

ИСПЫТАНИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ НА МИКРОАБРАЗИВНОЕ ИЗНАШИВАНИЕ

ТОПОЛЯНСКИЙ П.А., ЕРМАКОВ С.А., ТОПОЛЯНСКИЙ А.П.

Санкт-Петербургский политехнический университет им. Петра Великого,
НПФ «Плазмацентр», Санкт-Петербург, Россия

Разработана методика испытаний тонкопленочных покрытий на микроабразивное изнашивание. Приведены результаты испытаний на микроабразивное изнашивание покрытия SiOCN, нанесенного методом финишного плазменного упрочнения, на быстрорежущую сталь P6M5.

Ключевые слова: финишное плазменное упрочнение, износостойкое нанопокрытие, испытания на микроабразивное изнашивание.

Development of the testing procedure for thin-film coatings microabrasive wear testing. Results of microabrasive wear testing of the SiOCN coating layered by the finishing plasma hardening method on rapid steel P6M5.

Key words: finishing plasma hardening, wear-resistant nanocoating, microabrasive wear testing.

В условиях трения всегда имеет место образование продуктов износа, которые могут иметь твердые микрочастицы, также возможно попадание абразивных материалов в смазку, например, при нарушении герметизации смазочной системы, поэтому поверхности трибосопряжений должны противостоять микроабразивному изнашиванию. Практически все детали и инструмент с износостойкими тонкопленочными покрытиями (в основном толщиной от 1 до 10 мкм, наносимых с использованием PVD и CVD процессов), работают в условиях микроабразивного изнашивания.

Назначение испытаний на микроабразивное изнашивание связано с определением параметров износа с целью сравнительного анализа:

- при выборе оптимального технологического режима нанесения одного и того же материала покрытия (при использовании одинаковых образцов, имеющих один и тот же химический состав и физико-механические свойства);

- при изучении влияния химического состава, вида и физико-механических свойств различных покрытий (при использовании одинаковых образцов, имеющих один и тот же химический состав и физико-механические свойства);

- параметров износа при использовании одной и той же подложки образцов, имеющих одинаковый химический состав и физико-механические свойства до нанесения покрытия и после его нанесения на оптимальном (или заданном) технологическом режиме;

- при исследовании влияния различных подложек образцов, имеющих разные химические составы и физико-механические свойства, при нанесении на оптимальном (или заданном) технологическом режиме одного и того же материала покрытия.

Разработанная методика определения параметров износа покрытий соответствует международному стандарту EN 1071-6:2007 - Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings - Part 6: Determination of the abrasion resistance of coatings by a micro-abrasion wear test.

Определение параметров износа основано на микроскопическом измерении отпечатка, полученного в условиях микроабразивного изнашивания плоских образцов, как изготовленных без тонкопленочного покрытия, так и с максимально равномерным (однородным, равнотолщинным) покрытием, нанесенным на поверхность подложки. Необходимым условием измерений

является четкое изображение отпечатка износа и контраста покрытия и подложки. Точность измерений зависит от шероховатости образца с покрытием.

Микроабразивное изнашивание осуществляется при обеспечении точечного контакта двух сопряженных тел – свободно вращающегося стального шара и неподвижного плоского образца с покрытием при наличии в зоне трения абразивосодержащей суспензии. Испытания осуществляются в условиях наклонного расположения образца и прижатия к нему шара за счет собственной массы. Стальной шар имеет три точки опоры – две на приводном валу и одну на образце с покрытием. Наличие определенного количества абразивосодержащей суспензии в зоне трения шара с образцом обеспечивает быстрое получение отпечатка с износом покрытия и подложки. Нагрузка в зоне контактного трения является постоянной величиной при использовании одинаковых (сертифицированных) шаров (однотипных размеров, параметров шероховатости и материалов), угла наклона образца и одинаковых точек опор шара на приводном валу. Условия износа образцов являются одинаковыми при постоянстве шаров, скорости вращения приводного вала, времени испытаний, использования одной и той же абразивосодержащей суспензии и постоянного количества или скорости её ввода.

Принцип микроабразивного изнашивания состоит в воздействии когезионно-прочных абразивных частиц микронного размера, содержащихся в абразивосодержащей суспензии, которые находятся в зазоре между двумя поверхностями в процессе трения. При этом они производят резание контактирующих поверхностей, действуя как абразивный инструмент. В условиях вращения шара с большим диаметром относительно неподвижного образца с покрытием абразивные частицы удаляют с испытываемого образца выступы шероховатости и само покрытие на точечной поверхности, полируя и выглаживая ее, с образованием сферического сегмента износа.

