

На правах рукописи



Сошина Татьяна Олеговна

**РАЗРАБОТКА МНОГОСЛОЙНЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ
ЧЕРЕДУЮЩИХСЯ ПО СОСТАВУ И СТРОЕНИЮ СЛОЕВ НИТРИДОВ
ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ С ГРАДИЕНТОМ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ
СВОЙСТВ**

05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет»

Научный руководитель:

доктор технических наук, доцент
Каменева Анна Львовна

Официальные оппоненты:

Лахоткин Юрий Викторович,
доктор химических наук, старший научный
сотрудник, Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки «Институт
физической химии и электрохимии имени
А.Н. Фрумкина Российской академии наук»,
заведующий лабораторией гетерогенного
синтеза тугоплавких соединений

Федоров Сергей Вольдемарович,
кандидат технических наук, доцент,
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Московский государственный
технологический университет «СТАНКИН»,
доцент кафедры высокоэффективных
технологий обработки

Ведущая организация:

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования «Московский
государственный машиностроительный
университет (МАМИ)», г. Москва

Защита состоится «19» ноября 2015 г. в 16³⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.173.13 в Новосибирском государственном техническом университете по адресу: 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Новосибирского государственного технического университета:

http://www.nstu.ru/science/dissertation_sov/dissertations/view?id=15261.

Автореферат разослан «___» сентября 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Тюрин Андрей Геннадиевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Производительность процесса обработки и получение деталей требуемой формы и размеров определяются качеством режущего инструмента и фрикционных пар. Наиболее актуально повышение стойкости инструмента и пар трения в случае применения станков с числовым программным управлением, выполняющих многоинструментальную, высокоскоростную и высокоточную обработку.

Поверхность сильно нагруженного режущего инструмента и фрикционных пар, работающих в условиях абразивного износа и агрессивных сред, должна обладать комплексом функциональных свойств: физико-механических, антифрикционных, коррозионных, износо-, тепло-, ударо-стойких. В России и за рубежом для решения данной проблемы на поверхность инструмента и фрикционных пар наносят многофункциональные многослойные пленки. Для различных отраслей промышленности наиболее широко используются многослойные пленки на основе $Ti-Al-N$, формируемые ионно-плазменными методами: электродуговым испарением, магнетронным распылением на постоянном токе, а также высокочастотным и импульсным магнетронным распылением. Несмотря на многолетний опыт применения ионно-плазменных методов, осталась нерешенной проблема получения многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$ со стабильными свойствами при температурах ниже 573 К.

Пленки $Ti-Al-N$, формируемые электродуговым испарением, имеют высокую шероховатость поверхности и неоднородность строения вследствие образования капельной фазы, как в теле, так и на поверхности пленки. Высокие температуры процесса электродугового испарения (более 723 К) существенно снижают механические свойства большинства инструментальных сталей.

Ограниченная температура процесса осаждения осложняет формирование пленок $Ti-Al-N$ методами высокочастотного магнетронного распыления и магнетронным распылением на постоянном токе. Недостаточность температурных условий для протекания плазмо-химических реакций между молекулярным азотом, алюминием и титаном приводит к формированию нестехиометрического состава, нестабильной структуры и свойств осаждаемых пленок $Ti-Al-N$. Формируемые в таких условиях пленки $Ti-Al-N$ слабо текстурированы и имеют низкую адгезионную прочность. Получение пленок $Ti-Al-N$ магнетронным распылением на постоянном токе осложнено формированием и осаждением на поверхности мишени AlN , который электрически изолирует ее и приводит к возникновению пробоев в вакууме.

Проблемы получения пленок $Ti-Al-N$ при температурах ниже 573 К исключаются в случае осаждения их методом импульсного магнетронного распыления. Использование импульсов высокого напряжения и малой длительности, как во время проведения операции ионной очистки, так и в процессе осаждения пленки $Ti-Al-N$ предупреждает образование микродуг, эрозию мишени и перегрев упрочняемой поверхности.

Актуальной остается задача определения диапазона технологических параметров процесса импульсного магнетронного распыления, при которых формируются многослойные пленки $Ti-Al-N$ с заданными структурой, составом и градиентом высоких функциональных свойств. Недостаточно изучены корреляционные связи фазовых и структурных превращений, строения, напряженного состояния и свойств слоев многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$. Ограничены данные о коррозионных, трибологических и физико-механических свойствах многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$ и их зависимости от состава и структуры.

Степень разработанности темы исследования

Изучением проблем осаждения пленок $Ti-Al-N$ ионно-плазменными методами занимаются ведущие отечественные и зарубежные ученые. Наиболее широко изучено влияние технологических параметров процесса электродугового испарения на структурные и фазовые изменения в пленках $Ti-Al-N$, их свойства, дефекты строения. Данным исследованиям посвящены труды отечественных и зарубежных ученых А.Д. Погребняка, В.А. Белоуса, В.В. Васильева, Е.Н. Решетняка, В.Е. Стрельницкого, И.И. Аксёнова, А.А. Андреева, В.М. Шулаева, В.П. Табакова, А.В. Циркина, *J.M. Castanho, A.E. Santana, A. Karimi, C. Chokwatvikul, A.R. Shetty, N. Norrby, G.P. Zhang, X.Q. Wang, F. Aliaj* и др. В работах авторов: В.П. Сергеев, М.В. Федорищева, А.В. Воронов, А.И. Кузьмичев, Г.А. Прибытков, *S.K. Wu, S. Danismani, R. Kumar, K. Chakrabarti, Barshilia, L. García-González, C. Höglund, N. Kumari, G. A. El –Awadi, J. Musil, N. Sheng, H. Polakova, J. Weichart, D. Holec, P.H. Mayrhofer* и др. описаны структурные и фазовые превращения, их влияние на свойства пленок $Ti-Al-N$, сформированных методами высокочастотного и магнетронного распыления на постоянном токе. Литературный обзор глубиной более 10 лет показал, что исследования, основанные на использовании метода импульсного магнетронного распыления, составляют не более 10% от общего числа работ. Следует отметить работы Ю.В. Агабекова, А.Е. Сергеева, *M. Keunecke, E. Altuncu, S. Khamseh, A.R. Shetty, A. Fawad, M. Astrand*.

Более 80 % работ освещают результаты использования ионно-плазменных методов осаждения пленок $Ti-Al-N$ при температурах 723 К и выше. Осаждению пленок $Ti-Al-N$ при температурах 573 К и ниже посвящены исследования *A.A. Андреева, В.М. Шулаева, В.В. Васильева, В.Е. Стрельницкого, M. Keunecke, S.K. Zhang, F. Quesada, A.-L. Larsson, L. García-González, C. Barshilia, J. Musil, M. Astrand*. Частично описаны исследования фазового и элементного состава пленок $Ti-Al-N$, формируемых при этих температурах. Практически отсутствуют комплексные исследования влияния состава, структуры, напряженного состояния на физико-механические, трибологические и коррозионные свойства многослойных пленок $Ti-Al-N$.

Цель работы заключается в разработке многослойных пленок $Ti-Al-N$ на основе чередующихся по строению, фазовому и элементному составу слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN с градиентом трибологических, физико-механических и коррозионных свойств.

Для достижения цели в работе решались следующие задачи:

1 Установить зависимости морфологии и топографии поверхности, фазового и элементного состава, строения, структурного и напряженного состояния пленок $Ti-Al-N$ от технологических параметров процесса импульсного магнетронного распыления.

2 Установить закономерности влияния морфологии и топографии поверхности, фазового и элементного состава, строения, структурного и напряженного состояния пленок $Ti-Al-N$ на их трибологические, коррозионные, физико-механические и адгезионные (функциональные) свойства.

3 Разработать многослойные пленки $Ti-Al-N$ на основе чередующихся по составу и структуре $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN слоев с градиентом стабильных функциональных свойств.

4 Разработать технологические основы получения многофункциональных многослойных пленок на основе чередующихся $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN слоев.

5 Провести апробацию технологии упрочнения режущего инструмента и фрикционных пар на промышленных предприятиях.

