Вестник Московского авиационного института. 2023. Т. 30. № 2. С. 179–187. Aerospace MAI Journal, 2023, vol. 30, no. 2, pp. 179-187.

# МАШИНОСТРОЕНИЕ И МАШИНОВЕДЕНИЕ

Научная статья УДК 621.7 DOI: 10.34759/vst-2023-2-179-187

# ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ КАТОДОВ-МИШЕНЕЙ ДЛЯ СИНТЕЗА ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ВАКУУМНЫМИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ

Александр Сергеевич Метель<sup>1</sup><sup>™</sup>, Надежда Александровна Сухова<sup>2</sup>, Роман Сергеевич Хмыров<sup>3</sup>, Юрий Олегович Пристинский<sup>4</sup> <sup>1, 2, 3, 4</sup> Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», Москва, Россия <sup>1</sup> a.metel@stankin.ru<sup>™</sup> <sup>2</sup> nad\_suhova@mail.ru <sup>3</sup> r.khmyrov@stankin.ru <sup>4</sup> y.pristinskiy@gmail.com

Аннотация. Приведены результаты экспериментальных исследований по спеканию в плазме искрового разряда высокоэнтропийных катодов-мишеней из порошковой композиции Al–Ti–Zr–V–Cr–Nb на установке KCE-FCT-H-HP-D25-SD (FCT, Германия), подтверждающие возможность их получения данным методом. Исследованы закономерности влияния технологических факторов процесса спекания (температура, давление прессования и время выдержки при достижении максимальной температуры, скорость нагрева) на свойства и структуру высокоэнтропийных катодов. Показано, что структура образцов, спеченных при более высоких температурах, характеризуется большей однородностью, однако при увеличении температуры спекания выше 1000 °C наблюдается незначительное снижение физико-механических свойств образцов катодов-мишеней. Представлен технологический процесс искрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-ми шеней, учитывающий специфические моменты, связанные с особенностями их последующего использования при нанесении композиционных функциональных покрытий вакуумными ионно-плазменными методами. Определены рациональные режимы искрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-мишеней композиции системы  $Al_{20}$ – $Ti_{20}$ – $Zr_{15}$ – $V_{15}$ – $Cr_{15}$ -Nb<sub>15</sub> применительно к установке KCE-FCT-H-HP-D25-SD.

*Ключевые слова:* высокоэнтропийные катоды, искровое плазменное спекание, функциональные покрытия, магнетронное распыление, вакуумное ионно-плазменное осаждение, порошковая композиция

Финансирование: работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, проект № FSFS-2021-0006

Для цитирования: Метель А.С., Сухова Н.А., Хмыров Р.С., Пристинский Ю.О. Технология получения высокоэнтропийных катодов-мишеней для синтеза защитных покрытий вакуумными ионно-плазменными методами // Вестник Московского авиационного института. 2023. Т. 30. № 2. С. С. 179–187. DOI: 10.34759/vst-2023-2-179-187

179

© Метель А.С., Сухова Н.А., Хмыров Р.С., Пристинский Ю.О., 2023

# MACHINE-BUILDING ENGINEERING AND MACHINE SCIENCE

## Original article

# HIGH-ENTROPY TARGET-CATHODES OBTAINING TECHNOLOGY FOR PROTECTING COATINGS SYNTHESIS BY VACUUM ION-PLASMA METHODS

## Aleksandr S. Metel'<sup>1™</sup>, Nadezhda A. Sukhova<sup>2</sup>, Roman S. Khmyrov<sup>3</sup>, Yurii O. Pristinskii<sup>4</sup>

<sup>1, 2, 3, 4</sup> Moscow State University of Technology "STANKIN",

Moscow, Russia

<sup>1</sup>a.metel@stankin.ru<sup>™</sup>

<sup>2</sup>nad\_suhova@mail.ru

<sup>3</sup>r.khmyrov@stankin.ru

<sup>4</sup>y.pristinskiy@gmail.com

## Abstract

The article deals with the up-to-date problem of the aircraft engine parts service life increasing. One of the problem solutions is protective coatings application by methods of plasma flows condensation from low-temperature plasma. The presented work performed the analysis of surface protective layers creation for target cathodes for gas-discharging systems employed in practice and the ways of their preparation. The authors proposed employing high-entropic target cathodes obtained by spark plasma sintering to generate plasma in electric arc and magnetron sources. Technological process of spark plasma sintering high-entropic target cathodes for protective coatings synthesis incorporating five stages was developed. These stages are powder composition preparation, pilot experiment, sintering of high-entropic target cathodes, post-sintering process.

Technological process of high-entropy cathode-target synthesis of the  $Al_{20}$ - $Ti_{20}$ - $Zr_{15}$ - $V_{15}$ - $Cr_{15}$ - $Nb_{15}$  system composition with reference to the KCE-FCT-HP-D25-SD facility was realized, with account for specific aspects related to the features of the of a multi-component mixed plasma flow generation ensuring, being generated by vacuum-arc and magnetron discharge in the vapor high-entropy target cathode for uniform coating deposition of the given composition. The samples with the diameter of 20 mm and height of 3 mm were obtained to perform preliminary studies, assess the powder composition elements compatibility. The samples of 80 mm diameter and 8 mm height were obtained for studying physical and mechanical properties and assessing the target cathodes performance characteristics.

