На правах рукописи



Потапов Павел Юрьевич

Повышение эксплуатационных свойств изделий машиностроения путем осаждения вакуумно-плазменных покрытий со специальным адгезионным субслоем рационального состава и структуры

Специальность 2.5.5 – Технология и оборудование
механической и физико-технической обработки

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2026

Работа выполнена на кафедре высокоэффективных технологий обработки федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», г. Москва

Научный руководитель:	**Верещака Алексей Анатольевич** доктор технических наук, доцент, профессор кафедры высокоэффективных технологий обработки федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», г. Москва
Официальные оппоненты:	**Мокрицкий Борис Яковлевич** доктор технических наук, профессор, ведущий специалист отдела организации и сопровождения научно-исследовательской деятельности федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет», г. Комсомольск-на-Амуре
	Власов Станислав Николаевич кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой технологии машиностроения Димитровградского инженерно-технологического института – филиала федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Димитровград
Ведущая организация:	Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет транспорта», г. Москва

Защита состоится «29» декабря 2026 г. в 12:00 на заседании диссертационного совета 24.2.332.01, созданного на базе ФГАОУ ВО «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН» по адресу: 127055, Москва, Вадковский пер., д. 1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Московский государственный технологический университет «СТАНКИН» и на сайте https://stankin.ru/nauka-i-innovatsii/dissertatsionnye-sovety-i-doktorantura/dissertatsionnye-sovety/24-2-332-01-d-212-142-01/potapov-pavel-yurevich/index.php.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения (организации), просим направить в диссертационный совет 24.2.332.01 по вышеуказанному адресу на имя ученого секретаря совета.

Автореферат разослан «___» _____2026 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
24.2.332.01, к.т.н., доцент  Е.С. Сотова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Нержавеющие стали аустенитного класса широко применяются в современной промышленности в связи с их достаточно хорошей обрабатываемостью, конструкционными свойствами и высокой стойкостью к коррозии в сочетании с относительно невысокой стоимостью. Проведенные ведущими мировыми и российскими агентствами исследования показали, что рынок нержавеющей стали в ближайшие годы значительно вырастет из-за ее широкого использования в строительстве, пищевой промышленности и медицинском оборудовании. В связи с перспективностью расширения применения рассматриваемых материалов существует необходимость дополнительного повышения износостойкости и стойкости к коррозии различных деталей и изделий из нержавеющей стали, которые могут одновременно подвергаться механическому изнашиванию и коррозионному воздействию (например, в процессе эксплуатации в среде морской воды). Защита от коррозии изделий из нержавеющей стали обеспечивается за счет формирования плотной оксидной пленки на их поверхности. Если такая пленка будет разрушена (химическим, электролитическим или механическим воздействием), то может начаться активный коррозионный процесс. В оксидной пленке могут возникать микротрещины, являющиеся каналами для доступа электролита непосредственно к металлу. Часто на изделия из рассматриваемого материала одновременно воздействуют такие факторы, как механическое изнашивания и коррозия (например, в случае пар трения, функционирующих в морской воде). Таким образом, существуют необходимость обеспечить одновременную защиту как от коррозии, так и от механического (абразивного, кавитационного, эрозионного и т.д.) изнашивания. Настоящая работа рассматривает повышение эксплуатационных свойств машиностроительных изделий из нержавеющей стали в связи с их широким применением в энергетической и авиакосмической промышленности.

Степень разработанности. Значительный вклад создание теоретических основ и практического применения методов осаждения вакуумно-плазменных покрытий различного функционального назначения внесли российские и зарубежные ученые – Верещака А.С., Табаков В.П., Григорьев С.Н., Кабалдин Ю.Г., Верещака А.А., Внуков Ю.Н., Klocke F., Vetter J., Fox-Rabinovich G.S., Boxman R., Goldsmith S., Kumar C.S., Bouzakis K.-D., Yamamoto K., Veldhuis S.C., Kovalev A.I., Beake B.D., Veprek S. и ряд других. Их работы раскрывают механизмы процессов осаждения покрытий и специфические особенности их изнашивания при эксплуатации в широком диапазоне действующих нагрузок. На основе всестороннего анализа предшествующих работ были показаны направления и перспективы дальнейшего повышения функциональных свойств изделий с вакуумно-плазменными покрытиями посредством применения усовершенствованных процессов и оборудования для вакуумно-дугового осаждения. Несмотря на значительный объем имеющихся исследований и достигнутые результаты, вопросы выбора рационального состава и структуры адгезионного субслоя, а также параметров его осаждения остаются недостаточно изученными с учетом современных задач и уровня развития науки. В частности, малоизученными являются вопросы сочетания в составе адгезионного субслоя материалов как с отрицательным, так и с положительным электродным потенциалом с целью одновременного обеспечения высокой адгезии с субстратом и износостойким слоем покрытия, а также высокой стойкостью к воздействию агрессивных сред.

Цель работы – повышение стойкости к механическому изнашиванию и коррозии ответственных изделий машиностроения из нержавеющей стали на основе осаждения вакуумно-плазменных покрытий со специальным адгезионным субслоем с рационально подобранными составом, структурой и параметрами процесса осаждения.

Объектом исследований являются образцы из нержавеющей стали с вакуумно-пламенными покрытиями с адгезионным субслоем различного состава и структуры.

Предметом исследования являются процессы осаждения покрытий с рационально подобранным по составу и структуре адгезионным субслоем и эксплуатационные свойства таких покрытий.

Для достижения поставленной цели работы необходимо решить следующие ***задачи***:

1. Исследовать особенности процесса осаждения на субстрат из нержавеющей стали модифицирующих покрытий с различным составом и структурой адгезионного субслоя.

2. Определить рациональные параметры процесса осаждения адгезионного субслоя, обеспечивающие высокую скорость осаждения в сочетании с высокой прочностью адгезии с субстратом.

3. Установить закономерности влияния параметров процесса осаждения адгезионного субслоя (ток дуги катода и напряжение смещения субстрата) на его скорость осаждения и прочность адгезионной связи с субстратом.

4. Провести комплексные экспериментальные исследования образцов из нержавеющей стали с адгезионным субслоем различного состава и структуры (стойкость к разрушению при скретч-тесте, износостойкость, стойкость к коррозионному воздействию соляного раствора).

5. Выявить влияние состава адгезионного субслоя на прочность интерфейса (адгезионную прочность) между субстратом и осаждаемым вакуумно-плазменным покрытием.

6. Установить влияние структуры адгезионного субслоя покрытия, сочетающей слои из материалов с более и менее отрицательными коррозионными потенциалами на коррозионную стойкость образцов с покрытием.

Методы исследования. Работа выполнена на основе использования фундаментальных положений теории резания материалов и физики твердого тела, методов статистического анализа результатов экспериментальных исследований. Изучение механизмов влияния параметров процесса осаждения и состав адгезионного субслоя покрытия на параметры интерфейса «субстрат – покрытие» выполняли с использованием современных методов металлографического и металлофизического анализов с применением вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС), энергодисперсионной спектрометрии (ЭДС), сканирующей электронной (СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) микроскопии.

Научная новизна работы заключается в следующем.

1. Получены результаты впервые проведенных систематических исследований процесса осаждения вакуумно-плазменных покрытий с адгезионным субслоем, включающим слои металлов как с более отрицательным (Zr, Ti, Hf), так и с менее отрицательным (Cu, Ni, Cr) электродным потенциалом, на подложках из нержавеющей стали (п. 3).

2. Установлены закономерности влияния параметров процесса осаждения адгезионного субслоя (ток дуги катода и напряжение смещения субстрата) на скорость

его осаждения и прочность адгезионной связи с субстратом (критическую нагрузку разрушения L_{C2} при скретч-тесте) для составов адгезионного субслоя Zr, Zr-Nb, Zr-Hf, Cu, Ni; определены рациональные значения параметров процесса осаждения (п. 2).

3. Выявлены особенности формирования интерфейса «субстрат – покрытие» для покрытий с адгезионными субслоями Zr-Cu-Zr, Zr-Ni-Zr, Cr-Cu-Cr, Cr-Ni-Cr, Zr-Cr-Zr и др. Обнаружено образование разряженных структур, нанополостей, интерметаллидных фаз ($CuZr_2$, $FeZr_2$, NiZr), а также интердиффузионные процессы между материалами покрытия и субстрата (Fe, Zr, Nb) (п. 3).

