

На правах рукописи



**НАЗАРОВ АЛМАЗ ЮНИРОВИЧ**

**РАЗРАБОТКА КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ  
ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СИСТЕМЫ TI-AL, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В  
СРЕДЕ РЕАКЦИОННЫХ ГАЗОВ**

Специальность

05.16.06–Порошковая металлургия и композиционные материалы

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2019

Работа выполнена на кафедре «Технология машиностроения» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский государственный авиационный технический университет».

Научный руководитель: **Варданян Эдуард Леонидович**  
Кандидат технических наук, доцент

Официальные оппоненты: – **Столин Александр Моисеевич**  
доктор физико-математических наук, профессор,  
ФГБУН «Институт структурной макрокинетики  
и проблем материаловедения им. А.Г.  
Мержанова РАН» (ИСМАН), заведующей  
лабораторией.  
– **Федоров Сергей Вольдемарович**  
кандидат технических наук, ФГБОУ ВО  
«Московский государственный технический  
университет «Станкин», доцент

Ведущая организация: – ФГБУН «Институт сильноточной электроники  
Сибирского отделения Российской академии  
наук» (ИСЭ СО РАН)

Защита состоится 19 декабря 2019 года в 15<sup>30</sup> часов на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» по адресу: г. Москва, ул. Оршанская 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте [skvorcovasv@mati.ru](mailto:skvorcovasv@mati.ru)

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте: <https://mai.ru/upload/iblock/258/dissertatsiya-Nazarov-A.YU..pdf>

Автореферат разослан « \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета



Скворцова С. В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

На сегодняшний день активно повышаются требования, предъявляемые к деталям авиационных двигателей, с целью улучшения основных характеристик: повышение тяги, увеличение КПД, снижение расхода топлива. В связи с этим при изготовлении деталей газотурбинных двигателей (ГТД) все чаще применяются высоколегированные труднообрабатываемые материалы. Низкая обрабатываемость резанием таких сплавов определяется физико-механическими свойствами, а их обработка приводит к быстрому износу современных инструментов, увеличению времени простоя дорогостоящих станков и затрат на приобретение инструментов.

Для решения проблемы с износом инструмента разрабатываются новые инструментальные материалы и все чаще применяют различные методы упрочнения (термическая обработка, деформационное воздействие, поверхностное легирование, нанесение покрытий и т.д.). Одним из распространенных методов упрочнения металлорежущего инструмента является осаждение ионно-плазменных покрытий.

Для улучшения эксплуатационных свойств металлорежущих инструментов разработано покрытие TiN, которое получило широкое распространение в 70–80-х годах XX в. В дальнейшем были разработаны и исследованы покрытия TiCN, (TiAl)N, TiC, CrN, MoN. В.П. Табаковым, А.А. Андреевым были исследованы эксплуатационные свойства покрытий и их применение.

Н.А. Lipsitt, Y.W. Kim, S. Becker, S. Tadayuki, M.R. Yang, в своих работах рассматривают интерметаллидные сплавы на основе TiAl с различными фазовыми составами как перспективные материалы, работающие при высоких температурах, из-за их уникальных свойств в работе Э.Л. Варданын рассматривает влияние интерметаллидных покрытий на стойкость штамповочных инструментов.

Д.С. Аксенов, А.А. Лучанинов, В.П. Табаков, А.А. Андреев, А.С. Верещака рассматривают способы получения покрытия TiAlN различными методами, исследовано влияние содержания Ti и Al, давления в вакуумной камере,

напряжения смещения на свойства покрытия. Авторы рассматривали свойства покрытий системы Ti-Al, полученных только в среде реакционного газа азота.

В работах А.Ф. Федотова, А.П. Амосова. Используя катоды из МАХ-фазы состава  $Ti_3AlC_2$ , осаждали покрытие вакуумно-дуговым способом. Покрытия представляют собой однофазный кубический двухэлементный нитрид состава  $(Ti, Al)N$ , который является твердым раствором алюминия в нитриде титана с кубической структурой типа NaCl. В работе О. Wilhelmssona покрытие системы Ti-Al-C осаждалось с помощью магнетронного распыления тремя мишенями – Ti, Al, C – на подложку при температура 800–900 °С и 300 °С. При температуре 800–900 °С покрытие состояло из фаз TiC,  $Ti_2AlC$ ,  $Ti_3AlC_2$ ,  $Ti_4AlC_3$ , а при 300 °С  $Ti_3AlC$  и твердых растворов  $(Ti, Al)C$ . Трудности с образованием МАХ-фаз при низких температурах подложки объяснялись требованием достаточной диффузии для разделения элементов, соответствующих относительно сложным кристаллическим структурам.

В мире практически отсутствуют материалы по получению покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде кислорода. Все исследования в данной области направлены на изучение механизма окисления интерметаллидных сплавов системы Ti-Al.

Изучив тройные диаграммы состояния Ti-Al-N, Ti-Al-C, Ti-Al-O видно, что кроме TiN, AlN, TiC,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$  возможны образование так же интерметаллидных  $TiAl$ ,  $Ti_3Al$ ,  $TiAl_3$  формирование которых позволит увеличить эксплуатационные свойства покрытия.

В рассмотренных работах отсутствуют сведения о влиянии различных реакционных газов на физико-механические, структурно-фазовые свойства покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al.

**Целью** работы является разработка и исследование композиционных покрытий на основе интерметаллидных соединений системы Ti-Al, осажденных в среде реакционных газов азота, ацетилена, кислорода, а так же разработка технологии их нанесения из плазмы вакуумно-дугового разряда на конические твердосплавные фрезы.

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

1. Разработка математической модели для прогнозирования элементного состава композиционного покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al, осажденных в среде реакционных газов азота, ацетилена, кислорода из плазмы вакуумно-дугового разряда;
2. Исследование механизма формирования интерметаллидных фаз системы Ti-Al при нанесении покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда в среде реакционных газов ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $C_2H_2$ );
3. Разработка способа нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, осажденных в среде реакционных газов азота, ацетилена, кислорода;
4. Исследование структурно-фазовых и физико-механических свойств композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, осажденных в среде реакционных газов азота, ацетилена, кислорода из плазмы вакуумно-дугового разряда;
5. Разработка технологии нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, осажденных в среде реакционных газов, на твердосплавные концевые фрезы из сплава H10F и проведение производственных испытаний с композиционными покрытиями.

