Marek BETIUK¹ Zbigniew ŁATAŚ²

MODYFIKACJA WEWNĘTRZNYCH POWIERZCHNI LUF MOŹDZIERZA METODĄ MAGNETRONOWĄ

W publikacji przedstawiono wyniki badań technologią próżniowo-plazmową CMS PVD (ang. *Cylindrical Magnetron Sputtering Physical Vapour Deposition*) z wykorzystaniem magnetronu cylindrycznego – liniowego – wewnątrz przewodu lufy. Inspiracją rozpoczęcia badań przy udziale Huty Stalowa Wola jest próba rozwiązania problemu zwiększenia trwałości eksploatacyjnej konstrukcji obciążonych zmiennym polem ciśnienia w warunkach silnego oddziaływania chemicznego. Analizowana technologia może stanowić alternatywę dla bardzo uciążliwych ekologicznie i zdrowotnie technik galwanicznych wytwarzania powłok chromu technicznego. Powierzchniami modyfikowanymi są ściany wewnętrzne rur stalowych ferrytycznych o średnicach od 45 do 100 mm, w tym lufy moździerza 98 mm, udostępnionej przez Hutę Stalowa Wola. W pracy przedstawiono zarys procedury technologicznej wytwarzania powłok TiN, CrN, TiCN na stali lufowej 38HN3MFA.

Słowa kluczowe: magnetron cylindryczny, plazma, lufa, powłoka

1. Wprowadzenie

Prace nad zastosowaniem nowych technologii materiałowych, w tym techniki magnetronowej do modyfikacji powierzchni luf strzeleckich, były prowadzone w Stanach Zjednoczonych w laboratorium firmy Benet. Projekt [1] zakładał rozpoznanie i opracowanie alternatywnych czystszych ekologicznie technologii w stosunku do obecnie stosowanego procesu chromowania galwanicznego powierzchni wewnętrznych luf mało, średnio i wysoko kalibrowych z nowymi materiałami powłokowymi. W ramach projektu analizowano technologie: modyfikacji procesu galwanicznego przez stosowanie niskolotnych związków organicznych eliminujących oddziaływanie środowiskowe Cr⁺⁶ [2], chemiczne i plazmochemiczne procesy CVD, CVD-UV, PA-CVD-rf opierające się na syntezie powłoki Ta [3], platerowanie detonacyjne wkładką rurową ze stopu Ta90W10 [4], magnetronowe osadzanie powłok na bazie Ta, W, Zr, Nb o grubościach do 200 μm w lufach dużych kalibrów z zastosowaniem cylindrycznego źródła

¹ Autor do korespondencji/corresponding author: Marek Betiuk, Instutut Mechaniki Precyzyjnej, ul. Duchnicka 3, 01-796 Warszawa, tel.: (22) 5602600, e-mail: betiuk@imp.edu.pl

² Zbigniew Łataś, Instutut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie, e-mail: latas@imp.edu.pl

plazmy i autonomicznego systemu czyszczenia jonowego targetu i podłoża [3, 5, 6]. Wymogiem jakościowym nowych materiałów powłokowych było uzyskanie lepszych cech eksploatacyjnych z zastosowaniem nowej generacji ładunków prochowych i materiałów płaszcza pocisku, w stosunku do powszechnie stosowanego chromu technicznego, posiadającego już w fazie wytwarzania siatkę licznych pęknięć kohezyjnych. Istnienie pierwotnej siatki pęknięć chromu będących wynikiem procesu galwanicznego nawodorowania i niekorzystnych naprężeń w powłoce ulegających samoistnej relaksacji w trakcie jej wzrostu i obróbki cieplnej (odwodorowania) jest źródłem inicjacji i narastania błędów balistycznych w czasie użytkowania broni. Narastające pęknięcia i odwarstwienia powłoki chromu w trakcie eksploatacji broni są powodem utraty jej właściwości ochronnych oraz narastającej degradacji struktury materiałowej i geometrii lufy doprowadzających do zaburzeń kinetyki ruchu pocisku i ostatecznego jej zniszczenia [7-9].