4. Впервые предложена и экспериментально подтверждена концепция повышения коррозионной стойкости изделий из нержавеющей стали за счёт создания многослойного покрытия с чередованием слоев, имеющих больший и меньший электродный потенциал (п. 3).

5. Установлено влияние состава адгезионного субслоя на адгезионную прочность и коррозионную стойкость в солевом растворе образцов из нержавеющей стали с вакуумно-пламенными покрытиями: наилучшее сочетание свойств обеспечивает покрытие с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr, а также Cr-Ni-Cr (п. 3).

Теоретическая значимость работы заключается в:

– развитии теоретических представлений о механизмах формирования адгезионного контакта при вакуумно-дуговом осаждении покрытий на субстрат нержавеющей стали;

– установлении связи между параметрами процесса осаждения (ток дуги катода и напряжение смещения субстрата), структурой и составом адгезионного субслоя покрытия и эксплуатационными свойствами (адгезионная прочность, износостойкость, коррозионная стойкость) образцов с покрытием;

– исследовании роли гальванической пары «слой с большим и с меньшим электродным потенциалом» в адгезионном субслое покрытия в подавлении коррозионных процессов;

– получении новых данных о диффузионных процессах на интерфейсе «покрытие–субстрат» для различных составов адгезионного субслоя.

Практическая значимость работы заключается в следующем.

1. Разработаны рекомендации по выбору рациональных составов и параметров осаждения адгезионного субслоя, обеспечивающих повышенную адгезионную прочность и коррозионную стойкость покрытий на изделиях из нержавеющей стали.

2. Определены рациональные режимы осаждения медных и никелевых слоев (диапазоны тока дуги, напряжения смещения), в том числе с использованием дуговых испарителей с пульсирующим магнитным полем (CAA-PVD) для стабилизации потока плазмы.

3. Предложена и опробована методика осаждения многослойных покрытий с чередующимися слоями металлов с разными электродными потенциалами, включая слои Cu, Cr и Ni.

4. Показано, что покрытие с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr обеспечивает рациональное сочетание высокой адгезионной прочности и отличной коррозионной стойкости в 3 %-ом растворе NaCl, что перспективно для защиты деталей, работающих в условиях одновременного механического изнашивания и коррозионного воздействия (морская вода, химические среды).

5. Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс ФГАОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН» при подготовке магистров по направлениям 15.04.05

«Конструкторско-технологическое обеспечение машиностроительных производств» и 20.04.01 «Техносферная безопасность» в рамках преподавания дисциплины «Инновационные технологии машиностроительного производства».

6. Результаты диссертационной работы приняты для внедрения в производственную деятельность АО «Красноярский Машиностроительный Завод» и АО «Конструкторское бюро химавтоматики». Данная методика может быть использована для повышения стойкости к коррозии ответственных изделий из нержавеющей стали, применяемых в производственной деятельности предприятия. Внедрение указанной разработки позволит повысить стойкость к коррозии ответственных командных изделий корпусов клапанной группы пневмогидравлической системы жидкостных ракетных двигателей из нержавеющей стали аустенитного класса.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Результаты экспериментальных исследований процесса осаждения модифицирующих покрытий с различным составом и структурой адгезионного субслоя на подложках из нержавеющей стали.
2. Рациональные параметры процесса осаждения адгезионного субслоя, обеспечивающие высокую скорость осаждения в сочетании с высокой прочностью адгезии с субстратом.
3. Закономерности влияния параметров процесса осаждения адгезионного субслоя (ток дуги катода и напряжение смещения субстрата) на скорость его осаждения и прочность адгезионной связи с субстратом для подслоев на основе Zr, Nb, Cu, Ni, Cr.
4. Результаты комплексных исследований эксплуатационных свойств (стойкость к разрушению при скретч-тесте, износостойкость, коррозионная стойкость в солевом растворе) образцов из нержавеющей стали AISI 321 с адгезионным субслоем различного состава и структуры.
5. Характер влияния состава и структуры адгезионного субслоя на прочность интерфейса (адгезионную прочность) между субстратом из нержавеющей стали AISI 321 и осаждаемым вакуумно-плазменным покрытием.
6. Концепция повышения коррозионной защиты изделий из нержавеющей стали путем применения покрытий с адгезионным субслоем, сформированным чередованием слоев материалов с более высоким и более низким электродным потенциалом, а также методика осаждения таких покрытий, включающих слои меди и никеля.

Достоверность полученных результатов. Достоверность выводов и положений диссертационной работы подтверждается большим количеством непротиворечивых и повторяемых результатов экспериментальных исследований, полученных с использованием современного оборудования и аттестованных методик, а также применением статистических методов обработки полученных данных.

Личный вклад автора. Диссертация является научно-исследовательской работой, в которой обобщены результаты исследований, полученные лично автором и в соавторстве. Автору работы принадлежит основная роль в постановке задач, получении и обработке экспериментальных данных, анализе и обобщении полученных результатов. Основные положения и выводы диссертационной работы сформулированы и обоснованы лично автором.

Апробация результатов работы. Результаты работы были доложены на следующих конференциях:

– VIII Международный симпозиум по трибофатике, 13 августа 2025 г., г. Харбин, КНР;

– Школа молодых ученых «Адаптивные материалы и покрытия для высокотехнологичных отраслей промышленности» 03-04 декабря 2025 г., ФГАОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН», г. Москва;

– 53-я Международная Научно-Техническая Конференция Молодых Ученых, Аспирантов и Студентов, Институт нефти и газа ФГБОУ ВО УГНТУ в г. Октябрьском, 27-28 марта 2026 г.;

– Российско-китайской конференции по сотрудничеству и обмену, Чунцинском институте Харбинского Политехнического университета, 21 мая 2026 г.;

– Российско-китайская конференция по сотрудничеству и обмену, Вэньчжоуского центра международного инновационного сотрудничества Китая с Восточной Европой, 25 мая 2026 г.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации на проведение научных исследований в рамках государственного задания (проект № FSFS-2025-0006).

Соответствие диссертации паспорту научной специальности. Диссертационная работа представляет собой научное обоснование новых технических решений и средств реализации процессов физико-технической обработки поверхностей ответственных изделий, включая процессы вакуумно-плазменной обработки с наложением физических воздействий. Изучение связей и закономерностей в указанной области осуществляется для совершенствования технологий и определения оптимальных параметров поверхностной обработки образцов из нержавеющей стали, обеспечивающих улучшение функциональных свойств изделий при эксплуатации. По теме и содержанию материалов диссертационная работа соответствует научной специальности 2.5.5 – «Технология и оборудование механической и физико-технической обработки» в части п. 2 и п. 3 раздела «Области исследований» её паспорта.

Публикации. Основные теоретические и практические результаты диссертации опубликованы в 11 печатных работах, в том числе 6 статей в изданиях из перечня ВАК, 3 статьях в изданиях из базы цитирований Scopus и Web of Science.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и приложений. Объем работы: основной текст содержит 169 страниц, включая 65 рисунков и 8 таблиц; список литературы включает 207 наименования.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность проблемы, обозначена цель исследований, указаны методические и теоретические положения работы, изложена научная новизна и практическая ценность, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен анализ и дано сравнение методов повышения коррозионной стойкости изделий из нержавеющей стали. Особое внимание уделено применению модифицирующих покрытий. Установлено, что покрытия на основе ZrN, NbN и HfN позволяют повысить коррозионную стойкость изделий из нержавеющей стали. Оптимизированные параметры процесса осаждения (в частности, давления азота, напряжения смещения и температура поверхности субстрата) позволяют

дополнительно повысить стойкость к коррозии образцов с покрытиями. Введение дополнительных элементов и использование многослойных структур покрытий является способом дальнейшего повышения стойкости к коррозии. Состав адгезионного субслоя оказывает существенное влияние на прочность связи покрытия и субстрата, что в свою очередь определяет общую эффективность применения покрытий. Выдвинута гипотеза о том, что сочетание в структуре адгезионного субслоя слоев из металлов с более и менее отрицательным электродным потенциалом может повысить коррозионную стойкость за счет ускоренного формирования защитной оксидной пленки металла с более отрицательным электродным потенциалом.

