

УДК 621.793.7

Сагалович А.В.¹, Сагалович В.В.¹, Кононыхин А.В.¹, Попов В.В.¹, Олейник А.К.²¹ ОАО «ФЭД». Украина, г. Харьков² ГП «Завод им. Малышева». Украина, г. Харьков

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ AVINIT D НА ОСНОВЕ СИСТЕМ «МЕТАЛЛ-УГЛЕРОД».

Аннотация

Разработаны новые процессы (PVD и гибридные PVD+CVD) контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий Avinit D в системах «металл-углерод» с применением вакуум-плазменных (PVD) и плазмохимических (CVD) процессов. Проведены металлографические исследования полученных покрытий, подтверждающие возможность низкотемпературного нанесения качественных многокомпонентных многослойных и нанослойных покрытий «металл-углерод» (MeC, Me-C:H, Me-C-N, MeC-C) (Me= Ti, Mo). Трибологические испытания свидетельствуют о перспективности разработанных покрытий Avinit D для повышения износостойкости и снижения коэффициента трения скольжения пар трения прецизионных узлов агрегатостроения.

Abstract

Novel processes were developed (PVD and hybrid PVD+CVD) of highly controllable deposition of nano- and microstructured coatings «Avinit D» in systems «metal-carbon» using vacuum-plasma (PVD) and plasmachemical (CVD) processes. Were carried out metallographic investigations of obtained coating, confirming the possibility of low temperature multicomponent multilayered high quality coating deposition nano- and microstructured in systems «metal-carbon» (MeC, Me-C:H, Me-C-N, MeC-C) (Me= Ti, Mo). Tribological investigations shows perspective of developed coatings «Avinit D» for improving wear resistance and decreasing friction coefficient in sliding friction pairs of precision joints in machinebuilding.

Введение

Поиск новых материалов, методов обработки поверхностей, повышающих функциональные свойства материалов, является, по сути, главной проблемой, стоящей перед современным материаловедением.

Борьба с износом машин и механизмов, являющимся одной из основных проблем в машино-

строении, повышение требований к долговечности и эффективности создаваемых конструкций, работающих в условиях фрикционного контакта, резко повышают требования к поиску новых высокоэффективных материалов и их триботехническим характеристикам и стимулируют постоянный поиск новых материалов и технологий их получения.

Основная направленность проводимых нами работ по созданию новых конструкций функциональных покрытий связана, прежде всего, с потребностями авиационного агрегатостроения и направлена на разработку новых материалов и промышленных технологий нанесения многослойных и нанослойных ионно-плазменных и плазмохимических покрытий и впровадження их в серийное производство новых изделий авиационно-технического назначения для постепенного повышения ресурсов изделий и повышения надежности их работы путем использования разработанных нанотехнологий.

На сегодняшний день пока еще не создана общая теория, позволяющая аналитически оценивать величины коэффициентов трения и износа для целых классов материалов, например, для кристаллических материалов. Существуют лишь полуэмпирические зависимости разного рода для отдельных частных случаев.

Считается, что высокая твердость является основным требованием к материалу, когда контактируемая поверхность подвергается износу.

С этой точки зрения керамические покрытия являются перспективным выбором для улучшения износного поведения конструкционных материалов, поскольку многие керамики обладают одновременно высокой твердостью и химической инертностью.

Как показывает обширный экспериментальный материал [1-6], а также накопленный опыт [7-10], оптимальные решения по кардинальному улучшению триботехнических характеристик следует искать в создании композиционных покрытий, представляющих собою многослойные покрытия на основе металлоподобных карбидов, нитридов, переходных металлов большой девятки (Mo, Nb, Ti, Zr и др.), а также оксидных и бескислородных соединения бора, алюминия, кремния (BN, B₄C, AlN, Al₂O₃, SiC, Si₃N₄ и др.).

Многие авторы [3, 5, 6] отмечают, что именно нано- и микрослойные многокомпонентные покрытия, обладающие очень высокой твердостью и температуроустойчивостью, наиболее перспективны для решения задач по созданию новых конструкций функциональных многослойных покрытий с улучшенными трибологическими характеристиками. В этом плане большой интерес представляют покрытия в системах «металл-углерод», в частности, покрытия на основе Ti-C и Mo-C, имеющие большую перспективность для применения в качестве антифрикционных износостойких покрытий для пар трения.

В работах [7, 9] описано созданное нами экспериментально-технологическое оборудование - установка *Avinit* для нанесения многослойных функциональных покрытий, которая позволяет реализовать комплексные (CVD и PVD) методы нанесения функциональных покрытий, объединенные в одном технологическом цикле, и обеспечивает возможность перехода к нанодиапазону для реализации процессов контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий с заданными характеристиками. Результаты разработок по получению покрытий *Avinit C* на основе нитридов металлов и их металлофизических и трибологических исследований приведены в работах [8,10].

Данная работа посвящена разработке новых многослойных покрытий *Avinit D* на основе карбидов металлов.

В качестве кандидатных покрытий для исследований выбраны нано- и микрослойные многокомпонентные покрытия систем «металл-углерод» (Ti-C; Ti-C-N, TiC-C) и (Mo-C, MoC-C, Mo-C-N).

При разработке новых перспективных нанопокрытий предусмотрено:

- создание новых конструкций антифрикционных, износостойких покрытий *Avinit D* для работы в паре трения с термически упрочненной сталью и со сталью, покрытой микроструктурным или наноструктурным покрытием типа *Avinit*;
- отработка процессов нанесения антифрикционных износостойких покрытий на стальные образцы с прецизионными поверхностями для проведения металлофизических и трибологических исследований;
- проведение трибологических исследований пар «сталь с покрытием - сталь»;
- выбор из разных пар по результатам трибологических испытаний оптимальных конструкций пар трения в системах «покрытие - сталь» и «покрытие - покрытие типа *Avinit*»;
- выбор, по результатам исследований, оптимального сочетания материала покрытия для последующей отработки нанесения выбранного покрытия на натурные изделия.

Получение образцов

Отработка технологических параметров PVD процессов нанесения многослойных и нанослойных покрытий в системах Ti-C и Mo-C проведена на установке *Avinit* [9].

В качестве материалов катодов использовали титан ВТ-1-0, молибден МВПЧ, графит АГ-1500.

