



Получено: 15.06.2022 г. | Принято: 22.06.2022 г. | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.5.300.306>

Научная статья

РАЗРАБОТКА ВАКУУМНОГО ТРИБОМЕТРИЧЕСКОГО СТЕНДА ДЛЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ИСПЫТАНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ТВЕРДОСМАЗОЧНЫХ MoS₂-ПОКРЫТИЙ

А.И.Беликов¹, ORCID: 0000-0003-1036-9058

Л.Л.Колесник², к.т.н., доц., ORCID: 0000-0002-1037-997X / l.kolesnik@elvactech.ru

О.Э.Алиханов¹, ORCID: 0000-0002-3218-4962

В.Е.Бражников¹, ORCID: 0000-0002-0309-516X

Аннотация. Представлены результаты разработки вакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных трибологических испытаний материалов и покрытий в условиях высокого вакуума при температурах до 300 °С. В стенде реализован стандартный метод трибологических испытаний при возвратно-поступательном скольжении шара по плоскости (ASTM G133-05). Приведены результаты ресурсных испытаний твердосмазочных покрытий на основе дисульфида молибдена, осажденных методом магнетронного распыления MoS₂-мишени при различных режимах.

Ключевые слова: трибометрический стенд, высокотемпературные испытания, вакуумные механизмы, твердосмазочные покрытия, антифрикционные покрытия, MoS₂, дисульфид молибдена, коэффициент трения, износостойкость

Для цитирования: А.И. Беликов, Л.Л. Колесник, О.Э. Алиханов, В.Е. Бражников. Разработка вакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных испытаний и исследование твердосмазочных MoS₂-покрытий. НАНОИНДУСТРИЯ. 2022. Т. 15, № 5. С. 300–306. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.5.300.306>

Received: 15.06.2022 | Accepted: 22.06.2022 | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.5.300.306>

Original paper

DEVELOPMENT OF A VACUUM TRIBOMETRIC STAND FOR HIGH-TEMPERATURE TESTING AND RESEARCH OF SOLID-LUBRICATING MoS₂ COATINGS

A.I.Belikov¹, ORCID: 0000-0003-1036-9058

L.L.Kolesnik², Cand. of Sci. (Tech), Docent, ORCID: 0000-0002-1037-997X / l.kolesnik@elvactech.ru

O.E.Alikhanov¹, ORCID: 0000-0002-3218-4962

V.E.Brazhnikov¹, ORCID: 0000-0002-0309-516X

Abstract. The development results of a vacuum tribometric stand for high-temperature tribological tests of materials and coatings under high vacuum conditions at temperatures up to 300 °C are presented. The stand implements the standard method of tribological tests for reciprocating sliding of the ball along the plane

¹ МГТУ имени Н.Э.Баумана, кафедра МТ-11 ("Электронные технологии в машиностроении"), Москва, Россия / Bauman Moscow State Technical University, Department of MT-11 ("Electronic technologies in Mechanical Engineering"), Moscow, Russia

² ООО "Электрoвакуумные технологии", Москва, Россия / LLC "Electrovacuum technologies", Moscow, Russia

(ASTM G133-05). The molybdenum disulfide solid-lubricant coatings deposited by magnetron sputtering of a MoS₂ target at a various modes resource tests results are presented.

Keywords: tribometric bench, high temperature tests, vacuum mechanisms, solid lubricating coatings, antifric-tion coatings, MoS₂, molybdenum disulfide, coefficient of friction, wear resistance

For citation: A.I. Belikov, L.L. Kolesnik, A.O. Alihanov, V.E. Brajnikov. Vacuum tribometric stand design for high-temperature testing and MoS₂ solid-lubricant coatings researching. NANOINDUSTRY. 2022. V. 15, no. 5. PP. 300–306. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.5.300.306>

ВВЕДЕНИЕ

Решение задач разработки твердосмазочных материалов и покрытий для экстремальных условий эксплуатации (в условиях вакуума и высоких температур) связано с отработкой технологических процессов, в ходе которых необходимо проводить трибологические испытания образцов в соответствующих условиях. Для узлов трения вакуумного оборудования, функционирующих в условиях вакуума, повышенных температур и радиации, недопустимо использование традиционных жидких и консистентных смазок, применяются твердосмазочные материалы и покрытия, среди которых наиболее распространены покрытия на основе дисульфида молибдена (MoS₂). В этой связи, в рамках поставленных задач, специалистами ООО "Электровacuумные технологии" проводились разработка и изготовление специализированного высоковакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных испытаний, а также разработка и исследование тонкопленочных твердосмазочных MoS₂-покрытий, формируемых методом магнетронного нанесения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

При разработке стенда в основу конструкции была заложена схема, обеспечивающая реализацию стандартного метода трибологических испытаний при возвратно-поступательном скольжении шара по плоскости (ASTM G133-05).

