

**РОСЖЕЛДОР**  
**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение**  
**высшего образования**  
**«Ростовский государственный университет путей сообщения»**  
**(ФГБОУ ВО РГУПС)**



*На правах рукописи*

**Воропаев Александр Иванович**

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИНЦИПОВ**  
**ПОВЫШЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК**  
**ТРИБОСОПРЯЖЕНИЙ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ DLC-ПОКРЫТИЙ,**  
**СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ АЗОТОМ**

2.5.3 – Трение и износ в машинах

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:  
доктор технических наук,  
член-корреспондент РАН  
И. В. Колесников

Ростов-на-Дону

2024

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение .....	5
Глава 1. АНАЛИЗ СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ И ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РАБОТОСПОСОБНОСТИ НАГРУЖЕННЫХ ТРИБОСОПРЯЖЕНИЙ .....	16
1.1 Классификация, методы получения, особенности строения, свойств и области применения углеродных материалов и покрытий .....	17
1.2 Особенности формирования DLC-покрытий с использованием вакуумной ионно-плазменной технологии .....	33
1.3 Особенности поведения углеродных покрытий при использовании на контактных поверхностях узлов трения .....	37
Выводы по главе 1 .....	49
Глава 2. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	52
2.1 Требования к качеству поверхности и методика подготовки подложки к нанесению покрытий .....	52
2.2 Оборудование и режимы нанесения углеродных и комбинированных покрытий .....	55
2.3 Методы аттестации состава и структуры покрытий .....	62
2.4 Методики определения физико-механических характеристик углеродных и комбинированных покрытий .....	66
2.5 Испытания трибологических свойств покрытий .....	67
2.6 Методы статистической обработки данных, формирования и использования базы полученных экспериментальных данных .....	68
Выводы по главе 2 .....	76
Глава 3. ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРЕЛЯЦИОННЫХ СВЯЗЕЙ ФИЗИКО- МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НАНЕСЕНИЯ: АНАЛИЗ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ИХ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ И ОПТИМИЗАЦИИ .....	77

3.1 Состав и особенности строения углеродных алмазоподобных покрытий, стабилизированных азотом .....	77
3.2 Экспериментальные данные влияния технологических параметров нанесения на физико-механические свойства углеродных покрытий .....	89
3.3 Анализ базы данных углеродных покрытий с использованием алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей .....	100
Выводы по главе 3 .....	106
Глава 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИНЦИПОВ УПРАВЛЕНИЯ ТРИБОЛОГИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ И АЛГОРИТМОВ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ .....	
4.1 Экспериментальные данные влияния технологических параметров нанесения на трибологические свойства углеродных DLC-покрытий .....	108
4.2 Анализ трибологических свойств DLC-покрытий с использованием алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей .....	113
4.3 Состав и структура комбинированных покрытий, регрессионный анализ их трибологических свойств .....	119
Выводы по главе 4 .....	133
Глава 5. ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПРИМЕНЕНИЮ РАЗРАБОТАННОЙ ТЕХНОЛОГИИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ DLC, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ АЗОТОМ, В ТРИБОСОПРЯЖЕНИЯХ МЕХАНИЗМА УПРАВЛЕНИЯ СТАБИЛИЗАТОРОМ ВЕРТОЛЕТА МИ-35 .....	
5.1 Прикладное использование комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC .....	135
5.2 Технологическая карта получения комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC .....	136
5.3 Стендовые испытания узла механизма управления стабилизатором вертолета .....	138

Выводы по главе 5 .....	142
Заключение. Основные выводы .....	144
Список литературы .....	146
Приложения .....	161

## ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия внимание трибологов, связанное не только с требованиями повышения износостойкости, надежности, безопасности и долговечности машин, механизмов и оборудования, но и со значительными расходами на их ремонт, обращено на создание на поверхностях трибосистем модифицированных многокомпонентных покрытий. Наиболее существенные научные результаты в этой области по повышению износостойкости тяжело нагруженных трибосистем обусловлены стремлением исследователей проникнуть на атомно-молекулярный уровень протекающих процессов на контакте, используя современные экспериментальные методы – сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), рентгеновской фотоэлектронной и оже-электронной спектроскопии (РФЭС и ОЭС), динамического наноиндентирования. И здесь, в первую очередь, речь идет о разработке концепции нанесения вакуумных ионно-плазменных покрытий (ВИП), в том числе и алмазоподобных (DLC). Для обеспечения требуемых физико-механических и трибологических характеристик узлов трения необходимо создавать новую поверхность трения, отличную от материала подложки, путем ВИП-обработки. Процесс ВИП-обработки может осуществляться как газовой, так и металлической плазмой, при этом энергия ионных потоков может меняться в зависимости от параметров:  $P$  – давления в камере,  $\lambda$  – тока катушек соленоида и  $t$  – времени нанесения покрытия. В этой связи весьма актуальными направлениями являются разработка концепции ВИП и алмазоподобных покрытий и отработка их технологического режима. Здесь важным является проведение исследований по определению оптимальной технологии для стабилизации углеродных покрытий с целью получения устойчивых значений толщины DLC, прогнозированию физико-механических и трибологических характеристик DLC-покрытий в функциональной зависимости от технологических параметров нанесения и структурных характеристик покрытия.

Предлагаемые в работе комплексные исследования физико-механических и трибологических свойств алмазоподобных DLC-покрытий позволят получить градиентное распределение электронных конфигураций углерода  $sp^3$  и  $sp^2$  по всей толщине покрытия, что дает возможность управлять не только износостойкостью за счет  $sp^3$ , но и коэффициентом трения за счет  $sp^2$ .

При нанесении DLC-покрытий необходимо отметить следующие обстоятельства:

1) для выбора оптимальной технологии модифицирования поверхности и формирования покрытия целесообразно уделить особое внимание использованию азота в качестве рабочего газа, который относится к наиболее важным управляющим параметрам процесса получения вакуумных ионно-плазменных DLC-покрытий типа ta-C:N; это позволит стабилизировать толщину покрытий и в то же время получать контролируемое распределение физико-механических характеристик (твердости  $H$  и модуля упругости  $E$ ) в поверхностных слоях стальной подложки за счет ионного азотирования;

2) важной характеристикой DLC-покрытий является адгезионная прочность их сцепления с подложкой. В этой связи необходимы исследования по влиянию очистки, активации, нагрева обрабатываемой поверхности и материала подслоя на оптимальные режимы нанесения DLC-покрытий.

Говоря о результатах по внедрению в производство, следует отметить, что выполненные аналитические исследования, а также рентгеноэлектронные и оже-электронные спектроскопические исследования позволяют:

- выбрать класс элементов и режимы осаждения вакуумных ионно-плазменных алмазоподобных DLC-покрытий, способствующих повышению износостойкости;
- разработать технологические принципы применения вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, для повышения износостойкости механизма управления стабилизатором вертолета МИ-35.

**Актуальность темы исследований.** Известно, что безопасная, надежная и высокая работоспособность транспортных средств, механизмов различных машин в значительной мере определяется износостойкостью поверхностного слоя узлов трения.

Сложность изучения и обеспечения устойчивой работы трибосистем объясняется тем, что внешнее трение – достаточно сложный процесс контактного взаимодействия поверхностных слоев, изменяющихся под действием внешнего воздействия.

В этой связи весьма актуальной является потребность в создании на поверхностях трения структур, обладающих высокой износостойкостью. Эта задача решается путем формирования вакуумных ионно-плазменных покрытий (ВИП), и в том числе разработки концепции нанесения алмазоподобных покрытий (DLC) и отработки их технологического режима. Формирование заданного уровня физико-механических и трибологических характеристик стальных поверхностей трения путем получения устойчивых значений толщины алмазоподобных покрытий позволяет получить поверхностную структуру трибосистемы принципиально новую и отличную от исходной.

Здесь важным является исследование соотношения графитной гибридизации  $sp^2$  с алмазной  $sp^3$  по всей толщине покрытия. Это свойство покрытий DLC открывает перспективу научного поиска оптимальной структуры покрытия для различных трибологических сфер применения, определяет научный интерес диссертации и является аргументом для обоснования выбора ее объекта исследования – в нашем случае это механизм управления стабилизатором вертолета МИ-35.

Весьма актуальным является определение оптимальной технологии использования азота для стабилизации углеродных покрытий вместо взрывоопасного водорода с целью получения устойчивых значений толщины DLC-покрытий. Такой подход позволит приблизиться к решению проблемы надежного прогнозирования физико-механических и трибологических свойств DLC-покрытий.

Об актуальности и важности таких исследований говорит тот факт, что они были поддержаны грантами Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 14.607.21.02.03); Российского научного фонда (проект РНФ № 21-79-30007).

**Степень разработанности проблемы.** В историческом развитии наука о трении и износе прошла путь в исследованиях от макроуровня причин разрушения до наноуровня трибодинамики механизмов изнашивания.

В последние годы в исследованиях процессов трения все большее предпочтение уделяется не только попыткам проникнуть на атомно-молекулярный уровень протекающих процессов на трибоконтате, но и разработке материалов, технологий и режимов модифицирования поверхности трибоконтате с помощью нанесения вакуумных ионно-плазменных покрытий, в том числе и алмазоподобных. Научными лидерами в области нанесения износостойких, сверхтвердых покрытий в России являются известные научные школы МАИ (А. А. Лозован); НИАТ (Л. М. Петров, В. В. Плихунов); СоРАН, г. Томск (А. В. Панин, С. В. Панин, А. В. Колубаев, Е. А. Колубаев); СТАНКИН (С. Н. Григорьев, С. В. Федоров); МЭИ (В. А. Рыженков), а за рубежом – НАН Беларуси (А. В. Белый, Н. К. Мышкин, Г. Д. Карпенко), университетские лаборатории в Чехии (J. Musil, S. Veprek, H. Zeman), Великобритании (P.Eh. Novsepien, Q. Luo, W.D. Munz, Sheffield Hallam), Португалии (A. Cavaleiro, Coimbra), разработки которых в основном ориентированы на узлы авиационной техники (главным образом, лопасти газотурбинных двигателей), режущего инструмента, энергетического машиностроения (лопатки паровых турбин, запорная арматура трубопроводов). Что касается триботехнического применения ионно-плазменных покрытий, то здесь в первую очередь следует отметить активную и успешную работу ученых из России: В. И. Бутенко, И. Г. Горячевой, В. И. Колесникова, С. Н. Захарова, И. С. Гершмана, В. Д. Вермеля, А. Ю. Албагачиева, В. И. Ерофеева, А. Г. Наумова, О. Ю. Елагиной, Ю. К. Машкова,



Н. А. Азаренкова, В. М. Шулаева, П. А. Тополянского, А. Д. Погребняка, а также их коллег из Китая, Франции, США – J. Robertson, S. Miyake и др.

Вместе с тем остается очень много нерешенных вопросов – это и анализ критериев выбора типа покрытия, и определение свойств и технологий их нанесения, и подбор толщины покрытия в зависимости от шероховатости поверхности, и поиск оптимальной структуры покрытия, и определение методов увеличения адгезии к поверхности трибосопряжения – и все они связаны с целью повышения физико-механических и трибологических параметров трибосистемы в целом.

**Объект исследования.** Решение обозначенной в диссертации цели и поставленных задач будет проиллюстрировано для ответственного трибосопряжения вертолета МИ-35 – элемента механизма управления стабилизатором «червяк-барaban» путем применения разработанной технологии модифицированных поверхностей трибосопряжения.

**Предметом исследования** является разработка методов и режимов нанесения алмазоподобных покрытий, обеспечивающих высокие эксплуатационные параметры тяжело нагруженных трибосистем – низкий коэффициент трения и высокую износостойкость.

**Цель работы.** Установление теоретических и экспериментальных закономерностей повышения физико-механических и трибологических характеристик тяжело нагруженных металлических трибосистем путем использования углеродных высоковакуумных покрытий семейства DLC, стабилизированных азотом. Поставленная цель достигается решением следующих **задач:**

- установление универсальных зависимостей между технологическими параметрами вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий и их свойствами во взаимосвязи с соотношением величин гибридизации  $sp^3/sp^2$ ;

- разработка методов прогнозирования свойств DLC-покрытий и оптимизации режимов их нанесения путем применения методов моделирования и планирования экспериментов, а также использования нейросетевых алгоритмов и искусственного интеллекта для решения проблемы многопараметричности и устойчивого управления вакуумным ионно-плазменным нанесением покрытия с широким спектром применения в триботехнике;
- исследование стабилизации растворенными атомами азота толщины DLC-покрытий, влияющей на физико-механические и трибологические свойства покрытий;
- установление зависимостей между технологическими параметрами нанесения DLC-покрытий и их физико-механическими и трибологическими свойствами;
- исследование влияния комбинированных покрытий, в частности систем TiAlN/DLC и CrAlSiN/DLC, на трибологические параметры трибосистемы – коэффициент трения и износостойкость;
- на основе аналитических и экспериментальных исследований оптимизация параметров нанесения износостойких DLC-покрытий, стабилизированных азотом, для повышения надежности и безопасности работы механизма управления стабилизатором вертолета МИ-35.

**Методы исследования.** Для успешного выполнения поставленных задач использованы прогрессивные технологии вакуумных ионно-плазменных покрытий, современные фундаментальные достижения в области материаловедения, физики и химии трения, а также современная экспериментальная база и методики изучения свойств, состава и строения поверхностных слоев трущихся сопряжений: динамическое наноиндентирование – для исследования механических свойств твердых тел с использованием измерительной платформы NanoTest 600, рентгеновская фотоэлектронная и оже-электронная спектроскопия (РФЭС и ОЭС), микроскоп LEXT OLS5000 для определения морфологии, микрорельефа и анализа поверхности трения, установка

BRV600 с модулями магнитного сепаратора и присоединенного углеродного блока для нанесения вакуумных ионно-плазменных покрытий, микроскопы ZEISS EVO MA 18 и двулучевой (электронный/ионный) ZEISS CrossBeam 340, оснащенные энергодисперсионными рентгеновскими детекторами (EDAX) модели X-Max 50N, установки для испытания на трение и износ TRB и ИИ5018, а также заводской стенд для испытаний покрытий в механизме управления стабилизатором вертолета МИ-35.

**Научная новизна.** В результате комплексного теоретического и экспериментального исследований, научного обобщения полученных результатов, требуемых для определения критериев повышения износостойкости трибосистем, установлено прогнозируемое управление процессом получения вакуумных ионно-плазменных покрытий, а именно:

1. Показано, что использование подачи азота ( $\%N = 5 \dots 8$ ) в качестве технологического параметра при нанесении углеродных покрытий вместо взрывоопасного водорода обеспечивает:
  - структурную однородность покрытия (без образования нитридных фаз);
  - стабилизацию толщины DLC-покрытий на уровне 1,0–1,5 мкм;
  - повышение физико-механических и трибологических характеристик покрытия.
2. Установлено, что применение многофакторного планирования эксперимента, а также машинного обучения и нейросетевых технологий позволило:
  - существенно сократить количество экспериментов, необходимых для обеспечения надежного прогнозирования свойств покрытий;
  - выделить главные технологические параметры при нанесении покрытий DLC: подача азота  $\%N$ , ток индукционных катушек  $\lambda$ , давление в камере  $P$  и время нанесения покрытия  $t$ ;
  - определить оптимальные значения технологических параметров, которые обеспечивают максимальные значения физико-механических свойств DLC-покрытий  $\%N = 5 \dots 8 \%$ ;  $\lambda = 3,0 \dots 3,8$  А;

- определить оптимальные значения технологических параметров, которые обеспечивают максимальный уровень износостойкости покрытий при трении:  $\%N = 5,0 \pm 0,5 \%$ ,  $\lambda = 3,0 \pm 0,2 \text{ \AA}$ .
3. Впервые получены, исследованы и оптимизированы для использования в нагруженных узлах трения комбинированные ионно-плазменные покрытия двухслойной морфологии CrAlSiN+DLC. Их эффективное трибологическое применение обусловлено повышением износостойкости за счет нитридного слоя и повышением антифрикционных характеристик за счет углеродного слоя.

#### **Теоретическая значимость исследования:**

1. По результатам исследования с использованием математических методов планирования эксперимента и статистической обработки результатов сформирована база данных DLC-покрытий, включающая параметры технологии нанесения, параметры подложки, характеристики архитектуры и структуры покрытий, их физико-механические и трибологические свойства. Полученный массив данных позволил впервые апробировать перспективные цифровые аналитические инструменты в виде нейросетевых алгоритмов и преодолеть проблемы вакуумной ионно-плазменной технологии, связанные с неустойчивым распределением экспериментальных данных и многопараметричностью.
2. Показано, что значительное влияние на трибологические характеристики оказывает комплекс физико-механических свойств системы «подложка – подслой – покрытие». На основе полученных экспериментальных данных в качестве основного теоретического положения для оптимизации такой системы рекомендовано использовать соотношение значений сопротивления пластической  $H^3/E^2$  деформации компонентов системы (где  $H$  – твердость,  $E$  – модуль упругости).
3. Предложены научно-методические принципы оптимизации технологических режимов формирования системы «подложка – подслой – покрытие», в качестве основы которых использована методика ортогонального центрального

композиционного плана (ОЦКП). Применение методики для системы «сталь 40ХН2МА – подслоя Ti – DLC-покрытие» позволило получить оптимальные значения технологических параметров  $\%N = 5,5 \pm 0,5 \%$  и  $\lambda = 2,0 \pm 0,2 \text{ \AA}$ , обеспечивших высокую износостойкость и низкий коэффициент трения покрытий, а также внедрить результаты работы в производство.

4. Показано, что для получения высокой износостойкости при использовании DLC-покрытий в тяжело нагруженных узлах трения необходимо использовать комбинированные покрытия – двухслойную систему, сочетающую наружный углеродный слой (DLC) с низким коэффициентом трения и износостойкий внутренний нитридный слой. Это теоретическое положение реализовано в работе путем формирования трибосистемы «сталь 40ХН2МА – подслоя Cr – комбинированное покрытие CrAlSiN+DLC», где подслоя Cr использован для лучшей адгезии нитридного компонента покрытия.

#### **Практическая значимость работы:**

Разработаны и практически реализованы научно-методические принципы технологического обеспечения для целенаправленного повышения работоспособности трибосопряжений в ответственных узлах трения путем оптимизации технологических режимов формирования вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий различной архитектуры в зависимости от трибологических условий эксплуатации. Так, углеродные DLC-покрытия с подслоем Ti на стальной подложке рекомендованы для снижения коэффициента трения на контактной поверхности слабо- и средненагруженных трибосопряжений – при нагрузках  $F$ , эквивалентных нагрузкам проведенных трибологических испытаний  $F \leq 5 \text{ Н}$ . Для более высоких нагрузок трения  $F$  в трибоузлах транспортно-технологических средств по результатам выполненных трибологических испытаний рекомендованы комбинированные покрытия типа CrAlSiN+DLC с подслоем Cr.

На основе результатов проведенных исследований компании ОАО «Роствертол» предложена разработанная техническая и нормативная

документация по применению технологических принципов использования вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, для повышения износостойкости и надежности механизма управления стабилизатором вертолета МИ-35.

**Достоверность и обоснованность** научных результатов основывается на анализе исследований ранее выполненных работ по теме диссертации, на использовании методов математической статистики, результатов многофакторного планирования экспериментов и современных алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей. Аналитические исследования и выводы подтверждены экспериментальными данными электронной микроскопии высокого разрешения, рентгеноэлектронной и оже-электронной спектроскопии. Высокая согласованность аналитических исследований с данными лабораторных и стендовых испытаний является достоверным подтверждением полученных результатов.

**Публикации.** Основные положения и результаты исследований опубликованы в 18 печатных работах, из них 6 – в изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки РФ, и 5 в международных базах цитирования Web of Science и Scopus, а также в 1 патенте.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы, включающего 139 источников, и пяти приложений. Работа изложена на 160 страницах, включает 37 рисунков и 4 таблицы.

**Апробация результатов.** Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих международных и всероссийских конференциях, в том числе 15-й Международной конференции «Пленки и покрытия» (Санкт-Петербург, 2021), Всероссийской научно-практической конференции «Актуальные проблемы науки и техники» (Ростов-на-Дону, 2023), Международной конференции «Физика и механика новых материалов и их

использование», 31-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2024» (Санкт-Петербург, 2024), XVI международной научно-практической конференции «Наукоёмкие технологии машиностроения, авиации и транспорта» (Ростов-на-Дону, 2024).

## **Глава 1. АНАЛИЗ СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ И ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РАБОТОСПОСОБНОСТИ НАГРУЖЕННЫХ ТРИБОСОПРЯЖЕНИЙ**

Углеродные материалы, в том числе получаемые в виде покрытий, в настоящее время представляют большой научный интерес. Их исследования продолжают занимать значительный удельный объем среди научных публикаций не только в области материаловедения, но и в сфере трибологии. Это обусловлено тем, что углеродные материалы более устойчивы к внешним баротермическим воздействиям по сравнению с металлическими, металлополимерными и даже металлокерамическими системами, что в сочетании известными высокими трибологическими характеристиками делает их весьма перспективным объектом исследования. Несмотря на широкое исследование и внедрение углеродных материалов, известных к настоящему времени, таких как алмаз (в том числе ультрадисперсные (нано-) алмазы и алмазоподобный углерод), графит, графен, графан, фуллерен, карбонадо, карбин, кубан, углеродные нанотрубки, проблема выбора технологий для их практического получения и использования в широком диапазоне нагрузок, скоростей и сравнительной оценки их работоспособности остается открытой [1, 2].

В отношении исследования покрытий одной из центральных задач являются вопросы стабилизации покрытий на основе углерода, легирования их металлами, диффузионной проницаемости нанокристаллических углеродных пленок (имеющих огромную протяженность межзеренных границ). Углеродные покрытия при нанесении различными технологическими способами склонны к аморфизации и наноструктурированию. Эта особенность делает актуальной проблему нанотрибологии таких покрытий, которая на данный момент не решена для нанокристаллических материалов в целом. Этот вопрос требует более глубокого понимания механизмов трения в наномасштабе в свете того, что в



нанопокрытиях отношение их внутренней поверхности (суммарной поверхности кристаллитов, межфазных границ нанослоев или наночастиц) к объему значительно возрастает, вследствие чего и силы трения, в том числе и внутреннего, должны резко возрасти. Как это сказывается на функциональных свойствах трибосопряжения – к настоящему времени в науке о трении и износе до конца не выяснено.

### **1.1 Классификация, методы получения, особенности строения, свойств и области применения углеродных материалов и покрытий**

Развитие современной техники и связанных с ней технологий по повышению эффективности трибосопряжений «металл – металл» путем традиционных методов химико-термической обработки (ХТО) не обеспечивают должным образом устойчивую работу трибосистем. Поэтому для выбора перспективных упрочняющих технологий поверхности трения нами проведен анализ работ российских и зарубежных исследователей в данной области.

Широкое распространение получили два метода вакуумного ионно-плазменного нанесения покрытий – напылением из потока атомов или мелкодисперсных частиц вещества покрытия [3]:

– в первом методе напыление (осаждение на поверхность изделия) осуществляется потоком атомов или ионов материала покрытия в вакууме;

– во втором случае покрытие осуществляют мелкодисперсными частицами.

Для получения сложного состава покрытия в первом методе смешивают потоки различных компонентов друг с другом или с соответствующей газовой средой, образуя покрытия из оксидов, карбидов, нитридов и др., а во втором методе необходимые компоненты вводят в частицы перед нанесением покрытия.

Процесс образования покрытия в вакууме осуществляется по следующей схеме: сначала происходит образование зародышей – небольших пятен на подложке на поверхности образца, затем идет их рост и объединение в островки,

которые, сливаясь, образуют пленку – покрытие, и, в зависимости от требований, может происходить увеличение толщины покрытия.

Процесс образования покрытий мелкодисперсными частицами реализуется с помощью газотермических методов напыления, которые включают нагрев или плавление напыляемого материала и его ускорение газовым потоком. В зависимости от источника нагрева газотермические методы нанесения покрытий подразделяются на электродуговую металлизацию, газоплазменное, детонационно-газовое и плазменное нанесение покрытия.

Если анализировать прочность газотермического покрытия, то необходимо рассмотреть процессы его формирования, которые разделены границами раздела: граница между основой и покрытием, характеризующая адгезию – прочность сцепления между ними; граница между нанесенными слоями, характеризуется временем межслойного нанесения; граница между напыляемыми частицами, характеризуется сцеплением частиц – когезией. Прочность сцепления между частицами и слоями определяется паузой между нанесением слоев, что означает длительность пребывания в атмосфере, т. е. временем окисления, адсорбции газов и оседанием пыли.

Важным параметром прочности сцепления частиц с основой является температура основы  $T_{\text{осн}}$ , которая называется температурой химического взаимодействия и используется как характеристика адгезии покрытия при использовании газотермических методов напыления. В зависимости от материалов основы и покрытия температура  $T_{\text{осн}}$  может находиться в пределах от комнатной до 1000 °С и выше. Так, тугоплавкие металлы имеют прочное сцепление при комнатной температуре, и поэтому их наносят на изделие под основное покрытие.

До сих пор вопрос о природе молекулярных сил, приводящих к адгезии – сцеплению частиц нанесения с подложкой, остается дискуссионным. Как известно, силы адгезии разделяются на силы химической адгезии, действующие при непосредственном контакте атомов, и силы физической адгезии, действующие на расстояниях, превышающих межатомные и намного меньшие по

сравнению с близкодействующими. Согласно квантово-химическим расчетам и анализу результатов фотоэлектронной и оже-электронной спектроскопии силы физической адгезии имеют низкий уровень – энергия дальнедействующей силы составляет 1...5 % от химической, и поэтому ее не следует учитывать в расчетах при создании покрытий [4, 5].

Другим, помимо температуры, важным параметром повышения сил сцепления на границе «покрытие – подложка» является скорость напыляемых частиц, увеличение которой приводит к повышению прочности покрытия. Существует даже предел скорости, ниже которого напыляемые частицы мало деформируются и почти не растекаются на подложке и тем самым не обеспечивают прочного сцепления с образцом.

Механизм взаимодействия напыляемых частиц с подложкой можно описать следующей последовательностью: физический контакт напыляемой частицы с подложкой (на расстоянии равном величине параметра решетки), далее их химическое взаимодействие с одновременным взаимно-диффузионным проникновением материалов частиц и подложки, происходящим по малоугловым границам зерен, дислокациям. При этом длительность процесса сокращается от  $10^{-3}$  с до  $10^{-7}$  с, после чего участники процесса напыления резко теряют способность к взаимодействию.

С позиции термодинамического подхода образование прочного соединения между подложкой и напыляемыми частицами оправдано, так как в результате взаимодействия напыляемых частиц с подложкой образуется межфазная граница с энергией меньшей, чем энергия изначальных двух границ раздела.

В процессе нанесения покрытий напылением в машиностроении и транспортной отрасли широкое применение нашел электрический дуговой разряд между анодом и катодом, при котором нагрев и ускорение частиц осуществляются за счет тепловой и кинетической энергии плазмы дуги, создаваемой небольшим падением потенциала и большим током на катоде. При сближении анода и катода нанесение покрытия дуговым разрядом переходит в режим металлизации, при котором нагрев и распыление происходят из проволоки

за счет энергии анодного и катодного пятна, которые располагаются на проволоке. Для повышения производительности процесса нанесения покрытий используют плазматроны, где в материалы покрытия вводят струю плазмы, а в качестве плазмообразующего газа используют ионизованный газ аргона, гелия, азота, водорода, аммиака, воздуха, углекислого газа или их смеси, состоящей из положительно и отрицательно заряженных частиц, суммарный заряд которых равен нулю. В этом случае струя плазмы служит источником плавления и ускорения частиц покрытия [3].

Далее рассмотрим нанесение покрытий в вакууме. Покрытие в вакууме образуется из атомов или ионов, которые получают из напыляемого материала путем испарения и последующего осаждения на поверхности образца. Испарение и формирование покрытия зависят от величины вакуума в камере. В высоком вакууме атомы от испарителя до образца двигаются без столкновений, а в низком вакууме каждый атом до образования покрытия сталкивается с молекулами окружающего газа, и траектория движения имеет вид ломаной линии. Для получения покрытия с высокой адгезией к образцу нанесение осуществляется в электрическом разряде в присутствии аргона, где в качестве катода выступает образец для нанесения покрытия, а испаритель служит анодом. Ускоренные ионы аргона, достигая поверхности нанесения покрытия, очищают ее, что приводит к увеличению адгезии покрытия. Необходимо обратить внимание на один принципиальный момент, который заключается в том, что энергия атомов, выбитых из мишени ионами, в несколько десятков раз превышает энергию атомов, полученных испарением. Это принципиальное отличие в энергии атомов, выбитых и полученных испарением, реализуется в том, что происходит с атомом после достижения поверхности покрытия: при слишком малой энергии атом не образует устойчивого покрытия, а при большой энергии атом отразится от поверхности из-за того, что его энергию поверхность нанесения не может рассеять за короткое время. Для оптимизации этого процесса применяется моделирование, описывающее это явление, используя классическое решение Шредингера для движения цепочки атомов.

При любом методе нанесения покрытий подготовка поверхности нанесения покрытий имеет огромное значение для получения прочного соединения подложки с наносимым покрытием. Для этого используют различные методы активации поверхности с целью повышения активности взаимодействия атомов поверхности с атомами покрытия: химическая активация – освобождение поверхности образца от адсорбированных веществ, физическая – изменение структуры поверхностного слоя с целью увеличения дефектов на нем, термическая – нагрев образца. Таким образом, перед нанесением покрытия напыляемую поверхность необходимо вывести из состояния термодинамического равновесия. При выборе способа подготовки поверхности необходимо учитывать и методы напыления, и материалы напыляемого изделия, и материал образца, и шероховатость поверхности, которая при вакуумных методах нанесения покрытий должна быть соизмерима с толщиной покрытия.

При нанесении покрытий необходимо учитывать возникающие в них остаточные напряжения как сжатия, так и растяжения вследствие различия в температурных коэффициентах линейного расширения покрытия и материала подложки. Известны несколько технологических методов изменения или регулирования остаточных напряжений в наносимом покрытии:

- 1) подбор температурных коэффициентов линейного расширения материалов образца и покрытия;
- 2) введение добавки пластичного материала в покрытие, которое способствует релаксации напряжений за счет пластической деформации;
- 3) подбор толщины покрытия;
- 4) нанесение покрытий из многих слоев разных материалов, обеспечивающих соответствие значений температурных коэффициентов линейного расширения.

Методы, способы, технологические особенности и установки перечисленных методов нанесения покрытий, а также методы исследования и диагностики покрытий, перспективные материалы и технологии по созданию на поверхности трения модифицированных многокомпонентных покрытий широко

представлены в фундаментальных обзорных работах [6, 7 и др.]. Их анализ показал, что, несмотря на значительные теоретические и экспериментальные результаты в этой области, универсального метода, удовлетворяющего широкому спектру нагрузочно-скоростных параметров трибосистем, не существует. Прогресс современных технологий нанесения покрытий – газотермических (плазменный, газоплазменный, детонационно-газовый, дуговая металлизация), вакуумных (электронно-лучевое, магнетронное, электронно-лучевое плазменное нанесение) обусловлен тем, что в каждом из методов достаточно подробно рассмотрены свои особенности с анализом источников нагрева и ускорения напыляемых частиц, режимов нанесения.

Несмотря на достигнутые успехи, проблема выбора и управления процессом нанесения покрытий, как подчеркивается в решениях и рекомендациях многих тематических конференций, остается нерешенной, а потому острой. Главная проблема такого положения, как показывает обзор и анализ литературных данных, заключается в том, что система нанесения покрытий является многофункциональной и зависящей от многих технологических факторов, свойств наносимых материалов и подложки. Вместе с тем следует отметить значительное развитие экспериментальных методов – рентгеновской фотоэлектронной и оже-электронной спектроскопии (РФЭС и ОЭС) и др. [4].

В отношении тяжело нагруженных трибосистем в транспортной отрасли, подъемно-транспортных механизмах традиционные методы упрочнения поверхности не всегда оправдывают себя. В настоящее время для упрочнения поверхности трения зарекомендовали себя методы лазерного облучения, а также внедрение антифрикционных и износостойких покрытий «тонкопленочными» методами модификации поверхности с применением ионно-вакуумных технологий.

При воздействии на обрабатываемый образец из стали его энергия по глубине достигает десятков микрометров, и в результате поверхность за очень короткое время нагревается и охлаждается (со скоростью до  $10^6$  град/с). В результате фазовых превращений, фрагментации, измельчения зерна, роста

плотности дислокаций происходит упрочнение поверхностного слоя [8]. Если говорить о преимуществах лазерной обработки, то следует отметить экологичность, простоту, возможность обрабатывать изделия сложных конструкций. Кроме того, лазерные технологии совместимы с поверхностным легированием и нанесением покрытия в виде шликерной обмазки [142]. Оплавление шликерной обмазки, содержащей легирующие элементы метода лазерного облучения, способствует насыщению за счет диффузии поверхностного слоя обрабатываемой детали упрочняющими элементами. В качестве недостатка лазерной технологии следует назвать ухудшение рельефа обрабатываемой поверхности при ее оплавлении, что влечет необходимость механической обработки на финише.

Лазерная закалка конструкционных сталей (40Х, 25ХГТ), инструментальных (У8) и чугуна (ВЧ50) повышает износостойкость, уменьшает коэффициент трения более чем в два раза по сравнению с химико-термической обработкой [9–12]. Это обусловлено мелкодисперсной структурой поверхности зоны упрочнения и ее твердостью, и малой толщиной в сравнении с химико-термической обработкой [13, 14].

Помимо рассмотренных концентрированных потоков энергии (КПЭ) покрытий, необходимо проанализировать результаты поверхностных покрытий с помощью вакуумного ионно-плазменного нанесения на контактную поверхность узлов трения, работающих при больших нагрузках, скоростях и высокой температуре окружающей среды [15–18]. Идеи нанесения тонкопленочных покрытий условно рассматривают как технологии, основанные как на физических процессах (Physical Vapor Deposition – PVD), так и на химических принципах (Chemical Vapor Deposition – CVD) [19-24]. PVD-метод предусматривает перевод материала покрытия в парообразное состояние с последующей доставкой его к образцу и осаждением пара на нем. При реализации CVD-методов нанесение покрытия на образец осуществляется из газообразных соединений металлов – галогенидов, карбонитов, металлоорганики и др.

Ионно-вакуумные PVD-технологии отличаются своим широким разнообразием: термическое испарение [21], вакуумно-дуговое нанесение [25, 26], ионная имплантация [1], лазерные методы испарения [20, 25], катодный, магнитный и ионно-лучевой методы испарения [27], молекулярно-пучковая эпитаксия [28].

PVD-покрытия разных видов отличаются источниками ионизации и формирования плазмы. Из всех перечисленных методов наибольшее применение получил метод вакуумно-дугового осаждения из-за получаемых равномерных слоев и формирования многослойных покрытий, важным условием качественного формирования которых является фильтрация капельной фазы с помощью плазменного сепаратора. В направлении развития ионно-плазменных методов внимание ученых обращено к сфере материаловедения – углеродным материалам. В вакууме перегретый углеродный пар дуговым или лазерным нагревом охлаждается на образец в качестве покрытия в струе инертного газа (например, аргона) [29–31]. В ряде работ показано, что адгезию DLC-покрытия к стальной подложке можно повысить путем нанесения подслоя Cr и Mo [32–36].

Исследования механических и трибологических свойств DLC-покрытий, выполненные в работах [37–44], показывают повышение физико-механических и износостойких характеристик и снижение коэффициента трения трибосистем. Высокие значения твердости  $H$ , модуля упругости  $E$  и износостойкости обусловлены тем, что углерод образует прочные межатомные связи. Понятие алмазоподобных покрытий (DLC) предусматривает различные типы углеродных материалов в PVD- или DLC-покрытиях, и при этом DLC состоит из  $sp^2$ - и  $sp^3$ -углеродных структур. Структура с  $sp^3$ -связями увеличивает твердость покрытия, приближая DLC к алмазу, а гибридизация  $sp^2$  углеродных структур представляет аморфные образования из графитоподобных кластеров с  $sp^2$ -связей [45, 46].

Таким образом, анализ современного состояния в области получения покрытий с использованием методов модификации показывает, что использование ВИП-покрытий в тяжело нагруженных трибосопряжениях позволит повысить их надежность и износостойкость. При этом весьма перспективным



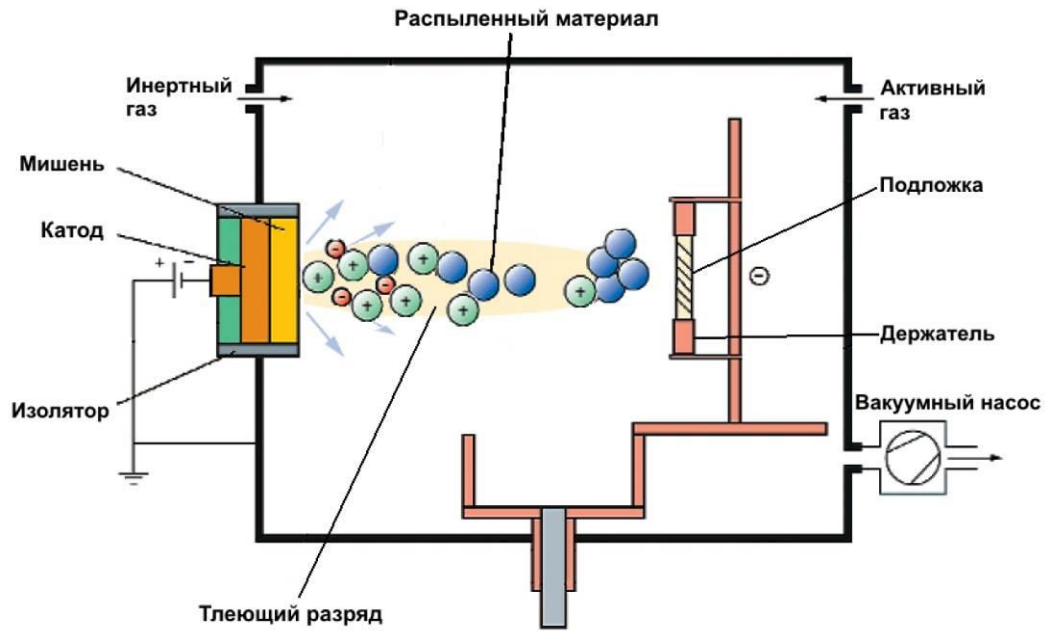
методом является ионная имплантация поверхности подложки перед нанесением гетерогенных функциональных покрытий с определенным соотношением графита с атомной конфигурацией  $sp^2$  и алмаза  $sp^3$ . В этом случае наноструктурное покрытие обеспечит структурную приспособляемость к условиям эксплуатации трибосистемы за счет многообразия состава и архитектуры этого покрытия.

Контроль технологических параметров процесса формирования покрытий определяет стратегию технологического управления свойствами покрытий. Поскольку одним из важных компонентов настоящей диссертационной работы является установление экспериментальных зависимостей физико-механических и трибологических свойств покрытий от технологических параметров нанесения, важно понимать физическую сущность вакуумной ионно-плазменной технологии, которая и обеспечивает ее преимущества перед другими технологиями при формировании покрытий трибологического назначения. Поэтому рассмотрим этот вопрос несколько подробнее.

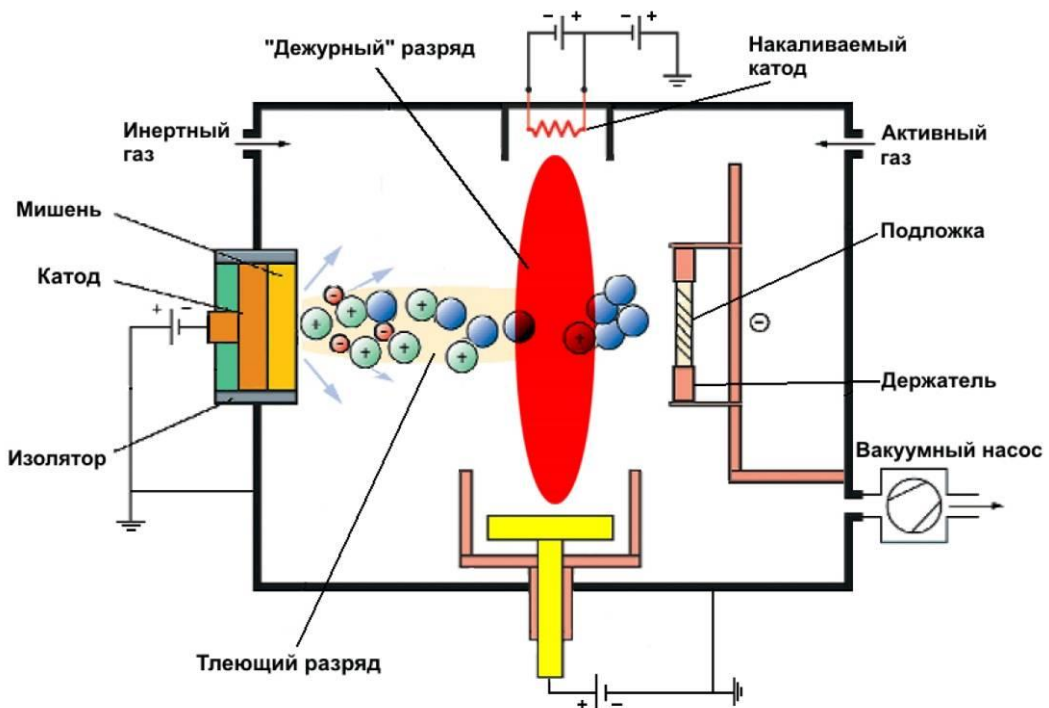
Принципиальным отличием ионно-плазменного распыления от чисто дугового (катодного) является наличие дополнительного накаливаемого катода, который формирует так называемый «дежурный» разряд. Именно поэтому специалисты называют метод дугового (катодного) распыления двухэлектродным (рисунок 1.1, *а*), а метод ионно-плазменного распыления – трехэлектродным (рисунок 1.1, *б*).

Идея разработки ионно-плазменного метода родилась в стремлении повысить чистоту напыляемых пленок. Для достижения этой цели необходимо увеличить глубину вакуума в рабочей камере, т. е. снизить давление рабочего газа. Это приведет к снижению числа ионизирующих столкновений и уменьшению плотности ионов в разряде, что в итоге замедлит процесс распыления. Для компенсации этого, чтобы интенсивность распыления не снижалась, вводят дополнительный источник электронов (третий катод), который превращает дуговой разряд в камере в несамостоятельный. В остальном

технология ионно-плазменного нанесения покрытий аналогична технологии дугового (катодного) напыления [27, 47].



*a*



*б*

Рисунок 1.1 – Схематическое изображение физических процессов:  
*a* – при катодном распылении (*DC plasma sputtering*):  
*б* – при ионно-плазменном (*ion-plasma sputtering*)

К преимуществам ионно-плазменного метода в сравнении с катодным, помимо более высокого качества покрытий (из-за более чистого вакуума в камере), следует отнести проведение ионной очистки поверхности подложки непосредственно перед напылением и возможность отключения рабочей цепи без прерывания разряда. Недостатком ионно-плазменной технологии является низкая скорость осаждения покрытий металлов, что обусловлено малым эффектом ионизации рабочего газа (Ar) из-за того, что вторичные электроны, вместо того чтобы генерировать ионы  $Ar^+$ , могут уходить на заземленный электрод (см. рисунок 1.1, б) и провоцировать перегрев системы.

При нанесении неметаллических (например, углеродных) покрытий по вакуумной ионно-плазменной технологии указанные ее недостатки становятся неактуальными. В частности, при нанесении DLC-покрытий по этой технологии подложка остается «холодной» – ее температура обычно находится на уровне комнатной, а при форсированных режимах напыления не превышает 150...200 °С. К тому же использование, например, лазерного испарения графита вместо дугового (катодного) устраняет проблему утечки вторичных электронов, благодаря чему ионизация рабочего газа идет весьма активно и скорость осаждения углеродных покрытий достаточно высока – около 25...50 нм/мин [48].

Таким образом, рассмотренные особенности вакуумного ионно-плазменного напыления свидетельствуют о целесообразности использования этой технологии для получения углеродных покрытий на стальных подложках.

*Углеродные материалы* в последние годы твердо удерживают одну из ведущих позиций в качестве наиболее изучаемых и перспективных. Многообразие их видов, о котором уже говорилось выше, широкий перечень технологий их получения и возможность достижения уникальных свойств вызывают к материалам на основе углерода постоянный научный интерес.

Выбор в настоящей диссертационной работе вакуумной ионно-плазменной технологии в качестве технологического инструмента для получения покрытий обусловлен еще и тем обстоятельством, что этот метод позволяет получать

покрытия из большинства видов перечисленных выше углеродных материалов. Алмазоподобные покрытия (DLC) выделяются среди них возможностью наноструктурирования и вариации свойств за счет изменения соотношения электронных конфигураций  $sp^2/sp^3$ -углерода, что открывает перспективу научного поиска оптимальной структуры покрытия для различных сфер трибологического применения. Эти факторы определяют научный интерес диссертации и фундамент для обоснования выбора объекта настоящего исследования. Поэтому остановимся на обзоре литературных данных, касающихся объекта исследования, более подробно.

Углерод имеет четыре полиморфных модификации: алмаз и графит, хорошо всем знакомые еще из школьной программы, а также не так давно открытые карбин и фуллерен. Принципиальное отличие их друг от друга состоит в доминировании какого-либо вида электронной гибридизации, возможных у атома углерода:  $sp$ -,  $sp^2$ - или  $sp^3$ -гибридизации. Преимущественный тип гибридизации определяет свойства полиморфной модификации. Это наглядно демонстрируется на примере графита, имеющего 100 % гибридизации  $sp^2$ , и алмаза с гибридизацией  $sp^3$ .

*Карбин* представляет собой совокупность полимерных цепочек атомов углерода, упакованных в кристаллы за счет ван-дер-ваальсовых сил. Считается, что цепочки имеют прямолинейную форму, поскольку каждый атом углерода находится в состоянии  $sp$ -гибридизации. Таким образом, с точки зрения материаловедения карбин является линейным полимером с высокой степенью кристалличности. Карбин может быть получен путем химического осаждения из газовой фазы (вакуумная CVD-технология), электродуговым осаждением (вакуумная PVD-технология), плазмохимическим синтезом, лазерной сублимацией углерода, ионно-стимулированной конденсацией. По прогнозам химиков, карбин может претендовать на звание наиболее прочного из всех известных материалов [49–51]. В настоящее время он находит применение в электронике, космонавтике, медицине, оптике, используется в микроволновых приборах и источниках тока. Однако пока существующие технологии не

позволяют получать его в больших количествах (в том числе и в виде покрытий достаточной толщины) в виде монокристаллов или бездефектных нитевидных кристаллов [52].

*Фуллерен* является четвертой полиморфной модификацией углерода в виде молекулярного кристалла, в узлах решетки которого располагаются молекулы углерода  $C_{60}$ . Все ковалентные связи у фуллеренов насыщены, поэтому молекулы могут взаимодействовать между собой только посредством слабых вандер-ваальсовых сил, что и объясняет необычную кристаллографическую симметрию фуллерена и ряд его уникальных свойств. Фуллерены обладают высокой химической стойкостью к процессу мономолекулярного распада. Молекула фуллерена термически стабильна до температур около 1400...1450 °С, а для разрыва ковалентных связей в молекуле фуллерена необходимы температуры не ниже 4000 °С [30]. Фуллерен имеет большую твердость, что делает его материалом, пригодным для изготовления микро- и наноинструментов, работающих со сверхтвердыми материалами (например, для производства инденторов атомно-силовых микроскопов, измеряющих твердость алмаза).

Вакуумное испарение углерода с использованием электродуговых или лазерных источников было одной из первых технологий устойчивого получения покрытий на основе фуллеренов [29, 53] и углеродных нанотрубок [31]. Покрытие формировалось на кремниевой подложке путем конденсации перегретого углеродного пара в процессе его охлаждения струей аргона. Однако процесс получения фуллереновых покрытий сопровождается рядом проблем. В силу высокой твердости толщина получаемых покрытий обычно находится в пределах 200...600 нм (при большей толщине начинается их самопроизвольное растрескивание), чего недостаточно для покрытий трибологического назначения. Покрытия на основе фуллеренов получили распространение в электронно-оптической области, они перспективны в биологии и медицине. У этих покрытий имеется один существенный недостаток – сложность их идентификации, диагностики и исследования, требующая использования просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения [1, с. 63].

*Углеродные нанотрубки* – интереснейшее создание природы, обладающее большим разнообразием геометрической структуры, уникальных свойств и возможностями применения. Наиболее значительные успехи их использования получены в биологии и медицине [1, с. 241–245; 54–56]. Они связаны с химической модификацией нанотрубок, направленной на их взаимодействие с такими биологически активными объектами, как белки, углеводы, пептиды, нуклеиновые кислоты. Углеродные нанотрубки уже получили широкое распространение при создании биосенсоров и капсулированных транспортных средств для доставки лекарств к локальным внутренним органам и зонам организма, а также в качестве покрытий с высокой биосовместимостью или со способностью к распознаванию и сепарации патогенных микроорганизмов.

Также многостенные углеродные нанотрубки (MWCNT) активно апробируются в виде системы присадок для изучения трибологических характеристик различных смазок в граничных условиях смазывания [57–61]. Полученные результаты показывают, что комбинация MWCNT и ионных смазочных жидкостей при соответствующем механизме смазки обеспечивает минимизацию трения и износа. Однако технология ионно-плазменного получения покрытий на основе MWCNT в настоящее время не отработана и не позволяет рассматривать нанотрубки в качестве объекта для использования таких покрытий в нагруженных узлах трения.

Кроме того, известен целый ряд соединений на основе углерода, имеющих особую структурную организацию, склонных к наноструктурированию и обладающих комплексом уникальных свойств [1, 62]. Например, весьма интересен с научной точки зрения *кубан*, представляющий собой полиэдральную структуру соединения  $C_8H_8$  с сильно деформированными углеродными молекулами. Кубан перспективен тем, что он может быть модифицирован путем замены атомов водорода в его структуре различными функциональными группами, что дает возможность получения новых соединений на его основе, обладающих уникальными свойствами [1, с. 239–240; 63, 64]. Специалистами прогнозируется применение таких соединений в виде жидких кристаллов, в

накопителях информации, медицине (фармацевтике) и других областях. Однако технологии его получения к настоящему времени не отработаны, являются экспериментальными и дорогостоящими. Главная их проблема состоит в том, что они не в состоянии обеспечить время жизни кубана, достаточное для его полезного использования.

Аналогичные проблемы сопровождают получение уже хорошо известных *графена* (моноатомный слой чистого углерода) и *графана* (практически также – моноатомный слой «наводороженного» графена) [2, 65, 66].

Статистические данные публикационной активности (например, в журналах *Wear, Coatings, Thin Solid Films*, «Трение и износ» и др.) показывают, что наиболее широко изучаемыми в материаловедении и перспективными для использования в связанных с нею отраслях техники из углеродных материалов, пожалуй, являются нанотрубки и алмазоподобный углерод (в виде покрытий DLC). Но, если нанотрубки практически невозможно организовать в виде покрытия трибологического назначения, используя PVD/CVD-технологии, то нанесение DLC-покрытий по этой технологии освоено достаточно хорошо и обеспечивает возможности вариации структуры и свойств для их целенаправленного применения в различных условиях трения и износа (см., например, работу [67]).

Типология *алмазоподобного углерода*, в частности *DLC*, достаточно разнообразна. Его вариативность обусловлена:

- изменением соотношения электронных конфигураций углерода  $sp^2/sp^3$ ;
- наличием ближнего или дальнего атомного порядка, т. е. возможностью углерода находиться в аморфном или кристаллическом состоянии;
- присутствием в углеродной матрице других элементов, в основном водорода, азота и металлов, в том числе в форме композиционного материала.

В качестве различных вариантов алмазоподобного углерода обычно рассматриваются аморфный углерод (обозначается как а-С), тетраэдрический аморфный или просто тетрааморфный углерод (одно из самых твердых покрытий

семейства DLC, обозначается  $ta-C$  или  $ta-DLC$ ), гидрогенизированный аморфный углерод (обозначается как  $a-C:H$ ), который по умолчанию принимается в качестве DLC, а также аморфный углерод, легированный металлами, чаще всего W, Ti, Cr (обозначается  $a-C:H:Me$  или  $Me-DLC$ ).

Покрытие из  $a-C$  не обладает достаточными прочностными свойствами и при трении может выполнять роль твердой смазки [68]. Покрытие из  $ta-C$  имеет очень высокую твердость, приобретаемую в процессе нанесения за счет формирования высоких внутренних напряжений, уровень которых настолько высок, что при толщине более 500 нм в покрытиях из  $ta-C$  самопроизвольно формируются трещины и происходит скалывание покрытия. Для предотвращения этого процесса в покрытие вводится водород, который несколько снижает твердость, но стабилизирует структуру и позволяет получать DLC-покрытия толщиной 1,5...2,5 мкм и более [69]. Легирование DLC-покрытий металлами значительно расширяет сферы их использования, создавая возможности для получения композиционных покрытий, в которых 2D- или 3D-углеродная матрица образует композит с соответственно слоями или частицами металла, его карбидов или нитридов [7, 40].

Все ионно-плазменные покрытия семейства DLC в зависимости от технологических режимов нанесения и материалов имеют разные физико-механические свойства и трибологические характеристики и, следовательно, разные области применения. Так, покрытие  $a-C:H$  является основным из ионно-плазменных покрытий для автомобильной индустрии, занимая 70 % объема используемых здесь углеродных покрытий. В частности, им покрываются узлы трения, плунжеры и иглы дизельных двигателей. Следует отметить, что особенностью покрытия  $a-C:H$  является высокая требовательность к качеству поверхности подложки, которое требует полировки до уровня  $R_z < 1,5$  перед нанесением покрытия [33, 70].

Модифицированный металлоуглеродный композит  $a-C:H:W$  может содержать очень небольшую долю алмазной  $sp^3$ -гибридизации, ответственной за высокую твердость покрытия, а прочность покрытия в этом случае



обеспечивается матрицей из карбида вольфрама WC. Такие композиционные покрытия получили применение на шестернях и в зубчатых передачах, работающих в режиме сухого трения, приводящего к усталости металла и питтинговому износу, а также используются в области изготовления подшипников. В частности, они наносятся на дорожки качения огромных подшипников ветрогенераторов, обеспечивая высокий ресурс их безотказной работы [32, 34, 71, 72].

Тетрааморфный углерод ta-C, несмотря на один из самых высоких показателей твердости и износостойкости из DLC-покрытий, имеет заметно меньшую область промышленного применения, чем покрытия a-C:H и a-C:H:W, ограниченную применением покрытия на режущих инструментах и деталях оборудования для глубоководной добычи нефти [72].

Проведенный обзор углеродных материалов показывает, что перспективы их прикладного использования тесно связаны с технологиями их получения. Возможно, что именно этот фактор определяет сравнительно широкое использование алмазоподобного углерода в виде DLC-покрытий, которые получают по вакуумной ионно-плазменной технологии, описанной выше.

## **1.2 Особенности формирования DLC-покрытий с использованием вакуумной ионно-плазменной технологии**

Одной из особенностей ионно-плазменной технологии получения углеродных DLC-покрытий является большое количество параметров, от которых зависит конечный результат – состав, структура и свойства покрытия. Мультипараметричность процесса является одной из основных проблем при попытках оптимизации режимов нанесения покрытий [73].

В самом общем виде совокупность параметров может быть разбита на группы: к входным параметрам относятся группы технологических параметров и параметров подложки, к выходным параметрам – группа параметров покрытия. К первой, наиболее многочисленной, группе технологических параметров,

например, при дуговом испарении относятся такие характеристики, как количество и качество катодов, ток и напряжение дуги, рабочее давление в камере, скорость осаждения покрытия, напряжение смещения, угол напыления, наличие или отсутствие магнитной сепарации и другие. При магнетронном испарении параметры несколько другие, но их не становится меньше. Среди параметров подложки необходимо учитывать состав подложки, качество ее поверхности (шероховатость, химическая чистота, наличие напряжений и т. д.), структурно-фазовое состояние, механические характеристики, температуру и ее дрейф в процессе осаждения. Группа выходных параметров определяется функциональным назначением покрытия, и она также может быть весьма многочисленной. Среди параметров этой группы обязательно присутствуют элементный состав, параметры структурно-фазового состояния (количество, дисперсность и морфология фаз, структурный тип покрытия в соответствии с диаграммой Мовчана – Демчишина – Торнтонна [74, 75]), архитектура покрытия (2D- или 3D-морфология, одно- или многослойная), а также комплекс свойств, определяемый условиями использования покрытия. В итоге общее количество дескрипторов, участвующих в программируемой инсталляции покрытия, может составлять 20...40 значений параметров. В этой ситуации надежды исследователей на решение задачи прогнозируемого синтеза ионно-плазменных покрытий связываются с применением алгоритмов машинного обучения и с использованием нейросетевых технологий, для апробации которых необходимо создание баз данных. Осознание необходимости выбора этого пути в области формирования вакуумных ионно-плазменных покрытий появилось не так давно и было обусловлено успехами на поприще использования возможностей искусственного интеллекта. Одной из первых была сформирована база данных как раз для алмазоподобных покрытий (DLC) [76], в которую были включены результаты около 80 исследователей, опубликованные в более чем 100 статьях. База данных, которая постоянно обновляется, содержит в настоящий момент данные на более чем 800 покрытий, которые включают 25 типов DLC-покрытий (a-C:H, a-C, Cr-DLC (a-C:Cr), Ti-DLC (Ti-C:H) и др.) и 16 типов методик их

осаждения. Поскольку покрытия, включенные в эту базу данных, имеют трибологическое назначение, то авторы сгруппировали покрытия еще и по 55 типам контртел системы трения и по девяти методам трибоиспытаний. Однако поиск оптимальных комбинаций дескрипторов для каждого набора данных, в том числе и с использованием приведенной базы данных, делает только первые осторожные шаги [77–79].

Проблема точности прогноза свойств ионно-плазменных покрытий осложняется еще и тем обстоятельством, что плазма представляет собой неравновесное состояние вещества, подверженное переходам из одного неустойчивого состояния в другое под воздействием флуктуирующих параметров. Система прогнозирования таких переходов еще не разработана. Поэтому часто даже при нанесении покрытий по одной и той же технологии, на одном и том же оборудовании, при фиксации максимального количества параметров полученные значения имеют существенный разброс, что снижает эффективность применения алгоритмов машинного предсказания. Например, неоднородность испаряемого материала способствует неустойчивости плазменного разряда и, как следствие, ведет к неоднородности ионного потока. В частности, порошковые спеченные графитовые катоды содержат поры, межчастичные зоны сращивания, различную кристаллографическую ориентацию порошковых частиц. При лазерном испарении графита все эти неоднородности как раз и представляют собой флуктуирующие (случайные) параметры, влияние которых отражается на ионном потоке при осаждении углеродного DLC-покрытия.

При напылении сложных по составу и строению покрытий трибологического назначения количество параметров заметно возрастает, поскольку параметрический анализ должен включать особенности архитектуры таких покрытий и механизмы их изнашивания в процессе трения, которые также достаточно разнообразны.

Так, например, наномодифицированные DLC-покрытия, создаваемые на основе композиций алмазоподобной аморфной фазы углерода и нанокристаллических карбидов, образуются за счет испарения карбида вольфрама

из мишени с положительным потенциалом на ней и ионов ацетилена. Под действием электрического поля с положительным потенциалом на мишени и отрицательным на образце карбид вольфрама и ионы углерода переносятся на образец [72]. В качестве матрицы в них используются DLC, отличающиеся высокими значениями твердости и низким коэффициентом трения. Такие пленки имеют структуру в виде частиц карбида вольфрама, внедренного в матрицу из аморфного углерода. Высокая вязкость таких материалов обусловлена возможностью релаксации напряжений за счет определенной подвижности нанокристаллитов карбида внутри матрицы DLC. Для снижения реакционной способности DLC-матрицу стабилизируют водородом, получая гидрогенизированные пленки. Для улучшения трибологических свойств эти покрытия легируют металлами, среди которых вольфрам является одним из наиболее часто используемых, поскольку помогает улучшить трибологические характеристики при высоких температурах [34]. Эксперименты показывают, что износ пленок систем DLC-W (как и многих других систем DLC-Me) определяется контактом образованного трибослоя, состоящего из W-C, C и W-O, с поверхностью пленки. Формирование пленки вторичных структур на поверхности трения при использовании DLC-покрытий открывает перспективы более глубокого исследования покрытий этого типа с целью управления трибологическим процессом и повышения долговечности нагруженных трибосопряжений [80–84]. Однако полученные результаты влияния трибослоя на износостойкость покрытий также увеличивают объем полезной информации, и количество параметров системы, необходимых для анализа и оптимизации, снова возрастает.

