УДК 621.7.06

# Финишное плазменное упрочнение и восстановление деталей топливной аппаратуры

**С. Н. Шарифуллин, П. А. Тополянский, С. А. Ермаков, А. П. Тополянский**

*Рассмотрена актуальность использования тонкопленочных покрытий для упрочнения и восстановления деталей топливной аппаратуры (в частности, систем впрыска топлива Common Rail) в связи с их критическим износом 0,2–5 мкм. Приведены условия эксплуатации и механизмы износа деталей топливной аппаратуры. Рассмотрена методология выбора технологий модификации поверхности и нанесения покрытий по физико-механическим характеристикам поверхностного слоя. Приведены особенности измерения физико-механических свойств: твердости, модуля упругости, упругого восстановления, а также критерии износостойкости поверхностных слоев и покрытий — по индексу пластичности и близости модулей упругости покрытия и подложки. Представлены физико-механические характеристики алмазоподобного покрытия DLCPateks системы a-C:H/a-SiOCN, осаждаемого при финишном плазменном упрочнении. Этот процесс может быть рекомендован для упрочнения и восстановления деталей топливной аппаратуры.*

*Ключевые слова:* ***наноиндентирование, покрытие, финишное плазменное упрочнение, алмазоподобное покрытие, система Common Rail, ремонт.***

## Актуальность

В связи с разработкой двигателей с минимальным выбросом вредных веществ, уменьшенными расходом топлива, уровнем шума, увеличенным гарантийным сроком работы к топливной аппаратуре предъявляются повышенные требования по увеличению давления впрыска, обеспечению длительного постоянства зазоров, точного распыления топлива и его эффективного сгорания. Одновременно повышаются нормы экологичности, изменяются физико-химические свойства дизельного топлива, например снижается содержание в нем сернистых соединений, что уменьшает смазывающую способность топлива. Также существует возможность загрязнения топлива водой, газами, технологическими примесями, микроабразивными частицами, микробиологическими организмами и продуктами их жизнедеятельности на всем пути его изготовления, транспортировки, хранения и потребления. Такое сочетание факторов требует разработки и использования новых материалов деталей топливной аппаратуры и технологий их изготовления.

В последнее время ощущается востребованность технологий упрочнения и восстановления изнашиваемых деталей, способных продлить их ресурс, сэкономить финансовые, материальные и временные затраты потребителя. В связи с этим разработка эффективных технологий упрочнения и восстановления деталей топливной аппаратуры представляется перспективным направлением исследований.

Одним из лидеров применения в дизельном двигателестроении является система впрыска топлива высокого давления Common Rail, производимая фирмами Bosch, Delphi, Denso, Siemens и др. Практически каждый второй дизельный двигатель оснащен такими системами, поэтому исследование технологий восстановления изнашиваемых деталей этой аппаратуры является важной задачей.

Основная нагрузка на детали, работающие в условиях трения и износа, воспринимается тонким поверхностным слоем, в связи с этим наиболее часто применяются износостойкие тонкопленочные покрытия. Для рационального выбора материалов покрытий и технологий их нанесения целесообразно рассмотреть условия эксплуатации деталей топлив-

ной аппаратуры, причины их износа, известные технологии упрочнения и восстановления, провести исследование физико-механических свойств покрытий.

### Условия работы и критерии износа топливной аппаратуры

Потеря эффективности топливной аппаратуры связана с процессами трения и износа рабочих поверхностей деталей, работающих с конкретным видом топлива, недостаточным обеспечением его чистоты, порой с несвоевременной заменой фильтрующих элементов и другими негативными факторами. Детали топливной аппаратуры испытывают практически все известные виды разрушений: усталостное, абразивное, кавитационное, эрозионное, коррозионное, электрохимическое и др. Это приводит к образованию на рабочих поверхностях выкрашиваний и отслаиваний, царапин и задиров, к налипанию и наволакиванию частиц, схватыванию и заклиниванию трущихся деталей.

К основным физическим явлениям при эксплуатации металлических деталей топливной аппаратуры относятся:

- воздействие активных компонентов низкомолекулярной углеводородной жидкости (топлива) с возможным содержанием в ней воды, газов, микроабразивных частиц и микробиологических организмов;
- осевое возвратно-поступательное и вращательное движение в условиях трения скольжения, а также трения качения с проскальзыванием металл по металлу при граничной смазке и наличии в зазоре топлива;
- высокоскоростное течение топлива при повышенном давлении с возможным содержанием в нем продуктов износа, коррозии и других загрязняющих веществ;
- воздействие химических соединений высокотемпературного газового потока, образуемого при сгорании топливно-воздушной смеси;
- знакопеременные, контактные, циклические, ударные и вибрационные нагрузки.

Износ деталей топливной аппаратуры в большинстве случаев, не превышает 0,2–5 мкм [1]. Исходя из микронных значений износа деталей топливной аппаратуры, их упрочнение и восстановление возможно с применением тонкопленочных покрытий.

### Физико-механические свойства, влияющие на износостойкость деталей топливной аппаратуры

Повышенная надежность топливной аппаратуры обеспечивается высокой точностью изготовления входящих деталей с получением диаметрального зазора порядка 1–3 мкм между рабочими поверхностями. Это требование достигается применением сталей, которые после термической, химико-термической и обработки холодом обладают твердостью более 60 HRC, хорошей шлифуемостью и способностью доводки поверхностей до параметра шероховатости $R_a$ — 0,04 ÷ 0,08 мкм.

Повышенные надежность и долговечность деталей машин и механизмов, работающих в условиях трения и износа, во многих случаях обеспечиваются за счет повышения твердости поверхностного слоя. В действительности же при реальных условиях эксплуатации минимизация износа зависит от упругости и стойкости к деформациям поверхностного слоя не меньше, чем от твердости [2, 3]. Эти свойства определяются основными физико-механическими характеристиками поверхностного слоя, а именно твердостью, модулем упругости и упругим восстановлением. Эти параметры измеряют с использованием инструментального индентирования (наноиндентирования) по ГОСТ Р 8.748–2011 (ISO 14577-1:2015), а их изменение возможно путем модификации поверхности или нанесения покрытий. Целесообразность применения покрытий связана с возможностью создания поверхностных слоев, имеющих кардинально отличные характеристики от свойств материала основы. Например, покрытия могут обеспечивать инертные, диэлектрические свойства, снижение уровня внутренних напряжений и растрескивания, залечивание поверхностных микродефектов, минимизацию трибохимических эффектов, повышение термостойкости. При этом выбор и использование таких покрытий основываются на низких значениях коэффициента трения, длительности прира-

