

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего  
образования  
«Уфимский государственный авиационный технический университет»

На правах рукописи



ВАРДАНЯН ЭДУАРД ЛЕОНИДОВИЧ

НАУЧНЫЕ ОСНОВЫ ФОРМИРОВАНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ  
ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ МЕТАЛЛОРЕЖУЩЕГО  
ИНСТРУМЕНТА НА ОСНОВЕ КОМПОЗИТНЫХ НИТРИДНЫХ И  
ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ НАНО-СЛОЕВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ

Специальность 2.6.6

Нанотехнологии и наноматериалы

диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант

Д.т.н., доцент

Рамазанов К. Н.

Уфа – 2021

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	8
ГЛАВА 1 МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДОВ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ, ИХ СТРУКТУРА И СВОЙСТВА	18
1.1 СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ СТОЙКОСТИ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ	18
1.2 ИЗНОСОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РЕСУРСА МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ	23
1.3 МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ И НИТРИДОВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ	30
1.4 ДИАГРАММА СОСТОЯНИЯ СИСТЕМЫ Ti-Al	47
1.5 ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ДЛЯ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ	51
1.6 ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА РЕСУРС ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ И ОСЕВЫХ ИНСТРУМЕНТОВ	56
Выводы по главе 1	61
Глава 2 ОБЪЕКТ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ	62
2.1 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИССЛЕДУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ, ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЙ	62
2.2 ПАРАМЕТРЫ МОДЕРНИЗИРОВАННОЙ УСТАНОВКИ ННВ-6.6-И1	63
2.3 ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	67
2.4 ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	68
2.5 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	68
2.6 ИЗМЕРЕНИЕ НАНОТВЕРДОСТИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	69

2.7	ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА УСТАНОВКЕ «CSM SCRATCH TEST»	69
2.8	ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	70
2.9	ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	71
	Выводы по главе 2	72
Глава 3	ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРУЕМЫХ В СРЕДЕ АЗОТА И АРГОНА	73
3.1	ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРУЕМЫХ В СРЕДЕ АРГОНА БЕЗ ВРАЩЕНИЯ	73
3.2	РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ В СРЕДЕ АРГОНА НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ РАЗЛИЧНОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА	88
3.3	КОМПЬЮТЕРНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДЕЛИ ДЛЯ РАСЧЕТА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА	112
3.4	ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ С ВРАЩЕНИЕМ ОБРАЗЦОВ В КАМЕРЕ	98
3.5	ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ ДИФфуЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРОТЕКАЮЩИХ НА ГРАНИЦАХ НАНОСЛОЕВ.	101
3.6	РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА	105
3.7	КОМПЬЮТЕРНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДЕЛИ СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ В СРЕДЕ АЗОТА	107
3.8	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОКРЫТИЙ	125

	Выводы по главе 3	127
Глава 4	ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА	128
4.1	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ И ШЕРОХОВАТОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	128
4.2	РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПОКРЫТИЙ , СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА БЕЗ ВРАЩЕНИЯ	129
4.3	РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	136
4.4	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	148
4.5	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	151
4.6	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	154
	Выводы по главе 4	159
Глава 5	ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА	160
5.1	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ И ШЕРОХОВАТОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	160
5.2	РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	161
5.3	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ПОКРЫТИЙ , СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	163

5.4	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	164
5.5	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА	165
	Выводы по главе 5	169
Глава 6	ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ «ИНСИТА» С РАЗЛИЧНОЙ АРХИТЕКТУРОЙ	170
6.1	ИССЛЕДОВАНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ВАКУУМНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ	172
6.1.1	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ	172
6.1.2	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПО ГЛУБИНЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ	175
6.1.3	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ	185
6.1.4	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТОЙКОСТИ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ С КОМПОЗИЦИОННЫМИ ПОКРЫТИЯМИ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ	189

6.2	ИССЛЕДОВАНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ВАКУУМНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ	193
6.2.1	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ	194
6.2.2	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ	196
6.2.3	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПО ГЛУБИНЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ	201
6.2.4	ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ И НАНОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ	206
	Выводы по главе 6	210
Глава 7	РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ «ИнСиТА» НА МЕТАЛЛОРЕЖУЩИЕ ИНСТРУМЕНТЫ	211
7.1	РАЗРАБОТКА ТИПОВОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СТОЙКОСТИ ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ	211
7.2	РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ	215
7.3	РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ НА ТВЕРДОСПЛАВНЫЕ КОНЦЕВЫЕ ФРЕЗЫ	219

7.4	РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ФРЕЗ С РАЗРАБОТАННЫМИ ПОКРЫТИЯМИ	221
7.5	РАСЧЕТ ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ ПЛОЩАДИ И ПЛАНИРОВКА УЧАСТКА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ «ИнСиТА» НА МЕТАЛЛОРЕЖУЩИЕ ИНСТРУМЕНТЫ	228
	Выводы по главе 7	237
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ	238
	СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	240
	СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	243
	ПРИЛОЖЕНИЯ	261

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность темы исследования.** В машиностроительной отрасли все чаще начинают применять новые уникальные материалы для повышения эксплуатационных свойств выпускаемых изделий. Зачастую, материалы с более высокими физико-механическими свойствами труднее поддаются механической обработке. Низкая обрабатываемость резанием таких материалов приводит к преждевременному выходу из строя металлорежущих инструментов, что в свою очередь приводит к увеличению финансовых затрат за счет времени простоя дорогостоящих станков и затрат на приобретение новых инструментов. В связи с данной ситуацией, повышаются требования, которые предъявляются к современным металлорежущим инструментам (фрезы, резцы, долбежный инструмент и т.д.). Отечественные производители металлорежущего инструмента занимают значительно меньшую долю внутреннего рынка, чем зарубежные поставщики, что в сумме составляет не более 70 %, в то время как уровень импортозависимости станкоинструментальной промышленности находится на критическом уровне — более 90 %. Производство инструментальной продукции выступает важнейшим элементом единой системы инструментальной промышленности. Импортозависимость в инструментальном производстве обусловлена отставанием качества отечественного инструмента; отсутствием разнообразного отечественного рынка инструмента с покрытиями; недостатком кадровых ресурсов; малым количеством центров компетенции в отрасли, а также научных исследований (проектов), направленных на развитие отечественного инструмента.

Одна из ключевых задач Стратегии развития станкоинструментальной промышленности на период до 2035 г. от 5 ноября 2020 г. № 2869-р: выполнение комплексных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по созданию и повышению качества отечественного инструмента широкой номенклатуры и создание производства инструментов мирового уровня с целью повышения конкурентоспособности выпускаемой отечественной продукции и



снижения импортозависимости, а так же для снижения рисков возникновения угрозы технологической безопасности.

**Степень разработанности проблемы.** Мировые лидеры производителей металлорежущих инструментов (Sandvik, Iscar, Mitsubishi и т.д.) для повышения конкурентоспособности своего продукта и решения проблемы низкого ресурса инструментов, уделяют пристальное внимание к различным методам упрочнения режущей поверхности (такие как поверхностное легирование, лазерная закалка, химико-термическая обработка, нанесение покрытий и т.д.). На сегодняшний день, наиболее широко применяемым методом увеличения ресурса металлорежущих инструментов производителями мирового уровня, является PVD методы (осаждение вакуумных ионно-плазменных покрытий).

Для повышения ресурса металлорежущих инструментов разработаны и исследованы большое количество упрочняющих покрытий, такие как: TiN, TiCN, TiC, CrN, (TiAl)N. Сегодня импортный инструмент поставляется с современными инновационными покрытиями, которые обеспечивают прирост производительности по сравнению с инструментом без покрытия в 5 — 10 раз. Наиболее широко применяемыми, для упрочнения металлорежущих инструментов, являются покрытия на основе системы Ti-Al-N. Покрытия данной системы зарекомендовали себя в инструментальном производстве благодаря уникальным физико-механическим свойствам, которые удовлетворяют для обработки различных групп конструкционных материалов.

Исследования, посвященные усовершенствованию существующих покрытий и разработке новых методов повышения характеристик,

не прекращаются в настоящее время. Большой вклад в развитие направления упрочнения металлорежущих инструментов в Российской Федерации внесли А. С. Верещака, В. П. Табаков, А. А. Верещака, Л. М. Петров, Н. Н. Коваль,

А. А. Лысенков, В. Г. Кузнецов и др. В работах доказано, что на физико-механические свойства покрытий влияют как структура (архитектура) покрытий, так и химический и фазовый состав.

Обзор литературных данных показал, что, не смотря на широкое применение данных покрытий, есть потенциал для дальнейшего повышения эксплуатационных свойств. Сегодня основными направлениями усовершенствования покрытий для металлорежущего инструмента являются:

- добавление в состав покрытий дополнительных легирующих элементов (Zr, Mo, Cr, Y, Hf и др.), что способствует повышению механических свойств;
- подбор оптимального состава покрытий, управляя процентным соотношением алюминия к титану  $Ti_xAl_{1-x}N$ ;
- создание наноструктурного состояния или введение дополнительных функциональных слоев для повышения износостойкости.

Анализируя тройную диаграмму состояния Ti-Al-N, видно, что в данной системе возможно образование различных интерметаллидных фаз, которые, в свою очередь, обладают высокими механическими свойствами, стойкостью к окислению и сохраняют свою работоспособность при более высоких температурах, чем твердый раствор Ti-Al-N.

В работах Н. А. Lipsitt, Y. W. Kim приводятся исследования физико-механических свойств функциональных материалов на основе интерметаллидных системы Ti-Al с различными фазовыми составами, и рекомендуют их в качестве перспективных материалов, способных сохранять работоспособность при высоких температурах. В работах Д. С. Аксенова, А. А. Лучанинова, А. А. Сметкина рассмотрены существующие методы получения покрытий TiAlN, приведены исследования влияния содержания Ti и Al на свойства покрытий и изучена кинетика окисления покрытий при различных температурах.

На основе литературного анализа установлено, что существующие модификации покрытий, полученных осаждением из составных катодов TiAl (различного стехиометрического состава), представляют собой твердый раствор Al в TiN, которым является однофазный двухэлементный нитрид состава  $(Ti, Al)N$  с кубической структурой типа NaCl. В рассмотренных работах отсутствуют сведения о содержании интерметаллидных фаз в покрытиях и ее влияние на структурно-фазовые и физико-механические свойства покрытий.

Анализируя данное направление, было установлено, что прикладное применение интерметаллидных покрытий для повышения эксплуатационных свойств металлорежущего инструмента отсутствует. Не исследованы физико-химические и структурно-фазовые закономерности формирования интерметаллидов при ассистированном вакуумно-дуговом осаждении.

На основе вышеизложенного можно сделать вывод, что до настоящей работы комплексные исследования закономерностей формирования износостойких покрытий на основе интерметаллидных соединений системы Ti-Al («ИнСиТА») и их физико-механических свойств, при ассистированном осаждении из плазмы вакуумно-дугового разряда (ПВДР) были мало изучены.

Данная работа посвящена исследованию фундаментальных и прикладных аспектов практического использования композиционных покрытий на основе «ИнСиТА», осажденных из ПВДР для повышения эксплуатационных свойств металлорежущих инструментов широкой номенклатуры.

**Цели и задачи.** Целью работы является повышение стойкости металлорежущего инструмента за счет совершенствования морфологии, физико-химического, фазового состава и технологии нанесения композитных покрытий на основе нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия.

Для достижения поставленной цели необходимо решить **следующие задачи:**

1. Исследование закономерностей фазовых превращений покрытий системы Ti-Al при ассистированном вакуумно-дуговом осаждении в среде инертного газа аргона и в среде реакционного газа азота;
2. Исследование морфологии нано-слоев и её влияние на физико-механические свойства покрытий при ассистированном вакуумно-дуговом осаждении в среде инертного газа аргона и в среде реакционного газа азота.
3. Разработка математической модели и компьютерная реализация численных методов оценки её применимости для прогнозирования стехиометрического, химического и фазового состава покрытий на основе «ИнСиТА» при осаждении из ПВДР в среде инертного или реакционного газа;

4. Технологические и экспериментальные исследования процессов получения композиционных наноструктурированных покрытий на основе «ИнСиТА» и при ассистированном вакуумно-дуговом осаждении;
5. Исследование физико-механических свойств композиционных наноструктурированных покрытий на основе «ИнСиТА» полученных осаждением из ПВДР;
6. Исследования взаимосвязи физико-механических свойств с архитектурой, химическим и фазовым составами многослойных наноструктурированных покрытий;
7. Разработка технологии нанесения износостойких покрытий на основе нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия на металлорежущий инструмент и проведение производственных испытаний инструментов с композиционными покрытиями.

#### **Научная новизна.**

1. Установлено, что при послойном осаждении покрытий из плазмы генерируемой электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из титана и алюминия и при ассистировании процесса плазменным источником с накальным катодом для дополнительной ионизации реакционного (азота) или инертного (аргона) газа, а также при нагреве подложки до температуры 450° С, наряду соединений Ti и Al с азотом (в случае реакционного газа), в покрытиях так же образуются интерметаллидные соединения, а именно фазы TiAl<sub>3</sub>, TiAl, Ti<sub>3</sub>Al.

2. На основе разработанной математической модели, доказана возможность прогнозирования стехиометрического состава покрытий в зависимости от технологических параметров. Проведено качественное сопоставление теоретических и экспериментальных результатов.

3. Рентгеноструктурным анализом доказано, что изменение скорости вращения рабочего стола с 1 до 14 об/мин, а соответственно уменьшение толщины слоев с ~50 до ~5 нм приводит к увеличению содержания нитридных и интерметаллидных фаз при осаждении в среде азота, и увеличения содержания

интерметаллидных фаз при осаждении в среде аргона, с сопровождением уменьшения содержания чистых металлов Ti и Al.

4. Установлена зависимость толщины нано- и макро- слоев на микротвердость композитных покрытий. Уменьшение толщины нанослоев до 5 нм и одновременное увеличение толщины макрослоев до 0,5 мкм, приводит к увеличению микротвердости многослойных композитных покрытий с 1500–1800 до 3700–4500 HV<sub>0,05</sub>.

5. Установлена зависимость влияния соотношения толщины макрослоев  $h_{\text{Ti-Al}}/h_{\text{Ti-Al-N}}$  в покрытии на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия на коэффициент упругого восстановления ( $W_e$ ). При этом покрытия с  $h_{\text{Ti-Al}}/h_{\text{Ti-Al-N}} = 1$  обладает большим значением  $W_e = 65,4\%$  при критической нагрузке 25Н.

6. Установлена эффективная толщина нитридных и интерметаллидных слоев, которая обеспечивает уровень физико-механических и эксплуатационных свойств. При толщине макрослоев равной 0,5 мкм нанотвердость композиционного покрытия составляет  $\sim 4500 \text{HV}_{0,05}$ , а модуль упругости  $E = 200 \text{ ГПа}$ .

### **Теоретическая и практическая значимость работы.**

способ получения износостойкого градиентного покрытия системы Ti-Al на стальной детали в вакууме (Патент № 2662516 от 26.07.2018), способ получения износостойкого интерметаллидных покрытий (Патенты № 2489514 от 22.03.2012, № 2689474 от 28.05.2019), способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом (Патент № 2694857 от 18.07.2019) , способы упрочнения металлорежущих инструментов (Патент № 2699700 от 27.03.2019, Патент № 2697749 от 19.08.2019, Патент № 2700344 от 16.09.2019) осаждением покрытий на основе «ИнСиТА» из ПВДР. Данные способы легли в основу технологических процессов упрочнения металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, позволяющих увеличить стойкость до 4 раз по сравнению с импортными аналогами. Доказаны целесообразность и эффективность нанесения износостойких покрытий на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев

титана и алюминия из ПВДР на металлорежущие инструменты широкой номенклатуры.

Разработана математическая модель и на ее основе программа для ЭВМ, позволяющая спрогнозировать химический и стехиометрический состав покрытия в зависимости от технологических параметров (Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2012616194, № 2019617973).

Разработаны технологические режимы формирования композиционных наноструктурных покрытий «ИнСиТА», осажденных в среде реакционного (азот) и инертного (аргон) газов. Покрытия, полученные по разработанным технологическим режимам, позволили увеличить ресурс металлорежущего инструмента до 3 раз по сравнению с импортным инструментом (с коммерческим покрытием). Повторяемость полученных результатов разработанных покрытий подтверждена актами производственных испытаний металлорежущих инструментов широкой номенклатуры, а также внедрением на серийное производство и упрочнением концевых фрез в количестве более 5000 штук.

**Методология и методы исследований.** Проведенные исследования базируются на фундаментальных положениях материаловедения, на результатах работ в области технологии осаждения покрытий и специальных свойств поверхностей. Методы, применяемые в экспериментальных исследованиях, подбирались с учетом особенностей изучаемых покрытий: метод электронной микроскопии; инвертированного универсального металлографического микроскопа; метода рентгенофазового анализа; метода измерения трибологических характеристик и другие методики.

**Внедрение результатов работы:**

— Разработан и внедрен типовой технологический процесс нанесения композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» на инструмент «Фреза» из твердого сплава на ПАО «ОДК-УМПО».

— Разработан и внедрен типовой технологический процесс нанесения композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» на инструмент «матрица» холодновысадочного автомата на ОАО «БелЗАН».

— Разработан и рекомендован к внедрению типовой технологический процесс нанесения композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» на инструмент «Фреза» из быстрорежущей стали на АО «УАП «Гидравлика»

— результаты диссертационной работы были использованы на промышленных предприятиях: АО «Электросоединитель» п.г.т. Уруссу, ООО «Проект Р» г. Новосибирск, АО «Уфимское агрегатное производственное объединение» г. Уфа, АО «Смоленский авиационный завод» г. Смоленск и др.

### **Положения, выносимые на защиту.**

1. Закономерности послойного осаждения покрытия из плазмы генерируемой электродуговыми испарителями оснащенными однокомпонентными катодами из Ti и Al в среде реакционного (азота) или инертного (аргона) газа, при нагреве подложки до температуры 450 °С, обеспечивающие образование новых наноструктурных интерметаллидных фаз TiAl, Ti<sub>3</sub>Al.
2. Математическая модель, для прогнозирования стехиометрического состава покрытий в зависимости от состава газа (реакционного или инертного). Верификационные исследования применимости математической модели.
3. Взаимосвязь скорости вращения рабочего стола в диапазоне с 1 до 14 об/мин и толщины слоев (диапазон от ~50 до ~5 нм) с количественными параметрами содержания нитридных и интерметаллидных фаз при осаждении в среде азота и аргона.
4. Взаимосвязь чередующихся наноструктурных слоев Ti и Al в диапазоне от ~50 до ~5 нм и микротвердости покрытий, показывающая, что уменьшение толщины нанослоев приводит к увеличению микротвердости покрытий, синтезированных в среде азота с 1800 до 3500 HV<sub>0,05</sub>, а для синтезированных в среде аргона, со значения 400 до 800 HV<sub>0,05</sub>.
5. Взаимосвязь соотношения толщины слоев  $h_{Ti-Al}/h_{Ti-Al-N}$  в композиционном многослойном покрытии с коэффициентом упругого

восстановления материала ( $W_e$ ), причем покрытия с одинаковой толщиной обладают большим значением коэффициента  $W_e$  при критической нагрузке.

**Степень достоверности и апробация результатов.** Достоверность полученных результатов диссертационной работы обеспечиваются логической определенностью исходных методологических подходов; комплексным анализом изучаемых процессов; непротиворечивостью выводов и оценок полученных результатов; а также репрезентативностью полученных данных.

Основные результаты диссертации докладывались на международных и всероссийских научных конференциях и семинарах: «Вакуумная Техника и Технология» (2010, 2011, 2012, 2013, 2014); международной конференции ISDEIV (2012, 2014, 2018); международной научно-технической конференции «БМП» (Москва, 2014, 2018), XXIV Уральская школа металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Магнитогорск, 2018), 6th International Congress EFRE (Томск, 2018, 2020), International Conference GDP (2017, 2019, 2021).

### **Публикации**

По материалам диссертации опубликовано 40 печатных работ, в том числе коллективная монография, 30 статей в журнале из перечня ведущих научных журналов и изданий ВАК РФ, 20 работ индексируются в Scopus и Web of Science, 3 работы опубликованы в изданиях, входящих в базу цитирования РИНЦ, 9 патентов на изобретения. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

**Личный вклад соискателя** в работы, выполненные в соавторстве, заключается в постановке задачи исследования на основе анализа литературных данных по теме работы, руководстве и личном участии во всех этапах экспериментов, обработке и интерпретации полученных результатов, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту. В статьях по теме диссертации является основным соавтором.

### **Структура и объем диссертации.**



Диссертация изложена на 296 страницах машинописного текста, содержит 154 рисунков и 39 таблиц. Работа состоит из введения, 7 глав, общих выводов, приложения и списка литературы из 169 наименований.

# ГЛАВА 1. МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДОВ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ, ИХ СТРУКТУРА И СВОЙСТВА

## 1.1 СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ СТОЙКОСТИ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ

Проблема повышения стойкости инструментов является крайне актуальной, в частности для Российской Федерации. Сегодня, в инструментальном производстве (ИП) применяются различные методы поверхностной упрочняющей обработки [20, 24]. Основные способы повышения эксплуатационных свойств металлорежущих инструментов (МРИ) можно разделить на 5 типов: деформационное воздействие (ДВ); нанесение покрытий (НП); поверхностное легирование (ПЛ); термическое воздействие (ТВ); комбинированная обработка (КО). Физические механизмы воздействия на поверхностный слой МРИ отличается для каждого из типов. На рисунке 1.1 представлено доли основных методов упрочнения МРИ [24].



Рисунок 1.1 – Доли основных методов упрочнения МРИ применяемых в ИП [24]

В ИП часто используются технологии лазерной обработки. В частности, с использованием лазерного излучения проводят закалку, легирование или наплавку [18]. В результате на этой поверхности МРИ появляется модифицированный слой, который отличается от сердцевины материала, как структурой, так и химическим составом. В работах [36, 54, 60] исследованы процессы ТВ лазерным источником на ПС МРИ. После лазерной закалки режущей кромки МРИ, его стойкость увеличилась в 1,5–2,2 раза.

При ДВ в МРИ ПК возникает остаточная пластическая деформация за счет уплотнения дислокаций, происходит деформационное упрочнение, увеличивается микротвердость, уменьшается шероховатость, создаются сжимающие напряжения. В [22, 23, 55] говорится, что поверхностная пластическая деформация (ППД) увеличивает прочность и твердость металла, что также является следствием увеличения плотности дислокаций. Исследования, проведенные в работах [22, 23, 55], показали, что упрочнение применение ППД для упрочнения лезвийного инструмента из быстрорежущей стали позволило увеличить стойкость в 2,7 раза.

ПЛ позволяет внедрять легирующие компоненты и изменить структурно-фазовый состав ПС МРИ, что в свою очередь приводит к повышению физико-механических свойств. В работах [16, 45, 47] показано, что ЭИЛ твердых сплавов позволяет увеличить стойкость МРИ на 20–40% при точении стали 45.

Значительно повысить стойкость МРИ позволяет нанесение износостойких многослойных покрытий (ИМП), что в свою очередь приводит к улучшению качества обрабатываемой поверхности, увеличению эксплуатационных свойств МРИ и т. Д. [14]. В качестве ключевых современных технологий нанесения ИМП для МРИ используются методы химического (CVD-chemical vapor deposition) и физического (PVD-physical vapor deposition) осаждения из газовой фазы.

В PVD технологиях исходным материалом служат металлы в твердом состоянии, которые переводятся в газовую (паровую) фазу и конденсируется на поверхности МРИ. Процессы PVD проводятся исключительно в вакууме. Исходным материалом при CVD-процессах применяются многокомпонентные

газы. За счет протекания химических реакций происходит рост покрытия. Процессы проводятся при атмосферном давлении в специальных камерах [70, 100].

Для всех методов PVD образование покрытий осуществляется в результате преобразования твердого тела в парообразное состояние, с последующей его ионизацией, осуществляемой различными источниками [18]. Метод PVD применяется для получения одно-/многослойных покрытий из различных металлов и их соединений (нитридов, карбидов, оксидов). Рекомендуемая толщина покрытий для МРИ составляет 2–5 мкм. Температура МРИ во время процесса осаждения покрытий не превышает 500 °С, что позволяет обрабатывать инструментальные стали.

Все процессы PVD условно можно разделить на 2 группы: процессы испарения и напыления. Испарение осуществляется резистивным или индукционным нагревом, воздействием пучками электронов, ионными потоками, лазерным лучом. Процессы могут происходить как с дополнительной ионизацией [11]. Распыление - диодное или магнетронное. Сравнение распространенных методов PVD и их основных параметров приведено в таблице 1.1.

Таблица 1.1 Сравнение PVD методов [11]

Наименование метода	Условия реализации метода	Основные виды покрытий	Преимущества метода	Недостатки метода
Резистивное испарение	Вакуум $10^{-2}$ – $10^{-3}$ Па. Испарение металлов резистивным нагреванием	Металлические покрытия: Al, Ag, Cu, Zn, Cd, Cr, Ni, Co, Si	Высокая скорость осаждения. Возможность получения толстых покрытий.	Недостаточно плотная структура. Невысокие механические свойства.
Электронно-лучевое испарение	Вакуум $10^{-4}$ – $10^{-3}$ Па. Реактив. газы $N_2$ , $O_2$ , $CH_4$ Испарение металлов сфокусированным электронным пучком с дополнительной ионизацией.	Металлические покрытия: Al, Ag, Cu, Ti, Cr, Ni, Co, Si Керамические покрытия: TiN, ZrN, TiC, ZrC, TiCN, ZrCN	Высокая скорость осаждения. Возможность получения толстых покрытий (до 200 мкм). Высокая чистота покрытий (мин примесей)	Трудно обеспечить равномерность в толщине на изделиях сложной конфигурации. Низкая степень загрузки изделиями объема рабочей камеры
Лазерное испарение	Вакуум $10^{-5}$ – $10^{-3}$ Па Испарение лазерным импульсом	Покрытия для микроэлектроники: $Sb_2S_3$ , $As_2S_3$ , SrTiO	Получение покрытий сложных соединений. Высокая чистота покрытий	Сложность технической реализации
Вакуумно-дуговое испарение	Вакуум $10^{-2}$ – $10^{-3}$ Па. Реактив. Газы $N_2$ , $O_2$ , $CH_4$ $T=300$ – $600$ °C Испарение металлов в катодном	Металлические покрытия: Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co Керамические покрытия: TiN, ZrN, CrN, TiC,	Высокая скорость осаждения. Относительная простота технической реализации. Эффективная очистка изделий	Относительно высокие температуры осаждения покрытий. Наличие в структуре

	пятне дугового разряда Осаждение покрытий с высокой степенью полного воздействия	TiCN, ZrCN, TiAlN, AlCrN, TiO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> Наноккомпозиты: TiAlN/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , AlCrN/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	перед нанесением. Высокие свойства керамических покрытий.	покрытий микрокапельной металлической фазы.
Магнетронное распыление	Чистые газы Ar, N <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub> T=60–600 °C Ионное распыление металлов в магнетронном разряде. Осаждение покрытий с различной степенью полного воздействия	Полный спектр металлических покрытий: Al, Ag, Cu, Zn, Cd, Cr, Ni, Co, Si Керамические покрытия: TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, ZrCN, TiAlN, AlCrN, TiO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub>	Возможность нанесения покрытий на термочувствительные материалы при низких температурах. Широкий спектр покрытий различного назначения. Высокая скорость осаждения. Высокие свойства металлических и керамических покрытий	Относительная сложность технической реализации метода при получении керамических покрытий. Относительно высокая стоимость оборудования.

Широкое распространение получил метод нанесения плазменных покрытий из вакуумного дугового разряда. Этот метод позволяет наносить покрытие на острые рабочие поверхности МПИ, не вызывая значительного выцветания из-за равномерного нанесения [41].

На основе обзора литературы [1-10] установлено, что учеными разработаны и исследованы большое количество покрытий для повышения эксплуатационных свойств МПИ было, в том числе самые распространенные: TiN, TiCN, TiC, CrN, MoN, (TiAl) NO Ti-O. Однако по статистике, система Ti-Al-N нашла широкое распространение среди существующих покрытий, так как именно она обладают эффективным сочетанием физико-механических свойств и инертностью ко многим конструкционным материалов.

Легирование нитрид титана алюминием, позволило повысить твердость, рабочую температуру покрытия и инертность по отношению к обрабатываемым материалам. Затем были проведены исследования по увеличению содержания алюминия с целью улучшения характеристик покрытий. Текущие исследования, проводимые учеными, для повышения эксплуатационных свойств и ресурса инструмента с покрытием имеют несколько разносторонних направлений: добавление в состав покрытий новых легирующих элементов (рисунок 1.2), изменение стехиометрического состава покрытия, формирование наноструктурных покрытий и др. [67, 87].

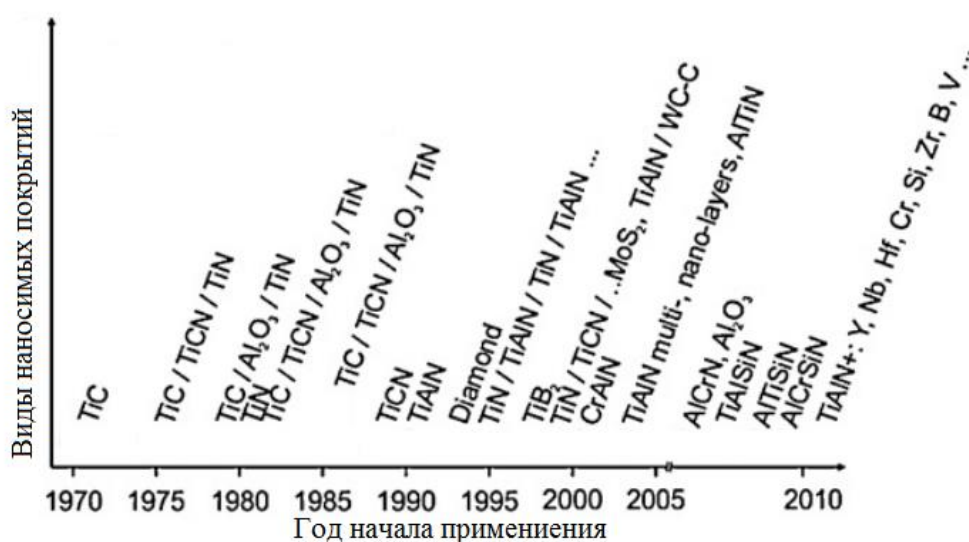


Рисунок 1.2 – Эволюция покрытий, применяемых для упрочнения МРИ [84]

В результате обзора литературы было установлено, что нанесение ИМП на поверхность МРИ является наиболее эффективным способом повышения его механических и эксплуатационных свойств.

## 1.2 ИЗНОСОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РЕСУРСА МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ

Качество ИМП в основном зависит от структуры слоев (количество слоев, их толщина), химического и фазового состава, которым можно управлять, изменяя

технологические режимы в широком диапазоне значений (температура нанесения, продолжительность нанесения и т. Д.) [14].

Анализ требований к упрочняющим покрытиям показывает, что однослойные (однослойные, однокомпонентные) покрытия не соответствуют современным требованиям к износостойким покрытиям для МРИ. Требования растут с каждым днем, и для обеспечения уникальных и высоких физико-механических свойств возможно только с применением многослойных композитных покрытий (МКП) [15].

Использование МКП позволяет использовать хрупкие кристаллические системы, химически несовместимые с инструментальным материалом, но демонстрирующие наибольшую термодинамическую стабильность из всех известных соединений [21].

В настоящее время разработка современных композиционных и многослойных покрытий осуществляется с использованием следующих основных концепций:

- на основе твердых отверждаемых растворов;
- на основе метастабильных систем с однородной металлоидной структурой;
- с наноструктурированными многофазными слоями;
- сверхмногослойные покрытия с толстыми слоями на наноуровне.

Многослойные наноструктурированные покрытия можно разделить на три группы (рисунок 1.3) [68]:

- а) износостойкие покрытия многослойной структурой с содержанием слоев из материалов с идентичными химическими связями (рисунок 1.3 п.1);
- б) износостойкие покрытия многослойной структурой с содержанием слоев сильно различающимися химическими связями (рисунок 1.3 п.2);
- в) износостойкие покрытия многослойной структурой с наноразмерными слоями с промежуточными подслоями на внутренней границе (рисунок 1.3 п.3).



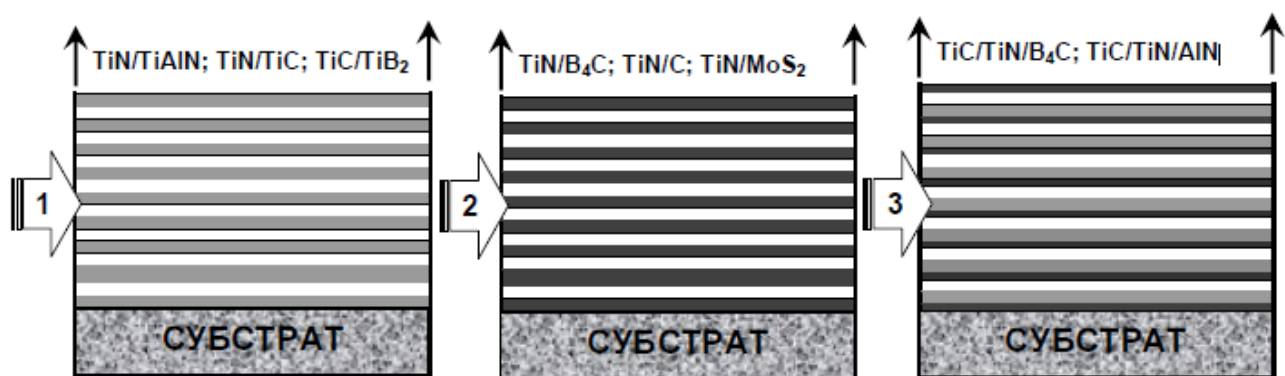
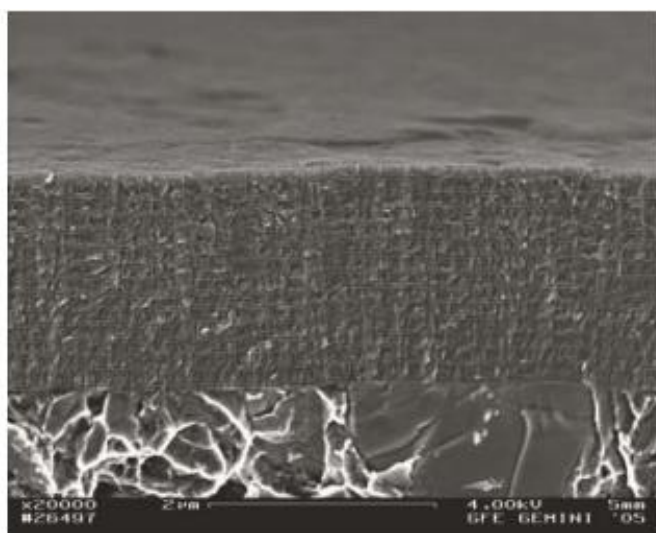
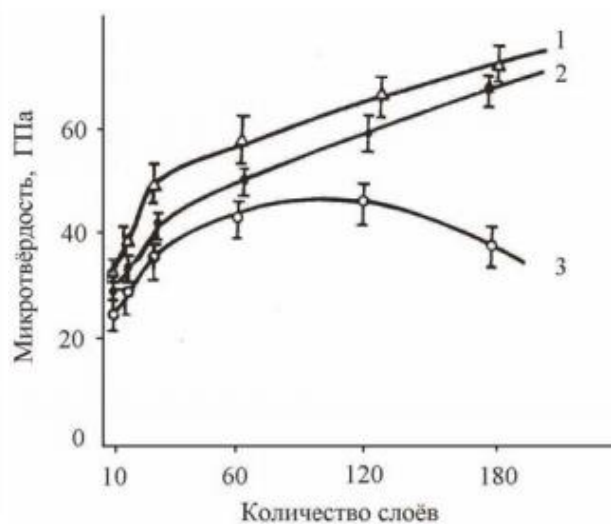


Рисунок 1.3 – Классификация МКП по архитектуре [86].

В работе [23] показано, что МКП обладают высокой микротвердостью. Такие свойства покрытий объясняется наноразмерными зёрнами в покрытии, которые образуются при частой смене состава слоя. В работе показано, что уменьшение толщины слоёв до 10 нм (но с сохранением длительности обработки) микротвёрдость износостойких многослойных покрытий TiN/(NbN или ZrN) увеличивается до 70 ГПа. На рисунке 1.4 показана структура МКП полученные [23].



а)



б)

Рисунок 1.4 – РЭМ изображение структуры МКП (а); График изменения микротвердости с увеличением количества слоёв в покрытии (б)

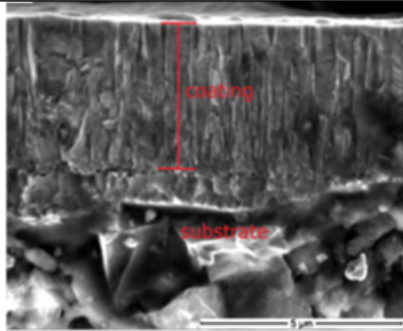
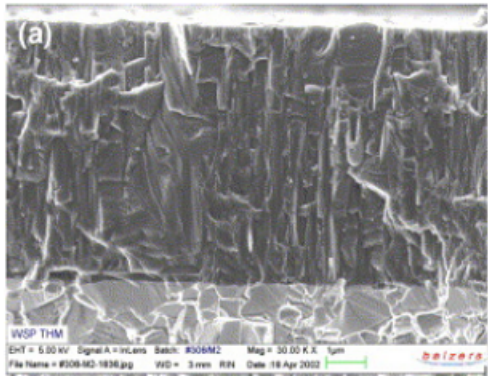
В работе [5] опубликованы результаты исследования микротвердости МКП. Эксперименты проводились при изменении толщины чередующихся слоёв нитридов титана и хрома в покрытии. Авторами установлено, что при уменьшении

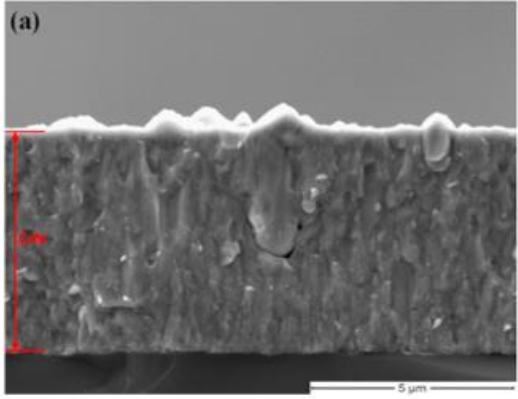
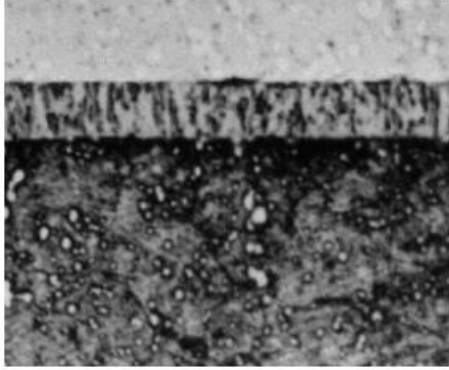
толщины менее 25 нм происходит снижение микротвердости покрытий. Данный процесс связан с диффузионными потоками металлов между наноразмерными слоями. Диффузионные процессы размывают границу разделов нанослоев и равномерно распределяют концентрации титана и хрома по всему объему МКП.

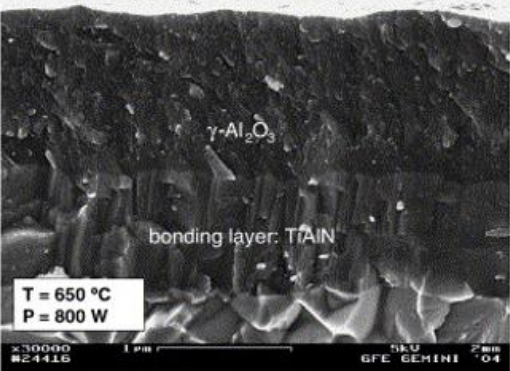
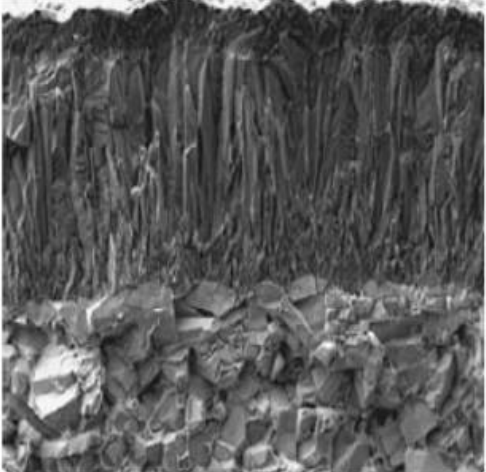
В таблице 1.2 приведены свойства современные износостойких покрытия, применяемых ИП, для упрочнения МРИ [50].

Таблица 1.2 Современные износостойких покрытия, применяемых в ИП, для упрочнения МРИ

Покрытие	Свойства, особенности и область применения	Структура покрытия
TiN	<p>Применяется в качестве самостоятельного покрытия, а также в виде его отдельных слоев. Обладает простотой технологией получения и относительно невысокой стоимости используемых материалов. Получило широкое распространение в промышленности. Твердость составляет 23...25 ГПа по Виккерсу, коэффициент трения по сталям 0,57. Используется для большинства видов МРИ при обработке сталей и сплавов.</p>	<div data-bbox="1082 875 1434 1205" data-label="Image"> <p>The image is a scanning electron microscope (SEM) micrograph showing the surface morphology of a TiN coating. It displays a columnar structure with elongated, needle-like grains. The grains are oriented vertically, with their long axis perpendicular to the substrate. The surface appears relatively smooth but with some small, rounded features. Technical data at the bottom of the image reads: 'SEI 25kV x4k 1µm'.</p> </div> <p>Покрытия обладают столбчатой структурой с нитевидными зернами диаметром в пределах 25...70 нм, вытянутыми в сторону роста. Средний диаметр столбцов составляет около 200 нм [6, 18, 57].</p>

TiCN	<p>Применяется в качестве самостоятельного покрытия, а также в роли его отдельных слоев. Имеет высокую твердостью по Виккерсу – до 37 ГПа, обладает низкой коэффициентом трения по стали – 0,3–0,4, из-за высокой твердости достаточно хрупкий и подвержен окислительному износу. Используется для чистовой обработки сталей и сплавов нормальной обрабатываемости.</p>	 <p>Покрyтия Ti(C, N) имеют столбчатую структуру со средней шириной столбцов 260 нм [22]. Количество и размер капельной фазы больше, чем при осаждении нитрида титана</p>
(Ti, Al)N	<p>Применяется в качестве самостоятельного покрытия, а также в роли его отдельных слоев. Обладает повышенной стойкостью к окислительному износу, высокой твердостью по Виккерсу – до 37 ГПа, и имеет коэффициент трения по стали 0,3–0,6. Используется для операций с большими термическими нагрузками – при высокоскоростной обработке, резании материалов с пониженной теплопроводностью, а также обработки твердых материалов, в том числе без применения СОЖ.</p>	 <p>Покрyтие TiAlN имеет столбчатую структуру с размерами зёрен около 50 нм [73].</p>

CrN	<p>Применяется в качестве самостоятельного покрытия, а также в качестве его отдельных слоев. Отличается высокой пластичностью, хорошими трибологическими свойствами. Имеет твердость по Виккерсу не более 14 ГПа и коэффициент трения по стали 0,3. Используется для снижения налипания материала заготовки на режущий инструмент при обработке мягких металлов – алюминия, меди и сплавов на их основе.</p>	 <p>(a)</p> <p>Покрытие имеет столбчатую структуру, которая уменьшается при увеличении давления азота, и происходит уменьшение размера столбцов [89].</p>
(Ti, Cr)N	<p>Используется в качестве самостоятельного покрытия, а также в качестве его отдельных слоев. Свойства и области применения аналогичны покрытию TiN, но является более пластичным, что делает предпочтительным его применение для инструментов, эксплуатируемых в условиях ударно-циклических нагрузок и больших сечений срезаемого слоя.</p>	

<p><math>Al_2O_3</math></p>	<p>В основном используется в качестве одного из слоев многослойного покрытия. Обладает повышенной микротвердостью (в зависимости от типа кристаллической решетки может составлять до 35 ГПа), сохраняющейся при повышенных температурах резания, и характеризуется повышенной пассивностью по отношению ко многим обрабатываемым материалам. Применяется в качестве барьерного слоя, сдерживающего диффузионные процессы, а также окисление режущих кромок инструмента.</p>	
<p>TiC</p>	<p>Используется в качестве самостоятельного покрытия, а также в качестве его отдельных слоев. Обладает микротвердостью 28...32 ГПа, но является более хрупким, чем TiN. Обладает кристаллохимической совместимостью с твердыми сплавами, поэтому часто используется в качестве внутреннего слоя многослойного покрытия с целью увеличения прочности его адгезионной связи с твердосплавной подложкой.</p>	

На (рисунке 1.5) представлена классификация ионно-плазменных покрытий. Основные типы покрытий, использующие для упрочнения МРИ, условно можно классифицировать по составу и строению.

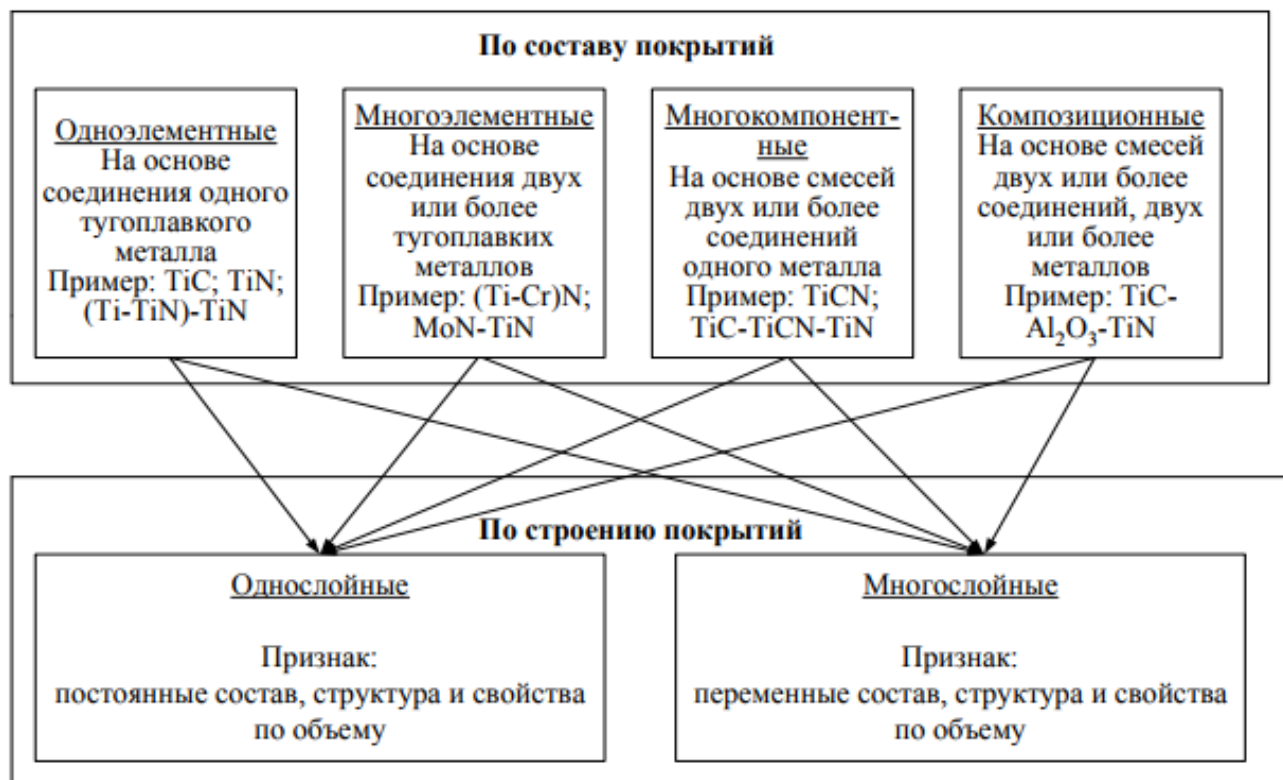


Рисунок 1.5 – Классификация по составу и по строению износостойких покрытий [49]

В настоящее время не прекращаются поисковые работы применительно к новым видам покрытий для МРИ. И с развитием промышленности, требования предъявляемые МРИ, и в частности к покрытиям, повышаются [49].

Анализ разработанных архитектур, композиции покрытий и их эксплуатационных свойств показал, что именно МКП, состоящие из отдельных нанослоев позволит обеспечить предъявляемые требования.

### 1.3 МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ И НИТРИДОВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ

Разработка новых покрытий для современных МРИ, а также экономически эффективных технологий их реализации на отечественном оборудовании,

являются приоритетными в рамках СНТР РФ [27, 34]. Одним из перспективных направлений является разработка композиционных интерметаллидных покрытий.

Из литературного обзора установлено, что наиболее эффективным методом направленной модификации ПС МРИ является формирование функциональных многослойных покрытий на режущей кромке МРИ [27, 34, 45, 55, 67, 77, 80].

Существует большое количество физически разных способов формирования МКП на рабочих поверхностях МРИ. В зависимости от особенностей протекания процессов во время роста покрытий, существующие способы можно разделить на три крупные группы:

- 1) методы, основанные на протекании диффузионных процессов в ПС МРИ .
- 2) методы формирования функциональных покрытий за счет реакций между парагазовыми компонентами.
- 3) методы формирования покрытий при протекании плазмохимических процессов.

Среди всех разновидностей методов PVD, наиболее широкое распространение применительно к МРИ получил процесс конденсации МКП из плазмы генерируемой дуговыми разрядами вакууме с применением источников дополнительной ионной для эффективной бомбардировки и активации поверхности. [27, 84, 85].

Существуют различные методы получения покрытий на основе «ИнСиТА» [1, 10, 11, 16, 40, 46, 58, 65, 70, 86, 88, 89, 101, 102, 107]. За последние десятилетия огромное количество научно-исследовательских работ опубликованы посвященные разработке новых способов формирования покрытий на основе «ИнСиТА», как в вакууме, так и в атмосфере (Coelho., 1999; Grigorjan., 2001, 2006; Lukadam., 2002; Budilov 2004, Ramos, 2005, 2006; Ramos, Viera, 2005; Gachon., 2005; Jagubova 2007; Шлекová 2008 ,Burkov 2009, 2012, Musil 2015, Vardanyan 2016-2021).

Coelho и др., 1999 проводили исследования влияния легирующего элемента (Cr, Ag) на механические свойства формирования интерметаллидных покрытий. Покрытия получали магнетронным распылением, после осаждения покрытия подвергались отжигу при температуре 600 °С в течении 9 часов. При этом в покрытиях формировались интерметаллидные фазы TiAl+Ti3Al. Твердость

бинарных покрытий Ti+Al после отжига составляла 9.2 ГПа, а с легирующими элементами была получена твердость покрытий до 17 ГПа.

Т. Матсубараи др. в 2000 опубликовали результаты своих исследований по формированию интерметаллидного слоя на поверхности титанового образца. Покрытие получали реактивным спеканием порошков чистого титана и алюминия. При этом нагрев образца происходил до температуры 1200К. Полученное покрытие состояло из фазы  $TiAl_3$ , а твердость покрытия составляла 600HV. Схема эксперимента представлена на рисунке 1.6.

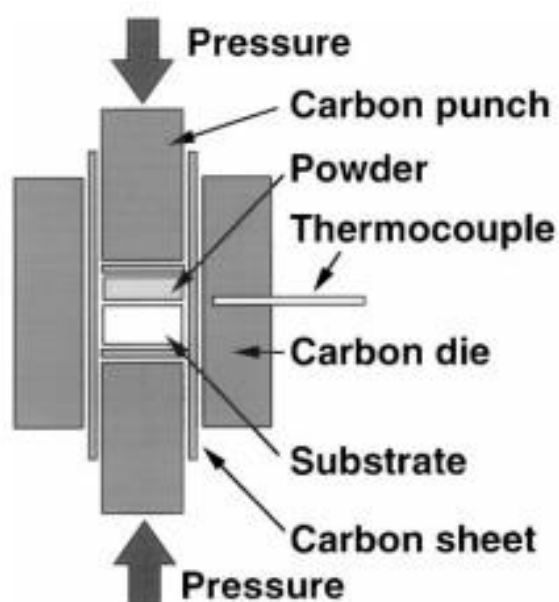


Рисунок 1.6 – Экспериментальная схема формирования интерметаллидных пленок из порошковой смеси титана и алюминия реактивным спеканием.

Авторами Тадайуки Сато и Атсуши Незью в 2000 г. Опубликовано способ формирования защитных коррозионностойких покрытий «ИнСиТА» плазменным распылением однокомпонентных проволок Ti и Al на поверхности подложки из разных материалов. Иллюстрация принципиальной схемы реализации данного процесса, приведена на рисунке 1.7.



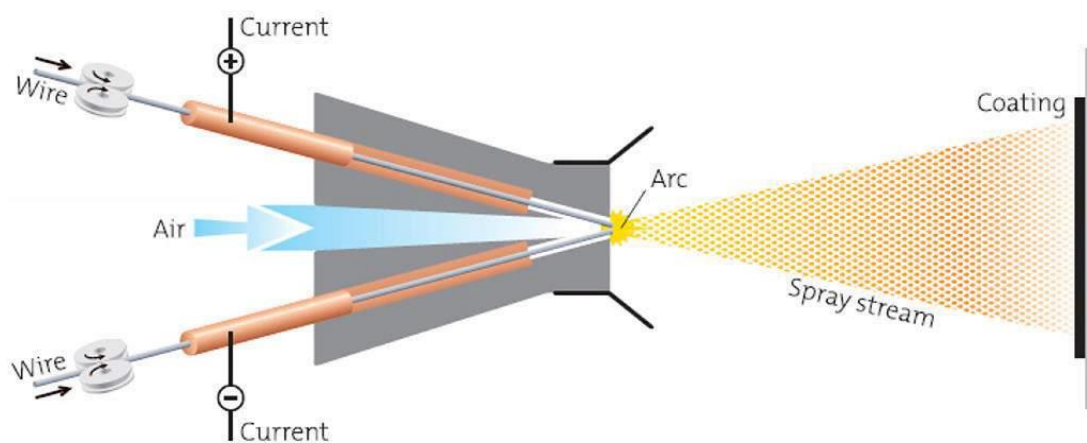


Рисунок 1.7 – Принципиальная схема напыления открытой плазмой

В 2001 году в работах авторов А.Е. Григорян, Н.Г. Елистратов, Д.Ю. Ковалев и др. экспериментально изучены процессы формирования интерметаллидных соединений при послойном осаждении, с толщинами слоев 50-60нм. Покрытия получали магнетронным распылением на охлаждаемую подложку с температурой 50<sup>0</sup>С. При нагреве до температуры 350-400<sup>0</sup>С, в покрытии начинались самораспространяющиеся реакции формирования интерметаллидных фаз. У авторов есть большое количество публикаций посвященных изучению механизмов формирования интерметаллидов и определения оптимальных соотношений толщины слоев, для формирования интерметаллидных покрытий [98].

В 2001 г. авторами С. Мриджа и др. был предложен новый способ получения защитных покрытий на основе «ИнСиТА». Покрытие получали в несколько стадий: 1- получение порошков из чистого титана (50мкм) и алюминия (150мкм); 2 - изготовление смеси из порошков с соотношением 53:47 Тi к Al; 3- нанесение порошковой смеси на поверхность образца; 4- электронно-лучевое плавление порошка и формирование интерметаллидного покрытия на поверхности образца. Схема эксперимента представлена на рисунке 1.8.

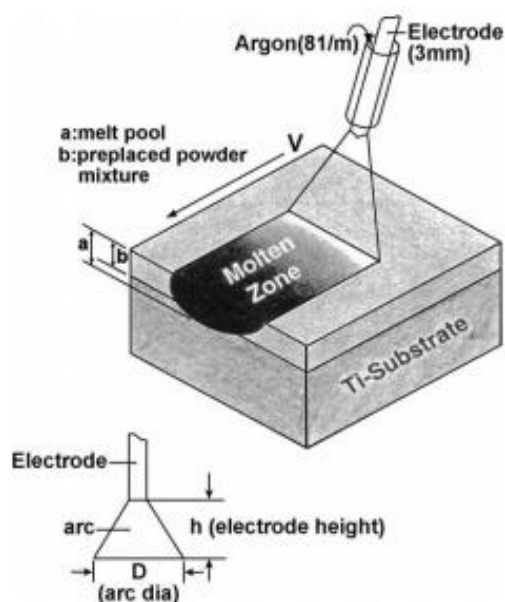


Рисунок 1.8 – Экспериментальная схема формирования интерметаллидных пленок из порошковой смеси титана и алюминия

Дж. Хампшайр и др.(2002г) исследованы покрытия, полученные при послойном осаждении титана и алюминия несбалансированным магнетронным распылением с последующим отжигом, для формирования интерметаллидных фаз [56].

И. Гарсия и другими авторами (2002г) разработан способ получения многослойного покрытия из бинарной системы (Ti, Al) / (Ti, Al) N лазерным легированием поверхности. Первый слой содержал фазы от  $TiAl_3$  до  $Ti_3Al$  с плавным переходом, а второй слой состоял из нитридных соединений  $TiN$ ,  $Ti_2N$ ,  $Ti_2AlN$  [106].

I. Yumoto и др. (2003г) разработан новый способ "Supersonic free-jet PVD (SFJ-PVD)" получения интерметаллидных покрытий. Покрытие формируется при атомной подаче чистого титана и алюминия на поверхность подложки через сверхзвуковые сопла (рисунок 1.9). Интерметаллидное покрытие формируется при температуре 800К.

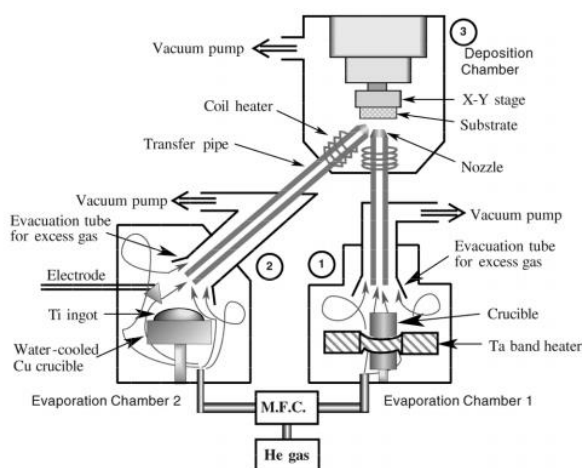


Fig. 1. Schematic diagram of SFJ-PVD apparatus.

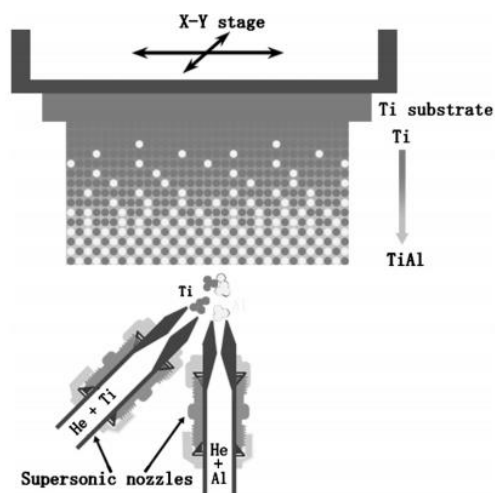


Рисунок 1.9.— Экспериментальная схема "Supersonic free-jet PVD (SFJ-PVD)"

В 2004 году была опубликована работа под руководством В.В. Будиловым по осаждению интерметаллидных покрытий из ПВДР генерируемыми однокомпонентными катодами в стационарном режиме. В определенных точках вакуумной камеры были получены покрытия содержащие следующие интерметаллидные фазы:  $TiAl_3$ ,  $TiAl$ ,  $Ti_3Al$ . В работе подтверждена возможность формирования интерметаллидных фаз при одновременном осаждении из ПВДР с применением однокомпонентных катодов, однако не изучен механизм формирования интерметаллидных фаз. А в случае послойного осаждения, путем последовательного включения соответствующих электродуговых испарителей и варьированием количества слоев от 10 до 100, интерметаллидных фаз в покрытии не образовывались.

Комплексные исследования покрытий системы  $(Ti, Al)_N$ , конденсируемые из ПВДР с применением составных катодов (схема представлена на рисунке 1.10) при варьировании атомного отношения Al к Ti от 0,49 до 1,29 опубликованы в работе PalDey, S.C. Deevi [100]. В работе показано что при соотношении Al к Ti 11:10 достигается максимальная твердость. Аналогичные исследования проводились авторами под руководством профессора A. Lin и др. В их работах представлены результаты, с применением составных катодов с соотношением Ti 50/Al 50 и 72/28. Исследования износостойкости покрытий показали, что покрытия, полученные из составного катода 50/50 превышают в 2 раза чем для образцов с покрытиями полученные из катода 72/28. Так же в работе были исследованы покрытия с

изменением стехиометрического состава от  $Ti_{0.73}Al_{0.27}N$  до  $Ti_{0.42}Al_{0.58}N$  с использованием различных составных Ti- Al катодов.

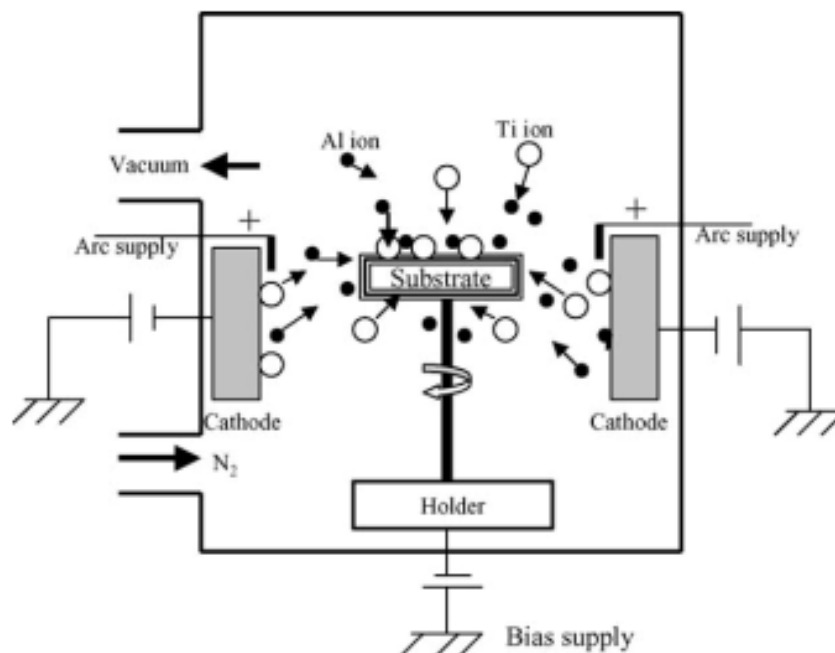


Рисунок 1.10 – Экспериментальная схема вакуумно-дугового осаждения покрытий из составных катодов

Так же в 2004г. была опубликована работа С.Е. Романкова и др. по формированию покрытий, с фазовым содержанием  $TiAl_3$  в несколько этапов (рисунок 1.11). Первоначально на поверхность образца из чистого титана наносили слой алюминия толщиной 5мкм термическим осаждением в вакууме. Следующим этапом, образец с полученным покрытием подвергался отжигу при температуре до  $800^{\circ}C$  в течении 6ч. При этом получали покрытие, состоящее из одной фазы  $Ti_3Al$ . Максимальная твердость покрытий была получена 4600МПа при отжиге  $T=800^{\circ}C$  в течении 16 часов с содержанием двух интерметаллидных фаз  $Ti_3Al+TiAl$ .

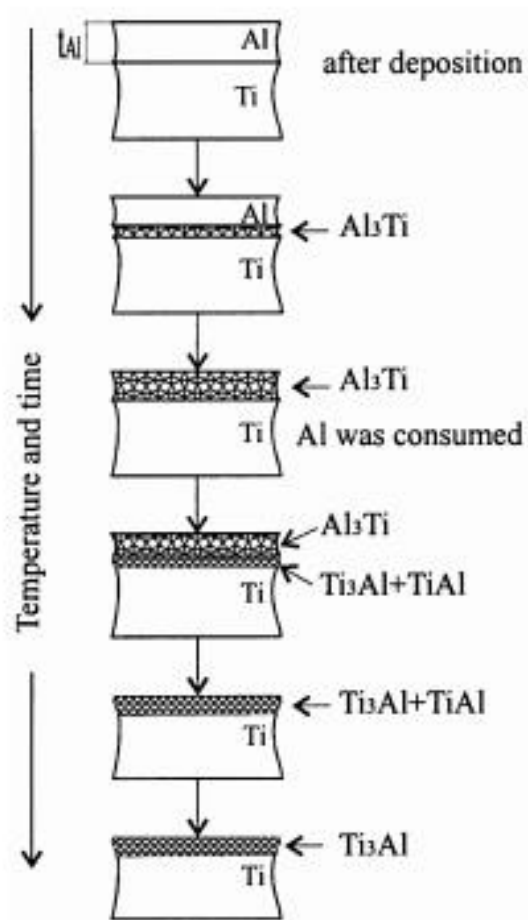


Рисунок 1.11 – Последовательность этапов формирования интерметаллидных покрытий на поверхности титановых образцов

Авторами Т. Wierzchon et al. (2005) разработан способ получения покрытий на основе «ИнСиТА» состоящий из композиции  $Al_2O_3+TiAl_3+TiAl+Ti_3Al$  на поверхности образца из титанового сплава  $Ti_6Al_2Cr_2Mo$ . Формирование покрытия проводили комбинированным методом: осаждение алюминиевого слоя производили магнетронным распылительными системами с мишенью из чистого алюминия и одновременны нагрев образца в тлеющем разряда.

В работах авторов А.С. Ramos, М.Т. Vieira были опубликованы ряд работ посвященных изучению кинетики превращения многослойного Ti/Al покрытия в  $\gamma$ -TiAl фазу. Покрытия получали магнетронным распылением с толщинами слоев от 4 до 200нм из двух однокомпонентных мишеней из алюминия и титана. Структура покрытия с чередующимися слоями представлена на рисунке 1.12. Во всех

испытаниях общая толщина покрытий составляла 5мкм. Последующая термообработку проводили при температуре 1073К.

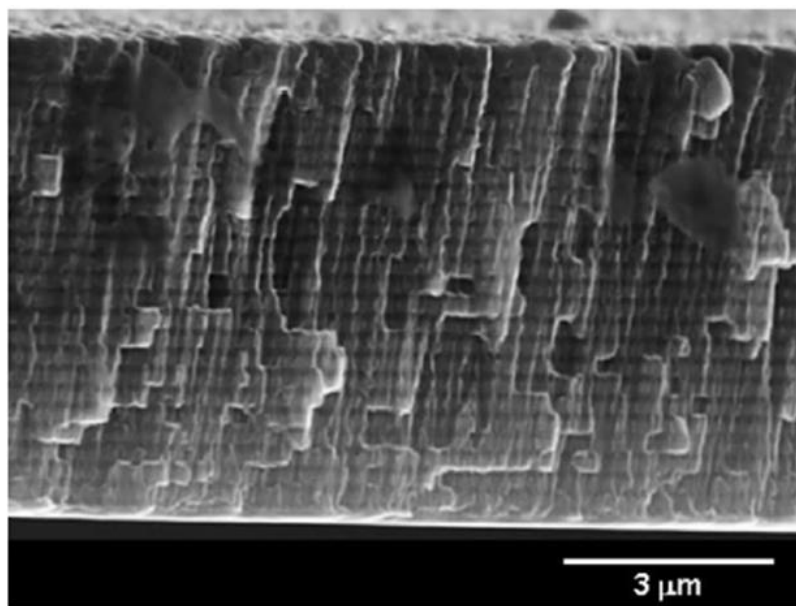


Рисунок 1.12 – РЭМ изображение структуры многослойных покрытий Ti/Al полученных магнетронным распылением

Авторами J.-С. Gachon и др. (2005) проведены серия экспериментов для анализа механизмов гетерогенных реакций и фазовых превращений в многослойной системе покрытий Ti/Al с толщинами слоев от 1 до 100нм. Покрытия, так же, получали послойным осаждением магнетронных распылительных систем с однокомпонентными мишенями. После нанесения многослойных чередующихся слоев, образцы подвергались нагреву до температуры 1000К.

В работах авторов Shao-Guang Liu (2007) был разработан способ получения теплостойких покрытий с содержанием интерметаллидных фаз: TiAl<sub>3</sub>, TiAl, и Ti<sub>3</sub>Al. Покрытия получали сверхзвуковым дуговым распылением порошков из чистого титана и алюминия. Исследовалось влияние концентрации алюминия на механические свойства покрытий.

В работах S. Adachi, K. Nakata исследовали покрытия, полученные плазменным распылением порошковой смеси, состоящей из чистого титана с размерами частиц 60-80мкм и алюминия с размерами частиц 40-60 мкм.

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) в режиме теплового взрыва предложен авторами В.П. Середа, Семенчина С.А. (опубликованна работа в 2008 г.) для формирования интерметаллидных сплавов. Авторами установлены основные закономерности образования пористости в образцах с содержанием интерметаллидного  $\gamma$ -TiAl сплава. Механизм структурообразования при СВС представлен на рисунке 1.13.

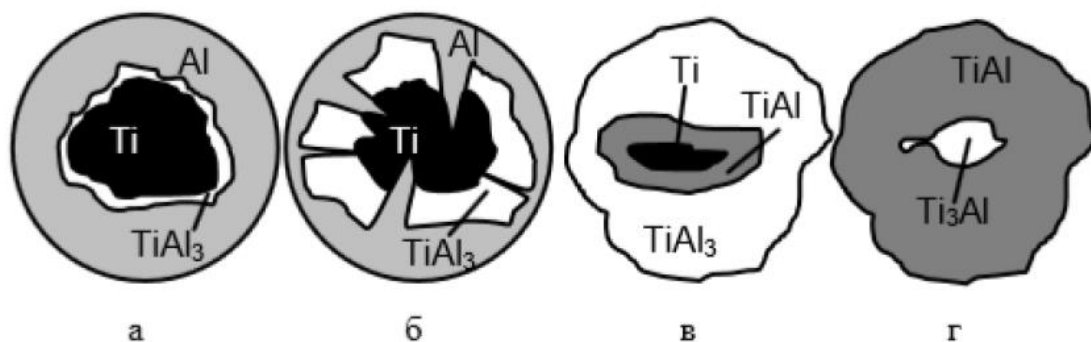


Рисунок 1.13 - Основные стадии фазообразования при СВС [69].

Авторами J.C. Oliveira, A. Manaia, A. Cavaleiro в 2008 г. опубликованы результаты исследований покрытий системы Ti-Al-N полученный реактивным магнетронным осаждением с использованием 2-х титановых и 2-х алюминиевых мишеней. Авторами были получены два типа пленок Al/(Al + Ti) с атомным соотношением от 23.5 до 34.5%. Содержание азота в покрытии варьировалось от 0 до 44%. Последующий отжиг при высоких температурах, авторам позволило сформировать интерметаллидную фазу TiAl<sub>3</sub> в покрытии. Большие значения микротвердости покрытий были получены при максимальных значениях содержания азота.

В. Guo et al (2008) исследовали микроструктуру и трибологические свойства синтезированных TiN/Ti<sub>3</sub>Al композитных интерметаллидных покрытий. Покрытия получали лазерным плакированием порошков (из чистого титана, с размером частиц 50–74 мкм, и чистого алюминия, с размером частиц 74–150 мкм). Рентгеноструктурные исследования показали наличие интерметаллидной фазы Ti<sub>3</sub>Al в составе покрытия.

В работе Устинова и др. [146] (2008) предложен способ формирования интерметаллидного покрытия диффузионной сваркой многослойной композиции Ti/Al. Наноразмерные слои Ti/Al получали послойным электронно-лучевым осаждением материала на горизонтальную вращающуюся подложку (рисунок 1.14). Сварку проводили в вакуумной камере при температуре 900-1200<sup>0</sup>С.

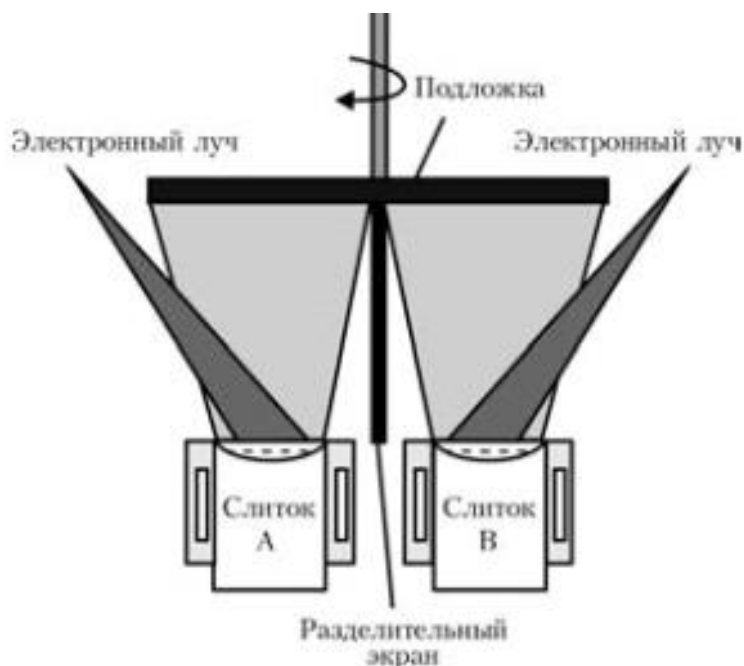


Рисунок 1.14 – Экспериментальная схема процесса электронно-лучевого осаждения интерметаллидных покрытий

Авторами V. N. Anikin, I. V. Blinkov (2009) проведены исследования покрытий Ti–Al–N осаждением из ПВДР разряда с использованием составных катодов соотношением Ti–6%Al при различных значениях опорного напряжения. Авторами были получены покрытия с максимальной твердостью до 35 ГПа и модулем упругости 600ГПа.

Авторами Н.Р. Qu и др. были разработаны градиентные покрытия Ti/TiAl полученный лазерной наплавкой на поверхность обрабатываемого изделия. Порошковая смесь из титана и алюминия подается на поверхность обрабатываемого изделия, и одновременно расплавляется лазерным лучом (рисунок 1.15) и на поверхности формируется градиентное покрытие с содержанием интерметаллидных фаз.



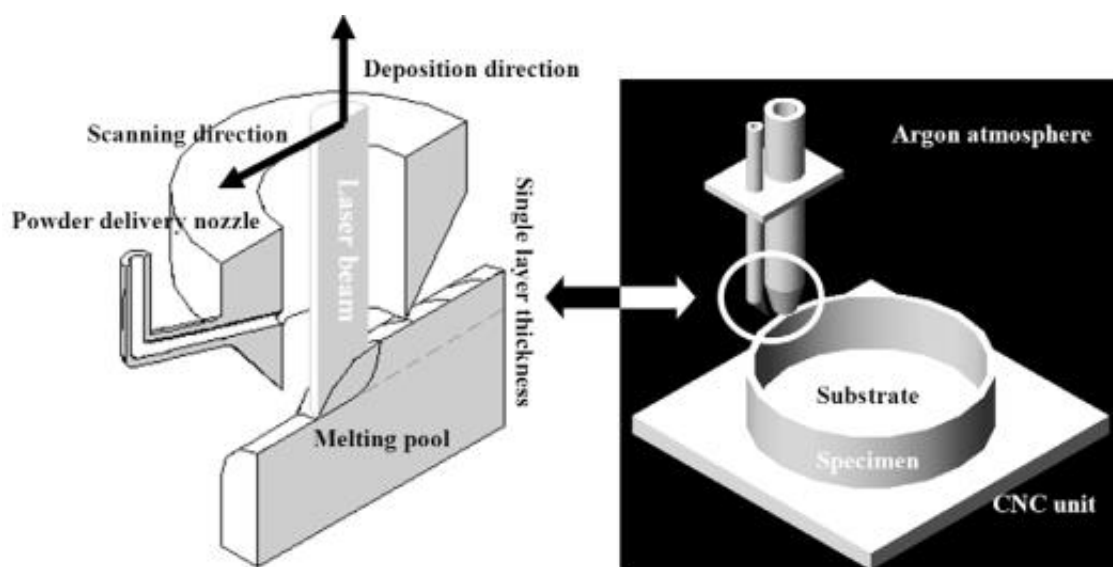


Рисунок 1.15 – Экспериментальная схема лазерного спекания порошков для формирования покрытий на основе интерметаллидов

В работах авторов Е. А. Левашова и др. (2011) были исследованы механические и трибологические свойства тепловыделяющих покрытий на основе слоистой композиции Ti/Al. Многослойную композицию покрытий получали магнетронным распылением. толщины слоев изменялись в диапазоне от 3.8 до 125нм. Температура подложки не превышала 80°C

Методом СВС технологии в режиме сварки взрывом пластин алюминия и титана многослойные композиты с содержанием интерметаллидных соединений Павлюкова Д. В. (2011 г.). В работе опубликованы исследования структуры и трибологических параметров композитов типа «Al-Ti» после СВС, на границах раздела которых формировались слои с содержанием интерметаллидных соединений.

В работе авторов Z. Liu и др. были исследованы многослойные покрытия, состоящие из композиции TiN/Ti3Al. Покрытия наносили лазерной наплавкой в среде реакционного газа N2, и инертного газа Ar. Авторами разработан новый способ синтеза TiN армированный интерметаллидами Ti3Al на поверхности сплава Ti6Al4V. Метод состоит из двух этапов: 1 плазменное осаждение слоя алюминия, 2- лазерное азотирование алюминиевого покрытия в среде азота.

Авторами Н. Ерджин, Г. Йорук, О. Оздемир в 2013г. была опубликована работа, посвященная формированию интерметаллидных покрытий с применением

электроимпульсного спекания, которые проводились на титановых образцах. Твердость полученных покрытий на основе интерметаллида  $Ti_3Al$  составляла  $450 HV_{0.5}$ .

В работах Пячина С.А, Буркова А.А и др (2013 г.) для синтеза интерметаллидных покрытий предложен способ ЭИЛ. При использовании данного способа, фазовый состав синтезируемых покрытий определяется технологическими режимами. Авторами установлено, что при легировании алюминия титаном (или в обратном порядке) в среде инертного газа аргона, в ПС образуется интерметаллиды  $\alpha-TiAl_3$ .

В работе Р. Sundheendra (опубликованном в 2014г.) приведены результаты нового способа реактивно-термического напыления функциональных интерметаллидных покрытий системы титан алюминий в защитной среде - вакууме. Покрытия конденсировались при распылении составной мишени из сплава  $Ti\ 60\%/Al\ 40\%$ , который получают в результате горячего прессования последующей спекания порошков. Максимальная толщина покрытия, получаемое данным способом, составляет 1 мкм. При этом в покрытии формируется интерметаллидная фаза  $TiAl$ .

В работе авторов Ксяю На Ли, Коваль Н.Н. и др. (опубликованном в 2014) приведены результаты экспериментов облучения сильноточным импульсным электронным пучком 100 нм пленки из  $Al$  на титановой подложке. В результате облучения, на поверхности синтезируется покрытие с содержанием интерметаллидных фаз. Облучение электронным пучком и нанесение пленки из алюминия осуществляли в едином вакуумном цикле. При этом толщина синтезированных интерметаллидных слоев ( $\alpha-Ti/Ti_3Al/TiAl$ ) не превышала 1.5 мкм.

В 2015 г. была J.Musil et al. была опубликована работа физические и механические свойства многослойных тепловыделяющих покрытий  $Ti/Al$ . Покрытия наносили на кремниевую подложку магнетронным распылением из двух оппозиционно расположенных мишеней из чистого титана и алюминия. Образец был расположен посреди вакуумной камеры (рисунок 1.16), на расстоянии 55мм от мишеней, и изменяя скорость вращения получали слои различной толщины,

которые варьировались от 2 до 172 нм. Были проведены исследования по фазовым превращениям в зависимости от температуры нагрева, и изучены механические свойства (микротвердость, модуль Юнга и т.д.) полученных покрытий. Авторами были получены следующие результаты: все покрытия с толщинами слоев от 172 до 5 нм имеет кристаллическую решетку, а покрытия с толщиной слоев 2 нм имеет аморфную структуру. Во время термической обработки в покрытии начинается образование интерметаллидных фаз, при этом максимальная температура ( $T_{hr}$ ) соответствующая экзотермическому пику уменьшается до 390 °С для слоев с 17 нм толщиной. А при дальнейшем уменьшении толщины слоев происходит скачок температуры  $T_{hr}$  до 600 °С. Минимальное значение  $T_{hr} = 390$  °С и соответствует толщине слоев от 17 до 21 нм. При уменьшении толщины слоев микротвердость покрытия возрастает до 8 ГПа, модуль Юнга увеличивается до 140 ГПа.

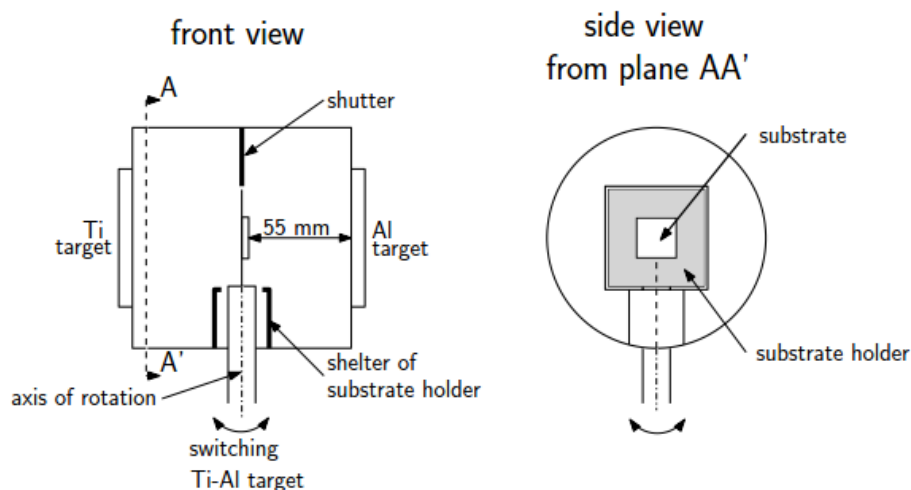


Рисунок 1.16 – Экспериментальная схема магнетронного осаждения интерметаллидных покрытий.

В А.В. Демчишиным и др. 2015 г. опубликована работа, посвященная исследованиям многослойных наноструктурированных композиций Ti/Al, Ti/Cu, Ti/Fe, Ti/Zr с различным периодом. Осаждение покрытий проводили вакуумно-дуговым методом. Рентгеноструктурный анализ образцов показал, что в покрытиях были сформированы следующие интерметаллидные фазы: Al<sub>2</sub>Ti, AlTi, Al<sub>3</sub>Ti, AlTi<sub>3</sub>.

В работах Д.В. Дудиной, И.С. Батраева и др. исследовались фазовое состояние и микроструктура интерметаллидных покрытий, полученных детонационным напылением. Образец располагался на расстоянии 100мм от сопла. В зону обработки подавался газ  $O_2/C_2H_2$  с соотношением 1.1, 1.5 и 2.0. Порошковая смесь содержала интерметаллидные фазы  $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $TiAl_3$ . В покрытиях большим объемом содержалось интерметаллидная фаза  $TiAl_3$ . Краткое описание существующих способов формирования функциональных интерметаллидных покрытий представлены в таблице 1.3 [13].

Таблица 1.3 Основные способы формирования интерметаллидных покрытий

Способ реализации	Литература	Возможный фазовый состав	Максимальная толщина, мкм	Недостатки
Ионная имплантация	[10,11,58,94]	$Ti_3Al$ , $TiAl$	< 2	Малая толщина, сложное оборудование
Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС)	[7,40,71]	$Ti_3Al+TiAl$	-	Многоэтапность процесса
СВС в режиме сварка взрывом	[41,65]	$TiAl_3$ , Слоистые материалы типа «металл - интерметаллид»	-	Многоэтапность процесса
Электронное легирование	[16,88]	$TiAl_3$	Толщина электронно-лучевых покрытий ограничена в результате формирования хрупких фаз	Трудность обеспечения однородной структуры покрытия, сложность нанесения покрытия на поверхности и инструмента

Продолжение таблицы 1.3

Способ реализации	Литература	Возможный фазовый состав	Максимальная толщина, мкм	Недостатки
Электродуговое напыление с подачей двух проволок из Ti и Al	[104]	Ti <sub>3</sub> Al+TiAl	20	Сложность управления фазовым составом
Лазерное спекание порошков	[59]	TiAl	-	Многоэтапность процесса
Осаждение из ПВДР	[105]	Ti <sub>3</sub> Al, TiAl, TiAl <sub>3</sub>	20	Не изучен механизм формирования интерметаллидов

Литературный обзор существующих способов формирования интерметаллидных покрытий и анализ особенностей протекания процессов позволило выделить некоторые недостатки применительно к МРИ. А именно:

- многоэтапность процессов формирования покрытий усложняют перечень оборудования и увеличивают время получения конечного продукта,
- для некоторых процессов, относительная небольшая максимальная толщина,
- для многих способов, отсутствие возможности контроля фазовым составом покрытия,
- и самый важный критерий для МРИ, сложность обеспечения гомогенной структуры на инструментах сложной конфигурации.

