

Рыбалко И.Н.,
Полянский А.С.,
Марченко А.Ю.,
Коломиец В.В.

Харьковский национальный технический университет сельского хозяйства имени П. Василенко,
г. Харьков, Украина,
E-mail: kafedraTSRP@i.ua

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ЗАЩИТНЫХ ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК, ФОРМИРУЕМЫХ ПРИ ТРЕНИИ

УДК 620.1

Предложен способ оценки толщины защитных пленочных покрытий, который рекомендуется проводить на основе определения изменения концентрации железа, имеющий место при трении с модифицирующими добавками. Метод позволяет оценивать долю компонентов в пленках вторичных защитных структур и определять степень их неоднородности как по составу, так и изменению толщины.

Ключевые слова: оксидные плёнки, трение, смазка, электронометаллографические исследования, граничное трение, концентрация компонентов.

Вступление. Анализ научной, технической и патентной информации показал, что основное внимание исследователей было сосредоточено на проблемах трения, износа и смазки в слабонагруженных парах трения.

В трибологии устоялось представление о трех уровнях взаимодействия твердых тел при трении: макроуровень, мезоуровень и наноуровень. Подавляющее большинство исследований выполнено на макроуровне [1]. Работы по исследованию трибологических процессов на мезоуровне и тем более на нановорвене единичны. Но без таких исследований прогресс в теории экстремального граничного трения невозможен.

Для понимания различных процессов на фрикционном контакте необходимо знать исходную толщину слоя смазочного вещества, наносимого на трущиеся поверхности. Ясно, что в процессе трения толщина смазочного слоя изменится в десятки раз за счет выдавливания, испарения, деструкции смазочного материала. Тем не менее, знание первичной толщины смазочного материала и её утонение от воздействия нормальных напряжений необходимо.

Толщину смазочных слоев изучали многократно. Для измерения использовали самые различные технические средства контроля: индукционные преобразователи, интерферометры, кондуктометрические и диэлькометрические методы, а также акустические, оптические и механические системы.

Известен способ определения толщины формируемого слоя с низкой теплопроводностью в цилиндрических изделиях [2]. Способ включает теплофизический односторонний периодический тепловой контроль поверхности образца и регистрацию изменения его температуры в зонах исследования. При этом, определяют разность фаз между колебаниями теплового потока и температурой слоя.

Для измерения используют оборудование с источником энергии, соединенное с модулятором теплового потока, датчиком инфракрасного излучения, потенциометром постоянного тока, усилителем и шлейфом осциллографа. Указанные элементы оборудования оценивают тепловой поток, а также переменный сигнал, который является пропорциональным его мощности. Его фиксирует осциллограф. Для определения мощности инфракрасного излучения используют фотодиоды.

Способ направлен на определение толщины пленочных покрытий из металлических сплавов и может быть использован для оценки толщины и состава аморфных пле-

нок с большой долей кислорода, которые формируются на поверхности трения при эксплуатации деталей в условиях смазки.

Также известен способ оценки толщины рабочего слоя с пленочными покрытиями, основанный на использовании метода микротвердости, что позволяет определить его состояние на протяжении всего жизненного цикла эксплуатации деталей в сопряжениях [3]. Для этого проводят серию отпечатков микротвердости и оценивают их характер в различных зонах износа. Под отражением индентора формируются полосы, соответствующие смещению покрытия. По сечению полосы формируются по гипотенузе, и при ее соотношении к катету отпечатка микротвердости, рассчитывают толщину покрытия.

Такой метод также может быть использован для оценки защитных аморфных пленок, формирующихся при трении в среде масел с добавками для повышения эксплуатационной стойкости деталей.

Постановка проблемы. Целью работы являлось разработка способа определения толщины и степени неоднородности защитной пленки, которая формируется при эксплуатации деталей с введением добавок в смазку, а также определением содержания компонентов, которые она усваивает.

