

International Symposium on Closed Habitation Experiments and Material Circulation Technology / Ed. by Tako Y. Japan : Institute for Environmental Sciences, 2004. 500 p.

3. Пат. № 2111939 Рос. Федерация. Способ утилизации отходов жизнедеятельности человека и несъедобной биомассы растений, приводящий к получению из них удобрений / Куденко Ю. А., Павленко Р. А. ; опубл. 27.05.1998 ; Бюл. № 15. 4 с.

4. Assessing the feasibility of involving gaseous products resulting from physicochemical oxidation of human liquid and solid wastes in the cycling of a bio-technical life support system / A. Tikhomirov, Yu. Kudenko, S. Trifonov, S. Ushakova // *Advances in Space Research*. 2012. Vol. 49. P. 249–253.

5. Перекись водорода и перекисные соединения / под ред. М. Е. Позина Л.–М. : ГНТИ химической литературы, 1951. 476 с.

6. Кисленко В. Н., Берлин Ад. А. Кинетика и механизм окисления органических веществ пероксидом водорода // *Успехи химии*. 1991. Т. 60, № 5. С. 949–981.

References

1. Gitelson J. I., Lisovsky G. M., MacElroy R. *Manmade Closed Ecological Systems*. Taylor & Francis Inc., 2003. 400 p.

2. Tako Y. *Closed Habitation Experiments and Material Circulation Technology: Proceedings of the International Symposium on Closed Habitation Experiments and Material Circulation Technology*. Edited by Tako Y. – Japan, Institute for Environmental Sciences, 2004. 500 p.

3. Kudenko Ju. A., Pavlenko R. A. *Sposob utilizacii othodov zhiznedejatel'nosti cheloveka i nesjedobnoj biomassy rastenij, privodjashhij k polucheniju iz nih udobrenij* [Way of utilization of human wastes and inedible plant biomass, gaining hydroponic fertilizer]. Patent RF, no. 2111939, 1998.

4. Tikhomirov A., Kudenko Yu., Trifonov S., Ushakova S. Assessing the feasibility of involving gaseous products resulting from physicochemical oxidation of human liquid and solid wastes in the cycling of a bio-technical life support system. *Advances in Space Research*. 2012, vol. 49, p. 249–253.

5. *Perekis' vodoroda i perekisnye soedinenija* (Hydrogen peroxide and peroxide compounds). Ed. M. E. Pozina. Leningrad–Moscow, GNTI Chemical Literature Publ., 1951. 476 p.

6. Kislenco V. N., Berlin Ad. A. *Uspehi himii*. 1991, vol. 60, no. 5, p. 949–981.

© Морозов Е. А., Трифонов С. В.,
Куденко Ю. А., Тихомиров А. А., 2014

УДК 29.19.22

ПЛАЗМОНАПЫЛЕННЫЕ ФЕРРИТОВЫЕ ПОКРЫТИЯ

В. Н. Саунин, С. В. Телегин

Сибирский государственный аэрокосмический университет имени академика М. Ф. Решетнева
Российская Федерация, 660014, г. Красноярск, просп. им. газ. «Красноярский рабочий», 31
E-mail: telegin@sibsau.ru

Предложена методика плазменного напыления ферритовых покрытий из порошков спеченных ферритовых изделий. Исследовано влияние технологических факторов напыления и фракционного состава на морфологию, изменение структурного, химического состава и магнитных свойств покрытий. Установлено, что массопотери кислорода в феррите при плазменном напылении определяются фракционным составом исходного порошка, родом используемых газов, температурой нагрева и временем пребывания частиц в плазменной струе, коэффициентом диффузии кислорода. Увеличение фракции напыляемых порошков стабилизирует химический состав покрытий. Введение в плазменную струю технологического газа кислорода (1–3 %) даже при больших мощностях напыления стабилизирует химический состав покрытия по кислороду. Рентгенографическими исследованиями установлено, что в материале покрытия возникает небольшое количество аморфной фазы. Технология плазменного напыления позволяет совместить операции нанесения покрытия и отжига за счет управления температурой в пятне напыления и расхода технического газа кислорода, что обеспечивает химический состав и микроструктуру покрытия с необходимым уровнем магнитных характеристик.

