

мен сыну мөндері бір-бірімен байланысты. Мембрана арқылы сутегі ағыны үлкен көлемде өткен сайын, оның бұзылуы жиілейді. Ол, мембраналар изотермиялық әсерінен кейін температураның тегіс төмендету бақылау жағдайымен салыстырғанда циклдық вариация температура жағдайында сутегі өткізгіштігінің сынғанға дейін жұмыс жасау уақытының едәуір көп ұзақтығын және сутегіөткізгіштіктің ұзақтығын көрсететіні анықталды. Бұл құбылыс қатты 500-600°C диапазон аралағындағы температурада тантал және ниобийда сутегінің еруінің әртүрлі өзгеруі арқылы түсіндіріледі, бәлкім сутегі диффузия ықпал етеді, тантал және ниобиде сутегінің орташа концентрациясының төмендеуіне алап келеді нәтижесінде олардың пластикалық қасиетін арттырады. Температураны циклды өзгерту жағдайында ниобий мембраналардың сутегіөткізгіштігінің оңтайлы режимі және мембрананың сыуға дейінгі аралығы 500 кПа қысымда 535-555°C, ал тантал бойынша 555-568°C және 300-500 кПа. Мембрананың сутегімен байланысынан кейін бетін зерттеу, олардың жарылуының негізгі себебі мембрананың кеңеюі кезінде түзілетін қатпарлардың қиылысында туындайтын микрожарықтар екенін көрсетті. Ол қатпарлардың қиылысын және одан ұтымды нысанын болдырмау үшін жағдай жасау айтарлықтай сутегі-өткізгіштігіне мембраналар қызмет мерзімін ұлғайтуға мүмкіндік береді деп күтілуде. Тантал мен ниобий мембраналарының бетінің техникалық тазасутегімен байланысында, жұқа тотықты пленкамен жабылады. Бұл ұзақ уақыт бойы сутегі өткізгіштігінің азаюына әкеледі.

Түйін сөздер: сутегіөткізгіштік, жұқа мембрана, ниобий, тантал, кеңею, сутегі.

РЕЗЮМЕ

В работе представлены результаты измерения водородопроницаемости мембран из фольг ниобия и тантала толщиной 40 мкм. Измерения были проведены в атмосфере водорода технической чистоты при плавном снижении температуры с последующей изотермической выдержкой и в условиях циклического колебания температуры. Показано, что на водородопроницаемость ниобиевой и танталовой мембраны влияние оказывают температура и величина избыточного давления. Уменьшение температуры вызывает снижение водородопроницаемости. Повышение давления водорода сокращает период до достижения максимума водородопроницаемости. Это указывает на то, что увеличение перепада давления газа ускоряет насыщение мембраны водородом. Величины водородопроницаемости и продолжительности работы мембраны до разрушения являются взаимосвязанными. Чем больше поток водорода через мембрану, тем быстрее происходит ее разрушение. При функционировании мембран в условиях циклического колебания температуры период до их разрушения больше в сравнении с наблюдаемым у мембран при плавном снижении температуры с последующей изотермической выдержкой. Это явление объяснено существенным изменением растворимости водорода в ниобии и тантале в интервале 500-600 °С. Вероятно, циклическое изменение температуры приводит к снижению средней концентрации водорода в ниобии и тантале и как следствие повышает их пластичность. В условиях циклического изменения температуры оптимальные водородопроницаемость и период до разрушения мембраны из ниобия демонстрируют в интервале 535-555 °С при давлении 500 кПа, а мембраны из тантала в интервале 555-568 °С и 300-500 кПа. Исследование поверхности мембран после контакта с водородом показало, что основной причиной их прорыва являются микротрещины, возникающие при пересечении складок, образующихся при дилатации мембраны. Предполагается, что создание условий для предотвращения пересечения складок и их более упорядоченного формирования позволит существенно увеличить ресурс работы водородопроницаемых мембран. При контакте с водородом технической чистоты поверхность мембран из тантала и ниобия покрывается тонкой оксидной пленкой. Это приводит к снижению водородопроницаемости с течением времени.

Ключевые слова: водородопроницаемость, тонкие мембраны, ниобий, тантал, дилатация, водород

Received 21.08.2017.