The results of energy dispersive microanalysis of target cathode samples obtained by spark plasma sintering of powder composition Al-Ti-Zr-V-Cr-Nb revealed the presence of all components of the initial powder composition, which confirms the possibility of obtaining high-entropy target cathodes by the said method.

Regularities of sintering technological modes effect (temperature, extrusion pressure, holding time at maximum temperature reaching and heating rate) on the target cathodes properties and structure were determined. Dependences of the physical and mechanical properties of high-entropic cathodes on the technological modes of the spark plasma sintering process were revealed. With sintering temperature increasing from 600 to 1000°C, an increase in hardness and electrical conductivity is being observed, and further sintering temperature increase does not lead to a significant change in the controlled parameters, and the values of hardness herewith correlate with the values of electrical conductivity. The sintering temperature effect on the structure of high-entropy sintered target cathodes samples was determined in the course of the performed experimental study. The article demonstrates that the structure of the samples sintered at the higher temperatures is characterized by higher homogeneity.

Modes of spark plasma sintering of the Al20-Ti20-Zr15-V15-Cr15-Nb15 system composition of the high-entropic cathode-target with reference to KCE-FCT-H-HP-D25-SD installation were determined based of the conducted studies.

The results of the conducted experiments confirmed the perspective of spark plasma sintering application for producing high-entropy target cathodes for the protective coatings synthesis on the aircraft engine parts, but further studies on the the geometry and configuration of the powder particles effect on the composition and properties of sintered high-entropy target cathodes are required.

*Keywords:* high entropy cathodes, spark plasma sintering, functional coatings, magnetron sputtering, vacuum ion-plasma deposition, powder composition

*Funding*: the work was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, project No. FSFS-2021-0006

*For citation:* Metel' A.S., Sukhova N.A., Khmyrov R.S., Pristinskii Yu.O. High-Entropy Target-Cathodes Obtaining Technology for Protecting Coatings Synthesis by Vacuum Ion-Plasma Methods. *Aerospace MAI Journal*, 2023, vol. 30, no. 2, pp. 179-187. DOI: 10.34759/vst-2023-2-179-187

## Введение

Авиадвигателестроение сегодня – одна из наиболее сложных и высокотехнологичных отраслей машиностроения. Производство современных авиационных двигателей (АД) базируется на поиске технологических подходов, позволяющих существенно повысить ресурс элементов, узлов и деталей создаваемых АД. Улучшение эксплуатационных характеристик современных авиационных двигателей неразрывно связано с использованием новых материалов с более высокой рабочей температурой и удельной прочностью, а также нового поколения функциональных покрытий, работающих в условиях агрессивного воздействия газовой среды, циклических режимов нагружения, высокотемпературного износа. В этой связи идет активный поиск технических и технологических решений по способам синтеза защитных и упрочняющих покрытий на детали авиадвигателя, по их составу и архитектуре [1-7].

К числу наиболее перспективных технологий синтеза защитных покрытий относятся методы конденсации плазменных потоков из низкотемпературной плазмы, позволяющие получать покрытия с повышенными физико-механическими свойствами из практически любых тугоплавких химических соединений с высокой адгезией к материалу подложки [3–6, 8–11]. Возможности варьирования архитектурой, составом и элементами покрытия в пределах технологического цикла обеспечиваются широким спектром материалов и сплавов используемых катодов-мишеней для генерации низкотемпературной плазмы [5, 12–16]. Катоды-мишени, используемые в практике получения защитных покрытий вакуумными ионно-плазменными методами, представлены в табл. 1.

В последние годы специалисты и исследователи работают над вопросом о возможности применения высокоэнтропийных сплавов в качестве катодовмишеней, используемых газоразрядными системами для формирования многокомпонентных покрытий на их основе [1-5, 15-20]. Большинство исследований высокоэнтропийных сплавов сосредоточено на двух направлениях: изучение влияния количества и содержания элементов, составляющих высокоэнтропийный сплав, на их характеристики и области возможного применения [2-6, 16-18], а также изучение и разработка методов получения высокоэнтропийных сплавов [1, 7-13, 19]. В то же время такому направлению исследований, как развитие технологий синтеза покрытий из высокоэнтропийных катодов-мишеней, их использованию в качестве коррозионностойких, жаростойких, высокопрочных износостойких поверхностных слоев уделяется недостаточное внимание.

В сложившихся условиях производства высокоэнтропийные покрытия можно получить вакуумным ионно-плазменным осаждением или магнетронным распыленим из многокомпонентной плазмы двумя способами: путем использования мультикомпонентного катода-мишени из высокоэнтропийного сплава или использования системы катодов различного элементного состава (метод совмещенных пучков). Анализ исследований этого вопроса отечественных и зарубежных школ показал, что использование системы катодов не обеспечивает равномерного осаждения покрытия заданного состава по причине неоднородности элементного состава плазмы, а также из-за сложности в реализации и синхронизации одновременной генерации низкотемпературной плазмы нескольких источников; кроме того, данный метод предполагает использование более сложного технического оборудования.

