

*Н. В. Плотников, В. А. Гонтюров, К. С. Селиванов,
Б. О. Большаков, А. М. Смыслов*

ООО НПП «Уралавиаиспецтехнология», Уфа
plotnikov.uast@mail.ru

ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КОМБИНИРОВАННОГО ПОКРЫТИЯ СДП-1 + ВСДП-20, НАНЕСЕННОГО В ЕДИНОМ ВАКУУМНОМ ОБЪЕМЕ

Аннотация. В работе представлены сравнительные результаты исследования микроструктуры и свойств комбинированного вакуумно-плазменного покрытия СДП-1 + ВСДП-20, сформированного по двум различным технологиям. Установлено, что нанесение покрытия в едином вакуумном объеме обеспечивает отсутствие оксидной пленки между слоями СДП-1 и ВСДП-20, что способствует в процессе длительного термического воздействия развитию диффузионного перемешивания атомов легирующих компонентов СДП-1 и ВСДП-20 между собой и, как следствие, приводит к существенному повышению прочностных характеристик комбинированного покрытия в целом.

Введение

Современная авиационная техника эксплуатируется в различных климатических условиях [1]. Частая смена климата и условий базирования, в совокупности с возрастающими требованиями к ресурсу, надежности и безотказной работе в любых погодных условиях, обуславливают необходимость совершенствования технологии изготовления как отдельных деталей и узлов, так и газотурбинных двигателей (ГТД) в целом [1, 2]. При этом основное внимание уделяется наиболее ответственным и многочисленным деталям ГТД — рабочим и направляющим лопаткам компрессора, работающим в сложных условиях одновременного действия знакопеременных циклических нагрузок, повышенных температур, коррозионной и эрозивной среды. Наличие агрессивного воздействия приводит к существенному снижению ресурса их эксплуатации и преждевременному разрушению [2].

Одним из наиболее перспективных методов защиты лопаток от воздействия агрессивных коррозионных и эрозивных сред является нанесение специальных защитных покрытий, формируемых по различным технологиям. Наибольшее распространение нашли покрытия, формируемые ионно-плазменным методом (КИБ, PVD), обеспечивающие максимальную адгезионную прочность и минимальную пористость. Толщина таких покрытий на лопатках, как правило, не превышает 20...30 мкм и незначительно влияет на механические и усталостные свойства.

В Российской Федерации основным разработчиком материалов ионно-плазменных покрытий для деталей ГТД является ФГУП «ВИАМ», специалистами которого

для защиты лопаток компрессора высокого давления было разработано комбинированное двухстадийное покрытие СДП-1 + ВСДП-20 [2]. Подробные исследования микроструктуры, коррозионных, эрозийных и эксплуатационных свойств лопаток с нанесенным комбинированным покрытием представлены в работах [3–5]. Технология его нанесения по рекомендациям ФГУП «ВИАМ» предполагает прерывание технологического цикла обработки, развакуумирование установки и перестановку деталей для нанесения второго этапа покрытия (ВСДП-20), что увеличивает трудоемкость, стоимость обработки и риск механического повреждения поверхности деталей.

С целью совершенствования технологического процесса ООО «НПП УАСТ» была изготовлена новая специальная вакуумная установка и реализована технология, позволяющая проводить последовательное осаждение двухстадийного покрытия СДП-1+ВСДП-20 в одном технологическом цикле, без развакуумирования. Проведенные исследования направлены на изучение особенностей и установление закономерностей формирования микроструктуры и свойств двухстадийного коррозионно-стойкого покрытия СДП-1 + ВСДП-20, нанесенного по новому способу, непрерывно в одном вакуумном объеме.

