

Ф.Ф. КОМАРОВ<sup>2</sup>,  
В.М. КОНСТАНТИНОВ<sup>1</sup>,  
А.В. КОВАЛЬЧУК<sup>1</sup>,  
С.В. КОНСТАНТИНОВ<sup>2</sup>  
В.В. ПИЛЬКО<sup>2</sup>

УДК 620.178

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ TIN НА УПРОЧНЕННЫХ СТАЛЬНЫХ ПОДЛОЖКАХ**

<sup>1</sup> Белорусский национальный технический университет, Республика Беларусь, г. Минск, пр-т Независимости, 65, e-mail: a-v-kov@yandex.com

<sup>2</sup> Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем им. А.Н. Севченко», Республика Беларусь, г. Минск, e-mail: mymail3000@tut.by

### **STUDY OF TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF MODIFIED COATINGS BASED ON TIN ON HARDENED STEEL SUBSTRATES**

Установлено влияние предварительного упрочнения стальной подложки на свойства рабочей поверхности и оценен эффект упрочнения от сочетания обработок для основного материала. Предложен метод определения износостойкости, позволяющий получить значения скорости изнашивания слоев, оценить влияние градиента твердости и вклад каждого слоя в общую износостойкость.

The influence of the pre-hardening of the substrate on properties of the working surface was found. The effect of hardening depending on combination of treatments was rated for main material. A method for determining the wear resistance, allowing to measure wear rates of layers and to assess the impact of the hardness gradient as well as each layer contribution to the overall wear resistance was proposed.

**Введение.** Традиционное триботехническое материаловедение, основанное на использовании простых материалов, не удовлетворяет современным требованиям промышленного производства в условиях дефицита легирующих элементов, ресурсосбережения и других. В этой связи получило развитие новое направления инженерии поверхности, предполагающее создание поверхностных композиций с заданным уровнем свойств. При этом используются традиционные методы поверхностной упрочняющей обработки, а также вакуумные ионно-плазменные технологии.

Традиционно, обсуждаемые исследования носят односторонний характер. Основное внимание уделяется свойствам наиболее исследуемых износостойких покрытий: от простых монофазных до нанокompозитных с трехмерной структурой, имеющих зачастую не просто сложный химический состав, а даже несколько «экзотический», при этом объектом исследований в вопросах эксплуатационной надежности упрочняемых изделий, как правило, служат свойства самого покрытия. Однако эксплуатационные характеристики рабочей поверхности изделий с покрытием, не определяются полностью свойствами самого покрытия, а свойства покрытий в свою очередь не определяются их толщиной, химическим составом и структурой. В слоистой системе эти значения не представляют собой независимые параметры, определяющие свойства слоистой композиции, так как свойства рабочей поверхности слоистой системы помимо всего прочего будут определяться свойствами подложки и величиной градиента свойств между покрытием и подложкой [1, 2].

Также известно, что при формировании тонких твердых PVD и CVD покрытий на металлической поверхности существует резкая граница в значениях твердости между покрытием и подложкой. Если поверхность, на которую наносят покрытие, пластична и не обладает достаточной жесткостью, то, несмотря на высокую твердость, покрытие при повышенных удельных нагрузках в процессе трения прогибается и разрушается под влиянием контактной нагрузки при взаимодействии с контртелом. При этом разрушение может происходить из-за эффекта снижения несущей способности слоистой системы, то есть при нагрузках меньше необходимых для появления пластической деформации в материале подложки [3, 4].

Есть основания полагать, что повышение прочностных характеристик подложки будет способствовать уменьшению ее пластической деформации при трении и увеличивать несущую способность покрытия.

Отсутствие унифицированных методов определения износостойкости покрытий и тонких пленок объясняется наличием большого числа факторов, влияющих на их износостойкость, а также противоречивостью взглядов и теоретических позиций, с которых они рассматриваются. Поэтому на практике зачастую оценку степени упрочнения для деталей с покрытиями проводят с использованием методов определения износостойкости объемных материалов, в то время как оценка износостойкости самого покрытия на конкретных типах подложек представляет определенные трудности, хотя такие данные представляют значительный практический

интерес, так как каждое PVD/CVD покрытие обладает уникальным набором свойств для каждого конкретного сочетания с подложкой.