Трибометрический стенд (рис.1) собран на каркасной раме (4) и включает цилиндрическую вакуумную камеру (1) с расположенным внутри испытательного блока трибометрической системы для испытания образцов. К фланцам камеры присоединены патрубки и угловой клапан-затвор (7) вакуумной системы, а также вакуумный ввод с механизмом передачи возвратно-поступательного движения (2) на предметный столик испытательного блока с помощью привода на основе шагового двигателя и редуктора (3) с кривошипно-шатунным механизмом. Камера содержит две двери: на фронтальной

INTRODUCTION

Solutions of the problems associated with the development of solid-lubricant materials and coatings for extreme operating conditions (under vacuum and high temperature conditions) are connected with working out of technological processes during which it is necessary to carry out tribological tests of samples in the corresponding conditions. For friction units of vacuum equipment, functioning under conditions of vacuum, high temperatures



- 1 – Вакуумная камера | Vacuum chamber;
- 2 – Механизм возвратно-поступательного движения с вводом в вакуум | Reciprocating mechanism with vacuum input
- 3 – Двигатель и редуктор привода кривошипно-шатунного механизма | Motor and reduction gear of crank mechanism drive
- 4 – Рама | Carrier frame
- 5 – Форвакуумный спиральный насос | Fore-vacuum spiral pump
- 6 – Высоковакуумный турбомолекулярный насос | High-vacuum turbomolecular pump
- 7, 8, 9 – Клапаны вакуумной системы | Valves of vacuum system
- 10, 11, 12 – Вакуумметрические преобразователи | Vacuum transducers
- 13 – Блок управления | Control unit

Рис.1. Общий вид трибометрического стенда
Fig.1. General view of the tribometric bench

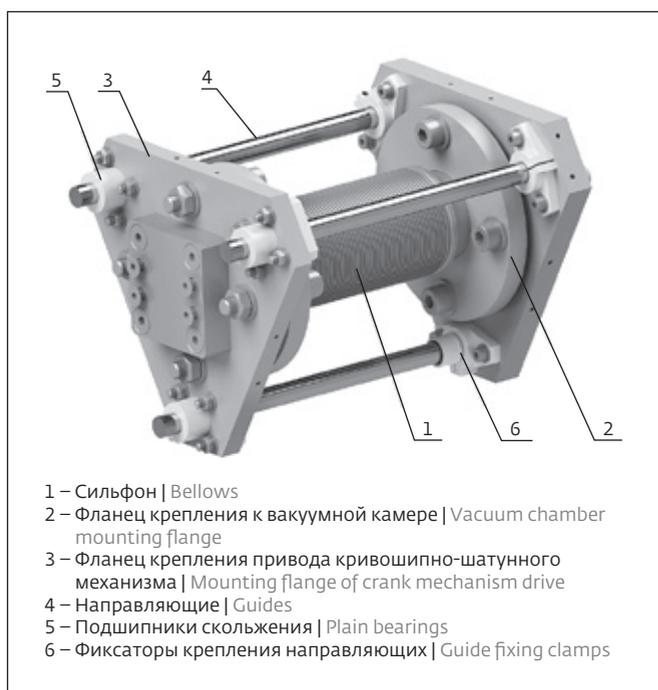


Рис. 2. Механизм линейного перемещения с вводом в вакуум
 Fig. 2. Linear motion mechanism with vacuum input

стороне стенда (со смотровым окном) и на тыльной – для обеспечения доступа к испытательному блоку при монтаже исследуемых образцов, а также проведения операции тарировки измерительной системы. Вакуумная система стенда собрана на базе спирального насоса (5) НВСП-35 (АО "Вакууммаш") и турбомолекулярного насоса (6) ВГТН-150 (ВЦМО). Для коммутации магистралей вакуумной системы использованы электропневматические клапаны (7, 8). Для контроля давления в вакуумной системе используются вакуумметры с манометрическими преобразователями (10-12) отечественного производства.