Для получения карбидсодержащих слоев в качестве реакционного газа использовался бензол С6Н8 с содержанием примесей

Состав остаточных газов и примесей в реакционном газе контролировался с помощью масс-спектрометра МХ-7304А. Температура подложки контролировалась с применением образцов-свидетелей и ИК-пирометра типа «Raytek».

Для проведения металлографических исследований нанесение покрытий осуществлялось на образцы-свидетели из стали Х12Ф1 с твердостью 56...61HRC с прецизионными поверхностями, используемыми в производстве деталей агрегатов. Для этого рабочие плоскости образцов были обработаны по заводским технологиям ГП ХМЗ «ФЭД» до шероховатости 0,016-0,021 мкм (12-13 класс шероховатости).

Нанесение покрытий для проведения трибологических испытаний осуществлялось на рабочие поверхности

- кубиков (сталь Х12Ф1, 56...61HRC), доведенных по рабочим граням алмазной пастой АСМ 2/1 со съемом припуска 0,003...0,004 мм (неплоскостность 0,6 мкм; шероховатость Ra 0,08 мкм (11 класс) и

- роликов из стали 20Х3МВФ (ЭИ415, цементированная). Рабочая поверхность роликов доведена пастой КТ 10/7. Для получения необходимой геометрии (нецилиндричность 0,005 мм, не более) понадобилось снимать диаметральный припуск 7...8 мкм. После обработки рабочая поверхность роликов имела параметры: нецилиндричность - 0; шероховатость - Ra (0,044...0,067) мкм (11 класс).

При этом отработаны следующие процессы и получены покрытия в системах «металл - углерод».

1. С применением модернизированного PVD осаждения отработаны процессы нанесения монослойных и многослойных покрытий *Avinit D/P* 100 (Ti-C, Ti-C-N, TiC-C) и покрытий *Avinit D/P* 200 (Mo-C, MoC-C, Mo-C-N).

Для нанесения многослойных покрытий (TiC-Ti) и (MoC-Mo), построенных на последовательности металлического и карбидного слоев, была использована двухкатодная схема при одновременной работе однокомпонентных катодов (Me и C), расположенных навстречу друг другу, в среде остаточных газов с вращением образцов вокруг своей оси с непрерывной или импульсной (периодической) работой источников напыления.

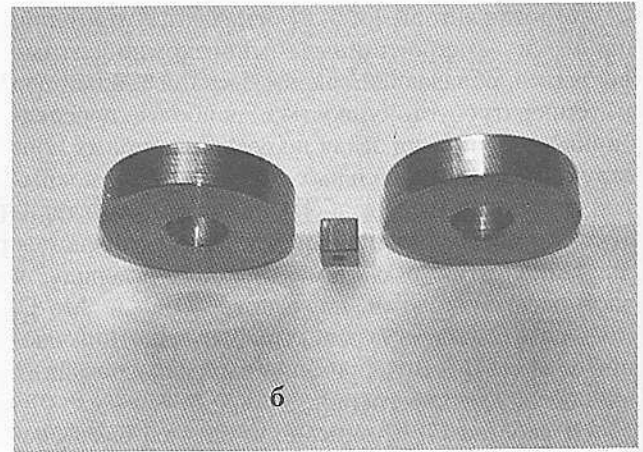
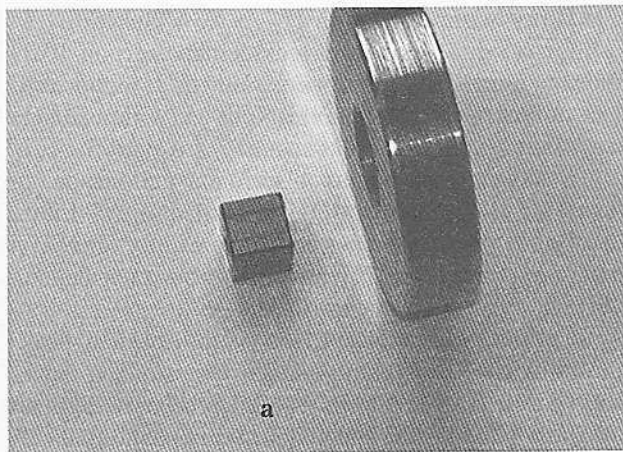


Рис 1. Многослойные покрытия *Avinit D/P* – а) (TiC – Ti); б) (MoC – Mo)

Получение качественных покрытий в такой схеме стало возможным благодаря обеспечению устойчивого управляемого горения графитового катода вследствие модернизации катодных узлов и системы управления.

На рис. 1 приведены фото образцов с покрытиями различного состава, полученными по указанной технологической схеме. Образцы размещались в технологической оснастке поворотного и планетарного типа, обеспечивающей вращение изделий одновременно вокруг своей оси и центра камеры.

При этом отработаны следующие покрытия в системах «металл-углерод» - монослойные TiC, монослойные Ti-C-N, нанослойные TiC-TiN, нанослойные TiC-C, MoC монослойные структуры, монослойные Mo-C-N, нанослойные MoC-C структуры.

По такой схеме получены многослойные покрытия различного состава и строения для проведения исследований их свойств, в частности, трибологических характеристик в разных парах трения (в зависимости от состава и соотношения слоев) и возможности их применения в качестве износостойких и антифрикционных покрытий.

Характеристики образцов с покрытиями приведены в табл. 1.

2. Используя технологию сквозной синхронизации для управления технологическим процессом нанесения покрытий [9], нами разработаны новые процессы контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий в системах «металл-углерод» с применением вакуум-плазменных (PVD) и плазмохимических (CVD) (*гибридных PVD+CVD*) процессов.

Карбидсодержащие покрытия получены осаждением из плазменных металлических потоков (Ti, Mo, Zr, Cr, Nb) в среде паров бензола C₆H₈. Для нанесения многослойных покрытий (TiC-Ti)

и (MoC-Mo), построенных на последовательности металлического и карбидного слоев, была использована однокатодная схема с непрерывной работой источника напыления (Ti, Mo, Zr, Cr, Nb) и импульсной (периодической) подачей реакционного газа (паров бензола C₆H₈).