Wynikiem prac badawczych prowadzonych w IMP w latach 2012-2017 nad technologią magnetronową, dedykowaną powłokom azotkowym i węgloazotkowym chromu i tytanu, było opracowanie i wykonanie prototypowej konstrukcji długiego magnetronu cylindrycznego [10, 11]. Zebrane doświadczenia badawcze związane z zapłonem i stabilizacją magnetronowego wyładowania jarzeniowego pozwoliły na opracowanie i wykonanie nowej konstrukcji magnetronu cylindrycznego przeznaczonego do pracy w standardowych komorach próżniowych. Rozwiązanie to objęto procedurą ochrony patentowej [12-16]. Prowadzone w latach 2016-2017 prace badawczo-konstrukcyjne umożliwiły budowę prototypowej konstrukcji poziomej komory próżniowej stosowanej w technologii syntezy powłok PVD na powierzchnie wewnętrzne długich do 1600 przewodów rurowych o masie do 60 kg i średnicy do 150 mm. Wraz z komorą zaprojektowano i zbudowano magnetron cylindryczny o długości 2000 mm. Praca ta stanowi kontynuację badań rozpoczętych w latach 90. XX w. przez Miernika [17]. Badania te prowadzono w Instytucie Technologii Eksploatacji w Radomiu.

2. Technologia magnetronowa – magnetron cylindryczny

Magnetron cylindryczny z wewnętrznym układem dynamicznego pola magnetycznego jest źródłem plazmy stanowiącej środowisko technologiczne syntezy materiałów powłokowych, w tym faz wysokotopliwych węglikowych i zatokowych. Cechę znamienną tego typu źródła stanowi to, że plama jarzeniowa jest generowana jednocześnie w wielu zamkniętych obszarach powierzchni katody. Plama przybiera kształt licznych pierścieni, okalających katodę (rys. 1a).

Cechą praktyczną magnetronów cylindrycznych z toroidalną geometrią plazmy jest zastosowanie wielu sekcji magnetycznych wytwarzających serię pierścieni plazmowych, w których zachodzą podstawowe procesy fizykochemiczne wytwarzania środowiska plazmy reaktywnej (rys. 1b). Długość robocza magnetronu jest limitowana liczbą sekcji magnetycznych i sprawnością zastosowanego systemu chłodzenia źródła plazmy. W prowadzonych badaniach wartość indukcji magnetycznej była zmienna w zakresie 25-250 mT i zależała od konstrukcji systemu magnetycznego oraz cech fizycznych i geometrycznych katody magnetronowej.

Kontrola zmian intensywności emisyjnego widma spektralnego plazmy w zdefiniowanych zakresach długości falowych wzbudzeń i jonizacji atomów: Ar, Ti, Cr, molekuł: N2, H₂, C₂H₂, w powiązaniu z danymi eksperymentalnymi i literaturowymi odnośnie do typu materiału wytwarzanej powłoki (budowa fazowa, morfologiczna) oraz właściwości fizycznych, chemicznych i mechanicznych pozwalają w precyzyjny sposób sterować syntezą nowych materiałów powłokowych PVD.



Rys. 1. Plazma na powierzchni magnetronu rurowego o średnicy 12 mm: torusy plazmowe na powierzchni katody magnetronowej w otoczeniu anody siatkowej ferrytycznej (a), model pojedynczego torusa plazmowego, schemat zjawisk fizycznych (b)

Fig. 1. Plasma on a tubular magnetron surface of the diameter of 12 mm: plasma torus on the surface of a magnetron cathode in the vicinity of a volcanic anode (a), model of a single plasma torus, physical phenomena scheme (b)

3. Zakres prac badawczych nad modyfikacją lufy moździerza

Celem pracy były badania syntezy powłok metodą PVD wewnątrz tulei rur ze stali ferrytycznych z zastosowaniem magnetronu cylindrycznego. Zakres pracy obejmował:

- 1. Badania eksploatacyjne magnetronów rurowych z katodą chromową i tytanową.
- Prace projektowe i konstrukcyjne związane z konstrukcją układów badawczych, w tym nowej, poziomej komory próżniowej z wysuwnym trzonem.
- 3. Badania technologiczne nad syntezą powłok typu TiN, TiCN, CrN.

- 4. Badania technologiczne nad syntezą powłok PVD w lufie HSW.
- 5. Badania materiałowe powłok otrzymanych na materiałach dostarczonych przez HSW.

