

АННОТАЦИЯ

диссертационной работы на тему:

«Изучение формирования структуры и свойств износостойких покрытий карбонитрида титана при легировании их различными элементами»,

представленной на соискание степени доктора философии (PhD)

по специальности 6D071000 – «Материаловедение и технология новых

материалов»

БАХЫТУЛЫ НАУРЫЗБЕК

Цель работы – изучение влияния режимов реактивного магнетронного распыления композиционных мишеней Ti/(Cr; Zr; Al; Ta) на формирование свойств покрытий карбонитрида титана на подложках из стали марок AISI 304 и титана VT1-0.

К числу **основных задач** исследований относятся:

- определение оптимальных условий осаждения для покрытий карбонитрида титана методом реактивного магнетронного распыления титана;
- исследование морфологии и топографии поверхности, структуры, элементного и фазового состава осажденных покрытий на основе карбонитрида титана на подложках из стали AISI 304 и титана VT1-0;
- установление влияния легирующих элементов, таких как Cr, Zr, Al, Ta на структуру, механические и трибологические свойства покрытий из карбонитрида титана;
- оценка эффективности оптимизированных покрытий на контактной поверхности упорного подшипника при натуральных испытаниях.

Объектом исследований являются износостойкие покрытия на основе карбонитрида титана, легированного различными элементами.

Методы исследования. В диссертационной работе все полученные покрытия были охарактеризованы путем сочетания ряда передовых методов исследования и анализа:

- измерение толщины покрытия и снимки поверхности после трибоиспытаний проведены на металлографическом оптическом микроскопе Leica DM IRM (LEICA, Вецлар, Германия);
- исследование морфологии покрытия и определение его элементного состава выполнено с использованием растрового электронного микронзондового анализатора JEOL JXA-8230 (JEOL, Токио, Япония);
- анализ топографии и шероховатости поверхности покрытия до и после трибоиспытаний осуществлен на зондовом микроскопе JSPM 5200 (JEOL, Токио, Япония);
- измерение площади поперечного сечения дорожки износа покрытий после трибоиспытаний велось профилометром марки 130 (Протон, Зеленоград, Российская Федерация)
- фазовый состав осажденных покрытий изучали по дифрактограммам, полученным с помощью рентгеновского дифрактометра BRUKER D8 ADVANCE (BRUKER, Карлсруэ, Германия);

– испытание на износ покрытий по схеме «шар-на-диске» выполняли с помощью трибометра TRB³ CSM Instruments (CSM Instruments, Пезе, Швейцария);

– результаты измерений твердости покрытий получили на нанотвердомере модели Nanoscan-4D (Nanoscan, Москва, Российская Федерация).

Основные положения (доказанные научные гипотезы и другие выводы, являющиеся новыми знаниями), выносимые на защиту:

– Результаты экспериментального определения оптимальной условия осаждения карбонитридных покрытий при потоках Ar 1,1, C₂H₂ 0,28, N₂ 0,1 л/ч, методом реактивного магнетронного распыления композиционных металлических мишеней Ti/(Cr; Zr; Al; Ta);

– Данные о влиянии легирующих элементов Cr, Zr, Al, Ta на морфологию и топографию поверхности, структуру, элементный и фазовый состав, нанотвердость и коэффициент трения, скорость износа покрытий на основе карбонитрида титана;

– Зависимость механических и трибологических свойств износостойких покрытий на основе TiCN от легирования посредством магнетронного распыления композиционных металлических мишеней Ti/(Cr; Zr; Al; Ta).

Актуальность темы. Детали, компоненты, механизмы машин и режущие инструменты должны обеспечивать такой уровень механической прочности и химической стабильности, чтобы они обеспечивали как долговечность, так и производительность. Для решения этих задач применяют широкий спектр твердых покрытий. В последние десятилетия был разработан твердый раствор между TiC и TiN, а именно TiCN. Покрытие TiCN демонстрирует превосходную механическую стойкость и термическую стабильность. Поэтому большое технологическое значение имеет разработка эффективных способов осаждения покрытий из TiCN.

Среди методов осаждения одним из наиболее подходящих для изготовления сверхтвердых и износостойких покрытий является магнетронное распыление постоянным током, используемое как в реактивной, так и в нерреакционной среде в условиях высокого вакуума. Возможность варьирования таких параметров и условий осаждения как, смещение потенциала на подложке, скорость потока реакционных и инертных газов, ток плазмы, импульсный режим осаждения, использование композиционной мишени и другие открывают новые возможности для нанесения покрытий TiCN с улучшенными механическими и трибологическими характеристиками. Определение связи между условиями осаждения и микроскопической структурой, и свойствами осажденных пленок является ключом к определению наилучших условий процесса для получения покрытий с заданными свойствами. Основываясь на описанном выше, тема настоящей диссертационной работы является актуальной.

