

А. А. Хубатхузин, И. Ш. Абдуллин, Э. Б. Гатина,
Д. И. Калашников

ИЗМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И ИХ СПЛАВОВ С ПОМОЩЬЮ ВЧ-ПЛАЗМЫ ПОНИЖЕННОГО ДАВЛЕНИЯ

Ключевые слова: струя, ВЧ плазма, температура, пониженное давление.

Проведены исследования изменения свойств металлов и их сплавов с помощью высокочастотного индукционного разряда пониженного давления при его взаимодействии с обрабатываемым изделием.

Keywords: RF plasma, stream, temperature, low pressure.

Investigations of changes in the properties of metals and alloys with a high-frequency inductive discharge of low pressure and its interaction with the workpiece.

Плазма высокочастотных (ВЧ) разрядов пониженного давления ($p = 13,3 - 133$ Па) является перспективным инструментом обработки материалов различной природы. Она позволяет эффективно обрабатывать органические и неорганические материалы с различным внутренним составом и структурой, а также поверхности изделий сложной конфигурации.

В результате ее воздействия возможно улучшение сразу нескольких параметров, например, повышение усталостной прочности одновременно с наведением в поверхностном слое сжимающих остаточных напряжений и уменьшением шероховатости.

Природа возникновения таких эффектов, очевидно, связана с одновременным разноплановым воздействием ВЧ плазмы на поверхность твердых материалов. Во-первых, при такой обработке удаляются поверхностные загрязнения, включая оксидные пленки, технологические смазки и т.д., которые неизбежно присутствуют на поверхности материалов. Во-вторых, в результате обработки снижается шероховатость поверхности материалов, т.к. ионная бомбардировка концентрирует ионное воздействие на вершинах микронеровностей. В-третьих, бомбардировкой ионов при ВЧ плазменной обработке достигается залечивание микротрещин поверхности материала. В-четвертых, бомбардировка позволяет улучшать внутреннюю структуру материалов за счет перераспределения дефектных слоев. Это, в свою очередь, снижает риск возникновения центров разрушения материалов, особенно при знакопеременных нагрузках.

Экспериментальные исследования показали, что в результате воздействия ВЧ плазмы пониженного давления на исследованные материалы изменяется цвет поверхности, что свидетельствует об образовании тонкой пленки.

С целью установления влияния воздействия высокочастотной (ВЧ) плазмы на свойства поверхности, проведена обработка различных металлов и их сплавов: стали коррозионностойкие, жаростойкие, жаропрочные и износостойкие типа 30Х13, 12Х18Н9Т, 08Х18Т1; стали конструкционные, углеродистые качественные типа сталь 50, сталь 40,

сталь 30; титановые сплавы ВТ-1, ВТ-3, ВТ-6, ВТ-8, ВТ-9; алюминиевые сплавы Д16Т, АМЦ, силумины.

Нанополировка поверхностей металлов потоком высокочастотной плазмы

С целью установления закономерностей взаимодействия ВЧ плазмы с поверхностью материалов проводилась обработка образцов при варьировании входных параметров установки в следующих диапазонах: внутренний диаметр разрядной камеры изменялся от 10 до 110 мм, потребляемая мощность – от 2,5 до 18 кВт, частота генератора – 1,76 и 13,56 МГц.

Вакуумный блок (рис.1) создан на базе установки, предназначенной для нанесения тонких слоев металлов и диэлектриков в вакууме. Основание вакуумного блока смонтировано в виде сварного каркаса, на верхней плоскости которого крепится плита. На ней размещены вакуумный колпак и подколпачные механизмы: карусели с образцами, устройства подъема и опускания карусели. Внутри каркаса блока размещены ВЧ плазматрон, система вакуумных трубопроводов, вентили, подъемник колпака с электроприводом, блок электропитания, система водяного охлаждения узлов установки. В колпаке предусмотрены устройства ввода и вывода для подачи дополнительного потенциала на изделие.



Рис. 1 - Вакуумный блок установки для получения ВЧ плазмы

Вакуумная откачная система построена на базе двухроторного насоса типа АВР-50 с быстротой действия 50 л/с.

Система питания плазмотрона рабочим газом состоит из баллона со сжатым газом, редуктора для понижения давления, образцового манометра и ротаметра для определения расхода газа и игольчатого накатателя для регулирования расхода, устройства для получения смеси газов.

Система водоснабжения установки служит для обеспечения заданного теплового режима деталей и узлов, наиболее нагруженных в тепловом отношении: генераторной лампы, индуктора, разрядной камеры, вакуумного колпака. Подвод воды к установке и отвод из нее осуществляется при помощи резиновых шлангов.