УДК 669.14; 539.231

**Комплексное использование
минерального сырья. № 3. 2017.**

Ж. Б. САГДОЛДИНА^{1,2}, М. К. СКАКОВ¹, Б. К. РАХАДИЛОВ^{1,3}, А. А. ЖАДЫРАНОВА¹*

¹*Национальный ядерный центр МЭ РК, Курчатов, Казахстан*

²*Государственный университет им. Шакарима, Семей, Казахстан*

³*Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан, *e-mail: Sagdoldina@mail.ru*

ПОЛУЧЕНИЕ TiN/Al₂O₃ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ МЕХАНИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Резюме: Представлены результаты исследования морфологии поверхности и механические свойства покрытий TiN/Al₂O₃, полученных методом механического сплавления (МС). Установлено, что формирование морфологии поверхности покрытий из порошковых материалов на подложке зависит от эффективности пребывания компонентов порошка в зоне динамической нагрузки удара шаров. Рентгенофазовое исследование TiN/Al₂O₃ покрытий показало уширение дифракционных пиков, что

свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в процессе механического сплавления. Возможно, под действием ударов шаров происходит дислокационное скольжение в структуре Al_2O_3 , которое приводит к образованию протяженных (плоских) дефектов упаковки и остаточных микронапряжений в решетке. Предполагается, что механизм формирования покрытий в процессе МС связан с деформационным перемешиванием, которое приводит к образованию структурных дефектов; миграция структурных дефектов придает подвижность атомной структуре, способствуя образованию новых соединений или твердых растворов. В исследуемой системе присутствуют как исходные компоненты покрытий, так и зародыши ряда новых соединений. Была исследована адгезионная прочность Al_2O_3/TiN покрытий на поверхности титанового сплава до и после отжига при $900\text{ }^\circ\text{C}$ методом скратч-тестирования. В результате испытаний определялась минимальная нагрузка, которая приводила к разрушению покрытия. Оценка адгезионной прочности покрытий до и после отжига показала значительное улучшение адгезии покрытий после отжига при $900\text{ }^\circ\text{C}$. Улучшение адгезии после отжига может быть связано с диффузионными процессами, которые могут облегчать структурную релаксацию после процесса деформационного перемешивания. Показано, что износостойкость Al_2O_3/TiN покрытий после отжига при $900\text{ }^\circ\text{C}$ возрастает в два раза, микротвердость - в три раза относительно титана ВТ1-0.

Ключевые слова: механическое сплавление, адгезия, отжиг, износостойкость, морфология, оксидно-алюминиевое керамическое покрытие, нитрид титана

Введение. Для упрочнения изделий и улучшения физико-механических свойств поверхности металлов и сплавов применяют защитные покрытия, обладающие высокими физико-механическими и химическими показателями: твердостью, стойкостью к износу и т. д., что позволяет значительно повысить ресурс и надежность конструктивных деталей. Для изготовления защитных покрытий, отвечающих ряду вышеперечисленных требований, широко применяют оксидно-алюминиевую керамику. Применяемые на практике методы модификации поверхности защитными покрытиями на основе керамики не всегда могут напрямую привести к желаемому эффекту. Основная трудность нанесения керамических покрытий на основе тугоплавких оксидов состоит в необходимости применения высоких температур, уровень которых недопустим для металлических основ. Существует потребность в разработке новых методов, которые позволяют наносить оксидную керамику на поверхность металла, имеющего более низкую температуру плавления.

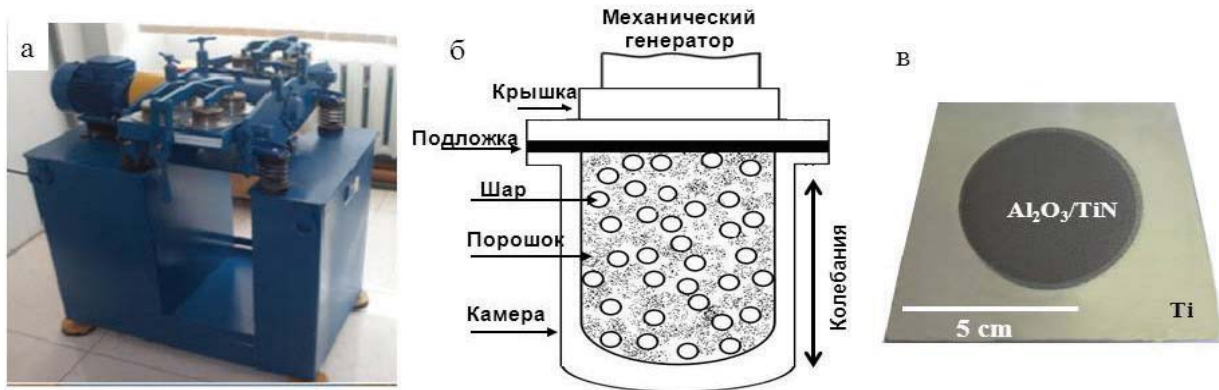
Метод механического сплавления (МС) является сравнительно новым направлением в области модификации поверхности металла путем нанесения покрытий. Идея применения метода МС для получения защитных покрытий берет свое начало от отрицательного явления налипания порошка на поверхности шаров и рабочей камеры. В 1993 году впервые было акцентировано внимание на образовании $Ti-Al-ZrO_2$ покрытий толщиной 8 мкм на поверхности стальных шаров в процессе механического сплавления [1]. Идея данного метода состоит в использовании энергии удара движущегося шара для нанесения покрытий на металлические поверхности, рисунок 1 б. В работе [2] механохимический метод был применен в качестве нового способа нанесения металлических покрытий на поверхности стали и алюминия. Значимые исследования по применению метода МС для по-

лучения защитных покрытий на поверхности металлов и сплавов проводятся в работах [3-5].

