

УДК 533.9

Формирование прочного микрорельефа на поверхности Ni—Cr-сплава при взаимодействии с микроплазменными разрядами

*В. А. Иванов, М. Е. Коньжеев, А. М. Спирин,
А. А. Дорофеев, Т. И. Камолова*

Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН, Москва, Россия

Л. И. Куксенова, В. Г. Лаптева

Институт машиноведения им. А. А. Благонравова РАН, Москва, Россия

Р. Х. Залавутдинов

Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН, Москва, Россия

Проведены экспериментальные исследования сильного локального взаимодействия микроплазменных разрядов с металлическими никелево-хромистыми (Ni—Cr) сплавами. Измерены пороговые значения электронной плотности и температуры импульсной плазмы (генерируемой плазменным инжектором), необходимые для устойчивого возбуждения микроплазменных разрядов на поверхности образцов из Ni—Cr-сплавов. Установлено, что в результате обработки этих образцов последовательностью импульсных микроплазменных разрядов в приповерхностном слое образцов формируется переплавленная область, характеризующаяся сильно модифицированными физико-химическими свойствами материала. Триботехнические измерения показали, что микротвердость и износостойкость приповерхностного слоя образцов, обработанных микроплазменными разрядами, существенно улучшаются: их значения возрастают в несколько раз по сравнению с исходным состоянием никелево-хромистого сплава. Кроме того, после микроплазменной обработки поверхность Ni—Cr-образцов становится более шероховатой, что улучшает поверхностное

сцепление (адгезию) образцов с различными материалами (керамика, пластмасса, пластик и др.) при создании прочных композитных структур.

В настоящее время для промышленной обработки металлических изделий различного назначения используются лучевые, пучковые, термомеханические и плазменные методы [1]. При этом наиболее общими требованиями к современным методам обработки металлов являются:

универсальность, эффективность и относительная простота используемого метода;

высокая технологичность метода с учетом экономических затрат на создание и обслуживание промышленных установок в соответствии с действующими стандартами;

перспективность метода с точки зрения возможности создания новых и улучшения имеющихся физико-химических свойств обработанных металлических изделий (повышение механической прочности, износостойкости, коррозионной стойкости и др.).

В современных методах обработки металлов используются такие эффективные источники концентрированной энергии как плазма, лазеры, пучки заряженных частиц. В России и технологически развитых странах существуют экспериментальные и промышленные методы и установки, использующие для упрочнения и закалки металлов мощное лазерное излучение, электронные и ионные пучки. В силу фундаментальных физических причин лазерные методы имеют низкую энергетическую эффективность. При их использовании энергетические затраты значительно превосходят десятки киловатт-часов сетевой электроэнергии на квадратный сантиметр обработанной поверхности изделия. Необходимость использования сложных технических устройств для фокусировки и сканирования лазерного излучения и потоков заряженных частиц по поверхности обрабатываемых изделий требует значительных материальных затрат и привлечения высококвалифицированного персонала. Кроме того, использование лазеров или пучков частиц для обработки металлических изделий со сложной формой поверхности наталкивается на непреодолимые трудности, так как для таких изделий практически невозможно реализовать оптимальный режим однородной обработки поверхности.

В отличие от лазерного излучения и пучков заряженных частиц использование плазмы во многих случаях может быть значительно экономнее с точки зрения энергетических затрат, так как эффективность преобразования сетевой электроэнергии в энергию плазменного потока достигает 80 %. В настоящее время плазма широко используется в технологиях нанесения покрытий различного назначения. Наиболее распространенными источниками плазмы являются стационарные газовые электродуговые плазмотроны с удельными потоками мощности около одного киловатта на квадратный сантиметр поверхности обрабатываемого изделия. Такие высокие плотности мощности потоков плазмы позволяют создавать покрытия путем нагрева и ускорения дисперсных частиц напыляемого материала плазменной струей и осаждения ускоренных частиц на поверхность обрабатываемого изделия. Хотя создаваемые таким

образом пленочные покрытия могут существенно улучшать качество поверхности изделий, структура поверхности “материнского” материала изделий при этом не изменяется, что часто создает проблему слабой адгезии наносимых пленочных покрытий с материалом изделий.

Плазменные методы обработки материалов постоянно развиваются и, оставаясь наиболее дешевыми, технологичными и универсальными (по сравнению с лазерным излучением и пучками заряженных частиц), становятся все более перспективными. Наиболее экономичными видами внешней энергии, используемой для создания, поддержания и управления плазменными потоками, являются энергия сверхвысокочастотного электромагнитного излучения и энергия импульсных электрических полей и токов.

Плазма в силу своей динамичности может полностью охватывать обрабатываемое изделие со всех сторон, что позволяет принципиально решить проблему равномерной и эффективной обработки изделий со сложной формой поверхности [2—5]. Это особенно важно для обработки изделий, применяемых в различных машиностроительных отраслях, а также в медицине, например в ортопедической стоматологии при обработке поверхности зубных протезов. Поскольку электрическое поле в приграничном слое между плазмой и металлом всегда направлено по нормали к поверхности металла, можно предполагать, что воздействие плазмы на поверхность изделия будет достаточно однородным для пространственных областей с характерным микромасштабом, превышающим радиус Дебая в плазме. В зависимости от параметров плазмы эти пространственные масштабы изменяются в интервале значений от долей микрометра до десятков микрометров. Установлено, что сильное локальное взаимодействие плазмы с металлом происходит в результате локализации микроплазменных разрядов на поверхностных микродефектах металла, что приводит к их плавлению и выгоранию. В результате этих процессов существенно повышается прочность металлических изделий [6—8].

Физические причины низкой прочности металлов и сплавов связаны с существованием большой концентрации микротрещин и дефектов в исходном материале металлических изделий, а также с возникновением новых микротрещин в процессе механической обработки и эксплуатации изделий. При приложении к изделиям внешних силовых нагрузок поверхностные механические напряжения концентрируются в окрестностях микротрещин и дефектов. При превышении определенных критических значений эти напряжения вызывают усиленный рост микротрещин и приводят к разрушению изделий. Снижение концентрации микротрещин и дефектов в приповерхностных слоях металлических изделий приводит к повышению порога разрушения изделий, увеличению их прочности и износостойкости. Кроме того, при низкой концентрации микротрещин и дефектов существенно затрудняется проникновение агрессивных жидкостей и газов в глубь объема метал-

лов, что обуславливает повышение их коррозионной стойкости.

