# ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI FAKULTA STROJNÍ

Studijní program:

N0715A270014 – Materiálové inženýrství a výrobní technologie

Studijní specializace: Bez specializace

# **DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Hodnocení vlivu procesních parametrů HVOF nástřiku na mechanické a tribologické vlastnosti tvrdokovových povlaků

Autor: Vedoucí práce: Bc. Tomáš Taranda doc. RNDr. Josef Kasl, CSc.

Akademický rok 2022/2023

### ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI Fakulta strojní Akademický rok: 2022/2023

# ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení:	Bc. Tomáš TARANDA
Osobní číslo:	S21N0050P
Studijní program:	N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie
Téma práce:	Hodnocení vlivu procesních parametrů HVOF nástřiku na mechanic-
	ké a tribologické vlastnosti tvrdokovových povlaků
Zadávající katedra:	Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

## Zásady pro vypracování

- 1. Úvod
- 2. Analýza současného stavu
- 3. Cíle práce
- 4. Popis použitých metod
- 5. Výsledky a diskuze
- 6. Závěr

Rozsah diplomové práce:50-70 stranRozsah grafických prací:fotodokumentace, obrázkyForma zpracování diplomové práce:tištěná/elektronická

Seznam doporučené literatury:

PAWLOWSKI Lech, The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, Second Edition, John Wiley & Sons, Ltd, 2008.

HOUDKOVÁ Šárka, Charakteristika vybraných HVOF otěruvzdorných nástřiků, vhodných pro aplikaci za vysokých Teplot, [habilitační práce]. Plzeň: Západočeská univerzita, 2020.

ENŽL, Radek. Vysokorychlostní nástřik povlaků na bázi karbidu wolframu [disertační práce]. Plzeň: Západočeská univerzita, 2001.

Vedoucí diplomové práce:	Doc. RNDr. Josef Kasl, CSc. VZÚ Plzeň, s. r. o.
Konzultant diplomové práce:	<b>Ing. Marek Vostřák, Ph.D.</b> VZÚ Plzeň
Datum zadání diplomové práce: Termín odevzdání diplomové práce:	17. října 2022 26. května 2023

L.S.

Doc. Ing. Vladimír Duchek, Ph.D. děkan

Doc. Ing. Josef Odehnal, Ph.D. vedoucí katedry

Bc. Tomáš Taranda

### Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne: .....

podpis autora

Bc. Tomáš Taranda

# ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Taranda			<b>Jméno</b> Tomáš
STUDIJNÍ PROGRAM	N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie			
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů)Jménodoc. RNDr. Kasl, CSc.Josef			
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ <del>BAKALÁŘSKÁ</del>		Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Hodnocení vlivu procesních parametrů HVOF nástřiku na mechanické a tribologické vlastnosti tvrdokovových povlaků			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2023
---------	---------	---------	-----	-------------	------

#### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM 68 TEXTOVÁ ČÁST 68 GRAFICKÁ ČÁST	0
---	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce se zabývá hodnocením vlivu procesních parametrů technologie žárových nástřiků HVOF na mechanické a tribologické vlastnosti tvrdokovových povlaků. Teoretická část obsahuje princip technologie žárových nástřiků, rozdělení technologií žárových nástřiků, popis technologie HVOF, používané materiály pro žárové nástřiky a zkoumané kompozitní povlaky na bázi WC-CrC-Ni. V experimentální části byly popsány zkoumané povlaky Amperit 543.074 a Woka 7502 a použité metody hodnocení těchto povlaků. Dále byly vyhodnoceny základní charakteristiky, mikrostruktura a tribologické charakteristiky.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Žárové nástřiky, HVOF, procesní parametry, tvrdokovy, prášek, povlak, Amperit 543.074, Woka 7502, mikrostruktura, mechanické zkoušky, tribologické zkoušky

Bc. Tomáš Taranda

### SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Taranda		-	Name Fomáš
STUDY PROGRAMME	N0715A270014 Materials Science and Manufacturing Technology			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees)Namedoc. RNDr. Kasl, CSc.Josef			Name Josef
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA BACHELOR		Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Evaluation of the influence of HVOF spraying process parameters on the mechanical and tribological properties of hardmetal coatings			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	КММ	SUBMITTED IN	2023
---------	---------------------------	------------	-----	--------------	------

#### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

Γ

TOTALLY	68	TEXT PART	68	GRAPHICAL PART	0
---------	----	-----------	----	-------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The diploma thesis focuses on evaluating the influence of process parameters in the HVOF thermal spraying technology on the mechanical and tribological properties of hardmetal coatings. The theoretical part includes the principle of thermal spraying technology, the classification of thermal spraying technologies, a description of the HVOF technology, the materials used for thermal spraying, and the investigated WC-CrC-Ni composite coatings. In the experimental part, the studied coatings Amperit 543.074 and Woka 7502 are described, along with the methods used to evaluate these coatings. Furthermore, the basic characteristics, microstructure, and tribological properties were evaluated.
KEY WORDS	Thermal spraying, HVOF, process parameters, hardmetals, powder, coating, Amperit 543.074, Woka 7502, microstructure, mechanical testing, tribological testing

Bc. Tomáš Taranda

### Poděkování

Rád bych vyjádřil svou vděčnost doc. RNDr. Josefu Kaslovi, CSc., který mi poskytl vedení při vypracování této diplomové práce, a také Ing. Marku Vostřákovi, Ph.D., za jeho cenné konzultace. Děkuji také všem zaměstnancům Výzkumného a zkušebního ústavu (VZÚ) Plzeň s.r.o., kteří mi poskytli podporu při provedení experimentální části této práce, zejména celému týmu laboratoře povrchových úprav v prostorách VZÚ.



Tato diplomová práce vznikla za podpory projektu TH75020003 - Vývoj systémů "3D tisk-žárový nástřik" pro dynamicky a cyklicky namáhané aplikace – "DePriSS", spolufinancovaného se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci Programu EPSILON

Bc. Tomáš Taranda

### Obsah

Přehled použitých zkratek a symbolů	
Seznam obrázků	11
Seznam tabulek	13
1 Úvod	
2 Analýza současného stavu	15
2.1 Základy technologie žárových nástřiků	15
2.2 Princip technologie žárových nástřiků	15
2.3 Rozdělení technologií žárových nástřiků	16
2.4 Technologie HVOF	
2.4.1 Princip HVOF	
2.4.2 Ekvivalentní poměr	
2.4.3 Vlastnosti a aplikace HVOF nástřiků	
2.5 Používané materiály pro technologie žárových nástřiků	
2.5.1 Kompozitní povlaky na bázi WC-Co	
2.5.2 Kompozitní povlaky na bázi CrC-NiCr	
2.6 Zkoumané kompozitní povlaky na bázi WC-CrC-Ni	
2.7 Vybrané typy opotřebení	
2.7.1 Abrazivní opotřebení	
2.7.2 Erozní opotřebení	
2.7.3 Adhezivní opotřebení	
3 Cíle práce	
4 Popis zkoumaných povlaků a použitých metod hodnocení	
4.1 Materiály zkoumaných povlaků	
4.2 Nástřik vzorků	
4.3 Procesní parametry HVOF nástřiku	
4.4 Mikrostrukturní analýzy	
4.4.1 Příprava vzorků pro metalografickou analýzu	
4.5 Hodnocení základních charakteristik	
4.5.1 Relativní depoziční účinnost	
4.5.2 Hustota	
4.5.3 Povrchová tvrdost	
4.5.4 Mikrotvrdost HV	
4.6 Hodnocení tribologických charakteristik	

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2022/23
Katedra materiálů a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Taranda

4.6.1	Odolnost proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65
4.6.2	Odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
4.6.3	Odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 37
5 Výsled	ky analýzy zkoumaných povlaků a jejich diskuse40
5.1 M	ikrostruktura zkoumaných materiálů ve formě prášku
5.1.1	Amperit 543.074
5.1.2	Woka 7502
5.2 M	ikrostruktura povlaků po nástřiku42
5.2.1	Amperit 543.074
5.2.2	Woka 7502
5.3 Zá	kladní charakteristiky povlaků po nástřiku46
5.3.1	Depoziční účinnost
5.3.2	Hustota
5.3.3	Povrchová tvrdost HR15N48
5.3.4	Mikrotvrdost HV <sub>0,3</sub>
5.4 Oc	dolnost proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-6551
5.4.1 dle ASTM G	Stopy opotřebení povlaku po testu odolnosti proti abrazivnímu opotřebení -65
5.5 Oc	dolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi 56
5.6 Oc	dolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 59
6 Závěr.	
Použitá lite	eratura

Bc. Tomáš Taranda

### Přehled použitých zkratek a symbolů

VZÚ	Výzkumný a zkušební ústav
ŽN	Žárové nástřiky
HVOF	Vysokorychlostní nástřik pomocí kyslíku
CS	Nástřik za studena
HVAF	Vysokorychlostní nástřik pomocí vzduchu
TBC	Povlaky tepelných bariér
WC	Karbid wolframu
CrC	Karbid chromu
PTFE	Polytetrafluorethylen
APS	Atmosférický plazmatický nástřik
HV	Tvrdost dle Vickerse
Φ	Ekvivalentní poměr
$F_{\Phi}$	Množství paliva
$O_{\Phi}$	Množství oxidantu
TiC	Karbid titanu
IKTS	Institut pro keramické technologie a systémy
SEM	Řádkovací elektronový mikroskop
HRC	Tvrdost dle Rockwella
DRSW	Test abrazivní odolnosti
NTC	Nové technologie výzkumné centrum
COF	Koeficient tření
ZČU	Západočeská univerzita
ČVUT	České vysoké učení technické v Praze

Bc. Tomáš Taranda

### Seznam obrázků

Obr. 1: Schéma struktury povlaku nastříkaného pomocí žárového nástřiku [3]16
Obr. 2: Rozdělení technologií žárových nástřiků17
Obr. 3: Schéma hořáku pro technologii HVOF [8]19
Obr. 4: Typická mikrostruktura WC–(W,Cr) <sub>2</sub> C–Ni povlaku nastříkaného pomocí HVOF [18]
Obr. 5: Příprava vzorků pro metalografickou analýzu: a) metalografická pila Metalco Qcut 150A; b) metalografická bruska SAPHIR250 A1-ECO
Obr. 6: Přesná váha Sartorius Quintix313 – 1CEU s vloženým držákem pro měření hustoty…32
Obr. 7: Hodnocení odolnosti proti opotřebení podle ASTM G-65: a) DRSW zařízení; b) schéma zkoušky [28]
Obr. 8: Pracovní část zařízení pro hodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
Obr. 9: Zařízení pro hodnocení odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G- 133-22: a) celá konstrukce zařízení; b) pracovní prostor zařízení
Obr. 10: Schéma testu pro testování odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-133-22 [30]38
Obr. 11: Mikrostruktura prášku Amperit 543.074: a) mikrostruktura prášku při zvětšení 500x; b) mikrostruktura prášku při zvětšení 1000x; c) mikrostruktura prášku při zvětšení 3000x40
Obr. 12: Mikrostruktura prášku Woka 7502: a) mikrostruktura prášku při zvětšení 500x; b) mikrostruktura prášku při zvětšení 1000x; c) mikrostruktura prášku při zvětšení 3000x41
Obr. 13: Mikrostruktura povlaku Amperit 543.074 (WC-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> -Ni) spolu s tloušťkou povlaku focena na příčném řezu pomocí světelného mikroskopu při zvětšení 200x: a) p7,7 $\Phi$ 0,66 (1a); b) p7,6 $\Phi$ 0,75 (2a); c) p6,4 $\Phi$ 0,85 (3a); d) p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a); e) p6,4 $\Phi$ 0,66 (5a)42
Obr. 14: Mikrostruktura povlaku Amperit 543.074 focena na příčném řezu pomocí SEM ve Fraunhofer IKTS institutu při zvětšení 3000x: a) p7,7 $\Phi$ 0,66 (1a); b) p7,6 $\Phi$ 0,75 (2a); c) p6,4 $\Phi$ 0,85 (3a); d) p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a); e) p6,4 $\Phi$ 0,66
Obr. 15: Mikrostruktura povlaku Woka 7502 (WC-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> -NiCo) spolu s tloušťkou povlaku focena na příčném řezu pomocí světelného mikroskopu při zvětšení 100x: a) p8,0 $\Phi$ 0,66 (1w); b) p7,8 $\Phi$ 0,75 (2w); c) p6,6 $\Phi$ 0,85 (3w); d) p8,3 $\Phi$ 0,85 (4w); e) p6,6 $\Phi$ 0,66 (5w)44
Obr. 16: Mikrostruktura povlaku Woka 7502 focena na příčném řezu pomocí SEM ve Fraunhofer IKTS institutu při zvětšení 3000x: a) p $8,0\Phi0,66$ (1w); b) p $7,8\Phi0,75$ (2w); c) p $6,6\Phi0,85$ (3w); d) p $8,3\Phi0,85$ (4w); e) p $6,6\Phi0,66$ (5w)45
Obr. 17: Srovnání výstupních hodnot povrchové tvrdosti HR15N všech zkoušených sad48
Obr. 18: Naměřené hodnoty mikrotvrdosti HV <sub>0,3</sub>
Obr. 19: Porovnání měření mikrotvrdosti HV <sub>0,3</sub>

