Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля Національної академії наук України

На здобуття Державної премії України
в галузі науки і техніки 2020 року

СТВОРЕННЯ ФУНКЦІОНАЛЬНИХ ВАКУУМНИХ ПЛАЗМОВИХ І ДИФУЗІЙНИХ ПОКРИТТІВ ШИРОКОГО СПЕКТРУ ЗАСТОСУВАННЯ

АВТОРИ РОБОТИ:

Гонтар Олександр Григорович – кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник, провідний науковий співробітник Інституту надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля Національної академії наук України

Копєйкіна Марина Юріївна – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, старший науковий співробітник Інституту надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля Національної академії наук України

Береснєв Вячеслав Мартинович – доктор технічних наук, професор, професор кафедри Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна Міністерства освіти і науки України

Васильєв Володимир Васильович – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник Національного наукового центру «Харківський фізико-технічний інститут» Національної академії наук України

Дабіжа Євген Вікторович – кандидат технічних наук, директор Малого державного науково-виробничого впроваджувального підприємства «ЕКМА» Національної академії наук України

Дейнека Олександр Володимирович – генеральний директор Товариства з обмеженою відповідальністю «Науково-виробнича фірма «Грейс-Інжинірінг»

Погрелюк Ірина Миколаївна – доктор технічних наук, професор, завідувач відділу Фізико-механічного інституту ім. Г.В. Карпенка Національної академії наук України

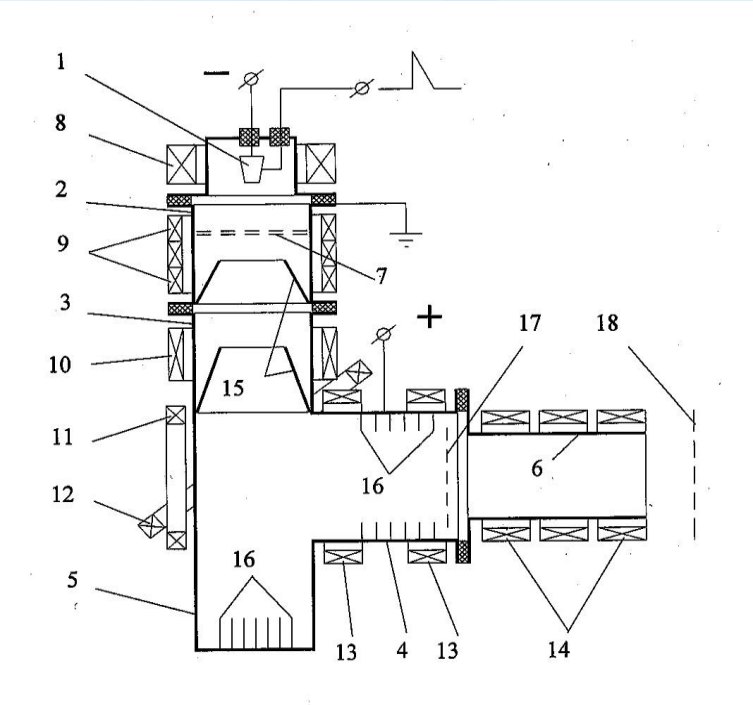
Стрельницький Володимир Євгенійович – доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник, начальник лабораторії Національного наукового центру «Харківський фізико-технічний інститут» Національної академії наук України

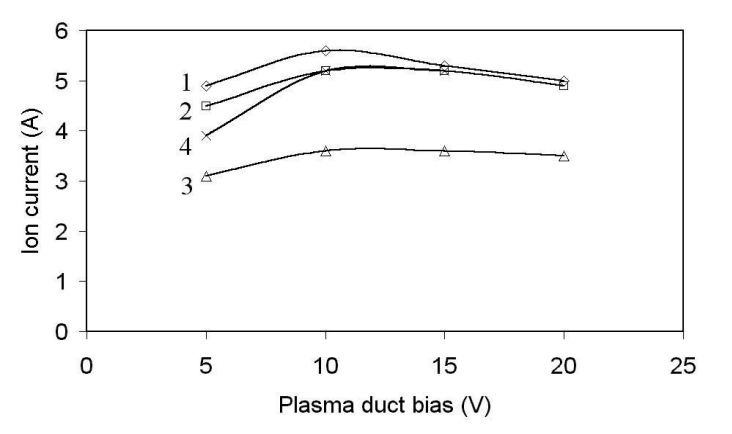
Переважна більшість відмов (понад 80%) деталей технічних пристроїв відбувається в результаті поверхневого руйнування. Традиційні конструкційні матеріали багато в чому вичерпали свої можливості та в багатьох випадках вже не забезпечують необхідні показники виробів. В таких умовах логічною є тенденція створення і широкого використання спеціальних токноплівкових покриттів, застосування яких сприяє заощадженню дефіцитних матеріалів і надає виробам властивостей, необхідних для їх ефективної експлуатації. Функціональні покриття дозволяють багаторазово підвищити працездатність і довговічність деталей машин, знизивши при цьому експлуатаційні витрати, забезпечуючи можливість інтенсифікації виробничих процесів, вирішуючи проблеми імпортозаміщення.

У представленій роботі розглянуто вакуумні плазмові й дифузійні покриття (алмазоподібні, нітридні), а також обладнання для їх нанесення, що були розроблені, створені та вдосконалені авторами.

При створенні функціональних покриттів автори виходили з того, що технологія формування, склад і архітектура покриттів, по-перше, повинні забезпечувати виробам комплекс фізико-механічних, хімічних і теплофізичних властивостей, що протидіє руйнівному впливу навколишнього середовища в експлуатаційних умовах (термобаричне навантаження, статичне або динамічне навантаження, навантаження з урахуванням зовнішнього корозійного впливу та ін.), по-друге, визначає перспективну сферу та умови використання тих або інших покриттів (робота в умовах тертя і зношування, в умовах екстремальних і змінних термобаричних навантажень, в умовах корозійного середовища та ін.).

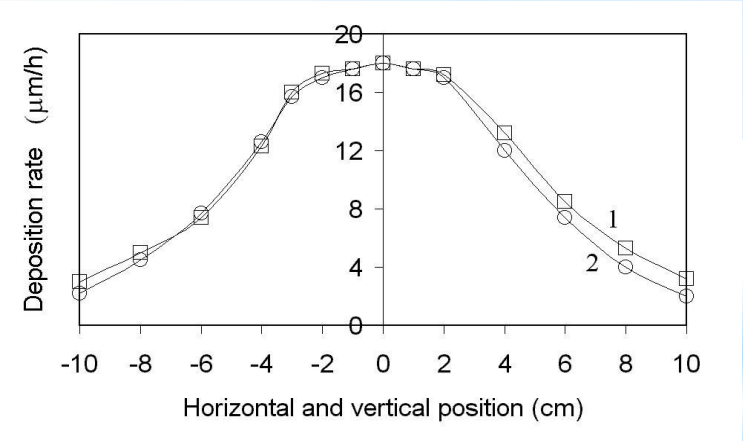
ШИРОКОАПЕРТУРНЕ ДЖЕРЕЛО ФІЛЬТРОВАНОЇ ПЛАЗМИ





Вплив потенціалу плазмовода на іонний струм колектора 17. Анод зі вставкою. (1) - (B + F1 + F2); (2) - (B + F1); (3) - (F1 - F2); (4) - (B + S).

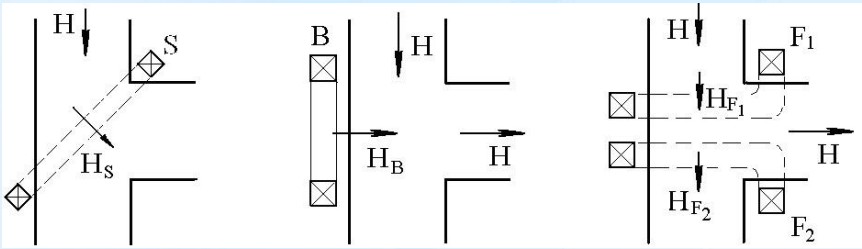
Вакуумно-дугове джерело фільтрованої плазми. 1-катод; 2-анод; 3 і 4 - вхідна і вихідна секція Т-образного плазмовода; 5 - пастка МЧ; 6 – додаткова секція плазмовода; 7 – анодна вставка; 8 ... ; 14 - магнітні котушки; 15 - екрани; 16 - ребра; 17, 18 - колектори



Розподіл товщини АПП покриття на підкладці. (1) – по горизонталі, (2) – по вертикалі. Вісь абсцис – відстань від точки з максимальною товщиною покриття

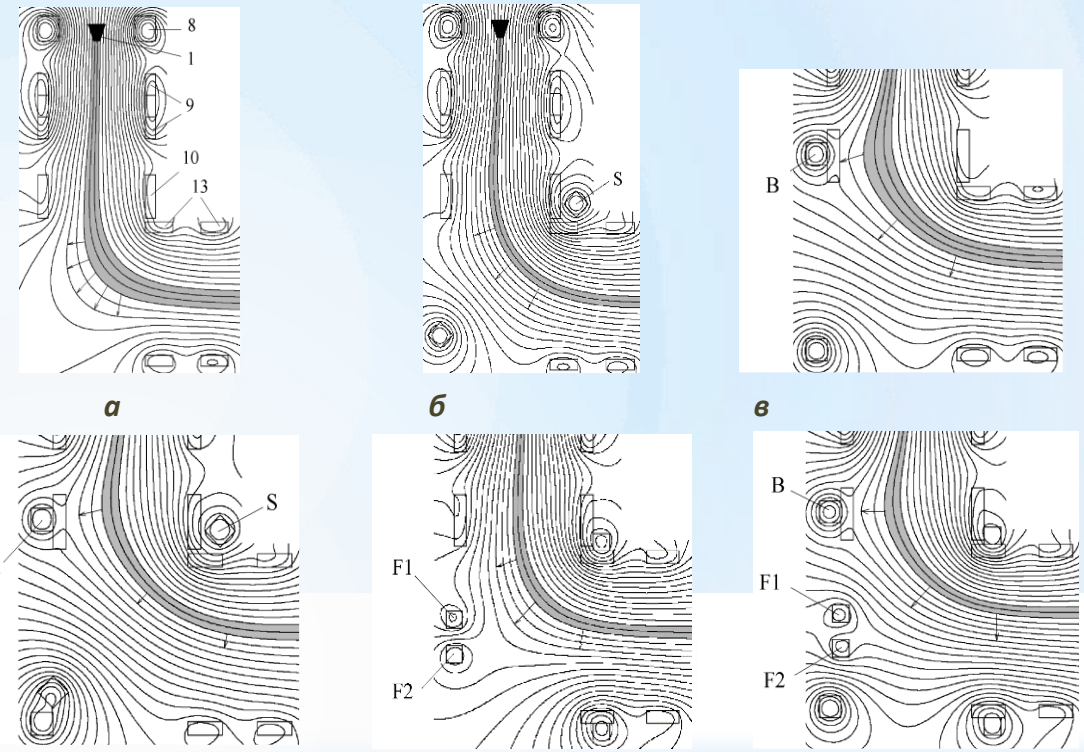
Величина іонного струму на виході фільтра досягає 5 А, що в 10 разів більше, ніж у тороїдального фільтра.
Швидкості осадження АПП на підкладку на відстані 45, 120 і 180 мм від виходу фільтра, становили 18, 8 і 5 мкм/год відповідно.
Щільність дефектів розміром більше 1 μm в АПП товщиною 2.2 μm на кремнієвих і сталевих підкладках $8 \bullet 10^3$ $см^{-2}$. Це в 60 разів менше, ніж в разі «тороїдального» фільтра з оптимізованою системою ребер.