Ключевые слова: ферриты, плазменное напыление, диссоциация, покрытие, магнитная проницаемость.

PLASMA SPRAYING FERRITE COVERINGS

V. N. Saunin, S. V. Telegin

Siberian State Aerospace University named after academician M. F. Reshetnev
31, Krasnoyarsky Rabochoy Av., Krasnoyarsk, 660014, Russian Federation
E-mail: telegin@sibsau.ru

The technique of plasma spraying of coating ferrite powders sintered ferrite products is offered. The influence of technological factors spraying and fractional composition of the morphology, structural change, chemical composition and magnetic properties of the coatings is researched. It is found that the loss of oxygen in the ferrite during plasma spraying determined fractional composition of the starting powder, originally used gas, heating temperature and residence time of the particles in the plasma jet, oxygen diffusion coefficient. Increase in the fraction of the spray powders stabilizes the chemical composition of the coatings. Introduction into the plasma jet process gas oxygen (1–3%), even at high power deposition stabilizes the chemical composition of the coating with respect to oxygen. Radiographic studies have established that in the coating material occurs a small amount of amorphous phase. Plasma deposition technology allows to combine the coating operation, and by controlling the annealing temperature in the spot deposition process gas flow rate and oxygen, which provides the chemical composition and microstructure of the coatings with the required level of magnetic properties.

Keywords: ferrites, plasma spraying, dissociation, coating permeability.

Внедрение в производство достижений электроники, радиотехники, вычислительной техники во многом определяется темпами исследований в области создания материалов для этих отраслей. Видное место среди этих материалов принадлежит ферритам, представляющим собой соединения оксида железа с оксидами других металлов и обладающим уникальным сочетанием магнитных, электрических и других свойств.

Важным в улучшении свойств материалов электронной техники представляется установление закономерностей влияния технологических факторов приготовления материалов на химический состав, структуру, магнитные и электрические свойства.

Производство ферритовых изделий осуществляется из механической смеси порошков оксидов по керамической технологии.

Создание массивных сердечников сложной геометрической формы или покрытий на поверхности корпусов изделий возможно с применением технологии плазменного напыления, позволяющей в едином технологическом процессе расплавить частицы исходной шихты в высокотемпературной области плазменной струи и осуществить компактирование без использования громоздкого и дорогостоящего прессового оборудования, энергоемкого печного хозяйства.

В этом случае особый интерес представляет изучение стабильности химического состава, модификации структуры и магнитных свойств плазмонанпыленных ферритовых покрытий.

При плазменном напылении оксиды исходных порошков, подвергаясь высокотемпературному воздействию плазменной струи, изменяют химический состав за счет термической диссоциации и потери летучих компонентов (O_2 , O, MeO, FeO, Me и др.) и структуру при охлаждении.

Поэтому проведение расчетов температурных зависимостей констант скоростей реакции и парциаль-

ных давлений летучих компонентов представляет значительные трудности, а точность используемых методов расчета для равновесных условий оказывается невысокой. Разница расчетных и экспериментальных значений парциальных давлений кислорода в феррооксидах может составлять несколько порядков [1; 2].

Массопотери кислорода в феррите при плазменном напылении определяются рядом факторов: фракционным составом исходного порошка, родом используемых газов, температурой нагрева и временем пребывания частиц в плазменной струе, коэффициентом диффузии кислорода и др. [3].

Напыление покрытий осуществлялось по схеме, представленной на рис. 1.

Установка содержит плазмотрон 1 [4], создающий плазменную струю 2. Плазмотрон имеет патрубки для ввода плазмообразующего газа (PG), порошка и транспортирующего газа (P+CG) и технологического газа (TG). Плазменная струя по всей длине дистанции напыления L охватывается цилиндрическим коаксиальным потоком технологического газа 3.

Исходный порошок транспортирующим газом гелием подается в плазмотрон 1, нагревается в высокотемпературной области плазменной струи до температуры плавления и со скоростью, близкой к скорости плазменной струи, на дистанции L переносится к поверхности подложки 5, при взаимном перемещении подложки S и плазмотрона V формируется покрытие 4 с пятном напыления 6.

