

УДК 621.793:539.621

А.В. КОЛУБАЕВ, д-р физ.-мат. наук, проф.
заведующий лабораторией физики упрочнения поверхности¹
E-mail: kav@ispms.tsc.ru

Е.А. КОЛУБАЕВ, д-р техн. наук
заведующий лабораторией¹, заместитель директора по развитию²

С.В. БУРОВ, канд. техн. наук
старший научный сотрудник³

В.Е. РУБЦОВ, канд. физ.-мат. наук
старший научный сотрудник¹

О.В. СИЗОВА, д-р техн. наук, проф.
главный научный сотрудник¹

И.М. ГОНЧАРЕНКО, канд. техн. наук
старший научный сотрудник⁴

¹Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск, Россия

²Институт физики высоких технологий, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия

³Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, Россия

⁴Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск, Россия

Поступила в редакцию 13.06.2017.

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ ТРЕНИИ СКОЛЬЖЕНИЯ

Изучены закономерности изнашивания и разрушения образцов с твердыми покрытиями, полученными методом плазменно-ассистированного дугового напыления на сталь 40X, титан и сплав ВК-8. Показано, что ионно-плазменное нанесение покрытий зависит от параметров процесса нанесения покрытий, предварительной упрочняющей обработки материала подложки и состава катодов электродугового испарителя. Испытания на трение выявили принципиально разный характер изнашивания покрытий, полученных с нулевым и отрицательным напряжением смещения на подложке. Исследована кинетика изнашивания покрытий методами акустической эмиссии и рентгеноструктурного анализа.

Ключевые слова: ионно-плазменные покрытия, трение скольжения, износ, акустическая эмиссия, рентгеноструктурный анализ

Введение. Анализ проблем повышения надежности и долговечности машин показал, что увеличение срока службы деталей машин и оборудования, работающих в условиях трения и износа, достигается путем нанесения на их рабочую поверхность износостойких покрытий [1]. При выборе износостойких покрытий руководствуются двумя основными требованиями — минимизацией нормального механохимического износа и расширением диапазона стационарного режима трения путем защиты поверхности от недопустимых явлений повреждаемости [2]. Поскольку не всегда удается предусмотреть переход от строения исходного покрытия к вторичным структурам, в которых реализуется механохимическое изнашивание, то идут по пути получения первичных структур с высокостабильными свойствами, сохраняющимися в сложных и неблагоприятных

условиях трения. В качестве таких поверхностных слоев выступают карбиды, нитриды, бориды и оксиды металлов и неметаллов, некоторые высокопрочные и твердые металлы и сплавы. Способы получения твердых покрытий включают в себя химико-термическую обработку, ионно-плазменное и газопламенное напыление, осаждение твердых соединений из газовой фазы, лазерную, электронно-лучевую и другие виды обработок.

Сравнительные исследования износостойкости покрытий, полученных методами ионно-плазменного напыления, электролитического осаждения и автокаталитического формирования композиционных пленок, при адгезионном трении и трении в абразивной среде [3] показали, что твердые покрытия нитридов металлов обеспечивают наибольшее сопротивление изнашиванию. Особенно стойким к абразивному изнашиванию

оказывается PVD покрытие AlCrN, которое имеет также и самый низкий коэффициент трения при адгезионном трении по сравнению с другими покрытиями. Хорошую износостойкость в условиях абразивного износа и в качестве покрытий на режущий инструмент при механической обработке большинства материалов, в том числе конструкционных сталей, чугунов, бронз, показывают покрытия нитрида титана [4]. Ионно-плазменные покрытия TiAlN и TiAlCrN более универсальны по отношению к обрабатываемым материалам, чем TiN, и наиболее эффективны при резании материалов с низкой теплопроводностью, таких, как нержавеющие стали, титановые и никелевые сплавы.

Отмеченные способы упрочнения поверхностей деталей широко распространены в промышленности и описаны в научной и технической литературе [5, 6]. Вместе с тем существуют ограничения использования твердых покрытий на относительно мягких подложках, обусловленные высокими микронапряжениями на границе раздела покрытия с подложкой, что может вызвать отслоение покрытия при внешнем нагружении [7].