Научная новизна

1 Установлено, что величина поляризационного сопротивления многослойной пленки $Ti-Al-N$ в условиях воздействия агрессивной среды 0,3% $NaCl$ зависит от сочетания объемных долей фаз $c-AlN$ и $Ti_3Al_2N_2$, содержания алюминия в поликристаллических слоях $Ti_{1-x}Al_xN$ и морфологии поверхности. Лучшей коррозионной стойкостью в данной среде обладает плотный бездефектный поликристаллический слой $Ti_{0,38}Al_{0,52}N$ с объемными долями фаз $c-AlN$ и $Ti_3Al_2N_2$, 25% и 65% соответственно. Скорость снижения поляризационного сопротивления слоев $Ti_{1-x}Al_xN$ во времени определяется размером кристаллитов входящих фаз. Введение в состав многослойной пленки промежуточного нанокристаллического слоя AlN способствует повышению ее коррозионной стойкости.

2 Нанокристаллический слой $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ многослойной пленки $Ti-Al-N$ с максимальной степенью текстурированности, объемной долей фазы $Ti_3Al_2N_2$ более 86 %, минимальным размером кристаллитов, низкой шероховатостью поверхности и высокими физико-механическими свойствами уменьшает коэффициент трения скольжения, интенсивность износа контртела и многослойной пленки $Ti-Al-N$ в условиях сухого трения. Формирование фазы $w-AlN$ значительно повышает склонность пленки $Ti-Al-N$ к схватыванию. Промежуточный нанокристаллический слой $TiN_{н.к.}$ обеспечивает в многослойной пленке градиент физико-механических и трибологических свойств.

3 Чередование поликристаллического $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$ и нанокристаллических $Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, $AlN_{н.к.}$, $TiN_{н.к.}$ слоев заданного состава и строения сообщает многослойной пленке $Ti-Al-N$ градиент трибологических, физико-механических, коррозионных свойств и повышает ее стойкость в условиях сухого и жидкостного прерывистого резания и комплексного воздействия фрикционных нагрузок, коррозионной среды $NaCl$ и температуры.

4 Экспериментально установлены технологические условия протекания плазмохимических реакций в условиях ограниченной температурной активации подложки, при которых формируется текстурированная нанокристаллическая пленка $Ti-Al-N$ стехиометрического состава со стабильной структурой, высоким содержанием термически стабильной фазы $Ti_3Al_2N_2$ и плотной бездефектной поверхностной структурой.

Теоретическая и практическая значимость работы

1 Определены фазовый и элементный состав, строение, структурное состояние слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, сообщающих многослойной пленке заданный комплекс высоких физико-механических, трибологических, ударостойких и коррозионных свойств. Полученные результаты могут быть востребованы при разработке новых решений, направленных на повышение работоспособности многослойных пленок в условиях многофакторных нагрузок.

2 Разработан способ получения многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$, основанный на чередовании слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN , TiN с градиентом структуры и состава и обеспечивающий формирование заданных стабильных функциональных свойств (патент *RU 2533576C1* «Способ получения многослойного многофункционального покрытия»). Выработаны рекомендации по использованию конструкций многослойных пленок в условиях промышленного производства предприятий энергетики, инструментальной промышленности и технологического машиностроения. Стойкость режущего инструмента и фрикционных пар, упрочненных разработанными многослойными пленками, повышена от 1,1 до 6 раз по сравнению с не упрочненным инструментом и металлорежущим инструментом ведущих производителей *Sandvik Coromant* (Швеция), *Deskar* (Китай), *TaeguTec* (Ю. Корея).

3 Научные результаты внедрены и использованы в производственной деятельности предприятий Пермского края. На ООО ИПК «Техноконтроль», ООО «Лысьвенский завод бытовой техники» повышена стойкость фрез, метчиков и сверл из стали Р6М5, испытывающие в условиях прерывистого резания сухой абразивный износ и износ в среде СОЖ (обрабатываемые материалы: 12Х18Н10Т, ст. 08 кп, 40Х, Д16Т, А12, СТЭФ). На ООО «Лысьва-теплоэнерго» многократно увеличена стойкость штоков запорной арматуры паровых котлов, работающих в условиях сухого трения, высоких температур (673 К), перепада давлений (от 1,4 МПа до 4,4 МПа) и воздействия агрессивной среды ($NaCl$) (материал пары трения: сталь 40Х).

Личный вклад автора заключается в постановке задач исследования, обработке, анализе и обобщении полученных результатов, участии и проведении производственных испытаний упрочненного режущего инструмента, фрикционных пар и внедрении разработанных технологий на промышленных предприятиях Пермского края.

Методология и методы исследований

Методы исследований определялись требуемым объемом и достоверностью информации, необходимой для достижения поставленной цели работы. Процесс осаждения пленок $Ti-Al-N$ проведен с использованием отечественной вакуумной

установки *UNICOAT 600* импульсного магнетронного распыления. Исследования структуры, состава и свойств пленок *Ti-Al-N* выполнены в лабораторных условиях на современном специализированном оборудовании. Фазовый состав, структура и напряженное состояние пленок определены с использованием дифрактометра ДРОН-4М. Морфология поверхности, микроструктура изломов, элементный состав пленок изучены на растровом электронном микроскопе *ULTRA 55* с микроанализатором *EDAX*. Подготовка поверхности изломов многослойных пленок проведена на установке ионного травления *Hitachi IM4000*. Топография поверхности изучена на атомно-силовом микроскопе «НаноСкан». Адгезионная прочность пленок определена по величине *SRC* и стандарту *VDI -3198*. Физико-механические свойства пленок установлены методом кинетического наноиндентирования с использованием измерительной системы *FISCHERSCOPE H100C* и *Micro-combi tester*. Трибологические свойства пленок определены на машине трения АЕ-5 по схеме «палец-диск». Коррозионно-электрохимическое поведение пленок изучено на установке *Solartron 1287/1255*.

Положения, выносимые на защиту

1 Результаты исследований зависимости морфологии и топографии поверхности, фазового и элементного состава, строения, структурного и напряженного состояния пленок *Ti-Al-N* от технологических параметров процесса импульсного магнетронного распыления.

2 Совокупность результатов, раскрывающих закономерности влияния состава, строения, структурного и напряженного состояния, характеристик поверхности пленок *Ti-Al-N* на их физико-механические, адгезионные, антифрикционные, износостойкие и коррозионные свойства.

3 Многослойные пленки на основе чередующихся поликристаллического $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$ и нанокристаллических $Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, $AlN_{н.к.}$, $TiN_{н.к.}$ слоев с градиентом фазового, элементного состава и функциональных свойств.

4 Технологические основы процесса импульсного магнетронного распыления многослойных пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN слоев. Результаты промышленных стойкостных испытаний разработанных многослойных пленок и сравнительный анализ с зарубежными аналогами.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность научных результатов, полученных с использованием современного оборудования, методов анализа и обработки экспериментальных данных подтверждается результатами промышленных испытаний и согласованностью с результатами близких по тематике исследований.

Основные результаты работы докладывались на 12 международных научно-практических конференциях: «Нанотехнологии функциональных материалов НФМ'10», Санкт-Петербург, 2010 г.; «Высокие технологии в промышленности России», Москва, 2011 г.; «Освоение минеральных ресурсов Севера: проблемы и решения», Воркута, 2011 г. и 2012 г.; «Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта: теория и практика», Санкт-Петербург, 2012 г.; «Инновационные технологии в машиностроении», Пермь, 2012; «Фундаментальные и прикладные исследования: проблемы и результаты» (ФПИ-

3), (ФПИ-7), Новосибирск, 2013; «Материалы и технологии XXI века», Пенза, 2013; «Научные исследования и их практическое применение. Современное состояние и пути развития '2013», Одесса, 2013; «Современные научные исследования: инновации и опыт», Екатеринбург, 2015; «Актуальные вопросы науки, технологии и производства», Санкт-Петербург, 2015.

В составе творческого коллектива диссертантом выполнялись работы по федеральной целевой программе «Разработка технологии получения высокопрочных наноструктурных конструкционных низкоуглеродистых сталей с износостойкими наноструктурированными покрытиями» (гос. контракт № 01201274914, ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы по научному направлению «Индустрия наносистем».

