ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАШИНОСТРОЕНИЯ РАН (ИПМ РАН) – ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО НАУЧНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ «ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

КРИВИНА Людмила Александровна

ПОВЫШЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ДЕТАЛЕЙ ПАР ТРЕНИЯ МЕТОДАМИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

05.02.04 - Трение и износ в машинах

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

> Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор Ерофеев В.И.

Научный консультант: кандидат физико-математических наук, Тарасенко Ю.П.

Нижний Новгород – 2019

оглавление

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1 ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИНЖЕНЕРИИ	
ПОВЕРХНОСТИ ИЛИ НАПРАВЛЕННОГО СОЗДАНИЯ	
ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ И УПРАВЛЕНИЯ ИХ	
СВОЙСТВАМИ	12
1.1 Вопросы машиностроения, касающиеся поверхности твердого	
тела	12
1.2 Химическое осаждение из газовой фазы – CVD - технологии	16
1.3 Физическое осаждение из паровой фазы – PVD - технологии	19
1.3.1 Метод КИБ – конденсация с ионной бомбардировкой	19
1.3.2 Метод магнетронного распыления	21
1.3.3 Метод вакуумно-дугового испарения	25
1.4 Ионная имплантация – как метод модифицирования	35
поверхностных слоев материала изделия	
1.5 Научные тенденции в разработке нанокристаллических	40
материалов	
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1	45
ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ	47
2.1 Объекты исследований	47
2.1.1 Пара трения «полуось – подшипник»	47
2.1.2. Пара трения «игла – подпятник»	49
2.2 Оборудование, используемое для модификации рабочих	
поверхностей опытных пар трения	51
2.3 Измерение микротвердости	53
2.4 Методика определения характеристик пластичности,	54
получаемых при измерении микротвердости	
2.5 Метод оценки микрохрупкости	55
2.6 Измерение коэффициента трения и параметра шероховатости	57

2.7 Определение износостойкости	58
2.8 Макроструктурный и микроструктурный анализы	61
2.9 Измерение геометрических параметров деталей пар трения	62
2.10 Рентгеноструктурный анализ	62
2.11 Склерометрический анализ	63
2.12 Обработка результатов прямых измерений	65
ГЛАВА З РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ	67
3.1 Повышение прочностных и трибологических свойств детали «полуось» пары трения «полуось – подшипник»	67
3.1.1 Разработка оптимального режима ионно-плазменного	
нанесения столбчатого наноструктурированного покрытия нитрида	
титана	68
3.1.2 Определение возможности замены материала металлической	
полуоси для повышения ресурса пары трения	101
3.2 Повышение прочностных и трибологических характеристик	
деталей высокоскоростной пары трения «игла – подпятник»	114
методом ионно-лучевой обработки	
3.2.1 Анализ постэксплуатационного состояния металлических	
деталей пары трения «игла – подпятник»	117
3.2.2 Модификация рабочей поверхности стальной иглы методом	125
ионной имплантации	123
3.2.3 Замена материала подпятника для оптимизации работы пары	137
трения «игла-подпятник»	157
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3	145
ГЛАВА 4 ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ	
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НИТРИДА	
ТИТАНА	146
4.1 Узел трения газовой центрифуги К4110 – «полуось –	
подшипник»	146
4.1.1. Практическое применение ионно-плазменного покрытия TiN	

для детали полуось	146
4.1.2 Экономическое обоснование применения ионно-плазменной	
технологии нанесения покрытия TiN для узла трения «полуось –	
подшипник»	147
4.2 Наноструктурированное покрытие нитрида титана для деталей	
системы виброизоляции тренажера БД-2 для использования на МКС	150
4.3 Наноструктурированное покрытие нитрида титана для	
плунжерных пар топливных насосов автомобильных двигателей	152
ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ	153
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	155
ПРИЛОЖЕНИЯ	171

введение

Актуальность работы. Основными показателями качества ответственных узлов машин являются надежность, работоспособность и коэффициента полезного действия, которые, преимущественно, определяются свойствами поверхностных слоев сопрягаемых деталей – твердостью, коэффициентом трения, износостойкостью, коррозионной стойкостью и др. Каждый останов машины из-за повреждения ее отдельных элементов или снижения технических характеристик ниже допустимого уровня, как правило, влечет за собой материальные убытки, а в отдельных случаях приводит к катастрофическим последствиям. Достижение высокой эксплуатационной надежности машин возможно на основе применения наукоемких технологий управления функциональными свойствами деталей машин за счет направленного создания поверхностных слоев с заданными свойствами, что находит практическое использование и в настоящее время актуально не только для основного, но и ремонтного производства.

Современные материалы конструкционного, инструментального И функционального назначения, должны иметь высокие значения твердости, износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости. В настоящее время это достигается такими технологическими методами, как нанесение пленок, покрытий и защитных слоев; изменение физико-химических свойств поверхностных слоев основного материала детали методами комбинированные модифицирования; методы обработки. сочетающие модифицирование поверхности и нанесение покрытий. В конкретных случаях задача выбора этих методов представляет сложную технико-экономическую задачу, решение которой является актуальной и для трибологии.

Цель работы. Целью диссертационной работы является повышение работоспособности, долговечности и надежности пар трения «полуось-подшипник» и «игла-подпятник», являющихся ответственными узлами трения газовой центрифуги К4110. Поставленная цель в работе решается:

- путем повышения износостойкости стальных деталей «полуось» и «игла» посредством модификации их рабочих поверхностей методами ионно-

плазменного нанесения наноструктурированного столбчатого покрытия нитрида титана (TiN) и частотно-импульсной имплантации ионами C⁺ (соответственно);

- путем замены материала стальной полуоси и материала металлокерамического подпятника для повышения ресурса узлов в целом.

В соответствии с указанной целью работы были поставлены и решены следующие задачи:

 разработка технологического процесса ионно-плазменного напыления и выбор оптимального режима нанесения износостойкого наноструктурированного покрытия нитрида титана на стальную деталь «полуось» ответственной пары трения «полуось-подшипник»;

- выбор более теплостойкой марки стали для изготовления детали «полуось» для пары трения «полуось-подшипник»;

 разработка режима имплантации ионов C⁺ рабочей поверхности стальной «иглы» пары трения «игла-подпятник» и разработка технологического процесса ионно-лучевой обработки;

- выбор нового металлокерамического материала для изготовления детали «подпятник» для пары трения «игла-подпятник»;

- испытания работоспособности модифицированных пар трения.

Научная новизна работы состоит в следующем:

- Для повышения ресурса ответственного узла газовой центрифуги, а именно, пары трения «полуось-подшипник», разработан и научно обоснован метод поверхностного упрочнения стальной детали «полуось» посредством ионно-плазменного нанесения износостойкого покрытия нитрида титана.

Установлены закономерности формирования наноструктурированного покрытия при уменьшении тока дуги (от 140 до 120 А) и парциального давления газа в камере (от 0,06 до 0,04 Па). Разработан технологический процесс ионно-плазменного напыления (методом КИБ) на установке ВУ2-МБС интервале технологических параметров С целью получения В **УЗКОМ** износостойкого покрытия TiN co столбчатой структурой зерен, обеспечивающей снижение коэффициента трения и повышение прочностных характеристик стальной детали «полуось».

- Методом скретч-теста изучены механизмы разрушения покрытий, нанесенных при разных технологических режимах. Установлено, что наноструктурированное столбчатое покрытие TiN, формируемое в узком диапазоне технологических параметров (напряжение смещения 140 В, ток дуги 120 А, давление реакционного газа в камере 0,04 Па), имеет повышенный ресурс в связи с его высокой адгезионной прочностью.

- Получены и научно обоснованы результаты комплексных исследований по установлению причин низкой работоспособности пары трения «иглаподпятник». С позиций физического металловедения даны представления о кинетике механизма коррозионно-механического износа стальной детали «игла». Установлено, что отказ в работе данного узла обусловлен низкой износостойкостью вращающейся стальной детали «игла» и повышенной склонностью к хрупкому разрушению контртела «подпятник», изготовленного из лейкосапфира. Для повышения ресурса данного узла предложен метод поверхностного упрочнения стальной посредством ионной «иглы» имплантации ионами C⁺ и замены материала (лейкосапфир) «подпятника» на диоксид циркония.

- Исследованы закономерности модификации поверхностного слоя рабочей зоны «иглы» при ионно-лучевой обработке. Установлена оптимальная доза облучения (D=10¹⁸ см⁻²), при которой достигается максимальный эффект упрочнения и улучшение антифрикционных свойств обрабатываемого материала.

Методы исследования. В процессе исследований использованы методы оптической и электронной микроскопии, рентгенографии, метод измерения микротвердости, определение микрохрупкости, определение характеристик пластичности, а также измерения коэффициента трения, испытания износостойкости, испытания адгезионной прочности методом склерометрии.

Достоверность результатов обеспечивалась грамотной методологией при

решении поставленных задач, комплексным подходом при анализе причин отказа в работе узлов трения; корректным использованием теоретических положений, применением современных методов исследований, испытательного оборудования и высокоточных приборов, а также большим объемом экспериментальных данных и их статистической обработкой.

На защиту выносятся результаты и положения:

 Результаты исследований исходного и постэксплуатционного состояния деталей штатных узлов трения газовой центрифуги, результаты анализа по установлению причин преждевременного отказа их работоспособности.

- Результаты исследований структуры, микротвердости и трибологических свойств, адгезионной прочности ионно-плазменного покрытия нитрида титана, нанесенного на стальную деталь «полуось» для пары трения «полуось-подшипник».

- Изучены закономерности формирования покрытия TiN со столбчатой структурой зерен при варьировании технологических режимов ионноплазменного напыления. Установлено, что формирующееся покрытие имеет наноструктурированное состояние в узком диапазоне технологических параметров: напряжение смещения 140 В, ток дуги 120 А, давление реакционного газа в камере 0,04 Па.

- Осуществлена замена материала (сталь ХВГ) детали «полуось» на другой конструкционный материал (сталь Х12Ф1), обладающий более высокой устойчивостью структурно-фазового состояния при сопутствующем нагреве в процессе ионно-плазменного напыления покрытия TiN.

- Результаты натурных испытаний пары трения «полуось-подшипник» в форсированном режиме (с изгибающим дисбалансом 5⁻10⁻⁵ кг, боковой нагрузкой 48 Н в момент перехода вертикальным валом собственной частоты, окружной скорости – 11 м/с в условиях граничной смазки подшипника маслом ВМ-1), обеспечивающих высокую износостойкость покрытия за счет нанесения покрытия нитрида титана, что позволило увеличить количество безаварийных проходов через критические точки в 3 раза и увеличить при этом допустимый

изгибающий дисбаланс полуоси во время ее балансировки в 1,5 раза.

 Результаты исследований структуры, микротвердости, коэффициента трения, износостойкости модифицированного методом ионной имплантации ионов C⁺ рабочей поверхности стальной «иглы» для пары трения «игла-подпятник».

- В результате оптимизации технологии ионно-лучевой обработки установлен максимальный упрочняющий эффект на рабочей поверхности «иглы» из стали У10 при ионной имплантации дозой 10¹⁸ см⁻². Радиационно-стимулированное упрочнение сопровождается снижением коэффициента трения модифицированной поверхности и повышением износостойкости и ресурса узла трения в целом.

- Комплексный подход к модернизации пары трения «игла-подпятник» с позиций физического материаловедения, примененный в работе, позволил предложить замену материала контртела, а именно, вместо лейкосапфира использовать диоксид циркония, стабилизированный 3 % оксидом иттрия, полученный методом направленной кристаллизации, который обладает повышенной стойкостью к ударным нагрузкам.

Практическая значимость:

(ПП-002-00-00) Разработан технологический процесс нанесения износостойкого наноструктурированного покрытия нитрида титана. Разработанное износостойкое покрытие апробировано И внедрено на предприятиях машиностроительной отрасли, для повышения работоспособности и надежности различных деталей пар трения:

- стальная деталь «полуось» пары трения «полуось-подшипник», которая является ответственным узлом трения газовой центрифуги К4110 (ОАО «ВПО «Точмаш» (г. Владимир), ОАО «КМЗ» (г. Ковров) и ООО «УЗГЦ» (г. Новоуральск);

- стальная деталь, входящей в систему виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» БД-2, предназначенного для использования на Международной космической станции (МКС) (СГАУ им. С. П. Королёва (г.Самара));

- стальные плунжерные пары топливных насосов автомобильных двигателей

(машиностроительные предприятия Казахстана).

Разработан технологический режим ионной обработки поверхности детали «игла» для внедрения в составе узла трения «игла-подпятник» для ОАО «ОКБ - Нижний Новгород» (г. Нижний Новгород).

Апробация работы. Материалы работы были диссертационной Международных Всероссийских конференциях: представлены на И Международная научно-техническая конференция «Проблемы и перспективы развития двигателестроения», 28-30 июня 2011 г., Самара; Международная научно-техническая конференция «Проблемы и перспективы развития двигателестроения», 22-24 июня 2016 г., Самара; 13-я Международная конференция «Пленки и покрытия – 2017», 18-20 апреля 2017 г., Санкт-Петербург; 2-ая Молодежная научно-практическая конференция, 13-16 июня 2017 г., Нижегородская область, п. Варнавино; 5-ая Международная научная конференция «Фундаментальные исследования и инновационные технологии в машиностроении», 8-10 ноября 2017 г., Москва.

Публикации. Основное содержание диссертационной работы изложено в 15 печатных работах, опубликованных в научных журналах и сборниках трудов конференций, из них - 3 статьи в журналах, рекомендуемых ВАК, 1 статья Web of Science, 1 патент РФ на изобретение.

Личный вклад автора в проведении исследований и получении результатов является определяющим. Все результаты, приведенные в диссертационной работе, получены либо самим автором, либо при его непосредственном участии.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, выводов, списка литературы (136 наименований) и приложений. Объем работы составляет 181 страниц машинописного текста, включая список литературы, приложения, 98 рисунков и 16 таблиц.

Диссертационная работа **проведена в рамках** КПНИ «Разработка научных основ инновационных технологий в станкостроении».

Благодарности. Выражаю глубокую благодарность:

- научному руководителю: директору ИПМ РАН, д.ф.-м.н., профессору Ерофееву В.И.,

- заведующему лабораторией №4024 ИПМ РАН, к.ф.-м.н. Тарасенко Ю.П. за предоставленную материально-техническую базу;

- старшему научному сотруднику ИМП РАН Царевой И.Н. за помощь в формировании методологического подхода в работе;

- сотруднику ООО НПЦ «Трибоника» Новикову С.А. за техническую работу при нанесении ионно-плазменных покрытий;

- ведущему инженеру НИФТИ Дудину Ю.А. за ионно-лучевую обработку исследовательских образцов;

- старшему научному сотруднику ИМП РАН Разову Е.Н. – за проведение электронно-микроскопической съемки покрытий.

ГЛАВА 1 ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИНЖЕНЕРИИ ПОВЕРХНОСТИ ИЛИ НАПРАВЛЕННОГО СОЗДАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ И УПРАВЛЕНИЯ ИХ СВОЙСТВАМИ

1.1 Вопросы машиностроения, касающиеся поверхности твердого тела

Важную, а в ряде случаев определяющую роль играют в машиностроении вопросы, касающиеся поверхности твердого тела. Как известно, причина низкого ресурса и надежности деталей машин и устройств, которые всегда работают в контакте с окружающей или эксплуатационной средой (воздух, вакуум, морская вода, почва и пр.); со средами, используемыми для осуществления рабочего цикла (например, в энергетических установках – топливо и теплоносители, в узлах трения – смазочные материалы и т. д.), связана преимущественно с механическим износом и коррозионным повреждением их поверхностных слоев.

Повышенный износ деталей в сочленениях в одних случаях нарушает герметичность рабочего пространства машины, в других - нарушает нормальный режим смазки. В результате изнашивания понижается мощность двигателей, увеличивается расход горюче-смазочных материалов, падает производительность; возникает возможность утечки ядовитых и взрывоопасных продуктов через сальники и уплотнения (ухудшение экологии окружающей среды); понижаются тяговые качества транспортных машин, ухудшается управление самолетами и автомобилями (понижается безопасность движения); уменьшается производительность; снижается точность и качество обработки изделий на металлорежущих станках и т.д.

Износ и повреждение поверхностей снижают сопротивление усталости деталей и могут служить причиной их разрушения даже при незначительных концентрациях напряжений. Повышенный износ нарушает нормальное взаимодействие деталей в узлах, может вызвать значительные дополнительные нагрузки, удары в сопряжениях и вибрации, стать причиной внезапных разрушений. С повышенным износом нередко связан недопустимый шум в машинах и установках.

Относительные размеры износа (например, отношение потери массы машины или изделия к ее первоначальной массе) весьма малы, но износ может привести к выходу из строя всей машины или изделия в целом. 85 - 90 % машин выходит из строя по причине износа деталей [1]. Затраты на ремонт и техническое обслуживание машины в несколько раз превышают ее стоимость: для автомобилей – в 6 раз, для самолетов – до 5 раз, для станков – до 8 раз.

Чрезвычайно важные для надежности и работоспособности машин проблемы трибологии также являются, по сути, проблемами поверхности твердого тела и ее взаимодействия с окружающей средой. Трибологические явления проявляются практически во всех сферах индустрии. Для снижения потерь на трение только в России расходуется более 700 тыс. т смазочных материалов в год [2]. Отработавшие смазочные материалы должны подвергаться переработке или утилизации, иначе они представляют серьезную опасность для окружающей среды.

Известно, что более половины топлива, потребляемого автомобилями, тепловозами и другими видами транспорта, расходуется на преодоление трением сопротивления, В ПОДВИЖНЫХ сочленениях. B создаваемого преодоление текстильном производстве на сопротивления трению затрачивается около 80 % потребляемой энергии. Низкие КПД многих машин обусловлены, главным образом, большими потерями на трение. Так, КПД глобоидного лифтах, редуктора, устанавливаемого В металлорежущем оборудовании, шахтных подъемниках И другом оборудовании, В приработанном составляет только 0,65-0,70, a В такой состоянии распространенной паре, как «винт - гайка», всего лишь 0,25 [1, 3-5]. Энергия при трении не просто теряется, а превращается в теплоту, нагревающую механизмы и узлы машин. Их чрезмерный нагрев во многих случаях приводит к отказам и авариям.

За полный цикл эксплуатации машин эксплуатационные расходы, трудоемкость ремонта и затраты материалов на ремонт в несколько раз превышают затраты на изготовление новых машин. Ремонтом оборудования в развитых странах занято около 30 % общего числа рабочих и примерно такая же часть станочного парка [1]. Такие значительные расходы обусловлены недооценкой значимости проблем повышения износостойкости, долговечности и надежности машин как эксплуатируемых, так и проектируемых.

Устранение или торможение процессов, протекающих на границе «среда – металл», защита материалов от износа и коррозии (что негативно сказывается на работоспособности и надежности различных деталей и узлов), является одной из важнейших проблем машиностроительной отрасли, успешное решение которой позволит повысить качество и долговечность работы оборудования и машин, существенно увеличить производительность труда, сэкономить огромные материальные, энергетические и трудовые ресурсы.

Все технологические методы инженерии поверхности или направленного создания поверхностных слоев и управления их свойствами можно разделить на следующие группы:

• изменение физико-химических свойств поверхностных слоев основного материала изделия методами модифицирования;

• нанесение пленок, покрытий и защитных слоев;

• комбинированные, сочетающие методы модифицирования и нанесения покрытий.

Сама по себе задача выбора этих методов в конкретных случаях представляет сложную технико-экономическую задачу.

Все методы можно условно подразделить на две большие группы:

1) технологии, основанные на физических процессах;

2) технологии, основанные на химических процессах.

Среди всех наноориентированных технологий обработки поверхности на сегодняшний день наиболее перспективными являются ионно-вакуумные

технологии нанесения покрытий – PVD (Physical Vapour Deposition - «физическое осаждение из паровой фазы») и CVD (Chemical Varour Deposition - «химическое осаждение из газовой фазы») технологии (рисунок 1.1) [6].

Состав и свойства получаемых покрытий в значительной степени зависят от техники и технологии их нанесения. По сей день актуальны технологии нанесения износостойких покрытий таких, как TiN, TiCN, TiAlN и т.п.

Результаты фундаментальных исследований нанокристаллических пленок и покрытий представлены во многих работах [7-20].

Покрытия и пленки нитрида титана (TiN) известны уже давно, но они не теряют своей актуальности, поскольку обладают уникальным сочетанием свойств: высокие значения твердости, износостойкости, температуры плавления, а также химическая инертность и термодинамическая стабильность, высокая электро- и теплопроводность [21-23]. Данные качества определили широкую область их применения в качестве защитных, коррозионностойких, декоративных и барьерных слоев - различные отрасли машиностроения, электроника, медицина [24-32].



Рисунок 1.1 – Методы нанесения покрытий [6]

Покрытия и пленки нитрида титана синтезируют различными способами

[33,34]. В настоящее время для достижения наилучших эксплуатационных характеристик покрытий и пленок необходимо совершенствовать методы их получения.

1.2 Химическое осаждение из газовой фазы – CVD-технологии

В основе CVD-метода лежат химические реакции, протекающие в непосредственной близости или на поверхности обрабатываемого материала. Материал покрытия осаждается ИЗ газовой среды (кислород, азот, углеводороды), равномерность покрытия обеспечивается скоростью потока газа избыточным давлением в рабочей камере, причем для протекания И необходимых химических реакций требуется температура 800 - 1100 °С. Данное условие существенно ограничивает число материалов, на которые можно нанести покрытие CVD-метода.

Установки, применяемые для CVD-покрытий, В зависимости OT назначения могут иметь различные конструктивные особенности, однако все они имеют источник реакционных газов, рабочую камеру (реактор), устройство нагрева подложки и систему откачки или регенерации газов. Реакторы могут иметь различную форму и размеры, а процессы CVD протекать в широком диапазоне давлений (от высокого вакуума до нескольких атмосфер) и температур. Реакционные газы могут подаваться из баллона со сжатым газом или генерироваться в специальном реакторе. Предусматриваются устройства для контроля расхода газа, его давления, температуры и т.д. Детали, на которые наносят покрытия, могут нагреваться печами электросопротивления или индукторами. Для управления протеканием химических реакций требуется тщательный контроль параметров процесса. Обязательным условием является химическая нейтрализация вредных газообразных продуктов реакций, откачиваемых из рабочей камеры.

Метод химического осаждения практически не имеет ограничений по химическому составу формируемых покрытий. Какие покрытия образуются, зависит от комбинации материалов и параметров процесса [35-39]. Если процесс протекает при заполнении пространства реакционно-способным газом кислородом, азотом или углеводородами, то в результате химической реакции между атомами осаждаемых металлов и молекулами газа происходит нанесение оксидных, нитридных и карбидных покрытий. Состав покрытия зависит от парциального давления газа и скорости осаждения покрытия.

В настоящее время основные виды покрытий, получаемые CVD-методом, это - TiN, TiCN и Al₂O₃. Метод обеспечивает получение покрытий толщиной 1-20 мкм со скоростью осаждения 0,01-0,1 мкм/мин [40]. На рисунке 1.2 приведена принципиальная схема реактора для формирования покрытия TiN [41].

Образование нитрида титана происходит по реакции:

$$Ti + 2Cl_2 \rightarrow TiCl_4.$$

TiCi₄, водород (H₂) и аммиак (NH₃), взаимодействуя на поверхности горячей подложки, образуют соединение TiN:

$$\operatorname{TiCl}_4 + \operatorname{NH}_3 + 1/2\operatorname{H}_2 \rightarrow \operatorname{TiN} + 4\operatorname{HCl}$$
,

которое осаждается в виде покрытия. Образующиеся пары соляной кислоты выводятся из реактора.



Рисунок 1.2 – Схема реактора для формирования покрытия TiN CVD-методом: 1 – газогенератор; 2 – печь; 3 – графитовый нагреватель; 4 – подложка (детали); 5 – стол; 6 – индуктор; 7 – рабочая камера; 8 – титановая стружка [41] Метод CVD имеет следующие достоинства:

- воспроизводимость рельефа поверхности при наличии на поверхности ступенек или канавок, толщина покрытия практически одинакова как на вертикальных, так и на горизонтальных участках;

- универсальность – возможность получения покрытия практически любого состава;

- гибкость процесса – возможность легкого варьирования параметров процесса осаждения, тем самым, изменяя структуру покрытия;

- возможность нанесения одно- и двухсторонних покрытий на детали сложной формы и большой площади;

- возможность достижения высоких скоростей осаждения (до нескольких миллиметров в час) при сохранении высокого качества покрытия;

- малая чувствительность к качеству обработки поверхности материала, на который требуется нанести покрытие.

- сравнительная простота оборудования из-за отсутствия необходимости наведения вакуума.

Помимо достоинств у метода CVD существуют и недостатки. Основным из них является необходимость нагрева деталей до высоких температур, поэтому данный метод абсолютно непригоден для создания покрытия на ИЗ быстрорежущей стали, так как существенно изделиях ухудшает механические свойства материала подложки вследствие сопутствующего термического отпуска. По этой причине покрытие наносится, в основном, на ИЗ твёрдых сплавов И керамики, обладающих высокой инструмент теплостойкостью.

Но даже для твердых сплавов такие температуры приводят к негативным последствиям – в поверхностном слое наблюдается снижение вязкости сплава с покрытием по сравнению с твердым сплавом без покрытия. Это является следствием обезуглероживания граничной зоны и повышением хрупкости поверхностной зоны толщиной 3-5 мкм [6]. Для снижения воздействия температуры на свойства твердого сплава используют способ нанесения покрытия CVD при температурах около 800 °C – среднетемпературный метод MT-CVD, что позволяет уменьшить снижение вязкости, но не решает полностью существующую проблему. Появление градиентных твердых сплавов с изменяемым по глубине составом и нанесение многослойных покрытий позволяют скомпенсировать снижение вязкости сплава под воздействием температуры при нанесении покрытия.

К недостаткам метода CVD можно отнести и ряд следующих факторов:

- технологическое оборудование имеет сложную систему подвода газов;

- газы, используемые для покрытий, токсичны и взрывоопасны; наличие большого количества непрореагировавших компонентов - все это требует соблюдения строгих мер безопасности.

Вышеперечисленные факторы ограничивают область применения CVDпокрытий. Химический метод применяется для нанесения покрытий на твердосплавный инструмент, который, в первую очередь, используется для токарной обработки. Такие пластины выпускаются большими партиями и могут обеспечить полную загрузку установок. Но, с другой стороны, с момента появления технология CVD остается доступна специализированным инструментальным предприятиям, которые производят твердосплавную продукцию по полному циклу в массовом производстве. Для случаев мелкосерийного изготовления специального инструмента ИЛИ ДЛЯ восстановления небольших партий перезатачиваемого инструмента данная технология мало применима.