Интерес к покрытиям на основе высокоэнтропийных сплавов вызван их уникальными свойствами: высокая твердость, прочность, износостойкость, термостабильность [5, 10–14]. В то же время свойства синтезируемых покрытий такого типа напрямую зависят от их элементного состава и технологии нанесения, что требует проведения научных исследований как в направлении поиска рационального состава высокоэнтропийного покрытия, так и в направлении технологии их синтеза, а также разработки технологии получения высокоэнтропийных катодов-мишеней, позволяющих формировать защитные многокомпонентные покрытия.

Основным способом получения высокоэнтропийных материалов является литье в комбинации с различными методами плавления. Однако, как показывает анализ исследований в области порошковой металлургии, интересные результаты получаются при применении методов спекания порошков для получения высокоэнтропийных материалов, среди которых можно выделить искровое плазменное спекание. Метод характеризуется высокой эффективностью, которая обеспечивается высоким уровнем технологических (надежность, стабильность, управляемость технологического процесса) и технико-экономических (экономичность потребления производственных ресурсов) показателей технологического процесса и качества спеченных материалов (высокие физикомеханические свойства, максимальная плотность, мелкозернистая структура, равномерность спекания как однородных, так и разнородных материалов). Кроме того, искровое плазменное спекание позволяет получать разнообразные по составу многокомпонентные сплавы, которые трудно или практически невозможно получить другими методами, использовать порошковые композиции, содержащие компоненты, значительно различающиеся по температуре плавления и состоящие из частиц порошка разной формы и гранулометрического состава. В то же время искровое плазменное спекание представляет собой сложный многофакторный процесс, протекание которого еще недостаточно изучено, а вопрос условий формирования и состава спекаемых высокоэнтропийных катодов-мишеней, позволяющих получить защитные многокомпонентные покрытия данным методом, требует экспериментального исследования.

Целью работы является разработка технологии электроискрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-мишеней для ионно-плазменного нанесения защитных покрытий.

Таблица 1

#### Катоды, используемые газоразрядными системами для генерации низкотемпературной плазмы при синтезе покрытий

Состав	Метод получения катода	Синтезируемое покрытие	Свойства синтезированного покрытия							
Одноэлементные (на основе соединений одного тугоплавкого металла)										
На основе Ті	<ul> <li>Индукционная плавка</li> <li>СВС-метод</li> <li>Литье в вакууме</li> </ul>	TiN, TiC	Износостойкость и коррозионная стойкость, повышенная твердость							
Ha основе Zr	<ul> <li>Индукционная плавка</li> <li>СВС-метод</li> <li>Литье в вакууме</li> </ul>	ZrN, ZrC	Износо-, коррозионная и эрозионная стойкость, высокие антифрикционные свойства							
Ha основе Cr	<ul> <li>– Горячее изостатическое прессование</li> <li>– Горячее прессование–экструзия</li> </ul>	CrN, CrC	Высокая твердость, износостойкость и термостойкость, термостабильность, устойчивость к воздействию кислот, устойчивость к щелочной среде							
Многоэлементные										
(на основе соединений двух или более тугоплавких металлов)										
Ti–Si	– СВС-метод	Ti-Si-N	Высокая износостойкость и твердость, упругость, низкий коэффициент трения							
Ti-Si-Al	— Индукционная плавка	TiSiAlN	Износостойкость и жаропрочность, высокая тепло- проводность и теплозащитные свойства							
Ti-Al	<ul> <li>СВС-метод</li> <li>Точение из слитков электронно-лучевого переплава материалов</li> <li>Прокат</li> </ul>	Ti-Al-N	Стойкость к окислению при высоких температу рах, износостойкость, термостойкость, низкий коэффициент теплопроводности							
Cr-Al	– СВС-метод – Прокат	Cr-Al-N	Высокая твердость, износостойкость, пластичность, термостойкость							
Многокомпонентные (на основе смесей двух или более соединений одного металла)										
На основе Ті	<ul><li>– Литье в вакууме</li><li>– Прокат</li></ul>	TiCN	Эрозионно- и износостойкость, высокая твердос и прочность, низкий коэффициент трения							
Ha основе Zr	<ul> <li>– Литье в вакууме</li> <li>– Прокат</li> </ul>	ZrCN	Стойкость к износу и коррозии, высокая ударна вязкость							
На основе Cr	– Горячее изостатическое прессование	CrCN	Износостойкость и коррозионная стойкость							
Композиционные (на основе соединений двух или более соединений двух или более металлов)										
Ti-Al	<ul> <li>Прокат</li> <li>Точение из слитков электронно-лучевого переплава материалов</li> </ul>	TiAlCN	Теплостойкость, износостойкость, стойкость к окислению							
Ti-AlSi	– Прокат и СВС-метод (AlSi)	nACRo (AlTiN/SiN)	Высокая твердость, износостойкость, эластичность покрытия							
Cr - AlSi	– Прутки и – CBC-метод (AlSi)	nACRo (AlCrN/SiN)	Высокая твердость, износостойкость, эластичность покрытия							

#### Методы и материалы

Экспериментальные исследования по спеканию высокоэнтропийных катодов-мишеней выполнялись на установке КСЕ-FCT-H-HP-D25-SD (FCT, Германия), рис. 1.

