

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Запорізький національний технічний університет

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи № 1
«Дослідження структури газотермічних покриттів»
з дисципліни «Інженерія поверхні»
для студентів освітньої програми «Відновлення та підвищення
зносостійкості деталей і конструкцій» для всіх форм навчання

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 1
«Дослідження структури газотермічних покриттів» з дисципліни
«Інженерія поверхні» для студентів освітньої програми «Відновлення
та підвищення зносостійкості деталей і конструкцій» для всіх форм
навчання / Укл.: С.П. Бережний. – Запоріжжя: ЗНТУ, 2018. – 14 с.

Укладач:	С.П. Бережний, к.т.н., доцент.
Рецензент:	О.Г. Биковський, д.т.н., проф.
Відповідальний за випуск:	С.П. Бережний

Затверджено
на засіданні кафедри ОТЗВ
Протокол № 10 від 18.05.2018 р.

Рекомендовано до видання
НМК ІФФ
Протокол № 10 від 19.06.2018

ЗМІСТ

1 МЕТА РОБОТИ	4
2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ	4
2.1 Структура покриттів	4
2.2 Пористість покриттів	9
3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНOSTІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ	13
4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ	13
5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ	13
6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ	14
7 ЗМІСТ ЗВІТУ	14
8 РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА	14

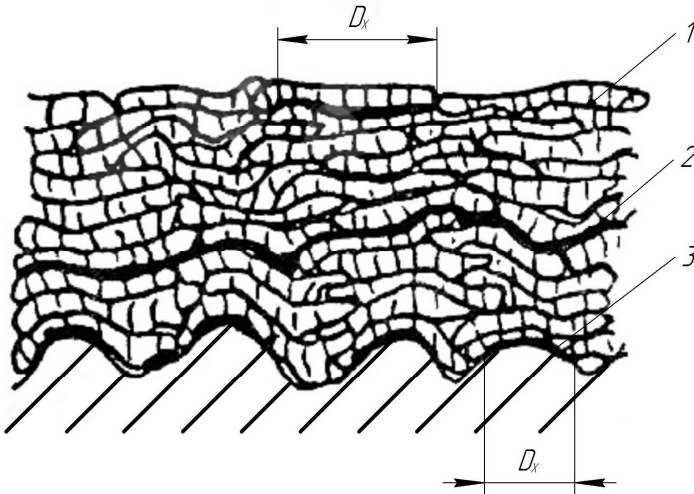
1 МЕТА РОБОТИ

Ознайомлення з методикою визначення структури газотермічних покриттів.

2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ

2.1 Структура покриттів

Схематично структура газотермічних покриттів зображена на рис. 2.1.



1 – границя між частинками; 2 – границя між шарами покриття; 3 – границя між покриттям і основою; D_x - діаметр ділянки контакту, на якій відбувається "приварювання" частинки.

Рисунок 2.1 – Схема структури покриттів [1]

Трьом типам границь відповідають три типи структурних елементів - основа, на яку наносять покриття, напилений шар матеріалу і дискретна частинка матеріалу в кінцевому стані - після розпилення, удару і твердіння.

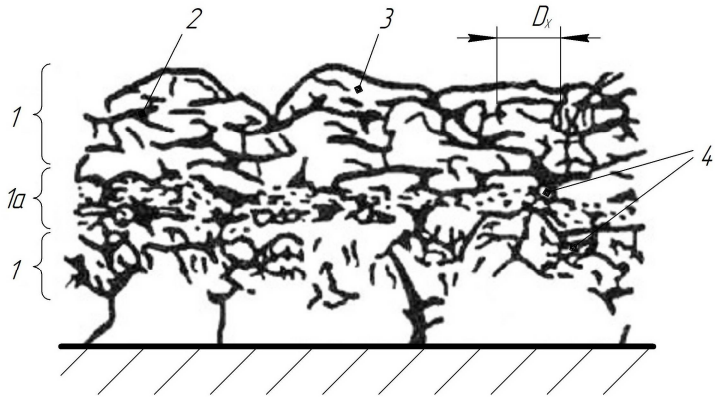
Будова шару, який формується за один прохід, або "горки", яка отримується напиланням у нерухомій плямі, є неоднорідною,

внаслідок нерівномірності розподілу температури і швидкості частинок матеріалу по перерізу потоку. Утворення покриття послідовним укладанням великої кількості частинок із різною температурою, швидкістю, агрегатним станом, масою, неминує веде до характерної лускатої будови із зернистими включеннями і мікропорожнинами - порами.

