

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Российский государственный университет нефти и  
газа (национальный исследовательский университет) имени И. М. Губкина»  
(ФГАОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) имени И. М. Губкина»)**

*На правах рукописи*



**ПОЧЕС Никита Сергеевич**

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ РЕЗЬБЫ ЛЕГКОСПЛАВНЫХ  
НАСОСНО-КОМПРЕССОРНЫХ ТРУБ  
ФОРМИРОВАНИЕМ МДО-ПОКРЫТИЙ И ПРИМЕНЕНИЕМ  
СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Специальность 2.5.3. Трение и износ в машинах

**ДИССЕРТАЦИЯ**

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор

В. Н. Малышев

Москва  
2024

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ ТЕНДЕНЦИИ ТРИБОТЕХНИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ В НЕФТЕГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ.....	12
1.1 Условия работы и особенности применения насосно-компрессорных труб .....	12
1.2 Анализ требований к покрытию, формируемому методом микродугового оксидирования, для упрочнения резьбы НКТ .....	19
1.3 Решение проблем экологии использованием смазочных материалов на синтетической основе .....	26
1.4 Цели и задачи исследования .....	33
Выводы по главе 1.....	35
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	36
2.1 Материалы для испытаний.....	36
2.2 Методика формирования МДО-покрытий .....	38
2.3 Методика исследования морфологии и состава МДО-покрытий.....	41
2.4 Методика триботехнических испытаний по схеме трения «шарик-диск» .....	45
2.5 Методика трибологических испытания по схеме трения «штифт-диск» .....	53
2.6 Методика испытаний по схеме трения «кольцо-кольцо» .....	56
2.7 Методика определения момента свинчивания резьбовой пары.....	58
2.8 Методика обработки экспериментальных данных .....	61
Выводы по главе 2.....	64
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МДО-ПОКРЫТИЙ ПРИ ТРЕНИИ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ СМАЗОЧНЫХ СРЕДАХ .....	65
3.1 Морфологический анализ и металлографические исследования МДО-покрытий .....	65
3.2 Исследование триботехнических характеристик МДО-покрытий по схеме трения «шарик-диск». .....	71
3.3 Испытания МДО-покрытий с постоянной нагрузкой .....	80
3.4 Расчетно-экспериментальные зависимости изменения коэффициента трения и скорости изнашивания МДО-покрытий при трении в экологических смазочных средах.....	89

3.5 Испытания по схеме трения «штифт по диску» .....	94
Выводы по главе 3.....	98
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ КЕРАМО-ПОЛИМЕРНЫХ ПОКРЫТИЙ.....	99
4.1 Влияние режимов формирования на износостойкость МДО-покрытий .....	99
4.2 Разработка способа формирования композиционного керамо- полимерного покрытия.....	100
4.3 Проведение факторного эксперимента.....	102
4.4 Морфологические исследования новых керамо-полимерных покрытий .....	109
4.5 Исследование триботехнических характеристик новых керамо- полимерных покрытий.....	112
4.6 Практическое применение керамо-полимерных покрытий .....	121
Выводы по главе 4.....	126
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ .....	127
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	129
ПРИЛОЖЕНИЕ 1 .....	147
ПРИЛОЖЕНИЕ 2 .....	149
ПРИЛОЖЕНИЕ 3 .....	150

## ВВЕДЕНИЕ

### Актуальность темы исследования

Насосно-компрессорные трубы (НКТ) являются наиболее распространенным видом трубной продукции в нефтегазовой отрасли. Их применение при добыче нефти и газа сопровождается многочисленными операциями свинчивания-развинчивания и требует применения специальных резьбовых смазок на минеральной основе. Ежегодный объем НКТ, потребляемый нефтегазовыми компаниями в России, составляет 350 тыс. тонн.

Наиболее распространенными причинами аварий стальных НКТ является коррозия, износ резьбы и усталость металла. Уже после 5-7 циклов свинчивания-развинчивания НКТ требуется проводить ремонт резьбовой части трубы. Средний срок их службы на предприятиях РФ и СНГ составляет 3 года.

Применение легкосплавных НКТ на базе алюминиевых сплавов является инновационным решением сразу нескольких актуальных задач. В первую очередь интерес представляет высокая коррозионная стойкость такого вида труб, особенно при добыче нефти и газа в осложненных условиях с агрессивной средой, содержащей сероводород и углекислый газ. Кроме того, легкосплавные насосно-компрессорные трубы позволяют снизить вес лифтовых колонн, вследствие чего снижаются затраты на проведение спускоподъемных операций и снижаются требования к оборудованию для их реализации. Однако, при всех преимуществах применения легкосплавных НКТ из алюминиевых сплавов, их внедрение в отрасль тормозится низкой износостойкостью резьбовых соединений, вследствие действия значительных нагрузок при проведении операций сборки-разборки эксплуатационных колонн НКТ. Применение МДО-покрытий является перспективным методом решения данной проблемы. Исследование триботехнических характеристик пар трения с МДО-покрытиями позволит ускорить внедрение в отраслевую практику легкосплавных НКТ, что определило актуальность данной работы.

Исследование работоспособности резьбового соединения НКТ с МДО-покрытием невозможно без учета вклада в процесс свинчивания-развинчивания смазочного материала. Применяемые в настоящее время для сборки НКТ резьбовые смазки типа «РУСМА-1» (по ТУ 0254-001-46977243-2002) имеют минеральную основу и не всегда соответствуют заявленным требованиям. Кроме того, период биологического разложения таких масел весьма значителен, что усиливает экологическую нагрузку, учитывая какой объем смазки идет для операций свинчивания-развинчивания. Поэтому использование смазочных материалов на экологически безопасной основе, с периодом биоразложения менее года, обеспечит работоспособность резьбового соединения и улучшит экологическую обстановку. Исследование триботехнических характеристик пар трения с МДО-покрытиями при работе с применением экологических смазочных материалов позволит ускорить внедрение в отраслевую практику легкосплавных НКТ, что определило актуальность данной работы.

#### **Степень разработанности темы**

Изучению МДО-покрытий посвящено значительное количество работ. Среди основоположников данного метода следует отметить научные группы и коллективы, работающие в Новосибирске (ИНХ СО РАН - Марков Г.А., Терлеева О.П.), Владивостоке (ИХ ДВО РАН - Руднев В.С., Гордиенко П.С., Гнеденков С.В.), Москве (НИТУ МИСиС – Ракоч А.Г., Тимошенко А.В, РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина – Федоров В.А., Малышев В.Н., и др.), Уфе (УУНиТ – Парфенов Е.В., Дударева Н.Ю.), Костроме (КГТУ – Белкин П.Н., Кусманов С.А.) и др., а также ряд зарубежных коллективов и организаций (Sheffield University – Yerokhin A.L., Keronite, (UK), Ceratronic (France), Kepla-Coat/Magoxid-Coat (Germany), Tagnite (USA).

Однако, применение МДО-покрытий для резьбовых соединений НКТ до настоящего времени практически не исследовалось. Тяжелые условия работы эксплуатационной колонны НКТ характеризуются применением значительных моментов свинчивания, которые для алюминиевых сплавов с МДО – покрытиями представляют существенную нагрузку. В связи с чем, исследования

работоспособности и изучение триботехнических характеристик таких покрытий в условиях эксплуатации НКТ, является востребованным и весьма актуальным.

### **Цель и задачи исследования**

Целью диссертационного исследования является повышение износостойкости и антифрикционных свойств резьбовых соединений легкосплавных НКТ посредством формирования МДО-покрытий в условиях работы в парах трения разного материального исполнения и применением экологических смазочных материалов.

Для выполнения указанной цели были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Провести анализ современных тенденций триботехнического материаловедения и оценить возможность применения экологически безопасных смазочных материалов в парах трения с МДО-покрытиями.
2. Определить триботехнические характеристики покрытий, сформированных методом МДО, при трении скольжения в экологических смазочных материалах.
3. Разработать метод формирования новых керамо-полимерных покрытий, состоящих из оксидной матрицы и включений фторопласта, посредством микродугового оксидирования.
4. Исследовать триботехнические характеристики новых керамо-полимерных покрытий при трении в экологических маслах.
5. На основе полученных данных дать рекомендации о возможности применения МДО-покрытий для резьбовых соединений легкосплавных НКТ с использованием экологических смазочных материалов.

**Объектом исследований** настоящей работы являются резьбовые соединения инновационных легкосплавных насосно-компрессорных труб, упрочненные МДО-покрытиями в сочетании с экологическими смазочными материалами.

**Предметом исследования** являются покрытия, формируемые методом МДО, для резьбовых соединений легкосплавных НКТ и оценка их триботехнических характеристик в парах трения разного материального исполнения при смазке экологическими смазочными материалами.

### **Научная новизна работы:**

1. Впервые выполнен комплекс сравнительных исследований триботехнических характеристик МДО-покрытий в экологических смазочных материалах на основе полиэтиленгликоля (ПЭГ), полиальфаолефинов (ПАО), кремниевого (силиконового) масла (КМ), диизотридецил адипата (ДИТА) и перфторированного полиэфира (ПФПЭ).
2. Установлены предельные (критические) величины удельной нагрузки для МДО-покрытий, сформированных на алюминиевых сплавах Д16 и В95 при трении по схеме «шар-диск» в паре со сталью 100 Cr6 (аналог ШХ15) в условиях смазки контакта экологическими маслами - до 260 МПа, за исключением масла ПЭГ (210 МПа).
3. Показано, что триботехнические характеристики пары трения «МДО-покрытие – сталь ШХ15» в экологических маслах формируются комплексным взаимодействием состава МДО-покрытия и смазочной среды. Наиболее высокие значения триботехнических характеристик показали МДО-покрытия, сформированные на сплаве В95, с маслом на основе диизотридецил адипата (ДИТА).
4. Показано, что изменение коэффициентов трения и линейных скоростей изнашивания, в зависимости от контактного давления, для пар трения «МДО-покрытие – сталь ШХ15» в экологических маслах характеризуются экспоненциальными зависимостями. При этом значения коэффициентов трения при повышении контактного давления имеют тенденцию к уменьшению, а скоростей изнашивания – к увеличению своих значений.
5. Установлено, что керамо-полимерные покрытия с включениями частиц фторопласта, при испытаниях по схеме трения «кольцо-кольцо» показали: снижение износа от 31 до 47,5% в парах «МДО-покрытие – сталь» и снижение величины коэффициента трения от 15,8 до 46,9% в парах трения «МДО-МДО».

### **Теоретическая значимость работы:**

Теоретическая значимость работы заключается в корректном научном обосновании установленных экспериментально данных триботехнических характеристик (коэффициента трения и износостойкости) МДО-покрытий, сформированных на сплавах алюминия Д16 и В95, при трении в экологически безопасных смазочных материалах и особенностей кинетики их изменений в зависимости от контактного давления.

### **Практическая значимость:**

1. Разработана технология формирования керамо-полимерных покрытий на вентильных металлах и их сплавах с включением частиц фторопласта в основной рабочий слой, которая позволяет улучшить их антифрикционные свойства и износостойкость (технология защищена патентом РФ № 2787330).
2. Разработаны практические рекомендации по применению разработанной технологии формирования антифрикционных керамо-полимерных МДО-покрытий для резьбовых соединений НКТ.
3. Результаты исследования использованы при выполнении научно-исследовательской работы на тему «Минеральные покрытия резьб НКТ» в рамках проекта А220003057 ПАО «Газпром нефть»
4. Результаты диссертационного исследования используются в учебном процессе при изучении курсов «Триботехническое материаловедение» и «Фрикционное и антифрикционное материаловедение».

### **Методология и методы исследований.**

В диссертации использовалась современная инструментальная база, включающая как стандартизированное оборудование – машина трения SRV (испытания по стандарту ASTM G133-02 по схеме «шар-диск»), машина трения оригинальной конструкции РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина (испытания по стандарту ASTM G99-04 по схеме «штифт-диск»), машина трения МТ-393 (испытания по схеме «кольцо-кольцо»), так и специализированное и стендовое оборудование. Общая методология исследований заключалась в поэтапном изучении триботехнических характеристик МДО-покрытий,

сформированных на сплавах Д16 и В95, при трении в экологически безопасных смазочных материалах. В работе использован системный подход, включающий экспериментальное определение триботехнических характеристик, получение на их основе расчетных зависимостей и последующей проверке их адекватности путем проведения модельных и натурных экспериментов.

При этом применяли следующие методы исследования: растровая электронная микроскопия, EBSD-анализ, 3D-микроскопия, а также некоторые другие известные методы материаловедения и физической химии, регламентируемые соответствующими государственными стандартами.

#### **Научные положения, выносимые на защиту:**

1. Результаты экспериментальных триботехнических исследований МДО-покрытий в различных схемах трения: шар-диск, штифт-диск, кольцо-кольцо при трении по конструкционной стали (ШХ15) и одноименной поверхности в экологически безопасных смазочных материалах.
2. Результаты металлографического и морфологического анализов исследованных традиционных и керамо-полимерных МДО-покрытий.
3. Разработанная технология формирования композиционных антифрикционных керамо-полимерных МДО-покрытий с повышенными триботехническими характеристиками, в сравнении с традиционными МДО-покрытиями.

**Степень достоверности** результатов подтверждается сходимостью полученных расчетных результатов с большим объемом экспериментальных данных. Достоверность полученных в диссертации результатов исследований обеспечивается корректным проведением экспериментальных исследований, повторяемостью значений, полученных на 3-5 параллельно выполненных испытаниях, применением стандартизированных средств измерений (прошедших государственную поверку) и обработкой данных в соответствии с классическими положениями математической статистики.

### **Соответствие научной специальности.**

По содержанию и результатам исследований диссертационная работа соответствует научной специальности 2.5.3 Трение и износ в машинах в части:

- п. 7 «Триботехнические свойства материалов, покрытий и модифицированных поверхностных слоев»,
- п. 8 «Триботехнические свойства смазочных материалов».

### **Личный вклад соискателя**

Основные положения и результаты исследований автором получены самостоятельно. В перечисленных в автореферате работах с соавторами личный вклад соискателя заключается в следующем: подготовка и проведение испытаний, анализ полученных данных, оформление и написание работ.

### **Апробация работы**

Результаты диссертационной работы докладывались на научных конференциях: 70-й Международной молодежной конференции «Нефть и газ 2016» (Москва, 2016); 71-й Международной молодежной конференции «Нефть и газ 2017» (Москва, 2017); ÖTG-Symposium 2017: «Tribologie in Industrie und Forschung. Neue Aufgaben – Innovative Lösungen» (Винер-Нойштадт, Австрия, 2017); Четвертом междисциплинарном научном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (Москва, 2018); XII Международной научно-технической конференции, посвященной 80-летию ИМАШ РАН «Трибология – Машиностроению» (Москва, 2018); 7th European Conference on Tribology «ECOTRIB 2019» (Вена, Австрия, 2019), III-й Региональной научно-технической конференции «Губкинский университет в решении вопросов нефтегазовой отрасли России», посвященной 110-летию А.И. Скобло и 105-летию Г.К. Шрейбера (Москва, 2019); Шестом междисциплинарном научном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (Москва, 2020); IV Региональной научно-технической конференции «Губкинский университет в решении вопросов нефтегазовой отрасли России» посвященной 90-летию Губкинского университета и факультета экономики и управления (Москва, 2020); Международной научной конференции «Механика и

трибология транспортных систем» (Ростов-на-Дону, 2021); 77-й Международной молодежной конференции «Нефть и газ 2023» (Москва, 2023); Международной конференции «Машины, технологии и материалы для современного машиностроения», посвященная 85-летию ИМАШ РАН (Москва, 2023).

### **Публикации**

По результатам выполненных исследований опубликовано 14 печатных работ, в том числе получен патент РФ № 2787330. Из них:

- Две статьи в журналах, входящих в перечень и рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ.
- Две статьи в журналах, индексируемых в базе данных Scopus и Web of Science.
- Статьи и тезисы докладов на научно-технических конференциях, симпозиумах и форумах, как российских, так и за рубежом.

### **Структура и объем работы.**

Диссертация состоит из введения, четырех глав, основных выводов, библиографического списка из 166 наименований. Общий объем работы составляет 150 страниц, включая 48 иллюстраций, 29 таблиц и 3 приложения.

## **ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ ТЕНДЕНЦИИ ТРИБОТЕХНИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ В НЕФТЕГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ**

### **1.1 Условия работы и особенности применения насосно-компрессорных труб**

Насосно-компрессорные трубы (НКТ) – трубы, из которых составляются колонны, спускаемые в скважину. Они служат для подъема из забоя в устье скважины газа, жидкости и смеси жидкости и газа. Другим применением насосно-компрессорных труб является подача жидкости или газа при осуществлении технологических процессов добычи или подземном ремонте. На колонну НКТ подвешивается технологическое оборудование для добычи и ремонта скважин [1].

Трубы НКТ различных групп прочности изготавливаются преимущественно из стали по ГОСТ 633-80 [2] и ГОСТ Р 52203-2004 [3].

Ежегодно в России общий объем поставляемых для нефтяной отрасли труб составляет 350 тыс. т., из которых лишь 34 – 37% предназначается для новых скважин, остальные идут на замену изношенных [4]

Одной из главных причин выхода из строя и, как следствие, малого срока службы стальных насосно-компрессорных труб, является коррозия, вызываемая присутствием в добываемой нефти и продуктах, выкачиваемых вместе с ней, коррозионно-активных элементов (сероводород, углекислый газ и пр.) [5].

Существующая статистика (Рис.1.1.1) показывает, что до половины отказов труб НКТ приходится на резьбовые соединения [6]: насосно-компрессорные трубы из стали выдерживают 5 – 7 циклов свинчивания-развинчивания [7].

Эффективным методом снижения коррозии является применение легкосплавных насосно-компрессорных труб из алюминиевых сплавов (ЛНКТ) [5]. Отсутствие в составе ЛНКТ железа, позволяет использовать их при эксплуатации скважин на специфических промыслах с агрессивной средой, содержащей сероводород и углекислый газ. Легкосплавные насосно-компрессорные трубы позволяют снизить вес лифтовых колонн, что снижает затраты на проведение периодических подземных ремонтов скважин.

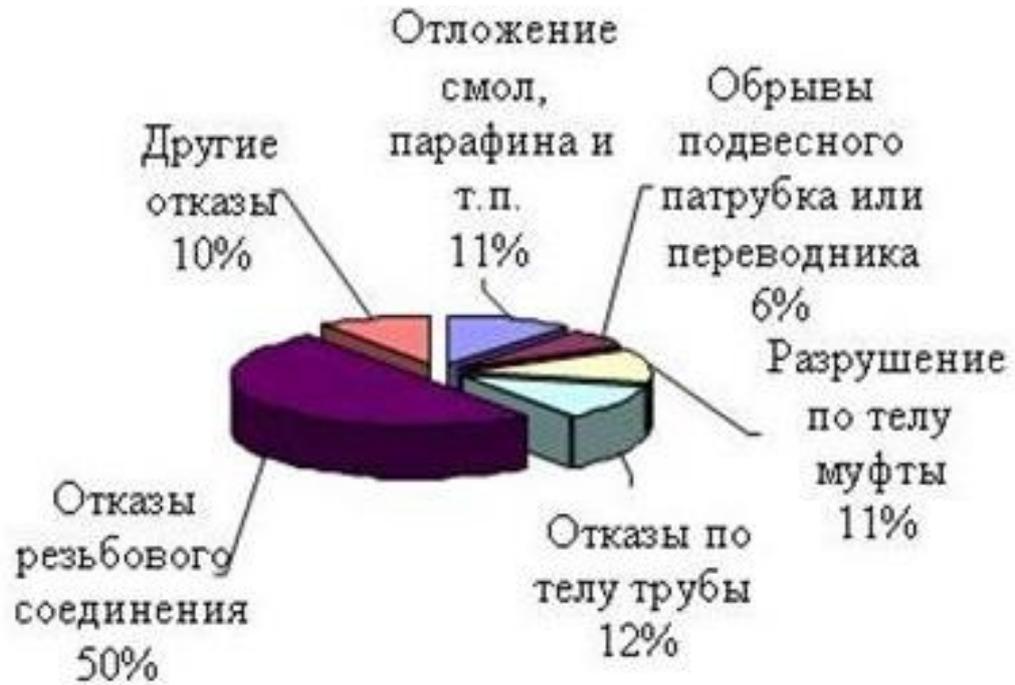


Рисунок 1.1.1 – Распределение отказов НКТ по видам [6].

Особенностями свойств поверхности ЛНКТ являются снижение скорости образования парафинистых отложений в трубах, а также снижение гидравлических потерь при движении жидкости. Проведенные исследования показывают, что гидравлические потери в трубах из алюминиевых сплавах на 12-15 % ниже, чем в стальных. Это позволяет сократить затраты энергии, в том числе и пластовой, что может привести к увеличению сроков фонтанной эксплуатации скважин, а при эксплуатации скважин механизированным способом обеспечивает непосредственную экономию электроэнергии [8].

Однако для широкого применения ЛНКТ требуется обеспечение их такими же эксплуатационными показателями, как у стальных НКТ. К одному из таких показателей относится износостойкость резьбового соединения при многократном свинчивании-развинчивании, связанных с проведением спускоподъемных операций (СПО) [9].

Поскольку ЛНКТ по сравнению со стальными НКТ, изготавливаются из более мягких материалов, то возможное число циклов свинчивания-развинчивания будет меньше.

Одним из возможных способов устранения данного недостатка является формирование на поверхности резьбы износостойкого покрытия. При подборе покрытий на резьбовые соединения НКТ нужно учитывать требования, предъявляемые к этим соединениям. Чертеж резьбового соединения согласно ГОСТ 633-80 представлен на рисунке 1.1.2, а размеры в таблице 1.1.1.

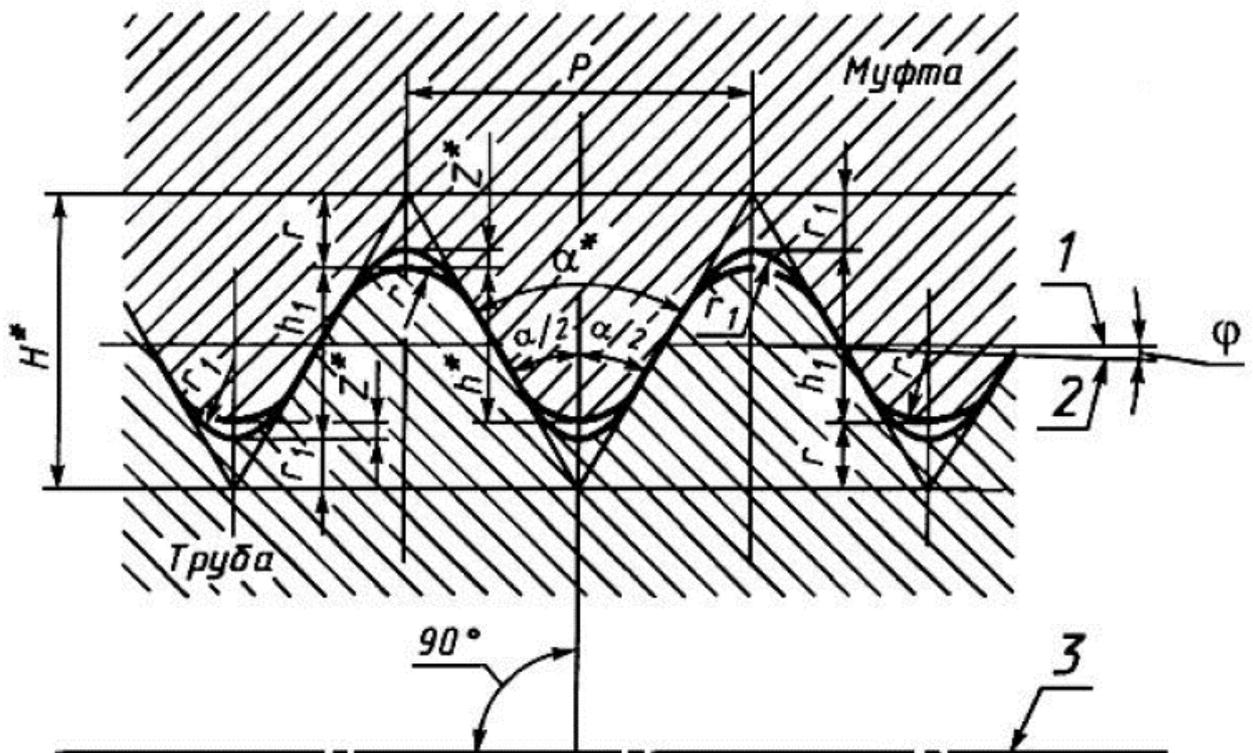


Рисунок 1.1.2 – Чертеж резьбового соединения НКТ [2]:

1 – линия параллельная оси резьбы; 2 – линия среднего диаметра; 3 -ось резьбы.

Таблица 1.1.1 – Размеры резьбового соединения в мм [2].

Параметр резьбы	Норма	
	Число ниток на длине 25,4 мм	
	10	8
Шаг резьбы Р	2,54	3,175
Высота исходного профиля Н*	2,200	2,750
Высота профиля $h_1$	$1,412^{+0,05}_{-0,10}$	$1,810^{+0,05}_{-0,10}$
Рабочая высота профиля $h^*$	1,336	1,734
Угол профиля $\alpha^*$	60 °	
Угол наклона стороны профиля $\alpha/2$	$(30\pm 1)^0$	
Радиус закругления:		
- вершины профиля r	$0,432^{+0,045}$	$0,508^{+0,045}$
- впадины профиля $r_1$	$0,356_{-0,045}$	$0,432_{-0,045}$
Зазор $z^1$	0,076	
Угол уклона $\varphi$	1°27'24"	
Конусность $2 \operatorname{tg}\varphi$	1:16	

Согласно приведенным данным зазор в зоне выступ-впадина резьбового соединения не должен превышать 76 мкм. Этот параметр определяет предельные значения толщины покрытия, формируемого на резьбовой поверхности труб.

На покрытие резьбовых соединений НКТ при свинчивании действует крутящий момент, величина которого согласно ГОСТ Р 54918-2012 [10] не должна превышать 1 % расчетной прочности резьбы на срыв. Моменты свинчивания НКТ, рекомендованные в «НКТ. Руководство по эксплуатации» ЗАО «ВНИИТнефть» [11] представлены в таблице 1.1.2

<sup>1</sup> Размеры для справок

Таблица 1.1.2 – Рекомендуемые крутящие моменты для свинчивания НКТ [11].

Условный диаметр труб, мм	Толщина стенки, мм	Момент свинчивания для гладких труб с резьбой треугольного профиля, Нм					Момент свинчивания для труб с высаженными концами с резьбой треугольного профиля, Нм					Момент свинчивания для высокогерметичных труб с резьбой трапецидального профиля, Нм				
		Д	К	Е	Л	М	Д	К	Е	Л	М	Д	К	Е	Л	М
33	3,5	360	400	440	-	-	770	920	1090	-	-	-	-	-	-	-
42	3,5	460	514	570	-	-	940	1120	1330	-	-	-	-	-	-	
48	4,0	485	545	685	-	-	1090	1300	1550	1745	1930	-	-	-	-	
60	5,0	880	1010	1185	1400	1495	1605	1910	2255	2565	2840	1455	1925	2165	2600	2875
73	5,5	1305	1555	1835	2090	2290	2050	2440	2890	3285	3635	2130	2760	3105	3680	4070
73	7,0	1700	1980	2280	2520	2780	2680	3105	3575	3955	4370	2445	3165	3560	4215	4665
89	6,5	1840	2180	2595	2945	3220	2840	3375	4005	4770	5045	2840	3680	4140	4905	5425
89	8,0	-	-	-	-	-	3255	3965	4595	4975	5500	3835	4970	5585	6620	7325
102	6,5	2215	2975	3160	3600	4395	3185	3785	4510	5180	5730	3365	3785	4900	5805	6425
114	7,0	2465	3355	3545	4005	4945	3565	4240	4990	5745	6360	3695	4785	5380	6375	7060

Указанные значения момента формируют высокие значения сдвигового усилия, действующего на покрытие. Для предотвращения отрыва покрытия от поверхности резьбы необходимо обеспечить высокую прочность сцепления покрытия с металлом.

Диапазон эксплуатации НКТ по температуре рабочей и окружающей среды достаточно широкий. Покрытие должно сохранять свои эксплуатационные свойства как при отрицательной температуре от  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  при транспортировке и хранении, так и при повышенных температурах до  $+250\text{ }^{\circ}\text{C}$ , возникающих при эксплуатации от контакта с пластовыми средами.

Необходимо отметить, что покрытие на резьбах НКТ должно выполнять следующие функции:

- исключать фреттинг-коррозию за счет разделения поверхности резьб НКТ и муфты;
- гасить вибрационные колебания;
- если резьба муфты подверглась химико-термической обработке (фосфатирование, цинкование), то применяемое покрытие должно исключать электрохимическую коррозию;
- выполнять роль твердой смазки в условиях сухого трения;

- повышать уплотнительные свойства резьбового соединения «резьба ниппеля НКТ - резьба муфты».

Среди многочисленных методов формирования износостойких покрытий на алюминиевых сплавах [12-13], наиболее перспективным и получившим широкое распространение в различных отраслях промышленности [14-15], является метод формирования износостойких керамических покрытий на основе технологии микродугового оксидирования (МДО) [16-17], называемого также плазменно-электролитическим оксидированием (ПЭО) [18-19]. При помощи технологии МДО возможно получение оксидно-керамических покрытий с широким набором функциональных свойств, важнейшими из которых являются износостойкость, теплостойкость, коррозионная стойкость, электроизоляция и др. [20-36].

Микродуговое оксидирование представляет собой электрохимический процесс схожий по своей природе с анодированием, за исключением ряда особенностей:

1. Микродуговое оксидирование осуществляется как на постоянном, так и на переменном токе и преимущественно в щелочных электролитах при относительно высоких значениях электрического напряжения (от 500 до 1000 В);
2. В процессе формирования покрытия деталь, погруженная в электролит, подвергается воздействию множества микродуговых разрядов, которые интенсивно окисляют поверхностный слой до кристаллического состояния;
3. Образующаяся электролитная плазма в виде множества разрядов горит в смеси паров электролита и продуктов электролиза в газообразной форме [15,18-19].

Эти особенности формирования МДО-покрытий обуславливают ряд преимуществ технологии микродугового оксидирования, важнейшими из которых являются [37-38]:

1. Отсутствие необходимости предварительной подготовки поверхности обрабатываемых деталей перед формированием керамического покрытия;

2. Возможность формирования многофункциональных, износо-, коррозионно-, теплостойких и сверхпрочных покрытий;
3. Высокие значения микротвердости покрытий (до 25 ГПа) и адгезии к субстрату, сравнимой с прочностью самого металла;
4. Возможность формирования толщины функционального слоя в широком диапазоне от нескольких микрон до 400-500 мкм;
5. Применение неагрессивных и экологически чистых недорогих материалов для приготовления электролита, что облегчает его переработку и утилизацию.
6. Отсутствие необходимости холодильных установок для охлаждения электролита (в сравнении с твердым анодированием).

Вместе с тем, технология МДО имеет также некоторые недостатки:

1. Сравнительно высокое энергопотребление (по сравнению с анодированием);
2. Трудность формирования покрытия одинаковой толщины на деталях сложной формы, что требует изготовления дополнительной специальной оснастки.

## 1.2 Анализ требований к покрытию, формируемому методом микродугового оксидирования, для упрочнения резьбы НКТ

Отправной точкой в области микродугового оксидирования можно считать открытие явления гальванолюминесценции при электролизе в конце XIX века [39-41]. Однако началом современного этапа изучения и практического внедрения МДО-покрытий в нашей стране можно считать конец 70-х годов XX века, когда в Институте неорганической химии Сибирского отделения Академии наук СССР Г.А. Марковым с сотрудниками было открыто явление микродуговых разрядов в электролите [42].

Главными отличиями технологии МДО от известного процесса анодирования являются: возникновение под воздействием повышенного напряжения в процессе обработки плазменных (микродуговых) разрядов на поверхности, благодаря которым, собственно, и формируется прочное керамическое покрытие, составы электролитов, электрические параметры процесса, оборудование, а также отсутствие необходимости предварительной подготовки под покрытие объектов обработки и пр.

Суть данной технологии состоит в создании на поверхности детали, погруженной в электролит, в условиях воздействия микродуговых разрядов оксидных слоев, состоящих преимущественно из окислов материала подложки. Например, на подложке из алюминиевых сплавов формируется слой, состоящий из окислов алюминия, включая, в том числе, его высокотвердую фазу –  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , называемую корундом [43].

Процесс микродугового оксидирования хорошо отработан на металлах и сплавах вентильной группы (Al, Ti, Mg, Zr и др.) [44]. Возможно также формирование МДО-покрытий на стальных деталях, с предварительно нанесенным слоем алюминия или вентильного сплава, например, после электродуговой металлизации [45]

Несмотря на то, что технология микродугового оксидирования известна уже почти 50 лет, она все еще находится на стадии становления. Многие вопросы в

микродуговым оксидировании являются на данный момент нераскрытыми, а также отсутствует систематическая информация о влиянии внешних и внутренних факторов на процесс формирования покрытий. Помимо этого, до сих пор нет единого мнения о характере разряда, функционирующего в МДО [46-48]. МДО-покрытия имеют довольно широкие возможности применения в ряде областей таких как приборостроение и машиностроение; нефтегазовая, аэрокосмическая и текстильная промышленность, а также в медицине и многих других областях [18-19,49-55]. Среди отечественных специалистов известны работы Маркова Г. А. (ИНХ СО РАН) [38,56-58], Гордиенко П.В. Руднева В.С.[49,59] (ИХ ДВО РАН), Суминова И.В., Эпельфельда А.В. (МАТИ) [15,18-19,48], Ракоча А.Г. (МИСиС) [60], Федорова В.А., Малышева В.Н. (РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина) [16-17,37-38,43-46,61-68].

Свойства покрытий получаемых при микродуговым оксидировании зависят от их состава и структуры. В то же время эти параметры зависят от ряда факторов: материала основы, состава электролита, а также режима обработки.

Электролиты для микродугового оксидирования классифицируют по ряду параметров.

С одной стороны, все электролиты условно подразделяются на две группы:

1. электролиты, в составе которых нет элементов, образующих нерастворимые оксиды (растворы серной кислоты и щелочи);
2. электролиты, в состав которых входят элементы, образующие нерастворимые оксиды (алюминатные и силикатно-щелочные растворы) [69-70].

В первой группе электролитов при формировании покрытия модифицированный слой углубляется в подложку вследствие ее окисления. Для второй группы электролитов характерен рост размеров обрабатываемого изделия в пределах 10% от общей толщины покрытия, вследствие вхождения в состав покрытия нерастворимых окислов.

С другой стороны, электролиты для МДО разделяются по кислотному показателю на [15]:

1. Кислые электролиты (на основе  $H_2SO_4$  и  $H_3PO_4$ );

2. Щелочные электролиты (на основе КОН или NaOH и соответствующим образом гидролизующихся солей:  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{NaAlO}_2$  и т.д.);

3. Нейтральные электролиты (на основе не подверженных гидролизу солей: NaCl и т.д.)

Помимо этого, электролиты возможно подразделить по числу компонентов на одно-, двух-, трех- и многокомпонентные.

Также электролиты можно разделить и по тому, является ли электролит раствором или суспензией. Особым представителем данной классификации являются электролиты-суспензии. В состав электролитов-суспензий включают различные нерастворимые соединения для получения как особых свойств покрытий ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, TiN,  $\text{SiO}_2$ , BN, MgO), так и для формирования окрашенных покрытий ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , FeO,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

Очень сильное влияние на характеристики формируемого МДО-покрытия оказывает состав и концентрация даже относительно простых электролитов. Так введение 0,2% щелочи в силикатный электролит на порядок снижает толщину покрытия на алюминиевом сплаве АЛ4 [19].

Изменяя состав электролита, можно изменять конечные размеры детали. Уменьшение количества жидкого стекла в силикатно-щелочном электролите с 8 до 1-2 г/л приводит к уменьшению прироста исходного размера детали с 50 мкм до 0 при общей толщине покрытия 250-300 мкм. В тоже время, наружный технологический слой практически исчезает, при этом меняется цвет покрытия с бело-черного на красно-черный [71]. Дальнейшее снижение в электролите содержания жидкого стекла приводит к уменьшению размеров из-за растворения алюминия в растворе щелочи.

Приготавливая электролиты для МДО, необходимо учитывать порядок растворения и смешивания компонентов, поскольку это влияет не только на величину напряжения и время зажигания микроарядов, но зачастую, определяет качество получаемых покрытий и долговечность электролита.

Электролиты для микродугового оксидирования часто подвержены гидролизу из-за содержащихся в них солей слабых кислот. К причинам этого

вредного явления, относится: повышение температуры электролита (особенно выше 40-50 °С), его разбавление (особенно в горячем виде), и отсутствие подщелачивания. При повышении температуры электролита скорость окислирования растет, а напряжение зажигания падает, однако при этом могут ухудшиться характеристики покрытий, например, уменьшаться пробойное напряжение, микротвердость и увеличиваться пористость.

Анализ применяемых электролитов показал, что предпочтительнее использовать водные растворы электролитов следующих составов [37, 53-54, 67-69]:

1.  $\text{KOH} - \text{Na}_2\text{SiO}_3$ ;
2.  $\text{KOH} - \text{NaAlO}_2 - \text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$ ;
3.  $\text{KOH} - \text{NaAlO}_2 - \text{Na}_2\text{SiO}_3$ .