Методики проведения исследования

Для проведения исследований были взяты плоские образцы диаметром 30 мм и высотой 5 мм из стали 15X16K5H2MBФАБ (ЭП866-III), широко используемой для изготовления деталей компрессора высокого давления различных авиационных ГТД. Формирование комбинированного двухстадийного защитного покрытия СДП-1 + ВСДП-20 осуществлялось по двум технологиям: 1) базовая технология нанесения, предполагающая предварительную абразивоструйную обработку поверхности образцов электрокорундом, нанесение слоя СДП-1, однократное охлаждение до температуры 180 °С после завершения цикла СДП-1 с последующим развакуумированием камеры перед нанесением слоя ВСДП-20 и непосредственно цикл нанесения ВСДП-20; 2) технология нанесения ООО НПП «Уралавиапесптехнология», состоящая из предварительного электролитно-плазменного полирования материала подложки для снижения шероховатости поверхности до 0,2 Ra, ионной имплантации атомами азота и нанесения двухстадийного комбинированного покрытия СДП-1 + ВСДП-20 в едином вакуумном объеме, без развакуумирования. Для завершения формирования покрытий образцы, нанесенные по обоим технологиям, подвергались термической обработке при температуре 600 °С в течение 6 часов.

Исследование микроструктуры и локального распределения химических элементов по толщине покрытия проводили на специально подготовленных шлифах в поперечном сечении с помощью растрового электронного микроскопа Jeol GSM 6490LV, оснащенного приставкой для микрорентгеноспектрального анализа Inca X- Art Oxford Instruments.

Прочность покрытий определяли методом индентирования Scratch test [6] на установке CSM Microscratch tester. Параметры индентирования:

- наконечник типа «роквелл» с диаметром при вершине 20 мкм;
- интенсивность прилагаемой нагрузки — от 0,03 до 10 Н/мин;
- скорость индентирования — 2 мм/мин;
- длина царапины — 3 мм.

С целью изучения изменений микроструктуры и свойств сформированных покрытий на подготовленных образцах имитировали условия эксплуатации — проводили длительное термостатирование в печи Nabertherm NA-250/65 по режимам, представленным в таблице 1. После каждого этапа выдержки исследовали микроструктуру, распределение химических элементов по толщине покрытия, прочность материала покрытия.

Т а б л и ц а 1

Режимы имитации эксплуатационной наработки

Температура нагрева, °С	Время выдержки, ч
350	100, 300, 500, 1000
450	15, 30, 50, 100, 200, 400

Результаты исследования

На рисунке 1 представлена микроструктура комбинированного двухстадийного защитного покрытия СДП-1 + ВСДП-20, сформированная по различным технологиям их нанесения. Из представленных снимков видно, что покрытие, сформированное по базовой технологии нанесения, имеет четкую границу между слоями СДП-1 и ВСДП-20 (указана стрелочкой на рис. 1а). Внешний слой покрытия (ВСДП-20) имеет ярко выраженное ячеистое строение на всю толщину, внутренний слой (СДП-1) однородный, плотный. На границе СДП-1 с подложкой отчетливо прослеживаются повышенная шероховатость, мелкие единичные и строчечные дефекты: рыхлоты и несплошности.

Микроструктура покрытия, сформированного по технологии ООО НПШ «Уралавиапесчтехнология», имеет существенные отличия (рис. 1б). Внешнее покрытие (ВСДП-20) имеет ярко выраженное ячеистое строение только на поверхности, которое прослеживается на глубину до 1,5 мкм. В микроструктуре покрытия отсутствует четкая граница между слоями и граница с подложкой. Покрытие имеет более плотное строение и характерный градиент цвета по толщине, что, вероятней всего, связано с «перемешиванием» химических элементов покрытий между собой. Анализ элементного состава покрытия, нанесенного без развакуумирования, подтвердил предположение о «перемешивании» химических элементов между слоями СДП-1 и ВСДП-20 (рис. 2), что выражается в повышенном содержании никеля в составе внешнего слоя

ВСДП-20 и высоким содержанием алюминия (до 38% вес.) в слое СДП-1. Следует отдельно отметить, что базовое покрытие имеет аналогичные закономерности распределения элементов, что, вероятней всего, связано со следующими технологическими особенностями процесса его нанесения:

- 1) после завершения цикла нанесения СДП-1 производилось развакуумирование камеры при температуре менее 180 °С, что способствовало образованию оксидов на поверхности образцов;
- 2) после повторного вакуумирования перед нанесением слоя ВСДП-20 образцы предварительно подвергались ионному нагреву с катода СДП-1. На этом этапе могло происходить частичное осаждение элементов катода СДП-1 на образцы поверх оксидной пленки, что объясняет повышенное содержание никеля во внешнем слое ВСДП-20.

