

Stereometric structure of the surface of metal coatings sprayed by HVOF method on Al_2O_3 ceramic substrate

Struktura stereometryczna powierzchni powłok metalowych natryskiwanych metodą HVOF na podłoże ceramiczne Al_2O_3



DOI: 10.15199/62.2024.11.11

Metal coatings (Cu, Mo, Ni, Ti) were sprayed onto Al_2O_3 structural ceramic substrates using the HVOF supersonic flame method. The 2D and 3D roughness of the obtained metalized surfaces was examined using a profilometer. The obtained stereometric maps of the surface of the metalized ceramic sample allowed for the assessment of the stereometric structure of various metal coatings and the possibility of their use as a layer for connecting Al_2O_3 ceramics with metals using inactive filler alloys.

Keywords: HVOF thermal spraying, ceramic substrate, metal coatings, 2D and 3D roughness

Przedstawiono wyniki badania chropowatości powierzchni powłok metalowych (Cu, Mo, Ni, Ti) natryskanych metodą płomieniową nadźwiękową HVOF na podłoże ceramiki konstrukcyjnej Al_2O_3 . Oprócz klasycznych pomiarów 2D, wykonano także pomiary 3D, otrzymując mapy stereometryczne z obszaru badanej powierzchni metalizowanych próbek ceramicznych. Uzyskane wyniki pozwoliły na ocenę struktury stereometrycznej różnych powłok metalicznych natryskiwanych metodą HVOF oraz możliwość ich zastosowania jako warstwy metalizacyjnej przy spajaniu ceramiki Al_2O_3 z metalami za pomocą lutów nieaktywnych.

Słowa kluczowe: natryskiwanie cieplne HVOF, podłoże ceramiczne, powłoki metalowe, chropowatość powierzchni (2D, 3D)

Procesy spajania ceramiki konstrukcyjnej z metalami, takie jak lutowanie, wymagają często metalizacji powierzchni ceramiki w procesach piecowych, co jest procesem złożonym i długotrwałym¹⁻³. Z kolei zastosowanie do spajania ceramiki lutów aktywnych podnosi koszt procesu lutowania. Alternatywnym rozwiązaniem może być wytworzenie warstwy metalowej na powierzchni ceramiki metodami natryskiwania termicznego, co pozwoliłoby na znaczące skrócenie czasu oraz kosztów metalizacji, a także wykorzystanie do spajania ceramiki z metalami tańszych, konwencjonalnych lutów nieaktywnych.

Zakres zastosowania procesów termicznego nanoszenia powłok wskazuje, że możliwe jest wykorzystanie natry-

skiwania cieplnego w celu wytworzenia cienkiej powłoki w układach ceramika-metal⁴. Taka powłoka pełniłaby funkcję warstwy pośredniej umożliwiającej zwilżenie jej przez lut nieaktywny w procesach spajania materiałów różnoimiennych, a w szczególności ceramiki konstrukcyjnej z metalami⁵. Stan warstwy wierzchniej natryskiwanych powłok może mieć istotny wpływ na uzyskanie odpowiedniego kąta zwilżania oraz poprawy adhezji do podłoża w procesie lutowania twardego ceramiki z innymi metalami^{6, 7}. W szczególności chropowatość powierzchni powłoki i jej rozkład może mieć wpływ na możliwość lepszego zwilżania powłoki przez luty konwencjonalne⁸.

Celem pracy była ocena chropowatości powierzchni wybranych powłok metalowych Mo, Cu, Ti, Ni natryskiwanych na podłoże ceramiki Al_2O_3 i ocena wpływu struktury stereometrycznej powłok na możliwość ich zastosowania jako warstwy metalizacyjnej wykorzystanej do spajania ceramiki z metalami za pomocą lutów nieaktywnych.