Материал и методика исследований. В данной статье представлены результаты исследований процессов изнашивания при сухом трении скольжения поверхностных слоев материалов с покрытиями, полученными методом плазменно-ассистированного дугового напыления. В качестве подложки для нанесения покрытий в работе использовались образцы из стали 40X, титана и сплава ВК-8. Наносились твердые покрытия TiN, TiN(Cu), AlN и TiAlN методами вакуумно-дугового осаждения в лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН. В качестве катодов электродугового испарителя использовались титан ВТ1-0, технический алюминий и композиционные спеченные материалы TiAl и Ti(88 %) — Cu(12 %), полученные методом порошковой металлургии. Напыление покрытий осуществлялось при одновременной работе испарителя металлов и генератора газоразрядной плазмы при давлении азота 0,3 Па.

Испытания на трение проводили на триботестере фирмы TRIBOTechnic (Франция), используя схему диск-палец при давлении 0,1 МПа и скорости скольжения 5×10^{-2} м/с (режим 1), возвратно поступательное движение при нагрузке на сферический индентор 10 Н и линейной скорости скольжения 3×10^{-3} м/с (режим 2), а также на специально разработанной установке на трение, с помощью которой производилась съемка рентгенограмм в процессе изнашивания образцов с использованием синхротронного излучения в Сибирском международном центре синхротронного излучения при Институте ядерной физики СО РАН г. Новосибирска. Испытания проводили по схеме «вращающийся дисковый образец — неподвижный индентор». Покрытие было нанесено

на цилиндрическую поверхность диска, контртелом служили индентор из твердого сплава с плоским круглым концом площадью 0,5 мм², с нанесенным на него покрытием TiN и индентор, на конце которого был закреплен алмаз с радиусом закругления 2,5 мм. При испытании образца Ti — TiN(Cu) нагрузка на индентор из твердого сплава с покрытием составляла 17 Н, алмазный индентор прижимался к образцу с покрытием AlN усилием 8,5 Н. Скорость скольжения составила 3×10^{-3} м/с. Малые нагрузки и скорости скольжения при всех испытаниях были выбраны для исключения фрикционного нагрева и деформации металла основы.

При испытании покрытий TiAlN на триботестере одновременно записывали сигналы акустической эмиссии с помощью модуля регистрации акустического сигнала ЭЯ-2 производства Тольяттинского госуниверситета, который позволяет сохранять их и анализировать. Сравнивали коэффициент трения (диаграмму трения) и параметры сигналов акустической эмиссии.

Результаты исследований и их обсуждение. Для отработки методики получения покрытий TiN были опробованы разные способы их нанесения на закаленную сталь 40X. Напыление осуществлялось при одновременной работе электродугового испарителя катода и генератора газоразрядной плазмы при давлении азота 0,3 Па и напряжении смещения –300 В.

Были получены четыре типа покрытий, толщина которых была в пределах 1,0÷1,5 мкм: покрытие состава TiN, то же покрытие, нанесенное на азотированную при 500 °С подложку, покрытие TiN(Cu) и такое же покрытие, нанесенное на азотированную подложку.

Испытания на трение покрытий TiN, полученных различными методами, проводили в режиме 1. Исследования показали, что коэффициент трения практически не зависит от способа получения твердого покрытия. Объясняется это тем, что при невысокой нагрузке коэффициент трения определяется твердостью покрытия, которая для всех образцов была в пределах 25–35 ГПа. Средняя величина коэффициента трения составила 0,07.

Особенности обнаружались при изучении характера разрушения покрытий. Покрытие, полученное первым способом, оказалось наиболее стойким при испытаниях. По истечении двух часов испытаний появились лишь отдельные участки разрушений на поверхности трения (рисунк 1). И лишь через шесть часов испытаний покрытие разрушилось.