Существующие в настоящее время в России и за рубежом технологические установки (лазерные, электронно-лучевые, ионно-пучковые) способны выполнять лишь отдельные операции по обработке металлических изделий, обладающих простейшими геометрическими формами плоскости или цилиндра. В противоположность этому одним из авторов данной работы была предложена универсальная плазменная технология обработки металлов и сплавов [9], которая строится на новых принципах возбуждения импульсных микроплазменных разрядов, способных упрочнять поверхность металлических изделий практически с любой сложной формой поверхности.

Основными фундаментальными и прикладными проблемами взаимодействия микроплазменных разрядов с металлами и сплавами являются:

- определение и исследование главных физических критериев и соответствующих им пороговых величин, характеризующих основные закономерности взаимодействия микроплазменных разрядов с металлами и сплавами;
- исследование физических механизмов нелинейных процессов локализации микроплазменных разрядов, которые приводят к сильному взаимодействию плотной плазмы с металлами и сплавами в локальных областях на их поверхности;
- изучение взаимосвязи плазменных, энергетических, радиационных, электронных и оптических процессов в микроплазменных разрядах, определяющих сильное локальное взаимодействие этих разрядов с металлами и сплавами;
- разработка гидродинамической модели для описания процесса возникновения сильного электрического поля в плазме вблизи поверхности металла, покрытого диэлектрической пленкой;
- исследование физических процессов возникновения, поддержания и эволюции импульсных микроплазменных разрядов на поверхности металлов и сплавов, определяющих возможности существенного изменения различных свойств приповерхностного слоя металлических изделий;
- изучение физико-химических, топологических и структурных изменений в приповерхностном слое металлов и сплавов в результате их взаимодействия с микроплазменными разрядами;
- разработка физических и технических основ микроплазменной технологии упрочнения приповерхностного слоя металлов и сплавов.

В данной работе предложенный в [9] метод микроплазменной обработки использовался для эффективного формирования микрорельефа на поверхности металлических никелево-хромистых Ni—Cr-сплавов, применяемых в медицине, имея в виду следующие основные цели:

- исследовать возможность применения микроплазменного метода для формирования прочного микрорельефа на поверхности никелево-хромистых сплавов (эти сплавы входят в состав металлокерамических

изделий, которые используются в ортопедической медицине);

- сравнить эффективность применения микроплазменного метода и традиционного термомеханического (пескоструйного) метода создания микрорельефа на поверхности никелево-хромистых сплавов;
- измерить пороговые значения параметров плазмы, определяющие устойчивое возбуждение и поддержание импульсных микроплазменных разрядов на поверхности никелево-хромистых сплавов;
- исследовать процессы движения микроплазменных разрядов на поверхности никелево-хромистых сплавов в вакууме в зависимости от состояния поверхности;
- изучить свойства микрорельефа, образующегося в приповерхностном слое никелево-хромистого сплава при его взаимодействии с импульсными микроплазменными разрядами различной длительности;
- исследовать металлофизические и триботехнические характеристики образцов из никелево-хромистого сплава в результате воздействия микроплазменных разрядов;
- изучить топологические и физико-химические свойства приповерхностного слоя, образующегося на металлических образцах из никелево-хромистого сплава в результате воздействия микроплазменных разрядов.

Экспериментальные установки и методы исследований

Измерение характеристик плазмы, необходимых для устойчивого возбуждения микроплазменных разрядов, изучение временных характеристик возбуждения и поддержания микроплазменных разрядов на поверхности металлов проводились в ИОФ РАН на установке "Сфера". Изучение свойств поверхности металлических образцов, обработанных микроплазменными разрядами (включая металлофизические и триботехнические характеристики поверхности образцов), выполнялось на специализированных стендах с помощью аппаратуры и методов, разработанных в ИМАШ РАН. Исследование физико-химического состава приповерхностного слоя металлических сплавов было проведено на установке Comebah в ИХФ РАН по характеристическим рентгеновским спектрам, возбуждаемым электронным пучком при его воздействии на образец.

Описание экспериментальной установки "Сфера"

Экспериментальная установка "Сфера" (рис. 1) предназначена для возбуждения и поддержания импульсных микроплазменных разрядов на поверхности образцов из металлов и сплавов. Эксперименты проводили в непрерывно откачиваемой вакуумной камере, в которой находились плазменный инжектор, оборудование для крепления и перемещения металлических образцов, часть системы диагностики плазменных и электрических параметров разрядов.

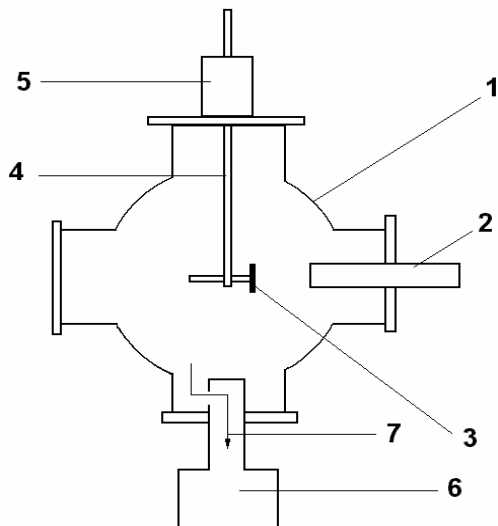


Рис. 1. Схема экспериментальной установки "Сфера":

- 1 — вакуумная камера; 2 — плазменный инжектор;
- 3 — образец из металлического сплава; 4 — держатель образца; 5 — вакуумный манипулятор для крепления и перемещения образца в камере; 6 — вакуумный насос;
- 7 — направление потока откачиваемого воздуха

Вакуумная часть установки состоит из сферической вакуумной камеры диаметром 50 см и системы обеспечения и измерения вакуумных условий. В состав системы обеспечения вакуума входят форвакуумный насос и вакуумная магистраль с необходимыми дополнительными устройствами. Система измерения остаточного давления воздуха в вакуумной системе установки "Сфера" состоит из термодатчика типа ПМТ-4М и вакуумметра ВИТ-2М. Остаточное давление воздуха в вакуумной камере поддерживалось на уровне 0,01—0,05 Торр за счет непрерывной откачки форвакуумным насосом.

