

## ВВЕДЕНИЕ

Одними из наиболее эффективных способов поверхностного упрочнения сталей являются химико-термическая обработка (ХТО) и нанесение вакуумных ионно-плазменных (ВИП) покрытий. До недавнего времени эти технологии развивались параллельно, имея самостоятельные научно-технологические ниши. Технологии ХТО сплавов имеют богатую историю и отличаются широким промышленным применением, однако упрочнение сталей получением диффузионных слоев зачастую является недостаточным.

ВИП технологии также достигли существенного прогресса. За последние десятилетия разработан ряд твердых и сверхтвердых наноструктурированных покрытий на основе соединений переходных металлов – нитридов, карбидов и других, которые отличаются по составу, структуре и назначению. Покрытия на базе TiN и TiAlN и алмазоподобные углеродные (АПУ) покрытия давно прошли стадию «научно-лабораторных» и активно применяются в различных областях техники. Однако толщины покрытий, получаемых вакуумным осаждением, наряду с уровнем их эффективной жесткости на реальных деталях зачастую не в состоянии обеспечить их высокую стойкость. Это связано с тем, что свойства покрытий ограничиваются, в том числе, свойствами сплавов, на которые они наносятся, так как в процессе изнашивания помимо покрытия пластическую деформацию воспринимает и накапливает материал металлической подложки. Резкая граница в значениях твердости, модуля упругости и жесткости между покрытием и подложкой может приводить к разрушению вакуумного покрытия при нагрузках меньше необходимых для появления остаточной деформации в подложке.

На основании этого сформировалась концепция повышения эффективности упрочнения стальных деталей нанесением ВИП покрытий, заключающаяся в согласовании материалов, морфологии и свойств подложки и покрытия, а также разработке технологий упрочнения, включающих предварительную ХТО подложки и последующее нанесение вакуумного покрытия. В результате совместного применения ХТО и ВИП обработки на поверхности стального изделия путем термохимического воздействия и вакуумного осаждения формируется слой нового, отличного по составу и свойствам материала – композиционного покрытия «термодиффузионный слой – ионно-плазменное покрытие». Синтез технологий получения ВИП покрытий и ХТО обеспечивают широкий спектр вариантов обработок сталей и сплавов, исследование которых представляется перспективной научной задачей.

Данная работа посвящена исследованию влияния химико-термической обработки стальной подложки на формирование ряда характеристик поверхности с вакуумным покрытием и разработке новых твердых износостойких покрытий композиционного типа на базе термодиффузионных слоев на сталях и вакуумных покрытиях TiN, TiAlN и АПУ для упрочнения прецизионных стальных деталей.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### **Связь работы с крупными научными программами и темами.**

Диссертационная работа выполнена на кафедре «Материаловедение в машиностроении» БНТУ в рамках гранта Министерства образования Республики Беларусь для аспирантов (ГБ 15-09, № ГР 20150340, 2015 г.), а также заданий по государственным программам: задание ГПНИ «Функциональные и композиционные материалы, наноматериалы» 2.3.08 «Разработка научных основ и физико-технических режимов формирования наноструктурированных защитных покрытий, получаемых диффузионным легированием и вакуумным осаждением на ответственных деталях технологической оснастки и механизмов машиностроительного и приборостроительного производства» ГБ 11-65 (№ ГР 20114851, 2011-2013 гг.); задание ГПНИ «Функциональные и машиностроительные материалы и технологии, наноматериалы» 2.3.07 «Разработка физико-технологических принципов формирования градиентных структур конструкционный материал – наноструктурированное защитное покрытие методом контролируемого магнетронного вакуумного осаждения» ГБ 14-80 (№ ГР 20141192, 2014-2015 гг.); задание ГПНИ «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии» 2.18 «Создание новых многослойных твердых, сверхтвердых и износостойких, упрочненных наноразмерными компонентами, устойчивых к облучению и жаростойких структур на конструкционных сплавах» ГБ 16-87 (№ ГР 20161181, 2016-2020 гг.).

### **Цель и задачи исследования.**

Цель диссертационной работы заключается в разработке новых износо- и коррозионностойких азот-, углерод- и борсодержащих композиционных покрытий на базе термодиффузионных слоев на сталях и вакуумных ионно-плазменных покрытий TiN, TiAlN и АПУ для упрочнения деталей из инструментальных сталей.

Для достижения поставленной цели решался ряд научных задач:

1. Исследовать особенности формирования механических свойств поверхности сталей с термодиффузионными карбонитридными слоями и покрытиями TiN и TiAlN, полученными методом магнетронного напыления.
2. Исследовать влияние предварительной карбонитрации, карбидизации и борирования стальной подложки на триботехнические характеристики поверхности с покрытием TiAlN, адгезию и трещиностойкость покрытий TiAlN, а также коррозионную стойкость поверхности; оценить возможность повышения свойств покрытий TiAlN на подложках с термодиффузионным слоем в результате регламентированного термического воздействия.
3. Исследовать влияние предварительного борирования стальной подложки на процесс графитизации покрытий АПУ при отжиге, оценить характер изменения механических свойств поверхности стали с покрытием АПУ в результате предварительного борирования стальной подложки.

4. Определить параметры проведения процесса борирования инструментальных сталей У8А и 9ХС для получения наименее хрупких боридных слоев по показателю напряжения скола на межфазной границе  $Fe_2B/FeB$ , а также уточнить данные об изменении геометрических характеристик стальных подложек в результате борирования по установленным режимам.

Объект исследования: процессы формирования структуры и свойств диффузионных слоев и композиционных покрытий «термодиффузионный слой – вакуумное ионно-плазменное покрытие».

Предмет исследования: структура, элементный и фазовый состав, дюротметрические и трибологические свойства, адгезия и трещиностойкость, коррозионная стойкость.

#### **Научная новизна.**

Установлено, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации, карбидизации или борирования позволяет дополнительно повысить микротвердость и износостойкость поверхности с покрытием TiAlN. Микротвердость при глубине внедрения индентора более 10 % от толщины вакуумного покрытия и износостойкость композиционных покрытий «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN», получаемых в результате предварительной карбонитрации, выше в 3,4...3,5 и 2,0...2,2 раза, карбидизации – 3,4...4,3 и 2,0...2,2 раза, борирования – 9,4...13,2 и 2,6...3,4 раза соответственно по сравнению с покрытиями TiAlN на неупрочненных стальных подложках. Экспериментально установлено, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации и борирования приводит к повышению нанотвердости поверхности с покрытием TiAlN толщиной 1 мкм, определяемой при индентировании на глубину 0,1...0,9 мкм, в 1,8...1,9 раза, модуля упругости в 1,7...1,8 раза, а также к увеличению вязкости разрушения покрытия.

Установлено, что карбонитрация стальной подложки позволяет повысить адгезию и трещиностойкость покрытий TiN и TiAlN, что обусловлено формированием переходного диффузионного слоя между карбонитридным слоем и вакуумным покрытием. Установлено, что изотермический отжиг покрытий TiAlN на стальных подложках с карбонитридным слоем приводит к повышению микротвердости поверхности на 6 и 16 % (290 и 830 МПа) при отжиге 300 °С и 620 °С соответственно, на подложках с боридным слоем – на 4...6 % (200...900 МПа) при отжиге 600 °С, что связано с протеканием процессов вторичного структурообразования в диффузионном слое и вакуумном покрытии.

Впервые изучено влияние борирования подложки из малоуглеродистой стали на деструкцию покрытий АПУ при нагреве. Установлено, что наличие на стальной подложке боридного слоя тормозит процессы разрушения покрытий, заключающиеся в их графитизации, окислении и отслаивании, до 300...325 °С. Установлено дополнительное повышение микротвердости

поверхности с покрытием АПУ толщиной 2,0...2,2 мкм при индентировании на глубину 10...90 % от толщины покрытия и нагрузках 0,098...0,490 Н на стальных подложках с боридным слоем, состоящем из боридов FeB и Fe<sub>2</sub>B, на 9,6...11,1 ГПа. Показано, что наличие на стальной подложке термодиффузионного боридного слоя способствует повышению износостойкости поверхности с покрытием АПУ.