Кроме того, при напылении углеродных покрытий по вакуумной ионно-плазменной технологии возникает еще одна проблема, связанная с безопасностью технологического процесса. Как уже отмечалось, для снижения трещинообразования в DLC-покрытиях применяется модифицирование углеродных структур водородом [7, 69, 70, 72]. Этот метод особенно актуален для покрытий семейства DLC с максимальным уровнем твердости – ta-C. В практике вакуумного ионно-плазменного напыления для модификации таких покрытий

водородом в качестве реакционного газа применяется ацетилен. Вследствие этого процесс приобретает повышенную пожаро- и взрывоопасность. С целью исключения рисков подобного характера возможно использование азота вместо ацетилена. В этом случае стабилизация покрытия осуществляется растворенными атомами азота [85]. Этот возможный путь пока еще недостаточно исследован и слабо апробирован. В научной литературе, посвященной алмазоподобным покрытиям, он затронут фрагментарно, что делает это научное направление настоящей диссертационной работы весьма актуальным. Первые положительные результаты в этой области исследований автором уже получены [86].

Таким образом, прогнозируемое управление процессом получения вакуумных ионно-плазменных покрытий представляет собой серьезную проблему в современной инженерии поверхности, связанную с большим количеством факторов различной природы, определяющих работоспособность покрытия. Одним из путей решения этой проблемы является установление универсальных зависимостей (хотя бы эмпирического характера) между группой вариативных технологических параметров и свойствами покрытия, которые помогут сократить общее число управляющих параметров и снизить влияние флуктуационного фактора в технологии нанесения покрытий.

### **1.3 Особенности поведения углеродных покрытий при использовании на контактных поверхностях узлов трения**

Как и в любой перспективной области науки, в направлении исследования PVD-покрытий конкуренция довольно высока. Вакуумное оборудование для нанесения таких покрытий не отличается запредельной сложностью и стоимостью (за исключением оборудования для молекулярной эпитаксии), выпускается производителями разных стран, лидером среди которых является, пожалуй, швейцарский PLATIT. Эта компания наряду со шведской Sandvik Coromant первой стала использовать износостойкие ионно-плазменные покрытия для режущего инструмента. Научными хедлайнерами в области сверхтвердых тонких

пленок являются университетские лаборатории в Чехии (J. Musil, S. Veprek, H. Zeman, Prague), Великобритании (P. Eh. Novsepien, Q. Luo, W.-D. Munz, Sheffield Hallam University), Португалии (A. Cavaleiro, Coimbra). В нашей стране в этой области известны научные школы МАИ (А. А. Лозован), НИАТ (Л. М. Петров, В. В. Плихунов), СТАНКИН (С. Н. Григорьев, С. В. Федоров), МЭИ (В. А. Рыженков), разработки которых в основном ориентированы на узлы авиационной техники (главным образом, лопасти газотурбинных двигателей), режущий инструмент, энергетическое машиностроение (главным образом, лопатки паровых турбин, запорная арматура трубопроводов).

Что касается триботехнического применения ионно-плазменных покрытий, то здесь в первую очередь следует назвать фундаментальные исследования академических школ России (СО РАН, г. Томск: В. Е. Панин, А. В. Панин, С. В. Панин, А. В. Колубаев, Е. А. Колубаев) и Беларуси (НАН Беларуси, г. Минск: А. В. Белый, Г. Д. Карпенко, Н. К. Мышкин). Однако, несмотря на большое количество работ, единой концепции универсального применения покрытий до настоящего времени нет. Каждый из исследователей разрабатывает покрытия в соответствии с запросами трибологических характеристик узлов трения.

В связи с этим для создания триботехнических покрытий нового поколения необходимо опираться на некоторый типологический ряд покрытий, реализующих широкий спектр нагрузочных и температурных условий трения. Исходя из этого, в качестве объекта исследований целесообразен выбор углеродных покрытий. Их трибологические применения, благодаря сочетанию высокой твердости  $H$  и низких значений коэффициента трения  $\mu$  ( $CoF$ ), вызывают большой научно-практический интерес в связи с широким полем использования в узлах трения самых разнообразных технических устройств.

С этой точки зрения интересны сравнительные данные различных типов DLC-покрытий, приведенных в работе [72]. Твердость покрытия a-C:H:W составляет  $H = 1000...1500$  HV, а коэффициент сухого трения по стали  $\mu \approx 0,1$ . При этом покрытие показывает высокую прирабатываемость: поверхность с покрытием сглаживается, в то же время заполняя неровности поверхности у

ответной детали (контртела), т. е. достаточно нанести покрытие на одну поверхность, чтобы обеспечить защиту от износа обеих деталей для значительного снижения трения. Эффект прирабатываемости достигается благодаря относительно невысокой твердости покрытия а-С:Н:W. Твердость покрытия а-С:Н уже доходит до  $H = 2500$  HV, а коэффициент сухого трения по стали тот же:  $\mu \approx 0,1$ . Результаты трибологических испытаний показали (рисунок 1.2), что более высокая твердость покрытия а-С:Н по сравнению с покрытием а-С:Н:W обеспечивает больший ресурс износостойкости, но в то же время требует и более длительного периода приработки. Из анализа (см. рисунок 1.2) видно, что у покрытий а-С:Н и WC/C коэффициент трения значительно ниже, чем у образца без покрытия. При этом у обоих покрытий коэффициент трения в самом начале трения повышается и через разные пути трения (в зависимости от твердости покрытия) стабилизируется на низком уровне, в пределах  $\mu = 0,1 \dots 0,15$ . Данные по трибологическим испытаниям покрытия та-С, имеющего твердость до  $H = 5000$  HV, в работе [72], к сожалению, не приводятся.

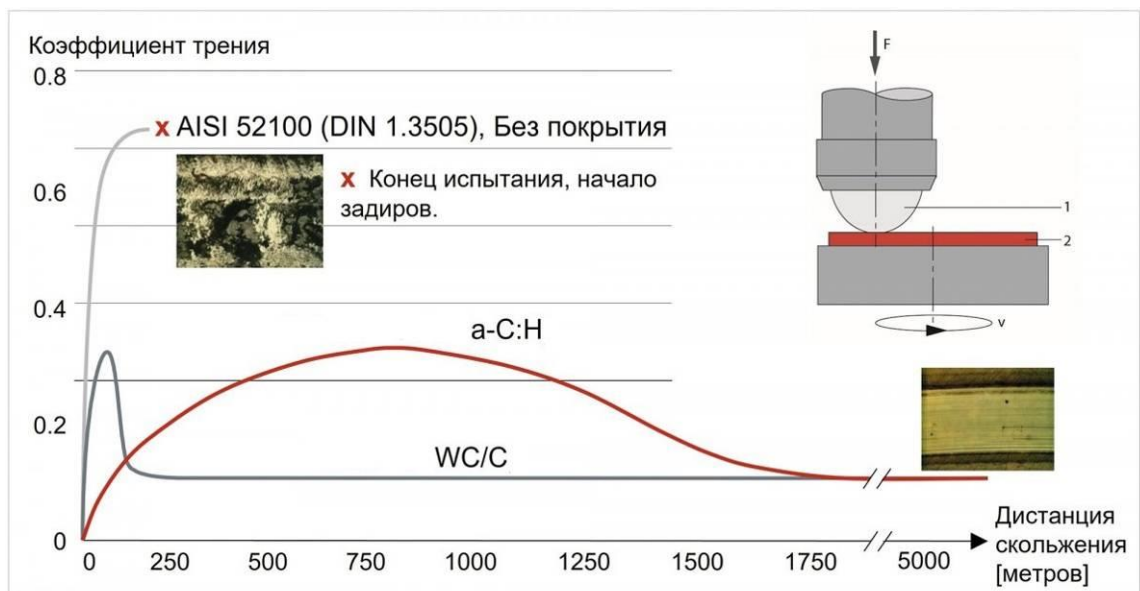


Рисунок 1.2 – Сравнительные результаты трибологических испытаний эталона из стали AISI 52100 (аналог стали ШХ15) и углеродных покрытий а-С:Н и а-С:Н:W (WC/C), полученных по технологии вакуумного ионно-плазменного напыления [72]

Перспективность использования углеродных покрытий для трибологического применения основывается на сочетании высокой твердости с низкими значениями коэффициента трения DLC-покрытий и подтверждается целым рядом работ [36, 41, 42, 87–94]. Однако детальный анализ процессов, происходящих при трении углеродных покрытий, выявляет ряд особенностей, иногда носящих противоречивый характер.

Низкий коэффициент трения покрытия  $\mu$  означает, что в покрытую поверхность изделия вкачивается небольшое количество энергии трения, недостаточное для ее перераспределения (диссипации) в виде трещин или других поверхностей разрушения. Среди трибологов по умолчанию это показатель высокой износостойкости. В отношении твердости покрытия подобных постулатов трибология не выдвигает. Поэтому основным ориентиром для износостойкости покрытий априори остаются значения  $\mu$  ( $CoF$ ). С этой точки зрения интересны результаты работ [42, 87], в которых теоретические обобщения строятся авторами на основе экспериментальных результатов и данных, полученных методами имитационного моделирования с использованием алгоритмов ПО «Молекулярная динамика». Объектом исследования являются углеродные покрытия различных типов (a-C, ta-C, nc-C, a-C:H, a-C:H:Me), а области исследования охватывают фундаментальные основы механизмов трения, напряженно-деформированного состояния, упругой и пластической деформации, смазывающей способности, нанотрибологического поведения покрытий. Основные результаты работ представлены в виде зон расположения различных типов DLC в пространстве « $H-CoF$ », а также визуализированы в форме концентрационного треугольника с компонентами  $sp^2 - sp^3 - H$ . Характерным является то, что такие виды углеродных материалов и покрытий, как самое твердое, алмазоподобное DLC и пластичное графитоподобное GLC, при различных уровнях твердости занимают область  $CoF = 0,01...0,2$ , а самые твердые из семейства DLC-покрытия ta-C и nc-C находятся в области с  $CoF = 0,2...0,6$ . Интересен также вывод о том, что стабилизация водородом углеродных материалов и покрытий класса DLC не позволяет получить долю  $sp^3$ -



гибридизации более ~90 %, а при магнетронном напылении покрытий класса а-С:Н доля  $sp^2$ -гибридизации в покрытии должна составлять не менее 50 %. Основным же результатом работ [42, 87] следует считать вывод о том, что твердость углеродного покрытия не является главным и единственным ориентиром для получения высокой износостойкости, более важным параметром в этом плане является коэффициент трения  $CoF$ . А для получения максимальной износостойкости покрытия необходимо определить *оптимальное* для данных условий трения распределение состояний гибридизации углерода (соотношение связей  $sp^2$  и  $sp^3$ ), а также использовать введение легирующих примесей, таких как Si, N, B, Me.

В работах [36, 89–91] подчеркивается важность включения состояния поверхности трения (состав и морфология поверхности скольжения, характеристики пленки переноса и т. п.) в состав оптимизационных признаков покрытия. Обращается внимание на то, что трибологическое поведение тонких пленок и покрытий контролируется переходным слоем, формирующимся в процессе трения и представляющим собой модифицированный верхний слой пленки. Экспериментально, с использованием тонких методов металлофизического исследования, показано, что аномально низкие значения  $CoF$  алмаза являются следствием либо пассивации его поверхности радикалами –Н (или –ОН), либо смазывания поверхности углеродными (графитообразными) частицами износа со связями  $sp^2$ . При трении, нагреве или облучении метастабильный алмаз всегда будет стремиться к переходу в термодинамически более равновесную полиморфную модификацию – графит. Удаление с алмазной поверхности трения водорода и графита ведет к резкому возрастанию значения  $CoF$ . С другой стороны, повышение температуры на контактной поверхности при трении препятствует образованию смазывающего трибослоя, что также ведет к росту значений  $CoF$  и увеличению износа [92]. Для нанокристаллических DLC-покрытий нагрев еще больше затрудняет процесс формирования пленки переноса (граничного трибослоя) из-за возрастания интенсивности диффузии элементов из подложки или

окружающей среды в покрытие по многочисленным границам зерен наноструктуры покрытия [93, 94].

Одним из важных дескрипторов при оптимизации покрытий и режимов их нанесения является толщина покрытия. В ряде работ (см., например, [95]) отмечен так называемый «эффект толщины покрытия», который проявляется для углеродных покрытий толщиной до 2 мкм и заключается в том, что удельная скорость изнашивания таких покрытий экспоненциально снижается с уменьшением толщины покрытия. Для покрытий микрометрической толщины подобного эффекта не наблюдается, т. е. в процессе изнашивания и приближения поверхности покрытия к поверхности подложки изменения удельной скорости износа покрытия не отмечено.

Заслуживают внимания трибологические аспекты еще двух классов покрытий семейства DLC, достаточно активно изучаемые в научных публикациях:

- углеродные DLC-покрытия, легированные металлами (т. е. покрытия класса a-C:H:Me или DLC- Me) [96–101];
- комбинированные покрытия класса MeC(MeN)/a-C:H с чередующимися карбидными (нитридными) и углеродными слоями [102–107].

*Легированные титаном* (в количестве от 10 до 20 ат.%) алмазоподобные покрытия (DLC-Ti) исследованы в работе [96]. Покрытия получали магнетронным распылением титановой мишени на постоянном токе в газовой смеси ( $\text{CH}_4 + \text{Ar}$ ), изучались их механические и трибологические свойства. Продемонстрировано, что такие покрытия имеют невысокую твердость 13...15 ГПа и коэффициент трения на уровне 0,12...0,15, обладают «эластичностью» и хорошей адгезией. Важным, на наш взгляд, результатом этой работы является то, что полученная ее авторами экспериментальная зависимость микротвердости  $H$  и внутренних напряжений от напряжения смещения на подложке  $U_{\text{см.}}$  является нелинейной: с ростом  $U_{\text{см.}}$  функция  $H = f(U_{\text{см.}})$  сначала возрастает в интервале  $U_{\text{см.}} = 0 \dots -100$  В, а затем убывает в интервале  $U_{\text{см.}} = -100 \dots -200$  В. Внутренние напряжения в

зависимости от напряжения смещения изменяются аналогично функции  $H = f(U_{см.})$  – за счет роста температуры субстрата. Эта зависимость показывает, что такие технологические параметры, как, в частности, напряжение смещения, непосредственно влияют на свойства покрытия, причем это влияние является нелинейным, а следовательно, может и должно быть оптимизировано.

DLC-покрытиям, легированным хромом (DLC-Cr), вольфрамом (DLC-W), бором (DLC-B), а также комплексами титана с вольфрамом (DLC-Ti/W) и вольфрама с молибденом и кремнием (DLC-W/Mo/Si), посвящены соответственно работы [81, 97, 98, 99, 100]. Все авторы этих работ сходятся в том, что износостойкость исследованных покрытий определяется состоянием контактного трибослоя, образующегося в процессе трения на поверхности DLC и состоящего из сложных комплексов, включающих углерод, Me–C и Me–O. Также большое значение в подобных покрытиях, не содержащих водород и состоящих из частиц соединения Me–C в углеродной DLC-матрице (типа 3D-композитов), имеет состояние матрицы, определяемое в первую очередь соотношением электронных конфигураций углерода  $sp^3/sp^2$ . Это соотношение должно отвечать условиям трения так, чтобы не происходило выкрашивание твердых частиц карбидов Me–C из покрытия, которые в этом случае превращаются в абразив на контактной поверхности и интенсифицируют износ.

При использовании покрытий DLC-Me в условиях трения со смазкой [81, 100] износостойкость в еще большей степени определяется не столько свойствами покрытия, сколько свойствами формирующегося на контакте трибослоя. При этом в процессе трения происходят сложные химические взаимодействия компонентов, которые могут как увеличивать износостойкость покрытия, так и снижать ее. Вопрос корректного подбора смазок в этом случае имеет решающее значение. Так, например, дополнительное легирование базового покрытия DLC-W титаном в количестве более 2,0 ат.% способствует графитизации поверхности покрытия. Однако, если используется смазка, содержащая молибден, то именно Mo определяет формирование трибослоя, ответственного за эффект снижения трения на покрытии DLC-Ti/W, а если используется смазка, содержащая цинк, то

образование трибопленки определяется уже титаном, содержащимся в покрытии [100]. Если в смазке содержится сера, то коэффициент трения  $CoF$  покрытий DLC-Mo и DLC-W снижается почти на порядок за счет формирования трибопленки из сульфидов Mo и W соответственно [81].

*Комбинированные покрытия* класса MeC(MeN)/a-C:H с чередующимися карбидными (нитридными) и углеродными слоями получили развитие только в последние годы, что, по-видимому, обусловлено технологическими сложностями нанесения таких покрытий. Для их получения используются либо дуговое многокатодное ионно-плазменное оборудование, либо совмещение нескольких технологических комплексов (например, катодное и магнетронное испарение), либо раздельное нанесение слоев покрытия различными технологическими способами. В любом случае формирование комбинированных покрытий на базе DLC требует больших затрат времени и ресурсов, чем получение других видов покрытий семейства DLC. Поэтому результаты исследования комбинированных покрытий в научной литературе встречаются значительно реже, чем, например, результаты рассмотренных выше покрытий класса a-C:H:Me или DLC- Me.

В работах [101, 102] показано, что износостойкость *композитного покрытия* TiAlN/DLC-Ti выше, чем покрытия DLC-Ti, более чем в два раза (исходя из ширины дорожек износа 73,2 и 169,8 мкм соответственно), хотя значения коэффициента трения для обоих покрытий были одинаковы  $CoF = 0,1$ . Оба покрытия наносились на подложку из быстрорежущей стали W18Cr4V (P18Ф) с подслоем Ti; трибологические испытания проводились в одинаковых экспериментальных условиях. Кроме того, отмечается высокая адгезия между слоями композита TiAlN и DLC-Ti, а также существенное влияние напряжения смещения  $U_{см}$  на его свойства: с ростом  $U_{см}$  увеличивается доля  $sp^3$ -связей в слое DLC, что приводит к возрастанию твердости слоя с 14 до 24 ГПа, а модуля упругости – с 190 до 230 ГПа. Соответственно возрастает и износостойкость комбинированного покрытия в целом. При этом адгезия границ раздела между слоями TiAlN и DLC-Ti, а также между слоем TiAlN и стальной подложкой

уменьшалась с увеличением  $U_{см}$ . Прикладной аспект использования аналогичных комбинированных покрытий системы TiAlN/DLC представлен в работе [103], где продемонстрировано, что нанесение покрытия на поверхности штампа для формования листового металла улучшает износостойкость даже при высоких температурах и высоких контактных давлениях как в условиях сухого трения, так и при использовании смазывания маслом.

Еще более неожиданный результат исследования антифрикционных свойств комбинированного покрытия TiAlN/DLC получен авторами работы [104]. Трибологические испытания показали, что использование покрытий TiAlN/DLC, где TiAlN является промежуточным слоем между образцом и алмазоподобным покрытием, повышает износостойкость трибосопряжения. При этом смазочная среда не оказывает существенного влияния на антифрикционные свойства покрытия.

Для комбинированных покрытий системы nc-TiC/a-C:H в работе [105] отмечена та же тенденция, что и для DLC-покрытий, легированных Ti: более высокое содержание связей  $sp^2$  способствует образованию графитоподобного переходного слоя во время скольжения и приводит к снижению скорости износа и коэффициента трения.

Целевое назначение работы [106] состояло в снижении внутренних напряжений в покрытиях с высокой твердостью класса a-C, которые в однослойных покрытиях могут достигать уровня 3,5 ГПа и более. Показано, что задача может быть успешно решена путем добавления промежуточного слоя с более низкой твердостью. При этом результирующее напряжение двухслойной пленки может быть уменьшено до уровня ниже 1,4 ГПа при сохранении высокой твердости верхнего слоя без использования металлических прослоек или легирующих добавок внутри пленок.

Также комбинированным покрытиям посвящена работа [107]. С целью повышения износостойкости и снижения коэффициента трения авторами было проведено исследование вакуумных ионно-плазменных алмазоподобных покрытий в виде двух возможных способов реализации идеи: 1) формирование

DLC-покрытия непосредственно на подложке в качестве и износостойкого, и антифрикционного (в сравнении с нитридными износостойкими покрытиями); 2) формирование на подложке композиционного покрытия, состоящего из нижнего износостойкого слоя нитридного покрытия системы CrAlSiN и верхнего (наружного) слоя DLC-покрытия. Технология вакуумного ионно-плазменного осаждения дает возможность широкого варьирования по формированию различного соотношения гибридных электронных конфигураций углерода  $sp^2$  и  $sp^3$  в DLC-покрытиях, что обеспечивает вариативность их свойств и позволяет реализовать оба приведенных архитектурных типа покрытий. В частности, в работе [107] показано, что DLC-покрытие способствует снижению коэффициента трения по сравнению со сталью без покрытия при выборе таких режимов нанесения углеродной пленки, которые обеспечивают преимущественную долю аморфного графита с конфигурацией  $sp^2$  по сравнению с электронной конфигурацией  $sp^3$  – алмазом. Авторы работы делают вывод о том, что покрытия DLC не менее перспективны для повышения износостойкости тяжело нагруженных трибосопряжений, чем нитридные покрытия систем TiAlN или CrAlSiN.

Отмеченная во введении к главе 1, не решенная к настоящему времени *проблема трибологии нанокристаллических материалов* придает особую актуальность исследованию триботехнического использования углеродных покрытий в силу их легкой аморфизации и наноструктурирования при нанесении по вакуумной ионно-плазменной технологии. Поэтому целесообразно несколько подробнее остановиться на этом вопросе.

И здесь, прежде всего, недостаточно исследованы проблемы оптимизации толщины покрытия, влияния напряженно-деформированного состояния на границе сопряжения «покрытие – подложка» на адгезию покрытия. влияния различия теплофизических, физико-химических и физико-механических параметров покрытия и подложки на трибологические характеристики.

Это в первую очередь объясняется сложностью композиции «подложка – покрытие – смазка – пленка переноса», которую представляет собой нагруженное

трибосопряжение и в которой формируется сразу несколько межфазных границ. В случае трибологического контакта граница «покрытие – подложка» характеризуется различием в структуре напряжений и деформаций, а также в значениях физико-механических характеристик [108, 109]. Необходимо отметить, что при совместимости деформаций в средах «покрытие – подложка» на границе их раздела возникают квазипериодические концентраторы напряжения. Следствием этого эффекта является формирование специфических «твидовых» структур в приграничном слое. В последние годы достигнуты первые успехи в области исследования этого эффекта в работах школы академика В. Е. Панина (Институт физики прочности и металловедения СО РАН) [110–112]. Проявление же этого феномена на границе «подложка – покрытие» для вакуумных ионно-плазменных покрытий, работающих в узлах трения, практически не изучено.

Только в последнее время приходит понимание того, что причиной слабой адгезии покрытия к подложке является неоднородность распределения касательных и нормальных напряжений на границе «покрытие – подложка», возникающих при трении [113].

В работах [110, 111] показано, что достижение высокой адгезии покрытия к подложке может быть обеспечено двумя способами: технологическим путем создания сжимающих напряжений в покрытии и на границе «покрытие – подложка» или нанесением на наноструктурированную подложку наноструктурных покрытий, обеспечивающих увеличение сжимающих напряжений на границе покрытия с подложкой за счет максимального измельчения соседствующих зон.

Эта теоретическая концепция должна быть принята во внимание при разработке технологий нанесения износостойких углеродных покрытий трибологического назначения, исследуемых в данной диссертационной работе.

В заключение выполненного обзора необходимо отметить ряд научных результатов, полученных при участии автора настоящей диссертационной работы и касающихся определения теплопроводности ионно-плазменных покрытий.

Разработанная и представленная в работах [114, 115] расчетно-аналитическая методика определения теплопроводности применима для покрытий и тонких пленок практически любой природы, в том числе и для покрытий семейства DLC. Она учитывает элементный состав и структуру покрытия, а также морфологию его фазовых и структурных составляющих. Теплопроводность – важная характеристика теплозащитных, термобарьерных трибологических материалов. В частности, у углеродных материалов теплопроводность при комнатной температуре составляет (Вт/(м·К)) [116, с. 344]: а-С – 1,5; алмаза – 1000...2500; у графита в направлении оси гексагональной оси решетки – 5,5, а в перпендикулярном направлении (в плоскости графенового слоя) – 2000. Такая огромная разница позволяет при формировании углеродного покрытия семейства DLC варьировать его теплопроводность в широких пределах путем изменения фактически одного структурного параметра – соотношения гибридизаций  $sp^3/sp^2$ . Применение разработанной методики весьма перспективно при прогнозировании свойств покрытий и возможностей их применения в тех или иных условиях трения, в том числе с использованием нейросетевых алгоритмов и технологий машинного обучения.

## **Выводы по главе 1**

1. Вакуумная ионно-плазменная технология может рассматриваться как наиболее технологичный способ получения углеродных покрытий семейства DLC. В пользу выбора этой технологии свидетельствуют более высокий вакуум, чем, например, при чисто дуговом или магнетронном испарении, что обеспечивает более высокую чистоту и качество поверхности покрытий. В отличие от напыления металлических покрытий, при испарении углеродных материалов ионно-плазменным методом вторичные электроны не меняют своих траекторий в направлении заземленного электрода (металлического катода), более полноценно ионизируют рабочий газ (аргон), обеспечивая тем самым высокую скорость осаждения углерода на подложку и исключая возможность перегрева испаряемого катода и системы в целом.



2. Обзор углеродных материалов показывает, что перспективы их прикладного использования тесно связаны с технологиями их получения. Этот фактор определяет сравнительно широкое использование алмазоподобного углерода в виде DLC-покрытий, которые получают по вакуумной ионно-плазменной технологии, тогда как получение ионно-плазменных покрытий из таких уникальных углеродных материалов, как фуллерен, нанотрубки, кубан, графен, нецелесообразно по целому ряду причин, приведенных в сделанном обзоре.
3. Вариации технологических параметров ионно-плазменного напыления позволяют получать углеродные покрытия различных типов и моделировать их свойства за счет изменения соотношения электронных конфигураций углерода  $sp^3/sp^2$ . Использование в ионно-плазменной установке нескольких катодов в сочетании, например, с лазерным испарением графита открывает перспективы формирования сложных по составу и архитектуре легированных или композиционных (комбинированных) покрытий, сочетающих слои или частицы карбидов, нитридов с DLC-матрицей. Тем самым обеспечивается возможность получения новых научных результатов, в том числе в области новых сфер применения DLC-покрытий трибологического назначения.
4. Алмазоподобные покрытия выделяются среди углеродных материалов склонностью к наноструктурированию, которая также связана с соотношением гибридизаций  $sp^3/sp^2$ . Это свойство DLC-покрытий открывает перспективу научного поиска оптимальной структуры покрытия для различных сфер трибологического применения, определяет научный интерес диссертации и является аргументом для обоснования выбора объекта настоящего исследования.
5. Обзор литературных данных показывает, что прогнозируемое управление процессом получения вакуумных ионно-плазменных покрытий представляет собой серьезную проблему в современной инженерии поверхности, связанную с большим количеством факторов различной природы, определяющих работоспособность покрытия. Поэтому одной из задач диссертационной работы является установление универсальных зависимостей между группой

вариативных технологических параметров и свойствами покрытия, которые помогут сократить общее число управляющих параметров, снизить влияние флуктуационного фактора в технологии нанесения покрытий и тем самым приблизиться к решению проблемы надежного прогнозирования свойств DLC-покрытий.

6. Еще одной важной задачей работы, наметившейся в процессе обзора литературных данных, является исследование возможности стабилизации толщины DLC-покрытий растворенными атомами азота. Существующие технологии ионно-плазменного получения углеродных покрытий предусматривают использование водорода для этой цели. В качестве водородсодержащих газов в рабочей камере вакуумной установки используются ацетилен или метан, из-за чего процесс напыления приобретает повышенную пожаро- и взрывоопасность. Применение азота исключает риски подобного характера. Этот путь пока еще недостаточно исследован и слабо представлен в научной литературе, посвященной алмазоподобным покрытиям, что делает это научное направление настоящей диссертационной работы весьма актуальным.
7. В большом количестве публикаций, представленных в обзоре, обращается внимание на то, что трибологическое поведение тонких пленок и покрытий контролируется переходным слоем, формирующимся в процессе трения и представляющим собой модифицированный верхний слой пленки. Авторы всех этих работ сходятся в том, что износостойкость исследованных покрытий в большой степени определяется состоянием контактного трибослоя, образующегося в процессе трения на поверхности DLC. Особо актуален этот вопрос для покрытий сложного состава, например для покрытий класса a-C:H:Me или DLC-Me, при трении и износе которых формируется трибослой, состоящий из сложных комплексов, включающих углерод, Me-C и Me-O. Проведенный анализ работ, посвященных различным углеродным покрытиям, подчеркивает важность всестороннего исследования механизмов изнашивания, состояния поверхности трения, процесса образования и эволюции

трибослоя с включением его характеристик в состав оптимизационных признаков покрытия.

8. Литературный обзор демонстрирует актуальность создания и исследования комбинированных покрытий класса MeC(MeN)/a-C:H, в частности покрытий систем TiAlN/DLC и CrAlSiN/DLC. В публикациях прогнозируется существенное снижение коэффициента трения и повышение износостойкости узлов трения при использовании таких покрытий. При этом экспериментально показано, что смазочная среда не оказывает существенного влияния на антифрикционные свойства покрытий. Отмечается также целесообразность более высокого содержания связей  $sp^2$  в углеродных покрытиях, которое способствует образованию графитоподобного переходного слоя во время скольжения и приводит к снижению скорости износа.
9. Проведенный анализ проблемы трибологии нанокристаллических материалов показал, что для получения высокой адгезии покрытия к подложке и формирования сжимающих напряжений в покрытии и на границе с подложкой необходимо измельчение соседствующих зон. Это достигается формированием наноструктурных покрытий на наноструктурированной подложке. Эта теоретическая концепция может быть успешно реализована при использовании вакуумной ионно-плазменной технологии для имплантации подложки и при нанесении углеродных покрытий, весьма склонных к аморфизации и наноструктурированию.
10. В качестве перспективного направления исследований, связанных с использованием углеродных ионно-плазменных покрытий семейства DLC для триботехнического назначения, следует отметить возможность формирования DLC-покрытий с прогнозируемым уровнем теплопроводности. Задача решается отработкой технологического режима для нанесения покрытия с заданными структурно-фазовыми характеристиками, определенными в соответствии с разработанной специализированной методикой аналитического расчета теплопроводности покрытия.

## Глава 2. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1 Требования к качеству поверхности и методика подготовки подложки к нанесению покрытий

В качестве подложек в работе были использованы полированные (не ниже 10-го класса чистоты с  $R_a \leq 0,12$  мкм и  $R_z \leq 0,6$  мкм по ГОСТ 2789-73) пластинчатые образцы с размерами 50×30×5 мм из широко распространенной в машиностроении конструкционной низколегированной улучшаемой стали 40ХН2МА (рисунок 2.1). Для равномерного нанесения покрытий с двух сторон образца, пластины подвешивались на специальной вращающейся оснастке в рабочей камере вакуумной установки (см. раздел 2.2). По этой причине образцы имели технологическое отверстие (см. рисунок 2.1).

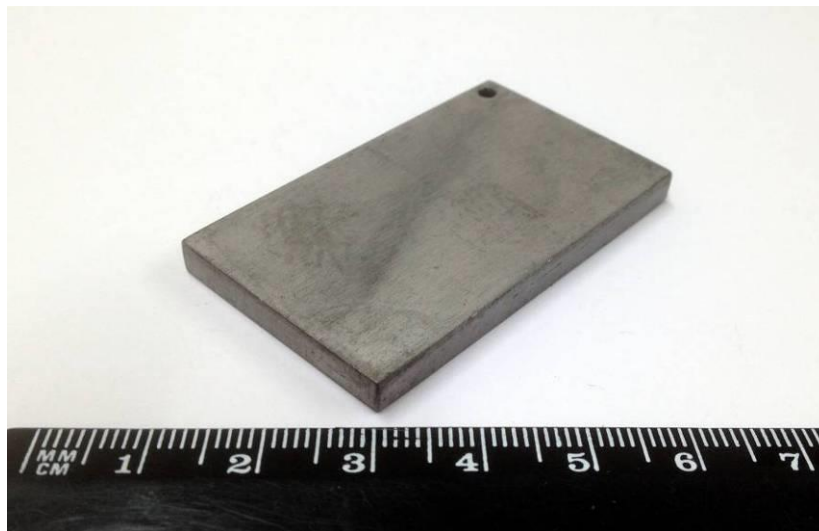


Рисунок 2.1 – Общий вид пластинчатых образцов (с технологическим отверстием) из стали 40ХН2МА, использованных в работе для нанесения покрытий и проведения исследований (показан образец с нанесенным углеродным покрытием)

Целесообразность выбора материала подложки обусловлена прикладным аспектом перспективного использования DLC-покрытий в машиностроительных нагруженных узлах трения [84, 107, 117], контактные поверхности которых часто

изготавливаются из этой стали. Машиностроительные изделия из стали 40ХН2МА, в том числе применяемые в узлах трения, обычно используются в термически обработанном состоянии после закалки и высокого отпуска 600 °С с сорбитной структурой. Такая структура обеспечивает в целом высокий комплекс достаточной прочности и высокой пластичности. Однако с исследовательскими целями в работе использовались также образцы стали 40ХН2МА после низкого отпуска при 200 °С со структурой отпущенного мартенсита. Физико-механические характеристики использованных образцов-подложек из стали 40ХН2МА составляли (величины  $H$ ,  $E$ ,  $H/E$ ,  $H^3/E^2$  более подробно рассмотрены в разделе 2.4):

– после закалки и высокого отпуска (структура сорбита):

$$H = 2,5 \text{ ГПа}; E = 200 \text{ ГПа}; H/E = 0,0125; H^3/E^2 = 0,00039 \text{ ГПа};$$

– после закалки и низкого отпуска (структура мартенсита):

$$H = 5,2 \text{ ГПа}; E = 200 \text{ ГПа}; H/E = 0,026; H^3/E^2 = 0,00352.$$

По сравнению с аналогичными физико-механическими характеристиками алмазоподобных покрытий использованные в работе образцы с сорбитной структурой представляют собой «мягкую» (пластичную) подложку, а образцы с мартенситной структурой – твердую подложку. Существенная разница в свойствах подложки и покрытия может негативно сказываться на адгезии покрытий, поэтому в работе использованы также варианты DLC-покрытий с подслоем Ti или TiN. Разнообразие вариантов подложек и подслоев определило круг вопросов для исследования влияния границы «покрытие – подложка» на адгезию покрытий и их трибологические свойства.

Качество поверхности подложки является важным фактором, определяющим работоспособность покрытий при трении. Специфика роста вакуумных ионно-плазменных покрытий при осаждении на подложку заключается в точном воспроизведении рельефа поверхности. В процессе формирования, например, столбчатой или волокнистой структуры покрытий кристаллы растут в направлении, нормальном поверхности рельефа подложки. При разветвленном рельефе растущие кристаллы достаточно быстро

сталкиваются друг с другом, что ведет к формированию дефектов роста и внутренних напряжений в покрытии, которые в конечном итоге приводят к трещинам, отслоениям, скалыванию покрытий. При эпитаксиальном послойном осаждении покрытия эти дефекты формируются менее активно. Примеры дефектов в исследованных ионно-плазменных покрытиях на основе углерода приведены на рисунке 2.2.

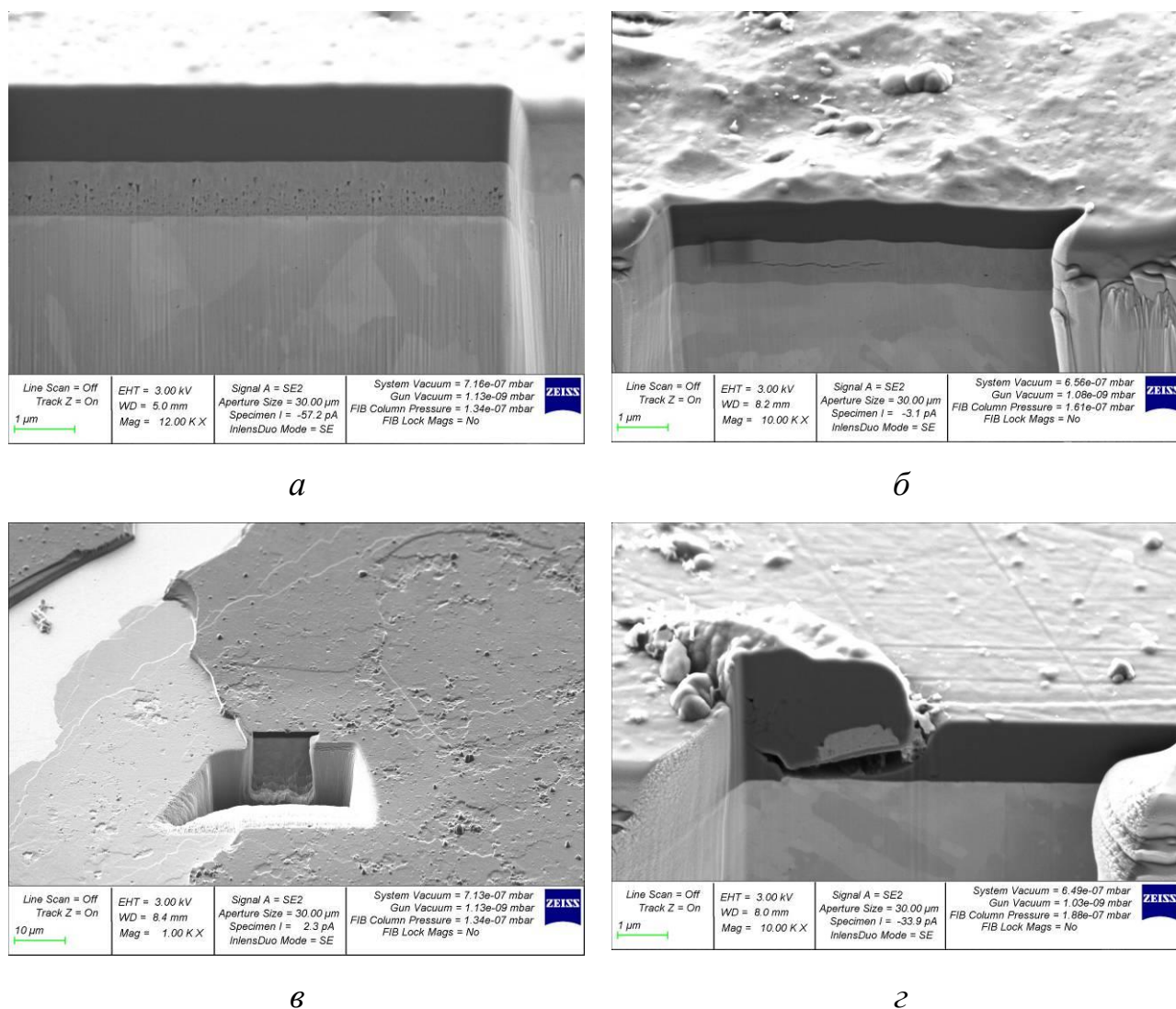


Рисунок 2.2 – Дефекты покрытий на основе углерода, РЭМ, кросс-секции:

*a* – поры в подслое Ti с DLC-покрытием; *б* – трещина в подслое TiN с DLC-покрытием; *в* – скалывание DLC-покрытия с подслоем Ti; *г* – дефект роста DLC-покрытия (без подслоя), приводящий к отслоению покрытия

Все дефекты покрытий, приведенные на рисунке 2.2, обусловлены двумя факторами:

- некачественной подготовкой поверхности подложки, выражающейся в наличии разветвленного рельефа (рисунок 2.2, б) или каких-либо ее значительных локальных неровностей (рисунок 2.2, г), а также в присутствии оксидных пленок;
- ошибками в выборе значений технологических параметров нанесения покрытий (рисунок 2.2, а, в), которые, как правило, приводят к повышенным внутренним напряжениям в самих покрытиях или на границах слоев различной природы в комбинированных покрытиях, а также на границе «покрытие – подложка».

Для устранения их влияния поверхность подложки полируется до указанных выше требований ГОСТ 2789-73, а перед нанесением покрытий – подвергается ионной очистке в рабочей камере вакуумной установки по режимам, приведенным в следующем разделе диссертации. Кроме того, перед выполнением экспериментальных работ по формированию новых морфологических типов ионно-плазменных покрытий проводилась отработка режимов нанесения, критерием качества которой была бездефектная структура покрытий.

## **2.2 Оборудование и режимы нанесения углеродных и комбинированных покрытий**

Поскольку цель настоящего диссертационного исследования включает выявление зависимостей между технологическими параметрами нанесения покрытий и их функциональными свойствами и на этой основе – разработку технологических принципов формирования заданных свойств покрытий, то данный методический раздел имеет особое значение для результатов, полученных в работе.

Для выполнения программы нанесения углеродных и комбинированных покрытий была использована установка BRV600, предназначенная для формирования многослойных, многокомпонентных, многофазных вакуумных ионно-плазменных покрытий различной природы методом PVD. Установка разработана и смоделирована научным коллективом РГУПС, после чего произведена в Республике Беларусь (производитель ООО «БелРосВак», г. Минск).

Она оснащена блоками трехкатодного дугового испарения металлических материалов с магнитной сепарацией, магнетронной системой испарения мишеней различного состава и оборудованием лазерного испарения графита для создания углеродных покрытий, в том числе класса DLC. Также установка оснащена мощным ионным источником для глубокой очистки поверхности подложки перед нанесением покрытия. Уникальность данной установки заключается в универсальном подходе выполнения программ нанесения покрытий разными методами PVD и их чередованием без выемки образцов из рабочей камеры, что существенно повышает качество наносимых покрытий из-за отсутствия влияния внешней среды. Ввиду уникальности компоновки и параметрической системы вакуумной установки BRV600 необходимо представлять ее общее устройство и расположение блоков аппаратуры, которые показаны на рисунках 2.3 и 2.4.

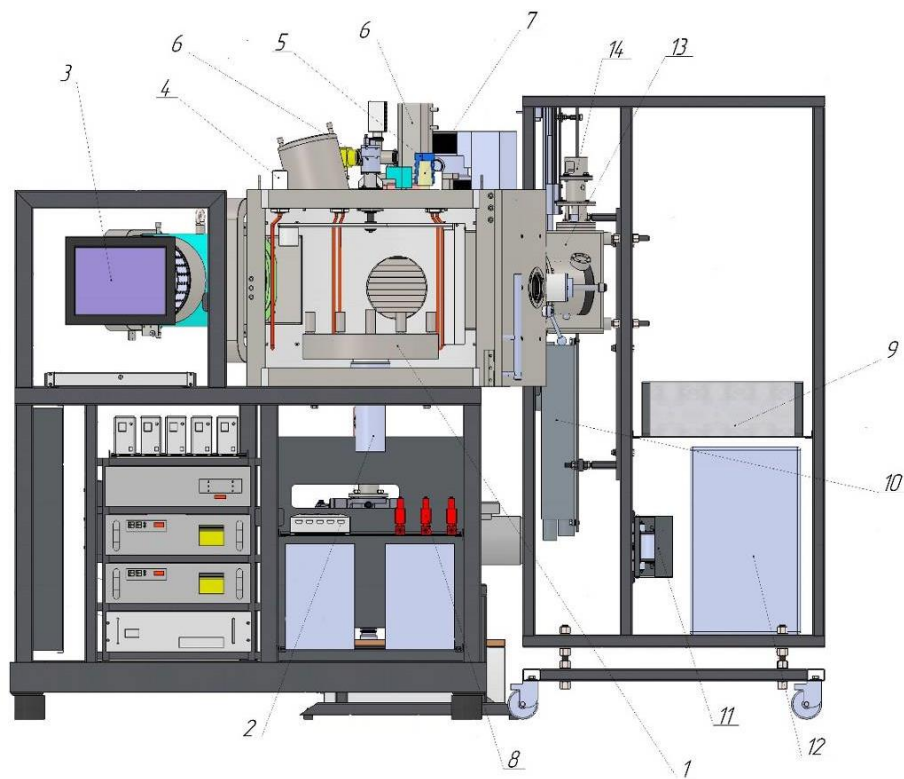


Рисунок 2.3 – Общий вид установки BRV600 во фронтальной проекции (*вид спереди*) с модулями магнитного сепаратора и присоединенного углеродного блока (*справа*): 1 – вращающийся стол (оснастка) для размещения напыляемых образцов и изделий; 2 – привод вращения стола; 3 – сенсорный монитор; 4 – система нагрева образцов; 5 – низковакуумный датчик; 6 – узел заслонки; 7 – высоковакуумный датчик; 8 – система газонапуска с расходомерами; 9 – блок зарядки емкостного аккумулятора; 10 – лазер; 11 – емкостной аккумулятор; 12 – блок питания лазера; 13 – импульсно-дуговой испаритель; 14 – степпер



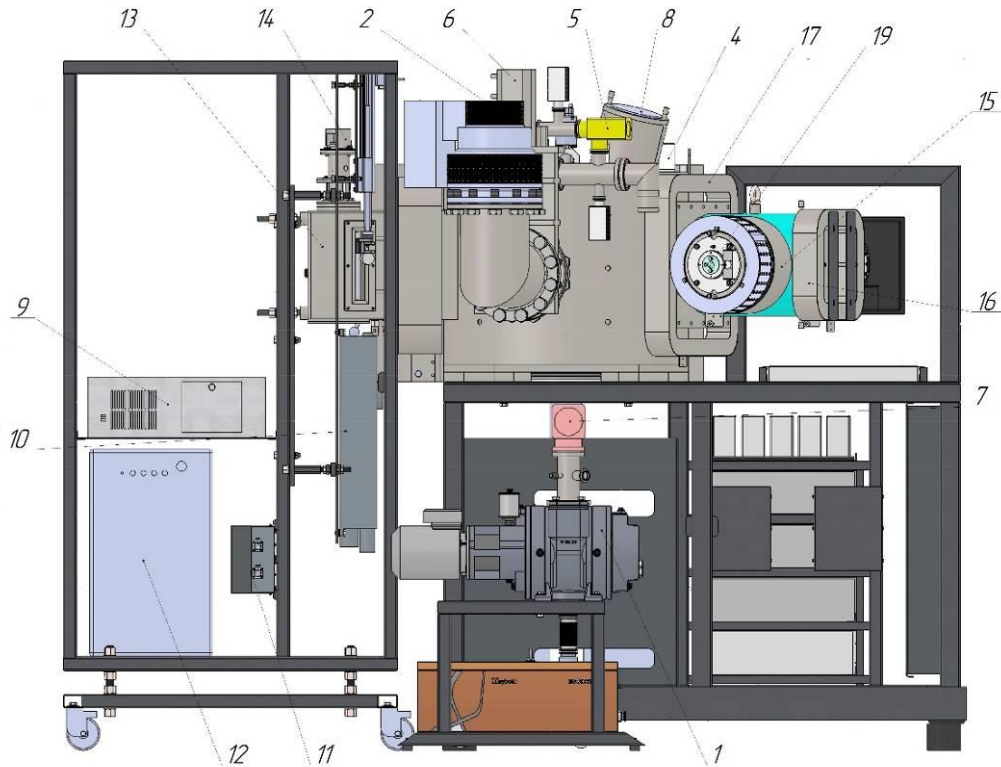


Рисунок 2.4 – Общий вид установки BRV600 во фронтальной проекции (вид сзади) с модулями магнитного сепаратора и присоединенного углеродного блока (слева):

1 – двухступенчатый форвакуумный насос; 2 – турбомолекулярный насос; 4 – система нагрева образцов; 5 – байпасный клапан; 6 – узел заслонки; 7 – аварийный клапан; 8 – соленоид дугового испарителя № 3; 9 – блок зарядки емкостного аккумулятора; 10 – лазер; 11 – емкостной аккумулятор; 12 – блок питания лазера; 13 – импульсно-дуговой испаритель; 14 – стейпер; 15 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 2); 16 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 3); 17 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 4); 18 – соленоид несбалансированного магнетрона (№ 5); 19 – соленоид дугового испарителя (№ 1)

Как показано на рисунке 2.4, на установке BRV600 установлено *пять* соленоидов (индукционных катушек): соленоиды № 1, 2, 3 используются для магнитной сепарации (т. е. для устранения капельной фазы в ионном потоке) при нанесении металлокерамических покрытий в основной камере; соленоиды № 4, 5 применяются при получении углеродных покрытий, при этом величина тока катушек регулирует интенсивность потока осаждаемого углерода. Поэтому

рассматриваемый в дальнейшем такой варьируемый параметр, как ток индукционных катушек  $\lambda$  (см. далее), определяет интенсивность потока углерода при нанесении покрытия и определяется значениями тока соленоидов № 4 и 5.

Для разработки технологического процесса получения покрытий на основе углерода были использованы следующие физические методы PVD:

– *ионная очистка поверхности подложки* с помощью ионного источника: ионный источник представляет собой торцевой холловский ускоритель; в основу энергетической стимуляции процесса очистки поверхности подложки положен принцип формирования плазмы и получения интенсивных потоков ионов в скрещенных электрическом и магнитном полях (ионная бомбардировка);

– *ионное нанесение покрытий на образец происходит из металлической плазмы паров материала электрода, образованных дугой – низковольтным сильноточным разрядом*; метод конденсации металлической плазмы с использованием ионной бомбардировки (метод КИБ) исполнен в технологическом модуле установки BRV600 и применяется в процессе нанесения металлических или металлокерамических покрытий на подложку после ее ионной очистки;

– для получения высококачественных конденсатов (покрытий) с широким диапазоном свойств, в технологический процесс вакуумной установки BRV600 включена система *магнитной сепарации плазмы*; она выполняет в процессе нанесения покрытия функцию качественного отделения капельной фазы; сепарация происходит за счет того, что плазменный поток распространяется вдоль силовых линий магнитного поля, которое не оказывает на каплю существенного воздействия из-за её большой массы и малого заряда, поэтому траектории плазменного и капельного потоков расходятся, в результате поток капель не попадает на подложку, что позволяет реализовать ионное осаждение покрытий на подложку с отсутствием капельной фазы;

– катодно-дуговое осаждение PVD-метода использовано в модуле *импульсно-дугового испарителя* вакуумной установки BRV600 для нанесения *углеродных покрытий*, в том числе класса алмазоподобных (DLC).

Импульсно-дуговой испаритель, представленный на рисунке 2.5, имеет лазерную систему инициализации (поджига) дугового разряда, оснащенную устройством регулируемого перемещения точки фокусировки на поверхности

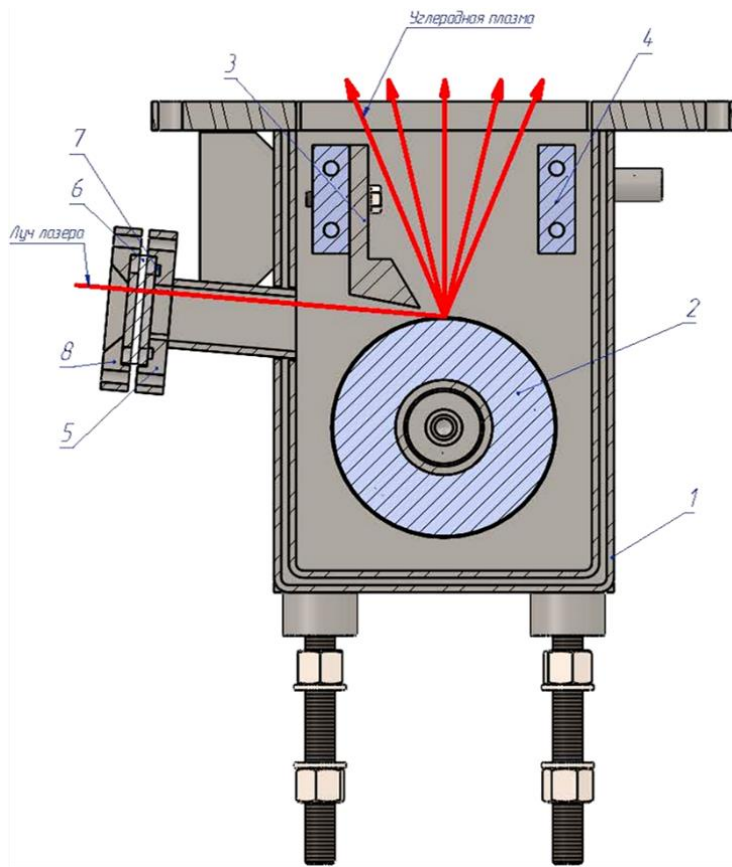


Рисунок 2.5 – Устройство импульсно-дугового испарителя установки BRV600 в нормальной проекции (вид сверху):

- 1 – корпус; 2 – катод; 3 – анод; 4 – анод;  
5 – фланец; 6 – кварцевое стекло;  
7 – прокладка; 8 – фланец

катода на расстояние 200 мм. Между катодом 2 и анодом 3, гальванически соединенными с накопителем электрической энергии – батареей конденсаторов емкостью 2000 мкФ, изначально создана разность потенциалов 250...300 В. Луч лазера направляется через оптический ввод и фокусируется на поверхности катода 2. Вследствие абляции (распыления материала катода) повышается проводимость зазора между катодом 2 и анодом 3 (см. рисунок 2.5), и в этот момент происходит разряд батареи конденсаторов. По мере нарастания тока разряда на поверхности катода возникает

катодное пятно дугового разряда, ток разряда при этом лавинообразно возрастает (до 10 кА). Из катодного пятна испаряется материал углеродного катода, при этом поток паров углерода сильно ионизирован. Разряд имеет длительность около 250 мкс, длительность разряда определяется емкостью накопителя и суммой электрических сопротивлений разрядного промежутка и соединения «накопитель – разрядный промежуток». По завершении разряда оптическая система лазерной инициализации за счет вертикального перемещения зеркала фокусирует импульс

излучения в точке поверхности катода, отстоящей на 1 мм от предыдущей. После этого цикл разряда повторяется.

Технологический процесс нанесения углеродных и комбинированных покрытий заключается в проведении следующих операций:

1. Подготовка образцов, шероховатость поверхности которых должна удовлетворять приведенным выше требованиям (см. раздел 2.1), и их комплектование для загрузки в камеру и нанесения покрытий в одном технологическом цикле (группировка по однотипной конструкции, одинаковым массе и исходному материалу).

2. Очистка образцов электроимпульсным полированием в водном растворе солей аммония низкой концентрации (3...6 %) в течение 4...8 мин.

3. Ультразвуковая обработка образцов в течение 10...15 мин.

4. Сушка образцов в сушильном шкафу в течение 5...10 мин.

5. Контроль изделий после очистки с помощью лупы или бинокулярного микроскопа. На поверхности подготовленных изделий не должно быть жировых пятен, заусенцев, царапин.

6. Монтаж образцов на оснастку и загрузка в камеру.

7. Закрепление оснастки с образцами в камере вакуумной установки, на вращающейся платформе (столе) планетарного типа.

8. Откачка камеры через байпасный клапан, при помощи форвакуумного насоса до давления  $2 \cdot 10^{-2}$  Па.

9. Откачка камеры турбомолекулярным насосом с перекрытием форвакуумного клапана до давления  $5 \cdot 10^{-4}$  Па.

10. Включение привода вращения платформы (стола) планетарного типа и разгон до скорости 6 об/мин.

11. Включение блока нагревателей типа ТЭН и программирование нагрева образцов в камере до температур: 450 °С при напылении металлических или металлокерамических покрытий; 250 °С при напылении углеродных покрытий.

12. Активация (очистка) поверхности образцов в течение 5...15 мин с помощью ионного источника АИДА ионами Ar (значение регулятора расхода газа

(PPГ Ar) – 50 %, парциальное давление Ar – 4,2...5,4 Па) при давлении в камере ~0,7 Па, температуре ~400 °С и при включенном блоке смещения опорного напряжения (BIOS) с параметрами: напряжение – 1000 В; ток – 2000 мА; мощность – 5000 Вт.

13. Выполнение процесса ионного осаждения подслоя вакуумным электродуговым разрядом с катода Ti для получения подслоя из чистого титана или нитрида титана, а также испарением с двух катодов (чистого Cr и силумина системы Al-Si) при осаждении износостойкого слоя CrAlSiN комбинированных покрытий.

14. Выполнение процесса ионного осаждения из паровой фазы углеродных покрытий класса DLC методом импульсно-дугового испарения с инициализацией (поджигом) дугового разряда через лазерную систему по технологической схеме, показанной на рисунке 2.5. При выполнении процесса ионного осаждения углеродных покрытий из паровой фазы, в системе газонапуска расходомер регулирует давление азота, используемого для стабилизации покрытий DLC (подробнее об этом – см. главу 3).

В отношении двух заключительных пунктов (п. 13 и 14) привести точные значения параметров напыления не представляется возможным, так как технологические параметры стадий формирования подслоя и основного углеродного покрытия как раз и являются предметом экспериментальных исследований. Однако среди них можно выделить группы фиксированных и варьируемых параметров, сократив тем самым чересчур большое количество переменных, значения которых влияют на конечный результат – свойства формируемых покрытий.

Поскольку система изначально является многопараметрической, в целях сокращения объема экспериментов, обеспечения воспроизводимости экспериментальных результатов, возможности более точного анализа полученных результатов часть параметров должна быть фиксированной. В процессе отработки рабочих режимов установки BRV600 в качестве *фиксированных параметров* стадии нанесения покрытия были приняты характеристики импульсно-дугового

испарителя углеродного блока установки, которые оставались неизменными в ходе всех выполненных экспериментальных работ:

- источник испарения графита – лазер (без усилителя) с задержкой  $Q_{sw} = 350$  мкс;
- напряжение разрядника – 300 В;
- частота лазера – 10 Гц;
- энергия лазерного излучения – 600...700 мДж;
- скорость сканирования катода (скорость перемещения степпера) – 1 мм/с;
- лазерное сканирование выполнялось по торцевой поверхности катода, вращающегося вокруг оси цилиндра со скоростью 1 об/мин;
- использовались цилиндрические катоды из порошкового графита ВП-6.

В качестве *варьируемых параметров*, которые определяют диапазон измеряемых и оптимизируемых свойств покрытия, выбраны:

- давление в рабочей камере  $P = 0,011...0,31$  Па;
- ток индукционных катушек (соленоидов)  $\lambda = 1...5$  А;
- величина подачи азота в камеру  $\%N = 1...20$  (определяется в % по регулятору подачи газа на установке);
- время нанесения покрытия  $t = 10...35$  мин.

Отдельного внимания заслуживает параметр %N. Его подробный анализ приведен в главе 3.

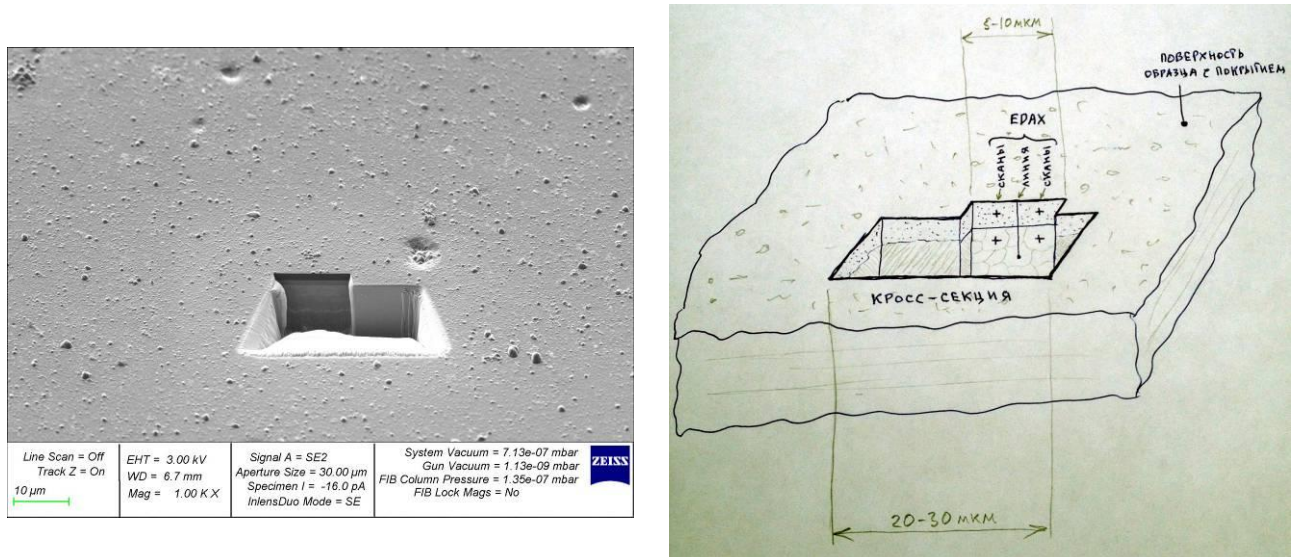
### **2.3 Методы аттестации состава и структуры покрытий**

Основной объем исследования состава и структуры покрытий был выполнен с использованием методик сканирующей электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального (энергодисперсионного) анализа, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

Аттестация микроструктуры образцов-подложек проводилась методами *оптической металлографии* с использованием бинокулярного стереомикроскопа, микроскопа ЕС МЕТАМ РВ 22 (ЛОМО, СПб., Россия) и фотомикроскопа

отраженного света NEOPHOT 21 (Carl Zeiss, Германия). Пробоподготовка при изготовлении микрошлифов для оптической металлографии осуществлялась на оборудовании Sruers Tegra Mini. Для травления стальных образцов подложек был использован стандартный реактив Ржешотарского – 4 %-ный раствор азотной кислоты  $\text{HNO}_3$  в этиловом спирте.

