

# УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ

№ 2 (74)  
февраль  
2011

Издается с января 2005 г.

**Главный редактор**

д-р техн. наук,  
Ю.В. ПАНФИЛОВ

**Председатель редакционного  
совета**

д-р техн. наук, заслуженный  
деятель науки и техники РФ  
В.Ф. БЕЗЪЯЗЫЧНЫЙ

**Заместитель главного  
редактора:**

д-р физ.-мат. наук  
В.Ю. ФОМИНСКИЙ

**Заместители председателя  
редакционного совета:**

д-р техн. наук  
В.Ю. БЛЮМЕНШТЕЙН

д-р техн. наук  
А.В. КИРИЧЕК

д-р техн. наук  
О.В. ЧУДИНА

**Редакционный совет:**

Ю.П. АНКУДИМОВ

А.П. БАБИЧЕВ

В.П. БАЛКОВ

В.М. БАШКОВ

А.И. БЕЛИКОВ

С.Н. ГРИГОРЬЕВ

В.А. ЗЕМСКОВ

С.А. КЛИМЕНКО

В.А. ЛАШКО

В.А. ЛЕБЕДЕВ

В.В. ЛЮБИМОВ

Ф.И. ПАНТЕЛЕЕНКО

Х.М. РАХИМЯНОВ

Б.П. САУШКИН

В.П. СМОЛЕНЦЕВ

А.М. СМЫСЛОВ

Г.А. СУХОЧЕВ

В.П. ТАБАКОВ

В.А. ШУЛОВ

М.Л. ХЕЙФЕЦ

**Редакция:**

Е.П. ЗЕМСКОВА

Т.В. ПАРАЙСКАЯ

Журнал распространяется по подписке,  
которую можно оформить в любом  
почтовом отделении (индексы  
по каталогам: "Роспечать" 85159,  
"Пресса России" 39269, "Почта России"  
60252) или в издательстве.  
Тел.: (499) 269-52-98, 269-66-00,  
268-40-77.

Факс: (499) 269-48-97.

E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Журнал зарегистрирован  
в Министерстве РФ по делам печати,  
телерадиовещания и средств  
массовых коммуникаций.

Свидетельство о регистрации  
ПИ № 77-17733 от 09.03.04 г.

## СОДЕРЖАНИЕ



### ОБЩИЕ ВОПРОСЫ УПРОЧНЕНИЯ

Чудина О.В., Александров В.А., Фатюхин Д.С. Влияние ультразвуковой  
кавитации на состояние поверхности конструкционных сталей. . . . . 3



### МЕХАНИЧЕСКАЯ УПРОЧНЯЮЩАЯ ОБРАБОТКА

Киричек А.В., Волобуев А.В., Соловьев Д.Л., Баринов С.В. Разработка  
параметров для описания гетерогенно-упрочненной структуры. . . . . 7

Отений Я.Н., Ольштынский Н.В., Ольштынский С.Н., Щеголев Н.Г.  
Определение контактных напряжений в зоне сближения деформирующих  
роликов и опорного конуса с перекрещивающимися осями при обработке ППД . . . 9



### ОБРАБОТКА КОНЦЕНТРИРОВАННЫМИ ПОТОКАМИ ЭНЕРГИИ

Агеев Е.В., Гадалов В.Н., Семенихин Б.А., Агеева Е.В., Латыпов Р.А.  
Рентгеноспектральный микроанализ частиц порошков, полученных  
электроэрозионным диспергированием твердого сплава. . . . . 13

Гальченко Н.К., Самарцев В.П., Белюк С.И., Гальченко В.Г. Перспективы  
применения нитридо-плазменной технологии в металлургии при создании  
композиционных металлокерамических покрытий. . . . . 17

Кондратьев С.Ю., Попов В.О. Получение износостойкого  
квазинаноструктурного поверхностного слоя в сталях и цветных сплавах  
лазерной обработкой. . . . . 22

Тополянский П.А., Соснин Н.А., Ермаков С.А., Тополянский А.П.  
Исследования свойств нанопокртия, наносимого методом финишного  
плазменного упрочнения. . . . . 28



### ОБРАБОТКА КОМБИНИРОВАННЫМИ МЕТОДАМИ

Болдырев А.И. Упрочнение материалов виброударным и комбинированным  
методами с предшествующей электрохимической обработкой. . . . . 35

Сорокин В.М., Танчук С.С., Михеев А.В., Берглезов В.В. Упрочнение  
поверхностей валов совмещенным натиранием антифрикционных покрытий  
и ППД. . . . . 38



### ИНФОРМАЦИЯ. ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ОПЫТ

Константинов В.М., Ткаченко Г.А. Упрочнение быстроизнашиваемых деталей  
почвообрабатывающих плугов нитроцементацией с локальным индукционным  
циклическим нагревом. . . . . 44

Перепечатка, все виды копирования и воспроизведения материалов,  
публикуемых в журнале "Упрочняющие технологии и покрытия", допускаются  
со ссылкой на источник информации и только с разрешения редакции.