Wynikiem prac badawczych nad technologią magnetronową było opracowanie i wykonanie prototypowej konstrukcji długiego magnetronu cylindrycznego, dostosowanego do gabarytów lufy moździerza z uwzględnieniem założonych parametrów technologicznych (próżni, temperatury, chłodzenia, parametrów prądowo-napięciowych, pomiaru parametrów oraz ich sterowania itp.). Konstrukcja umożliwiła przeprowadzenie badań podstawowych nad technologia syntezy materiałów powłokowych na wewnętrznych powierzchniach rur o średnicach od > 50 mm. Schemat koncepcji konstrukcji badanego magnetronu i obraz plazmy na powierzchni magnetronu przedstawiono na rys. 2. Parametry eksploatacyjne magnetronów cylindrycznych zestawiono w tab. 1. Proces nanoszenia powłok na wewnętrzne powierzchnie stalowych rur o średnicach do 100 mm i długości od 200 do 1500 mm prowadzono w komorach do procesów MS PVD. Stanowiska badawcze są wyposażone w układy pompowe składające się z pompy rotacyjnej i dyfuzyjnej (rys. 3.). Zastosowane układy pompowe gwarantują uzyskanie ciśnienia roboczego do 4 x 10⁻⁴ Pa. Parametry eksploatacyjne stanowisk technologicznych zestawiono w tab. 2. Na rysunku 4. pokazano stanowisko CMS PVD-IMP 2000 do osadzania warstw z różnych materiałów na wewnętrznych powierzchniach cylindrycznych z widoczną lufą moździerza przeznaczoną do obróbki oraz schemat ogólny stanowiska.



Rys. 2. Cylindryczne magnetronowe źródło plazmy – technologia MS PVD (a), wygląd torusów plazmy na powierzchni katody cylindrycznej (b) Fig. 2. Cylindrical magnetite plasma source – MS PVD technology (a), plasma torus on the surface of a cylindrical cathode (b)

technologii PVD	
-	

Parametr, cecha	Mag 33/800 IMP	Mag 33/2000 IMP
Wymiary magnetronu	φ 33 x 800 mm	ф 33 x 1200 mm
Grubość targetu	3 mm	2 mm
Strefa rozpylania	500 mm	1700 mm
Materiał targetu	Cu; Ti; Cr; 1H18	Cu; Ti; 1H18, Al
Ciśnienie gazu roboczego	3x10-4 Pa	3x10-3Pa
Źródło toroidalnego pola magnetycznego,	Magnes neodymowy	Magnes neodymowy
natężenie pola magnetycznego	B-180 mT, dynamiczne	B-100 mT, dynamiczne
Prąd	1-20 A	1-30 A
Napięcie	250-800 V	250-800 V
Moc	do 10 kW	do 20 kW



a)



Rys. 3. Magnetron cylindryczny pionowy ϕ 33 x 100 mm w komorze kubicznej 550 x 550 x 450 (a), magnetron cylindryczny poziomy ϕ 33 x 1200 mm w komorze cylindrycznej ϕ 400 x 2000 (b)

Fig. 3. Vertical cylindrical magnetron ϕ 33 x 100 mm in a cubic chamber 550 x 550 x 450 (a), horizontal cylindrical magnetron ϕ 33 x 1200 mm in a cylindrical chamber 400 x 2000 (b)



Rys. 4. Stanowisko CMS PVD-IMP 2000 do osadzania warstw z różnych materiałów na wewnętrznych powierzchniach cylindrycznych z lufą moździerza przeznaczoną do obróbki PA PVD (a), schemat stanowiska (b)

Fig. 4. CMS PVD-IMP 2000 stand for depositing layers of various materials on internal cylindrical surfaces with a mortar barrel intended for PA PVD coatings (a), position diagram (b)

