

---

---

УДК 629.7.023.222:620.193.5:629.7.03-226.2

С.А. Мубояджян, Д.А. Александров, Д.С. Горлов

## НАНОСЛОЙНЫЕ УПРОЧНЯЮЩИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ЗАЩИТЫ СТАЛЬНЫХ И ТИТАНОВЫХ ЛОПАТОК КОМПРЕССОРА ГТД

*Показана возможность получения упрочняющих нанослойных покрытий путем последовательного и периодического вакуумно-дугового испарения различных карбидо- и нитридообразующих металлов в реактивной среде.*

*Получены нанослойные упрочняющие покрытия со слоями TiC–CrC, ZrN–CrN, TiN–ZrN, TiN–CrN, TiN–AlN с толщиной слоев от 15 до 70 нм. Проведены металлографические и металлофизические исследования полученных покрытий. Исследованы эрозионная стойкость, микротвердость и жаростойкость нанослойных покрытий.*

**Ключевые слова:** ионно-плазменные покрытия, нанослойные упрочняющие покрытия, асси́стированное осаждение.

Проблема комплексной защиты стальных и титановых лопаток компрессора газотурбинного двигателя (ГТД) от воздействия окружающей среды является актуальной в условиях повышения экономических и технических требований к ответственным деталям ГТД. Факторами, ограничивающими ресурс лопаток компрессора ГТД, эксплуатируемого в тропических, пустынных и морских условиях, являются эрозионный (пылевой) износ, солевая коррозия и окисление трактовой поверхности лопаток.

Перспективным способом защиты стальных и титановых лопаток компрессора во всеклиматических условиях эксплуатации является нанесение на них упрочняющих покрытий, обеспечивающих работоспособность и ресурс лопаток.

В настоящее время для увеличения производительности и стойкости режущего инструмента в промышленности широко используются нанослойные и нанокпозиционные упрочняющие покрытия [1]. Сочетание ряда уникальных свойств этих покрытий (высокая микротвердость, пластичность, температурная стойкость) позволяет надеяться, что высокие свойства наноструктурных упрочняющих покрытий могут быть использованы для защиты ответственных деталей компрессора ГТД от пылевой эрозии, коррозии и окисления. В данной работе исследованы свойства нанослойных упрочняющих покрытий, предназначенных для защиты лопаток и других деталей компрессора ГТД.

### Методика проведения эксперимента

Нанесение нанослойных покрытий проводилось на ионно-плазменной промышленной установке МАП-3, оборудованной ионным ускорителем «Пульсар-М», который позволяет проводить имплантацию обрабатываемой поверхности и асси́стированное осаждение упрочняющих покрытий ионами нейтрального или реактивного газов.

В процессе нанесения покрытий задавались и контролировались следующие параметры: ток вакуумной дуги ( $I$ , А), напряжение смещения на покрываемых деталях ( $U$ , В) и давление реакционного газа в камере ( $P$ , Па). Контроль параметров осуществлялся управляющей программой в соответствии с заданными параметрами процесса. Покрытия наносились на плоские образцы (25×25×1,5 мм) из стали ЭП866 и титанового сплава ВТ1-0.

Для оценки защитных свойств образцов с покрытиями проводились испытания на эрозионную и коррозионную стойкость и жаростойкость.

Оценка эрозионной стойкости ионно-плазменных покрытий осуществлялась методом сравнительных испытаний на лабораторном стенде по методическому материалу ММ 1.595-2-352–2008. В качестве эрозионной среды использовался кварцевый песок Люберецкого карьера со средним размером частиц  $\sim(300\text{--}350)$  мкм (максимальный размер частиц: 700 мкм). Скорость частиц в потоке составляла  $\sim 70$  м/с, расход эрозионной среды  $200\pm 5$  г/мин, продолжительность испытаний 6 мин (3 цикла по 2 мин) [2]. Экспозиции подвергалась одна сторона плоского образца, обратная сторона экранировалась от попадания частиц держателем, на котором закреплялся образец. Эрозионный унос материала в процессе испытаний определялся гравиметрическим методом. Оценка эрозионной стойкости осуществлялась визуальным осмотром, осмотром с помощью бинокулярного микроскопа и по гравиметрическим данным. При неизменных параметрах пылевоздушного потока эрозионный износ зависел только от материала покрытия и количества израсходованной эрозионной среды. Испытания проводились при двух различных ориентациях плоскости образца относительно оси набегающего потока ( $\alpha$  – угол атаки):  $\alpha=70$  град (обтекание, близкое к лобовому удару) и  $\alpha=20$  град (касательное обтекание).

