
ПРИБОРЫ

УДК 539.621; 621384.82; 691.175.5/8
DOI: 10.17586/0021-3454-2020-63-4-353-358

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКАЯ МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ПРИ ТРЕНИИ В ВАКУУМЕ

А. О. Поздняков^{1,2}, М. И. Чернышов¹, А. В. Семенча^{3,4}, С. Н. Голяндин¹,
В. И. Николаев¹, А. П. Возняковский⁵, Ю. А. Фадин²

¹Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: ao.pozd@mail.ioffe.ru

²Институт проблем машиноведения РАН, 199178, Санкт-Петербург, Россия

³Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
195251, Санкт-Петербург, Россия

⁴Институт химии силикатов им. И. В. Гребениčkова РАН, 199034, Санкт-Петербург, Россия

⁵Научно-исследовательский институт синтетического каучука им. акад. С. В. Лебедева,
198035, Санкт-Петербург, Россия

Описана функциональная схема и реализация прибора для регистрации состава и кинетики образования летучих продуктов при трении в вакууме времяпролетного масс-спектрометра. Работоспособность методики проиллюстрирована экспериментами по трению полиамида относительно металлических и полимерных контртел.

Ключевые слова: масс-спектрометрия, трение, вакуум, полимер, полиамид, полиэтилен

Интерес к трению в условиях вакуума обусловлен тем, что оно может существенно отличаться от процесса трения той же контактной пары в атмосферных условиях вследствие обезгаживания поверхности в вакууме [1]. С другой стороны, трибодесорбция молекул в зону контакта из приповерхностных слоев материала трущихся поверхностей также может менять условия трения и приводить к изменениям коэффициента трения [2—4]. Создать модель для оценки параметров трения с учетом всех факторов достаточно сложно [5]. Поэтому необходимо развитие экспериментальных *in situ*-методов, позволяющих реализовать процессы трения с регистрацией газовой выделения. Метод масс-спектрометрии информативен для контроля этого процесса [6]. Для поиска корреляций процессов трения полимерных композиционных материалов и газовой выделения проводились исследования с помощью времяпролетной масс-спектрометрии [7—10]. В настоящей работе описано развитие этой методики и даны примеры, иллюстрирующие ее применимость для исследования трения в вакууме.

Перевод вращения вала из атмосферы в вакуум может осуществляться разнообразными методами, выбор которых зависит от исследуемых условий трения [2, 6]. В наших исследованиях интерес представляют начальные периоды трения с невысокими скоростями скольжения (единицы сантиметров в секунду) и умеренными нагрузками до ~ 5 кг. В связи с этим выбрана геометрия трения типа вращающегося сквозного вала с использованием уплотнения типа Вильсона (рис. 1, *a* — блок трения, *1* — вращающийся сквозной вал, *2* — электрические выводы, *3* — акустоэмиссионная ячейка, *4* — патрубков для откачки воздуха

из пространства между тефлоновыми прокладками, 5 — область фрикционного контакта; б — увеличенное изображение блока трения в области фрикционного контакта; в — геометрия трения вращающийся с угловой частотой ω полый цилиндр—неподвижный блок).

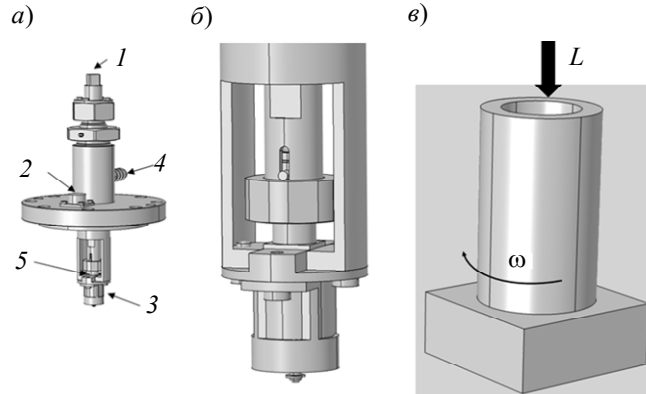


Рис. 1

Нагрузка на вращающееся цилиндрическое контртело создается сжимающей деформацией прижимной пружины известной жесткости, расположенной в сквозном вале над вращающимся контртелом.