1.3 Физическое осаждение из паровой фазы – PVD-технологии

1.3.1 Метод КИБ – конденсация с ионной бомбардировкой

РVD-метод или метод КИБ – конденсация с ионной бомбардировкой (название метода в русскоязычной литературе), как следует из названия, имеет физическую природу. Эта группа методов объединена общей схемой нанесения покрытия с использованием вакуума. Сначала материал для покрытия

переводится из конденсированного состояния в состояние пара, затем проводится его транспортировка к подложке (материалу на который наносится покрытие), где происходит осаждение материала покрытия из паровой фазы и формирование покрытия. Использование вакуума облегчает перевод материала в паровую фазу.

Нанесение покрытия методом физического осаждения проводится при температурах до 450 °C, что практически не накладывает ограничения по материалу подложки. РVD-процессы проходят в вакууме (до 10⁻³ Па) или в атмосфере рабочего газа при достаточно низком давлении (~ до 1 Па), что необходимо для облегчения переноса частиц от источника (мишени) к изделию (подложке) при минимальном количестве столкновений с атомами или молекулами газа.

Существуют различные варианты метода физического осаждения в зависимости от способа переведения материла из твердой фазы в газообразную - использующие процессы испарения и распыления.

В настоящее время основными методами ионного осаждения являются: - магнетронное распыление ионной бомбардировкой;

- электродуговое испарение (или вакуумно-дуговое).

Данные процессы протекают в среде инертного газа в присутствии реакционного газа (например, азота и/ или ацетилена) при подаче на подложку отрицательного напряжения смещения. В рабочей камере установки поддерживается пониженное давление (~ 1 Па) или вакуум (~10⁻³ Па). Все современные установки работают по замкнутому технологическому циклу:

- загрузка материала (подложки);

- откачка воздуха из камеры;

 нагрев камеры и материала подложки внешним источником и ионной бомбардировкой (при подаче положительного напряжения смещения на подложку);

- очистка материала ионным травлением;

- испарение или распыление и ионизация материала мишени (например, Ti) с

подачей энергии, рабочего газа (например, Ar) и реакционного газа (например, N₂ для образования нитридов);

- перенос частиц в среде ионизированного газа (плазмы), столкновение частиц и конденсация (при отрицательном напряжении смещения на подложке);

- охлаждение камеры и материала;

- выгрузка.

В отличие от CVD-метода метод физического осаждения требует тщательной предварительной подготовки материала подложки перед нанесением покрытия – необходима последовательная отмывка в химических средах с ультразвуковой обработкой.

1.3.2 Метод магнетронного распыления

Метод магнетронного распыления – ионное распыление металлов в магнетронном разряде – в настоящее время один из самых распространенных методов нанесения защитных покрытий [42-49]. Рабочая среда – чистые газы Ar, N₂, O₂, CH₄, давление 0,05 - 1 Па, температура 60...600 °C; получаемые покрытия – металлические покрытия (Al, Ag, Au,Cu, Zn, Sn, Cd, Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co, Si, MCrAlY (M=Ni, Co)), металлокерамические покрытия (TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, ZrON, TiAlN, AlCrN, TiBN CrAlTiYN, TiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, SiO₂); нанокомпозиты (TiAlN/Si₃N₄, TiN/BN, AlCrN/Si₃N₄, ZrN/Cu, ZrO₂/Al₂O₃, TiN/NbN, TiN/CrN, TiN/AlN, CrN/AlN, TiN/CN); алмазоподобное покрытие.

Из оборудования, использующего метод распыления, наибольшее применение находят установки на основе магнетронов (рисунок 1.3) [6, 24]. При приложении высокого напряжения в атмосфере инертного газа (как правило, аргона) возникает тлеющий разряд. Ионы инертного газа из плазмы, обладающие высокой энергией, ударяются о мишень, включенную как катод. За счет ударного импульса материал распыляется, минуя промежуточную жидкую фазу. В этом случае возможно произвольное расположение мишеней. С помощью магнитных полей (замкнутых и разомкнутых) путь электронов удлиняется (по спирали вдоль линий магнитного поля), увеличиваются

плотность плазмы и ударная энергия. Позади мишени располагается магнитная система, определяющая распределение области распыления материала по всей поверхности мишени.

Процесс магнетронного распыления характеризуется рядом технологических параметров, основными из которых являются мощность разряда, давление рабочей смеси, состав рабочей смеси, степень предварительного вакуума.

Авторы статьи [50] утверждают, что для получения тонких покрытий нитрида титана (от 1 нм до 1 мкм) метод магнетронного распыления подходит наилучшим образом. Для обеспечения стабильности процессов осаждения выгодно использовать импульсные магнетронные распылительные системы дуального типа [9, 51, 52]. На установке серии «Яшма» (при остаточном давлении в рабочей камере 5^{-10⁻³} Па) при варьировании расстояния между плоскостью мишени и подложкой (50-100 мм), а также скорости потока азота в рабочей камере получены образцы TiN на кремниевых подложках. При увеличении энергии осаждаемых частиц формируется покрытие С поликристаллической структурой и кристаллографическим направлением (200) → (111) → (220). Твердость покрытий составила: 9,7 - 22,6 ГПа, модуль упругости: 153,2 - 395,7 ГПа. При этом уменьшение расстояния «мишеньспособствует снижению показателей механических подложка» свойств покрытий, так как при усилении плотности потока ионов, соответственно, повышается тепловое воздействие на подложку. Последнее обстоятельство, по мнению авторов, приводит к эффекту термического отжига структурных дефектов, формируется покрытие с менее плотными локальными областями структуры [50].

В работе [53] исследовано влияние параметров осаждения на микроструктуру покрытий TiN, полученных методом дуального магнетронного распыления, на стеклянные подложки на установке вакуумного напыления QUADRA 500TM при остаточном давлении в камере ниже $5 \cdot 10^{-3}$ Па, в газовой среде Ar и азота N₂. При всех режимах осаждения покрытия имели одну фазу

нитрида титана с кубической кристаллической структурой типа NaCl. На всех рентгенограммах присутствуют дифракционные пики (111) и (222) TiN. Фрактограммы покрытий нитрида титана при разных режимах нанесения показаны на рисунке 1.4 [53].



Рисунок 1.3 – Схема установки для нанесения покрытия методом магнетронного распыления [6]

Покрытия характеризуются плотной мелкодисперсной столбчатой структурой, ориентированной перпендикулярно поверхности покрытия. При этом столбцы характеризуются прерывистой структурой, что обусловлено, по мнению авторов, изменением скорости роста зерен при изменении плотности потока. Авторы утверждают, что при данных режимах нанесения покрытий можно получить толщину покрытия более 3 мкм. Однако, анализируя фрактограммы (рисунок 1.4), можно утверждать, что скорость осаждения покрытий при магнетронном распылении гораздо ниже, чем при методе вакуумно-дугового испарения.

В работе [54] представлены результаты исследований влияния режимов

магнетронного распыления на скорость роста (V) тонких покрытий нитрида титана, осаждаемых на полупроводниковые подложки, в зависимости от потока азота (j_n) и мощности магнетронного разряда (P) при комнатной температуре. Скорость роста покрытий TiN прямо пропорциональна мощности магнетронного разряда и обратно пропорциональна плотности потока азота (рисунок 1.5).



Рисунок 1.4 – Фрактограммы покрытия нитрида титана: а - время нанесения 210 мин, сила тока магнетронов 6 А, напряжение магнетронов 420 - 438 В, напряжение смещения 0 В, концентрация азота 15 %; б - время нанесения 270 мин, сила тока магнетронов 6 А, напряжение магнетронов 480 - 500 В,

б

напряжение смещения 45 В, концентрация азота 20 % [53]



Рисунок 1.5 – Диаграмма скорости роста (V) покрытий TiN от мощности разряда (P) для различных потоков азота [54]

При магнетронном распылении качество покрытий зависит от многих параметров осаждения - содержания реактивного газа в камере во время осаждения, мощности тока, давления, температуры подложки и напряжения смещения и др. Покрытия нитрида титана, полученные данным методом, обладают высокими физико-механическими и [50, 55], трибологическими характеристиками [56]. Однако, из-за низкой скорости осаждения толщина покрытия при этом не превышает 1 мкм.

В настоящее время основной областью применения покрытий нитрида титана магнетронного типа является микроэлектроника, где они используются как защитных покрытий [26, 45], в качестве барьеров Шоттки [25], контактных слоев для солнечных элементов [57], антиотражающих и антистатических покрытий [58]. Существуют установки магнетронного напыления, где покрывная поверхность изделия практически не ограничена его длиной, и этот фактор определяет область применения магнетронных нитридных покрытий в качестве декоративных.

Преимущества метода магнетронного распыления:

- возможность нанесения покрытий на термочувствительные материалы при низких температурах;

- широкий спектр покрытий различного назначения;

- высокие эксплуатационные свойства металлических и керамических покрытий.

К недостаткам метода можно отнести следующие факторы:

- относительная сложность технической реализации метода при получении реактивных (керамических) покрытий;

- относительно высокая стоимость оборудования;

- низкая скорость осаждения.

1.3.3 Метод вакуумно-дугового испарения

Метод вакуумно-дугового испарения – испарение металлов сфокусированным электронным пучком с дополнительной ионизацией:

рабочая среда – вакуум 10^{-3} ... 10^{-2} Па; реакционные газы - N₂, O₂, CH₄; получаемые покрытия - металлические покрытия (Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co,Si, MCrAlY (M=Ni, Co)), металлокерамические покрытия (TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, ZrCN, TiAlN, AlCrN, TiO₂, ZrO₂); нанокомпозиты (TiAlN/Si₃N₄, AlCrN/Si₃N₄); алмазоподобное покрытие.

В установках, где используется метод дугового испарения (рисунок 1.6), зажигается электрическая дуга, которая перемещается по поверхности мишени и управляется системой магнитов [6, 24, 33]. Мишень установлена в медном охлаждаемом катоде, который находится на вертикальной стенке камеры, и к нему подводится отрицательное напряжение. В момент розжига дуги на поверхности мишени возникает местный расплав. Начинается испарение материала мишени. Однако, при испарении вместе с ионами материала также ускоряются неионизированные частицы металла (капли), которые осаждаются на поверхности детали. Наличие такой капельной фазы является основным недостатком дугового метода [59, 60]. На дуговых установках можно наносить композитные и многослойные покрытия. Для этого используют различные мишени.



Рисунок 1.6 – Схема установки для нанесения покрытия методом дугового испарения [6]

Метод вакуумно-дугового испарения имеет следующие достоинства:

 возможность совмещения в одном технологическом цикле процесса нагрева (ионной очистки) поверхности в результате воздействия ионов с процессом нанесения покрытия;

- возможность регулирования в широких пределах скорости нанесения покрытий (путем изменения, например, тока дуги);

- возможность нанесения сложных по химическому составу покрытий;

- высокая адгезионная прочность и сплошность получаемых покрытий.

Основной недостаток метода, как уже отмечалось выше, состоит В наличии в газовом потоке капельной фазы. Микрокапли, осажденные на поверхности, приводят К неоднородности покрытия, повышению его шероховатости. Для снижения содержания капельной фазы часто используют технологические приемы: дегазацию катодов (катоды, полученные методом вакуумной плавки); сепарацию плазменного потока в электрическом или магнитном полях; оптимизацию режимов испарения. При увеличении тока дуги повышается содержание капельной фазы, что неблагоприятно сказывается на свойствах покрытия. Поэтому рекомендуется проводить испарение при минимальном токе дуги. Однако, в этом случае снижается скорость осаждения покрытия, в связи с чем для получения высокой производительности процесса осаждения установки комплектуются несколькими электродуговыми испарителями. При этом их размещение под разными углами к поверхности подложки позволяет значительно повысить однородность и равнотолщинность формируемых покрытий.

Для уменьшения микрокапельной фракции в настоящее время применяют подачу импульсного потенциала смещения на подложку [60-63]. Авторы работы [60] кроме вышеуказанного метода используют плазменные фильтры (в данной работе используется фильтр, разработанный авторами работы [64]). Нанесение покрытий нитрида титана осуществлялось на установке «Радугаспектр» при остаточном давлении в камере 2,5·10⁻³ Па. Частота следования импульсов при подаче смещения на подложку 100 кГц. Установлено, что общее количество микрокапель снижается с увеличением потенциала смещения, установлена тенденция уменьшения размера микрокапель. Образующиеся микрочастицы при движении к подложке могут соударяться с ионами, что может привести к их ионизации (положительно заряженные микрочастицы), кроме того, они также могут заряжаться отрицательно за счет электронов, образующихся в плазме. Конкуренция этих двух процессов непосредственно влияет на плотность микрочастиц на подложке. При высоких напряжениях смещения (выше 100-150 В), по мнению авторов, энергии ионов может быть достаточно, чтобы небольшие микрочастицы в результате соударений испарились до осаждения на подложку [60].

Важным направлением в разработке вакуумных ионно-плазменных покрытий является получение износостойких антифрикционных покрытий для пар трения интенсивно изнашивающихся деталей в разных отраслях машиностроения.

Авторы работы [65] для получения покрытия TiN (толщиной 3-5 мкм) на поверхности углеродистой и легированной стали (45-55 HRC) использовали модернизированную вакуумную установку ионно-плазменного напыления «АНГА - 1». Микротвердость полученного покрытия составила 37,10 ГПа. Склерометрическим методом испытаний, предложенным авторами [65]. определена минимальная нагрузка, которая привела к разрушению покрытия (Р_{кр} = 3,5 Н). Для оценки интенсивности изнашивания полученного покрытия использовали метод контактного взаимодействия - трение двух скрещенных цилиндров, при котором индентор внедряют при его вращательном движении в контртело, твердость которого ниже твердости индентора. По размерам отпечатка на контртеле оценивают состояние поверхности и эксплуатационные характеристики. Получено, что нанесение покрытий нитрида титана снижает интенсивность изнашивания при грубом абразивном износе ~ на 20 %, а при незначительном, тонком абразивном износе ~ в 10 раз.

Авторами работы [66] проанализировано влияние структурного состояния вакуумно-дуговых покрытий нитрида титана, полученных в

интервале давлений азотной атмосферы (1-67)·10⁻² Па при постоянном отрицательном напряжении смещения – 230 В, на стойкость к абразивному износу. Использовались методы рентгеноструктурного анализа и сферической Авторы показали, что влияние структурного состояния на выемки. износостойкость нельзя свести только К зависимости ОТ степени структурирования, так как это многофакторный процесс, и к определяющим факторам относятся наноразмер зерен-кристаллитов и деформированное состояние сжатия в покрытии.

Авторы статьи [67] модифицировали поверхность трения стальной детали (сталь У10), входящей в пару трения «игла – подпятник», методом нанесения ионно-плазменного покрытия TiN. Нанесение покрытия осуществлялось на установке ВУ2-МБС при парциальном давлении газа в камере 0,04 Па, напряжение смещения и ток дуги варьировались по матрице планирования ПФЭ 2^2 (от 120 до 160 В и от 120 до 160 А, соответственно). Методом рентгеноструктурного анализа (дифрактометр «Дрон-2» с применением Fe-К_αизлучения методом «скользящего пучка») установлено, что при всех режимах нанесения формируется покрытие с кубическим типом кристаллической решетки. Параметры тонкой структуры такие, как размер блоков мозаики и плотность дислокаций по границам блоков имеют близкие значения во всех исследованных режимах и составляют 160 нм и 9,2^{-10⁹} см⁻² соответственно. Микротвердость полученного покрытия составила 19,6 - 26,2 ГПа. Линейную интенсивность изнашивания поверхности трения деталей оценивали методом контактного взаимодействия на приборе, имитирующим работу пары трения «игла - подпятник» по изменению размера отпечатка, предварительно нанесенному на поверхность трения иглы. Применение ионно-плазменного покрытия TiN повышает износостойкость деталей в условиях сухого трения и в условиях смазки BM-1 в среднем ~ в 2 раза и ~ в 10 раз соответственно. Кроме того, установлено, что в зависимости от режимов напыления изменяется параметр пластичности ионно-плазменного покрытия нитрида титана - уменьшение тока дуги и увеличение напряжения смещения приводит к

повышению пластических свойств покрытия [68].

Авторами работ [69] проведены эксперименты на установке ВУ-2МБС по оптимизации ионно-плазменной технологии на образцах из стали ХВГ. При парциальном давлении газа в камере 0,04 - 0,06 Па варьировались напряжение смещения и ток дуги от 120 до 160 В и от 140 до 180 А соответственно. покрытий TiN показали, что Исследования дефектности микроструктуры снижение тока дуги способствует формированию более качественной микро- и субструктуры. Наибольшее количество капельной α-Ti фазы И электроэрозионных дефектов (9 % и 23 % соответственно) фиксируется в покрытиях, полученных при максимальном значении тока дуги (180 A). При фрикционных испытаниях (сухое трение скольжения «покрытие TiN в паре ШХ-15 и сапфиром») получено значение коэффициента трения со сталью $f_{TD} = 0,053 - 0,059.$ Покрытия нитрида титана имеют пониженный ~90-150 мΒ более электрохимический потенциал поверхности И электроположительный потенциал питтингообразования по сравнению с нержавеющими сталями, титановыми сплавами и гальваническим покрытием хрома. За счет эффекта пассивации они обеспечивают повышение стойкости стальных и титановых деталей к питтинговой коррозии и эффективны для антикоррозионной защиты при модернизации компрессорных лопаток стационарных газотурбинных двигателей и двигателей морского базирования [70].

Авторами работы [71] проанализированы структура И физикомеханические свойства полифункциональных покрытий нитрида титана, нанесенных на образцы из никелевых и титановых сплавов (ЭП718, ЭП866, ВТ6) методом ионно-плазменного напыления на установке ННВ6.6-И1. В одном технологическом цикле осуществлялись предварительная операция ионной очистки посредством тлеющего разряда в среде аргона (давление в камере P=1,2 Па, напряжение на подложке 500 В, время обработки 5 минут) с последующей низкоэнергетической бомбардировкой ионами азота (давление в камере Р=6,6 кПа, напряжение на подложке 600 В, ток дуги 110 А, время

обработки 1 минута) и нанесение покрытия нитрида титана (давление в камере P=(0,66 - 0,79) Па, напряжение на подложке 200 В, ток дуги 110 А, время нанесения 60 минут). Методом рентгеноструктурного анализа (дифрактометр «Дрон-3М» в симметричной съемке по Брэггу-Брентано с применением Си-К_аизлучения) установлено, что фазовый состав покрытий представляет собой кубическую фазу δ-TiN, кроме того присутствуют рефлексы γ-Fe и Ti, обусловленные отражением от подложек, так как глубина зондирования рентгеновских лучей превышает толщину покрытия, которая составляет 3 - 5 мкм. Микроструктура покрытий имеет сферическую форму зерна размером 30-40 мкм. Микротвердость покрытия TiN зависит от подложки и толщины покрытия и находится в диапазоне 10,9 - 20,09 ГПа. На рисунке 1.7 представлено распределение микротвердости на косом шлифе образца из сплава ЭП 866. Твердость покрытия TiN монотонно снижается от поверхности вглубь. Переходная зона состоит из подслоя титана и демпферного слоя состава (Ti+TiN) и обеспечивает плавный переход от кристаллической структуры металла к решетке нитрида титана. Формирование покрытия с градиентным распределением параметров свойств микроструктуры И механических способствует повышению адгезионной прочности, являющейся важным эксплуатационным свойством защитных покрытий.

Ионно-плазменные покрытия нитрида титана позволяют повысить коррозионную и эрозионную стойкость поверхности обрабатываемой детали. Ускоренные сравнительные коррозионные испытания (методом выдержки в 10 %-ном растворе FeCl) показали, что после выдержки в течение 24 часов на поверхности покрытия TiN, нанесенного на образцы из сплава ЭП718 и ЭП866, обнаружены отдельные точечные питтинги. Наилучшую коррозионную стойкость показало покрытие, нанесенное на образец из титанового сплава ВТ6. В данном случае покрытие образует с подложкой более пассивную в отношении электрохимической коррозии гальванопару с высоким потенциалом питтингообразования.



Рисунок 1.7 – Распределение микротвердости на косом шлифе образца из сплава ЭП 866 [71]

Авторами работ [72,73] показано, что ионно-плазменные покрытия КИБ, обладают нитрида титана, полученные методом комплексом антикоррозионных И износостойких свойств. Они перспективны для использования В составе ремонтно-восстановительных и упрочняющих технологий с целью повышения надежности и увеличения срока службы важных деталей газотурбинных двигателей – компрессорных лопаток. C целью оптимизации режимов ионно-плазменного напыления в работах исследованы структура, физико-механические свойства TiN, полученных в интервале технологических параметров: ток дуги, опорное широком напряжение, парциальное давление реакционного газа [74]. Разработаны покрытия с фазовым составом на основе кубической фазы δ-TiN, размером субзерен ~50 нм, обладающие одновременно высокой твердостью (Н_и~20,0 ГПа) и пластичностью (коэффициент пластичности 0,8). В работе [75] с целью разработки антикоррозионных покрытий нитрида титана были исследованы формирования в интервале низких парциальных закономерности их

давлений реакционного газа (0,04-0,1) Па. Установлено, что в исследуемом диапазоне давлений осаждаются покрытия с фазовым составом на основе кубической фазы δ-TiN. С уменьшением давления реакционного газа выявлена тенденция формирования аксиальной текстуры типа (001). С точки зрения антикоррозионной защиты, наиболее оптимально нанесение покрытия TiN при давлении реакционного газа в камере 0,1 Па. Нанесение покрытия в указанном режиме на поверхность образцов из стали 12Х13 способствовало существенному повышению потенциала питтингообразования и смещению его в электроположительную область. Нитрид титана в данном случае выполняет функцию катодного покрытия и обеспечивает существенное повышение коррозионной стойкости стальных поверхностей. В результате внедрения восстановительно-упрочняющей технологии с использованием разработанных полифункциональных покрытий нитрида титана на лопатках, отработавших назначенный pecypc, достигнуто: повышение 5-7 микротвердости рабочей поверхности в раз, улучшение антикоррозионных свойств по показателю питтингостойкости в 3-5 раз, эрозионной стойкости рабочей поверхности 25 %, повышение на восстановление предела выносливости и, как следствие, продление общего срока службы компрессорных лопаток в 1,8-2 раза.

обзора имеющихся литературных данных показал, что при Анализ режимов ионно-плазменного нанесения применительно к оптимизации конкретной установке могут быть получены полифункциональные ионнопокрытия нитрида титана, которые обладают плазменные комплексом важных эксплуатационных показателей таких, как высокая микротвердость, коэффициент износостойкость, пониженный трения, повышенная коррозионная стойкость.

Широкое распространение PVD-методов в отечественном машиностроении обусловлено следующими факторами:

- возможность получать равномерные поверхностные слои в широком диапазоне толщин с относительно хорошей воспроизводимостью свойств;

- возможность покрывать длинноразмерные обрабатываемые поверхности (магнетронный метод);

- применимость для широкого круга материалов подложки;

- возможность получения многослойных покрытий со слоями разной толщины и из разных материалов;

- управление составом, структурой и свойствами слоев путем варьирования технологических параметров;

- экологическая чистота.

К недостаткам этой группы методов можно отнести:

- необходимость высокой квалификации обслуживающего персонала;

- более низкую производительность по сравнению с CVD-методами;

- необходимость разработки технологического режима для конкретного метода получения покрытия и типа оборудования;

- необходимость специальной предварительной подготовки поверхностей деталей перед нанесением покрытия.

Показано, что эксплуатационные свойства покрытий определяются совокупностью технологических параметров процесса напыления: опорное напряжение, ток дуги, давление реакционного газа в камере, температура подложки и скорость осаждения. Грамотное управление процессом ионноплазменного напыления позволяет прогнозировать режимы формирования покрытий оптимального состава с заданными эксплуатационными свойствами.

В настоящее время PVD-технологии доступны, так как на рынке активно продвигаются варианты PVD-установок ведущих мировых компаний, работающих в области покрытий: Balzers, Cemicon, Metaplas, Leybold, Platit. В России находят применение лабораторные установки, способные производить PVD-покрытия, соответствующие лучшим мировым образцам, но их внедрение отечественной инструментальной промышленности практику весьма В PVD-покрытия ограничено. могут успешно применяться В машиностроительной отрасли для решения задач упрочнения и защиты от

коррозии интенсивно изнашивающихся поверхностей деталей станков и механизмов, машин и устройств, работающих в контакте с окружающей или эксплуатационной средой.

1.4 Ионная имплантация - как метод модифицирования поверхностных слоев материала изделия

Эффективным методом модификации поверхности металлов и сплавов ионно-лучевая обработка, которая позволяет целенаправленно является изменять структуру, механические и трибологические свойства поверхностных слоев обрабатываемого материала, и, как следствие, повышать срок службы различных деталей машиностроения. При ионно-лучевой обработке происходят разнообразные структурные изменения в облученном материале: образование точечных радиационных дефектов, изменения дислокационной структуры; напряженно-деформированного формирование состояния, связанного С протеканием процессов пластической деформации; изменение химического состава тонких поверхностных слоев, образование химических соединений и твердых растворов; полиморфные превращения и создание аморфных поверхностных структур.

Ионная имплантация – один из методов модификации поверхности большого класса материалов [76-83]. Метод основан на внедрении ионов с высокой энергией в поверхностный слой материала. Процесс происходит в вакууме (10⁻⁴ - 10⁻³ Па) в ионно-лучевых ускорителях. На рисунке 1.8 представлена характерная схема установки ионной имплантации [84, 85].



Рисунок 1.8 – Обобщенный вид установки ионной имплантации: 1 – подача рабочего газа; 2 – камера «ионный источник»; 3 – анод; 4 – плазма; 5 – катод; 6 – экстрактор; 7 – часть камеры с ускоряющими и фокусирующими элементами; 8 – ускоряющие магниты, элементы фокусировки, фильтр разделения ионов; 9 – часть камеры с различными датчиками и анализаторами; 10 – подложки; 11 – механизм смены подложек; 12 – камера легирования; 13 – ионный пучок [85]

В камеру (2) через клапан (1) подается рабочее вещество в виде газообразного, жидкого или твердого состояния. Затем, под действием сильных электрических ударов между анодом (3) и катодом (5) возникает разряд в объеме камеры, и ионизируются атомы примесного вещества. Физические процессы, происходящие внутри камеры, приводят к образованию плазмы (4). Ионы из плазмы отсеиваются при помощи разности потенциалов между экстрактором (6) и плазмой. При подаче отрицательного потенциала на экстрактор положительные ионы начинают притягиваться к нему, формируется начальный ионный поток вещества (13). Начальный «разбросанный» поток ионов из экстрактора направляется в камеру (7), где расположены фокусирующие линзы, при помощи которых формируется пучок Там же имеются ускоряющие магниты для придания ионам ИОНОВ. необходимой энергии, после чего ионы фильтруются по массе. Дальнейший
поток ионов проходит через камеру (9), в ней расположены датчики для контроля проходящей массы вещества. Последняя камера (12) представляет собой отсек, где происходит основной процесс – имплантация. В ней расположен вращающийся механизм (11), который меняет подложки (10).