Триботехнические характеристики высокотвердых и износостойких поверхностей и покрытий получают специальными лабораторными методами трибометрических измерений. При этом пользуются образцами, реализующими точечный или линейный контакт с контртелом, а также образцы, имеющие малую площадь контакта. В качестве оборудования для определения фактических и эффективных характеристик применяются трибометры, микротрибометры, микро- и нанотвердомеры. В ходе испытаний получают значения удельной силы трения и удельного износа.

В этой связи является актуальной разработка быстрых и эффективных методов определения трибологических свойств покрытий с возможностью определения параметров изнашивания слоев при последующей простой математической обработке первичных результатов испытаний.

**Цель работы** заключалась в установлении влияния предварительной упрочняющей обработки стальной подложки на свойства слоистых композитов и непосредственно вакуумных покрытий и оценке эффекта упрочнения от сочетания комплекса обработок для упрочняемой стали.

**В ходе работы** были исследованы свойства PVD покрытий на основе наноструктурированного нитрида титана, нанесенных в различных режимах, на различных типах неупрочненных и упрочненных подложек. В качестве подложек использовали армко-железо и сталь 12X18H10T. В качестве их упрочняющей обработки выбрана низкотемпературная нитроцементация: 550–600 °С, 7 ч, насыщение в порошковой среде в контейнере, герметизируемом плавким затвором, насыщающая среда – смесь порошков: железосинеродистый калий 60 %  $K_4Fe(CN)_6$  + древесный уголь 30 % С + активатор химической реакции 10 %  $BaCO_3$ . Исходная микроструктура стальной подложки равновесная, полученная полным отжигом.

Нанесение покрытий осуществляли на автоматизированной установке Caroline D12A1, процесс проводили со слабой степенью ионного воздействия при сбалансированном магнетроне, использовали импульсный среднечастотный магнетрон мощностью 0,2 кВт. Толщина покрытий 1 мкм.

**Результаты.** Низкотемпературная нитроцементация повысила микротвердость подложек до 20 % (таблица 1), за счет формирования зоны внутреннего насыщения (рисунок 1). Толщина слоя на армко-железе составила 80 мкм, на стали 12X18H10T – 120 мкм. За границу между упрочненным слоем и основным материалом принималось резкое падение микротвердости.

Таблица 1 – Твердость стальных подложек до и после нитроцементации.

Материал	Свойство	Микротвердость поверхности, МПа	
		до нитроцементации	после нитроцементации
Армко-железо		1250	1520
Сталь 12Х18Н10Т		1520	1840

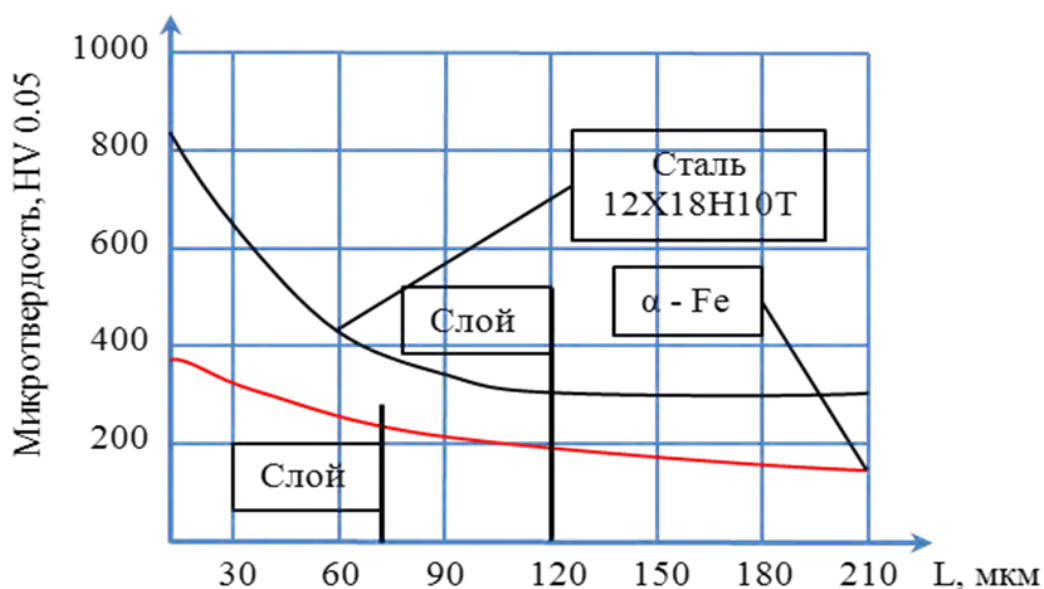
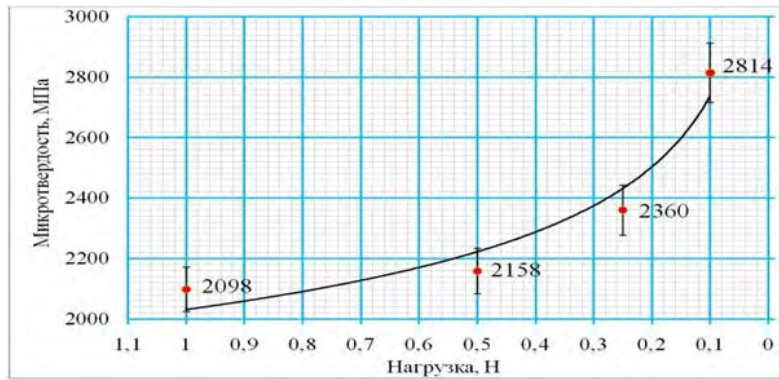