Покрытие, полученное вторым способом, разрушилось уже в течение первых двух часов. По характеру разрушения покрытия было установлено, что покрытие отслоилось. Это свидетельствует, во-первых, о низкой адгезионной прочности покрытия с азотированной подложкой. Во-вторых, деформирование поверхностного слоя подложки

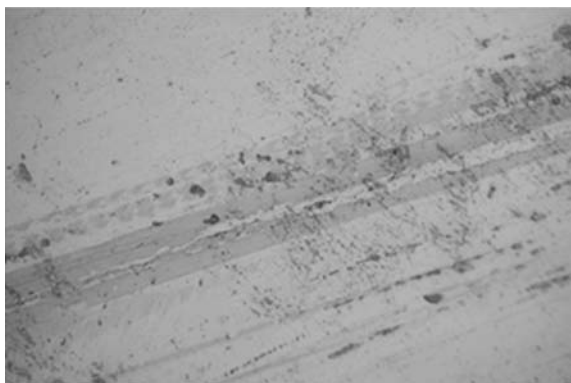


Рисунок 1 — Износ покрытия TiN на стали 40X после 2-х часов испытаний

из-за снижения твердости при азотировании вызывает быстрое разрушение твердого покрытия, что подробно было рассмотрено в работах [9, 10]. Разрушение покрытия, полученного третьим способом, было подобно постепенному истиранию композиционного слоя. Возможно, медь, входящая в состав покрытия, снижает прочность самого покрытия, обуславливая его износ. За два часа испытаний данное покрытие практически износилось. Особенностью изнашивания четвертого покрытия было растрескивание (рисунок 2). В процессе испытаний образовались поперечные трещины, которые наряду с истиранием покрытия привели к его разрушению в течение двух часов испытаний.

Триботехнические испытания покрытий TiAlN, нанесенных на сплав ВК-8 с различными потенциалами подложки ($0 \div -300$ В), проводили по схеме возвратно поступательного движения по режиму 2. Длина дорожки скольжения составила 5 мм. Образцы сплава ВК-8 с покрытием имели размер $15 \times 10 \times 5$ мм, в качестве индентора применяли стержень из твердого сплава ВК-8 с радиусом скругления на конце 3 мм. Структуру поверхности трения изучали на сканирующем электронном микроскопе Philips SEM 515. Измерения микротвердости покрытий проводили на микротвердоме-ре ПМТ-3 с нагрузкой $0,2 \div 0,5$ Н.

Сравнение качества поверхностей покрытий показало, что увеличение абсолютного значения напряжения смещения приводит к возрастанию

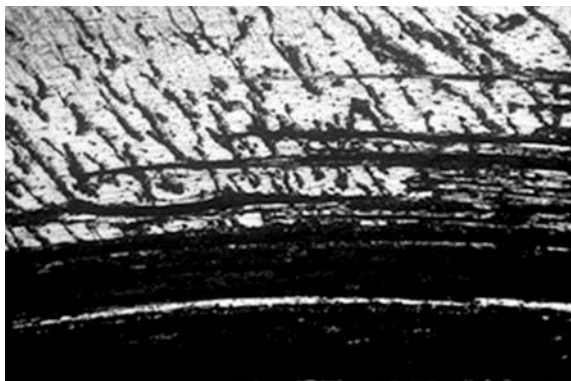


Рисунок 2 — Износ композиционного покрытия TiN(Cu), нанесенного на азотированную сталь 40X, после 2-х часов испытаний

доли капельной фракции и увеличению шероховатости в результате ионного травления формируемого покрытия. В свою очередь, микротвердость покрытий, которая составила $17 \div 34$ ГПа, не зависела от напряжения смещения.

Испытания на трение покрытий TiAlN, полученных при разных величинах напряжения смещения, проводили при одновременной регистрации коэффициента трения и акустической эмиссии. На рисунке 3 показана зависимость коэффициента трения от времени испытаний образца с покрытием, полученным при нулевом напряжении смещения. Из рисунка видно, что в процессе трения коэффициент трения изменяется, что свидетельствует о разных механизмах изнашивания.

