

НГТУ



НЭТИ

Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Структурные особенности и трибологические свойства многослойных высокотемпературных плазменных покрытий

Наталья Пугачева^{1, 2, a}, Татьяна Быкова^{1, 2, b, *}, Виталий Сирош^{3, c}, Алексей Макаров^{3, d}

¹ Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия

² Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

³ Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия

^a  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>,  nata5-4@yandex.ru; ^b  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>,  tatiana_8801@mail.ru;

^c  <https://orcid.org/0000-0002-8180-9543>,  sirosh.imp@yandex.ru; ^d  <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>,  av-mak@yandex.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 669.017.16

История статьи:

Поступила: 31 мая 2024

Рецензирование: 22 июня 2024

Принята к печати: 08 июля 2024

Доступно онлайн: 15 сентября 2024

Ключевые слова:

Плазменное напыление

Многослойное покрытие

Оксид железа

Упрочняющие фазы

Микромеханические свойства

Коэффициент трения

Износостойкость

Финансирование

Работа выполнена в рамках государственного задания ИМАШ УрО РАН по теме № 124020700063-3 на оборудовании ЦКП «Пластометрия».

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФМ УрО РАН по теме «Структура» № 122021000033-2.

АННОТАЦИЯ

Введение. Изучены многослойные высокотемпературные покрытия, полученные при помощи плазменного напыления. Комбинация слоев разного химического и фазового состава позволила повысить износостойкость в 1,5–2,0 раза. **Цель работы:** исследование влияния химического состава напыляемых покрытий на фазовый состав, структуру, микромеханические и трибологические характеристики в условиях сухого трения скольжения поверхностных слоев. **Материалы и методы исследования.** Покрытия А и Б состоят из последовательно нанесенных слоев. Первый и второй слой наносили в восстановительной атмосфере. Первый слой – жаростойкие самофлюсующиеся порошки двух систем: состав 1 – Fe-Cr-Si-Mn-B-C в покрытии А; состав 2 – Fe-Ni-Si-Mn-B-C в покрытии Б. Второй слой – смесь самофлюсующегося порошка с порошком железа в соотношении 1:1. Третий слой получали напылением порошка железа в окислительной атмосфере для формирования металлооксидного покрытия. Для создания слоя окалины на поверхности образцы с покрытием подвергали высокотемпературному отжигу при температуре 1000 °С. Химический состав и характер распределения элементов по толщине покрытий установлены методом микроанализа на сканирующем электронном микроскопе TWSCAN с энергодисперсионной приставкой Oxford. Микротвердость и микромеханические свойства изучены на инструментальном микротвердомере системы Fischerscope NM2000 Xyt при нагрузке 0,980 Н. Определение трибологических свойств было выполнено на лабораторной установке по схеме «палец – диск» при нагрузках 30, 75, 100 и 130 Н. Для измерения параметров шероховатости и получения 3D-профилометрии поверхностей после испытаний использовали бесконтактный профилометр-профилограф Optical profiling system Veeco WYKO NT 1100. **Результаты и обсуждение.** Металлографические исследования показали, что сформированные многослойные покрытия состоят из внутреннего металлического слоя и внешнего оксидного слоя с общей толщиной всего покрытия до 800...850 мкм. Установлено, что наибольшим уровнем микротвердости обладает первый напыляемый слой, это обусловлено высокой объемной долей содержащихся в нем упрочняющих фаз (~95 %). Показано, что покрытие А обладает повышенной износостойкостью, которая выражена минимальной потерей массы (примерно в 1,5 раза меньше, чем у покрытия Б), коэффициент трения составил $f = 0,3$ для покрытия А и $f = 0,4$ для покрытия Б. Исследование поверхностей изнашивания показало, что при всех выбранных нагрузках испытаний в условиях трения скольжения покрытия обоих типов сохранились, даже при максимальной нагрузке 130 Н.

Для цитирования: Структурные особенности и трибологические свойства многослойных высокотемпературных плазменных покрытий / Н.Б. Пугачева, Т.М. Быкова, В.А. Сирош, А.В. Макаров // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2024. – Т. 26, № 3. – С. 250–266. – DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.3-250-266.

Введение

Повышение стойкости высокотемпературных многослойных покрытий для деталей, работающих в условиях износа при высоких температурах эксплуатации в различных областях промышленности, является актуальной задачей: получаемые покрытия должны, во-первых, обладать высокой термостойкостью и стойкостью

*Адрес для переписки

Быкова Татьяна Михайловна, к.т.н., с.н.с.

Институт машиноведения УрО РАН,

ул. Комсомольская, 34,

620049, г. Екатеринбург, Россия

Тел.: 8 (343) 362-30-43, e-mail: tatiana_8801@mail.ru

к окислению; во-вторых, сохранять адгезию к основному материалу; в третьих, обладать высокой коррозионной стойкостью [1]. Выбор состава покрытий и способа их формирования на поверхности защищаемой детали определяется условиями эксплуатации, что приводит к необходимости индивидуального подхода к формированию многослойных покрытий разного химического состава [2, 3].

Перспективным является применение многослойных высокотемпературных покрытий для прошивного инструмента при производстве стальных бесшовных горячекатаных труб, которые используются в качестве конструкционных труб в строительстве, машиностроении и нефтяной промышленности [4]. Прошивная оправка используется при производстве полых заготовок, из которых на последующих станах раскатки, прокатки, редуцирования, правки и калибровки получается бесшовная труба [5]. Оправка при работе подвергается воздействию высоких температур и абразивному износу [6, 7]. Для повышения прочности и износостойкости, а также исключения налипания на оправку ее поверхность подвергают упрочняющей обработке путем нанесения защитного высокотемпературного покрытия на ее носок и сферическую поверхность с последующим нанесением оксидированного слоя на внешнюю поверхность материала.

Для формирования высокотемпературных покрытий, стойких к абразивному износу при больших скоростях скольжения, используют различные самофлюсующиеся высоко- и среднеуглеродистые сплавы на железной основе, легированные хромом, никелем, ванадием и марганцем [8–10]. Для формирования на наружной

поверхности оксидированного слоя используют порошок железа, который наносится в окислительной атмосфере. Нанесение оксидного внешнего слоя имеет ряд преимуществ: во-первых, оксидный слой препятствует налипанию материала во время эксплуатации на оправку; во-вторых, при высоких температурах эксплуатации он создает дополнительное термическое сопротивление, повышая термостойкость самого покрытия; в-третьих, при высоких температурах эксплуатации происходит размягчение окалины, и она начинает работать в качестве смазочного материала с контактируемой поверхностью [11–15].

Таким образом, **целью работы** стало исследование влияния химического состава напыляемых покрытий на фазовый состав, структуру, микромеханические и трибологические характеристики в условиях сухого трения скольжения поверхностных слоев.

Методика исследований

В работе были исследованы многослойные покрытия двух разных составов, содержащие три последовательно нанесенных слоя. Отличием в составе полученных покрытий является первый слой, для формирования которого использовали жаростойкие самофлюсующиеся порошки на железной основе (табл. 1). Для получения первого слоя покрытия использовали порошок состава 1 – Fe-Cr-Si-Mn-B-C с размером частиц 50...90 мкм (рис. 1, а) либо порошок состава 2 – Fe-Ni-Si-Mn-B-C с размером частиц 60...100 мкм (рис. 1, б). Для формирования второго слоя обоих покрытий использовали смесь

Таблица 1

Table 1

Состав напыляемых порошков

Composition of sprayed powders

Порошок Powder	Содержание химических элементов, масс. % / Content of chemical elements, wt. %						
	Ni	Cr	Si	B	C	Mn	Fe
Состав 1 (порошок Fe-Cr-Si-Mn-B-C) / Composition 1 (powder Fe-Cr-Si-Mn-B-C)	–	3,8	2,3	3,6	1,2	1,0	Осн.
Состав 2 (порошок Fe-Ni-Si-Mn-B-C) / Composition 2 (powder Fe-Ni-Si-Mn-B-C)	9,0	–	1,2	2,7	0,5	4,0	Осн.