Толщина, микроструктура, состояние поверхности и тонкое строение покрытий изучалось методами *растровой электронной микроскопии* (РЭМ, SEM) с использованием однолучевой «ZEISS EVO MA 18» и двухлучевой «ZEISS Crossbeam 340» установок с получением изображений в излучениях низкоэнергетических вторичных (SE) и обратно-рассеянных (BSE) электронов. Режим получения изображений во вторичных электронах позволяет изучать топографию (рельеф) поверхности исследуемого образца, а изображение в обратно-рассеянных электронах создает картину фазового контраста поверхности. Двухлучевой РЭМ сочетает электронно-микроскопическое исследование высокого разрешения (до 2 нм) с возможностью травления и подготовки кросс-секций на поверхности изучаемого образца непосредственно в вакуумной камере микроскопа путем использования ионного пучка (FIB), что обеспечивает возможность глубокого исследования любого рода поверхностей на уровне наноструктуры. При исследовании покрытий малой толщины и тонких пленок метод подготовки кросс-секций (поперечных сечений) с помощью встроенного в вакуумную рабочую камеру РЭМ мощного ионного источника является незаменимым инструментом исследования тонкого строения покрытий. На рисунке 2.6 показаны изображения плоской кросс-секции, изготовленной в направлении нормальном поверхности покрытия. Рисунок 2.6 представляет кросс-секцию в том положении, в котором ее видит наблюдатель на мониторе РЭМ (с наклоном в сторону наблюдателя под углом 15–35 град.).



а

б

Рисунок 2.6 – Кросс-секция в поверхности образца с покрытием, выполненная с помощью ионного пучка в вакуумной камере электронного микроскопа ZEISS Crossbeam 340 (а), и ее схематическое изображение с элементами исследования поперечного сечения покрытий (б)

Кросс-секции, подготовленные по методике рисунка 2.6, позволяют как исследовать нано- и микроструктуру покрытий и тонких пленок в поперечном сечении, так и определять элементный состав покрытия (вдоль линии секущей или размещая скан/зонд в нужной точке сечения, как показано на рисунке 2.6, б).

Линейная оценка толщины слоев, размеров включений и фазовых составляющих структуры, пор и т. д. выполнена с использованием ПО AZtec, установленного на электронном микроскопе.

*Химический состав* покрытий определялся с помощью энергодисперсионного рентгеновского детектора (EDAX) модели X-Max 50N (Oxford Instruments), которым оснащено большинство электронных микроскопов, выпускаемых компанией Carl Zeiss, в том числе использованные в настоящей работе РЭМ ZEISS EVO MA 18 и ZEISS Crossbeam 340.

Для повышения точности данных изучения элементного и фазового состава поверхности, тонких поверхностных слоев, пленок и покрытий были выполнены экспериментальные исследования с помощью системы анализа поверхности



SPECS (Германия) методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (далее – РФЭС). В качестве возбуждающего излучения была выбрана  $AlK\alpha$  – рентгеновская монохроматизированная линия с энергией 1486,6 эВ [4]. Энергетическое разрешение анализатора при постоянной энергии пропускания составило 0,45 эВ на линии  $Ag3d_{3/2}$ . Вакуум при съемке спектров поддерживался на уровне  $1 \cdot 10^{-10}$  мбар. Погрешность измерения энергии связи и ширины электронных линий на полувысоте (ПШПВ) составляла  $\pm 0,1$  эВ, а при измерении относительных интенсивностей –  $\pm 10$  %.

С поверхности изучаемых образцов были получены обзорные спектры, которые позволяют определить элементы на поверхности и их химические связи [5], что дает основания судить о том, в состав какой фазы входит этот элемент. В системе анализа поверхности установки SPECS имеется возможность с помощью ионной пушки распылять поверхность и снимать спектры по глубине. Специальная, встроенная в SPECS программа для разложения и обработки экспериментальных спектров позволяет разложить экспериментальные спектры на составляющие (компоненты), каждая из которых соответствует определенной химической связи. Большое значение имеет как статистика эксперимента, позволяющая получать гладкие кривые, так и шаг сканирования. Спектры в большинстве случаев получались с шагом сканирования в 0,1 эВ и числом импульсов на максимуме до ста тысяч. Неопределенность в профиле спектральной линии в этом случае достигает порядка  $\sim 0,3$  %, а относительная погрешность (отношение интенсивности двух линий) не больше 2...3 %. Таким образом, метод РФЭС позволяет с большой точностью экспериментально установить изменения содержания элемента и его химических связей по глубине тонкого слоя, пленки или покрытия. В частности, в рамках выполненных исследований с помощью метода РФЭС количественно определялось соотношение графитной и алмазной электронных конфигураций углерода  $sp^2/sp^3$ , значение которого позволяет отнести покрытие к классу алмазоподобных (DLC), если величина  $sp^2/sp^3$  превышает 70 %. Определение соотношения  $sp^2/sp^3$  в синтезированных пленках производилось по дифференциальным  $C(KVV)$  оже-

электронным спектрам. Для количественных оценок в качестве исходных базисных спектров брались C (KVV) оже-спектры графита, в которых содержание фракции  $sp^2 = 1$ , и алмаза, где содержание фракции  $sp^2 = 0$ , которые обычно используются для идентификации формы гибридизации атомов углерода [118].

## **2.4 Методики определения физико-механических характеристик углеродных и комбинированных покрытий**

Исследование твердости  $H$  и модуля упругости  $E$  проводили на приборе NanoTest 600. Посредством изменения нагрузки в широких пределах платформа позволяет проводить измерения в нано- и микромасштабе. По методу непрерывного индентирования [119] определяли модуль упругости  $E$  и твердость  $H$ . Поскольку величина  $E$  не зависит от структуры измеряемого материала, модуль упругости  $E$  относят к физическим свойствам. Твердость  $H$ , наоборот, в высшей степени зависима от структуры, поэтому относится к механическим свойствам материала. В силу этого терминологического различия расчетные соотношения  $H/E$  и  $H^3/E^2$  (подробнее о них см. далее) классифицируются как физико-механические свойства.

Проведение измерений твердости  $H$  и модуля упругости  $E$  в нанодиапазоне и микродиапазоне требует использования различных типов инденторов. Так, в нанодиапазоне использовали трехгранный индентор Берковича, обеспечивающий глубину отпечатка не более 0,2 мкм, а в микродиапазоне – четырехгранный индентор Виккерса с глубиной отпечатка более 0,2 мкм, в соответствии с ГОСТ 8.748-2011 [120]. Измерения проводились на 3...7 однотипных образцах. Отпечатки размещались в каждой из трех различных, удаленных друг от друга, случайно выбранных на поверхности каждого образца зон позиционирования оптической системы платформы Nanotest 600 (система обеспечивает увеличение при позиционировании до 1000 крат). В пределах каждой зоны инденты размещались равномерно, с минимально возможной плотностью. При статистической обработке результатов измерений учитывалось не менее 10 значений индентов в каждой зоне позиционирования. При этом общее количество

индентов в каждой зоне было различным и зависело от качества поверхности покрытия, поскольку отпечатки, попавшие на поверхностные дефекты или значительные неровности рельефа, при статистической обработке данных не учитывались.

Среди полученных результатов измерений в диссертации приводятся в основном средние значения измеренных величин (если не оговаривается иное), полученные с учетом рекомендаций статистической обработки данных по ГОСТ Р 50779.25-2005 и ГОСТ Р ИСО 16269-4-2017 [121, 122].

В работе помимо анализа физико-механических параметров – твердости  $H$  и модуля упругости  $E$  нами исследовались дополнительно две характеристики: соотношение  $H/E$  – сопротивление упругой деформации и  $H^3/E^2$  – сопротивление пластической деформации. Исследованиями [70, с. 133] установлено, что эти два параметра влияют на трибологические свойства трибосистем.

Результаты выполненных исследований физико-механических характеристик покрытий подвергались статистической обработке данных по методикам, изложенным в разделе 2.6, далее они загружались в сформированную базу данных и анализировались с помощью методик регрессионного анализа, алгоритмов машинного обучения и нейросетевых технологий, представленных в главе 3.

## **2.5 Испытания трибологических свойств покрытий**

Трибологические испытания покрытий проводились на машине трения TRB (Anton Paar Tritec) в соответствии с методиками DIN 50324-1992 и ASTM G99-2017 [124, 125]. Испытание на трение углеродных и комбинированных покрытий проводилось по схеме «штифт – пластина» – движение по окружности диаметром 6 мм (рисунок 2.7, б), контробразцом служил шарик диаметром 6,35 мм из твердого сплава – кермета WC-Co. Усилие на штифте изменялось в диапазоне 1,0...10,0 Н. Выходными параметрами испытаний служили коэффициент трения  $\mu$  и длина пути (дорожки трения)  $L$ , пройденного образцом до разрушения покрытия и измеряемого в метрах. Исследовались пластинчатые образцы с нанесенными

покрытиями различных типов (см. рисунок 2.1) и дорожками трения, полученными при разных нагрузках (1, 5 и 10 Н<sup>1</sup>) – рисунок 2.7, *а*. Для удобства трибологических испытаний и дальнейших исследований исходные пластинчатые образцы были разделены на части в соответствии с компактным размещением дорожек трения на их поверхности, как это показано на рисунке 2.7, *а*.

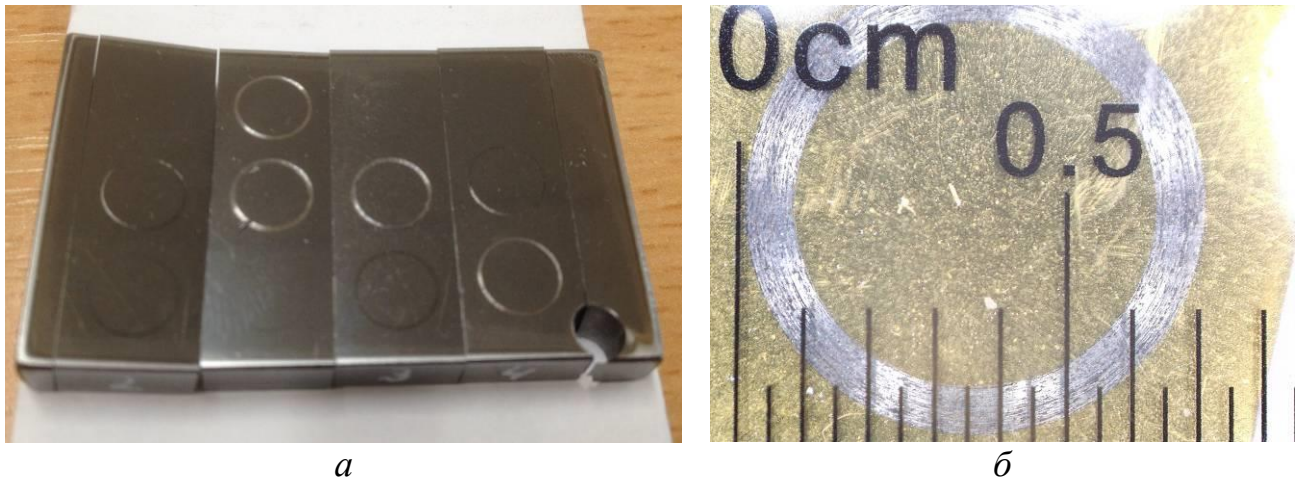


Рисунок 2.7 – Пластинчатый образец-подложка из стали 40ХН2МА с нанесенным DLC-покрытием после трибологических испытаний: *а* – видны дорожки трения, полученные при различных значениях нагрузки; *б* – единичная дорожка трения на поверхности покрытия (оптическая микроскопия с миллиметровой шкалой при увеличении 25×)

Результаты проведенных испытаний подвергались статистической обработке данных по методикам, изложенным в следующем разделе диссертации (раздел 2.6), далее они загружались в сформированную базу данных и анализировались с помощью методик регрессионного анализа, алгоритмов машинного обучения и нейросетевых технологий, представленных в главе 4.

## 2.6 Методы статистической обработки данных, формирования и использования базы полученных экспериментальных данных

Статистическая обработка экспериментальных данных в работе выполнялась в соответствии со стандартными рекомендациями [126–128].

<sup>1</sup> Удельная нагрузка  $P$  при 1Н = 451,2 МПа; 5Н = 771 МПа; 10Н = 972 МПа.

В качестве нулевой гипотезы при оценке совокупности полученных экспериментальных данных какой-либо величины принималась гипотеза о нормальном распределении этой величины. Т. е. во всех выполненных процедурах статистической оценки данных предполагается, что исходные экспериментальные данные подчиняются нормальному закону распределения. В качестве математического ожидания  $\mu$  нормального закона распределения принималось либо среднее значение  $\hat{\mu} = \bar{x}$  генеральной совокупности (далее – среднее значение) при точечном оценивании параметра  $\mu$ , то есть в виде одного численного значения  $\bar{x}$ , либо  $(\mu_M - \mu_L)$  при интервальном оценивании  $\mu$ , т. е. в виде доверительного интервала  $\Delta x$ , где  $\mu_M$  и  $\mu_L$  – верхняя и нижняя доверительные границы параметра  $\mu$ ;  $x$  – значение наблюдаемой величины (в нашем случае – экспериментальные данные);  $\bar{x}$  – среднеарифметическое значение. В соответствии с этим выполнялось и оценивание стандартного (среднеквадратичного) отклонения  $\sigma$  нормально распределенной случайной величины  $\mu = x$ : точечная оценка параметра  $\sigma$  в виде  $\hat{\sigma} = S$ ; интервальная оценка параметра  $\sigma$  в виде  $(\sigma_M - \sigma_L)$ , где  $\sigma_M$  и  $\sigma_L$  – верхняя и нижняя доверительные границы параметра  $\sigma$ ;  $S$  – выборочное стандартное (среднеквадратичное) отклонение; расчетные формулы:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}}, \quad S = \sqrt{\frac{(x - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (2.1)$$

где  $n$  – объем выборки (степень свободы).

Для дисперсии  $D$  генеральной совокупности проводится только точечная оценка в виде:  $D = \sigma^2$ . Фактически дисперсия представляет собой сумму квадратов отклонений значений совокупности  $x_i$  от среднего  $\bar{x}$ , деленных на число степеней свободы  $\nu = n - 1$ .

Для достоверного определения экспериментальных данных получали массив измерений  $n \geq 5$ , определяли среднее значение измеряемой величины  $\bar{x}$ , среднеквадратическое отклонение  $\sigma$  и доверительный интервал  $\Delta x$  полученного значения  $\bar{x}$  по выражению:

$$\Delta x = \frac{t_{1-\alpha}(1-\alpha, n-1) \cdot \sigma}{n-1}, \quad (2.2)$$

где  $\Delta x$  – доверительный интервал, границы которого являются функциями от выборочных данных и который покрывает истинное значение оцениваемого параметра с вероятностью не менее  $1-\alpha$  (где  $\alpha$  – вероятность отвергнуть гипотезу, когда она верна; в статистике  $\alpha$  называют риском первого рода:  $0 < \alpha < 1$ ;  $1-\alpha$  – уровень значимости при проверке гипотез; в статистике величину  $1-\alpha$  еще называют доверительной вероятностью или уровнем надежности; значение  $1-\alpha$  выбирается в соответствии с используемым типом распределения);  $t_{1-\alpha}(1-\alpha; n-1)$  – квантиль *распределения Стьюдента* (нормированное отклонение, зависящее от заданного уровня надежности  $1-\alpha$  и массива измерений  $n$ ).

При решении научно-технических задач обычно используют  $1-\alpha = 0,95$  или  $1-\alpha = 0,99$ . Величина квантиля  $t_{1-\alpha}(1-\alpha; n-1)$  для t-распределения Стьюдента имеет следующие значения\*:

$n-1$	$1-\alpha$		$n-1$	$1-\alpha$	
	0,95	0,99		0,95	0,99
2	4,303	9,925	18	2,101	2,878
3	3,182	5,841	20	2,086	2,845
4	2,776	4,604	25	2,060	2,787
5	2,571	4,032	30	2,042	2,750
6	2,447	3,707	35	2,090	2,724
7	2,365	3,499	40	2,021	2,704
8	2,306	3,355	45	2,014	2,689
9	2,262	3,250	50	2,009	2,678
10	2,228	3,169	60	2,000	2,660
11	2,201	3,106	70	1,994	2,648
12	2,179	3,055	80	1,990	2,639
13	2,160	3,012	90	1,987	2,632
14	2,145	2,977	100	1,984	2,626
15	2,131	2,947	$\infty$	1,960	2,576
16	2,120	2,921			

\* – интерполяция допустима только по аргументу  $n-1$ ; для значений  $(n-1) > 100$  значения  $t_{1-\alpha}(1-\alpha; n-1)$  с точностью до 0,001 можно вычислить по выражениям:

$$t_{1-\alpha}(0,95; n-1) = 1,960 + 2,4 / (n-1); \quad t_{1-\alpha}(0,99; n-1) = 2,576 + 5,0 / (n-1)$$

На основе варьирования технологических параметров нанесения покрытий, указанных в разделе 2.2, с использованием методик исследования, приведенных в разделах 2.3–2.5, была сформирована *база собственных экспериментальных данных* углеродных и комбинированных покрытий DLC. Ее принципиальными отличиями являются:

1) применение лазерного способа испарения графита в отличие от, например, упоминавшейся в главе 1 базы данных [76] с преимущественно магнетронным испарением;

2) использование подслоев различного состава;

3) своеобразие подложки, которая, в отличие часто используемых с чисто исследовательскими целями Si или аустенитной коррозионностойкой стали типа 08X18H10T, имеет промышленное назначение.

Результаты анализа и обработки сформированной базы данных представлены в главах 3 и 4 диссертационной работы: использовались методы регрессионного анализа в двухфакторном эксперименте, а также моделирования с применением алгоритмов машинного обучения и нейросетевых технологий.

Для статистического оценивания различий между экспериментальной и модельной выборками использовались критерии Фишера и Кохрена [129].

*Критерий Фишера* широко применяется в задачах статистического оценивания для сравнения дисперсий двух вариационных рядов, т. е. для определения значимых различий между групповыми средними в дисперсионном анализе. В отличие от многих других статистических критериев оценки, *F*-тест является точным, так как значимость отклонения от нулевой гипотезы может быть рассчитана точно, а не полагаться на приближение, которое становится предельно точным по мере увеличения размера выборки до бесконечности. В статистике его относят к критериям рассеяния и рекомендуют предварительно проверить гипотезу о равенстве дисперсий, прежде чем проводить проверку гипотезы положения (гипотезы о равенстве средних значений в двух выборках) с использованием более мощных критериев, например критерия Стьюдента. Оценка

по критерию Фишера основана на оценке значимости различия дисперсий  $D_1$  и  $D_2$  двух случайных выборок. Для этого вычисляется  $F$ -статистика Фишера  $F = D_1/D_2$ , значение которой сравнивается с критическим значением  $F_{кр.}$  соответствующего распределения Фишера, определенным на основе выбранного уровня значимости. Если вычисленная  $F$ -статистика больше критического значения  $F > F_{кр.}$ , соответствующего выбранному уровню значимости, то дисперсии случайных величин признаются неодинаковыми, а выборки – разнородными (неадекватными). При сравнении выборки экспериментальных значений с дисперсией  $D_э$  с выборкой модельных (расчетных) значений с дисперсией  $D_м$ ,  $F$ -статистика определяется как  $F = D_э/D_м$ , тогда при  $F > F_{кр.}$  можно утверждать, что использованная модель не адекватна.

В разделах работы, посвященных регрессионному анализу (см. главы 3 и 4), применялся также  $G$ -критерий Кохрена, который используют при сравнении трех и более выборок одинакового объема  $n$ . Расхождение между дисперсиями считается случайным при выбранном уровне значимости  $1-\alpha$ , если  $G < G_{1-\alpha}(m, \nu)$ , где  $G_{1-\alpha}(m, \nu)$  – квантиль случайной величины  $G$  при числе суммируемых дисперсий  $m$  и числе степеней свободы  $\nu = n-1$ . В частности, если выполнено  $L$  серий измерений  $M$  образцов, в каждой из которых было проведено  $N$  единичных измерений, т. е.  $x_{m,l,i}$  –  $i$ -е значение (измерение) в  $l$ -й серии для  $m$ -го образца, то  $G$ -критерий Кохрена, вычисленный для  $m$ -го образца, будет иметь вид:

$$G_{m(\max)} = \frac{(\sigma_{m,l}^2)_{\max}}{\sum_{l=1}^L \sigma_{m,l}^2}, \quad (2.3)$$

где  $\sigma_{m,l}^2$  – выборочная дисперсия  $m$ -го образца в  $l$ -й серии измерений, вычисляемая по обычным формулам (2.1).

Если вычисленное по выражению (2.3) значение  $G_{m(\max)} < G_T$ , то дисперсия считается однородной, в противном случае — неоднородной, где  $G_T$  – табличное значение для числа степеней свободы  $\nu = n-1$  и выбранной доверительной вероятности  $1-\alpha$  (например,  $1-\alpha = 0,95$ ).



В рамках диссертационного исследования *регрессионный анализ* использован для установления зависимостей между заданными значениями технологических параметров (независимые переменные, например %N,  $\lambda$  и др.) и экспериментальными данными различных характеристик покрытий, прежде всего, значениями физико-механических и трибологических свойств (зависимые переменные, например  $H$ ,  $E$ ,  $H/E$ ,  $H^3/E^2$ ,  $\mu$ ,  $J$ ,  $\ln L$ ), а также для статистической оценки их адекватности. С целью выявления зависимостей между этими величинами применялся *метод наименьших квадратов*, при котором вычисляется функция (или гиперплоскость), сумма квадратов между которой и данными минимальна. Для достижения максимальной точности измерений при заданном количестве проведенных опытов и сохранении статистической достоверности результатов использовались методики планирования двухфакторного эксперимента, в рамках которого выполнялись процедуры и операции регрессионного анализа в соответствии с рекомендациями, изложенными в работах [130–132].

Помимо классических статистических методов, рассмотренных выше, для поиска закономерностей в сформированной базе экспериментальных данных и прогнозирования значений физико-механических и трибологических свойств покрытий DLC были использованы *алгоритмы машинного обучения*. В качестве критерия наличия закономерностей была использована величина коэффициента детерминации  $R^2$ , значения которого определяются в соответствии с выражением (2.4) при условии, что  $y_i$  и  $f_i$  ( $i = 1...n$ ) являются экспериментальными и прогнозируемыми значениями неизвестной функции (например, твердости  $H$  или коэффициента трения  $\mu$ ), а  $m$  – это среднее значение всех  $y_i$ , тогда:

$$R^2 score = 1 - \frac{\sum (y_i - f_i)^2}{\sum (y_i - m)^2}. \quad (2.4)$$

Максимальное значение  $R^2 = 1$  соответствует наилучшему качеству прогнозирования. На практике  $R^2$  может принимать нулевые или даже отрицательные значения, если данные представляют собой случайный шум или

содержат большие выбросы, а также для плохо натренированной или переобученной модели.

Первым шагом к построению моделей машинного обучения является сбор данных. В настоящем диссертационном исследовании в качестве датасета были использованы результаты 58 экспериментов по нанесению DLC-покрытий, выбранные из созданной базы данных. Входными параметрами моделей были четыре варьируемых параметра эксперимента, приведенные в заключительной части раздела 2.2: рабочее давление в камере  $P$ , величина подачи азота в камеру  $\%N$ , подаваемый на индукционные катушки ток  $\lambda$ , нанесения покрытия  $t$ . В качестве целевых параметров были выбраны твердость  $H$  углеродного покрытия, как репрезентант механических свойств (результаты моделирования  $H$  приведены в главе 3), а также коэффициент трения  $\mu$  и длина пути  $\ln L$ , пройденного покрытием до разрушения при испытаниях на машине трения, представляющих трибологические свойства покрытий (результаты моделирования  $\mu$  и  $\ln L$  приведены в главе 4).

Для моделирования зависимостей указанных свойств покрытий от варьируемых технологических параметров были использованы следующие алгоритмы машинного обучения:

- линейный алгоритм Ridge (гребневая регрессия);
- алгоритм ExtraTrees, хорошо зарекомендовавший себя в табличных задачах малой размерности [133, 134];
- полносвязная нейронная сеть – многослойный перцептрон (*multilayer perceptron, MLP*).

Гребневая регрессия Ridge есть не что иное, как разновидность линейной регрессии с добавлением регуляризации Тихонова. ExtraTrees относится к ансамблевым алгоритмам, которые в качестве слабых эstimаторов используют деревья решений. В виду относительно небольшого размера исходного датасета применялась кросс-валидация по методу одиночного исключения элементов

выборки (кросс-валидация LeaveOneOut). Перед обучением моделей данные нормировались.

Качество предсказания характеризуется расположением точек экспериментальных значений целевой функции относительно диагонали на плоскости, построенной в координатах «прогнозируемых – истинных» значений, и называемой диаграммой рассеяния. Чем больше отклонение точек выборки от диагонали, тем предсказание хуже. При низком качестве предсказания, что количественно выражается в условии  $R^2 < 0,5$ , выполнялась процедура фильтрации данных, т. е. точки, наиболее удаленные от диагонали, исключались из рассмотрения. Количество исключенных (отфильтрованных) значений не должно превышать 10 % выборки. Диаграммы рассеяния строились для всех указанных выше алгоритмов машинного обучения, как для фильтрованных, так и для нефильтрованных данных. После получения приемлемых результатов качества предсказания ( $R^2 \geq 0,5$ ) выбирался наиболее успешно обученный машинный алгоритм с максимальным показателем  $R^2$ . Для таких алгоритмов строились зависимости целевой функции (свойств покрытий) от пар технологических параметров в виде цветowych («тепловых») карт, на которых ожидаемое значение целевой функции показано цветом.

Таким образом, результаты анализа сформированной базы данных интегрировали:

- экспериментальные зависимости свойств покрытий DLC, построенных с использованием методов статистической обработки;
- данные регрессионного анализа, выполненного в двухфакторном эксперименте;
- данные моделирования, полученные для различных алгоритмов машинного обучения.

Все приведенные модельные данные проходили критериальную проверку на адекватность, что позволяет *идентифицировать их с данными эксперимента*.

В итоге полученные результаты не только дают возможность прогнозирования свойств покрытий и оптимизации режимов их нанесения, –

точность модельных прогнозов позволяет пополнять базы данных результатами моделирования. Это существенно облегчает и автоматизирует процесс расширения датасета и обеспечивает тем самым возможность более полного использования нейросетевых алгоритмов и искусственного интеллекта для решения проблемы многопараметричности и устойчивого управления технологией вакуумного ионно-плазменного нанесения покрытий с широким спектром практического применения, в том числе и триботехнического.

## **Выводы по главе 2**

1. Для решения поставленных задач в работе использованы методы физико-математического моделирования и планирования, эксперимента, а также машинного обучения и нейросетевых технологий.
2. Экспериментальные исследования выполнены на макро-, мезо- и наноуровне с использованием современной, сертифицированной инструментальной и приборной базы – рентгеновская фотоэлектронная и оже-электронная спектроскопия (РФЭС и ОЭС), а также широкий спектр испытательного оборудования для определения физико-механических и трибологических характеристик покрытия.
3. Определены требования к качеству поверхности и методики подготовки подложки к нанесению покрытия.
4. Определены режимы нанесения углеродных и комбинированных покрытий, а также методы аттестации состава и структуры покрытий.

### Глава 3. ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРЕЛЯЦИОННЫХ СВЯЗЕЙ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НАНЕСЕНИЯ: АНАЛИЗ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ИХ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ И ОПТИМИЗАЦИИ

#### 3.1 Состав и особенности строения углеродных алмазоподобных покрытий, стабилизированных азотом

Как отмечалось в обзорной части работы (см. главу 1), одной из неудобных особенностей углеродных покрытий является то, что в покрытиях тетраэдрического аморфного углерода (ta-C) с содержанием  $sp^3$ -связей свыше 70 % при толщине, превышающей ~500 нм, начинается самопроизвольное образование трещин. Для увеличения толщины покрытий, которое часто требуется при их прикладном использовании, применяется стабилизация покрытий водородом. Для получения таких покрытий (ta-C:H) в качестве рабочих газов обычно используются ацетилен  $C_2H_2$  или метан  $CH_4$ . Эта технология при всех ее преимуществах обладает повышенной пожаро- и взрывоопасностью. В связи с этим в настоящей работе при нанесении покрытий DLC был апробирован вариант *стабилизации покрытий с помощью азота* в качестве рабочего газа вместо взрывоопасных углеродсодержащих газов. Содержание азота-стабилизатора в покрытии фактически контролируется параметром %N.

Использование рабочих газов (Ar,  $H_2$ ,  $N_2$ ,  $C_2H_2$ ,  $CH_4$  и др.) в вакуумных технологиях характеризуется величиной парциального давления (для азота –  $P_N$ ). Однако в технологической практике, в частности при использовании установки BRV600, подача рабочего газа в камеру осуществляется с помощью регуляторов, которые откалиброваны в процентах открытия задвижки (для азота – %N). Такой технологический параметр удобен на практике и в экспериментах (например, по причине плавной регулировки на малых значениях %N). Поэтому при проведении

экспериментов и формировании базы данных для характеристики количества азота в рабочей камере при формировании покрытий был использован параметр %N. Соответствие между параметрами %N и  $P_N$  является нелинейным, поэтому простой и точный перевод одного параметра в другой весьма затруднителен. С этой целью приходится использовать эмпирические данные калибровки регуляторов подачи газа, которые составляют, как правило, в табличной форме и являются уникальными для каждой вакуумной установки. Экспериментальные данные такого соответствия между %N и  $P_N$ , полученные для установки BRV600, приведены в таблице 3.1. При необходимости они могут быть использованы для транскрипции (перевода) полученных в настоящей работе результатов в зависимости параметра  $P_N$ .

Таблица 3.1 – Экспериментальные соотношения между значениями параметров %N и  $P_N$  установки BRV600

%N, %	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$P_N$ , Па	0,00034	0,0056	0,013	0,021	0,031	0,041	0,053	0,066	0,078	0,092
10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0,11	0,12	0,14	0,15	0,17	0,19	0,20	0,22	0,23	0,25	0,27

В исследованиях углеродных покрытий азот применяется в качестве легирующего компонента для формирования, например, аморфных покрытий нитрида углерода типа  $a-CN_x$  [42, 87]. Отличия в строении аморфного углерода с содержанием  $sp^3$ -связей не более 30...50 % (a-C) и аморфного нитрида углерода ( $a-CN_x$ ) продемонстрированы на рисунке 3.1. В случае пленок  $a-CN_x$  атомы азота изменяют структуру углеродных пленок, увеличивая число фононных мод, доступных для возбуждения [93]. Считается, что пленки  $a-CN_x$  обладают «фуллереноподобной» микроструктурой с изогнутыми и пересекающимися базисными плоскостями. Здесь следует отметить, что инструментальное определение такой микроструктуры весьма проблематично и может быть выполнено, пожалуй, только с помощью расчетных методов молекулярной динамики.

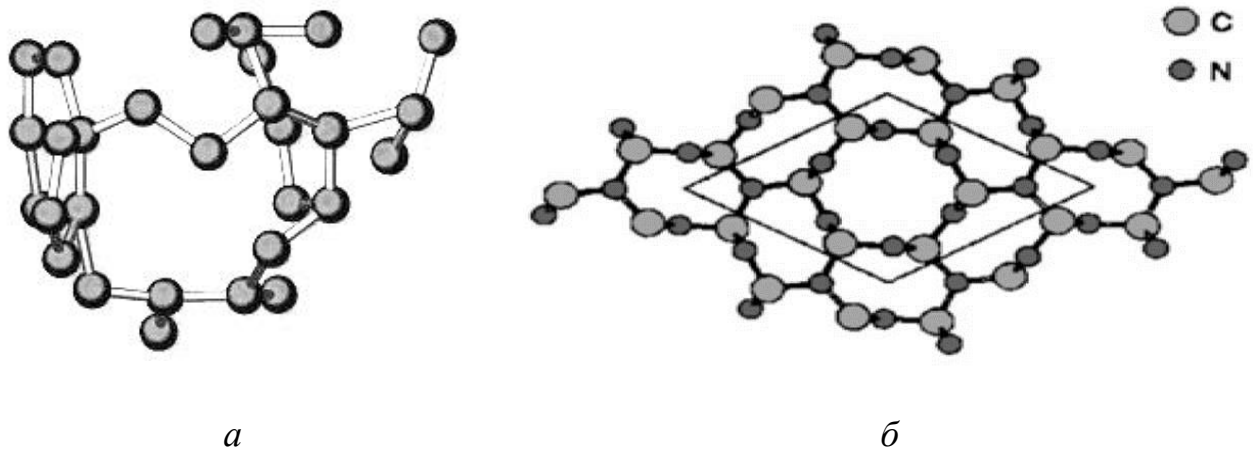
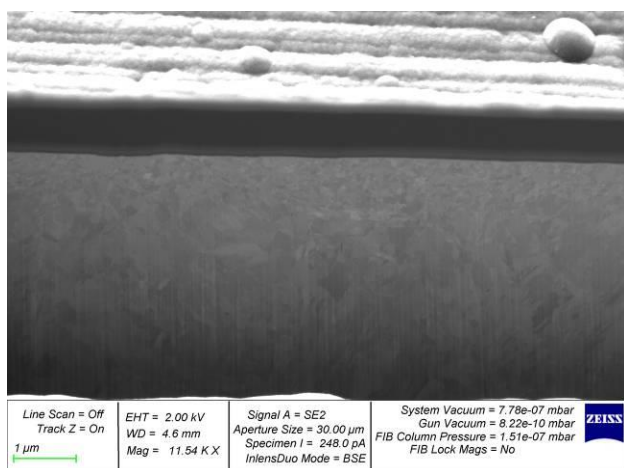


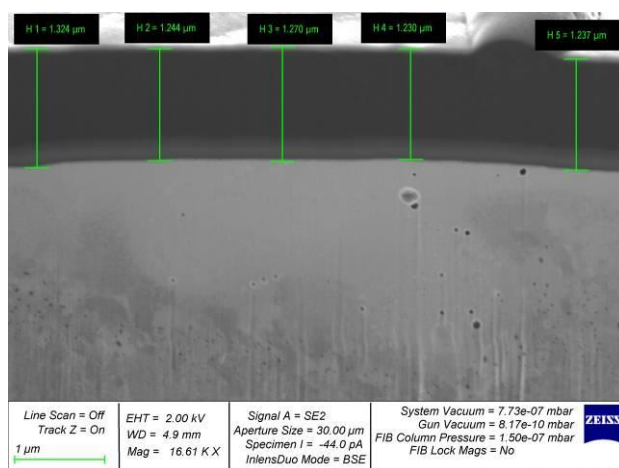
Рисунок 3.1 – Схематическое изображение атомного строения углеродных покрытий  $a$ -C (*a*) и  $a$ -CN<sub>x</sub> (*б*)

Типичная структура исследованных DLC-покрытий приведена на рисунке 3.2. Углеродные покрытия представляли собой монослой толщиной 0,6...1,4 мкм. В целом они характеризуются высокой плотностью и однородностью структуры. В некоторых случаях по сечению покрытий различима слабо выраженная слоистость (рисунок 3.2, *a–в*). Её причиной могут быть диффузионные процессы в приграничных зонах «подложка – покрытие» и «покрытие – среда». Однако более глубоко причины появления слоистости не исследовались. При формировании базы данных DLC-покрытий были апробированы различные варианты подслоя (рисунок 3.2, *г–з*). Использование подслоя имело, главным образом, трибологическое назначение, направленное на снижение напряжений на межфазной границе «подложка – покрытие», а также обеспечивало более высокий уровень адгезии углеродных покрытий.

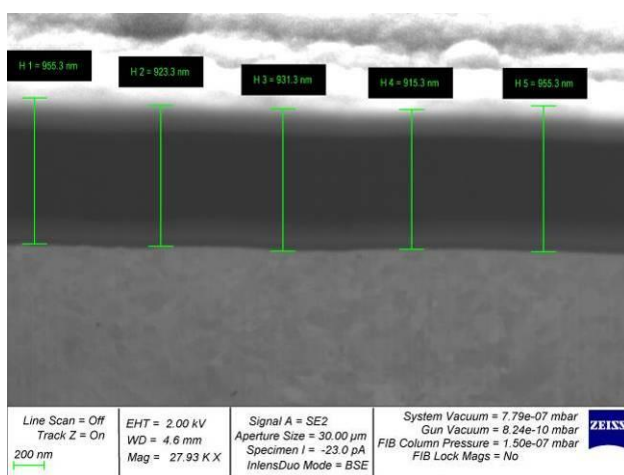
Электронно-микроскопическое исследование показывает высокую плотность прилегания покрытия к подложке. Граница между ними не обнаруживает какой-либо дефектности или следов деформации, что качественно может характеризоваться как удовлетворительная адгезия. При форсированных режимах нанесения в подслое наблюдалась пористость (рисунок 3.2, *д, е*), особенно значительная в зоне, прилегающей к подложке. Однако, судя по полученным микроснимкам, наличие пористости в подслое не сказывалось на плотности прилегания и морфологии границ «подслой – подложка» и «подслой – покрытие».



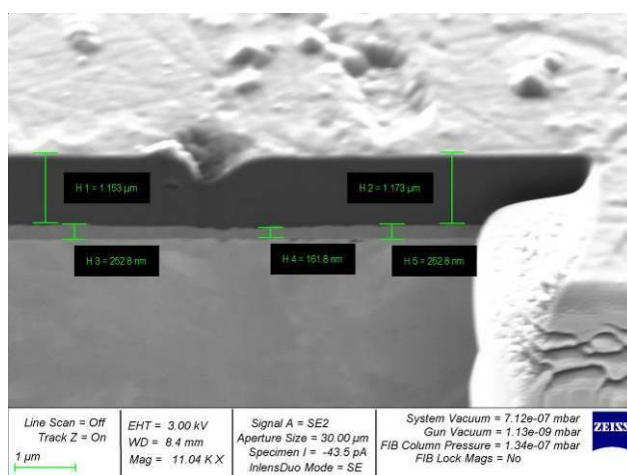
а



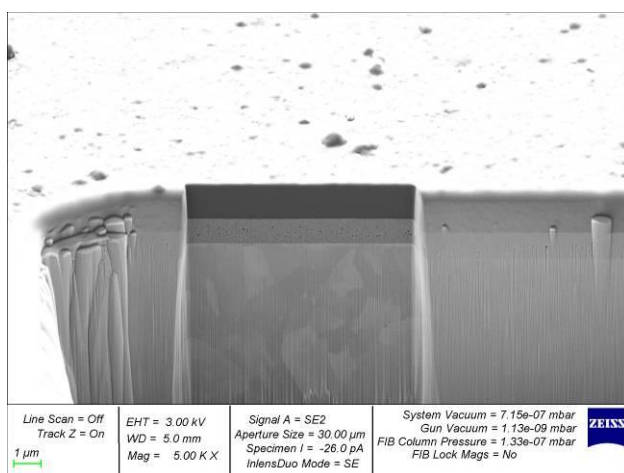
б



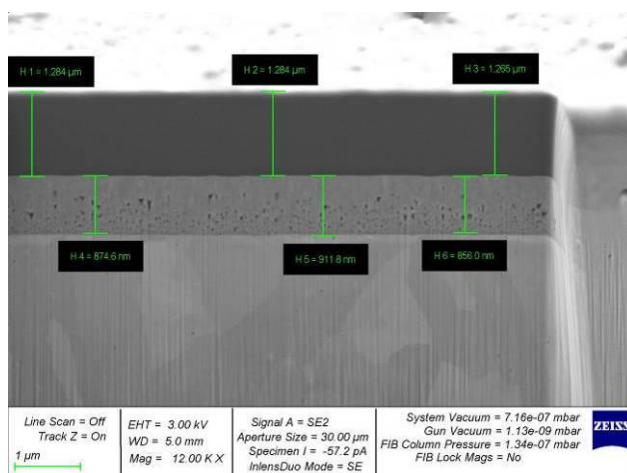
в



г



д



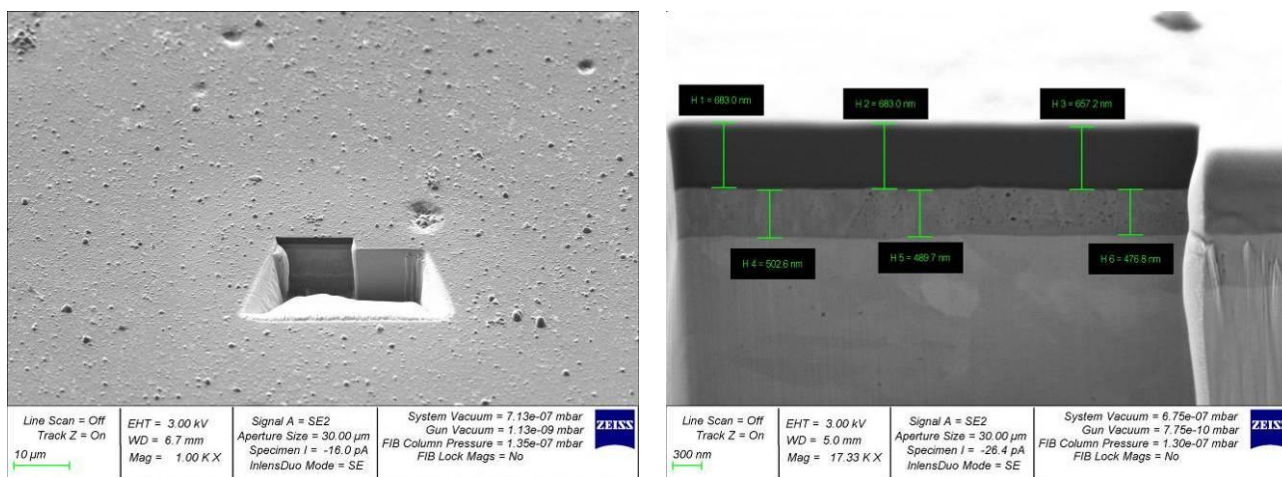
е

Рисунок 3.2 – Строение DLC-покрытий, стабилизированных азотом, в поперечном сечении (РЭМ, кросс-секции FIB) (начало):

а–в – углеродные покрытия различной толщины без подслоя;

г–е – углеродные покрытия с подслоем Ti различной толщины





ж

з

Рисунок 3.2 – Строение DLC-покрытий, стабилизированных азотом, в поперечном сечении (РЭМ, кросс-секции FIB) (окончание):

ж, з – углеродное покрытие с подслоем TiN

На всех микроснимках, приведенных на рисунке 3.2, образцы наклонены в сторону наблюдателя на угол 15...28 град. для демонстрации состояния поверхности покрытий. На поверхности покрытия встречается незначительное количество единичных артефактов и следов капельных дефектов, находящихся в стадии «залечивания» [135] – постепенного сглаживания впадин рельефа в результате осаждения новых атомных слоев покрытия. В целом качество поверхности удовлетворительное, не оказывающее влияния на измерение физико-механических или трибологических свойств покрытий.

Более подробную информацию о качестве поверхности покрытий обычно получают при анализе нормальной проекции. Вид покрытия в этой проекции показан на рисунке 3.3, а. Плотность распределения дефектов и артефактов на поверхности относительно невелика (учитывая масштаб снимка на рисунке 3.3, а) и имеет равномерный характер. На рисунке 3.3 приведено строение покрытия с подслоем из нитрида титана TiN, аналогичное покрытию, изображенному на рисунке 3.2, ж, з. Эти покрытия могут быть отнесены к категории комбинированных, поскольку у каждого из двух слоев такого покрытия своя технология нанесения (дуговое и лазерное испарение), свой состав и структура, свое функциональное назначение (износостойкое и трибологическое). Однако для

более строгого подхода к классификации и целевому назначению покрытий, исследуемых в настоящей работе, к комбинированным покрытиям на основе DLC отнесены только двухслойные покрытия системы CrAlSiN+DLC, результаты исследования которых представлены в отдельном разделе главы 4.

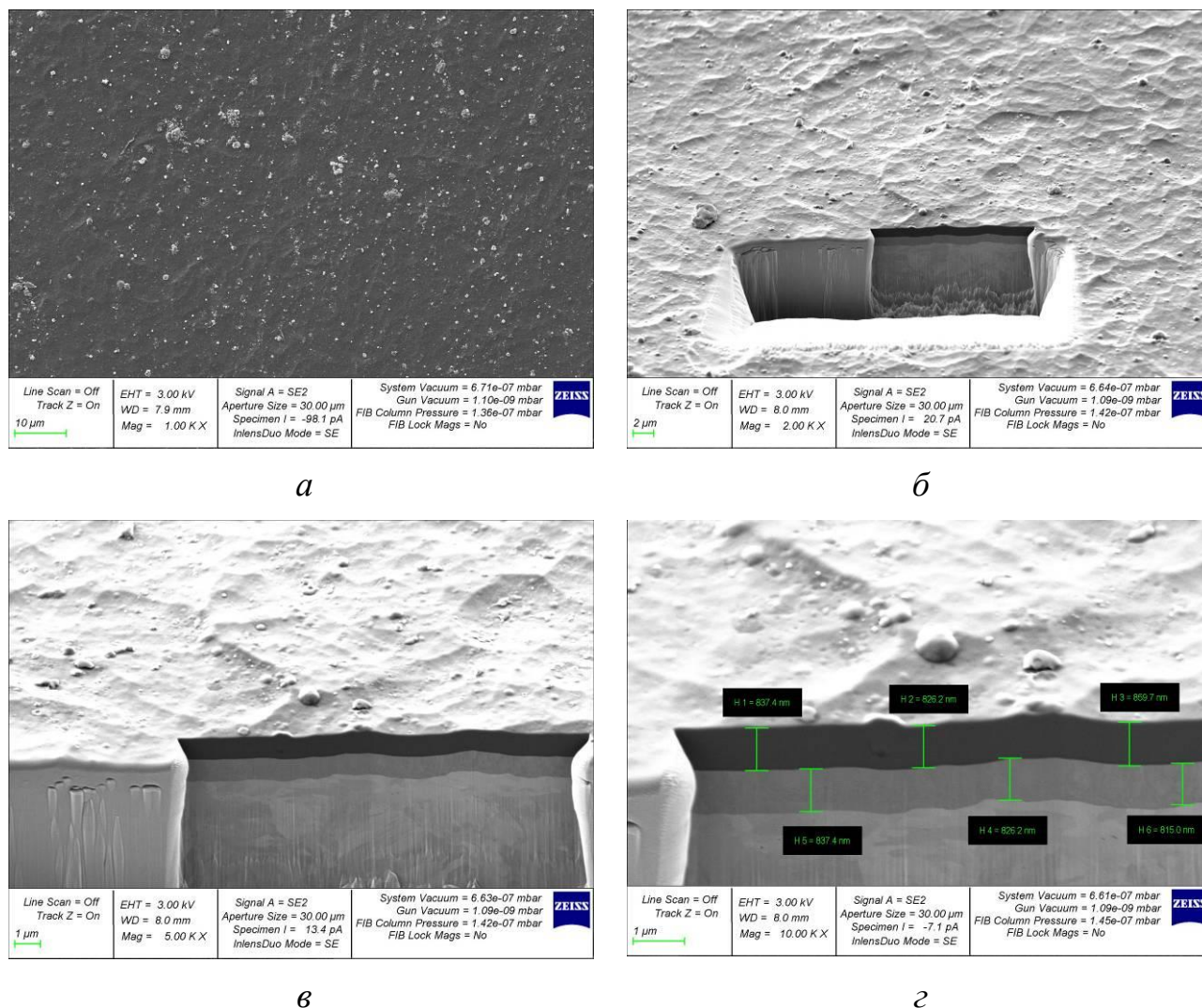


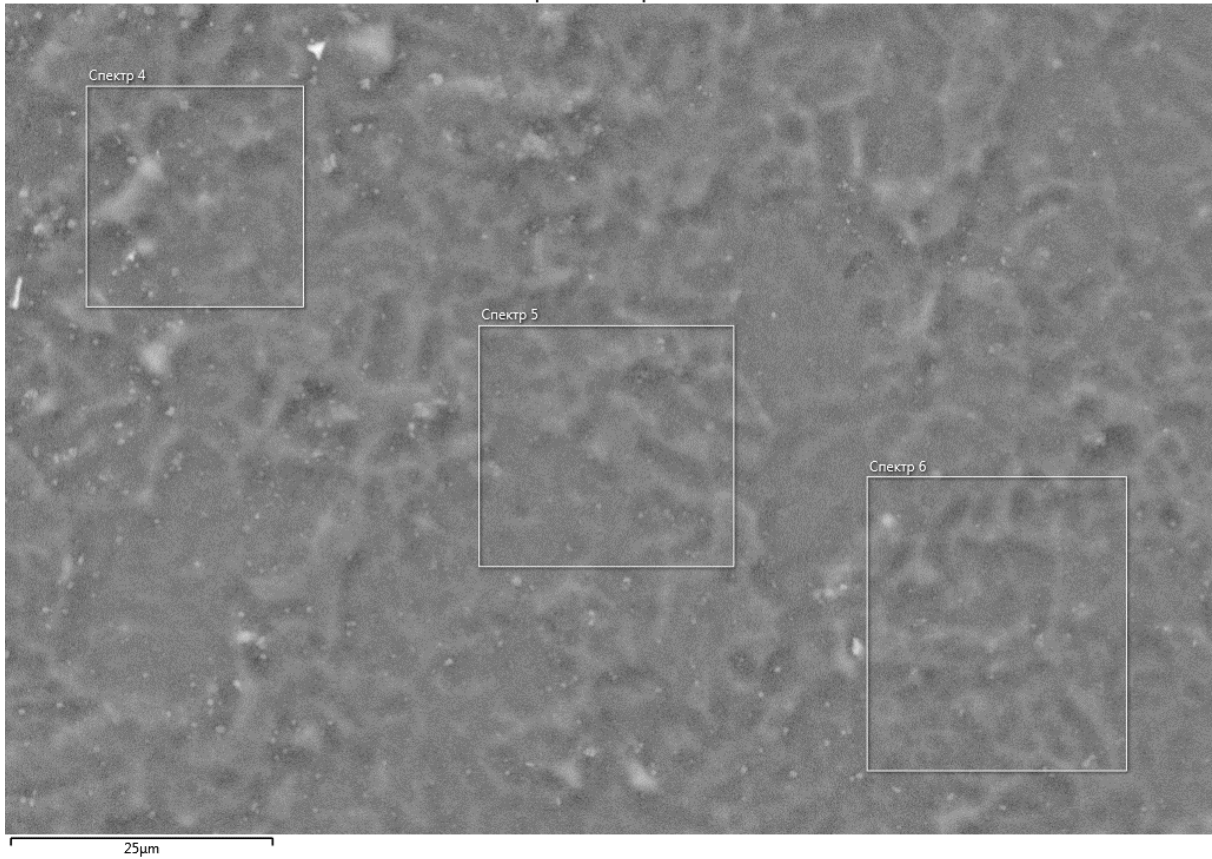
Рисунок 3.3 – Строение двухслойного комбинированного покрытия TiN+DLC, РЭМ:

*a* – поверхность покрытия в нормальной проекции;

*б–г* – кросс-секция покрытия: её общий вид (*a*), строение и толщина покрытия в поперечном сечении (*б, г*)

Элементный состав покрытия, показанного на рисунке 3.3, приведен на рисунке 3.4. Энергодисперсионный анализ выполнен в нормальной проекции (изображение, аналогичное рисунку 3.3, *a*).

Электронное изображение 1



Название спектра	C	N	Na	Al	Si	Ti	Fe	Сумма
Спектр 4	62.32	3.95	0.05			32.19	1.48	100.00
Спектр 5	62.97	3.57		0.00		32.05	1.41	100.00
Спектр 6	62.74	3.71			0.04	32.06	1.45	100.00

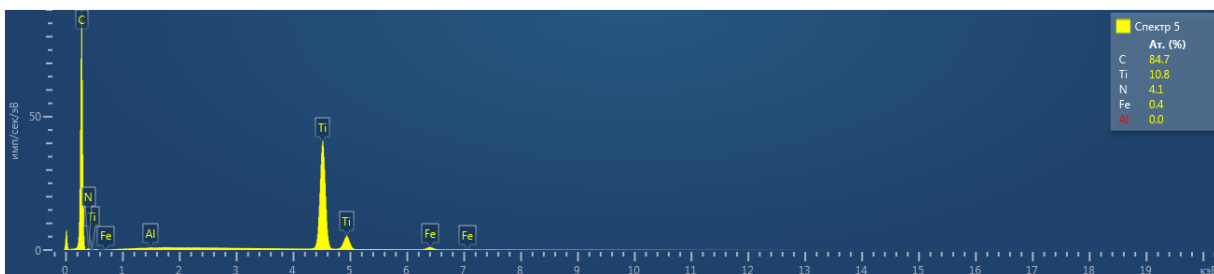
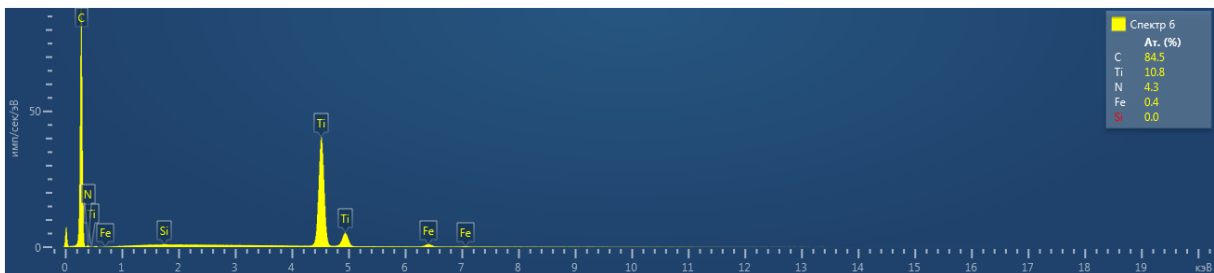


Рисунок 3.4 – Распределение элементов по поверхности двухслойного комбинированного покрытия TiN+DLC (показанного на рисунке 3.3); данные EDAX – усредненное распределение элементов на выделенной площади сканирования «спектр 4...6» (начало)

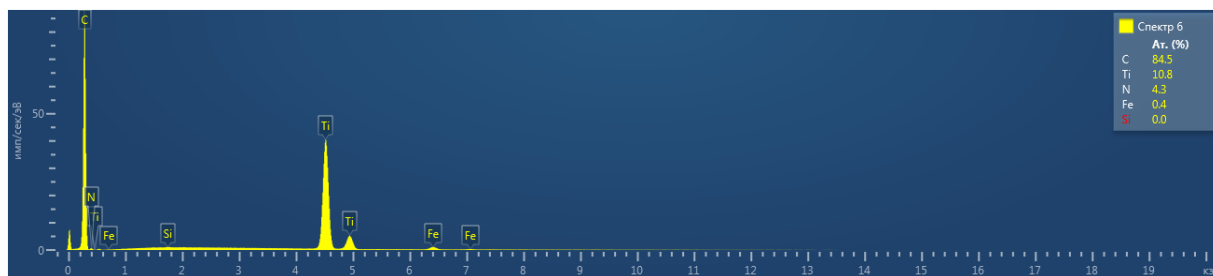


Рисунок 3.4 – Распределение элементов по поверхности двухслойного комбинированного покрытия TiN+DLC (показанного на рисунке 3.3); данные EDAX – усредненное распределение элементов на выделенной площади сканирования «спектр 4...6» (окончание)

Результаты анализа EDAX характерны для нормального направления падения электронного луча на поверхность тонкого покрытия: наиболее высокое содержание элемента (углерода), составляющего наружный слой покрытия; значительное содержание элементов, формирующих внутренний слой покрытия (титан и азот); некоторое количество основного элемента подложки – железа (оно «просвечивает» ввиду малой толщины покрытия). Остальные элементы, показанные на рисунке 3.4, являются случайными примесями, их общее содержание не превышает 0,1 ат. %.

На рисунке 3.4 данные химического анализа получены путем сканирования по площади (выделенные прямоугольники спектров 4...6 на электронном изображении 1).

Более информативные данные в случае исследования состава покрытий могут быть получены путем сканирования вдоль секущей, расположенной перпендикулярно поверхности образца. В этом случае EDAX показывает непрерывное распределение элементов по глубине покрытия. Типичное распределение химических элементов в полученных углеродных покрытиях (с подслоем Ti), представленное в виде распределения вдоль секущей прямой линии, показано на рисунке 3.5.