Część doświadczalna

Materiały

W ramach badań wytworzono powłoki metalowe z czystych proszków metali (Cu, Mo, Ni, Ti) na podłożu ceramiki Al_2O_3 . Zastosowano proszki metaliczne (H.C. Starck) o uziarnieniu 45–50 μm . Powłoki nanoszono na powierzch-



Dr hab. inż. Dariusz GOLAŃSKI, prof. PW (ORCID: 0000-0001-7637-1068), w roku 1988 ukończył studia na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Warszawskiej. W 1995 r. uzyskał stopień doktora nauk technicznych, a w 2009 r. stopień doktora habilitowanego na tym samym wydziale. Pracuje na stanowisku profesora uczelni w Zakładzie Inżynierii Spajania w Instytucie Techniki Wytwarzania macierzystej uczelni. Specjalność – zagadnienia spajania zaawansowanych materiałów konstrukcyjnych, w szczególności analiza i modelowanie naprężeń w złączach spajanych.

*Adres do korespondencji:

Instytut Techniki Wytwarzania, Politechnika Warszawska, ul. Narbutta 85, 02-524 Warszawa, tel.: (22) 234-84-82, e-mail: dariusz.golanski@pw.edu.pl

nię próbek z Al_2O_3 o wymiarach $20 \times 30 \times 0,59$ mm.

Metodyka badań

Natryskiwanie termiczne HVOF

Powłoki nanoszono metodą natryskiwania płomieniowego naddźwiękowego HVOF (*high velocity oxygen fuel*) za pomocą systemu HV-50 firmy Flame Spray Technologies oraz palnika HVOF JP-5000, stosując parametry: wydatek tlenu 832–944 L/min, wydatek kerozyny 24–26,5 L/min, wydatek azotu 9,5–14 L/min, odległość palnika od podłoża 370 mm, temperatura między przejściami palnika 60–140°C. Po procesie natryskiwania wykonano analizę składu fazowego powstałych powłok z wykorzystaniem dyfrakcji rentgenowskiej.

Badanie chropowatości

Przeprowadzono badania chropowatości powierzchni powłok metalowych (Cu, Mo, Ni, Ti) natryskanych metodą HVOF na podłożu ceramiki Al_2O_3 (rys. 1). Do badań zastosowano profilometr Taylor Hobson Form Talysurf Series 2 oraz komputer PC z oprogramowaniem Taylor Hobson ultra. Przeprowadzone pomiary 2D pozwoliły uzyskać pełne dane dotyczące parametrów chropowatości powierzchni powłok oraz podłoża ceramicznego na zadanym obszarze pomiarowym. Wykonano także pomiary 3D, uzyskując mapy stereometryczne z obszaru badanej powierzchni próbek.

Podczas badania chropowatości 2D jedynie głowica wykonywała ruch w osi x na odcinku pomiarowym o długości 15 mm. Pomiary przeprowadzono wzdłuż obu boków próbki (rys. 2a). Igła pomiarowa wykonywała ruch z prędkością 1 mm/s. Podczas badania 3D (rys. 2b) głowica profilometru wykonywała ruch w osi x , a stół pomiarowy w osi y . W centralnej części próbki wyznaczono obszar badania, który obejmował powierzchnię 6 mm^2 ($y = 2 \text{ mm}$, $x = 3 \text{ mm}$). Pomiar rozpoczynał się w punkcie startowym (0,0), następnie igła wykonywała ruch w osi x , gdzie na odcinku 3 mm zbierane było 5000 punktów pomiarowych. Następnie głowica wracała i następował ruch stołu w osi y o wartość 0,01 mm i cały cykl powtarzał się aż stół osiągnął wartość całkowitego przesunięcia równego 2 mm. W rezultacie otrzymano