МОДЕЛЮВАННЯ ТА СТВОРЕННЯ ДЖЕРЕЛ ФІЛЬТРОВАНОЇ ПЛАЗМИ



Схеми розміщення похилої (*S*), тильної (*B*) і фігурних (*F*1, *F*2) котушками. *H* – транспортуюче магнітне поле; *HS*, *HB*, *HF*1, *HF*2 – магнітні поля, створювані котушками *S*, *B*, *F*1, *F*2 відповідно

Широко-апертурне джерело фільтрованої вакуумно-дугової плазми



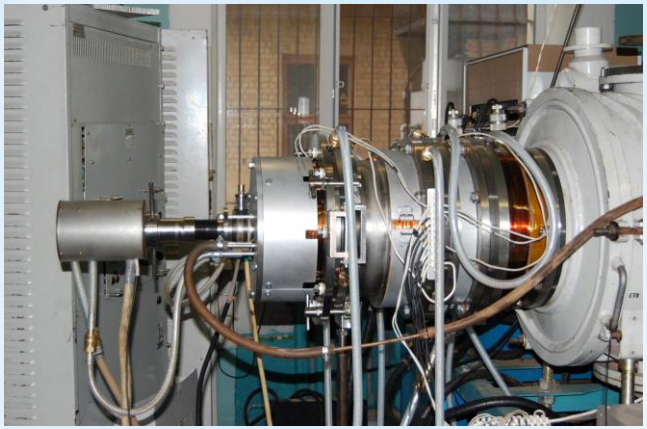
а *б* *в*

г *д* *є*

Конфігурація магнітних полів в системі (розрахунок): *а* - без корекції; *б* – корекція похилою катушкою (*S*); *в* – корекція тильною котушкою за схемою (*B*); *г* – корекція похилій і тильної котушками за схемою (*S*+*B*); *д* – корекція фігурними котушками за схемою (*F*1-*F*2); *є* – корекція тильною і фігурними котушками за схемою (*B*+*F*1-*F*2)

Створено широкоапертурне джерело фільтрованої плазми, яке характеризується величиною іонного струму на виході фільтра в 10 разів більша, ніж у тороїдального фільтра.

ПРЯМОЛІНІЙНЕ ДЖЕРЕЛО ФІЛЬТРОВАНОЇ ВАКУУМНО-ДУГОВОЇ ПЛАЗМИ



Прямолінійне джерело фільтрованої вакуумно-дугової плазми, приєднане до вакуумної камери обладнання "Булат-6"

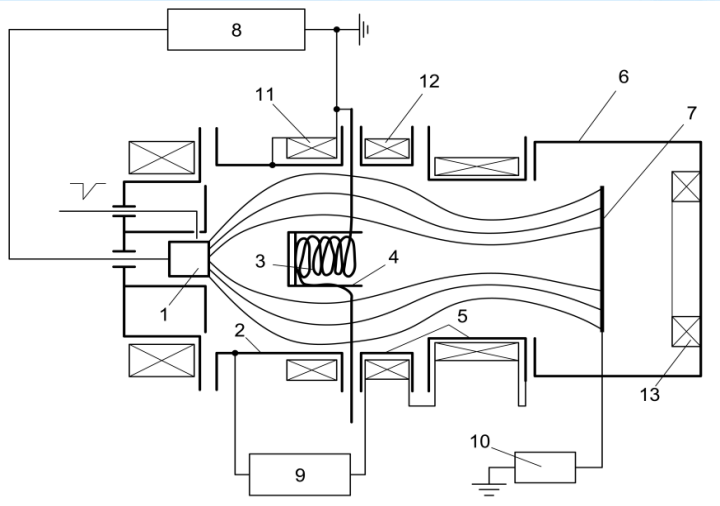
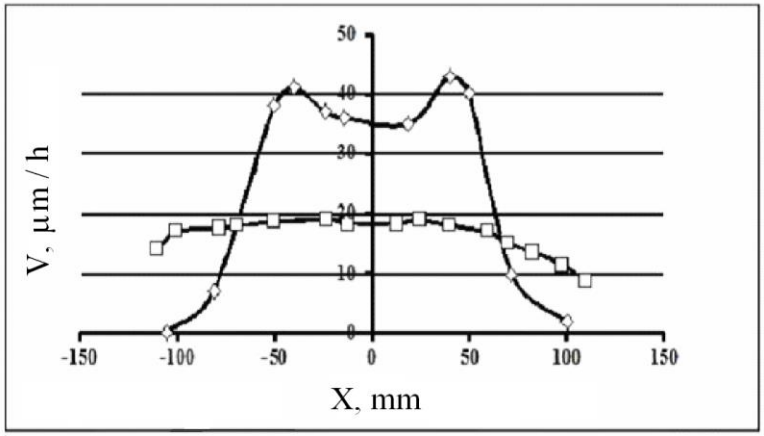


Схема модернізованої вакуумно-дугової установки «Прогрес-М», з високопродуктивним джерелом фільтрованої вакуумно-дугової плазми прямолінійного типу: *1* – катод, *2* – анод, *3* – додаткова електромагітна котушка "магнітного острова", *4* – кожух "магнітного острова", *5* – вхідна і вихідна частини плазмовода, *6* – вакуумна камера, *7* – підкладкоутримувач, *8* – джерело живлення вакуумної дуги, *9* – джерело живлення плазмовода, *10* – генератор високовольтних імпульсів, *11* – додаткова електромагнітна котушка анода, *12* – котушка плазмовода, *13* – додаткова котушка, що фокусує

Тип фільтру	[посилання]	Ii/ID, %
Кутовий (45º)	[Фалабела]	3
Тороїдальний (45º)	[Мартін]	2,5
Т- образний (90º)	ННЦ ХФТІ	5
Криволінійний	[Гороховський]	2,5
Куполовидний	[Сандерс]	2,5
Прямолінійний	ННЦ ХФТІ	4



Розподіл швидкості росту Ti покриття по радіусу зразка від відстані від виходу фільтра:
◊ - 65 мм; □ – 210 мм; I_D = 100 А.

Продуктивність фільтрів в 1,5-2 рази перевершує кращі світові аналоги. Прямолінійне джерело фільтрованої плазми забезпечує рівномірність товщини покриття на діаметрі 190 мм при швидкості осадження 20 мкм/год

СТВОРЕНЕ ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ФОРМУВАННЯ ВАКУУМНИХ ПОКРИТТІВ

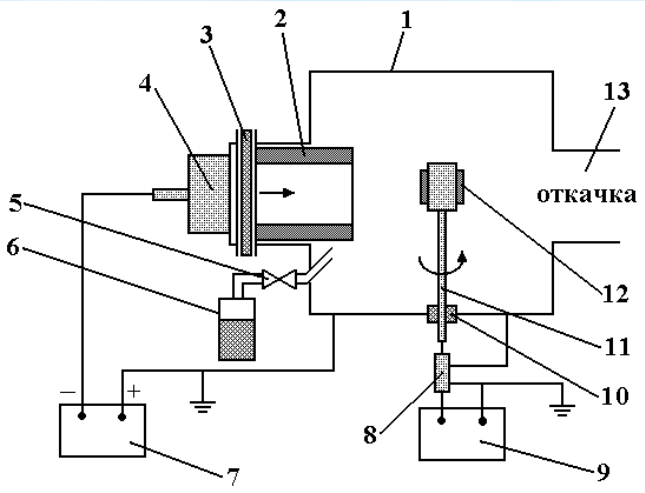
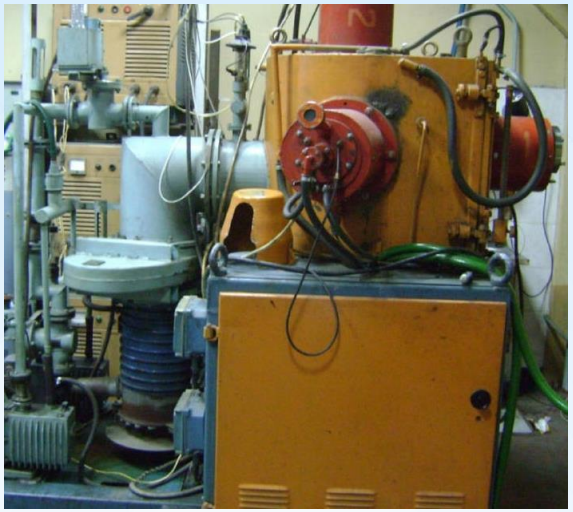


Схема установки для осадження гідрогенізованих а-С:Н плівок:
1 – вакуумна камера; *2* – соленоїд; *3, 10* – ізолятори; *4* – електродугове джерело плазми з катодом з титану; *5* – вакуумний вентиль; *6* – ємність для зберігання органічних сполук; *7* – низьковольтне джерело живлення постійного струму; *8* – коаксіальний кабель; *9* – ВЧ–джерело; *11* – підкладко-утримувач; *12* – підкладка (зразок); *13* – відкачний патрубок



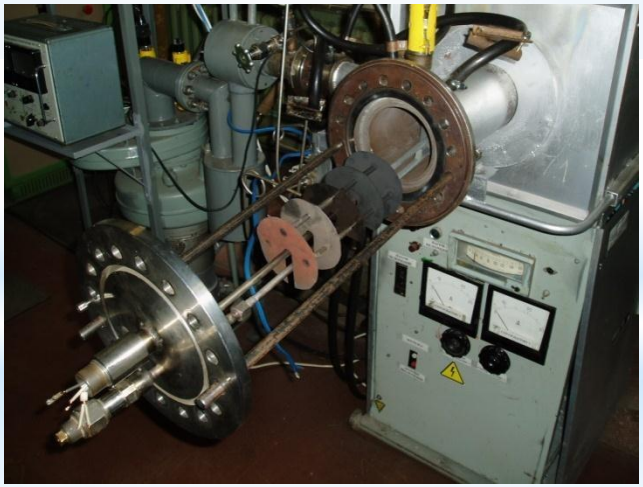
Промислова установка для нанесення захисних покриттів ННВ 6.6. И1

Модернізована вакуумна установка ВУ-2 МБС (М)

Модернізована вакуумна установка ВУ700 «Д» (М)

Модернізована вауумна установка ВУ- 1100 Д (М)

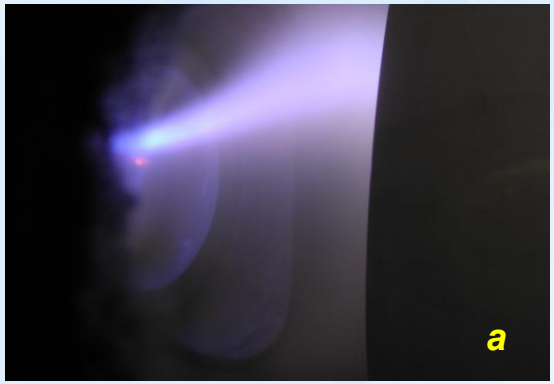
Установки для формування вакуумних дифузійних нітридних і нітриднокарбідних покриттів

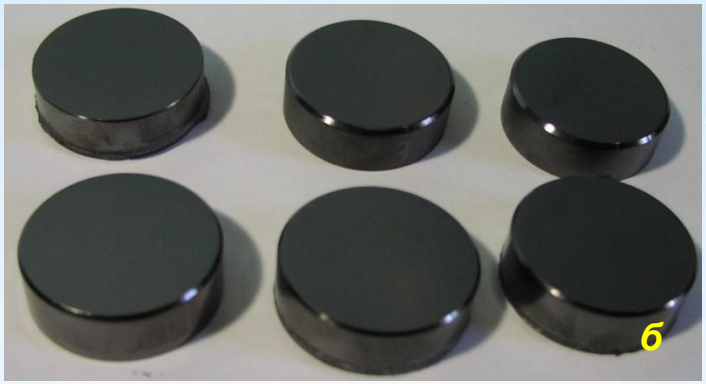


Розвинена методологія проектування, розроблене та виготовлене вакуумне обладнання для реалізації технологій створення плазмових (алмазоподібних, багатокомпонентних, одно- та багатошарових нітридних) та дифузійних (одно- та багатокомпонентних, нітридних) покриттів, на підставі чого розв’язано низку мультидисциплінарних задач багатопараметричної оптимізації технологічних процесів формування покриттів

СТВОРЕНІ ВАКУУМНІ ПОКРИТТЯ

АЛМАЗОПОДІБНІ ПЛАЗМОВІ ta-C і CN_x ПОКРИТТЯ (АПП)