Можно предположить, что возрастание коэффициента трения в начале испытаний указывает на приработку трибосопряжения, когда формируется фрикционный контакт, соответствующий условиям испытания. Следующий этап характеризуется практически постоянным коэффициентом трения, что свидетельствует об этапе установившегося режима трения. На последнем этапе наблюдаем явно выраженные колебания коэффициента трения, что характерно для стадии разрушения покрытия (рисунок 4).

По виду покрытия после испытаний и изменению коэффициента трения можно судить о том, какие механизмы ответственны за его разрушение. Прежде всего, заметны следы резания на покрытии вблизи зоны разрушения. Это может быть в том случае, когда средняя твердость покрытия меньше, чем твердость частиц карбида вольфрама, которые присутствуют в сплаве ВК-8. Кроме того, видно, что покрытие отслоилось на отдельных участках вне дорожки трения. Это характерно для хрупкого разрушения покрытия, чему должно предшествовать образование трещин, которые, действительно, наблюдаются на поверхности (показано стрелкой). К этому добавим отсутствие следов покрытия в зоне трения, что является свидетельством его разрушения в результате отслаивания фрагментов покрытия. Такой механизм дес-

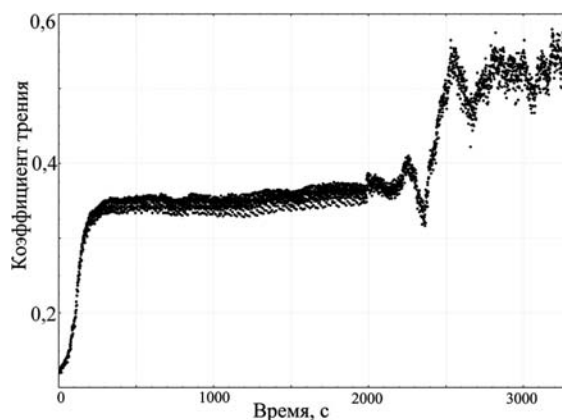


Рисунок 3 — Зависимость коэффициента трения от времени испытаний покрытия, полученного с нулевым напряжением смещения

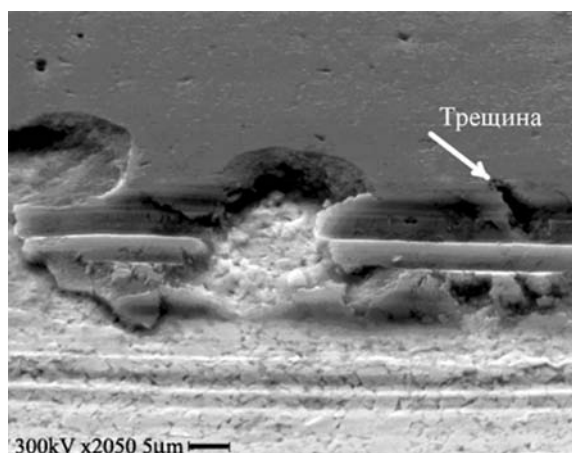


Рисунок 4 — Разрушение покрытия при трении, полученного при нулевом напряжении смещения

