– НАДЕЖНОСТЬ, ПРОЧНОСТЬ, ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ — МАШИН И КОНСТРУКЦИЙ

УДК 621.891

АНТИФРИКЦИОННЫЕ СВОЙСТВА АЛМАЗОПОДОБНОГО ПОКРЫТИЯ И НИТРИДА ТИТАНА В МОДЕЛЬНЫХ СМАЗОЧНЫХ СРЕДАХ

© 2020 г. И. А. Буяновский^{1,*}, В. Д. Самусенко¹, В. А. Левченко²

¹ Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия ² Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия *e-mail: buyan37@mail.ru

> Поступила в редакцию 27.01.2020 г. Принята к публикации 27.03.2020 г.

В статье исследовались антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия, нитрида титана, используемого в качестве промежуточного слоя для улучшения адгезии. Проведены измерения физико-механических свойств, оценены их трибологические свойства в инактивной смазочной среде, а также в смазочных средах с присадками — поверхностно активной и химически активной. Исследуемое алмазоподобное покрытие повышает износостойкость поверхности и позволяет значительно снизить коэффициент трения, при этом смазочная среда не оказывает существенного влияния на антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия.

Ключевые слова: DLC, алмазоподобные покрытия, нитрид титана, антифрикционные свойства, коэффициент трения, износ, присадки

DOI: 10.31857/S0235711920040057

Нанесение наноструктурированных углеродных покрытий на рабочие поверхности стальных деталей узлов трения, функционирующих в режиме граничной смазки, повышает антифрикционные и противоизносные характеристики смазочных сред столь же эффективно, как введение в эти среды известных трибологически активных присадок [1]. Алмазоподобные покрытия (DLC) позволяют расширить температурный диапазон работоспособности смазочных сред, заметно снизить коэффициент трения и/или уменьшить содержание трибологически активных присадок в смазочных маслах. Поэтому применение алмазоподобных покрытий можно рассматривать как ключ к повышению эффективности смазочных материалов различного назначения [2]. Серьезным недостатком таких покрытий являются высокие внутренние напряжения в слое покрытия [3], что предопределяет относительно невысокий уровень их адгезии к стальной подложке. Так, адгезия покрытия к подложке в ряде случаев была недостаточной (в отдельных случаях наблюдалось отслаивание покрытия); противоизносные свойства покрытия при высоких контактных давлениях не отвечали требованиям, предъявляемым к деталям тяжелонагруженных узлов трения. Устранение этого недостатка можно выполнить путем применения многослойных покрытий, внутренний слой которых обеспечивает требуемый уровень адгезии покрытия к подложке, а поверх него наносится тонкий слой алмазоподобного покрытия [4]. Проведенный анализ показал, что покрытия, обеспечивающие адгезию двухслойного покрытия к подложке должны обладать высокой твердостью и износостойкостью, а также удовлетворительной коррозионной стойкостью и быть работоспособными в широком интервале рабочих температур. Одним из таких вариантов промежуточного покрытия

является алюмонитрид титана, применяемый в качестве покрытия для металлорежущего инструмента. Данные трибологических исследований алюмонитрида титана как промежуточного слоя приведены в работе [5]. В качестве альтернативного варианта промежуточного покрытия для улучшения адгезии возможно использование нитрида титана TiN [6]. Нитрид титана, как и алюмонитрид титана, применяется в качестве покрытия металлорежущего инструмента. Его максимальная рабочая температура составляет 600°С.

Нанесение покрытий на поверхность металла может существенно изменять механизм взаимодействия поверхностей трения с активными компонентами смазочного материала [7, 8], поэтому представляет интерес уровень влияния исследуемых покрытий на трибологические свойства узла трения.

Целью настоящей статьи является выявление влияния подложки нитрида титана на антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия при трении в характерных смазочных средах.

Материалы и методы. В настоящей статье исследовались антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия с промежуточным слоем нитрида титана TiN+DLC для улучшения адгезии к подложке, а также покрытие нитрид титана TiN в отдельности. Толщина покрытия TiN+DLC составляет приблизительно 1.4 мкм, из которой на долю алмазоподобного покрытия приходится примерно 0.4 мкм.