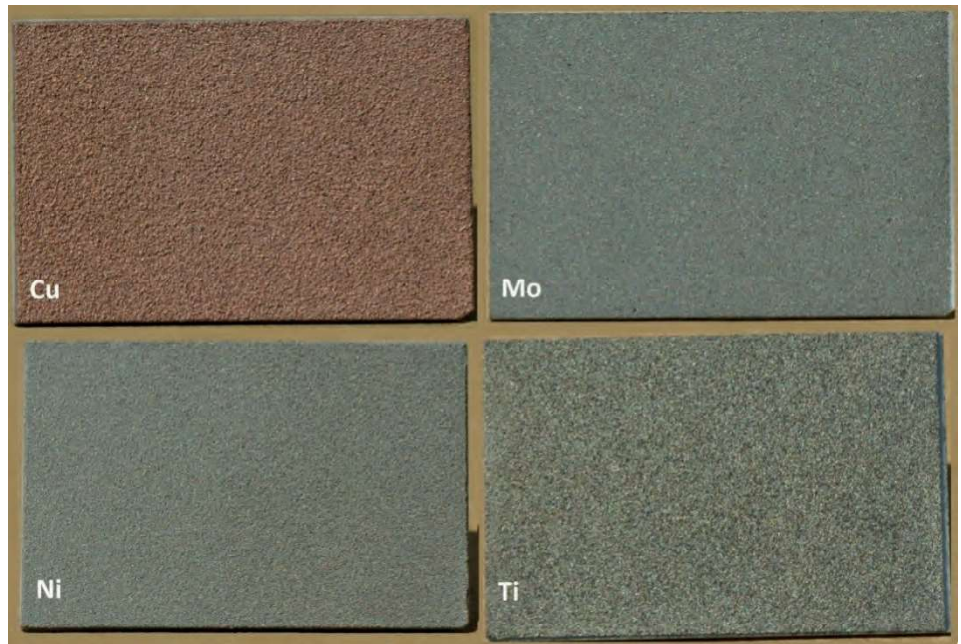


Fig. 1. Surface view of HVOF sprayed metal coatings on Al_2O_3 substrate

Rys. 1. Widok powierzchni powłok metalowych natryskanych metodą HVOF na podłożu Al_2O_3

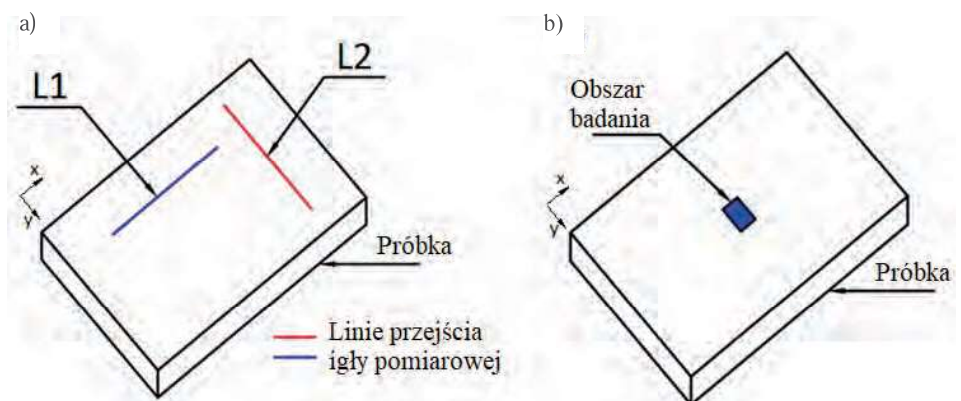


Fig. 2. Schematic of coating roughness testing in (a) 2D and (b) 3D measurements

Rys. 2. Schemat badania chropowatości powłok w pomiarach: a) 2D, b) 3D

na badanym obszarze 200 linii pomiarowych, co dało 1 000 000 punktów pomiarowych.

Wyniki badań ich omówienie

Na rys. 1 przedstawiono zdjęcie powierzchni wytworzonych powłok na podłożu ceramicznym. Otrzymane powłoki były zwarte i równomierne, a ich grubość mieściła się w przedziale 0,05–0,13 mm, w zależności od próbki i warunków natryskiwania.

Dyfrakcja rentgenowska wykazała, że praktycznie wszystkie powłoki uległy częściowemu utlenieniu podczas natryskiwania. Najwyższy stopień utlenienia (ilość tlenków) zanotowano w przypadku powłok tytanowych (do 50% TiO_3 , poniżej 20% TiO_2) oraz powłok molibdenowych (ok. 10% MoO_2). Powłoki miedziane i niklowe zawierały poniżej 10% tlenków odpowiednio CuO_2 oraz NiO .