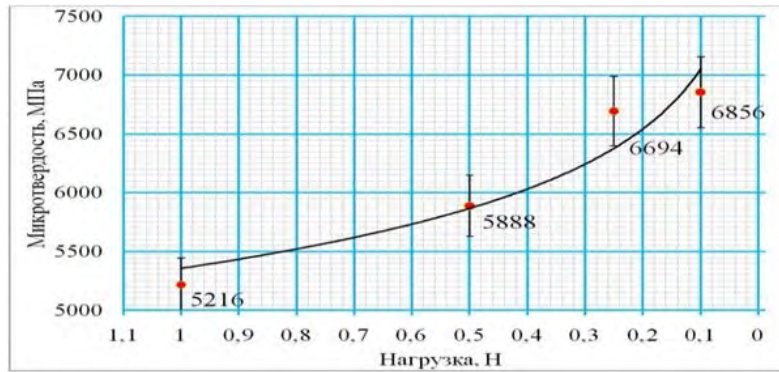
Рисунок 1 – Распределение микротвердости по глубине диффузионного слоя

Размер кристаллитов покрытия TiN, измеренный по результатам исследования просвечивающей электронной микроскопии составил величину 5–15 нм. Наноструктурирование покрытий позволяет также повысить эксплуатационные характеристики, как это показано в работе [5].

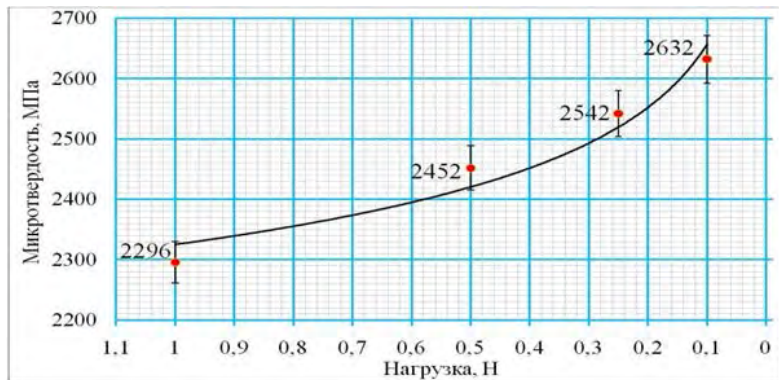
Анализ влияния предварительного упрочнения подложки и величины нагрузки на индентор при измерении микротвердости показал, что на образцах с модифицированной подложкой микротвердость существенно выше и увеличение ее с уменьшением нагрузки больше, чем на неупрочненных подложках. Это говорит о том, что покрытие работает лучше и эффекта снижения несущей способности не наблюдается, о чем также свидетельствуют значения твердости при нагрузках 0,25 Н и 0,1 Н и не характерные для данных материалов (рисунки 2, 3). Следовательно, более ощутимый вклад в эффективную твердость системы начинает вносить покрытие, так как не продавливается или продавливается слабее.