Одним из перспективных и эффективных направлений в создании новых электролитов является добавление твердых частиц различной природы в электролит с целью внедрения или заполнения пор МДО-покрытий, что позволяет наделять покрытия новыми функциональными возможностями [72]. Добавление частиц в электролит оказывает влияние на процесс микродугового окислирования: меняется значение рН электролита, его вязкость и проводимость. Эти параметры могут оказать влияние на морфологию и свойства покрытия.

Различают два вида внедрения [73]: инертное и реактивное или частично реактивное. Под инертным внедрением понимают, такое внедрение, при котором частицы не реагируют с покрытием и не образуют новой фазы. Это означает что размер и форма частиц не претерпевает заметных изменений и частицы могут быть обнаружены и распознаны в сформированном слое, даже в том случае если имело место реакция в межфазной зоне между частицами и матрицей покрытия.

В случае реактивного или частично реактивного внедрения частицы расплавляются при помощи разрядов высокой энергии и реагируют с другими компонентами из электролита и матрицы. Этот процесс зависит от множества факторов, таких как подложка, размер, концентрация и зета-потенциал частиц, состав электролита, а также энергия разрядов [74].

При обработке алюминиевых сплавов введение частиц в МДО-покрытия может способствовать образованию  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  или уплотнению покрытия, приводя к улучшению их триботехнических свойств. Твердость покрытия можно увеличить за счет добавления высокотвердых частиц [75].

Добавление частиц ( $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  и Fe) способствует формированию более толстого [76] или уплотненного слоя [77-79], что также может обеспечить более высокую твердость МДО-покрытий.

Так, добавление частиц диоксида циркония привело к увеличению твердости на алюминиевом сплаве ADC12 (аналог АК-12) с 500 HV до 800 HV. Это связано с тем, что после инертного внедрения частиц  $\text{ZrO}_2$  МДО-покрытие имело более плотную и однородную структуру [78]. МДО-покрытия с содержанием частиц диоксида циркония показали повышенные триботехнические характеристики.

В ряде работ частицы со смазочными свойствами такие как графит и углеродные нанотрубки вводили в электролит для формирования МДО-покрытий на алюминии и его сплавах [80-82]. В этом случае частицы графита внедрялись в МДО-покрытия частично-реактивно, при этом данные покрытия показали относительно низкий коэффициент трения (на уровне 0,12) в условиях скольжения по ним твердосплавного шарика при нагрузке в 5Н. С другой стороны, коэффициент трения покрытий без введения частиц в электролит составил 0,6 [82].

Для алюминия и его сплавов с трибологической точки зрения широкие перспективы представляет создание композиционных керамо-полимерных композиций на основе метода микродугового оксидирования [52,83-87].

Существует ряд методов формирования керамо-полимерных покрытий. В работе А. Булинг и Й. Зеррера [88] рассматривается метод нанесения полиэфирэфиркетона (ПЭЭК) на предварительно сформированное МДО-покрытие методом лазерной наплавки. В результате были получены стабильные условия работы исследуемых пар трения за счет снижения до минимума износа МДО-покрытия, а также контртела при низком коэффициенте трения.

В работах В.Н. Малышева и А.М. Вольхина [65-67,89] предложен способ формирования композиционного покрытия с улучшенными триботехническими

характеристиками, заключающийся в заполнении пор поверхностного слоя МДО-покрытия частицами сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ). Нанесение на покрытие СВМПЭ может производиться несколькими методами: шликерным, путем плазменного или кислородно-ацетиленового напыления. При этом достигается улучшение триботехнических характеристик пар трения за счет того, что СВМПЭ при разогреве в процессе трения выходит на поверхность и работает как смазочный материал.

Особый интерес представляет применение частиц фторопласта (политетрафторэтилена, ПТФЭ).

Известно, что, одним из преимуществ фторопласта являются его «врожденные» антифрикционные свойства [90]. Так при трении без смазки по самому себе, металлам и прочим твердым материалам для него характерны коэффициенты трения порядка нескольких сотых. Установлено [91-93], что низкие коэффициенты трения (0,05 – 0,08) достигаются при скорости скольжения менее 0,11 м/с, а, например, при скорости 18,9 м/с его коэффициент трения составляет уже 0,32-0,34. Фторопласт активно используют в качестве пропитки при изготовлении антифрикционных материалов на основе пористой металлокерамики.

Гнеденковым С.В. совместно с коллективом авторов [94] был предложен метод получения керамо-полимерных покрытий с наружным антифрикционным слоем из ПТФЭ, сформированным методом натирания.

Существенным недостатком вышеперечисленных методов формирования керамо-полимерных покрытий является двухстадийный процесс формирования и как следствие усложнение технологии производства.

Устранение данного недостатка возможно добавлением частиц фторопласта в электролит [95-99] для микродугового оксидирования, что открывает широкие возможности для формирования композиционных керамо-полимерных покрытий, состоящих из каркаса из оксидной матрицы, заполненного включениями частиц политетрафторэтилена.

В работе Дж. Го и соавторов [52] представлен метод формирования многофункциональных композиционных полимер-оксидированных покрытий на

сплавах магния методом МДО. Процесс обработки производился в щелочном фосфатном электролите с добавлением наночастиц фторопласта. Существенным недостатком представленного метода является низкое качество покрытий вследствие неудовлетворительной стабильности электролита.

Еще одной технологией одностадийного нанесения композитных керамо-полимерных покрытий является способ, предложенный Рудневым В.С. с соавторами [100]. Метод основан на микродуговом оксидировании вентильных сплавов в водном электролите с содержанием силоксан-акрилатной эмульсии и частицы порошка фторопласта. Данный метод позволяет получить композиционные керамо-полимерные покрытия на алюминии и его сплавах толщиной 25-90 мкм, улучшает стабильность электролита, увеличивает износостойкость и гидрофобные свойства. К недостаткам метода можно отнести невысокую микротвердость и как следствие недостаточную износостойкость, ввиду особенностей режима формирования покрытия, при котором не формируется альфа-оксид алюминия.

Несмотря на некоторые результаты в области одностадийного формирования керамо-полимерных покрытий методом микродугового оксидирования с применением частиц фторопласта, это направление остается перспективным и требует дополнительной проработки всех недостатков из представленных выше способов.

### **1.3 Решение проблем экологии использованием смазочных материалов на синтетической основе**

Важнейшим компонентом человека и общества является энергия. С одной стороны, она способствует процветанию и развитию людей. С другой – взаимосвязь между использованием энергии и человеческим развитием носит симбиотический и многогранный характер.

В то время как энергия несет пользу во многих отношениях, чрезмерное использование энергии и ресурсов может привести к увеличению углеродного следа и выбросов парниковых газов. При неэффективном использовании энергетических ресурсов можно нанести ущерб существующим экосистемам [101].

В этих условиях роль инженера состоит в попытке сбалансировать между стремлением общества к энергии и негативными экологическими последствиями. Выполнение данной задачи связано с созданием машин, которые удовлетворяют потребности общества, существенно снижая зависимость от ископаемого топлива для получения энергии [102]. Основным компонентом достижения этой цели является снижение системных потерь из-за износа и трения, которые существенно влияют на производительность машин [103].

Для учета потерь на трение и износ, долговечности и устойчивости основных компонентов механической системы, необходимо иметь четкое представление о технических науках, лежащих в основе их работы. В этой связи большое значение приобретает трибология. Потенциальные экологические и экономические преимущества трибологического анализа огромны [104]. Изучение трибологии может помочь сократить общие углеродные выбросы во всем мире за счет снижения трения и уменьшения износа и, тем самым, увеличивая срока службы оборудования [105].

Например, в 1976 году Федеральное министерство исследований и разработок Германии оценило экономию в размере более 2,0% ВВП [106-107] за счет снижения потерь на трение и износ. В 1977 году Американское общество инженеров-механиков (ASME) оценило экономический эффект за счет снижения

трения в 10,9% от потребления первичной энергии [108] или в денежном выражении в 16,2 миллиарда долларов США, что с учетом инфляции эквивалентно более 1 триллиону долларов США на настоящий момент.

В 1982 г. общие затраты только на износ, техническое обслуживание и ремонты составили в Федеративной Республике Германии (ФРГ) 102 млрд евро или 11,8% ВВП [109].

Учитывая это, Китайским институтом трибологии (СТП) в 2006 году было проведено комплексное исследование, которое охватило восемь отраслей промышленности и продемонстрировало экономию от снижения потерь на трение и износ в размере 41,4 миллиарда долларов США в год [110] или эквивалентная экономия в размере 1,55% китайского ВВП.

Еще один подход в решении вопроса уменьшения экологического воздействия заключается в определении аспектов, которые оказывают наибольшее влияние на экосистему, и попытаться уменьшить или устранить это влияние. Здесь особое место занимают вопросы использования смазочных материалов [102].

Известно, что огромное влияние на триботехнические характеристики узлов трения оказывают используемые в них смазочные материалы. Правильно подобранные материалы позволяют снизить интенсивность изнашивания в десятки и сотни раз, по сравнению с теми же процессами при отсутствии смазки. [111-117].

Ежегодный объем производства смазочных материалов составляет 30-40 млн тонн [118-119]. Сообщалось, что около 50–75 % общего объема производства смазочных материалов бесконтрольно выливается в окружающую среду [120]. Около 95% от общего объема производства смазочных материалов это минеральные масла, получаемые из нефти. Минеральные масла состоят из сложной смеси различных соединений углеводородов. Эти соединения являются токсичными и вредны для человека и окружающей среды. Вследствие их низкой биоразлагаемости и высокой токсичности некоторые даже считаются канцерогенными. Учитывая годовой объем производства смазочных материалов и их воздействие на окружающую среду, правительства ряда стран ввели строгие

правила для смягчения последствий утилизации этих смазочных материалов [121-122].

В последние годы вопросы загрязнения окружающей среды приобретают все большее значение. В сфере производства и применения смазочных материалов необходимо сосредоточиться на вопросах, связанных с большой долей потерь смазочных материалов в окружающей среде. Потенциальную угрозу для экосистем представляет собой продукты распада смазочных материалов. Вода и почва загрязняются непосредственно из-за потерь в системах смазки, в то время как воздух подвергается воздействию летучих смазочных материалов. Основной движущей силой новых технологических разработок является повышение наших знаний об окружающей среде. В этой связи, проводятся широкие исследования биоразлагаемых синтетических смазочных материалов, используемых в экологически чувствительных областях [123].

Для соответствия новым экологическим нормам, разрабатываются новые типы смазочных материалов, которые имеют меньшую токсичность и большую биоразлагаемость [122]. Также экологические смазочные материалы обладают отличными физико-химическими свойствами: высокий индекс вязкости, высокую температуру вспышки, хорошую устойчивость к сдвигу и др.). Они являются потенциальной альтернативой традиционным минеральным маслам [124].

Экологические смазочные материалы можно классифицировать согласно их химическому составу на натуральные и синтетические масла.

Натуральные масла производятся из овощей, фруктов или семян, а также животных жиров. Для получения их используются методы экстракции и дистилляции. Эти масла широко доступны, недороги и обладают более высокой биоразлагаемостью, чем масла, полученные из минеральных масел [125-127].

Натуральные масла имеют переменный состав, из-за того, что на их химический состав сильно влияют как экологические, так и биологические параметры [128]. Однако, некоторые параметры натуральных масел в целом лучше, чем у традиционных минеральных масел, как указано в [129-133].

Несмотря на большой потенциал растительных масел, они не получили широкого коммерческого использования из-за их высокой гетерогенности и других нежелательных физических свойств, связанных, помимо прочего, с плохой устойчивостью к окислению, плохими низкотемпературными свойствами и плохими индексами вязкости [134-135].

Синтетические масла производятся с использованием натуральных масел в качестве исходных компонентов. Тем не менее, синтетические эфиры также имеют ряд ограничений, поскольку химическая модификация увеличивает стоимость смазочного материала, немного повышает летучесть и токсичность, снижает устойчивость к трению, а сложные эфиры хуже работают с минеральными маслами по сравнению с не модифицированными растительными маслами [136].

В отличие от минеральных базовых масел, природа которых в значительной степени определяется источником сырой нефти, синтетические смазочные материалы создаются путем химической комбинации низкомолекулярных компонентов для образования высокомолекулярных соединений. Молекулярную структуру полученных соединений можно планировать и контролировать, формируя требуемые свойства. Выбор базовых жидкостей обычно определяется их эксплуатационными характеристиками, которые невозможно получить с минеральными маслами.

В настоящее время на рынке представлены следующие компоненты для экологически безопасных смазок [117]:

1. высоконенасыщенные или высоко олеиновые растительные масла;
2. полиальфаолефины низкой вязкости;
3. полигликоли;
4. сложные эфиры двухосновных кислот (диэфиры);
5. сложные эфиры полиолов.

Высокненасыщенные или высоко олеиновые растительные масла в основном представляют собой триглицериды [118]. Фрагмент глицерина содержит три гидроксильные группы, этерифицированные карбоксильными группами жирных кислот. Избыток насыщенных жирных кислот с длинной цепью приводит

к плохому поведению при низких температурах, в то время как избыток некоторых полиненасыщенных жирных кислот приводит к неблагоприятному поведению при окислении и осмолению при высоких температурах. Даже очень длинные мононенасыщенные жирные кислоты ухудшают поведение при низких температурах. Структура триглицеридов придает этим сложным эфирам высокую естественную вязкость (и индекс вязкости), а также отвечает за структурную стабильность в разумных диапазонах рабочих температур. Температура воспламенения высокая, что соответствует очень низкому давлению паров и летучести, что снижает или устраняет потенциальную опасность во время использования. Они обладают плохой окислительной стабильностью, по сравнению с минеральными маслами, и в целом не выдерживают температур выше 80 °С. Тем не менее, использование соответствующих антиокислительных присадок позволяет бороться с этим. Эти масла также менее гидролитически стабильны, больше пенятся и имеют более низкую фильтруемость, чем сопоставимые минеральные масла. Таким образом, продукты на основе растительного масла идеально подходят для смазки пар трения оборудования лесозаготовочных производств или цепных приводов, где смазка используется «однократно» и где требуется низкая токсичность (условия крайнего севера). Они также хорошо подходят для использования в гидравлических системах низкого и среднего давления, а также малонагруженных зубчатых передачах, с рабочей температурой не превышающей 71 °С и существует малая вероятность проникновения воды или сильного загрязнения [137-138].

Биоразлагаемые ПАО представляют собой низкомолекулярные димеры или тетрамеры [121]. Это приводит к нежелательной высокой летучести жидкостей. Однако низкая молекулярная масса является преимуществом при низких температурах, в условиях которых ПАО демонстрируют отличные характеристики. В отличие от других базовых материалов, использование ПАО приводит к усадке резиновых уплотнений. Отсутствие полярности со стороны молекул ПАО приводит к проблемам с применением присадок, но, с другой стороны, ведет к превосходной гидролитической стабильности. Окислительная стабильность ПАО

очень сравнима с продуктами на основе нефти из-за отсутствия двойных связей или других реакционноспособных функциональных групп [139].

Экологические масла на основе полиальфаолефинов находят широкое применение в качестве гидравлического и моторного масла, особенно в условиях холодного климата и там, где гидравлическое давление увеличивается (свыше 45 МПа). Эти масла также находят применение в качестве трансмиссионных смазок благодаря их способности обеспечивать более низкие рабочие температуры и более низкий коэффициент трения, способствующие снижению износа. [139].

Экологически безопасные масла на основе полигликолей находят широкое применение при смазке электродвигателей, турбин, узлов трения при работе в коррозионно-активных средах, а также как гидравлические и трансформаторные жидкости [112]

Диэфиры состоят из дикарбоновых кислот (например, адипиновой кислоты), этерифицированных спиртами, полученными из гидроксильированных нефтяных фракций. Их молекулярная масса достаточно высока, чтобы не учитывать проблемы летучести, а сложноэфирные связи обеспечивают высокую растворяющую способность [117].

Диэфиры пользуются растущим спросом в качестве базовых масел для биоразлагаемых гидравлических жидкостей с увеличенными интервалами замены. Также они смешиваются с ПАО в ряде синтетических смазочных материалов что приводит к улучшению свойств. Это превосходные биоразлагаемые смазочные материалы для компрессоров и турбин. Однако жидкости на основе диэфиров могут оказывать негативное воздействие на некоторые лакированные или окрашенные поверхности из-за их исключительной растворяющей и моющей способности.

Недостатком в применении диэфиров является их негативное влияние на резиновые уплотнения, поэтому при использовании подобных масел необходима замена уплотнений на фторуглеродные [137-138,140].

Сложные эфиры полиолов состоят из жирных кислот, присоединенных к спирту, не содержащему атома водорода при углеродном атоме [134]. Для

насыщенных жирных кислот это приводит к очень высокой окислительной стабильности, удовлетворительной гидролитической стабильности, относительно высокой биоразлагаемости и отличным характеристикам при низких температурах. Однако молекулярная масса сложных эфиров полиолов часто является причиной их высокой вязкости. Существует ряд производителей различных типов сложных эфиров полиолов, и некоторые из них могут содержать ненасыщенные соединения. Например, олеаты полиолов представляют собой полиолы, разработанные для более низкой вязкости. Однако наличие двойных связей приводит к снижению устойчивости к окислению. Другие типы полиолов обладают высокими эксплуатационными характеристиками, но не обладают достаточной заводской биоразлагаемостью. Основная химическая структура сложного эфира полиола должна быть оценена, прежде чем рассматривать его для конкретного применения в смазке [141].

#### 1.4 Цели и задачи исследования

Одной из главных причин выхода из строя труб НКТ является коррозия. До 50 % отказов насосно-компрессорных труб связано с отказом резьбовых соединений. В связи с этим встает вопрос о повышении коррозионно- и износостойкости резьбовых соединений. Применение легкосплавных насосно-компрессорных труб позволяет снизить коррозию, однако это существенно снижает износостойкость резьб таких труб в сравнении с трубами НКТ, выполненных из стали.

Оптимальным решением данной дилеммы является применение износостойких покрытий. Анализ литературных данных свидетельствует об исследованиях, направленных на применение керамо-полимерных покрытий, формируемых с использованием метода микродугового оксидирования.

Особый интерес представляют керамо-полимерные покрытия, состоящие из оксидной матрицы и частиц фторопласта. Такие покрытия обладают улучшенными триботехническими характеристиками ввиду содержащегося в них фторопласта.

С другой стороны, современные экологические вызовы, связанные с загрязнением окружающей среды, требуют особого внимания в области применения смазочных материалов.

Проведенный анализ позволил сформулировать цели и задачи работы.

Целью диссертационного исследования является повышение износостойкости и антифрикционных свойств резьбовых соединений легкосплавных НКТ посредством формирования МДО-покрытий в условиях работы в парах трения разного материального исполнения и применением экологических смазочных материалов.

Для выполнения указанной цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Проведение анализа современных тенденций триботехнического материаловедения и оценка возможности применения экологически безопасных смазочных материалов в парах трения с МДО-покрытиями.

2. Определение триботехнических характеристик покрытий, сформированных методом МДО, при трении скольжения в экологических смазочных материалах.

3. Разработка метода формирования новых керамо-полимерных покрытий, состоящих из оксидной матрицы и включений фторопласта, посредством микродугового оксидирования.

4. Исследование триботехнических характеристик новых керамо-полимерных покрытий при трении в экологических маслах.

5. На основе полученных данных дать рекомендации о возможности применения МДО-покрытий для резьбовых соединений легкосплавных НКТ с использованием экологических смазочных материалов.

## Выводы по главе 1

1. Легкосплавные насосно-компрессорные трубы из алюминиевых сплавов имеют ряд преимуществ перед стальными НКТ, но из-за низкой износостойкости резьбовой части их применение ограничено. Упрочнение резьбовой части труб ЛНКТ формированием МДО-покрытий в сочетании с применением экологических смазочных материалов позволит снять эти ограничения.

2. Формирование функциональных свойств МДО-покрытий зависит от состава электролита, концентрации вводимых элементов и наличия нерастворимых компонентов. Особый интерес с точки зрения формирования триботехнических свойств представляют электролиты, содержащие самосмазывающие включения.

3. Перспективной заменой традиционных минеральных масел являются синтетические масла, произведенные с использованием натуральных масел в качестве исходных компонентов, однако в настоящее время отсутствует информация об уровне их триботехнических характеристик и диапазонах нагрузочно-скоростных параметров при эксплуатации в узлах трения, в том числе с применением МДО-покрытий.

## ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Материалы для испытаний

Для формирования МДО-покрытий и проведения испытаний использовались алюминиевые сплавы Д16 и В95 ГОСТ 4784-2019, которые поставлялись в прутках диаметром 40 миллиметров. (таблица 2.1.1).

Таблица 2.1.1 – Химический состав применяемых алюминиевых сплавов

Сплав	Основные компоненты									
	<i>Al</i>	<i>Fe</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Ti</i>	<i>Cu</i>	<i>Mg</i>	<i>Zn</i>
Д16	основа	до 0,5	до 0,5	0,3 - 0,9	-	до 0,1	до 0,15	3,8 - 4,9	1,2 - 1,8	до 0,25
В95	основа	до 0,5	до 0,5	0,2 - 0,6	до 0,1	0,1- 0,25	до 0,15	1,4 - 2,0	1,8 - 2,8	5,0 - 7,0

Выбор данных сплавов обусловлен тем, что они относятся к группе деформируемых сплавов, из которых выполняется большинство конструкционных деталей, а кроме того, их различием в механических свойствах (таблица 2.1.2). Сплав В95 обладает пределом прочности приблизительно в 1,6 раза большим, чем сплав Д16. Также, эти сплавы различаются по показателю твердости в 1,5 раза, что позволяет оценить влияние механических свойств подложки на триботехнические характеристики МДО-покрытий.

Таблица 2.1.2 – Механические свойства алюминиевых сплавов

Сплав	$\sigma_B$	$\sigma_T$	$\delta_5$	НВ
Д16	245	120	12	105
В95	390-410	275-295	8-10	150

Ввиду высокой твердости МДО-покрытий, контртело для испытаний, работающее в паре, должно обладать твердостью не ниже HRC 55 (для обеспечения

режима трения «твердый – по твердому»), для чего оно выполнялось из подшипниковой стали 100Cr6 – европейского аналога стали ШХ15 для схем трения «шарик-диск», «штифт-диск» и «кольцо-кольцо».

В качестве наполнителя для МДО-матрицы использовалась суспензия фторопласта Ф4Д по ГОСТ 14906-77.

В качестве смазочной среды применялись базовые синтетические масла на основе полиэтиленгликоля (ПЭГ), полиальфаолефинов (ПАО), кремниевого (силиконового) масла (КМ), диизотридецил адипата (ДИТА) и перфторированного полиэфира (ПФПЭ).

Масла подбирались с тем расчетом, чтобы они имели примерно равные физические свойства: кинематическая вязкость при 40 °С – 25 мм<sup>2</sup>/с (25 сСт). Химические и физические свойства масел представлены в таблице 2.1.3 соответственно [142-143].

Таблица 2.1.3 – Физические свойства экологических масел.

Название масла	$\nu_y$ (25 °С), мм <sup>2</sup> /с	$\nu_y$ (40 °С), мм <sup>2</sup> /с	$\nu_y$ (100 °С), мм <sup>2</sup> /с
ДИТА	49,397	25,802	5,2149
ПАО	48,122	26,01	5,2125
ПЭГ	44,012	22,452	4,1474
ПФПЭ	54,233	27,215	4,6164
КМ	51,026	38,774	16,108

## 2.2 Методика формирования МДО-покрытий

Перед МДО-обработкой, для обеспечения плоскостности поверхности трения, образцы из алюминиевых сплавов Д16 и В95 подвергались предварительной механической подготовке: выполнялась притирка образцов с помощью смеси порошка оксида алюминия и керосина на чугунной плите. После выполнения операции микродугового оксидирования производилась повторная притирка образцов с применением алмазной пасты АСМ 28/40 ПОСМ.

Для проведения испытаний использовалось две группы образцов с МДО-покрытиями. Первая группа представляла собой образцы с пористым МДО-покрытием, полученным при обработке в анодно-катодном режиме в стандартных электролитах, представленных в таблице 2.2.1.

Таблица 2.2.1 – Состав используемых электролитов

№ п/п	Состав электролита
1	2 г/л КОН + 6 г/л $\text{Na}_2\text{SiO}_3$
2	2 г/л КОН + 6 г/л $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ + 2 г/л $\text{NaAlO}_2$

Для формирования МДО-покрытия были выбраны режимы обработки, представленные в таблице 2.2.2.

Таблица 2.2.2 – Режимы формирования традиционных МДО-покрытий

Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	6 – 7
Напряжение на аноде, В	550 – 600
Напряжение на катоде, В	150 – 260
Время, мин	55 – 60

Первая группа образцов использовалась для проведения исследований триботехнических характеристик пористого МДО-покрытия при работе в экологических смазочных средах.

Вторая группа образцов имела комбинированное керамо-полимерное МДО-покрытие и была предназначена для исследования влияния добавок полимера на изменение триботехнических свойств пористых МДО-покрытий при работе в

экологических смазочных средах. В качестве электролита для формирования МДО покрытий второй группы образцов использовался состав, представленный в таблице 2.2.3.

Таблица 2.2.3 – Состав электролита для второй группы образцов.

Состав электролита	
2 г/л КОН + 6 г/л $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$ + 10 мл/л суспензии Ф4Д + 10 мл/л ПС-1	

Подготовка электролита для формирования керамо-полимерных покрытий производилась в два этапа. На первом этапе подготавливался базовый электролит, включавший в себя щелочь (КОН) и гексометафосфат натрия ( $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$ ). Данное сочетание компонентов позволяет формировать МДО-покрытие с минимальным технологическим слоем.

На втором этапе в базовый электролит добавляли смесь суспензии фторопласта (Ф-4Д) и пеногасителя (ПС-1). Суспензия фторопласта представляет собой взвесь тонкодисперсного помола полимера в воде с добавкой стабилизирующего вещества (поверхностно-активное вещество ОП-7), которое, обволакивая частицы фторопласта, обеспечивает их взвешенное состояние, равномерное распределение по объему ванны и стабильность электролита. Пеногаситель использовался для предотвращения образования обильного пеновыделения, из-за мыльных свойств ПАВ.

Процесс микродугового оксидирования производился преимущественно в анодно-катодном режиме с циклическим чередованием его с анодным в соответствии с параметрами, представленными в таблице 2.2.4.

Таблица 2.2.4 – Режимы формирования покрытия

Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	3 – 30
Напряжение на аноде, В	400 – 650
Напряжение на катоде, В	150 – 250
Время, мин	30 – 40
Цикличность режима А/К - А	5/1 – 7/1

Чередование анодно-катодного и анодного режимов было обусловлено необходимостью введения частиц фторопласта в структуру МДО-покрытия и распределения их не только в поверхностном слое, но и в толще самого покрытия, для обеспечения сохранения антифрикционных свойств в процессе работы.

По окончании процесса микродугового оксидирования производилась термообработка сформированного МДО-покрытия с включениями частиц фторопласта при температуре 380-400 °С в течение 30 минут для увеличения адгезии частиц фторопласта в структуре покрытия и снижение общей пористости.

### 2.3 Методика исследования морфологии и состава МДО-покрытий

Методика исследования МДО-покрытий после их формирования и притирки включала:

- визуальный осмотр,
- измерение толщины покрытия,
- определение пористости,
- определение химического состава,
- определение содержания полимерного наполнителя.

Визуальный осмотр МДО-покрытия проводился после притирки с использованием лупы х3 при освещенности 500 лк с целью выявления наличия трещин, неоднородности поверхности и прожогов покрытия.

Толщина покрытий измерялась вихретоковым методом по ГОСТ 9.302-88 с помощью толщиномера MiniTest 600 FN2 фирмы ElektroPhysik (Германия). Замеры осуществлялись в 5 точках по поверхности образца с расчетом среднего значения и стандартного отклонения.

Дополнительно толщина покрытий контролировалась на поперечных шлифах при помощи оптического микроскопа NIKON Eclipse MA200 и специального программного обеспечения. Разница между результатами, полученными с использованием толщиномера и измеренной на микроскопе, не должна превышать 5%.

Целью подготовки образцов для металлографических исследований является выявление структуры материала образца, независимо от того, металл ли это, керамика, пластик или какой-либо другой материал [144]. При подготовке образцов необходимо придерживаться определенных правил, которые применимы для большинства материалов. Процесс подготовки металлографических образцов, как правило, состоит из следующих этапов:

1. Отрезание
2. Запрессовка или заливка в смолу
3. Механическая подготовка (шлифование и полирование)

На каждом из этапов подготовки может быть использовано полу- или полностью автоматическое оборудование, которое обеспечит воспроизводимость получаемых результатов, постоянно высокое качество образцов и снизит влияние человеческого фактора на результат подготовки [145].

Во избежание изменения структуры отрезание производилось в присутствии охлаждающей среды. Поскольку МДО-покрытия имеют высокую твердость, вырезка образцов для металлографии проводилась в два этапа. На первом этапе с помощью отрезного диска с алмазным напылением производился надрез более твердого МДО-покрытия на глубину его толщины. Далее мягкий материал основы дорезался с помощью ленточной пилы. Для устранения заусенцев, перед заливкой образцы подшлифовывались с помощью абразивной ленты зернистостью Р60 на гриндере.

Для достижения наилучших результатов образцы должны обязательно быть запрессованы в смолу, перед запрессовкой образец должен быть тщательно промыт и высушен. При необходимости можно использовать спирт или другие чистящие средства.

Для запрессовки образцов с МДО-покрытием использовался автоматический электрогидравлический пресс для горячей запрессовки образцов Struers CitoPress-5. В качестве наполнителя использовалась фенольная смола с древесным наполнителем Struers MultiFast.

Процесс запрессовки включал в себя несколько шагов. Сначала на поверхность плунжеров пресса наносится специальный порошок, предотвращающий прилипание к ним смолы. Далее исследуемые образцы устанавливаются в запрессовочный цилиндр. Затем производится загрузка порошка фенольной смолы (приблизительно 50 мл порошка для образца толщиной 10 мм), после чего образцы нагреваются до температуры 180 °С и выдерживаются при давлении 25 МПа в течение 4 минут. На заключительном этапе образцы охлаждаются в течение 3 минут. После выполнения данного алгоритма образцы готовы к шлифованию.

Шлифовку образцов производили на металлографической шлифовальной машине Struers Tegramin-25 с автоматической системой шлифования. Шлифовка образцов с МДО-покрытием включает в себя выравнивание поверхности и последующую полировку.

Выравнивание поверхности производилось с помощью алмазного диска Struers Piano зернистостью 220 grit. Продолжительность данной операции составила 30 секунд.

Дальнейшая полировка образца включала в себя 3 этапа:

1. Грубая полировка в алмазной суспензии 9 мкм – 2 минуты;
2. Промежуточная полировка в алмазной суспензии 3 мкм – 8 минут;
3. Финальная полировка в алмазной суспензии 1 мкм – 5 минут.

После финальной полировки образцы тщательно промывались, высушивались и рассматривались под микроскопом при небольшом увеличении 100х для оценки качества подготовки шлифа.

Металлографический анализ МДО-покрытий с помощью оптической микроскопии производился на микроскопе NIKON Eclipse MA200 с применением программного комплекса Thixomet PRO. В процессе данного исследования производился контроль толщины, определение равномерности заполнения пор полимерным наполнителем и определение процента заполнения по площади.

Оценка пористости покрытия проводилась металлографическим методом с применением электронного микроскопа Zeiss Sigma и обработки полученных изображений с помощью программы Image J. Оценка пористости производилась путем расчета отношения площади пор к общей площади обработанного изображения шлифа и рассчитывалась по соотношению:

$$П = \frac{ПП}{ОП} \times 100\%, \quad (1)$$

где

П – пористость в %;

ПП – площадь черных областей;

ОП – общая площадь.

Для образцов первой группы был выполнен химический анализ МДО-покрытий с применением энергодисперсионного спектрометра входящего в состав электронного микроскопа Zeiss Sigma.

## 2.4 Методика триботехнических испытаний по схеме трения «шарик-диск»

Испытания по схеме «шарик – диск» проводились по стандарту ASTM G133-02 [146].

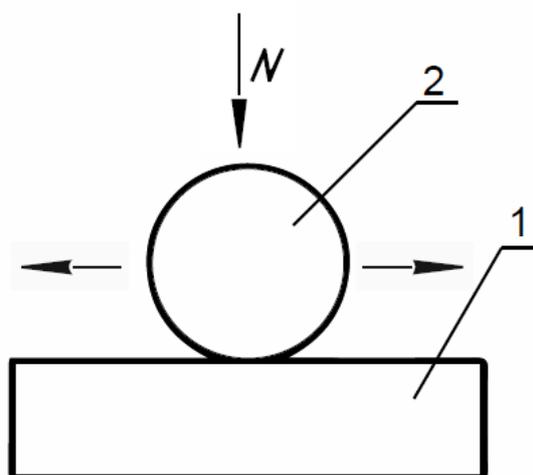


Рисунок 2.4.1 – Схема трения «шарик-диск»:

1 – образец с МДО-покрытием; 2 – стальной шарик.

Этот метод испытаний охватывает лабораторные испытания с целью определения износа при скольжении керамики, металлов и прочих материалов с высокой частотой при линейном возвратно-поступательном движении шара по плоскости. Направление относительного движения между поверхностями скольжения периодически меняется на противоположное, из-за того, что скольжение происходит вперед-назад и по прямой. Согласно стандарту, ASTM G 133-02 к основным величинам, представляющим интерес, относятся величина износа материалов образцов: шарика и диска. Помимо этого, с помощью данного метода возможно измерение коэффициента трения. Этот метод испытаний включает в себя испытания как без смазки, так и в условиях применения смазочного материала.

Испытания проводились на высокочастотной установке линейных колебаний (SRV), которая реализует схему трения «шарик по диску». Схема рабочей части

машины представлен на рисунке 2.4.2. Общий вид машины трения SRV представлен на рисунке 2.4.3.

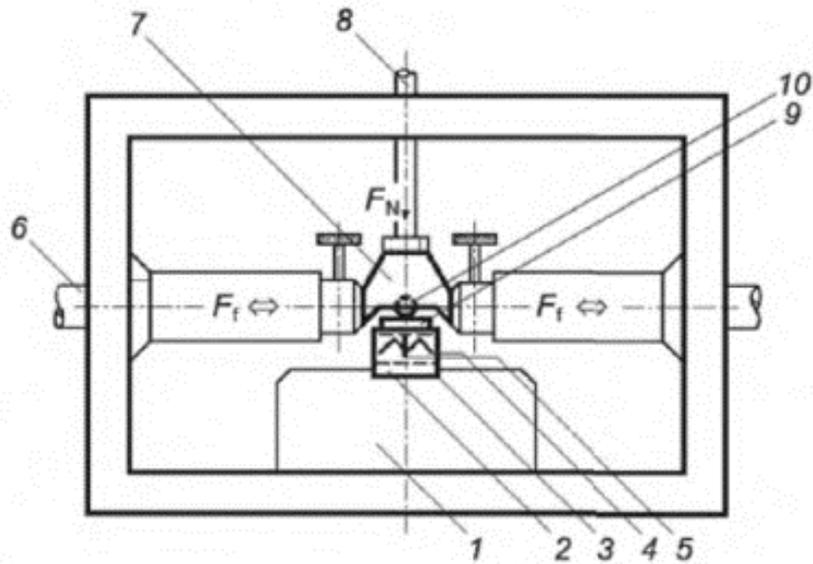


Рисунок 2.4.2 – Схема рабочей части машины SRV [147]:

1 – приемный блок; 2 – пьезоэлектрическое измерительное устройство; 3 – держатель испытательного диска; 4 – электрический резистивный нагреватель; 5 – термометр сопротивления; 6 – шток привода колебательную движения; 7 – держатель испытательного шарика; 8 – нагрузочный шток; 9 – нижний образец (диск); 10 – верхний образец (шарик);  $F_N$  – усилие нагрузки;  $F_f$  – сила трения



Рисунок 2.4.3 – Общий вид машины трения SRV.

Данная машина трения предназначена для моделирования малых перемещений под действием заданных параметров (нагрузка, скорость, параметры окружающей среды). Также она позволяет исследовать влияние влажности и условий эксплуатации на разрушение поверхности материалов и их защитных покрытий.

Образцы для испытаний по схеме «шарик-диск» представляли собой:

- диск из алюминиевых сплавов Ø24x8 мм с МДО-покрытием,
- шарик из стали 100Cr6 диаметром 10 мм.

Перед испытанием по схеме «шарик-диск» верхний и нижний образцы подвергались трехстадийной очистке растворителями в ультразвуковой ванне. На первом этапе образцы промывались в толуоле в течение десяти минут. Данная операция позволяла убрать остатки масла как с образца в целом так и из пор МДО-покрытия.

Далее производилась промежуточная очистка образцов в изопропанол в течение десяти минут. На данном этапе убиралась остатки толуола с поверхности образцов, подготавливая их к финальной очистке.

Финальная очистка проводилась с использованием петролейного эфира в течение пяти минут. Данный этап очень важен так как петролейный эфир удаляет остатки растворителя предыдущей очистки и ввиду своей летучести (температура испарения ~70°C) легко удаляется с поверхности образцов при сушке не оставляя следов.

Установка образца в рабочую часть машины трения SRV производилась в несколько шагов. Для того чтобы не повредить покрытие, нижний образец устанавливался в рабочую камеру первым, затем фиксировался специальной пластиной, отвечающей за положение шарика на поверхности образца. Затем устанавливался шарик в верхний держатель.