При этом опираясь на концепцию нанослойных покрытий и используя возможности модернизированного оборудования, отработаны следующие покрытия в системах «металл-углерод» - покрытия *Avinit D/C 100* - монослойные TiC:H, нанослойные TiC:H-TiN, нанослойные TiC-C:H, покрытия *Avinit D/C 200* - монослойные MoC:H, нанослойные MoC:H-TiN, нанослойные MoC:H (с различным содержанием углерода).

Все исследования процессов осаждения покрытий различного состава проводили в условиях, которые не приводили к повышению температуры образцов выше 200°C. На стадии вакуум-плазменной очистки это достигалось за счет использования импульсного режима обработки и выбора соотношения промежутков работы и паузы дуговых источников, а также общего времени обработки. При формировании покрытий с применением титанового катода близким к оптимальному был режим работы дугового источника 2 секунды и паузы 4 секунды при общем времени обработки 3-5 минут с постепенным повышением ускоряющего потенциала от 30...50 В до максимального значения 1000...1200 В. При работе с молибденовым катодом пауза увеличивалась до 6 сек. На стадии нанесения покрытий на основе титану удерживать температуру в пределах 180 - 200°C можно было в режиме постоянной работы вакуум-дугового источника при потенциале 30-40 В. В случае нанесения карбидных покрытий на основе молибдена даже при потенциале 25 В невозможно было удерживать температуру образцов в заданных пределах при постоянной работе

источника, поэтому был применен импульсный режим работы с циклом 6 сек. – работа, 4 сек. – пауза.

Исследования фазового состава покрытий, полученных осаждением титана в среде бензола, выявляют наличие фазы TiC в зависимости от давления бензола и условий формирования покрытий, среди которых наибольшее влияние оказывают температура и потенциал смещения. Парциальное давление бензола, при котором в покрытиях уже проявляются карбидные фазы титана, находится на границе, близкой к 1×10^{-3} Па.

В монослойных конденсатах, осажденных в диапазоне давлений бензола от 2×10^{-3} мм.рт.ст. до 2×10^{-2} мм.рт.ст., содержание углерода возрастает от 38 ат. % до 52 ат. %. Это соответствует изменению соотношения содержания углерода к титану от 0,7 до 1,04. При этом, как показали исследования, имеет место корреляция между изменением состава покрытий и ходом зависимости величины микротвердости от парциального давления бензола, при котором получены покрытия - микротвердость монотонно изменяется, достигая максимума $H=2 \times 10^4$ МПа. При дальнейшем повышении давления бензола ($P=5 \times 10^{-3}$ мм.рт.ст) содержание его в покрытии увеличивается, а микротвердость возрастает до 30.103 МПа.

Влияние энергии ионов на свойства покрытий изучено на образцах стали X12MФ1. Осаждение проводилось при давлении бензола $P=6 \times 10^{-3}$ мм.рт.ст и $P=1,5 \times 10^{-3}$ мм.рт.ст. и значениях ускоряющего потенциала от -50 В до -300 В. Температура образцов при этом изменялась от 200°C до 600°C . Такие изменения условий осаждения практически не влияют на величину микротвердости получаемых покрытий. В то же время режимы осаждения, особенно, температура и время конденсации, существенно влияют на состояние материала подложки. Практически во всех режимах, обеспечивающих получение качественных покрытий, происходит отпуск стали X12MФ1 и тем больше, чем выше энергия ионов при конденсации и время осаждения в условиях вращения образца вокруг оси в поворотном устройстве с целью получения равномерных по толщине покрытий.

Исследования шероховатости образцов с покрытиями показали, что ее величина определяется как величиной шероховатости исходной поверхности подложки, так и режимами нанесения покрытий. При обработке исходной поверхности до чистоты, отвечающей 6-7 классу, нанесение покрытий не уменьшало класс чистоты и в зависимости от режима нанесения могло даже повысить його на несколько единиц. Так, после нанесения покрытий в режиме формирования слоистой структуры на исходную поверхность образца из

стали, обработанной до 7 класса чистоты, величина шероховатости Ra имела значения, отвечающие 10 классу чистоты. Снижение тепловой нагрузки при конденсации за счет снижения плотности ионного тока, использование прямолинейного сепаратора для снижения капельной фазы, повышают однородность структуры покрытия и обеспечивают сохранение класса чистоты поверхности на уровне V13.

Исследования процесса осаждения карбидных покрытий на основе молибдена, как и в случае карбидтитановых покрытий, проводили на закаленную сталь с низкой температурой отпуска, отполированную до V 12 класса чистоты. Покрытия получены при плотности ионного тока $I=10$ мА/см², ускоряющем потенциале подложки $U_n = -25$ В и температуре подложки $T_n < 200^\circ\text{C}$. Давление бензола при конденсации $2,5 \times 10^{-3}$ мм.рт.ст.

При осаждении карбидмолибденовых покрытий без применения сепарирующих устройств микротвердость покрытий толщиной 12 мкм составляет 2500 кг/мм² и с повышением температуры подложки уменьшается до 2000 кг/мм². Шероховатость поверхности покрытий соответствует V 7-8 классу при осаждении на отполированную до V 12 класса чистоты поверхность стали X12MФ1. Процесс конденсации при температурах, не превышающих $150-200^\circ\text{C}$, не приводит к существенному снижению твердости исходной поверхности стали X12MФ1. Закономерности изменения морфологии поверхности (шероховатости), обусловленные ионным травлением и нанесением покрытий, показывают необходимость уменьшения времени и температуры ионной бомбардировки и конденсации с целью уменьшения эффектов травления поверхности и сохранения прочностных характеристик как на этапе ионной очистки, так и конденсации.

С повышением давления бензола при конденсации практически не наблюдается морфологических изменений и микротвердости покрытий, полученных при различных значениях параметров U_n ($-15...-70$) В и T_n ($150...500^\circ\text{C}$). Повышение энергии ионов, (U_n) при осаждении аналогично действию температуры и благоприятствует получению структурно более однородных покрытий. Как показали исследования, для формирования качественных покрытий на основе Ti давление бензола следует поддерживать на уровне $3...4 \times 10^{-1}$ Па, а для соединений на основе Mo – $1...2,5 \times 10^{-1}$ Па.