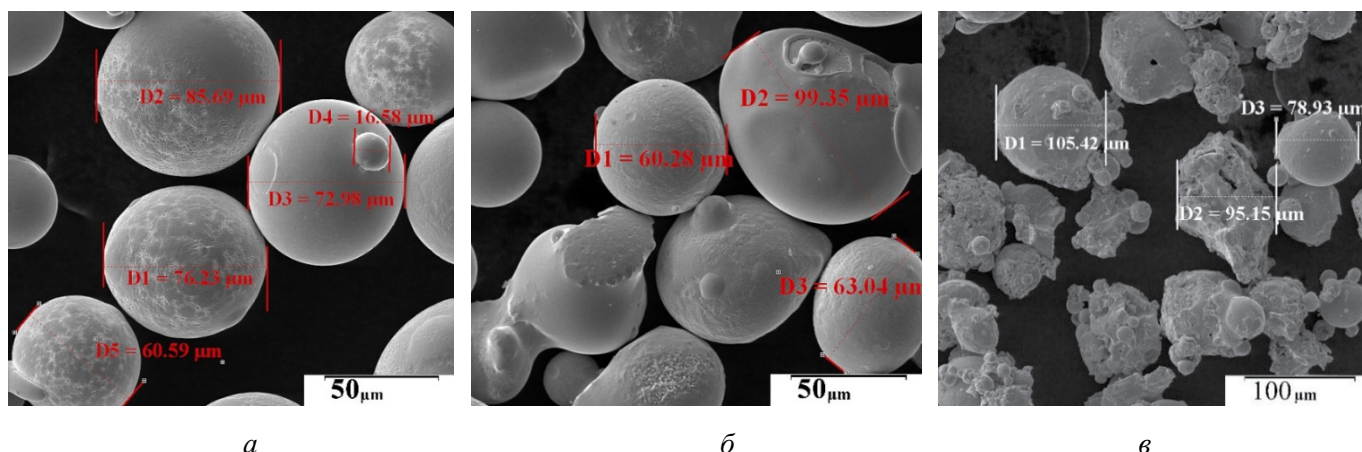


Рис. 1. Морфология частиц порошков для получения многослойных покрытий:

a – порошок состава 1; *б* – порошок состава 2; *в* – порошок Fe

Fig. 1. Morphology of powder particles for obtaining a multilayer coating:

a – powder of composition 1; *б* – powder of composition 2; *в* – Fe powder

порошка Fe с соответствующим самофлюсующимся порошком в соотношении (1:1), а третий слой получен из порошка Fe с размером частиц 40...100 мкм (рис. 1, *в*).

Все слои исследованных покрытий были получены на установке плазменно-порошкового напыления с контактным возбуждением дугового разряда УПН-60КМ ТСП2017, изготовитель ООО «НПП ТСП» (г. Екатеринбург).

Первый металлический слой (химический состав приведен в табл. 1) благодаря высокой твердости и износостойкости защищает материал оправки от разрушения в случае износа верхних слоев во время эксплуатации. Второй переходный слой получен напылением смеси самофлюсующегося порошка с порошком Fe, он предназначен для плавного изменения свойств, а также для лучшего адгезионного сцепления внешнего слоя с внутренним. Третий внешний слой получен при напылении порошка Fe в окислительной атмосфере для формирования внешнего оксидированного слоя. Для создания поверхностного слоя окалины, а также для выравнивания химического состава всех слоев и повышения их адгезионного сцепления образцы с покрытиями подвергали высокотемпературному отжигу при температуре 1000 °С. Покрытие, содержащее первый слой с хромом (состав 1 в табл. 1), условно обозначим как покрытие А, а покрытие с никельсодержащим внутренним слоем (состав 2 в табл. 1) – как покрытие Б.

Микроструктуру, химический состав, особенности строения и толщину полученных по-

крытий исследовали на поперечных резах с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGAII XMU с энергодисперсионной приставкой фирмы OXFORD HKLNordlysF+ при увеличениях от 100 до 800 крат.

Методом микроиндентирования с помощью измерительной системы Fischerscope HM2000 XYm с индентором Виккерса и программным обеспечением WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,980 Н определяли характеристики, которые отражают особенности механического поведения исследуемых покрытий при упруго-пластическом деформировании [16]. Были определены показатели прочности (микротвердость HV , H_{IT} , HM и контактный модуль упругости E^*), показатели пластичности (упругое восстановление Re), работа пластической деформации (ϕ) и ползучесть (CIT) при индентировании. Значения показателей Re , ϕ и CIT рассчитывали по формулам

$$Re = \frac{h_{\max} - h_p}{h_{\max}} \cdot 100 \% ; \quad (1)$$

$$\phi = \left(1 - \frac{We}{Wt} \right) \cdot 100 \% ; \quad (2)$$

$$CIT = \frac{h_{\max} - h_1}{h_1} \cdot 100 \% , \quad (3)$$

где We – работа упругой деформации при индентировании, освобождаемая при снятии приложенной нагрузки; Wt – полная механическая работа при индентировании; h_1 – глубина вне-

дрения индентора; $h_{\max}$ – максимальная глубина внедрения индентора.

Исследования трибологических свойств были проведены на лабораторной установке по схеме «палец – диск» в соответствии с рис. 2. Скорость трения составляла 5 м/с при нагрузках 30, 75, 100 и 130 Н. При каждом испытании путь трения составлял 5000 м. Образцы типа «палец» были изготовлены из стали с покрытием А и покрытием Б. Образец типа «диск» представлял собой диск, изготовленный из стали X12М. В ходе испытаний была измерена сила трения с помощью рессоры с наклеенными на нее тензометрическими датчиками сопротивления. Нагрев поверхностей трения происходил за счет самого трения, внешние источники нагрева не использовались. Температуру нагрева поверхности трения измеряли с помощью термопары, установленной на образце типа «палец» вблизи поверхности трения.



Рис. 2. Схема трибологического нагружения «палец – диск»

Fig. 2. Tribological loading scheme “pin-on-disc”

Для измерения параметров шероховатости и получения 3D-профилетрии поверхностей образцов с покрытиями в исходном состоянии и после испытаний использовали бесконтактный профилометр-профилограф Optical profiling system Veeco WYKO NT 1100.

Результаты и их обсуждение

Определение структуры и фазового состава покрытий

Результаты металлографических исследований показали, что сформированные многослойные покрытия состоят из последовательно нанесенных слоев с общей толщиной всего покрытия до 800...850 мкм. На рис. 3 представлена микроструктура и распределение элементов в полу-

ченных покрытиях. Выполненный ранее [17] фазовый рентгеноструктурный анализ показал, что первый металлический слой покрытия А состава 1 (обозначенный цифрой 1 на рис. 3, а) состоит из твердого раствора Cr, Si и Mn в α -Fe с упрочняющими фазами в виде карбидов и силицидов хрома и марганца (Cr_{23}C_6 , Cr_5Si_3 , CrSi , Cr_3Si и Mn_5Si_3) и боридов железа FeB (Fe_2B). Металлический слой покрытия Б состава 2 (обозначенный цифрой 1 на рис. 3, б) состоит из двух твердых растворов феррита α -Fe и аустенита γ -Fe. Упрочняющими фазами являются дисперсные карбиды, силициды и бориды (NiSi_2 , Ni_3Si_2 , Mn_5Si_3 , Fe_5Si_3 , Fe_2B). Второй переходный слой и внешний оксидный слой (обозначенные цифрами 2 и 3 на рис. 3, а и б) обоих покрытий состоят из α -твердого раствора на основе Fe и оксидов FeO , Fe_2O_3 и Fe_3O_4 .

Определение микромеханических свойств напыляемых покрытий

По результатам инструментального микроиндентирования установлено, что наибольшим уровнем микротвердости обладает первый металлический слой (1), для покрытия А его микротвердость составила 1030 HV 0,1. Первый металлический слой (1) покрытия Б характеризовался микротвердостью 745 HV 0,1. Повышенная твердость металлического слоя покрытия А связана с большим содержанием в нем упрочняющих фаз. Микротвердость переходного слоя (2) составляет 650 HV 0,1 для покрытия А и 580 HV 0,1 для покрытия Б. Микротвердость внешнего оксидного слоя (3) для обоих покрытий составляет 290 HV 0,1. Разброс микротвердости в смежных областях достигает ~ 350...380 HV 0,1 для покрытия А и ~ 150...300 HV 0,1 для покрытия Б, что объясняется снижением объемной доли упрочняющей фазы (табл. 2 и 4).

Упрочняющие фазы в покрытиях снижают значения максимальной и остаточной глубины вдавливания индентора $h_{\max}$ и h_p , что приводит к повышению значений твердости вдавливания при максимальной нагрузке H_{IT} (означает увеличение сопротивления постоянной деформации) и твердости по Мартенсу НМ, учитывающей как пластическую, так и упругую деформацию. Модуль упругости при индентировании E^* обоих покрытий меняется незначительно (рис. 4, а и 5, а, табл. 2 и 4).