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.Diplomová práce, akad. rok 2022/23Katedra materiálů a strojírenské metalurgieBc. Tomáš Taranda
Obr. 20: Směrnice kumulativního objemového úbytku po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení jednotlivých sad materiálu Amperitu 543.074
Obr. 21: Směrnice kumulativního objemového úbytku po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení jednotlivých sad materiálu Woka 7502
Obr. 22: Porovnání rychlosti opotřebení mezi všemi zkoušenými sadami po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení
Obr. 23: Porovnání vybraných sad Amperitu 543.074 a Woky 7502 s materiály, které mají podobné mechanické vlastnosti jako zkoušené sady
Obr. 24: Stopy opotřebení po provedeném testu dle ASTM G-65 vyfoceny ve směru kolmým na povrch stopy: a) p8,0Φ0,85 (4a); b) p8,3Φ0,85 (4w)54
Obr. 25: Mikrostruktura příčně rozříznutých vzorků v místě stopy opotřebení: $4a - 1 - 2 - 3$ ) mikrostruktura sady p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a) při zvětšeních 500x, 1000x a 3000x; 4w - 1 - 2 - 3) mikrostruktura sady p8,3 $\Phi$ 0,85 (4w) při zvětšeních 500x, 1000x a 3000x55
Obr. 26: Porovnání vlivu úhlu dopadu erodentu na testované vzorky nastříkané Amperitem 543.074 po zkoušce odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
Obr. 27: Porovnání vlivu úhlu dopadu erodentu na testované vzorky nastříkané Wokou 7502 po zkoušce odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
Obr. 28: Porovnání erozního opotřebení všech sad materiálu Amperit 543.074 pod stejnými úhly dopadu erodentu na testovaný vzorek
Obr. 29: Porovnání erozního opotřebení všech sad materiálu Woka 7502 pod stejnými úhly dopadu erodentu na testovaný vzorek
Obr. 30: Stopy opotřebení na testovaných vzorcích po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM
Obr. 31: Průběh COF v závislosti na čase po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 na všech sadách materiálu Amperit 543.07460
Obr. 32: Průběh COF v závislosti na čase po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 na všech sadách materiálu Woka 750260
Obr. 33: Příklad stopy opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-133-22 na vzorku ze sady p8,0Φ0,85 (4a) při zvětšení 100x61
Obr. 34: Příklad stopy opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-133-22 na vzorku ze sady p8,3Φ0,85 (4w) při zvětšení 100x

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

### Seznam tabulek

Tab. 1: Porovnání technických parametrů jednotlivých technologií žárových nástřiků [6]17
Tab. 2: Zkoumané materiály
Tab. 3: Chemické složení zkoumaných materiálů
Tab. 4: Označení sad vzorků nastříkaných přídavným materiálem Amperit 543.07428
Tab. 5: Označení sad vzorků nastříkaných přídavným materiálem Woka 7502
Tab. 6: Procesní parametry nástřiku jednotlivých sad přídavným materiálem Amperit543.074
Tab. 7: Procesní parametry nástřiku jednotlivých sad přídavným materiálem Woka 750230
Tab. 8: Základní charakteristiky povlaků materiálu Amperit 543.07446
Tab. 9: Základní charakteristiky povlaků materiálu Woka 750246
Tab. 10: Získané hodnoty objemového úbytku materiálu povlaku Amperit 543.074 [mm³] přihodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
Tab. 11: Získané hodnoty objemového úbytku materiálu povlaku Woka 7502 [mm³] přihodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi
Tab. 12: Průměrná šířka stop opotřebení všech testovaných sad materiálu Amperit543.074
Tab. 13: Průměrná šířka stop opotřebení všech testovaných sad materiálu Woka 750263
Tab. 14: Výsledné objemové úbytky materiálu a průměrná hodnota COF sad p8,0Φ0,85 (4a) a p8,3Φ0,85 (4w) po hotové zkoušce odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-133-2263

Bc. Tomáš Taranda

#### Úvod 1

Strojní součásti jsou v praxi různě namáhány, a proto jsou požadavky na zvýšení jejich životnosti a spolehlivosti. Vlivem působení těchto namáhání, dochází k poškození a degradaci povrchu materiálu. K zabránění těchto problémů se vyvíjejí nové typy, metody a aplikace povlaků, které dokáží ochránit povrch součásti před různými typy poškození a degradace. Dalším jejich využitím může být i doplnění materiálu o stejném chemickém složení jako u povlakované komponenty. Jedna z technologií pro tvorbu povlaků je metoda žárových nástřiků (ŽN).

Technologie ŽN umožňují nanášet povlaky o tloušť ce přibližně od desítek mikrometrů do několika milimetrů. V případě technologie "Cold Spray" (CS) jsou tloušťky omezeny jen velikostí pracovního prostoru technologie, a to z toho důvodu, lze CS řadit i mezi technologie aditivní výroby. Povlaky se mohou na součásti nanášet z různých typů materiálů ve formě prášku nebo drátu, a to s minimálním tepelným ovlivněním základního materiálu. To je přínosem ve spoustě případů, kde je potřeba dosáhnout speciálních funkčních vlastností, ale také v situacích, kde je nechtěné měnit povahu mikrostruktury a vnitřního napětí substrátu. Oproti laserovému navařování, či navařování plazmatem, je tato vlastnost výhodou.

Existuje několik technologií ŽN, které se dělí dle použitého zdroje energie pro deponování částic přídavného materiálu. Zdroje energie jsou původu chemického (nástřik plamenem, detonační nástřik, vysokorychlostní nástřik plamenem), elektrického (plazmatický nástřik, nástřik el. obloukem) a kinetického (nízkotlaký a vysokotlaký nástřik za studena). V závislosti na použité technologii se liší používané přídavné materiály, a to z důvodu lepších výsledků vlastností finálního povlaku. Při použití vysokorychlostních metod nástřiku, jako je HVOF nebo CS, je výhodou vysoká rychlost částic přídavného materiálu, což umožňuje vytvářet povlaky s větší kohezní a adhezní pevností, vyšším tlakovým napětím a sníženou pórovitostí.

Vlastnosti žárově stříkaných povlaků jsou ze značné míry dány výběrem přídavného materiálu a použitou technologií, nicméně kvalita povlaků závisí také na volbě použitých parametrech nástřiku, čemuž se věnuje tato diplomová práce. Po stanovení důležitých procesních parametrech, jako jsou depoziční vzdálenost, ekvivalentní poměr plamene, množství podávaného materiálu atd., je hotový povlak podroben řadou chemických, mechanických a tribologických testů. Těmito testy je následně zjištěno, jaké parametry nástřiku jsou nejvhodnější pro dosažení požadovaných vlastností povlaku.

Realizované mechanické a tribologické experimenty tvrdokovových povlaků na bázi WC-CrC-Ni byly prováděny pro zjištění nejvhodnějších procesních parametrů nástřiku pro tento typ materiálu pomocí metody HVOF.

Bc. Tomáš Taranda

#### Analýza současného stavu 2

### 2.1 Základy technologie žárových nástřiků

Díky technologii žárového nástřiku (ŽN) je možné aplikovat vrstvu přídavného materiálu se shodnými nebo rozdílnými vlastnostmi základního materiálu na povrch různých komponent. Nejčastějším cílem nástřiku je vylepšení nebo modifikace povrchových vlastností dané komponenty. Nicméně totožný postup lze v některých případech aplikovat i k doplnění chybějícího materiálu nebo k vytvoření zcela nové součásti [1].

Tloušťka povlaku vytvořeného žárovým nástřikem se obvykle nachází od 100 mikrometrů až do jednotek milimetrů, ve vazbě na materiál povlaku a jeho budoucí úloze. Povlak vzniká nanášením částic materiálu, na rozdíl od technologií fyzikální či chemické depozice vrstev nebo od metod sycení povrchu atomy různých prvků [1].

Jednou z hlavních výhod technologie žárového nástřiku je schopnost nanášet povlaky na povrch substrátu s minimálním tepelným ovlivněním, což snižuje vznik vnitřních pnutí. Naopak, nevýhodou spoje je absence metalurgické vazby mezi povlakem a základním materiálem, což vede k nižší adhezní pevnosti takového spoje. Převážná část povlaku je mechanicky ukotvena k základnímu materiálu. Budoucí vlastnosti povlaku, včetně pevnosti spoje dosaženého pomocí technologie žárového nástřiku, jsou významně ovlivněny procesními parametry a druhem použitého materiálu pro nástřik. [1].

#### 2.2 Princip technologie žárových nástřiků

Při aplikaci technologií žárového nástřiku spočívá základní mechanismus v roztavení budoucího materiálu povlaku ve formě drátu nebo prášku pomocí zdroje tepelné energie a jeho následném urychlení směrem k povrchu, na který se má povlak aplikovat. Při nárazu na povrch dochází k deformaci roztaveného materiálu pod vlivem kinetické energie, která ho formuje do tvaru disku o tloušť ce přibližně 10krát menší než jeho průměr. Deformovaná částice při dopadu rychle ztrácí teplotu a tuhne. V důsledku smrštění při tuhnutí a následném chladnutí je částice převážně mechanicky ukotvena na zdrsněném povrchu substrátu nebo předchozí vrstvě povlaku [2].

Povlak se skládá z jednotlivých deformovaných částic (tzv. splaty) navrstvených na sobě. Jejich vrstvením vzniká charakteristická lamelární struktura žárového nástřiku. Splat je základní částí mikrostruktury žárového nástřiku [3].

Povaha splatů ve struktuře nástřiku je indikátorem stupně natavení částic během letu. V případě neúplného natavení nedojde k dostačující deformaci částic při dopadu, což vede k poklesu kohezní pevnosti a zvýšení pórovitosti [1].

Kromě splatů, pórů a nenatavených částic mohou být v mikrostruktuře i oxidické částice (viz Obr. 1), které vznikají v průběhu letu roztavené částice atmosférou. Po dopadu a deformaci se tyto oxidické částice proměňují v protáhlé vměstky, které jsou orientovány ve směru rozhraní mezi substrátem a povlakem. Přítomnost těchto vměstků ve struktuře snižuje kohezní pevnost, zvyšuje křehkost, ale zároveň přispívá k celkové tvrdosti povlaku. Existuje pravděpodobnost, že vyšší množství oxidů znamená častější vznik křehkých trhlin v povlaku

Bc. Tomáš Taranda

při zatěžování. A proto jsou z větší části považovány za nežádoucí, i když se vyskytují aplikace, kde je jejich působení kladné - např. při redukci tepelné vodivosti [3].