Данная установка позволят получать образцы (диаметр спеченного образца до 80 мм) из металлических, керамических материалов, твердых сплавов с максимальной температурой спекания до 2200°С и максимальным усилием до 250 кН. Гранулометрический состав порошкового материала определялся с использованием оптического микроскопа Olympus BX51 WI (Япония). Плотность спеченных образцов рассчитывалась гидростатическим методом согласно ГОСТ 20018-74 «Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности» с помощью лабораторных аналитических весов РА64С (Ohaus, США). Электропроводность спеченных образцов определялась фазовым вихретоковым методом с использованием прибора



Рис. 1. Установка искрового плазменного спекания КСЕ-FCT-H-HP-D25-SD: *a* – схема установки; *б* – пресс-форма для получения образцов диаметром 20 мм; *в* – пресс-форма для получения образцов диаметром 80 мм

Fischer SIGMASCOPE (Helmut Fischer GmbH+Co. KG, Германия). Исследование твердости образцов проводилось с помощью твердомера Wilson Rockwell серии 574 (Германия). Микроструктура спеченных образцов исследовалась на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Phenom ProX (Нидерланды). Фазовый состав исследовали с помощью дифрактометра настольного рентгеновского Дифрей-401к (Россия), оснащенного встроенным программным обеспечением Difract.

В качестве исходных порошковых компонентов для электроискрового спекания высокоэнтропийных образцов катодов-мишеней были выбраны Al, Ti, Zr, V, Cr, Nb с соотношением компонентов: 20, 20, 15, 15, 15, 15 ат.% (соответственно).

При анализе и выборе порошковых элементов электроискрового спекания катодов-мишеней для

синтеза защитных покрытий руководствовались следующими принципами:

 – совместимость элементов (правила Юм–Розери для твердых растворов замещения);

 – взаимосвязь элементов порошковой композиции
 со свойствами обрабатываемой детали с покрытием,
 синтезированным из плазмы, генерируемой источником с высокоэнтропийным катодом;

 возможность дальнейшего использования спеченных высокоэнтропийных катодов для эффективной реализации процесса осаждения покрытий в условиях генерации дугового или магнетронного разряда.

#### Результаты и их обсуждение

Для получения высокоэнтропийных катодов-мишеней методом искрового плазменного спекания, используемых в дальнейшем с целью синтеза защитных покрытий, был разработан технологический процесс, условно разбитый на пять стадий (рис. 2).

Начальная стадия включает операции по подготовке порошковой композиции и исследованию гранулометрического состава и размера частиц полученной порошковой композиции на предмет однородности размерного распределения частиц порошка. На второй стадии проводится сборка пресс-формы и подпрессовка порошковой навески в матрице; третья стадия — поиск рациональных режимов процесса. В качестве исходных параметров, варьируемых и контролируемых, используются: температура процесса (T, °C); давление прессования при достижении максимальной температуры (F, кH); скорость нагрева (V, °C/мин); время выдержки при достижении максимальной температуры  $(\tau, мин)$ .

Подбор режимов искрового плазменного спекания производится по критерию получения максимальной плотности образцов относительно теоретической и обеспечения равномерности распределения элементов по поверхности и в объеме образца катода-мишени. *Четвертая стадия* предусматривает процесс консолидации порошка в соответствии с установленными рациональными режимами на стадии пробного эксперимента; *пятая стадия* включает в себя операции по распрессовке, выемке спеченного образца и проведению обдироч-



Рис. 2. Схема технологического процесса искрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-мишеней

ной операции с целью удаления графитовой фольги с поверхности спеченного образца.

На основе разработанной схемы технологического процесса (рис. 2) был реализован технологический процесс синтеза высокоэнтропийных катодов-мишеней композиции системы Al<sub>20</sub>-Ti<sub>20</sub>- Zr<sub>15</sub>-V<sub>15</sub>-Cr<sub>15</sub>-Nb<sub>15</sub> применительно к установке КСЕ-FСТ-H-HP-D25-SD (рис. 3). При этом использовались два типа пресс-форм: диаметром 20 мм – для проведения предварительных исследований, оценки совместимости элементов порошковой композиции, получения заготовок для катодов-мишеней

