

Введение. На структуру формируемых вакуумных покрытий существенное влияние оказывает предыстория субстрата, на котором формируется вакуумное покрытие. В связи с этим применяют различные методы активации подложек перед формированием различного типа покрытий. Одним из перспективных направлений является обработка субстрата в криогенной жидкости перед формированием покрытий. Обычно вакуумные покрытия формируются на металлических (в большинстве случаев стальных) изделиях, что позволяет существенно увеличить эксплуатационный ресурс. Обработка металлических подложек в криогенной жидкости может приводить к существенным изменениям в структуре и физико-механических характеристиках. Согласно современным представлениям, основные физико-механические характеристики материалов, в том числе и металлов, могут быть существенно изменены за счет создания нанокристаллического состояния [1–3]. Поскольку при криогенной обработке нанокристаллические структуры могут возникать естественным путем, одним из перспективных способов и энергосберегающих способов поверхностного наноструктурирования сплавов на основе железа является обработка при температурах, близких к абсолютному нулю. Криогенная обработка приводит к превращению остаточного аустенита в высокодисперсный (наноструктурированный) мартенсит деформации. Процентное содержание углерода в мартенсите деформации соответствует содержанию углерода в высокоуглеродистом аустените. Таким образом, получаемый мартенсит является неотпущенным мартенситом, что обуславливает высокую твердость и износостойкость. Образование наноструктур в металлической подложке может приводить к образованию зарядовой мозаики на поверхности металла, что в свою очередь будет оказывать влияние на кинетику формирования вакуумных покрытий [4].

Целью работы является исследование влияния предварительной обработки в криогенной жидкости стальных субстратов на физико-механические характеристики металлических субстратов, а также вакуумных покрытий, сформированных на активированном субстрате.

Методика эксперимента. В качестве подложек использовали сталь 08кп. Поверхность подложек из сталей подвергали полировке до чистоты не ниже 11-го класса. Обработку исследуемых образцов в жидком азоте проводили при температуре кипения 77,4 К в интервале времени от 60 до 1440 мин. Нанесение композиционных покрытий на базе карбонитрида циркония осуществлялось в вакуумной установке УВНИПА-1-001, оборудованной катодно-дуговым испарителем с системой электромагнитной фильтрации плазмы, а также ионным источником ИИ-4-0,15. Перед нанесением проводили чистку и нагрев поверхности образца ионами титана при следующих режимах: ток испарителя 105-110 А; потенциал на образце 1,0 кВ. Осаждение покрытия проводилось при токе стабилизирующей катушки 1,7 А, токе управляющей катушки 2,0 А и токе дуги 90 А. Давление реакционного газа (азот) находилось в пределах $(0,87-5) \times 10^{-2}$ Па. Во время осаждения покрытия на подложку подавалось напряжение смещения от минус 50 В до минус 100 В.

Чекан Николай Михайлович, к. физ.-мат. н., заведующий лабораторией наноматериалов и ионно-плазменных процессов ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси»; e-mail: phti@belhost.by.

Горельчик Алексей Николаевич, младший научный сотрудник лаборатории наноматериалов и ионно-плазменных процессов ГНУ «Физико-технический институт» НАН Беларуси; e-mail: phti@belhost.by. Беларусь, 220141, г. Минск, ул. Купревича, 10.

Овчинников Евгений Витальевич, д. т. н., доцент, доцент кафедры логистики и методов управления УО «Гродненский государственный университет им. Я. Купаль»; e-mail: mail@grsu.by.

Эйсымонт Евгения Ивановна, к. т. н., доцент, доцент кафедры логистики и методов управления, УО «Гродненский государственный университет им. Я. Купаль»; e-mail: mail@grsu.by. Беларусь, 230023, г. Гродно, ул. Ожешко, 22.

Особенности строения граничных слоев в стальных субстратах и композиционных покрытиях функционального назначения исследовали с привлечением атомно-силовой микроскопии. Триботехнические исследования проводили на машине трения типа FT-2, которая работает по схеме «палец-диск», в условиях сухого трения трех сферических образцов диаметром $R = 1,5$ мм по плоской поверхности диска (контртела), выполненного из стали и отшлифованного на ровной плоской поверхности наждачной шкуркой или шлифовальной пастой до среднего арифметического отклонения профиля поверхности $R_a = 0,1-0,3$ мкм. Испытания проводили при нормальной нагрузке от 20 Н и линейной скорости скольжения 0,1 м/с. Для измерения значений микротвердости стальных субстратов и покрытий, сформированных на металлах, использовали микротвердомер HWMMT-X7. Принцип действия прибора основан на изменении линейной величины диагонали отпечатка с, полученного от вдавливания алмазной пирамиды в исследуемый материал под определенной нагрузкой. Топографию защитных слоев определяли на профилометре «SurfTest SJ-210». Для расчета энергетических параметров вакуумных покрытий использовали метод прямотеневого определения краевого угла смачивания. Использовали жидкости, различающиеся полярностью для изучения смачивания и расчета сил адгезии, полярных и дисперсионных составляющих поверхностной энергии.