**Объект исследования** – многослойные композиционные покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов.

**Предметом** исследования является технология плазменно-ассистированного нанесения многослойных композиционных покрытий из плазмы вакуумно-дугового разряда.

**Методология и методы исследований.** В работе использованы такие методы исследований, как оптическая и электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ. Исследования механических характеристик, микротвердость, склерометрические, трибологические.

### **Научная новизна.**

1. Впервые установлено, что при послойном нанесении покрытия с двух электродуговых испарителей с однокомпонентными катодами из Ti и Al в среде реакционных газов (азота, кислорода и ацетилена) и при нагреве подложки до температуры 450° C, в покрытии кроме соединений Ti и Al с азотом, углеродом и кислородом, образуются интерметаллиды системы Ti-Al, а именно фазы TiAl, Ti<sub>3</sub>Al.

2. Разработана математическая модель формирования элементного состава композиционного покрытия в зависимости от реакционного газа (N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) и технологических параметров процесса нанесения покрытий (давление газа, ток дуги электродуговых испарителей, напряжение смещения и расстояние от центра стола).

3. Установлена зависимость влияния толщин слоев на микротвердость покрытий. Уменьшение толщины слоев с ~50 до ~5 нм приводит к увеличению микротвердости покрытий, синтезированных в среде азота с 1500–1800 до 2200–2700 HV<sub>0,05</sub>, синтезированных в среде кислорода с 1200–1500 до 1500–2100 HV<sub>0,05</sub>, синтезированных в среде ацетилена с 1900–2400 до 2500–3400 HV<sub>0,05</sub>, что происходит в следствие увеличения содержания твердых фаз AlN, TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в составе покрытий.

4. Установлено влияние чередования последовательности слоев Ti-Al-N, Ti-Al-O, Ti-Al-C в композиционном многослойном покрытии на коэффициент упругого восстановления материала (We). При этом покрытие с чередованием слоев Ti-Al-O/Ti-Al-N/Ti-Al-C обладает большим значением коэффициента We=58,4% при критической нагрузке (порядка 25Н), что обусловлено плавным переходом свойств слоев с высокой твердостью на поверхности к менее твердым ближе к подложке.

### **Практическая значимость.**

1. Запатентован новый способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al, согласно которому на детали формируют интерметаллидные соединения системы Ti-Al синтезируемых в среде

реакционных газов (азот, кислород, ацетилен) путем осаждения с двух однокомпонентных катодов из Ti и Al и при нагреве детали до температуры 4500С.

2. Разработана математическая модель, позволяющая спрогнозировать химический состав покрытия в зависимости от тока дуговых испарителей, давления в вакуумной камере и расположения детали внутри вакуумной камеры, которая может быть использована на машиностроительных предприятиях для выбора оптимальных режимов, тем самым уменьшая длительность технологической подготовки процесса осаждения покрытий.

3. Разработаны технологические режимы формирования композиционных покрытий на основе системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов. Разработанные режимы позволили увеличить стойкость металлорежущего инструмента до 10 раз по сравнению с инструментом без покрытия и в 2 раза по сравнению с инструментом фирмы «Starrag» с покрытием TiAlN. Повторяемость результатов подтверждена актами производственных испытаний и серийной обработкой инструментов в количестве более 1000 штук.

**Достоверность** обеспечивается корректностью постановки задачи, использованием комплексного подхода и современных аттестованных методов исследования, статистической обработкой результатов исследования.

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

1. Закономерность формирования структуры и свойств износостойких композиционных покрытий на основе интерметаллидов, нитридов, оксидов, карбидов системы Ti-Al, позволяющие увеличить стойкость металлорежущих инструментов до 10 раз, заключается в том, что изменение толщины слоев с ~50 до ~5 нм приводит к увеличению содержания фаз AlN, TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
2. Способ прогнозирования элементного состава покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированного в среде реакционного газа.
3. Технологические режимы и условия формирования интерметаллидных фаз в покрытии при осаждении с двух однокомпонентных катодов в среде различных реакционных газов.

4. Экспериментально подобранная архитектура «покрытие/инструмент» с наилучшими показателями износостойкости, с улучшенной адгезией к инструментальным материалам.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертации докладывались на международных и всероссийских научных конференциях и семинарах: 10-ая Всероссийская зимняя школа-семинар аспирантов и молодых ученых (с международным участием) «Актуальные проблемы науки и техники» (Уфа, 2017), XXIV Уральская школа металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Магнитогорск, 2018), «Энергосбережение. Наука и образование» (Набережные Челны, 2017), «Вакуумная техника и технологии-2018» (Санкт-Петербург, 2018), 6th International Congress on Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2018) (Томск, 2018), 27th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (Greifswald, 2018), X Юбилейная международная научно-техническая конференция «Низкотемпературная плазма в процессах нанесения функциональных покрытий» (Казань, 2018), международная научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (Москва, 2018), 14 международная конференция «Пленки и покрытия-2019» (Санкт-Петербург, 2019), «International Conference on Nuclear and Radiation Physics and Materials» (Yerevan, 2019).

#### **Публикации**

По материалам диссертационной работы опубликовано 12 печатных работ, в том числе 1 статья в журнале из перечня ведущих научных журналов и изданий ВАК РФ, 4 работы индексированы в Scopus и Web of Science, 3 работы опубликованы в изданиях, входящих в базу цитирования РИНЦ, 4 патента на изобретения. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

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

Диссертация изложена на 129 страницах машинописного текста, содержит 79 рисунков и 10 таблицы. Работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов, приложения и списка литературы из 110 наименований.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертационной работы, отражены цели и задачи, научная новизна и практическая значимость.

В первой главе рассмотрены методы нанесения упрочняющих покрытий для режущих инструментов, основные виды износостойких покрытий, их свойства и выполненные в этой области работы А.А. Андреева, С.Н. Григорьева, В.П. Табакова, А.С. Верещаки, А.А. Лучанинова, Н.А. Lipsitt, Y.W. Kim, S. Becker, S. Tadayuki, M.R. Yang. Приведены тройные диаграммы состояния Ti-Al-N, Ti-Al-C, Ti-Al-O, способы получения, структурно-фазовые и физико-механические свойства.