Obr. 1: Schéma struktury povlaku nastříkaného pomocí žárového nástřiku [3]

Ve struktuře povlaku působí pórovitost negativně z důvodu snížení kohezní pevnosti povlaku a zhoršení odolnosti proti opotřebení a korozi, zároveň ale působí v určité míře i pozitivně, a to v případě povrchů kluzných ložisek, kde 10–30 % pórovitosti dovoluje pronikání maziva do povrchu. Pozitivně působí také v povlacích tepelných bariér (TBC), kde je požadována pórovitost mezi 7-15 % z důvodu zvýšení izolační schopnosti keramiky a odolnosti proti tepelné únavě.

Několik faktorů ovlivňuje proces nanášení povlaku, a to včetně typu použitého přídavného materiálu, vlastností substrátu, druhu zdroje tepelné energie a procesních parametrů. Z těchto parametrů mají největší vliv na vlastnosti povlaků rychlost a teplota dopadajících částic.

Kromě toho se mikrostruktura a vlastnosti žárových nástřiků liší podle použité technologie nanášení.

### 2.3 Rozdělení technologií žárových nástřiků

Rozdělení technologií žárových nástřiků je uvedeno v mnoha studiích, například [1, 3]. Technologie žárových nástřiků může být klasifikována do tří kategorií podle zdroje energie potřebné k nanášení povlaku. Používá se elektrická energie, chemická energie spalování a kinetická energie dopadajících částic na povrch substrátu nebo předchozích vrstev povlaku [4]. Uvedené technologie se dále dělí podle konstrukce využívaných zařízení, což je uvedeno na Obr. 2.

Bc. Tomáš Taranda



Obr. 2: Rozdělení technologií žárových nástřiků

Každá metoda žárového nástřiku operuje s odlišnými rychlostmi a teplotami částic při nanášení. Například plazmatický nástřik, který využívá vysoké teploty plazmatu, je vhodný pro aplikaci materiálů s vysokou teplotou tavení. Systémy HVAF a HVOF jsou schopny nanášet povlaky s vyšší rychlostí a teplotou částic ve srovnání s metodou nástřiku plamenem, která operuje při snížených teplotách a nižších rychlostech dopadajících částic. Pro představu jsou charakteristické rychlosti a teploty částic zobrazeny v Tab. 1. Jednotlivé technologie žárových nástřiků jsou detailně popsány v mnoha pracích, například v [2, 5], a proto zde nebudou dále popisovány. Větší pozornost bude věnována zejména technologii HVOF.

Metody žárového stříkání	Teplota plamene [m/s]	Příkon [kW]	Maximální teplota částic [°C]	Rychlost částic [m/s]	Rychlost podávání materiálu [g/min]	Rozsah hustoty nástřiku [%]	Typická tloušťka nástřiku [mm]
Nástřik plamenem	3500	50-100	2500	40–180	30–50	85–90	0,2 - 10
Detonační nástřik	4200	>1000	n/a	800–1200	n/a	>95	0,3
Nástřik el. Obloukem	5000	2–5	>3800	100–300	150-2000	80–95	0,2 – 10
Vysokorychlostn í nástřik	3200	150-300	3300	600–1000	15–50	>95	0,1-0,3
Plazmový Nástřik APS	15000	40–200	>3800	200–300	50–150	90–95	0,05 – 1

Tab. 1: Porovnání technických parametrů jednotlivých technologií žárových nástřiků [6].

Bc. Tomáš Taranda

#### 2.4 Technologie HVOF

Zkratka HVOF vychází z anglického pojmenování "High Velocity Oxygen Fuel Spraying" a přeložena do českého jazyka znamená "vysokorychlostní kyslíkový nástřik plamenem". Tato metoda byla vyvinuta v roce 1958 firmou "Union Carbide" (dnes známé pod názvem Praxair Surface Technologies, Inc.) [6], ale nebyla více průmyslově používána až do začátků 80. let 20. století. Proces vysokorychlostního nástřiku plamenem je v některých ohledech obdobný detonačnímu stříkání, s tím rozdílem, že u HVOF dochází k nepřerušovanému spalování směsi paliva s kyslíkem, a ne k jednotlivým zážehům. Výhodou HVOF je značně vysoká rychlost plamene. Díky této schopnosti je zkrácena doba, po kterou je letící částice mezi tryskou a povlakovaným materiálem vystavena okolnímu prostředí. Zásluhou toho dochází k omezení oxidace nebo, v případě karbidů, k omezení oduhličení [6].

V praxi se používá i méně rozšířená metoda HVAF. Tato metoda se liší pouze ve změně reakce paliva s kyslíkem na reakci paliva se vzduchem, což je dobře rozeznatelné už z názvu metody, kde písmeno "A" označuje anglické slovo "Air", tedy dle českého jazyka slovo vzduch.

#### 2.4.1 Princip HVOF

Jak již bylo uvedeno, tato technika žárového nástřiku je podobná metodě detonačního nástřiku, avšak s rozdílem v nepřetržitém plnění spalovací komory a kontinuálním spalování plynů při vysokorychlostním nástřiku. Směsi kyslíku a paliva se promíchávají a spalují v spalovací komoře hořáku. Palivem zde mohou být například plynná paliva jako zemní plyn, metan, propan, acetylén, vodík, anebo kapalné palivo jako kerosin. Tvar konvergentnědivergentní trysky (tzv. Lavalovy trysky) urychluje horké plyny (spaliny) na nadzvukové hodnoty. Vysokých rychlostí v trysce je dosaženo jejím tvarem, který způsobuje vyšší výtokové rychlosti plynů. V konvergentní části dosáhnou plyny kritické rychlosti (lokální rychlost zvuku) v místě nejužšího průřezu, v divergentní části se plyny dále rozpínají do nadzvukových rychlostí [6, 7].

Přídavný materiál v práškové formě je pomocí nosného plynu (dusíku) vnášen do oblasti nadzvukové rychlosti plamene (výstupní plyny), kde je roztaven a urychlován směrem k základnímu materiálu. Přívod prášku je umístěn za Lavalovou tryskou, kde jsou už nadzvukové rychlosti. Vynikající ukotvení a distribuce urychlených částic k potaženému povrchu je způsobena vysokou rychlostí dopadu částic prášku. Výsledkem je dobrá přilnavost a vysoká hustota stříkaných povlaků. Dále také nedochází k nechtěným fázovým přeměnám a vyhoření konkrétních fází v prášku, např. karbidů wolframu v nástřiku WC-Co [3]. Pokud se rychlost plamene během stříkání pohybuje mezi 500 a 1200 m/s a rychlost roztavených částic dopadajících na povrch je od 200 do 1000 m/s, pak povlaky vytvořené vysokorychlostním plamenem stříkání jsou odolné vůči opotřebení a korozi v různých oblastech použití [7].

Hlavní části technologie HVOF mohou mít několik konstrukčních variací uspořádání, nicméně vždy mezi tyto části bude patřit svíčka pro zapálení směsi paliva a kyslíku, přívod paliva a kyslíku, spalovací komora, chladící okruh, přívod nosného plynu, komora pro smísení nosného plynu a zapálené směsi paliva s kyslíkem, konvergentně-divergentní tryska a podávání prášku (všechny zmíněné části jsou zobrazeny na Obr. 3). Velmi podstatnou vlastností HVOF nástřiku je tzv. ekvivalentní poměr, což pojednává o hmotnostním poměru paliva a kyslíku vůči

#### Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

jejich stechiometrickému poměru [6]. Korozivzdorné materiály se mnohdy používají na výrobu spalovacích komor a trysek. V celém zařízení pro HVOF je zahrnut chladicí systém, který obvykle využívá chladicí médium ve formě vody nebo vzduchu. Technologie HVOF je charakterizována výskytem kompresních a expanzních rázových vln, které vznikají, když plamen vystupuje z trysky nadzvukovou rychlostí. Jednou z nevýhod spojených s nadzvukovými rychlostmi je vysoká hlučnost během provozu, která může dosahovat až 133 dB. [3].



Obr. 3: Schéma hořáku pro technologii HVOF [8]

Výsledný povlak, který je aplikován metodou HVOF, je ovlivněn několika faktory. Kromě možných poruch stroje nebo chyb obsluhujícího pracovníka existuje řada dalších vlivů, které lze předem upravit tak, aby přispěly k dosažení požadovaných vlastností povlaku. Mezi tyto procesní faktory patří:

- výběr prášku zahrnuje materiál, velikost a tvar částic,
- palivo druh paliva a jeho průtok,
- podávané množství množství prášku podaného za určitý čas,
- umístění přívodu prášku určuje vzdálenost a úhel, pod kterým je prášek . přiveden do plamene (tzv. podávací vzdálenost a podávací úhel),
- nosné médium plyn použitý pro transport prášku,
- tvar trysky,
- chlazení typ chladícího média a jeho intenzita,
- trajektorie a rychlost pohybu hořáku (popřípadě substrátu) ovládaného robotem.
- Vzdálenost plamene od substrátu depoziční vzdálenost,
- rychlost, směr a teplota částic letících plamenem,
- rychlost a teplota plamene
- povrch substrátu teplota a drsnost,

#### 2.4.2 Ekvivalentní poměr

Velmi důležitým parametrem pro nástřik technologií HVOF je tzv. ekvivalentní poměr  $\Phi$ , který definuje stechiometrii plamene. Jedná se o poměr množství paliva (v tomto případě kerosinu) a oxidantu (nejčastěji kyslíku) potřebného k úplné oxidaci hořlavého plynu v plameni. Vysokorychlostní plamen musí být vysoce teplotně, a zároveň chemicky stabilní, aby bylo dosaženo požadovaných vlastností konečného povlaku [9].

Vzorec používaný pro výpočet ekvivalentního poměru se skládá z hmotnostního poměru kerosinu a kyslíku použitého pro nástřik  $(F_{\Phi}/O_{\Phi})$  v čitateli a ze stechiometrického poměru určeného z rovnice chemické reakce hoření kerosinu a kyslíku  $(F_{\Phi}/O_{\Phi})_{st}$  ve jmenovateli [9]. Celý vzorec je tedy:  $\Phi = \frac{F_{\Phi}/O_{\Phi}}{(F_{\Phi}/O_{\Phi})_{st}}$ 

Správně nastavený ekvivalentní poměr umožňuje úplné spálení kerosinu a vytvoření stabilního plamene s optimální teplotou a chemickým složením. Pokud je ekvivalentní poměr nastaven příliš nízko (tj. příliš mnoho oxidantu v plameni), plamen se stává příliš chladným a přídavný materiál ve formě prášku není dostatečně nataven, což vede ke špatné kvalitě nástřiku. Pokud je naopak ekvivalentní poměr nastaven příliš vysoko (tj. příliš mnoho paliva v plameni), plamen se pak stává příliš horkým a nestabilním, což může vést ke vzniku nežádoucích oxidů [9].