Исследования образцов с покрытиями Avinit D

Проведены исследования образцов с полученными покрытиями (микрошлифы, твердость покрытия, определение геометрии поверхности



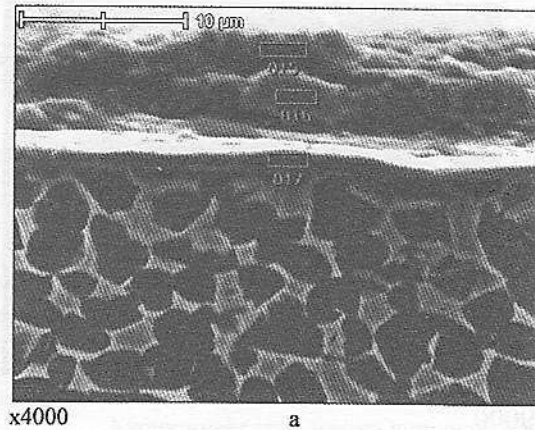
после покрытия). Характеристики образцов с покрытиями приведены в табл. 1.

Таблица 1

Кубики	Микротвердость	Толщина	Шерохов.,	Обработка трибологических образцов
<i>Avinit D/P 100-μ1</i> на основе Ti-C	$H_v=2\ 300\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1...2\ \text{мкм}$	$R_a=0,036\ \text{мкм}$	
<i>Avinit D/P 100</i> на основе Ti-C	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=12\ \text{мкм}$	$R_a=1,45-1,15\ \text{мкм}$	Притирка пастой КТ 10/7 (карбид титана), $R_a=0,13-0,133\ \text{мкм}$ (10 класс).
<i>Avinit D/P 100</i> на основе Ti-C	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8-10\ \text{мкм}$		Доводка пастой КТ 10/7 (карбид титана), $R_a=0,13\ \text{мкм}$, $h=5-7\ \text{мкм}$ после доводки.
<i>Avinit D/P 100-t10/5</i> на основе Ti-C	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=12\ \text{мкм}$		Притирка пастой КТ 10/7 (карбид титана), $R_a=0,13\ \text{мкм}$.
<i>Avinit D/P 100-t10/5</i> на основе Ti-C	$H_v=2300\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8...10\ \text{мкм}$		Доводка пастой КТ 10/7 (карбид титана) $R_a=0,13\ \text{мкм}$, $h=5-7\ \text{мкм}$ после доводки.
<i>Avinit D/P 100-t10/5</i> на основе Ti-C	$H_v=2000\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8...10\ \text{мкм}$		Снят припуск 3...4 мкм, толщина слоя $h=6...7\ \text{мкм}$
<i>Avinit D/P 100-t10</i> на основе Ti-C:H	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8...10\ \text{мкм}$		Доводка пастой КТ 10/7 (карбид титана), $R_a=0,13\ \text{мкм}$, $h=5-7\ \text{мкм}$ после доводки.
<i>Avinit D/C 100-μ1</i> на основе Ti-C:H	$H_{v50}=1700\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1,5\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/C 100-μ1</i> на основе Ti-C:H	$H_{v50}=2000\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/P 200</i> на основе (Mo-C)	$H_v=1800\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/P 200</i> на основе (Mo-C)	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=10\ \text{мкм}$		Доводка алмазной пастой. После доводки - $h=5-8\ \text{мкм}$, $R_a=0,13\ \text{мкм}$:
<i>Avinit D/P 210 - μ1</i> на основе (Mo-C)	$H_v=2200\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/P 200</i> на основе (Mo-C)	$H_v=2200\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8-10\ \text{мкм}$	$R_a=1,15-1,05\ \text{мкм}$	Доводка алмазной пастой со съемом припуска; $h=5-8\ \text{мкм}$, $R_a=0,13\ \text{мкм}$.
<i>Avinit D/C 230 - μ1</i> на основе Mo-C:H	$H_v=2300\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1,5\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/C 24 - t20</i> на основе Mo-C:H	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8-10\ \text{мкм}$	$R_a=1,15-1,05\ \text{мкм}$	Снят припуск 3...4 мкм, толщина слоя $h=5...6\ \text{мкм}$
<i>Avinit C/P 100</i> на основе Ti-N	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=12\ \text{мкм}$	$R_a=1,45-1,15\ \text{мкм}$	Доводка пастой КТ 10/7 (карбид титана). $R_a=0,13\ \text{мкм}$, $h=5-7\ \text{мкм}$ после доводки.
<i>Avinit C/P 110-t10</i> на основе TiN	$H_v=2000...2200\ \text{кГ/мм}^2$	$h=10\ \text{мкм}$		Снят припуск 3...4 мкм, толщина слоя $h=5...6\ \text{мкм}$
<i>Avinit C/P 210 - μ1</i> на основе Mo-N	$H_v=2200\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1,5\ \text{мкм}$		
<i>Avinit C/P 330-n1</i> на основе Ti-Al-N	$H_v=3500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1,5\ \text{мкм}$		
Ролики				
<i>Avinit D/P 130-t10</i> на основе Ti-TiC-TiN				
<i>Avinit D/P 120-t10</i> на основе Ti-C-C				
<i>Avinit D/C 120-n1</i> на основе Ti-C:H	$H_{v50}=2000\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1\ \text{мкм}$		
<i>Avinit D/P 100-t10</i> на основе Ti-C	$H_v=2500\ \text{кГ/мм}^2$	$h=12\ \text{мкм}$	$R_a=1,45-1,15\ \text{мкм}$	
<i>Avinit D/P 200</i> на основе Mo-C	$H_v=2300\ \text{кГ/мм}^2$	$h=8-10\ \text{мкм}$	$R_a=1,15-1,05\ \text{мкм}$	Доводка пастой КТ 10/7 (карбид титана). После доводки - $h=5-7\ \text{мкм}$, $R_a=0,13\ \text{мкм}$.
<i>Avinit C/P 210 - μ1</i> на основе Mo-N	$H_v=2300\ \text{кГ/мм}^2$	$h=1-2\ \text{мкм}$	$R_a=0,044\ \text{мкм}$	
<i>Avinit C/P 330-n1</i> на основе Ti-Al-N				
<i>Avinit C/P 110-t10</i> на основе Ti-N				

В ОАО «Мотор-Сич» проведены металлофизические измерения покрытий *Avinit D/P 100* и *Avinit D/P 200* на растровом электронном микроскопе JSM T-300 (рис. 2-4). Для измерения толщины был изготовлен поперечный статический излом деталей с покрытиями. Толщина покрытия составляет ~ 6-9 мкм. Как показывают измерения, в покрытии содержание углерода ~ 10-15 %, довольно равномерно распределенного в структуре покрытия в соответствии с его конструкцией. Исследования обнаруживают высокое качество сцепления - отслоений покрытия от основы, на всех исследованных покрытиях, не выявлено.

