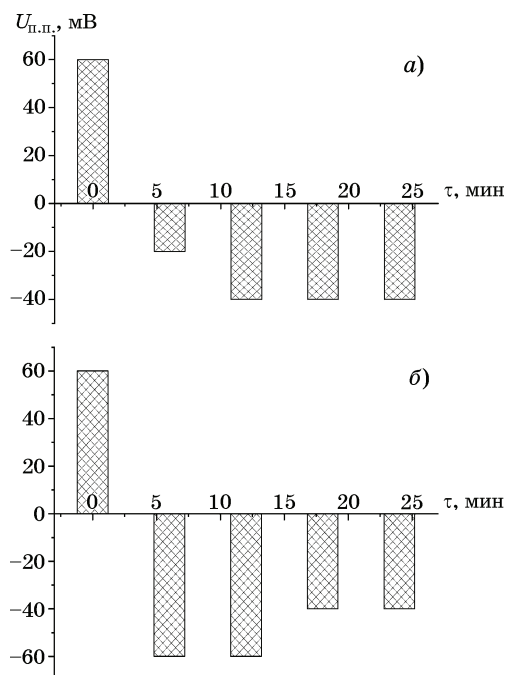


Фиг. 7. Степень S коррозионного поражения поверхности стали 30ХГСА в зависимости от длительности выдержки в коррозионной среде после обработки в течение 15 мин с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = 0$ В (1) и -100 В (2)

хности. В то же время степень коррозионного поражения поверхности после обработки с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = -100$ В показывает существенно более высокую активацию поверхности по сравнению с обработкой при $U_{\text{оп}} = 0$ В (фиг. 7). При этом значение $U_{\text{п.п}}$ после 6 мин выдержки в коррозионной среде снижается до -60 эВ (фиг. 8, б), что также свидетельствует об эффективности применения данного режима по сравнению с предыдущим, при котором эта величина составляла -20 эВ (фиг. 8, а).

Таким образом, демонстрируется высокая эффективность обработки поверхности изделия с применением модуля «Плагус». Наряду с высоким уровнем очистки и активации поверхности при этом обеспечиваются однородность энергетического состояния и минимальный уровень искажения поверхности. Последнее обстоятельство указывает на высокий уровень воспроизводимости служебных свойств покрытий, наносимых с использованием модуля «Плагус».

Выводы. 1. Эффективность технологического воздействия газометаллических плазменных потоков на обрабатываемую поверхность оценивали с помощью измерения показателей поверхностного рельефа, вольт-амперных характеристик, величины поверхностного потенциала, а также с помощью кратковременных коррозионных испытаний для экспериментального определения химической активности поверхности.



Фиг. 8. Изменение величины поверхностного потенциала стали 30ХГСА в зависимости от длительности выдержки в коррозионной среде ее образцов, обработанных в течение 15 мин с использованием модуля «Плагус» при $U_{\text{оп}} = 0$ В (а) и -100 В (б)

2. При обработке стали 30ХГСА несамостоятельным разрядом с увеличением опорного напряжения выявлено повышение эффективности очистки поверхности, однако при этом возрастают отклонения рельефа и неоднородность энергетического состояния поверхности.

3. При обработке с использованием модуля «Плагус» удалось получить высокую эффективность очистки и активации поверхности в сочетании с умеренным уровнем отклонений рельефа и более однородным энергетическим состоянием поверхности, что обеспечивает более высокий уровень воспроизводимости служебных свойств покрытий.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Корсунов, К.А. Защитное покрытие TiZrN в авиадвигателестроении / К.А. Корсунов, Е.А. Ашихмина // Вестник двигателестроения. 2007. №1. С. 110—112.
2. Табаков, В.П. Определение механических характеристик износостойких ионно-плазменных покрытий на основе нитрида титана / В.П. Табаков, А.В. Чихранов // Изв. Самар. науч. центра РАН. 2010. Т. 12. № 4. С. 292—297.
3. Петров, Л.М. Технологическое обеспечение ресурса и надежности силовых металлических деталей планера самолета методами упрочняющей поверхностной обработки с обеспечением контролируемой технологической наследственности поверхностного