Наряду с вышеизложенными недостатками, для формирования покрытий на поверхности МРИ подходит метод формирования получения покрытий из ПВДР.

Подача в зону обработки реакционных газов (азота, метана и др.) под действием ионной бомбардировки приводит к конденсации на поверхности режущего инструмента соединений испаренных металлов и реакционного газа [27, 31, 33]. В перспективе, применение данного метода позволит устранить существующие недостатки.

За счет варьирования в широком диапазоне технологических параметров осаждения покрытий, можно изменять их функциональные свойства. Например, при изменении давления микротвердость некоторых покрытий меняется в диапазоне от 21 до 46 ГПа. Такой подход позволит обеспечить оптимальное сочетание эксплуатационных свойств покрытий: износостойкости и трещиностойкости покрытий для различных видов инструмента [3, 27, 31, 33, 42, 43].

Качество КМП при осаждении из ПВДР, в значительной степени, зависит от исходного состояния качества режущих поверхностей МРИ. Процесс подготовки МРИ для нанесения износостойких многослойных покрытий требует предварительного шлифования не выше Ra 0,32.

В работе В.П. Сергеева, М.В. Федорищева, А.В. Воронова и др. [74] предложен новый способ нанесения нанокompозитного монослойного покрытия  $Ti_{1-x}Al_xN$  реализуемое на вакуумной установке «Квант» с использованием магнетронов оснащенных составной мишенью из сплава Ti (57 ат. %) и Al (43 ат. %) диаметром 120 мм. В покрытии формируется твердый раствор алюминия в нитрид титане.

Способ нанесения покрытия на основе нитрида или карбонитрида Ti, разработан авторами Табаков В.П., Циркин А.В. и др., покрытие дополнительно содержит Al и легирующий элемент Mo. Данное покрытие напыляют из ПВДР, генерируемыми электродуговыми испарителями оснащенными двумя противоположно расположенными составным катодами, содержащими Ti-Al, и Зий катод, содержащий Ti и Mo [82]. Ключевым недостатком является применение дорогостоящих составных катодов, которая повышает стоимость покрытия многократно, а также усложняет контроль фазовым составом в ходе процесса.

Новый способ получения функциональных покрытий предложен авторами Анциферовым В.Н., Каменевой А.Л. и др. [5, 6, 47-50]. Покрытие состоит на основе сложных нитридов. Процесс реализуется на установке, оснащенной магнетронной распылительной системой, электродуговым испарителем и дополнительным резистивным нагревателем. Слои TiN получают магнетронным распылением, а слои Ti-Al-N формируются при одновременном испарении Al катода (ТХПУ) и магнетронном распылении Ti [3]. По результатам работ установлено, что с повышением содержания Al микротвердость покрытия возрастает. При этом предельная концентрация Al в покрытиях типа  $Ti_{1-x}Al_xN$  находится в диапазоне 0,4 – 0,91. Лучшими механическими свойствами обладают покрытия  $Ti_{1-x}Al_xN$  в виде твердого раствора.

Анализ существующих методов осаждения композиционных покрытий на основе нитридов и интерметаллидов титана и алюминия показал, что наиболее эффективным является способ формирования покрытий из ПВДР.

#### 1.4 ДИАГРАММА СОСТОЯНИЯ СИСТЕМЫ TI-AL

Интерметаллидные материалы и функциональные покрытия с их содержанием являются перспективными материалами [35, 36, 44]. Уникальными свойствами данных материалов являются:

- интерметаллиды способны сохранять высокую прочность практически до температуры плавления;
- механические свойства некоторых фаз возрастают с повышением температуры.
- модуль упругости интерметаллидных материалов менее интенсивно снижается при повышении окружающей температуры, чем у традиционных материалов.
- коэффициент самодиффузии в интерметаллидных материалах на несколько порядков меньше.

Теоретическим исследованиям диаграмм состояния Ti-Al при различных условиях окружающей среды посвящено огромное количество трудов. На рисунке 1.17 представлены диаграммы состояний системы Ti-Al, полученные разными исследователями [56, 73]. Приведенные диаграммы показывают структурно-фазовые состояния и области гомогенности основных фаз [56]. Интересная особенность системы Ti-Al заключается в том, что в ней существует целый спектр интерметаллических соединений с широкими областями гомогенности



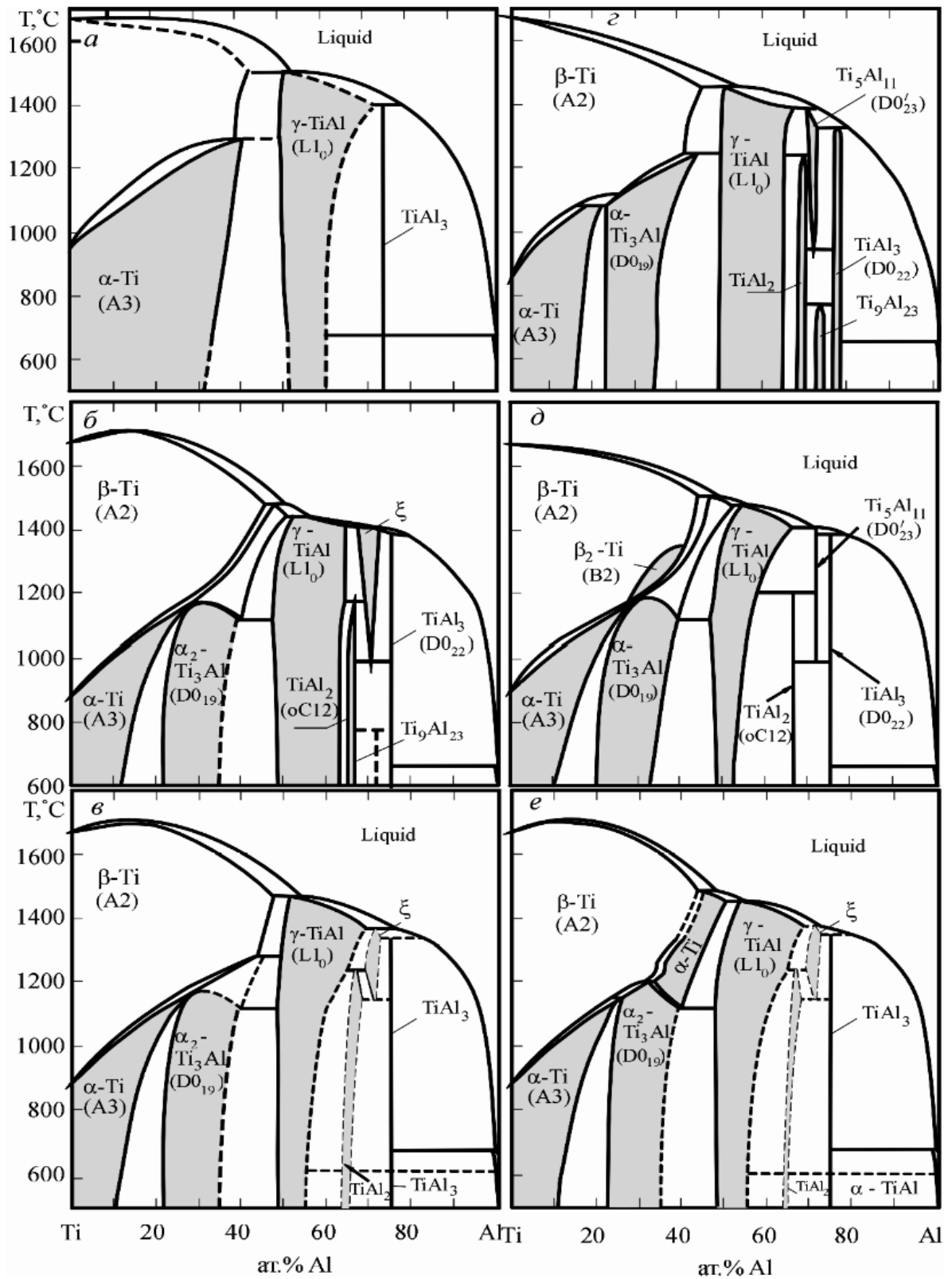
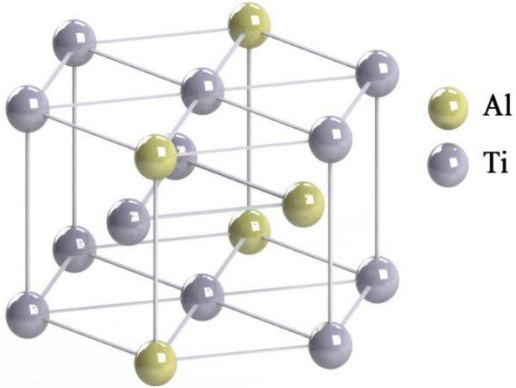
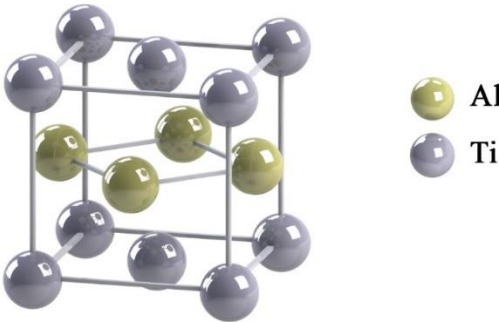
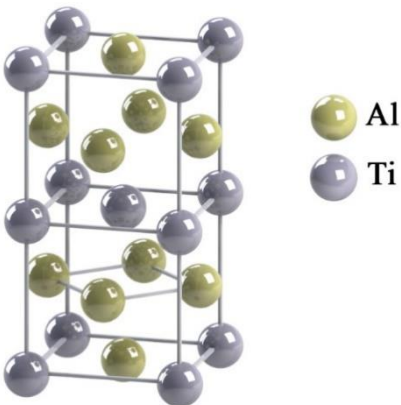


Рисунок 1.17 – Варианты диаграмм состояния системы Ti-Al, предложенные в работах разных авторов [56]

Таблица 1.4 Основные параметры интерметаллидных соединений системы Ti-Al

Соединение	Кристаллическая решетка	Механические свойства	Примечание
Ti <sub>3</sub> Al [16, 35]		$\sigma_B=40-25000$ МПа, 5 ГПа	Температура плавления интерметаллида достаточно высокая, порядка 1400 °С
TiAl [33]		$\sigma_B=220-600$ МПа, 6 ГПа	Интерметаллид сохраняет свойства до температуры плавления (~ 1450 °С)
TiAl <sub>3</sub> [33]		$\sigma_B=300-500$ МПа, 8 ГПа	обладает хорошими износостойким и жаропрочными свойствами

Изучив свойства интерметаллидных сплавов и соединений в отечественных и зарубежных публикациях можно сделать вывод, что для разработки новых износостойких покрытий с повышенными эксплуатационными свойствами для

МРИ в качестве барьерного, ударостойкого слоя соответствуют химические соединения  $TiAl_3$  и  $TiAl$ .

#### 1.5 ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ДЛЯ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ

На основе вышеизложенного литературного обзора, можно сделать вывод, что широкое распространение в ИП получили порядка десяти соединений, которые используются как в качестве однослойных покрытий, так и в качестве промежуточных слоев в МКП. Так, в материалах компании «Surface Solution Inc», Oerlikon и т.д., отмечено, что многослойное покрытие  $TiAlN$ , нанесённое на конструкционную сталь, имеет твёрдость HV 4000 – 4200.

МКП наиболее лучше сопротивляется разрушению при эксплуатации в условиях повышенных температур. Из анализа работ [27, 43, 60, 67, 68], установлено, что МКП обладают повышенными физико-механическими свойствами из-за:

- сложной структуры, которая состоит из чередующихся слоев (с разными механическими свойствами);
- снижения интегрального модуля упругости МКП.

В конце 80х годов в ИП чаще стали применяться МКП содержащие основной фазой твердый раствор  $(Ti, Al) N$ . К преимуществам покрытий на основе  $Ti-Al-N$  относятся высокая стойкость к окислению, износостойкость, стабильность эксплуатационных свойств в условиях повышенных температур.

В преобладающем большинстве публикаций в которых рассматриваются вопросы касательно системы  $Ti-Al-N$  посвящены исследованиям процессов формирования покрытий типа  $Ti_xAl_{1-x}N$  и поиску способов достижения лучших эксплуатационных свойств [3, 9, 16, 48, 59, 72, 87, 88, 100, 102, 104, 108].

В работах Д.С. Аксёнова, И.И. Аксёнова, А.А. Лучанинова и др. [16, 88] разработан способ и специализированное оборудование с применением Т-образного двухканального фильтра для одновременной конденсации потоков

титановой и алюминиевой фракции. При этом установлено, что образуется твёрдый раствор Al в решётке TiN при условии концентрации алюминия до 47 ат. %, при превышении данного порогового значения, образуется соединение AlN с гексагональной решеткой.

На рисунках 1.18, 1.19 представлены расчетные диаграммы состояния для Ti-Al-N [129].

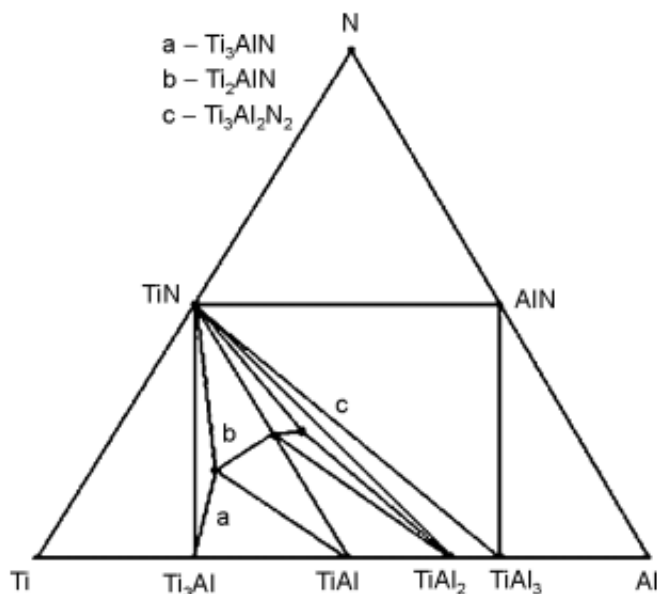


Рисунок 1.18 – диаграмма состояния Ti-Al-N ( 450–550 °C )[87]

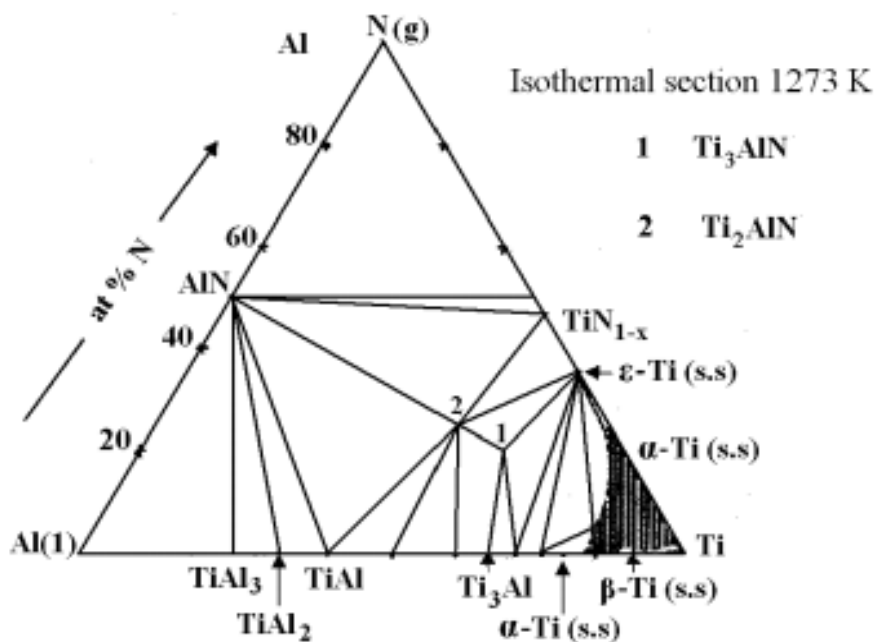


Рисунок 1.19 – Диаграмма состояния Ti-Al-N ( 1000 °C )[129]

В работах [169, 107, 113] детально исследованы закономерности изменения механических параметров покрытий (твердость, модуль Юнга) при варьировании процентного содержания Al. На рисунке 1.20 представлена зависимость твердости и модуля Юнга покрытий (Ti, Al) N, которое возрастает с увеличением содержания Al в пленке, при достижении концентрации выше 50% твердость и модуль Юнга начинают снижаться.

В работах [109, 110, 130, 122, 151] исследованы коррозионные свойства покрытий (Ti, Al) N. Авторами доказано, что данные покрытия имеют более высокую стойкость к окислению по сравнению с традиционным покрытием TiN. Высокие коррозионностойкие свойства объясняются образованием плотной оксидной пленкой на поверхности с содержанием  $Al_2O_3$ . Данный слой так же играет роль барьера для диффузионных процессов, и как следствие диффузионный износ (один из основных механизмов износа МРИ) уменьшается. На рисунке 1.21 представлены результаты коррозионных.

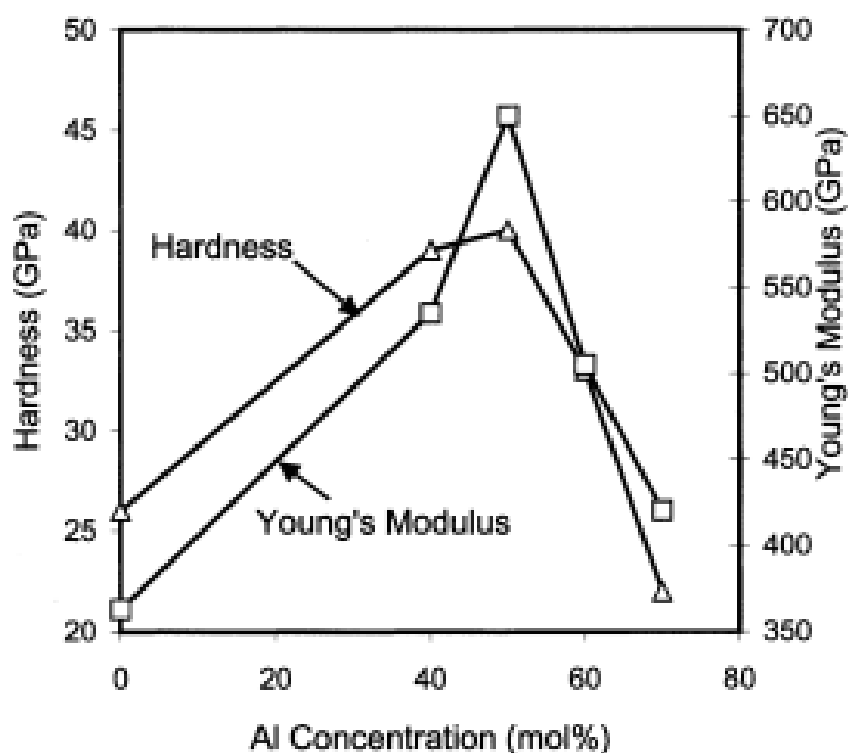


Рисунок 1.20 – Зависимость твердости и модуля Юнга от мол.% Al [169]

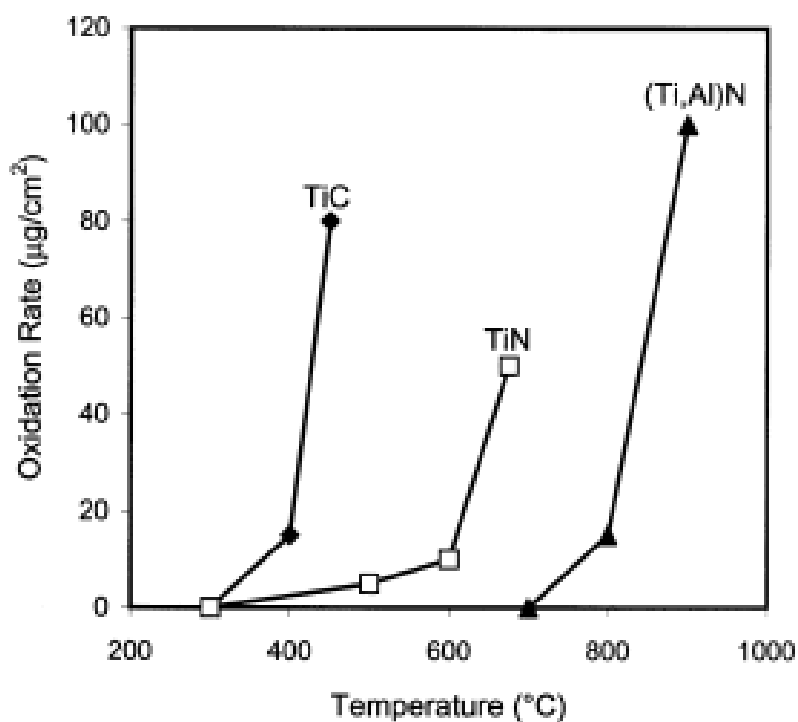


Рисунок 1.21 – Скорость окисления покрытий при ступенчатом нагреве [110]

Из анализа работ на тему исследований покрытий системы Ti-Al-N, установлено, что лишь некоторыми авторами, в своих работах, упоминается образование интерметаллидных фаз в покрытиях. Основные методы нанесения покрытий Ti-Al-N приведены в таблице 1.5.

Таблица 1.5 Основные методы нанесения Ti-Al-N покрытий, структура и свойства

Покрытия	Метод получения	Фазовый состав	Свойства покрытия
Ti <sub>1-x</sub> Al <sub>x</sub> N Федорищева Сергеев [66,70]	напыление помощью магнетрона с составной мишенью из сплава Ti 57%-Al 43%	Основная фаза Ti <sub>1-x</sub> Al <sub>x</sub> N с куб/решеткой B1 типа NaCl и доп. фазы AlNсгекс. решеткой B4 типа вюрцита	Нанесение покрытия на пластины из твердого сплава T15K6 повышает их ресурс работы ~3-4 раза, по сравнению с пластинами без покрытия
TiAlMoN Табаков Цыркин [78]	напыление вакуумно-плазменным методом двумя противоположно расположенными составными катодами	TiAlN - TiAlMoN	Микротвердость покрытия 37 Гпа(по Виккерсу),
Ti <sub>1-x</sub> Al <sub>x</sub> N Анциферов Каменева [5,6,47-50]	напыление вакуумно-плазменным методом двумя противоположно расположенными катодами	TiN-AlN-Ti <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> N <sub>2</sub> (max фаза)	Пробные испытания сверл с твердосплавными пластинами из BK8 показали увеличение скорости проходки в 5 раз
(Ti,Al)N W. T. EvelinaVogli, SiavashMomeni	Вакуумно-дуговое осаждение	Слои TiN,AlN	-

(Ti,Al)N PalDey, S.C. Deevi [100]	Магнетронное распыление из составных катодов различного соотношения Ti к Al	Твердый раствор $Ti_{0.73}Al_{0.27}N$ , $Ti_{0.42}Al_{0.58}N$	Полученные покрытия обладают хорошей износостойкостью. Микротвердость покрытий 27-35ГПА
Ti-Al-N Д.С. Аксёнова, И.И. Аксёнова, А.А. Лучанинова [3,103]	При одновременном конденсации потоков Ti и Al плазм от двух вакуумно-дуговых источников с применением T-образного двухканального фильтра	твёрдый раствор алюминия в кубической решётке TiN	-
Ti-Al-N А.А. Сметкин, К.Р. Муратов, Р.Ф. Шаипов [72]	магнетронным распылением из сплавной мишени Ti-Al	TiAlN, TiN, AlN и незначительное количество интерметаллидов системы Ti-Al	

Так же, в ряде работ [77, 10] упоминается, что образование интерметаллидных соединений в покрытиях Ti-Al-N положительно повлияет на физико-механические свойства. И формирование интерметаллидов можно рассматривать как способ упрочнения износостойких покрытий [11].

#### 1.6 ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА РЕСУРС ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ И ОСЕВЫХ ИНСТРУМЕНТОВ

Стойкость МРИ – основной критерий оценки надежности инструмента. Количественно стойкость инструмента характеризуется либо пройденным путем



резания, либо объёмом изготовленных заготовок за время его эксплуатации до полного износа [2, 17, 60, 62, 63, 64].

В процессе обработки тугоплавких конструкционных материалов режущая кромка МРИ подвергается колоссальным знакопеременным нагрузкам; вследствие протекания сложных физико-химических процессов в зоне контакта МРИ с материалом заготовки, рабочая поверхность инструмента деградирует и начинает разрушаться [27, 10, 76]. Для штамповой оснастки чаще применяются инструментальные стали. Наряду с вышеизложенным, требования к стойкости МРИ, а также к качеству поверхностей обработанных деталей многократно выросли.

Штамповая оснастка холодновысадочных автоматов чаще всего выходит из строя вследствие превышения размеров предельно-допустимых значений, по износу передней и задней кромок. На основе производственного опыта Белебеевского завода автономалей, большинстве случаев, высадочные матрицы изнашиваются вследствие изменения размеров по диаметру, редко из-за выкрашивания режущей кромки. Трение металлических поверхностей имеет двойственную физическую природу (молекулярно-механическую или адгезионно-деформационную). Огромное количество факторов влияют на величину нагрузку, которая действует на режущую поверхность инструмента при штамповке. По физической природе их можно разделить на механические и термические.

Доказано, что на износ МРИ влияет как - усталостный характер разрушений, так и абразивный. Однако интересным является факт о том, что взаимодействие данных двух типов в некоторых случаях может снизить интенсивность износа [60, 62, 64].

#### *Анализ факторов, влияющие на стойкость концевых фрез из твердого сплава*

Анализ механизмов износа твердосплавных фрез при обработке перспективных конструкционных материалов показало, что преимущественно имеет место хрупкое разрушение режущих кромок [10, 12, 37]. В таблице 1.6 приведены сведения о характерных повреждениях режущих кромок

твердосплавного инструмента, в результате которых инструмент перестает выполнять свои функции.

Таблица 1.6 Основные причины отказов концевых фрез [50]

Тип/причина	Последствия	Рекомендации
<p>Быстрый износ по задней поверхности</p>  <p>Слишком высокая скорость резания</p>	<p>Ухудшение качества обработанной поверхности, выход размера за поле допуска, сильный нагрев обрабатываемой детали вследствие высокого трения</p>	<p>Уменьшить скорость резания. Использовать инструмент с покрытием, выбрать более износостойкий инструментальный материал</p>
<p>Лункообразование</p>  <p>Вызывается усиленным диффузионным износом из-за высокой температуры на режущей кромке</p>	<p>Ослабление режущей кромки, ухудшение качества обработанной поверхности</p>	<p>Выбрать инструмент с положительной геометрией. Уменьшить скорость резания и затем подачу. Использовать инструмент с покрытием</p>
<p>Выкрашивание</p>  <p>Из-за непрочной геометрии инструмента или образования нароста на режущей кромке</p>	<p>Ухудшение качества обработанной поверхности, быстрый износ по задней поверхности</p>	<p>Использовать инструмент с более прочной и положительной геометрией. Увеличить скорость резания для устранения наростообразования. Снизить подачу на первом проходе.</p>

<p>Пластическая деформация</p>  <p>Высокие температура и контактное давление в зоне резания</p>	<p>Плохое стружкодробление, ухудшение качества обработанной поверхности, быстрый износ по задней поверхности.</p>	<p>Выбрать инструмент большего сечения. Уменьшить скорость резания и затем подачу</p>
<p>Поломка инструмента</p>  <p>Слишком высокая нагрузка</p>	<p>Поломка инструмента, поломка детали.</p>	<p>Снизить скорость. Уменьшить подачу станка или применить инструмент с более жесткой конструкцией</p>
<p>Термические микротрещины</p>  <p>Образуются при резком изменении температуры вследствие прерывистого резания или непостоянства подачи СОТС</p>	<p>Выкрашивание режущей кромки, ухудшение качества обработанной поверхности</p>	<p>Увеличить подвод смазочное охлаждающее технологическое средство (СОТС). Использовать более прочный ИМ</p>
<p>Трещины</p>  <p>Усталостное разрушение</p>	<p>Поломка инструмента</p>	<p>Снизить подачу, увеличить жесткость закрепления в патроне</p>

<p>Образование проточин</p>  <p>Абразивный износ и окисление</p>	<p>Ухудшение качества обработанной поверхности, поломка режущей кромки</p>	<p>Уменьшить скорость резания. Использовать инструмент с покрытием</p>
<p>Наростообразование</p>  <p>Отрицательная геометрия. Низкая скорость резания. Обрабатываемый материал со склонностью к налипанию (нержавеющая сталь или алюминий)</p>	<p>Обрабатываемый материал налипает на режущую кромку и остается на ней. Выкрашивание режущей кромки, ухудшение качества обработанной поверхности</p>	<p>Увеличить скорость резания. Выбрать инструмент с более положительной геометрией. Увеличить подачу СОТС в зону резания</p>

Нанесение МКП со слоями разного функционального назначения позволит повысить сопротивление рабочей поверхности МРИ к следующим видам износа концевых фрез.

## ВЫВОД ПО ГЛАВЕ 1

1. Анализ современных способов упрочнения инструментов показал, что наиболее эффективным является нанесение износостойких покрытий на рабочую поверхность МРИ. Эффективным методом получения ИМК является PVD методы осаждения из ПВДР.
2. Анализ структуры и свойств функциональных покрытий и коммерческих аналогов, применяемых для упрочнения МРИ различной номенклатуры, показал, что наиболее распространённым являются покрытия системы Ti-Al-N.
3. Анализируя покрытия, применяемые для упрочнения МРИ, установлено, что прикладного применения интерметаллидных покрытий для повышения эксплуатационных свойств практически отсутствуют, а физико-химические закономерности формирования данных покрытий не.
4. По результатам литературного обзора установлено, что к современным МРИ предъявляются повышенные требования для обеспечения надлежащего качества инструмента, упрочняющие покрытия должны обладать комплексом свойства, которые возможно реализовать лишь в композиционных покрытиях со слоями различного функционального назначения.

## ГЛАВА 2. ОБЪЕКТ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1 ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЙ, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИССЛЕДОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Объектом исследований диссертационной работы является вакуумные ионно-плазменные технологии нанесения наноструктурных покрытий.

В качестве материалов для исследования была выбрана инструментальные материалы Р6М5, ВК8.

Химический состав стали Р6М5 приведена на рисунке 2.1.



Рисунок 2.1 – Химический состав стали Р6М5



Рисунок 2.2 – Химический состав ВК8

В качестве материалов покрытий для сравнительных испытаний были выбраны следующие системы покрытий: Ti-Al-N; Ti-Al.

## 2.2 ПАРАМЕТРЫ МОДЕРНИЗИРОВАННОЙ УСТАНОВКИ ННВ-6.6-И1

Ассистированное ионно-плазменное нанесение покрытий проводилось на модернизированной установке ННВ-6,6-И1 (рисунок 2.3).



Рисунок 2.3 – Модернизированная установка ННВ-6,6-И1

В рамках модернизации на установке ННВ-6,6-И1 были установлены следующие узлы:

- новая система подачи газов с 4 разными каналами быстрой смены газов (длительность не более 1сек), регулятор расхода газа РРГ-12 (РРГ) с максимальной пропускной способностью 9 л/ч;

- Высоковольтный источник постоянного тока, мощностью 15кВт;

- плазменный источник с накаливаемым катодом «ПИНК» (разработка ИСЭ СО РАН, Коваль Н.Н.) для эффективной ионизации газовой составляющей;

Плазменный источник «ПИНК» предназначен для очистки и активации поверхности обрабатываемых деталей перед осаждением износостойких покрытий на основе нитридов и интерметаллидов титана и алюминия. Ассистирование процесса напыления «ПИНК» позволяет улучшить адгезионную прочность покрытий.

В качестве катодов в электродуговых испарителях использовали технический титан марки ВТ1-0 и АД1. В качестве реакционных газов использовали аргон высшего сорта ГОСТ-10157-16, азот особой чистоты ГОСТ 9293-74.

Схема проведения эксперимента при одновременном осаждении покрытия из двух электродуговых испарителей с однокомпонентными катодами с вращением рабочего стола вокруг своей оси при различных скоростях ( $\omega=1..14$  об/мин) представлена на рисунке 2.4. Один образец закреплялся в центре рабочего стола и три образца крепились на различных радиусах от оси рабочего стола (8 см, 15см и 22см).



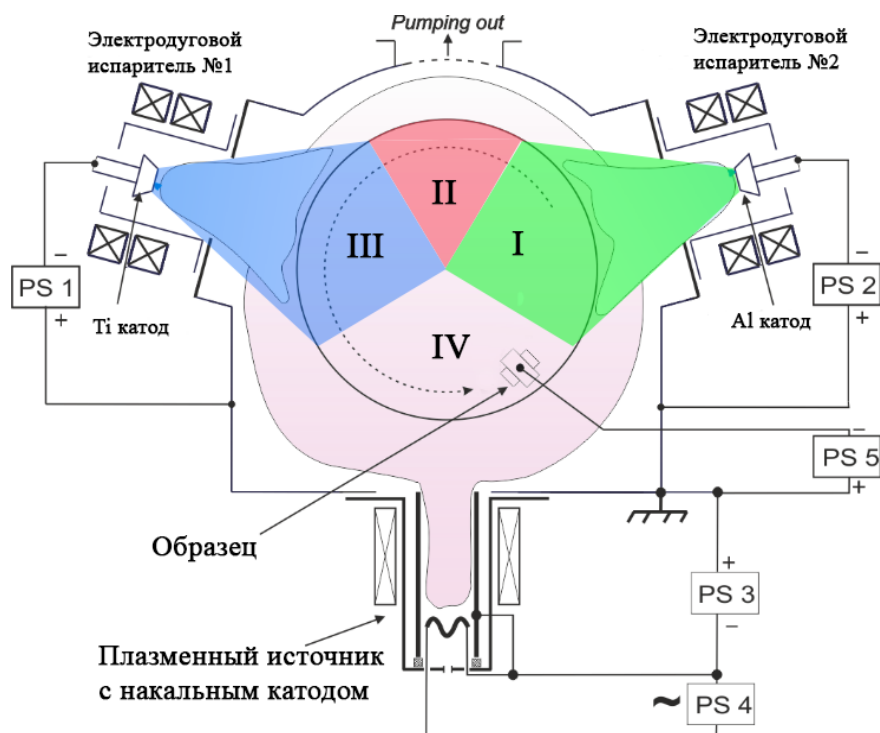


Рисунок 2.4 – Установка ННВ-6,6-И1. Схема проведения эксперимента при последовательном осаждении покрытия с вращением рабочего стола вокруг оси.

На первом этапе осаждение покрытий проводили в среде инертного газа Аргон, для установления закономерности формирования интерметаллидных фаз системы Ti-Al. Нанесение покрытия проводили в течение 1 часа. Исследовалось влияние толщины и количества **нанослоев** (*слои, сформированные за один оборот стола*) титана и алюминия на фазовый состав, механические свойства и трибологические параметры. Толщина слоев титана и алюминия регулировалась угловой скоростью вращения рабочего стола.

В процессе осаждения покрытий при вращении рабочего стола (без планетарной системы) обрабатываемые образцы проходили четыре области (рис.2.): I – область, в которой на образец конденсируется только материалы (ионов, атомы и капельная фракция) испаренный с поверхности Al катода; II – область (переходная), в которой на образец конденсируется материалы испаренный с поверхности обоих катодов; III – область, в которой на образец конденсируется только материал испаренный с поверхности Al катода; IV – область, в которой обрабатываемая поверхность образца находилась в теневой зоне, и рост покрытия не происходит.

При вращении рабочего стола со скоростью 1 об/мин на поверхности образцов формируется многослойное покрытие с чередующимися слоями Ti и Al, а количество слоев – около 120. С увеличением скорости вращения стола толщина промежуточных слоев уменьшается, а количество возрастает. Так, при скорости 3 об/мин количество слоев – 360, при 7 об/мин – 840, а при 14 об/мин – 1680 [ 13, 16, 14, 152].

После определения оптимальных режимов формирования интерметаллидных покрытий в среде Аргона, аналогичные исследования проводили в среде азота. Схематическое представление исследуемых покрытий и используемое оборудование для исследований приведено на рисунке 2.5.

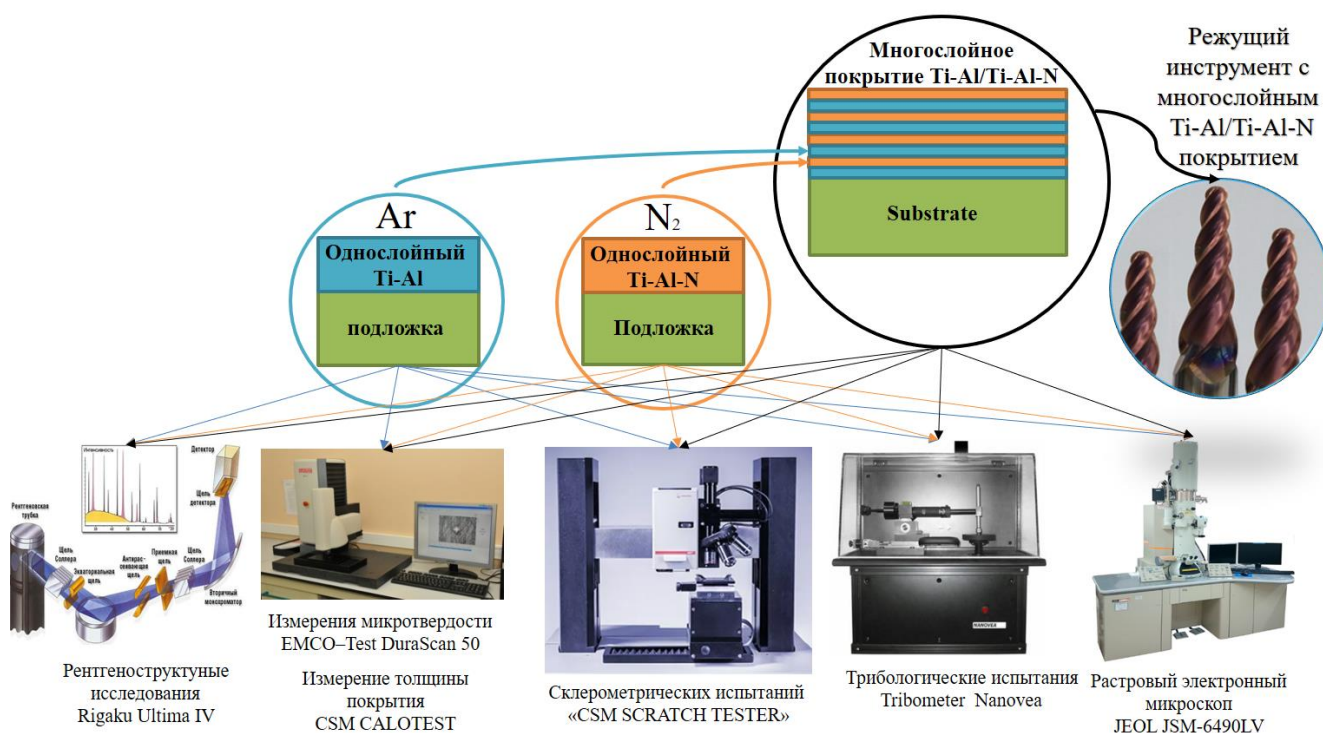


Рисунок 2.5 – Схематическое представление исследуемых покрытий и используемое оборудование для исследований

На третьем этапе, после исследования покрытий, синтезированных в среде отдельно азота или аргона, были исследованы многослойные покрытия с чередующимися **макрослоями** (слои, сформированные за одну смену газа) TiAl/TiAlN. Данный этап был разделен на два подэтапа. На первом подэтапе определялось наилучшее соотношение  $S$  толщины нитридного макрослоя ( $h_{Ti-Al-N}$ )

к макрослою формируемому в среде аргона ( $h_{Ti-Al}$ ). После проводились лабораторные исследования физико-механических свойств покрытий с разным значением величины  $S$  ( $S \gg 1$ ,  $S=1$ ,  $S \ll 1$ ), и производственные испытания концевых фрез с данными покрытиями. По результатам проведенных испытаний определили оптимальное значение  $S$  обеспечивающее наибольшее значение стойкости инструмента. Следующим под этапом проводились исследования для определения значения толщины макрослоев ( $h_{Ti-Al-N}$ ) и ( $h_{Ti-Al}$ ) обеспечивающих наибольшие механические и эксплуатационные свойства разрабатываемых покрытий.

Схематическое отображение структуры многослойных покрытий представлена на рисунке 2.6.

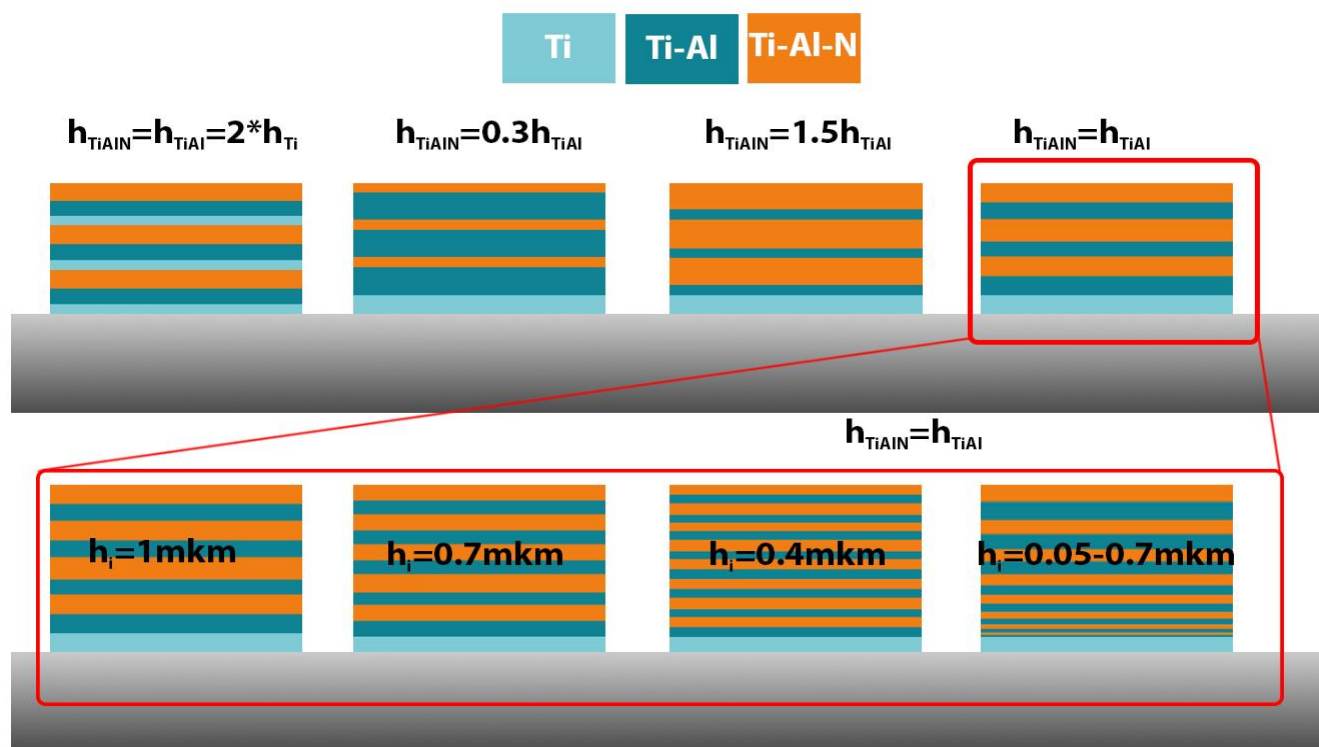


Рисунок 2.6 – Архитектура исследуемых многослойных интерметаллидных покрытий системы Ti-Al

### 2.3 ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

Толщины разработанных покрытий рассчитывали по результатам измерения параметров сферической лунки, сформированной при абразивном износе в точке контакта стального шара диаметром 20мм на приборе CSM Calotest.

CSM CALOTEST позволяет измерять толщину покрытия от 0,1 до 50 мкм. Точность измерения параметров лунки составляет 1–5 %. На рисунке 2.7 представлена схема и процесс изготовления лунки.



а)

б)

в)

Рисунок 2.7. – а) схема изготовления шлифа; б) процесс изготовления шлифа; в) схема измерения толщины покрытия на сферическом шлифе

### 2.4 ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

Измерение проводилось на автоматическом микротвердомере EMCO–Test DuraScan 50. Определение микротвердости покрытий проводилось по методу Виккерса. При измерении алмазный наконечник в виде правильной четырехгранной пирамиды вдавливается в исследуемый участок покрытия под действием нагрузки  $P$  50гр., приложенной в течении 10 с. После снятия нагрузки измеряются диагонали  $d$  квадратного отпечатка, оставшегося на поверхности покрытия. Величина микротвердости  $HV$  определяется как отношение нагрузки  $P$  к условной площади боковой поверхности полученного отпечатка.

## 2.5 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

Используемый в настоящей работе метод рентгеноструктурных исследований позволил определить качественный фазовый состав исследуемого материала. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре *Rigaku Ultima IV* с фокусировкой гониометра по Бреггу–Брентано с неподвижной рентгеновской трубкой, вращающимся образцом и счетчиком. Прецизионные дифрактометрические съемки проводили с шагом движения счетчика в 0,02 градуса для областей интенсивной рентгеновской дифракции и 0,1 градуса для областей фона. Время накопления импульсов в одной точке составляло соответственно 10 и 5 с.

## 2.6 ИЗМЕРЕНИЕ НАНОТВЕРДОСТИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

Для определения нанотвердости покрытий, проводили исследования на установке Nanovea Nanoindenter. В процессе исследований регистрируется нагрузка на постоянной основе в течение всего процесса, в результате чего генерируется кривая (рисунок 2.8) изменения нагрузки. Пауза при максимальной нагрузке позволяет изучить характеристики ползучести. Параметры, измеряемые в реальном времени: нагрузка — глубина погружения.



Рисунок 2.8 – Кривая изменения нагрузки

## 2.7 ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА УСТАНОВКЕ «CSM SCRATCH TEST»

Для качественной оценки адгезии покрытий к инструментальным материалам проводились исследования на приборе Scratch Test (рисунке 2.9). В ходе исследований на поверхности образца образуется трэк (царапина) переменной глубины (рисунок 2.10). При этом в процессе реального времени идет регистрация основных параметров: глубина проникновения индентора под нагрузкой и после снятия, величина нагрузки, акустическая эмиссия.



Рисунок 2.9 – внешний вид установки «CSM Scratch Test»

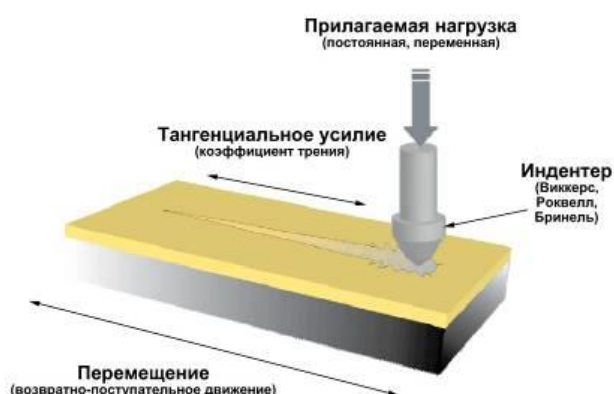


Рисунок 2.10 – Схема проведения исследования покрытия

Коэффициент упругого восстановления материала покрытия ( $K$ , %) рассчитывали по формуле (2.3):

$$K = (Pd - Rd) / Pd, \% . \quad (2.1)$$

## 2.8 ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

С помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490LV исследовали наклонные шлифы образцов. Ускоряющее напряжение регулировалось в пределах от 1 до 30-50 кВ.

## 2.9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

Определение износостойкости образцов проводилось на установке Nanovea tribometer (рис. 2.11) с использованием стандартной методики «шар по диску» (рис. 2.12, а) (международный стандарт ASTM G 133 – 95; Standard Test method for linearly reciprocating ball-on-flat sliding wear).



Рисунок 2.11 – Общий вид установки Nanovea tribometer

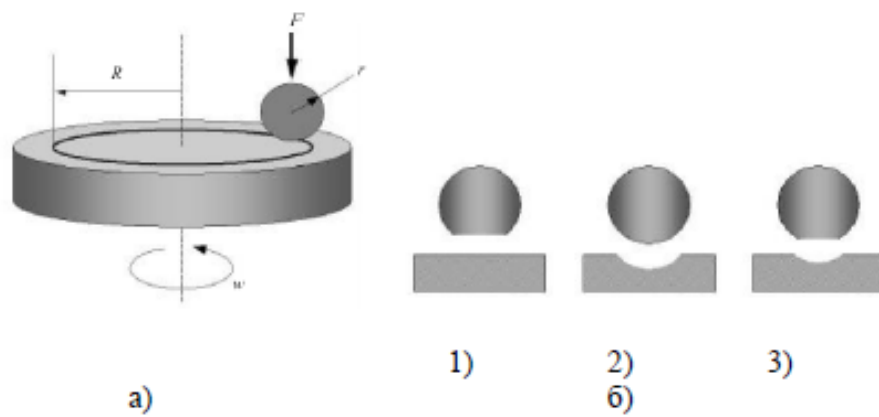


Рисунок 2.12 – а) схема проведения эксперимента по определению износостойкости на установке Nanovea tribometer; б) возможные варианты износа в системе «шар–диск»

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2

1. Приведены и обоснованы основные характеристики исследуемых материалов и покрытий.
2. Приведены и обоснованы методы исследования покрытий TiAl осаждением из ПВДР.



## Глава 3. ИССЛЕДОВАНИЯ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРУЕМЫХ В СРЕДЕ АЗОТА И АРГОНА

### 3.1 ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРУЕМЫХ В СРЕДЕ АРГОНА БЕЗ ВРАЩЕНИЯ.

Из литературного обзора способов получения интерметаллидных материалов и диаграммы состояния (рисунок 1.16) системы Ti-Al [56] установлено, что интерметаллидное соединение TiAl образуется в интервале температур 850-1180 °С, соединение Ti<sub>3</sub>Al образуется при температуре 1125 °С, а соединение TiAl<sub>3</sub> образуется при температуре 1000 °С.

Однако, в тонкопленочных системах или наноструктурных материалах наблюдается изменение температур фазовых переходов. При определенных условиях, отличающихся от стандартных, в указанных объектах возможно образование фаз, которые невозможно получить в массивных материалах. В работе Гладких Н.Т. [35] подробно изучены зависимости температуры фазообразования от размеров зерен (рисунок 3.1).

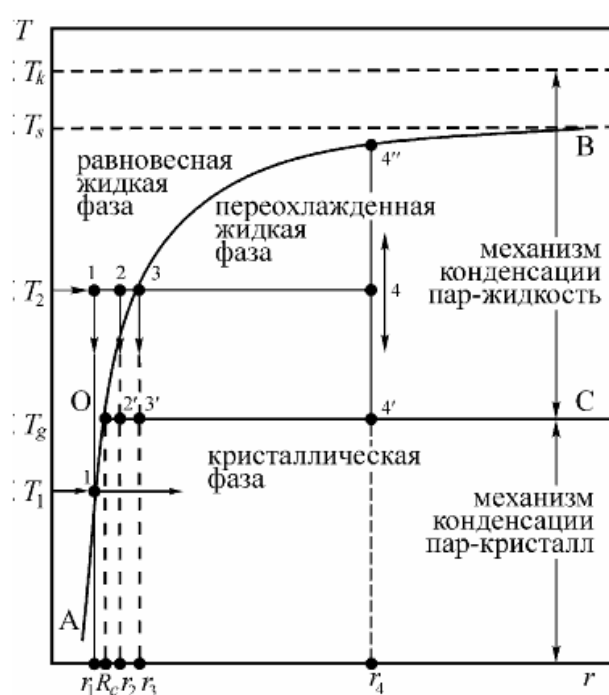
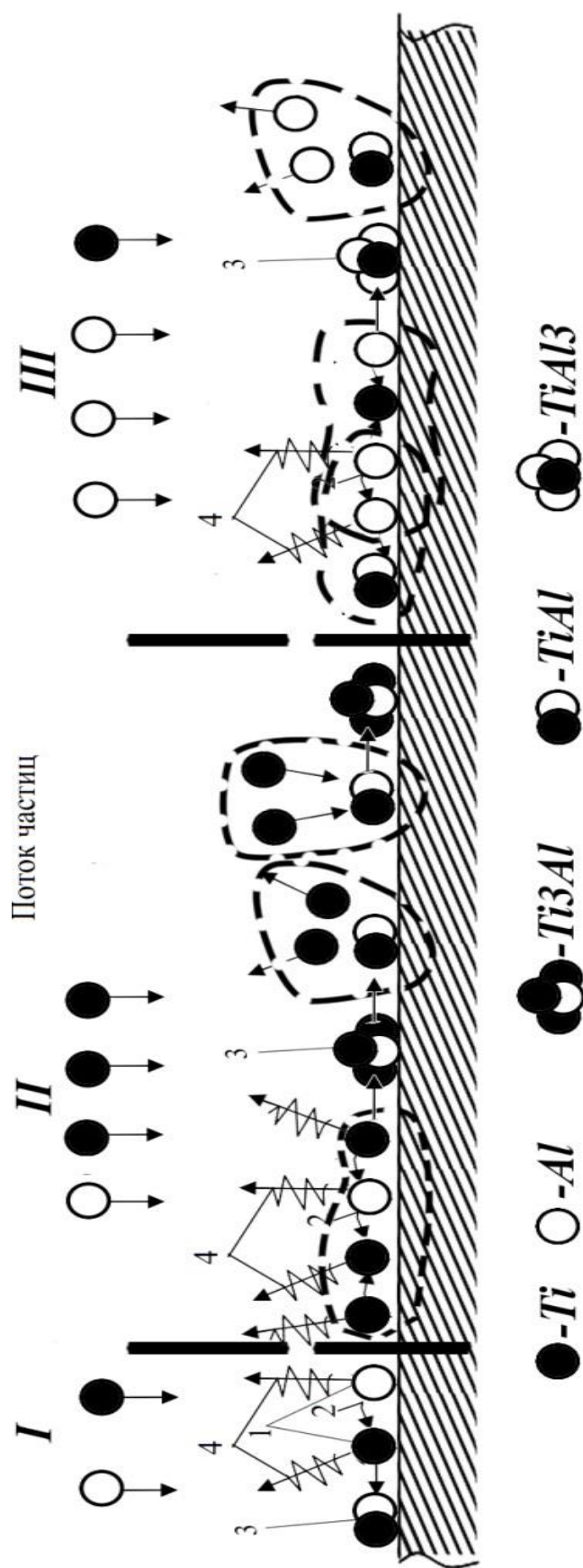


Рисунок 3.1 – Диаграмма фазовых переходов жидкость - кристалл в координатах «температура – размер частиц»

В результате анализа работ, предложен новый способ синтеза покрытий на основе «ИнСиТА» с возможностью управления фазовым составом. Покрытие на основе «ИнСиТА» требуемого фазового состава формируется при осаждении из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, нагреве подложки до 450 °C и при проведении процесса без вращения образцов. При этом фазовый состав покрытия на основе «ИнСиТА» будет зависеть от содержания компонентов (ионы титана и алюминия) в металлической плазме, что регулируется технологическими параметрами процесса (ток разряда дуги Ti и Al катодов, напряжения на подложке, давления в вакуумной камере). Процессы, протекающие во время роста покрытия и фазообразования «ИнСиТА», при нанесении из ПВДР представлен на рисунке 3.2.

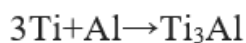
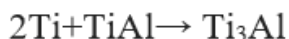
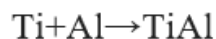


**I** - область вакуумной камеры, где процентное содержание Al по отношению к Ti находится в пределах 0.5-0.62  
**II** - область вакуумной камеры, где процентное содержание Al по отношению к Ti находится в пределах 0.2-0.39  
**III** - область вакуумной камеры, где процентное содержание Al по отношению к Ti находится в пределах 0.73-0.75

Рисунок 3.2 – Реакции, протекающие во время роста покрытия и фазообразования «ИнСиТа», при нанесении из ПВДР

1 – адсорбция; 2 – поверхностная миграция; 3 – возникновение кластеров; 4 – реиспарение частиц;

Химические реакции, которые происходят на поверхности подложки во время роста покрытий приведены ниже:



Реакции образования интерметаллидных соединений, являются экзотермическими. Однако они могут протекать с разной скоростью в зависимости от, температуры подложки и энергии ионов Ti и Al. Рост покрытия, при плазменно-ассистированном осаждении, начинается с конденсации ионов Ti и Al на поверхность подложки, в результате которого ионы забирают электрон с поверхностных атомов подложки и формируются Адсорбированные атомы (адатомы). Адатомы, перемещаясь по поверхности и контактируя с соседними адатомами объединяются в термодинамически устойчивые зародыши новой фазы.

На разработанный способ получен патент РФ на изобретение «Способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al» [Приложение А], согласно которому:

1.Способ получения износостойкого покрытия, по которому для нанесения покрытий используют два испарителя, расположенных в одной плоскости противоположно друг другу, а ионную очистку поверхности проводят в два этапа, на первом – плазменным источником с накальным катодом, на втором – электродуговыми испарителями, нанесение покрытия осуществляют при совместной работе 3х плазмогенераторов (2 для генерации металлической плазмы и 1 для генерации газовой плазмы и ассистирования процесса напыления). При этом в покрытии формируются различные фазы интерметаллидов системы Ti-Al.

Однако, для качественного прогнозирования фазового и стехиометрического состава покрытия при выбранных технологических параметрах необходимо применить математические инструменты.

В этой системе образуется целый спектр интерметаллических соединений (рисунок 3.3): два интерметаллических соединения с широкими областями гомогенности ( $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ); два - с узкими ( $TiAl_2$  и  $TiAl_3$ ); метастабильные соединения в области составов  $Ti_5Al_3$ ,  $Ti_9Al_{23}$  и  $Ti_5Al_n$ . Такое многообразие многофазных областей в системе  $Al-Ti$  значительно усложняет определение кристаллических структур фаз [1].

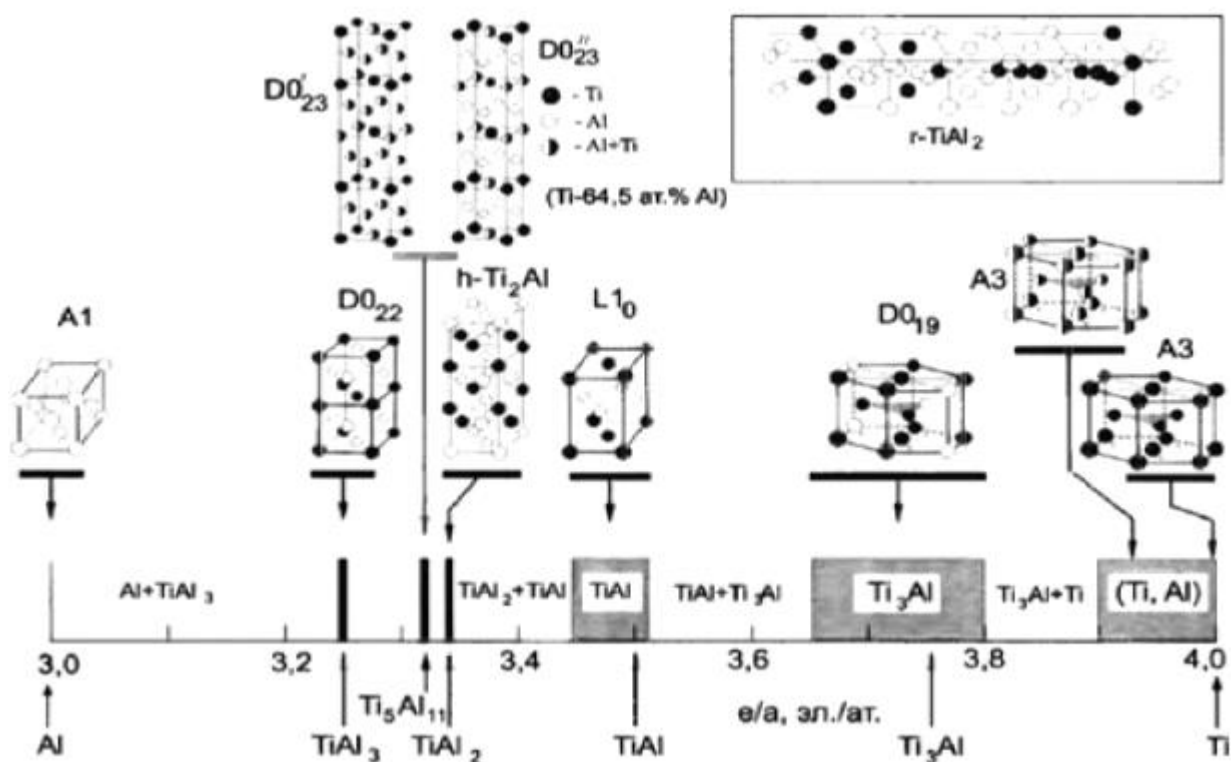
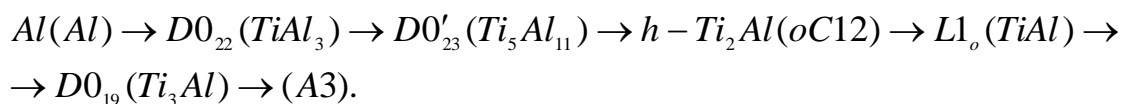


Рисунок 3.3 – Диаграмма расположения элементарных ячеек кристаллических структур бинарных сплавов системы  $Ti-Al$  в зависимости от электронной концентрации и области гомогенности интерметаллических соединений

Слева направо по диаграмме указана последовательность морфотропных переходов с изменением электронной концентрации [1]:



В данной работе рассматриваются интерметаллидные фазы:  $Ti_3Al$ ,  $TiAl_3$  и  $TiAl$ .

Выбор интерметаллидной фазы  $TiAl_3$  связан с ее термодинамической стабильностью и близкому по значению к титану температурному коэффициенту

линейного расширения. Кроме этого у  $TiAl_3$  стойкость к окислению выше, а плотность ( $3,13 \text{ г/см}^3$ ) ниже, чем у интерметаллидов  $Ti_3Al$  и  $TiAl$  [4].

В работах Т. Munro и В. Gleeson [5] исследовались стойкость алюминидных покрытий при изотермическом и циклическом окислении при  $T = 1100^\circ\text{C}$ .

Результаты исследований показали, что алюминидные покрытия (с содержанием фаз  $TiAl_3, TiAl_2$ ) обладают очень хорошей стойкостью к изотермическому и циклическому окислению при  $T = 1100^\circ\text{C}$  [5].  $TiAl$  обладает наибольшей температурой плавления  $T_{пл} = 1460^\circ\text{C}$  [6].

Для определения необходимых и достаточных условий для протекания реакций и образования интерметаллидов в покрытиях, а также для подбора оптимальных технологических режимов для их формирования при осаждении из ПВДР необходимо провести *Термодинамические расчеты*.

Термодинамический анализ используется для прогнозирования оценки последовательности осуществления исследуемых химических реакций. Применение для этого термодинамического моделирования позволило выявить приоритетное образование металлических соединений при приближении системы к состоянию равновесия и оценить возможный макромеханизм формирования металлической фазы.

Термодинамическое моделирование выполнялось с использованием программы HSC – 6.00, которая позволяет рассчитать свободную энергию Гиббса. В программе прописываем химическую реакцию, а также указываем температуру химической реакции.

Расчет свободной энергии в программе HSC проводится по известной формуле [9]:

$$\Delta G_T^0 = \Delta H_T^0 - T \cdot \Delta S_T^0, \quad (3.1)$$

согласно которой для расчета требуется значение стандартной энтальпии образования  $\Delta H_T^0$  и энтропии  $\Delta S_T^0$ .

Для проведения корректного расчета свободной энергии в зависимости от роста температуры необходимы данные по стандартным энтальпиям и энтропиям

образования соединений энтальпии в зависимости от температуры. Для получения этих данных важно знать значение теплоемкости для каждой исследуемой температуры. Для расчета температурной зависимости теплоёмкости применяется формула:

$$c_p = A + B \cdot 10^{-3} \cdot T + C \cdot 10^5 \cdot T^{-2}, \quad (3.2)$$

где  $A, B, C$  – коэффициенты теплоёмкости.

Таблица 3.1 Результаты вычислений по программе HSC Chemistry 6.00

Реакции	$\Delta H_{298}^0$ ,	$\Delta S_{298}^0$ ,	$\Delta G_{298}^0$ ,	$\Delta H_{673}^0$ ,	$\Delta S_{673}^0$ ,	$\Delta G_{673}^0$ ,
	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль}}$	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль} \cdot \text{К}}$	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль}}$	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль}}$	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль} \cdot \text{К}}$	$\frac{\text{кДж}}{\text{моль}}$
$TiAl_3 \rightarrow TiAl + 2 \cdot Al$	69,480	14,382	65,553	69,985	15,273	59,707
$Ti + Al \rightarrow TiAl$	-72,793	-6,665	-70,973	-72,391	-5,829	-68,468
$2 \cdot Ti + TiAl_3 \rightarrow 3 \cdot TiAl$	-76,106	1,052	-76,393	-74,797	3,614	-77,229
$Ti + 3 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$	-142,273	-21,047	-136,527	-142,377	-21,102	-128,175
$TiAl + 2 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$	-69,480	-14,382	-65,553	-69,985	-15,273	-59,707

Необходимо уточнить, что результаты вычислений, приведенные в таблице 3.1, являются лишь промежуточными и не дают окончательного ответа на вопрос о протекании данных реакций, так как вычисления проводились по данным приведенным в справочниках, а по термодинамическим свойствам веществ, взятых из справочника, можно рассчитать лишь стандартное изменение свободной энергии Гиббса  $\Delta G^0$ .

Стандартное изменение свободной энергии Гиббса можно записать в следующем виде [10]:

$$\Delta G^0 = -R \cdot T \cdot \ln K_p, \quad (3.3)$$

где  $K_p$  – константа равновесия.

$$K_p = \frac{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i'}}{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i}}, \quad (3.4)$$

Выражение  $\Delta G^0 < 0$ , означает, что при данной температуре константа равновесия больше единицы и процесс можно направить в любую сторону, а выражение  $\Delta G^0 > 0$ , означает, что при данной температуре константа равновесия меньше единицы и процесс также можно направить в любую сторону [10].

### Оценка термодинамической возможности протекания реакции

Для стандартных условий протекания химических реакций ( $T = \text{const}$ ,  $P = \text{const}$ ) термодинамическая возможность его протекания определяется знаком изменения значения энергии Гиббса  $\Delta G$ . Используя данные для интерметаллидных соединений приводимые в справочниках, по термодинамическим свойствам веществ, необходимо рассчитать стандартное изменение функции  $\Delta G^0$ . Так же полученную характеристику можно использовать для оценки термодинамической вероятности протекания реакции.

Однако, достоверной характеристикой для оценки возможности протекания реакций при образовании интерметаллидных соединений при начальных условиях (отличающихся от стандартных) служит истинное изменение энергии Гиббса  $\Delta G$ , которая непосредственно связано со стандартным изменением  $\Delta G^0$  по следующему уравнению изотермы [12]:

$$\begin{aligned} \Delta G_T &= -R \cdot T \cdot \ln \left( \frac{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i'}}{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i}} \right)_{\text{равн}} + R \cdot T \cdot \ln \left( \frac{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i'}}{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i}} \right)_{\text{нач}} = \\ &= -R \cdot T \cdot \ln K_p + R \cdot T \cdot \ln \left( \frac{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i'}}{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i}} \right)_{\text{нач}} = \Delta G_T^0 + R \cdot T \cdot \ln \left( \frac{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i'}}{\prod_{i=1}^n p_i^{v_i}} \right)_{\text{нач}}, \end{aligned} \quad (3.5)$$



где  $K_p$  – константа равновесия, а парциальные давления  $p_i'$  относятся к продуктам реакции, а  $p_i$  – к реагентам.

Из формулы видно, что в некоторых случаях знак  $\Delta G$  может отличаться от  $\Delta G^0$ , которая является лишь приближенным критерием оценки возможности.

Положительная величина  $\Delta G^0$  указывает лишь на незначительный или очень малый выход продуктов (формирование требуемого соединения) при стандартных условиях. Наличие второго слагаемого в правой части уравнения изотермы свидетельствует о том, что формирование требуемого соединения можно достигнуть даже при положительных значениях  $\Delta G^0$  [11].

Таким образом, следует четко разделить результаты стандартного изменения энергии Гиббса реакции  $\Delta G^0$  и ее истинным значение  $\Delta G$ , отвечающим конкретным параметрам участников реакции.

Анализ уравнения изотермы химической реакции показывает, что знак  $\Delta G^0$  будет совпадать со знаком  $\Delta G$  в двух случаях [11]:

- 1) парциальные давления участников реакции мало отличаются от стандартного значения (101325 Па);
- 2)  $\Delta G^0$  велико по абсолютному значению ( $> 40$  кДж).

В остальных случаях к оценке возможности протекания реакции по знаку  $\Delta G^0$  следует подходить с осторожностью и по возможности определять знак истинного изменения энергии Гиббса  $\Delta G$  в соответствии с уравнением изотермы реакции.

Рассчитаем значения свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  для данных реакций при давлении  $10^{-3}$  Па (давление осаждения покрытий) и температурах 25°C и 400 °C.

Согласно уравнению изотермы химической реакции [11]:

$$\Delta G_r = \Delta G_r^0 + RT \ln(1/p_1). \quad (3.6)$$

Так как стандартное состояние в термодинамике задается давлением  $p_0 = 1 \text{ атм.} = 101325 \text{ Па}$ , то  $p_1$  в это уравнение следует подставить с переводным коэффициентом  $10^{-3} / 101325$ . Тогда

$$\Delta G_T = \Delta G_T^0 + R \cdot T \cdot \ln\left(\frac{1}{10^{-3} / 101325}\right) = \Delta G_T^0 + R \cdot T \cdot \ln\left(\frac{101325}{10^{-3}}\right).$$

$$\Delta G_{298} = \Delta G_{298}^0 + 8,314 \cdot 298 \cdot \ln\left(\frac{101325}{10^{-3}}\right);$$

$$\Delta G_{673} = \Delta G_{673}^0 + 8,314 \cdot 673 \cdot \ln\left(\frac{101325}{10^{-3}}\right).$$

Таблица 3.2 Рассчитанные значения свободной энергии Гиббса  $\Delta G$

Реакции	$\Delta G_{298}$ , кДж/ моль	$\Delta G_{673}$ , кДж/ моль
$TiAl_3 \rightarrow TiAl + 2 \cdot Al$	111,22	162,85
$Ti + Al \rightarrow TiAl$	-25,30	34,68
$2 \cdot Ti + TiAl_3 \rightarrow 3 \cdot TiAl$	-30,72	25,91
$Ti + 3 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$	-90,86	-25,03
$TiAl + 2 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$	-19,88	43,44

По расчётным данным таблицы 3.4 построим график зависимости свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  от температуры.

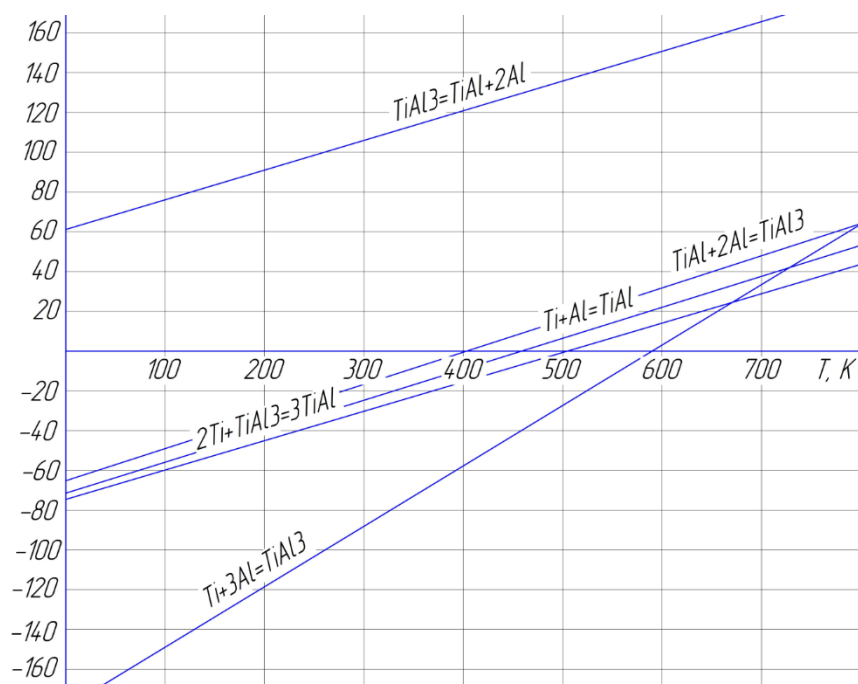


Рисунок 3.4 – График зависимости свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  от температуры

Из графика видно, что наименьшей энергией обладает реакция  $Ti + 3 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$ , а наибольшей –  $TiAl_3 \rightarrow TiAl + 2 \cdot Al$ . Это означает, что вероятность протекания реакции  $Ti + 3 \cdot Al \rightarrow TiAl_3$  больше, чем у реакции  $TiAl_3 \rightarrow TiAl + 2 \cdot Al$ .

Выясним, как будет меняться значение свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  для наших реакций при изменении давления  $p = 10^{-4} - 10^5$  Па при температурах  $T = 298$  К и  $T = 673$  К (рисунок 3.5).

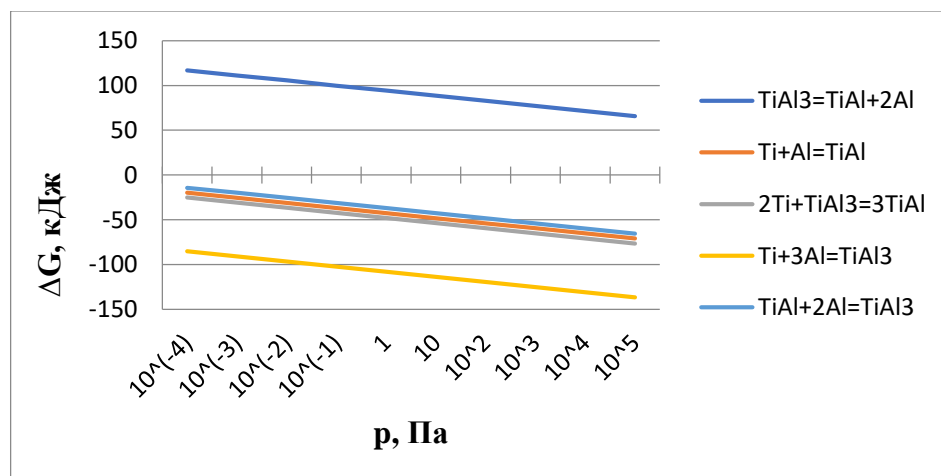


Рисунок 3.5 – График зависимости свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  от давления

Из графиков видно, что действительно с увеличением температуры значение свободной энергии Гиббса  $\Delta G$  увеличивается, а с увеличением давления – уменьшается.

### 3.2 РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СИСТЕМЫ Ti-Al РАЗЛИЧНОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА

Несмотря на обширное распространение PVD методов получения покрытий, не существует моделей, полностью описывающих данные процессы (так как факторов, влияющих на конечный результат большое количество). Вследствие чего, расчёты технологических параметров для формирования требуемых свойства и состава в большинстве случаев являются эмпирическими.

Однако существует большое количество различных моделей процесса ионного осаждения покрытий из ПВДР [40, 44, 59, 62, 67], которые либо не позволяют связать технологические параметры осаждения покрытий (в частности с двух однокомпонентных катодов) со скоростью роста покрытия на локальной поверхности, либо столь громоздки и трудоемки, что не позволяют эффективно применить в производстве.

Из анализа работ установлено, что достаточно простая (с точки зрения расчетов для однокомпонентных систем) математическая модель, которая позволяет связать технологические параметры процесса с параметрами покрытия предложена В.В. Будиловым [10, 11, 63]. На основе математической модели В.В. Будилова [10, 11, 63], которая позволяет рассчитывать ионный ток насыщения  $j_i$ , поток ионов металла  $n_i$  и скорость роста покрытия  $V_k$ , была предложена модель синтеза покрытий на основе «ИнСиТА» при осаждении из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al.

В основе предложенной гипотезы лежит предположение о влиянии концентрации ионов металлов в расчетной точке на фазовый состав покрытия. В модели приняты следующие допущения:

- степень ионизации приближена к 100 % (доля ионов в общем потоке частиц, движущихся из катодного пятна дуги, в ряде случаев достигает 90÷100 % [2]);
- капельная фаза отсутствует.

Для расчета определения фазового состава покрытия необходимо:

1. Рассчитать плотность ионного тока для Ti и Al;
2. Рассчитать процентное содержание ионов Al и Ti;
3. Сравнить данные с диаграммой состояния Ti-Al и определить фазовый состав покрытия.

Формула для расчета плотности ионного тока взята из математической модели процесса осаждения вакуумных ионно-плазменных покрытий В.В. Будилова [3, 4]:

$$j_{i,b} = \frac{\mu_p \cdot I_d \cdot \bar{z} \cdot e}{2\pi \cdot m_i \cdot R_k^2} \cdot \left[ 1 + \frac{R_k^2 - l^2 - b^2}{\sqrt{(R_k^2 + l^2 + b^2)^2 - 4R_k^2 \cdot b^2}} \right] \quad (3.7)$$

Концентрация ионов Ti/Al на единицу площади в единицу времени определяется из следующего соотношения [11]:

$$n_i = \frac{j_i}{\bar{z} \cdot e} \quad (3.8)$$

Расчетная схема геометрических параметров ( $l_{Ti}$ ,  $b_{Ti}$ ,  $l_{Al}$ ,  $b_{Al}$ ), для предыдущих формул, представлена на рисунке 3.6.

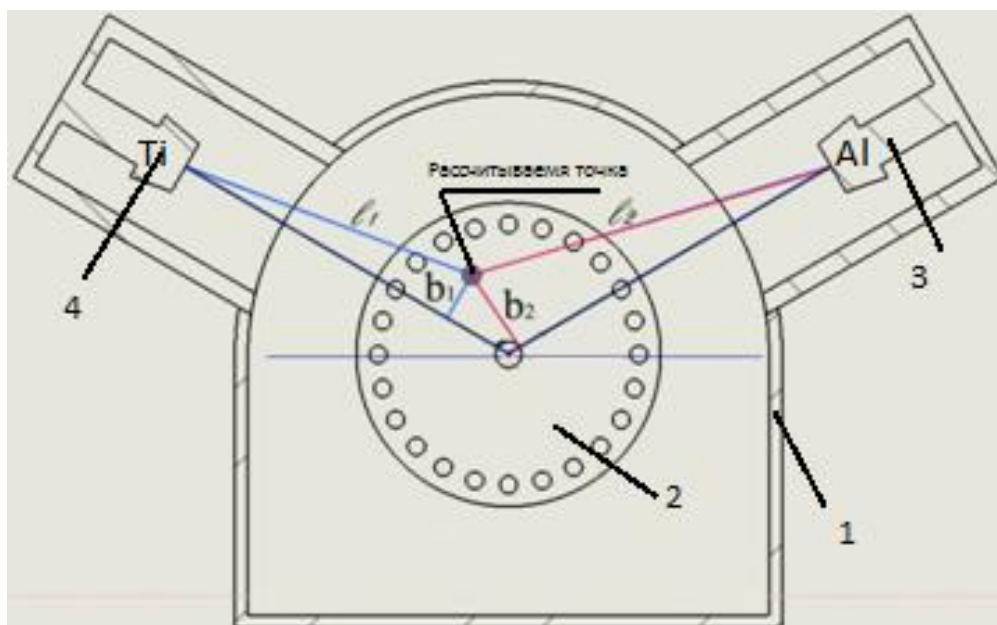


Рисунок 3.6 – Установка ННВ-6,6-И1. Расчетная схема  
 1 - Рабочая камера; 2 - Рабочий стол; 3 - Алюминиевый катод  
 4 - Титановый катод.

В таблице 3.1 приведены необходимые физические свойства материалов титана и алюминия.

После расчета концентрации ионов титана и алюминия в единицу площади в единицу времени по математической модели в рассматриваемой точке рассчитывается процентное содержание алюминия по следующей формуле:

$$N = n_{al} * 100 / (n_{al} + n_{ti}); \quad (3.9)$$

Рассчитанную величину N сравниваем с диаграммой состояния (рис 1.16) системы Ti-Al, и определяем фазовый состав покрытия.

Таблица 3.3 Физические свойства материалов катода

Материал	Коэффициент эрозии катода	среднее зарядовое число ионов	Масса атома, кг	средняя энергия ионов, Дж	Коэффициент излучения	Теплоемкость, Дж/К·моль	Температура конденсации, °С
Ti	$5.3 \cdot 10^{-8}$	1.79	$7.95 \cdot 10^{-26}$	$1.22 \cdot 10^{-17}$	0.51	0.523	3575
Al	$1.25 \cdot 10^{-7}$	1.58	$44.7 \cdot 10^{-26}$	$1.01 \cdot 10^{-17}$	0.058	0.93	2736

Энергия, выделяемая на поверхности конденсации, определяется соотношением:

$$\Delta q = \Delta q_{Ti} + \Delta q_{Al} = n_{Ti} \cdot \left( \bar{W}_{Ti} + \bar{Z}_{Ti} \cdot e \cdot U_{II} + Q_{kTi} \right) + n_{Al} \cdot \left( \bar{W}_{Al} + \bar{Z}_{Al} \cdot e \cdot U_{II} + Q_{kAl} \right) \quad (3.10)$$

Из следующего соотношения рассчитываем энергию, выделяющуюся при конденсации одного иона:

$$Q_k = \frac{t \cdot c}{N_a} \quad (3.11)$$

Из закона сохранения энергии, рассчитаем количество образовавшихся интерметаллидов:

$$\Delta q = \sigma \cdot \xi_r (T_{II}^4 - T_{CT}^4) + n_x \cdot Q_p \quad (3.12)$$

$$n_x = \frac{\Delta q}{Q_p} - \frac{\sigma \cdot (\xi_{rTi} + \xi_{rAl})}{Q_p} (T_{II}^4 - T_{CT}^4) \quad (3.13)$$

Рассчитаем потенциальный барьер реакции, по следующей формуле:

$$Q_p = \frac{c}{N_a}, \quad (3.14)$$

Теплоту образования фаз интерметаллида системы Ti-Al выбираем из таблицы 3.2 [37]

Таблица 3.4 Физические параметры интерметаллидных фаз системы Ti-Al

Фаза	Плотность, г/см <sup>3</sup>	T <sub>пл</sub> , °C	Теплота образования, ккал/моль	Интервал содержания Al, %
Ti <sub>3</sub> Al	4.05	1118	23.5	20-39
TiAl	3.6	1460	18	50-62
TiAl <sub>2</sub>	3.3	1000		66-67
TiAl <sub>3</sub>	3.13	1340	35	74.5-75

3.3 КОМПЬЮТЕРНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДЕЛИ ДЛЯ РАСЧЕТА РЕЖИМОВ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СИСТЕМЫ TI-AL СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА.

На основе разработанной модели написана программа для ЭВМ (Приложение Л). Программа реализована на Delphi Embarcadero 10. Компьютерная реализация модели позволяет в пользовательском режиме рассчитать оптимальные технологические параметры для формирования в покрытии интерметаллидных соединений. Интерфейс программы представлен на рисунке 3.7 [13, 18, 19].