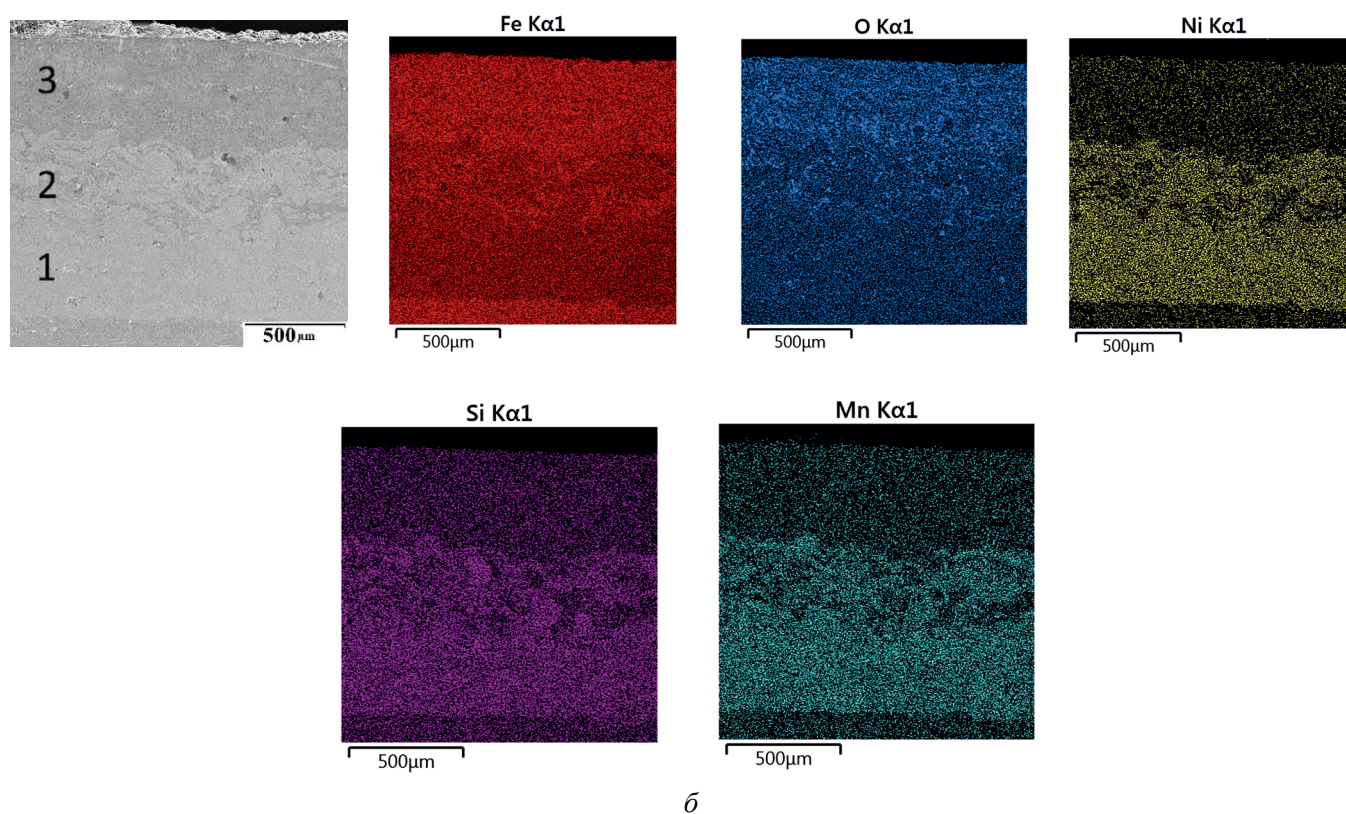
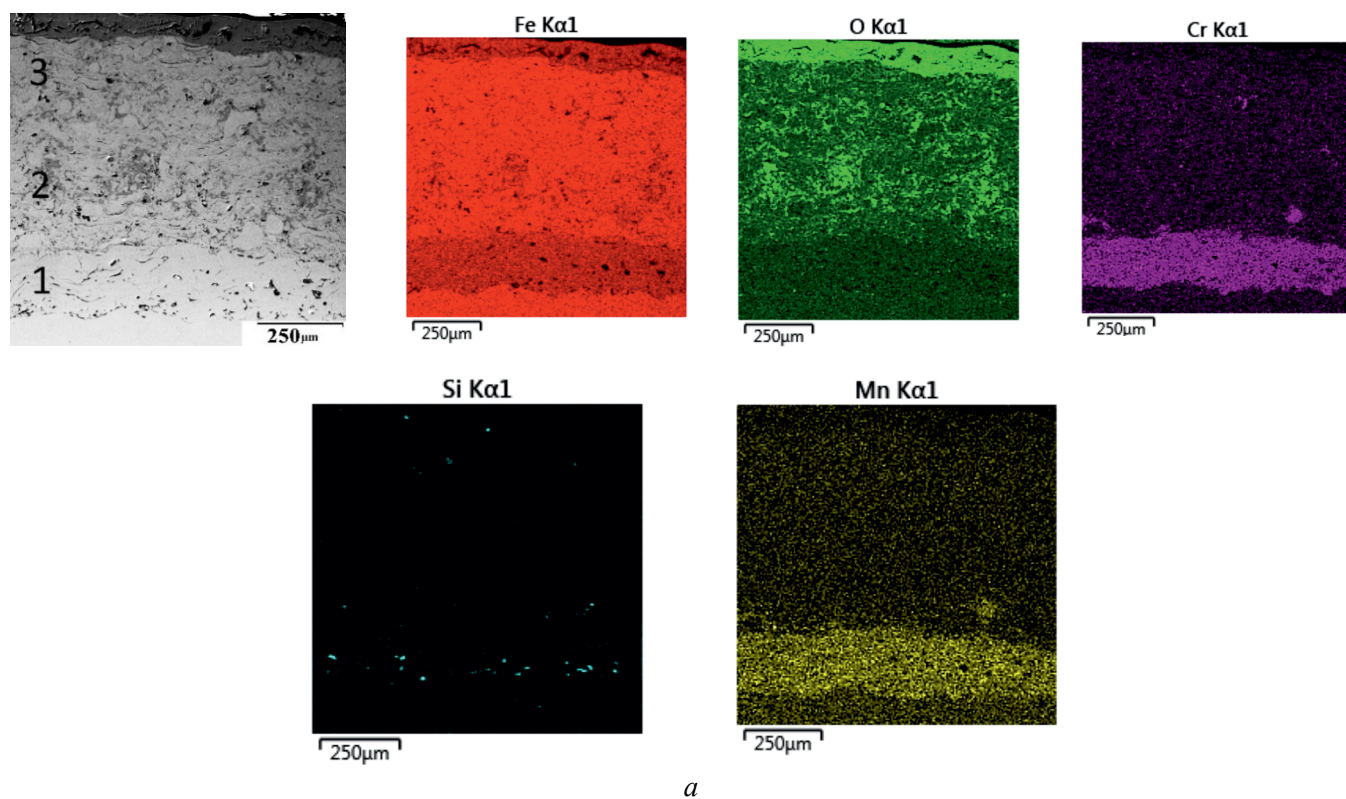


Рис. 3. Микроструктура и распределения элементов в покрытиях:

a – покрытие А; *б* – покрытие Б

Fig. 3. Microstructure and distribution of elements in the coatings:

a – coating А; *б* – coating В

В выполненных ранее исследованиях [18, 19] показано, что для оценки стойкости поверхностных слоев к механическому воздействию используют такие параметры, как упругое восстановление Re (характеризует долю упругой деформации в общей деформации при индентировании), показатели пластической составляющей работы ϕ и ползучести CIT . Как видно из табл. 3 и 5, 4, б и 5, б, в переходном и оксидном слое (2) и (3) параметры ползучести CIT и пластической составляющей

работы ϕ имеют максимальные значения в отличие от металлического слоя (1). Это объясняется повышенной пластичностью указанных слоев, назначение которых – выступать в роли смазочного материала при высоких нагрузках эксплуатации. Максимальные значения показателя Re характеризуются для металлического слоя (1), что говорит о способности этого слоя сопротивляться механическому воздействию без пластического деформирования в упругой области.

Таблица 2

Table 2

Результаты инструментированного микроиндентирования покрытия А при максимальной нагрузке на индентор 980 мН (100 г)

Results of instrumented microindentation of coating A at a maximum load on the indenter of 980 mN (100 g)

Участки анализа / Areas of analysis	НМ, ГПа (± 34)	H_{IT} , ГПа (± 43)	HV (± 41)	E^* , ГПа ($\pm 10,7$)	h_{max} , мкм ($\pm 0,34$)	h_p , мкм ($\pm 0,31$)	h_1 , мкм ($\pm 0,34$)
Металлический слой (1) / Metal layer (1)	722,6	1090,0	1030	208,8	2,3	1,5	2,2
Переходный слой (2) / Transition layer (2)	500,6	686,7	650	173,7	2,8	1,9	2,6
Оксидный слой (3) / Oxide layer (3)	258,3	305,7	290	150,5	3,9	3,3	3,6

Таблица 3

Table 3

Параметры пластичности для покрытия А
Plasticity parameters for coating A

Участки анализа / Areas of analysis	Re , %	ϕ , %	CIT , %
Металлический слой (1) / Metal layer (1)	35	65	4,5
Переходный слой (2) / Transition layer (2)	31	67	6,5
Оксидный слой (3) / Oxide layer (3)	15	84	8,4

Таблица 4

Table 4

Результаты инструментированного микроиндентирования покрытия Б при максимальной нагрузке на индентор 980 мН (100 г)

Results of instrumented microindentation of coating B at a maximum load on the indenter of 980 mN (100 g)

Участки анализа / Areas of analysis	НМ, ГПа (± 34)	H_{IT} , ГПа (± 43)	HV (± 41)	E^* , ГПа ($\pm 10,7$)	h_{max} , мкм ($\pm 0,34$)	h_p , мкм ($\pm 0,31$)	h_1 , мкм ($\pm 0,34$)
Металлический слой (1) / Metal layer (1)	579,7	787,6	745	199,0	2,7	1,5	2,4
Переходный слой (2) / Transition layer (2)	477,2	616,4	580	164,5	2,9	1,6	2,7
Оксидный слой (3) / Oxide layer (3)	264,2	306,5	290	140,0	3,9	2,7	3,5