В пространство между образцами добавлялась 1 капля масла. Затем прикладывалась предварительная нагрузка в 50 Н. Винты фиксирующие образцы слегка отпускались, что позволяло более точно позиционировать образцы друг

относительно друга, а также убрать все зазоры. После чего винты вновь затягивались и в течение 15 минут окружающая среда выводилась на нужный температурный режим и производился запуск испытания.

После окончания работы установки образцы проходили повторную процедуру очистки в три этапа.

В данной работе применены нагрузки, отличные от стандартных.

На первом этапе испытаний применялась схема нагружения с возрастанием нагрузки от 400 Н до 600 Н с увеличением нагрузки через каждые 7 минут на 25 Н для выявления диапазона предельных контактных нагрузок, при превышении которых начинается интенсивный рост коэффициента трения. Длительность единичного цикла испытаний составила 80 минут. Внешний вид образца после испытаний и пример записи результатов испытаний представлены на рисунке 2.4.4.

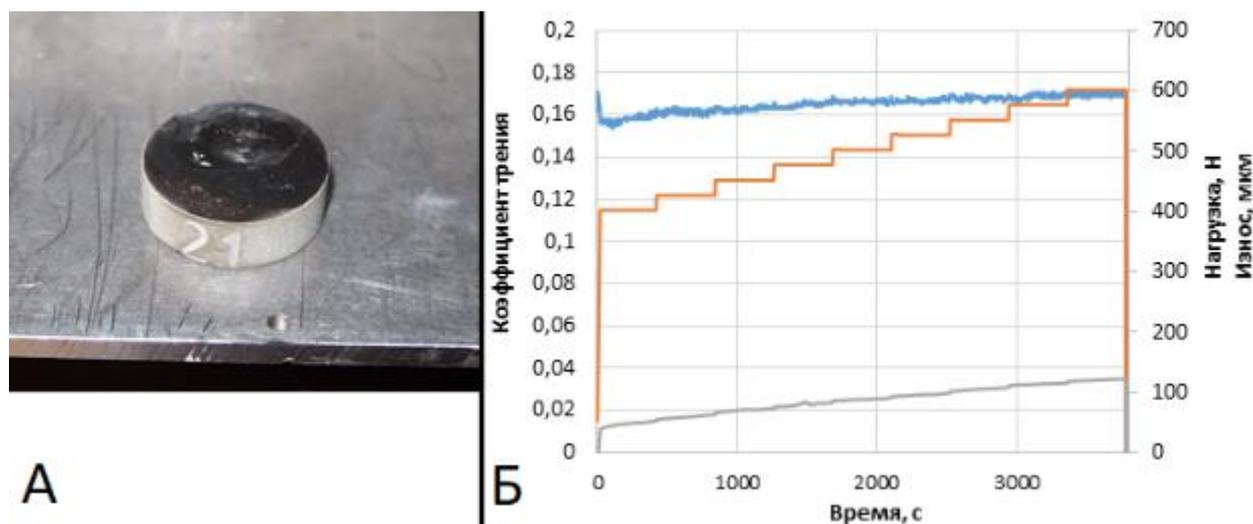


Рисунок 2.4.4 – Внешний вид образца с МДО-покрытием после испытаний при возрастающей нагрузке (а) и графики изменения параметров испытаний (б).

На втором этапе испытания выполнялись при постоянных нагрузках, находящихся в диапазоне стабильных значений коэффициента трения, определенных на первом этапе. Длительность испытаний на втором этапе составляла 60 минут.

При проведении испытаний как на первом, так и на втором этапах были использованы следующие параметры относительного перемещения и температуры:

- частота колебаний шарика по поверхности диска - 50 Гц,
- амплитуда перемещения - 1 мм,
- температура в рабочей камере – 40 °С.

В процессе испытаний фиксировались следующие параметры:

- коэффициент трения с частотой 1 измерение в секунду;
- линейной износ пары трения «шарик – диск», который представлял собой величину сближения образцов, вызванного изнашиванием каждого образца;
- нагрузка на образец.

Для каждого цикла испытаний была получена диаграмма изменения контролируемых параметров в течение времени.

На основании полученных экспериментальных данных определялся средний коэффициент трения и стандартное отклонение. Для этого на первом этапе испытаний полученный график разбивался на отдельные интервалы по изменению нагрузки на образец. На втором этапе обработка полученных данных включала весь массив значений, зафиксированных за единичный цикл испытаний.

Для определения величины объемного износа каждого из образцов в отдельности применялся сканирующий 3D микроскоп Alicona (Рисунок 2.4.5)



Рисунок 2.4.5 – Общий вид 3D микроскопа Alicona.

Работа 3D микроскопа основана на принципе фокусной вариации (Focus Variation), которая сочетает в себе малую глубину резкости оптической системы с вертикальным сканированием для получения топографической и цветовой информации по изменению фокуса [148].

Основным компонентом системы является прецизионная оптика, содержащая различные системы линз. Данные системы линз могут быть оснащены различными объективами, что позволяет проводить измерения с разным разрешением [149].

При использовании лучерасщепляющего зеркала, свет, выходящий из источника света, попадает в оптическую линию системы и фокусируется на образце через объектив. В зависимости от топографии образца при попадании свет отражается в нескольких направлениях. Если топография имеет свойства диффузного отражения, то есть отражение происходит под углом, отличающимся от падающего и лежащим не обязательно в плоскости падающего луча и нормали к поверхности, то свет одинаково сильно отражается в каждом направлении. При зеркальном отражении свет рассеивается преимущественно в одном направлении. Все лучи, отражающиеся из образца и попадающие на линзу объектива,

собираются в оптике и светочувствительным датчиком за лучерасщепляющим зеркалом.

Из-за малой глубины резкости оптики четко отображаются лишь небольшие участки объекта. Для полного изучения поверхности с полной глубиной резкости точная оптика перемещается вертикально вдоль оптической оси, непрерывно собирая данные с поверхности. Это означает, что каждая область объекта четко сфокусирована. Алгоритмы преобразуют полученные светочувствительным датчиком данные в трехмерную информацию (трехмерную модель) (Рисунок 2.4.6) с полной глубиной резкости, что достигается автоматическим анализом изменения фокуса по вертикальной оси [150].

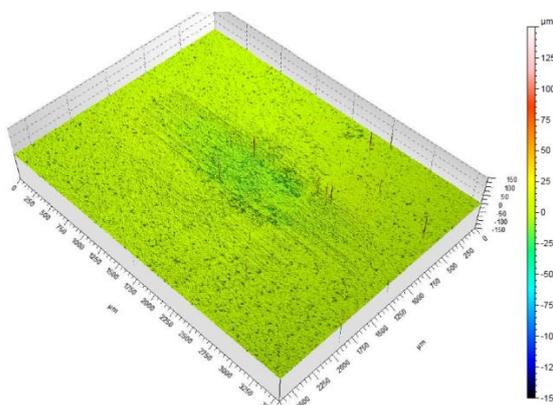


Рисунок 2.4.6 – Пример трехмерного изображения дорожки трения полученное на 3D микроскопе.

Анализ трехмерного изображения с использованием встроенного ПО микроскопа позволяет производить оценку износа. Также анализ трехмерной модели дает возможность построения профилограмм дорожек трения (рисунок 2.4.7) как в поперечном, так и в продольном направлении.

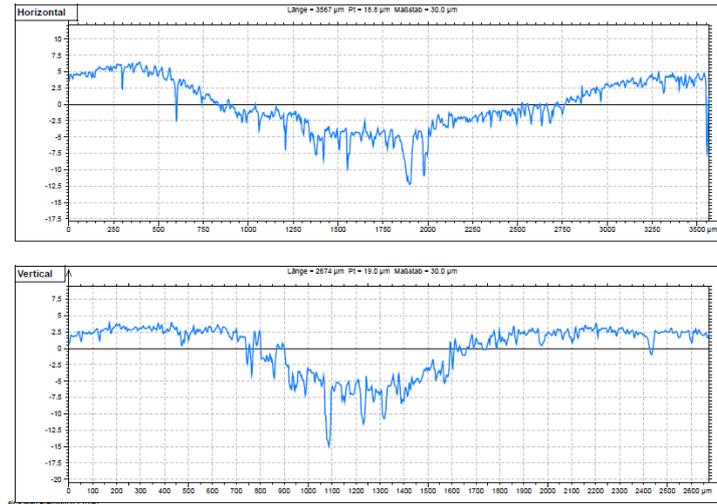


Рисунок 2.4.7 – Пример профилограмм дорожки трения в продольном (сверху) и поперечном (снизу) направлении.

Использование 3D микроскопа открывает широкие возможности по комплексному исследованию поверхностей трения.

## 2.5 Методика трибологических испытания по схеме трения «штифт-диск»

Испытания по схеме трения «штифт по диску» проводились по стандарту ASTM G99-04 [151] (рисунок 2.5.1).

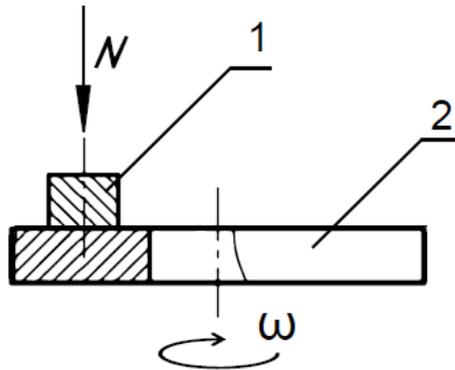


Рисунок 2.5.1– Схема трения «штифт по диску»: 1 – штифт; 2 – диск.

Для проведения испытания использовалась установка МТИ-1 разработки в РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина (рисунок 2.5.2).

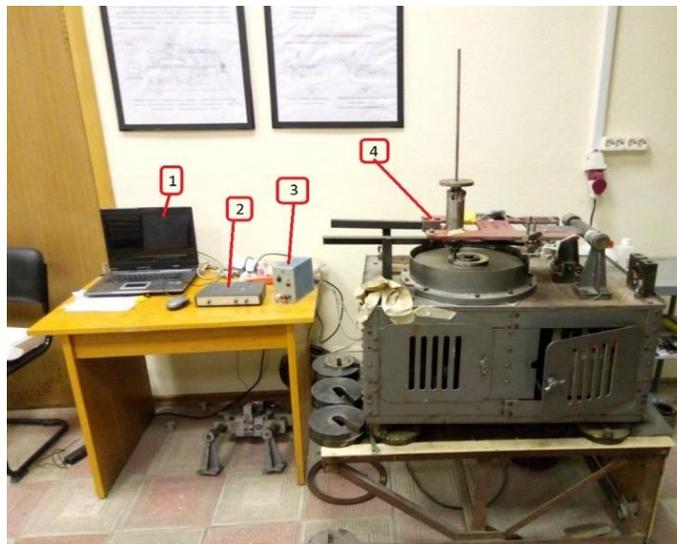


Рисунок 2.5.2– Внешний вид установки:

1 – компьютер; 2 – осциллограф; 3 – усилитель сигнала тензобалки; 4 – рабочая часть.

Рабочая часть установки (рисунок 2.5.3) оснащена тензометрическим датчиком с тензорезисторами, сигнал с которого передается на усилитель и затем

на осциллограф, подсоединенный к ноутбуку, с помощью которого фиксировались результаты.



Рисунок 2.5.3 – Рабочая часть установки:

1 – образец с МДО-покрытием; 2 – нагружающее устройство; 3 – стальной образец; 4 – прижимная шайба.

Стальной диск в установке фиксировался с использованием, прижимной шайбы. Нагружающее устройство выполнено в виде штока, перемещающегося в направляющих с помощью подшипников качения. С одного конца штока при помощи винта фиксировался держатель для штифтов, с другого – устанавливались грузы.

При проведении испытаний использовались следующие образцы:

- штифт из алюминиевых сплавов, выбранных для исследования,  $\text{Ø}10 \times 8$  мм с МДО-покрытием,

- диск из стали 100Cr6 диаметром 110 мм.

При проведении испытаний по схеме «штифт-диск» использовались следующие параметры испытаний:

- усилие – 200 Н,

- контактное давление – 2,55 МПа

- частота вращения диска – 38 об/мин,

- линейная скорость относительного перемещения – 198,97 мм/с,
- длительность 60 минут.

Подача смазки при испытаниях по схеме «штифт – диск» выполнялась на двух режимах:

Первый режим – в условиях аварийного трения (режима масляного голодания), для моделирования ситуации нарушения или полного прекращения подачи смазки. При испытаниях на этом режиме пористая поверхность образца выдерживалась в течение пяти минут в смазочном материале, затем излишки масла убирались и образец использовался в испытании.

Второй режим - в условиях капельной подачи смазки: 5 капель раз в 30 минут.

После проведения каждого цикла испытаний проводилась оценка весового износа образца типа «штифт». За результат испытаний принимали величину износа, полученную на базе 3 образцов.

## 2.6 Методика испытаний по схеме трения «кольцо-кольцо»

Схема испытаний «кольцо-кольцо» представлена на рисунке 2.6.1.

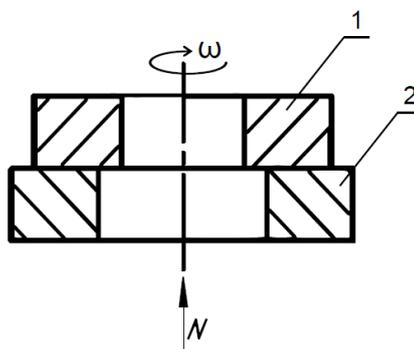


Рисунок 2.6.1 – Схема трения «кольцо-кольцо»: 1 – образец с МДО-покрытием; 2 – контртело из стали/ алюминиевого сплава с МДО.

Для испытания по схеме трения «кольцо – кольцо» была использована машина трения МТ-393 (рисунок 2.6.2).



Рисунок 2.6.2 – Внешний вид машины трения МТ-393

Схема контактного узла представлена на рисунке 2.6.3. Крутящий момент с цапги 1 передается при помощи поводка 3 на оправку 4 верхнего кольца 5. Неподвижное кольцо 6 установлено в оправке 7, с помощью которой подается нагрузка. Шарик 2 служит в качестве шарнира для самоустановки образцов.

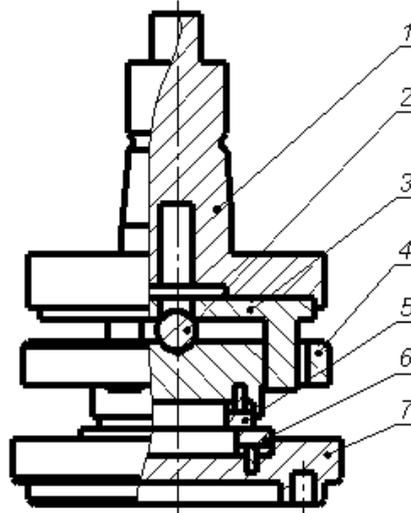


Рисунок 2.6.3 – Схема контактного узла: 1 – вращающаяся цанга; 2 – шарик; 3 – поводок; 4 – оправка для верхнего кольца; 5 – верхнее кольцо; 6 – нижнее кольцо; 7 – оправка для нижнего кольца.

В качестве образцов для данной схемы испытаний использовались:

- верхнее кольцо из алюминиевых сплавов, выбранных для исследования, размером  $\text{Ø}28 \times 18 \times 6$  мм;
- нижнее кольцо размером  $\text{Ø}35 \times 22 \times 2,5$  мм из стали ШХ15 и кольцо с размерами  $\text{Ø}35 \times 22 \times 8$  мм из алюминиевых сплавов, выбранных для исследования.

Перед испытанием образцы подвергались чистке в ультразвуковой ванне в изопропанолем и петролейном эфире (по 10 минут на каждый). Затем производилось контрольное взвешивание массы до испытаний. Те же операции выполнялись после испытаний.

При испытании по схеме «кольцо-кольцо» использовались следующие параметры:

- нагрузка на образец – 700 Н,
- контактное давление – 3 МПа,
- скорость вращения шпинделя 750 об/мин,
- время единичного цикла испытания 60 минут.

В процессе испытаний проводилась запись диаграммы изменения момента трения.

## 2.7 Методика определения момента свинчивания резьбовой пары

Сравнение момента свинчивания резьбового соединения с МДО-покрытием при использовании резьбовой смазки, изготовленной на базе экологических смазочных материалов, проводили с использованием оборудования для контроля резьбовых смазок по ГОСТ ISO 13678 – 2022 [152].

Данные испытания проводились с целью определения момента свинчивания и работоспособности резьбовой пары трения с МДО-покрытием с использованием резьбовых смазок, изготовленных на базе экологических масел ПЭГ, ДИТА, ПАО. Для получения резьбовой смазки образцы базовых масел были переданы на кафедру химии и технологии смазочных материалов и химмотологии для последующего их загущения.

Образец для испытаний представлял собой резьбовую пару и был выполнен из алюминиевого сплава Д16 со сформированным на них керамо-полимерным покрытием.

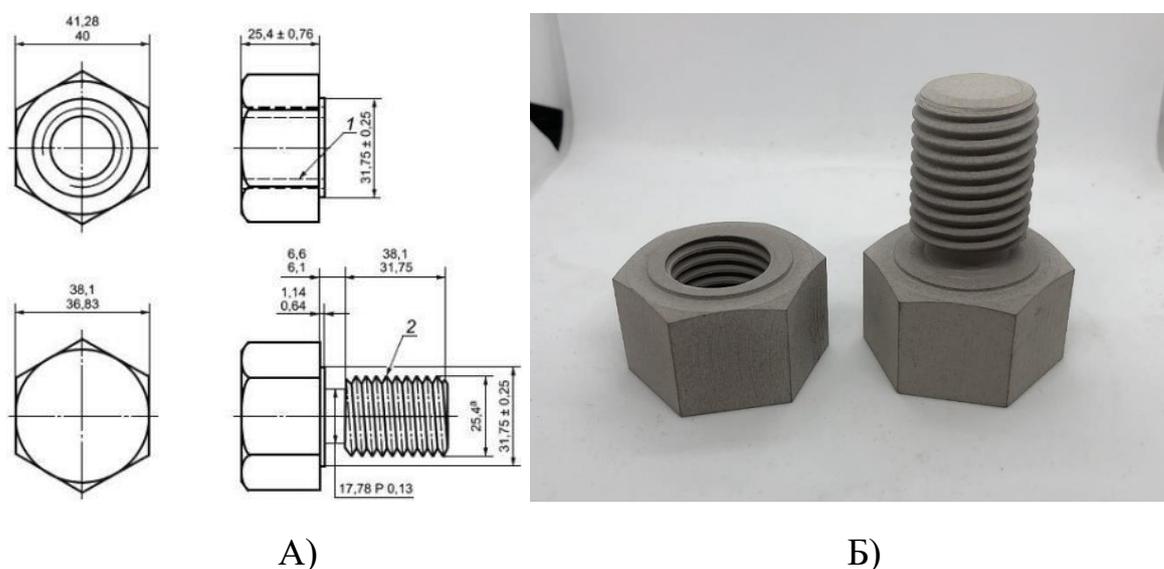


Рисунок 2.7.1 – Образцы для испытаний: а) эскиз [153], б) фотография образца с МДО-покрытием.

Для проведения испытаний, была использована установка по ГОСТ ISO 13678 – 2022 (рисунок 2.7.2), способная прикладывать к образцу равномерно

возрастающий крутящий момент, регистрировать этот крутящий момент и скорость вращения.



Рисунок 2.7.2 – Установка для испытания резьбовой смазки по ГОСТ ISO 13678 – 2022.

Установка состоит из трех узлов:

Первый узел установки - двигатель с редуктором, обеспечивает вращение и приложение крутящего момента к образцу. Скорость вращения составляет 1 об/мин  $\pm 10\%$ . Второй узел установки - датчик крутящего момента, по вращению образца генерирует выходной сигнал, пропорциональный приложенному крутящему моменту. Третий узел установки - датчик поворота, генерирует выходной сигнал, пропорциональный углу поворота образца. Данные выводятся каждый градус.

Регистрация сигналов датчика поворота и датчика крутящего момента обеспечивает взаимное однозначное соответствие точек измерения крутящего момента и поворота.

Испытание под действием крутящего момента проводилось следующим образом: все сопрягаемые поверхности образца обильно покрывают слоем резьбовой смазки, затем образец свинчивают вручную и помещают в

испытательную установку. Начальный крутящий момент, то есть, момент ручного свинчивания не должен превышать 14 Н·м. Затем, по мере повышения крутящего момента, регистрируют крутящий момент и угол поворота. Эти данные записывают, затем ослабляют свинчивание образца, для чего меняют направление крутящего момента, и извлекают образец из испытательной установки. В качестве предельного угла поворота при свинчивании при испытаниях был выбран угол 30°, что связано с особенностями работы испытательной установки. При остановке работы электродвигателя, его вращение происходит по инерции некоторое время, при этом растет момент завинчивания. Вследствие этого явления возможно достижение величины момента, при котором может произойти разрушение исследуемого образца из алюминиевого сплава, поскольку его предел прочности при кручении ниже, чем у аналогичных стальных образцов. С другой стороны, сравнение моментов завинчивания при одинаковых углах поворота позволяет произвести оценку эффективности смазочных материалов. Более эффективной смазкой будет та, которая имеет меньший момент завинчивания при равных углах поворота.

После завершения серии испытаний образец очищают. В случае обнаружения на сопрягаемых поверхностях признаков задиров резьбовую смазку бракуют и испытание прекращают.

## 2.8 Методика обработки экспериментальных данных

Известно, что полученная при измерении величина имеет некоторую погрешность [153]. В связи с этим при выполнении измерений необходимо производить оценку величины погрешности.

Согласно теореме Ляпунова, если действующие величины  $X_1, X_2 \dots X$  взаимно независимы, а их число  $n$  очень велико, и действие каждой из этих величин по сравнению с суммарным их действием мало, то закон распределения лишь незначительно может отличаться от нормального закона распределения [154]. В связи с этим можно сделать предположение что получаемые при испытаниях значения физико-механических свойств следуют или близки нормальному распределению Гаусса.

Основываясь на этом, определялись основные статистические показатели, характеризующие нормальный закон распределения.

Математическое ожидание вычислялось по формуле:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (2.1)$$

где  $\sum X_i$  – сумма всех принимаемых значений;

$n$  – число испытаний.

Определение среднего квадратичного отклонения производили по формуле:

$$S_n = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}} \quad (2.2)$$

В случае, когда число наблюдений достаточно велико - величина среднеквадратичного отклонения стремится к постоянному значению, называемому статистическим пределом.

Для решения вопроса о степени изменчивости однотипных совокупностей определяется коэффициент вариаций по формуле:

$$W = \frac{S_n}{\bar{X}} \cdot 100\% , \quad (2.3)$$

Математическое ожидание вычисляется как правило из небольшого числа результатов вследствие чего нельзя быть уверенным в том, что полученный частный результат характеризует среднюю величину в серии измерений. В связи с этим необходима дополнительная характеристика использования которой позволит по частному значению математического ожидания говорить об общей величине среднего арифметического значения изучаемого параметра. Данной характеристикой является средняя ошибка математического ожидания, определяемая по формуле:

$$S_{nX} = \frac{S_n}{\sqrt{n}} , \quad (2.4)$$

где  $S_n$  - среднее квадратичное отклонение;

$n$  - число наблюдений.

Относительная величина средней ошибки математического ожидания, характеризующая надежность результатов испытаний, называется показателем точности или ошибкой испытания:

$$\rho = \frac{S_{n\bar{X}}}{\bar{X}} \cdot 100\% , \quad (2.5)$$

Чем меньше показатель точности, тем выше надежность полученных результатов испытаний. Для экспериментальных данных достаточная надежность результатов обеспечивается показателем точности не более 5% [155].

В представленной работе была принята следующая методика определения необходимого числа испытаний:

1. По формуле 2.1 вычислялось математическое ожидание измерений  $\bar{X}$ .
2. По формуле 2.2 вычислялось среднее квадратичное отклонение  $S_n$ .
3. По формуле 2.3 определялся коэффициент вариации  $W$ .
4. Выбиралась доверительная вероятность  $\alpha$  (обычно  $\alpha = 0,95$ ).
5. По табличным значениям определялся коэффициент Стьюдента  $t_\alpha$  [156].

6. Вычислялся доверительный интервал по формуле:

$$\pm \Delta X = \frac{t_{\alpha} \cdot S_n}{\sqrt{n}}, \quad (2.6)$$

7. По формуле 2.3 вычислялась ошибка математического ожидания.

8. По формуле 2.4 вычислялся показатель точности испытания.

9. Задаваясь показателем точности  $\rho'$  до 5 %, получали среднюю ошибку математического ожидания:

$$S'_{n\bar{X}} = \frac{\bar{X} \cdot \rho'}{100}, \quad (2.7)$$

10. Минимальное число испытаний при заданном показателе точности определялось по формуле:

$$n_{\min} = \left( \frac{S_n}{S'_{n\bar{X}}} \right)^2, \quad (2.8)$$

По методике изложенной выше производился расчет всех испытаний в представленной работе. Для упрощения вычисления выполнялись с использованием программного комплекса Microsoft Excel.

## Выводы по главе 2

1. Обоснован выбор материалов для испытаний. За основу были взяты два алюминиевых сплава из группы деформируемых системы Al-Cu-Mg (Д16) и Al-Mg-Cu-Zn (В95), отличающихся по своим механическим характеристикам в 1,5 раза.
2. Представлена методика формирования МДО-покрытий в слабощелочных электролитах.
3. Рассмотрена методика морфологического анализа и состава МДО-покрытий.
4. Представлены методики проведения триботехнических испытаний по различным схемам трения «шар-диск», «штифт-диск» и «кольцо-кольцо».
5. Представлена методика определения момента свинчивания резьбовой пары.
6. Представлена методика определения статистической погрешности экспериментальных исследований.

### ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МДО-ПОКРЫТИЙ ПРИ ТРЕНИИ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ СМАЗОЧНЫХ СРЕДАХ

#### 3.1 Морфологический анализ и металлографические исследования МДО- покрытий

Внешний вид образцов с МДО-покрытиями, сформированными в электролитах 1 и 2 для проведения исследований, представлен на рисунке 3.1.1.

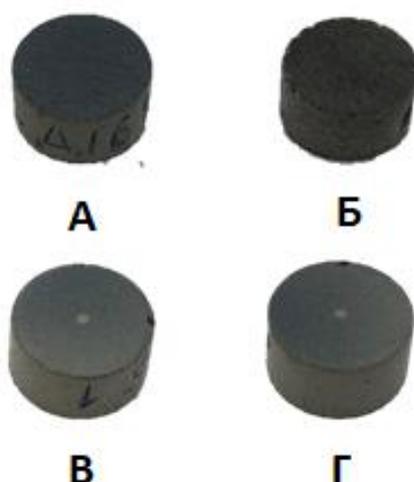


Рисунок 3.1.1 – Фото исследуемых образцов: а – сплав Д16 (электролит №1), б – сплав Д16 (электролит №2), в – сплав В95 (электролит №1), г – сплав В95 (электролит №2),

После притирки на образцах проводилось измерение шероховатости, параметры которой представлены в таблице 3.1.1.

Таблица 3.1.1 – Шероховатость исследуемых образцов в зависимости от используемого электролита.

Сплав	Шероховатость, Ra			
	Электролит 1		Электролит 2	
	Среднее	Ст.отклонение	Среднее	Ст.отклонение
Д16	0,642	0,148	0,796	0,269
В95	0,912	0,146	1,187	0,325

Замеры толщины покрытий проводились вихретоковым методом и представлены в таблице 3.1.2.

Таблица 3.1.2 – Толщина МДО-покрытий в зависимости от используемого электролита

Сплав	Толщина покрытия, мкм			
	Электролит 1		Электролит 2	
	Средняя	Ст.отклонение	Средняя	Ст.отклонение
Д16	84	5	77	5
В95	150	5	127	5

Как видно из полученных данных изменение толщины покрытий на образцах по площади незначительно, что позволяет обеспечить равномерность их нагружения при испытании. Толщина покрытий, полученная на сплаве В95, превышает толщину покрытий на Д16 при одинаковых режимах и длительности обработки, что связано с особенностями процесса микродугового оксидирования для данных сплавов.

Анализ строения покрытия проводился с использованием детектора обратно рассеянных электронов на электронном микроскопе (QBS-детектор). С его помощью участки с более высоким средним атомным числом при получении изображений отражаются в контрасте более ярко по сравнению с фазами с меньшим атомным числом. Внешний вид покрытий представлен на рисунке 3.1.2.

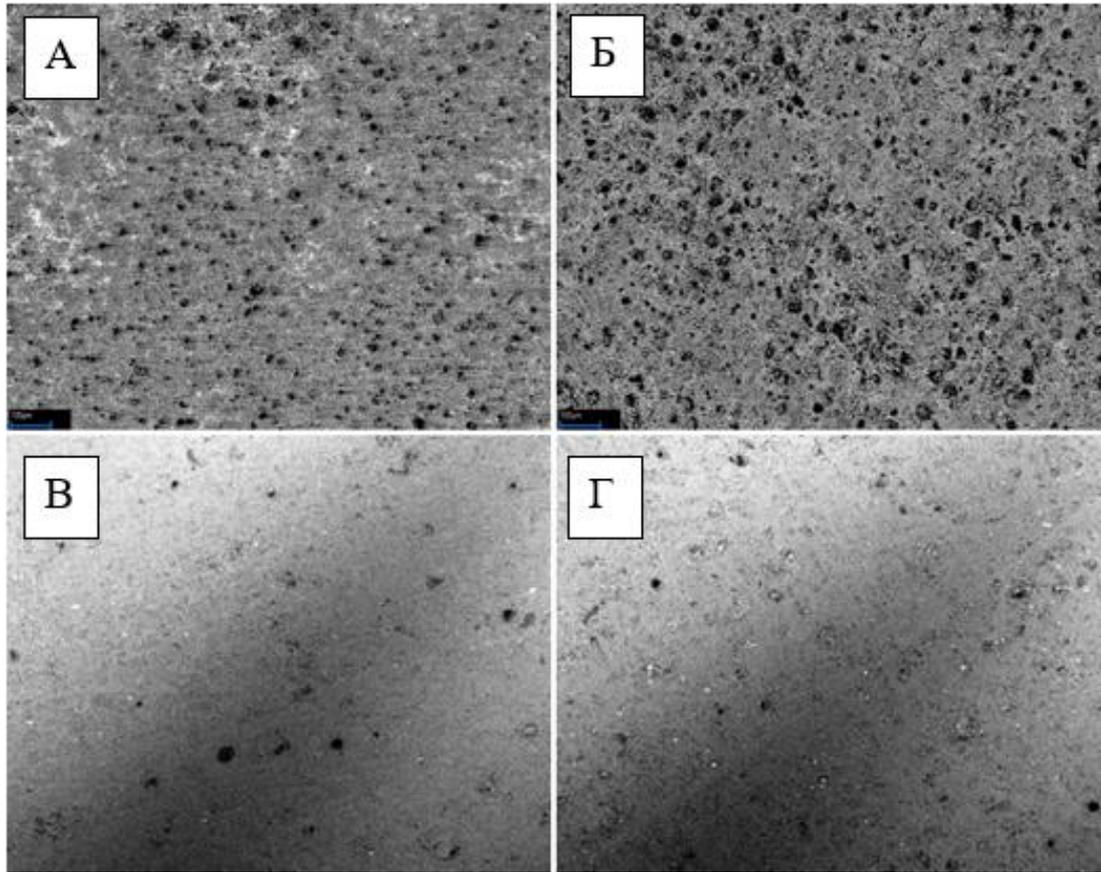


Рисунок 3.1.2 – Снимки поверхностей МДО-покрытий, полученных с помощью детектора обратно рассеянных электронов (увеличение  $\times 200$ ):

а) сплав Д16 – электролит №1; б) сплав Д16 – электролит №2; в) сплав В95 – электролит №1; г) сплав В95 – электролит №2.

Анализ полученных изображений показывает разный уровень пористости покрытий, полученных на сплавах Д16 и В95. Покрытие на сплаве В95 более плотное и однородное по химическому составу. На покрытии сплава Д16 видны участки, отличающиеся разной интенсивностью свечения, выявленные при использовании детектора вторичных электронов (SE-детектор), что указывает на неоднородность в распределении химических элементов по площади покрытия.

Пористость покрытий, полученных в электролитах 1 и 2, определялась по методике, указанной в разделе 2.3 на сканирующем электронном микроскопе и представлена в таблице 3.1.3.

Таблица 3.1.3 – Пористость МДО-покрытий в зависимости от используемого электролита.

Сплав	Пористость покрытия, %			
	Электролит 1		Электролит 2	
	Средняя	Ст.отклонение	Средняя	Ст.отклонение
Д16	26,6	7	37,5	7
В95	24,0	7	13,5	7

Оценка полученных значений пористости покрытий показывает, что наибольшую разницу в полученных значениях при обработке сплавов Д16 и В95 дает электролит №2. Электролит №1 показал меньшее влияние химического состава обрабатываемых сплавов на пористость формируемого покрытия.

Химический состав МДО-покрытий, полученных на сплавах Д16 и В95, определенный с применением энергодисперсного спектрометра входящего в состав электронного микроскопа, представлен в таблице 3.1.4.

Таблица 3.1.4 – Химический состав поверхности образцов.

Элементы	Содержание элементов в покрытии, %			
	Д16		В95	
	Электролит №1	Электролит №2	Электролит №1	Электролит №2
Al	78,68	77,03	71,71	77,6
Zn	9,5	10,61	11,26	7,6
Si	4,63	5,44	6,04	9
Ti	3,32	2,79	6,54	0,22
Cu	2,57	2,74	2,93	2,08
Fe	0,75	0,82	0,96	0,4
Mn	0,41	0,43	0,52	0,36
Cr	0,14	0,13	0,039	2,71

Как видно из полученных результатов, МДО-покрытия, сформированные на сплавах Д16 и В95, характеризуются разным содержанием кремния в покрытии. При одинаковом содержании кремния в исходном составе сплавов его концентрация в покрытии на сплаве В95 существенно выше. В покрытии на сплаве Д16 в обоих электролитах наблюдается прирост содержания титана и цинка,

концентрация которых в исходном химическом составе сплава существенно ниже. Покрытие на сплаве В95 в электролите №1 также характеризуется повышенной концентрацией этих элементов. При использовании электролита №2 содержание титана в покрытии резко снижается, а концентрация цинка становится близкой к исходному содержанию в сплаве В95.

Также на покрытиях сплава Д16, сформированных в электролите №1, при исследовании с помощью QBS-детектора, наблюдаются светлые пятна свидетельствующие о неоднородности распределения химических элементов в покрытии. Для более детальной оценки, был проведен химический анализ различных участков покрытия по точкам, представленным на рисунке 3.1.3.

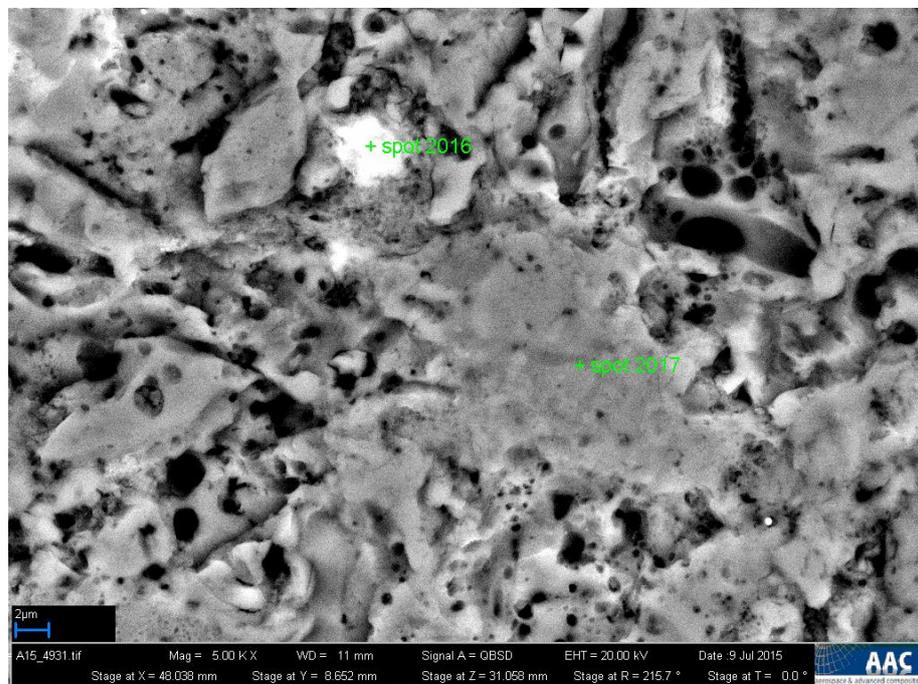


Рисунок 3.1.3 – Схема исследования химического состава различных точек МДО-покрытий, сформированных в электролите №1.

Результаты замеров по распределению элементов по исследуемым точкам представлен в таблице 3.1.5.

Таблица 3.1.5 – Элементный состав поверхности образцов.

Элемент	spot 2016	spot 2017
	<i>Am%</i>	<i>Am%</i>
C	3,61	2,03
O	52,71	59,29
Na	2,35	0
Mg	2,43	0,47
Al	16,98	23,77
Si	7,55	13,68
K	1,64	0,57
Cu	12,73	0,19

Из результатов следует, что светлый участок МДО-покрытия, сформированного в электролите 1, более насыщен медью, в то время как содержание меди в темной части практически отсутствует. Кроме того, наблюдается значительная разница в содержании кремния, концентрация которого обратно пропорциональная концентрации меди.