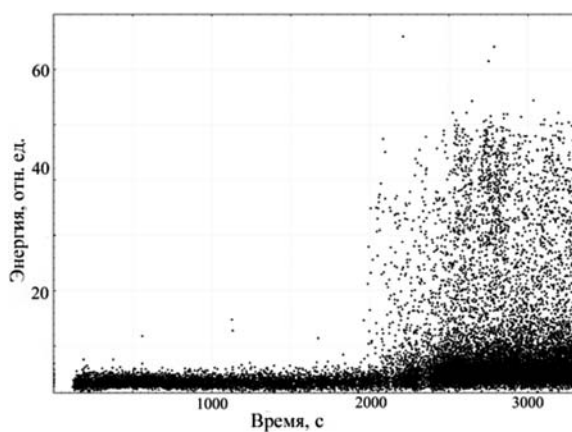
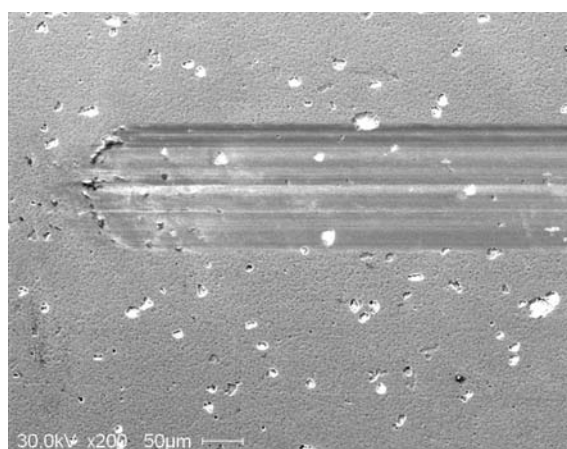


Рисунок 5 — Зависимость энергии акустической эмиссии от времени испытаний на трение для образца с покрытием, полученным при нулевом напряжении смещения на подложке

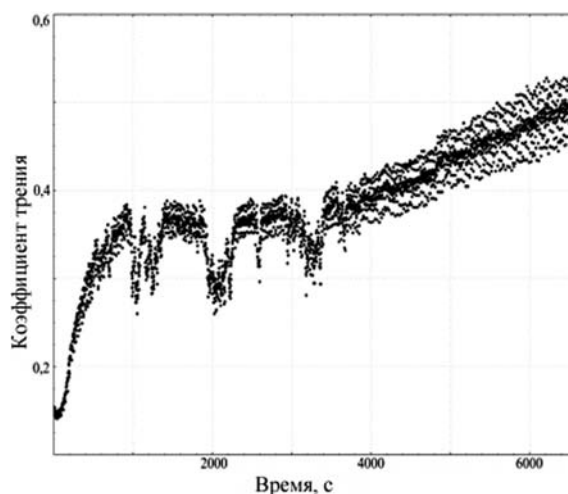
трукции покрытия подтверждается поведением коэффициента трения, скачкообразный рост которого на третьей стадии указывает на катастрофический износ. Измерение акустической эмиссии также выявило значительное возрастание энергии акустического излучения на последней стадии испытаний (рисунок 5), что характерно для процесса разрушения покрытия.

Совершенно иной характер трения показывают покрытия, полученные при отрицательном напряжении смещения, равном -200 и -300 В.

Прежде всего, эти покрытия не разрушаются за тот же промежуток времени, за который разрушилось покрытие, полученное с нулевым напряжением смещения (рисунок 6 а). Иное поведение демонстрирует и коэффициент трения (см. рисунок 6 б). После стадии приработки наблюдаются колебания коэффициента трения, что можно связать с проскальзыванием индентора из-за повышенной шероховатости и наличия капельной фракции, которая видна на рисунке 6 а. Последняя стадия процесса трения характеризуется постепенным ростом коэффициента трения, что свойственно скольжению индентора с постепенным его внедрением в поверхностный слой покрытия и изнашиванием покрытия.



а



б

Рисунок 6 — Участок дорожки трения (а) и коэффициент трения (б) при испытании покрытия, полученного при отрицательном напряжении смещения, равном -300 В

Зависимость энергии акустического излучения от времени испытаний в этом случае состоит из двух областей. Начальная стадия характеризуется колебаниями акустических сигналов с чередованием высокоэнергетического и низкоэнергетического излучения. На стадии стационарного изнашивания, когда коэффициент трения равномерно растет, энергия акустической эмиссии имеет стабильно низкое значение.