Испытания на коррозионную стойкость проводились по РТМ 1.2.189–2006 (методика ускоренных циклических испытаний): образцы с покрытиями выдерживались в течение 1 ч при температуре испытаний в атмосферной печи, а затем подсушивались на воздухе и охлаждались в 3%-ном растворе NaCl, после чего выдерживались 22 ч во влажном эксикаторе. Продолжительность испытаний: 10 циклов.

Испытания на жаростойкость проводились по ГОСТ 9450–76 в атмосферной печи при температурах испытаний 500 (для сплава ВТ1-0) и 600°C (для стали ЭП866).

Металлографические исследования полученных покрытий проводились на растровом электронном микроскопе JSM-6490LV с энергодисперсионным анализатором INCA-450 при увеличениях  $\times(2000\text{--}120000)$ . Локальность микрорентгеноспектрального анализа составляет 1 мкм<sup>2</sup>, глубина анализа: 1 мкм. Металлофизические исследования – рентгенофазовый анализ (РФА) и определение остаточных напряжений (ОН) в покрытиях – проводились на дифрактометре D/MAX-2500 фирмы «Rigaku» с монохроматическим  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучением.

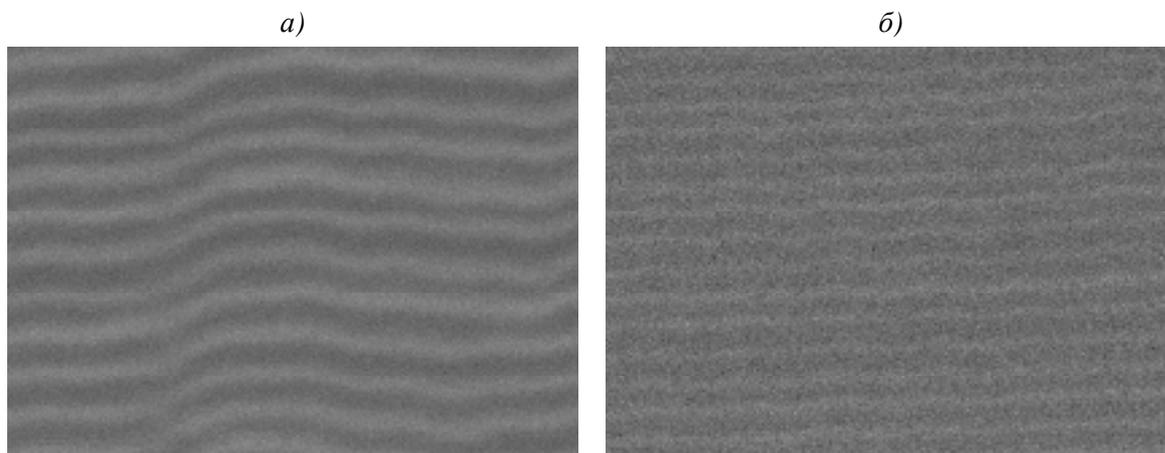
Определение остаточных напряжений в покрытиях осуществлялось методом  $\sin^2\psi$  при фиксированном угле  $\psi_0$  (угол падения луча) и сканировании по оси  $2\theta$ . Все измерения выполнены при семи значениях угла  $\psi$  в интервале от  $-40$  до  $0$  град.

### **Экспериментальная часть**

На образцы из титанового сплава ВТ1-0 и стали ЭП866 были нанесены нанослойные покрытия – TiN–ZrN, ZrN–CrN, TiC–CrC, TiN–AlN, TiN–CrN – по серийной технологии и с ассистированием ионами аргона с энергией 30 кэВ при токе ионного пучка 30 мА. Для нанесения нанослойных покрытий на ионно-плазменной установке МАП-3 была применена конструкция составного цилиндрического трубного катода, состоящая из колец нитридо- и карбидообразующих металлов. Катод установки в процессе испарения совершает возвратно-поступательное перемещение со скоростью 0,01 м/с относительно неподвижной в пространстве кольцевой зоны испарения. Поэтому материал и высота катодных колец определяли тип покрытия и толщину нанослоев, которая варьировалась от 15 до 70 нм. Технологический процесс нанесения нанослойных покрытий включал следующие стадии: очистку ионами металла при напряжении смещения на деталях 250–350 В и токе вакуумной дуги 500–700 А, стадию плазмохимического синтеза (осаждения покрытия в атмосфере реакционных газов – ацетилена или азота – при давлении) при напряжении смещения на деталях 150–180 В и давлении реакционного газа 0,2–0,6 Па. Образцы с нанесенными покрытиями испытывались на

эрозионную и коррозионную стойкость и на жаростойкость. Проведены также металлографические и металлофизические исследования (фазовый анализ и элементный анализ нанослоев и определение остаточных напряжений системы «основа–покрытие») образцов с нанослойными покрытиями.