Результаты исследований. В ходе проведенных исследований определяли микротвердость исходных субстратов, в том числе после обработки в жидком азоте при различных временах выдержки (таблица 1).

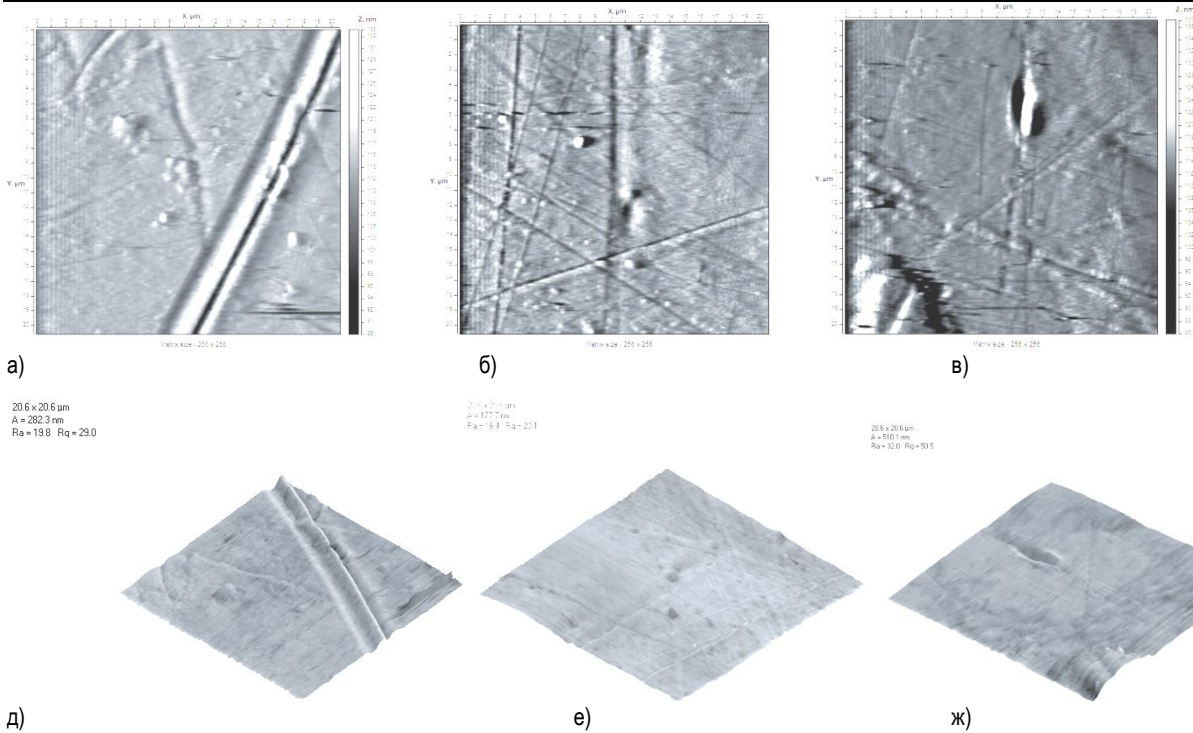
Таблица 1 – Значения микротвердости стали 08кп, подвергнутой воздействию криогенных температур

Вид обработки	Исходный материал	Выдержка в течение 60 минут в жидком азоте	Выдержка в течение 24 часов в жидком азоте
Н, ГПа	0,4	0,45	0,47

Также были проведены исследования по изучению изменений в структуре поверхностных слоев углеродистой стали типа 08кп при воздействии криогенных температур. Исследования проводились методом атомно-силовой микроскопии. Результаты исследований представлены на рисунке 1.

Из полученных данных видно, что происходит уменьшение параметров шероховатости при криогенной обработке покрытий при временах экспозиции 180 минут. Дальнейшая выдержка исследуемых образцов приводит к возрастанию параметров шероховатости. Это может свидетельствовать о структурных перестройках при проведении низкотемпературной обработки.

Определены значения удельной поверхностной энергии стали 08кп до и после проведения криогенной обработки (таблица 2).



