EAN '94

32th Conference of Experimental Stress Analysis
32. konference o experimentální analýze napětí
30. 5. - 2. 6. 1994 VŠST Liberec Czech Republic

X-RAY RESIDUAL STRESS ANALYSIS IN PLASMA SPRAYED ALUMINA-LAYERS

DIFRAKČNÍ ANALÝZA ZBYTKOVÝCH NAPĚTÍ V PLASMATICKY STŘÍKANÝCH VRSTVÁCH Al_2O_3

Kraus Ivo, Ganev Nikolaj, Gosmanová Galina

Plasma sprayed coatings are produced for thermal resistance, abrasion prevention or corrosion protection of industrial components. Under thermal-mechanical load macrocrack formation reduces the lifetime of these composites. The crack-formation can be explained by residual stresses mainly. The residual stresses in Al_2O_3 layers were investigated by means of X-ray diffraction method. Only tensile residual stress was determined.

1. Keramické vrstvy na kovovém substrátu

Keramické krycí vrstvy na kovovém podkladu jsou v současné době získávány nejčastěji nástřikem pomocí plynových (metalizačních) pistolí nebo plasmatických hořáků. Tato technologie umožňuje vytvářet kompaktní porézní povlaky oxidové, karbidové aj. Typy kombinací "keramická vrstva - kov" a způsoby jejich výroby závisejí na tom, jaké vlastnosti má mít finální výrobek. Vrstvy ZrO_2 se osvědčují jako tepelné bariéry, korund je vhodný i za vysokých teplot k abrazivní a korozní prevenci.

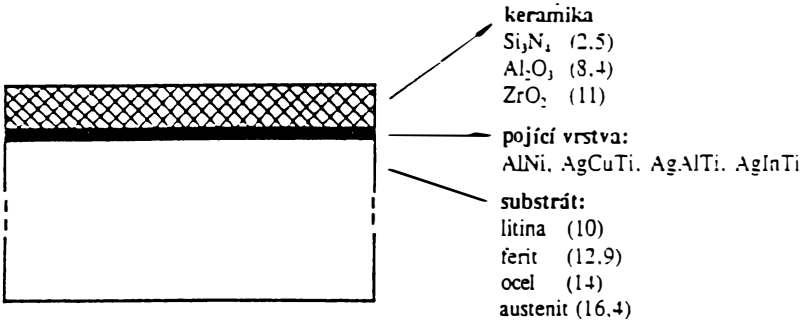
Plasmatický nástřik patří k nejmodernějším povrchovým technologiím. Krytí kovů keramikou se stává běžné u mnoha výrobců spalovacích motorů (pístní kroužky, části ventilů) a převodových skříní, téměř tradiční je uplatnění v letecké a kosmické technice. V textilním průmyslu a ve strojírenství lze odolnost keramiky vůči opotřebení efektivně využít při výrobě průvlaků (vedení vláken, tažení drátů apod.). Prakticky významná je rovněž malá tepelná vodivost keramiky; keramický povrch s dobrými tepelně izolačními vlastnostmi chrání součástky před účinky koroze za vysokých provozních teplot a tím prodlužuje jejich životnost. Příkladem mohou být válcovací a lisovací stroje.

Využitelnost plasmaticky stříkaných vrstev je významně ovlivňována jejich zbytkovou napjatostí a přilnavostí k podložce. Na vazbový mechanizmus vrstev působí zejména charakteristiky jednotlivých keramických částic a spojovací vrstvy, kompenzující deformační chování keramiky a kovového substrátu.

Ve všech keramických materiálech i kombinovaných soustavách "keramika - kov" vznikají zbytková napětí, jsou-li technologickými procesy při výrobě i zpracování vyvolány makroskopicky nehomogenně rozložené zbytkové deformace. Na vzniku zbytkové napjatosti se může postupně nebo současně podílet více technologických procesů. Jejich účinky se superponují.

Při plasmatickém stříkání přicházejí v úvahu napětí tepelná a deformační. Tepelná napětí mají původ v rozdílných součinitelích teplotní roztažnosti substrátu a vrstvy, resp. vrstev, které jsou na sebe postupně nanášeny (obr. 1). Podložka a vrstva již nanesená se při každém dalším nástřiku znovu

zahřejí a ochladí, a to rychlostí závislou na poloze vrstvy vzhledem k volnému povrchu. Bylo stanoveno, že na spodní straně kovové podložky o tloušťce 5mm není při nástřiku teplota vyšší než 500°C, zatímco teplota povrchu keramické vrstvy je kolem 1000°C. Deformační napětí vznikají v soustavě "keramika - kov" na kovovém substrátu, a to v důsledku jeho otryskávání korundem bezprostředně před vlastním nástřikem keramikou.