В качестве образцов для нанесения покрытий использовались цилиндрические ролики 8 × 8 мм из стали 100Сгб (аналог стали ШХ-15). Испытания проводили на образцах без покрытия, с покрытием нитрида титана (TiN), и алмазоподобным покрытием с промежуточным слоем нитрида титана (TiN+DLC).

Исследуемые покрытия наносились на цилиндрические поверхности роликов методом вакуумно-дугового осаждения (PVD-технология), то есть физический метод нанесения покрытий в вакууме, с помощью конденсации на подложку материала из плазменных потоков, возникающих на катоде-мишени в катодном пятне вакуумной дуги. Для нанесения покрытия из нитрида титана использовались мишени титана с чистотой 99.99.

Обрабатываемые ролики помещали в вакуумную камеру установки, оснащенную электродуговыми испарителями и нагревателем, затем проводили очистку обрабатываемой поверхности роликов в два этапа, на первом – в тлеющем разряде при бесконтактном нагреве поверхности нагревателем до 100° С, на втором – проводили ионную очистку электродуговым испарителем в среде аргона (при нагреве поверхности до $300-350^{\circ}$ С). После этого наносили однослойное покрытие нитрида титана толщиной 1 мкм. Поверх нанесенных на цилиндрические поверхности роликов слоев нитрида титана наносили углеродное покрытие толщиной 0.3, ..., 0.5 мкм. Это осуществлялось путем импульсной конденсации углеродной плазмы в сочетании с дополнительным облучением ионами Ar^+ . Во время прохождения этого процесса растущая пленка углерода имеет энергию 150 эВ, что соответствует максимальному поперечному сечению для нейтрализации ионов аргона на углеродных цепочечных кластерах. Плотность электронных состояний в валентной зоне соответствует расчетному спектру линейных углеродных цепочек с кумулированными связями.

Измерение нанотвердости и модуля упругости покрытий выполнялось на НаноСкан-4D. Твердость измерялась в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 8.748-2011. Индентор — пирамидальный трехгранный алмазный наконечник Берковича. Время нагружения и разгружения 10 с. Результаты проведенных измерений характеристик поверхности образцов приведены в табл. 1.

Трибологические испытания проводились на лабораторной установке КТ-2 по схеме трения "вращающийся шар – три ролика" [9]. В качестве образцов для испытаний, использовали стандартные шарики диаметром 12.7 мм из стали ШХ-15, и ролики диаметром 8 мм, на цилиндрическую поверхность которых нанесены исследуемые по-

Характеристика	Образцы				
Ларактеристика	Сталь	TiN	TiN+DLC		
Твердость Н при нагрузке 10 мН, ГПа	9.4 ± 1.5	22 ± 7	49 ± 13		
Модуль упругости Е, ГПа	250 ± 31	400 ± 100	530 ± 110		
Средняя шероховатость Ra, нм	86	89	31		

T-6	1 V.					· - C	
таолина	1. Aa	ракте	ристика	повет	эхностег	1 00	разнов

крытия. Шпиндель машины с зажатым в нем шариком под нагрузкой 108 Н прижимается к цилиндрическим поверхностям роликов сложенных равносторонним треугольником, которые установлены в оправке в плоскости, перпендикулярной оси шпинделя. Частота вращения шпинделя с шаром составляет 1 мин⁻¹. Продолжительность испытания каждого комплекта образцов 60 мин. В процессе исследования регистрируются значения момента трения, оцениваемые по углу закручивания торсионного динамометра. Результаты испытаний представлены в виде графика зависимостей коэффициента трения от продолжительности испытаний (рис. 1).



Рис. 1. Зависимость коэффициента трения от продолжительности испытаний в смазочной среде ПАО-4 (а), ПАО-4+1%ОК (б), ПАО-4+2%ДФ-11 пар трения: *1* – сталь–сталь; *2* – сталь–TiN; *3* – сталь–TiN+DLC.