Два вакуумных манипулятора перемещений [10] использовались для крепления диагностического плазменного зонда и держателя образцов. Один манипулятор перемещений использовался для крепления и перемещения внутри вакуумной камеры плазменного зонда, предназначенного для измерения параметров плазмы на различных расстояниях от плазменного инжектора в различные моменты времени, другой — для крепления держателя образцов. С помощью последнего можно было перемещать образцы внутри плазменного облака, создаваемого плазменным инжектором в вакуумной камере. Это давало возможность изменять концентрацию плазмы вблизи поверхности металлических образцов и находить оптимальные условия для возбуждения микроплазменных разрядов на поверхности образцов, состоящих из различных металлов и сплавов (покрытых различными диэлектрическими пленками).

В экспериментах использовались металлические образцы из никелево-хромистого (Ni—Cr) сплава с составом: Ni — 62 %, Cr — 25 %, Mo — 10 %, остальное — 3 % (НХДЕНТ NL, производится в России). Выбор таких металлических сплавов обусловлен их широким применением в медицине, в частности в ортопедической стоматологии. Шлифованные образцы с шероховатостью ~1 мкм имели форму параллелепипеда 4×4×12 мм. Образцы предварительно выдерживались на воздухе

при температуре 950 °С в течение 5 мин. В результате такой термообработки на поверхности образцов возникал оксидный слой толщиной в несколько микронов. Выбор Ni—Cr-сплава и заданной термообработки был обусловлен тем, что этот сплав и такая технология его приготовления применяются в ортопедической стоматологии при изготовлении металлокерамических изделий.

Плазменный инжектор коаксиального типа с водяным охлаждением создавал импульсный поток плазмы в результате импульсного высоковольтного электрического разряда (электрическое напряжение 7 кВ, электрический ток 1,5 кА, длительность знакопеременного импульса 20 мкс), возникающего в приповерхностном слое диэлектрика. В качестве плазмообразующего диэлектрического материала в инжекторе использовался полиметилметакрилат (органическое стекло), при этом основным ионным компонентом плазмы являлись ионы водорода (90—80 %) и ионы углерода (10—20 %), а доля более тяжелых ионов составляла менее 1 % [11]. Параметры плазмы измерялись одно-, двух- и трехэлектродными электрическими зондами Ленгмюра [12—14]. При взаимодействии плазменного облака, создаваемого коаксиальным инжектором, с металлическим образцом на поверхности образца возникали и развивались многочисленные микроплазменные разряды (рис. 2). Система электропитания установки "Сфера" (рис. 3) обеспечивала работу коаксиального плазменного инжектора и поддержание импульсных микроплазменных разрядов с необходимыми параметрами электрического тока и длительности.



Рис. 2. Фотография плазмы коаксиального инжектора и микроплазменных разрядов

Поток плазмы из коаксиального инжектора (справа) возбуждает микроплазменные разряды на образце (который зажат между винтом и скобой) и на держателе (слева). Диаметр коаксиального инжектора 30 мм, размеры образца 4×4×12 мм

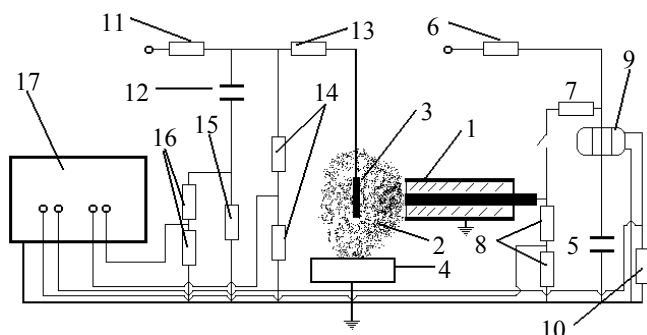


Рис. 3. Электрическая схема установки "Сфера":

- 1 — плазменный инжектор; 2 — плазма; 3 — металлический образец; 4 — стенка вакуумной камеры; 5 — емкостный накопитель плазменного инжектора; 6 — зарядное сопротивление; 7 — разрядное сопротивление; 8 — делитель напряжения; 9 — пояс Роговского; 10 — сопротивление нагрузки пояса Роговского; 11 — зарядное сопротивление; 12 — емкостный накопитель электрической схемы питания микроплазменных разрядов; 13 — разрядное сопротивление; 14 — делитель напряжения; 15 — токовый шунт; 16 — делитель напряжения измерителя тока микроплазменных разрядов; 17 — осциллограф Tektonix TDS3014

Методы измерения характеристик плазмы

В ходе экспериментов измерение параметров плазмы проводилось с помощью системы одно-, двух- и трехэлектродного ленгмюровских зондов, подключенных к диагностическому блоку. Диагностический блок, приспособленный для работы с ленгмюровскими зондами в импульсном режиме, был создан специально для измерений параметров плазмы и электрических токов на установке "Сфера". Диагностический блок при подключении зондовой системы позволял проводить измерения температуры, концентрации, электрического потенциала и вольтамперных характеристик плазмы. Зонды Ленгмюра, укрепленные на вакуумном манипуляторе, могли перемещаться внутри вакуумной камеры.

Методика исследования механических свойств металлических образцов

Микротвердость образцов измеряли на приборе ПМТ-3 (ГОСТ 9450—60) при нагрузках на индентор 200, 100, 50 и 20 г (время выдержки 15 с). При каждой нагрузке проводилось 7—10 измерений диагонали отпечатков индентора, нанесенных на одну из граней каждого образца. Глубину отпечатка H или среднюю толщину исследуемого слоя металла оценивали по формуле $H = D/(2 \times \text{tg}68^\circ) = D/(2 \times 4,95)$, где D — диагональ отпечатка.