Основными параметрами технологического процесса ионного внедрения являются энергия ускоренных ионов *E* и доза облучения *D*.

Попадая на модифицируемый материал, ионы внедряются в него на глубину 5 - 500 нм в зависимости от сорта ионов, их энергии и плотности ионного тока. Условно выделяют низкоэнергетическую ионную имплантацию с энергией ионов 2 - 10 кэВ и высокоэнергетическую имплантацию с энергией ионов 10 - 400 кэВ. В зависимости от конструкции имплантера диаметр пятна ионного луча на поверхности обрабатываемого материала может составлять от 0,01 до 0,2 м, а значение среднего ионного тока: 1 - 20 мА. Дозы ионного облучения традиционно находятся в интервале 10¹⁴ - 10¹⁸ см⁻². При бомбардирующих взаимодействии ИОНОВ С поверхностными слоями модифицируемого материала протекает целый комплекс сложных физических процессов. Кроме имплантации ИОНОВ В поверхность материала, одновременно протекают такие процессы, как распыление поверхности, развитие каскадов столкновений, каскадное (баллистическое) перемешивание атомов материала в поверхностном слое, радиационно-стимулированная диффузия, образование метастабильных фаз, радиационно-стимулированная сегрегация (перераспределение атомов материала в поверхностном слое), преимущественное распыление, адсорбция Гиббса (изменение состава поверхности за счет уменьшения свободной энергии), сопутствующий разогрев. [85, 86]. Соотношение между этими процессами зависит от типа имплантируемых ионов, модифицируемого материала и технологического режима обработки.

Основными достоинствами ионной имплантации как метода создания модифицированных поверхностных нанослоев являются:

- возможность вводить атомы любых элементов в строго контролируемом

37

количестве в поверхностный слой твердого тела;

- низкие температуры нагрева модифицируемого материала и отсутствие заметных изменений размеров, структуры и свойств основного материала;

- отсутствие явной границы раздела с подложкой и проблемы адгезии;

- высокая вакуумная чистота технологического процесса;

- возможность одновременной или последовательной имплантации ионов разных сортов.

К основным недостаткам метода относятся:

- возможность обработки поверхностей материалов только в зоне прямого действия ионного луча;

- малая глубина проникновения ионов в материал (особенно при низких энергиях) по сравнению с традиционными методами химико-термического упрочнения.

Под действием ионных пучков происходит улучшение механических свойств поверхностных слоев мишени. В упрочняющий эффект при ионном воздействии вносят вклад целый ряд факторов, которые зачастую действуют одновременно и оказывают влияние на прочностные свойства материала:

- упрочнение за счет образования твердых растворов (возникает энергетический барьер, затрудняющий движение дислокаций);

- торможение дислокаций внедренной примесью и радиационными дефектами;

- блокирование дислокаций полями напряжений за счет искажений кристаллической решетки;

- образование мелкодисперсных фаз в тонком имплантированном слое, тормозящих дислокации и обеспечивающих дисперсионное упрочнение.

Ионная обработка существенно влияет на микротвердость облученной поверхности. Изменение Н_µ происходит на глубинах от единиц до нескольких сотен мкм, при этом заряженные частицы проникают в мишень на глубину не более 0,1 мкм. Этот эффект при ионном облучении называют эффектом «дальнодействия» [87-89]. Упрочнение при ионной имплантации с точки зрения процесса пластического деформирования определяется движением

дислокаций, а также их взаимодействием друг с другом и другими дефектами решетки. При ионной обработке формируется развитая дислокационная структура. Высокая плотность дислокаций приводит к полям напряжений в твердом теле, и как следствие, к увеличению H_µ в слоях, составляющих десятки и сотни мкм.

В большинстве работ упрочнение поверхности металлов и сплавов достигается имплантацией ионов C⁺, N⁺, B⁺. Так в работе [90] установлено увеличение твердости поверхности стали ШХ15, облученной C⁺ (E=40 кэB, $D=10^{17}$ см⁻²) до глубины 300 мкм. В слое толщиной ~100 мкм наблюдается значительный рост микротвердости (>5 ГПа), что по мнению авторов, связано с образованием карбидов Fe. Высокая H_µ на больших глубинах объясняется формированием гетерогенных слоев между легированным слоем и матрицей.

Авторы работы [91] исследовали имплантацию ионов N^+ , B^+ , C^+ в рабочие поверхности деталей машин из серого чугуна, что позволило повысить микротвердость в поверхностном слое глубиной до 50 мкм. Имплантация ионов N^+ , B^+ , C^+ способствует повышению микротвердости поверхностного слоя в ~ 6, 2,5 и 3 раза, соответственно. По мнению авторов, это связано с образованием мелкодисперсных фаз – нитридов (Fe₃N, Fe₂N), боридов (FeB, Fe₂B) и карбидов (Fe₃C) в тонком поверхностном слое. Наибольшую износостойкость поверхности деталей обеспечивает ионная имплантация N^+ , что, по мнению авторов, может быть связано с формированием плотного слоя на поверхности, который «в какой-то степени выравнивает гетерогенную структуру чугуна», а так же за счет упрочнения поверхностного слоя.

В работе [78] достигнуто увеличение стойкости в ~5 и ~3 раза вольфрамокарбидовых твердосплавных пластин, обработанных аргоном (D= 10^{18} см⁻²) и рением (D= $2\cdot10^{17}$ см⁻²) соответственно. Показано, что износостойкость закаленной стали У8А после ионной имплантации C⁺, Si⁺, Re⁺ линейно растет с увеличением атомного номера имплантируемого элемента.

В работе [92] достигнут эффект упрочнения поверхности деталей трения из стали У10, облученных C⁺ (E=80 кэB, D= $(1,2 - 1,4)^{-10^{17}}$ см⁻²).

Микротвердость поверхности трения увеличивается на ~3 ГПа.

Метод ионно-лучевой обработки может быть весьма перспективен для упрочнения трущихся поверхностей, повышения их износостойкости и обеспечения долговечности узлов трения различных деталей в машиностроительной отрасли.

1.5 Научные тенденции в разработке конструкционных нанокристаллических материалов

В последнее время в науке и технике представляют интерес разработки новых металлических и керамических материалов с выраженной нанокристаллической структурой, которые находят применение во многих областях техники. Уменьшение размера любых структурных составляющих материала (размера зерен, кристаллитов) ниже некоторой пороговой величины (менее 100 нм) приводит к радикальному изменению физико-механических свойств, которые в свою очередь определяются характером распределения, формой и химическим составом наноразмерных элементов.

Наиболее сильные изменения свойств наноматериалов и наночастиц лежат в диапазоне размеров кристаллитов порядка 10 - 100 нм. Для наночастиц доля атомов, находящихся в тонком поверхностном слое (его толщину принимают порядка 1 нм), по сравнению с мезо- и микрочастицами заметно возрастает. Действительно, доля приповерхностных атомов будет пропорциональна отношению площади поверхности частицы S к ее объему V. Если обозначить характерный размер частицы (кристаллита) как D, то [84]:

$$S/V \sim D^2/D^3 \sim 1/D.$$
 (1.1)

Атомы на поверхности, в отличие от находящихся в объеме твердого тела, задействуют не все связи с соседними атомами, что приводит к возникновению в поверхностном слое сильных искажений кристаллической решетки, может происходить смена типа решетки.

Также причиной изменения свойств наноматериалов является увеличение объемной доли границ раздела с уменьшением размера зерен или кристаллитов.

Выделяют объемную долю следующих составляющих: границы раздела, границы зерен и тройных стыков [84, 93, 94]. Объемную долю границ раздела оценивают по формуле:

$$\Delta V_{\Gamma P} = 1 - [(D - s)/D]^3, \qquad (1.2)$$

где *s* - толщина границ раздела (порядка 1 нм); *D* - характерный размер зерна или кристаллита. Объемная доля границ зерен оценивается по формуле:

$$\Delta V_{\Gamma 3} = [3s (D-s)^2]/D^3.$$
(1.3)

Объемная доля тройных стыков получается как разность:

$$\Delta V_{\rm TC} = \Delta V_{\Gamma \rm P} - \Delta V_{\Gamma \rm 3}. \tag{1.4}$$

На рисунке 1.9 приведены кривые, рассчитанные по указанным формулам, в зависимости от соответствующих объемных долей. С уменьшением размера зерна от 1 мкм до 2 нм объемная доля межзеренной компоненты (границ раздела) увеличивается от 0,3 до 87,5 %. Объемные доли межзеренной и внутризеренной компонент достигают одинакового значения ~ 50 % при размере зерна ~ 5 нм. После уменьшения размера зерна менее 10 нм начинает сильно возрастать доля тройных стыков. С этим связывают аномальное падение твердости в данном интервале размеров зерна [95, 96].

Показано, что границы зерен находятся в неравновесном состоянии, обусловленным присутствием зернограничных дефектов с высокой плотностью [95, 96]. Неравновесность характеризуется избыточной энергией границ зерен и наличием дальнодействующих упругих напряжений. Границы зерен имеют кристаллографическое упорядоченное строение, а источниками упругих полей выступают зернограничные дислокации и их комплексы [96]. Неравновесность границ зерен вызывает возникновение высоких напряжений и искажения кристаллической решетки, изменение межатомных расстояний и появление значительных смещений атомов, вплоть до потери дальнего порядка [97]. Результатом является значительное повышение микротвердости.



Рисунок 1.9 – Зависимость объемных долей границ раздела, границ зерен тройных стыков наноструктурных материалов [95]

Формирование нанокристаллических структур приводит к значительному повышению механических характеристик нанокристаллических материалов, среди которых, в первую очередь – высокая твердость. Так как твердость характеризует сопротивление материала пластической деформации при вдавливании в него более твердого тела, то существует пропорциональная связь между твердостью и пределом текучести материала (σ_y) – закон Холла-Петча [84]:

$$\sigma_{v} = \sigma_{0} + k_{v} D, \qquad (1.5)$$

где σ_0 - внутреннее напряжение, препятствующее движению дислокации; k_y - коэффициент, связанный с проницаемостью границы зерна движению дислокаций; D - размер зерна; величина n изменяется от 1/2 (классический закон Холла-Петча) до значений, лежащих в интервале 1/4 - 1. Считается, что каждому значению показателя степени n соответствует характерный механизм взаимодействия дислокаций с границами зерен.

Решение задачи повышения твердости материалов за счет придания им

наноструктурного состояния не так проста. Проведенные исследования твердости материалов в зависимости от размеров зерен выявили аномальную зависимость - снижение твердости с уменьшением размера зерна менее 10 нм. На рисунке 1.11 приведена кривая изменения твердости при уменьшении размера зерна до критического размера [97]. При уменьшении размера зерен до 7 нм и ниже вместо повышения твердости наблюдается обратный эффект Холла-Петча - с уменьшением размера зерна происходит разупрочнение.



Рисунок 1.11 – Схема изменения твердости при уменьшении размера зерна [97]

В таблице 1.1 приведены результаты изменения механических свойств металлов в зависимости от размеров зерна. Прочность нанокристаллических материалов при растяжении в 1,5 – 2 раза выше, чем у крупнозернистых аналогов. Для больших зерен рост прочности и твердости при уменьшении их размера обусловлен введением дополнительных границ зерен, которые являются препятствиями для движения дислокаций.

Таблица 1.1 – Изменение механических свойств в зависимости от размеров зерна

Никель						
Свойства	Размер зерна	Наноразмер				
	(обычный), 10 мкм	100 нм	10 нм			
Прочность, МПа (25 °С)	103	690	>900			
Предельная прочность на	403	1100	>2000			
растяжение, МПА (25 °C)						
Твердость по Виккерсу,	140	300	650			
кг/мм ²						
Титановый сплав ВТ8						
	5 мкм	60 нм				
Предел прочности, МПа	1050	1400				
(20 °C)						
Относительное удлинение	45	53				
до разрушения, %						

В настоящее время изучается увеличение твердости и прочности современных наноматериалов, изменение пластичности, упругих характеристик, стабильности и других свойств. Установление соответствующих размерных закономерностей открывает возможности перехода к новому поколению материалов, свойства которых можно регулировать с помощью размеров и формы составляющих их структурных элементов. Использование поверхностной модификации и их комбинирование современных методов открывает новые возможности для формирования наноструктур в поверхности обрабатываемых материалов и открытии новых эффектов, которые приведут к развитию упрочняющих технологий для решения проблем машиностроения.

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1

Обзор и анализ литературных данных позволил определить задачи исследования:

1 В настоящее время задача продления ресурса и надежности деталей машин и устройств, которая преимущественно связана с механическим износом и коррозионным повреждением их поверхностных слоев, является актуальной. Требования современных производств обуславливают необходимость проблемы: комплексного решения этой улучшения функциональных характеристик поверхности деталей в сочетании с повышением материало- и энергосбережения, обеспечением экологичности и безопасности технологий.

2 Существует потребность в четких стандартах передачи технологий поверхностной обработки из лабораторий в промышленность. Необходимо развивать системный подход, позволяющий данным методам стать частью общего процесса обоснованного выбора материалов.

3 При конструировании ответственных деталей машин разработка материалов покрытия и основы должна выполняться одновременно, она должна стать интегрированным процессом.

4 В настоящее время одновременное развитие получили как CVD-, так и PVDметоды и в рамках каждого метода для применяемого технологического оборудования необходимо разрабатывать технологические режимы, а также проводить комплексные исследования с целью понимания закономерностей формирования покрытий, обеспечивающих получение оптимального комплекса эксплуатационных свойств.

5 Большое влияние на процессы трения и изнашивания оказывает состояние поверхностных слоев контактирующих тел и их повреждаемость в процессе эксплуатации. Изменения, происходящие в этих слоях в процессе многократного трения затрагивают макро- и микро- уровни. Понимание и изучение этих процессов с позиций физического материаловедения позволяет применить комплексный подход к повышению эксплуатационной

долговечности ответственных узлов трения.

6 Для повышения износостойкости поверхности металлических деталей пар трения необходимо применять покрытия, которые тормозят развитие процессов пластической деформации в поверхностных слоях металла.

7 Прочностные и динамические характеристики трибосистем при длительной и надежной эксплуатации связаны с глубокими структурными уровнями контактирующих поверхностных слоев конструкционных материалов. Реализация этих возможностей для современного этапа развития науки и техники достигается при оптимизации структуры разрабатываемых покрытий не только на микро-, но и наноуровне.

8 Все вышеперечисленные факторы и процессы, так или иначе изучались многочисленными исследователями. Однако, задача разработки технологии нанесения столбчатых наноструктурированных покрытий всегда должна решаться конкретно для метода осаждения, типа технологического оборудования и с учетом особенностей структурно-фазового состояния, механических и трибологических свойств упрочняемых поверхностей.

ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Объекты исследований

Объектами исследований являлись детали пар трения изделия К4110, предоставленные АО «ОКБ – Нижний Новгород» (г. Нижний Новгород).

2.1.1 Пара трения «полуось-подшипник»

Объектами исследования для пары трения «полуось-подшипник» являлись **полуоси** из инструментальной стали ХВГ, Х12Ф1, которые работают в паре с ограничительным подшипником скольжения из алюминиевожелезистой бронзы марки типа БрАЖ9-2 с покрытием из припоя марки типа ПОС40 (припой оловянно-свинцовый). Элементный состав инструментальных сталей ХВГ, Х12Ф1 представлен в таблице 2.1.

Сталь ХВГ - инструментальная сталь, по структуре относится к заэвтектоидной; структура в закаленном состоянии - мартенсит, остаточный аустенит; нетеплостойкая (не подвергается в работе нагреву свыше 200-250[°]C).

Сталь X12Ф1 - штампованная сталь с повышенным содержанием хрома, по структуре относится к заэвтектоидной; структура в закаленном состоянии – высоколегированный мартенсит, карбиды и остаточный аустенит. Обладает хорошей теплостойкостью и прочностью, высокой прокаливаемостью, закаливаемостью и износостойкостью. Высокая твёрдость определяется высоким содержанием углерода. Стали с содержанием углерода 1,25-1,45 % являются сталями ледебуритного класса, т.е. содержат в литом состоянии карбидную эвтектику, имеют после закалки твёрдость HRC 62-64. Эти стали содержат высокое количество карбидоборазующих элементов. Повышенное содержание углерода и хрома обеспечивает образование повышенного количества карбидов хрома (M₇C₃, M₂₃C₆). Основным легирующим элементом штамповой стали является хром. Он повышает износостойкость, увеличивает прочность и прокаливаемость стали, при наличии свыше 2,5 % повышает

устойчивость против отпуска, особенно при нагреве до температур выше 300 ° С.

Марка	Содержание легирующих элементов, масс %											
стали	С	Si	Mn	Ni	S	Р	Cr	Mo	W	Cu	V	Fe
ХВГ	0,9-	0,1-	0,8-	до	до	до	0,9-	до	1,2-	до		~94
	1,05	0,4	1,1	0,35	0,03	0,03	1,2	0,3	1,6	0,3		
Х12Ф1	1,25-	0,15-	0,15-	до	до	до	11-			до	0,7-	~84
	1,45	0,35	0,4	0,35	0,03	0,03	12,5			0,3	0,9	

Таблица 2.1 – Элементный состав сталей ХВГ, Х12Ф1

Пара трения работает в среде смазочного материала, в качестве которого используется вакуумное масло марки ВМ-1.

Фото деталей пары трения «полуось-подшипник» и рабочий чертеж полуоси представлены на рисунках 2.1 и 2.2 соответственно.

Исходные серийные полуоси соответствовали требованиям чертежа: средняя микротвердость рабочей поверхности полуосей H_{100} =8,5 ГПа; шероховатость поверхности (R_a) согласно ГОСТу 2789-73 – 11 класс; диаметр полуосей – (4,929-4,933)^{-10⁻³} м. Отклонение от цилиндричности поверхности в среднем составляло 2 $\cdot 10^{-3}$ м.



Рисунок 2.1 – Внешний вид пары трения «полуось-подшипник»



1. 650...804HV 0,1 до покрытия по п.6; 550HV 0,1 не менее после покрытия по п.6. Контроль твердости производить на участке размером Г.

2. На участках размерами Г и Д допускается размер Ø3,5 ^{+0,16} мм.

3.*Размеры обеспеч. инстр.

4.^{**}Размеры и шероховатость поверхности после покрытия по п.б.

5. На участке размером В допускается шерохова-

тость наружной поверхности 🗸 1.25 .

6. Покрытие наружной поверхности на участке размером Е: Ти-Аз 3-6; 1500...2200HV 0,05. Контроль твердости покрытия производить на участке размером Ж.

7. По внешнему виду покрытия деталь должна соответствовать контрольному образцу.

8. После покрытия по п.6 на наружную поверхность нанести смазочную композицию 6 СФК-180-05 ТV6-02-1229-82. Покрытие производить по инструкции К4110-01-000И. Допускается покрытие внутренней поверхности А.

Рисунок 2.2 – Рабочий чертеж детали К 4110-05-073 типа втулка

2.1.2 Пара трения «игла-подпятник»

Объектами исследования для пары трения «игла-подпятник» являлись:

- иглы из стали У10;

- керамические подпятники, изготовленные из лейкосапфира (Al₂O₃) и диоксида циркония (ZrO₂).

Элементный состав инструментальной стали У10 представлен в таблице 2.2.

Марка	Содержание легирующих элементов, масс %								
CTAJIM	С	Si	Mn	Ni	S	Р	Cr	Cu	Fe
У10	0,96-	0,17-0,33	0,17-0,33	до	до	до	ДО	до	~97
	1,03			0,25	0,028	0,03	0,2	0,25	

Таблица 2.2 – Элементный состав стали У10

Сталь У10 – инструментальная нелегированная сталь, по структуре относится к заэвтектоидной или ледебуритной; структура после закалки и низкого отпуска – мартенсит, карбиды и остаточный аустенит; нетеплостойкая.

Фото и рабочие чертежи геометрических размеров деталей пары трения «игла-подпятник» представлены на рисунках 2.3 и 2.4.



Рисунок 2.3 – Внешний вид пары трения «игла – подпятник»

Согласно техническим условиям на данную деталь микротвердость рабочей поверхности новой иглы должна составлять H₅₀ ≥8 ГПа.

Пара трения «игла-подпятник» работает в среде смазочного материала, в качестве которого используется вакуумное масло марки ВМ-1.



Рисунок 2.4 – Рабочий чертеж деталей пары трения «игла-подпятник» с геометрическими параметрами

2.2 Оборудование, используемое для модификации рабочих поверхностей опытных пар трения

Напыление ионно-плазменного полифункционального покрытия нитрида титана на рабочие поверхности деталей пар трения проводили на установке ВУ-2МБС (рисунок 2.5) при фиксированных временах обработки:

очистка и активация поверхности деталей методом ионной бомбардировки Ti⁺
 в циклическом режиме при опорном напряжении U_{on} ~ 1кB: 5 сек (обработка)
 + 5 сек (пауза) – 2 цикла;

- нанесение подслоя α-Ті в течение 8 минут;

- нанесение переходного слоя α-Ті + ТіN в течение 2 минут;

- нанесение покрытия TiN в течение 50 минут.

Оптимизация технологического процесса ионно-плазменного напыления проводилась при постоянном значении опорного напряжения U=140 В и варьировании технологических параметров: давление реакционного газа в камере и ток дуги (таблица 2.3).

Таблица 2.3 – Технологические режимы ионно-плазменного напыления покрытия TiN на полуоси

Технологические параметры напыления				
Опорное напряжение Давление реакционного газа в Ток дуг				
U, B	рабочей камере Р _{N2} , Па	Ι _Д , А		
140	0,04	120		
		140		
		160		
140	0,06	120		
		140		
		160		



Рисунок 2.5 – Установка ионно-плазменного напыления ВУ-2МБС

Ионную имплантацию рабочих поверхностей игл исследуемых пар трения «игла – подпятник» проводили на частотно-импульсном ускорителе «Радуга» при энергии ионов C⁺ E=80 кэВ и плотности тока j=6 A/cm² дозами: 10^{16} cm⁻²; $5 \cdot 10^{16}$ cm⁻²; 10^{17} cm⁻²; $5 \cdot 10^{17}$ cm⁻²; 10^{18} cm⁻² (рисунок 2.6).



Рисунок 2.6 – Частотно-импульсный ускоритель «Радуга»

2.3 Измерение микротвердости

Измерение микротвердости проводили на микротвердомере ПМТ-3 при вдавливании четырехгранной алмазной пирамиды с углом между гранями 136° в исследуемую поверхность по ГОСТ 9450. Микротвердость рассчитывали по формуле:

$$H = \frac{18,54 P}{d^2}, \quad (\Gamma \Pi a) \tag{2.1}$$

где: *P* – нагрузка (H); *d* – длина диагонали отпечатка (мм).

Глубина индентирования связана с длиной диагонали отпечатка соотношением:

$$h = \frac{d}{7}, (MKM) \tag{2.2}$$

По результатам измерений строили зависимости микротвердости от глубины индентирования. Так как при микроиндентировании,

представляющего собой процесс пластической деформации, на результат измерения микротвердости тонких покрытий оказывает влияние подложка, то полученное экспериментальным путем значение микротвердости представляет собой твердость композиции «покрытие-подложка». Поэтому для определения истинной микротвердости покрытия использовали формулу, предложенную в работе [98]:

$$H_{\mu} = H_{k} + \frac{H_{k} + H_{0}}{2\left(\frac{t}{h}\right) + 3\left(\frac{t}{h}\right)^{2}}, (\Gamma \Pi a)$$
(2.3)

где: H_k — микротвердость композиции; H_0 — микротвердость подложки, измеренная при той же нагрузке; t — толщина покрытия; h — глубина индентирования.

Количество отпечатков при каждой нагрузке составляло не менее 10. Проводилась статистическая обработка результатов измерений с использованием распределения Стьюдента. Относительная погрешность значений микротвердости изменяется от 0,5 % до 4 % при уменьшении нагрузки на индентор от 2 H до 0,5 H.

2.4 Методика определения характеристик пластичности, получаемых при измерении микротвердости

В качестве характеристики пластичности использовали безразмерный параметр δ_н, предложенный Мильманом Ю.В. в работе [99] и представляющий собой долю пластической деформации в общей упругопластической деформации под индентором при микроиндентировании на приборе ПМТ-3.

Физический смысл параметра состоит в том, что доля пластической деформации в общей деформации материала характеризует способность этого материала к формоизменению. Пластическая деформация приводит к релаксации напряжений в материале, и чем легче она протекает в определенных условиях деформации, тем более пластичным является материал. Упругая деформация в соответствии с законом Гука вызывает рост напряжений, в том числе нормальных, которые ответственны за зарождение и развитие хрупких и квазихрупких трещин. Резкий рост величины деформации при нагружении образца свидетельствует о слабой релаксации напряжений путем пластической деформации, т.е. о низкой пластичности материала.

Значение коэффициента пластичности покрытия TiN определяли по формуле [99]:

$$\delta_{\mu} = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}, \qquad (2.4)$$

где: *v* - коэффициент Пуассона, *E*- модуль Юнга; *HV* - значения микротвердости.

Из уравнения (2.4) видно, что предложенная характеристика пластичности определяется, в основном, отношением HV/E. Параметр v оказывает более слабое влияние на $\delta_{\rm H}$, и в большинстве случаев с достаточной точностью можно принять v = 0,3 для металлов и v = 0,2 для керамических материалов [99].

2.5 Метод оценки микрохрупкости

Показатель хрупкости определяли на приборе ПМТ-3 по методике, разработанной Глазовым В.М. и Вигдоровичем В.Н. [100]. При вдавливании алмазной пирамидки в материал, который не обладает достаточной способностью к рассеиванию упругих напряжений, при превышении предела прочности напряжения концентрируются на гранях отпечатка, приводя к образованию микротрещин. Чем больше хрупкость материала, тем больше трещин и тем более они развиты. Фактор хрупкости зависит от числа отпечатков с трещинами, от числа трещин у вершин и сторон отпечатка и от характера трещин (таблица 2.4).

Суммарный балл хрупкости определяется по формуле:

$$Z_p = 0n_0 + 1n_1 + 2n_2 + 3n_3 + 4n_4 + 5n_5, (2.5)$$

где: n₀, n_{1...} n₅ – отношение количества отпечатков с данным баллом хрупкости к их общему числу (25-100 штук).

Средний балл	Характер отпечатка
хрупкости	
0	Отпечаток без видимых трещин и сколов.
1	Одна большая трещина в углу отпечатка; одна трещина, не
	совпадающая с продолжением диагонали отпечатка.
2	Две трещины в смежных углах отпечатка.
3	Две трещины в противоположных углах отпечатка; три трещины в разных углах отпечатка; скол с одной стороны отпечатка
4	Число трещин больше трех; скол с двух сторон отпечатка.
5	Полное разрушение формы отпечатка.