Аппаратура контроля применяется для контроля входных параметров установки: ВЧ напряжения и тока, частоты генератора при проведении всех экспериментов по обработке материалов.

Для измерения давления в ходе исследования использовался образцовый манометр. Калибровка образцового манометра производилась по показаниям компрессионного манометра «вакустата» Брунера, с помощью которого оценивалась также точность показаний. Погрешность измерения давления в рабочей камере составляет 5 %.

С целью установления закономерностей взаимодействия ВЧ-плазмы с поверхностью материалов проводилась обработка образцов при варьировании входных параметров установки в следующих диапазонах: расход плазмообразующего газа 0,025-0,15 г/с, потребляемая мощность – от 2,5 до 10 кВт, частота генератора – 1,76 МГц.

В качестве рабочего газа при исследовании процессов финишной очистки и нанополировки поверхностей использовался технически чистый аргон. Для повышения микротвердости поверхности изделия использовалась смесь газов из аргона и азота в соотношении 70% на 30%. Предварительное давление в рабочей камере – от 1,33 до 13,3 Па, рабочее давление – от 13,3 до 133 Па, расход плазмообразующего газа – до 0,15 г/с.

Внутренние характеристики разряда и плазменной струи при этом изменяются в следующих диапазонах: концентрация электронов $n_e = 10^{17} - 10^{19}$ 1/м³, плотность тока в плазме $j = 0,8 - 1,0$ А/м², напряженность магнитного поля в ВЧИ разряде $H_z = (0,6 - 2,5) \cdot 10^3$ В/м, скорость потока 70-500 м/с, толщина СПЗ до 1,5-2 мм, энергия ионов $W_i = 40 - 80$ эВ и плотность ионного тока $j_i = 0,3 - 15$ А/м².

Образцы материалов закреплялись в специальных креплениях на карусельных устройствах таким образом, чтобы при вводе их в поток неравновесной низкотемпературной плазмы проводилась обработка строго определенной зоны образца.

Образец устанавливался перпендикулярно потоку. Для устранения побочных эффектов образцы перед плазменной обработкой при изучении состава и структуры обезжиривались и обезвоживались.

В качестве рабочего газа при исследовании процессов финишной очистки и нанополировки поверхностей использовался технически чистый аргон. Предварительное давление в рабочей камере – от 1,33 до 13,3 Па, рабочее давление – от 13,3 до 133 Па, расход плазмообразующего газа – до 0,15 г/с. Образец устанавливался перпендикулярно потоку. Для цилиндрических образцов предусматривалось вращение в процессе модификации поверхностного слоя. Приспособление либо заземлялось, либо специально изолировалось от базовой плиты вакуумного поста. Для устранения побочных эффектов образцы перед плазменной обработкой при изучении состава и структуры обезжиривались и обезвоживались. Температура образца при установлении закономерностей изменения свойств поверхностного слоя от плазменных параметров выбиралась такой, чтобы, с одной стороны, максимально интенсифицировать плазменные процессы, а с другой – чтобы при этой температуре термообработка не была бы доминирующим фактором. Эффективность плазменной обработки определяли по величине изменению шероховатости δRa и виду поверхности.

Установлено, что воздействие низкоэнергетическими ионами на поверхность металлов приводит к различным эффектам. Во-первых, при такой обработке удаляются поверхностные загрязнения, включая оксидные пленки, технологические смазки, которые неизбежно присутствуют на поверхности материалов. Во-вторых, в результате обработки снижается шероховатость поверхности материалов, т.к. ионная бомбардировка концентрирует ионное воздействие на вершинах микронеровностей. В-третьих, бомбардировкой ионов при ВЧ плазменной обработке достигается залечивание микротрещин поверхности материала. В-четвертых, проникновение ионов в поверхностный слой приводит к перераспределению дефектов в слое и как следствие улучшается внутренняя структура материала, что снижает риск возникновения центров разрушения, особенно при знакопеременных нагрузках.