Микрорельеф поверхности образцов оценивали на профилографе-профилометре (модель 201). Запись профилограмм производилась при вертикальном увеличении $\times 2000$ и горизонтальном увеличении $\times 200$. С помощью профилограмм измерялись максимальные значения высоты шероховатости (H_{\max}) и величины механического износа образцов при триботехнических испытаниях.

Методика триботехнических испытаний образцов

Триботехнические испытания исследуемых образцов проводились в лабораторных условиях на восьмипозиционной машине трения с возвратно-поступательным движением сопряженных образцов. Средняя скорость относительного скольжения образцов 0,19 м/с. Максимальная нагрузка на образцы составляла 1250 Н. В качестве смазочного материала применялся солидол.

Образец из испытуемого материала устанавливали на машине трения неподвижно, к нему прикладывалась нагрузка, и относительно него реверсивно передвигался контрообразец. Контр-образец изготовляли из стали 20 с цементацией и последующей закалкой до твердости HRC 60. Перед испытаниями обеспечивалось полное прилегание рабочей поверхности образца к поверхности контрообразца.

Для определения сравнительных износостойких и антифрикционных характеристик материалов пары трения (образец—контрообразец) испытания проводили при ступенчато повышаемых давлениях: 0,2; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 6; 7 МПа и т. д. в течение 30 мин при давлении 0,2 МПа и далее — в течение 1 ч при каждом из последующих давлений до достижения предельно допустимых значений, при которых происходили задиры, катастрофический износ, резкое повышение силы трения или износ рельефа. Рабочие поверхности смазывали солидолом перед каждым новым испытанием. После окончания всего цикла испытаний образец вынимали из держателя машины трения, промывали в бензине и просушивали. Затем с помощью профилографа-профилометра производилась регистрация профилограммы рабочей поверхности образца.

Кроме того, в процессе испытаний на машине трения (при ступенчато повышаемых давлениях на образец) были проведены также измерения значений силы трения между поверхностями образца и контрообразца. Измерения производились с помощью тензометрической системы, состоящей из упругой балки с укрепленными на ней тензометрическими датчиками, усилителя "Топаз-4", цифрового микровольтметра Щ-1314. По значениям силы трения определялись значения коэффициентов трения.

Полученные данные о микрорельефе и о коэффициентах трения Ni—Cr-образцов (прошедших обработку последовательностью микроплазменных разрядов в целях упрочнения) сравнивались с характеристиками контрольных Ni—Cr-образцов, прошедших двухступенчатую термомеханическую обработку: термическую (нагревание на воздухе до 950 °С в течение 5 мин) и механическую (пескоструйную). При пескоструйной обработке образца в результате его взаимодействия с воздушным потоком, содержащим твердые микрочастицы окислов алюминия или кремния с характерным размером 10—20 мкм, на поверхности металла формировался микрорельеф. Такая стандартная термомеханическая обработка металлов применяется в стоматологии для формирования микрорельефа высотой 1—3 мкм на металлических изделиях перед нанесением на

их поверхность керамики, при этом площадь поверхности сцепления керамики и металла несколько увеличивается, а микротвердость металла снижается в результате предварительного высокотемпературного отжига.

Методы изучения топологии и физико-химических свойств приповерхностных слоев, образующихся на металлах и сплавах в результате взаимодействия с микроплазменными разрядами

Изучение топологии и физико-химических свойств приповерхностных слоев, образующихся на Ni—Cr-образцах в результате взаимодействия с микроплазменными разрядами, проводилось с помощью диагностического комплекса Somebaх, сопряженного с растровым электронным микроскопом. Комплекс Somebaх является многофункциональным устройством, предназначенным для определения физико-химического состава приповерхностного слоя вещества с помощью рентгенофлуоресцентного анализа и для получения микрофотографий поверхности образцов с помощью растрового электронного микроскопа.

Для Ni—Cr-образцов, подвергшихся микроплазменной обработке, были сделаны микрофотографии их поверхности при увеличениях $\times 200$, $\times 400$ и $\times 800$, а также проведен анализ атомарного состава приповерхностного слоя образцов на основании сбора информации с нескольких характерных локальных областей, характеризующихся площадью поверхности 50×50 мкм и глубиной слоя до 1 мкм.

Экспериментальные результаты

Исследование параметров плазмы и падения напряжения при возбуждении микроплазменных разрядов на поверхности металлических образцов

В результате импульсного высоковольтного пробоя диэлектрика (полиметилметакрилат) внутри плазменного инжектора на его выходе формировался импульсный поток водородно-углеродной плазмы, при этом скорость распространения фронта плазмы составляла $1 \cdot 10^7$ —

$5 \cdot 10^6$ см/с [15]. С помощью зондов Ленгмюра были проведены измерения вольтамперных характеристик плазмы, по которым проведен расчет концентрации и электронной температуры плазмы. Измерения вольтамперных характеристик плазмы проводились в различных точках вакуумного объема, что позволило получить данные о пространственном распределении плазмы. Величина электронной концентрации в центре вакуумной камеры достигала $5 \cdot 10^{11}$ см⁻³, характерная длительность спадающего во времени импульсного потока плазмы составляла около 20 мкс. Электронная температура плазмы находилась в интервале значений 1—10 эВ: вблизи переднего фронта импульса плазмы (в

течение первых 1—2 мкс) температура электронов была близка к значению 10 эВ, вблизи заднего фронта импульса плазмы (в течение последних 15—20 мкс) температура электронов составляла уже около 1 эВ. При движении от центра камеры к плазменному инжектору плотность плазмы возрастала приблизительно обратно пропорционально квадрату расстояния от торца плазменного инжектора. На расстоянии около 3 см от торца, где размещались исследуемые образцы Ni—Cr сплава, величина плотности плазмы находилась в интервале значений от $5 \cdot 10^{12}$ до $1 \cdot 10^{13}$ см⁻³. При этом возбуждение микроплазменных разрядов на образцах происходило с вероятностью, близкой к 100 %.

Делитель напряжения, встроенный в блок питания микроплазменных разрядов, позволял измерять падение напряжения на металлическом образце в течение импульса. Величина падения напряжения на стадии протекания тока достигала значения 50 В, которое в 2,5—3 раза превосходило величину стандартного падения напряжения в разряде вакуумной дуги (15—20 В) [16].