### 3.2 Исследование триботехнических характеристик МДО-покрытий по схеме трения «шарик-диск».

Для исследований изменения трибологических характеристик в экологических маслах в паре трения с МДО-покрытиями (контртело - сталь 100Cr6 (ШХ15)) было проведено испытание по схеме трения «шарик-диск» с возрастающей нагрузкой в диапазоне от 400 Н до 600 Н. На рисунке 3.2.1 представлены примеры записи контролируемых параметров испытаний.

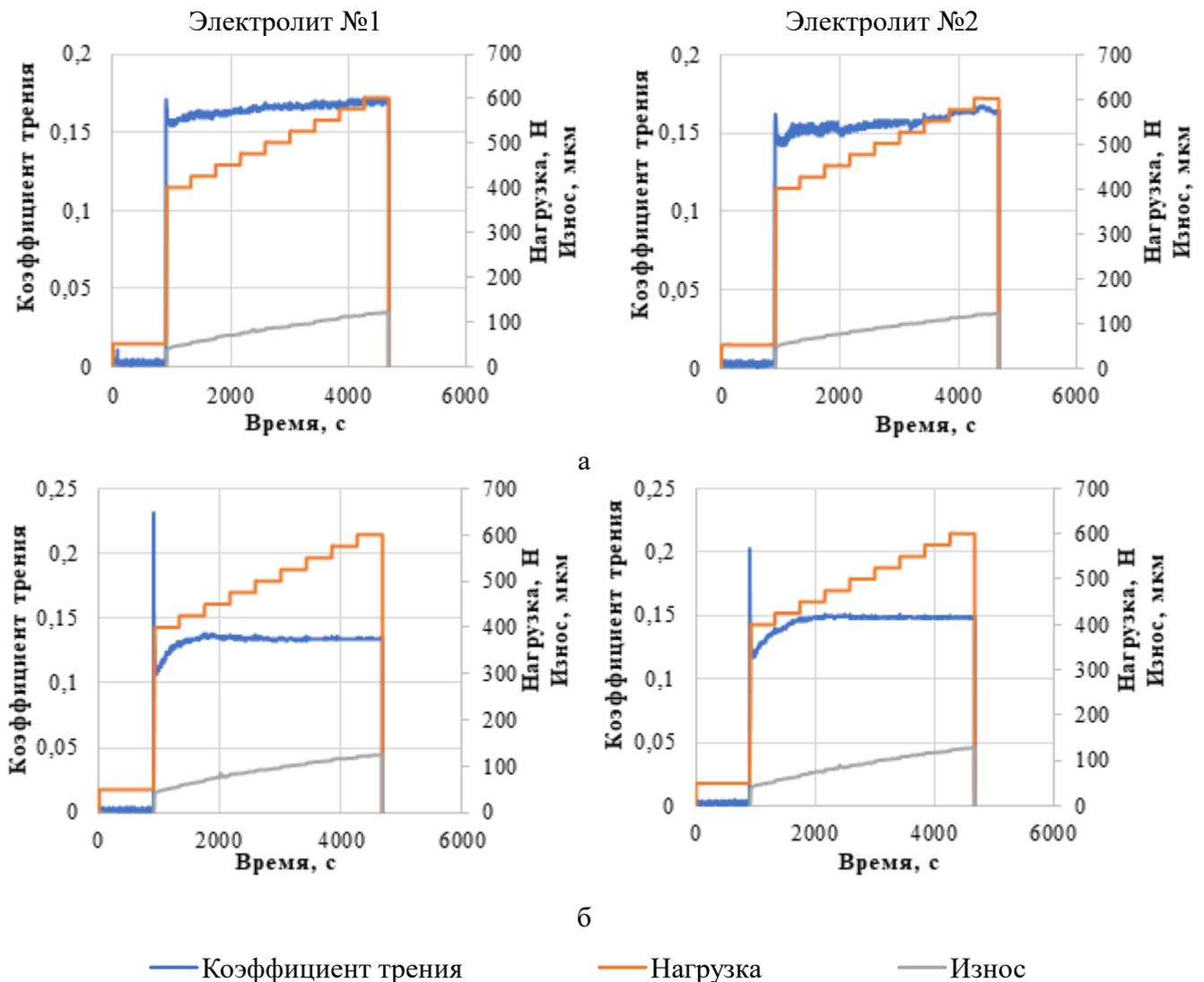


Рисунок 3.2.1 – Графики изменения коэффициента трения и величины износа, полученные при испытаниях МДО-покрытий при возрастающей нагрузке с экологическими маслами: а) сплав Д16 – масло ДИТА, б) сплав В95 – масло ДИТА.

Обработка результатов испытаний с определением средних значений, стандартного отклонения для коэффициента трения, линейного износа и температуры для рассмотренного диапазона нагрузок с шагом 50 Н по каждой серии испытаний представлена в таблице 3.2.1

Таблица 3.2.1. – Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при разных значениях нагрузки

Нагрузка, Н	Коэффициент трения				Линейный износ, мкм		Температура	
	Сред- нее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накоплен- ный	Сред- нее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ДИТА</i>								
400	0,155	0,0014	0,152	0,159	56,9	56,85	41,18	0,41
450	0,164	0,0007	0,163	0,166	20,9	77,70	40,55	0,06
500	0,169	0,0006	0,168	0,171	18,0	95,70	41,90	0,12
550	0,169	0,0004	0,166	0,169	17,1	112,75	20,71	0,04
600	0,171	0,0004	0,168	0,172	14,1	126,85	21,40	0,10
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ПАО</i>								
400	0,313	0,083	0,165	0,490	207,9	207,75	43,16	0,99
450	0,175	0,046	0,220	0,500	38,8	144,10	20,67	0,10
500	0,166	0,037	0,220	0,485	29,5	173,60	20,90	0,20
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ПЭГ</i>								
400	0,195	0,0018	0,191	0,199	52,6	88,55	41,47	0,46
450	0,191	0,0014	0,188	0,194	22,8	111,35	40,41	0,06
500	0,191	0,0011	0,189	0,194	18,7	130,00	41,08	0,09
550	0,191	0,0005	0,192	0,194	16,2	146,20	42,40	0,17
600	0,192	0,0003	0,193	0,196	14,3	160,45	21,71	0,13
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ПФПЭ</i>								
400	0,185	0,004	0,174	0,193	74,9	74,75	41,14	0,39
450	0,177	0,001	0,175	0,180	28,9	103,65	40,21	0,05
500	0,176	0,002	0,172	0,182	20,2	123,85	40,56	0,05
550	0,175	0,001	0,174	0,185	19,1	142,90	20,86	0,05
600	0,174	0,001	0,173	0,183	15,3	158,20	21,62	0,12
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло КМ</i>								
400	0,384	0,117	0,122	0,596	366,1	366,05	43,47	5,61
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ДИТА</i>								
400	0,144	0,0024	0,139	0,149	53,1	53,00	40,95	0,43
450	0,155	0,0010	0,153	0,158	18,8	71,75	40,30	0,06
500	0,160	0,0008	0,158	0,162	16,8	88,50	41,13	0,11
550	0,160	0,0003	0,159	0,161	16,1	104,60	20,83	0,04
600	0,164	0,0005	0,163	0,167	14,9	119,50	21,61	0,11
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ПАО</i>								
400	0,305	0,057	0,206	0,414	181,3	181,30	42,57	1,02

Таблица 3.2.1. – Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при разных значениях нагрузки (продолжение).

Нагрузка, Н	Коэффициент трения				Линейный износ, мкм		Температура	
	Сред- нее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накоплен- ный	Сред- нее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ПЭГ</i>								
400	0,212	0,0057	0,206	0,228	95,8	95,60	42,29	0,52
450	0,206	0,0004	0,206	0,208	24,3	119,85	40,82	0,08
500	0,208	0,0002	0,208	0,209	22,5	142,30	43,10	0,23
550	0,208	0,0002	0,206	0,208	18,4	160,65	21,72	0,06
600	0,208	0,0003	0,206	0,209	17,4	178,05	22,66	0,12
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ПФПЭ</i>								
400	0,222	0,014	0,190	0,264	188,8	188,50	42,94	0,24
450	0,203	0,016	0,183	0,284	55,1	243,60	42,25	0,08
500	0,204	0,019	0,186	0,343	44,2	287,75	44,18	0,19
550	0,212	0,023	0,185	0,483	34,7	322,45	22,24	0,04
600	0,206	0,020	0,184	0,494	31,4	353,80	22,63	0,21
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло КМ</i>								
400	0,470	0,096	0,297	0,624	222,1	222,10	42,64	0,29
<i>МДО-покрытие (В95, электролит№1) – масло ДИГА</i>								
400	0,123	0,0048	0,114	0,131	52,7	52,45	40,52	0,26
450	0,140	0,0006	0,139	0,142	25,8	78,25	40,16	0,04
500	0,139	0,0006	0,138	0,141	15,2	93,45	40,34	0,05
550	0,140	0,0001	0,134	0,135	16,2	109,60	20,25	0,02
600	0,139	0,0001	0,134	0,135	13,6	123,15	20,46	0,05
<i>МДО-покрытие (В95, электролит№1) – масло ПАО</i>								
400	0,411	0,048	0,355	0,491	37,9	37,85	41,25	0,39
<i>МДО-покрытие (В95, электролит№1) – масло ПЭГ</i>								
400	0,174	0,0095	0,162	0,200	68,7	68,50	41,77	0,35
450	0,170	0,0012	0,167	0,173	24,3	92,80	40,64	0,06
500	0,169	0,0007	0,167	0,171	18,3	111,10	42,00	0,12
550	0,168	0,0003	0,169	0,171	15,9	126,95	20,90	0,04
600	0,169	0,0003	0,169	0,173	13,4	140,35	21,65	0,10
<i>МДО-покрытие (В95, электролит№2) – масло ДИГА</i>								
400	0,133	0,0040	0,125	0,140	57,3	57,05	40,72	0,32
450	0,148	0,0007	0,147	0,149	22,3	79,30	40,31	0,06
500	0,149	0,0005	0,148	0,150	19,5	98,80	41,06	0,13
550	0,148	0,0002	0,148	0,149	17,6	116,40	20,10	0,01
600	0,148	0,0002	0,148	0,149	13,8	130,15	20,35	0,05
<i>МДО-покрытие В95, электролит№2) – масло ПАО</i>								
400	0,189	0,007	0,169	0,207	87,6	87,35	42,15	0,23
450	0,183	0,006	0,172	0,209	36,3	123,60	41,41	0,13
500	0,183	0,006	0,173	0,214	26,6	150,20	42,99	0,18
550	0,186	0,003	0,168	0,204	24,5	174,65	21,27	0,06
600	0,183	0,003	0,163	0,202	23,2	197,80	21,98	0,09

Таблица 3.2.1. – Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при разных значениях нагрузки (продолжение).

Нагрузка, Н	Коэффициент трения				Линейный износ, мкм		Температура	
	Сред- нее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накоплен- ный	Сред- нее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие В95, электролит №2) – масло ПЭГ</i>								
400	0,179	0,0026	0,175	0,187	37,8	37,65	41,65	0,54
450	0,174	0,0006	0,173	0,176	11,1	48,75	40,36	0,06
500	0,174	0,0005	0,174	0,176	9,5	58,25	40,70	0,13
550	0,174	0,0003	0,174	0,176	8,6	66,85	41,56	0,03
600	0,174	0,0003	0,174	0,176	7,3	74,10	42,98	0,11

Анализ полученных данных показывает, что МДО-покрытия на сплаве Д16 в масле ДИТА показали лучшие средние значения коэффициентов трения, изменяющиеся в диапазоне от 0,155 до 0,171 в зависимости от нагрузки на контакте. Значения коэффициента трения полученные в маслах ПЭГ и ПФПЭ несколько выше и изменяются для покрытий, полученных в электролите №1, от 0,192 до 0,195 и от 0,174 до 0,185 соответственно. Для МДО-покрытий, сформированных в электролите №2, коэффициент трения составил от 0,208 до 0,212 в масле ПЭГ и от 0,206 до 0,222 в масле ПФПЭ. В этих маслах коэффициент трения характеризуется сохранением стабильных значений на всем интервале исследованных значений нагрузок. Наихудшие результаты по значениям коэффициентов трения МДО-покрытий на сплаве Д16 показали масла ПАО и КМ. Также произошло разрушение покрытия после испытаний с маслом ПФПЭ МДО-покрытий, сформированных в электролите №2. В связи с проявлением относительно высоких значений коэффициентов трения в масле КМ и большого различия в результатах по износу в масле ПФПЭ, эти масла были исключены из дальнейших испытаний МДО-покрытий на сплаве В95.

Анализ данных по коэффициентам трения МДО-покрытий на сплаве В95 показывает, что значения коэффициента трения МДО-покрытия на сплаве В95 в целом ниже, чем на аналогичных покрытиях, сформированных на сплаве Д16, за исключением МДО-покрытий, сформированных в электролите №1 в масле ПАО. В этом случае значения коэффициента трения составили от 0,206 до 0,404.

Для сравнения на рисунке 3.2.2 представлены данные по средним значениям коэффициента трения МДО-покрытий в исследованных смазочных средах на всем интервале.

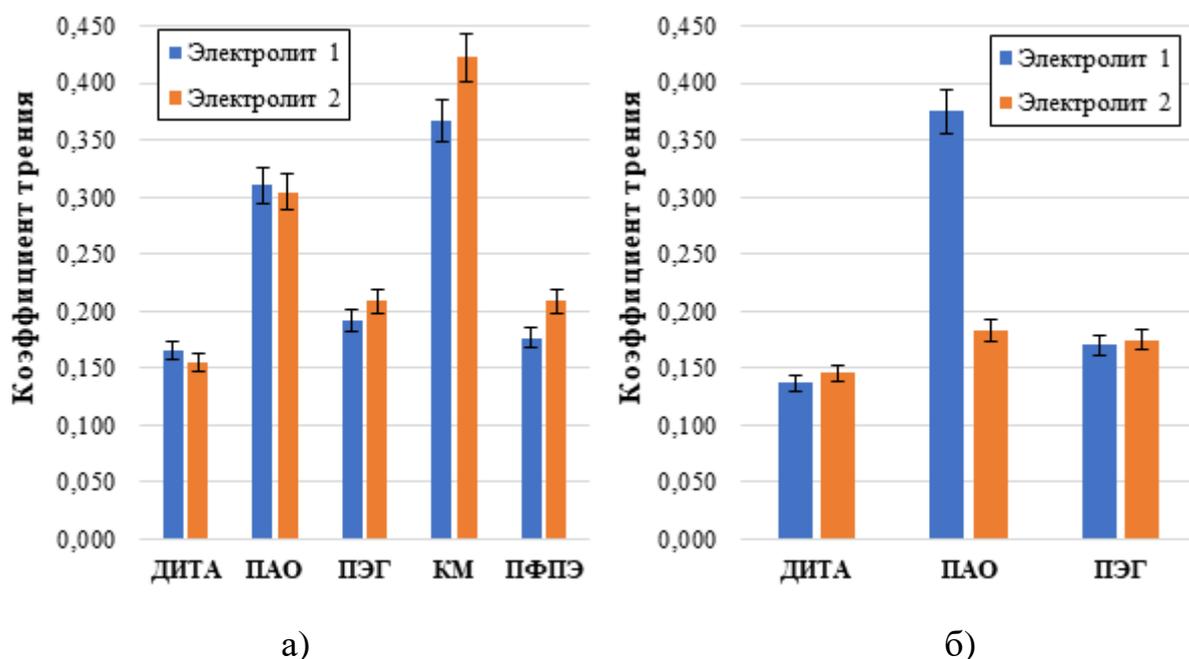


Рисунок 3.2.2 – Средние значения коэффициентов трения после испытаний в экологических маслах с возрастающей нагрузкой МДО-покрытий: а) на сплаве Д16, б) на сплаве В95.

Оценка износа производилась как для образцов с МДО-покрытием, так и стальных контртел (шариков). Полученные результаты объёмного износа МДО-покрытий и стальных шариков за все время испытаний представлены в таблице 3.2.2.

Таблица 3.2.2 – Средние значения объемного износа после испытаний с возрастающей нагрузкой МДО-покрытий на сплаве Д16.

Смазочный материал	Объемный износ МДО-покрытий, мм <sup>3</sup>		Объемный износ стальных шариков, мм <sup>3</sup>		Соотношение износа МДО-покрытия к износу шарика	
	Электролит №1	Электролит №2	Электролит №1	Электролит №2	Электролит №1	Электролит №2
МДО-покрытия на сплаве Д16						
ДИТА	0,014	0,009	0,093	0,077	0,15	0,12
ПАО	0,959	0,463	0,117	0,043	8,20	10,77
ПЭГ	0,028	0,023	0,158	0,184	0,18	0,13
ПФПЭ	0,017	1,170	0,151	0,533	0,11	2,20
КМ	1,630	1,270	0,348	0,314	4,68	4,04
МДО-покрытия на сплаве В95						
ДИТА	0,002	0,008	0,09	0,12	0,02	0,07
ПАО	0,043	0,100	0,40	0,36	0,11	0,28
ПЭГ	0,006	0,019	0,15	0,16	0,04	0,12

На МДО-покрытии, сформированном на сплаве Д16, при испытании в маслах ДИТА и ПЭГ был получен наименьший объемный износ и разрушение МДО-покрытий не было зафиксировано. Результаты испытаний МДО-покрытий в масле ПФПЭ показали, что при приблизительно равных значениях коэффициента трения, величина объемного износа у МДО-покрытий на сплаве Д16, сформированных во втором электролите, существенно выше. Данное явление обусловлено характером химического взаимодействия МДО-покрытия и смазочного материала. Содержащийся в перфторированном полиэфире фтор взаимодействует с элементами, входящими в состав покрытия, тем самым снижая их механические свойства.

Объемный износ МДО-покрытий на сплаве В95, полученных в электролите №1, характеризуется существенным снижением значений. В маслах ПЭГ и ДИТА снижение составило от 4 до 7 раз, а в масле ПАО – более чем в 20 раз (рисунок 3.2.4).

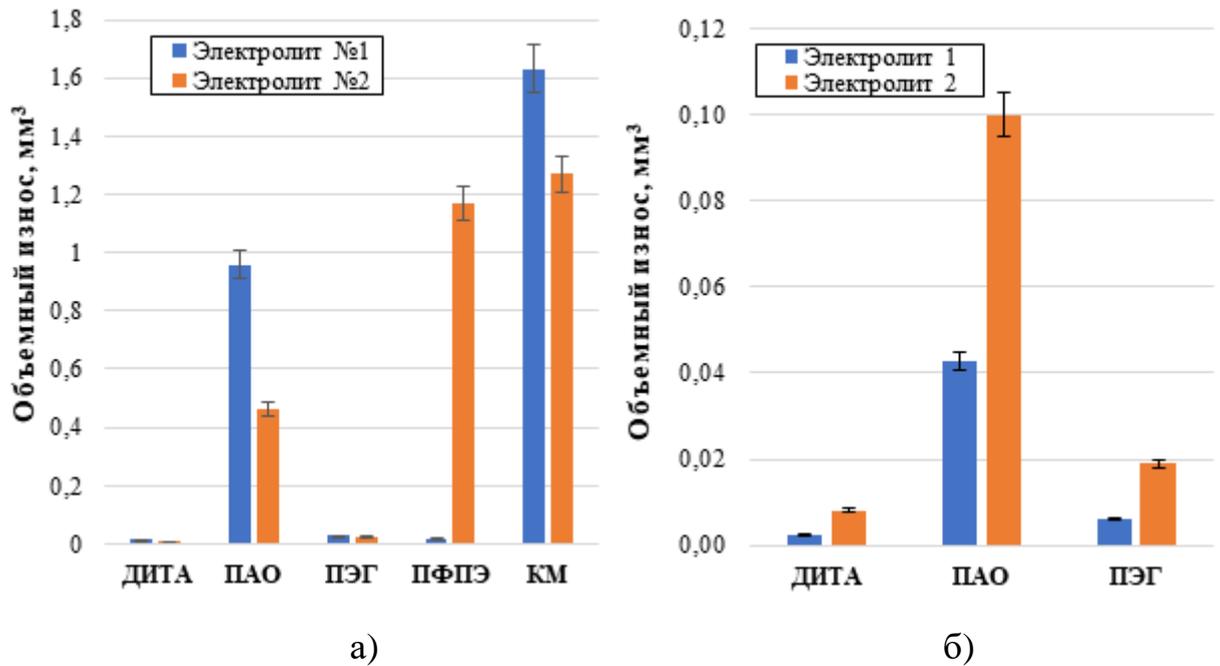
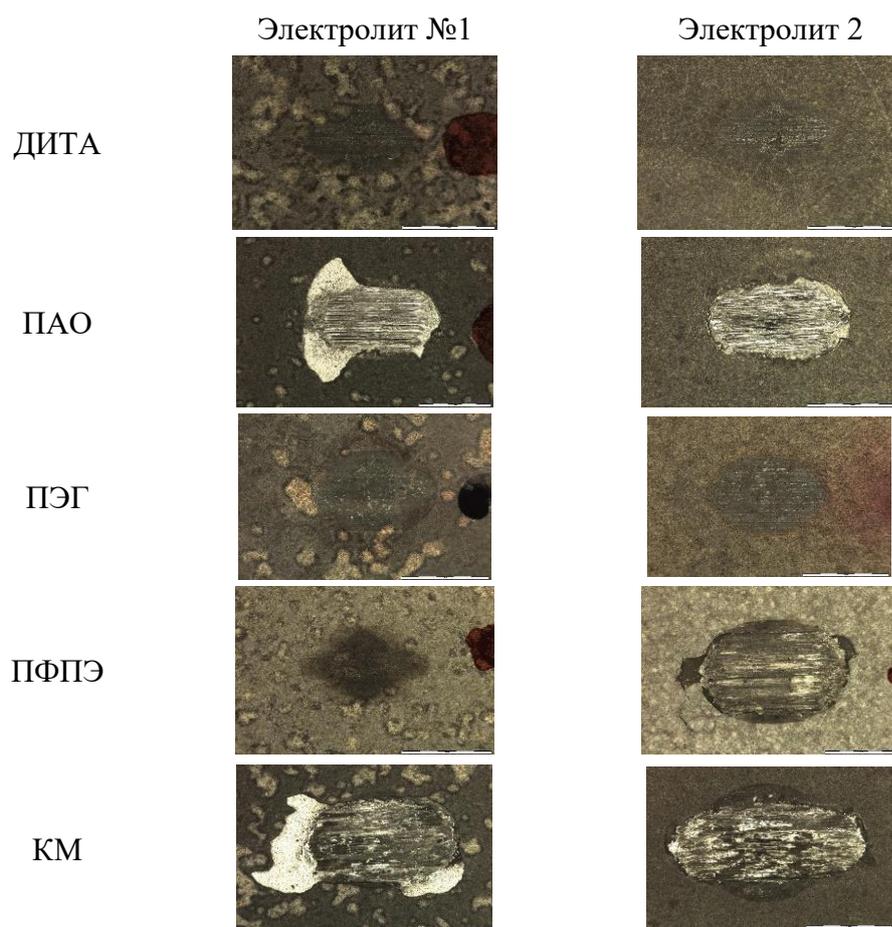


Рисунок 3.2.4 – Сопоставление результатов объемного износа после испытания МДО-покрытий с возрастающей нагрузкой:

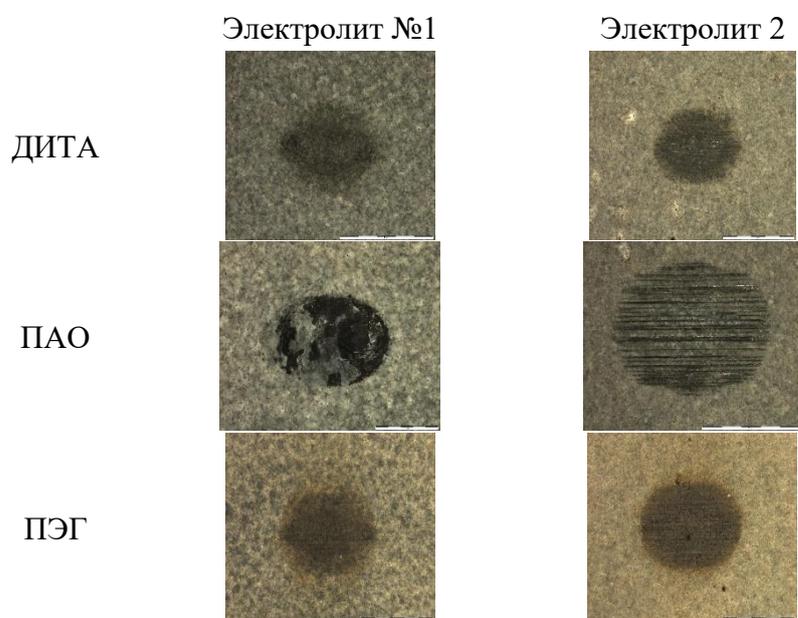
а) покрытие на сплаве Д16; б) покрытие на сплаве В95.

Сопоставление износа МДО-покрытий и стальных шариков показало что в маслах ДИТА и ПЭГ износ стального шарика в 6 - 8 раз превышает износ МДО-покрытия, сформированного на сплаве Д16. Износ МДО-покрытий на сплаве В95 во всех исследованных маслах ниже износа стального шарика от 8 до 45 раз, что указывает на большую износостойкость данного покрытия. При этом для сплава Д16 более износостойкое покрытие формируется в электролите №2, а для сплава В95 – в электролите №1.

Внешний вид образцов с МДО-покрытиями после испытаний представлен на рисунке 3.2.5



а)



б)

Рисунок 3.2.5 – Снимки поверхности образцов после испытаний с возрастающей нагрузкой МДО-покрытий на сплавах: а) Д16, б) В95

Как видно из представленных фотографий, одним из факторов вызывающих разрушение МДО-покрытий является деформация основного металла образца. При высоких контактных нагрузках происходит внедрение контртела в поверхность покрытия, вследствие менее твердого материала основы, в результате чего происходит «продавливание» и разрушение относительно хрупкого МДО-покрытия (в случаях с маслами ПАО и КМ).

### 3.3 Испытания МДО-покрытий с постоянной нагрузкой

Для оценки влияния длительности испытаний и размеров площадки износа на триботехнические характеристики МДО-покрытий при работе в экологических маслах были проведены длительные испытания с постоянной нагрузкой. Для дальнейших испытаний с постоянной нагрузкой были отобраны масла ДИТА и ПЭГ, так как при работе в этих смазочных средах МДО-покрытия продемонстрировали наиболее стабильный коэффициент трения с разницей в несколько сотых у любого типа покрытия.

Примеры графиков испытаний по схеме трения «шарик-диск» при постоянной нагрузке представлены на рисунке 3.3.1.

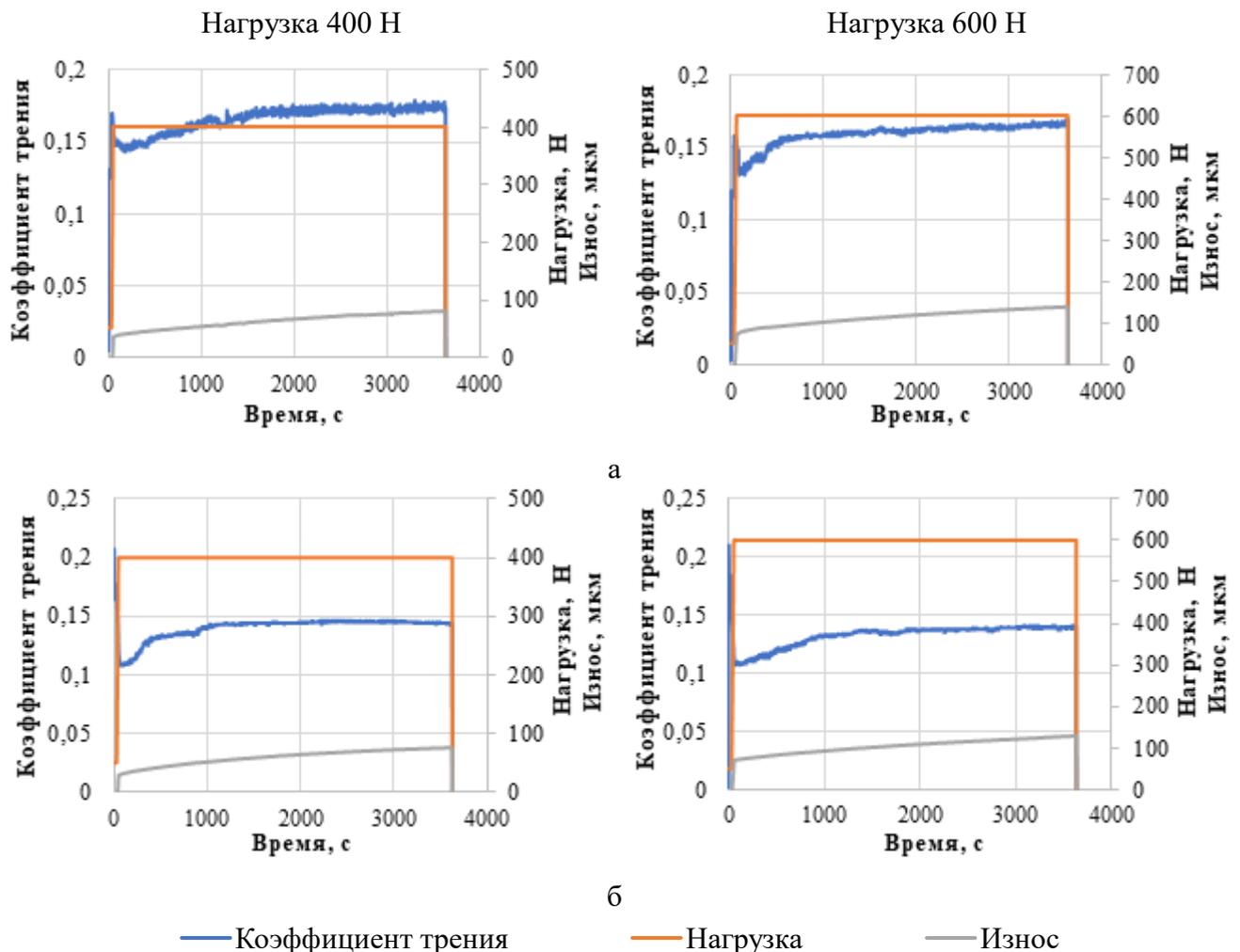


Рисунок 3.3.1 Графики изменения коэффициента трения и износа за время испытаний при постоянной нагрузке для МДО-покрытий: а) на сплаве Д16 с маслом ДИТА (электролит №1), б) на сплаве В95 с маслом ДИТА (электролит №1).

Обработка результатов испытаний с определением средних значений и стандартного отклонения для коэффициента трения и величины линейного износа для рассмотренного диапазона нагрузок с шагом 50 Н по каждой серии испытаний представлена в таблице 3.3.1

Таблица 3.3.1. Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при постоянной нагрузке.

Время испытаний, с	Коэффициент трения				Износ, мкм		Температура	
	Среднее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накопленный	Среднее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит №1) – масло ДИТА при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,150	0,004	0,144	0,170	48,800	48,800	40,811	0,518
1200	0,161	0,004	0,153	0,168	7,100	55,900	40,168	0,076
1800	0,168	0,003	0,160	0,174	9,200	65,100	40,306	0,105
2400	0,172	0,002	0,168	0,176	6,600	71,700	40,208	0,060
3000	0,173	0,001	0,170	0,176	4,100	75,800	40,262	0,049
3600	0,174	0,001	0,171	0,178	4,900	80,700	40,396	0,019
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит №1) – масло ДИТА при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,148	0,006	0,136	0,163	97,250	97,250	42,666	0,556
1200	0,158	0,001	0,155	0,162	12,300	109,550	42,739	0,077
1800	0,162	0,001	0,159	0,165	10,400	119,950	43,176	0,160
2400	0,163	0,001	0,161	0,166	8,650	128,600	43,665	0,151
3000	0,165	0,001	0,164	0,167	7,500	136,100	44,344	0,075
3600	0,168	0,001	0,166	0,170	6,750	142,850	44,839	0,068
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит №2) – масло ДИТА при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,145	0,004	0,140	0,168	40,300	40,300	40,811	0,568
1200	0,148	0,002	0,143	0,155	8,200	48,500	40,156	0,078
1800	0,154	0,002	0,150	0,158	9,100	57,600	40,200	0,047
2400	0,157	0,001	0,153	0,161	5,600	63,200	40,223	0,053
3000	0,160	0,002	0,155	0,166	6,500	69,700	40,348	0,062
3600	0,161	0,002	0,158	0,174	6,400	76,100	40,319	0,039
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит №2) – масло ДИТА при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,191	0,033	0,142	0,401	312,450	312,450	44,643	1,428
1200	0,199	0,007	0,185	0,230	51,950	364,400	45,511	0,058
1800	0,205	0,024	0,185	0,375	43,250	407,650	45,736	0,151
2400	0,202	0,014	0,185	0,326	48,200	455,850	46,259	0,186
3000	0,204	0,004	0,195	0,226	57,500	513,350	47,159	0,117
3600	0,218	0,043	0,105	0,375	-129,700	383,650	46,422	2,459

Таблица 3.3.1. Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при постоянной нагрузке (продолжение).

Время испытаний, с	Коэффициент трения				Износ, мкм		Температура	
	Среднее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накопленный	Среднее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ПЭГ при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,185	0,004	0,175	0,194	61,600	61,600	42,036	0,425
1200	0,191	0,002	0,186	0,195	14,000	75,600	41,305	0,168
1800	0,193	0,002	0,185	0,199	10,300	85,900	41,036	0,048
2400	0,193	0,002	0,184	0,200	5,600	91,500	41,104	0,025
3000	0,192	0,002	0,186	0,195	9,000	100,500	41,289	0,032
3600	0,191	0,002	0,187	0,194	6,600	107,100	41,330	0,046
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№1) – масло ПЭГ при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,245	0,035	0,172	0,504	390,500	390,500	45,274	1,268
1200	0,231	0,048	0,185	0,507	105,700	496,200	46,613	0,521
1800	0,228	0,017	0,204	0,399	95,100	591,300	48,028	0,412
2400	0,262	0,073	0,199	0,570	109,200	700,500	50,582	1,222
3000	0,258	0,079	0,192	0,470	72,200	772,700	50,397	1,368
3600	0,417	0,023	0,365	0,485	19,100	791,800	59,872	1,618
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ПЭГ при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,216	0,007	0,208	0,236	90,300	90,300	41,391	0,767
1200	0,208	0,002	0,201	0,230	12,700	103,000	40,100	0,061
1800	0,208	0,001	0,205	0,216	8,600	111,600	40,131	0,046
2400	0,207	0,002	0,202	0,230	7,800	119,400	40,194	0,054
3000	0,208	0,001	0,205	0,213	7,400	126,800	40,234	0,078
3600	0,208	0,001	0,204	0,216	6,500	133,300	40,390	0,030
<i>МДО-покрытие (Д16, электролит№2) – масло ПЭГ при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,211	0,058	0,145	0,521	347,400	347,400	45,790	1,691
1200	0,201	0,013	0,184	0,301	56,700	404,100	47,310	0,200
1800	0,230	0,056	0,182	0,572	85,700	489,800	48,467	0,829
2400	0,220	0,031	0,175	0,424	69,400	559,200	48,460	0,344
3000	0,224	0,010	0,210	0,262	48,200	607,400	48,743	0,050
3600	0,226	0,013	0,205	0,275	35,000	642,400	48,991	0,061
<i>МДО-покрытие (В95, электролит№1) – масло ДИТА при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,122	0,0086	0,109	0,148	50,550	50,550	40,641	0,309
1200	0,139	0,0033	0,133	0,145	9,850	60,400	40,164	0,071
1800	0,144	0,0007	0,142	0,146	7,600	68,000	40,113	0,044
2400	0,145	0,0007	0,144	0,146	5,550	73,550	40,153	0,048
3000	0,145	0,0005	0,145	0,146	4,500	78,050	40,142	0,037
3600	0,144	0,0004	0,144	0,146	3,450	81,500	40,134	0,034

Таблица 3.3.1. Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при постоянной нагрузке (продолжение).