- слоя / Л.М.Петров, А.В. Коваленко, А.Н. Смирнова, Ю.С. Румянцев, К.В. Григорович, Г.С. Спрыгин // *Авиац. Пром-сть*. 2021. №2. С.36—44.
4. *Табаков, В.П.* Работоспособность инструмента с износостойкими покрытиями на основе сложных нитридов и карбонитридов титана / В.П. Табаков. — Ульяновск: УлГТУ, 1998. 123 с.
5. *Колесников, В.И.* Структурные аспекты износостойкости вакуумных ионно-плазменных покрытий / В.И. Колесников, О.В.Кудряков, И.Ю. Забияка // *Физическая мезомеханика*. 2020. Т.23. №1. С. 62—77.
6. *Петров, Л.М.* Комплексная оценка качества формирования ионно-вакуумных покрытий и диффузионного модифицирования поверхности деталей и изделий авиационной техники / Л.М. Петров, С.Я. Бецофен, Ю.М. Тарасов, А.И. Чернявский, С.М. Сарычев, С.Б. Иванчук // *Авиац. пром-сть*. 2003. №4. С. 53.
7. *Бецофен, С.Я.* Влияние параметров ионно-плазменного процесса на текстуру и свойства TiN и ZrN покрытий / С.Я. Бецофен, А.А. Ашмарин, Л.М. Петров, И.А. Грушин, М.А. Лебедев // *Деформация и разрушение материалов*. 2021. №4. С.2—9.
8. *Yoo, Yun Ha.* Corrosion behavior of TiN, TiAlN, TiAlSiN thin films deposited on tool steel in the 3.5 wt.% NaCl solution / Yun Ha Yoo, Diem Phuong Le, Jung Gu Kim, Sun Kyu Kim, Pham Van Vinh // *Thin Solid Films*. 2008. V.516. P. 3544—3548.
9. *Chang, Chi-Lung.* Microstructure, corrosion and tribological behaviors of TiAlSiN coatings deposited by cathodic arc plasma deposition / Chi-Lung Chang, Jyh-Wei Lee, Ming-Don Tseng // *Thin Solid Films* 2009. V. 517. P. 5231—5236.
10. *Бецофен, С.Я.* Исследование фазового состава и структуры многокомпонентных вакуумных ионно-плазменных покрытий (Ti,Nb,Me)N и (Zr,Nb)N(C) в зависимости от их химического состава и параметров технологии / С.Я. Бецофен, В.В. Плихунов, Л.М. Петров, И.О. Банных // *Авиац. пром-сть*. 2007. №4. С. 9—15.
11. *Karlsson, L.* Influence of residual stresses on the mechanical properties of TiC_xN_{1-x} ($x = 0, 0.15, 0.45$) thin films deposited by arc evaporation / L. Karlsson, L. Hultman, J. -E. Sundgren // *Thin Solid Films*. 2000. V.371. P. 167—177.
12. *Hasegawa, H.* $Ti_{1-x}Al_xN$, $Ti_{1-x}Zr_xN$ and $Ti_{1-x}Cr_xN$ films synthesized by the AIP method / H. Hasegawa, A. Kimura, T. Suzuki // *Surf. Coat. Technol.* 2000. V.132. P. 76—79.
13. *Leoni, M.* (Ti, Cr)N and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrates: Texture and residual stress / M. Leoni, P.Scardi, S.Rossi [et al.] // *Thin Solid Films*. 1999. V. 345. P. 263—269.
14. *Бецофен, С.Я.* Исследование формирования текстуры и остаточных напряжений в магнетронных Mo, Nb и Nb/Mo покрытиях / С.Я. Бецофен, А.А. Лозован, А.С. Ленковец, А.А. Лабути, И.А. Грушин // *Металлы*. 2021. №4. С. 87—98. — (S.Ya. Betsofen, A.A. Lozovan, A.S. Lenkovets, A.A. Labutin, I.A. Grushin, «Texture and residual stresses in Mo, Nb, and Nb/Mo magnetron coatings». *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. №7. P.883—891.)
15. *Ашмарин, А.А.* Остаточные напряжения в поверхностных слоях с градиентной структурой / А.А. Ашмарин, С.Я. Бецофен, А.А. Лозован, М.А. Лебедев // *Деформация и разрушение материалов*. 2022. №2. С. 18—26.
16. *Плихунов, В.В.* Технологическая наследственность поверхностного слоя конструкционных металлических материалов, формируемая под воздействием газометаллических плазменных потоков / В.В.Плихунов, Л.М. Петров, К.В. Григорович, С.Б. Иванчук, А.М. Арсенкин, Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова // *Фундаментальные исследования и инновационные технологии в машиностроении : тр. IV междунар. науч. конф. 24—26 ноября 2015. — М. : ИМАШ РАН. 2015. С.204—207.*
17. *Петров, Л.М.* Определение энергетического состояния поверхности конструкционных металлических материалов после технологических воздействий / Л.М. Петров, В.В. Плихунов // *Авиац. пром-сть*. 2012. №1. С. 22—27.
18. Пат. RU 2471198: МПК G01R29/12. Способ определения контактной разности потенциалов и устройство для его осуществления / Муш В. И., Плихунов В.В., Петров Л.М. ; патентообладатель ОАО «Нац. ин-т авиац. технологий». — № 2011136736/28; заявл. 06.09.2011; опубл. 27.12.2012.