По теме исследования опубликованы 24 научных работы, в том числе 10 статей (из них 8 статей в ведущих рецензируемых научных журналах из перечня ВАК); 12 – в сборниках международных научно-практических конференций; 1 статья, входящая в базу *Scopus* и 1 патент Российской Федерации на изобретение.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения с общими выводами по работе, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и трех приложений. Общий объем работы: 188 страниц, 93 рисунка, 22 формулы, 48 таблиц, 158 литературных источников.

ОСНОВНОЕ СОДЕЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность выбранной темы диссертационной работы, сформулирована цель и основные задачи исследований, научная новизна и практическая значимость работы. Перечислены положения, выносимые на защиту и личный вклад автора.

В первой главе приведен обзор вакуумных ионно-плазменных методов и оборудования для получения пленок *Ti-Al-N*. Выполнен анализ закономерностей изменения микроструктуры, морфологии, состава, параметров структуры, свойств под влиянием технологических параметров и метода осаждения.

На основании анализа диаграмм состояния установлен комплекс возможных синтезируемых фаз, фазовые равновесия в системе *Ti-Al-N*, определены перспективные к получению термически стабильные фазы. По результатам литературного обзора сформулированы цели и задачи исследования, выбран метод осаждения пленок и определена методика их исследования.

Во второй главе описаны методики проведения эксперимента и исследования строения, структуры, состава и свойств пленок *Ti-Al-N*. Процесс импульсного магнетронного распыления пленок *Ti-Al-N* проведен на вакуумной установке периодического действия *UNICOAT 600* с дуальной магнетронной распылительной системой на основе двух несбалансированных магнетронов в экспериментально определенных диапазонах технологических параметров: давления газовой смеси (P) 0,24...0,28 Па, отрицательного напряжения смещения на подложке (U_{cm}) 40...55 В, содержания азота в газовой смеси (N_2) 7...12 %, мощности магнетронной системы (W) 5...7,5 кВт, разрядного тока на алюминиевой мишени (I_{Al}) 3...16 А. Температура подложки не более 473...573 К.

Методы и оборудование для исследования структуры, состава и свойств пленок *Ti-Al-N* представлены на рисунке 1.

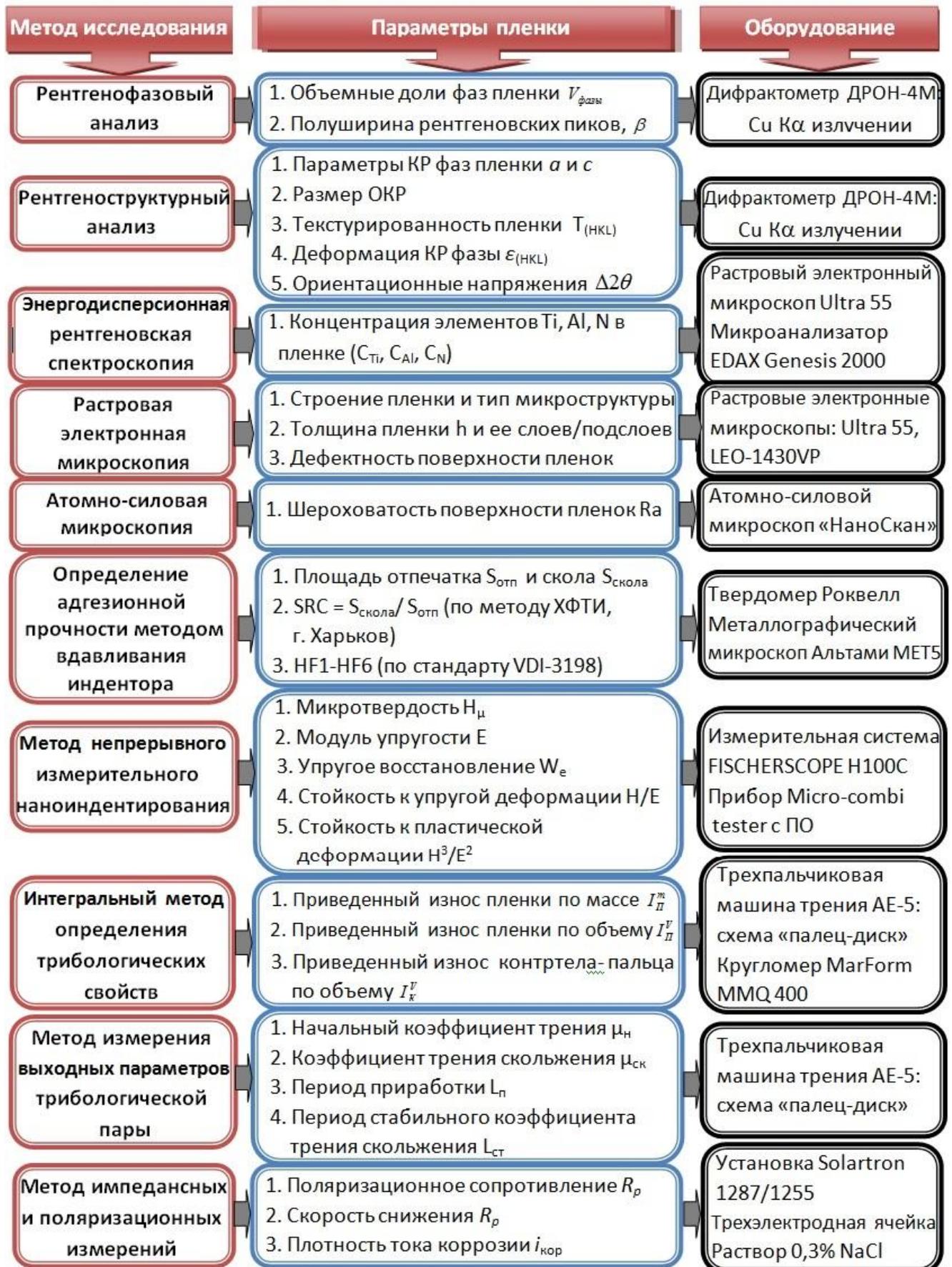


Рисунок 1 - Методы исследования структуры, состава и свойств пленок *Ti-Al-N*

В третьей главе исследовано влияние технологических параметров процесса импульсного магнетронного распыления пленок $Ti-Al-N$ на их фазовый и элементный состав, строение, структурное и напряженное состояние, морфологию, топографию и шероховатость поверхности.

В диапазоне экспериментальных технологических параметров формируется пленка на основе фаз: $(111)c-TiN$, $(111)c-AlN$, $(107)h-Ti_3Al_2N_2$ и $(100)w-AlN$. Увеличение P , U_{cm} , N_2 , W , I_{Al} приводит к росту объемной доли фазы $(107)h-Ti_3Al_2N_2$, увеличению концентрации алюминия в пленке и степени текстурированности пленки (T_{107}); уменьшению параметров КР основной фазы (a и c), микродеформаций КР основной фазы (ϵ), отклонения положения дифракционных пиков относительно аналогичных значений в рентгенограмме порошкового образца стехиометрического состава ($\Delta 2\theta$) (ориентационные напряжения) и размера ОКР пленки. Изменение объемной доли фазы $(111)c-AlN$ носит экстремальный характер. Концентрация азота (C_{N_2}) в пленке в меньшей степени зависит от изменения технологических параметров и остается постоянной 49...55 ат. %. Определен комплекс технологических параметров: $P=0,28$ Па, $U_{cm}=-50$ В, $W=7$ кВт, $N_2=12$ %, $I_{Al}=15$ А, при которых протекает фазовый переход, приводящий к смене основной фазы пленки $(111)c-TiN$ на $(107)h-Ti_3Al_2N_2$. Достижение указанных технологических параметров приводит к формированию пленки состава $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ с максимальной объемной долей фазы $h-Ti_3Al_2N_2$ (86 %) и степенью текстурированности ($T_{107}=0,96$), минимальным уровнем микродеформации КР (0,02 %) и размером ОКР (6 нм). Наибольшая объемная доля алюминий содержащих фаз $c-AlN$ и $h-Ti_3Al_2N_2$ формируется в пленке $Ti_{0,48}Al_{0,52}N$ при $P=0,28$ Па, $U_{cm}=-55$ В, $W=7,5$ кВт, $N_2=12$ %, $I_{Al}=14$ А. При увеличении I_{Al} до 16 А содержание алюминия в пленке $Ti_{1-x}Al_xN$ достигает предельного значения $x=0,6$ для протекания второго фазового перехода со сменой кубической фазы $c-AlN$ на фазу вюрцита $(100)w-AlN$.