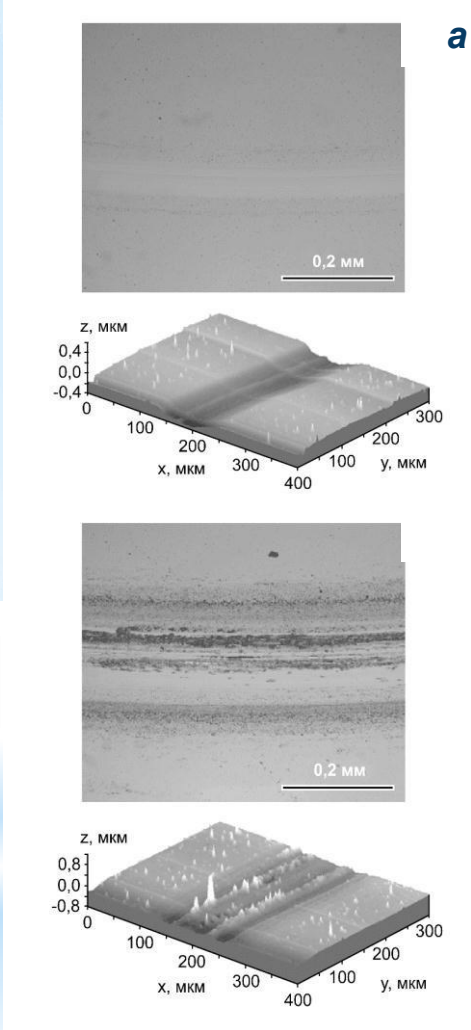




Сфокусований магнітним полем потік вуглецевої плазми (*а*), металеві зразки з АПП (*б*)

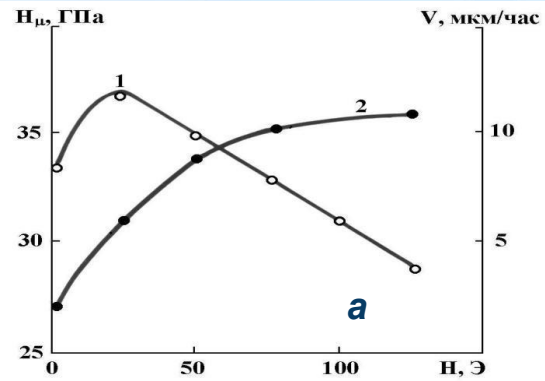
Покриття	Твердість, ГПа	Модуль Юнга, ГПа	Усереднені коефіцієнти тертя покриттів			
			по сталевій кульці		по кульці з SiC	
			повітря	азот	повітря	азот
a-C	57±5	560±40	0,1	нестаб.	0,11	0,09–0,70
CN_x	28±1	260±10	0,2–0,4		0,30	0,04

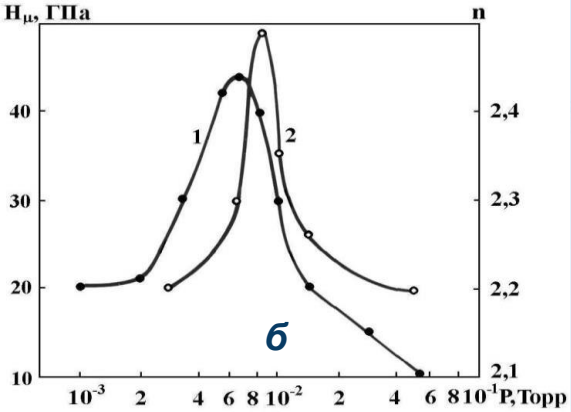
Створене та використане широкоапертурне джерело фільтрованої плазми: – розмір іонного струму на виході фільтра в 10 разів більша, ніж у тороїдального фільтра; – швидкості осадження АПП на підкладку на відстані 45, 120 і 180 мм від виходу фільтра становили 18, 13 і 8,5 мкм/год. відповідно; – щільність дефектів розміром більше 1 мкм в АПП товщиною 2,2 мкм на кремнієвих і сталевих підкладках $8 \cdot 10^3$ см$^{-2}$ – це в 60 разів менше, ніж в разі «тороїдального» фільтра з оптимізованою системою ребер

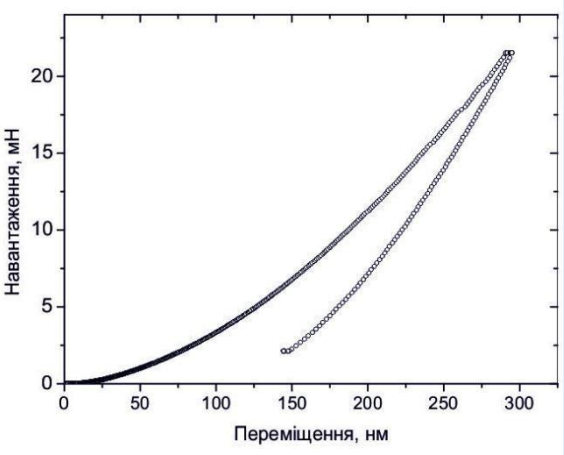


Доріжки тертя на CNx покриттях після 10000 циклів ковзання по SiC кульці у повітрі (*а*) і у сухому азоті (*б*)

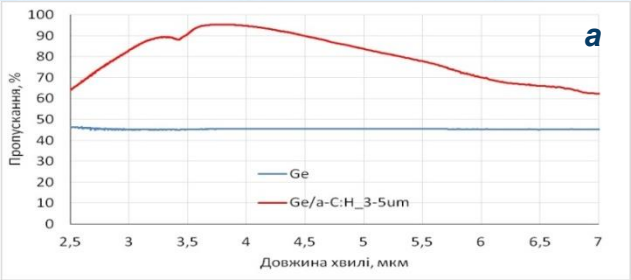
ГІДРОГЕНІЗОВАНІ ВУГЛЕЦЕВІ a-C:H ПЛІВКИ, СИНТЕЗОВАНІ В ТЛІЮЧОМУ ВЧ-РОЗРЯДІ В СЕРЕДОВИЩІ ГАЗОПОДІБНИХ ВУГЛЕВОДНІВ

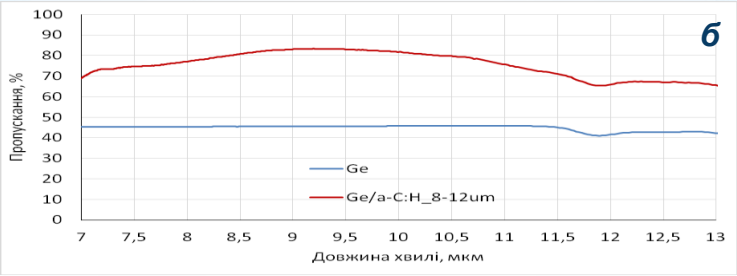


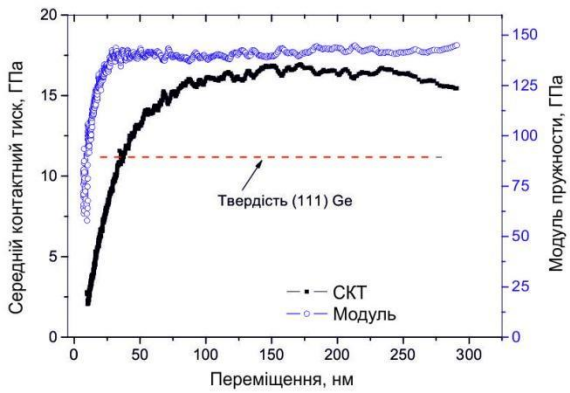




Залежність мікротвердості (*1*) та швидкості осадження (*2*) від напруженості магнітного поля в розрядному проміжку (бензол C_6H_6, $p = 5\cdot10^{-3}$ Торр) (*а*), мікротвердості (*1*) та показника заломлення (*2*) вуглецевих покриттів від тиску бензолу C_6H_6 в реакційному об'ємі (*б*) (U = 1200 В)







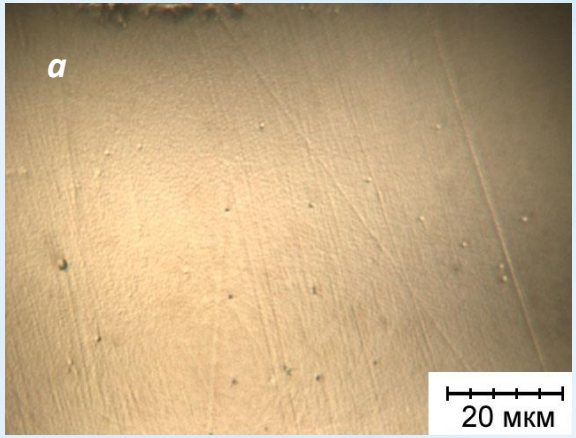
Спектральна залежність коефіцієнту пропускання германієвої пластини з чвертьхвильовими алмазоподібними плівками, оптимізованими для ІЧ діапазону, 3-5 мкм (*а*) і 8–12 мкм (*б*), осадженими з обох сторін пластини

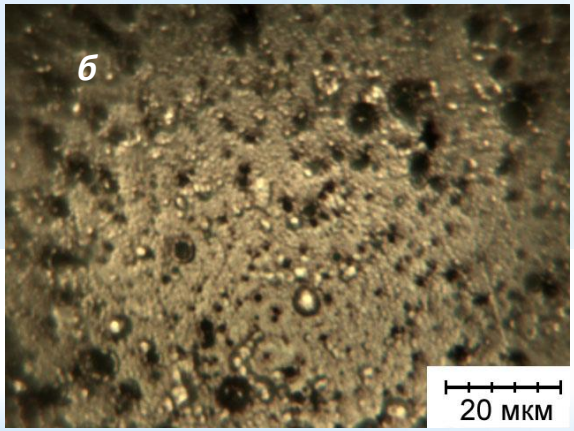
Діаграма занурення індентора (*а*) та залежність СКТ і модуля пружності від переміщення індентора (*б*) для a-C:H покриття твердістю біля 17 ГПа, осадженого на підкладку з германію

Коефіцієнт пропускання германієвих оптичних елементів з покриттями в інтерференційному максимумі досягає 95% і 85% відповідно. Шорсткість поверхні покриття a-C:H *Ra* 5–8 нм.

НІТРИДНІ ПОКРИТТЯ

ПОКРИТТЯ СИСТЕМИ TiN

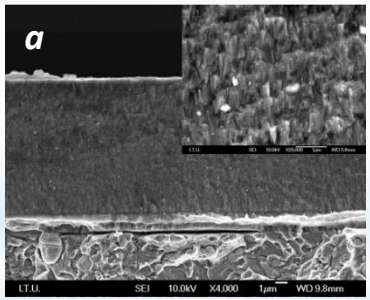


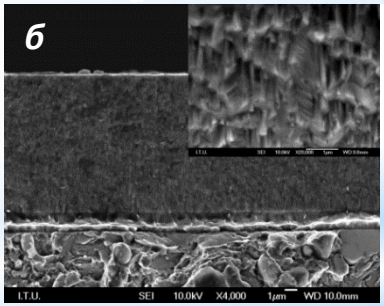


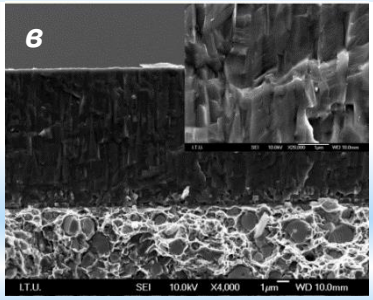
Поверхня TiN покриття, що було осаджено з фільтрованої вакуумно-дугової плазми (*а*) та із не фільтрованої плазми (*б*)

Показники покриття TiN, осадженого при різних потенціалах зміщення на підкладці

Потенціал зміщення на підкладці, кВ		Товщина покриття TiN, мкм	Твердість, ГПа	Розмір ОКР, нм
Імпульсний	0	7,1	36	23
	0,5	9,0	36	12
	1,0	8,5	34	12
	1,5	10,5	32	13
	2,5	9,0	32	17
Постійний	0,15	9,2	28	39



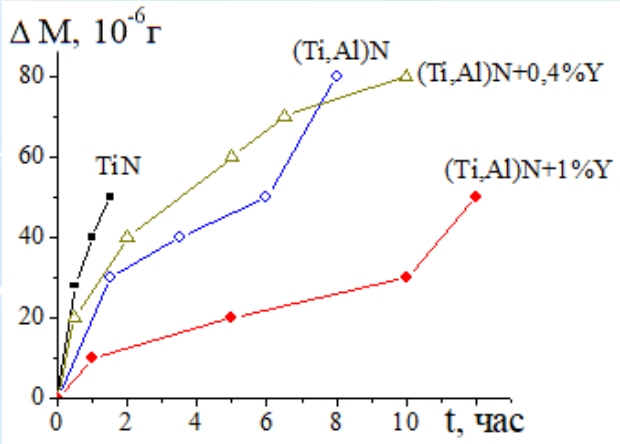




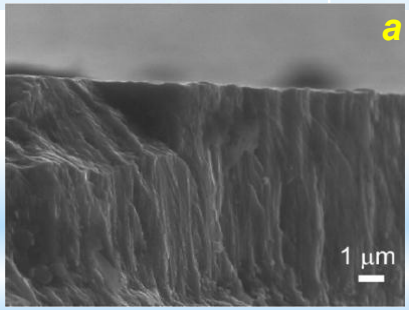
Поперечні злами покриттів, синтезованих при різних потенціалах зміщення: *а* – постійному – 150 В; *б* – імпульсному – 500 В; *в* – імпульсному – 2,5 кВ

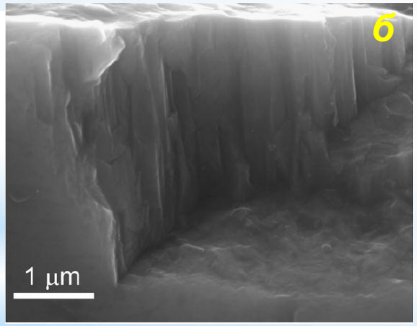
Розроблене джерело фільтрованої плазми забезпечує практично відсутність в осаджених покриттях поверхневих дефектів у вигляді макрочасток, а рельєф поверхні покриттів повторює рельєф підкладки. Покриття, осаджені при імпульсному потенціал зміщення, мають більш однорідну мікроструктуру, ніж покриття, осаджені при постійному потенціалі – для покриттів, синтезованих із застосуванням амплітуди 2,5 кВ імпульсного потенціалу зміщення, чітко видна стовпчаста структура з дуже обмеженим числом ступенеподобних зламів всередині покриття.