Время испытаний, с	Коэффициент трения				Износ, мкм		Температура	
	Среднее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накопленный	Среднее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №1) – масло ДИТА при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,113	0,005	0,107	0,148	84,050	84,050	41,715	0,350
1200	0,128	0,004	0,119	0,134	10,950	95,000	41,325	0,043
1800	0,134	0,001	0,132	0,136	9,000	104,000	41,538	0,064
2400	0,137	0,001	0,135	0,139	7,400	111,400	41,782	0,100
3000	0,137	0,001	0,136	0,139	7,050	118,450	42,072	0,025
3600	0,138	0,001	0,137	0,140	7,000	125,450	42,284	0,047
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №2) – масло ДИТА при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,133	0,0064	0,120	0,157	51,200	51,200	40,657	0,410
1200	0,146	0,0022	0,141	0,150	10,000	61,200	40,122	0,045
1800	0,150	0,0006	0,149	0,152	8,200	69,400	40,115	0,045
2400	0,151	0,0003	0,150	0,152	6,400	75,800	40,138	0,030
3000	0,151	0,0002	0,151	0,152	5,650	81,450	40,135	0,032
3600	0,150	0,0005	0,150	0,152	4,450	85,900	40,131	0,034
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №2) – масло ДИТА при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,123	0,006	0,113	0,159	87,550	87,550	41,963	0,359
1200	0,135	0,003	0,129	0,141	11,150	98,700	41,660	0,047
1800	0,142	0,001	0,139	0,146	9,450	108,150	41,851	0,088
2400	0,144	0,001	0,143	0,147	8,250	116,400	42,110	0,084
3000	0,145	0,001	0,144	0,146	7,350	123,750	42,429	0,025
3600	0,147	0,001	0,146	0,148	5,750	129,500	42,708	0,049
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №1) – масло ПЭГ при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,159	0,016	0,119	0,186	68,650	68,650	40,831	0,248
1200	0,170	0,002	0,166	0,174	14,400	83,050	40,325	0,083
1800	0,168	0,001	0,166	0,172	9,000	92,050	40,237	0,108
2400	0,171	0,001	0,169	0,172	8,300	100,350	40,147	0,045
3000	0,169	0,001	0,168	0,171	6,050	106,400	40,156	0,030
3600	0,167	0,001	0,166	0,169	6,000	112,400	40,147	0,017
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №1) – масло ПЭГ при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,156	0,0202	0,086	0,262	86,400	86,400	42,266	1,202
1200	0,164	0,0026	0,158	0,173	12,567	98,967	42,345	0,090
1800	0,165	0,0013	0,162	0,168	10,867	109,833	42,424	0,080
2400	0,165	0,0007	0,163	0,167	9,400	119,233	42,405	0,040
3000	0,166	0,0005	0,164	0,167	7,933	127,167	42,558	0,029
3600	0,167	0,0003	0,166	0,168	6,533	133,700	42,747	0,043

Таблица 3.3.1. Результаты испытаний МДО-покрытий в паре со сталью ШХ15 в экологических маслах при постоянной нагрузке (продолжение).

Время испытаний, с	Коэффициент трения				Износ, мкм		Температура	
	Среднее	Станд. откл	min	max	Для интервала	Накопленный	Среднее	Станд. откл
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №2) – масло ПЭГ при нагрузке 400 Н</i>								
600	0,171	0,0038	0,163	0,207	64,000	64,000	41,633	0,568
1200	0,169	0,0020	0,167	0,173	10,400	74,400	40,398	0,151
1800	0,173	0,0007	0,172	0,179	8,450	82,850	40,260	0,037
2400	0,174	0,0008	0,174	0,176	6,900	89,750	40,287	0,034
3000	0,175	0,0004	0,174	0,176	4,700	94,450	40,302	0,046
3600	0,175	0,0006	0,174	0,176	4,400	98,850	40,360	0,046
<i>МДО-покрытие (В95, электролит №2) – масло ПЭГ при нагрузке 600 Н</i>								
600	0,169	0,014	0,150	0,240	117,750	117,750	44,054	0,832
1200	0,163	0,001	0,160	0,169	14,750	132,500	43,876	0,119
1800	0,163	0,001	0,161	0,168	12,250	144,750	43,752	0,029
2400	0,165	0,001	0,163	0,172	10,450	155,200	43,843	0,049
3000	0,168	0,001	0,166	0,173	9,050	164,250	44,140	0,062
3600	0,170	0,001	0,168	0,175	7,900	172,150	44,475	0,060

Сравнение средних значений коэффициента трения, полученных при работе МДО-покрытий в экологических маслах в течение времени испытаний, показывает, что при нагрузке 400 Н после приработки в течение 600 секунд пары трения демонстрируют стабильный коэффициент трения в диапазоне от 0,14 до 0,21 (рисунок 3.3.2). Наиболее низкие значения коэффициента трения показывают МДО-покрытия на сплавах Д16 и В95, сформированные в электролитах №1 и №2, при работе с маслом ДИТА. При этом, МДО-покрытия на сплаве В95 характеризуются лучшими антифрикционными характеристиками в масле ДИТА, чем покрытия на сплаве Д16. Значения коэффициента трения в масле ПЭГ при нагрузке 400 Н у всех исследованных покрытий выше, чем в масле ДИТА. Для покрытий на сплаве Д16 увеличение коэффициента трения в масле ПЭГ составляет 10% и 30% в электролите №1 и №2 соответственно, а для покрытий на сплаве В95 – 23% и 16%.

Увеличение нагрузки до 600 Н ухудшает стабильность значений коэффициента трения МДО-покрытия на сплаве Д16. За исключением МДО-покрытия, полученного на сплаве Д16 в электролите №2 и работающего в масле ПЭГ, остальные пары трения демонстрируют некоторое увеличение коэффициента трения в течение времени испытаний. Для МДО-покрытий, полученных на сплаве В95, при нагрузке 600 Н характерна стабильность значений коэффициентов трения. При этом их величина сопоставима с уровнем значений для нагрузки 400 Н. Более низкие значения коэффициента трения в обоих маслах демонстрирует покрытие на сплаве В95, сформированное в электролите №2.

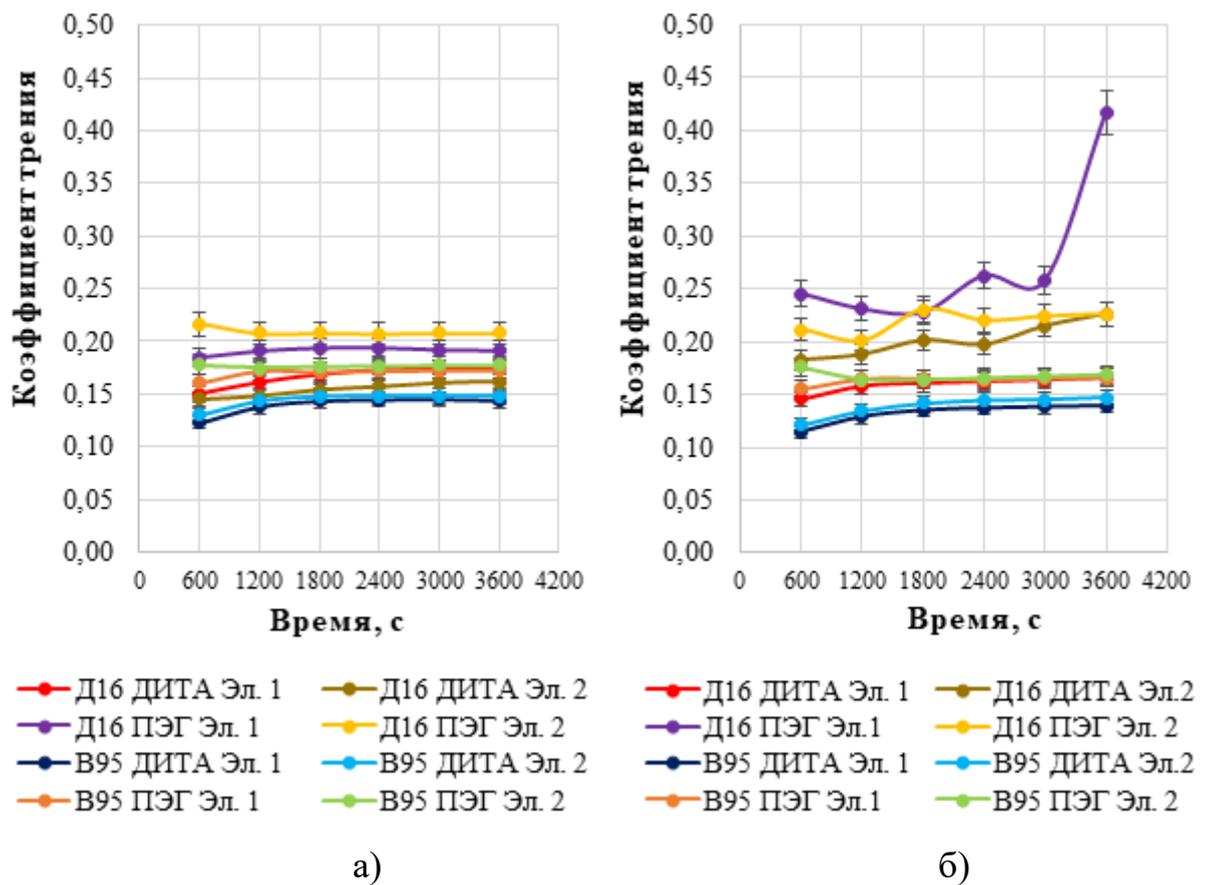


Рисунок 3.3.2 – Графики изменения средних значений коэффициента трения при работе МДО-покрытий с экологическими маслами при постоянной нагрузке:

А) 400 Н, Б) 600 Н

Значения накопленного износа пар трения (износ МДО-покрытия + износ шарика) показал, что для МДО-покрытия, полученного на сплаве Д16 в электролитах №1 и №2, наименьший износ получен в масле ДИТА при 400 Н. Использование масла ПЭГ для покрытия, сформированного в электролите №2, приводит к резкой интенсификации износа при нагрузке 400 Н. Увеличение нагрузки до 600 Н стабилизирует накопленный износ у покрытий, полученных в электролитах №1 и №2, при работе в масле ПЭГ, но приводит к резкому возрастанию износа у МДО-покрытия, полученного в электролите №2, при работе в масле ДИТА.

Значения накопленного износа МДО-покрытий, полученных на сплаве В95, показывают слабую чувствительность к составам электролитов. Но при этом работа в масле ДИТА при нагрузках 400 Н и 600 Н сопровождается ростом величины накопленного износа в 1,5 раза, а в масле ПЭГ, наоборот, приводит к снижению. При нагрузке 400 Н накопленный износ образцов в масле ПЭГ на 12% и 35% выше, чем при нагрузке 600 Н.

Анализ внешнего вида образцов показал, что разрушение МДО-покрытий наблюдалось только на сплаве Д16, сформированным в электролите №2, при трении в масле ПЭГ под нагрузкой 400 Н. Причем, при трении с нагрузкой 600 Н эта пара продемонстрировала удовлетворительную устойчивость покрытия. При работе в масле ПЭГ под нагрузкой 600 Н МДО-покрытия на сплаве Д16, полученные в электролитах №1 и №2, также были разрушены. Внешний вид пятен износа МДО-покрытий представлен на рисунках 3.3.3 и 3.3.4.

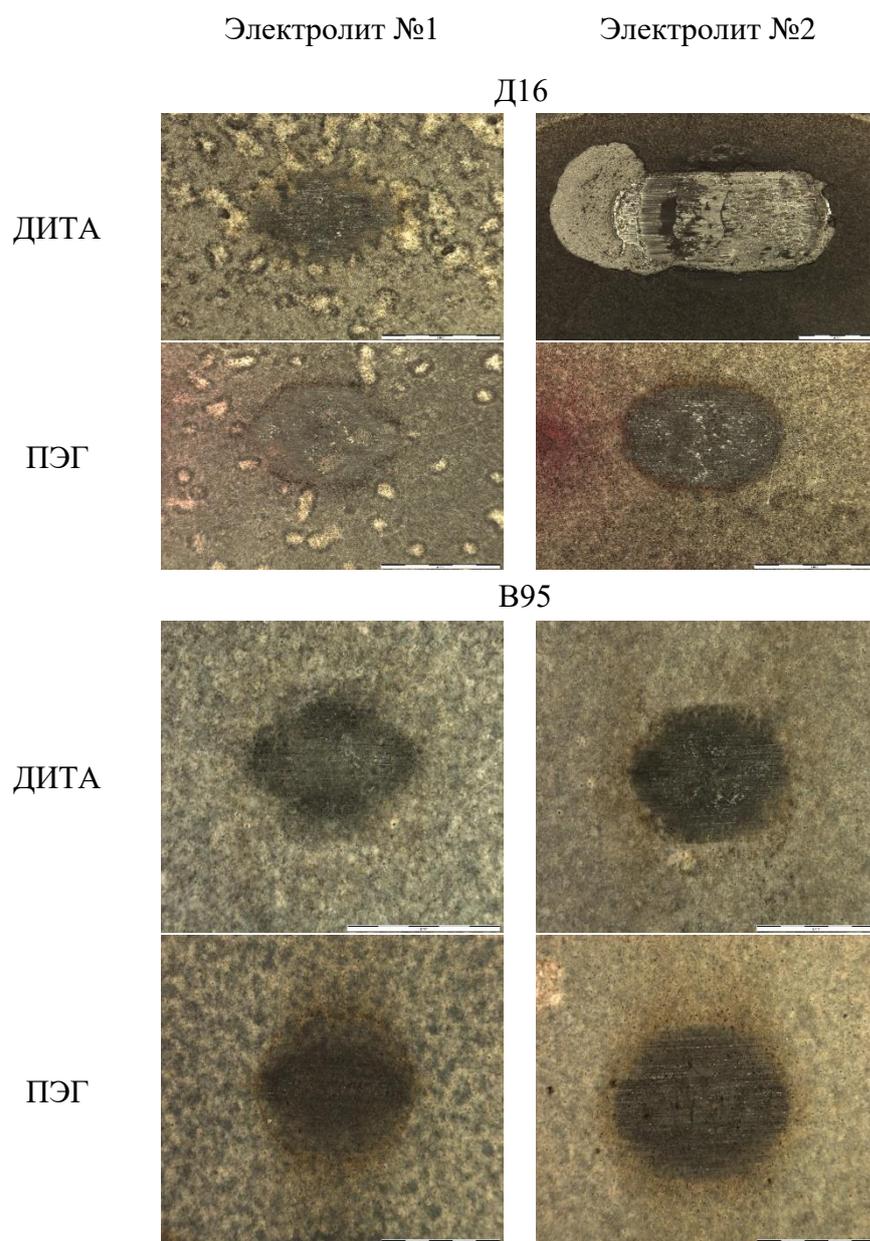


Рисунок 3.3.3 – Фотографии пятна износа после испытаний МДО-покрытий с постоянной нагрузкой 400 Н

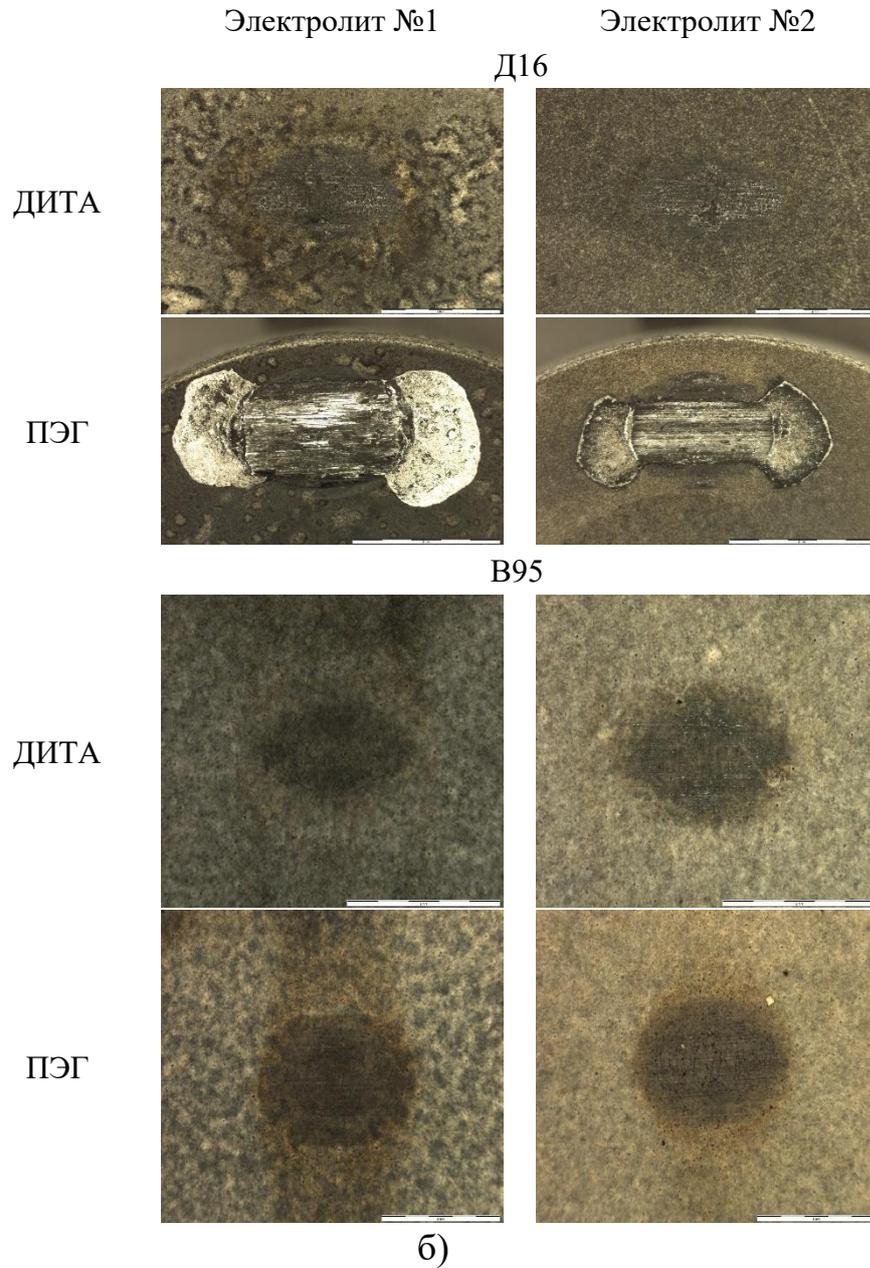


Рисунок 3.3.4 – Фотографии пятна износа после испытаний МДО-покрытий с постоянной нагрузкой 600Н.

### 3.4 Расчетно-экспериментальные зависимости изменения коэффициента трения и скорости изнашивания МДО-покрытий при трении в экологических смазочных средах

Обработка экспериментальных данных по значениям коэффициента трения МДО-покрытий и величины накопленного износа проводилась для МДО-покрытия и экологических масел, обеспечивших стабильные значения на предыдущем этапе испытаний. Для получения расчетно-экспериментальных зависимостей были выбраны МДО-покрытия на сплаве Д16 (электролит №1) в масле ДИТА и на сплаве В95 (электролит №1 и №2) в маслах ДИТА и ПЭГ.

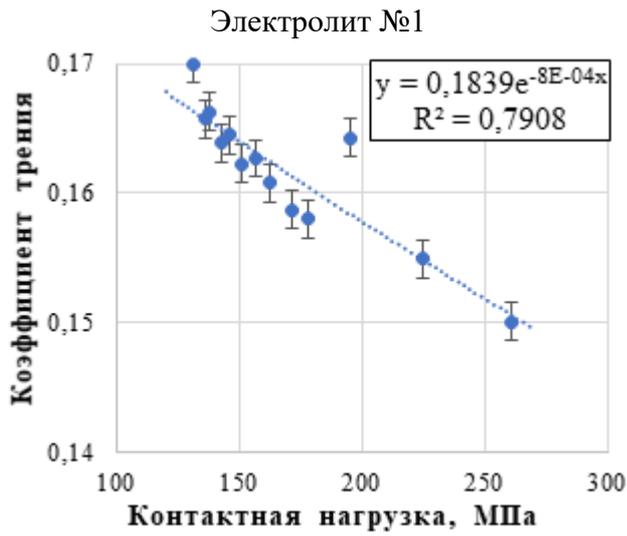
Обработка результатов испытаний проводилась с целью получения выражений для расчета его изменения в зависимости от давления на контакте. С использованием полученных значений величины линейного износа была рассчитана площадь контакта стального шарика с МДО-покрытием [157]:

$$S = \frac{\pi D(D - \sqrt{D^2 - (4h(D - h))})}{2}$$

где  $h$  – накопленная глубина износа, мм.  $D$  – диаметр шарика, равный 10 мм.

По полученным данным было рассчитано контактное давление и построены графики изменения среднего коэффициента трения МДО-покрытий в экологических маслах ДИТА и ПЭГ от давления на контакте (рисунок 3.4.1).

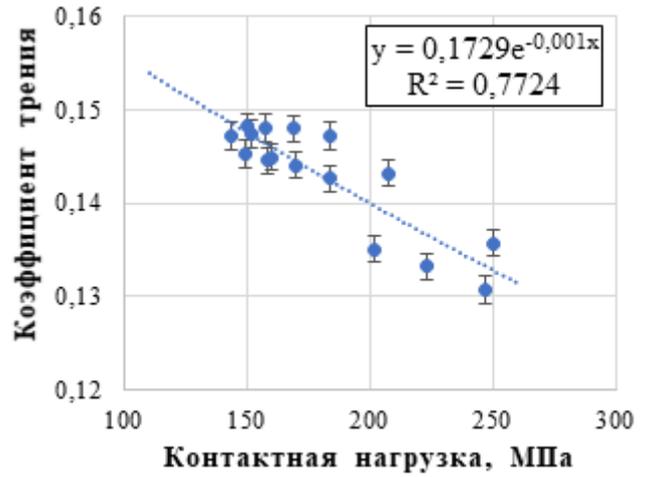
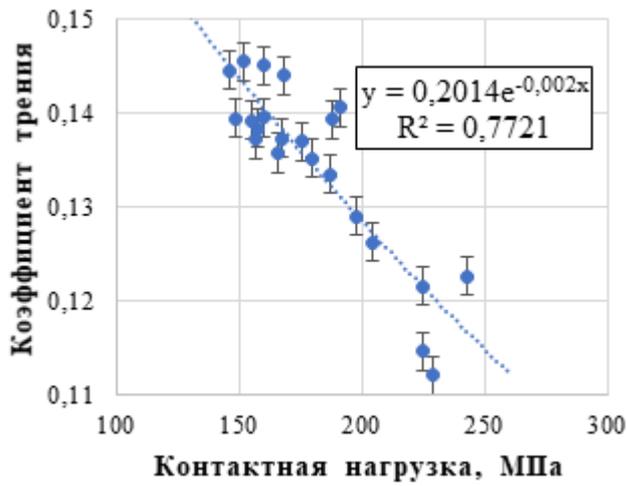
Обработка экспериментальных данных по величине накопленного износа за фиксированные интервалы времени позволила получить графики изменения линейной скорости изнашивания в зависимости от контактного давления, представленные на рисунке 3.4.2.



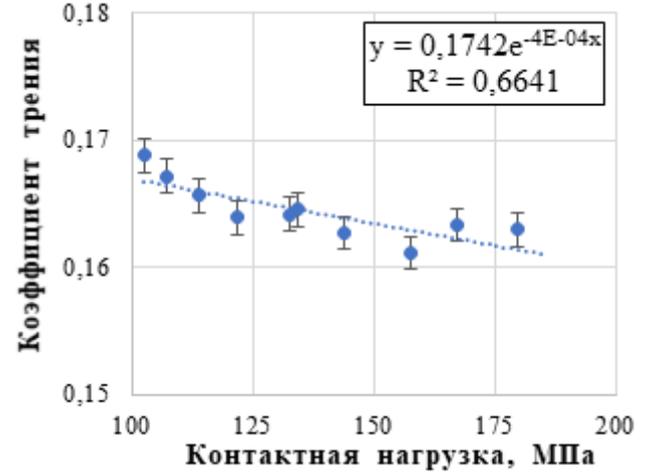
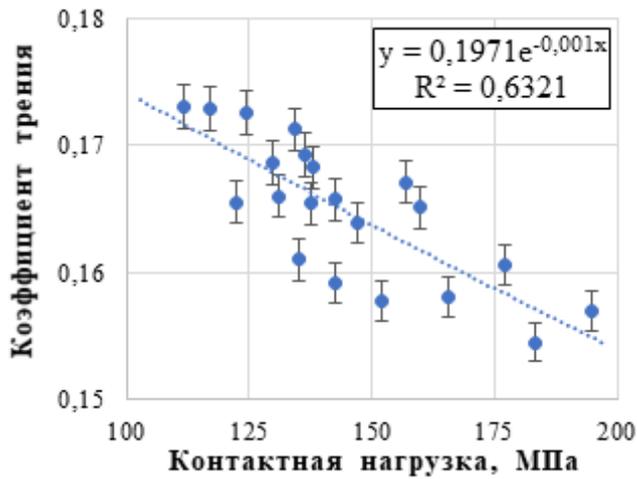
Электролит №2

Нет данных

а



б



в

Рисунок 3.4.1 – Графики изменения коэффициента трения в зависимости от контактного давления, полученные при трении МДО-покрытий в экологических маслах: а) сплав Д16 – масло ДИТА, б) сплав В95 – масло ДИТА, в) сплав В95 – масло ПЭГ.

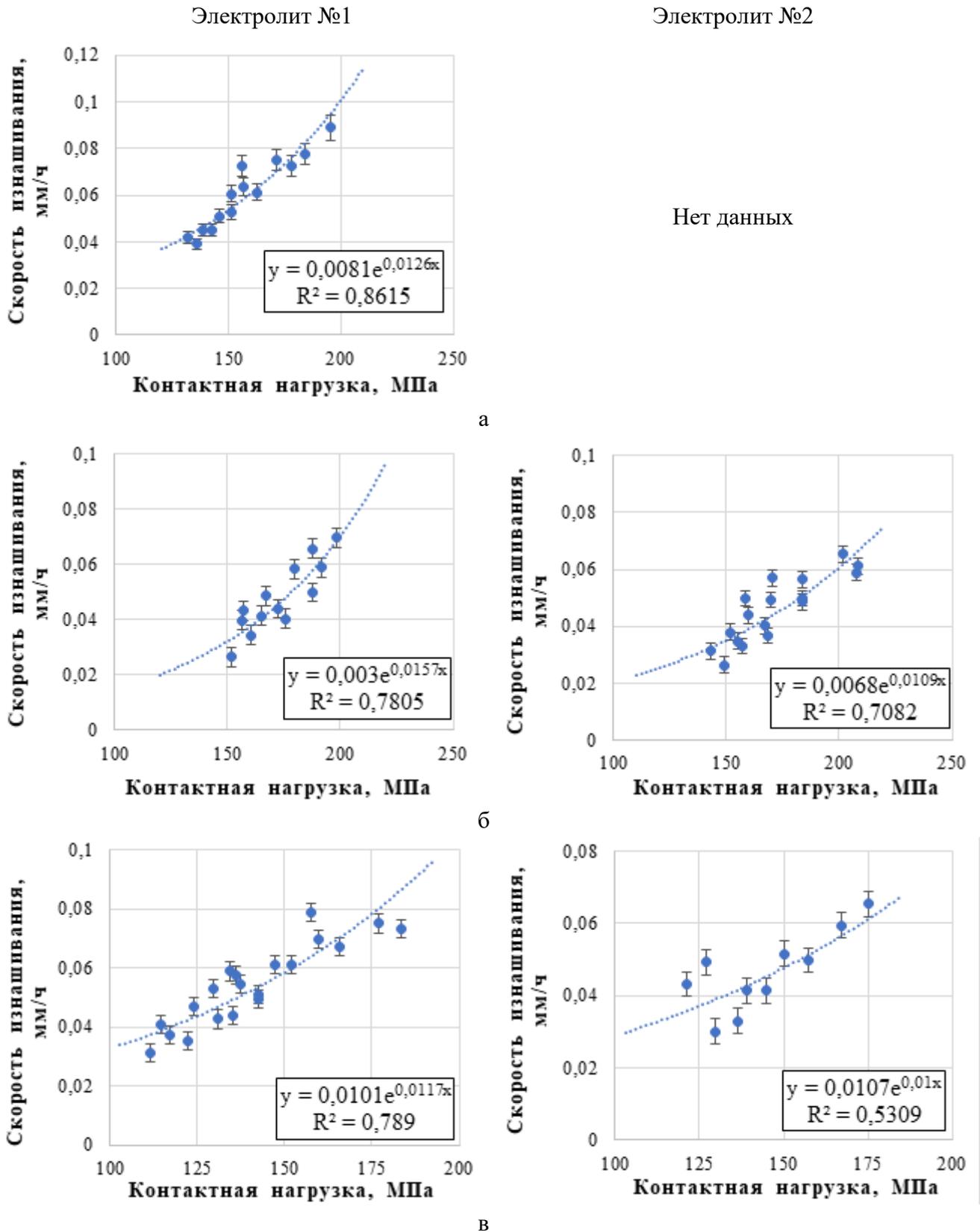


Рисунок 3.4.2 - Графики изменения линейной скорости изнашивания в зависимости от контактного давления, полученные при испытаниях МДО-покрытий в экологических маслах: а) сплав Д16 – масло ДИТА, б) сплав В95 – масло ДИТА, в) сплав В95 – масло ПЭГ.

На основе полученных графиков были определены уравнения трендов изменения коэффициента трения и линейной скорости изнашивания в зависимости от контактного давления. Полученные уравнения показывают, что изменение коэффициента трения от приложенного контактного давления может быть описано экспоненциальной зависимостью для всех пар трения и имеет тенденцию к увеличению значений коэффициента трения при снижении контактного давления (таблица 3.4.1).

Таблица 3.4.1 – Функциональные зависимости коэффициента трения и скорости изнашивания.

Покрытие – смазка	Функциональные зависимости	
	Для коэффициента трения	Для скорости изнашивания, мм/ч
Д16 (эл.1) - ДИТА	$f = 0,1839 \cdot e^{-0,0008 \cdot p}$	$V = 0,0081 \cdot e^{0,0126 \cdot p}$
В95 (эл.1) - ДИТА	$f = 0,2014 \cdot e^{-0,002 \cdot p}$	$V = 0,003 \cdot e^{0,0157 \cdot p}$
В95 (эл.2) – ДИТА	$f = 0,1729 \cdot e^{-0,001 \cdot p}$	$V = 0,0068 \cdot e^{0,0109 \cdot p}$
В95 (эл.1) – ПЭГ	$f = 0,1971 \cdot e^{-0,001 \cdot p}$	$V = 0,0101 \cdot e^{0,0117 \cdot p}$
В95 (эл.2) - ПЭГ	$f = 0,1742 \cdot e^{-0,0004 \cdot p}$	$V = 0,0107 \cdot e^{0,01 \cdot p}$

Сопоставление полученных уравнений показывает, что минимальное значение коэффициента трения при малых контактных давлениях будет иметь МДО-покрытие, сформированное на сплаве В95 в электролите №2 при работе в смазке ДИТА и ПЭГ. Однако, при трении в масле ПЭГ наблюдается наименьшая интенсивность снижения коэффициента трения при росте давления на контакте. Наиболее значительное снижение коэффициента трения при увеличении контактного давления демонстрирует МДО- покрытие на сплаве В95, полученное в электролите №1, при работе в масле ДИТА, но эта пара трения характеризуется наибольшей величиной начального коэффициента трения.

Анализ полученных уравнений изменения скорости изнашивания показал, что при уменьшении контактного давления характерно снижение величины износа: при работе в смазке ДИТА для МДО-покрытия на сплаве Д16, полученного в

электролите №1, а при работе в смазках ДИТА и ПЭГ для МДО-покрытий на сплаве В95 (в электролитах №1 и №2).

Для проверки полученных зависимостей изменения коэффициента трения и скорости изнашивания был выполнен цикл испытаний МДО-покрытия по схеме «шар-диск» при значениях контактной нагрузки используемых при построении расчетно-графических зависимостей.

Таблица 3.4.2 – Сопоставление экспериментальных и расчетных данных коэффициента трения.

Покрытие – смазка	Контактная нагрузка, МПа	Экспериментальные данные		Расчетные данные		Расхождение, %	
		Коэффициент трения	Линейная скорость изнашивания, мм/ч	Коэффициент трения	Линейная скорость изнашивания, мм/ч	Коэффициент трения	Линейная скорость изнашивания
Д16 (эл.1) - ДИТА	153	0,147	0,0638	0,163	0,0557	-10,9	14,1
В95 (эл.1) - ДИТА	160	0,159	0,0328	0,146	0,0370	8,2	-15,3
В95 (эл.2) – ДИТА	189	0,154	0,0579	0,143	0,0534	7,2	8,7
В95 (эл.1) – ПЭГ	187	0,185	0,0858	0,163	0,0901	11,9	-5,9
В95 (эл.2) - ПЭГ	192	0,150	0,0845	0,161	0,0730	-7,4	14,2

Анализ полученных данных показывает, что расхождение расчетных и экспериментальных значений коэффициента трения находится в диапазоне от 7,2 до 11,9 %, а для линейной скорости изнашивания – от 5,9 до 15,3 %.

Учитывая величину достоверности аппроксимации полученных расчетно-графических зависимостей, можно сделать вывод, что расхождения экспериментальных и расчетных значений лежат в допустимых пределах.

### 3.5 Испытания по схеме трения «штифт по диску»

Сборка резьбовых соединений НКТ проводится с использованием высоких значений крутящего момента от 0,3 кН м до 7 кН м. Высокие контактные давления, формирующиеся на поверхностях контакта резьбовых соединений, вызывают выдавливание смазки из зоны трения. В результате поверхность трения может работать в режиме масляного голодания (аварийный режим). Пористость МДО-покрытий может оказать положительное воздействие на сохранение работоспособности резьбового соединения в таких условиях. Пропитка пористого МДО-слоя смазкой при ее нанесении должна обеспечить поступление микропорций смазочного материала в зону трения при нарастании контактного давления и разрушении смазочного слоя.

Для оценки сохранения трибологических характеристик МДО-покрытия в условиях ограниченной подачи смазочного материала был выполнен цикл испытаний по схеме «штифт-диск» при двух условиях подачи смазочной среды:

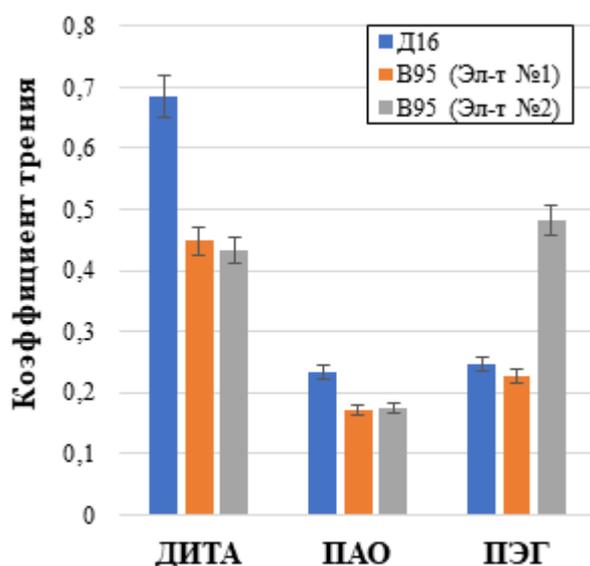
- ограниченной порции смазочной среды
- капельной подачи смазки.

Испытания проводились в соответствии с методикой, описанной в разделе 2.5 настоящей работы. Давление на контакте штифтового образца со стальным диском составляло 2,5 МПа. Сравнительные результаты записи и определения среднего коэффициента трения в указанных условиях представлены в таблице 3.5.1.

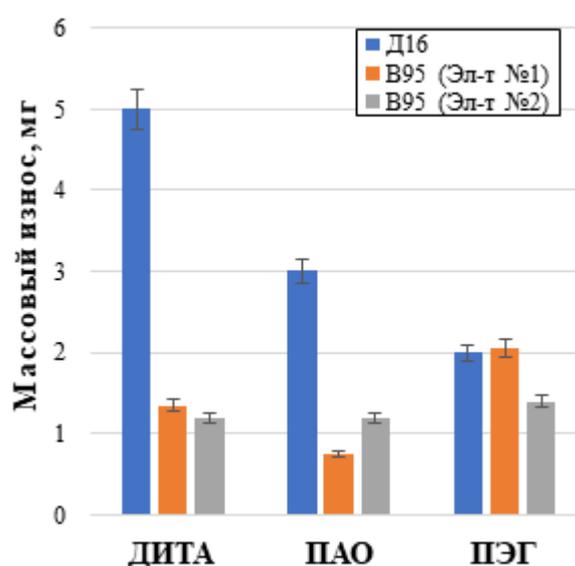
Анализ полученных данных показал, что наилучшие результаты по значениям коэффициента трения в условиях масляного голодания по средним величинам продемонстрировало масло ПАО (Рисунок 3.5.1 а).

Таблица 3.5.1 – Результаты измерений коэффициента трения по схеме «штифт-диск» в режиме масляного голодания и капельной подачи смазки.

Смазочный материал	Средний коэффициент трения								
	Д16			B95					
				Эл-т №1			Эл-т №2		
	Среднее	min	max	Среднее	min	max	Среднее	min	max
В условиях масляного голодания									
ДИТА	0,686	0,66	0,712	0,448	0,403	0,493	0,432	0,389	0,475
ПАО	0,234	0,257	0,272	0,172	0,155	0,19	0,174	0,156	0,191
ПЭГ	0,247	0,11	0,163	0,228	0,137	0,209	0,482	0,401	0,531
При капельной подаче									
ДИТА	0,232	0,222	0,254	0,14	0,125	0,161	0,206	0,19	0,233
ПАО	0,152	0,121	0,203	0,142	0,12	0,172	0,11	0,103	0,189
ПЭГ	0,115	0,11	0,163	0,159	0,137	0,209	0,295	0,228	0,303
Отношение коэффициентов трения в условиях масляного голодания к капельной подаче									
ДИТА	2,96	2,97	2,80	3,20	3,22	3,06	2,10	2,05	2,04
ПАО	1,54	2,12	1,34	1,21	1,29	1,10	1,58	1,51	1,01
ПЭГ	2,15	1,00	1,00	1,43	1,00	1,00	1,63	1,76	1,75



а)



б)

Рисунок 3.5.1 – Средние значения коэффициента трения (а) и массового износа (б) при трении в аварийном режиме (масляного голодания).