Металлографические исследования на растровом электронном микроскопе подтвердили, что толщина нанослоев изменяется от 15 до 70 нм, а общая толщина покрытий колеблется от 15 до 22 мкм. Микроструктура ряда исследованных покрытий показана на рисунке.



Микроструктура ( $\times 50000$ ) нанослойных покрытий: *a* –  $\text{TiC-Cr}_3\text{C}_2$  – толщина нанослоев  $\text{TiC}$  и  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  по  $70\pm 5$  нм; *б* –  $\text{TiN-CrN}$  – толщина нанослоев:  $70\pm 5$  нм – для  $\text{TiN}$  и  $35\pm 5$  нм – для  $\text{CrN}$

Фотографии микроструктуры покрытий выполнены в режиме СОРРО, изображение в котором формируется обратноотраженными электронами. Контраст изображения определяется средним атомным номером фазы, и чем выше средний атомный номер исследуемой области (фазы), тем светлее данный участок выглядит на фотографии.

На фотографиях структуры

*в покрытии  $\text{TiC-Cr}_3\text{C}_2$*

$\text{Cr}_3\text{C}_2$  – светлые слои;

$\text{TiC}$  – темные слои;

*в покрытии  $\text{TiN-CrN}$*

$\text{CrN}$  – светлые слои;

$\text{TiN}$  – темные слои.

Исследования на растровом электронном микроскопе нанослойных покрытий, осаждаемых в реактивной среде ( $\text{N}_2$ ,  $\text{C}_2\text{H}_2$ ) путем непрерывного и последовательного испарения различных металлов составного цилиндрического катода при его перемещении относительно неподвижной кольцевой зоны стабилизации катодных пятен вакуумной дуги, показывают, что предложенный способ обеспечивает получение градиентных нанослойных покрытий из твердых соединений металлов, не имеющих границ, разделяющих слои. В полученных покрытиях присутствует микрокапельная фаза продуктов испарения катода, что характерно для процесса генерации металлической плазмы катодными пятнами вакуумной дуги [3].

Результаты рентгеновского фазового анализа и расчетные значения остаточных напряжений для ряда исследованных нанослойных покрытий, полученных при различных способах подготовки поверхности подложки перед нанесением покрытия, приведены в табл. 1.

## Результаты фазового анализа и определения остаточных напряжений

Тип покрытия (толщина нанослоя, нм)/ вид обработки поверхности перед нанесением покрытия	Результаты фазового анализа	Фаза	Остаточные напряжения $\sigma^{**}$ , МПа
TiC (70)–CrC (70)/ пескоструйная обработка	TiC (ГЦК*; 0,4326 нм), две модификации Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> (ортогональная; 0,285×0,925×0,696 и 0,553×0,283×0,1148)	TiC	-1560±560
		Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	0
ZrN (60)–CrN (60)/ пескоструйная обработка	ZrN (ГЦК*; 0,4575 нм), CrN (ГЦК*; 0,4145 нм), слабые линии: Zr <sub>2</sub> N (орто- гональная; 0,563×0,523×0,325 нм), Cr <sub>2</sub> N (гексагональная; 0,481×0,448 нм)	ZrN	-550±40
		CrN	290±35
TiC (20)–CrC (20)/ пескоструйная обработка	TiC (ГЦК*; 0,4327 нм), две модификации Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> (ортогональная; 0,285×0,925×0,696 и 0,553×0,283×0,1148)	TiC	-930±540
		Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	0
TiC (70)–CrC (70)+АО***/ пескоструйная обработка	TiC (ГЦК*), Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> (ортогональная), возможно следы Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	TiC	-969±48
		Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	0
TiC (70)–CrC (70)+АО***/ виброгалтовка	TiC (ГЦК*), Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> (ортогональная), возможно следы Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	TiC	-1204±127
		Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	0
TiN (70)–CrN (35)+АО***/ виброгалтовка	TiN (ГЦК*), CrN (ГЦК*), слабые линии Cr <sub>2</sub> N (гексагональная), следы Ti <sub>2</sub> N (тет- рагональная)	TiN	-916±41
		CrN	-774±207

\* ГЦК – гранцентрированная кубическая решетка.