Stan warstwy wierzchniej nanoszonych powłok określono, biorąc pod uwagę 3 najczęściej stosowane parametry

Table. Summary of selected surface roughness parameters (2D and 3D) of metal coatings sprayed with HVOF on Al_2O_3 substrate

Tabela. Zestawienie wybranych parametrów chropowatości powierzchni (2D oraz 3D) powłok metalowych natryskiwanych metodą HVOF na podłoże Al_2O_3

Material	Parametry chropowatości		Parametry topografii powierzchni 3D			
	$Rz, \mu m$ (L1/L2)	$Ra, \mu m$ (L1/L2)	$Sz, \mu m$	$Sa, \mu m$	$Sdr, \%$	Sku
Al_2O_3	2,879/2,992	0,507/0,525	10,8	0,71	1,3	5,46
Cu	32,672/7,155	7,155/7,541	79,3	8,79	13,9	4,37
Mo	5,809/6,096	1,363/1,443	40,0	1,36	2,15	24,9
Ni	40,462/39,254	8,612/8,849	74,3	8,87	16,7	3,03
Ti	36,817/35,080	8,212/8,111	58,2	7,85	16,7	2,94

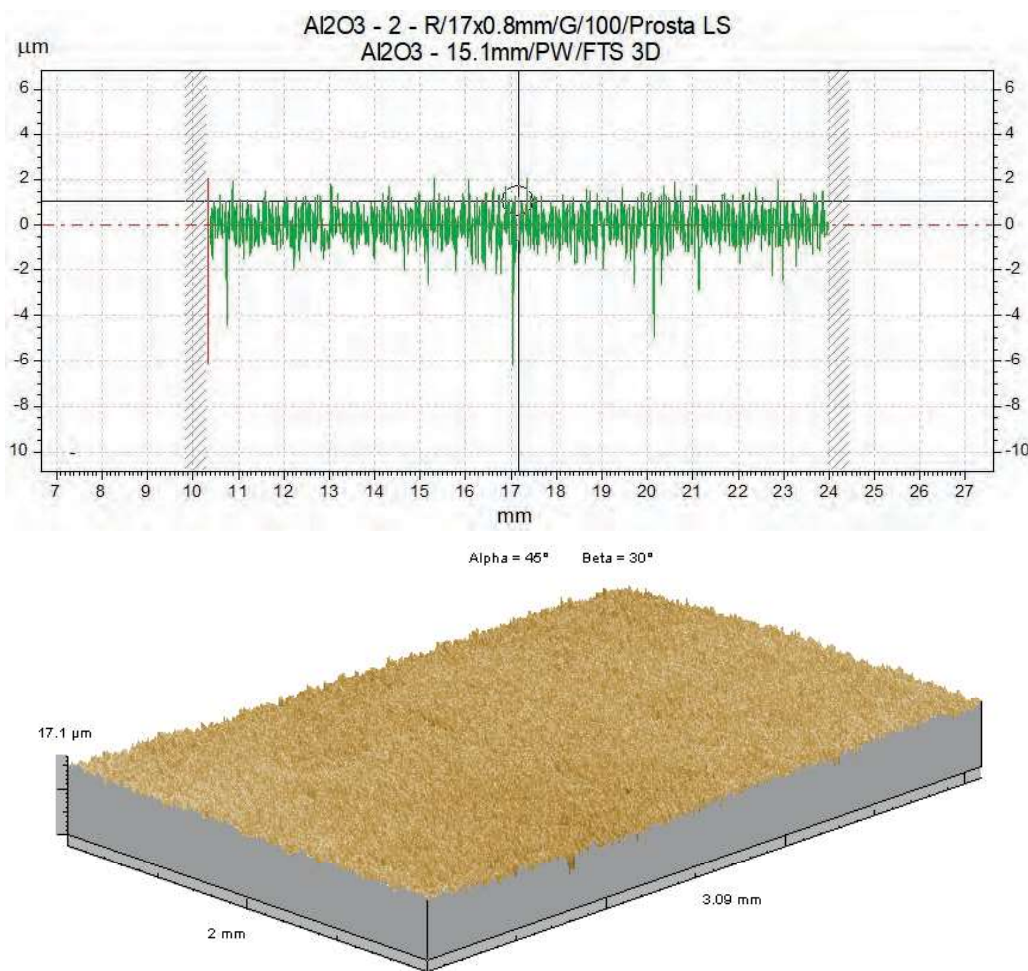


Fig. 3. 2D roughness profile and stereoscopic image of surface roughness of Al_2O_3 substrate