#### 2.4.3 Vlastnosti a aplikace HVOF nástřiků

Povlaky vytvořené pomocí HVOF technologie jsou charakterizovány silnou adhezí k substrátu a nízkou mírou pórovitosti. Toto je především způsobeno vysokou rychlostí, při které natavené částice prášku dopadají na substrát (viz Tab. 1). Další výhodou je minimální změna struktury povlaku, což je důsledek menšího teplotního vlivu na základní materiál. Tato technologie také umožňuje nanášet povlaky se zbytkovým tlakovým napětím a s větší tloušťkou. Běžně se využívají různé druhy cermetových prášků, především založených na karbidu chromu, wolframu a titanu. Avšak HVOF technologie není příliš vhodná pro aplikaci keramických prášků, protože teplota plamene obvykle nedosahuje dostatečně vysokých hodnot pro přijatelné roztavení prášku a rovnoměrné nanesení na substrát. Pro prášky s vyšší teplotou tavení je proto příhodnější používat jiné technologie žárových nástřiků (jedna z možností je například plazmové stříkání). Z největší části je vysokorychlostní nástřik využíván pro zlepšení odolnosti komponent proti opotřebení a korozi [6]. HVOF nástřik je široce využíván v mnoha průmyslových odvětvích. Mezi ně patří letecký průmysl, kde se aplikuje na čepy a lopatky leteckých turbín, energetický průmysl pro rošty a součásti turbín, automobilový průmysl pro válce a pístní kroužky, a strojní průmysl pro ventily, hřídele a další komponenty. HVOF nástřik je také uplatňován v medicíně, zejména při aplikaci na kloubní implantáty. Tímto se zajišťuje vyšší biokompatibilita materiálů používaných v kloubních implantátech, zejména titanu, a to pomocí určitých keramických materiálů [10]. Je důležité poznamenat, že ve srovnání s tradičním tvrdým chromováním neprodukuje HVOF nástřik karcinogenní Cr6+ ionty [6]. Zároveň lze technologií HVOF dosáhnout fakticky ekvivalentních vlastností tvrdochromového povlaku.

#### 2.5 Používané materiály pro technologie žárových nástřiků

Existují tři základní typy materiálům, které jsou používány pro žárové nástřiky:

- a) Materiály typu slitin, kovů, intermetalik, keramik a polymerů.
- b) Kompozitní materiály, což mohou být cermety (např. WC-Co, CrC-Ni), vyztužené kovy a vyztužené polymery.
- c) Vícevrstvé povlaky.

Kovové povlaky a jejich slitiny je možno aplikovat prostřednictvím všech technologií. Mezi typické představitele patří slitiny a superslitiny na bázi niklu, železa a kobaltu. Dále také povlaky založené na wolframu, molybdenu, niobu a hliníku. Tyto povlaky se nejvíce používají na zvýšení odolnosti proti korozi, opotřebení či oxidaci. Zároveň je zde snaha dosáhnout povlaku s vysokou adhezní a kohezní pevností, nízkou pórovitostí a s co nejnižším obsahem oxidických částic, které jsou zde nežádoucí, kvůli snížení pevnosti a zhoršení funkčních vlastností povlaku. Pro nástřik kovových a slitinových povlaků je nejvhodnější použít technologie HVAF, HVOF a nástřiku za studena, z důvodu kombinace nižší teploty a vysoké rychlosti nástřiku. Použitím plazmatického nástřiku dochází k vyšší oxidaci působením vysoké teploty plazmatu. K větší oxidaci také dochází u nástřiků obloukem a plamenem, v těchto případech je oxidace způsobena nižší rychlostí nástřiku [1, 11].

Většina keramických materiálů může být žárově stříkána. Jedná se oxidy kovů, jako Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, stabilizovaný ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a MgO a karbidy, jako jsou Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, TiC a SiC. Dále mohou být použity i různé nitridy a perovskity. Depozicí těchto povlaků je snaha vytvořit vrstvy odolné proti opotřebení, korozi a zajistit tepelnou izolaci [11].

Keramické materiály se vyznačují vysokou teplotou tavení, a proto je běžně používán plazmatický nástřik. Většina intermetalik (NiAl, Ni<sub>3</sub>Al, TiAl, Ti<sub>3</sub>Al, MoSi<sub>2</sub>) jsou velmi reaktivní za vysokých teplot a velmi citlivé k oxidaci, a proto musí být použita inertní atmosféra při použití technologie nástřiku plazmatem [11].

Dále mohou být nanášeny také polymery, tedy pouze v případě jsou-li dodány v přijatelné formě částic. Žárové nástřiky polymerů jsou komerčně dostupné už od roku 1980. Jedná se o termosety a termoplasty. Mezi nejznámější se řadí polytetrafluorethylen (PTFE), polykarbonát, nylon 11 a polyamid. Konvenční nástřik plamenem a HVOF jsou nejrozšířenějšími metodami žárových nástřiků pro nanášení polymerů [1].

Pro tuto diplomovou práci je nejdůležitější skupina materiálů kompozitních směsí karbidických částic s kovovou matricí. Zdaleka nejvíce jsou tyto směsi založeny na bázi karbidu wolframu (WC) a karbidu chromu (Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>) v kombinaci s matricemi obsahující nikl, kobalt a chrom. Nejčastějšími zástupci jsou WC-Co, WC-CoCr, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr a TiC-NiCr. Zmíněné materiály disponují značnou odolností proti opotřebení a houževnatou matricí. Lepších vlastností a mikrostruktury povlaků se dosáhne vysokorychlostními nástřiky HVOF a HVAF, kromě toho může být pro depozici výše uvedených materiálů použita i technologie plazmatického nástřiku, nicméně na úkor horších vlastností a mikrostruktury povlaku.

Vícevrstvé povlaky jsou tvořeny minimálně dvěma či více vrstvami různých druhů materiálů. Hlavním představitelem jsou tzv. povlaky tepelných bariér (TBC). Jedná se o pevnou souvislou tenkovrstvou strukturu, která je nanesena na povrch substrátu za účelem tepelné izolace, ochrany, odolnosti proti opotřebení atd., která se široce používá ve vysokoteplotních konstrukčních dílech, jako jsou letecké motory a vysokovýkonné plynové turbíny. TBC je spojeno s povrchem substrátu pomocí atmosférického plazmového nástřiku (APS) nebo pomocí HVOF. Snaha je o co nejnižší pracovní teplotu součásti pracující ve vysoké teplotě a zlepšení odolnosti proti korozi a tepelnému únavovému poškození, aby se prodloužila životnost konstrukce. Jako nejvhodnější, nejvíce všestrannou a ekonomicky efektivní technikou pro

Bc. Tomáš Taranda

nástřik TBC se jeví atmosférický plazmový nástřik, který neklade žádná omezení na geometrii a tvar povlaku, který má být aplikován [12, 13].

#### 2.5.1 Kompozitní povlaky na bázi WC-Co

Povlaky na bázi WC-Co jsou v současné době už tradičně využívány v mnoha oblastech průmyslu, a to jak v sintrované formě, tak také jako povlaky vytvořené technologiemi žárových nástřiků. Jsou aplikovány především v oblastech, kde je potřeba vysoké odolnosti proti abrazivnímu, erozivnímu a kluznému opotřebení a proti tzv. "frettingu" (kluzné opotřebení za působení koroze). Cermet WC-Co se vyznačuje takřka ideální kombinací vlastností. Odolnost proti opotřebení je zajištěna díky vysoké tvrdosti karbidů, ale zároveň jsou karbidy zabudované ve tvárné kovové matrici, která kompenzuje křehkost materiálu. Další vlastnosti, jako např. pevnost, tvrdost nebo otěruvzdornost, jsou ovlivněny hlavně velikostí zrn karbidu wolframu a jejich obsahem v cermetu [9]. Stejně jako u většiny žárově stříkaných povlaků, tak i u cermetů je podstatná pórovitost a fázové složení. U sintrovaných materiálů mají karbidy wolframu sklon se vzájemně dotýkat, čímž vytváří jakousi "kostru karbidů" a kobalt vyplňuje prostranství mezi zmíněnými karbidy. U povlaků vytvořených žárovým nástřikem se většinou nestává, že se jednotlivé karbidy navzájem dotýkají, naopak jsou v menším či větším měřítku rovnoměrně rozestavěny v kobaltové matrici, což je zapříčiněno především vysokým podílem kobaltu v materiálu (zpravidla 12 % nebo 17 %) a zároveň i jistou ztrátou nebo rozpouštěním WC v průběhu procesu nástřiku [9].

#### 2.5.2 Kompozitní povlaky na bázi CrC-NiCr

Povlaky na bázi karbidu chromu (CrC) jsou pokládány za nejlepší volbu v případě kombinace vysoké teploty, mechanického zatěžování a korozně agresivního prostředí, protože povlaky na bázi WC nemohou být použity tam, kde je pracovní teplota vyšší než 400 °C, a to z důvodu nízké odolnosti proti oxidaci karbidu wolframu [14]. Z třídy povlaků na bázi CrC je nejvíce používaný a nejdetailněji popsaný materiál Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-25%NiCr. Tento konkrétní materiál se ve formě prášku skládá z částic Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> rozložených v NiCr matrici. Při nástřiku se rozpouštějí části Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> do matrice NiCr, což způsobí vznik amorfních, nanokrystalických fází na bázi Ni, které jsou odpovědné za snížení houževnatosti materiálu matrice. Pokud na hotový funkční povlak Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr působí vysoké teploty, tak dochází ke změně mikrotvrdosti, houževnatosti a fázového složení zpět k podobnému složení počátečního prášku, a proto lze přepokládat i změny v odolnosti proti opotřebení. V případě erozního a kluzného opotřebení jsou změny pozitivní a v obou případech vycházejí lepší odolnosti. Současně probíhá i oxidace okrajů splatů, což má negativní vliv na kohezní pevnost a následně i na odolnost proti opotřebení. U abrazivního opotřebení záleží na podmínkách zatěžování. Povlak s vyšší mikrotvrdostí a nižším zatížením výrazně více odolává abrazivnímu opotřebení. Naopak povlak s nižší houževnatostí a vyšším zatížením podléhá křehkému porušování matrice, čímž se i zhoršuje odolnost proti opotřebení [15, 16].

Dle poznatků zmíněných v předchozím odstavci, lze říci, že v průběhu nástřiku dochází k rozpouštění karbidických částic do matrice. Výsledek tohoto procesu závisí na zvolené metodě žárového nástřiku, stavu výchozího prášku a nastavení procesních parametrů. Zároveň rozpouštění karbidických částic působí na vlastnosti, zvláště na houževnatost a tvrdost, což má Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Diplomová práce, akad. rok 2022/23

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

Bc. Tomáš Taranda

za následek i změnu odolnosti proti opotřebení. Obecně je možné říct, že nástřik na bázi Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr by měl odolávat jak tepelnému zatížení až do teplot 800 °C, tak mechanickému zatížení [1, 15].

### 2.6 Zkoumané kompozitní povlaky na bázi WC-CrC-Ni

Povlaky WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni se vyznačují mimořádnými vlastnostmi. Výzkumy v práci [17] ukázaly mnohem lepší odolnost proti oxidaci než u jiných komerčních nástřiků na bázi WC. Další důležitou vlastností tohoto materiálu je dobrá odolnost proti korozi, i když mikrotrhliny mohou urychlit napadení korozními roztoky. Kompozice WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni tedy může mít lepší odolnost proti korozi a oxidaci vzhledem k povlakům WC-Co a Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr. Zároveň povlak vykazuje výbornou odolnost proti suchému kluznému opotřebení při 800 °C. Při této teplotě nelze jiné nástřiky na bázi WC vůbec aplikovat [17].

Zvláštností chemického složení tohoto materiálu je druhá tvrdá fáze (W,Cr)<sub>2</sub>C. V [18] je popsáno, že tato fáze má strukturu W<sub>2</sub>C s různým množstvím chrómu, který je v ní rozpuštěn. Na rozdíl od WC-Co a Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr není WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni jednoduchým binárním kovovým kompozitem tvrdá fáze - matrice, ale obsahuje navíc druhou tvrdou fázi. Překvapivě, i přes nízký obsah kovového matrice a její nehomogenní distribucí v prášcích, lze kompozici WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-7%Ni stříkat s vysokou účinností depozice [18].

