

А.Т. Габдуллина, А.М. Жүкешов, К. Фермахан, Е.К. Айтенов, А.У. Амренова
Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, г.Алматы, Казахстан
Национальная нанотехнологическая лаборатория открытого типа (ННЛОТ)
e-mail: gabdullyna71@gmail.com, erzhan-aytenov@mail.ru

К ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

Аннотация. В статье представлены данные экспериментального исследования по получению покрытия на поверхности конструкционных материалов в плазме дугового разряда. Показано что, изучение физических процессов, за счет которых осуществляется задача получения покрытия, позволяет управлять конечным результатом и контролировать каждый этап исследования. С помощью данной технологии плазменной обработки были получены образцы конструкционных материалов с заданными характеристиками и структурой защитного покрытия. Эксперимент был реализован на вакуумно-дуговой установке ВДУ-1. В ВДУ-1 сильноточный низковольтный разряд формируется в глубоком вакууме и развивается в парах материала электрода, подвергающегося эрозии. Приведены данные экспериментов, по которым установлено, что при определенных параметрах плазменной обработки происходят существенные изменения в элементном составе и структуре, что сопровождается изменениями физико-механических свойств материалов. В частности, подобраны режимы получения функциональных покрытий с хорошей сплошностью и уплотнением на поверхности конструкционных сталей и алюминия.

Ключевые слова: покрытия, конструкционные материалы, плазменная обработка, вакуумное-дуговое напыление.

Введение

В современном мире всё большее значение приобретают ресурсо- и энергосберегающие экологически чистые технологии создания материалов с заданными свойствами. В развитых странах уделяется большое внимание исследованиям в области вакуумных и плазменных технологий. Особенностью этих технологий является низкая стоимость сырья и высокая стоимость технологии в конечном продукте. Применение прогрессивных плазменных технологий в отраслях машиностроения, транспорта и энергетики, приводит к экономии дорогих сортов сталей и цветных металлов, повышает качество изделий и конкурентоспособность товара, снижает отходы производства.

В связи с расширяющейся потребностью в конструкционных материалах с улучшенными физико-механическими и химическими характеристиками, способными длительно работать как в обычных, так и в экстремальных условиях, одним из путей решения этой задачи является нанесение защитных покрытий на поверхность конструкционных материалов с

целью увеличения срока эксплуатации изделий. Большинство деталей современной техники выходит из строя именно из-за коррозионного или эрозионного износа поверхности [1]. В таком случае, лучше нанести на изделие из недорогого конструкционного материала функциональные покрытия, которые смогут придать поверхности необходимые свойства, вместо того, чтобы изготавливать детали целиком из дорогостоящих сплавов [2]. Чтобы обеспечить хорошую защиту материалу-подложке покрытие должно быть сплошным, иметь хорошую адгезию с основным металлом (сцепление), быть непроницаемым для агрессивной среды, равномерно распределяться по поверхности, обладать высокой износостойкостью, жаростойкостью и твердостью [3, 4].

Методика проведения эксперимента

В работе нанесение функционального покрытия на конструкционный материал было реализовано методом вакуумно-дугового напыления на экспериментальной установке вакуумно-дуговой ускоритель (ВДУ-1). Вакуумные дуговые ускорители (ВДУ-1) соз-

дают потоки плазмы вокруг катода с радиально симметричной геометрией [5]. В таких ускорителях формируются потоки частиц со скоростями до 10^5 м/с, энергиями до 10^6 – 10^7 эВ, степенью ионизации потока (долей ионов в общем потоке) до 60–95 % и коэффициентом использования материала, приближающимся к 100%. В ВДУ-1 используется «вакуумная дуга» – сильноточный низковольтный разряд, формируемый в глубоком вакууме и развивающийся в парах материала электрода, подвергающегося эрозии.