Согласно литературным данным, оксид алюминия и нитрид титана в исходном состоянии обладают очень высокой микротвердостью ($\alpha-Al_2O_3 = 20$ ГПа и $TiN = 20,5$ ГПа). Трудность состоит именно в выборе методов и условий их осаждения, поскольку в результате необходимо получить защитный слой с хорошей адгезией и высокой твердостью [6]. В данной работе исследована возможность применения метода МС для нанесения керамических покрытий на основе TiN/Al_2O_3 на поверхности титана. Система Al_2O_3-TiN не относится к эвтектическим системам, но входит в систему сосуществующих тугоплавких веществ и представляет большой интерес для создания спеченных композиций с уникальными свойствами. Минералокерамика Al_2O_3/TiN используется в качестве режущей керамики под названием «кортинит» в промышленности для обработки широкого спектра сталей и сплавов. Таким образом, получение керамического покрытия, обладающего высокими адгезионными свойствами по отношению к материалу подложки, изучение физических характеристик этих материалов является актуальным.

Экспериментальная часть. Эксперименты по получению керамических покрытий проводились на базе Государственного университета имени Шакарима города Семей на вибрационной установке СВУ-2 (Стенд вибрационный универсальный), рисунок 1 а.

Пластина из технического чистого титана ВТ1-0 вырезалась размером $3 \times 70 \times 70$ мм³. Средняя шероховатость Ra пластины была ниже 0,7 мкм. Для нанесения покрытий были использованы фракции порошка TiN с размером частиц 1,5 мкм, порошка Al_2O_3 с размером частиц 5 мкм. В качестве исходных материалов использовали порошки: TiN и Al_2O_3 , в соотношениях 1:1 (общая масса порошка



(а) вибрационная установка СВУ-2; (б) схематическое изображение метода МС; (в) Ti подложка с покрытием TiN/Al₂O₃

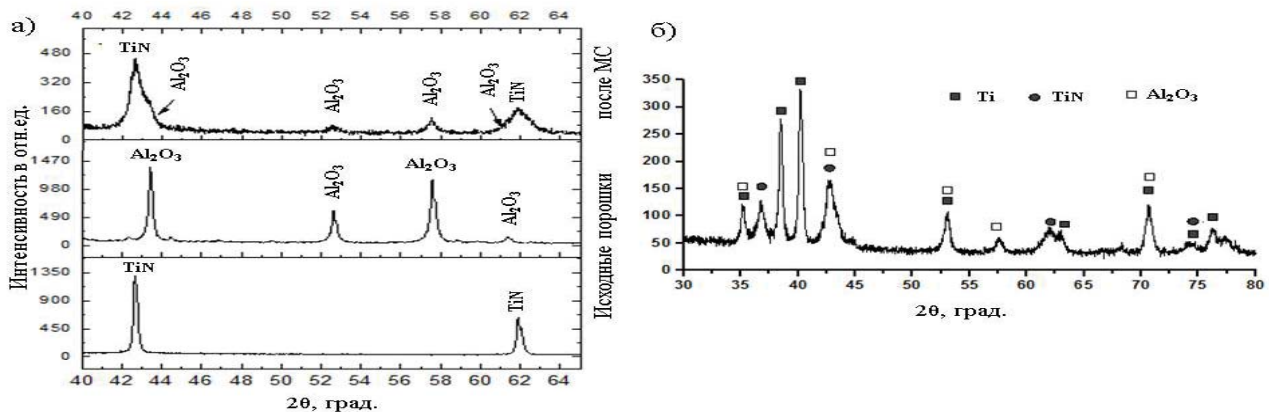
Рисунок 1 – Установка и схема метода механического сплавления

3 г). Параметры процесса МС для нанесения покрытия: время нанесения – 1 час; частота колебания механовибратора – 80 Гц; количество стальных шаров – 130 шт.; диаметр шаров – 8 мм и соотношение массы шаров к массе порошка – 65:1. Процесс МС был выполнен в обычной атмосфере. Толщина Al₂O₃/TiN покрытий на поверхности титана составила 11-16 мкм. Вакуумный отжиг (вакуум 10⁻³ Па) полученных образцов проведен при температурах 600 °С и 900 °С в течение 2 часов с последующим охлаждением в печи.