Таблица 2.4 –Шкала хрупкости

Темп нарастания хрупкого разрушения материала с увеличением нагрузки выражается отношением приращения суммарного балла хрупкости к приращению нагрузки:

$$\frac{\Delta Z}{\Delta p} \sim \left(\frac{dZ}{dp}\right)_p. \tag{2.6}$$

Показатель хрупкости материала, отражающий характер хрупкого разрушения и темп нарастания его с увеличением нагрузки, определяется по формуле:

$$J_p = Z_p \left(\frac{dZ}{dp}\right)_p. \tag{2.7}$$

2.6 Измерение коэффициента трения и параметра шероховатости

Фрикционные свойства исследовали на лабораторной установке трения по методу, предложенному в работе [101]. Фотография установки представлена на рисунке 2.7.



Рисунок 2.7 – Лабораторная установка трения

Узел трения представляет собой неподвижный сферический индентор (сапфир – сфера диаметром Ø = 5,4^{-10⁻³} м) и поступательно движущийся испытуемый образец. Индентор укреплен на коромысле, имеющем возможность свободно перемещаться в вертикальной и горизонтальной В плоскостях. вертикальной плоскости коромысло уравновешено противовесом. Столик с образцом получает поступательное движение от электромотора и за счет силы трения упирается в тензодатчик сопротивления. Касательное усилие преобразуется тензодатчиком в электрический сигнал, который подается на цифровой регистратор ЭнИ-701. Если тензодатчик предварительно проградуировать на усилие (для этого датчик надо повернуть на 90 ° и снять зависимость напряжения от нагрузки), то, зная нормальную нагрузку Р (Н) и касательное усилие F (Н), можно определить коэффициент трения по формуле:

$$f = \frac{F}{P} . (2.8)$$

Коэффициент трения измеряли при сухом скольжении при переменной нагрузке (0,3 - 1 H) на индентор при скорости скольжения 0,00004 м/с. Коэффициент трения определяли как среднее значение из пяти проходов индентора по образцу. Абсолютная погрешность при измерении коэффициента трения в каждом проходе составляла +/-0,005.

Шероховатость поверхности определяли по параметру R_a (среднее арифметическое отклонение профиля) на цифровом профилометре Tester TR 200 по ГОСТ 2789-73.

2.7 Определение износостойкости

Испытания износостойкости для детали «полуось» пары трения «полуось-подшипник» проводили на установке «Эхо» при сухом поперечном контакте вращающегося индентора (стальной стержень из стали У10) с нагрузкой N=3 H в течение различного времени (рисунок 2.8). Геометрические размеры пятна износа определяли на микроскопе МБС-9. Величину износа определяли как среднее значение из измерений диаметров 10-ти пятен износа. Точнность измерения диаметра пятна износа составляла +/-0,0003 м. Модель контактного износа представлена на рисунке 2.9.

Время переводится в путь, пройденный индентором по формуле:

$$L = \pi dn, (M), \qquad (2.9)$$

где: $\pi = 3,14; d$ – диаметр индентора; n – количество оборотов индентора.

Величину износа материала оценивали по глубине канавки и рассчитывали по формуле:

$$J = R_1 - \sqrt{R_1^2 - (\frac{l}{2})^2} + R - \sqrt{R^2 - (\frac{l}{2})} , \qquad (2.10)$$



где: R_1 – радиус индентора; R – радиус испытуемого образца; 1 – след износа.

Рисунок 2.8 – Установка износостойкости «Эхо»



Рисунок 2.9 – Модель контактного износа

Износостойкость поверхностей трения игл в паре с подпятниками исследовали на специально созданном лабораторном стенде, имитирующем реальные условия эксплуатации (рисунок 2.10). Скорость вращения иглы вокруг свой оси (в условиях граничной смазки ВМ-1) варьировалась от 10000 об/мин до 35000 об/мин. Величину износа определяли по уменьшению глубины отпечатка индентора (2.2), предварительно нанесенному на иглу в зоне поверхности трения на приборе ПМТ-3. Усреднение результатов проводилось по 10-ти отпечаткам. Точность измерения при этом составляла +/-0,3⁻10⁻⁶ м.

Интенсивность изнашивания иглы определяли, соответственно, по формулам [102, 103]:

$$I = \frac{U}{L},\tag{2.11}$$

где: *U* - глубина износа; *L* - длина пути трения.

Длину пути трения определяли по формуле:

$$L = \pi dn, \qquad (2.12)$$

где: $\pi = 3,14$; *d* – диаметр кольцевой дорожки износа; *n* – количество оборотов иглы.



Рисунок 2.10 – Лабораторная установка для испытаний износостойкости игл в паре с подпятником

2.8 Макроструктурный и микроструктурный анализы

Оптическую металлографию проводили на микроскопах МБС-9, «NEOPHOT-32» с применением цифрового фотографирования на фотокамеру «Olympus», на инвертированном микроскопе Axio Observer. Электронную микроскопию - на растровом микроскопе TESCAN VEGA II. Анализ проводили как на нетравленых шлифах, так и после травления в 4 %-ом растворе HNO₃

2.9 Измерение геометрических размеров деталей пар трения

Геометрические размеры объектов исследований измеряли микрометром МКЦ-25 с точностью $\pm 0,001$ мкм. Для полуосей измерения проводили с двух сторон: D₁ – со стороны торца с фаской, D₂ – со стороны плоского торца (рисунок 2.11). Измерение диаметров проводили в обоих случаях в двух взаимно перпендикулярных направлениях - плоскостях, с выявлением минимального и максимального значений указанных диаметров. Аналогичные измерения проводили для полуосей с покрытиями. Расчетным путем определяли толщину покрытия.



Рисунок 2.11 – Схема измерений геометрических размеров полуосей

2.10 Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурные исследования выполнены на дифрактометрах «Дрон-3М» с применением Сu-К_α-излучения в геометрии по Бреггу-Брентано; «Дрон-4» с применением Мо-К_α-излучения в геометрии по Бреггу-Брентано.

Фазовый состав покрытий определяли из общей картины дифракции. Межплоскостные расстояния рассчитывали по формуле Вульфа-Брэгга:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2\sin\theta},\tag{2.13}$$

где: *λ* - длина волны излучения; *θ* - бреговский угол дифракции.

Сравнение межплоскостных расстояний и интенсивностей рефлексов со справочными данными [104] позволяет индентифицировать фазовый состав покрытий.

Глубину проникновения рентгеновских лучей можно оценить по формуле [105]:

$$t = -\frac{\ln 0.05}{2\mu} \sin \theta,$$
 (2.14)

где: *µ* - линейный коэффициент поглощения; *θ* - угол дифракции.

Для нахождения линейного коэффициента поглощения соединений используют формулу:

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_{i} a_{i} \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{i}, \qquad (2.15)$$

где:*а* - доля атомного веса элемента в соединении, *р* – плотность.

Для соединения нитрида титана:

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{TiN} = a_{Ti}\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{Ti} + a_N\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_N.$$
(2.16)

Рассчитанный по формуле (2.16) линейный коэффициент поглощения нитрида титана равен 7,99 1/м. Тогда глубина зондирования рентгеновских лучей в покрытии нитрида титана составляет 2 - 6 мкм (для всех брэгговских углов).

2.11 Склерометрический анализ

Для определения адгезионной/когезионной прочности, стойкости к царапанью, а также для исследования механизма разрушения покрытий использовали скретч-тестер Revetest RST (рисунок 2.12).

На поверхность покрытия алмазным сферическим индентором типа Роквелл с радиусом закругления 200 мкм наносили царапины при непрерывно нарастающей нагрузке по схеме, приведенной на рисунке 2.13. При перемещении индентора с заданной скоростью и с увеличивающейся нагрузкой происходит запись на компьютер показаний нескольких датчиков, а именно: силы нагружения, амплитуды сигнала акустической эмиссии, силы трения, коэффициента трения, глубины царапины. По анализу формы кривых «свойство-нагрузка» и наблюдении следов разрушения покрытия в оптический микроскоп определяют минимальную (критическую) разрушающую нагрузку.



Рисунок 2.12 – Скретч-тестер Revetest RST



Рисунок 2.13 – Схема испытания

Испытания проводили при следующих условиях: нагрузка на индентор нарастала от 1 до 50 H, скорость перемещения индентора - 1 мм/мин, длина царапины (L) составляла 3 мм, скорость нагружения - 16,33 H/мин,

чувствительность акустической эмиссии - 5. Алмазным индентором были нанесены 3 царапины и определены усредненные значения критических нагрузок.

2.12 Обработка результатов прямых измерений

Результат каждого измерения записывается в таблицу. Вычисляется среднее значение из *n* измерений:

$$\overline{\mathbf{x}} = \Sigma \frac{\mathbf{x}_i}{n}.$$
(2.17)

Находится погрешность отдельного измерения:

$$\Delta \mathbf{x}_i = \bar{\mathbf{x}} - \mathbf{x}_i. \tag{2.18}$$

Вычисляется квадрат погрешностей отдельных измерений и определяется среднеквадратичная ошибка среднего арифметического:

$$\overline{\mathbf{x}} = \sqrt{\frac{\Sigma(\Delta X)^2}{X(X-1)}} \ . \tag{2.19}$$

Задается значение надежности (обычно в техническом эксперименте принимают P = 0,95). Определяется коэффициент Стьюдента (t) для заданной надежности (P) и количества произведенных измерений (n). Находится доверительный интервал (погрешность измерения):

$$\Delta X = S_x t. \tag{2.20}$$

Если величина погрешности результата измерения Δx окажется сравнимой с величиной погрешности прибора (δ), то в качестве границы доверительного интервала принимается:

$$\Delta X = \sqrt{(S_x t)^2 + \delta^2} . \qquad (2.21)$$

Если одна из ошибок меньше другой в 3 или более раз, то меньшая отбрасывается [106-108]. Окончательный результат записывается в виде:

$$X = X \pm \Delta X. \tag{2.22}$$

Относительная погрешность результата измерений:

$$\varepsilon = \frac{\Delta X}{X} 100 \%. \tag{2.23}$$

ГЛАВА З РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Повышение прочностных и трибологических свойств детали «полуось» пары трения «полуось – подшипник»

Ограничительный подшипник скольжения, внутри которого вращается вал ротора центрифуги при радиальных нагрузках до 50 Н и окружных 11 м/с, служит для ограничения резонансных колебаний, скоростях до возникающих во время его разгона до номинальной скорости. Ротор центрифуги имеет ограничительную мощность электропривода, проходит резонансную частоту в режиме квазистатического перехода в течение 5...10 минут. При стабильной работе пара «полуось-подшипник» имеет увеличенный зазор до такого значения, при котором отсутствует механический контакт до и после резонанса. В процессе взаимодействия пары повышается коэффициент трения из-за явления адгезионного схватывания, особенно при дефиците смазки, каковой является фитильная смазка в центрифуге. В результате увеличивается сила трения, риск непрохода центрифугой резонансной частоты, и не выполняется требование по выдерживанию многократных разгонов. В связи с этим наблюдается дисбаланс работы пары «вал-подшипник», что может привести к зависанию ротора и невыхода его на заданную частоту вращения.

Для повышения прочности, динамики и ресурса в целом ответственного узла газовой центрифуги, а именно, пары трения «полуось-подшипник», предложен метод поверхностного упрочнения детали «полуось» посредством ионно-плазменного нанесения покрытия нитрида титана.

Основные результаты опубликованы в работах: [109-117].

Основной задачей при выполнении работы являлась разработка технологического процесса ионно-плазменного напыления применительно к новым полуосям из стали ХВГ (деталь К 4110-05-073) с целью получения металлокерамического износостойкого наноструктурированного покрытия TiN. Оптимизация технологического процесса ионно-плазменного напыления проводилась при постоянном значении опорного напряжения (U) и варьировании технологических параметров – давления реакционного газа в камере (P) и тока дуги (I_л):

U= 140 B, P= 0,04 Па, I_д=120 A;
 U= 140 B, P= 0,04 Па, I_д=140 A;
 U= 140 B, P= 0,04 Па, I_д=160 A;

- 4. U= 140 B, P= 0,06 Πa , I_a=120 A;
- 5. U= 140 B, P= 0,06 Πa , I_{π} =140 A;

6. U= 140 B, P= 0,06 Πa , I_a=160 A.

Очистка и активация поверхности деталей методом ионной бомбардировки Ti^+ в циклическом режиме при опорном напряжении $U_{on} \sim 1$ кВ: 5 сек (обработка) + 5 сек (пауза) – 2 цикла. Нанесение подслоя α -Ti составляло 8 минут, нанесение переходного слоя α -Ti + TiN – 2 минуты, нанесение покрытия TiN – 50 минут.

3.1.1 Разработка оптимального режима ионно-плазменного нанесения столбчатого наноструктурированного покрытия нитрида титана

Фотографии микроструктуры поверхности и поперечных шлифов покрытий, полученных при разных режимах, представлены на рисунках 3.1-3.4.

Покрытие – плотное, имеет низкую поверхностную пористость и малое содержание капельной фазы α-Ті. Из фотографий поперечных шлифов видно, что при всех режимах напыления формируется покрытие со столбчатой структурой зерен ТіN (рисунок 3.3, 3.4). Были проведены измерения поперечного размера (d) столбчатых зерен для всех режимов напыления и построены зависимости d от значений технологических параметров (рисунок 3.5). Установлена тенденция уменьшения размера зерен при снижении тока дуги и давления реакционного газа в камере.



Рисунок 3.1 – Оптические фотографии поверхности покрытий нитрида титана, нанесенных на полуоси из стали ХВГ по разным технологическим режимам (U=140 B, P= 0,04 Па): а – І_д=120 A, б – І_д=140 A, в – І_д=160 A; х200

В



Рисунок 3.2 – Оптическая фотография поперечного сечения покрытия нитрида титана (режим: U=140 B, P= 0,04 Па, I_д=120 A); x500



a

б



В

Рисунок 3.3 – Морфология поверхности излома покрытия TiN, нанесенного по технологическим режимам: опорное напряжение U=140 B, давление реакционного газа в камере P=0,06 Па, ток дуги: а – I_д=120 A, б – I_д=140 A, в – I_д=160 A, х10 000





В

Рисунок 3.4 – Морфология поверхности излома покрытия TiN, нанесенного по технологическим режимам: опорное напряжение U=140 В, давление газа в камере P=0,04 Па, ток дуги: а – I_д=120 A, б – I_д=140 A, в – I_д=160 A, х10 000



Рисунок 3.5 – Зависимости поперечного размера столбчатых зерен TiN от тока дуги, полученные при разных парциальных давлениях газа в вакуумной камере

С точки зрения формирования наноструктурированного покрытия TiN определен оптимальный режим напыления: напряжение смещения 140 В, давление азота в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А, при котором получено столбчатое покрытие с минимальным поперечным размером зерен ~ 60 нм.

Толщина сформированных наноструктурированных ионно-плазменных покрытий нитрида титана составляет 3-5 мкм (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Толщина покрытий TiN, полученных при различных технологических режимах напыления

Технологические	Парциальное давление азота в камере, Па					
параметры режима	P=0,04	P=0,06				
напыления						
	Толщина покрытия, мкм					
I _д =120 A, U=140 B	4	3				
I _д =140 A, U=140 B	3,5	3,5				
I _д =160 A, U=140 B	4	3				
Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что при всех исследованных режимах напыления формируется покрытие с кубическим типом кристаллической решетки δ-TiN. Кроме рефлексов нитрида титана на дифрактограммах присутствуют линии α-Fe от стальной подложки, так как глубина зондирования рентгеновских лучей превышает толщину покрытия и составляет 2-6 мкм (рисунок 3.6).



Рисунок 3.6 – Дифрактограммы покрытий TiN, полученных при разных технологических параметрах ионно-плазменного напыления: а – напряжение U= 140 В, ток дуги I_д= 120 А, парциальное давление газа в камере P=0,04 Па; б – напряжение U= 140 В, ток дуги I_д= 160 А, парциальное давление газа в камере P=0,06 Па

Таблица 3.2 – Результаты рентгенофазового анализа покрытий TiN, полученных при разных технологических параметрах ионно-плазменного напыления

Режим	20, град	d, нм	I, отн.ед.	(hkl)	фаза
напыления					
покрытия TiN					
U= 140 B	36,056	0,2495	1,00	111	δ-TiN
$I_{a} = 120 \text{ A}$	41,949	0,2153	0,05	002	δ-TiN
Р=0,04 Па	44,193	0,2050	0,09	011	α–Fe
	60,748	0,1523	0,07	022	δ-TiN
	64,536	0,1444	0,06	002	α–Fe
	73,094	0,1296	0,06	113	δ-TiN
	76,742	0,1241	0,16	222	δ-TiN
U= 140 B	36,056	0,2495	1,00	111	δ-TiN
$I_{a} = 160 \text{ A}$	41,808	0,2159	0,03	002	δ-TiN
Р=0,06 Па	44,193	0,2050	0,09	011	α–Fe
	61,029	0,1517	0,04	022	δ-TiN
	64,396	0,1446	0,03	002	α–Fe
	73,235	0,1293	0,05	113	δ-TiN
	76,023	0,1237	0,19	222	δ-TiN

На рисунке 3.7 представлено распределение элементного состава и содержание (масс. %) основных элементов в покрытии нитрида титана. Синхронный всплеск рефлексов титана и азота свидетельствует об образовании соединения TiN (рисунок 3.7а). Спектр 1: N – 21,4 масс. %, O – 5,87 масс. %, Ti – 72,72 масс. %; спектр 2: N – 21,14 масс. %, O – 5,30 масс. %, Ti – 70,56 масс. % (рисунок 3.7б).



а



Рисунок 3.7 – Распределение основных элементов в покрытии TiN, полученном при технологических параметрах ионно-плазменного напыления – напряжение U= 140 В, ток дуги I_д= 120 А, парциальное давление газа в камере P=0,04 Па (а); электронное изображение спектров на поверхности TiN (б)

Измерения микротвердости композиций «сталь XBГ + покрытие TiN», полученных при парциальных давлениях газа Р=0,04 Па, Р=0,06 Па, от глубины индентирования приведены на рисунках 3.8, 3.9. Установлено, что с уменьшением тока дуги формируется покрытие с большей микротвердостью, что обусловлено уменьшением размера зерен нитрида титана.

Используя экспериментальные значения микротвердости композиций «покрытие TiN + сталь XBГ», были рассчитаны значения истинной микротвердости покрытия (для глубины индентирования ~1,15 мкм, где влияние подложки минимально) и построены зависимости микротвердости покрытий от тока дуги при разных парциальных давлениях реакционного газа (рисунок 3.10).



Рисунок 3.8 – Зависимости микротвердости материала подложки XBГ (1) и композиций «сталь XBГ + покрытие TiN» от глубины индентирования для режимов напыления: U=140 B, P=0,04 Па, $2 - I_{\rm II} = 160$ A, $3 - I_{\rm III} = 140$ A, $4 - I_{\rm III} = 120$ A



Рисунок 3.9 – Зависимости микротвердости материала подложки ХВГ (1) и композиций «сталь ХВГ + покрытие TiN» от глубины индентирования для режимов напыления: U=140 B, P=0,06 Па, 2 – I_д = 160A, 3 – I_д =140 A,



Рисунок 3.10 – Зависимости микротвердости покрытий TiN от тока дуги, полученные при разных парциальных давлениях газа в камере

Максимальная микротвердость Hu установлена ДЛЯ покрытия, полученного при режиме напыления – напряжение смещения 140 В, давление в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А (рисунок 3.10), что парциального газа обусловлено формированием наиболее мелкодисперсной микроструктуры, и как следствие, межзеренным механизмом упрочнения. Увеличение тока дуги приводит давления газа В камере К снижению микротвердости И покрытия. Таким образом, формирующегося изменяя технологические параметры ионно-плазменного напыления, можно получать покрытия в широком интервале твердостей и управлять его физико-механическими свойствами.

Шероховатость покрытий нитрида титана, полученных при разных режимах напыления, соответствует 10-11-ому классу, что удовлетворяет требованиям чертежа на данный вид деталей (таблица 3.3).

Таблица 3.3 – Шероховатость поверхности покрытия TiN, напыленных на полуоси из стали ХВГ при разных технологических параметрах

Технологические параметры		R _a (сред.),	Класс	
напыления покрытий TiN		МКМ	шероховатости	
Р, Па; U, В	Па; U, B I _д , A			
0,04; 140	120	0,051	116	
	140	0,075	11a	
	160	0,093	10в	
	120	0,065	11a	
0,06; 140	140	0,094	10в	
	160	0,117	10б	
Штатная полуось из стали ХВГ		0,050	116	

Исследование фрикционных свойств покрытий нитрида титана, полученных при давлениях Р=0,04 Па, Р=0,06 Па, и основного материала полуосей (сталь ХВГ) проводили при сухом скольжении индентора из сапфира при нагрузках 0,5 - 2 Н. Данный тип индентора был выбран при оптимизации

антифрикционных свойств износостойкого покрытия из критерия прямой пары трения, для которой твердость контртела должна превышать твердость исследуемой поверхности для пластического пропахивания и формирования дорожки трения. Как показали проведенные испытания, коэффициенты трения контактных пар «Al₂O₃ – TiN» и «Al₂O₃ – XBГ» находятся в интервалах (0,03 - 0,05) и (0,05 - 0,06), соответственно, в исследуемом диапазоне нагрузок на индентор.

На рисунке 3.11 приведены зависимости относительного изменения коэффициента трения покрытия TiN при нагрузке на сапфировый индентор 1 Н от тока дуги при разных парциальных давлениях реакционного газа в камере.

Установлено, что нанесение покрытий нитрида титана на рабочую часть полуосей при всех исследуемых режимах напыления приводит к уменьшению коэффициента трения (рисунок 3.11). Наименьшее значение коэффициента трения контактной пары «Al₂O₃ – TiN» зарегистрировано на полуосях, где покрытие получено при оптимальном режиме напыления (напряжение смещения 140 В, давление азота в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А), обладающее самой мелкодисперсной микроструктурой – 60 нм (рисунок 3.4, 3.5). Нанесение покрытия TiN по данному режиму приводит к уменьшению коэффициента трения рабочей поверхности исходной полуоси в ~1, 4 раза.

Следует отметить, что трение – сложное явление, зависящее от физикомеханических и химических свойств трущихся тел. Согласно молекулярнодеформационной модели [118, 119] коэффициент трения – сумма молекулярной и деформационной составляющих:

$$f = f_{\rm M} + f_D \tag{3.1}$$

Он складывается из сопротивления, обусловленного деформированием тонкого поверхностного слоя внедрившимися микронеровностями и сопротивления, возникающего вследствие межмолекулярных взаимодействий в достаточно

сближенных участках твердых тел. В условиях пластического контакта, когда деформационной составляющей можно пренебречь, коэффициент трения:

$$f = \frac{\tau_c}{H} , \qquad (3.2)$$

где τ_c – среднее напряжение на срез, H – твердость менее твердого материала пары трения. Следовательно, целесообразны, два основных пути снижения коэффициента трения и повышения износостойкости материала – увеличение твердости трущихся поверхностей и снижение прочности адгезионной связи между контактирующими телами



$$\Delta f_{\tau p} / f_{\tau p}^{XB\Gamma}$$
, $\cdot 10^{-1}$

Рисунок 3.11 – Зависимости относительного изменения коэффициентов трения покрытий TiN от тока дуги при разных парциальных давлениях газа в камере

В условиях ненасыщенного пластического контакта коэффициент трения для сухого скольжения единичного шарового индентора по плоскости может быть выражен как [120]:

$$f = \frac{\tau_c}{HB} + \frac{0.31}{R} \sqrt{\frac{N}{HB}} , \qquad (3.3)$$

где τ_c – среднее напряжение на срез, HB – твердость по Бринелю (~ равна твердости по Виккерсу), N – нагрузка на индентор, R – радиус шарового индентора. Рассчитав в соответствии с (3.3) деформационную составляющую коэффициента трения f_D и используя значение коэффициента трения f, полученное из эксперимента, можно определить молекулярную составляющую f_M:

$$f_{\rm M} = f - f_D \tag{3.4}$$

Формула применима для образцов с высоким классом шероховатости (выше 10-ого), когда шероховатостью плоскости можно пренебречь и учитывать при расчете только параметры шарового индентора, который моделируется как единичная неровность.

Экспериментальные значения коэффициента трения f, а также f_M , f_D , τ_c , рассчитанные по формулам (3.2), (3.3), (3.4) для покрытия TiN (полученного по оптимальному режиму: U= 140 B, I_{a} =120 A, P= 0,04 Па) со столбчатой микроструктурой зерен, преимущественной ориентацией кристаллографических плоскостей (111) и покрытий TiN с круглозернистой структурой, полученных ранее [121] (по режиму: U= 160 B, I_a =180 A, P= 0,06 Па), преимущественной ориентацией кристаллографических плоскостей (011), приведены в таблице 3.4.

Количественные оценки показали, что в столбчатом покрытии напряжение на срез существенно меньше по сравнению с круглозеренным покрытием. Это обусловлено тем, что в ГЦК-решетке плотноупакованные плоскости типа (111) являются плоскостями преимущественного скольжения, для которых понижено напряжение на срез при трении. Наряду с повышенной твердостью уменьшение τ_c способствует снижению потерь на трение.

Таблица 3.4 – Значения коэффициента трения, молекулярной, деформационной составляющих и среднего напряжения на срез для столбчатых и круглозеренных покрытий нитрида титана

Покрытие TiN	Твердость	f	f _M	f_D	τ _c , ΓΠα
	HV, ГПа				
столбчатое	19,13	0,040	0,0392	0,0008	0,765
круглозеренное	18,81	0,058	0,0572	0,0008	1,090

Поскольку полуоси из инструментальной стали ХВГ работают в паре с ограничительным подшипником из алюминиево-железистой бронзы марки типа БрАЖ9-4 (с покрытием из припоя марки типа ПОС40), то испытания на износостойкость проводили при сухом поперечном контакте вращающегося стального стержня (сталь У10) диаметром ~8 мм. Стальной стержень воздействовал на неподвижную, поперек установленную штатную полуось и полуось с покрытием TiN с нагрузкой N=3 Н при разных временах испытаний: 7, 15, 30, 45 минут.

Фотографии пятен износа, полученные в течение различного времени, на стали ХВГ и покрытия нитрида титана, напыленного при оптимальном режиме (напряжение смещения 140 В, давление газа в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А) приведены на рисунке 3.12. Следует отметить, что глубина пятен износа для всех исследуемых режимов нанесения не превышала толщину покрытия.