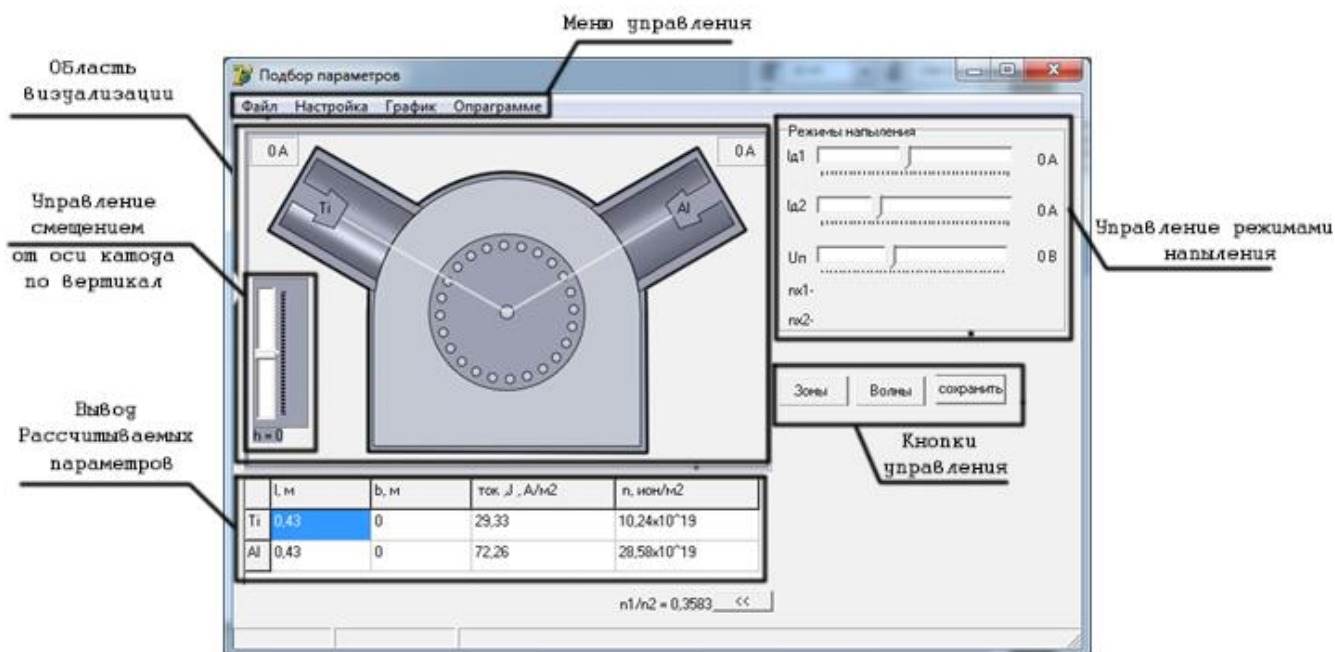


Рисунок 3.7 – Интерфейс программы «Подбор параметров напыления покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al»

Разработанная программа для ЭВМ позволяет рассчитать поток ионов металла на единицу площади в единицу времени в произвольной точке вакуумной камеры в зависимости от технологических параметров. Все расчетные данные выводятся в таблицу. Возможна регулировка режимов нанесения покрытия, выбор компоновки расположения дуговых испарителей (под углом 120° и 90°).

На основе данных расчетов автоматически строятся графики распределения ионных потоков на единицу площади в единицу времени для катодов Ti и Al. Графическое представление распределения ионных потоков приведено на рисунке 3.8.

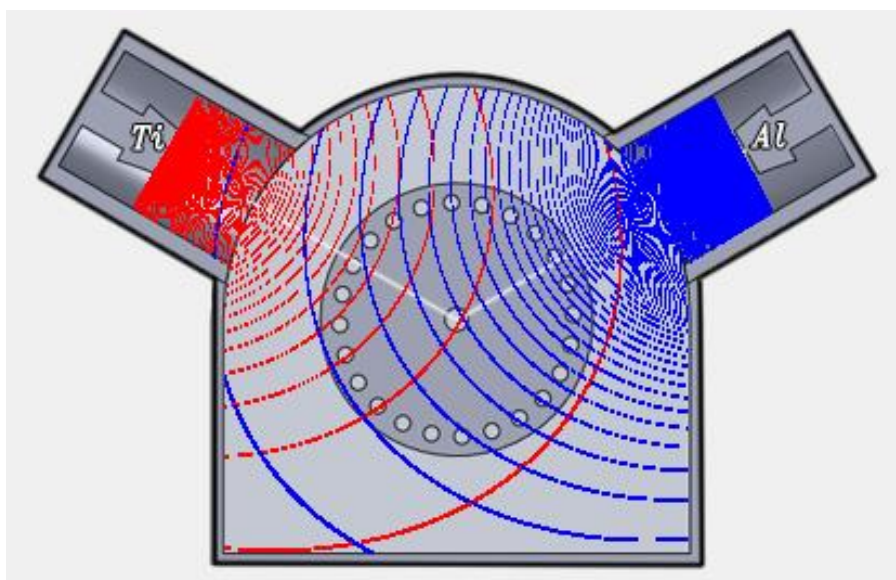


Рисунок.3.8 – Распределение ионного потока в вакуумной камере при режимах  $I_{д Ti}=90A$ ;  
 $I_{д Al} = 60A$ ;

На основе распределения ионных потоков на единицу площади в единицу времени катодов Ti, Al и диаграммы состояния системы Ti-Al (при обработке без вращения детали) прогнозируются области формирования покрытий определенного фазового состава.

Расположение зон формирования определенного фазового состава в вакуумной камере зависит от режимов напыления. Регулируя ток дуги катодов Ti и Al, можно смещать зоны. На рисунке 3.9 представлены изменения зон формирования «ИнСиТА» при различных режимах при обработке без вращения:

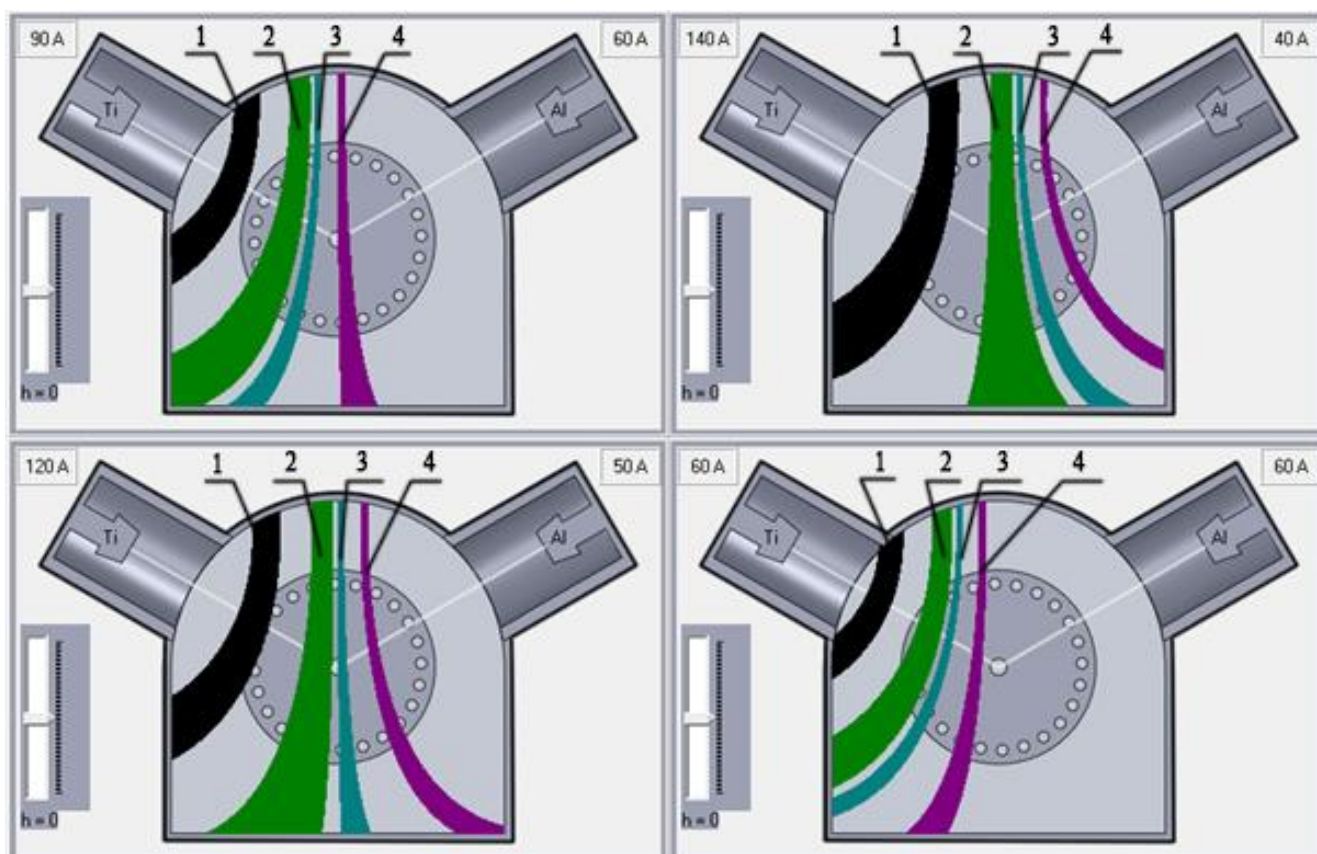


Рисунок 3.9 – Зоны формирования фаз интерметаллида при разных режимах:

а)  $I_{\text{д Ti}}=90\text{A}; I_{\text{д Al}} = 60\text{A}$ ; б)  $I_{\text{д Ti}}=140\text{A}; I_{\text{д Al}} = 40\text{A}$ ; в)  $I_{\text{д Ti}}=120\text{A}; I_{\text{д Al}} = 50\text{A}$ ;

г)  $I_{\text{д Ti}}=60\text{A}; I_{\text{д Al}} = 60\text{A}$ ;

1-  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ; 2-  $\text{TiAl}$ ; 3-  $\text{TiAl}_2$ ; 4-  $\text{TiAl}_3$

Разработанная программа позволяет проводить расчеты параметров и представление зон формирования интерметаллидных фаз в различных плоскостях относительно оси катода.

Также, программный продукт позволяет произвести расчеты и определить зоны формирования интерметаллидных фаз при обработке деталей с вращением. Зоны формирования фаз интерметаллида при различных режимах, но с вращением деталей приведены на рисунке 3.10.

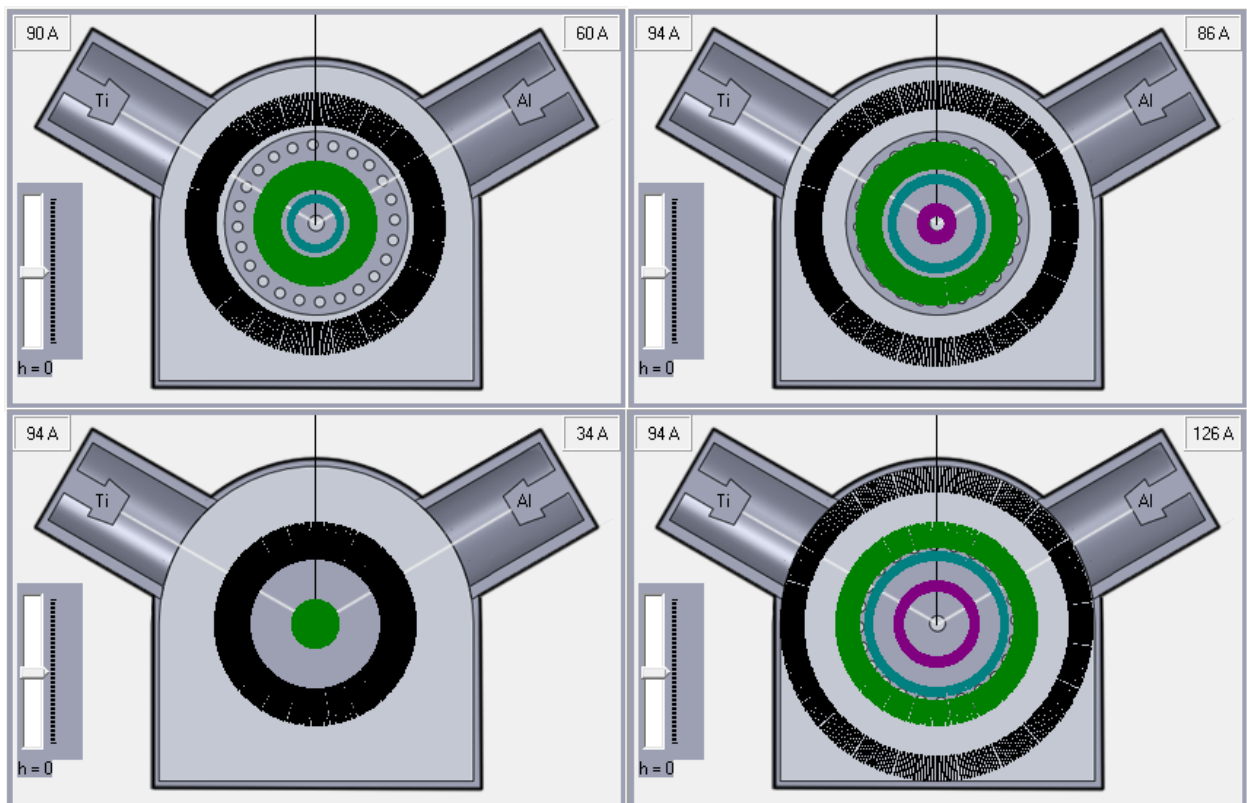


Рисунок 3.10 – Зоны формирования фаз интерметаллида при разных режимах:

а)  $I_{\partial Ti}=90A$ ;  $I_{\partial Al} = 60A$ ; б)  $I_{\partial Ti}=94A$ ;  $I_{\partial Al} = 86A$ ; в)  $I_{\partial Ti}=94A$ ;  $I_{\partial Al} = 34A$ ;

г)  $I_{\partial Ti}=94A$ ;  $I_{\partial Al} = 126A$

**Основные процедуры и функции программы приведены ниже:**

1) *Блок описания подключаемых модулей, переменных и констант.*

```
unit Unit1;
```

```
interface
```

```
uses
```

```
Windows, Messages, SysUtils, Variants, Classes, Graphics, Controls, Forms,
```

```
Dialogs, ExtCtrls, StdCtrls, math;
```

```
type
```

```
TForm1 = class(TForm)
```

```
var
```

```
Form1: TForm1;
```

```
xcent,ycentr,r:Integer;
```

```
mashtab:real;
```

```
kx1,ky1,kx2,ky2,kdx,kdy,kdnx,kdny,V:Real;
```

```

angl1,angl2,angl,h1,h2,k11,kb1,k12,kb2:real;
ugol1,ugol2:real;
s1,s2,j1,j2,n1,n2,v1,v2:real;
const e=1.6e-19;
koef1=5.3e-8;
    koef2=1.25e-7;
    mas1=7.95e-26;
    mas2=4.478e-26;
    z1=1.79;
    z2=1.58;
p1=4540;
p2=2700;

```

2) *Процедура отрисовки вакуумной камеры с фиксацией координат центров для катода титана и алюминия.*

```

begin
Pen.Color:=clRed; //устанавливаем цвет пера красный
Ellipse(xcent-round(30*mashtab),ycentr-
round(30*mashtab),xcent+round(30*mashtab),ycentr+round(30*mashtab));
    Ellipse(xcent-round(15*mashtab),ycentr-
round(15*mashtab),xcent+round(15*mashtab),ycentr+round(15*mashtab));
MoveTo(0,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования
LineTo(2*xcent,ycentr); //рисуем красную линию от начальной точки до конечной
MoveTo(xcent,0); // устанавливаем начальную точку рисования
LineTo(xcent,2*ycentr); //рисуем красную линию от начальной точки до конечной
kx1:=42*mashtab*cos((-30)*pi/180);
ky1:=42*mashtab*sin((-30)*pi/180);
kx2:=45*mashtab*cos((-150)*pi/180);
ky2:=45*mashtab*sin((-150)*pi/180);
MoveTo(xcent,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования

```

```

LineTo(xcent+round(kx1),ycentr+round(ky1)); //рисует красную линию от начальной точки до
конечной

MoveTo(xcent,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования

LineTo(xcent+round(kx2),ycentr+round(ky2)); //рисует красную линию от начальной точки до
конечной

//катод 1

Ellipse(round(xcent+kx1-1*mashtab),
round(ycentr+ky1-1*mashtab),
round(xcent+kx1+1*mashtab),
round(ycentr+ky1+1*mashtab));

//катод 12

Ellipse(round(xcent+kx2-1*mashtab),
round(ycentr+ky2-1*mashtab),
round(xcent+kx2+1*mashtab),
round(ycentr+ky2+1*mashtab));

//детал
kdx:=r*mashtab*cos(-15*pi/180);
kdy:=r*mashtab*sin(-15*pi/180)-mashtab;

Ellipse(round(xcent+kdx-mashtab),
round(ycentr+kdy-mashtab),
round(xcent+kdx+mashtab),
round(ycentr+kdy+mashtab));

//нормаль
angl:=0;

xcent:=round(Image1.Width/2);
ycentr:=round(Image1.Height/2);
mashtab:=Image1.Width/80;

Ellipse(xcent-round(30*mashtab),ycentr-
round(30*mashtab),xcent+round(30*mashtab),ycentr+round(30*mashtab));

```

```
Ellipse(xcent-round(15*mashtab),ycentr-  
round(15*mashtab),xcent+round(15*mashtab),ycentr+round(15*mashtab));
```

3) Процедура расчетов геометрических параметров расстояние от центра катода и расстояние от оси катода.

```
Begin
```

```
MoveTo(0,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования
```

```
LineTo(2*xcent,ycentr); // рисуем красную линию от начальной точки до конечной
```

```
MoveTo(xcent,0); // устанавливаем начальную точку рисования
```

```
LineTo(xcent,2*ycentr); // рисуем красную линию от начальной точки до конечной
```

```
kx1:=42*mashtab*cos((-30)*pi/180);
```

```
ky1:=42*mashtab*sin((-30)*pi/180);
```

```
kx2:=43*mashtab*cos((-150)*pi/180);
```

```
ky2:=43*mashtab*sin((-150)*pi/180);
```

```
MoveTo(xcent,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования
```

```
LineTo(xcent+round(kx1),ycentr+round(ky1)); // рисуем красную линию от начальной точки до  
конечной
```

```
MoveTo(xcent,ycentr); // устанавливаем начальную точку рисования
```

```
LineTo(xcent+round(kx2),ycentr+round(ky2)); // рисуем красную линию от начальной точки до  
конечной
```

```
//катод 1
```

```
Ellipse(round(xcent+kx1-1*mashtab),
```

```
round(ycentr+ky1-1*mashtab),
```

```
round(xcent+kx1+1*mashtab),
```

```
round(ycentr+ky1+1*mashtab));
```

```
//катод 2
```

```
Ellipse(round(xcent+kx2-1*mashtab),
```

```
round(ycentr+ky2-1*mashtab),
```

```
round(xcent+kx2+1*mashtab),
```

```

round(ycentr+ky2+1*mashtab));

//детал
kdx:=r*mashtab*cos(-angl*pi/180);
kdy:=r*mashtab*sin(-angl*pi/180);
    Ellipse(round(xcent+kdx-mashtab),
round(ycentr+kdy-mashtab),
round(xcent+kdx+mashtab),
round(ycentr+kdy+mashtab));

//нормаль
Pen.Color:=clBlue;
kdnx:=kdx+3*mashtab*cos(-angl*pi/180);
kdny:=kdy+3*mashtab*sin(-angl*pi/180);
MoveTo(round(xcent+kdx),round(ycentr+kdy)); // устанавливаем начальную точку рисования
LineTo(round(xcent+kdnx),
round(ycentr+kdny)); //рисуем красную линию от начальной точки до конечной
//нормаль
Pen.Color:=clGreen;
MoveTo(round(xcent+kx1),round(ycentr+ky1)); // устанавливаем начальную точку рисования
LineTo(round(xcent+kdx),
round(ycentr+kdy)); //рисуем красную линию от начальной точки до конечной
//нормаль
Pen.Color:=clPurple;
MoveTo(round(xcent+kx2),round(ycentr+ky2)); // устанавливаем начальную точку рисования
LineTo(round(xcent+kdx),
round(ycentr+kdy)); //рисуем красную линию от начальной точки до конечной
//построение линии

end;
```



```

h1:=Sqrt(sqr((kdx-kx1)/mashtab)+sqr((kdy-ky1)/mashtab));
if (kdy>ky1) then begin
ugol1:=arccos((kx1-kdx)/(h1*mashtab))*180/pi-30;
Label5.Caption:=FloatToStr(ugol1) ;
kb1:=h1*sin(abs(ugol1*pi/180));
kl1:=h1*cos(abs(ugol1*pi/180));
end
else if(kdy<ky1) then
begin
ugol1:=arccos((kdx-kx1)/(h1*mashtab))*180/pi-210;
Label5.Caption:=FloatToStr(ugol1) ;
kb1:=h1*sin(abs(ugol1*pi/180));
kl1:=h1*cos(abs(ugol1*pi/180));
end;
h2:=Sqrt(sqr((kdx-kx2)/mashtab)+sqr((kdy-ky2)/mashtab));
if (kdy>ky2) then begin
ugol2:=arccos((kx2-kdx)/(h2*mashtab))*180/pi-150;
Label9.Caption:=FloatToStr(ugol2) ;
kb2:=h2*sin(abs(ugol2*pi/180));
kl2:=h2*cos(abs(ugol2*pi/180));
end
else if(kdy<ky2) then
begin
ugol2:=30+arccos((kdx-kx2)/(h2*mashtab))*180/pi;
Label9.Caption:=FloatToStr(ugol2) ;
kb2:=h2*sin(abs(ugol2*pi/180));
kl2:=h2*cos(abs(ugol2*pi/180));
end;
end;

```

4) Расчет концентрации ионов титана и алюминия в выбранной точке вакуумной камеры

```
begin
// Label5.Caption:=FloatToStr(h1);
{kb1:=Sqrt(Sqr((Sqrt(sqr(kdx-kx1)+sqr(kdy-ky1)))/100*sin(h1*pi/180))+sqr(h));
a.l:=(Sqrt(sqr(x-kx1)+sqr(y-ky)))*k/100*cos(a.w*pi/180);
  if (y>ky) then b.w:=abs(60+ArcSIN((x-kx2)/((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky)))))*180/pi)
else if(y<ky) then b.w:=Abs(30+180-arccos((x-kx2)/((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky)))))*180/pi)
else b.w:=30;
b.b:=Sqrt(Sqr((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky)))*k/100*sin(b.w*3.14/180))+sqr(h));
b.l:=(Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky)))*k/100*cos(b.w*3.14/180);
angl1:=arctan((ky1-kdy)/(kx1-kdx))*180/pi+angl;
angl2:=arctan((ky2-kdy)/(kx2-kdx))*180/pi;
Label7.Caption:=floattostr(h1);
if (angl1)<180 then begin
  Label11.Caption:=floattostr(angl1);
end
else begin
angl1:=angl1-360;
Label11.Caption:=floattostr(angl1);
end;
Label6.Caption:=FloatToStr(kb1);
Label10.Caption:=FloatToStr(kl2);
Label111.Caption:=FloatToStr(kb2);
angl2:=180-angl2-angl;
Label2.Caption:=floattostr(angl2);
  //расчеты
s1:=(1+(Sqr(0.04)-sqr(kl1/100)-sqr(kb1/100))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(kl1/100)+sqr(kb1/100)))-4*Sqr(0.04)*sqr(kb1/100))) ;
```

```

j1:=(koef1*80*z1*e)/(2*pi*mas1*Sqr(0.04))*s1;
s2:=(1+(Sqr(0.04)-sqr(kl2/100)-sqr(kb2/100))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(kl2/100)+sqr(kb2/100)))-4*Sqr(0.04)*sqr(kb2/100))) ;
j2:=(koef2*60*z2*e)/(2*pi*mas2*Sqr(0.04))*s2 ;
n1:=j1/(z1*e);
n2:=j2/(z2*e);
Label13.Caption:=FloatToStr(n1);
Label14.Caption:=FloatToStr(n2);
v1:=0;
v2:=0;
if (angl1>-90) and (angl1<90)then begin
v1:=(mas1*n1/p1)*abs(cos(angl1*pi/180))/strtofloat(Edit2.Text);
end;
if (angl2>-90) and (angl2<90)then begin
v2:=(mas2*n2/p2)*abs(cos(angl2*pi/180))/strtofloat(Edit2.Text);
end;
Memo1.Lines.Add(FloatToStr(angl1)+':'+floattostr(v1)+':'+floattostr(v2));
end.

```

### 3.4 ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ С ВРАЩЕНИЕМ ОБРАЗЦОВ В КАМЕРЕ

Для прогнозирования стехиометрического состава и возможного фазового состава при осаждении МКП на основе «ИнСиТА» из ПВДР с вращением образцов в камере, необходимо исследовать основные процессы, протекающие в разных областях вакуумной камеры (рисунок 2.3). Так в первой области (рисунок 2.3) на поверхность образца поступает только частицы, испаренные с поверхности алюминиевого катода. В данной области нанослой Al начинают расти на поверхности Ti подслоя. Механизм роста Al пленки на поверхности Ti островковый [30]. При температуре 400 °С островки нанослоя Al находятся в переохлажденном состоянии (т.к. размер островков несколько нанометров в диаметре, такая температура близка к температуре плавления), в результате происходит взаимодействие жидкой фазы алюминия с поверхностью титана в твердом состоянии. Процесс взаимодействия жидкой фазы Al с твердым Ti хорошо изучены в работах [31, 32]. Схематически этапы взаимодействия представлены на рисунке 3.11.

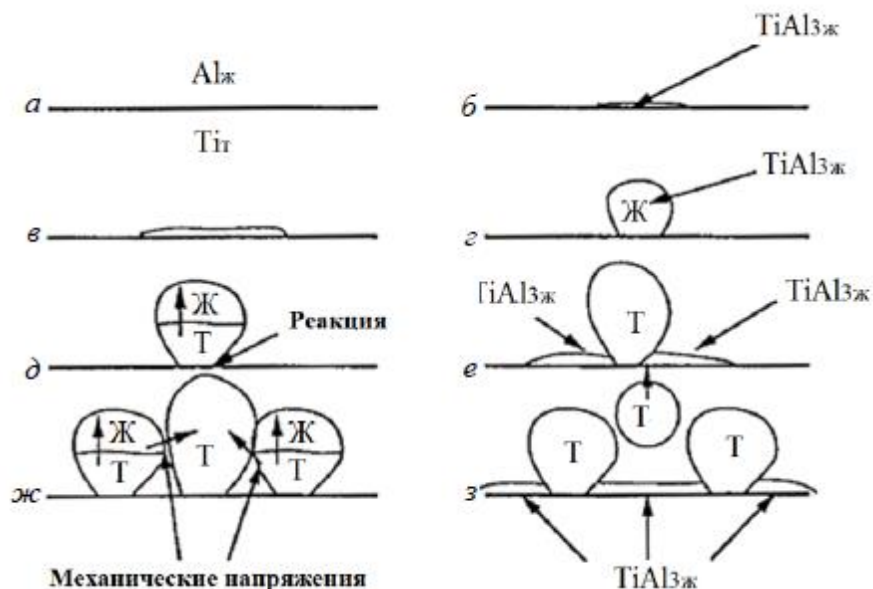


Рисунок 3.11 – Формирование глобидов на поверхности раздела твердый (Т) Ti – жидкий (Ж) Al; а–в) образование зародыша и превращение в тонкий слой интерметаллида; г) сфероидизация под действием поверхностного натяжения; д) отверждение и торможение реакции; е, ж) формирование, сфероидизация смежных глобидов  $TiAl_3$  на вновь образовавшейся реакционной поверхности; з) отрыв глобоида [25]

Реакции образования интерметаллидных соединений начинается на поверхности раздела Al–Ti, как показано на рисунке 3.18 д. На данном этапе поверхностное межфазное натяжение доминирует и продукты реакции формируются в виде сфер. Уменьшение площади контактной поверхности Ti–Al (в следствии образования сфер) приводит к торможению реакции и затвердеванию глобидов. Во время отверждения сфер, возникают зародыши новых интерметаллических соединений, которые начинают расти вдоль поверхности раздела Ti–Al. Смежные глобиды ограничены в объеме, и при затвердевании возникают силы, выталкивающие первый глобид в жидкость и обнажающие новую межфазную область.

По мере перемещения образцов по окружности в вакуумной камере, образцы переходят в зону, в котором на поверхность конденсируются частицы, испаренные с поверхности Al и Ti катодов. При этом соотношение концентрации Ti/Al изменяется от 0 до 100 %. В данной области формируются практически все интерметаллические соединения системы Ti–Al. Процессы, происходящие во второй области, схематически представлены на (рисунке 3.12).

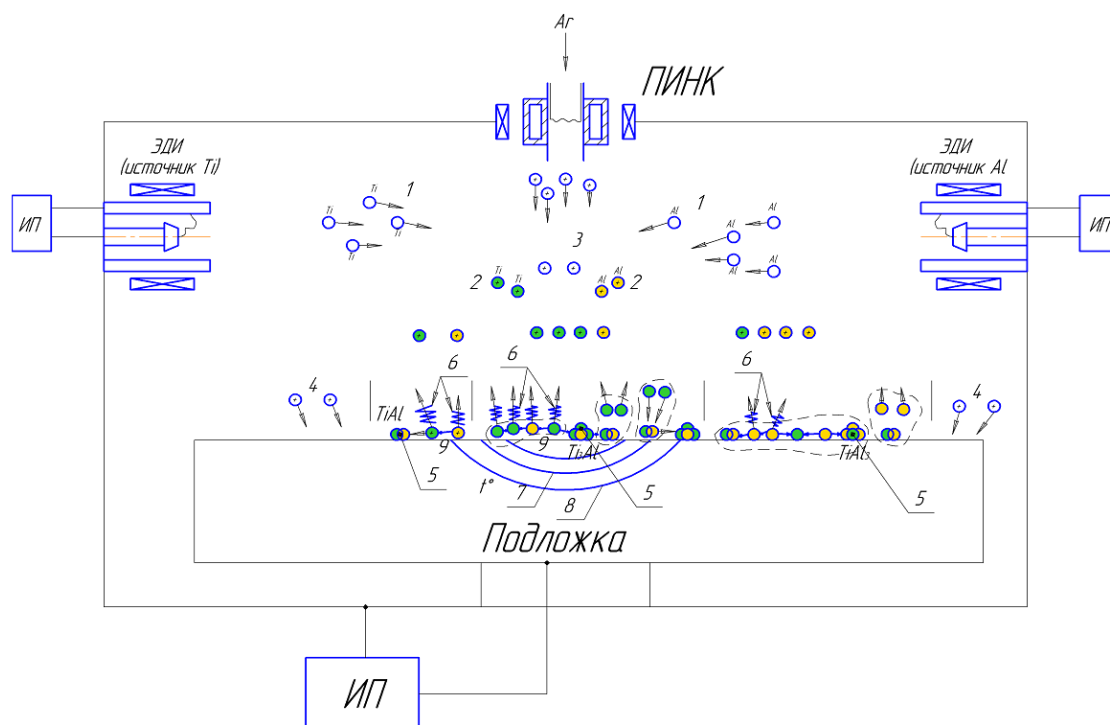


Рисунок 3.12 – Схематическое представление возможных реакций, протекающих при осаждении с двух однокомпонентных катодов из титана и алюминия

Формирование покрытий в данной области начинается с конденсации ионизированных частиц Ti и Al на поверхность подложки. Атомы титана, мигрируя по поверхности и взаимодействуя с алюминием, в результате флуктуации формируют зародыши новой фазы, в зависимости от соотношения количества атомов титана и алюминия.

В третьей области (рисунок 2.3) на поверхность образца поступает только поток частиц испаренные с поверхности титанового катода. При этом ионами титана насыщается нижний интерметаллидный подслоя, и в приповерхностном слое формируется интерметаллидная фаза  $Ti_3Al$ .

В четвертой области (рисунок 2.3) образованный титановый слой подвергается бомбардировке ионами аргона, при этом происходит локальный нагрев поверхностного нанослоя и активируется поверхность.

### 3.5 ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ ДИФфуЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРОТЕКАЮЩИХ НА ГРАНИЦАХ НАНОСЛОЕВ.

С целью установления корреляции между пространственным расположением в вакуумной камере и формируемой нано-слоистой структурой покрытий, получаемых при послойном осаждении титана и алюминия из ПВДР, по расчетным данным скорости роста покрытия за 1 оборот рабочего стола при осаждении с двух однокомпонентных катодов построены графическое представление областей роста нанослоев Al, Ti-Al, Ti. Результаты расчетов приведены на рисунках 3.13, 3.14. По результатам установлено, что при изменении расположения расчетной точки в вакуумной камере от центра рабочего стола ( $r=0$ ) до точки, расположенной близко к электродуговым испарителям, ширина областей осаждения чистого Ti или Al равнозначны и остаются равной  $120^\circ$ , в то время как область, в которой происходит одновременное осаждение титана и алюминия уменьшается от  $60^\circ$  (в центре) до  $0^\circ$  (при  $R=22$  см).

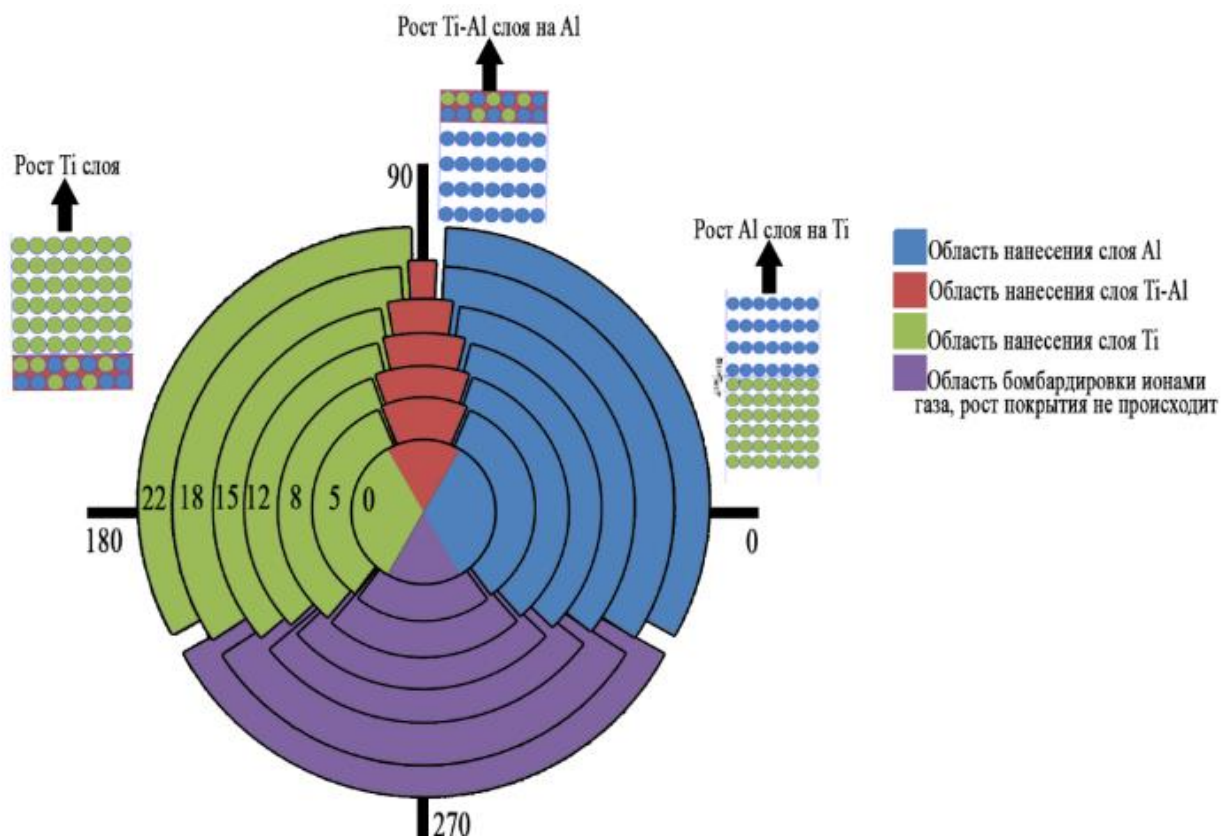


Рисунок 3.13 – Графическое представление областей роста слоев Al, Ti-Al, Ti.

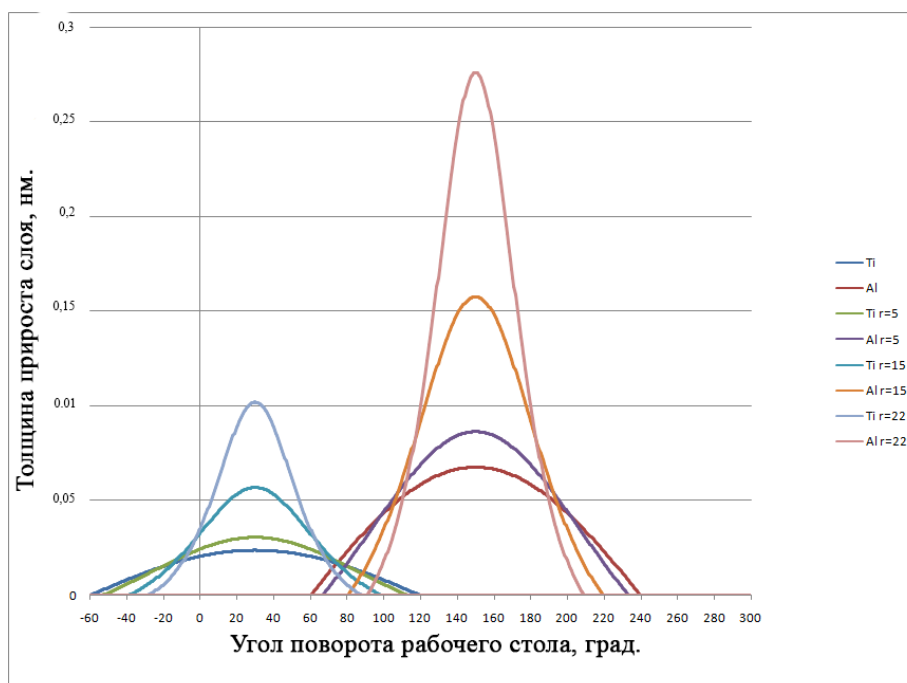


Рисунок 3.21 – величина прироста покрытия в зависимости от угла поворота рабочего стола и радиуса крепления при скорости вращения 7 об/мин

За один оборот рабочего стола, на поверхности формируется покрытие, которое состоит из чередующихся наноструктурных слоев Ti и Al. Схематическое представление структуры покрытия приведена на рисунке 3.16. На границах раздела nano-слоев формируются интерметаллидные фазы.

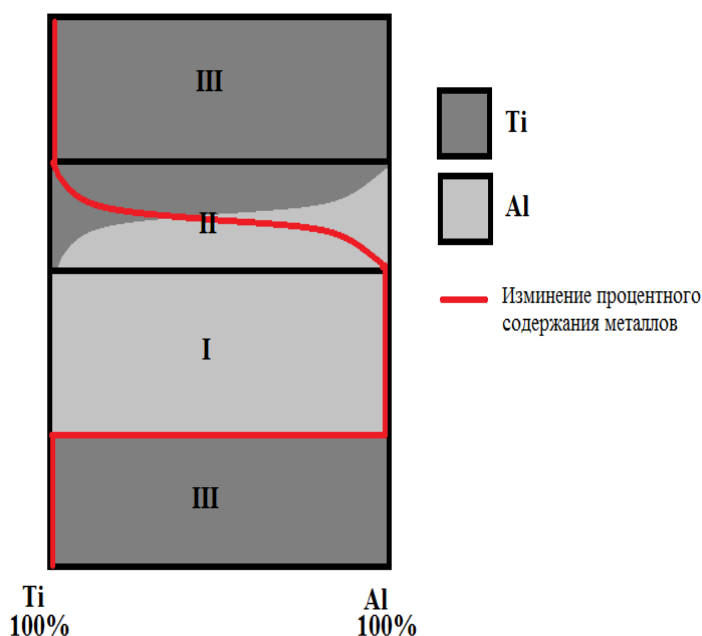


Рисунок 3.15 – Схематическое представление архитектуры покрытия состоящих из слоев Al, Ti-Al, Ti.

Численное моделирование диффузионных процессов между nano-слоями проводили с использованием метода конечных элементов. Для моделирования диффузионных процессов между слоями в покрытии использовали уравнения Фика. Первое уравнение (3.15) описывает удельный поток диффундирующего элемента в металле. Знак «минус» означает, что поток направлен из области с большей концентрацией в область с меньшей концентрацией.

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (3.15)$$

где  $D$  – коэффициент диффузии,  $\text{м}^2/\text{с}$ ;  $c$  – концентрация насыщающего элемента,  $\text{моль}/\text{м}^3$ ;

$x$  – координата,  $\text{м}$ .

Второе уравнение Фика (3.16) описывает изменение концентрации диффундирующего вещества  $c(x, t)$  в пространстве и во времени. Это уравнение непосредственно следует из уравнения баланса вещества при диффузии и



выражения для потока. Оба уравнения описывают одномерную диффузию вдоль оси  $x$ .

$$\frac{\partial c}{\partial \tau} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (3.16)$$

где  $\tau$  – время диффузионного насыщения, с.

Зависимости коэффициентов диффузии титана в алюминий и алюминия в титана от температуры материалов приведена на рисунке 3.16:

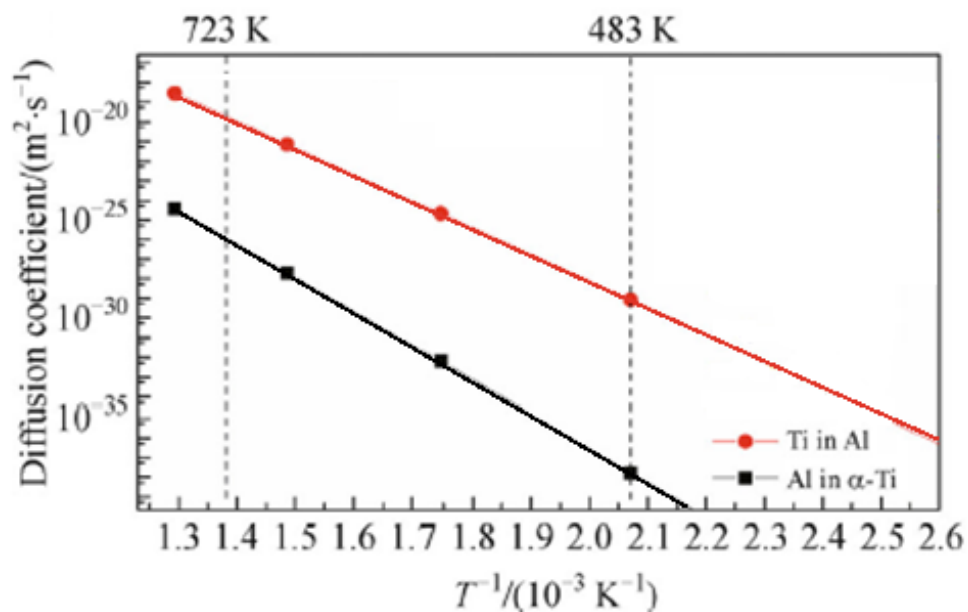


Рисунок 3.16 – Зависимость коэффициента диффузии от температуры

В начале была создана упрощенная 2D модель (рисунок 3.17) покрытия состоящая из нескольких прямоугольников, высота которых соответствовала расчетным толщинам слоев Ti и Al приведенные на рис. выше.

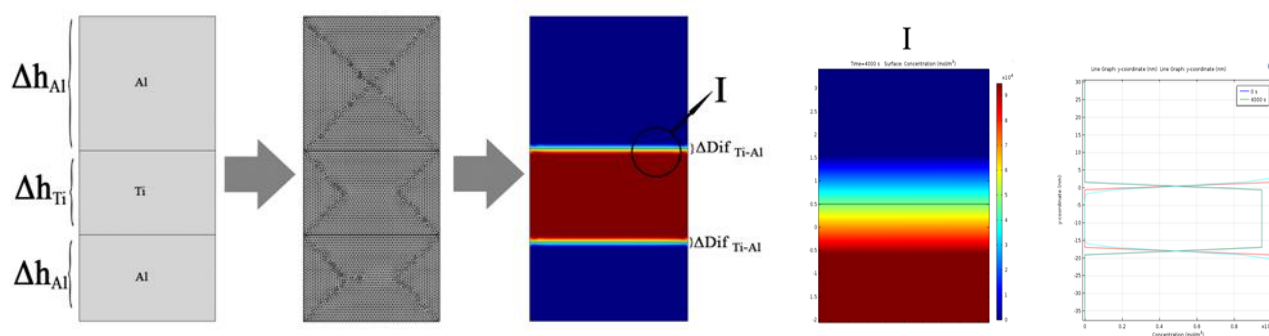


Рисунок 3.17 – Упрощенная 2D модель, расчётная сетка и графическое представление диффузионных слоев.

По результатам расчетов диффузионных процессов установлено, что толщина диффузионных слоев при температуре обработки  $\sim 700$  К, вне зависимости от толщины слоев титана и алюминия, одинаковая и составляет порядка 2-2,2 нм. Соответственно, увеличение количества нано-слоев и уменьшение их толщины позволит увеличить процентное содержание интерметаллидных фаз.

### 3.6 РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ В СРЕДЕ АЗОТА.

На основе исследований физических и химических процессов, протекающих при осаждения МКП из ПВДР с вращением образцов в камере разработана математическая модель для прогнозирования стехиометрического состава. В данном разделе представлена математическая модель процесса синтеза покрытий в среде азота [155, 162].

На основе обобщения результатов работ различных авторов, построена блок-схема в виде черного ящика с указанием основных технологических параметров и возмущающих факторов, которые оказывают значительное влияние на стехиометрический состав, структуру и свойств МКП из ПВДР. Блок-схема представлена на рисунке 3.18:



Рисунок 3.18 – Факторы, влияющие на стехиометрический состав покрытий [15].

Для описания процесса с вращением образцов в вакуумной камере необходимо провести расчеты концентрации Al, Ti и газа  $N_2$  в определенном количестве точек, которые расположены по всей длине окружности. От выбора количества расчетных точек зависит точность результата. Все точки расположены относительно друг друга под одинаковым углом  $\varphi$ , которая рассчитывается по формуле

$$\varphi = \frac{360^\circ}{K_i}, \quad (3.17)$$

где  $K_i=1000$  – количество расчетных точек, расположенных по всей длине окружности.

Процентное содержание компонентов покрытия будет рассчитываться по следующим формулам (3.18):

$$\begin{aligned}
N_{Al} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{ГАЗ} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{ГАЗ}); \\
N_{Ti} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{ГАЗ} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{ГАЗ}); \\
N_{ГАЗ} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{ГАЗ} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{ГАЗ} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{ГАЗ}),
\end{aligned} \tag{3.18}$$

В результате расчетов  $N$  для каждого из компонентов, определяется стехиометрический состав. Сопоставляя полученные данные с диаграммой состояния, и определяется возможный фазовый состав покрытия. Однако для точного прогнозирования фазового состава покрытий необходимо дополнительно провести термодинамические расчеты.

### 3.7 КОМПЬЮТЕРНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДЕЛИ СИНТЕЗА ПОКРЫТИЙ В СРЕДЕ АЗОТА

По модели разработана программа для ЭВМ (рис. 3.21), позволяет определить процентное содержание всех компонентов в покрытии в зависимости от технологических параметров проведения процесса (Приложение М). Программа для ЭВМ написана на языке программирования *Delphi* [15].

Программа позволяет настраивать технологические режимы обработки в широком диапазоне, в том числе учитывать скорость вращения рабочего стола от 0 до 14 об/мин.

Во вкладке «параметры» можно выбрать различные реакционные газ. Наряду со свойствами газа азота, в программу добавлены и свойства для углерода и кислорода. А также добавлена возможность собственноручно добавлять в базу данных свойства новых элементов и рассчитать для других систем.

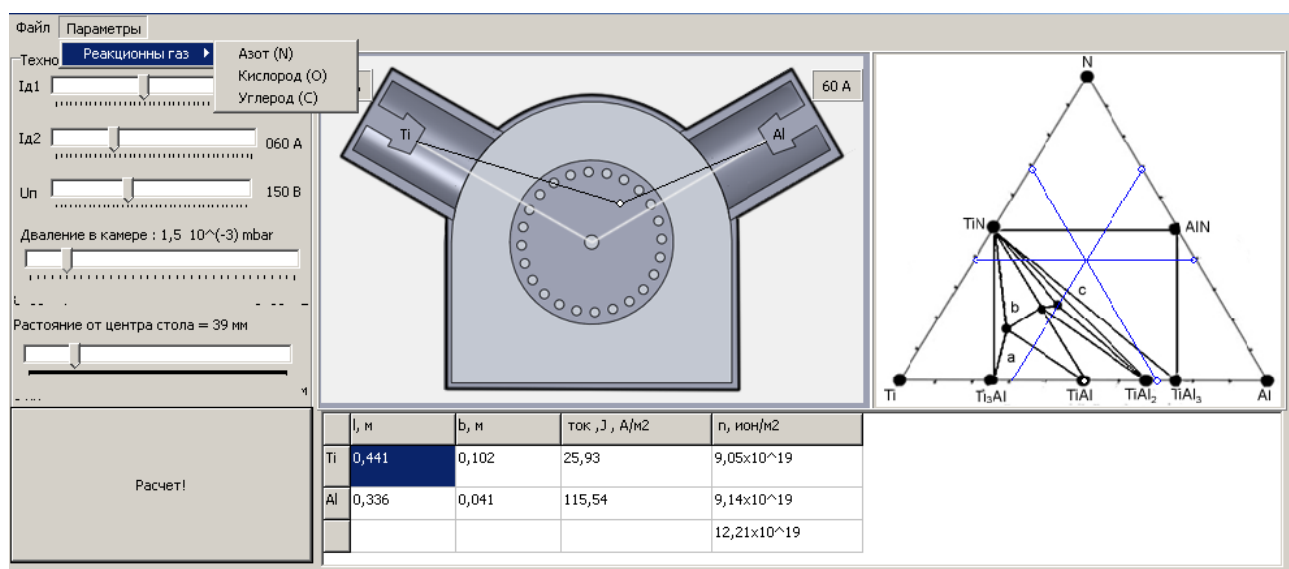


Рисунок 3.19 – Интерфейс программы «Синтез покрытий в среде реакционных газов на основе ИнСиТА»

Программный продукт позволяет выводить результаты промежуточных расчетов, такие как: ионный ток насыщения для каждого из компонентов, плотность ионного тока, концентрация частиц, и вывод результатов расчета на тройную диаграмму. На основе данных расчетов на тройной диаграмме состояния автоматически строятся три линии, пересекающиеся в одной точке, которая показывает возможный фазовый состав.

Для проверки адекватности и степени точности разработанной математической модели и ее компьютерной реализации необходимо сравнить экспериментальные данные с расчетными.

На рисунке 3.20 приведены результаты расчета процентного содержания компонентов покрытия с помощью разработанного программного продукта, при выбранных режимах осаждения

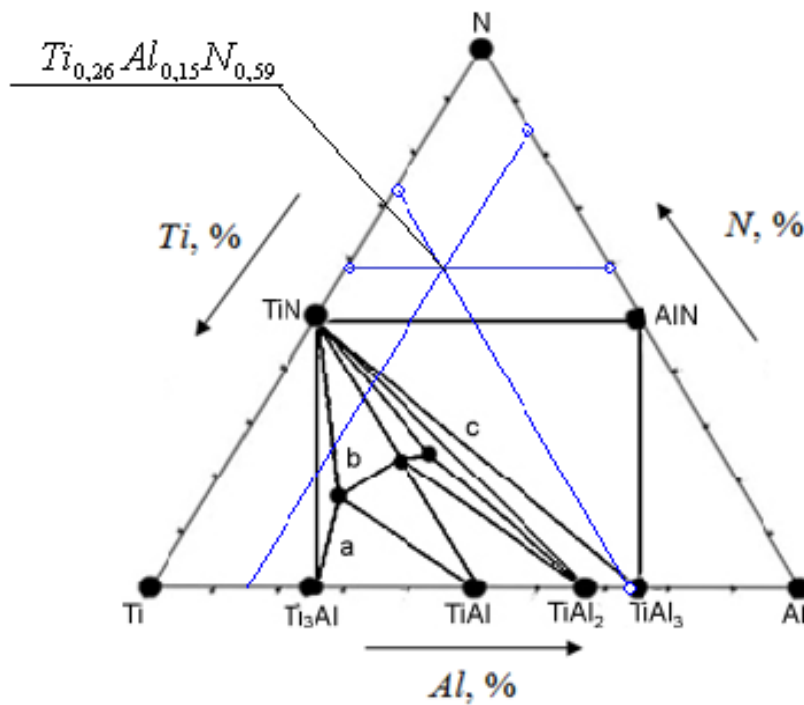


Рисунок 3.20 – Определение фазового состава для покрытия системы Ti-Al-N

Основные процедуры и функции разработанной программы на языке Delphi приведены ниже:

1) Блок описания подключаемых модулей, переменных и констант.unit Unit1;

interface

uses

Vcl.Dialogs, Vcl.StdCtrls, Vcl.ExtCtrls, unit2, Math, Vcl.Grids, Vcl.ComCtrls,  
Vcl.Imaging.pngimage, Vcl.Menus;

type

TForm1 = class(TForm)

VAR

na0,nb0,N,sechk,sehc,lsec, h: Real;

Up,qq,kx,sechx1,sechy1,sechx2,sechy2, fkomp,kanim:Integer;

lcentx,lcenty,centalpha,lcent:real;

fsech, otcentr:Boolean;

nx1,nx2: Double;

Qp: Real = 24.3e-20;

Qk: Real = 7.02e-19;

```

tp:real;
filenam: string = 'camera.bmp';
diagramm: string = 'TiAlN';
dx1,dx2,dx3,dy1,dy2,dy3:integer;
kx1: integer = 73;
kx2: Integer = 343;
ky: integer = 65;
ky0: integer = 65;
k: Real = 0.2758;
fvrash:Boolean= false;
    Ng,Pg: real;
    mg: real =2.32E-26;
    alphagaz: real =1;
const e=1.6e-19; g=5.67e-8;
    centx=208; centy=143;
implementation
{$R *.dfm}
2) функция для упрощения выражений формул с большим количеством составляющих
function Power(X, Y : Real) : Real; // X^Y
begin
Result := Exp(Y*Ln(X));
end;
procedure prim(a,b,c,d:real);
begin
if (d=b) then begin
    sechk:=0;
    sehc:=a;
end
else begin
    sechk:=(c-a)/(d-b);
    sehc:=a-b*(c-a)/(d-b);

```

```

    end;

    lsec:=Sqrt(Sqr(a-c)+Sqr(b-d));
end;

function sofpad(X, Y : integer) : Boolean; // X^Y
var
a,b,c,d:Real;
begin
a:=1.62963*y-89.2963;
b:=-0.58824*y+112.5294;
c:=1.8*y+17;
d:=-0.58491*y+172.0189;
if (a<x)and(b<x)and(c>x)and(d>x) then
Result := True
else Result := False;
end;

function sofpad2(X, Y : integer) : Boolean; // X^Y
var
a,b,c,d:Real;
begin
a:=-1.64*y+507.52;
b:=0.528302*y+305.8679;
c:=-1.76*y+397.4;
d:=0.584906*y+244.9811;
end;

function obl(X, Y : integer) : Boolean; // X^Y
begin
    lsec:=Sqrt(sqr(x-centx)+sqr(y-centy));
if ((y>centy)and (y<251)and (x>101) and (x<316))
or (lsec<=215/2) or (sofpad(x,y)=True)
or (sofpad2(x,y)=True)then Result:=True

```



```

else Result:=False;
end;
function obl1(X, Y : integer) : Boolean; // X^Y
begin
if ((x>100)and(x<277)and(y>83)and(y<262)) then Result:=True
else if ((x>213)and(x<259)and(y>ky0)and(y<83)) then Result:=True
else if((x>276)and(x<kx2)and(y>145)and(y<192)) then Result:=True
else Result:=False;
end;

```

3) Процедура расчетов геометрических параметров расстояние от центра катода и расстояние от оси катода.

```

procedure li_hi(X, Y : Real) ; // X^Y
begin
case fkomp of
0:begin
if (y>ky) then a.w:=abs(60-ArcSin(((x-kx1)*k/((Sqrt(sqr(x-kx1)+sqr(y-ky))*k))))*180/pi)
else if(y<ky) then a.w:=30+arccos(((x-kx1)*k/((Sqrt(sqr(x-kx1)+sqr(y-ky))*k))))*180/pi
else a.w:=30;
a.b:=Sqrt(Sqr((Sqrt(sqr(x-kx1)+sqr(y-ky))*k/100*sin(a.w*pi/180))+sqr(h));
a.l:=(Sqrt(sqr(x-kx1)+sqr(y-ky))*k/100*cos(a.w*pi/180);
if (y>ky) then b.w:=abs(60+ArcSIN(((x-kx2)/((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky))))))*180/pi)
else if(y<ky) then b.w:=Abs(30+180-arccos(((x-kx2)/((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky))))))*180/pi)
else b.w:=30;
b.b:=Sqrt(Sqr((Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky))*k/100*sin(b.w*3.14/180))+sqr(h));
b.l:=(Sqrt(sqr(x-kx2)+sqr(y-ky))*k/100*cos(b.w*3.14/180);
end ;
1:begin
a.b:=Abs(x-kx1)*k/100;
a.l:=Abs(y-ky0)*k/100;
b.b:=Abs(y-ky)*k/100;
b.l:=Abs(x-kx2)*k/100 ;

```

```

end ;
end;
end ;
// procedure li_hi0(X, Y : Real) ; // X^Y ////////////////
//begin
// a.b:=Abs(y-form5.Image1.Height/2)*0.3/100;
// a.l:=Abs(x-0)*0.3/100;
// b.b:=Abs(y-form5.Image1.Height/2)*0.3/100;
// b.l:=Abs(x-form5.Image1.Width)*0.3/100 ;
//end;
procedure calc1;
begin
a.j:=(a.mat.koef*a.id*a.mat.z*e)/(2*pi*a.mat.m*Sqr(0.04))*(1+(Sqr(0.04)-sqr(a.l))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(a.l)))))) ;
b.j:=(b.mat.koef*b.id*b.mat.z*e)/(2*pi*b.mat.m*Sqr(0.04))*(1+(Sqr(0.04)-sqr(b.l))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(b.l)))))) ;
na0:=a.j/(a.mat.z*e);
nb0:=b.j/(b.mat.z*e);
end;
procedure calc;
begin
a.s:=(1+(Sqr(0.04)-sqr(a.l)-sqr(a.b))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(a.l)+sqr(a.b)))-4*Sqr(0.04)*sqr(a.b))) ;
a.j:=(a.mat.koef*a.id*a.mat.z*e)/(2*pi*a.mat.m*Sqr(0.04))*a.s;
b.s:=(1+(Sqr(0.04)-sqr(b.l)-sqr(b.b))/
(Sqrt(Sqr(Sqr(0.04)+sqr(b.l)+sqr(b.b)))-4*Sqr(0.04)*sqr(b.b))) ;
b.j:=(b.mat.koef*b.id*b.mat.z*e)/(2*pi*b.mat.m*Sqr(0.04))*b.s ;
a.n:=a.j/(a.mat.z*e);
b.n:=b.j/(b.mat.z*e*5);
n:=b.n/(a.n+b.n);
Ng:= alphagaz*Pg/sqrt(2*pi*mg*(1.38e-23)*300)*(0.02);

```

```

//n:=RoundTo(a.n/b.n,-4);

{Tp:=power((a.j*(a.mat.w+a.mat.z*e*up+a.mat.Tkond*a.mat.c/(6.022*power(10,23))+e*20)/(g*a.mat.kizl*a.mat.z*e)-power(30,4)),1/4);

nx1:=a.n/Qp*(1e-3)*(a.mat.w+a.mat.z*e*up+a.mat.Tkond*a.mat.c/(6.022e23))
+b.n/Qp*(1e-3)*(b.mat.w+b.mat.z*e*up+b.mat.Tkond*b.mat.c/(6.022e23))
-g*(a.mat.Kizl+b.mat.Kizl)/Qp*(1e-3)*(Power(600,4)-power(300,4));

// Form1.Memo1.Clear;

// Form1.Memo1.Lines.Add(FloatToStr(a.n/Qp*(1e-
2)*(a.mat.w+a.mat.z*e*up+a.mat.Tkond*a.mat.c/(6.022*power(10,23)))));

// Form1.Memo1.Lines.Add(FloatToStr(b.n/Qp*(1e-
2)*(b.mat.w+b.mat.z*e*up+b.mat.Tkond*b.mat.c/(6.022*power(10,23)))));

// Form1.Memo1.Lines.Add(FloatToStr(g*(a.mat.Kizl+b.mat.Kizl)/Qp*(Power(600,4)-
power(300,4))));

nx2:=a.n/Qp*(a.mat.w+a.mat.z*e*up+a.mat.Tkond*a.mat.c/(6.022*power(10,23)))
+b.n/Qp*(b.mat.w+b.mat.z*e*up+b.mat.Tkond*b.mat.c/(6.022*power(10,23)))
-g*(a.mat.Kizl+b.mat.Kizl)/Qp*(Power(520,4)-power(300,4)); }

end;

4) процедура вывода расчетных данных в таблицу
procedure vivod;
begin
Form1.Label5.Caption:=a.mat.name;
Form1.Label3.Caption:=b.mat.name;
Form1.StringGrid1.Cells[1,1]:=FloatToStr(RoundTo(a.l,-3));
Form1.StringGrid1.Cells[1,2]:=FloatToStr(RoundTo(b.l,-3));
Form1.StringGrid1.Cells[2,1]:=FloatToStr(RoundTo(a.b,-3));
Form1.StringGrid1.Cells[2,2]:=FloatToStr(RoundTo(b.b,-3));
Form1.StringGrid1.Cells[3,1]:=FloatToStr(RoundTo(a.j,-2));
Form1.StringGrid1.Cells[3,2]:=FloatToStr(RoundTo(b.j,-2));
Form1.StringGrid1.Cells[4,1]:=FloatToStr(RoundTo(a.n/Power(10,19),-2))+ 'x10^19' ;
Form1.StringGrid1.Cells[4,2]:=FloatToStr(RoundTo(b.n/Power(10,19),-2))+ 'x10^19';
Form1.StringGrid1.Cells[4,3]:=FloatToStr(RoundTo(ng/Power(10,19),-2))+ 'x10^19';
Form1.Label4.Caption:='n1/n2 = ' + FloatToStr(n);

```

end;

*5) Процедура отрисовки тройной диаграммы состояния*

```
procedure TForm1.Button1Click(Sender: TObject);
```

```
var i,j,x,y,xv,yv:Integer;
```

```
    nsuma,nsumb,nsumg, nsum:Real;
```

```
    gaz,nag,nbg,ncg: real;
```

```
begin
```

```
image1.Canvas.Ellipse(centx-round(TrackBar5.Position/(k*10))-3,centy-3,centx-  
round(TrackBar5.Position/(k*10))+3,centy+3);
```

```
//for i:=0 to centx do
```

```
i:=round(TrackBar5.Position/(k*10));
```

```
begin
```

```
nsuma :=0;
```

```
nsumb :=0;
```

```
nsumg :=0;
```

```
xv:=Round(centx-cos(0)*(i));
```

```
yv:=Round(centy-sin(0)*(i));
```

```
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
```

```
if ((fkomp=0) and (obl(xv,yv)=True)) then begin
```

```
for j:= 0 to 359 do
```

```
begin
```

```
xv:=Round(centx-cos(j*pi/180)*(i));
```

```
yv:=Round(centy-sin(j*pi/180)*(i));
```

```
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
```

```
//if ((fkomp=0) and (obl(xv,yv)=True))or((fkomp=1) and (obl1(xv,yv)=True)) then begin
```

```
li_hi((centx-cos(j*pi/180)*(i),(centy-sin(j*pi/180)*(i)));
```

```
calc;
```

```
nsuma:=nsuma+a.n;
```

```
nsumb:=nsumb+b.n;
```

```
nsumg:=nsumg+ng;
```

```
end;
```

```

nbg:=nsuma/(nsuma+nsumb+nsumg);
ncg:=nsumb/(nsuma+nsumb+nsumg);
nag:=nsumg/(nsuma+nsumb+nsumg);
Form1.Caption:="Ti'+floattostr(nbg)+'Al'+floattostr(ncg)+'N'+floattostr(nag);
Image2.Canvas.Ellipse(19+Round(147*nag)-3,256-Round(237*nag)-3,19+Round(147*nag)+3,256-
Round(237*nag)+3);
Image2.Canvas.moveTo(19+Round(147*nag),256-Round(237*nag));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(139*nag)-3,256-Round(237*nag)-3,305-
Round(139*nag)+3,256-Round(237*nag)+3);
Image2.Canvas.lineTo(305-Round(139*nag),256-Round(237*nag));
Image2.Canvas.Ellipse(166-Round(147*nbg)-3,19+Round(237*nbg)-3,166-
Round(147*nbg)+3,19+Round(237*nbg)+3);
Image2.Canvas.moveTo(166-Round(147*nbg),19+Round(237*nbg));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(286*nbg)-3,256-3,305-Round(286*nbg)+3,256+3);
Image2.Canvas.lineTo(305-Round(286*nbg),256);
Image2.Canvas.Ellipse(166+Round(139*ncg)-3,19+Round(237*ncg)-
3,166+Round(139*ncg)+3,19+Round(237*ncg)+3);
Image2.Canvas.moveTo(166+Round(139*ncg),19+Round(237*ncg));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(286*nbg)-3,256-3,305-Round(286*nbg)+3,256+3);
Image2.Canvas.lineTo(19+Round(286*ncg),256);
for j:= 0 to 360 do
begin
xv:=Round(centx-sin(j)*(centx-i));
yv:=Round(centy-cos(j)*(centx-i));
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
end;
end;
if (n>0.64) and (n<0.67) then begin
image1.Canvas.Pen.Color:=clteal;
image1.Canvas.Ellipse(i-1,j-1,i+1,j+1);
for j:= 0 to 360 do
begin

```

```

xv:=Round(centx-sin(j)*(centx-i));
yv:=Round(centy-cos(j)*(centx-i));
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
end;
end;
//TiA1
if (n>0.51) and (n<0.62) then begin
image1.Canvas.Pen.Color:=clGreen;
image1.Canvas.Ellipse(i-1,j-1,i+1,j+1);
for j:= 0 to 360 do
begin
xv:=Round(centx-sin(j)*(centx-i));
yv:=Round(centy-cos(j)*(centx-i));
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
end;
end;
//Ti3A1
if (n>0.22) and (n<0.35) then begin
image1.Canvas.Ellipse(i-1,j-1,i+1,j+1);
for j:= 0 to 360 do
begin
xv:=Round(centx-sin(j)*(centx-i));
yv:=Round(centy-cos(j)*(centx-i));
image1.Canvas.Ellipse(xv-1,yv-1,xv+1,yv+1);
end;
diagramm:='TiAlN';
TrackBar4Change(sender);
TrackBar5Change(sender);
Label14.Caption:='Расстояние от центра стола = '+ IntToStr(TrackBar5.Position) + ' мм';
a.id:=TrackBar1.Position;
a.mat.name:='Ti';

```

```

a.mat.koef:=5.3E-8;
a.mat.z:=1.79;
a.mat.m:=7.95E-26;
a.mat.w:=122e-19;
a.mat.Kizl:=0.51;
a.mat.c:=0.05;
a.mat.Tkond:=3575;
b.id:=TrackBar2.Position;
b.mat.name:='A1';
b.mat.koef:=1.25E-7;
b.mat.z:=1.58;
b.mat.m:=4.4782E-26;
b.mat.w:=101e-19;
b.mat.Kizl:=0.058;
b.mat.c:=0.05;
b.mat.Tkond:=2736;
    Image2.Canvas.pen.Color:=clblue;
pg:=5e-3;
Up:=TrackBar3.Position;
    Label5.Caption:=a.mat.name;
    Label3.Caption:=b.mat.name;
//    h:=(33-TrackBar4.Position)/100;
Label1.Caption:='h = '+floatToStr(h);
    pnl1.Color:=RGB(156,160,178);
    li_hi(centx,centy);
    calc;
    panel2.Caption:=IntToStr(a.id)+' A';
    panel3.Caption:=IntToStr(b.id)+' A';
    otcentr:=false;
    fkomp:=0;
end;

```

```

procedure TForm1.Image1Click(Sender: TObject);
var MyMouse: TMouse;
    // w:Real;
    x,y:Integer;
begin
    x:=MyMouse.CursorPos.x-form1.Left-pnl1.Left-image1.Left-7;
    y:=MyMouse.CursorPos.y-form1.Top-pnl1.Top-image1.Top-30;
if (fsech=False) and (otcentr=false) then begin
    case fkomp of
        0:begin
            if obl(x,y)=True then begin
                li_hi(x,y);
                Image1.Picture.LoadFromFile(filenam);
                Image1.Canvas.moveTo(kx1,ky);
                Image1.Canvas.lineTo(x,y);
                Image1.Canvas.lineTo(kx2,ky);
                Image1.Canvas.Ellipse(x-3,y-3,x+3,y+3);
//      StatusBar1.Panels.Items[1].Text:='X:'+IntToStr(x)+' Y:'+inttostr(y);
            end
            end ;
        1:begin
            if obl1(x,y)=True then begin
                li_hi(x,y);
                Image1.Picture.LoadFromFile(filenam);
                Image1.Canvas.moveTo(kx1,ky0);
                Image1.Canvas.lineTo(x,y);
                Image1.Canvas.lineTo(kx2,ky);
                Image1.Canvas.Ellipse(x-3,y-3,x+3,y+3);
//      StatusBar1.Panels.Items[1].Text:='X:'+IntToStr(x)+' Y:'+inttostr(y);
            end ;
        end;
end;

```



```

// StatusBar1.Panels.Items[2].Text:=' b1 = '+FloatToStr(RoundTo(a.b,-4))+ ' l1 =
'+FloatToStr(RoundTo(a.l,-4))+ ' b2 = '+FloatToStr(RoundTo(b.b,-4))+ ' l2 =
'+FloatToStr(RoundTo(b.l,-4))+ ' na = '+FloatToStr(a.n)+ ' nb = '+FloatToStr(b.n);

    qq:=0;

end else if (fsech= true)and (otcentr=false) then begin

begin

x:=MyMouse.CursorPos.x-form1.Left-pnl1.Left-image1.Left-7;
y:=MyMouse.CursorPos.y-form1.Top-pnl1.Top-image1.Top-49;

if qq=1 then begin

Image1.Canvas.Ellipse(x-2,y-2,x+2,y+2);

Image1.Canvas.MoveTo(x,y);

sechx1:=x;

sechy1:=y;

end;

if qq=2 then begin

Image1.Canvas.lineTo(x,y);

Image1.Canvas.Ellipse(x-2,y-2,x+2,y+2);

    sechx2:=x;

sechy2:=y;

end;

if (qq<0) or (qq>=3) then begin

    qq:=0;

    Image1.Picture.LoadFromFile(filenam);

end;

    qq:=qq+1;

end;

end else if (fsech=false)and (otcentr=true) then begin

Image1.Picture.LoadFromFile(filenam);

Image1.Canvas.MoveTo(centx,centy);

x:=MyMouse.CursorPos.x-form1.Left-pnl1.Left-image1.Left-7;

y:=MyMouse.CursorPos.y-form1.Top-pnl1.Top-image1.Top-49;

```

```

Image1.Canvas.Ellipse(x-2,y-2,x+2,y+2);

Image1.Canvas.lineTo(x,y);

lcentx:=Abs(centx-x)*k/100;

lcenty:=abs(centy-y)*k/100;

lcent:=sqrt(sqr(lcentx)+sqr(lcenty));

centalpha:=arcsin(lcenty/lcent)*180/pi;

// StatusBar1.Panels.Items[2].Text:='X:'+floatToStr(centx)+' Y:'+floattostr(centy)+' l=
'+FloatToStr(lcent)+' угол = '+FloatToStr(centalpha);

end;

end;

procedure TForm1.O1Click(Sender: TObject);

begin

diagramm:= 'TiAlO';

end;

procedure TForm1.Timer1Timer(Sender: TObject);

begin

calc;

vivod;

end;

procedure TForm1.Timer2Timer(Sender: TObject);

var MyMouse: TMouse;

gaz,nag,nbg,ncg: real;

x,y:Integer;

begin

x:=MyMouse.CursorPos.x-form1.Left-pnl1.Left-image1.Left-7;

y:=MyMouse.CursorPos.y-form1.Top-pnl1.Top-image1.Top-30;

case fkom of

0:begin

if obl(x,y)=True then begin

li_hi(x,y);

```

```

Image1.Picture.LoadFromFile(filename);
Image1.Canvas.moveTo(kx1,ky);
Image1.Canvas.lineTo(x,y);
Image1.Canvas.lineTo(kx2,ky);
Image1.Canvas.Ellipse(x-3,y-3,x+3,y+3);
Image2.Canvas.Ellipse(166-3,19-3,166+3,19+3);
Image2.Canvas.Ellipse(19-3,256-3,19+3,256+3);
Image2.Canvas.Ellipse(305-3,256-3,305+3,256+3);
Image2.Picture.LoadFromFile(diagramm + '.bmp');
Image2.Canvas.Ellipse(19+Round(286*n)-3,256-3,19+Round(286*n)+3,256+3);
gaz:= pg;
// (a.n+b.n)/TrackBar4.Position;
nag:=Ng/(a.n+b.n+Ng);
nbg:=a.n/(a.n+b.n+Ng);
ncg:=b.n/(a.n+b.n+Ng);
Image2.Canvas.pen.Color:=clblue;
Image2.Canvas.Ellipse(19+Round(147*nag)-3,256-Round(237*nag)-3,19+Round(147*nag)+3,256-Round(237*nag)+3);
Image2.Canvas.moveTo(19+Round(147*nag),256-Round(237*nag));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(139*nag)-3,256-Round(237*nag)-3,305-Round(139*nag)+3,256-Round(237*nag)+3);
Image2.Canvas.lineTo(305-Round(139*nag),256-Round(237*nag));
Image2.Canvas.Ellipse(166-Round(147*nbg)-3,19+Round(237*nbg)-3,166-Round(147*nbg)+3,19+Round(237*nbg)+3);
Image2.Canvas.moveTo(166-Round(147*nbg),19+Round(237*nbg));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(286*nbg)-3,256-3,305-Round(286*nbg)+3,256+3);
Image2.Canvas.lineTo(305-Round(286*nbg),256);
Image2.Canvas.Ellipse(166+Round(139*ncg)-3,19+Round(237*ncg)-3,166+Round(139*ncg)+3,19+Round(237*ncg)+3);
Image2.Canvas.moveTo(166+Round(139*ncg),19+Round(237*ncg));
Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(286*nbg)-3,256-3,305-Round(286*nbg)+3,256+3);
Image2.Canvas.lineTo(19+Round(286*ncg),256);

```

```

// Image2.Canvas.Ellipse(305-Round(139*nbg)-3,256-Round(237*nbg)-3,305-
Round(139*nbg)+3,256-Round(237*nbg)+3);

// StatusBar1.Panels.Items[1].Text:='X:'+IntToStr(x)+' Y:'+inttostr(y);

end ;

1:begin
if obl1(x,y)=True then begin
li_hi(x,y);
Image1.Picture.LoadFromFile(filename);
Image1.Canvas.moveTo(kx1,ky0);
Image1.Canvas.lineTo(x,y);
Image1.Canvas.lineTo(kx2,ky);
Image1.Canvas.Ellipse(x-3,y-3,x+3,y+3);
// StatusBar1.Panels.Items[1].Text:='X:'+IntToStr(x)+' Y:'+inttostr(y);

end;

end ;

end;

// StatusBar1.Panels.Items[2].Text:='t = '+floattostr(tp)+' b1 = '+FloatToStr(RoundTo(a.b,-4))+ ' l1 =
'+FloatToStr(RoundTo(a.l,-4))+ ' b2 = '+FloatToStr(RoundTo(b.b,-4))+ ' l2 =
'+FloatToStr(RoundTo(b.l,-4))+ ' na = '+FloatToStr(a.n)+ ' nb = '+FloatToStr(b.n);

end;

procedure TForm1.TrackBar1Change(Sender: TObject);
begin
a.id:=TrackBar1.Position;
panel2.Caption:=IntToStr(a.id)+' A';
end;

procedure TForm1.TrackBar2Change(Sender: TObject);
begin
b.id:=TrackBar2.Position;
Panel3.Caption:=IntToStr(b.id)+' A';
end;

procedure TForm1.TrackBar4Change(Sender: TObject);
begin

```

case TrackBar4.Position of

0..3: begin

Pg:=(8+TrackBar4.Position\*0.5)\*(1e-2);

Label16.Caption:='Двление в камере : '+FloatToStr(8+TrackBar4.Position\*0.5)+' 10<sup>(-4)</sup> mbar';

end;

4..21: begin

Pg:=(1+(TrackBar4.Position-4)\*0.5)\*(1e-1);

Label16.Caption:='Двление в камере : '+FloatToStr(1+(TrackBar4.Position-4)\*0.5)+' 10<sup>(-3)</sup> mbar' ;

end;

22..36: begin

Pg:=(1+(TrackBar4.Position-22)\*0.5);

Label16.Caption:='Двление в камере : '+FloatToStr(1+(TrackBar4.Position-22)\*0.5)+' 10<sup>(-2)</sup> mbar' ;

end;

end;

end;

procedure TForm1.TrackBar5Change(Sender: TObject);

begin

Label14.Caption:='Расстояние от центра стола = '+IntToStr(TrackBar5.Position) + ' мм';

end;

end.

unit Unit2;

interface

type

TMater = record

name: string;

koef: Real;

z:Real;

m: Real;

w:Real;

```

Kizl:Real;
c:Real;
Tkond:Real;
end;
Tkatod = record
  mat: TMater;
  l:Real;
  b:Real;
  s:Real;
  w:Real;
  id:Integer;
  j:Real;
  n:Real;
end;
end.

```

### 3.8 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТЕХИОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОКРЫТИЙ.

Для получения экспериментальных данных были получены образцы с покрытием, синтезированным при следующих технологических параметрах:

- давление в камере  $p = (1,5 - 3) \cdot 10^{-3}$  мбар;
- ток дуги  $I_{\text{от}} = 90$  А,  $I_{\text{од}} = 60$  А;
- напряжение подложки  $U_{\text{п}} = 180 - 220$  В.

В таблице 3.5 представлены значения расчетных и экспериментальных данных при скорости вращения рабочего стола 1 об/мин и расстоянии от центра стола 80 мм и величина отклонения расчетных и экспериментальных данных

Таблица 3.5 Сравнение расчетных и экспериментальных данных

Покрытие	Химический элемент	Расчетные данные, %	Экспериментальные данные, %		Погрешность, %
			с учетом отклонений	среднее значение	
Ti-Al-N	Ti	26	28,94–29,52	29,22	11,02
	Al	15	19,06–19,40	17,22	12,89
	N	59	51,09–52,0	53,56	10,16

Анализ сопоставления расчетных и экспериментальных данных, полученных при помощи энергодисперсионного анализа, можно утверждать, что результаты отличаются несущественно. Необходимо отметить, что погрешность вычислялась по среднему значению экспериментальных результатов. Таким образом, разработанная программа может быть рекомендована для использования при разработке технологических процессов нанесения функциональных покрытий системы Ti-Al-N

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

1. Теоретически исследованы механизмы формирования интерметаллидных соединений различного фазового состава при послойном (Ti/Al) осаждении в среде инертного газа аргона и реакционного газа азота из ПВДР.

2. Разработана математическая модель, позволяющая прогнозировать фазовый состав покрытий, синтезированных в среде аргона, и компонентный состав покрытий, синтезированных в среде азота.

3. На основе модели разработана программа для ЭВМ, позволяющая эффективно и оперативно провести расчеты в зависимости от технологических параметров. Также разработанная программа может быть рекомендована для использования при разработке технологических процессов нанесения функциональных покрытий системы Ti-Al-N



## ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА, И ИХ СВОЙСТВ

### 4.1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ И ШЕРОХОВАТОСТИ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА

На данном этапе проводилось исследование влияния технологических режимов напыления на толщину покрытий, при этом технологические параметры изменялись в следующих диапазонах: давление в камере  $P=10^{-1} - 10^{-2}$  Па; ток дуги  $I = 60 - 120$  А; напряжение подложки 100-1000В;  $\omega_{\text{стола}}=1...14$  об/мин (1 эксперимент проводился в статическом режиме без вращения); время обработки 60 минут.

Изображения сферических лунок сформированных на поверхности покрытий, осажденных в среде инертного газа представлена на рисунок 4.1.

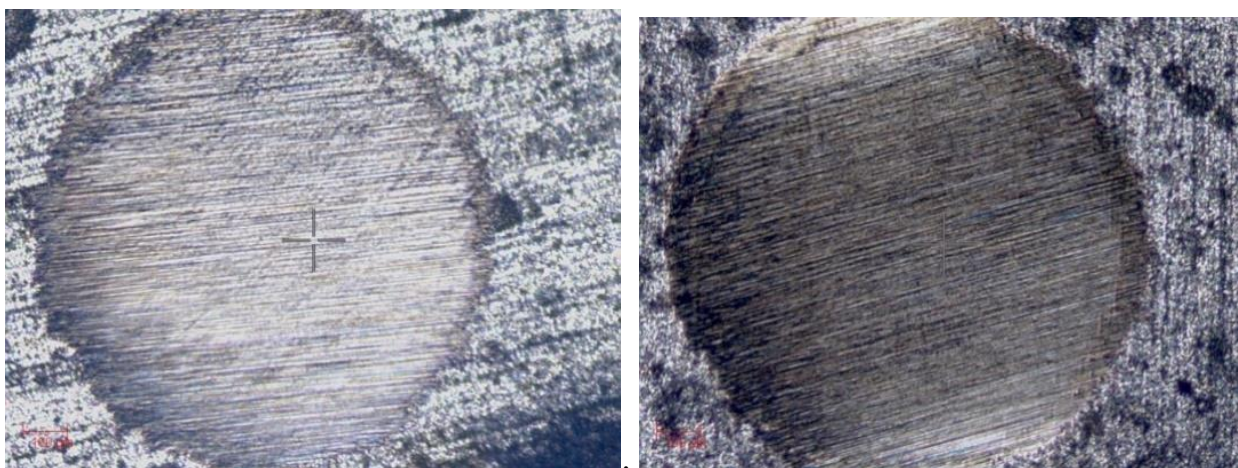


Рисунок 4.1 – Изображение сферических лунок на покрытиях, синтезированных в среде аргона.

Результаты измерений показали, что изменение технологических параметров в указанных диапазонах не влияет на толщину всего покрытия, и толщина составляет в диапазоне от 3,3 до 3,5 мкм, что находится в пределах погрешности.

Т

Так же были исследованы влияния параметров на шероховатость покрытий, результаты измерений показали, что изменение технологических параметров (в указанном диапазоне) не влияет на шероховатость покрытия. Шероховатость находится в диапазоне 0,75 – 0,9. Зависимости шероховатости от количества слоев и расположения в камере приведены на рисунке 4.2.

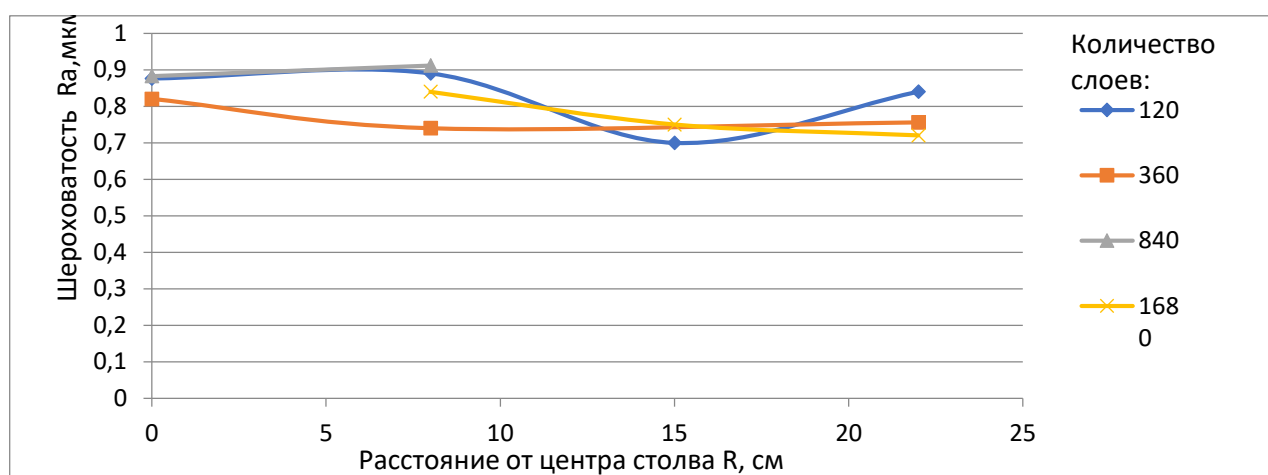


Рисунок 4.2 – Зависимость величины шероховатости от режимов обработки.

#### 4.2 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ С ПОКРЫТИЯМИ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА И БЕЗ ВРАЩЕНИЯ РАБОЧЕГО СТОЛА.