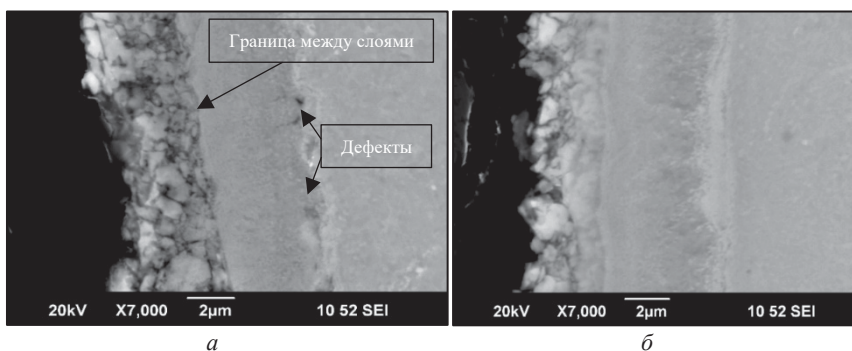


Рисунок 1. Микроструктура сформированного комбинированного двустадийного покрытия СДП-1 + ВСДП-20 в исходном состоянии: *а* — технология с развакуумированием; *б* — технология без развакуумирования

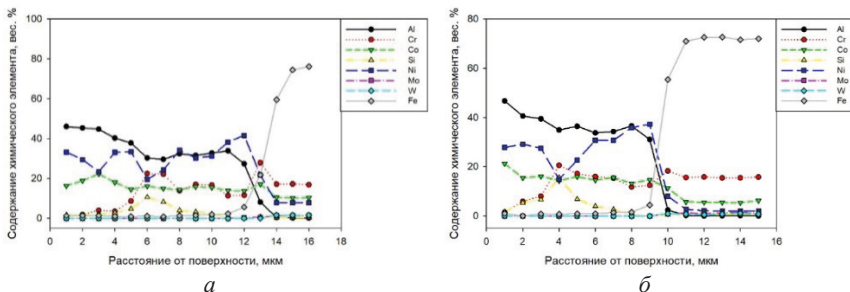


Рисунок 2. Распределение химических элементов в сформированном комбинированном двустадийном покрытии СДП-1 + ВСДП-20 в исходном состоянии: *а* — базовая технология с развакуумированием; *б* — технология без развакуумирования

Анализ микроструктуры покрытия на образцах с базовой технологией нанесения после длительного термического воздействия показал, что термостатирование при 350 °С с увеличением времени выдержки приводит к постепенному деградированию внешнего слоя покрытия (рис. 3). При этом наблюдается увеличение объемной доли пор и формирование крупных несплошностей на границе между слоями СДП-1 + ВСДП-20 (рис. 3, а и г). В то же время покрытие, нанесенное без развакуумирования, при термостатировании не претерпевает видимых микроструктурных изменений (рис. 3, б и г). При этом распределение химических элементов по толщине базового покрытия, после термостатирования с различным временем выдержки при 350 °С, показало отсутствие значительных изменений по содержанию химических элементов в сравнении с исходным состоянием, в то время как в покрытии, нанесенном без развакуумирования, в поверхностных слоях наблюдается незначительное повышение содержания хрома (до 3% вес.).