Rys. 3. Profil 2D chropowatości oraz stereoskopowy obraz nierówności powierzchni podłoża Al_2O_3

chropowatości (Ra , Rz , Rt). W tabeli zamieszczono wybrane wyniki pomiarów 2D (Rz , Ra) i 3D (Sz , Sa , Sdr , Sku) chropowatości powierzchni. Parametry Sz i Sa w pomiarach 3D można traktować jako odpowiednik parametrów Rz i Ra w badaniach 2D.

Jak wskazują wyniki badań zamieszczone w tabeli, podłoże Al_2O_3 (rys. 3) charakteryzowało się zdecydowanie najmniejszą chropowatością w stosunku do natryskanych

powłok metalowych. W przypadku powłok metalowych chropowatość w pomiarach 2D nie różniła się znacząco dla poszczególnych metali w zależności od kierunku skanowania próbki (linie L1 i L2). Najniższe parametry chropowatości zanotowano dla powłoki molibdenowej, ok. 6–7-krotnie niższe niż dla pozostałych powłok.

Otrzymane wyniki wskazują, że najmniejszą chropowatością powierzchni powłoki charakteryzowała się próbka z powłoką molibdenową, gdzie odnotowano jedynie 2-krotny wzrost parametru Ra względem podłoża ceramicznego, w pozostałych powłokach metalowych wzrost ten był znacznie większy. Zestawiając wyniki otrzymane podczas pomiaru chropowatości, można zakładać, że duży wpływ na stan powierzchni miały grubość oraz rodzaj i uziarnienie proszku materiału powłokowego.

Na rys. 4 przedstawiono wyniki badań dla pomiarów 3D w formie obrazu stereometrycznego nierówności oraz płaskiego obrazu nierówności powierzchni w polu pomiarowym 2×3 mm. Z rysunków wynika, że rozkład nierówności dla powłoki Mo wskazuje na występowanie nieregularnych wysp, w których chropowatość znacząco wzrasta. Taki układ może nie sprzyjać poprawie zwilżalności powierzchni przez lut. Pozostałe trzy

powłoki (Cu, Ti, Ni) wykazują dość losowy, w miarę równomierny rozkład nierówności powierzchni.

Z punktu widzenia zapewnienia dobrej adhezji badanej powierzchni z innymi warstwami, które mogą być zastosowane w procesach spajania, istotnymi parametrami pomiarów 3D są wielkości Sdr i Sku . Parametr Sdr pozwala na ocenę warunków ułatwiających adhezję innych materiałów na danej powierzchni. Zależy to od liczby wiązań