Оборудование для определения параметров износа с использованием испытаний на микроабразивное изнашивание состоит из триботестера с комплектом шаров, микроскопа, компьютера, эталонной меры малой длины, соединительных проводов и программного обеспечения (рис. 1-4).

Триботестер предназначен для осуществления позиционирования шара и его вращения с заданной скоростью относительно строго установленного образца с покрытием в течение заданного времени испытаний, а также для возможности переустановки образца с целью его замены или получения нового отпечатка на заданной поверхности. Компанией «Плазмацентр» разработан триботестер Tribotester PC102, основными элементами которого являются: основание с панелью управления, устройство крепления приводного вала, регулируемый предметный стол с тисками, электродвигатель постоянного тока, частотный преобразователь, счетчик-таймер, элементы управления. Угол наклона поверхности образца с горизонтом и ширина паза на приводном валу (на выступы которого опирается шар) могут варьироваться. Вращение шара обеспечивается в сторону образца. Испытываемый образец устанавливается на опорные поверхности губок тисков с треугольными контактными прижимными плоскостями для установки перпендикулярно к шару. На панели управления триботестера устанавливаются два параметра - скорость вращения приводного вала и длительность испытаний.

В качестве микроскопа используется моноvideомикроскоп с трансфокатором высокого разрешения, с держателем грубой и точной фокусировки, основанием, предметным столом с микроподвижками. С целью

передачи изображения объекта исследования на компьютер применяется цифровая окулярная USB видеочка. По USB-кабелю изображение передается с микроскопа на компьютер, где его можно рассматривать, проводить измерения, а также сохранять в виде графических файлов. На компьютере должна быть установлена программа визуализации микроскопического изображения и определения геометрических размеров отпечатков.

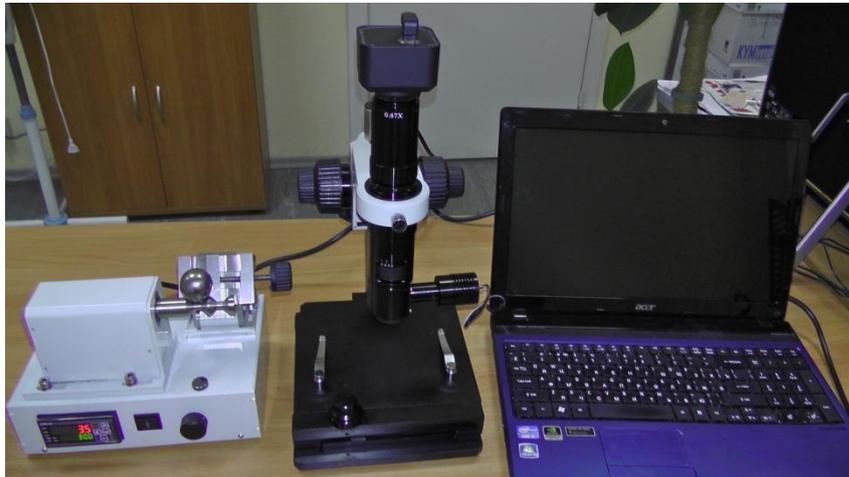


Рис. 1. Общий вид оборудования для испытаний на микроабразивное изнашивание



Рис. 2. Вид триботестера после установки шара

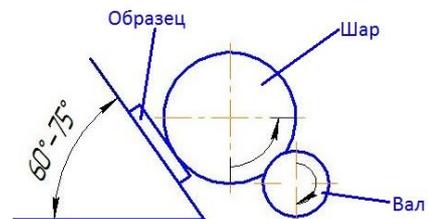


Рис. 3. Схема расположения образца относительно шара и приводного вала



Рис. 4. Вид счетчика-таймера на передней панели триботестера Tribotester PC102

В качестве основных (переменных, заменяемых) компонентов испытаний являются шары и абразивосодержащая суспензия. Шары используются из производства подшипников качения. Материал шаров - термообработанная сталь ШХ15, твердость 60-62 HRC. Параметр шероховатости поверхности шаров $R_a = 0,1$ мкм. Диаметр шара – 30 м. В качестве абразивосодержащей суспензии используется суспензия на водной основе с монокристаллами синтетического алмаза диаметром 1 мкм. Во время проведения испытаний

подача суспензии в зону трения должна быть строго дозированной и повторяемой в заданном временном интервале.

Для измерений используются плоские образцы с покрытием, нанесенным на торцевую поверхность. Размеры образцов ограничиваются размерами губок тисков триботестера - до 30 мм в ширину, до 40 мм в длину, до 10 мм в высоту. Рекомендуемый параметр шероховатости R_a образцов с покрытием $\leq 0,32$ мкм. Неплоскостность торцовых поверхностей образца не должна превышать 0,05 мкм. Рекомендуемая толщина покрытия > 1 мкм.