В дополнение к исследованиям кинетики изнашивания с применением акустической эмиссии были проведены рентгеноструктурные исследования процесса трения покрытий. На рисунке 7 показана часть рентгенограмм, полученных в режиме дифракционного кино при изнашивании образца из титана с покрытием $\text{TiN}(\text{Cu})$ в паре с контртелом из сплава ВК-8. Анализ рентгенограмм позволяет проследить кинетику изменения фазового состава и параметров решетки фаз. Кроме того, малое расхождение синхротронного рентгеновского пучка и отсутствие других порядков излучения, как это имеет место при использовании рентгеновских трубок, позволяет выявить тонкую структуру исследуемых материалов.

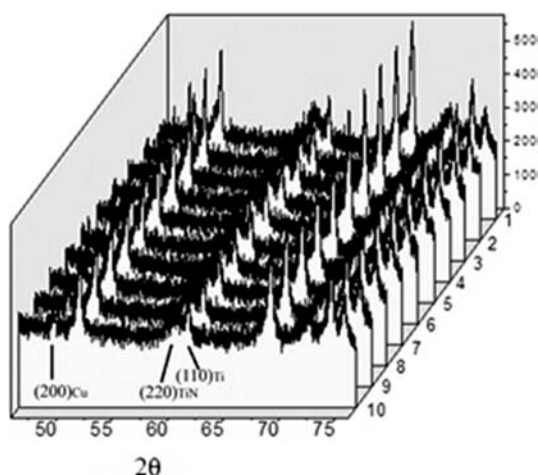


Рисунок 7 – Рентгенограммы образца с покрытием TiN(Cu), полученные в режиме дифракционного кино

Изучение фазового состава поверхностных слоев образца «Ti-TiN(Cu)» и сравнение его со структурой исходного титана показало, что в процессе нанесения покрытия в поверхностном слое подложки структура титана модифицируется — происходит диспергирование зерен и увеличивается параметр решетки данной фазы. На рентгенограмме присутствуют рефлексы фазы TiN, а также меди.

Анализ рентгенограмм, полученных в процессе изнашивания покрытия, показал уменьшение интегральной интенсивности рефлексов фазы TiN(Cu) по экспоненциальному закону (рисунок 8). Такой характер изнашивания свидетельствует о существовании этапа приработки, после которого износ покрытия практически прекращается.

Следует отметить, что показанная на рисунке 8 зависимость не совсем правильно отражает закон изнашивания покрытия, так как при уменьшении толщины покрытия, с одной стороны, уменьшается интенсивность рефлексов его фаз, с другой — уменьшается поглощение отраженного от подложки рентгеновского излучения, что приводит к возрастанию интенсивности отражений от подложки. Тем не менее, определяя таким образом соотношение интегральных интенсивностей, можно достоверно судить о характере изнашивания покрытия.

Исследование процесса трения образца титана с покрытием AlN в паре с алмазом не выявило заметного изнашивания покрытия. Объяснение этому факту может быть дано исходя из предположения о том, что трение алмаза по твердому нитриду алюминия осуществляется с низким коэффициентом трения. Также это может быть связано с низким давлением в пятне контакта. Анализ фазового состава покрытия показал, что при плазменно-ассистированном напылении покрытия AlN образуются две фазы данного соединения — гексагональная и кубическая.

Заключение. В работе приведены результаты исследований трибологических свойств ионно-плазменных покрытий, нанесенных на металлические материалы. Рассмотрены различные

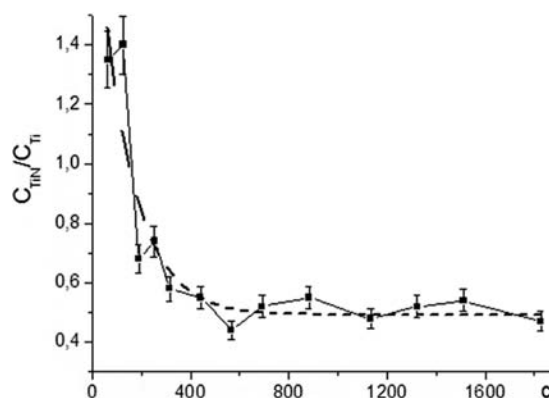


Рисунок 8 — Отношение объемной концентрации фазы TiN(Cu) к объемной концентрации фазы титана в процессе изнашивания