Изучение влияния технологических условий напыления на фазовый состав оксидов было проведено на основе никелевого феррита (табл. 1). В качестве основных варьируемых параметров были выбраны: мощность дугового разряда плазмотрона, дисперсность напыляемого порошка, род плазмообразующих, транспортирующих и технологических газов (нейтральных, окислительных, восстановительных) и уровни их расходов.

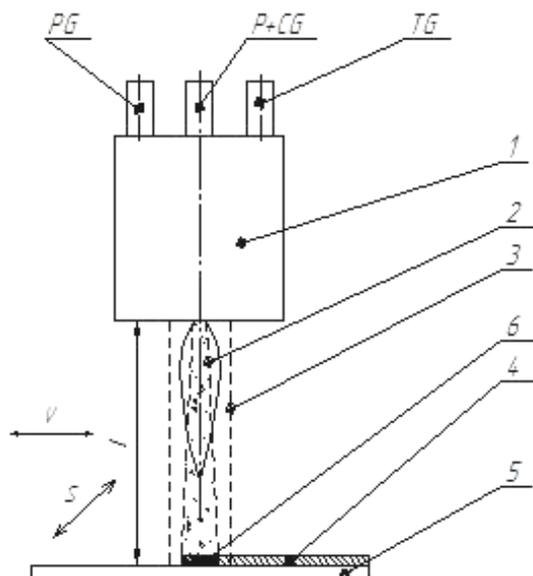


Рис. 1. Схема эксперимента

Цель проводимых экспериментов состояла в исследовании влияния условий напыления на магнит-

ные характеристики (намагниченность насыщения и коэрцитивная сила).

Исходные порошки приготавливались из спеченных ферритовых изделий грубым и тонким помолом с рассевом на фракции.

При больших мощностях напыления независимо от вида технологического газа в ферритах наблюдаются изменения химического состава, связанные с потерей кислорода. Порошки размером 20–50 мкм восстанавливаются в наибольшей степени, за исключением случая, когда в технологическом газе содержится кислород.

При малой мощности (порядка 6 кВт) в присутствии в технологическом газе кислорода химический состав сохраняется.

В порошках дисперсностью 50–80 мкм изменения проявляются в меньшей степени. При использовании в качестве технологических газов Ar или Ar + CO₂ степень восстановления (в зависимости от мощности) составляет 10–30 %.

Незначительные изменения состава, даже при большой мощности напыления, отмечаются только при наличии в технологическом газе O₂ (1–3 %).

Таблица 1

Фазовый состав и свойства никелевого феррита в зависимости от условий напыления

Дисперсность, мкм	Условия напыления					Состав, %			σ, Гс·см ³ /г	H _c , Э
	Расход газов, м ³ /ч				Мощность, кВт	NiFe ₂ O ₄	FeO	Ni		
	Ar	O ₂	CO ₂	H ₂						
20...50	3,5	–	–	–	5,2	60	39	1	31	130
20...50	3,5	–	–	–	8,4	48	51	1,5	28	180
20...50	3,5	–	–	–	12,2	42	54	2	26	210
20...50	2,0	–	–	–	8,4	69	31	–	35	140
20...50	4,5	–	–	–	8,5	51	47	3	27	150
50...80	3,5	–	–	–	5,4	86	14	–	40	130
50...80	3,5	–	–	–	10,8	73	27	–	36	140
20...50	1,2	–	2,2	–	6,0	53	44	1	32	150
20...50	1,2	–	2,2	–	11,4	49	48	2	28	180
20...50	1,2	–	2,2	–	14,8	45	52	3	25	200
20...50	0,8	–	1,2	–	9,4	59	41	–	35	170
20...50	1,2	–	2,2	–	9,3	57	43	–	32	150
20...50	2,0	–	3,2	–	9,3	50	47	1	26	190
50...80	1,2	–	2,2	–	6,4	87	13	–	41	140
50...80	1,2	–	2,2	–	12,2	68	32	–	34	150
80...120	1,2	–	2,2	–	9,7	100	–	–	45	120
80...120	1,2	–	2,2	–	16,0	93	7	–	45	120
20...50	1,2	2,2	–	–	6,6	100	–	–	46	125
20...50	1,2	2,2	–	–	9,7	92	8	–	41	130
20...50	1,2	2,2	–	–	13,2	78	22	–	38	140
50...80	1,2	2,2	–	–	9,4	100	–	–	46	120
50...80	1,2	2,2	–	–	14,1	94	6	–	44	120
20...50	3,5	–	–	0,8	6,5	14	80	6	19	220
20...50	3,5	–	–	0,8	10,0	13	80	7	17	225
20...50	3,5	–	–	0,8	14,1	11	82	7	16	240