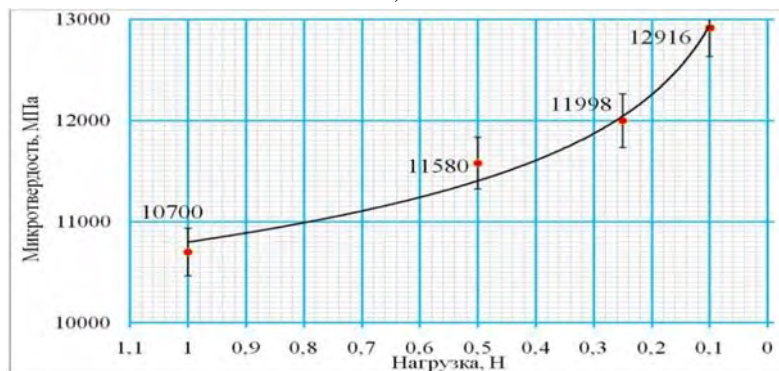
a)



б)



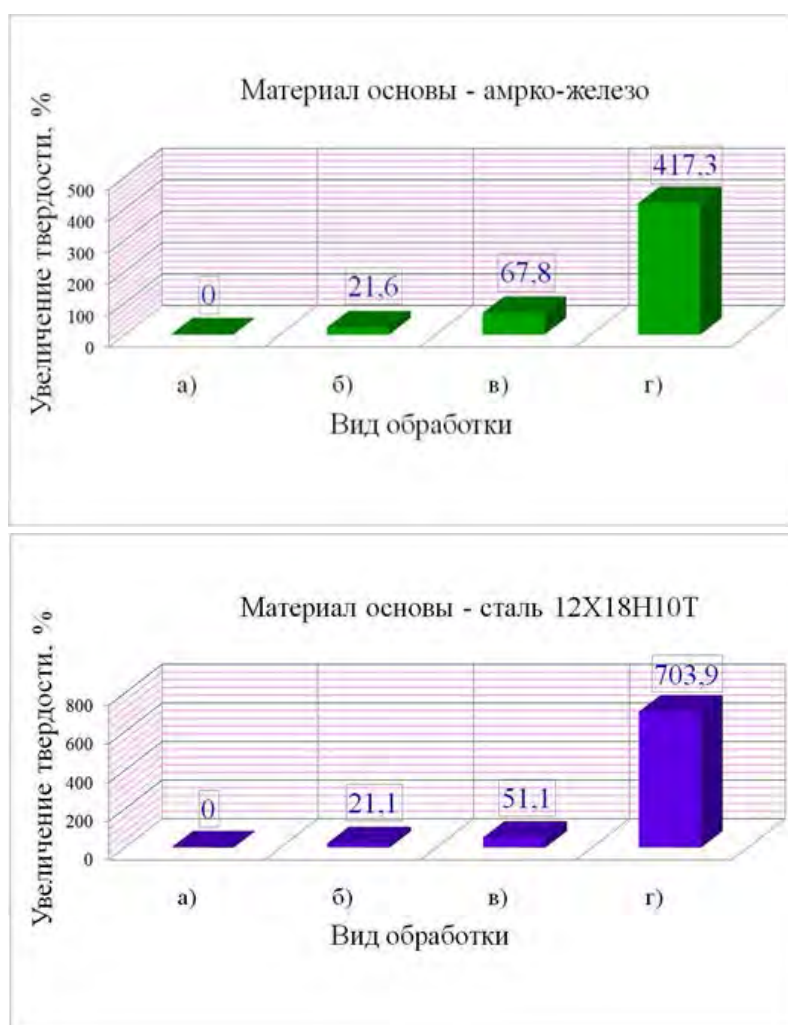
в)



г)

a) – армко-железо; б) – армко-железо с ХТО; в) – 12Х18Н10Т; г) – 12Х18Н10Т с ХТО  
 Рисунок 2 – Зависимости микротвердости покрытий на различных подложках от величины прилагаемой нагрузки

Установлено, что влияние упрочнения подложки на общую твердость слоистой системы не является аддитивным. Так разница в микротвердости покрытий на образцах железа и стали 12Х18Н10Т составляет в среднем 300 МПа, после модифицирования она увеличивается в среднем до 6000 МПа, но разница в микротвердости подложек остается примерно на том же уровне, в сравнении с разницей в микротвердости при нанесенном покрытии, отличаясь незначительно. Обнаруженное явление, по-видимому, связано с тем, что упрочнение подложки в результате химико-термической обработки (ХТО) устраняет появление резкой границы в твердости между подложкой и покрытием, тем самым демпфируя градиент твердости разнородных материалов и существенно повышает несущую способность покрытия и общую твердость слоистой системы.



