

ВПЛИВ ПЕРЕДРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ФУНКЦІОНАЛЬНИХ ЕЛЕКТРОДУГОВИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ ПОКРИТТІВ

¹Національний університет кораблебудування ім. адм. Макарова, Миколаїв

Досліджено можливість застосування передрекристиалізаційної термічної обробки для підвищення комплексу властивостей композиційних електродугових покриттів систем дрiт $\text{Cв-08Г2С-Al}_2\text{O}_3$ та дрiт 65Г-TiC , сформованих за використання порошку зміцнювальної фази у вільному вигляді. На першому етапі досліджень встановлено оптимальні температурно-часові параметри термічної обробки для традиційних ненаповнених покриттів з дротів Cв-08Г2С (температура 450°C , витримка 2 хв) та 65Г (температура 400°C , витримка 3 хв), що забезпечує підвищення твердості за Віккерсом на 40 % та 26 %, відповідно. Аналіз дифрактограм, отриманих за допомогою рентгенівського дифрактометра ДРОН-3, показав чітке розширення дифракційних максимумів після проведення передрекристиалізаційної термічної обробки, пов'язане з подрібненням субструктурних елементів покриття. Подальше визначення розміру областей когерентного розсіювання рентгенівських випромінювань за формулою Шеррера та за допомогою гармонічного аналізу термооброблених покриттів показало істотне зменшення вказаної характеристики до рівня 100 нм. Встановлено, що мікротвердість металевої матриці покриттів після напилення композиції $\text{Cв-08Г2С-Al}_2\text{O}_3$ склала 1,6 ГПа; 65Г-TiC — 2,6 ГПа. Оптимальним режимом передрекристиалізаційної термічної обробки для покриттів $\text{Cв-08Г2С-Al}_2\text{O}_3$ є витримка протягом 1хв за температури 450°C ; для покриттів 65Г-TiC — 2 хв за 400°C , при цьому спостерігається максимальне підвищення мікротвердості металевої основи на 54 % та 38 %, відповідно. Значніший ефект підвищення твердості композиційних покриттів у порівнянні з ненаповненими після передрекристиалізаційної термічної обробки пояснюється додатковим наклепом металевої матриці високошвидкісними твердими частинками Al_2O_3 та TiC . Металографічні дослідження на сканувальному електронному мікроскопі-мікроаналізаторі РЕММА 102-02 та ZEISS Gemini SEM 500 показали, що для композиційних покриттів характерна типова луската структура, де добре диференціюються частинки дисперсної зміцнювальної фази (Al_2O_3 , TiC). Після проведення передрекристиалізаційної термічної обробки структурних змін не спостерігається, пористість залишається на тому ж рівні (близько 8 % та 5 %, відповідно). Експериментальними дослідженнями міцності зчеплення покриттів з металевою основою за методом «витягування конусного штифта» встановлено, що передрекристиалізаційна термічна обробка забезпечує її підвищення на 15...20 % у порівнянні з покриттями після напилення.

Ключові слова: електродугове напилення, композиційні покриття, наноструктурування, термічна обробка, мікротвердість.

Вступ

Газотермічне напилення (ГТН) є одним з напрямків створення покриттів, який інтенсивно розвивається. У процесах ГТН поверхня виробу нагрівається нижче температури відпуску, тому для них характерні малі теплові деформації і в більшості випадків відсутність структурних змін у матеріалі виробу. Це зумовлює ефективність газотермічних методів для підвищення фізико-механічних та експлуатаційних характеристик поверхні деталей та виробів.