## Электронное изображение 2

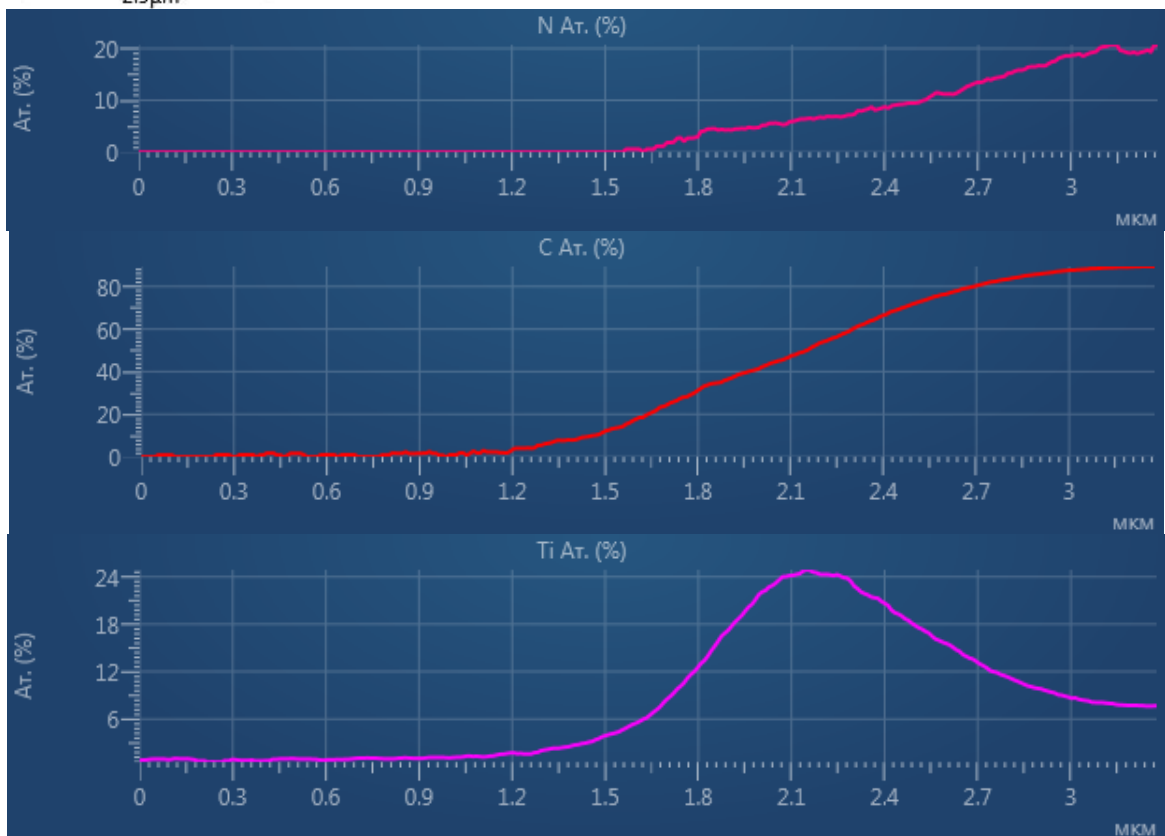
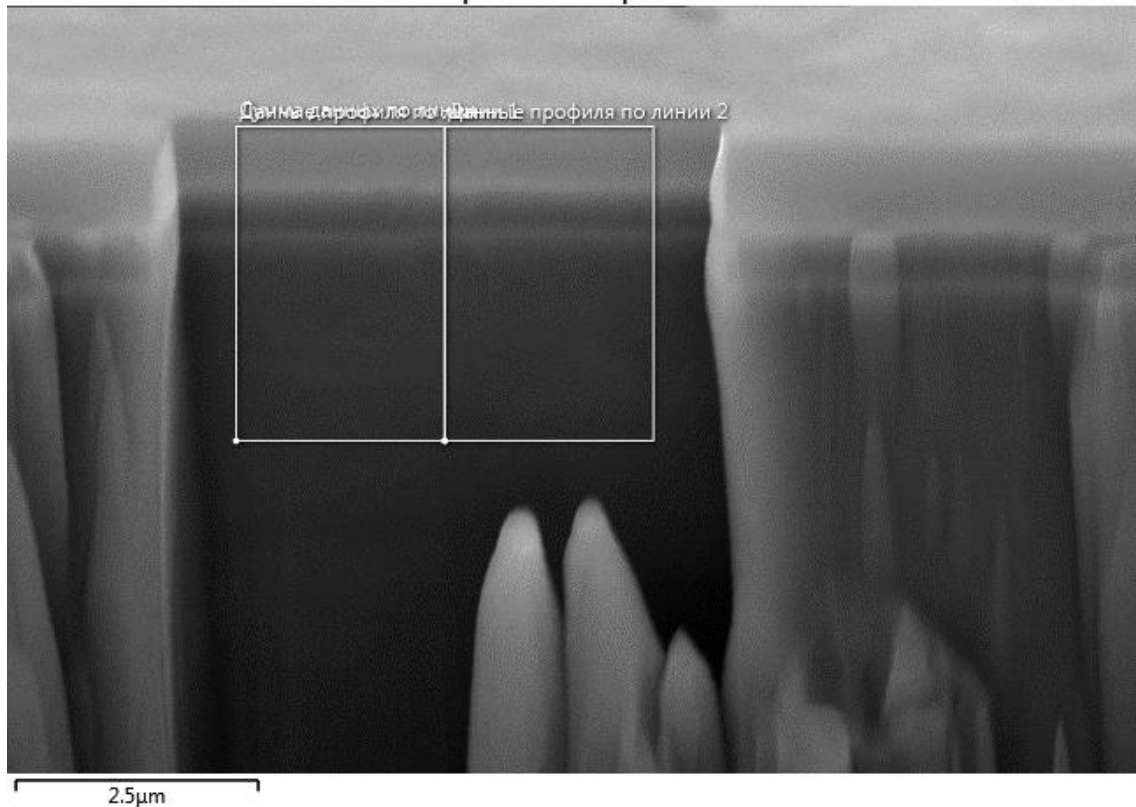


Рисунок 3.5 – Распределение элементов по глубине DLC-покрытия, стабилизированного азотом, с подслоем Ti; данные EDAX – распределение вдоль секущей (линии 2, перпендикулярной к поверхности) по направлению от подложки к поверхности слоя DLC (начало)

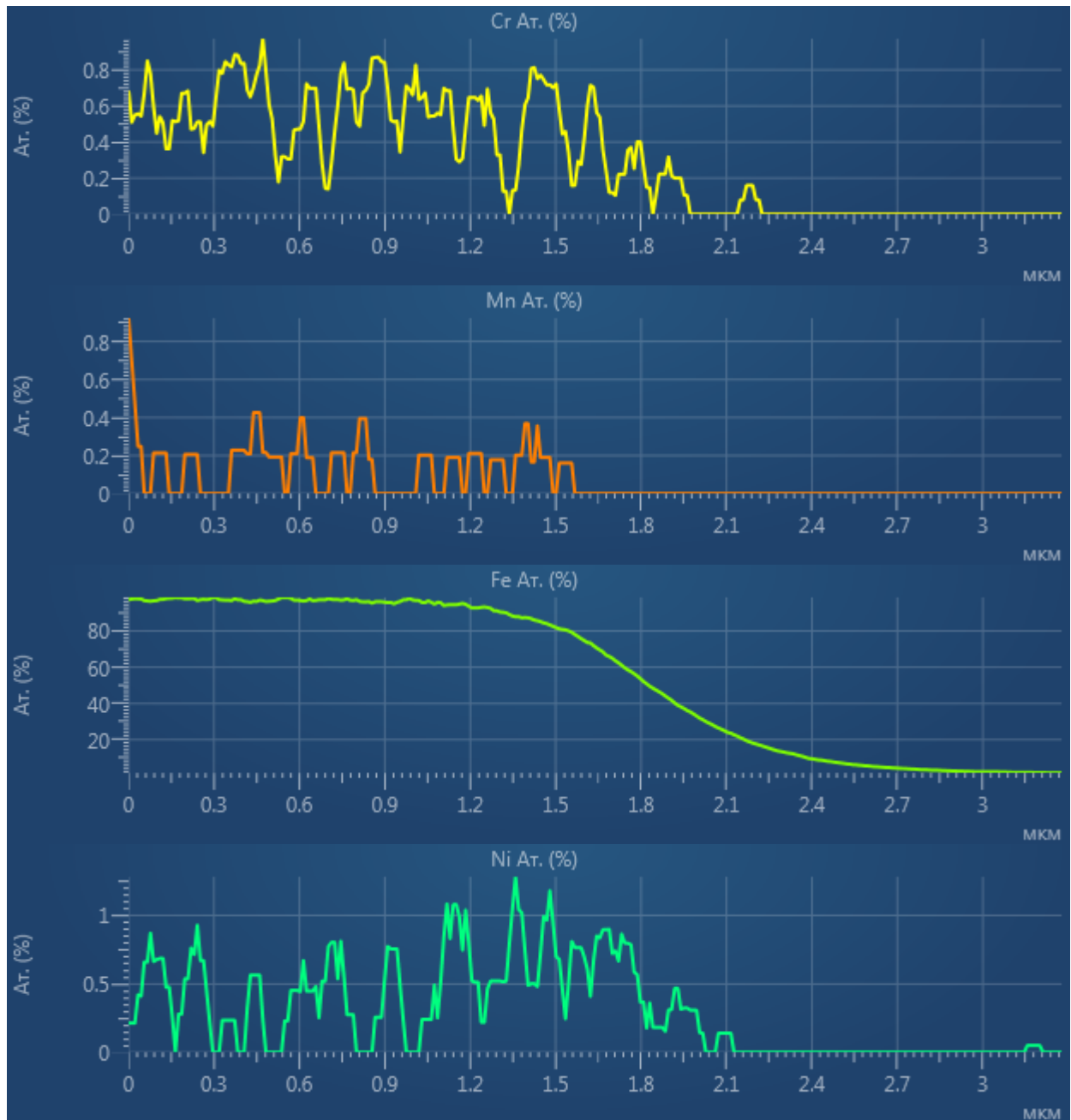


Рисунок 3.5 – Распределение элементов по глубине DLC-покрытия, стабилизированного азотом, с подслоем Ti; данные EDAX – распределение вдоль секущей (линии 2, перпендикулярной к поверхности) по направлению от подложки к поверхности слоя DLC (окончание)

Физический смысл использования азота в DLC-покрытии, содержание которого регулируется параметром %N, состоит в стабилизации углеродного слоя. Роль азота аналогична применению водорода при нанесении DLC-покрытий и направлена на замену взрывоопасного водорода в этой ионно-плазменной технологии. Использование стабилизаторов не должно приводить к образованию

новых фаз в покрытии, а призвано модифицировать пространственное распределение атомов углерода (см. рисунок 3.1). В связи с этим необходимо отметить, что в полученных покрытиях при электронно-микроскопическом исследовании появление новых фаз не зафиксировано. Применение азота в качестве стабилизатора позволило также получать покрытия толщиной значительно большей критической толщины чисто углеродных покрытий  $ta-C$ , составляющей  $\sim 500$  нм. При большей толщине покрытия  $ta-C$  формирующееся в нем напряженно-деформированное состояние приводит к самопроизвольному зарождению хрупких трещин и скалыванию покрытия [85, 106].

Методом РФЭС проведен качественный анализ покрытий каждого образца. Были получены обзорные спектры, один из которых приведен на рисунке 3.6, *а*.

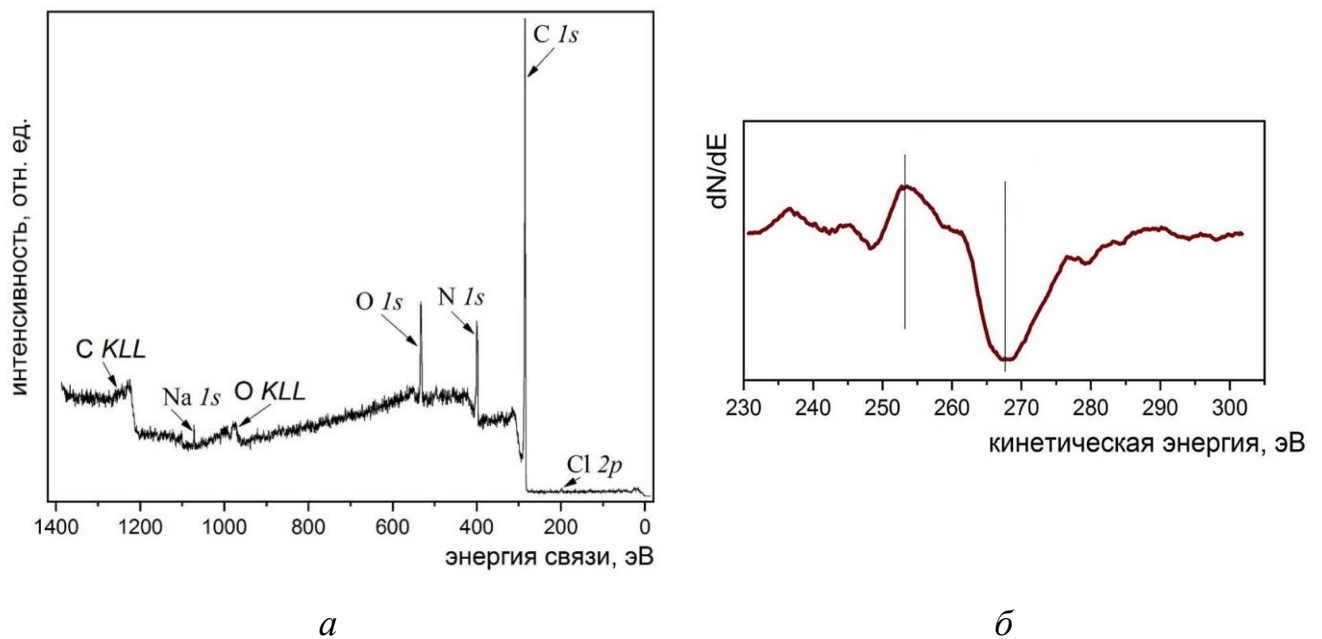


Рисунок 3.6 – Обзорный РФЭ-спектр, полученный с поверхности углеродного DLC-покрытия (*а*), и дифференциальный спектр C(KVV) для оценки долей фракций  $sp^2$ - и  $sp^3$ -углерода в покрытии (*б*)

По обзорным спектрам были выбраны энергетические диапазоны для записи  $1s$ -линий углерода, кислорода, азота, натрия,  $2p$ -линий хлора и серы (их наличие на поверхности связано с загрязнением в процессе подготовки образцов для исследования). Диапазон кинетической энергии 230...301 эВ был выбран для регистрации C (KVV) оже-электронных спектров углерода (рисунок 3.6, *б*).

Спектральный фон при проведении количественного анализа для РФЭ-спектров, обусловленный упруго-рассеянными электронами, высчитывался методом Ширли с использованием программного обеспечения Casa XPS SPECS. Сводные данные РФЭС-анализа химического состава поверхности исследованных образцов с покрытиями DLC приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Результаты количественного анализа химического состава и электронных конфигураций углеродных покрытий, выполненного методом РФЭС

Характеристики покрытий	Элементный состав поверхности покрытия, ат. %						Содержание фракции, доли	
	O 1s	C 1s	N 1s	Na 1s	Cl 2p	S 2p	$sp^2$	$sp^3$
Обобщенные результаты по всем спектрам	5,6...12,0	72,2...92,4	2,0...16,5	0,1...0,1 5	0,1...0,2	0,1...0,3	0,1 <sup>+0,22</sup> <sub>-0,1</sub>	0,9 <sup>+0,1</sup> <sub>-0,22</sub>

Определение долей электронных конфигураций углерода  $sp^2/sp^3$  производилось по C(KVV) оже-электронным спектрам рисунка 3.6. Для получения данных о долях  $sp^2$  и  $sp^3$  конфигураций в синтезированных пленках возбужденные рентгеновским излучением C (KVV) оже-электронные спектры использовались наряду с C1s-рентгеновскими фотоэлектронными спектрами. Для количественных оценок в качестве исходных базисных спектров брались C (KVV) оже-спектры графита, в которых содержание фракции  $sp^2 = 1$ , и алмаза, где содержание фракции  $sp^2 = 0$ , которые обычно используются для идентификации формы гибридизации атомов углерода [136–138]. Расстояние между максимумом и минимумом в дифференциальном спектре C (KVV), отмеченное на рисунке 3.6, б, соответствует содержанию доли фракции  $sp^3$  около 70 %. Соотношение с различным относительным присутствием  $sp^2$ - и  $sp^3$ -фаз, получено с помощью уравнения  $sp^2/sp^3 = x/(1-x)$ , для доли  $x$  фазы  $sp^2$ , меняющейся от 0 (алмаз) до 1 (графит) [118].



Полученные результаты (см. таблицу 3.2) свидетельствуют о том, что синтезированные на образцах из стали 40ХН2МА углеродные покрытия в соответствии с современными представлениями могут быть классифицированы как DLC и отнесены к типу  $ta-C:N$  – тетраэдрического аморфного углерода, модифицированного азотом. На это указывает наличие азота в покрытии (2,0...16,5 %), который по данным РФЭС не обнаруживает связей, характерных для химических соединений, и высокая доля алмазной электронной конфигурации углерода  $sp^3$ , превышающая 70 % во всех исследованных покрытиях.

### **3.2 Экспериментальные данные влияния технологических параметров нанесения на физико-механические свойства углеродных покрытий**

В соответствии с технологическими режимами напыления, приведенными в главе 2, в разделе 2.2, на пластинчатых образцах из стали 40ХН2МА были сформированы углеродные покрытия класса DLC различной толщины, с разными вариациями подслоя и различными значениями соотношения электронных конфигураций углерода  $sp^2/sp^3$ . Все полученные покрытия были аттестованы по составу, структуре, физико-механическим и трибологическим свойствам в соответствии с методиками, приведенными в главе 2, в разделах 2.3–2.5. Полученные результаты составили базу экспериментальных данных, которая представлена в Приложении А (в силу большого объема база данных в Приложении А приведена в сокращенном виде).

Сформированная база экспериментальных данных по углеродным покрытиям DLC была использована в качестве основного источника информации для построения зависимостей измеренных физико-механических характеристик покрытий от технологических параметров их нанесения, а также для реализации процедур машинного обучения, результаты которой представлены в следующем разделе (раздел 3.3) настоящей работы.

В качестве физико-механических характеристик рассматриваются значения модуля упругости  $E$  и твердости  $H$ , определяемые методом непрерывного

индентирования. К группе физико-механических свойств также отнесены расчетные значения отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$ , которые определяют сопротивление покрытий упругой и пластической деформации соответственно. Анализ базы данных и построенные экспериментальные зависимости (Приложение Б) показывают, что при достаточно большой выборке данных указанные расчетные отношения практически калькируют зависимости наиболее нестабильного компонента отношения, которым для ионно-плазменных покрытий является твердость  $H$ . Поэтому в настоящем разделе зависимости отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$  от вариативных технологических параметров нанесения ( $P$ ,  $\lambda$ , %N,  $t$  – см. главу 2, раздел 2.2) подробно не анализируются, так как качественный характер их изменения идентичен зависимостям твердости. Для наглядности далее приводятся аппроксимационные зависимости всех физико-механических свойств, построенные по усредненным значениям (рисунок 3.8), подтверждающие этот тезис.

Полученные в результате статистической обработки однопараметрические зависимости влияния тока катушек  $\lambda$ , характеризующего объемную плотность мощности ионного потока осаждаемого углерода, и величины подачи азота в камеру %N на физико-механические свойства покрытий  $E$  и  $H$  представлены на рисунках 3.7–3.10. Вариации параметров нанесения имели дискретный характер, поэтому на рисунке 3.7 среднестатистические значения твердости  $H$ , соответствующие каждому фиксированному значению параметров  $\lambda$  и %N, отмечены точками. Кроме зависимости среднестатистических значений  $H$  (Medium), на графиках рисунка 3.7, *а*, *б* приведены интервалы разброса значений  $H$  (maximum – minimum), наблюдавшиеся по базе данных в целом (не путать с доверительным интервалом!).

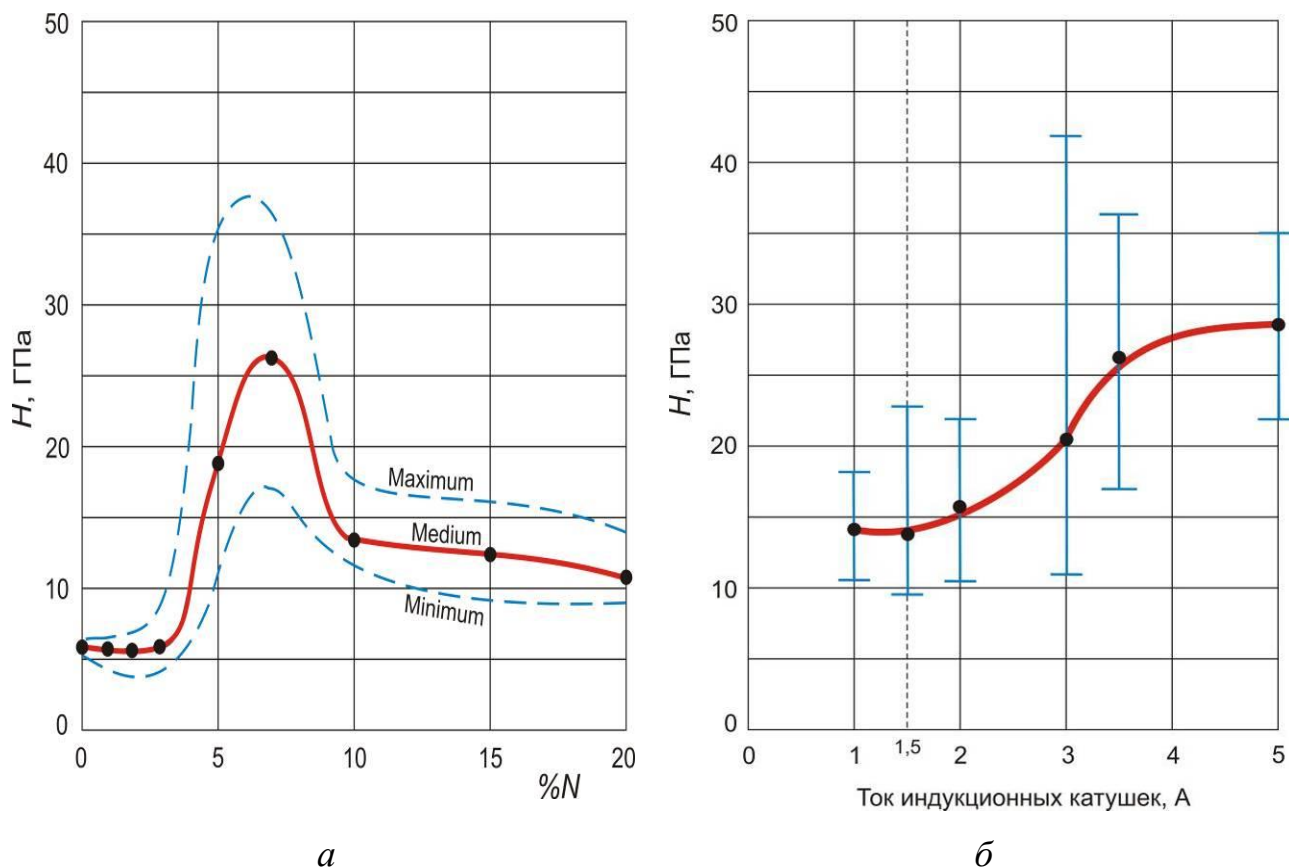
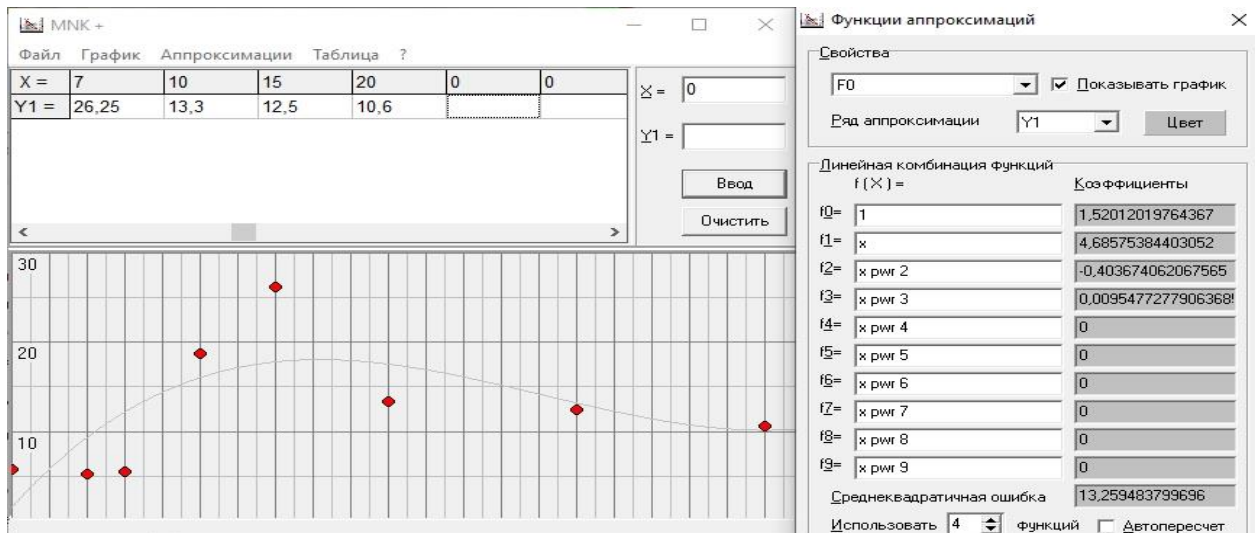


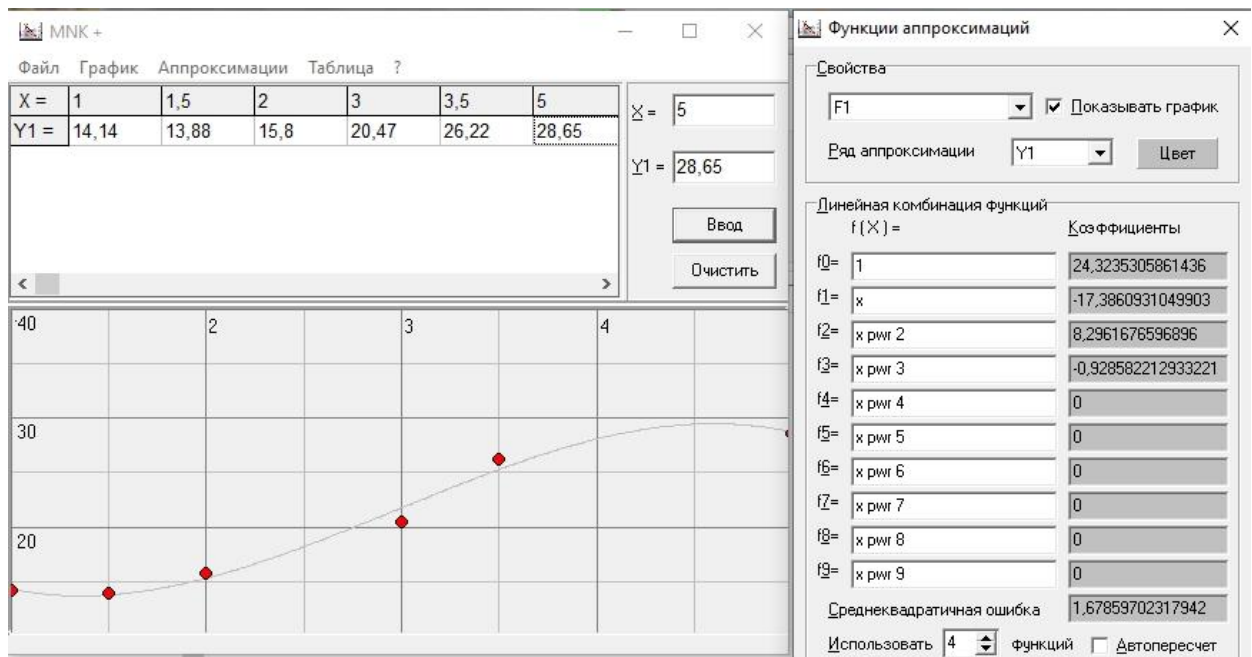
Рисунок 3.7 – Экспериментальные зависимости изменения твердости  $H$  углеродных покрытий от параметров нанесения:

$a$  – количества азота в камере  $\%N$ ;  $b$  – тока катушек соленоидов  $\lambda$

На рисунке 3.8 приведены аппроксимационные зависимости всех физико-механических характеристик исследованных DLC-покрытий, полученные по усредненным экспериментальным значениям соответствующего свойства методом наименьших квадратов с помощью свободно распространяемой программы МНК+. На приведенных окнах программы МНК+ в левой части приведены дискретные экспериментальные значения независимой переменной  $X$  (параметров нанесения покрытия  $P$ ,  $\%N$ ,  $\lambda$ ) и соответствующих им значений функций  $YI$  (свойства покрытий  $H$ ,  $E$ ,  $H/E$ ,  $H^3/E^2$ ) в табличном и графическом виде. В правой части окон программы МНК+ на рисунке 3.8 показаны вычисленные программой коэффициенты корреляции в полиномах  $YI = f(X)$ , полученных линейной комбинацией функций  $f_0, f_1 \dots f_n$ , т. е.  $YI = b_0 \cdot f_0 + b_1 \times f_1 + \dots + b_n \cdot f_n$ , где  $b_i$  – коэффициенты корреляции ( $i = 1 \dots n$ ).

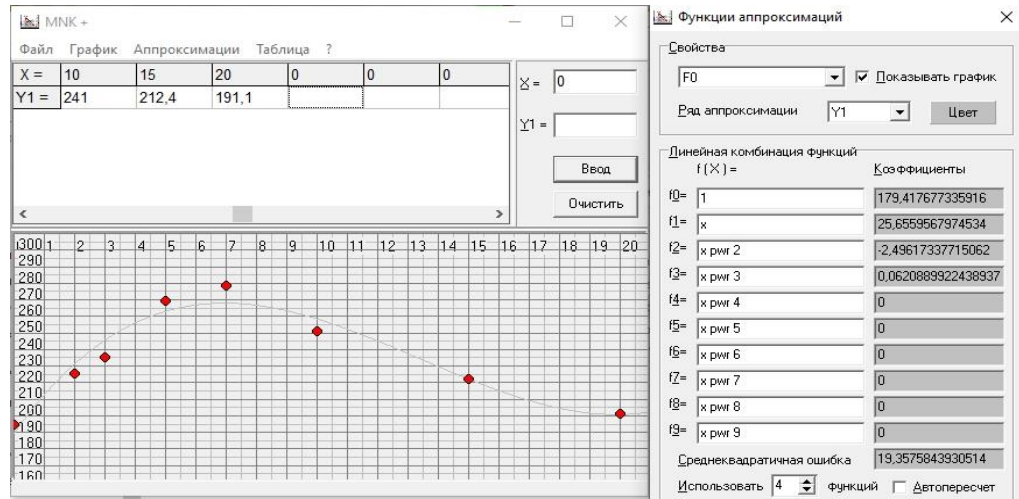


а

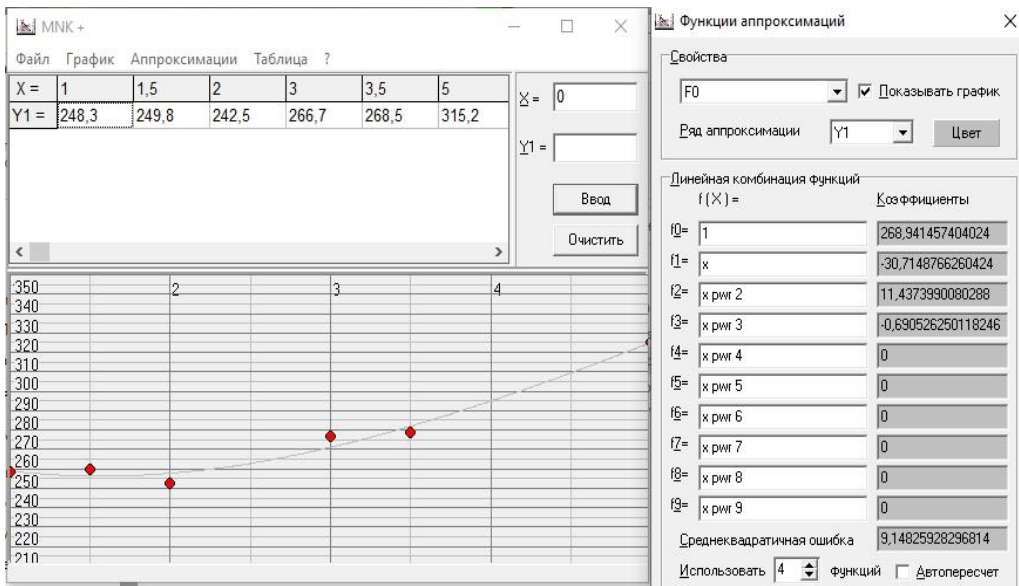


б

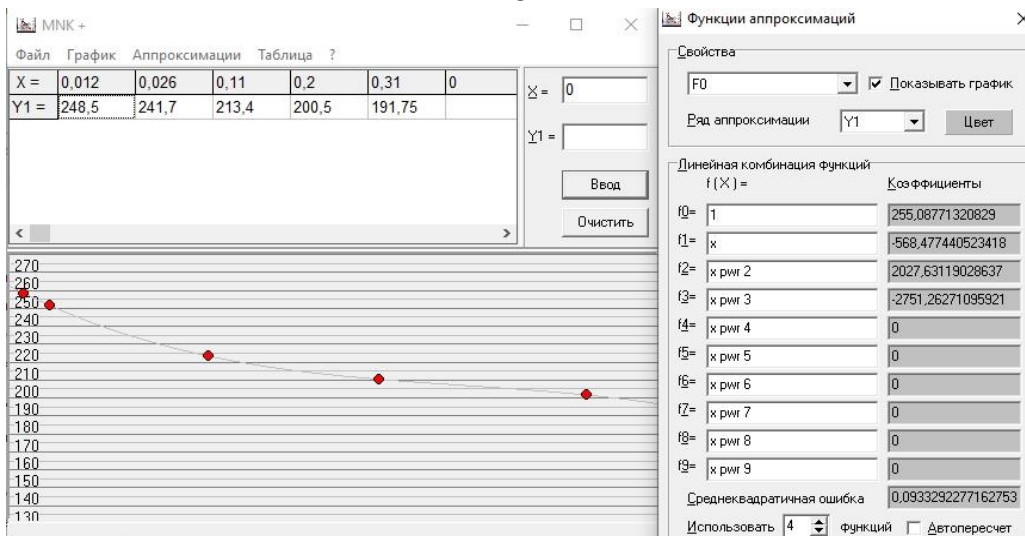
Рисунок 3.8 – Аппроксимированные зависимости физико-механических свойств углеродных DLC-покрытий, полученные по усредненным значениям методом наименьших квадратов (приведены окна программы MNK+) (начало):  
 а – зависимость  $H = f(\%N)$  твердости  $H$  от величины подачи азота в камеру  $\%N$ ;  
 б – зависимость  $H = f(\lambda)$  твердости  $H$  от величины тока индукционных катушек  $\lambda$



в

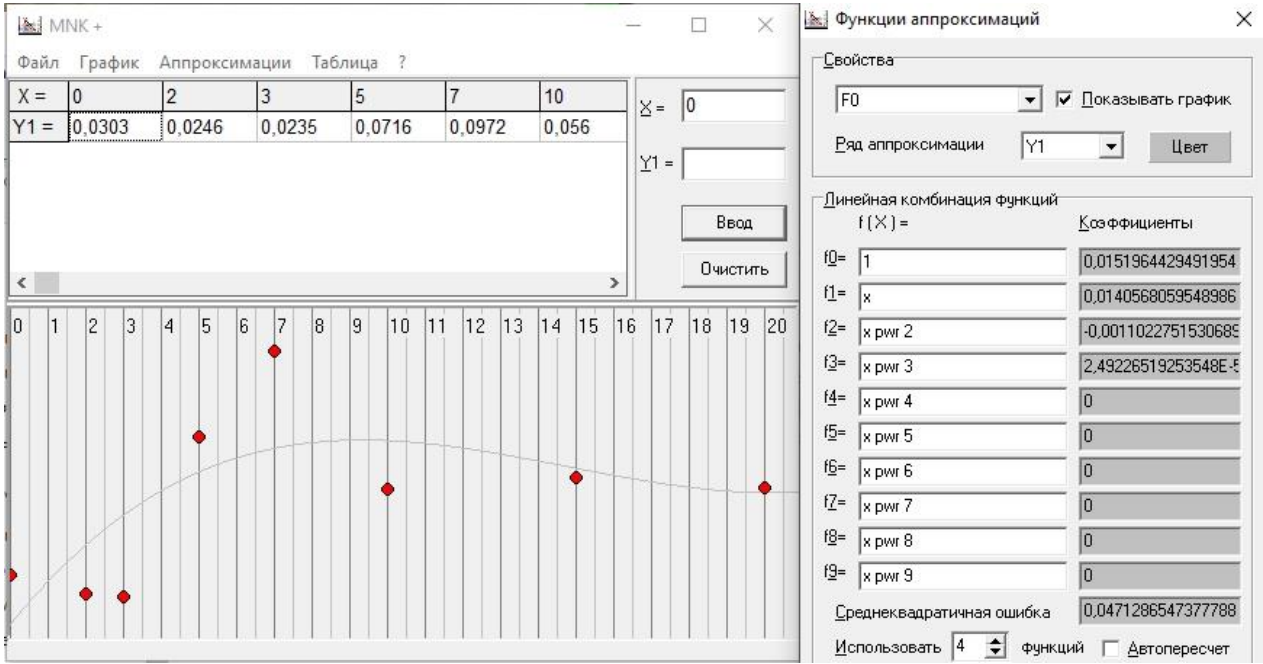


г

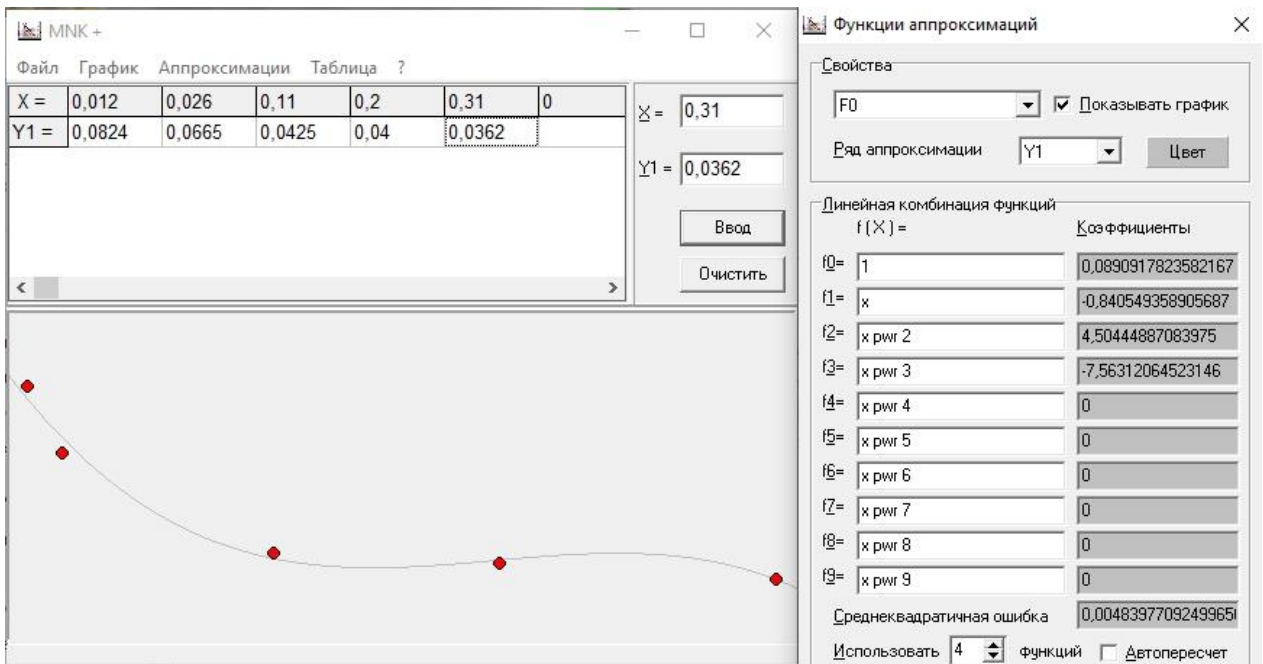


д

Рисунок 3.8 – Аппроксимированные зависимости.... (продолжение):  
 в–д – зависимости модуля упругости  $E = f(\%N)$ ,  $E = f(P)$  и  $E = f(\lambda)$   
 соответственно, где  $P$  – рабочее давление в вакуумной камере

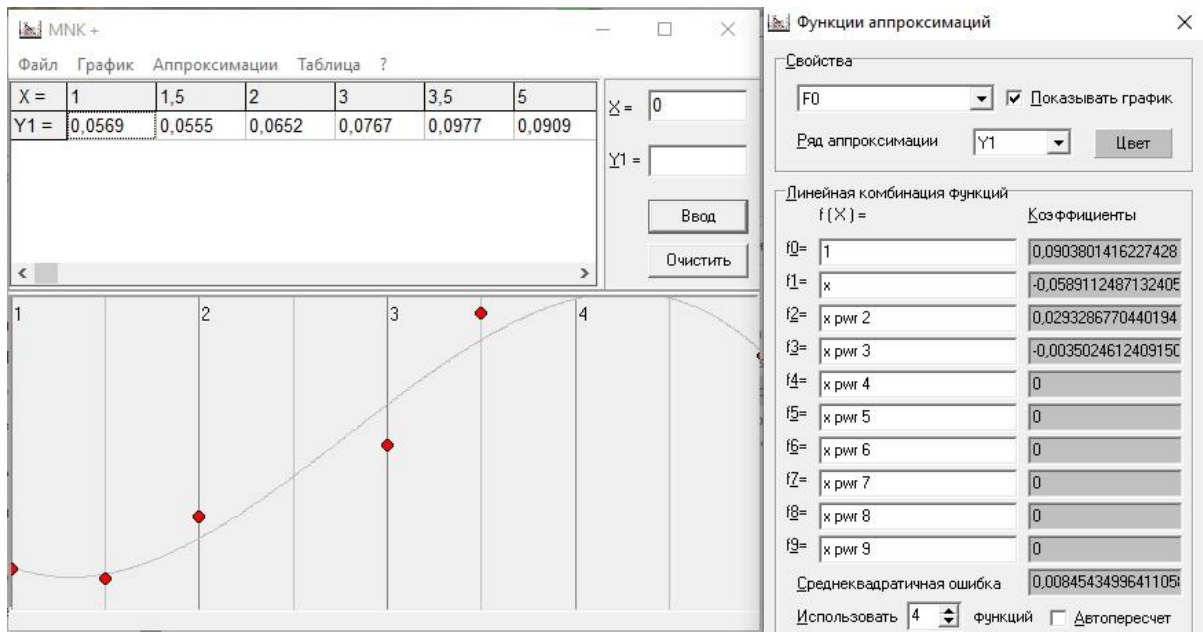


*e*

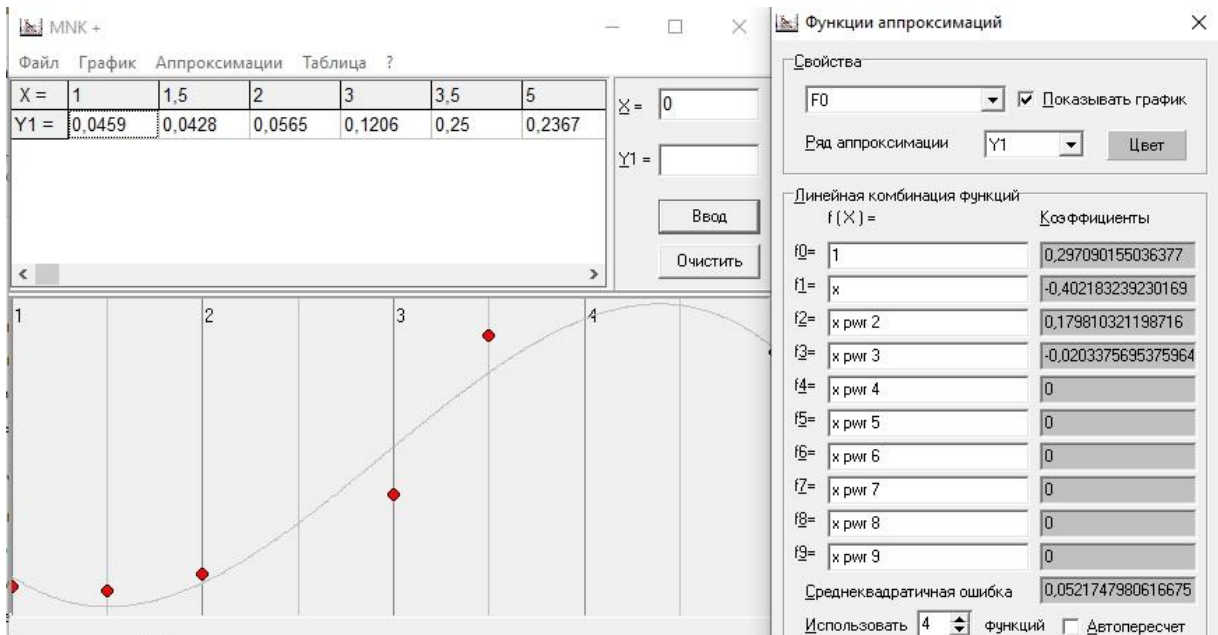


*ж*

Рисунок 3.8 – Аппроксимированные зависимости... (продолжение):  
*e* – зависимость  $H/E = f(N)$ ; *ж* – зависимость  $H^3/E^2 = f(P)$



3



и

Рисунок 3.8 – Аппроксимированные зависимости... (окончание):

3, и – зависимости  $H/E = f(\lambda)$  и  $H^3/E^2 = f(\lambda)$  соответственно

В процессе вычислений программа рассчитывает среднеквадратичную ошибку (СКО) вычисленного полинома, значение которой приведено в нижнем правом углу окон программы MNK+ на рисунке 3.8, и показывает график вычисленной аппроксимационной зависимости (полинома) в виде тонкой линии на фоне экспериментальных точек в левом нижнем углу окон программы MNK+ на рисунке 3.8.



Полученная зависимость  $H = f(\%N)$  имеет достаточно сложный характер. Она может быть аппроксимирована полиномом третьей степени. Однако точность такой аппроксимации неудовлетворительна – среднеквадратичная ошибка (СКО) составляет 13,26 ГПа и выше (т. е. превышает 50 %) – см. рисунок 3.8, *a*. Поэтому отдельный график аппроксимационной кривой для этой зависимости не строился. Однако зависимость  $H = f(\%N)$  на рисунке 3.7, *a* весьма показательна и без аппроксимации. График  $H = f(\%N)$  четко определяет интервал оптимальных значений параметра  $\%N$ , который составляет  $N = 5 \dots 8 \%$ .

Графики зависимостей  $H = f(P)$  и  $H = f(t)$  размещены в Приложении Б. Здесь они не приводятся в силу своей весьма простой геометрии с ясным физическим смыслом. Зависимость  $H = f(P)$  практически линейно возрастает по мере улучшения вакуума, что соответствует физическому смыслу вакуумного ионно-плазменного напыления: чем меньше давление в рабочей камере, тем меньше помех для ионного потока в процессе осаждения покрытия. При введении азота в рабочую камеру вакуумной установки линейность этой зависимости нарушается, поскольку азотная стабилизация углеродного покрытия (параметр  $\%N$ ) оказывает более сильное и нелинейное влияние на твердость  $H$  покрытия (см. рисунок 3.7, *a*). Время напыления  $t$  оказывает прямо пропорциональное линейное влияние на толщину покрытия, а на твердость  $H$  покрытия практически не влияет. Зависимость  $H = f(t)$  при соблюдении корректной методики индентирования практически остается константой во всем интервале изменения параметра  $t = 10 \dots 35$  мин.

Из полученных зависимостей твердости по методу МНК с удовлетворительной точностью аппроксимируется лишь график  $H = f(\lambda)$ , экспериментальная кривая которого приведена на рисунке 3.7, *б*. Аппроксимация экспериментальной зависимости  $H = f(\lambda)$ , показанная на рисунке 3.8, *б*, описывает ее полиномом третьей степени (3.1) со значением СКО = 1,68 ГПа:

$$H(\lambda) := 24,3235 - 17,3861 \cdot \lambda + 8,29617 \cdot \lambda^2 - 0,9285882 \cdot \lambda^3. \quad (3.1)$$



Аппроксимационная зависимость  $H = f(\lambda)$  для наглядности воспроизведена на рисунке 3.9 в соответствии с полиномом (3.1).

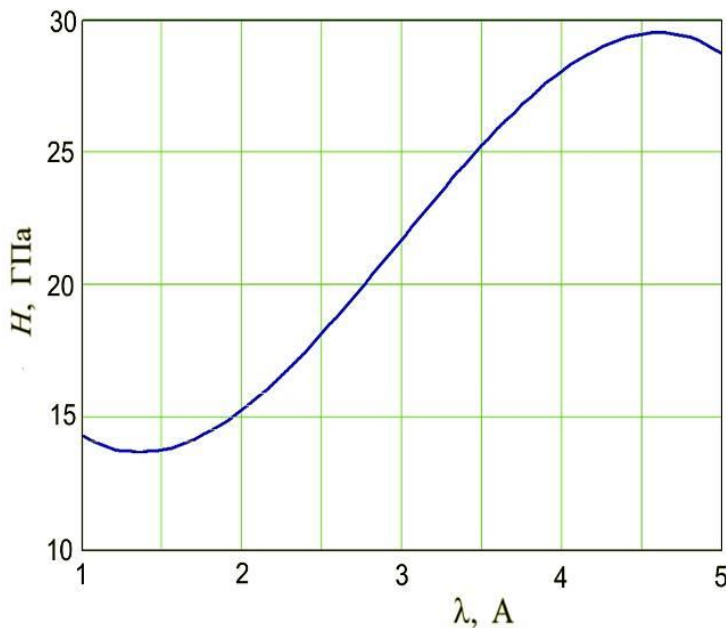


Рисунок 3.9 – Аппроксимационная кривая зависимости изменения твердости  $H$  покрытий DLC от параметра нанесения – тока катушек соленоидов  $\lambda$

Поскольку ток катушек соленоидов  $\lambda$  определяет объемную плотность мощности ионного потока осаждаемого углерода, значения  $\lambda$  не могут быть слишком малыми или слишком большими. При малых значениях  $\lambda$  покрытие либо формируется неплотным, либо осаждается слишком медленно. При больших  $\lambda$  происходит ионное травление подложки. Поэтому на рисунках 3.7, б и 3.9 приведен интервал только рабочих значений  $\lambda$ . В пределах

всего этого интервала обеспечивается достаточно высокая твердость DLC-покрытий, а к наиболее оптимальным его значениям следует отнести интервал  $\lambda = 3,0 \dots 3,8$  А.

В отличие от зависимостей твердости, полученные экспериментальные зависимости модуля упругости  $E$  от всех трех вариативных параметров  $E = f(\%N)$ ,  $E = f(P)$  и  $E = f(\lambda)$  по МНК аппроксимируются полиномом третьей степени с достаточной степенью точности (на рисунке 3.8, в–д  $СКО_{\%N} = 19,36$  ГПа;  $СКО_P = 0,0933$  ГПа;  $СКО_\lambda = 9,15$  ГПа). Поэтому на рисунке 3.10 приведены графики уже аппроксимированных экспериментальных кривых (см. рисунок 3.8. в–д), построенных по соответствующим полиномиальным функциям (3.2)–(3.4):

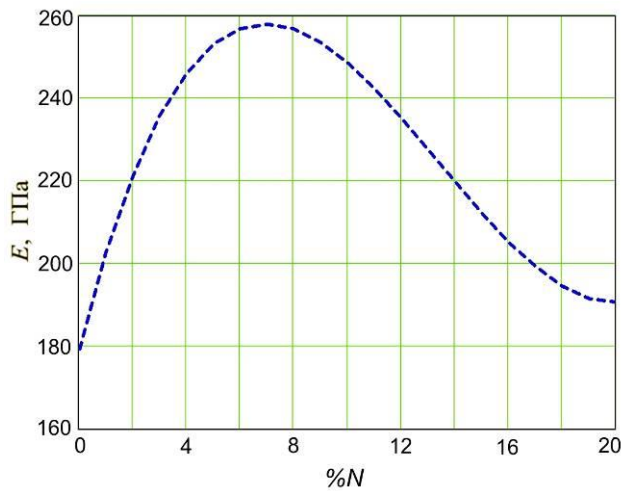
$$E(\%N) := 179,42 + 25,656 \cdot \%N - 2,4962 \cdot \%N^2 + 0,06209 \cdot \%N^3; \quad (3.2)$$

$$E(P) := 255,088 - 568,477 \cdot P + 2027,6312 \cdot P^2 - 2751,2627 \cdot P^3; \quad (3.3)$$

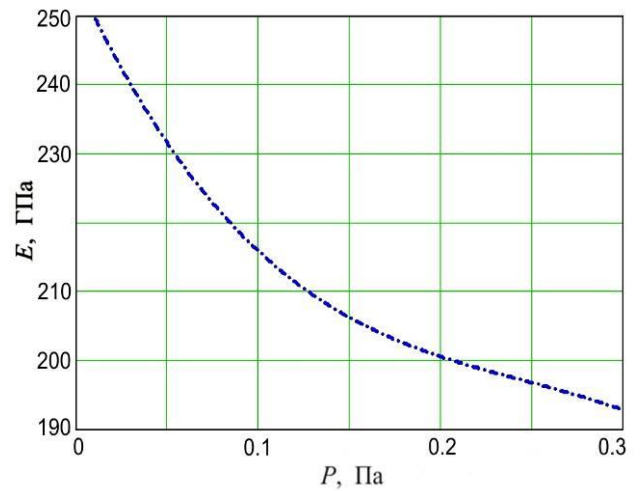
$$E(\lambda) := 268,94 - 30,715 \cdot \lambda + 11,4374 \cdot \lambda^2 - 0,69053 \cdot \lambda^3. \quad (3.4)$$

Экспериментальные результаты рисунков 3.7–3.10, полученные на основе анализа и статистической обработки базы данных, демонстрируют следующие тенденции:

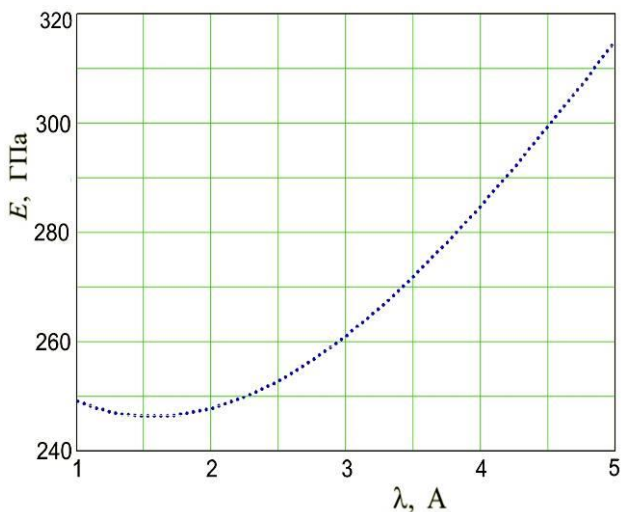
- 1) характер зависимостей как у  $H$ , так и у  $E$  от каждого из вариативных параметров  $\%N$ ,  $P$  и  $\lambda$  совершенно различный;
- 2) каждый параметр  $\%N$ ,  $P$  и  $\lambda$  изменяет  $H$  и  $E$  схожим образом, т. е. качественно зависимости, например,  $H = f(\%N)$  и  $E = f(\%N)$  практически идентичны.



а



б



в

Рисунок 3.10 – Аппроксимационные зависимости изменения модуля упругости  $E$  углеродных покрытий от параметров нанесения:  
 а – количества азота в камере  $\%N$  (% использования регулятора подачи);  
 б – давления  $P$  в рабочей камере (Па);  
 в – тока катушек соленоидов  $\lambda$  (А)

Первая из этих тенденций свидетельствует о том, что, поскольку три рассмотренных вариативных параметра действуют на физико-механические свойства разнонаправленно, то режим нанесения углеродных покрытий по этим параметрам может быть (и должен быть) оптимизирован. Вторая тенденция говорит о том, что влияние параметров  $\%N$ ,  $P$  и  $\lambda$  на прочностные свойства покрытий ( $H$  и  $E$ ) не является стохастическим, а основано на единых явлениях и процессах, физический смысл которых уже частично обсуждался ранее.

На основе полученных однопараметрических зависимостей несложно выделить область значений технологических параметров  $\%N$ ,  $P$  и  $\lambda$ , в пределах которой на использованном в работе оборудовании с высокой степенью достоверности будет обеспечен стабильный уровень физико-механических характеристик DLC-покрытий, определяемых методами непрерывного индентирования:

– область оптимальных значений варьируемых технологических параметров:

$$\%N = 5 \dots 8; \lambda = 3,0 \dots 3,8 \text{ A};$$

– прогнозируемые физико-механические свойства углеродных DLC-покрытий:

$$H \geq 18 \dots 20 \text{ ГПа}; E \geq 250 \text{ ГПа}; H/E \geq 0,07; H^3/E^2 \geq 0,08 \text{ ГПа}.$$

Указанный уровень физико-механических свойств покрытий может быть достигнут и за пределами приведенной области оптимальных значений параметров, однако в этом случае, как показывает анализ сформированной базы данных, устойчивая повторяемость значений этих свойств не гарантируется.

Каждый из рассматриваемых в работе вариативных параметров  $\%N$ ,  $P$  и  $\lambda$  с точки зрения ионно-плазменной технологии считается независимым. Однако установленные закономерности их разнонаправленного влияния на  $H$  и  $E$  указывают на целесообразность изучения их совместного действия. С этой целью сформированная база данных была использована для исследования двухпараметрического (попарного) влияния параметров  $\%N$ ,  $P$ ,  $\lambda$  и  $t$  на твердость  $H$  углеродных покрытий с применением методов машинного обучения и нейросетевых алгоритмов. Его результаты представлены в следующем разделе.

### 3.3 Анализ базы данных углеродных покрытий с использованием алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей

Методики, использованные для анализа сформированной базы экспериментальных данных, приведены в главе 2, в разделе 2.6. Применялись такие алгоритмы машинного обучения, как линейный алгоритм гребневой регрессии Ridge, ансамблевый алгоритм деревьев решений ExtraTrees, а также алгоритм полносвязной нейронной сети – многослойный перцептрон MLP. В качестве критерия наличия закономерностей при использовании той или иной модели (алгоритма) была принята величина коэффициента детерминации  $0 \leq R^2 \leq 1$ , значение которого для удовлетворительного качества предсказания должна составлять  $R^2 \geq 0,5$ . В настоящем разделе работы приводятся результаты выполненных итераций. Их основной задачей было применение алгоритмов анализа базы данных для получения устойчивых корреляционных связей между свойствами покрытий и технологическими параметрами нанесения с целью оптимизации параметров для получения заданных свойств покрытия. Поэтому в рамках задач настоящего раздела работы из базы данных физико-механических характеристик ионно-плазменных углеродных покрытий, приведенных в предыдущем разделе 3.2, в качестве объекта исследования и анализа была выбрана твердость  $H$ . Зависимости  $H$  от  $P$ , %N,  $\lambda$  и  $t$  имеют наиболее широкий датасет и являются максимально надежно измеренными, поэтому оптимально подходят для обучения машинных алгоритмов и определения наиболее адекватных из них для дальнейшего наиболее полноценного анализа на этой основе трибологических свойств покрытий.

На рисунке 3.11 для каждого эксперимента показаны: предсказанное значение твердости  $H_{\text{predicted}}$  и значение  $H_{\text{original}}$ , полученное в эксперименте. Первоначально алгоритмы были натренированы на исходных данных без фильтрации (см. рисунок 3.11). Метрика  $R^2$  в случае нефiltroванных данных равнялась 0,117 для ExtraTrees и 0,045 для Ridge. Т. е. оба алгоритма показывают низкое качество предсказания, но большинство точек на рисунке 3.11, б расположены вдоль линии «предсказание – эксперимент», в то время как на рисунке 3.11, а точки разбросаны совершенно случайным образом.

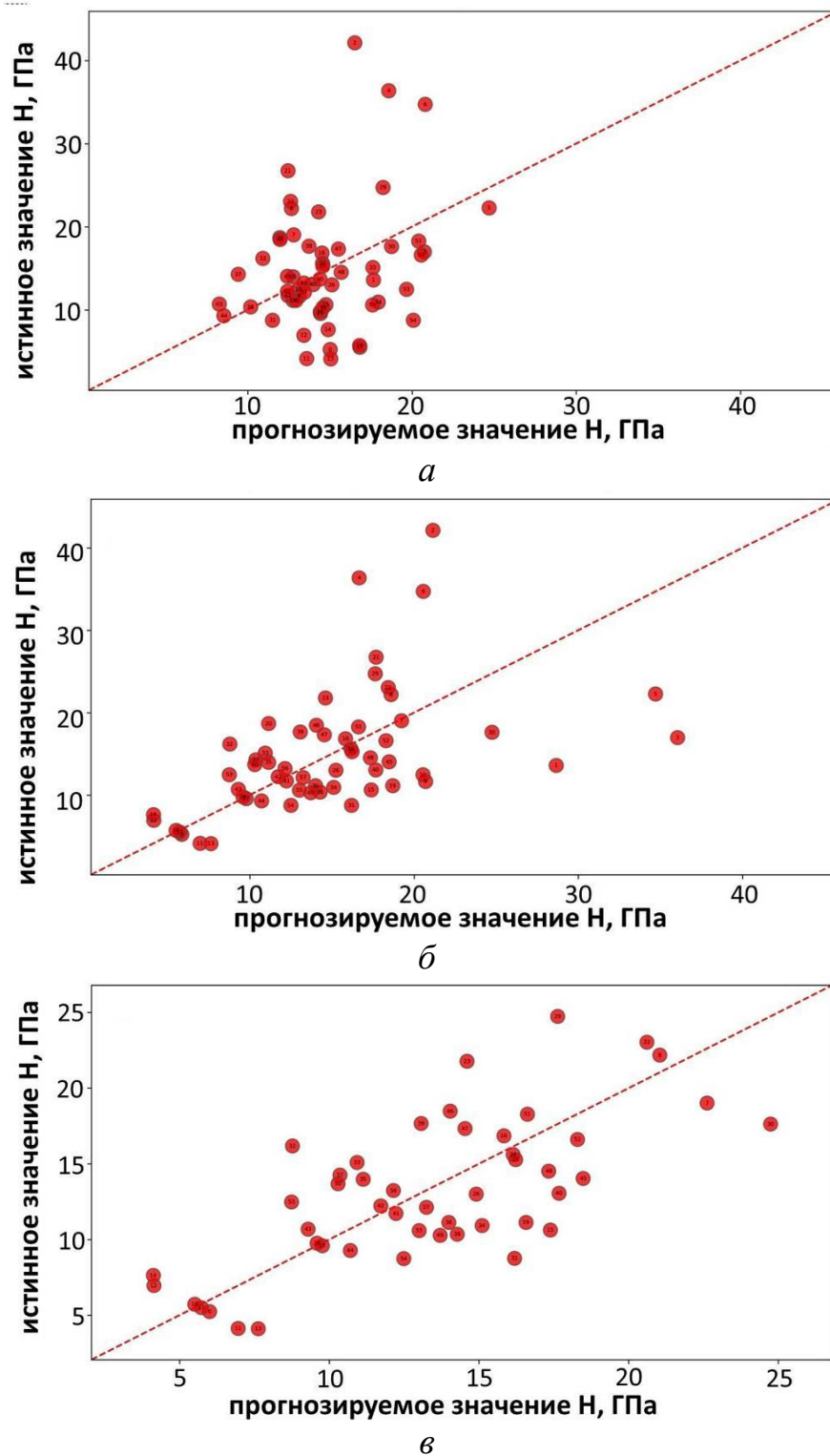


Рисунок 3.11 – Диаграммы рассеяния, показывающие наличие корреляций между истинными значениями твердости, определенными в эксперименте, и значениями, предсказанными алгоритмом в ходе перекрестной проверки (кросс-валидации):  
*а* – результаты для алгоритма гребневой регрессии (Ridge);  
*б* – для ансамблевого метода (Extra Trees); *в* – для ансамблевого метода (Extra Trees) после применения фильтрации

В дальнейшем была проведена работа по улучшению качества модели на основе ансамбля деревьев (ExtraTrees), которая выявила более высокие корреляции в исходных экспериментальных данных, чем модель на основе алгоритма Ridge.

Из рисунка 3.11, б видно, что некоторые эксперименты предсказываются значительно хуже, чем остальные. Причем наиболее удалены от диагонали «предсказание – эксперимент» точки с начальными порядковыми номерами в базе данных. Т. е. наименее предсказуемыми являются значения твердости покрытий, полученных на начальной стадии отработки режимов ионно-плазменной технологии получения DLC-покрытий. Для улучшения качества предсказания было решено отфильтровать эти эксперименты, на которых алгоритм ExtraTrees показывает наибольшую ошибку. Результат, полученный после фильтрации данных, показан на рисунке 3.11, в. После удаления одиннадцати экспериментов с наибольшей ошибкой качество предсказания значительно повысилось, достигнув  $R^2 = 0,45$ . При этом фильтрация не привела к улучшению модели Ridge. Также повысить качество предсказания алгоритма ExtraTrees удалось за счет подбора параметров – максимальной глубины дерева и общего количества деревьев. Лучшую метрику  $R^2 = 0,5$  показала модель с максимальной глубиной дерева, равной 5, и общим числом деревьев, равным 20. Пространство входных параметров имеет достаточно малую размерность – четыре входных параметра, что открывает возможность улучшения качества предсказания за счет расширения пространства признаков. В итоге добавление полиномиальных признаков степени не выше двух, т. е. квадратов и попарных произведений исходных признаков, позволило повысить качество предсказания до  $R^2 = 0,56$ . Добавление полиномиальных признаков третьей степени не привело к дальнейшему улучшению качества

Для полносвязной нейронной сети была применена та же последовательность улучшений, что и для деревьев. Первоначально нейронная сеть с одним скрытым слоем из 100 нейронов, обученная на нефiltroванных данных, показала качество предсказания  $R^2 < 0$ . Тренировка той же сети на фильтрованных данных не привела к улучшению качества предсказания. Далее,

путем подбора параметров, в том числе архитектуры нейронной сети, удалось добиться качества предсказания  $R^2 = 0,5$ , сравнимого с качеством модели на основе деревьев. Соответствующая архитектура нейронной сети: два последовательных скрытых слоя по 10 нейронов в каждом. Значение  $L^2$ -регуляризации во время обучения было равным единице. Расширение пространства признаков не привело к увеличению качества предсказания для нейронной сети, максимальное значение  $R^2$  осталось равным 0,5.

