

05

Получение и исследование макрокомпозитов на основе порошков квазикристаллов с никелевым покрытием

© А.С. Иванов, В.С. Круглов, А.Ф. Паль, А.Н. Рябинкин,
А.О. Серов, Д.С. Шайтура, А.Н. Старостин, А.В. Гавриков,
О.Ф. Петров, В.Е. Фортон

Российский научный центр „Курчатовский институт“, Москва
НИИ ядерной физики им. Д.В. Скобельцына,
Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова
Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований,
Троицк, Московская обл.
Объединенный институт высоких температур РАН, Москва
Московский физико-технический институт (Государственный университет)
E-mail: asi.kiae@gmail.com

Поступило в Редакцию 28 февраля 2011 г.

С помощью плазменно-пучковой технологии приготовлены дисперсные композиционные материалы, состоящие из частиц порошка квазикристалла Al–Cu–Fe, покрытых наноболочками никеля. Из этих порошков методом холодного прессования с последующим спеканием в водороде получены и исследованы образцы макрокомпозитов. Установлено, что при температуре $\sim 750^\circ\text{C}$ формируются прочные образцы макрокомпозита, не разрушающиеся в процессе трибологических испытаний. Несмотря на появление в спеченных при 750°C образцах около 50% β -фазы, измеренные значения коэффициента трения для них оказались близки к значениям коэффициента трения квазикристалла Al–Cu–Fe.

Отличительной особенностью нового класса материалов — квазикристаллов является необычная совокупность свойств: низкий коэффициент трения, высокая износостойкость, высокая коррозионная стойкость, а также низкая адгезия [1,2]. Большинство из перечисленных свойств может быть востребовано в изделиях современной техники.

Известно, что коэффициент трения скольжения стали о сталь лежит в диапазоне 0.15–0.2. Коэффициент трения квазикристаллического соединения Al–Cu–Fe составляет 0.05–0.2 при достаточно высоких

температурах, что позволяет надеяться на возможность существенно-го снижения трения при решении ряда технических задач. Однако непосредственное практическое использование квазикристаллических соединений ограничено из-за их высокой хрупкости. Задача создания композиционного материала, сохраняющего низкий коэффициент трения, характерный для квазикристаллов, при существенном повышении пластичности, может быть решена путем введения связки в квазикристаллический порошок последующего компактирования. Этой связкой могут служить медь, никель или, возможно, другие металлы. Одной из проблем здесь является вопрос однородного введения связующих добавок в исходный порошок. Традиционные методы изготовления композиционных материалов основаны на процессе перемешивания материала основы и связующего компонента. При этом и тот и другой компоненты находятся в дисперсном состоянии. Однако идеальной однородности введения связующего достигнуть не удастся из-за физических ограничений, обусловленных стохастической природой процесса перемешивания. С другой стороны, известны методы получения дисперсных композиционных материалов (ДКМ) — порошков, состоящих из малых частиц, покрытых оболочками, позволяющие нанести определенное количество связующего компонента на частицы основы и тем самым обеспечить равномерное введение связующего компонента. Используемый в работе метод получения ДКМ основан на магнетронном нанесении металлического покрытия на малые частицы, удерживаемые в плазменно-пылевой ловушке [3–6]. Метод дает возможность получать покрытия толщиной до 20 nm на частицах различных материалов со средними размерами 1–10 μm . Метод обладает рядом достоинств, таких как: отсутствие принципиальных ограничений на химический состав частиц порошка и покрытий, возможность получать химически чистые многослойные нанопокртия, высокая адгезия, сплошность и контролируемость толщины наносимого слоя. Изготовление макрокомпозиатов на основе таких порошков позволяет достичь высокого уровня однородности введения связующей добавки и тем самым улучшить характеристики получаемых макрообразцов. В частности, становится возможным создание нового типа материалов, наследующих уникальные свойства квазикристаллических соединений, но обладающих более высокой пластичностью.