Микроструктура пленок $Ti-Al-N$ характеризуется столбчатым нанокристаллическим (н.к.) и поликристаллическим (п.к.) строением (рисунок 2) с размером кристаллитов от 5 нм до 700 нм. Повышение P , U_{cm} , N_2 , W и I_{Al} в изучаемом диапазоне вызывает изменение поверхностной структуры пленок $Ti-Al-N$ от глобулярной и неравномерной крупноячеистой до плотной равномерно зернистой и снижение размера кристаллитов до 5...45 нм, количества и размеров 3D образований, дефектов и шероховатости поверхности пленки (до 17,5 нм). Уменьшение внутренних напряжений и первичное упорядочение пленки установлено при $P=0,28$ Па, $U_{cm}=-50...-55$ В, $W=7...7,5$ кВт, $N_2=12$ %, $I_{Al}=14...15$ А. На основании результатов морфологического, рентгенофазового и рентгеноструктурного анализов установлено, что нанокристаллические пленки $Ti-Al-N$ с максимальной объемной долей фазы $h-Ti_3Al_2N_2$ и степенью текстурированности, размером кристаллитов до 5...45 нм формируются при $P=0,28$ Па, $U_{cm}=-50$ В, $W=7$ кВт, $N_2=12$ %, $I_{Al}=15$ А. Поликристаллические пленки $Ti-Al-N$ с плотной бездефектной структурой формируются при $P=0,28$ Па, $U_{cm}=-55$ В, $W=7,5$ кВт, $N_2=12$ %, $I_{Al}=14$ А, имеют больший размер кристаллитов (до 50 нм) и объемную долю фазы $(111)c-AlN$ до 25 %.

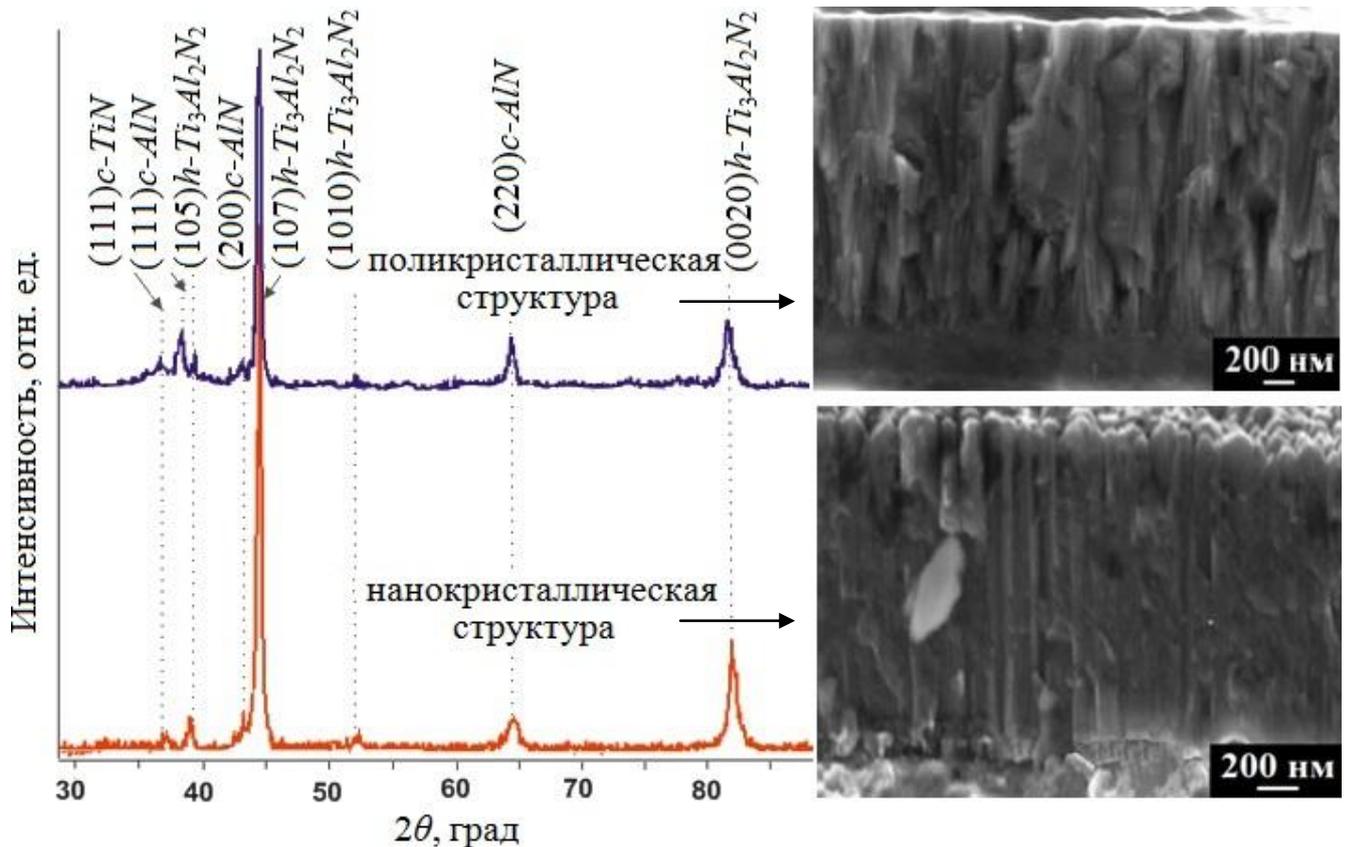


Рисунок 2 - Дифрактограммы пленок $Ti-Al-N$, сформированных импульсным магнетронным распылением с нанокристаллической и поликристаллической структурой

Нанокристаллическая пленка TiN на основе фазы $c-TiN$ с размером ОКР 20...25 нм получена при технологических параметрах: $P=0,28$ Па, $U_{см}=-65$ В, $W=6,5$ кВт, $N_2=24\%$, $I_{Ti}=13$ А. Нанокристаллическая пленка AlN на основе фазы $h-AlN$ с ОКР 15...20 нм сформирована при $P=0,28$ Па, $U_{см}=-55$ В, $W=4,3$ кВт, $N_2=14\%$, $I_{Al}=15$ А.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния состава, строения, структурного и напряженного состояния, шероховатости поверхности, состава подслоев и толщины слоев пленок $Ti-Al-N$ на их физико-механические, адгезионные, трибологические и коррозионные свойства, получены многослойные пленки на основе чередующихся слоев с высокими функциональными свойствами.

Комплексом оптимальных физико-механических свойств: $H_{\mu}=40,2$ ГПа, $E=305$ ГПа, $H^3/E^2=1,27$ ГПа, $H/E=0,14$, $W_e=73\%$ обладает нанокристаллическая текстурированная $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ пленка стехиометрического состава ($a=0,2994$ нм и $c/a=7,826$ нм) с объемной долей фазы $Ti_3Al_2N_2$ 86%, размером кристаллитов 5...45 нм, низким уровнем ориентационных $\Delta 2\theta$ и термических напряжений (рисунок 3).

Поликристаллические пленки $Ti-Al-N$ на основе фаз $Ti_3Al_2N_2$ и $c-AlN$ обладают лучшими ударостойкими свойствами вследствие высоких значений $W_e=74\%$ и низких значений $E=298,8$ ГПа.

Фазовое несоответствие молярных объемов фаз $h-Ti_3Al_2N_2$ и $w-AlN$, образуемое вследствие фазового перехода $c-AlN \rightarrow w-AlN$ при x в пленке $Ti_{1-x}Al_xN$ более 0,60, значительно ухудшает ее физико-механические свойства.