Во второй главе представлены результаты повышения износостойкости изделий из нержавеющей стали AISI 321 путем осаждения модифицирующих покрытий на основе нитрида циркония с добавлением ниобия, гафния и титана. Сравнивались покрытия с адгезионными субслоями Zr, Zr-Ti, Zr-Hf, Zr-Nb и Zr-Nb-Hf.

Представлены результаты исследование влияния параметров процесса осаждения адгезионных субслоев Zr, Zr-Hf и Zr-Nb (тока дуги катода $I_{кат}$ и напряжение смещения на субстрате, U_{sub}) на толщину адгезионного субслоя и величину критической нагрузки разрушения L_{C2}. Полученные зависимости для адгезионного субслоя Zr-Nb представлены на Рис. 1.

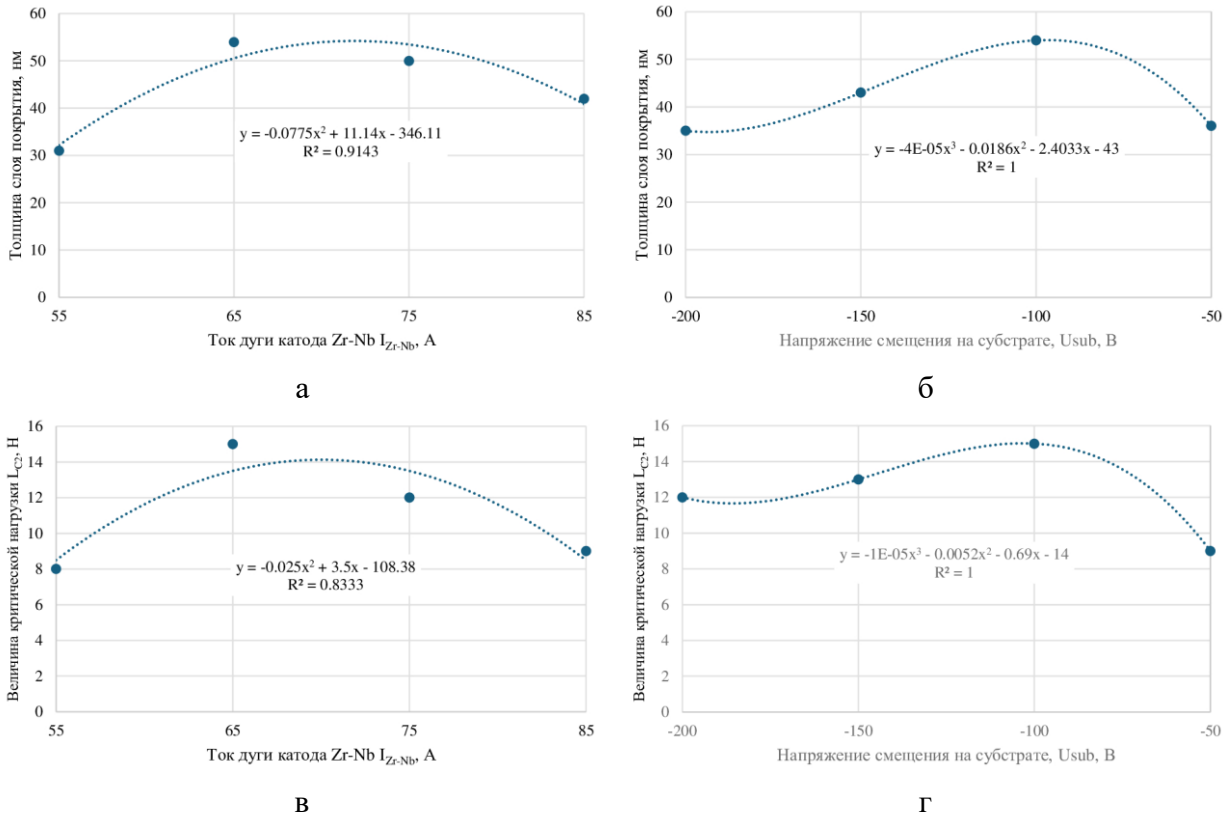


Рисунок 1. Исследование влияния параметров процесса осаждения адгезионного субслоя Zr-Nb на его свойства (адгезионный субслой осаждался в течение 8 минут, износостойкий слой ZrN толщиной 3 мкм осаждался в течение 45 минут): а,б – влияние соответственно тока дуги циркониевого катода $I_{Zr\text{-}Nb}$ и напряжения смещения на субстрате U_{sub} на толщину адгезионного субслоя; в,г – влияние соответственно тока дуги циркониевого катода $I_{Zr\text{-}Nb}$ и напряжения смещения на субстрате U_{sub} на величину критической нагрузки разрушения L_{C2}

Наилучшее сопротивление разрушению при скретч-тесте показали образцы с адгезионным субслоем Zr-Nb (L_{C2} = 15 Н) и Zr (L_{C2} = 12 Н) (Рисунок 2а). Наилучшую

износостойкость первые 16 000 секунд показал образ с адгезионным субслоем Zr-Nb, однако в итоге износ данного образца заметно активизировался и после 20 000 секунд испытаний наименьшая степень износа наблюдалась у образца с адгезионным субслоем Zr-Nb-Hf (Рисунок 2б). Данное покрытие обеспечило снижение интенсивности изнашивания в 1,5 раза по сравнению с образцом без покрытия. Покрытие с адгезионным субслоем Zr-Nb-Hf обеспечило также низкую степень износа индентора. Исследуемые образцы имеют близкие значения коэффициента трения, что связано с идентичным составом их внешнего слоя. Наибольшее снижение коэффициента трения обеспечивают покрытия с адгезионными слоями Zr-Nb-Hf и Zr (коэффициент трения ~ 0,20 – 0,21), при коэффициенте трения = 0.28 у образца без покрытия.

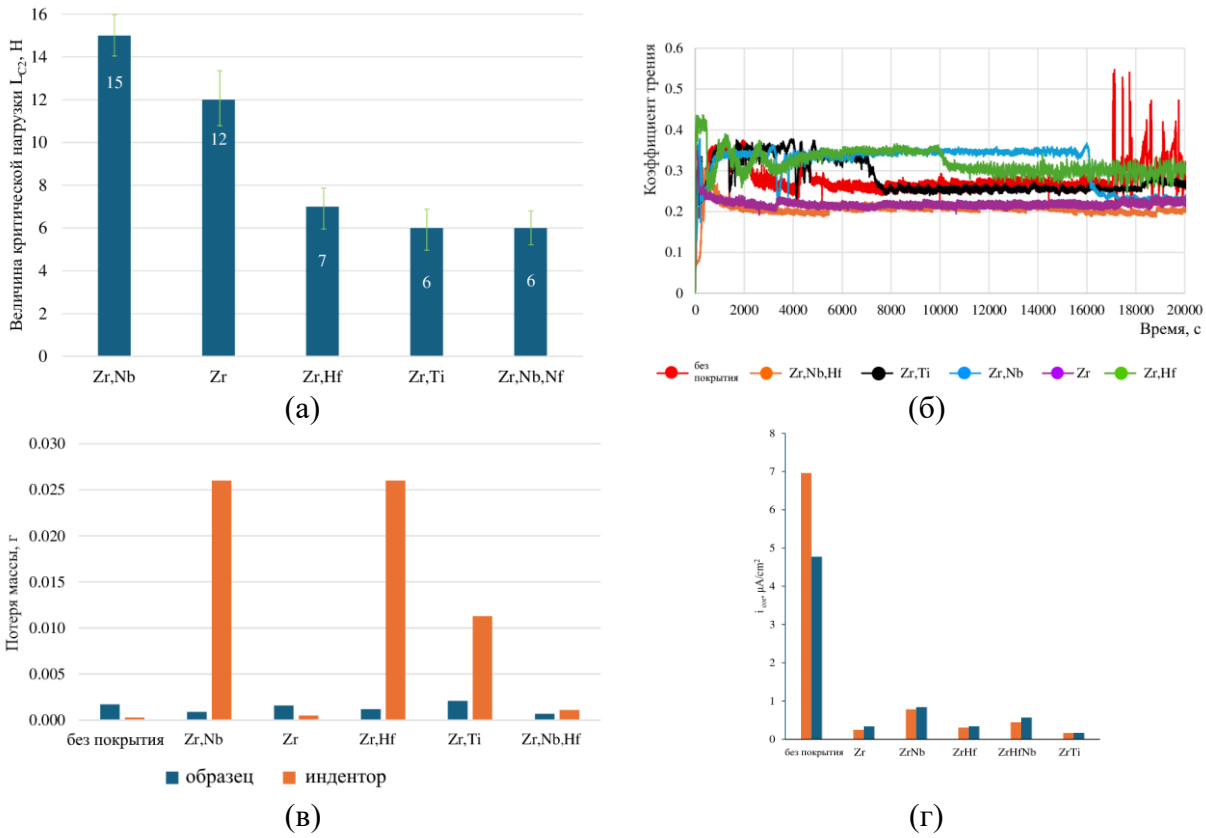


Рисунок 2. Величины критической нагрузки разрушения L_{C2} для образцов с исследуемыми покрытиями (а), результаты теста «шар на диске» после 20 000 с. испытаний: б – коэффициент трения; в – финальная потеря массы образцами и индентором; г – сравнительные диаграммы для величин плотности токов коррозии коррозионного процесса на образцах из стали AISI 321 с различными нитридными покрытиями в 3 % водном растворе NaCl при 25 °C