а) – без обработки; б) – ХТО; в) – напыление TiN; г) – ХТО и напыление TiN

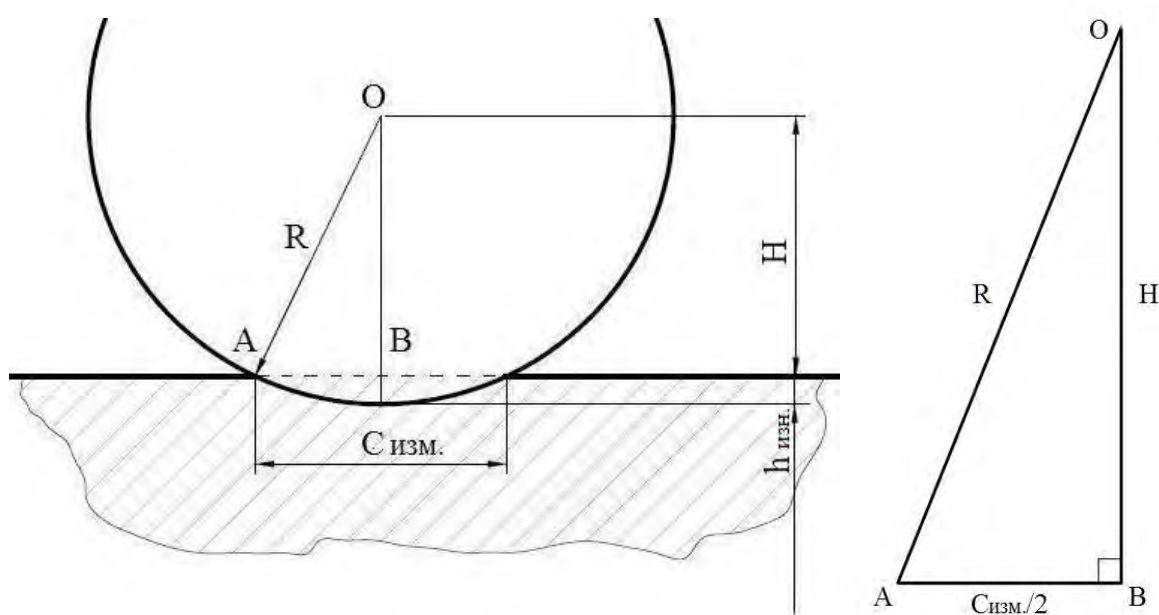
Рисунок 3 – Повышение микротвердости от вида обработки

Для определения износостойкости слоистых композитов адаптирован метод определения износостойкости при сухом трении скольжения в паре «диск – плоскость», разработанный в НИИ прикладных физических проблем им. А.Н. Севченко БГУ, последующая математическая обработка первичных результатов испытаний по которому позволила получить значения скорости изнашивания слоев композита.

Оценку износостойкости покрытия на различных подложках проводили при сопоставлении износостойкости покрытий на упрочненной и не упрочненной подложке со скоростью изнашивания подложек, подвергнутых испытаниям в одинаковых условиях.

Основные параметры и условия испытаний: диаметр контртела 60 мм, скорость вращения  $0,33 \pm 0,006$  об/с, нормальная нагрузка – 10 г, время испытания – 90 мин. При расчетах были приняты определенные допущения:

- скорость изнашивания покрытия и подложки постоянны в течение всего времени испытания;
- глубина упрочненного подслоя много больше толщины покрытия и глубины лунки износа.



$R$  – радиус диска;  $h_{\text{изн}}$  – глубина лунки износа,  $h_{\text{изн}} = R - H$ , где  $H = \left[ R^2 - (C_{\text{изм}}/2)^2 \right]^{0,5}$ ;  
 $C_{\text{изм}}$  – величина линейного износа, равная  $2 AB$

Рисунок 4 – Геометрическая схема испытаний [6]

Характер изнашивания покрытий на подложках имеет существенное различие. Покрытие на не упрочненной подложке продавливалось уже на стадии приработки, в то время как покрытие на подложке после ХТО изнашивалось равномерно на протяжении всего времени испытаний, а при продавливании существенно тормозило процесс развития очага износа.

Полученные результаты расчета скорости изнашивания свидетельствуют, что износостойкость покрытия TiN на упрочненной подложке из армко-железа выше на 23,5 %. Увеличение твердости подложки на 21,6 % повышает износостойкость покрытия на 23,5 %. Отношение скорости изнашивания покрытия TiN на упрочненной подложке к скорости его изнашивания на не упрочненной подложке составило 1,24 (таблица 2).