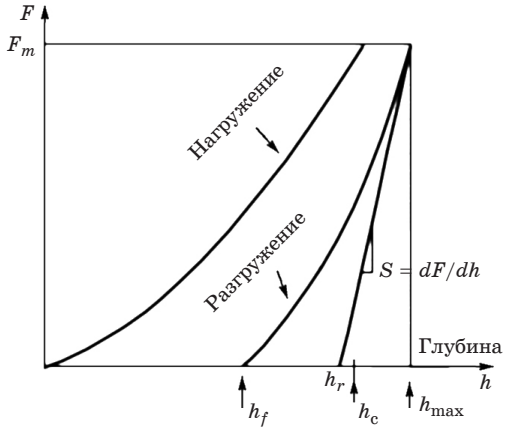


**Рис. 1.** Диаграмма зависимости изменения нагрузки $F$ от глубины отпечатка $h$:

$F_m$ — максимальная нагрузка; $h_{max}$ — глубина отпечатка при $F_m$; $h_f$ — глубина отпечатка после снятия нагрузки; $h_r$ — глубина отпечатка в точке пересечения касательной к началу разгрузки

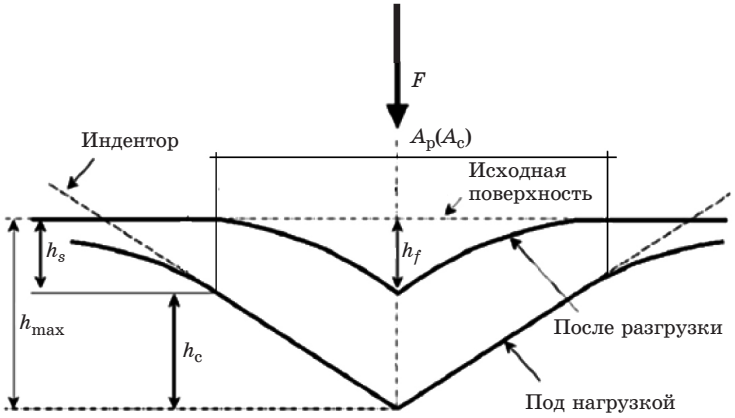


**Рис. 2.** Геометрические параметры контакта индентора под нагрузкой и после разгрузки:

$h_s$ — внеконтактная глубина внедрения индентора; $h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_r)$ ($\varepsilon$ — коэффициент, зависящий от типа индентора), $A_p$ ($A_c$) — площадь поперечного сечения на расчетной глубине $h_c$

ботки, тепловыделения при трении, износа трущихся поверхностей и максимальной адгезии к подложке.

Наноиндентирование проводят при испытаниях в условиях нагрузки и разгрузки индентора с программируемой скоростью (рис. 1). При этом одновременно регистрируется деформационный отклик (глубина отпечатка) в нанометровом разрешении (рис. 2). Одним из результатов испытаний является получение диаграммы изменения нагрузки от глубины отпечатка $F$—$h$, данные которой обрабатываются методом Оливера—Фарра.

При получении конкретного отпечатка при наноиндентировании задаются параметры: циклограммы изменения нагрузки со временем (рис. 3), максимальная нагрузка $F_m$, скорость нагрузки-разгрузки, используемый индентор (Берковича или Виккерса). В соответствии с циклограммой конкретного оборудования глубина индентирования изменяется с образованием отдельных участков (рис. 4). При этом знание глубины индентирования на участке 1 используется для расчета универсальной твердости HU или твердости по шкале Мартенса HM, общей механической работы индентирования $W_{total}$, а на участке 3 — для определения пластической твердости $H_{plast}$, индентационной твердости или нанотвердости $H_{IT}$, индентационного модуля упругости $E_{IT}$, работы упругой деформации $W_{elast}$. Участок 2 определяет изменение глубины отпечатка при $F_m = \text{const}$ за счет ползучести, а участок 4 — изменение глубины отпечатка при $F = 0$.

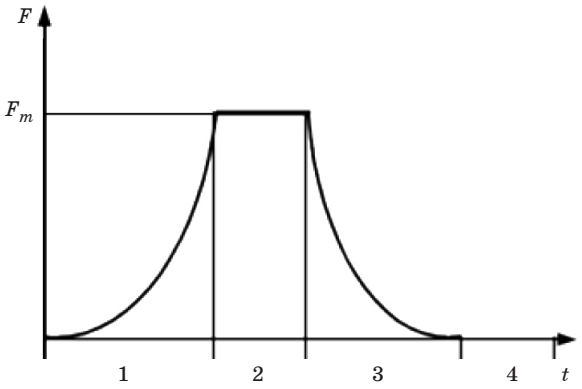


**Рис. 3.** Циклограмма изменения нагрузки со временем:

*1* — нагружение; *2* — выдержка при $F_m$; *3* — разгружение; *4* — выдержка при $F = 0$

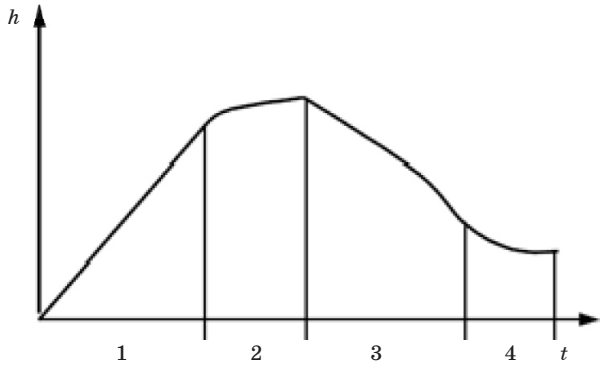


**Рис. 4.** Изменение глубины индентирования во времени

Важными требованиями для объективного измерения физико-механических характеристик являются обеспечение глубины индентирования при $F_m$ меньше 10 % от толщины покрытия (для предотвращения влияния свойств подложки), а также параметра шероховатости $R_a$ в зоне индентирования менее 25 нм. При этом $h_{max}$ должно быть более $20R_a$. Такая шероховатость возможна при изготовлении образцов по технологии производства металлографических шлифов. При этом после нанесения PVD или CVD непрозрачных покрытий толщиной более 2 мкм этот параметр может ухудшаться. А при использовании доводки нанесенных покрытий за счет абразивной обработки изменяются характеристики поверхностного слоя. Перед началом измерений целесообразно проводить калибровку оборудования на эталонных образцах с известными модулем упругости и твердостью.

В современных приборах для наноиндентирования используются разные инденторы, нагрузки, скорости нагрузки-разгрузки, циклограммы индентирования, возможно определение твердости по разным шкалам.

*Твердость* при инструментальном индентировании характеризует свойство поверхностного слоя материала сопротивляться внедрению сертифицированного индентора при его сосредоточенном воздействии. Чем выше твердость, тем больше сопротивление материала пластической деформации.