Таблица 5

Table 5

Параметры пластичности для покрытия Б
Plasticity parameters for coating B

Участки анализа / Areas of analysis	Re , %	ϕ , %	CIT , %
Металлический слой (1) / Metal layer (1)	44	70	6,6
Переходный слой (2) / Transition layer (2)	43	73	7,4
Оксидный слой (3) / Oxide layer (3)	28	81	8,9

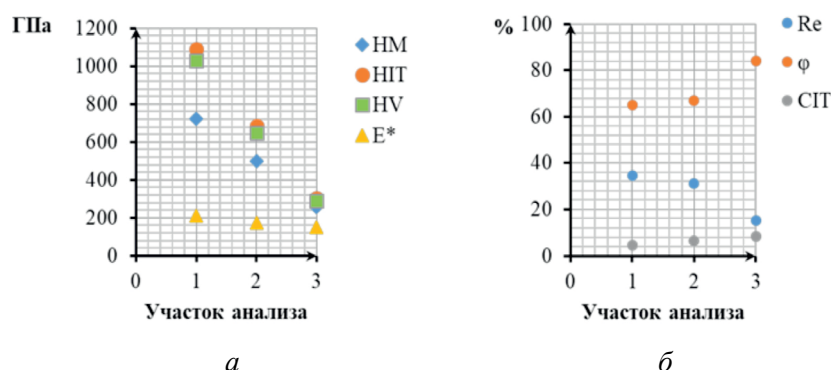


Рис. 4. Средние значения показателей прочности (а) и пластичности (б) покрытия А:

1 – оксидный слой; 2 – переходный слой; 3 – металлический слой

Fig. 4. Average values of strength (a) and ductility (b) of coating A:

1 – oxide layer; 2 – transition layer; 3 – metal layer

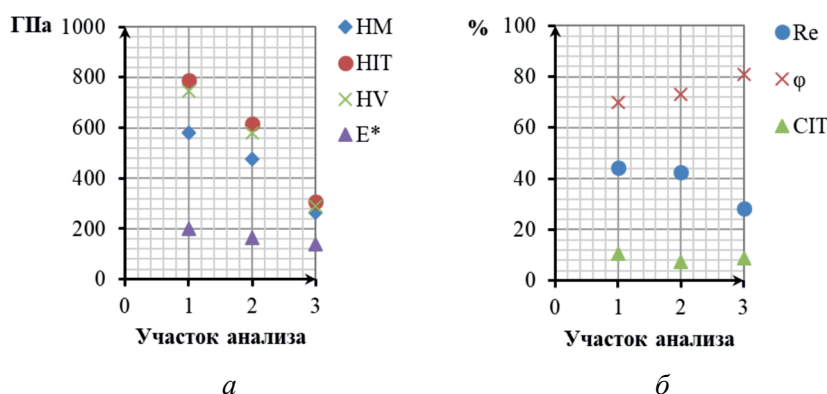


Рис. 5. Средние значения показателей прочности (а) и пластичности (б) покрытия Б:

1 – оксидный слой; 2 – переходный слой; 3 – металлический слой

Fig. 5. Average values of strength (a) and ductility (b) of coating B:

1 – oxide layer; 2 – transition layer; 3 – metal layer

Определение трибологических свойств
в условиях трения скольжения

Наиболее важное требование, предъявляемое к анализируемым в работе покрытиям, – стойкость в условиях изнашивания. Испытания в условиях трения скольжения позволяют выявить

общие закономерности поведения образцов при внешнем нагружении и сформировать рекомендации по их применению в реальных условиях эксплуатации [20–22].

Результаты трибологических испытаний покрытий в условиях трения скольжения представлены на рис. 6 и 7. Показано, что покрытие

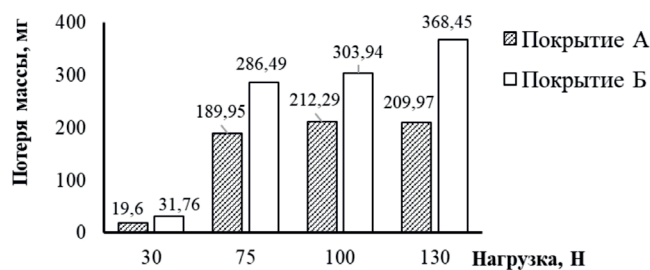
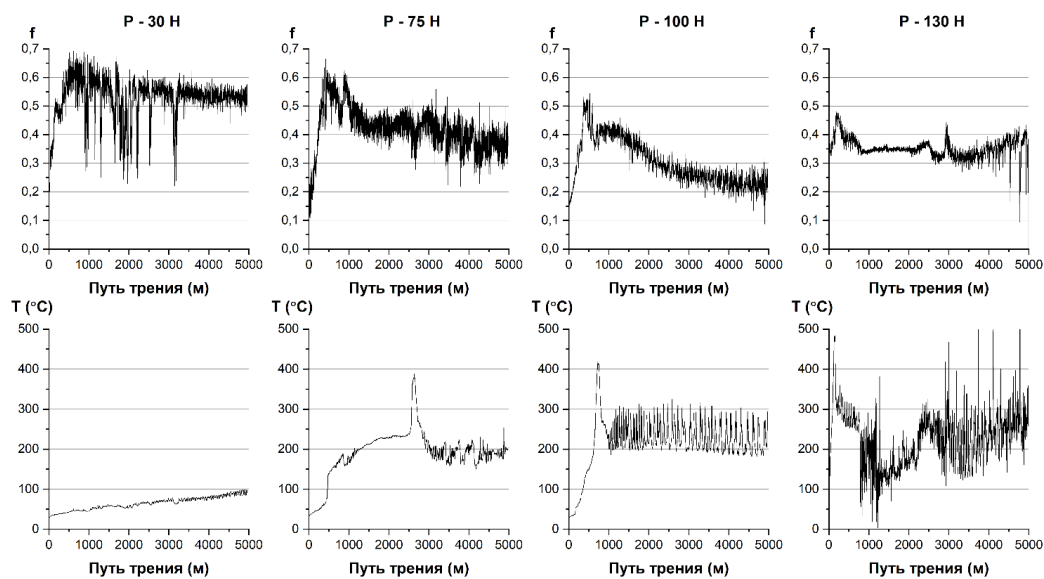
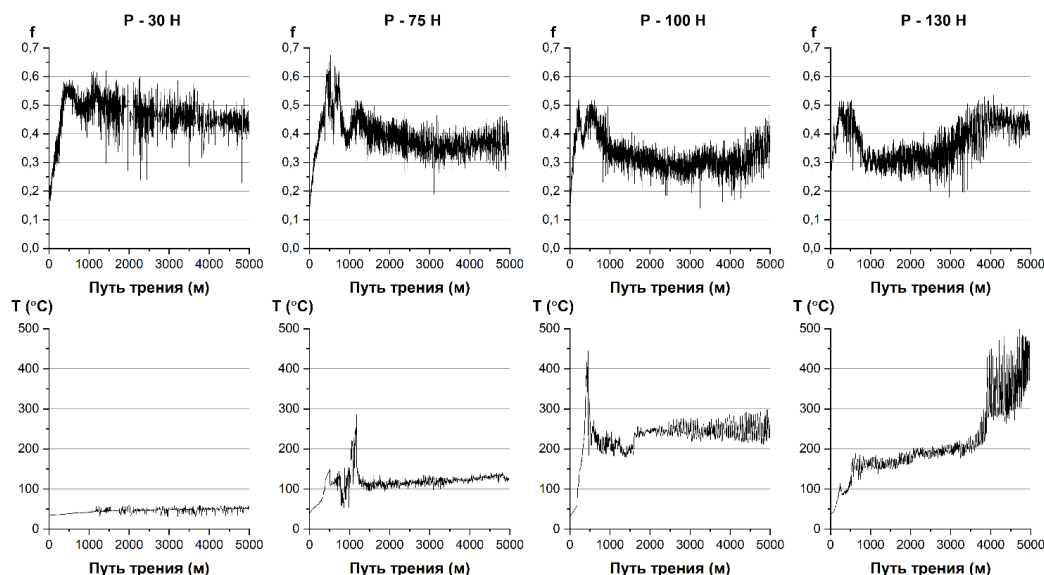


Рис. 6. Потеря массы образцов после испытаний в условиях трения скольжения

Fig. 6. Weight loss of specimens after testing under sliding friction conditions



a



б

Рис. 7. Коэффициент трения f и температура T (°C) при различных нагрузках вблизи поверхностей трения скольжения:

a – покрытие А; б – покрытие Б

Fig. 7. Friction coefficient f and temperature T (°C) near sliding friction surfaces:

a – coating A; б – coating B

состава А обладает повышенной износостойкостью по сравнению с покрытием состава Б, что также согласуется с данными, полученными по значениям микротвердости и микромеханических свойств (см. табл. 2–5) [23].

Покрытие А характеризуется минимальной потерей массы (примерно в 1,5 раза меньше, чем у покрытия Б) и максимальным коэффициентом трения $f \sim 0,3$.