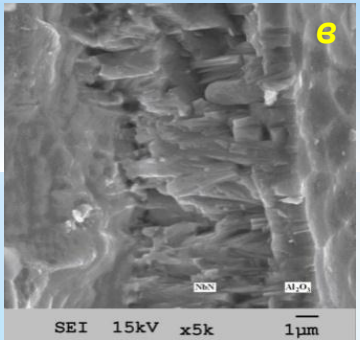
ПОКРИТТЯ СИСТЕМ TiCN, NbN, TiAlN,TiAlYN



Кінетичні криві кавітаційного зносу покриттів різного складу (б), осаджених при амплітуді імпульсного потенціалу зміщення 1,5 кВ







Поперечні відколи покриттів:
а **– TiN;**
б **– (Ti, Al)N + 1 ат.% Y;**
в **– NbN**

Склад катодів і характеристики нітридних покриттів, отриманих при різних значеннях потенціалу зсуву на підкладці

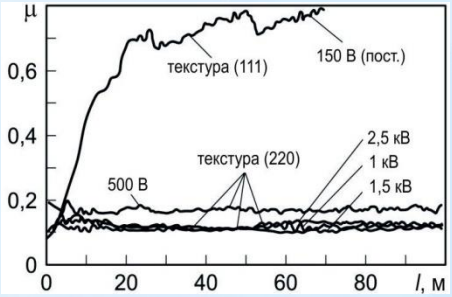
Склад катоду, ат%	U, кВ	Склад покриття ат%	Розмір ОКР, нм	H, ГПа	E, ГПа	H^3/E^2, ГПа
Імпульсний потенціал зміщення						
Ti	1,50	TiN	13	29,5	404	0,16
$Ti_{0,5}Al_{0,5}$		$Ti_{0,48}Al_{0,52}N$	7	31,4	436	
$Ti_{0,498}Al_{0,5}Y_{0,002}$		$Ti_{0,518}Al_{0,48}Y_{0,002}N$	12	32,8	453	0,17
$Ti_{0,496}Al_{0,5}Y_{0,004}$		$Ti_{0,486}Al_{0,51}Y_{0,004}N$	8	36,5	481	0,21
$Ti_{0,49}Al_{0,5}Y_{0,01}$		$Ti_{0,49}Al_{0,5}Y_{0,01}N$	9	35,8	418	0,26
	0	$Ti_{0,45}Al_{0,54}Y_{0,01}N$	21	36,0	445	0,24
	0,50	$Ti_{0,46}Al_{0,53}Y_{0,01}N$	9	34,1	408	
	1,00	$Ti_{0,47}Al_{0,52}Y_{0,01}N$	13	32,6	300	0,39
	2,50	$Ti_{0,51}Al_{0,48}Y_{0,01}N$	7	25,1	300	0,18
Постійний потенціал зміщення						
$Ti_{0,49}Al_{0,5}Y_{0,01}$	0,15	$Ti_{0,55}Al_{0,44}Y_{0,01}N$	30	34,3	300	0,40

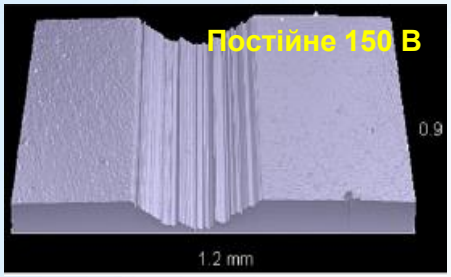
Отримані нітридні покриття з твердістю 28–36 ГПа, однорідною мікроструктурою і незначним розміром областей когерентного розсіювання; ширина і глибина доріжок зносу при трибологічних випробуваннях покриттів в 3–4 рази менші за аналогічні показники традиційних покриттів цього складу, коефіцієнт тертя не збільшується під час випробувань і залишається на рівні 0,1–0,2

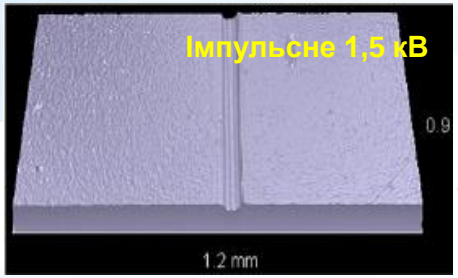
ТРИБОЛОГІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ НІТРИДНИХ ПОКРИТТІВ

Покриття TiN

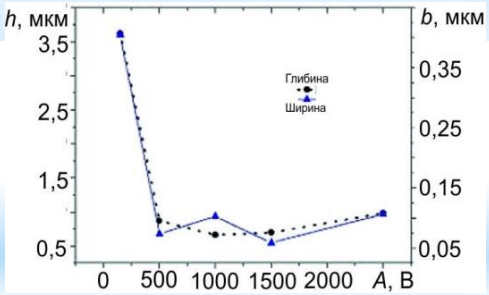
Залежність коефіцієнту тертя від довжини шляху тертя







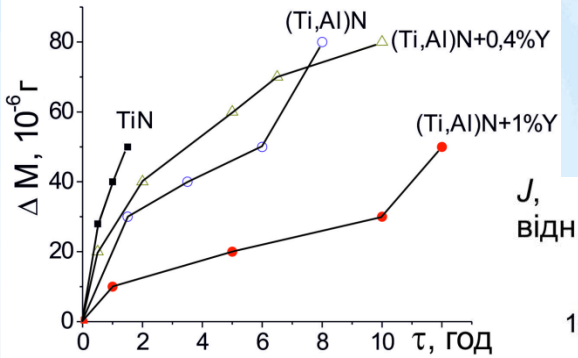
Глибина (*h*) і ширина (*b*) доріжок тертя



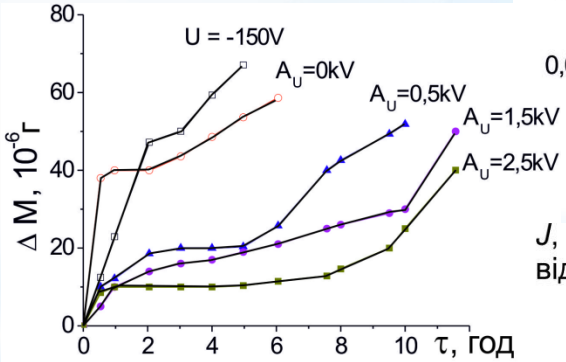
Температура початку окислення покриттів:
TiN - 600 °C; TiAlN - 750 °C; TiAlYN - 980 °C

Встановлено, що використання високовольтного імпульсного потенціалу дозволяє синтезувати покриття TiN з коефіцієнтом тертя 0,1 і підвищити зносостійкість покриттів більш ніж у 10 разів у порівнянні з покриттями, що отримані при постійному потенціалі зсуву

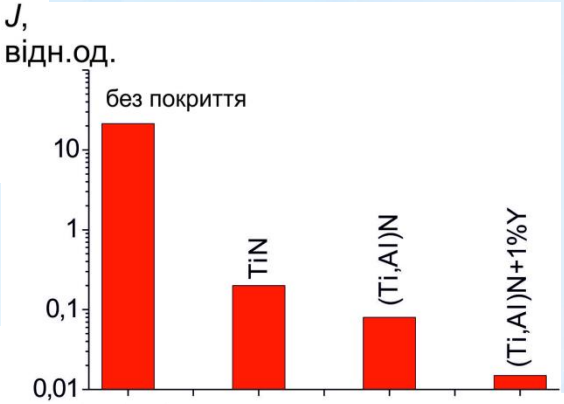
Покриття TiN, (Ti,Al)N, (Ti,Al)N+0,4%Y, (Ti,Al)N+1%Y



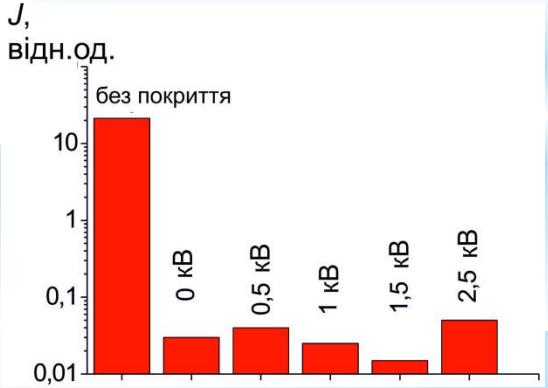
Імпульсне 1,5 кВ



Абразивне зношування



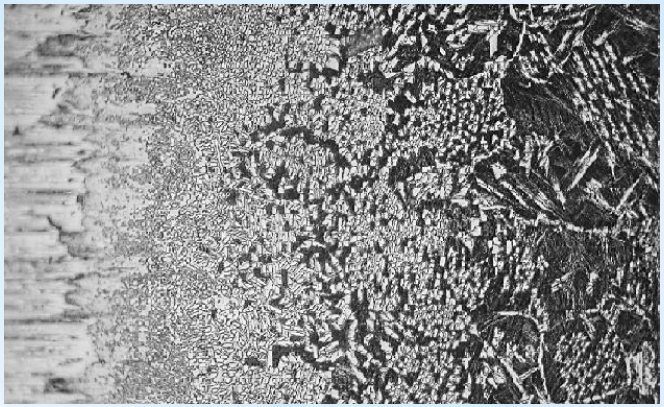
Кавітаційне зношування



Триботехнічні характеристики титанового сплаву ВТ22 після поверхневого зміцнення

Покриття	Без покриття	Cr*	Ni*	ВКНА	ПГ10Н-01	TiB_2–NiMo	Електро-хімічна обробка	N_2
Зносостійкість								
Знос, мкм	360	11,2	12,4	21,6	13,9	12,8	158	14,6
Фретингостійкість								
Знос, мкм	212	12,2	28,4	31,2	26,9	19,0	196	14,6

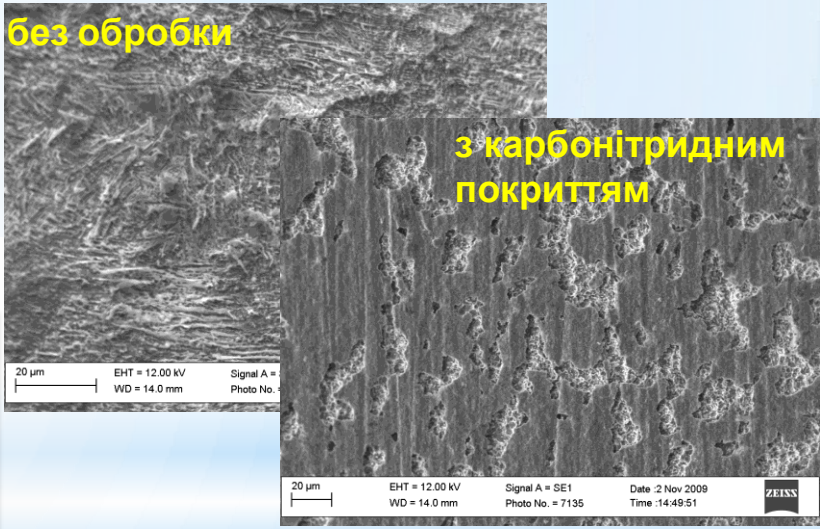
Примітка: Cr – гальванічні покриття хрому; Ni – покриття нікелю, нанесене хімічним способом; ВКНА і ПГ10Н-01 – покриття, нанесене плазмовим напиленням; TiB_2–NiMo – покриття, нанесене електроіскровим поверхневим легуванням; N_2 – вакуумне азотування. * – екологічно шкідливо



Карбонітридне дифузійне покриття на титановому сплаві ВТ14

Характеристики зміцненого шару на титанових сплавах після азотування (850 °С, 10 год.)