Формування функціональних композиційних покриттів забезпечується за рахунок застосування металічних матеріалів та наповнювачів [1] або плакованих порошків [2]. На практиці реалізовано нанесення таких покриттів в основному шляхом використання різновидів плазмового та високошвидкісного методів. Щодо електродугового напилення, який майже в 10 разів дешевше та в 3—5 разів продуктивніше, то гетерофазну композиційну структуру можна отримати шляхом застосування порошкових струмопровідних дротів, що приводить до підвищення вартості та зниження рівня властивостей сформованого покриття через високу їх пористість. Авторами робіт [3], [4] пропонується використання модернізованого розпилювача та порошку зміцнювальної фази у вільному вигляді для нанесення покриттів різноманітних складів. Запропонованим способом нанесено металополімерні [3], металокерамічні та металокарбідні композиційні покриття [4].

Значного підвищення та забезпечення унікальних властивостей металічних та композиційних матеріалів можливо досягти шляхом цілеспрямованого формування подрібненої мікро- і нанокристалічної структури. Основним методом створення таких матеріалів є інтенсивна пластична деформація (ПД), що поєднує у собі декілька способів. Однак, наноструктурування деталей великого розміру методами ПД викликає значні технічні та технологічні труднощі і не є економічно доцільними, тому перспективнішим є формування саме наноструктурованих напилених покриттів шляхом застосування низки способів. Більшість з них пов'язані з нанесенням агломерованих порошків з нанорозмірними частинками [5]. При цьому підготовлені порошки мікронних розмірів подають до високотемпературного струменя традиційним способом за рахунок транспортувального газу. Також використовують подачу ультрадисперсних порошків до високотемпературного струменя під час напилення за допомогою суспензій [6]. Для цих способів характерні спеціальна трудомістка підготовка порошків та труднощі з подачею суспензій до високотемпературного струменя. Досить перспективними вважаються способи формування нанокристалічного стану в поверхневому шарі за рахунок, до прикладу, ультразвукового ударного оброблення [7], електро-механічної обробки напилених покриттів [8]. Однак недоліки додаткової обробки пов'язані з оптимізацією її параметрів, що залежать від великої кількості факторів. Також товщина поверхневого шару з наноструктурними елементами складає лише до 150 мкм. Автори роботи [9] вказують на альтернативу — застосування передрекristалізаційної термічної обробки (ПТО) для формування нанорозмірної полігонізаційної субструктури для підвищення фізико-механічних та експлуатаційних властивостей металевих плазмових та електродугових покриттів. Однак наразі відсутні дослідження щодо можливості застосування ПТО для деяких перспективних композиційних електродугових покриттів.

Метою роботи є дослідження впливу температурно-часових параметрів ПТО на рівень фізико-механічних та експлуатаційних властивостей функціональних композиційних електродугових покриттів, сформованих за рахунок розпилення металевих дротів суцільного перерізу та подачі частинок порошку зміцнювальної фази у вільному вигляді до високотемпературної зони дугового розряду.

Результати дослідження

Об'єктом досліджень вибрано: електродугові металокерамічні покриття з композиції дрiт Св-08Г2С–порошок оксиду алюмінію (Al_2O_3) та металокарбідні покриття — дрiт 65Г–порошок карбиду титану (TiC). Для формування зазначених покриттів застосовували комплект електродугового напилення КДМ-2, оснащений модернізованим розпилювачем ЕМ-14М з вузлом подачі порошку зміцнювальної фази до високотемпературної зони дугового розряду [10].

Підготовка порошків, поверхні перед напиленням та контроль її якості здійснювалися аналогічно описаним в роботі [4]. Оптиміальний режим нанесення зазначених покриттів встановлено у роботах [3], [4], [11]: сила струму — 120 А, напруга на дузі — 30 В, дистанція напилення — 80 мм, тиск стисненого повітря — 0,4...0,6 МПа. При цьому забезпечується вміст TiC у покритті на рівні — 18,5 % [11], Al_2O_3 — 8,7 % [4]. Товщина покриттів складала 0,5...1 мм.