Журнал входит в Перечень утвержденных ВАК РФ изданий  
для публикации трудов соискателей ученых степеней

3. Григорьянц А.Г., Сафонов А.Н., Басков А.Ф. Получение металлокерамических и аморфных структур на поверхности массивных образцов с помощью непрерывного CO<sub>2</sub>-лазера // *МирТом*. 1985. № 11. С. 17–20.

4. Cui Chengyun. Formation of nano-crystal and amorphous phases on the surface of stainless steel by Nd:YAG pulsed laser irradiation // *Appl. Surface Sci.* 2008. V. 254. № 21. P. 6779–6782.

5. Steward J., Weels D.B. et al. The prevention of IGSCC in sensitized steel by laser surface melting // *Corrosion*. 1990. V. 46. № 8. P. 618–620.

6. Bergman H.W., Mordike B.L. Laser and electron beam melted amorphous layers // *Mater. Science*. 1981. V. 16. № 4. P. 863–865.

7. Hoonbaden E., Jost N. Metallkunderlich aspecte des schmelzens, mischence und erstarrrensbei der laserbehandlung von Al-legientugen / harter // *Tech. Mitt.* 1991. Bd. 46. № 3. P. 137–144.

8. Марголин Б.З., Кузнецов Б.А., Костылев В.И. Экспериментально-расчетный метод определения остаточных напряжений // *Судостроительная промышленность. Сварка. Серия "Материаловедение: Сварка"*. 1991. Вып.11. С. 17–23.

9. Григорьянц А.Г. Основы лазерной обработки материалов. М.: Машиностроение, 1989. 302 с.

10. Попов В.О., Живушкин А.А., Попова И.П. Модель и напряженное состояние приповерхностного слоя при трении // *Вопросы материаловедения*. 2001. № 2 (26). С. 174–177.

УДК 621.793

П.А. Тополянский, Н.А. Соснин, С.А. Ермаков, А.П. Тополянский  
(Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, НПФ "Плазмацентр")  
E-mail: info@plasmacentre.ru

## Исследования свойств нанопокрyтия, наносимого методом финишного плазменного упрочнения

*Приведены результаты исследования нанопокрyтия на основе системы Si–O–C–N, наносимого безвакуумным методом финишного плазменного упрочнения. Показано, что при типичных скоростях перемещения плазменной струи 10...100 мм/с покрyтие наносится слоями толщиной 30...3 нм. Скорость охлаждения наносимого покрyтия составляет порядка  $-10^{10}...-10^{12}$  К/с, что предопределяет его аморфное состояние. Выявлено отсутствие на дифрактограммах линий фаз, не относящихся к материалу подложки, что подтверждает рентгеноаморфность покрyтия. Установлено, что физико-механические свойства (высокие твердость и упругое восстановление, низкий модуль Юнга) покрyтия должны обеспечивать повышенные характеристики износостойкости изделий.*

**Ключевые слова:** финишное плазменное упрочнение, износостойкое нанопокрyтие, рентгенофазовый анализ, наноиндентирование.

*The results of the investigation into nanocoating based on the Si–O–C–N system applied by the nonvacuum finish plasma strengthening method are stated here. It is shown that at typical plasma spray motion velocities of 10...100 mm/s the coating is applied in layers as thick as 30...3 nm. The cooling rate of the applied coating is about  $-10^{10}...-10^{12}$  K/s that predetermines its amorphous state. The absence of phase lines unrelated to the substrate material in the diffractograms that confirms X-ray amorphism of the coating is revealed. Physical and mechanical properties (high hardness and elastic recovery, low modulus of elasticity) should provide enhanced performance in wear-resistance of articles with the given coating are ascertaind.*

**Keywords:** finish plasma strengthening, wear-resistant nanocoating, X-ray phase analysis, nanoindentation.

Процесс финишного плазменного упрочнения (ФПУ) относится к новым промышленным технологиям, обеспечивающим многократное повышение долговечности инструмента, технологической оснастки и деталей машин за счет нанесения износостойкого нанопокрyтия на основе системы Si–O–C–N. Данный метод реализуется при использовании безвакуумного мобильного плазменно-струйного оборудования [1].

Осаждение покрyтия на подложке осуществляется только в зоне воздействия плазменной струи. Подаваемые пары жидкого двухкомпонентного технологического препарата "Сетол" в результате плазмохими-

ческих реакций обеспечивают формирование слоя покрyтия толщиной от 3 до 30 нм в каждом цикле. При этом скорость перемещения плазменной струи составляет соответственно 100...10 мм/с.

Циклическое взаимное перемещение плазменной струи и упрочняемой поверхности определяет получение слоистой структуры покрyтия и позволяет до минимума уменьшить термическое воздействие плазмы на подложку, полностью исключая разупрочняющий отпуск для всех сталей.

Интегральная температура упрочняемых деталей при нанесении покрyтия не превышает 100...150 °С.

отличие от конденсированных покрытий в вакууме, осуществляемых при PVD-процессах, в данном методе покрытие наносится только в локальной зоне касания плазменной струи подложки при промежуточном сорбировании газов из атмосферы воздуха.