Для передачи возвратно-поступательного движения на предметный столик, расположенный внутри вакуумной камеры, был разработан вакуумный ввод движения на основе сильфона (рис. 2). Сильфон (1) соединяется с вакуумной камерой при помощи фланца (2). Возвратно-поступательное перемещение обеспечивается приводом на основе шагового двигателя с редуктором и кривошипно-шатунного механизма, шток которого присоединяется к подвижному фланцу (3), который на подшипниках скольжения (5) перемещается по направляющим (4), закрепленным в фиксаторах (6).

Трибометрическая система стенда (рис. 3) располагается в центре вакуумной камеры на постаменте, закрепленном на нижнем

and radiation, the use of traditional liquid lubricants and greases is unacceptable; these conditions require solid lubricants and coatings, namely, the coatings based on molybdenum disulphide (MoS_2) are most common. In this connection, the LLC "Electrovacuum Technologies" specialists developed and manufactured a specialised high-vacuum tribometric stand for high-temperature tests, as well as developed and studied thin-film solid-lubricant MoS_2 -coatings formed by magnetron deposition.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

The stand design is based on a scheme that provides a standardised method of testing for reciprocating ball sliding on a plane (ASTM G133-05).

Tribometric stand (Fig. 1) is assembled on carrier frame (4) and includes a cylindrical vacuum chamber (1) with a testing unit of tribometric system for testing samples located inside. The flanges of the chamber are connected to the nozzles and angular valve-shutter (7) of vacuum system, as well as a vacuum inlet incorporating a mechanism of reciprocating motion transfer (2) to the test block slide with a drive based on stepper motor and gearbox (3) with crank mechanism. The chamber contains two doors: on the front side of the test bench (with a viewing window) and on the back side – to provide access to the test unit when mounting the test specimens, as well as to perform calibration of the measuring system. The vacuum system of the test stand is based on the spiral pump (5) NVSp-35 (SC Vakuummash) and turbomolecular pump (6) VGTN-150 (VMC). Electro-pneumatic valves (7, 8) are used for switching of the vacuum system lines. Vacuum gauges with manometric transducers (10-12) of domestic production are used to control pressure in the vacuum system.

To transfer the reciprocating motion to the object stage inside the vacuum chamber, a bellows-based vacuum motion input was developed (Fig. 2). Bellows (1) is connected to the vacuum chamber by a flange (2). The reciprocating movement is provided by an actuator based on a stepper motor with a reduction gear and a crank mechanism which rod is connected to the movable flange (3), which moves along guides (4) fixed in clamps (6) on slide bearings (5).

Tribometric system of the stand (Fig. 3) is located on a pedestal mounted on the bottom flange in the centre of the vacuum chamber. The object stage (1) with the specimen (2) mounted on it is installed on the movable platform (3) which is supported on the body with bushings (13) sliding along cylindrical guides (12). The measuring system includes a measuring bar (4). A rod (6) is attached to the end of the measuring bar (5) and a counterbody is inserted into