Таким образом, путем применения фильтрации, расширения пространства признаков и проведения оптимизации параметров алгоритма удалось значительно улучшить качество предсказания модели с  $R^2 = 0,117$  до  $R^2 = 0,56$  для ExtraTrees и с  $R^2 < 0$  до  $R^2 < 0,5$  для нейронной сети. В результате были получены модели зависимости твердости  $H$  от экспериментальных параметров, которые на следующем этапе исследований были использованы для построения наглядных зависимостей твердости. Результаты применения натренированного алгоритма ExtraTrees и обученной нейронной сети для построения зависимостей твердости покрытия как функции пар параметров в виде цветowych («тепловых») карт показаны на рисунке 3.12. Вблизи экспериментальной точки с максимальным значением твердости построено прогнозирование твердости покрытия для всех значений параметров на плоскости. Двухпараметрические цветowe карты твердости были построены для всех возможных пар входных параметров: тока катушек  $\lambda$ , времени нанесения  $t$ , количества азота в потоке %N, рабочего давления  $P$ . Цветом на рисунке 3.12 показано ожидаемое значение твердости покрытия.

В практике нанесения DLC-покрытий по вакуумной ионно-плазменной технологии интервалы допустимых значений технологических параметров для получения оптимальных свойств покрытий оказываются достаточно небольшими – см. рисунки 3.7–3.10. Сопоставление соответствующих экспериментальных данных раздела 3.2 с результатами компьютерного анализа, представленными в настоящем разделе 3.3, демонстрирует более точное прогнозирование с использованием алгоритма ExtraTrees.

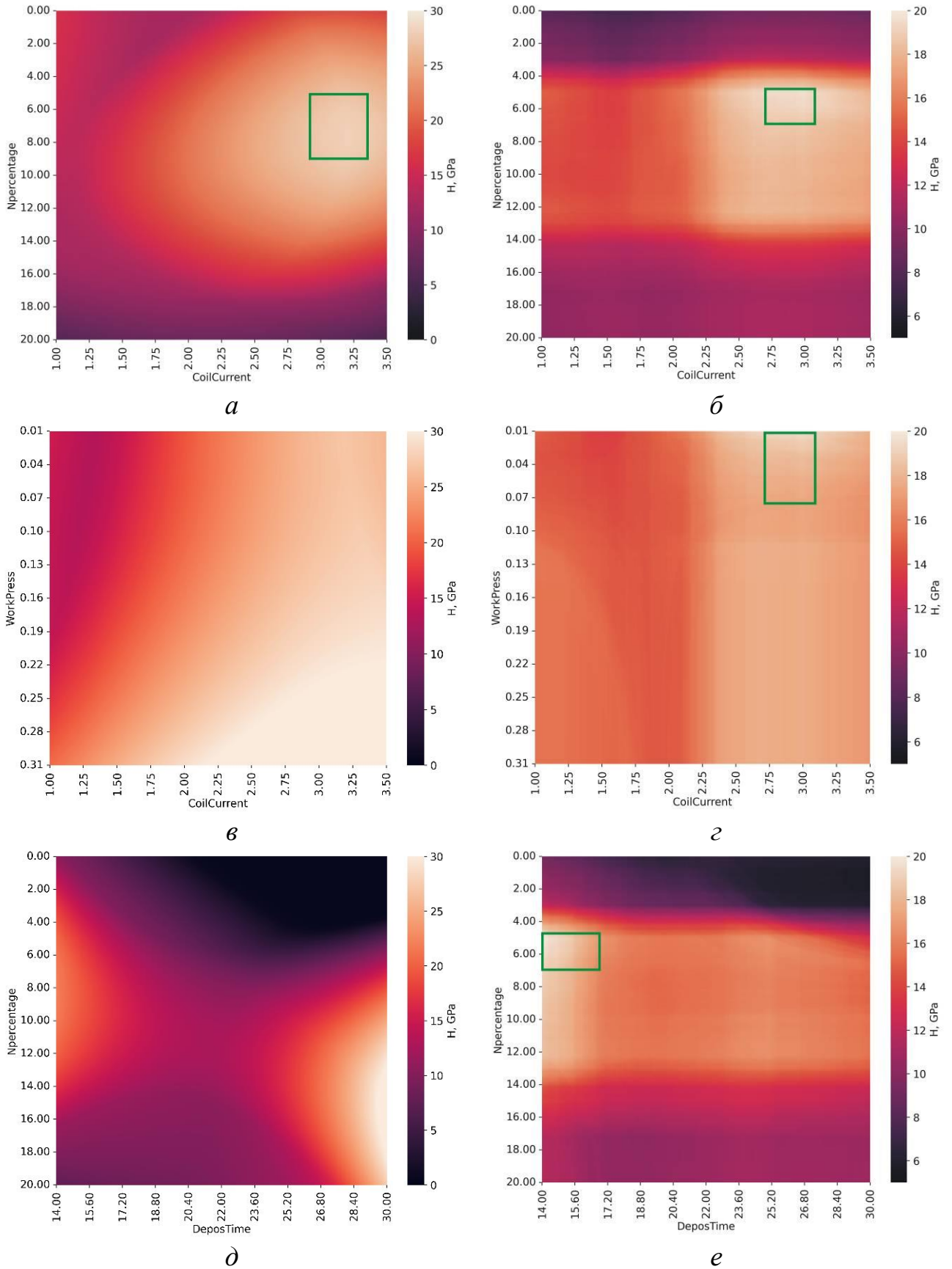


Рисунок 3.12 – Двухпараметрические цветовые карты твердости, построенные с применением обученной неронной сети (*a*, *в*, *д*) и натренированного алгоритма ExtraTrees (*б*, *г*, *е*); плоскости параметров: *a*, *б* –  $\%N - \lambda$ ; *в*, *г* –  $P - \lambda$ ; *д*, *е* –  $\%N - t$ ; цветовая шкала твердости в ГПа приведена на каждой карте справа



На рисунке 3.12 зоны совпадающих оптимумов экспериментальных и прогнозных значений параметров отмечены прямоугольной рамкой. Для некоторых пар параметров при прогнозировании с использованием нейронной сети MLP построить такие зоны для реальных значений параметров было весьма проблематично (рисунок 3.12, в, д). Сводные данные оптимальных значений входных параметров, полученные с использованием алгоритма ExtraTrees и обеспечивающие максимальный уровень твердости покрытия (рисунок 3.12, б, з, е), приведены в таблице 3.3. Оптимальные значения каждого параметра приведены в строках таблицы 3.3. Значение параметра, расположенное в пересечении строки и столбца в таблице 3.3, соответствует двумерной цветовой карте на рисунке 3.12.

Таблица 3.3 – Оптимальные значения параметров, наблюдаемые на двумерных цветовых картах DLC-покрытий (см. рисунок 3.12)

ПАРАМЕТРЫ	WorkPress	DeposTime	Npercentage	CoilCurrent
Рабочее давление в камере $P$ , Па (WorkPress)		< 0,02	< 0,05	< 0,08
Время напыления $t$ , мин (DeposTime)	10...17		10...17	10...17
Давление азота %N (Npercentage)	5...7	5...7		5...7
Параметр (ток) индукционных катушек $\lambda$ , А (CoilCurrent)	– 2,7...3,1	0...1,6 2,7...3,1	– 2,7...3,1	

Данные, приведенные в таблице 3.3, представляют собой обобщенные результаты двухпараметрических прогнозируемых зависимостей раздела 3.3, которые получены с помощью цифровых технологий. Если сравнить эти данные с графиками, приведенными на рисунке 3.7, которые являются обобщенными результатами однопараметрических зависимостей раздела 3.2, полученных с помощью статистической обработки экспериментальных данных, то мы увидим, что интервалы оптимальных значений варьируемых параметров %N,  $P$  и  $\lambda$ , имеют высокую степень перекрытия. Причем для прогнозируемых данных, полученных с помощью алгоритма ExtraTrees, интервалы оптимальных значений варьируемых

параметров практически совпадают с экспериментальными. Таким образом, совпадение результатов, полученных различными методами при анализе базы данных покрытий DLC, дает основание рассматривать вакуумную ионно-плазменную технологию как управляемый процесс, несмотря на его многопараметричность, неравновесное состояние и стохастический характер.

### Выводы по главе 3

1. Полученные экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что азот, использованный в качестве стабилизатора структуры углеродных покрытий вместо водорода, обеспечивает получение устойчивых значений толщины DLC-покрытий вплоть до 1,5...2,0 мкм. При использованных в работе значениях парциального давления азот не приводил к образованию вторичных нитридных фаз в покрытии, тем не менее интенсивность его напуска в рабочую камеру, определяемая параметром %N, оказывала существенное влияние на физико-механические характеристики покрытия в процессе его нанесения. Поэтому величина %N отнесена к наиболее важным управляющим технологическим параметрам процесса получения вакуумных ионно-плазменных DLC-покрытий типа ta-C:N.
2. По результатам проведенных исследований с использованием статистических методов обработки экспериментальных данных и алгоритмов машинного обучения удалось выделить и оптимизировать комплекс вариативных технологических параметров нанесения DLC-покрытий. Четырехпараметрический комплекс, включающий величину подачи азота в камеру %N, ток  $\lambda$  индукционных катушек, давление в рабочей камере  $P$  и время нанесения  $t$ , позволяет обеспечить высокие значения основных физико-механических характеристик покрытия – твердости  $H$  и модуля упругости  $E$ .
3. Наиболее эффективное прогнозирование твердости  $H$  DLC-покрытий обеспечивается при бимодальном варьировании параметров %N и  $\lambda$  с использованием алгоритмов машинного обучения ExtraTrees или MLP.

Области предсказанных оптимальных значений на плоскости параметров  $\%N-\lambda$  для обоих этих алгоритмов практически совпадают (см. рисунок 3.12, *a, б*). Бимодальное варьирование других пар параметров (из использованных в главе 3) не дает такой ясной оптимизационной картины по твердости покрытий  $H$ , а для некоторых пар, например  $\%N-t$ , использованные алгоритмы ExtraTrees или MLP дают противоречивые результаты (см. рисунок 3.12, *д, е*).

4. Возможность прогнозирования свойств покрытий при варьировании ограниченного количества управляющих технологических параметров реализована в работе благодаря использованному методическому подходу. Он представляет собой последовательность следующих этапов: формирование базы данных покрытий с максимально широким перечнем характеристик и параметров нанесения; выявление зависимостей влияния параметров на свойства покрытий, полученных с использованием методов статистической обработки данных; оптимизация полученных зависимостей на основе применения алгоритмов машинного обучения. Такой подход позволяет решить основную проблему вакуумной ионно-плазменной технологии, включающей стохастическое распределение и значительный разброс данных, вызванные неустойчивостью неравновесных процессов, происходящих в плазме, и большое количество параметров, определяющих состав, строение и свойства покрытий. Выполненное исследование показывает путь решения указанной проблемы и демонстрирует доказательства того, что технология вакуумного ионно-плазменного напыления углеродных DLC-покрытий может быть надежно управляемым процессом.

## **Глава 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИНЦИПОВ УПРАВЛЕНИЯ ТРИБОЛОГИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ И АЛГОРИТМОВ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ**

### **4.1 Экспериментальные данные влияния технологических параметров нанесения на трибологические свойства углеродных DLC-покрытий**

По аналогии с процессом построения и анализа зависимостей физико-механических свойств, описанным в разделе 3.2, для построения и анализа зависимостей трибологических свойств покрытий от технологических параметров их нанесения в качестве основного источника информации была использована сформированная база экспериментальных данных по углеродным DLC-покрытиям, в сокращенном виде представленная в Приложении А. Этот же экспериментальный задел использован для выполнения процедур машинного обучения, оптимизации технологических параметров, моделирования свойств покрытий и верификации модельных результатов, которые описаны в следующем разделе главы 4 (раздел 4.2).

В соответствии с методическим аппаратом проводимых исследований (см. раздел 2.5) в качестве трибологических характеристик определены коэффициент трения  $\mu$  и длина пути (дорожки трения)  $L$ , пройденного образцом до разрушения покрытия и измеряемого в метрах. Данные получены в процессе испытаний на машине трения TRB при нагрузках  $F = 1, 5$  и  $10$  Н.

С использованием методов статистической обработки данных, описанных в разделе 2.6, были построены экспериментальные однопараметрические зависимости величин  $\mu$  и  $\ln L$  от каждого из варьируемых технологических параметров  $\%N$  и  $\lambda$  при различных нагрузках  $F$ . В наиболее полном виде они приведены в Приложении В. При исследовании физико-механических свойств покрытий в главе 3 было установлено, что параметры  $\%N$  и  $\lambda$  значительно более существенно влияют на свойства покрытий, чем другие вариативные параметры

нанесения, в частности давление в рабочей камере  $P$  и время осаждения покрытия  $t$ . Также было установлено, что параметры  $\%N$  и  $\lambda$ , в отличие от  $P$  и  $t$ , в исследованных диапазонах варьирования имеют интервалы оптимальных значений. Поэтому в настоящей главе при построении и анализе зависимостей трибологических свойств DLC-покрытий в качестве независимых переменных рассматриваются только параметры  $\%N$  и  $\lambda$ .

На рисунке 4.1 приведены экспериментальные зависимости коэффициента трения  $\mu$  от технологических параметров  $\%N$  и  $\lambda$  при нагрузке  $F = 10$  Н, построенные по усредненным значениям базы данных DLC-покрытий (за исключением комбинированных покрытий системы CrAlSiN+DLC).

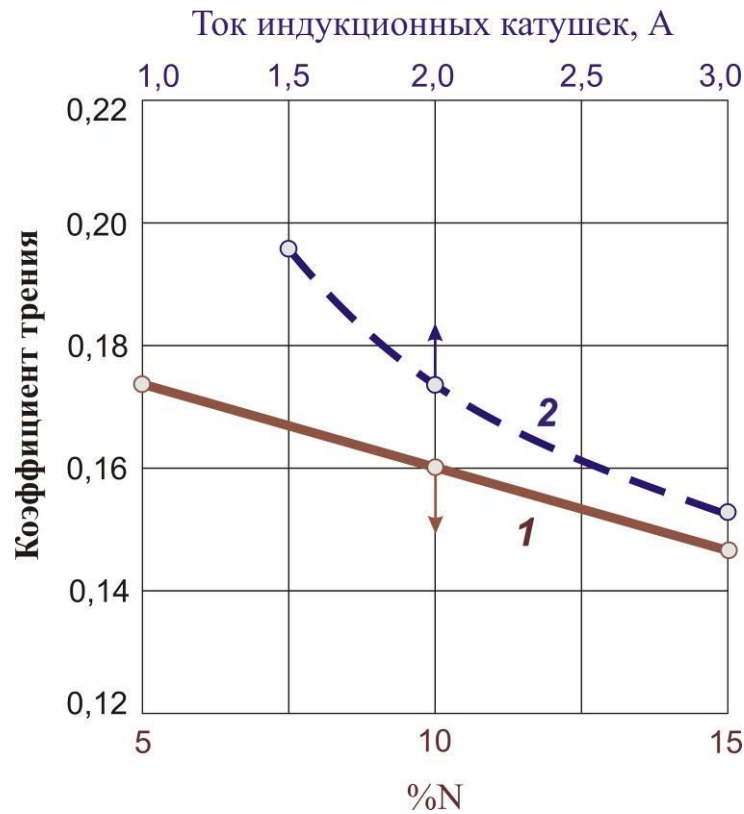


Рисунок 4.1 – Экспериментальные зависимости коэффициента трения  $\mu$  от параметров  $\%N$  (1) и  $\lambda$  (2) для стальных образцов с DLC-покрытиями при нагрузке трения  $F = 10$  Н

Экспериментальные зависимости рисунка 4.1 с высокой точностью приближения (среднеквадратичная ошибка СКО  $\rightarrow 0$ ) аппроксимируются по

методу наименьших квадратов линейной и квадратичной функциями (подробности аппроксимации, выполненной в программе МНК+, можно найти в разделе 3.2; здесь же приводятся только ее результаты):

$$\mu (\%N) = 0,2383 - 0,0062 \cdot (\%N); \quad (4.1)$$

$$\mu (\lambda) = 0,3913 - 0,1023 \cdot \lambda + 0,0081 \cdot \lambda^2. \quad (4.2)$$

Исследование изменения длины пути  $L$ , пройденного образцом до разрушения DLC-покрытий и измеряемого в метрах (фактически параметра износа), от технологического параметра  $\%N$  не выявило устойчивых зависимостей. Экспериментальная же зависимость  $\ln L = f(\lambda)$ , построенная на основе базы данных DLC-покрытий, демонстрирует наличие четко выраженного максимума при  $\lambda = 1,8 \dots 2,5$  А при любых значениях нагрузки  $F$ , что позволяет оптимизировать режимы нанесения покрытий по параметру тока индукционных катушек  $\lambda$ . Кроме того, экспериментальные зависимости  $\ln L = f(\lambda)$  для различных значений  $F$  с высокой точностью аппроксимируются по методу наименьших квадратов полиномами третьего и четвертого порядков:

$$\text{для } F = 1 \text{ Н: } \ln L1(\lambda) := -3,86335 + 8,4805 \cdot \lambda - 2,742516 \cdot \lambda^2 + 0,268837 \cdot \lambda^3; \quad (4.3)$$

$$\text{для } F = 5 \text{ Н: } \ln L5(\lambda) := -5,42 + 8,7977 \cdot \lambda - 2,9773 \cdot \lambda^2 + 0,287061 \cdot \lambda^3; \quad (4.4)$$

для  $F = 10$  Н:

$$\ln L10(\lambda) := -1,6122 + 2,640675 \cdot \lambda - 1,2458 \cdot \lambda^2 + 0,271 \cdot \lambda^3 - 0,026 \cdot \lambda^4. \quad (4.5)$$

В совокупности полученные зависимости (4.3)–(4.5) позволили построить топологическую поверхность длины пробега образцов  $\ln L$  (длины дорожки трения до разрушения покрытия) на плоскости параметров  $F$ – $\lambda$ , т. е. график функции  $\ln L = f(F, \lambda)$ , который приведен на рисунке 4.2.

Интервалы истинных значений величин  $F$  и  $\lambda$ , задающих плоскость параметров на рисунке 4.2, составляют  $F = 1 \dots 11$  Н и  $\lambda = 1 \dots 5$  А. При построении топологической поверхности в целях максимальной наглядности они были переведены в дискретные кодовые значения  $i$  и  $j$  соответственно, которые и показаны на рисунке 4.2 по осям  $F$  и  $\lambda$ . Алгоритм кодировки следующий:

$$F = 1 + 0,5 \cdot i, \text{ где } i = 0 \dots 20; \lambda = 1 + 0,2 \cdot j, \text{ где } j = 0 \dots 20.$$

По вертикальной оси на рисунке 4.2 показаны истинные значения величины  $\ln L$ , где длина пробега  $L$  выражена в метрах.

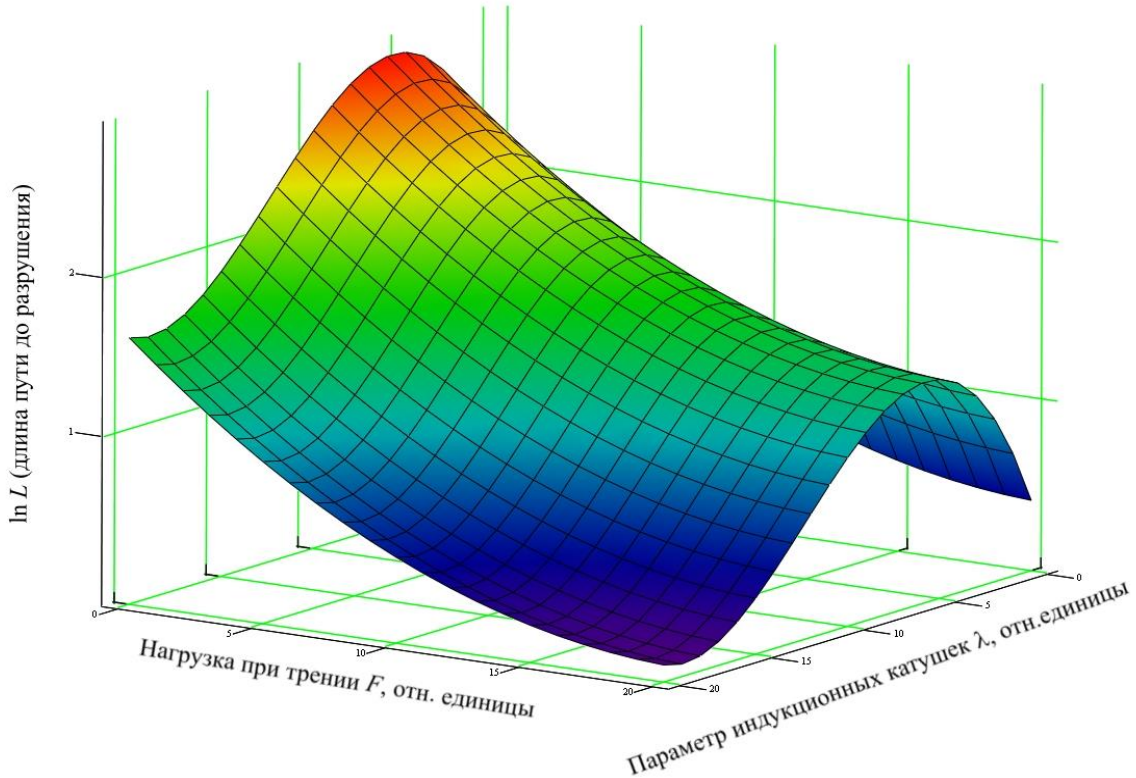


Рисунок 4.2 – Топологическая поверхность изменения длины пробега  $L$  в зависимости от параметров  $\lambda$  и  $F$

Изменение длины дорожки трения  $L$  от нагрузки  $F$  на рисунке 4.2 характеризуется теми же причинами, что и изменение коэффициента трения  $\mu$ : при малых нагрузках  $F \leq 5$  Н в силу «эффекта осцилляции» штифта машины трения (подробнее об «эффекте осцилляции» см. далее – в разделе 4.2) износ поверхности весьма невелик. Поэтому при выбранной схеме трибологических испытаний заслуживают внимания только результаты, полученные при относительно больших нагрузках ( $F = 10$  Н), тем более что характер зависимости  $\ln L = f(\lambda)$  (кривая с максимумом) при изменении нагрузки  $F$  сохраняется. Устойчивость этой зависимости дает основания включить экспериментальные данные длины пробега образца  $L$ , приведенные на рисунке 4.2 и фиксирующие оптимум  $\lambda = 1,8 \dots 2,5$  А, в общую систему оптимизации технологических

параметров, построенную как на экспериментальных (раздел 4.1), так и на модельных (раздел 4.2) данных.

Для надежного определения и анализа трибологических свойств покрытий, предназначенных для использования в нагруженных парах трения, необходимо прояснить вопрос методического характера – о величине нагрузки при испытаниях на машине трения. С этой целью на рисунке 4.3 приведены зависимости усредненных значений трибологических характеристик  $\mu$  и  $L$  от нагрузки  $F$  для всей базы данных в целом.

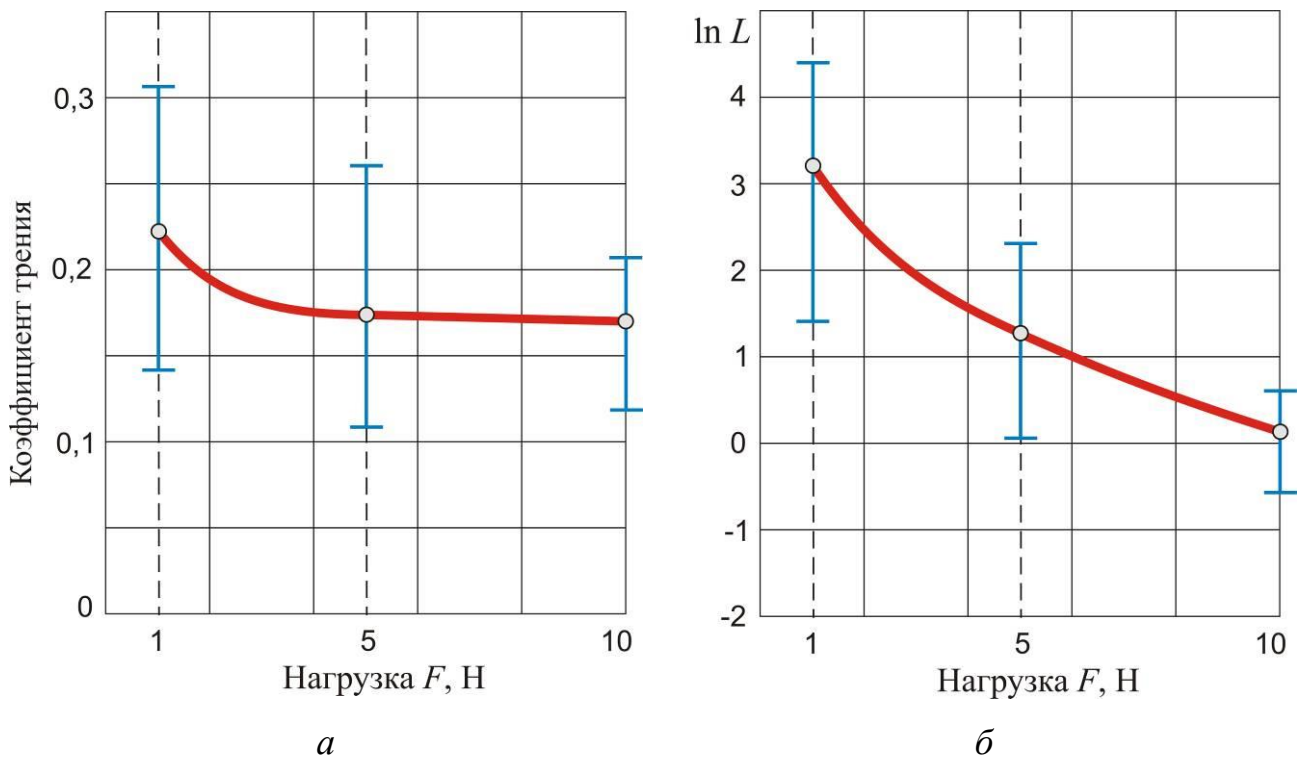


Рисунок 4.3 – Экспериментальные зависимости изменения коэффициента трения  $\mu$  (а) и длины пути  $L$  (б), пройденного образцом до разрушения покрытия, от нагрузки  $F$  при трибологических испытаниях

Аппроксимация экспериментальных зависимостей рисунка 4.3 по методу наименьших квадратов в программе МНК+ дает высокую точность приближения (СКО  $\rightarrow 0$ ) при квадратичных полиномах:

$$\mu(F) = 0,2383 - 0,0174 \cdot F + 0,00107 \cdot F^2; \quad (4.6)$$

$$\ln L(F) = 3,833 - 0,65137 \cdot F + 0,02814 \cdot F^2. \quad (4.7)$$



Однако, как видно из рисунке 4.3, разброс значений  $\mu$  и  $L$  существенно превышает доверительный интервал, особенно при малых нагрузках  $F \leq 5$  Н. Ввиду этого обстоятельства, был проведен анализ базы экспериментальных данных по параметру  $\mu$  с использованием нейросетевых алгоритмов и алгоритмов машинного обучения, результаты которого представлены в следующем разделе.

#### **4.2 Анализ трибологических свойств DLC-покрытий с использованием алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей**

Исходный датасет составили результаты 58 экспериментов по нанесению DLC-покрытий, из них по коэффициенту трения  $\mu$  в базе данных были заполнены 36 строк. К входным параметрам модели были отнесены величина подачи азота в камеру %N и подаваемый на индукционные катушки ток  $\lambda$  (А). К выходным (целевым) параметрам модели были отнесены значения  $\mu$ , полученные при различной величине нагрузки  $F$ , равной 1 Н, 5 Н, 10 Н, и обозначенные в модели как CoatMu1, CoatMu5, CoatMu10 соответственно. Для аппроксимации зависимости коэффициента трения  $\mu$  от технологических параметров %N и  $\lambda$  были применены три алгоритма: линейный алгоритм Ridge (гребневая регрессия), алгоритм ExtraTrees (рандомизированные деревья) и полносвязная нейронная сеть прямого распространения (многослойный перцептрон, *multilayer perceptron*, *MLP*). В ходе обучения для корректной оценки качества предсказания моделей применялась кросс-валидация, которая проводилась по методу одиночного исключения элементов выборки (кросс-валидация LeaveOneOut) ввиду относительно небольшого размера исходного датасета. Перед обучением моделей данные нормировались.

Аналогично тому, как это подробно описано в разделе 2.6 главы 2 (выражение (2.4)), а также в разделе 3.3 главы 3, в качестве критерия наличия закономерностей была использована величина коэффициента детерминации  $R^2$ . Во избежание повторов, не вдаваясь в математические и процедурные детали выполненного анализа, приведем его полезные результаты.

На рисунке 4.4 для каждого эксперимента при соответствующей нагрузке  $F$  показаны диаграммы рассеяния, построенные в алгоритмах Ridge и ExtraTrees, на которых приведены предсказанные значения коэффициента трения  $\text{CoatMu}_{\text{predicted}}$  и значения  $\text{CoatMu}_{\text{original}}$ , полученные в эксперименте.

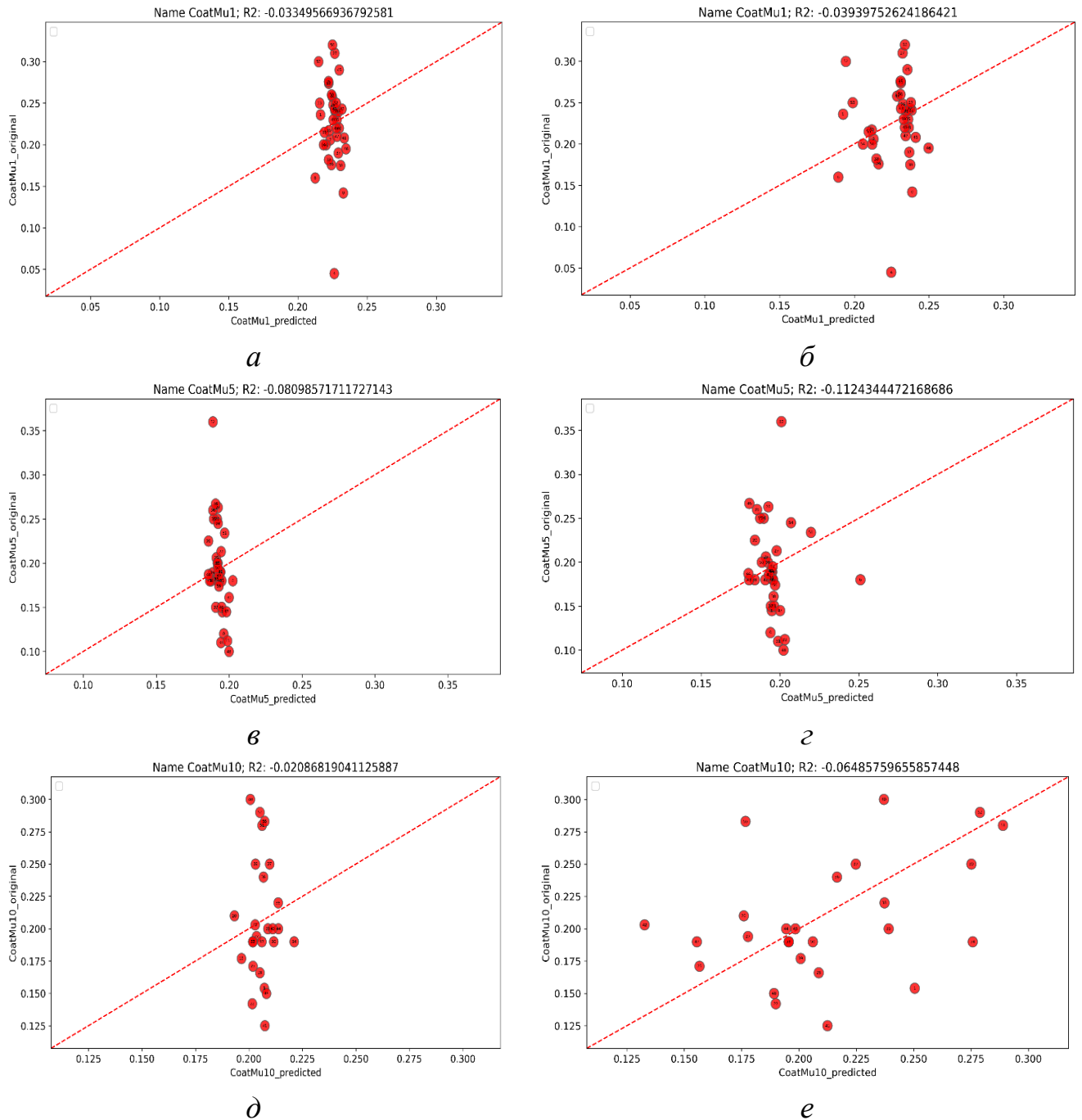


Рисунок 4.4 – Диаграммы рассеяния нефiltroванных данных коэффициента трения, построенные для алгоритма гребневой регрессии Ridge (*a*, *в*, *д*) и для ансамблевого метода Extra Trees (*б*, *г*, *е*) при нагрузках  $F = 1$  Н (*a*, *б*), 5 Н (*в*, *г*), 10 Н (*д*, *е*)

Алгоритмы были натренированы на исходных данных без фильтрации. Метрика  $R^2$  в случае нефитрованных данных была близка к нулю для обоих алгоритмов. Однако большинство точек на рисунке 4.4, *e* расположены вдоль линии «предсказание = эксперимент», в то время как на остальных графиках рисунка 4.4 точки оказываются близки к линии константного предсказания. Это свидетельствует о том, что модель на основе ансамбля деревьев ExtraTrees выявила более высокие корреляции в исходных экспериментальных данных, чем модель на основе алгоритма Ridge. Поэтому в дальнейшем была проведена работа по улучшению качества предсказания в виде отфильтровывания тех экспериментов, на которых алгоритм ExtraTrees показывает наибольшую ошибку. Результат, полученный после фильтрации данных, показан на рисунке 4.5.

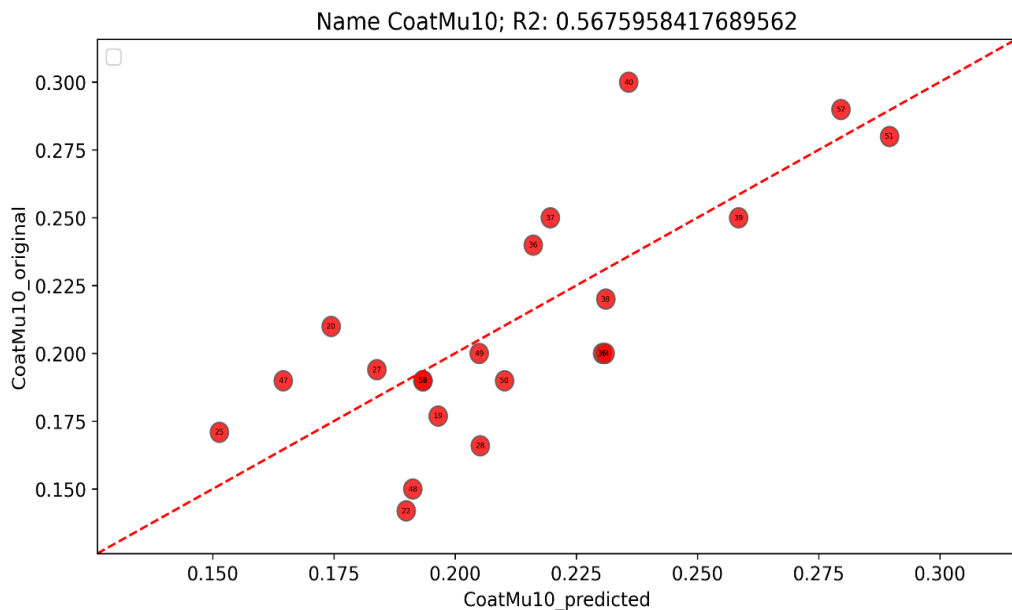


Рисунок 4.5 – Диаграмма рассеяния значений коэффициента трения, построенная для алгоритма Extra Trees при нагрузке  $F = 10$  Н после фильтрации данных

После удаления пяти экспериментов с наибольшей ошибкой качество предсказания ExtraTrees для признака CoatMu10 значительно повысилось, достигнув  $R^2 = 0,57$ . При этом фильтрация не привела к улучшению прогнозов в модели Ridge. Для двух других целевых признаков, CoatMu1, CoatMu5, фильтрация данных в модели ExtraTrees повлекла не столь заметное улучшение

качества – до  $R^2 = 0,1$  и  $R^2 = 0,22$  соответственно. Полученные результаты говорят о том, что качество предсказания в итоге оказывается тем выше, чем выше была нагрузка при измерении коэффициента трения. Это объясняется тем, что в процессе трибологических испытаний на машине трения при малых нагрузках контртело (штифт), перемещаясь по поверхности образца с покрытием (пластина, диск), оказывается чувствительным к неровностям рельефа поверхности. Возникает «эффект осцилляции» (отталкивания, скачков, вибрации) штифта при движении по контуру рельефа, который приводит к большому разбросу значений  $\mu$ . При больших нагрузках происходит смятие, дробление, сглаживание или выкрашивание неровностей рельефа поверхности (артефактов, капельных и кристаллизационных дефектов покрытия и т. п.) под действием движущегося штифта (контртела). При этом его перемещение осуществляется более плавно, из-за чего экспериментальные значения  $\mu$  имеют меньший разброс, а точность предсказанных значений  $\mu$  повышается.

Нейронные сети (MLP) также были обучены как на нефильТРованных, так и на фильТРованных данных. Во всех тестах MLP продемонстрировали качество предсказания, близкое модели ExtraTrees. Максимальное качество предсказания алгоритма MLP было достигнуто также для признака CoatMu10 на фильТРованных данных и составило  $R^2 = 0,5$ , что лишь немного уступает максимальному качеству предсказания алгоритма ExtraTrees ( $R^2 = 0,57$ ).

Таким образом, из результатов, имеющихся в датасете (в базе данных), доверие вызывает только пул данных признака CoatMu10. Только для этого признака предсказания с использованием алгоритмов ExtraTrees и MLP могут считаться надежными, поскольку только для них преодолен критический порог доверия  $R^2 \geq 0,5$ . Прогнозы моделей ExtraTrees и MLP, натренированных на фильТРованных данных, показаны на рисунке 4.6 в виде тепловых (цветовых) карт, построенных на плоскости технологических параметров  $\%N-\lambda$ . На построенных цветовых картах выделены зоны оптимальных значений параметров  $\%N$  и  $\lambda$ , предсказывающих наименьшие значения коэффициента трения  $\mu$  при нагрузке  $F = 10$  Н.

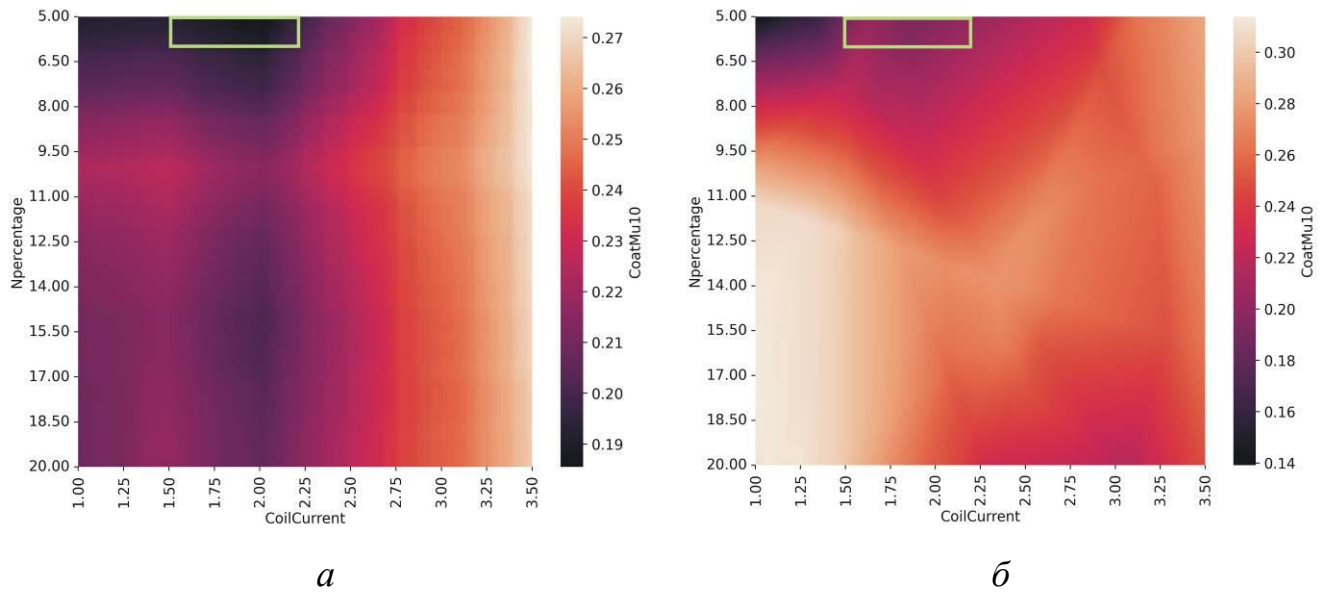


Рисунок 4.6 – Двухпараметрические цветные карты коэффициента трения  $\mu$ , построенные на плоскости параметров  $\%N - \lambda$  с применением натренированного алгоритма ExtraTrees (*a*) и обученной нейронной сети MLP (*б*) при нагрузке  $F = 10$  Н

Из сравнения модельных (см. рисунок 4.6) и экспериментальных (см. рисунок 4.1) данных следует, что соответствие между ними наблюдается в области малых значений параметров из исследованных вариационных интервалов, причем только для модели ExtraTrees области  $\%N = 5...6$  % и  $\lambda = 1,5...2,2$  А дают фактически точное соответствие по значениям  $\mu$ , находящимся на уровне  $0,17...0,19$ , как по модельным прогнозам, так и в эксперименте. Нейросетевая же модель MLP предсказывает более высокий уровень коэффициента трения  $\mu = 0,20...0,22$ , чем это получается в эксперименте. В ходе моделирования и оптимизации параметров следует учитывать еще два условия: во-первых, при токе катушек  $\lambda < 1,5$  А плазменный разряд в рабочей камере вакуумной установки становится нестабильным; во-вторых, значения коэффициента трения  $\mu \geq 0,20$  не удовлетворяют трибологическим требованиям для покрытий класса DLC.

В отношении длины пробега образцов  $L$  двухпараметрический анализ, аналогичный рисунку 4.6, невозможен, поскольку, как уже отмечалось, при

анализе базы экспериментальных данных каких-либо устойчивых зависимостей влияния параметра %N на длину пробега образцов с DLC-покрытиями выявить не удалось. Экспериментальная же зависимость  $\ln L = f(\lambda)$ , построенная для различных значений нагрузки  $F$  (см. рисунок 4.2), демонстрирует наличие четко выраженного максимума при  $\lambda = 1,8 \dots 2,5$  А, что фактически позволяет оптимизировать режимы нанесения покрытий по параметру (току) индукционных катушек  $\lambda$  для двух целевых функций  $\mu$  и  $L$ .

Установленные в работе экспериментальные зависимости влияния параметров  $F$ , %N и  $\lambda$  на величину коэффициента трения  $\mu$  имеют следующий физический смысл. Увеличение интенсивности ионного потока при нанесении покрытия, регулируемое током индукционных катушек  $\lambda$ , и рост нагрузки  $F$  при испытаниях на трение способствуют уплотнению покрытия, снижению его дефектности и сглаживанию рельефа, что в итоге уменьшает механическую составляющую коэффициента трения  $\mu$ . Увеличение доли химических связей азота в покрытии (параметр %N) снижает количество нескомпенсированных атомных связей углерода в поверхностном слое покрытия, что уменьшает адгезионную составляющую коэффициента трения  $\mu$ , способствующую схватыванию покрытия с контртелом в процессе трения.

Зависимости длины пробега  $L$  при трибологических испытаниях, характеризующие износостойкость покрытий, либо имеют сложный вид кривой с максимумом (зависимость  $\ln L = f(\lambda)$ ), либо по имеющейся базе данных вообще не выявляются (зависимость  $\ln L = f(\%N)$ ). Это существенно затрудняет определение их физического смысла.

Таким образом, общая система оптимизации технологических параметров, построенная как на экспериментальных (приведенных в разделе 4.1), так и на модельных (прогнозируемых в разделе 4.2) зависимостях, позволяет надежно определить интервалы оптимальных значений технологических параметров  $\%N = 5,5 \pm 0,5$  % и  $\lambda = 2,0 \pm 0,2$  А, опираясь на значения обеих трибологических характеристик – коэффициента трения  $\mu$  и длины пробега образца  $L$ .

### 4.3 Состав и структура комбинированных покрытий, регрессионный анализ их трибологических свойств

Комбинированные покрытия выделены в отдельный раздел работы, поскольку они включают два примерно равноразмерных слоя различной природы и назначения. Поэтому они не могут быть классифицированы только как углеродные покрытия класса DLC, которым посвящены предыдущие разделы работы.

Необходимость исследования и разработки комбинированных покрытий диктуется тем, что износостойкость DLC-покрытий *в нагруженных трибосоединениях* оказывается недостаточной, при том что коэффициент трения имеет довольно низкие значения ( $\mu \approx 0,17$ ). В соответствии с данными трибологических испытаний (см. рисунок 4.3, б), с повышением нагрузки трения в интервале  $F = 1 \dots 10$  Н экспериментальная зависимость пути трения  $\ln L = f(F)$  непрерывно убывает, и при  $F \approx 5 \dots 10$  Н в условиях проведенных испытаний значения  $L$  не превышают  $1 \dots 3$  м ( $\ln L = 0,1 \dots 1,1$ ). В то же время исследования, выполненные в лаборатории трения и смазочных материалов НИЧ ФГБОУ ВО РГУПС при участии автора настоящей работы [139], показывают, что нитридное ионно-плазменное покрытие системы CrAlSiN обеспечивает резкое снижение износа (в  $2 \dots 15$  раз) именно нагруженных трибосопряжений по сравнению с азотированной и цементованной сталью. При этом коэффициент трения нитридного покрытия остается достаточно высоким ( $\mu = 0,53 \dots 0,82$ ). В связи с этим *целесообразна апробация комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC*, в котором можно было бы совместить высокую износостойкость нитридного покрытия CrAlSiN и низкий коэффициент трения DLC-покрытия, что в результате должно существенно повысить износостойкость нагруженных трибосопряжений с такими покрытиями. Технологические возможности вакуумной установки BRV600 позволяют нанести подобные покрытия за один технологический цикл, не перемещая образцы-подложки из вакуумной камеры.

Исследуемые покрытия представляют собой двухслойную систему CrAlSiN+DLC, сочетающую трибологический углеродный слой DLC (наружный слой с низким коэффициентом трения) и износостойкий внутренний нитридный слой на основе CrAlSiN. Напыление комбинированного покрытия производилось с использованием уникальных возможностей вакуумной установки BRV600, которая позволяет создавать многослойные покрытия путем чередования металлокерамических (или металлических) слоев, полученных дуговым напылением, и углеродных (в том числе алмазоподобных) слоев, полученных лазерным испарением графита, без извлечения образцов-подложек из вакуумной камеры.

Нитридный слой состава CrAlSiN расположен на стальной подложке. Он формировался при дуговом напылении с двух катодов, один из которых представлял собой технически чистый хром, а второй катод – литой силумин Al–Si. Для лучшей адгезии вначале с хромового катода напылялся подслоя Cr, вслед за которым осаждение велось уже с двух катодов одновременно и с напуском азота в рабочую камеру установки для получения основного нитридного слоя CrAlSiN. В качестве параметров нанесения покрытий CrAlSiN на установке BRV600 были приняты следующие значения:

- предварительная подготовка поверхности стальной подложки путем ионной имплантации (Ar), продолжительность – 15 мин;
- катодный ток – 90 А;
- давление в рабочей камере – 0,024 Па;
- давление рабочих газов, определяемое по регулятору расхода газов (РРГ):  
%Ar – 5, %N – 14;
- скорость осаждения слоя – 18 нм/мин;
- напряжение смещения – 120 В;
- температура подложки – 450 °С;
- ток катушек при магнитной сепарации (соленоиды № 4 и 5) – 3 А;
- время нанесения – 60 мин.



Таким образом, все образцы с нанесенными комбинированными покрытиями отличались только особенностями слоя DLC, который формировался при тех же значениях вариативных параметров, что и в предыдущих разделах работы. Подробное описание всех полученных образцов с покрытиями CrAlSiN+DLC с указанием значений технологических параметров нанесения, структурными характеристиками, механическими и трибологическими свойствами приведено в Приложении Г. Сформированная в Приложении Г база данных комбинированных покрытий имеет ряд особенностей: 1) в отличие от общей базы данных покрытий DLC (Приложение А), она включает относительно небольшое количество образцов; 2) среди представленных в базе образцов в качестве трибологических характеристик, исследуемых в рамках настоящей главы, анализу подлежит только коэффициент трения  $\mu$ .

Состав и строение комбинированных покрытий системы CrAlSiN+DLC в поперечном сечении (на кросс-секциях РЭМ) приведены на рисунках 4.7 и 4.8. По составу слой CrAlSiN соответствует технологическим прогнозам, в среднем он содержал: 18-19 ат.% Cr, ~10 ат.% Al, 5-6 ат.% Si, 35-40 ат.% N. Поскольку все компоненты слоя являются нитридообразующими, в нем формируется многофазная структура. Причем неравновесность дугового ионно-плазменного процесса приводит к неравновесному фазовому составу покрытия CrAlSiN. Более подробно этот вопрос рассмотрен в нашей работе [141], а в диссертации он не исследовался. Общая толщина комбинированных покрытий на исследованных образцах находилась в пределах  $h = 0,85 \dots 2,25$  мкм ( $h_{\text{ср.}} = 1,43$  мкм).

Задача выявления и анализа зависимостей физико-механических свойств комбинированных покрытий от технологических параметров в работе не ставилась. Физико-механические характеристики покрытий  $H$ ,  $E$ ,  $H/E$ ,  $H^3/E^2$  измеряются методом непрерывного индентирования, по условиям которого на результат измерения не должна влиять подложка (см. раздел 2.4). В случае комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC это условие означает исключение влияния на результат измерения нижележащего нитридного слоя CrAlSiN. Т. е. фактически при непрерывном индентировании механические свойства

комбинированных покрытий оказываются идентичными свойствам остальных DLC-покрытий, рассмотренных в работе ранее, т. к. в комбинированном покрытии индентор измеряет только свойства наружного слоя DLC. Поэтому ограничимся тем, что приведем интервалы измеренных физико-механических характеристик комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC (за исключением явных выпадений), имеющих в базе данных Приложения Г:  $H = 12...18$  ГПа;  $E = 230...280$  ГПа;  $H/E = 0,05...0,07$ ;  $H^3/E^2 = 0,025...0,08$  ГПа. Эти значения типичны для покрытий DLC с не самой высокой долей алмазной электронной конфигурации  $sp^3$  и существенно превосходят значения этих характеристик стальной подложки в любом структурном состоянии (см. раздел 2.1).

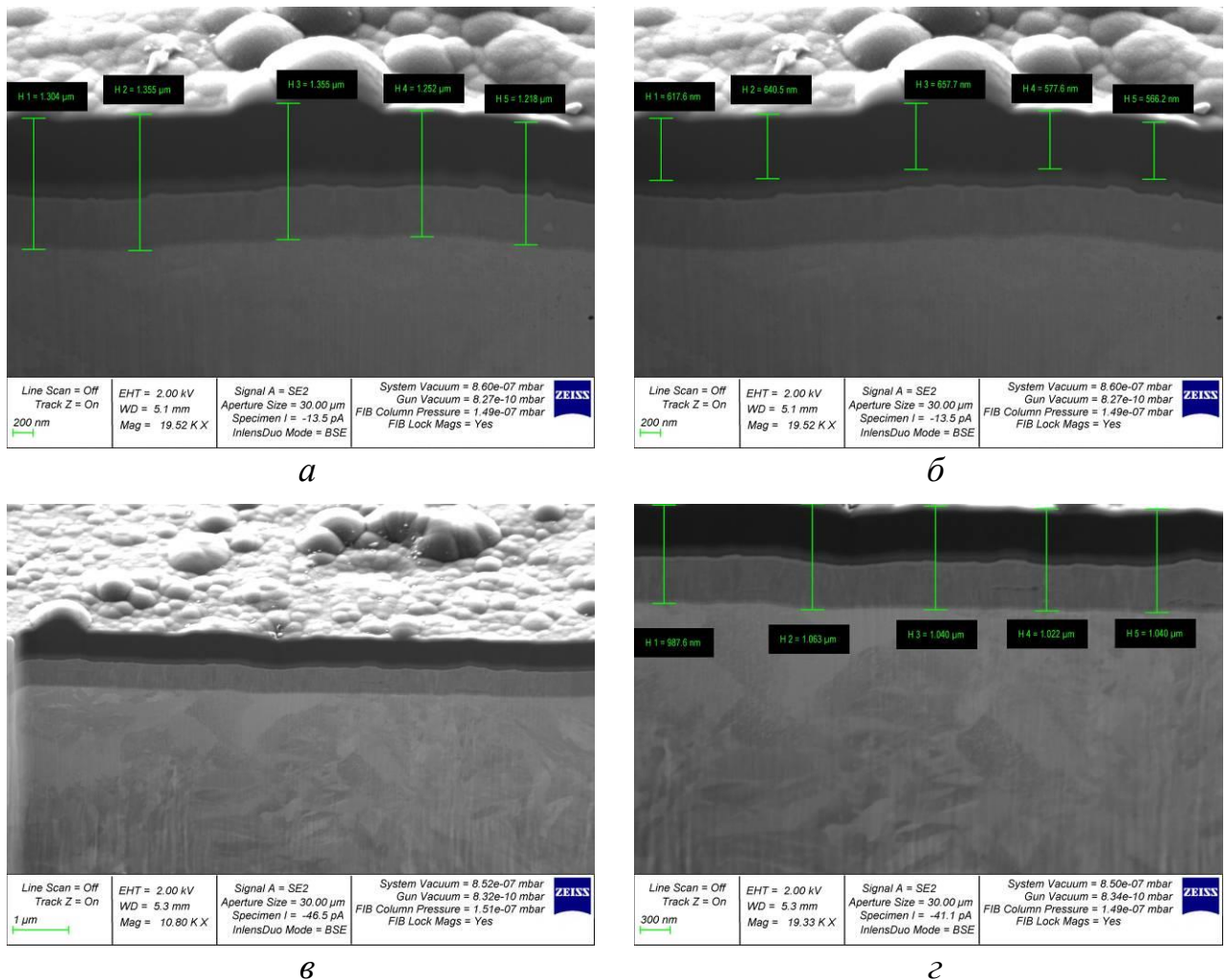


Рисунок 4.7 – Структура и толщина комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC, РЭМ, кросс-секции: *а, г* – измерение общей толщины покрытий; *б* – измерение толщины слоя DLC; *в* – строение комбинированного покрытия по сечению и по поверхности

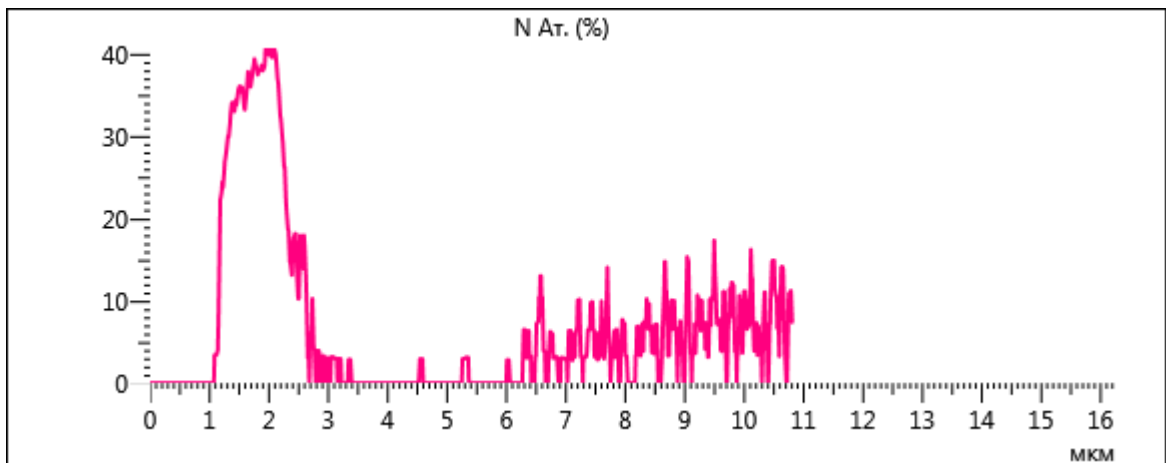
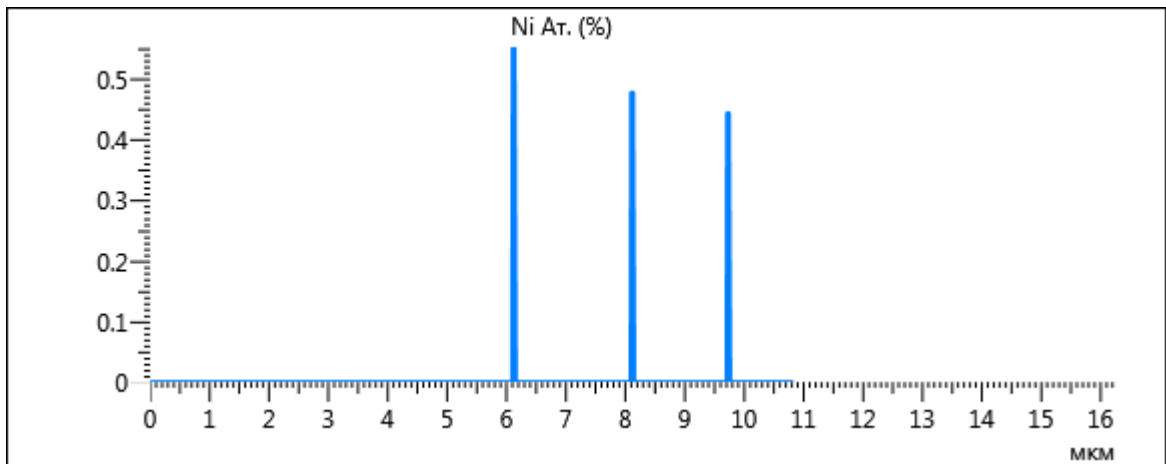


Рисунок 4.8 – Распределение химических элементов (в % ат.) в покрытии CrAlSiN+DLC, показанном на рисунке 4.7, а, б, от поверхности в глубину; EDAX вдоль секущей, перпендикулярной поверхности покрытия (*начало*)

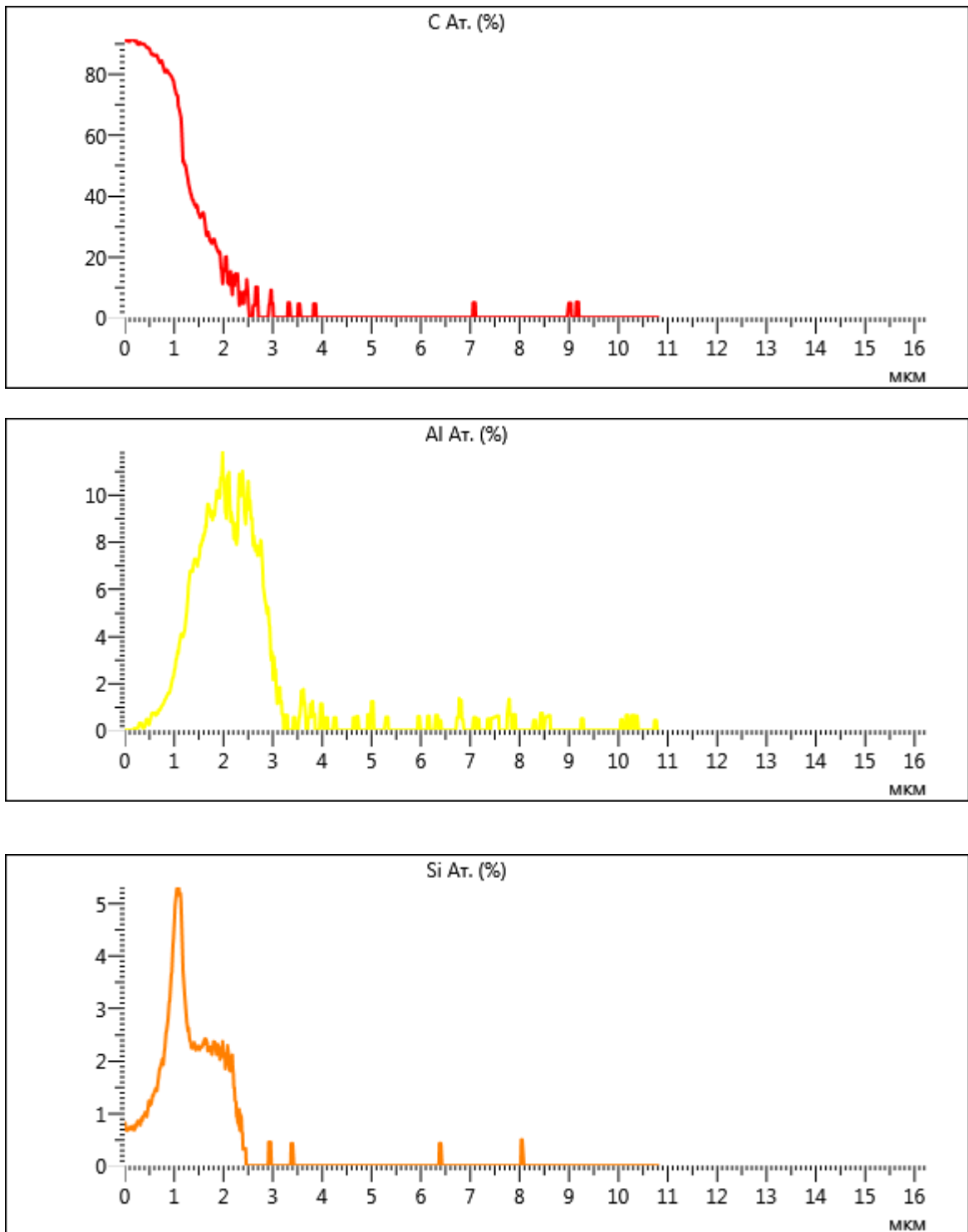


Рисунок 4.8 – Распределение химических элементов (в % ат.) в покрытии CrAlSiN+DLC, показанном на рисунке 4.7, а, б, от поверхности в глубину; EDAX вдоль секущей, перпендикулярной поверхности покрытия  
(продолжение)

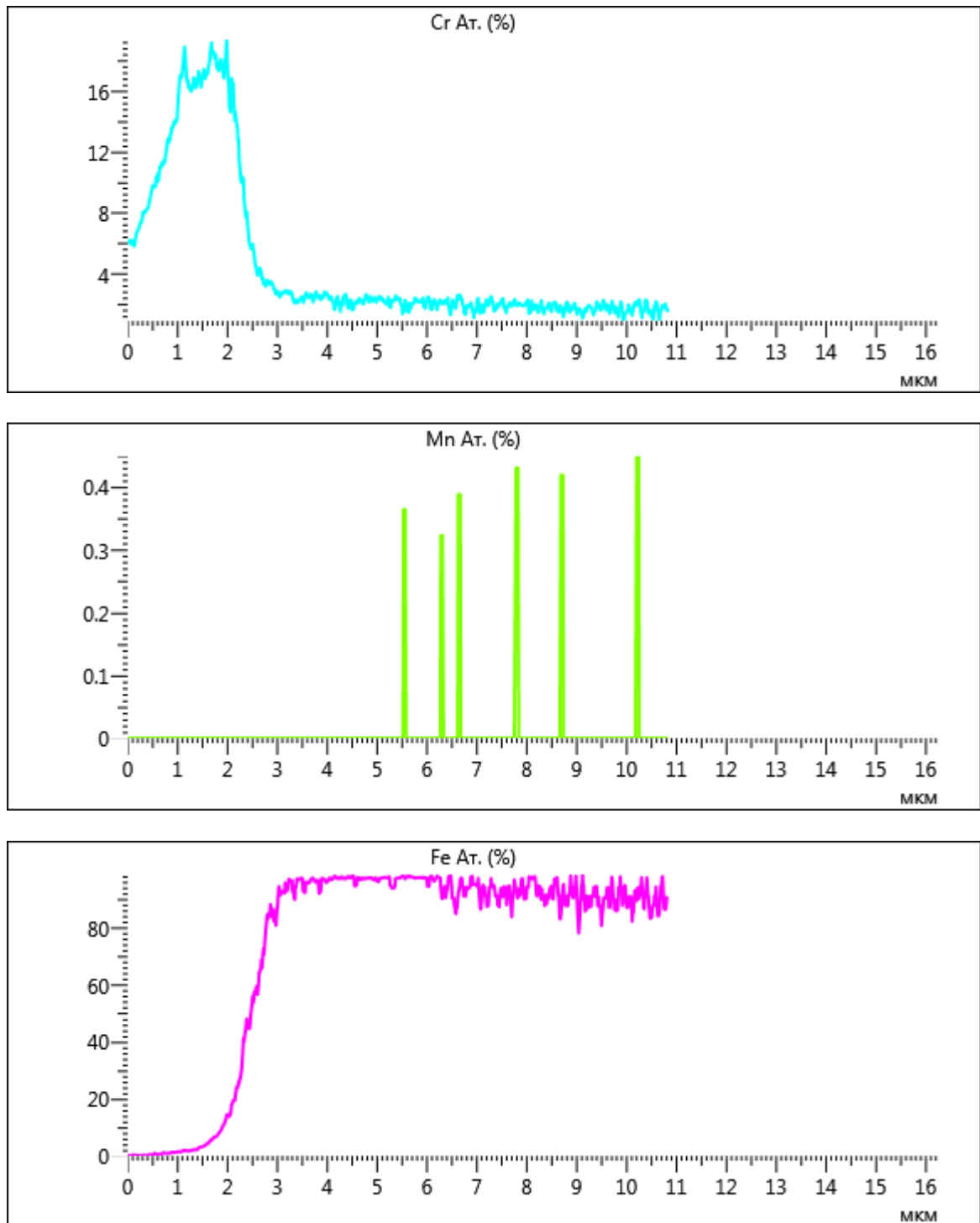


Рисунок 4.8 – Распределение химических элементов (в % ат.) (окончание)

Из вышесказанного следует, что комбинированные покрытия имеют тот же объект исследования, что и DLC-покрытия, описанные в предыдущих разделах главы 4. Это – наружный углеродный слой, так как внутренний нитридный слой комбинированного покрытия во всех случаях остается неизменным, поскольку наносится в режиме фиксированных параметров, имеющих унифицированные

значения. Это заключение справедливо для физико-механических свойств комбинированных покрытий и в отношении влияния технологических параметров, однако в отношении трибологических свойств оно не может быть принято, поскольку результаты испытаний на машине трения определяются интегральным вкладом в износостойкость как наружного углеродного слоя DLC, так и внутреннего нитридного слоя CrAlSiN.