Длительность испытаний определяется получением глубины кратера износа большего, чем толщина покрытия. Оценка параметров износа возможна также для толстых покрытий (глубина отпечатка меньше толщины покрытия) и для монолитного материала, например, подложки.

Основопологающим для воспроизводимости испытаний является постоянство следующих параметров:

- угла наклона поверхности образца к горизонту (угол наклона должен соответствовать $60-75^\circ$), оптимального расположения шара относительно приводного вала (ось приводного вала должна быть параллельна вертикальной поверхности и одновременно являться касательной к используемому диаметру шару), ширина углубления в приводном валу для касания шара двумя точками должна составлять 10 мм) (см. рис. 3);

- нормальной нагрузки свободно лежащего шара к поверхности образца N [Н], определяемой расчетным путем в зависимости от массы конкретно используемого шара, его расположения относительно приводного вала и испытываемого образца, а также коэффициентами трения между шаром с поверхностью образца и поверхностью приводного вала. Для стального шара диаметром $D_{\text{шар}} = 30$ мм, расположенного под углом $60-75^\circ$ к горизонтальной поверхности (угол соответствует углу наклона исследуемого образца) нормальная нагрузка составляет 0,25 Н;

- круговой скорости вращения вала $n_{\text{вал}}$ [об/мин] (на котором свободно лежит шар, опираясь в двух точках, расположенных от оси шара на расстоянии слева и справа по 5 мм), устанавливаемой на лицевой панели блока аппаратуры триботестера. Рекомендуемые круговые скорости вращения вала - для шара диаметром 30 мм $n_{\text{вал}} = 100$ об/мин;

- круговой скорости вращения шара $n_{\text{шар}}$ [об/мин], определяемой из зависимости $n_{\text{шар}} = n_{\text{вал}} \cdot d_{\text{вал}} / D_{\text{шар}1}$, где $d_{\text{вал}}$ – диаметр вала (или диаметр вала в точках касания шара), $D_{\text{шар}1}$ – диаметр в сечении шара, образуемый точкой соприкосновения с валом (равной 5 мм от центра шара), соответствующий для диаметра шара 30 мм $D_{\text{шар}1} = 27$ мм. Для триботестера Tribotester PC102 $d_{\text{вал}} = 18$ мм. Круговая скорость вращения шара диаметром 30 мм (для круговой скорости вращения вала 100 об/мин и опирания шара в двух точках, расположенных от оси шара на расстоянии 5 мм) составляет 67 об/мин.

- времени испытаний $t_{\text{исп.}}$ [с], устанавливаемой на таймере триботестера (принимается на основании тестовых испытаний или знаний конкретных свойств покрытий). Для конкретных испытаний покрытий, наносимых при финишном плазменном упрочнении, $t_{\text{исп.}}$ принимается 30 с.

- длины пути скольжения шара относительно плоскости образца $S = t_{\text{исп.}} \cdot n_{\text{шар}} \cdot \pi \cdot D_{\text{шар}}$, где $t_{\text{исп.}}$ - время испытаний [мин], $n_{\text{шар}}$ - круговая скорость шара [об/мин], $D_{\text{шар}}$ - диаметр шара [мм]. В настоящих испытаниях длина пути S составляет 3156 мм.

5). Основными измеряемыми параметрами являются: $b_{\text{пар}}$, $b_{\text{перп}}$, $a_{\text{пар}}$, $a_{\text{перп}}$ (рис.