На начальном этапе трения при нагрузке 30 Н протекает период приработки, характеризующийся наибольшими скоростями износа (потерей массы) и коэффициентами трения $f \sim 0,6$ для обоих покрытий. В дальнейшем при нагрузке 75 Н повышается температура фрикционного нагрева поверхности трения, что приводит к размягчению слоя окалины и снижению коэффициента трения до $\sim 0,4$ для обоих покрытий, что и

обеспечивает ускоренный переход к установившемуся изнашиванию.

При нагрузке 100...130 Н установившееся изнашивание на пути трения характеризуется практически одинаковым изменением потери массы (рис. 6), а также близкими уровнями коэффициента трения: $f \sim 0,3...0,4$ для покрытия А и $f \sim 0,4$ для покрытия Б (рис. 7). Стоит отметить, что температура фрикционного нагрева поверхностей трения в случае покрытия Б ниже. Особенно это заметно при трении с нагрузками 30 и 75 Н.

Исследование поверхностей изнашивания покрытий А и Б показало, что после испытаний на трение скольжения при нагрузках 30 и 75 Н развиваются процессы схватывания, характеризующиеся отрывом частиц внешнего покрытия (рис 8, а, б и рис. 9, а, б). При повы-

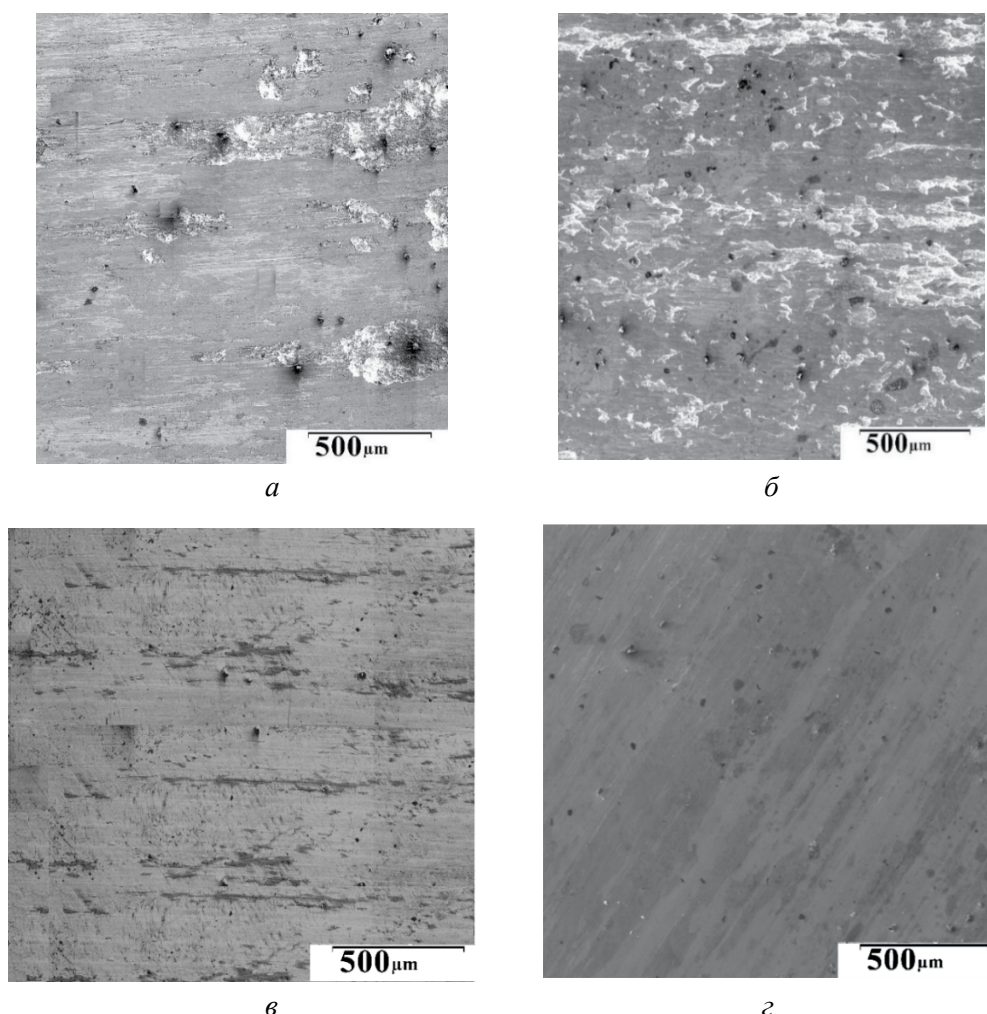


Рис. 8. Поверхности покрытия А после испытаний на трение скольжения:

а – нагрузка 30 Н; б – нагрузка 75 Н; в – нагрузка 100 Н; г – нагрузка 130 Н

Fig. 8. Coating A surfaces after sliding friction tests

а – load 30 N; б – load 75 N; в – load 100 N; г – load 130 N

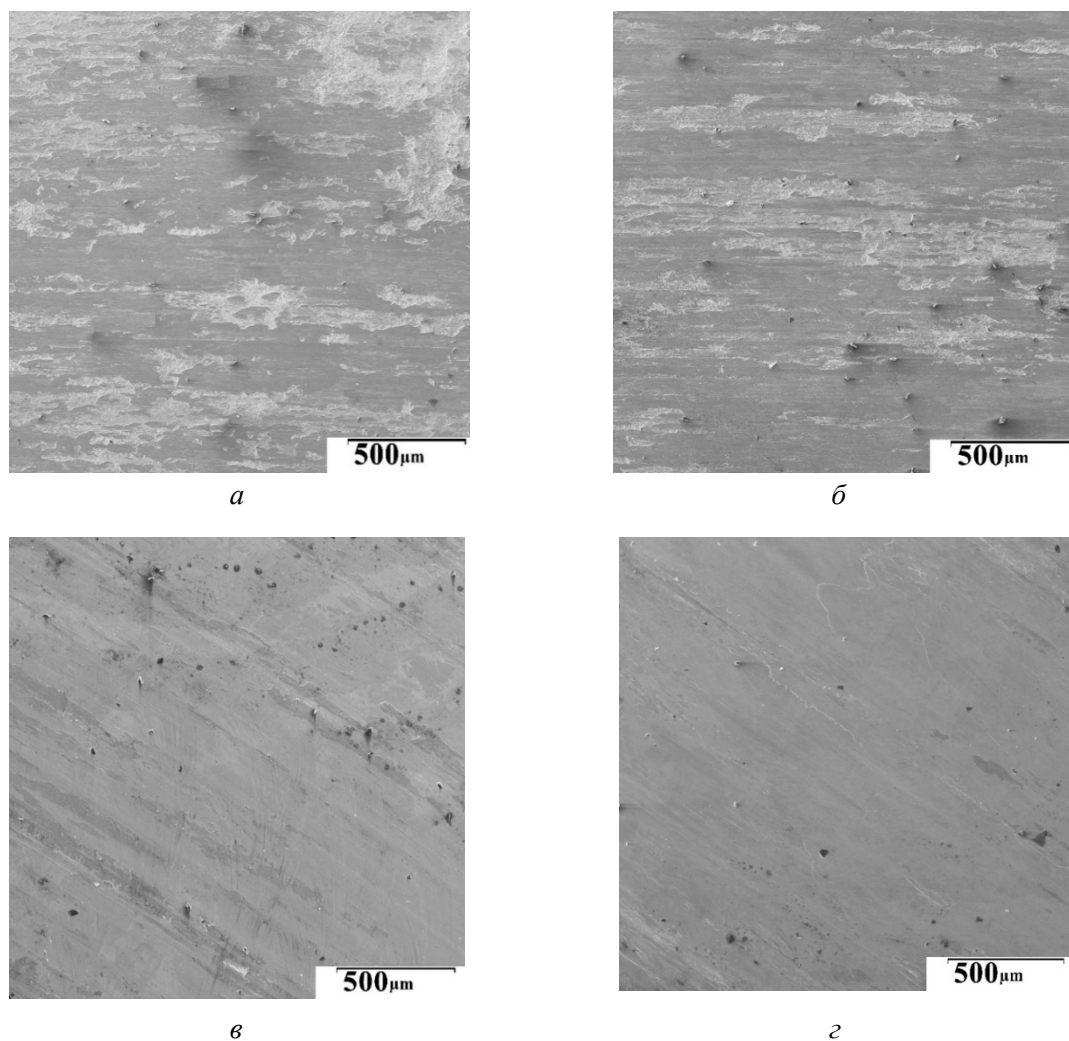


Рис. 9. Поверхности покрытия Б после испытаний на трение скольжения:
а – нагрузка 30 Н; б – нагрузка 75 Н; в – нагрузка 100 Н; г – нагрузка 130 Н

Fig. 9. Coating B surfaces after sliding friction tests
а – load 30 N; б – load 75 N; в – load 100 N; г – load 130 N

шении нагрузки (100 и 130 Н), когда оксидный слой практически полностью изнашивается, металлический слой покрытий составов А и Б обеспечивает переход к износу по механизму пластического отеснения (рис. 8, в, г и рис. 9, в, г), что соответствует снижению величины износа.