Результаты исследований. Наиболее эффективным для оценки содержания компонентов в защитных пленках, которые формируются при трении, является метод микрорентгеноспектрального анализа [4]. При использовании его для анализа с одинаковым зондом пятна анализатора при достаточно большом увеличении объекта исследований заметно изменяется содержание и распределение компонентов, входящих в основной металл детали, изделия. Однако, с уменьшением зоны измерения возможна значительная погрешность и существенная неоднородность результатов по локальному распределению компонентов.

Используя пятно зонда глубиной 3 мкм (\varnothing 6мкм) при статистическом микрорентгеноспектральном анализе на образце после эксплуатации, возможно в различных зонах измерений получить как распределение компонентов, так и рассчитать долю защитной пленки, её толщину относительно содержания компонентов в пятне и сравнить с показателями исходной поверхности. Обеспечить стабильность размера пятна зонда возможно при использовании одинаковой мощности луча.

Для изучения влияния модифицирующей присадки на формирование плёнок вторичных защитных структур анализировали эффективность использования не магнитной составляющей детонационной шихты, полученной от утилизации боеприпасов, содержащей 3,37-3,43% углеродсодержащих фаз (микро- и наноалмазов, небольшую долю графита), 3,14% Си и остальное – железо. Такую присадку вводили в масло в количестве 20-30%.

Анализ поверхности трения показал, что она, при введении добавок, имеет выглаженный вид с отдельными царапинами (соответствует пленочному покрытию) (рис.1).

Объединив методы рентгеновской спектроскопии и электрометаллографические исследования [5], рассчитали, что общая доля введенной добавки (наноалмазы, графит, медь) в смазку (отработанное дизельное топливо + солидол) формирует на поверхности трения до 78% упрочняющей пленки.

Сформировавшаяся пленка включает компоненты: S, Si, Al, P, Mg, Cl, K, Ca, C, O, Na (табл. 1). Состав компонентов основного металла представлен отметкой I, пленки - II.

Компоненты, обнаруженные в металле детали это: S, Mn, Si, Al, Cr, C, Fe. При локальном спектральном анализе их доля на поверхности с пленочным покрытием снижается потому, что зонд отражает уменьшенную концентрацию основного металла (за счет вклада пленки). На основе такого анализа установили, что наиболее стабильным показателем для оценки толщины пленки, которая формируется при трении, является изменение концентрации железа (табл. 2).

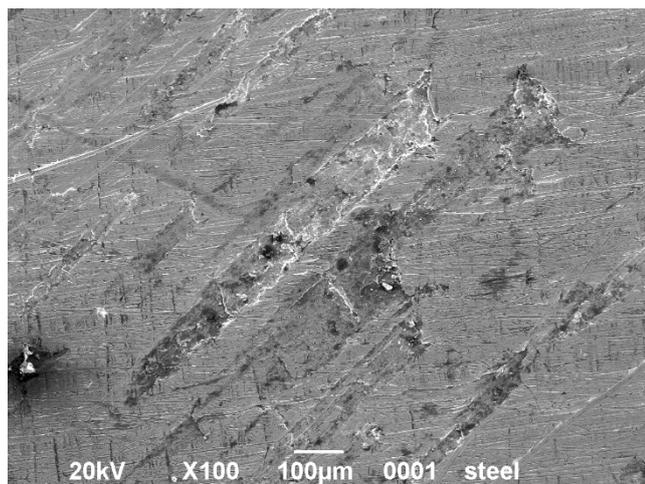


Рис. 1 – Поверхність трення різьбового з'єднання

Таблиця 1

Химический состав основного металла и плёнки

Компонент	Зони анализа	Границы значений микрорентгеноспектрального анализа, среднее в зоне, %	Среднее по всем зонам анализа, %	Общий спектральный анализ всей поверхности, %
1	2	3	4	5
S	I	<u>0,05</u> 0,05	0,06	0,09
	II	<u>0,05-0,11</u> 0,07		
Mn	I	<u>1,27-1,34</u> 1,29	1,19	1,18
	II	<u>1,04-1,12</u> 1,09		
Si	I	<u>0,19-0,25</u> 0,22	0,24	0,44
	II	<u>0,16-0,45</u> 0,26		
Al	I	<u>0,06-0,12</u> 0,1	0,29	0,35
	II	<u>0,14-1,29</u> 0,49		
P	I	0	0,038	0,03
	II	<u>0,04-0,19</u> 0,075		
Cr	I	<u>0,23-0,27</u> 0,24	0,225	0,26
	II	<u>0,18-0,25</u> 0,21		
Mg	I	0	0,113	0,04
	II	<u>0-1,13</u> 0,032		
Cl	I	0	0,65	0,10
	II	<u>0,07-0,20</u> 0,13		