Залежно від співвідношення теплової і кінетичної енергії частинок у момент їх зустрічі з основою, можливе утворення двох типів структур - із переважною зернистою або шаровою будовою.

Кожна частинка, яка охолола, в свою чергу, має в структурах обох типів зернисту або лускату будову. Розміри утворень всередині частинки залежать від дискретно-колективних умов теплообміну дисперсної фази при формуванні шару і лежать у межах 0,1...10 мкм.

На рис. 2.2 надана уточнена модель структури газотермічного покриття.



1 – шар, який отримується за один прохід розпилювача; 1a – міжшарова границя; 2 – границя між частинками; 3 – частинка матеріалу покриття із поліморфними протяжними границями; 4 – пори.

Рисунок 2.2 – Модель структури газотермічного покриття [1]

Характерні розміри такої структури: товщина границі між шарами складає близько 0,1...10 мкм; товщина деформованих частинок - 2,0...20 мкм; протяжність поліморфних зон у дискретних частинках - 0,1...1,0 мкм; товщина границь між частинками до 1 мкм; протяжність ділянок схоплювання по границях частинок - 0,1...0,5 мкм; ширина тріщин між частинками - 0,08...0,3 мкм.

Субмікроструктура частинок складається із зерен і тріщин, ширина яких оцінюється як $(6... 15) \times 10^{-4}$ мкм.

Наявність у газодисперсному потоці частинок, які в момент співудару з основою знаходяться у різних агрегатних станах є найважливішим фактором, що визначає характер і ступінь структурної і механічної неоднорідності матеріалу покриття.

Характер взаємодії частинок із основою і сусідніми частинками, так само як і їх стан на момент співудару, визначають появу, тип і розмір таких структурних елементів покриттів, як мікротріщини; великі сфероподібні порожнини - пори, які утворюються внаслідок наявності крупних бульбашок газу в рідкому матеріалі частинок і руйнування частинок-балонів; дрібні пори (канали, лікоподібні утворення, які виникають при виході малих порцій газу із матеріалу частинок); мікропорожнини, які пов'язані із наявністю розвиненого мікрорельєфу на поверхні частинок; вертикальні границі стовпчастих утворень і тріщин вздовж них у тілі частинок, внаслідок дендритного кристалоутворення; ядра, частинки і уламки неправильної форми; дрібні краплеподібні включення (результат неповного проплавлення, розбризування при перегріванні і підвищених швидкостях) та ін. Умови колективної взаємодії визначають характер і щільність упаковки вказаних елементів.

Співвідношення кількості частинок, які знаходяться у різних агрегатних станах, визначається видом матеріалу, режимом нанесення покриття і гранулометричним складом дисперсного матеріалу.

Збільшення ступеню перегрівання матеріалу вище від температури плавлення, веде до того, що при укладанні в шар частинки більше деформуються, і утворюють структуру з лусками меншої висоти і більшого діаметру.

Внаслідок меншої в'язкості, матеріал легше розбризується і заповнює порожнини. Відповідно формується структура з більшим ступенем перемішування матеріалу і менш правильною формою луски. Як наслідок подрібнення перегрітих частинок, при їх співударі з основою або матеріалом покриття, в напиленому шарі з'являються дрібні зернисті включення.

При співударі з матеріалом, який формується, частинок, що мали внутрішню порожнину, заповнену газом (частинки-балони), утворюються структурні елементи і структури з крупними порами у покритті.