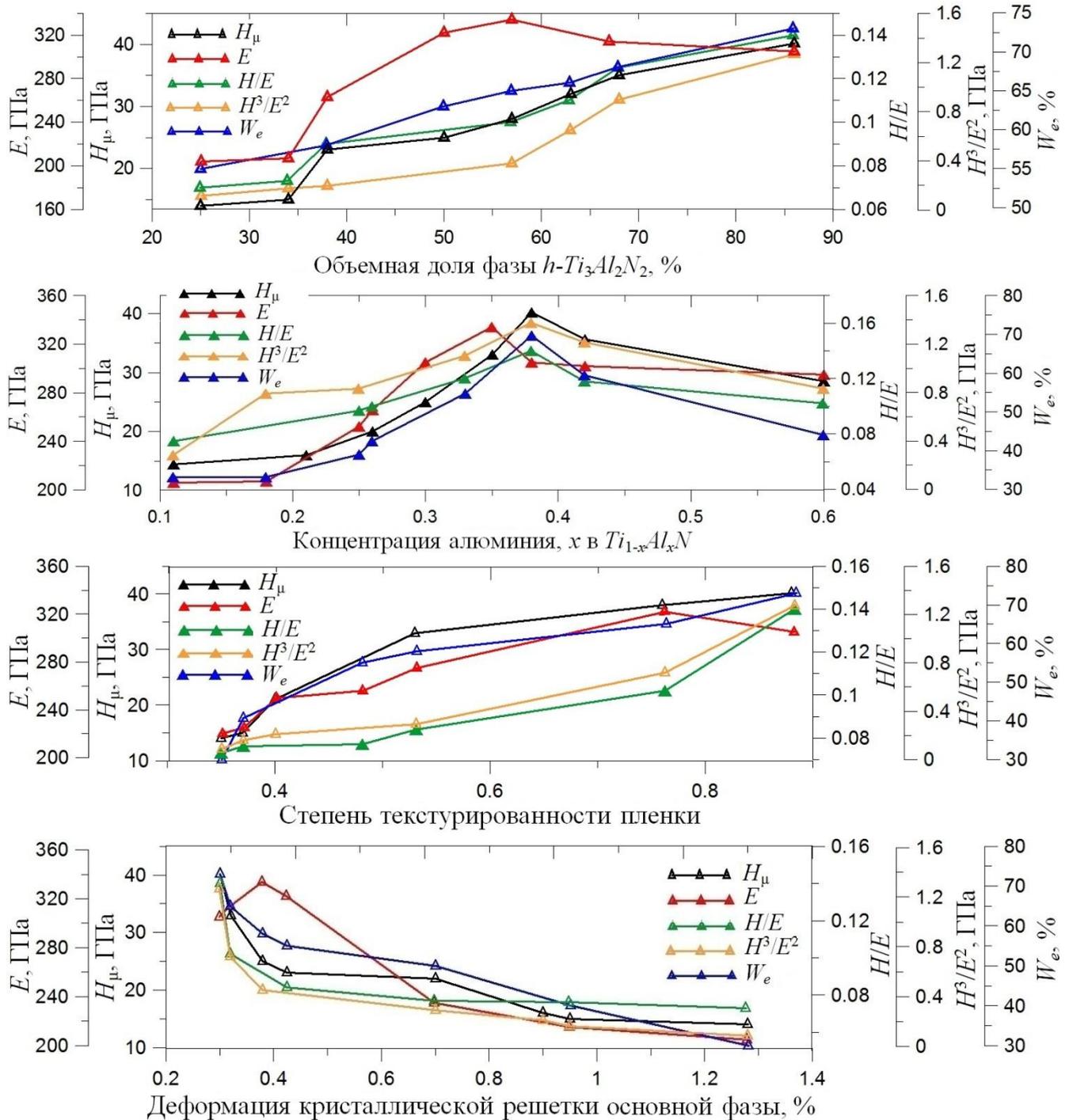


Рисунок 3 - Зависимость физико-механических свойств от состава и строения пленок $Ti-Al-N$

Адгезионная прочность пленок $Ti-Al-N$ зависит от уровня ориентационных ($\Delta 2\theta$) и термических напряжений (σ_T). При температурах осаждения 473...573 К получены пленки с высокой адгезионной прочностью при низком уровне напряжений: $\Delta 2\theta = -0,16$ % и $\sigma_T = -235$ МПа.

Получены закономерности изменения износостойких и антифрикционных свойств пленок $Ti-Al-N$ от их фазового и элементного состава, строения и шероховатости поверхности. Пленки $Ti-Al-N$ показали высокую износостойкость, малую изнашивающую способность по отношению к контртелу (сталь 40X) и низкие значения коэффициента трения.

Низкий коэффициент трения скольжения $\mu_{ск}=0,07$, минимальный период приработки $L_{п}=12$ м (рисунок 4), приведенный износ пленки $I_{п}^v=0,04 \cdot 10^{-4}$ $\text{мм}^3 \cdot \text{Н}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$ и контртела $I_{к}^v=0,05 \cdot 10^{-8}$ $\text{мм}^3 \cdot \text{Н}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$ по объему получен для нанокристаллических текстурированных пленок $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ с максимальной объемной долей фазы $h-Ti_3Al_2N_2$ и минимальной шероховатостью поверхности.

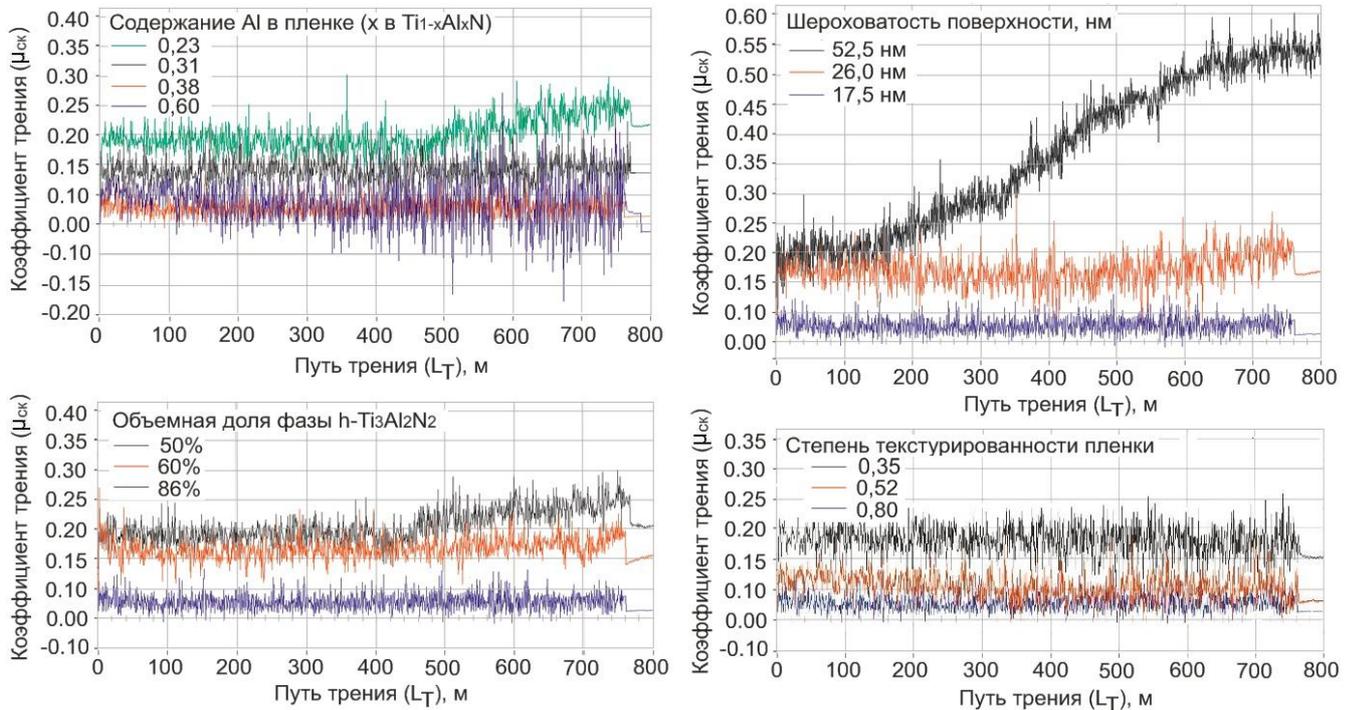


Рисунок 4 - Зависимости коэффициента трения скольжения пленки $Ti-Al-N$ от состава, параметров структуры и шероховатости ее поверхности

Коррозионные свойства пленок $Ti-Al-N$, TiN и AlN в растворе 0,3% $NaCl$ установлены в результате импедансных и поляризационных исследований. Величина поляризационного сопротивления (R_p) многослойной пленки $Ti-Al-N$ в условиях воздействия 0,3% $NaCl$ зависит от сочетания объемных долей фаз $c-AlN$ и $Ti_3Al_2N_2$, содержания алюминия в поликристаллических слоях $Ti_{1-x}Al_xN$ и морфологии поверхности. Лучшей коррозионной стойкостью в данной среде обладает плотный бездефектный поликристаллический слой $Ti_{0,38}Al_{0,52}N$ с объемными долями фаз $c-AlN$ и $Ti_3Al_2N_2$, 25% и 65%, соответственно. Высокие начальные значения R_p и низкие значения плотности анодного тока $i_{корр}$ имеют нанокристаллические пленки AlN на основе фазы $h-AlN$. Скорость снижения R_p во времени пленки $Ti-Al-N$ увеличивается с уменьшением диаметра кристаллита и объемной доли фазы $c-AlN$.