Покрытие Zr-ZrN имеет простой двухкомпонентный состав и не включает в свой состав таких достаточно редких и дорогостоящих элементов, как Nb и Hf. При этом данное покрытие показало одновременно хорошее сопротивление изнашиванию и коррозии. Таким образом данное покрытие было выбрано в качестве основы для проведения дальнейших экспериментов.

В третьей главе представлены результаты разработки методики комплексной поверхностной модификации изделий из нержавеющих сталей путем предварительной подготовки поверхности субстрата воздействием плазмы тлеющего разряда с

реализацией эффекта полого катода и последующего физического осаждения из газовой фазы многослойного покрытия состоящего из коррозионностойкого подслоя из металлов (медь, никель или хром) с более электроположительным потенциалом, чем коррозионным потенциал основы, адгезионно-переходного металлического подслоя (цирконий) и износостойкого наноструктурированного слоя на основе нитрида циркония (Рисунок 3).

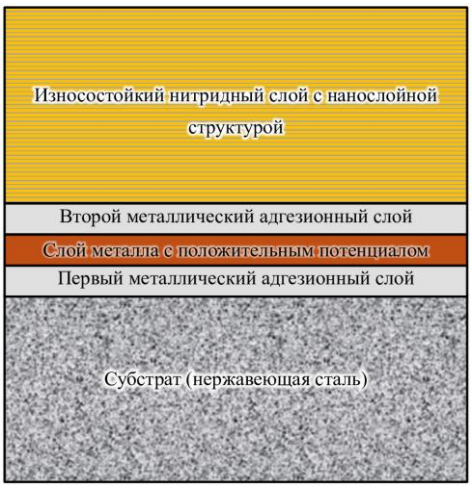


Рисунок 3. Концепция коррозионностойкого покрытия с чередованием слоев из материалов с большим и меньшим электродным потенциалом

Износостойкий слой покрытия, контактирующий с агрессивными средами, состоит из нитридных соединений переходных металлов и обладает высокой износостойкостью и коррозионной стойкостью. Адгезионно-переходной субслой определяет высокую адгезию износостойкого слоя. Увеличение адгезионной прочности также обеспечивается предварительной плазменной обработкой, формирующей на поверхности субстрата необходимые параметры микро- и наношероховатости, волнистости, а также для уменьшения остаточных напряжений в области перехода «покрытие – субстрат». Коррозионностойкий слой из меди, никеля или хрома с более электроположительным потенциалом, чем коррозионный потенциал стальной основы (или сопряженного металлического слоя покрытия), что обеспечивает сохранение пассивного состояния в случае нарушения целостности внешних слоев, что ингибирует коррозионные процессы, характерные для непокрытых нержавеющих сталей в агрессивных средах.

Таки образом, поверхностная модификация изделий из нержавеющих сталей предусматривает определенный подход как к выбору структуры, так и к выбору состава многослойного покрытия, состоящего из коррозионно-защитного гальванического подслоя из меди, никеля или хрома и износостойких слоев на основе нитридов переходных металлов. При этом контактирующий с агрессивными средами износостойкий слой из нитридов переходных металлов обладает высокой химической и коррозионной стойкостью, что затрудняет проникновению коррозионных процессов вглубь покрытия. Коррозионно-защитный слой имеет более электроположительный потенциал, чем коррозионный потенциал основы, что обуславливает сохранение пассивного состояния субстрата и подавление процессов коррозии даже в случае частичного разрушения внешних слоев покрытия (или формирования в нем сквозных трещин – каналов для коррозионной среды). Для улучшения комплекса защитных

свойств разрабатываемого покрытия важно учитывать не только химическую природу и структуру субстрата и покрытия, но и в целом систему субстрат – защитное многослойное покрытие – среда. Поэтому формирование понимания и создание комплексной поверхностной модификации нитридными и гальваническими покрытиями нержавеющих сталей и титановых сплавов. В качестве слоев с большим электродным потенциалом были выбраны три металла: Медь (Cu) E° = +0,337, Никель (Ni) E° = –0,257 и Хром (Cr) E° = –0,407, причем все три данных металла имеют большую величину электродного потенциала по сравнению с цирконием (E° = –1,45).

Медь обладает наибольшей величиной электродного потенциала среди выбранных металлов (а также среди большинства металлов кроме благородных и некоторых редкоземельных). Никель имеет отрицательную, но при этом достаточно большую величину электродного потенциала. Хром обладает наиболее отрицательной величиной электродного потенциала, но при этом эта величина заметно выше электродного потенциала циркония.

План проведения экспериментов этой части работы представлен на Рисунке 4.

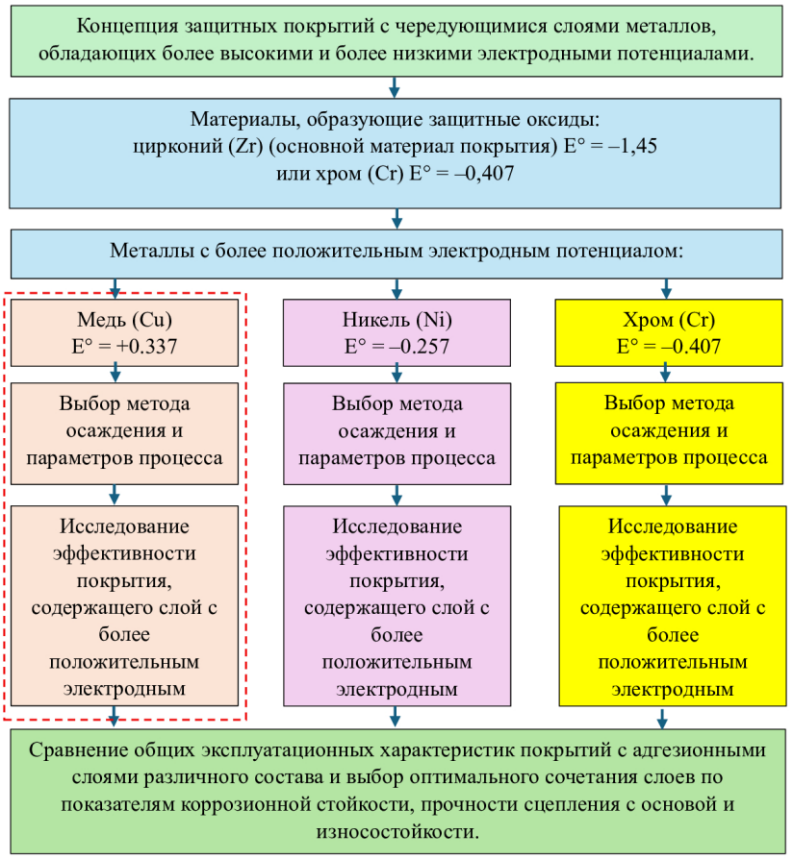


Рисунок 4. Блок-схема плана проведения экспериментов по исследованию влияния состава адгезионного субслоя с чередованием слоев металлов с более и менее отрицательным электродным потенциалом