Согласно расчётам, полученным по разработанной программе для ЭВМ образцы размером 10x10x2 мм, были расположены в вакуумной камере (рисунок 4.3):

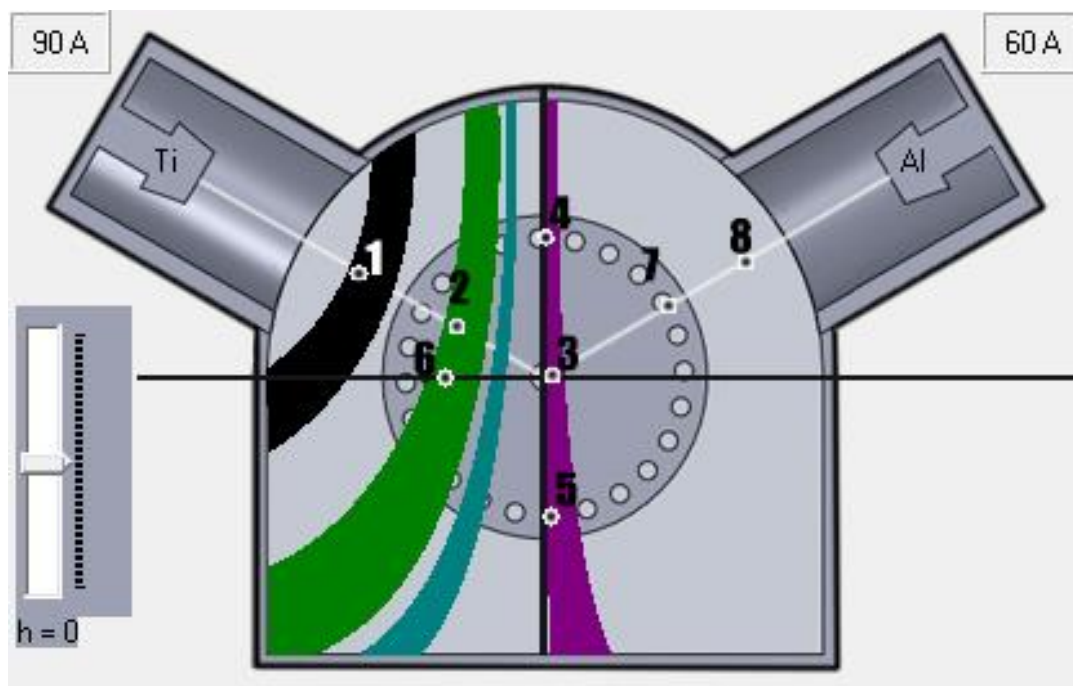
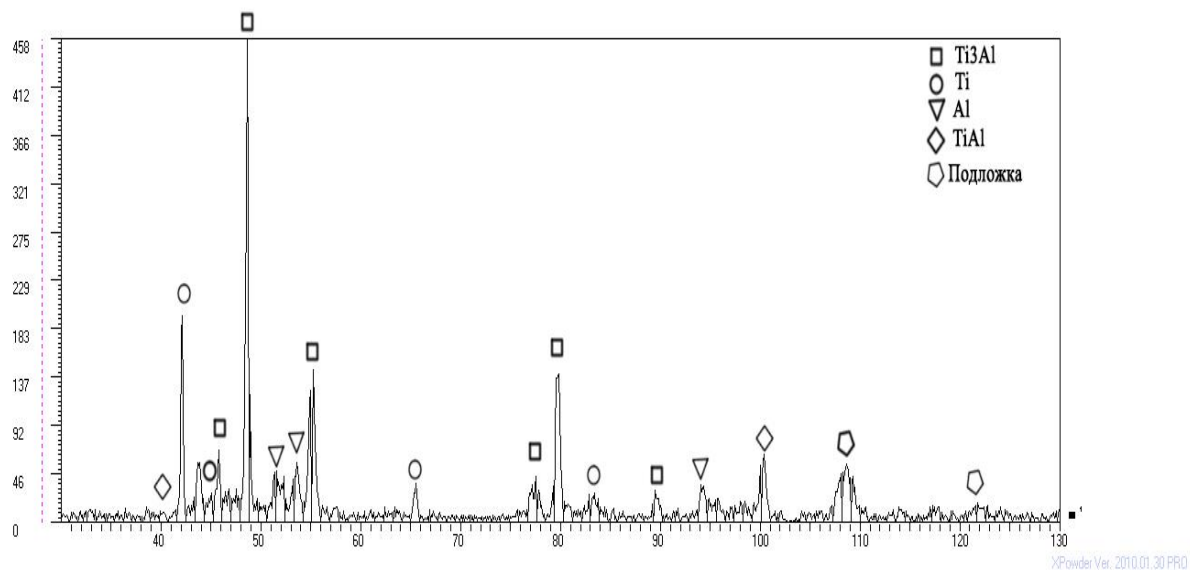
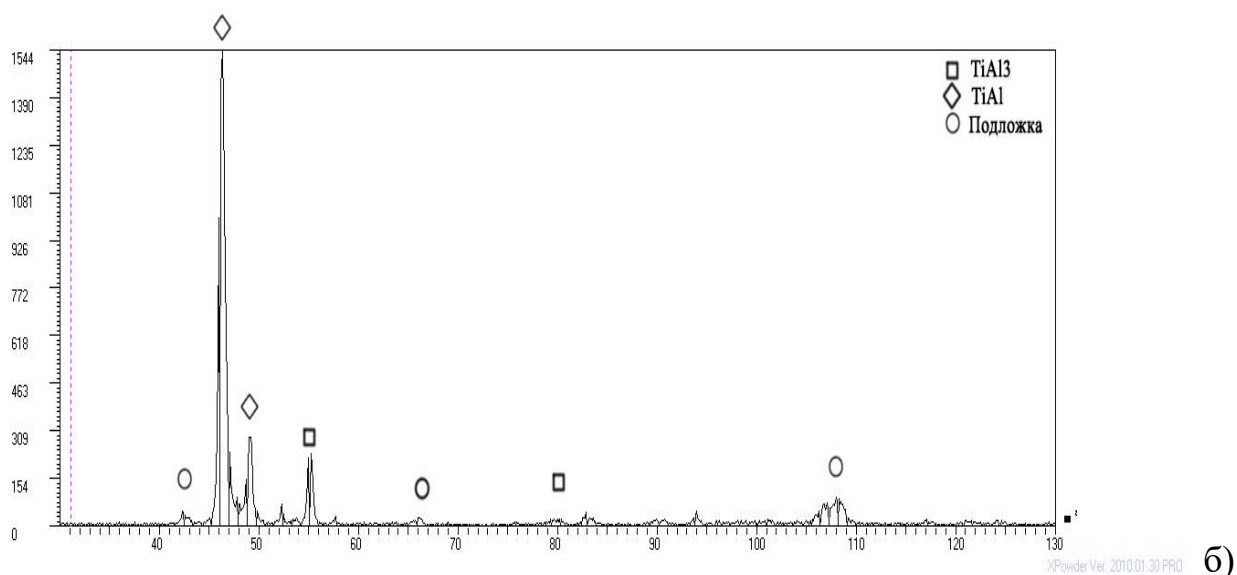


Рисунок 4.3 – Схема закрепления образцов в вакуумной камере.

Для выявления структурно-фазового состава покрытий, полученных осаждением в среде аргона и без вращения образцов, были проведены рентгеноструктурные исследования. Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденных при различных режимах представлены на рисунках 4.4-4.7 и в таблице 4.1.

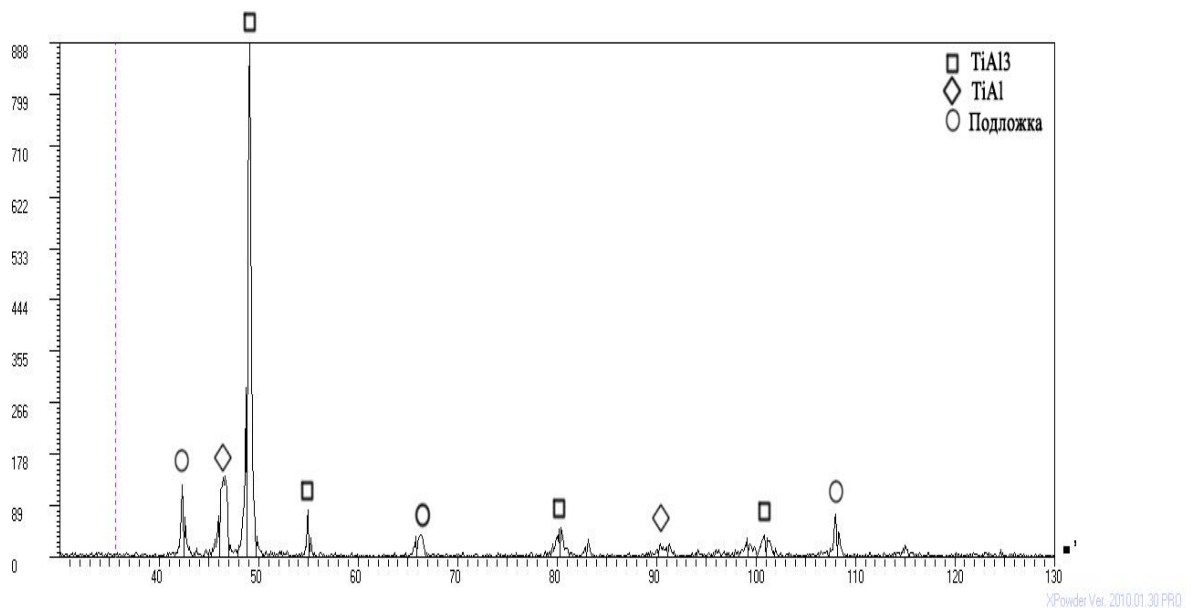


а)

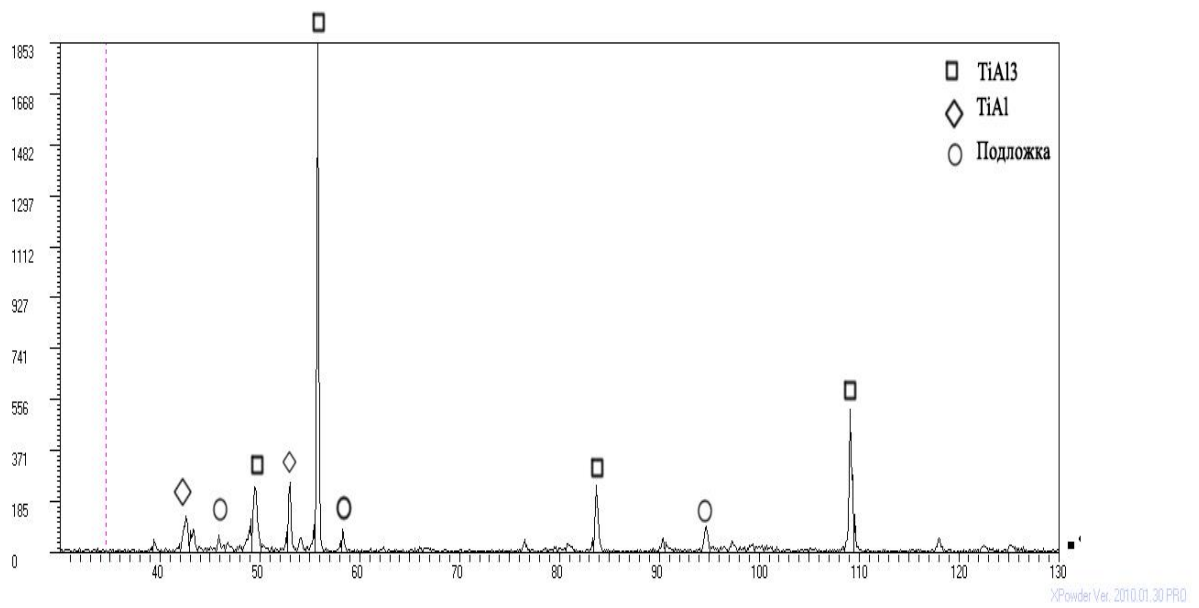


б)

Рис 4.4 – Дифрактограммы образцов полученных осаждением в среде аргона и без вращения в камере при режимах обработки  $I_{дTi}=90A$ ;  $I_{дAl} = 60A$ ;  
а) - образец №1, б) образец №2).

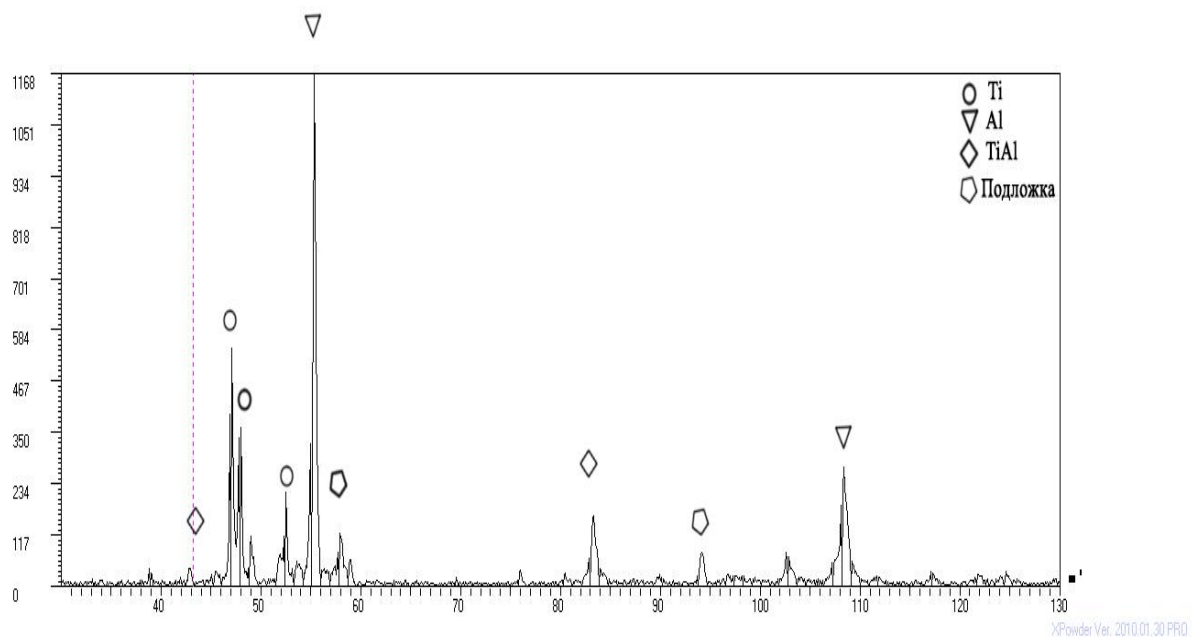


а)

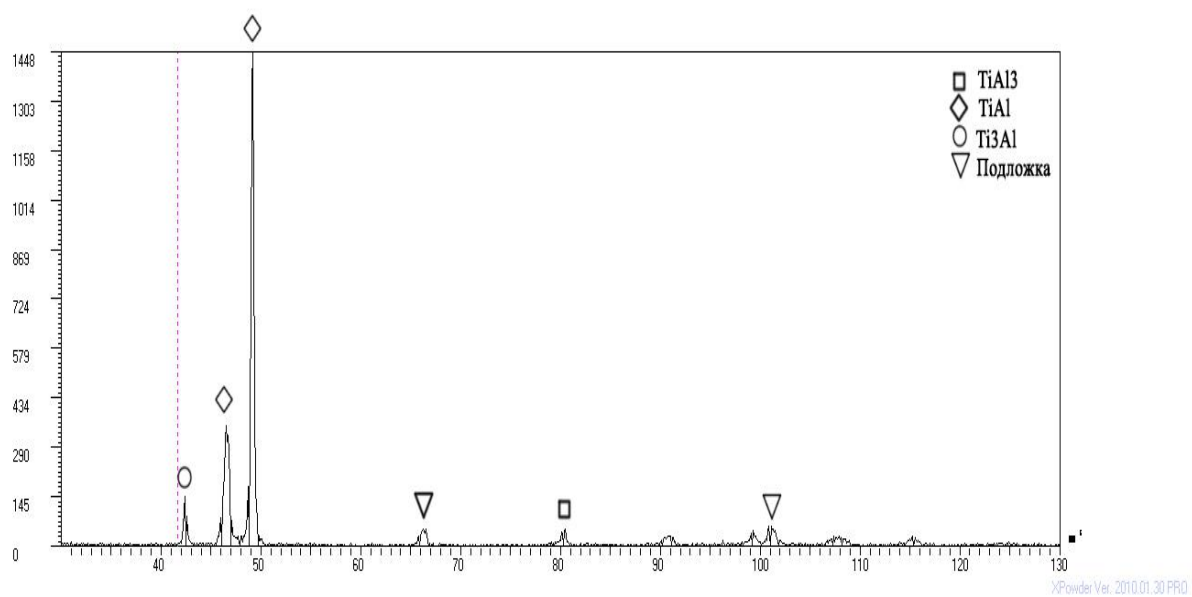


б)

Рис 4.5 – Дифрактограммы образцов полученных осаждением в среде аргона и без вращения в камере при режимах обработки  $I_{дTi}=90A$ ;  $I_{дAl} = 60A$ ; ( а) - образец №3, б) образец №4)



а)



б)

Рис 4.6 – Дифрактограммы образцов полученных осаждением в среде аргона и без вращения в камере при режимах обработки  $I_{\text{дTi}}=90\text{A}$ ;  $I_{\text{дAl}} = 60\text{A}$ ;  
а) - образец №5, б) образец №6)

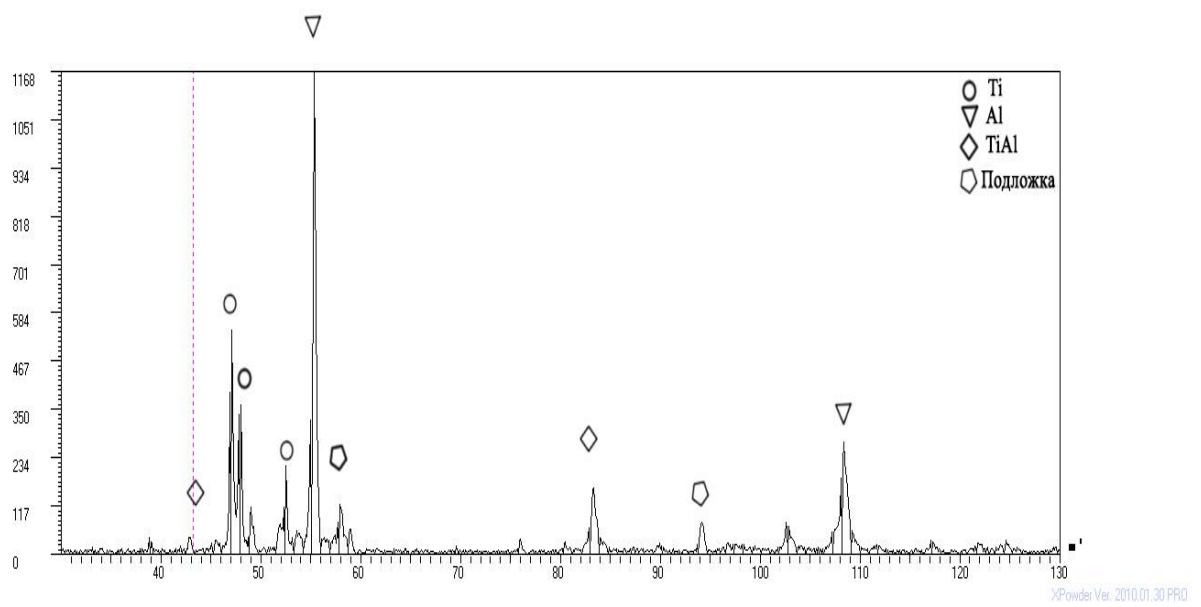
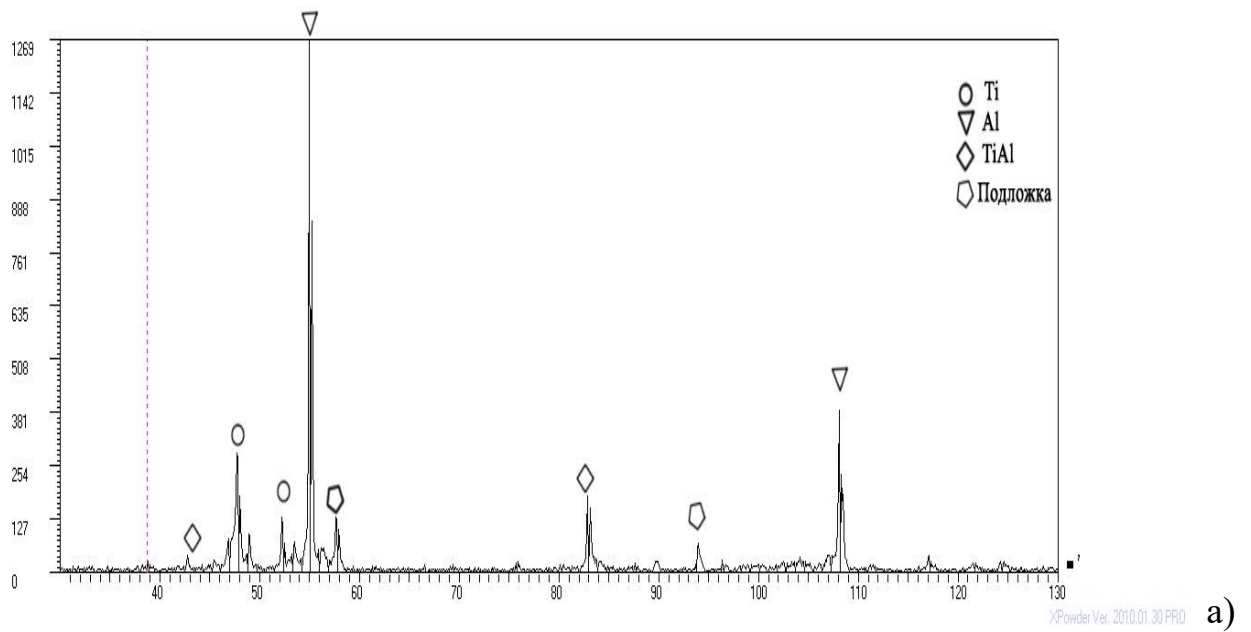


Рис 4.7 – Дифрактограммы образцов полученных осаждением в среде аргона и без вращения в камере при режимах обработки  $I_{дTi}=90A$ ;  $I_{дAl} = 60A$ ; ( а) - образец №7, б) образец №8)

Таблица 4.1 Результаты измерений толщины покрытий и фазового состава

№ обр.	Толщина, мкм	Поток ионов Me в ед. площади в ед. времени, ион/м <sup>2</sup> ·с		Процентное содержание фаз в покрытии		
		Al	Ti	Ti <sub>3</sub> Al	TiAl	TiAl <sub>3</sub>
1	3.9	14,72·10 <sup>19</sup>	44,5·10 <sup>19</sup>	80%	+	-
2	4.2	20,25·10 <sup>19</sup>	20,66·10 <sup>19</sup>	-	85%	+
3	4.1	29,94·10 <sup>19</sup>	10,08·10 <sup>19</sup>	-	-	87%
4	4.5	36,21·10 <sup>19</sup>	12,59·10 <sup>19</sup>	-	-	85%
5	3.2	19,12·10 <sup>19</sup>	6,58·10 <sup>19</sup>	+	-	83%
6	3,6	17,35·10 <sup>19</sup>	17,53·10 <sup>19</sup>	-	87%	-
7	4.8	67,04·10 <sup>19</sup>	6,77·10 <sup>19</sup>	-	-	+
8	5.4	142,5·10 <sup>19</sup>	5,01·10 <sup>19</sup>	-	-	+

На дифрактограммах (рис 4.4-4.7) образцов с покрытием полученных осаждением в среде аргона и без вращения в камере были обнаружены следующие интерметаллидные фазы системы Ti-Al: Ti<sub>3</sub>Al, TiAl, TiAl<sub>3</sub>.

В результате анализа дифрактограмм образца № 1 (рис 4.4), которая была расположена ближе к электродуговому испарителю с титановым катодом, обнаружено формирование следующих интерметаллидных фаз: Ti<sub>3</sub>Al (80 %) и TiAl (14 %). По расчетным данным предполагалась формирование интерметаллидного соединения Ti<sub>3</sub>Al, т.е. концентрация ионов Ti в данной области в 3 раза превышает величину концентрации Al.

Анализ дифрактограмм образцов № 2 и № 6 (рис 4.4), расположенных в расчетной области фазы TiAl, показало наличие следующих интерметаллидных фаз: TiAl (85-87 %) и TiAl<sub>3</sub> (до 10 %).

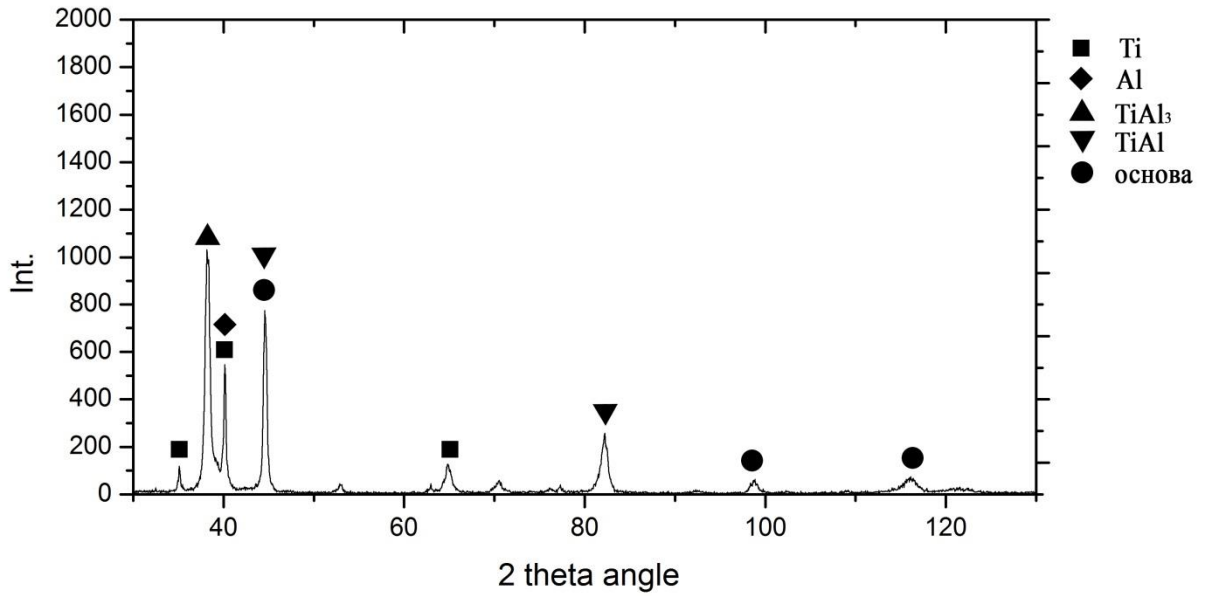


Анализ дифрактограмм образцов № 3, 4, 5 (рис 4.4), расположенной в расчетной области для интерметаллидной фазы  $TiAl_3$  подтвердило формирование следующих интерметаллидных фаз:  $TiAl_3$  (83-87 %) и  $TiAl$  (до 10 %).

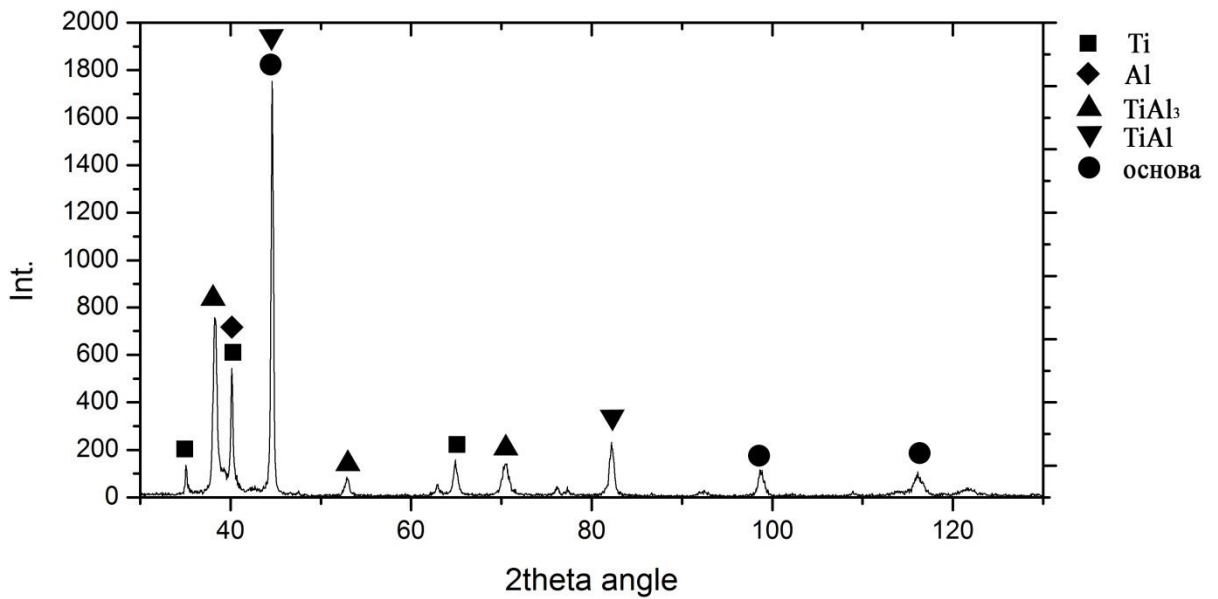
Таким образом, результаты рентгеноструктурного анализа образцов с покрытиями, синтезированные в среде инертного газа аргона из ПВДР по разработанной технологии доказали возможность формирования «ИнСиТА», при этом необходимый фазовый состав контролировался изменением пространственного расположения и технологических параметров.

#### 4.3 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА И С ВРАЩЕНИЕМ РАБОЧЕГО СТОЛА.

Следующим этапом были проведены рентгеноструктурные исследования образцов покрытиями, синтезированных в среде аргона полученными при одновременном осаждении из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из  $Ti$  и  $Al$  и вращением рабочего стола при угловых скоростях 1, 3, 7, 14 об/мин, и соответственно с различным количеством слоев в покрытии от 120 до 1680. За одну садку в вакуумную камеру располагали 4 образца на различных расстояниях крепления относительно центра: 0, 8, 15, 22 см. Дифрактограммы образцов приведены на рисунках 4.8-4.15.



A)



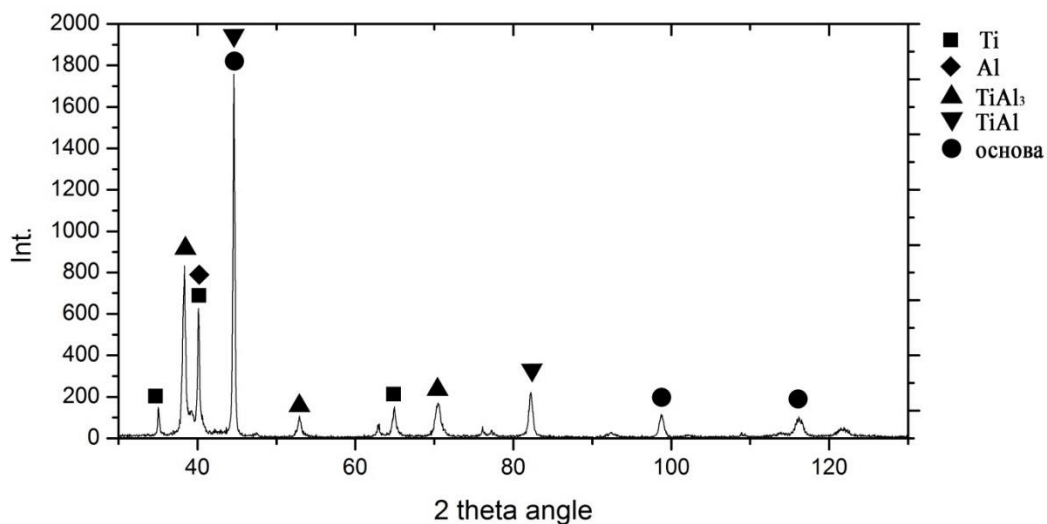
Б)

Рисунок 4.8 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al,

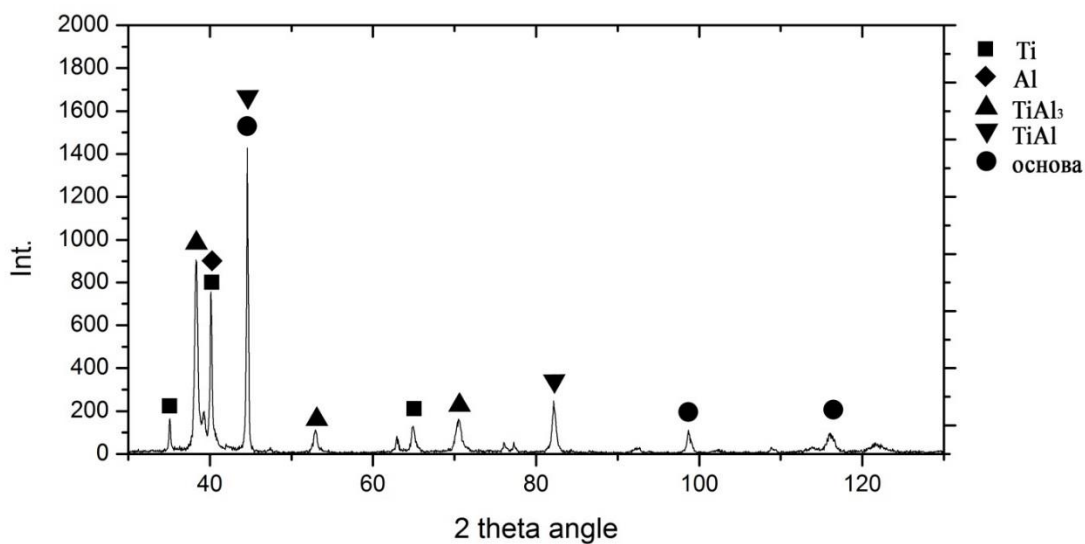
обработанные при режимах:

$$I_{Ti}=80A, I_{Al}=60A; U_{п}=180V; \omega = 1 \text{ об/мин.}$$

А) центральное расположение; Б) Радиус крепления R=8см.



А)

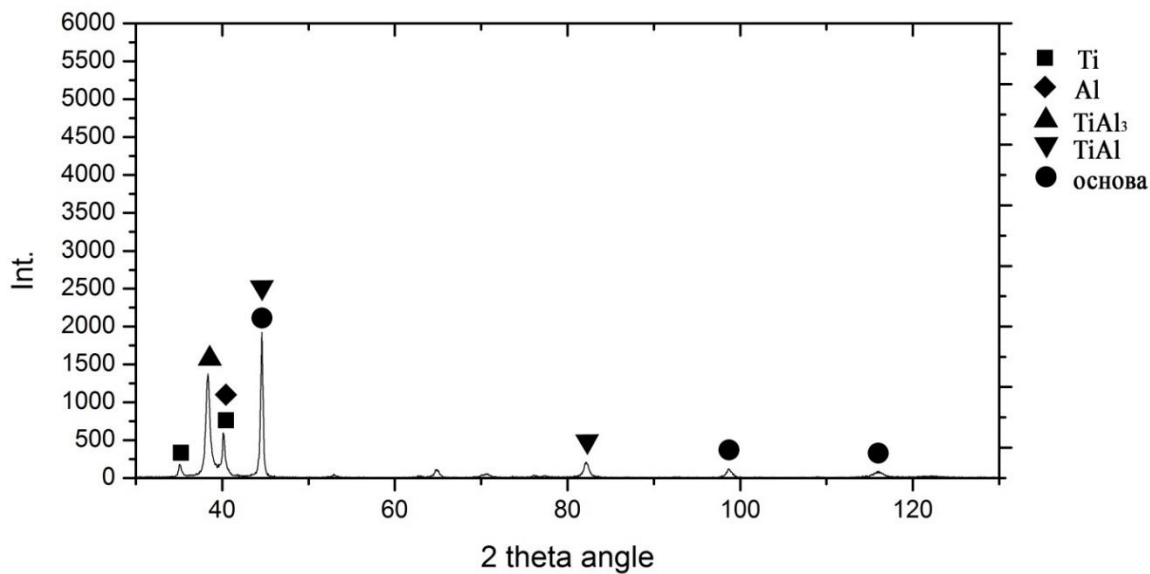


Б)

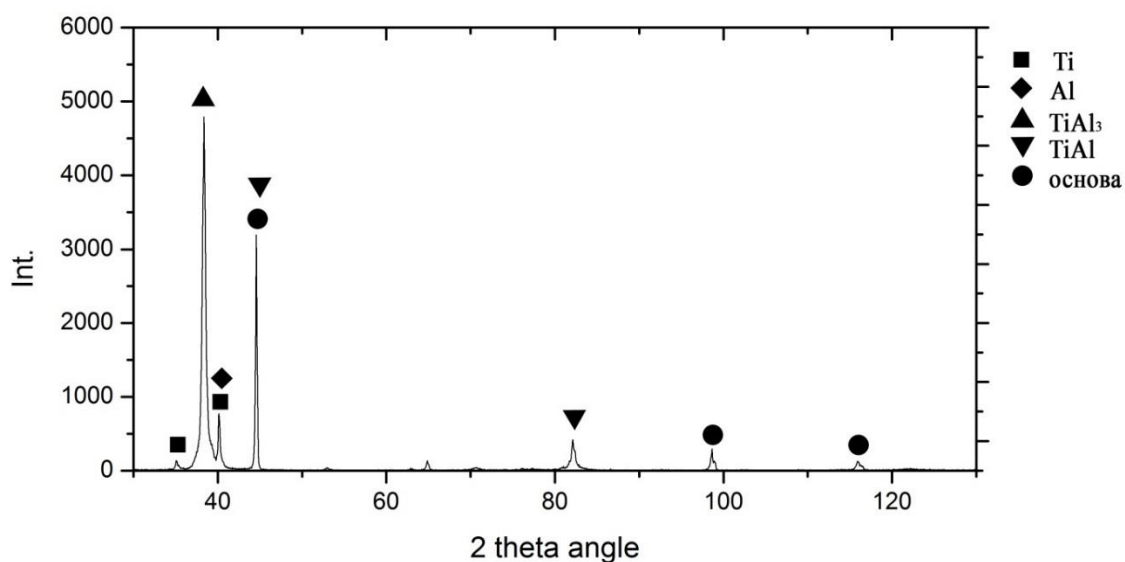
Рисунок 4.9 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, обработанные при режимах:

$$I_{Ti}=80A, I_{Al}=60A; U_{п}=180V; \omega = 1 \text{ об/мин.}$$

А) Радиус крепления R=15см; Б) Радиус крепления R=22см.

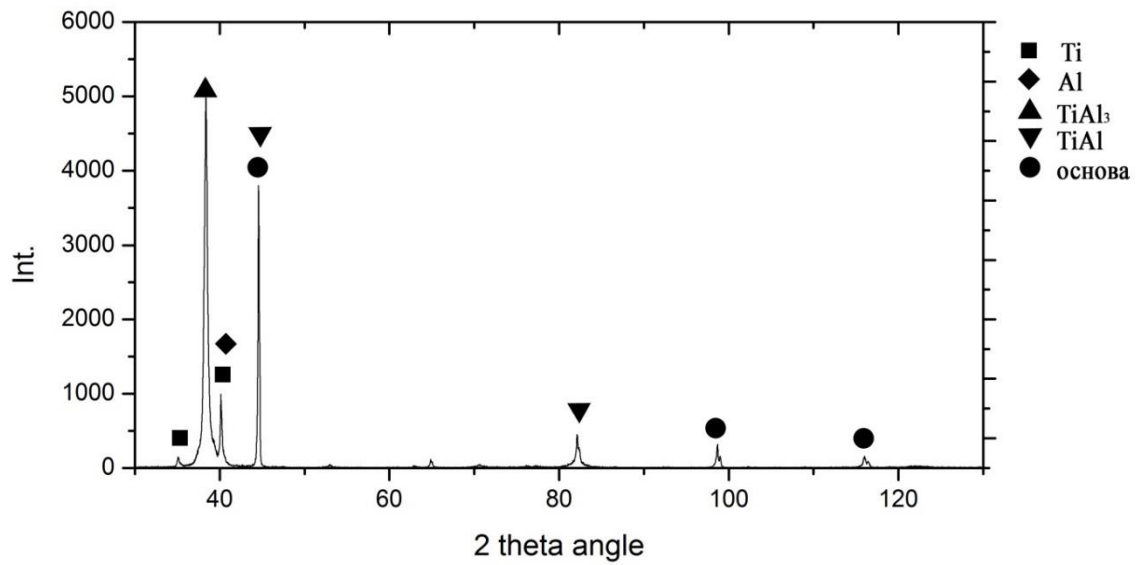


A)

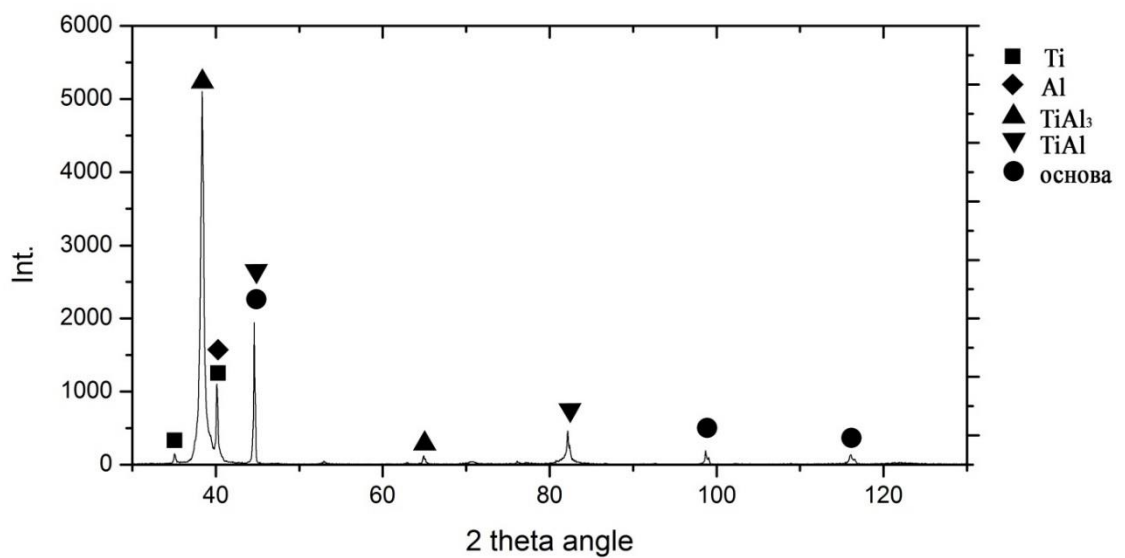


Б)

Рисунок 4.10 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, обработанные при режимах:  
 $I_{Ti}=80A$ ,  $I_{Al}=60A$ ;  $U_{п}=180В$ ;  $\omega=3$  об/мин.  
 А) центральное расположение; Б) Радиус крепления  $R=8$ см.



A)



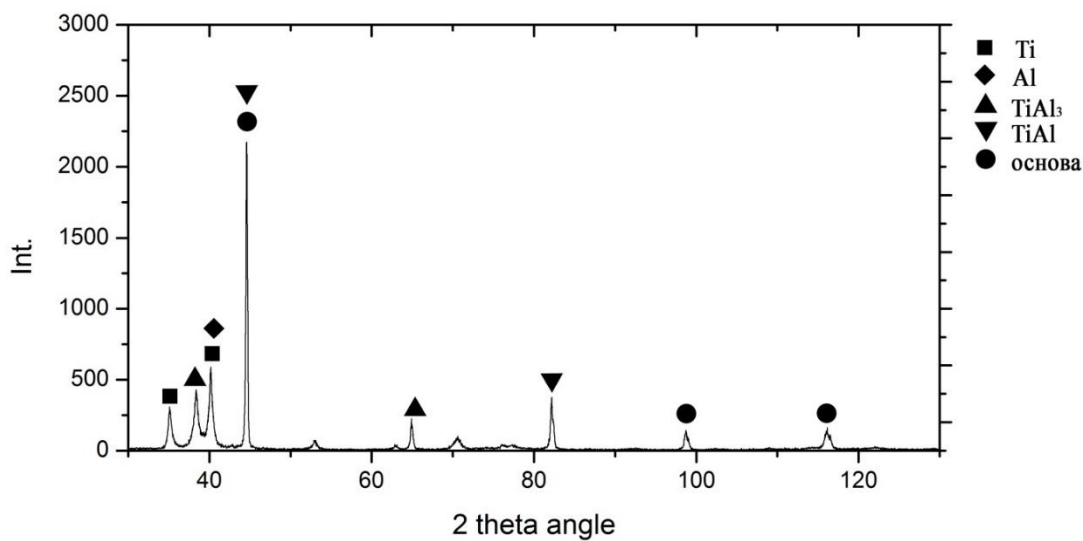
Б)

Рисунок 4.11 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами

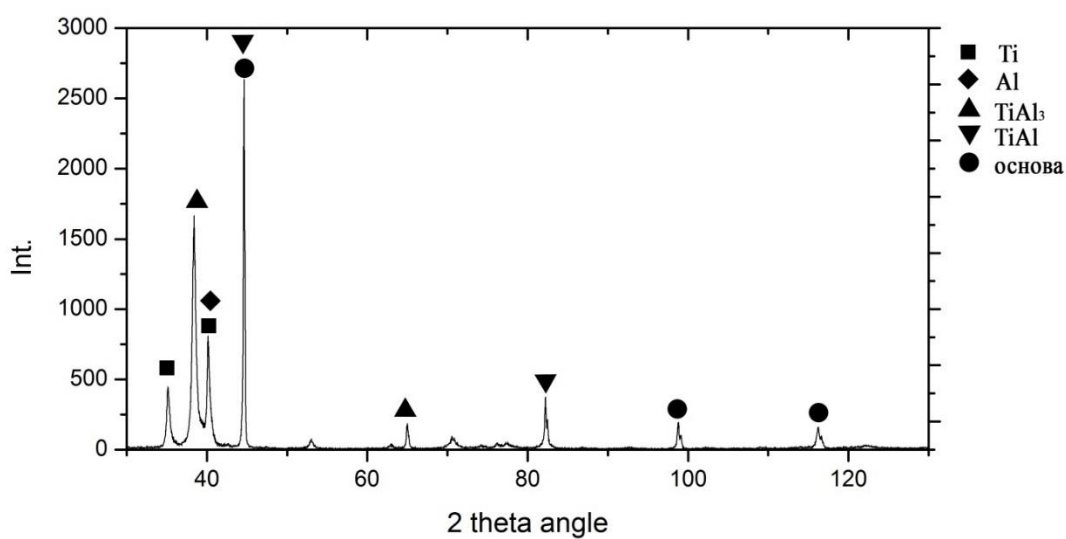
из Ti и Al, обработанные при режимах:

$I_{Ti}=80A$ ,  $I_{Al}=60A$ ;  $U_{п}=180V$ ;  $\omega = 3$  об/мин.

А) Радиус крепления  $R=15$ см; Б) Радиус крепления  $R=22$ см.

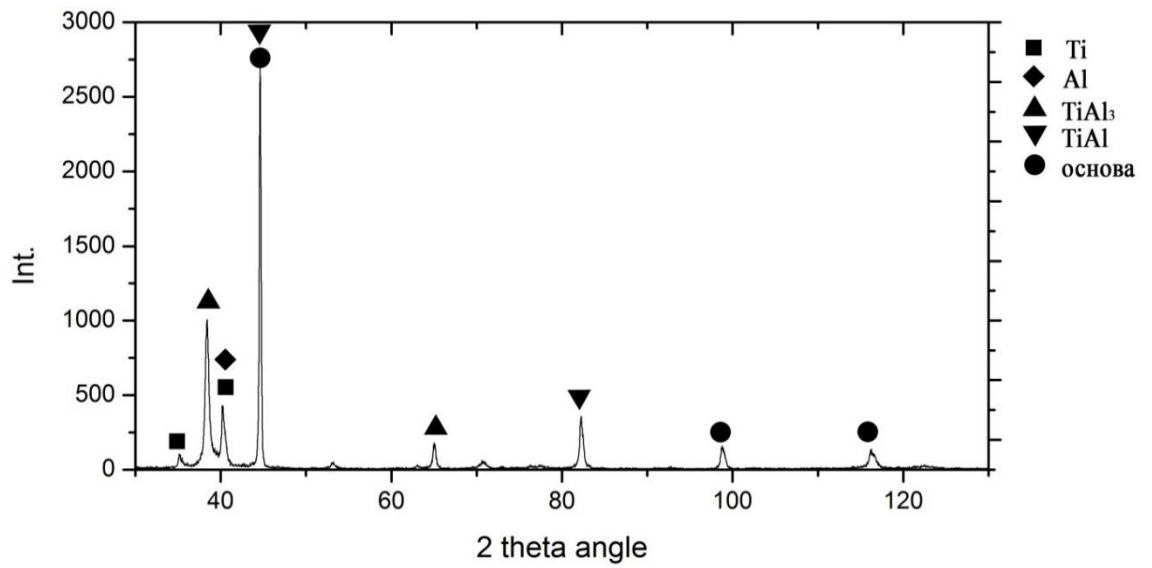


A)

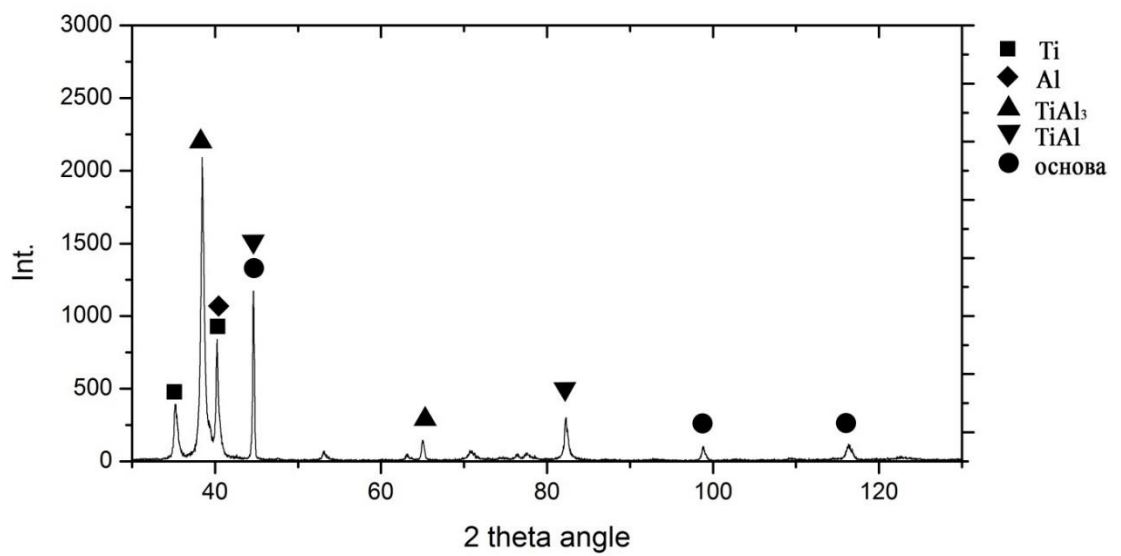


Б)

Рисунок 4.12 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, обработанные при режимах:  
 $I_{Ti}=80A$ ,  $I_{Al}=60A$ ;  $U_{п}=180В$ ;  $\omega =7$  об/мин.  
 А) центральное расположение; Б) Радиус крепления  $R=8см$ .



A)



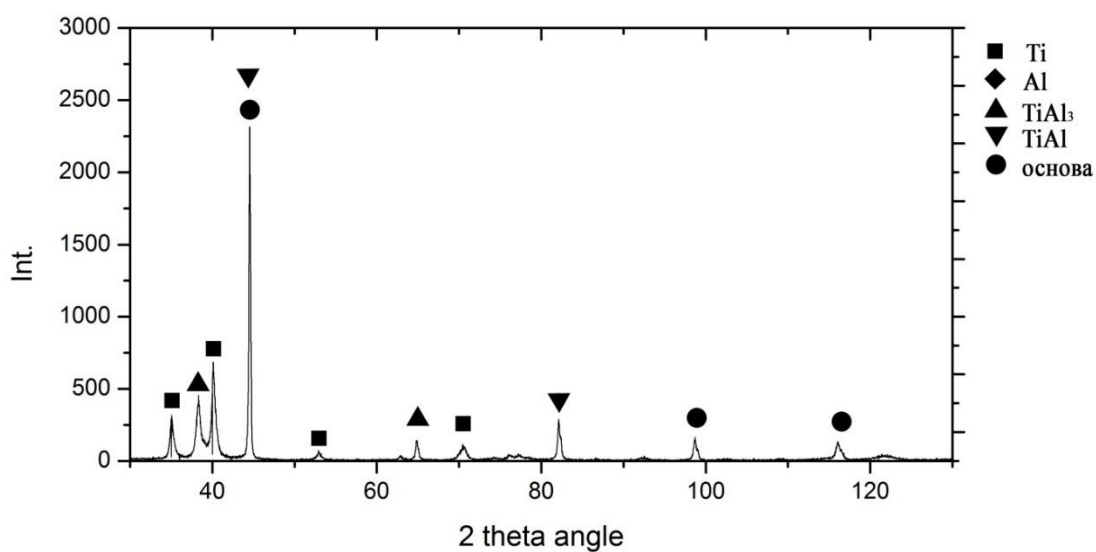
Б)

Рисунок 4.13 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами

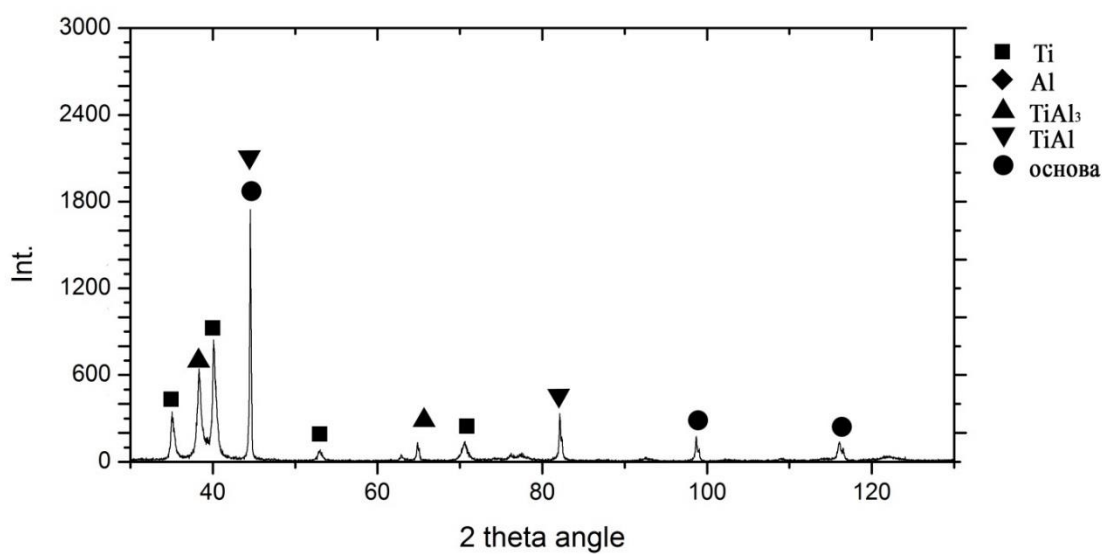
из Ti и Al, обработанные при режимах:

$I_{Ti}=80A$ ,  $I_{Al}=60A$ ;  $U_{п}=180V$ ;  $\omega = 7$  об/мин.

А) Радиус крепления  $R=15$ см; Б) Радиус крепления  $R=22$ см.



A)



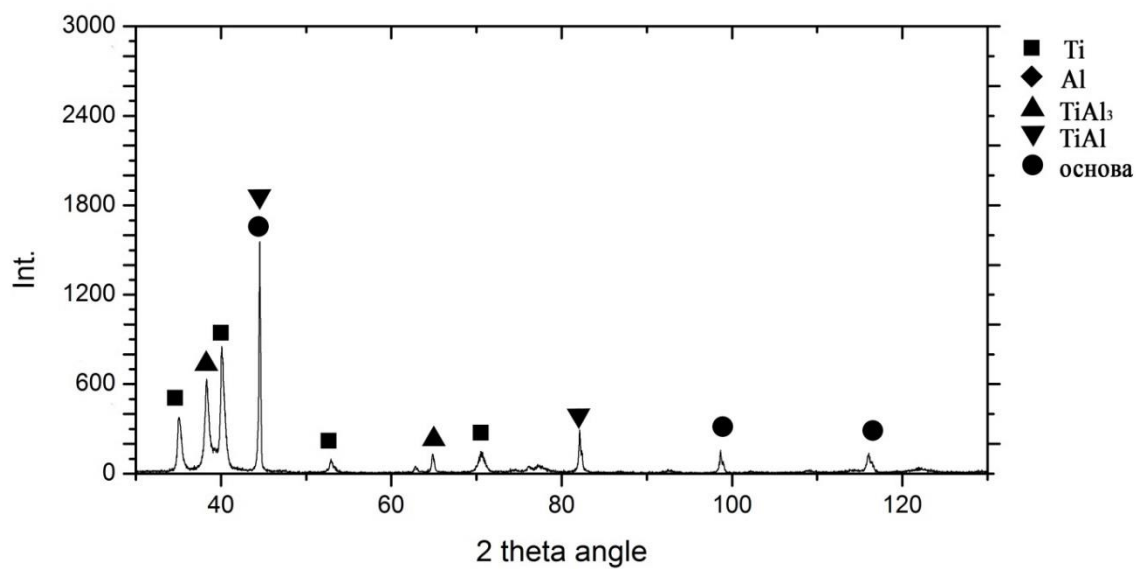
Б)

Рисунок 4.14 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, обработанные при режимах:

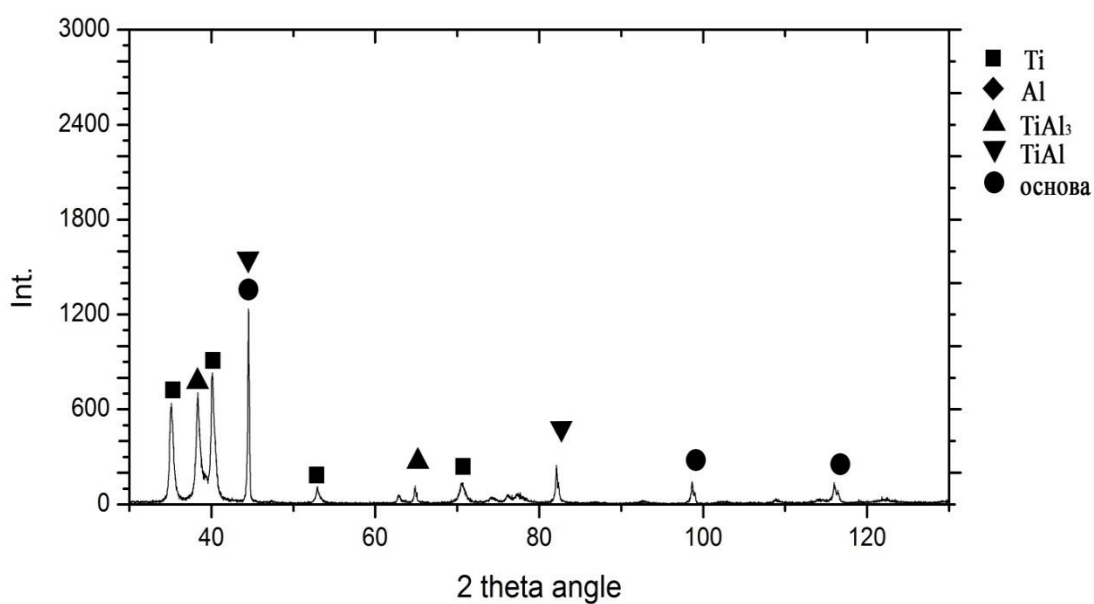
$$I_{Ti}=80A, I_{Al}=60A; U_{п}=180B; \omega=14 \text{ об/мин.}$$

А) центральное расположение; Б) Радиус крепления R=8см.





A)



Б)

Рисунок 4.14 – Дифрактограммы образцов с покрытиями осажденные из плазмы генерируемые электродуговыми испарителями оснащёнными однокомпонентными катодами из Ti и Al, обработанные при режимах:  
 $I_{Ti}=80A$ ,  $I_{Al}=60A$ ;  $U_{п}=180В$ ;  $\omega =14$  об/мин.

А) Радиус крепления  $R=15$ см; Б) Радиус крепления  $R=22$ см.

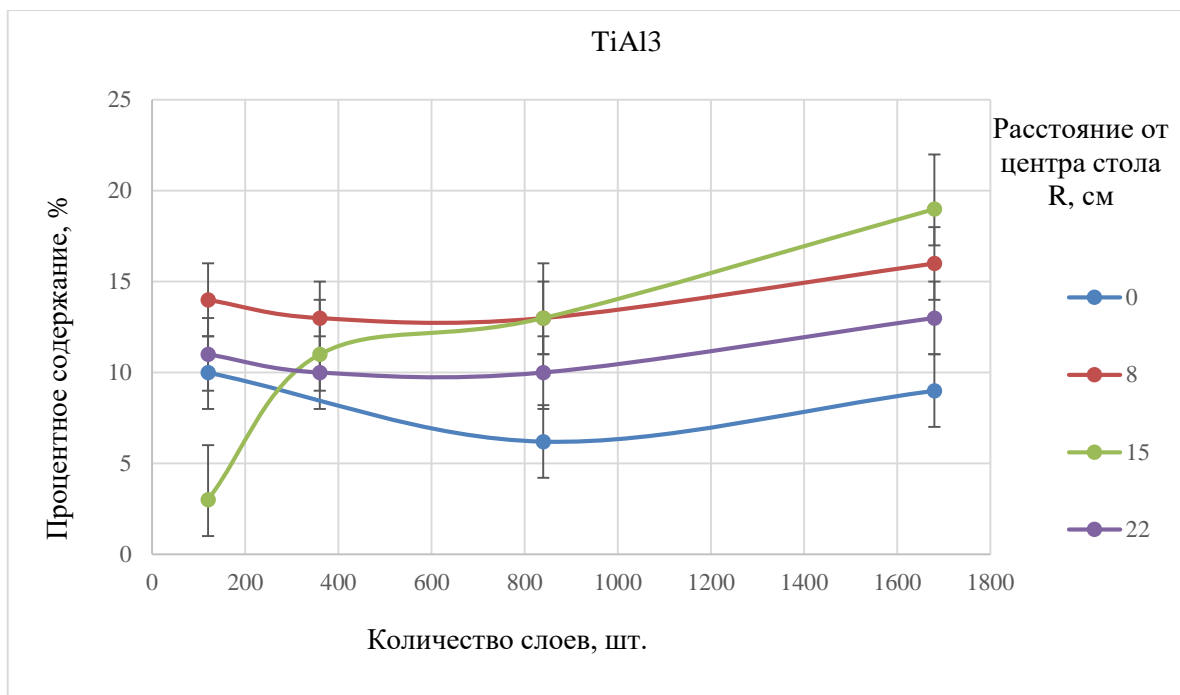
На дифрактограммах образцов покрытиями, синтезированные в среде аргона по разработанному способу были обнаружены интерметаллидные соединения системы Ti-Al: TiAl, TiAl<sub>3</sub>. Так как анализируемая глубина при рентгеноструктурном анализе в образцах превышает толщину покрытий, на интенсивность дифракционных линий влияют фазы, принадлежащие подложке. Поэтому на дифрактограммах присутствуют пики железа [13, 14, 16].

Результаты количественного рентгеноструктурного анализа образцов с покрытиями, синтезированными в среде аргона, в зависимости от количества нанослоев и расположения в камере приведены в таблице 4.2.

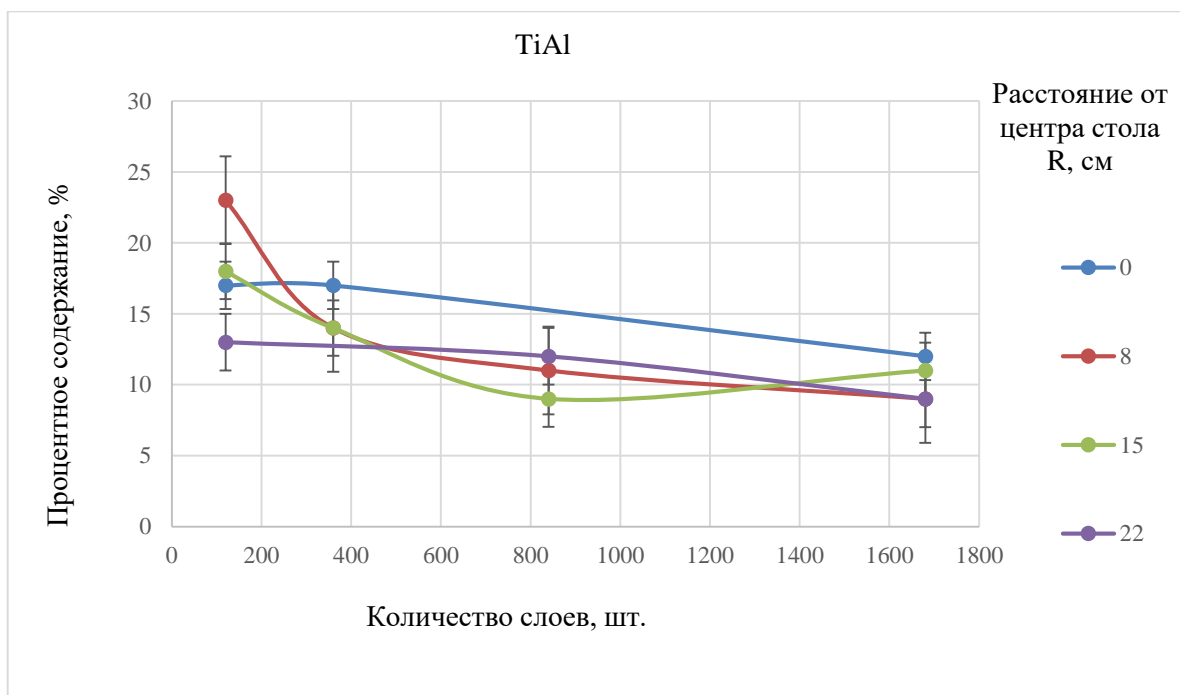
Таблица 4.2 Результаты количественного РСА покрытий

Кол-во слоев	Расстояние от центра стола R, см.																			
	22					15					8					центр				
	Fe	Ti	Al	TiAl	TiAl <sub>3</sub>	Fe	Ti	Al	TiAl	TiAl <sub>3</sub>	Fe	Ti	Al	TiAl	TiAl <sub>3</sub>	Fe	Ti	Al	TiAl	TiAl <sub>3</sub>
120	27	43	3	13	-	32	34	13	18	3	34	28	0	23	14	26	31	4	17	22
360	22	-	11	-	10	30	32	13	14	11	27	35	-	14	13	28	36	2	17	18
840	13	50	16	12	10	40	35	3	9	13	24	49	0	11	16	35	48	-	4,8	6,2
1680	14,5	63	0	9	13	17,4	53	0	11	19	18,4	60	0	9	13	31	48	0	12	9

Графики зависимости процентного содержания «ИнСиТА» в покрытии при одновременном ассистированном осаждении без вращения из ПВДР с двух однокомпонентных катодов из Ti и Al, в среде инертного газа Ar, от количества слоев (угловой скорости вращения) и пространственного расположения приведены на рисунке 4.16:



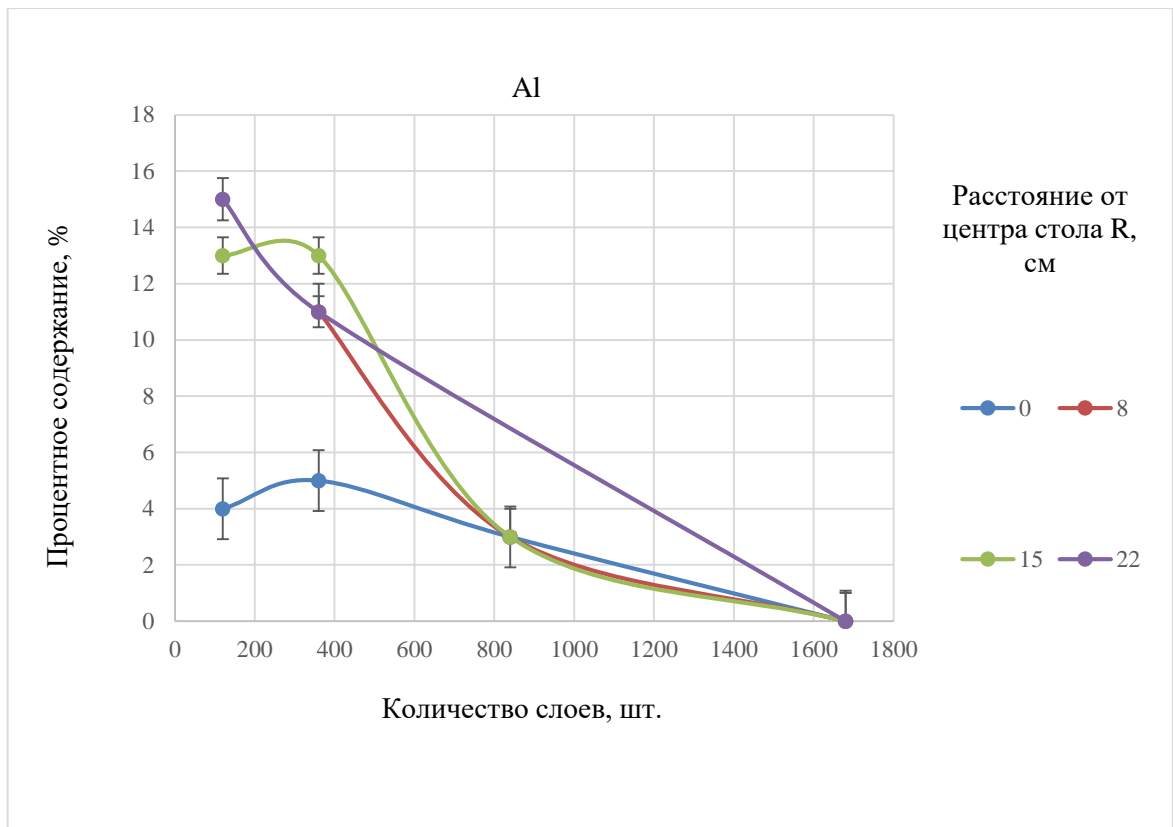
а)



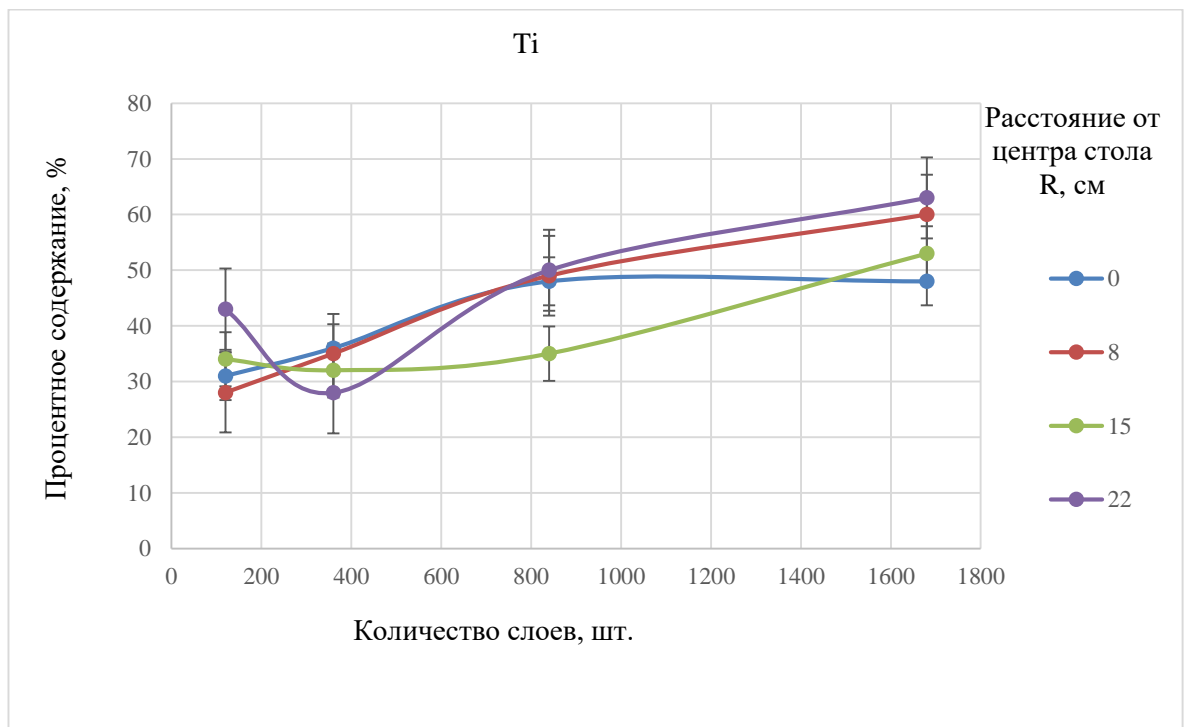
Б)

Рисунок 4.16 – Зависимость процентного содержания «ИнСиТА» от количества слоев при режимах  $I_{дAl}=60A$ ;  $I_{дTi}=80A$ ,  $U_{п}=150B$ ,  $T=450^{\circ}C$ : а) TiAl<sub>3</sub>; б) TiAl.

На основе количественного рентгеноструктурного анализа покрытия, были построены зависимости процентного содержания Al и Ti в разрабатываемых покрытиях от количества нанослоев и пространственного расположения.



А)



Б)

Рисунок 4.17 – Зависимость процентного содержания Ti и Al от количества слоев при режимах  $I_{дAl}=60A$ ;  $I_{дTi}=80A$ ,  $U_{п}=150B$ ,  $T=450^{\circ}C$ : а) Al; б) Ti.

Как видно из графиков процентное содержание свободного Ti увеличивается от 3 до 45 % с возрастанием количества нанослоев (и уменьшением их толщины), при этом процентное содержание свободного Al уменьшается от 15 % при 120 слоев до 0 при 1680 слоев.

Содержание интерметаллидной фазы  $TiAl_3$  увеличивается с уменьшением толщины слоев и увеличением их количества. Образование определенных фаз «ИнСиТА» зависит от пространственного расположения подложки в вакуумной камере и от режимов нанесения покрытия. Было установлено, что при послойном осаждении из ПВДР с наноразмерными толщинами (<50 нм) в покрытии образуются интерметаллидные фазы  $TiAl_3$ ,  $TiAl$ . При этом с уменьшением толщины нанослоев процентное содержание фазы  $TiAl_3$  увеличивается, а содержание фазы  $TiAl$  – уменьшается.

Таким образом, с увеличением количества чередующихся нанослоев, и пропорциональным уменьшением их толщины, практически весь объем свободного Al взаимодействует с титаном и образует интерметаллидные соединения  $TiAl_3$ ,  $TiAl$  и в покрытии остается большое количество Ti порядка до 50 %. А при больших толщинах слоев и малом количестве, не весь алюминий вступает в реакцию с титаном. Для увеличения процентного содержания интерметаллидов в покрытии необходимо увеличить плотность потока ионов алюминия и осаждать покрытие при большой скорости вращения рабочего стола для увеличения количества слоев.

#### 4.4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА И С ВРАЩЕНИЕМ РАБОЧЕГО СТОЛА.

Следующим этапом были проведены исследования влияния технологических параметров на микротвердость покрытий, осаждённых в среде инертного газа аргона, при различных скоростях вращения рабочего стола.

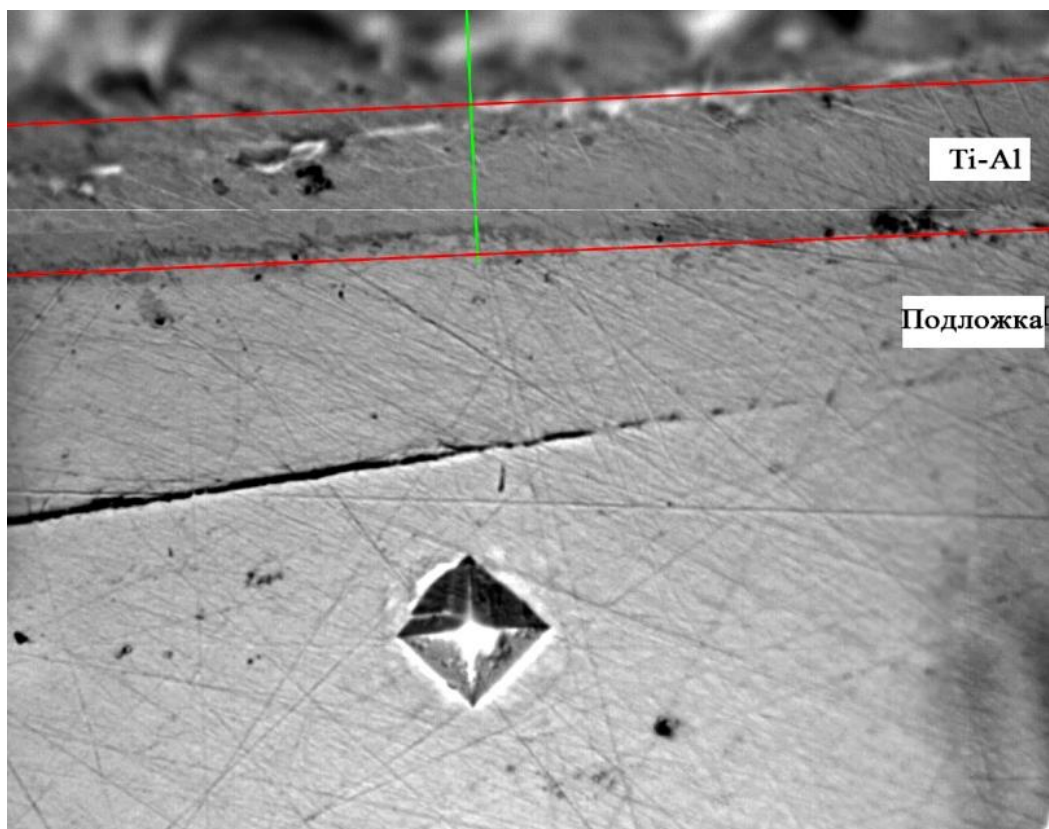


Рисунок 4.18 – Оптическая фотографии отпечатка индентора на наклонном шлифе образца из быстрорежущей стали Р6М5 с покрытием, синтезированный в среде инертного газа аргона

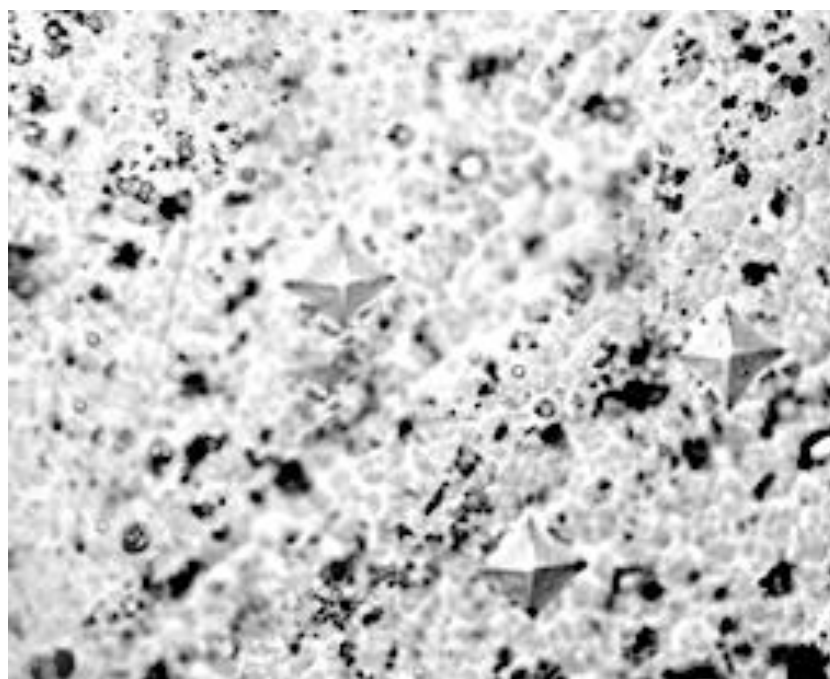


Рисунок 4.19 – Отпечатки индентора при измерении микротвердости покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона.

В процессе проведения исследований, на некоторых отпечатках индентора при измерении микротвердости, была обнаружена слоистая структура покрытия (рисунок 4.20).

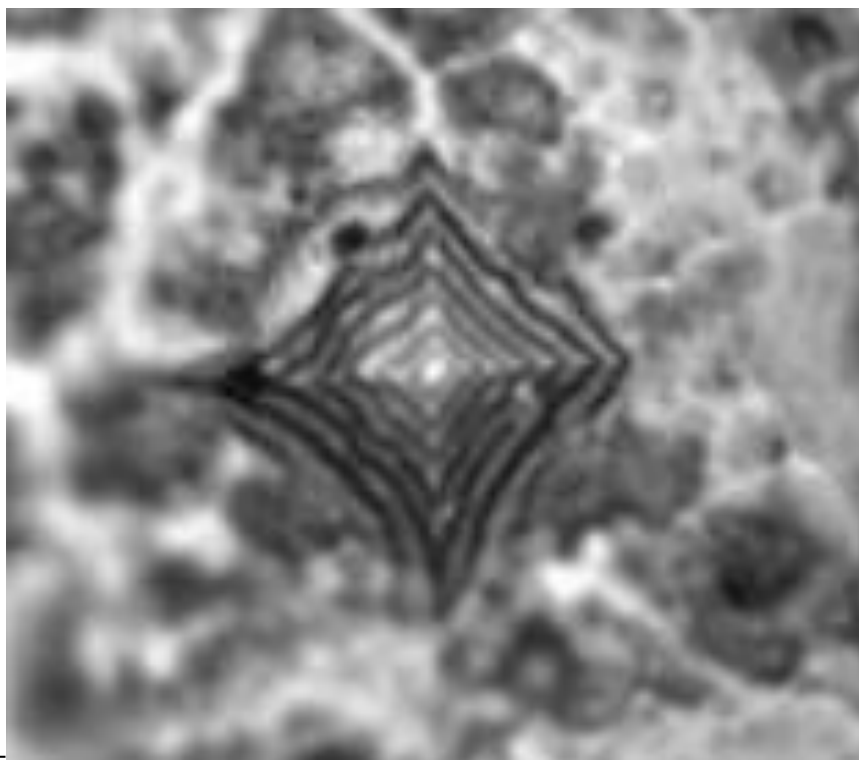


Рисунок 4.20 – Слоистая структура покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона, на отпечатке индентора при измерении микротвердости.

Полученные результаты микротвердости в зависимости от пространственного расположения в вакуумной камере, и количества слоев приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3 Усреднённые результаты микротвердости покрытий, синтезированных в среде аргона

Количество слоев	Расстояние от центра стола			
	0	8	15	22
120	600	580	610	550
360	650	680	690	670
840	710	680	690	700
1680	760	800	780	770

На основе полученных данных построены графики зависимости микротвердости от количества слоев (рисунок 4.20).

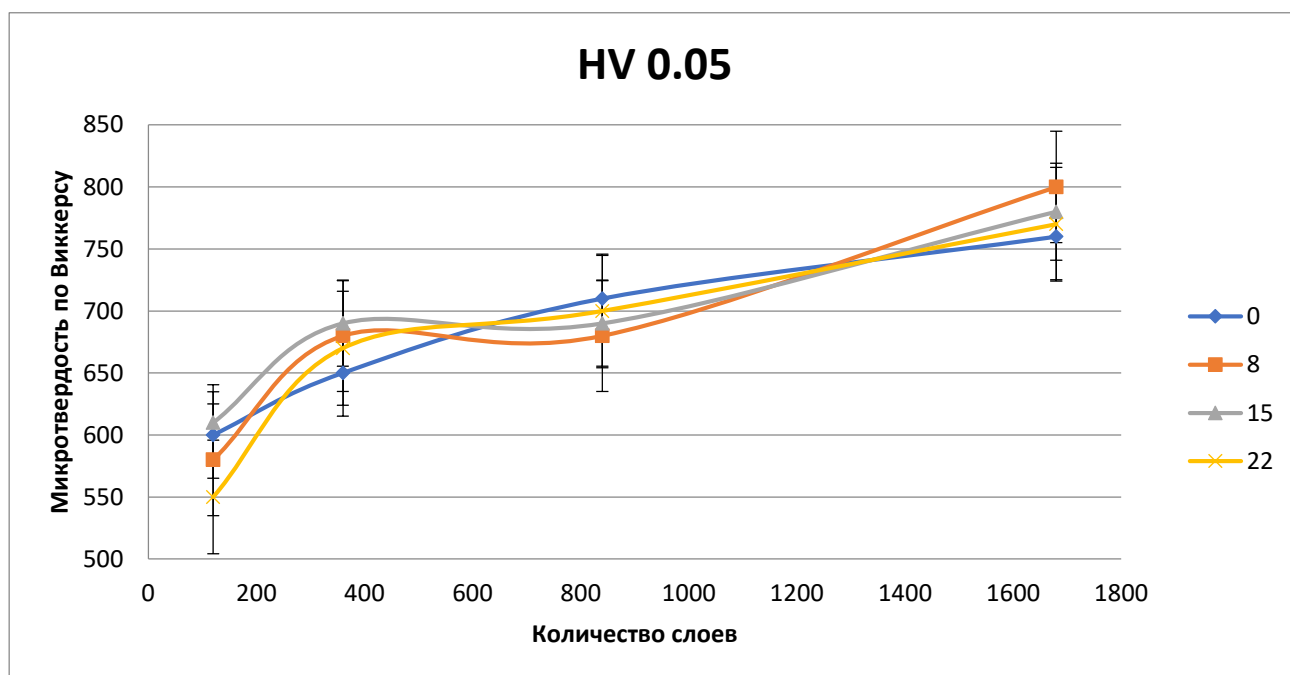


Рисунок 4.21 – Зависимость микротвердости покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона, от количества слоев и пространственного расположения.