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

1. Экспериментально установленный эффект повышения механических свойств поверхности с покрытием TiN и TiAlN на стальной подложке с термодиффузионным карбонитридным, карбидным и боридным слоем, заключающийся в дополнительном повышении измеряемой нанотвердости до 1,9 раза, модуля упругости до 1,8 раза, жесткости до 1,6 раза, микротвердости до 13,2 раза и износостойкости до 4,3 раза.

2. Установленный эффект повышения адгезии и трещиностойкости покрытий TiN и TiAlN на стальных подложках с термодиффузионным карбонитридным слоем, режимы низкотемпературного отжига, обеспечивающие повышение микротвердости поверхности стали с карбонитридным или боридным слоем и покрытием TiAlN, а также установленный эффект снижения скорости коррозии стали более чем в 15 раз в результате карбонитрации 580 °С, 6 ч и нанесения покрытия TiN толщиной 1 мкм.

3. Впервые экспериментально установленный эффект торможения процесса графитизации покрытий АПУ на подложках из углеродистой стали с термодиффузионным боридным слоем при отжиге до 350 °С за счет образования на подложке сплошного слоя плотных и термодинамически устойчивых фаз Fe<sub>2</sub>B и FeB, препятствующих контакту покрытия АПУ со стальной подложкой.

4. Режимы борирования в алюминотермической среде перед нанесением ионно-плазменных покрытий, обеспечивающие получение на инструментальных сталях У8А и 9ХС двухфазных боридных слоев пониженной хрупкости с напряжением скола на межфазной границе Fe<sub>2</sub>B/FeB не менее 120...140 МПа и уточненные данные о влиянии борирования на изменение размеров прецизионных деталей из указанных сталей при борировании 930...950 °С, 1...4 ч.

#### **Личный вклад соискателя.**

Все основные результаты диссертационного исследования получены соискателем самостоятельно. Постановка цели и задач исследований и обсуждение результатов проводились с научным руководителем, д.т.н., профессором В.М. Константиновым. Соавторы чл.-корр. НАН Беларуси, д.ф.-м.н., профессор Комаров Ф.Ф., к.т.н. Пилько В.В., к.ф.-м.н. Константинов С.В., к.т.н. Дашкевич В.Г. и Стасевич Г.В. принимали участие в проведении отдельных экспериментов и изучали аспекты формирования диффузионных слоев и вакуумных покрытий, не затрагивающие положения, выносимые на защиту настоящей диссертационной работы.

### **Апробация результатов диссертации.**

Материалы диссертационного исследования были представлены и обсуждены на следующих конференциях, семинарах и симпозиумах: 14-ой Международной научно-практической конференции (МНПК) «Качество, стандартизация, контроль: теория и практика» (Киев, Украина, 2014); International Scientific Conference «BALTRIB'2015» (Kaunas, Lithuania, 2015); 8-ой Всероссийской конференции молодых ученых и специалистов «Будущее машиностроения России» (Москва, 2015); International conference for students, postgraduates and young scientists (Vitebsk, 2014); Международной научно-технической конференции (МНТК) «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (Минск, 2014); 17-ой МНПК «Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта» (Санкт-Петербург, 2015); Международном симпозиуме (МС) «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (Минск, 2015); МС «Перспективные материалы и технологии» (Витебск, 2018); МНТК «Наука – образованию, производству, экономике» (Минск, 2016, 2017); 4-ом Республиканском научно-техническом семинаре «Создание новых и совершенствование действующих технологий и оборудования нанесения гальванических и их замещающих покрытий» (Минск, 2014); 17-ом Международном научно-техническом семинаре «Современные проблемы производства и ремонта в промышленности на транспорте» (Свалява-Киев, Украина, 2017).

### **Опубликованность результатов диссертации.**

По результатам диссертации опубликовано 24 научные работы, в числе которых 8 статей в изданиях, соответствующих п. 18 Положения о присуждении ученых степеней и присвоении ученых званий в Республике Беларусь (общим объемом 4,8 авторского листа), 3 статьи в прочих научных журналах и сборниках, 9 статей в сборниках материалов конференций и 3 тезиса, 1 патент на изобретение.

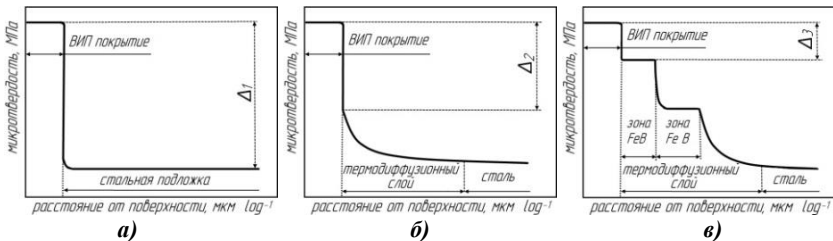
### **Структура и объем диссертации.**

Диссертация состоит из перечня условных обозначений, введения, общей характеристики работы, пяти глав с краткими выводами по каждой главе, заключения, библиографического списка, включающего список использованных источников и список публикаций соискателя, приложений. Полный объем диссертации составляет 252 страницы, включая 90 иллюстраций, 32 таблицы, и приложения на 64 страницах. Список использованных источников включает 272 наименования на 20 страницах, список публикаций соискателя включает 24 наименования на 4 страницах.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В **первой главе** проанализированы современные материалы и свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий, кратко освещен достигнутый уровень разработки термодиффузионных слоев и вакуумных покрытий для упрочнения деталей из инструментальных сталей и выделены направления совершенствования ХТО и ВИП обработки. Рассмотрено влияние стальной подложки на формирование свойств поверхности с ВИП покрытием.

Теоретически обоснована эффективность применения борирования, карбонитрации, карбидизации и азотирования в качестве способов предварительной обработки стальных подложек для нанесения упрочняющих ионно-плазменных покрытий. Выдвинута гипотеза о том, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате ХТО позволит повысить эффективность наносимых покрытий TiN, TiAlN и АПУ за счет снижения градиента твердости и жесткости на границе подложка-покрытие (рисунок 1) и повышения вклада подложки в упругое восстановление вакуумного покрытия. Высказано предположение о том, что формирование на стальной подложке диффузионного боридного слоя позволит ослабить каталитическое действие стальной подложки на процесс графитизации наносимых покрытий АПУ, что может стать основанием для повышения эффективности АПУ покрытий на деталях из углеродистых и низколегированных инструментальных сталей.



**а) неупрочненная подложка; б) подложка с нитридным или карбонитридным слоем; в) подложка с боридным (карбидным) слоем;  $\Delta_1 > \Delta_2 > \Delta_3$**   
**Рисунок 1. – Схемы распределения микротвердости по сечению композиционных покрытий «термодиффузионный слой – ВИП покрытие»**

Отмечено, что применение диффузионного борирования с последующим нанесением тонкого ионно-плазменного покрытия при упрочнении прецизионных стальных деталей требует контроля их размерной точности. Кроме того, борирование инструментальных сталей с нанесением ВИП покрытий может быть ограничено из-за высокой хрупкости боридных слоев. Решением этой проблемы стало получение данных о зависимости фазового состава, морфологии и свойств боридного слоя в сочетании с показателями хрупкости от режимов борирования для конкретных марок сталей.

Сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во **второй главе** представлен методический подход к получению и исследованию композиционных покрытий «диффузионный слой – ВИП покрытие» на сталях различных структурных классов и систем легирования, описаны использованные материалы, оборудование и методики исследований.