1	2	3	4	5
К	I	0	0,025	0,04
	II	$\frac{0,04-0,06}{0,05}$		
Ca	I	0	0,085	0,32
	II	$\frac{0,13-0,23}{0,17}$		
Ti	I	0	0	No
	II	0		
C	I	$\frac{8,51-12,11}{10,64}$	17,56	14,25
	II	$\frac{20,55-28,86}{24,47}$		
O	I	$\frac{0,53-1,12}{0,91}$	2,695	7,57
	II	$\frac{4,36-5,81}{4,48}$		
Na	I	0	0,15	0,29
	II	$\frac{0,24-0,35}{0,3}$		
Fe	I	$\frac{84,81-89,15}{86,57}$	76,14	74,93
	II	$\frac{58,55-72,15}{65,7}$		
Cu	распределено неравномерно		0,12	

Анализом установлено, доля железа при формировании пленки существенно уменьшается (до ~ 20%).

Таблица 2

Средняя толщина защитных плёнок в зависимости от содержания железа

Толщина защитной пленки, мкм		Средняя доля железа, согласно локального анализа, %	Средняя доля железа, согласно спектрального анализа, %
Минимальная	0,32	72,15	74,93
Максимальная	1,34	58,55	
Средняя	1,217	65,7	

Расчет проводили с учетом того, что форма пятна при микрорентгеноспектральном анализе равна $\frac{1}{2}$ размера круга \varnothing бмкм, а его площадь оценивается как $\pi r^2 = 3,14 \cdot 9 = 28,26 \text{ мкм}^2$. При этом, $\frac{1}{2}\pi r^2 = 14,13 \text{ мкм}^2$ соответствует площади пятна зонда. Исходя из данных спектрального анализа металла, при котором установлена средняя доля Fe=74,93% в площади пятна, равная 14,13 мкм^2 , рассчитали среднюю толщину пленок. Разница между средней концентрацией железа в исходном металле составляет (74,93%) и с пленкой (65,7%), а между ними - 9,23% (см. табл. 2). Таким образом, средняя толщина равна 1,217мкм. Расчеты изменения защитных пленок также приведены в этой таблице. Показано, что минимальная толщина защитной пленки достигает 0,32мкм, а максимальная - 1,34мкм. Оценивая среднюю толщину пленки, имеет место представление об их распределении на поверхности трения. Оценку можно проводить и по другим компонентам (C, O при таких же примесях), учитывая разницу между ними в исходном металле и в металле после эксплуатации (испытаний) с формированием пленок. Оцени-

вать по другим основным компонентам, которые входят в состав металла, не всегда целесообразно в связи с тем, что они склонны к ликвации и формированию неметаллических включений и карбидов, например, Mn, Cr.

Выводы. Таким образом, рекомендуется способ оценки толщины защитных пленочных покрытий, который следует проводить на основе определения изменения железа, имеющий место при трении с модифицирующими добавками. Метод позволяет оценить долю компонентов в пленках и степень их неоднородности как по составу, так и изменению толщины защитной вторичной структуры.

Метод особенно эффективен для подбора новых типов модифицирующих добавок к маслам и оценки содержания компонентов, входящих в пленки, которые формируются при эксплуатации деталей.