**Фазовый состав ферритовых покрытий, напыленных
в различных газовых средах**

Феррит	Состав газовой среды	Фазовый состав покрытия	Плотность, г/см ³	Пористость (открытая), %
Fe ₃ O ₄	Ar + H ₂ (5:1)	шпинель + вюстит	5,15	0,33
	Ar	шпинель + вюстит (следы)	4,9	1,1
	Ar + O ₂ (1:3)	шпинель	5,06	0,76
Ni _{0,3} Zn _{0,7} Fe ₂ O ₄	Ar + H ₂ (5:1)	шпинель + вюстит	5,26	0,23
	Ar	шпинель + вюстит (следы)	5,11	0,82
	Ar + O ₂ (1:3)	шпинель	5,21	0,34

Таким образом, увеличение фракционного состава оказывается эффективным с точки зрения сохранения химического состава материала покрытия.

При напылении ферритов других составов характер протекающих процессов при формировании покрытий повторяется. При диссоциации ферритов в первую очередь образуются фазы шпинели и вюстита (табл. 2, 3).

Таблица 3

**Содержание вюститной фазы
в покрытиях из никелевого феррита
при различных условиях напыления**

Условия напыления	Мощность, кВт	Содержание вюстита, %
Ar + CO ₂ (1:3), дистанция 150 мм	6	3
	9	6
	12	13
Ar + CO ₂ (1:3), дистанция 150 мм, технологический газ O ₂	6	—
	9	1
	12	7

С понижением мощности напыления степень фазовых изменений в феррооксидах уменьшается, при этом содержание вюститной фазы в ферритовых покрытиях зависит от состава газовой среды, в которой проводилось напыление (табл. 2, 3). При малых мощностях напыления интенсивности процессов восстановления феррита в плазменной струе и его окисления на стадии охлаждения расплавленных частиц, формирующих покрытие, оказываются по порядку величины сравнимы.

Рентгенографические исследования показали, что с увеличением скорости охлаждения напыляемых порошков наблюдается уменьшение интенсивности и уширение дифракционных линий. Такая картина РФА соответствует уменьшению размеров кристаллитов и появлению в покрытии аморфной фазы (рис. 2).

Особенности формирования (из расплавленных частиц) и морфологическое своеобразие (слоистая структура) напыленных покрытий позволяют предполагать отличную, по отношению к спеченным материалам, кинетику их окисления. Это, в свою очередь, дает новые технологические возможности для управления фазовым составом, структурой и, следовательно, магнитными свойствами ферритовых покрытий.

Исследования магнитных свойств покрытий показывают, что с увеличением мощности напыления намагниченность насыщения падает, что обусловлено появлением вюститной фазы FeO. При напылении покрытий в окислительной среде наблюдается рост намагниченности насыщения (рис. 3). Это связано с тем, что в покрытии сохраняется фаза магнетита до определенной мощности дугового разряда (~ 16 кВт). Таким образом, управление расходом кислорода (технологического газа) при плазменном напылении позволяет регулировать состав покрытия в пределах одной фазы и вести процесс при более высокой мощности и производительности с сохранением химического состава и структуры.