\*\* Под «0» понимается значение, по величине сравнимое с погрешностью измерений; знак минус «-» указывает на напряжение сжатия.

\*\*\* Ассистированное осаждение ионами аргона.

Исследования фазового состава и определение остаточных напряжений (на примере покрытия TiC–Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>) показывают, что уменьшение толщины нанослоев не приводит к изменению фазового состава покрытия, однако при этом происходит снижение остаточных напряжений в слое с TiC. Установлено влияние ассистированного осаждения ионами аргона на фазовый состав и остаточные напряжения (на примере покрытия TiC–Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>). При нанесении покрытия с ассистированным осаждением меняется фазовый состав нанослоя из карбида хрома (с Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> на Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>) и снижается величина остаточных напряжений, измеренная в слое TiC. Показано, что виброгалтовка поверхности образцов перед нанесением покрытий увеличивает остаточные напряжения в покрытии.

Результаты испытаний на относительную эрозионную стойкость образцов с упрочняющими нанослойными покрытиями, а также микротвердость ряда исследуемых покрытий приведены в табл. 2 и 3. Эрозионная стойкость основы без покрытия принята равной единице при углах атаки пылевоздушного потока 70 и 20 град.

Результаты испытаний на относительную эрозионную стойкость показывают, что покрытия (TiN–CrN)+АО, (TiN–AlN)+АО, (TiC–CrC)+АО могут быть использованы для защиты лопаток компрессора ГТД от пылевой эрозии [2]. Результаты испытаний показывают, что ассистированное осаждение покрытий увеличивает их эрозионную стойкость в несколько раз (см. данные испытаний образцов в табл. 3: TiC(70)–CrC(70)/пескоструйная обработка – без и с АО). Также показано, что виброгалтовка образцов перед нанесением покрытия увеличивает их эрозионную стойкость. Возможно, это связано с ростом остаточных напряжений в системе «основа–покрытие» (см. табл. 1).

В табл. 4 приведены результаты испытаний на жаростойкость образцов из титанового сплава ВТ1-0 и стали ЭП866 с упрочняющими покрытиями, а также данные испытаний образцов из стали ЭП866 с упрочняющими покрытиями на циклическую коррозионную стойкость при 600°C.

Таблица 2

**Эрозионная стойкость (ММ 1.595-2-352–2008) нанослойных покрытий  
на титановом сплаве ВТ1-0**

Покрытие (толщина нанослоя, нм)/вид обработки поверхности перед напылением	Толщина покрытия, мкм	Относительный эрозионный износ при угле атаки $\alpha$ , град		Количество циклов
		70	20	
TiC(70)–CrC(70)+АО*/пескоструйная обработка	18	0,16	0,125	3
TiC(70)–CrC(70)+АО*/виброгалтовка	18	0,1	0,08	
TiN(60)–AlN(15)+АО*/виброгалтовка	15	0,18	0,18	
TiN(70)–CrN(70)+АО*/виброгалтовка	18	0,04	0,025	

\* Ассистированное осаждение ионами аргона.

Таблица 3

**Эрозионная стойкость (ММ 1.595-2-352–2008) нанослойных покрытий на стали ЭП866**

Покрытие (толщина нанослоя, нм)/вид обработки поверхности перед напылением	Толщина покрытия, мкм	Относительный эрозионный износ при угле атаки $\alpha$ , град (состояние покрытия после испытания)		Микротвердость HRV, ГПа
		70	20	
TiC(70)–CrC(70)/пескоструйная обработка	18	1,66 (сдвиг после 2 циклов)	0,47 (выдержал 3 цикла)	2492,6
ZrN(60)–CrN(60)/пескоструйная обработка	18	1,06 (сдвиг после 1 цикла)	0,58 (выдержал 3 цикла)	2369,2
TiC(20)–CrC(20)/пескоструйная обработка	18	2,65 (сдвиг после 1 цикла)	0,92 (выдержал 3 цикла)	2410,4
TiC(70)–CrC(70)+АО*/пескоструйная обработка	18	0,39 (повреждения после 3 циклов)	0,2 (выдержал 3 цикла)	–
TiC(70)–CrC(70)+АО*/виброгалтовка	18	0,085 (выдержал 3 цикла)	0,13 (выдержал 3 цикла)	–
TiN(70)–ZrN(70)/пескоструйная обработка	15	4,86 (сдвиг после 1 цикла)	1,03 (выдержал 3 цикла)	2328
TiN(20)–ZrN(20)/пескоструйная обработка	18	1,74 (сдвиг после 1 цикла)	0,63 (выдержал 3 цикла)	2369
TiN(60)–AlN(15)+АО*/виброгалтовка	15	0,13 (сдвиг после 2 циклов)	–	–
TiN(70)–CrN(70)+АО*/виброгалтовка	18	0,15 (выдержал 3 цикла)	0,17 (выдержал 3 цикла)	–

\* Ассистированное осаждение ионами аргона.