**определение толщины покрытия единичного слоя**

Толщина наносимого покрытия в каждом цикле действия плазменной струи на подложку является ключевой характеристикой процесса ФПУ. Изменение толщины покрытия от времени его нанесения в точку (с перемещением плазменной струи) приведено на с. 1 [1]. С учетом перемещения плазменной струи лет формируется полоса покрытия, поперечное распределение толщины которой является функцией интегральной величины  $F_{int}(y)$  (рис. 2, см. с. 3 обложки).

Для каждой точки хорды (см. рис. 2 с. 3 обложки) толщина покрытия  $F(x)$  определяется как

$$F(x) = F_m \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{R_8^2}\right), \quad (1)$$

$F_m$  – толщина покрытия в центре пятна;  
 $x$  – текущая координата  $x$  при интегрировании;  
 $R_8$  – эффективный радиус распределения толщины покрытия в неподвижном пятне;  
 $y$  – расстояние от оси симметрии полосы покрытия до рассматриваемой хорды.

Обозначим рассчитываемую площадь вертикального "среза" по хорде (т.е. интеграл толщины покрытия на хорде) как  $F_{int}$ , мкм<sup>2</sup>.

Распределение интеграла толщины покрытия ( $y$ ) по радиусу неподвижного пятна покрытия (см. с. 2 с. 3 обложки):

$$F_{int}(y) = 2 \int_0^a F(x) dx = 2 \int_0^a F_m \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{R_8^2}\right) dx. \quad (2)$$

Таким образом, в соответствии с выражением (2) интеграл толщины покрытия  $F_{int}(y)$  пропорционален толщине покрытия в центре неподвижного пятна  $F_m$

$$F_{int} \sim F_m.$$

Установлено, что толщина покрытия линейно растет до некоторого максимального значения [1]. Преломное время формирования качественного покрытия на неподвижном пятне (с линейной зависимостью от времени) обозначим как  $t_{0 \max}$ .

Имея распределение интеграла толщины покрытия по радиусу неподвижного пятна  $F_{int}(y)$ , можно считать распределение толщины покрытия  $F(y)$

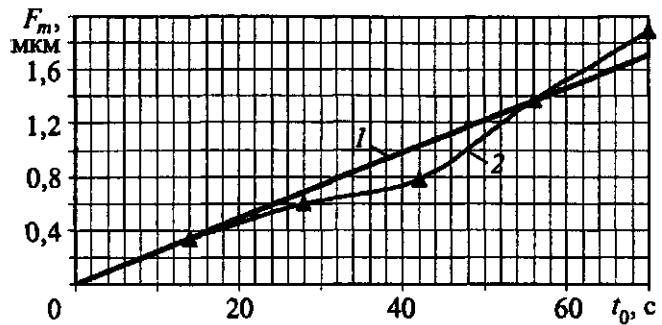


Рис. 1. Зависимости толщины покрытия от времени при его нанесении в точку (без перемещения плазменной струи)  $F_m = 0,0244t_0$ :

1 – экспериментальная; 2 – линия тренда при линейной аппроксимации с  $R = 0,9364$

поперек полосы, формируемой пятном, движущимся на некотором расчетном пути  $L$ .

Для неподвижного пятна толщина покрытия пропорциональна времени, т.е.  $F_m \sim t$  (линейно в пределах до  $t_{0 \max} = 60...70$  с, см. рис. 1). Можно использовать линейное уравнение связи толщины покрытия  $F_m$  со временем обработки  $t_0$  с индексом корреляции 0,9364 (см. рис. 1):

$$F_m = 0,0244t_0. \quad (3)$$

Интеграл толщины покрытия тоже будет пропорционален времени обработки –  $F_{int} \sim t_0$ , тогда толщина покрытия для полосы, формируемой подвижным пятном,  $F_v$  на некотором расчетном пути  $L$  за один проход (при  $v \neq 0$ ) будет равна:

$$F_v = F_{int} \frac{t_v}{t_0} \frac{1}{L} = F_{int} \frac{t_v}{t_0 v t_v} = \frac{F_{int}}{t_0 v}, \quad (4)$$

где  $t_v$  – время движения пятна покрытия на пути  $L$ ;  
 $t_0$  – время действия неподвижного пятна (в экспериментах по определению  $F_m$  и  $R_8$ ) ( $t_0 \leq t_{0 \max}$ );

$L = vt_v$  – расчетная длина полосы упрочнения при нанесении покрытия;

$v$  – скорость движения.

Как видно, время  $t_v$  движения пятна покрытия на пути  $L$  в числителе и знаменателе формулы (4) сокращается, следовательно, толщина покрытия на полосе упрочнения зависит только от  $F_{int}(F_m, R_8)$ ,  $t_0$  и  $v$ . С ростом скорости движения  $v$  на расчетном пути  $L = vt_v$ , уменьшается время  $t_v$  (при  $L = \text{const}$ ), а с уменьшением скорости  $v$  растет  $t_v$ , но согласно исходным данным толщина покрытия линейно растет только в пределах времени  $t_{0 \max}$ .