Внаслідок неоднорідності умов нагрівання і охолодження дисперсного матеріалу у високотемпературному потоці, можуть утворюватися частинки, які знаходяться в складному агрегатному стані.

Частинка, яка в потоці була оплавлена з поверхні - без утворення суцільної оболонки розплаву, закріплюючись за рахунок рідкої фази, а також частинки, що мають суцільну рідку оболонку, утворюють зернисті включення (із твердих ядер). Самовільне викришування таких ядер при формуванні шару веде до утворення крупних пор. Наявність у потоці більшості таких частинок веде до утворення структур зернисто-лускатого та зернистого типів.

У випадку, вторинного твердіння частинок матеріалу, закріплення їх у шарі проходить також за рахунок рідкої фази, яка знаходиться під твердою оболонкою, що руйнується при співударі. Матеріал, який формується за наявності в потоці більшості таких частинок, має складну дуже неоднорідну структуру. Він містить уламки оболонки (структурні елементи неправильної форми), пори і лускаті утворення. Найбільш неоднорідні структури, які формуються із гранул, що мають тверду оболонку, - це рідкий прошарок і тверде ядро. У цьому випадку в структурі матеріалу покриття поряд із вказаними елементами наявні ще й зернисті включення.

У формуванні покриття можуть брати участь частинки, які залишаються абсолютно твердими. Це трапляється, наприклад, тоді, коли розплавлені частинки замурують тверді у шар. Крім того, у випадку великих швидкостей твердих частинок при їх співударі з твердою поверхнею можлива пластифікація і навіть плавлення ряду матеріалів, що забезпечує формування структури як зернистого, так і лускатого типів.

Структура матеріалу, який формується при газотермічному напилюванні (для кожного конкретного матеріалу, режиму і розпилювача) залежить від його положення відносно центру плями напилення і осі симетрії каналу розпилювача. В загальному випадку для тугоплавких матеріалів, по мірі наближення до центру плями напилення, в структурі матеріалу скорочується кількість слабо закріплених зернистих включень, що пов'язане із значно більший, ніж на периферії потоку, кількістю повністю розплавлених частинок, а також різким скороченням частки або повною відсутністю повністю проплавлених, або знову твердих частинок. В області, яка розміщена

поблизу центра плями напилення, матеріал значною мірою формується із повністю розплавлених і перегрітих рідких частинок.

Виходячи із розглянутих вище умов утворення газотермічних покриттів, можна вважати, що в звичайних умовах кожна частинка (шар при імпульсних методах нанесення покриттів) твердне окремо і не відчуває при цьому додаткового термічного впливу від матеріалу, який напилюється. Це дозволяє отримувати високі швидкості охолодження і реалізовувати умови для збільшення маси швидкозагартованого сплаву - послідовне, безперервне гартування малих порцій розплаву. Гартування речовини із розплаву при визначених умовах дозволяє отримувати некристалічні (аморфні) матеріали.

У перерізі фігура напилення несиметрична відносно центру плями і її профіль, в загальному випадку, не описується нормальним гаусовим розподілом. На периферії плями розміщується матеріал, який містить порівняно крупні зерна. Формування такого матеріалу пов'язане із наявністю значної кількості непроплавлених (твердих, оплавлених з поверхні і рідких із твердим ядром) і вторинно затверділих (повністю або з поверхні, при рідкому або газоподібному ядрі) частинок.

Тверді і повністю вторинно затверділі частинки можуть потрапляти в матеріал внаслідок слабкого самовільного закріплення, а також вторинного захоплювання при падінні на незакріплену тверду частинку рідкої краплі. Частинки, які мають розплавлене ядро або оболонку, закріплюються на основі за рахунок рідкої фази.

При ударі частинки із вториннозатверділою оболонкою о поверхню основи затверділа зовнішня оболонка руйнується і відбувається розтікання рідкого металу, за рахунок якого і проходить схоплювання.