По результатам исследования микротвердости покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона, установлено, что с увеличением количества слоев (уменьшением толщины нанослоев до 5нм) в покрытии от 120 до 1680 (уменьшением толщины нанослоев до 5нм) микротвердость возрастает от 550-600 до 750-800 HV<sub>0,05</sub>, что связана с увеличением процентного содержания твердой интерметаллидной фазы TiAl<sub>3</sub> в покрытии. Полученные экспериментальные результаты измерений микротвердости покрытий коррелирует с литературными данными по микротвердости интерметаллидной фазы TiAl<sub>3</sub>.

#### 4.5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АРГОНА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА

Неотъемлемым параметром, необходимым для обеспечения повышенных эксплуатационных свойств МРИ, является адгезия. Для качественной оценки адгезии исследуемых покрытий применяли метод царапания. Данный способ позволяет, также оценить коэффициент упругого восстановления покрытий.



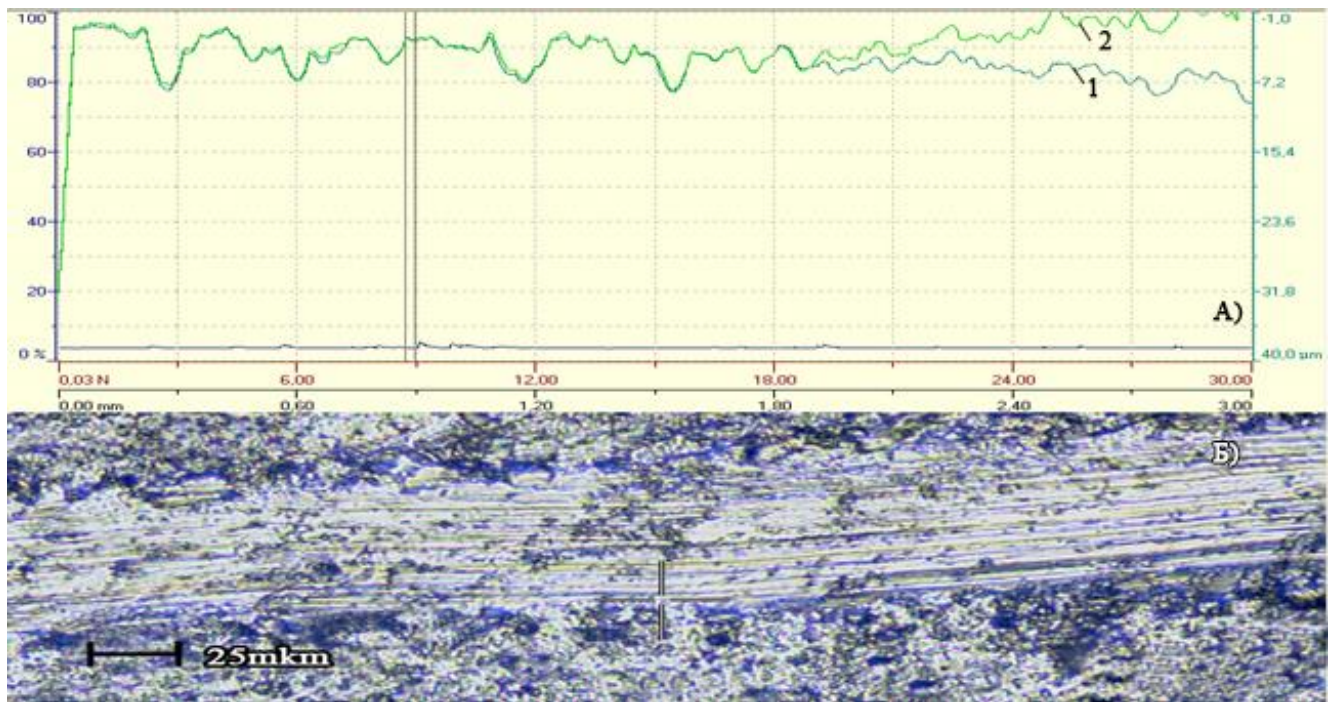


Рисунок 4.22 – результаты склерометрических испытаний образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, с количеством нанослоев 120.

А) результаты регистрации проникновения индентора; Б) оптическая фотография трэка царапания. 1- глубина проникновения индентора в покрытие под нагрузкой; 2- глубина проникновения индентора в покрытие после снятия нагрузки.

Результаты испытаний образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, с минимальным количеством слоев (рисунок 4.22) показали, что регистрация глубины деформирования под нагрузкой и после его снятия практически одинаковы. Следовательно, у данных покрытий отсутствует область упругопластической деформации. Анализ результатов показал, что у покрытий с минимальным количеством слоев когезионная прочность ниже адгезионной прочности и происходит разрушение самого покрытия, при этом покрытие не отходит от подложки (не скалывается).

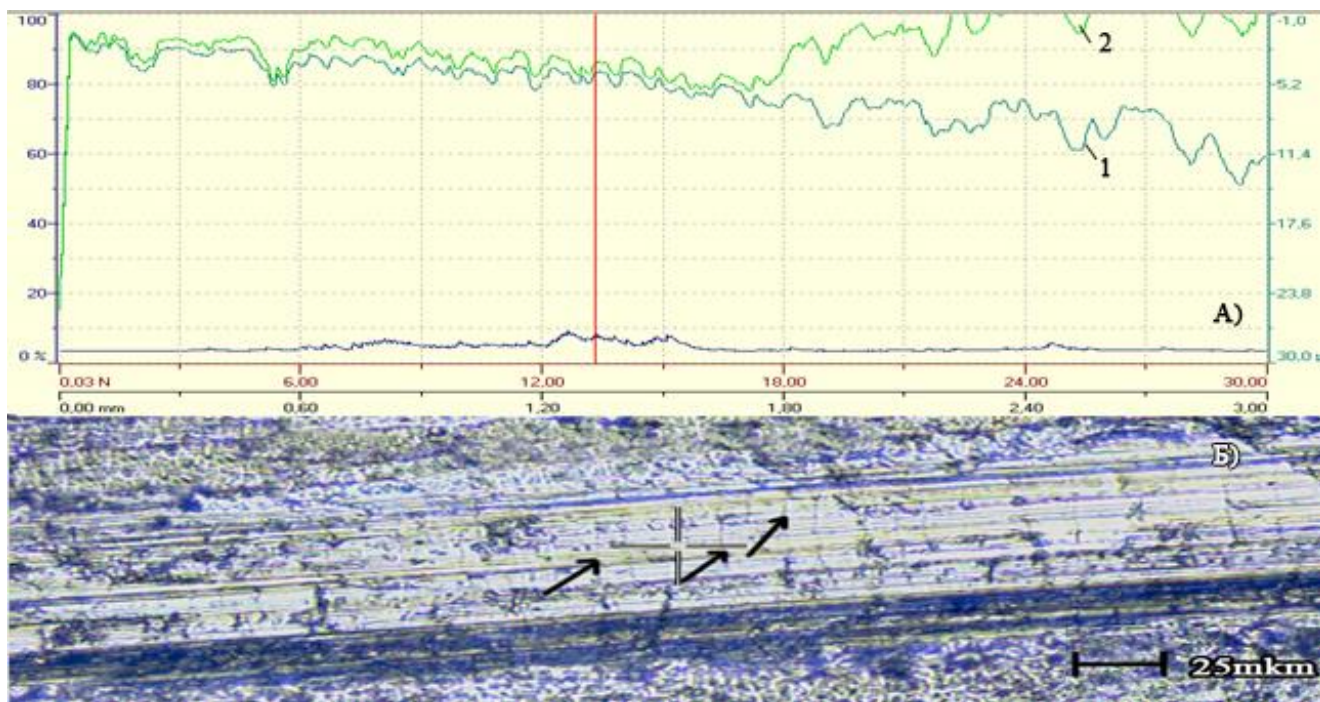


Рисунок 4.22 – результаты склерометрических испытаний образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, с количеством нанослоев 1680.

А) результаты регистрации проникновения индентора; Б) оптическая фотография трэка царапания. 1- глубина проникновения индентора в покрытие под нагрузкой; 2- глубина проникновения индентора в покрытие после снятия нагрузки.

Результаты испытаний образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, с количеством слоев 1680 (рис. 4.23) отличается от результатов покрытий с минимальным количеством слоев. Анализ результатов регистрации глубины деформирования под нагрузкой и после его снятия показало наличие области упругопластической деформации. Анализ трэков царапания показал, что у покрытий с количеством слоев 1680 когезионная прочность выше адгезионной прочности и в ходе испытаний при достижении нагрузки порядка 13Н в покрытии возникают небольшие микротрещины (рис. 4.24. Б). Однако при достижении нагрузки 30Н покрытие не разрушается и не скалывается.

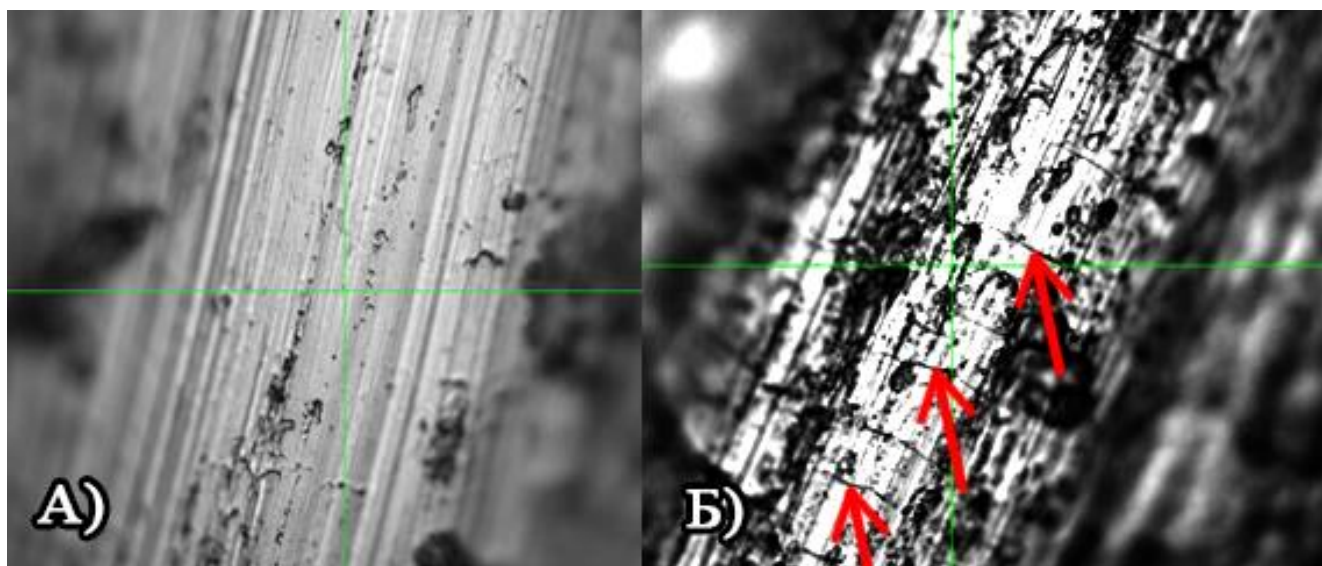


Рисунок 4.24 – Оптическая фотография дорожки царапания при увеличении  $\times 10$ : А) область без разрушений покрытия; Б) Область начала образования микротрещин в покрытии.

Результаты склерометрических испытаний показали, что у композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» с количеством слоев 120 когезионная прочность ниже адгезионной прочности и происходит когезионное разрушение покрытия. А у композиционных покрытий с количеством слоев 1680 когезионная прочность выше адгезионной, однако при нагрузках до 30Н в покрытии начинают образовываться микротрещины, но покрытие не скалывается.

#### 4.6 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СИСТЕМЫ Ti-AL ОСАЖДАЕМЫХ ИЗ ПВДР С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА

Трибологические показатели поверхности образцов с покрытиями, синтезированных в среде инертного газа аргона, исследовали по схеме испытания «шар-диск». Величина износостойкости при этом оценивалась по массе металла, удаленного с поверхности испытуемого образца с покрытием.

Образцы с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, на основе «ИнСиТА» до и после проведения трибологических испытаний взвешивали на лабораторных весах с точностью до 6 знаков после запятой. По результатам измерения масс до и после испытаний рассчитывали массу удаленного материала

и износостойкость. Результаты измерения масс образцов с покрытием до и после проведения трибологических испытаний приведены в таблице 4.4.

Таблица 4.4 Результаты измерения массы образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, на основе «ИнСиТА» до и после проведения трибологических испытаний

Количество слоев	Расстояние от центра стола							
	0		8		15		22	
	m <sub>до</sub>	m <sub>после</sub>	m <sub>до</sub>	m <sub>после</sub>	m <sub>до</sub>	m <sub>после</sub>	m <sub>до</sub>	m <sub>после</sub>
120	2,65649 8	2,65604 7	2,87059 8	2,87010 6	2,54203 9	2,54137	2,59725 5	2,59650 2
360	2,95705	2,95670 8	2,80636 3	2,80579 5	2,53101 8	2,53026 7	2,76281 5	2,76211 9
840	2,47818 1	2,47803 3	5,58482 9	5,58431 1	2,20832 2	2,20749 2	3,03771 4	3,03699 5
1680	5,94179 1	5,94168 1	4,83894 4	4,83863	4,66196 4	4,66152	5,49204 6	5,49183

На основе проведенных измерений получены графики зависимостей износостойкости образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, на основе «ИнСиТА» от количества слоев (рисунок 4.25).

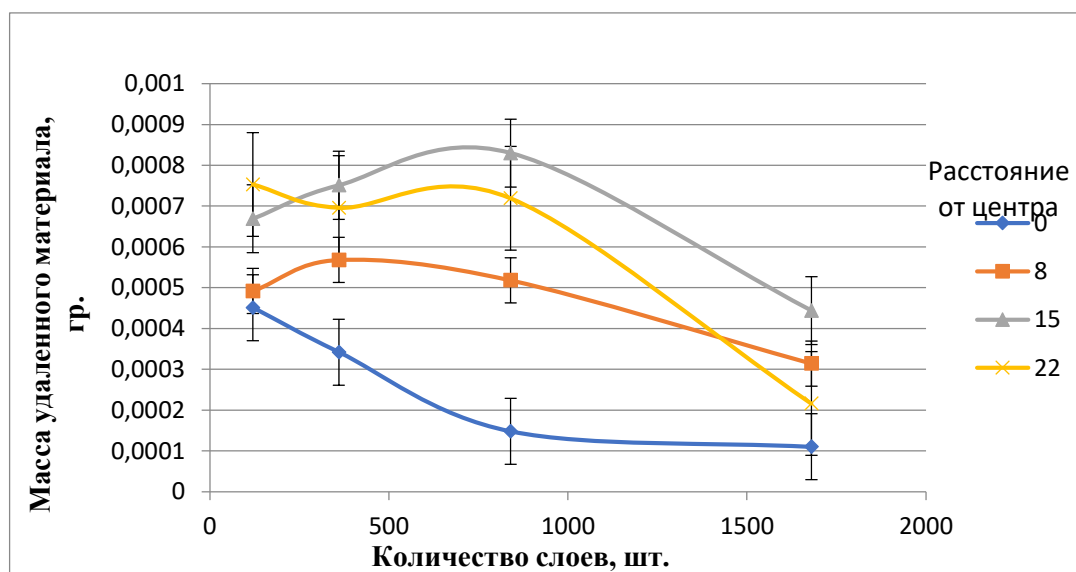


Рисунок 4.25. Графики зависимости износостойкости образцов с покрытием на основе «ИнСиТА» от количества слоев.

Таким образом, установлено, что с увеличением количества слоев в покрытиях, синтезированных в среде инертного газа аргона, от 120 до 1680 износостойкость образцов с покрытием на основе «ИнСиТА» увеличивается в 3-4 раза.

В процессе исследования износостойкости покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона, также измеряли коэффициент трения. На рисунках 4.26-4.29 представлены графики изменения коэффициента трения в процессе трения.

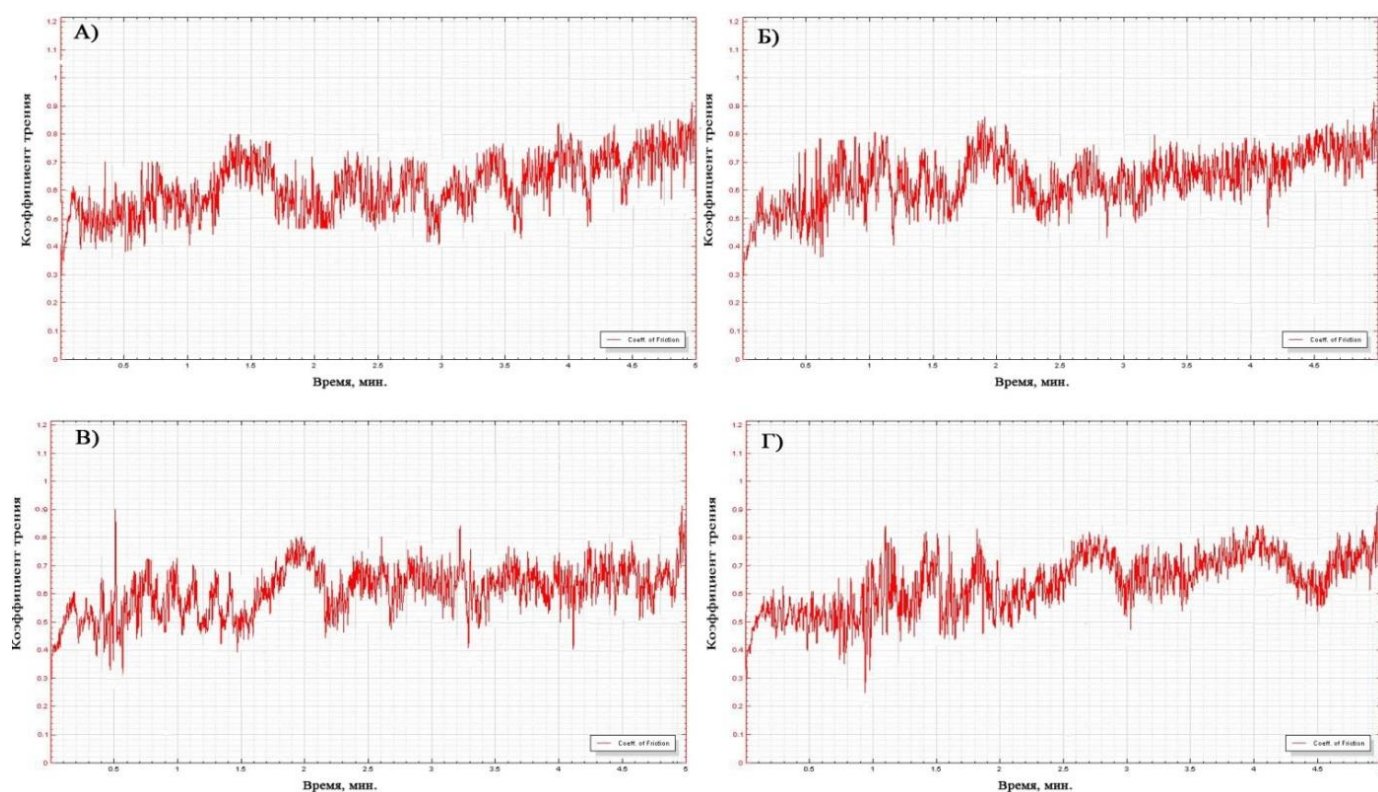


Рисунок 4.26 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, количеством слоев 120. Расположения образцов от оси стола:

А) Центр; Б) R=8см; В) R=15см; Г) R=22см.

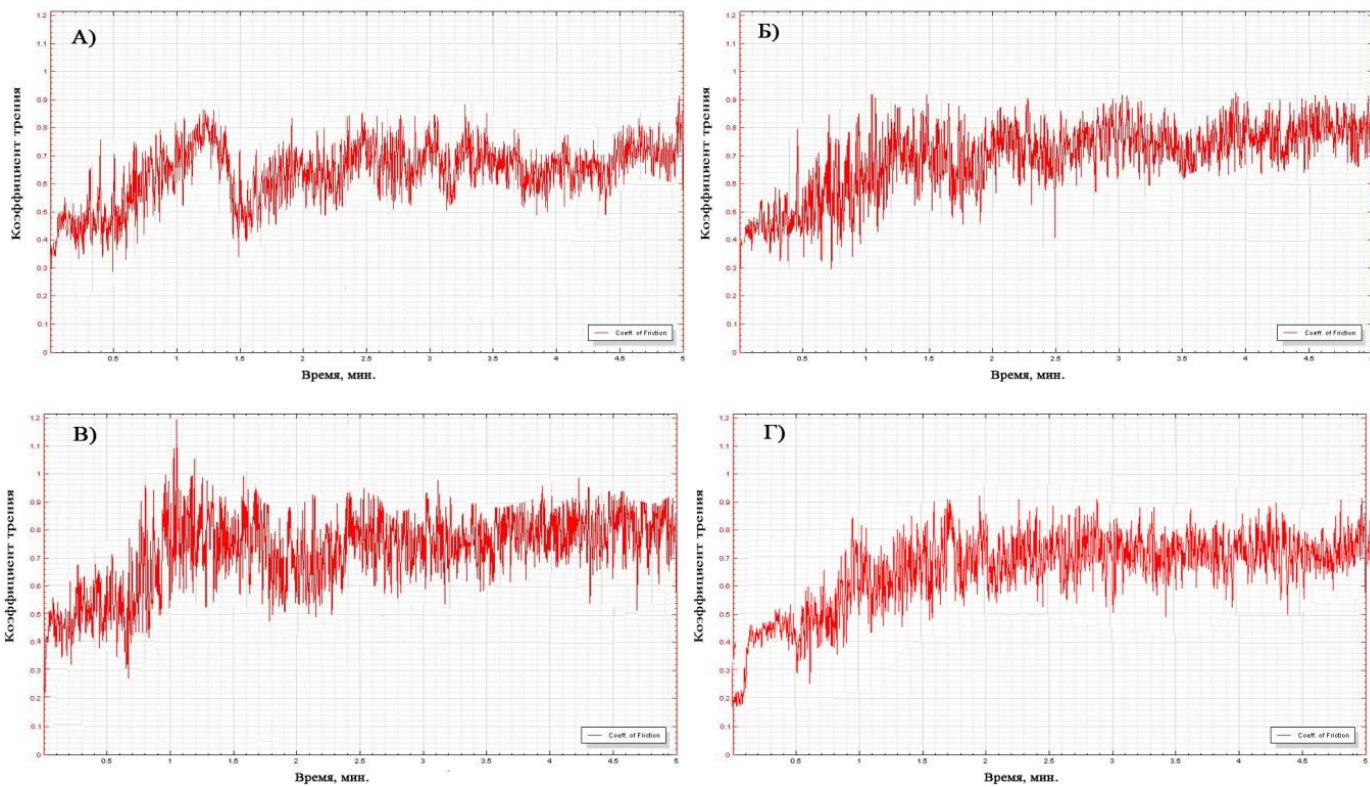


Рисунок 4.27 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, количеством слоев 360. Расположения образцов от оси стола:

А) Центр; Б) R=8см; В) R=15см; Г) R=22см.

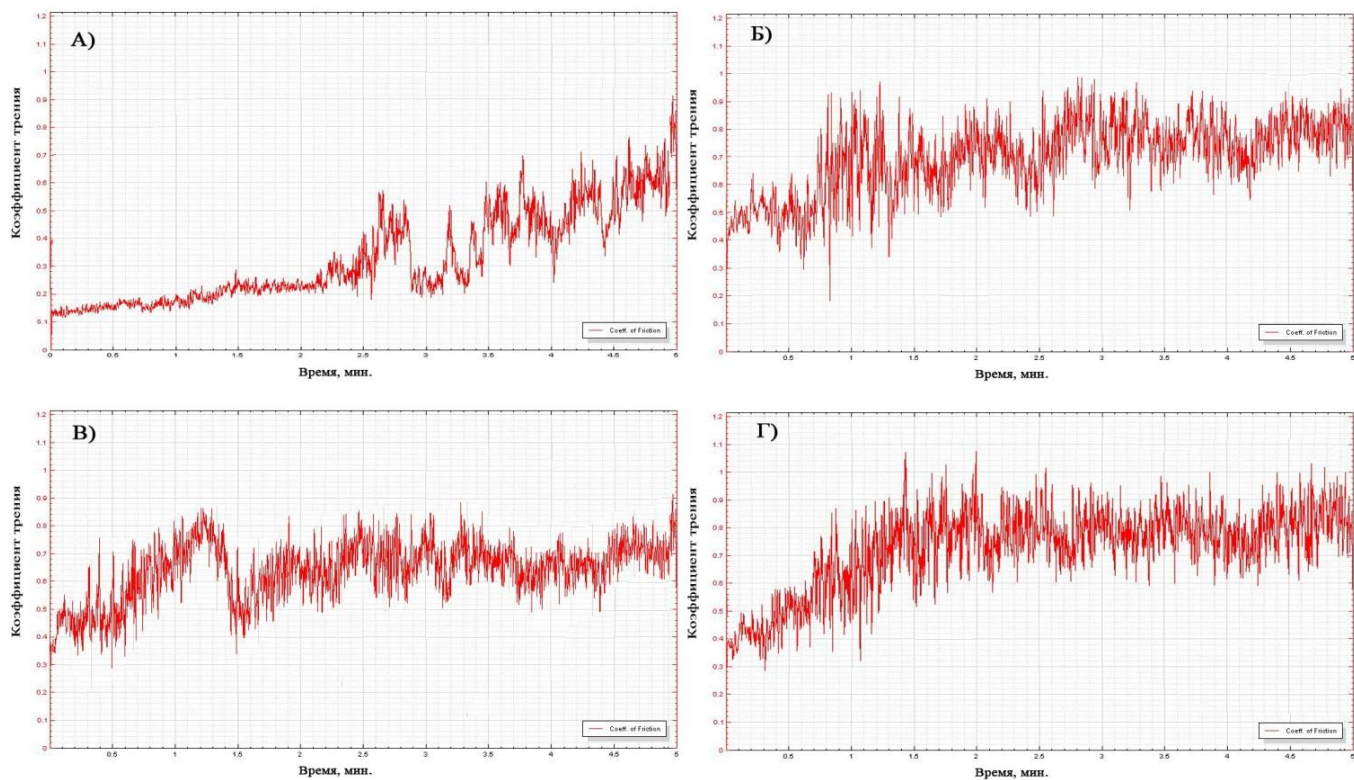


Рисунок 4.28 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, количеством слоев 840. Расположения образцов от оси стола:

А) Центр; Б) R=8см; В) R=15см; Г) R=22см.

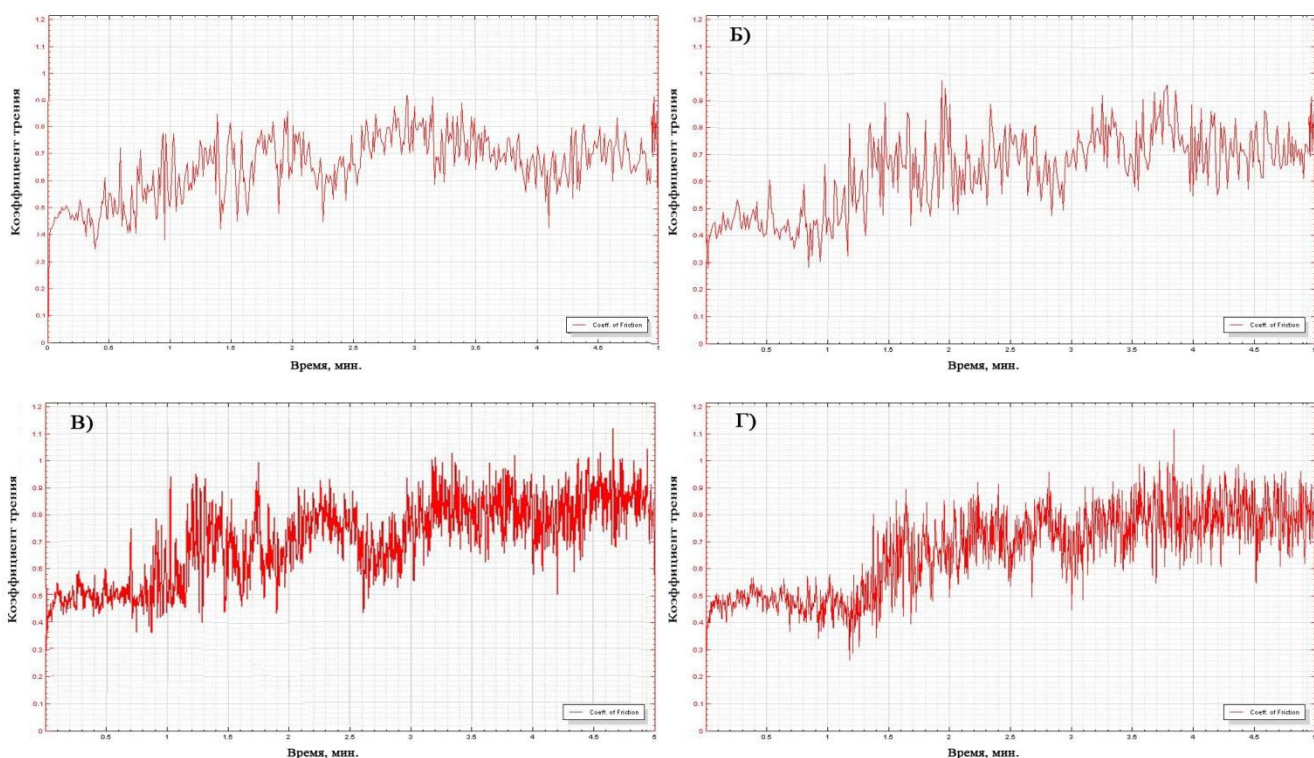


Рисунок 4.29 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированных в среде инертного газа аргона, количеством слоев 1680. Расположения образцов от оси стола: А) Центр; Б) R=8см; В) R=15см; Г) R=22см.

Из графиков износа покрытий, синтезированных в среде инертного газа аргона, видно, что коэффициенты трения для образцов с различным количеством слоев от 120 до 1680 имеет примерно одинаковое значение, равное 0,5. Однако, длительность времени сохранения данного коэффициента увеличивается для образцов с большим количеством нано-слоев.

Таким образом, в результате испытаний на износостойкость композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» было установлено, что с увеличением количества слоев и уменьшением толщины слоев износостойкость образцов из инструментальной стали Р6М5 с покрытием увеличивается в 3-4 раза. Среднее значение коэффициента трения композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» с увеличением количества слоев от 120 до 1680 не изменяется и равна 0,5.

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

1. На основе рентгеноструктурного анализа покрытий, синтезируемых в среде инертного газа аргона, установлено, что при одновременном осаждении покрытия из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащенными однокомпонентными катодами из Ti и Al, и без вращения образцов в покрытия образуются интерметаллидные соединения. При этом фазовый состав покрытия зависит от технологических режимов обработки и пространственного расположения.
2. На основе рентгеноструктурного анализа покрытий, синтезируемых в среде инертного газа аргона, установлено, что при одновременном осаждении покрытия из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащенными однокомпонентными катодами из Ti и Al, с вращением образцов вокруг оси рабочего стола в покрытиях образуются слоистая структура, на границах раздела которых формируются интерметаллидные фазы  $TiAl_3$ ,  $TiAl$ .
3. Установлено, что шероховатость образцов с покрытиями, синтезируемые в среде инертного газа аргона при различных режимах обработки, но при одинаковых параметрах качества исходных образцов с Ra 0.2-0.4 мкм, снижается и находится в пределах Ra 0.7-0.9 мкм.
4. Установлено, что микротвердость образцов с покрытиями, синтезируемые в среде инертного газа аргона с увеличением количества слоев от 120 до 1680 возрастает от 550-600 до 750-800  $HV_{0,05}$ .
5. Установлено, что износостойкость образцов из инструментальной стали Р6М5 с покрытиями, синтезируемые в среде инертного газа аргона, с уменьшением толщины нанослоев и увеличением их количества, возрастает в 3-4 раза. При этом среднее значение коэффициента трения покрытий не изменяется и равна 0,5.



## Глава 5. ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА

### 5.1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА.

На данном этапе проводилось исследование влияния технологических режимов напыления покрытий, синтезированных в среде азота, на толщину [157]. Изображения сферических лунок сформированных на поверхности покрытий, осажденных в среде азота, представлена на рисунок 5.1.



Рисунок 5.1 – Изображение лунки на образце с покрытием, синтезированных в среде азота.

Результаты измерений толщины покрытий, синтезированных в среде  $N_2$ , показали, что покрытий значения изменялись в пределах от 5,5 до 6,5 мкм. Средняя скорость роста покрытия, при осаждении в среде азота, составляет 6 мкм в час. Из полученных данных определили толщину нанослоев при различных скоростях вращения рабочего стола: 1 об/мин - ~50нм; 3 об/мин - ~15нм; 8 об/мин - ~8нм; 14 об/мин - ~5нм.

Исследования на просвечивающем электронном микроскопе позволили экспериментально определить толщины нанослоев при осаждении в среде реакционного газа N<sub>2</sub>. При увеличении в  $\times 500000$  видно, что толщины нанослоев составляют  $\sim 5$  нм (рисунок 5.2) [152, 157].

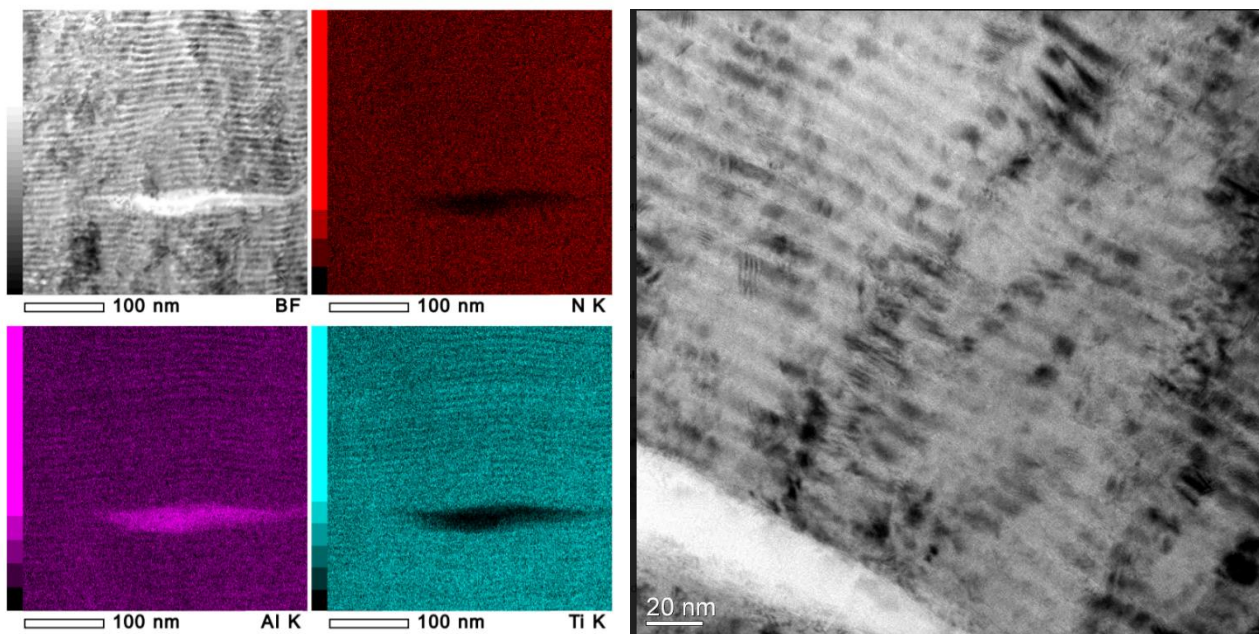


Рисунок 5.2 – ПЭМ изображение структуры покрытия с нанослоями толщиной 5 нм:  
а) карта распределения химических элементов, б) микроструктура.

## 5.2 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА, С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА

Для определения количественного фазового состава покрытий, синтезированных в среде азота, были проведены рентгеноструктурные исследования. Дифрактограммы образцов с покрытиями, полученными при различных режимах обработки представлены на рисунках 5.3–5.4 [157].

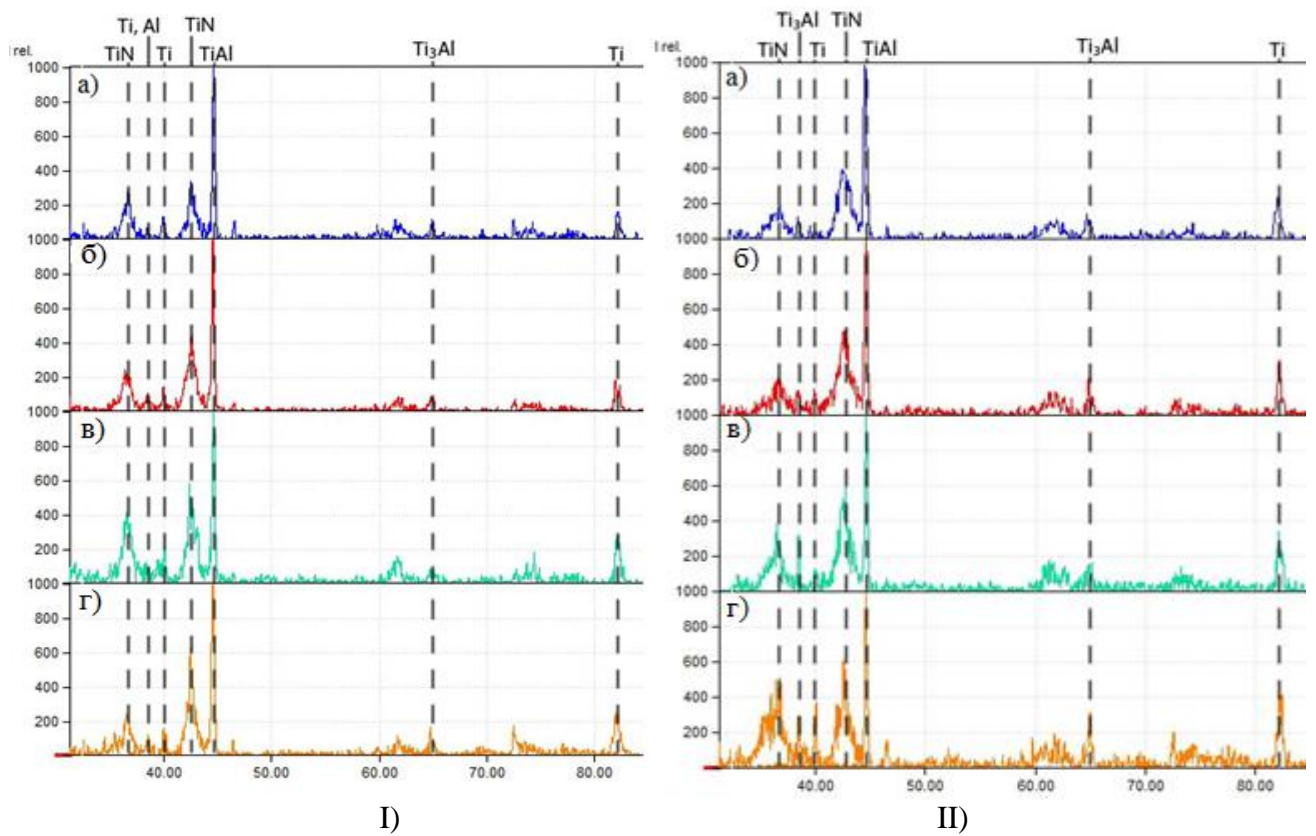


Рисунок 5.3 – Дифрактограммы образцов с покрытиями, синтезированными в среде азота и с количеством I) 120 слоев; II) 360 слоев. Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=80 мм; в) R=150 мм; г) R=220 мм

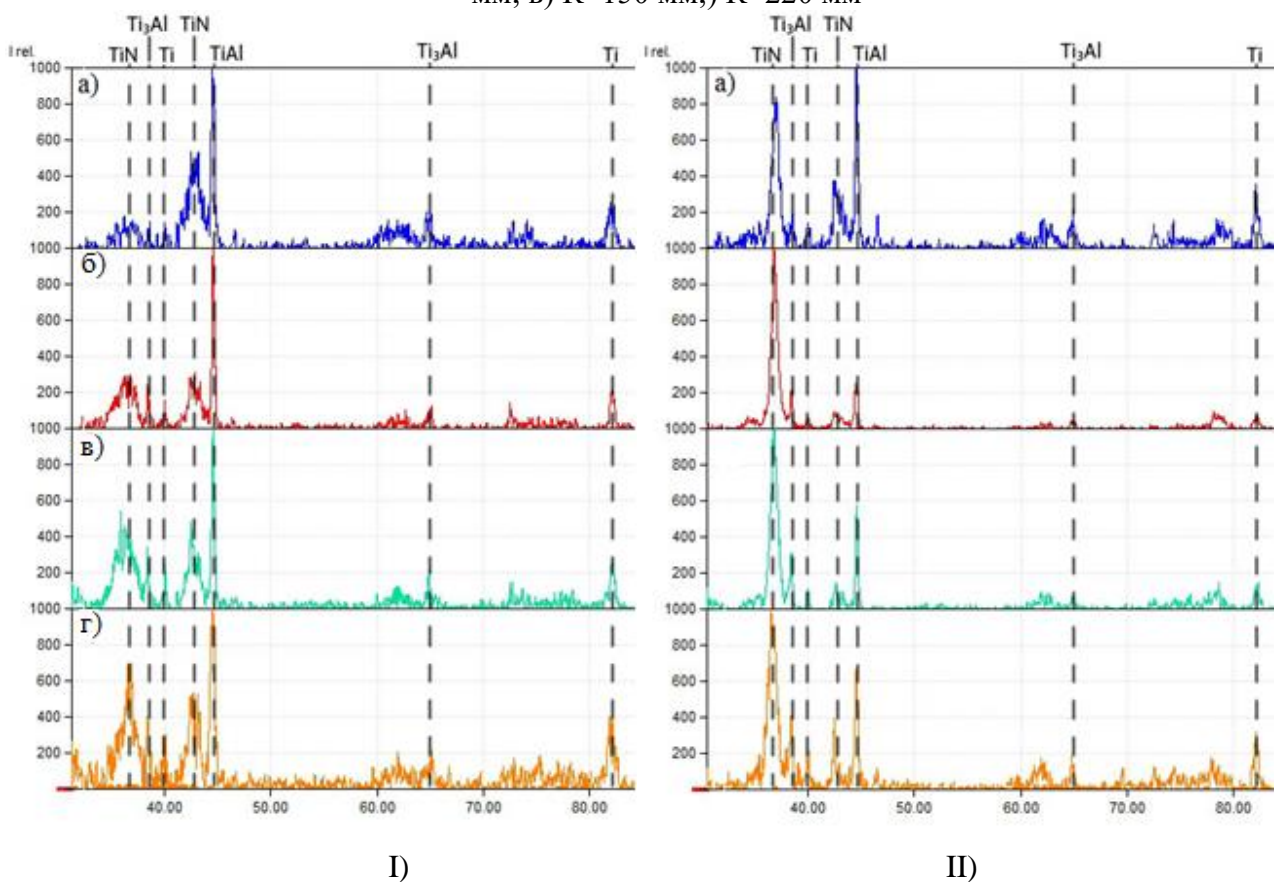


Рисунок 5.4 – Дифрактограммы образцов с покрытиями, синтезированными в среде азота и с количеством I) 840 слоев; II) 1680 слоев. Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=80 мм; в) R=150 мм; г) R=220 мм

По результатам анализа дифрактограмм образцов с покрытиями, синтезированные в среде азота, установлено, что в покрытиях образуются интерметаллидные соединения ( $TiAl$ ,  $Ti_3Al$ ) и нитриды титана и алюминия. При этом с увеличением расстояния крепления образца от оси стола, процентное содержание свободного  $Ti$  уменьшается и увеличивается содержание фаз  $TiAl$  и  $TiN$ . Это связано тем, что при увеличении расстояния от оси стола толщина наносимого слоя титана и алюминия уменьшается, тем самым весь алюминий вступает в реакцию с титаном, образуя интерметаллид, а оставшийся титан образует  $TiN$ . Таким образом, с помощью рентгеноструктурного анализа доказано формирование интерметаллидных соединений в покрытиях, синтезированных в среде азота.

### 5.3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА.

Следующим этапом были проведены исследования влияния технологических параметров осаждения на микротвердость покрытий, синтезированных в среде азота, при различных скоростях вращения рабочего стола. По результатам измерений построены графики зависимости микротвердости от пространственного расположения и скорости вращения. Зависимости представлены на рисунке 5.5.

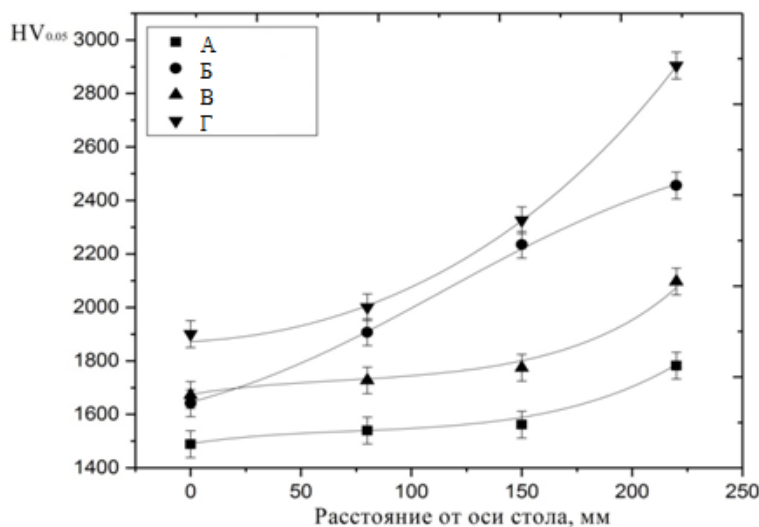


Рисунок 5.5 – Микротвердость покрытий при осаждении в среде азота:

А) 120 слоев, Б) 360 слоев, В) 840 слоев, Г) 1680 слоев

На основе анализа результатов измерений микротвердости покрытий, синтезированных в среде азота, установлено, что с увеличением количества нанослоев в покрытии (и одновременном уменьшении их толщины до 5нм) от 120 до 1680 микротвердость увеличивается со значений 1500–1800 до 2700–3700  $HV_{0,05}$ . Такое изменение микротвердости покрытий связано с уменьшением размера зерен и формированием наноструктур.

#### 5.4 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА

На данном этапе были проведены исследования адгезии покрытий, синтезированных в среде азота, к инструментальным материалам (BK8, P6M5). Результаты регистрации глубины проникновения индентора под нагрузкой и после снятия нагрузки приведены на рисунке 5.6.

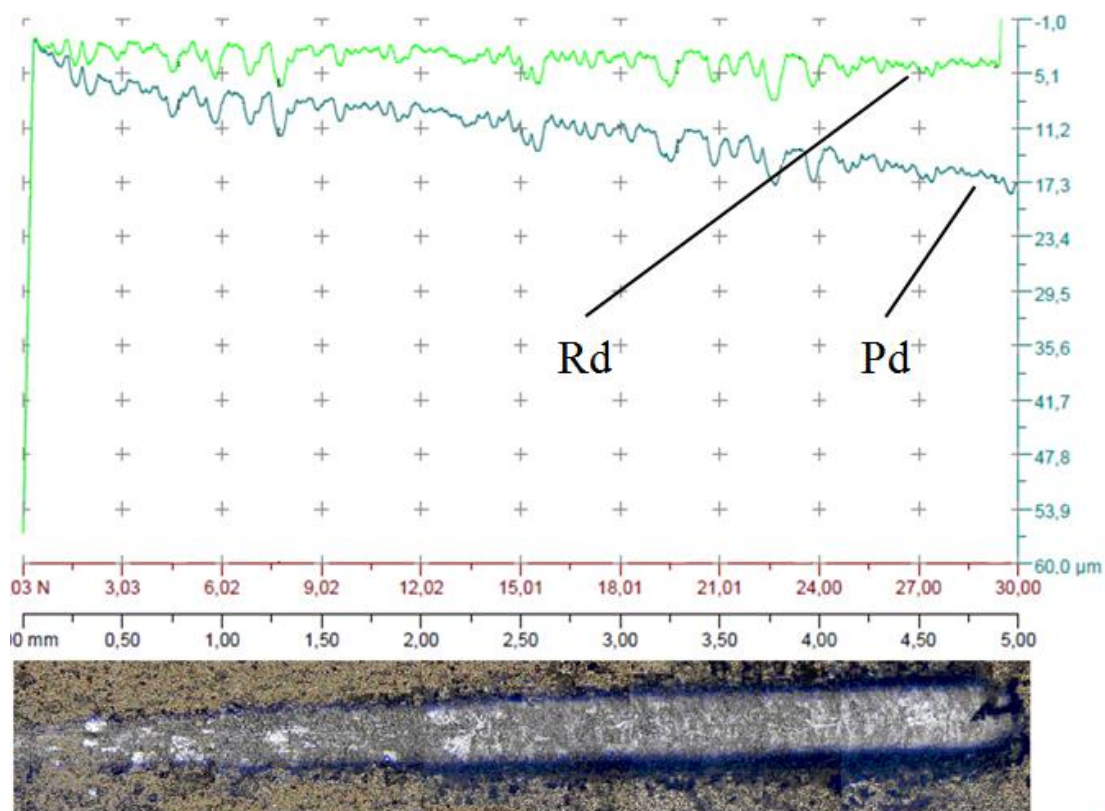


Рисунок 5.6 – Результат склерометрических испытаний покрытия при осаждении в среде азота

Из полученных результатов установлено, что покрытия, осажденные в среде азота, значительно отличаются от покрытий, синтезированных в среде аргона. Для нитридных покрытий область упругого восстановления многократно превышает

величину для покрытий, синтезированных в среде аргона. Данный факт связан непосредственно с физико-механическими свойствами нитридов и интерметаллидов.

Значения регистрации глубины индентора при деформировании и после упругого восстановления покрытия, критической нагрузки образования микротрещин в покрытии и расчетный коэффициент упругого восстановления приведен в таблице (таблица 5.1).

Таблица 5.1 Результаты склерометрических испытаний

Тип покрытия	Максимальная глубина внедрения $h_{\max}$ , мкм	Нагрузка начала разрушения $L_c$ , Н	Коэффициент упругого восстановления $We$ , %
Ti-Al-N	17,3	21,5	72,2

Результаты исследования образцов с покрытием, осажденных в среде различных азота, показали, что коэффициент упругого восстановления значительно превышает чем у покрытий, синтезированных в среде аргона и достигает 72%, при этом критическая нагрузка начала разрушения составляет порядка 20-22Н.

#### 5.5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СРЕДЕ АЗОТА С ВРАЩЕНИЕМ ВОКРУГ ОСИ РАБОЧЕГО СТОЛА.

Образцы с покрытием, синтезированные в среде азота при различных технологических параметрах, взвешивали на лабораторных весах с точностью до 6 знаков после запятой до и после проведения трибологических испытаний. По результатам измерений были рассчитаны изменение массы образцов (массу удаленного материала) и износостойкость покрытий. На основе результатов были построены зависимости убыли массы от количества слоев и пространственного

расположения в вакуумной камере. На рисунке 5.7 представлены результаты испытаний образцов на износ.

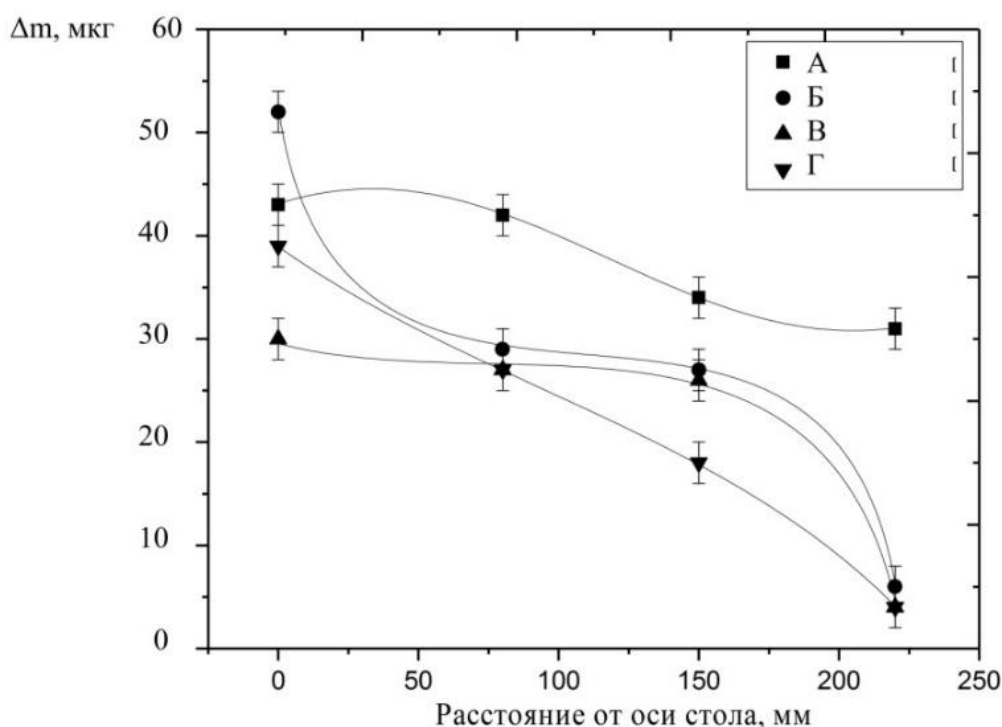


Рисунок 5.7 – Убыль массы покрытий, синтезированных в среде азота, после проведения испытаний на износ: А) 120 слоев, Б) 360 слоев, В) 840 слоев, Г) 1680 слоев

Из графиков видно, что у образцов, расположенных на расстояние 220 мм, убыль массы покрытия имеет наименьшее значение. Таким образом, установлено, что с увеличением количества слоев от 120 до 1680 износостойкость образцов с покрытием на основе «ИнСиТА», полученных в среде азота, возрастает в 5-6 раз.

На рис. 5.8–5.11 показаны графики коэффициентов трения образцов с покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al-N. У всех образцов средние значения коэффициента трения находятся в пределах 0,6–0,8.

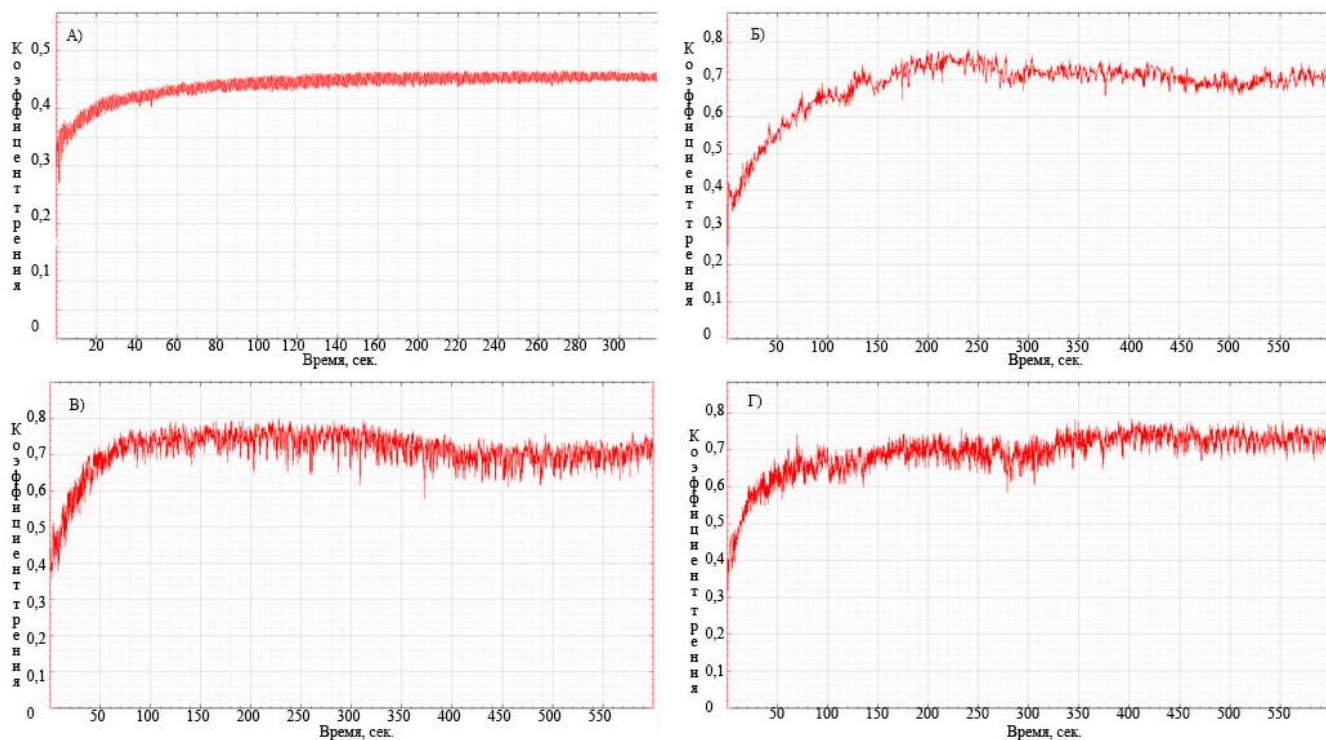


Рисунок 5.8 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированным в среде азота (120 нанослоев). Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=8 см; в) R=15 см; г) R=22

см

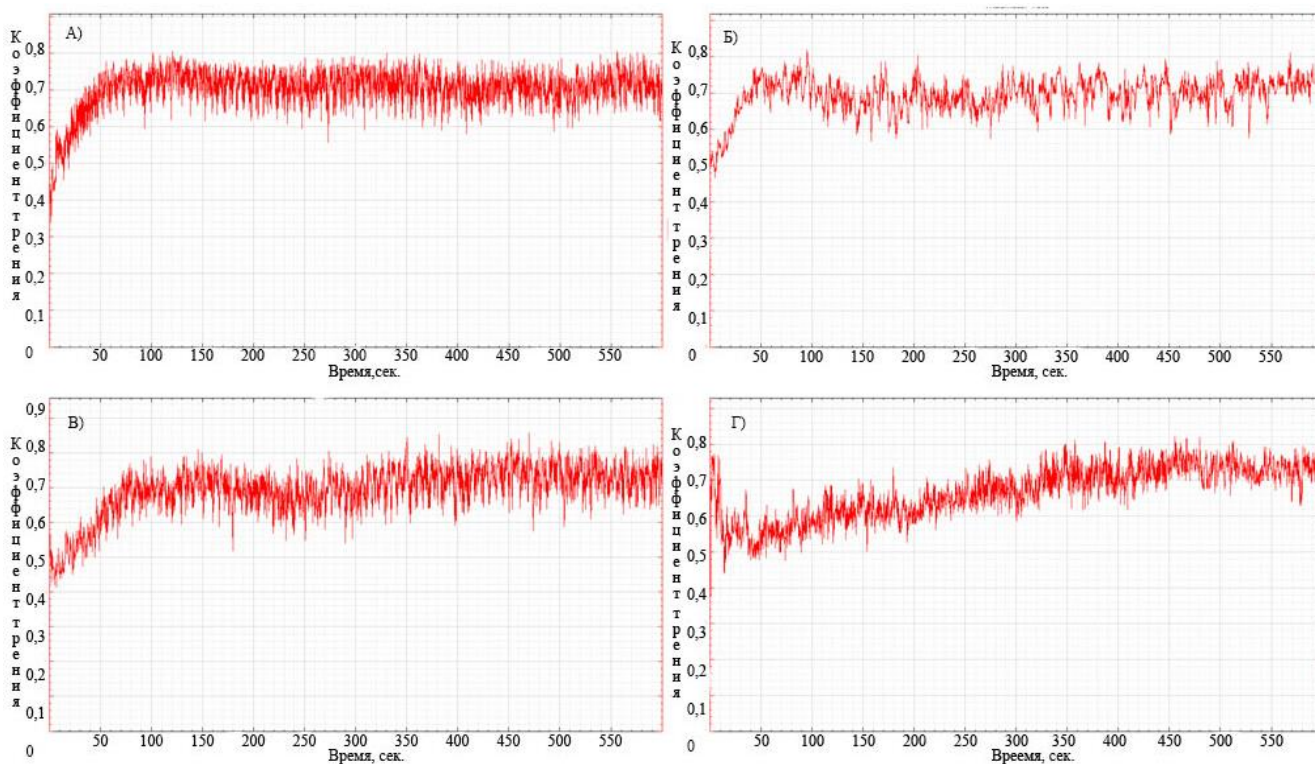


Рисунок 5.9 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированным в среде азота (360 нанослоев) при осаждении в среде азота. Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=8 см; в) R=15 см; г) R=22 см



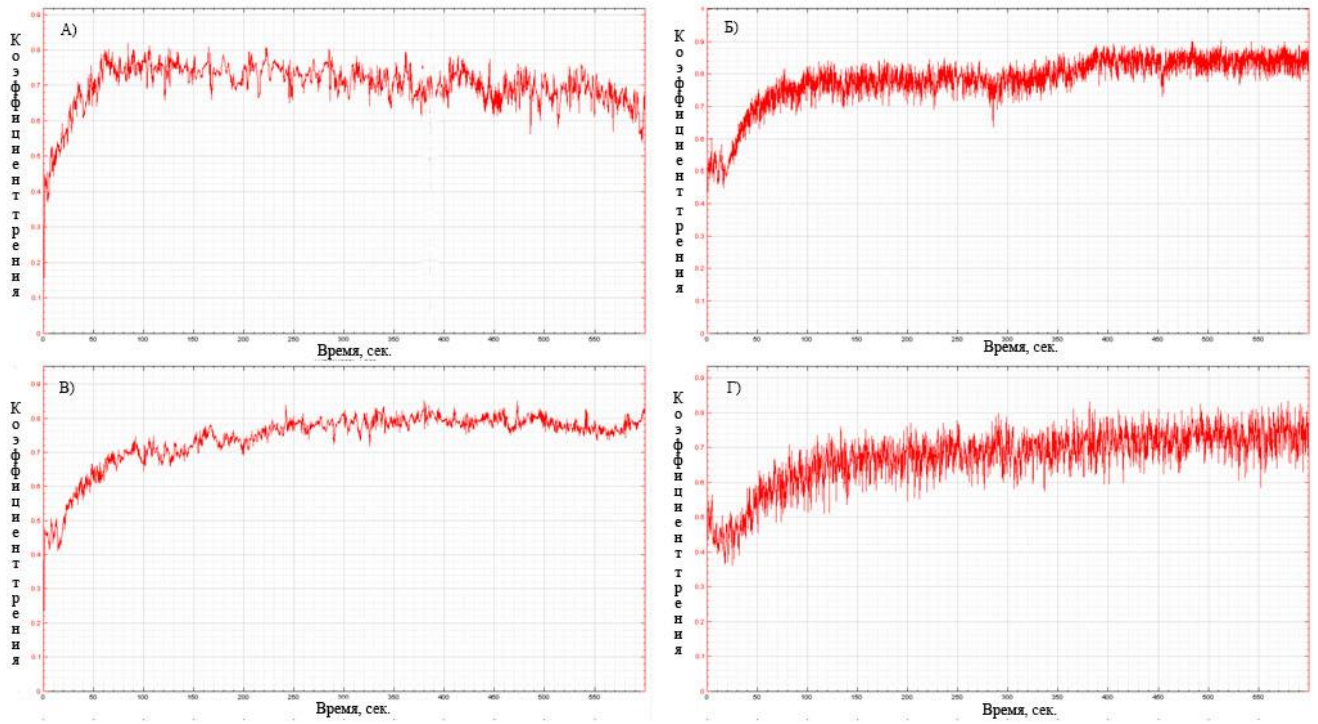


Рисунок 5.10 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированным в среде азота (840 нанослоев) при осаждении в среде азота. Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=8 см; в) R=15 см; г) R=22 см

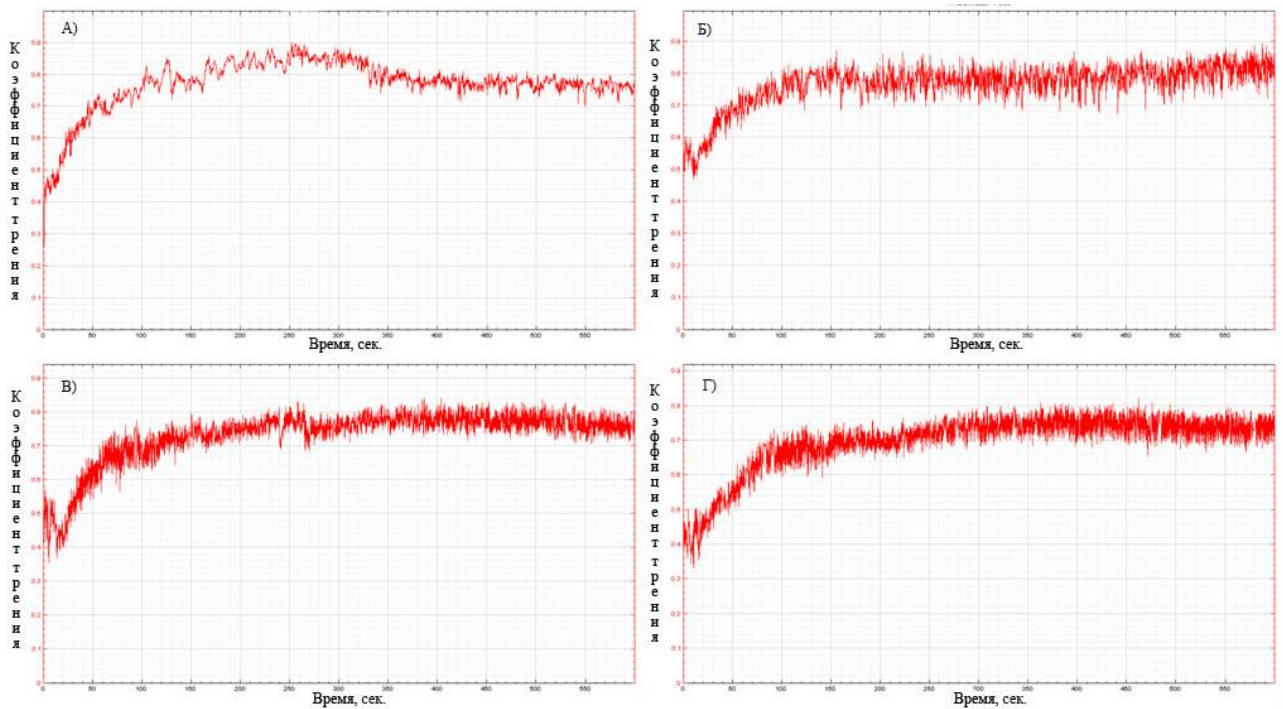


Рисунок 5.10 – Коэффициенты трения образцов с покрытием, синтезированным в среде азота (1680 нанослоев) при осаждении в среде азота. Расположения образцов от оси стола: а) Центр; б) R=8 см; в) R=15 см; г) R=22 см

На основе проведенных исследований покрытий, синтезированных в среде азота (рисунки 5.8–5.10) установлено, что коэффициенты трения образцов с покрытием на основе «ИнСиТА» с различным количеством слоев от 120 до 1680 имеют примерно одинаковые значение равное 0,5. Однако длительность сопротивления покрытия износу различна и увеличивается с ростом количества слоев. По экспериментальным результатам были разработаны новые способы получения износостойких покрытий с разным свойствами и получены патенты (Приложения В, Г, Д, Е)

#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5

1. На основе результатов рентгеноструктурного анализа установлено, что при одновременном осаждении покрытия из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащенными однокомпонентными катодами из Ti и Al, в среде реакционного газа азота, в формируемой покрытии образуются не только нитриды титана и алюминия, но также интерметаллидные соединения TiAl, Ti<sub>3</sub>Al.
2. В ходе экспериментальных исследований механических свойств установлено, что микротвердость покрытий, синтезированных в среде азота, возрастает от 1700 до 3700 HV<sub>0,05</sub> при увеличении количества слоев от 120 до 1680 (и уменьшении толщины нанослоев до 5нм). Это связано с увеличением содержания высокотвердых фаз в покрытии (нитридов и интерметаллидов титана и алюминия).
3. В ходе трибологических исследований установлено, что с уменьшением толщины нанослоев (до 5нм) покрытий, синтезированных в среде азота, износостойкость увеличивается в 6 раз. При этом коэффициент трения с изменением количества и толщины слоев остается примерно одинаковой и составляет 0,7-0,8.

## Глава 6. ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ «ИНСИТА» С РАЗЛИЧНОЙ АРХИТЕКТУРОЙ С СИНТЕЗИРОВАННЫМИ В СРЕДЕ АЗОТА ИЛИ АРГОНА

В результате проведенных исследований получены закономерности формирования интерметаллидных покрытий системы Ti-Al синтезированные в среде инертного газа аргона и реакционного газа азота с толщинами нанослоев от 5 до 50 нм. Получены зависимости изменения микротвердости, износостойкости, фазового состава покрытий в зависимости от толщины нанослоев – формируемых за 1 оборот рабочего стола. С помощью исследований покрытий на просвечивающем электронном микроскопе, доказана формирование нанослоистой структуры при вращении образцов в камере вокруг оси стола. С помощью рентгеноструктурного анализа, доказаны формирование интерметаллидных фаз при осаждении, как в среде аргона, так и в среде азота [158, 159, 161, 163].

Следующим этапом, были рассмотрены многослойные покрытия с чередующимися **макрослоями** (*слои, сформированные за одну смену газа*) TiAl/TiAlN. Данный этап был разделен на два подэтапа. На первом определялось наилучшее соотношение  $S$  толщины нитридного макрослоя ( $h_{Ti-Al-N}$ ) к макрослою осажденного в среде аргона ( $h_{Ti-Al}$ ). После проводились лабораторные исследования физико-механических свойств покрытий с разным значением величины  $S$  ( $S \gg 1$ ,  $S = 1$ ,  $S \ll 1$ ) и производственные испытания концевых фрез с данными покрытиями. По результатам проведенных испытаний определили оптимальное значение  $S$ , обеспечивающее наибольшее значение стойкости инструмента. Следующим подэтапом проводились исследования для определения значения толщины макрослоев ( $h_{Ti-Al-N}$ ) и ( $h_{Ti-Al}$ ), обеспечивающих наибольшие механические и эксплуатационные свойства разрабатываемых покрытий.

Таблица 6.1 Коды образцов и описание условий осаждения покрытий

№	Код образцов	Описание
1	ML1	Осаждение 3-слойных покрытий с чередующимися слоями Ti-TiAl-TiAlN
2	ML2	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N, при этом $S \gg 1$
3	ML3	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N, при этом $S \ll 1$
4	ML4	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N, при этом $S=1$
5	ML4.1	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N при $S=1$ ( $h_{Ti-Al-N}=h_{Ti-Al}=0,5$ мкм)
6	ML4.2	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N при $S=1$ ( $h_{Ti-Al-N}=h_{Ti-Al}=0,3$ мкм)
7	ML4.3	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N при $S=1$ ( $h_{Ti-Al-N}=h_{Ti-Al}=0,1$ мкм)
8	ML4.4	Осаждение многослойных покрытия с чередованием слоев Ti-AL/ Ti-Al-N при $S=1$ ( $h_{Ti-Al-N}=h_{Ti-Al}=0,05.- 0,5$ мкм)

Схематическое отображение структуры многослойных покрытий представлено на рисунке 6.1.

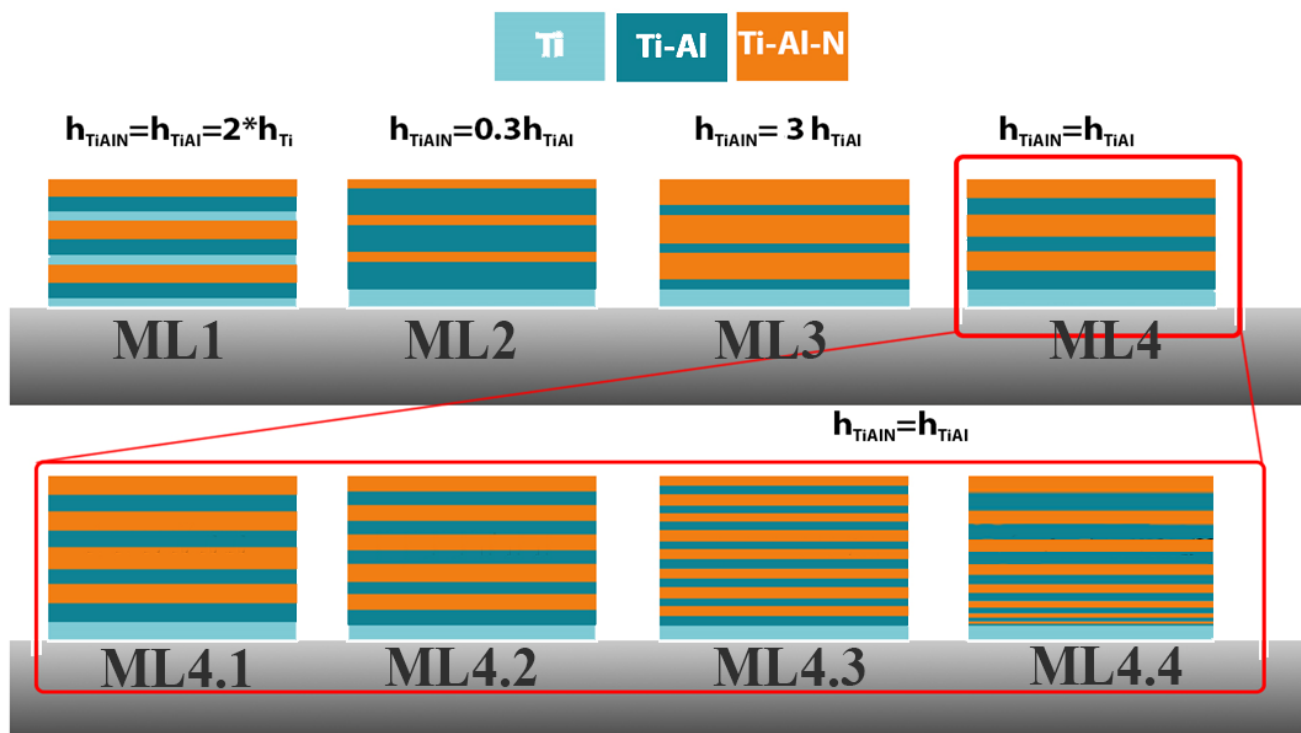


Рисунок 6.1 – Архитектура исследуемых многослойных интерметаллидных покрытий системы Ti-Al

### 6.1 ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ «ИНСИТА» С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ

Покрытия наносили, изменяя параметр  $S$  (соотношение толщины чередующихся макрослоев). Первая технология заключается в осаждении 3-слойных покрытий с чередующимися слоями Ti-TiAl-TiAlN ( $h_{\text{TiAlN}}=1.5 * h_{\text{TiAl}}=3 * h_{\text{Ti}}$ ), 2 – 4 технология - это чередование слоев TiAl-TiAlN с разным соотношением толщины ( $h_{\text{TiAlN}}=0.3 * h_{\text{TiAl}}$ ,  $h_{\text{TiAlN}}=1.5 * h_{\text{TiAl}}$ ,  $h_{\text{TiAlN}}=h_{\text{TiAl}}$ ).

#### 6.1.1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ

На первом этапе определялись толщины покрытий, осажденные по технологиям ML1, ML2, ML3, ML4 с помощью прибора CSM Calotest по результатам измерения параметров лунок (рисунок 6.2-6.5).

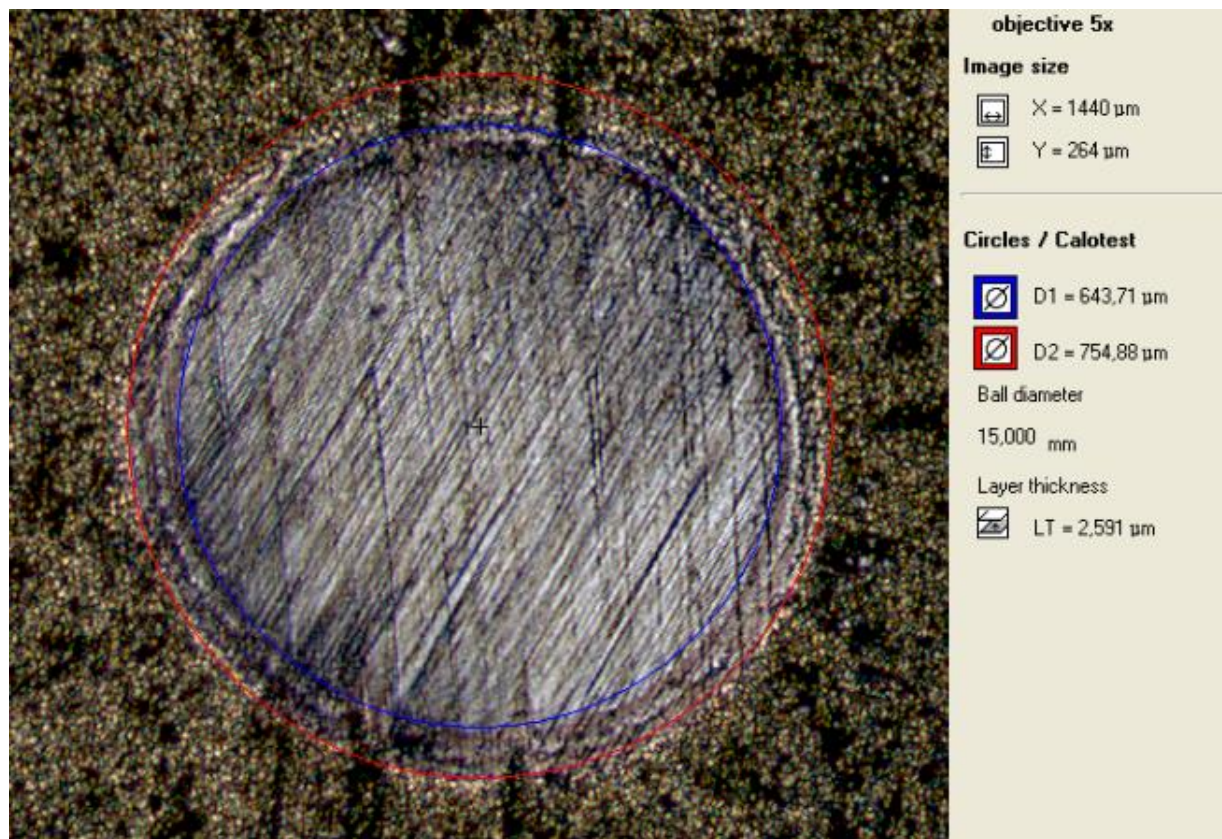


Рисунок 6.2 – оптическая фотография сферической лунки на образце обработанной по технологии ML1.

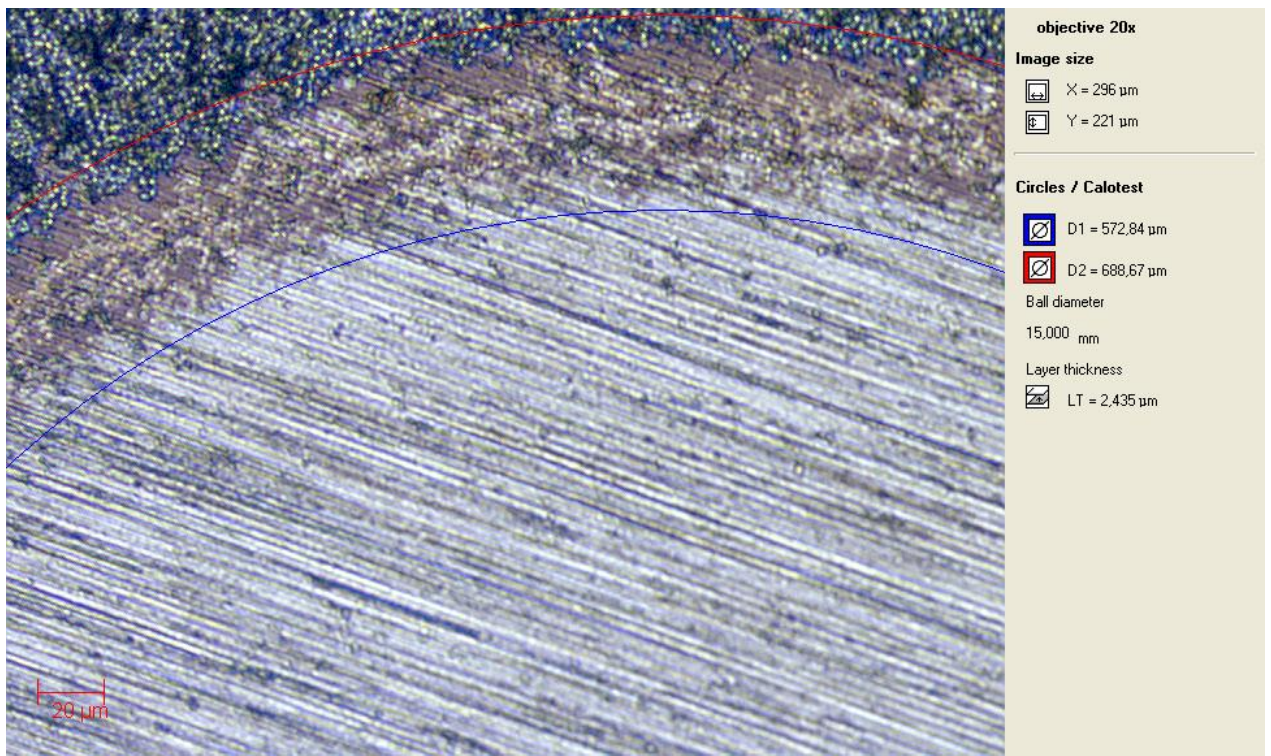


Рисунок 6.3 – оптическая фотография сферической лунки на образце обработанной по технологии ML2.

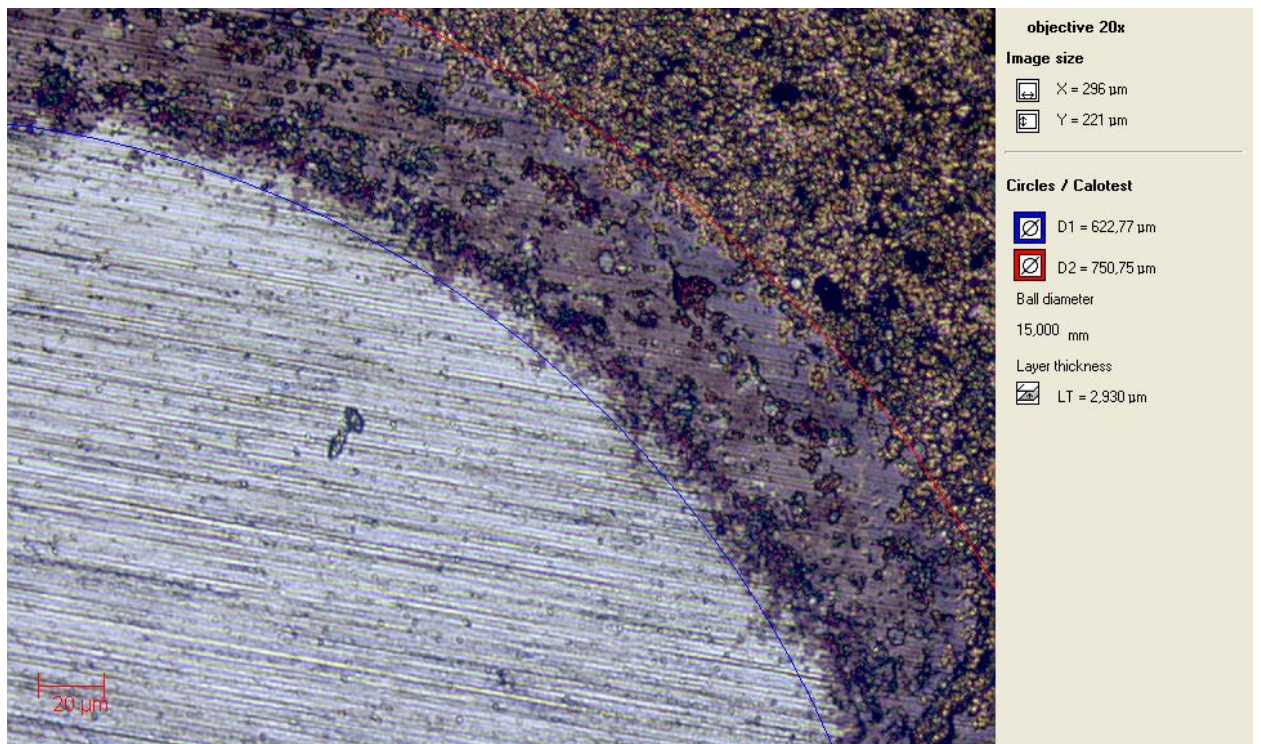


Рисунок 6.4 – оптическая фотография сферической лунки на образце обработанной по технологии ML3.