Obr.1 Schéma soustavy "keramika - kov" s několika příklady povlaků a substrátů včetně hodnot jejich součinitelů teplotní roztažnosti α ($10^{-6}K^{-1}$)

2. Možnosti rentgenografické tenzometrické analýzy soustav "keramika - kov"

V posledních letech byly difrakčními metodami určeny např. tyto napěťové vlastnosti keramických vrstev nanášených plasmaticky na kovové povrchy:

1.Zbytkové napětí závisí na parametrech atmosférického plasmatického nanášení (na nástřikové vzdálenosti, druhu použitého plynu aj.).

2.Na charakter napětí (tahy, tlaky) má vliv jak složení keramické vrstvy tak kovové podložky.

3.Absolutní hodnota povrchových napětí ve vzorcích ZrO_2 závisí na tloušťce keramické vrstvy (obr.2).

4.Napěťové pole ve směru kolmém k povrchu je nehomogenní.

5.Youngův modul pružnosti plasmaticky nanášených povrchů je přibližně desetkrát menší než modul téhož typu monolitické keramiky; příčinou tohoto rozdílu je pórovitost vrstvy a existence mikrotrhlin.

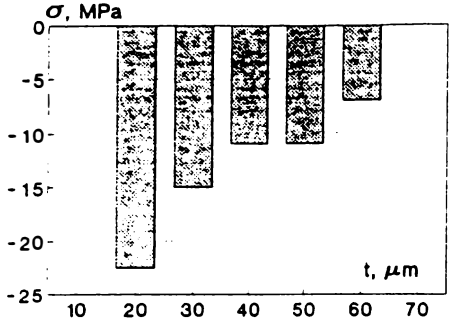
6.Na pevnost vazby keramické vrstvy s kovovou podložkou má vliv nejen spojovací vrstva (např. "pájka" NiAl), ale i napjatost povrchu substrátu vyvolaná otryskáváním, dalším tepelným zpracováním, popřípadě oxidací.

7.Teplota substrátu může vést nejen ke kvantitativním, ale i kvalitativním změnám napjatosti keramické vrstvy.

3. Výsledky měření na korundových vrstvách

a) Charakteristika zkoumaných vzorků

Keramická vrstva Al_2O_3 byla vytvořena plasmatickým nástřikem na podložce z oceli typu St 37 (podle značení SRN) s pojící vrstvou 0,1mm NiAl. Rozměry vzorků: podložka $50\times50\times5mm^3$, oxidické vrstvy o tloušťkách 0,5 - 1,2mm. Prášek Al_2O_3 zn. AMDRY 6056 (výrobce Plasma-Technik AG, Švýcarsko) o velikosti zrna (5-25) μm měl složení: 99,7%Al_2O_3, <0,02%SiO_2, <0,01%TiO_2, 0,03%Fe_2O_3, 0,05%CaO, <0,01%MgO, 0,20%Na_2O.



Obr.2
Zbytková napětí σ ve vrstvách ZrO_2 + 7%(hm.)Y_2O_3 o různé tloušťce t na podložce z niklové slitiny; odlišné teplotní roztažnosti keramiky a kovu byly kompenzovány mezivrstvou z NiCrAl [1]

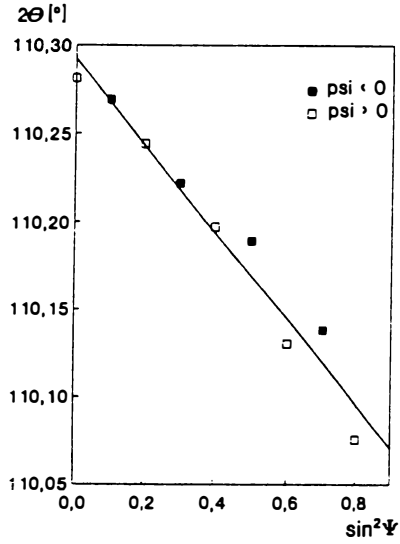
b) Podmínky plasmatického nástřiku

Nástřik provedla firma IBW (Innovative Werkstoffbeschichtung Chemnitz) technologií APS (Atmosphärisches Plasma-Spritzen). Parametry: Ar 41 l/h, H_2 14 l/h, I = 530 A, nástřiková vzdálenost 120mm, teplota předehřáté podložky 350°C; vrstvy byly vytvářeny více nástřiky (po každém nástřiku vzrostla tloušťka zhruba o 0,1mm).