В данной работе представлены результаты исследований образцов макрокомпозиатов, приготовленных из ДКМ. В качестве основы использовали порошки квазикристалла Al–Cu–Fe [7] производства ВИАМ со

средним размером частиц $2\ \mu\text{m}$. Порошки квазикристалла Al–Cu–Fe подвергали обработке по технологии получения ДКМ, описанной выше. Первоначально была предпринята попытка нанесения никелевого покрытия на частицы порошка со средним размером частиц $25\text{--}30\ \mu\text{m}$. Однако столь крупные частицы плохо удерживались плазменно-пылевой ловушкой, и от его использования пришлось отказаться. Затем была проведена обработка квазикристаллических порошков со средним размером частиц $\sim 2\ \mu\text{m}$. Получены две партии порошка в количествах, необходимых для приготовления образцов для трибологических испытаний. Эти две партии ДКМ отличались друг от друга временем обработки в плазме.

Дисперсность исходных порошков квазикристалла Al–Cu–Fe и ДКМ, приготовленных на их основе, исследовалась при помощи электронной микроскопии, содержание химических элементов в частицах порошков — методом локального рентгеноспектрального анализа (ЛРСА) на сканирующем электронном микроскопе LEO 1430 с приставкой INCA Energy 350. Фазовый состав исходного порошка квазикристалла и полученных образцов ДКМ исследован на дифрактограмме D8 Advance (Bruker AXS).

ЛРСА показал, что кроме элементов Al, Cu, Fe в исходных порошках имеются примеси углерода и кислорода. Спектры обработанного в плазме порошка дают содержание элементов, соответствующее исходному, и, кроме этого, показывают содержание никеля 2.7 и 3 mass.% в разных партиях. Точечный анализ отдельных частиц обработанного порошка в случайно выбранных местах тоже фиксирует присутствие никеля. Это является признаком сплошности покрытия.

Типичные дифрактограммы показаны на рис. 1. На рис. 1, *a* приведена дифрактограмма исходного квазикристаллического порошка. Дифрактограмма соответствует 100% квазикристаллической фазы системы Al–Cu–Fe. После обработки в плазме и нанесения Ni (рис. 1, *b*) появляется кубическая фаза $\text{Al}_{50}(\text{Cu}, \text{Fe})_{50}$ (β -фаза). Согласно нашим предварительным исследованиям, температура частиц в плазменно-пылевой ловушке не превышает 300°C , поэтому появление β -фазы в процессе нанесения никелевого покрытия на частицы квазикристалла не находит в настоящее время объяснения.

Формирование квазикристаллического макрокомпозита проводили путем холодного прессования порошков с последующей термообработкой образцов в атмосфере водорода. Получить компакт из исходного

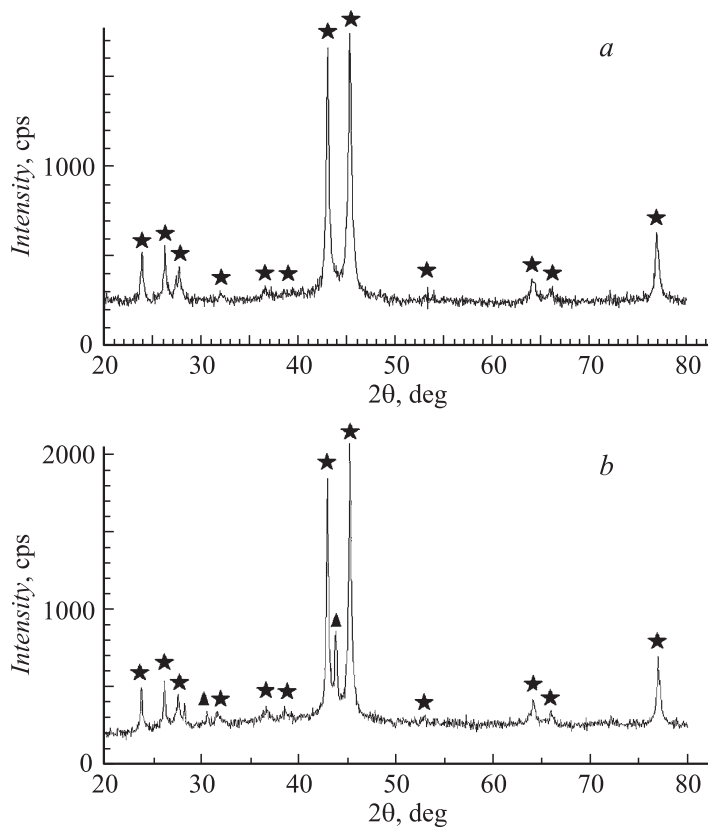


Рис. 1. Дифрактограммы ($\text{CuK}\alpha$ -излучение): *a* — исходного квазикристаллического порошка системы Al–Cu–Fe, *b* — порошка ДКМ (Al–Cu–Fe/Ni), *c* — образца, отожженного в водороде при температуре 750°C, треугольники — β -фаза, звездочки — квазикристалл.

