#### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты). 2019 Том 21 № 4 с. 59–69 ISSN: 1994-6309 (print) / 2541-819X (online) DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4-59-69



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)



Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka\_metallov

# Гидротермальное нанесение C/MoS, на электроискровые Fe-Al-покрытия для нержавеющей стали AISI 304

Александр Бурков<sup>а,\*</sup>, Павел Чигрин<sup>b</sup>, Мария Кулик<sup>c</sup>

Институт материаловедения Хабаровского научного центра ДВО РАН, ул. Тихоокеанская, 153, г. Хабаровск, 680042, Россия

<sup>a</sup> (b) https://orcid.org/0000-0002-5636-4669, 🗢 burkovalex@mail.ru, <sup>b</sup> (b) https://orcid.org/0000-0002-1560-489X, 🗢 pal\_chig@mail.ru, <sup>c</sup> b https://orcid.org/0000-0002-4857-1887, <sup>c</sup> marijka80@mail.ru

### ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

# аннотация

УДК 621.762; 537.523.4

История статьи: Поступила: 19 июля 2019 Рецензирование: 20 августа 2019 Принята к печати: 14 сентября 2019 Доступно онлайн: 15 декабря 2019

Ключевые слова: Нержавеющая сталь AISI 304 Покрытие Электроискровое легирование Алюминид железа Гидротермальный синтез Дисульфид молибдена Износостойкость

Финансирование

Исследование выполнено при финансовой поддержке правительства Хабаровского края (распоряжение № 476-рп от 10 июня 2019 г.)

#### Благодарности

Авторы выражают благодарность Центру коллективного пользования ФГБУН «Национальный научный центр морской биологии им. А.В. Жирмунского» Дальневосточного отделения Российской академии наук за помощь в проведении рамановских исследований и лично с.н.с., к.б.н. А.А. Карпенко.

Введение. Улучшение триботехнических свойств нержавеющих сталей может быть достигнуто путем создания антифрикционных покрытий. Цель работы: изучение структуры и износостойкости композиционных электроискровых покрытий из интерметаллидов Fe-Al с порами, заполненными C/MoS<sub>2</sub>. Методы исследования. В работе исследованы покрытия из интерметаллидов Fe-Al, полученных на нержавеющей стали AISI 304 методом электроискровой обработки в смеси гранул, состоящих из железа и алюминия. Было приготовлено пять смесей гранул с содержанием алюминия от 20 до 100 моль %. С целью увеличения пористости интерметаллидных покрытий они были подвергнуты травлению в 20 %-м растворе щелочи. Для заполнения пористой поверхности образцов аморфным углеродом и дисульфидом молибдена применялся метод гидротермального синтеза в два этапа: в растворе глюкозы при 160 °С и в растворе тиомочевины и молибдата натрия при 220 °C. Структуру покрытий изучали методами рентгеновского дифракционного анализа, растровой электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального анализа и рамановской спектроскопии. Износостойкость покрытий исследовалась согласно стандарту ASTM G99-04 при сухом трении скольжения с применением контртел в виде дисков из быстрорежущей стали Р6М5 на скорости 0,47 м/с при нагрузках 10 и 50 Н. Результаты и обсуждение. Установлено, что с ростом содержания алюминия в смеси гранул фазовый состав интерметаллидных покрытий изменяется от FeAl до Fe<sub>14</sub>Al<sub>86</sub>. Показано, что травление интерметаллидных покрытий приводило к расширению поперечных трещин и возникновению пор, которые заполнялись углеродом и сульфидом молибдена. Коэффициент трения покрытий находился в диапазоне от 0,26 до 0,46. Скорость износа Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub>-покрытий находилась в пределах 1,1...9 · 10<sup>-5</sup> мм<sup>3</sup>/Нм, что меньше чем у стали AISI 304 в 3...22,5 раз. Лучшую износостойкость ожидаемо продемонстрировали покрытия, приготовленные в среде гранул с наибольшим содержанием алюминия.

Для цитирования: Бурков А.А., Чигрин П.Г., Кулик М.А. Гидротермальное нанесение C/MoS2 на электроискровые Fe–Al-покрытия для нержавеющей стали AISI 304 // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2019. –Т. 21, № 4. – С. 59–69. – DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4-59-69.