способы их нанесения. Показано, что азотирование стали 40X, предшествующее нанесению ионно-плазменных покрытий, привело к снижению износостойкости покрытий, которое обусловлено снижением твердости подложки из-за нагрева при азотировании. Приложение отрицательного смещения к подложке позволяет повысить адгезионную прочность покрытий и предотвратить их хрупкое разрушение. При исследовании процесса изнашивания покрытий TiAlN установлена взаимосвязь между энергией акустической эмиссии и характером изнашивания покрытий, полученных методом плазменно-ассистированного дугового напыления с нулевым и отрицательным напряжением смещения на подложке. Методом рентгеноструктурного анализа с применением синхротронного излучения установлен характер изнашивания твердого покрытия TiN(Cu), который подчиняется экспоненциальному закону.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований государственных академий наук на 2013–2020 год при частичном финансировании Программы повышения конкурентоспособности Национального исследовательского Томского политехнического университета.

Список литературы

1. Surface Hardening of Steels / ed. J.R. Davis. — Ohio: ASM International, Materials Park, 2002. — 319 p.
2. Raymond, G. Bayer. Mechanical Wear. Fundamentals and Testing: 2nd edition, revised and expanded / G. Raymond. — Marcel Dekker Inc., 2004. — 395 p.
3. Evaluation of the wear and abrasion resistance of hard coatings by ball-on-three-disk test methods — A case study / J.M. Fildes [et al.] // Wear. — 2013. — Vol. 302, Is. 1–2. — Pp. 1040–1049.
4. A study of the wear mechanisms of $Ti_{1-x}Al_xN$ and $Ti_{1-x-y}Al_xCr_yN$ coated high-speed steel twist drills under dry machining conditions / S.G. Harris [et al.] // Wear. — 2003. — 254. — Pp. 723–734.
5. Holmberg, K. Tribological properties of metallic and ceramic coatings / K. Holmberg, A. Matthews // Modern Tribology Handbook. B. Bhushan, ed. — New York: CRC Press, 2001. — Pp. 827–870.
6. Erdemir, A. Tribology of diamond and diamond-like carbon films: an overview / A. Erdemir, C. Donnet // Wear — Materials, Mechanisms and Practice. Stachowiak, G.W., ed., Tribology in Practice Series. — Chichester: John Wiley & Sons, 2005. — Pp. 191–222.

7. Рубцов, В.Е. Пластическая деформация и квазипериодические колебания в трибологической системе / В.Е. Рубцов, А.В. Колубаев // Журнал технической физики. — 2004. — Т. 74, № 11. — С. 63–69.
8. Сверхтвердые нанокристаллические покрытия / А.Д. Коротаев [и др.] // Физическая мезомеханика. — 2004. — Т. 7, № 52. — С. 3–7.
9. Белый, А.В. Сдвиговая пластическая деформация и износостойкость ионно-модифицированных материалов с твердыми слоями / А.В. Белый [и др.] // Физическая мезомеханика. — 2002. — Т. 5, № 1. — С. 51–57.
10. Рубцов, В.Е. Моделирование сдвиговой пластической деформации в приповерхностных слоях материалов с градиентом физико-механических свойств при трении скольжения / В.Е. Рубцов [и др.] // Физическая мезомеханика. — 2003. — Т. 6, № 3. — С. 57–61.

KOLUBAEV Alexander V., D. Sc. in Phys. and Math., Prof.

Head of Laboratory of Surface Hardening Physics¹

E-mail: kav@ispms.tsc.ru

KOLUBAEV Evgeny A., D. Sc. in Eng.

Head of Laboratory for Quality Control of Materials and Structures¹, Deputy Director for Development²

BUROV Sergey V., Ph. D. in Eng

Senior Researcher³

RUBTSOV Valery E., Ph. D. in Phys. and Math.

Senior Researcher¹

SIZOVA Olga V., D. Sc. in Eng., Prof.