На рис. 2 представлена блок-схема подключения двигателя (ГК-63М2-6, 1), через понижающий редуктор (CVR040, ИЕС63В14, 2) приводящего во вращение вал 3, на котором крепится сквозной вал ввода трения (см. рис. 1, а).

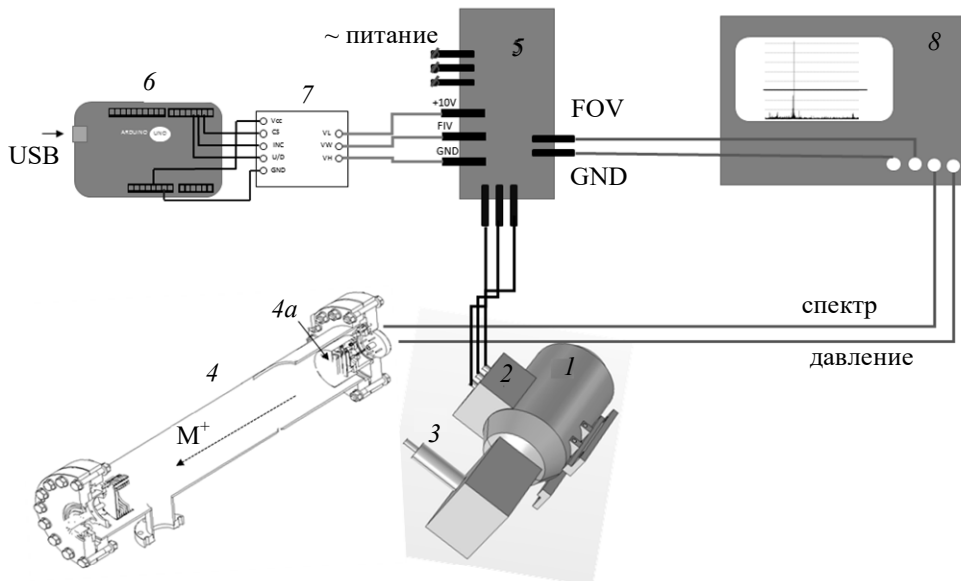


Рис. 2

Блок трения закрепляется на фланце вакуумной трубы (4) масс-спектрометра напротив ионного источника (4а) [11]. Частота вращения мотора регулируется преобразователем частоты (ПЧ) E401T4BP/E751T4BG-Vector (5) трехфазного питания. Частота вращения вала понижающего редуктора изменяется в диапазоне $\sim 0\text{—}2$ Гц. В связи с возможными преимуществами компетентного управления [12] режимами работы мотора для установки параметров ПЧ используется плата Arduino UNO R3 (рис. 2, б), ввиду наличия в ней цифровых и аналоговых входов и выходов, работу которых можно запрограммировать в среде Arduino IDE. В частности, при помощи управления через аналоговый вход по напряжению частота регулируется посредством установки значения постоянного напряжения с использованием цифрового потенциометра (рис. 2, 7), задающего значения разности сопротивлений. Для управления потенциометром на его входы подается цифровой сигнал. Состояние потенциометра задается при помощи консоли, в которую вводится необходимое число циклов подачи сигнала на вход INC.

По завершении измерений потенциометр возвращается в исходное состояние. Использованный ПЧ имеет аналоговый выход, напряжение на котором пропорционально моменту на валу мотора (FOV, рис. 2). Аналоговые сигналы выводятся на персональный компьютер через цифровой осциллограф Tectronix DPO4034 и плату Arduino (рис. 2, 8) с помощью программ на базе LabView и Arduino IDE. Рассмотрим примеры применения описанного привода вращения в сочетании с масс-спектрометрической регистрацией продуктов десорбции и полного давления в вакуумной камере.

Методика апробирована в экспериментах с полиамидом (ПА-6) в качестве неподвижной подложки, при трении по нему полых цилиндров из нержавеющей стали (шероховатость $R_a \sim 0,1$ мкм) или полиэтилена. Для подбора условий нагружения в упругой области контакта измерены диаграммы нагружения при индентировании исследуемых образцов на гидравлической машине Инстрон в той же геометрии, что использована в экспериментах по трению. До нагрузок ~ 10 кг наблюдалась упругая обратимая деформация. В связи с этим для описываемых тестовых экспериментов по трению в вакууме в той же геометрии контакта выбрана относительно небольшая нагрузка 3 кг (номинальное давление $P \approx 0,1$ МПа) и скорость вращения $\omega \approx 1$ Гц (линейная скорость скольжения около 1 см/с).