Таблица 2 – Результаты триботехнических испытаний армко-железа

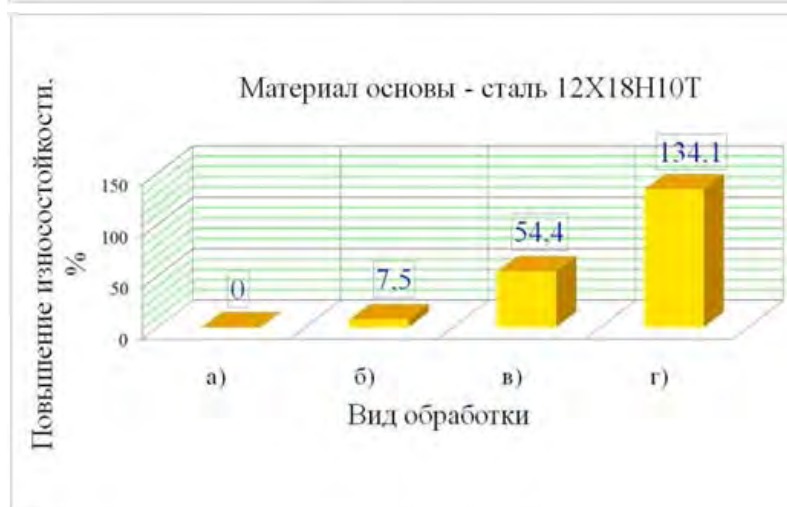
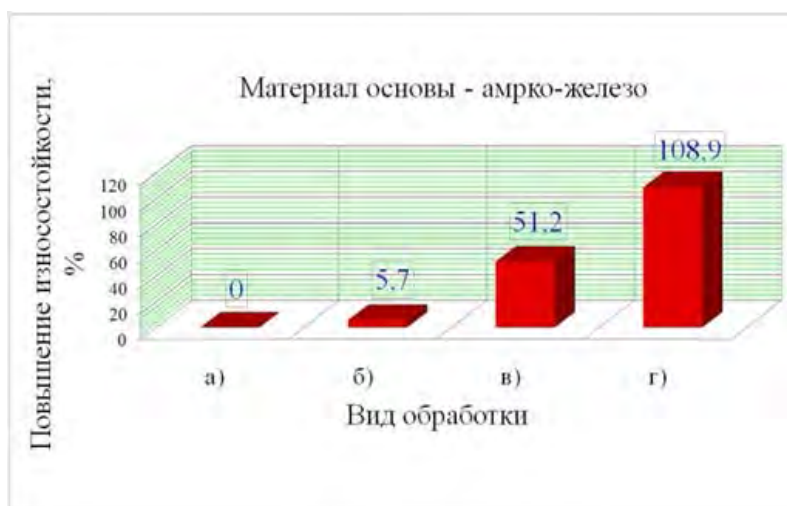
Образец		Поверхность			
		без обработки	после ХТО	с покрытием TiN	после ХТО с покрытием TiN
		армко-железо	диф. слой	армко-железо + TiN	диф. слой + TiN
Глубина лунки износа, мкм		4,80	4,26	2,03	1,13
Линейный износ Сизм, мкм		1073,3	1010,7	698,2	520,5
Объемный износ, мкм <sup>3</sup> , ×10 <sup>3</sup>		1718,0	1435,0	474,2	194,9
Скорость изнашивания, мкм/мин,	подложки	0,0533	0,0473	0,0533	0,0473
	покрытия	–	–	0,0142	0,0115

Отношение скорости изнашивания покрытия на упрочненной подложке к скорости его изнашивания на неупрочненной подложке из стали 12Х18Н10Т составило 1,53. Данные расчета скорости изнашивания показали, что износостойкость покрытия TiN на упрочненной подложке из стали 12Х18Н10Т выше на 52,8 % (таблица 3). Увеличение твердости подложки на 21,1 % повышает износостойкость покрытия на 52,8 %. Повышение износостойкости основного материала от вида обработки не аддитивно (рисунок 5). Так, суммарный эффект повышения износостойкости от упрочнения материала подложки ХТО и нанесением покрытия много меньше эффекта повышения износостойкости от сочетания ХТО материала подложки и последующего нанесения вакуумного покрытия.