c) Značení vzorků

Tabulka 1.Vzorky proměřované uprostřed plochy 50×50mm² oxidické vrstvy Al_2O_3 o tloušťce D_{ox} (mm)

vzorek	D_{ox}
BA 2 - 1	0,5
BA 28 - 1	0,5
BA 12 - 2	0,75
BA 1 - 3	0,9
BA 20 - 4	1,0
BA 14 - 5	1,2
BA 9 - 5	1,2



Obr.3
Závislost 2Θ(sin²Ψ) naměřená na povrchu plasmaticky nanesené vrstvy Al_2O_3 o tloušťce 1,2mm (vzorek BA 9-5)

Vzorek BA 9 - 5 byl proměřován nejen ve středu plochy (měření BA 9 - 5m), ale také 15mm od středu ve 4 směrech pootočených navzájem o 90° (měření BA 9 - 5o, BA 9 - 5l, BA 9 - 5u, BA 9 - 5r).

d) Podmínky difraktometrického měření

Difraktometr Siemens D 5000, rentgenka s chrómovou anodou (40 kV, 25 mA) detekce

difraktovaného záření scintillačním počítačem, poloha difrakční linie {214}, kde $2\theta_0$ = 109,20°, byla určována jako poloha těžiště difrakčního profilu. Krok měření 0,1°(2θ), proměřovaný úhlový obor 108,20° - 112,20°, délka doby jednotlivých měření 10s, ozářená plocha povrchu (1×4)mm², efektivní hloubka vnikání použitého záření T* = 10μm [2]. Typický průběh získaných závislostí $2\theta(\sin^2\Psi)$ je na obr.3.

e) Výsledky měření zbytkových napětí

K přepočtu mřížkových deformací (změn úhlové polohy analyzovaného difrakčního maxima) na napětí byly použity rentgenografické elastické konstanty kompaktní keramiky Al_2O_3: $1/2s_2$ = 3,01.10⁻⁶ MPa⁻¹, s_1 = -0,56.10⁻⁶ MPa⁻¹. Hodnoty napětí ve dvou navzájem kolmých směrech φ = 0° a φ = 90° jsou uspořádány v tabulkách 2 a 3.

Tabulka 2. Hodnoty napětí $\sigma_{\varphi=0°}$(MPa) a $\sigma_{\varphi=90°}$(MPa) stanovené ve středu vzorků

vzorek	$\sigma_{\varphi=0°}$	$\sigma_{\varphi=90°}$
BA 2-1	512 ± 24	500 ± 23
BA 28-1	470 ± 25	520 ± 25
BA 12-2	520 ± 24	523 ± 23
BA 1-3	479 ± 24	489 ± 24
BA 20-4	519 ± 24	449 ± 24
BA 14-3	494 ± 24	538 ± 24
BA 9-5	530 ± 23	525 ± 23

Tabulka 3. Hodnoty napětí $\sigma_{\varphi=0°}$(MPa) a $\sigma_{\varphi=90°}$(MPa) stanovené v různých polohách povrchu vzorku BA 9-54

typ meření	$\sigma_{\varphi=0°}$	$\sigma_{\varphi=90°}$
BA 9-5m	530 ± 23	525 ± 23
BA 9-5o	572 ± 23	478 ± 24
BA 9-5l	559 ± 23	508 ± 24
BA 9-5u	554 ± 24	543 ± 24
BA 9-5r	557 ± 23	567 ± 23

4. Závěry

a) Z tabulky 2 vyplývá, že při dané technologii plasmatického nástřiku bylo zbytkové povrchové napětí ve středu oxidické vrstvy při všech jejích tloušťkách přibližně stejné, a to tahové o hodnotě cca 500 MPa; toto tvrzení se vztahuje k efektivní hloubce T* vnikání použitého chrómového záření.

b) Respektujeme-li chyby měření (≈25 MPa), lze konstatovat, že napětí jsou na směru nezávislá, tj. stav makroskopické zbytkové napjatosti má centrálně symetrický charakter.

c) Hodnoty napětí uvedené v tabulce 3 nasvědčují tomu, že zbytková napjatost na povrchu zkoumaných vrstev je homogenní.

Literatura

[1] Crostack H.-A., Selvadurai-Lassl U.: X-Ray Analysis of Thermal Sprayed Coatings. Proc.of the European Conf.on Residual Stress, November 1992; DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel 1993, 709-716

[2] Kraus I.: Rentgenografie nehomogenních napěťových polí, ACADEMIA, Praha 1990

Výzkum byl realizován za finanční podpory GA ČR (grant č. 106/93/1071).

Prof. RNDr. Ivo Kraus, DrSc., Ing. Nikolaj Ganev, CSc., RNDr. Galina Gosmanová
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, 180 00 Praha 8, V Holešovičkách 2,
tel.(2)8576 2416