Изучено влияние состава подслоев Al , AlN , Ti , TiN на адгезионные свойства пленок $Ti-Al-N$. Наибольшую адгезионную прочность пленок $Ti-Al-N$ к основному материалу обеспечивает подслой Ti с близким коэффициентом термического расширения к инструментальному материалу ($\alpha_{Ti}/\alpha_{подл.}=0,8$) и переходный слой TiN ($\alpha_{TiN}/\alpha_{подл.}=0,9$), обладающий значительной кристаллохимической совместимостью с подслоем Ti и слоем $Ti_{1-x}Al_xN$.

Разработаны многослойные пленки на основе чередующихся слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN : $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$ для операций прерывистого сухого резания, в среде СОЖ и для работы в условиях комбинированного действия контактного трения, коррозионного износа, ударных и температурных нагрузок (рисунок 5).

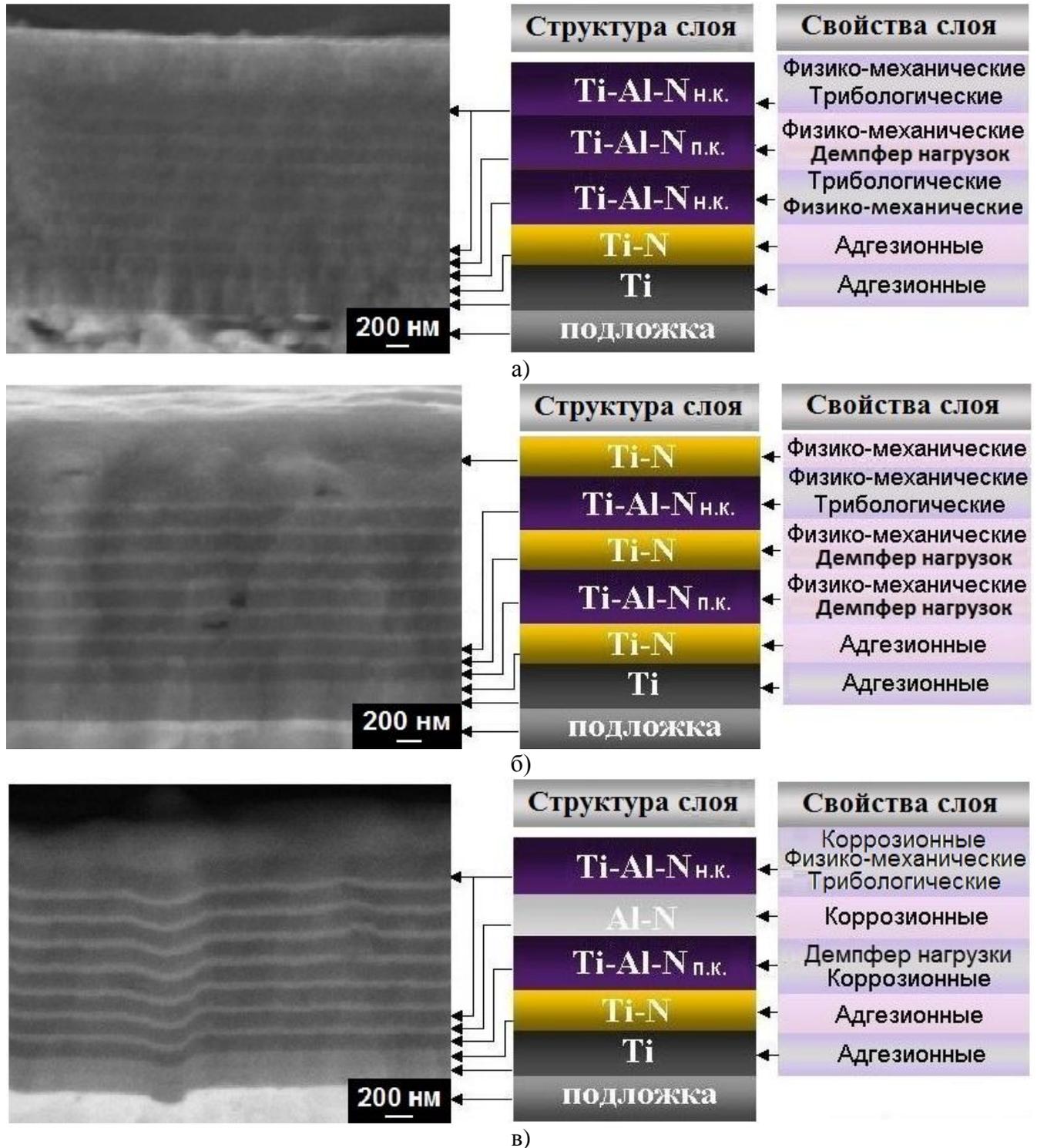


Рисунок 5 - Многослойные пленки на основе $Ti-Al-N$ с чередующимися слоями: а) $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$; б) $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$; в) $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$

Основными параметрами, определяющими стойкость многослойных пленок $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ и $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$ (рисунок 5 а, б) к сухому износу в условиях прерывистого резания и в среде СОЖ являются объемная доля фазы $h-Ti_3Al_2N_2$, концентрация алюминия и градиент структуры чередующихся нанокристаллических $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$, $TiN_{н.к.}$ и поликристаллических слоев $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$. Максимальной стойкостью к комбинированному действию ударных, коррозионных и контактных нагрузок обладают многослойные пленки $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ с чередующимися плотными слоями $[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n$ (рисунок 5 в) с высокой концентрацией алюминия и бездефектной поверхностной структурой.

Комплекс заданных высоких функциональных свойств многослойных пленок:

- $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$: $H_{\mu}=45,3$ ГПа, $E=309$ ГПа, $H^3/E^2=1,20$ ГПа, $H/E=0,15$, $W_e=77,5$ %; $\mu=0,01$, $I_n^m=0,03 \cdot 10^{-5}$ мг \cdot Н $^{-1}$ \cdot м $^{-1}$, $I_n^v=0,04 \cdot 10^{-4}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м $^{-1}$, $I_k^v=0,1 \cdot 10^{-8}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м; SRC=0%, HF1;

- $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$: $H_{\mu}=40,8$ ГПа, $E=306,3$ ГПа, $H^3/E^2=1,01$ ГПа, $H/E=0,14$, $W_e=73$ %; $\mu=0,03$, $I_n^m=0,05 \cdot 10^{-5}$ мг \cdot Н $^{-1}$ \cdot м $^{-1}$, $I_n^v=0,05 \cdot 10^{-4}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м $^{-1}$, $I_k^v=0,15 \cdot 10^{-8}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м; HF1;

- $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$: $H_{\mu}=44,3$ ГПа, $E=317,3$ ГПа, $H^3/E^2=1,37$ ГПа, $H/E=0,15$, $W_e=75,7$ %, $\mu=0,01$, $I_n^m=0,05 \cdot 10^{-4}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м $^{-1}$, $I_k^v=0,1 \cdot 10^{-8}$ мм 3 \cdot Н $^{-1}$ \cdot м, $R_p=174,5$ кОм \cdot см 2 обеспечен функциями слоев:

1 Адгезионный подслой Ti и переходный слой TiN в конструкции многослойных пленок обеспечивают адгезионную прочность пленки.