Получение порошковой смеси высокоэнтропийного сплава	
1. Распаковка тары с порошком в вытяжном шкафу.	
2. Взвешивание порошков.	
Весы аналитические лабораторные РА64С (Ohaus, США).	
<ol> <li>Сухое смешивание порошков в планетарной мельнице с целью получения одно</li> </ol>	ородной
по составу шихты.	
Планетарная мельница, прооолжительность смешивания 24 часа. 1 Сушка порошков в вакуумном сушильном шкафу	
. Сушка порошков в вакуумпом сушильном шкафу. Шкаф сушильный вакуумпом VO 400 (Memmert, Германия), продолжительность су	чики 24 часа
при температуре 70°С.	
5. Просев порошков.	
Анализатор ситовой ВП-30 (Вибротехник).	
<ol> <li>Исследование гранулометрического состава и формы частиц.</li> </ol>	
Оптический микроскоп Оlympus BXS1 W1.	
Подготовка к спеканию	
I. Сборка пресс-формы.	
2. Подпрессовка порошковой навески в матрице.	MT
Ручной гиоравлический пресс 3851 Manual Bench I OP 12 (Carver, США), оавление 80	MIIa
Оля матрицы онаметром 20 мм, 40 мти оля матрицы онаметром 00 мм.	
Прооный эксперимент	
<ol> <li>Установка запрессованной пресс-формы в камере установки по искровому п. преканию.</li> </ol>	лазменному
VCT2HORKA KCE-FCT-H-HP-D25-SD (FCT Германия)	
2. Ввод исходных данных для автоматизированной реализации процесса спекания (врем	иявыдержки
и давление прессования при достижении максимальной температуры, скорост	ь нагрева).
3. Запуск процесса.	
<ol> <li>Процесс консолидации порошка.</li> </ol>	
. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом.	
<ul> <li>Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки</li> </ul>	и.
<ol> <li>Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца и удаление графитово</li> <li>в полотической спечение с образие</li> </ol>	и фольги
с поверхностей спеченного образца.	
Система илифования-нолирования теднити-зо. 8 Сушка образнов	
Шкаф сушильный вакуумный VO 400 (Memmert, Германия).	
продолжительность сушки — 1 час при температуре 80° С.	
<ol> <li>Исследование структуры и физико-механических свойств спеченных образцов</li> </ol>	1
катодов-мишеней.	
Весы аналитические лабораторные РА64С (Ohaus, США), сканирующий электрон	ный
микроскоп (СЭМ) Phenom ProX (Нидерланды).	
10. Подбор рациональных режимов искрового плазменного спекания по критери	ям полу-
ения максимальной плотности образцов катодов-мишеней относительно теор	ретической
равномерности распределения элементов по поверхности, отсутствие крупных	включении.
Процесс спекания	
. Проверка работоспособности всех систем установки (система охлаждения, вак	уумная
гиправлическая система)	
2. Вывол установки на рабочий режим.	
3. Герметизация установки.	
4. Проведение процесса искрового плазменного спекания в соответствии с выбра	нными
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента.	
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом.	
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания	
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки	и.
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки 2. Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца.	и.
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки 2. Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца. 3. Обдирочная операция (удаление графитовой фольги с поверхности спеченного	и. о образца).
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки 2. Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца. 3. Обдирочная операция (удаление графитовой фольти с поверхности спеченного <i>Система шлифования-полирования Tegramin-30</i> .	и. Э образца).
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки 2. Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца. 3. Обдирочная операция (удаление графитовой фольги с поверхности спеченного <i>Система шлифования-полирования Tegramin-30.</i> 4. Сушка.	и. о образца).
рациональными режимами на стадии пробного эксперимента. 5. Охлаждение установки и пресс-формы с образцом. Пост-процесс спекания 1. Извлечение графитовой пресс-формы с образцом из рабочей камеры установки 2. Распрессовка пресс-формы, выемка спеченного образца. 3. Обдирочная операция (удаление графитовой фольги с поверхности спеченного <i>Система шлифования-полирования Tegramin-30.</i> 4. Сушка. Шкаф сушильный вакуумный VO 400 (Memmert, Германия),	и. Э образца).

Рис. 3. Технологический процесс искрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-мишеней композиции системы Al<sub>20</sub>-Ti<sub>20</sub>-Zr<sub>15</sub>-V<sub>15</sub>-Cr<sub>15</sub>-Nb<sub>15</sub>

малого диаметра; диаметром 80 мм — для исследования физико-механических свойств, оценки эксплуатационных характеристик катодов-мишеней.

Исследование полученной порошковой композиции на предмет однородности размерного распределения частиц показало, что средний размер частиц варьируется от 3,35 мкм до 237,77 мкм. Выявленная неоднородность гранулометрического состава считается допустимой для процесса электроискрового спекания.

В результате пробного эксперимента были получены образцы диаметром 20мм и 80 мм, толщиной 3 мм и 8 мм соответственно. Для определения рациональных режимов SPS высокоэнтропийных катодов-мишеней образцы диаметром 20 мм спекались при T = 600-1200°C,  $\tau = 1$  мин, V = 100°C/мин, F = 80 кН. Образцы диаметром 80 мм спекались при T°C = 800–1000°C,  $\tau = 3$  мин, V = 50°C /мин, F = 100 кН.

По результатам проведенных исследований установлено: для композиции системы  $Al_{20}$ - $Ti_{20}$ - $Zr_{15}$ - $V_{15}$ - $Cr_{15}$ - $Nb_{15}$  (образцы диаметром 20 мм) увеличение температуры спекания от 600 до 1200°С ведет к росту относительной плотности, при этом в диапазоне от 600 до 1000°С наблюдается рост твердости и электропроводности, а дальнейшее увеличение температуры спекания не приводит к заметному изменению контролируемых параметров, при этом значения твердости (табл. 2); для образцов диаметром 80 мм увеличение температуры спекания от 800 до 1000°С ведет к росту твердости и электропроводности.

С целью установления закономерностей влияния технологических режимов процесса спекания на свойства образцов высокоэнтропийных катодов-мишеней с различным содержанием компонентов были проведены исследования фазового состава и микроструктуры. Энергодисперсионный микроанализ спеченных образцов катодов-мишеней композиции системы Al20-Ti<sub>20</sub>-Zr<sub>15</sub>-V<sub>15</sub>-Cr<sub>15</sub>-Nb<sub>15</sub> при температуре 1200°С показал наличие всех компонентов исходной порошковой композиции. Концентрация элементов в спеченных образцах не соответствует концентрации исходной порошковой композиции - в поверхностном слое материала катода-мишени преобладает титан и хром (рис. 4), что может быть связано с неоднородностью гранулометрического состава приготовленной порошковой смеси и требует дальнейших исследований влияния геометрии и конфигурации частиц порошка



A.S. Metel, N.A. Sukhova, R.S. Khmyrov, Yu.O. Pristinskii

Рис. 4. Элементный состав спеченных образцов катодов-мишеней

на состав и свойства спекаемых высокоэнтропийных катодов-мишеней.