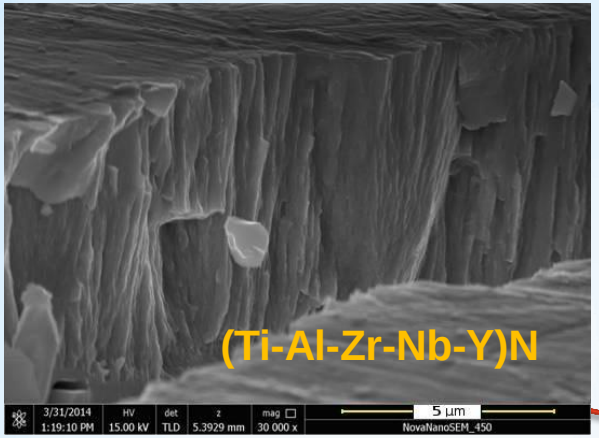
Обробка	$H^{П}_{0,49}$, ГПа			*l*, мкм			*Ra*, мкм
	ВТ1-0	ОТ4-1	ВТ6с	ВТ1-0	ОТ4-1	ВТ6с	ВТ1-0
10^5 Па N_2, азот	17,5	15,8	11,0	65	65	90	0,80
10^5 Па N_2, вакуум	18,1	18,1	12,0	70	75	100	0,43
1 Па N_2, вакуум	14,3	10,1	8,2	90	120	110	0,18



Поверхня титанового сплаву ВТ14 після 12 діб витримки у 80% водному розчині сульфатної кислоти

Аналіз створених методів реалізації заданих трибологічних характеристик титанових виробів з дотриманням вимог екології, свідчить про високу ефективність дифузійних покриттів TiN, TiCN, які поєднані з матрицею металу глибоким перехідним шаром з градієнтом структури та властивостей. Формування на поверхні виробів карбонітридних покриттів сприяє зниженню швидкості корозії у водному розчині хлоридної кислоти на два порядки (0,0058 г/(м^2·год)

БАГАТОКОМПОНЕНТНІ ПОКРИТТЯ НА ОСНОВІ (Ti-Zr-Nb-Cr)N І (Ti-Al-Zr-Nb-Y)N



Хімічний склад катодів

Матеріал катоду	Склад, ат.%					
	Ti	Zr	Cr	Nb	Al	Y
Ti-Zr-Nb-Cr	8,3	35,7	27,1	28,9	–	–
Ti-Al-Zr-Nb-Y	14,1	37,0	–	24,5	6,1	19,2

№ серії	Твердість $HV_{0,1}$, ГПа	P_N, Па	$U_{зс}$, В
1	30,9	0,3	-100
2	34,7	0,7	
3	37,9	0,3	-200
4	44,5	0,7	

Підвищення потенціалу зсуву призводить до інтенсивного нітрідоутворення, збільшуючи вміст атомів Ti і Cr, тим самим підвищуючи твердість до 44,5 ГПа

№ серії	Твердість, $HV_{0,1}$, ГПа	P_N, Па	$U_{зс}$, В
1	32,1	0,05	-150
2	37,1	0,30	
3	40,9	0,50	

Кристалічна структура покриттів (Ti-Zr-Nb-Cr)N, (Ti-Al-Zr-Nb-Y)N дрібнодисперсна. Підвищення потенціалу зсуву на підкладці від –100 до –200 В призводить до збільшення розмірів кристалітів від 10 до 25 нм

При збільшенні тиску азоту твердість зразків з багатоелементним покриттям (Ti-Zr-Al-Nb-Y)N змінюється від 32,1 ГПа при найменшому тиску до 40,9 ГПа при найбільшому тиску і вмісту азоту 36 ат.%

Використання розроблених покриттів дозолило підвищити стійкість високопродуктивного лезового інструменту, оснащеного надтвердими композитами на основі кубічного нітриду бору, при точінні важкооброблюваних сплавів, загартованих сталей, твердих сплавів, зносостійких чавунів до 60%

БАГАТОКОМПОНЕНТНІ ПОКРИТТЯ СИСТЕМИ (TiNbCrZrSi)

Розмір кристалітів у покритті з текстурою [111] в середньому становить 11,5 нм, а з з текстурою [100] – 6,4 нм. Акродеформація стиснення для покриття з текстурою [111] відповідає 1,65%. Період ґратки у перпендикулярній площині зростання напрямку складає 0,4332 нм

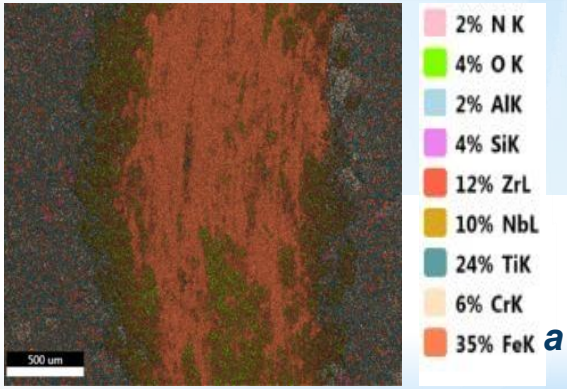
Механічні властивості покриттів

Покриття	Твердість, $HV_{0,1}$, ГПа	Модуль пружності E, ГПа	H/E	H^3/E^2
(TiNbCrZrSi)N	28,9±3,6	291±34,7	~0,1	0,28
(TiZrSi)N	36,1±1,2	391±11	0,09	031
(TiHfSi)N	36,1±1,4	383±14	0,09	038

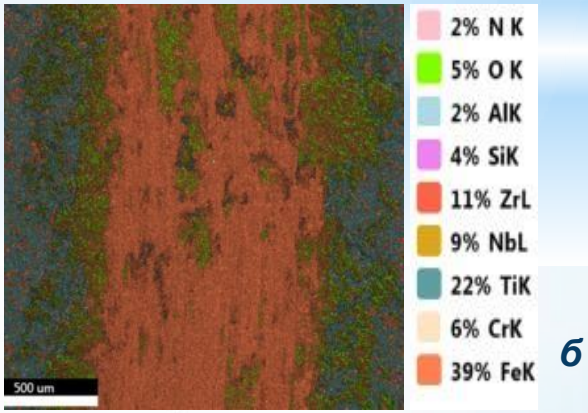
Для покриттів, сформованих при розпорошенні еквіатомних сплавів, експериментально підтверджені розрахункові дані про стабілізацію нерівноважного твердорозчинного стану при збільшенні кількості компонентів в цих сплавах, що обумовлено зниженням вільної енергії системи внаслідок зростання ентропії. Експериментально підтверджено, що для багатоелементних високоентропійних покриттів при збільшенні тиску азоту при насиченні поверхневого шару виробу зростає вміст ГЦК фази

Хімічний склад суцільнолитого катоду

Елемент	Склад, ваг. %	Похибка
Ti	37,5	± 1,537307
Cr	17,9	± 0,50677
Zr	28,2	± 0,105422
Nb	11,3	± 0,070617
Si	5,1	-



а



б

Розподіл елементів на поверхні доріжки тертя покриттів (TiNbCrZrSi)N:

***а* – до відпалювання;**

***б* – після відпалювання**

БАГАТОШАРОВІ ПОКРИТТЯ

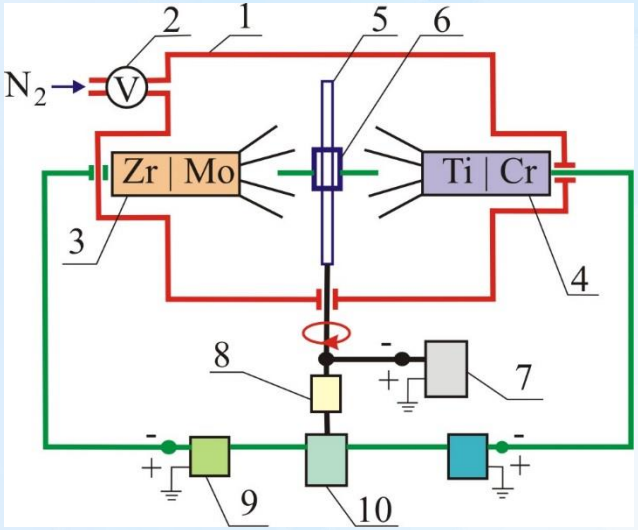
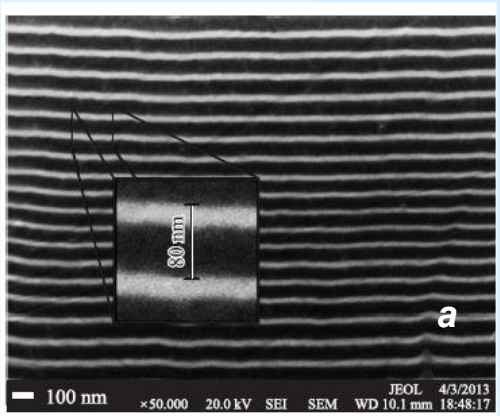
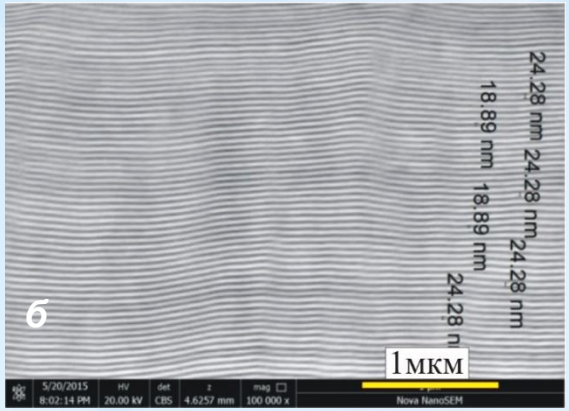
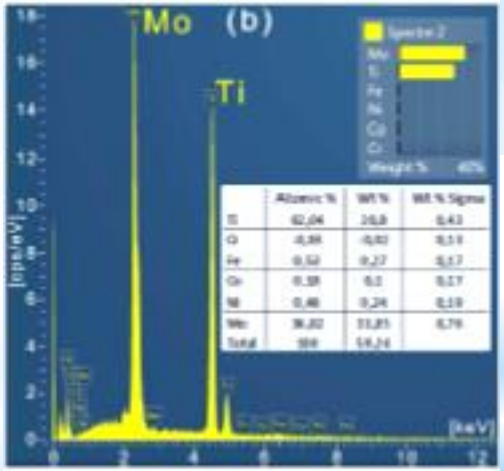


Схема установки для нанесення багатошарових наноструктурних покриттів: 1 – вакуумна камера; 2 – система автоматичної підтримки тиску азоту; 3 – випарювач (Zr, Mo); 4 – випарювач (Ti, Cr); 5 – підложкоутримувач; 6 – зразки; 7,8,9 – джерело живлення; 10 – програматор

SEM зображення багатошарового покриття TiN/MoN (*а*), TiN/ZrN (*б*)





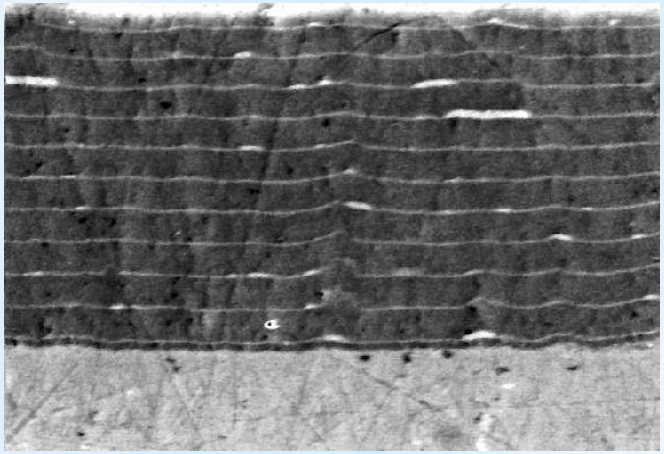


Результати дослідження свідчать, що при подачі на субстрат потенціалу зсуву U_b = –150 В утворюється напрямок текстури [111], при цьому інтенсивність зростає зі збільшенням товщини двошарового шару. Однак це не призводить до явного поділу піків дифракції від відповідних фаз двох шарів нітриду під високим кутом, що вказує на утворення твердого розчину на міжшарових межах тонких шарів