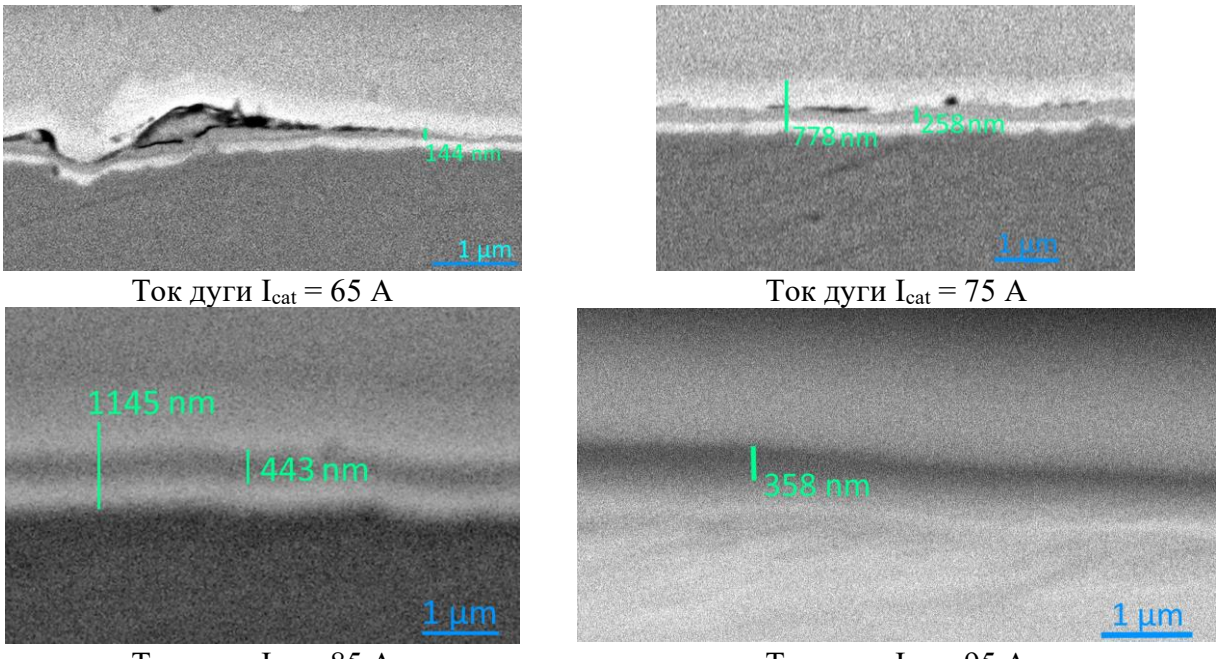
Были исследованы покрытия с адгезионным субслоем, включающий слой меди. При использовании штатных испарителей установки НВВ 6.6 формируемый при осаждении меди поток плазмы нестабилен, причем его смещения относительно центральной оси катода имеют явно стохастический характер (Рисунок 5). Виден яркий «плотный» жгут, который является следом движения частично сфокусированного внешним магнитным полем электронного пучка тока дугового разряда в газовой среде.

Свечение является рекомбинационным, т.е. результатом перехода возбужденных электронным ударом атомов газа назад в невозбужденное состояние. При переходе излучается квант света. Видно, что форма жгута (траектория движения) основной части электронов повторяет топографию внешнего магнитного поля, создаваемого электромагнитной катушкой. Такой видимый эффект характерен для неподвижных или очень малоподвижных одиночных неделящихся катодных пятен. Это обычно характерно для материалов с очень высокими теплопроводностью, температурой плавления и теплотой плавления.



Рисунок 5. Нестабильное состояние потока плазмы при осаждении меди с использованием штатных испарителей установки

Было исследовано влияние параметров процесса осаждения (величин тока дуги медного катода и напряжения смещения на субстрате) на скорость осаждения медного слоя (Рисунок 6). С этой целью была измерена толщина медного слоя после 30 минут осаждения при различных параметрах. При формировании медного слоя использовались представленные выше дуговые испарители с пульсирующим магнитным полем CAA-PVD, обеспечивающие стабильность потока медной плазмы в камере.



Ток дуги I_{cat} = 65 А

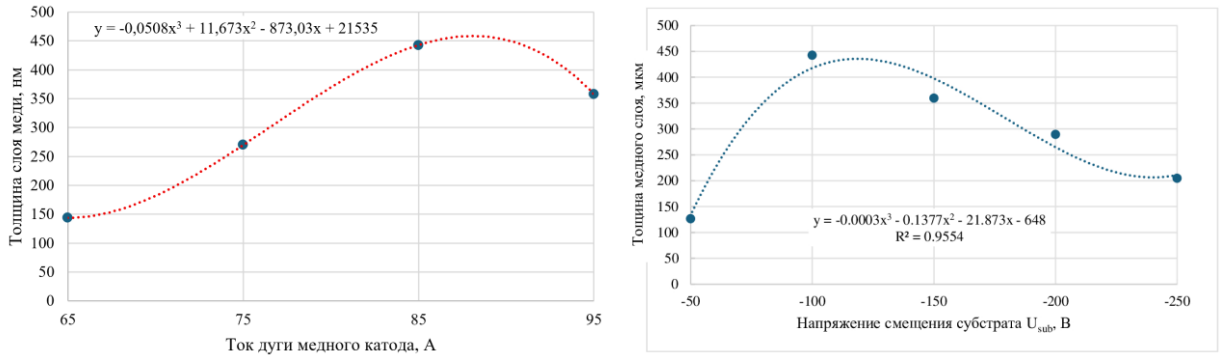
Ток дуги I_{cat} = 75 А

Ток дуги I_{cat} = 85 А

Ток дуги I_{cat} = 95 А

Рисунок 6. Исследование структуры покрытия в зависимости от величины тока дуги медного катода

На основании полученных данных были получены зависимости толщины осаждаемого слоя от величины тока дуги медного катода и напряжения смещения субстрата (Рисунок 7).



а б

Рисунок 7. Влияние величины тока дуги медного катода I_{cat} (а) и напряжение смещения субстрата U_{sub} (б) на толщину слоя меди при 30 минутах осаждения

Зависимость толщины медного слоя от величины тока дуги медного катода наиболее точно описывается полиномом третьей степени:

$$y = -0{,}0508x^3 + 11{,}673x^2 - 873{,}03x + 21535$$

где x – величина тока дуги I_{cat}, y – толщина медного слоя.

Зависимость толщины медного слоя от величины напряжения смещения субстрата с высокой достоверностью аппроксимации описывается полиномом третьей степени:

$$y = -0{,}0003x^3 - 0{,}1377x^2 - 21{,}873x - 648$$

где x – величина напряжение смещения субстрата U_{sub}, y – толщина медного слоя.

С целью проверки гипотезы об эффективности применения коррозионностойких покрытий с чередующимися функциональными слоями из материалов с более высоким и более низким электродным потенциалом на образцы из нержавеющей стали были осаждены покрытия с функциональными слоями различного состава: Zr-Cu-Zr, Zr-Cr-Zr, Cr-Cu-Cr, Zr-Ni-Zr, Cr-Ni-Cr и Cu-Zr. Был исследован с использованием метода энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) фазовый состав покрытий с различным составом адгезионного субслоя. При последовательном осаждении металлических слоев формируются сложные интерметаллидные фазы (в частности, $CuZr_3$, $FeZr_2$, NiZr).

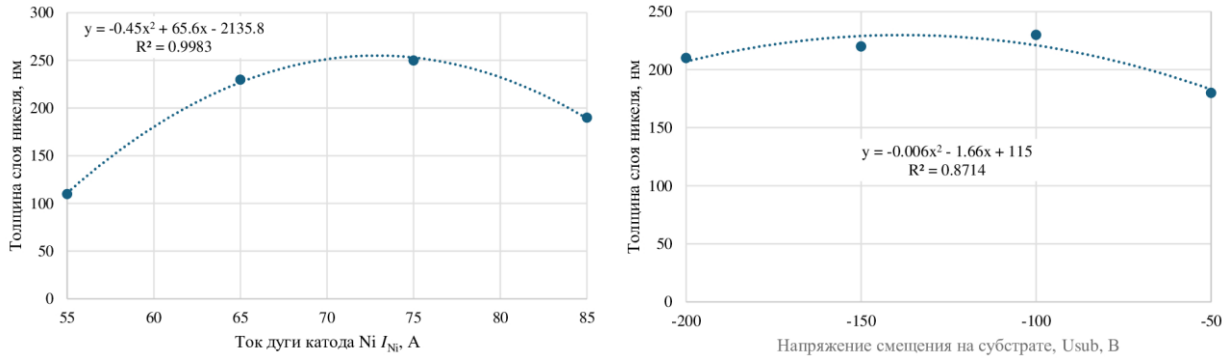
Анализ структуры и состава покрытий показал, что в покрытии с адгезионным субслоем Zr-Cu-Zr формируется последовательность нанометрических полостей на границе слоев Cu и Zr. В покрытии с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr также наблюдается формирование нанополостей на границе слоев Cr-Cu, но количество таких полостей заметно меньше. В покрытии с адгезионным субслоем Zr-Cr-Zr наблюдается плотный непрерывный интерфейс между слоями Zr-Cr.