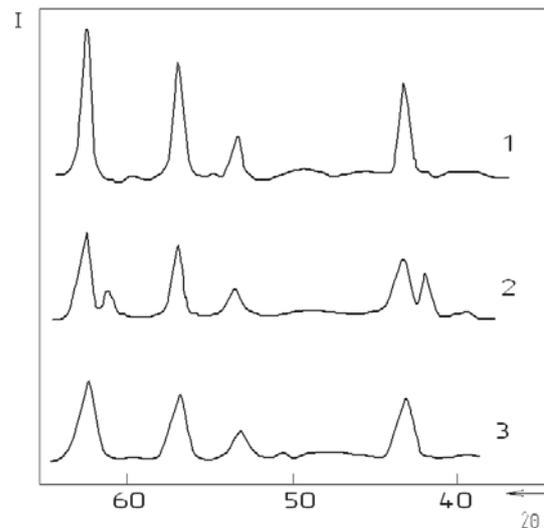


Рис. 2. Рентгенограммы:
1 – исходного порошка; 2 – напыленного покрытия
($P = 25$ кВт); 3 – напыленного покрытия в среде
кислорода ($P = 25$ кВт)

Ферритовые покрытия, в отличие от спеченных ферритов, имеют характерные морфологические особенности, напыленное покрытие имеет более однородную структуру и меньшую, чем у спеченного материала, пористость. Открытая пористость напыленного феррита составляет 1–3 % (табл. 2), тогда как спеченного может достигать 20 % [5; 6].

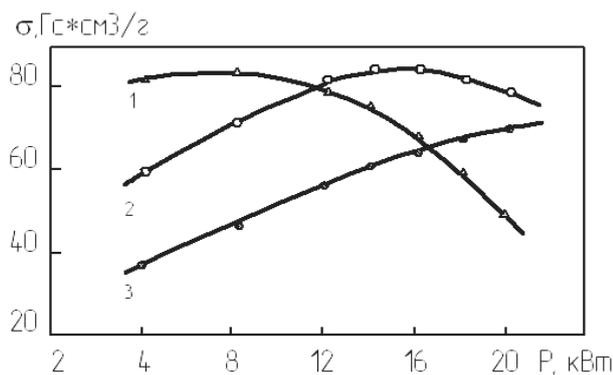


Рис. 3. Зависимость намагниченности Fe_3O_4 от мощности напыления:

1 – исходного материала; 2 – в среде кислорода при температуре в пятне напыления $500\text{ }^\circ\text{C}$;
3 – при температуре $700\text{ }^\circ\text{C}$

Морфологические особенности напыленных ферритов изучались на шлифах, изготовленных из поперечных сечений покрытий. Было установлено, что при стационарных режимах напыления структура покрытия неоднородна по толщине. Нижние слои, непосредственно примыкающие к основанию, имеют пористую мелкокристаллическую структуру. С увеличением толщины покрытия наблюдается уменьшение пористости материала и увеличение размеров зерна.

Образование пористого слоя на начальном этапе формирования покрытия связано с высокой скоростью затвердевания расплавленных частиц, ограничивающей их растекание на поверхности. Ширина переходной пористой области определяется условиями напыления, физико-химическими свойствами материала, тепловым состоянием подложки и другими факторами. Расчеты показывают, что в случае напыления ферритов температура покрытия, начиная уже с первых слоев, резко возрастает и через 5–10 монослоев может достигать значения $\sim 0,8 T_{\text{пл}}$. Именно эти 5–10 монослоев характеризуются высокой скоростью затвердевания и определяют ширину переходной области.

Отметим также, что при определенных условиях, например, при перегреве частиц и высоких скоростях напыления, повышения температуры в зоне формирования покрытия оказывается достаточно и для протекания рекристаллизационных процессов.

Однофазное состояние, реализуемое в напыленных ферритовых покрытиях, не является гарантией сохранения свойств исходных материалов. Способность ферритов образовывать непрерывные ряды твердых растворов с переменным содержанием кислорода приводит к тому, что в пределах однофазной структуры могут существовать значительные градиенты концентраций составляющих ее компонентов. Кроме того, в ферритовых покрытиях, образующихся из закаленных расплавленных частиц, возникают локальные напряжения, дефекты структуры и появление аморфной фазы. Эти явления и приводят к изменению магнитных свойств ферритовых покрытий: увеличению

коэрцитивной силы, уменьшению намагниченности насыщения и др. (табл. 4).

