

PACS numbers: 61.72.Ff, 61.72.Hh, 62.23.Pq, 62.40.+i, 68.47.Jn, 81.07.Wx, 81.15.Gh

## **Влияние плазменных покрытий из порошков с наноразмерными составляющими на внутреннее трение железа**

**В. И. Копылов, С. Л. Рево\*, И. В. Смирнов, Е. А. Иваненко\*,  
Ф. В. Лозовый\*, Д. А. Антоненко**

*Национальный технический университет Украины  
«Киевский политехнический институт»,  
просп. Победы, 37,  
03056 Киев, Украина*

*\*Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко,  
ул. Владимирская, 60,  
01601 Киев, Украина*

Представлены результаты анализа влияния композиционных плазменных покрытий на основе сложных многокомпонентных смесей, включающих порошки с наноразмерными составляющими, на параметры амплитудной зависимости внутреннего трения. Установлены механизмы влияния фазового состава и микроструктуры полученных материалов на параметры внутреннего трения.

Наведено результати аналізу впливу композиційних плазмових покриттів на основі складних багатоконпонентних сумішей, що містять порошки з нанорозмірними складовими, на параметри амплітудної залежності внутрішнього тертя. Встановлено механізми впливу фазового складу та мікроструктури одержаних матеріалів на параметри внутрішнього тертя.

The influence of composite plasma coatings based on complex multicomponent mixtures, which include powders with nanoscale components, on parameters of amplitude dependence of internal friction is analyzed. Mechanisms of the influence of phase composition and microstructure of obtained materials on internal friction are revealed.

**Ключевые слова:** плазменные покрытия, нанопорошки, нанопленки, амплитудная зависимость внутреннего трения.

*(Получено 15 декабря 2009 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

В последнее время интенсифицируются работы по созданию газотермических покрытий, для формирования которых используют многокомпонентные смеси порошков металлов, сплавов, керамики, прежде всего оксидов, содержащих, в том числе, и наноразмерные (< 100 нм) порошки или структуры с такими составляющими. В практическом плане указанные покрытия обеспечивают повышение эксплуатационных характеристик полученных с их использованием изделий [1]. Наличие в составе исходной порошковой массы сложных наноразмерных оксидов, при ее напылении, приводит к образованию структур различного фазового и химического состава. В зависимости от условий напыления эти структуры могут быть более или менее равномерно распределены по объему композиционного покрытия и межфазной зоны [2–3]. Выбирая тип наночастиц, варьируя их морфологию, размеры, плотность и способ введения в конечный продукт, можно получать защитные покрытия многофункционального назначения. Так, в частности, хорошо зарекомендовали себя плазменные покрытия на основе композиционных порошков, в состав которых входили сложные наноразмерные оксиды — аэросилы.

Функциональные характеристики, сформированных в процессе напыления покрытий, зависят от структуры, фазового и химического состава, а также от состояния контактной зоны, адгезионных и когезионных свойств покрытий. Для исследований структурных особенностей плазменных покрытий и переходных слоев, как наиболее структурночувствительный в настоящей работе был использован метод внутреннего трения (ВТ). Данный метод, кроме характеристик структурного состояния образцов, позволяет на микроуровне дать качественную характеристику прочности сцепления покрытий с подложкой в зависимости от состояния их контактной зоны. Он позволяет также произвести оценку влияния покрытий на поведение конструкционного материала под воздействием внешних факторов [4–5].

Целью работы являлось установление физических закономерностей влияния композиционных плазменных покрытий, имеющих различный фазовый состав и структуру, на параметры внутреннего трения, в частности, на процессы микропластической деформации образцов с покрытиями.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В представленной работе амплитудную зависимость внутреннего трения (АЗВТ) изучали на обратном крутильном маятнике. Измерения производили в интервале амплитуд деформации, которые не вызывали необратимых изменений характеристик ВТ. Для регистрации затухающих колебаний маятника была использована специаль-

ная оптическая (лазерная) система с аналогово-цифровым преобразователем полученных сигналов, фиксированием, дешифрованием и обработкой информации с помощью электронно-вычислительной машины. Поскольку железо является ферромагнетиком, то при измерениях внутреннего трения, кроме дислокационного, обнаруживается, так называемое, магнитоупругое затухание, связанное с движением стенок доменов. Для исключения вклада такого затухания в ВТ образцов, измерения производили в продольном постоянном магнитном поле, напряженностью 80 кА/м. Общая погрешность в определении параметров ВТ не превышала 3%.

Образцы для испытаний на внутреннее трение изготавливали в виде проволок из технически чистого железа диаметром 1–1,5 мм и длиной 100–110 мм, на поверхность которых наносили плазменные покрытия толщиной до 100 мкм. Напыление покрытий осуществляли на установке с усовершенствованным плазмотроном, который обеспечивал ламинарное истечение плазменного потока. При этом, для напыления использовали порошковый материал таких видов: порошок NiAl с диаметром частиц 40–60 мкм, порошковую смесь системы NiAl + SiO<sub>2</sub> (где SiO<sub>2</sub> — наноразмерный порошок с диаметром частиц до 40 нм) и порошок оксида алюминия, частицы которого диаметром 20–40 мкм были плакированы наноразмерной оболочкой из титана на установке «Анга-1» методом ионно-плазменного напыления в вакууме, — (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti) [6].

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

#### 3.1. Получение порошкового материала для плазменного напыления

Создание порошковых смесей и формирование сложных соединений с соответствующей стехиометрией и наноструктурными составляющими осуществляли по определенной многостадийной схеме.

На первой стадии осуществляли формирование смеси порошков из микроразмерных частиц (диаметр 20–60 мкм) и наноразмерных частиц (диаметр от 10–40 нм) в условиях перемешивания и термомодеформационной ионной обработки в вакууме [6]. Поскольку в нашем случае наноразмерные частицы порошка аэросила (SiO<sub>2</sub>) имеют развитую поверхность и содержат привитые гидридные группы, в силу чего обладают повышенной активностью, то при смешивании и химическом взаимодействии с другими порошками, в частности с порошком NiAl, они и обеспечивают новые структуру и характеристики КМ.

На второй стадии, путем физического осаждения металлов в вакууме, на развитых поверхностях, как микроразмерных частиц

$Al_2O_3$ , так и наноразмерных частиц ( $SiO_2$ ) формировали наноструктуры. При этом материал формировался из потока частиц, находящихся в трех состояниях — ионном, атомарном (молекулярном) и в виде капельной фазы. Данные состояния определяют механизм процесса плакирования и существенно зависят от параметров плазменной дуги вакуумной установки, составов распыляемого катода и рабочего газа [6]. Параллельно с плакированием многокомпонентной смеси и получением наноструктур в виде оболочек или отдельных дисперсных фаз, на поверхности частиц в процессе распыления может происходить коагуляция (консолидация) микро- и макро-частиц в отдельные конгломераты — гранулы определённых форм. Одновременно в вакуумной камере продолжается процесс термомеханической обработки, в результате чего возможен синтез новых фаз с участием различных видов наноразмерных составляющих (наноразмерные порошки — аэросилы и нанопленки на порошках).

В конечном счете, готовым продуктом являются порошки, полученные модифицированием и термомеханическим синтезом и имеющие наноструктурные составляющие. Газотермическое напыление таких порошков приводит к формированию покрытий из микрогранул со структурой в виде зерен с большой протяженностью границ, стабилизированных различными соединениями.

### 3.2. Микроструктура образцов с двухслойным покрытием

На рисунке 1 представлена микроструктура поперечного среза одно-



**Рис. 1.** Микроструктура поперечного среза железа с двухслойным композиционным плазменным покрытием из порошков  $NiAl$  и  $Al_2O_3/Ti$  ( $\times 400$ ).

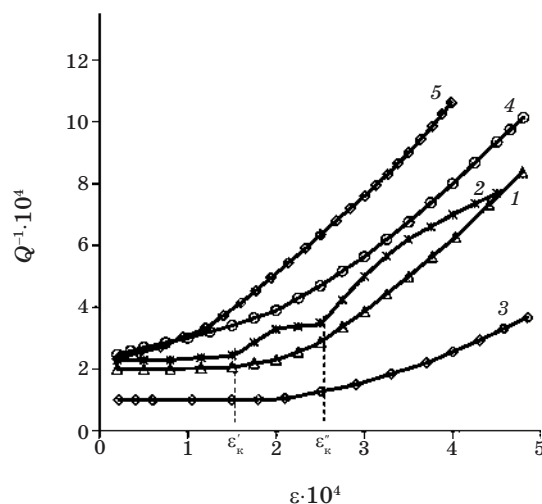
го из образцов с двухслойным покрытием из порошков NiAl и  $Al_2O_3/Ti$ . Как видно из рисунка, граница раздела основы (Fe) и покрытия из NiAl достаточно четкая, в то время как граница второго слоя покрытия из  $Al_2O_3/Ti$ , имеющего наноструктурные составляющие, имеет достаточно широкую размытую зону. Это указывает на то, что наноразмерные пленки Ti на поверхности частиц  $Al_2O_3$  повышают диффузионную активность этого порошка при напылении, что в свою очередь, может отразиться на демпфирующих характеристиках материала с такими покрытиями. Кроме того, при плазменном напылении, формирование самого покрытия и контактной межфазной зоны сопровождается насыщением их большим числом точечных и линейных дефектов. Изменяется дислокационная структура слоев, прилежащих к межфазной зоне, возникают приграничные дислокации, которые существенно влияют на адгезионные и когезионные характеристики покрытия.

### 3.3. Амплитудные зависимости внутреннего трения

Поскольку при скручивании либо круговом изгибе образцов, что используют при измерениях ВТ, деформации подвергаются, в основном, их наружные слои — в нашем случае покрытия и зоны границы его с подложкой, то именно метод внутреннего трения позволяет получить информацию о структурных особенностях указанных зон. Такая информация уже была получена для ряда образцов со сложными композиционными газотермическими покрытиями, имеющими как кристаллическую, так и аморфно-кристаллическую структуры [5, 6]. В настоящем исследовании проанализировано, в какой мере на амплитудные зависимости внутреннего трения и, соответственно, процессы микропластической деформации образцов может повлиять нанесения на них одно- и двухслойных покрытий, размерность их структурных составляющих.

На рисунке 2 представлены результаты измерений АЗВТ для деформированного (состояние после протяжки через фильеры с относительной деформацией  $\approx 10\%$ ) железа (рис. 2, крив. 1), результаты измерений для этих же образцов железа, отожженных при температуре  $T = 350^\circ C$  в течение 1 ч. (рис. 2, крив. 3), для образцов железа с однослойным покрытием из порошка NiAl (рис. 2, крив. 2), для образцов железа с покрытием из смеси порошков NiAl и  $SiO_2$ , (рис. 2, крив. 4), а также для образцов железа с двухслойным покрытием из порошка NiAl (первый слой) и порошка  $Al_2O_3$  с оболочкой из Ti, (второй слой) (рис. 2, крив. 5).

Как свидетельствует кривая АЗВТ для образцов основы из железа, (рис. 2, крив. 1) тут присутствуют и амплитудно-независимая и амплитудно-зависимая части с критической деформацией  $\epsilon_k$  порядка  $1,5 \cdot 10^{-4}$ . Эта деформация отвечает резкому увеличению АЗВТ и, со-



**Рис. 2.** Амплитудные зависимости внутреннего трения для образцов: из деформированного железа (1); из деформированного железа с напыленным покрытием из порошка NiAl (2); из отожженного железа (3); из деформированного железа с покрытием из смеси порошков NiAl и SiO<sub>2</sub> (4); из деформированного железа с двухслойным покрытием из порошков NiAl и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti (5).

ответственно, сопровождается отрывом дислокаций от точек закрепления на примесях. На кривой АЗВТ для основы с покрытием из NiAl (рис. 2, крив. 2) можно отметить уже два амплитудно-независимых участка. Первый участок в области малых деформаций переходит в АЗВТ практически при такой же самой  $\varepsilon_k$ , что и АЗВТ для деформированного железа, а второй участок переходит в амплитудную зависимость при критической деформации  $\varepsilon_k \approx 2,5 \cdot 10^{-4}$ . При этом фон ВТ ( $Q_{\Phi}^{-1}$ ) как в первом (для области малых деформаций), так и во втором (для области больших  $\varepsilon$ ) случаях больше величины ( $Q_{\Phi}^{-1}$ ) даже для деформированного железа. Для отожженного при температуре  $T = 350^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч железа (рис. 2, крив. 3) ( $Q_{\Phi}^{-1}$ ) меньше, чем у всех исследованных образцов, а  $\varepsilon_k$  практически совпадает с  $\varepsilon_k''$  для образцов с покрытием из NiAl. Поскольку величина  $\varepsilon_k$  фактически отвечает за степень закрепления дислокаций в тех зонах образцов, информацию о которых получают при измерениях ВТ, то можно утверждать, что нанесение покрытия из NiAl влияет на торможение подвижных дислокаций как в основе, так и в покрытии, и обуславливает возникновение второй критической деформации  $\varepsilon_k''$ , появление которой связано уже с отрывом дислокаций от точек закрепления именно в покрытии.

Для образцов с покрытием из смеси порошков и с двухслойным покрытием на кривых АЗВТ (рис. 2, крив. 4, 5) амплитудно-незави-

симой части в исследованном диапазоне деформаций не зафиксировали. Скорее всего, это связано с тем, что у указанных образцов плотность незакрепленных дислокаций и пористость существенно выше, чем у образцов без покрытия (рис. 2, крив. 1 и 3) и у образцов с покрытием NiAl (рис. 2, крив. 2). Если учесть, что наклон кривых АЗВТ  $\operatorname{tg} \alpha = \Delta Q^{-1} / \Delta \epsilon$  характеризует энергию, рассеиваемую при движении дислокаций в зоне микропластической деформации материала, то можно утверждать, что самая высокая их плотность в двухслойном покрытии (рис. 2, крив. 5). В практическом смысле такая ситуация может служить основой для получения КМ, которые имеют высокие демпфирующие характеристики. В целом, поскольку образцы с покрытиями имеют по сравнению с образцами без покрытий выше фон ВТ, то они закономерно имеют и повышенные демпфирующие способности.

#### 4. ВЫВОДЫ

Увеличение способности материалов к рассеиванию запасенной упругой энергии, после нанесения на их поверхность газотермических покрытий, происходит в большей степени для материалов с теми покрытиями, структура которых имеет наноразмерные составляющие и, соответственно, большую протяженность межфазных границ.

Добавка наноразмерных фракций, в частности аэросила  $\text{SiO}_2$  в напыляемый порошок с микронным размером частиц, ионно-плазменное плакирование таких частиц, в частности,  $\text{AlO}_3/\text{Ti}$  позволяет получить композиционные системы с высокими демпфирующими характеристиками.

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Н. А. Зенкин, В. И. Копылов, *Повышение эксплуатационных характеристик композиционных материалов путем оптимизации упрочняющих технологий* (Київ: Голов. спеціаліз. ред. літ. мовами нац. меншин України: 2002).
2. Н. А. Руденская, Г. П. Шнейкин, В. А. Копысов, *Материалы, технологии и оборудование для упрочнения и восстановления деталей машин* (Минск: Технопринт: 2003).
3. Ф. И. Пантелеенко, *Материалы, технологии и оборудование для упрочнения и восстановления деталей машин* (Минск: Технопринт: 2003).
4. В. И. Копылов, Б. Г. Стронгин, И. А. Варвус, В. Ф. Шатинский, *Способ оценки прочности сцепления плакированных покрытий с подложкой и сплошности их контакта*, А.с. 1522079 СССР (Опубл. в Б.И. № 42, 1989).
5. С. Л. Рево, І. П. Шевченко, К. О. Іваненко, Ф. В. Лозовий, *Наук. зап. Рівнен. держ. ун-ту*, вип. 12: 91 (2007).
6. В. І. Копилов, І. В. Смирнов, І. А. Селіверстов, *Наукові вісті Нац. техн. ун-ту України «Київ. політехн. ін-т»*, № 3: 11 (2009).