ПТО зразків проводили в лабораторній електричній пічці СНОЛ-1.6.2.0.08/9-М1. Вимірювання твердості за Віккерсом HV_5 проводили з використанням твердоміру типу ТП за навантаження 49 Н; мікротвердості H_{100} — мікротвердоміром ПМТ-3 (ДСТУ ISO 6507-4:2008) за навантаження на індентор 0,98 Н. Визначення областей когерентного розсіювання рентгенівського випромінювання (ОКР) здійснювали методом рентгеноструктурного аналізу на дифрактометрі ДРОН-3. Металографічні дослідження проводили на сканувальному електронному мікроскопі-мікроаналізаторі РЕММА 102-02 та ZEISS Gemini SEM 500.

Оптимальний режим ПТО традиційних ненаповнених електродугових покриттів з дроту Св-08Г2С визначений у роботі [9] та полягає у нагріванні до температури 450 °С та витримці протягом 2 хв, при цьому забезпечується підвищення твердості на 40 % та зменшення розмірів субструктурних елементів до 62 нм.

Аналогічні дослідження проводили і для ненаповнених електродугових покриттів з дроту 65Г, оскільки цей матеріал характеризується високою твердістю, тому викликає зацікавленість з погляду практичного застосування як зносостійке відновлювальне покриття.

Спочатку визначали оптимальні температурно-часові параметри ПТО напилених покриттів. З практики попередніх досліджень вибрали температурний інтервал 300...500 °С з кроком у 100 °С. Оптимізацію проводили за показниками твердості HV_5 (рис. 1). Твердість покриттів після напилання склала 2,7 ГПа.

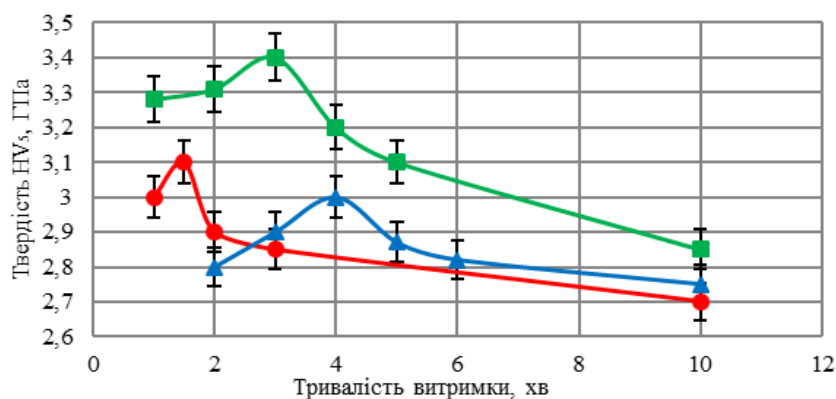


Рис. 1. Залежність твердості електродугових покриттів отриманих з дроту 65Г від температурно-часових параметрів ПТО: ▲ — 300 °С; ■ — 400 °С; ● — 500 °С

Згідно з наведеними даними встановлено, що залежність носить екстремальний характер з виразним максимумом, висота якого залежить від температури нагрівання, при цьому відповідну витримку можна вважати оптимальною. Так для температури 300 °С максимальне значення твердості зафіксовано у разі витримки 4 хв і складає 3,0 ГПа; для температури 400 °С оптимальною є витримка 3 хв, при цьому твердість — 3,4 ГПа; для температури 500 °С витримка 1,5 хв — 3,1 ГПа. Отже, з підвищенням температури точка максимального зміцнення зміщується у діапазон менших витримок, що пов'язано, можливо, зі збільшенням швидкості полігонізаційних процесів за рахунок термічної активації. Залежність приросту твердості від температури нагрівання під час термічної обробки показано на рис. 2.

Згідно з поданими даними, залежність теж носить екстремальний характер. Максимальний приріст твердості спостерігається за температури 400 °С. Таким чином, для електродугового покриття з дроту 65Г оптимальними температурно-часовими параметрами ПТО є: температура 400 °С, витримка протягом 3 хв.

