

**Ключевые слова:**

ионно-плазменное покрытие TiN, режимы напыления, структура, микротвердость, износостойкость, адгезионная прочность

ИОННО-ПЛАЗМЕННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ НИТРИДА ТИТАНА

**Владимир ЕРОФЕЕВ, Людмила КРИВИНА, Юрий ТАРАСЕНКО,
Ирина ЦАРЕВА**

Исследовано влияние технологических факторов на структуру, физико-механические и трибологические свойства ионно-плазменного покрытия нитрида титана. Проведены испытания адгезионной прочности и исследования механизма разрушения покрытия методом скретч-теста. Определен режим напыления, обеспечивающий формирование оптимального покрытия TiN.

ВВЕДЕНИЕ

Основными показателями качества ответственных деталей и узлов машин в станкостроении являются надежность и работоспособность, которые определяются свойствами поверхностных слоев сопрягаемых деталей: износостойкостью, пределом выносливости, коррозионной стойкостью, герметичностью соединений и др. Каждый останов станка из-за повреждения его отдельных элементов или снижения технических характеристик ниже допустимого уровня, как правило, влечет за собой материальные убытки.

Достижение высокой эксплуатационной надежности машин возможно на основе применения наукоемких технологий управления функциональными свойствами материала деталей за счет направленного создания поверхностных слоев с заданными свойствами, что в настоящее время актуально при производстве инструмента и при ремонте станочного парка.

Современные материалы инструментального и производственного 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 инструмента и деталей машин методами модифицирования; комбинированные методы, сочетающие модифицирование поверхности и нане-

сение покрытий [1–3]. В конкретных случаях задача выбора этих методов представляет сложную технико-экономическую задачу.

Несмотря на то что тонкие покрытия на основе тугоплавких нитридов переходных металлов достаточно хорошо изучены и широко применяются во многих областях человеческой деятельности, научно-практический интерес к ним не угасает благодаря их специфическим физико-механическим свойствам: высокая твердость, низкий коэффициент трения, износостойкость, стойкость к коррозии и др. [4, 5].

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

При разработке упрочняющей ионно-плазменной технологии покрытия нитрида титана (TiN) наносили на установке ВУ-2МБС на образцы из стали ХВГ по режимам, приведенным в табл. 1.

Напыление покрытия проводили в одном технологическом цикле: очистка и активация поверхности деталей методом ионной бомбардировки Ti⁺ в периодическом режиме: 5 с (обработка) + 5 с (пауза) и т. д.; нанесение подслоя α-Ti – 10 мин; нанесение покрытия TiN – 50 мин.

Микроструктуру покрытия TiN исследовали методом электронной микроскопии на растровом микроскопе VEGA//TESKAN.

Микротвердость (H_m) композиций «покрытие + основа» измеряли на микротвердомере

ПМТ-3 при нагрузке 0,05 Н. Поскольку толщина покрытия сравнима с глубиной индентирования, проводили теоретические расчеты истинной микротвердости покрытия по формуле, учитывающей влияние подложки на процесс измерения:

$$H_{\text{покр.}} = H_{\text{к}} + (H_{\text{к}} - H_{\text{подл.}}) / [(2t/h + 3(t/h)^2)],$$

где $H_{\text{покр.}}$ – микротвердость покрытия, $H_{\text{к}}$ – микротвердость композиции, $H_{\text{подл.}}$ – микротвердость подложки, t – толщина покрытия, h – глубина индентирования.

Исследование фрикционных свойств проведены на лабораторной установке трения при сухом скольжении индентора (сапфир) с нагрузкой 1 Н.

Испытания износостойкости проводили на установке «Эхо» при сухом поперечном контакте вращающегося стержня (сталь У10, $H_{\mu}^{200} = 8$ ГПа) диаметром ~8 мм с нагрузкой $N = 3$ Н в течение различного времени. Износостойкость исходного материала и покрытия TiN оценивали по геометрическому параметру – диаметру пятна износа.