Исследование химического состава поверхностей изнашивания показало, что при всех выбранных нагрузках испытаний в условиях трения скольжения внутренние слои обоих составов сохранились при максимальной нагрузке 130 Н (табл. 6 и 7). Это подтверждает назначение указанных слоев препятствовать разрушению инструмента, что позволяет своевременно восстановить изношенные внешние слои.

Результаты исследований шероховатости поверхности покрытий А и Б показали, что после

испытаний на трение скольжения происходит сглаживание исходной шероховатости поверхности и уменьшение величины среднеарифметического отклонения профиля Ra . Минимальные значения среднеарифметического отклонения профиля Ra наблюдаются после нагрузки 30 Н ($Ra = 0,434$ мкм для покрытия А и $Ra = 0,99$ мкм для покрытия Б), когда происходит износ поверхностного оксидного слоя, который играет роль смазки. По мере возрастания нагрузки при трении скольжения от 75 Н до 130 Н происходит повышение средней величины Ra (см. рис. 10, в–д и рис 11, в–д).

Анализ микропрофиля поверхности, снятого в процессе 3D-профилометрии, показал, что после трения с нагрузкой 30 и 75 Н наблюдаются обо-

Таблица 6

Table 6

Химический состав поверхности износа покрытия А, ат. %
Chemical composition of the wear surface of the coating A, at. %

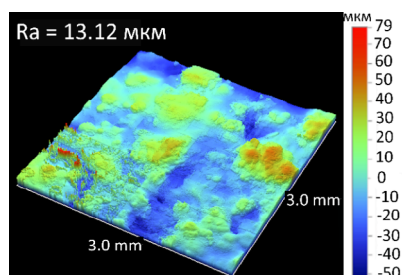
Нагрузка	Fe	O	Cr	Mn	Si	B	C
30 Н	56,30	4,87	0,23	0,11	0,14	7,15	4,87
75 Н	47,45	4,63	0,72	0,24	0,54	7,41	4,63
100 Н	63,03	9,63	2,42	1,15	1,84	11,40	8,00
130 Н	57,63	13,23	2,74	1,30	1,87	13,24	6,87

Таблица 7

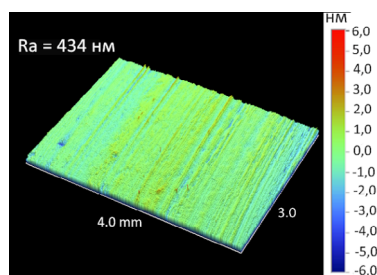
Table 7

Химический состав поверхности износа покрытия Б, ат. %
Chemical composition of the wear surface of the coating B, at. %

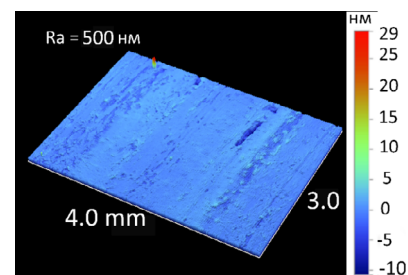
Нагрузка	Fe	O	Ni	Mn	Si	B	C
30 Н	60,59	38,02	0,13	0,20	0,17	0,00	0,00
75 Н	61,67	29,34	3,91	1,94	1,47	2,19	1,07
100 Н	61,06	28,25	4,80	2,17	1,76	2,46	1,48
130 Н	59,36	28,13	6,28	2,28	1,72	4,07	1,00



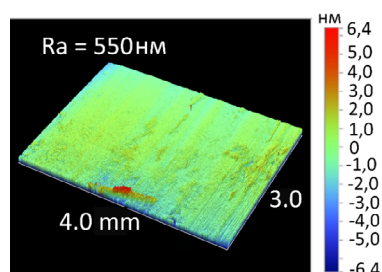
а



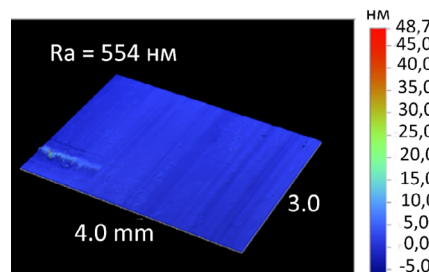
б



в



г



д

Рис. 10. Трехмерные профилограммы образца с покрытием А:

а – в исходном состоянии; б – после испытания на износ при нагрузке 30 Н; в – 75 Н; г – 100 Н; д – 130 Н

Fig. 10. 3D profilograms of the coated specimen A:

а – in the initial state; б – after a wear test at a load of 30 N; в – 75 N; г – 100 N; д – 130 N

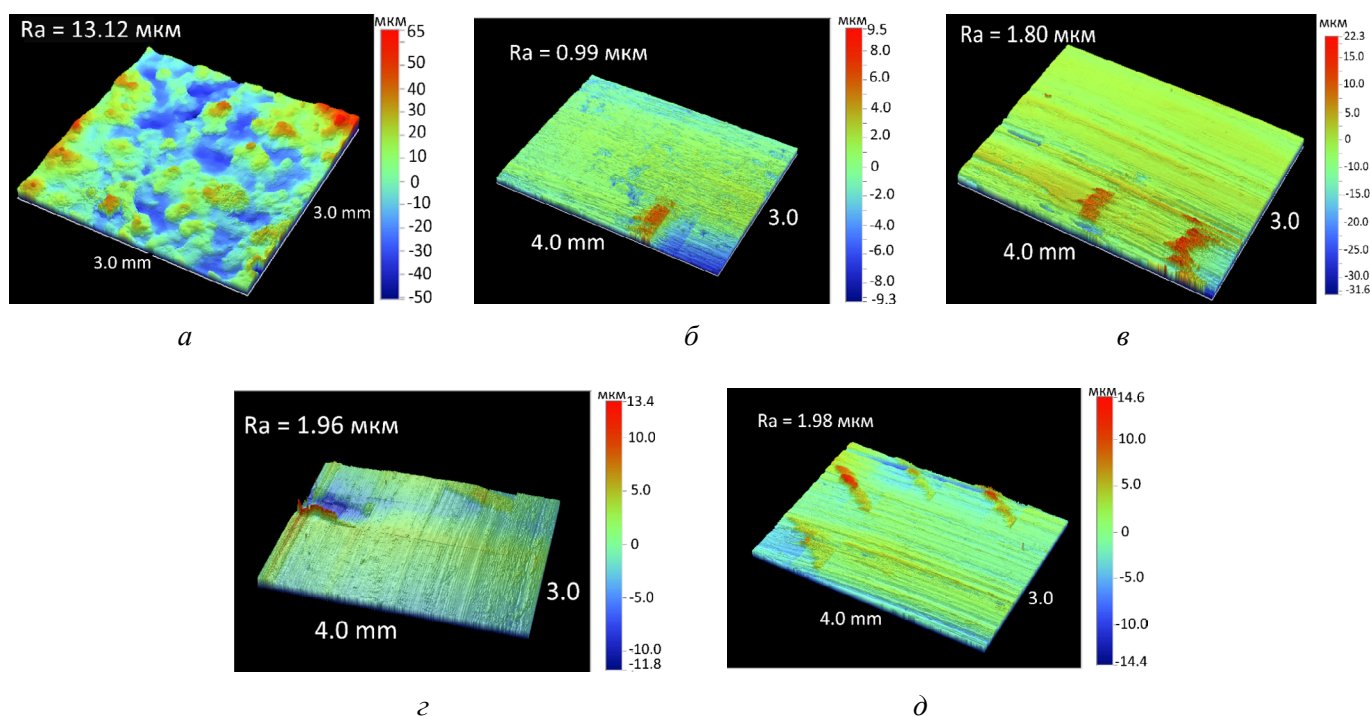


Рис. 11. Трехмерные профилограммы образца с покрытием Б:

а – в исходном состоянии; б – после испытания на износ при нагрузке 30 Н; в – 75 Н; г – 100 Н; д – 130 Н

Fig. 11. 3D profilograms of the coated specimen B:

а – in the initial state; б – after a wear test at a load of 30 N; в – 75 N; г – 100 N; д – 130 N

схватывания (рис. 10, б, в и рис. 11, б, в, показано стрелками). Для поверхностей после трения с нагрузкой 100 и 130 Н (рис. 10, г, д) характерно наличие однонаправленных выступов и впадин. Более высокие значения параметра шероховатости Ra для покрытия Б после испытаний на трение скольжения характеризуются наличием большего количества окислов на поверхности (см. табл. 6 и 7).

В результате исследований было установлено, что трибологические свойства исследованных покрытий зависят от химического состава напыляемого материала и образующихся упрочняющих фаз.

Образующиеся в процессе плазменного напыления упрочняющие фазы способствуют повышению микротвердости и износостойкости исследуемых материалов, а также снижению интенсивности изнашивания в условиях сухого трения скольжения.

Выводы

Высокотемпературные покрытия, полученные плазменным напылением, состоят из последовательно нанесенных слоев: первый внутрен-

ний металлический слой получен напылением самофлюсующихся порошков двух разных составов – системы Fe-Cr-Si-Mn-B-C (состав 1) и системы Fe-Ni-Si-Mn-B-C (состав 2); второй слой является переходным и получен напылением смеси высокотемпературных порошков составов 1 или 2 с порошком Fe в соотношении 50:50; внешний металлооксидный слой получен при напылении порошка Fe в окислительной атмосфере для образования на поверхности оксидного слоя, состоящего из смеси оксидов железа ($\text{FeO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_3\text{O}_4$). Общая толщина получаемых покрытий составляет 800...850 мкм.