Во второй главе приведены объекты и методы исследования.

В качестве материалов для исследования была выбрана инструментальная сталь Р6М5 (ГОСТ 19265-73), ВК8 (ГОСТ 3882-74). Химический состав стали Р6М5 приведен в таблице 1. Химический состав ВК8 приведен в таблице 2.

Таблица 1. Химический состав стали Р6М5

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V	Co	Cu
0,82–0,9	0,2–0,5	0,2–0,5	до 0,6	до 0,025	до 0,03	3,8–4,4	4,8–5,3	5,5–6,5	1,7–2,1	до 0,5	до 0,25

Таблица 2. Химический состав ВК-8

W	C	Co	O	Fe
91,7	0,6–0,66	7,4–8	0,4	0,3

Вакуумное ионно-плазменное нанесение многослойных композиционных покрытий проводили на модернизированной установке ННВ-6,6-И1.

Толщина наносимых покрытий определялась по результатам измерения диаметра лунки. Лунка получена с помощью прибора CSM Calotest.

Измерение твердости по методу Виккерса проводили на приборе EMCO–Test DuraScan 50.

Трибологические исследования проводили на установке Nanovea tribometer с использованием стандартной методики «шар по диску» (международный стандарт ASTM G 133 – 95).

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре *Rigaku Ultima IV*. По результатам рентгеноструктурного анализа определяли качественный и количественный фазовый состав покрытия.

Склерометрические испытания покрытий проводили на установке «CSM Scratch Test».

Химический состав покрытия определяли на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490LV.

Третья глава посвящена модернизации математической модели для прогнозирования элементного состава для данных условий эксперимента. Стехиометрический состав покрытия может быть определен по результатам расчета: плотности ионного тока, процентного содержания ионов. В модели приняты следующие допущения: степень ионизации приближена к 100 %, капельная фаза отсутствует.

В. В. Будиловым предложена модель, позволяющая описать процесс ионного осаждения покрытий. Математическая модель позволяет связать основные технологические параметры (ток дуги  $I_d$ , потенциал смещения  $U_n$ , радиус катода  $R_k$ , положение детали относительно катода  $l$ ) с параметрами покрытия (химический состав  $n_x$ ).

Поток ионов металла на единицу площади в единицу времени вычисляется по следующей формуле:

$$n_i = \frac{j_i}{Z \cdot e}, \quad (1)$$

где  $j_i$  – плотность тока,  $A/m^2$ .

$$j_{ib} = \frac{\mu_p \cdot I_d \cdot Z \cdot e}{\pi \cdot m \cdot R_k^2} \cdot \left[ 1 + \frac{R_k^2 - l^2 - b^2}{\sqrt{(R_k^2 + l^2 + b^2)^2 - 4 \cdot R_k^2 \cdot b^2}} \right], \quad (2)$$

где  $\mu_p$  – коэффициент эрозии катода;  $m_i$  – масса конденсирующегося иона, кг;  $R_K$  – радиус катода, м;  $l$  – расстояние от торца катода до поверхности обработки, м;  $b$  – смещение относительно оси катода, м

Расчетная схема с указанием геометрических параметров ( $l_{Ti}$ ,  $b_{Ti}$ ,  $l_{Al}$ ,  $b_{Al}$ ) для случая статической обработки без вращения рабочего стола представлена на (рисунок 1).

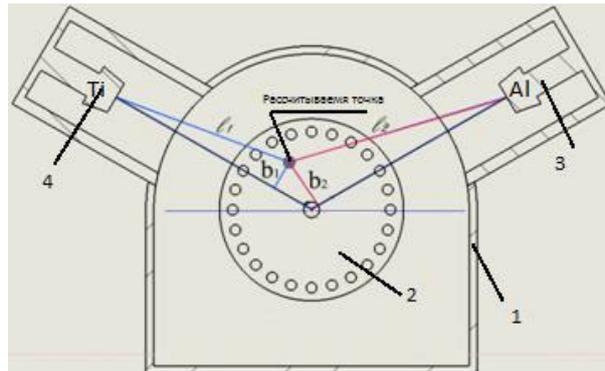


Рисунок 1. Расчетная схема экспериментальной установки для статической обработки без вращения рабочего стола: 1 – рабочая камера; 2 – рабочий стол; 3 – Al катод; 4 – Ti катод

Подставляя формулу (2) в (1) получим (3):

$$n_i = \frac{\mu_p \cdot I_{Ди} \cdot Z \cdot e}{\pi \cdot m_i \cdot R_K^2} \cdot \left[ 1 + \frac{R_{Ki}^2 - l_i^2 - b_i^2}{\sqrt{(R_{Ki}^2 + l_i^2 + b_i^2)^2 - 4 \cdot R_{Ki}^2 \cdot b_i^2}} \right] \cdot \frac{1}{Z \cdot e} =$$

$$= \frac{\mu_p \cdot I_{Ди}}{\pi \cdot m_i \cdot R_K^2} \cdot \left[ 1 + \frac{R_{Ki}^2 - l_i^2 - b_i^2}{\sqrt{(R_{Ki}^2 + l_i^2 + b_i^2)^2 - 4 \cdot R_{Ki}^2 \cdot b_i^2}} \right]. \quad (3)$$

Рассмотрим расчет процентного содержания алюминия, титана и газа для случая нанесения покрытия. В данном случае концентрация Al, Ti и газа рассчитывается в определенном количестве точек, расположенных по всей длине окружности. От количества точек зависит точность результата. Все точки расположены относительно друг друга под одинаковым углом  $\varphi$ , и рассчитывается по формуле (4).

$$\varphi = \frac{360^\circ}{K_i}, \quad (4)$$

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

Тогда процентное содержание алюминия, титана и газа будет рассчитываться по следующим формулам (5):

$$\begin{aligned}
 N_{Al} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{GA3} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{GA3}); \\
 N_{Ti} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{GA3} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{GA3}); \\
 N_{GA3} &= \sum_{i=0}^{K_i} n_{GA3} \cdot 100 / (\alpha_{Al} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Al} + \alpha_{Ti} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti} + \alpha_{GA3} \cdot \sum_{i=0}^{K_i} n_{GA3}),
 \end{aligned}
 \tag{5}$$

где  $\sum_{i=0}^{K_i} n_{Al}$ ,  $\sum_{i=0}^{K_i} n_{Ti}$ ,  $\sum_{i=0}^{K_i} n_{GA3}$  – сумма значений потоков ионов для  $Al$ ,  $Ti$  и газа во всех точках, расположенных по длине окружности.