Анализ микроструктуры образцов композиции системы  $Al_{20}$ - $Ti_{20}$ - $Zr_{15}$ - $V_{15}$ - $Cr_{15}$ - $Nb_{15}$ , спеченных при температуре 700°С и 1200°С, показал, что при температуре 700°С наблюдается недопекание композиции, тогда как повышение температуры спекания до 1200°С обеспечивает формирование более однородной структуры (рис. 5).

Рентгенофазовый анализ подтвердил результаты структурных исследований.

#### Выводы

Одним из способов решения проблемы повышения ресурса деталей АД является нанесение защитных высокоэнтропийных покрытий. Вопросы возможности получения высокоэнтропийных катодов-мишеней для генерации плазмы в электродуговых и магнетронных источниках методом искрового плазменного спекания на сегодняшний день изучены не в полной мере.

В ходе выполнения работы был разработан и реализован технологический процесс искрового плазменного спекания высокоэнтропийных катодов-мишеней для синтеза защитных покрытий, включающий пять стадий: подготовка порошковой композиции; под-



Рис. 5. Структура спечённых образцов катодов-мишеней при температуре спекания 700°С (*a*) и 1200°С (*б*)

Таблица 2

Физико-механические свойства спеченных образцов катодов-мишеней композиции системы Al<sub>20</sub>-Ti<sub>20</sub>-Zr<sub>15</sub>-V<sub>15</sub>-Cr<sub>15</sub>-Nb<sub>15</sub>

Свойства спеченных образцов		Температура спекания, °С							
		700	900	1000	1100	1200			
Плотность, %		86	92,26	96,4	98,7	99,5			
Твердость по Бринеллю HB, $d = 5_{MM}$ , F = 250 кгс (поверхность образца)		104,6	150	139	116	114			
Электропроводность, MS/м		1,0	1,5	1,7	1,6	0,9			

готовка к спеканию; пробный эксперимент; спекание высокоэнтропийных катодов-мишеней; постпроцесс спекания. Разработанный технологический процесс учитывает специфические моменты, связанные с особенностями обеспечения генерации потока многокомпонентной смешанной плазмы, генерируемой вакуумно-дуговым и магнетронным разрядом в парах высокоэнтропийного катода-мишени для равномерного осаждения покрытия заданного состава.

Кроме того, по результатам проведенного исследования экспериментально установлено влияние температуры спекания на структуру и свойства спеченных образцов высокоэнтропийных катодов мишеней; показано, что структура образцов, спеченных при более высоких температурах, характеризуется большей однородностью. Также были выявлены зависимости физико-механических свойств высокоэнтропийных катодов от технологических режимов процесса искрового плазменного спекания. При увеличении температуры спекания от 600 до 1000°С наблюдается рост твердости и электропроводности, а дальнейшее увеличение температуры спекания не приводит к заметному изменению контролируемых параметров, при этом значения твердости коррелируют со значениями электропроводности.

Результаты проведенных экспериментов подтвердили перспективность использования искрового плазменного спекания для получения высокоэнтропийных катодов-мишеней для синтеза защитных покрытий на деталях авиационных двигателей.

#### Список источников

- Lewin E. Multi-component and high-entropy nitride coatings A promising field in need of a novel approach // Journal of Applied Physics. 2020. Vol. 127. No. 16: 160901. DOI: 10.1063/1.5144154
- Shun T.T., Hung W.J. Effects of Cr Content on Microstructure and Mechanical Properties of AlCoCr x FeNi High-Entropy Alloy // Advances in Materials Science and Engineering, 2018. Vol. 1. pp. 1-7. DOI: 10.1155/2018/5826467
- Гельчинский Б.Р., Балякин И.А., Ильиных Н.И. и др. Анализ вероятности получения высокоэнтропийных сплавов в системах Ti-Zr-Hf-V-Nb, Gd-Ti-Zr-Nb-Al и Zr-Hf-V-Nb-Ni//Физическая мезомеханика. 2021. Т. 24. № 4. С. 83–89.
- Sharma A. High Entropy Alloy Coatings and Technology // Coatings. 2021. Vol. 11. No. 4, pp. 372–388. DOI: 10.3390/coatings11040372
- Liang Y.H., Li C.L., Hsueh C.H. Effects of Nb Addition on Microstructures and Mechanical Properties of Nbx-CoCrFeMnNi High Entropy Alloy Films // Coatings. 2021. Vol. 11. No. 4, pp. 1539–1550. DOI: 10.3390/coatings11121539
- Метель А.С., Григорьев С.Н., Мельник Ю.А., Панин В.В. Заполнение рабочей камеры технологической установки однородной плазмой с помощью стационарного тлеющего разряда // Физика плазмы. 2009. Т. 35. № 12. С. 1140-1149.
- Grigoriev S.N., Gurin V.D., Volosova M.A., Cherkasova N.Y. Development of residual cutting tool life prediction algorithm by processing on CNC machine tool // Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 2013. Vol. 44. No. 9, pp. 790-796. DOI: 10.1002/ mawe.201300068