Морфологию и элементный состав покрытий исследовали на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM-6390LV6390. Рентгеноструктурные исследования образцов покрытий выполняли известными методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН6 с использованием CuKα-излучения при напряжении 35 кВ. Методом

нанесения царапины при изменяющейся во времени нагрузке от 0,01 Н до 10 Н была исследована адгезионная прочность керамических покрытий Al₂O₃/TiN на поверхности титана до и после вакуумного отжига при 900 °С на приборе Micro Scratch Tester. Трибологические характеристики покрытий исследовались на трибометре ТНТ-S-AX0000 методом шар-диск. В качестве контртела был применён шарик из ВК6М диаметром 2 мм. Параметры исследований были одинаковы для исследуемых образцов: нагрузка 2 Н, скорость 2 см/с, при комнатной температуре. Измерение микротвердости проведены по методике Виккерса на полуавтоматическом микротвердомере SHIMADZU при нагрузке 100 г.

Результаты и их обсуждение. На рисунке 2 показаны дифрактограммы исходных порошков, остатка порошка после нанесения покрытия и



а) порошковые компоненты покрытия; б) Al₂O₃/TiN покрытие на поверхности титанового сплава

Рисунок 2 – Дифрактограммы исходных порошков и покрытий

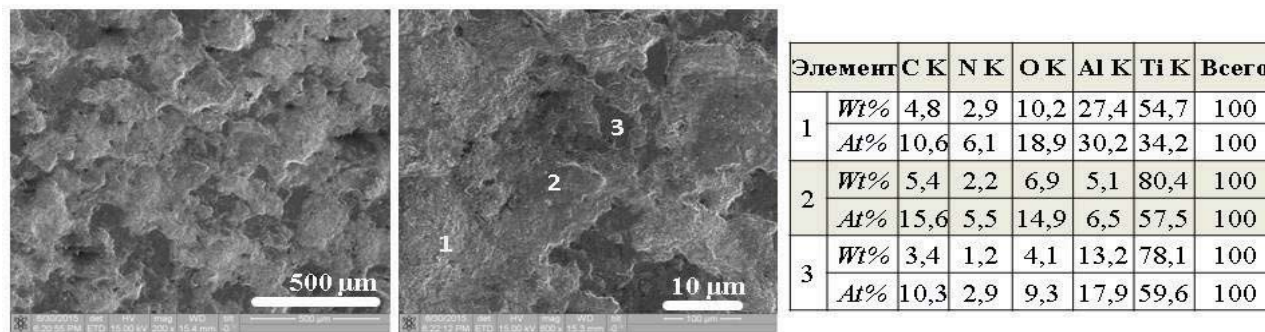


Рисунок 3 – РЭМ изображение поверхности Al_2O_3/TiN покрытий с результатами энергодисперсионного микроанализа

Al_2O_3/TiN покрытий на поверхности титана. Рентгенографическое исследование фазового состава полученных покрытий показало уширение дифракционных пиков, что свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в процессе МС [7].

В ранее проведенной работе [8] предполагается, что в процессе МС механизм твердофазного взаимодействия керамики с металлами может быть обусловлен деформационным перемешиванием. Деформационное перемешивание начинается с диспергирования и создания контактов между частицами керамики и металла и заканчивается перемешиванием атомов с образованием однородных на атомном уровне смесей, в которых возможно образование новой фазы. Наиболее полный анализ известных работ и исследование механизма взаимодействия титана с керамикой на основе окиси алюминия представлены в работе [9]. На основе проведенных исследований была подтверждена вероятность следующего механизма образования соединения титана с керамикой на основе оксида алюминия: в процессе взаимодействия Ti с керамикой происходит разрушение решетки Al_2O_3 и диффузия обоих элементов (кислорода и алюминия) в титан. Это создает необходимое условие для образования вблизи керамики твердого раствора $Ti[Al,O]$ с предельной концентрацией алюминия и даже интерметаллического соединения $TiAl$. Возможно, под действием ударов шаров происходят кристаллохимические реакции изоморфного замещения катиона Al_2O_3 атомом титана, с образованием оксида титана. Исследования структурных изменений в механически активированных оксидных фазах типа корунда показали, что преобладающей плоскостью скольжения в структуре корунда является базисная плоскость (0001) [10]. Скольжения дислокаций происходят при кооперативном смещении

катионных и анионных сеток с сохранением октаэдрической координации катионов. Расщепление дислокаций меняет последовательность чередования слоев, что соответствует образованию протяженных (плоских) дефектов упаковки и остаточных микронапряжений в решетке. Эти процессы приводят к ускорению процессов растворения, спекания, твердофазного синтеза. Таким образом, можно предположить, что механизм образования покрытий при процессе МС связан с деформационным перемешиванием, которое приводит к образованию структурных дефектов; миграция структурных дефектов придает подвижность атомной структуре, способствуя образованию новых соединений или твердых растворов. В исследуемой системе присутствуют как исходные компоненты покрытий, так и зародыши ряда новых соединений, рисунок 2б.