В принятой модели расчета учитывается все покрытие, распределенное по пятну максимальным радиусом  $R_m$ , следовательно, на минимальном расчетном пути  $L_{\min} = 2R_m$  должно выполняться условие

$$t_{v \max} \leq t_{0 \max}. \quad (5)$$

Для выполнения условия (5) линейной связи толщины покрытия со временем воздействия плазменной струи на подложку скорость движения должна быть не меньше допустимого минимального значения, определяемого как

$$v_{\min} = \frac{L_{\min}}{t_{0 \max}}. \quad (6)$$

Если принять за минимальный расчетный путь подвижного пятна  $L_{\min}$  максимальный диаметр пятна покрытия  $2R_m \approx 4R_s$  (чтобы учесть все покрытие, распределенное по пятну), при условии, что на радиусе, равном  $2R_s$ , толщина покрытия составляет 1,9 % от толщины покрытия в центре неподвижного пятна покрытия:

$$L_{\min} = 2R_m = 4R_s,$$

то для выполнения условия (6) допустимая минимальная скорость движения будет

$$v_{\min} = \frac{L_{\min}}{t_{v \max}} = \frac{4R_s}{t_{0 \max}}. \quad (7)$$

При  $t_{0 \max} = 60$  с и  $R_s = 7$  мм получаем  $v_{\min} = 0,47$  мм/с.

Чтобы исключить перегрев обрабатываемого изделия при нанесении покрытия, скорость движения плазменной струи, формирующей покрытие, находится в пределах 10...100 мм/с. Таким образом, принятая расчетная модель будет адекватно описывать реальный процесс получения упрочняющего покрытия.

Для поверхностей с локальными участками (кромка вырубного штампа, лезвие ножа и т.п.) и с учетом многопроходного воздействия плазменной струи общая толщина наносимого покрытия равна сумме толщин по оси одиночной полосы покрытия (рис. 3).

Для длины полосы  $L = 100$  мм и скорости перемещения плазменной струи  $v = 10$  мм/с время одного

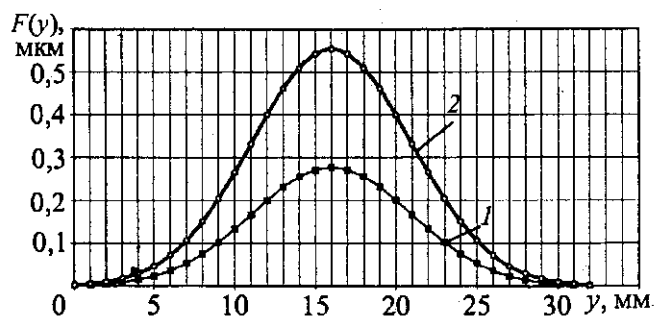


Рис. 3. Распределение толщины покрытия поперек полосы нанесения покрытия при  $R_s = 7$  мм для 10 (1) и 20 (2) полных проходов при скорости перемещения плазменной струи  $v = 10$  мм/с

полного прохода  $t_n = 10$  с, а для 20 полных проходов общее время нанесения покрытия  $t_{\text{общ}}$  пропорциональное числу полных проходов  $n$  ( $t_{\text{общ}} = t_n n$ ), равно 200 с. За 20 полных проходов формируется покрытие толщиной  $F = 0,55$  мкм. По краям одиночной расчетной полосы покрытия шириной 8 мм толщина покрытия в данном случае составляет 0,4 мкм, т.е. на 27 % меньше, чем на оси полосы (см. рис. 3), что не сказывается на эксплуатационных характеристиках упрочненных изделий. Таким образом, на данном режиме толщина наносимого покрытия в каждом проходе составляет около 30 нм.

При скорости перемещения плазменной струи 100 мм/с толщина наносимого покрытия в каждом проходе составит 3 нм, а число проходов пропорционально возрастет. Таким образом, в процессе ФПУ при типичных скоростях перемещения плазменной струи 10...100 мм/с покрытие наносится слоями толщиной по 30...3 нм соответственно.

Расчетную ширину полосы наносимого покрытия можно принять равной 8 мм. При этом в границах такой полосы толщина покрытия будет не менее 72 % от максимальной толщины на оси полосы (см. рис. 3). При наложении параллельных полос упрочнения с шагом 8 мм (при  $R_s = 7$  мм) за 10 полных проходов получаем при суммировании семи, пяти, четырех и трех полос толщину покрытия  $F = 0,430_{-0,003}$  мкм. Даже для двух параллельных полос упрочнения с шагом 8 мм толщина покрытия достигает 0,4 мкм, т.е. всего на 7 % меньше наибольшей толщины данного режима 0,43 мкм. Покрытие имеет высокую равномерность — для семи (и более) параллельных полос упрочнения отклонения от наибольшей толщины покрытия не превышают 0,4 % [1].