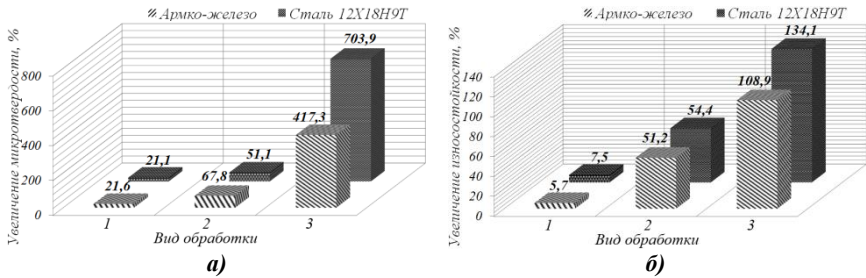
Карбонитридные, боридные и карбидные слои получали насыщением в порошковых средах. Ионно-плазменное азотирование (ИПА) проводили на установках ФТИ 0.361 и AP 63. Приведены результаты исследования структуры и свойств полученных диффузионных слоев на различных стальных подложках для последующего нанесения вакуумных покрытий. Покрытия TiN и TiAlN получали на установке УРМ 327, покрытия АПУ получали на установке УВНИПА-1-001.

Структурно-фазовое состояние термодиффузионных слоев и вакуумных покрытий изучали комплексом взаимодополняющих методов: оптическая микроскопия, рентгеноструктурный фазовый анализ (РФА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Исследование структуры покрытий АПУ осуществляли методом спектроскопии комбинационного рассеяния (СКР).

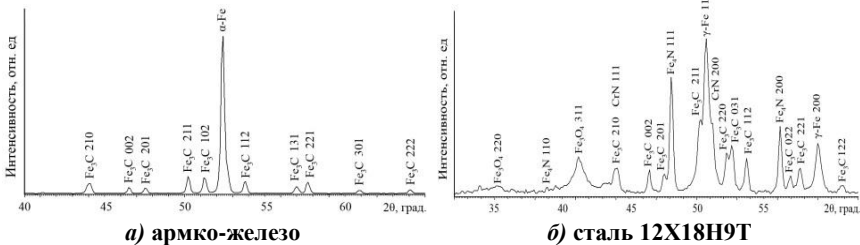
Исследование элементного состава покрытий и термодиффузионных слоев осуществляли методом резерфордовского обратного рассеяния (РОР), методом рентгенофлуоресцентного анализа и методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). ДюрOMETрические испытания проводили методами динамического индентирования, микро- и наноиндентирования. Трибологические испытания проводили в условиях трения скольжения без смазочного материала по схемам «диск-плоскость» и «диск-шарик».

В **третьей главе** представлены результаты исследования структуры, элементного и фазового состава, механических свойств покрытий TiN, TiAlN и композиционных покрытий «термодиффузионный слой – TiN, TiAlN», адгезии и трещиностойкости покрытий TiN и TiAlN на подложках с диффузионным слоем, коррозионной стойкости композиционных покрытий «карбонитридный слой – TiN», обсуждаются результаты исследования влияния отжига на структуру и микротвердость стали с диффузионным слоем и ВИП покрытием.

Экспериментально установлено неаддитивное повышение микротвердости и износостойкости поверхности армко-железа и стали 12Х18Н9Т в результате комплексной обработки, включающей карбонитрацию и нанесение покрытия TiN. Увеличение микротвердости и износостойкости стальной поверхности от комплексной обработки в 3,0...6,2 и 2,4...10,8 раза соответственно превышает суммарное увеличение названных свойств от карбонитрации и нанесения вакуумного покрытия в отдельности (рисунок 2). Это связано с тем, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате ХТО позволяет существенно снизить градиент твердости и жесткости на границе между вакуумным покрытием и стальной подложкой за счет формирования на подложке протяженного термодиффузионного слоя, который включает ряд нитридных и карбидных фаз, позволяет уменьшить продавливание вакуумного покрытия и повысить его несущую способность (рисунок 3).



**Рисунок 2. – Повышение микротвердости (а) и износостойкости (б) сталей от вида обработки: 1 – ХТО, 2 – нанесение TiN, 3 – ХТО и нанесение TiN**



**Рисунок 3. – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм (CoK $\alpha$ ) от поверхностных слоев сталей с карбонитридным слоем**

По результатам динамического индентирования установлено, что упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации или борирования перед нанесением покрытия TiAlN толщиной 1 мкм приводит к увеличению нанотвердости, определяемой при индентировании на глубину 0,1...0,9 мкм, в 1,8...1,9 раза, модуля упругости  $E$  в 1,7...1,8 раза, индекса пластичности  $H/E^*$  до 13 %, показателей  $H^2/E^*$  и  $H^3/E^{*2}$  в 1,8...2,1 и 1,8...2,4 раза соответственно. Упрочненная подложка привносит вклад в упругое восстановление покрытия и индентационный отклик поверхности, о чем свидетельствует нанотвердость покрытия на подложке с диффузионным слоем, равная 57,3 ГПа, по сравнению с нанотвердостью на неупрочненной подложке, равной 31,8 ГПа (таблица 1).

**Таблица 1. – Результаты наноиндентирования покрытий TiAlN на стали У8А**

Обработка подложки	Нагрузка, Н	Глубина, мкм	Нанотвердость, ГПа	Модуль $E$ , ГПа	Жесткость, Н/мкм	$H/E^*$	$H^2/E^*$ , ГПа	$H^3/E^{*2}$ , ГПа
отжиг	0,01	0,15	31,77	382,31	0,20	0,076	2,402	0,182
	0,03	0,34	15,51	248,66	0,34	0,057	0,880	0,050
однофазное борирование	0,01	0,14	36,00	521,90	0,23	0,063	2,260	0,142
	0,05	0,36	26,86	299,18	0,41	0,082	2,194	0,179
двухфазное борирование	0,01	0,11	57,32	693,20	0,22	0,075	4,313	0,325
	0,05	0,32	32,36	494,59	0,53	0,060	1,927	0,115



По сравнению с покрытиями TiAlN на неупрочненных подложках микротвердость и износостойкость поверхности с покрытием TiAlN толщиной 1,0 мкм на сталях, подвергнутых карбонитрации, выше в 3,4...3,5 и 2,0...2,2 раза, ИПА – 3,2...3,9 и 1,8...2,1 раза, карбидизации – 3,4...4,3 и 2,0...2,2 раза, однофазного борирования – 9,4...11,5 и 2,6...2,9 раза, двухфазного борирования – 11,5...13,2 и 3,3...3,4 раза соответственно (таблица 2).

Таблица 2. – Свойства сталей с диффузионными слоями и покрытием TiAlN

Сплав подложки	Вид ХТО	Диффузионный слой		Микротвердость (0,098 Н), МПа	Износ, $\text{мкм}^3 \cdot \times 10^3$
		h, мкм	упрочняющие фазы		
армко-железо	–	–	–	2110	194,9
армко-железо	карбонитрация	80	$\text{Fe}_3\text{C}$ , $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$	7390	96,5
12X18H9T		120	$\text{Fe}_3\text{C}$ , CrN, $\text{Fe}_4\text{N}$	8470	89,4
38X2MЮА	ИПА	95	$\text{Fe}_4\text{N}$ , $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ , CrN	9350	80,9
X12M		65	$\text{Fe}_4\text{N}$ , $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ , CrN	17260	70,6
X12M	карбидизация	70	$\text{Fe}_3\text{C}$ , $\text{Cr}_7\text{C}_3$ , $\text{Cr}_{23}\text{C}_7$	14920	67,4
95X18		60	$\text{Fe}_3\text{C}$ , $\text{Cr}_7\text{C}_3$ , $\text{Cr}_{23}\text{C}_7$	18440	62,9
армко-железо	однофазное борирование	80	$\text{Fe}_2\text{B}$	18860	67,7
У8А		65	$\text{Fe}_3(\text{B}, \text{C})$ , $\text{Fe}_2\text{B}$	25600	52,4
9ХС		60	$\text{Fe}_3(\text{B}, \text{C})$ , $\text{Fe}_2\text{B}$	26750	48,1
армко-железо	двухфазное борирование	120	$\text{Fe}_2\text{B}$ , FeB	24330	59,4
У8А		125	$\text{Fe}_3(\text{B}, \text{C})$ , $\text{Fe}_2\text{B}$ , FeB	34060	42,0
9ХС		110	$\text{Fe}_3(\text{B}, \text{C})$ , $\text{Fe}_2\text{B}$ , FeB	35400	40,9

