

ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ PVD-ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДА

Кононов Д.М., Жданов А.В., Королев А.Н.

Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых, Владимир

Владимир, Россия (600000, г. Владимир, ул. Горького, 87), tms@vlsu.ru

НПФ «Элан-Практик», Дзержинск

Дзержинск, Россия (606032, Нижегородская область, г. Дзержинск, ул. Бултерова, 51), tms@vlsu.ru

В статье представлены результаты экспериментов по изучению физико-механических свойств наноструктурированных композитных антифрикционных PVD-покрытий на основе углерода, полученных методом магнетронного распыления. Испытания проводились с помощью индентирования, скратч-тестирования и трибоиспытаний на оборудовании фирмы CSM (Швейцария). В статье приводится методика проведения экспериментов и сравниваются результаты для трех наноструктурированных покрытий (AlSiCr)C:H; (AlSiTi)C:H и CrN/CNx. В ходе исследований показано, что исследуемые покрытия имеют физико-механические свойства, уступающие свойствам традиционных покрытий по модулю упругости и твердости, однако, обладают высокими трибометрическими характеристиками и низким коэффициентом трения от 0,02 до 0,06 у покрытий на основе C:H. Даются рекомендации по использованию данных покрытий на практике для пар трения и исполнительных механизмов с фрикционным характером зацеплений.

Ключевые слова: PVD-покрытия, наноструктурированные покрытия, экспериментальные исследования, физико-механические свойства, скратч-тестирование, индентирование, трибоиспытания.

STUDY OF PROPERTIES OF NANOSTRUCTURED PVD-COATINGS BASED ON CARBON

Kononov D.M., Zhdanov A.V., Korolev A.N.

Vladimir State University named after Alexander and Nikolay Stoletovs, Vladimir

Vladimir, Russia (600000, Vladimir, Gorky street, 87), tms@vlsu.ru

Elan-Praktik, Dzerzhinsk

Dzerzhinsk, Russia (606032, Nizhny Novgorod region, Dzerzhinsk, Butlerov street, 51), tms@vlsu.ru

In article results of experiments on learning of physical and mechanical properties of nanostructured composite antifrictional PVD-coatings on the basis of the carbon, received by a method magnetron pulverizations are presented. Tests were led by means of dimpling, scratch-testing and tribo-testing on the equipment firms CSM (Switzerland). In article the technique of carrying out of experiments is resulted, and results for three nanostructured coatings are compared: (AlSiCr) C:H, (AlSiTi) C:H and CrN/CNx. It is shown that researched coatings physical and mechanical properties have the physical and mechanical properties conceding to properties of traditional coverings on elastic modulus and hardness, however possess high tribo characteristics and low friction coefficient from 0,02 to 0,06 at coatings on the basis of C:H. Usage considerations of the given coatings in practice for pairs of a friction and executive mechanisms with frictional character of linkages are given.

Key words: PVD-coatings, nanostructured coatings, experimental studies, physical and mechanical properties, scratch testing, indentation, tribotests.

Наноструктурированные покрытия на основе углерода представляют особый интерес в плане практического использования в инструментах для высокоскоростной обработки, в парах трения исполнительных механизмов и подвижных опор, в эндопротезах и изделиях медицинской техники [1]. В литературе встречаются противоречивые сведения о физико-механических характеристиках таких покрытий, что делает невозможным их полноценное промышленное использование в готовых изделиях [1-5], поэтому экспериментальные исследования таких покрытий с использованием зарубежных стандартов являются актуальными и практически значимыми. Свойства, структуру и адгезию PVD-покрытий определяет целый ряд факторов: степень ионизации,

скорости и плотности потока напыляемых частиц, оптимизация температуры нанесения покрытий, применение ионной очистки подложки, ускоряющих напряжений, смещения и др. Само по себе наличие в составе покрытия твердого химического элемента (углерода С) не может являться гарантией повышения износостойкости. Различные режимы нанесения, конфигурация технологической оснастки, проведение предварительного ионного травления или легирования и многие другие особенности определяют структуру самих покрытий и строение межфазной границы «покрытие-подложка» и свойства покрытий.

Для сравнительных экспериментов были использованы наноструктурированные покрытия на основе углерода $(AlSiCr)C:H$; $(AlSiTi)C:H$; CrN/CNx , полученные НПФ «Элан-Практик» (г. Дзержинск), нанесенные на диск ($\varnothing 20 \times 5$ мм) из стали 40 X. Экспериментальные исследования проводились на оборудовании CSM (Швейцария) методами индентирования, скратч-тестирования и трибоиспытания. Ниже приводятся основные результаты.