Mikrostruktura WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni nastříkaná optimalizovanou technologií HVOF má vysokou hustotu povlaku, což je zobrazeno na Obr. 4 [18].



Obr. 4: Typická mikrostruktura WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni povlaku nastříkaného pomocí HVOF [18]

Mikrotvrdost těchto povlaků byla naměřena v několika studiích. Například v [17] vycházejí mikrotvrdosti okolo 1000 HV<sub>0,3</sub>, ale v [19] vychází mnohem vyšší mikrotvrdosti, a to až do hodnot 1650 HV<sub>0.3</sub>. Hodnoty mikrotvrdosti povlaku WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni jsou kvůli velkému rozptylu měření spíše rozporuplné oproti jiným na bázi WC.

Bc. Tomáš Taranda

Povlak je charakterizován vysokou odolností proti suchému kluznému opotřebení a nízkými koeficienty tření při použití protikusu (kulička) z materiálu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (korund bílý) [17]. Toto opotřebení je silně ovlivněno teplotou (se zvyšující teplotou se snižuje odolnost proti opotřebení), při které je test prováděn, naopak rychlost tření má zanedbatelný vliv na výsledek [20].

### 2.7 Vybrané typy opotřebení

Výsledky testů zkoumaných materiálů, které byly použity v diplomové práci, budou v průběhu experimentu porovnávány s již publikovanými výzkumnými pracemi z minulých let, které jsou zaměřeny na podobné téma.

### 2.7.1 Abrazivní opotřebení

Abrazivní opotřebení je projevem poškození nebo eroze povrchu materiálu v důsledku působení jiného tělesa nebo tvrdých abrazivních částic. Tyto částice se mohou generovat během samotného procesu opotřebení, a to prostřednictvím odstraňování materiálů z povrchů zatěžovných těles. Abrazivní opotřebení se obvykle dělí na dva nejvýznamnější typy: dvou-tělesovou abrazi a tří-tělesovou abrazi [21].

Dvou-tělesová abraze (tzv. abraze s interakcí dvou těles) se vztahuje k situaci, kdy povrchy kloužou přes sebe a dochází k pronikání jednoho (tvrdého) materiálu do druhého (měkčího) materiálu a následnému odnášení částí materiálu pryč. Příkladem dvou-tělesové abraze je proces, při kterém se pomocí pilníku upravuje tvar obráběného kusu. Tento typ abraze vzniká, když částice mezi dvěma povrchy oddělují materiál z jednoho nebo obou povrchů [21].

Tří-tělesová abraze (tzv. abraze s interakcí tří těles) je způsobena působením tvrdých abrazivních částic, které se nacházejí mezi povrchy dvou navzájem se pohybujících těles. Tento druh opotřebení se vyskytuje například při leštění, kdy jsou tvrdé abrazivní částice rozmístěné mezi 2 dotýkajícími se povrchy. Abrazivní částice pak brousí (deformují) jeden nebo oba povrchy těles. Zejména tvar a tvrdost abrazivních částic disponuje značným vlivem na účinnost abrazního opotřebení [21].

#### 2.7.2 Erozní opotřebení

Eroze se projevuje odtrháváním částic a poškozováním funkčního povrchu. Erozivní opotřebení může nastat v různých strojních komponentech, kde je vystavena abrazivním suspenzím (jako jsou čerpadla, vodní turbíny, potrubí, armatury, trysky), částicím rozptýleným ve vzduchu nebo plynu (například ventilátory, cyklóny, tryskače, potrubí) nebo v důsledku působení kapaliny, páry, kapek nebo plynu (například parní armatury, části parních a plynových turbín). Při erozivním opotřebení částicemi existuje několik způsobů, jak tyto částice dopadají na povrch materiálu. Pokud částice přichází pod šikmým úhlem s dostatečnou energií, pronikne do povrchu a může vyvolat vytlačení nebo oddělení materiálu. Pokud má částice nižší dopadovou energii nebo se pohybuje téměř rovnoběžně s povrchem, může povrch jen pružně deformovat bez způsobení poškození. Při kolmém dopadu částice na povrch dochází k pružné nebo plastické deformaci povrchu. Po dopadu kolmo na povrch se částice obvykle odrazí zpět [22].

Erozivní opotřebení je charakterizováno deformací materiálu, která může být plastická nebo křehká, a závisí na vlastnostech materiálu a provozních parametrech. Rychlost opotřebení se liší v závislosti na úhlu dopadu částic a také na vlastnostech materiálu, zda je houževnatý nebo křehký. U houževnatých materiálů je mechanismus opotřebení spojen s plastickou deformací, která vede k odstraňování vytlačeného materiálu nebo vyříznutí materiálu částicemi eroze. U křehkých materiálů dochází k odstraňování materiálu prostřednictvím vzniku a šíření trhlin z místa dopadu částice. Rozsah praskání závisí na tvaru abrazivních částic [21, 22].

Hlavní metody hodnocení erozivního opotřebení se zakládají na proudění částic, které jsou transportovány vzduchem, plynem nebo využívají principu centrifugy. V prvním případě jsou částice urychlovány proudem vzduchu pod určitým tlakem směrem k vzorku a dopadají na povrch testovaného materiálu kolmo nebo pod určitým úhlem v závislosti na naklonění vzorku. V druhém případě je k erozi vzorků využívána odstředivá síla vyvolaná rotací a zrychlením abrazivních částic vycházejících z kanálků rotujícího disku [22].

#### 2.7.3 Adhezivní opotřebení

Při adhezivním opotřebení dochází k separaci a pohybu částic z povrchu tělesa na místě kontaktu mezi jednotlivými tělesy. Pokud se třou mezi sebou dva materiály s určitými parametry, mohou se na kontaktních plochách vyskytovat plastické deformace a vytvářet se mikrospojení (mikrosvary) mezi oběma tělesy. Pokud jsou tyto mikrospojení pevnější než vazby v původním materiálu, dochází k přenosu materiálu z jednoho tělesa na druhé. Vznik a intenzita adhezivního opotřebení závisí na několika hlavních faktorech, jako tvar a drsnost povrchů, dotyková síla, materiál obou těles, a přítomnost maziva, pokud je použito [21].

Bc. Tomáš Taranda

#### Cíle práce 3

Hlavním cílem experimentální části je optimalizace vhodných procesních parametrů vysokorychlostního žárového nástřiku komerčně dostupných prášků na bázi WC-CrC stříkaných na vzorky z konstrukční oceli S235JR dle EN 10025-2. Konkrétně se jedná o prášky s označením Amperit 543.074 (42WC-42Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-16Ni) od firmy Höganäs AB a Woka 7502 (37WC-43Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-18NiCo) od firmy Oerlikon metco. Výzkum těchto zmíněných povlaků, nanesených optimalizovanými parametry, zahrnuje několik experimentů ke stanovení jejich vlastností. Mezi aplikované experimenty patří hodnocení základních charakteristik jako jsou depoziční účinnost nástřiku, hustota, povrchová tvrdost HR15N, mikrotvrdost HV a mikrostrukturní analýzy. Dále tribologické hodnocení povlaků, jmenovitě: Odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22, odolnost proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65 a odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi. Na základě výsledků z těchto testů budou u obou vybraných prášků zvoleny procesní parametry HVOF nástřiku, které nejvíce odpovídají požadovaným vlastnostem. Zároveň budou materiály Amperit 543.074 a Woka 7502 nastříkané nejvhodnějšími procesními parametry, porovnány mezi sebou a opět zvolen ten, který bude více vyhovovat potřebám zadání.

Práce je součástí řešení mezinárodního projektu DePriSS, jež se zaměřuje na vývoj aplikace žárových nástřiků na 3D tištěné komponenty pro dynamicky a cyklicky namáhané aplikace. Optimalizace nástřiku a analýza funkčních vlastností komerčně dostupných povlaků na bázi WC-CrC je dílčím cílem projektu, na něž bude navazovat vývoj a optimalizace nových materiálů povlaků vhodných pro dané aplikace.

Bc. Tomáš Taranda

### 4 Popis zkoumaných povlaků a použitých metod hodnocení

### 4.1 Materiály zkoumaných povlaků

V Tab. 2 jsou uvedeny informace o komerčním označení, chemickém označení, způsobu výroby a zrnitosti zkoumaných prášků. Komerční název prášku podrobně popisuje práškový materiál, včetně jeho zrnitosti a postupu výroby. V Tab. 3 je uvedené chemické složení zkoumaných prášků v [%] jednotlivých prvků.

Tab.	<b>2</b> :	Zkoumané	materiály
------	------------	----------	-----------

Komerční označení	Chemické označení	Způsob výroby	Zrnitost [µm]
Amperit 543.074	WC-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> -Ni	Aglomerované a slinuté	45/15
Woka 7502	Woka 7502 WC-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> -NiCo		45/15

Tab. 3: Chemické složení zkoumaných materiálů

Komerční označení	W [%]	Cr [%]	Ni [%]	Co [%]	C [%]	Fe [%]	O [%]
Amperit 543.074	Zbytek	35,6	16,2	-	7,9	0,02	0,04
Woka 7502	Zbytek	39, 82	11,23	3,49	8,2	0,17	-

### 4.2 Nástřik vzorků

Před samotným nástřikem povlaků byl základní materiál S235JR zdrsněn otryskáním pomocí Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s označením F22 (zrnitost 0,8 - 1 mm) pro příznivější zakotvení povlaku do substrátu. Finální drsnost po otryskání byla v rozmezí Ra 5 – 8 µm. Geometrické tvary vzorkům, které jsou uvedeny v milimetrech, odpovídaly potřebám plánovaných testů:

a)	Mikrostrukturní testování:	(25 x 5 - 40) mm
b)	Testování hustoty:	(30 x 3 - 100) mm
c)	Testování povrchové tvrdosti:	(25 x 5 - 40) mm
d)	Testování mikrotvrdosti HV:	(25 x 5 - 40) mm
e)	Testy dle ASTM G-65:	(25 x 5 - 73) mm
f)	Testování erozní odolnosti:	(15 x 5 - 25) mm
g)	Testy dle ASTM G-133-22:	(15 x 5 - 25) mm

Pro nástřik povlaků bylo využito pracoviště žárových nástřiků ve VZÚ Plzeň a byla použita technologie HP/HVOF na zařízení TAFA JP-5000 (TAFA Inc., USA). Procesní parametry nástřiku povlaků jsou uvedeny v kapitole 4.3.

Podle rozdílných procesních parametrů nástřiku byly vzorky rozděleny do deseti sad, přičemž pět sad bylo nastříkáno přídavným materiálem Amperit 543.074 a zbylých pět přídavným materiálem Woka 7502. Označení jednotlivých sad, které bylo použito pro lepší orientaci mezi vzorky, je zaznamenáno v Tab. 4 a 5.

Označení sady	Komerční označení prášku	Označení sad použité v diplomové práci
Sada 1	Amperit 543.074	р7,7Ф0,66 (1a)
Sada 2	Amperit 543.074	р7,6Ф0,75 (2а)
Sada 3	Amperit 543.074	р6,4Ф0,85 (За)
Sada 4	Amperit 543.074	р8,0Ф0,85 (4a)
Sada 5	Amperit 543.074	р6,4Ф0,66 (5а)

Tab. 4: Označení sad vzorků nastříkaných přídavným materiálem Amperit 543.074

Označení sady	Komerční označení prášku	Označení sad použité v diplomové práci
Sada 1	Woka 7502	p8,0Ф0,66 (1w)
Sada 2	Woka 7502	р7,8Ф0,75 (2w)
Sada 3	Woka 7502	р6,6Ф0,85 (3w)
Sada 4	Woka 7502	р8,3Ф0,85 (4w)
Sada 5	Woka 7502	p6,6Ф0,66 (5w)

Značení sad použité v diplomové práci, které je zmíněno v předchozích dvou tabulkách, je podle aplikovaných procesních parametrů. Konktrétně se jedná o dvě proměnné, a to o hodnotu reálného tlaku ve spalovací komoře označený jako  $\mathbf{p}$  a o hodnotu ekvivalentního poměru  $\mathbf{\Phi}$ .