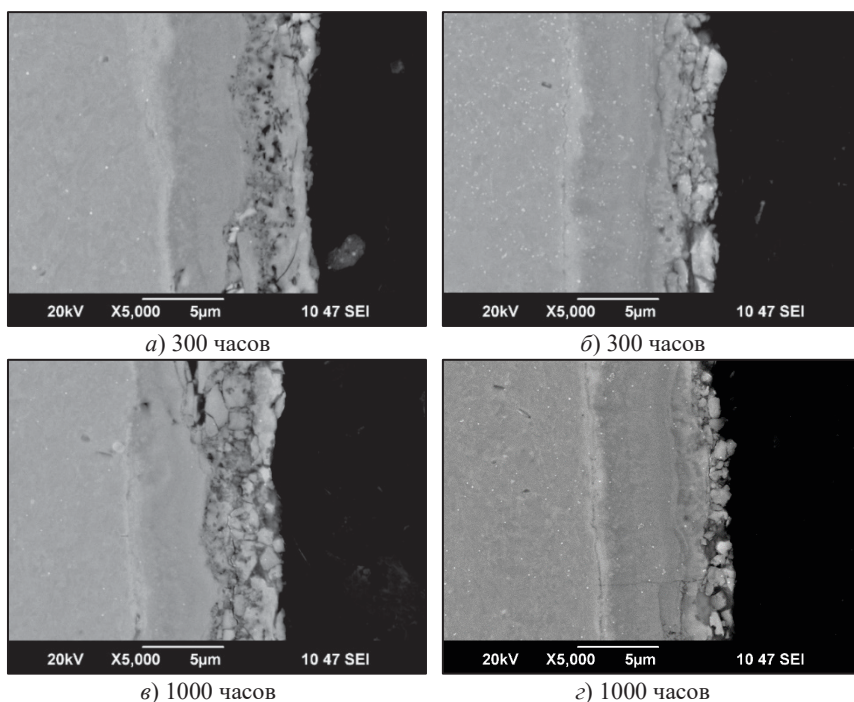


Рисунок 3. Микроструктура сформированного комбинированного двустадийного покрытия СДП-1 + ВСДП-20 после термоэкспозиции при 350 °С при различном времени выдержки: *а* и *в* — базовая технология с развакуумированием; *б* и *г* — технология без развакуумирования

На рисунке 4 представлена микроструктура защитных покрытий после термостатирования при 450 °С. Наблюдаемые изменения микроструктуры покрытий аналогичны полученным при 350 °С. Внешний слой покрытия, сформированного по базовой технологии, с увеличением времени выдержки при 450 °С становится более «рыхлым» с большим количеством несплошностей различной формы и размеров. При этом основная доля дефектов с увеличением времени выдержки стремится к границе раздела СДП-1 и ВСДП-20.

В отличие от базового, в покрытии, сформированном без развакуумирования, микроструктурных изменений после термостатирования при 450 °С не обнаружено.

Проведенный после термостатирования при 450 °С анализ распределения химических элементов по толщине базового покрытия значительных изменений не выявил (рис. 5, а и в). Распределение элементов соответствует исходному состоянию.