Пары исходных веществ и соединений наносимого из плазмы покрытия конденсируются на поверхности основы в начальный момент в жидком виде при температуре порядка температуры плавления покрытия. Кроме этого, следует отметить, что в парах исходного материала Сетол, используемого для ФПУ, присутствует такой сильный аморфизатор, как кремний.

За счет мощного теплоотвода в основу наносимое покрытие быстро затвердевает и остывает. Расчеты [1] показывают, что скорость охлаждения покрытия составляет порядка  $-10^{10} \dots -10^{12}$  К/с. При таких скоростях охлаждения покрытие должно затвердевать в аморфном состоянии. Основной металл под наносимым покрытием в слое глубиной менее 1 мкм нагревается до 300...400 °С приблизительно за  $10^{-8}$  с, после чего остывает практически до исходной температуры металла (100 °С) за время менее  $10^{-5}$  с.

**Методика рентгенофазового исследования**

Для получения информации о фазовом составе покрытия и подтверждения его аморфного состояния проведен совместно с МИСиС под руководством фессора И.В. Блинова рентгенофазовый анализ азцов из стали У8, прошедших термическую обработку до твердости 58...60 НРС и процесс ФПУ.

Для исследований были изготовлены восемь образцов с разной толщиной покрытия от 0,5 до 6 мкм. Один из образцов был без покрытия. Режим нанесения покрытия: ток – 100 А; напряжение – 1 В; расстояние до образца – 15 мм; расход плазобразующего газа – 2,9 л/мин; расход транспортирующего газа – 1,1 л/мин; расход защитного газа – 1 л/мин. В процессе нанесения покрытия температура образцов не превышала 120 °С.

Толщину покрытия оценивали на эталонных образцах с использованием профилограмм поверхности. Данный метод основывается на замере расстояния между средними линиями профилограммы передней зоны – участок с покрытием – участок без покрытия. При этом покрытие наносили на образец с использованием маски.

Исследования проводили на рентгеновском дифрактометре фирмы Rigaku (Япония). В качестве источника рентгеновского излучения использовали трубку с железным анодом (рабочий ток – 25 мА, напряжение – 25 кВ). Длина волны излучения 0,193728 нм. При съемке образцов использовали фильтр из Mn. Фокусировку осуществляли по методу Брегга–Бретано с двумя зеркалами Соллера. Идентификацию фаз, присутствующих в образце, проводили с помощью сравнения со стандартными данными фаз по базе ASTM. Для этого определяли положение по углу 2θ и относительную интенсивность этих линий. Затем рассчитывали межплоскостные расстояния по формуле Вульфа–Брегга

$$2d \sin \theta = n\lambda,$$

- где  $d$  – межплоскостное расстояние;
- $\theta$  – угол дифракции;
- $\lambda$  – длина волны используемого излучения.

**Результаты рентгенофазового исследования**

Как показал анализ, рентгенограммы всех исследуемых образцов идентичны. На рис. 4 приведены дифрактограммы поверхности с покрытием и без покрытия.

Для уменьшения глубины проникновения рентгеновского излучения и получения информации о фазовом составе покрытия также были проведены исследования по методике "скользящего" пучка на рентгеновском дифрактометре D8 Discover (Bruker-AXS, Германия). Источником рентгеновского излучения являлась рентгеновская трубка с медным анодом (CuK<sub>α</sub>-излучение). Фокус – линейчатый, щель после трубки и зеркала – 0,6 мм. Режим съемки: рабочий ток – 40 мА, напряжение – 40 кВ.

Для увеличения интенсивности первичного пучка и его частичной монохроматизации и коллимации в плоскости дифракции использовали зеркало Гебеля. Применяли вертикальную щель Соллера после образца и Ni-фильтр. Режим измерения: схема 2θ–θ и 2θ. Обработку экспериментальных кривых проводили с помощью программы EVA из пакета программ к дифрактометру D8 Discover.

Съемка дифрактограмм в схеме 2θ–θ и 2θ не выявила пиков рентгеновской дифракции материала покрытия. При съемке в схеме 2θ фиксированный угол θ меняли в интервале углов от 1 до 7,6°. При этом глубина зоны исследования составляла приблизительно от 130 нм до 1 мкм. Максимальное различие в дифракто-