При неповному проплавленні, частинка до моменту співудару з основою складається із розплавленої рідкої оболонки і твердого ядра. Залежно від ступеня проплавлення рідка оболонка буває суцільною або несуцільною, а її товщина може складати 0,1...0,9 радіуса частинки. При ударі таких частинок о поверхню основи теплової і кінетичної енергії, яку вони мають, недостатньо для їх повної деформації. Схоплювання частинок з поверхнею в цьому випадку іде за рахунок розплавленої оболонки. При ударі рідка оболонка може відокремлюватися - стікати з твердого ядра.

Участь у формуванні матеріалу не повністю проплавлених частинок, а також частинок із вториннозатверділою зовнішньою оболонкою, є типовим явищем при напилюванні тугоплавких оксидів і металів.

Збільшення кількості таких частинок, відносно повністю проплавлених, приводить до утворення структури із крупними порами. Порожнини, які утворюються між окремими частинками, можуть досягати характерних розмірів 30...50 мкм. Матеріал, який формується, має зернисто-лускату структуру.

По мірі переміщення ближче до центру плями напилення і осі потоку в структурі матеріалу скорочується кількість крупних слабо закріплених елементів, зменшується і характерний розмір пор.

В області, яка розміщена поблизу центру плями напилення і осі потоку, матеріал значною мірою формується із повністю проплавлених і перегрітих частинок. Він має характерну шарову структуру. Внаслідок удару о поверхню розплавлені частинки дуже деформуються і набувають форми луски із відношенням товщини до діаметра 1:20...1:15. Внутрішня структура багатьох елементів луски має вигляд стовпчастих кристалів, які орієнтовані в напрямку тепловідводу, а на їх поверхні спостерігається дендритна структура із сіткою мікронерівностей. Впадини дендритної структури мають клиноподібну форму.

Характерний розмір впадин із зовнішнього боку звичайно не перевищує 0,5 мкм. Товщина границь схоплювання між частинками визначається висотою усіх мікронерівностей і складає менше 0,3 мкм. У структурі, яка формується на цій ділянці, значно менше пор і слабо закріплених елементів, характерних для попередніх ділянок. Зустрічаються лише окремі закріплені ядра і порожнини.

2.2 Пористість покриттів

Форма пор у матеріалі покриття досить різноманітна. Можна виділити закриті пори, які утворилися внаслідок потрапляння порожнистих частинок або газовиділення в частинках при формуванні покриття. Формування відкритої пористості в покриттях пояснюється некомпактним укладанням частинок - блоків у шарі, який формується,

і порожнинами, які з'являються внаслідок тріщиноутворення, випаровування, розбризкування, газовиділення і т.ін.

Розміри пор і їх протяжність досить різні. У покриттях наявні пори із розміром від кількох ангстрем до часток міліметра. Умовно пори можна класифікувати за трьома діапазонами розмірів.

До першого діапазону належать крупні, або "грубі", пори, які звичайно мають середній розмір від кількох мікрон до кількох десятків мікрон, а також надкрупні пори розміром у сотні мікрон. Другий розмірний діапазон складають мікропори із середнім розміром від одиниць до десятих часток мікрона, а третій - субмікро- і мезопори із середнім розміром від одиниць до десятків ангстрем.

Режими параметру процесу дозволяють радикально впливати на крупні і надкрупні пори, суттєво впливати на мікропористість і значно слабше - на субмікро- і мезопористість.

За механізмом утворення пор можна виділити такі типи елементів пористої структури:

1 Пори, що утворюються внаслідок нещільного укладання частинок в шар, який формується за один прохід (П1).

Це можуть бути як крупні пори, так і мікро- і мезопори. Розмір і кількість пор даного типу залежать від агрегатного стану частинок, які формують матеріал, від дисперсності матеріалу, концентрації частинок дисперсної фази в потоці, ступеня перегрівання або переохолодження повністю розплавлених частинок (вище і нижче від температури плавлення відповідно), від швидкостей частинок матеріалу. Їх частка і розмір будуть збільшуватися, якщо шар формується дисперсним матеріалом із значним вмістом частинок, які не були розплавлені повністю в потоці, або таких, які вторинно затверділи з поверхні.