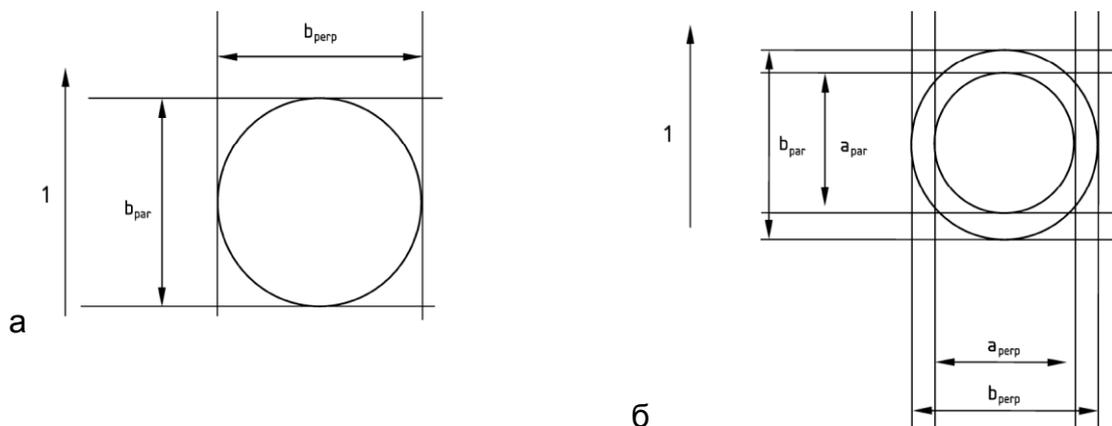


Рис. 5. Измеряемые параметры: а - для монолитного материала (подложки, толстых покрытий), б - для тонкопленочных покрытий, где 1 - направление вращения шара

Основными расчетными параметрами при испытаниях на микроабразивное изнашивание принимаются:

- для образцов основного материала (подложки) без покрытий (образцов с покрытием при глубине отпечатка меньше толщины покрытия): объемный износ подложки

$$V_s = \pi \frac{b^4}{64R} [\text{мм}^3]$$

или объемный износ покрытия при глубине отпечатка меньше толщины покрытия

$$V_c = \pi \frac{b^4}{64R} [\text{мм}^3];$$

- для образцов с покрытием (глубина отпечатка больше толщины покрытия): объемный износ покрытия

$$V_c \approx \frac{\pi}{64R} (b^4 - a^4) [\text{мм}^3],$$

объемный износ подложки (с учетом их совместного влияния)

$$V_s \approx \frac{\pi a^4}{64R} [\text{мм}^3],$$

сумма объемного износа покрытия и подложки $V_c + V_s$ [мм^3].

Вспомогательными расчетными параметрами являются:

- коэффициент износа подложки - отношение объемного износа подложки к длине пути скольжения и нормальной нагрузке

$$K_s = \pi \frac{b^4}{64RSN} [\text{М}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1} \text{ или } \text{мм}^3/\text{Нмм}];$$

- коэффициент износа покрытия при глубине отпечатка меньше толщины покрытия - отношение объемного износа подложки к длине пути скольжения и нормальной нагрузке

$$K_c = \pi \frac{b^4}{64RSN} [\text{М}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1} \text{ или } \text{мм}^3/\text{Нмм}];$$

- коэффициент износа покрытия при глубине отпечатка больше толщины покрытия

$$K_c = \frac{1}{\frac{SN}{V_c} - \frac{1}{K_s} \cdot \frac{V_s}{V_c}} [\text{М}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1} \text{ или } \text{мм}^3/\text{Нмм}];$$

- скорость изнашивания подложки - отношение величины объемного износа подложки ко времени, в течение которого возник износ

$$W_s = V_s / t_{исп} [\text{мм}^3/\text{с}];$$

- интенсивность изнашивания подложки - отношение величины объемного износа подложки к пути трения, на котором происходил износ

$$I_s = V_s / S [\text{мм}^3/\text{м}];$$

- скорость изнашивания покрытия - отношение величины объемного износа покрытия ко времени, в течение которого возник износ

$$W_c = V_c / t_{исп} [\text{мм}^3/\text{с}];$$

- интенсивность изнашивания покрытия - отношение величины объемного износа покрытия к пути трения, на котором происходил износ

$$I_c = V_c / S [\text{мм}^3/\text{м}];$$

- скорость изнашивания покрытия и подложки - отношение величины суммарного объемного износа покрытия и подложки ко времени, в течение которого возник износ

$$W_{cs} = V_c + V_s / t_{исп} [\text{мм}^3/\text{с}];$$

- интенсивность изнашивания покрытия и подложки - отношение величины суммарного объемного износа покрытия и подложки к пути трения, на котором происходил износ

$$I_{cs} = V_c + V_s / S [\text{мм}^3/\text{м}].$$

Сравнительный анализ полученных расчетов следует производить:

- между объемным износом подложки без покрытия (например, измеренным на обратной стороне образца с покрытием) и суммарным объемным износом покрытия с подложкой;

- между объемным износом одной и той же подложки (образцов из одинакового исходного материала и технологии их изготовления) с различными тонкопленочными покрытиями (по толщине, по составам, по видам, по физико-механическим свойствам).

Объективность сравнительной оценки покрытий по параметрам, связанным с объемным износом, основана на постоянстве вида трения (скольжение), силовых и кинематических параметров (давления на поверхность трения, скорости скольжения), внешних условий (температуры, влажности, вибраций) и условий проведения испытаний (постоянства контртела, абразивного материала и его количества).