Величина износа подложки (сталь ХВГ) и покрытий ТiN, полученных при давлениях реакционного газа Р=0,04 Па, Р=0,06 Па от времени испытаний приведены на рисунках 3.13, 3.14. Нанесение покрытия TiN по режимам из таблицы 2.1 приводит к увеличению износостойкости рабочей поверхности полуосей. Напыление покрытия по оптимальному режиму способствует уменьшению величины износа рабочей поверхности в ~ 4 раза.



основной материал – сталь ХВГ



покрытие нитрида титана

Рисунок 3.12 – Фотографии пятен износа, полученные на установке износостойкости «Эхо», в течение различного времени испытаний на стали ХВГ и на покрытии нитрида титана, нанесенного при оптимальном режиме,

опт. х20



Рисунок 3.13 – Зависимости величины износа от времени испытаний для материала подложки из стали ХВГ и покрытий TiN, полученных при U_{см}=140 B, P=0,06 Па и различных значений тока дуги



Рисунок 3.14 – Зависимости величины износа от времени испытаний для материала подложки из стали ХВГ и покрытий ТiN, полученных при U_{см}=140 B, P=0,04 Па и различных значений тока дуги

Из технической документации известно, что вал ротора центрифуги проходит резонансную частоту в режиме квазистатического перехода в течение первых 5-10 минут после запуска. На рисунке 3.15 приведены зависимости относительного изменения величины износа покрытий от тока дуги при времени испытания 7 минут и при разных парциальных давлениях реакционного газа в камере. Видно, что наименьшим износом обладают покрытия нитрида титана, полученные при токе дуги 120 А.



Рисунок 3.15 – Зависимости относительного изменения величины износа от тока дуги при времени испытания 7 минут

Твердые покрытия, как правило, обладают повышенной хрупкостью и склонны к отслаиванию, что достаточно просто зарегистрировать методом склерометрии. Скретч-тесты позволяют исследовать и регистрировать разные типы разрушений и классифицировать покрытия в соответствии с полученными результатами.

На рисунках 3.16-3.27 представлены результаты склерометрических испытаний, панорамы царапин по всей длине, фотографии царапин, полученных при различных нагрузках на индентор для всех исследуемых покрытий нитрида титана.

Условно процесс разрушения покрытия при царапании алмазным индентором можно разделить: на три стадии - для покрытий, имеющих микротвердость 13 ГПа и ниже (рисунки 3.16, 3.18, 3.19), на две стадии - для покрытий, имеющих микротвердость 15 ГПа и выше (рисунки 3.21, 3.23, 3.25).



Рисунок 3.16 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P= 0,04 Па, I_д=160 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ– значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



<image><page-footer>

a



Рисунок 3.17 – Фотографии царапин на покрытии TiN (P= 0,04 Па, I_д=160 A) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах: а – 15-25 H; б – 25-40 H; в – 40-50 H



Рисунок 3.18 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P= 0,06 Па, I_д=160 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ– значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



Рисунок 3.19 – Фотографии царапин на покрытии TiN (режим напыления: Р =0,06 Па, I_д=160 А) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах: а – 15-25 H; б – 40-45 H



Рисунок 3.20 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P=0,06 Па, I_д=140 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ– значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



б

Рисунок 3.21 – Фотографии царапин на покрытии TiN (режим напыления: P= 0,06 Па, I_д=140 А) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах: a – 15-25 H; б – 40-50 H



Рисунок 3.22 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P=0,04 Па, I_д=140 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ – значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



б

Рисунок 3.23 – Фотографии царапин на покрытии TiN (режим напыления: P= 0,04 Па, $I_{Д}$ =140 A) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах: a - 20-30 H; 6 - 40-50 H



Рисунок 3.24 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P= 0,06 Па, I_д=120 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ – значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



a



б

Рисунок 3.25 – Фотографии царапин на покрытии TiN (режим напыления: P= 0,06 Па, I_д=120 А) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах:

а – 15-25 Н; б – 35-45 Н



Рисунок 3.26 – Изменение сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN (P=0,04 Па, I_д=120 A) – сталь ХВГ» при нарастающей нагрузке: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ – значение силы трения (F_N); АЭ – амплитуда сигнала акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (µ)



Рисунок 3.27 – Фотографии царапин на покрытии TiN (режим напыления: P= 0,04 Па, I_д=120 А) при нарастающей нагрузке на индентор в диапазонах:

а – 10-25 Н; б – 20-35 Н; в – 40-50 Н

При анализе диаграмм адгезионных испытаний процесс разрушения покрытия нитрида титана при царапании алмазным индентором можно разделить на несколько стадий. На первой стадии происходит монотонное проникновение индентора в покрытие, при этом сила трения слабо возрастает, а амплитуда сигнала акустической эмиссии сохраняется неизменной. На второй стадии происходит увеличение амплитуды сигнала акустической эмиссии, а также изменение наклона кривых силы трения и коэффициента трения. На третьей стадии наблюдается резкое увеличение силы трения с 20 до 40 Н.

Сравнительный анализ морфологических особенностей царапин позволяет заключить, что на первой стадии (нагрузка ~13 H) индентор оставляет ровные незначительные следы на покрытии. Скольжение алмазного индентора по покрытию нитрида титана проходит с низким коэффициентом трения.

Нагрузки более 13-15 Н (вторая стадия) приводят к появлению шевронных трещин на дне царапины (рисунки 3.19а, 3.23б, 3.25б), по берегам царапин наблюдается отщепление как отдельных чешуек (рисунки 3.21а, 3.23б, 3.27а) – происходит когезионное разрушение покрытия, так и островковое отслоение покрытия (рисунок 3.17а). Увеличение нагрузки свыше 20 Н приводит к локальному, а затем непрерывному скалыванию покрытия (рисунок 3.16б). Появление отдельных сколов сопровождается всплесками амплитуды сигнала акустической эмиссии. Непрерывное скалывание покрытия приводит к росту амплитуды сигнала акустической эмиссии, происходит монотонное увеличение силы трения до 10 Н. Дальнейшее увеличение силы трения сопровождается быстрым истиранием покрытия.

Третья стадия связана с проникновением индентора вглубь материала подложки, по краям царапины покрытия нитрида титана практически не наблюдается (рисунки 3.17в, 3.19б). При этом наблюдается уменьшение амплитуды сигнала акустической эмиссии и резкое увеличение силы трения (до 40 H) и коэффициента трения за счет пропахивания материала подложки.

Результаты склерометрических испытаний для покрытий, полученных при различных режимах ионно-плазменного напыления, приведены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Результаты склерометрических испытаний покрытий нитрида титана, полученных при различных режимах ионно-плазменного напыления

Deserves	M	D
Режим ионно-	Микротвердость	Результаты склерометрических
плазменного	покрытия T1N,	испытаний
напыления	l'Ila	
покрытия TiN		
Р=0,04 Па,	19,62	Фрагментарное когезионное
Ід=120 А,		разрушение покрытия – выше 28 Н
U=140 B		Фрагментарное адгезионное
		разрушение покрытия – 49 Н
Р=0,04 Па,	15,68	Фрагментарное когезионное
Ід=140 А,		разрушение покрытия – 26 Н
U=140 B		Фрагментарное адгезионное
		разрушение покрытия – выше 45 Н
Р=0,04 Па,	13,45	Фрагментарное адгезионное
Ід=160 А,		разрушение покрытия – 20 Н
U=140 B		Пропахивание материала подложки-
		выше – 33 Н
Р=0,06 Па,	17,56	Фрагментарное когезионное
Ід=120 А,		разрушение покрытия – 23 Н
U=140 B		Фрагментарное адгезионное
		разрушение покрытия – 48 Н
Р=0,06 Па,	12,87	Фрагментарное адгезионное
Ід=140 А,		разрушение покрытия – 16 Н
U=140 B		Пропахивание материала подложки –
		выше 40 Н
Р=0,06 Па,	12,30	Фрагментарное адгезионное
Ід=160 А.		разрушение покрытия – 28 Н
U=140 B		Пропахивание материала полложки –
		выше 45 Н

Таким образом, склерометрические испытания при помощи скретчтестера позволили определить адгезионную прочность покрытий нитрида титана, полученных при различных режимах ионно-плазменного напыления. При тестировании покрытий можно четко выделить различные пороговые значения критической нагрузки, приводящие к различным типам разрушения. По результатам проведенных испытаний установлено, что наибольшую адгезионную прочность имеет покрытие нитрида титана, полученное при технологическом режиме (давление газа в камере P=0,04 Па, ток дуги $I_{д}$ =120 A, напряжение смещения U=140 B), обеспечивающем формирование наноструктурированного покрытия с наименьшим размером столбчатых зерен TiN.

При упрочнении возможен сопутствующий эффект – возрастание вероятности хрупкого разрушения. Для каждого материала, к какому бы классу он не относился – металл, оксид, нитрид, есть свои критические значения твердости, выше которых ухудшаются пластические свойства и возрастает вероятность хрупкого разрушения. В таблице 3.6 приведены значения параметра пластичности для некоторых материалов, в том числе для материалов, которые используются в качестве износостойких покрытий для пар трения [99]. Чем выше коэффициент пластичности покрытия, тем выше ресурс работы из-за отсутствия трещинообразования и скалывания.

Таблица 3.6 – Твердость, модуль Юнга, коэффициент Пуассона, коэффициент пластичности для различных материалов

Материал	НV, ГПа	Е, ГПа	ν	$\sigma_{\scriptscriptstyle \rm H}$
Al_2O_3	20,0	325	0,23	0,42
TiC	24,0	465	0,19	0,46
ZrN	15,8	400	0,25	0,65
TiN	20,0	440	0,25	0,60
TiN	19,3	440	0,25	0,63

На основании результатов проведенных исследований определен оптимальный режим напыления TiN – напряжение смещения 140 В, давление реакционного газа в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А, при котором формируется столбчатое наноструктурированное покрытие с оптимальным сочетанием физико-механических, трибологических и прочностных свойств, обеспечивающее повышение износостойкости рабочей стальной поверхности детали «полуось».

3.1.2. Замена материала стальной полуоси для повышения ресурса пары трения

Нанесение покрытия методом ионно-плазменного напыления всегда сопровождается нагревом деталей в камере ~ до 300 °C (при операции очистки и активации поверхности ионной бомбардировкой) и ~ до 270 °C (при нанесении самого покрытия). На рисунке 3.28 приведена температурная кривая, полученная с помощью стационарно встроенного в установку пирометра, которая демонстрирует температуру детали в процессе напыления в реальном времени.



Рисунок 3.28 – Кривая изменения температуры во времени при ионноплазменном напылении покрытия нитрида титана

При нагреве углеродистые (инструментальные) стали претерпевают ряд последовательных внутренних фазовых и структурных превращений, которые сопровождаются объемными изменениями [122, 123]. Исходная структура закаленной углеродистой стали – тетрагональный мартенсит (структура с максимальным объемом) и остаточный аустенит (структура с минимальным объемом). При превращении мартенсита объем будет уменьшаться, что приводит к сжатию образца, а при превращении аустенита – увеличиваться, вызывая расширение образца, что хорошо фиксируется на дилатометрических кривых отпуска [123, 124].

При нагреве от 80 °C до 200 °C наблюдается сокращение размеров образца. Это является первым превращением при отпуске, во время которого углерод выделяется из мартенсита, и образуется отпущенный мартенсит, который является гетерогенной смесью пересыщенного феррита (неоднородной концентрации) и когерентно связанных с ним карбидных частиц. Дальнейший нагрев выше 200 °C приводит к иному превращению, вызывающему расширение стали. Это так называемое второе превращение при отпуске захватывает интервал температур 200—300 °C. В этом интервале остаточный аустенит превращается в гетерогенную смесь, состоящую из пересыщенного α -раствора и карбида, т.е. остаточный аустенит превращается в отпущенный мартенсит [122].

Изменение твердости при отпуске является следствием структурных изменений. Нагрев до 100 °C сопровождается слабым повышением твердости 1-2HRC) (на вследствие превращения тетрагонального мартенсита В отпущенный (это слабое повышение твердости наблюдается лишь В высокоуглеродистых сталях). С дальнейшим повышением температуры отпуска твердость падает, вследствие укрупнения карбидных частиц и обеднения Прямолинейная углеродом α-твердого раствора. зависимость падения твердости от температуры нарушается в диапазоне 200-250 °C, т. е. при превращении остаточного аустенита. При этих температурах падение твердости несколько замедляется, а в высокоуглеродистых сталях наблюдается даже некоторое повышение вследствие превращения остаточного аустенита в более твердый отпущенный мартенсит. Общая тенденция состоит все же в том, что

твердость с повышением температуры падает также, как и другие показатели прочности [122, 125].

Микроструктура закаленной стали ХВГ состоит из двух метастабильных составляющих – мартенсита закалки и остаточного аустенита (рисунок 3.29).



Рисунок 3.29 – Оптическая фотография микроструктуры стали ХВГ в новой полуоси, x500

При разработке упрочняющей технологии на модельных образцах для уменьшения температуры нагрева детали в процессе ионно-плазменного напыления покрытия нитрида титана для интенсивного отвода тепла была сконструирована специальная медная оснастка, что позволило снизить температуру нагрева подложки до ~ 200-230 °C.

Методом рентгеноструктурного анализа (рисунок 3.30, таблица 3.7) показано, что фазовый состав стали ХВГ до и после нанесения ионноплазменного покрытия нитрида титана идентичен и представляет собой (α-Fe + γ-Fe). Основной фазой является мартенсит, доля остаточного аустенита составляет ~ 7-10 %.



б

Рисунок 3.30 – Дифрактограммы материала штатной «полуоси» до (а) и после (б) нанесения покрытия TiN

Таблица 3.7 – Данные рентгеноструктурного анализа материала штатной «полуоси» (сталь ХВГ) до и после нанесения покрытия TiN

Состояние	20, град	d, нм	I, отн.ед.	(hkl)	Фаза
материала					
Исходное	42,931	0,2106	0,11	111	γ-Fe
	44,334	0,2045	1,00	011	α-Fe
	64,115	0,1452	0,21	200	α-Fe
	66,641	0,1650	0,27	123	α-Fe
После нанесения	43,071	0,2100	0,07	111	γ-Fe
покрытия TiN	44,193	0,2050	1,00	011	α-Fe
	55,838	0,1647	0,25	123	α-Fe
	64,396	0,1446	0,25	002	α-Fe

На рисунках 3.31-3.35 представлена микроструктура основного материала – стали ХВГ после нанесения на стальную полуось покрытия нитрида титана по исследуемым режимам.



Рисунок 3.31 – Оптические фотографии микроструктуры основного материала (сталь XBГ) после нанесения на полуось покрытия TiN по режимам: U=140 B, P=0,04 Па: I_д = 120 A (a), I_д =140 A (б), I_д =160 A (в), X1000



Рисунок 3.32 – Оптические фотографии микроструктуры основного материала (сталь ХВГ) после нанесения на полуось покрытия TiN по режимам: U=140 B, P=0,06 Па, $I_{\rm A}$ = 120 A (a), $I_{\rm A}$ =140 A (б), $I_{\rm A}$ =160 A (в), x1000



Рисунок 3.33 – Электронная фотография микроструктуры основного материала (сталь ХВГ) после нанесения на полуось покрытия TiN по режиму: U=140 B,



Рисунок 3.34 – Электронная фотография микроструктуры основного материала (сталь ХВГ) после нанесения на полуось покрытия TiN по режиму: U=140 B, P=0,04 Па, I_д = 140 A, x10000



Рисунок 3.35 – Электронная фотография микроструктуры основного материала (сталь ХВГ) после нанесения на полуось покрытия TiN по режиму: U=140 B, P=0,04 Па, I_д = 160 A, x10000

Размер включений карбидной фазы для всех исследованных режимов напыления составляет в среднем ~1 мкм. С увеличением тока дуги до 160 А наблюдается коагуляция карбидных частиц (рисунок 3.31в, 3.32в). Встречаются отдельные глобулы размером от 2 до 5 мкм (рисунок 3.34, 3.35). Обнаруженные структурные изменения обусловлены увеличением температуры подложки под воздействием плазменного потока большей интенсивности при увеличении тока дуги. При этом твердость основного материала – стали ХВГ, снижается из-за коагуляции карбидных частиц и обеднения углеродом α-твердого раствора.

Для стальной полуоси, являющейся деталью пары трения, важными характеристиками, как исходными, так и после нанесения износостойкого
покрытия, является не только твердость материала рабочей поверхности, но геометрический размер - диаметр. Если диаметр полуоси не укладывается в нормируемый интервал 4,929 - 4,934 мм, то данная деталь является некондиционной.

Ha внедрения стадии ионно-плазменная технология нанесения износостойкого покрытия TiN на новые полуоси (по оптимальному режиму: напряжение смещения 140 В, давление реакционного газа в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А) была апробирована на опытной партии деталей в количестве 300 ШТУК. Для исходных полуосей микротвердость (H₁₀₀) основного материала (ХВГ) находилась в пределах 7,5 – 9,0 ГПа (при выборке 10 %), $\sim 20 \%$ полуосей имели диаметр на минимально допустимом уровне (4,929 мм) и ~20 % на максимально допустимом уровне (4,934 мм) (при выборке 100 %), что не противоречит техническим требованиям чертежа на данные детали.

При выходном контроле обработанных деталей было установлено, что вследствие сопутствующего нагрева при ионно-плазменном напылении покрытия детали претерпевали геометрические изменения, связанные с отпуском стали ХВГ. Имели место как явления «разбухания», так и «сжатия», сопровождающиеся увеличением или уменьшением наружных диаметров полуосей ~ на 1 - 3 мкм. Следствием структурных изменений при отпуске явилось и изменение твердости материала полуосей.

В таблице 3.8 приведены средние значения микротвердости основы и геометрические параметры некоторых полуосей из стали ХВГ (из опытной партии) до и после нанесения покрытия нитрида титана по оптимальному режиму. Все измерения были проведены на поверхности полуоси, часть которой не была закрыта покрытием нитридом титана (нерабочая – со стороны фаски).

Таблица 3.8 – Сравнительная таблица характеристик исходного материала ХВГ полуосей до и после нанесения покрытий

	Микро-	Микро-	Геометрические размеры			
Марка	твердость	твердость	Диаметр исходной		Диаметр полуоси	
стали	основы,	основы	полуоси, 10 ⁻³ м		после нанесения	
	H_{100} ,	после			покрытия, 10 ⁻³ м	
	ГПа	нанесения	min	max	min	max
		покрытия,				
		Н ₁₀₀ , ГПа				
ХВГ	8,25	7,5	4,929	4,931	4,927	4,930
			4,930	4,932	4,928	4,930
			4,931	4,933	4,928	4,931
			4,934	4,934	4,932	4,933
			4,932	4,933	4,933	4,934

В результате проведенного выходного контроля опытной партии полуосей из стали ХВГ с покрытием нитрида титана установлено:

в связи с отпуском основного материала микротвердость снижается в ~1,1 раза, что укладывается в требования чертежа;

~ 17 % деталей в связи с геометрическими изменениями (по диаметру)
не соответствуют требованиям чертежа.

Для решения данной технической проблемы при переходе к серийному выпуску деталей в работе была предложена замена штатного материала полуоси – стали ХВГ на инструментальную сталь марки Х12Ф1, которая обладает более высокой устойчивостью структурно-фазового состояния при нагреве до ~ 300 °C, за счет большего процентного содержания хрома и других легирующих добавок (таблица 2.1) [126].

В таблице 3.9 приведены в сравнении средние значения микротвердости основы и геометрические размеры некоторых полуосей из стали X12Ф1 (партия в количестве 200 штук) до и после нанесения покрытия нитрида титана по оптимальному режиму. Все измерения были проведены на поверхности полуоси, часть которой не была закрыта покрытием нитридом титана (нерабочая – со стороны фаски).

Таблица 3.9 – Сравнительная таблица характеристик исходного материала полуосей (сталь X12Ф1) до и после нанесения покрытий

	Микро-	Микро-	Геометрические размеры			
Марка	твердость	твердость	Диаметр исходной		Диаметр полуоси	
стали	основы,	основы	полуоси, 10 ⁻³ м		после нанесения	
	H_{100} ,	после			покрытия, 10 ⁻³ м	
	ГПа	нанесения	min	max	min	max
		покрытия,				
		Н ₁₀₀ , ГПа				
X12Ф1	8,4	8,9	4,930	4,931	4,930	4,930
			4,930	4,932	4,930	4,932
			4,929	4,931	4,929	4,931
			4,933	4,934	4,932	4,934
			4,930	4,932	4,930	4,932

На рисунке 3.36 приведены фотографии микроструктуры материала исходной полуоси из стали X12Ф1 и полуоси после нанесения покрытия (по оптимальному режиму: напряжение смещения 140 В, давление реакционного газа в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А). Микроструктура стали - кондиционная, соответствует ГОСТу для данной марки в состоянии после закалки и низкого отпуска. В структуре материала полуосей наблюдается кроме мартенсита наличие большого количества карбидной фазы сложного состава $(Cr, Fe)_{23}C_6$ и Mo₂C, VC.. Размер включений карбидной фазы как до, так и после нанесения покрытия составляет в среднем ~2-3 мкм, встречаются отдельные крупные карбиды размером от 6 до 12 мкм.

Методом рентгеноструктурного анализа (таблица 3.10) показано, что фазовый состав стали X12Ф1 до и после нанесения ионно-плазменного покрытия нитрида титана идентичен и представляет собой (α-Fe + γ-Fe). Кроме рефлексов α-Fe и γ-Fe на дифрактограммах присутствуют линии карбида

железа – Fe₃C (цементит). Основной фазой является мартенсит, доля остаточного аустенита составляет ~ 10 %, цементита ~ 4 %.



а



Рисунок 3.36 – Оптические фотографии микроструктуры стали X12Ф1 для исходной полуоси (а) и после нанесения покрытия TiN по режиму: U=140 B, P=0,04 Па, $I_{\rm A}$ = 120A (б), x250

Состояние	20, град	d, нм	I, отн.ед.	(hkl)	Фаза
материала					
Исходное	18,3	0,2360	0,04	112	Fe ₃ C
	19,3	0,2160	0,12	111	γ-Fe
	20,18	0,2032	1,00	011	α-Fe
	22,59	0,1814	0,04	002	γ-Fe
	28,55	0,1445	0,13	002	α-Fe
	32,55	0,1270	0,01	022	γ-Fe
	34,3	0,2050	0,02	210	Fe ₃ C
	35,3	0,1173	0,24	112	α-Fe
	36,84	0,1125	0,02	310	Fe ₃ C
	40,92	0,1019	0,06	022	α-Fe
	45,97	0,0912	0,05	013	α-Fe
	55,05	0,0770	0,05	123	α-Fe
После нанесения	18,45	0,2222	0,04	112	Fe ₃ C
покрытия TiN	19,68	0,2079	0,11	111	γ-Fe
	20,15	0,2032	1,00	011	α-Fe
	22,68	0,1805	0,05	002	γ-Fe
	28,68	0,1434	0,14	002	α-Fe
	32,32	0,1279	0,03	022	γ-Fe
	34,49	0,1201	0,03	210	Fe ₃ C
	35,32	0,1173	0,27	112	α-Fe
	37,03	0,1122	0,02	310	Fe ₃ C
	37,92	0,1094	0,02	113	γ-Fe
	40,95	0,1016	0,07	022	α-Fe
	46,11	0,0907	0,07	123	α-Fe
	55,61	0,0763	0,04	004	α-Fe

Таблица 3.10 – Данные рентгеноструктурного анализа материала новой «полуоси» (сталь X12Ф1) до и после нанесения покрытия TiN

В результате проведенных исследований установлено, что материал полуосей из стали ХВГ в процессе нанесения покрытия ТiN претерпевает структурные изменения вследствие сопутствующего отпуска, приводящие к физическим и геометрическим изменениям деталей. Экспериментально доказано, что сталь X12Ф1 не имеет склонности к данным явлениям в связи с высокой устойчивостью структурно-фазового состояния при нагреве до ~ 300 °C во время ионно-плазменного напыления износостойкого покрытия нитрида титана.

3.2 Повышение прочносностных и трибологических характеристик высокоскоростной пары трения «игла-подпятник» методом ионно-лучевой обработки

Необходимость проведения данного научного исследования продиктована неудовлетворительной работоспособностью пары трения «игла – подпятник», являющейся основным узлом газовой центрифуги. Проблема в работе данного узла связана с повышенным износом рабочей части иглы и склонностью материала подпятников к хрупкому разрушению.

По условиям скольжения контактирующих поверхностей исследуемую пару трения можно отнести к группе высокоскоростных пар трения. В условиях стационарного режима работы изделия игла вращается вокруг своей оси со скоростью n=102000 об/мин и упирается в подпятник с усилием P=10 H, что соответствует окружным скоростям в разных точках поверхности скольжения V_{min} =4,3 м/с, V_{max} =7,5 м/с и удельному давлению на поверхность контакта P=0,008 ГПа. Указанная пара трения работает в среде смазочного материала, в качестве которого используется вакуумное масло марки BM-1.

Работоспособность пары трения определяется, в первую очередь, интенсивностью износа поверхности контакта иглы, которая, в свою очередь, зависит от ее механических свойств, в частности, от твердости. Важными показателями материала подпятника, характеризующими его работоспособность, являются износостойкость и склонность к хрупкому разрушению.

Основные результаты опубликованы в работах: [127-132].

Новые иглы были изготовлены из стали марки У10 и подвергнуты локальной термической обработке (закалке) концевой части размером до 1,5 мм на заданную микротвердость (рисунок 3.37). Согласно техническим условиям на данную деталь микротвердость рабочей поверхности новой иглы должна составлять H₅₀≥8 ГПа (рисунок 3.38).



Рисунок 3.37 – Вид концевой части иглы на продольном шлифе (X50)



Рисунок 3.38 – Средние значения твердости по продольному шлифу иглы,

x50

На рисунке 3.39 приведена микроструктура торцевой рабочей поверхности иглы из стали У10 после травления в 4 %-ом растворе HNO₃. Основными структурными составляющими являются мелкоигольчатый мартенсит, карбиды и остаточный аустенит. Данная структура соответствует стали У10 после закалки на мартенсит. Именно данный вид закалки приводит

к увеличению твёрдости (~67 HRC) и прочности изделия в целом (рисунок 3.38).



Рисунок 3.39 – Микроструктура материала торцевой поверхности новой иглы, x500

Подпятники штатного узла изготавливают согласно конструкторской документации из керамического материала – лейкосапфира (Al₂O₃). На рисунке 3.40 приведена фотография подпятника из лейкосапфира.



Рисунок 3.40 – Фотография подпятника из лейкосапфира, х32

3.2.1 Анализ постэксплуатационного состояния металлических деталей пары трения «игла-подпятник»

Были исследованы металлические пары трения «игладетали подпятник» в постэксплуатационном состоянии после отработки 5-ти, 7-ми, 17-ти (разгонов) производственных циклов И после потери ee работоспособности.

В таблице 3.11 приведены средние значения микротвердости материала опытных деталей пар трения в рабочих зонах.