Рис. 2. Микрофотографии поверхностей трения при испытаниях без покрытия в смазочных средах: (а) – ПАО-4; (б) – ПАО-4+1% ОК; (в) – ПАО-4+2% ДФ-11.

На графиках приведены средние значения коэффициента трения, полученные по результатам трех повторных испытаний. После окончания каждого испытания фото-графировались пятна износа.

Испытания образцов проводили в инактивной среде — полиальфаолефиновое масло ПАО-4 ($v_{100} = 4 \text{ мм}^2/\text{c}$), поверхностно активной среде — ПАО-4 с добавлением 1% олеиновой кислоты (ПАО-4+1%ОК) и химически активной среде — ПАО-4 с добавлением 2% присадки ДФ-11 (ПАО-4+2%ДФ-11).

Результаты и их обсуждение. Микрофотографии пятен износа с разным увеличением приведены на рис. 2–4. Для сравнения приведены результаты испытаний сталь по стали в исследуемых смазочных средах.

В среде масла ПАО-4 (рис. 1а) коэффициент трения пары трения сталь—сталь увеличивается с 0.2 до 0.5 в течение первых 10 минут испытаний, затем постепенно уменьшается до 0.45. При испытании покрытия TiN в ПАО-4 коэффициент трения увеличивается в первые пять минут испытаний с 0.17 до 0.21, после чего продолжается постепенный рост до 0.29 к окончанию испытаний, что, по-видимому, связано с постепенным повреждением и разрушением покрытия; на микрофотографиях поверхности (рис. 3а) видны следы пластической деформации покрытия. Коэффициент трения при испытании покрытия TiN+DLC на этапе приработки уменьшается с 0.14 до 0.11 и в дальнейшем остается в диапазоне 0.1–0.11 до конца испытания.

При испытании образцов в поверхностно активной смазочной среде ПАО-4+1%OK (рис. 16) коэффициенты трения пар сталь по стали и сталь по нитриду титана близки по значениям практически на всем протяжении испытаний и составляют примерно 0.16. Основная разница на начальном этапе трения, когда поверхности прирабатываются, для пары трения сталь–сталь коэффициент трения уменьшается с 0.17 до 0.16 в начале испытаний, а для пары сталь–ТіN наоборот увеличивается с 0.14 до 0.16. При трении стали по двухслойному покрытию TiN+DLC коэффициент трения уменьшается в начале с 0.125 до 0.1 и остается до конца испытания приблизительно равным 0.1.



Рис. 3. Микрофотографии поверхностей трения при испытаниях покрытия TiN в смазочных средах: (а) – ПАО-4; (б) – ПАО-4+1% ОК; (в) – ПАО-4+2% ДФ-11.



Рис. 4. Микрофотографии поверхностей трения при испытаниях покрытия TiN-DLC в смазочных средах: (а) – ПАО-4; (б) – ПАО-4+1% ОК; (в) – ПАО-4+2% ДФ-11.

В смазочной среде с химически активной присадкой ПАО-4+2%ДФ-11 (рис. 1в) зависимости коэффициента трения от продолжительности испытаний для пар трения сталь–сталь и сталь–ТіN тоже близки, как и в случае с поверхностно активной средой. На начальном этапе коэффициент трения пары сталь–сталь увеличивается с 0.18 до 0.27, а пары трения сталь–ТiN с 0.14 до 0.28, а затем в обоих случаях постепенно уменьшается до 0.25 к концу испытаний. В случае с двухслойным покрытием TiN+DLC коэффициент трения существенно ниже по сравнению с другими парами трения, на начальном этапе он уменьшается с 0.14 до 0.12 и остается на этом уровне до конца испытаний.

Следует отметить, что при испытаниях образцов без покрытия и с покрытием TiN в смазочных средах с поверхностно активной и химически активной присадками коэффициент трения при установившемся режиме трения имеет близкие значения, что может говорить о доминирующем влиянии присадок на антифрикционные свойства и схожих по своим свойствам граничных слоях, образующихся на поверхностях трения.