Таблица 4

Свойства ферритов, полученных спеканием и плазменным напылением

Материал		ρ , г/см ³	$4\pi I_s$, Гс	H_c , Э	ΔH , Э
NiFe_2O_4	спекенный	4,3	2850	15,3	375
	напыленный	5,1	3200	62	1100
CoFe_2O_4	спекенный	3,72	3300	375	–
	напыленный	4,98	4390	830	–
Fe_3O_4	спекенный	4,42	4910	45	2870
	напыленный	5,05	5620	84	3340

Термическая обработка напыленных покрытий оказывает существенное влияние на их магнитные и электрические свойства. В зависимости от условий термообработки (температура, состав газовой среды и давление газов) в ферритах происходят различные физико-химические изменения, связанные с формированием микроструктуры, химической гомогенизацией, аннигиляцией дефектов, восстановлением стехиометрии по кислороду и др. и приводящие к улучшению электромагнитных характеристик покрытий.

Операции отжига и нанесения покрытия можно совместить, управляя температурой в пятне напыления и расходом технологического газа кислорода, что позволяет одновременно обеспечить необходимый химический состав и микроструктуру напыляемого массивного ферритового покрытия. Поскольку условия охлаждения напыляемых частиц в монослоях оказываются одинаковыми, то получаемые ферритовые покрытия являются структурно однородными по толщине.

Влияние температуры в пятне напыления на характер формирования магнитных свойств покрытий из никель-цинкового и марганец-цинкового ферритов приведено в табл. 5.

Повышение температуры в пятне напыления приводит к улучшению свойств напыляемых покрытий.

Частотная зависимость действительной μ_1 и мнимой μ_2 частей комплексной магнитной проницаемости покрытия из Ni-Zn-феррита приведена на рис. 4. В начальной части спектра (вблизи $f = 2$ Гц) наблюдается эффективное поглощение энергии, обусловленное естественным ферромагнитным резонансом (ЕФМР). При этом мнимая часть проницаемости значительно превосходит действительную, а тангенс угла магнитных потерь $\text{tg } \delta = \mu_2 / \mu_1$ принимает значение, равное пяти.

Частотное изменение коэффициента поглощения $K_{\text{по}}$ мощности исследуемых покрытий неравномерно. С повышением частоты коэффициент K увеличивается, достигая наибольшего значения $K = 0,11$ при $f = 7,8$ Гц, после чего убывает до $K = 0,001$ при $f = 10,4$ Гц.

Магнитные свойства ферритов, напыленных при различной температуре

T, К	NiFe ₂ O ₄				MnFe ₂ O ₄			
	B _s , Гс	H _c , Э	μ ₀	ρ, Ом·м	B _s , Гс	H _c , Э	μ ₀	ρ, Ом·м
400	1,6·10 ⁻³	70	0,14·10 ⁻³	22	2,9·10 ⁻³	78	0,04·10 ⁻³	
500	1,9·10 ⁻³	48	0,15·10 ⁻³	25	3,2·10 ⁻³	60	0,11·10 ⁻³	3
600	2,1·10 ⁻³	33	0,17·10 ⁻³	31	3,4·10 ⁻³	56	0,15·10 ⁻³	4
700	2,2·10 ⁻³	20	0,2·10 ⁻³	40	3,5·10 ⁻³	33	0,22·10 ⁻³	5
800	2,25·10 ⁻³	14	0,25·10 ⁻³	54	3,6·10 ⁻³	22	0,35·10 ⁻³	7
900	2,4·10 ⁻³	10	0,3·10 ⁻³	79	3,65·10 ⁻³	15	0,51·10 ⁻³	9
1000	2,45·10 ⁻³	6	0,35·10 ⁻³	96	3,67·10 ⁻³	11	0,6·10 ⁻³	11
1100	2,5·10 ⁻³	4	0,4·10 ⁻³	108	3,7·10 ⁻³	6	0,95·10 ⁻³	13
1200	2,51·10 ⁻³	3	0,46·10 ⁻³	113	3,7·10 ⁻³	4	1,3·10 ⁻³	14
1300	2,52·10 ⁻³		0,52·10 ⁻³	118	3,7·10 ⁻³		1,55·10 ⁻³	13
1400	2,53·10 ⁻³		0,56·10 ⁻³	120	3,7·10 ⁻³		1,66·10 ⁻³	13