Рассчитанные величины  $N$  сопоставляются с диаграммой состояния, и определяется фазовый состав покрытия. На (рисунок 2) приведена программа для прогнозирования элементного состава покрытий на основе интерметаллидов системы  $Ti-Al$ , синтезированных в среде реакционных газов

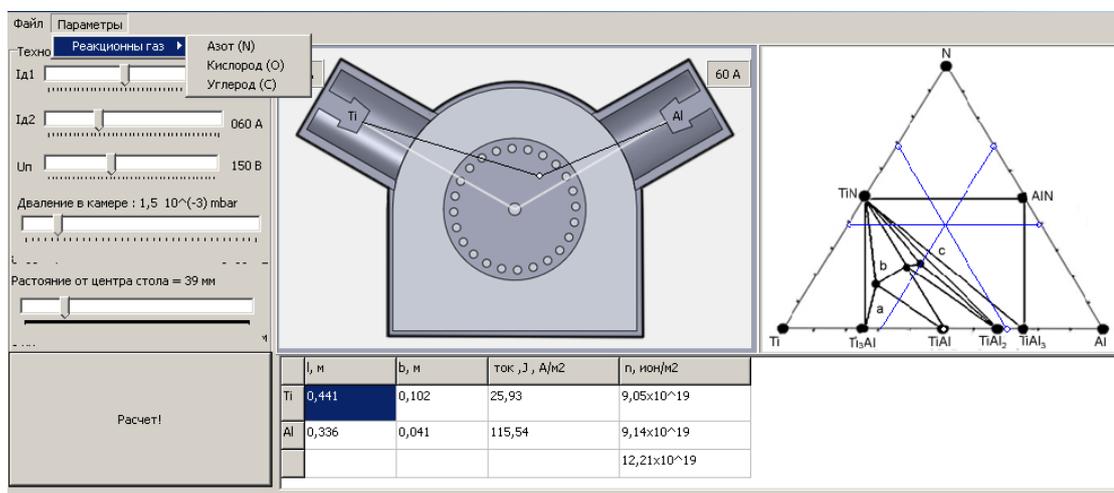


Рисунок 2 – Программа для прогнозирования элементного состава покрытий на основе интерметаллидов системы  $Ti-Al$ , синтезированных в среде реакционных газов

Четвертая глава посвящена экспериментальным исследованиям композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы  $Ti-Al$ , синтезированных в среде реакционных газов. Для определения фазового состава

покрытий проводили рентгеноструктурный анализ (РСА). Осаждение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al было проведено на экспериментальной установке в среде реакционных газов азота, кислорода, ацетилена. В вакуумной камере были расположены 4 образца на различных расстояниях от центра стола (рисунок 3). Проводили четыре эксперимента, которых изменяли угловую скорость вращения рабочего стола: А) 1об/мин; Б) 3об/мин; В) 7об/мин; Г)14об/мин.

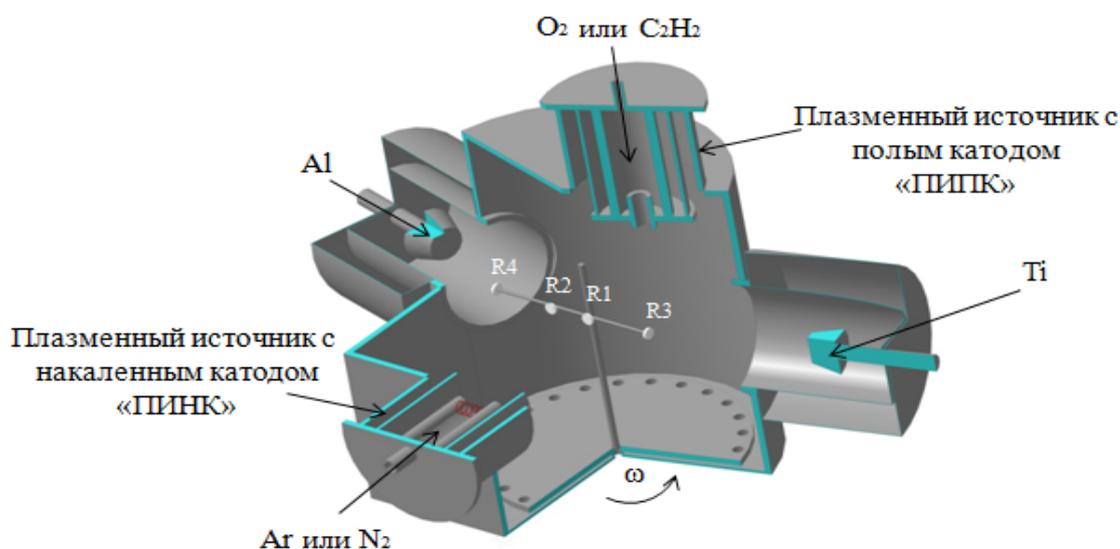


Рисунок 3 – Схема экспериментальной установки

Покрытие наносили в течение 60 минут. В процессе осаждения покрытий за один оборот образец проходит один раз зону распыления электродуговым испарителем с Ti катодом и один раз с Al катодом, при этом за один оборот на поверхности формируется два слоя. Умножая время обработки на количество оборотов и на количество слоя наносимого за один оборот получаем примерное количество слоев в покрытии. Таким образом получается, что для эксперимента формируется А)~120 слоев; Б)~360 слоев; В)~840 слоев; Г)~1680 слоев. Результаты измерения толщины покрытия показали, что толщина покрытий составляет ~ 5мкм для 4х экспериментов. Учитывая общую толщину покрытия и расчетное количество слое в покрытий получаем, что толщины каждого слоя составляют для эксперимента А)~50нм; Б) ~15нм; В) ~8нм; Г) ~5нм. По результатам рентгеноструктурного анализа (рис. 4, табл. 1) установлено, что покрытие

преимущественно состоит из фаз TiAl, Ti, Al, TiN, Ti<sub>3</sub>Al, AlN. С увеличением расстояния от оси стола количество фазы Ti уменьшается, а содержание Ti<sub>3</sub>Al и TiN увеличивается. Данный факт объясняется тем, что при увеличении расстояния от оси стола толщина наносимого слоя титана и алюминия уменьшается, при этом практически весь алюминий вступает в реакцию с титаном, образуя другие фазы.