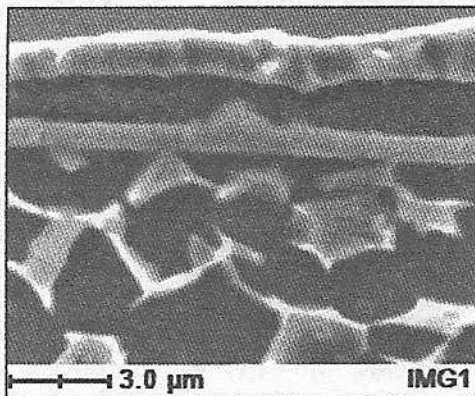
Выполненные исследования образцов после нанесения покрытий разного состава показывают, что отработанные режимы позволяют получать качественные покрытия с высокой адгезией, сохраняя твердость основы — стали X12Ф1 в заданных пределах — твердость и микротвердость материала основы в выбранных режимах нанесения покрытия практически не снижаются по сравнению с исходным состоянием. Случаев отслоения покрытий при нанесении сетки царапин не наблюдалось. Металлографические исследования образцов с покрытиями подтвердили сплошность и равномерность по толщине покрытий на всей поверхности образцов.



№ точки	C	Ti	Всего, %
015	12,72	87,28	100
016	6,54	93,46	100
017	5,02	94,98	100

б

Рис 2. Внешний вид покрытия Avinit D/P 100 (на основе системы Ti-C) (поперечный шлиф) с отмеченными зонами анализа - а); примерный химический состав анализируемых зон - б). Толщина покрытия ~ 3,5 мкм.



x9000

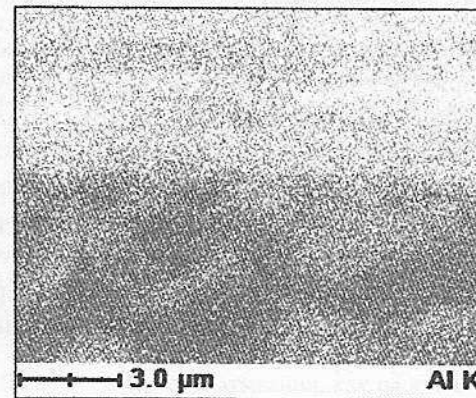
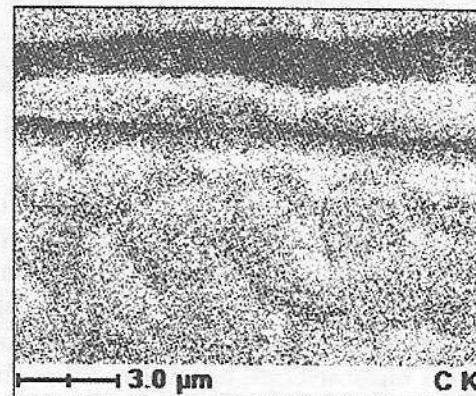
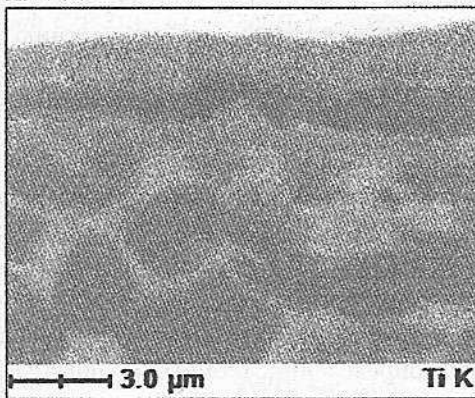


Рис 3. Внешний вид покрытия Avinit D/P 100 (на основе системы Ti-C) (поперечный шлиф) в режиме картирования участка покрытия. Большему содержанию элемента соответствует более интенсивная окраска. Толщина покрытия ~ 3,5 мкм