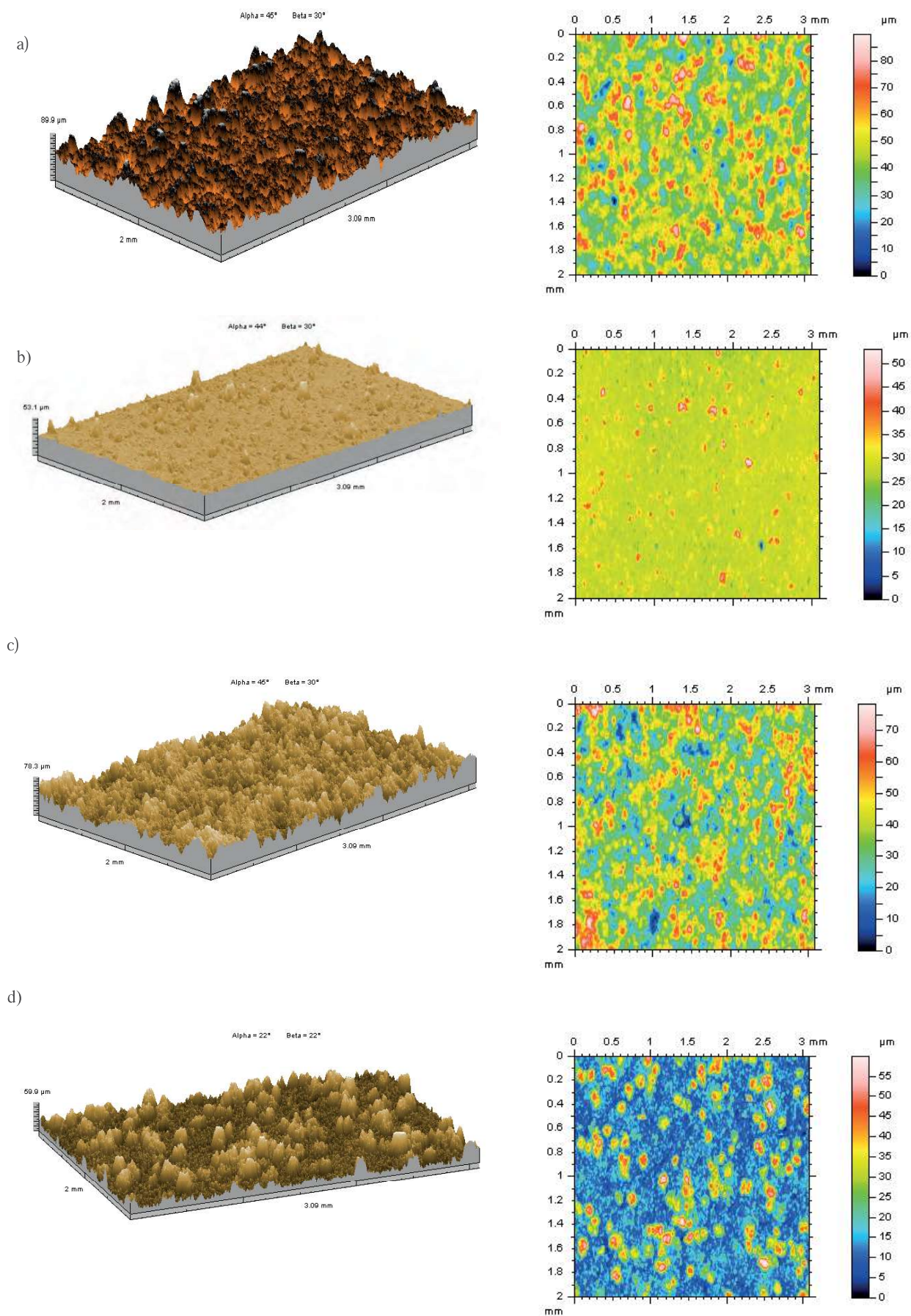


Fig. 4. Stereometric 3D structure of sprayed metal coatings and 2D surface roughness distribution map in a 2×3 mm field: (a) Cu (0.085 mm), (b) Mo (0.048 mm) (c) Ni (133 mm), (d) Ti (0.059 mm)

Rys. 4. Struktura stereometryczna 3D natryskanych powłok metalowych oraz mapa rozkładu nierówności powierzchni 2D w polu 2×3 mm: a) powłoka Cu (0,085 mm), b) powłoka Mo (0,048 mm) c) powłoka Ni (133 mm), d) powłoka Ti (0,059 mm)

molekularnych między podłożem i powłoką, co z kolei jest określane stosunkiem powierzchni rzeczywistej do nominalnej. Większe wartości parametru Sdr (który zależy od Sa) zwiększają wielkość powierzchni rzeczywistej (Cu, Ni, Ti). Z kolei parametr Sku opisuje obecność i kształt wgłębień, sprzyjających adhezji na powierzchni powłoki. Dla wszystkich powłok, poza Mo, nie widać ryzyka, że duże i głębokie wgłębienia mogą tworzyć kieszenie osłabiające możliwość powiązania innej warstwy z badaną powierzchnią powłoki.

Przeprowadzone w pracy⁹ badania zwilżalności powłok Mo, Cu, Ti, Ni lutem AgCu28 wykazały, że jedynie powłoki metaliczne Cu i Ni natryskane HVOF na podłożu z ceramiki Al_2O_3 umożliwiły uzyskanie dobrego zwilżenia powierzchni natryskanej przez lut, co powinno umożliwić połączenie ceramiki z metalami. Na brak zwilżenia powłoki tytanowej lutem srebrowo-miedziowym prawdopodobnie wpływ miał wysoki stopień utlenienia cząstek padających na podłoże w stosunku do tych tworzących powłoki miedziane i niklowe.