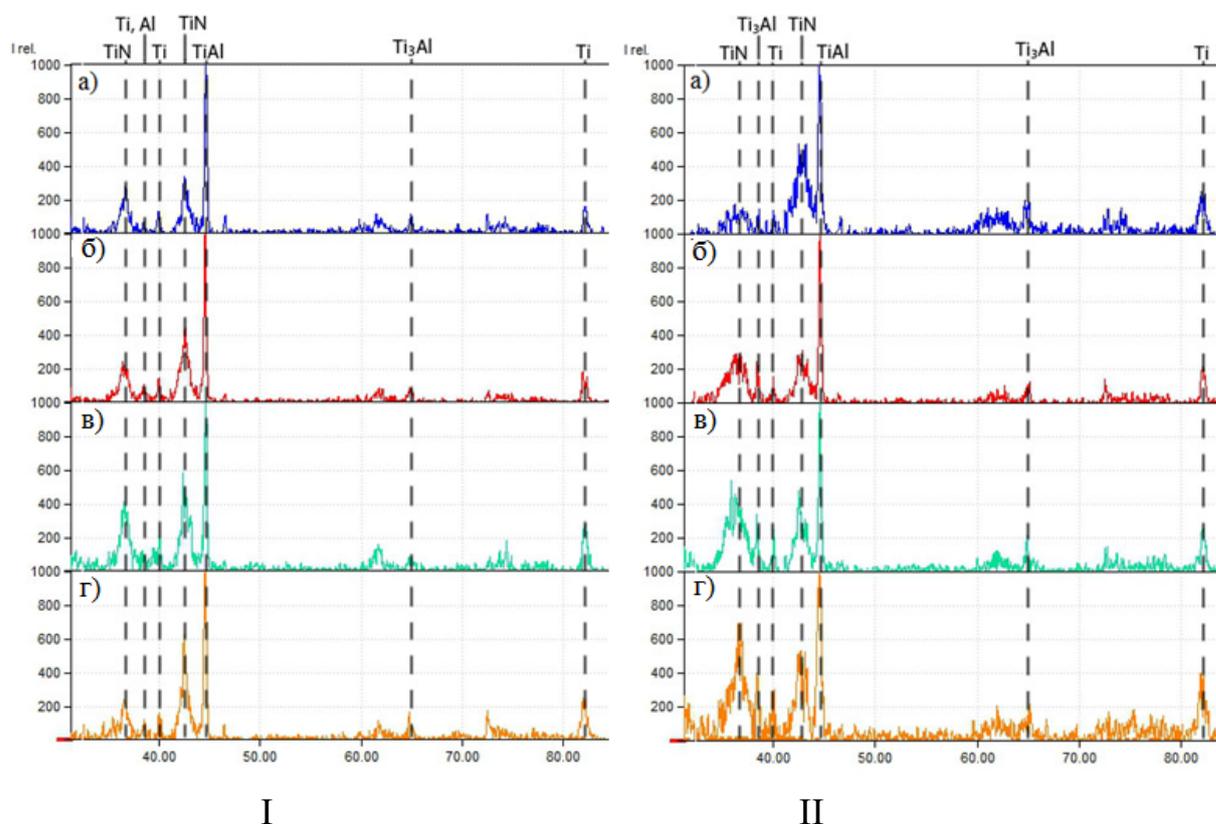


Рисунок 4 – Дифрактограмма образцов I) А; II) В. Расположение образцов от оси стола: а) Центр; б) R=8 см; в) R=15 см; г) R=22 см

Результаты количественного рентгеноструктурного анализа покрытий системы Ti-Al синтезированных в среде реакционных газов приведены в таблице 1. Суммарное содержание интерметаллидных фаз (TiAl и Ti<sub>3</sub>Al) в покрытиях, осаждаемых в среде реакционных газов, превышает содержание остальных фаз, тем самым оказывая значительное влияние на их физико-механические свойства.

Таблица 1. Результаты количественного рентгеноструктурного анализа покрытий системы Ti-Al синтезированных в среде реакционных газов

Система покрытий	Фазы	Количество оборотов, об./мин.	
		1	14
		Содержание фаз при толщине слоев ~50нм, %	Содержание фаз при толщине слоев ~5нм, %
Ti-Al-N	Ti	9	5
	Al	17	5
	TiAl	19	7
	Ti <sub>3</sub> Al	10	50
	TiN	27	12
	AlN	19	21
Ti-Al-C	Ti	16	12
	Al	14	17
	TiAl	10	15
	Ti <sub>3</sub> Al	28	22
	TiC	32	34
Ti-Al-O	Ti	10	9
	Al	11	13
	TiAl	9	10
	Ti <sub>3</sub> Al	29	15
	TiO	16	8
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22	48

Были проведены измерения микротвердости композиционных покрытий, синтезированных в среде различных реакционных газов. Полученные результаты были усреднены, был построен график зависимости микротвердости от пространственного положения и количества слоев (рисунок 5). Из графика видно, что с увеличением расстояния от оси стола у покрытия возрастает микротвердость.