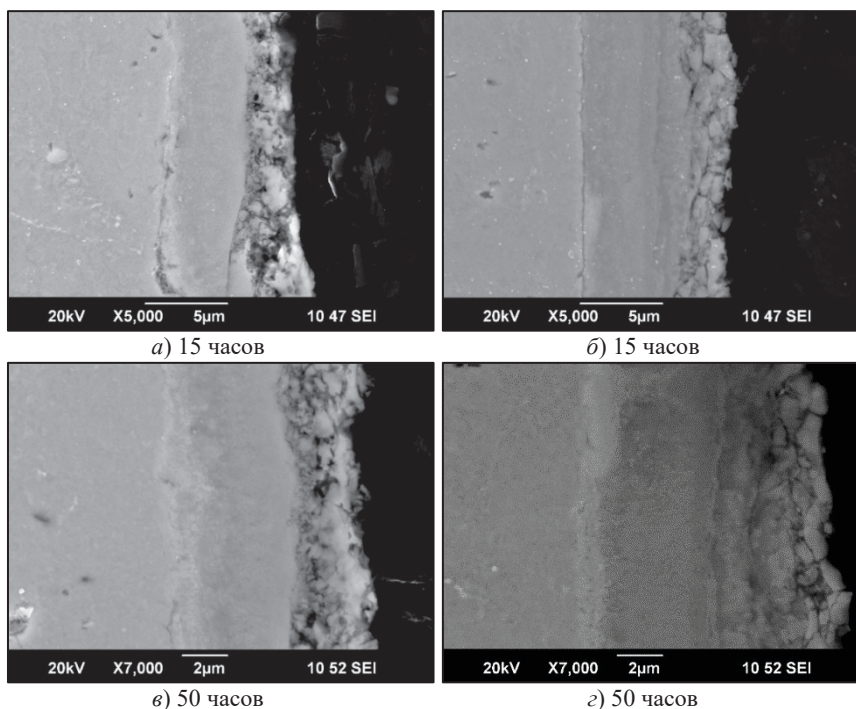


Рисунок 4. Микроструктура сформированного комбинированного двустадийного покрытия СДП-1 + ВСДП-20 после термоэкспозиции при 450 °С при различном времени выдержки: а и в — базовая технология с развакуумированием; б и г — технология без развакуумирования

Иная картина наблюдается в распределении химических элементов по толщине покрытия, сформированного по технологии ООО НПП «Уралавиаиспецтехнология» (рис. 5, б и г). С увеличением времени выдержки при температуре 450 °С на поверхности покрытия наблюдается постепенное снижение содержания алюминия и никеля. При этом происходит повышение содержания хрома, доля которого после термостатирования достигает 20% вес. Столь существенные изменения в распределении химических элементов по толщине покрытий, сформированных по различным технологиям, вероятно, обусловлены наличием между слоями СДП-1 и ВСДП-20 «барьерного слоя» в виде оксидной пленки, которая препятствует развитию процессов диффузии.

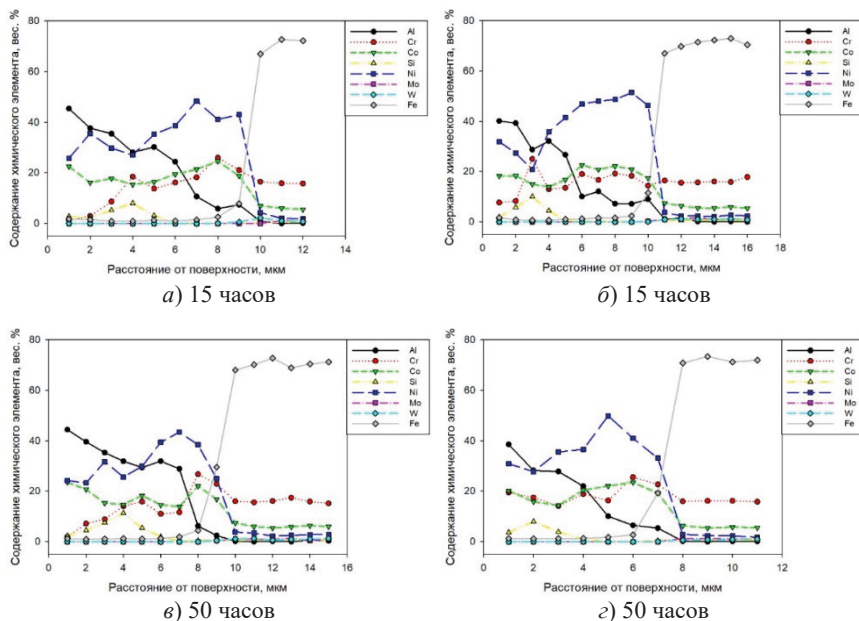


Рисунок 5. Распределение химических элементов в сформированном комбинированном двустадийном покрытии СДП-1 + ВСДП-20 при различном времени выдержки при 450 °С: а, в — технология с развакуумированием; б, г — технология без развакуумирования

Наблюдаемые изменения в структуре и химическом составе покрытий оказывают значительное влияние на их механические и прочностные свойства.