При взаимодействии импульсного потока плазмы инжектора с металлическими образцами на их поверхности возбуждались микроплазменные разряды [4, 5]. Эти разряды инициировались в местах разрыва диэлектрической оксидной пленки на поверхности образцов или на границе оксидной пленки и металла [17]. Инициирование микроплазменных разрядов происходило в результате возникновения разности потенциалов между поверхностью оксидной пленки и металлом, величина которой была достаточно высока для электрического пробоя по поверхности пленки и инициирования плавления металла в местах локализации микроплазменных разрядов. Вследствие интенсивного локального плавления металла в течение времени развития микроплазменных разрядов, а затем (после окончания воздействия плазмы) вследствие быстрого остывания расплавленных областей металла из-за высокой теплопроводности и быстрого отвода тепла от поверхности в глубь объема металла, в локальных приповерхностных областях исследуемых образцов наблюдалось образование как одиночных микрократеров, так и их скоплений. В результате многократно повторяющихся циклических процессов быстрого плавления и остывания локальных участков приповерхностного слоя образцов за 7—14 импульсов плазмы инжектора на поверхности образцов формировался сплошной переплавленный слой, имеющий развитую структуру поверхностного микро рельефа. Микрофотографии исходной поверхности образцов представлены на рис. 4, а образцов после микроплазменной обработки — на рис. 5. Так как площадь поверхности стандартного образца составляла около 2 см², то скорость обработки оценивается как 0,3—15 см²/импульс. Частота следования импульсов в установке с полной средней мощностью около 0,6 кВт достигает 10 Гц, поэтому скорость обработки поверхности сплава составляет 3 см²/с, а энергетические затраты — 200 Дж/см² или около $0,5 \cdot 10^{-4}$ кВт·ч/см² [18].

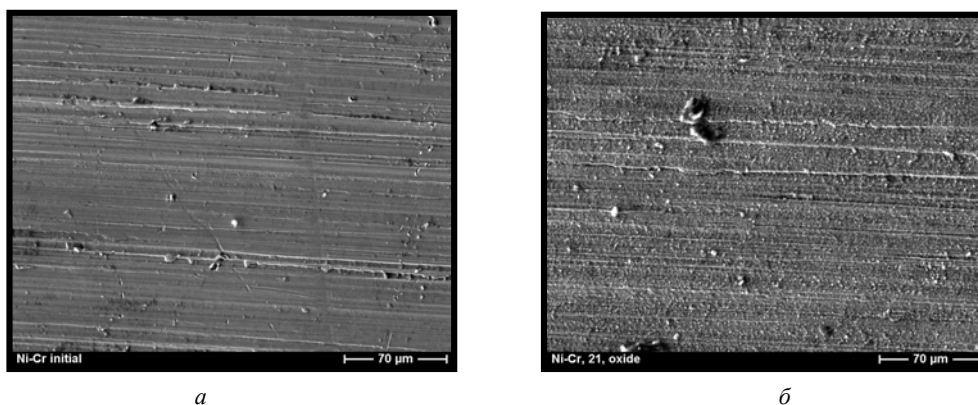


Рис. 4. Микрофотография поверхности исходного образца из Ni—Cr-сплава:
 а — после механической обработки; б — после отжига при 950 °С

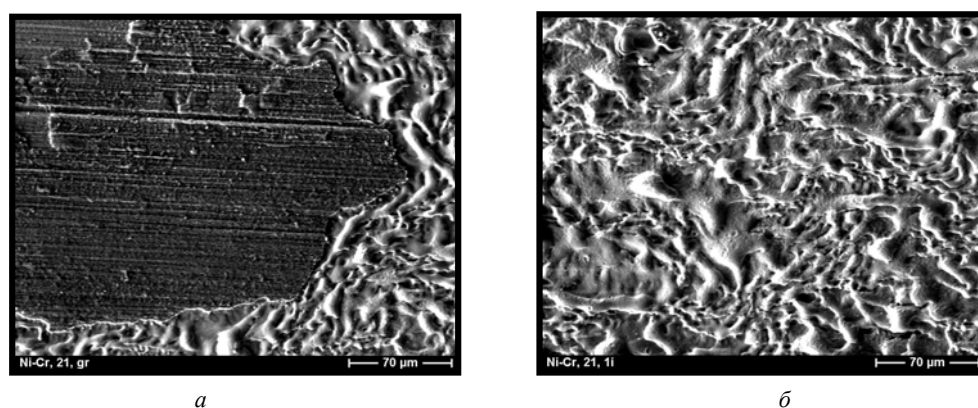


Рис. 5. Микрофотография поверхности образца из Ni—Cr-сплава:
 а — пограничных (исходной и обработанной плазмой) областей; б — после многократной микроплазменной обработки

Изучение топологии приповерхностных слоев, образующихся на металлических никелево-хромистых сплавах в результате воздействия микроплазменных разрядов

Микрофотографии рельефа поверхности Ni—Cr-образцов (как исходных, так и обработанных микроплазменными разрядами) были получены с помощью растрового электронного микроскопа. На микрофотографиях исходных образцов (см. рис. 4, а) видны следы предварительной механической обработки их поверхности. Горизонтальные полосы возникают в результате шлифовки образцов на механическом станке при его поступательно-возвратном движении. Отдельные микрочастицы на поверхности образцов, размер которых не превышает 5—10 мкм, представляют собой внедренные в поверхность микрочастицы шлифовального материала и частицы исходного металлического сплава. Характерный масштаб рельефа составляет 1—2 мкм и имеет ярко выраженную направленность, обусловленную механической обработкой. Предварительная термическая обработка — отжиг при температуре 950 °С — не оказывает серьезного влияния на рельеф поверхности исходных Ni—Cr-образцов (см. рис. 4, б).

На рис. 5, а приведена микрофотография поверхности Ni—Cr-образца, полученная в результате возбуждения на нем единичного импульсного микроплазменного разряда. При этом поверхность Ni—Cr-образца

обрабатывалась плазмой не полностью, а частично. На микрофотографии хорошо видна четкая граница между исходной (необработанной) частью поверхности и модифицированной (обработанной микроплазменным разрядом) частью поверхности с характерным поверхностным рельефом.