квазикристаллического порошка не удалось. В отличие от этого из всех порошков с нанесенными на поверхность частиц слоями никеля были получены прессовки — образцы цилиндрической формы диаметром 10 mm и высотой 8–12 mm, без видимых следов выкрашивания и сколов. Таким образом, нанесение никеля приводило к заметному улучшению компактируемости порошков.

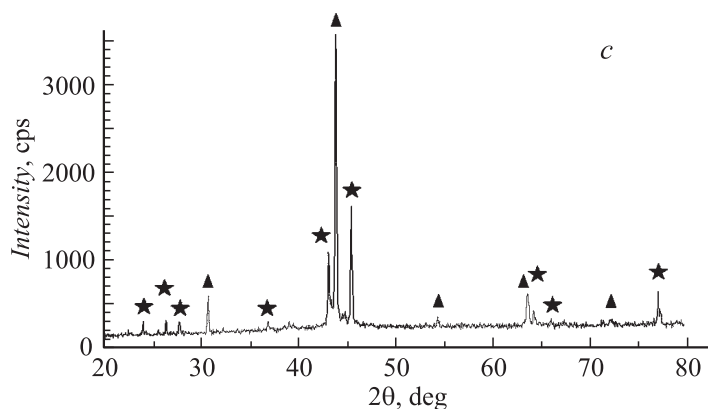


Рис. 1 (продолжение).

Отжиг прессованных образцов ДКМ и контрольного исходного квазикристаллического порошка в водороде проводили в течение часа при температуре 550, 650 или 750°С. Образцы, отожженные при температуре 750°С, имели характерный металлический блеск и представляли собой монолитные образования. Образцы, отожженные при более низких температурах, обладали темно-серой матовой поверхностью без металлического блеска, но тоже сохранили свою форму. Фазовый состав прессовок после каждой выполненной операции изучали по методике, изложенной выше.

После прессования фазовый состав образца практически не изменяется. При отжиге в водороде при температуре 550°С количество β -фазы в образцах увеличивается незначительно. Заметный рост содержания β -фазы наблюдается при температуре 650°С и продолжается при 750°С (рис. 1, *c*). Результаты количественного фазового анализа образцов приведены в табл. 1. Абсолютная погрешность количественного фазового анализа составляет около 5 mass. %.

Возможно, фазовый переход из квазикристаллической в кубическую фазу происходит вблизи поверхности частиц квазикристалла. Нарушение стехиометрии состава квазикристалла, приводящее к возникновению β -фазы, может происходить вследствие диффузии атомов меди в поверхностные слои никеля из-за их неограниченной растворимости

Таблица 1. Фазовый состав образцов

№ образца	Описание образца	№ партии	Квазикристалл, mass. %	β -фаза, mass.%
1	Исходный квазикристаллический порошок системы Al–Cu–Fe	–	100	–
2	Порошок ДКМ (Al–Cu–Fe/Ni)	1	87	13
3		2	88	12
4	Образец после прессования	1	90	10
5		2	90	10
6	Образец после отжига в водороде при температуре 550°C	1	87	13
7		2	83	17
8	Образец после отжига в водороде при температуре 650°C	1	72	28
9		2	67	33
10	Образец после отжига в водороде при температуре 750°C	1	48	52
11		2	55	45

Таблица 2. Данные трибологических испытаний

Образец	Износ контртела, 10^{-6} mm ³ /N/m	Коэффициент трения			Пробег, rev/m
		начальный	средний	конечный	
№ 8	5.7	0.12	0.56	0.84	4890/100
№ 10	0.1	0.12	0.15	0.17	7126/100

друг в друге. Кроме того, атомы Ni могут встраиваться в решетку кубической β -фазы, в положения, занимаемые атомами Fe. После отжига при температуре 750°C в образцах остается до 5 mass.% квазикристаллической фазы.