а-в – морфология, д-ж – фазовый анализ, а, д – исходная поверхность, б, е – обработка в жидком азоте в течение 3 часов, в, ж – обработка в жидком азоте в течение 24 часов. Площадь сканирования 20х20 мкм

Рисунок 1 – Атомно-силовое изображение поверхностных слоев углеродистой стали 08кп после криогенной обработки

Таблица 2 – Значения удельной поверхностной энергии стали 08кп, после проведения криогенной обработки

Время выдержки в криогенной жидкости	исходный	60 мин.	1440 мин.
Угол смачивания вазелинового масла, град	22,50	19,20	14,70
Угол смачивания водой, град	62,90	34,50	75,10
Работа адгезии вазелинового масла, мДж	57,72	58,33	59,02
Работа адгезии воды, мДж	104,74	131,26	90,46
Дисперсионный компонент пов. энергии	10,58	44,24	1,26
Полярный компонент пов. энергии	89,52	183,37	49,96
Поверхностная энергия, мДж/м ²	100,10	227,61	51,23

К числу наиболее распространенных покрытий для металлообрабатывающего инструмента относят нитриды и карбиды циркония ZrC, ZrCN, которые наносят с помощью вакуумных технологий. Покрытие из нитрида циркония обеспечивает высокую износостойкость инструмента для холодного деформирования металлических заготовок благодаря предотвращению явлений схватывания и задира. При нанесении покрытий из карбонитрида циркония на металлорежущий инструмент (сверла, фрезы, метчики, зенкеры и т. п.) эффект резко увеличивается. Формирование термостойких антифрикционных покрытий ZrCN на стальных подложках приводит к существенному снижению значений поверхностной энергии (таблица 3).

Формирование покрытий ZrCN на криогеннообработанных подложках из стали 08кп приводит к дальнейшему снижению значений удельной поверхностной энергии покрытий, что может свидетельствовать о возрастании межфазового взаимодействия между субстратом и покрытием (таблица 4).

Согласно данным таблицы 2, обработка в криогенной жидкости приводит к активации поверхностных слоев субстрата, что в свою очередь сказывается на прочностных характеристиках вакуумных покрытий, формируемых на стальных подложках.

Таблица 3 – Значения удельной поверхностной энергии для различного вида вакуумных покрытий рефракторных металлов, сформированных на подложках различных видов сталей

Параметры	Тип подложки		
	ZrCN (сталь Р6М5 азота 50 %:50 %)	ZrCN (сталь Р6М5 азота 50 %:20 % ацетилена)	ZrCN (сталь 08кп)
Угол смачивания вазелиновым маслом, град	23°30'	21°	19°
Угол смачивания водой, град	64°30'	61°55'	59°
Работа адгезии вазелинового масла, мДж	61,01	61,49	58,37
Работа адгезии воды, мДж	104,66	107,38	109,02
Дисперсионный компонент поверхностной энергии, мДж/м ²	6,95	8,46	13,69
Полярный компонент поверхностной энергии, мДж/м ²	81,95	88,77	101,08
Поверхностная энергия, мДж/см ²	88,90	97,23	114,77

Триботехнические характеристики покрытий карбонитрида циркония при формировании на активированных подложках также изменяются в зависимости от времени выдержки криогенной жидкости.

Заключение. Установлено, что при обработке вакуумных покрытий карбонитрида циркония, сформированных на стальном субстрате 08кп, наблюдается увеличение значений физико-механических характеристик. Оптимизированы режимы обработки в криогенных жидкостях покрытий ZrCN для повышения износостойкости стальных изделий. Показано, что обработка в жидком азоте стальных образцов приводит к возрастанию значений микротвердости с увеличением времени выдержки в криогенной жидкости. Влияние низких температур положительно сказывается на триботехнических характеристиках исследуемых вакуумных покрытий.

Таблица 4 – Значения удельной поверхностной энергии для различного вида вакуумных покрытий рефракторных металлов, сформированных на подложках различных видов сталей

Параметры	Тип подложки		
	ZrCN (сталь 08кп)	ZrCN (сталь 08кп, обработанная в течение 60 минут в жидком азоте)	ZrCN (сталь 08кп, обработанная в течение 1440 минут в жидком азоте)
Угол смачивания вазелиновым маслом, град	19°	18,00	17,00
Угол смачивания водой, град	59°	62,00	70,00
Работа адгезии вазелинового масла, мДж	58,37	58,53	58,69
Работа адгезии воды, мДж	109,02	105,74	96,57
Дисперсионный компонент поверхностной энергии, мДж/м ²	13,69	10,47	3,97
Полярный компонент поверхностной энергии, мДж/м ²	101,08	90,63	65,04
Поверхностная энергия, мДж/см ²	114,77	101,10	69,01