Измеряемая твердость при инструментальном индентировании имеет разные названия и обозначения:

• универсальная твердость HU или твердость по шкале Мартенса HM характеризует как упругие, так и пластические свойства материала, определяется как отношение нагрузки $F$ к площади боковых поверхностей, образуемых индентором с невосстановленным отпечатком под нагрузкой — $A_s(h)$, где $h$ — значение глубины отпечатка на ветви нагружения $F$-$h$ диаграммы:

$$\text{HU (HM)} = F/A_s(h); \text{ для пирамиды Берковича HU (HM)} = F/(26{,}44h^2);$$

• индентационная твердость (или нанотвердость) $H_{IT}$, (другие названия — твердость по Мейеру, индентационная твердость покрытия по ISO 14577-4:2007 $H_c$) определяется как отношение максимальной нагрузки $F_m$ к площади поперечного сечения невосстановленного отпечатка $A_p$, определяемой в зоне глубины проникновения индентора $h_c$ (по ISO 14577-4:2007 $A_p$ обозначается как $A_c$):

$$H_{IT} = F_m / A_p(h_c);$$

• пластическая твердость $H_{plast}$ по DIN 50359 определяется как отношение максимальной нагрузки $F_m$ к площади боковых поверхностей невосстановленного отпечатка при проникновении индентора на глубину $h_r$ (точка пересечения касательной к началу разгрузки) $A$:

$$H_{plast} = F_m/A(h_r);$$
$$\text{для пирамиды Берковича}$$
$$H_{plast} = F_m/(26{,}44\, h_r^2).$$

*Модуль упругости* при инструментальном индентировании характеризует степень жесткости материала или способность материала упруго деформироваться при приложении к нему силы. Чем выше модуль упругости, тем материал более жесткий с повышенной деформационной устойчивостью и соответственно более хрупкий и менее эластичный.

При индентировании измеряется приведенный (эффективный) модуль упругости $E_r$, который характеризует упругие деформации как в покрытии, так и в инденторе. Значение $E_r$ является усредненным показателем по некоторому объему покрытия (в большинстве случаев пространственно неоднородном). Индентационный модуль упругости $E_{IT}$ определяется с учетом коэффициента Пуассона материала покрытия $\nu_c$:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A_p}}; \quad \frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_c^2}{E_{IT}} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i};$$

$$E_{IT} = \frac{1-\nu_c^2}{\dfrac{1}{E_r} - \dfrac{1-\nu_i^2}{E_i}},$$

$E_r$ — приведенный модуль упругости, ГПа; $S = dF/dh$ — контактная жесткость в точке $h_{max}$, характеризующая наклон начального этапа разгрузочной кривой; $A_p$ — площадь поперечного сечения контактной поверхности на

глубине индентирования $h_c$; $E_{IT}$ и $\nu_c$ — индентационный модуль упругости и коэффициент Пуассона покрытия; $E_i$ и $\nu_i$ — модуль упругости (для алмаза $1{,}14 \cdot 10^6$ Н/мм$^2$) и коэффициент Пуассона материала индентора (для алмаза 0,07).

Коэффициент Пуассона, характеризующий зависимость между продольными и поперечными деформациями, для подавляющего большинства материалов лежит в диапазоне $0 \le \nu \le 0{,}5$, поэтому для материалов, имеющих высокие модули упругости и малые коэффициенты Пуассона, разница между значениями $E_r$ и $E_{IT}$, как правило, не превышает 5 %.

Модуль упругости, являясь физической константой материала, принципиально должен иметь постоянное значение по толщине покрытия, характеризуя его однородность и пористость (рыхлость). Для снижения технологических напряжений на поверхности раздела и обеспечения максимальных адгезионных характеристик модули упругости материалов наносимого покрытия и подложки должны иметь близкие значения.

*Упругое восстановление* (упругая составляющая работы индентирования) при инструментальном индентировании характеризует долю упругой составляющей в общей деформации или степень демпфирования (тенденцию материала возвращаться после снятия нагрузки индентирования к форме отпечатка, полученному при максимальной нагрузке). Упругое восстановление проявляется при

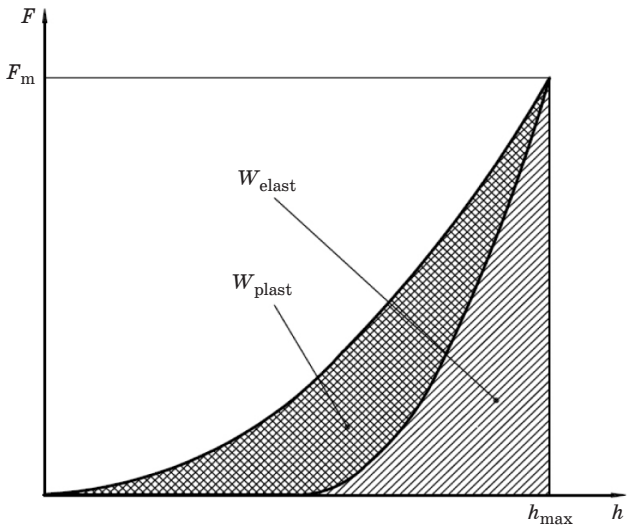


**Рис. 5.** Диаграмма индентирования с указанием площадей под кривой нагрузки и разгрузки

индентировании в уменьшении размеров отпечатка при снятии нагрузки.

Суммарная механическая работа индентирования $W_{total}$, связанная с работой упругой и пластической деформаций, складывается из площадей $W_{plast}$ и $W_{elast}$, получаемых из диаграммы индентирования (рис. 5):

$$W_{total} = \int_0^{h_{max}} F dh = \int_0^{h_f} F dh + \int_{h_f}^{h_{max}} F dh = W_{plast} + W_{elast},$$

Упругое восстановление, %,

$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total}} 100 \text{ или } h_{IT} = (h_{max} - h_f/h_{max})\,100,$$

где $h_{max}$ — наибольшая глубина индентирования; $h_f$ — глубина отпечатка после снятия нагрузки.

Высокие значения упругого восстановления (последействия) соответствуют [3]:

- повышенной релаксационной способности материала, особенно релаксации напряжений при циклических нагрузках, обеспечивающей эффективное сопротивление усталостному разрушению;
- высоким демпфирующим свойствам материала, связанным с диссипацией (рассеиванием) накапливаемой энергии в условиях эксплуатационных нагрузок;
- высокому резильянсу материала (способностью запасать упругую энергию и под действием нагрузки упруго деформироваться без разрушения);
- снижению динамической напряженности фрикционного контакта в условиях трения и износа.

Необходимыми условиями повышенной износостойкости покрытий являются максимальные значения стойкости к упругой деформации (индекс пластичности) $H_{IT}/E_r$, стойкости к пластической деформации $H_{IT}^3/E_r^2$, упругого восстановления $\eta_{IT}$ [3, 4]. Повышенная адгезия покрытия обеспечивается условием близости модулей упругости покрытия и подложки:

$$E_{r\ покр} \approx E_{r\ подл} \text{ (или } E_{r\ покр}/E_{r\ подл} < 1).$$

Таким образом, сравнительный анализ материалов покрытий и технологий их нане-

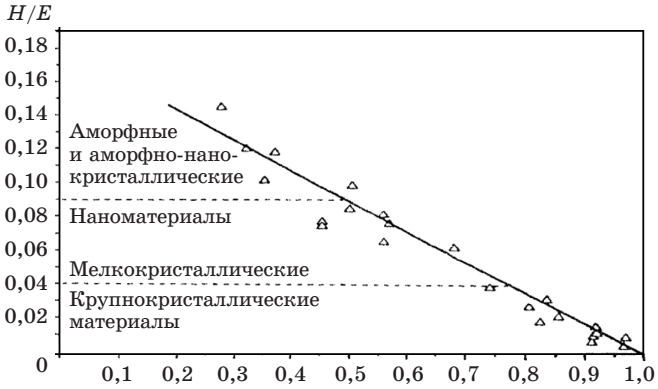


**Рис. 6.** Зависимость индекса пластичности $H_{IT}/E_r$ от относительной работы остаточной (пластической) деформации различных покрытий на основе карбидов, нитридов и оксидов [6]

сения может осуществляться по критериям $H_{IT}/E_r$, $H_{IT}^3/E_r^2$, $\eta_{IT}$ и сравнением модулей упругости покрытия и подложки.