Установлено, что иглы после потери работоспособности имеют микротвердость ниже допустимого значения. Среднее значение которые отработали 17 микротвердости основного материала ИГЛ, производственных циклов, также ниже допустимого значения H₅₀=7,4 ГПа. Установлено, что чем больше разгонов проходит пара трения, тем ниже микротвердость поверхностей контактирующих деталей (таблица 3.11).

Таблица 3.11 – Средние значения микротвердости материала игл и подпятников в рабочих зонах

Деталь	Состояние детали	Нагрузка на	Среднее значение
		индентор,	микротвердости H ₅₀ ,
		Н	ГПа
Игла	новая		9,7
(сталь У10)	5 циклов		9,0
	7 циклов		8,3
	17 циклов	0,5	7,8
	после потери		7,4
	работоспособности		
Подпятник	новый		21,6
(лейкосапфир)	5 циклов		21,5
	7 циклов		22,0
	17 циклов	2,0	22,4
	после потери		21,8
	работоспособности		

У новых игл разброс значений микротвердости поверхности рабочей зоны составляет H₅₀=9,2 ÷ 10,1 ГПа. При этом среднее значение микротвердости равно H₅₀=9,7 ГПа, что соответствует техническим требованиям на данную деталь.

Исследования материала подпятников показали несущественный разброс значений микротвердости независимо от времени эксплуатации подпятника. Среднее значение микротвердости материала новых подпятников составляет H₂₀₀=2,2 ГПа.

На рисунках 3.41, 3.42 проиллюстрированы характерные виды изнашивания поверхностей скольжения игл.

При исследовании игл после потери работоспособности обнаружено наличие буртика высотой ~ до 13 мкм, расположенного по наружному контуру поверхности скольжения и образовавшегося за счет протекания процессов деформирования в зоне трения скольжения (рисунок 3.41б). Локальное пластическое деформирование выявлено на всех иглах с микротвердостью ниже допустимого значения (H₅₀≤8,0 ГПа).

На рисунке 3.43 приведены фотографии фрагментов поверхностей скольжения игл, характеризующие специфику их износа при эксплуатации. На поверхностях скольжения после эксплуатации наблюдаются концентрические бороздки абразивного износа и следы адгезионно-коррозионного изнашивания (рисунок 3.436, в).

Износ рабочей поверхности стальных игл после 5-ти производственных циклов носит абразивный характер. Максимальная глубина концентрических бороздок износа составляет ~1 мкм. Вид износа поверхности трения игл после 7-ми производственных циклов – смешанный: абразивно-адгезионный. Глубина зон износа на некоторых участках достигает 1,3 мкм.

Анализ поверхностей трения игл после 17-ти производственных циклов показал преобладание пятен адгезионного износа глубиной до 2 мкм. Шероховатость в зонах изнашивания соответствует 7 классу, что значительно ниже нормированных значений чертежа (13 класс).

118



a



б

Рисунок 3.41 – Фотографии поверхности трения иглы после потери работоспособности: а – вид со стороны торца; б – вид со стороны боковой поверхности, х250



a



б

Рисунок 3.42 – Фотографии поверхности трения стальной иглы после 5-ти производственных циклов: а – вид со стороны торца; б – вид со стороны боковой поверхности, x250





б



В

Рисунок 3.43 – Фотографии поверхности скольжения стальных игл:

а – после 5-ти производственных циклов; б – после 7-ми

производственных циклов; в – после 17-ти производственных циклов, х250

Важным показателем материала керамического подпятника, характеризующим его работоспособность, является склонность к хрупкому разрушению. Универсального критерия оценки и прогнозирования хрупкости материалов до сих пор не существует. При оценке хрупкости лейкосапфира была использована бальная система оценки для тугоплавких соединений, предложенная в работе [100].

При исследовании склонности к хрупкому разрушению штатных новых подпятников из лейкосапфира было выявлено образование трещин и сколов вблизи отпечатков при микроиндентировании. Средний суммарный балл хрупкости при нагрузке 1,5 Н составил Z_{150} = 1,80; при нагрузке 2 Н – Z_{200} =3,52. Темп нарастания хрупкости разрушения лейкосапфира с увеличением нагрузки от 1,5 до 2 Н соответствует $\Delta Z/\Delta p$ =3,44 1/Н.

Показатель хрупкости j₂₀₀=12,1 1/Н свидетельствует о повышенной склонности подпятников из лейкосапфира к хрупкому разрушению.

На рисунке 3.44 показан внешний вид отпечатка от индентора при нагрузке 2 Н. У верхнего угла отпечатка четко видно развитие трещины, а так же образование вокруг нее сколов.



Рисунок 3.44 – Вид отпечатка с трещиной, х370

На рисунках 3.45, 3.46 приведены микрофотографии контактирующих поверхностей лейкосапфировых подпятников, отработавших 5 и 7 производственных циклов (вид сверху и в профиль) после раскалывания.



a, x100



б, х500

Рисунок 3.45 – Фотография рабочей поверхности (a) и профильное изображение поверхности трения (б) подпятника, отработавшего 5 производственных циклов





Рисунок 3.46 – Фотография рабочей поверхности (a) и профильное изображение поверхности трения (б) подпятника, отработавшего 7 производственных циклов

В результате анализа постэксплуатационного состояния деталей исследованной пары трения установлено, что потеря ее работоспособности обусловлена абразивным и адгезионно-коррозионным видами износа иглы и повышенной подпятника, проявляющейся хрупкостью при высоких нагрузках. Для повышения прочностных свойств динамических контактирующих материалов высокоскоростной пары трения предложен комплексный подход, сочетающий в себе упрочнение рабочей поверхности иглы методом ионно-лучевой модификации и замену материала подпятника способный на более пластичный материал, выдерживать ударнодинамические нагрузки при высоких скоростях вращения.

3.2.2 Модификация рабочей поверхности стальной иглы методом ионной имплантации

Ионную имплантацию рабочих поверхностей трения новых игл проводили на частотно-импульсном ускорителе «Радуга» при энергии ионов C⁺ E=80 кэВ и плотности тока j=6 A/cm² дозами: 10^{16} cm⁻²; $5 \cdot 10^{16}$ cm⁻²; 10^{17} cm⁻²; $5 \cdot 10^{17}$ cm⁻²; 10^{18} cm⁻².

На рисунках 3.47, 3.48 представлен внешний вид торцевых поверхностей новый иглы и игл после облучения различными дозами.



Рисунок 3.47 – Внешний вид торцевых поверхностей игл, расположенных слева направо: новая и облученные разными дозами ионов C⁺: 10¹⁶ см⁻²; 5·10¹⁶ см⁻²; 10¹⁷ см⁻²; 5·10¹⁷ см⁻²; 10¹⁸ см⁻²

В процессе ионной имплантации с увеличением дозы имплантируемых ионов C⁺ происходит изменение цвета облучаемой поверхности от бледносоломенно-желтого до цвета «индиго» (рисунок 3.47). Последовательность изменения цвета поверхности согласуется с порядком изменения цветов углеродосодержащих тонких пленок на поверхности углеродистых сталей с ростом их толщины. Формирующиеся пленки на поверхности обладают высокой коррозионной стойкостью и обеспечивают защиту рабочей поверхности иглы от коррозионного изнашивания.

Изменения микрорельефа поверхности после облучения ионами C⁺ при всех выбранных дозах не происходит (рисунок 3.48).

На рисунках 3.49 – 3.54 приведена микроструктура материала стальной иглы в исходном состоянии и после ионной имплантации ионами C⁺ при различных дозах облучения по продольному шлифу (после травления в 4 %- ом растворе HNO₃).

Рисунок 3.48 – Картины микроиндентирования торцевых поверхностей новой и облученных разными дозами ионов C⁺ игл



SEM HV: 20.04 V SEM HV: 20.04 V SEM MAG: 10.04 K SEM MAG: 10.04 K Date: Determined guest Determined SEM MAG: 10.04 K But BE Detertor guest Determined SEM MAG: 20.04 V SEM MAG:

D=10¹⁷ см⁻²

Digital Mi







Новая

WD: 9.483 mm Det: BSE Detector



Рисунок 3.49 – Оптические фотографии микроструктуры материала новой иглы по продольному шлифу: концевая часть иглы (а), граница зоны локальной термический обработки (б), x1000



Рисунок 3.50 – Оптические фотографии микроструктуры материала иглы после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=10¹⁶ см⁻²по продольному шлифу: концевая часть иглы, подвергнутая облучению (а), граница зоны локальной термический обработки (б), х1000



Рисунок 3.51 – Оптические фотографии микроструктуры материала иглы после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=5[·]10¹⁶ см⁻² по продольному шлифу: концевая часть иглы, подвергнутая облучению (а), граница зоны локальной термический обработки (б), х1000



Рисунок 3.52 – Оптические фотографии микроструктуры материала иглы после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=10¹⁷ см⁻²по продольному шлифу: концевая часть иглы, подвергнутая облучению (а), граница зоны локальной термический обработки (б), х1000



Рисунок 3.53 – Оптические фотографии микроструктуры материала иглы после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=5[·]10¹⁷ см⁻²по продольному шлифу: концевая часть иглы, подвергнутая облучению (а), граница зоны локальной термический обработки (б), х1000



Рисунок 3.54 – Оптические фотографии микроструктуры материала иглы после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=10¹⁸ см⁻² по продольному шлифу: концевая часть иглы, подвергнутая облучению (а), граница зоны локальной термический обработки (б), x1000

На рисунке 3.55 приведена микроструктура материала игл с торцевой части рабочей поверхности в исходном состоянии и после ионной

имплантации ионами C⁺ при дозе облучения $D=10^{18}$ см⁻² (после травления в 4 %-ом растворе HNO₃).



Рисунок 3.55 – Микроструктура торцевой рабочей поверхностей игл из стали У10 в исходном состоянии (а) и после ионной имплантации ионами C⁺ дозой D=10¹⁸ см⁻² (б), опт. х500

Как видно из приведенных фото, микроструктура материала новой и облученных игл как с торцевой поверхности трения, так и по продольному

шлифу концевой части иглы аналогична и идентифицируется как мартенситная (рисунок 3.55). Она соответствует структуре стали У10 в состоянии после закалки и низкого отпуска. Это доказывает тот факт, что при ионно-лучевой обработке не происходит сопутствующего нагрева.

Измерения микротвердости от глубины индентирования исходной иглы и после ионной имплантации для разных доз облучения приведены на рисунках 3.56 – 3.60.

Установлено, что с увеличением дозы облучения четко прослеживается тенденция к повышению микротвердости материала иглы. Максимальное увеличение микротвердости в ~ 1,6 раза наблюдается при облучении иглы ионами C⁺ дозой 10^{18} см⁻² (рисунок 3.60).



Рисунок 3.56 – Зависимости микротвердости от глубины индентирования материала иглы У10 до (1) и после облучения дозой 10¹⁶ см⁻² (2)



Рисунок 3.57 – Зависимости микротвердости от глубины индентирования материала иглы У10 до (1) и после облучения дозой 5[.]10¹⁶ см⁻² (2)



Рисунок 3.58 – Зависимости микротвердости от глубины индентирования материала иглы У10 до (1) и после облучения дозой 10¹⁷ см⁻² (2)



Рисунок 3.59 – Зависимости микротвердости от глубины индентирования материала иглы У10 до (1) и после облучения дозой 5[.]10¹⁷ см⁻² (2)



Рисунок 3.60 – Зависимости микротвердости от глубины индентирования материала иглы У10 до (1) и после облучения дозой 10¹⁸ см⁻² (2)

Следует отметить, что при ионно-лучевой обработке поверхности твердых тел различают: зону имплантации (или зону внедрения ионов) и зону модификации, где наблюдается упрочняющий эффект. В нашем случае

имплантированная зона согласно таблицам пробега ионов составляет ~ 0,1 мкм. Модифицированная зона в металлах и сплавах может достигать от единиц до десятков мкм [86,88]. Из рисунка 3.56 видно, что после облучения дозой $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² на глубине индентирования ~ 2,5 мкм микротвердость модифицированной поверхности близка к исходной. С увеличением дозы имплантации глубина модифицированной зоны возрастает (рисунки 3.58-3.60). Упрочняющий эффект проявляется на глубинах > 2,5 мкм, кривые $H_{\mu}(h)$ для облученных игл не выходят на исходный уровень. На всех кривых микротвердости можно выделить участок на глубине индентирования ~1,2 мкм, где достигается максимальное упрочнение.

На рисунке 3.61 приведены зависимости микротвердости обработанной рабочей поверхности иглы от дозы облучения (для глубины индентирования 1,2 мкм). Установлено, что с увеличением дозы облучения наблюдается усиление эффекта упрочнения материала поверхности в рабочей зоне иглы.



Рисунок 3.61 – Относительное изменение микротвердости материала иглы от дозы облучения (для глубины индентирования 1,2 мкм)

Исследование фрикционных свойств пары трения «игла – подпятник из лейкосапфира» проводили при нагрузке 1 Н при сухом скольжении, где в

качестве инденторов использовали новую и облученные различными дозами ионов C⁺ иглы.

На рисунке 3.62 приведена зависимость относительного изменения коэффициента трения от дозы облучения. Установлено, что ионная имплантация рабочей поверхности иглы способствует понижению коэффициента трения. Облучение иглы ионами C⁺ дозой 10¹⁸ см⁻² приводит к уменьшению коэффициента трения рабочей поверхности в ~1,3 раза.



Рисунок 3.62– Зависимость относительного изменения коэффициента трения от дозы облучения ионов C⁺

На основании проведенных исследований определена оптимальная доза (10¹⁸ см⁻²) ионной имплантации, при которой достигается максимальный упрочняющий эффект и уменьшение коэффициента трения рабочей части иглы.

3.2.3. Замена материала подпятника для оптимизации работы пары трения «игла-подпятник»

Новые конструкционные применяемые материалы, ДЛЯ изготовления подпятников, должны обладать совокупностью таких свойств, как высокая механическая прочность, износостойкость и трещиностойкость, химическая инертность и работоспособность в условиях повышенных температур и дефицита смазки. Одним из перспективных материалов является нанокристаллический материал нового поколения на основе диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия (кристаллы ЧСД). В настоящее время появились работы по исследованию образцов монокристаллического материала ZrO_2 , изготовленных В лабораторных условиях [133-136]. Исследуемый материал при оптимальных технологических режимах изготовления обладает высокими механическими характеристиками.

Получение кристаллов ЧСД стало возможным благодаря применению нового метода направленной кристаллизации расплава в холодном контейнере при использовании прямого высокочастотного нагрева. При выращивании из расплава они кристаллизуются в виде кубических монокристаллов, которые при остывании претерпевают полиморфное превращение в тетрагональную фазу, сопровождающееся образованием доменов размерами ~ десятки нанометров.

По результатам испытаний образцов, вырезанных из кристаллов «оптимального» состава (ZrO₂ + 2,8 мол.% Y₂O₃), полученных при скорости выращивания 10-15 мм/час при совпадающей ориентации вектора силового воздействия с осями кристаллической решетки <100>, были достигнуты высокие значения динамического модуля упругости 400-500 ГПа, статистического модуля упругости 380-400 ГПа, прочности на изгиб 1500-1600 МПа, прочности на сжатие 3000-4000 МПа. Для сравнения: параметры высокопрочной стали ЭИ643: σ_e =2000 МПа, E_{cm}=200 ГПа [129].

В данной работе предложена замена материала подпятника – лейкосапфира на диоксид циркония, частично стабилизированный 3 % оксидом иттрия.

На рисунке 3.63 приведена фотография внешнего вида подпятников из лейкосапфира и диоксида циркония.

На рисунке 3.64 приведена фотография микроструктуры материала и рабочей лунки подпятника из диоксида циркония.

Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что основной фазой материала подпятника является диоксид циркония с тетрагональным типом кристаллической решетки T-ZrO₂ (рисунок 3.65, таблица 3.12). Большая часть кристаллитов ориентированы в направлениях (200) и (004)



Рисунок 3.63 – Внешний вид подпятников из лейкосапфира (справа) и диоксида циркония (слева)



Рисунок 3.64 – Общий вид рабочей лунки подпятника из диоксида циркония в исходном состоянии, x100

Таблица 3.12 – Данные рентгеноструктурного анализа материала подпятника из диоксида циркония, частично стабилизированного 3 % оксида иттрия

20, град.	d, нм	I, %	(hkl)	Фаза
30,725	0,2909	3		Y_2O_3
34,232	0,2622	100	(200)	T-ZrO ₂
64,536	0,1444	2		Y_2O_3
72,673	0,1302	91	(004)	T-ZrO ₂
73,936	0,1283	66	(400)	T-ZrO ₂



Рисунок 3.65 – Дифрактограмма материала подпятника из диоксида циркония, частично стабилизированного 3 % оксида иттрия

Среднее значение микротвердости подпятников из диоксида циркония составляет H₂₀₀= 2,3 ГПа.

При определении склонности к хрупкому разрушению по бальной системе Глазова-Вигдоровича выявлено, что трещин и сколов около отпечатков не образуется. По шкале хрупкости такой результат соответствует нулевому баллу хрупкости.

Ha 3.66. 3.67 рисунках приведены зависимости значений коэффициентов трения, определенных при сухом скольжении инденторов новая и облученная (D=10¹⁸ см⁻²) иглы при переменной нагрузке 0,3 - 1 Н. В контртела качестве при проведении трибологических испытаний использовали плоские поверхности подпятников из диоксида циркония и лейкосапфира.



Рисунок 3.66 – Зависимости коэффициента трения от нагрузки при контакте индентора – рабочего торца исходной иглы с поверхностью подпятников из диоксида циркония и лейкосапфира



Рисунок 3.67 – Зависимости коэффициента трения от нагрузки при контакте индентора – облученной иглы дозой 10¹⁸ см⁻² с поверхностью подпятников из диоксида циркония и лейкосапфира

При варьировании нагрузки на индентор в интервале от 0,3 до 1 Н значения коэффициентов трения для всех исследованных пар трения существенно не изменяются. Величина коэффициента трения (f_{тр}) для всех используемых инденторов в паре с подпятником из диоксида циркония ниже ~ в 1,5 раза по сравнению с парами, где используется подпятник из лейкосапфира.

Испытания износостойкости материала исходных игл (сталь У10), а также игл после ионной имплантации, облученных по оптимальному режиму – ионами C⁺ дозой 10^{18} см⁻², проводили в подпятниках из лейкосапфира и диоксида циркония в условиях смазки ВМ-1 в течение 10 минут при различных скоростях вращения. На рисунках 3.68 и 3.69 приведены зависимости линейной интенсивности изнашивания от скорости вращения игл в исследуемых подпятниках.



Рисунок 3.68 – Зависимости линейной интенсивности изнашивания новых игл от количества оборотов в подпятниках из лейкосапфира (1) и диоксида циркония (2)





На рисунках 3.68, 3.69 наблюдается общая тенденция – с увеличением числа оборотов интенсивность изнашивания поверхности как штатных, так и облученных игл при работе с подпятником из диоксида циркония имеют более низкие значения по сравнению с интенсивностью при работе с подпятником из лейкосапфира.

С увеличением числа оборотов интенсивность изнашивания поверхности исходных игл при работе с подпятником из диоксида циркония значительно ниже по сравнению с интенсивностью при работе с подпятником из лейкосапфира (рисунок 3.68). При числе оборотов 35 000 об/мин интенсивность изнашивания в паре с подпятником из диоксида циркония в ~3 раза ниже по сравнению с парой, содержащей подпятник из лейкосапфира.

Интенсивность изнашивания оборотов В зависимости от числа исследуемыми облученных В оптимальном режиме ИГЛ В паре c подпятниками носит практически линейный характер (рисунок 3.69). При числе оборотов 35000 об/мин интенсивность изнашивания в паре с

подпятником из диоксида циркония в ~1,9 раз ниже, чем в паре с подпятником из лейкосапфира.

Таким образом, диоксид циркония по механическим и трибологическим показателям превосходит лейкосапфир с точки зрения его практического использования в паре трения «игла-подпятник» газовых центрифуг:

- материалы подпятников из лейкосапфира и диоксида циркония имеют близкие величины микротвердости H₂₀₀ =2,3 ГПа, при этом материал диоксид циркония не склонен к проявлению микрохрупкости;

 коэффициент трения рабочих поверхностей штатных и облученных (при оптимальном режиме) игл при контакте с плоской поверхностью подпятника из диоксида циркония в 1,5 раза ниже, чем при контакте с подпятником из лейкосапфира;

- износостойкость новых и облученных игл при работе в паре с подпятником из диоксида циркония в 3 и 1,9 раза выше, чем при работе с подпятниками из лейкосапфира, соответственно.

Модификация материала рабочей части иглы методом ионной имплантации ионами C⁺ приводит к эффективному улучшению механических и фрикционных свойств стали У10. Данный эффект может быть использован для практического внедрения на парах трения «игла-подпятник» в целях увеличения работоспособности и ресурса работы этого узла.

По всем показателям эксплуатационных свойств диоксид циркония, стабилизированный 3 % оксидом иттрия, может быть использован в качестве альтернативного материала для изготовления подпятников взамен лейкосапфира.
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

1. На основании результатов проведенных исследований разработан режим нанесения (методом КИБ на установке ВУ2-МБС) с технологическими параметрами (напряжение смещения 140 В, давление реакционного газа в камере 0,04 Па, ток дуги 120 А), обеспечивающий получение износостойкого столбчатого наноструктурированного покрытия нитрида титана С оптимальным сочетанием прочностных И трибологических свойств. Разработан технологический процесс нанесения износостойкого наноструктурированного покрытия нитрида титана.

2. По результатам сравнительного анализа разных марок инструментальных сталей проведена замена стали ХВГ на сталь Х12Ф1 для детали «полуось» пары трения «полуось-подшипник».

3. По результатам исследований постэксплуатационного состояния контактирующих деталей пары трения «игла-подпятник» установлены работоспособности, причины низкой заключающиеся В низкой износостойкости материала иглы и повышенной хрупкости материала подпятника.

4. Исследован и разработан режим ионно-лучевой обработки (имплантация ионами C⁺ дозой 10¹⁸ см⁻²), обеспечивающий упрочняющий и антифрикционный эффекты материала рабочей поверхности иглы для пары трения «игла-подпятник».

ГЛАВА 4 ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НИТРИДА ТИТАНА

4.1 Узел трения газовой центрифуги К4110 - «полуось - подшипник»

4.1.1 Практическое применение ионно-плазменного покрытия TiN для детали полуось

По разработанному технологическому процессу (ТП-002-00-00) изготовлена опытная партия полуосей (200 штук, ОПП-1), поставленная в рамках договорных работ ЗАО «ОКБ – Нижний Новгород» с износостойким наноструктурированным столбчатым покрытием нитрида титана (рисунок 4.1). Детали успешно прошли динамические испытания в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород», которые проводились в форсированном режиме с изгибающим дисбалансом 50 мг, боковой нагрузкой 49 Н в момент перехода вертикальным валом собственной частоты, окружной скорости – 11 м/с и фитильной смазкой подшипника маслом ВМ-1. Проверена живучесть вала в аварийных режимах торможения от номинальной частоты до полной остановки при постоянном контакте в подшипнике скольжения.

Проведенные испытания показали целостность покрытия во время всего цикла испытаний и его высокую износостойкость. Нанесение покрытия нитрида титана позволило увеличить количество безаварийных проходов через критические точки в 3 раза и увеличить при этом допустимый изгибающий дисбаланс полуоси во время ее балансировки в 1,5 раза (Приложение 1, 2).

Данная разработка защищена патентом РФ №87228 на полезную модель (Приложение 3).

Поверхностное упрочнение полуосей ограничительного подшипника было внедрено в машиностроительную отрасль, а именно, в ОАО «ВПО «Точмаш» (г. Владимир), ОАО «КМЗ» (г. Ковров) и ООО «УЗГЦ» (г.Новоуральск).



Рисунок 4.1 – Полуось ограничительного подшипника скольжения: исходные и с наноструктурированным покрытием нитрида титана

4.1.2 Экономическое обоснование применения ионно-плазменной технологии нанесения покрытия TiN для узла трения «полуось-подшипник»

Инженерия поверхности, основанная на методах направленного создания упрочненных поверхностных слоев - это эффективное средство достижения динамики и прочности деталей машин в современном машиностроении. Наряду с улучшением технико-экономических характеристик ответственных деталей машин и элементов конструкций параллельно решается проблема экономии материалов и потребления энергии. В условиях обострения экономических кризисов при нехватке финансовых и материальных ресурсов решение задачи экономии приобретает первостепенное значение. Структура экономии включает компоненты прямой и косвенной экономии.

Прямая экономия проявляется:

• при эксплуатации машинной техники вследствие снижения

коэффициента трения;

- снижение простоев машин вследствие повышения их надежности и долговечности;
- снижение затрат на ремонт и восстановление машин;
- снижение затрат на материалы при замене дорогостоящих сплавов более дешевыми при изготовлении массивных деталей;
- снижение расхода смазочных материалов;
- возможность многократного восстановления деталей;
- повышение производительности работы машин;
- снижение брака вследствие повышения технологической надежности работы машин;
- повышение качества выпускаемой продукции;

Косвенная экономия включает:

- прямой экологический эффект (уменьшение или полное прекращение вредных выбросов и пр.);
- косвенный экологический эффект, связанный с уменьшением потребности в конструкционных материалах и экономии природных ресурсов;
- уменьшение капитальных затрат в связи с уменьшением потребности в машинах и конструкционных материалах.

По разработанной технологии изготовлены и сданы в эксплуатацию опытно-промышленные партии полуосей ограничительного подшипника с покрытием нитрида титана в количестве 3500 штук под техническим контролем ЗАО «ОКБ – Нижний Новгород». Замечаний к качественным показателям, эксплуатационным свойствам покрытия и к работе пары трения «полуось-подшипник» не имеется.

На рисунке 4.2 представлен промышленный блок газовых центрифуг 9-го поколения на Уральском электрохимическом комбинате, предприятие

Топливной компании Росатома "ТВЭЛ", УЗГЦ Новоуральск Свердловская область.



Рисунок 4.2 – Блок газовых центрифуг 9-го поколения

Оценка экономической эффективности для блока (цеха) с газовыми центрифугами рассчитана по формуле:

$$\Theta_{\text{год}} = N \left(C_{\text{M}} \cdot \frac{T_{\text{r}}}{T_{\text{му}}} - C_{\text{H}} \cdot \frac{T_{\text{r}}}{T_{\text{нy}}} \right), \tag{4.1}$$

где Э_{год} – годовая экономическая эффективность;

N – количество центрифуг (равное количеству узлов трения) на заводе (~ 1000 штук);

T_г − количество дней в году (~ 365 дней);

T_{ну} – среднее время жизни стандартного узла (~1000 часов или ~ 42 дня);

T_{му} – среднее время жизни модифицированного узла (~ 14 дней – согласно Приложениям 1, 2);

С_н – стоимость новой детали (полуось) без покрытия для узла трения (~1500 рублей);

С_м – стоимость модифицированной детали (полуось с покрытием) для узла трения (~1650 рублей).

$$\Theta$$
год =1000 (1650 $\frac{365}{42}$ -1500 $\frac{365}{14}$)=24768000

Таким образом, годовая экономическая эффективность от внедрения разработанной технологии для работы блока газовых центрифуг составляет 24 768 000 рублей в год.