На основании разработанной методики проводились испытания на микроабразивное изнашивание нанопокртия MultiPateks, наносимого с использованием финишного плазменного упрочнения на материал подложки – быстрорежущую сталь P6M5, HRC 62-64.

Результаты испытаний для подложки без покрытия приведены в табл. 1, а на рис. 6 показан один из исследуемых отпечатков подложки. В табл. 2 приведены результаты измерений и расчетов данной подложки с нанесенным покрытием, а на рис. 7 – микрофотография отпечатка подложки с покрытием.

Таблица 1. Результаты измерений и расчетов испытания подложки

Измерения			Расчет				
№	b_{ipar} , МКМ	b_{iperp} , МКМ	b , МКМ	$V_s \times 10^5$, МКМ ³	$K_s \times 10^{-13}$, М ³ Н ⁻¹ М ⁻¹	$I_s \times 10^{-5}$, МКМ ³ /М	$W_s \times 10^5$, МКМ ³ /С
1	654,15	654,15	681,9	7,07	8,96	22,41	0,24
2	699,59	699,59					
3	692,01	692,01					

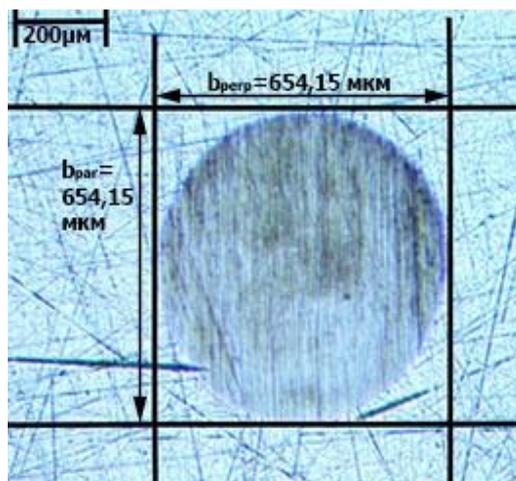


Рис. 6. Микрофотография отпечатка №1 после испытаний на микроабразивное изнашивание стали P6M5

Таблица 2. Результаты расчетов испытания покрытия MultiPateks на стали P6M5 для средних диаметров отпечатков $a=585$ мкм и $b=639$ мкм

V_s $\times 10^5$	V_c $\times 10^5$	(V_s+V_c) $\times 10^5$	K_c $\times 10^{-13}$	I_c $\times 10^{-5}$	W_c $\times 10^5$	K_s $\times 10^{-13}$	I_s 10^{-5}	W_s $\times 10^5$	I_{cs} $\times 10^{-5}$	W_{cs} $\times 10^5$
мкм ³	мкм ³	мкм ³	м ³ Н ⁻¹ м ⁻¹	мм ³ /м	мкм ³ /с	м ³ Н ⁻¹ м ⁻¹	мм ³ /м	мкм ³ /с	мм ³ /м	мкм ³ /с
3,8	1,6	5,5	6,9	5,2	0,05	4,9	12,2	0,13	17,3	0,18

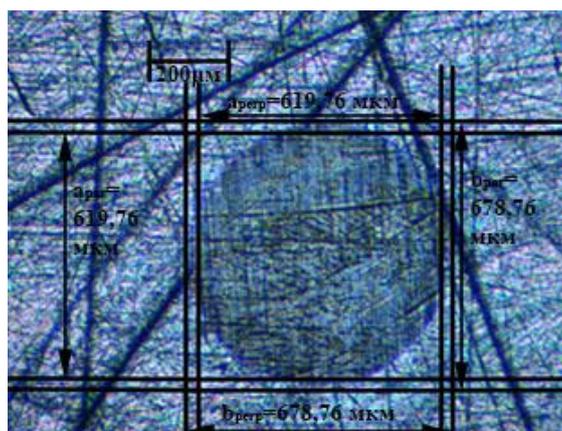


Рис. 6. Микрофотография одного из отпечатков покрытия MultiPateks на стали P6M5 после испытаний на микроабразивное изнашивание

Анализ проведенных исследований позволяет сделать следующие выводы:

1. Объемный износ, интенсивность изнашивания и скорость изнашивания и, соответственно, коэффициент износа подложки – стали P6M5 после нанесения покрытия MultiPateks снизился на 20%.
2. Коэффициент износа покрытия MultiPateks соответствует $6,9 \text{ м}^3\text{Н}^{-1}\text{м}^{-1}$, что соизмеримо с диапазоном значений этого коэффициента, например, для покрытия TiN, наносимого PVD технологиями [1].

Литература

1. Rutherford K.L., Hutchings I.M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. Surface and Coatings Technology. - 79 (1996). - 231-239