На основании экспериментальных исследований различных материалов индекс пластичности $H_{IT}/E_r = 0{,}15$ характеризует «идеальную упругость» [5]. Этот критерий может характеризовать структурное состояние материала покрытия (рис. 6): $H_{IT}/E_r < 0{,}04$ — крупнокристаллические материалы, $H_{IT}/E_r \approx \approx 0{,}05 \div 0{,}09$ — мелкокристаллические и наноматериалы, $H_{IT}/E_r \geq 0{,}1$ — аморфные и аморфно-нанокристаллические материалы [6].

Таким образом, на основе анализа физико-механических свойств поверхностных слоев и покрытий могут оцениваться износостойкость поверхностных слоев материалов и их структурное состояние.

### Финишное плазменное упрочнение (ФПУ) с нанесением алмазоподобного покрытия DLCPateks

ФПУ — это безвакуумный и бескамерный процесс плазмоструйного осаждения тонкопленочного покрытия из газовой фазы при использовании малогабаритного плазмохимического реактора с одновременной плазменной активацией реакционного газового потока и локального участка поверхности изделия, на который наносится покрытие. Нагрев изделий при ФПУ не превышает 150 °С. В результате ФПУ на рабочих поверхностях образуется неметаллическое аморфное многослойное покрытие с низким коэффициентом трения, повышенной микротвердостью, химической инертностью, гидрофильностью, высокой жаростойкостью и диэлектрическими характеристиками. Для нанесения таких покрытий используются жидкие прекурсоры на основе элементоорганических и неорганических жидкостей семейства Сетол, суммарный годовой расход которых при односменной работе оборудования составляет примерно 0,5 л. Покрытия, наносимые методом ФПУ, являются аморфно-кристаллическими и аморфными благодаря использованию прекурсоров, имеющих в своем составе элементы — аморфизаторы (такие как бор и кремний), а также в связи с высокими скоростями охлаждения наносимого покрытия, равными $10^{10}$–$10^{12}$ К/с [7, 8].

Эффективность использования ФПУ основана на возможности локального нанесения покрытия в заданной зоне. Одним из эффективных покрытий, наносимых методом ФПУ, является алмазоподобное покрытие DLCPateks системы a-C:H/a-SiOCN (рис. 7).

DLC-покрытия обладают широким спектром исключительных физических (оптических, электрических), механических и трибологических свойств, которые делают их привлекательными для промышленных применений. Они могут быть одновременно твердыми и эластичными, обладать низкими коэффициентами трения и износа. Благодаря химической инертности эти покрытия устойчивы к коррозионным и окислительным разрушениям в различных средах. DLC-покрытия состоят из атомов углерода, получаемых из углеродосодержащих материалов — твердых

**Рис. 7.** Детали топливной аппаратуры с алмазоподобным покрытием DLCPateks

углеродных мишеней, жидких и газообразных углеводородов, фуллеренов. DLC-покрытия классифицируются на четыре основных вида: аморфные углеродные (a-C), гидрогенизированные (содержащие водород) аморфные углеродные (a-C:H), тетраэдрические аморфные углеродные (ta-C) и тетраэдрические аморфные углеродные, содержащие водород (ta-C:H). В связи с тем что перечисленные виды покрытий обладают низкой адгезионной прочностью, высокими остаточными напряжениями, низкой термоустойчивостью, в микроструктуру DLC-покрытий вводят различные элементы и соединения, например кремний, вольфрам, титан, азот, серу, карбиды, нитриды, оксиды. Получение конкретного покрытия зависит от типа источника углерода, режимов осаждения и, соответственно, вида связей ($sp^1$, $sp^2$, $sp^3$), которые удерживают атомы углерода.

Большое разнообразие структур и композиций DLC-покрытий обусловливает широкий спектр их свойств (табл. 1). Например, все DLC-покрытия имеют высокую стойкость к упругой деформации (индекс пластичности) со значениями 0,08–0,2. Для сравнения наибольшее значение индекса пластичности закаленной инструментальной стали около 0,04, керамики типа $Al_2O_3$, $ZrO_2$, $Si_3N_4$ или SiC — около 0,06, покрытий TiN, CrN — 0,08.

Эффективность использования ФПУ для деталей топливной аппаратуры основана также на возможности локального нанесения покрытия в заданной зоне, а также повторного его нанесения после проверки на тест-план при недостаточной толщине.

*Таблица 1.*

**Нанотвердость ($H_{IT}$), модуль упругости ($E_r$) и индекс пластичности ($H_{IT}/E_r$) различных групп DLC покрытий [9]**

| Свойство покрытия | Вид покрытия | | | |
|---|---|---|---|---|
| | a-C | a-C:H | ta-C | ta-C:H |
| Твердость, ГПа | 12–18 | 7–30 | 28–65 | 28–60 |
| Модуль упругости, ГПа | 160–190 | 60–210 | 210–650 | 175–290 |
| Индекс пластичности ($H_{IT}/E_r$) | 0,08–0,1 | 0,1–0,16 | 0,1–0,2 | 0,16–0,21 |

## Исследование физико-механических свойств покрытия DLCPateks

При исследованиях применялись нано- и микротвердомеры: TI 750Ubi (Hysitron, США), Micro Identation Tester MHTX S/N 01-2476 (CSM, Швейцария), НаноСкан (Россия), Universal Material Tester UMT 1 (Bruker, США), Dinamic Ultra Micro Hardness Tester DUN-211S (фирма Shimadzu, Япония). Перед началом измерений проводилась калибровка оборудования на эталонных образцах с известным модулем упругости и твердостью, в качестве которых использовались монокристалл Si (100) и сапфир. Материал подложки образца — термообработанная сталь ШХ15. Толщина нанесенного покрытия составляла порядка 1 мкм. Для измерений на оборудовании первых трех типов образец был один и тот же.

1. Измерения на нанотвердомере TI750Ubi (Hysitron Inc., США) с параметрами: нагрузка — 0,1–1 мН, скорость нагрузки-разгрузки — 0,1 мН/с, выдержка при $F_m$ — 1 с. При исследованиях использовались индентор Берковича и сканирующий зондовый микроскоп.