Stanowiska badawcze Parametr, cecha	WU-1B	CMS PVD-IMP 2000
Wymiary komory	Kubiczna – 550 x 550 x 450 mm	Cylindryczna – $\oint 400 \ge 2000$ mm
Układ pompowy	Pompa rotacyjna; Pompa dyfuzyjna – wydajność 1200 l/s	Pompa rotacyjna; Pompa dyfuzyjna – wydajność 2000 l/s
Ciśnienie	4 x 10 ⁻⁴ Pa	4 x 10 ⁻³ Pa
Czas osiągnięcia ciśnienia roboczego	20 min	40 min
Układ grzewczy	1200 W	6000 W
Źródła plazmy	Magneton φ 33 x 800 mm 2 x źródła ARC φ 65 mm Źródło jonów typu Kaufmanna	Magnetron ϕ 33 x 2000 mm
Materiał katody magnetronu Materiał katody źródła ARC	Ti; Cr; Nb; Cu; Al; 1H18 Ti; Cr; V; TiAl; FeAl; Al	Ti; Cr; Nb; Cu; Al; 1H18
Zasilacz pol. podłoża (bias)	DC 1200 AC 100 kHz do 800 V	AC 100 kHz do 800 V
Zasilacz magnetronowy	AC 100 kHz, impulsowy; AC regulowany 1-100 kHz	AC 100 kHz, impulsowy; AC regulowany 1-100 kHz

Tabela 2. Parametry technologiczno-konstrukcyjne komór badawczych

Table 2. Technological and structural parameters of test chambers

4. Badania wstępne technologiczne nanoszenia powłok

W zakresie badań wstępnych przeprowadzono procesy osadzania powłok azotku chromu i azotku tytanu. Na rysunku 5a pokazano strukturę powłoki CrN uzyskaną w procesie magnetronowym na stanowisku z komorą kubiczną, a na rys. 5b – wygląd powierzchni targetu z powłoką chromu wytworzoną w procesie galwanicznym, po procesie osadzania. Proces nanoszenia powłoki CrN realizowano w atmosferze azotu przy stałym ciśnieniu 4 Pa. Jak widać, powłoka CrN ujawniona przy użyciu kulotestera, kulą o średnicy 30 mm, jest ciągła i jednorodna. Na granicy powłoki z podłożem nie ujawniono nieciągłości, wykruszeń, co świadczy o bardzo dobrej przyczepności powłoki do podłoża. Grubość powłoki ujawnionej na zgładzie wynosi 3 µm, twardość mierzona na powierzchni płaskiej próbki wynosi 1800 HV0.02, co odpowiada twardości wytworzonej powłoki.

Na rysunku 6a przedstawiono strukturę powłoki TiN uzyskaną w procesie magnetronowym na stanowisku z komorą kubiczną, a na rys. 6b – wygląd targetu tytanowego po procesie osadzania. Proces nanoszenia powłoki TiN realizowano w atmosferze Ar + N₂ przy stałym ciśnieniu 4 Pa. Powłoka TiN ujawniona przy użyciu kulotestera, kulą o średnicy 30 mm, jest ciągła, ale w odróżnieniu od powłoki azotku chromu występują w niej niejednorodności. Na granicy powłoki z podłożem nie ujawniono nieciągłości, wykruszeń, co świadczy o bardzo dobrej przyczepności powłoki do podłoża. Grubość powłoki ujawnionej na zgładzie wynosi 2 μ m, a twardość mierzona na powierzchni płaskiej próbki – ok. 1800 HV0.02, co odpowiada twardości wytworzonej powłoki.



Rys. 5. Struktura powłoki CrN na powierzchni zgładu sferycznego, grubość powłoki 3 μm, czas procesu nanoszenia 20 min (a), wygląd powierzchni targetu chromowego nanoszenia powłoki (b)

Fig. 5. The structure of CrN coating on the spherical metallographic surface area, the coating thickness of 3 μ m, time of coating 20 min (a), appearance of the coating application chromium surface (b)



Rys. 6. Struktura powłoki TiN na powierzchni zgładu sferycznego, grubość powłoki 2 μ m, czas nanoszenia powłoki 20 min (a), wygląd tytanowego targetu magnetronu po procesie nanoszenia powłoki w atmosferze N₂ + Ar (b)

Fig. 6. The structure of TiN coating on the spherical metallographic surface area, coating thickness 2 μ m, coating time 20 min (a), the appearance of the titanium magnetron target after the process of coating application with the N₂ + Ar atmosphere (b)

W badaniach technologicznych analizowano czynniki decydujące o jakości powłoki nanoszonej na wewnętrzne powierzchnie długich przewodów rurowych. Analizie poddano m.in. następujące parametry:

 generacji i utrzymywania stabilnego wyładowania jarzeniowego w przewodzie lufy moździerza przy założeniu, że magnetron cylindryczny jest katodą,

- pracy zasilaczy prądowych polaryzacji magnetronu i polaryzacji podłoża, na które jest nanoszona powłoka,
- ciśnienie i skład atmosfery gazowej,
- pola magnetycznego.