На рисунке 3 показаны микроструктура и элементный состав поверхности образца. В процессе МС формирование морфологии поверхности покрытий из порошковых материалов на подложке зависит от эффективности пребывания компонентов порошка в зоне динамической нагрузки удара шаров [11]. Согласно данным элементного анализа светлые участки поверхности образца соответствуют максимальным содержаниям алюминия. Можно предположить, что светлые участки образуются на месте удара шаров с минимальным напряжением, где не происходит перемешивание компонентов покрытий.

Была исследована адгезионная прочность Al_2O_3/TiN покрытий на поверхности титанового сплава до и после отжига при 900 °С. Типичная морфология царапин, полученных после скратч-тестирования, а также зависимость силы и коэффициента трения образцов показаны на рисунке 4. В результате испытаний определялась минимальная нагрузка, которая приводила к разрушению покрытия. Нагрузка, при которой

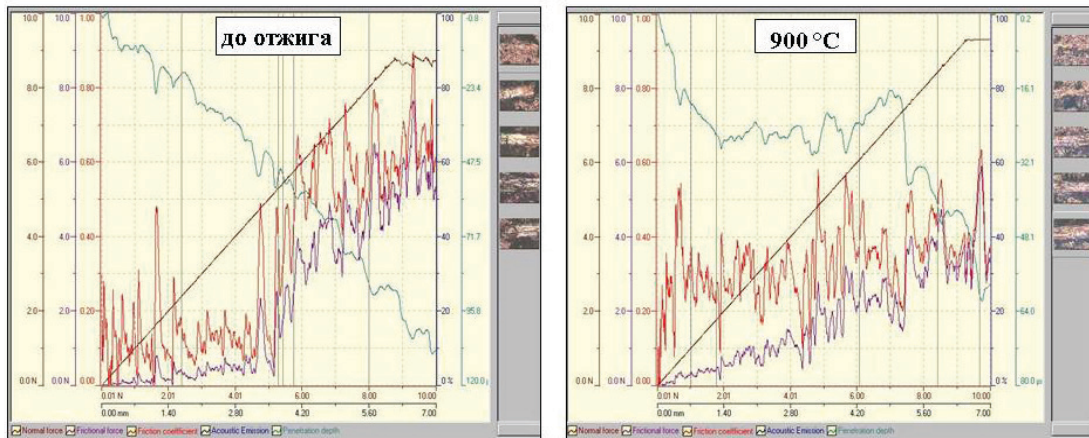


Рисунок 4 - Оценка адгезионной прочности $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$ покрытий на поверхности титановой подложки до и после отжига

происходит отрыв покрытия при скрайбировании системы $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN-Ti}$ до отжига, составляет около 4,5 Н. Результаты сравнительной оценки адгезионной прочности показали, что значительное улучшение наблюдается после отжига при 900 °С, так как резкий отрыв покрытий от подложки не наблюдается. Улучшение адгезии после отжига может быть связано с диффузионными процессами, которые могут облегчать структурную релаксацию после процесса деформационного перемешивания.

Одним из основных свойств керамических покрытий для обрабатываемого материала являются трибологические свойства. На рисунке 5 представлены кривые испытания коэффициента трения, снятые в процессе трибологических испытаний $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$ покрытий на поверхности титана до и после отжига при 600 °С и 900 °С.

Полный износ покрытий до отжига зафиксирован на начальном пути трения, о чем свидетельствует резкий скачок коэффициента трения до 0,62, который соответствует титановой подложке. После отжига при 600 °С полный износ покрытий зафиксирован на пути трения 1,25 м. Длина пути трения образца после отжига 900 °С при аналогичных условиях испытания составляет 25 м. Средние коэффициенты трения отожжённых при 600 °С и 900 °С образцов равны 0,29 и 0,37, соответственно.

Результаты измерения микротвердости покрытия приведены в таблице. Как видно из таблицы микротвердость керамических покрытий выше по сравнению с исходным образцом Ti без покрытия. Значительное увеличение микротвердости наблюдается после отжига при 900 °С.