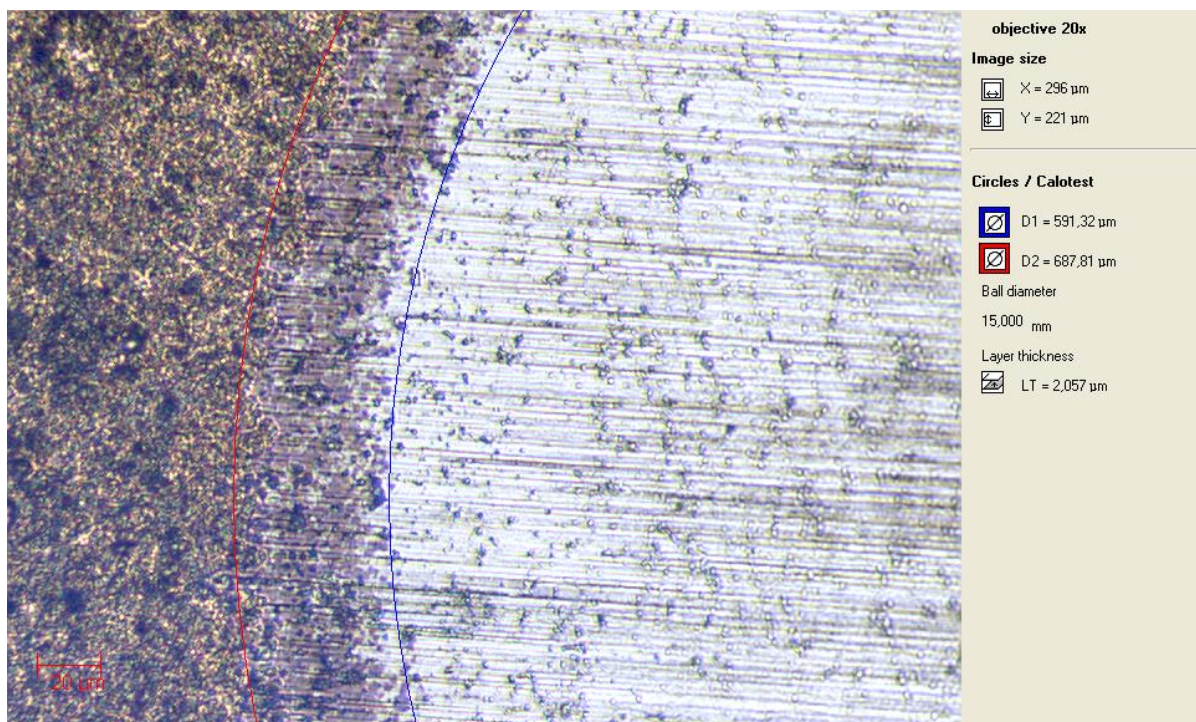


Рисунок 6.5 – оптическая фотография сферической лунки на образце обработанной по технологии ML4.

Толщины многослойных покрытий на основе «ИнСиТА» с различной архитектурой находились в диапазоне значений 2,3- 2,6 мкм. На оптических фотографиях сферических лунок отчетливо заметны чередующиеся слои, при этом светлые слои соответствуют макрослою конденсированной в среде инертного газа, а тёмно-коричневые слои- макрослою конденсированной в среде реакционного газа азота [152, 160].

#### 6.1.2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ «ИНСИТА» С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ

На растровом электронном микроскопе проводились исследования структур интерметаллидных многослойных покрытий с архитектурой TiAl/TiAlN с различным соотношением толщины макрослоев, а также с помощью приставки энергодисперсионного анализа исследовались содержания химических элементов по глююине на наклонных шлифах.



Структура образцов с покрытием с соотношением толщины макрослоев  $S > 1$  (ML1) приведена на рисунке 6.6.

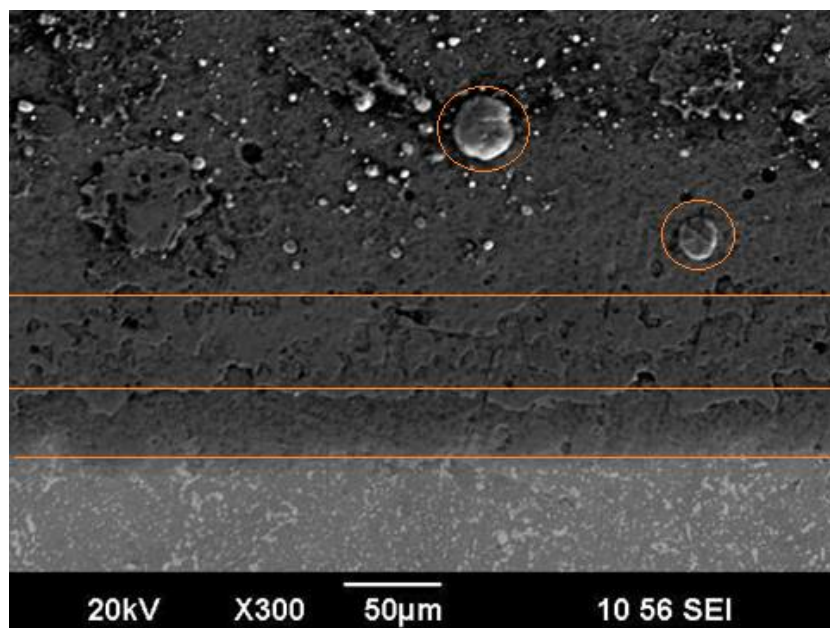


Рисунок 6.6 – Рэм изображение микроструктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S > 1$

На микроструктуре образца с покрытием, полученного по данной технологии границы между основой и однородным слоем титана малозаметны. Так же размыты границы между менее твердым интерметаллидным макрослоем (осажденным в среде аргона) и твердыми нитридными слоями.

Структура образцов с покрытием с соотношением толщины макрослоев  $S \gg 1$  (ML2) приведена на рисунке 6.7.

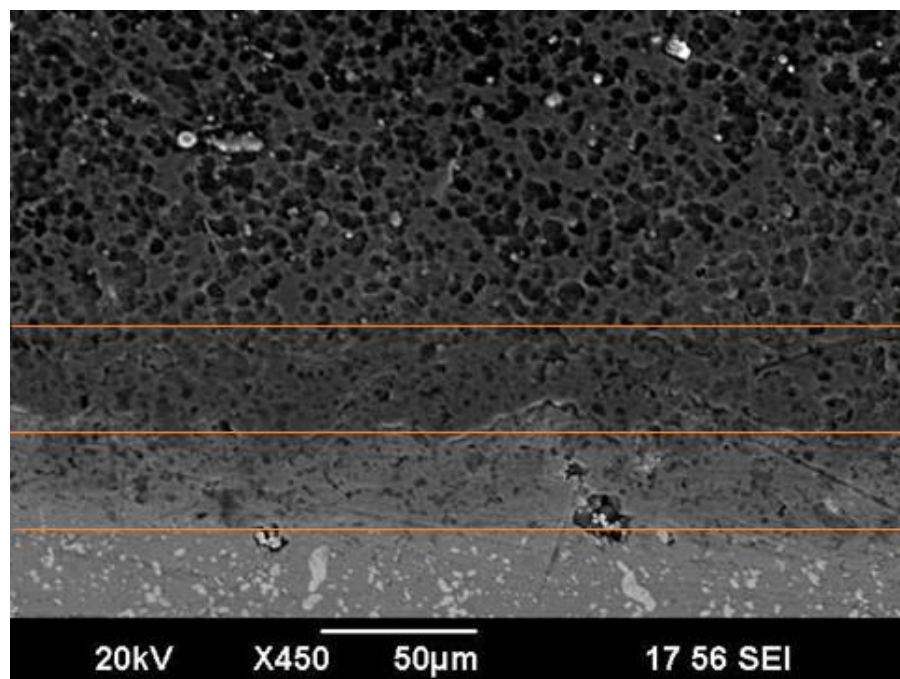


Рисунок 6.7 – Рэм изображение микротруктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S \gg 1$

На микроструктуре образца с покрытием, полученного по технологии ML4 отчетливо видны границы между основой и адгезионным подслоем титана. Отчетливо заметны границы между менее твердыми интерметаллидным макрослоем (Ti-Al) и твердыми нитридными слоями (Ti-Al-N). Также на микроструктуре видны макрокапельные включения на поверхности образцов.

Структура образцов с покрытием с соотношением толщины макрослоев  $S \gg 1$  (ML3) приведена на рисунке 6.8.

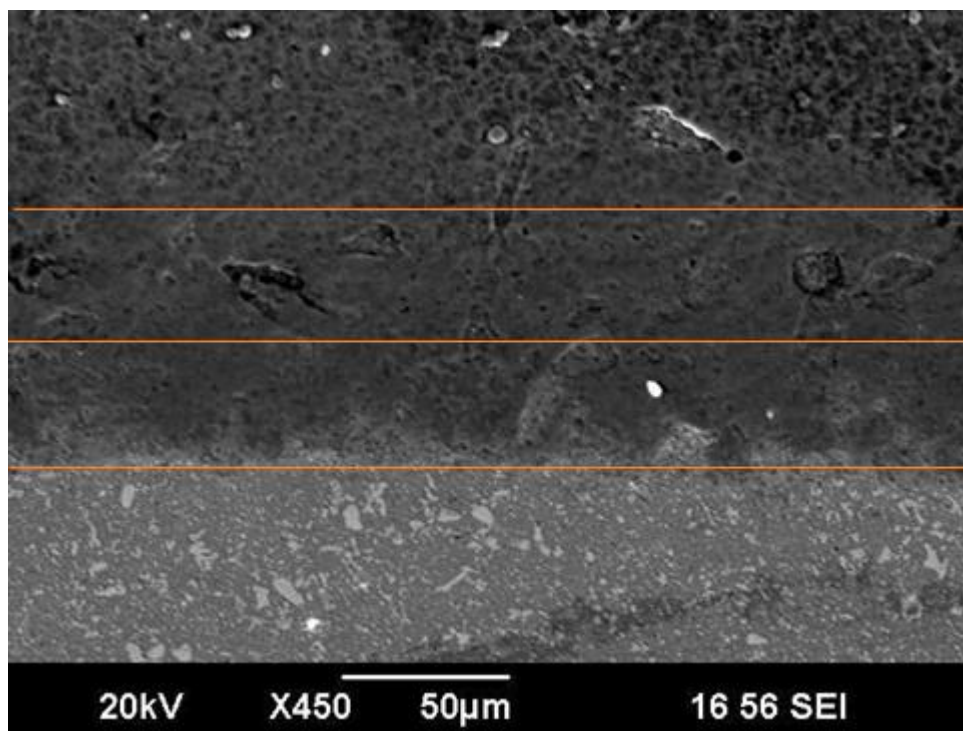


Рисунок 6.8 – Рэм изображение микротруктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S \ll 1$

На микроструктуре образца с покрытием, полученного по технологии ML3 с  $S \ll 1$  (рис. 6.3), между адгезионным 2 и 3 интерметаллидным слоем наблюдается сплошная поверхность с редкими порами и практически отсутствует явная граница между ними. Нитридный слой 4 имеет небольшую пористость ближе к поверхности покрытия.

Структура образцов с покрытием с соотношением толщины макрослоев  $S \gg 1$  (ML4) приведена на рисунке 6.9.

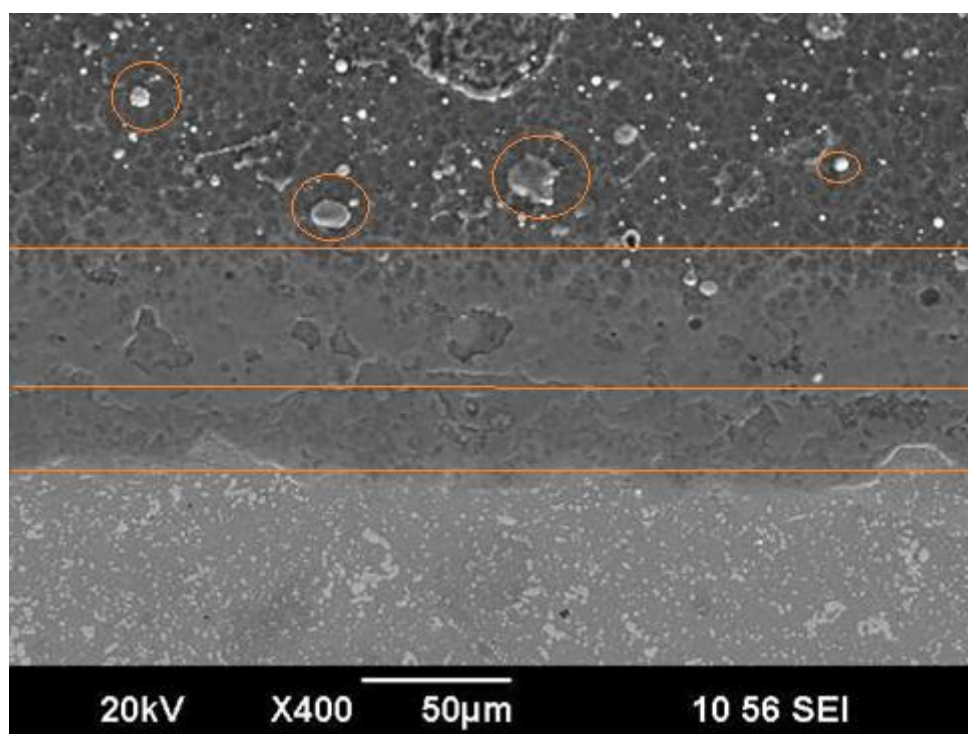


Рисунок 6.9 – Рэм изображение микротруктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S=1$

На микроструктуре образца с покрытием, полученного по технологии ML4 при  $S=1$ , отчетливо видны границы между основой и адгезионным подслоем титана. Так же отчетливо заметны границы между интерметаллидными макрослоями (TiAl) и твердыми нитридными макрослоями (Ti-Al-N). На микроструктуре отмечены частицы макрокапельной фазы.

На основе проведенных исследований, установлено, что на микроструктуре образца с покрытием, полученным по технологии ML1 отчетливо заметно границы между твердыми нитридными слоями (Ti-Al-N) и более мягкими интерметаллидными слоями (Ti-Al). Аналогичные резкие границы наблюдается и на микроструктуре образцов полученных по технологии ML4 (рис. 6.9). На микроструктуре образцов обработанных по технологии ML2, в котором толщины нитридных слоев в три раза превышают более мягкие интерметаллидные слои, наблюдается сплошная поверхность с редкими порами небольших размером и практически отсутствует явная граница между слоями. Микроструктура образцов полученных по технологии ML3 незначительно отличается от предыдущей, так как

эта технология отличается лишь соотношением толщин слоев. Также с помощью энергодисперсионной приставки к РЭМ определяли изменения химического состава по глубина для образцов с покрытиями разной толщиной макрослоев (рисунки 6.10-6.14). Об отличии архитектуры покрытий, полученных по различным технологиям, свидетельствует результаты анализа химического состава поверхности образцов по глубине (таблицы 6.2 – 6.5).

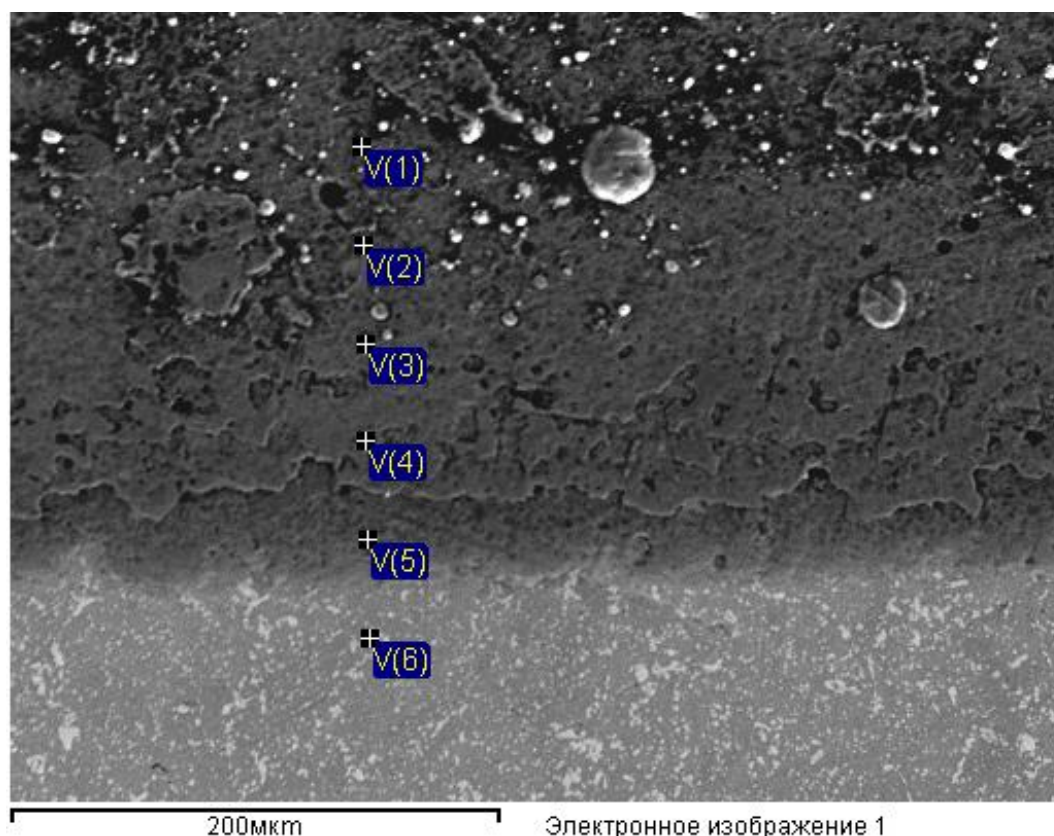


Рис. 6.10 – Изображение микротрунктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S > 1$  с обозначением точек съемки химического состава

Таблица 6.2 Химический состав покрытия TiAl/TiAlN полученный по технологии ML1.

Параметры обработки: выполнен анализ всех элементов (Нормализован) Все результаты в весовых %									
Точки измерения хим.состава	В стат.	N	Al	Ti	V	Cr	Fe	W	Итог
V(1)	Да	11.24	18.64	68.29	0.24	0.00	1.01	0.58	100.00
V(2)	Да	9.75	14.84	73.35	0.24	0.00	1.29	0.53	100.00

V(3)	Да	11.28	11.48	76.02	0.00	0.00	1.00	0.22	100.00
V(4)	Да	6.23	19.46	72.16	0.00	0.00	1.87	0.29	100.00
V(5)	Да	15.65	16.31	47.39	0.46	1.02	15.86	3.31	100.00
V(6)	Да	0.00	0.00	0.00	0.76	4.46	88.42	6.36	100.00
Среднее		9.03	13.45	56.20	0.28	0.91	18.24	1.88	100.00
Станд. отклонение		5.36	7.18	29.41	0.29	1.78	34.87	2.49	
Макс.		15.65	19.46	76.02	0.76	4.46	88.42	6.36	
Мин.		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.22	

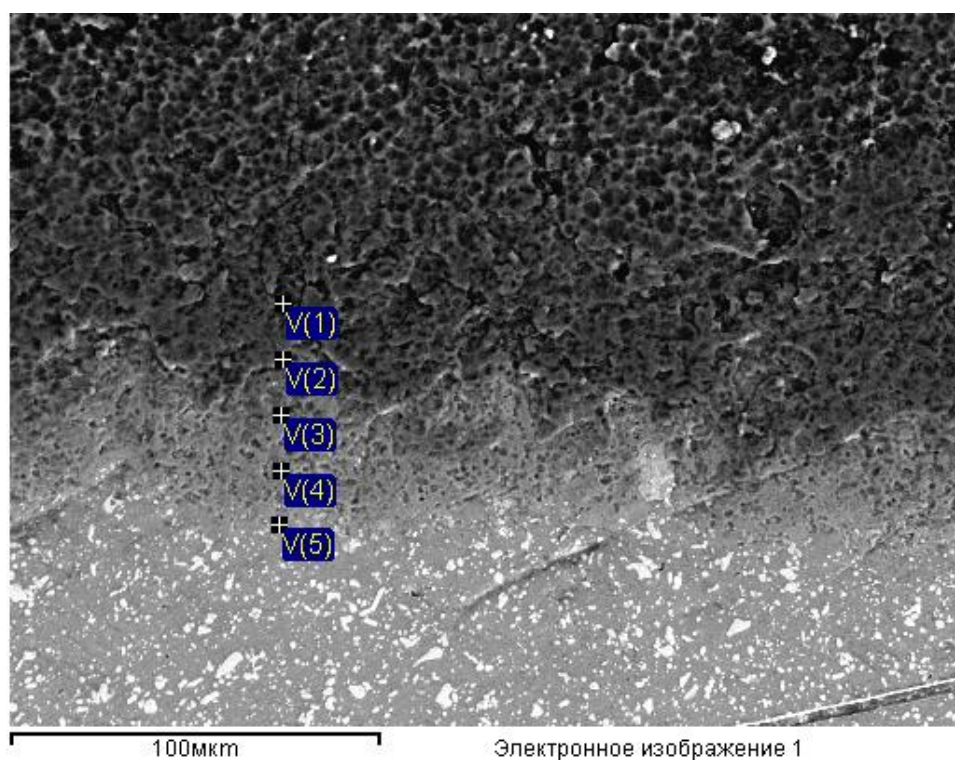


Рис. 6.11 – Изображение микроструктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S \gg 1$  с обозначением точек съемки химического состава

Таблица 6.3 Химический состав покрытия TiAl/TiAlN полученный по технологии ML2

Параметры обработки: выполнен анализ всех элементов (Нормализован)									
Все результаты в весовых %									
Точки измерения хим.состава	В стат.	N	Al	Ti	V	Cr	Fe	W	Итого
V(1)	Да	15.72	22.69	54.72	0.00	0.40	4.35	2.12	100.00
V(2)	Да	16.48	13.17	26.65	0.44	2.08	38.47	2.71	100.00
V(3)	Да	14.10	9.35	15.36	0.81	2.81	49.92	7.66	100.00
V(4)	Да	1.70	1.56	9.80	0.86	4.34	77.10	4.63	100.00
V(5)	Да	2.08	1.31	1.35	0.80	4.03	83.20	7.23	100.00
Среднее		10.01	9.62	21.58	0.58	2.73	50.61	4.87	100.00
Станд. отклонение		7.47	8.91	20.68	0.37	1.59	31.82	2.53	
Макс.		16.48	22.69	54.72	0.86	4.34	83.20	7.66	
Мин.		1.70	1.31	1.35	0.00	0.40	4.35	2.12	

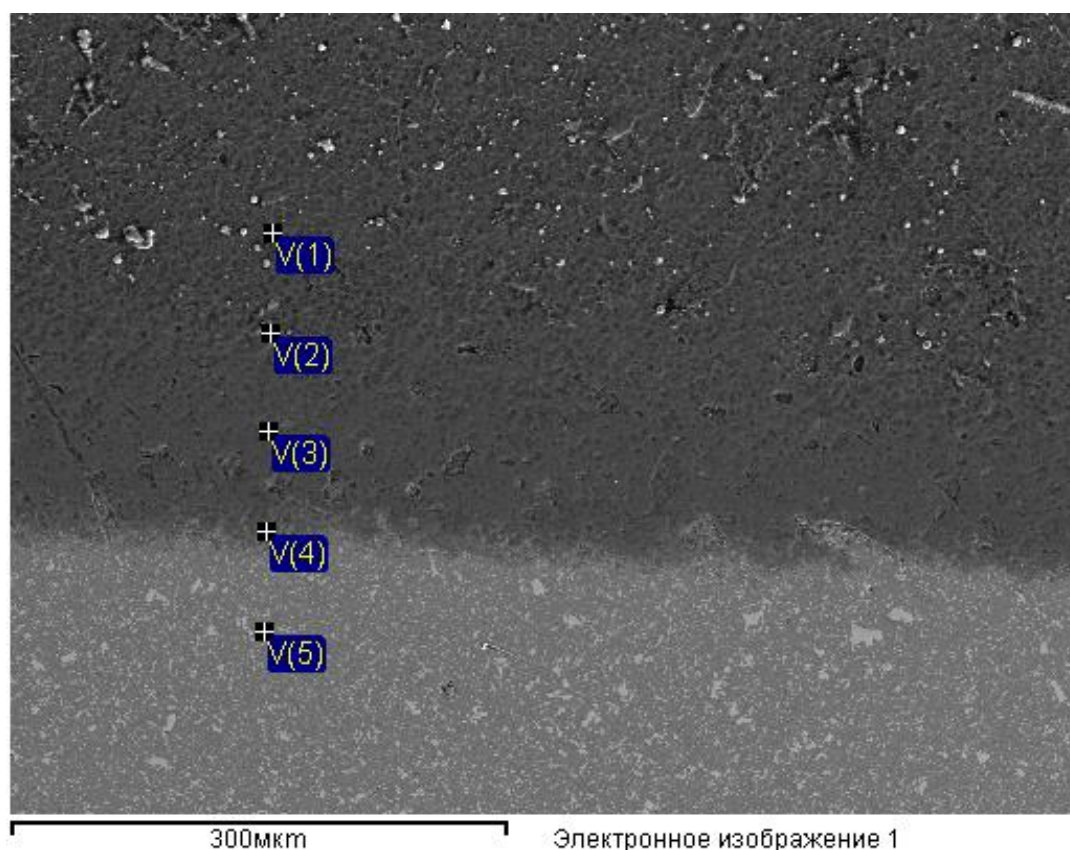


Рис. 6.12 – Изображение микроструктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев  $S \ll 1$  с обозначением точек съемки химического состава

Таблица 6.4 Химический состав покрытия TiAl/TiAlN полученный по технологии ML3

Параметры обработки: выполнен анализ всех элементов (Нормализован) Все результаты в весовых %									
Точки измерения хим.состава	В стат.	N	Al	Ti	V	Cr	Fe	W	Итого
V(1)	Да	16.16	17.99	55.45	0.30	0.73	8.16	1.21	100.00
V(2)	Да	16.89	21.55	56.86	0.00	0.27	3.88	0.56	100.00
V(3)	Да	15.11	19.03	54.09	0.25	0.59	9.93	1.00	100.00
V(4)	Да	18.81	15.42	31.76	0.41	1.69	23.78	8.12	100.00
V(5)	Да	0.00	0.13	0.00	0.85	4.06	89.11	5.85	100.00
Среднее		13.39	14.83	39.63	0.36	1.47	26.97	3.35	100.00
Станд. отклонение		7.61	8.50	24.44	0.31	1.54	35.53	3.42	
Макс.		18.81	21.55	56.86	0.85	4.06	89.11	8.12	
Мин.		0.00	0.13	0.00	0.00	0.27	3.88	0.56	



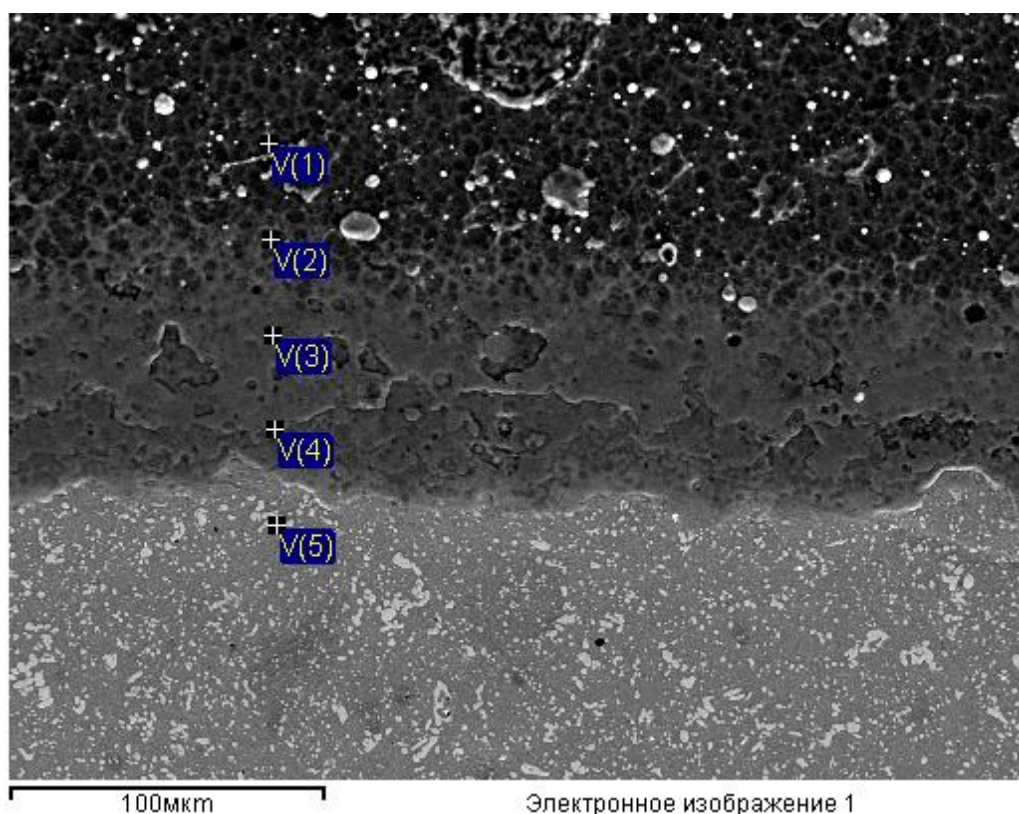


Рисунок 6.13 – Изображение микроструктуры образца с покрытием TiAl/TiAlN с соотношением толщины макрослоев S=1 с обозначением точек съемки химического состава.

Таблица 6.5 Химический состав покрытия TiAl/TiAlN полученный по технологии ML4

Параметры обработки: выполнен анализ всех элементов (Нормализован)									
Все результаты в весовых %									
Точки измерения хим.состава	В стат.	N	Al	Ti	V	Cr	Fe	W	Итог
V(1)	Да	14.27	21.13	62.90	0.34	0.00	0.88	0.48	100.00
V(2)	Да	17.68	20.44	60.46	0.00	0.00	0.93	0.48	100.00
V(3)	Да	17.27	21.65	59.64	0.24	0.00	0.88	0.32	100.00
V(4)	Да	16.77	14.84	64.29	0.00	0.27	3.43	0.40	100.00
V(5)	Да	0.00	0.00	0.00	0.93	3.97	73.57	21.52	100.00
Среднее		13.20	15.61	49.46	0.30	0.85	15.94	4.64	100.00
Станд. отклонение		7.50	9.15	27.71	0.38	1.75	32.24	9.44	
Макс.		17.68	21.65	64.29	0.93	3.97	73.57	21.52	
Мин.		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.88	0.32	

На основе энергодисперсионного анализа установлено, что в образцах, вне зависимости от типа технологий (ML1-ML4), процентное содержание Al

находиться в диапазоне от 15 – 20 %, процентное содержание Ti 55 – 65 %, а процентное содержание N от 10 до 20.

### 6.1.3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ

Для определения адгезионной прочности покрытий и коэффициента упругого восстановления образцы обработанные по технологиям ML1-ML4 исследовали на приборе CSM Scratch TEST. Результаты регистрации измерений и оптические фотографии трэка износа приведены на рисунках 6.14-6.17 и в таблице 6.6.

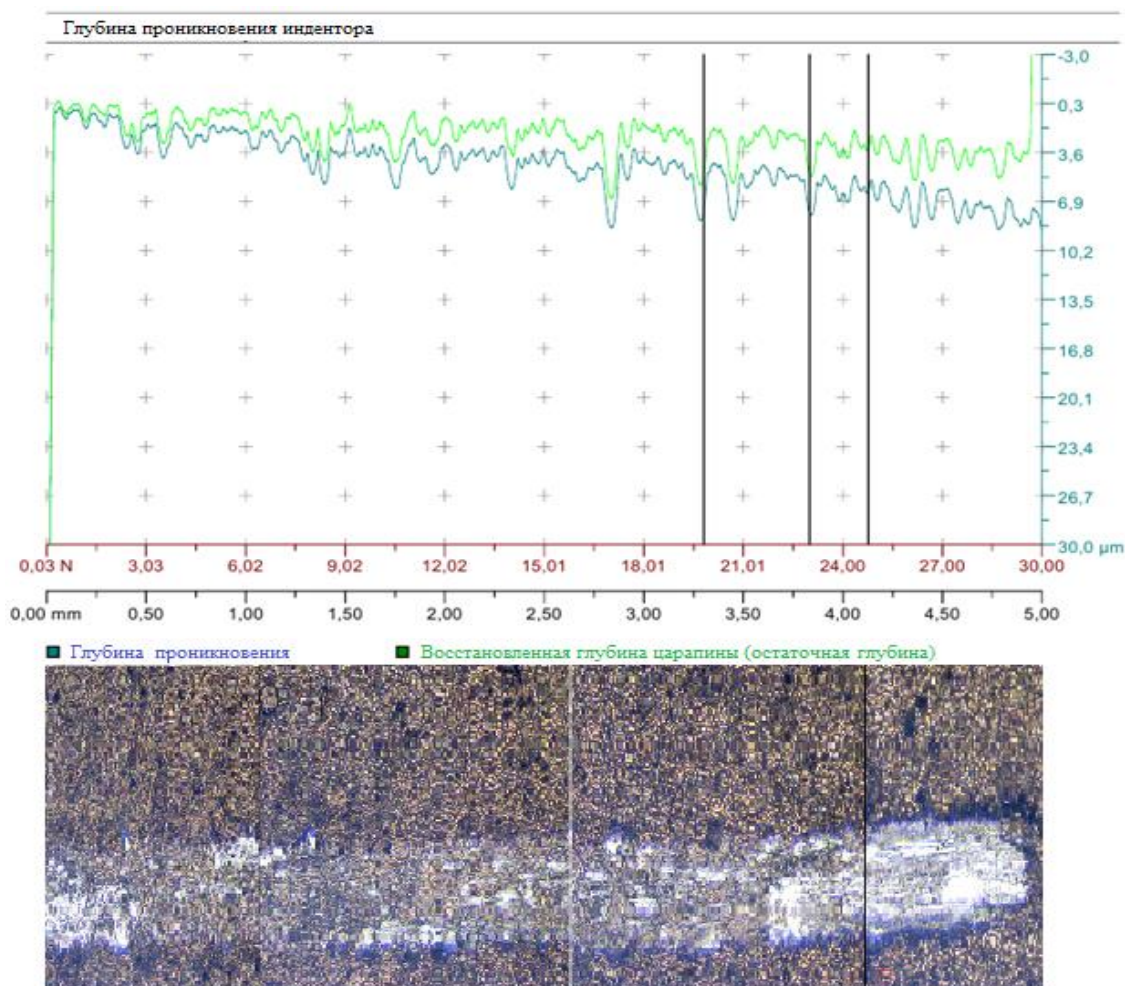


Рисунок 6.14 – Результаты склерометрических испытаний образца полученного по технологии ML1 А) результаты регистрации измерений; Б) оптическая фотография трэка царапания.

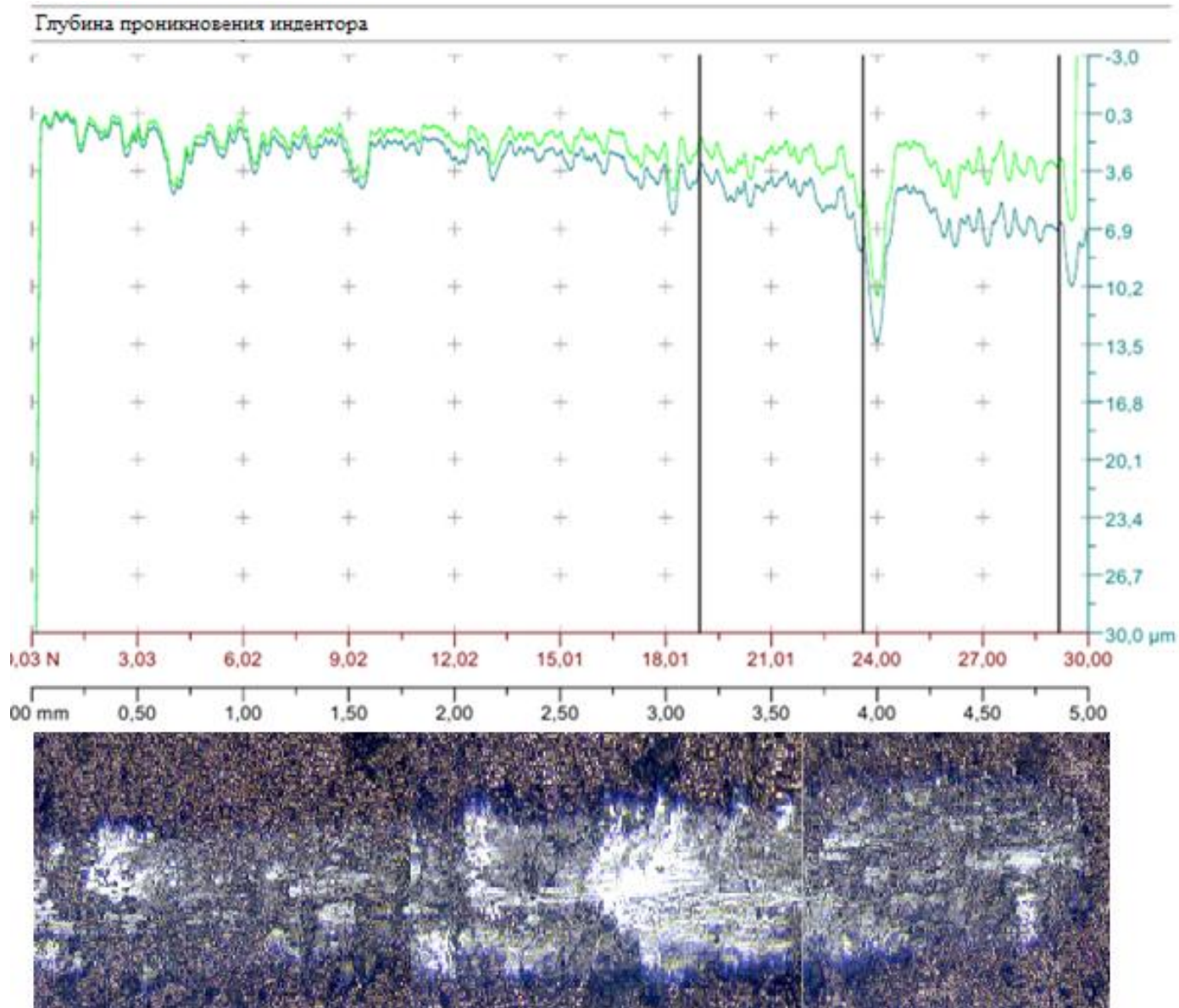


Рисунок 6.15 – Результаты склерометрических испытаний образца полученного по технологии ML2 А) результаты регистрации измерений; Б) оптическая фотография трэка царапания.

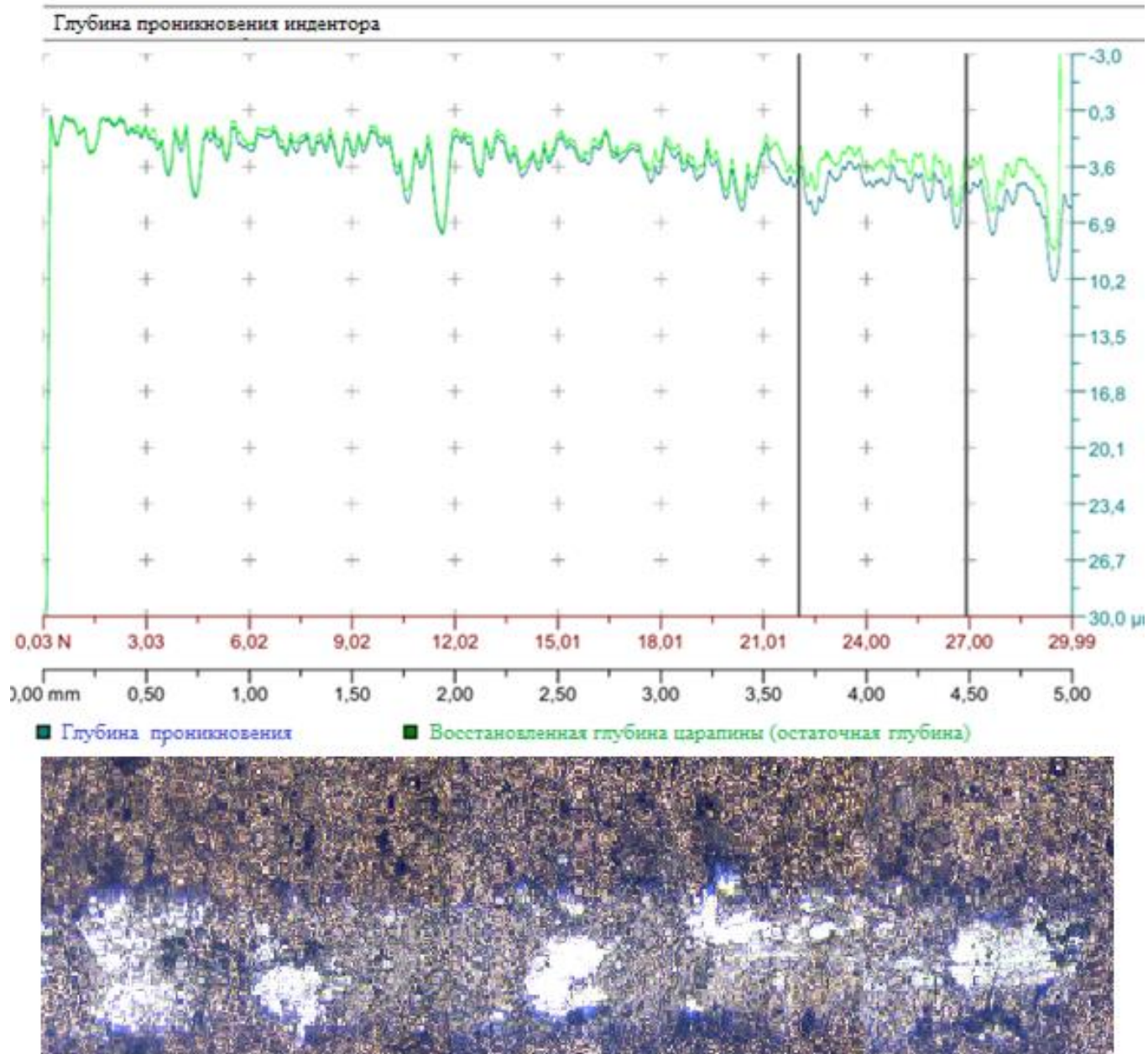


Рисунок 6.16 – Результаты склерометрических испытаний образца полученного по технологии ML3 А) результаты регистрации измерений; Б) оптическая фотография трэка царапания.

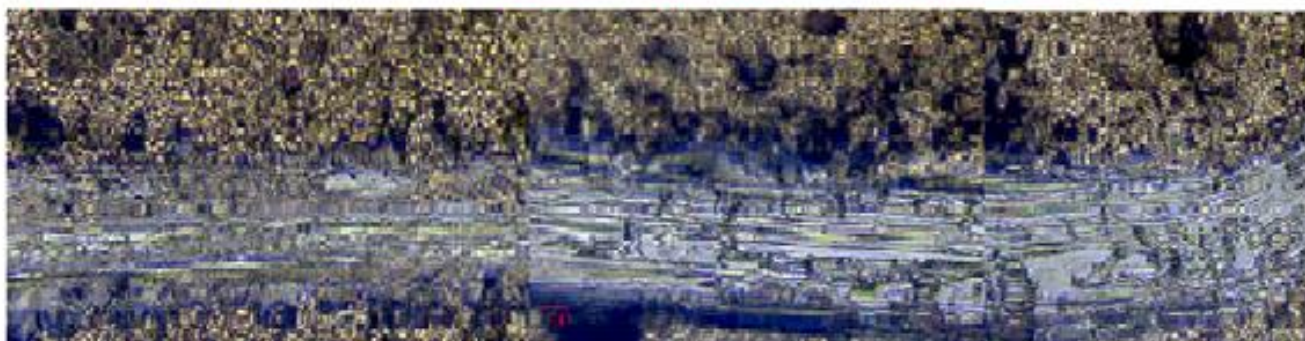
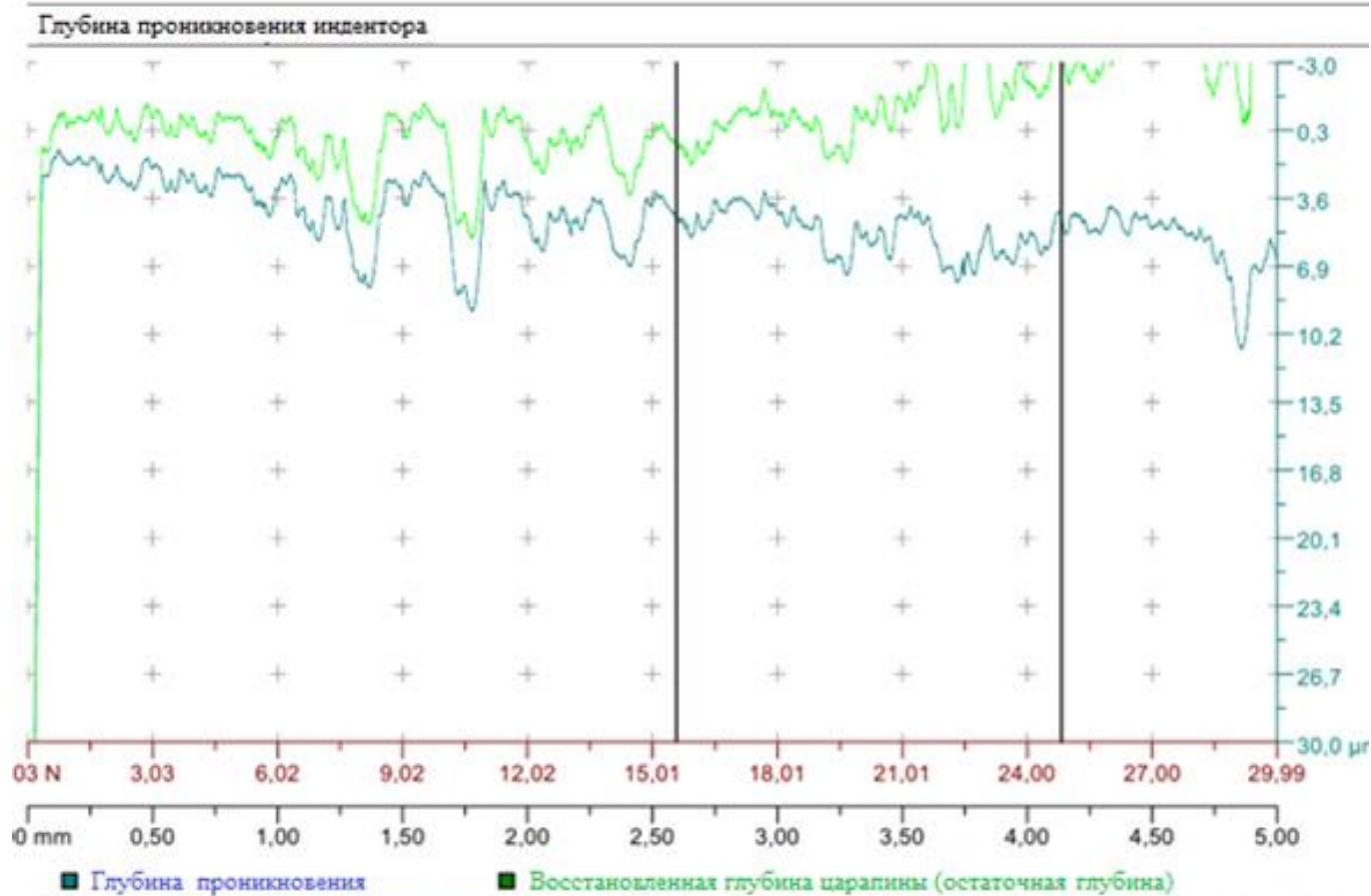


Рисунок 6.17 – Результаты склерометрических испытаний образца полученного по технологии ML4 А) результаты регистрации измерений; Б) оптическая фотография трэка царапания.

Таблица 6.6 Результаты измерения максимальной глубины внедрения  $h_{\max}$ , критической нагрузки  $L_c$  и расчетное значение коэффициента упругого восстановления  $We$

Технология нанесения покрытия (положение относительно потока частиц)	Максимальная глубина внедрения $h_{\max}$ , мкм	Нагрузка начала разрушения (критическая нагрузка), $L_c$ , Н	Коэффициент упругого восстановления $We$ , %
ML1	8	20	70
ML2	8,5	18	50
ML3	8,5	18	72
ML4	5	25	75

Результаты испытаний образцов с покрытиями, полученными по различным технологиям показали, что адгезионная прочность сцепления покрытия с материалом основы хорошая. Однако физико-механические свойства покрытий значительно отличаются друг от друга. Повышенные механические свойства наблюдается у образцов обработанных по технологии ML4, при этом максимальное значение упругого восстановления  $We$  до 75% при минимальной глубине внедрения индентора  $h_{\max}=5$ мкм и максимальное значение критической нагрузки  $L_c = 25$  Н.

#### 6.1.4 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТОЙКОСТИ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ С КОМПОЗИЦИОННЫМИ ПОКРЫТИЯМИ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНЫМ СООТНОШЕНИЕМ ТОЛЩИНЫ МАКРОСЛОЕВ

На данном этапе, для оценки влияния архитектуры покрытий на эксплуатационные свойства МРИ, наряду с лабораторными исследованиями физико-механических свойств, были проведены производственные испытания инструментов с покрытиями обработанными по технологиям ML1-ML4. В инструментальном цехе АО “УАПО” проводились испытания 6-перых фрез с покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti-Al. Испытание фрез осуществлялось на консольно-фрезерном вертикальном станке 6Т12, при скорости вращения шпинделя 100 об/мин, подаче 20 мм/м (рисунок 6.18). Во время производственных испытания, обработке подвергались заготовки из материала Х12М. Во время испытаний МРИ, за 1 проход обрабатывалось припуск 4 мм на глубину 30 мм и длину 190 мм в течение 9 минут.

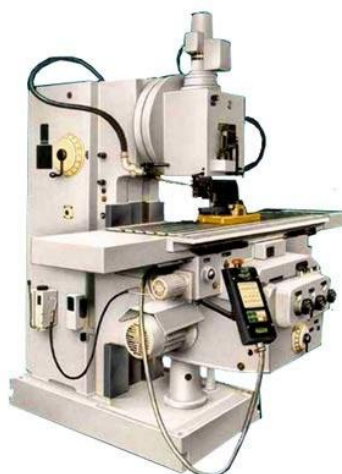


Рисунок 6.18 – Вертикальный консольно-фрезерный станок с крестовым столом 6Т12.

Фотографии МРИ установленные на станок в процессе испытаний представлены на рисунке 6.19.

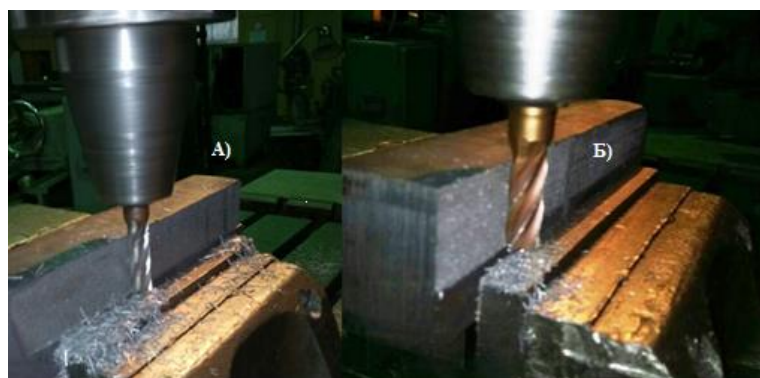


Рисунок 6.19 – Испытания фрезы без покрытия (А) и с покрытием на основе «ИнСиТА» (Б).

Фотографии инструментов, которые подвергались испытаниям представлены на рисунках 6.20-6.24.



Рисунок 6.20 – Фотография фрезы без покрытия после испытания



Рисунок 6.21 – Фотография фрезы с покрытием, нанесенного по технологии ML1, после испытания.





Рисунок 6.22 – Фотография фрезы с покрытием, нанесенного по технологии ML2, после испытания.

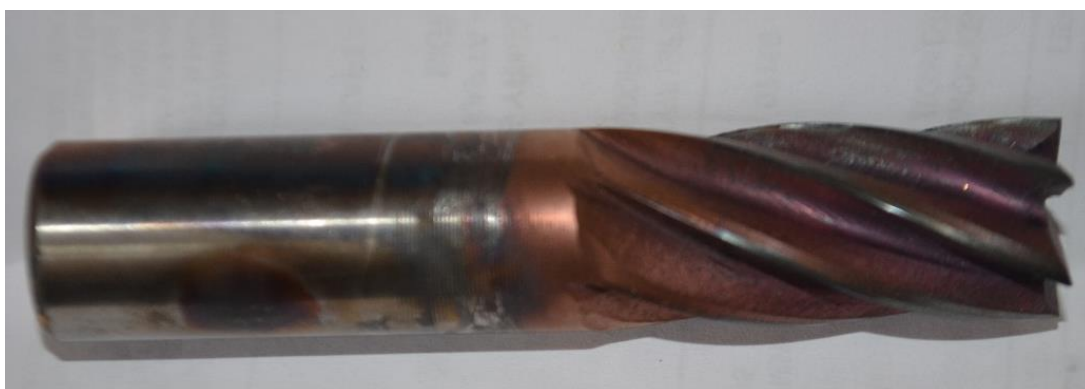


Рисунок 6.23 – Фотография фрезы с покрытием, нанесенного по технологии ML3, после испытания.



Рисунок 6.24 – Фотография фрезы с покрытием, нанесенного по технологии ML1, после испытания.

Критерием стойкости инструмента служило образование фаски износа, превышающей 0.5 мм. Производственные испытания показали, что фреза с покрытием, нанесенного по технологии ML1 отработал 8 проходов (72 минуты, 13680 мм). Фрезы с покрытием, нанесенные по технологиям ML2 и ML3, до

превышения критерии износа, отработали одинаковое количество проходов - 7 (63 минуты, 11970 мм). Лучший результат в данных испытаниях показала фреза, обработанная по технологии ML4, при этом количество проходов составило 10 (90 минут, 19000 мм). Фрезы без покрытия отработали всего 5 проходов (45 минут, 9500мм). Таким образом, нанесение покрытий на основе «ИнСиТа» с одинаковым соотношением толщины макрослоев, позволило увеличить ресурс концевой фрезы в 2 раза по сравнению с инструментом без покрытия.

## 6.2 ИССЛЕДОВАНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ВАКУУМНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ

Многослойное композиционное покрытие, включающее в себя чередующиеся тонкие слои переменной твердости, чрезвычайно эффективно останавливают развитие микротрещин, вследствие создания протяженных полей сжатия (твердые слои, чередующиеся с более мягкими) и барьера на пути ее движения (мягкие тонкие слои). На основе предыдущих результатов, установлено, что наиболее эффективно повышают физико-механические и эксплуатационные свойства инструмента покрытия на основе «ИнСиТа» с архитектурой, в которой толщины макрослоев осажденных в среде аргона и макрослоев осажденных в среде азота будет одинаковая [153, 154, 156].

На данном этапе проводились исследования покрытий, в котором изменяется толщины макрослоев от 50 до 500нм, при этом толщины нанослоев остаются постоянными равной ~5нм. Образцы были обработаны по технологиям ML4.1-ML4.4. Фотографии образцов обработанных по данным технологиям приведены на рисунке 6.25

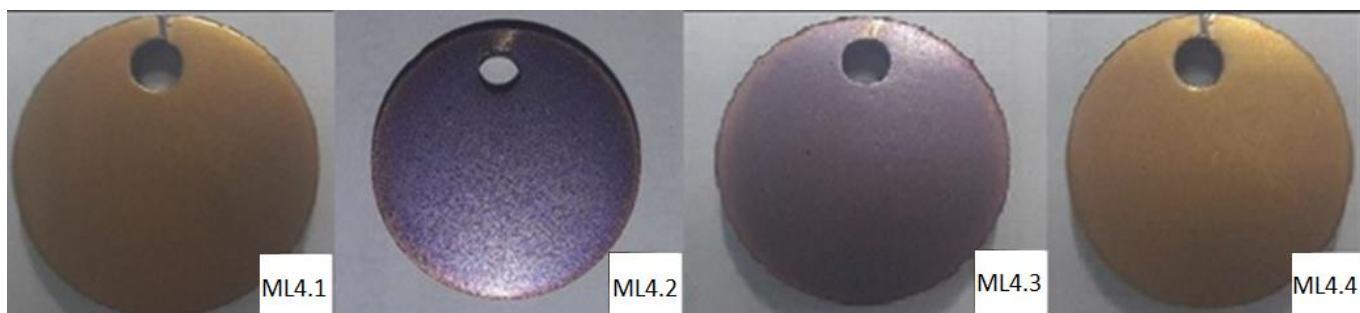


Рисунок 6.25 – Образцы после нанесения покрытий Ti-Al/Ti-Al-N

### 6.2.1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОЛЩИНЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ

На рисунках 6.26 - 6.30, приведены внешние виды сферических лунок после истирания исследуемого покрытия вращающимся шариком на приборе GSM CALOTEST. В шлифе просматриваются промежуточные слои, что говорит о том, что было нанесено многослойное покрытие.

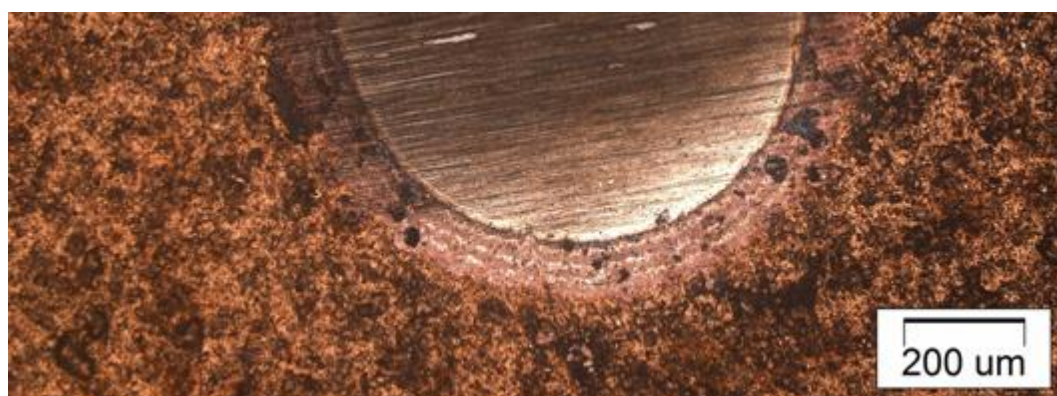


Рисунок 6.26 – Внешний вид сферической лунки износа образца ML4.1.

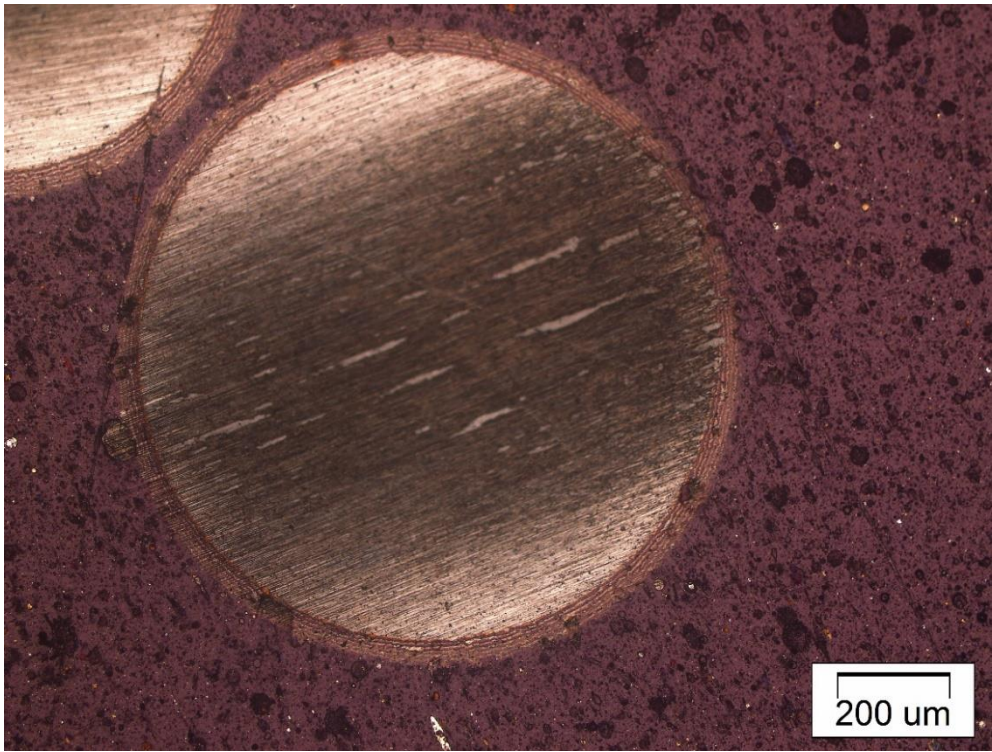


Рисунок 6.27 – Внешний вид сферической лунки износа образца ML4.2.

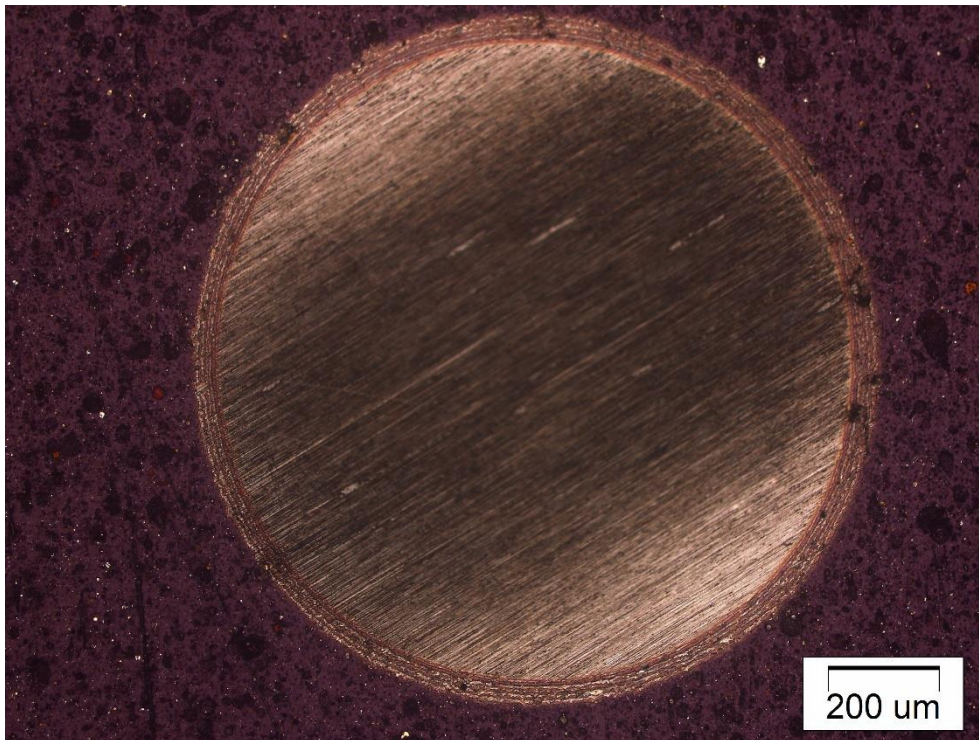


Рисунок 6.28 – Внешний вид сферической лунки износа образца ML4.3

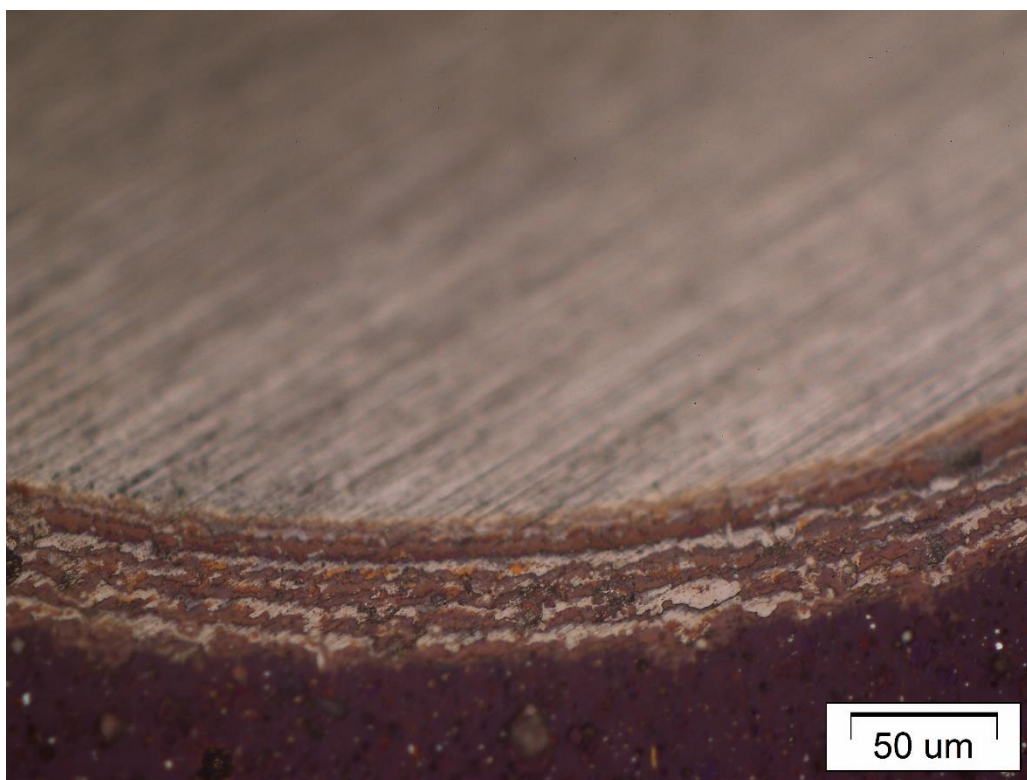


Рисунок 6.29 – Внешний вид сферической лунки износа образца ML4.3.

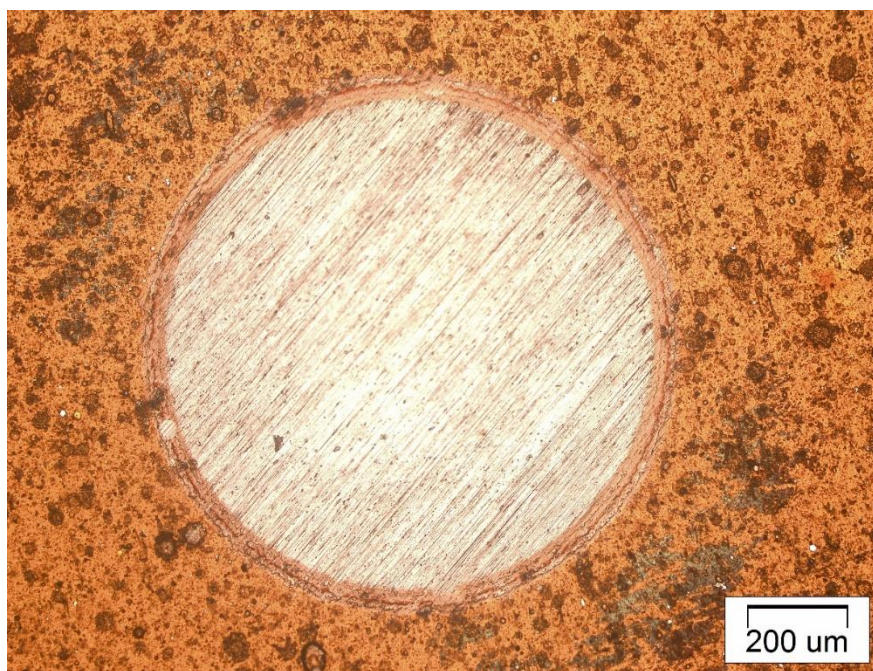


Рисунок 6.30 – Внешний вид сферической лунки износа образца ML4.4

## 6.2.2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ АДГЕЗИИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ

Получаемые многослойные покрытия архитектурой с чередующимися макрослоями синтезированными в среде аргона или азота, которые в свою очередь состоят из чередующихся нанослоев титана и алюминия нанометровой толщины, обладают высокими механическими и эксплуатационными свойствами.

Адгезионная прочность покрытий к основе один из важнейших параметров для МРИ. Это определяющий фактор, от которого зависит стойкость и эффективность инструментов в целом.

Исследования адгезионной прочности нанесенных покрытий системы TiAl-TiAlN по технологиям ML4.1-ML4.4 показали, что покрытия обладают высокой адгезией к основному материалу. На рис. 3.11-3.14 изображены следы износа при царапании, регистрация глубины проникновения и восстановленной глубины царапания образцов.

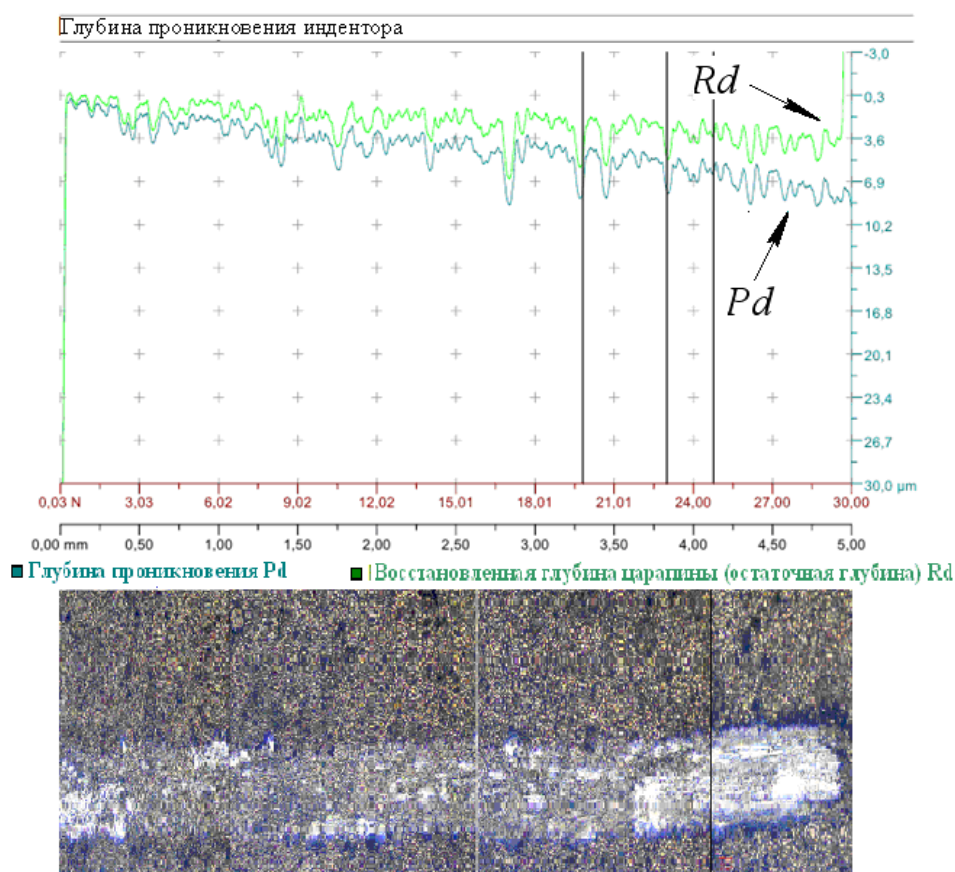


Рисунок 6.31– Регистрация измерений на компьютере при исследовании образца ML4.1 с многослойным покрытием TiAl/TiAlN

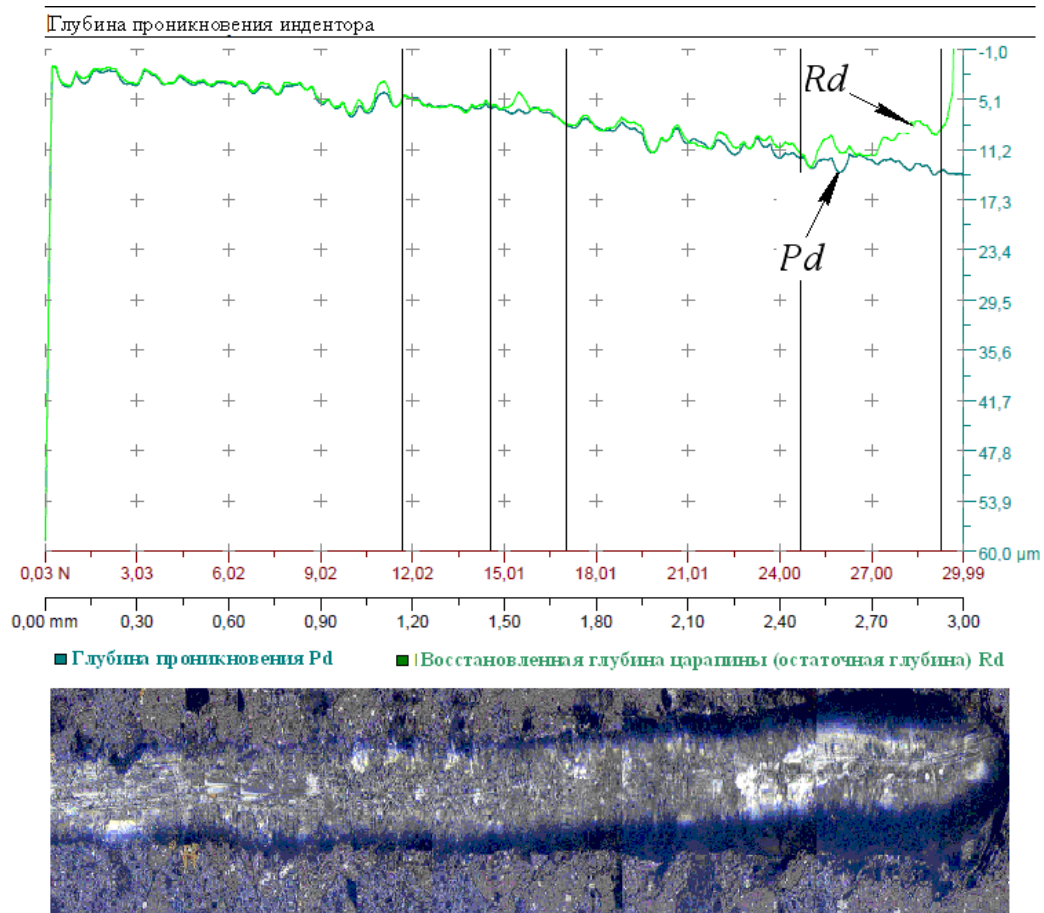


Рисунок 6.32– Регистрация измерений на компьютере при исследовании образца ML4.2 с многослойным покрытием TiAl/TiAlN

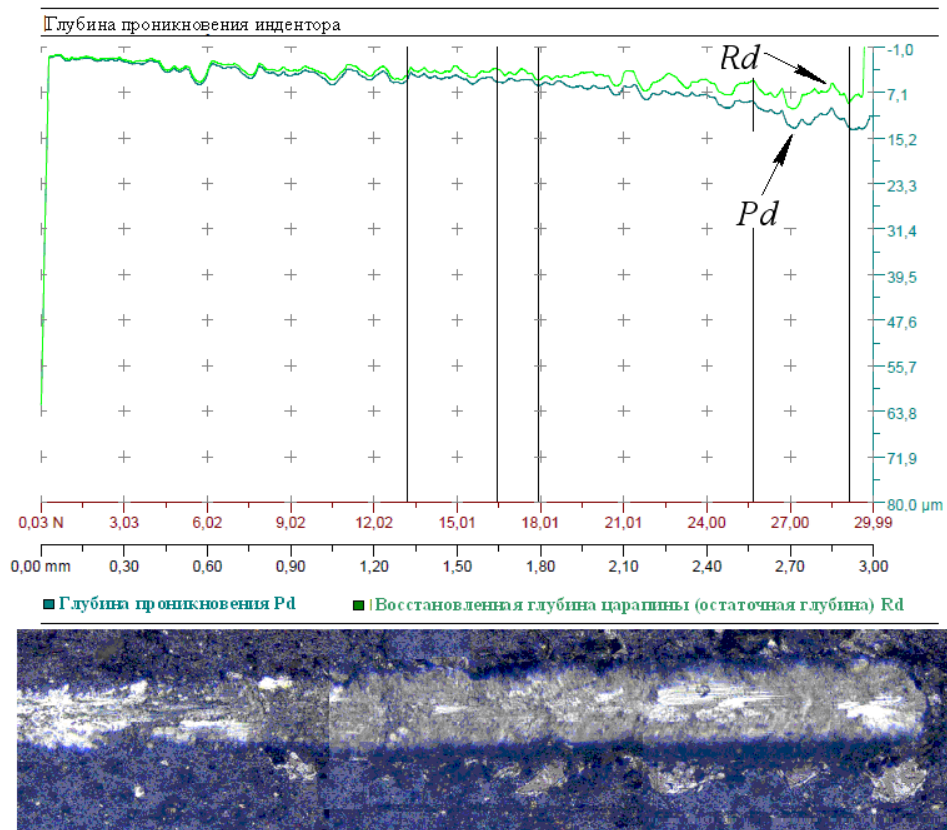


Рисунок 6.33 – Регистрация измерений на компьютере при исследовании образца ML4.3 с многослойным покрытием TiAl/TiAlN

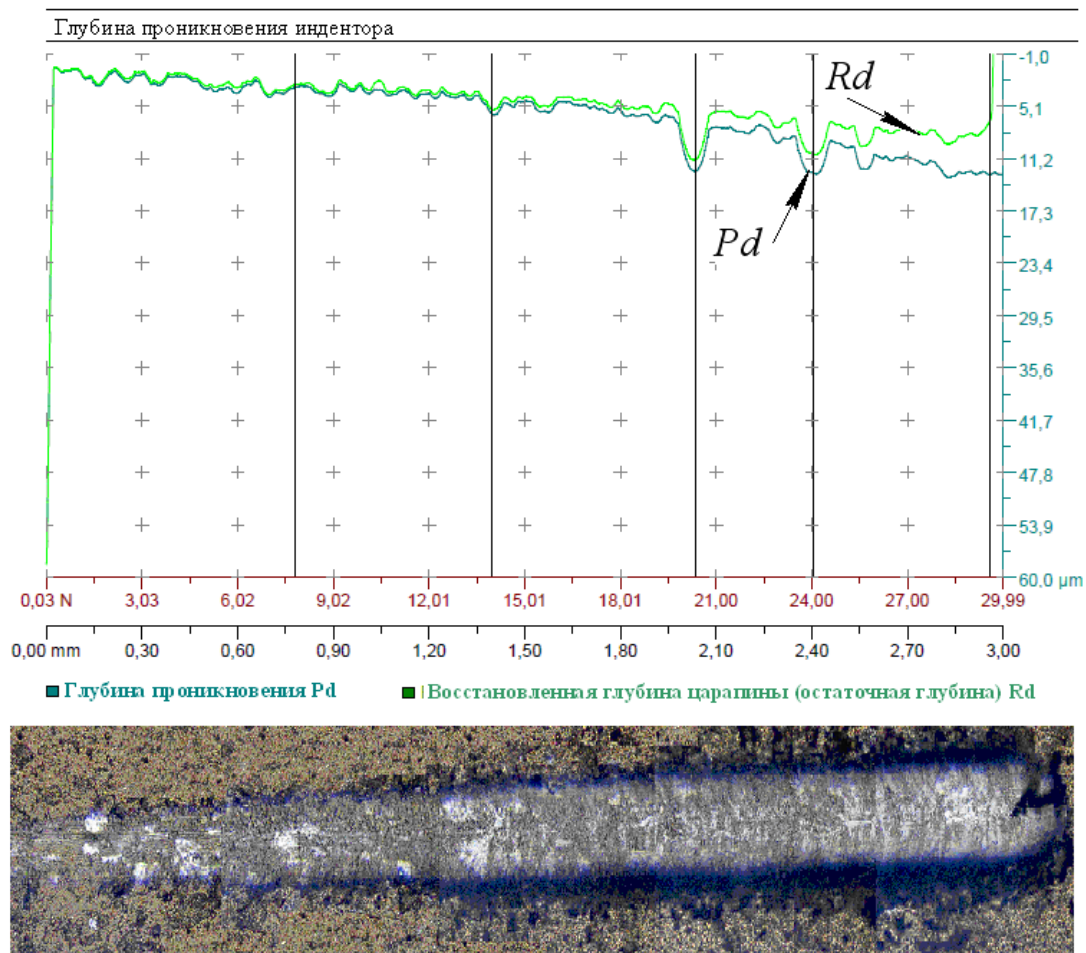


Рисунок 6.34 – Регистрация измерений на компьютере при исследовании образца ML4.4 с многослойным покрытием TiAl/TiAlN

Результаты измерения максимальной глубины внедрения индентора, величина нагрузки начала образования микротрещина в покрытии и коэффициент упругого восстановления приведены в таблице 6.8

Таблица 6.8. Таблица результатов измерений

Образец	Максимальная глубина внедрения $h_{\max}$ , мкм	Нагрузка начала разрушения (критическая нагрузка), $L_c$ , Н	Коэффициент упругого Восстановления, $W_e$ , %
ML4.1	7	27.7	70
ML4.2	13	20.4	53
ML4.3	12	24.7	22
ML4.4	8	19.8	40



Результаты испытаний образцов с многослойным композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al/ Ti-Al-N показали, что в образцах ML4.2 и ML4.3 измерения глубины деформирования и измерения после упругого восстановления практически одинаковы. Следовательно, практически отсутствует область упругопластической деформации. Анализ результатов испытаний показал, что в данных образцах адгезионная прочность между слоями удовлетворительная (заметно разрушение отдельных слоев покрытия около царапины), при этом покрытие не отходит от подложки (не скалывается).

Результаты испытаний образцов с многослойным композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al/Ti-Al-N с плавным изменением толщины макрослоев (образец ML4.4) показали, меньшую глубину проникновения индентора, чем образцы ML4.2 и ML4.3. Однако наименьшее значения максимальной глубины проникновения индентора и наибольшее значение коэффициенты упругого восстановления наблюдалось у образца ML4.1.

Результаты испытаний образцов с многослойным композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al/Ti-Al-N с большей толщиной макрослоев (образец ML4.1) разнятся от результатов покрытий с меньшей толщиной слоев, и сравнение регистрации глубины деформирования и измерений глубины царапания после упругого восстановления, подтвердило наличие области упругопластической деформации. Анализ результатов испытаний показал, что многослойные композиционные покрытия с толщиной макрослоя 0,5 мкм (образцы ML4.1) имеют хорошую адгезионную прочность как между подложкой и покрытием, так и между слоями.