В ***четвертой главе*** представлены результаты исследований покрытий с адгезионным субслоем, включающим слои металлов с более и менее отрицательным электродным потенциалом. Рассматриваются такие металлы, как никель и хром.

Сложность использования никелевых катодов в вакуумно-дуговых испарителях заключается в том, что никель является ярко выраженным ферромагнетиком с высокой магнитной проницаемостью. В результате взаимодействия стационарного внешнего магнитного поля, значительно усиленного высокой магнитной проницаемость никеля,

и собственного магнитного поля, создаваемого током дуги катодное пятно имеет постоянную, неподвижную привязку к какой-либо точке поверхности катода или (очень редко) крайне низкую подвижность по поверхности катода. В результате испарении катода в месте привязки катодного пятна образуется локальная лунка и при достижении определенной ее глубины вакуумно-дуговой разряд прекращает свое существование. Для решения данной проблемы был использован способ, который заключается в создании не стационарного, а переменного по величине и знаку внешнего магнитного поя с изменяемой топографией исключающего возникновение локальных привязок катодного пятна на поверхности катода. Переменное магнитное поле создается электромагнитной катушкой, подключенной к импульсному блоку питания. При прохождении через электромагнитную катушку изменяемого во времени по величине и знаку тока, например, тока синусоидальной формы, на поверхности катода создается внешнее магнитное поле с изменяемыми величиной индукции и угла наклона вектора индукции к поверхности катода, что исключает образование даже кратковременных локальных привязок катодных пятен.

При заданной величине внешнего магнитного поля на поверхности катода вероятно есть оптимальные значения тока дуги, определяющие приемлемые температуру катода и скорость перемещения катодных пятен для каждого конкретного материала и конструкции дугового испарителя. Однако при значительном снижении тока дугового разряда происходит резкое замедление скорости катодных пятен и ухудшение их управляемости. Эффект резкого замедления движения катодных пятен и ухудшение их управляемости наблюдался при токах дугового разряда ниже 50–55 А. Исходя из выше указанного для проведения экспериментальных технологических работ по нанесению никелевых покрытий был выбран диапазон тока дугового разряда 65–75 А (Рисунок 8).



а б

Рисунок 8. Влияние величины тока дуги медного катода I_{cat} (а) и напряжение смещения субстрата U_{sub} (б) на толщину слоя никеля при 7 минутах осаждения

Изменение напряжения смещения субстрата в заданных диапазонах оказывает меньшее влияние на толщину слоя никеля.В покрытии с адгезионным субслоем Zr-Ni-Zr на границе Zr-Ni формируется «пенообразный» интерфейс с рядом чрезвычайно малых (5–10 нм) полостей (Рисунок 9). В покрытии с адгезионным субслоем Cr-Ni-Cr формируется плотный непрерывный межслойный интерфейс. Покрытие с адгезионным субслоем Cu-Zr обладает низкой адгезией с субстратом, наблюдается отслоение обширных фрагментов покрытия, что предопределяет низкую эффективность данного покрытия.

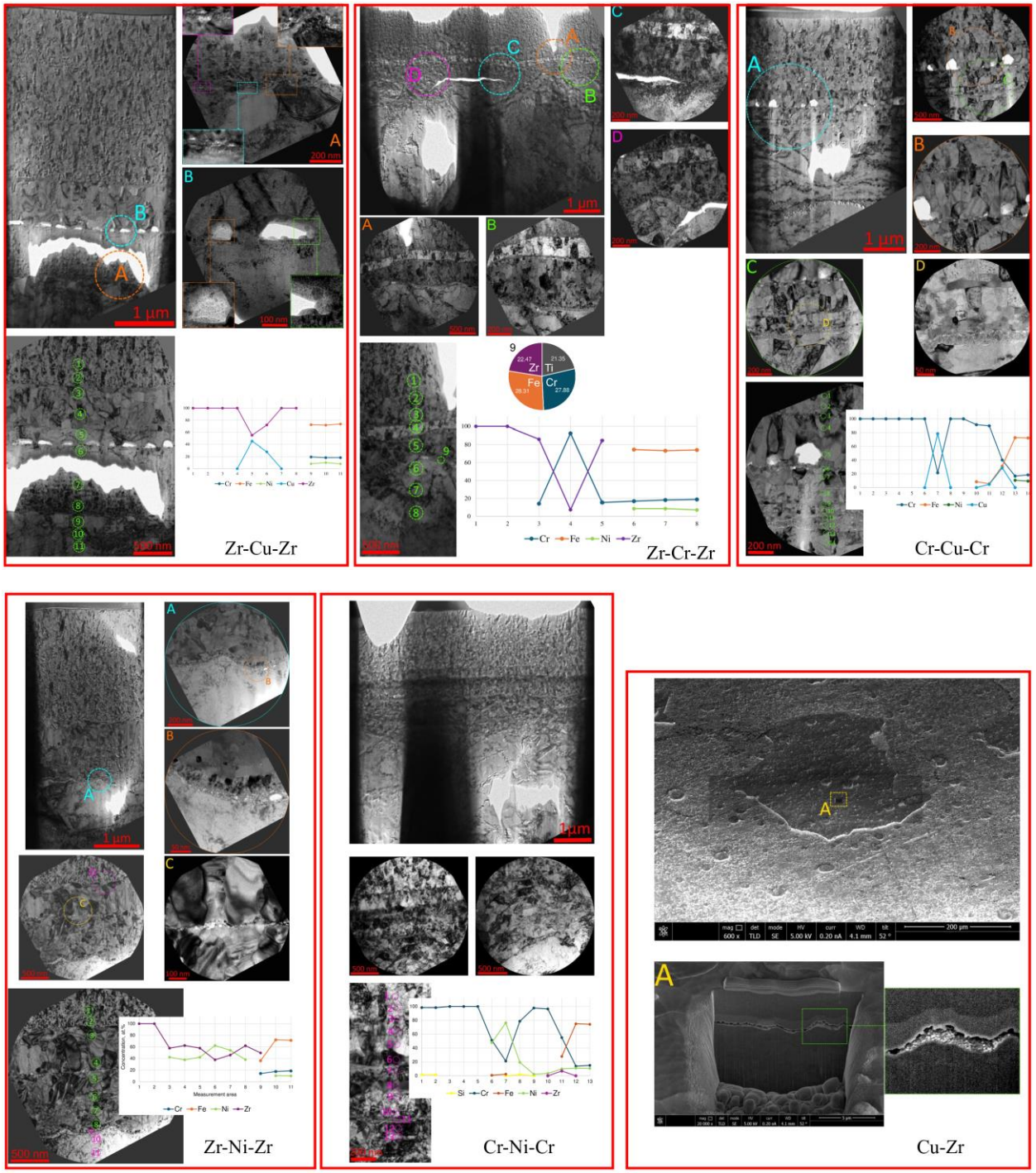


Рисунок 9. Результаты исследования структуры и состава исследуемых покрытий с чередующимися функциональными слоями из материалов с более высоким и более низким электродным потенциалом

Обобщая результаты проведенных исследований, можно заключить, что величина тока дуги катода, позволяющая обеспечить наибольшую скорость осаждения слоя, зависит от состава осаждаемого металла и находится в пределах 65–85 А, при этом величина напряжения смещения на субстрате, обеспечивающая наибольшую скорость осаждения слоя, существенно не зависит от состава слоя (по крайней мере, для данного набора составов) (Рисунок 10).