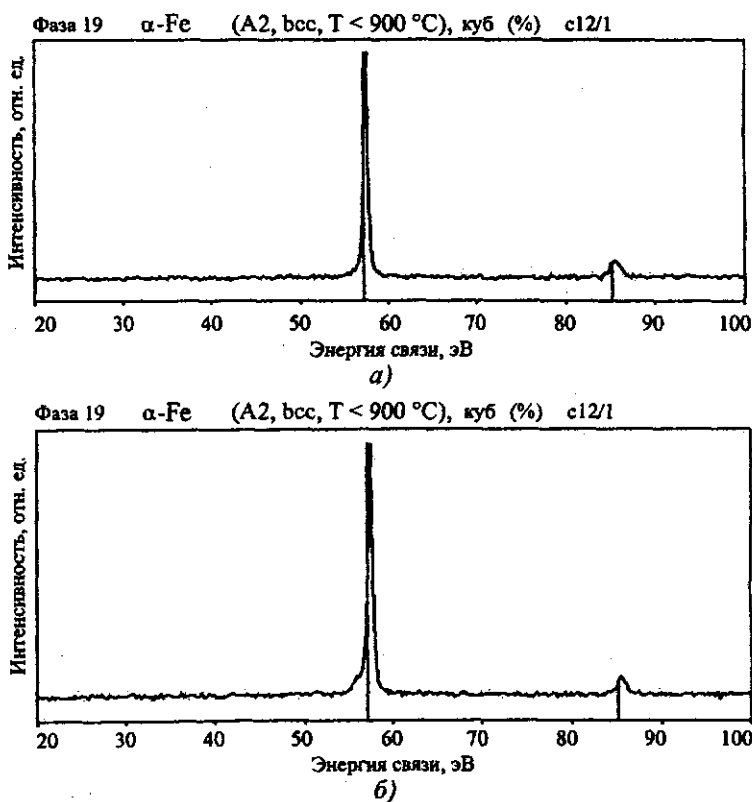


Рис. 4. Дифрактограммы образца № 1 и штрих-диаграммы ОЦК железа: а – поверхность с покрытием; б – поверхность без покрытия (оборотная сторона образца)

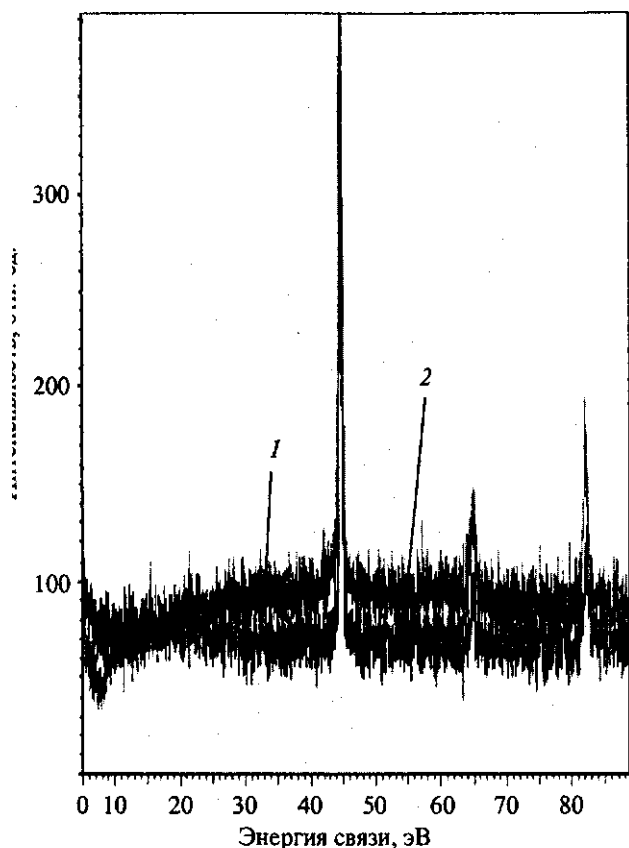


рис. 5. Рентгеновские дифрактограммы образца с покрытием № 8, полученные при схеме съемки  $2\theta-\theta$  (1) и  $2\theta$  (2)

аммамах наблюдали при угле  $\theta = 7,6^\circ$  и именно в этом положении образца проводили итоговую съемку.

На рис. 5 приведены дифрактограммы, на которых также отсутствуют какие-либо линии фаз, не относящиеся к материалу подложки, что подтверждает рентгеноаморфность покрытия.

Важными свойствами покрытий с аморфной структурой являются их изотропность, гомогенность, отсутствие дислокационной активности, дефектов, характерных для кристаллических тел, они характеризуются более высокими значениями сопротивления пластической деформации и упругого восстановления. О перспективности использования тонкопленочных покрытий в аморфном состоянии для повышения износостойкости деталей, работающих в условиях трения, можно судить по активным исследованиям, проводимым в Fraunhofer Institute Material and Beam Technology (Германия) [2].

#### Исследование физико-механических свойств покрытия

С целью изучения физико-механических свойств покрытия по ISO 14577-1:2002 совместно с Institut für

Fertigungstechnologie keramischer Bauteile, Universität Stuttgart (Германия) были проведены исследования образцов из стали X12M диаметром 15 мм и толщиной 5 мм, прошедших термическую обработку – закалку и отпуск до твердости 58...60 HRC, процесс абразивной обработки и ФПУ с нанесением нанопокрyтия на основе системы Si–O–C–N. Толщина покрытия на образце № 1 составляла 0,5 мкм, для образца № 2 – 1,5 мкм. Режим нанесения покрытия аналогичен изготовлению образцов для рентгенофазового анализа.