Обоснование необходимости проведения научно-исследовательской работы. Увеличение срока службы деталей машин или инструментов в промышленности, машиностроении и других отраслях является важной

задачей. Решение этой задачи предполагает совершенствование технологии получения износостойких твердых покрытий. Посредством разработки состава, структуры и свойств таких покрытий можно достичь высоких показателей по повышению срока службы и функциональности деталей машин или инструментов. Исходя из этого, обоснование необходимости проведения научно-исследовательской работы связано с решением проблемы повышения износостойкости деталей машин или инструментов, повышения их поверхностной твердости.

Описание основных результатов исследования. Определены оптимальные условия осаждения покрытий карбонитрида титана методом реактивного магнетронного распыления титана посредством отработки параметров осаждения (давление вакуума в рабочей камере, поток реакционных газов, скорость осаждения покрытий, смещение потенциала на подложке и другие), влияющие на физико-механические свойства покрытий. По итогам трибологических и механических испытаний определено, что наложение смещение потенциала подложки -70 В и увеличение скорости потока ацетилена до $0,28$ л/ч в процессе осаждения приводит к снижению скорости износа, коэффициента трения и повышению нанотвердости TiCN покрытий. Из результатов исследования состава и структур, параметров износа установлен наиболее оптимальный режим под названием TiCN-2. Основываясь на этом режиме предложено дальнейшее легирование покрытий Cr; Zr; Al; Ta.

Исследованы особенности влияния легирующих элементов, таких как Cr; Zr; Al; Ta на морфологию и топографию поверхности, структуру, элементный и фазовый состав осажденных покрытий на основе карбонитрида титана на подложках из стали AISI 304 и титана VT1-0. Получены покрытия TiCN, TiCrCN, TiZrCN, TiAlCN и TiTaCN с толщинами $1,302$, $1,55$, $1,74$, $1,40$ и $2,23$ мкм с кристаллической ГЦК структурой. По результатам морфологических и топографических исследований поверхности легирование покрытия TiCN не придает существенных изменений. Из-за различия коэффициентов распыления легирующих металлов их концентрация в осажденных покрытиях изменяется в пределах от $5,5$ до $17,5$ ат. % при одинаковых условиях напыления. Легирование приводит к изменению концентрации углерода и азота в элементном составе покрытий, что привело к колебанию соотношения $(C+N)/(\text{сумма металлов})$ от $0,94$ до $2,33$. Магнетронное распыление композиционных мишеней Ti/(Cr; Zr; Al; Ta) формирует покрытие из двух или более фаз с предпочтительной ориентацией в основном в направлении (111) и (200), кроме TiTaCN покрытия, где (111) и (200).

Установлены влияние легирующих элементов, таких как Cr, Zr, Al, Ta на структуру, механические и трибологические свойства покрытий из карбонитрида титана. Введение элементов Cr; Zr; Al; Ta в кристаллическую структуру TiCN покрытий способствует повышению нанотвердости покрытий от $18,7$ до 26 ГПа. С точки зрения соотношения нанотвердости к модулю Юнга H/E , самым высоким значением среди осажденных покрытий обладают

покрытия TiCN и TiZrCN, которые имеют $H/E > 0.1$, что указывает на хорошую стойкость к разрушению. По трибологическим испытаниям установлено, что покрытия с высоким содержанием углерода и аморфной фазой показывают низкие коэффициенты трения и скоростью износа. Выявлено, что покрытия, имеющие высокие соотношения $(C+N)/(сумма металлов)$ могут иметь высокие показатели износостойкости в условиях трения. Оценка влияния легирующих элементов на коэффициент трения покрытий показала не существенное повышение до 0,2, кроме Ta, который превысил отметки подложки 0,33. Легирование TiCN покрытия Cr и Zr в установленном оптимальном режиме магнетронного распыления приводит к снижению скорости износа до $10^{-7} \text{ мм}^3/\text{м} \times H$ вследствие повышения нанотвердости и снижения коэффициента трения.

Проведена оценка эффективности применения оптимизированных покрытий на контактной поверхности упорного подшипника при натуральных испытаниях в разработанном стенде. Результаты натурального испытания при нагрузке 100 кг со скоростью 750 об/мин упорных подшипников с покрытиями TiCN, TiCrCN, TiZrCN, TiAlCN и TiTaCN, осажденными на дорожку качения показали коррелирующие результаты износа, где по результатам оптической микроскопии наилучшей износостойкостью обладал подшипник с покрытием TiZrCN. Это позволяет рекомендовать данное покрытие на поверхностях трения деталей машин и механизмов для увеличения их функциональных характеристик, что способствует увеличению срока службы деталей.