### 4.3 Procesní parametry HVOF nástřiku

Procesní parametry HVOF nástřiku by měly být pečlivě sledovány a řízeny během celého procesu, protože jsou zásadní pro dosažení kvalitního a stabilního nástřiku. Procesní parametry technologie HVOF jsou podrobně teoreticky popsány v kapitole 2.4.1. Depoziční parametry, které byly aplikovány pro nástřik přídavných materiálů Amperit 543.074 a Woka 7502, se lišily v průtoku kyslíku, průtoku kerosinu, tlaku ve spalovací komoře a v ekvivalentním poměru. Ostatní depoziční parametry jako rychlost podávání prášku, otáčky podavače, otáčky míchadla, délka barelu, rychlost depozice a depoziční vzdálenost byly pro nástřik obou přídavných materiálů konstantní. Nejdůležitější procesní parametry jsou zaznamenány v Tab. 6 a 7.

Tlak ve spalovací komoře byl nastaven u jednotlivých sad na pevné konkrétní hodnoty, které ale při nástřiku vykazovaly různé odchylky od teoretické hodnoty. Důvodem tohoto jevu je fakt, že se spalovací komora u technologie HVOF postupem času opotřebovává, což má za následek zvětšení prostoru ve spalovací komoře a následné snížení tlaku. Jako další faktory snížení tlaku mohou být i úniky plynu, popřípadě rozdíly v průřezu hadic, kterými plyn proudí. Tento stejný nebo nižší tlak ve spalovací komoře se označuje jako "reálný tlak", s kterým je pak dále počítáno. Přestože se nastavený tlak a reálný tlak mohou lišit, je důležité, aby byl reálný tlak udržován co nejblíže nastavené hodnotě. Pokud je reálný tlak příliš nízký, plamen se stává nestabilním a nedokáže dostatečně natavit přídavný materiál, což může vést ke špatné kvalitě nástřiku. Naopak, pokud je reálný tlak příliš vysoký, může dojít k nadměrnému opotřebení nástrojů a vybavení.

	р7,7Ф0,66 (1a)	р7,6Ф0,75 (2а)	р6,4Ф0,85 (За)	р8,0Ф0,85 (4a)	p6,4 <b>Φ</b> 0,66 (5a)
Technologie	HVOF	HVOF	HVOF	HVOF	HVOF
Rychlost podávání prášku [g/min]	60	60	60	60	60
Otáčky podavače[%]	25	25	25	25	25
Otáčky míchadla [%]	30	30	30	30	30
Délka barelu [inch]	6	6	6	6	6
Rychlost depozice [mm/s]	550	550	550	550	550
Depoziční vzdálenost [mm]	380	380	380	380	380
Průtok kyslíku [l/min]	1100	1050	870	1058	964
Průtok kerosinu [l/hod]	21,8	23,0	21,6	26,3	18,5
Tlak ve spalovací komoře [bar]	8,0 (reálný 7,7)	7,8 (reálný 7,6)	6,8 (reálný 6,4)	8,5 (reálný 8,0)	6,8 (reálný 6,4)
Ekvivalentní poměr Φ	0,66	0,75	0,85	0,85	0,66

Tab. 6: Procesní parametry nástřiku jednotlivých sad přídavným materiálem Amperit 543.074

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

p8,0Φ0,66 (1w) p7,8Φ0,75 (2w) p6,6Φ0,85 (3w) p8,3Φ0,85 (4w) p6,6Φ0,66 (5w) Technologie HVOF HVOF HVOF HVOF HVOF Rychlost podávání 60 60 60 60 60 prášku [g/min] Otáčky 25 25 25 25 25 podavače[%] Otáčky míchadla 30 30 30 30 30 [%] Délka barelu 6 6 6 6 6 [inch] **Rychlost depozice** 550 550 550 550 550 [mm/s] Depoziční 380 380 380 380 380 vzdálenost [mm] Průtok kyslíku 1100 1050 870 1058 964 [l/min] Průtok kerosinu 21,8 23,0 21,6 26,3 18,5 [l/hod] Tlak ve spalovací 8,0 (reálný 8,0) 6,8 (reálný 6,6) 7,8 (reálný 7,8) 6,8 (reálný 6,6) 8,5 (reálný 8,3) komoře [bar] Ekvivalentní 0,66 0,75 0,85 0,85 0,66 poměr **Φ** 

Tab. 7: Procesní parametry nástřiku jednotlivých sad přídavným materiálem Woka 7502

### 4.4 Mikrostrukturní analýzy

Byla provedena analýza mikrostruktury původních prášků a mikrostruktury povlaků po nástřiku na příčném řezu zejména prostřednictvím skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) JEOL JSM-6490LV na pracovišti metalografie VZÚ Plzeň. Mikrostruktura na příčném řezu vzorků po nástřiku byla také hodnocena na světelném mikroskopu ARSENAL AM 2203-T na pracovišti laboratoře žárových nástřiků VZÚ Plzeň (viz kapitola 4.4.1).

#### Příprava vzorků pro metalografickou analýzu 4.4.1

Konečný povlak na vzorku, který byl deponován pomocí ŽN, má odlišnou mikrostrukturu ve formě splatů. Z tohoto důvodu je potřeba určitých opatření v postupu přípravy vzorků pro metalografickou analýzu, aby bylo zamezeno ovlivnění vlastností povlaku, popřípadě jeho částečné deformace. Zásadní je znalost aplikované metody nástřiku a chemického složení základního a přídavného materiálu. Všechny zkoumané vzorky by ideálně měly být připraveny v nejkratším časovém rozmezí, a pokud je to možné, tak minimalizovat lidský faktor při samotné přípravě [23].

Bc. Tomáš Taranda

Pro získání příčného řezu bylo nutné vzorky jednotlivých sad rozřezat na požadované rozměry na metalografické pile Metalco Qcut 150A (Obr. 5). Vzorky pak byly vloženy do forem, zality vytvrzujícím roztokem a po několika hodinách broušeny a leštěny na požadovanou drsnost na metalografické brusce Metalco SAPHIR250 A1-ECO (Obr. 5). Po dokončení leštění byly vzorky očištěny technickým lihem a následně proběhla konečná metalografická analýza na světelném mikroskopu. Celá příprava vzorků byla realizována v laboratoři žárových nástřiků VZÚ Plzeň.

Ze správně metalograficky připravených vzorků lze zjistit a vyhodnotit pórovitost a tloušťku povlaku, rozložení a množství oxidů a nečistot v povlaku.



Obr. 5: Příprava vzorků pro metalografickou analýzu: a) metalografická pila Metalco Qcut 150A; b) metalografická bruska SAPHIR250 A1-ECO

#### Hodnocení základních charakteristik 4.5

#### Relativní depoziční účinnost 4.5.1

V laboratoři žárových nástřiků VZÚ Plzeň byla provedena analýza relativní depoziční účinnosti, kdy byla měřena tloušťka povlaku na příčném řezu pomocí optické mikroskopie. Následně byla vypočtena průměrná hodnota přírůstku povlaku za jeden přejezd nástřiku, která slouží jako indikátor relativní depoziční účinnosti.

#### 4.5.2 Hustota

Měření hustoty povlaků po nástřiku bylo měřeno na základě Archimédova zákona. Povlaky byly nastříkány na vzorky ve tvaru tenkých plíšků, z kterých se následně povlaky sloupnuly a nalámaly na tři větší kusy. Poté se vzorky vážily v suchém stavu a následně se ponořily do technického líhu o teplotě 22 °C. Vzorek se potopí a změří se hmotnost vzorku v tekutině. Na základě Archimédova zákona se následně určí objemová hmotnost vzorku a tím i hustota povlaku. Pro oba typy materiálů, Amperit 543.074 a Woka 7502, bylo provedeno devět

Bc. Tomáš Taranda

měření pro každou sadu. Měření bylo provedeno na přesné váze Sartorius Quintix313 - 1CEU (Obr. 6) v laboratoři žárových nástřiků VZÚ Plzeň.



Obr. 6: Přesná váha Sartorius Quintix313 – 1CEU s vloženým držákem pro měření hustoty

#### 4.5.3 Povrchová tvrdost

Metodou HR15N dle ČSN EN ISO 6508-1 [24] byla změřena povrchová tvrdost pomocí tvrdoměru Rockwell HT 8003. Vzorky s dokončeným povlakem byly nejdříve upraveny broušením s využitím brusné podložky Struers Piano 220 na požadovanou drsnost (přibližně Ra 1,6), a následně bylo provedeno měření. Výsledkem každého měření je 7 hodnot, které se zprůměrují na jednu výslednou hodnotu. Měření bylo uskutečněno v akreditované mechanické zkušebně VZÚ Plzeň a změřené hodnoty byly vypočítány dle vztahu:

$$HR15N = 100 - \frac{h}{0,001} \tag{1}$$

kde

= Povrchová tvrdost dle Rockwella při zatížení 147,1 N HR15N

= Trvalá hloubka vtisku při předběžném zkušebním zatížení po odlehčení h přídavného zkušebního zařízení (trvalá hloubka vtisku) [mm]

#### Mikrotvrdost HV 4.5.4

Metody měření mikrotvrdosti jsou využívány především pro tenké vrstvy, různé povlaky a nanomateriály. Jedná se hlavně o materiály s velmi jemnou mikrostrukturou, kde je potřeba při měření použít jen malé zatížení indentoru na testovanou vrstvu. Vyšší zatížení by mohlo vést k ovlivnění získaných výsledků prostřednictvím základního materiálu. Ve výjimečném případě může docházet i k deformaci tenkých vrstev nebo povlaků [25].

Měření mikrotvrdosti dle Vickerse bylo realizováno na příčném řezu povlakem při zatížení 300 g pomocí diamantového zkušebního tělesa (indentoru) ve tvaru čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136°. Výsledná hodnota je průměrem z 10 měření. Zkouška byla provedena na pracovišti metalografie VZÚ Plzeň podle normy ČSN EN ISO 6507-1 a byl použit následující vztah pro výpočet mikrotvrdosti:

$$HV = 0,1891 * \frac{F}{d^2},$$
 (2)

kde

HV = Tvrdost dle Vickerse [-]

F = Maximální zatížení [N]

d = Průměrná hodnota úhlopříčky vtisku [mm]

#### 4.6 Hodnocení tribologických charakteristik

Tribologické charakteristiky byly hodnoceny třemi tribometrickými testy. Jedná se o odolnosti proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM-G65, odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi a o odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22. Výsledky z těchto testů byly zásadní pro výběr nejvhodnějších parametrů nástřiku od každého materiálu. Všechny měření byly realizovány v laboratořích žárových nástřiků VZÚ Plzeň

#### 4.6.1 Odolnost proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65

Pro hodnocení odolnosti proti abrazivnímu opotřebení byla použita zkouška Dry Sand Rubber Wheel Test (DSRW) podle normy ASTM G-65 [26]. Jedná se o jeden z nejpoužívanějších testů pro posouzení tribologických vlastností materiálů a zejména žárově stříkaných povlaků.

Princip tohoto testu spočívá v dopadu abrazivního materiálu, ve formě tvrdých částic, mezi pevně upevněný vzorek a rotující disk s pryží po obvodu. Abrazivní materiál je mezi vzorek a disk volně dopravován pomocí gravitační síly. Disk opatřený pryžovým materiálem po obvodu, je otáčen takovou rychlostí, která je dána dle potřebné ujeté abrazivní dráhy za jeden cyklus testu. Testovaný vzorek je pevně mechanicky upevněn v držáku, který je součástí ramene, jež vytváří konstantní zatížení na vzorek přitlačovaný k rotujícímu disku. Zatížení je možné měnit pomocí závaží na rameni [27]. Abrazivní opotřebení, které je po veškerou dobu testu aplikováno, je tří-tělesového typu.