При формуванні матеріалу переважно із розплавлених частинок, кількість і розмір пор типу П1 будуть зростати у міру збільшення в'язкості матеріалу, збільшення розміру гранул, зменшення швидкості частинок у потоці. Геометрична форма пор може бути різноманітною.

2 Пори, які утворюються внаслідок явищ взаємодії частинок матеріалу з газовим середовищем. Для цього типу пор характерне утворення ряду елементів, які дуже відрізняються (за формою і розмірами). Перший тип пор (П2) формується при укладанні в шар рідких або вторинно затверділих у потоці частинок, які містять у своєму об'ємі газову бульку. Вони залишаються практично цілими в

процесі співудару гранули з матеріалом шару. В результаті у матеріалі шару можуть локалізуватися порожнини крупними мікропорами і навіть макропорами.

Другий тип пор утворюється внаслідок процесу газовиділення із рідкого матеріалу у процесі укладання в шар. В цьому випадку поряд із утворенням крупних пор, практично подібних до П2, можуть утворюватися мікро- і мезопори як ізольовані, так і такі, що виходять на поверхню, - П3. Перші з них мають квазісферичну форму, а другі - лійкоподібне формування, каверни різної глибини.

3 Пори, які утворюються внаслідок розбризкування частинок при співударі з основою і матеріалом, що формується. Вони, як правило, належать до області мікропор і мають складну форму - П4. Їх можна віднести до різновиду пор П1. Частка таких пор зростає у міру перегрівання матеріалу (втрата в'язкості), а також при зростанні швидкості частинок матеріалу в потоці. До пор, які утворюються при наявності дрібних фрагментів розбризкування, близькі пори, які формуються при конденсації парів - П5.

Часто це порожнини квазісферичної або неправильної форми, які містять всередині квазісферичні дрібнодисперсні частинки матеріалу. Формування цих пор, за наявності значного перегрівання матеріалу та інтенсивного його випаровування, характерне для міжшарових границь і границі "покриття-основа", а також - по периферії плями напилення. Це можуть бути як мікро-, так і мезопори.

4 Пори, які утворюються внаслідок особливостей кристалізації матеріалу частинок. Наприклад, при плазмовому напилюванні оксидних керамік і тугоплавких металів часто характерний явно виражений дендритний характер кристалізації. В цьому випадку з'являються ще два характерних типи пор. Перший тип таких пор є наслідком виходу дендритів на поверхню частинки і утворенням відповідного мікрорельєфу.

Результатом утворення такого мікрорельєфу є порушення суцільності по границях розділу поверхні частинок (формування "азорів") (П6). Аналогічні порушення густини характерні при дендритній кристалізації і для границі між частинкою і поверхнею основи. Вони з'являються внаслідок острівкового характеру зчеплення частинок з основою і росту дендритів із цих місць. Дендритний характер кристалізації в результаті фіксується як мезопори (П7). Розміри пор П6 відповідають мікропорам і мезопорам.

5 Тріщини і мікротріщини. Частинки і більш крупні ділянки шару, які утворюють покриття, проникнуті сіткою тріщин, мікротріщин і субмікротріщин. Ці тріщини фіксуються як пори і роблять відповідний внесок у з'єднання перерахованих вище пор, сприяючи формуванню наскрізної пористості.

На рис. 2.3 наведена узагальнена схема матеріалу, який напильний газотермічними методами.