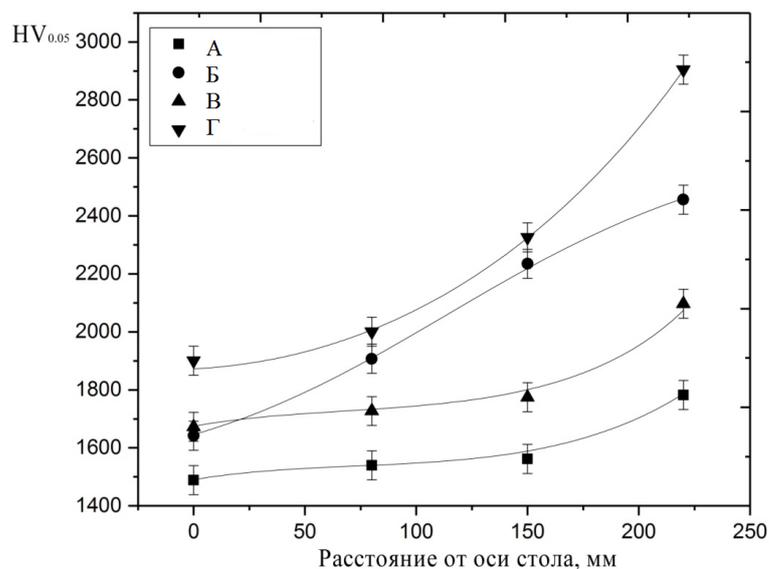


Рисунок 5 – Микротвердости покрытия при осаждении в среде азота

Износостойкость покрытий была определена на установке «Nanovea», по схеме «шар–диск», путем измерения массы образцов до и после испытаний. Как видно из графика (рисунок 6), с изменением пространственного расположения, износостойкость образцов увеличивается, как, и при измерении микротвердости, что связано с увеличением содержания твердых фаз, таких как AlN, TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, в покрытии.

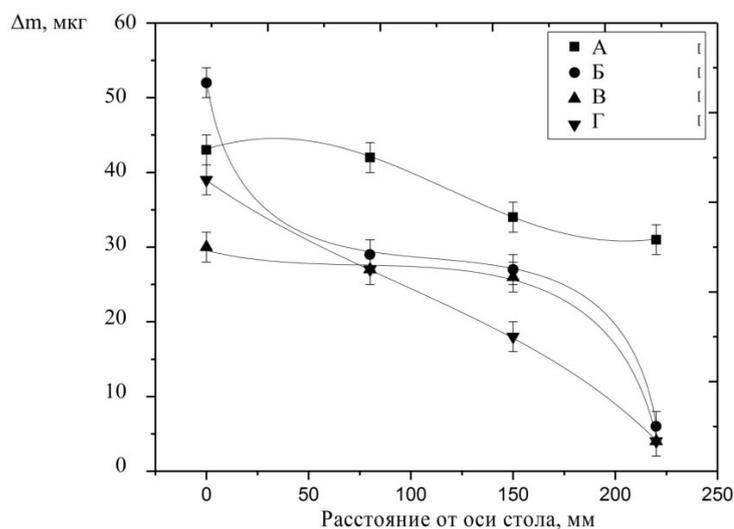


Рисунок 6 – Убыль массы покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al, при осаждении в среде азота после проведения испытаний на износ

Были проведены склерометрические испытания на оборудовании CSM Scratch Test для выявления критической нагрузки начала разрушения покрытия (рисунок 7, таблица 2).

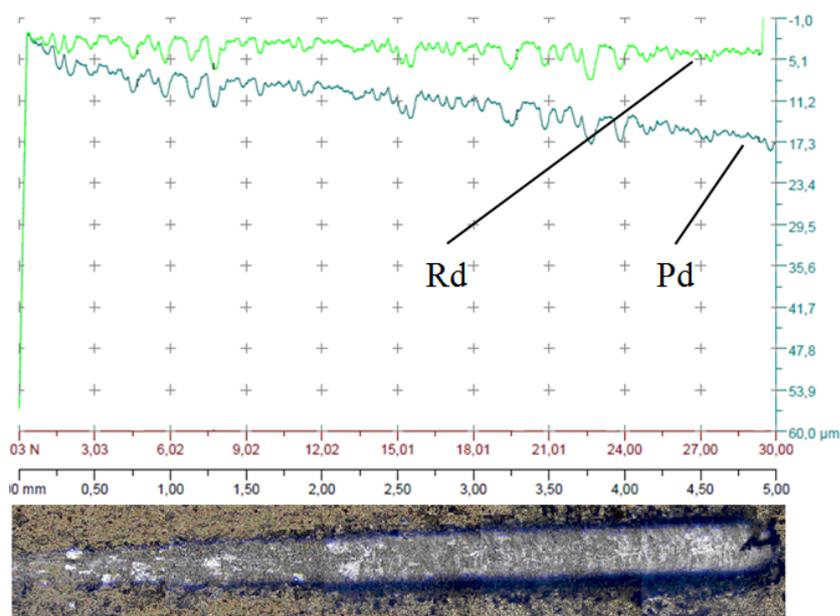


Рисунок 7 – Результат склерометрических испытаний покрытия при осаждении в среде азота; Rd – изменение глубины индентора при упруго-пластическом деформировании покрытия; Pd – изменение глубины индентора после упругого восстановления материала покрытия

Таблица 2 – Результаты склерометрических испытаний

Система покрытий	Максимальная глубина внедрения $h_{max}$ , мкм	Нагрузка начала разрушения $L_c$ , Н	Коэффициент упругого восстановления $W_e$ , %
Ti-Al-N	17,3	21,5	72,2
Ti-Al-O	15,8	21	58
Ti-Al-C	21,4	25	66,8

Результаты испытаний образцов с однослойным покрытием на основе интерметаллидов системы Ti-Al, осажденных в среде различных реакционных газов, показали, что покрытие, осажденное в среде азота, имеет наибольший коэффициент упругого восстановления, при этом имеет приблизительно

одинаковую нагрузку начала разрушения по сравнению с покрытиями, осажденными в среде кислорода и ацетилена. При этом покрытия, осажденные в среде кислорода и ацетилена, имеют меньший коэффициент упругого восстановления. Это объясняется тем, что оксиды и карбиды имеют высокую твердость и при этом хрупкие, а нитриды менее твердые, но более пластичны.

Исходя из анализа литературных данных и после исследования однослойных покрытий была предложена архитектура многослойных композиционных структур, которые состоят из отдельных слоев нитридов, карбидов, оксидов и интерметаллидов системы Ti-Al.

Пятая глава посвящена разработке технологии нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов Ti-Al на твердосплавные концевые фрезы. Технологический процесс нанесения композиционного покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al для упрочнения твердосплавных концевых фрез показан на рисунке 8.