При этом минимальный прирост коэффициента трения наблюдается у МДО-покрытия, полученного на сплаве В95 в электролите №1, который составил в среднем 21%. Масло ДИТА продемонстрировало наихудшие значения трибологических характеристик на всех исследованных образцах. Прирост коэффициента трения в условиях масляного голодания составил 2 - 3 раза.

Результаты массового износа в режиме масляного голодания представлены в таблице 3.5.2. Наименьший износ в аварийном режиме получен в маслах ПАО и ДИТА на МДО-покрытиях, сформированных на сплаве В95 в электролитах №1 и №2. (рисунок 3.5.1 б).

Таблица 3.5.2 – Результаты измерений массового износа по схеме «штифт-диск» в режиме масляного голодания

Смазочный материал	Массовый износ, мг								
	Д16			В95					
				Эл-т №1			Эл-т №2		
	Среднее	min	max	Среднее	min	max	Среднее	min	max
ДИТА	5,0	3,0	7,0	1,35	0,9	1,8	1,2	0,6	1,8
ПАО	3,0	2,4	3,6	0,75	0,5	1	1,2	1	1,4
ПЭГ	2,0	1,1	2,9	2,05	2,0	2,1	1,4	0,9	1,9

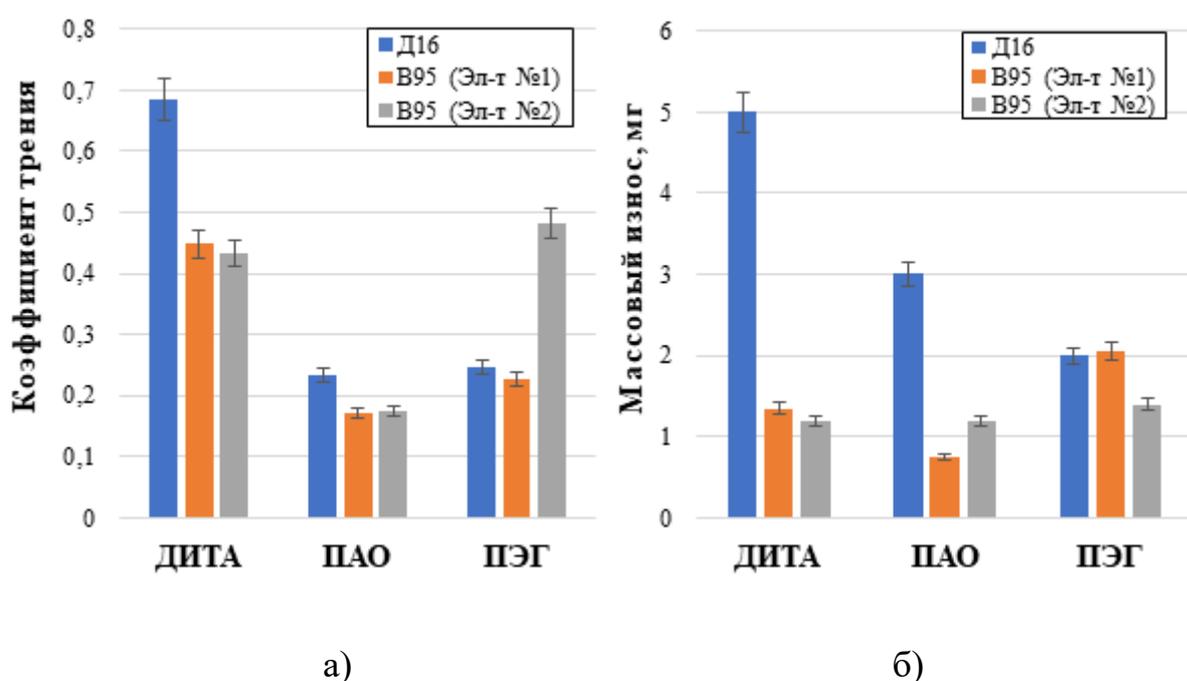


Рисунок 3.5.1 – Средние значения коэффициента трения (а) и массового износа (б) при трении в аварийном режиме (масляного голодания).

Анализ износа покрытий после испытаний по схеме трения «штифт-диск» с капельной подачей смазочного материала был затруднен ввиду того, что образцы с МДО-покрытием, сформированным на сплаве В95, показали прирост массы (таблица 3.5.3). Причиной данного явления могло быть то, что при заданных параметрах испытания в условиях смазки величина износа компенсировалась количеством смазочного материала, оставшегося в порах.

Таблица 3.5.3 – Результаты измерений массового износа после испытаний по схеме «штифт-диск» при капельной подаче смазки.

Смазочный материал	Массовый износ, мг								
	Д16			В95					
				Эл-т №1			Эл-т №2		
	Среднее	min	max	Среднее	min	max	Среднее	min	max
ДИТА	1,3	1,2	1,4	-1,25	-0,5	-2,0	-2,1	-3,2	-1,0
ПАО	-0,5	-1,0	0	0	-0,5	0,5	-0,92	-1,85	0
ПЭГ	1,3	1,1	1,5	-0,85	-1,7	0	-0,5	-1,0	0

В связи с этим провести сравнение износа покрытий на сплаве В95 не представлялось возможным. Но, как показали эксперименты, образцы МДО-покрытий, сформированных на сплаве Д16, в аварийном режиме имели большую потерю массы.

### Выводы по главе 3

1. Показано, что при испытаниях по схеме трения «шарик-диск» при постоянном росте нагрузки лучшие средние значения коэффициентов трения, изменяющиеся в диапазоне от 0,155 до 0,171, показали МДО-покрытия на сплавах Д16 и В95 в масле на основе диизотридецил адипата (ДИТА). При этом коэффициенты трения МДО-покрытий на сплаве В95 в целом ниже, чем на покрытиях, сформированных на сплаве Д16.
2. Показано, что при длительной работе в условиях постоянной нагрузки 400 Н, МДО-покрытия на сплавах Д16 и В95 при работе в масле ДИТА демонстрируют сохранение стабильных значений коэффициента трения в диапазоне от 0,14 до 0,21. С повышением нагрузки до 600 Н ухудшается стабильность значений коэффициента трения МДО-покрытия, сформированного на сплаве Д16, за исключением МДО-покрытия, полученного электролите №2, при трении в масле ПЭГ.
3. На основе экспериментальных данных получены аналитические зависимости изменений коэффициента трения и линейной скорости изнашивания от приложенного контактного давления, которые описываются экспоненциальными зависимостями для всех изученных пар трения.
4. Сравнительные результаты испытаний по схеме «штифт-диск» показали, что лучшую стабильность коэффициента трения в условиях режима масляного голодания обеспечивает масло ПАО в паре трения «МДО-покрытие на сплаве В95 (электролит №1)– сталь ШХ15».
5. Установлено, что материал подложки оказывает существенное влияние на износостойкость покрытий. Покрытия, сформированные на сплаве В95, при трении в условиях масляного голодания по сравнению с покрытиями, сформированными на сплаве Д16, показывают снижение массового износа на величину до 10 раз.

## ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ КЕРАМО-ПОЛИМЕРНЫХ ПОКРЫТИЙ

### 4.1 Влияние режимов формирования на износостойкость МДО-покрытий

Как известно [57,64], свойства МДО-покрытий зависят от множества факторов, определяющими из которых являются те из них, которые ответственны за формирование плотного износостойкого покрытия с высокими физико-механическими свойствами. При этом основой режима формирования является, прежде всего, анодно-катодный метод при соотношении катодного и анодного токов  $I_k/I_a = 1,0 - 1,3$  [39,158].

В исследовании [159] отмечается, что на свойства покрытий также оказывают влияние как непрерывная, так и импульсная подача тока в анодном, анодно-катодном, катодном направлении и бестоковой паузы при их различном сочетании и циклическом изменении полярности. Причем, циклическое изменение режимов с анодно-катодного на анодный позволяет выбрать вариант, обеспечивающий получение МДО-покрытий с необходимым комплексом свойств.

Кроме того, существенную роль в формировании качественных покрытий играет состав электролита. Причем, как показали исследования [15,59,61], даже незначительные изменения состава электролита оказывают влияние на свойства получаемых покрытий. Материал подложки и наличие легирующих элементов в алюминиевых сплавах оказывают также определенное влияние на свойства покрытий.

Введение в состав электролита полимерных частиц, в частности, частиц политетрафторэтилена, позволяет создавать композиционные покрытия [100] с повышенными антифрикционными свойствами. Кроме того, на свойства покрытий оказывают влияние температура электролита в процессе формирования, его рН, время процесса и другие.

В связи с вышеизложенным, в работе для изучения влияния определяющих факторов микродугового оксидирования на свойства покрытий и разработки новой методики формирования, был применен метод математического планирования экспериментов.

## 4.2 Разработка способа формирования композиционного керамо-полимерного покрытия

Для получения нового керамо-полимерного покрытия, удовлетворяющего необходимым требованиям по уровню износостойкости и коэффициента трения, необходимо было выявить основные, влияющие на свойства покрытия, факторы, которые позволяли бы прямо влиять на его важные характеристики: толщину, микротвердость, износостойкость, коэффициент трения. В этой связи из большого числа факторов были выделены следующие три: уровень щелочности электролита (рН), количество частиц политетрафторэтилена, цикличность смены режимов формирования с анодно-катодного на анодный.

Таким образом, в качестве основных регулируемых факторов были выбраны следующие:  $X_1$  – рН электролита;  $X_2$  – количество добавляемых в электролит частиц политетрафторэтилена (мл/л);  $X_3$  – цикличность изменения режимов, выраженная в соотношении длительности в минутах, анодно-катодного (АК) и анодного (А) режимов.

Остальные факторы были исключены путем проведения экспериментов в идентичных условиях. В частности, температура электролита поддерживалась в пределах 20-50 °С, в качестве материала образцов был использован сплав алюминия Д16Т и т.д. Случайные факторы исключались проведением рандомизации [39].

Целевой функцией (параметром оптимизации) была выбрана интенсивность изнашивания  $I_h$ , определявшаяся при трении образцов относительно контртела (шарик диаметром 10 мм из стали ШХ15) в установке SRV (схема трения «шарик-диск») при возвратно-поступательном перемещении с частотой 20 Гц, нагрузке 40 Н в течение 20 минут.

Реализовали полный факторный эксперимент вида  $2^3$  [161-162] с двухуровневым варьированием трех факторов, предполагая, что отклик приблизительно линеен в диапазоне выбранных уровней. Функция отклика в этом случае будет представлять зависимость вида [154]:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{23}X_2X_3 + b_{13}X_1X_3 + b_{123}X_1X_2X_3 \quad (4.1)$$

где  $b_0, \dots, b_{123}$  – соответствующие выборочные коэффициенты уравнения регрессии.

Кодированные значения верхнего и нижнего уровней факторов определяли по формуле:

$$x_i = \frac{x_i - x_{i0}}{\Delta x_i} \quad (4.2)$$

Исходя из априорных сведений [39,43,163] о процессе микродугового оксидирования и собственных экспериментальных данных, были выбраны основной уровень и интервалы варьирования, приведенные в таблице 4.2.1.

Таблица 4.2.1 - Уровни факторов и интервалы варьирования

Факторы	Уровни факторов ( $X_i$ )			Интервалы варьирования $\Delta X_i$
	-1	0	+1	
$X_1$ – pH электролита;	8,8	9,2	9,6	0,4
$X_2$ – количество добавляемой в электролит суспензии политетрафторэтилена, мл/л;	10	20	30	10
$X_3$ – цикличность изменения режимов АК/А, выраженная в соотношении длительности обработки, мин.	3/1	5/1	7/1	2/1

Уровень pH электролита определялся исходя из состава базового электролита, включавшего такие компоненты, как КОН – гидроксид калия и  $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$  – гексаметафосфат натрия. Были выбраны 3 состава базового электролита – 1 г/л КОН + 2 г/л  $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$  с pH=8,8; 2 г/л КОН + 4 г/л  $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$  с pH=9,2; 3 г/л КОН + 6 г/л  $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$  с pH=9,6.

### 4.3 Проведение факторного эксперимента

Согласно принятому плану полного факторного эксперимента было проведено 8 опытов, каждый из которых повторяли не менее трех раз в случайном порядке для исключения систематических ошибок. Для контроля эксперимент проводили и на основном уровне.

Матрица планирования и соответствующие средние значения функции отклика (интенсивности изнашивания  $I_h$ ) представлены в таблице 4.3.1.

Таблица 4.3.1 – Полный факторный эксперимент  $2^3$

№№	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_2X_3$	$X_1X_3$	$X_1X_2X_3$	$Y_i$	$U$ , мм	$I_h10^7$
1	+	-	-	+	+	-	-	+	$Y_1$	12	2,5
2	+	+	-	-	-	+	-	+	$Y_2$	16	3,3
3	+	-	+	-	-	-	+	+	$Y_3$	8	1,6
4	+	+	+	+	+	+	+	+	$Y_4$	25	5,2
5	+	-	-	-	+	+	+	-	$Y_5$	19	3,9
6	+	+	-	+	-	-	+	-	$Y_6$	30	6,2
7	+	-	+	+	-	+	-	-	$Y_7$	28	5,8
8	+	+	+	-	+	-	-	-	$Y_8$	22	4,5

Расчет коэффициентов уравнения регрессии проводили по формулам [161,164]:

$$b_i = \frac{\sum_{u=1}^N Y_u X_{iu}}{N} \quad (4.3)$$

где  $i=0,1,2,\dots,k$  – номер фактора;  $Y_u$  – средний отклик по  $r$  опытам в точке с номером  $u$ :

$$Y_u = \frac{\sum_{j=1}^r Y_{uj}}{r} \quad (4.4)$$

Интенсивность изнашивания  $I_h$  подсчитывали в соответствии с формулой:

$$I_h = \frac{U}{L},$$

где  $U$  – линейный износ МДО-покрытий, выраженный в мкм;  $L$  – путь трения образца при возвратно-поступательном движении за время 20 мин ( $L=48$  метров).

Экспериментальные результаты исследования влияния режимов формирования в соответствии с планом эксперимента представлены в таблице 4.3.2.

Таблица 4.3.2 – Интенсивность изнашивания МДО-покрытий.

№№ опыта	Лин. износ, мкм	Интенс. изнаш $I_i 10^7$	$(I_{hi}-I^*)^2 10^{-14}$	$S^2 10^{14}$	$S 10^7$	Число		$I_p 10^7$	$(I^*-I_p)^2 10^{14}$
						опы- тов $r$	степ своб $f$		
1 среднее	11	2,29	0,040	0,915	0,956	3	2	3,26	0,5776
	17	3,54	1,102						
	8	1,66	0,688						
	12	$2,49=I^*$	$\Sigma =1,830$						
2 среднее	17	3,54	0,025	0,392	0,626	4	3	3,00	0,0900
	20	4,17	0,624						
	13	2,70	0,462						
	15	3,12	0,067						
	16	$3,38=I^*$	$\Sigma =1,178$						
3 среднее	10	2,08	0,168	0,203	0,450	3	2	1,66	0,0001
	6	1,25	0,176						
	7	1,46	0,062						
	8	$1,67=I^*$	$\Sigma =0,406$						
4 среднее	30	6,25	1,167	0,947	0,973	5	4	4,60	0,3249
	22	4,58	0,348						
	19	3,95	1,488						
	24	5,00	0,029						
	29	6,04	0,757						
	25	$5,17=I^*$	$\Sigma =3,789$						
5 среднее	23	4,79	0,689	0,719	0,848	3	2	3,60	0,1296
	15	3,12	0,705						
	20	4,17	0,044						
	19	$3,96=I^*$	$\Sigma =1,438$						
6 среднее	35	7,30	1,000	0,911	0,954	4	3	6,54	0,0576
	28	5,83	0,221						
	33	6,87	0,325						
	25	5,21	1,188						
	30	$6,30=I^*$	$\Sigma =2,734$						

Таблица 4.3.2 – Интенсивность изнашивания МДО-покрытий (продолжение).

№№ опыта	Лин. износ, мкм	Интенс. изнаш $I_i 10^7$	$(I_{hi}-I^*)^2 10^{-14}$	$S^2 10^{14}$	$S 10^7$	Число		$I_p 10^7$	$(I^*-I_p)^2 10^{14}$
						опы- тов $r$	степ своб $f$		
7 среднее	32	6,67	0,593	0,711	0,843	3	2	5,20	0,4900
	29	6,04	0,019						
	24	5,00	0,810						
	28	$5,90=I^*$	$\Sigma = 1,422$						
8 среднее	23	4,80	0,006	0,529	0,727	3	2	4,94	0,0484
	26	5,41	0,476						
	19	3,96	0,577						
	22	$4,72=I^*$	$\Sigma = 1,059$						
									$\Sigma = 1,7182$

Расчет коэффициентов уравнения регрессии по формуле (4.2) позволил представить уравнение в виде:

$$I_h \cdot 10^7 = 4,1 + 0,67X_1 + 0,15X_2 + 0,8X_3 - 0,1X_1X_2 + 0,31X_1X_3 + 0,42X_2X_3 - 0,97X_1X_2X_3$$

Проверка на значимость коэффициентов уравнения регрессии проводилась по критерию Стьюдента [43,160] по формуле:

$$h_i = \frac{h_a \cdot (b_i \cdot \Delta X_i)}{a} \quad (4.5)$$

где  $t_\alpha$  – табличное значение критерия Стьюдента, которое находят по числу степеней свободы  $f = (N-1)$  и уровню значимости  $\alpha$ ;

При выполнении условия

$$b_i \geq \Delta \alpha_i \quad (4.6)$$

коэффициент при факторе ( $b_i$ ) является значимым в рассматриваемом уравнении регрессии.

$S^2_{(I)}$  – дисперсия воспроизводимости, которая подсчитывалась по формуле [161]:

$$S^2_{(I)} = \frac{\sum f \cdot S_i^2}{\sum f_i}$$

$$S^2_{(I)} = \frac{(2 \cdot 0,915 \cdot 10^{-14}) + (3 \cdot 0,392 \cdot 10^{-14}) + (2 \cdot 0,203 \cdot 10^{-14}) + (4 \cdot 0,947 \cdot 10^{-14}) + (2 \cdot 0,719 \cdot 10^{-14}) + (3 \cdot 0,911 \cdot 10^{-14}) + (2 \cdot 0,711 \cdot 10^{-14}) + (2 \cdot 0,529 \cdot 10^{-14})}{2+3+2+4+2+3+2+2} = 0,6928 \cdot 10^{-14}$$

При неравном числе параллельных опытов для проверки однородности дисперсий обычно используют критерий Бартлета [164,165], который, однако, достаточно сложен в применении, поэтому проверку однородности дисперсий проводили по критерию Фишера, представляющему собой отношение максимальной построчной дисперсии к минимальной [165]:

$$F_p = \frac{S_{\max}^2}{S_{\min}^2} = \frac{0,947}{0,203} < F_T < 7,71 (f = 4)$$

При выполнении условия  $F_p < F_T$  и заданном уровне значимости  $\alpha$  ( $\alpha = 0,05$ ) максимальная и минимальная дисперсии отличаются незначимо, следовательно гипотезу об однородности дисперсий можно принять.

Проверка значимости коэффициентов уравнения регрессии по критерию Стьюдента по формуле (4.5) показала:

$$\Delta\alpha_i = \pm \frac{2,31 \cdot \sqrt{0,6928 \cdot 10^{-14}}}{\sqrt{8}} = \pm 0,67 \cdot 10^{-7}$$

Следовательно, незначимыми в уравнении регрессии являются коэффициенты при факторе  $X_2$ , а также парных взаимодействий  $X_1X_2$ ,  $X_2X_3$  и  $X_1X_3$ .

Таким образом, окончательное уравнение регрессии для интенсивности изнашивания приняло вид:

$$I_h \cdot 10^7 = 4,1 + 0,67X_1 + 0,8X_3 - 0,97X_1X_2X_3 \quad (4.7)$$

Проверку адекватности модели проводили по критерию Фишера [156], для чего рассчитывали отношение дисперсий расчетной модели и эксперимента:

$$S_{ad}^2 = \pm \frac{\sum (I^* - I_p)^2}{N - \lambda} = \frac{1,7182 \cdot 10^{-14}}{8 - 4} = 0,4295 \cdot 10^{-14},$$

где  $\lambda$  – число членов в уравнении регрессии, оставшихся после оценки значимости коэффициентов регрессии ( $\lambda = 4$ )

Критерий Фишера:

$$F_p = \frac{S_{ад}^2}{S_{\{I\}}^2} = \frac{0,4295 \cdot 10^{-14}}{0,6928 \cdot 10^{-14}} = 0,62 < F_T \text{ (при } \alpha = 0,05) = 3,49 \text{ [4.13]}$$

для  $f_1=2$  и  $f_2=20$ . Следовательно, модель адекватна.

Анализ полученного уравнения регрессии (4.7) позволяет сделать следующие выводы.

Наибольшее влияние на интенсивность изнашивания  $I_h$  оказывает эффект суммарного тройного взаимодействия факторов  $X_1X_2X_3$ , причем для уменьшения интенсивности изнашивания следует повышать значение их суммарного воздействия (отрицательный знак при коэффициенте). Далее по значимости следует фактор  $X_3$ , указывающий на то, что цикличность смены АК и А режимов достаточно существенна для получения качественных МДО-покрытий. Фактор  $X_1$  находится на уровне, граничащим с принятием решения о значимости и указывает на то, что для уменьшения интенсивности изнашивания следует выбирать раствор электролита с меньшим рН. Парные взаимодействия действующих факторов оказались не значимы, как, впрочем, и фактор  $X_2$ , учитывающий количество добавки в электролит частиц политетрафторэтилена.

После соответствующей статистической обработки [43,160,162], включающей проверку однородности дисперсий, оценки статистической значимости коэффициентов, расчета адекватности модели, для поиска оптимальных условий использовали метод Бокса-Уилсона (метод крутого восхождения).

Исходя из анализа модели, за базовый фактор следует принять  $X_3$ , у которого произведение коэффициента регрессии на интервал варьирования максимален [163]:

$$b_3 \cdot \Delta X_i = a = 0,8 \cdot 2 = 1,60$$

Рассчитывали шаги для крутого восхождения, используя формулу

$$h_i = \frac{h_a \cdot (b_i \cdot \Delta X_i)}{a}$$

Поскольку фактор  $X_2$  оказался не значим, его значение зафиксировали на нулевом уровне –  $X_2 = 20$  мл/л. Результаты крутого восхождения представлены в таблице 4.3.3

Таблица 4.3.3 – Исходные данные и результаты крутого восхождения по уравнению регрессии  $I_h \cdot 10^7 = 4,1 + 0,67X_1 + 0,8X_3 - 0,97X_1X_2X_3$

Наименование	Факторы				
	$X_1$	$X_2$	$X_3$		
Нулевой уровень Интервал варьирования $\Delta X_i$	9,2	20	5/1		
	0,4	10	2/1		
Коэффициенты $b_i$ Произведение $b_i \Delta X_i$ Шаг $h_a$ при изменении базового фактора $X_3$ на 2/1 Округление шага варьирования	Расчет				
	0,670	-	0,8		
	0,268	-	1,6		
	0,335	-	2/1		
Опыты	Крутое восхождение			Переменная состояния	
				$I_p 10^7$	$I_3 10^7$
9	9,5	20	7/1	4,67	
10	9,8	20	9/1	3,79	
11	10,1	20	11/1	1,46	
12	10,4	20	13/1	-2,33	

Рассчитаем для примера значение целевой функции для опыта 9:

Значения  $X_1 = 9,5$ ; кодированное значение –  $x_1 = (9,5 - 9,2)/0,4 = 0,75$

$X_2 = 20$  мл/л; кодированное знач. –  $x_2 = 1$

$X_3 = 7/1$ ; кодированное значение –  $x_3 = (7/1 - 5/1)/2/1 = 1$

Таким образом, рассчитываем:

$$I_p \cdot 10^7 = 4,1 + 0,67 \cdot 0,75 + 0,8 \cdot 1 - 0,97 \cdot 0,75 \cdot 1 \cdot 1 = 4,67$$

Аналогично рассчитывали значения  $I_p$  для других шагов крутого восхождения. Анализ рассчитанных данных целевой функции (табл.4.3.3) показывает, что на третьем шаге была достигнута область оптимума со значением параметра оптимизации (интенсивности изнашивания) ниже уровня, который

отмечался в основном эксперименте (лучший показатель  $I_h=1,66*10^{-7}$ ). То, что на 12 шаге было получено отрицательное значение параметра, указывает на то, что в данном расчете точка находится уже за пределами области экспериментирования.

Таким образом, оптимальными параметрами для получения качественных МДО-покрытий с высокой износостойкостью следует считать следующие: рН электролита в диапазоне 9,9-10,1; содержание частиц политетрафторэтилена в растворе – 20 мл/л; циклирование смены режимов АК/А – в диапазоне 5/1 – 11/1.

По результатам проведенных исследований была оформлена заявка на выдачу патента на «Способ получения композиционных покрытий на вентильных металлах и их сплавах», и был получен патент РФ № 2787330 [166].

#### 4.4 Морфологические исследования новых керамо-полимерных покрытий

Внешний вид образцов с новым керамо-полимерным покрытием представлен на рисунке 4.4.1.

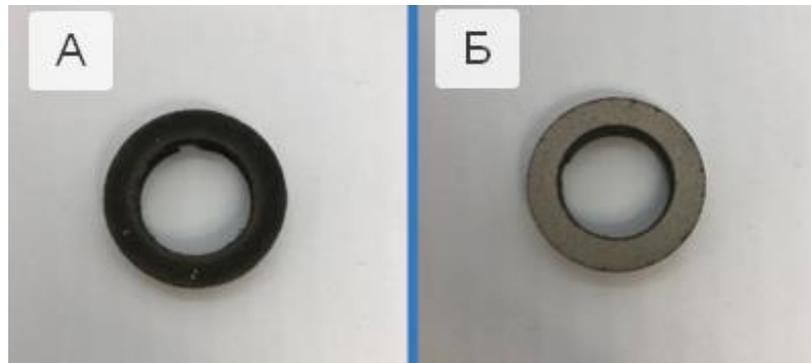


Рисунок 4.4.1 – Внешний вид образцов с новым керамо-полимерным покрытием, сформированным на алюминиевых сплавах Д16 (а) и В95 (б).

Толщина формируемых покрытий на алюминиевом сплаве Д16 составила 90 мкм, а на алюминиевом сплаве В95 – 100 мкм.

Анализ металлографических шлифов показал, что частицы фторопласта распределены по толщине покрытия равномерно, не скапливаясь на поверхности (рисунок 4.2.2).

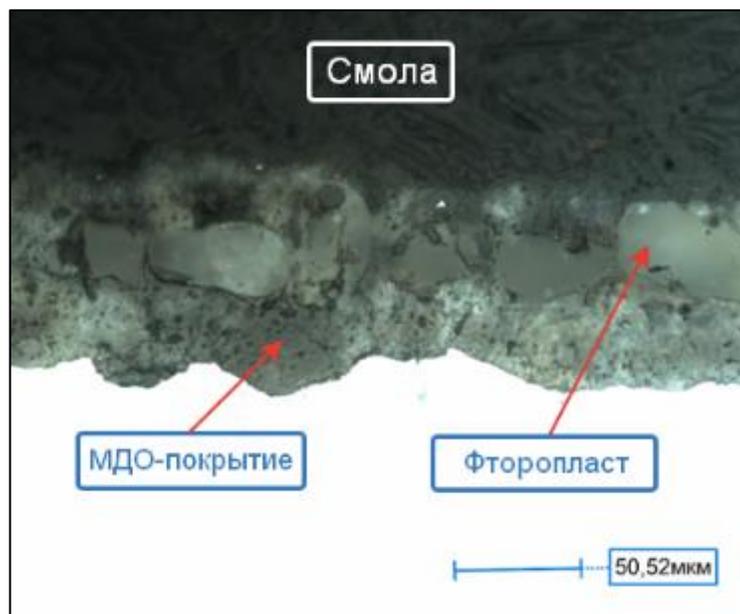


Рисунок 4.4.2 – Строение керамо-полимерных покрытий (увеличение x500).

Процент участков фторопласта в общей толщине покрытия, составил 34 %. Средний диаметр участков фторопласта составил 36 мкм (таблица 4.4.1).

Таблица 4.4.1 – Результаты замеров толщины и размеров частиц

Показатель	Среднеарифметическое значение	Станд. отклонение
Размер частиц фторопласта	36	15,5
Толщина слоя	91	17,7

Подтверждением наличия включений фторопласта в толще МДО-покрытия служат проведенные исследования химического состава с помощью энергодисперсионной приставки для микроанализа EDAX TRIDENT XM4 электронного микроскопа (рисунок 4.4.3 и таблица 4.4.2). Из этих данных следует, что частицы фторопласта встраиваются в структуру формируемого МДО-покрытия.

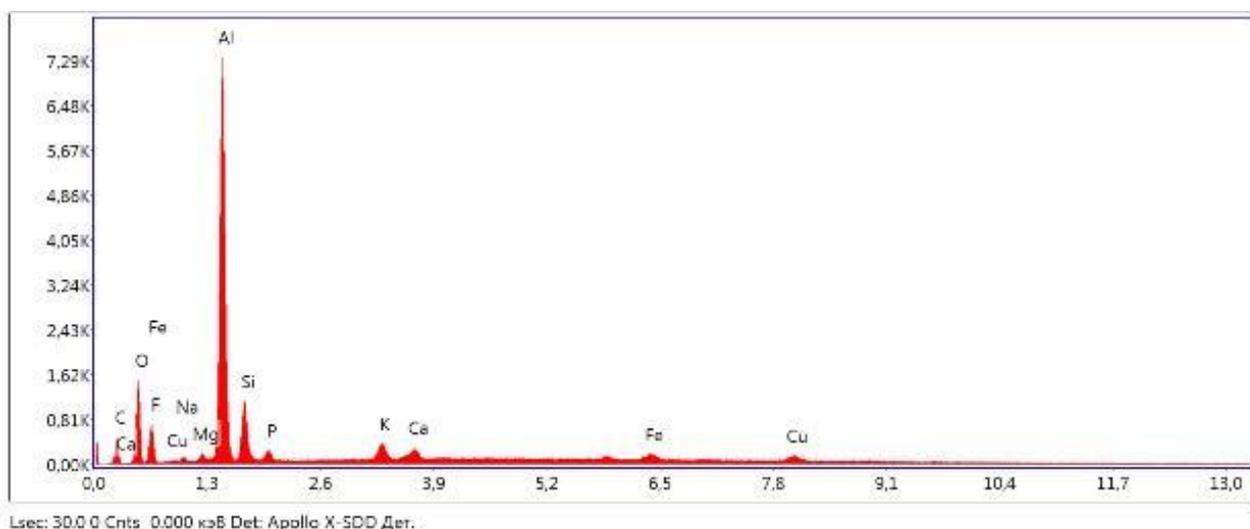


Рисунок 4.4.3 – Спектр участка керамо-полимерного МДО-покрытия

Таблица 4.4.2 Элементный химический состав керамо-полимерного МДО-покрытия

Элемент	Весовой, %	Атом., %	Полн. инт.	% ошибок	Kratio	Z	R	A	F
С К	21,45	34,55	70,12	12,77	0,0375	1,1057	0,9508	0,1581	1,0000
О К	22,18	26,82	250,18	10,06	0,0541	1,0594	0,9725	0,2303	1,0000
F К	8,34	8,50	117,73	11,13	0,0179	0,9852	0,9818	0,2177	1,0000
NaK	0,00	0,00	0,00	99,99	0,0000	0,9634	0,9986	0,3618	1,0061
MgK	0,00	0,00	0,00	99,99	0,0000	0,9801	1,0062	0,5173	1,0117
AlK	30,81	22,10	1669,08	4,81	0,1952	0,9440	1,0133	0,6683	1,0039
SiK	5,21	3,59	225,23	7,77	0,0271	0,9650	1,0200	0,5374	1,0041
P К	0,38	0,24	15,14	27,59	0,0022	0,9270	1,0263	0,6184	1,0064
К К	1,60	0,79	69,30	9,40	0,0134	0,8953	1,0482	0,9135	1,0265
CaK	1,19	0,57	45,02	12,57	0,0105	0,9118	1,0529	0,9386	1,0318
FeK	3,57	1,24	71,58	8,96	0,0329	0,8134	1,0730	1,0054	1,1254
CuK	5,27	1,60	63,51	11,36	0,0462	0,7788	1,0751	1,0061	1,1186

#### 4.5 Исследование триботехнических характеристик новых керамо-полимерных покрытий

Для оценки триботехнических характеристик новых керамо-полимерных покрытий были проведены испытания по схеме трения «кольцо-кольцо». В рамках данных исследований были проведены испытания пар трения МДО-покрытий по стали ШХ15 и при трении по одноименной поверхности - МДО по МДО.

Обработка результатов испытаний пары трения МДО – сталь ШХ15 с определением средних значений, стандартного отклонения для коэффициента трения представлены в таблице 4.5.1

Таблица 4.5.1 – Средние значения коэффициента трения после испытаний пары трения «МДО-покрытие - сталь ШХ15»

Масло	Коэффициент трения			
	Среднее	Станд. откл	min.	max.
Пара трения МДО-покрытие – ШХ15 (сплав Д16)				
ДИТА	0,036	0,015	0,012	0,117
ПАО	0,097	0,005	0,069	0,118
ПЭГ	0,195	0,056	0,065	0,410
Пара трения МДО-покрытие – ШХ15 (сплав В95)				
ДИТА	0,169	0,069	0,087	0,508
ПАО	0,098	0,016	0,063	0,135
ПЭГ	0,071	0,011	0,006	0,144
Пара трения керамо-полимерное покрытие – ШХ15 (сплав Д16)				
ДИТА	0,132	0,003	0,112	0,183
ПАО	0,119	0,007	0,056	0,214
ПЭГ	0,091	0,023	0,036	0,151
Пара трения керамо-полимерное покрытие –ШХ15 (сплав В95)				
ДИТА	0,052	0,016	0,010	0,127
ПАО	0,124	0,002	0,055	0,139
ПЭГ	0,111	0,033	0,062	0,178

Анализ полученных данных показывает, что пары трения с традиционными МДО-покрытиями на алюминиевом сплаве Д16 в масле ДИТА, показали лучшие значения коэффициента трения, изменяющиеся в диапазоне от 0,012 до 0,117. Для традиционных МДО-покрытий, сформированных на сплаве В95 значение коэффициента трения в масле ДИТА менялось в диапазоне от 0,087 до 0,508.

Значения коэффициентов трения полученных в масле ПАО несколько выше и для МДО-покрытий на сплаве Д16 менялись в диапазоне от 0,069 до 0,118, для аналогичных покрытий на сплаве В95 – от 0,063 до 0,135. Коэффициент трения в масле ПАО характеризуется сохранением стабильных значений.

Худший результат по значениям коэффициента трения был получен в масле ПЭГ с покрытиями, сформированными на сплаве Д16, изменения составили от 0,065 до 0,410. Коэффициент трения в этом случае показывал рост в течение начальных 5 минут испытаний (рисунок 4.5.1). Однако, значения коэффициента трения в масле ПЭГ для МДО-покрытия, сформированного на сплаве В95 менялись от 0,006 до 0,144.



Рисунок 4.5.1 – График изменения коэффициента трения в масле ПЭГ в процессе испытания по схеме кольцо-кольцо (пара трения МДО – Сталь ШХ15) МДО-покрытия, сформированного на сплаве Д16.

Анализ результатов показал, что значения коэффициентов трения в парах трения с керамо-полимерными покрытиями, сформированными на алюминиевом сплаве Д16 при испытании в масле ПЭГ и на алюминиевом сплаве В95 при испытании в масле ДИТА имеют средние значения коэффициента трения ниже для покрытий на сплаве Д16 на 46,7% и на сплаве В95 на 30,7%, по сравнению с

традиционными МДО-покрытиями, а полученные значения лежат в диапазоне от 0,036 до 0,151 и от 0,01 до 0,127 соответственно.

Для сравнения на рисунке 4.5.2 представлены данные по средним значениям коэффициента трения МДО-покрытий в исследованных смазочных материалах.

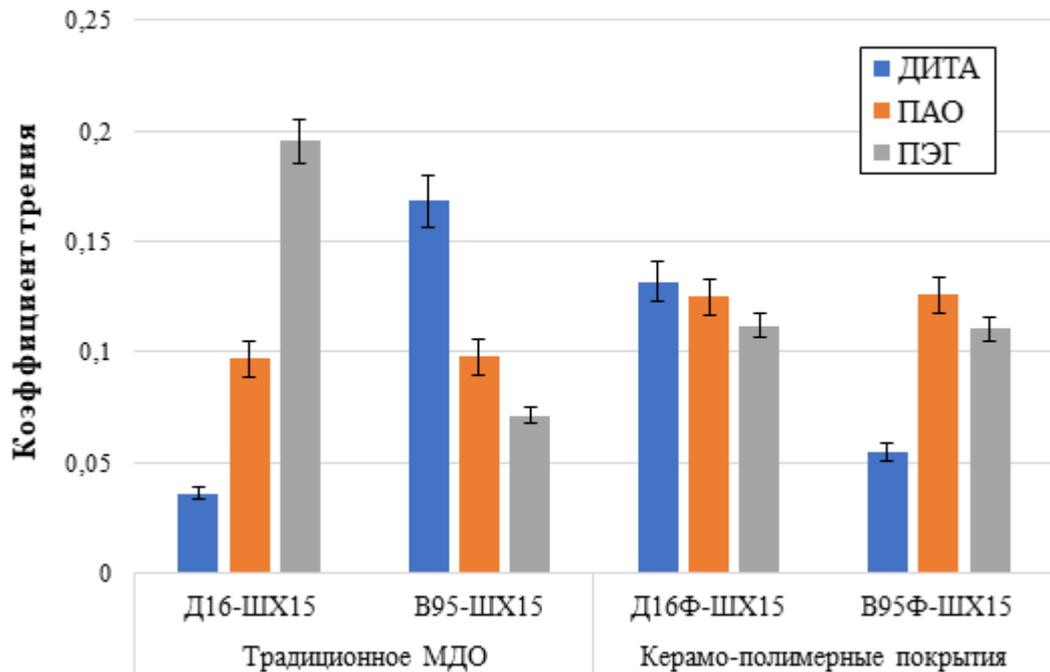


Рисунок 4.5.2 – Средние значения коэффициентов трения после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – сталь ШХ15).