На рис. 3 приведены зависимости интенсивности пиков масс-спектра O_2^+ ($m/z=32$) и H_2O^+ ($m/z=18$) [13], нормированные на интенсивность этих пиков до начала трения (нагрузка 3 кг, скорость вращения вала ~ 1 Гц). Начальное давление $5 \cdot 10^{-7}$ Торр (измерялось манометром типа пирами—холодный катод 972BDual Mag). Снижение интенсивности пика с $m/z=32$ вызвано откачкой вакуумной камеры в отсутствие в ходе эксперимента натекания при трении (рис. 3, а). Интенсивность пика воды ($m/z=18$) при трении стального контртела по полиамиду также снижается (рис. 3, б, значки с заливкой), однако наблюдаются и участки небольшого роста этого пика (стрелка, направленной вверх). В случае трения полиамида о цилиндр из полиэтилена наблюдалось более интенсивное выделение воды (рис. 3, б, значки без заливки). Интенсивность этих процессов определяется свойствами материалов контактной пары, например, их теплопроводностью и/или твердостью. Представленные на рис. 3 данные с высокой степенью достоверности свидетельствуют, что в случае трения полиамида по полиэтилену выделение воды усиливается. Трение инициирует комплекс одновременно протекающих процессов, например, разогрев поверхности и разрушение материала в приграничной области, которые могут служить причиной газовой выделения. Возможно, полиамид может содержать повышенное количество сорбированной воды, которая десорбируется при трении. Механизм, приводящий к выделению воды, может включать как индуцированное трением разрушение поверхностных слоев полимера, так и фрикционный разогрев, величина которого [14] определяется как мощностью трения так и теплопроводностью контактирующих материалов. Эти факторы воздействуют на процесс газовой выделения совместно. Можно предположить, что в случае трения полимеров, обладающих низкой, по сравнению с металлами, теплопроводностью, совместное действие этих факторов инициирует процессы, приводящие к увеличению выделения воды из полиамида.

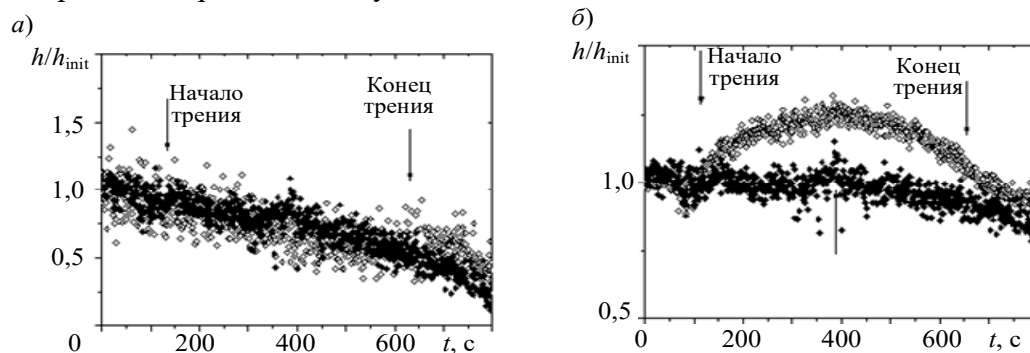


Рис. 3

Рассмотрим масс-спектры, образующиеся только при тепловом воздействии на эти полимеры.

На рис. 4 приведены спектры молекулярных продуктов, образующихся при нагревании полиэтилена (а) и полиамида (б), измеренные в тех же условиях чувствительности прибора, что и в трибологическом эксперименте. Полимеры наносились натиранием на поверхность танталовой фольги. Нагрев подложки в вакуумной камере осуществлялся переменным током с одновременным измерением температуры термопарой хромель—алюмель, приваренной к подложке. Видно, что при достижении температуры ~ 200 °С (на вставке к рисунку показана зависимость полного давления от температуры) в спектре ПЭ появляются пики продуктов деструкции. При нагревании ПА-6 в спектре сначала происходит интенсивное выделение воды, регистрируемое в данном эксперименте \sim до 300 °С (нижний спектр на рис. 4, б), а затем при температурах, показанных вертикальными стрелками во вставке, в спектре появляются продукты деструкции (верхний спектр), интерпретируемые как спектр капролактама [15]. В спектрах, регистрируемых в случае трения при сопоставимых чувствительностях прибора, линии продуктов деструкции находились ниже уровня шума. Качественный и количественный анализ регистрируемых в эксперименте зависимостей образования продуктов представляет собой математическую задачу, которая требует учета парциальных давлений всех выделяющихся молекул.