Измерение твердости ( $H_{plast}$ ), эффективного модуля упругости  $E^* = E/(1-\nu^2)$  ( $E$  – модуль Юнга,  $\nu$  – коэффициент Пуассона) и величины упругого восстановления  $W_e = h_m - h_r/h_m$  ( $h_m$  – наибольшая глубина погружения индентора,  $h_r$  – глубина проникновения индентора после снятия нагрузки) осуществляли методом динамического механического анализа (DMA) с использованием микротвердомера Dinamic Ultra Micro Hardness Tester DUN-211S (Shimadzu, Япония).

Кривые нагрузка–разгрузка для измерения свойств покрытия получали при скоростях нагружения 0,1 мН/с до максимальной нагрузки 1 мН и глубины вдавливания 0,07...0,09 мкм. При этом максимальная глубина проникновения индентора была менее 10...15 % толщины покрытия для минимизации влияния подложки.

Перед началом серии испытаний проводили калибровку прибора на эталонных образцах с известным модулем упругости и твердостью. В качестве эталонных образцов использовали монокристалл Si (100) и сапфир. Для каждого образца измеряли твердость в пяти разных местах поверхности образца (расстояние между ними – 100 мкм).

Таким образом,  $H_{plast}$  и  $E^*$  каждого образца представляют собой средние значения, полученные от пяти отпечатков. В методе DMA использовали кривые нагрузки в виде синусоидальных волн для получения более полного анализа механических свойств вязкоупругих материалов. Обработку результатов измерений проводили по методу Оливера и Фара [3].

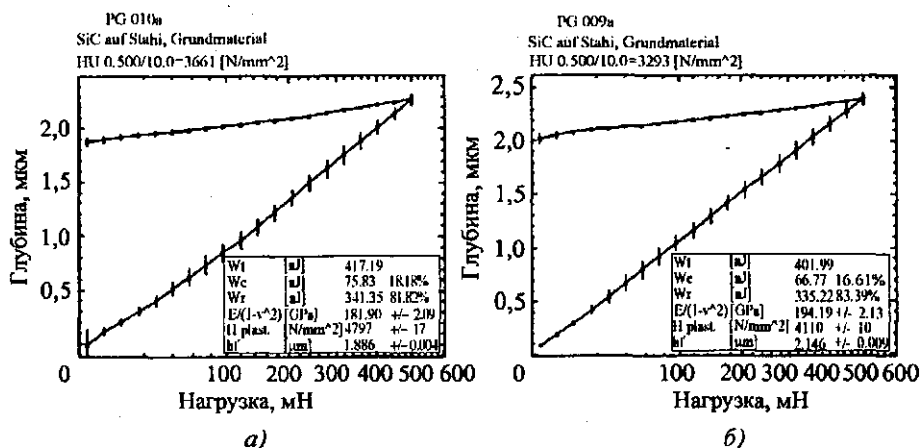
Для большинства объемных материалов высокой твердости характерно большое значение модуля упругости  $E$ , поэтому такие материалы являются хрупкими. Для оценки стойкости материалов к упругой деформации разрушения используют отношение твердости к модулю упругости  $H/E$  (индекс пластичности материала), а для оценки сопротивления материала пластической деформации применяется параметр  $H^3/E^2$  [4–6].

Применительно к изделиям, подверженным трению и износу, для повышения стойкости к упругой деформации разрушения и уменьшения пластической деформации материал поверхностного слоя должен обладать высокой твердостью при низком модуле



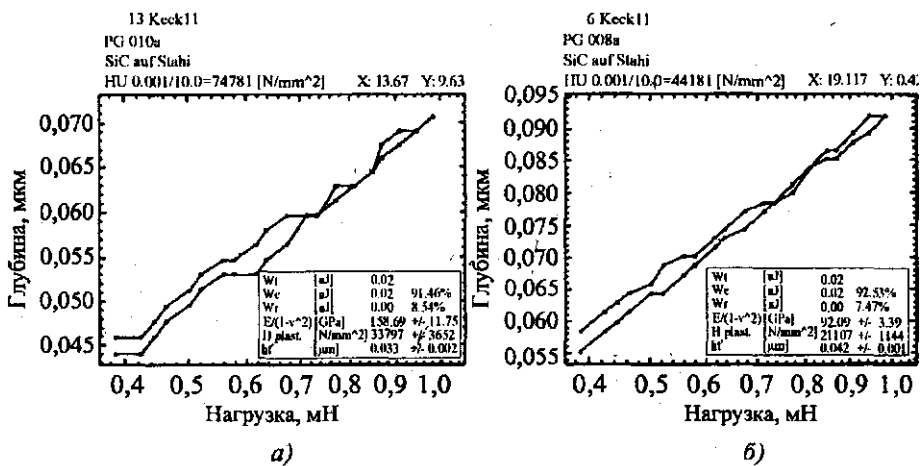
6. Протоколы наноиндентирования одного материала X12M:

а) для образца № 1; б) – для образца 2



7. Протоколы наноиндентирования крытия на основе системы Si-O-C-N после ФПУ:

а) для образца № 1; б) – для образца 2



ругости. Известно, что одним из способов получения материалов с высокими отношениями  $H/E$  и  $W_c/E^2$ , соответствующими более высокой износостойкости, является создание наноструктурных покрытий [7]. При этом особенностью твердых наноструктурных покрытий является то, что помимо высокой твердости эти материалы обладают высокой пластичностью, что характеризуется параметром, связанным с упругим восстановлением свойств  $W_c$ , достигающим порядка 90 % [7].