Оценка износа производилась как для образцов с МДО-покрытием, так и стального контртела. Полученные результаты испытаний представлены в таблице 4.5.2.

Таблица 4.5.2 - Средние значения массового износа после испытаний пары трения МДО - сталь ШХ15.

Масло	Массовый износ, мг			
	Верхнее кольцо	Станд. откл	Нижнее кольцо	Станд. откл
Пара трения МДО-покрытие (сплав Д16) – ШХ15				
ДИТА	1,30	0,36	3,85	0,17
ПАО	1,12	0,60	1,10	0,14
ПЭГ	2,30	0,47	6,35	0,23
Пара трения МДО-покрытие (сплав В95) – ШХ15				
ДИТА	1,80	0,20	6,10	0,32
ПАО	0,83	0,09	1,37	0,21
ПЭГ	0,40	0,57	1,98	0,40
Пара трения керамо-полимерное покрытие (сплав Д16) – ШХ15				
ДИТА	0,99	0,18	2,45	0,07
ПАО	0,58	0,15	0,67	0,17
ПЭГ	1,24	0,08	1,45	0,14
Пара трения керамо-полимерное покрытие (сплав В95) – ШХ15				
ДИТА	1,22	0,22	3,71	0,30
ПАО	0,36	0,12	0,19	0,17
ПЭГ	1,18	0,18	2,07	0,24

Керамо-полимерные покрытия показали большую износостойкость в сравнении с традиционными МДО-покрытиями. Наименьший износ был получен на керамо-полимерных покрытиях, сформированных на алюминиевом сплаве В95 в масле ПАО. Снижение износа в сравнении с традиционными МДО-покрытиями на этом же сплаве составило 56,6%. В остальных случаях снижение износа керамо-полимерных покрытий относительно традиционных МДО-покрытий составило от 31,3 до 47,5%. В тоже время снижение износа стальных колец (контртел) в парах трения с керамо-полимерными покрытиями составил величину в диапазоне от 36,4 – 77,2 %.

Для сравнения на рисунке 4.5.3 представлены данные по средним значениям износа МДО-покрытий в исследованных смазочных материалах, а на рисунке 4.5.4 аналогичные результаты для стального контртела.

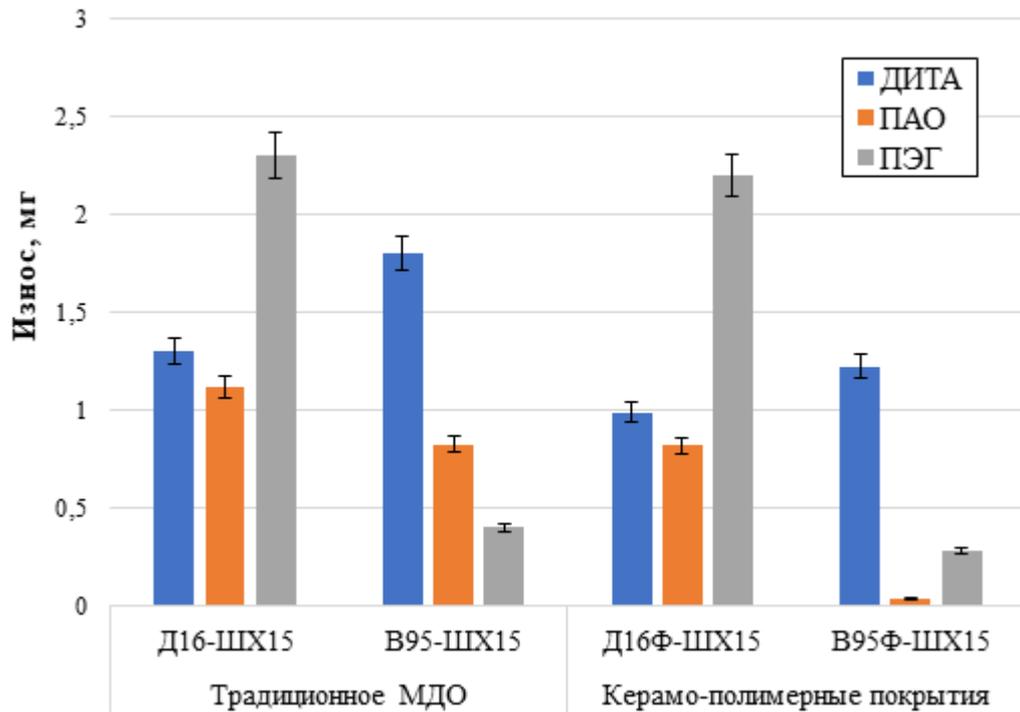


Рисунок 4.5.3 – Средние значения износа верхнего кольца (МДО-покрытие) после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – сталь ШХ15).

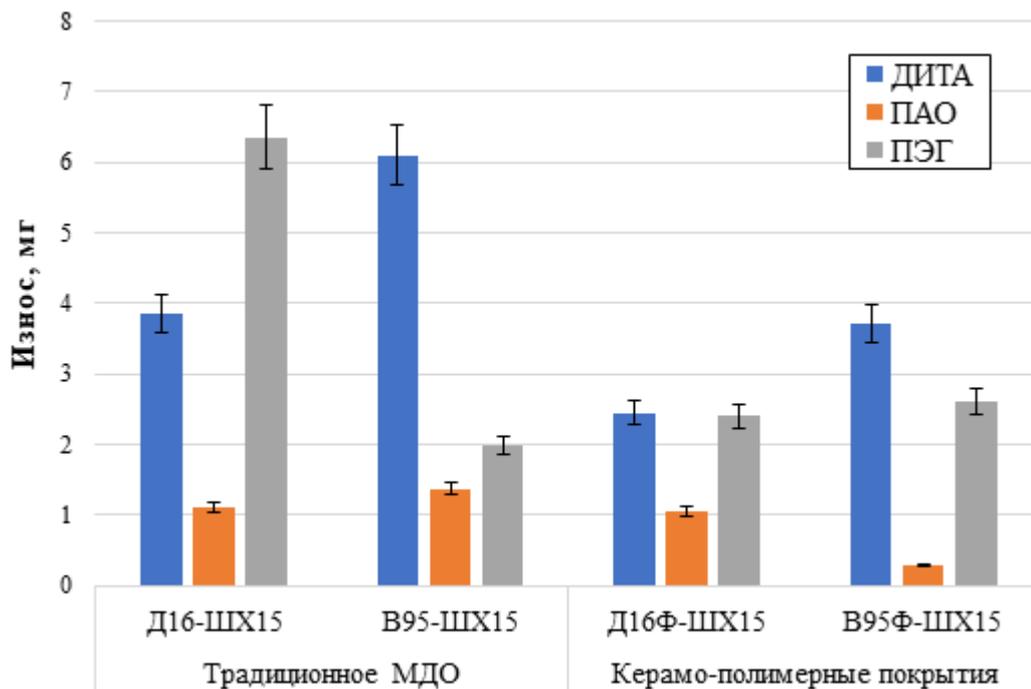


Рисунок 4.5.4 – Средние значения износа нижнего кольца (сталь ШХ15) после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – сталь ШХ15).

Обработка результатов испытаний пары трения МДО-покрытие – МДО-покрытие с определением средних значений, стандартного отклонения для коэффициента трения и массового износа представлены в таблице 4.5.3.

Таблица 4.5.3 – Средние значения коэффициента трения после испытаний пары трения МДО - МДО.

Масло	Коэффициент трения			
	Среднее	Станд. откл	min.	max.
Пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие (сплав Д16)				
ДИТА	0,155	0,034	0,054	0,207
ПАО	0,211	0,061	0,086	0,363
ПЭГ	0,226	0,122	0,073	0,305
Пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие (сплав В95)				
ДИТА	0,169	0,069	0,087	0,508
ПАО	0,242	0,044	0,056	0,484
ПЭГ	0,159	0,019	0,091	0,416
Пара трения керамо-полимерное покрытие – керамо-полимерное покрытие (сплав Д16)				
ДИТА	0,128	0,016	0,095	0,185
ПАО	0,149	0,003	0,037	0,170
ПЭГ	0,120	0,010	0,040	0,154
Пара трения керамо-полимерное покрытие – керамо-полимерное покрытие (сплав В95)				
ДИТА	0,147	0,005	0,109	0,166
ПАО	0,142	0,003	0,040	0,152
ПЭГ	0,133	0,005	0,045	0,167

Анализ полученных данных показывает, что пары трения с керамо-полимерным покрытием, показали наименьшие значения коэффициента трения в масле ПЭГ. Для покрытий, сформированных на сплаве Д16, значение коэффициента трения изменялось от 0,04 до 0,154, а для аналогичных покрытий на сплаве В95 это значение составило от 0,045 до 0,167.

В масле ПАО керамо-полимерные покрытия также показали низкий коэффициент трения относительно традиционных МДО-покрытий, изменение значений коэффициента трения от 0,037 до 0,170 для покрытий, сформированных

на сплаве Д16, для аналогичных покрытий на сплаве В95 коэффициент трения изменялся от 0,04 до 0,154.

В целом, средний коэффициент трения керамо-полимерных покрытий ниже на 15,8 – 46,9 % по сравнению с коэффициентом трения, полученным на традиционных МДО-покрытиях.

Для сопоставления результатов испытаний, на рисунке 4.5.5 представлены данные по средним значениям коэффициента МДО-покрытий в исследованных смазочных материалах.

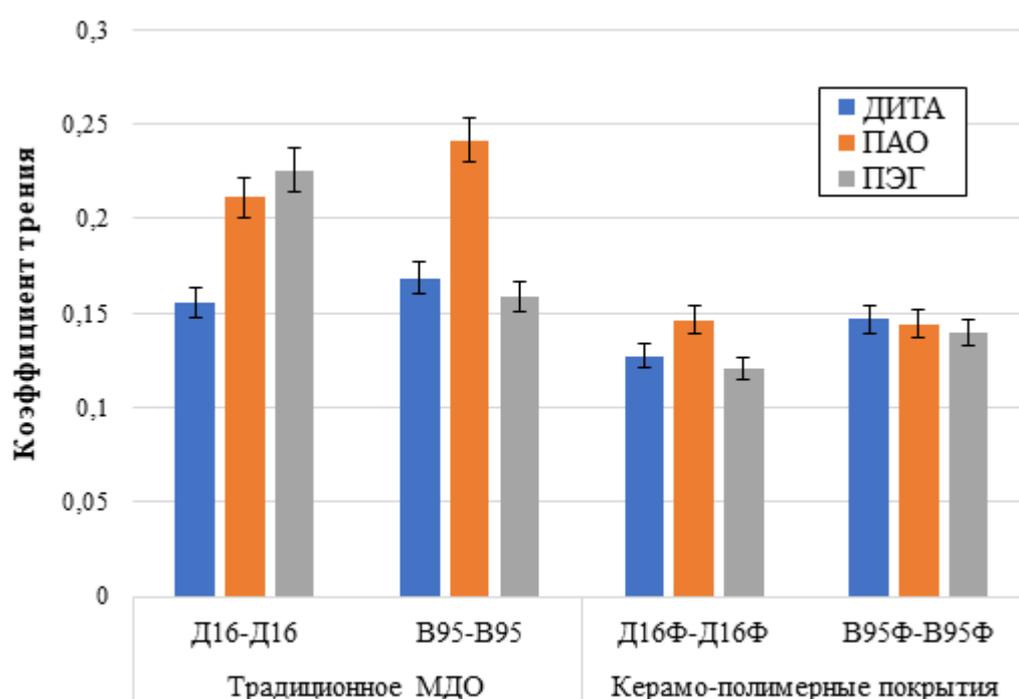


Рисунок 4.5.5 - Средние значения коэффициентов трения после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие).

Значения износа, полученные после испытаний пары трения МДО-покрытие - МДО-покрытие, представлены в таблице 4.5.4.

Анализ полученных данных показал, что значение износа керамо-полимерных покрытий в целом находится на уровне традиционных МДО-покрытий. Так, в масле ПЭГ износ керамо-полимерного покрытия,

сформированного на сплаве Д16 ниже на 46,4 % для нижнего кольца и 37,1 % для верхнего кольца.

Таблица 4.5.4 - Средние значения массового износа после испытаний пары трения МДО - МДО.

Масло	Массовый износ, мг			
	Верхнее кольцо	Станд. откл	Нижнее кольцо	Станд. откл
Пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие (сплав Д16)				
ДИТА	0,45	0,49	1,10	0,49
ПАО	15,10	0,60	99,50	0,14
ПЭГ	1,48	0,70	2,76	0,36
Пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие (сплав В95)				
ДИТА	1,12	0,44	2,34	0,32
ПАО	11,63	0,16	6,29	0,22
ПЭГ	0,65	0,08	1,17	0,18
Пара трения керамо-полимерное покрытие – керамо-полимерное покрытие (сплав Д16)				
ДИТА	2,88	0,30	3,59	0,13
ПАО	0,56	0,17	1,94	0,18
ПЭГ	0,93	0,14	1,48	0,21
Пара трения керамо-полимерное покрытие – керамо-полимерное покрытие (сплав В95)				
ДИТА	2,08	0,24	7,23	0,21
ПАО	1,84	0,25	2,39	0,19
ПЭГ	3,58	0,18	7,55	0,27

Наибольшие значения износа показали традиционные МДО-покрытия в масле ПАО. Однократно даже произошло разрушение сформированного покрытия до материала подложки практически сразу же на старте испытания, что, по всей видимости, связано с большим значением молекулярной составляющей коэффициента трения в трибосистеме «МДО – масло ПАО – МДО». При этом сформировались высокие сдвиговые напряжения, разрушившие покрытие. При испытаниях в этом же масле керамо-полимерных покрытий, они не были разрушены, что указывает на положительное влияние частиц фторопласта в покрытии.

Для сравнения на рисунках 4.5.6 и 4.5.7 представлены данные по средним значениям износа МДО-покрытий в исследованных смазочных материалах.

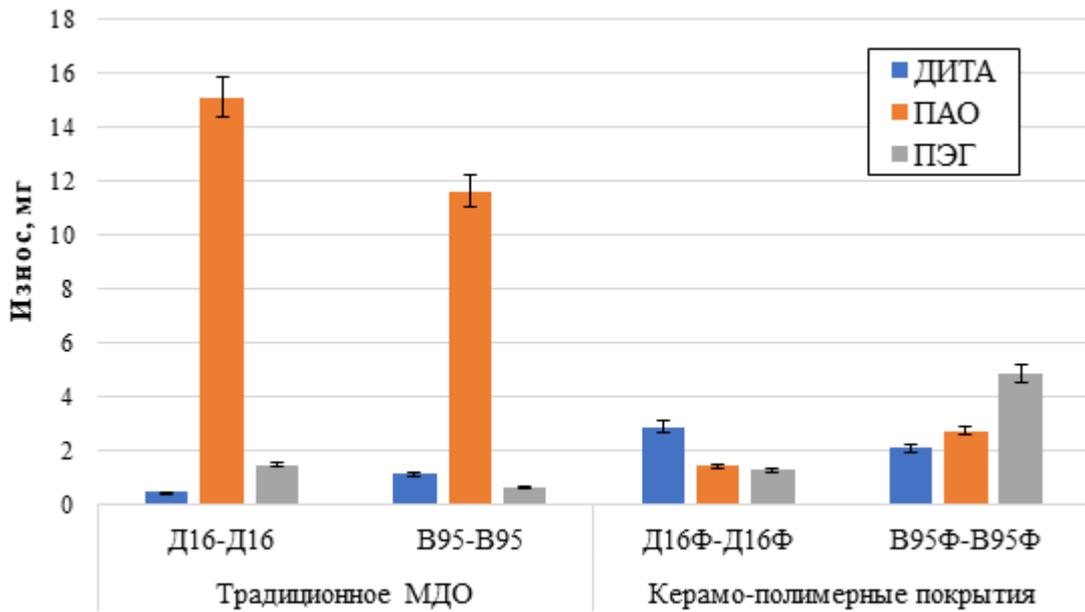


Рисунок 4.5.6 - Средние значения износа верхнего кольца после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие).

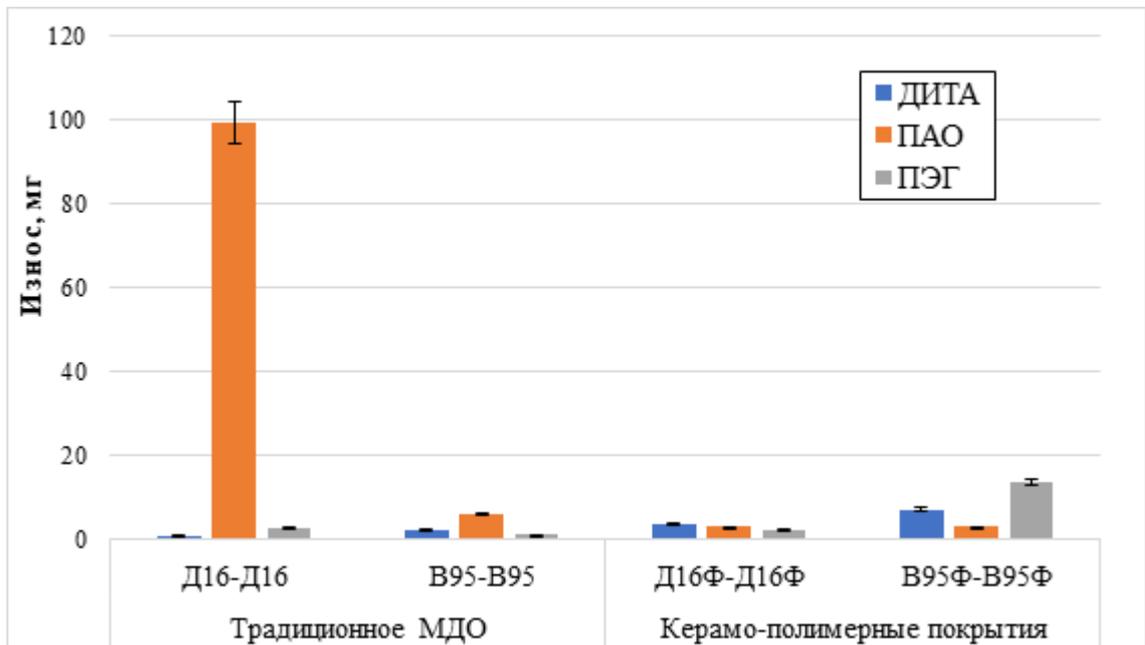


Рисунок 4.5.7 - Средние значения износа нижнего кольца после испытаний в экологических маслах (пара трения МДО-покрытие – МДО-покрытие).

#### 4.6 Практическое применение керамо-полимерных покрытий

Полученные в ходе лабораторных исследований данные о триботехнических характеристиках новых керамо-полимерных покрытий были использованы при выполнении научно-исследовательской работы на тему «Минеральные покрытия резьб НКТ» в рамках проекта А220003057 ПАО «Газпром нефть».

Оценку возможности применения экологически безопасных материалов в резьбовых соединениях легкосплавных НКТ осуществляли в два этапа. На первом этапе проводились исследования, согласно методике, представленной в разделе 2.7. На втором этапе проводились испытания на натурном образце резьбового соединения НКТ.

Целью испытаний являлось определение возможности применения резьбовых смазок на базе экологических смазочных материалов для резьбовых соединений НКТ как стандартного исполнения (стальные НКТ), так и легкосплавного исполнения.

На рисунке 4.6.1 представлены диаграммы завинчивания в использованных смазках. Анализ полученных данных показывает, что при одном и том же угле затяжки требуемый для этого момент затяжки ниже при использовании масла на основе ПАО, который составил 143 Н·м. Наибольший момент завинчивания оказался при применении масла на основе ДИТА – 213 Н·м.

На рисунке 4.6.2 показаны образцы винтовых пар после испытаний с смазках ДИТА, ПАО и ПЭГ.

Сравнение полученных результатов показывает, что применение резьбовой смазки на основе масла ПАО обеспечивает приложение меньшего момента свинчивания, по сравнению с другими смазочными материалами и является более перспективным для применения в НКТ с новыми керамо-полимерными покрытиями в резьбовых соединениях насосно-компрессорных труб.

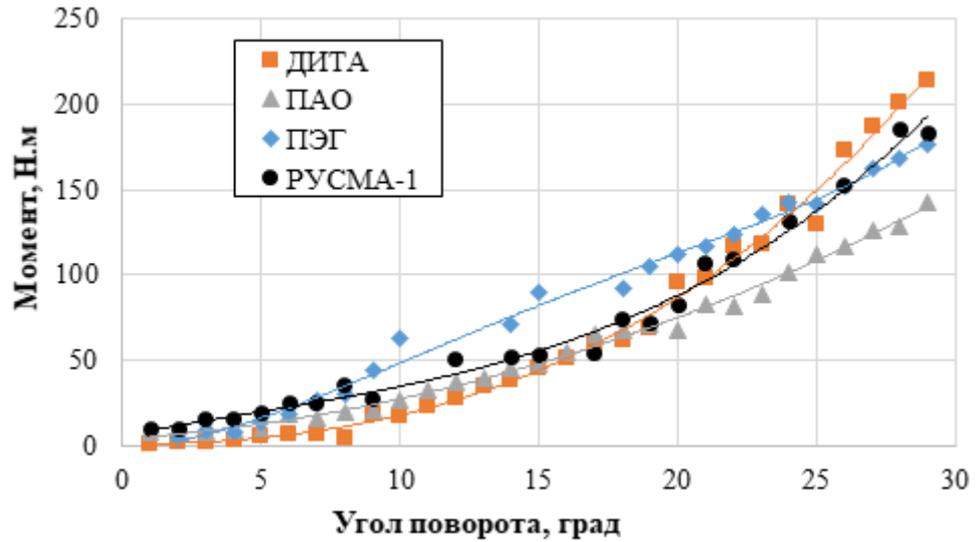


Рисунок 4.6.1 – Диаграмма заворачивания образцов с керамо-полимерным покрытием.

Осмотр образцов после развинчивания показал отсутствие задиров и разрушения покрытия (рисунок 4.6.2).

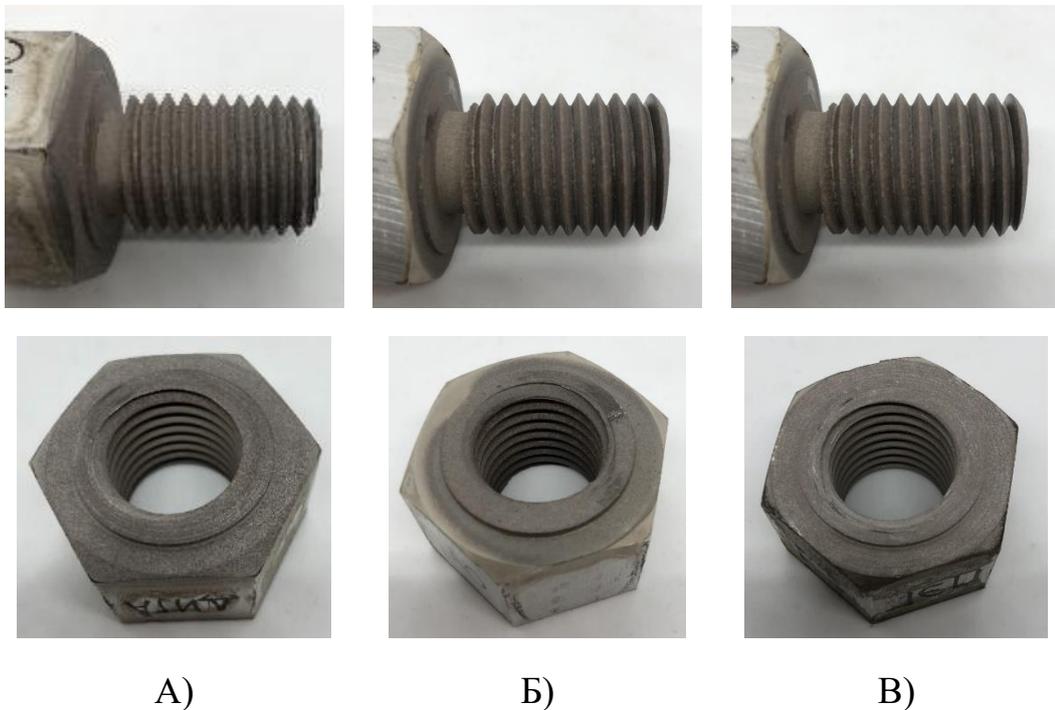


Рисунок 4.6.2 – Внешний вид образцов после испытаний на определение момента заворачивания резьбовой пары с использованием экологически-безопасных смазочных материалов: а) ДИТА, б) ПАО, в) ПЭГ.

На втором этапе исследований рассматривали возможность применения новых резьбовых смазок на основе экологических масел для сборки резьбовых соединений стальных НКТ и сравнения их с традиционно применяемой эталонной резьбовой смазкой «РУСМА-1» (по ТУ 0254-001-46977243-2002). При проведении стендовых испытаний на свинчивание-развинчивание использовались резьбовые соединения патрубков М73хН73-К с применением рассматриваемых в работе экологически безопасных смазочных материалов.

Перед началом испытаний проводился визуальный осмотр поверхности резьбы патрубков, уплотнительных конических поверхностей, упорных торцов. Резьбовые уплотнительные поверхности должны быть гладкими, без заусенцев, рванин и других дефектов, нарушающих их непрерывность и прочность.

Испытания на свинчивание – развинчивание проводились при горизонтальном расположении труб. Перед каждым свинчиванием поверхность резьбы и уплотнительных элементов проверялась на чистоту и сухость. Резьбовая смазка наносилась по всей площади резьбового соединения при помощи кисти, деревянного шпателя (лопатки).

Убедившись в правильности (соосности) ввода резьбы ниппеля и муфты в зацепление, производилось свинчивание без перекосов со скоростью не более 25 об/мин, для предотвращения заедания резьбы. При этом главным параметром сборки резьбового соединения являлось положение свинчивания торца муфты относительно сбегу резьбы. Правильным положением свинчивания является совпадение торца муфты со сбегом резьбы ниппеля (последней видимой нитки резьбы ниппеля).

В процессе свинчивания – развинчивания на стенде производилась регистрация крутящего момента. По результатам каждого свинчивания фиксировался достигнутый максимальный крутящий момент, а также различие в угле завинчивания при использовании исследуемых смазок, по сравнению с эталонной.

Момент заворачивания при проведении стендовых испытаний составлял 1100 Н·м. В качестве эталона использовалась смазка «РУСМА-1» (ТУ 0254-001-46977243-2002).

Для оценки результатов испытаний принимались следующие критерии оценки:

- момент разворачивания не должен превышать момент заворачивания более чем на 30 %;
- на резьбовых концах не должно быть обнаружено истирания или задиоров резьбы и уплотнений.

Результаты стендовых испытаний представлены в таблице 4.6.1

Таблица 4.6.1 – Результаты стендовых испытаний.

Смазка	Момент заворачивания, М <sub>з</sub>	Момент разворачивания, М <sub>св</sub>	Различие угла заворачивания, град.
Русма-1	1100	1320	0*
ДИТА	1100	1386	77
ПАО	1100	1425	77
ПЭГ	1100	1060	68

\*Примечание: сравнение угла заворачивания производится с углом затяжки эталонного состава, поэтому угол заворачивания резьбы с эталонной смазкой принимаем за 0.

Анализ полученных данных показал, что экологически безопасные смазочные материалы обеспечили большие углы заворачивания в исследованных резьбах НКТ, при затягивании в пределах 68-77°, что указывает на их более высокие триботехнические характеристики, по сравнению с традиционно используемой резьбовой смазкой. При этом, моменты разворачивания при использовании экологических смазочных материалов находятся в требуемом диапазоне, а в масле ПЭГ даже равен моменту заворачивания.

Таким образом, полученные результаты показали, что резьбовую смазку на основе экологически безопасных смазочных материалов можно использовать для

применения в резьбовых соединениях стальных НКТ после проведения всего комплекса испытаний, необходимого для подтверждения ее соответствия нормативным требованиям.

#### Выводы по главе 4

1. Изучено влияние режимов формирования МДО-покрытия на его износостойкость. Наибольшее влияние на интенсивность изнашивания оказывает эффект суммарного тройного взаимодействия рассмотренных факторов: рН электролита, количество добавляемой в электролит суспензии фторопласта и цикличность смены режимов с анодно-катодного на анодный, причем для уменьшения интенсивности изнашивания необходимо повышать значение их суммарного воздействия. Цикличность смены анодно-катодного и анодного режимов также достаточно существенна для получения качественных МДО-покрытий и позволяет выбрать вариант, обеспечивающий получение МДО-покрытий с необходимым комплексом свойств.
2. На основе проведенного полного факторного эксперимента определены параметры и режимы формирования новых керамо-полимерных покрытий.
3. Показано, что частицы фторопласта равномерно распределены по всей толщине керамо-полимерных покрытий. Средний размер участков с фторопластом составил 34%.
4. Керамо-полимерные покрытия в парах трения «МДО-покрытие - сталь ШХ15» показали снижение износа от 31 до 47,5% при относительно равных значениях коэффициента трения (в сравнении с традиционными МДО-покрытиями). При трении по одноименной поверхности (пара трения МДО-МДО) снижение коэффициента трения составило от 15,8 до 46,9%.
5. Показана возможность использования экологически безопасных смазочных материалов для смазки резьб НКТ.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Проведенные исследования показали, что экологически безопасные смазочные материалы могут быть использованы в узлах и парах трения с МДО-покрытиями.
2. МДО-покрытия, сформированные на алюминиевых сплавах при точечном контакте и смазке экологически безопасными смазочными материалами способны выдерживать нагрузку в диапазоне 400 – 600 Н без разрушения поверхности.
3. Получены зависимости изменений коэффициента трения и скорости изнашивания от приложенного контактного давления, которые описываются экспоненциальными зависимостями для всех исследованных пар трения и имеют тенденцию к уменьшению значений коэффициента трения и увеличению значений скорости изнашивания при повышении контактного давления.
4. Материал подложки оказывает существенное влияние на триботехнические характеристики МДО-покрытий: покрытия на высокопрочном сплаве В95 показывают снижение массового износа до 10 раз, по сравнению с покрытиями на сплаве Д16.
5. Разработан новый метод формирования керамо-полимерных покрытий на вентильных металлах и сплавах с включением частиц фторопласта в структуру покрытия. Полученные покрытия обладают хорошими триботехническими характеристиками.
6. Установлено, что наибольшее влияние на интенсивность изнашивания керамо-полимерных МДО-покрытий оказывает эффект суммарного тройного взаимодействия значимых факторов: рН-электролита, количество суспензии ПТФЭ и цикличность смены режимов формирования. При этом, цикличность смены анодно-катодного и анодного режимов оказывает существенное влияние на получение качественных МДО-покрытий и позволяет выбрать

вариант, обеспечивающий получение МДО-покрытий с необходимым комплексом свойств.

7. Керамо-полимерные покрытия в парах трения «МДО-покрытие - сталь ШХ15» показали снижение износа от 31 до 47,5% при относительно равных значениях коэффициента трения (в сравнении с традиционными МДО-покрытиями). При трении по одноименной поверхности (пара трения «МДО-МДО») снижение коэффициента трения составило от 15,8 до 46,9%.
8. Новые керамо-полимерные покрытия и экологически безопасные смазочные масла могут найти применение в резьбовых соединениях труб НКТ, выполненных из алюминиевых сплавов.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Нефтегазопромысловое оборудование: учебник для подготовки дипломированных специалистов по специальности 090600 "Разработка и эксплуатация нефтяных месторождений" нефтегазовых вузов / В. Н. Ивановский, В. И. Дарищев, В. С. Каштанов [и др.]. – Москва: ЦентрЛитНефтеГаз, 2006. – 719 с. – (Высшее образование). – ISBN 5-902665-08-6.
2. ГОСТ 633–80. Трубы насосно-компрессорные и муфты к ним. Технические условия. — М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. — 43 с.
3. ГОСТ Р 52203–2004. Трубы насосно-компрессорные и муфты к ним. Технические условия. — М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. — 54 с.
4. Богатов, Н. А. Лейнированные насосно-компрессорные трубы / Н. А. Богатов, А. А. Богатов, Д. Р. Салихьянов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина. – Екатеринбург: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2017. – 96 с. – ISBN 978-5-7996-2039-4.
5. Коррозионно-усталостная прочность бурильных труб из алюминиевых сплавов [Текст] / В.П. Карлашов, А.Н.Яров, К.М. Гильман [и др.] – М.: Недра, 1977. – 183 с.
6. Влияние технологии цинкования муфт насосно-компрессорных труб в нефтедобывающей промышленности на структуру и свойства покрытий / И. А. Чижов, Е. А. Меркушкин, П. А. Пачколина, В. В. Березовская // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2013. – № 4. – С. 343-366. – EDN QZHKSD.
7. Протасов, В. Н. О процессах, вызывающих повреждения и отказы насосно-компрессорных труб при эксплуатации, и соответствии нормативно-технической документации, определяющей качество этих труб, их

- назначению / В. Н. Протасов, А. В. Макаренко // Территория Нефтегаз. – 2007. – № 6. – С. 138-141.
8. Файн, Г. М. Состояние и перспективы производства и применения труб нефтепромыслового сортамента из алюминиевых сплавов / Г. М. Файн, Е. М. Макаров // Территория Нефтегаз. – 2007. – № 5. – С. 66-71.
9. Иванова, А. В. Испытания насосно-компрессорных труб из алюминиевого сплава 1953Т1 с износостойкими резьбовыми покрытиями / А. В. Иванова // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета им. академика С.П. Королёва (национального исследовательского университета). – 2013. – № 2(40). – С. 98-102.
10. ГОСТ Р 54918-2012 Трубы обсадные, насосно-компрессорные, бурильные и трубы для трубопроводов нефтяной и газовой промышленности. М.: Стандартиформ, 2014. – 252 с.
11. НКТ. Руководство по эксплуатации» ЗАО «ВНИИТнефть». – 2015. – 51 с.
12. Сыркин, В.Г. CVD – метод. Химическое парофазное осаждение. – М.: Наука, 2000. – 496 с.
13. Петрова, Л. Г. Формирование износостойких покрытий на алюминиевом сплаве АЛ9 гальваническими, детонационными и газофазными методами / Л. Г. Петрова, В. Д. Александров, М. В. Морщилов // Научные технологии в машиностроении. – 2018. – № 1(79). – С. 22-27.
14. Тихоненко В.В., Шкилько А.М. Метод микродугового оксидирования // ВЕЖПТ. 2012. №13 (56)
15. Суминов И.В., Эпельфельд А.В., Людин В.Б. и др. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование). – М.: ЭКОМЕТ, 2005. – 368 с.
16. Малышев В. Н. Трибология поверхностей, упроченных микродуговым оксидированием. - Palmarium Academic Publishing. – 2012. - 410 с.
17. Малышев В.Н. Особенности формирования покрытий методом анодно-катодного микродугового оксидирования // Защита металлов. - 1996. - Т. 32. - № 6. - С. 662-667.

18. Суминов И. В., Белкин П. Н., Эпельфельд А. В. и др. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов / Под общей ред. И. В. Суминова. В 2-х томах. Т.1. М.: Техносфера. - 2011. – 464 с.
19. Суминов И. В., Белкин П. Н., Эпельфельд А. В. и др. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов / Под общей ред. И. В. Суминова. В 2-х томах. Т.2. М.: Техносфера. - 2011. – 512 с.
20. Хенли, В. Ф. Анодное оксидирование алюминия и его сплавов; под ред. В. С. Синявского; пер. с англ. /В. Ф. Хенли. — М.: Металлургия, 1986. — 152 с.
21. Черненко, В. И. Получение покрытий анодно-искровым электролизом / В. И. Черненко, В. И. Снежко, И. И. Папанова. — Л.: Химия, 1991. — 128 с.
22. Sabatini G., Ceschini L., Martini C., et al. Improving sliding and abrasive wear behaviour of cast A356 and wrought AA7075 aluminium alloys by plasma electrolytic oxidation. *Mater Des.* 2010; 31:816–828.
23. Cheng Y.L., Cao J.H., Peng Z.M., et al. Wear-resistant coatings formed on Zircaloy-2 by plasma electrolytic oxidation in sodium aluminate electrolytes. *Electrochim Acta.* 2014; 116:453–466.
24. Li Q.B., Liang J., Liu B.X., et al. Effects of cathodic voltages on structure and wear resistance of plasma electrolytic oxidation coatings formed on aluminium alloy. *Appl Surf Sci.* 2014; 297:176–181.
25. Ma C., Zhang M., Yuan Y., et al. Tribological behavior of plasma electrolytic oxidation coatings on the surface of Mg<sub>8</sub>Li<sub>1</sub>Al alloy. *Tribol Int.* 2012; 47:62–68.
26. Treviño M., Garza-Montes-de-Oca N.F., Pérez A., et al. Wear of an aluminium alloy coated by plasma electrolytic oxidation. *Surf Coat Technol.* 2012; 206:2213–2219.
27. Khorasanian M., Dehghan A., Shariat M.H., et al. Microstructure and wear resistance of oxide coatings on Ti-6Al-4V produced by plasma electrolytic oxidation in an inexpensive electrolyte. *Surf Coat Technol.* 2011; 206:1495–1502.
28. Aliofkhaezrai M., Sabour Rouhaghdam A., Shahrabi T. Abrasive wear behaviour of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings fabricated by plasma electrolytic oxidation. *Surf Coat Technol.* 2010;205: S41–S56.