Определение прочности поверхности образцов с покрытиями и оценку их адгезионной прочности проводили известным методом динамического индентирования

Scratch-test [6]. На образцах с покрытиями, алмазным индентором были нанесены царапины при непрерывно увеличивающейся нагрузке от 0,3 до 10 Н. Характер разрушения покрытий исследовали визуально с помощью оптического микроскопа при увеличении от 200 до 500X.

Анализ нанесенных царапин показал, что характер разрушения покрытий носит хрупкий когезионный с образованием единичных радиальных микротрещин без отслаивания от поверхности.

В ходе эксперимента были установлены зависимости глубины индентирования от прилагаемой нагрузки. По экспериментальным данным и условиям контакта жесткого шара и упругого полупространства (задача Герца) были рассчитаны эквивалентные напряжения по критерию Треска — Сен-Венана, третья теория прочности [6, 7]:

$$\sigma_3 = |\sigma_1 - \sigma_3| = 2p_0 \frac{1-2\nu}{3}, \text{ МПа}, \quad (1)$$

где $p_0 = \frac{3L}{2\pi R h^2}$, МПа — максимальное давление в контакте между индентором и образцом; L , Н — действующая нагрузка на индентор; R , мм радиус индентора; h , мм — глубина индентирования; ν — модуль Юнга.

Для каждого варианта термостатирования были построены графики зависимости глубины индентирования и эквивалентных напряжений от прилагаемой нагрузки, см. рисунок 6. По полученным зависимостям определили прочность покрытия, как максимальное эквивалентное напряжение σ_3 , при котором начинают возникать регулярные микротрещины, приводящие к дальнейшему хрупкому разрушению покрытия. Графики изменения прочности по времени при различной температуре термостатирования показаны на рисунке 7.

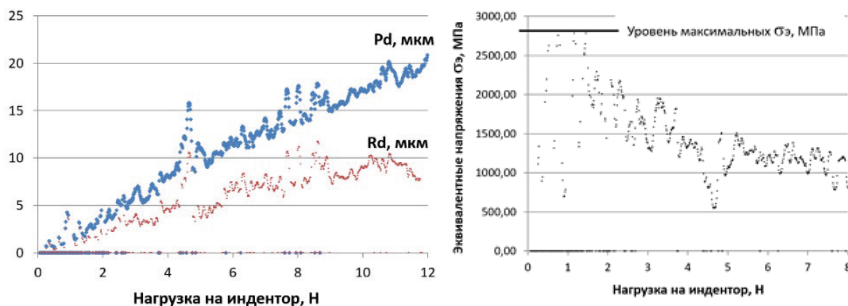


Рисунок 6. Пример изменения глубины индентирования Pd, Rd и эквивалентных напряжений σ_3 , МПа: Pd — упругопластическая деформация; Rd — остаточная деформация