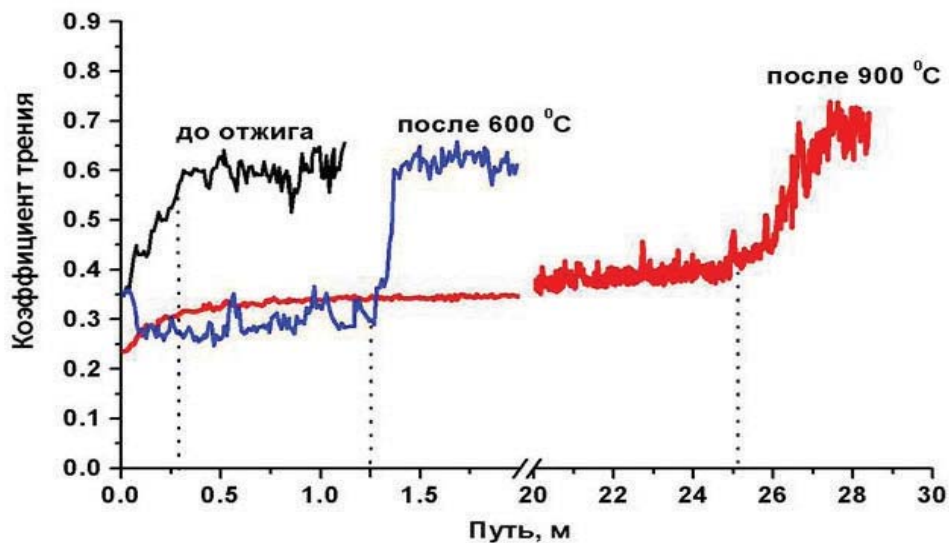


Рисунок 5 – Результаты трибологических испытаний $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$ покрытий на поверхности титановой подложки до и после отжига

Таблица – Результаты измерения микротвердости покрытия Al_2O_3/TiN

Исследуемые образцы	Микротвердость, $HV_{0,1}$
Ti без покрытия	255,9
Ti с покрытием Al_2O_3/TiN до отжига	652,5
Ti с покрытием Al_2O_3/TiN после 600 °C	645,2
Ti с покрытием Al_2O_3/TiN после 900 °C	863,6

Выводы. Анализируя полученные в работе экспериментальные результаты, можно сделать следующие выводы:

– анализ морфологии поверхности покрытий показал, что формирование морфологии поверхности покрытий из порошковых материалов на подложке зависит от эффективности пребывания компонентов порошка в зоне динамической нагрузки удара шаров. На дифрактограмме покрытий наблюдается уширение дифракционных пиков, что свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в процессе МС;

– выявлено улучшение механических свойств Al_2O_3/TiN покрытий при вакуумном отжиге. Износостойкость Al_2O_3/TiN покрытий после отжига при 900 °C возрастает в два раза, микротвердость более чем в три раза относительно исходной, не ухудшается при этом адгезионная прочность покрытий.

Работа была выполнена в рамках грантового финансирования научных исследований на 2015-2017 годы Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан, грант 2063/ГФ4.

ЛИТЕРАТУРА

1 Kobayashi K., Miwa K., Takayanagi T., Ohnaka I. Formation of Ti-Al-ZrO₂ Film on the Surface of Mechanical Alloying Ball // Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy. – 1993. – V. 40. No 10. – P. 955-958.
 2 Torosyan A.R., Jonathan R.T., Korsunsky A.M., Barseghyan S.A. A New Mechanochemical Method for Metal Coating // Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials. – 2002. – V. 13. – P. 251-256.
 3 Romankov S, Hayasaka Y., Kasai E., Yoon J.-M. Fabrication of nanostructure Mo coatings on Al and Ti substrates by ball impact cladding // Surface and Coatings Technology. – 2010. – V. 205. – P. 2313-2321.
 4 Zadorozhnyy V., Kaloshkin S., Tcherdyntsev V., Gorshenkov M., Komissarov A., Zadorozhnyy M. Formation of intermetallic Ni–Al coatings by mechanical alloying on the different hardness substrates // Journal of Alloys and Compounds. – 2014. – P. 373–376.
 5 Li Y., Chen C., Deng R., Feng X., Shen Y. Microstructure evolution of Cr coatings on Cu substrates prepared by mechanical

alloying method // Powder Technology. – 2014. – P. 165-172.

6 Погребняк А. Д., Кравченко Ю. А. Модификация механических свойств покрытий TiN/Al_2O_3 и $TiN/Cr/Al_2O_3$ при помощи низкоэнергетических сильнофокусированных электронных пучков // Сверхтвердые материалы. – 2013. – № 2. – С. 56-64

7 Guitoum A., Layadi A., Bourzami A., Tafat H., Souami N., Boutarfaia S., Lacour D. X-ray diffraction, microstructure, Mo⁹⁹Sb⁹⁹bauer and magnetization studies of nanostructured Fe50Ni50 alloy prepared by mechanical alloying // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2008. – 320. – P. 1385–1392.