Таблица 5 – Значения микротвердости покрытий карбонитрида циркония, сформированных на активированных стальных субстратах стали 08кп, подвергнутых воздействию криогенных температур

Вид обработки	Исходный материал +ZrCN	Выдержка субстрата в течение 60 минут в жидком азоте+ZrCN	Выдержка субстрата в течение 24 часов в жидком азоте+ZrCN
H, ГПа	12,1	14,4	16,8

Таблица 6

Вид обработки	Исходный материал +ZrCN	Выдержка субстрата в течение 60 минут в жидком азоте+ZrCN	Выдержка субстрата в течение 24 часов в жидком азоте+ZrCN
μ, коэффициент трения	0,58	0,5	0,45

СПИСОК ЦИТИРОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Технология криогенной обработки сталей пониженной прокаливаемости / Е. В. Овчинников, Г. А. Костюкович, И. И. Романчук, К. В. Кравченко // Инновационные технологии в машиностроении : материалы Междунар. науч.-техн. конф., Новополоцк, 29–30 окт. 2013 г. / Полоц. гос. ун-т; под общ. ред. А. И. Гордиенко, В. К. Шелега. – Новополоцк, 2013. – С. 90–93.
2. Актуальные области использования криогенных технологий в прокатном производстве / И. Ю. Приходько, П. В. Крот // Металлургические процессы и оборудование. – 2009. – №1. – С. 10–16.
3. Криогенная технология повышения прочностных характеристик сталей пониженной прокаливаемости / Е. В. Овчинников, В. А. Струк, Е. И. Эйсымонт, К. В. Кравченко, А. Г. Шагойка // Веснік ГрДУ. – Сер. 6. – 2012. – № 3 (137). – С. 49–58.
4. Металлополимерные нанокомпозиты: особенности структуры, технология, применение / А. А. Рыскулов, С. В. Авдейчик, М. В. Ищенко, Е. В. Овчинников; под научн. ред. В. А. Струка, В. А. Лиопо. – Гродно : ГГАУ, 2010. – 335 с.

05.11.2019

CHEKAN N. M., AUCHYNNIKAU Y. V., KHVISEVICH V. M., EISYMONT Y. I., VEREMEICHIK A. I., GORELCHIK A. N. Application of cryogenic technologies in the formation of vacuum coatings

Physicomechanical characteristics, specific surface energy of vacuum coatings formed on steels of 1008, HSS type subjected to processing at cryogenic temperatures are studied. The structural transformations occurring in vacuum coatings formed on steel substrates with subsequent processing at low temperatures were studied. A change in the tribotechnical characteristics of zirconium carbonitride coatings formed on steel substrates subjected to processing in a cryogenic liquid is shown.

621.785.532

Введение. Стали после азотирования поверхности характеризуются повышенными износо- и коррозионной стойкостью, усталостными характеристиками. Предотвращается холодная сварка сталей, особенно в узлах, подверженных трению в защитной атмосфере [1, 2]. Ионное азотирование (ИА) является наиболее технологичным процессом химико-термической обработки. Для протекания процесса ИА между анодом (корпусом камеры или защитными экранами) и деталями, размещенными на катоде, поддерживается аномальный тлеющий разряд. Рабочими газами в оборудовании производства ФТИ НАН Беларуси являются азот и аргон (из баллонов) и вырабатываемый электролизером водород. ИА позволяет избавиться от таких недостатков газового азотирования, как большая длительность и трудоемкость процесса, повышенная хрупкость слоя, недостаточ-

ная контактная выносливость упрочненного материала, нестабильность получаемых результатов.

Наряду с экологичностью и экономичностью процесса, ИА позволяет получать диффузионные слои заданного состава и структуры, как с нитридной зоной на поверхности, так и без нее. В первом случае обеспечиваются высокие коррозионная стойкость и прирабатываемость трущихся поверхностей (для деталей, работающих на износ), во втором – сопротивление знакопеременным нагрузкам в условиях изнашивания при высоких давлениях (для режущего и штампового инструмента).

Имеющиеся проблемы азотирования. Поверхностное упрочнение отверстий и углублений в деталях является достаточно сложной задачей практически для всех методов инженерии поверхности,

Поболь Игорь Леонидович, д. т. н., доцент, нач. отдела электронно-лучевых технологий и физики плазмы Физико-технического института НАН Беларуси; e-mail : robol@phti.by.
Беларусь, 220141, г. Минск, ул. Академика Купревича, 10/2.