\*Адрес для переписки

Бурков Александр Анатольевич, к.ф.-м.н., с.н.с. Институт материаловедения Хабаровского научного центра ДВО РАН, ул. Тихоокеанская, 153 680042, г. Хабаровск, Россия Тел.: +79141618954, e-mail: burkovalex@mail.ru

## Введение

Трибологические явления играют существенную роль в безопасности, надежности и эффективности практически всех инженерных конструкций, машин и агрегатов. Для трибологи-

#### ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ

CM

ческих взаимодействий только скорость износа и коэффициент трения являются двумя общими параметрами, которые в отличие от твердости, вязкости, модуля упругости не являются неотъемлемыми свойствами материалов. Скорость износа и коэффициент трения изменяются во времени с учетом множества факторов, например, материала пар трения, скорости скольжения, приложенных нагрузок и условий окружающей среды. Улучшение триботехнических свойств нержавеющих сталей может быть достигнуто путем создания защитных покрытий с повышенной твердостью, а также введением в структуру покрытия антифрикционных соединений. Твердые покрытия формируют методами цементации железа [1-4], а также внедрением других соединений с сильными ковалентными связями (>100 кДж/моль) [5-8]. Недостатком такого способа улучшения триботехнического поведения является образование абразивных частиц в области трения, приводящее к повышенному износу контртел. Внедрение в структуру покрытия твердых сухих смазок позволяет избежать данного эффекта абразивного износа [9-11]. В работе [12] самосмазывающиеся C/WS<sub>2</sub> покрытия наносились на нержавеющую сталь методом магнетронного напыления. Коэффициент трения полученных покрытий составил от 0,06 до 0,17. Однако данный метод имеет ряд существенных недостатков: низкая производительность, сложное и дорогое оборудование, необходимость поддержания вакуума, специальная подготовка поверхности подложки и пр. Кроме того, распыление сернистых соединений нежелательно, так как может приводить к повышенной коррозии используемого оборудования из-за способности серы образовывать соединения с переходными металлами и аллотропные летучие модификации, которые трудно удалять из вакуумных камер. В настоящее время наибольшее распространение получили сухие смазки на основе MoS, в силу его низкой стоимости и высокой устойчивости к воздействию вакуума и высоких температур [13]. Так, в работе [14] Си/Си-МоS<sub>2</sub>-покрытия были получены электроразрядным осаждением на быстрорежущей стали при использовании в качестве электрода медной трубки, заполненной MoS<sub>2</sub>. Коэффициент трения полученных покрытий был сравнительно высоким, что объясняется частичным разложением сульфида молибдена.

Другим подходом для формирования антифрикционных покрытий на сплавах является создание развитой поверхности, которая заполняется частицами MoS2. Для этого используют лазерное и абразивное текстурирование или нанесение пористого керамического оксидного слоя на металле. Следует заметить, что при создании развитой поверхности настоящим способом увеличение пористости незначительно, а улучшение трибологического поведения происходит только в определенном направлении трения. Вместе с тем нанесение пористого керамического слоя позволяет существенно увеличить площадь поверхности, что приводит в первую очередь к более экономному использованию смазки вследствие ее более эффективного удержания. Лазерное текстурирование поверхности сплава с последующим нанесением MoS<sub>2</sub> и графеноподобного углерода полировочной тканью [15] показало относительно высокий коэффициент трения, который при этом зависел от ориентации текстуры. В работе [16] керамическое покрытие наносили на стальную подложку методом плазменного напыления. Пористый керамический слой заполняли дисульфидом молибдена методом гидротермального синтеза. При этом частицы дисульфида молибдена формируются непосредственно в порах из маточного раствора, что обеспечивает высокую заполняемость и удержание смазки в покрытии. Общим недостатком использования керамического слоя является плохая адгезия керамики с металлом и образование абразивных керамических частиц в процессе трения, что вызывает повышенный износ контртел.

В настоящей работе впервые предложен метод селективного травления электроискрового интерметаллидного Fe–Al-покрытия в 20 %-м растворе KOH. За счет того что в растворе щелочи растворяется алюминий, но не железо, это обеспечивает повышенное значение площади поверхности оставшегося железного скелета. Формирование интерметаллидных покрытий предлагается методом электроискровой обработки нержавеющей стали AISI 304 в смеси гранул из железа и алюминия. Интерметаллиды Fe–Al будут служить также для придания прочности и коррозионной стойкости покрытий [17–18]. Нанесение C/MoS<sub>2</sub> в пористую структуру будет осуществляться in situ гидротермальным синтезом в растворе прекурсоров ( $(NH_2)_2CS$ , Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> и C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>). Эффективность полученных покрытий будет оценена по величине скорости износа в сравнении со сталью AISI 304.