Исследована адгезия и трещиностойкость покрытий TiN и TiAlN толщиной 1,0...5,0 мкм к стальной подложке с карбонитридным слоем и установлено, что карбонитрация подложки позволяет повысить адгезию вакуумных покрытий по сравнению с их адгезией к подложке из отожженной стали 12X18H9T. Это объясняется формированием переходного слоя между карбонитридным слоем и вакуумным покрытием. Установлено, что предварительная карбонитрация стальной подложки приводит к повышению трещиностойкости покрытий TiAlN в 4,1...5,0 раза. Показано, что на подложке из отожженной стали 12X18H9T покрытие TiAlN разрушается хрупко, а на подложке из аналогичной стали с карбонитридным слоем покрытие демонстрирует преимущественно вязкий характер разрушения.

По результатам коррозионных испытаний в камере соляного тумана при распылении 10 % раствора NaCl в течение 48 ч при 20 °С установлено, что комплексная обработка, включающая карбонитрацию и последующее нанесение вакуумного покрытия TiN толщиной 1,0 мкм, обеспечивает повышение коррозионной стойкости армко-железа в 5,0 раз по площади продуктов коррозии и в 15,7 раза по приросту массы.

Исследовано влияние изотермического отжига на микротвердость поверхности армо-железа с термодиффузионным слоем и покрытием TiAlN и установлено, что отжиг покрытий TiAlN на подложках с диффузионным карбонитридным слоем приводит к повышению микротвердости поверхности на 6 и 16 % (290 и 830 МПа) при отжиге соответственно 300 °С и 620 °С, на подложках с боридным слоем – на 4...6 % (200...900 МПа) при отжиге 600 °С. Обнаруженное явление связано с протеканием процессов вторичного структурообразования в термодиффузионном слое и в вакуумном покрытии при выбранных температурах отжига, в том числе с изменением состава фаз в пределах областей гомогенности в соответствии с диаграммами состояния систем Fe-C, Fe-N, Fe-C-N, Fe-B-C, Ti-N, Ti-Al-N.

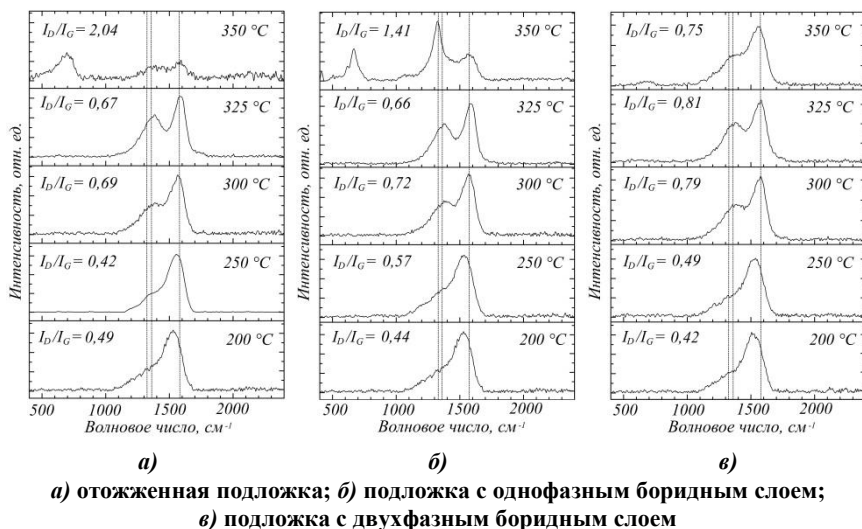
В **четвертой главе** представлены результаты исследования структуры, элементного состава и механических свойств покрытий АПУ на стальных подложках с предварительно сформированным диффузионным боридным слоем, обсуждены результаты влияния параметров отжига на деструкцию покрытий АПУ, нанесенных на различные стальные подложки.

С применением методик спектроскопии комбинационного рассеяния установлено, что при отжиге покрытий АПУ, осажденных на подложки из малоуглеродистой стали, происходит графитизация покрытий, усиливающаяся с ростом температуры отжига и достигающая максимума в диапазоне температур 325...350 °С. Это обусловлено каталитическим действием железа на углерод в  $sp^3$  состоянии, определяющим его трансформацию в состояние с  $sp^2$  гибридизацией связей. При повышении температуры отжига происходит усиление диффузии углерода из покрытия в подложку и его взаимодействие с ионами железа, что приводит к усилению процесса термоокислительной деструкции  $sp^3$  компоненты АПУ покрытия.

Установлено, что наличие на стальной подложке диффузионного боридного слоя тормозит термоокислительную деструкцию АПУ и согласно результатам СКР изменений структуры покрытия не происходит до 300...325 °С. Результатом деструкции АПУ является разделение спектра КР на составляющие D-пика и G-пика и появление пиков от подложки (рисунок 4). Наличие под покрытием АПУ боридного слоя снижает отношение интенсивностей пиков  $I_D/I_G$  в спектрах КР. Вместе с этим указанное отношение растет с увеличением температуры отжига для покрытий на всех типах подложек, однако для покрытий АПУ на подложках с боридным слоем оно остается ниже, чем для покрытий на стальной подложке без боридного слоя. При этом следует отметить, что ширина G-пика в спектрах КР для покрытий АПУ на подложках с боридным слоем меньше, а ширина D-пика больше, по сравнению с их значениями для спектров КР покрытий АПУ на стальных подложках без боридного слоя. Это также указывает на меньшую степень графитизации покрытий АПУ на борированных подложках. Некоторое увеличение отношения  $I_D/I_G$  с ростом температуры отжига может быть

обусловлено уменьшением размеров  $sp^2$ -кластеров, сужение ширины G-пика – увеличением степени их упорядоченности.

Обнаруженный эффект обусловлен снижением каталитического действия подложки из малоуглеродистой стали на процесс графитизации покрытий АПУ за счет образования на подложке сплошного слоя плотных, термодинамически устойчивых и химически прочных тугоплавких твердых фаз FeB и Fe<sub>2</sub>B, имеющих энтальпию образования  $-\Delta H_{298}$  соответственно 71,2 и 54,5 кДж/моль, которые препятствуют взаимодействию углерода из покрытия АПУ с железом подложки, результатом чего является повышение теплостойкости поверхности и сохранение структуры алмазоподобного покрытия на стали до 300...325 °С.



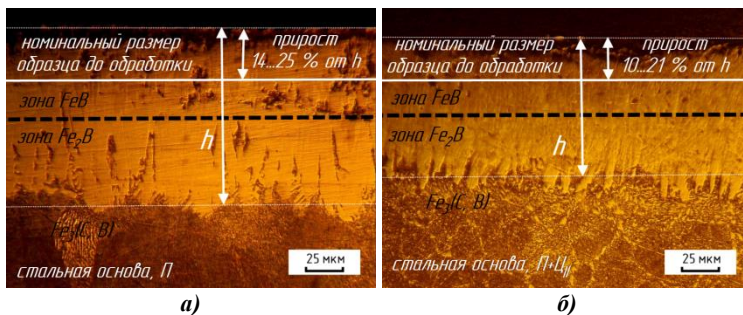
**Рисунок 4. – Спектры КР покрытий АПУ на подложках из малоуглеродистой стали, подвергнутых отжигу при различных температурах**

В **пятой главе** представлены результаты оптимизации температурно-временных параметров борирования в алюминотермической порошковой среде по напряжению скола на межфазной границе боридных слоев Fe<sub>2</sub>B/FeB подложек из сталей У8А и 9ХС. Исследовано влияние борирования с последующим нанесением ВИП покрытия на изменение геометрических характеристик поверхности деталей из инструментальных сталей. Представлены результаты производственной апробации и внедрения результатов диссертационного исследования.