Дифрактограми основного максимуму заліза електродугового покриття з дроту 65Г до та після ПТО показано на рис. 3.

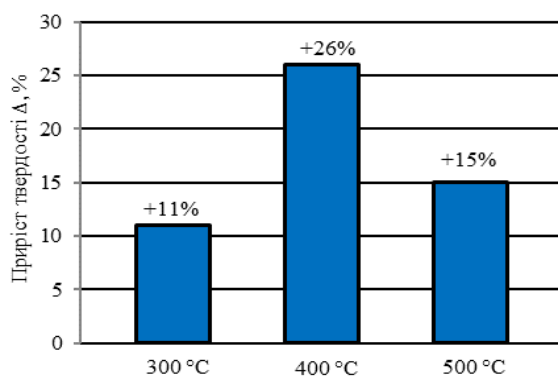


Рис. 2. Залежність приросту твердості електродугового покриття з дроту 65Г від температури при ПТО

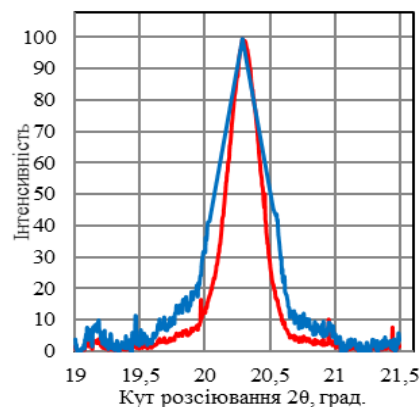


Рис. 3. Дифрактограми зразків з електродуговим покриттям з дроту 65Г: — після напилання; — після ПТО на оптимальному режимі

На дифрактограмах чітко спостерігається розширення дифракційних максимумів після ПТО. Відомо [12], що розширення пояснюється багатьма факторами, але основні з них це: внутрішні напруження та здрібнення субструктури. У цьому випадку порівнюються покриття після напилення та ПТО, тому внутрішні напруження зменшуються внаслідок нагрівання зразків, що вказує на вплив лише останнього фактора. Відомо [12], що ОКР відповідає внутрішній впорядкованій області зерна і не включає сильно спотворені границі, тому їх розмір ототожнюють із середнім розміром кристалітів (субзерен).

Розмір ОКР визначали за формулою Шеррера і методом гармонічного аналізу [12] для напилених і термооброблених зразків (таблиця). Вибрана методика визначення ОКР дозволяє розділити їх вплив на профіль дифракційного максимуму та отримувати адекватні значення.

Розміри ОКР напилених та термооброблених покриттів зі сталі 65Г, визначені за формулою Шеррера та гармонічним аналізом

Вид обробки покриття	Розмір ОКР, нм		Відхилення, %
	За формулою Шеррера	Гармонічний аналіз	
Після напилення	149	121	18,8
300 °С, 4 хв	148	118	20,3
400 °С, 3 хв	106	86	19,8
500 °С, 1,5 хв	124	99	20,2

Наведені дані свідчать, що істотне зменшення розміру ОКР забезпечує ПТО за температури 400 °С з витримкою протягом 3 хв, що зумовлено отриманням наномасштабних елементів субструктури (близько 100 нм).

Таким чином, визначено оптимальні температури ПТО для металеві основи композиційних покриттів з дротів Св-08Г2С (450 °С) та 65Г (400 °С). Однак тривалість витримки з введенням зміцнювальної фази до складу покриття може змінюватися внаслідок зміни газодинамічних параметрів гетерофазного струменя та фізико-хімічних процесів, які відбуваються під час їх формування.

Мікротвердість металеві матриці покриттів після напилення композиції Св-08Г2С–Al₂O₃ складала 1,6 ГПа; 65Г–TiC — 2,6 ГПа.

Визначення оптимального часу витримки при ПТО зазначених покриттів проводили за показниками мікротвердості металеві матриці, що виконували на підготовлених поперечних мікрошліфах (рис. 4).