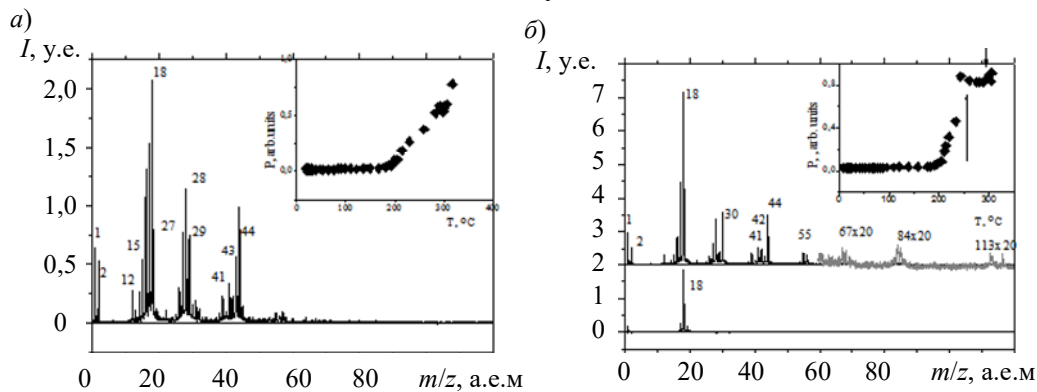


Рис. 4

Метод дает приемлемые корреляции процесса газовой выделения с типом контактной пары даже при малых нагрузениях в упругой области контакта, он и предлагает ряд инструментов анализа этих процессов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bowden F. P., and Hanwell A. E. Friction and Wear of Diamond in high vacuum // Nature. 1964. Vol. 201, N 4926. P. 1279—1281.
2. Гриб В. В., Лазарев Г. Е. Лабораторные испытания материалов на трение и износ. М.: Наука, 1968. 141 с.
3. Русанов А. В., Невишупа Р. А., Фонтэн Ж., Лемон Т., Мартан Ж.-М. Трибостимулированная десорбция газов из тонкопленочных покрытий аморфного углерода в сверхвысоком вакууме // Вестн. МГТУ им. Н. Э. Баумана. Серия „Машиностроение“. 2008. № 3. С. 52—65.
4. Houdier M., Berthier Y., Jacquemard P., Russeau B., Bonnamy S., Estrade-Szwarcckopf H. Mass-spectrometry during C/C composite friction: carbon oxidation associated with high friction coefficient and high wear rate // Wear. 2004. Vol. 256. С. 1082—1087.
5. Тарабарин В. Б., Фурсяк Ф. И. Лабораторный практикум по курсу „Теория механизмов и механика машин и применение в нем ЭВМ“: метод. указания. М.: Изд-во МГТУ, 1991. 48 с.
6. Крагельский И. В., Любарский И. М., Гусяков А. А., Трояновская Г. А., Удовенко В. Ф. Трение и износ в вакууме. М.: Машиностроение, 1973. 216 с.
7. Поздняков А. О., Гинзбург Б. М., Лишевич И. В., Попов Е. О., Поздняков О. Ф. Масс-спектрометрические исследования трения полимеров // Вопр. материаловедения. 2013. № 4(72). С. 265—274.