Створені технології формування низки багатошарових покриттів. Показано, що шарувата структура забезпечує підвищену пластичність покриття, що, в свою чергу, є передумовою ефективної роботи в умовах динамічних навантажень. Багатошарове покриття може мати екстремальну твердість – покриття з високоентропійною та алмазоподібною частинами (TiZrHfVNbTa)*N+АПП має твердість > 68 ГПа

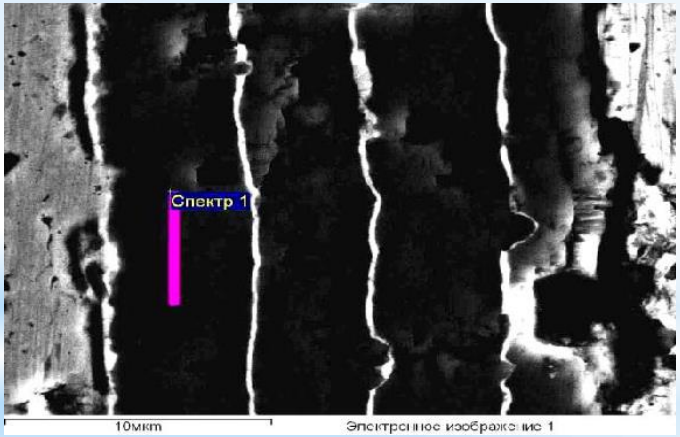
***високоентропійна складова покриття нанесена В.О. Столбовим**

ШАРУВАТІ ПОКРИТТЯ З М'ЯКОЮ СКЛАДОВОЮ

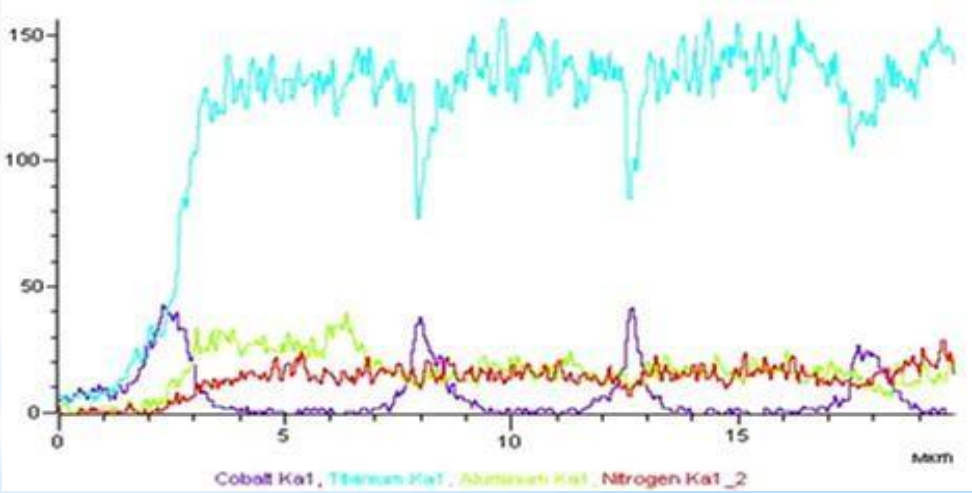


Покриття з одинадцятьма шарами TiCN/Co (×2760)

Дослідження фізико-механічних властивостей покриттів TiN/Co, TiCN/Co, TiAlN/Co, TiAlCrN/Co показали, що найбільша твердість досягається у багатошарових покриттів на основі нітриду титану, а значення нанотвердості і модуля пружності досягають 43 ГПа і 588 ГПа відповідно. Високі механічні властивості покриттів вказують на перспективність застосування їх як зносостійких і ерозійностійких покриттів на різальних та абразивних інструментах, а також на поверхнях інших виробів, що піддаються різним видам зношування



а



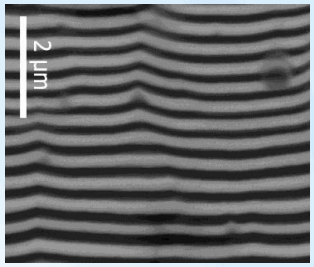
б

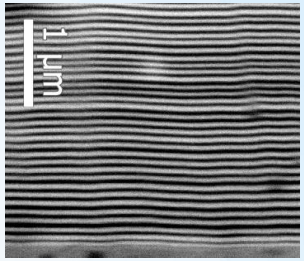
Чотирьохшарове покриття TiAlN/Co загальною товщиною ≈ 20 мкм (*а*), розподіл елементів в покритті (*б*)

Використання розроблених шаруватих ерозійно- та зносостійких нітридно-металевих покриттів при виготовленні та ремонті лопаток компресорів турбін забезпечує підвищення довговічності двигунів гвинтокрилів

ШАРУВАТІ ПОКРИТТЯ, ЯКІ СКЛАДАЮТЬСЯ З НАНОШАРІВ РІЗНИХ НІТРИДІВ

Режим осадження (TiAlCrY)N/ZrN	Період модуля-ції Δ,нм	P_N, Па	Склад азоту у покриттях, ат.%	Твердість HV,ГПа
Безперервне обертання	30	0,58	50,14	49,0
Інтервал 80 сек.,67 шарів	400	0,58	38,74	31,0
Інтервал 10 сек.,528 шарів	35	0,21	43,40	27,3
Інтервал 40 сек.,134 шарів	195	0,39	44,49	45,0
Інтервал 20 сек.,266 шарів	95	0,39	44,94	45,7





Умови нанесення і поперечний перетин покриття (TiAlCrY)N/ZrN при *U*зм = –200 В

Багатошарові покриття (TiAlSiY)N/CrN, (TiAlSiY)N/MoN, (TiAlSiY)N/ZrN

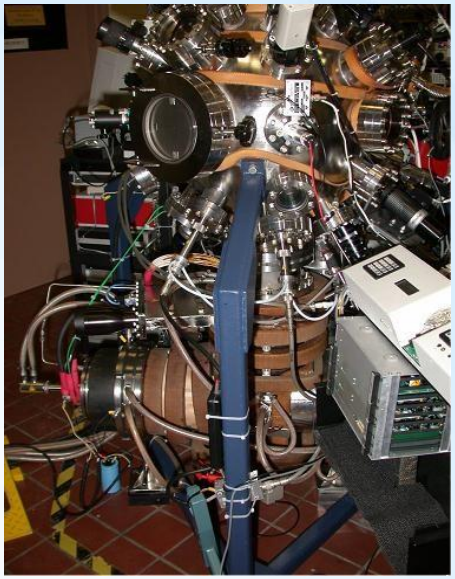
Покриття	Твердість, $HV_{0,1}$, ГПа	Примітка
(TiAlSiY)N/CrN	27,25	До відпалювання
(TiAlSYi)N/MoN	37,46	
(TiA,SiY)N/ZrN	37,9	
(TiAlSiY)N/CrN	24,26	Після відпалювання
(TiAlSiY)N/MoN	37,74	
(TiAlSiY)N/ZrN	47,56	

Для багатошарової системи (TiAlSi)N/CrN відпалювання супроводжується невеликим зменшенням твердості, що пов'язано з деякою релаксацією вихідних напружень стиснення. У системі з більшими силами зв'язку між елементами (TiAlSi)N/MoN відпалювання при 700 °С практично не змінює твердість. Значене підвищення твердості в результаті відпалювання, причому значною мірою (близько 23%), виявлено для системи (TiAlSi)N/ZrN. За даними рентгенівських досліджень в цій системі при відпалюванні практично не відбувається релаксації вихідної деформації стиснення, про що свідчить відсутність зміщення дифракційних піків на рентгенограмах, однак при цьому в значній мірі змінюється їх ширина, що вказує на зміну дислокаційної структури.

Створені наношаруваті покриття у порівнянні з інструментами із покриттям на основі нітриду титану забезпечують підвищення стійкості різального інструменту при точінні "всуху" загартованої сталі ХВГ (62 HRC) не менш ніж в 2 рази, при обробці сталі 12Х18Н10Т – до 4 разів

СТВОРЕНЕ І ВПРОВАДЖЕНЕ ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ НАНЕСЕННЯ ПОКРИТТІВ

Країна	Продукція	Вартість робіт, тис. дол. США
Вірменія	Джерело фільтрованої вакуум-дугової плазми для осадження алмазоподібних вуглецевих покриттів	200
		60
США		190
Корея		175
	Установка для нанесення покриттів	190
		330
	Комплекс обладнання для нанесення покриттів	361
		188
Іспанія		274
Македонія	Виробнича ділянка з нанесення декоративно-захисних покриттів	128
Україна	Установка для нанесення покриттів	59



Джерело фільтрованої вакуум-дугової плазми для осадження алмазоподібних вуглецевих покриттів (США, AFRL, WPAFB)

Виробнича ділянка з нанесення декоративно-захисних покриттів (Македонія)

Комплекс обладнання з нанесення захисних покриттів (Корея)

ВИГОТОВЛЕНІ ТОРЦЕВІ УЩІЛЬНЮВАЧІ З ПОКРИТТЯМ

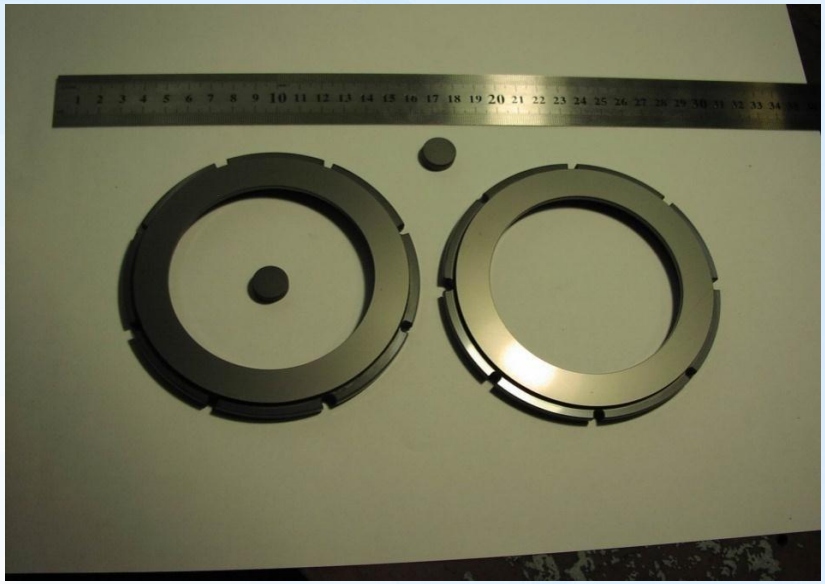
ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА
"Грейс-Инжиниринг"
УКРАИНА, 40009, г. Сумы, ул. Белопольское шоссе, 31
Тел/факс: (0542) 60-07-15, 67-00-24,
Тел.: 61-50-44, e-mail: info@grace.com.ua

система качества сертифицирована по ISO 9001-2015

Использование торцов из карбида кремния с АППв изготовлении узлов СГУ "Грейс-Инжиниринг"