## Методика исследований

Приготовление интерметаллидных Fe–Alпокрытий осуществлялось методом электроискровой обработки в смеси гранул из железа и алюминия. Гранулы были изготовлены в форме цилиндров длиной  $4 \pm 1$  мм из прутков алюминиевого сплава 1188 и Ст3 диаметром  $4 \pm 0,5$  мм. Из этих гранул были сформированы пять смесей с разной концентрацией металлов (табл. 1). Покрытия осаждали на образцы в форме цилиндров диаметром 12 мм и высотой 10 мм из нержавеющей стали AISI 304 (табл. 2). Образец-

> Таблица 1 Table 1

## Обозначения электродов и покрытий в зависимости от состава исходной смеси Marking of electrodes and coatings depending on the composition of the initial mixture

Обозначение	Содержание, at. %				
образцов	Al	Fe			
A20	20	80			
A40	40	60			
A60	60	40			
A80	80	20			
A100	100	0			

Таблица 2

Table 2

Состав нержавеющей стали AISI 304 Composition of AISI 304 stainless steel

Элемент	Bec. %			
С	Max 0,08			
Cr	1820			
Fe	66,34574			
Mn	Max 2			
Ni	810,5			
Р	Max 0,045			
S	Max 0,03			
Cu	Max 1			

CM

подложку закрепляли в центре внутренней полости стального контейнера и добавляли смесь гранул. Контейнер располагался под углом 45° к плоскости стола и приводился во вращение с помощью электродвигателя. Положительный потенциал от генератора импульсов подавали на контейнер, а отрицательный - на подложку. Во время прохождения разрядов контейнер вращался со скоростью 60 об/мин, катод-подложка – с аналогичной скоростью в обратном направлении. Разрядные импульсы тока прямоугольной формы имели среднюю амплитуду 110 А при напряжении 30 В. Длительность импульсов составляла 100 мкс, частота повторения – 1 кГц. Для предотвращения окисления поверхности образцов в рабочий объем контейнера подавали аргон со скоростью 10 л/мин. Покрытия осаждались в течение 10 мин. Питание на генератор импульсов, двигатели и газовый электроклапан подавалось через электротаймер, после запуска которого стартовал процесс обработки в автоматическом режиме. Механизм осаждения покрытий методом электроискровой обработки в среде гранул подробно описан в работах [19-20]. Фазовый состав полученных покрытий изучали с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-7 в Cu-Ка излучении. В целях идентификации линий рентгенограмм применялся программный пакет PDWin (НПП «Буревестник»).

Травление образцов выполнялось в 20 %-м растворе гидроксида калия в течение трех часов. Затем образцы трехкратно промывались в дистиллированной воде и высушивались при температуре 120 °С. Уменьшение массы образцов контролировалось с помощью лабораторных весов с чувствительностью 0,1 мг. Гидротермальный синтез аморфного углерода и дисульфида молибдена проводился в два этапа по известной методике [16]. Образцы помещались в гидротермальную бомбу из нержавеющей стали с фторопластовой вставкой и заливались 10 вес. % раствором глюкозы. Для удаления воздуха образцы с открытым реактором подвергались кипячению в течение 10 мин, синтез проводился при температуре 160 °С в течение 6 ч. Образцы и реактор промывали в дистиллированной воде, высушивали и заливали раствором с 2 вес. % молибдата натрия и 3,5 вес. % тиомочевины. Синтез осуществлялся при температуре 220 °С в течение 48 ч. Структура покрытий исследовалась при

### ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ

помощи растрового электронного микроскопа (СЭМ) Sigma 300 VP, оснащенного микрорентгеноспектральным анализатором (МРА) INCA Energy. Модель рамановская микроспектрометра выполнялась на приборе InVia Reflex (Renishow, UK), совмещенным с универсальным микроскопом Leika DM2500 (Leika Germany). Параметры зонда: лазер 532 нм, мощность 5 мВт на выходе при 2000 повторах.

Износостойкость покрытий согласно стандарту ASTM G99–04 исследовалась при сухом трении скольжения с применением контртел в виде дисков из быстрорежущей стали P6M5 на скорости 0,47 м/с при нагрузках 10 и 50 Н. Время испытания составляло 600 с. Износ измерялся по изменению массы образцов с чувствительностью 0,1 мг.

## Результаты и обсуждения

Результаты рентгенофазового анализа Fe–Alпокрытий показывают преобладание интерметаллидов Fe–Al (рис. 1, *a*), причем с ростом содержания алюминия в смеси гранул состав интерметаллидов изменяется в сторону обогащения алюминием от FeAl до Fe<sub>14</sub>Al<sub>86</sub> и даже свободного алюминия. MPC-анализ покрытий показал, что изменение состава Fe-Al смеси гранул позволяет изменять состав покрытий (рис. 1, б). Так, повышение содержания алюминия в смеси гранул с 20 до 100 ат. % приводит к его увеличению в составе покрытий с 32 до 74 ат. %. При этом содержание железа сокращается в три раза. Отклонения состава покрытий от состава смеси гранул объясняется более высокой электроискровой эрозией алюминиевых гранул по сравнению с железными из-за различия в температурах плавления. Вместе с тем, когда используются только алюминиевые гранулы, железо подложки неизбежно участвует в формировании покрытия. Кроме того, как показали наши предыдущие исследования, материал стального контейнера также может вносить железо на поверхность гранул и подложки до 4 ат. %.