Chief Researcher¹

GONCHARENKO Igor M., Ph. D. in Eng.

Senior Researcher⁴

¹Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk, Russia

²Institute of High-Tech Physics, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

³Institute of Engineering Science of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, Russia

⁴Institute of High Current Electronics of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk, Russia

Received 13 June 2017.

THE STRUCTURE EVOLUTION OF ION-PLASMA COATINGS UNDER SLIDING FRICTION

The regularities of wear and fracture of 40Cr steel, titanium and hard alloy specimens with hard coatings obtained by plasma-assisted sputtering arc were investigated. It is shown that ion-plasma coating deposition depends on the parameters of the coating deposition process, preliminary hardening of the substrate material and the composition of the cathodes for electric arc evaporator. Friction tests revealed a fundamentally different wear character of coatings obtained without and under negative offset voltage on the substrate. The kinetics of wear of coatings was investigated by the methods of acoustic emission and X-ray analysis.

Keywords: ion-plasma coatings, sliding friction, wear, acoustic emission, X-ray analysis

References

1. Davis J.R. *Surface Hardening of Steels*. Ohio, ASM International, Materials Park, 2002. 319 p.
2. Bayer Raymond G. *Mechanical Wear. Fundamentals and Testing*. Marcel Dekker, Inc. 2004, 395 p.
3. Fildes J.M., Meyers S.J., Mulligan C.P., Kilaparti R. Evaluation of the wear and abrasion resistance of hard coatings by ball-on-three-disk test methods — A case study. *Wear*, 2013, vol. 302, no. 1–2, pp. 1040–1049.
4. Harris S.G., Doyle E.D., Vlasveld A.C., J. Audy, Quick D. A study of the wear mechanisms of $Ti_{1-x}Al_xN$ and $Ti_{1-x}Al_xCr_yN$ coated high-speed steel twist drills under dry machining conditions. *Wear*, 2003, vol. 254, pp. 723–734.
5. Holmberg K., Matthews A. *Tribological properties of metallic and ceramic coatings. Modern Tribology Handbook*, New York, CRC Press, 2001, pp. 827–870.
6. Erdemir A., Donnet C. *Tribology of diamond and diamond-like carbon films: an overview. Wear — Materials, Mechanisms and Practice*, Chichester, John Wiley & Sons, 2005, pp. 191–222.
7. Rubtsov V.E., Kolubaev A.V. Пластическая деформация и квазипериодические колебания в трибологической системе. [Plastic deformation and quasi-periodic vibrations in a tribological system]. *Zhurnal tehnichej fiziki* [The Russian Journal of Applied Physics], 2004, vol. 49, no. 11, pp. 1457–1463.
8. Korotaev A.D., Tyumentsev A.N., Pinzhin Yu.P., Ovchinnikov S.V., Koval N.N., Goncharenko I.M. Sverhtverdye nanokristallicheskie pokrytija [Superhard nanocrystalline coatings]. *Fizicheskaja mezomehanika* [Physical mesomechanics], 2004, vol. 7, no. 52, pp. 3–7.
9. Byeli A.V., Kukareko V.A., Rubtsov V.E., Kolubaev A.V. Sdvigovaja plasticheskaja deformacija i iznosostojkost' ionnomodificirovannyh materialov s tverdymi slojami [High-current density ion implantation and its influence on shear deformation and wear resistance of materials]. *Fizicheskaja mezomehanika* [Physical Mesomechanics], 2002, vol. 5, no. 1, pp. 51–57.
10. Rubtsov V.E., Kolubaev A.V., Byeli A.V., Kukareko V.A. Modelirovanie sdvigovoj plasticheskij deformacii v pripoverhnostnyh slojah materialov s gradientom fiziko-mehaničeskijh svojstv pri trenii skolženija [Simulation of shear plastic deformation in subsurface layers of materials with gradient of physical-mechanical properties in sliding friction]. *Fizicheskaja mezomehanika* [Physical Mesomechanics], 2003, vol. 6, no. 3, pp. 57–61.