Для определения адгезионной/когезионной прочности, стойкости к царапанию, а также для исследования механизма разрушения покрытий использовали скретч-тестер Revetest RST.

Таблица 1. Технологические режимы ионно-плазменного напыления покрытия нитрида титана

Технологические параметры напыления	Парциальное давление газа в рабочей камере P , Па	
	0,04	0,06
Ток дуги $I_{\text{д}}$, А (опорное напряжение $U = 140$ В)	160	160
	140	140
	120	120

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЕ

Методом электронной микроскопии установлено, что при всех режимах напыления получено покрытие со столбчатой структурой зерен TiN (рис. 1). Установлена тенденция формирования наноструктурированных зерен TiN с уменьшением давления реакционного газа в камере и тока дуги (рис. 2 а).

Исследования зависимости изменения микротвердости покрытия TiN от тока дуги при разных парциальных давлениях газа в камере показали, что максимальное значение твердости $H_{\mu}^{50} \sim 19,4$ ГПа покрытия достигается при токе дуги $I_{\text{д}} = 120$ А и обусловлено самой мелкодисперсной структурой. С увеличением тока дуги и давления газа в камере установлено снижение микротвердости покрытия за счет увеличения размера зерен (рис. 2 б).

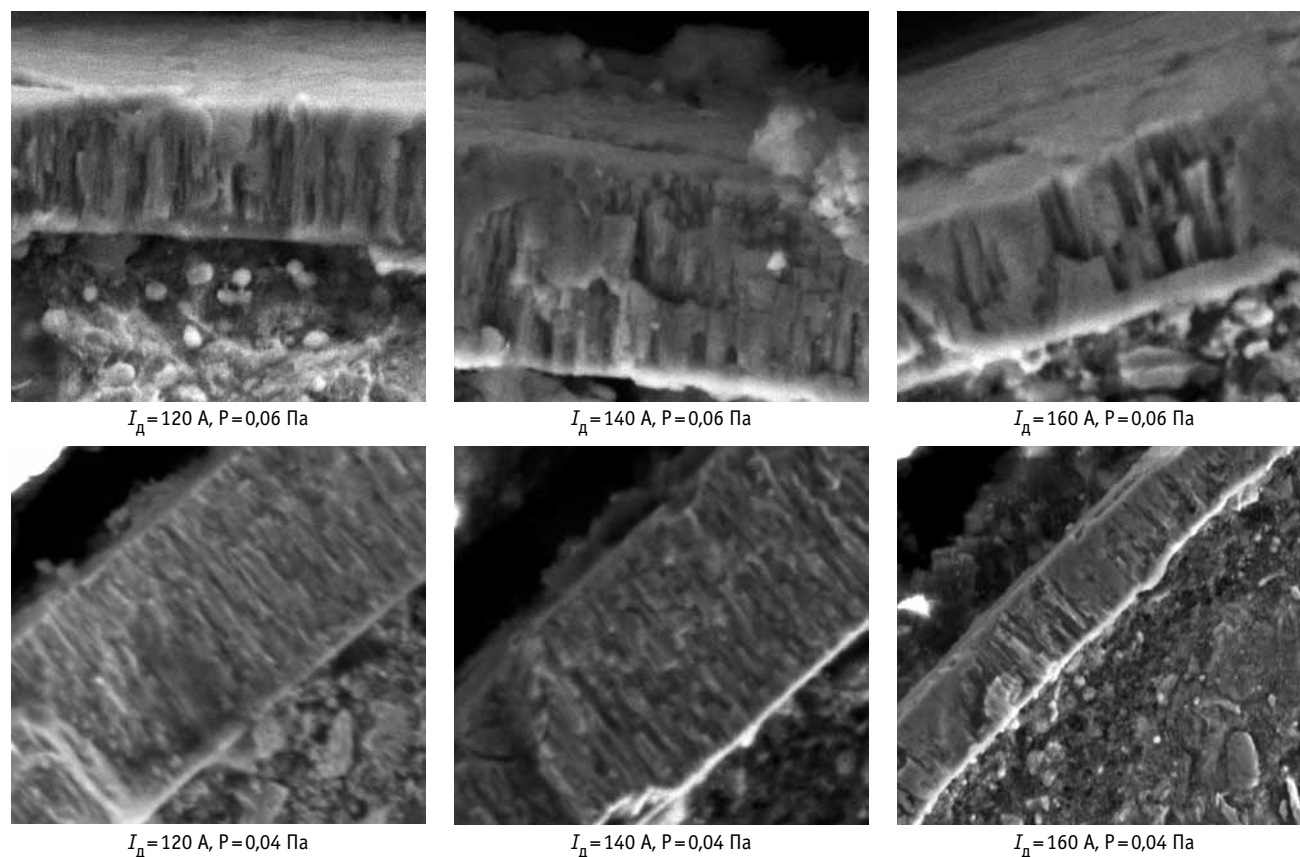


Рис. 1. Наноструктурированное столбчатое покрытие TiN, полученное по различным режимам напыления, $\times 10\ 000$

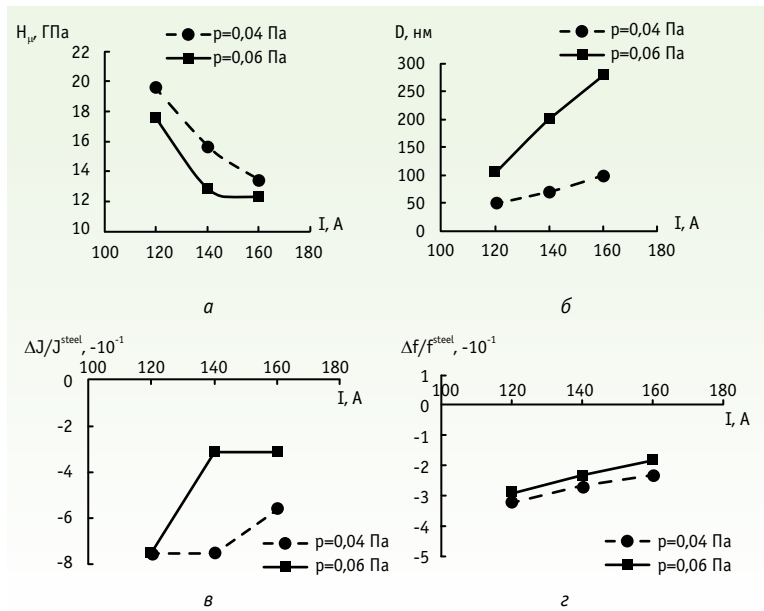


Рис. 2. Зависимости поперечного размера столбчатых зерен TiN (а), микротвердости (б), относительного изменения коэффициентов трения (в) и износостойкости (г) покрытий TiN от тока дуги при разных парциальных давлениях реакционного газа в камере

Установлено, что нанесение нитридного покрытия на стальную деталь способствует снижению коэффициента трения обрабатываемой поверхности. Напыление покрытия TiN по режиму: $U = 140$ В, $P = 0,04$ Па, $I_{д} = 120$ А приводит к уменьшению коэффициента трения рабочей поверхности стальной полуоси примерно в 1,4 раза (рис. 2 в).

Наибольшей износостойкостью (примерно в четыре раза выше, чем без покрытия) обладают покрытия нитрида титана, полученные при токе дуги 120 А (рис. 2 г).