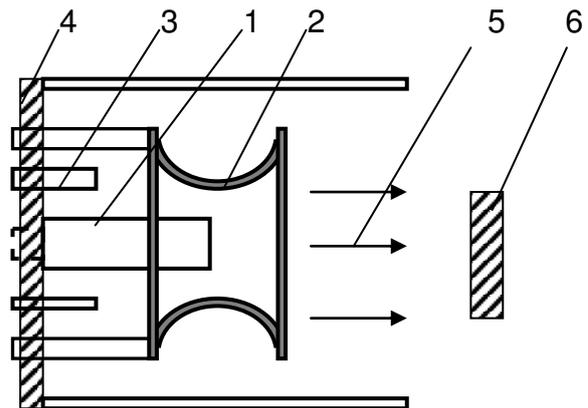
Вакуумно-дуговое напыление относится к группе методов получения покрытий (в том числе и тонких нанополюнок) в вакууме, при которых покрытие получается путём прямой конденсации пара наносимого материала и химическая реакция на поверхности подложки активируется нагревом, либо ионизацией и диссоциацией газа дугового разряда [6, 7]. При этом мишень из распыляемого материала находится в сильно ионизированной плазме под отрицательным потенциалом и играет роль катода, т.е. электрический ток, создающий дугу, подается в цепь, содержащую катод (отрицательный потенциал) и корпус вакуумной камеры (положительный потенциал). Положительные ионы под действием электрического поля вытягиваются и бомбардируют мишень, вызывая ее распыление [8]. При этом существует два основных сценария развития процесса, которые зависят от способа подачи материала в плазменный источник: 1) в виде прутка или проволоки и 2) подача материала в виде порошка (оксиды, нитриды, карбиды) [9–12]. Вакуумно-дуговым напылением получают слои на поверхности материала толщиной до 10^{-6} – 10^{-3} м. Производительность процесса напыления может достигать нескольких кг напыляемого материала в час, а плотность напыляемого слоя составляет до 80–90 % от плотности монолитного металла. При этом тонкие (до 0,1–0,3 мм) напыленные слои чаще имеют большую плотность и лучшее сцепление с напыляемым подслоем, чем более толстые. В данной работе использовался следующий механизм напыления на ВДУ: материал покрытия путем испарения в вакууме ионизировали в электрическом разряде и превращали в плазму, которую с помощью электромагнитного поля ускоряют и фокуси-

руют в поток по направлению к обрабатываемой поверхности.

Процесс технологической модификации изделий происходит следующим образом:

1) После загрузки деталей в камеру и закрытия крышки камеры производится откачка рабочей камеры до остаточного давления равного $1,33 \times 10^{-3}$ Па (1×10^{-5} мм.рт.ст.);

2) Включается питание электродугового испарителя и устанавливается режим горения дуги. Работа испарителя основана на эрозионном разрушении поверхностного слоя катода, выполненного из испаряемого материала, под действием горения электрической дуги, возникшей в разрядном промежутке между катодом и анодом. После зажигания разряд с поджигающего электрода 3 переходит в основной разряд между катодом 1 и анодом 2 (рисунок 1).



1 – катод; 2 – анод; 3 – электрод поджига; 4 – изолятор; 5 – поток плазмы, 6 – изделие
Рисунок 1 – Конструкция электродной части ВДУ

Степень адсорбции неионизированной, следовательно, и электрически нейтральной паровой фазы на подложке зависит от температуры разогрева последней [5].

Эксперимент и анализ результатов исследований

Как уже было сказано выше, эксперименты по напылению проводились на установке ВДУ-1. Установка ВДУ-1 была разработана в лаборатории импульсного плазменного ускорителя (ИПУ) отдела физики плазмы КазНУ им. аль-Фараби, предназначена

для обработки в среде плазмы и нанесения тонких покрытий дуговым методом, работает на принципах плазменных ускорителей [5, 13]. В работе представлены данные экспериментов по нанесению медного покрытия на подложку из алюминия и конструкционных сталей.

В экспериментах медное покрытие на алюминиевых образцах было получено при разных режимах обработки, при давлении в рабочей камере ВДУ-1 от 10 до 14 Па, частоте и напряжении соответственно 5 Гц и 360÷470 В. При этом процесс нанесения покрытия на образец длился 30-50 минут.

На аналитическом оборудовании Национальной нанотехнологической лаборатории открытого типа (ННЛОТ) с помощью рентгеноспектрального анализатора (РСА метод) Regasus 2000 было обнаружено изменение элементного состава исследуемого материала: если в составе исходного образца соотношение кислорода к алюминию было 10,53% к 89,47%, то после плазменной обработки содержание элементов O₂ и Al уменьшается до 6,72 и 69,66 соответственно (рисунок 2 и 3). Кроме того, в элементном составе поверхностного слоя исследуемых образцов обнаружено присутствие 19,98% Cu, что доказывает наличие покрытия из меди на алюминиевых образцах. В дальнейших экспериментах были определены режимы работы ВДУ-1, при которых удалось увеличить содержание меди до 54,26 %, что сопровождается уменьшением процентного содержания и элементов O₂ почти в 2 раза, а Al в 3 раза, за счет внедрения меди.