4.2 Детали системы виброизоляции тренажера – штоки

В СГАУ им. С.П. Королёва (г.Самара) разработана система виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» БД-2, предназначенная для использования на Международной космической станции (МКС). Разработанное износостойкое наноструктурированное покрытие нитрида титана внедрено (через НПЦ «Трибоника») на опытной партии деталей для повышения износостойкости рабочих поверхностей (рисунок 4.2). Опытные образцы выдержали предварительные испытания, где суммарная наработка детали виброизоляции составила 1,42 ресурса системы (Приложение 4).

Детали системы виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» успешно прошли летные испытания в составе Международной космической станции (МКС).



Рисунок 4.2 – Детали системы виброизоляции тренажера БД-2: а – исходные; б – с износостойким покрытием нитрида титана

4.3 Плунжерные пары топливных насосов автомобильных двигателей

Разработанное ионно-плазменное наноструктурированное покрытие нитрида титана внедрено (через НПЦ «Трибоника») для повышения ресурса плунжерных пар автомобильных топливных насосов на машиностроительных предприятиях Казахстана. Покрытие показало эффективное повышение

износостойкости рабочей поверхности стальных плунжеров за счет повышения твердости поверхности ~ в 2 раза, снижения коэффициента трения и интенсивности изнашивания в ~ 1,8 и в 4 раза соответственно [109]. На рисунке 4.3 представлены плунжеры различной конфигурации с износостойким наноструктурированным ионно-плазменным покрытием нитрида титана.



Рисунок 4.3 – Плунжера с покрытием TiN

Разработанное ионно-плазменное покрытие внедрено для повышения износостойкости плунжерных пар топливных насосов в машиностроительной отрасли на предприятиях Казахстана.

ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1 Установлены причины преждевременного отказа и пониженной работоспособности деталей ответственных узлов трения газовой центрифуги – «полуось-подшипник» и «игла-подпятник».

2 Для повышения прочности и ресурса ответственного узла газовой центрифуги, а именно, пары трения «полуось-подшипник», разработан и научно обоснован метод поверхностного упрочнения стальной детали «полуось» посредством ионно-плазменного нанесения износостойкого покрытия нитрида титана.

3 Разработан технологический процесс ионно-плазменного нанесения (методом КИБ на установке ВУ2-МБС) износостойкого столбчатого наноструктурированного покрытия нитрида титана с оптимальным сочетанием эксплуатационных свойств.

4 При комплексном подходе к модернизации детали «полуось» пары трения «полуось-подшипник» осуществлена замена материала (сталь ХВГ на сталь Х12Ф1).

5 Результаты натурных испытаний пары трения «полуось-подшипник» в форсированном режиме (с изгибающим дисбалансом 5⁻10⁻⁵ кг, боковой нагрузкой 48 Н в момент перехода вертикальным валом собственной частоты, окружной скорости – 11 м/с в условиях граничной смазки подшипника маслом ВМ-1) показали целостность покрытия во время всего цикла испытаний и его высокую износостойкость. Нанесение покрытия нитрида титана позволило увеличить количество безаварийных проходов через критические точки в 3 раза и увеличить при этом допустимый изгибающий дисбаланс полуоси во время ее балансировки в 1,5 раза. Разработка запатентована и внедрена на предприятиях машиностроительной отрасли для повышения работоспособности и надежности различных деталей пар трения.

6 Для повышения прочности, динамики и ресурса ответственного узла трения газовой центрифуги «игла-подпятник» разработан и научно обоснован метод

поверхностного упрочнения стальной «иглы» посредством ионной имплантации ионами С⁺ и замены материала «подпятника».

7 Оптимизирована технология ионно-лучевой обработки с целью достижения упрочняющего эффекта рабочей поверхности стальной «иглы» и определена доза ионной имплантации (ионов C⁺), при которой достигается максимальный упрочняющий эффект с одновременным понижением коэффициента трения модифицированной рабочей поверхности детали.

8 На основе результатов комплексного подхода к модернизации пары трения «игла-подпятник» предложено осуществить замену материала контртела из лейкосапфира на диоксид циркония, который обладает повышенной стойкостью к ударным нагрузкам.

9 За счет улучшения прочностных, фрикционных и пластических свойств поверхностей сопрягаемых деталей узел трения «игла-подпятник» обладает повышенной износостойкостью и трещиностойкостью при воздействии ударнодинамических нагрузок по сравнению со штатным узлом и может быть рекомендован для эксплуатации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Гаркунов, Д.Н. Триботехника / Д.Н. Гаркунов, Э.Л. Мельников, В.С. Гаврилюк М.: КРОНУС, 2015. 408 с.
- 2. Обзор российского рынка смазочных материалов [Электронный ресурс]. URL: http://www.ey.com
- 3. Сроки службы трущихся деталей [Электронный ресурс]. URL: http:// www.studjpedia.ru
- 4. Балабанов, В.И. Нанотехнологии / В.И. Балабанов. М.: Эксмо, 2010. 214
 с.
- 5. Инженерия поверхности и развитие современного машиностроения [Электронный ресурс]. URL: http://www.mehanik-ua.ru
- Локтев, Д. Методы и оборудование для нанесения износостойких покрытий / Д.Локтев, Е. Ямашин // Наноиндустрия, 2007. – №4. – с.18-24.
- Погребняк, А.Д. Многокомпонентные нанокомпозитные покрытия с адаптивным поведением в поверхностоной инженерии / А.Д. Погребняк, А.А. Багдасарян, А.В.Пшик, К.А. Дадюра // УФН, 2017. – т. 187. – №6. – с.629-652.
- Берсенев, В.М. Нанокристаллические и нанокомпозитные покрытия, структура, свойства / В.И. Берсенев, А.Д. Погребняк, Н.А. Азаренков, В.И. Фареник, Г.В. Кирик // ФІП ФИП РЅЕ, 2007. – т.5. – №1-2. – с. 4-27.
- Берлин, Е.В. Ионно-плазменные процессы в тонкопленочной технологии / Е.В. Берлин, Л.А. Сейдман – М.: Техносфера, 2010. – 528 с.
- Musil, J. Hard nanocomposite coatings. Present status and trends. Chapter1 in Handbook of plasma surface engineering research and its practical application / J. Musil, P. Baroch, P. Hard // Research Singpost. – 2008. – P.1-34.
- Drory, M.D. Deposition and characteristics of chromium nitride thin film coatings on precision balls for tribological applications / M.D. Drory, R.D. Evans // Surf. Coat. Technol. – 2011. – Vol. 206. – P. 1983-1989.

- Азаренков, Н.А. Наноструктурные покрытия и наноматериалы: основы получения, свойства, области применения: Особенности современного наноструктурного направления в нанотехнологии / Н.А. Азаренков, В.М. Береснев, А.Д. Погребняк, Д.А.Колесников. - М.: Либроком, 2013. – 368 с.
- Якупов, С.Н. Тонкослойные пленки и покрытия / Н.М. Якупов // Материалы
 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. – с.52-55.
- Погребняк А.Д. Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокомпозитных покрытий / А.Д. Погребняк, А.П. Шпак, Н.А. Азаров, В.М. Береснев // УФН, 2009. – т. 179. – №1. – с.35-64.
- Öztürk, A. Comparative tribological behaviors of TiN, CrN and MoNCu nanocomposite coatings / A. Öztürk, K.V. Ezirmik, K. Kazman, M.Ürgen, O.L.Eryılmaz, A.Erdemir // Tribology International. – 2008. – Vol.41. – P.49-59.
- 16. Lin, J The structure and mechanical and tribological properties of TiBCN nanocomposite coatings \ J. Lin, J. J.Moore, B. Mishra, M Pinkas, W. D.Sproul // Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58. – P.1554-1564.
- Pogrebnjak, A.D. Microstructure, physical and chemical properties of nanostructured (Ti-Hf-Zr-V-Nb)N coatings under different deposition conditions / A.D. Pogrebnjak, A.D. I.V.Yakushchenko, A.A.Bagdasaryan, O.V.Bondar , R.Krause-Rehberg, G.Abadias, P.Chartier, K.Oyoshi, Y.Takeda, V.M.Beresnev, O.V.Sobolf // Materials Chemistry and Physics. – 2014. – Vol.147. – P.1079-1091.
- 18. Barshilia, Harish C.Performance evaluation of TiAlCrYN nanocomposite coatings deposited using four-cathode reactive unbalanced pulsed direct current magnetron sputtering system / Harish C.Barshilia, ShashidharaAcharya, MoumitaGhosh, T.N.Suresh, K.S.Rajam, Manohar S.Konchady, Devdas M.Pai, Jagannathan Sankarb // Vacuum. – 2010. – Vol.85. – P.411-420.
- 19. Faga, M.G. AlSiTiN nanocomposite coatings developed via Arc Cathodic PVD: Evaluation of wear resistance via tribological analysis and high speed machining

operations / M.G.Faga, G.Gautier, R.Calzavarini, M.Perucca, E.AimoBoot, F.Cartasegna, L.Settineri // Wear. – 2007. – Vol.263. – P.1306-1314.

- Barshilia, H.C. Deposition and characterization of TiAlSiN nanocomposite coatings prepared by reactive pulsed direct current unbalanced magnetron sputtering / H.C. Barshilia, M. Ghosh, R. Ramakrishna, K.S. Rajam // Applied Surface Science. – 2007. – Vol.256. – P.6420-6426.
- 21.Martinez, G. Effect of Thickness on the Structure, Composition and Properties of Titanium Nitride NanoCoatings / G. Martinez et al. // Ceramics International. 2014. v. 4. P. 5757-5764.
- Meng, Li-Jian.Characterization of titanium nitride falms prepared by d.c. reactive magnetron sputtering at dufferent nitrogen pressures / Li-Jian Meng, M.P. Santos // Surface and Coatings Technology. 1997. V. 90. P. 64-70.
- Громов, Д.Г. Металлизация в системах с наноразмерными элементами: учеб. пособие для студентов техвузов / Д.Г. Громов. – М.: МИЭТ; Москва: АСТ, 2011. – 60 с.
- 24. Методы нанесения вакуумных покрытий PVD-покрытий. Курс лекций / Составитель: доцент Жданов А.В. Владимир. 2014. 161 с.
- 25. Ahaitouf, Az. Process Technology study of TiN/AlGaN/GaN Schottky contact on (111) Silicon substrate / Az. Ahaitouf, J. C. Gerbedoen, A. Soltani // J. Mater. Environ. Sci. – 2010. – Vol 1. – P. 309-312.
- 26. Табаков, В.П. Принципы формирования и технологии нанесения износостойких покрытий режущего инструмента \ В.П. Табаков, А.С.Верещака, А.А. Верещака, А.Д. Батако. – Ульяновск: УлГТУ, 2012. – 196 с.
- Будилов, В.В. Нанотехнологии обработки поверхности деталей на основе вакуумных ионно-плазменных методов: физические и технические решения / В.В. Будилов, В.С. Мухин, С.Р. Шехтман. – М.: Наука, 2008. – 194 с.
- 28. Saoula, N. Influence of nitrogen content on the structural and mechanical properties of tin thin films / Nadia, Karim Henda et Rafika Kesri // j. Plasma fusion res. Series. 2009. Vol. 8. p. 1403-1407.

- 29. Сушенцов, Н.И. упрочняющие тонкопленочные покрытия на основе нитридов и углеродных материалов / Н.И. Сушенцов, С.В. Борисов // Приволжский научный вестник, 2014. №3(31). с. 31-38.
- 30. Самойлович, М.И. Формирование наноструктурированных пленок алмазоподобных материалов / М.И. Самойловия, А.Ф. Белянин // Нано- и микросистемная техника, 2006. - №7. – с.21-34.
- Сушенцов Н.И. Слоистые защитные покрытия на основе нитридов и углерода / Н.И. Сушенцов, С.В. Борисов // Приволжский научный вестник, 2014. - №6(34). – с. 23-29.
- Montemor, M. F. Functional and smart coatings for corrosion protection: a review of recent advances / M. F. Montemor // Surface and Coatings Technology. – 2014. – Vol.258. – p.17-37.
- 33. Способ получения однофазных пленок нитрида титана [Электронный pecypc]. URL: http://www.findpatent.ru/patent/249/2497977.html
- 34. Нитридтитана[Электронныйpecypc].URL:https://ru.wikipedia.org/wiki/Нитрид_титана
- 35. Лохатников, Ю.В. Химическое осаждение наноструктурированных покрытий вольфрама и его сплавов из газовой фазы / Ю.В. Лохатников // Физикохимия поверхности и защита материалов, 2008. - №4. – с.343-358.
- 36. Гончаров, О.Ю. Текстуры покрытий молибдена, тантала и борида гафния, полученных химическим газофазным осаждением / О.Ю. Гончаров, И.А.Ильин, Д.Б. Титоров, Д.В. Титорова // Перспективные материалы., 2008. - №4. – с.69-73.
- 37. Фукс, С.Л. Многослойное композитное покрытие на стали, полученное методом химического осаждения / С.Л. Фукс, С.В. Хитрин, Л.Н. Зыкина, Ю.С. Сайтжанова. – Петент на изобретение №254718. – 2015.
- 38. Отыч, Н.А. Получение композиционных покрытий химическим осаждением / Н.А.Отыч, М.Ю. Сербиновский, Н.Л. Игнатенко, В.Т. Логинов, П.Д. Дерлугян, М.С. Липкин, Г.А. Данюшина // Изв. Вузов. Сев.-Кавк. Регион. Техничекие науки, 2005. - №4. – с.56-58.

- 39. Кузнецов, А.В. Бестоковые химические и электрохимические методы получения покрытий в солевых расплавах / А.В. Кузнецов // Материалы 13 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». – Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. – с.90-92.
- 40. CVD-покрытия [Электронный pecypc]. URL: http://www. sandvik.coromant.com
- 41. Бойцов, А.Г. Конспект лекций (теоретический материал) по дисциплине «Инновационные технологии производства изделий ракетно-космической техники». – Москва, 2015. – 365 с.
- 42. Филатов, М.С. Получение композитов Ni-ZrO₂ с разной концентрацией металлической фазы методом магнетронного ВЧ реактивного напыления / М.С. Филатов, О.В. Стогней // Материалы 13 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. с.106-109.
- 43. Каменецких, А.С.Свойства ВN покрытий, полученных магнетронным распылением В и ВN мишеней в условиях генерации плазмы пучком низкоэнергетических электронов / А.С. Каменецких, Н.В. Гаврилов, О.В. Корякова, С.О. Чолах // Материалы 13 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. с.134-137.
- 44. Мубояджян, С.А. Ионно-плазменные нанослойные эрозионно-стойкие покрытия на основе карбидов и нитридов металлов / С.А. Мубояджян, Д.А. Александров, Д.С. Горлов // Металлы, 2010. №5. с.39-51.
- 45.Соболь, О.В. Апробация структурного подхода для оптимизации режимов получения покрытий, повышающих износостойкость лопаток турбин / О.В. Соболь, В.В. Дмитряк, Н.А. Погребной, Н.В.Пинчук, А.А. Мефйлихов // Восточно-Европейский журнал передовых технологий, 2015. №2/5(74). с.53-59.
- 46. Качалин, Г.В. Изучение износостойкости ионно-плазменных покрытий на основе титана и алюминия, полученных методом магнетронного распыления

/ Г.В. Качалин, А.Ф. Медников, А.Б. Тхабисимов, С.В. Сидоров // Материалы 13 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». – Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. – с.211-214.

- 47. Сергеев, В.П. Формирование оптически прозрачных нанокомпозитных защитных покрытий на стеклах методами ионной имплантации и магнетронного распыления для космических применений / В.П. Сергеев, М.П. Калашников, И.А. Божко, Е.В. Рыбалко, О.В. Сергеев, А.В. Воронов, М.В. Федорищева // Материалы 13 Международной конференции «Пленки и покрытия -2017». – Санкт-Петербург 18-20 апреля 2017. – с.476-479.
- 48. Xiang, Wenfeng. Heteroepitaxial growth of TiN thin films on Si substrates for MEMS applications \ Wenfeng Xiang, Chongyang Zhao, Kun Liu, Guling Zhang, Kun Zhao \\ Journal of Alloys and Compounds. 2016. – Vol. 658. - P.862 - 866.
- 49.Craciun, D. Very hard TiN thin films grown by pulsed laser deposition / N. Stefan, G. Socol, G. Dorcioman, E. McCumiskey, M. Hanna, C.R. Taylor, G. Bourne, E. Lambers, K. Siebein, V. Craciun // Applied Surface Science. 2012. Vol. 260. P. 2 6.
- 50. Юрьев, Ю.Н. Свойства пленок нитрида титана, полученных методом магнетронного распыления / Ю.Н. Юрьев, К.С. Михневич, , вВ.П. Кривобоков, Д.В. Сиделев, Д.В. Киселева, В.А. Новиков \\ Известия Самарского научного центра РАН, 2014. – т. 16, №4. – с. 672-676.
- 51. Yurjev, Y.N. Technological Peculiarities of Deposition Anti-Reflective Layers in Low-E Coatings / Y.N. Yurjev, D.V. Sidelev // Journal of Physics: Conference Series. 2013. – Vol. 479. – № 1. Article Number - 012018. – p. 1-4.
- 52. Musil, J. Discharge in Dual Magnetron Sputtering System / J. Musil, P. Baroch // IEEE Transactions on Plasma Science. 2005. – Vol. 33. – № 2. – p. 338-339.
- 53. Зайцев, С.В. Пленки нитрида титана формируемые методом дуального магнетронного распыления / С.В. Зайцев, В. С. Ващилин, Д.С. Прохоренков // Новая наука: проблемы и перспективы, 2016. - №6-2(85). – с.176-179.
- 54. Ерофеев, Е.В. Исследование электрофизических параметров тонких пленок нитрида титана, полученных методом магнетронного распыления / Е.В.

Ерофеев, И.В. Федин, А. И. Казимиров // Вестник СИБГУТИ, 2015. - №3(31). - с.29-34.

- 55. Достанко, А.П. Формирование пленок нитрида титана методом реактивного магнетронного распыления при пониженном давлении / А.П. Достанко, Д.А. Голосов, С.М. Завадский, С.Н. Мельников, Д.Э. Окоджи, Д.Д. Котинго, Г.М. Рубан // Проблемы физики, математики и техники, 2016. - №2(27). – с.12-17.
- 56. Ермленко, М.В. Триблогические характеристики покрытий TiN, полученные методом реактивного магнетронного распыления при пониженном давлении // М.В. Ермоленко, С.М. Завадский, Д.А. Голосов, С.Н. Мельников, Е.Г. Замбург // Трение и износ, 2016. т.37, №3. с.369-373.
- 57. Kim, Hong Tak. Effect of Substrate Temperature and Input Power on TiN Film Deposition by LowFrequency (60 Hz) PECVD / Hong Tak Kim, Chan Su Chae, Dae Hee Han and Duck Kyu Park // Journal of the Korean Physical Society. 2000. Vol. 37. № 3. p. 319-323.
- 58. Способ реактивного ионного травления слоя нитрида титана селективно к алюминию и двуокиси кремния [Электронный ресурс]. URL: http://www.freepatent.ru/patents/2392689
- 59. Xinlei, Xu. High quality TiN film preparation by multi-arc ion plating // Materials Protection. 2000. Vol. 33. №8. р. 28-32.Чжан, Ле.
- 60. Распределение элементов в покрытиях нитрида титана, полученных вакуумно-дуговым осаждением с различным потенциалом смещения / Ле Чжан, Е.Б. Кашкаров // Перспективы развития фундаментальных наук. Сборник научных трудов XII Международной конференции студентов и молодых ученых. Национальный Томский политехнический университет, 2015. с.302-304.
- 61. Lina, Tong. Influence of bias on structure and deposition rate of TiN thin films by arc ion plating / Tong Lina, Meng Fanyu, Wang Lige, Huang Meidong // Proceedings of 10th International conference on vacuum metallurgy and surface engineering. – 2011. – P. 237-241.

- 62. Zhang, G.P. Influence of pulsed substrate bias on structure and properties of Ti-Al-N films deposited by cathodic vacuum arc / G.P. Zhang, G.J. Gao // Applied Surface Science. – 2012. – Vol. 258. – P. 7274-7279.
- 63. Кашкаров Е.Б. Влияние потенциала смещения на структуру и распределение элементов в покрытиях нитрида титана, полученных методом катодно-дугового осаждения / Е.Б. Кашкаров, Н.Н. Никитенков, М.С. Сыртанов, А.Н. Сутыгина, Д.В. Гвоздяков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейронные исследования, 2016. №6. с.81-85
- 64. Ryabchikov, A.I. Development of filtered DC metal plasma ion implantation and coating deposition methods based on high-frequency short-pulsed bias voltage application / A.I. Ryabchikov, I.A. Ryabchikov, I.B. Stepanov // Vacuum. 2005. V. 78. P. 331-336.
- 65. Селиверстов, И.А. Исследование износостойкости деталей с покрытиями нитрида титана / И.А. Селиверстов, С.Р. Селиверстова //Восточно-Европейский журнал передовых технлогий, 2011. – т.2., №5(50). – с.63-64
- 66. Андреев, А.А. Закономерности влияния структурного состояния вакуумнодуговых покрытий TiN на их стойкость к абразивному износу / А.А. Андреев, О.В. Соболь, И.В. Сердюк, Н.В. Пинчук, А.С. Метель, С.В. Федоров, Н.Ю.Черкасов // Трение и износ, 2014. – т.35, №6. – с.718-722.
- 67. Тарасенко, Ю.П. Модификация поверхности скольжения стальной детали пары трения «игла-подпятник» / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина // Материалы XVII Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов. Самара, 2009. – т.2. – с.1124-1131.
- Тарасенко, Ю.П. Модификация поверхности скольжения малогабаритных деталей пар трения методом нанесения ТіN-покрытия / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина // Материалы XLVII Международной конференции «Актуальные проблемы прочности». Нижний Новгород, 2008. т.2. с.157-159.
- 69. Тарасенко, Ю.П. Модификация пяты цапфы камневой опоры методом нанесения ТіN-покрытия / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина //

Материаловедение и металлургия. Сборник научных трудов НГТУ. Нижний Новгород, 2007. - №2. – с.34-40.

- 70. Тарасенко, Ю.П. Полифункциональные ионно-плазменные покрытия нитрида титана в машиностроении / Ю.П. Тарасенко, В.Н. Перевезенцев, В.А. Сорокин, И.Н. Царева, Л.А. Кривина // Сборник научных трудов «Методы упрочнения поверхностей деталей машин», 2008. – 400 с.
- 71. Тарасенко, Ю.П. Модификация пяты цапфы камневой опоры методом нанесения TiN-покрытия / Ю.П. Тарасенко, И.Н.Царева, Л.А. Кривина, Е.Н. Разов // Прикладная механика и технологии машиностроения. Сборник научных трудов. Нижний Новгород, 2010. - №2(17). – с.19-29.
- 72. Тарасенко, Ю.П. Повышение надежности и ресурса компрессорных лопаток газотурбинных двигателей / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, Л.А. Кривина // Вестник научно-технического развития: Интернет-журнал, №3 (43), 2011 – 17.01.2011, <u>www.vntr.ru</u>
- 73. Ю.П. Тарасенко Полифункциональные наноструктурированные покрытия нитрида титана для компрессорных лопаток ГТД / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, Л.А. Кривина, О.Б. Бердник // Тезисы докладов XVIII Международный симпозиум "Динамические и технологоческие проблемы механики конструкций и сплошных сред" им. А.Г. Горшкова. Нижний Новгород, 2012 г. – с. 35.
- 74. Тарасенко, Ю.П., Влияние условий ионно-плазменного напыления на структуру, механические и фрикционные свойства покрытий нитрида титана /Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, И.Г. Романов, Л.А.Кривина, А.Е. Подлеснов // Эл.журнал «Трение, износ и смазка». С.Петербург, 2000. – т.2, №1 (2).
- 75. Тарасенко, Ю.П., Исследование физикохимических и коррозионных свойств ионно-плазменных покрытий нитрида титана, полученных при разных парциальных давлениях реакционного газа / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, Е.А. Федорова, Ю.К. Леванов // Физика и химия обработки материалов, 2006. – №3. – с.63-67.

- 76. Овчинников, В.В., Боровин Ю.М. Ионная имплантация поверхностных слоев деталей машин / В.В. Овчинников, Ю.М. Боровин // Наукоемкие технологии в машиностроении, 2011. – №6. – С.29-39.
- 77. Водин, Д.В. Ионная имплантация как перспективный метод повышения износостойкости металлорежущего инструмента / Д.В. Водин // Автоматизированные проектирование в машиностроении, 2015. - №3. – с. 129-130.
- 78. Реченко, Д.С. Влияние ионной имплантации на физико-механические свойства стали У8А и фольфрамокабальтовых твердосплавных пластин / Д.С. Реченко, А.Юю Попов, Б.П. Гриценко, А.Р. Сунгатулин, В.П. Калашников, А.А. Ежов // Известия высших учебных заведений. Физика, 2016. – т.59.№9-2. – с.249-251.
- 79. Моргунов, А.П. Повышение физико-механических свойств самодействующих кланов поршневых компрессоров и пневмодвигателей методом ионной имплантации / А.П. Моргунов, В.С. Калекин, А.М. Ласица, В.Г. Чуранкин //Динамика систем, механизмов и машин, 2007. № 2. с. 244-247.
- 80. Быков, П.В. Влияние ионной имплантации на изменение физикохимических и механических свойств металлов и сплавов / П.В. Быков, В.Я. Баякин // Сборник: Физико-технический институт Уральского отделения РАН. Материалы научных исследований. Ижевск, 2012. – с. 89-95.
- 81. Злобин, В.Н. Использование ионной имплантации в двигателестроении /
 В.Н. Злобин, И.П. Васильев, Д.В. Зеляковский // Фундаметальные исследования, 2015. №7-4. с.707-711.
- 82. Учеваткина, Н.В. Комбинированная технология повышения износостойкости деталей из титанового сплава ВТ6 на основе ионной имплантации / Н.В. Учеваткина, В.В. Овчинников, О.А. Жданович, А.Г. Сбитнев // Упрочняющие технологии и покрытия, 2016. - №6(138) – с. 35-39.
- 83. Петрова, Е.П. Анализ механизма влияния ионной имплантации на свойства сплавов / Е.П. Петрова, А.П. Бочкарева // Сборник материалов VIII

всероссийской конференции молодых ученых. КГТУ им. Т.Ф. Горбачева, 2016. – с.237.