Таблица 4

**Результаты испытаний образцов ВТ1-0 и ЭП866 с упрочняющими покрытиями на жаростойкость и образцов ЭП866 на ускоренную циклическую коррозионную стойкость**

Покрытие (толщина нанослоя, нм)	Удельное изменение массы, мг/см <sup>2</sup> , при испытании		
	на жаростойкость с подложками		на коррозионную стойкость образцов из стали ЭП866
	из сплава ВТ1-0 (продолжительность выдержки, ч, при 500°С)	из стали ЭП866 (продолжительность выдержки, ч, при 600°С)	
Без покрытия (исходное состояние)	+0,316 (100 ч)	+0,035 (100 ч)	-1,062
TiC(70)–CrC(70)	+0,062 (100 ч)	+0,126 (400 ч)	-0,477
TiN(35)–ZrN(35)	+2,53 (100 ч)	Отслоение покрытия	–
TiC(35)–CrC(20)	+0,027 (100 ч)	+0,0089 (400 ч)	+0,945

Результаты испытаний нанослойных покрытий показывают, что лучшей жаростойкостью и коррозионной стойкостью из исследованных покрытий обладает упрочняющее покрытие TiC–CrC с толщиной нанослоев 30–35 нм. Показано также, что жаростойкость покрытий повышается при уменьшении толщины нанослоев, а коррозионная стойкость при этом снижается.

Показана возможность получения упрочняющих нанослойных покрытий путем последовательного и периодического вакуумно-дугового испарения различных карбида- и нитридообразующих металлов в реактивной среде.

Получены нанослойные упрочняющие покрытия со слоями TiC–CrC, ZrN–CrN, TiN–ZrN, TiN–CrN, TiN–AlN с толщиной слоев от 15 до 70 нм. Проведены металлографические и металлофизические исследования полученных покрытий и показано, что общая толщина нанослойных покрытий составляет 15–22 мкм. Снижение толщины нанослоев не влияет на фазовый состав покрытия, однако снижает уровень остаточных напряжений в покрытиях и повышает их жаростойкость.

Исследованы эрозионная стойкость, микротвердость и жаростойкость нанослойных покрытий. Показано, что наиболее высокой эрозионной стойкостью обладает нанослойное покрытие TiN–CrN, нанесенное на образцы из титанового сплава ВТ1-0 при ассистированном осаждении (0,04 и 0,025 соответственно – при углах атаки пылевоздушного потока 70 и 20 град). Показано также, что нанослойные покрытия TiN–AlN, TiC–CrC обладают достаточно высокой эрозионной стойкостью.

Установлено, что эрозионная стойкость и микротвердость покрытий снижается с уменьшением толщины нанослоев, а ассистированное осаждение в несколько раз повышает эрозионную стойкость упрочняющих покрытий, снижает уровень остаточных напряжений в системе «основа–покрытие» и изменяет фазовый состав нанослоев на основе карбида хрома для покрытия типа TiC–CrC.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №09-08-12162).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Дробышевская А.А., Сердюк Г.А., Фурсова Е.В., Береснев В.М. Нанокompозитные покрытия на основе нитридов переходных металлов //ФИП. 2008. Т. 5. № 1–2. С. 83.
2. Мубояджян С.А. Эрозионностойкие покрытия для лопаток компрессора ГТД //Металлы. 2009. №3. С. 3–20.
3. Мубояджян С.А. Особенности осаждения из двухфазного потока многокомпонентной плазмы вакуумно-дугового разряда, содержащего микрокапли испаряемого материала //Металлы. 2008. №2. С. 20–34.

УДК 669.721.5

*Е.Ф. Волкова, В.В. Антипов, Г.И. Морозова*

#### **ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ СЕРИЙНОГО СПЛАВА МА14**

*Изложены результаты исследования особенностей формирования структуры, фазового состава в зависимости от технологических параметров изготовления деформированных полуфабрикатов и термической обработки серийного магниевого сплава МА14. Рассмотрено влияние структуры и морфологии фаз на уровень и анизотропию основных*