Исследование микроструктуры алюминиевых образцов (рисунок 4) на Regasus 2000 даже при небольшом увеличении позволило обнаружить измельчение зеренной структуры в 2 раза на образце с процентным содержанием меди 54,26 %, что обычно сопровождается ростом микротвердости. При этом поверхность сглаживается и становится более однородной.

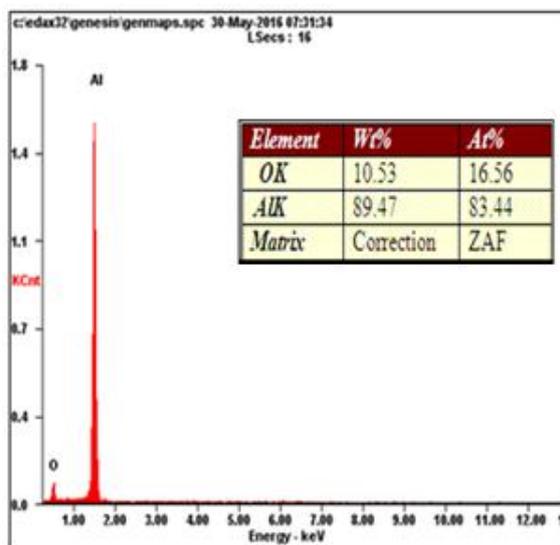


Рисунок 2 – Результаты РСА исходного образца

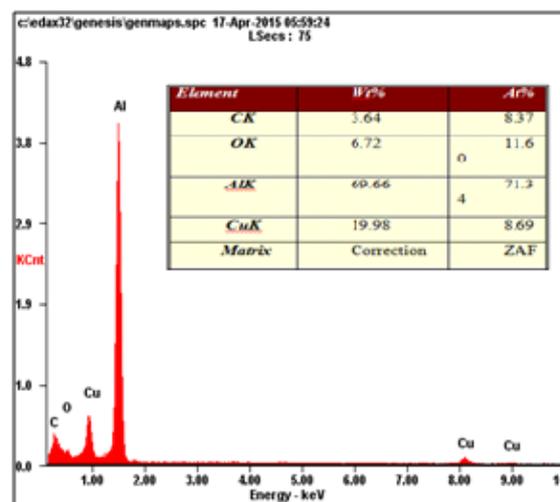


Рисунок 3– Данные РСА алюминиевых образцов

Более детальное исследование методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на Quanta 200i 3D показало, что на поверхности алюминиевого образца на отдельных участках наблюдается формирование шаровидных структур, являющихся результатом застывания осажденных микрочастиц после обработки в камере установки ВДУ-1, которые порой формируются в слоистую структуру (рисунок 5).

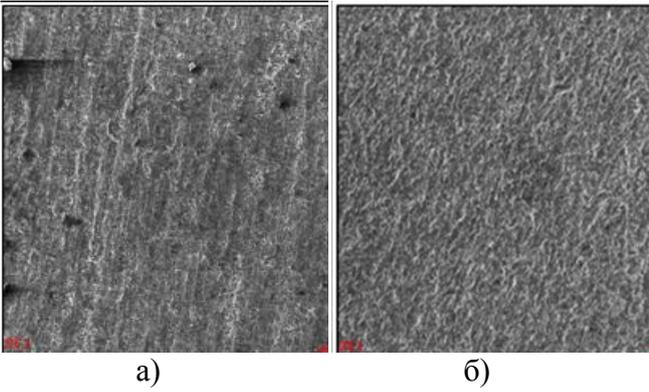
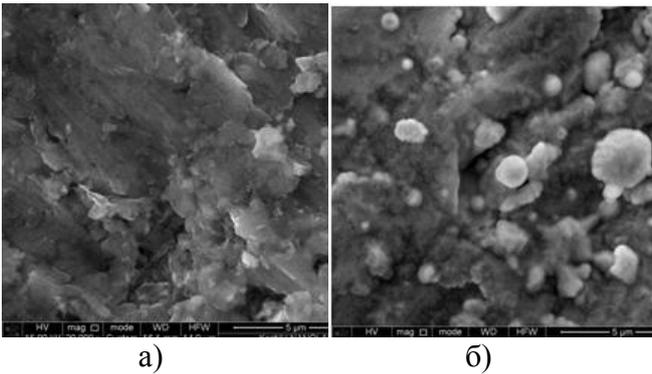