Испытания по индентированию проводились на наноиндентометре «CSM Микро скратч-тестер» с применением алмазного индентора Виккерса. Испытания проходили по следующей методике: 1) закрепление испытуемого образца на приборе; 2) задание основных настроек режима индентирования; 3) проведение индентирования; 4) получение фотографий следа индентирования; 5) анализ результатов. Эксперименты проводились при различных уровнях нагрузки для каждого образца от 50 до 100 мН. Приложение нагрузки осуществлялось до определенного уровня (50 мН), далее выполнялась выдержка в течение ограниченного периода времени при этом уровне нагрузки и разгрузка (рис.1). Для каждого образца выполнялась серия испытаний с целью определения следующих параметров: инденторная твердость (Hit), твердость по Виккерсу (HV), приведенный модуль упругости (E^*), инденторный модуль упругости (Eit). Программное обеспечение позволило в автоматическом режиме обрабатывать результаты и строить по методике Оливера – Фарра диаграммы «нагрузка – глубина проникновения». Количественная оценка исследуемых покрытий проводилась на основе этих кривых (рис. 1) и отпечатков индентирования. На рис. 2 представлен пример отпечатка размером 3×3 мкм, в табл.1 приведены средние значения физико-механических характеристик для исследуемых образцов.

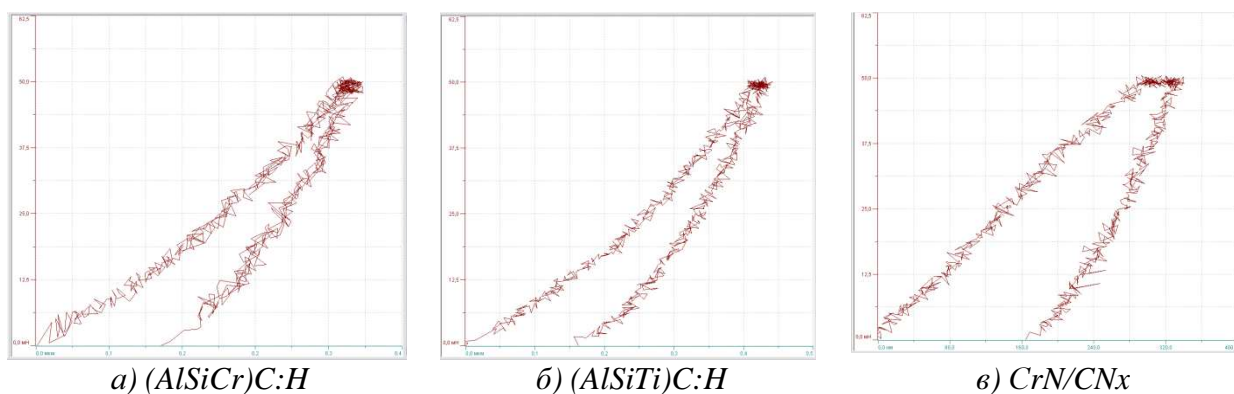


Рис. 1. Кривые индентирования при максимальной нагрузке 50мН

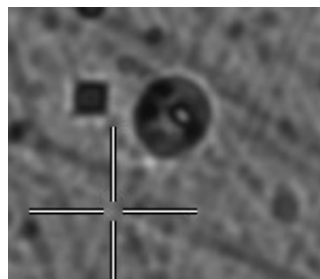


Рис. 2. Отпечаток следа индентирования (x50)

Таблица 1. Результаты измерений по индентированию

| Покрытие | Физико-механические характеристики | | | |
|---------------|------------------------------------|----------------|-------------|--------|
| | H_{it} , ГПа | E_{it} , ГПа | E^* , ГПа | HV |
| $(AlSiCr)C:H$ | 23.94 | 221.62 | 243.5 | 2263.3 |
| $(AlSiTi)C:H$ | 19.12 | 145.70 | 160.4 | 1802.8 |
| CrN/CN_x | 22.27 | 283.04 | 311.0 | 2102.4 |

Испытания по методу скратч-тестирования проводились на наноиндентометре «CSM Микро скратч-тестер» с применением алмазного индентора Роквелла и линейного царапания. По результатам делается вывод о критической нагрузке, при которой покрытие начинает откалываться от подложки. Испытания проходили по следующей методике: 1) закрепление испытуемого образца на приборе; 2) предварительное сканирование поверхности и определение ее профиля; 3) задание параметров скратч-тестирования в настройках; 4) проведение скратч-теста; 5) построение панорамного снимка следа царапины; 6) анализ результатов. Программное позволило в автоматическом режиме обрабатывать полученные диаграммы «нагрузка – глубина проникновения – сигнал акустической эмиссии». Параметры скратч-тестирования были одинаковыми для всех образцов: начальная нагрузка 0,1 Н, конечная нагрузка – 15 Н; скорость нагрузки – 8.94 Н/мин; сканирующая нагрузка – 0,03 Н; скорость сканирующей нагрузки – 2 мм/мин; длина измерения – 5 мм; радиус индентора – 100 мкм. На рис. 3 представлены результаты скратч-тестирования. Числовые значения скратч-тестов показаны в табл. 2.