В процессе травления образцов с интерметаллидными покрытиями в растворе КОН происходило удаление алюминия согласно реакции

$$2KOH + 2AI + 6H_2O =$$
  
=  $2K[AI(OH)_4] + 3H_2$ .

В связи с этим алюминий из интерметаллидов переходит в раствор в виде тетрагидроксоалюмината калия, частично покидая покрытие.



*Рис. 1.* Результаты рентгенофазового анализа (*a*) и состав покрытий по данным МРС-анализа (б) в зависимости от концентрации алюминия в смеси гранул

*Fig. 1.* X-ray diffraction patterns (*a*) and composition of coatings according to EDS analysis ( $\delta$ ) depending on aluminum concentration in granule mixtures

CM

#### MATERIAL SCIENCE

Поэтому вполне ожидаемо, что с ростом содержания алюминия в покрытиях снижалась масса образцов в результате травления (рис. 2). СЭМизображение поперечного сечения покрытия A100 после нанесения C/MoS<sub>2</sub> показано на рис. 3. На нем отчетливо виден слой из интерметалли-



Рис. 2. Уменьшение массы образцов в результате травления Fig. 2. Etched samples weight loss



Рис. 3. Типичное СЭМ-изображение покрытия A100 после нанесения C/MoS<sub>2</sub>.

I – эпоксидная смола; II – Fe–Al-покрытие; III – подложка. Точками обозначены места МРС-сканирования для табл. 3

Fig. 3. Typical SEM image of A100 coating after C/MoS<sub>2</sub> application:

I – epoxy resin; II – Fe–Al coating; III – substrate. Dots mark the locations of the EDS scan

дов Fe-Al с поперечными трещинами, доходящими до подложки, и пустотами. Возникновение трещин принято объяснять различием в коэффициентах теплового расширения покрытия и подложки в ходе многократных циклов нагреваохлаждения материала при ЭИЛ [21]. Пустоты и трещины с повышенной шириной возникли в результате травления интерметаллидного покрытия. Трещины служили основными каналами, посредством которых электролит проникал в глубь покрытия. При этом наибольшее скопление пустот и широкие трещины наблюдаются на более темных участках покрытия, имеющих повышенное содержание алюминия.

После гидротермального синтеза трещины и пустоты заполнились аморфным углеродом и сульфидом молибдена (рис. 4, табл. 3). Картирование по молибдену и сере демонстрирует совпадение максимумов, что указывает на формирование сульфида молибдена. Серый слой на поверхности интерметаллидного покрытия толщиной 5...10 мкм состоит из C/MoS<sub>2</sub>. В составе серого слоя наблюдаются: алюминий, железо, кислород и хром. Кислород указывает на формирование оксидов железа алюминия и хрома в результате травления и автоклавирования. Вместе с тем в качестве побочного продукта





Fig. 4. Local pore mapping for sulfur and molybdenum

#### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Таблица 3

Table 3

Место	Концентрация, ат. %								
сканирования	С	0	Al	S	Cr	Fe	Mo	Mn	Ni
1	_	_	74.13	_	3.69	20.43	_	0.42	1.33
2	27.94	29.56	12.54	12.23	1.08	8.23	8.43	_	-
3	33.44	26.59	3.7	16.05	1.07	8.42	10.38	_	0.35

Результаты MPC анализа областей сканирования покрытия A100 согласно рис. 3 The results of the EDS analysis of the scanning areas of the coating A100, according to fig. 3

синтеза MoS<sub>2</sub> возможно формирование сульфидов железа. Рис. 5 показывает данные рамановской спектроскопии, четко указывающие на присутствие MoS<sub>2</sub> и углерода в покрытиях.

Результаты испытания Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub> образцов и нержавеющей стали AISI 304 на износ в условиях сухого скольжения показаны на рис. 6. Средний коэффициент трения покрытий находился в диапазоне от 0,26 до 0,46, причем для большинства образцов он был выше при нагрузке 50 Н, чем при 10 Н. Таким образом, применение Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub> слоев позволяет снизить коэффициент трения стали AISI 304 от 1,5 до 2,8 раз. Скорость износа образцов с покрытиями при нагрузке 10 Н находилась в пределах от 1,8 до 9 · 10<sup>-5</sup> мм<sup>3</sup>/Нм, а при 50 Н от 1,1 до  $3.6 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Нм. Это меньше, чем у стали AISI 304 в 4,5...22,5 и 3...9 раз соответственно. Лучшие свойства ожидаемо продемонстрировали покрытия, приготовленные в среде гранул с наибольшим содержанием алюминия, которые после травления щелочью обладали наибольшей пористостью и, как следствие, содержали больше компонента C-MoS<sub>2</sub>.