Рисунок 4 – Топография поверхности алюминия до (а) и после (б) обработки на ВДУ-1



а) поверхность исходного образца алюминия;
б) образец алюминия с покрытием
Рисунок 5– Микроструктура образца алюминия, полученная на Quanta 3D 2001

Эксперименты с конструкционными сталями проводились при разных режимах обработки, при давлении в рабочей камере ВДУ-1 для углеродистой стали $1,4 \div 1,9 \cdot 10^4$ Па, для нержавеющей стали $1,1 \cdot 10^4 \div 7,5 \cdot 10^3$ Па, при частоте и напряжении соответственно 5 Гц и 430 В. При этом процесс нанесения покрытия на образец длился 30-40 минут. Анализ поверхностного слоя нержавеющей стали (Pegasus 2000) показал эффективность процесса напыления, так как в химическом составе покрытия на образцах нержавеющей стали было обнаружено меди до 71,47 и 92,56 %. Исследование элементного состава покрытия на образцах углеродистой стали также показали достаточно высокое содержание меди, доля которой увеличилась до 52,72% по сравнению с исходной.

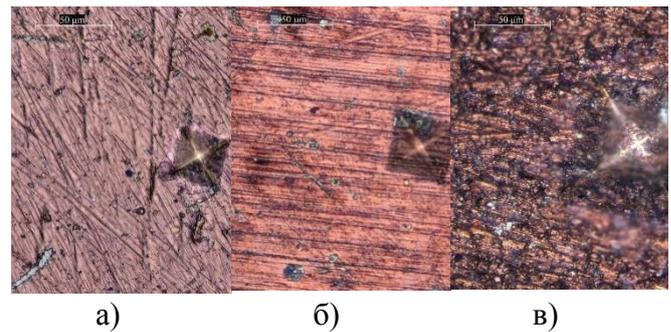
В таблице представлены результаты измерения микротвердости поверхности различных подложек на инвертированном металлографическом микроскопе отраженного

света "Metaval" (микротвердомер HV-1000В), при $F=300$ Н, $t=10$ с, где №1 и №3 – данные образцов нержавеющей и углеродистой сталей, №2 – алюминиевого образца (таблица).

Для проведения сравнительного анализа были сделаны фотографии поверхности образцов разных материалов на оптическом микроскопе (рисунок 6) при одинаковом увеличении.

Таблица – Данные по микротвердости покрытий на различных подложках

№ образ.	№1		№2		№3	
	500г 20 с	300г2 0с	300г2 0с	500г2 0с	500г2 0с	300г2 0с
1	281,5	277,2	39,7	37,5	155,9	156,8
2	273,3	288,4	36,1	38,7	153,2	155,5
3	274,9	275	39	37,3	163,5	164,4
4	272,2	266,7	38,5	36	171,8	165,1
5	271,8	260,4	37,2	40,2	176,3	156,2
6	273,7	271,7	36,3	38,5	173,9	165,1
7	270,1	278,9	38,1	40,3	170,4	158,6
8	274,3	268,7	39,5	39,8	159,9	160,4
9	277	271,9	37,3	36,7	157	157,4
10	277,5	271,1	39	38,1	160,1	156,1
Сред.	274,6	273	38,07	38,31	164,2	159,5
станд.	3,304	7,579	1,290	1,475	8,261	3,922
откл.	895	651	177	315	154	358



а) отпечаток на образце №1;
б) отпечаток на образце №3; в) отпечаток на образце №2;

Рисунок 6 – Фотография поверхности различных материалов

Из рисунка видно, что самый крупный отпечаток на алюминии (среднее значение микротвердости – 38 кг/мм^2), самого малого размера на поверхности нержавеющей стали (среднее значение микротвердости – 274

кг/мм²), что хорошо демонстрирует результаты измерения микротвердости.