По результатам множественного регрессионного анализа на основе эмпирических данных получены новые уравнения регрессии зависимости

хрупкости боридных слоев на сталях У8А и 9ХС от температуры насыщения в интервале 850...950 °С и времени выдержки 0,5...4,0 ч при борировании в алюминотермической порошковой среде, что позволило определить параметры проведения процесса борирования, обеспечивающие получение на стальных подложках наиболее пластичных боридных слоев с напряжением скола на границе FeV/Fe<sub>2</sub>V не менее 120...140 МПа, приводящих к повышению упругого восстановления наносимого ионно-плазменного покрытия.

Уточнены данные об изменении геометрических характеристик поверхности сталей У8А и 9ХС в результате борирования в алюминотермической порошковой среде и построены новые номограммы прироста размеров деталей из указанных сталей от времени выдержки при борировании 930...950 °С до 4 ч. Уточнены величины прироста линейных размеров образцов из сталей У8А и 9ХС при толщине боридных слоев  $h=100...160$  мкм и относительной толщине слоя фазы FeV 50±5 % (рисунок 5). Скорость прироста линейных размеров в интервале времени насыщения 1...4 ч составила 10...15 мкм/ч. Полученные данные позволят прогнозировать изменение размеров прецизионных деталей в результате борирования и обеспечить размерную точность при борировании с последующим нанесением вакуумного ионно-плазменного покрытия.



**Рисунок 5. – Микроструктуры боридных слоев на сталях У8А (а) и 9ХС (б), полученных после борирования в алюминотермической среде 930 °С, 1,2 ч (указаны изменения размеров при борировании 930...950 °С, 0,5...4,0 ч)**

Научно обоснованы параметры химико-термической и вакуумной ионно-плазменной обработки, позволившие разработать, запатентовать и практически применить способ получения износостойкого покрытия, включающий химико-термическую обработку и нанесение вакуумного ионно-плазменного покрытия и обеспечивающий повышение микротвердости (до 19,5 раз), износостойкости (до 8,0 раз), коррозионной стойкости (до 15,7 раз) поверхности углеродистых и низколегированных инструментальных сталей.

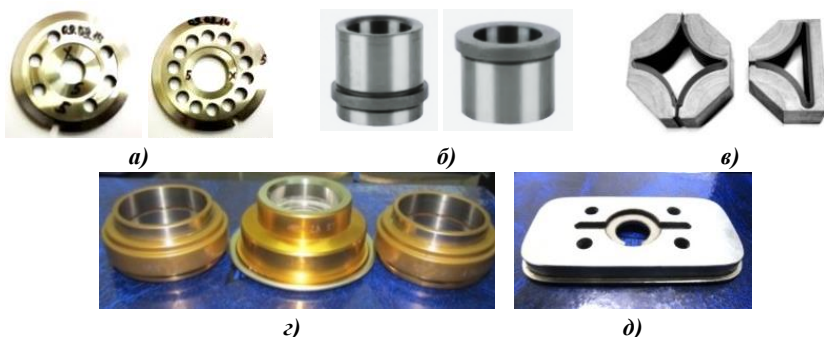
Разработана и внедрена в производственный процесс ООО «Завод НГПО» (г. Новополоцк, Республика Беларусь) технология упрочнения стальных

направляющих втулок гидравлического пресса из стали У8А (рисунок 6), обеспечивающая получение на поверхности деталей композиционного покрытия «боридный слой – покрытие на базе Ti-N». Внедрение технологии позволило повысить стойкость направляющих в 2,9...4,0 раза.

Разработана технология упрочнения золотниковых пар гидромашин производства ООО «Салео» (г. Дзержинск, Республика Беларусь) получением на стальных деталях композиционного покрытия «боридный слой – покрытие TiAlN». Результаты производственных испытаний показали повышение износостойкости золотников из сталей У8А и 9ХС в 2,6...2,7 раза, по сравнению с деталями, упрочненными по базовой технологии.

Изготовлена опытная партия деталей и проведены производственные испытания технологии упрочнения с получением композиционного покрытия «карбонитридный слой – покрытие TiAlN» роликов и матрицы из сталей 18ХГТ и Х12М установки консервирования на предприятии «Florida S.A.» (г. Трухильо, Республика Перу). Установлено повышение стойкости роликов в 1,6...1,9 раза по сравнению с деталями, упрочненными по базовой технологии.

Разработана технология упрочнения стальных деталей штамповой оснастки пищевого производства предприятия ООО СП «Санта-Бремор» (г. Брест, Республика Беларусь), обеспечивающая получение на деталях композиционного покрытия «нитридный слой – покрытие TiAlN». Проведены производственные испытания опытной партии просечных ножей из стали Х12МФ и установлено, что разработанная технология приводит к повышению их стойкости в 1,9...2,3 раза и позволит получить экономический эффект при внедрении технологии в производство.



**а) золотники гидромоторов; б) направляющие втулки пресса; в) просечные ножи; г) закаточные ролики; д) матрица установки консервирования**

**Рисунок 6. – Детали, упрочненные по разработанным технологиям, включающим ХТО и нанесение ВИП покрытия**

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Основные научные результаты диссертации

1. Экспериментально установлено и практически реализовано в новых износостойких углерод-, азот- и борсодержащих композиционных покрытиях повышение эксплуатационных характеристик поверхности с покрытием TiN, TiAlN и АПУ путем предварительной ХТО стальной подложки. Установлено, что микротвердость и износостойкость композиционных покрытий «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN», получаемых в результате карбонитрации стальной подложки выше в 3,4...3,5 и 2,0...2,2 раза, азотирования – 3,2...3,9 и 1,8...2,1 раза, карбидизации – 3,4...4,3 и 2,0...2,2 раза, однофазного борирования – 9,4...11,5 и 2,6...2,9 раза, двухфазного борирования – 11,5...13,2 и 3,3...3,4 раза соответственно выше, чем покрытий TiAlN на неупрочненных стальных подложках [1, 2, 7, 10, 11, 15, 18].

2. Исследовано формирование механических свойств поверхности инструментальных сталей с диффузионным слоем и покрытиями TiN и TiAlN. Установлено повышение измеряемых значений нанотвердости покрытий TiAlN толщиной 1 мкм на подложках с боридным слоем при индентировании на глубину до 0,1...0,5 мкм в 1,8 раза, модуля упругости  $E$  в 1,8 раза, индекса пластичности  $H/E^*$  на 8 %, показателей упругого восстановления  $H^2/E^*$  и сопротивления пластической деформации  $H^3/E^{*2}$  более чем в 1,8 раза. Установлено повышение нанотвердости покрытий TiAlN толщиной 1 мкм на подложках с карбонитридным слоем при индентировании на глубину 0,1...0,9 мкм в 1,9 раза, модуля упругости  $E$  в 1,7 раза, отношения  $H/E^*$  на 13 %,  $H^2/E^*$  и  $H^3/E^{*2}$  – более чем в 2,1 и 2,4 раза соответственно, увеличение вязкости разрушения в 4,5 раза. Это связано с повышением вклада упрочненной подложки в упругое восстановление покрытия и индентационный отклик поверхности. Установлено неаддитивное повышение микротвердости и износостойкости поверхности стали в результате карбонитрации и нанесения покрытия TiN. Увеличение микротвердости и износостойкости от комплексной обработки более чем в 3,0...6,2 и 2,4...10,8 раза соответственно превышает суммарное увеличение названных свойств от карбонитрации и нанесения покрытия TiN в отдельности [2, 7, 10, 13, 18, 20, 23].