6.2.3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПО ГЛУБИНЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ  $TiAl/TiAlN$  С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ

Анализ химического состава образцов с многослойными покрытиями проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ). Ниже представлены изображения распределения химических элементов по глубине покрытия с чередующимися макрослоями TiAl/TiAlN на образцах ML4.1- ML4.4 (рисунки 6.35- 6.38)

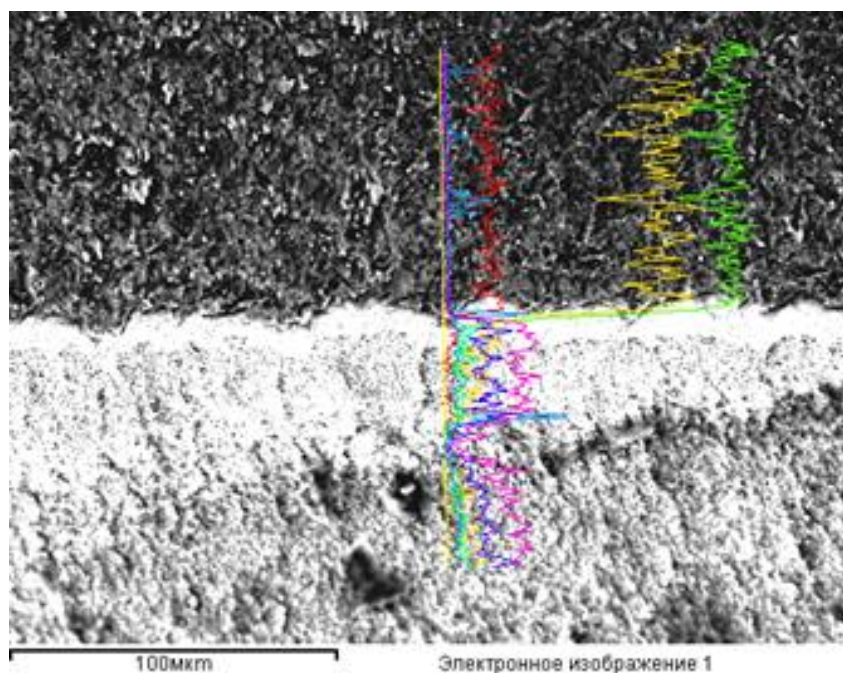


Рисунок 6.35 – Изображение распределения химических элементов покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.1

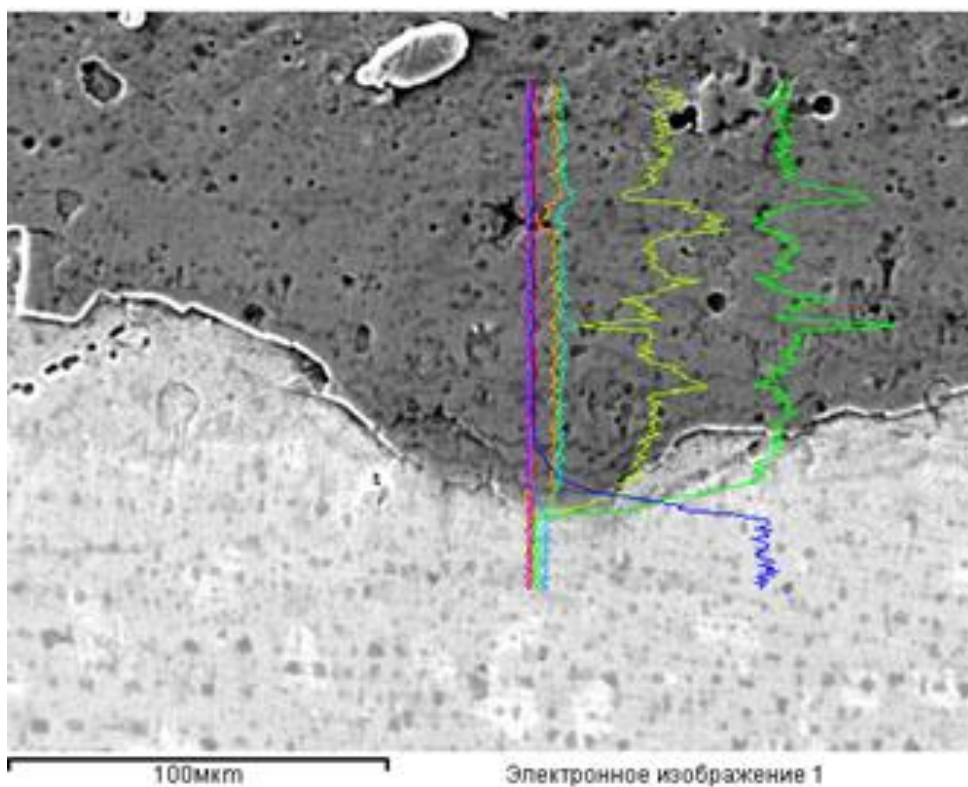


Рисунок 6.36 – Изображение распределения химических элементов покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.2

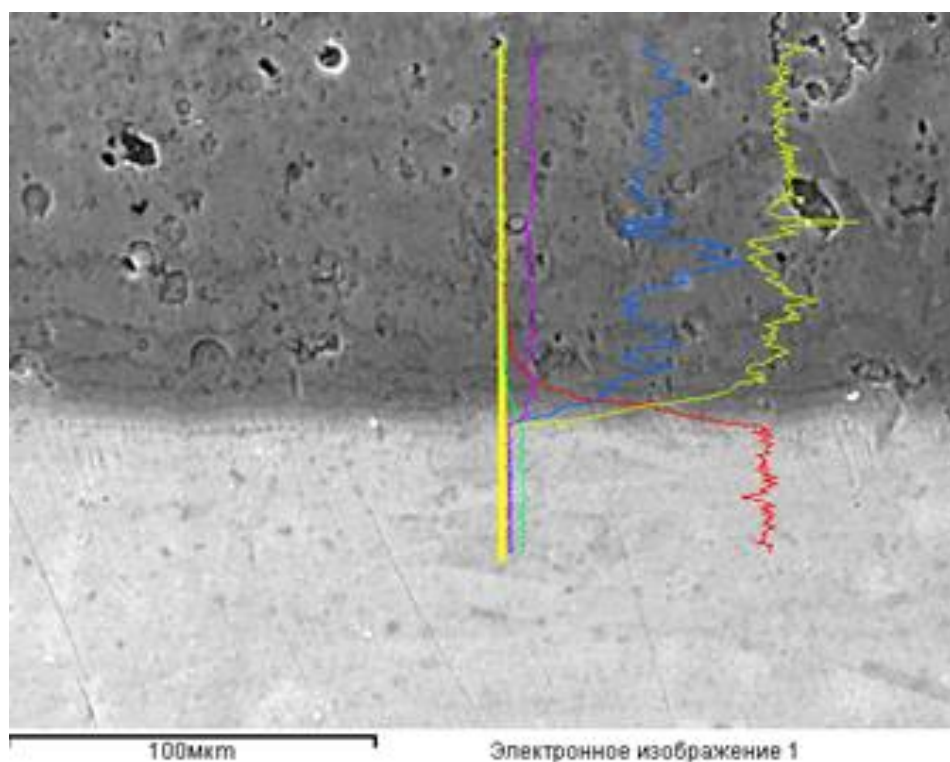


Рисунок 6.37 – Изображение распределения химических элементов покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.3

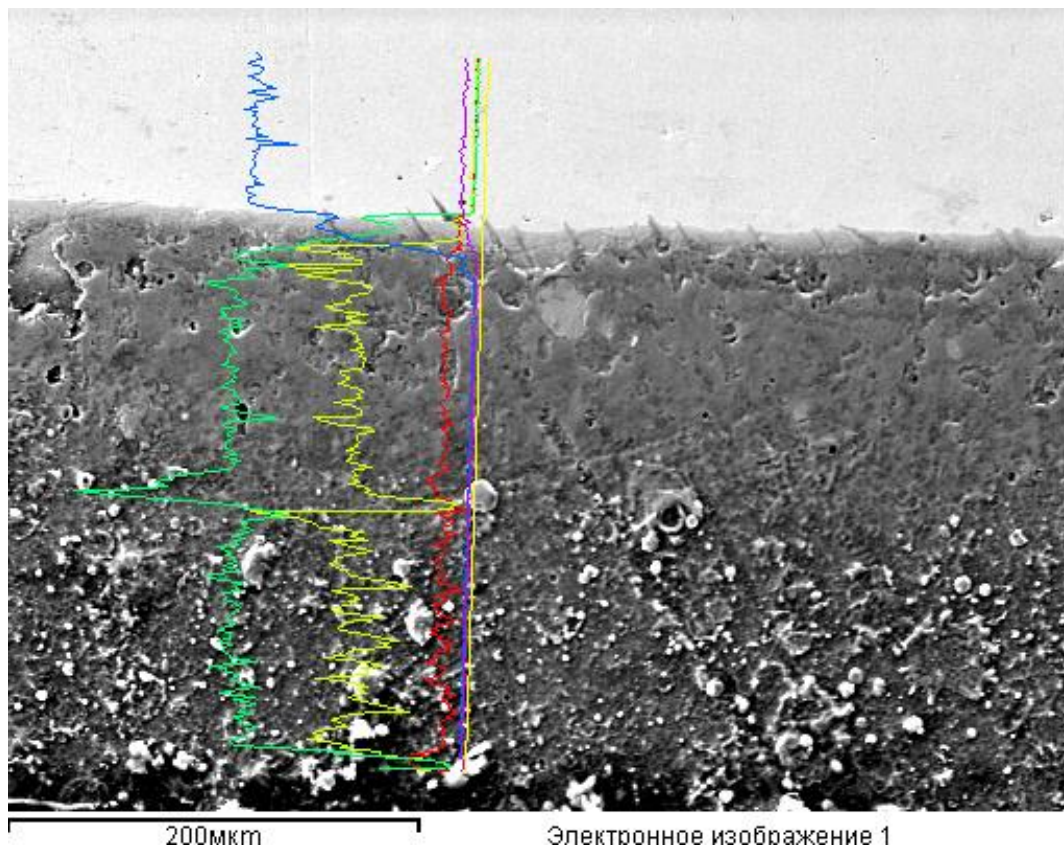


Рисунок 6.38 – Изображение распределения химических элементов покрытия TiAl/TiAlN на образце ML441

Из результатов энергодисперсионного анализа (рисунки 6.39 - 6.42) установлено, что компонентный состав по всей толщине покрытия распределена равномерно во всех образцах ML4.1 – ML4.4.

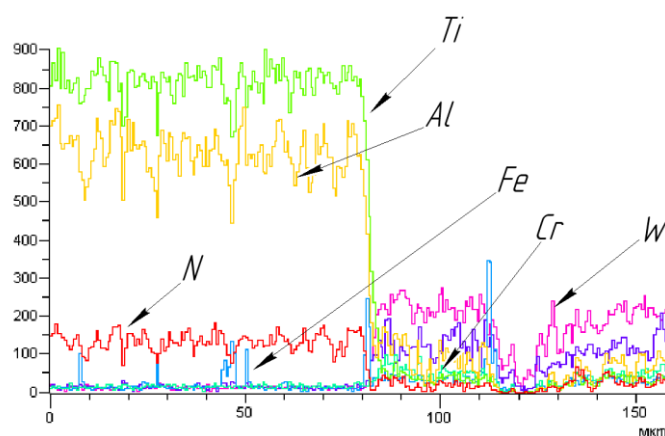


Рисунок 6.39 – Графики распределения химических элементов по глубине покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.1.

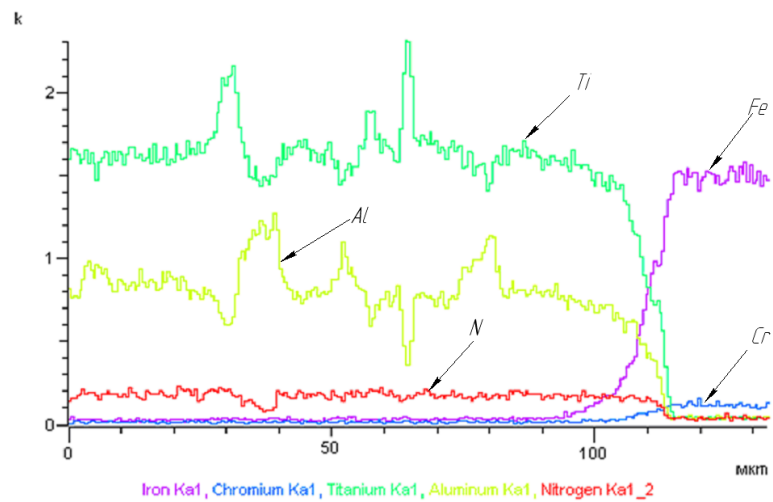


Рисунок 6.39 – Графики распределения химических элементов по глубине покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.2.

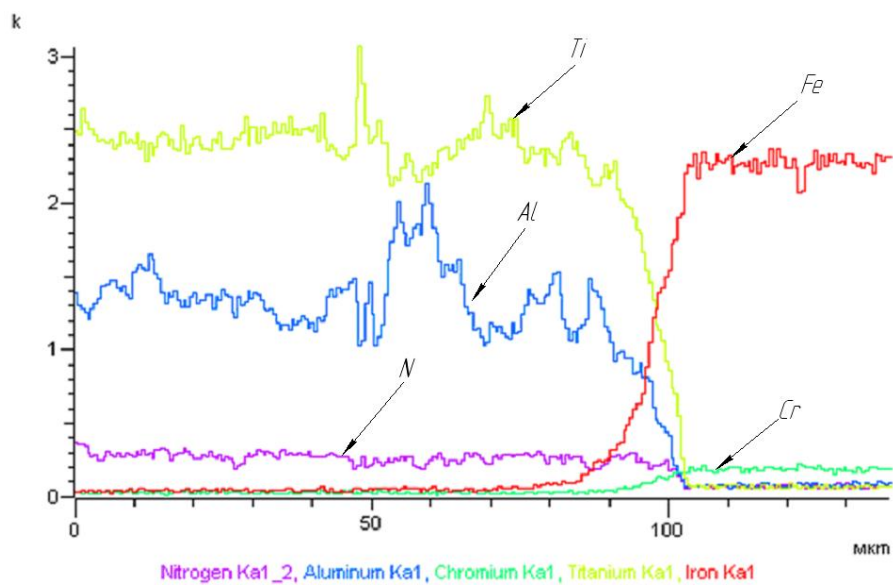


Рисунок 6.39 – Графики распределения химических элементов по глубине покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.3.

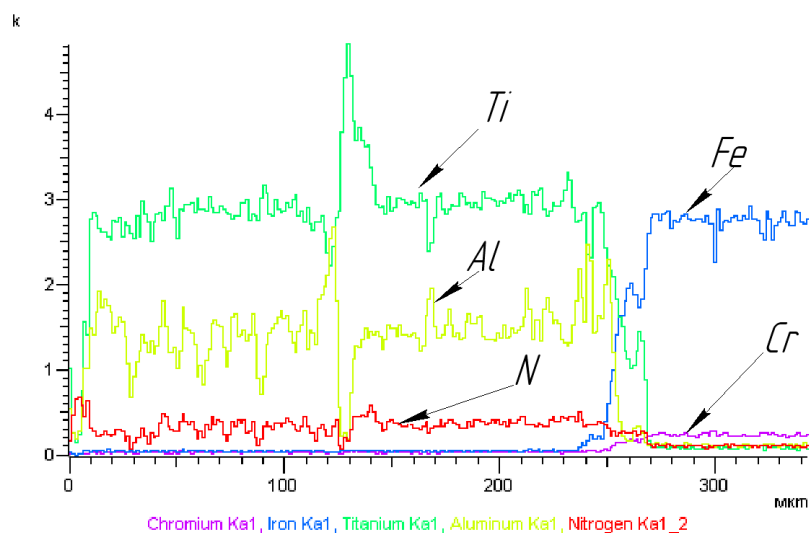


Рисунок 6.39 – Графики распределения химических элементов по глубине покрытия TiAl/TiAlN на образце ML4.4.

Ниже представлено процентное содержание химических элементов (таблица 6.9). Покрытие ML4.1 содержит в своем составе 58.21 % титана, 22.26 % азота, 18.5 % алюминия; покрытие ML4.2 содержит в своем составе 60.72 % титана, 21.33 % азота, 16.79 % алюминия; покрытие ML4.3 содержит в своем составе 60.06 % титана, 22.13 % азота, 16.96 % алюминия; ; покрытие ML4.4 содержит в своем составе 60,84 % титана, 22.16 % азота, 16.71 % алюминия.

Таблица 6.9 Процентное содержание химических элементов в покрытиях ML4.1-ML4.4

Тип образца с многослойным Покрытием TiAl/TiAlN	Ti, %	N, %	Al,%
ML4.1	58.21	22.26	18.5
ML4.2	60.72	21.33	16.79
ML4.3	60.06	22.13	16.96
ML4.4	60.84	22.16	16.71

На основе полученных экспериментов установлено, что компонентный состав покрытий не зависит от толщины макрослоев. При разных толщинах содержание титана, алюминия, азота покрытий одинаковый во всех образцах.

#### 6.2.4 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ И НАНОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ С АРХИТЕКТУРОЙ TiAl/TiAlN С РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНОЙ МАКРОСЛОЕВ

Испытания проводились при нагрузке 50гр. Измерения проводились на автоматическом микро-макро твердомере с системой анализа изображений EMCO–Test DuraScan 50. Измерения микротвердости для каждого образца проводились в пяти произвольных точках на поверхности покрытия, в которых были получены значения величины микротвердости HV (рис. 6.40). Далее было получено среднее значение числа микротвердости для каждого образца. Ниже представлены результаты измерений (табл. 6.10). Из полученных данных видно, что наибольшее значение микротвердости получено на образце ML4.1.

Таблица 6.10 Значение микротвердости покрытий

Образец	ML4.1	ML4.2	ML4.3	ML4.4
Значение микротвердости 1 измерения, HV <sub>0,050</sub>	2987	1518	2324	772
Значение микротвердости 2 измерения, HV <sub>0,050</sub>	3734	1087	1322	752
Значение микротвердости 3 измерения, HV <sub>0,050</sub>	2861	951	1675	787
Значение микротвердости 4 измерения, HV <sub>0,050</sub>	2614	1065	1224	897
Значение микротвердости 5 измерения, HV <sub>0,050</sub>	2824	1470	1322	748
Среднее значение микротвердости, HV <sub>0,050</sub>	3004	1218,2	1573,4	791,2

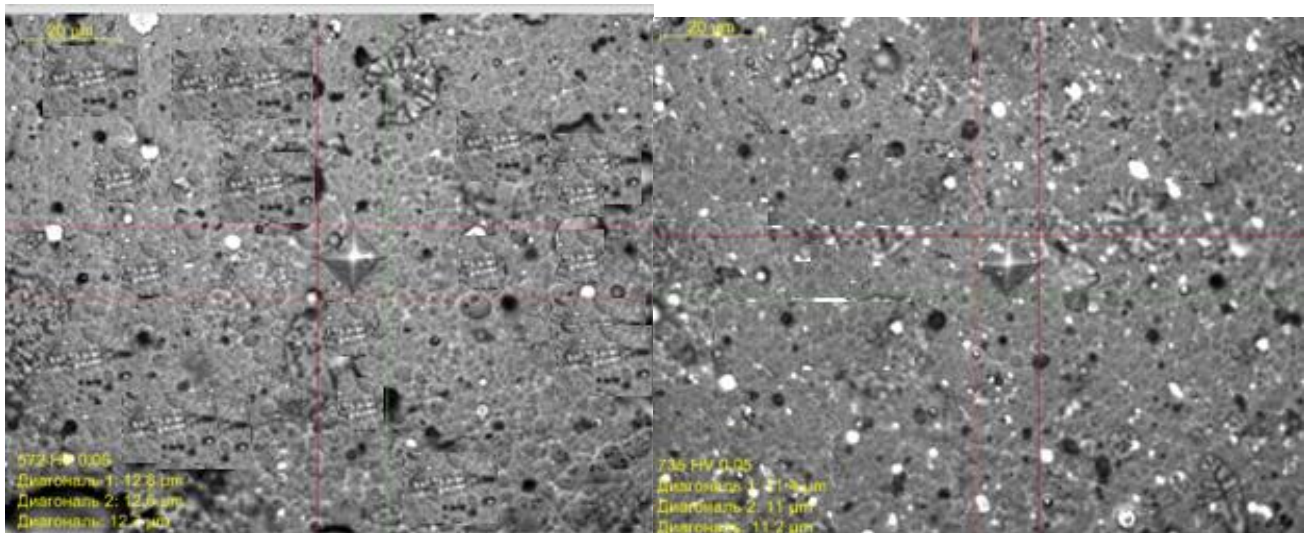


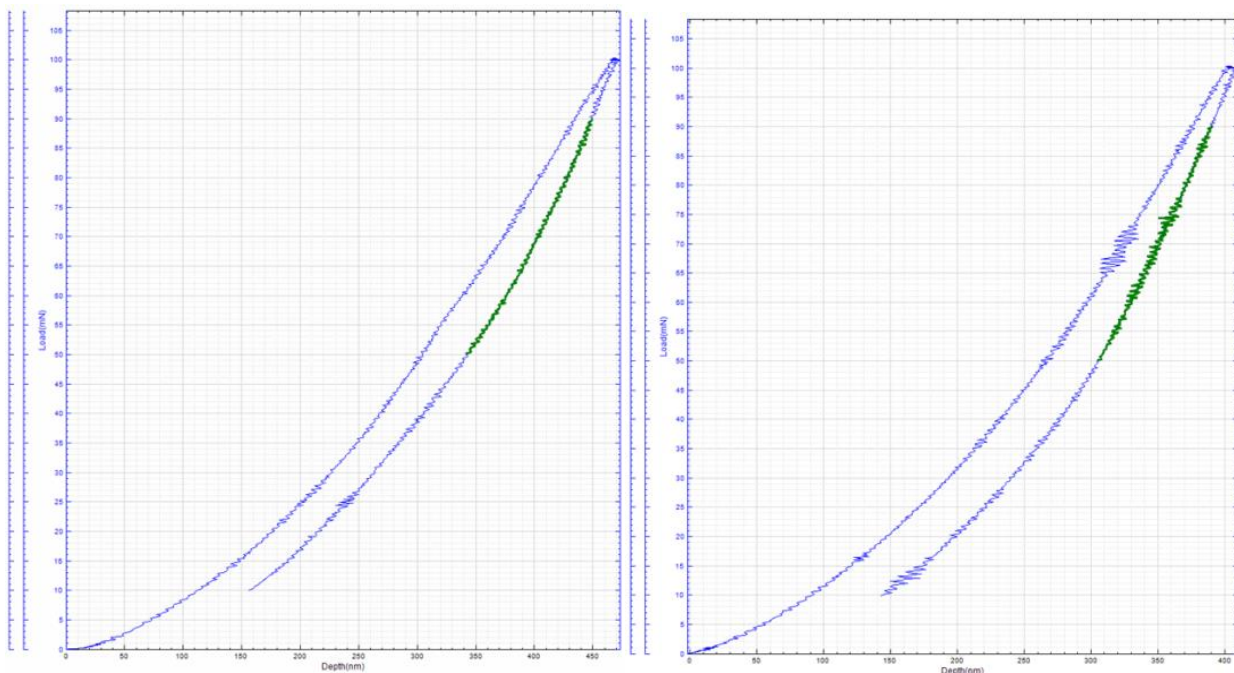
Рисунок 6.40 – Отпечатки пирамидки Виккерса при измерении микротвердости многослойного композиционного покрытия образца А

Таким образом, по результатам анализа измерений микротвердости многослойных покрытий с архитектурой чередующихся макрослоев Ti-Al/ Ti-Al-N установлено, что с увеличением толщины макрослоев в покрытии до 0.5 мкм микротвердость возрастает от 1600 до 3700 HV<sub>0,05</sub>. Это связано с увеличением процентного содержания высокотвердых фаз интерметаллидов системы Ti-Al и нитридов титана и алюминия, а также и с тем, что более мягкие слои являются своеобразным демпфером.

На данном этапе, так же были проведены исследования на нанотвердомере. Результаты исследования нанотвердости показывают, что максимальную способность к сопротивлению деформирующим усилиям показал образец ML4.1. По результатам исследований (4,5 глава) твердость макрослоев Ti-Al (осажденного в аргоне) покрытия составляет в диапазоне 700-1000 HV<sub>0,05</sub>, твердость макрослоев Ti-Al-N (осажденного в азоте) составляет 2500-3000 HV. Однако, микро и нанотвердость многослойных покрытий с архитектуры чередующихся макрослоев осажденных в среде аргона и азота могут достигать значений 4300 - 5300 HV. Это связано с тем, что мягкие слои являются своеобразным демпфером, который препятствуют дальнейшему его проникновению в покрытие.



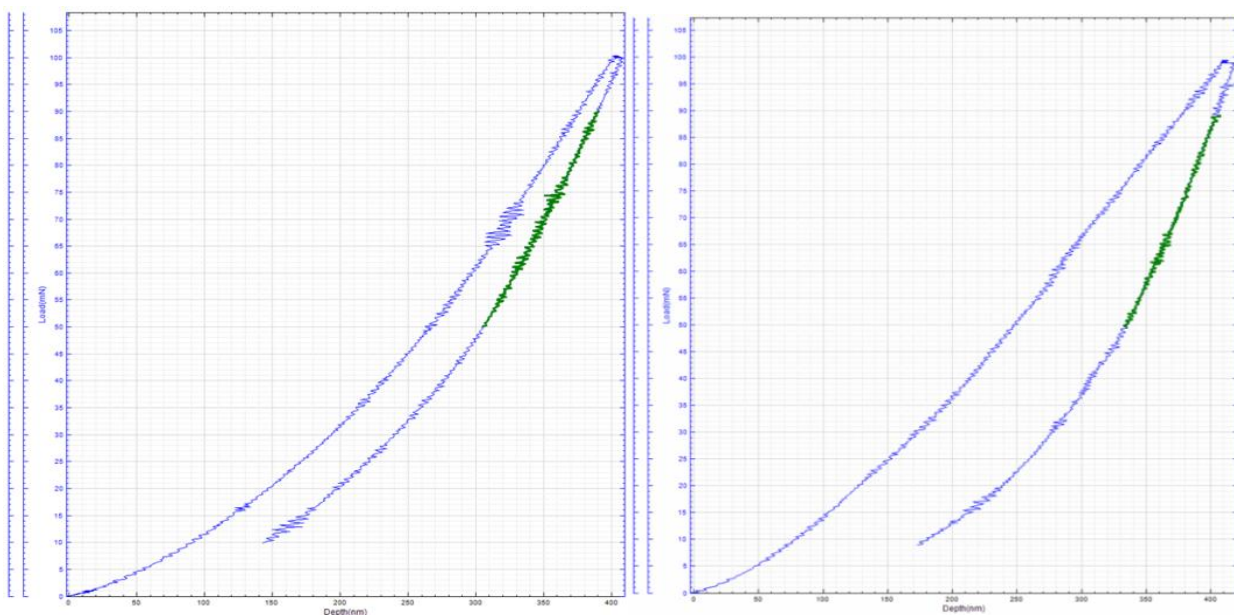
На рис. 6.41 – 6.42 приведены графики нагрузки и разгрузки образцов при интонировании.



а)

б)

Рисунок 6.41 –Кривые нагружения и разгружения для образцов  
а) ML4.1, б) ML4.2,



а)

б)

Рисунок 6.42 –Кривые нагружения и разгружения для образцов  
а) ML4.3, б) ML4.4,

Результаты измерения нанотвердости, модуля упругости, сопротивления материала пластической деформации и индекса пластичности многослойных покрытий на основе «ИнСиТА» с различной толщиной макрослоев приведены в таблице 6.11

Таблица 6.11 Результаты измерения твердости

Образец	Нанотвердость, HV		Модуль упругости, Е, ГПа		Сопротивление материала пластической деформации, $P=H^3/E^2$	Индекс пластичности, H/E
	Сред. значение	Макс. значение	Сред. значение	Макс. значение		
ML4.1	2996	4344	279,8	319	0,89	0,16
ML4.2	2471	5305	261,6	481	0,78	0,11
ML4.3	1782	4094	188,3	380	0,55	0,10
ML4.4	2247	4126	270	359	0,73	0,12

Коэффициент упругого восстановления, индекс пластичности ( $H/E$ ) и сопротивление пластической деформации ( $H^3/E^2$ ) – это ключевые параметры, которые применяются для оценки износостойкости покрытий, работающих при ударных нагрузках. С точки зрения высокой износостойкости наибольший интерес представляет покрытие ML4.1, т.к. соотношение  $H/E$  здесь равно 0,16. Согласно исследованиям, ведущих ученых (Й. Мюзиль, А.С. Верещака и др.), чем выше значение упругого восстановления ( $H/E$ ), тем выше устойчивость к абразивному износу. Для покрытия ML4.1 сопротивление пластической деформации ( $H^3/E^2$ ) равно 0,89. На основе полученных экспериментальных данных были разработаны новые способы получения упрочняющих покрытий (Приложение 3)

к

## Выводы по главе 6.

1. Разработан способ получения покрытий на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия из плазмы вакуумно-дугового разряда, отличающийся тем что в покрытии наряду с нитридами формируются интерметаллиды различного фазового состава. При этом установлена закономерность показывающая, что уменьшение толщины нанослоев приводит к увеличению процентного содержания высокотвердых фаз TiN и TiAl<sub>3</sub>.
2. Установлена зависимость влияния толщины нано и макрослоев Ti и Al на микротвердость покрытий. Увеличение толщины макрослоев до 0,5 мкм и одновременное уменьшение толщины нанослоев до 5нм, приводит к увеличению микротвердости износостойких композитных покрытий до 3700–4500 Hv<sub>0,05</sub>.
3. Установлено, что при послойном осаждении из ПВДР с уменьшением толщины нанослоев микротвердость композитных покрытий на основе «ИнСиТА» возрастает. Повышение микротвердости покрытий обеспечивается увеличением процентного содержания интерметаллидных соединений. При этом увеличивается износостойкость формируемых покрытий. Установлена эффективная толщина нитридных и интерметаллидных макрослоев, которая обеспечивает высокие физико-механические и эксплуатационные свойства. Так при наиболее рациональной толщине макрослоев равной 0,5мкм нанотвердость композиционного покрытия составляет 4500Hv<sub>0,05</sub>, а модуль упругости E=200ГПа.

## Глава 7. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ И НИТРИДОВ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ

### 7.1 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СТОЙКОСТИ ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ

На основе расчетов по разработанной математической модели и полученных экспериментальных результатов была разработана новая технология и получен патент на способ упрочнения (Приложение К). В качестве архитектуры многослойного композиционного покрытия для повышения ресурса штамповой оснастки предложена комбинация слоев: Ti/Ti-Al-N/Ti-Al/Ti-Al-N. Нижний подслоем Ti позволит повысить адгезионную прочность покрытия. Расположенный между макрослоями Ti-Al-N, макрослой синтезированный в среде аргона с содержанием интерметаллидов Ti-Al, обладает значительной кристаллохимической совместимостью со слоями (Ti, Al) N, позволит снизить напряжение на границе раздела слоев, увеличить прочность связи слоев покрытия друг с другом и, тем самым. Микротрещины, рождающиеся в слоях во время эксплуатации, МРИ с покрытием, при прохождении границы раздела слоев релаксирует в более мягком слое, теряя энергию для дальнейшего роста. В качестве макрослоя Ti-Al, предпочтительнее содержание фазы  $TiAl_3$ , потому что данная фаза характеризуется более высокими эксплуатационными свойствами и прочностными характеристиками по сравнению с другими интерметаллидами системы Ti-Al [17].

Предварительная подготовка штамповой оснастки (мойка в ультразвуковой ванне) предназначена для удаления с РК различных загрязнений: остатков СОЖ. В качестве рабочей жидкости для мойки применяются органические растворители: ацетон, нефрас, этиловый спирт.

Ионная очистка и нагрев проводится источником «ПИНК» при подаче через нить накала инертного газа. Напряжение смещения на МРИ при очистке составляет 800 В, ток ПИНКа 50 А, продолжительность очистки 40 минут, в том числе 2–4 минуты на предельных режимах. Очистка поверхности штамповой оснастки ионами аргона позволяет разрушить оксидную пленку на поверхности. Во время процесса ионной бомбардировки фреза нагревается до температуры 300 °С. Последующая очистка штамповой оснастки электродуговыми испарителями длится 2–4 минуты при напряжении смещения 1000 В. При этом МРИ нагреваются до температуры 500–550 °С.

Следующим этапом технологического процесса является плазменно-ассистированное осаждение покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия. Нанесение основных макрослоев проводится при давлении в камере  $10^{-3}$  Па, напряжение смещения на МРИ 140–220 В, при токе дуги электродугового испарителя титана 80–120 А, алюминия 60–80 А. Многослойное покрытие состоит из макрослоев Ti/Ti-Al-N/Ti-Al/Ti-Al-N. При осаждении слоя чистого титана и Ti-Al в качестве газа использовался аргон, при осаждении Ti-Al-N – реакционный газ азот.

С применением регулятора расхода газов производилась смена газов, что значительно снизило длительность переходов между слоями. Время нанесения общего покрытия составило 70 минут. Нижний адгезионный подслоя осаждали при работе испарителя с катодом из титана ВТ1-0, длительность нанесения подслоя составляла 5 минут. 2 и 4 макрослои из нитридов титан алюминия осаждали при одновременной работе 2х электродуговых испарителей в течении 20 минут в среде реакционного газа азота. 3 макрослой с содержанием интерметаллидов системы Ti-Al наносили в среде аргона в течении 25 минут.

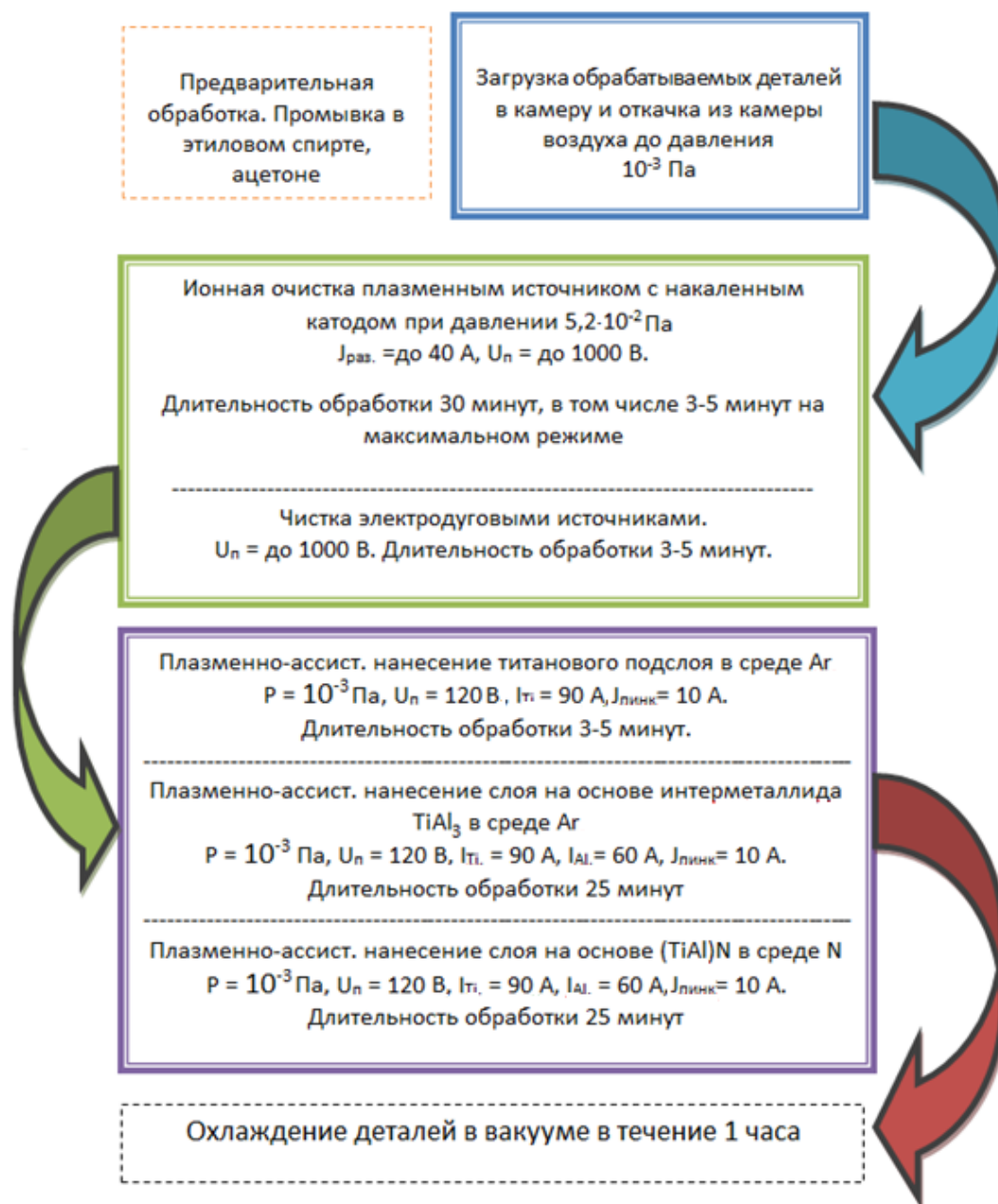


Рисунок 7.1 – Технологический процесс плазменно-ассистированного нанесения износостойкого покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия.

На рисунке 7.2 представлена фотография обрезных матриц холодновысадочного автомата с износостойким покрытием на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия.



Рисунок 7.2 – Обрезные матрицы износостойким покрытием на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия

Толщина износостойкого покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия составляет 4-4,5 мкм. Изображение сферической лунки для измерения толщины покрытия представлено на рисунке 7.3.

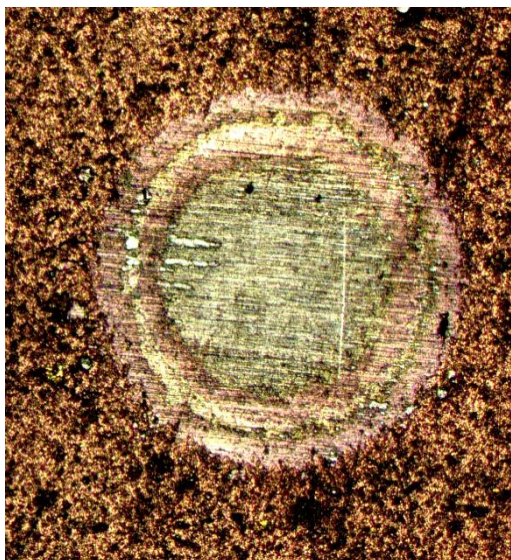


Рисунок 7.3 – Изображение сферической лунки для измерения толщины покрытия

Таким образом, разработана технология повышения стойкости штамповой оснастки нанесением на рабочих поверхностях многослойного покрытия на основе

интерметаллида системы Ti-Al. Разработанный технологический процесс внедрен на завод по производству автономалей ЗАО "БелЗАН".

## 7.2 РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ ШТАМПОВОЙ ОСНАСТКИ ДЛЯ ХОЛОДНОВЫСАДОЧНЫХ АВТОМАТОВ

Стойкость штампового инструмента с износостойкими покрытиями определяется количеством произведенных деталей до его износа. Производственные испытания проводились на холодновысадочных автоматах М12Б (рисунок 7.4, 7.5).



Рисунок 7.4 – Холодновысадочный автомат М12Б





Рис. 7.5 – Расположение матрицы в холодновысадочном автомате.

Режим работы станка 100-110 ударов/мин. Контроль износа рабочих поверхностей штамповой оснастки проводили измерением размеров шестигранника шапки болта каждые 30 минут с помощью контрольно-измерительной скобы.

При напылении покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия, штамповую оснастку в вакуумной камере располагали параллельно и перпендикулярно потоку ионов. Схема расположения показано на рисунке 7.6.

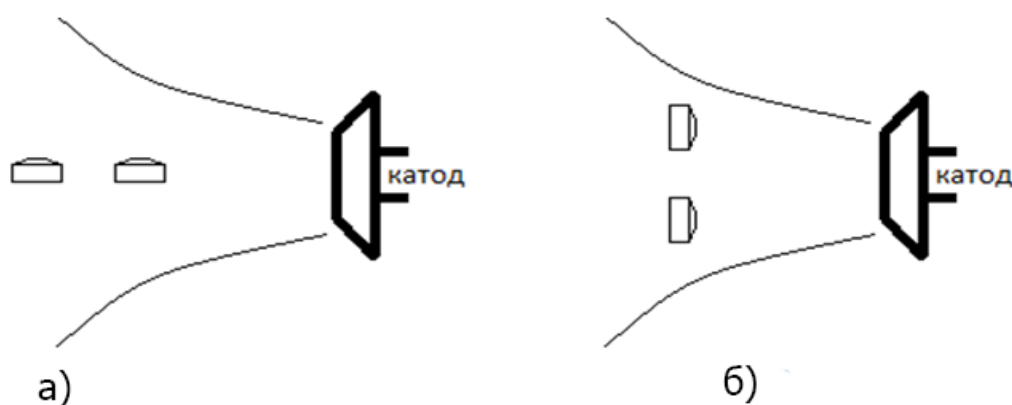


Рисунок 7.6 – Схема расположения штамповой оснастки относительно потока частиц: а) параллельно; б) перпендикулярно.

На стойкость штамповой оснастки значительно влияет содержание капельной фазы в покрытии. В процессе обработки опытных партий инструментов был разработан способ фильтрации капельной фазы за счет технологических параметров (Приложение Б).

Результаты производственных испытаний матриц в зависимости от расположения относительно потока частиц представлена на рисунке 7.7. Данные измерения толщины покрытия приведены в таблице 7.1.

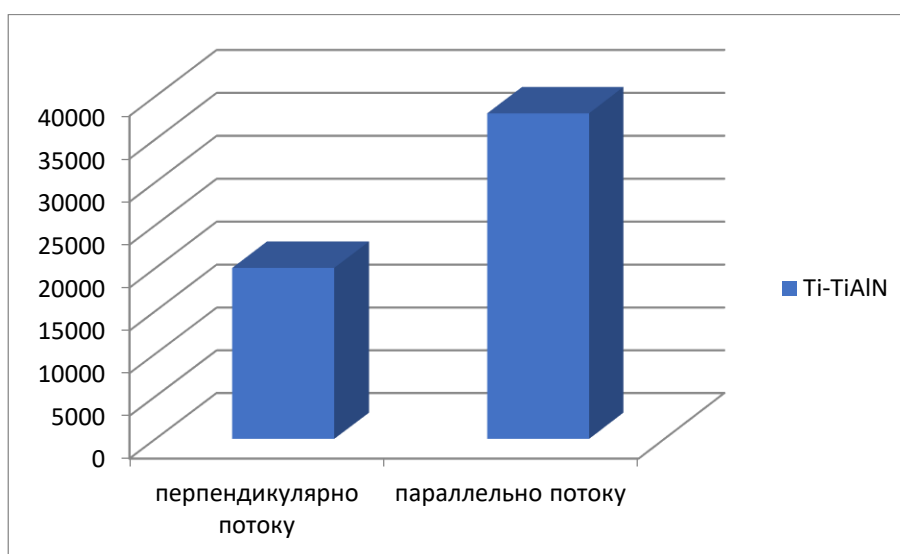


Рисунок 7.7 – Усредненная стойкость штамповой оснастки с покрытием Ti- TiAlN -TiAl<sub>3</sub>-TiAlN при перпендикулярном и параллельном расположении к потоку частиц

Таблица 7.1 Результаты производственных испытаний матриц

холодновысадочного автомата

Покрытие	Схема расположения	Толщина покрытия, мкм	Стойкость инструмента, шт.
Ti-TiAl <sub>3</sub> -TiAlN	перпендикулярно	4	30000
Ti-TiAl <sub>3</sub> -TiAlN	параллельно	3,3	60000

Во время производственных испытаний было установлено, что при параллельном расположении стойкость МРИ была в 2,5 раза выше.

Для оценки эффективности покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия по упрочнению штампового инструмента и сравнительного анализа результатов производственных испытаний были выбраны следующие

виды покрытий: -Ti-TiN; -Ti-TiZrN. По результатам производственных испытаний матриц с различными износостойкими покрытиями (рисунок 7.8) установлено, что наибольшее увеличение стойкости в 6-7 раз по сравнению с заводской технологией упрочнения показали матрицы с покрытиями на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия. Покрытия Ti-TiN увеличили стойкость матриц в 3-4 раза, а покрытия Ti-TiZrN показало увеличение стойкости в 4,5 раза.

Усредненные результаты производственных испытаний пуансонов с различными ПКМ (рисунок 7.9).

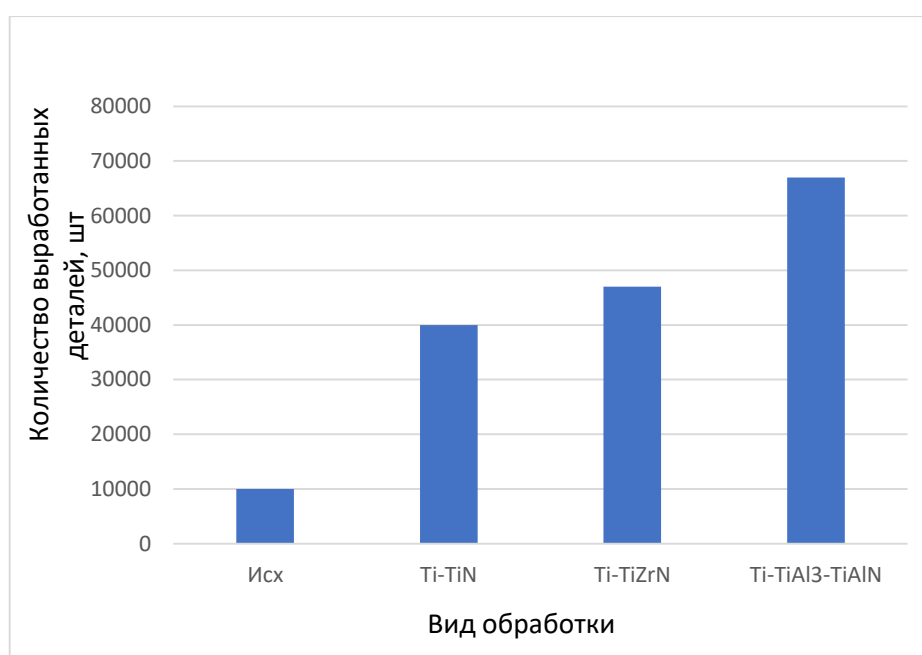


Рис. 7.8 – Усредненные результаты производственных испытаний матриц холодновысадочного автомата с различными композиционными покрытиями

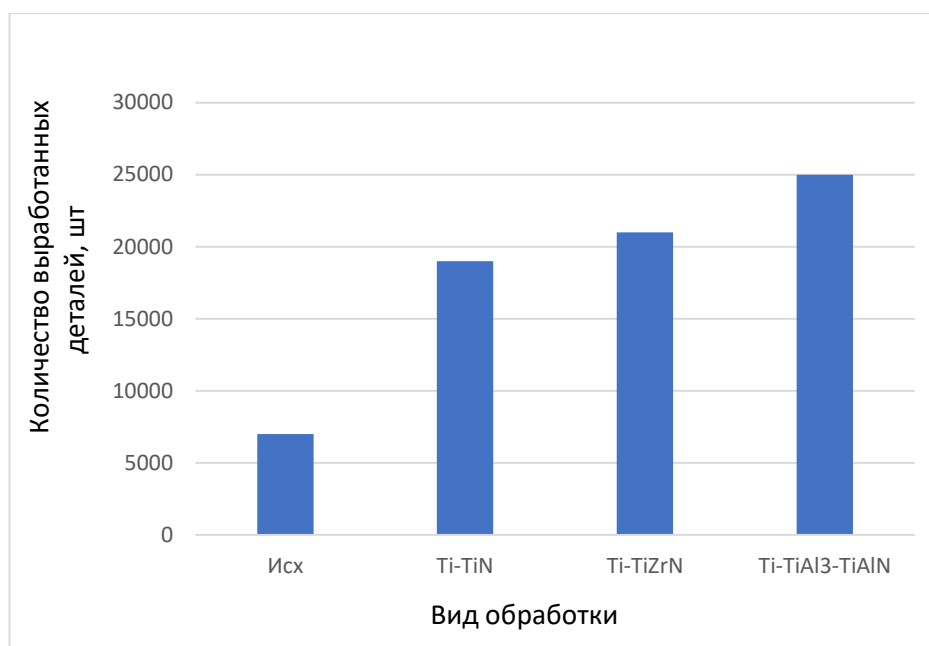


Рисунок 7.9 – Усредненные результаты производственных испытаний пуансонов холодновысадочного автомата с различными композиционными покрытиями

Испытания пуансонов с покрытиями на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия показали рост стойкости оснастки в 3,5 раза по сравнению с исходным технологическим процессом упрочнения.

### 7.3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ НА ТВЕРДОСПЛАВНЫЕ КОНЦЕВЫЕ ФРЕЗЫ

На основе анализа работ по упрочнению режущего инструмента и проведённых исследований был разработан технологический процесс нанесения покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия на твердосплавные концевые фрезы и получен патент на способ упрочнения (Приложение Ж, И).

Для упрочнения твёрдосплавной концевой фрезы с цилиндрической головкой предложена следующая комбинация чередования слоев: Ti-(Ti-Al/Ti-Al-N)x2, где макрослои (Ti-Al) образуют трещиностойкие преграды, а слой Ti служит в качестве адгезионного подслоя.

Макрослои, синтезированные в среде азота Ti-Al-N, обладают хорошими эксплуатационными свойствами – износостойкость, стойкость к окислению, а также выполняют термобарьерную функцию. Чередование макрослоев, синтезированных в среде азота и в среде аргона позволяет снизить остаточные напряжения на границе раздела слоев, увеличить адгезионную прочность связи слоев друг с другом. При этом трещины, образовавшиеся в твердых слоях в процессе эксплуатации, МРИ, теряют энергию достигнув границы раздела слоев.

Технологический процесс плазменно-ассистированного осаждения износостойкого покрытия на основе композитных нанослоев интерметаллидов и нитридов титана и алюминия на твердосплавные концевые фрезы с цилиндрической головкой включает в себя:

- предварительную подготовку фрез;
- загрузку фрез в камеру и откачку воздуха из камеры, создание вакуума;
- ионную чистку фрез с высокоточным плазменным источником с накалимым катодом;
- чистку фрез электродуговыми испарителями;
- плазменно-ассистированного осаждения композиционного многослойного износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al/Ti-Al-N;
- охлаждение фрез в вакууме.

Предварительная подготовка фрез (мойка в ультразвуковой ванне) предназначена для удаления с режущих поверхностей различных загрязнений: остатков смазочно-охлаждающей жидкости. В качестве рабочей жидкости для мойки применяются органические растворители: ацетон, нефрас, этиловый спирт.

На рис. 7.10 показана схема технологического процесса нанесения покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия на осевой инструмент.

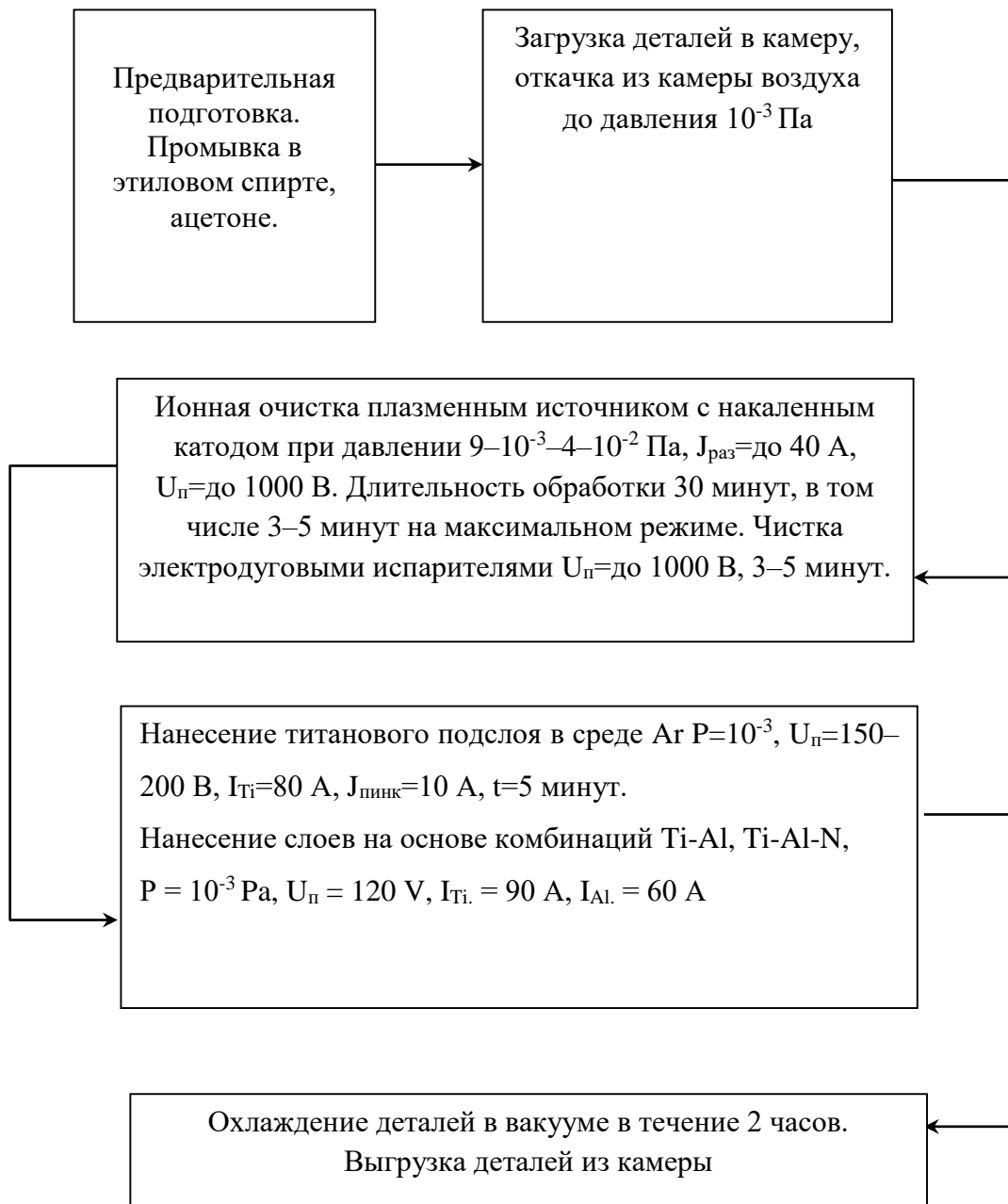


Рисунок 7.10 – Блок схема технологического процесса нанесения покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия

#### 7.4 РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ МЕТАЛЛОРЕЖУЩИХ ИНСТРУМЕНТОВ РАЗЛИЧНОЙ НОМЕНКЛАТУРЫ

Стойкость твердосплавных концевых фрез определялась количеством обработанных деталей до износа режущей кромки.

На рис. 7.11, 7.12 показана твердосплавная концевая фреза для обработки пера лопатки ГТД до и после нанесения разработанных покрытий.



Рисунок 7.11 – Твердосплавная концевая фреза, применяемая при обработке лопатки ГТД без покрытия



Рисунок 7.12 – Твердосплавные концевые фрезы с разработанным покрытием

При чистовой обработке одной лопатки ГТД режущая кромка фрезы без покрытия изнашивалась и пришла в негодность (рис. 7.13). После нанесения на

концевые твердосплавные фрезы разработанного покрытия на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия были проведены производственные испытания (рис. 7.14). Фрезы с разработанным покрытием обработали 12 лопаток ГТД.

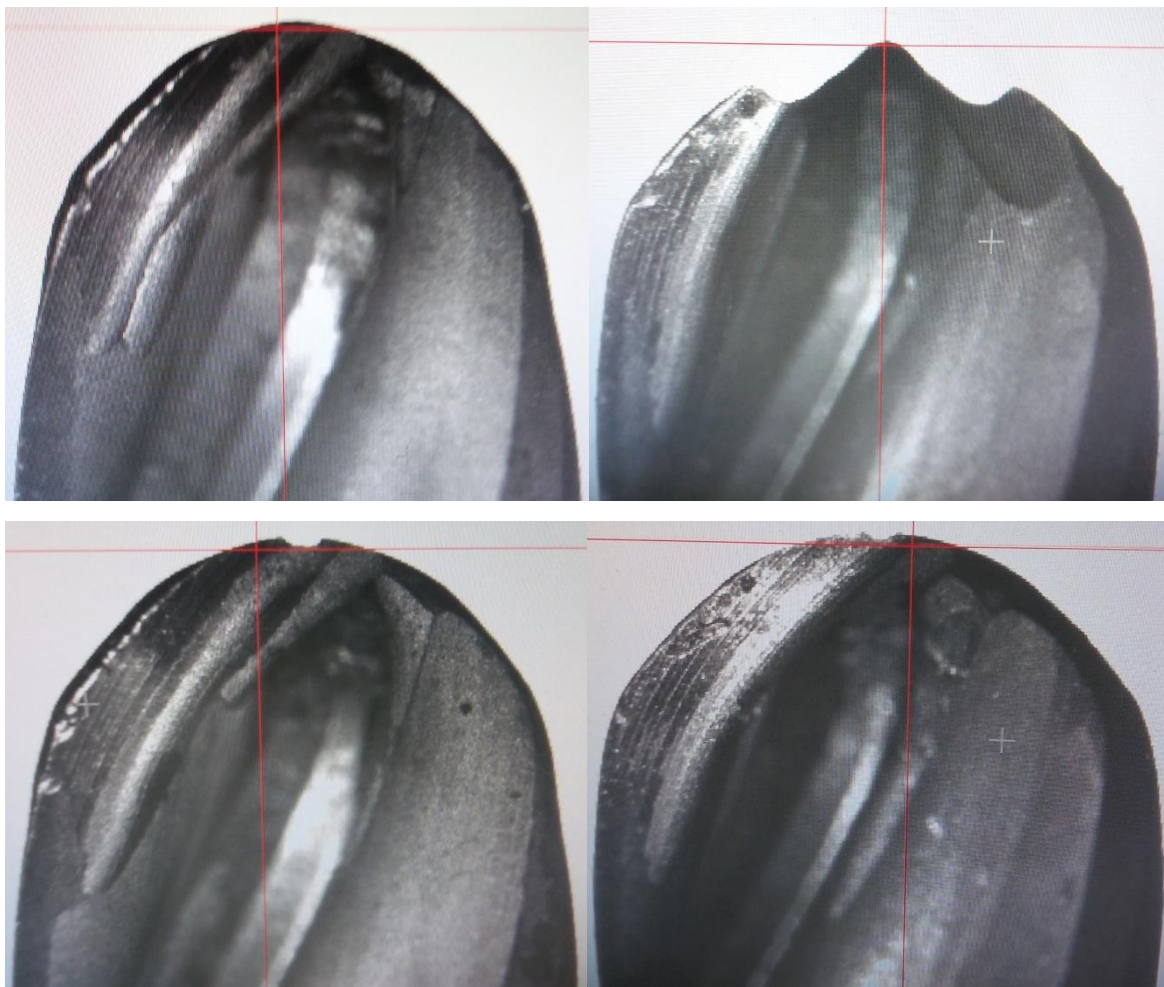


Рисунок 7.13 – Режущая кромка концевой фрезы без покрытия после обработки 1 лопатки



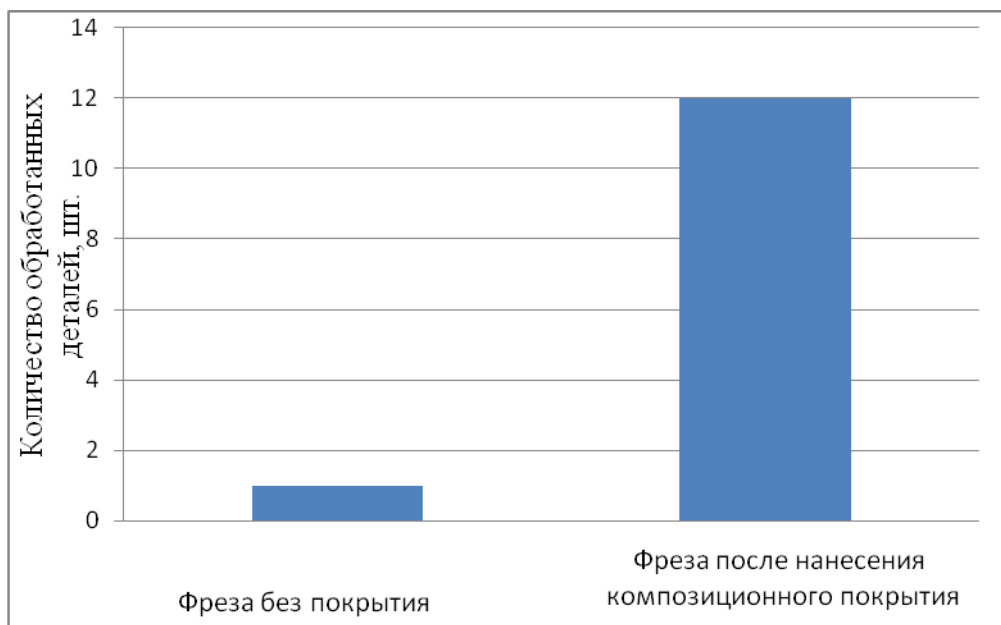


Рисунок 7.14 – Стойкость концевой фрезы без покрытия и с разработанным покрытием

Производственные испытания показали, что нанесение композиционного покрытия позволяет повысить стойкость инструмента по сравнению с инструментом без покрытия в 12 раз. Акты производственных испытаний приведены в Приложении С. Акт внедрения представлен в Приложении Н.

На ПАО «УМПО» в цехе №23 проведены испытания стойкости инструмента при обработке детали «лабиринт» из жаропрочного сплава ЭИ –698ВД. Обработка осуществлялась МРИ «многогранная сменная пластина» (S-TE3.6SDM.A1105) фирмы «Sandvik» на станке 1М63 по серийной технологии (рис. 7.15).

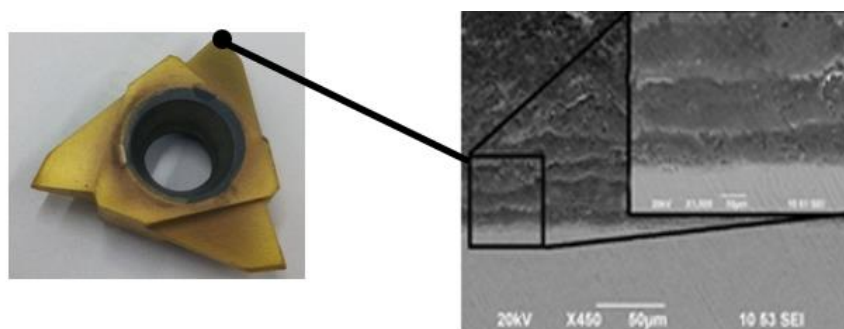


Рисунок 7.15 – Твердосплавные пластины из Н10F с износостойким мультислойным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al

На ПАО «УМПО» проведены испытания МРИ «долбяк для эвольвентных шлиц», предназначенного для нарезания шлиц на детали «носок ТНД» из сплава ЭП741НП. Применяемые ранее быстрорежущие стали (ЭП657МП, Bohler S390) при изготовлении инструмента «долбяк для эвольвентных шлиц» не позволило обеспечить нормативную стойкость инструмента (1/3 от количества проходов при долблении эвольвентных шлиц на шлицедолбежной операции). Производственные испытания инструментов производились на станках ЗД модели 5Б150 цеха 23 и на зубодолбежной машине Liebherr LS380F «Комплекса производства роторов турбины и компрессора» (КПРТК) по серийной технологии в период с 06.2016 по 02.2017. Акты производственных испытаний приведены в приложении Р.

Стойкость долбяка для эвольвентных шлиц определяется количеством обработанных деталей до износа инструмента. Критерием стойкости инструмента служило образование фаски износа, не превышающей 0.5 мм,

На рисунке 7.16 представлена фотография долбяка для эвольвентных шлиц, изготовленный по серийной технологии в ПАО «УМПО» из материала ЭП657МП. а) передняя грань режущей поверхности; б) задняя режущая поверхность с катастрофическим износом.

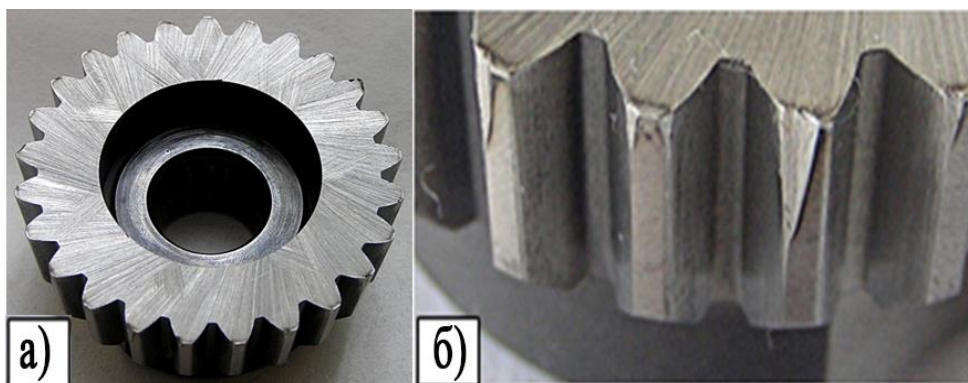


Рисунок 7.16 – Долбяк для эвольвентных шлиц, изготовленный по серийной технологии в ПАО «УМПО» в ц.19а из материала ЭП657МП

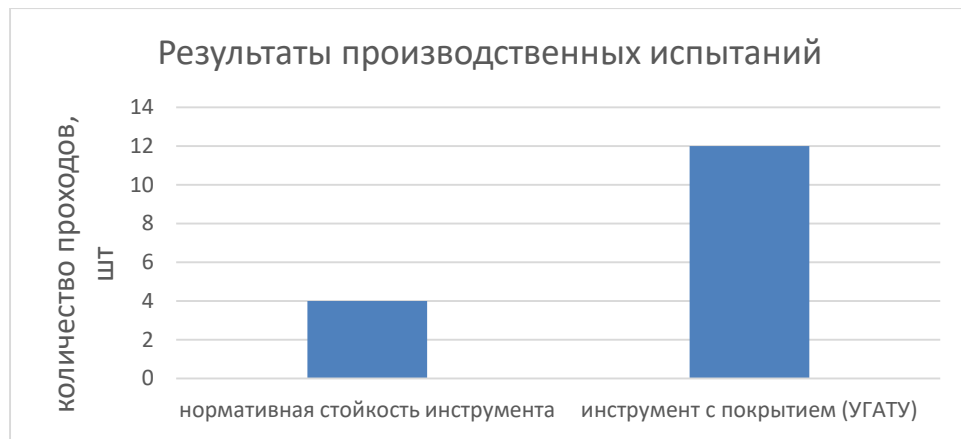


Рисунок 7.17 – Результаты производственных испытаний инструментов за период 06.2016-02.2017гг.

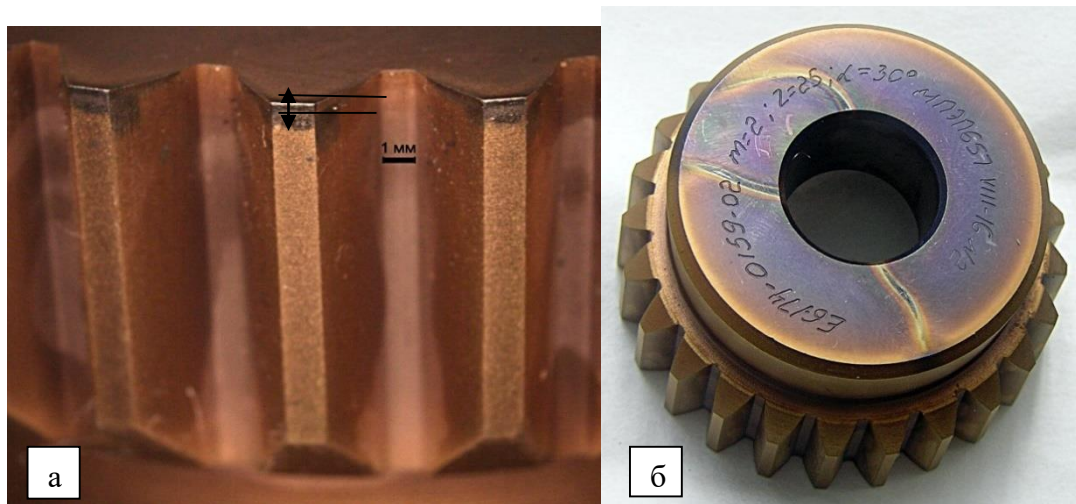


Рисунок 7.18 – Долбяк для эвольвентных шлиц изготовленный по серийной технологии в ПАО «УМПО» в ц.19а из материала ЭП657МП с мультислойным

Н

а

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что нанесение композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» по технологии УГАТУ на МРИ «долбяк для эвольвентных шлиц» обработать деталь «носок ТНД» в размер, в соответствии с требованиями чертежа, с применением одного инструмента и тем самым повысить стойкость по сравнению с нормативной в 3 раза (рис. 7.17). Долбление эвольвентных шлиц инструментом с композиционными покрытиями на основе «ИнСиТА» позволило произвести обработку детали «носок

Т

У  
227  
Р

Н

ТНД» на высокопроизводительном станке с ЧПУ Liebherr LS380F без смены инструмента за одну установку.

В инструментальном цехе АО «УАПО» проводились испытания 6-перых фрез с покрытием на основе интерметаллидов системы Al – Ti. Испытание фрез осуществлялось на консольно-фрезерном вертикальном станке 6Т12 (рис. 7.19).



Рисунок 7.19 – Фрезы с различными покрытиями после испытаний на АО «УАПО»

Результаты производственных испытаний на АО «УАПО» показали, что инструмент с композиционным покрытием на основе «ИнСиТА», позволил увеличить стойкость в 2-3 раза при обработке инструментального материала ХВГ. Акты производственных испытаний приведены в приложении Т.

На ПАО «ОДК-УМПО» в цехе 3Б проведены испытания инструмента «фреза» с аморфно-кристаллическим композиционным покрытием на основе «ИнСиТА» при обработке детали «Шестерня» из материала 16ХЗНВФМБ-Ш (ДИЗ9) для определения стойкости. Обработка осуществлялась фрезой на зубофрезерном станке ZFWZ-250 по серийной технологии. На рисунке 7.20 (а) представлена деталь «Шестерня» обработанная фрезой с покрытием. Фотография сделана последней детали в партии. На рисунке 7.20 (б) представлена деталь «Шестерня» обработанная фрезой без покрытия.



Рисунок 7.20 – деталь «Шестерня» обработанная червячной фрезой (а) с разработанным покрытием и (б) без покрытия

На рисунке 7.20 показаны изображения последней от партии детали. Можно сделать вывод, что при обработке 20 деталей червячной фрезой с покрытием, качество обработанной поверхности значительно лучше, и при этом образуется гораздо меньше заусенцев (их практически нет), по сравнению при обработке фрезой без покрытия.

В результате производственных испытаний было выявлено, что при обработке фрезой без покрытия, металл во впадине зуба детали начинает заминаться и блестеть, что связано с затуплением фрезы. Обработка же фрезой с покрытием TiAlN прорезала металл во впадине шестерни до конца. При этом на эвольвенте зуба не образовалось мелких продольных рисок, что характерно при обработке фрезой без покрытия. Так же в ходе испытаний получено, что для обработки 20 штук деталей фрезой без покрытия использовали 2 венца инструмента, в то время как инструмент с покрытием одним венцом позволил обработать все 20 деталей партии.

Так же были проведены ряд производственных испытаний с другими типами металлорежущих инструментов, и подтверждены положительные результаты увеличения стойкости. Акты внедрения и производственных испытаний приведены в Приложениях О, У, Ф.

Таким образом, в рамках диссертационной работы разработаны различные технологии упрочнения МРИ широкой номенклатуры. Натурные

производственные испытания проведены на крупных машиностроительных предприятиях Республики Башкортостан и России. Актами производственных испытаний и внедрений подтверждаются положительный результат увеличения стойкости до 12 раз. Работа включена в дорожную карту БАШКИРСКОЙ НАЦИОНАЛЬНОЙ ИНИЦИАТИВЫ, что подтверждает актуальность проблемы как для Региона, так и в масштабах страны. Также результаты диссертации использованы в учебном процессе при чтении лекций по дисциплинам «Электрофизические и электрохимические методы обработки материалов» реализуемой для студентов направления подготовки 15.03.05 «Конструкторско-технологическое обеспечение машиностроительных производств» в рамках программы развития системы подготовки кадров для оборонно-промышленного комплекса (Приложение П).

## 7.5 РАСЧЕТ ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ ПЛОЩАДИ И ПЛАНИРОВКА УЧАСТКА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ПВДР

### Планировка производственного участка

Для проектирования участка нанесения наноструктурных покрытий из ПВДР, приняты следующие условия:

- режим работы трехсменный;
- продолжительность рабочей смены 8 ч;
- число рабочих дней 21;
- потери времени на плановые ремонты рабочих мест (оборудования) 2-6%;
- коэффициент выполнения норм времени 1-1,2.
- коэффициент загрузки оборудования 80%

Объектом производства является покрытия на основе «ИнСиТА» для упрочнения МРИ путем нанесения из ПВДР.

Таблица 7.3 Основные операции технологического процесса  
нанесения износостойких покрытий на МРИ типа «долбьяк»/матрица

Содержание операции
1. Подготовить камеру и проверить установку согласно инструкции по нанесению покрытий из ПВДР на МРИ «Долбьяк»
2. Установить 12 приспособлений с инструментами в вакуумную камеру
3. Закрыть крышку камеры и создать вакуум в камере, при натекании не более 24л
4. Произвести запуск источников питания
5. Произвести ионную очистку МРИ
6. После окончания ионной очистки оператору произвести в журнале запись режима очистки
7. Произвести чистку дуговыми испарителями Ti и Al
8. После окончания чистки дуговыми испарителями Ti и Al оператору произвести в журнале запись режима очистки
9. Произвести нанесение мультислоных покрытий на основе интерметаллидов и нитридов системы Ti -Al
10. Произвести охлаждение инструмента в вакууме
11. После охлаждения произвести напуск воздуха в камеру и открыть дверь камеры
12. выгрузить приспособления с инструментом из камеры и поместить в чистую закрывающуюся тару
13. Произвести разборку 12 приспособлений с инструментом. Инструмент поместить в чистую закрывающуюся тару

14. Инструменты и образцы-свидетели предъявить контролёру вместе с сопроводительным документом

Таблица 7.4 Нормы времени технологического процесса осаждения на МРИ (долбляк)

Номер операции	Нормы времени
1	5
2	1
3	1
4	25
5	1
6	3
7	1
8	60
9	1
10	155
11	120
12	1
13	1
14	5
сум	380 (6,3333ч)

Таблица 7.5 Технологический процесс (фреза)

Содержание операции
1. Подготовить камеру и проверить установку согласно инструкции по нанесению покрытий методом вакуумно-плазменной технологии высоких энергий на МРИ «фреза»
2. Установить 24 приспособления с инструментами в вакуумную камеру



3. Закрывать крышку камеры и создать вакуум в камере, при натекании не более 24л
4. Произвести запуск источников питания
5. Произвести ионную очистку МРИ
6. После окончания ионной очистки оператору произвести в журнале запись режима очистки
7. Произвести чистку дуговыми испарителями Ti и Al
8. После окончания чистки дуговыми испарителями Ti и Al оператору произвести в журнале запись режима очистки
9. Произвести нанесение покрытие Ti -Al
10. Произвести охлаждение инструмента в вакууме
11. После охлаждения произвести напуск воздуха в камеру и открыть дверь камеры
12. Удалить приспособления с инструментом из камеры и поместить в чистую закрывающуюся тару
13. Произвести разборку остальных 23 приспособлений с инструментом. Инструмент поместить в чистую закрывающуюся тару
14. Инструменты и образцы-свидетели предъявить контролёру вместе с сопроводительным документом

Таблица 7.6 Нормы времени технологического процесса осаждения на МРИ  
(фреза)

Номер операции	Нормы времени
1	5
2	3
3	1
4	25
5	1
6	3
7	1
8	60

9	1
10	155
11	120
12	1
13	1
14	8
сум	386 (6,4333ч)

Таблица 7.7 Объём производства МРИ

Деталь	Количество, шт./месяц	Коэф. загрузки оборудования, %
Долбьяк	955	50%
Фреза	1316	30%

Трудоемкость измеряется, как правило, в нормо-часах (часах затраченных на производство). Данный показатель рассчитывается по формуле:

$$T = \frac{P_B}{K_P}, \quad (7.1)$$

где  $T$  — трудоемкость;

$P_B$  — рабочее время;  $P_B = 21 \cdot 24 = 504$  ч.

$K_P$  — количество произведенной продукции.

Таблица 7.8 Трудоемкость упрочнения МРИ

Деталь	Количество, шт./месяц	Трудоемкость
Долбьяк	955	0,53
Фреза	1316	0,38

Расположение оборудования и других элементов на производственной площади зависит от характера обрабатываемых деталей, габаритных размеров оборудования, вида транспортных средств, уровня механизации и автоматизации, степени участия человека в производственном процессе, постоянства и разнообразия номенклатуры обрабатываемых деталей и других факторов. Рабочие места располагаются с одной стороны установки.

Планировка участка зависит от конструкции производственного здания и характера изготавливаемых деталей и изделий, а также от характера и вида используемого оборудования и транспортных средств.

Планировка данного участка представлена в Приложении X.

***Расчет производственной площади участка нанесения покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия***

Производственная площадь участка определяется на основе технологической планировки оборудования и рабочих мест и исходя из габаритных размеров оборудования (рабочих мест), количества единиц оборудования и коэффициента, учитывающего дополнительную площадь, занимаемую оборудованием (рабочими местами). Расчет производственной площади участка для упрочнения МРИ, занимаемой технологическим оборудованием (напылительная установка) и подготовительным оборудованием, приведен в таблице 7.9.

После определения размера производственной площади участка реализации технологического процесса осаждения на МРИ выбирается длина и его ширина. Следующим этапом производится окончательная расстановка оборудования с учетом соблюдения норм и условий.

После определения производственной площади и расстановки оборудования определяется вспомогательная площадь, занимаемая вспомогательным персоналом. Кроме технологического оборудования на производственных площадях предусматривают дополнительное оборудование для выполнения вспомогательных операций, которые предусмотрены в технологическом процессе. Это обычно малоценные и мало загруженные станки, верстаки слесарные, контрольные столы, ультразвуковые ванны и т.п.

Таблица 7.9 Расчет общей площади, занимаемой участком

Наименование оборудования	Модель (марка)	Габаритные размеры, мм	Количество единиц оборудования	Коэффициент дополнительной	Производственная площадь
1. Установка	ННВ 6.6 И1	3825×3150	1	3	36,14
2.Подготовительный стол с ультразвуковыми ваннами		2000×700	1	3	4,2
3.Контрольный стол		2000×700	1	3	4,2
4.Стеллаж		2000×600	3	2	7,2
4.Оборудование контроля качества		6000×1500		3	27
Итого					78,74

Вид площади	Источник или методика расчета	Площадь (S) м <sup>2</sup>
1. Производственная площадь	См. таблицу 6.7	78,74
2. Вспомогательная площадь	Принимаем 30% от производственной	23.63
Итого		102,36

Таблица 7.10 Дополнительное (нерасчетное) оборудование участка

Наименование	Количество, шт.
Стол	2
Стеллаж	3

### *Численность производственных рабочих участка*

В состав персонала участка технологического процесса осаждения на МРИ входят основные производственные, инженерно-технические и вспомогательные работники (ИТР). К числу производственных рабочих относятся станочники, слесари, операторы станков с ЧПУ.

Расчет количества производственных рабочих в данном проекте выполнен по трудоемкости технологических операций рабочих различных профессий по формуле:

$$P_{\text{пр}} = \frac{T \cdot N}{\Phi_{\text{д.р.}} \cdot K_{\text{м.о.}}}, \quad (7.2)$$

где T – трудоемкость на изделие, н.-ч.;

N – программа выпуска изделия, шт.;

$\Phi_{\text{д.р.}}$  – расчетный фонд отдачи времени одного рабочего, ч.;

$K_{\text{м.о.}}$  – коэффициент многостаночности.

Таблица 7.12 Ведомость производственных рабочих производственного участка

Профессия	Трудоемкость мес., на.-ч.	Число рабочих	
		Расчётное	Принятое
Оператор	0,53 (долбяки)	2,95	6
	0,38 (фрезы)	2,97	
Технолог	-	-	1
Контролер	-	-	3

К вспомогательным относятся рабочие производства, не связанные с непосредственным выполнением технологического процесса: наладчики установки для нанесения покрытий, контролеры, рабочие службы ремонта или обслуживания оборудования, электрики, крановщики, подсобные рабочие, кладовщики.

#### Вывод по главе 7

- 1) Разработан технологический процесс нанесения износостойких покрытий на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия на поверхность штамповой оснастки.
- 2) Разработан технологический процесс нанесения износостойких покрытий на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия на поверхность твердосплавных концевых фрез.
- 3) Производственные испытания стойкости фрез с разработанными покрытиями на основе «ИнСиТА» показали повышение ресурса режущего инструмента в 12 раз по сравнению с инструментами без покрытия.
- 4) Произведён расчет производственной площади и планировка участка для серийной реализации разработанной технологии

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ниже представлены основные результаты и выводы:

1. Теоретически исследованы процессы формирования интерметаллидных соединений системы Ti-Al при ассистированном ионно-плазменном осаждении в среде инертного (аргон) и реакционного (азот) газов. Разработан способ получения износостойких покрытий на основе интерметаллидов необходимого фазового состава ( $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $TiAl_3$ ).
2. Установлена закономерность показывающая, что при одновременном осаждении покрытия из плазмы генерируемыми электродуговыми испарителями оснащенными однокомпонентными катодами из Ti и Al, при ассистировании процесса плазменным источником с накальным катодом, нагреве подложки до температуры 450 °С, в покрытии образуются интерметаллидные соединения различного фазового состава. При этом фазовый состав покрытия зависит от расположения подложки в вакуумной камере и соотношения концентрации ионов Al и Ti. При этом с уменьшением толщины нанослоев и увеличением их количества процентное содержание фазы  $TiAl_3$  увеличивается, а содержание фазы  $TiAl$  уменьшается. Установлено, что с увеличением количества нанослоев от 120 до 1680 микротвердость композиционных покрытий на основе «ИнСиТА» осажденных в среде аргона возрастает с 500 до 800 HV0.05.
3. Разработана математическая модель процесса ассистированного плазменно-дугового осаждения покрытий и на ее основе программа ЭВМ, позволяющая прогнозировать формирование интерметаллидных соединений необходимого фазового состава ( $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $TiAl_3$ ) в зависимости от технологических режимов.
4. Разработан способ получения износостойких покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия, отличающийся тем что в покрытии наряду с нитридами формируются интерметаллиды различного фазового состава. При этом установлена закономерность показывающая, что уменьшение толщины нанослоев приводит к увеличению процентного содержания высокотвердых фаз  $TiN$  и  $TiAl_3$ .

5. Установлена зависимость влияния толщины нано и макрослоев Ti и Al на микротвердость покрытий. Увеличение толщины макрослоев до 0,5 мкм и одновременное уменьшение толщины нанослоев до 5нм, приводит к увеличению микротвердости износостойких композитных покрытий до 3700–4500 Hv<sub>0,05</sub>.

6. Установлено, что при послойном осаждении из плазмы вакуумно-дугового разряда с уменьшением толщины нанослоев микротвердость композитных покрытий на основе «ИнСиТА» возрастает. Повышение микротвердости покрытий обеспечивается увеличением процентного содержания интерметаллидных соединений. При этом увеличивается износостойкость формируемых покрытий. Установлена эффективная толщина нитридных и интерметаллидных макрослоев, которая обеспечивает высокие физико-механические и эксплуатационные свойства. Так при наиболее рациональной толщине макрослоев равной 0,5мкм нанотвердость композиционного покрытия составляет 4500Hv<sub>0,05</sub>, а модуль упругости E=200ГПа.

7. Разработан типовой технологический процесс нанесения износостойких покрытий на основе композитных интерметаллидных и нитридных нанослоев титана и алюминия синтезированных в среде инертного (Ar) и реакционного (N<sub>2</sub>) газов на рабочие поверхности твёрдосплавных концевых фрез с использованием серийного оборудования.

8. Получены опытные партии фрез для чистовой обработки с разработанными наноструктурными покрытиями на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия и проведены производственные натурные испытания, которые показали повышение стойкости до 3х раз по сравнению с коммерческими аналогами.

Перспективы дальнейшей разработки темы диссертации заключаются в:

- 1) исследовании влияния концентрации реакционных газов (азот, кислород, ацетилен) на состав, структуру, физико-механические свойства покрытий осаждаемых из плазмы генерируемыми испарителями оснащенными с однокомпонентными катодами из титана и алюминия;
- 2) изучении влияния разрабатываемых покрытий на эксплуатационные свойства металлорежущих инструментов широкой номенклатуры применительно в обработке новых



конструкционных материалов (интерметаллидные сплавы, композитные материалы и т.д.).

## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

$\Delta G^0$  - изменение свободной энергии Гиббса.

$\Delta G_{298}$  - изменение свободной энергии Гиббса при комнатной температуре.

$\Delta G_{673}$  - изменение свободной энергии Гиббса при температуре 400 °С.

$P_i$  – парциальные давления продуктов реакции,

$P_i$  – парциальное давление реагентам.

$\mu_p$  – коэффициент эрозии катода;

$\bar{Z}$  – среднее зарядовое число ионов титана или алюминия;

$m_i$  – масса конденсирующегося иона, кг;

$R_K$  – радиус катода, м;

$I_p$  – ток дуги, А;

$l$  – расстояние от торца катода до поверхности обработки, м;

$b$  – смещение относительно оси катода, м.

$n_i$  – поток ионов металла, ион/м<sup>2</sup>.

$\bar{W}_i$  – средняя энергия ионов материала катода, Дж;

$U_{II}$  – отрицательное напряжение смещения на подложке относительно плазмы, В;

$Q_K$  – энергия, выделяющаяся при конденсации одного иона материала катода, Дж.

$t$  – температура конденсации металла, К;

$c$  – теплоемкость металла, Дж/К·моль;

$C$  – теплота образования интерметаллида Ti-Al, ккал/моль.

$Q_p$  – потенциальный барьер реакции, Дж;

$\xi_r$  – интегральный коэффициент излучения наносимого материала;

$\sigma$  – постоянная Стефана-Больцмана, Дж/с·м<sup>2</sup>·К<sup>4</sup>;

$T_{cm}$  – температура стенок камеры, К;

$T_{II}$  – температура подложки, К;

$\sum_{i=0}^{K_t} n_{Al}, \sum_{i=0}^{K_t} n_{Ti}, \sum_{i=0}^{K_t} n_{ГАЗ}$  – сумма значений потоков ионов для Al, Ti и газа во всех

точках, расположенных по длине окружности.