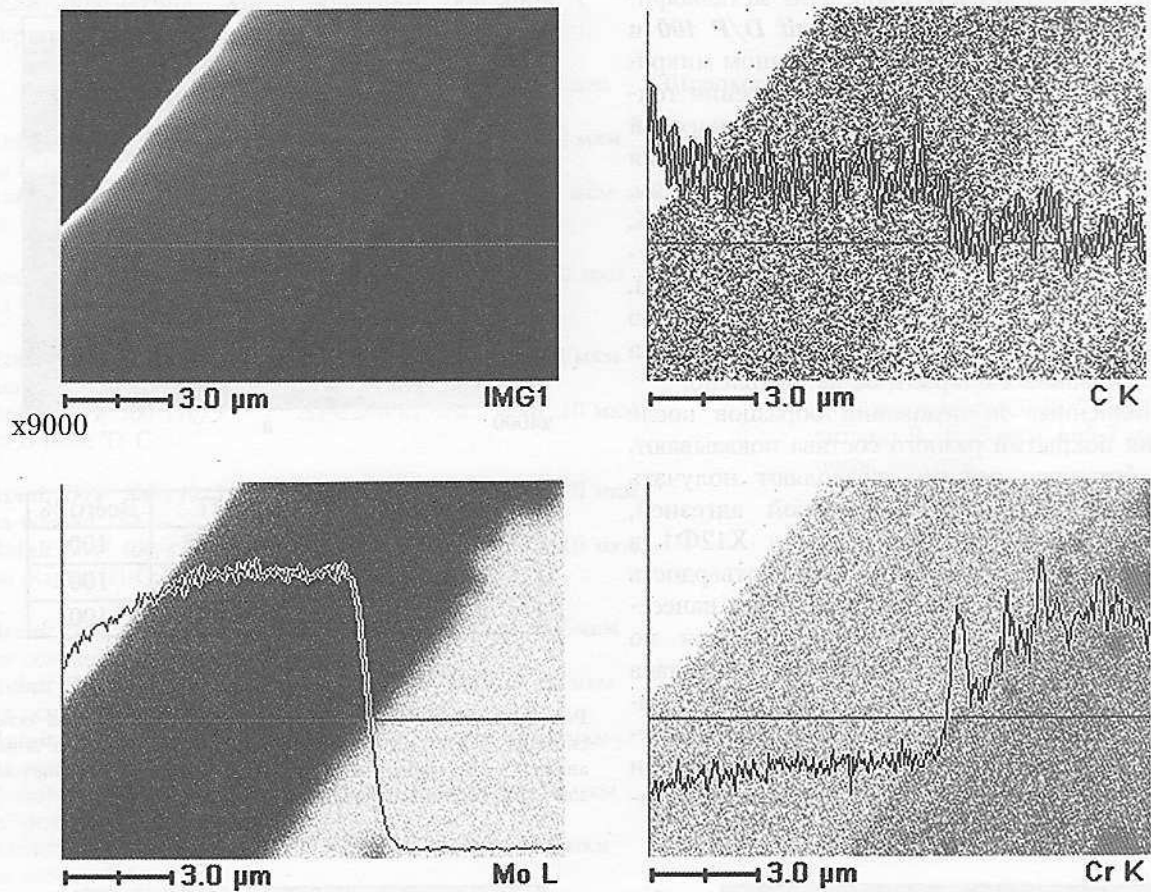


Рис 4. Внешний вид покрытия *Avinit D/P 100* (на основе системы Mo-C) в режиме анализа в линию. Толщина покрытия ~ 6 мкм.

Профилографическими измерениями подтверждено, что после нанесения покрытий с применением сепарирующих устройств на опытные образцы с шероховатостью, соответствующей 12–13 классу чистоты, шероховатость поверхности образцов практически не изменяется, либо незначительно (на одну-две единицы) ухудшается класс чистоты поверхности.

Таким образом, экспериментальные результаты подтверждают возможность низкотемпературного нанесения многослойных покрытий «металл-углерод» *Avinit D* на основе карбидов металлов в PVD и гибридных PVD+CVD процессах нанесения покрытий в режимах, обеспечивающих хорошую адгезию к материалам подложки (сталь X12Ф1) без снижения прочностных характеристик стали (< 200°C) и без ухудшения класса чистоты исходной поверхности.

Исследования характеристик трения и износа

По отработанным режимам получены многослойные и нанослойные покрытия *Avinit D/P 100*, *Avinit D/C 100* (Ti-C; Ti-C:H, Ti-C-N, Ti-C-C) и покрытий *Avinit D/P 200*, *Avinit D/C 200* (MoC, MoC-C, Mo-C-N, Mo-C:H) на контртелах и на основных образцах (кубики) для трибологических испытаний.

Проведены испытания по определению триботехнических характеристик образцов с контртелами, имеющими исследуемые покрытия, по схеме «кубик – ролик».

Результаты трибологических испытаний для покрытий *Avinit D/P 100* (Ti-C; Ti-C:H, Ti-C-N, Ti-C-C) приведены в табл. 2, а для покрытий *Avinit D/P 200* (MoC, MoC-C, Mo-C-N, Mo-C:H) – в табл. 3. Приведены также результаты изучения образцов с покрытиями (микрошлифы, твердость покрытия, определение геометрии поверхности, морфология поверхности, шероховатость, величина выработки) после испытаний.

Таблица 2

Результаты трибологических испытаний для покрытий *Avinit D 100*.

№	Кубик / Ролик	Результаты испытаний	Состояние после испытаний
1	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit D/P 120-t10</i>	Задир при увеличении нагрузки с 0 до $\approx 100\text{H}$	Налипы металла на кубике, ответные борозды на ролике.
2	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit D/P 130-t10</i>	Задир при увеличении нагрузки с 0 до $\approx 100\text{H}$	Налипы металла на кубике, ответные борозды на ролике.
3	<i>Avinit D/P 100-t10/5 / сталь 20ХЗМВФ, цементир.</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,10$; 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,11$; 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,12$; 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,16$; 1000Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,092$;	Кубик имеет след: приработки: - глубина - 0,7мкм; - ширина - 0,6мм; - площадь - 6 мм ² . На ролике начальные следы переноса материала кубика.
4	<i>Avinit D/C 100-μ1 / сталь 20ХЗМВФ</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,10$; 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,11$;	Кубик имеет след износа шириной $\approx 5\text{мм}$, на ролике следы переноса материала кубика.
5	<i>Avinit C/P 330-n1 / Avinit D/P 120-t10</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,14$ - в самом конце режима - начало задира.	Налип металла на кубике в центре следа приработки; ответная борозда на ролике.
6	<i>Avinit C/P 330-n1 / Avinit D/P 130-t10</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,14$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,138$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,143$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,148$	Кубик имеет след износа шириной $\approx 4\text{мм}$; ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
7	<i>Avinit C/P 330-n1 / Avinit D/P 100-t10</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,160$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,155$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,150$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,150$	Кубик имеет след износа шириной $\approx 6\text{мм}$; ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
8	<i>Avinit D/P 100-t10 / Avinit C/P 330-n1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,086$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,077$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,107$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,138$	Кубик имеет след приработки: - глубина - 4,1мкм; - ширина - 1,2мм; - площадь - 12мм ² . Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
9	<i>Avinit D/C 100-μ1 / Avinit C/P 330-n1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,060$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,055$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,060$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,070$	Кубик имеет след приработки: глубина - 3,1мкм; - ширина - 1мм; - площадь - 10мм ² . Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
10	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit D/P 100-t10/</i>	На нагрузке 200Н: задир	Кубик имеет след износа шириной $\approx 2\text{мм}$; ответная борозда на ролике.
11	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit D/P 130-t10</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,140$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,140$, задир	Кубик имеет след износа шириной $\approx 2\text{мм}$; ответные борозды на ролике.
12	<i>Avinit D/P 100-t10 / Avinit C/P 210 - μ1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,050$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,050$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,050$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,067$	Как на кубике, так и на ролике нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется; след приработки: - глубина - 0,8мкм; - ширина - 0,7мм; - площадь - 7мм ² .
13	<i>Avinit D/C 100-μ / Avinit C/P 210 - μ1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,110$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,095$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,100$	Кубик имеет нормальный след приработки с налипками металла в центре; ответная борозда на ролике.
14	<i>Avinit C/P 210 - μ1 / Avinit C/P 210 - μ1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,130$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,105$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,103$	Кубик имеет след приработки: - глубина - 0,2мкм; - ширина - 0,5мм; - площадь - 5мм ² . Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
15	<i>Avinit C/P 110-t10 / сталь 20ХЗМВФ</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,16$; 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,15$;	Незначительные налипки металла на кубике, ответные царапины на ролике.
16	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit C/P 210 - μ1</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,050$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,037$ 600Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,043$ 800Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,093$	Кубик имеет след приработки: - глубина - 2,7мкм; - ширина - 1мм; - площадь - 10мм ² . Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
17	<i>Avinit C/P 210 - μ1 / Сталь 20ХЗМВФ</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,140$ 400Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,123$	Следы схватывания, как на кубике, так и на ролике.
18	Сталь X12Ф1 / <i>Avinit C/P 110-t10</i>	200Н, $\kappa_{\text{тр}}=0,22$; 400Н, начало задира.	Кубик имеет след износа шириной $\approx 5\text{мм}$, на ролике следы переноса материала кубика.