Внутренний металлический слой характеризуется высокой твердостью (до 1030 HV 0,1 для покрытия состава 1 и 745 HV 0,1 для покрытия состава 2) и значениями показателя Re , что говорит о способности этого слоя сопротивляться механическому воздействию без пластического деформирования в упругой области.

Установлены высокие показатели пластичности внешних слоев (ползучести CIT и пластической составляющей работы ϕ), назначение которых – выступать в роли смазочного материала при высоких нагрузках эксплуатации.

В условиях сухого трения скольжения показано, что покрытие А обладает повышенной износостойкостью по сравнению с покрытием Б, коэффициент трения $f = 0,3$ для покрытия А и $f = 0,4$ для покрытия Б.

Исследование поверхностей изнашивания показало, что на поверхности полученных покрытий после испытаний на трение скольжения при нагрузке 30 и 75 Н развиваются процессы схватывания, а при увеличении нагрузки до 100 и 130 Н происходит переход к изнашиванию по механизму пластического оттеснения, что соответствует снижению величины износа. При всех выбранных нагрузках испытаний в условиях сухого трения скольжения высокотемпературные слои покрытий обоих составов сохранились при максимальной нагрузке 130 Н. После испытаний на трение скольжения зафиксировано значительное сглаживание поверхности и уменьшение среднеарифметического отклонения профиля Ra .

Список литературы

1. Гузанов Б.Н., Косицын С.В., Пугачева Н.Б. Упрочняющие защитные покрытия в машиностроении. – Екатеринбург: УрО РАН, 2004. – 244 с. – ISBN 5-7691-1405-3.
2. Serin K., Pehle H.J. Improved service life for hot forming tools in seamless tube plants // Stahl und Eisen. – 2014. – Vol. 134 (11). – P. 161–174.
3. Sivakumar R., Mordike B.L. High temperature coatings for gas turbine blades: a review // Surface and Coatings Technology. – 1989. – Vol. 37 (2). – P. 139–160. – DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.
4. Подшивалкин С.А., Торбеев А.Н. Структура и свойства оксидированных покрытий // Master's Journal. – 2012. – № 2. – С. 91–98.
5. Nanocrystalline structure of the surface layer of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings obtained upon preliminary induction heat treatment of metal base / A.A. Fomin, A.B. Steinhauer, V.N. Lyasnikov, S.B. Wenig, A.M. Zakharevich // Technical Physics Letters. – 2012. – Vol. 38 (5). – P. 481–483. – DOI: 10.1134/S1063785012050227.
6. Сазоненко И.О., Земуов В.А., Юрчак А.Н. К вопросу повышения стойкости оправок прошивных станков // Литье и металлургия. – 2012. – № 4. – С. 135–138.
7. Пухов Е.В., Загоруйко К.В. Результаты экспериментальных исследований износостойкости поверхности коленчатого вала, восстановленной методом газопламенного нанесения самофлюсующихся порошков // Международный технико-экономический журнал. – 2020. – № 4. – С. 45–52. – DOI: 10.34286/1995-4646-2020-73-4-45-52.
8. Манойло Е.Д., Радченко А.А., Шардаков С.Н. Непрерывное газопламенное нанесение покрытий из порошков самофлюсующихся сплавов на штанговые муфты нефтяных насосов // Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка: сборник докладов 13-го Международного симпозиума: в 2 ч. – Минск, 2023. – Ч. 2. – С. 171–186.
9. Development of ion-plasma refractory metallic layers of heat-insulating coatings for cooled turbine rotor blades / S.A. Budinovskiy, S.A. Muboyadzhyan, A.M. Gayamov, P.V. Matveev // Metal Science and Heat Treatment. – 2014. – Vol. 55. – P. 652–657. – DOI: 10.1007/s11041-014-9684-2.
10. Krivonosova E., Gorchakov A. Micro-arc oxidation as efficient technology of increasing of wear resistance of aluminum alloy // Elektrotechnika & Electronica E+E. – 2013. – Vol. 48 (5–6). – P. 352–355.
11. Iida S., Hidaka Y. Influence of iron oxide of carbon steel on lubricating properties in seamless pipe hot rolling and the effectiveness of borax application // Tetsuto-Hagane / Journal of the Iron and Steel Institute of Japan. – 2010. – Vol. 96 (9). – P. 550–556. – DOI: 10.2355/tetsutohagane.96.550.
12. Rodionov I.V. Application of the air-thermal oxidation technology for producing biocompatible oxide coatings on periosteal osteofixation devices from stainless steel // Inorganic Materials: Applied Research. – 2013. – Vol. 4 (2). – P. 119–126. – DOI: 10.1134/S2075113313020159.
13. Oxidation behavior and mechanism of porous nickel-based alloy between 850 and 1000 °C / Y. Wang, Y. Liu, H. Tang, W. Li, C. Han // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2017. – Vol. 27 (7). – P. 1558–1568. – DOI: 10.1016/S1003-6326(17)60177-8.
14. Марьин Д.М., Глуценко А.А., Салахутдинов И.Р. Снижение износа поршней двигателя внутреннего сгорания оксидированием рабочих поверхностей головок // Транспорт. Транспортные сооружения. Экология. – 2018. – № 2. – С. 71–79. – DOI: 10.15593/24111678/2018.02.08.
15. Герасимов Ю.Л., Авдеев С.В., Бобарикин Ю.Л. Исследование влияния особенностей оксидированного покрытия прошивных оправок на их эксплуатационную стойкость // Черные металлы. – 2017. – № 7. – С. 46–49.
16. Oliver W.C., Pharr J.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. – 1992. – Vol. 7 (6). – P. 1564–1583. – DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
17. Химический состав, структура и микротвердость многослойных высокотемпературных покры-

тий / Н.Б. Пугачева, Ю.В. Николин, Т.М. Быкова, Л.С. Горулева // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2022. – Т. 24, № 4. – С. 138–150. – DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.4-138-150.

18. *Cheng Y.T., Cheng C.M.* Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation // *Applied Physics Letters*. – 1998. – Vol. 73 (5). – P. 614–618. – DOI: 10.1063/1.121873.

19. *Page T.F., Hainsworth S.V.* Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique // *Surface and Coatings Technology*. – 1993. – Vol. 61 (1–3). – P. 201–208. – DOI: 10.1016/0257-8972(93)90226-E.

20. *Гузанов Б.Н., Пугачева Н.Б., Быкова Т.М.* Эрозионная стойкость комбинированного многослойного покрытия для защиты ответственных деталей современных газовой-турбинных двигателей // *Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures*. – 2021. – № 2. – С. 6–21. – DOI: 10.17804/2410-9908.2021.2.006-021.

21. *Гузанов Б.Н., Обабков Н.В., Мизгачева Г.Н.* Разработка и исследование многослойных комбинированных покрытий высокотемпературного назначения // *Sciences of Europe*. – 2017. – № 16-1 (16). – С. 83–88.

22. *Sivakumar R., Mordike B.L.* High temperature coatings for gas turbine blades: a review // *Surface and Coatings Technology*. – 1989. – Vol. 37 (2). – P. 139–160. – DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.

23. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12X18H10T наноструктурирующей фрикционной обработкой / А.В. Макаров, П.А. Скорынина, А.Л. Осинцева, А.С. Юровских, Р.А. Саврай // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2015. – № 4 (69). – С. 80–92. – DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2024 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>).



Obrabotka metallov - Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Structural features and tribological properties of multilayer high-temperature plasma coatings

Natalia Pugacheva^{1, 2, a}, Tatyana Bykova^{1, 2, b, *}, Vitaly Sirosh^{3, c}, Alexey Makarov^{3, d}

¹ Institute of Engineering Science Ural Branch, Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya str., Yekaterinburg, 620049, Russian Federation

² Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, 19 Mira str., Ekaterinburg, 620002, Russian Federation

³ M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy str., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

^a <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>, nata5-4@yandex.ru; ^b <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>, tatiana_8801@mail.ru;

^c <https://orcid.org/0000-0002-8180-9543>, sirosh.imp@yandex.ru; ^d <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>, av-mak@yandex.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 31 May 2024

Revised: 22 June 2024

Accepted: 08 July 2024

Available online: 15 September 2024

Keywords:

Plasma spraying

Multilayer coating

Iron oxide

Strengthening phases

Micromechanical properties

Friction coefficient

Wear resistance

Funding

The work was carried out within the framework of the state assignment of the IMASH Ural Branch of the Russian Academy of Sciences on topic No. 124020700063-3 on the equipment of the Center for Shared Use "Plastometry".

The work was carried out within the framework of the state assignment of the Institute of Physics and Mathematics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences on the topic "Structure" No. 122021000033-2.