Процесс дальнейшей плазменной обработки Ni—Cr-образца с помощью последовательности повторяющихся импульсных микроплазменных разрядов (вплоть до прекращения инициирования микроплазменных разрядов) приводил к полному переплавлению приповерхностного слоя Ni—Cr-образца и образованию характерного рельефа на всей его поверхности (см. рис. 5, б).

Исследования физико-химического состава приповерхностных слоев Ni—Cr-сплава

Проведенные исследования физико-химического состава показали незначительные изменения процентного содержания химических элементов, содержащихся в приповерхностном слое (глубиной до 1 мкм) Ni—Cr-образцов после микроплазменной обработки. В таблице приведены экспериментальные данные атомарного состава поверхности эталонных Ni—Cr-образцов, а также Ni—Cr-образцов, прошедших микроплазменную обработку при различных значениях стартового

тока ($i = 200 \text{ А}$, $4 \times i$, $8 \times i$). Эталонные образцы представляли собой параллелепипеды стандартных размеров ($4 \times 4 \times 12 \text{ мм}$) из Ni—Cr-сплава, которые прошли стандартную термомеханическую обработку, принятую в

ортопедической стоматологии: отжиг при температуре $950 \text{ }^\circ\text{C}$ и последующую механическую пескоструйную обработку в потоке чистого кварцевого песка.

Физико-химический состав поверхности образцов из Ni—Cr-сплава

Образец, режим	Элемент	Атомы, %	Масса, %	Погрешность, %	Средневзвешенное значение
Ni—Cr, Эталон	Si	2,97	1,42	0,05	1,42
	Cr	26,36	23,30	0,49	23,30
	Fe	0,94	0,90	0,27	0,90
	Ni	62,14	62,02	1,41	62,02
	Mo	7,59	12,38	0,28	12,38
Ni—Cr, $1 \times i$	Si	2,34	1,12	0,15	1,12
	Cr	22,67	20,14	0,49	20,14
	Fe	1,54	1,47	0,29	1,47
	Ni	67,83	68,05	1,53	68,05
	Mo	5,62	9,21	0,26	9,21
Ni—Cr, $4 \times i$	Si	3,20	1,54	0,05	1,54
	Cr	23,08	20,51	0,50	20,51
	Fe	1,32	1,26	0,29	1,26
	Ni	66,07	66,31	1,53	66,31
	Mo	6,32	10,37	0,27	10,37
Ni—Cr, $8 \times i$	Si	3,51	1,70	0,5	1,70
	Cr	24,26	21,75	0,48	21,75
	Fe	1,63	1,57	0,28	1,57
	Ni	65,12	65,92	1,43	65,92
	Mo	5,48	9,06	0,24	9,06

В колонке "Погрешность" указано значение погрешности математической модели обработки данных. Более точная реализация расчетов невозможна из-за наличия на исследуемой поверхности развитого рельефа.

Наличие на поверхности образцов соединений с кремнием (например карбидов кремния) можно объяснить загрязнениями, привнесенными извне на поверхность образцов (осажденные на поверхность пары масла на основе кремний-органических соединений из системы вакуумной откачки), и возможностью протекания последующих химических реакций между кремнием и Ni—Cr-сплавом при термическом нагреве образца.

На диаграммах атомарного состава приповерхностного слоя Ni—Cr-образцов (эталонных, термически окисленных на воздухе, подвергшихся пескоструйной и микроплазменной обработке) указаны зарегистрированные химические элементы и соответствующие им типы линий излучения. С помощью полученных диаграмм можно определить относительное содержание каждого из имеющихся химических элементов в приповерхностном слое Ni—Cr-сплава. На основании анализа этих данных можно заключить, что микроплазменная обработка образцов не вносит существенных изменений в основной компонентный состав приповерхностного слоя сплава и заметно снижает содержание ионов кислорода в приповерхностном слое сплава — наиболее вероятно, часть ионов кислорода переходит в состав оксидов компонентов сплава.

Таким образом, сравнительные исследования физико-химического (атомарного) состава приповерхностных слоев Ni—Cr-образцов, прошедших термомехани-

ческую и плазменную обработку, а также исходных (шлифованных) образцов и подвергшихся отжигу (окисленным) образцов металлических никелево-хромистых сплавов, позволяют утверждать:

- микроплазменная обработка не приводит к изменению химического состава материала образцов по сравнению с исходными образцами, не подвергавшимися обработке;
- воздействие микроплазменных разрядов на хромистые сплавы существенно снижает концентрацию примесей (оксидов, карбидов, силицидов) на поверхности образцов. Поверхность сплава после плазменной обработки обладает достаточной степенью чистоты, исключающей необходимость дополнительной химической очистки.

Изучение прочностных свойств приповерхностного слоя металлических образцов, обработанных микроплазменными разрядами

Исследование шероховатости (микрорельефа) поверхности образцов

Исходные образцы из Ni—Cr-сплава имели слабо выраженный микрорельеф, возникший в результате предварительной обработки (шлифовки) образцов. Измеренная высота микрорельефа на профилографе—профилометре составляла величину $H_{\max m} = 2\text{—}3 \text{ мкм}$.

После микроплазменной обработки металлического Ni—Cr-сплава в режиме 1 (температура отжига $T \approx 600 \text{ }^\circ\text{C}$, стартовый ток разряда $i = 200 \text{ А}$) на поверхности образуется микрорельеф,

имеющий малые значения высот ($H_{\max m} = 4,5$ мкм). Отличия характеристик микрорельефа для различных граней составляли 50 %.

Микроплазменная обработка в режиме 2 (температура отжига $T = 950$ °С, стартовый ток разряда $2 \times i = 400$ А) приводила к увеличению средней высоты рельефа от $H_{\max m} = 4,5$ мкм в режиме 1 до $H_{\max m} = 9$ мкм в режиме 2. Отличия характеристик микрорельефа для различных граней составляли 50 %.