Podsumowanie

Badania chropowatości powierzchni powłok metalowych natryskiwanych metodą HVOF na podłożu ceramiki Al_2O_3 wykazały w pomiarach 2D dość podobne parametry chropowatości trzech powłok z Ni, Cu, Ti dla obu kierunków skanowania próbki ($Ra = 7,1-8,6 \mu m$), a także w pomiarach parametrów struktury stereoskopowej powierzchni ($Sa = 7,8-8,7 \mu m$). Pomiarzy 3D uwiarygodniły strukturę stereoskopową powłok metalowych, która wykazuje dość jednorodny, losowy rozkład nierówności w obszarze badanej powierzchni (2×3 mm) bez widocznego ukierunkowania. Jedynie w powłoce Mo widoczna jest znacznie mniejsza średnia

chropowatość powierzchni ($Ra = 1,3 \mu m$, $Sa = 1,3 \mu m$) w stosunku do pozostałych powłok oraz wyraźna nieregularność rozkładu nierówności.

Parametry topografii powierzchni Sdr i Sku dla powłoki Mo znacząco odbiegają od wartości dla pozostałych powłok (6–7-krotnie), co może utrudniać adhezję innych materiałów do powierzchni powłoki Mo w trakcie procesów spajania z metalami. Znaczne utlenienie cząstek materiału powłokowego podawanego na podłoże podczas natryskiwania, jak w przypadku tytanu (do 50% TiO_2), może także być przyczyną ograniczenia zwilżalności powłoki. Wskazane w takim przypadku byłoby zastosowanie innych metod natrysku, np. w atmosferze ochronnej zabezpieczającej przed utlenieniem transportowanych cząstek lub obniżenie temperatury procesu poprzez zastosowanie metody natryskiwania na zimno¹⁰.

Otrzymano: 30-09-2024

Zrecenzowano: 17-10-2024

Zaakceptowano: 19-10-2024

Opublikowano: 20-11-2024

LITERATURA

- [1] Y. Xiang X. Xiong, J. Wen Y. Peng, R. Liu, Z. Peng, F. Cao, *Res. Appl. Mater. Sci.* 2020, **2**, nr 1, 12.
- [2] S. Ghosh, K.S. Pal, N. Dandapat, *Metals Mater. Int.* 2012, **18**, nr 4, 625.
- [3] D. Li, C. He, Y.S. Wang, W. Su, F. Zhang, H. Xu, *J. Asian Ceramic Soc.* 2023, **11**, nr 2, 250.
- [4] K. Bochenek, W. Węglewski, A. Strojny-Nędza, K. Pietrzak, T. Chmielewski, M. Chmielewski, M. Basista, *J. Therm. Spray Technol.* 2022, **31**, nr 5, 1609.
- [5] T. Chmielewski, D. Golański, *Welding Int.* 2013, **27**, nr 8, 604.
- [6] Y. Li, C. Chen, R. Yi i in., *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2022, **120**, 59.
- [7] S.J. Hitchcock, N.T. Carroll, M.G. Nicholas, *J. Mater. Sci.* 1981, **16**, 714.
- [8] T. Chmielewski, D. Golański, W. Włosiński, *Bull. Pol. Acad. Sci. Tech.* 2015, **63**, nr.1, 201.
- [9] D. Golański, T. Chmielewski, G. Gontarz, *Przegl. Spawalnictwa* 2013, **85**, nr 8, 65.
- [10] T. Hussain, *Key Eng. Mater.* 2012, **533**, 53.

KONFERENCJA
przemysł chemiczny

WARSZAWA
03-05.12.2024

KONKURS
INŻYNIER PRZEMYSŁU
CHEMICZNEGO

Prof. Ignacy Mościcki

www.konferencja-przemyslchemiczny.pl

zapisz się już dziś

Inżynier Przemysłu Chemicznego 2024