- 84. Азаренков, Н. А. Наноматериалы, нанопокрытия, нанотехнологии.Учебное пособие / Н. А. Азаренков, В. М. Береснев, А. Д. Погребняк, Л. В. Маликов, П. В.Турбин. –.Х.: ХНУ имени В. Н. Каразина, 2009. 209 с.
- 85.Кулыгин, Д.А. Ионная имплантация / Д.А. Кулыгин // Инновационная наука, 2017. №1-2. с.14-17.
- 86. Диденко, А.Н. «Эффекты дальнодействия» в металлах и сплавах при ионной имплантации / А.Н. Диденко, Э.В. Козлов, Ю.П. Шаркеев. – Эволюция дефектных структур в металлах и сплавах I Международный семинар, 1992. – с.127-128.
- Шаркеев, Ю.П. Дислокационные структуры и упрочнение ионноимплантируемых металлов и сплавов / Ю.П. Шаркеев, А.Н. Диденко, Э.В. Козлов // Извесия Высших учебных заведений. Физика, 1994 – №5. – с.92-108.
- 88. Мартыненко, Ю.В. Эффект дальнодействия при ионной имплантации / Ю.В. Мартыненко // Итоги науки и техники. Серия: Пучки заряженных частиц и твердое тело. М.: ВИНИТИ, 1993. – т.7. – с.82-112.
- 89. Ерофеев, В.И. Влияние акустических волн на процесс упрочнения металлов высокоэнергетическими ионными пучками / В.И. Ерофеев, И.Г.Романов, И.Н.Царева // Проблемы машиностроения и надежности машин, 2006. №2. с.75-80.
- 90. Васильева, Е.В. Повышение износостойкости стали ШХ15 ионной имплантацией / Е.В. Васильева, С.М. Савичева, И.В. Крюкова // Металловедение и термическая обработка металлов, 1987. №1. с.59-62.
- 91. Глушкова, Д.Б. Повышение износостойкости деталей машин методом ионной имплантации / Д.Б. Глушкова, В.П. Тарабанова // Автомобиль и электроника. Современные технологии, 2012. - №1(3). – с.48.
- 92. Тарасенко, Ю.П. Имплантация ионов С, Zr, Nb, В в поверхность трения игл / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина, Ю.А. Дудин // Сборник

научных трудов «Прикладная механика и технологии машиностроения» Н.Новгород, 2008. – Ч.2. – с.98-104.

- 93. Gleiter, H. Nanostructured materuals: basic concepts and microstructure // Acta Materialia. – 2000. – Vol. 48, No. 1. – P. 1-29.
- 94. Головин, Ю. И. Введение в нанотехнологию. М.: Изд-во «Машиностроение», 2003. – 112 с.
- 95. Zhou, Y. The effects of triple junctions and grain boundaries on hardness and Yungs modulus in nanostructured Ni-P / Y. Zhou, U. Erb, K.T. Aust, G. Palumbo // Scripta Mater. – 2003. – Vol. 48. – P. 825-838.
- 96. Валиев, Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
- 97. Zhang, S.Recent advances of superhard nanocomposite coatings: a review / S. Zhang, D. Sun, Y. Fu, H. Du // Surf. Coat. Tech. 2003. 167. P. 113- 119.
- 98. Тарасенко, Ю.П. Субструктура, механические и фрикционные свойства ионно-плазменных покрытий нитрида титана, полученных при разных парциальных давлениях азота / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, И.Г. Романов // Известия Академии Наук. Сер. Физическая, 2002. – Т.66. – №8. – с.1223-1225.
- 99. Мильман, Ю.В. Характеристика пластичности, получаемая при измерении твердости / Ю.В. Мильман, Б.А. Голанов, С.И.Чугунова. – Киев, 1992. – 25 с.
- 100. Глазов, В.М. Микротвердость металлов / В.М. Глазов, В.Н. Вигдорович. Изд. М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1962. – 224 с.
- 101. Павлов, А.В. Структурные превращения в 3d-переходных металлах при ионной бомбардировке / А.В. Павлов. – Кандидатская диссертация. ГТУ. Горький, 1975. – 142 с.
- 102. Доценко, В.А. Изнашивание твердых тел / В.А. Доценко. М., 1990. 192с.

- 103. Сорокин, В.А. Модифицирование элементов пары трения «иглаподпятник» / В.А. Сорокин, Л.А. Кривина, Ю.П. Тарасенко, В.Н. Перевезенцев // Сборник статей: Современные технологии модифицирования поверхностей деталей машин. – М.: Ленанд, 2013. – с.200-210.
- 104. Миркин, Л.И. «Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов» / Л.И. Миркин, Я.С. Уманский. М., 1961. 860 с.
- 105. Горелик, С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ / С.С. Горелик, Л.Н.Расторгуев, Ю.А. Скаков. – М.: Металлургия, 1970. – с.50 – 59.
- 106. Львовский, Е.Н. Статистические методы построения эмпирических формул / Е.Н. Львовский. – М.: Высшая школа, 1988. – 239 с.
- 107. Адлер, Ю.П. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий / Ю.П. Адлер, Е.В. Маркова. – М.: Наука, 1976. – 260 с.
- 108. Зедгинидзе, И.Г. Планирование эксперимента для исследования многофакторных систем / И.Г. Зедгинидзе. М.: Наука, 1976. 390 с.
- 109. Кривина, Л.А. Использование наноструктурированного ионноплазменного покрытия нитрида титана для повышения износостойкости плунжерных пар топливных насосов» / Ю.П. Тарасенко, Л.А. Кривина, Я.А. Фель // Известия Высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. – 2014. – №3. – с.142-148.
- 110. Кривина, Л.А Оптимизация технологии нанесения ионно-плазменного покрытия нитрида титана на малогаборитные тонкостенные детали / Ю.П. Тарасенко, Л.А. Кривина, И.Н.Царева // Вестник Самарского Государственного Аэрокосмического Университета. – Самара, 2011. – № 3 (27) Ч.2. – С.170-174.
- 111. Пара скольжения / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина // Патент РФ на изобретение №87228. – 2009.
- 112. Тарасенко, Ю.П. Анализ структуры и трибологических свойств полуосей из марок сталей ХВГ, Х12МФ, Х12Ф1/ Ю.П. Тарасенко, Л.А. Кривина, В.А.

Сорокин // Сборник научных трудов «Прикладная механика и технологии машиностроения». Н.Новгород, 2010. – №2(17). – с.37-45.

- 113. Кривина, Л.А. Оптимизация технологии нанесения ионно-плазменного покрытия нитрида титана на малогаборитные тонкостенные детали / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, Л.А. Кривина // Материалы докладов научно-технической Международной конференции «Проблемы И перспективы развития двигателестроения». Самара, 28-30 июня, 2011. c.191-192.
- 114. Кривина, Л.А. Модифицирование поверхности скольжения детали высокоскоростной пары трения газовой центрифуги К4110 / Л.А. Кривина, И.Н. Царева, Ю.П. Тарасенко // Сборник материалов докладов международной научно-технической конференции «Проблемы и перспективы развития двигателестроения» Самара 22-24 июня 2016 г. – Ч. 1. – с. 120-121.
- 115. Кривина, Л.А. Адгезионная прочность, физико-механические и трибологические свойства покрытия нитрида титана / Л.А. Кривина, Ю.П. Тарасенко, Я.А. Фель // Материалы 13-ой Международной конференции «Пленки и покрытия – 2017». 18-20 апреля, 2017. – Санкт-Петербург, изд-во Политех. Университета. – 2017. – с.411-414.
- 116. Кривина, Л.А. Наноструктурированное ионно-плазменное покрытие нитрида титана для повышения ресурса деталей плунжерных пар топливных насосов // Л.А. Кривина, Ю.П. Тарасенко // Доклады V Международной научной конференции «Фундаментальные исследования и инновационные технологии в машиностроении». 8-10 ноября 2017. – Москва, ИМАШ РАН. – с.121-122.
- 117. Krivina, L.A. The adhesion solidity, physico-mechanical and tribological properties of the coating of titanium nitride / Krivina L.A., Tarasenko Y.P., Fel Ya. A. // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 857. 2017. 012024

- 118. Крагельский, И.В. Узлы трения машин. Справочник / И.В. Крагельский, Н.М. Михин. – М.: Машиностроение, 1984. – 280 с.
- 119. Чихос, Х. Системный анализ в трибонике / Х. Чихос, пер. с англ. Под ред. С.А.Харламова. М.: Мир, 1982. 352 с.
- 120. Михин, Н.М. Внешнее трение твердых тел / Н.М. Михин. М.: Наука, 1977. 221 с.
- 121. Тарасенко, Ю.П. Полифункциональные ионно-плазменные покрытия нитрида титана в машиностроении / Ю.П. Тарасенко, И.Н. Царева, В.Н. Перевезенцев, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина // Сборник статей «Методы упрочнения поверхностей деталей машин» – М.:КРАСАНД, 2008. – 400 с.
- 122. Гуляев, А.П. Металловедение / А.П. Гуляев. М.: Металлургия, 1977, 248 с.
- 123. Термическая обработка сталей. Часть 2. www.all4.study.ru
- 124. Курдюмов, Г.В. Явления закалки и отпуска стали / Г.В.Курдюмов. –
 Изд. Металлургиздат, 1960. 64 с.
- 125. Большая энциклопедия нефти и газа, ngpedia.ru
- 126. Марочник стали.www. mmetallurg.ru
- 127. Тарасенко, Ю.П. Модификация поверхности скольжения стальной детали пары трения «игла-подпятник» / Ю.П. Тарасенко, В.А. Сорокин, Л.А. Кривина // Материалы XVII Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов». Самара, 2009. – Т.2. – с.1124-1131.
- 128. Кривина, Л.А. Модернизация высокоскоростной пары трения / Ю.П. Тарасенко, Л.А. Кривина, В.А. Сорокин // Вестник научно-технического развития: Интернет-журнал, №2 (42), 2011. 22.01.2011, регистрационный государственный №041100120/0007. www. vntr.ru. с.39-44.
- 129. Сорокин, В.А. Модифицирование элементов пары трения «игла– подпятник» / В.А. Сорокин, Л.А.Кривина, Ю.П. Тарасенко, В.Н. Перевезенцев // Сборник статей: Современные технологии модифицирования поверхностей деталей машин. – М.: Ленанд. – 2013. – с.200-210.
- 130. Кривина, Л.А. Модернизация малогабаритного трибосопряжения газовой центрифуги К4110 // Л.А. Кривина, И.Н. Царева, Ю.П. Тарасенко // Сборник

материалов докладов международной научно-технической конференции «Проблемы и перспективы развития двигателестроения» Самара 22-24 июня 2016 г. – Ч. 1. – с. 119-120.

- 131. Кривина, Л.А. Поверхностное упрочнение детали высокоскоростной пары трения методом частотно-импульсной имплантации / Л.А. Кривина, И.Н.Царева // Доклады V Международной научной конференции «Фундаментальные исследования и инновационные технологии в машиностроении». 8-10 ноября 2017. – Москва, ИМАШ РАН. – с.123-125.
- 132. Кривина, Л.А. Модификация поверхности скольжения детали высокоскоростной пары трения методом частотно-импульсной имплантации / Л.А. Кривина, И.Н.Царева // Вопросы материаловедения. 2017. № 2(90). с.110-115.
- 133. Фролов, К.В. Исследование механических и трибологических свойств нанокристаллического материала нового поколения на основе диоксида циркония / К.В. Фролов, В.В. Осико, В.В. Алисин, М.А. Вишнякова, З.В. Игнатьева, Е.Е. Ломонова, В.Г. Павлов, А.Ф. Мельшанов, М.С. Пугачев // Проблемы машиностроения и надежности машин, 2006. – №4. – С.3-8.
- 134. Эванс А.Г., Лэнгтон Т.Г. Конструкционная керамика / А.Г. Эванс, Т.Г. Лэнгтон. М.: Металлургия, 1980. с. 256.
- 135. Dominguez-Rodriguez, A.Deformation mechanisms for high-temperature creep of high stabilized zirconia single crystals / A. Dominguez-Rodriguez, J. Martinez-Fernandez, J. Castaing // Acta Materialia. – 1996. – Vol.44. – №3. – p.991-999.
- 136. Jimenez-Pique, F. Microstructure and mechanical properties of superplast yttria-partially-stabilized zirconia (Y-PSZ) ceram / F. Jimenez-Pique, M. Singh, J. Martinez-Fernandez // Journal of the European Ceramic Society. 2000. Vol.20. №2. p.147-151.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1



внедрения опытно-промышленной партии (ОПП-1) полуосей ограничительного подшипника скольжения изделия К4110 с полифункциональными нитридтитановыми покрытиями

Для повышения надежности и ресурса работы пары трения «полуосьподшипник» изделия К4110 ЗАО НПЦ «Трибоника» под руководством генерального директора, главного конструктора Тарасенко Юрия Павловича, с участием лаборатории «Трибофизика» Нф ИМАШ РАН, была разработана технология нанесения ионно-плазменных покрытий на базе нитрида титана (TiN) на полуоси К4110-03-073. Данные партии обладают высокой микротвердостью H_{μ}^{50} =1800-2000 кг/мм², износостойкостью и пониженным коэффициентом сухого трения скольжения f=0,03 и f = 0,05 при нагрузках, соответственно 0,3 H и 0,7 H, и при использовании инденторов из сапфира и стали марки ШХ15.

Динамические испытания, проведенные ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» на опытной партии, в форсированном режиме с изгибающим дисбалансом 50 мг, боковой нагрузкой 5 кГс в момент перехода вертикальным валом собственной изгибной частоты, окружной скорости - 11 м/с и фитильной смазкой подшипника маслом ВМ-1 дали положительный результат. Проверена живучесть вала в аварийных режимах торможения от номинальной частоты до полной остановки при постоянном контакте в подшипниках скольжения. Испытания показали сохранность покрытия, увеличить количество высокую износостойкость, что позволило безаварийных проходов через критические точки в 3 раза и увеличить при этом допустимый изгибающий дисбаланс вала в 1,5 раза.

По отработанной технологии ЗАО НПЦ «Трибоника» были изготовлены и сданы в эксплуатацию опытная и опытно-промышленная партии в количестве 200 шт. и 3000 шт. полуосей. Замечаний к качественным показателям и эксплуатационным свойствам покрытия и к работе пары трения «полуось-подшипник» не имеется.

ОТ ЗАО НПЦ «Трибоника» Начальник НТО

В.А.Сорокин

ОТ ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» Начальник/отдела

А.В. Аксючиц

Приложение 2

Отзыв

о работе ЗАО НПЦ «Трибоника» по модернизации пар трения в изделии К 4110

ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» сотрудничает с ЗАО НПЦ «Трибоника» по модернизации полуосей ограничительного подшипника скольжения К 4110-03-073 и других пар изделия К 4110 с 2005 года.

ЗАО НПЦ «Трибоника» образовано на базе лаборатории «Трибофизика» Нижегородского филиала Института машиноведения им. А.А.Благонравова Российской Академии наук и имеет в своем составе высококвалифицированных специалистов в области материаловедения, физики конденсированных сред и трибологии, включая 2 докторов, 4 кандидатов физико-математических и технических наук.

За этот период проведена большая исследовательская работа по формированию покрытия с высокой микротвердостью $H_{\mu}^{50}=1800-2000$ кгс/мм² и пониженным коэффициентом сухого трения скольжения f=0,03 и f=0,08 при нагрузках 0,3 и 0,7 H, соответственно (инденторы Al₂O₃ и ШХ15), представляющего собой многослойную структуру с градиентным распределением свойств по глубине методом КИБ в едином технологическом цикле. Отработана комплексная технология нанесения таких покрытий на полуоси К 4110-03-073, которая включает: низкоэнергетическую обработку, нанесение подслоя титана (Ti), нанесение демпферного слоя состава Ti+TiN и формирование защитного износостойкого покрытия TiN.

По отработанной технологии ЗАО НПЦ «Трибоника» были изготовлены и сданы в эксплуатацию опытная и опытно-промышленная партии в количестве 200 штук и 3000 штук полуосей. Замечаний к качественным показателям и эксплуатационным свойствам покрытия и к работе пары трения «полуось-подшипник» не имеется. Акт внедрения ОПП-1 от 30.04.2009 г. прилагается.

Динамические испытания, проведенные ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» на опытной партии, в форсированном режиме с изгибающим дисбалансом 50 мг, боковой нагрузкой 5 кГс в момент перехода вертикальным валом собственной изгибной частоты, окружной скорости – 11 м/с и фитильной положительный результат. маслом **BM-1** дали смазкой подшипника торможения OT аварийных режимах Проверена живучесть вала в номинальной частоты до полной остановки при постоянном контакте в подшипнике скольжения. Испытания показали сохранность покрытия, увеличить количество что позволило износостойкость, высокую безаварийных проходов через критические точки в 3 раза и увеличить при этом допустимый изгибающий дисбаланс полуоси во время ее балансировки в 1,5 раза.

За время совместной работы ЗАО НПЦ «Трибоника» зарекомендовало себя надежным и компетентным партнером, имеющим высокий научнотехнический и производственный потенциал.

Ю.П.Заозерский Генеральный директор No монерно 04.05.09. "ОКБ Sakn -Нижний Новгород' ни новг *

Приложение 3



Приложение 4

«УТВЕРЖДАЮ» «УТВЕРЖДАЮ» Предектор СГАУ по науке Зам. Главного конструктора ГНИ РФ «ИМБП РАН» HORALITAS a Е.Н. Ярманова 2015 г.

Б. Прокофьев

2015 г.

ТЕХНИЧЕСКИЙ АКТ об использовании деталей: «Шток БД.05.11.001», «Шток нижней крышки БД.05.11.052», «Шток БД.05.13.002»

с антифрикционным ионно-плазменным покрытием нитрида титана

В 2009-2012 гг. в СГАУ по заказу ГНЦ РФ «ИМБП РАН» разработана дорожка» БД-2. «Бегущая система виброизоляции тренажера предназначенного для использования на Международной космической станции (МКС).

На опытную партию деталей системы виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» БД-2: Шток БД.05.11.001 (8 шт), Шток нижней крышки БД.05.11.052 (8 шт), Шток БД.05.13.002 (8 шт) было нанесено методом ионно-плазменного напыления наноструктурированное покрытие нитрида титана по технологическому процессу ТП-002-00-00, разработанному ООО НПЦ «Трибоника» (научный руководитель главный конструктор Тарасенко Ю.П.). Назначение покрытия – повышение износостойкости поверхностей деталей. Опытные детали с покрытием в составе пар трения опытных образцов №02 и 03 системы виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» БД-2 использованы для испытаний системы виброизоляции. Образец системы виброизоляции №02 выдержал предварительные испытания. Суммарная наработка образца №02 системы виброизоляции составила 1,42 ресурса системы.

Образец №03 системы виброизоляции тренажера «Бегущая дорожка» БД-2 отправлен на МКС и проходит летные испытания в составе Российского сектора космической станции.

А.И. Ермаков Руководитель темы Ответственный исполнитель Н.Н. Химорода

176

MOUHHRA" * O					:0			
ОЦССС итрида титана ной бомбардировкой	Марка материала	(стали XBГ, X12Ф1)	е к-та докум.	2-00-00	COLJIACOBAH			
еский пр юго покрытия н в вакууме с иони в «полуось»	ение изделия	«полуось» 1 трения подшипник»	обозначени ТП-00	1П-00				
НОЛОГИЧ ионно-плазменн сации вещества на детал	Обознач	Деталь парь «полуось-	 ние сварочной ед.	•				
Тех нанесение летодом конденс			обозначе					
2						PEH:	.2014 r.	
	Технологический процесс нанесение ионно-плазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось»	Технологический процесс нанесение ионно-плазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» обозначение изделия	Технологический процесс нанесение ионно-гллазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» обозначение изделия обозначение изделия деталь «полуось» и деталь «полуось» клолуось-подшинник»	Технологический процесс нанесение ионно-плазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» обозначение изделия Марка материала Леталь «полуось» (стали XBГ, полуось-подшинник» обозначение сварочной е.д. обозначение кта докум.	Технологиятия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» обозначение изделия пары трения «полуось-подшипник» обозначение сталоку пары трения полуось-подшипник»	ССЛІАСОВАНО: ПОПИНАСКИЙ ПРОПССС нанесение ионно-плазменного покрытия нигрида титана мегодом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» полуось» полуось» пары трения «полуось-подшипик» (стали XBL, пары трения «полуось-подшипик» сталовано тобоначение скарочной са. обоначение скарочной са. обоначение скарочной са. СОЛАСОВАНО:	Пехнологический процесс нанесение ионно-глазменного покрытия интрида титана нанесение ионно-глазменного покрытия интрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» Обозначение изыци Деталь «полуось» Пары трения Деталь илолуось» Обозначение изыци Пары трения Пары трения <td>Пехнологический процесс нанесение ионно-глазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» Пехнолоский процесс Мара митрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» Пехнолоской пары трения «полуось-подшинник» Мара митриала методол) Обозначение сварочной сц. Обозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение сварочной сц. Стол. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение сварочной сц. Согла. добозначение сварочной сц. 20.002.2014 г. СОГЛАСОВАНО: СОГЛАСОВАНО:</td>	Пехнологический процесс нанесение ионно-глазменного покрытия нитрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» Пехнолоский процесс Мара митрида титана методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой на деталь «полуось» Пехнолоской пары трения «полуось-подшинник» Мара митриала методол) Обозначение сварочной сц. Обозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение сварочной сц. Стол. добозначение кла. добозначение кла. добозначение кла. добозначение сварочной сц. Согла. добозначение сварочной сц. 20.002.2014 г. СОГЛАСОВАНО: СОГЛАСОВАНО:



N⁰	Наименование и содержание операции	Оборудование	Приспособления и инструмент	
операции				
1		3	4	
005	ПОДГОТОВИТЕЛЬНАЯ 1. Подобрать полуоси в одну загрузку из одного материала. 2. Произвести очистку полуосей в парах трихлорэтилена.	Технологическая тара. Парокамера ПК-1.		
	3. Произвести ультразвуковую очистку полуосей в дистиллированной воде.	Ультразвуковая ванна. Технологическая тара.	Слив отработанного раствора производится в систему очистки промышленных стоков. Периодичность смены воды зависит от размеров ванны, общей площади деталей.	
	 Осушить до полного испарения влаги. Протереть полуоси бязью, смоченной в спирте, непосредственно 	Технологическая тара. Шкаф сушильный ТУ 78- 1057-72.	Полнота сушки обеспечивается технологическими режимами: временем и температурой. Время нахождения на открытом воздухе очищенных полуосей - менее 1 часа. Бязь х/б (ГОСТ 11680-76), спирт	
	перед загрузкой в вакуумную камеру.		этиловый (ГОСТ 18300-72).	
010	ИОННАЯ ОЧИСТКА 1. Подготовить оборудование согласно инструкции по эксплуатации. 2. Подогреть вакуумную камеру до T=70-80 °C в течение5-8 минут. 3. Разгерметизировать камеру согласно инструкции по эксплуатации установки	Установка ВУ2-МБС	Катод – титан ВТ 1-0 ОСТ-92-6-72	
	4. Протереть вакуумную камеру, поворотное устройство, спецоснастку и пирометр встроенного типа бязью, смоченной спиртом.		Бязь х/б (ГОСТ 11680-76), спирт этиловый (ГОСТ 18300-72).	

	 5. Установить полуоси в соответствующую технологическую оснастку. 6. Загерметизировать вакуумную камеру и откачать ее до давления P=10⁻⁵ мм.рт.ст. 		Спец. технологическая оснастка
	 Отключить горячую воду, подключить холодную воду для охлаждения катодов и вакуумной камеры. Включить привод вращения поворотного устройства. Произвести очистку и активацию поверхности детали с включенными испарителями (Ti⁺) при давлении в камере P=10⁻³ Па, опорном напряжении U_{on}=1 кВ в циклическом режиме: 5 сек (обработка) + 5 сек (пауза) – 2 цикла. 		Вода водопроводная ГОСТ 2874- 82.
	10. Температуру нагрева полуосей при ионной очистке контролировать по показаниям пирометра.	Пирометр Compact CT	
015	НАНЕСЕНИЕ ПОДСЛОЯ И ПЕРЕХОДНОГО СЛОЯ 1. Установить режим осаждения подслоя α-Ті: ток дуги I=120 A, опорное напряжение V _{on} =140 B, давление в камере P=0,01 Па. Время осаждения подслоя α-Ті ~ 8 минут.		Вакууметр, амперметр, вольтметр.
	2. установить режим осаждения переходного слоя (α -11+11N): ток дуги I=120 A, опорное напряжение V _{оп} =140 B, давление в камере P=0,01 Па. В вакуумную камеру медленно подают реакционный газ – азот (N). Время осаждения подслоя α -Ti ~ 2 минуты.		Азот особой чистоты 99,999%, 1 сорт, баллон 40 л.
	3. Температуру нагрева полуосей при ионной очистке контролировать по показаниям пирометра.	Пирометр Compact CT	
020	НАНЕСЕНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ПОКРЫТИЯ НИТРИДА ТИТАНА 1. Установить рабочий режим осаждения покрытия: I=120 A, V _{on} =140 B, P=0,02 Па. Время осаждения покрытий нитрида титана ~ 60 мин. 2. Прекратить процесс осаждения	Установка ВУ-2МБС	Вакууметр, амперметр, вольтметр.
	 Температуру нагрева полуосей при ионной очистке контролировать по показаниям пирометра. 	Пирометр Compact CT	
	 4. Охладить полуоси в вакуумной камере в среде азота до T=250 °С в течение 5-10 минут. 5. Отключить подачу газа, напустить в камеру атмосферный воздух. 6. Открепить крышку вакуумной камеры и вынуть из камеры техническую оснастку с полуосями, установить на стеллаж и охладить до комнатной температуры. 7. Очистить вакуумную камеру от остатков пыли покрытия. 8. Протереть вакуумную камеру, поворотное устройство, спец. тех.оснастку, смотровые окна, затвор высоковакуумный бязью, смоченной в спирте. 9. Загерметизировать вакуумную камеру и откачать для следующей загрузки. 		Спец. технологическая оснастка Бязь х/б (ГОСТ 11680-76), спирт этиловый (ГОСТ 18300-72), перчатки х/б.
-----	--	--	---
025	 КОНТРОЛЬНАЯ Проверить внешний вид покрытия на отсутствие дефектов (отслоения, микродуги и т.д.). Измерить микротвердость покрытия. Проверить толщину покрытия. Контролировать шероховатость поверхности покрытия. 	Лупа x10 Микротвердомер ПМТ-3 микрометр, микроскоп электронный VEGA//TESCAN Профилометр TR 200	Эталоны шероховатости