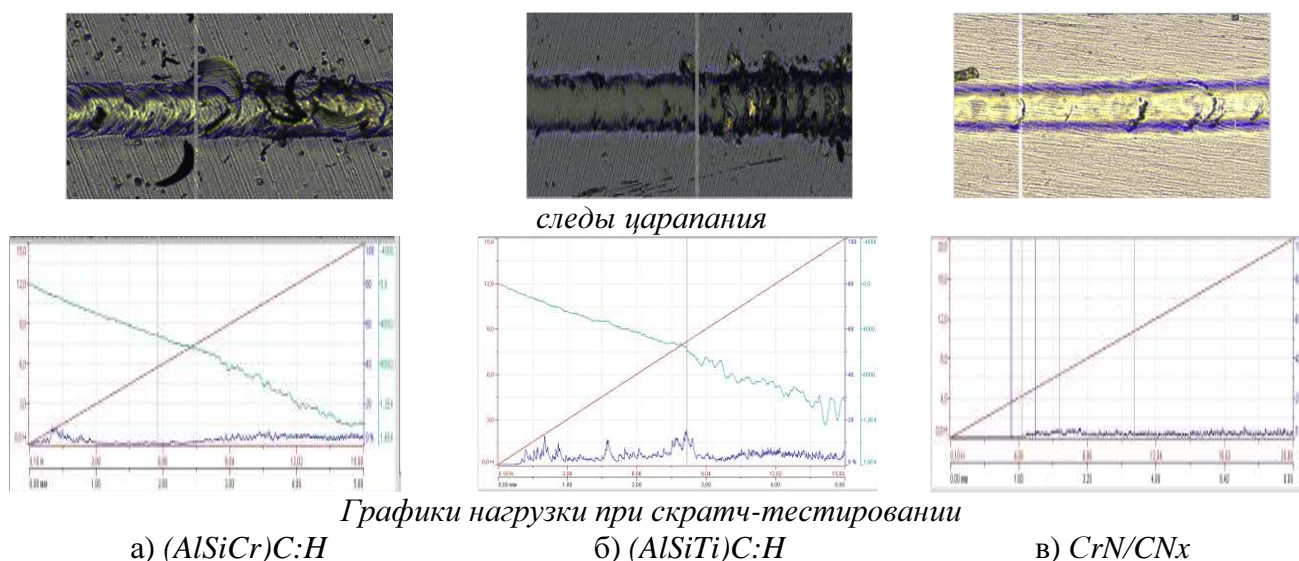


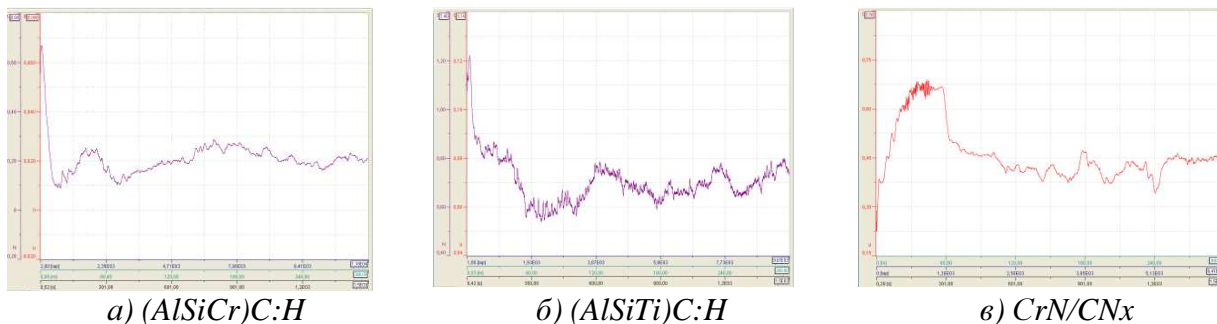
Рис. 3. Результаты скратч-тестирования

Таблица 2. Результаты скратч-тестирования и трибометирования

| № опыта | Нагрузка, при которой образуется первый скол, Н | Значение коэффициента трения |
|---------------|---|------------------------------|
| $(AlSiCr)C:H$ | 5,83 | 0.02 |
| $(AlSiTi)C:H$ | 6,64 | 0.06 |
| CrN/CN_x | 3,85 | 0.46 |