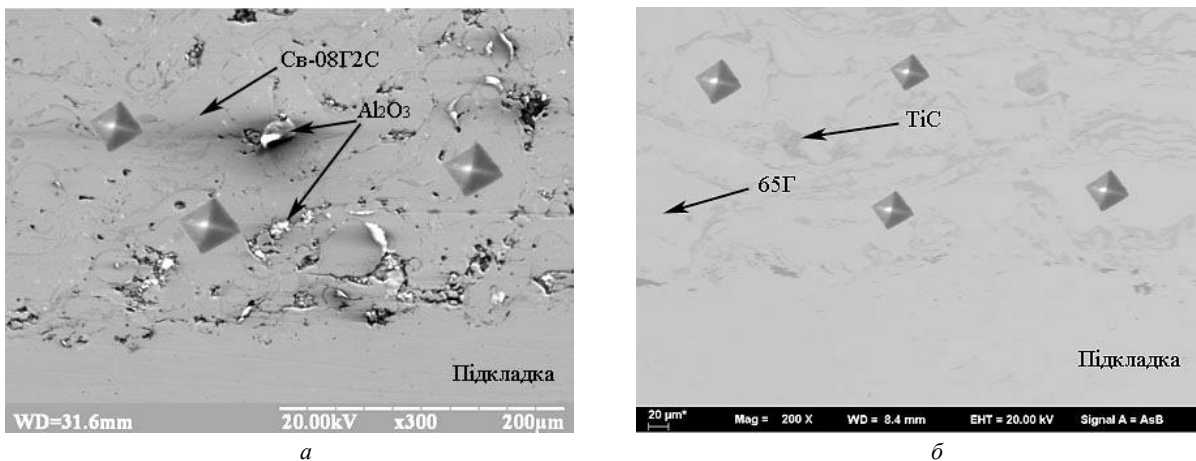


Рис. 4. Мікроструктура та відбитки індентора при вимірюванні мікротвердості електродугових композиційних покриттів після ПТО: *a* — Св-08Г2С–Al₂O₃; *б* — 65Г–TiC

Металографічні дослідження показали, що для композиційних покриттів характерна типова луската структура та добре диференціюються частинки дисперсної зміцнювальної фази (Al₂O₃, TiC). Після проведення ПТО структурних змін не спостерігається, пористість залишається на тому ж рівні (близько 8 % та 5 %, відповідно).

Результати визначення мікротвердості металеві матриці показані на рис. 5.

Залежність приросту твердості від температури нагрівання за термічної обробки подано на рис. 6.

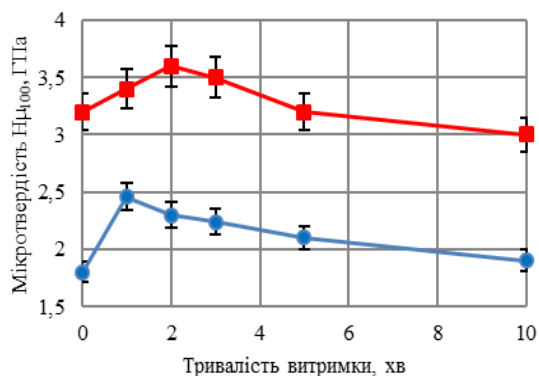


Рис. 5. Залежність мікротвердості металевієї основи від тривалості витримки при ПТО композиційних електродугових покриттів: ● — Св-08Г2С-Аl₂О₃; ■ — 65Г-ТiС