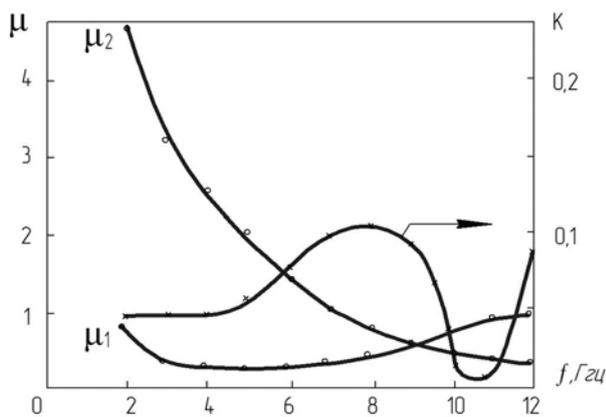


Рис. 4. Спектр поглощения покрытия из Ni-Zn-феррита

При заданном коэффициенте отражения расширить рабочий диапазон частот поглотителя электромагнитного излучения можно за счет напыления многослойных покрытий. Такие покрытия состоят из ферритов различного состава с ЕФМР, перекрывающими необходимый частотный диапазон, или из чередующихся ферритовых и диэлектрических слоев, изменяющих конфигурацию полос допустимых значений магнитной проницаемости.

Такие покрытия поглощают радиолокационный спектр излучения и предназначены для электромагнитной совместимости антенн, фазированных антенных решеток и подавления их боковых лепестков излучения, обеспечения защиты многофункциональных радиотехнических комплексов и компьютерных систем от несанкционированного доступа, уменьшения уровня интенсивности облучения биологических объектов в широком диапазоне сверхвысоких частот.

Технология плазменного напыления позволяет наносить достаточно толстые (1–10 мм) покрытия на устройства сложной геометрической формы, и возникают реальные возможности использовать такие фер-

ритовые покрытия в качестве вентиляей, ограничителей, модуляторов и других элементов ВЧ- и СВЧ-техники, формировать высокочастотные и сверхвысокочастотные сердечники с явно выраженными магнитомягкими свойствами.

Библиографические ссылки

- Кулик А. Я., Борисов Ю. С., Мнухин А. С., Никитин М. Д. Газотермическое напыление композиционных порошков. Л.: Машиностроение, 1985. 199 с.
- Кудинов В. В., Кулик А. Я. Плазменное напыление ферроокислов // ФХОМ. 1980. № 1. С. 41–44.
- Лепешев А. А., Нагибин Г. Е., Саунин В. Н. Физико-химические процессы, протекающие в частицах феррита при плазменном напылении // Теория и практика газотермического нанесения покрытий. Дмитров, 1985. Т. 2. С. 177–180.
- Пат. 2276840 Рос. Федерация, МПК⁷ Н 05 Н 1/26, С 23 С 4/00. Электродуговой плазмотрон Саунина / В. Н. Саунин; патентообладатель Сиб. гос. аэрокосмич. ун-т им. М. Ф. Решетнева. № 2004120804/06; заявл. 07.07.04; опубл. 20.05.06, Бюл. № 14. 8 с.
- Летюк Л. М., Журавлев Г. И. Химия и технология ферритов. Л.: Химия, 1983. 256 с.
- Дефектность структуры и физико-химические свойства феррошпинелей / М. Т. Варшавский [и др.]. М.: Наука, 1988. 242 с.

References

- Kulik A. Ja., Borisov Ju. S., Mnuhin A.S., Nikitin M.D. *Gazotermicheskoe napylenie kompozitsionnyh poroshkov* (Thermal spraying composite powders). Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1985. 199 p.
- Kudinov V. V., Kulik A. Ja. [Plasma spraying of ferrumoxides]. *FHOM*, 1980, no. 1, p. 41–44.
- Lepeshev A. A., Nagibin G. E., Saunin V. N. *Teorija i praktika gazotermicheskogo nanesenija pokrytij*. Dmitrov, 1985, Vol. 2, p. 177–180.