8. Седлецкий Р. В., Поздняков А. О. Разработка режимов внутриобъемной хемосорбционной защиты от водопоглощения высоконаполненных конструкционных полимерных материалов с применением методов кинетической масс-спектрометрии // *Вопр. материаловедения*. 2014. № 4(80). С. 115—129.
9. Pozdnyakov A. O., Voznyakovskii A. P., Ginzburg B. M. Mass-Spectrometric Analysis of Water Desorption upon Polyurethane Wear in Vacuum // *Key Engineering Materials*. 2016. Vol. 674, Mar. P. 115—120. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.674.115.
10. Pozdnyakov A. O., Ginzburg B. M. Mass Spectra of Polymer Friction // *J. of Macromolecular Science. Pt. B: Physics*. 2013. Vol. 52, N 12. P. 1697—1706.
11. Александров В. Г. Исследование электронной пушки и ее применение во времяпролетном масс-спектрометре МР-2: дипломная работа. Л.: Политехнический институт, 1981.
12. Фираго Б. И., Васильев Д. С. К вопросу векторного управления асинхронными двигателями // *Энергетика. Изв. вузов и энергетических объединений СНГ*. 2015. № 5. С. 5—15.
13. Агафонов И. Л., Девярых Г. Г. Масс-спектрометрический анализ газов и паров особой чистоты. М.: Наука, 1980. 333 с.
14. Persson B. N. J. *Sliding Friction*. Springer, 2000. 515 p.
15. NIST Standard Reference Database: NIST/EPA/MSDC Mass Spectral database, PC Version 3.0 / Ed. by S. G. Lias, S. E. Stein. Maryland, 1990.

Сведения об авторах

- | | |
|--|---|
| Алексей Олегович Поздняков | — канд. физ.-мат. наук, доцент; ФТИ им. А.Ф. Иоффе; старший научный сотрудник; E-mail: ao.pozd@mail.ioffe.ru |
| Максим Игоревич Чернышов | — магистр; ФТИ им. А. Ф. Иоффе; лаборант; E-mail: chernyshov.maxim31@gmail.com |
| Александр Вячеславович Семенча | — канд. хим. наук, доцент; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, высшая школа физики и технологий материалов; директор; E-mail: asemencha@spbstu.ru |
| Сергей Николаевич Голяндин | — канд. физ.-мат. наук; ФТИ им. А. Ф. Иоффе; старший научный сотрудник; E-mail: s.golyandin@mail.ioffe.ru |
| Владимир Иванович Николаев | — канд. физ.-мат. наук; ФТИ им. А. Ф. Иоффе; зав. лабораторией; E-mail: nikolaev.v@mail.ioffe.ru |
| Александр Петрович Возняковский | — д-р хим. наук; Научно-исследовательский институт синтетического каучука им. акад. С. В. Лебедева; зав. отделом; E-mail: voznap@mail.ru |
| Юрий Александрович Фадин | — д-р техн. наук; Институт проблем машиноведения РАН; зав. лабораторией; E-mail: fadinspb@yandex.ru |

Поступила в редакцию
03.02.2020 г.

Ссылка для цитирования: Поздняков А. О., Чернышов М. И., Семенча А. В., Голяндин С. Н., Николаев В. И., Возняковский А. П., Фадин Ю. А. Масс-спектрометрическая методика исследования газовой выделения при трении в вакууме // *Изв. вузов. Приборостроение*. 2020. Т. 63, № 4. С. 353—358.

MASS SPECTROMETRIC METHOD FOR STUDYING GAS RELEASE DURING FRICTION IN A VACUUM

**A. O. Pozdnyakov^{1,2}, M. I. Chernyshov¹, A. V. Semencha^{3,4}, S. N. Golyandin¹,
V. I. Nikolaev¹, A. P. Voznyakovskiy⁵, Yu. A. Fadin²**

¹ *Ioffe Institute, 194021, St. Petersburg, Russia*
E-mail: ao.pozd@mail.ioffe.ru

² *Institute for Problems in Mechanical Engineering of the RAS, 199178, St. Petersburg, Russia*

³ *Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, 195251, St. Petersburg, Russia*

⁴ *I. V. Grebenshchikov Institute of Silicate Chemistry of the RAS, 199034, St. Petersburg, Russia*

⁵ *Acad. S. V. Lebedev Research Institute of Synthetic Rubber, 198035, St. Petersburg, Russia*

Functional scheme and implementation of a device for registering the composition and kinetics of formation of volatile products during friction in a vacuum with a time-of-flight mass spectrometer are de-

scribed. The method efficiency is illustrated by results of experimental study of the friction of polyamide with metal and polymer counterbodies.