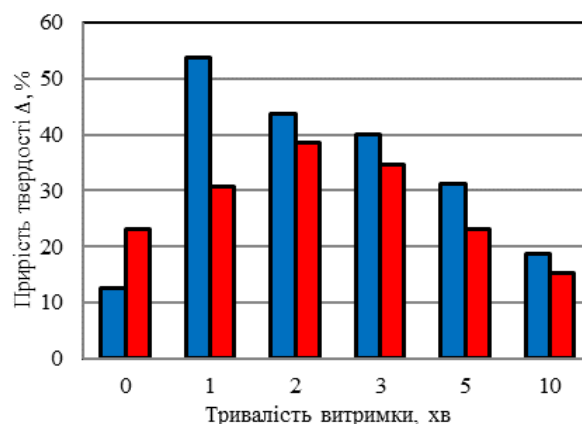


Рис. 6. Залежність приросту твердості від тривалості витримки при ПТО електродугових композиційних покриттів: ■ — Св-08Г2С-Аl₂О₃ (450 °С); ■ — 65Г-ТiС (400 °С)

Аналіз наведених результатів показав, що оптимальним режимом ПТО для покриттів з Св-08Г2С-Аl₂О₃ є витримка протягом 1 хв за температури 450 °С; для покриттів 65Г-ТiС — 2 хв за 400 °С, при цьому спостерігається максимальне підвищення мікротвердості металевієї основи. Значніший ефект підвищення твердості композиційних покриттів у порівнянні з ненаповненими після ПТО пояснюється додатковим наклепом металевієї матриці твердими частинками Аl₂О₃ та ТiС, що мають високу швидкість в момент співудару з напилюваною поверхнею.

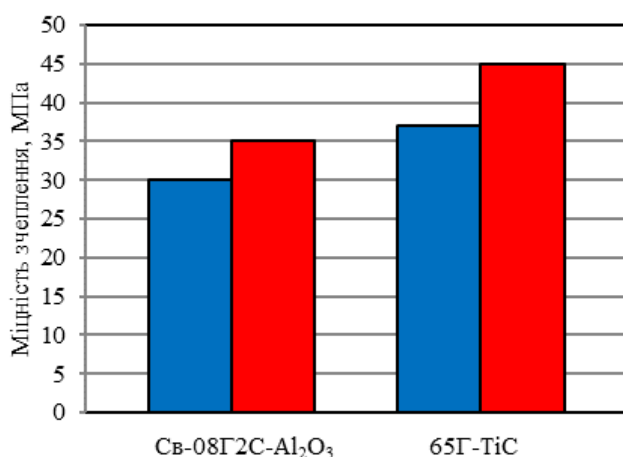


Рис. 7. Результати визначення міцності зчеплення покриттів з основою: ■ — після напилення; ■ — після ПТО на оптимальному режимі

Міцність зчеплення композиційних металокарбідних та металокарбідних покриттів з основою визначали на розривній машині УММ-5 за методикою та з використанням матеріалів, описаних у роботі [4]. Результати визначення міцності зчеплення напилених покриттів показані на рис. 7.

Згідно з представленими даними, проведення ПТО покриттів забезпечує підвищення міцності зчеплення з металевією основою на 15...20 % у порівнянні з покриттями після напилення за рахунок зменшення їх внутрішніх напружень.

Висновки

Існуючі способи наноструктурування газотермічних покриттів характеризуються трудомісткою підготовкою напилюваних матеріалів та складнощами при їх подачі до високотемпературного струменя. Перспективним є застосування ПТО для формування подрібненої і нанорозмірної субструктури у матеріалі покриття. Визначено оптимальний режим ПТО ненаповнених електродугових покриттів з дроту 65Г (температура 400 °С, витримка протягом 3 хв), що забезпечує підвищення твердості на 26 % за рахунок формування нанорозмірних (близько 100 нм) субзерен. Шляхом застосування модернізованого розпилювача отримано електродугові композиційні функціональні покриття з композицій Св-08Г2С-Аl₂О₃ і 65Г-ТiС та визначено мікротвердість металевих матриць, що склала 1,6 ГПа та 2,6 ГПа, відповідно. Встановлено оптимальні температурно-часові параметри ПТО згаданих композиційних покриттів: для Св-08Г2С-Аl₂О₃ є витримка протягом 1 хв за температури 450 °С; для покриттів 65Г-ТiС — 2 хв за 400 °С, при цьому спостерігається максимальне підвищення мікротвердості металевих матриць. Встановлено, що проведення ПТО на оптимальному режимі композиційних покриттів забезпечує підвищення їх міцності зчеплення з