4. Saunin V. N. *Jelektrodugovoj plazmotron Saunina* [Electric arc plasmotron of Saunin]. Patent RF, no. 2276840, 2006.

5. Letjuk L. M., Zhuravlev G. I. *Himija i tehnologija ferritov* (Chemistry and Technology of ferrites). L. Himija, 1983, 256 p.

6. Varshavskij M. T., Pashhenko V. P., Men' A. N. et al. *Defektnost' struktury i fiziko-himicheskie svojstva ferrosipinelej* (Defectiveness of the structure and physicochemical properties of ferrosipineles). Moskva, Nauka Publ., 1988. 242 p.

© Саунин В. Н., Телегин С. В., 2014

УДК 620.1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЗАЩИТНОГО ОКСИДНОГО СЛОЯ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ*

Н. В. Суходоева¹, Е. Н. Федорова^{1,2}, В. Турк³, Д. Монсо², Д. Окаб²

¹ Политехнический институт Сибирского федерального университета
Российская Федерация, 660074, г. Красноярск, ул. Киренского, 26

² Университет г. Тулузы, Институт Карно СИРИМАТ,
Национальная высшая школа химии и химической технологии г. Тулузы, BP-44362,
Франция, 31030, Тулуза, аллея Эмиля Монсо, cedex-4

³ Университет г. Тулузы, Институт Карно СИРИМАТ, Университет Поль Сабатье,
Франция, 31062, Тулуза, ул. Рут де Нарбонн, 118, cedex 9

Метод наноиндентирования применен для определения твердости и модуля упругости оксидного слоя, формирующегося на поверхности монокристаллического суперсплава на основе никеля при высокотемпературном (1100 °С) изотермическом окислении. Проведены серии испытаний при различной нагрузке на отполированную поверхность поперечного среза образца после окисления и на поверхности оксидного слоя. Получены экспериментальные значения модуля Юнга при индентировании по первому способу $E_{IT} = 320$ ГПа, при индентировании по второму способу $E_{IT} = 256$ ГПа. Установлено существование зависимости измеряемых значений физико-механических свойств от нагрузки индентирования. Экспериментальные значения модуля Юнга использованы при расчете работы адгезии границы раздела металл/оксид.

Ключевые слова: сплавы на основе никеля, окисление, оксидный слой, наноиндентирование, твердость, модуль Юнга, работа адгезии.

DETERMINATION OF THE PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF THE PROTECTIVE OXIDE SCALE BY NANO-INDENTATION

N. V. Suhodoeva¹, E. N. Fedorova^{1,2}, V. Turq³, D. Monceau², D. Oquab²

¹ Polytechnic Institute of Siberian Federal University
26, Kirensky st., 660074 Krasnoyarsk, Russia

² Université de Toulouse, Institut Carnot CIRIMAT, ENSIACET
BP-44362, allée Emile Monso, 31030 Toulouse cedex-4, France

³ Université de Toulouse, Institut Carnot CIRIMAT, Université Paul Sabatier
118, route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9, France

Nano-indentation test was used to determine the hardness and the Young's modulus of the thermally grown oxide formed during the high temperature (1100 °C) isothermal oxidation of single crystal Ni-based superalloy. Multiple nano-indentation tests at different loads were performed on the polished cross-section and on the surface of oxide scale. The measured values of Young's modulus were $E_{IT} = 320$ GPa, and $E_{IT} = 256$ GPa using the cross-section indentation and the indentation normal to the surface of oxide scale correspondently. The effect of applied load on the measured values was observed. The measured values of Young's modulus were used to determine the values of the work of adhesion of metal/oxide interface.

Keywords: Ni-based superalloys, oxidation, oxide scale, nano-indentation test, hardness, Young's modulus, work of adhesion.

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и CNRS в рамках международного научного проекта № 13-08-91053-НЦНИ_а.