Микроплазменная обработка в режиме 3 (температура отжига $T = 950$ °С, стартовый ток разряда $4 \times i = 800$ А) приводила к возникновению микрорельефа с высотой $H_{\max m} = 18$ мкм. Отличия характеристик микрорельефа для различных граней составляли 50 %.

Рельеф поверхности образцов после пескоструйной обработки характеризовался средней высотой микрорельефа $H_{\max m} = 5$ мкм на всех обработанных гранях.

Измерение микротвердости образцов

Микротвердость приповерхностных слоев металлического Ni—Cr-сплава измерялась вплоть до глубины 7 мкм. Для эталонного образца из Ni—Cr-сплава для приповерхностных слоев толщиной от 1 до 7 мкм величина микротвердости изменялась в пределах $H_v = 258—477$ кг/мм².

Микроплазменная обработка дает измеренные значения микротвердости образцов из Ni—Cr-сплава в следующих интервалах значений: 460—421 кг/мм² (для режима 1), 798—451 кг/мм² (для режима 2) и 358—307 кг/мм² (для режима 3).

На основе полученных данных можно заключить, что пескоструйная обработка эталонных образцов существенно снижает микротвердость приповерхностного слоя Ni—Cr-сплава на глубине 1—3 мкм от исходного значения 477 кг/мм² до значений 258—340 кг/мм². В противоположность этому микроплазменная обработка Ni—Cr-образцов в режиме 2 характеризуется значительным увеличением микротвердости приповерхностного слоя Ni—Cr-сплава на глубине 1—3 мкм от исходного значения 451 кг/мм² до значений 798—650 кг/мм².

Исследование износостойкости образцов и определение предельных давлений при износе

Проведенные на машине трения исследования образцов показали, что микроплазменная обработка заметно влияет на износостойкость образцов и существенно изменяет величину предельного давления, которое могут выдерживать образцы.

Для образцов из металлического Ni—Cr-сплава микроплазменная обработка со стартовым током разряда 200 А (режим 1) приводила к увеличению средней износостойкости образцов в 2 раза по сравнению с эталонным образцом из Ni—Cr-сплава. Микроплазменная обработка образцов в режимах 2 и 3 (соответствующие стартовые токи разрядов составляли 400 и 800 А) приводила к заметному уменьшению (до двух раз) стойко-

сти к износу образцов по сравнению с износостойкостью эталонного образца.

Существенным параметром, определяющим характеристики поверхностного слоя образцов, является величина предельного давления, при превышении которой наступает стадия катастрофического износа поверхности. Для эталонного образца предельное давление составляет 4 МПа. Для обработанных микроплазменными разрядами образцов из Ni—Cr-сплава (режим 1) средняя величина предельного давления превышает 8 МПа, что в 2 раза больше соответствующей величины для эталонного образца. Для обработанных микроплазменными разрядами образцов из Ni—Cr-сплава (режим 2) средняя величина предельного давления превышает 7 МПа, что также почти в 2 раза превышает соответствующую величину для эталонного образца. Для обработанных микроплазменными разрядами образцов из Ni—Cr-сплава (режим 3) средняя величина предельного давления достигает 11 МПа, что почти в 3 раза превышает соответствующее значение для эталонного образца.

Таким образом, в результате экспериментальных исследований установлено, что при взаимодействии импульсного потока однородной плазмы с металлическими образцами из Ni—Cr-сплава на их поверхности — в разрывах оксидной пленки — возбуждались микроплазменные разряды. Проведены измерения пороговых значений параметров плазмы, которые определяют устойчивое возбуждение и поддержание импульсных микроплазменных разрядов на поверхности Ni—Cr-сплавов. В местах локализации этих разрядов происходили плавление приповерхностного слоя металла и выгорание оксидной пленки. В процессе движения микроплазменных разрядов по поверхности образцов в результате многократного повторения процессов локального плавления и остывания приповерхностного слоя металла в течение ≈ 10 импульсов плазмы на поверхности образцов формировался сплошной переплавленный слой, имеющий развитую структуру микрорельефа (шероховатость). Показано, что воздействие микроплазменных разрядов на Ni—Cr-сплавы существенно снижает концентрацию примесей (оксидов, карбидов, силицидов) на поверхности образцов. Шероховатость поверхности обработанных плазмой образцов составляла 5—18 мкм, что в 2—4 раза превосходило высоту рельефа контрольных образцов, прошедших стандартную термомеханическую (пескоструйную) обработку. Микротвердость поверхности обработанных плазмой образцов достигала 450 кг/мм² и оставалась почти постоянной в слое толщиной до 7 мкм. Для контрольных образцов, прошедших термомеханическую обработку, значение микротвердости на поверхности составляло всего 250 кг/мм² и нарастало в глубь объема образцов до значения 450 кг/мм² (на глубине 7 мкм). Триботехнические измерения прошедших микроплазменную обработку образцов показали увеличение их стойкости к изнашиванию в среднем в 2 раза и рост предельно допустимого давления в 4 раза по сравнению с контрольными образцами, про-

шедшими стандартную термомеханическую обработку. Установлено также, что на поверхности образцов из Ni—Cr-сплава после микроплазменной обработки формируется высокопрочный микрорельеф высотой до 18 мкм. Образование микрорельефа на поверхности Ni—Cr-сплава происходит со скоростью, достигающей значения $3 \text{ см}^2/\text{с}$, и характеризуется при этом энергозатратами $0,5 \cdot 10^{-4} \text{ кВт} \cdot \text{ч}/\text{см}^2$.

Заключение

Проведены фундаментальные и прикладные исследования сильного локального взаимодействия микроплазменных разрядов с металлическими никелевохромистыми Ni—Cr-сплавами. Изучены возможности применения микроплазменного метода для формирования прочного микрорельефа на поверхности Ni—Cr-сплавов, входящих в состав металлокерамических изделий, которые используются в ортопедической медицине. Исследованы физико-химические, металлофизические и триботехнические свойства микрорельефа, образующегося в приповерхностном слое Ni—Cr-сплавов при взаимодействии с микроплазменными разрядами. Проведено сравнение эффективности применения микроплазменного метода и традиционного термомеханического (пескоструйного) метода создания микрорельефа на поверхности Ni—Cr-сплавов. Разработаны физические и технические основы микроплазменной технологии упрочнения приповерхностного слоя металлов и сплавов.