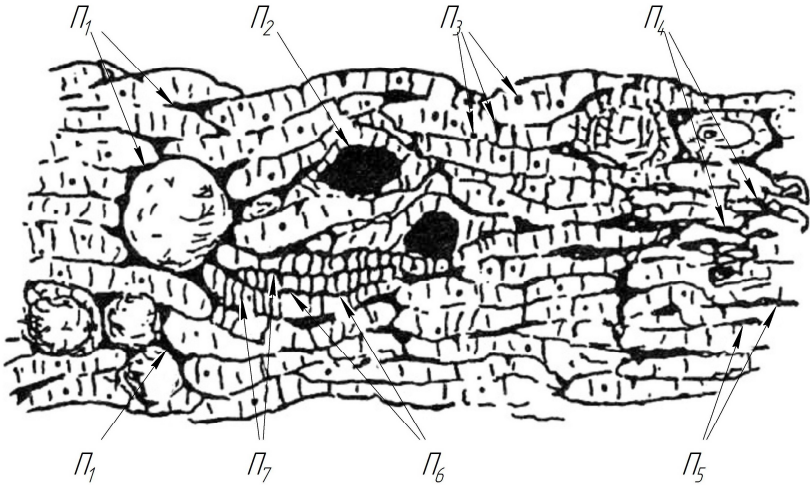


Рисунок 2.3 – Узагальнена схема структури пористості у покритті [1]

Виділені елементи пористої структури локалізовані в об'ємах різних структурних елементів покриття. Всередині окремих частинок локалізовані: субструктурні мезопори (П7), мікро- і мезопори - продукти газовиділення (П3), макро- і мікропори - продукти взаємодії частинок із газами і газовиділення (П2), а також мікро- і субмікротріщини в тілі частинок. До пор, які розміщуються в області по границях між частинками, належать мікро- і мезопори П6; мікро- і мезопори, які формуються внаслідок фрагментації (розбризкування, диспергування) частинок при співударі з поверхнею і конденсації пари; макро-, мікро- і мезопори, які пов'язані з нещільним укладанням частинок матеріалу у шар; а також тріщини і мікротріщини по місцях контакту частинок одна з одною. Міжшарова границя матеріалу є областю із заниженою густиною дерозміщуються всі типи пор, але частка пор вища.

У граничній області "покриття - основа" може бути специфічний вид пористості, який пов'язаний із наявністю пухких продуктів окислення або інших реакцій середовища напilenня із матеріалом основи. Це ж характерне і для пористості міжшарової границі. Крім того, тут можуть утворюватися специфічні пори, які пов'язані з ерозією матеріалу основи, його перемішуванням із матеріалом, який напильється, а також із розтріскуванням поверхневого шару основи.

3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНOSTІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ

1. Яким чином впливає агрегатний стан частинок, що напильються на формування покриття?
2. Який механізм утворення пор при газотермічних методах нанесення покриттів?
3. Який вид пористості притаманний граничній області "покриття - основа"?

4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ

- 4.1 Набір зразків зі шліфами газотермічного покриття.
- 4.2 Об'єкт-мікрометр, окуляр мікрометр.
- 4.3 Металографічний мікроскоп МИМ - 8М.

5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

- 5.1 До лабораторних робіт допускаються студенти після інструктажу з охорони праці та пожежної безпеки.
- 5.2 Забороняється включати електричні прилади без дозволу

завідувача лабораторією чи викладача.

5.3 У випадку виникнення пожежі чи поразки електричним струмом студенти повинні діяти у відповідності з затвердженими інструкціями з охорони праці і пожежної безпеки.

6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

6.1 Розглянути зразки із шліфами газотермічних покриттів. Визначити місця розташування досліджуваної поверхні.

6.2 Встановити на мікроскопі збільшення 100. Визначити основні ділянки напиленого шару.

6.3 Встановити на мікроскопі збільшення 400. Визначити розмір структури газотермічних покриттів: діаметр ділянки контакту, на якій відбувається "приварювання" частинки, товщину частинок, тип та розміри пор та тріщин

7 ЗМІСТ ЗВІТУ

1. Тема та мета роботи.
2. Ескіз шліфа з вказаними розмірами визначених структурних елементів газотермічних покриттів.

8 РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Кузнецов, В.Д. Фізико-хімічні основи інженерії поверхні [Текст]: навч. посібник / В.М Пашенко, К.А. Ющенко, Ю.С. Борисов. – К.: ВІПОЛ, 2005. – 372 с.
2. Богомолов, М.А. Практическая металлография [Текст]: учеб. пособие / М.А. Богомолов. – М.: Высш. шк., 1984. – 240 с.