## Выводы

Методом электроискровой обработки в смеси гранул из алюминия и железа получены интерметаллидные Fe–Al-покрытия на нержавеющей стали AISI 304. Концентрация алюминия в покрытиях возрастала при увеличении его содержания в смеси гранул. При травлении данных образцов в растворе гидроксида калия их масса снижалась соответствующим образом. В результате гидротермального синтеза в порах, трещинах и на поверхности покрытий



*Рис. 5.* Типичный рамановский спектр поверхности покрытия A20 после гидротермального синтеза

*Fig. 5.* Typical Raman spectrum of A20 coating surface after hydrothermal synthesis

образовался дисульфид молибдена и графит. Результаты испытаний показали, что полученные покрытия позволяют снизить скорость износа стали AISI 304 при сухом трении скольжения до 22 раз.

## Список литературы

1. Preparation of titanizing coating on AISI 316 stainless steel by pack cementation to mitigate surface damage: estimations of corrosion resistance and tribological behavior / N. Lin, L. Zhao, Q. Liu, J. Zou, R. Xie, S. Yuan, D. Li, L. Zhang, Z. Wang, B. Tang // Journal of Physics and Chemistry of Solids. –

СM



*Рис. 6.* Коэффициент трения (*a*) и скорость изнашивания (*б*) Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub>-покрытий по сравнению с нержавеющей сталью AISI 304 при нагрузках 10 и 50 Н

*Fig. 6.* Coefficient of friction (*a*) and wear rate ( $\delta$ ) of Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub> coatings compared to stainless steel AISI 304 under loads of 10 and 50 N

2019. – Vol. 129. – P. 387–400. – DOI: 10.1016/j. jpcs.2019.01.029.

2. Properties and tribological performance of ceramic-base chromium and vanadium carbide composite coatings / A. Günen, B. Kurt, P. Milner, M.S. Gök // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2019. – Vol. 81. – P. 333–344. – DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2019.03.019.

3. *Ebrahimifar H*. Microstructure and oxidation behavior of cobalt diffusional coating fabricated on AISI 429 stainless steel // Oxidation of Metals. – 2019. – Vol. 91. – P. 417–435. – DOI: 10.1007/s11085-019-09889-y.

4. *Perminov A.E., Ignatov M.G., Prokof'ev E.Yu.* Rapid monitoring of the hardened-layer depth on a steel part// Russian Engineering Research. – 2019. – Vol. 39. – P. 394–395. – DOI: 10.3103/S1068798X19050162.

5. Cold sprayed WC reinforced maraging steel 300 composites: microstructure characterization and mechanical properties / C. Chen, Y. Xie, X. Yan, R. Huang, M. Kuang, W. Ma, R. Zhao, J. Wang, M. Liu, Z. Ren, H. Liao // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Vol. 785. – P. 499–511. – DOI: 10.1016/j. jallcom.2019.01.135.

6. Abu-warda N., López A.J., Utrilla M.V. High temperature corrosion and wear behavior of HVOF-sprayed coating of  $Al_2O_3$ -NiAl on AISI 304 stainless steel // Surface and Coatings Technology. – 2019. – Vol. 359. – P. 35–46. – DOI: 10.1016/j. surfcoat.2018.12.047. 7. Effect of LaB<sub>6</sub> addition on the microstructure and properties of (Ti3Al + TiB)/Ti composites by laser cladding // Materials and Design. – 2019. – Vol. 181. – P. 107959. – DOI: 10.1016/j.matdes.2019.107959.

8. Fabrication of Fe-based composite coatings reinforced by TiC particles and its microstructure and wear resistance of 40Cr gear steel by low energy pulsed laser cladding / Z. Zhang, X. Wang, Q. Zhang, Y. Liang, L. Ren, X. Li // Optics and Laser Technology. – 2019. – Vol. 119. – P. 105622. – DOI: 10.1016/j. optlastec.2019.105622.

9. Furlan K.P., Mello J.D.B. De, Klein A.N. Selflubricating composites containing MoS2: a review // Tribology International. – 2018. – Vol. 120. – P. 280– 298. – DOI: 10.1016/j.triboint.2017.12.033.

10. Dry sliding 10 wear behavior of SS316L composites containing h-BN and MoS2 solid lubricants / S. Mahathanabodee, T. Palathai, S. Raadnui, R. Tongsri, N. Sombatsompop // Wear. – 2014. – Vol. 316. – P. 37–48. – DOI: 10.1016/j.wear.2014.04.015.