Результаты

Осаждение меди на поверхность образцов конструкционных сталей и алюминия вакуумно-дуговым методом на ВДУ-1 привело к следующим результатам:

- элементный состав, свойства и структура поверхности различных материалов при обработке на ВДУ-1 изменился и для всех образцов характерно наличие меди во всех образцах. При этом можно подобрать оптимальные режимы получения медной пленки с хорошей сплошностью;
- на поверхности алюминиевого образца на отдельных участках наблюдается формирование шаровидных структур (данные РЭМ), являющихся результатом застывания осажденных микрочастиц после обработки в камере установки ВДУ-1, которые порой формируются в слоистую структуру. При этом по результатам РСА (Pegasus 2000), содержание меди 19,98% Cu, в дальнейших экспериментах удалось увеличить до 54,26%. Происходит изменение микротвердости локального характера;
- неоднозначно поведение нержавеющей стали, в некоторых случаях омеднение поверхности приводит к незначительному понижению микротвердости («Metaval»), что является ожидаемым результатом, так как увеличение процентного содержания меди до 71,47% и 92,56%, должно было сказаться на твердости получаемого покрытия, ведь медь является более мягким материалом, чем подложка из нержавеющей стали.

Работы проводились в рамках грантового проекта № AP05130108.

Список литературы:

- 1 Андреев Ю.Я. Коррозионные процессы, коррозионностойкие материалы и методы защиты от коррозии. Раздел: Защитные металлические покрытия. М.: МИСиС, 1988. – 162 с. № 845.
- 2 Кушнирëв Ф.У. и др. Организация энергетического производства. – М.: Энергоатомиздат, 2001. – 288 с.
- 3 Месяц Г.А., Проскуровский Д.И. Импульсный электрический разряд в вакууме. — Новосибирск: Наука СО, 1984. - 456 с.

4 Макаров Е.Ф. Обслуживание и ремонт электрооборудования электростанций и сетей. Учебник. — М.: Академия, 2003. – 448 с.

5 Жукешов А.М., Габдуллина А.Т., Амренова А.У., Ибраимова С. Упрочнение конструкционных сталей методом импульсной плазменной обработки// Сборник трудов XI Межд. конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов». – Курск, 2014. – С.321-324

6 Никитин М.М. Технология и оборудование вакуумного напыления. — М.: Metallurgy, 1992.

7 Paperny V.L., Chernikh A. A. Characteristics of plasma flow from a pulse vacuum arc // Proc. of XXIII-rd Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum. – Bucharest, 2008. – 235 p.

8 Жукешов А.М., Габдуллина А.Т., Пак С.П., Амренова А.У. // Структурирование поверхности металлов под воздействием импульсных потоков плазмы. Вестник КазНУ. Серия физическая. – 2010, №2(33), – С. 8-14.

9 Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование – М.: Metallurgy, 1992.

10 Харламов Ю.А. Детонационно-газовые установки для нанесения покрытий // Ворошиловград. – 1998. – С.33-48.

11 Морозов А.И. Плазмодинамика. Техносфера, 2004. – 524 с.

12 Аксенов И.И., Андреев А.А. Вакуумно-дуговые ионно-плазменные технологии покрытий в ХФТИ // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Вакуум. Чистые материалы, сверхпроводники. – 1998. – Вып. 2, №3. – С. 3-10.

13 Zhukeshov A, Gabdullina A, Amrenova A, Moldabekov Zh, Kussyman A, Amirkozhanova M, Bakytkyzy T, Fermakhan K, Kaibar A, Kaster S. Development of a Virtual laboratory treatment and spraying to investigate the interaction of the material with the plasma // J. Lecture Notes in computer Science (LNCS 9254), Augmented and Virtual Reality, Proceedings. Print ISBN 978-3-319-22887-7.– P.475-481.