Авторы выражают благодарность

*С. Н. Сатунину и Е. Ф. Большакову
за помощь в техническом обеспечении работ.*

*Работа выполнена при финансовой поддержке
Российского фонда фундаментальных исследований (проект РФФИ № 06-08-01624-а)
и Московского комитета по науке
и технологиям (проект 1.1.182).*

Л и т е р а т у р а

1. Атаманов М. В., Васильев В. И., Зайцев В. В., Иванов В. А., Карузин О. Н., Плишицев Н. В., Прохоров В. Н., Чащин Н. Е. Новые технологии повышения прочности деталей машин// Автомобильный транспорт. 1995. № 7. С. 31—33.
2. Алдохин В. Н., Батанов В. М., Бережецкая Н. К., Воронцова С. Н., Иванов В. А., Косский И. А., Лазарева И. Ю., Сергейчев К. Ф. Уни-

полярная дуга в горячей плазме СВЧ-разряда// Физика плазмы. 1982. Т. 8. С. 182—188.

3. Aldokhin V. N., Batanov G. M., Berezhetskaya N. K., Vorontsova S. N., Gritsinin S. I., Ivanov V. A., Kossyi I. A., Lazareva I. Y., Sergeichev K. F. Unipolar arc in the hot plasma of a microwave discharge// Soviet Journal of Plasma Physics. 1982. V. 8. №1. P. 103—107.

4. Ivanov V. A., Juttner B., Pursch H., Siemroth P. Initiation and maintenance of unipolar arc discharges by a microsecond pulse plasma// Akademie der Wissenschaften der DDR, Pr. 82—1. Zentralinstitut für Elektronen Physik. 1982. P. 1—33.

5. Ivanov V. A., Juttner B., Pursch H., Siemroth P. Initiation and Sustainment of Unipolar Arc Discharges by a Microsecond Pulse Plasma// Adw DDR Beitrage aus der Plasma Physik B. 23. H.6. 1983. P. 551—560.

6. Иванов В. А., Плишицев Н. В., Прохоров В. Н., Чащин Н. Е. Упрочнение поверхностей деталей автобусов обработкой плазмой СВЧ-разряда// Тез. докладов IV всерос. конф. по модификации свойств конструкционных материалов пучками заряженных частиц. — Томск. 13—17 мая 1996 г. С. 407—409.

7. Иванов В. А. Упрочнение металлов при воздействии плазмы микроволновых разрядов// Тез. докладов XXVI Звенигородской конф. по физике плазмы и УТС. — г. Звенигород. 1999. С. 247.

8. Иванов В. А. Возбуждение микроплазменных разрядов на поверхности металлов с помощью сверхвысокочастотного плазменного факела// Тез. докладов XXVII Звенигородской конф. по физике плазмы и УТС. — г. Звенигород, 2000. С. 243.

9. Иванов В. А. Возбуждение и воздействие микроплазменных разрядов на металлы и сплавы в плазме сверхвысокочастотного факела// Прикладная физика: науч.-техн. журнал, 2001. № 2. С. 5—39.

10. Иванов В. А., Хаваев В. Б. и др. Устройство для ввода объекта в вакуумный объем. А. с. 1648136. Приор. изобр. 25 апреля 1988 г. Рег. 8 февраля 1991 г.

11. Ivanov V. A., Juttner B., Pursch H. Time Resolved Measurements of Arc Cathode Plasma in Vacuum// Proceedings XI International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum. 1984. Berlin, DDR. V. 1. P. 157—160.

12. Ivanov V. A. Triple Probe Method for Characterization of Arc Cathode Plasmas// Akademie der Wissenschaften der DDR, Zentralinstitut für Electronen physic. Pr. 85—1. 1985. P. 1—9.

13. Иванов В. А. Трехэлектродный несимметричный зонд для непрерывного измерения температуры и плотности плазмы// Крат. сообщ. по физике. ФИАН. — М., 1988. С. 33—35.

14. Иванов В. А., Спиринов А. М. Зондовая диагностика плазмы в процессе микроплазменной обработки металлов и сплавов// Матер. III рос. семинара “Современные средства диагностики плазмы и их применение для контроля веществ и окружающей среды”. С. 10—11. Москва, МИФИ, 29—30 ноября 2001 г. — М.: МИФИ, 2001. — 96 с.

15. Ivanov V. A., Juttner B., Pursch H. Expansion of Arc Plasma and its Heating by the Arc Currents// Akademie der Wissenschaften der DDR, Zentralinstitut für Electronen Physik. Pr. 84—6. 1984. P. 1—30.

16. Vacuum Arcs. Theory and Application. Ed. J. M. Lafferty. — New York. 1980.

17. Зимин А. М., Иванов В. А., Ютнер Б. Динамика катодных пятен на поверхности бериллия в дуговом вакуумном разряде// Вопросы атомной науки и техники, серия “Термоядерный синтез”. Изд. РНИЦ “Курчатовский институт”. 2001. Вып. 2. С. 50—57.

18. Иванов В. А., Коньжев М. Е., Спиринов А. М. Формирование микрорельефа на поверхности Ni—Cr-сплава в микроплазменных разрядах// Тез. докладов XXX Звенигородской конф. по физике плазмы и УТС. — М., 2003. С. 204.

Статья поступила в редакцию 18 июля 2006 г.

Modification of a Ni—Cr alloy at interaction with the microplasma discharges

*V. A. Ivanov, M. E. Konizhev, A. M. Spirin, A. A. Dorofeyuk, T. I. Kamolova
Prokhorov's General Physics Institute, Moscow, Russia*

L. I. Kuksenova, V. G. Lapteva

Blagonravov's Institute for Engineering Science, Moscow, Russia

R. Kh. Zalavutdinov

Frumkin's Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry, Moscow, Russia

The experimental examinations of strong local interaction of the microplasma discharges with metal Ni—Cr alloys have been made. The threshold values of electron density and temperatures of a pulse plasma (generated by a plasma injector), which are indispensable for irreversible excitation of the microplasma discharges on a surface of the alloys, was measured.