В связи с этим целесообразно исследование закономерностей влияния вариативных параметров тока индукционных катушек  $\lambda$  и величины подачи азота в камеру %N на трибологические свойства <sup>2</sup> комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC аналогично тому, как это выполнено в предыдущем разделе (см. раздел 4.2) для покрытий DLC. Однако для анализа их влияния *не могут быть привлечены алгоритмы машинного обучения* (например, модель ExtraTrees) и тем более нейронных сетей (например, модель MLP) ввиду относительно малого объема выборки данных, представленной в Приложении Г. Поэтому для выявления зависимостей коэффициента трения  $\mu$  от параметров %N и  $\lambda$  в настоящем разделе использованы *методы регрессионного анализа*.

Регрессионный анализ выполнен в соответствии с методикой ортогонального центрального композиционного плана двухфакторного эксперимента (ОЦКП-2) [132]. Для вычислений, анализа, построения уравнений регрессии и графиков использован программный модуль «Проект ОЦКП-2\_v.3» (автор – А. Л. Озябкин; программа некоммерческого использования для зарегистрированных пользователей).

В качестве модели объекта исследований выбрана двухфакторная модель с варьируемыми факторами  $X_1$  = величина подачи азота в камеру %N (уровень варьирования:  $5\% < X_1 < 15\%$ ),  $X_2$  = ток индукционных катушек  $\lambda$  (уровень варьирования:  $1,5A < X_2 < 3,5A$ ) и параметром оптимизации (откликом)  $y$  = коэффициента трения  $\mu$ . Величина  $y$  является обобщенным откликом,

---

<sup>2</sup> Особенности базы данных Приложения Г, о которых было сказано выше, позволяют выполнить исследование только такой трибологической характеристики, как коэффициент трения  $\mu$ .

построенным в матрице планирования ОЦКП-2 по данным Приложения Г путем сравнения частных откликов. Количество исследуемых выборок – 9, число параллельных опытов в каждой выборке – 3, число степеней свободы модели – 2. В соответствии с методикой ОЦКП-2 и использованием программы «Проект ОЦКП-2\_v.3» последовательность построения ортогонального плана второго порядка и расчета коэффициентов регрессии включала:

- построение ортогонального плана;
- построение матрицы планирования ОЦКП-2;
- вычисление значений откликов и дисперсий;
- вычисление коэффициентов уравнения регрессии и их дисперсий;
- проверка гипотеза об однородности дисперсий параллельных опытов по критерию Кохрена;
- проверка гипотезы о незначимости коэффициентов регрессии;
- оценка адекватности модели по критерию Фишера;
- построение уравнения регрессии в кодовых значениях с определением экстремума функции;
- построение уравнения регрессии натурального плана с определением экстремума функции;
- визуализация результатов регрессионного анализа в виде графиков поверхности и линий равного уровня в плоскости факторов  $X_1$ – $X_2$ .

Цикл вычислений по методике ОЦКП-2 был выполнен независимо для каждой из нагрузок  $F = 1, 5$  и  $10$  Н по отдельности (отклики соответственно  $\mu_1, \mu_5, \mu_{10}$ ). Полный отчет о полученных результатах построения ортогонального плана второго порядка и расчета коэффициентов регрессии приведен в Приложении Д. К основным итогам выполненного регрессионного анализа необходимо отнести следующее.

1. *Параметр оптимизации – коэффициент трения  $\mu_1$  при нагрузке  $F = 1$  Н:*

– уравнение регрессии в кодовых значениях:

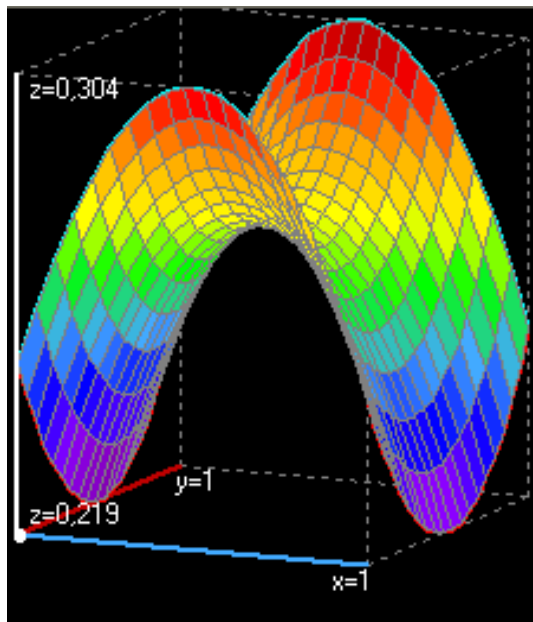
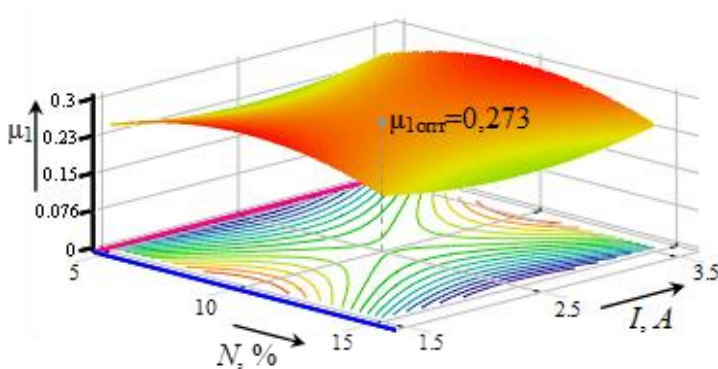
$$y = 0,27 - 5,38 \cdot 10^{-2} x_1^2 + 3,14 \cdot 10^{-2} x_2^2 \quad \text{с экстремумом в } Y(0; 0) = 0,273;$$

– уравнение регрессии натурального плана:

$$\mu_1 = 0,254 + 4,3 \cdot 10^{-2} N - 15,7 \cdot 10^{-2} I - 0,22 \cdot 10^{-2} N^2 + 3,14 \cdot 10^{-2} I^2$$

с экстремумом в точке  $\mu_1(10,0; 2,5) = 0,273$ ;

– графики поверхностей и линий равного уровня  $\mu_1$  в плоскостях натуральных значений %N–I и факторов X1–X2 приведены на рисунке 4.9.



*a*

Рисунок 4.9 –  
Поверхности (*a*, *б*)  
и линии (*a*) равного  
уровня коэффициента  
трения  $\mu_1$  при нагрузке  
 $F = 1$  Н; показаны  
фрагменты окон  
программы «Проект  
ОЦКП-2\_v.3»: *a* – по  
всем осям указанные  
величины  
в натуральных  
значениях;  
*б* – плоскость факторов  
 $X1-X2$   
по осям  $x$  и  $y$  задана  
в кодовых единицах

*б*

2. Параметр оптимизации – коэффициент трения  $\mu_5$  при нагрузке  $F = 5$  Н:

– уравнение регрессии в кодовых значениях:

$$y = 0,173 + 9,7 \cdot 10^{-3} \cdot x_1 + 2,0 \cdot 10^{-2} \cdot x_2 - 6,3 \cdot 10^{-3} \cdot x_1 \cdot x_2 + 2,0 \cdot 10^{-2} \cdot (x_1)^2 + 3,5 \cdot 10^{-2} \cdot (x_2)^2$$

– экстремум в точке  $Y(-0,29; -0,31) = 0,169$ ;



– уравнение регрессии натурального плана:

$$\mu_5 = 0,373 - 1,1 \cdot 10^{-2} \cdot N - 1,4 \cdot 10^{-1} \cdot I - 1,3 \cdot 10^{-3} \cdot N \cdot I + 8,0 \cdot 10^{-4} \cdot N^2 + 3,5 \cdot 10^{-2} \cdot I^2$$

– экстремум в точке  $\mu_5(8,561; 2,194) = 0,169$ ;

– графики поверхностей и линий равного уровня  $\mu_5$  в плоскостях натуральных значений %N–I и факторов X1–X2 приведены на рисунке 4.10.

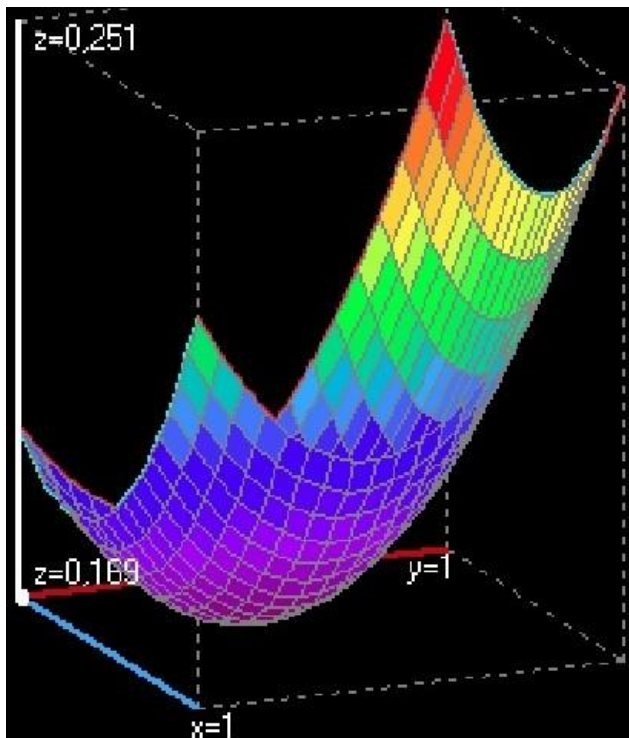
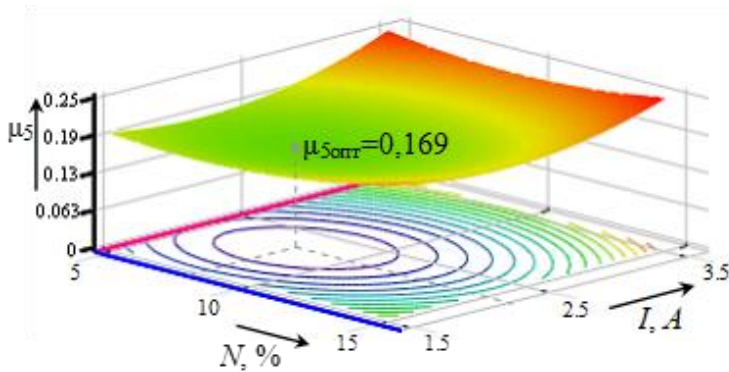


Рисунок 4.10 –  
 Поверхности (а, б)  
 и линии (а) равного  
 уровня коэффициента  
 трения  $\mu_5$  при нагрузке  
 $F = 5$  Н; показаны  
 фрагменты окон  
 программы «Проект  
 ОЦКП-2\_v.3»: а – по  
 всем осям указанные  
 величины  
 в натуральных  
 значениях; б – плоскость  
 факторов X1–X2 по осям  
 x и y задана в кодовых  
 единицах

б

3. Параметр оптимизации – коэффициент трения  $\mu_{10}$  при нагрузке трения  $F = 10$  Н:

– уравнение регрессии в кодовых значениях:

$$y = 0,17 + 5,7 \cdot 10^{-3} x_1 + 50,3 \cdot 10^{-3} x_2 + 2,6 \cdot 10^{-3} x_1 x_2 + 17,8 \cdot 10^{-3} x_1^2 - 41,1 \cdot 10^{-3} x_2^2$$

с экстремумом в точке  $Y(-0,20; +0,61) = 0,188$ ;

– уравнение регрессии натурального плана:

$$\mu = -0,95 - 1,1 \cdot 10^{-2} N + 1,1 \cdot I + 1,3 \cdot 10^{-3} NI + 7,1 \cdot 10^{-4} N^2 - 0,26 I^2$$

с экстремумом в точке  $\mu_{10}(5,983; 2,142) = 0,188$ ;

– графики поверхностей и линий равного уровня  $\mu_{10}$  в плоскостях натуральных значений  $\%N-I$  и факторов  $X1-X2$  приведены на рисунке 4.11.

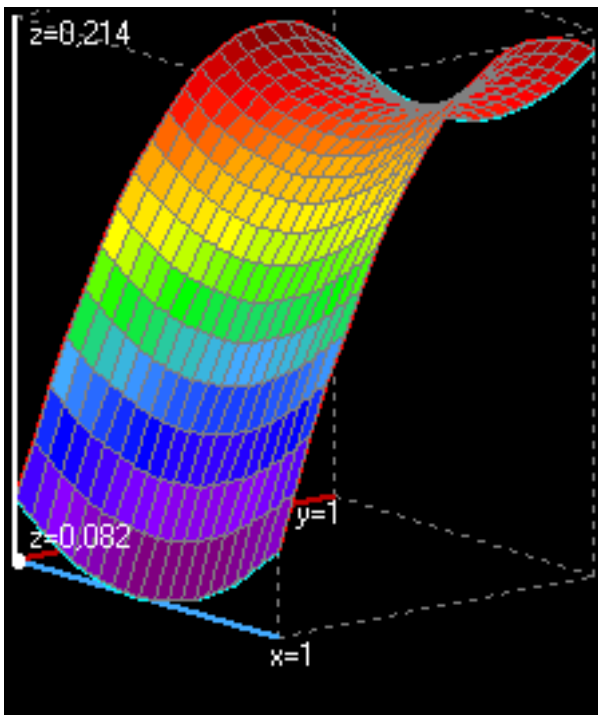
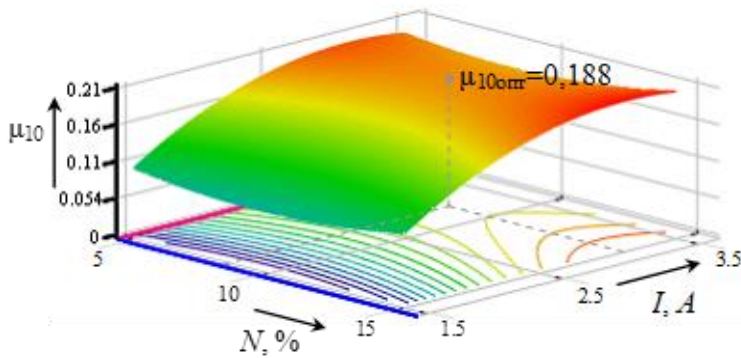


Рисунок 4.11 –  
Поверхности (а, б)  
и линии (а) равного  
уровня коэффициента  
трения  $\mu_{10}$  при нагрузке  
 $F = 10$  Н; показаны  
фрагменты окон  
программы «Проект  
ОЦКП-2\_v.3»: а – по  
всем осям указанные  
величины  
в натуральных  
значениях;  
б – плоскость факторов  
 $X1-X2$  по осям  $x$  и  $y$   
задана в кодовых  
единицах

б

Из результатов выполненного регрессионного анализа следует, что прогнозируемые значения коэффициента трения  $\mu_1$  комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC находятся в диапазоне 0,219...0,304 (рисунок 4.9, б). Для углеродных покрытий класса DLC такой уровень  $\mu$  является слишком завышенным и не соответствует трибологическому назначению покрытия.

В определенной степени этот результат отражает физическую картину трения высокотвердых поверхностей при малых нагрузках ( $F = 1$  Н), когда нагрузка недостаточна для притупления выступов рельефа (смятия, стачивания, среза, скалывания и т. п.), и контртело при испытаниях на машине трения «осциллирует» по неровностям рельефа покрытия. «Эффект осцилляции» приводит к неустойчивости и завышенным значениям коэффициента трения.

В отношении значений коэффициентов трения  $\mu_5$  при средних нагрузках ( $F = 5$  Н) и  $\mu_{10}$  при высоких нагрузках ( $F = 10$  Н) уравнения регрессии определяют минимальные значения коэффициентов трения соответственно:  $\mu_5 = 0,169$  при значениях технологических параметров  $\%N = 8,561$  % и  $\lambda = 2,194$  А;  $\mu_{10} = 0,188$  при  $\%N = 5,983$  % и  $\lambda = 2,142$  А. Эти результаты практически соответствуют данным, полученным в предыдущих разделах 4.1 и 4.2 в процессе оптимизации технологических параметров на основе экспериментальных и прогнозируемых зависимостей (см. рисунки 4.1, 4.3, 4.6). Так, анализ сформированной базы экспериментальных данных по углеродным DLC-покрытиям с использованием алгоритмов машинного обучения и нейронных сетей, выполненный в разделе 4.2, определил интервалы оптимальных значений технологических параметров для получения минимальных значений коэффициента трения  $\mu_{10}$  на уровне  $0,17...0,19$  как:  $\%N = 5,5 \pm 0,5$  %;  $\lambda = 2,0 \pm 0,2$  А. В результате проведенного двухфакторного регрессионного анализа получены значения  $\mu_{10}$ ,  $\%N$  и  $\lambda$ , также попадающие в эти интервалы.

В отношении средних нагрузок ( $F = 5$  Н) значение параметра  $\%N = 8,561$ , полученное при двухфакторном регрессионном анализе для минимума  $\mu_5 = 0,169$ , выходит за рамки интервала значений  $\%N$  и  $\lambda$ , рекомендованного в разделе 4.2, что дает основания сомневаться в надежности прогнозирования результатов применения комбинированного покрытия не только для малых нагрузок (эквивалентных  $F = 1$  Н при проведенных трибологических испытаниях), но и для средних (эквивалентных  $F = 5$  Н при выполненных испытаниях на машине трения).

Таким образом, с применением различных методов анализа и оптимизации получены сопоставимые результаты оптимальных значений вариативных параметров вакуумной ионно-плазменной технологии для создания углеродных DLC-покрытий и комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC с высокими трибологическими свойствами. Особенностью нанесения комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC является то, что оптимум параметров %N и  $\lambda$  смещается к границе наибольших значений рабочего интервала значений %N и  $\lambda$ , рекомендуемого для DLC-покрытий. Наиболее показательные результаты трибологического эксперимента по повышению стойкости комбинированных покрытий и оптимизации технологических параметров их нанесения получены для высоких значений нагрузки  $F = 10$  Н (см. Приложение Г). Так, образец P.221205.B с комбинированным покрытием CrAlSiN+DLC был использован для верификации результатов исследований и статистического анализа, приведенных ранее в главе 4. Его трибологические испытания при нагрузке  $F = 10$  Н (трехкратный эксперимент с идентичными параметрами для обеспечения статистической достоверности) показали значение пути, пройденного образцом до разрушения покрытия,  $L = 98$  м ( $\ln L = 4,585$ ) при максимальном значении коэффициента трения  $\mu = 0,25$  (см. Приложение Г, образец P.221205.B, значения L10 и CoatMu1). Это значительно более высокая износостойкость (более чем в 30 раз!), чем у покрытий чистого DLC в тех же условиях испытаний. При этом значения коэффициента трения у комбинированных покрытий и покрытий чистого DLC находятся примерно на одном уровне  $\mu = 0,17...0,19$ . Эти данные позволяют рекомендовать комбинированные покрытия CrAlSiN+DLC для нагруженных трибосопряжений промышленных узлов трения.

#### **Выводы по главе 4**

1. Несмотря на доминирование алмазной доли электронных конфигураций углерода в исследованных покрытиях ( $sp^2/sp^3 = 0,1/0,9$  по базе данных в

целом), значения коэффициента трения  $\mu$  синтезированных DLC-покрытий, стабилизированных азотом, уступают коэффициенту трения алмаза  $\mu \leq 0,1$  и при оптимальных режимах нанесения находятся на уровне  $\mu = 0,17 \dots 0,19$ . С другой стороны, полученные значения  $\mu$  синтезированных DLC-покрытий, стабилизированных азотом (a-C:N), примерно соответствуют значениям  $\mu$  аморфных покрытий, стабилизированных водородом (a-C:H) [7, 33, 42, 93]. Это, так же как и результаты, изложенные в главе 3 (см. раздел 3.1), свидетельствует о целесообразности применения азотной стабилизации покрытий DLC взамен взрывоопасного водорода.

2. Использование современных алгоритмов машинного обучения (Ridge, ExtraTrees) и нейронных сетей (MultiLayerPerceptron) для анализа больших выборок базы экспериментальных данных по покрытиям на основе углерода (DLC), а также двухфакторного регрессионного анализа (ОЦКП-2) для анализа малых выборок базы данных по комбинированным покрытиям (CrAlSiN+DLC) дало возможность оптимизировать параметры нанесения покрытий и надежно прогнозировать их трибологические свойства, в частности коэффициент трения  $\mu$ . Эти современные цифровые инструменты позволяют нейтрализовать главную проблему вакуумной ионно-плазменной технологии, связанную с многопараметричностью и значительным разбросом данных.
3. Углеродные DLC-покрытия с подслоем титана, полученные на подложке из стали 40XH2MA по оптимальным режимам нанесения при значениях технологических параметров  $\%N = 5,5 \pm 0,5 \%$  и  $\lambda = 2,0 \pm 0,2$  А, могут быть рекомендованы для прикладного использования в условиях трения, эквивалентных проведенным трибологическим испытаниям при нагрузках  $F < 10$  Н.
4. При нанесении двухслойных комбинированных покрытий системы CrAlSiN+DLC оптимальные режимы нанесения слоя DLC смещаются к границе наибольших значений интервала параметров  $\%N$  и  $\lambda$ , используемого для осаждения покрытий DLC с подслоем Ti. По результатам трибологических

испытаний, выполненных с высокими значениями нагрузки трения, комбинированные покрытия рекомендованы для повышения износостойкости нагруженных узлов трения транспортно-технологических средств.

## Глава 5. ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПРИМЕНЕНИЮ РАЗРАБОТАННОЙ ТЕХНОЛОГИИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ DLC, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ АЗОТОМ, В ТРИБОСОПРЯЖЕНИЯХ МЕХАНИЗМА УПРАВЛЕНИЯ СТАБИЛИЗАТОРОМ ВЕРТОЛЕТА МИ-35

### 5.1 Прикладное использование комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC

В целях прикладного использования ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, выбраны компоненты узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35. Такими компонентами являются червяк (рисунок 5.1) и барабан (рисунок 5.2).

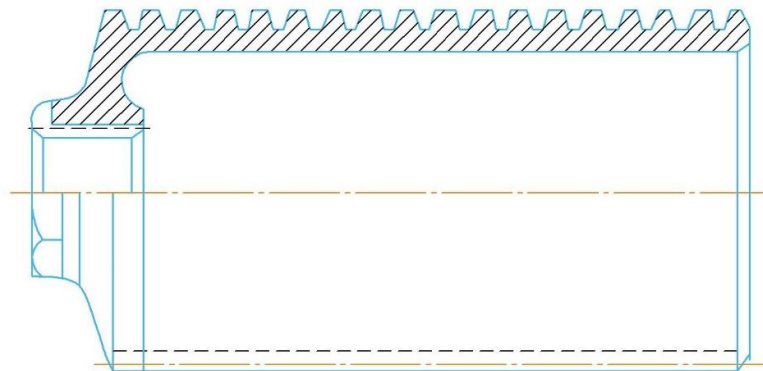


Рисунок 5.1 – Эскиз червяка

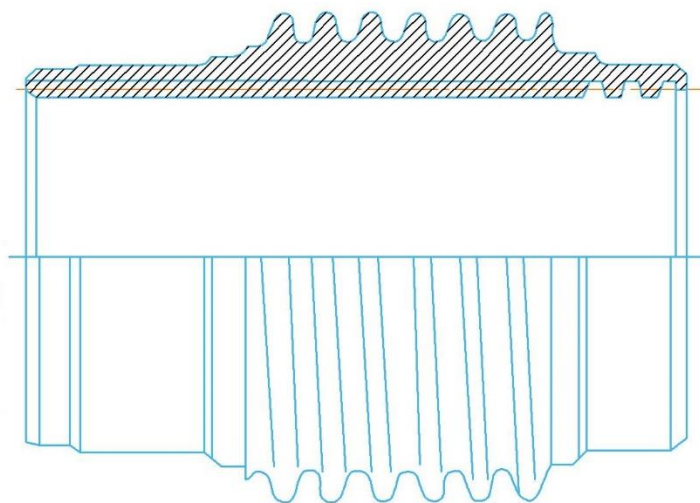


Рисунок 5.2 – Эскиз барабана

Барабан по наружной стороне связан с комплектом тросов, соединенных с рычажным механизмом блока педалей пилота вертолета. При отклонении одной из сторон блока педалей трос вращает барабан, в котором помещен червяк. Червяк соединен через шток со стабилизатором вертолета, который отклоняется при выполнении вращения барабана и перемещении червяка по нему. При таком трибоконтakte между барабаном и червяком возникает сила трения скольжения. Для уменьшения такой силы в заводских условиях применяется технологический процесс нанесения на червяк антифрикционного слоя на основе состава ВАП-3. Нанесение состава ВАП-3 выполняется методом распыления на червяке в жидком виде, после чего он при высыхании образует пленку на поверхности изделия. Такой метод применительно к узлу механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 имеет ограниченный ресурс работы. Ресурс, представленный в карте выполнения сервисного обслуживания, составляет максимально допустимые 4000 часов эксплуатации в полетном режиме. Но в условиях климатических зон с низкими температурами и в условиях повышенных нагрузок крейсерских пилотных режимов при выполнении боевых задач указанный ресурс снижается до 2500 часов эксплуатации в полетном режиме.

После проведения анализа работы узла в условиях эксплуатации на полетных режимах разработан новый подход по применению технологических принципов использования вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, для увеличения ресурса деталей данного узла.

## **5.2 Технологическая карта получения комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC**

Технологический подход основан на внесении в технологический процесс изготовления детали «червяк узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35» дополнительной операции. Процесс выполнения операции по нанесению антифрикционного состава ВАП-3 заменен на новую операцию нанесения на поверхность червяка ионно-плазменного углеродного покрытия на



основе DLC. Результаты выполненных исследований, представленных в разделе 4.3, позволили применить процесс формирования высокопрочных и антифрикционных поверхностных слоев комбинированного покрытия системы CrAlSiN+DLC на стальной поверхности червяка в качестве технологического решения по повышению износостойкости узла механизма управления стабилизатором вертолета. Осаждение покрытия на поверхность червяка осуществлено на вакуумной установке BRV600Ф, геометрические размеры рабочей камеры которой позволяют обрабатывать изделия подобных габаритов.

Технологическая карта процесса напыления комбинированного покрытия системы CrAlSiN+DLC на поверхность червяка включает следующие операции:

- очистка детали электроимпульсным полированием;
- ультразвуковая обработка (финишная) детали;
- сушка детали в сушильном шкафу;
- контроль детали после очистки;
- монтаж детали на оснастку и загрузка в камеру;
- откачка камеры до расчетного значения вакуума;
- нагрев камеры до расчетного температурного значения;
- выполнение активации поверхности детали ионным источником в газовом разряде аргона;
- выполнение нагрева детали высоким опорным напряжением;
- выполнение через модуль дуговых испарителей осаждения в паровой фазе градиентного покрытия Ti (подслой) для формирования прочной адгезионной связи на атомарном уровне переходного слоя;
- выполнение через модуль дуговых испарителей осаждения в паровой фазе градиентного покрытия Al-Si-Cr с регулируемой подачей в камеру аргона и азота;
- выполнение запуска углеродного лазерного модуля после нанесения покрытия CrAlSiN на деталь без выемки ее из камеры и при расчетных значениях температурного баланса и вакуума;
- выполнение методом импульсно-дугового испарения на заданных режимах лазера, величинами тока индукционных катушек, напуском по величине

азота процесса испарения из графитового катода в паровой фазе углерода и осаждения его на деталь;

– выполнение контроля после осаждения углеродных покрытий на деталь состава и структуры покрытий на образцах-свидетелях.

После выполнения указанной последовательности операций экспериментальные образцы червяка с нанесенным покрытием были переданы на ПАО «Росвертол» для комплектования их в узел механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 с последующим выполнением задач по проведению заводских ресурсных испытаний.

### 5.3 Стендовые испытания узла механизма управления стабилизатором вертолета

Заводские сравнительные испытания проводятся по требованиям, вписанным в техническую документацию производства и выполняются на специализированных испытательных стендах производственного участка после сборки узла механизма управления стабилизатором вертолета. На рисунке 5.3 показана схема работы испытательного стенда, имитирующего работу механизма управления стабилизатором вертолета, а на рисунке 5.4 – общий вид стенда.

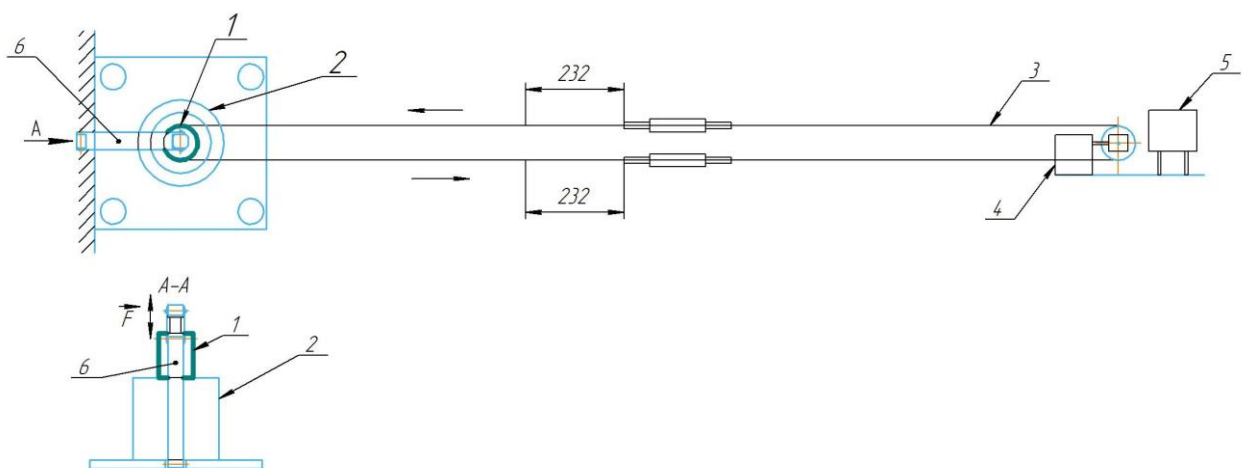


Рисунок 5.3 – Схема испытательного стенда механизма управления стабилизатора:

1 – червяк; 2 – барабан в сборе; 3 – трос; 4 – электродвигатель;

5 – блок управления стендом; 6 – рычаг момента силы



Рисунок 5.4 – Общий вид испытательного стенда механизма управления стабилизатора

Данный стенд (см. рисунок 5.4) имитирует полный цикл перекладки движения педали управления стабилизатором вертолета. В полном цикле через трос выполняется вращение барабана в узле механизма, который, в свою очередь, через трибоконтакт приводит червяк в возвратно-поступательное движение. К червяку через наконечник с втулкой подсоединен механизм, имитирующий нагрузку по величине 980 Н (100 кгс) от стабилизатора вертолета. По данным эксплуатационной технической документации вертолета МИ-35, количество циклов движения педали управления стабилизатором вертолета из расчета 10 перекладок в одну минуту составляет 600 000 раз за межремонтный период до 1000 часов налета и 2 400 000 раз до капитального ремонта в эксплуатации с налетом до 4000 часов.

Были собраны для сравнения два механизма управления стабилизатором вертолета в сборе. Первый механизм был укомплектован червяком с модифицированным комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC, второй имел червяк с антифрикционным покрытием на основе ВАП-3. Все механизмы прошли первичную проверку на осевой люфт, который имел величину

50 мкм до испытаний. Затем механизмы на испытательном стенде прошли заводскую операцию приработки покрытия червяка в барабане согласно заданию по приработке, вписанному в техническую конструкторскую документацию изделия.

Были произведены 100 двойных ходов червяка в собранном механизме для притирки антифрикционного состава по всей сопрягаемой поверхности с нагрузкой на червяк следующими величинами:

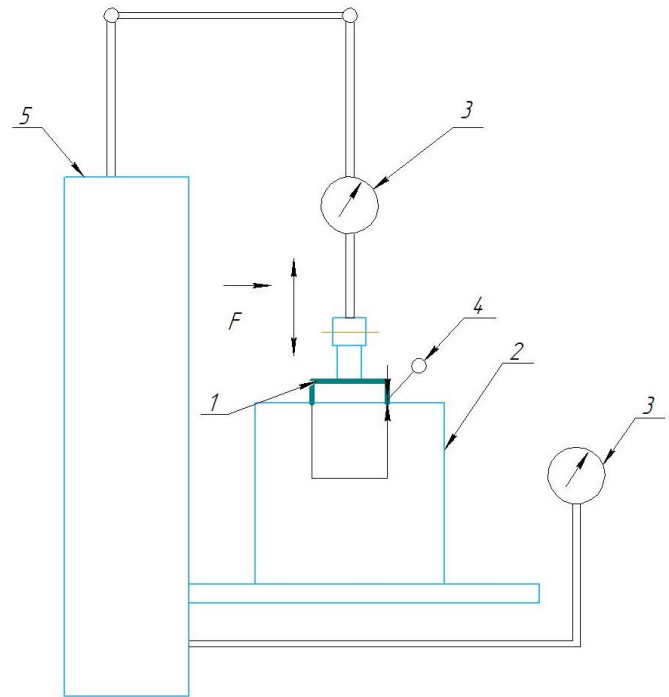
- 30 ходов при нагрузке 196 Н (20 кгс);
- 30 ходов при нагрузке 490 Н (50 кгс);
- 40 ходов при нагрузке 754 Н (80 кгс).

После притирки образцы механизма были поочередно установлены на испытательный стенд, имитирующий работу в эксплуатации, и прошли сравнительные испытания с полным ходом перемещения червяка по барабану. Для каждого сравнительного образца механизма испытания проводились в четыре этапа. Каждый этап имел одинаковый расчет по количеству полного хода в размере 600 000 циклов возвратно-поступательного движения червяка в барабане под нагрузкой 980 Н (100 кгс), которая приближена к эксплуатационной расчетной нагрузке. Между этапами образцы механизмов перемещались на другой заводской испытательный стенд для выполнения замеров осевого люфта между резьбовыми соединениями барабана и червяка. Осевой люфт имеет свои допустимые значения, которые составляют в максимальном допуске до 250 мкм. Если такие значения превышены, то механизм выбраковывается. После чего в заводских условиях производится разборка механизма и, в случае обнаружения износа антифрикционного покрытия (без дефектов на зубьях), его восстановление. Общий вид и схема стенда для замеров осевого люфта приведены на рисунке 5.5.

После замеров показания осевого люфта фиксировались в заводском журнале испытаний. Сравнительные значения замеров осевого люфта при стендовых и эксплуатационных испытаниях представлены в таблице 5.1.



а



б

Рисунок 5.5 – Общий вид (а) и схема (б) станда

для выполнения замеров осевого люфта:

1 – червяк; 2 – барабан в сборе; 3 – манометр, 4 – микрометр;

5 – шкаф с оборудованием станда

Таблица 5.1 – Сравнительные результаты замера осевого люфта при стендовых и эксплуатационных испытаниях

Объект испытаний	Замеры до приработки, мкм	Замеры после приработки, мкм	1-й этап 60 000 циклов, мкм	2-й этап 60 000 циклов, мкм	3-й этап 60 000 циклов, мкм	4-й этап 60 000 циклов, мкм
CrAlSiN+DLC	50	55	60	70	95	110
ВАП-3	50	70	200	320	выбраковка	

По значениям, представленным в таблице 5.1, видно, что образец узла с антифрикционным покрытием на основе состава ВАП-3 был забракован после

двух этапов испытаний со значениями 1 200 000 циклов полного хода. Величина осевого люфта на испытательном стенде составила 320 мкм, что превышает максимальное значение по допуску на 70 мкм. Образец с модифицированным комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC, напротив, прошел все четыре этапа испытаний со значениями 2 400 000 циклов полного хода, что является расчетной величиной максимального значения до капитального ремонта в эксплуатации с налетом до 4 000 часов. Величина осевого люфта образца механизма с данным покрытием на испытательном стенде по завершении всех этапов испытаний составила 110 мкм, что показывает увеличенный ресурс по допуску в два раза.

По результатам ресурсных испытаний, проведенных на ПАО «Росвертол», составлен акт стендовых испытаний механизма управления стабилизатором вертолета с модифицированным комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC, нанесенным на поверхность трибосопряжения «червяк – барабан». В технологический регламент производства механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 ПАО «Росвертол» внесены соответствующие изменения с добавлением операции по нанесению на червяк модифицированного комбинированного покрытия системы CrAlSiN+DLC методом вакуумного ионно-плазменного напыления (Акт сравнительных ресурсных стендовых испытаний экспериментальных образцов компонента (червяк 24-5710-21) узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 представлен в Приложении Е).

## **Выводы по главе 5**

1. Выполненные исследования позволили сформировать технологические подходы для применения ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, с целью увеличения ресурса эксплуатации особо ответственных и тяжело нагруженных узлов трения.
2. Полученные результаты сравнительных производственных испытаний трибосопряжений с комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC и антифрикционным покрытием на основе ВАП-3 показали перспективность

промышленного внедрения инновационной технологии применения ВИП-покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом.

3. С учетом установленных в диссертации закономерностей влияния технологических параметров нанесения на свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий сформулированы технологические рекомендации по материалам и режимам формирования покрытий в производственных условиях. Осуществлена их заводская стендовая проверка, показавшая повышение износостойкости и надежности механизма управления стабилизатором вертолета МИ-35. По результатам выполненных испытаний разработана техническая и нормативная документация для использования вакуумных ионно-плазменных покрытий на основе DLC в технологических процессах компании ПАО «Роствертол».

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ. ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

В результате проведенных исследований вакуумных ионно-плазменных углеродных покрытий на основе DLC, стабилизированных азотом, разработаны критерии создания широкого класса физико-механических и трибологических характеристик углеродных и комбинированных покрытий на поверхности трибоконтакта, что позволяет сделать основные выводы:

- По результатам проведенных исследований оптимизирован четырехпараметрический комплекс вариативных технологических параметров нанесения DLC-покрытий, включающих величину подачи азота в камеру %N, ток  $\lambda$  индукционных катушек, давление в рабочей камере  $P$  и время нанесения  $t$ . Установлено, что наиболее эффективные значения физико-механических характеристик (твердости  $H$ , модуля упругости  $E$ , сопротивления упругости  $H/E$ , сопротивления пластичности  $H^3/E^2$  DLC-покрытий, определяемых методами непрерывного индентирования) формируются путем варьирования основных технологических параметров – величины азота %N и тока  $\lambda$ , которые находятся в пределах:
  - область оптимальных значений варьируемых технологических параметров: %N = 5...8 %;  $\lambda = 3,0...3,8$  А;
  - прогнозируемые физико-механические свойства углеродных DLC-покрытий:  $H \geq 18...20$  ГПа;  $E \geq 250$  ГПа;  $H/E \geq 0,07$ ;  $H^3/E^2 \geq 0,08$  ГПа.
- Полученные экспериментальные результаты показали о том, что азот, использованный в качестве стабилизатора структуры углеродных покрытий вместо водорода, является важным управляющим технологическим параметром процесса получения вакуумных ионно-плазменных покрытий DLC и обеспечивает получение устойчивых значений толщины покрытий DLC вплоть до 1,5...2,0 мкм.
- Установлены закономерности формирования градиентного распределения электронных конфигураций углерода  $sp^3$  (алмазная составляющая) и  $sp^2$



(графитная гибридизация) по всей толщине DLC-покрытия, что дает возможность управлять не только износостойкостью, но и коэффициентом трения за счёт  $sp^2$ . С учётом установленных закономерностей показано, что:

- углеродные покрытия с подслоем титана, полученные на подложке из стали 40ХН2МА по оптимальным режимам нанесения при значениях технологических параметров:  $\%N = 5,5 \pm 0,5 \%$  и  $\lambda = 2,0 \pm 0,2$  А, показывают высокую износостойкость и могут быть рекомендованы для прикладного использования в тяжело нагруженных трибосистемах;
- при нанесении двухслойных комбинированных покрытий системы CrAlSiN+DLC оптимальные режимы нанесения слоя DLC для получения высокоизносостойких покрытий смещаются к границе наибольших значений интервала параметров  $\%N$  и  $\lambda$ , используемых для осаждения покрытий DLC с подслоем Ti. Эти комбинированные покрытия могут быть рекомендованы для повышения износостойкости тяжело нагруженных узлов трения транспортно-технологических средств.

4. Поскольку система нанесения покрытий является многопараметрической, то в целях сокращения объема экспериментов была разработана методика формирования базы полученных экспериментальных данных для их статистической обработки и реализации процедур машинного обучения, что позволило оптимизировать параметры нанесения покрытий и надежно прогнозировать их трибологические свойства, в частности коэффициент трения  $\mu$  в интервале 0,17...0,19 для двухслойных комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC и чистых DLC-покрытий.
5. Установленные в диссертации закономерности влияния технологических параметров нанесения на свойства комбинированных покрытий CrAlSiN+DLC прошли апробацию в компании ПАО «Роствертол». Стендовые испытания механизма управления стабилизатором МИ-35 с модифицированным комбинированным покрытием CrAlSiN+DLC позволили повысить износостойкость в 2 раза при эксплуатационной нагрузке 980 Н и 2,4 млн. циклов, что соответствует 4000 ч. налета вертолета МИ-35.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Наноструктурные покрытия и наноматериалы: Основы получения. Свойства. Области применения. Особенности современного наноструктурного направления в нанотехнологии / Н. А. Азаренков, В. М. Береснев, А. Д. Погребняк, Д. А. Колесников. – Москва : Книжный дом «ЛИБРОКОМ», 2012. – 368 с.
2. **Savchenko, A.** Transforming Graphene / A. Savchenko // Science. – 2009. – Vol. 323. – P. 589–590.
3. **Кудинов, В. В.** Нанесение покрытий напылением. Теория, технологии и оборудование : учебник для вузов / В. В. Кудинов, Г. В. Бобров – Москва : Металлургия, 1992. – 432 с.
4. **Колесников, В. И.** Теплофизические процессы в металлополимерных трибосистемах / В. И. Колесников ; Рост. гос. ун-т путей сообщения. – Москва: Наука, 2003. – 279 с.
5. **Колесников, И. В.** Системный анализ и синтез процессов, происходящих в металлополимерных узлах трения фрикционного и антифрикционного назначения / И. В. Колесников. – Москва : ВИНТИ РАН, 2017. – 384 с.
6. Методы исследования материалов: Структура, свойства и процессы нанесения неорганических покрытий / Л. И. Тушинский, А. В. Плохов, А. О. Токарев, В. И. Синдеев. – Москва : Мир, 2004. – 384 с.
7. Наноструктурные покрытия / под редакцией А. Кавалейро, Д. де Хоссона. – Москва : Техносфера, 2011. – 752 с.
8. **Кудряков, О. В.** Феноменология мартенситного превращения и структуры стали / О. В. Кудряков, В. Н. Варавка. – Ростов-на-Дону : Изд. центр ДГТУ, 2004. – 200 с.
9. Исследование влияния лазерного упрочнения в режиме глубокого проплавления на физико-механические характеристики поверхностных слоев стальных деталей и их износостойкость при абразивном изнашивании / Г. И. Козлов [и др.] // Трение и износ. – 1984. – Т. 5, № 2. – С. 251–258.

10. Влияние лазерной обработки на изнашивание сталей в абразивно-масляной среде / В. М. Голубец [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 1972. – № 4. – С. 114.

11. **Дубняков, В. Н.** Лазерное упрочнение конструкционных сталей / В. Н. Дубняков, О. Л. Кашук // Вестник машиностроения. – 1987. – № 9. – С. 59–62.

12. **Бирюков, В. П.** Лазерные комплексы для упрочнения деталей и точного раскроя листового материала / В. П. Бирюков // Вестник машиностроения. – 2003. – № 2. – С. 31–33.

13. **Hong, S.** Study on mechanical properties after laser forming / S. Hong, Y. Zhenqiang // Optics and Lasers in Engineering. – 2009. – Vol. 47. – P. 111–117.

14. Остаточные напряжения в углеродистых сталях после поверхностного упрочнения CO<sub>2</sub>-лазером / В. С. Великих [и др.] // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1985. – № 4. – С. 9–12.

15. Получение керамических теплозащитных покрытий для рабочих лопаток турбин авиационных ГТД магнетронным методом / С. А. Мубояджян, С. А. Будиновский, А. М. Гаямов, А. А. Смирнов // Авиационные материалы и технологии. – 2012. – № 4. – С. 3–8.

16. **Мубояджян, С. А.** Защитные покрытия для лопаток компрессора ГТД / С. А. Мубояджян, Я. А. Помелов // Авиационные материалы и технологии. Вып.: Высокожаропрочные материалы для современных и перспективных газотурбинных двигателей и прогрессивные технологии их производства. – Москва : ВИАМ, 2003. – С. 116–131.

17. **Александров, Д. А.** Износостойкие покрытия для защиты деталей трения современных ГТД / Д. А. Александров, Н. И. Артеменко // Труды ВИАМ. Электронный научно-технический журнал. – 2016. – № 10. – С. 6. – DOI 10.18577/2307-6046-2016-0-10-6-6.

18. **Muratore, C.** Smart tribological coating with wear sensing capability / C. Muratore, D. R. Jones, A. A. Voevodin // Wear. – 2008. – Vol. 265, Iss. 5–6. – P. 913–920.

19. Deposition technologies for films and coatings / R. F. Bunshah [et al.]. – Park Ride, New Jersey (USA) : Noyes Publications, 1982. – 489 p.
20. **Poate, J. M.** Surface modification and alloying by laser, ion, and electron beams / J. M. Poate, G. Foti, D. C. Jacobson. – New York : Plenum Press, 1983. – 243 p.
21. **Григорьянц, А. Г.** Лазерная техника и технология. В 7 кн. Кн. 3. Методы поверхностной лазерной обработки / А. Г. Григорьянц, А. Н. Сафонов. – Москва : Высшая школа, 1987. – 191 с.
22. **Данилин, Б. С.** Магнетронные распылительные системы / Б. С. Данилин, В. К. Сырчин. – Москва : Радио и связь, 1982. – 287 с.
23. **Сыркин, В. Г.** CVD-метод – химическое парофазное осаждение / В. Г. Сыркин. – Москва : Наука, 2000. – 47 с.
24. **Локтев, Д. А.** Методы нанесения износостойких покрытий и оборудование для их реализации / Д. А. Локтев // Стружка. – 2004. – Дек. – С. 6–11.
25. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия / А. А. Андреев, В. П. Саблев, В. М. Шулаев, С. Н. Григорьев. – Харьков : ННЦ «ХФТИ», 2005. – 278 с.
26. **Азаренков, Н. А.** Структура и свойства защитных покрытий и модифицированных слоев / Н. А. Азаренков, В. М. Береснев, А. Д. Погребняк. – Харьков : ХНУ им. В. Н. Каразина, 2007. – 576 с.
27. **Береснев, В. М.** Экологически безопасное вакуумно-плазменное оборудование и технологии нанесения покрытий / В. М. Береснев, Д. Л. Перлов, А. Д. Федоренко. – Харьков : ХИСП, 2003. – 292 с.
28. **Ченг, Ли.** Молекулярно-лучевая эпитаксия / Ли Ченг, К. Плот. – Москва : Мир, 1989. – 387 с.
29. **Нерушев, О. А.** Кинетика образования фуллеренов при электродуговом испарении графита / О. А. Нерушев, Г. И. Сухинин // Журнал технической физики. – 1997. – Т. 67, № 2. – С. 41–49.
30. Кластерная структура частиц фуллеренсодержащей сажи и порошок фуллеренов C<sub>60</sub> / О. П. Горелик, Г. А. Дюжев, Д. В. Новиков [и др.] // Журнал технической физики. – 2000. – Т. 70. – Вып. 11. – С. 118–125.

31. **Komarov, F. F.** Carbon Nanotubes: Present and Future / F. F. Komarov, A. M. Mironov // *Physics and Chemistry of Solids*. – 2004. – Vol. 5, No. 3. – P. 411–429.
32. **Carvalho, N. J. M.** Nanoindentation study of PVD WC-C coating supported by cross-sectional electron microscopy observation / N. J. M. Carvalho, J. Th. M. de Hosson // *Surface Engineering*. – 2001. – Vol. 17. – P. 105–111.
33. **Robertson, J.** Diamond-like amorphous carbon / J. Robertson // *Materials Science and Engineering*. – 2002. – Vol. R 37. – P. 129–281.
34. **Wanstrand, O.** Mechanical and tribological evaluation of WC/C coatings / O. Wanstrand, M. Larsson, P. Hedenqvist // *Surface and Coatings Technology*. – 1999. – Vol. 111. – P. 247–254.
35. **Cui, F. Z.** A Review of Investigations on Biocompatibility of Diamond Like Carbon and Carbon Nitride Films / F. Z. Cui, D. J. Li // *Surface and Coatings Technology*. – 2000. – Vol. 131. – P. 481–487.
36. **Grierson, D. S.** Nanotribology of carbon-based materials / D. S. Grierson, R. W. Carpick // *Nanotoday*. – 2007. – Vol. 2. – P. 12–21.
37. Nanoindentation-induced deformation behaviour of diamond-like carbon coatings on silicon substrates / Ayesha J. Haq, P. R. Munroe, M. Hoffman, P. J. Martin, A. Bendavid // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 515, Iss. 3. – P. 1000–1004. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2006.07.074>.
38. **Goel, S.** Can a carbon nano-coating resist metallic phase transformation in silicon substrate during nanoimpact? / Saurav Goel, Anupam Agrawal, Nadimul Haque Faisal // *Wear*. – 2014. – Vol. 315. – P. 38–41. – DOI 10.1016/j.wear.2014.03.009.
39. **Miyake, S.** Evaluation of protuberance and groove formation in extremely thin DLC films on Si substrates due to diamond tip sliding by atomic force microscopy / Shojiro Miyake, Shohei Yamazaki. // *Wear*. – 2014. – Vol. 318. – P. 135–144.
40. **Donnet, Ch.** Tribology of Diamond-Like Carbon Films / Christophe Donnet, Ali Erdemir // *Fundamentals and Applications*. – Springer, 2011. – 665 p.
41. Tribological Characteristics of Nanosized Carbon Coatings Obtained by the Pulsed Vacuum\_Arc Method on the Modified TiNi Surface / M. G. Kovaleva, A. Ya.

Kolpakov, A. I. Poplavskii [et al.] // *Journal of Friction and Wear*. – 2012. – Vol. 33, No. 4. – P. 260–265.

42. **Charitidis, C. A.** Nanotribological Behavior of Carbon Based Thin Films: Friction and Lubricity Mechanisms at the Nanoscale / C. A. Charitidis, E. P. Koumoulos, D. A. Dragatogiannis // *Lubricants*. – 2013. – Vol. 1(2). – P. 22–47.

43. Нанесение тонкопленочного упрочняющего покрытия на поверхности сложного профиля типа зубчатых колес / А. П. Тополянский, П. А. Тополянский, Н. А. Соснин, С. А. Ермаков // *Технологии ремонта, восстановления и упрочнения деталей машин, механизмов, оборудования, инструмента и технологической оснастки : материалы 9-й Международной практической конференции*. – Санкт-Петербург : СПбПУ им. Петра Великого, 2007. – С. 262–270.

44. **Тополянский, П. А.** Плазменные технологии упрочнения / П. А. Тополянский // *РИТМ Машиностроения*. – 2016. – № 3. – С. 28–32.

45. **Senthilkumar, R.** Experimental investigation on carbon nano tubes coated brass rectangular extended surface / R. Senthilkumar, S. Prabhu, M. Cheralathan // *Applied Thermal Engineering*. – 2013. – Vol. 50. – P. 1361–1368.

46. Ion-beam-deposited polycrystalline diamond-like films / E. G. Spencer, P. H. Schmidt, D. C. Joy, F. J. Sansalone // *Applied Physics Letters*. – 1976. – Vol. 29. – P. 118–120.

47. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов / К. К. Кадыржанов, Ф. Ф. Комаров, А. Д. Погребняк [и др.]. – Москва : МГУ, 2005. – 638 с.

48. Tribological properties of ultrananocrystalline diamond films: mechanochemical transformation of sliding interfaces / R. Rani, K. Panda, N. Kumar, A. T. Kozakov, V. I. Kolesnikov, A. V. Sidashov, I-N. Lin // *Nature-Scientific Reports*. – 2018. – Vol. 8. – P. 1–16. – DOI 10.1038/s41598-017-18425-4.

49. Карбин – третья аллотропная форма углерода / Ю. П. Кудрявцев, С. Е. Евсюков, М. Б. Гусева [и др.] // *Нанотехнологии: разработка, применение – XXI век*. – 2010. – Т. 2, № 1. – С. 37–52.

50. **Kudryavtsev, Yu. P.** The Discovery of Carbyne / Yu. P. Kudryavtsev // *Carbyne and Carbynoid Structures*. – Dordrecht, The Netherlands: Springer, 1999. – Vol. 21. – P. 1–6. – DOI 10.1007/978-94-011-4742-2\_1.

51. **Хайманн, Р. Б.** Аллотропия углерода / Р. Б. Хайманн, С. Е. Евсюков // Природа. – 2003. – № 8. – С. 66.
52. **Семенов, А. П.** Твердофазный синтез покрытий карбина в условиях термодинамического воздействия интенсивным электронным пучком / А. П. Семенов, И. А. Семенова, Н. Н. Смирнягина // Журнал технической физики. – 2015. – Т. 85, № 3. – С. 143–145.
53. **Ткачев, А. Г.** Аппаратура и методы синтеза твердотельных наноструктур / А. Г. Ткачев, И. В. Золотухин. – Москва : Машиностроение, 2007. – 316 с.
54. A cell nanoinjector based on carbon nanotubes / X. Chen, A. Kis, A. Zettl, C. R. Bertozzi // Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America. – 2007. – Vol. 104. – P. 8218–8222.
55. **Tu, X.** A DNA-based approach to the carbon nanotube sorting problem / X. Tu, M. Zheng // Nano Research. – 2008. – Vol. 1, No. 3. – P. 185–194.
56. Advances in Bioapplications of Carbon Nanotubes / F. Lu, L. Gu, M. J. Meziani [et al.] // Advanced Materials. – 2009. – Vol. 21. – P. 139–152.
57. A review of ionic liquid lubricants / A. Somers, P. Howlett, D. MacFarlane, M. Forsyth // Lubricants. – 2013. – Vol. 1. P. 3–21. – DOI 10.3390/lubricants1010003.
58. **Tang, Z.** A review of recent developments of friction modifiers for liquid lubricants (2007-present) / Z. Tang, S. Li // Current Opinion in Solid State and Materials Science. – 2014. – Vol. 18. – P. 119–139. – DOI 10.1016/j.cossms.2014.02.002.
59. Ionic liquid modified multi-walled carbon nanotubes as lubricant additive / B. Yu, Z. Liu, C. Ma [et al.] // Tribology International. – 2015. – Vol. 81. – P. 38–42. – DOI 10.1016/j.triboint.2014.07.019.
60. Effect of carbon nanotubes on friction and wear of a piston ring and cylinder liner system under dry and lubricated conditions / Z. Zhang, J. Liu, T. Wu, Y. Xie // Friction. – 2017. – Vol. 5. – P. 147–154. – DOI 10.1007/s40544-016-0126-6.
61. **Vyavhare, K.** Tribological Properties of Novel Multi-Walled Carbon Nanotubes and Phosphorus Containing Ionic Liquid Hybrids in Grease / Kimaya

Vyavhare, Pranesh Aswath // *Frontiers in Mechanical Engineering*. – 2019. – Vol. 5. – <https://doi.org/10.3389/fmech.2019.00015>.