Ресурс упрочняющего покрытия определяется его износостойкостью и адгезионной прочностью. Метод скретч-теста позволяет количественно определить эти важные характеристики. Процесс испытаний основан на методе скрайбирования алмазным индентором при сопровождении сигналом акустической эмиссии, что позволяет исследовать механизм разрушения покрытия. При анализе результатов адгезионных испытаний можно четко выделить пороговые значения кри-

тической нагрузки, приводящие к различным типам разрушения. Три стадии разрушения характерны для покрытий с микротвердостью ~ 13 ГПа (рис. 3) и две стадии – для покрытий с микротвердостью ≥ 15 ГПа (рис. 4).

На первой стадии (нагрузка на индентор до 13 Н) происходит монотонное проникновение индентора в покрытие, при этом сила трения слабо возрастает, а амплитуда акустической эмиссии сохраняется неизменной (см. рис. 3). Индентор оставляет ровные незначительные следы на покрытии. Скольжение алмазного индентора по покрытию проходит с очень низким коэффициентом трения.

На второй стадии происходит увеличение амплитуды акустической эмиссии и изменение наклона кривых силы трения и коэффициента трения. При царапании с нагрузками более 13–15 Н появляются шевронные трещины на дне царапины, по берегам царапин наблюдается отщепление как отдельных чешуек (происходит когезионное разрушение покрытия), так и островковое отслоение

(рис. 4). Увеличение нагрузки свыше 20 Н приводит к локальному, а затем к непрерывному скалыванию покрытия. Непрерывное скалывание покрытия приводит к росту амплитуды сигнала акустической эмиссии, происходит монотонное увеличение силы трения до 10 Н. При дальнейшем увеличении силы трения происходит быстрое истирание покрытия.

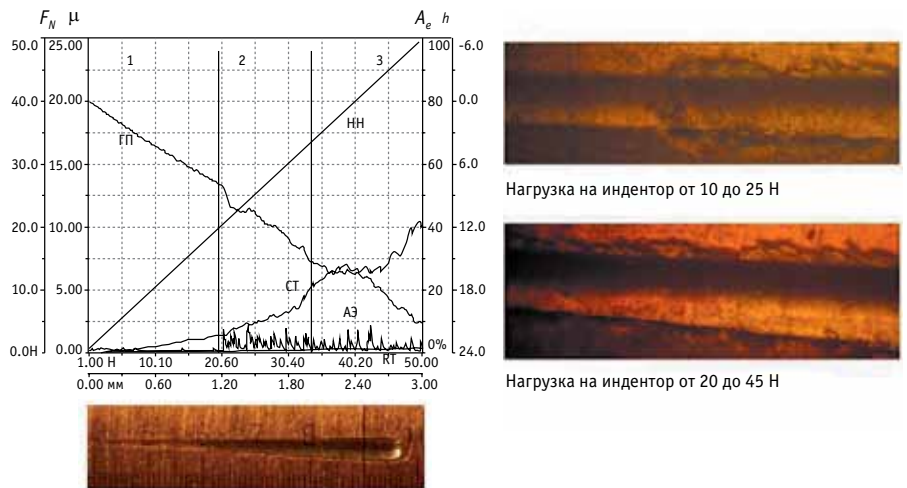


Рис. 3. Панорамные снимки царапины ($\times 200$) и кривые изменения сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN – сталь ХВГ» с нарастающей нагрузкой: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ – значение силы трения (F_N); АЭ – значение акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (μ) для покрытия TiN, полученного по режиму $I_{д} = 160$ А, $P = 0,04$ Па

На третьей стадии наблюдается проникновение индентора вглубь материала подложки, при этом уменьшается амплитуда сигнала акустической эмиссии, резко увеличивается сила трения (до 40 Н) и коэффициент трения.

На основании результатов проведенных исследований выбран оптимальный режим напыления покрытия TiN: $P_{N_2} = 0,04$ Па, $I_d = 120$ А, $U_{см} = 140$ В, при котором происходит формирование наноструктурированного столбчатого покрытия TiN, обладающего оптимальным сочетанием физико-механических, трибологических и прочностных свойств.