- Волосова М.А., Григорьев С.Н. Технологические принципы осаждения износостойких нанопокрытий для применения в инструментальном производстве // Упрочняющие технологии и покрытия. 2010. № 6(66). С. 37–42.
- Рогачев А.С. Структура, стабильность и свойства высокоэнтропийных сплавов // Физика металлов и металловедение. 2020. Т. 121. № 8. С. 807–841. DOI: 10.31857/S0015323020080094
- Meghwal A., Anupam A., Murty B. et al. Thermal Spray High-Entropy Alloy Coatings: A Review // Journal of Thermal Spray Technology. 2020. Vol. 29. No. 11, pp. 857–893. DOI: 10.1007/s11666-020-01047-0
- Батаева З.Б., Руктуев А.А., Иванов И.В. и др. Обзор исследований сплавов, разработанных на основе энтропийного подхода // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2021. № 2. С. 116–146. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146
- Grigoriev S.N., Migranov M.Sh., Shekhtman S.R. et al. Sensor Information Processing in the Control of Quality Parameters of Functional Coatings of Products Deposited by Vacuum-Arc Spraying // SPIE Future Sensing Technologies. 2021. Vol. 11914. DOI: 10.1117/12.2605753
- Мигранов М.Ш., Шехтман С.Р., Сухова Н.А., Гусев А.С. Износоустойчивые комплексы инструментального назначения для эксплуатации в условиях повышенной теплосиловой нагрузки // Вестник Московского авиационного института. 2022. Т. 29. № 3. С. 211–219. DOI: 10.34759/vst-2022-3-211-219
- Ismagilova L.A., Suhova N.A. Control of manufacturing aircraft gasturbine engines labor intensity at the early stages of design // 2nd International Conference on Industrial Engineering (19–20 May 2016; Chelyabinsk). Series "Procedia Engineering". 2016. Vol. 150, pp. 849-853. DOI: 10.1016/j.proeng.2016.07.133
- Shekhtman S.R., Sukhova N.A. Producing multilayer composites based on metal-carbon by vacuum ion-plasma method // 23rd International Conference on Vacuum Technique and Technology (7–9 June 2016; St. Petersburg, Russia). Journal of Physics: Conference Series. 2016. Vol. 729. No. 1: 012010. DOI: 10.1088/1742-6596/729/1/012010
- Shekhtman S.R., Migranov M.Sh. Influence of ion bombardment of a substrate on the quality of vacuum-plasma Ti-TiN coatings // 24th International Conference on Vacuum Technique and Technology (6–8 June 2017; St. Petersburg, Russian Federation). Journal of Physics: Conference Series. 2017. Vol. 872. No. 1: 012025. DOI: 10.1088/1742-6596/872/1/012025
- 17. *Мигранов М.Ш., Шехтман С.Р., Мигранов А.М.* Триботехнические характеристики режущего инструмента с ионно-модифицированной поверхностью // Сборка в машиностроении, приборостроении. 2019. № 10. С. 464–469.
- 18. Олейник М.А., Балякин А.В., Скуратов Д.Л., Петров И.Н., Мешков А.А. Влияние режимов прямого лазерного выращивания на формообразование одиночных валиков и стенок из жаропрочного сплава ХН50ВМТЮБ // Вестник Московского авиационного института. 2022. Т. 29. № 4. С. 243-255. DOI: 10.34759/vst-2022-4-243-255
- Ушаков И.В., Ошоров А.Д. Микроразрушение многослойного композита на основе аморфно-нанокристаллического металллического сплава // Вестник Московского авиационного института. 2022. Т. 29. № 3. С. 246-252. DOI: 10.34759/vst-2022-3-246-252
- Vereschaka A.S., Grigoriev S.N., Sotova E.S., Vereschaka A.A. Improving the efficiency of the cutting tools made of mixed ceramics by applying modifying nano-scale multilayered coatings // Advanced

Materials Research. 2013. Vols. 712-715, pp. 391-394. DOI: 10.4028/ www.scientific.net/AMR.712-715.391

21. *Migranov M.Sh., Shekhtman S.R., Migranov A.M.* Influence of ionic modification of high-speed steel surface on tribological characteristics