Литература

1. Трение, изнашивание и смазка. Справочник. / Под редакцией И.В. Крагельского - М.: Машиностроение, 1979.- 358 с.
2. Патент 2023237 Российская Федерация МПК G01B21/08. Способ определения толщины слоя материала./ Корнеев В.Д. Заявитель Пермское высшее военное командно-инженерное училище ракетных войск. Патентообладатель Корнеев В.Д. - № 4891759/28. заявл. 17.12.1990, опубл. 15.11.1994
3. Патент №99408 України, МПК (2006.01) G01B 21/08.Спосіб оцінки зносу і залишкової товщини робочого шару деталей з плівковими покриттями. /Т.С. Скобло, А.В. Плугатарев, А.И. Сидашенко, Н.С. Пасько, О.Ю. Клочко, С.П. Романюк; заявник та патентоутримувач Т.С. Скобло і А.В. Плугатарев. – №u201406168. заявл. 04.06.2014.; опубл. 10.06.15., Бюл. № 11
4. О причинах трещинообразования в корпусных отливках сельскохозяйственных машин / Т.С. Скобло, А.И. Сидашенко, А.В. Сайчук, И.Н. Рыбалко, В.В. Телятников // Научно-практический журнал «Агротехника и энергообеспечения». - Орёл, 2015. - №2 (6). - С. 6-14.
5. Патент №107500 Україна, МПК G01B 21/8 (2006.01) Спосіб визначення товщини захисних оксидних плівок, що формуються при терті / Т.С. Скобло, О.Ю. Марченко, О.І. Сідашенко, І.М. Рибалко, Є.А. Сатановський, О.К. Олейник, О.В. Марков; заявник та патентоутримувач Т.С. Скобло. - u 2015 12140. заявл. 07.12.15.; опубл. 10.06.16., Бюл. № 11.

Summary

Rybalko I., Poljansky O., Marchenko A., Kolomic V. Determination of thickness of protective oxide films formed by friction

A method for estimating the thickness of protective film coatings is proposed, which is recommended to be carried out on the basis of the determination of the change in the concentration of iron that occurs when rubbing with modifying additives. The method makes it possible to estimate the fraction of components in the films of secondary protective structures and to determine the degree of their heterogeneity both in composition and in thickness variation.

Keywords: *oxide films, friction, lubrication, electronometallographic studies, boundary friction, concentration of components.*

References

1. Trenie, iznashivanie i smazka. Spravochnik. / Pod redakciej I.V. Kragel'skogo - M.: Mashinostroenie, 1979.- 358 s.
2. Patent 2023237 Rossijskaya Federaciya MPK G01B21/08. Sposob opredeleniya tolshchiny sloya materiala./ Korneev V.D. Zayavitel' Permskoe vysshee voennoe komandno-inzhenernoe uchilishche raketnyh vojsk. Patentoobladatel' Korneev V.D. - № 4891759/28. zayavl. 17.12.1990, opubl. 15.11.1994
3. Patent №99408 Ukraina, MPK (2006.01) G01V 21/08.Sposib ocinki znosu i zalishkovoï tovshchini robochogo sharu detalej z plivkovimi pokrittyami. / T.S. Skoblo, A.V. Plugatarev, A.I. Sidashenko, N.S. Pas'ko, O.YU. Klochko, S.P. Romanyuk; zayavnik ta patentoutrimuvach T.S. Skoblo i A.V. Plugatarev. – №u201406168. zayavl. 04.06.2014.; opubl. 10.06.15., Byul. № 11
4. O prichinah treshchinoobrazovaniya v korpusnyh otlivkah sel'skohozyajstvennyh mashin / T.S. Skoblo, A.I. Sidashenko, A.V. Sajchuk, I.N. Rybalko, V.V. Telyatnikov // Nauchno-prakticheskij zhurnal «Agrotekhnika i ehnergoobespecheniya». - Oryol, 2015. - №2 (6). - S. 6-14.
5. Patent №107500 Ukraina, MPK G01B 21/8 (2006.01) Sposib viznachennya tovshchini zahisnih oksidnih plivok, shcho formuyut'sya pri terti / T.S. Skoblo, O.YU. Marchenko, O.I. Sidashenko, I.M. Rybalko, Є.A. Satanovs'kij, O.K. Olejnik, O.V. Markov; zayavnik ta patentoutrimuvach T.S. Skoblo. - u 2015 12140. zayavl. 07.12.15.; opubl. 10.06.16., Byul. № 11.