Bc. Tomáš Taranda

Schéma testu a zařízení pro DSRW je zobrazeno na Obr. 7. Celková zkouška byla rozdělena do 5 cyklů, přičemž abrazivní dráha jednoho cyklu byla 143,6 m a celková abrazivní dráha byla 718 m. Jako abrazivní médium byl použit bílý korund o zrnitosti F70 (210 - 250 µm). U každé sady byly vždy provedeny tři měření. Parametry testování byly tyto:

Průměr kola:	231, 07 mm
Šířka kola:	12 mm
Tvrdost kola	65 Shore A
Abrazivní médium:	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ; F70
Průtok abraziva:	500 g/min
Zatížení:	22 N
Délka dráhy:	718 m
Počet cyklů:	5
Teplota:	22 °C

Hodnocení míry opotřebení bylo provedeno na základě váhové ztráty materiálu povlaku na přesné váze Sartorius Quintix313 – 1CEU. Stopy opotřebení po provedeném testu byly vyfoceny ve směru kolmým na povrch stopy obyčejným fotoaparátem bez jakéhokoliv zvětšení, a následně byly vzorky příčně rozříznuty v místě stopy opotřebení na metalografické pile. Rozříznuté vzorky byly vyfoceny prostřednictvím elektronového mikroskopu JEOL JSM-6490LV na pracovišti metalografie VZÚ Plzeň.

Koeficient odolnosti proti abrazivnímu opotřebení Kabr byl určen následujícím způsobem:

$$K_{abr} = \frac{V_L}{L*d}$$
(3)  
$$V_L = \frac{m_L}{0} * 1000$$
(4)

Kabr = koeficient opotřebení  $[mm^3/m]$ 

= objemový úbytek [mm<sup>3</sup>] VL

= zatížení [N] L

= celková abrazivní dráha [m] d

= hmotnostní úbytek [g]  $m_L$ 

= hustota povlaku  $[g/cm^3]$ ρ

Bc. Tomáš Taranda



Obr. 7: Hodnocení odolnosti proti opotřebení podle ASTM G-65: a) DRSW zařízení; b) schéma zkoušky [28]

#### 4.6.2 Odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

Zařízení pro testování odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi se skládá z několika částí:

- 1) Rozvaděč s potenciometrem k regulaci otáček elektromotoru.
- 2) Zásobníku pro erodent.
- 3) Pracovní části, kde jsou umístěny vzorky.
- 4) Elektromotor.
- 5) Chlazení.
- 6) Spodní část stroje pro zachycení použitého erodentu.

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2022/23
Katedra materiálů a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Taranda

Zkouška je založena na principu odstředivé síly rotujícího disku v pracovní části, tzv. centrifugální typ. Ze zásobníku pro erodent padá gravitační silou erodent ve formě bílého korundu F70 do pracovní části, kde jsou v držácích mechanicky zajištěny vzorky pod různými úhly dopadu (viz Obr. 8). Skrz čtyři kanálky, které jsou umístěny v rotujícím disku, se přivádí pracovní médium na pevně uchycené vzorky. Všechny parametry testu byly následující:

Úhel dopadu erodentu:	90°, 60°, 45°, 30°, 15°
Doba testu:	5 minut/cyklus
Clona propadu erodentu:	3,5 mm
Propad abraziva:	100 g/min (pomocí gravitační síly)
Celkové množství abraziva:	500 g
Erodent:	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ; Korund bílý F70
Teplota:	Pokojová (20 °C)
Otáčky:	4500 ot/min (47,8 Hz)
Kanálky:	4 po 90° (rozměr kanálků: 3x7 mm)
Počet cyklů:	3



Obr. 8: Pracovní část zařízení pro hodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

Pro jednotlivé úhly dopadu byly měřeny 2 vzorky, celkem tedy 10 vzorků v jedné sadě. Pro každou sadu byly realizovány 3 cykly testu a po každém cyklu byl 3x měřen hmotnostní úbytek na přesné váze Sartorius Quintix313 – 1CEU. Rozsah opotřebení byl hodnocen prostřednictvím kumulativního objemového úbytku povlaků.

Bc. Tomáš Taranda

#### Odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 4.6.3

Měření odolnosti proti opotřebení vratným lineárním pohybem (často jen stručně označováno jako "ball-on-flat") bylo provedeno podle normy ASTM G-133-22 [29] na Tribometru CETR s platformou UMT 3 (viz Obr. 9). Tribometr pro provádění lineárně vratného testu "ball-on-flat" generuje pomocí kuličky nebo hrotu třecí stopu opotřebení na vzorku. Opačný pohyb se provádí stejně jako pohyb dopředu a tím se test označuje jako oscilační (reciproký). Opotřebení, které vzniká na úplném začátku testu, je dvou-tělesová abraze, protože lineárně vratný pohyb probíhá jen mezi protikusem a testovaným vzorkem. Následujícím pokračováním testu začínají vznikat částice z materiálu opotřebeného vzorku, popřípadě z opotřebeného protikusu. Tyto vzniklé částice mění mechanismus opotřebení z dvou-tělěsové na tří-tělesovou abrazi. Schéma testu je zobrazeno na Obr. 10.

Testovací procedura A) předepsaná normou ASTM G-133-22 byla realizována dle daných parametrů, s výjimkou průměru testovacího protikusu (kulička). V normě je uvedená kulička s průměrem 4,76 mm, ale v případě této diplomové práce byla použita kulička s průměrem 6,3 mm. Parametry použité pro tuto zkoušku byly následující:

Průměr kuličky:	6,3 mm
Materiál kuličky:	Korund
Zatížení:	25 N
Délka dráhy:	10 mm
Oscilující frekvence:	5,0 Hz
Délka testu:	1000 s
Celková dráha testu:	100 m
Teplota:	$22 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$
Relativní vlhkost:	40 % až 60 %
Mazání:	Nebylo aplikováno
Počet testů na 1 vzorek:	3

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie



Obr. 9: Zařízení pro hodnocení odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22: a) celá konstrukce zařízení; b) pracovní prostor zařízení



Obr. 10: Schéma testu pro testování odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-133-22 [30]

Pro měření třecí síly byl využit senzor DFH-5-1335, u kterého je maximální zatížení 50 N. Senzor fungoval v zapojení sil Fx-Fz. V průběhu zkoušky byla zaznamenávána křivka tvořícího se koeficientu tření v závislosti na čase a pro hodnocení míry opotřebení byl využit konfokální mikroskop KEYENCE umístěný v pracovišti NTC ZČU. Objemové opotřebení bylo hodnocena dle ASTM G-133-22:

$$V_p = \left(\frac{\pi * h}{6}\right) * \left[\frac{3D^2}{4 + h^2}\right] \tag{5}$$

$$h = R - \sqrt{\left[R^2 - \left(\frac{D^2}{4}\right)\right]} \tag{6}$$

kde

 $V_p$  = objemové opotřebení [mm<sup>3</sup>/m]

h = výška odebraného materiálu [mm]

R = původní poloměr kuličky [mm]

U sad p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a) a p8,3 $\Phi$ 0,85 (4w) bylo objemové opotřebení hodnoceno pomocí konfokálního mikroskopu KEYENCE na pracovišti NTC ZČU.

Bc. Tomáš Taranda

#### Výsledky analýzy zkoumaných povlaků a jejich diskuse 5

#### Mikrostruktura zkoumaných materiálů ve formě prášku 5.1

#### 5.1.1 Amperit 543.074

Mikrostruktura prášku Amperit 543.074 je uvedena na Obr. 11.



Obr. 11: Morfologie prášku Amperit 543.074: a) morfologie prášku při zvětšení 500x; b) morfologie prášku při zvětšení 1000x; c) morfologie prášku při zvětšení 3000x

Morfologie prášku ukazuje typický sférický tvar jednotlivých částic prášku (viz Obr. 11a), které jsou vyrobeny pomocí aglomerace a slinování. Na Obr. 3c je detailně vidět povrch částice prášku, kde jsou zrna karbidů (malé světlé částice) spojené roztavenou matricí tvořenou z niklu. Prášek je také mírně pórovitý, přičemž granule s vyšší hustotou se vyskytují zřídka. Berger [31] ve své studii upozorňuje na interakci karbidů Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> a WC během přípravy prášku a během samotného procesu nástřiku, což je extrémně složité. V katalogu [32] od firmy Höganäs je prášek Amperit 543.074 popisován jako ekonomická alternativa pro vybrané aplikace místo prášku WC-CoCr a jako náhrada za tvrdé chromování. Zároveň je určen pro nástřik technologií HVOF a maximální provozní teplota získaného povlaku po nástřiku je do 750 °C. Zrnitost prášku je uváděna v rozmezí 15 až 45 μm.

Bc. Tomáš Taranda

#### 5.1.2 Woka 7502

Mikrostruktura prášku Woka 7502 je zobrazena na Obr. 12.



Obr. 12: Morfologie prášku Woka 7502: a) morfologie prášku při zvětšení 500x; b) morfologie prášku při zvětšení 1000x; c) morfologie prášku při zvětšení 3000x

Prášek Woka 7502 je také vyráběn metodou aglomerace a následným slinováním, a proto má podobnou morfologii jako prášek Amperit 543.074. Na Obr. 12a je tedy opět vidět sférický tvar individuálních částic prášku. Rovněž je zřejmé, že tento prášek je mnohem méně pórovitý oproti prášku Amperit 543.074. Rozdílem mezi prášky je také složení matrice, jelikož matrice prášku Woka 7502 obsahuje navíc malé množství kobaltu. Výrobce Oerlikon Metco ve svém materiálovém listu [33] doporučuje použití prášku Woka 7502 pro nástřik pomocí technologie HVOF, což umožňuje dosáhnout husté a homogenní struktury povlaku s vysokou pevností. Vytvořené povlaky po nástřiku mohou být použity v provozních teplotách do 700 °C.

Bc. Tomáš Taranda

### 5.2 Mikrostruktura povlaků po nástřiku

#### 5.2.1 Amperit 543.074

Mikrostruktury povlaku Amperit 543.074 po nástřiku jsou znázorněny na Obr. 13 a 14.



Na mikrostrukturách při zvětšení 200x (Obr. 13) je změřena tloušťka povlaků všech zkoumaných sad po nástřiku z materiálu Amperit 543.074, a je vidět i větší pórovitost na povrchu povlaku. Každým dalším přejezdem při nanášení povlaku se důsledkem vysoké rychlosti nástřiku spodní vrstvy povlaku neustále upěchovávají a vzniká tak hustější spodní část. Dále je také vidět, že sady p7,7 $\Phi$ 0,66 (1a) a p7,6 $\Phi$ 0,75 (2a) disponují tloušťkou přibližně v rozmezí 240 – 270 µm. Tloušťka sad p6,4 $\Phi$ 0,85 (3a) a p6,4 $\Phi$ 0,66 (5a) se příliš nelišila a byla okolo 330 µm. Největší tloušťka byla zaznamenána u sady p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a), čehož bylo dosaženo pomocí aplikování nejvyšší hodnoty ekvivalentního poměru nástřiku. Takto vysoká hodnota tloušťky povlaku souvisí s depoziční účinností nástřiku, jejíž hodnoty jsou v kapitole 5.3 a je

Bc. Tomáš Taranda

podrobněji popsána v kapitole 5.3.1. Na příčném výbrusu sady 4a (Obr. 13d) byly také pozorovány trhliny od povrchu povlaku až k substrátu, které se opakovaly po několika milimetrech. Vzniku trhlin naznačovala právě vysoká depoziční účinnost, ale po opětovném přebroušení a přeleštění vzorku trhliny zcela zmizely. Vznik trhlin byl proto pravděpodobně zapříčiněn mechanickou úpravou v podobě řezání vzorku pomocí metalografické pily.