8 Сагдолдина Ж.Б. Получение керамических покрытий из оксида алюминия методом механического сплавления // Вестник КазНТУ. – 2016. – № 1(113). – С. 266-270.

9 Кривуца З. Ф. Проблема создания металл-керамических соединений с использованием вакуумно-плазменных технологий: автореф. дис...канд. физ.-мат. наук. / АмурКНИИ ДВО РАН. – Благовещенск: 2000. – 24 с.

10 Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов. – Новосибирск: Наука, 1986. – С. 110-111.

11 Сагдолдина Ж.Б., Скаков М.К., Степанова О.А. Получение ZrO₂ покрытий на поверхности стали 12Х18Н10Т методом механического сплавления // Вестник НЯЦ РК. – 2017. – № 1. – С. 103-107.

REFERENCES

1 Kobayashi K., Miwa K., Takayanagi T., Ohnaka I. Formation of Ti-Al-ZrO₂ Film on the Surface of Mechanical Alloying Ball. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, **1993**, 40, 10, 955-958 (in Eng.).
 2 Torosyan A.R., Jonathan R.T., Korsunsky A.M., Barseghyan S.A. A New Mechanochemical Method for Metal Coating. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, **2002**, 13, 251-256 (in Eng.).
 3 Romankov S, Hayasaka Y., Kasai E., Yoon J.-M. Fabrication of nanostructure Mo coatings on Al and Ti substrates by ball impact cladding. *Surface and Coatings Technology*, **2010**, 205, 2313-2321 (in Eng.).
 4 Zadorozhnyy V., Kaloshkin S., Tcherdyntsev V., Gorshenkov M., Komissarov A., Zadorozhnyy M. Formation of intermetallic Ni–Al coatings by mechanical alloying on the different hardness substrates. *Journal of Alloys and Compounds*, **2014**, 586, 373–376 (in Eng.).
 5 Li Y., Chen C., Deng R., Feng X., Shen Y. Microstructure evolution of Cr coatings on Cu substrates prepared by mechanical alloying method. *Powder Technology*, **2014**, 268, 165-172 (in Eng.).
 6 Pogrebnyak A. D., Kravchenko YU. A. *Modifikatsiya mekhanicheskikh svoystv pokrytij TiN/Al₂O₃ i TiN/Cr/Al₂O₃ pri pomoshchi nizkoenergeticheskikh sil'notochnykh ehlektronnykh puchkov* (Modification of the mechanical properties of TiN/Al₂O₃ and TiN/Cr/Al₂O₃ coatings by low-energy high-current electron beams). *Sverkhтвердые материалы = Superhard materials*, **2013**, 2, 56-64 (in Russ.).
 7 Guitoum A., Layadi A., Bourzami A., Tafat H., Souami N., Boutarfaia S., Lacour D. X-ray diffraction, microstructure, Mo⁹⁹Sb⁹⁹bauer and magnetization studies of nanostructured Fe50Ni50 alloy prepared by mechanical alloying. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **2008**, 320, 1385–1392 (in Eng.).
 8 Sagdoldina, Zh.B. *Poluchenie keramicheskikh pokrytij iz oksida ayuminiya metodom mekhanicheskogo splavleniya* (The preparation of ceramic coatings on the basis of aluminum oxide by mechanical alloying method). *Vestnik KazNTU = Herald of Kazakh National Technical University*. **2016**, 1(113), 266-270 (in Russ.).
 9 Krivutsa, Z. F. *Problema sozdaniya metall- keramicheskikh*

soedinenij s ispol'zovaniem vakuumno-plazmennyykh tekhnologij (The problem of creating metal-ceramic compounds using vacuum-plasma technologies): avtoref. dis...kand. fis.-mat. nauk (Abstract of the Thesis for cand. phys.-math. sciences) / AmurKNIi Far East Branch of RAS. Blagoveshchensk. **2000**, 24.

10 Avvakumov E.G. *Mekhanicheskie metody aktivatsii khimicheskikh protsessov* (Mechanical methods of activation of chemical

processes). Novosibirsk: Nauka. **1986**, 297. (in Russ.).

11 Sagdoldina Zh.B., Skakov M.K., Stepanova O.A. *Polucheniye ZrO₂ pokrytij na poverkhnosti stali 12H18N10T metodom mekhanicheskogo splavleniya* (Production of ZrO₂ coatings by method of mechanical alloying on the surface of the steel 12X18H10T). *Vestnik NYaTs RK = Herald of National Nuclear Center of RK*. **2017**, 1. 103-107 (in Russ.).