Как видно из приведенных микрофотографий пятен износа (рис. 2–4) покрытия позволяют существенно уменьшить износ поверхности образцов. В смазочных средах разрушение покрытий не происходит, хотя на образцах видны следы повреждения покрытия. Повреждения поверхности образцов с покрытием TiN+DLC (рис. 4) меньше чем с покрытием TiN, видно, что произошел износ поверхности, но нет сильных повреждений, по всей видимости, износился только верхний слой алмазоподобного покрытия. На микрофотографиях пятен износа образца с покрытием TiN в смазочной среде ПАО-4 (рис. 3а) видны следы пластической деформации поверхности в зоне трения.

Заключение. Исследованные покрытия TiN и TiN+DLC обладают хорошей адгезией к поверхности и предотвращают сильное повреждение поверхности от изнашивания.

В смазочных средах с поверхностно активной и химически активной присадками при установившемся режиме трения антифрикционные свойства покрытия TiN аналогичны по значениям коэффициента трения антифрикционным свойствам стали, что говорит об образовании на поверхностях трения схожих по своим свойствам граничных слоев.

Наибольший эффект снижения коэффициента трения во всех испытанных смазочных средах получен при испытаниях покрытия TiN+DLC. Смазочная среда в случае с этим покрытием оказывает незначительное влияние на антифрикционные свойства покрытия, во всех испытанных смазочных средах имеется одинаковый характер изменения коэффициента трения со временем — на начальном этапе он снижается, а затем, достигнув определенного значения, остается постоянным до конца испытания. Выделяются результаты с испытанием в смазочной среде с химически активной присадкой за счет несколько большего коэффициента трения при установившемся режиме, что, по-видимому, является следствием влияния промежуточного слоя нитрида титана, так как подобного эффекта не было замечено при испытаниях алмазоподобного покрытия с промежуточным слоем алюмонитрида титана [5]. Таким образом, фактором, обеспечивающим хорошие антифрикционные свойства исследуемым смазочным средам, является углеродное покрытие, причем в этом случае наличие в смазочном материале трибологически активных присадок практически не влияет на коэффициент трения. Иначе говоря, антифрикционные эффекты от трибологически активных присадок и от исследуемого алмазоподобного покрытия не суммируются.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

^{1.} Буяновский И.А., Большаков А.Н., Левченко В.А., Матвеенко В.Н. Влияние смазочных масел на трение стали по композиционному покрытию керамика + монокристаллический углерод // Трение и износ. 2014. Т. 35. № 2. С. 173.

- Tyagi A., Walia R.S., Murtaza Q. et al. A critical review of diamond like carbon coating for wear resistance applications // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2019. T. 78. C. 107.
- 3. Wang M. et al. Characterization of metal-containing amorphous hydrogenated carbon films // Journal of materials research. 1992. T. 7. № 3. C. 667.
- 4. *Deng J., Braun M.* DLC multilayer coatings for wear protection // Diamond and related materials. 1995. T. 4. № 7. C. 936.
- 5. Левченко В.А., Буяновский И.А., Самусенко В.Д. и др. Антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия и алюмонитрида титана в модельных смазочных средах // Трение и износ. 2019. Т. 40. № 6. С. 706.
- 6. *Voevodin A.A. et al.* Multilayer composite ceramic metal-DLC coatings for sliding wear applications // Tribology international. 1996. T. 29. № 7. C. 559.
- Podgornik B., Sedlaček M., Vižintin J. Compatibility of DLC coatings with formulated oils // Tribology International. 2008. T. 41. № 6. C. 564.
- 8. *Haque T., Morina A., Neville A. et al.* Effect of oil additives on the durability of hydrogenated DLC coating under boundary lubrication conditions // Wear. 2009. T. 266. № 1–2. C. 147.
- Смазочные материалы: Антифрикционные и противоизносные свойства. Методы испытаний: Справочник / Под. ред. Матвеевский Р.М., Лашхи В.Л., Буяновский И.А. и др. М.: Машиностроение, 1989. 224 с.