2 Промежуточные нанокристаллические слои $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ толщиной не менее 250 нм с объемной долей фазы $h-Ti_3Al_2N_2$ 86% и более, с максимальной степенью текстурированности и минимальным размером ОКР обеспечивают стабильно высокие физико-механические, антифрикционные и износостойкие свойства многослойных пленок.

3 Промежуточные плотные бездефектные поликристаллические слои $Ti_{0,48}Al_{0,52}N$ с высоким содержанием алюминия, объемными долями фаз $c-AlN$ - 25% и $Ti_3Al_2N_2$ - 65% и наибольшей величиной упругого восстановления, толщиной слоев не менее 150 нм обеспечивают высокие ударостойкие свойства многослойных пленок и высокие коррозионные свойства многослойной пленки $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ в среде 0,3 % NaCl.

4 Промежуточные нанокристаллические слои AlN на основе фазы $h-AlN$ с высоким поляризационным сопротивлением и низкой плотностью анодного тока повышают стойкость к коррозии в среде 0,3 % NaCl многослойной пленки $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$.

5 Промежуточные нанокристаллические слои TiN с высоким значением упругого восстановления и низким значением модуля упругости, толщиной слоев не менее 100 нм обеспечивают необходимый градиент физико-механических свойств и повышают ударостойкие свойства многослойной пленки $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$.

6 Верхний нанокристаллический слой $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ сообщает многослойным пленкам высокие антифрикционные и износостойкие свойства.

7 Многократное чередование слоев с градиентом состава, структуры и свойств способствует эффективному торможению развития «хрупкой трещины», повышению износостойкости коррозионных свойств многослойных пленок.

8 Высокая адгезионная прочность и низкие сжимающие напряжения на границах слоев многослойных пленок основаны на снижении ориентационных напряжений $\Delta 2\theta$ до 0,05 % за счет плавно изменяющихся свойств слоев.

В пятой главе разработаны технологические основы процесса импульсного магнетронного распыления многослойных пленок на основе чередующихся слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN и TiN . Представлены результаты промышленных стойкостных испытаний режущего инструмента и фрикционных пар.

Штоки запорной арматуры паровых котлов с многослойной пленкой $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, работающие при контактных нагрузках, высоких температурах (673 К), давлениях и воздействии коррозионной среды ($NaCl$) показали увеличение стойкости в 2...2,5 раза. Стойкость режущего инструмента (метчики М4, G3/8, фрезы диаметром 3 мм, сверла диаметром 3,3 мм), упрочненного пленкой $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, работающего в условиях прерывистого сухого резания и в среде СОЖ при обработке материалов 12X18H10T, ст. 08 кп, 40X, Д16Т, А12, стеклотекстолита увеличена в 2,35...4,8 раза по сравнению с не упрочненным. Показана высокая стойкость фрез и сверл, упрочненных пленкой $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$ в условиях сухого резания. Стойкость режущего инструмента, упрочненного разработанными многослойными пленками, сопоставима и для ряда обрабатываемых материалов превосходит стойкость инструмента ведущих производителей *Sandvik Coromant*, *Deskar*, *TaeguTec* в 1,1...6 раз.

Заключение

1 Определены технологические условия протекания плазмохимической реакции в условиях ограниченной температурной активации подложки: $P=0,28$ Па, $U_{см}=50$ В, $N=12\%$, $W=7$ кВт, $I_{Al}=15$ А, при которых формируется нанокристаллическая пленка $Ti-Al-N$ стехиометрического состава с ОКР 6 нм, высоким содержанием термически стабильной фазы $Ti_3Al_2N_2$ (86 %), низким уровнем внутренних напряжений, плотной бездефектной поверхностной структурой с минимальной шероховатостью ($Ra=17,5$ нм). Разработаны технологические основы импульсного магнетронного распыления, позволяющие обеспечить формирование многослойных пленок с чередующимися слоями $Ti_{1-x}Al_xN$, AlN , TiN с комплексом заданных стабильных и высоких функциональных свойств.

2 Структура, объемная доля фазы $Ti_3Al_2N_2$ и морфология поверхности определяют износостойкие и антифрикционные свойства слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, формируемых импульсным магнетронным распылением. Нанокристаллический слой $Ti_{0,62}Al_{0,38}N$ многослойной пленки с максимальной степенью текстурированности, объемной долей фазы $Ti_3Al_2N_2$ более 86 %, минимальным размером кристаллитов, низкой шероховатостью поверхности и высокими

физико-механическими свойствами уменьшает коэффициент трения скольжения, интенсивность износа контртела и многослойной пленки $Ti-Al-N$ в условиях сухого трения. Сниженные износостойкие свойства однофазных пленок $Ti-Al-N$ на основе фазы $c-TiN$ и двухфазные, состоящие из смеси фаз $c-TiN$ и $Ti_3Al_2N_2$, обусловлены низкими значениями стойкости к упругой и пластической деформациям. Формирование фазы $w-AlN$ значительно повышает склонность пленки $Ti-Al-N$ к схватыванию.

3 Градиент фазового и элементного состава и свойств чередующихся поликристаллического $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$ и нанокристаллических $Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ и $TiN_{н.к.}$ слоев повышает износостойкие и ударостойкие свойства многослойных пленок $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$, $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-TiN_{н.к.}$ в условиях сухого и жидкостного трения. Градиент состава и свойств чередующихся поликристаллического $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}$ и нанокристаллических $Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ и $AlN_{н.к.}$ слоев повышает коррозионные, износостойкие и ударостойкие свойства многослойных пленок $Ti-TiN-[Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}]_n-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$. Разработан способ получения многослойных пленок с чередующимися слоями $Ti_{1-x}Al_xN, AlN, TiN$.

4 Подслоем Ti с близким коэффициентом термического расширения к инструментальному материалу и переходный слой TiN , обладающий значительной кристаллохимической совместимостью с подслоем Ti и слоем $Ti_{1-x}Al_xN$, обеспечивают наибольшую адгезионную прочность многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$ к основному материалу.

5 Коррозионная стойкость поликристаллических слоев $Ti_{1-x}Al_xN$, формируемых импульсным магнетронным распылением, определена их фазовым составом, содержанием алюминия, дефектностью поверхности и размером кристаллитов. Повышение объемной доли фаз $c-AlN$ до 25 % и $Ti_3Al_2N_2$ до 65 % и содержания алюминия в слоях $Ti_{1-x}Al_xN$ до 0,52 сопровождается увеличением поляризационного сопротивления многослойной пленки в коррозионной среде 0,3% $NaCl$, снижением ее модуля упругости и ростом значений упругого восстановления. Скорость снижения поляризационного сопротивления пленки во времени увеличивается при снижении дисперсности структуры.

6 Использование разработанных многослойных пленок на основе $Ti-Al-N$ рационально для упрочнения режущего инструмента и фрикционных пар, работающих в условиях многофакторных нагрузок. В результате применения многослойной пленки с чередующимися $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ и $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-TiN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ слоями для упрочнения режущего инструмента его стойкость увеличивается в 2,35...4,8 раза и 1,9...4,5 раза соответственно. Применение многослойной пленки с чередующимися $Ti_{1-x}Al_xN_{п.к.}-AlN_{н.к.}-Ti_{1-x}Al_xN_{н.к.}$ слоями для упрочнения фрикционных пар позволило увеличить их стойкость в 2...2,5 раза. Режущий инструмент, упрочненный разработанными многослойными пленками, превосходит по стойкости инструмент ведущих производителей *Sandvik Coromant, Deskar, TaeguTec*.

7 Научные результаты внедрены и использованы в производственной деятельности предприятий Пермского края: ООО ИПК «Техноконтроль», ООО

«Лысьвенский завод бытовой техники» для повышения в условиях прерывистого резания стойкости к сухому износу и в среде СОЖ фрез, метчиков и сверл при обработке различных групп материалов; ООО «Лысьва-теплоэнерго» для упрочнения штоков запорной арматуры паровых котлов, работающих при контактном трении со сталью 40Х, в условиях высоких температур (673 К), давлений (от 1,4 МПа до 4,4 МПа) и воздействия агрессивной среды ($NaCl$).

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации:

В изданиях, рекомендованных ВАК

1. Улучшение износостойких и антифрикционных свойств пленок на основе TiN путем оптимизации технологии их формирования методом магнетронного распыления [текст] / А.Л. Каменева, Д.М. Караваев, Т.О. Сошина // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2012. – № 3. – С. 34–38.