Результаты трибологических испытаний для покрытий Avinit D 200.

№	Кубик / Ролик	Результаты испытаний	Состояние после испытаний	
1	MoC:H (сепар.) / Сталь 20X3МВФ	200Н, $\kappa_{тр}=0.140$; 400Н, $\kappa_{тр}=0.110$; 600Н, $\kappa_{тр}=0.123$; 800Н, $\kappa_{тр}=0.123$;	1000Н, $\kappa_{тр}=0.132$; более 1000Н – начало задира.	Начальные следы взаимного переноса материала на кубике и ролике. Параметры следа приработки на кубике: – глубина – 11мкм; – ширина – 1,2мм.
2	MoC:H (сепар.) / Avinit C/P 210-m1	200Н, $\kappa_{тр}=0.160$; 400Н, $\kappa_{тр}=0.145$; 600Н, $\kappa_{тр}=0.143$; 800Н, $\kappa_{тр}=0.147$;	1000Н, $\kappa_{тр}=0.150$; 1200Н, $\kappa_{тр}=0.148$; 1400Н, $\kappa_{тр}=0.147$	Кубик имеет след приработки с параметрами: – глубина – 14мкм; – ширина – 1,6мм. Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.
3	MoC:H (сепар.) / Avinit D/C 120-n1	200Н, $\kappa_{тр}=0.09$; 400Н, $\kappa_{тр}=0.09$; 600Н, $\kappa_{тр}=0.097$; 800Н, $\kappa_{тр}=0.105$;	1000Н, $\kappa_{тр}=0.102$; 1200Н – скачок по моменту.	Кубик имеет след приработки с параметрами: – глубина – 16мкм; – ширина – 1,7мм. Ролик имеет нормальный след приработки, визуально признаков износа не имеется.

Суммированные зависимости коэффициента трения от нагрузки для пар трения, отработавших без износа и задира, приведена на рис. 5 (на основе системы Ti-C) и рис. 6 (на основе системы Mo-C).

В таблицах и графиках приведены также некоторые сравнительные данные по результатам трибологических испытаний покрытий Avinit в системах Ti-N, Mo-N и Ti-Al-N как в парах с карбидными покрытиями, так и при трении по чистой стали без покрытия.

Результаты трибологических испытаний показывают, что покрытия на карбидной основе типа Avinit D перспективны для повышения износостойкости и снижения коэффициента трения и могут быть рекомендованы для проведения дальнейших износных и агрегатных испытаний и для последующей отработки процессов нанесения покрытий на конкретные детали в натурных узлах трения.

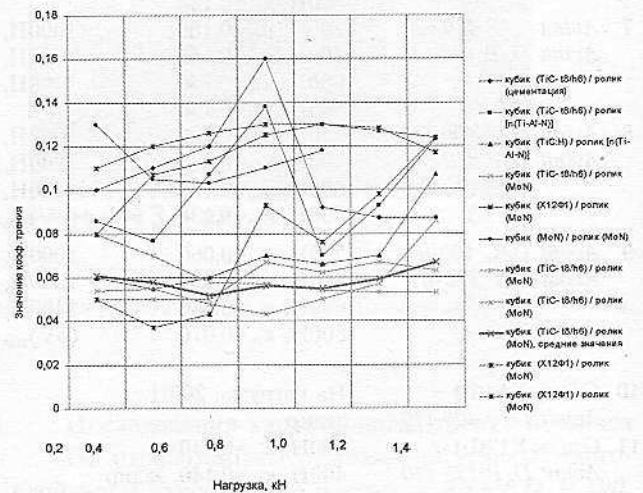


Рис. 5. Зависимость коэффициента трения от нагрузки (покрытия Avinit D/P 100 на основе системы Ti-C).

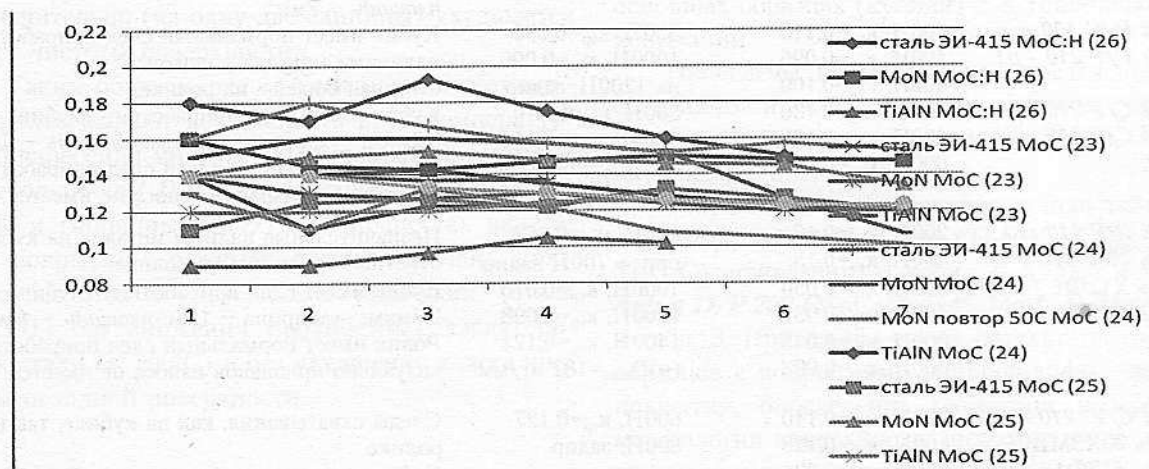


Рис. 6. Зависимость коэффициента трения от нагрузки (покрытия Avinit D/P 200 на основе системы Mo-C).