Испытания по трибологии проводились по следующей методике: 1) закрепление испытуемого образца на подвижном столике; 2) наладка подвижной штанги и закрепление на ней вращающегося шарика-индентора; 3) установка параметров испытания (материал, скорость движения образца, усилие прижатия шарика, температура окружающей среды, время испытания и т.д.); 4) проведение испытаний; 5) получение графиков нагрузки,

глубины истирания и коэффициента трения; б) исследование дорожки износа и анализ полученных результатов. Испытания всех трех покрытий проходили при следующих одинаковых параметрах: диаметр дорожки – 11 мм, нагрузка на образец – 10 Н, скорость образца – 20 см/сек, пройденный путь – 300 м, материал контртела – сталь ШХ 15, геометрия контртела – шар диаметром 6 мм. Графики изменения коэффициента трения для исследуемых покрытий представлены на рис. 4, средние значения коэффициента трения – в табл.2.



а) $(AlSiCr)C:H$

б) $(AlSiTi)C:H$

в) CrN/CNx

Рис.4. Графики изменения коэффициента трения, полученные в результате трибологических испытаний

Анализ экспериментальных результатов показывает, что твердость исследуемых покрытий не высока, составляет от 1802 до 2263 единиц по шкале HV , и уступает известным покрытиям, даже не содержащим углерод (например, традиционные покрытия TiN – 2900, $TiAlN$ – 3200). Модуль упругости у исследуемых покрытий составляет невысокие значения: $(AlSiCr)C:H$ – 243.5 ГПа, $(AlSiTi)C:H$ – 160.4 ГПа, CrN/CNx – 311.0 ГПа (для сравнения: TiN – 361 ГПа, $TiAlN$ – 650 ГПа). Для исследуемых углеродосодержащих покрытий выявлена хорошая адгезия. Наилучшая адгезия наблюдается у исследуемых покрытий на основе $C:H$. Так у покрытия $(AlSiCr)C:H$ нагрузка, при которой образуется первый скол выше, чем у покрытия CrN/CNx в 1,51 раза, а для покрытия $(AlSiTi)C:H$ – в 1,72 раза. Проведенные трибологические испытания обнаружили низкие значения коэффициента трения для покрытий на основе $C:H$. Так для покрытия $(AlSiCr)C:H$ коэффициент трения – 0,02, а для $(AlSiTi)C:H$ – 0,06 (для сравнения TiN , $TiAlN$ на порядок больше). Именно низкие значения коэффициентов трения позволяют предложить использовать покрытия $(AlSiCr)C:H$ $(AlSiTi)C:H$ в трущихся парах трения и исполнительных механизмах.

Список литературы

1. Левашов Е.А. Обеспечение единства измерений физико-механических и трибологических свойств наноструктурированных поверхностей // URL: http://www.galvanicworld.com/netcat_files/899/750/h_9e07867a656af04723527438d4d9c9c5.
2. Лунёв В.М., Немашкало О.В. Адгезионные характеристики покрытий и методы их измерения // ФИП ФИП PSE, 2010. Т. 8, № 1. С.64-71.
3. Морозов В.В., Сыроев Э.П. Нанотехнологии в керамике: монография: В 2 ч. Ч.2. Нанопленки, нанопокрyтия, наномембраны, нанотрубки, наностержни, нановолокна / Владим. гос.ун-т. Владимир: Изд-во Владим. гос.ун-та, 2011. 167 с.
4. Сутягин В.В., Сайкин С.А. Повышение ресурса концевой инструмента за счет применения нанокompозитных PVD-покрытий при обработке титановых сплавов в авиастроении // Упрочняющие технологии и покрытия. 2008. №5. С.41-44.
5. Veprek S., Veprek-Heijman M.G.J, Karvankova P., Prochazka J. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites. Thin Solid Films 2005;476. P.1-29.

Рецензенты:

Гоц А.Н., д.т.н., профессор, профессор кафедры тепловых двигателей и энергетических установок ФГБОУ ВПО «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых», г. Владимир.

Кульчицкий А.Р., д.т.н., профессор, заместитель главного конструктора по испытаниям ООО «ВМТЗ», г. Владимир.