11. Tribological behavior of coppermolybdenum disulfide composites / J.K. Xiao, W. Zhang, L.M. Liu, L. Zhang, C. Zhang // Wear. – 2017. – Vol. 384–385. – P. 61–71. – DOI: 10.1016/j.wear.2017.05.006.

12. Superior lubrication of dense/porous-coupled nanoscale C/WS<sub>2</sub> multilayer coating on ductile substrate / S. Xu, Y. Liu, M. Gao, K.-H. Kang, D.-G. Shin, D.-E. Kim // Applied Surface Science. -2019. -Vol. 476. - P. 724–732. - DOI: 10.1016/j.apsusc. 2019.01.170.

## ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ

13. Characterization and frictional behavior of nanostructured Ni-W-MoS<sub>2</sub> composite coatings / M.F. Cardinal, P.A. Castro, J. Baxi, H. Liang, F.J. Williams // Surface and Coatings Technology. – 2009. – Vol. 204. – P. 85–90. – DOI: 10.1016/j. surfcoat.2009.06.037.

14. *Cao T., Lei S., Zhang M.* The friction and wear behavior of Cu/Cu-MoS<sub>2</sub> self-lubricating coating prepared by electrospark deposition // Surface and Coatings Technology. – 2015. – Vol. 270. – P. 24–32. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.03.023.

15. Tribological behaviour of laser textured Ti6Al4V alloy coated with  $MoS_2$  and graphene / M.A. Arenas, J.I. Ahuir-Torres, I. García, H. Carvajal, J. de Damborenea // Tribology International. – 2018. – Vol. 128. – P. 240–247. – DOI: 10.1016/j. triboint.2018.07.031.

16. YSZ/MoS<sub>2</sub> self-lubricating coating fabricated by thermal spraying and hydrothermal reaction / S. Li, X. Zhao, Y. An, D. Liu, H. Zhou, J. Chen // Ceramics International. – 2018. – Vol. 44. – P. 17864–17872. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.06.258.

17. Wang W., Wang D., Han F. Improvement of corrosion resistance of twinning-induced plasticity

steel by hot-dipping aluminum with subsequent thermal diffusion treatment // Materials Letters. – 2019. – Vol. 248. – P. 60–64. – DOI: 10.1016/j. matlet.2019.04.001.

18. Yürektürk Y., Baydoğan M. Effect of aluminizing and austempering processes on structural, mechanical and wear properties of a SSF ductile iron // Materials Research Express. – 2019. – Vol. 6. – P. 016550. – DOI: 10.1088/2053-1591/aae804.

19. *Burkov A.A., Pyachin S.A.* Formation of WC-Co coating by a novel technique of electrospark granules deposition // Materials and Design. – 2015. – Vol. 80. – P. 109–115. – DOI: 10.1016/j.matdes.2015.05.008.

20. Burkov A.A., Chigrin P.G. Effect of tungsten, molybdenum, nickel and cobalt on the corrosion and wear performance of Fe-based metallic glass coatings // Surface and Coatings Technology. – 2018. – Vol. 351. – P. 68–77. – DOI: 10.1016/j. surfcoat.2018.07.078.

21. Salmaliyan M., Malek Ghaeni F., Ebrahimnia M. Effect of electro spark deposition process parameters on WC-Co coating on H13 steel // Surface and Coatings Technology. – 2017. – Vol. 321. – P. 81–89. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2017.04.04.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2019 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)



#### MATERIAL SCIENCE

Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science. 2019 vol. 21 no. 4 pp. 59–69 ISSN: 1994-6309 (print) / 2541-819X (online) DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4-59-69



# Hydrothermal Deposition of C/MoS<sub>2</sub> on Electrospark Fe-Al Coatings for AISI 304 Stainless Steel

Alexander Burkov<sup>a,\*</sup>, Pavel Chigrin<sup>b</sup>, Maria Kulik<sup>c</sup>

Institute for Material Studies, Khabarovsk Scientific Center, Far Eastern Branch of Russian Academy of Sciences, 153 Tikhookeanskaya st., Khabarovsk, 680042, Russian Federation

<sup>*a*</sup> <sup>*b*</sup> https://orcid.org/0000-0002-5636-4669, <sup>(2)</sup> burkovalex@mail.ru, <sup>*b*</sup> <sup>*b*</sup> https://orcid.org/0000-0002-1560-489X, <sup>(2)</sup> pal\_chig@mail.ru, <sup>*c*</sup> <sup>*c*</sup> <sup>(b)</sup> https://orcid.org/0000-0002-4857-1887, <sup>(2)</sup> marijka80@mail.ru

#### ARTICLE INFO

#### ABSTRACT

Article history: Received: 19 July 2019 Revised: 20 August 2019 Accepted: 14 September 2019 Available online: 15 December 2019

Keywords: Stainless steel AISI 304 Coating Electrospark deposition Iron aluminide Hydrothermal synthesis Molybdenum sulfide Wear resistance

Funding

The study is supported by the Khabarovsk Territory Government (Decree No. 476-rp of June 10, 2019).