Изучение коэффициента трения полученных образцов проводили на приборе Tribometer, CSM Instr. Диаметр пятна износа контртела определяли визуальным наблюдением на оптическом микроскопе Axiovert 25. Площадь сечения и глубину бороздки износа на образцах определяли

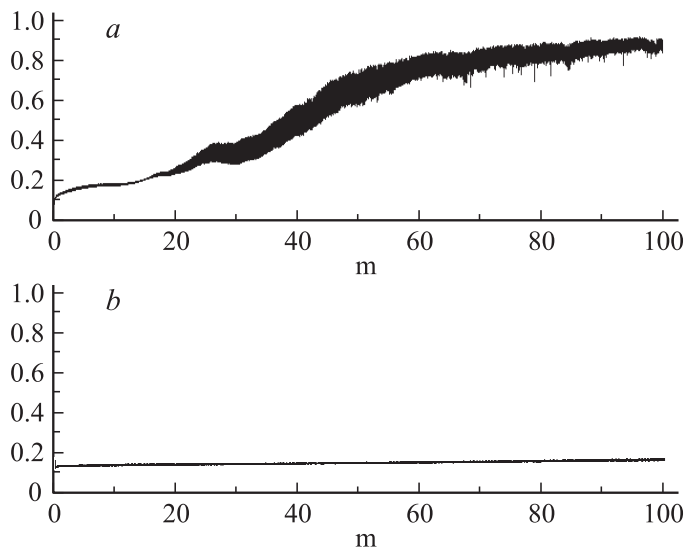


Рис. 2. Экспериментальная зависимость коэффициента трения от пробега для образцов: *a* — № 8, температура спекания 650°C и *b* — № 10, температура спекания 750°C.

на контактном профилометре Mitutoyo SJ 402. Условия испытаний: контртело — шарик диаметром 3 mm; материал контртела: сталь 100Cr6 (аналог ШХ15); нормальная нагрузка — 1 N; линейная скорость — 5 cm/s; пробег — 100 m; относительная влажность 33%.

Полученные экспериментальные зависимости коэффициента трения от пробега для образцов № 8 (температура спекания 650°C) и № 10 (температура спекания 750°C) показаны на рис. 2. В табл. 2 приведены данные трибологических испытаний этих образцов. Образец, спеченный при температуре 650°C, оказался непрочным и начал разрушаться в самом начале испытаний. Согласно полученным результатам, при температуре 750°C формируются прочные образцы макрокомпозита, не разрушающиеся в процессе трибологических испытаний. Несмотря на то что в образцах содержится 50% β -фазы, они показали результаты по величине коэффициента трения в диапазоне 0.12–0.17. Эти числа соответствуют значениям коэффициента трения квазикристалла Al–Cu–Fe.

Таким образом, нами обнаружены две противоположные тенденции в поведении образцов при увеличении температуры спекания. С ростом температуры спекания имеет место, с одной стороны, упрочнение образцов, а с другой, — нежелательный рост содержания β -фазы. Следовательно, для получения макрокомпозитов на основе квазикристалла, обладающих высокой прочностью и одновременно низким коэффициентом трения, необходимо внести изменения в технологию приготовления образцов. Эти изменения, по-видимому, должны включать снижение температуры обработки в атмосфере водорода и прессование образцов при более высоких давлениях.

Авторы благодарят Ю.А. Абузина за предоставленные квазикристаллические порошки.

Список литературы

- [1] *Zbigniew M., Stadnik (Ed.)*. Physical Properties of Quasicrystals. Springer Series in SOLID-STATE SCIENCES, 1999.
- [2] *Векилов Ю.Х., Черников М.А.* // УФН. 2010. Т. 180. № 6. С. 561–586.
- [3] *Kersten H., Wiese R.* et al. // New Journal of Physics. 2003. V. 5. P. 93.1–93.15.
- [4] *Иванов А.С., Митин В.С., Паль А.Ф.* и др. // ДАН. 2004. Т. 395. В. 3. С. 335–338.
- [5] *Ivanov A.S., Pal A.F., Ryabinkin A.N.* et al. DCM Production in a Dusty Plasma Trap, Plasma Processes and Polymers. ISBN: 3–527–40487–2, 2005.
- [6] *Иванов А.С., Митин В.С., Паль А.Ф.* и др. // Нанотехника. 2008. В. 14. С. 21–25.
- [7] *Sales M., Merstallinger A., Ustinov A.I., Polishchuk S.S., Melnichenko T.V.* // Surface & Coatings Technology. 2007. V. 201. P. 6206–6211.