На рис. 6 представлены протоколы наноиндентирования при нагрузке 0,098 Н исходной поверхности штамповой стали X12M до нанесения покрытия методом ФПУ. Из табл. 1 видно, что для двух образцов в исходном материале имеется близкая повторяемость полученных значений основных физико-механических характеристик.

На рис. 7 представлены протоколы наноиндентирования для образцов с разной толщиной покрытия на основе Si-O-C-N после ФПУ. Значения ха-

Таблица 1

Результаты измерения физико-механических характеристик

№ образца	HU, ГПа	H <sub>plast</sub> , ГПа	E*, ГПа	W <sub>c</sub> , %	H <sub>plast</sub> /E*	H <sub>plast</sub> <sup>3</sup> /E* <sup>2</sup>
Сталь X12M						
1	3,7	4,8	181,9	18,18	0,03	0,003
2	3,2	4,1	194,19	16,61	0,02	0,002
Покрытие на основе Si-O-C-N после ФПУ						
1	7,5	34	159	91,46	0,21	1,53
2	4,4	21	92	92,53	0,23	1,09

Таблица 2

Физико-механические характеристики покрытий

Состав покрытия	$H$ , ГПа	$E$ , ГПа	$W_e$ , %	$H/E$	$H^3/E^2$
Ti-B-N (1)	34	250	81	0,136	0,63
Ti-B-N (2)	42	300	77	0,14	0,82
Ti-Cr-B-N	27	240	73	0,112	0,34
Ti-Si-N	24	210	76	0,114	0,31
Cr-B	33	276	73	0,119	0,47

характеристик наноиндентирования по ISO 14577-1:2002 приведены в табл. 1. Как видно, при меньшей толщине покрытия (образец № 1) твердость выше, что объясняется более высокой плотностью нанесенного покрытия. Микротвердости  $HU$ ,  $H_{plast}$  отличаются почти в 5 раз, что говорит о некорректности измерений микротвердости наноструктурированных покрытий при больших нагрузках.

Важно отметить, что преимуществом покрытий с низким модулем упругости является близость значений с модулем упругости стальных подложек, что приводит к минимизации упругих напряжений на границе раздела покрытие-подложка и внутренних остаточных напряжений в системе [7]. Для покрытия системы Si-O-C-N и подложки из инструментальной стали X12M (образец № 1) модули упругости равны 160 и 182 ГПа соответственно.

Для сравнения в табл. 2 приведены характеристики наноиндентирования по ISO 14577-1:2002 известных покрытий [7].

**Выводы**

1. Покрытие на основе системы Si-O-C-N в безвакуумной технологии ФПУ при типичных скоростях перемещения плазменной струи 10...100 мм/с наносится слоями толщиной 30...3 нм соответственно.

2. Скорость охлаждения наносимого в процессе ФПУ покрытия составляет порядка  $-10^{10}...-10^{12}$  К/с, что предопределяет аморфное состояние покрытия.

3. Проведенный рентгенофазовый анализ показал отсутствие на дифрактограммах линий фаз, не относящихся к материалу подложки, что подтверждает рентгеноаморфность наносимого покрытия при ФПУ.

4. Наноиндентирование покрытия на основе системы Si-O-C-N, наносимое методом ФПУ, показало, что его физико-механические свойства (высокая твердость при низком значении модуля Юнга) должны обеспечивать повышенные характеристики износостойкости изделий с данным покрытием.

5. Покрытие системы Si-O-C-N обладает максимальным упругим восстановлением 91,46...92,53 % и минимальной пластической деформацией 7,47...8,54 %, что характеризует его как одновременно твердый и эластичный материал.

**БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК**

1. Соснин Н.А., Ермаков С.А., Тополянский П.А. Плазменные технологии. Руководство для инженеров. СПб.: Изд-во Политехнического ун-та, 2008. 406 с.
2. Schultrich B., Weihnacht V. Tribological behavior of superhard amorphous carbon films // *Akum in Forschung und Praxis* 21: Sonderheft "Vacuum's Best", 2009. P. 17-21.
3. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *Mater. Res.* 1992. V. 7. № 6. P. 1564-1583.
4. Leyland A., Matthews A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour // *Wear*. 2000. V. 246. P. 1-11.
5. Leyland A., Matthews A. Design criteria for wear-resistant nanostructured and glassy-metal coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2004. V. 177-178. P. 317-324.
6. Leyland A., Matthews A. Optimization of nanostructured tribological Coatings. New York: Springer, Nanostructured Coatings, 2007. P. 511-538.
7. Штанский Д.В., Кулинич С.А. и др. Особенности структуры и физико-механических свойств наноструктурных тонких пленок // *Физика твердого тела*. 2003. Т. 45. Вып. 6. С. 1122-1129.