#### Acknowledgements

The authors are grateful to the Center for Collective Use of the "National Research Center for Marine Biology named after A.V. Zhirmunsky" Far Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences for help in conducting Raman studies and personally senior scientist, candidate of biological sciences A.A. Karpenko.

**Introduction.** Improving the tribological properties of stainless steels can be achieved by creating anti-friction coatings. The purpose of the work is a research of the structure and wear resistance of composite electrospark coatings made of Fe-Al intermetallic compounds with pores filled with C/MoS<sub>2</sub>. Methods. In this work, the coatings of Fe-Al intermetallic compounds are obtained on AISI 304 stainless steel by the method of electrospark deposition in a mixture of granules consisting of iron and aluminum. Five mixtures of granules with aluminum content from 20 to 100 mol % are prepared. In order to increase the porosity of intermetallic coatings, it was etched in a 20% alkali solution. To fill the porous surface of samples with amorphous carbon and molybdenum disulfide, the method of hydrothermal synthesis is applied in two stages: in a glucose solution at 160 °C, and in a solution of thiourea and sodium molybdate at 220 °C. The structure of the coatings is studied by X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy, X-ray microanalysis and Raman spectroscopy. The wear resistance of the coatings is investigated according to ASTM G99-04 technique with dry sliding friction using counter bodies in the form of disks made of high-speed steel R6M5 at a speed of 0.47 m/s under loads of 10 and 50 N. Results and discussion. It is established that with an increase of the aluminum content in the granules mixture, the phase composition of intermetallic coatings changes from FeAl to Fe<sub>14</sub>Al<sub>86</sub>. It is shown that the etching of intermetallic coatings is accompanied by the expansion of transverse cracks and the appearance of pores that further are filled with carbon and with molybdenum disulfide. Friction coefficient is in range of 0.26-0.46. The wear rate of Fe-Al-C-MoS<sub>2</sub> coatings is in the range of  $1.1-9 \cdot 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/Nm, which is 3-22.5 times lower than one of AISI 304 steel. The best wear resistance is expectedly demonstrated by coatings prepared in the medium of granules with the highest aluminum content.

**For citation:** Burkov A.A., Chigrin P.G., Kulik M.A. Hydrothermal deposition of C/MoS<sub>2</sub> on electrospark Fe-Al coatings for AISI 304 stainless steel. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 59–69. DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4-59-69. (In Russian).

\* Corresponding author

Burkov Alexander A., Ph.D. (Physics and Mathematics), Institute for Material Studies, Khabarovsk Scientific Center, Far Eastern Branch of Russian Academy of Sciences, 153 Tikhookeanskaya st., 680042, Khabarovsk, Russian Federation **Tel.:** +79141618954, **e-mail:** burkovalex@mail.ru

Vol. 21 No. 4 2019

67

#### References

1. Lin N., Zhao L., Liu Q., Zou J., Xie R., Yuan S., Li D., Zhang L., Wang Z., Tang B. Preparation of titanizing coating on AISI 316 stainless steel by pack cementation to mitigate surface damage: estimations of corrosion resistance and tribological behavior. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2019, vol. 129, pp. 387–400. DOI: 10.1016/j. jpcs.2019.01.029.

2. Günen A., Kurt B., Milner P., Gök M.S. Properties and tribological performance of ceramic-base chromium and vanadium carbide composite coatings. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2019, vol. 81, pp. 333–344. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2019.03.019.

3. Ebrahimifar H. Microstructure and oxidation behavior of cobalt diffusional coating fabricated on AISI 429 stainless steel. *Oxidation of Metals*, 2019, vol. 91, pp. 417–435. DOI: 10.1007/s11085-019-09889-y.

4. Perminov A.E., Ignatov M.G., Prokof'ev E.Yu. Rapid monitoring of the hardened-layer depth on a steel part. *Russian Engineering Research*, 2019, vol. 39, pp. 394–395. DOI: 10.3103/S1068798X19050162.

5. Chen C., Xie Y., Yan X., Huang R., Kuang M., Ma W., Zhao R., Wang J., Liu M., Ren Z., Liao H. Cold sprayed WC reinforced maraging steel 300 composites: microstructure characterization and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 785, pp. 499–511. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.01.135.