Выводы

1. Проведена модернизация катодных узлов и системы управления для обеспечения устойчивого управляемого горения графитового катода, что позволило обеспечить получение качественных покрытий в системах «металл-углерод» при одновременной работе однокомпонентных катодов (Me и C) в импульсном или постоянном режиме.

2. Используя технологию сквозной синхронизации управления технологическим процессом нанесения покрытий [9], разработаны новые процессы (**PVD** и **гибридных PVD+CVD**) контролируемого формирования многокомпонентных нано- и микроструктурных покрытий **Avinit D** в системах «металл-углерод» с применением вакуум-плазменных (**PVD**) и плазмохимических (**CVD**) процессов.

3. Основываясь на развиваемой концепции нанослойных покрытий, проведена отработка технологических параметров процессов (**PVD** и **гибридных PVD+CVD**) нанесения многослойных и нанослойных покрытий (**MeC**, **Me-C-N**, **Me-C-N**, **MeC-C**) (с различным содержанием углерода).

При этом отработаны следующие процессы и получены покрытия в системах «металл-углерод»:

- в **PVD** процессах
- TiC нанослойные, Ti-C-N нанослойные, TiC-TiN нанослойные, TiC-C нанослойные;
- MoC нанослойные, Mo-C-N нанослойные, MoC-C нанослойные покрытия,
- в **гибридных PVD+CVD** процессах:
- TiC:H нанослойные, TiC:H-TiN нанослойные, TiC-C:H нанослойные,
- MoC:H нанослойные, MoC:H-TiN нанослойные, MoC:H нанослойные покрытия.

4. Проведена оптимизация процессов нанесения качественных прочносцепленных упрочняющих и антифрикционных покрытий на опытных образцах. Измерены характеристики покрытий (микротвердость, твердость, шероховатость).

Металлографические исследования подтверждают возможность низкотемпературного нанесения качественных износостойких высокотвердых покрытий «металл-углерод» в разработанных процессах нанесения нанопокровтий, при этом обеспечивается хорошая адгезия к материалам подложки (сталь X12Ф1) без снижения прочностных характеристик стали (< 200°C) и без ухудшения класса чистоты исходной поверхности.

5. На основании проведенных трибологических испытаний сделан вывод о перспективности разработанных многокомпонентных многослойных нано- и микроструктурных покрытий типа **Avinit** для повышения износостойкости и снижения коэффициента трения скольжения пар.

По результатам трибологических испытаний выбраны оптимальные виды конструкций покрытий, наиболее перспективные для повышения износостойкости и снижения коэффициента трения

- покрытие **Avinit C/P 300**,
- покрытие **Avinit C/P 200**;
- покрытие **Avinit C/P 320-ms1**;
- покрытие **Avinit D/P 200**.

Эти покрытия рекомендованы для проведения дальнейших износных испытаний и для последующей отработки процессов нанесения покрытий на конкретные детали в натуральных узлах трения для проведения ресурсных испытаний.

Литература

1. *Efeoglu Ihsan*. Deposition and Characterization of a Multilayered-Composite Solid Lubricant Coating / Ihsan Efeoglu. // Rev. Adv. Mater. Sci. — 2007. — v. 15. — P. 87–94.
2. *Spasov V*. Quaternary-matrix, nanocomposite self-lubricating PVD coatings in the system TiAlCN-MoS2 — structure and tribological properties / [V. Spasov, A. Savan, A.R. Phani ea]. // Mat. Res. Symp. Proc. — 2004. — v. 788. — P. 11.29.1-11.29.6.
3. *Holubar P*. Development and Industrialization of Novel Superhard Nanocrystalline Composite Wear-Protection Coatings / P. Holubar, J. Janca, S. Veprek. // Final Report @Nato Science for Peace Programme. — № SFP 972379. — 2003. — P 47.
4. *Delplancke-Ogletree M.P*. Preparation by pulsed vacuum arc deposition and characterization of DLC/MoS2 nanocomposite thin films / M.P. Delplancke-Ogletree, O.R. Monteiro. // Proc. Int. Conf. Met. Coat. Thin Films ICMCTF-94. — San Diego. — CA. — 2001.
5. *Musil J*. Hard and superhard nanocomposite coatings / J. Musil. // Surface and coating Technology. — 2000. — v. 125. — P. 322–330.
6. *Veprek S*. A concept for the design of novel superhard coatings / S. Veprek, S. Reiprich. // Thin Solid Films. — 1995. — v. 268. — P. 64 – 71.
7. *Сагалович В.В*. Нанотехнологии - промышленные технологии XXI века / В.В. Сагалович, С.Ф. Дудник, А.В.Сагалович. // Оборудование и инструмент. — 2005. — т. 6. — С. 46–49.
8. *Дудник С.Ф*. Исследование характеристик трения и износа ионно-плазменных покрытий, полученных на алюминиевом сплаве / [С.Ф. Дудник, А.В. Сагалович, В.В. Сагалович и др.]. // Физическая инженерия поверхности. — 2004. — т. 2. — № 1–2. — С. 110–114.
9. *Сагалович О.В*. Установка Avinit для нанесения багатопарових функціональних покриттів / [О.В. Сагалович, О.В. Кононихін, В.В. Попов та ін.]. // Физическая инженерия поверхности. — 2010. — т. 8. — С. 336–347.
10. *Sagalovych A*. The Tribological Investigation of Multicomponent Multilayered Ion-plasma Coatings Avinit [A. Sagalovych, V. Sagalovych, A. Kononyhin ea]. / Proc. 12th Intern. Conf. SERBIATRIB '11. — Kragujevac. — Serbia. — 11 – 13 May 2011.