ТҮЙІНДЕМЕ

Механикалық қортпа (МҚ) әдісімен алынған TiN/Al₂O₃ жабын қабатының морфологиясы мен механикалық қасиеттерін зерттеу нәтижелері ұсынылды. Түптөсем беткі қабатында ұнтақталған материалдардан алынатын жабын қабатының беткі морфологиялық түзілістері ұнтақтардың шарлардың динамикалық соққы аймағында болу тиімділігімен байланысты екендігі анықталды. TiN/Al₂O₃ жабын қабатын рентгенфазалық зерттеу нәтижесі механикалық балқыту процесі кезінде ішкі күштік кернеудің жоғарғы деңгейін сипаттайтын дифракциялық спектр шыңдарының көлдеңінен ұлғайғанын көрсетті. Шарлардың соққылау нәтижесінде созылмалы (жазық) жиынтық ауытқулары мен торлардың қалдық микрокергіштігінің пайда болуына себепкер болатын, Al₂O₃ құрылымында дислокациялық жылжулар болу мүмкін. МҚ процесі кезінде жабын қабатының түзілу механизмі құрылымдық ауытқулардың түзілуіне себепкер болатын деформациялық алмасымдармен байланысты болуы мүмкін деген жорамал ұсылынады; құрылымдық ауытқулар миграциясы жаңа қосылыстар немесе қатты езіңдінің түзілуін туындататын атом құрылысында жылжулардың пайда болуына негіз болады. Зерттеу системасында жабын қабатының бастапқы құрам бөліктерімен қатар, жаңа қосылыстардың бастапқы негіздері анықталып отыр. Скратч-тестілеу әдісімен титанның беткі қабатында алынған TiN/Al₂O₃ жабын қабатының жылулық өңдеусіз және 900 °C жылулық өңдеуден кейінгі адгезиялық қатаңдығы зерттелді. Зерттеу нәтижесінде жабын қабатының бұзылуына әкеп соғатын минималды күштік салмақ анықталды. Температуралық өңдеуге дейінгі және кейінгі жабын қабатының адгезиялық беріктілігін бағалау нәтижесі 900 °C кейін жабын қабатының адгезиясының жақсарғанын көрсетті. Температуралық өңдеуден кейін адгезияның жақсаруы деформациялық араластыру процессінен кейін құрылымдық релаксациясын жеңілдететін диффузиялық процесстер байланысты болуы мүмкін. VT1-0 титанмен салыстырғанда 900 °C температуралық өңдеуден кейін Al₂O₃/TiN жабын қабатының тозуға төзімділігі екі есе, микроқатаңдығы үш есе артады.

Түйін сөздер: механикалық қорытпа, адгезия, температуралық өңдеу, тозуға төзімділік, керамикалық жабын қабат.

ABSTRACT

The results of investigation of the surface morphology and mechanical properties of TiN/Al₂O₃ coatings obtained by mechanical alloying (MA) are presented. It was established that surface morphology of the coatings formed from powder materials on the substrate depends on the powder components staying efficiency in the dynamic impact zone of the balls. X-ray diffraction studies of phase of TiN/Al₂O₃ coatings showed a broadening of the diffraction peaks, which indicates a high level of internal stresses during mechanical alloying. Perhaps, under the impact of ball collision, dislocation sliding occurs in the Al₂O₃ structure, which leads to the formation of extensive (flat) packing defects and residual micro-strains in the lattice. It is assumed that the mechanism of the formation of coatings during the MA process is associated with deformation mixing, which leads to the formation of structural defects; migration of structural defects imparts mobility to the atomic structure, contributing to the formation of new compounds or solid solutions. In the system both the initial components of the coatings and the nuclei of new compounds are presented. The adhesion strength of Al₂O₃/TiN coatings on the surface of a titanium alloy was investigated before and after annealing at 900 °C by the method of scratch test. As a result of the tests, the minimum load was determined, which led to the destruction of the coating. Evaluation of the adhesion strength of coatings before and after annealing showed a significant improvement in adhesion of coatings after annealing at 900 °C. The improvement in adhesion after the annealing may be due to diffusion processes that can facilitate structural relaxation after the deformation induced mixing process. It is shown that the wear resistance of Al₂O₃/TiN coatings after annealing at 900 °C increases twice, the microhardness - three times in comparison with titanium Grade 1.

Keywords: mechanical alloying, adhesion, annealing, wear resistance, aluminium oxide ceramic coating, titanium nitride

Поступила 09.06.2017