3. Исследовано влияние карбонитрации и борирования стальной подложки на формирование структуры и свойств поверхности с покрытиями TiN и TiAlN при регламентированном термическом воздействии, при испытаниях на адгезию и трещиностойкость покрытий, в результате коррозионных испытаний. Установлено, что присутствие на стальной подложке карбонитридного слоя усиливает адгезию покрытий TiN и TiAlN и способствует их вязкому разрушению. Определено, что отжиг 1 ч покрытий TiAlN на стальной подложке с карбонитридным слоем приводит к повышению микротвердости поверхности с покрытием TiAlN на 6 и 16 % (290 и 830 МПа) при отжиге соответственно 300 и 620 °С, на стальной подложке с боридным

слоем – на 4...6 % (200...900 МПа) при отжиге 600 °С. Это связано с формированием переходного диффузионного слоя между термодиффузионным слоем и вакуумным покрытием и процессами вторичного структурообразования. Установлено повышение коррозионной стойкости армко-железа в результате карбонитрации и нанесения покрытия TiN в 15,7 раза. Обнаруженное явление связано с тем, что коррозионная стойкость в системе «сталь – покрытие TiN» в значительной степени определяется коррозионной стойкостью подложки, а покрытие TiN является дополнительным барьером для контакта подложки с агрессивной средой [3, 7, 12, 19, 21].

4. Изучено влияние борирования стальной подложки на деструкцию покрытий АПУ при отжиге. Установлено, что наличие на подложке из малоуглеродистой стали боридного слоя снижает процессы разрушения покрытий, заключающиеся в их графитизации, окислении и отслаивании, до 300...325 °С. Обнаруженный эффект обусловлен снижением каталитического действия подложки за счет образования на ее поверхности сплошного слоя плотных, термодинамически устойчивых и химически прочных тугоплавких твердых фаз FeB и Fe<sub>2</sub>B, которые препятствуют взаимодействию АПУ покрытия с железом подложки, результатом чего является повышение теплостойкости поверхности с покрытием АПУ. Установлено дополнительное повышение микротвердости поверхности с покрытием АПУ толщиной 2,0...2,2 мкм при нагрузках 0,098...0,490 Н на подложках с боридным слоем, состоящем из боридов FeB и Fe<sub>2</sub>B, на 9,6...11,1 ГПа. Показано, что наличие на стальной подложке боридного слоя способствует повышению износостойкости при сохранении или снижении коэффициента трения поверхности с покрытием АПУ. Это обусловлено тем, что борирование увеличивает время до появления остаточной деформации в подложке и снижает градиент жесткости и твердости между подложкой и покрытием. Полученные результаты могут стать основанием для повышения эффективности использования покрытий АПУ на сталях [9, 23].

5. Исследовано влияние режима борирования в алюминотермической порошковой среде на хрупкость боридных слоев на сталях У8А и 9ХС. Получены новые уравнения регрессии зависимости хрупкости компактных двухфазных боридных слоев на сталях У8А и 9ХС от температуры насыщения в интервале 850...950 °С и времени выдержки в интервале 0,5...4,0 ч, что позволило определить оптимальные параметры борирования, обеспечивающие получение боридных слоев с напряжением скола на межфазной границе FeB/Fe<sub>2</sub>B не менее 120...140 МПа. Уточнены данные об изменении геометрических характеристик поверхности сталей У8А и 9ХС в результате борирования и построены новые номограммы прироста размеров деталей из указанных сталей от времени выдержки при борировании 930...950 °С в течение 1...4 ч. Установлено, что при толщине боридных слоев 100...160 мкм и относительной толщине слоя фазы FeB 50±5 % прирост линейных размеров образцов составляет 14...25 % и 10...21 % соответственно для сталей У8А и

9ХС от общей толщины боридного слоя, а средняя скорость прироста составляет 10...15 мкм/ч. Полученные результаты позволят прогнозировать изменение размеров стальных деталей и обеспечить высокую размерную точность при использовании борирования с последующим нанесением вакуумной ионно-плазменной обработки поверхности углеродистых и низколегированных сталей, позволившие разработать и практически реализовать в технологиях упрочнения стальных деталей технологические режимы, обеспечивающие получение на поверхности деталей композиционных покрытий толщиной 80...150 мкм, состоящих из карбонитридного, карбидного, нитридного или боридного слоя с микротвердостью 3,5...17,0 ГПа и покрытия TiAlN, приводящих к повышению дюрометрических свойств до 19 раз, износостойкости в условиях граничного трения до 8 раз, коррозионной стойкости до 15 раз [2, 4, 5, 11, 14, 22, 24].

6. Установлены параметры химико-термической и последующей вакуумной ионно-плазменной обработки поверхности углеродистых и низколегированных сталей, позволившие разработать и практически реализовать в технологиях упрочнения стальных деталей технологические режимы, обеспечивающие получение на поверхности деталей композиционных покрытий толщиной 80...150 мкм, состоящих из карбонитридного, карбидного, нитридного или боридного слоя с микротвердостью 3,5...17,0 ГПа и покрытия TiAlN, приводящих к повышению дюрометрических свойств до 19 раз, износостойкости в условиях граничного трения до 8 раз, коррозионной стойкости до 15 раз [2, 4, 5, 11, 14, 22, 24].

#### **Рекомендации по практическому использованию результатов**

Полученные результаты могут быть использованы для повышения стойкости ионно-плазменных покрытий и являются научным обоснованием снижения толщины покрытий на сталях, предварительно упрочненных в результате ХТО без потери в свойствах упрочняемой поверхности, а также могут быть применены при разработке новых способов поверхностного упрочнения деталей металлорежущего и деревообрабатывающего инструмента, деталей подшипников, деталей штампов, топливной аппаратуры, деталей оборудования пищевой и легкой промышленности, прецизионных элементов деталей машин.

Полученные при выполнении диссертационной работы результаты используются в учебном процессе Белорусского национального технического университета и УО «Гродненский государственный университет им. Я. Купалы» при подготовке студентов и магистрантов и могут быть рекомендованы для использования в БГУ, БГТУ, на предприятиях машиностроительного профиля.





## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СОИСКАТЕЛЯ

### Статьи в рецензируемых научных журналах и сборниках

1. Ковальчук, А.В. Методический подход к созданию топокомпозиита триботехнического назначения «сталь – PVD покрытие» / А.В. Ковальчук, Г.А. Ткаченко // Современные методы и технологии создания и обработки материалов : сборник научных трудов : в 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редкол.: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.] – Минск : ФТИ НАН Беларуси, 2014. – Кн. 1. – С. 164–174.

2. Комплексное поверхностное упрочнение стальных изделий / Ф.Ф. Комаров, Г.А. Ткаченко, А.В. Ковальчук, С.В. Константинов // Литье и металлургия. – 2014. – № 4 (77). – С. 144–150.

3. Константинов, В.М. Адгезия покрытий Ti-N на модифицированной стальной подложке / В.М. Константинов, Г.А. Ткаченко, А.В. Ковальчук // Металлургия : Респ. межвед. сб. науч. тр. – Минск : БНТУ, 2014. – Вып. 35. – С. 272–282.

4. Константинов, В.М. Применение борирования в порошковой среде для упрочнения стальных деталей различного назначения / В.М. Константинов, В.Г. Дашкевич, А.В. Ковальчук // Современные методы и технологии создания и обработки материалов : сб. науч. тр. : в 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редкол.: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.] – Минск : ФТИ НАН Беларуси, 2015. – Кн. 1. – С. 33–38.

5. Konstantinov, V.M. Surface engineering of slider valves of fluid power motors made of tool steels by using boriding saturation mixture / V.M. Konstantinov, V.G. Dashkevich, A.V. Kovalchuk // Agricultural Engineering. – 2015. – Vol. 47. – P. 1–6.

6. Константинов, В.М. Исследование однородности статистических оценок хрупкости боридных слоев на сталях У8А и 9ХС по напряжению скола на межфазной границе / В.М. Константинов, В.Г. Дашкевич, А.В. Ковальчук // Металлургия : Респ. межвед. сб. науч. тр. – Минск : БНТУ, 2015. – Вып. 36. – С. 235–242.

7. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings / F.F. Komarov, V.M. Konstantinov, A.V. Kovalchuk, S.V. Konstantinov, H.A. Tkachenko // Wear. – 2016. – Vol. 352–353. – P. 92–101.

8. Константинов, В.М. Влияние борирования на размерную точность и хрупкость поверхности прецизионных деталей из нетеплостойких инструментальных сталей / В.М. Константинов, В.Г. Дашкевич, А.В. Ковальчук // Актуальные проблемы в машиностроении. – 2017. – Т. 4, № 4. – С. 9–14.

9. Влияние борирования подложки на механические свойства поверхности и графитизацию покрытий в системе «сталь – покрытие АПУ» / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, И.П. Акула, Д.Г. Пилипцов //

Современные методы и технологии создания и обработки материалов : сб. науч. тр. : в 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редкол.: А.В. Белый (гл. ред.) [и др.]. – Минск : ФТИ НАН Беларуси, 2017. – С. 137–150.

10. Ковальчук, А.В. Неаддитивность формирования трибомеханических свойств поверхности сталей с термодиффузионными слоями и покрытием TiAlN / А.В. Ковальчук // *Металлургия* : Респ. межвед. сб. науч. тр. – Минск : БНТУ, 2017. – Вып. 38. – С. 189–204.

11. Опыт химико-термического упрочнения штамповой оснастки пищевых производств / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, В.Г. Дашкевич, В.Г. Щербаков, Е.В. Астрашаб // *Актуальные вопросы машиноведения* : сб. науч. тр. / Объедин. ин-т машиностроения НАН Беларуси; редкол.: С.Н. Поддубко [и др.]. – 2019. – Вып. 8. – С. 272–276.

### **Статьи в сборниках трудов конференций**

12. Константинов, В.М. Отжиг покрытий Ti-N на упрочненной и не упрочненной стальной подложке / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, Г.А. Ткаченко // *Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка* : материалы 11-й междунар. науч.-техн. конф., Минск, 28–30 мая 2014 г. / Нац. акад. наук Беларуси [и др.] ; редкол.: А.Ф. Ильющенко (гл. ред.) [и др.]. – Минск, 2014. – С. 330–332.

13. Константинов, В.М. Контроль трибологических свойств PVD/CVD покрытий / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук // *Качество, стандартизация, контроль: теория и практика* : материалы 14-й междунар. науч.-практ. конф., Одесса, 23–26 сентября 2014 г. – С. 63–65.

14. Kovalchuk, A.V. Method of comprehensive surface hardening of steel products / A.V. Kovalchuk, S.V. Konstantinov, M.I. Bogdanchik // *The Youth of the 21st Century: Education, Science, Innovations : materials of the Int. conf. for students, postgrad. and young sc., Vitebsk, 4 December 2014* / VSU named after P.M. Masherov ; ed.: I.M. Prischepa [et al.]. – Vitebsk, 2014. – P. 48–49.

15. Комаров, Ф.Ф. Комплексный подход к определению свойств PVD/CVD покрытий / Ф.Ф. Комаров, А.В. Ковальчук, С.В. Константинов // *Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка* : сб. докл. междунар. симп., Минск, 8–10 апреля 2015 г.: в 2 ч. / Нац. акад. Наук Беларуси [и др.] ; редкол. А.Ф. Ильющенко (гл. ред.) [и др.]. – Минск : Белорусская наука. – Ч. 2. – С. 77–84.

16. Константинов, В.М. Изменение размеров деталей золотниковой группы из сталей У8А и 9ХС после борирования в порошковой среде / В.М. Константинов, В.Г. Дашкевич, А.В. Ковальчук // *Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта* : материалы 17-й междунар. науч.-практ. конф., Санкт-Петербург, 14–17 апреля 2015 г. / редкол. : С.А. Ермаков, П.А. Тополянский – Санкт-Петербург, 2015. – С. 354–356.

17. Константинов, В.М. Исследование хрупкости боридных слоев на стали У8А и 9ХС / В.М. Константинов, В.Г. Дашкевич, А.В. Ковальчук // Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта : материалы 17-й междунар. науч.-практ. конф., Санкт-Петербург, 14–17 апреля 2015 г. / редкол. : С.А. Ермаков, П.А. Тополянский – Санкт-Петербург, 2015. – С. 357–360.

18. Ковальчук, А.В. Исследование микротвердости поверхности армкожелеза после диффузионного борирования и нанесения покрытия TiAlN / А.В. Ковальчук; науч. рук. В.М. Константинов // Будущее машиностроения России : сб. докл. 8-й Всерос. конф. мол. уч. и спец., Москва, 23–26 сентября 2015 г. – С. 260–263.

19. Константинов, В.М. Отжиг композитов с покрытиями TiAlN на борированных стальных подложках / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук // Наука – образованию, производству, экономике : материалы 14-й междунар. науч.-техн. конф. : в 4 т. / Белорус. нац. техн. ун-т ; редкол.: Б.М. Хрусталев, Ф.А. Романюк, А.С. Калиниченко. – Минск, 2016. – Т. 1. – С. 416–417.

20. Константинов, В.М. К вопросу оценки свойств тонких твердых покрытий / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, Г.А. Ткаченко // Современные проблемы производства и ремонта в промышленности на транспорте : материалы 17-го междунар. науч.-техн. семинара, Свалява–Киев, 20–24 февраля 2017 г. – С. 146–148.

### **Тезисы докладов**

21. Константинов, В.М. Исследования коррозионной стойкости изделий, упрочненных PVD покрытиями [Электронный ресурс] / В.М. Константинов, Г.А. Ткаченко, А.В. Ковальчук // Создание новых и совершенствование действующих технологий и оборудования нанесения гальванических и их замещающих покрытий : материалы 4-го Респ. науч.-техн. семинара. – Минск, 2014. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM).

22. Ковальчук, А.В. Двухслойные износостойкие покрытия для направляющих прессов / А.В. Ковальчук, В.Г. Дашкевич, И.В. Плетенев // Наука – образованию, производству, экономике : материалы 15-й междунар. науч.-техн. конф. : в 4 т. / Белорус. нац. техн. ун-т ; редкол.: Б.М. Хрусталев, Ф.А. Романюк, А.С. Калиниченко. – Минск, 2017. – Т. 1. – С. 459.

23. Константинов, В.М. Влияние стальной подложки с термодиффузионным слоем на микроиндентационный отклик поверхности с PVD покрытием / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, Г.А. Ткаченко // Наука – образованию, производству, экономике : материалы 15-й междунар. науч.-техн. конф. : в 4 т. / Белорус. нац. техн. ун-т ; редкол.: Б.М. Хрусталев, Ф.А. Романюк, А.С. Калиниченко. – Минск, 2017. – Т. 1. – С. 447.

### **Патенты**

24. Способ получения износостойкого покрытия : пат. ВУ 20986 / В.М. Константинов, Ф.Ф. Комаров, Г.А. Ткаченко, А.В. Ковальчук, В.В. Пилько, С.В. Константинов. – Опубл. 30.04.2017.

## РЕЗЮМЕ

**Ковальчук Алексей Владимирович**

Износо- и коррозионностойкие азот-, углерод-, борсодержащие композиционные покрытия на инструментальных сталях, полученные термодиффузионным насыщением и вакуумным осаждением

**Ключевые слова:** химико-термическая обработка, карбонитрация, карбидизация, азотирование, борирование, вакуумное ионно-плазменное покрытие, магнетронное нанесение, микротвердость, износостойкость.

**Цель работы:** разработка новых износо- и коррозионностойких азот-, углерод- и борсодержащих композиционных покрытий на базе термодиффузионных слоев на сталях и вакуумных ионно-плазменных покрытий TiN, TiAlN и АПУ для упрочнения деталей из инструментальных сталей.