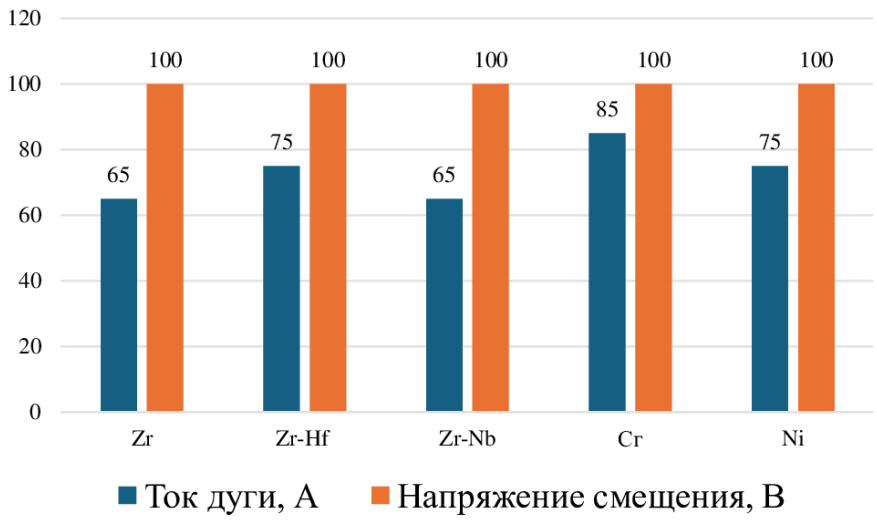


Рисунок 10. Величина тока дуги катода, и напряжения смещения на субстрате, позволяющие обеспечить наибольшую скорость осаждения слоя

Исследование стойкости к разрушению при скретч-тесте покрытий с различным составом адгезионного субслоя показало, что наилучшая адгезионная прочность характерна для покрытий с адгезионным субслоем Cr и Cr-Ni-Cr (Рисунок 11,а). Данный результат может быть объяснен сродством составов адгезионного субслоя и субстрата. Достаточно высокая прочность адгезионной связи с субстратом наблюдается также у покрытия с адгезионным слоем Cr-Cu-Cr.

Тесты «шар по диску» показали, что лучшей износостойкостью обладает образец с покрытием с адгезионным субслоем Cr (потеря массы 0,0006 г) и Zr-Nb-Hf (потеря массы 0,0007 г), высокую износостойкость обеспечили также покрытия с адгезионным субслоем Cr-Ni-Cr (потеря массы 0,0008 г) и Cr-Cu-Cr (потеря массы 0,0009 г). Покрытие с адгезионным субслоем Zr-Nb-Hf показало достаточно низкую стойкость к разрушению при скретч-тесте, при этом оно хорошо сопротивляется изнашиванию при тесте «шар по диску». Такое различие может быть связано с существенной разницей в характере данных тестов. Достаточно хорошей износостойкостью обладает также покрытие с адгезионным субслоем Zr-Nb (потеря массы 0,0009 г). Стоит отметить, что покрытия с износостойким субслоем Cr, Cr-Ni-Cr, Cr-Cu-Cr и Zr-Nb показали также высокую прочность адгезии при скретч-тесте.

С точки зрения стойкости к коррозии в 3 % водном растворе NaCl наилучшую стойкость показал образец с покрытием Cr-Cu-Cr, хорошей коррозионной стойкостью обладает также образец с покрытием Cr-Ni-Cr (Рисунок 11,б,в). Важно отметить тот факт, что образец с адгезионным субслоем Cr (без слоев Cu или Ni) обладает худшей коррозионной стойкостью, что свидетельствует о положительном эффекте от введения слоев металлов с менее отрицательным электродным потенциалом. Образец с покрытием с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr показал рациональное сочетание достаточно высокой адгезионной прочности в сочетании с отличной стойкостью к коррозии. Данное покрытие является наиболее перспективным для применения для защиты изделий, одновременно подвергающихся механическому изнашиванию и коррозионному воздействию.

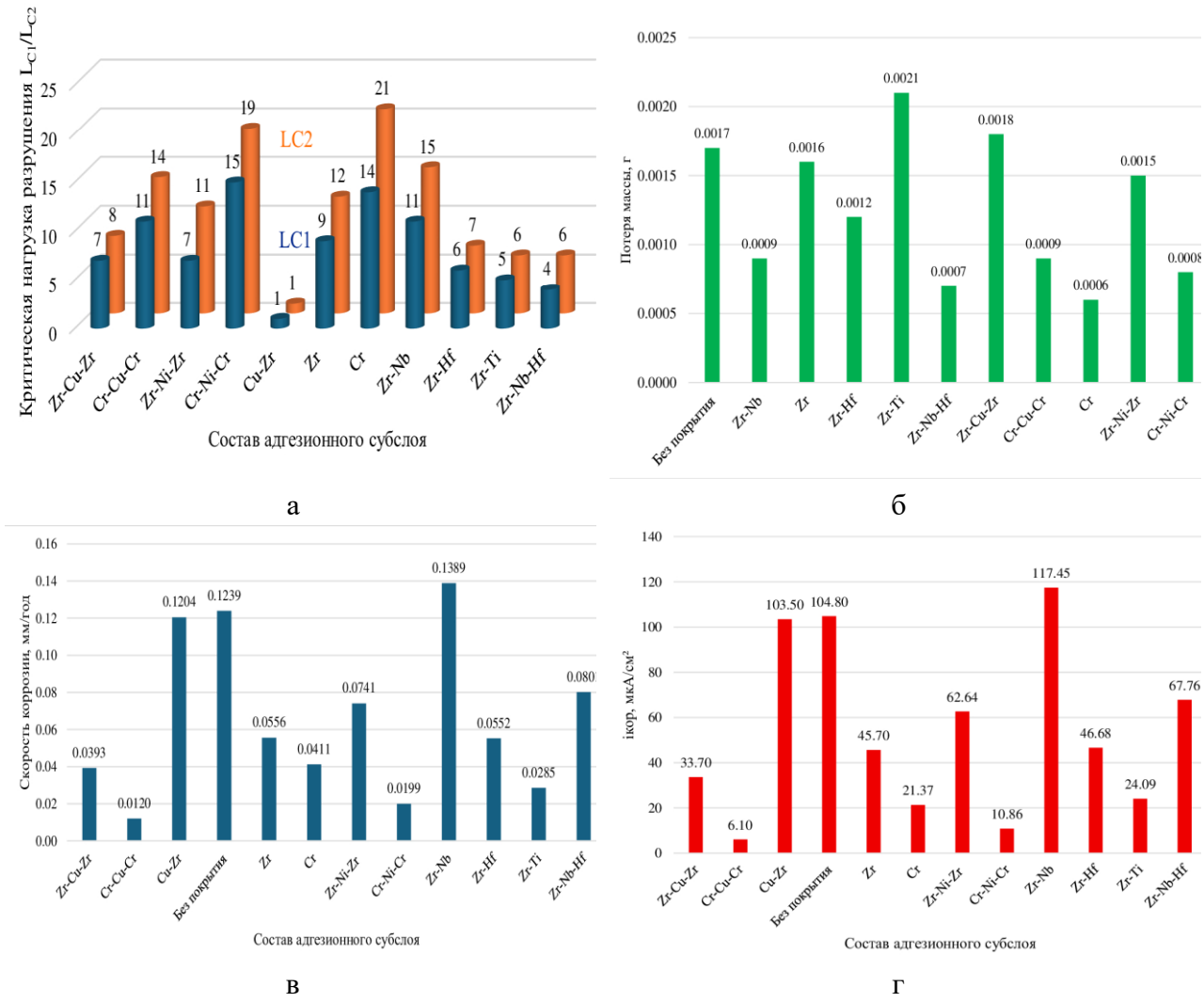


Рисунок 11. Сравнение стойкости к разрушению при скретч-тесте (а) и при тесте «шар по диску» после 20 000 с. теста покрытия с внешним слоем ZrN с различными составами адгезионного субслоя; результаты исследования коррозионной стойкости после ресурсных испытаний в течении 14 дней в 3,0% растворе NaCl: скорость коррозии (в), величина тока коррозии, $i_{кор}$ (г)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. В диссертационной работе на основании выполненных автором исследований изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, имеющие существенное значение для развития машиностроительной отрасли и обеспечивающие повышение функциональных свойств изделий из нержавеющей стали посредством осаждения вакуумно-плазменных покрытий с рационально подобранным режимами осаждения, составом и структурой адгезионного субслоя.