фланце. Предметный столик (1) с закрепленным на нем исследуемым образцом (2) установлен на подвижной платформе (3), которая опирается на корпус с втулками (13), скользящими по цилиндрическим направляющим (12). Измерительная система включает измерительную стойку (4). На конце измерительной балки (5) крепится стержень (6), в его отверстие вставляется контртело, которое приводится в контакт с исследуемым образцом. На стержень нанизывается груз (9) для создания нормальной силы и необходимых контактных напряжений в контакте "шар-плоскость". Равновесие ненагруженной балки обеспечивается грузами-противовесами (7), закрепленными на противоположной от стержня стороне. Сила трения, возникающая на контакте при перемещении столика с образцом относительно неподвижного контртела, направлена перпендикулярно балке и вызывает деформацию присоединенных к балке тензопластин (8) с приваренными к ним высокотемпературными тензорезисторами, соединенными в мостовую схему. Измерительный тензомост подключается к измерительному контроллеру ZET 058 (ООО "ЭТМС"). Подогрев предметного столика осуществляется патронными нагревателями, размещенными в отверстиях (10) столика. Тепловая развязка между столиком (1) и подвижной платформой (3) обеспечивается керамическими брусками (11). К платформе (3) крепится размещенный в опоре (14) шток (15) для передачи возвратно-поступательного движения от вакуумного ввода движения. В конструкции стенда предусмотрены тепловые развязки и элементы виброизоляции, снижающие величину проходящих внешних колебаний к столику и измерительной стойке.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для нанесения твердосмазочных MoS_2 -покрытий использовалась вакуумная технологическая установка, обеспечивающая откачку рабочей камеры до остаточного давления 10^{-3} Па. Покрытия наносили методом магнетронного распыления MoS_2 -мишени диаметром 75 мм и чистотой 99.72% в режиме постоянного тока. В качестве рабочего газа использовался аргон 99.9995% чистоты. В качестве подложек использовали бронзовые пластины для трибологических испытаний и кремниевые пластины-свидетели с шероховатостью поверхности около 3 нм для измерения толщины полученных покрытий по профилю ступеньки с использованием профилометра-измерителя шероховатости TR220 (Фирма TIME GROUP INC., КНР). Для подготовки ступеньки

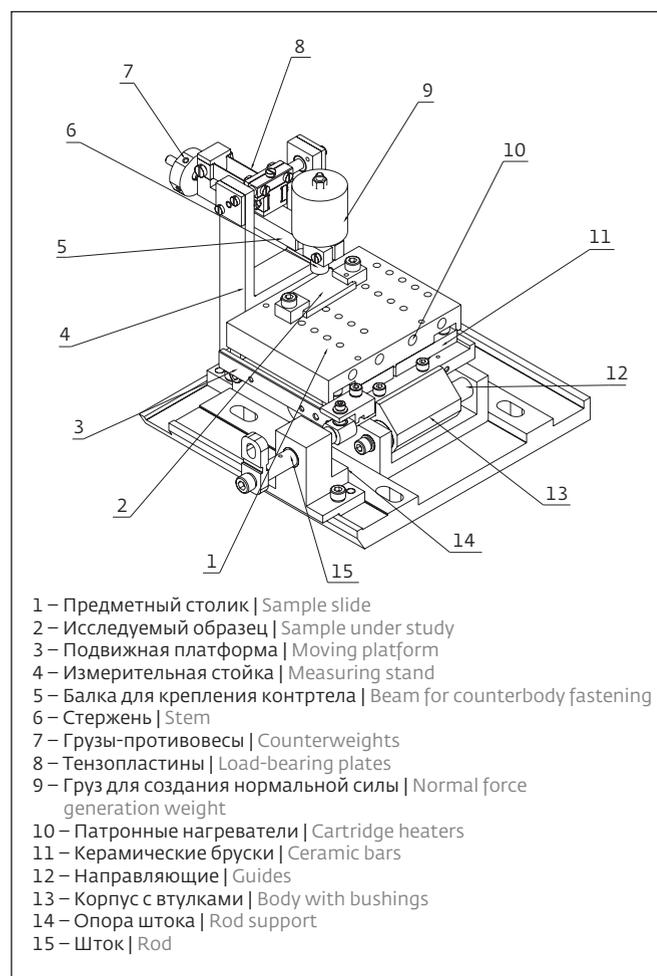


Рис.3. Конструкция трибологической системы стенда
 Fig.3. Construction of tribometric stand system

its hole, which is brought into contact with the sample to be tested. A weight (9) is attached to the rod to create a normal force and the necessary contact stresses in the ball/plane contact. The balance of the unloaded beam is ensured by counterweights (7) attached to the opposite side of the rod. The friction force arising in the contact when moving the stage with the sample relative to the stationary counterbody is perpendicular to the beam and causes deformation of strain plates (8) attached to the beam with high-temperature strain gauges welded to them so as to make a bridge circuit. The measuring strain gauge is connected to the ZET 058 measuring controller (ETMS LCC). The object stage is heated by cartridge heaters placed in openings (10) of the stage. Thermal isolation between stage (1) and movable platform (3) is ensured by ceramic bars (11). The rod (15) placed in the support (14) is attached to the platform (3) to transfer the reciprocating motion from the vacuum input ensuring motion. The

Таблица 1. Режимы магнетронного нанесения твердосмазочных покрытий MoS₂Table 1. Magnetron coating modes for MoS₂ solid-lubricant coatings

№ образца Sample No.	Время осаждения, мин Deposition time, min	Температура подложки, °С Substrate temperature, °C	Ток разряда, А Discharge current, A	Напряжение, В Voltage, V	Давление аргона, Па Argon pressure, Pa	Толщина покрытия, мкм Coating thickness, μm
1	360	250	0,06	430	$5,82 \times 10^{-1}$	4,45
2	360	50	0,05	439	$7,34 \times 10^{-1}$	4,48

на поверхность кремниевых пластин накладывалась маска, после нанесения покрытия маска удалялась.

Перед нанесением MoS₂-покрытий предварительно выполнялась подготовка поверхности подложек методами жидкостной очистки в щелочных растворах в ультразвуковой ванне с промывкой и осушкой. Непосредственно перед нанесением покрытия поверхности образцов обрабатывались ионным пучком с помощью автономного источника ионов. Были получены образцы покрытий с использованием подогрева (250 °С) и без подогрева (температура подложки составляла около 50 °С). Расстояние между мишенью и подложкой составляло 95 мм. Режимы осаждения покрытий для подготовленных образцов приведены в табл.1.

Трибологические испытания проводили при нагреве бронзовых образцов с покрытиями до 250 °С. На протяжении испытаний значение температуры находилось в диапазоне 247–255 °С. Датчик температуры (Pt100) крепился непосредственно на исследуемой поверхности образца. Давление в камере поддерживалось на уровне ниже 10⁻² Па. Возвратно-поступательное перемещение столика осуществлялось на частоте 0,5 Гц, средняя скорость линейного перемещения образца относительно контртела – 5 мм/с. В качестве материала контртела выступали стержни из стали 316L с полусферой диаметром 3 мм на конце. Нагрузка на контртело обеспечивала максимальную величину напряжений по Герцу на контакте около 1,04 ГПа (расчетное значение, расчеты проводили по формулам, приведенным в [1]). В расчетах использовали модули упругости материалов для температуры 250 °С.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные образцы с покрытиями испытывали на указанных выше режимах до полного износа, который определяли по росту коэффициента трения до значений, характерных для бронзы без покрытия. После испытаний на дорожках

construction of the stand includes thermal decouplers and vibration isolation elements that reduce the magnitude of external vibrations passing to the table and the measuring columns.

EXPERIMENT

For the application of MoS₂ solid-lubricant coatings, a vacuum process unit was used which provided evacuation of the working chamber to a residual pressure of 10⁻³ Pa. Coatings were applied by magnetron sputtering of a dia 75 mm and 99.72% purity MoS₂ target under DC mode. Argon of 99.9995% purity was used as the working gas. Bronze plates for tribological tests and silicon witness wafers with surface roughness of about 3 nm were used as substrates to measure thickness of obtained coatings by step profile using TR220 roughness profilometer (TIME GROUP INC., PRC). A mask was applied to the surface of silicon wafers to prepare the step, and the mask was removed after coating.

Prior to application of the MoS₂ coating, the substrate surfaces were pretreated by liquid cleaning in alkaline solutions in an ultrasonic bath with rinsing and drying. Immediately prior to coating, sample surfaces were treated with an ion beam using an autonomous ion source. Coating samples were obtained using heating (250 °C) and without heating (substrate temperature was about 50 °C). The distance between target and substrate was 95 mm. The coating deposition modes for the prepared samples are shown in Table 1.

Tribological tests were carried out by heating the coated bronze samples to 250 °C. The temperature value was in the range of 247–255 °C throughout the test. A temperature sensor (Pt100) was attached directly to the test surface. The pressure in the chamber was maintained below 10⁻² Pa. The reciprocating movement of the stage was carried out at a frequency of 0.5 Hz, the average linear displacement rate of the sample relative to the counterbody was 5 mm/s. The counterbody material was 316L steel rods with a hemisphere dia. 3 mm at the end. The counter-body load provided a maximum Hertz-stress

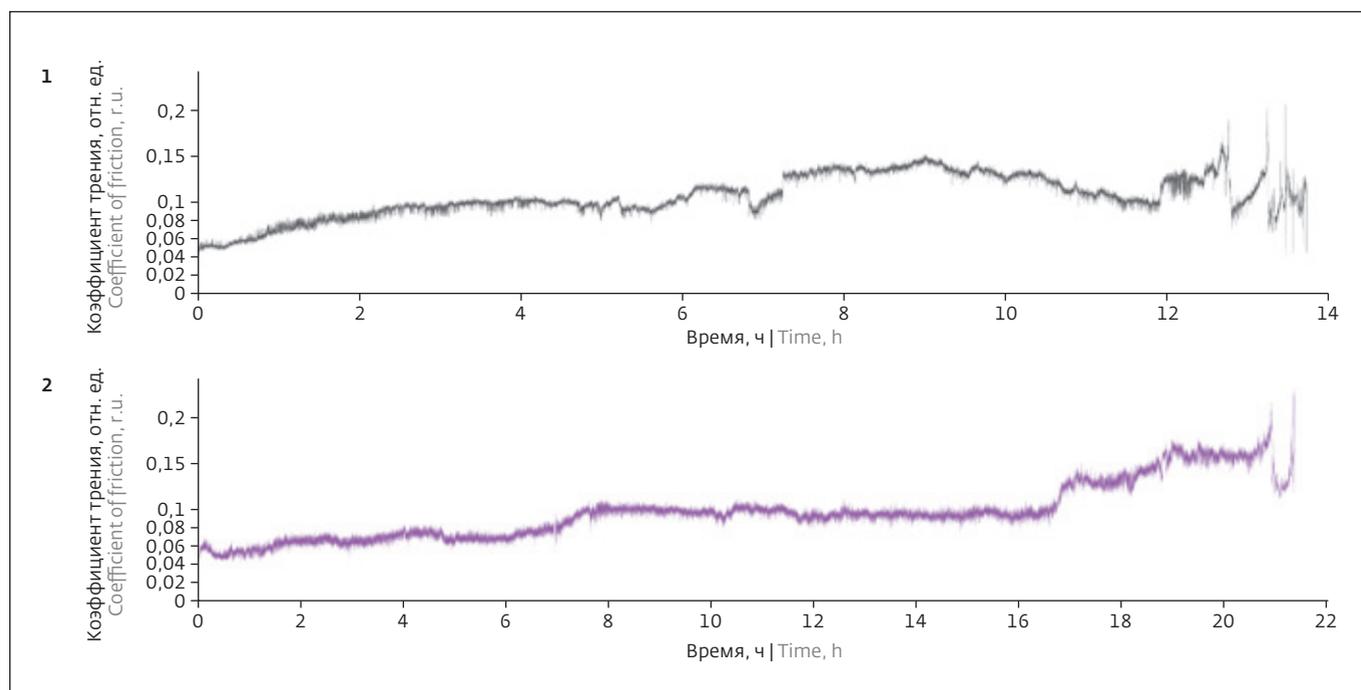


Рис.4. Сводные графики изменения коэффициента трения MoS_2 -покрытий на образцах № 1 и 2 на протяжении полного цикла испытаний

Fig.4. Summary plots of MoS_2 coating friction coefficient changes for on samples No. 1 and 2 over the full test cycle

трения была видна бронза. Испытания каждого образца проводили в течение трех рабочих дней (6–8 ч в день – время испытания), с остановками, при этом до следующего испытания образцы оставались в камере, в условиях вакуума. На рис.4 приведены сводные графики изменения коэффициента трения MoS_2 -покрытий на образцах № 1 и 2 на протяжении полного цикла испытаний.

Результаты свидетельствуют о более высоких трибологических характеристиках образца № 2 с MoS_2 -покрытием, нанесенным без подогрева подложки. На протяжении 7 ч для образца № 2 коэффициент трения не превышал значения 0,08, а далее, в течение еще 10 ч его значение составляло около 0,1, время до полного износа – более 20 ч. В отношении образца № 1 можно отметить более низкую стабильность трения, коэффициент трения в течение трех часов вырос до 0,1, с ростом от 0,1 до 0,15 на участке с 6-го по 12-й час. Ресурс покрытия на образце № 1 составил менее 13 ч.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, результаты проведенных исследований свидетельствуют о работоспособности принятых при проектировании станда решений. Вакуумная система станда обеспечивает вакуум

value at the contact of about 1.04 GPa (calculated value; calculations were made according to the formulas given in [1]). The calculations used the elastic moduli of the materials for a temperature of 250 °C.

RESULTS AND DISCUSSION

The coated specimens were tested under above modes until complete wear which was determined by increasing the friction coefficient to values characteristic of uncoated bronze. After testing, bronze was visible on the friction paths. Each specimen was tested over three working days (6–8 hours per day – test time), with stops, with the specimens remaining in the chamber, under vacuum conditions, until the next test. Figure 4 shows summary plots of the change in friction coefficient of the MoS_2 -coatings on specimens No.1 and No.2 over the full test cycle.

The results show the higher tribological performance of MoS_2 -coated sample No.2 without substrate heating. During seven hours the coefficient of friction for sample No.2 did not exceed the value of 0.08, and, then, for another 10 hours its value was about 0.1 time to complete wear – more than 20 hours. For specimen No.1 friction coefficient was less stable, increasing to 0.1 during 3 hours, rising from 0.1 to 0.15 at 6 to 12 hours. The coating life on sample No.1 was less than 13 hours.

в камере до 10^{-5} Па. Существующая система нагрева образцов обеспечивает их подогрев до 300 °С в условиях вакуума, и это ограничение связано с конструкцией используемых патронных нагревателей малого диаметра (6 мм). При замене нагревателей на более высокотемпературные возможно обеспечить нагрев образцов до 450 °С.

Результаты трибологических исследований образцов с покрытиями свидетельствуют о более высоких характеристиках и ресурсе покрытия № 2, нанесенного без подогрева подложки.

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Peter J. Blau. Friction Science and Technology from Concepts to Applications. CRC Press, 2008, p. 420.

Декларация о конфликте интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

CONCLUSIONS

Thus, the research results indicate performance of the solutions adopted in the design of the test stand. The vacuum system of the stand provides vacuum in the chamber up to 10^{-5} Pa. The existing system of heating samples provides their heating up to 300 °C under vacuum conditions, and this limitation is related to the design of the used cartridge heaters of small diameter (6 mm). By replacing the heaters for higher temperature ones, it is possible to heat samples up to 450 °C.

The results of the tribological tests of the coated samples show the higher performance and service life of coating No. 2, applied without substrate heating.

PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

Declaration of Competing Interest. The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



Юрген Бёккер
СПЕКТРОСКОПИЯ

Москва: ТЕХНОСФЕРА, 2021. – 528 с., ISBN 978-5-94836-220-5

Цена 760 руб.

Спектроскопия как средство описания атомов, ионов и молекул с помощью типовых длин волн, измеряемых при возбуждении, принадлежит сегодня к важнейшим и самым распространенным методам инструментальной аналитики. Специальные измерительные устройства, в том числе абсорбционные и эмиссионные спектрометры, обеспечивают точное определение количественного и качественного состава газообразных, жидких и твердых веществ.

В книге дается обзор разных методов атомной и молекулярной спектроскопии и рассматриваются многие аналитические проблемы, решаемые в лабораториях промышленных предприятий, в естественнонаучных и технических учреждениях, а также проблемы изучения и защиты объектов окружающей среды. В книге представлена широкая гамма существующих методов исследования, а также перечень приборов с руководством по их применению.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

125319, Москва, а/я 91; тел.: +7 495 234-0110; факс: +7 495 956-3346; e-mail: knigi@technosphere.ru; sales@technosphere.ru

31.10–03.11.2022

www.chemistry-expo.ru



25-я юбилейная
международная
выставка химической
промышленности
и науки

ХИМИЯ

КНИМИА



Иновации
и современные
материалы



Нефтегазохимия



Startup ChemZone



Автоматизация
и цифровизация
производства



Химмаш. Насосы



Хим-Лаб-Аналит



Зеленая химия



Индустрия пластмасс



Защита от коррозии
«КОРРУС»

При поддержке:

- Министерства промышленности и торговли РФ
- ФГУП «НПЦ «Химвест»
- Российского Союза химиков
- ОАО «НИИТЭХИМ»
- Российского химического общества им. Д.И. Менделеева
- Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова
- РХТУ им. Д.И. Менделеева

Под патронатом ТПП РФ

Россия, Москва, ЦВК «ЭКСПОЦЕНТР»

Организатор

12+

Реклама