Таблица 3 – Результаты триботехнических испытаний стали 12X18H10T

Образец		Поверхность			
		без обработки	после ХТО	с покрытием TiN	после ХТО с покрытием TiN
		сталь 12X18H10T	диф. слой	сталь 12X18H10T + TiN	диф. слой + TiN
Глубина лунки износа, мкм		4,44	3,83	1,82	0,80
Линейный износ Сизм, мкм		1032,2	958,8	660,2	437,0
Объемный износ, мкм <sup>3</sup> , ×10 <sup>3</sup>		1528,0	1228,1	296,1	117,4
Скорость изнашивания, мкм/мин,	подложки	0,0493	0,0426	0,0493	0,0426
	покрытия	–	–	0,0136	0,0089



а) – без обработки; б) – ХТО; в) – покрытие TiN; г) – ХТО и покрытие TiN  
 Рисунок 5 – Повышение износостойкости от вида обработки

Установленное явление неаддитивного влияния упрочнения подложки на износостойкость слоистой системы можно объяснить следующим. Увеличение прочностных характеристик подложки после низкотемпературной нитроцементации, увеличивает время до появления остаточной деформации в материале подложки и несколько нивелирует влияние разности в твердости между подложкой и покрытием, а образующиеся остаточные напряжения сжатия в подложке увеличивают время до появления усталостных трещин. При наступлении начала последовательного разрушения покрытия модифицированная подложка тормозит процесс развития очага разрушения и при полном разрушении покрытия под контртелом работает дольше «сырой».

**Заключение.** Подтверждена научная гипотеза о влиянии упрочнения подложки в системе «сталь – PVD покрытие» на дюрометрические и трибологические свойства покрытия. Упрочнение нитроцементацией стальных ферритных и аустенитных подложек способствует повышению микротвердости и износостойкости вакуумных покрытий на базе TiN.

Установлено, что предварительная низкотемпературная нитроцементация стальной подложки позволяет до 7 раз повысить микротвердость и до 2,3 раза износостойкость рабочей поверхности композита. Это позволяет сделать научно обоснованным снижение толщины покрытий в рассмотренных слоистых системах без потери эксплуатационных свойств.

Установлено, что влияние упрочнения подложки систем «сталь – PVD покрытие» химико-термической обработкой и нанесением PVD покрытия на свойства рабочей поверхности не аддитивно. Увеличение микротвердости и износостойкости рабочей поверхности от комплексной обработки более чем в 3,0–6,2 и 2,4–10,8 раза соответственно превышает суммарное увеличение свойств от этих обработок в отдельности. Повышение износостойкости от комплексной обработки по величине объемного износа для основного материала составило более 8,8 и 13,0 раза соответственно для армко-железа и стали 12X18H10T, в то время как в отдельности ХТО и нанесение PVD покрытия дают соответственно повышение износостойкости в 1,2 и 3,6 раза для армко-железа и 1,3 и 5,2 раза для стали 12X18H10T.

Анализируемая система – «PVD покрытие + нитроцементованная стальная подложка + стальная основа» – представляет собой новый композиционный материал, характеризующийся свойствами, недостижимыми в отдельности ни материалом покрытия, ни материалом подложки.

### **Список использованных источников**

1. Наноструктурные покрытия под ред. А. Кавалейро, Д. де Хоссен, перевод с англ. под ред. Р.А. Андриевского – М.: Техносфера, 2011. – 752 с.
2. Восстановление деталей машин: Справочник / Ф.И. Пантелеенко, В.П. Лялякин, В.П. Иванов, В.М. Константинов Под ред. В.П. Иванова. – М.: Машиностроение, 2003. – 672 с.
3. Воронин Н.А. Абразивная стойкость и несущая способность вакуумных ионно-плазменных покрытий. // Трение и износ, 1998. – Т.19 – №5. – С. 616–622.
4. Хоккинг М., Вассантари В., Сидки П. Металлические и керамические покрытия: Получение, свойства и применение: Пер. с англ. – М.: Мир, 2000. – 518 с.
5. Komarov F.F., Konstantinov S.V., Pilko V.V. Formation of nanostructured TiAlN, TiCrN, and TiSiN coatings using reactive magnetron sputtering // Journal of Friction and Wear, 2014. – Vol. 35. – № 3. – pp. 215–223.
6. Константинов В.М. Оценка износостойкости покрытия TiN на упрочненной и не упрочненной основе / Ф.Ф. Комаров, А.В. Ковальчук, В.В. Пилько // Вестник БарГУ, 2013. – С.102–108.