**Методы исследования:** оптическая микроскопия, рентгеноструктурный фазовый анализ (РФА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС), резерфордовское обратное рассеяние (РОР), измерения микро- и нанотвердости, трибологические испытания, проба Эриксона, отжиг, коррозионные испытания, множественный регрессионный анализ.

**Полученные результаты и их новизна:** Установлено, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации, карбидизации и борирования позволяет дополнительно повысить микротвердость и износостойкость поверхности с покрытием TiAlN. Установлено, что предварительная карбонитрация стальной подложки обеспечивает повышение адгезии покрытий TiN и TiAlN. Установлено, что изотермический отжиг покрытий TiAlN на стальных подложках, предварительно подвергнутых карбонитрации или борированию, приводит к повышению микротвердости поверхности. Впервые изучено влияние предварительного борирования стальной подложки на деструкцию покрытий АПУ при нагреве. Установлено, что наличие на железной подложке боридного слоя тормозит процесс графитизации покрытий АПУ. Получены новые регрессионные уравнения зависимости хрупкости двухфазных боридных слоев на сталях У8А и 9ХС от температуры насыщения в интервале 850...950 °С и времени выдержки 0,5...4,0 ч при борировании в порошковой среде. Построены новые номограммы прироста размеров деталей из сталей У8А и 9ХС от времени насыщения при борировании 930...950 °С.

**Рекомендации по использованию и область применения:** Результаты диссертационного исследования могут быть использованы при упрочнении широкой номенклатуры деталей инструментального, штамповочного, подшипникового производств, деталей топливной аппаратуры и оборудования пищевой промышленности, общего машиностроения и других.

## РЭЗІЮМЭ

### Кавальчук Аляксей Уладзіміравіч

Зноса- і каразійнастойкія азот-, вуглярод-, борзмяшчальныя кампазіцыйныя пакрыцці на інструментальных сталях, атрыманыя тэрмадыфузійным насычэннем і вакуумным асаджэннем

**Ключавыя словы:** хіміка-тэрмічная апрацоўка, карбанітрацыя, карбідызацыя, азатаванне, барыраванне, вакуумнае іённа-плазменнае пакрыццё, магнятроннае нанясенне, мікрацвердасць, зносаўстойлівасць.

**Мэта работы:** распрацоўка новых зноса- і каразійнастойкіх азот-, вуглярод- і борзмяшчальных кампазіцыйных пакрыццяў на базе тэрмадыфузійных слаёў на сталях і вакуумных іённа-плазменных пакрыццяў TiN, TiAlN і АПВ для ўмацавання дэталяў з інструментальных сталяў.

**Метады даследавання:** аптычная мікраскапія, рэнтгенаструктурны фазавы аналіз (РФА), сканавальная электронная мікраскапія (СЭМ), энергадысперсійная рэнтгенаўская спектраскапія (ЭДС), рэзерфордаўскае адваротнае расейванне (РАР), вымярэнне мікра- і нанацвердасці, трыбалагічныя выпрабаванні, проба Эрыксана, адпал, каразійныя выпрабаванні, множны рэгрэсійны аналіз.

**Атрыманыя вынікі і іх навiзна:** Устаноўлена, што папярэдняе ўмацаванне сталёвай падкладкі ў выніку карбанітрацыі, карбідызацыі і барыравання дазваляе дадаткова павысіць мікрацвердасць і зносаўстойлівасць паверхні з пакрыццём TiAlN. Устаноўлена, што папярэдня карбанітрацыя сталёвай падкладкі забяспечвае павышэнне адгезіі пакрыццяў TiN і TiAlN. Устаноўлена, што ізатэрмічны адпал пакрыццяў TiAlN на сталёвых падкладках, папярэдне падвергнутых карбанітрацыі або барыраванню, прыводзіць да павышэння мікрацвердасці паверхні. Упершыню вывучаны ўплыў папярэдняга барыравання сталёвай падкладкі на дэструкцыю пакрыццяў АПВ пры нагрэве. Устаноўлена, што наяўнасць на жалезнай падкладцы барыднага пласта тармозіць працэс графітызацыі пакрыццяў АПВ. Атрыманы новыя рэгрэсійныя ўраўненні залежнасці крохкасці барыдных слаёў на сталях У8А і 9ХС ад тэмпературы насычэння ў інтэрвале 850... 950 °С і часу вытрымкі 0,5...4,0 г пры барыраванні ў парашковым асяроддзі. Пабудаваны новыя намаграмы прыросту памераў дэталяў з сталяў У8А і 9ХС ад часу насычэння пры барыраванні 930...950 °С.

**Рэкамендацыі па выкарыстанню і вобласць прымянення:** Вынікі дысертацыйнага даследавання могуць быць выкарыстаны пры ўмацаванні шырокай наменклатуры дэталяў інструментальнай, штампавачнай, падшыпнікавай вытворчасцей, дэталяў паліўнай апаратуры і абсталявання харчовай прамысловасці, агульнага машынабудавання і іншых.

## SUMMARY

**Aleksey Kovalchuk**

Wear- and corrosion-resistant nitrogen, carbon, boron-containing composite coatings on tool steels, produced by thermodiffusion saturation and vacuum deposition

**Keywords:** thermochemical treatment, carbonitriding, carbidization, nitriding, boriding, vacuum ion-plasma coating, magnetron sputtering, microhardness, wear resistance.

**The Purpose:** the development new wear-and corrosion-resistant nitrogen-, carbon-and boron-containing composite coatings based on thermal diffusion layers on steels and vacuum ion-plasma coatings TiN, TiAlN and DLC for hardening of parts made of tool steels.

**Experimental techniques:** optical microscopy, X-ray structural phase analysis, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), Rutherford backscatter (RBS), micro- and nanohardness measurements, tribological tests, Eriksen's test, annealing, corrosion testing, multiple regression analysis.

**Obtained results and their novelty:** Preliminary hardening of the steel substrate as a result of carbonitriding, carbidization and boriding allows to further increase the microhardness and wear resistance of the TiAlN coated surface has been established. Preliminary carbonitriding of the steel substrate allows to increase the adhesion of TiN and TiAlN coatings. It was found, that isothermal annealing of TiAlN coatings on steel substrates preliminarily subjected to carbonitriding or boriding leads to an increase in the microhardness of the surface. The effect of preliminary boriding of a steel substrate on the destruction of DLC coatings upon heating was first found. The presence on the iron substrate of the boride layer inhibits the process of graphitization of coatings of DLC was established. New regression equations for the dependence of the brittleness of biphasic boride layers on U8A and 9XC steels on the saturation temperature in the interval 850...950 °C and the holding time of 0,5...4,0 h for boriding in powder saturation mixture were obtained. New nomograms of the increase in the dimensions of parts made of U8A and 9XC steels from the saturation time for boriding 930...950 °C were constructed.

**Recommendations for use and area of application:** The results of the dissertation research can be used to strengthen a wide range of tool, stamping, bearing industries, fuel equipment and equipment components of the food industry, general engineering and others.

Научное издание

**КОВАЛЬЧУК**  
Алексей Владимирович

**ИЗНОСО- И КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ  
АЗОТ-, УГЛЕРОД-, БОРСОДЕРЖАЩИЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ  
ПОКРЫТИЯ НА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЯХ,  
ПОЛУЧЕННЫЕ ТЕРМОДИФУЗИОННЫМ НАСЫЩЕНИЕМ  
И ВАКУУМНЫМ ОСАЖДЕНИЕМ**

Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени кандидата технических наук  
по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка  
металлов и сплавов

Подписано в печать 07.04.2020. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Бумага офсетная. Ризография.  
Усл. печ. л. 1,45. Уч.-изд. л. 1,14. Тираж 70. Заказ 237.

Издатель и полиграфическое исполнение: Белорусский национальный технический университет.  
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя  
печатных изданий № 1/173 от 12.02.2014. Пр. Независимости, 65. 220013, г. Минск.