металевою основою на 15...20 % у порівнянні з покриттями після напилення за рахунок зменшення їх внутрішніх напружень. Перспективи подальших досліджень полягають у підборі пар тертя з нанесеними зміцнювальними композиційними електродуговими покриттями та визначення їх зносостійкості.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

- [1] S. V. Mal'tseva, I. P. Mel'nikova, A. V. Lyasnikova, and A. M. Zaharevich, "Structure and properties of modified plasma-sprayed composite coatings on a titanium base," *Mechanics of Composite Materials*, vol. 52, pp. 531-534, 2016. <https://doi.org/10.1007/s11029-016-9603-2>.
- [2] Y. S. Borisov, A. L. Borisova, and M. V. Kolomytsev, "High-Velocity Air Plasma Spraying of (Ti, Cr)C-32 wt.% Ni Clad Powder," *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, vol. 56, pp. 305-315, 2017. <https://doi.org/10.1007/s11106-017-9898-0>.
- [3] А. А. Карпеченко, М. М. Бобров, і О. О. Лимар, «Електродугове напилення композиційних металополімерних покриттів», *Вісник Вінницького політехнічного інституту*, № 2, с. 114-119, 2021. <https://doi.org/10.31649/1997-9266-2021-155-2-114-119>.
- [4] А. А. Карпеченко, М. М. Бобров, О. М. Дубовий, Т. О. Макруха, і Є. Ю. Неделько, «Формування композиційних металокерамічних та металокарбідних електродугових покриттів», *Вісник Національного технічного університету «ХПИ», Серія: Нові рішення в сучасних технологіях*, № 1 (7), с. 9-17, 2021. <https://doi.org/10.20998/2413-4295.2021.01.02>.
- [5] S. M. Hashemi, N. Parvin, and Z. Valefi, "Effect of Addition of Multimodal YSZ and SiC Powders on the Mechanical Properties of Nanostructured Cr₂O₃ Plasma-Sprayed Coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 28, pp. 544-554, 2019. <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00834-8>.
- [6] R. Vaßen, H. Kaßner, G. Mauer, and D. Stover, "Suspension Plasma Spraying: Process Characteristics and Applications," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19 (1-2), pp. 219-225, 2010. <https://doi.org/10.1007/s11666-009-9451-x>.
- [7] М. О. Васильєв, М. О. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, і М. В. Кіндрачук, «Синтез деформацийних нанокомпозитів на поверхні алюмінієвого сплаву Д16 за допомогою ультразвукового ударного оброблення», *Металофізика та новітні технології*, № 4, с. 545-563, 2016. <https://doi.org/10.15407/mfint.38.04.0545>.
- [8] А. Y. Ivannikov, et. al., "The Effect of Electromechanical Treatment on Structure and Properties of Plasma-Sprayed Fe-30Cr Coating," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 28, pp. 883-892, 2019. <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00868-y>.
- [9] О. М. Дубовий, А. А. Карпеченко, М. М. Бобров, О. В. Лабарткава, Ю. Є. Неделько, і О. О. Лимар, «Підвищення фізико-механічних та експлуатаційних властивостей електродугових та плазмових покриттів формуванням термічно стабільної здрібненої і нанорозмірної субструктури», *Металофізика та новітні технології*, № 4, с. 461-480, 2019. <https://doi.org/10.15407/mfint.41.04.0461>.
- [10] О. М. Дубовий, А. А. Карпеченко, М. М. Бобров, і А. О. Мазуренко, «Пристрій для електродугового напилення композиційних покриттів», Патент 111760 Україна, *МПК C23C 26/02, B05B 7/22 -a 2014 07318*; заявл. 01.07.2014; опубл. 10.06.2016, Бюл. № 11.
- [11] О. М. Dubovoy, A. A. Karpechenko, M. M. Bobrov, O. S. Gerasin, and O. O. Lyamar, "Electric arc spraying of cermet coatings of steel 65G-TiC system," *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu*, vol. 2, pp. 63-68, 2021. <https://doi.org/10.33271/nvngu/2021-2/063>.
- [12] С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, і Л. Н. Расторгуев, *Рентгенографический и электронно-оптический анализ*. Москва: МИСиС, 1994, 328 с.