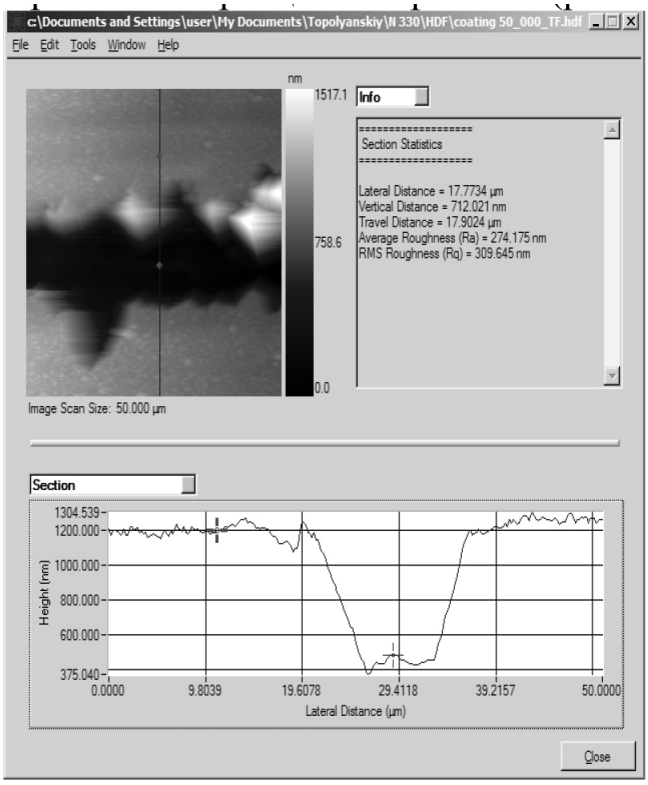


**Рис. 8.** Протокол определения толщины покрытия

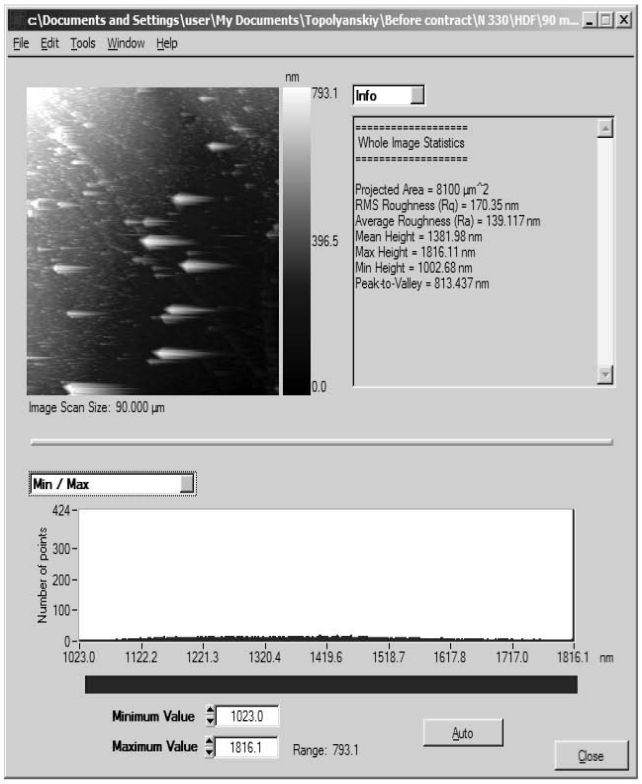


**Рис. 9.** Протокол с результатами измерений параметров шероховатости

Первоначально определяли толщину покрытия методом склерометрии (рис. 8), затем оценивали топографию и измеряли параметры шероховатости поверхности образца с покрытием (рис. 9, 10).

В результате измерений определена толщина покрытия на исследуемом образце —

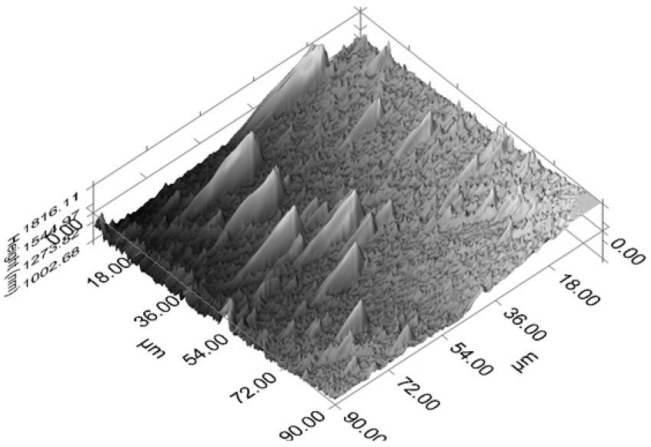


**Рис. 10.** Топография (3D-модель) поверхности с покрытием

0,8 мкм, параметр шероховатости в исследуемой зоне $R_a$ = 139 нм (вне остроконечных выступов покрытия, которые имели высоту порядка 800 нм).

На рис. 11 и 12 показаны результаты измерений и обработки параметров наноиндентирования. В соответствии с ними (табл. 2) с повышением нагрузки и с увеличением глубины отпечатка $h_c$ твердость уменьшается, что характеризует покрытие DLCPateks как градиентное. В пределах одной нагрузки твердость изменяется от 14 до 23 ГПа, что свойственно многокомпонентным покрытиям. Усредненные свойства покрытия DLCPateks: нанотвердость — 18 ГПа, модуль Юнга — 127 ГПа, упругое восстановление — 87 %. Максимальная глубина индентирования со-