Заказчик (страна)	Номер контракта	Год	Техническое задание	Кол-во узлов	Кол-во колец	Цена узла СГУ	Сумма
Украина	517/СГУ-09	2009	517.СГУ-ТКА.ЗФ	24	48	371 030,00	8 904 720,00
	10/27	2010	499.СГУ-4VRM.ОД	4	8	261 000,00	1 044 000,00
						Гривны:	9 948 720,00
Туркменистан	673СГУ-11	2011	673.СГУ-D20R10B.EN	2	4	37 620,00	75 240,00
				2	2	5 880,00	11 760,00
	672СГУ-11	2011	672.СГУ-D16R9B.EN	2	4	32 485,00	64 970,00
				2	2	5 085,00	10 170,00
	673-01/СГУ-11	2011	669.СГУ-D16R2S.EN 673.СГУ-D20R10B.EN	2	4	28 570,00	57 140,00
				2	2	4 135,00	8 270,00
				2	2	5 880,00	11 760,00
				2	4	37 620,00	75 240,00
						Доллары США:	314 550,00
Чехия	762/DGS-12	2013	762.DGS-3RSA32.CH	4	8	18 320,00	73 280,00
	1372/R-16	2016	771.DGS-6RKB62.CH	3	6	6 650,00	19 950,00
				4	8	5 165,00	20 660,00
				4	8	10 560,00	42 240,00
				3	6	8 885,00	26 655,00
				4	8	16 946,25	67 785,00
Оман	1178/SGU-15	2015	1178.DGS-DD145.DB	1	2	29 343,50	58 687,00
				1	2	29 343,50	
	1155/SGU-14	2015	1155.DGS-GDTL185.DB	2	4	25 513,00	51 026,00
	1141/SGU-15	2015	1141.DGS-20/40.DB	1	2	8 605,00	8 605,00
				3	6	9 175,00	27 525,00
	1154/SGU-14	2014	1154.DGS-2BCL505.DB	4	8	17 157,50	68 630,00
				4	4	4 130,00	16 520,00
	1112/SGU-14	2014	1112.DGS-20MH4B.DB	2	4	27 580,00	55 160,00
				1	2	22 885,00	22 885,00
	858/SGU-13	2013	858.DGS-DH9M.DB	1	2	27 245,00	27 245,00
	847/SGU-13	2013	847.DGS-BCL303.DB	2	4	20 615,00	41 230,00
	840/841/SGU-13	2013	840.DGS-17MH8B.DB 841.DGS-14MV8B.DB	4	8	27 135,00	108 540,00
				2	4	23 545,00	47 090,00
	750-751/SGU-13	2013	751.DGS-A5.DB	16	32	14 635,00	234 160,00
				10	20	14 634,00	146 340,00
				26	26	2 750,00	71 500,00
	750/SGU-13	2013	750.DGS-A3.DB 751.DGS-A5.DB	4	8	15 915,00	63 660,00
Турция	1529-18	2018	1529.СГУ-PDGS.DB	2	4	27 825,00	111 300,00
	1438/1713-19	2019	1713.DGS-2BCL505.DB	-	1	142 650,00	142 650,00
Беларусь	12 19/86	2018	1806.СГУ-2ЦД.М3	-	1	29 900,00	29 900,00
						Евро:	1 583 223,00
Россия	7400-FA049/02-010/0038	2019	1848.СГУ-JET70.ПМ	4	8	710 000,00	2 840 000,00
	79/17	2017	1598.СГУ-401.КЧП	-	3	173 630,57	520 891,71
	160111	2016	1386.СГУ-RC7.МО	2	2	306 380,00	612 760,00
					2	360 720,00	721 440,00
	171030/1540	2018	1682.СГУ-4ГЦ1.МО	-	1	1 280 000,00	1 280 000,00
	1308/2016	2018	1463.СГУ-ВСН506.ВГ	1	2	4 100 000,00	8 200 000,00
	170602	2018	1054.СГУ-4ГЦ1.МО	4	8	191 250,00	1 530 000,00
	2018/4	2018	1663.СГУ-М710.НГ	-	1	1 091 592,00	1 091 592,00
	181212	2018	1734.СГУ-RC7_6В.МО	2	4	317 800,00	1 271 200,00
	62/19	2019	1835.СГУ-401.КЧП	1	2	851 001,55	1 702 003,10
	190920	2019	1844.СГУ-4ГЦ1.МО	2	4	320 000,00	1 280 000,00
	1816-19	2019	1816.СГУ-L28.СР	2	4	1 437 396,75	5 749 587,00
						Рубли:	26 799 473,81

Итого продукции с использованием торцов из КК с АПП в гривенном эквиваленте по курсу* на 28.11.2019: **69 344 596,32** грн.



діаметр 120 мм

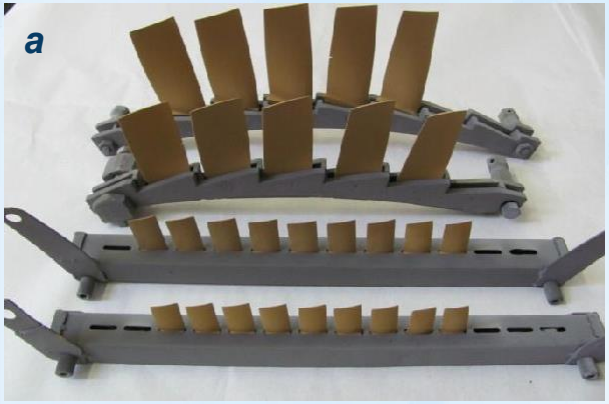
діаметр 225 мм

Алмазоподібні покриття впроваджені на підприємстві НВФ "Грейс-інжінірінг", м. Суми

Торцеві кільця з карбіду кремнію з алмазоподібним покриттям

ПРИКЛАДИ ПРАКТИЧНОГО ВИКОРИСТАННЯ ПОКРИТТІВ

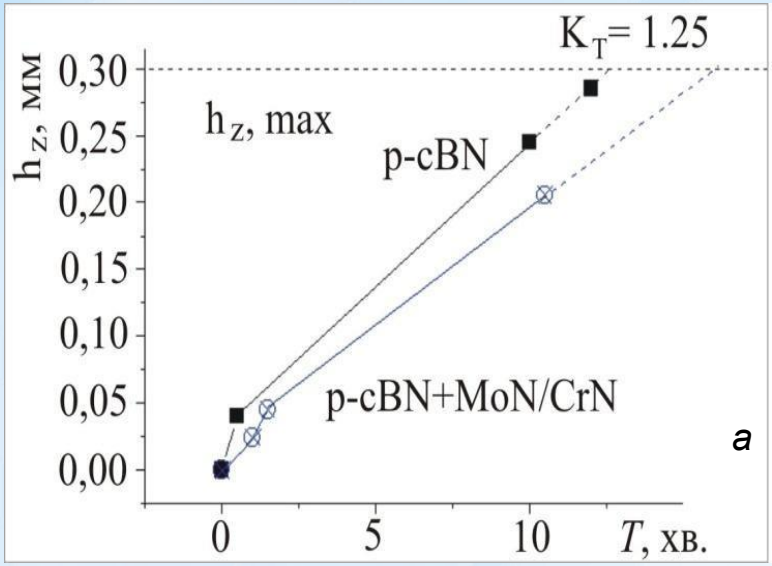
ЛОПАТКИ КОМПРЕСОРІВ ГТД, ДЕТАЛІ АВІАЦІЙНОЇ ТЕХНІКИ З ПОКРИТТЯМ

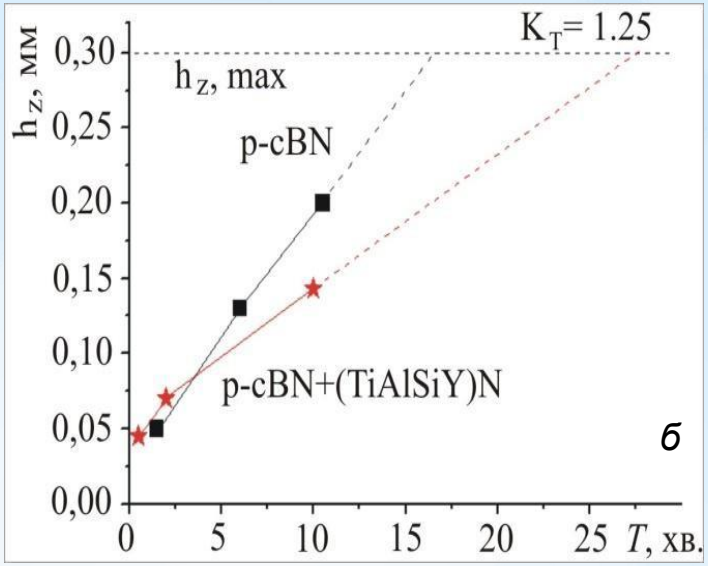


Лопатки 1, 2, 6 і 7 ступенів компресора вертолітного двигуна з семишаровим захисним ерозійностійким покриттям TiN/Co (*а*), компресорні лопатки ГТД різного типорозміру (*б*)

Деталі авіаційної техніки з дифузійними покриттями: кулачки (*а*), гаки (*б*), клямки (*в*), гнізда (*г*), шестерні (*д*) (сплав ВТ22); супорти (*е*) (сплав ВТ6), осі (*ж*), втулки (*з*) (сплав ВТ9)

РІЗАЛЬНІ ІНСТРУМЕНТИ З ПОКРИТТЯМИ

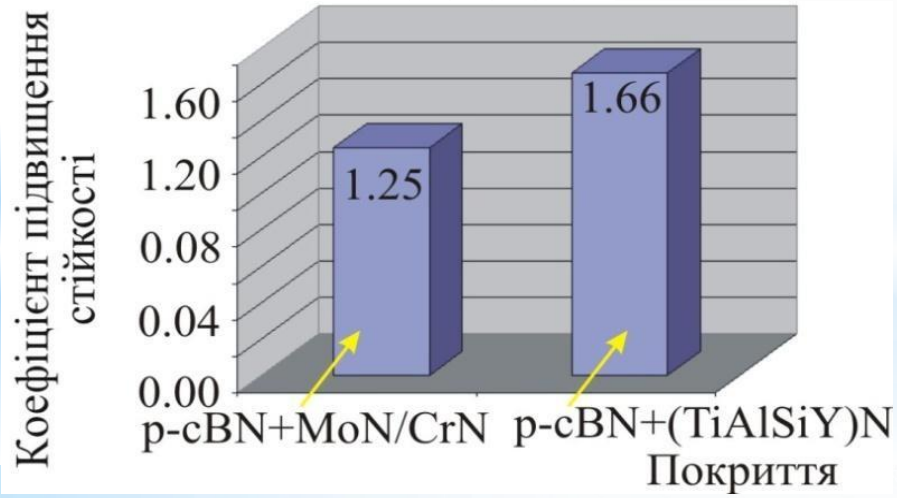




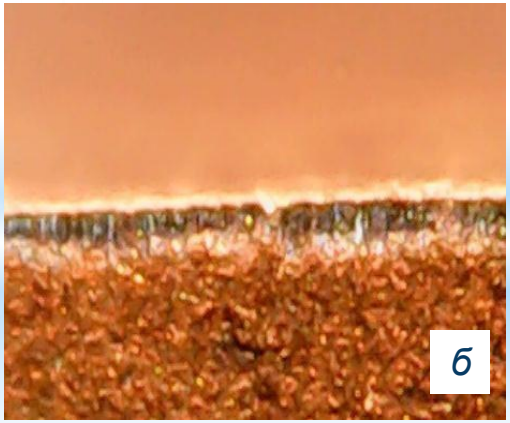
а. Багатошарове покриття, що складається з шарів MoN і CrN (товщина кожного шару близько 10 нм, загальна товщина ~ 4,8 мкм).
Твердість $HV_{0,05}$ = 38 ГПа

б. Наноструктурне багатокомпонентне покриття (TiAlSiY)N, товщина ~ 5 мкм.
Твердість $HV_{0,05}$ = 49,5 ГПа

Точіння загартованої сталі (60-62 HRC): *а* – p-cBN+MoN/CrN, швидкість різання 85 м/хв; *б* – p-cBN+(TiAlSiY)N, швидкість різання 75 м/хв