6. Abu-warda N., López A.J., Utrilla M.V. High temperature corrosion and wear behavior of HVOF-sprayed coating of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-NiAl on AISI 304 stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2019, vol. 359, pp. 35–46. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.12.047.

7. Feng Y., Feng K., Yao C., Li Z. Effect of LaB<sub>6</sub> addition on the microstructure and properties of (Ti3Al + TiB)/Ti composites by laser cladding. *Materials and Design*, 2019, vol. 181, p. 107959. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.107959.

8. Zhang Z., Wang X., Zhang Q., Liang Y., Ren L., Li X. Fabrication of Fe-based composite coatings reinforced by TiC particles and its microstructure and wear resistance of 40Cr gear steel by low energy pulsed laser cladding. *Optics and Laser Technology*, 2019, vol. 119, p. 105622. DOI: 10.1016/j.optlastec.2019.105622.

9. Furlan K.P., Mello J.D.B. De, Klein A.N. Self-lubricating composites containing MoS2: a review. *Tribology International*, 2018, vol. 120, pp. 280–298. DOI: 10.1016/j.triboint.2017.12.033.

10. Mahathanabodee S., Palathai T., Raadnui S., Tongsri R., Sombatsompop N. Dry sliding 10 wear behavior of SS316L composites containing h-BN and MoS2 solid lubricants. *Wear*, 2014, vol. 316, pp. 37–48. DOI: 10.1016/j. wear.2014.04.015.

11. Xiao J.K., Zhang W., Liu L.M., Zhang L., Zhang C. Tribological behavior of coppermolybdenum disulfide composites. *Wear*, 2017, vol. 384–385, pp. 61–71. DOI: 10.1016/j.wear.2017.05.006.

12. Xu S., Liu Y., Gao M., Kang K.-H., Shin D.-G., Kim D.-E. Superior lubrication of dense/porous-coupled nanoscale C/WS<sub>2</sub> multilayer coating on ductile substrate. *Applied Surface Science*, 2019, vol. 476, pp. 724–732. DOI: 10.1016/j.apsusc.2019.01.170.

13. Cardinal M.F., Castro P.A., Baxi J., Liang H., Williams F.J. Characterization and frictional behavior of nanostructured Ni-W-MoS<sub>2</sub> composite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2009, vol. 204, pp. 85–90. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2009.06.037.

14. Cao T., Lei S., Zhang M. The friction and wear behavior of Cu/Cu-MoS<sub>2</sub> self-lubricating coating prepared by electrospark deposition. *Surface and Coatings Technology*, 2015, vol. 270, pp. 24–32. DOI: 10.1016/j. surfcoat.2015.03.023.

15. Arenas M.A., Ahuir-Torres J.I., García I., Carvajal H., Damborenea J. de. Tribological behaviour of laser textured Ti6Al4V alloy coated with  $MoS_2$  and graphene. *Tribology International*, 2018, vol. 128, pp. 240–247. DOI: 10.1016/j.triboint.2018.07.031.

16. Li S., Zhao X., An Y., Liu D., Zhou H., Chen J. YSZ/MoS<sub>2</sub> self-lubricating coating fabricated by thermal spraying and hydrothermal reaction. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, pp. 17864–17872. DOI: 10.1016/j. ceramint.2018.06.258.

17. Wang W., Wang D., Han F. Improvement of corrosion resistance of twinning-induced plasticity steel by hot-dipping aluminum with subsequent thermal diffusion treatment. *Materials Letters*, 2019, vol. 248, pp. 60–64. DOI: 10.1016/j.matlet.2019.04.001.

CM

18. Yürektürk Y., Baydoğan M. Effect of aluminizing and austempering processes on structural, mechanical and wear properties of a SSF ductile iron. *Materials Research Express*, 2019, vol. 6, p. 016550. DOI: 10.1088/2053-1591/aae804.

19. Burkov A.A., Pyachin S.A. Formation of WC-Co coating by a novel technique of electrospark granules deposition. *Materials and Design*, 2015, vol. 80, pp. 109–115. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.05.008.

20. Burkov A.A., Chigrin P.G. Effect of tungsten, molybdenum, nickel and cobalt on the corrosion and wear performance of Fe-based metallic glass coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2018, vol. 351, pp. 68–77. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.07.078.

21. Salmaliyan M., Malek Ghaeni F., Ebrahimnia M. Effect of electro spark deposition process parameters on WC-Co coating on H13 steel. *Surface and Coatings Technology*, 2017, vol. 321, pp. 81–89. DOI: 10.1016/j. surfcoat.2017.04.04.

# **Conflicts of Interest**

The authors declare no conflict of interest.

 $\odot$  2019 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).