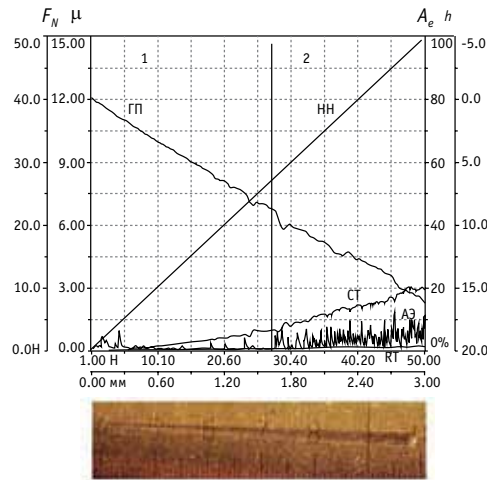


Рис. 4. Панорамные снимки царапины ($\times 200$) и кривые изменения сигналов разных датчиков при царапании композиции «TiN – сталь ХВГ» с нарастающей нагрузкой: НН – величина нормальной нагрузки (P); ГП – глубина проникновения индентора (h); СТ – значение силы трения (F_N); АЭ – значение акустической эмиссии (A_e); КТ – значение коэффициента трения (μ) для покрытия TiN, полученного по режиму $I_d = 120$ А, $P = 0,04$ Па

ВЫВОДЫ

Разработанное износостойкое наноструктурированное покрытие TiN апробировано и внедрено на многих предприятиях машиностроительной отрасли для повышения работоспособности и надежности различных деталей: ВПО «Точмаш» (г. Владимир), ОАО «КМЗ» (г. Ковров) – ограничительный подшипник скольжения [6]; ОАО «Кузнецов» (г. Самара) – штоки для системы виброизоляции; ПМЗ «Восход» (г. Павлово) – ниппели; предприятия Казахстана – плунжерные пары автомобильных ДВС.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФИЦ ИФ РАН на проведение фундаментальных научных исследований на 2013–2020 годы по теме № 0035-2014-0401; номер государственной регистрации 01201458049, КПНИ «Станкостроение».

ЛИТЕРАТУРА

1. Кривина Л. А., Царева И. Н. Модифицирование поверхности скольжения детали высокоскоростной пары трения методом частно-импульсной имплантации // Вопросы материаловедения. 2017. Т. 90. № 2. С. 110–115.
2. Tarasenko Yu. P., Romanov I. G., Chmykhov A. A., Tsareva I. N., Krivina L. A. Effect of preliminary treatment on the titanium surface condition before TiN coating deposition // Физика и химия обработки металлов. 1998. № 4. С. 49–52.
3. Тарасенко Ю. П., Романов И. Г., Кривина Л. А. Низкоэнергетическое ионное облучение твердых тел // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2006. № 10. С. 33–35.
4. Тарасенко Ю. П., Кривина Л. А., Царева И. Н., Ильичев В. А. Оптимизация технологии нанесения

ионно-плазменного покрытия нитрида титана на малогабаритные тонкостенные детали // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета им. академика С. П. Королева (национального исследовательского университета). 2011. № 3–2 (27). С. 170–174.

5. Тарасенко Ю. П., Кривина Л. А., Фель Я. А. Использование наноструктурированного ионно-плазменного покрытия нитрида титана для повышения износостойкости плунжерных пар топливных насосов // Известия Высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2014. № 3. С. 142–148.
6. Тарасенко Ю. П., Сорокин В. А., Кривина Л. А. «Пара скольжения» // Патент РФ на полезную модель № 87228.

ЕРОФЕЕВ Владимир Иванович –

доктор физико-математических наук, директор Института проблем машиностроения (филиал ФИЦ ИФ РАН)

КРИВИНА Людмила Александровна –

старший научный сотрудник Института проблем машиностроения

ТАРАСЕНКО Юрий Павлович –

кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией Института проблем машиностроения

ЦАРЕВА Ирина Николаевна –

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Института проблем машиностроения