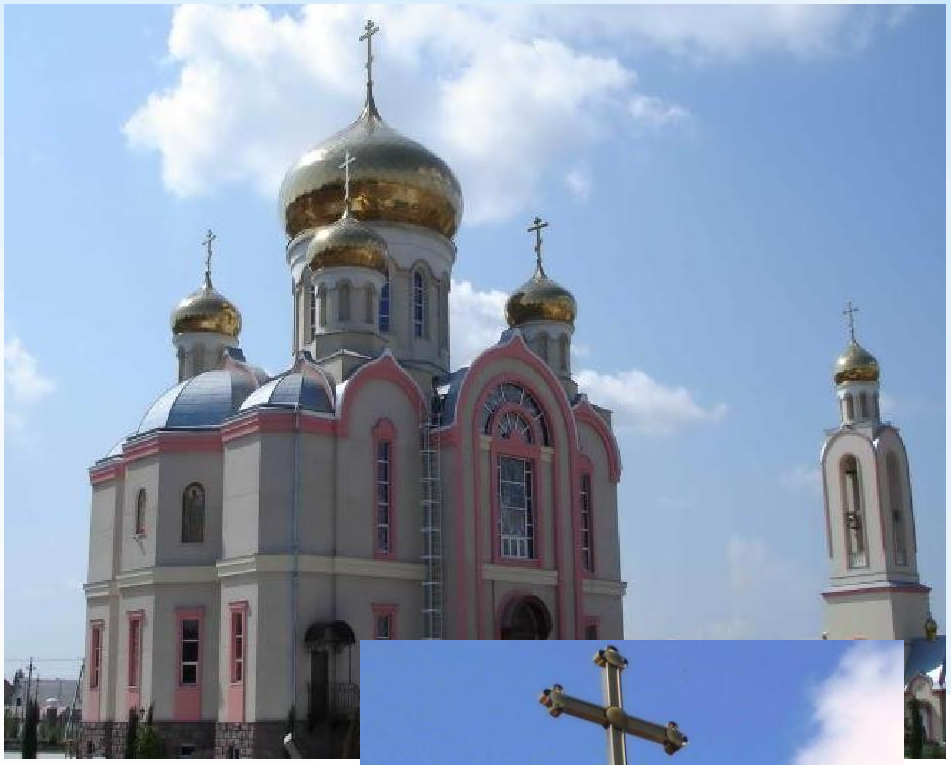
Коефіцієнт підвищення стійкості інструментів з різними покриттями

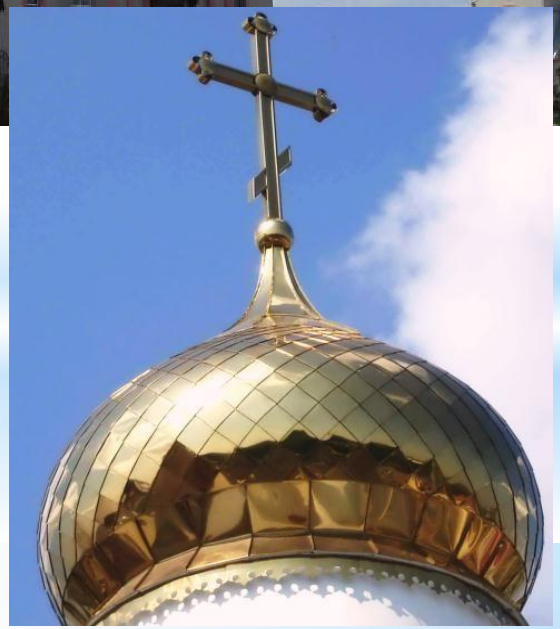


Знос по задній поверхні інструменту з покриттям MoN/CrN (*а*) і (TiAlSiY)N (*б*)

***Покриття MoN/CrN нанесене В.О. Столбовим**

ДЕКОРАТИВНІ ПОКРИТТЯ



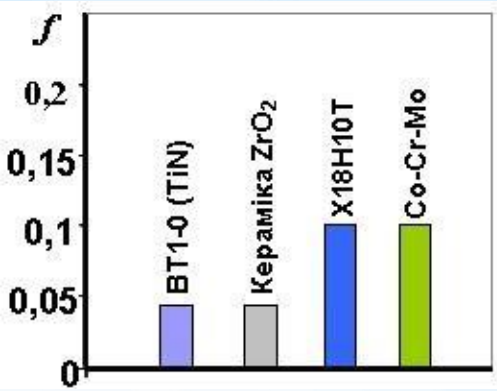


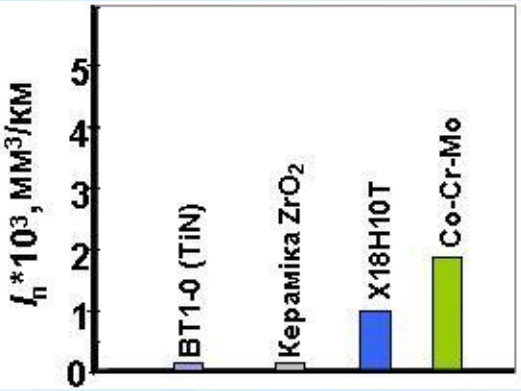
Храм XVIII століття, Одеська обл.

Параметри декоративних покриттів

Назва показника	Одиниця	Фактичне значення
Товщина покриття	мкм	**1–2**
Корозійна стійкість	бал стійкості	**1–4**
Адгезійна міцність	Па	**$1{,}5 \cdot 10^7$**
Термін служби покриття	років	**понад 50**

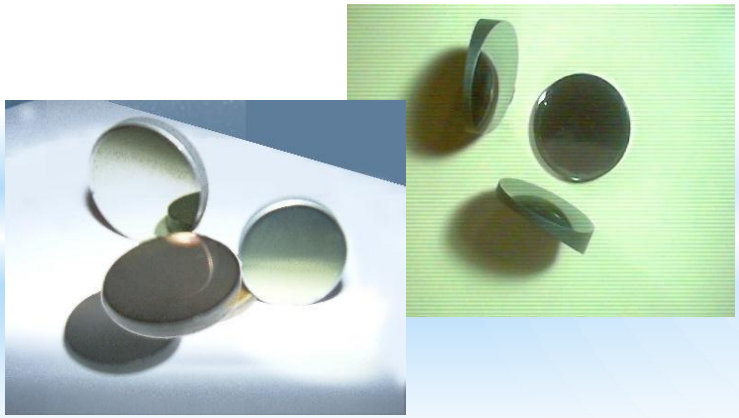
ВИРОБИ МЕДИЧНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ





Головки з дифузійним покриттям TiN для ендопротезів кульшового суглобу людини (*а*), коефіцієнт тертя в трибопарі з хіруленом (*б*), питома інтенсивність зносу хірулену (*в*)

ЕЛЕМЕНТИ ІНФРОЧЕРВОНОЇ ОПТИКИ



Германієві оптичні елементи зі зміцнююче-просвітлюючим алмазоподібним покриттям а-С:Н

Спектральна крива коефіцієнта відбиття від поверхні германієвого клину з просвітлюючим покриттям

Механічні властивості БШПП на Ge з а-С:Н алмазоподібним покриттям

Покриття	*E*, ГПа	*H*, ГПа
Ge	62	2,2
а-С:Н (80 нм)	59	3,2
а-С:Н (100 нм)	66	5,0
а-С:Н (300 нм)	68	7,1

В результаті виконання роботи:

I. Створені наукові основи формування високоефективних функціональних вакуумних плазмових та дифузійних покриттів із заданими властивостями, визначені можливості та межі коригування функціональних властивостей покриттів регулюванням технологічних чинників в процесі нанесення покриттів, що стало підставою оптимізації структурно-фазового стану та архітектури покриттів для досягнення найвищої працездатності при різних умовах експлуатаційного навантаження.

Детально розглянуті технологічні особливості отримання градієнтних дифузійних покриттів систем TiN, TiCN, багатокомпонентних покриттів від BN, TiN до (TiZrNbCrSi)N, багатошарових – від Al_2O_3/NbN, TiN/Co до (TiAlSiY)N/CrN(MoN,ZrN) та показано, що за рахунок використання створених технічних рішень, оптимізації складу та архітектури покриття забезпечується подовження ресурсу роботи виробів у виробничих умовах.

II. На основі розв’язання задач з оптимізації технологічних процесів формування плазмових покриттів розроблені на створені нові джерела фільтрованої вакуумно-дугової плазми – широко-апертурне джерело Т-типу та прямолінійне джерело з магнітним островом, використання яких у технологічному процесі надало можливість конденсувати високоякісні бездефектні покриття з підвищеною твердістю, зносостійкістю, прозорістю (для оптичних покриттів) та іншими бажаними функціональними характеристиками.

Створено низку імпульсних джерел живлення магнетронних систем, що забезпечили підвищення стабільності та швидкості осадження та якості покриттів.

Створені установки для плазмохімічного осадження алмазоподібних вуглецевих плівок а-С.

Розроблені та створені технології та обладнання для контрольованого вакуумного дифузійного насичення в динамічній та статичній атмосфері азоту з забезпеченням необхідного температурно-часового та газодинамічного режиму для реалізації бажаного складу, геометрії та структури азотованого шару.

Розроблене унікальне технологічне обладнання, зокрема, промислові установки «Булат-7», ННВ 6.6. И1, установка для створення дифузійних покриттів, та технології формування на цьому обладнанні широкого спектру функціональних плазмових та дифузійних покриттів різноманітного призначення.

Модернізовано установки «Булат-3Т», «Булат-6» (Україна), ВУ-700 «Д», ВУ-2МБС і ВУ-1100 «Д» (Білорусь) шляхом доповнення конструкцій новими фільтрами та джерелами плазми, джерелами живлення та розпорошення.

- Проведене широке коло промислових випробувань, виготовлено та поставлено за контрактами у наукові та промислово-виробничі організації Вірменії, Іспанії, Південної Кореї, Македонії, США, України обладнання та створені технології.
- В Нідерланди продано ліцензію на вакуумно-дугове джерело фільтрованої плазми прямолінійного типу з магнітним островом.
- На основі створених розробок на виробничих потужностях ННЦ “ХФТІ” і ТОВ «Грейс-Інжинірінг» реалізовано виробництво деталей з алмазоподібними покриттями.
- На підставі договорів з промисловими підприємствами України, Білорусі, Оману, Росії, Туреччини, Туркменістану, Чехії налагоджено виготовлення сухих газових ущільнювачів (СГУ) з карбіду кремнію з алмазоподібними покриттями для компресорів високого тиску до 200 атм. Використання алмазоподібних покриттів забезпечує зниження енергоспоживання вузла газодинамічного ущільнювача компресора до 20 разів, підвищує надійність і строк служби пари ущільнення, міжремонтний пробіг системи ущільнення.
- Різальні інструменти з надтвердого композиту на основі кубічного нітриду бору торгової марки «Борсиніт» з покриттям TiN, Al_2O_3-NbN-Ti (виробництво ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України) використані на підприємствах України, Росії, Білорусі.
- На підставі договорів з промисловими підприємствами України - ДП «Завод «Техмаш», ВАТ «Оріана» (м. Калуш), ТзОВ «Классон Інжиніринг Україна» (м. Львів), ДП «Луцький завод «Мотор» (м. Луцьк), АНТК «Антонов» (м. Київ), ЗДП «Кремнійполімер» (м. Запоріжжя) - реалізовано формування вакуумних дифузійних покриттів на різноманітних виробах.
- Розроблено низку технологічних документів для виробничої промислової реалізації азотування та поверхневого зміцнення титанових сплавів.
- З використанням створеного обладнання і технологій виготовлено 1000 $м^2$ покрівлі із листової нержавіючої полірованої сталі з декоративним покриттям на основі синтезованого нітриду титану «під золото».
- На виробах медичного застосування (ТОВ «Техно-Мед Україна») сформовано функціональні складнокомпонентні електропровідні, зносостійкі та бактерицидні покриття для захисту робочих поверхонь виробів зі спеціальної п'єзокераміки.

Економічний ефект від створених технологій, покриттів та обладнання для їхнього формування складає понад 130 млн. грн.

Основними чинниками досягнутого економічного ефекту є:

- підвищення працездатності обладнання для нанесення покриттів;
- виготовлення і продаж обладнання та продаж ліцензії на створене обладнання;
- організація промислового виробництва і реалізація деталей з покриттями для промисловості України та інших країн;
- виконання робіт з виготовлення покриттів за замовленням промислових підприємств;
- подовження терміну експлуатації виробів з покриттями з одночасним зменшенням енерговитрат та інтенсифікацією виробничих технологічних процесів;
- імпортозаміщення.

Розроблені функціональні покриття за техніко-економічними та експлуатаційними характеристиками є найкращими в Україні і відповідають визнаним світовим аналогам та тенденціям розвитку матеріалознавства функціональних матеріалів.

За матеріалами роботи опубліковано:

- 23 монографії,
- 202 наукових статті (понад 150 – в міжнародних виданнях).

Загальна кількість посилань на основні роботи авторів за базами даних:

Scopus – **1438** (h-індекс 24);
Web of Science – **1077;**
Google Scholar – **1058** (h-індекс 22).

Новизну та конкурентоспроможність технічних рішень **захищено 38 патентами** Євросоюзу, Китаю, Південної Кореї, Росії, США, України, Японії.

За тематикою роботи були захищені **7 докторських** та **21 кандидатська дисертація**.