Принято к печати 10.01.2019

А.Т. Габдуллина, А.М. Жүкешов, К. Фермахан, Е.К. Айтенов, А.У. Амренова
Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, г.Алматы, Казахстан
Национальная нанотехнологическая лаборатория открытого типа (ННЛОТ)
e-mail: gabdullyna71@gmail.com, erzhan-aytenov@mail.ru

К ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

Аннотация. В статье представлены данные экспериментального исследования по получению покрытия на поверхности конструкционных материалов в плазме дугового разряда. Показано что, изучение физических процессов, за счет которых осуществляется задача получения покрытия, позволяет управлять конечным результатом и контролировать каждый этап исследования. С помощью данной технологии плазменной обработки были получены образцы конструкционных материалов с заданными характеристиками и структурой защитного покрытия. Эксперимент был реализован на вакуумно-дуговой установке ВДУ-1. В ВДУ-1 высокопоточный низковольтный разряд формируется в глубоком вакууме и развивается в парах материала электрода, подвергающегося эрозии. Приведены данные экспериментов, по которым установлено, что при определенных параметрах плазменной обработки происходят существенные изменения в элементном составе и структуре, что сопровождается изменениями физико-механических свойств материалов. В частности, подобраны режимы получения функциональных покрытий с хорошей сплошностью и уплотнением на поверхности конструкционных сталей и алюминия.

Ключевые слова: покрытия, конструкционные материалы, плазменная обработка, вакуумное-дуговое напыление.

A.T. Gabdullina, A.M. Zhukeshov, K. Fermahan, E.K. Aytenov, A.U. Amrenova
al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan
National nanotechnological laboratory (NNL)
e-mail: gabdullyna71@gmail.com, erzhan-aytenov@mail.ru

TO TECHNOLOGY FOR FUNCTIONAL COATINGS ON SURFACES OF MATERIALS

Abstract. The article presents the data of experimental research to obtain a coating on the surface of structural materials in arc discharge plasma. It is shown that the study of physical processes, due to which the task of obtaining a coating, allows you to control the end result and monitor each stage of the study. With the help of this plasma treatment technology, samples of structural materials with specified characteristics and structure of the protective coating were obtained. The experiment was carried out on a vacuum-arc installation VDU-1. In VDU-1, a high-current low-voltage discharge is formed in high vacuum and develops in vapors of the electrode material undergoing erosion. The data of experiments on which it are established that at certain parameters of plasma treatment, significant changes occur in the elemental composition and structure, which is accompanied by changes in the physical and mechanical properties of the material surface. In particular, the modes of obtaining functional coatings with good continuity and compaction on the surface of structural steels and aluminum were selected.

Keywords: coatings, constructional materials, plasma treatment, vacuum-arc dusting.

Габдуллина А.Т., Жүкешов А.М., Фермахан К., Айтенов Е.Қ., Амренова А.У.

*аль-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы қ., Қазақстан
Ашық түрдегі ұлттық нанотехнологиялық зертхана (АТҰНЗ)
e-mail: gabdullyna71@gmail.com, erzhan-aytenov@mail.ru*

МАТЕРИАЛДАРДЫҢ БЕТІНЕ ФУНКЦИОНАЛДЫ ЖАБЫНДАРДЫ АЛУ ТЕХНОЛОГИЯСЫНА АРНАЛҒАН

Аннотация. Мақалада доғалы разрядты плазмадағы конструкциялық материалдардың бетіне жабынды алу бойынша эксперименталды зерттеу деректері берілген. Жабынды алу міндеті жүзеге асырылатын физикалық процестерді зерттеу соңғы нәтижені басқаруға және зерттеудің әрбір кезеңін бақылауға мүмкіндік беретіні көрсетілген. Плазмалық өңдеудің осы технологиясының көмегімен берілген сипаттамалары мен қорғаныс жабынының құрылымы көрсетілген. Конструкциялық материалдардың үлгілері алынды. Эксперимент ВДҮ-1 вакуумдық-доғалық қондырғысыда жүзеге асырылған. ВДҮ-1 қатты ток ағыны, төменвольті разряд – терең вакуумде пайда болады және эрозияға ұшырайтын электрод материалының буында дамиды. Белгілі бір өңдеу параметрлерінде жабындының нығыздалуы және материалдардың элемент құрылымының өзгеруі жүргізілген эксперименттерде келтірілген. Осыдан материал бетінде физика-механикалық қасиеттерінің өзгересі байқалады. Атап айтқанда, конструкциялық болат және алюминий бетінде толық тегістелген және нығыздалған функционалды жабындының алу режимдері таңдалып көрсетілген.

Түйін сөздер: қабықшалар, конструкциялық материалдар, плазмалық өңдеу, вакуумды-доғалық тозаңдау.