Обоснование новизны и важности полученных результатов

Разработана технология осаждение износостойких покрытий TiCN с улучшенными механическими и трибологическими характеристиками методом реактивного магнетронного распыления титана в газовой смеси аргон-ацетилен-азот.

Впервые при осаждении твердых покрытий на основе TiCN методом реактивного магнетронного распыления применены композиционные мишени с наплавленным легирующим металлом Cr; Zr; Al и Ta с целью повышения твердости и износостойкости покрытия.

Определено влияние легирующих элементов Cr; Zr; Al и Ta на структуру, состав и механические, трибологические свойства покрытий из TiCN. Покрытия TiCrCN и TiZrCN, полученные при установленных режимах характеризуются повышенной на порядок износостойкостью до $10^{-7} \text{ мм}^3/\text{м} \times H$ по сравнению с аналогичными покрытиями, полученными ранее.

Впервые получены и исследованы структура и свойства TiCrCN и TiTaCN покрытий, осажденные методом магнетронного распыления.

Соответствие направлениям развития науки или государственными программами.

Диссертационная работа выполнялась в лаборатории «Металловедение» АО «ИМиО». Основные положения разрабатывались в рамках грантовых проектов прикладных исследований по теме: «Разработка износостойких, многофункциональных, композиционных покрытий на основе карбонитрида титана» (№АР08857049, 2020-2022 гг.), финансируемых МОН РК по

приоритету «Рациональное использование природных ресурсов, в том числе водных ресурсов, геология, переработка, новые материалы и технология, безопасные изделия и конструкции».

Личный вклад автора. Автором диссертации обоснована проблема, принято участие в постановке и проведении экспериментов, получены и проанализированы все экспериментальные результаты, сформулировано заключение и написаны статьи и доклады.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на отечественном международном конференции под названием «Инновационное развитие промышленности Казахстана: проблемы и решения» Материалы международной научно-практической конференции, посвященной 85-летию со дня рождения Наримана Калыбекулы Давильбекова, академика Международной академии наук высшей школы, доктора технических наук, профессора, Алматы, – 2022г.

Публикации

1. Mamaeva A.A., Kenzhegulov A.K., Panichkin A.V., Kshibekova B.B., Bakhytuly N. Deposition of carbonitride titanium coatings by magnetron sputtering and its effect on tribo-mechanical properties //Kompleksnoe Ispol'zovanie Mineral'nogo Syr'a = Complex Use of Mineral Resources. – 2022. – V. 321. – №. 2. – С. 65-78. <https://doi.org/10.31643/2022/6445.19>

2. Kenzhegulov A., Mamaeva A., Panichkin A., Alibekov Z., Kshibekova B., Bakhytuly N., Wieleba W. Comparative Study of Tribological and Corrosion Characteristics of TiCN, TiCrCN, and TiZrCN Coatings //Coatings. – 2022. – V. 12. – P. 564. <https://doi.org/10.3390/coatings12050564>

3. Бахытулы Н., Мамаева А.А., Кенжегулов А.К., Паничкин А.В. Effect of magnetron sputtering modes on the formation and composition of TiCN coatings //Интернаука: электрон. научн. журн. – 2022. – Т. 37. – №. 260. <https://doi.org/10.32743/26870142.2022.37.260.345662>

4. Bakhytuly N., Kenzhegulov A.K., Nurtanto M., Aliev A.E., Kuldeev E.I. Microstructure and tribological study of TiAlCN and TiTaCN coatings //Kompleksnoe Ispol'zovanie Mineral'nogo Syr'a = Complex Use of Mineral Resources. – 2023. – V. 327. – №. 4. – P. 99-110. <https://doi.org/10.31643/2023/6445.45>

5. Mamaeva A.A., Kenzhegulov A.K., Panichkin A.V., Alibekov Zh.Zh., Kshibekova B.B., Wieleba W., Leśniewski T., Bakhytuly N. The study of the tribological properties under high contact pressure conditions of TiN, TiC and TiCN coatings deposited by the magnetron sputtering method on the AISI 304 stainless steel substrate //Materials Science-Poland. – 2023. – Т. 41. – №. 1. – С. 1-14.

Структура и объем диссертации

В состав диссертационной работы входят следующие элементы: "Нормативные ссылки", "Введение", литературный обзор, посвященный проблемам формирования твердых износостойких покрытий, экспериментальная часть из 4 разделов, "Заключение", "Список использованных источников" и "Приложения".