2. Выполненные экспериментальные исследования процесса осаждения модифицирующих покрытий с различным составом и структурой адгезионного субслоя позволили выявить ряд эффектов, наблюдающихся при осаждении адгезионного субслоя из различных материалов (цирконий, хром, медь, никель, титан и их комбинации). Обнаружено образование разряженных структур, нанополостей, интерметаллидных фаз ($CuZr_2$, $FeZr_2$, NiZr), а также интердиффузионные процессы между материалами покрытия и субстрата (Fe, V, Zr, Nb).

3. Анализ результатов определения рациональных параметров процесса осаждения для различных составов слоя металлов показывает, что величина тока дуги катода, позволяющая обеспечить наибольшую скорость осаждения слоя, зависит от состава осаждаемого металла и находится в пределах 65–85 А, при этом величина напряжения смещения на субстрате, обеспечивающая наибольшую скорость осаждения слоя, существенно не зависит от состава слоя (по крайней мере, для данного набора составов) и составляет –100 В.

4. В результате обработки и обобщения полученных экспериментальных данных был получен ряд полиномиальных формул, описывающих зависимость скорости осажденного слоя от параметров процесса осаждения (величин тока дуги катода и напряжения смещения субстрата).

5. Исследование стойкости к разрушению при скретч-тесте покрытий с различным составом адгезионного субслоя показало, что наилучшая адгезионная прочность характерна для покрытий с адгезионным субслоем Cr-Ni-Cr (L_{C2} = 19 Н) и Cr (L_{C2} = 21 Н). Достаточно высокая прочность адгезионной связи с субстратом наблюдается также у покрытия с адгезионным слоем Cr-Cu-Cr (L_{C2} = 14 Н). Анализ результатов исследования износостойкости покрытий методом «шар по диску» показывает аналогичную тенденцию. Покрытия с износостойким субслоем Cr, Cr-Ni-Cr, Cr-Cu-Cr и Zr-Nb обеспечили низкие значения потери массы (потеря массы 0,0006 г, 0,0008 г и 0,0009 г соответственно).

6. С точки зрения стойкости к коррозии в 3 % водном растворе NaCl наилучшую стойкость показал образец с покрытием Cr-Cu-Cr (ток коррозии в 17,0 раз, а скорость коррозии в 10,3 раза ниже, чем у образца без покрытия), хорошей коррозионной стойкостью обладает также образец с покрытием Cr-Ni-Cr (ток коррозии в 10,3 раз, а скорость коррозии в 6,2 раза ниже, чем у образца без покрытия).

7. Образец с покрытием с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr показал рациональное сочетание достаточно высокой адгезионной прочности (L_{C2} = 14 Н), износостойкости (потеря массы 0,0009 г) в сочетании с отличной стойкостью к коррозии (скорость коррозии 0,012 мм/год). Данное покрытие является наиболее перспективным для применения для защиты изделий, одновременно подвергающихся механическому изнашиванию и коррозионному воздействию.

8. Предложена и подтверждена концепция повышения коррозионной защиты изделий путем применения покрытий с чередованием слоев с большими и меньшими электродными потенциалами, разработана и опробована методика осаждения таких покрытий, в том числе – включающих слои меди и никеля. Образцы с адгезионным субслоем Cr-Cu-Cr и Cr-Ni-Cr имеет скорость коррозии, соответственно, в 3,4 и 2,0 раза ниже, чем у образца с адгезионным слоем Cr (без слоев Cu или Ni), что свидетельствует о положительном эффекте от введения слоев металлов с менее отрицательным электродным потенциалом.

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНЫ В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ

Публикации в журналах, входящих в перечень ВАК

1. Верещака А.А., Федоров С.В., Сотова Е.С., Макаревич К.М., Шмаков И.М., **Потапов П.Ю.** Повышение износостойкости деталей из титановых сплавов путем осаждения на их рабочие поверхности покрытий DLC // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2025. – № 2 (73). – С. 36–47.

2. Верещака А.А., Бубликов Ю.И., Шмаков И.М., Сотова Е.С., **Потапов П.Ю.** Особенности ионной очистки и термоактивации поверхности твердосплавного субстрата перед осаждением износостойких покрытий // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2025. – № 3 (74). – С. 41–55.

3. Верещака А.А., Сотова Е.С., Макаревич К.М., **Потапов П.Ю.**, Боровик Т.Н., Потапов Ю.П. Применение покрытия на основе нитрида ванадия для повышения износостойкости изделий из нержавеющей стали // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2025. – № 4 (75). – С. 17–38.

4. Верещака А.А., Шмаков И.М., Боровик Т.Н., **Потапов П.Ю.**, Мустафаев Э.С., Фасхутдинов А.И., Сульдяйкина У.А., Перетягин П.Ю. Особенности процесса очистки и термоактивации поверхности деталей из титанового сплава плазмой тлеющего разряда при осаждении модифицирующих покрытий // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2025. – № 4 (75). – С. 79–92.

5. Верещака А.А., Сотова Е.С., **Потапов П.Ю.**, Шмаков И.М., Боровик Т.Н. Особенности осаждения нитридных PVD покрытий на детали из алюминиевых сплавов // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2026. – № 2 (77). – С. 20–36.

6. **Потапов П.Ю.**, Верещака А.А., Жилинский В.В. Повышение коррозионной стойкости изделий из нержавеющей стали путем осаждения на их поверхности модифицирующих покрытий, включающих материалы с положительным и отрицательным электродным потенциалом, при рационально подобранных параметрах процесса осаждения // Вестник МГТУ «СТАНКИН». – 2026. – № 3 (78). – С. 8–24.

Публикации в журналах, цитируемых Scopus и Web of Science

7. Grigoriev S., Volosova M., Zhylinski V., Sotova C., Milovich F., Seleznev A., Pianka H., Makarevich K., **Potapov P.,** Vereschaka A. Increasing the Corrosion Resistance of Austenitic Stainless Steel Products by Depositing Vanadium Nitride-Based Coatings on Their Surface // Journal of Composites Science. – 2025. – V. 9. – Art. No 498.

8. Grigoriev S., Volosova M., Sotova C., Milovich F., Seleznev A., Makarevich K., **Potapov P.,** Vereschaka A. Increasing the Wear Resistance of Stainless Steel Products by Depositing Modifying Coatings Based on Zirconium Nitride with the Addition of Niobium, Hafnium, and Titanium // Journal of Manufacturing and Materials Processing. – 2025. – V. 9. – Art. No 316.

9. Grigoriev S., **Potapov P.**, Zhylinski V., Matys U., Sotova C., Milovich F., Eganova E., Borovik T., Vereschaka A. Improving the Performance Properties of Stainless Steel Products by Depositing Modifying Coatings Containing Layers of Copper, Chromium and Zirconium // Technologies. – 2026. – V. 14. – Art. No 594.

Другие публикации

10. Верещака А.А., **Потапов П.Ю.** Применение покрытий на основе систем ZrN, NbN И HfN для повышения коррозионной стойкости изделий из нержавеющей стали // Материалы 53-й Международной научно-технической конференции М34 молодых ученых, аспирантов и студентов, посвященные 70-летию Института нефти и газа; 27-28 марта 2026 г., ФГБОУ ВО УГНТУ, г. Октябрьский. – Уфа: УГНТУ, 2026. – 1057 с.

11. Верещака А.А., Бубликов Ю.И., Шмаков И.М., Боровик Т.Н., **Потапов П.Ю.** Применение метода тлеющего разряда в полом катоде для очистки и термоактивации поверхности при осаждении износостойких нитридных покрытий на образцы из нержавеющей стали // Адаптивные материалы и покрытия для высокотехнологичных отраслей промышленности: коллективная монография / Под ред. д.т.н., проф. С.Н. Григорьева. – М.: ФГАОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН», 2025. – 183 с.

Научное издание

Потапов Павел Юрьевич

Повышение эксплуатационных свойств изделий машиностроения путем осаждения вакуумно-плазменных покрытий со специальным адгезионным субслоем рационального состава и структуры

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук