

**ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОЭНТАЛЬПИЙНОГО ДВУХФАЗНОГО ПОТОКА ПЛАЗМЫ  
НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ**

*Н.К. ГАЛЬЧЕНКО<sup>1</sup>, К.А. КОЛЕСНИКОВА<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

<sup>2</sup>Томский политехнический университет

E-mail: [galchenko\\_nikon04@mail.ru](mailto:galchenko_nikon04@mail.ru)

Известно, что металлокерамические покрытия, в том числе оксидные, при высоких температурах обладают рядом специфических свойств, позволяющих использовать их для надёжной защиты жаропрочных материалов. Недостатки металлокерамических покрытий - хрупкость и неудовлетворительная адгезия, могут быть устранены как благодаря использованию передовых технологий нанесения покрытий (нанесение высокоэнтальпийных покрытий), так и внешним энергетическими воздействиями на структуру, в том числе, используя электронно-лучевое оплавление поверхностных слоев покрытия.

Одним из наиболее эффективных путей повышения адгезионной прочности плазменных покрытий является использование в качестве одного из исходного компонента смеси высокоэнтальпийных материалов, например, нитридов или гидридов металлов, что позволяет получать износостойкие, жаропрочные покрытия без увеличения мощности плазмотрона [1, 2].

В настоящей работе для нанесения покрытий использовали нитридо-плазменную технологию, основанную на использовании эффекта выделения тепловой энергии при рекомбинации атомов азота в молекулу на внешней и внутренней поверхностях твёрдых частиц в процессе разложения компонента смеси - нитридов металлов. При этом в плазменной струе происходит дополнительное выделение тепла химической реакции между компонентами смеси, что приводит к увеличению теплосодержания двухфазного плазменного

потока по реакции:  $Me_m N_n + Me_m O_n \rightarrow mMe + Me_m O_n + \frac{n}{2} N_2 \uparrow$ ,

где  $Me_m N_n$ , - нитрид металлов VI-VIII гр.;  $Me_m O_n$ , - оксид металла; Me- металл.

Учитывая возможности плазменного метода и высокие физико-механические свойства оксидов, на основе которых в работе создавались покрытия, представлялось актуальным проведение исследований фазообразования, структуры и свойств плазменных покрытий в зависимости от концентрационного соотношения исходных компонентов и технологических параметров оплавления электронным лучом в вакуумной электронно-лучевой установке.

**Материалы и методы исследования**

Для нанесения покрытия системы  $Al_2O_3 - W_2N$  использовали механическую смесь порошков с разным концентрационным соотношением исходных компонентов дисперсностью менее 40 мкм, которую гранулировали гидростатическим прессованием с последующим дроблением и выделением фракции 65-100 мкм. (получали и исследовали покрытия, содержащие 5, 10, 15, 30, и 45 мас.%  $W_2N$ ).

Напыление покрытий осуществляли на плазмотроне ПП-25. Ввод порошка осуществлялся под срез сопла плазмотрона. Режимы напыления:  $U=40$  В,  $I=400$  А; плазмообразующий газ – смесь аргона с 10% азота; транспортирующий газ - аргон; расход плазмообразующего газа – 2 м<sup>3</sup>/ч; расход порошка – 60 г/мин; дистанция напыления – 100-120 мм. Для нанесения покрытия использовали смесь порошков системы  $Al_2O_3-W_2N$ . Покрытия наносили на подложки из меди с промежуточным подслоем из сплава Н85Ю15.

Структуру покрытий исследовали с помощью металлографического микроскопа МИМ-9. Микротвёрдость измеряли на приборе ПМТ-3 (ГОСТ 9450-76) при нагрузке 20 г. Рентгенофазовый анализ осуществляли с помощью дифрактометра ДРОН-4 в характеристическом излучении  $CoK_{\alpha}$ . Химический состав структурных составляющих покрытий проводили на установке “КАМЕВАХ-МИКРОБЕАМ” с локальностью

анализа 1 мкм<sup>2</sup>. Точность количественного определения составляла ±1,0% [24]. Абразивный износ покрытий проводили в соответствии с ГОСТ 23.208-79. Испытание покрытий на адгезионную прочность проводили методом царапания на границе раздела между покрытием и подложкой на приборе Micro Scratch Tester полусферным алмазным индентором (R = 20 мкм) со скоростью перемещения 3,912 мм/мин при изменяющейся во времени нагрузке от 0 до 7 Н, длина рабочего хода составляла 4 мм.

### Обсуждение результатов

Результаты исследований показали, что с повышением концентрации W<sub>2</sub>N в исходной смеси однородность и плотность структур напылённых покрытий повышаются за счёт увеличения доли металлической составляющей в связи с диссоциации нитридов в плазменной струе. Важную роль в фазо-структурообразовании играет подслоя из никель-алюминиевого сплава H85Ю15, предварительно нанесенный на медную подложку. На рисунке 1 показано типичное распределение легирующих элементов по глубине слоя напыленного покрытия состава Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 30 мас.% W<sub>2</sub>N, полученное методом МРСА в характеристическом излучении. На рисунке 2 представлены металлографические снимки микроструктур покрытий того же состава в напыленном (а) и дополнительно оплавленном электронным лучом состоянии (б).

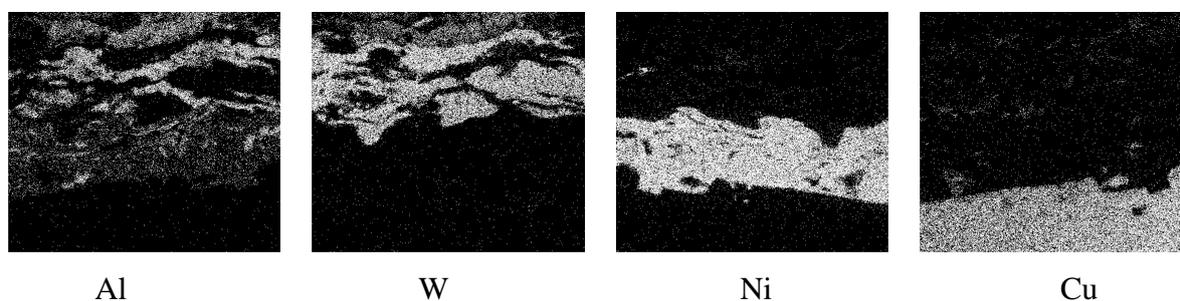


Рисунок 1 - Микроструктура покрытия Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 30 мас.% W<sub>2</sub>N без оплавления в характеристическом излучении (×800)

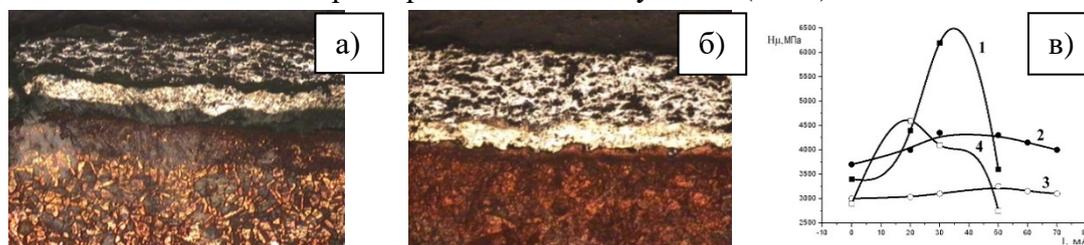


Рисунок 2 - Микроструктура покрытий Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-30 мас.%W<sub>2</sub>N (подслой H85Ю15): а – без оплавления; б – оплавление электронным лучом (I=24 мА) (×100); в – микротвёрдость покрытий в зависимости от состава и режимов оплавления электронным пучком:

1-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5% мас.W<sub>2</sub>N; 2 - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- 10 % мас.W<sub>2</sub>N; 3- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20% мас.W<sub>2</sub>N;  
4- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-30% мас.W<sub>2</sub>N

Из рисунков видно, что после электронно-лучевого оплавления, рисунок 2 б, структура покрытий стала более однородная, размер пор уменьшился, а толщина самого покрытия увеличилась, примерно, в два раза.

Металлографический анализ покрытий показал, что у покрытий с минимальным содержанием нитрида вольфрама (5 мас.%) сформирована слоистая структура с большим количеством пор и микротрещин. С увеличением доли нитридной составляющей до 10-45 мас.% структура покрытий приобретает смешанный характер: слоистые участки чередуются с более однородными, подобными литым структурам. Причем с повышением доли нитридов дефектность структур снижается, как в напыленном, так и в дополнительно оплавленном электронным лучом состоянии.

Проведенные рентгеноструктурные исследования показали, что после плазменного напыления в структуре всех покрытий системы  $Al_2O_3 - W_2N$  основными фазами являются  $W$  и  $\alpha-Al_2O_3$ . Из полученных дифрактограмм видно, что повышается степень обогащения оплавленных слоев атомами никеля и алюминия из подслоя Н85Ю15, что выражается в дополнительном появлении на дифрактограммах линий, соответствующих фазе  $Ni_3Al$ , интенсивность которых возрастает с ростом тепловложения ( $I$ , мА). Этому способствует увеличение количества жидкой фазы, в присутствии которой происходит интенсивное перемешивание элементов подслоя из сплава Н85Ю15 и самого покрытия. Также отмечено появление в оплавленных образцах, содержащих 30-45 мас. %  $W_2N$  следов фазы  $WAl_{12}$ .

На рисунке 2 в представлены результаты измерения микротвердости плазменных покрытий системы  $Al_2O_3-W_2N$  с разным содержанием  $W_2N$  после напыления и дополнительного оплавления при разных значениях тока луча ( $I$ ). Установлено, что максимальной твердостью обладает покрытие с 5%мас.  $W_2N$  после оплавления при  $I = 26-30$  мА, когда не происходит проплавления подложки, но значительно снижается дефектность структуры оплавленного слоя. Интервал значений микротвердости составляет 3750-6200 МПа, что, очевидно, обусловлено высоким содержанием упрочняющей фазы  $Al_2O_3$  в исходном составе напыляемого порошка (95 мас. %). Исследования показали, что оплавление при токах луча свыше 30 мА сопровождалось интенсивным порообразованием, растрескиванием и снижением микротвердости покрытий (рисунок 2в, кривая 1). Эксперимент показал, что изменение значений тока луча в пределах от 22 до 65 мА слабо влияет на твердость оплавленных покрытий, содержащих 10 и 20 мас. %  $W_2N$ . При этом наблюдается сужение интервала микротвердости и смещение максимума распределения в сторону меньших значений, рисунок 2 в, кривые 2, 3.

У покрытий состава  $Al_2O_3-30$  мас.% $W_2N$  (кривая 1) максимум твердости ( $H_{\mu} = 4,5$  ГПа) был достигнут после оплавления при  $I = 24$  мА. Сравнительный анализ микроструктур показал, что у покрытия сформировалась наиболее совершенная литая структура без видимых пор и макродефектов как в самом покрытии, так и на границе раздела с медной подложкой. Экспериментально установлено, что этот же состав покрытия показал наибольшую адгезионную прочность ( $\sigma_{адг} = 159,23$  кг/мм<sup>2</sup>) по сравнению с покрытием  $Al_2O_3-5$  мас.% $W_2N$  ( $\sigma_{адг} = 100$  кг/мм<sup>2</sup>) и покрытием  $Al_2O_3-45$  мас.% $W_2N$  ( $\sigma_{адг} = 65$  кг/мм<sup>2</sup>).

### Закключение

Представленные в работе экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что вопрос выбора состава подслоя и способа подготовки смеси термореагирующих порошков для газотермического нанесения покрытий, является принципиальным, поскольку существенно влияют на состав, плотность формируемых покрытий системы  $Al_2O_3-W_2N$ . Полученные результаты с использованием высокоэнтальпийных исходных материалов для напыления показывают целесообразность продолжения исследований в данном направлении с целью создания новых высокотемпературных материалов со специальными физическими и технологическими свойствами - огнеупорными, жаропрочными, жаростойкими, коррозионностойкими и др. для обеспечения различных областей техники высоких температур.

*Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0009.*

### Список литературы

1. Патент №2200208 Способ нанесения плазменного покрытия, 2001. Самсонов В.П., Панин В.Е., Заборовский В.М., Белюк С.И., Гальченко Н.К.
2. Порошковая металлургия и напыленные покрытия // Под ред. Мятин Б.С. М.-«Металлургия», 1987-792 с.