62. **Рагуля, А. В.** Консолидированные наноструктурные материалы / А. В. Рагуля, В. В. Скороход. – К.: Наукова думка, 2007. – 374 с.

63. **Zhi, Li.** Pyrolysis Chemistry of Cubane and Methylcubane: The Effect of Methyl Substitution on Stability and Product Branching / Li Zhi, S. L. Anderson // *Journal of Physical Chemistry A*. – 2003. – Vol. 107. – P. 1162–1174.

64. Термическая устойчивость кубана  $C_8H_8$  / М. М. Маслов, Д. А. Лобанов, А. И. Подливаев, Л. А. Опенов // *Физика твердого тела*. – 2009. – Т. 51. – С. 609–612.

65. Field emission from vertically aligned few-layer grapheme / V. Malesevich, R. Kemps, A. Vanhulsel [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2008. – Vol. 104. – Article no. 084301.

66. Control of Graphene's Properties by Reversible Hydrogenation: Evidence for Graphene / D. C. Elias, R. R. Nair, T. M. G. Mohiuddin [et al.] // *Science*. – 2009. – Vol. 323. – P. 610–613.

67. **Новиков, Е. С.** Установление закономерностей изменения структурно-фрикционных свойств тяжело нагруженных металлополимерных и металлических трибосистем и разработка методов повышения их износостойкости: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук : 05.02.04 / Новиков Евгений Сергеевич. – Ростов-на-Дону, 2020. – 149 с.

68. Towards high adherent and tough a-C coatings / S. Z. Xuan, L. Bui, X. T. Zeng, X. Li // *Thin Solid Films*. – 2005. – Vol. 482. – P. 138–145.

69. The role of hydrogen on the friction mechanism of diamond-like carbon films / C. Donnet, J. Fontaine, A. Grill, T. le Mogne // *Tribology Letters*. – 2001. – Vol. 9. – P. 137–142.

70. Структура и свойства нанокompозитных, гибридных и полимерных покрытий / А. Д. Погребняк, А. А. Лозован, Г. В. Кирик [и др.]. – Москва : Книжный дом «ЛИБРОКОМ», 2011. – 344 с.



71. **Carvalho, N. J. M.** Microstructure investigation of magnetron sputtered WC/C coatings deposited on steel substrates / N. J. M. Carvalho, J. Th. M. de Hosson // *Thin Solid Films*. – 2001. – Vol. 388. – P. 150–159.

72. **Балдаев, Н.** Алмазоподобные углеродные покрытия DLC. Варианты и применение / Н. Балдаев // *Ритм машиностроения*. – 2022. – № 4. – С. 38–43.

73. Вакуумная ионно-плазменная обработка / А. А. Ильин, В. В. Плихунов, Л. М. Петров, В. С. Спектор. – Москва : ИНФРА-М, 2014. – 160 с.

74. **Thornton, A. J.** The influence of bias sputter parameters on thick copper coatings deposited using a hollow cathode / A. J. Thornton // *Thin Solid Films*. – 1977. – Vol. 40. – P. 335–344. – DOI 10.1016/0040-6090(77)90135-3.

75. **Anders, A.** A structure zone diagram including plasma based deposition and ion etching / A. Anders // *Thin Solid Films*. – 2010. – Vol. 518, No 15. – P. 4087–4090. – DOI 10.1016/j.tsf.2009.10.145.

76. **Sedlaček, M.** Tribological properties of DLC coatings and comparison with test results: Development of a database / M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin // *Materials Characterization*. – 2008. – Vol. 59, No 2. – P. 151–161. – DOI 10.1016/j.matchar.2006.12.008.

77. **MacLeod, B. P.** Self-driving laboratory for accelerated discovery of thin-film materials / B. P. MacLeod // *Science Advances*. – 2020. – Vol. 6 (20). – Article no. eaaz8867. – DOI 10.1126/sciadv.aaz8867.

78. **Ohkubo, I.** Realization of closed-loop optimization of epitaxial titanium nitride thin-film growth via machine learning / I. Ohkubo // *Materials Today Physics*. – 2021. – Vol. 16. – Article no. 100296. – DOI 10.1016/j.mtphys.2020.100296.

79. Relationships between synthesis conditions and TiN coating properties discovered from the data driven approach / M. S. Lifar, S. A. Guda, ... V. I. Kolesnikov [et al.] // *Thin Solid Films*. – 2023. – Vol. 768. – Article no. 139725. – DOI 10.1016/j.tsf.2023.139725.

80. **Pei, Y. T.** TiC/a-C nanocomposite coatings for low friction and wear resistance / Y. T. Pei, D. Galvan, J. Th. de Hosson // *Materials Science Forum*. – 2005. – Vol. 475–479. – P. 3655–3660.

81. **Evaristo, M.** Room and High Temperature Tribological Behaviour of W-DLC Coatings Produced by DCMS and Hybrid DCMS-HiPIMS Configuration / M. Evaristo, F. Fernandes, A. Cavaleiro // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10(4). – P. 319.

82. **Zhou, B. H. Q.** Effect of Thickness on Tribological Behavior of Hydrogen Free Diamond-like Carbon Coating / B. H. Q. Zhou, E. Zhang // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10(3). – P. 243.

83. **Буяновский, И. А.** Влияние на антифрикционные свойства смазочных сред легирования ориентирующих углеродных покрытий карбидообразующими элементами / И. А. Буяновский, А. Н. Большаков, В. А. Левченко // *Трение и износ*. – 2018. – Т. 39, № 5. – С. 471–476.

84. Структурные аспекты износостойкости вакуумных ионно-плазменных покрытий / В. И. Колесников, О. В. Кудряков, И. Ю. Забияка [и др.] // *Физическая мезомеханика*. – 2020. – Т. 23, № 1. – С. 62–77.

85. Триботехнические свойства покрытий на основе углерода и углерода, легированного азотом, полученных импульсным вакуумно-дуговым методом / М. Г. Ковалева, А. Я. Колпаков, А. И. Поплавский [и др.] // *Трение и износ*. – 2018. – Т. 39, № 4. – С. 433–437.

86. Покрытия DLC, стабилизированные азотом: оптимизация свойств и режимов нанесения с использованием алгоритмов рандомизированных деревьев и нейронных сетей / А. И. Воропаев, В. И. Колесников, О. В. Кудряков [и др.] // *Физическая мезомеханика*. – 2024. – Т. 27, № 2. – С. 16–32. – DOI 10.55652/1683-805X\_2024\_27\_2\_16-32.

87. **Charitidis, C. A.** Nanomechanical and nanotribological properties of carbon-based thin films: A review / C. A. Charitidis // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. – 2010. – Vol. 28. – P. 51–59.

88. **Leyland, A.** On the significance of the H/E ratio in wear control: A nanocomposite film approach to optimized tribological behavior / A. Leyland, A. Matthews // *Wear*. – 2000. – Vol. 246. – P. 1–10.

89. How to restore superlow friction of DLC: The healing effect of hydrogen gas / J. Fontaine, M. Belin, T. le Mogne, A. Grill // *Tribology International*. – 2004. – Vol. 37. – P. 869–877.

90. Friction and wear mechanisms of smooth diamond films during sliding in air and dry nitrogen / A. Erdemir, M. Halter, G. R. Fenske [et al.] // *Tribology Transactions*. – 1997. – Vol. 40. – P. 667–673.

91. Mechanical properties of PECVD hydrogenated amorphous carbon coatings via nanoindentation and nanoscratching techniques / P. Bruno, G. Cicala, A. M. Losacco, P. Decuzzi // *Surface and Coatings Technology*. – 2004. – Vol. 180–181. – P. 259–264.

92. Effects of water environment on tribological properties of DLC rubbed against brass / M. Uchidate, H. Liu, A. Iwabuchi, K. Yamamoto // *Wear*. – 2009. – Vol. 267. – P. 1589–1594.

93. Nanotribology of carbon-based thin films: The influence of film structure and surface morphology / E. Riedo, J. Chevrier, F. Comin, H. Brune // *Surface Science*. – 2001. – Vol. 477. – P. 25–33.

94. Enhanced tribological performances of nanocrystalline diamond film / A. Schneider, D. Steinmueller-Nethl, M. Roy, F. Franek // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. – 2010. – Vol. 28. – P. 40–50.

95. **Carpinteri, A.** Size-scale effects on the friction coefficient / A. Carpinteri, M. Paggi // *International Journal of Solids and Structures*. – 2005. – Vol. 42. – P. 2901–2910.

96. The mechanical and tribological properties of magnetron sputtered Ti–C:H coatings / V. Y. Kulikovskiy, F. Fendrych, L. Jastrabik [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 1998. – Vol. 102. – P. 81–89.

97. **Li, G.** Effect of Cr Atom Plasma Emission Intensity on the Characteristics of Cr-DLC Films Deposited by Pulsed-DC Magnetron Sputtering / Guang Li, Yi Xu, Yuan Xia // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10(7). – P. 608. – DOI 10.3390/coatings10070608.

98. **Evaristo, M.** Room and High Temperature Tribological Behaviour of W-DLC Coatings Produced by DCMS and Hybrid DCMS-HiPIMS Configuration / Manuel

Evaristo, Filipe Fernandes, Albano Cavaleiro // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10(4). – P. 319. – <https://doi.org/10.3390/coatings10040319>.

99. A boron-doped diamond like carbon coating with high hardness and low friction coefficient / Zhencheng Ren, Haifeng Qin, Yalin Dong [et al.] // *Wear*. – 2019. – Vol. 436–437. – Article no. 203031.

100. Ti content on the tribological properties of W/Ti-doped diamond-like carbon film lubricating with additives / Shaojun Zhang, Wen Yue, Jiajie Kang [et al.] // *Wear*. – 2019. – Vol. 430–431. – P. 137–144.

101. AlTiN layer effect on mechanical properties of Ti-doped diamond-like carbon composite coatings / Xiaolu Pang, Huisheng Yang, Kewei Gao [et al.] // *Thin Solid Films*. – 2011. – Vol. 519. – P. 5353–5357.

102. Microstructure and mechanical properties of Ti/AlTiN/Ti-diamondlike carbon composite coatings on steel Xiaolu Pang, Huisheng Yang, Kewei Gao [et al.] // *Journal of Materials Research*. – 2010. – Vol. 25, No. 11. – P. 2159–2165. – DOI <https://doi.org/10.1557/jmr.2010.0281>.

103. Effects of DLC/TiAlN-coated die on friction and wear in sheet-metal forming under dry and oil-lubricated conditions: Experimental and numerical studies / M. H. Sulaiman, R. N. Farahana, K. Bienk [et al.] // *Wear*. – 2019. – Vol. 438–439. – Article no. 203040.

104. Антифрикционные свойства алмазоподобного покрытия и алюминитрида титана в модельных смазочных средах / В. А. Левченко, И. А. Буяновский, В. Д. Самусенко [и др.] // *Трение и износ*. – 2019. – Т. 40, № 6. – С. 706–711.

105. Structure and mechanical properties of nc-TiC/a-C:H-nanocomposite films deposited by filtered cathodic arc technique / Yu-Hao Zhai, Yu-Juan Zhang, Yi Peng [et al.] // *Rare Metals*. – 2016. – Vol. 35. – P. 177–183. – DOI 10.1007/s12598-013-0215-x.

106. Diamond-Like Carbon Films with Low Internal Stress by a Simple Bilayer Approach / K. Baba, R. Hatada, S. Flege, W. Ensinger // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10(7). – P. 696. – DOI 10.3390/coatings10070696.

107. Технология повышения износостойкости тяжело нагруженных трибосистем и их мониторинг / В. И. Колесников, В. Д. Верескун, О. В. Кудряков [и др.] // Трение и износ. – 2020. – Т. 41, № 2. – С. 228–234. – DOI 10.3103/S1068366620020051.

108. **Белый, А. В.** Структура и методы формирования износостойких поверхностных слоев / А. В. Белый, Г. Д. Карпенко, Н. К. Мышкин. – Москва : Машиностроение, 1991. – 208 с.

109. Сдвиговая пластическая деформация и износостойкость ионно-модифицированных материалов с твердыми слоями / А. В. Белый, В. А. Кукареко, В. Е. Рубцов, А. В. Колубаев // Физическая мезомеханика. – 2002. – Т. 5, № 1. – С. 51–57.

110. Изучение пластической деформации на мезо- и макромасштабных уровнях при трении и изнашивании композиции «сталь 20Х13 – упрочняющее композиционное покрытие» / С. В. Панин, В. Е. Панин, Ш. А. Байбулатов [и др.] // Физическая мезомеханика. – 2001. – Т. 4, № 4. – С. 59–72.

111. Механика пластической деформации и разрушения поверхностно упрочненных твердых тел в условиях трения / П. А. Витязь, В. Е. Панин, А. В. Белый, А. В. Колубаев // Физическая мезомеханика. – 2002. – Т. 5, № 1. – С. 15–28.

112. Модификация структуры покрытий TiAlN путем предварительной бомбардировки стальной подложки ионами Ti / А. Р. Шугуров, А. А. Акулинкин, А. В. Панин [и др.] // Журнал технической физики. – 2016. – Т. 86, № 3. – С. 91–97.

113. Исследование трещиностойкости покрытий TiAlN методом скрэтч-тестирования / А. Р. Шугуров, А. А. Акулинкин, А. В. Панин [и др.] // Физическая мезомеханика. – 2015. – Т. 18, № 6. – С. 66–74.

114. Оценка теплопроводности термобарьерных покрытий на основе измеряемых электронных и структурных характеристик / В. И. Колесников, О. В. Кудряков ..., А. И. Воропаев [и др.] // Физическая мезомеханика. – 2022. – Т. 25, № 1. – С. 5–25. – DOI 10.55652/1683-805X\_2022\_25\_1\_5.

115. Аналитическое определение эффективной теплопроводности гетерофазных поверхностных слоев, покрытий и тонких пленок в

тяжелонагруженных трибосистемах / В.И. Колесников, О. В. Кудряков ..., А. И. Воропаев [и др.] // Трение и износ. – 2022. – Т. 43, № 6. – С. 575–582. – DOI 10.32864/0202-4977-2022-43-6-575-582.

116. Физические величины: Справочник / под редакцией И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. – Москва : Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.

117. DLC coatings for tribotechnical purposes: features of the structure and wear resistance / O. V. Kudryakov, V. N. Varavka, I. V. Kolesnikov [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2021. – Vol. 1029, No 1. – Article no. 012061. – DOI 10.1088/1757-899X/1029/1/012061.

118. **Dementjev, A. P.** Comparison of X-ray-excited Auger lineshapes of graphite, polyethylene and diamond / A. P. Dementjev, M. N. Petukhov // Surface and Interface Analysis. – 1996. – Vol. 24. – P. 517–521.

119. **Головин, Ю. И.** Наноиндентирование и его возможности / Ю. И. Головин. – Москва : Машиностроение, 2009. – 312 с.

120. **ГОСТ 8.748-2011** (ИСО 14577-1:2002). Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1: Метод испытаний. – Москва : Стандартинформ, 2013. – 23 с.

121. **ГОСТ Р 50779.25-2005** (ИСО 3494:1976). Статистические методы. Статистическое представление данных. Мощность тестов для средних и дисперсий. – Москва : Стандартинформ, 2005. – 48 с.

122. **ГОСТ Р ИСО 16269-4-2017**. Статистические методы. Статистическое представление данных. Часть 4 : Выявление и обработка выбросов. – Москва : Стандартинформ, 2017. – 48 с.

123. Structure, mechanical and tribological properties of nitrogen-containing chromium coatings prepared by reactive magnetron sputtering / C. Rebholz, H. Ziegele, A. Leyland, A. Matthews // Surface and Coatings Technology. – 1999. – Vol. 115. – P. 222–229. – DOI 10.1016/S0257-8972(99)00240-6.

124. **DIN 50324-1992**. Tribology; testing of friction and wear model test for sliding friction of solids (ball-on-disc system) [Тела твердые. Модельные испытания

на трение и износ при трении скольжения] : международный (зарубежный) стандарт. ISO 17.040.20. Properties of surfaces [Свойства поверхностей]. Дата опубликования 01.07.1992. Язык оригинала : немецкий. – 6 с. – URL: <https://www.standards.ru/document/4024545.aspx> (дата обращения : 19.07.2024).

125. ASTM G99, 2017 Edition, January 1, 2017 - Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus [Стандартный метод испытаний на износ с помощью устройства «штифт на диске»].

126. **ГОСТ Р 50779.10-2000** (ИСО 3534-1-93). Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения. – Москва : Госстандарт России, 2000. – 40 с.

127. **ГОСТ Р 50779.11-2000** (ИСО 3534-2-93). Статистические методы. Статистическое управление качеством. Термины и определения. – Москва : Госстандарт России, 2000. – 38 с.

128. **ГОСТ Р 50779.21-2004**. Статистические методы. Правила определения и методы расчета статистических характеристик по выборочным данным. Часть 1 : Нормальное распределение. – Москва : ИПК «Издательство стандартов», 2004. – 43 с.

129. **Лемешко, Б. Ю.** Критерии проверки гипотез об однородности. Руководство по применению / Б. Ю. Лемешко. – Москва : ИНФРА-М, 2017. – 208 с.

130. **Дрейпер, Н.** Прикладной регрессионный анализ. Множественная регрессия / Н. Дрейпер, Г. Смит. – 3-е изд. – Москва : Диалектика, 2007. – 912 с.

131. **Берикашвили, В. Ш.** Статистическая обработка данных, планирование эксперимента и случайные процессы / В. Ш. Берикашвили, С. П. Оськин. – Москва : Юрайт, 2023. – 164 с.

132. **Евдокимов, Ю. А.** Программное сопровождение научно-исследовательских работ по триботехнике. Ч. 1 : Обработка экспериментальных данных методом планирования эксперимента / Ю. А. Евдокимов, В. В. Шаповалов, А. Л. Озябкин. – Ростов-на-Дону : РГУПС, 2003. – 122 с.

133. **Geurts, P.** Extremely randomized trees / P. Geurts, D. Ernst, L. Wehenkel // Machine Learning. – 2006. – Vol. 63, No 1. – P. 3–42. – DOI 10.1007/s10994-006-6226-1.

134. Relationships between synthesis conditions and TiN coating properties discovered from the data driven approach / M. S. Lifar, S. A. Guda, O. V. Kudryakov [et al.] // *Thin Solid Films*. – 2023. – Vol. 768. – № 139725. – DOI 10.1016/j.tsf.2023.139725.

135. **Kudryakov, O. V.** Self-healing of PVD-coatings / O. V. Kudryakov, V. N. Varavka, I. V. Kolesnikov // *Materials Science Forum*. – 2022. – Vol. 1052. – P. 44–49. – DOI 10.4028/p-996e4s.

136. **Kumar, N.** Controlled atmosphere dependent tribological properties of thermally annealed ultrananocrystalline diamond films / N. Kumar, A. T. Kozakov, K. J. Sankaran [et al.] // *Diamond and Related Materials*. – 2019. – Vol. 97. – P. 107437. – DOI 10.1016/j.diamond.2019.05.022.

137. **Kumar, N.** Surface and bulk phase analysis of the tribolayer of nanocrystalline diamond films sliding against steel balls / N. Kumar, K. J. Sankaran, K. Haenen [et al.] // *Diamond and Related Materials*. – 2019. – Vol. 97. – P. 107472. – DOI 10.1016/j.diamond.2019.107472.

138. **Сидашов, А. В.** Электронное строение, элементный состав и прочностные свойства модифицированных лазерным излучением поверхностей сталей, алмазных и графеновых пленок для трибологических применений : диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук : 01.04.07 / Сидашов Андрей Вячеславович. – Ростов-на-Дону, 2022. – 409 с.

139. Особенности структурно-фазового состояния и свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий системы Cr-Al-Si-N / В. И. Колесников, О. В. Кудряков, ... А. И. Воропаев [и др.] // *Физическая мезомеханика*. – 2022. – Т. 25, № 6. – С. 26–38. – DOI 10.55652/1 683-805X\_2022\_25\_6\_26.



## **П Р И Л О Ж Е Н И Я**

**Приложение А.** Выборка из базы экспериментальных данных по образцам с углеродными DLC-покрытиями: представлены значения вариативных технологических параметров, физико-механических и трибологических характеристик

Шифр образцов	Название параметра				Механические свойства покрытий									
	Рабочее давление в камере, Па	Давление рабочих газов (азота/водорода) в камере, %	Параметры индукционных катушек к4 А/ к5 А	Время нанесения мин.	H ГПа	E ГПа	H/E	H <sup>2</sup> /E <sup>2</sup> ГПа	Coat Mu 1 m	L1 (500 м)	Coat Mu 5 m	L5 (200 м)	CoatMu 10 m	L10 (100 м)
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P.220531.H	1,2E -2Па	N1%	к4 2 / к5 2	30	5.24±1.02	181.75 ±12.13	0.029	0.004	0.142	-	0.12	-	-	0.95
P.220601.B	1,2E -2Па	N5%	к4 3 / к5 3	30	13.62 ±6.57	158.65 ±33.16	0.086	0.1	0.236	-	0.145	-	0.154	-
P.220601.H	1,2E -2Па	N5%	к4 3 / к5 3	12	42.13 ±6.92	289.81 ±23.44	0.145	0.89	0.206	-				
P.220602.B	1,2E -2Па	N7%	к4 3 / к5 4	12	16.99 ±3.26	251.48 ±44.02	0.068	0.078		44		3		1,13
P.220602.H	1,2E -2Па	N7%	к4 3 / к5 4	20	36.38 ±7.07	285.47 ±25.53	0.127	0.591	0.045			92		1.11
P.220607.H	1,2E -2Па	N5%	к4 5 / к5 5	20	22.29 ±5.43	291.11 ±46.71	0.077	0.131	-	36	-	1.33	-	0
P.220608.B	1,2E -2Па	N5%	к4 5 / к5 5	25	34.73 ±3.93	338.72 ±36.8	0.103	0.365	0.16		0.18			0.44
P.220614.B	1,2E -2Па	N5%	к4 1,5 / к5 1,5	25	19.02 ±4.1	294.45 ±53.95	0.065	0.079						
P.220614.H	1,2E -2Па	N5%	к4 1,5 / к5 1,5	25	22.19 ±3.26	279.08 ±26.29	0.08	0.14						

**Приложение А. (продолжение)**

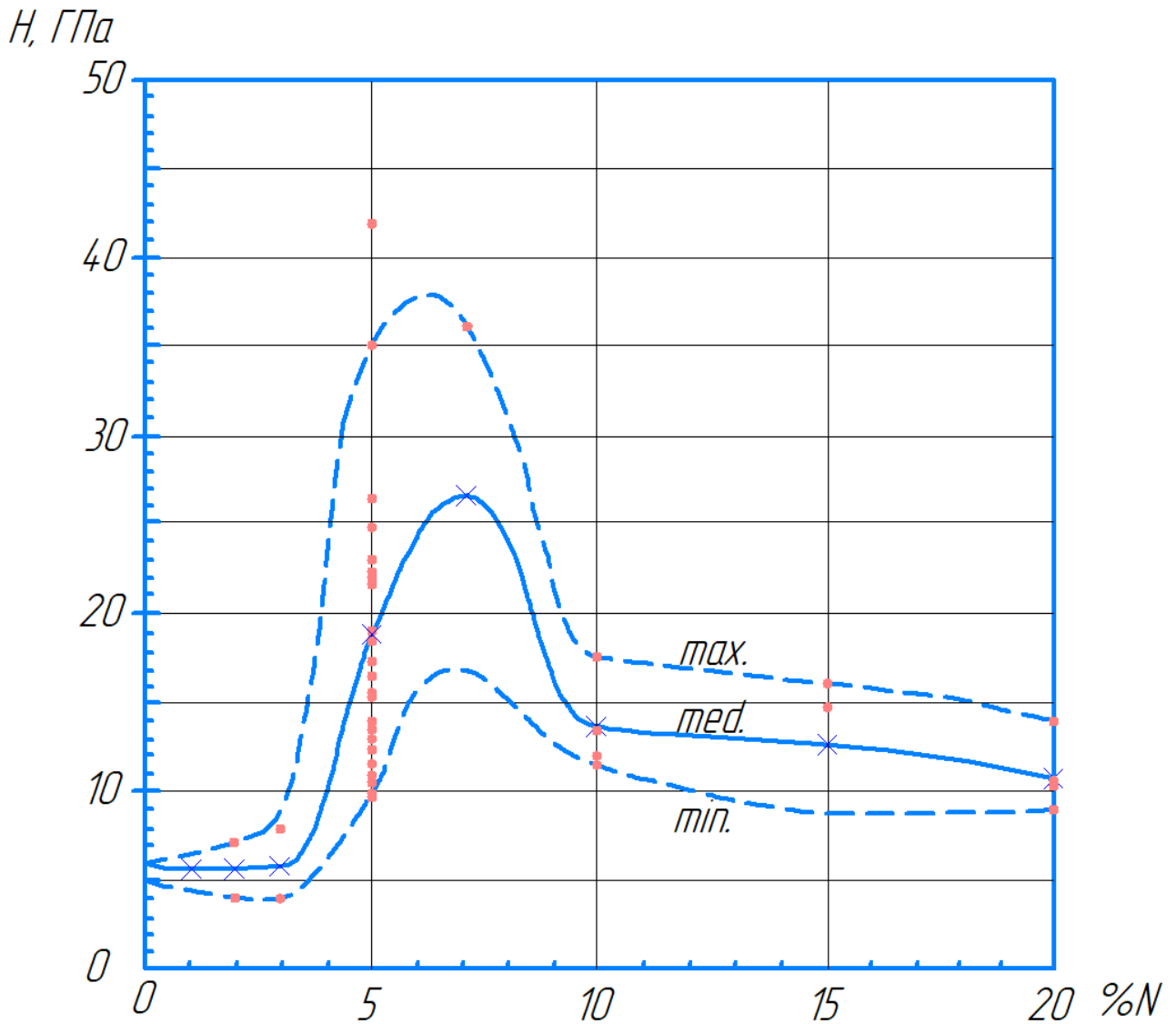
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P.220617.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	11.67 ±2.81	189.32± 32.2	0.062	0.044						
P.220617.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	12.47 ±0.74	195.0±7 .61	0.064	0.051						
P.220623.B	1,2E -2Па	N2%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	4.14± 2.02	239.86± 52.83	0.017	0.001 0						
P.220623.H	1,2E -2Па	N2%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	6.96± 1.43	191.41± 16.98	0.036	0.009						
P.220624.B	1,2E -2Па	N3%	κ4 2 / κ5 2	25	4.12± 0.59	251.22± 24.86	0.016	0.001						
P.220624.H	1,2E -2Па	N3%	κ4 2 / κ5 2	25	7.63± 0.82	200.48± 9.73	0.038	0.011						
P.220629.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	25	10.64 ±1.86	191.95± 20.67	0.055	0.033						
P.220629.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	25	16.86 ±2.96	222.27± 22.11	0.076	0.097		11.6		17		
P.220701.B	1,2E -2Па	0%	κ4 2 / κ5 2	20	5.51± 3.02	196.89± 54.11	0.028	0.004						
P.220701.H	1,2E -2Па	0%	κ4 2 / κ5 2	20	5.73± 1.35	172.21± 25.9	0.033	0.006						
P.220715.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	30	11.14 ±2.11	301.03± 85.89	0.037	0.015		18	0.189		0.177	
P.220715.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	30	18.69 ±6.0	272.0±5 0.7	0.069	0.088		28	0.225		0.210	
P.220801.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	26.74 ±11.5 8	335.81± 131.85	0.08	0.17		91	0.181			0.45
P.220801.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	25	23.05 ±4.36	301.19± 27.77	0.077	0.135	0.241		0.182		0.142	

**Приложение А. (продолжение)**

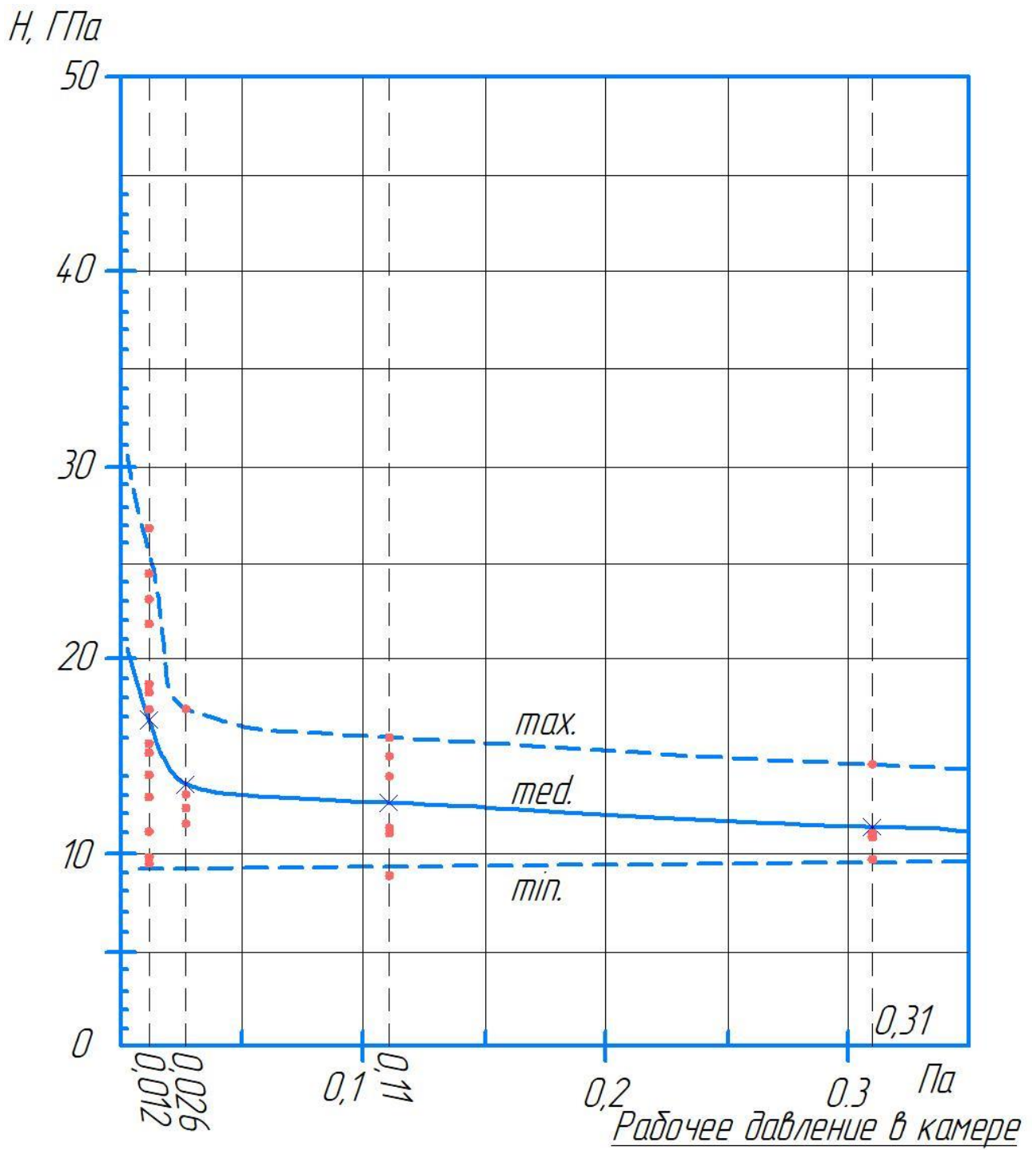
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P.220803.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	25	21.78± 10.29	309.03± 102.89	0.07	0.108	0.274			0.67		0.33
P.220803.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	25	15.61± 3.93	265.33± 69.5	0.059	0.054		80		3		0.33
P.220808.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	25	15.29± 7.65	241.17± 90.07	0.063	0.061	0.276		0.206		0.171	
P.220808.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 2 / κ5 2	20	13.01± 3.85	207.54± 47.89	0.063	0.051	0.248		0.250			2.44
P.220815.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	9.59±3. 63	238.14± 109.41	0.04	0.016	0.310		0.213		0.194	
P.220815.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	9.77±5. 28	167.03± 115.77	0.058	0.033		44	0.263		0.166	
P.220817.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 3 / κ5 3	14	24.74± 6.39	276.6±4 5.43	0.089	0.197	0.176			3		5
P.220817.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 3 / κ5 3	14	17.63± 5.12	322.94± 79.13	0.055	0.053	0.217		0.161			74
P.220921.B	1,1E -1Па	N15%	κ4 1 / κ5 1	14	8.77±3. 19	184.4±3 5.08	0.047	0.02		62	0.110			1
P.220921.H	1,1E -1Па	N15%	κ4 1 / κ5 1	14	16.19± 5.55	243.4±9 4.98	0.067	0.072		10		2		1
P.220928.B	1,1E -1Па	N15%	κ4 3 / κ5 3	14	15.1±4. 38	232.85± 49.69	0.065	0.064	0.182		0.112			0.78
P.220928.H	1,1E -1Па	N15%	κ4 3 / κ5 3	14	10.93± 3.07	213.32± 58.39	0.051	0.029		20		8		1.33
P.221003.B	1,1E -1Па	N15%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	13.99± 4.32	202.44± 33.57	0.069	0.067		4		2		1.33
P.221003.H	1,1E -1Па	N15%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	11.13± 2.48	204.17± 32.45	0.054	0.033		47		3		0.22
P.221007.B	3,1E -1Па	N10%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	14.27± 5.84	204.03± 49.53	0.07	0.07						

**Приложение А. (окончание)**

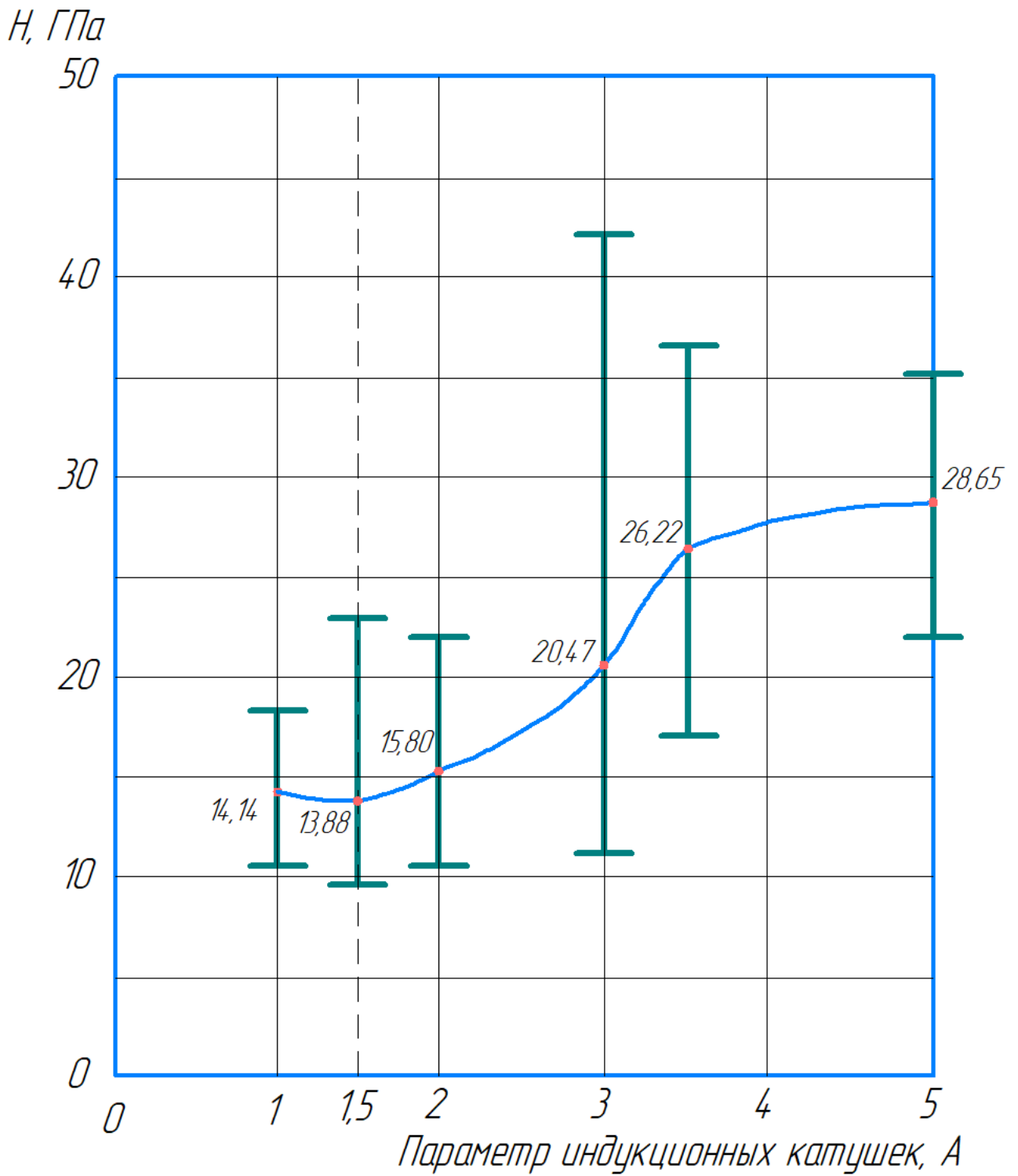
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P.221007.H	3,1E -1Па	N10%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	10.36± 2.93	203.07± 53.49	0.051	0.027						
P.221011.B	2,6E -2Па	N10%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	17.67± 4.67	249.29± 54.94	0.071	0.089		73		10		0.22
P.221011.H	2,6E -2Па	N10%	κ4 1,5 / κ5 1,5	14	13.07± 3.17	244.7±5 8.61	0.053	0.037		20		10		15
P.221012.B	2,6E -2Па	N20%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	11.72± 2.42	225.64± 36.41	0.052	0.032		17	0.145		0.119	0
P.221012.H	2,6E -2Па	N20%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	12.23± 3.52	247.32± 29.65	0.049	0,03		2	0.162		0.203	
P.221014.B	3,1E -1Па	N20%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	10.7± 4.13	182.58± 42.99	0.059	0.037						
P.221014.H	3,1E -1Па	N20%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	9.29±1. 93	177.3±2 6.35	0.052	0.026						
P.221017.B	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	14.04± 4.3	271.83± 52.05	0.052	0.037						
P.221017.H	1,2E -2Па	N5%	κ4 1,0 / κ5 1,0	14	18.48± 3.13	271.32± 30.54	0.068	0.086						

**Экспериментальные зависимости физико-механических свойств  
DLC-покрытий от вариативных технологических параметров нанесения****Б.1. Зависимости твердости  $H$ :**

Зависимость твердости  $H$  углеродных покрытий от величины подачи азота в камеру  $\%N$ ; графики изменения максимальных (*max.*), минимальных (*min.*) и средних (*med.*) значений

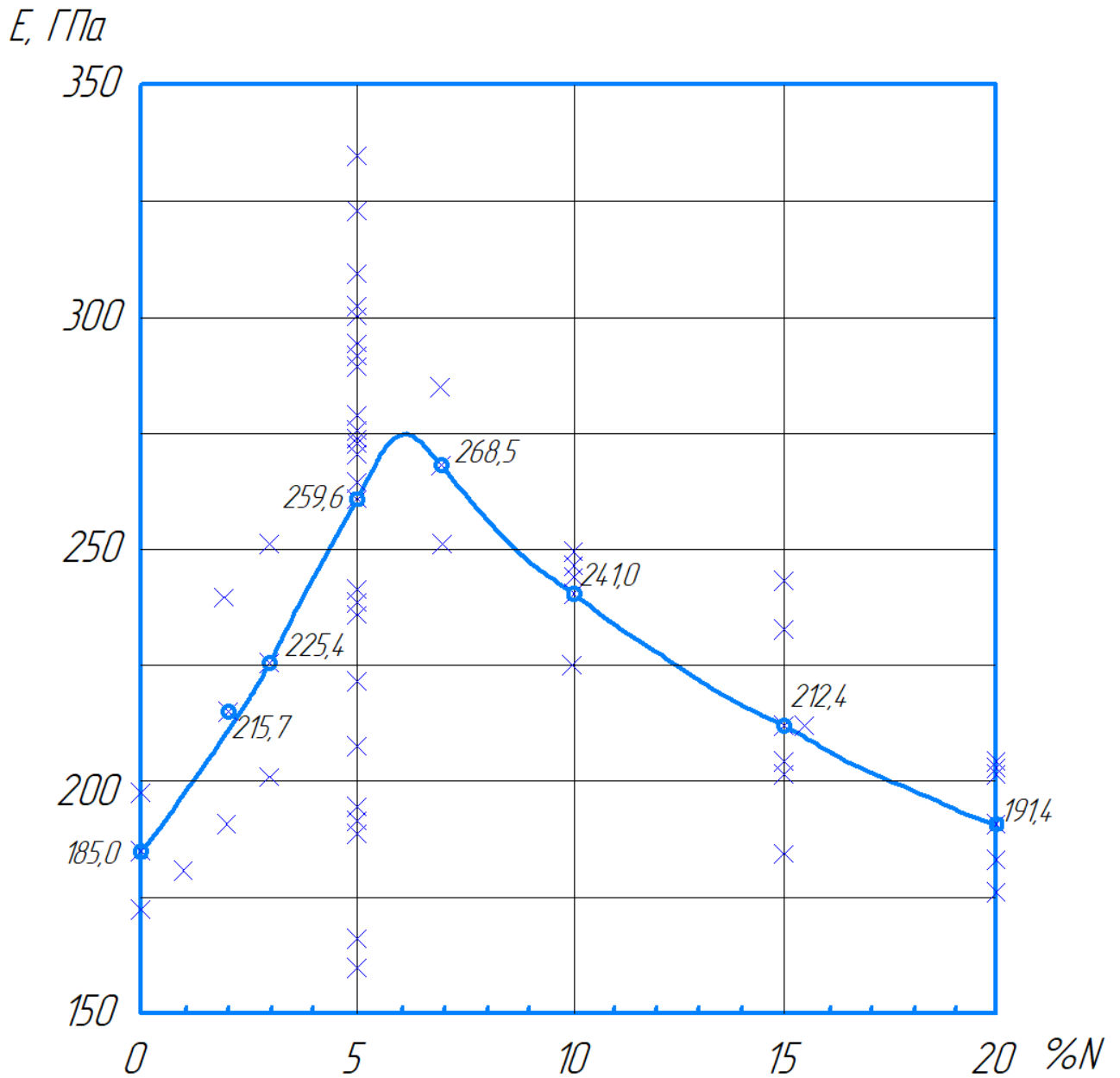


Зависимости изменения максимальных (*max.*), минимальных (*min.*) и средних (*med.*) значений твердости  $H$  углеродных покрытий от величины давления в рабочей камере  $P$

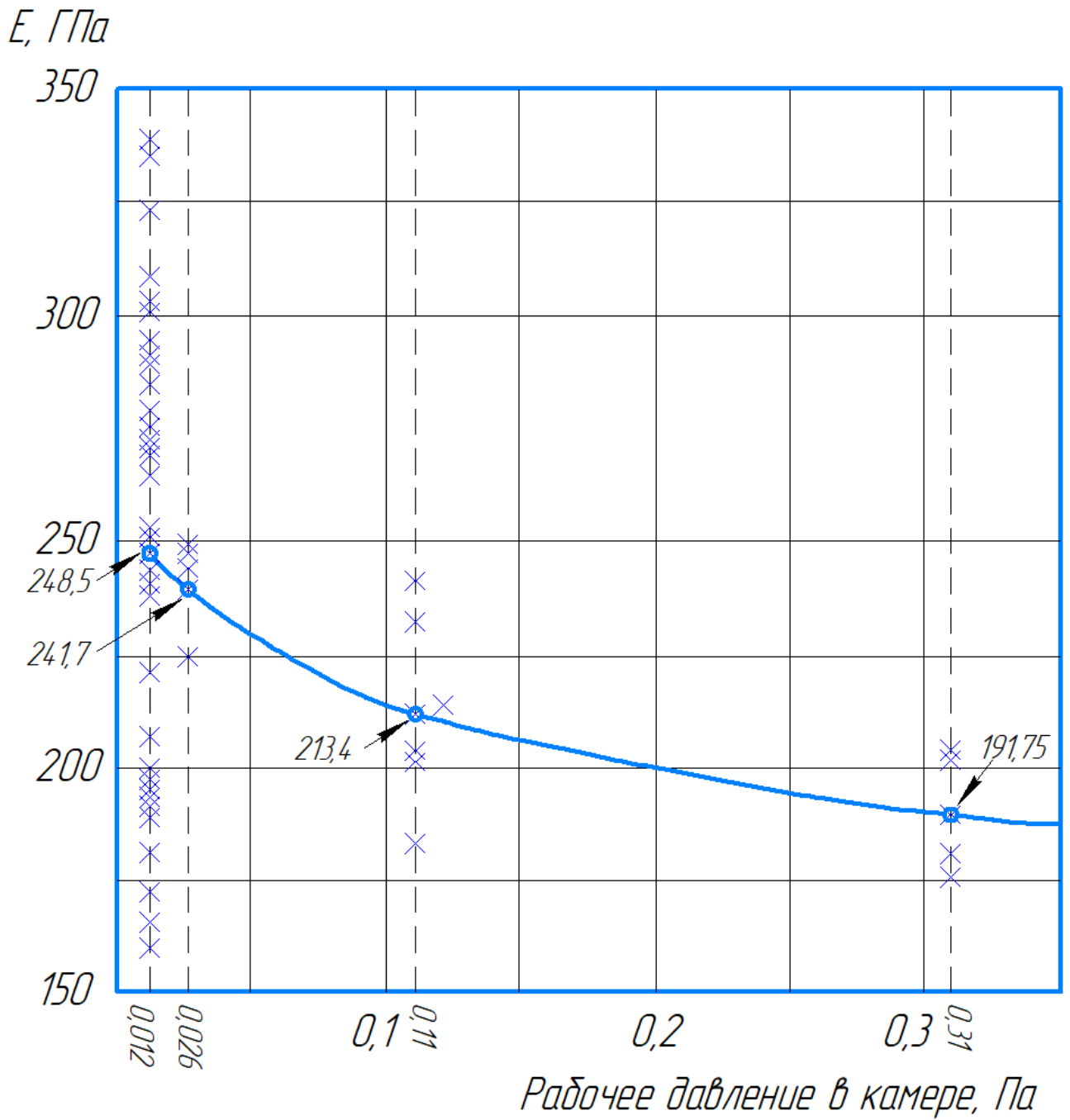


Зависимость изменения усреднённых значений твердости  $H$  углеродных покрытий от величины параметра (тока) индукционных катушек  $\lambda$

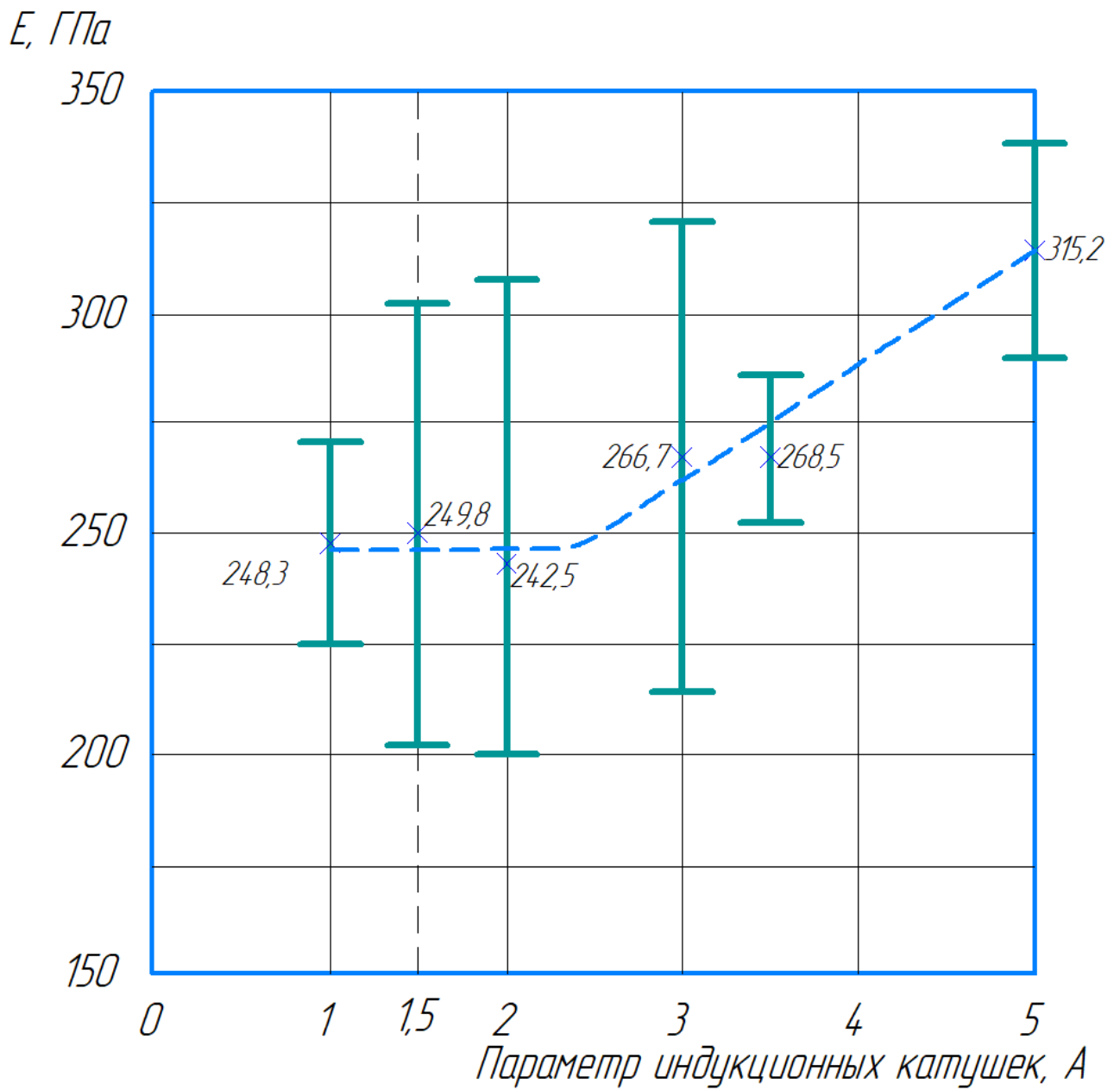


Б.2. Зависимости модуля упругости  $E$ :

Зависимость изменения усреднённых значений модуля упругости  $E$  углеродных покрытий от величины подачи азота в камеру %N

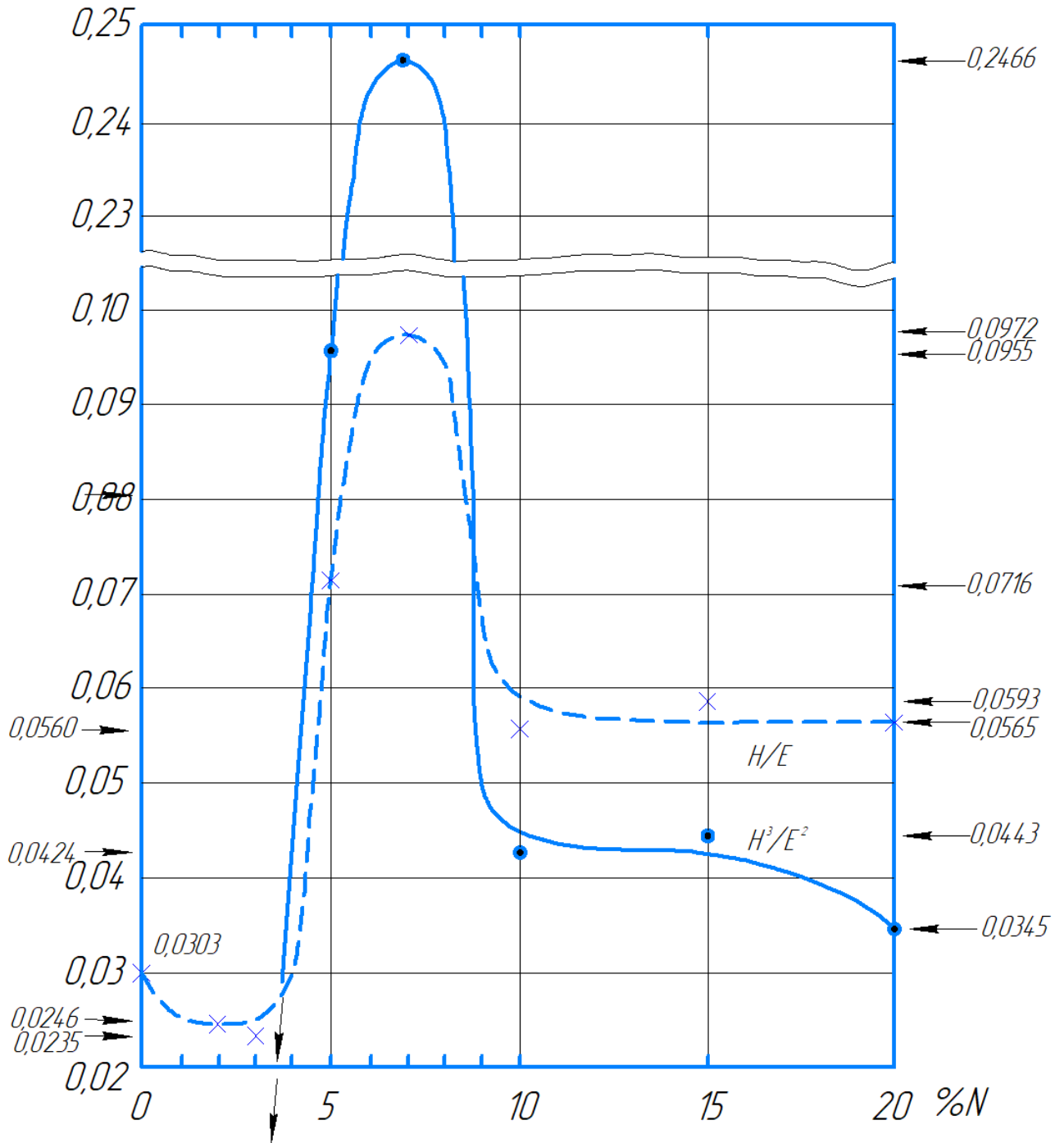


Зависимость изменения усреднённых значений модуля упругости  $E$  углеродных покрытий от величины рабочего давления в камере  $P$

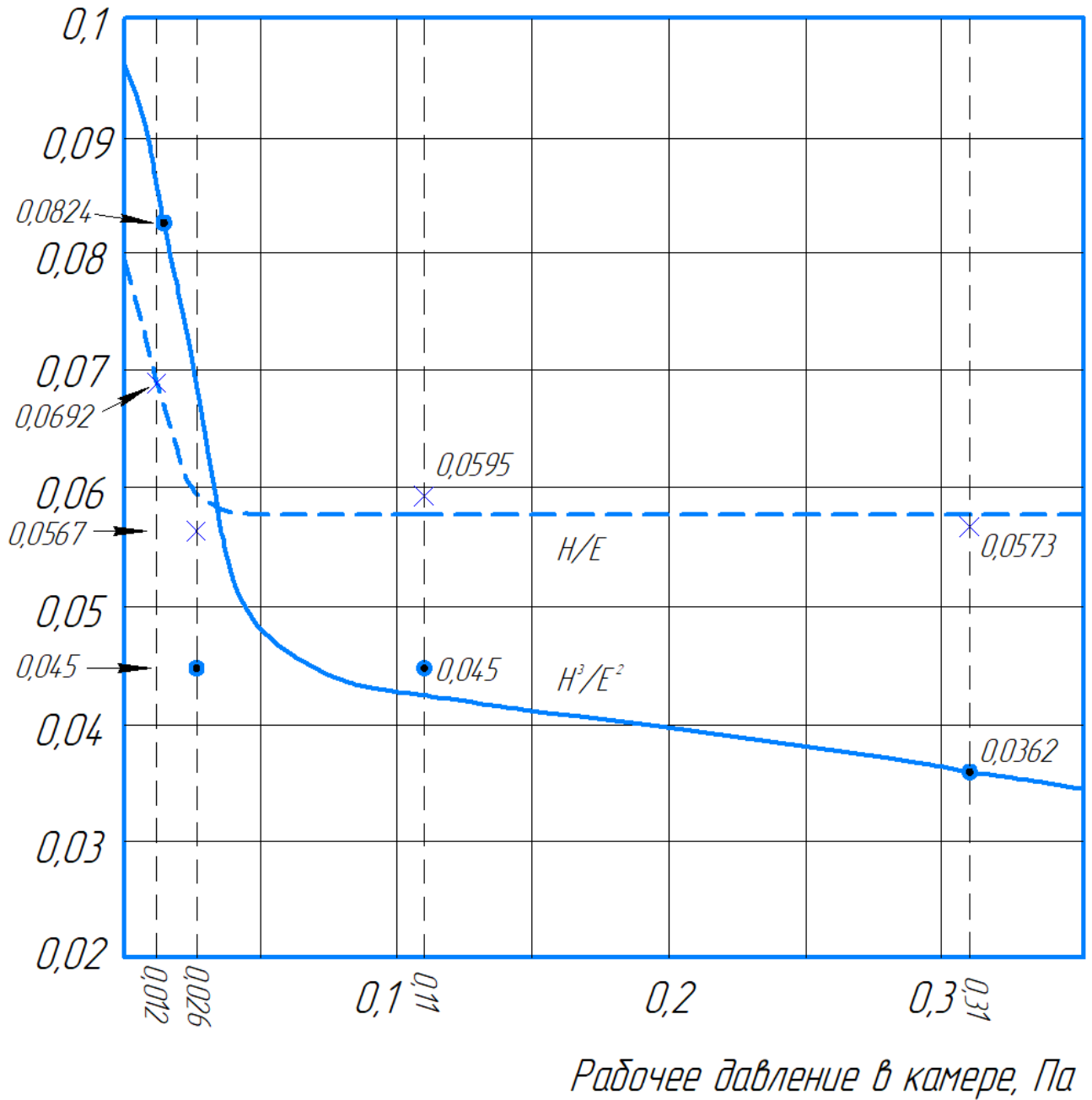


Зависимость изменения усреднённых значений модуля упругости  $E$  углеродных покрытий от величины параметра (тока) индукционных катушек  $\lambda$

Б.3. Зависимости отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$ :

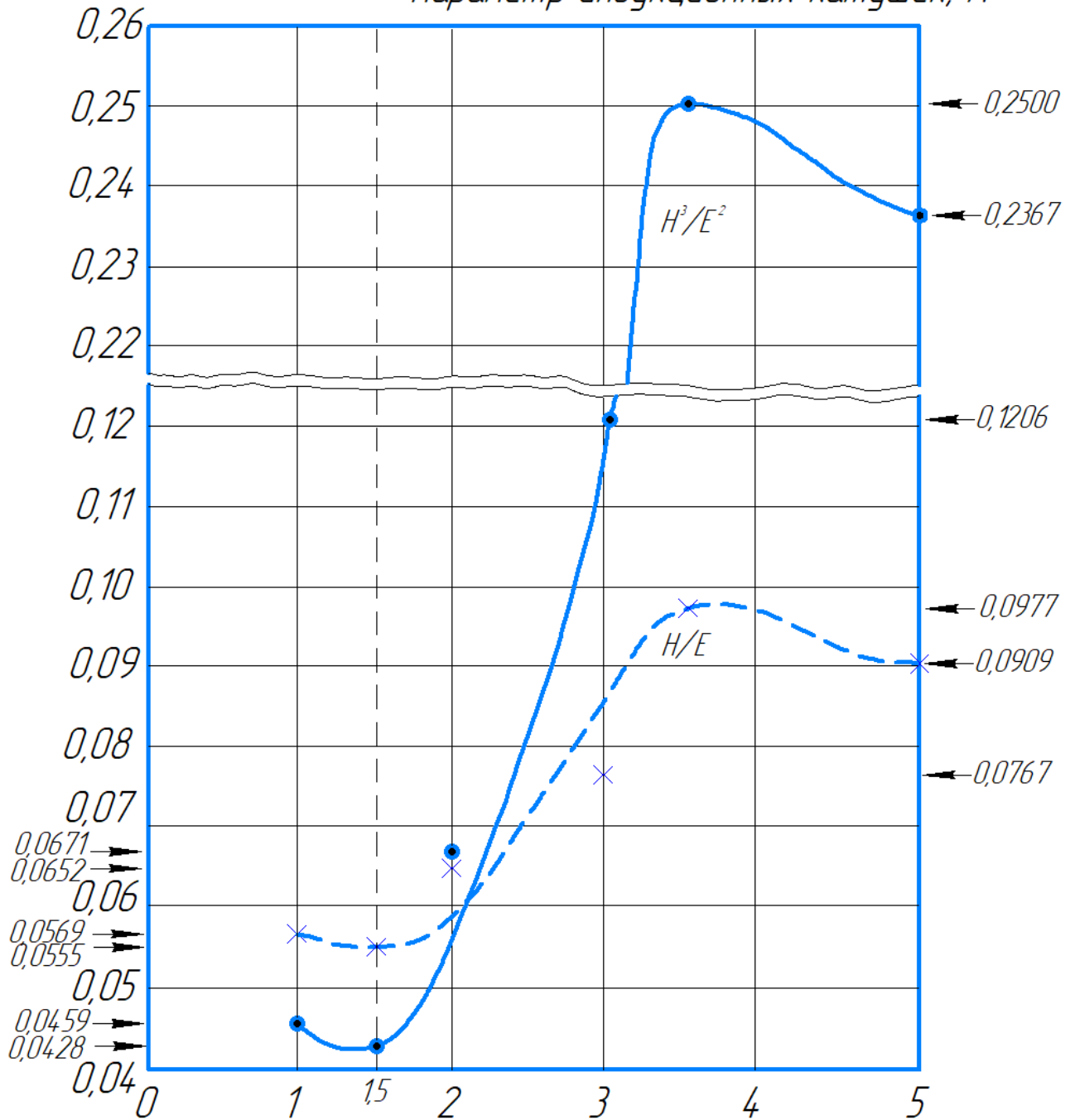


Зависимости изменения усреднённых значений отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$  от величины подачи азота в камеру  $\%N$