Na podstawie analizy opracowano wstępne założenia, wytyczne technologiczne i procedury obejmujące:

- 1. Przygotowanie lufy do procesu nanoszenia powłoki technologią MS PVD.
- Przygotowanie powierzchni wewnętrznej lufy w procesie trawienia jonowego.
- Przygotowanie powierzchni targetu magnetronu w procesie trawienia jonowego.
- 4. Konfigurację układu w cyklu syntezy powłoki.
- 5. Nanoszenie powłoki.
- 6. Zakończenie procesu.

Przygotowanie lufy do procesu technologicznego obejmuje kontrolę wzrokową powierzchni wewnętrznej lufy. Powierzchnia wewnętrzna powinna być metaliczna błyszcząca. Przed załadunkiem lufy do urządzenia wewnętrzne powierzchnie należy umyć, np. alkoholem. Proces nanoszenia warstwy poprzedza etap trawienia jonowego wewnętrznej powierzchni lufy w celu jej oczyszczenia i aktywacji. Trawienie jonowe prowadzi się w układzie diodowym, w którym powierzchnia trawiona jest katodą, a elektroda dodatkowa wprowadzona w przestrzeń rury - anodą. Odpowiednia konfiguracja pola elektrycznego i magnetycznego umożliwia stworzenie warunków, w których wyładowanie jarzeniowe występuje wewnątrz lufy, co intensyfikuje etap trawienia i aktywacji wewnętrznej powierzchni lufy. Przygotowanie powierzchni magnetronu odbywa się w komorze próżniowej lub procesowej. Celem procesu trawienia powierzchni magnetronu jest usunięcie zanieczyszczeń i nich produktów syntezy powstałych we wcześniejszych procesach. Etap nanoszenia powłoki jest prowadzony zgodnie z procedura technologii MS PVD. Rodzaj materiału powłokowego determinuje skład chemiczny magnetronu i rodzaj gazów reaktywnych. Szacowana grubość powłok typu MeN, MeMeN, MeCN, MeMeCN powinna wynosić 1-4 µm. Po zakończeniu nanoszenia powłoki i ochłodzeniu wsadu do temperatury 50°C można zapowietrzyć komorę, a po wyjęciu wsadu i magnetronu należy odpompować komorę procesową. Wyjęty magnetron należy umieścić w komorze przygotowawczej o ciśnieniu 3 x 10⁻⁴ Pa.

5. Wnioski

Badania technologiczne umożliwiły weryfikację właściwości i cech użytkowych wytwarzanych powłok na wewnętrznej powierzchni lufy. Zastosowanie magnetronu cylindrycznego z przemieszczającą się katodą umożliwia wytwarzanie powłok na powierzchniach wewnętrznych przewodów ze stali ferrytycznej. Uzyskanie równomierności reaktywnego rozpylania katody wymaga optymalizacji geometrii pola magnetycznego. Udoskonalenie konstrukcji magnetronu rurowego wymaga dalszych badań technologicznych związanych z wytwarzaniem materiałów powłokowych, np. Cr, CrN, CrC, Ti, TiN, na powierzchniach wewnętrznych przewodów ze stali ferrytycznej nagrzewanej radiacyjne do temperatury ok. 350°C, docelowo do grubości powłoki 3-15 µm.

Wynikiem badań są ustalone parametry techniczne konstrukcji demonstratora technologicznego, umożliwiającego realizację pilotowych procesów produkcyjnych.