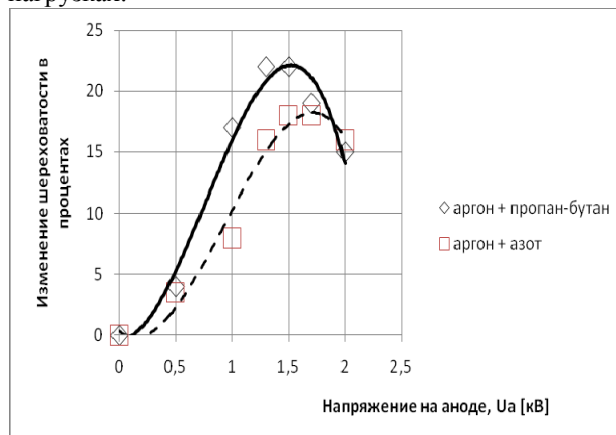


Рис. 2 - Изменение шероховатости поверхности стали 40 в зависимости от состава плазмообразующего газа и напряжения на аноде

Как видно из рис.2 наибольший эффект наблюдается при использовании в качестве плазмообразующего газа смеси аргона и пропан-бутана в соотношении 70% и 30%. Этот эффект можно наблюдать и на рис.3 и 4.

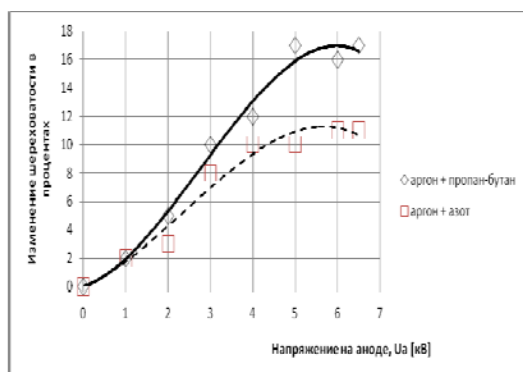


Рис. 3 - Изменение шероховатости поверхности сплава ВТ-1 в зависимости от состава плазмообразующего газа и напряжения на аноде

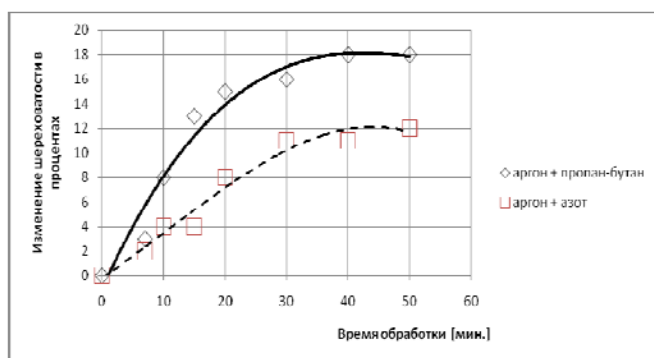


Рис. 4 - Изменение шероховатости поверхности стали 12Х18Н10Т в зависимости от состава плазмообразующего газа и напряжения на аноде

Представленные рисунки показывают возможность уменьшения шероховатости с помощью высокочастотной плазмы.

Упрочнение поверхности металлов и их сплавов

Выполненные экспериментальные исследования позволили установить, что в диапазоне энергии ионной бомбардировки 10-100 эВ и плотности ионного тока на поверхность 0,1-5 А/м² происходит модификация поверхностного слоя исследованных материалов толщиной 70-420 нм, в том числе изменение состава приповерхностного нанослоя.

Результаты экспериментальных исследований показали, что при добавлении в плазмообразующий газ реагирующих газов (N₂, O₂, CO₂, CH₄, C₃H₈+C₄H₁₀) состав образцов из металлов и сплавов изменяется в большей степени, чем при обработке в среде чистого аргона.

Совокупность результатов по модификации поверхности сталей, титановых сплавов в потоке ВЧ плазмы свидетельствует о том, что на поверхности образуются нанодиффузные покрытия.

Микроструктура сталей и титановых сплавов после обработки в ВЧ плазмы изменяется. Характер изменения зависит от режима обработки.

В целом проведенное исследование показывает, что при воздействии ВЧ плазмы на поверхности сплава ВТ1, также как и на стали 30Х13, образуется очень тонкая защитная поверхностная пленка. Образцы сплава ВТ8 обрабатывались в ВЧ плазме в тех же режимах, что и ВТ1 после отжига и предварительной электрохимической полировки. При рентгеноструктурных исследованиях не выявлено появления новых фаз. Параметры решетки изменяются довольно сильно в сторону увеличения как параметра а, так и с. При измерении твердости, также как и для сплава ВТ1, обнаружена тенденция повышения твердости поверхности после обработки в кислородосодержащей плазме.

Образцы из стали 30Х13 обрабатывались ВЧ плазмой в тех же режимах. После обработки сталь покрывается тонкой пленкой желтого цвета.

Аналогичные результаты получены при обработке стали 12Х18Н9Т, титанового сплава ВТ6 и алюминиевых образцов.

Сопоставление полученных данных свидетельствует о следующем. Ни в одном образце не обнаружено образования новых фаз. Фазовый состав после всех режимов обработки аналогичен исходному. Обнаружено повышение твердости после обработки.