Зависимости изменения усреднённых значений отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$  от величины рабочего давления в камере  $P$

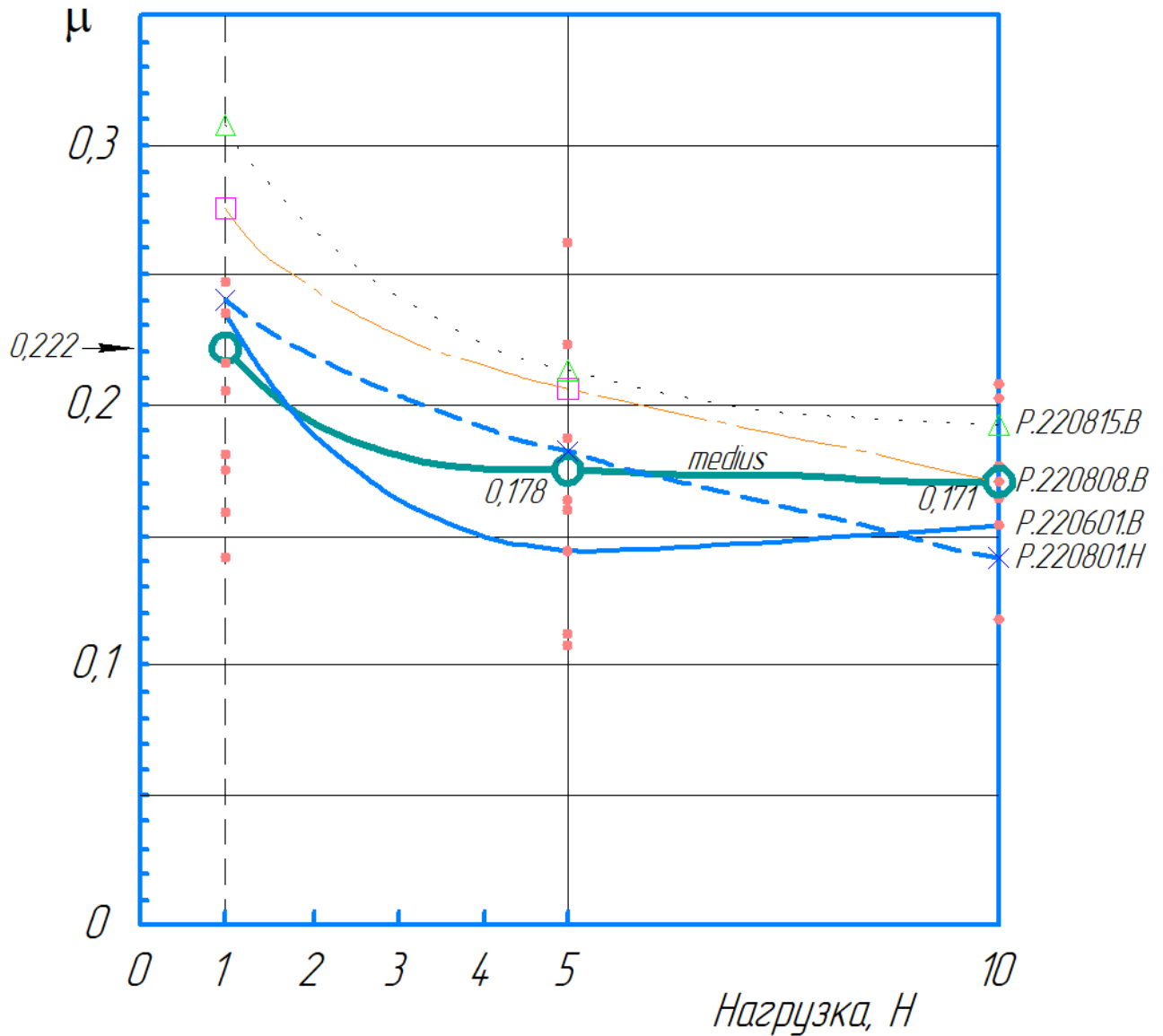
Параметр индукционных катушек, А



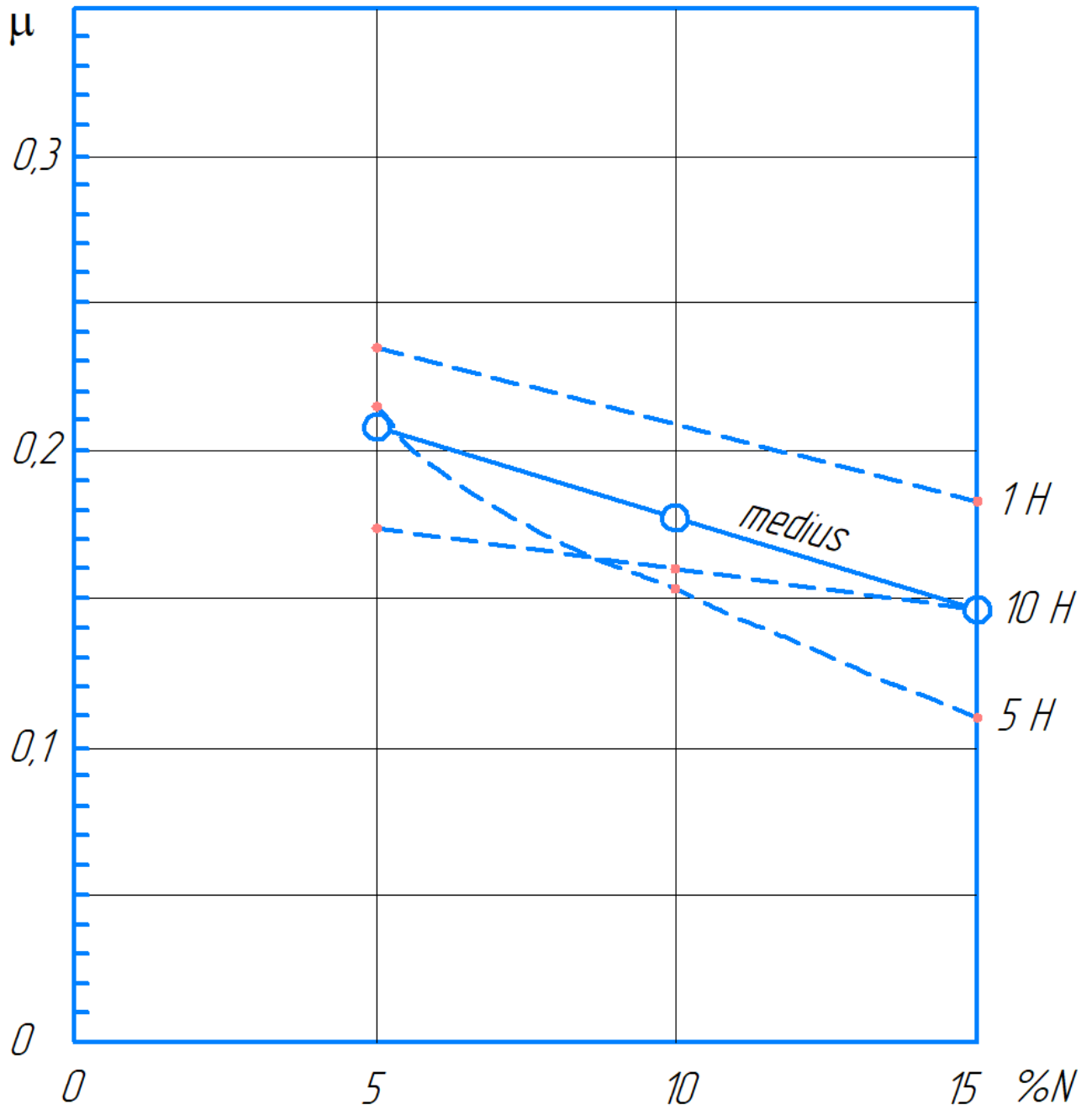
Зависимости изменения усреднённых значений отношений  $H/E$  и  $H^3/E^2$  от величины параметра (тока) индукционных катушек  $\lambda$

**Экспериментальные зависимости трибологических свойств  
DLC-покрытий от вариативных технологических параметров нанесения**

В.1. Зависимости коэффициента трения  $\mu$ :

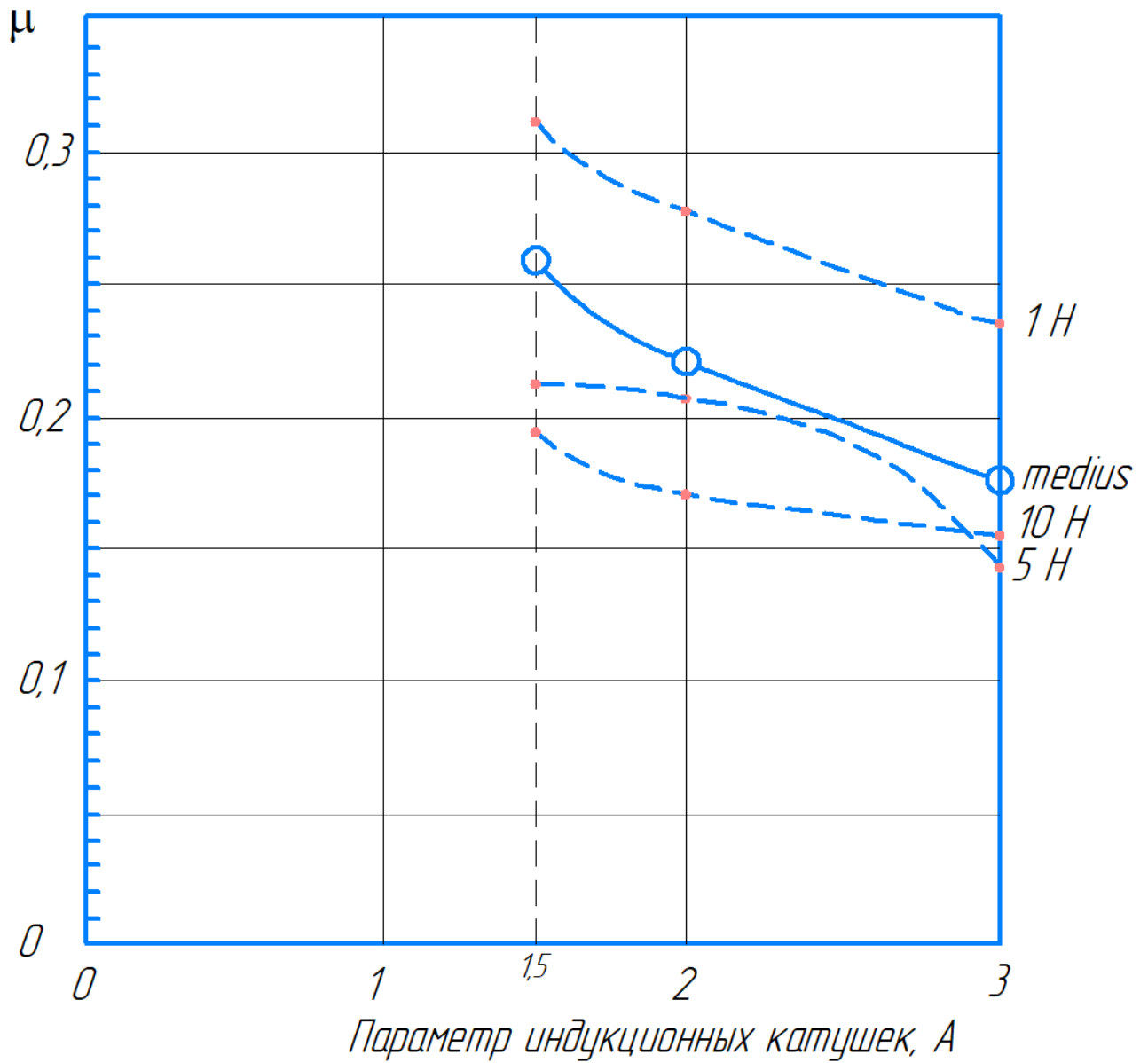


Зависимости изменения коэффициента трения  $\mu$  от нагрузки при  
трибологических испытаниях



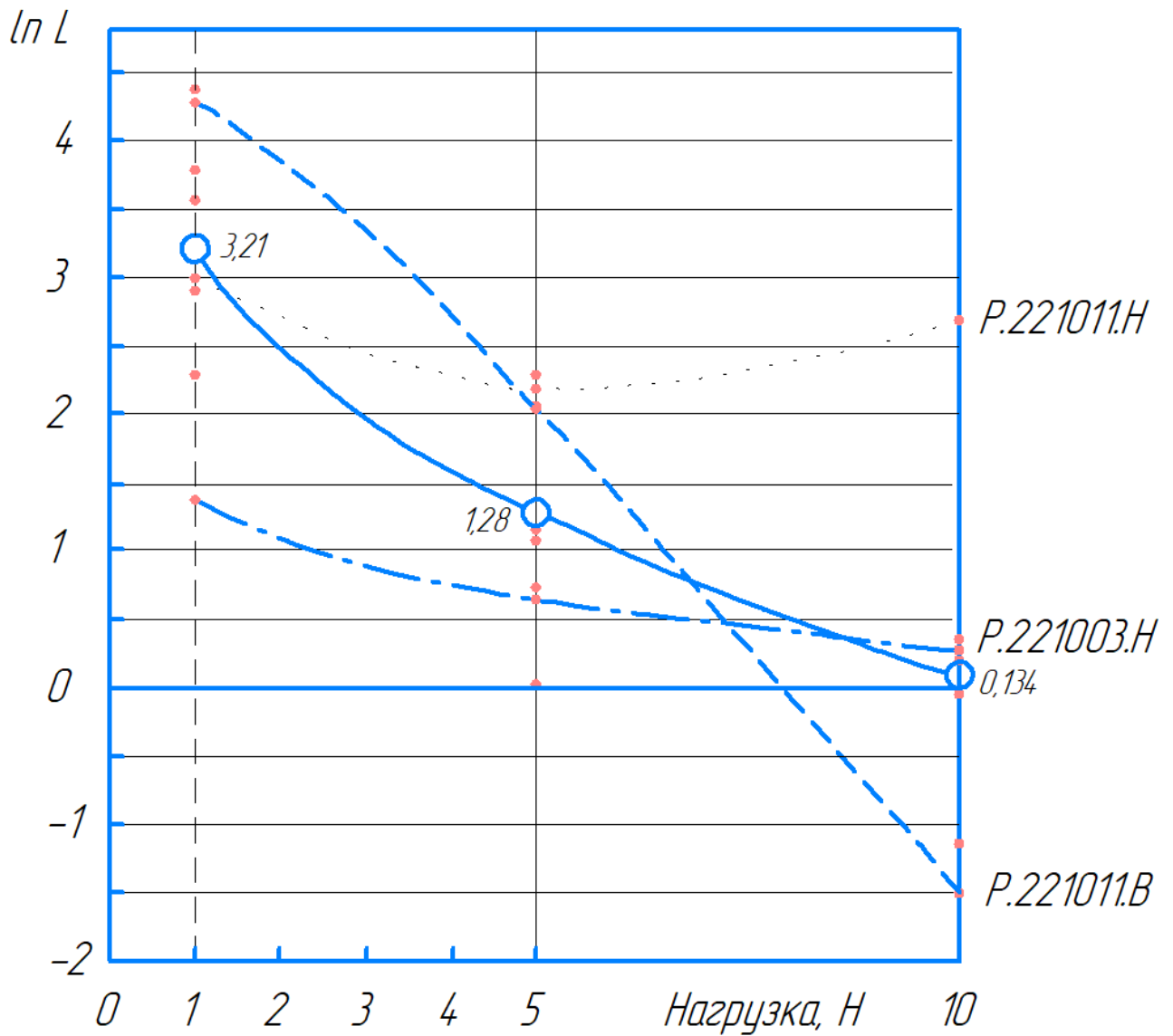
Экспериментальные зависимости коэффициента трения  $\mu$  от параметра  $\%N$   
при различных нагрузках трения



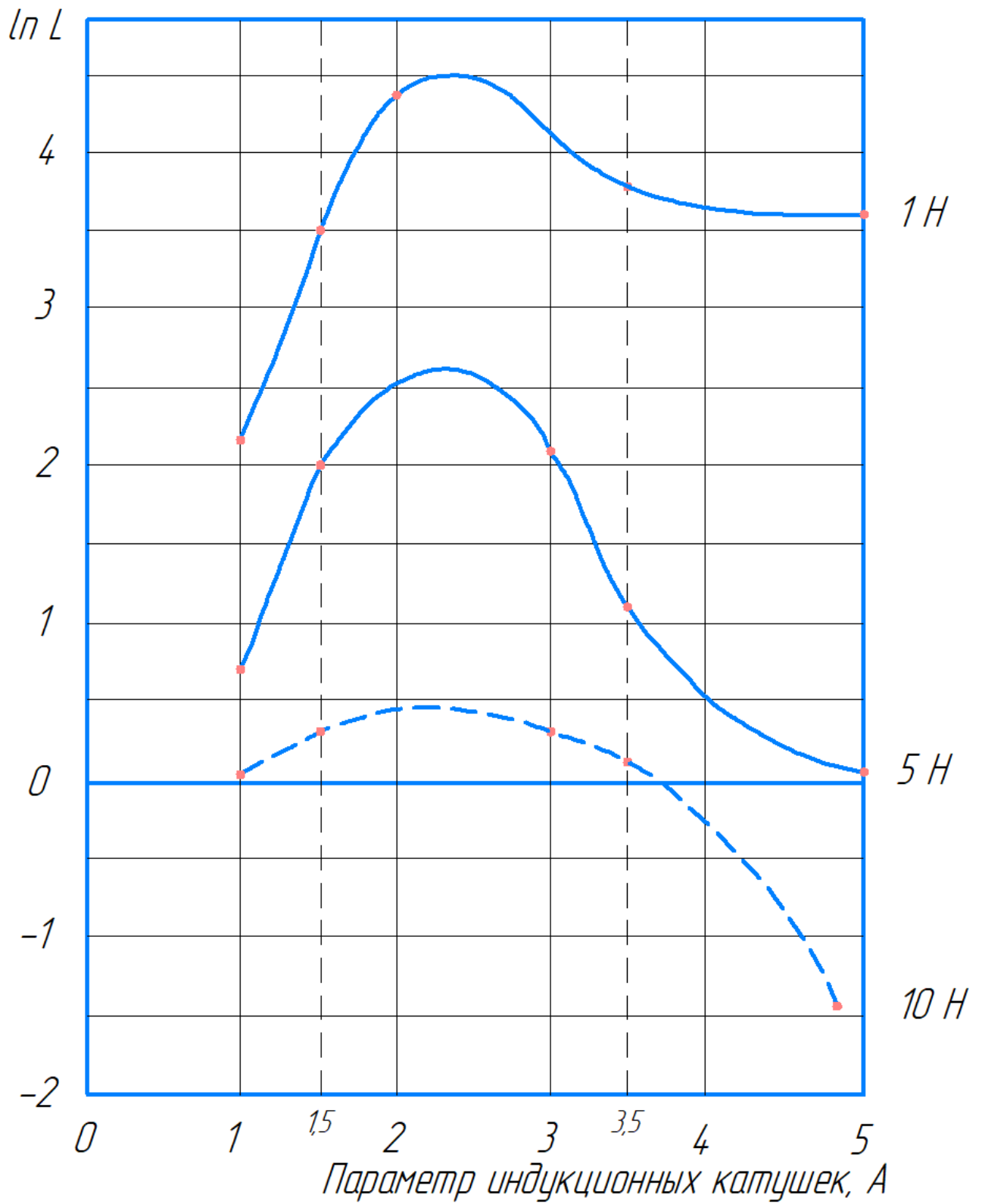


Экспериментальные зависимости коэффициента трения  $\mu$  от параметра  $\lambda$   
при различных нагрузках трения

В.2. Зависимости длины пробега (дорожки трения)  $L$ :



Зависимости изменения длины пробега  $L$  от нагрузки  $F$  при трибологических испытаниях; *medius* – график усреднённых значений



Зависимости изменения длины пробег  $L$  от параметра (тока) индукционных катушек  $\lambda$  при различных нагрузках трения  $F$



**Приложение Г. (продолжение)**

1	2	3	4	5	6	7	8
Рабочее давление в камере, Па		1,2E -2Па	1,2E -2Па	1,1E -1Па	1,1E -1Па	1,2E -2Па	1,2E -2Па
Давление рабочих газов (азота/водорода) в камере, %		N5%	N5%	N15%	N15%	N5%	N5%
Параметры лазера: Накопитель U В. / Частота Гц.		300/10	300/10	300/10	300/10	300/10	300/10
Параметры степпера: Перемещение каретки с лучом, % / Вращение катода, %		4/80	4/80	4/80	4/80	4/80	4/80
Параметры индукционных катушек κ4 А/ κ5 А		κ4 2,0 / κ5 2,0	κ4 2,0 / κ5 2,0	κ4 2,0 / κ5 2,0	κ4 2,0 / κ5 2,0	κ4 3,5 / κ5 3,5	κ4 3,5 / κ5 3,5
Время нанесения мин.		14	14	14	14	14	14
Внутренняя дефектность покрытия: поры, дефекты роста, состояние границы с подложкой		Внутренние дефекты не обнаружены; поверхность подложки идеальна	Внутренние дефекты в покрытии не обнаружены; рельеф поверхности подложки - в норме	Имеется рельеф подложки и связанные с ним дефекты роста покрытия	Дефектов нет; имеется рельеф подложки	Дефекты не обнаружены; имеется разветвленный рельеф подложки	Внутренние дефекты не обнаружены
Качество поверхности (Поверхностная дефектность покрытия: капельные дефекты, рельеф)		Много мелкой капельной фракции на поверхности покрытия	Нет данных	Крупные кластеры капельной фазы на поверхности покрытия, но расположены с меньшей плотностью, чем на образце P.221130.B	Аналогично: крупные кластеры капельной фазы на поверхности покрытия, но расположены с меньшей плотностью, чем на образце P.221130.B	Высокая плотность капельной фазы + имеется существенный рельеф подложки	Заметный рельеф поверхности; СКОЛЫ и ОТСЛОЕНИЯ капельной фазы немного
Механические свойства покрытия: <i>H, E, H/E, H<sup>3</sup>/E<sup>2</sup></i>	H, ГПа	17.33±5.23	14.53±3.55	10.29±3.69	13.7±3.86	18.29±6.92	16.62±6.54
	E, ГПа	252.42±54.67	256.95±50.85	202.81±65.16	263.41±74.74	275.61±114.72	257.25±109.91
	H/E	0.069	0.057	0.051	0.05	0.066	0.065
	H <sup>3</sup> /E <sup>2</sup>	0.082	0.046	0.026	0.037	0.081	0.069
Трибологические свойства: m (коэффициент трения) и L (путь до разрушения, в метрах) при соответствующих нагрузках: 1, 5 и 10 Н	CoatMu1, m	0.210	0.220	0.23	0.26	0.2	0.3
	<i>L1 (500м),м</i>	-	-	-	-	-	-
	CoatMu5,m	0.145	0.1	0.186	0.2	0.234	0.36
	<i>L5 (200м),м</i>	-	-	-	-	-	-
	CoatMu10,m	0.190	0.15	0.2	0.19	0.28	0.29
<i>L10 (100м),м</i>	-	-	-	-	-	-	

**Приложение Г. (продолжение)**

Название параметра	Код параметра	P.221205.B	P.221205.H	P.221208.H	P.221220.B	P.221220.H
1	2	9	10	11	12	13
Ионная имплантация, мин.		15	15	15	15	15
Катоды для подслоя	ArcCurr	Cr + AlSi	Cr + AlSi	Cr + AlSi	Cr + AlSi	Cr + AlSi
Ток дуги (катодный ток/катод), А		Cr/110, AlSi/60	Cr/110, AlSi/60	Cr/110, AlSi/70	Cr/110, AlSi/70	Cr/110, AlSi/70
Рабочее давление в камере, Па		2,4E -2Па	2,4E -2Па	2,4E -2Па	2,4E -2Па	2,4E -2Па
Давление рабочих газов (аргона/азота/водорода) в камере, %	N2ChambPress	Ar 5%, N 14%	Ar 5%, N 14%	Ar 5%, N 14%	Ar 5%, N 14%	Ar 5%, N 14%
Скорость осаждения покрытия подслоя, нм/ мин.	DeposRate	18	18	18	18	18
Напряжение смещения, В	VoltShift	1000 2мин./90	1000 2мин./90	1000 2мин./90	1000 2мин./90	1000 2мин./90
Температура подложки, °C	SubT	450	450	450	450	450
Магнитная сепарация для покрытия подслоя к/А		к4/3, к5/3	к4/3, к5/3	к4/3, к5/3	к4/3, к5/3	к4/3, к5/3
Время нанесения мин.		60	60	180	60	60
Химический состав покрытия подслоя, ат.%N / ат.%Ti	CoatCompPercent	EDAX по поверхности (РГУПС): Cr 37,45 N 24,5 C 20,8 Al 14,2 Si 1,55 Fe 1,5	EDAX по поверхности (РГУПС): Cr 40,1 N 21,1 Al 15,5 C 14,25 Fe 4,1 O 2,75 Si 1,8 Cl 0,2 S 0,2	EDAX по поверхности (РГУПС): Cr 50,1 N 23,7 Al 20,1 Si 2,3 C 2,1 Fe 1,8	EDAX по поверхности (РГУПС): Cr 49,2 N 19,7 C 16 Al 11,7 Fe 2,2 Si 1,3 EDAX на микрошлифе (зонд, ДГТУ): 20,4 ат.% Cr 12,8 ат.% Al 1,65 ат.% Si 56,4 ат.% N 8,8 ат.% Fe 0,5 ат.% Ni	EDAX по поверхности (РГУПС): Cr 45,8 C 24,4 N 17,2 Al 10 Fe 1,6 Si 1,1 EDAX на микрошлифе (зонд, ДГТУ): 24,6 ат.% Cr 20,6 ат.% Al 2,8 ат.% Si 37,9 ат.% N 13,7 ат.% Fe 0,5 ат.% Ni
Общая толщина покрытия подслоя, мкм	CoatThick	1,75 (подслой CrAlSiN - 0,3 мкм)	0,85 (подслой CrAlSiN не обнаружен!)	около 1,2 (подслоя CrAlSiN - 0,4 мкм)	1,55 (подслой CrAlSiN - 0,38-0,45 мкм)	1,15-1,30 (подслоя CrAlSiN - 0,45-0,55 мкм)
Структурный тип покрытия подслоя		Неоднородное по толщине из-за сколов	Неоднородное по толщине из-за сколов, подслоя не обнаружен	Неоднородное по толщине из-за сколов	Однородное, плотное	Однородное, плотное
Температура подложки для DLC, °C нач./кон.		30	30	30/190	30/157	30/157
Марка углеродного катода		ВП-6	ВП-6	ВП-6	ВП-6	ВП-6

**Приложение Г. (окончание)**

1	2	9	10	11	12	13
Рабочее давление в камере, Па		1,1E -1Па	1,1E -1Па	1,1E -1Па	2,2E -2Па	2.2E -2Па
Давление рабочих газов (азота/водорода) в камере, %		N15%	N15%	N15%	N7%	N7%
Параметры лазера: Накопитель U В. / Частота Гц.		300/10	300/10	300/10	300/10	300/10
Параметры степпера: Перемещение каретки с лучом, % / Вращение катода, %		4/80	4/80	4/80	4/80	4/80
Параметры индукционных катушек к4 А/ к5 А		к4 3,5 / к5 3,5	к4 3,5 / к5 3,5	к4 3,0 / к5 3,0	к4 1,5 / к5 1,5	к4 1,5 / к5 1,5
Время нанесения мин.		14	14	20	20	20
Внутренняя дефектность покрытия: поры, дефекты роста, состояние границы с подложкой		Дефекты не обнаружены; имеется рельеф подложки	Внутренние дефекты не обнаружены	Встречаются поры (часто в местах рельефа покрытия и подложки)	Дефектов нет; имеется слабый рельеф подложки	Дефектов не наблюдается
Качество поверхности (Поверхностная дефектность покрытия: капельные дефекты, рельеф)		Тотальные СКОЛЫ и ОТСЛОЕНИЯ	Тотальные СКОЛЫ и ОТСЛОЕНИЯ капельной фазы мало	Тотальные СКОЛЫ и ОТСЛОЕНИЯ встречается капельная фаза	На поверхности покрытия - умеренное количество мелкой капельной фазы, присутствуют отдельные артефакты и неровности	На поверхности покрытия наблюдается мартенситопод обный рельеф
Механические свойства покрытия: <i>H, E, H/E, H3/E2</i>	H, ГПа	12.49±5.69	8.74±4.42	10.6±4.09	13.24±4.88	12.14±2.49
	E, ГПа	215.21±75.08	206.5±76.76	319.95±203.31	228.13±68.8	251.82±57.82
	H/E	0.058	0.042	0.033	0.058	0.048
	H <sup>3</sup> /E <sup>2</sup>	0.042	0.016	0.012	0.045	0.028
Трибологические свойства: <i>m</i> (коэффициент трения) и <i>L</i> (путь до разрушения, в метрах) при соответствующих нагрузках: 1, 5 и 10 Н	CoatMu1, m	0.25	0.2	0.215	0.32	0.250
	<i>L1 (500м),м</i>	-	-	-	-	-
	CoatMu5,m	-	0.245	0.2	0.174	0.195
	<i>L5 (200м),м</i>	112	-	-	-	-
	CoatMu10,m	-	0.19	0.283	0.19	0.19
	<i>L10 (100м),м</i>	98	-	-	-	-

**1. Результаты построения ортогонального плана второго порядка и расчёта уравнения регрессии для коэффициента трения  $\mu$  комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC при нагрузке  $F = 1$  Н**

*Ортогональный план:*

№	X <sub>0</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>12</sub>	X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	X <sub>2</sub> <sup>2</sup>
1	+1	-1	-1	+1	+0,33	+0,33
2	+1	+1	-1	-1	+0,33	+0,33
3	+1	-1	+1	-1	+0,33	+0,33
4	+1	+1	+1	+1	+0,33	+0,33
5	+1	-1	0	0	+0,33	-0,67
6	+1	+1	0	0	+0,33	-0,67
7	+1	0	-1	0	-0,67	+0,33
8	+1	0	+1	0	-0,67	+0,33
9	+1	0	0	0	-0,67	-0,67

*Уровни варьирования факторов:*

X<sub>1</sub> = Азот N, %      5 < X<sub>1</sub> < 15

X<sub>2</sub> = Ток индукции I, А    1,5 < X<sub>2</sub> < 3,5

*Матрица планирования ОЦКП-2:*

№	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	5	1,50	0,246	0,259	0,272
2	15	1,50	0,239	0,260	0,281
3	5	3,50	0,224	0,241	0,258
4	15	3,50	0,226	0,242	0,259
5	5	2,50	0,208	0,218	0,229
6	15	2,50	0,207	0,220	0,233
7	10	1,50	0,291	0,313	0,335
8	10	3,50	0,269	0,296	0,322
9	10	2,50	0,255	0,273	0,291



*Значения откликов и дисперсий:*

№	Средний ОТКЛИК $\sim Y$	ДИСПЕРСИЯ парал опытов $\sim S^2$	Расчётное значение ОТКЛИКА $\hat{Y}$	Расчётное значение ДИСПЕРСИИ $\hat{S}^2$	РАСХОЖДЕНИЕ $(\sim Y - \hat{Y})\%$	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ $(\sim Y - \hat{Y})^2$	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ $(\hat{Y} - Y)^2$
1	0,259	1,69E-4	0,251	4,12E-4	+3,25	7,10E-5	5,57E-5
2	0,260	4,41E-4	0,251	4,12E-4	+3,63	8,88E-5	5,57E-5
3	0,241	2,89E-4	0,251	4,12E-4	-3,97	9,17E-5	5,57E-5
4	0,242	2,72E-4	0,251	4,12E-4	-3,40	6,79E-5	5,57E-5
5	0,218	1,10E-4	0,219	3,69E-4	-0,39	7,26E-7	1,51E-3
6	0,220	1,69E-4	0,219	3,69E-4	+0,37	6,64E-7	1,51E-3
7	0,313	4,84E-4	0,304	4,08E-4	+2,76	7,48E-5	2,15E-3
8	0,296	7,02E-4	0,304	4,08E-4	-2,94	7,54E-5	2,15E-3
9	0,273	3,24E-4	0,273	3,78E-4	+0,01	1,37E-9	2,23E-4
Сумма	2,322	2,96E-3	2,322	3,58E-3	20,73	4,71E-4	7,75E-3
Ср. ариф	0,258	3,29E-4	0,258	3,98E-4	2,30	5,23E-5	8,62E-4

*Коэффициенты уравнения регрессии и их дисперсии:*

№	Коэффициенты регрессии	Дисперсия	Среднекв. ОШИБКА
0	+2,730E-1	6,09E-5	7,81E-3
1	0	9,36E-6	3,06E-3
2	0	4,82E-5	6,94E-3
3	0	1,37E-5	3,70E-3
4	-5,378E-2	5,48E-5	7,40E-3
5	+3,139E-2	5,48E-5	7,40E-3

*Итоговые результаты расчёта:*

Расчётное значение критерия КОХРЕНА  $G_p=0,2372$  (для числа степеней свободы  $f_1=2$  и количества выборок  $f_2=9$  при уровне значимости  $A=0,05$ )

Критическое значение критерия Кохрена  $G_{кр}=0,4775$

Гипотеза об однородности дисперсий параллельных опытов ПРИНИМАЕТСЯ.

Табличное значение критерия СТЬЮДЕНТА  $T=2,101$

При доверительной статистической вероятности 5% гипотеза незначимости коэффициентов регрессии ПРИНИМАЕТСЯ.

Дисперсия АДЕКВАТНОСТИ для числа пар. опытов  $S_{ад}^2=2,36E-04$

Дисперсия ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ эксперим.  $S_Y^2=3,29E-04$

Среднеквадратичная ОШИБКА эксперимента  $S_Y=1,81E-02$

Критерий ФИШЕРА оценки адекватности уравнения  $F=1,40$  при числе степеней свободы дисперсии адек-ти  $f_{ад}=6$ , средней дисперсии  $f_E=18$

Критическое значение критерия Фишера  $F_{кр}=3,9$

При указанной доверительной вероятности 0,95 модель можно считать АДЕКВАТНОЙ.

Множественный коэффициент корреляции  $R=0,97$

Между зависимым откликом  $Y$  и независимыми факторами  $X$  существует корреляция, отсутствует влияние прочих факторов и всё распределение сконцентрировано на кривой регрессии.

Уравнение РЕГРЕССИИ в кодовых значениях:

$$B_0=+2,580E-01$$

$$y = 0,27 - 5,38 \cdot 10^{-2} x_1^2 + 3,14 \cdot 10^{-2} x_2^2$$

Экстремум в точке  $Y(0;0)$

Метод координатного спуска безусловной оптимизации функций:

Минимум  $Y(+1,00; 0) = 0,219$  (it=344; Eps=8,1E-19)

Максимум  $Y(0; +1,00) = 0,304$  (it=344; Eps=8,1E-19)

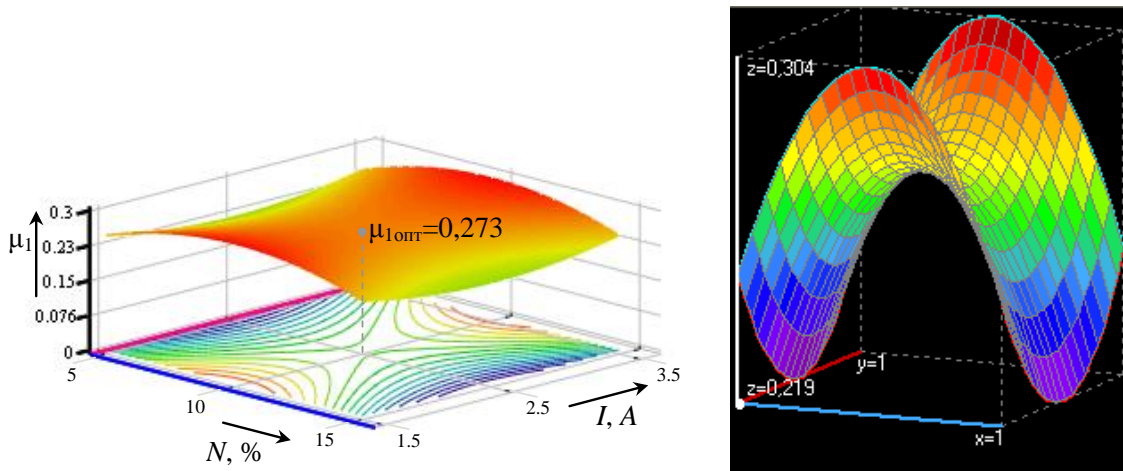
Корень  $Y(-2,38; +1,00) = 0$  (it=140; Eps=7,4E-07)

Натуральный план:

$$\mu_1 = 0,254 + 4,3 \cdot 10^{-2} N - 15,7 \cdot 10^{-2} I - 0,22 \cdot 10^{-2} N^2 + 3,14 \cdot 10^{-2} I^2$$

Экстремум в точке  $Y(10,000; 2,500) = 0,273$

Графики: поверхности и линий равного уровня коэффициента трения  $\mu_1$  при нагрузке  $F=1$  Н, в плоскости натуральных значений %N-I (вверху) и в плоскости факторов  $X_1$ - $X_2$  (внизу)



## 2. Результаты построения ортогонального плана второго порядка и расчёта уравнения регрессии для коэффициента трения $\mu_5$ комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC при нагрузке $F = 5$ Н

Ортогональный план:

№	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_{12}$	$X_1^2$	$X_2^2$
1	+1	-1	-1	+1	+0,33	+0,33
2	+1	+1	-1	-1	+0,33	+0,33
3	+1	-1	+1	-1	+0,33	+0,33
4	+1	+1	+1	+1	+0,33	+0,33
5	+1	-1	0	0	+0,33	-0,67
6	+1	+1	0	0	+0,33	-0,67
7	+1	0	-1	0	-0,67	+0,33
8	+1	0	+1	0	-0,67	+0,33
9	+1	0	0	0	-0,67	-0,67

Уровни варьирования факторов:

$X_1 = \text{Азот } N, \% \quad 5 < X_1 < 15$

$X_2 = \text{Ток индукции } I, \text{ А} \quad 1,5 < X_2 < 3,5$

Матрица планирования ОЦКП-2:

№	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	5	1,50	0,148	0,197	0,246
2	15	1,50	0,171	0,222	0,273
3	5	3,50	0,210	0,245	0,279
4	15	3,50	0,191	0,245	0,298
5	5	2,50	0,161	0,179	0,197
6	15	2,50	0,153	0,212	0,271
7	10	1,50	0,136	0,187	0,237
8	10	3,50	0,192	0,234	0,277
9	10	2,50	0,147	0,168	0,190

Значения откликов и дисперсий:

№	Средний ОТКЛИК ~Y	ДИСПЕРСИЯ парал опытов ~S <sup>2</sup>	Расчётное значение ОТКЛИК A ^Y	Расчётное значение ДИСПЕРСИИ ^S <sup>2</sup>	РАСХОЖДЕНИЕ (~Y-^Y)%	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ (~Y-^Y) <sup>2</sup>	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ (^Y-=Y) <sup>2</sup>
1	0,197	2,40E-3	0,193	2,42E-3	+2,19	1,87E-5	2,95E-4
2	0,222	2,60E-3	0,225	2,42E-3	-1,13	6,30E-6	2,15E-4
3	0,245	1,19E-3	0,245	2,42E-3	+0,06	2,48E-8	1,20E-3
4	0,245	2,86E-3	0,251	2,42E-3	-2,73	4,46E-5	1,72E-3
5	0,179	3,24E-4	0,183	2,26E-3	-2,50	2,01E-5	6,95E-4
6	0,212	3,48E-3	0,203	2,26E-3	+4,33	8,44E-5	4,95E-5
7	0,187	2,55E-3	0,188	2,26E-3	-0,97	3,29E-6	4,57E-4
8	0,234	1,81E-3	0,288	2,26E-3	+2,78	4,25E-5	3,23E-4
9	0,168	4,62E-4	0,173	2,26E-3	-2,79	2,21E-5	1,36E-3
Сумма	1,875	1,77E-2	1,889	2,10E-2	19,50	2,42E-4	6,31E-3
Ср.ариф	= Y 0,210	1,96E-3	0,210	2,33E-3	2,17	2,69E-5	7,01E-4

Коэффициенты уравнения регрессии и их дисперсии:

№	Коэффициенты регрессии	Дисперсия	Среднекв. ОШИБКА
0	+1,730E-1	3,64E-4	1,91E-2
1	+9,667E-3	1,09E-5	1,04E-2
2	+1,967E-2	1,09E-4	1,04E-2
3	-6,250E-3	1,64E-4	1,28E-2
4	+2,011E-2	3,27E-4	1,81E-2
5	+3,511E-2	3,27E-4	1,81E-2

Итоговые результаты расчёта:

Расчётное значение критерия КОХРЕНА  $G_p=0,1969$  для числа степеней свободы  $f_1=2$  и количества выборок  $f_2=9$  при уровне значимости  $A=0,05$

Критическое значение критерия Кохрена  $G_{кр}=0,4775$

Гипотеза об однородности дисперсий параллельных опытов ПРИНИМАЕТСЯ.

Табличное значение критерия СТЬЮДЕНТА  $T=2,101$

При доверительной статистической вероятности 5% гипотеза незначимости коэффициентов регрессии ПРИНИМАЕТСЯ.

Дисперсия АДЕКВАТНОСТИ для числа пар. опытов  $S_{ад}^2=2,42E-04$

Дисперсия ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ эксперимента  $S_Y^2=1,96E-03$

Среднеквадратичная ОШИБКА эксперимента  $S_Y=4,22E-02$

Критерий ФИШЕРА оценки адекватности уравнения  $F=8,12$  при числе степеней свободы дисперсии адек-ти  $f_{ад}=3$ , средней дисперсии  $f_E=18$

Критическое значение критерия Фишера  $F_{кр}=8,67$

При указанной доверительной вероятности 0,95 модель можно считать АДЕКВАТНОЙ.

Множественный коэффициент корреляции  $R=0,98$

Между зависимым откликом  $Y$  и независимыми факторами  $X$  существует корреляция, отсутствует влияние прочих факторов и всё распределение сконцентрировано на кривой регрессии.

Уравнение РЕГРЕССИИ в кодовых значениях:

$$y = 0,173 + 9,7 \cdot 10^{-3} x_1 + 2,0 \cdot 10^{-2} x_2 - 6,3 \cdot 10^{-3} x_1 x_2 + 2,0 \cdot 10^{-2} x_1^2 + 3,5 \cdot 10^{-2} x_2^2$$

Экстремум в точке  $Y(-0,29; -0,31)$

Метод координатного спуска безусловной оптимизации функций:

Минимум  $Y(-0,29; -0,31) = 0,169$  (it=170; Eps=1,3E-18)

Максимум  $Y(+1,00; +1,00) = 0,251$  (it=344; Eps=8,1E-19)

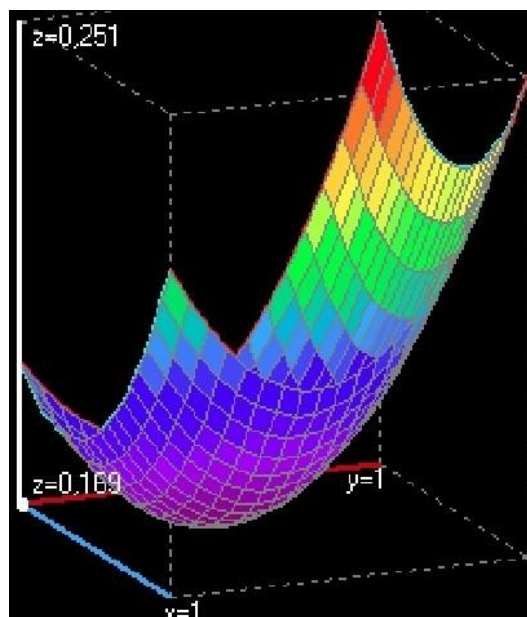
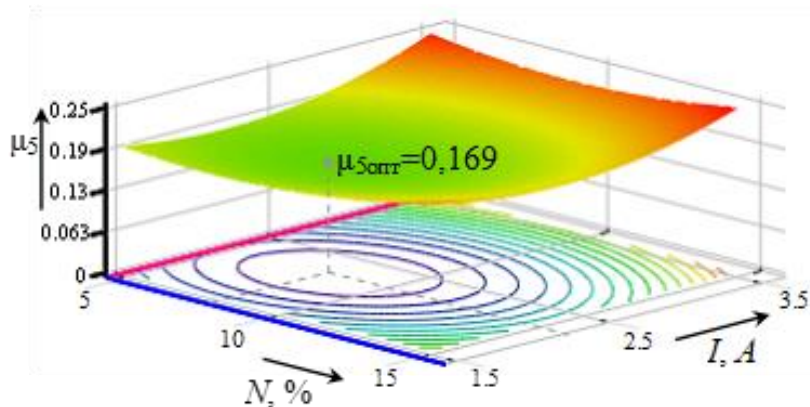
Корень  $Y(-0,29; -0,31) = 0,169$  (it=368; Eps=9,1E-19)

Натуральный план:

$$\mu_5 = 0,373 - 1,1 \cdot 10^{-2} N - 1,4 \cdot 10^{-1} I - 1,3 \cdot 10^{-3} N \cdot I + 8,0 \cdot 10^{-4} N^2 + 3,5 \cdot 10^{-2} I^2$$

Экстремум в точке  $\mu_5(8,561; 2,194) = 0,169$

Графики: поверхности и линий равного уровня коэффициента трения  $\mu_5$  при нагрузке  $F=5$  Н, в плоскости натуральных значений %N-I (вверху) и в плоскости факторов  $X1-X2$  (внизу)



### 3. Результаты построения ортогонального плана второго порядка и расчёта уравнения регрессии для коэффициента трения $\mu_{10}$ комбинированного покрытия CrAlSiN+DLC при нагрузке $F = 10 \text{ Н}$

Ортогональный план:

№	X0	X1	X2	X12	X1 <sup>2</sup>	X2 <sup>2</sup>
1	+1	-1	-1	+1	+0,33	+0,33
2	+1	+1	-1	-1	+0,33	+0,33
3	+1	-1	+1	-1	+0,33	+0,33
4	+1	+1	+1	+1	+0,33	+0,33
5	+1	-1	0	0	+0,33	-0,67
6	+1	+1	0	0	+0,33	-0,67
7	+1	0	-1	0	-0,67	+0,33
8	+1	0	+1	0	-0,67	+0,33
9	+1	0	0	0	-0,67	-0,67

Уровни варьирования факторов:

X1 = Азот N, %      2 < X1 < 12

X2 = Ток индукции I, А    1,5 < X2 < 2,3

Матрица планирования ОЦКП-2:

№	X1	X2	Y1	Y2	Y3
1	2	1,50	0,077	0,094	0,110
2	12	1,50	0,076	0,102	0,128
3	2	2,30	0,165	0,192	0,219
4	12	2,30	0,184	0,211	0,237
5	2	1,90	0,171	0,190	0,209
6	12	1,90	0,176	0,197	0,218
7	7	1,50	0,066	0,087	0,109
8	7	2,30	0,149	0,182	0,215
9	7	1,90	0,148	0,170	0,192

Значения откликов и дисперсий:

№	Средний ОТКЛИК ~Y	ДИСПЕРСИЯ парал опытов ~S2	Расчётное значение ОТКЛИК A ^Y	Расчётное значение ДИСПЕРСИИ ^S2	РАСХОЖДЕНИЕ (~Y- ^Y)%	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ (~Y- ^Y) <sup>2</sup>	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ (^Y- =Y) <sup>2</sup>
1	0,094	2,72E-4	0,097	7,14E-4	-3,75	1,23E-5	3,74E-3
2	0,102	6,76E-4	0,103	7,14E-4	-1,32	1,80E-6	3,02E-3
3	0,192	7,29E-4	0,193	7,14E-4	-0,29	3,19E-7	1,17E-3
4	0,211	7,02E-4	0,209	7,14E-4	+0,76	2,57E-6	2,58E-3
5	0,190	3,61E-4	0,186	6,66E-4	+2,14	1,66E-5	7,63E-4

№	Средний ОТКЛИК $\sim Y$	ДИСПЕРСИЯ парал опытов $\sim S^2$	Расчётное значение ОТКЛИК $A \wedge Y$	Расчётное значение ДИСПЕРСИИ $\wedge S^2$	РАСХОЖДЕНИЕ $(\sim Y - \wedge Y)\%$	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ $(\sim Y - \wedge Y)^2$	Квадратичное ОТКЛОНЕНИЕ $(\wedge Y - \sim Y)^2$
6	0,197	4,41E-4	0,197	6,66E-4	-0,13	6,72E-8	1,52E-3
7	0,087	4,62E-4	0,082	6,66E-4	+5,56	2,35E-5	5,75E-3
8	0,182	1,09E-3	0,183	6,66E-4	-0,57	1,08E-6	6,12E-4
9	0,170	4,84E-4	0,174	6,66E-4	-2,24	1,46E-5	2,41E-4
Сумма	1,425	5,22E-3	1,425	6,18E-3	16,76	7,28E-5	1,94E-2
Ср.ариф	$=Y$ 0,158	5,80E-4	0,158	6,87E-4	1,86	8,09E-6	2,15E-3

*Коэффициенты уравнения регрессии и их дисперсии:*

№	Коэффициенты регрессии	Дисперсия	Среднекв. ОШИБКА
0	+1,738E-1	1,07E-4	1,04E-2
1	+5,667E-3	3,22E-5	5,67E-3
2	+5,028E-2	3,22E-5	5,67E-3
3	+2,583E-3	4,83E-5	6,95E-3
4	+1,778E-2	9,66E-5	9,83E-3
5	-4,106E-2	9,66E-5	9,83E-3

*Итоговые результаты расчёта:*

Расчётное значение критерия КОХРЕНА  $G(p)=0,2087$  для числа степеней свободы  $f(1) = 2$  и количества выборок  $f(2)=9$  при уровне значимости  $A=0,05$

Критическое значение критерия Кохрена  $G(kp)=0,4775$

Гипотеза об однородности дисперсий параллельных опытов ПРИНИМАЕТСЯ.

Дисперсия АДЕКВАТНОСТИ для числа пар. опытов  $S^2(ad)=7,28E-5$

Дисперсия ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ эксперимента  $S^2(Y)=5,80E-4$

Среднеквадратичная ОШИБКА эксперимента  $S(Y)=2,41E-2$

Критерий ФИШЕРА оценки адекватности уравнения  $F=7,96$  при числе степеней свободы дисперсии адек-ти  $f(ad)=3$  средней дисперсии  $f(E)=18$

Критическое значение критерия Фишера  $F(kp)=8,67$

При указанной доверительной вероятности 0,95 модель можно считать АДЕКВАТНОЙ.



Множественный коэффициент корреляции  $R=1,00$

Между зависимым откликом  $Y$  и независимыми факторами  $X$  существует корреляция, отсутствует влияние прочих факторов и всё распределение сконцентрировано на кривой регрессии.

Уравнение РЕГРЕССИИ в кодовых значениях:

$$B_0 = +1,583E-1$$

$$y = 0,17 + 5,7 \cdot 10^{-3} x_1 + 50,3 \cdot 10^{-3} x_2 + 2,6 \cdot 10^{-3} x_1 x_2 + 17,8 \cdot 10^{-3} x_1^2 - 41,1 \cdot 10^{-3} x_2^2$$

Экстремум в точке  $Y(-0,20; +0,61)$

Метод координатного спуска безусловной оптимизации функций:

Минимум  $Y(-0,09; -1,00) = 0,082$  (it=172; Eps=8,1E-19)

Максимум  $Y(+1,00; +0,64) = 0,214$  (it=344; Eps=8,1E-19)

Корень  $Y(-0,21; -1,54) = 0$  (it=140; Eps=7,4E-07)

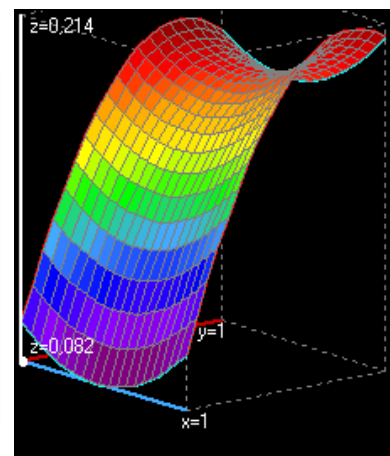
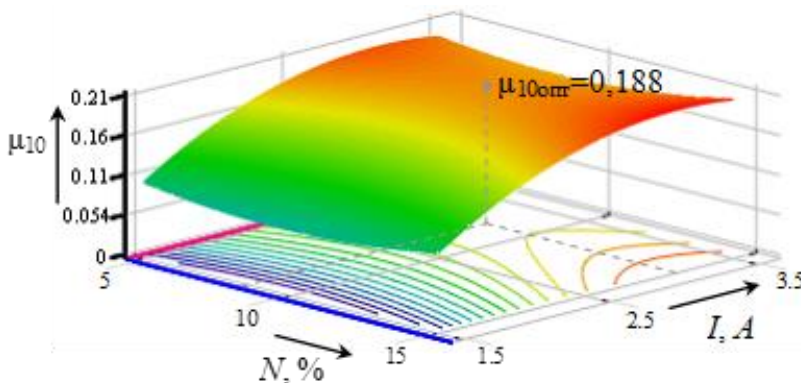
Натуральный план:

$$Y = -0,947 - 1,13E-02 \cdot X_1 + 1,09E+00 \cdot X_2 + 1,29E-03 \cdot X_1 \cdot X_2 + 7,11E-04 \cdot X_1^2 - 2,57E-01 \cdot X_2^2$$

$$\mu_{10} = -0,95 - 1,1 \cdot 10^{-2} N + 1,1 \cdot I + 1,3 \cdot 10^{-3} NI + 7,1 \cdot 10^{-4} N^2 - 0,26 I^2$$

Экстремум в точке  $Y(5,983; 2,142) = 0,188$

Графики: поверхности и линий равного уровня коэффициента трения  $\mu_{10}$  при нагрузке  $F=10$  Н, в плоскости натуральных значений  $\%N-I$  (вверху) и в плоскости факторов  $X_1-X_2$  (внизу)



СОГЛАСОВАНО:

Проректор по научной работе  
ФГБОУ ВО РГУПС,  
д.т.н., профессор



А.Н. Гуды  
2024 г.

УТВЕРЖДАЮ:

Главный инженер  
ПАО «Роствертол»,



И.Б. Сычев  
2024 г.

## АКТ

сравнительных стендовых испытаний экспериментальных образцов  
компонента (червяк 24-5710-21) узла механизма  
управления стабилизатором вертолета Ми-35

Настоящий акт составлен по результатам сравнительных стендовых испытаний экспериментальных образцов компонента (червяк 24-5710-21) узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 с нанесенным экспериментальным модифицированным комбинированным вакуумным ионно-плазменным покрытием системы CrAlSiN+DLC и заводским покрытием на основе антифрикционного состава ВАП-3, в рамках совместных с ФГБОУ ВО РГУПС научно-исследовательских работ комиссией в составе:

от ПАО «Роствертол»

- начальник КБ ОГК Федяев А.С.;
- заместитель главного инженера Ле Р.Ч.;
- Начальник цеха 27 Щербатый И.Р.

от ФГБОУ ВО РГУПС

- заведующий НИЛ НиНМ, д.т.н., профессор РАН Колесников И.В.;
- начальник НИЦ «Трибология и инженерия поверхности» Новиков Е.С.;
- соискатель кафедры «Теоретическая механика» Воропаев А.И.

**Целью** испытаний была сравнительная оценка износостойкости трибосопряжения деталей червяк-барабан узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35 с экспериментальным и заводским покрытием.

**Предмет** испытаний представляет собой деталь червяк (24-5710-21) узла механизма управления стабилизатором вертолета Ми-35.

**Методика сравнительных испытаний.**

Сравнительные испытания проводятся по аналогии с серийными испытаниями, указанными в конструкторской и технологической документации и выполняются на специализированных испытательных



стендах производственного участка после сборки узла механизма управления стабилизатором вертолета. Первый стенд имитирует полный цикл перекладки движения педали управления стабилизатором вертолета. В полном цикле через трос выполняется вращение барабана в узле механизма, который в свою очередь через трибоконтакт приводит червяк в возвратно-поступательное движение. К червяку через наконечник с втулкой подсоединен механизм эмитирующий нагрузку по величине 980 Н (100 кгс) от стабилизатора вертолета. По данным эксплуатационной технической документации вертолета МИ-35 количество циклов движения педали управления стабилизатором вертолета из расчета 10 перекладок в одну минуту составляет 600 000 раз за межремонтный период до 1000 часов налета и 2 400 000 раз до капитального ремонта в эксплуатации с налетом до 4 000 часов.

Были собраны для сравнения два механизма управления стабилизатором вертолета в сборе. Первый механизм был укомплектован червяком с разработанным модифицированным комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC, второй имел червяк с антифрикционным заводским покрытием на основе ВАП-3. Все механизмы прошли первичную проверку на осевой люфт, который имел величину 50 мкм до испытаний. Затем механизмы на испытательном стенде проходили заводскую операцию приработки покрытия червяка в барабане. Задание по приработке вписанное в техническую конструкторскую документацию изделия состоит из ниже перечисленных действий:

Произведено 100 двойных ходов червяка в собранном механизме для притирки антифрикционного состава по всей сопрягаемой поверхности с нагрузкой на червяк следующими величинами:

- 30 ходов при нагрузке 196 Н (20 кгс);
- 30 ходов при нагрузке 490 Н (50 кгс);
- 40 ходов при нагрузке 754 Н (80 кгс)

После притирки образцы механизма были поочередно установлены на испытательный стенд имитирующий работу в эксплуатации и прошли сравнительные испытания с полным ходом перемещения червяка по барабану. Для каждого сравнительного образца механизма испытания проводились в 4 этапа. Каждый этап имел одинаковый расчет по количеству полного хода в размере 600 000 циклов возвратно-поступательного движения червяка в барабане под нагрузкой 980 Н (100 кгс), которая приближена к эксплуатационной расчетной нагрузки. Между этапами образцы механизмов перемещались на второй заводской испытательный стенд для выполнения замеров осевого люфта между резьбовыми соединениями барабана и червяка. Осевой люфт имеет допустимые значения, которые составляют в

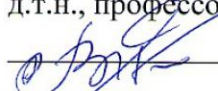
максимальном допуске до 250 мкм. если такие значения превышены, то механизм выбраковывается.

После замеров показания осевого люфта фиксировались в журнале испытаний.

**Результаты испытаний** показали, что образец с модифицированным комбинированным покрытием системы CrAlSiN+DLC обладает повышенной износостойкостью (в 2 раза) при режиме испытаний с нагрузкой 980 Н (100 кгс) и количестве пройденных циклов 2 400 000, что является расчетной максимальной величиной до капитального ремонта вертолета Ми-35 после эксплуатации с налетом до 4 000 часов, по сравнению с таким же, но имеющим заводское покрытие антифрикционного состава ВАП-3 (1 200 000 циклов).

**От ФГБОУ ВО РГУПС:**


Заведующий НИЛ НиНМ  
д.т.н., профессор РАН

 И.В. Колесников

Начальник НИЦ  
«Трибология и инженерия  
поверхности»

 Е.С. Новиков

Соискатель кафедры  
«Теоретическая механика»


 А.И. Воропаев

**От ПАО «Роствертол»:**

Начальник КБ ОГК

 А.С. Федяев

Заместитель главного инженера

 Р.Ч. Ле

Начальник цеха 27

 И.Р. Щербатый