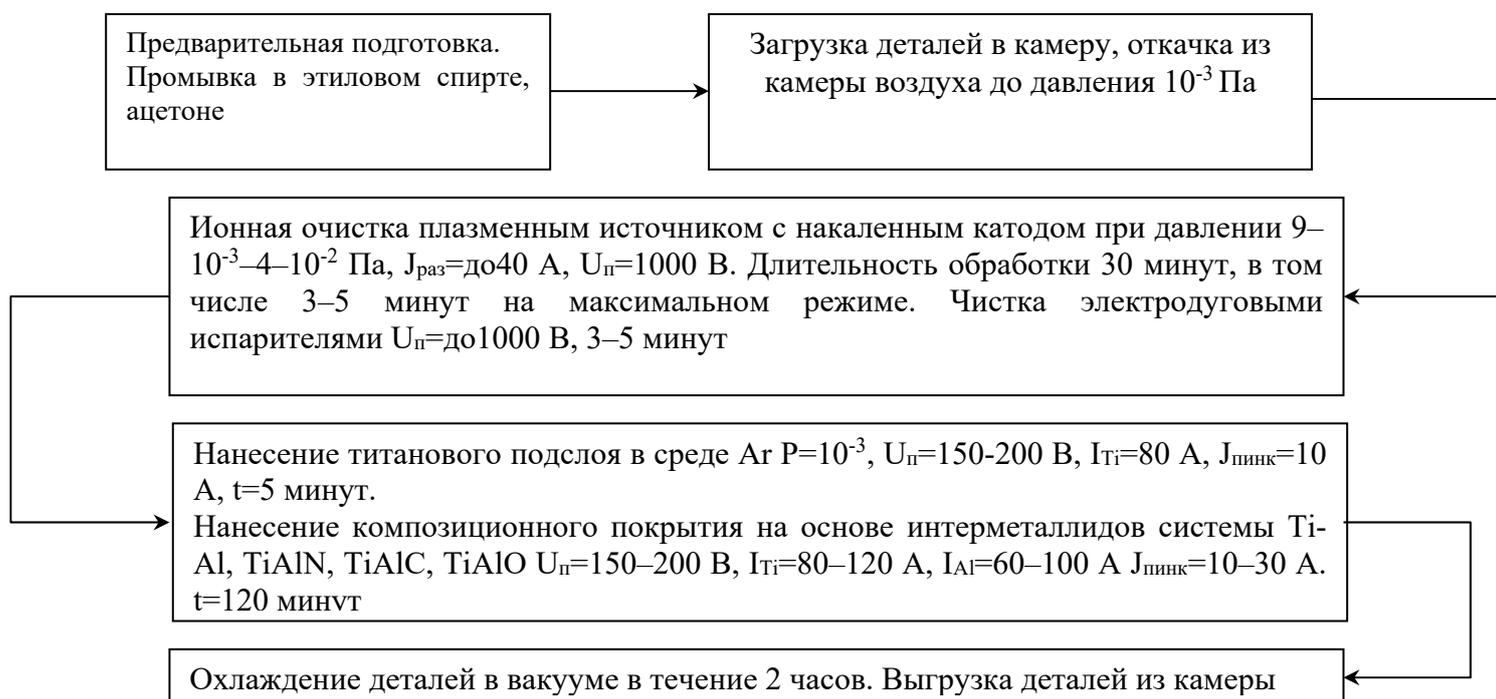


Рисунок 8 – Блок схема технологического процесса нанесения композиционного покрытия

Производственные испытания проводились на ПАО «ОДК-УМПО». Лопатка компрессора высокого давления из жаропрочного сплава ЭП-718ИД

обрабатывались твердосплавными фрезами из материала H10F с композиционными покрытиями. Испытание проводились на станке LX-051 фирмы «Starrag», при частоте вращения шпинделя 3819об/мин и подаче 603мм/мин.

Результаты производственных испытаний показаны на (рисунок 9). Нанесение композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al позволило повысить стойкость инструмента в 2,4 раза по сравнению с инструментом с импортным покрытием TiAlN, а также до 10 раз по сравнению с инструментом без покрытия после переточки.