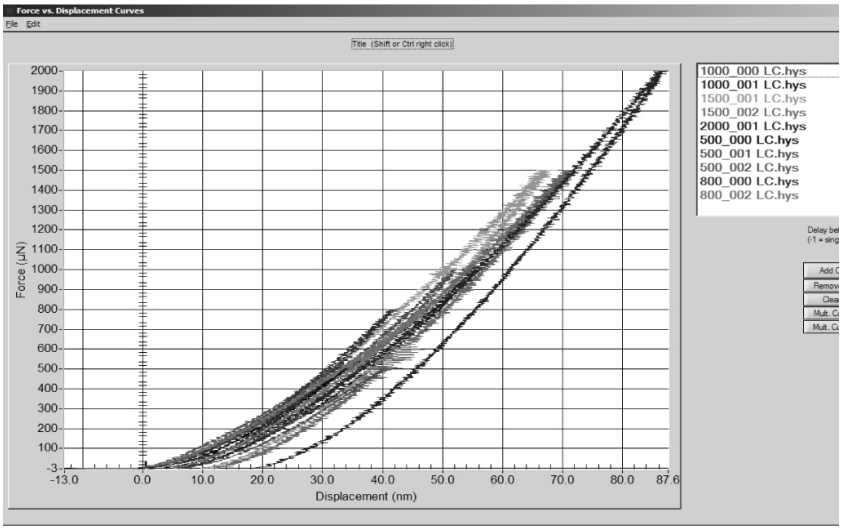


**Рис. 11.** Кривые нагрузки-разгрузки при индентировании $F$—$h$ для разных $F_m$

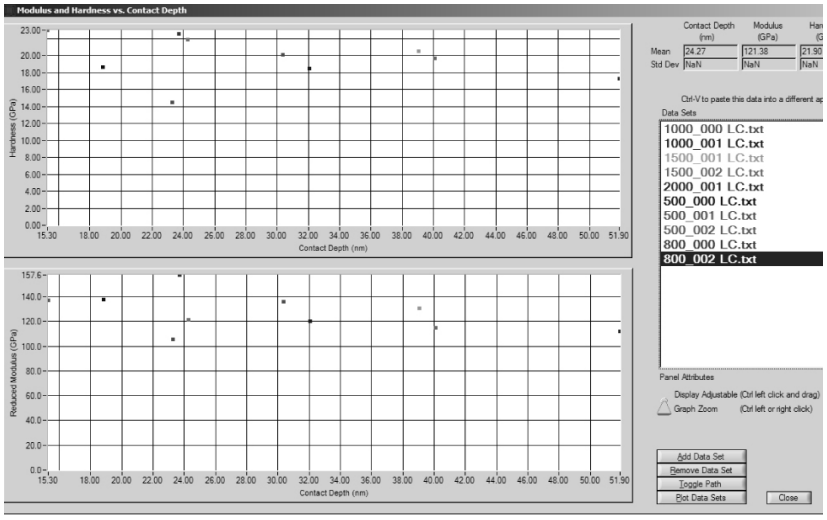


**Рис. 12.** Зависимости $H_{IT}$ и $E_r$ от контактной глубины

ответствует требованиям стандарта (10 % от толщины покрытия).

2. Измерения на Micro Identation Tester MHTX S/N 01-2476 (CSM, Швейцария) с параметрами: скорость нагрузки-разгрузки — 0,17 мН/с (для $F_m$ = 5 мН) и 0,33 мН/с (для $F_m$ = 10 мН), выдержка при $F_m$ — 15 с. В исследованиях использовались индентор Виккерса и оптический микроскоп.

Получены усредненные свойства покрытия DLCPateks: нанотвердость — 14 ГПа, модуль Юнга — 122 ГПа, упругое восстановление — 50 %. Как видно из представленных результатов измерений (рис. 13, табл. 3), максимальная глубина индентирования составляет 47 % от толщины покрытия, что не соответствует требованиям стандарта. Усредненные свойства покрытия DLCPateks при максимальной глубине индентирования, равной примерно 25–29 % (измерения при нагрузке 5 мН) от толщины покрытия: $H_{IT}$ = 21,5 ГПа, $E_r$ = 111 ГПа, $\eta_{IT}$ = 57 %. В пределах одной нагрузки разброс твердости от 14 до 26 ГПа характеризует покрытие как многокомпонентное.

3. Измерения на нанотвердомере НаноСкан (ФГУ ТИСНУМ, Россия) с параметрами: нагрузка — 1–30 мН. При исследованиях использовались индентор Берковича и сканирующий зондовый микроскоп.

Получены усредненные свойства покрытия DLCPateks: нанотвердость — 8 ГПа, модуль Юнга — 82 ГПа, упругое восстановление — 70 % (рис. 14, табл. 4). При этом максимальная глубина индентирования составляет 62 %

*Таблица 2*

**Результаты измерений физико-механических свойств покрытия DLCPateks, полученные на нанотвердомере TI750Ubi**

| Нагрузка $F_m$, мкН | Контактная глубина $h_c$, нм | Модуль Юнга $E_r$, ГПа | Твердость $H_{IT}$, ГПа | Максимальная глубина $h_{max}$, нм | Глубина после снятия нагрузки $h_f$, нм | Упругое восстановление $\eta_{IT}$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 500 | 15,30059 | 137,444 | 22,99879 | 32,23361 | 0,043615 | 99,86469 |
| 500 | 18,82897 | 137,521 | 18,63825 | 34,22885 | 5,60626 | 83,62124 |
| 500 | 23,2736 | 105,8908 | 14,45089 | 40,75997 | 7,325815 | 82,02694 |
| 800 | 23,69593 | 157,6458 | 22,59111 | 42,48844 | 4,975937 | 88,28873 |
| 800 | 24,26608 | 121,3765 | 21,89817 | 47,74997 | 6,475717 | 86,43828 |
| 1000 | 30,34622 | 136,3204 | 20,06105 | 52,63348 | 5,246103 | 90,03276 |
| 1000 | 32,08697 | 120,1616 | 18,48061 | 56,54245 | 2,296852 | 95,93783 |
| 1500 | 39,07413 | 131,0547 | 20,50688 | 69,07725 | 10,81418 | 84,3448 |
| 1500 | 40,09393 | 114,744 | 19,69136 | 72,34362 | 14,03263 | 80,60281 |
| 2000 | 51,90117 | 111,9227 | 17,28125 | 87,58891 | 21,06835 | 75,94633 |

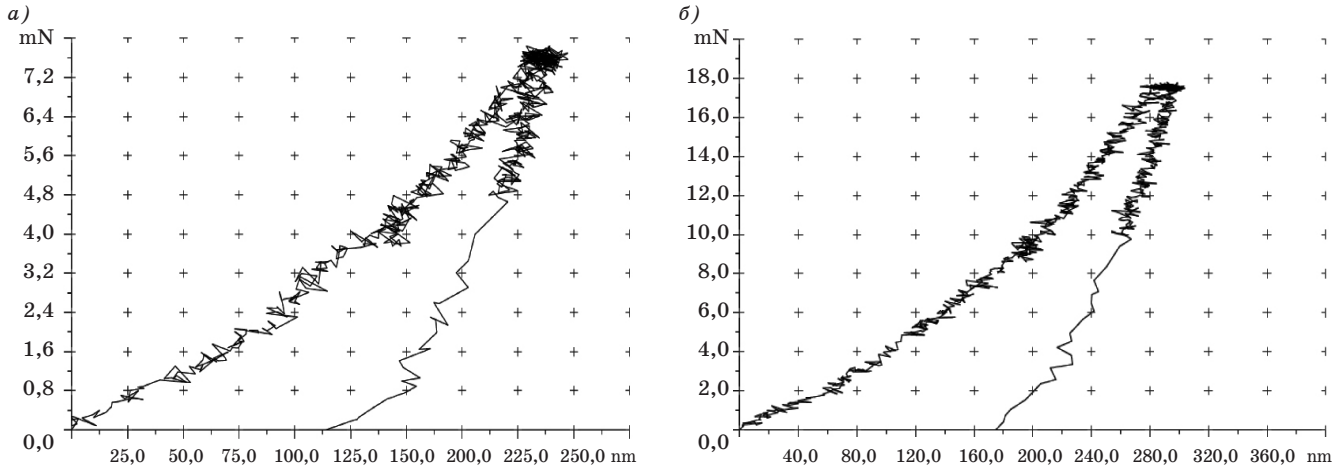


**Рис. 13.** Кривые нагрузки-разгрузки $F$—$h$ для образца: *а* — № 4; *б* — № 8

*Таблица 3*

**Результаты измерений физико-механических свойств покрытия DLCPateks, полученных на Micro Identation Tester MHTX S/N 01-2476**

| Измерение | Нагрузка $F_m$, мкН | Контактная глубина $h_c$, нм | Модуль Юнга $E_r$, ГПа | Твердость $H_{IT}$, ГПа | Максимальная глубина $h_{max}$, нм | Упругое восстановление $\eta_{IT}$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 5000 | 97 | 118,221 | 21,380 | 219 | 56 |
| 2 | 5000 | 130 | 112,735 | 14,823 | 230 | 43 |
| 3 | 5000 | 122 | 120,468 | 23,334 | 230 | 47 |
| 4 | 5000 | 135 | 90,828 | 26,927 | 208 | 82 |
| 5 | 10000 | 219 | 124,872 | 12,546 | 323 | 32 |
| 6 | 10000 | 259 | 111,444 | 11,238 | 375 | 31 |
| 7 | 10000 | 215 | 148,541 | 15,118 | 324 | 34 |
| 8 | 10000 | 180 | 146,355 | 15,117 | 288 | 72 |
| 9 | 10000 | 152 | 125,968 | 13,562 | 308 | 51 |

от толщины покрытия, что нарушает требования стандарта. Усредненные свойства покрытия DLCPateks при максимальной глубине индентирования, равной примерно 10 % от толщины покрытия: $H_{IT} = 9$ ГПа, $E_r = 81$ ГПа, $\eta_{IT} = 76$ %. В пределах одной нагрузки разброс твердости от 7 до 10 ГПа характеризует покрытие как многокомпонентное.

4. Измерения на твердомере Dinamic Ultra Micro Hardness Tester DUN-211S (фирма Shimadzu, Япония) с параметрами: максимальной нагрузки 1 мН, скорость нагружения 0,1 м · Н · с$^{-1}$, максимальная глубины отпечатка 0,07–0,09 мкм, что соответствует менее 10–15 % от толщины покрытия. Для каждого образца измеряли твердость в пяти разных местах поверхности образца (расстояние между ними было 100 мкм).

На рис. 15 представлены кривые непрерывного индентирования и результаты обработки для образцов с разной толщиной покрытия (табл. 5). Как видно, при меньшей толщине покрытия (образец № 1) значение твердости выше, что может быть объяснено более высокой плотностью нанесенного покрытия. Значения универсальной твердости HU и пластической твердости $H_{plast}$ различается почти в 5 раз, что говорит о необходимости конкретизации сравниваемых шкал твердости. В протоколах измерений $E^*$ — приведенный модуль упругости, а $W_e$ — упругое восстановление.

Важно отметить, что преимуществом покрытий с низким модулем упругости является близость значений с модулем упругости стальных подложек, что приводит к минимизации напряжений на границе раздела покрытие—подложка. Для покрытия DLCPateks и подложки из стали ШХ15 модули упругости, соответственно, близки, например, для образца № 1 159 и 211 ГПа.

Результаты исследований продемонстрировали различия в значениях физико-механи-

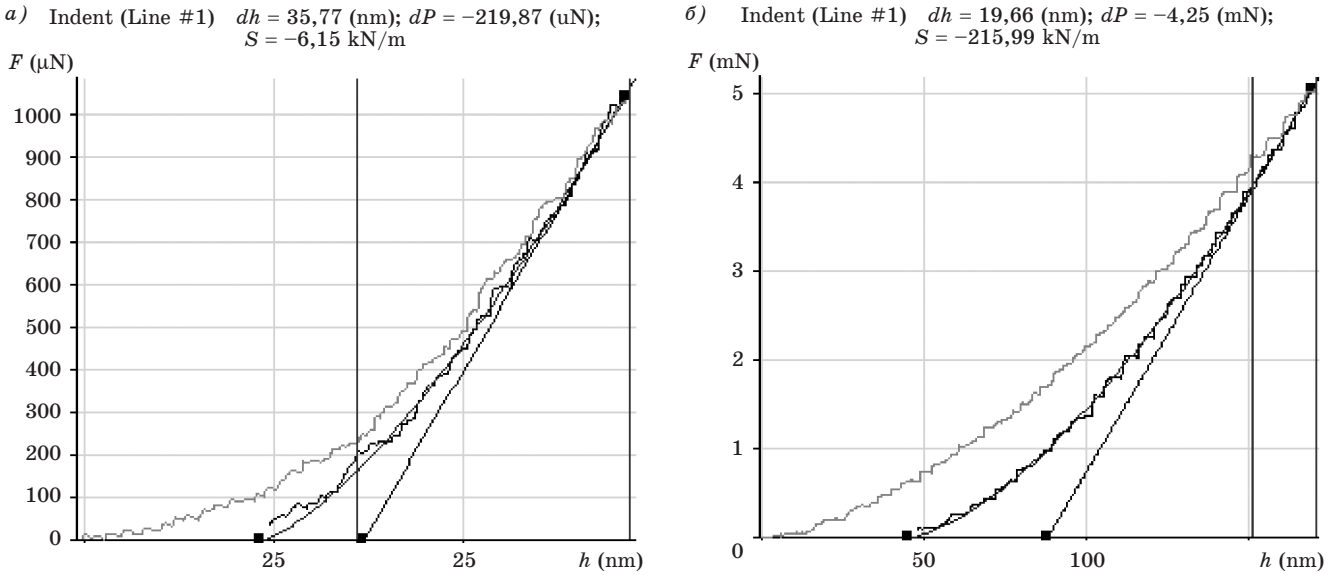


**Рис. 14.** Кривые нагрузки-разгрузки $F$—$h$ при нагрузке: *а* — 1 мН; *б* — 5 мН

*Таблица 4*

**Результаты измерений физико-механических свойств покрытия DLCPateks, полученные на нанотвердомере НаноСкан**

| Нагрузка $F_m$, мкН | Контактная глубина $h_c$, нм | Модуль Юнга $E_r$, ГПа | Твердость $H_{IT}$, ГПа | Максимальная глубина $h_{max}$, нм | Упругое восстановление $\eta_{IT}$, % |
|---|---|---|---|---|---|
| 1000 | 46 | 76 ± 15 | 7,4±0,3 | 73 ± 6 | 74 ± 11 |
| 2000 | 63 | 84 ± 6 | 9,6±0,8 | 99 ± 6 | 79 ± 3 |
| 5000 | 108 | 83 | 10 | 169 | 74 |
| 10000 | 188 | 87 | 7,9 | 260 | 69 |
| 20000 | 296 | 84 | 6,3 | 390 | 61 |
| 30000 | 384 | 79 | 5,9 | 499 | 64 |