ABSTRACT

Introduction. Multilayer high-temperature coatings obtained using plasma spraying, are studied. The combination of layers of different chemical and phase compositions made it possible to increase wear resistance by 1.5–2.0 times. **The purpose of this work** is to study the influence of the chemical composition of sprayed coatings on the phase composition, structure, micromechanical and tribological characteristics under conditions of dry sliding friction of surface layers. **Materials and methods of research.** Coatings A and B consist of sequentially sprayed layers. The first and second layers were sprayed in a reducing atmosphere: the *first layer* was a heat-resistant self-fluxing powder of two systems: 1 – Fe-Cr-Si-Mn-B-C for coating A and 2 – Fe-Ni-Si-Mn-B-C for coating B; the *second layer* was a mixture of self-fluxing powder with iron powder in a 1:1 ratio. The *third layer* was obtained by spraying iron powder in an oxidizing atmosphere to form a metal oxide coating. To create a layer of scale on the surface, coated specimens were subjected to high-temperature annealing at a temperature of 1,000 °C. The chemical composition and nature of the distribution of elements over the thickness of the coatings were determined by micro-X-ray spectral analysis using a TWSCAN scanning electron microscope with an Oxford energy-dispersive attachment. Microhardness and micromechanical properties were studied using an instrumental microhardness tester of the Fischerscope HM2000 Xym system at a load of 0.980 N. Determination of tribological properties was carried out on a laboratory installation using the "finger-disc" scheme at loads of 30, 75, 100 and 130 N. To measure roughness parameters and obtain 3-D profilometry of surfaces after testing, a non-contact profilometer-profiler Optical profiling system Veeco WYKO NT 1100 was used. **Results and discussion.** Metallographic studies have shown that the formed multilayer coatings consist of an internal metal layer and an external oxide layer with a total thickness of the entire coating up to 800–850 µm. It is established that the first sprayed layer has the highest level of microhardness, which is due to the high-volume fraction of the strengthening phases contained in it (~ 95 %). It is shown that the coating A has increased wear resistance, which is expressed by minimal weight loss (~ 1.5 times less than that of the coating of the coating B), the friction coefficient was $f = 0.3$ for coating A and $f = 0.4$ for coating B. The study of wear surfaces has shown that for all selected test loads under sliding friction conditions, the coating of both compositions was preserved, even at a maximum load of 130 N.

For citation: Pugacheva N.B., Bykova T.M., Sirosh V.A., Makarov A.V. Structural features and tribological properties of multilayer high-temperature plasma coatings. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2024, vol. 26, no. 3, pp. 250–266. DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.3-250-266. (In Russian).

References

1. Guzanov B.N., Kositsyn S.V., Pugacheva N.B. *Uprochnyayushchie zashchitnye pokrytiya v mashinostroenii* [Reinforcing protective coatings in engineering industry]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2003. 244 p. ISBN 5-7691-1405-3.
2. Serin K., Pehle H.J. Improved service life for hot forming tools in seamless tube plants. *Stahl und Eisen*, 2014, vol. 134 (11), pp. 161–174.

* Corresponding author

Bykova Tatiana M., Ph.D. (Engineering), Senior Researcher
 Institute of Engineering Science Ural UB RAS,
 34 Komsomolskaya str.,
 620049, Yekaterinburg, Russian Federation
 Tel.: +7 343 362-30-43, e-mail: tatiana_8801@mail.ru



3. Sivakumar R., Mordike B.L. High temperature coatings for gas turbine blades: a review. *Surface and Coatings Technology*, 1989, vol. 37 (2), pp. 139–160. DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.
4. Podshivalkin S.A., Torbeev A.N. Struktura i svoystva oksidirovannykh pokrytii [Structure and properties of oxidized coatings]. *Master's Journal*, 2012, no. 2, pp. 91–98. (In Russian).
5. Fomin A.A., Steinhauer A.B., Lyasnikov V.N., Wenig S.B., Zakharevich A.M. Nanocrystalline structure of the surface layer of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings obtained upon preliminary induction heat treatment of metal base. *Technical Physics Letters*, 2012, vol. 38 (5), pp. 481–483. DOI: 10.1134/S1063785012050227.
6. Sazonenko I.O., Zemuov V.A., Yurchak A.N. K voprosu povysheniya stoikosti opravok proshivnykh stanov [To the matter of stabilization of saddles of punch mills]. *Lit'e i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2012, no. 4, pp. 135–138. (In Russian).
7. Pukhov E.V., Zagoruyko K.V. Rezul'taty eksperimental'nykh issledovaniy iznosostoikosti poverkhnosti kolenchatogo vala, vosstanovlennoi metodom gazoplamnennogo naneseniya samoflyusuyushchikhsya poroshkov [The results of experimental studies of the wear resistance of the surface of the crankshaft restored by the method of flame application of self-fluxing powders]. *Mezhdunarodnyi tekhniko-ekonomicheskii zhurnal = The International Technical-Economic Journal*, 2020, no. 4, pp. 45–52. DOI: 10.34286/1995-4646-2020-73-4-45-52. (In Russian).
8. Manoilo E.D., Radchenko A.A., Shardakov S.N. [Continuous gas-flame coating of self-fluxing alloy powders on rod couplings of oil pumps]. *Poroshkovaya metallurgiya: inzheneriya poverkhnosti, novye poroshkovye kompozitsionnye materialy. Svarka* [Powder metallurgy: surface engineering, new powder composite materials. Welding]. Collection of reports of the 13th International Symposium. Pt. 2. Minsk, 2023, pp. 171–186. (In Russian).
9. Budinovskiy S.A., Muboyadzhyan S.A., Gayamov A.M., Matveev P.V. Development of ion-plasma refractory metallic layers of heat-insulating coatings for cooled turbine rotor blades. *Metal Science and Heat Treatment*, 2014, vol. 55, pp. 652–657. DOI: 10.1007/s11041-014-9684-2.
10. Krivososova E., Gorchakov A. Micro-arc oxidation as efficient technology of increasing of wear resistance of aluminum alloy. *Elektrotehnika & Elektronika E+E*, 2013, vol. 48 (5–6), pp. 352–355.
11. Iida S., Hidaka Y. Influence of iron oxide of carbon steel on lubricating properties in seamless pipe hot rolling and the effectiveness of borax application. *Tetsu-to-Hagane / Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 2010, vol. 96 (9), pp. 550–556. DOI: 10.2355/tetsutohagane.96.550.
12. Rodionov I.V. Application of the air-thermal oxidation technology for producing biocompatible oxide coatings on periosteal osteofixation devices from stainless steel. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2013, vol. 4 (2), pp. 119–126. DOI: 10.1134/S2075113313020159.
13. Wang Y., Liu Y., Tang H., Li W., Han C. Oxidation behavior and mechanism of porous nickel-based alloy between 850 and 1000 °C. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2017, vol. 27 (7), pp. 1558–1568. DOI: 10.1016/S1003-6326(17)60177-8.
14. Mar'in D.M., Glushchenko A.A., Salakhutdinov I.R. Snizhenie iznosa porshnei dvigatelya vnutrennego sgoraniya oksidirovaniem rabochikh poverkhnostei golovok [Reduced wear of pistons of internal combustion engine by oxidation of the working surfaces of the heads]. *Transport. Transportnye sooruzheniya. Ekologiya = Transport. Transport facilities. Ecology*, 2018, no. 2, pp. 71–79. DOI: 10.15593/24111678/2018.02.08.
15. Gerasimov Yu.L., Avdeev S.V., Bobarikin Yu.L. Issledovanie vliyaniya osobennostei oksidirovannogo pokrytiya proshivnykh opravok na ikh ekspluatatsionnyuyu stoikost' [Study of the influence of the features of the oxidized coating of piercing mandrels on their operational durability]. *Chernye metally = Stahl und Eisen*, 2017, no. 7, pp. 46–49. (In Russian).
16. Oliver W.C., Pharr J.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7 (6), pp. 1564–1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
17. Pugacheva N.B., Nikolin Yu.V., Bykova T.M., Goruleva L.S. Chemical composition, structure and microhardness of multilayer high-temperature coatings. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2022, vol. 24, no. 4, pp. 138–150. DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.4-138-150. (In Russian).
18. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation. *Applied Physics Letters*, 1998, vol. 73 (5), pp. 614–618. DOI: 10.1063/1.121873.
19. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surface and Coatings Technology*, 1993, vol. 61 (1–3), pp. 201–208. DOI: 10.1016/0257-8972(93)90226-E.

20. Guzanov B.N., Pugacheva N.B., Bykova T.M. Corrosion and erosion resistance of the combined multilayer coating for the protection of critical parts of modern gas turbine engines. *Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures*, 2021, iss. 2, pp. 6–21. DOI: 10.17804/2410-9908.2021.2.006-021. (In Russian).
21. Guzanov B.N., Obabkov N.V., Migacheva G.N. Development and research of multi-layer composite coatings high temperature. *Sciences of Europe*, 2017, no. 16-1 (16), pp. 83–88. (In Russian).
22. Sivakumar R., Mordike B.L. High temperature coatings for gas turbine blades: a review. *Surface and Coatings Technology*, 1989, vol. 37 (2), pp. 139–160. DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.
23. Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A.L., Yurovskikh A.S., Savray R.A. Improving the tribological properties of austenitic 12Kh18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2015, no. 4 (69), pp. 80–92. DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92. (In Russian).

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2024 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>).