Рекомендована кафедрою галузевого машинобудування ВНТУ

Стаття надійшла до редакції 6.04.2022

Карпеченко Антон Анатолійович — канд. техн. наук, доцент кафедри матеріалознавства і технології металів, e-mail: karpechenkoanton@gmail.com ;

Бобров Максим Миколайович — канд. техн. наук, асистент кафедри матеріалознавства і технології металів, e-mail: laborantmtm@gmail.com .

Національний університет кораблебудування ім. адм. Макарова, Миколаїв

Pre-Recrystallization Heat Treatment Effect on Physical and Mechanical Properties of Functional Electric Arc Composite Coatings

¹Admiral Makarov National University of Shipbuilding, Mykolaiv

In this work, the possibility of using pre-recrystallization heat treatment to improve the properties complex of composite electric arc sprayed coatings of the wire Sv-08G2S–Al₂O₃ and wire 65G–TiC systems, which are formed, using a hardening phase powder in a free form, is studied. At the first stage of research, the optimal temperature-time parameters of heat treatment were established for traditional unfilled coatings made of wire Sv-08G2S (temperature 450 °C, holding time 2 min) and 65G (temperature 400 °C, holding time 3 min), which provides an increase in Vickers hardness by 40 % and 26 % respectively. An analysis of the diffraction patterns obtained using a DRON-3 X-ray diffractometer showed a clear expansion of the diffraction peaks after heat treatment, which is associated with the refinement of the structural elements of the coating. Further determination of the size of the regions of coherent X-ray scattering using the Scherrer formula and using the harmonic analysis of heat-treated coatings showed a significant decrease in this characteristic to the level of 100 nm. It was found that the microhardness of the metal matrix of the coatings after deposition of the composition Sv-08G2S–Al₂O₃ was 1.6 GPa; 65G–TiC — 2.6 GPa. It has been established that the optimal mode of heat treatment for coatings Sv-08G2S–Al₂O₃ is holding time 1 min at a temperature of 450 °C; for 65G–TiC coatings — 2 min, 400 °C, while the maximum increase in the microhardness of the metal base by 54 % and 38 %, respectively, is observed. A more significant effect of increasing the hardness of composite coatings compared to unfilled coatings after processing is explained by additional work hardening of the metal matrix by high-speed hard particles of Al₂O₃ and TiC. Metallographic studies on a REMMA 102-02 scanning electron microscope-microanalyzer and ZEISS Gemini SEM 500 showed that the composite coatings are characterized by a typical lamellar structure and particles of the dispersed hardening phase (Al₂O₃, TiC) are well differentiated. After heat treatment, no structural changes are observed, porosity remains at the same level (about 8 % and 5 %, respectively). Experimental studies of bond strength using the pin method found that pre-recrystallization heat treatment provides an increase in bond strength by 15...20 % compared to coatings after spraying.

Keywords: electric arc spraying, composite coatings, nanostructuring, heat treatment, microhardness.

Karpechenko Anton A. — Cand. Sc. (Eng.), Associate Professor of the Chair of Material Science and Technology of Metals, e-mail: karpechenkoanton@gmail.com ;

Bobrov Maksym M. — Cand. Sc. (Eng.), Assistant of the Chair of Material Science and Technology of Metals, e-mail: laborantmtm@gmail.com .