2. Структурообразование пленок $Ti-Al-N$ под влиянием температурных условий их формирования [текст]/А.Л. Каменева, В.В. Карманов, Т.О. Сошина, Д.В. Каменева, Н.В. Винокуров// Технология металлов. – 2012. – № 10. – С. 35–44.

3. Закономерности изменения параметров структуры и фазового состава пленок на основе $TiAlN$, в зависимости от давления газовой смеси [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина // Вестник Волгоградского государственного технического университета. – 2013. – № 4. – С. 138–141.

4. Сошина, Т.О. Исследование влияния мощности магнетронной системы на структуру и физико-механические свойства пленок на основе $Ti-Al-N$ [текст] / Т.О. Сошина // Технология металлов. – 2013. – № 4. – С. 38–47.

5. Физико-механические свойства пленок на основе $Ti-Al-N$, формируемых импульсным магнетронным распылением при переменном давлении газовой смеси [текст] / А.Л. Каменева Т.О. Сошина // Вестник Магнитогорского технического университета им. Г.И. Носова». – 2013. – № 4. – С. 60–64.

6. Технологические параметры процесса импульсного магнетронного осаждения [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина // Главный механик. – 2014. – № 12. – С. 38–42.

7. Коррозионная стойкость покрытий на основе $Ti_{1-x}Al_xN$ в растворе хлорида натрия [текст] / А.Л. Каменева, В.И. Кичигин, Т.О. Сошина // Коррозия: материалы, защита. – 2014. – № 10. – С. 34–41.

8. Сошина, Т.О. Проектирование многослойных пленок на основе слоев $Ti_{1-x}Al_xN$ с высокими функциональными свойствами [Электронный ресурс] / Т.О. Сошина // Наукоедение. – 2015. – Т.7, № 2. – Режим доступа: <http://naukovedenie.ru/index.php?p=vol7-2-technics>

В прочих изданиях

9. Изучение стадий формирования поликристаллических пленок нитрида титана методом электродугового испарения в зависимости от концентрации азота в газовой смеси [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина, Л.Н. Гусельникова // Нанотехнологии функциональных материалов НФМ'10: труды межд.науч.-техн. конф., Санкт-Петербург, 22–24 сентября 2010 г. – СПб.: Изд-во Политех. ун-та, 2010. – С. 411–413.

10. Сошина, Т.О. Ионно-плазменные методы получения износостойких и антифрикционных пленок из низкотемпературной плазмы [текст] / Т.О. Сошина // Освоение минеральных ресурсов Севера: материалы IX международной научн.-техн.конф., Воркута, 6–8 апреля 2011 г. – Воркута, 2011. – С. 323–327.

11. Низкотемпературные способы осаждения ионно-плазменных пленок [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина // Высокие технологии в промышленности России: материалы XVII международной научн.-техн.конф., Москва, 8–10 сентября, 2011 г. – М.: ОАО ЦНИТИ «Техномаш», 2011. – С. 241–245.

12. Сошина, Т.О. Структурные и морфологические особенности пленок на основе $Ti-Al-N$, сформированных магнетронным распылением, в зависимости от напряжения смещения на подложке [текст] / Т.О. Сошина // Освоение минеральных ресурсов Севера: материалы X международной научн.-техн.конф., Воркута, 11–13 апреля 2012г. – Воркута, 2012. – С.155–160.

13. Сошина, Т.О. Микроструктура и физико-механические свойства пленок на основе $Ti-Al-N$ в зависимости от соотношения газов в вакуумной камере [текст] / Т.О. Сошина // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов: межвуз. сб. науч. тр. под общей редакцией В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. - Тверь: Твер. гос. ун-т, 2012. – №4. - С. 281-289.

14. Закономерности изменения параметров структуры и фазового состава пленок на основе $Ti-Al-N$, формируемых магнетронным распылением, в зависимости от давления газовой смеси [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина // Технологии упрочнения, нанесения покрытий и ремонта: теория и практика: материалы 14-ой международной научн.-практ.конф., г. Санкт-Петербург, 17 – 20 апреля 2012 г. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2012. – С. 169 – 176.

15. Сошина, Т.О. Управление структурой и составом пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$ путем изменения напряжения смещения на подложке [текст]/Т.О. Сошина// Инновационные технологии в машиностроении: материалы международной научн.-практ. конф., Пермь, 25 мая 2012 г. – Пермь: ПНИПУ, 2012. – С. 68-73.

16. Сошина, Т.О. Влияние величины разрядного тока на Al мишени на состав и структуру пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$ [текст] / Т.О. Сошина // Фундаментальные и прикладные исследования: проблемы и результаты: материалы III международной научн.-практ. конф., Новосибирск, 18 февраля 2013 г. – Новосибирск: Изд-во ЦРНС, 2013. - №3. - С. 147-153.

17. Сошина, Т.О. Изучение структуры и свойств пленок на основе $Ti-Al-N$ при изменении соотношения компонентов Ti и Al [текст] / Т.О. Сошина // Материалы и технологии XXI века: материалы XI международной научн.-техн. конф., Пенза, март 2013 г. – Пенза: Изд-во ИИЦ Пенз. гос. ун-та, 2013. – С. 27 – 31.

18. Сошина, Т.О. Трибологические свойства пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$, в зависимости от их структуры и состава [текст] / Т.О. Сошина // Фундаментальные и прикладные исследования: проблемы и результаты: материалы VII международной научн.-практ. конф., Новосибирск, 14 июня 2013 г. - Новосибирск: Изд-во ЦРНС, 2013. – №7. - С. 95-104.

19. Сошина, Т.О. Формирование комплекса высоких трибомеханических свойств пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$ путем оптимизации мощности импульсной

магнетронной системы [текст] / Т.О. Сошина // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов: межвуз. сб. науч. тр. под общей редакцией В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова, Тверь, 2013 г. - Тверь: Изд-во Твер. гос. ун-т, 2013. - № 5. - С. 317-324.

20. Сошина, Т.О. Изучение влияния величины разрядного тока на трибологические свойства пленок на основе $Ti_{1-x}Al_xN$ [текст] / Т.О. Сошина // Научные исследования и их практическое применение. Современное состояние и пути развития '2013: сб. материалов международной научн.-практ. конф., Одесса, 1-12 октября, 2013 г. – Одесса: Куприенко СВ, 2013. – Т.8, №3. - С. 57-65.

21. Пат. 2533576 РФ, МПК С23С 14/06. Способ получения многослойного многофункционального покрытия [текст] / А.Л. Каменева, Т.О. Сошина. Опубл. 20.11.2014. Бюл. № 32.

22. *Using $Ti_{1-x}Al_xN$ coating to enhance corrosion resistance of tool steel in sodium chloride solution [text]* / A.L. Kameneva, V.I. Kichigin, T.O. Soshina, V.V. Karmanov // *Research Journal of Pharmaceutical.*- 2014. – Vol. 5. – P. 1148-1156.

23. Сошина, Т.О. Влияние параметров структуры на трибологические свойства пленок на основе $Ti-Al-N$, осажденных методом импульсного магнетронного распыления / Т.О. Сошина // Актуальные вопросы науки, технологии и производства: сб. материалов V международной научн.-практ. конф., Санкт-Петербург, 30-31 января 2015 г. – СПб: Изд-во «Наука. Технологии. Производство», 2015. – Т.1, № 5. - С. 78-83.

24. Сошина, Т.О. Функциональные свойства пленок $Ti-Al-N$, осажденных методом импульсного магнетронного распыления в зависимости от состава слоев / Т.О. Сошина // Современные научные исследования: инновации и опыт: сб. статей VIII международной научн.-практ. конф., Екатеринбург, январь, 2015 г. – Екатеринбург: Изд-во «Наука и образование», 2015. – Т.1, № 8. - С. 17-20.

Подписано в печать 07.09.2015. Тираж 100 экз.
Усл. печ. л. 1,25. Формат 60×84/16. Заказ № 1164/2015.

Отпечатано с готового оригинал-макета
в типографии издательства Пермского национального
исследовательского политехнического университета
614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29, к. 113.
Тел.: (342) 219-80-33