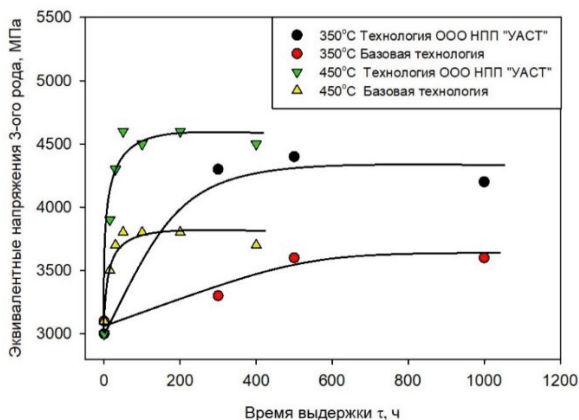


Рисунок 7. Изменение прочности покрытия при различной температурной выдержки

На графиках рисунка 7 видно, что в процессе температурной выдержки прочность исследуемых покрытий монотонно увеличивается до некоторого предельного значения, что связано с наблюдаемыми процессами «перемешивания» и диффузии легирующих элементов к поверхности покрытия при одновременном образовании прочной окисной пленки на поверхности покрытия. Кроме этого, из графиков видно, что с увеличением температуры термостатирования уменьшается время, за которое достигается максимальная прочность поверхности с покрытием, что объясняется большей скоростью протекания процессов диффузии и окисления.

Сравнивая исследуемые покрытия, можно отметить, что наиболее прочными, по критерию максимальных эквивалентных напряжений, являются покрытия, нанесенные в едином вакуумном объеме по технологии ООО НПП «Уралавиаспецтехнология». Основной причиной повышения их прочности при термостатировании является изменение химического состава и увеличение содержания хрома ближе к поверхности ВСДП-20. Наблюдаемое увеличение прочности и ее стабилизация на некотором уровне свидетельствуют также о формировании при температурной выдержке стабильной структуры и свойств материала покрытия, что также должно обеспечить повышение его коррозионной стойкости. Повышение температуры с 350 до 450 °С способствует ускорению формирования стабильной структуры и повышению ее прочности в пределе более 1000 ч.

Выводы

1. Технология нанесения комбинированных покрытий СДП-1 + ВСДП-20 ООО НПП «Уралавиаспецтехнология» в едином вакуумном объеме обеспечивает отсутствие окисной пленки между слоями.

2. В процессе термостатирования в покрытии, сформированном в едином вакуумном объеме, развиваются процессы диффузии легирующих элементов между собой, что способствует формированию стабильной структуры материала покрытия с увеличенной прочностью.

Литература

1. *Каблов Е. Н.* Ионно-плазменные защитные покрытия для лопаток ГТД / Е.Н. Каблов, С.А. Мубояджян // *Литье лопаток газотурбинных двигателей (сплавы, технологии, покрытия)*. М.: МИСИС. 2001. С. 531–609.
2. *Каблов Е. Н.* Ионно-плазменные защитные покрытия для лопаток газотурбинных двигателей / Е. Н. Каблов, С. А. Мубояджян, С. А. Будиновский, Я. А. Помелов // *Конверсия в машиностроении*. 1999. № 2. С. 42–47.
3. *Жегина И. П.* Характер разрушения стали ЭП866-Ш с покрытиями / И. П. Жегина, А. Н. Луценко, С. А. Мубояджян, В. Я. Белоус, Л. В. Котельникова // *Вопросы материаловедения*. 2009. № 4. С. 150–156.
4. *Белоус В. Я.* Ионно-плазменные покрытия для защиты от коррозии компрессорных лопаток и других деталей ГТД, эксплуатирующихся во всеклиматических условиях / В. Я. Белоус, В. Е. Варламова, С. А. Мубояджян, Д. А. Александров // *Коррозия: материалы, защита*. 2012. № 1. С. 20–24.
5. *Белоус В. Я.* Комбинированное ионно-плазменное покрытие для повышения служебных характеристик стали ЭП866-Ш при температурах 450–650 °С / В. Я. Белоус, А. Д. Жирнов, А. Н. Луценко, С. А. Мубояджян, Д. А. Александров, К. А. Хромов // *Авиационные материалы и технологии*. 2008. № 3 (8). С. 34–43.
6. ASTM Standard C1624 (05) — Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch testing.
7. *Джонсон К.* Механика контактного взаимодействия: Пер. с англ. М.: Мир. 1989. 510 с.
8. *Селиванов К. С.* Оценка прочности материала поверхности при его испытании методом «скретч-тест» / К. С. Селиванов // *Вестник УГАТУ*. 2015. Т. 19, № 1 (67). С. 100–106.