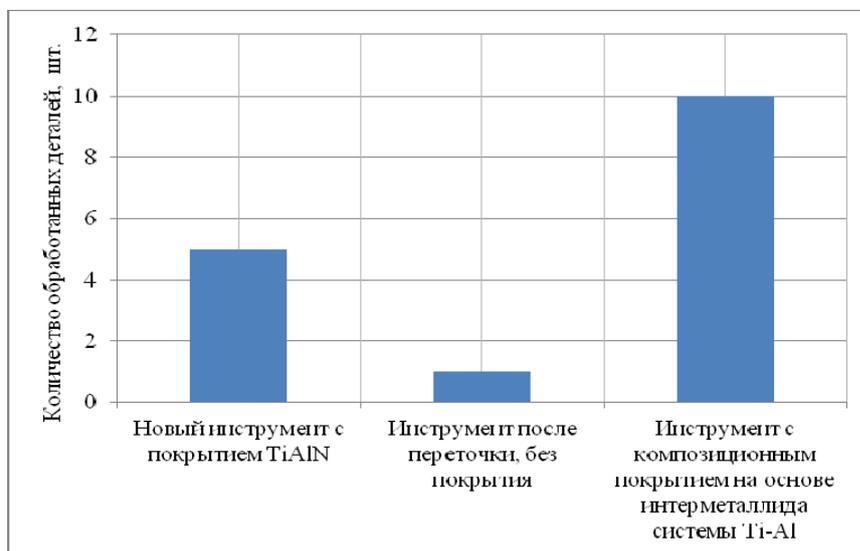


Рисунок 9 – Результаты производственных испытаний

Результаты производственных испытаний показаны на (рисунок 9). В первом столбце показаны результаты испытаний импортного инструмента фирмы «Starrag» с покрытием TiAlN, во втором столбце показаны результаты испытаний фрез фирмы «Starrag» после переточки, на третьем столбце показаны результаты испытаний фрез фирмы «Starrag» после переточки и нанесения многослойного композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al. Нанесение многослойного композиционного покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al позволило повысить стойкость инструмента в 2 раза по сравнению с инструментом с импортным покрытием TiAlN, а также до 10 раз по сравнению с инструментом после переточки без покрытия.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработан способ получения многослойных композиционных покрытий непосредственно на поверхности инструмента на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $C_2H_2$ ) из плазмы вакуумно-дугового разряда, отличающийся тем что в покрытии наряду с оксидами, карбидами и нитридами образуются интерметаллиды системы Ti-Al различного фазового состава. При этом уменьшение толщины слоев приводит к увеличению процентного содержания фазы  $TiAl_3$ ,  $TiAl$ .
2. Модернизирована математическая модель и разработано программное обеспечение позволяющее прогнозировать элементный состав покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $C_2H_2$ ) из плазмы вакуумно-дугового разряда.
3. Рассмотрен механизм формирования в покрытиях интерметаллидов системы Ti-Al различного фазового состава при послойном осаждении в среде реакционных газов из плазмы вакуумно-дугового разряда, заключающемся в том, что интерметаллиды формируются при осаждении в вакууме с двух электродуговых испарителей с однокомпонентными катодами из Ti и Al и при нагреве подложки до температуры  $450\text{ }^{\circ}C$ , при этом фазовый состав покрытий определяется толщинами слоев.
4. Установлено, что при послойном осаждении из плазмы вакуумно-дугового разряда с уменьшением толщины слоев с  $\sim 50\text{ нм}$  до  $\sim 5\text{ нм}$  микротвердость композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al возрастает. Повышение микротвердости покрытий объясняется увеличением процентного содержания соединения Ti и Al с азотом, углеродом и кислородом. При этом увеличивается износостойкость формируемых покрытий.
5. Разработан технологический процесс нанесения композиционных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $C_2H_2$ ) на поверхности твёрдосплавных концевых фрез из материала H10F. Производственные испытания стойкости фрез для чистовой

обработки с разработанными композиционными покрытиями на основе интерметаллидов системы Ti-Al, показали повышение стойкости до 10 раз по сравнению с инструментами без покрытия.

## СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Гарипов, А.Р. Прогнозирование стехиометрического состава покрытий на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированных в среде реакционных газов / Гарипов А.Р., Варданян Э.Л., Назаров А.Ю // Упрочняющие технологии и покрытия.–2018.– № 10(166).– С.471-476.
2. Vardanyan, E.L. 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/ Nazarov A.Yu., Ramazanov K.N., Khusnimardanov R.N // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 387 012081. DOI:10.1088/1757-899X/387/1/012081.
3. Vardanyan, E.L., Influence of reaction gases on phase compounds and mechanical properties of coatings based on intermetallics of Ti-Al systems/ Nazarov A.Yu., Ramazanov K.N., Gabitashvili S.O., Nagimov R.Sh.// J. Phys.: Conf. Ser. 1121 012031. DOI:10.1088/1742-6596/1121/1/012031
4. Vardanyan, E.L. 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)/ Nazarov A. Yu., Ramazanov K.N. // J. Phys.: Conf. Ser. 1115 032081. DOI: 10.1088/1742-6596/1115/3/032081
5. Vardanyan E.L., Mathematical model of deposition process of composite coatings based on intermetallic Ti-Al system by vacuum arc/ Nazarov A.Yu., Ramazanov K.N., Nagimov R.Sh // J. Phys.: Conf. Ser. 1115 032083. DOI:10.1088/1742-6596/1115/3/032083
6. Назаров, А.Ю. Нанесения композиционных износостойких покрытий из плазмы вакуумно-дугового разряда на металлорежущий инструмент // Сборник тезисов докладов Международной молодёжной научной конференции «Гагаринские чтения XLIV», М.: Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), –2018–С.63–64.

7. Варданян, Э.Л. Технология нанесения мультислойных композиционных покрытий интерметаллидов системы TiAl из плазмы вакуумно-дугового разряда на металлорежущий инструмент /Варданян Э.Л., Назаров А.Ю. // Сборник докладов международной конференции « Энергосбережение. наука и образование».– Набережные челны–2017–С.545–549.
8. Варданян, Э.Л., Повышение эксплуатационных свойств металлорежущего инструмента путем осаждения интерметаллидных покрытий системы Ti-Al из плазмы вакуумно-дугового разряда/ Варданян Э.Л., Назаров А.Ю., Рамазанов К.Н. //Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов. материалы XXIV Уральской школы металловедов-термистов. ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». –2018–С.85–47.
9. Пат. №2677043 Российская федерация МПК С23С 14/16, С23С 14/24. Способ получения износостойкого покрытия на основе интерметаллида системы Ti-Al/ Варданян Э.Л., Нагимов Р.Ш., Назаров А.Ю., Рамазанов К.Н.// патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». -№ 2017142433 Заяв.: 05.12.2017 Оpubл.: 15.01.2019 Бюл. № 2
10. Пат. №2689474 Российская федерация МПК С23С 14/16, С23С 14/24. Способ получения покрытия на основе интерметаллидов системы Ti-Al, синтезированного в среде азота/ Варданян Э.Л., Назаров А.Ю., Рамазанов К.Н.// патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». -№ 2018140818 Заяв.: 19.11.2018 Оpubл.: 28.05.2019 Бюл. № 2.
11. Пат. №2700344 Российская федерация МПК С23С 14/14, С23С 14/24. Способ упрочнения режущего инструмента осаждением мультислойных покрытий системы Ti- Al / Варданян Э.Л., Назаров А.Ю., Рамазанов К.Н., Брюханов Е.А., Хуснимарданов Р.Н.// патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». -№ 2019103188 Заяв.: 05.02.2019 Оpubл.: 16.09.2019 Бюл. № 26.
12. Пат. № 2694857 Российская федерация МПК С23С 14/14, С23С 14/24. Способ нанесения износостойкого покрытия ионно-плазменным методом/ Варданян Э.Л., Назаров А.Ю., Рамазанов К.Н., Брюханов Е.А.// патентообладатель ФГБОУ ВО «УГАТУ». -№ 2018128884 Заяв.: 06.08.2018 Оpubл.: 18.07.2019 Бюл. № 20.