МРИ – металлорежущий инструмента;

ИнСиТА- интерметаллиды системы Ti-Al;

МКП- многослойное композиционное покрытие;

MLx.x – шифр образца, обозначающее нанесение многослойного покрытия (multi layered coatings);

ПС – поверхностный слой;

ДВ - деформационное воздействие;

НП - нанесение покрытий

ПЛ - поверхностное легирование

ТВ - термическое воздействие.

КО - комбинированная обработка.

ИМП - износостойких многослойных покрытий.

CVD – химическое парогазовое осаждение.

PVD – физическое парогазовое осаждение.

ИП – инструментальное производство.

СНТР – стратегия научно-технического развития.

ПИНК – плазменный источник с накалимым катодом.

РЭМ – Растровый электронный микроскоп.

РСА – Рентгеноструктурный анализ.

ЭДС – Энергодисперсионный спектрометрия

ПЭМ – Просвечивающий электронный микроскоп.

ГТД – газотурбинный двигатель.

ТНД – турбина низкого давления

УМПО – Публичное акционерное общество «ОДК-Уфимское моторостроительное производственное объединение»

КПРТК - Комплекс производства роторов турбины и компрессора

БелЗАН - Акционерное Общество "Белебеевский завод "Автонормаль"

УАПО - Акционерное общество «Уфимское агрегатное производственное объединение»

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Андреев, А.А. Вакуумно-дуговые покрытия / А.А. Андреев, Л.П. Саблев, С.Н. Григорьев. – Харьков, ННЦ ХФТИ, 2010. – 318 с.
2. Андреев, А.А. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия / А.А.Андреев, Л.П. Саблев, В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев.. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005, –236 с.
3. Андреев, А.А. Износостойкие вакуумно-плазменные покрытия на основе титана в инструментальном производстве / А.А.Андреев, С.Н. Григорьев // Станки и инструмент, 2006, № 2, С. 19 – 24.
4. Аксёнов, Д.С. Регулировка состава Ti-Al-N покрытий, осаждаемых с применением двухканального вакуумно-дугового источника фильтрованной плазмы / Д.С. Аксёнов, И.И. Аксёнов, А.А. Лучанинов, Е.Н. Решетняк, В.Е. Стрельницкий // ФИП 2010, т. 8, №4, С. 307–313.
5. Андреев, А.А. Субмикрослоистые композиционные покрытия TiN-CrN на стали / А.А. Андреев, В.М. Шулаев // Физическая инженерия поверхности – 2005. – Т. 3, № 1-2. – С. 41-43.
6. Андреев, А.А. Вакуумно-дуговые наноструктурные TiN покрытия / А.А. Андреев, С.Н. Григорьев // Вестник МГТУ "Станкин" №3 (11), 2010.– С. 14–18.
7. Амосов, А.П. Получение многокомпонентных свс-прессованных катодов на основе тугоплавких соединений титана для нанесения вакуумно-дуговых покрытий / А.П. Амосов, Е.И. Латухин, А.Ф. Федотов, А.А. Ермошкин, С.И. Алтухов // Известия высших учебных заведений. порошковая металлургия и функциональные покрытия.– 2011 – №1 С. 46–51.
8. Бурков, А.А. Формирование и исследование электроискровых покрытий на основе алюминидов титана / А.А. Бурков, С.А. Пячин, В.С. Комарова // Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.– 2013г, №6, С. 16–24.
9. Береснев, В.М. Триботехнические и механические свойства нанокompозитных покрытий Ti-Al-N, осажденных ионно-плазменным

- методом / В.М. Береснев, А.Д. Погребняк, П.В. Турбин, С.Н. Дуб., Г.В. Кирик, М.К. Кылышканов // Трение и износ. 2010.– Т. 31. № 5. С. 467–474.
10. Богуслаев, А.В. Высокоскоростное финишное фрезерование лопаток моноколес /А.В. Богуслаев, А.Я. Качан, В.П. Карась // Вестник двигателестроения - 2002 г.-№1 .–С. 110–111.
  11. Боровский, Г.В. Современные технологии обработки материалов / Г.В. Боровский, С.Н. Григорьев, А.Р. Маслов – М.: Машиностроение, 2015–.304с.
  12. Богуслаев, А.В. Формообразование сложно-профильных поверхностей осевого моноколеса с широкохордными лопатками высокоскоростным фрезерованием /А.В. Богуслаев, А.Я. Качан, В.П. Карась, П.Д. Жеманюк, В.Ф.Мозговой // Вестник двигателестроения – 2004 . –№3. С. 16–19.
  13. Варданян, Э.Л. Композиционные покрытия на основе «ИнСиТА»и технологии их нанесения из плазмы вакуумного дугового разряда : дис. на соискание ученой степени канд. тех. наук. - Москва, 2015. 133 с.
  14. Варданян Э.Л., Будилов В.В. Технология нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti–Al из плазмы вакуумного дугового разряда. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016 – (7) – с. 59-62
  15. Гарипов А.Р., Варданян Э.Л., Назаров А.Ю Прогнозирование стехиометрического состава покрытий на основе «ИнСиТА», синтезированных в среде реакционных газов. Упрочняющие технологии и покрытия.–2018.– № 10(166).– с.471-476.
  16. Варданян Э.Л., Маслов А.А., Нагимов Р.Ш., Назаров А.Ю. Технология нанесения покрытий системы Ti–Al–N с аморфно-кристаллической структурой. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. –2021. –№ 1. – с. 98-101.
  17. Варданян Э.Л., Киреев Р.М., Рамазанов К.Н., Вафин Р.К., Ягафаров И.И., Валиев Р.Ш. Упрочнение матриц штампов комбинированной обработкой в вакууме. Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением -2012 – (1) -с. 28-31.

18. Варданян Э.Л., Киреев Р.М., Вафин Р.К., Ягафаров И.И., Валиев Р.Ш. Упрочнение пуансонов путем ионной модификации и нанесения износостойких покрытий. Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением -2013 – (3) -с. 31-32.
19. Варданян Э.Л., Киреев Р.М., Будилов В.В., Ягафаров И.И. Математическое моделирование процесса нанесения упрочняющих покрытий на основе интерметаллида системы Ti-Al. Упрочняющие технологии и покрытия. - 2014 6(114) – с. 7-10.
20. Верещака, А.С. Повышение работоспособности режущего инструмента при обработке труднообработываемых материалов путем применения наноструктурированного износостойкого покрытия и твердого сплава оптимального состава / А.С. Верещака, А.В. Дачева, А.И. Аникеев // Известия МГТУ "МАМИ"– 2010.–№1(9).
21. Верещака, А.С. Работоспособность режущего инструмента с износостойким покрытием / А.С. Верещака -М.: Машиностроение,1993.– С. 368.
22. Верхотуров, А.Д. Электроискровое упрочнение твёрдосплавного режущего инструмента алюминием и композиционной керамикой на основе ZrB<sub>2</sub> / А. Д.Верхотуров, Л. А. Коневцов // Перспективные материалы.– 2007.– №3, С.72–80.
23. Волосова, М.А. Вакуумно-плазменные технологии: получение наноструктурных покрытий триботехнического и инструментального назначения / М.А. Волосова // Вестник МГТУ “Станкин”.– 2010. –№ 4 (12) С.66–72.
24. Григорьев, С.Н. Технологические методы повышения износостойкости контактных площадок режущего инструмента / С.Н. Григорьев, В.П. Табаков, М.А. Волосова. Старый Оскол: ТНТ.– 2011.–. 269с.
25. Галышев, С.Н. Получение материалов на основе МАХ-фазы Ti<sub>2</sub>AlC методами СВС / С.Н. Галышев, Н.Г. Зарипов // Композиты и наноструктуры. – 2012. – № 2. – С. 5–10.

26. Галышев, С.Н. Синтез металлокерамики на основе Ti – Al – C в условиях свободного СВС-сжатия / С.Н. Галышев, П.М. Бажин, А.М. Столин, А.Е. Сычёв. // ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ.– 2010.– №2 С. 81–86.
27. Гостев, Г.В. Исследование закономерностей рассеивания стойкости торцевых и концевых фрез / Г.В. Гостев, В.А. Колюнов, Е.В. Гусев // Физико-химические процессы резания материалов: Межвузовский сборник. Чебоксары.–1986. – С. 75–77.
28. Гадалов, В.Н. Повышение работоспособности и качества режущих инструментов с электрофизическими покрытиями поверхностным пластическим деформированием - выглаживанием / В.Н. Гадалов, Е.Ф. Романенко // Современные инструментальные системы, информационные технологии и инновации.–2015.– С. 288–290.
29. Горохов, В.А. Система приспособлений для обработки деталей методом поверхностно пластического деформирования / В.А. Горохов // М.: ВНИИТЭМР, 1989.– 48 с.
30. Гуревич, Л. М. Структура и свойства интерметаллидного титано-алюминиевого композита после закалки / Л.М. Гуревич, Ю.П. Трыков, В.Н. Арисова, В.В. Метелкин, С.Ю. Качур // Известие ВГТУ, 2008, № 10, С. 28-31.
31. Гуревич, Л. М. Структура и свойства слоистых титано-алюминиевых композитов, упрочненных частицами интерметаллидов / Л.М. Гуревич, Ю.П. Трыков, В.Н. Арисова, О.С. Киселёв, А.Ю. Кондратьев, В. В. Метелкин // Известия волгоградского государственного технического университета.– 2009.–С.5–11.
32. Гуревич, Л. М. Свойства интерметаллидных прослоек в слоистых титано-алюминиевых / Л.М. Гуревич, Ю.П. Трыков, Д.В. Проничев, В.Н. Арисова, О.С. Киселев, А.Ю.Кондратьев, С.В. Панков // Известия волгоградского государственного технического университета.–2009.–С.35–40.



33. Демин, Ф. И. Технология изготовления основных деталей газотурбинных двигателей / Ф.И. Демин, Н.Д. Проничев, И.Л. Шитарев //: Учеб. пособие. – М.: Машиностроение, 2002. – 328 с.
34. Денисов В.В., Денисова Ю.А., Варданян Э.Л., Островерхов Е.В., Леонов А.А., Савчук М.В. Осаждение многослойного покрытия в газометаллическом пучково-плазменном образовании при низком давлении. Известия высших учебных заведений. Физика. – 2021. – № 1 (757). – с. 125-129.
35. Елкин, М.С. Исследование влияния износостойких покрытий режущего инструмента на параметры качества обработанной поверхности при фрезеровании концевыми фрезами лопаток моноколес ГТД: дис. на соискание ученой степени канд. тех. наук.– Рыбинск, 2015.181с.
36. Жеманюк, П.Д. Формообразование сложно-профильных поверхностей моноколес высокоскоростным фрезерованием / П.Д. Жеманюк, В.Ф. Мозговой, А.Я. Качан, В.П. Карась // Газотурбинные технологии - 2003.– №5 (26) – С. 18–21.
37. Зорев, Н.Н. Обработка стали твердосплавным инструментом в условиях прерывистого резания с большими сечениями среза / Н.Н. Зорев // Вестник машиностроения.– 1963.– №2.
38. Исламгалиев Р.К., Рамазанов К.Н., Караваева М.В., Гансеев А.В., Никитина М.А., Агзамов Р.Д., Варданян Э.Л., Еникеев Г.Г., Ягафаров И.И., Хусаинов Ю.Г. Структура и свойства ультрамелкозернистых сталей с ионно-плазменными покрытиями. М.: Издательство «Инновационное машиностроение», 2017. – 227 с.
39. Каменева, А.Л. Исследование структуры и свойств пленок на основе Ti-Al-N, формируемых методом магнетронного распыления / А.Л. Каменева, И.И. Замалетдинов // Конструкции из композиционных материалов. 2009.–№3, с. 62–67.
40. Кавицер Е.В. Структурные и фазовые превращения при механохимическом синтезе интерметаллидных покрытий. Автореферат на соискание ученой степени кандидата технических наук .2010

41. Киреев, Р.М. Синтез покрытий из нитридов и карбидов интерметаллида систем Ti-Al конденсацией плазменных потоков, генерируемых вакуумной дугой / Р.М. Киреев // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. 2008.– т.10 №1(26) С.96–99.
42. Кузнецов, С.И. Влияние состава порошковой композиции Ti-Al на процессы лазерного спекания и синтеза интерметаллидов / С.И. Кузнецов, С.А. Нефедов // Известия Самарского научного центра Российской академии наук, 2005.–т.7, №1, С. 35–42.
43. Клушин, М.И. О физических основах сверхскоростного резания металлов / М. И. Клушин // Труды ГПИ. – Горький, 1961. – С. 15–22.
44. Кочина, Т.Б. Применение высокопроизводительного режущего инструмента при механической обработке жаропрочных сплавов на никелевой основе/ Т.Б. Кочина // Обработка материалов резанием. 2009.–№3(51).
45. Козаков, А.Т. Состав окисных пленок зоны лазерной импульсной обработки быстрорежущих сталей и его влияние на эффективность работы металлорежущего инструмента / А.Т. Козаков С.И. Яресенько // Известия Самарского научного центра Российской академии наук, 2009.– т.11, №5.
46. Курзина И. А., Божко И. А, Калашников М. П., Сивин Д. О., Шаркеев Ю. П., Козлов Э. В. / Высокоинтенсивная имплантация ионов алюминия в титан// Металлофиз. новейшие технол. 2004, т. 26, № 12, сс. 1645—1660
47. Локтев, Д.А. Методы и оборудования для нанесения износостойких покрытий / Локтев Д.А., Е. Ямашкин // Стружка, 2007.– №4(19).
48. Лоладзе, Т. Н. Стружкообразование при резании металлов / Т. Н. Лоладзе. – М.: Машгиз, 1952. –200 с.
49. Лучанинов, А.А., Покрытия системы Ti-Al-N, нанесенные PVD методами / А.А. Лучанинов, В.Е. Стрельницкий // Физическая инженерия поверхности. – 2012. –Т. 10, № 1. – С. 4–21.
50. Мухин, В.С. Современные научные, методологические и производственные проблемы высокотехнологичного машиностроения (на примере

- авиадвигателестроения): учебное пособие / В. С. Мухин; Уфимский гос. авиац. техн. ун-т. Уфа: УГАТУ, 2014.– 677 с.
51. Маккларенс, Э. Покрытия для острых режущих кромок / Э. Маккларенс // *Metalworking world*. – 2011. № 3. – С. 32–33.
  52. Маслова, А.Н. Справочник металлиста в 5-ти томах / под ред. Маслова А.Н. – М.: Машиностроение, 1977.
  53. Назаров Алмаз Юнирович: Разработка композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук – 2019г. МАИ
  54. Некрасов, С. С. Повышение ресурса твердосплавных концевых фрез при обработке литейных сталей аустенитного класса: дис. на соискание ученой степени канд. тех. наук.
  55. Павлюкова Д.В. Структура и механические свойства слоистых материалов на основе титана и алюминия, полученных по технологии сварки взрывом и дополнительной термической обработки. Автореферат диссертации на соискание уч. степени канд.тех.наук, 2011.
  56. Прихна Т. А. Механические свойства материалов на основе MAX-фаз системы Ti–Al–C / Т.А. Прихна, С.Н. Дуб, А.В. Старостина, М.В. Карпец // *Сверхтвердые материалы*.– 2012.– № 2.– 24 с.
  57. Подчерняева, И.А. Влияние послойного ЭИЛ на свойства композиционного электролитического покрытия системы Ni-B / И.А. Подчерняева, М.А. Тепленко, А.Д. Костенко // *Порошковая металлургия*.– 2004.– № 1/2, С. 42–46.
  58. Подураев, В. Н. Автоматически регулируемые и комбинированные процессы резания / В. Н. Подураев. - М.: Машиностроение, 1977. - 304 С.
  59. Подчерняева, И.А. Электроискровое легирование конструкционных сплавов композиционным материалом на основе TiCN-AlN / И.А. Подчерняева, А.Д. Панасюк // *Порошковая металлургия*.–2000.– № 5/6, С. 21–29.

60. Резников, Н. И. Скоростное резание металлов с большими подачами / Н. И. Резников. - М.: Машгиз, 1957. – 136 с.
61. Скубачевский, Г.С. Авиационные газотурбинные двигатели. Конструкция и расчет деталей / Г.С. Скубачевский– М.. Машиностроение.–1974.– 520 с.
62. Боровский, Г.В. Современные технологии обработки материалов / Г.В. Боровский, С.Н. Григорьев, А.Р. Маслов – М.: Машиностроение, 2015.–304 с.
63. Сахнюк, Н.В. Качество поверхности при высокоскоростном фрезеровании лопаток компрессора из титанового сплава ВТ8 / Н.В. Сахнюк, А.Я. Качан // Вестник двигателестроения.– 2006.–№2, С.81–84.
64. Сметкин А.А., Муратов К.Р., Шаипов Р.Ф. Электронно-микроскопические исследования покрытий Ti-Al-N. Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. 2013. Том 15. № 3, стр 74-81.
65. Старков, В.К. Технологические методы повышения надежности обработки на станках с ЧПУ / В.К. Старков. - М. ; Машиностроение, 1984. - 119 с.
66. Семенчина А.С. Экспериментальный комплекс для исследования структурообразования в системе Ti-Al при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе и детонационно-газовом напылении. Автореферат диссертации на соискание канд. тех. наук. 2006
67. Середа Б.П., Жеребцов А.А. Исследование структурообразования алюминидов титана при их получении методом свс. Строительство, материаловедение, машиностроение. Сборник научных трудов. Украина, 2008 № 1, с.91-95.
68. Ситкина, Л.П. Эффективность технологии лазерной упрочняющей обработки в инструментальном производстве / Л.П. Ситкина, С.И. Ярьско // известия волгоградского государственного технического университета.– 2013.–№: 7 (110). С.40–43.
69. Солоненко, В.Г. Повышение качества режущих инструментов / В.Г. Солоненко, Л.А. Солоненко, И.В. Двадненко // СТИН.– 2007.– №6. С. 12–15.

70. Туркка, К. Повышение скорости обработки жаропрочных и титановых сплавов концевыми фрезами / К. Туркка // *Metalworking world*. – 2011. № 1. – С. 19.
71. Титов, В. А. Покрытия режущего инструмента. Состояние вопроса и перспективы / В. А. Титов // *НМ–оборудование*. – 2004. – №1. – С. 26–29.
72. Ягубова, И.Ю. Динамика фазообразования при нагреве в многослойных нанопленках системы Ti–Al / И.Ю. Ягубова, А.С. Рогачев, А.Э. Григорян, М.Р. Шарафутдинов, Б.П. Толочков // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2007. – т.71, №2. С. 278–279.
73. Федотов, А.Ф. Состав, структура и свойства многокомпонентных СВС-прессованных катодов системы Ti–C–Al и полученных из них вакуумно-дуговых покрытий / А.Ф. Федотов, А.П. Амосов, А.А. Ермошкин, В.Н. Лавро, С.И. Алтухов // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2013. – № 8 С.33–38.
74. Яресенько, С.И. Нанопленки оксидов металлов зоны лазерной обработки инструментальных сталей и их влияние на работоспособность металлорежущего инструмента / С.И. Яресенько // *Физическая мезомеханика*, – 2004. – №7 Спец. выпуск Ч.2 С.216–219.
75. Пат. №2479384 Рос. Федерация. Способ получения материалов на основе Ti–Al–C самораспространяющимся высокотемпературным синтезом или реакционным спеканием порошковой металлургией / Бажин П.М., Столин А. М.
76. Общемашиностроительные нормативы режимов резания для многоцелевых станков фрезерно-сверлильно-расточной группы, –М.: ВНИИТЭМР, –1986–. 159 с.
77. Adachi S., Nakata K. Improvement of adhesive strength of Ti–Al plasma sprayed coating. *Surface & Coatings Technology* vols. 201 (2007) pp. 5617–5620
78. Anikin V. N. et al. Ion-plasma Ti–Al–N Coatings on a Cutting Hard-Alloy Tool Operating under Conditions of Constant and Alternating-Sign Loads. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 2009, Vol. 50, No. 4, pp. 424–431

79. Appel F. Gamma Titanium Aluminide Alloys / F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring // : Science and Technology. Weinheim: Willey-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA,– 2011.– 745 p.
80. ABE E., M. The structure of a new e-phase formed during the early stage of crystallization of ti±48 at.% al amorphous film / E. ABE, M. OHNUMA and M. NAKAMURA. // Acta metallurgica.– 1999.– vol. 47, № 13, P. 3607–3616.
81. Burkov, A.A. Formation and Study of Electrospark Coatings Based on Titanium Aluminides / A.A. Burkov // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, –2013.– Vol. 7, № 3, P. 515–522..
82. Becker, S. Mechanism of Isothermal Oxidation of the Intermetallic TiAl and of TiAl Alloys / S. Becker, A. Rahmel, M. Schorr, and M. Schütze // Oxidation of Metals, –1992.–Vol. 38, №. 5/6.
83. Bobzin K., Brögelmann T., Kruppe N.C., Carlet, M. Wear behavior and thermal stability of HPPMS (Al,Ti,Cr,Si)ON, (Al,Ti,Cr,Si)N and (Ti,Al,Cr,Si)N coatings for cutting tools, Surface and Coatings Technology, 2020, Vol. 385, doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125370.
84. Bouzakis, K-D. Correlation of the Impact Resistance of Variously Doped CrAlN PVD Coatings with Their Cutting Performance / K-D Bouzakis, N. Michailidis, S. Gerardis, G. Katirtzoglou, E. Lili // Surface and Coatings Technology, –2008.– Vol. 203, № 5–7, P. 781–785.
85. Budilov V. et al. Intermetallic products formed by joint cold cathode vacuum arc sputtering of titanium and aluminium. Materials Science and Engineering A vols. 375–377 (2004) pp. 656–660
86. Byrne, G. Advancing Cutting Technology / G. Byrne, D. Dornfeld, B. Denkena // CIRP Annals. –1995.–Vol 52. P. 64–71.
87. Caron, M. Calculation of a Al-Ti-O-N quaternary isotherm diagram for the prediction of stable phases in TiN/Al alloy contact metallization / M. Caron, G. Gagnon, V. Fortin //J. Appl. Phys. – 1996. – Vol. 79. – P. 4468-4470.
88. Coelho C. et al. Structure and properties of sputtered TiAl–M ( M=Ag, Cr) thin films. Surface and Coatings Technology 120–121 ( 1999 ) pp. 297–302

89. Demchishin A.V. et al. Structure, phase composition and microhardness of vacuum-arc multilayered Ti/Al, Ti/Cu, Ti/Fe, Ti/Zr nano-structures with different periods. *Applied Surface Science* vols. 342 (2015) pp.127–135
90. Dobrzanski, L. A. Structure and properties PVD and CVD coatings deposited onto edges of sintered cutting tools / L. A. Dobrzanski, M. Staszuk, K. Golomberg // *Archives of metallurgy and materials*. – 2010.– № 1(55). – P. 187–193.
91. Dobrzanski, L.A. Structure and properties of the TiN and Ti(CN) coatings deposited in the PVD process on the high-speed steels/ L.A. Dobrzanski, M. Adamiak. // *Journal of Materials Processing Technology*. –2003.– vol. 133, P. 50 – 62.
92. Das, K. The Al-O-Ti (Aluminum-Oxygen-Titanium) System / K. Das, P. Choudhury, S. Das // *Journal of Phase Equilibria*. –2002.– V. 23, № 6. P. 525–536.
93. Derflinger, V.H. Mechanical and structural properties of various alloyed TiAlN-based hard coatings / V.H. Derflinger A. Schütze M. Ante. // *Surface and Coatings Technology*. –2006.–Vol. 200, P. 4693–4700.
94. Duan L. et al. High temperature wettability and oxidation behavior of TiN, Ti–Al–N and Ti–Si–N PVD film. *Mater. Res. Express*, 2020, Vol. 7, 116401
95. Dudina D. V. et al. Detonation Spraying of Ti–Al Intermetallics: Phase and Microstructure Development of the Coatings. *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 30 pp.724–729, 2015.
96. Ergin N., Yoruk G., Ozemir O. Characterization of Ni<sub>3</sub>Al and Ti<sub>3</sub>Al Coatings Produced by Electric Current Activated Sintering Method. *ActaPhysicaPolonica A* Vol. 12, 2013, pp 245-247
97. Fuhui, W. The Oxidation Resistance of a Sputtered, Microcrystalline TiAl-Intermetallic-Compound Film / W. Fuhui, L. Hanyi, W. Weitao // *Oxidation of Metals*, –1995.–Vol. 43.
98. Garcia I. et al. (Ti,Al)/ (Ti,Al) N coatings produced by laser surface alloying. *Materials Letters* vols. 53 2002 pp 44–51

99. Gulbinski, S.W. Evaluation of phase, composition, microstructure and properties in TiC/a-C:H thin films deposited by magnetron sputtering / Gulbinski, S W. Mathur, H. Shen, T. Suszko, A. Gilewicz, B. Warcholinski // *Appl. Surf. Sci.* 239.–2005.–P. 302–310.
100. Guo B.; Zhou J.; Zhang S.; Zhou H.; Pu, Y.; Chen, J. Microstructure and tribological properties of in situ synthesized TiN/Ti<sub>3</sub>Al intermetallic matrix composite coatings on titanium by laser cladding and laser nitriding. *Materials Science and Engineering A* 2008, 480 (1–2), 404–410.
101. Grigoryan A. E. et al. Autowave Propagation of Exothermic Reactions in Ti–Al Thin Multilayer Films. *doklady physical chemistry.* (381) 1–3 2001
102. Grigoriev S., Vereschaka A., Milovich F., Tabakov V., Sitnikov N., Andreev N. et al, Investigation of the properties of Ti-TiN-(Ti,Al,Nb,Zr)N composite coating and its efficiency in increasing wear resistance of metal cutting tools, *Surface and Coatings Technology*, 2021, Vol. 421, doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127432.
103. Harsh, A. Structural and mechanical properties of reactively sputtered TiAlC nanostructured hard coatings / Harsh, A. Chaliyawala, Gaurav G., Praveen K., G. // *Surface & Coatings Technology.*– 2015.
104. Hampshire J. et al. Structure and mechanical properties of co-deposited TiAl thin films. *Thin Solid Films* vols. 420 – 421 (2002) pp386–391
105. Holzapfel D.M., Music D., Hans M. et al. Enhanced thermal stability of (Ti,Al)N coatings by oxygen incorporation, *Acta Materialia*, Vol. 218, 2021, doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117204.
106. Joshi, A. Oxidation behavior of titanium-aluminium nitrides / A. Joshi, H.S. Hu // *Surf. Coat. Technol.* – 1995. – Vol. 76-77. – P. 499-507.
107. Kimura, A. Effects of Al content on hardness, lattice parameter and microstructure of Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N films / A. Kimura, H. Hasegawa, K. Yamada, T. Suzuki // *Surf. Coat. Technol.* – 1999. – Vol. 120-121. – P. 438-441.
108. Kim, Y.-W., *Acta metall. mater.*, 1992, 40, 1121



109. Knotek, O. Industrial deposition of binary, ternary, and quaternary nitrides of titanium, zirconium, and aluminum / O. Knotek, W.D. Münz, T. Leyendecker // *Vac. Sci. Technol.*–1987.–
110. Knotek, O. The structure and composition of Ti-Zr-N, Ti-Al-Zr-N and Ti-Al-V-N coatings / O. Knotek, M. Böhmmer, T. Leyendecker, F. Jungblut // *Materials Science and Engineering: A*.– 1988.–Vol. 105–106. P. 481–488.
111. Karabi, D. The Al-O-Ti (Aluminum-Oxygen-Titanium) / D. Karabi, C. Pritha // *System. Journal of Phase Equilibria*.– 2002.– Vol. 23 No. 6.
112. Lipsitt, H. A. High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys / H. A. Lipsitt // *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*– 1985.– P. 351.
113. Liu, Z.-J. Hardening mechanisms of nanocrystalline Ti-Al-N solid solution films / Z.-J. Liu, P.W. Shum, Y.G. Shen // *Thin Solid Films*. – 2004. – Vol. 468. – P. 161-166.
114. Lp X. L. Reactions and phase relations in the Ti-Ai-O system / X. L. Lp, R. Hillel , F. Teyssandier , S. K. Choi // *Acta Metallurgica et Materialia*.– 1992.– Vol. 40. P. 3149–3157.
115. Leyens, C. Titanium and Titanium Alloys / C. Leyens, M. Peters // *Fundamentals and Applications*.–2003.– 532 p.
116. Lopez de Lacalle LN Cutting Tools for Hard Machining / Lacalle LN. Lo' pez de, A. Lamikiz, J. Ferna' ndez, I. Azokona // *Book Hard Machining*.– 2010.–
117. Lei S. Tribological behaviours of PVD TiN and TiCN coatings in artificial seawater / S. Lei, W. Yongxin // *Surface and Coatings Technology*.– 2013.– Vol. 226. P. 40-50.
118. Lei, S. Improving tribological performance of CrN coatings in seawater by structure design / S. Lei, W. Yongxin // *Tribology International*.– 2015.–Vol. 82, P. 78-88
119. Levashov E. A. et al. Multilayer nanostructured heat-generating Coatings. Preparation and certification of mechanical and tribological properties. *Metallurgist*, 2011, Vol. 54, Nos. 9–10

120. Liu Z.D. et al. In situ synthesis of TiN/Ti<sub>3</sub>Al intermetallic matrix composite coatings on Ti6Al4V alloy. *Materials and Design* 37 (2012) 268–273
121. Locci, I.E. Term Oxidation of Model and Engineering TiAl Alloys / I.E. Locci, M.P. Brady // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*– 2001.– V. 646.
122. Matsubara T. et al. Fabrication of a thick surface layer of Al<sub>3</sub>Ti on Ti substrate by reactive-pulsed electric current sintering. *Intermetallics* 8 (2000) pp815 -822
123. McIntyre, D. Oxidation of metastable single-phase polycrystalline Ti<sub>0.5</sub>Al<sub>0.5</sub>N films: Kinetics and mechanisms / D. McIntyre, J.E. Greene, G. Hekansson // *J. Appl. Phys.* – 1990. – Vol. 67. – P. 1542- 1553.
124. Miyake Masao et al. TiAl<sub>3</sub> Coating on Ti Substrate by Al Electrodeposition from DMSO<sub>2</sub> Bath and Annealing. *High Temp. Mater. Proc.*, Vol. 30 (2011), pp. 485–489.
125. Mordyuk B.N. et al. Ti particle-reinforced surface layers in Al: Effect of particle size on microstructure, hardness and wear. *Materials Characterization* vols. 61 (2010) pp. 1126 – 1134
126. Mridha S. et al. Intermetallic coatings produced by TIG surface melting. *Journal of Materials Technology* vol 113 (2001) pp 516-520
127. Musil J. et al. Physical and mechanical properties of Ti/Al multilayer heat releasing coatings. *Int. J. Nanomanufacturing*, Vol. 11, Nos. 1/2, 2015
128. Oliveira J.C. et al. Hard amorphous Ti–Al–N coatings deposited by sputtering. *Thin Solid Films* vol. 516 (2008) pp. 5032 – 5038
129. PalDey, S. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti, Al)N: a review / S. PalDey, S.C. Deevi // *Mater. Sci. Eng.* – 2003. –Vol. A342. – P. 58–79.
130. Panjan, P. Oxidation behaviour of TiAlN coatings sputtered at low temperature / P. Peter, N. Boris, C. Miha, Z. Anton // *Vacuum* – 1999. – Vol. 53. – P. 127–131.
131. Qu H.P. et al. Microstructure and mechanical property of laser melting deposition (LMD) Ti/TiAl structural gradient material. *Materials and Design* vols. 31 (2010) pp. 574–582
132. Rebouta, L. Oxidation resistance of (Ti, Al, Zr, Si)N coatings in air / L. Rebouta, F. Vaz, M. Andritschky // *Surf. Coat. Technol.* – 1995. – Vol. 76-77. – P. 70-74.

133. Romankov S.E. et al. Structural formation of aluminide phases on titanium substrate. *Surface and Coatings Technology* vols.180 – 181 2004 pp. 280–285
134. Ramos A., Calinas R., Vieira M., The formation of  $\gamma$ -TiAl from Ti/Al multi-layers with different periods, *Surface and Coatings Technology* vols. 200 (2006) 6196–6200.
135. Ramos A.S., Vieira M.T. / Kinetics of the thin films transformation Ti/Al multilayer  $\gamma$ -TiAl. *Surface & Coatings Technology* vol. 200 2005 pp 326 – 329
136. Romankov S. et al. Pulsed plasma treatment of Ti–Al coatings produced by mechanical alloying method. *Materials Letters* vols. 61 (2007) pp. 5288–5291
137. Romankov S. et al. Effect of process parameters on the formation of Ti–Al coatings fabricated by mechanical milling. *Journal of Alloys and Compounds* vols. 484 (2009) pp. 665–673
138. Sergevnin V.S., Blinkov I.V., Volkhonskii A.O. et al. Nickel Effect on the Structure and Properties of Adaptive Wear-Resistant Arc-PVD Ti–Al–Mo–N Coatings. *Russ. J. Non-ferrous Metals*, 2020, 61, pp.466–474, doi.org/10.3103/S1067821220040094
139. Shao-Guang Liu et al. High temperature erosion properties of arc-sprayed coatings using various cored wires containing Ti–Al intermetallics. *Wear* vols. 262 (2007) 555–561
140. Shen Li et al. Preparation of TiAl<sub>3</sub>-Al composite coating by cold spraying. // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 19(2009) 879-882
141. Sundheendra, P. Deposition of Ti-Al intermetallic composite by reactive thermal evaporation / P. Sundheendra, A.O. Surendranathan, N.K. Udayashankar // *Procedia Materials Science* 5.–2014.– P.962 – 968.
142. Sun, Z.M. Structure and bulk modulus of M<sub>2</sub>AlC (M = Ti, V, and Cr) / Z.M. Sun, R. Ahuja, L. Sa, J.M. Schneider // *J. Applied Physics Letters* - 2003. - V. 83. - № 6. - P. 1-3.
143. Schmitz-Niederau, M. The Oxidation Behavior of Several Ti±Al Alloys at 900°C in Air / M. Schmitz-Niederau, M. Schuetze. // *Oxidation of Metals.*–1999.–Vol. 52, №. 3/4.

144. Schroeder, T. A. High speed machining analysis of difficult-to-machine materials / T. A. Schroeder, J. Hazra // SME Manuf. Eng. Trans. Vol. 9. - 9th North Amer. Manuf. Res. Conf., Proc.– 1981. –P.374–381.
145. Sokovic, M. Cutting characteristics of PVD and CVD – coated ceramic tool inserts / M. Sokovic, J. Kopac, L. A. Dobrzanski // Tribology in industry. – 2006. № 1(28). – pp. 3–8.
146. Sungbo H. et al. Effect of Negative Substrate Bias Voltage on the Microstructure and Mechanical Properties of Nanostructured Ti-Al-N-O Coatings Prepared by Cathodic Arc Evaporation. Journal of the Korean institute of surface engineering, 2021, Vol. 54, pp. 133-138
147. Taniguchi, S. TEM observation of the initial oxidation stages of TiAl and TiAl-O.2Zr / S. Taniguchi, S. Fujimoto, T. Katoh & T. Shibata // Materials at High Temperatures.– 2000.– Vol. 17.–
148. Tadayuki, S. Preparation of Ti-Al Intermetallic Compound by Wire Arc Spraying / S. Tadayuki, N. Atsushi, W. Takayuki // Transactions of Materials Research Society of Japan.–2000.– P. 301-304.
149. Ustinov A.I. et al. Diffusion welding of g-TiAl based alloys through nano-layered foil of Ti/Al system. Intermetallics vols 16 (2008) pp. 1043–1045
150. Uny F., Achache S., Lamri s. et al Deposition and characterization of (Ti, Al)N coatings deposited by thermal LPCVD in an industrial reactor, Surface and Coatings Technology, 2019, vol. 358, pp 923-933, doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.014.
151. Vaz F. Thermal oxidation of Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub> N coatings in air / F. Vaz, L. Rebouta, M. Andritschky //J. Europ. Ceram. Soc. – 1997. – Vol.17. – P. 1971-1977
152. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. Properties of intermetallic Ti-Al based coatings deposited on ultrafine grained martensitic steel. Surface and Coatings Technology 2020 (389) 125657 doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125657
153. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. Mechanical properties and tribological behavior of multilayer intermetallics Ti-Al-N/Ti-Al

- coatings deposited by vacuum arc plasma. Proceedings - 2020 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects, 2020, стр. 547–550, 9242151
154. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y., Staravoitov S.V. Mechanical properties and tribological behavior of multilayer intermetallics Ti-Al-N/Ti-Al coatings deposited by vacuum arc plasma. Proceedings - 2020 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects, 2020, стр. 544–546, 9242037
155. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. Model calculation of the stoichiometric composition of three-component vacuum ion plasma coatings. Journal of Physics: Conference Series. 2019 (1393) 10.1088/1742-6596/1393/ 1/012148
156. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. The influence of architectural coatings based on intermetallics, carbides, oxides and nitrides of the Ti-Al system on their physico-mechanical properties. Journal of Physics: Conference Series. 2019 (1393) 10.1088/1742-6596/1393/ 1/012146
157. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. Ti-Al system coatings synthesized in reaction gases. Journal of Physics: Conference Series. 2019 (1396) Doi:10.1088/1742-6596/1396/1/012042
158. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Nagimov R.S., Nazarov A.Y. Investigation of the mechanical properties of coatings with different architecture deposited from vacuum arc plasma. Journal of Physics: Conference Series. 2019 (1281) Doi: 10.1088/ 1742-6596/1281/1/012087
159. **Vardanyan E.L.**, Ramazanov K.N., Khusnimardanov R.N. Investigation of physical and mechanical properties of coatings based on intermetallics of the Ti-Al system obtained in acetylene environment from vacuum-arc discharge plasma. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 387 012081. Doi:10.1088/1757-899X/387/1/012081.
160. **Vardanyan E.L.** Nazarov A.Yu., Ramazanov K.N., Gabitashvili S.O., Nagimov R.Sh. Influence of reaction gases on phase compounds and mechanical properties

- of coatings based on intermetallics of Ti-Al systems. J. Phys.: Conf. Ser. 1121 012031. Doi:10.1088/1742-6596/1121/1/012031
161. **Vardanyan E.L.**, Nazarov A. Yu., Ramazanov K.N. Investigation of physico-mechanical properties of composite coatings based on intermetallics of the Ti-Al system synthesized in the environment of various reaction gases (O, C, N). J. Phys.: Conf. Ser. 1115 032081. Doi:10.1088/1742-6596/1115/3/032081
  162. **Vardanyan E.L.**, Nazarov A. Yu., Ramazanov K.N., Nagimov R.Sh. Mathematical model of deposition process of composite coatings based on intermetallic Ti-Al system by vacuum arc. J. Phys.: Conf. Ser. 1115 032083. Doi:10.1088/1742-6596/1115/3/032083
  163. **Vardanyan E.L.**, Nazarov A. Yu., Ramazanov K.N., Nagimov R.Sh et al. Research and development of anti-adhesive coatings deposited by vacuum-arc discharge plasma J. Phys.: Conf. Ser. 2018 1115 032081. Doi:10.1088/1742-6596/1115/3/032081
  164. Wilhelmssona, O. Deposition and characterization of ternary thin films within the Ti–Al–C system by DC magnetron sputtering / O. Wilhelmssona, J.-P. Palmquista, E. Lewina, J. Emmerlichb // Journal of Crystal Growth.–2006.–P. 290–300.
  165. Wierzchon T. et al. Structure and Properties of Ti-Al Intermetallic Layers Produced on Titanium Alloys by a Duplex Treatment. Materials Science Forum Vols 475-479 (2005) pp 3883-3888
  166. Xian-Xiu, M. Surface alloying of Al films/Ti substrate based on high-current pulsed electron beams irradiation / M. Xian-Xiu, F. Jian-Qiang, L. Xiao-Na // Rare Metals.– 2014.– Vol. 33, P. 155-160
  167. Yang, M.-R. Oxidation resistance improvement of TiAl intermetallics using surface modification / M.-R. Yang, S.-K. Wu // Bulletin of the College of Engineering. N.T.U. –2003.– №. 89. P. 3–19.
  168. Yumoto A. et al. In situ synthesis of titanium-aluminides in coating with supersonic free-jet PVD using Ti and Al nanoparticles. Surface and Coatings Technology vols. 169 – 170 2003 pp 499–503

169. Zhang, M.-X. Phase diagram of Ti-Al-O at 1100°C / M.-X. Zhang, K.C. Hsieh, J. DeKock, Y.A. Chang. // *Scripta Metallurgica et Materialia*.– 1992.–Vol. 27. P. 1361–1366.
170. Zhou, M. Phase transition and properties of Ti–Al–N thin films prepared by r.f.-plasma assisted magnetron sputtering/ M. Zhoua, Y. Makinoa, M. Noseb, K. Nogib // *Thin Solid Films*.–1999.– Vol. 339, P. 203–208.
171. Zhenbin, G. Combustion synthesis of ternary carbide  $Ti_3AlC_2$  in Ti–Al–C system / Zhenbin G. , Kexin C., Junming G., Heping Z // *Journal of the European Ceramic Society* 23.–2003.–P. 567–574.
172. Zhang, S. Magnetron-sputtered nc-TiC/a-C(Al) tough nanocomposite coatings / Z. Sam, L. Xuan, F. Yongqing // *Thin Solid Films*.–2004.–Vol. 467. P. 261–266

## ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А. Копия патента на способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al (№ 2489514).

Приложение Б. Копия патента на Способ фильтрации капельной фазы при осаждении из плазмы вакуумно-дугового разряда (№ 2657273).

Приложение В. Копия патента на Способ получения износостойкого градиентного покрытия системы Ti-Al на стальной детали в вакууме (№ 2662516).

Приложение Г. Способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al (№ 2677043).

Приложение Д. Копия патента на Способ получения покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированного в среде азота (№ 2689474).

Приложение Е. Копия патента на Способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом (№ 2694857).

Приложение Ж. Копия патента на способ повышения стойкости металлорежущего инструмента (№ 2697749).

Приложение З. Копия патента на Способ нанесения аморфно-кристаллического покрытия на металлорежущий инструмент (№ 2699700).

Приложение И. Копия патента на Способ упрочнения режущего инструмента осаждением мультислойных покрытий системы Ti – Al (№ 2700344).

Приложение К. Копия патента на Способ упрочнения инструмента из быстрорежущей стали (№ 2745919).

Приложение Л. Копия свидетельства о регистрации программы «Расчет параметров нанесения покрытия на основе интерметаллида TiAl» (№ 2012616194).

Приложение М. Копия свидетельства о регистрации программы для ЭВМ «Расчет скорости роста и толщины покрытий, полученных из плазмы вакуумно-дугового разряда» (№ 2019617973).

Приложение Н. Копия акта о внедрении результатов диссертационной работы.

Приложение О. Копия акта о внедрении результатов диссертационной работы.

Приложение П. Копия акта о внедрении результатов диссертационной работы.



Приложение Р. Копия акта о проведении испытания МРИ Долбьяк с покрытием.

Приложение С. Копия акта о проведении испытания МРИ Фреза с покрытием.

Приложение Т. Копия акта о проведении испытания МРИ Фреза с покрытием.

Приложение У. Копия акта о проведении испытания МРИ Развертка с покрытием.

Приложение Ф. Копия акта о проведении испытания МРИ Зенкер с покрытием.

Приложение Х. Планировка участка упрочнения МРИ.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2489514

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ  
НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА СИСТЕМЫ Ti-Al**

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2012111735

Приоритет изобретения 22 марта 2012 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 августа 2013 г.

Срок действия патента истекает 22 марта 2032 г.

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Б.П. Симонов*



26.08.2021

ИЗ №2657273

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 657 273** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК  
**C23C 14/24 (2006.01)**  
**H01J 3/40 (2006.01)**  
(52) СПК  
**C23C 14/24 (2006.01)**  
**H01J 3/40 (2006.01)**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

<p>(21)(22) Заявка: <a href="#">2017117779</a>, 22.05.2017</p> <p>(24) Дата начала отсчета срока действия патента: 22.05.2017</p> <p>Дата регистрации: 09.06.2018</p> <p>Приоритет(ы): (22) Дата подачи заявки: 22.05.2017</p> <p>(45) Опубликовано: <a href="#">09.06.2018</a> Бюл. № <a href="#">16</a></p> <p>(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2585243 C1, 27.05.2016. RU 2369664 C2, 10.10.2009. RU 2507305 C2, 20.02.2014. RU 92240 U1, 10.03.2010. US 7252745 B2, 07.08.2007.</p> <p>Адрес для переписки: 450008, Респ. Башкортостан, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12, УГАТУ, ОИС, пат. пов. Ефремовой В.П., N 1017</p>	<p>(72) Автор(ы): Будилов Владимир Васильевич (RU), Шехтман Семен Романович (RU), Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU)</p> <p>(73) Патентообладатель(и): федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)</p>
---	---

(54) СПОСОБ ФИЛЬТРАЦИИ КАПЕЛЬНОЙ ФАЗЫ ПРИ ОСАЖДЕНИИ ИЗ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области нанесения покрытий из плазмы вакуумно-дугового разряда и может быть использовано для получения фильтрованной плазмы. Способ фильтрации капельной фазы из плазмы вакуумно-дугового разряда при осаждении многослойного покрытия системы Ti-Al на поверхность детали характеризуется тем, что перед деталью на расстоянии 7 мм от нее устанавливают технологическую сетку с квадратными ячейками с оптической прозрачностью 65% из прутка нержавеющей стали, электрически соединяют с упомянутой деталью и подают на упомянутую сетку отрицательный потенциал. Обеспечивается повышение качества и улучшение адгезии, уменьшение пористости, улучшение физико-механических свойств, а именно микротвердости и шероховатости наносимого покрытия, за счет уменьшения капельной фазы и увеличения плотности плазменного потока на выходе из фильтра. 2 ил., 1 пр.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** **2 662 516** <sup>(11)</sup> **C1** <sup>(13)</sup>

(51) МПК  
[C23C 14/24 \(2006.01\)](#)  
[C23C 14/16 \(2006.01\)](#)  
[C23C 8/38 \(2006.01\)](#)

(52) СПК  
[C23C 14/24 \(2006.01\)](#)  
[C23C 14/16 \(2006.01\)](#)  
[C23C 8/38 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: [2017126320](#), 21.07.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
21.07.2017

Дата регистрации:  
26.07.2018

Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 21.07.2017

(45) Опубликовано: [26.07.2018](#) Бюл. № [21](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 2017/0001326 A1, 05.01.2017. RU 2022058 C1, 30.10.1994. RU 2543643 C1, 10.03.2015. US 5363400 A1, 08.11.1994. Лопатин И.В. Генерация объемной плазмы в разрядах низкого давления с полым катодом для азотирования поверхности металлов, автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук, Томск, 2013, с.17, абзац 1 снизу, с.18, рис.14, рис.15, с.8, абзац 2 снизу, рис.1.

Адрес для переписки:  
450008, Рес. Башкортостан, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12, УГАТУ, ОИС, Ефремовой В.П.

(72) Автор(ы):

**Будилев Владимир Васильевич (RU),  
Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU),  
Агзамов Рашид Денисламович (RU),  
Варданян Эдуард Леонидович (RU),  
Назаров Алмаз Юнирович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКОГО ГРАДИЕНТНОГО ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ Ti-AL НА СТАЛЬНОЙ ДЕТАЛИ В ВАКУУМЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения износостойких покрытий и может быть использовано для расширения ассортимента деталей машин и инструмента. Способ получения износостойкого градиентного покрытия системы Ti-Al на стальной детали в вакууме включает осаждение интерметаллидного покрытия системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда в течение 180 мин при давлении  $1,5 \cdot 10^{-1}$  Па в среде инертного газа в виде аргона и токах дуговых испарителей в диапазоне 60-120 А и последующее азотирование в дуговом разряде посредством плазменного источника с накаливаемым катодом в течение 60 мин при давлении  $2 \cdot 10^{-1}$  Па в среде реакционного газа в виде азота.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2677043

**Способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Варданян Эдуард Леонидович (RU), Нагимов Рустем Шамилович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU)*

Заявка № 2017142433

Приоритет изобретения 05 декабря 2017 г.

Дата государственной регистрации в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 15 января 2019 г.

Срок действия исключительного права на изобретение истекает 05 декабря 2037 г.



Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности

*Г.П. Илизов* Г.П. Илизов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2689474

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ  
ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СИСТЕМЫ TI-AL,  
СИНТЕЗИРОВАННОГО В СРЕДЕ АЗОТА**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU)*

Заявка № 2018140818

Приоритет изобретения 19 ноября 2018 г.

Дата государственной регистрации в


Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 28 мая 2019 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 19 ноября 2038 г.

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

 Г.П. Ивлиев



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2694857

**Способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU)*

Заявка № 2018128884

Приоритет изобретения 06 августа 2018 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 18 июля 2019 г.

Срок действия исключительного права на изобретение истекает 06 августа 2038 г.



Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности

*Г.П. Ивлиев* Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 697 749** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК  
[C23C 14/24 \(2006.01\)](#)  
[C23C 14/06 \(2006.01\)](#)  
(52) СПК  
[C23C 14/24 \(2019.02\)](#)  
[C23C 14/06 \(2019.02\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

<p>(21)(22) Заявка: <a href="#">2018130191</a>, 20.08.2018</p> <p>(24) Дата начала отсчета срока действия патента: 20.08.2018</p> <p>Дата регистрации: 19.08.2019</p> <p>Приоритет(ы): (22) Дата подачи заявки: 20.08.2018</p> <p>(45) Опубликовано: <a href="#">19.08.2019</a> Бюл. № <a href="#">23</a></p> <p>(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2489514 C1, 10.08.2013. RU 2653399 C2, 08.05.2018. RU 2574542 C1, 10.02.2016. US 9257263 B2, 09.02.2016. US 6613393 B1, 02.09.2003.</p> <p>Адрес для переписки: 450008, Рес. Башкортостан, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12, УГАТУ, ОИС, Ефремовой В.П.</p>	<p>(72) Автор(ы): Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Вардаия Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU), Насыров Вадим Файзерахманович (RU), Галимова Ирина Рифхатовна (RU), Хуснимарданов Рушан Наилевич (RU), Уткина Екатерина Алексеевна (RU)</p> <p>(73) Патентообладатель(и): федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU), Научно-производственная ассоциация "Технопарк Авиационных Технологий" (RU)</p>
--	---

(54) СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ СТОЙКОСТИ МЕТАЛЛОРЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению износо-, ударо-, тепло-, трещино- и коррозионностойких покрытий и может быть использовано в машиностроении для повышения надежности и долговечности широкого ассортимента деталей машин и инструмента. Способ формирования износостойкого композиционного покрытия на поверхности металлорежущего инструмента включает размещение обрабатываемого металлорежущего инструмента в вакуумной камере, проведение ионной очистки поверхности детали электродуговым испарителем в среде инертного газа, нанесение на поверхность детали нижнего слоя титана посредством титанового катода, нанесение слоя на основе нитрида титан-алюминия посредством двух катодов из алюминия и титана, расположенных в одной плоскости противоположно друг другу. Нанесение слоев покрытия осуществляют при ассистировании плазменным источником с накалимым катодом. После размещения обрабатываемого металлорежущего инструмента в вакуумной камере вокруг рабочей поверхности каждого металлорежущего инструмента на расстоянии 3-15 мм от нее закрепляют технологическую сетку, которая находится под одним потенциалом с указанным металлорежущим инструментом, и с помощью упомянутой технологической сетки создают плазму повышенной плотности.



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2699700

**Способ нанесения аморфно-кристаллического покрытия  
на металлорежущий инструмент**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU), Громов Ярослав Юрьевич (RU), Николаев Алексей Александрович (RU)*

Заявка № 2019108905

Приоритет изобретения 27 марта 2019 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 09 сентября 2019 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 27 марта 2039 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

*Г.П. Ивлиев* Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2700344

**СПОСОБ УПРОЧНЕНИЯ РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА  
ОСАЖДЕНИЕМ МУЛЬТИСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ  
СИСТЕМЫ Ti - Al**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Хуснимарданов Рушан Наилевич (RU), Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU)*

Заявка № 2019103188

Приоритет изобретения **05 февраля 2019 г.**

Дата государственной регистрации в


Государственном реестре изобретений

Российской Федерации **16 сентября 2019 г.**

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает **05 февраля 2039 г.**

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

 *Г.П. Илиев*



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

**№ 2745919**

**Способ упрочнения инструмента из быстрорежущей стали**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский государственный авиационный технический университет" (RU)*

Авторы: *Варданян Эдуард Леонидович (RU), Нагимов Рустем Шамилевич (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Рамазанов Камиль Нуруллаевич (RU)*

Заявка № **2019136949**

Приоритет изобретения **18 ноября 2019 г.**

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации **02 апреля 2021 г.**

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает **18 ноября 2039 г.**



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2012616194

Расчет параметров нанесения покрытия  
на основе интерметаллида TiAl

Приниматель(и): *Варданян Эдуард Леонидович (RU),  
Ягафаров Ильгиз Ирекович (RU), Киреев Радик Маратович (RU)*

Автор(ы): *Варданян Эдуард Леонидович,  
Ягафаров Ильгиз Ирекович, Киреев Радик Маратович (RU)*

Заявка № 2012613832

Дата поступления 12 мая 2012 г.

Зарегистрировано в Реестре программ для ЭВМ  
5 июля 2012 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Handwritten signature of B.P. Simonov in black ink.

Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2019617973

**РАСЧЕТ СКОРОСТИ РОСТА И ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ,  
ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО  
РАЗРЯДА**

Правообладатели: **Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU)**

Авторы: **Варданян Эдуард Леонидович (RU), Назаров Алмаз Юнирович (RU), Брюханов Евгений Александрович (RU)**

Заявка № **2019616488**

Дата поступления **04 июня 2019 г.**

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ **25 июня 2019 г.**

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 **Г.П. Излиев**





Публичное акционерное общество «ОДК – Уфимское моторостроительное производственное объединение» (ПАО «ОДК – УМПО») ул. Ферина, 2, г. Уфа, Республика Башкортостан, Российская Федерация, 450039  
Телетайп/телекс: 162340, «RICA RU», тел.: +7 (347) 238-33-66, 238-18-63, факс: +7 (347) 238-37-44, http:// www.umpo.ru, e-mail: umpo@umpo.ru  
ОГРН 1020202388359, ИНН 0273008320, КПП 027301001

№ \_\_\_\_\_  
на № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

### АКТ

#### о внедрении результатов научных исследований в рамках диссертационной работы Варданяна Эдуарда Леонидовича

Научные результаты диссертационной работы Варданяна Эдуарда Леонидовича внедрены на ПАО «ОДК-УМПО» в виде типового технологического процесса нанесения многослойного композиционного покрытия на основе интерметаллидов, нитридов, оксидов, карбидов системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда на конические твердосплавные фрезы «Е6154-2823» и «Е6154-2829».

Разработанный технологический процесс реализован на модернизированной установке ННВ 6.6-И1 и позволяет проводить очистку и активацию обрабатываемых поверхностей ионами инертного газа, осуществлять нагрев обрабатываемых деталей до рабочей температуры, и наносить композиционные покрытия с двух однокомпонентных катодов из Ti и Al. В процессе осаждения покрытий применяются в качестве рабочих газов кислород, ацетилен, азот и аргон, что позволяет формировать на поверхности инструмента наряду с оксидами, карбидами и нитридами интерметаллидные фазы системы Ti-Al различного состава.

В лаборатории ПНИЛ «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» при Уфимском государственном авиационном техническом университете проведены комплексные исследования по упрочнению металлорежущих инструментов широкой номенклатуры. По результатам которых получены: совокупность экспериментальных данных о влиянии технологических режимов на структуру и фазовый состав покрытий; зависимости изменения микротвердости и износостойкости композиционных покрытий; влияние архитектуры покрытий на физико-механические свойства.

Производственные испытания фрез с разработанными композиционными покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti-Al показали повышение стойкости до 12 раз по сравнению с инструментами без покрытия при обработке рабочей лопатки из жаропрочного сплава ХН45МВТЮБР-ИД.

Зам. управляющего директора ПАО «ОДК - УМПО»  
технический директор \_\_\_\_\_ С.А. Симонов

Исп.: Кандаров И.В.  
Тел.: 284-09-32



450026, г. Уфа, ул. Трамвайная, 5, корп. 1  
Тел./факс: (347) 284-09-32, 246-04-16  
E-mail: tpat@tp-at.ru



**ТЕХНОПАРК**  
Авиационных Технологий

Научно-производственная ассоциация

р/с: 40703810706000104558  
Башкирское отделение № 8598 ПАО Сбербанк  
к/с 30101810300000000601  
ИНН: 0273061330, БИК: 048073601  
ОКПО: 97965980, КПП: 0273 01001

Исх. № 536/1 от «07» июля 2021 г.

## АКТ

Об использовании результатов докторской диссертации Варданяна Э.Л. «Научные основы формирования ионно-плазменных износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия»

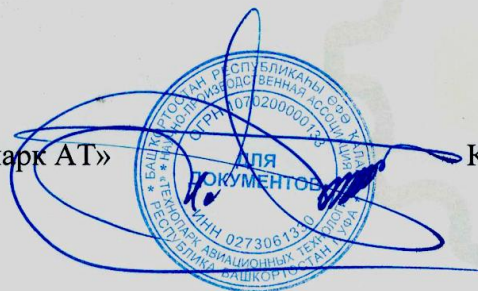
Научно-производственная ассоциация «Технопарк Авиационных технологий» с 2017 по 2021 год являлась соисполнителем работ по испытаниям металлорежущих инструментов с покрытиями на основе нитридов и интерметаллидов титана и алюминия.

Результаты диссертационного исследования Варданяна Э.Л. в виде типового технологического процесса нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов и нитридов титана и алюминия применялись для упрочнения концевых твердосплавных фрез, долбежного инструмента и других видов металлорежущих инструментов.

Результаты НИОКР на тему «Повышение стойкости металлорежущих инструментов осаждением покрытий на основе интерметаллидов, оксидов и нитридов», выполняемые совместно с НПА «Технопарк АТ» были использованы для проектирования оборудования и участка для повышения стойкости металлорежущих инструментов.

К.т.н.,

Директор НПА «Технопарк АТ»



Кандаров И.В.

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

А.Н. Елизарьев

2021г.



АКТ

Об использовании результатов докторской диссертации Варданяна Э.Л. «Научные основы формирования ионно-плазменных износостойких покрытий для металлорежущего инструмента на основе композитных нитридных и интерметаллидных нано-слоев титана и алюминия»

Комиссия в составе председателя – начальника учебного управления Рахманова Ю.В. и членов: и.о. директора ИАТМ Хусаинова Ю.Г. и и.о. заведующего кафедрой «Технология машиностроения», составила настоящий акт, которым подтверждается, что результаты указанной диссертации использованы в учебном процессе при чтении лекций по дисциплинам «Электрофизические и электрохимические методы обработки материалов» реализуемой для студентов направления подготовки 15.03.05 «Конструкторско-технологическое обеспечение машиностроительных производств» в рамках программы развития системы подготовки кадров для оборонно-промышленного комплекса.

Председатель комиссии

Начальник учебного управления

Ю.В. Рахманова

Члены комиссии

И.о. директора ИАТМ

Ю.Г. Хусаинов

И.о. зав.кафедры ТМ

К.Н. Рамазанов



ПАО «Уфимское моторостроительное производственное объединение»

**УТВЕРЖДАЮ**

Заместитель управляющего директора-  
технический директор

  
« 29 » \_\_\_\_\_ Симонов \_\_\_\_\_ 2017г.  


**АКТ**

(промежуточный)

проведения испытаний металлорежущего инструмента «долбяк для эвольвентных шлиц» E6174 – 0095 (ЭП657МП), E6174 – 0149(Bohler S390), E6174 – 0159(ЭП657МП) с композиционными покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti-Al на ПАО «УМПО».

Настоящим актом подтверждается, что на ПАО «УМПО» проведены испытания металлорежущего инструмента «долбяк для эвольвентных шлиц», предназначенного для нарезания шлиц на детали «носок ТНД» 99.04.87.301 из сплава ЭП741НП твердостью HRC43 (верхний предел согласно требованиям чертежа). Применяемые ранее быстрорежущие стали ЭП657МП, Bohler S390 при изготовлении инструмента «долбяк» не позволили обеспечить требуемую стойкость инструмента.

Рабочая группа в составе специалистов ФГБОУ ВО «УГАТУ» (лаборатория «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей»), НПА «Технопарк АТ» и ПАО «УМПО» (представители ц.23 и службы главного технолога) провела работы по испытанию инструмента «долбяк» (E6174 – 0095, E6174 – 0149, E6174 – 0159) из сталей ЭП657МП и Bohler S390, с композиционными покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti – Al, нанесенных из плазмы вакуумно-дугового разряда.

Производственные испытания инструментов производились на станках модели 5Б150 и долбежном станке с ЧПУ Liebherr LFS380 цеха 23 по серийной технологии в период с 12.2016 по 02.2017.

В таблице 1 приведены результаты производственных испытаний металлорежущего инструмента «долбяк» при нарезании шлиц на деталь «носок ТНД» 99.04.87.301 из высокопрочного гранулированного сплава ЭП741НП с твердостью HRC43 (верхний предел согласно требованиям чертежа).

Таблица 1

№	Шифр инструмента	Материал и твердость инструмента, HRC	Оборудование	Причина выхода из строя	Кол-во проходов	Примечание
1	E6174 – 0149 I – 17 №1	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А (без покрытия)
2	E6174 – 0149 I – 17 №2	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1/2	Инструмент изготовлен в ц. 19А (без покрытия)
3	E6174 – 0149 I – 17 №3	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1/2	Инструмент изготовлен в ц. 19А (без покрытия)
4	E6174 – 0095 I – 17 №4	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зуба (катастрофический износ передней и задней кромки)	1/2	Инструмент изготовлен в ц. 19А (покрытие г. Санкт - Петербург)
5	E6174 – 0159 I – 17 №5	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1/2	Инструмент изготовлен в ц. 19А (покрытие г. Санкт - Петербург)
6	E6174 – 0159 I – 17 №7	Bohler S390, 67-69	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А (покрытие г. Санкт - Петербург)
7	E6174 – 0159 IV – 15 №5	ЭП657НП, 66	5Б150	Срез зубьев (катастрофический износ передней и задней кромки)	1/2	Инструмент изготовлен в ц. 19А (без покрытия)
8	E6174 – 0095 XII – 15 №2	ЭП657НП, 66	5Б150	-	8	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие TI-AL(УГАТУ)

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что при нарезании шлиц на детали «носок ТНД» из высокопрочного гранулированного сплава ЭП741НП с твердостью HRC4 3было забраковано семь долбяков по причине катастрофического износа по передней и задней режущей кромке (см. таблицу 1). Нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) на металлорежущий инструмент «долбяк» E6174 – 0095 XII – 15 №2 позволило обработать деталь «носок ТНД» в размер, согласно требованиям чертежа, за 8 проходов, тем самым повысить стойкость инструмента до 7 раз по сравнению с инструментами изготовленными на ПАО «УМПО» без покрытия и упрочненными различными технологиями (лазерная закалка, нанесение покрытия в г. Санкт - Петербург) (рис. 1).

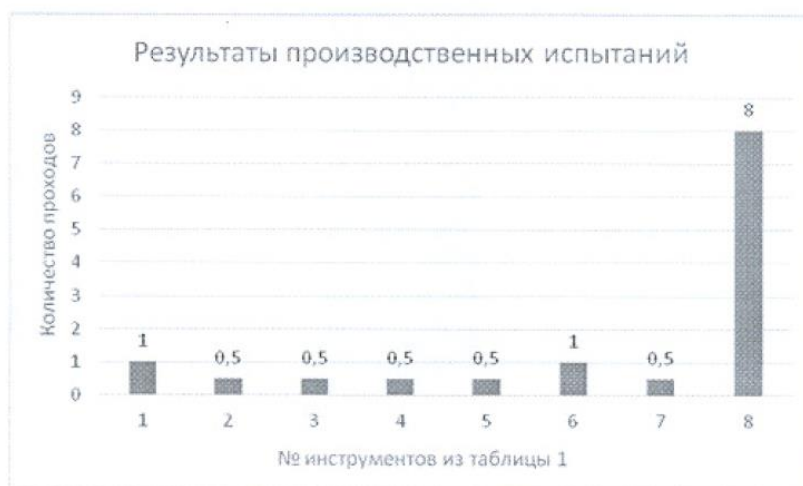


Рисунок 1. Результаты производственных испытаний инструментов при обработке детали «носок ТНД» № 81-16

Также были проведены комплексные производственные испытания инструмента «долбяк» с композиционными покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti-Al полученных осаждением из плазмы вакуумно-дугового разряда по технологии УГАТУ (лаборатория «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей») при нарезании шлиц на детали «носок ТНД» в период с 12.2016 по 02.2017. Результаты испытаний приведены в таблице 2 и на рис. 2.

Таблица 2

Дата обработки	Шифр инструмента	Твердость основы по чертежу, HRC	Оборудование	Номер детали	Стойкость, дет	Примечание
10.12.16 11.12.16	E6174 – 0149 S390 IV – 15 №3	67-69	5Б150	27-16, 30-16	2	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
16.12.16	E6174 – 0149 S390 XI – 16 №1	67-69	5Б150	65-16	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
16.12.16	E6174 – 0149 S390 XI – 16 №2	67-69	5Б150	67-16	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
2.02.17	E6174 – 0095 ЭП-657МП I-15 №9	65-68	5Б150	35-14	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
10.02.17	E6174 – 0159 VIII – 16 №1	66	Liebherr LS380F	9-17	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
11.02.17	E6174 – 0159 S390 VIII – 16 №2	66	Liebherr LS380F	10-17	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
13.02.17	E6174 – 0159 S390 VIII – 16 №3	66	Liebherr LS380F	8-17	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
13.02.17	E6174 – 0159 S390 VIII – 16 №4	66	Liebherr LS380F	7-17	1	Инструмент изготовлен в ц. 19А + покрытие (УГАТУ)
10.02.17	E6174 – 0149 S390 IV – 15 №2	65	Liebherr LS380F	6-17	1	Инструмент изготовлен в ООО «Лада инструмент» + покрытие (УГАТУ)



Рисунок 2. Результаты производственных испытаний инструментов за период 12.2016 г. - 02.2017 г.

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) на металлорежущий инструмент «долбяк» E6174 – 0095, E6174 – 0149, E6174 – 0159 позволило обработать деталь «носок ТНД» в размер, в соответствии с требованиями чертежа, и достичь стойкости инструмента, равной 1 детали. Для определения среднестатистической стойкости упрочненного по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) инструмента «долбяк» E6174 – 0095, E6174 – 0149, E6174 – 0159, в том числе, после переточки и повторного упрочнения, необходимо изготовление опытно-промышленной партии упрочненного инструмента (10-15шт.) и его испытание на партии из 30 деталей (с учетом переточки и повторного упрочнения инструмента) с участием специалистов ПАО «УМПО», ФГБОУ ВО «УГАТУ» и НПА «Технопарк АТ».

**От ПАО «УМПО»**

Главный технолог		А.С. Селезнёв
Нач.цеха 23		В.И. Аксенов
Ведущий технолог ц.23		А.А. Агафонов
Начальник БПРИ		А.С. Политов

**От ФГБОУ ВО «УГАТУ»**

Г.н.с., д.т.н.		Будилов В.В.
С.н.с., д.т.н.		Рамазанов К.Н.
С.н.с., к.т.н.		Варданян Э.Л.


**От НПА «Технопарк АТ»**

Директор		Кандаров И.В.
Гл.инженер		Уткин А.Ю.
Инженер-оператор		Хуснимарданов Р.Н.

ПАО «Уфимское моторостроительное производственное объединение»

**СОГЛАСОВАНО**

Директор инструментального  
производства

  
С.Г. Мирокиянц  
«11» августа 2017г.

**УТВЕРЖДАЮ**

Главный технолог

  
А.С. Ирелев  
«21» августа 2017г.



**АКТ**

О результатах проведения испытаний металлорежущего инструмента «фреза» №219249 фирмы «Starrag» с композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al на ПАО «УМПО».

Настоящим актом подтверждается, что на ПАО «УМПО» в цехе №44 проведены испытания стойкости инструмента при обработке детали №100-01-2037 «лопатка рабочая 7 ступени КВД» из сплава ХН45МВТЮБР-ИД (ЭП718 – ИД). Обработка осуществлялась металлорежущим инструментом «фреза» (№219249) фирмы «Starrag» на станке LX051 по серийной технологии.

Рабочая группа в составе специалистов ФГБОУ ВО «УГАТУ» (лаборатория «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей») и НПА «Технопарк АТ» провела работы по исследованию и отработке режимов осаждения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al на инструмент «фреза» (№219249) фирмы Starrag после переточки.

При проведении испытаний стойкости фрез за критерий затупления принимался технологический фактор — появление первых признаков нарушения нормальной работы, требующей замены инструмента вследствие износа покрытия, скругления режущих кромок, образования сколов. Стойкость фрез определялась количеством обработанных деталей.

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что импортным инструментом с покрытием фирмы Starrag было обработано 5 деталей №100 – 01 – 2037 «лопатка рабочая 7 ступени КВД». После переточки в ИнП ПАО «УМПО», данный инструмент без покрытия позволил обработать одну деталь. Дальнейшая обработка данным инструментом была не возможна, в связи с наличием сколов на режущих кромках. Нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) на металлорежущий инструмент «фреза» (№219249) после переточки позволило обработать 4 детали, тем самым повысить стойкость инструмента до 4 раз по сравнению с инструментом без покрытия (рис. 1).

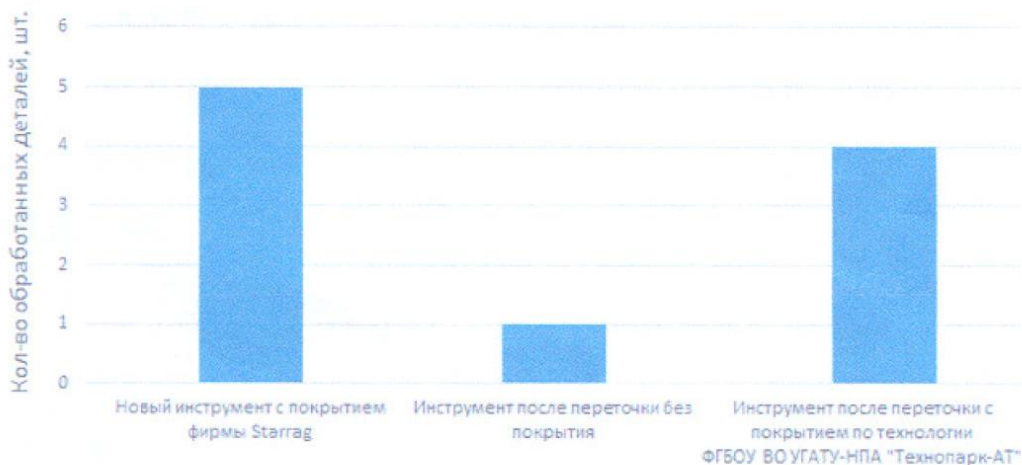


Рисунок 1. Результаты производственных испытаний инструментов при обработке детали «лопатка рабочая 7 ступени КВД»





Рекомендации:

1. Цеху №44 сдать заявку в КОТО на проектирование фрез ( по аналогии с фрезой №219249 «Starrag») из твердого сплава H10F фирмы «Sandvik Coromant» (Швеция), и AFK44EF фирмы «AFC» (Германия) с последующим нанесением композиционного покрытия TiAlN по технологии ФГБОУ ВО УГАТУ-НПА "Технопарк-АТ"

✳ Срок – 25.08.2017г.

2. КОТО спроектировать металлорежущий инструмент «фреза» согласно поданной заявке Срок: ~~уточняется.~~ *по сквозному графику* \*
3. Цеху №44 организовать изготовление опытно-промышленной партии металлорежущего инструмента «фреза» с покрытием по технологии ФГБОУ ВО УГАТУ-НПА "Технопарк-АТ" и провести дальнейшее их испытание при обработке лопаток изд. ПД – 14. *Срок-по сквозному графику* \*
4. Цеху №44 организовать внедрение операций обработки лопаток 5, 6, 8 ст. КВД изд. ПД – 14 на станке фирмы «Starrag» LX051 по аналогичной технологической операции обработки лопаток 100 – 01 2037.

**От ПАО «УМПО»**

Начальник БОРРиТН		Р.Т. Шамсуллин
Начальник ТО ИнП		И.Р. Султанов
Инженер технолог БОРРиТН		А.В. Ивакин
Нач.цеха №44		А.С. Салимов

**От ФГБОУ ВО «УГАТУ»**

Г.н.с., д.т.н.		В.В. Будилов
С.н.с., д.т.н.		К.Н. Рамазанов
С.н.с., к.т.н.		Э.Л. Варданян

**От НПА «Технопарк АТ»**

Директор		И.В. Кандаров
Гл. инженер		А.Ю. Уткин
Инженер–оператор		Р.Н. Хуснимарданов



АКТ

Испытания металлорежущего инструмента «концевая фреза». В настоящее время на АО «УАПО» проводятся работы по испытанию металлорежущего инструмента «концевая фреза» для обработки заготовок из Х12М.

Рабочая группа в составе специалистов и ФГБОУ ВО «УГАТУ», совместно с ИЦ службой главного технолога провела работы по испытанию инструмента «концевая фреза» из стали Р6М5 с применением технологии упрочнения путем нанесения интерметаллидных покрытий системы Ti – Al по 4 технологиям УГАТУ.

Результаты испытаний инструмента «Концевая фреза» с применением технологий нанесения интерметаллидных покрытий системы Ti-Al-N приведены в табл. № 1

Таблица 1.

Режимы обработки	U, В	I <sub>пнк</sub> , А	I <sub>Ti</sub> , А	I <sub>Al</sub> , А	Последовательность включения ЭДИ и ПИНК
1 Технология	800	18	80	60	-Ti (ЭДИ <sub>Ti</sub> в течении 5 мин) -TiAl (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> ~10 мин) - TiAlN (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> + ПИНК ~ 15 мин).
2 Технология	800	18	80	60	- TiAl (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> ~10 мин) - TiAlN (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> + ПИНК ~ 15 мин). -Ti (ЭДИ <sub>Ti</sub> в течении 20 мин)
3 Технология	800	18	80	60	- TiAl (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> ~10 мин) - TiAlN (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> + ПИНК ~ 15 мин).
4 Технология	800	18	80	60	- TiAlN (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> + ПИНК ~ 15 мин). - TiAl (ЭДИ <sub>Ti</sub> + ЭДИ <sub>Al</sub> ~20 мин)

Испытание фрез осуществлялось на консольно-фрезерном вертикальном станке 6Т12 (рис.1), при скорости вращения шпинделя  $U = 100 \text{ об / мин}$ , подаче 20 мм/м. Обработке подвергались заготовки из

X12M. За 1 проход обрабатывается припуск 4 мм на глубину 30 мм и длину 190 мм.



Рисунок 1. Вертикальный консольно-фрезерный станок с крестовым столом 6Т12.

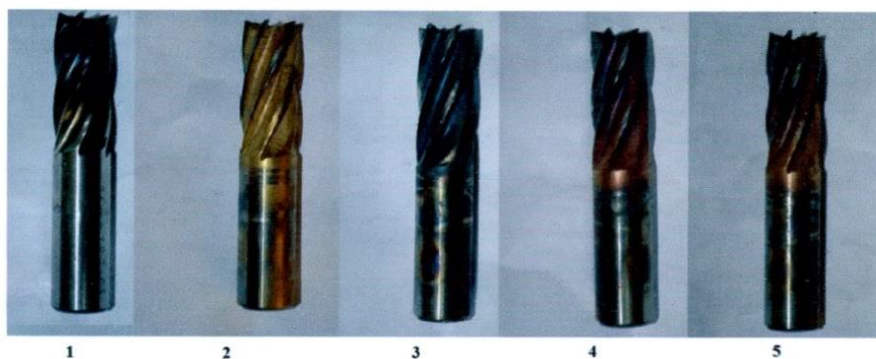


Рисунок 2 – Фреза без покрытия(1) и фрезы с покрытиями (2-5)  
Сравнительная гистограмма показана ниже.



Рисунок 3. Сравнительные результаты стойкости фрез (в мин) без покрытия и с покрытием

Главный инженер АО "УАПО" / Хасаншин Х.Х.  
 Начальник СГИ ИЦ / Рагозин В.Н.  
 Старший мастер / Яворский В.П.

ПАО «ОДК - Уфимское моторостроительное производственное объединение»

#### ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ АКТ

О результатах проведения испытаний металлорежущего инструмента «развертка» Е6121-6006 с композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al на ПАО «ОДК-УМПО».

Настоящим актом подтверждается, что на ПАО «ОДК-УМПО» в инженерно-производственном комплексе проведены испытания стойкости инструмента при обработке детали 99.27.40.027 «фланец» из сплава ХН62ВМЮТ. Обработка осуществлялась металлорежущим инструментом «развертка» Е6121-6006 на вертикально – сверлильном станке 2С132 по серийной технологии .

Рабочая группа в составе ФГБОУ ВО «УГАТУ» (лаборатория «Технология покрытий и специальных свойств поверхностей») и ПАО «ОДК-УМПО»( инженерно-производственный комплекс) провела работы по исследованию и отработке режимов осаждения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al на инструмент «развертка» (Е6121-6006).

При проведении испытаний стойкости развертки за критерий затупления принимался технологический фактор – появление первых признаков нарушения нормальной работы, требующей замены инструмента вследствие износа покрытия, скругления режущих кромок, образование сколов, появление постороннего звука (скрипа). Стойкость развертки определялось количеством обработанных деталей.

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что инструмент без напыления, взятый из кладовой БИХ ИПК, позволил обработать 10 фланцев.

Для качественного нанесения упрочняющего покрытия на рабочие поверхности, при изготовлении инструментов были полированы канавки. Нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) на металлорежущий инструмент «развертка» (Е6121-6006) позволило обработать 300 деталей «фланец». Следовательно, упрочнение по технологии УГАТУ позволило увеличить стойкость инструмента в 30 раз по сравнению с инструментом без покрытия. В то время, как инструмент без напыления, но с полировкой канавок, раскололся при обработке первой отверстий на детали «фланец».

Примечание: на данных инструментах была нарушена геометрия режущей кромки инструмента - зубья имели разную толщину.

#### От ПАО «ОДК-УМПО»

Начальник ИПК

А.В. Фомичев

Инженер – технолог

Л.Ш. Юнусов

Оператор станка

Д.И. Урманов



#### От ФГБОУ ВО «УГАТУ»

Директор института авиационных технологий и материалов, с.н.с., д.т.н.

К.Н. Рамазанов

Доцент кафедры

Технология машиностроения, с.н.с., к.т.н.

Э.Л. Варданян

Аспирант кафедры

Технология машиностроения, м.н.с.

А.Ю. Назаров

ПАО «ОДК - Уфимское моторостроительное производственное объединение»

### ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ АКТ

О результатах проведения испытаний металлорежущего инструмента «зенкер» Е6111-9378-03 с композиционным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al на ПАО «ОДК-УМПО».

Настоящим актом подтверждается, что на ПАО «ОДК-УМПО» в инженерно-производственном комплексе проведены испытания стойкости инструмента при обработке детали 99.27.40.027 «фланец» из сплава ХН62ВМЮТ. Обработка осуществлялась металлорежущим инструментом «зенкер» Е6111-9378-03 на вертикально – сверлильном станке 2С132 по серийной технологии.

Рабочая группа в составе ФГБОУ ВО «УГАТУ» (лаборатория «Технология покрытий и специальных свойств поверхностей») и ПАО «ОДК-УМПО» (инженерно-производственный комплекс) провела работы по исследованию и отработке режимов осаждения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al на инструмент «зенкер» (Е6111-9378-03).

При проведении испытаний стойкости зенкеров за критерий затупления принимался технологический фактор – появление первых признаков нарушения нормальной работы, требующей замены инструмента вследствие износа покрытия, скругления режущих кромок, образование сколов, появление постороннего звука (скрипа). Стойкость зенкера определялось количеством обработанных деталей.

По результатам проведенных производственных испытаний установлено, что инструмент без напыления, взятый из кладовой БИХ ИПК, позволил обработать 7 фланцев.

Для качественного нанесения упрочняющего покрытия на режущие кромки, при изготовлении инструмента, была исключена заключительная операция на снятия остаточного напряжения (выдержка инструментов при температуре 400 °С в течении 45 минут). Нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al по технологии лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» (УГАТУ) на металлорежущий инструмент «зенкер» (Е6111-9378-03) позволило обработать 35 деталей «фланец». Следовательно, упрочнение по технологии УГАТУ позволило увеличить стойкость инструмента «зенкер» (Е6111-9378-03) в 5 раз по сравнению с инструментом без покрытия.

**От ПАО «ОДК-УМПО»**

Начальник ИПК

А.В. Фомичев

Инженер – технолог

Л.Ш. Юнусов

Оператор станка

Д.И. Урманов



**От ФГБОУ ВО «УГАТУ»**

Директор института авиационных технологий и материалов, с.н.с., д.т.н.

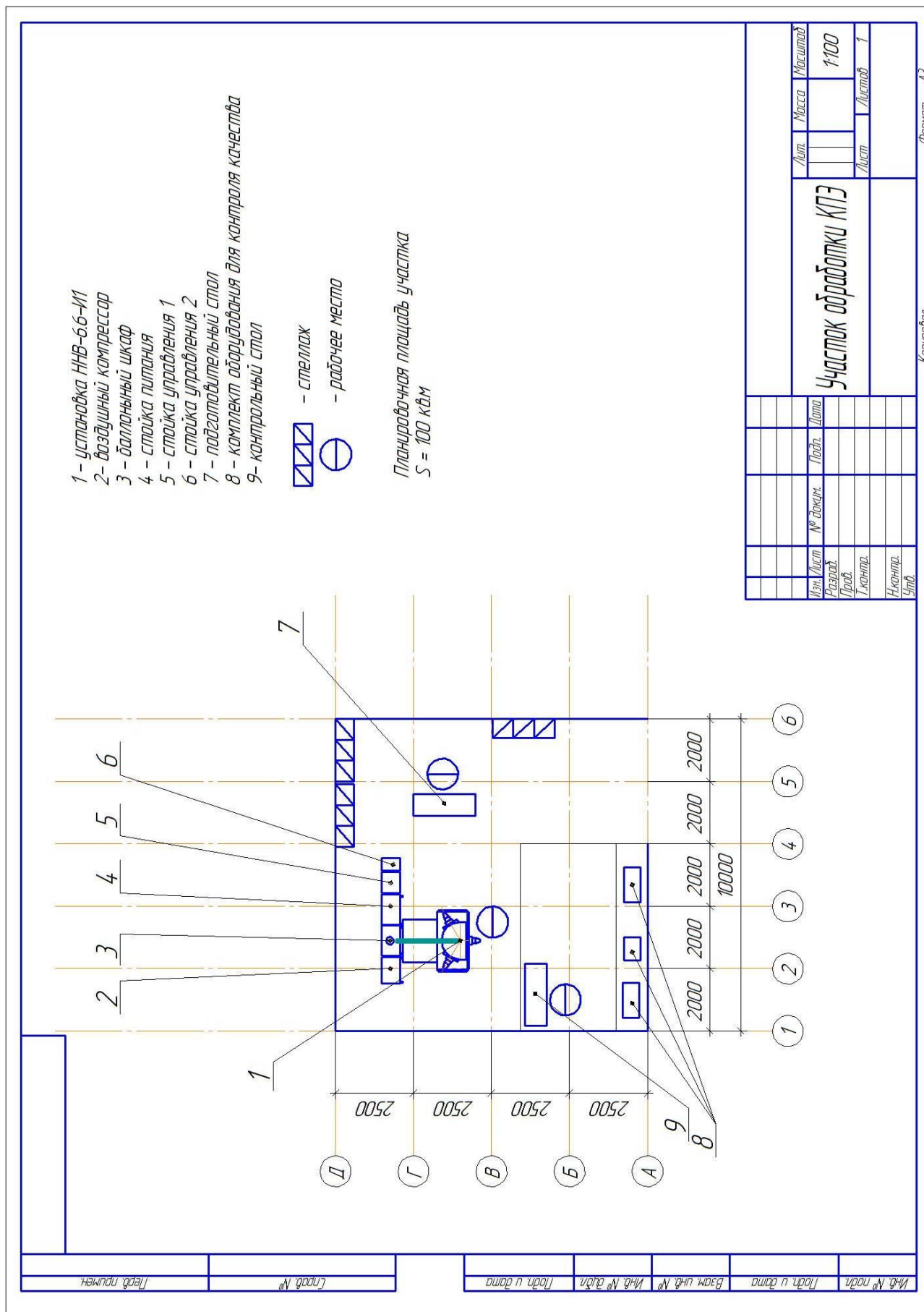
К.Н. Рамазанов

Доцент кафедры  
Технология машиностроения, с.н.с., к.т.н.

Э.Л. Варданян

Аспирант кафедры  
Технология машиностроения, м.н.с.

А.Ю. Назаров



Формат А3

Копировать

Участок обработки КПЭ