Keywords: mass spectrometry, friction, vacuum, polymer, polyamide, polyethylene

REFERENCES

1. Bowden F.P., and Hanwell A.E. *Nature*, 1964, no. 4926(201), pp. 1279–1281.
2. Grib V.V., Lazarev G.E. *Laboratornyye ispytaniya materialov na treniye i iznos* (Laboratory Tests of Materials for Friction and Wear), Moscow, 1968, 141 p. (in Russ.)
3. Rusanov A.V., Nevshupa R.A., Fontaine J., Lemon T., Martan J.-M. *Herald of the Bauman Moscow State Technical University. Series Mechanical Engineering*, 2008, no. 3, pp. 52–65. (in Russ.)
4. Houdier M., Berthier Y., Jacquemard P., Russeau B., Bonnamy S., Estrade-Szwarckopf H. *Wear*, 2004, no. 256, pp. 1082–1087.
5. Tarabarin V.B., Fursyak F.I. *Laboratornyy praktikum po kursu „Teoriya mekhanizmov i mekhanika mashin i primeneniye v nem EVM“* (Laboratory Workshop on the Course "Theory of Mechanisms and Mechanics of Machines and the Use of Computers in), Moscow, 1991, 48 p. (in Russ.)
6. Kragel'skiy I.V., Lyubarskiy I.M., Guslyakov A.A., Troyanovskaya G.A., Udovenko V.F. *Treniye i iznos v vakuume* (Vacuum Friction and Wear), Moscow, 1973, 216 p.
7. Pozdnyakov A.O., Ginzburg B.M., Lishevich I.V., Popov E.O., Pozdnyakov O.F. *Voprosy materialovedeniya*, 2013, no. 4(72), pp. 265–274.
8. Sedletskiy R.V. Pozdnyakov A.O. *Voprosy materialovedeniya*, 2014, no. 4(80), pp. 115–129. (in Russ.)
9. Pozdnyakov A.O., Voznyakovskii A.P., Ginzburg B.M. *Key Engineering Materials*, 2016, Vol. 674, Mar., pp. 115–120, DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.674.115.
10. Pozdnyakov A.O., Ginzburg B.M. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 2013, no. 12(52), pp. 1697–1706.
11. Aleksandrov V.G. *Issledovaniye elektronnoy pushki i yeye primeneniye vo vremyaproletnom mass-spektrometre MR-2* (The Study of the Electron Gun and Its Use in the MP-2 Mass Transit Spectrometer), Thesis, Leningrad, 1981. (in Russ.)
12. Firago B.I., Vasil'yev D.S. *Energetika. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy i energeticheskikh ob'yedineniy SNG*, 2015, no. 5, pp. 5–15.
13. Agafonov I.L., Devyatikh G.G. *Mass-spektrometricheskii analiz gazov i parov osoboy chistoty* (Mass Spectrometric Analysis of High Purity Gases and Vapors), Moscow, 1980, 333 p. (in Russ.)
14. Persson B.N.J. *Sliding Friction*, Springer, 2000, 515 p.
15. *NIST Standard Reference Database: NIST/EPA/MSDC Mass Spectral database, PC Version 3.0*, Lias S.G., Stein S.E., ed., Maryland, 1990.

Data on authors

- Aleksey O. Pozdnyakov** — PhD, Associate Professor; Ioffe Institute; Senior Researcher; E-mail: ao.pozd@mail.ioffe.ru
- Maksim I. Chernyshov** — Master; Ioffe Institute; Technician; E-mail: chernyshov.maxim31@gmail.com
- Alexander V. Semencha** — PhD, Associate Professor; St. Petersburg Polytechnic University, Higher School of Physics and Material Technology; Director; E-mail: asemencha@spbstu.ru
- Sergey N. Golyandin** — PhD; Ioffe Institute; Senior Researcher; E-mail: s.golyandin@mail.ioffe.ru
- Vladimir I. Nikolaev** — PhD; Ioffe Institute; Head of Laboratory; E-mail: nikolaev.v@mail.ioffe.ru
- Alexander P. Voznyakovskiy** — Dr. Sci.; Acad. S. V. Lebedev Research Institute of Synthetic Rubber; Head of Department; E-mail: voznap@mail.ru
- Yury A. Fadin** — Dr. Sci.; Institute for Problems in Mechanical Engineering of the RAS; Head of Laboratory; E-mail: fadinspb@yandex.ru

For citation: Pozdnyakov A. O., Chernyshov M. I., Semencha A. V., Golyandin S. N., Nikolaev V. I., Voznyakovskiy A. P., Fadin Yu. A. Mass spectrometric method for studying gas release during friction in a vacuum. *Journal of Instrument Engineering*. 2020. Vol. 63, N 4. P. 353–358 (in Russian).

DOI: 10.17586/0021-3454-2020-63-4-353-358