Для стали 12Х18Н9Т увеличение параметра «а» после воздействия плазмой связано со сжимающими макронапряжениями и с изменением химического состава поверхностного слоя. Увеличение ширины линий на дифрактограмме является следствием более высокого уровня микроискажений поверхностного слоя, связанного с наклепом, упрочнившим поверхность после воздействия неравновесной плазмой.

Изменение параметров кристаллической решетки приводит к изменениям физико-механических свойств поверхностных слоев. Металлографические исследования показали, что глубина модифицированного слоя составляет до 200 мкм. Результаты измерения микротвердости Н_ц образцов металлов с различной предварительной обработкой поверхности (после шлифовки, полировки, поверхностного пластического деформирования) показывают заметное увеличение ее для всех исследованных материалов.

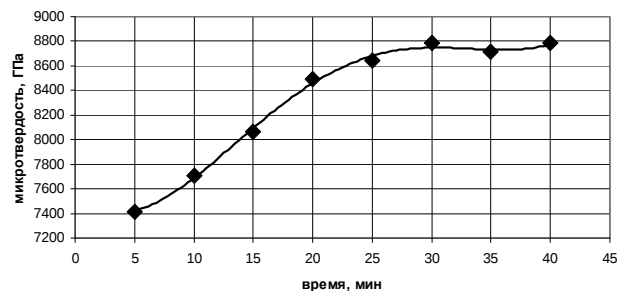


Рис. 5 - Зависимость увеличения микротвердости титанового сплава ВТ-1 от времени обработки

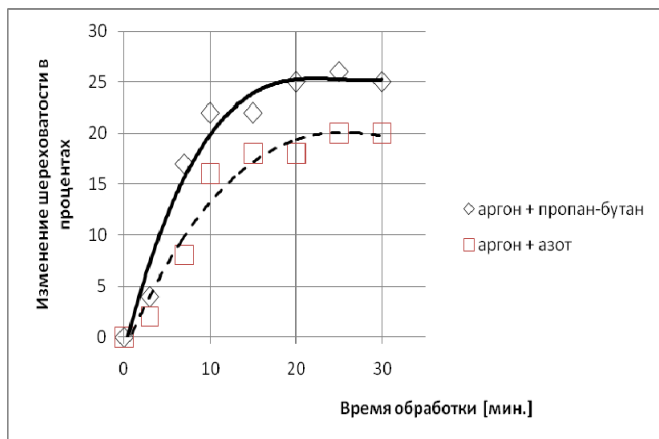


Рис. 6 - Увеличения микротвердости стали 12Х18Н10Т

Таким образом с помощью ВЧ плазмы пониженного давления могут быть получены модифицированные поверхности металлов и их сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы» по госконтракту 16.552.11.7060.

Литература

1. В.В. Савич, *Конструкции из композиционных материалов*, 4, 114 – 119 (2006).
2. Н.Н. Каркищенко, *Биомедицина*, 1, 5 – 27 (2009).
3. Ю.А. Рахманин, *Методические проблемы изучения и оценки био- и нанотехнологий (нановолны, частицы, структуры, процессы, биообъекты) в экологии человека и гигиене окружающей среды*. Мир, Москва, 2007. 157 с.
4. Н.Н. Каркищенко, *Биомедицина*, 2, 5 -28 (2009).
5. <http://stroy.databases.ru/Data1/52/52003/index.htm>
6. A. Hangfeldt, M. Gratzel *Chem. Rev.*, 95, 49 – 68 (1995).
7. D.F. Ollis, H. Al-Ekabi (Eds.). *Photocatalytic Purification of Water and Air*. Elsevier, Amsterdam, 1993. 432 p.
8. M. Xu, N. Huang, Z. Xiao, Z. Lu, *Supramol. Sci.*, 5, 449 – 451 (1998).
9. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 625 – 627 (2010).
10. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 628 – 629 (2010).
11. Желтухин В.С., Шемахин А.Ю. Расчет газодинамики струй ВЧ-плазмы пониженного давления // Учен. зап. Казан. ун-та. Сер. Физ.-матем. науки. - 2011. - Т. 153, кн.4. — С. 135-142.

© А. А. Хубатхузин - к.т.н., доц. каф. вакуумная техника электрофизических установок КНИТУ, al_kstu@mail.ru; И. Ш. Абдуллин – д.т.н., проф., зав. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, abdullin_i@kstu.ru; Э. Б. Гатина – к.м.н., с.н.с. той же кафедры, mukalia@mail.ru; Д.И. Калашников – асп. той же кафедры.