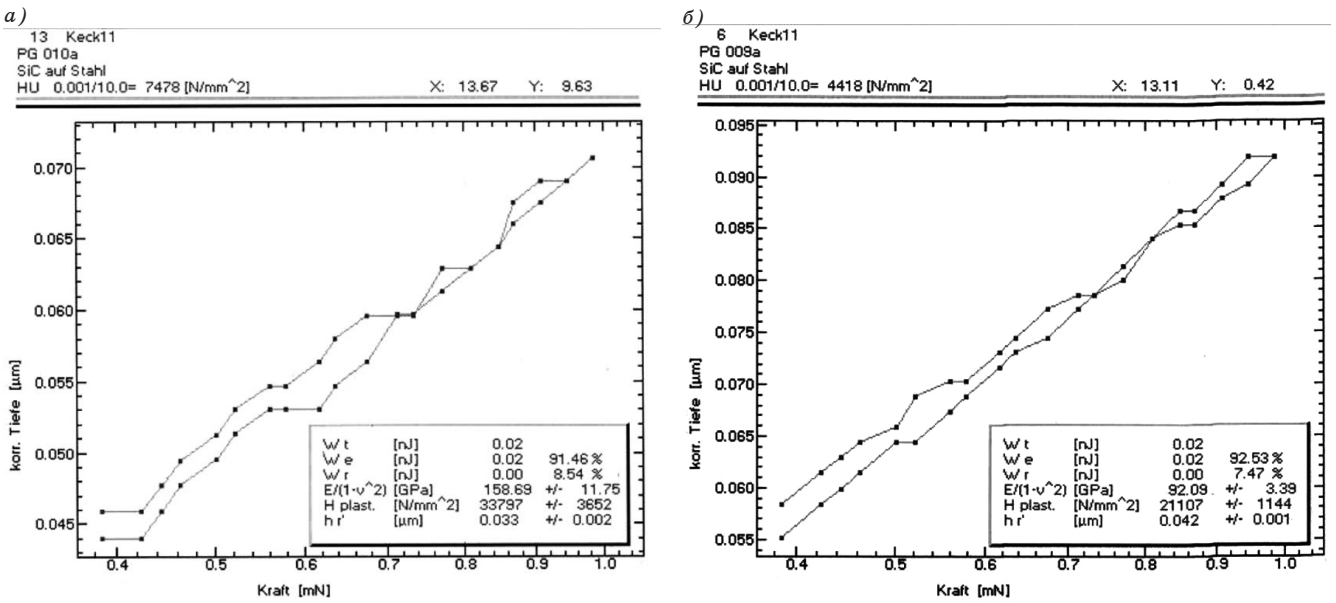


**Рис. 15.** Протоколы наноиндентирования покрытия DLCPateks для образца: *а* — № 1; *б* — № 2

*Таблица 5*

**Результаты наноиндентирования покрытия DLCPateks**

| № образца | HU, ГПа | $H_{plast}$, ГПа | $E^*$, ГПа | $W_e$, % |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 7,5 | 34 | 159 | 91,46 |
| 2 | 4,4 | 21 | 92 | 92,53 |

ческих свойств покрытия DLCPateks, которые измерялись на одном и том же образце с использованием трех разных видов оборудования. Различные физико-механические свойства в основном связаны с нарушением требований стандарта по глубине индентирования и шероховатости поверхности. Поэтому целесообразно, особенно при независимых экспертизах и исследованиях, анализировать табличные значения физико-механических свойств в зависимости от глубины индентирования.

Общие показатели физико-механических свойств покрытия DLCPateks на основе исследований с использованием трех типов измерительного оборудования следующие: нанотвердость — 9–23 ГПа, модуль упругости — 81–127 ГПа, упругое восстановление — 57–87 %. Индекс пластичности для покрытия DLCPateks по результатам измерений, например, на приборе TI 750Ubi (Hysitron, США), равен 0,14.

Для сравнения в табл. 6 приведены характеристики наноиндентирования некоторых известных покрытий [10].

## Выводы

1. Эффективность использования для упрочнения и восстановления деталей топливной аппаратуры алмазоподобного покрытия DLCPateks системы a-C:H/a-SiOCN, наносимого методом финишного плазменного упрочнения, определяется его физико-механическими характеристиками, а именно повышенной твердостью при низком модуле упругости. Индекс пластичности такого покрытия составляет 0,12–0,14, что характерно для алмазоподобных покрытий, используемых для нанесения на детали топливной аппаратуры [11–13].

2. Объективность определения твердости, модуля упругости и упругого восстановления тонкопленочных износостойких покрытий зависит от параметров применяемого измерительного оборудования и строгого соблюдения требований по глубине отпечатка в зависимости от толщины исследуемого покрытия, а также параметров шероховатости в зоне исследуемой поверхности.

*Таблица 6*

**Физико-механические характеристики различных покрытий**

| Материал покрытия | $H_{IT}$, ГПа | $E_r$, ГПа | $\eta_{IT}$, % | $H_{IT}/E_r$ |
|---|---|---|---|---|
| Ti-Si-N | 24 | 210 | 76 | 0,11 |
| Ti-B-N | 34 | 250 | 81 | 0,14 |
| Ti-Al-N | 41,9 | 397 | 74 | 0,11 |
| Ti-Mo-N | 43 | 442 | 68 | 0,10 |

## Литература

1. **Мылов А. А., Шавыкин Ю. А.** Комплектование прецизионных пар топливной аппаратуры дизелей // Машиностроение и инженерное образование. 2008. № 3. С. 55–63.

2. **Nanoindentation** and nanoscratching of hard carbon coatings for magnetic disks / T. Y. Tsui, G. M. Pharr, W. C. Oliver, C. S. Bhatia, R. L. White [et al.] // Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 1995. Vol. 383. P. 447.

3. **Leyland A., Matthews A.** On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour // Wear. 2000. Vol. 246, N 1–2. P. 1–11.

4. **Cheng Y. T., Cheng C. M.** Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation // Applied Physics Letters. 1998. Vol. 73. N 5. P. 614–618.

5. **Lawn B. R., Howes V. R.** Elastic recovery at hardness indentations // Journ. of Materials Science. 1981. Vol. 16.

6. **Идентификация** структурного состояния материалов методом автоматического индентирования: сб. докл. Харьковской нанотехнологической ассамблеи. Т. 1. Наноструктурные материалы. Харьков, 2007. С. 52–55.

7. **Соснин Н. А., Ермаков С. А., Тополянский П. А.** Плазменные технологии. СПб.: Изд-во Политех. ун-та, 2013. 406 с.

8. **Исследования** свойств нанопокрытия, наносимого методом финишного плазменного упрочнения / П. А. Тополянский, Н. А. Соснин, С. А. Ермаков, А. П. Тополянский // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 2. С. 28–34.

9. **Donnet C., Erdemir A.** Tribology of Diamond-Like Carbon Films. 2008. 664 p.

10. **Особенности** структуры и физико-механических свойств наноструктурных тонких пленок / Д. В. Штанский, С. А. Кулинич, Е. А. Левашов, J. J. Moore // Физика твердого тела. 2003. Т. 45, Вып. 6. С. 1122–1129.

11. **Evaluation** of DLC coatings for spark-ignited, direct-injected fuel systems / J. Hershberger, O. Ozturk, O. O. Ajayi [et al.] // Surface and Coatings Technology. 2004. Vol. 179. P. 237–244.

12. **Christoph P. O., Treutler C.** Industrial use of plasma-deposited coatings for components of automotive fuel injection systems // Surface and Coatings Technology. 2005. Vol. 200. P. 1969–1975.

13. **Repressing** oxidative wear within Si doped DLCs / J. L. Lanigan, C. Wang, A. Morina [et al.] // Tribology International. 2016. Vol. 93 (B). P. 651–659.