## References

- Lewin E. Multi-component and high-entropy nitride coatings—A promising field in need of a novel approach. *Journal of Applied Physics*, 2020, vol. 127, no. 16: 160901. DOI: 10.1063/1.5144154
- Shun T.T., Hung W.J. Effects of Cr Content on Microstructure and Mechanical Properties of AlCoCr x FeNi High-Entropy Alloy. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2018, vol. 1, pp. 1-7. DOI: 10.1155/2018/5826467
- Gel'chinskii B.R., Balyakin I.A., Il'inykh N.I. et al. *Fizicheskaya* mezomekhanika, 2021, vol. 24, no. 4, pp. 83–89.
- Sharma A. High Entropy Alloy Coatings and Technology. *Coatings*, 2021, vol. 11, no. 4, pp. 372–388. DOI: 10.3390/coatings11040372
- Liang Y.H., Li C.L., Hsueh C.H. Effects of Nb Addition on Microstructures and Mechanical Properties of Nbx-CoCrFeMnNi High Entropy Alloy Films. *Coatings*, 2021, vol. 11, no. 4, pp. 1539– 1550. DOI: 10.3390/coatings11121539
- Metel' A.S., Grigor'ev S.N., Mel'nik Yu.A., Panin V.V. *Fizika plazmy*, 2009, vol. 35, no. 12, pp. 1140-1149.
- Grigoriev S.N., Gurin V.D., Volosova M.A., Cherkasova N.Y. Development of residual cutting tool life prediction algorithm by processing on CNC machine tool. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2013, vol. 44, no. 9, pp. 790-796. DOI: 10.1002/ mawe.201300068
- Volosova M.A., Grigor'ev S.N. Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya, 2010, no. 6(66), pp. 37-42.
- Rogachev A.S. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2020, vol. 121, no. 8, pp. 807–841. DOI: 10.31857/S0015323020080094
- Meghwal A., Anupam A., Murty B. et al. Thermal Spray High-Entropy Alloy Coatings: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2020, vol. 29, no. 11, pp. 857–893. DOI: 10.1007/s11666-020-01047-0
- Bataeva Z.B., Ruktuev A.A., Ivanov I.V. et al. *Obrabotka metallov* (*tekhnologiya*, *oborudovanie*, *instrumenty*), 2021, no. 2, pp. 116–146. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146
- 12. Grigoriev S.N., Migranov M.Sh., Shekhtman S.R. et al. Sensor Information Processing in the Control of Quality Parameters of Functional Coatings of Products Deposited by Vacuum-Arc Spraying. SPIE Future Sensing Technologies, 2021, vol. 11914. DOI: 10.1117/12.2605753
- 13. Migranov M.S., Shekhtman S.R., Sukhova N.A., Gusev A.S. Wearresistant compexes of instrumental purpose for operation under i

// 26th International Conference on Vacuum Technique and Technology (18–20 June 2019; Saint Petersburg, Russian Federation). Journal of Physics: Conference Series. 2019. Vol. 1313: 012040. DOI:

ncreased thermal-power loading. *Aerospace MAI Journal*, 2022, vol. 29, no 3, pp. 211-219. DOI: 10.34759/vst-2022-3-211-219

10.1088/1742-6596/1313/1/012040

- Ismagilova L.A., Suhova N.A. Control of manufacturing aircraft gas-turbine engines labor intensity at the early stages of design. 2nd International Conference on Industrial Engineering (19–20 May 2016; Chelyabinsk). Series "Procedia Engineering", 2016, vol. 150, pp. 849-853. DOI: 10.1016/j.proeng.2016.07.133
- Shekhtman S.R., Sukhova N.A. Producing multilayer composites based on metal-carbon by vacuum ion-plasma method. 23rd International Conference on Vacuum Technique and Technology (7–9 June 2016; St. Petersburg, Russia). Journal of Physics: Conference Series. 2016, vol. 729, no. 1:012010. DOI: 10.1088/1742-6596/729/1/012010
- 16. Shekhtman S.R., Migranov M.Sh. Influence of ion bombardment of a substrate on the quality of vacuum-plasma Ti-TiN coatings. 24th International Conference on Vacuum Technique and Technology (6–8 June 2017; St. Petersburg, Russian Federation). Journal of Physics: Conference Series. 2017, vol. 872, no. 1: 012025. DOI: 10.1088/1742-6596/872/1/012025
- 17. Migranov M.Sh., Shekhtman S.R., Migranov A.M. Sborka v mashinostroenii, priborostroenii, 2019, no. 10, pp. 464–469.
- Oleinik M.A., Balyakin A.V., Skuratov D.L., Petrov I.N., Meshkov A.A. The effect of direct laser beam energy deposition modes on single rollers and walls shaping from the HN50VMTUB heat resisting alloy. *Aerospace MAI Journal*, 2022, vol. 29, no. 4, pp. 243-255. DOI: 10.34759/vst-2022-4-243-255
- Ushakov I.V., Oshorov A.D. Micro-fracture of multilayer composites based on morphous-nanocrystalline metal alloy. *Aerospace MAI Journal*, 2022, vol. 29, no. 3, pp. 246-252. DOI: 10.34759/vst-2022-3-246-252.
- 20. Vereschaka A.S., Grigoriev S.N., Sotova E.S., Vereschaka A.A. Improving the efficiency of the cutting tools made of mixed ceramics by applying modifying nano-scale multilayered coatings. *Advanced Materials Research*, 2013, vols. 712-715, pp. 391-394. DOI: 10.4028/ www.scientific.net/AMR.712-715.391
- Migranov M.Sh., Shekhtman S.R., Migranov A.M. Influence of ionic modification of high-speed steel surface on tribological characteristics. 26th International Conference on Vacuum Technique and Technology (18–20 June 2019; Saint Petersburg, Russian Federation). Journal of Physics: Conference Series. 2019, vol. 1313: 012040. DOI: 10.1088/1742-6596/1313/1/012040

Статья поступила в редакцию 21.03.2023; одобрена после рецензирования 17.04.2023; принята к публикации 28.04.2023.

The article was submitted on 21.03.2023; approved after reviewing on 17.04.2023; accepted for publication on 28.04.2023.