29. Martini C., Ceschini L., Tarterini F., et al. PEO layers obtained from mixed aluminate–phosphate baths on Ti–6Al–4V: dry sliding behaviour and influence of a PTFE topcoat. *Wear*. 2010; 269:747–756
30. Wasekar N.P., Jyothirmayi A., Krishna L.R., et al. Effect of micro arc oxidation coatings on corrosion resistance of 6061-Al alloy. *J Mater Eng Perform*. 2008; 17:708–713.
31. Zhendong W., Zhaohua J., Zhongping Y., et al. Study on structure and corrosion resistance of micro arc oxidation black ceramic coatings on aluminum alloy. *Rare Metal Mater Eng*. 2007; 36:687–689.
32. Xu L., Ding J.N., Xu X.J., et al. Wettability and corrosion resistance of ultrafine-grained titanium by micro-arc oxidation. *Rare Metal Mater Eng*. 2015; 44:3100–3104.
33. Shen X., Nie X., Hu H., et al. Effects of coating thickness on thermal conductivities of alumina coatings and alumina/aluminum hybrid materials prepared using plasma electrolytic oxidation. *Surf Coat Technol*. 2012; 207:96–101.
34. Akatsu T., Kato T., Shinoda Y., et al. Thermal barrier coating made of porous zirconium oxide on a nickel-based single crystal superalloy formed by plasma electrolytic oxidation. *Surf Coat Technol*. 2013; 223:47–51.
35. Curran J.A., Kalkanci H., Magurova Y., et al. Mullite-rich plasma electrolytic oxide coatings for thermal barrier applications. *Surf Coat Technol*. 2006; 201:8683–8687.
36. Shen D.J., Wang Y.L., Nash P., et al. Microstructure, temperature estimation and thermal shock resistance of PEO ceramic coatings on aluminum. *J Mater Process Technol*. 2008; 205:477–481.
37. Малышев, В.Н. Упрочнение поверхностей трения методом микродугового оксидирования: специальность 05.02.04 Трение и износ в машинах: диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук / Малышев Владимир Николаевич. – М., 1999. – 492 с.

38. Малышев В.Н., Марков Г.А., Федоров В.А. и др. Особенности строения и свойства покрытий, наносимых методом микродугового оксидирования // Химическое и нефтяное машиностроение. - 1984. №1. - С. 26-27.
39. Слугинов, Н.П. Разряд гальванического тока через тонкий слой электролита / Н.П. Слугинов// Журнал русского-физического общества. -1878. Т. 10, вып. 8. - С. 241-243.
40. Слугинов, Н.П. О световых явлениях, наблюдаемых в жидкостях при электролизе/ Н.П. Слугинов// Журнал русского-физического общества. - 1880.-Т.12, вып. 1.-С. 193-203.
41. Слугинов, Н.П. Теория электролиза / Н.П. Слугинов. – СПб.: Тип. В. О. Демакова, 1881. – 61 с.
42. Альманах. Наука и человечество. Микродуговое оксидирование. М. Знание 1981, с.341
43. Почес, Н. С. Триботехнические исследования износостойких МДО-покрытий в экологических смазочных материалах / Н. С. Почес, В. Н. Малышев, N. Dörr // Инновации в сельском хозяйстве. – 2018. – № 3(28). – С. 467-473
44. Малышев, В. Н. Исследование трения и изнашивания МДО-покрытий в условиях смазки базовыми маслами / В. Н. Малышев, Н. С. Почес // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2022. – Т. 18, № 5(209). – С. 232-236. – DOI 10.36652/1813-1336-2022-18-5-232-236.
45. Малышев, В. Н. Возможности применения метода микродугового оксидирования для формирования износостойких покрытий на черных металлах и сплавах / В. Н. Малышев // Современные технологии в машиностроении: Сборник статей XIII Международной научно-практической конференции, Пенза, 11–12 декабря 2009 года. – Пенза: Автономная некоммерческая научно-образовательная организация «Приволжский Дом знаний», 2009. – С. 70-79.
46. Почес, Н. С. Сравнение триботехнических характеристик традиционных и композиционных МДО-покрытий / Н. С. Почес, В. Н. Малышев // Новые

материалы и перспективные технологии: Сборник материалов Шестого междисциплинарного научного форума с международным участием, Москва, 23–27 ноября 2020 года. Том I. – Москва: Автономная некоммерческая организация содействия развитию инновационной деятельности "Центр научно-технических решений", 2020. – С. 962-964.

47. Эпельфельд А.В. Технология и оборудование микродугового оксидирования / Квалификация и качество. 2002. № 4. С. 33-37.
48. Крит Б., Людин В., Суминов И. и др. МДО-синтез нанокерамических слоев на деталях из металлов и сплавов. // Наноиндустрия, 2010, №2, С.12-13
49. Гордиенко П. С., Руднев В. С., Гнеденков С. В и др. Синтез многофазных поверхностных структур на алюминиевых сплавах методом анодного микроплазменного оксидирования // Тезисы докл. «Интеранод-93». - Казань. - 1993. - С. 56-58.
50. Ерохин А. Л., Любимов В. В., Ашитков Р. В. Модель формирования оксидных покрытий при плазменно-электролитическом оксидировании алюминия в растворах силикатов // Физика и химия обработки материалов. - 1996. - № 5. - С. 39-44.
51. Ерохин А. Л. Физико-химические процессы при плазменно-электролитической обработке сплавов алюминия в силикатных электролитах: Автореф. дис. канд. техн. наук. - Тула, ТТГУ. - 1995. – С. 19.
52. J.Guo, L.Wang, S.C.Wang, J.Liang, Q.Xue, F.Yan. Preparation and performance of a novel multifunctional plasma electrolytic oxidation composite coating formed on magnesium alloy. J. Mater. Science. 2009, 44. p.1998-2006
53. Тимошенко А. В. Стадии процесса микроплазменного формирования оксидных покрытий на сплавах алюминия // Тезисы докл. «Интеранод-93». Казань. - 1993. - С. 65.
54. Тимошенко А. В., Магурова Ю. В. Микроплазменное оксидирование сплавов системы Al-Cu // Защита металлов. - 1995. - Т.31, № 5. - С.523-531
55. Тимошенко А. В., Магурова Ю. В., Артемова С. Ю. Влияние добавок в электролит оксидирования комплексных соединений на процесс нанесения

- микроплазменных покрытий и их свойства // Физика и химия обработанных материалов. – 1996. - № 2. - С. 57-64.
56. Марков Г.А., Белеванцев В.И., Терлеева О.П. Микродуговое оксидирование // Вестник МГТУ. Машиностроение. 1992. - № 1. - С. 34-56.
57. Марков Г.А., Терлеева О.П., Шулепко Е.К. Износостойкость покрытий, нанесенных анодно-катодным микродуговым методом // Трение и износ. - 1988. - Т. 9. - № 2. - С. 286-290.
58. Марков Г.А., Терлеева О.П., Шулепко Е.К. Микродуговые и дуговые методы нанесения защитных покрытий // Сб.МИНХиГП им. И.М.Губкина. - М. – 1985. Вып. 185. - С. 54-66
59. Руднев В. С., Гордиенко П. С., Орлова Т. И. Об одном механизме формирования МДО-покрытий на сплаве алюминия // Электронная обработка материалов. – 1990. - № 3. - С. 48 - 50.
60. Ракоч А. Г., Дуб А. В., Бардин И. В., Эльхаг Г. М. и др. К вопросу о влиянии комбинированных режимов на предельную толщину микродуговых покрытий // Коррозия: материалы, защита. – 2009. – № 11. – С. 32 – 36.
61. Федоров В. А., Великосельская Н. Д. Влияние микродугового оксидирования на износостойкость алюминиевых сплавов // Трение и износ. – 1989. - Т.10, № 2. - С. 521 - 524.
62. Малышев В.Н. Повышение износостойкости пар трения торцовых уплотнений //Экспресс-информ. ЦИНТИхимнефтемаш. Сер. ХМ-17. № 25. - 1984.
63. Малышев В.Н. Исследование эксплуатационных свойств покрытий, формируемых методом микродугового оксидирования / В сб. Защитные покрытия на металлах. – 1989. Вып.23. С.85-88.
64. Малышев В.Н., Булычев С.И., Марков Г.А. и др. Физико-механические характеристики и износостойкость покрытий, нанесенных методом микродугового оксидирования //Физика и химия обработки материалов,1985. - №1. С.82-87.

65. Малышев В.Н., Вольхин А.М., Гантимиров Б.М., Ким С.Л. Повышение антифрикционных свойств износостойких МДО-покрытий // Химическая физика и мезоскопия. – 2013. Т. 15. №2. – С. 285-291.
66. Malyshev, V. N. Antifriction properties increasing of ceramic MAO-coatings / V. N. Malyshev, A. M. Volkhin // . – 2014. – Vol. 228, No. 4. – P. 435-444. – DOI 10.1177/1350650113513570. – EDN SKRHHF.
67. Малышев, В. Н. Исследование композиционных керамико-полимерных покрытий на основе метода МДО / В. Н. Малышев, А. М. Вольхин // Материалы и технологии XXI века: Сборник Тезисов Всероссийской школы-конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, Казань, 11–12 декабря 2014 года. – Казань: Казанский (Приволжский) федеральный университет, 2014. – С. 13-17. – EDN YQEZMN.
68. Малышев В.Н. Повышение износостойкости деталей узлов трения методом микродугового оксидирования: Дисс.канд.техн.наук. – М., 1984. – 235 с.
69. Снежко Л. А., Удовенко Ю. Э., Тихая Л. С. Свойства анодно-искровых покрытий, сформированных на сплавах алюминия из щелочных электролитов // Материалы семинара «Современные технологии нанесения неметаллических неорганических покрытий», М.: Знание. – 1989. - С. 93 - 96.
70. Пономарев, И. С. Повышение механических и специальных свойств сварных швов алюминиевых сплавов методом микроплазменного оксидирования: специальность 05.02.10 "Сварка, родственные процессы и технологии": автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук / Пономарев Илья Сергеевич. – Екатеринбург, 2016. – 22 с.
71. Пронин, В. В. Разработка технологии формирования изоляционных покрытий на деталях из алюминиевых сплавов методом микродугового оксидирования : специальность 05.02.08 "Технология машиностроения": автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук / Пронин Вячеслав Викторович. – Орел, 2006. – 19 с.
72. X. Lu, M. Mohedano, C. Blawert, E. Matykina, R. Arrabal, K. U. Kainer, M. L. Zheludkevich, Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions – A

- review, *Surface and Coatings Technology*, Volume 307, Part C, 2016, Pages 1165-1182, ISSN 0257-8972
73. X. Lu, C. Blawert, K.U. Kainer, M.L. Zheludkevich, Investigation of the formation mechanisms of plasma electrolytic oxidation coatings on Mg alloy AM50 using particles, *Electrochim. Acta* 196 (2016) 680–691.
74. X. Lu, C. Blawert, M. L. Zheludkevich, K. U. Kainer, Insights into plasma electrolytic oxidation treatment with particle addition, *Corrosion Science*, Volume 101, 2015, Pages 201-207, ISSN 0010-938X
75. R. Arrabal, M. Mohedano, E. Matykina, A. Pardo, B. Mingo, M.C. Merino, Characterization and wear behavior of PEO coatings on 6082-T6 aluminium alloy with incorporated  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles, *Surf. Coat. Technol.* 269 (2015) 64–73.
76. M. Tang, W. Li, H. Liu, L. Zhu, Influence of titania sol in the electrolyte on characteristics of the microarc oxidation coating formed on 2A70 aluminum alloy, *Surf. Coat. Technol.* 205 (2011) 4135–4140.
77. H.-x. Li, R.-g. Song, Z.-g. Ji, Effects of nano-additive TiO<sub>2</sub> on performance of microarc oxidation coatings formed on 6063 aluminum alloy, *Trans. Nonferrous Metals Soc. China* 23 (2013) 406–411.
78. C.-J. Hu, M.-H. Hsieh, Preparation of ceramic coatings on an Al–Si alloy by the incorporation of ZrO<sub>2</sub> particles in microarc oxidation, *Surf. Coat. Technol.* 258 (2014) 275–283.
79. F. Jin, P.K. Chu, H. Tong, J. Zhao, Improvement of surface porosity and properties of alumina films by incorporation of Fe micrograins in micro-arc oxidation, *Appl. Surf. Sci.* 253 (2006) 863–868.
80. Y. Yürektürk, F. Muhaffel, M. Baydoğan, Characterization of micro arc oxidized 6082 aluminum alloy in an electrolyte containing carbon nanotubes, *Surf. Coat. Technol.* 269 (2015) 83–90.
81. X.Wu, W. Qin, Y. Guo, Z. Xie, Self-lubricative coating grown by micro-plasma oxidation on aluminum alloys in the solution of aluminate–graphite, *Appl. Surf. Sci.* 254 (2008) 6395–6399.

82. K.-J. Ma, M.M.S. Al Bosta, W.-T.Wu, Preparation of self-lubricating composite coatings through a micro-arc plasma oxidation with graphite in electrolyte solution, *Surf. Coat. Technol.* 259 (Part B) (2014) 318–324.
83. Гнеденков С.В., Синебрюхов С.Л., Сергиенко В.И. Композиционные многофункциональные покрытия на металлах и сплавах, формируемые плазменным электролитическим оксидированием. Владивосток: Дальнаука, 2013. – 460 с.
84. Гнеденков С.В., Синебрюхов С.Л., Машталяр Д.В., Бузник В.М., Емельяненко А.М., Бойнович Л.Б. Гидрофобные свойства композиционных фторполимерных покрытий на титане // *Физикохимия поверхности и защита материалов.* – 2011. – Т. 47, № 1. – С. 86–94.
85. Гнеденков С.В., Синебрюхов С.Л., Хрисанфова О.А., Егоркин В.С., Машталяр Д.В., Сидорова М.В., Гнеденков А.С., Ерохин А.Л. Защитные покрытия на сплаве магния МА8 // *Коррозия: материалы, защита.* – 2010, № 12. – С. 18–29.
86. Карпушенков С.А., Кулак А.И., Щукин Г.Л., Беланович А.Л. Микроплазменное электрохимическое осаждение на поверхность железа композиционных покрытий на основе оксида алюминия и полиэтилена // *Физикохимия поверхности и защита материалов.* – 2010. – Т. 46, № 4. – С. 387–392.
87. Karpushenkov S.A., Shchukin G.L., Belanovich A.L., Savenko V.P., Kulak A.I. Plasma electrolytic ceramic-like aluminum oxide coatings on iron // *Journal of Applied Electrochemistry.* – 2010. – V. 40. – P. 365–374.
88. Buling, A.; Zerrer, J. Lifting Lightweight Metals to a New Level—Tribological Improvement by Hybrid Surface Solutions on Aluminium and Magnesium. *Lubricants* 2020, 8, 65. <https://doi.org/10.3390/lubricants8060065>
89. Патент № 2527110 С1 Российская Федерация, МПК С25D 11/18. Способ получения композиционных покрытий на сплавах вентильных металлов: № 2013117249/02: заявл. 16.04.2013; опубл. 27.08.2014 / В. Н. Малышев, А. М. Вольхин, Б. М. Гантимиров; заявитель федеральное государственное

бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Российский государственный университет нефти и газа имени И.М. Губкина". – EDN WBSDGF

90. Лаптев, Д.В. Фрикционное материаловедение: Конспект лекций / Д.В. Лаптев. – М.: ГАНГ, 1997. – 97 с.
91. Ганз, С.Н. Антифрикционные химически стойкие материалы в машиностроении / С.Н. Ганз, В.Д. Пархоменко. – М.: Машиностроение, 1965. – 148 с.
92. Воробьева, Г.Я. Коррозионная стойкость материалов в агрессивных средах химических производств / Г.Я. Воробьева. – Изд. 2-е пер. и доп. – М.: Химия, 1975. – 816 с.
93. Рахмилевич, З.З. Справочник химических и нефтехимических производств / З.З. Рахмилевич, И.М. Радзин, С.А. Фарамазов. – М.: Химия, 1985. – 592 с.
94. Патент № 2288971, Российская Федерация, МПК С23С028/00, С23С026/00. Композиционное антифрикционное покрытие на деталях из алюминиевых сплавов и способ его изготовления: № 2288971, Российская Федерация, МПК С23С028/00, С23С026/00 : заявл. 25.08.2005: опубл. 10.12.2006 / Басинюк В.Л., Кукареко В.А., Мардосевич Е.И, Коломейченко А.В., Титов Н.В. – 5 с.
95. Некоторые характеристики композитных политетрафторэтилен-оксидных покрытий на сплаве алюминия / В. С. Руднев, А. А. Ваганов-Вилькинс, А. К. Цветников [и др.] // Физикохимия поверхности и защита материалов. – 2015. – Т. 51. – № 1. – С. 79. – DOI 10.7868/S0044185615010131. – EDN TELVJF.
96. Гибридные политетрафторэтилен-оксидные покрытия на алюминии и титане, сформированные методом плазменно-электролитического оксидирования / В. С. Руднев, А. А. Ваганов-Вилькинс, П. М. Недозоров [и др.] // Физикохимия поверхности и защита материалов. – 2013. – Т. 49. – № 1. – С. 95. – DOI 10.7868/S0044185613010099. – EDN PNREC�.
97. Получение плазменно-электролитическим оксидированием политетрафторполиэтилен- или графитсодержащих оксидных слоев на алюминии и титане и их строение / В. С. Руднев, А. Ю. Устинов, А. А.

- Ваганов-Вилькинс [и др.] // Журнал физической химии. – 2013. – Т. 87. – № 6. – С. 1031. – DOI 10.7868/S0044453713060228. – EDN PZVMKV.
98. Ваганов-Вилькинс, А. А. Композиционные политетрафторэтилен-оксидные покрытия, сформированные методом плазменно-электролитического оксидирования на алюминии и титане: специальность 02.00.04 «Физическая химия»: автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук / Ваганов-Вилькинс Артур Арнольдович. – Владивосток, 2015. – 22 с. – EDN ZPPYHD.
99. V.S. Rudnev, A.A. Vaganov-Vil'kins, T.P. Yarovaya, A.D. Pavlov, Polytetrafluoroethylene-oxide coatings on aluminum alloys, *Surface and Coatings Technology*, Volume 307, Part C, 2016, Pages 1249-1254, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.07.035>
100. Патент № 2483144 С1 Российская Федерация, МПК С25D 11/02, С25D 15/00. Способ получения композитных полимер-оксидных покрытий на вентильных металлах и их сплавах: № 2011151561/02: заявл. 16.12.2011: опубл. 27.05.2013 / В. С. Руднев, А. А. Ваганов-Вилькинс, Т. П. Яровая, П. М. Недозоров; заявитель Учреждение Российской академии наук Институт химии Дальневосточного отделения Российской академии наук (ИХ ДВО РАН). – EDN ZGRRJR.
101. Shah, R.; Woydt, M.; Zhang, S. The Economic and Environmental Significance of Sustainable Lubricants. *Lubricants* 2021, 9, 21. <https://doi.org/10.3390/lubricants9020021>
102. Tzanakis, I., Hadfield, M., Thomas, B., Noya, S. M., Henshaw, I., & Austen, S. (2012). Future perspectives on sustainable tribology. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(6), 4126–4140. doi: 10.1016/j.rser.2012.02.064
103. Шах, Р. Д. Трибология как составная часть экологии / Р. Д. Шах, Е. А. Новиков // Мир нефтепродуктов. – 2020. – № 5. – С. 22-25. – EDN CHZUTX.
104. Woydt M., Wincierz C., Luther R., Rienäcker A., Wetzel F.-J., Hosenfeldt T. (2019). Tribology in Germany: Interdisciplinary technology for the reduction of

CO<sub>2</sub>-emissions and the conservation of resources, <https://www.gft-ev.de/wp-content/uploads/GfT-Study-Tribology-in-Germany.pdf>

105. Holmberg, K.; Erdemir, A. Influence of tribology on global energy consumption, costs and Emissions. *Friction* 2017, 5, 263–284.
106. Richter, K. Losses due to friction and wear (Verluste durch Reibung und Verschleiß). In *Tribologie—Reibung, Verschleiß, Schmierung—Fortschreibung der Studie Tribologie, Bestandsaufnahme und Orientierungsrahmen*; BMFT: Köln (Cologne), Germany, 1985; pp. 19–45.
107. Hörner, Dietrich. (2002). Recent trends in Environmentally friendly lubricants. *Journal of Synthetic Lubrication*. 18. 327 - 347. 10.1002/jsl.3000180407.
108. Pinkus, O.; Wilcock, D.F. *Strategy for Energy Conservation through Tribology*; The American Society of Mechanical Engineers: New York, NY, USA, 1977.
109. Zhang, Sw. Green tribology: Fundamentals and future development. *Friction* 1, 186–194 (2013). <https://doi.org/10.1007/s40544-013-0012-4>
110. Zhang, S.-W.; Xie, Y.-B. *Tribology Science Industrial Application Status and Development Strategy. The Investigation on Position and Function of Tribology in Industrial Energy Conservation, Consumption and Emission Reduction (Report of 2-year Chinese Investigation)*; Zhang, S.-W., Xie, Y.-B., Eds.; Higher Education Press: Beijing, China, 2009; ISBN 978-7-04-026378.
111. Пичугин В.Ф., Гантимиров Б.М., Нестеров Н.Б. *Триботехника смазочных материалов*. - М.: ГАНГ, 1996.
112. Манг Т., Дрезель У. *Смазки. Производство, применение, свойства. Справочник / пер. с англ. 2-го изд.; под ред. В.М. Школьников, – СПб.: ЦОП «Профессия», 2015. – 944 с., ил.*
113. Фитч Дж., Тройер Д. *Анализ масел. Основы и применение / Пер. с англ. 2-го изд.; под ред. Е.А. Новикова, М. В. Кирюхина, – СПб.: ЦОП «Профессия», 2015. – 176 с., ил.*
114. Л.Р. Рудник. *Присадки к смазочным материалам. Свойства и применение: пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. А.М. Данилова. – СПб.: ЦОП «Профессия», 2013. – 928с., ил.*

115. Каминский, Э.Ф. Экологические характеристики моторных топлив и новые технологии для их обеспечения / Э.Ф. Каминский. – М. : Нефть и газ, 1999. – 44 с.
116. Евдокимов, А.Ю. Экологические аспекты химмотологии смазочных материалов / А. Ю. Евдокимов, И.Г. Фукс, И.Р. Облащикова. – М.: ГУП Издательство "Нефть и газ" РГУ нефти и газа им. Губкина, 2001. – 198 с.
117. Производство и применение синтетических смазочных материалов: Учебник / Б.П. Тонконогов, О.П. Заворотный, О.П. Цветков [и др.]. – М.: Российский государственный университет нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина, 2020. – 200 с. – ISBN 978-5-91961-339.
118. Mang, T.; Dresel, W. Lubricants and Lubrication; Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA: Weinheim, Germany, 2006.
119. Menezes, P.L.; Ingole, S.P.; Nosonovsky, M.; Kailas, S.V.; Lovell, M.R. Tribology for Scientists and Engineers; Springer: New York, NY, USA, 2013.
120. Saidur, R.; Abdelaziz, E.A.; Demirbas, A.; Hossain, M.S.; Mekhilef, S. A review on biomass as a fuel for boilers. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 2011, 15, 2262–2289. [CrossRef]
121. Erhan, S.Z.; Asadauskas, S. Lubricant base stocks from vegetable oils. *Ind. Crops. Prod.* 2000, 11, 277–282.
122. Erhan, S.Z.; Sharma, B.K.; Liu, Z.; Adhvaryu, A. Lubricant base stock potential of chemically modified vegetable oils. *J. Agric. Food Chem.* 2008, 56, 8919–8925.
123. Ready reference for lubricant and fuel performance – includes detailed information on API, ILSAC, and ACEA specifications and test procedures. <http://www.lubrizol.com/referencelibrary/lubtheory/base.htm>; 17<sup>th</sup> September 1998.
124. Bart, J.C.J.; Gucciardi, E.; Cavallaro, S. Biolubricants—Science and Technology; Woodhead Publishing: Cambridge, UK, 2012.

125. Lovell, M.; Higgs, C.F.; Deshmukh, P.; Mobley, A. Increasing formability in sheet metal stamping operations using environmentally friendly lubricants. *J. Mater. Process Technol.* 2006, 177, 87–90. [CrossRef]
126. Duzcukoglu, H.; Sahin, O. Investigation of wear performance of canola oil containing boric acid under boundary friction condition. *Tribol. Trans.* 2011, 54, 57–61."
127. Aluyor, E.O.; Obahiagbon, K.O.; Ori-jesu, M. Biodegradation of vegetable oils: A review. *Sci. Res. Essays* 2009, 4, 543–548.
128. Gunstone, F.D. *Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties and Uses*; Blackwell Publishing: Oxford, UK, 2000.
129. Fox, N.J.; Tyrer, B.; Stachowiak, G.W. Boundary lubrication performance of free fatty acids in sunflower oil. *Tribol. Lett.* 2004, 16, 275–281. [CrossRef]
130. Lovell, M.R.; Menezes, P.L.; Kabir, M.A.; Higgs, C.F. Influence of boric acid additive size on green lubricant performance. *Philos. Trans. Math. Phys. Eng. Sci.* 2010, 368, 4851–4868. [CrossRef]
131. Karmakar, G.; Ghosh, P.; Sharma, B.K. Chemically modifying vegetable oils to prepare green lubricants. *Lubricants* 2017, 5, 44. [CrossRef]
132. Choi, U.S.; Ahn, B.G.; Kwon, O.K.; Chun, Y.J. Tribological behavior of some antiwear additives in vegetable oils. *Tribol. Int.* 1997, 30, 677–683. [CrossRef]
133. McNutt, J.; He, Q.S. Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification. *J. Ind. Eng. Chem.* 2016, 36, 1–12. [CrossRef]
134. Nagendramma, P.; Kaul, S. Development of ecofriendly/biodegradable lubricants: An overview. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 2012, 16, 764–774. [CrossRef]
135. Panchal, T.; Chauhan, D.; Thomas, M.; Patel, J. Synthesis and characterization of bio lubricants from tobacco seed oil. *Res. J. Agric. Environ. Manag.* 2013, 3, 97–105.
136. Chang, C.H.; Tang, S.W.; Mohd, N.K.; Lim, W.H.; Yeong, S.K.; Idris, Z. Tribological behavior of biolubricant base stocks and additives. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 2018, 93, 145–157

137. Smith DF, Hawk GO, Golden PL. Journal of the American Chemical Society 1930;52:3221.
138. Cohen G, Murphy CM, Rear O, Ravner JG, Zisman HWA. NRL Report 4066; 1952.
139. Brown M, Fotheringham JD, Hoyes TJ, Mortier RM, Orszulik ST, Randles ST, et al. In: Moritier RM, Orszulik ST, editors. Synthetic base fluids. Chemistry and technology of lubricants. 1997. p. 61 [chapter 2].
140. McTurk WE. Synthetic lubricants. WADC Technical Report; 1953. p. 53–88.
141. Smith F T.G. In: Gunderson RC, Hart WA, editors. Neopentyl polyol esters. New York: Reinhold Publishing Corporation; 1962 [chapter10].
142. Fomblin® Y 06 // FenS.com URL: <https://www.fens.com/product/fomblin-y-06/> (дата обращения: 04.08.2023).
143. Poly(ethylene glycol) // [sigmaaldrich.com/](https://www.sigmaaldrich.com/) URL: <https://www.sigmaaldrich.com/RU/en/product/sial/81150> (дата обращения: 04.08.2023).
144. Картонова, Л. В. Основы металлографии: учебное пособие / Л. В. Картонова. – Владимир: Изд-во ВлГУ, 2019. – 100 с. – ISBN 978-5-9984-1047-5.
145. Микроскопический метод исследования металлов и сплавов: методические указания к лабораторной работе / Составители: Акст Е.Р., Мухаметзянова Г.Ф., Западнава Н.Н. – Набережные Челны: НЧИ К(П)ФУ, 2015. - 27 с.
146. ASTM Standard G133-02. Standard Test Method for Lineary Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear. ASTM Standards. Philadelphia, PA, USA. 2002.
147. ГОСТ 33252-2015. Материалы смазочные. Определение коэффициента трения, износоустойчивости и противозадирных характеристик на испытательной машине SRV: дата введения 2017-01-01. – М.: ИД «Юриспруденция», 2015. – 16 с.
148. W.O. Saxton, what is the focus variation method? Is it new? Is it direct? Ultramicroscopy, Volume 55, Issue 2, 1994, Pages 171-181, ISSN 0304-3991.

149. N. Nikolaev, J. Petzing, and J. Coupland, "Focus variation microscope: linear theory and surface tilt sensitivity," *Appl. Opt.* 55, 3555-3565 (2016).
150. Bruker Alicona: сайт. – URL: <https://www.alicon.com/en/technologies/focus-variation> (дата обращения: 20.08.2023)
151. ASTM Standard G99-04. Standard Test Method for Wear Testing with Pin-on-Disk Apparatus. ASTM Standards. Philadelphia, PA, USA. 2004.
152. ГОСТ ISO 13678 – 2022. Трубы обсадные, насосно-компрессорные, трубопроводные и элементы буровых колонн для нефтяной и газовой промышленности. Оценка и испытание резьбовых смазок: дата введения 01.05.2022. – М.: ФГБУ «РСТ», 2022. – 48 с.
153. Метрология, стандартизация и сертификация: учебное пособие / К. Г. Земляной, А. Э. Глызина; Министерство образования и науки Российской Федерации – Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2022. — 235 с.
154. Митропольский А.К. Техника статистических вычислений. – М.: Наука. – 1971. – 576 с.
155. Гусейн-Заде М. А., Калинина Э. В., Добкина М. Б. Методы математической статистики в нефтяной и газовой промышленности. – М.: Недра. – 1979. – 340 с.
156. Основы обработки результатов измерений: [учеб. пособие] / Е. А. Степанова, Н. А. Скулкина, А. С. Волегов; [под общ. ред. Е. А. Степановой]; Министерство образования и науки Российской Федерации, Уральский федеральный университет. – Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2014. – 95 с.
157. Бронштейн И. Н., Семендяев К. А. Справочник по математике для инженеров и учащихся втузов. — изд. 13-е. — М.: Наука, 1986. — 544 с.
158. Николаев А.В., Марков Г.А., Пещевицкий Б.И. Новое явление в электролизе. //Изв. СО АН СССР, Сер. Химические науки, 1977, вып.5, №12, С.32-34.

159. Дунькин О.Н., Ефремов А.П., Крит Б.Л и др. Влияние параметров микродугового оксидирования на свойства покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах. //Физика и химия обработки материалов, 2000 № 2, С.49-53.
160. Зедгенидзе И.Г. Планирование экспериментов для исследования многокомпонентных систем. М.: Наука, 1976. – 390 с.
161. Евдокимов Ю.А., Колесников В.И., Тетерин А.И. Планирование и анализ экспериментов при решении задач трения и износа. М.: Наука, 1980, - 229 с.
162. Адлер Ю.П., Маркова Е.В. Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. М.: Наука, 1976, -279 с
163. А.св.926084 (СССР) Способ анодирования металлов и их сплавов. / Марков Г.А., Шулепко Е.К., Жуков М.Ф., Пещевицкий Б.И. Оpubл. БИ №17, 1982
164. Дрейпер Н., Смит Г. Прикладной регрессионный анализ. /Пер. с англ. под ред Адлера Ю.А., Горского В.Г. М.: Статистика, 1973, - 391 с.
165. Бондарь А.Г., Статюха Г.А. Планирование эксперимента в химической технологии. Киев. Изд. «Вища школа», 1976, - 184 с.
166. Патент № 2787330 С1 Российская Федерация, МПК С25D 11/02, С25D 15/00. Способ получения композиционных покрытий на вентильных металлах и их сплавах: № 2022127763: заявл. 26.10.2022: опубл. 09.01.2023 / В. Н. Малышев, Н. С. Почес; заявитель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Российский государственный университет нефти и газа.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## Акт выполненных Работ № 1

г. Санкт -Петербург

«23» марта 2023 г.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина», именуемое в дальнейшем «Исполнитель», в лице Проректора по научной и международной работе Максименко Александра Федоровича, действующего на основании Доверенности № В001-620 от 01.02.2023 г. с одной стороны, и Публичное акционерное общество «Газпром нефть», именуемое в дальнейшем «Заказчик», в лице руководителя направления по бюджетированию и контролю цифровых продуктов Игнатъева Алексея Анатольевича, действующего на основании Доверенности № НК-569 от 26.10.2022 г., с другой стороны, вместе именуемые в дальнейшем «Стороны», а по отдельности – «Сторона», составили настоящий акт (далее – «Акт») к Договору № ГПН-23/08000/00339/Р/115-23 от 31.01.2023 г. (далее – «Договор») о нижеследующем:

1. Стороны настоящим подтверждают, что в соответствии с условиями Договора Исполнителем по Проекту А220003057 «Минеральные покрытия резьб НКТ» были выполнены следующие Работы:

Наименование Работ	Сроки выполнения Работ	Стоимость, руб. без НДС
Выполнение научно-исследовательской работы на тему «Минеральные покрытия резьб НКТ» в рамках проекта А220003057	01.02.2023г. – 23.03.2023г.	
Итого (без НДС)		

2. Общая стоимость Работ по Акту

НДС не облагается на основании пп.16 п.3. ст. 149 НК РФ.

3. Стороны настоящим подтверждают, что в рамках выполнения Работ по Договору № ГПН-23/08000/00339/Р/115-23 от 31.01.2023 г. были получены следующие результаты Работ:

№	Наименование результата Работ	Наименование пакета (файла)	Контрольная (хэш) сумма (в случае передачи программного кода)
1	Отчет НИР «Минеральные покрытия резьб НКТ»	.docx	
2	Презентация НИР «Минеральные покрытия резьб НКТ»	.pptx	

Под результатом Работ понимаются исходные коды или объектные коды, в том числе на программный/графический интерфейс, подготовительные материалы, полученные в ходе разработки или доработки ПО, порождаемые ПО аудиовизуальные отображения, пользовательская и отчетная документация, и иные результаты, полученные в ходе выполнения Работ.

- 3.1. Указанные результаты, включая исходные коды, переданы Заказчику следующим способом:

Размещены на корпоративном сетевом ресурсе Заказчика	Название ресурса	
	Путь к файлу (файлам)	
На переносном материальном носителе	Вид носителя	
	ID носителя	
По электронной почте	От кого (адрес)	
	Кому (адрес)	
	Дата направления	23.03.2023
Иное	Комментарий	

4. Заказчик принял выполненные Исполнителем Работы. Результат Работ передан Исполнителем Заказчику в соответствии с условиями Договора.
5. Качество и порядок выполнения Работ соответствует требованиям Договора.
6. Акт составлен в 2 (двух) экземплярах, по одному для каждой из Сторон.

Заказчик

  
\_\_\_\_\_/А.А. Игнатьев/  
 23.03.2023

Исполнитель

  
\_\_\_\_\_/А.Ф. Максименко  
 23.03.2023

  
Ю.Ю. ТИТОВ

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2787330

**Способ получения композиционных покрытий на  
вентильных металлах и их сплавах**

Патентообладатель: *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина" (RU)*

Авторы: *Малышев Владимир Николаевич (RU), Почес Никита Сергеевич (RU)*

Заявка № 2022127763

Приоритет изобретения 26 октября 2022 г.

Дата государственной регистрации  
в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 09 января 2023 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 26 октября 2042 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

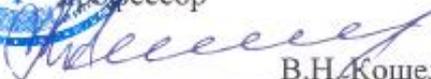
Ю.С. Зубов

## ПРИЛОЖЕНИЕ 3



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе  
РГУ нефти и газа (НИУ)  
имени И.М. Губкина  
доктор химических наук,  
профессор

  
В.Н. Кошелев  
« \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2023

## АКТ

о внедрении результатов диссертационного исследования в учебный процесс

Отдельные результаты диссертационной работы Почеса Никиты Сергеевича по теме «Повышение износостойкости резьбы легкосплавных насосно-компрессорных труб формированием МДО-покрытий и применением экологических смазочных материалов», выполненной по специальности 2.5.3 «Трение и износ в машинах», внедрены в учебный процесс на кафедре трибологии и технологий ремонта нефтегазового оборудования (ТиТР НГО) РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина на основании решения кафедры (протокол № 6-23 от «30» июня 2023 г.).

Результаты используются при чтении курса «Триботехническое материаловедение» для бакалавров по направлению 15.03.01 «Машиностроение», а также при чтении курса «Фрикционное и антифрикционное материаловедение» для магистров по направлению 15.04.02 «Технологические машины и оборудование»

Зав. кафедрой ТиТРНГО, д.т.н., проф.



О.Ю. Елагина