Literatura

- SERDP www.serdp-estcp.org/Program-Areas/Weapons-Systems-and-Platforms/ Surface-Engineering-and-Structural-Materials – marzec 2018.
- [2] Miller M., Campo F.: Chromium Elimination in Medium Caliber Gun Barrels, U.S. Army Benét Lab, SERDP Project WP-1426 JANUARY, 2010, 1-37.
- [3] Roland A.L.: Investigation of Chemically Vapor Deposited Tantalum for Medium Caliber Gun Barrel Protection, SERDP Project WP-1425, New Jersey Institute of Technology, 2008.
- [4] Campo F., Miller M., Walden J.: Chromium Elimination and Cannon Life Extension, SERDP Project WP-201111, Benet Laboratories US Army RDECOM ARDEC, 2012, pp. 1-25.
- [5] Rusch L.F., Vasilakis D.J., Ostrom G.: Tri-Service Green Gun Barrel, SERDP Project WP-1074 Final Report, 2003, pp. 1-39.
- [6] Michael J.A.: Use of Electroplated Chromium in Gun Barrels, US Army RDECOM-ARDEC-Benet Laboratories DoD Metal Finishing Workshop, Washington DC, 2006, pp. 1-41.
- [7] Łataś Z., Michalski J., Tacikowski J., Betiuk M.: Azotowanie regulowane luf broni strzeleckiej, Inżynieria Powierzchni, Warszawa 2013.
- [8] Łataś Z., Betiuk M., Tacikowski J., Michalski J.: Nowa metoda oceny warstw i powłok luf strzeleckich, Problemy Mechatroniki, Uzbrojenie, Lotnictwo, Inżynieria Bezpieczeństwa, 6 (2015) 85-100.
- [9] Łataś Z., Michalski J., Tacikowski J., Betiuk M.: Wpływ regulowanego azotowania gazowego na trwałość eksploatacyjną przewodu luf broni strzeleckiej, Problemy Mechatroniki, Uzbrojenie, Lotnictwo, Inżynieria Bezpieczeństwa, 4 (2013) 53-65.
- [10] Betiuk M., Łataś Z.: Nowy system generacji plazmy na powierzchniach cylindrycznych, Problemy Techniki Uzbrojenia, 136 (2015) 41-58.
- [11] Betiuk M.: Cylindrical magnetron with dynamic magnetic field, Solid State Phenomena, 237 (2015) 61-67.
- [12] Betiuk M., Łataś Z., Michalski J.: Patent RP Nr prawa wyłącznego 212418, Sposób plazmowego wytwarzania powłok poprawiających właściwości mechaniczne powierzchni metalowych.
- [13] Betiuk M., Łataś Z., Michalski J.: Zgłoszenie patentowe P-405735, Sposób próżniowego napylania powłok metodą magnetronową.

- [14] Betiuk M., Łataś Z., Michalski J.: Zgłoszenie patentowe P-417215, Rurowy magnetron do napylania wielowarstwowych lub kompozytowych powłok, Sposób próżniowego napylania powłok wielowarstwowych lub kompozytowych metodą.
- [15] Betiuk M., Łataś Z., Michalski J.: Zgłoszenie patentowe P-423550, Anoda, zwłaszcza do procesów jarzeniowej obróbki wyrobów metalowych.
- [16] Betiuk M., Łataś Z., Michalski J.: Zgłoszenie patentowe P-423211, Anoda do jarzeniowego azotowania wewnętrznych powierzchni tulei, zwłaszcza luf.
- [17] Miernik K.: Działanie i budowa magnetycznych urządzeń rozpylających, ITE, Radom 1997.

MODIFICATION OF MORTAR BARREL INTERIOR SURFACE BY MAGNETRON METHOD

Summary

The publication presents the results of CMS PVD (Cylindrical Magnetron Sputtering Physical Vapor Deposition) research with the use of a cylindrical – linear magnetron inside barrel's conductor. The initiation of research with participation of Huta Stalowa Wola is an attempt to solve the problem of increasing service life of chemical and pressure-loaded components of chemical installations and utilities, containing cylindrical surfaces in their design. The analyzed technology can be an alternative to highly ecologically and healthily harmful, galvanic techniques for the production of technical chromium coatings. Modified surfaces are internal walls of ferritic steel pipes with diameters from 45 to 100 mm, including a barrel of a 98 mm mortar, made available by Huta Stalowa Wola. The paper presents an outline of the technological procedure for the preparation of TiN, CrN, TiCN coatings on 38HN3MFA barrel steel.

Keywords: cylindrical magnetron, plasma, barrel, shell

DOI: 10.7862/rm.2018.34

Otrzymano/received: 24.04.2018 Zaakceptowano/accepted: 12.10.2018