Obr. 14: Mikrostruktura povlaku Amperit 543.074 focena na příčném řezu pomocí SEM ve Fraunhofer IKTS institutu při zvětšení 3000x: a) p7,740,66 (1a); b) p7,640,75 (2a); c) p6,400,85 (3a); d) p8,000,85 (4a); e) p6,400,66

Na mikrostrukturách při zvětšení 3000x (Obr. 14) byla pozorována velikost a rozložení karbidů a pórů v kovové matrici. Karbidy wolframu jsou bílé a menší než karbidy chromu, které jsou tmavě šedé. Kovová matrice v podobě niklu, která funguje jako pojivo karbidů, je světle

Bc. Tomáš Taranda

šedá. Je patrný vyšší podíl karbidů, což je v souladu s chemickým složením prášku (viz Tab. 3). Jak již bylo zmíněno, pórovitost povlaků po nástřiku je minimální díky použité technologii nástřiku HVOF. Rozdíly mikrostruktur povlaků všech sad pozorovaných na SEM byly poměrně malé, ačkoli bylo zjištěno, že mikrotvrdost a odolnost proti opotřebení byly vyšší u povlaků nastříkaných s vyšším ekvivalentním poměrem.

### 5.2.2 Woka 7502

Mikrostruktury povlaku Woka 7502 po nástřiku jsou znázorněny na Obr. 15 a 16.





Při použití zvětšení 100x (Obr. 15) jsou zaznamenány tloušťky povlaků všech zkoumaných sad po nástřiku z materiálu Woka 7502. V tloušťkách povlaků nebyl tak velký rozdíl jako v případě sad materiálu Amperit 543.074. Takto velmi podobná tloušťka byla dosažena správným počtem přejezdů nástřiku v souvislosti s depoziční účinností použitých

Bc. Tomáš Taranda

procesních parametrů každé sady. V kapitole 5.3 v Tab. 9 je zaznamenáno, že nejvyšší depoziční účinnost má sada p6,6Ф0,85 (Obr. 15c), ale největší tloušťku má sada p7,8Ф0,75 (Obr. 15b), která má znatelně nižší depoziční účinnost. Důvodem je vyšší počet přejezdů, který musel být aplikován pro nastříkání požadované tloušťky. Opět platí pravidlo, že sady nastříkané s nejnižším ekvivalentním poměrem disponují nejhorší depoziční účinností.



Obr. 16: Mikrostruktura povlaku Woka 7502 focena na příčném řezu pomocí SEM ve Fraunhofer IKTS institutu při zvětšení 3000x: a) p8,040,66 (1w); b) p7,840,75 (2w); c) p6,6 $\Phi$ 0,85 (3w); d) p8,3 $\Phi$ 0,85 (4w); e) p6,6 $\Phi$ 0,66 (5w)

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2022/23
Katedra materiálů a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Taranda

Provedená mikroskopická měření při zvětšení 3000x materiálu Woka 7502 ukázala, že velikosti a rozložení karbidů v kovové matrici je značně podobné jako v případě Amperitu 543.074. V dřívější studii [34], kde byl použit stejný typ prášku, bylo pozorováno, že dokážou společně existovat jak malá zrna WC, tak větší zrna  $Cr_3C_2$ , což je viditelné právě na Obr. 16. Nicméně část chromu v zrnech  $Cr_3C_2$  je nahrazena wolframem, který pak vytváří novou strukturu [34]. U sad, které byly naneseny s vyšším ekvivalentním poměrem, byla opět zaznamenána vyšší mikrotvrdost a odolnost proti opotřebení. U obou použitých přídavných materiálů bylo pozorováno stejné zbarvení jednotlivých fází.

#### 5.3 Základní charakteristiky povlaků po nástřiku

Základní charakteristiky hodnocených povlaků ve stavu po nástřiku jsou souhrnně uvedeny v Tab. 8 a 9. Následně jsou základní charakteristiky více popsány v dalších kapitolách. Hodnoty uvedené v těchto tabulkách ukazují hlavně rozdíly v parametrech nástřiku jednotlivých sad, což je velmi důležité pro konečný výběr pracovních parametrů, které budou použity k nástřiku finálních prášků na 3D tisknutý základní materiál.

	Tloušťka/přejezd [μm]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	Povrchová tvrdost HR15N	Mikrotvrdost HV0,3
р7,7Ф0,66 (1a)	24,5	Neměřeno	$87,0 \pm 2,4$	$985\pm122$
р7,6Ф0,75 (2а)	29,2	$8,704 \pm 0,100$	$88,\!4\pm2,\!4$	$1029\pm92$
р6,4Ф0,85 (За)	37,1	$8,694 \pm 0,075$	$87,7\pm2,5$	$1031\pm97$
р8,0Ф0,85 (4a)	48,0	$8,710 \pm 0,240$	$87{,}9\pm2{,}3$	$1056\pm119$
р6,4Ф0,66 (5a)	34,2	$8,622 \pm 0,080$	$84,5 \pm 2,6$	$988\pm 64$

Tab. 8: Základní charakteristiky povlaků materiálu Amperit 543.074

Tab. 9: Základní charakteristiky povlaků materiálu Woka 7502

	Tloušťka/přejezd [μm]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	Povrchová tvrdost HR15N	Mikrotvrdost HV0,3
р8,0Ф0,66 (1w)	17,5	Neměřeno	$85, 8 \pm 2, 5$	$898\pm108$
р7,8Ф0,75 (2w)	21,7	$8,\!489 \pm 0,\!099$	$85,7\pm2,5$	$902\pm96$
р6,6Ф0,85 (3w)	27,4	$8,\!487 \pm 0,\!064$	$88,0\pm2,2$	$1062\pm80$
р8,3Ф0,85 (4w)	21,0	$8,501 \pm 0,087$	$86{,}9\pm3{,}0$	$1086\pm78$
р6,6Ф0,66 (5w)	17,3	Neměřeno	$87,4 \pm 2,3$	951 ± 82

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

#### Depoziční účinnost 5.3.1

Výrobně-ekonomickým ukazatelem je hodnota poměru tloušťky povlaku na počet přejezdů, který je důležitý pro hodnocení nákladů na výrobu povlaku. Tento poměr odráží rychlost nanášení materiálu a výrobní čas nutný k dosažení požadované tloušťky, což se přímo promítá do nákladů na výrobu povlaku.

Z výsledků tabulek lze vyčíst, že rychlost nanášení materiálu Amperit byla téměř dvakrát větší ve srovnání s ostatními sadami materiálu Woka. Dalo by se tedy předpokládat, že zvyšováním ekvivalentního poměru  $\Phi$ , tj teplotou plamene a tím i částic prášku, které budou dopadat na substrát, se zvyšuje i tloušťka na jeden přejezd. Zároveň však hraje velkou roli i tlak, u kterého ale není tak zřejmé, jestli je vhodnější nižší nebo vyšší tlak pro zvýšení tloušťky na jeden přejez. Naopak Sobolev ve své práci [35] zmiňuje, že pokud je částice příliš natavená a dopadne na substrát příliš rychle, vznikne značně nepravidelný splat s tendencí k rozstřiku, což může vést ke ztrátě nanášeného materiálu. Toto vysvětluje, že situaci způsobí pravděpodobně příliš vysoká teplota a tlak ve spalovací komoře, což má za následek pokles depoziční účinnosti [35].

Ostatní procesní parametry nástřiku byly u všech testovaných sad stejné. Důvodem jsou už provedené výzkumy na zjištění optimálních parametrů nástřiku tvrdokovových materiálů technologií HVOF. Tyto výzkumy byly provedeny ve firmě VZÚ Plzeň. Například Enžl v práci [13] zkoumal vliv depoziční vzdálenosti na depoziční účinnost nástřiku a došel k závěru, že hraniční vzdáleností pro nástřik WC-Co je právě 380 mm, protože se depoziční účinnost značně snižuje při větších vzdálenostech. Je možné, že pokles účinnosti nanášení materiálu na substrát pro větší vzdálenosti souvisí se zpětným chladnutím natavených částic. Tyto částice se po dopadu mohou odrazit od substrátu, což by mohlo vést k poklesu depoziční účinnosti [13].

#### 5.3.2 Hustota

Výsledky měření hustoty povlaků byly velmi důležité pro zhodnocení jejich tribologických vlastností. Povlaky nanesené technologií HVOF obecně vykazují vysokou hustota oproti povlakům, které jsou naneseny jinými technologiemi žárových nástřiků. Vysoká hustota povlaku má pozitivní vliv na odolnost proti opotřebení, ale může mít vliv i na zlepšení odolnosti proti korozi. Z výsledků byla zjištěna vyšší hustota povlaku hlavně při použití vyššího tlaku při nástřiku. Výsledky hustoty jsou zaznamenány v Tab. 8 a 9, přičemž u sad p7,7 $\Phi$ 0,66 (1a), p8,040,66 (1w) a p6,640,66 (5w) hustota nebyla měřena z důvodu nepoužitelnosti dodaných vzorků pro měření hustoty. Pro výsledky v tribologických zkouškách byla pro tyto sady použita průměrná hodnota ze změřených hodnot hustot všech sad daného materiálu. Hustota byla stanovena především s cílem přepočítat výsledky tribologického testování z hmotnostních úbytků na úbytky objemové.

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

#### 5.3.3 Povrchová tvrdost HR15N

Naměřené hodnoty povrchové tvrdosti HR15N jsou zaznamenány v grafu na Obr. 17. Povrchová tvrdost HR15N zahrnuje charakteristiku nejen samotného materiálu povlaku, ale také struktury nástřiku. Výsledná hodnota tvrdosti zahrnuje působení prvků, jako jsou póry, hranice mezi jednotlivými vrstvami (splaty) a kohezní pevnost povlaku. V literatuře [36] je zmíněn i vliv orientace vtisku indentoru vůči silně anizotropní mikrostruktuře povlaku.



Obr. 17: Srovnání výstupních hodnot povrchové tvrdosti HR15N všech zkoušených sad

Z grafu na Obr. 17 lze ale vyvodit, že tvrdé částice ve struktuře povlaku na bázi tvrdokovů mají vliv na výslednou povrchovou tvrdost. Obzvláště karbidy wolframu a karbidy chrómu zvyšují tvrdost povlaku. Povlaky vytvořené technologií HVOF disponují také vysokou hustotou povlaku, což je rovněž jeden z důvodů vyšších hodnot tvrdosti. Z grafu lze vyčíst i to, že všechny zkoušené sady mají podobné výsledné hodnoty, a to i včetně směrodatných odchylek. Dalo by se tedy říci, že rozdílné procesní parametry nástřiku nemají velký vliv na výslednou povrchovou tvrdost povlaku.

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

#### 5.3.4 Mikrotvrdost HV<sub>0,3</sub>

Získané hodnoty mikrotvdosti HV<sub>0.3</sub> hodnocených povlaků po nástřiku jsou uvedeny v grafu na Obr. 18.



Obr. 18: Naměřené hodnoty mikrotvrdosti HV<sub>0,3</sub>

Měřená mikrotvrdost HV<sub>0.3</sub> na povlacích založených na karbidech wolframu a chromu je velmi podobná a rozdíl v hodnotách je pouze v rámci rozptylu měření. Přesto však lze vidět souvislost vyšší mikrotvrdosti s vyšší hodnotou ekvivalentního poměru  $\Phi$ . Povlaky, které byly stříkány s hodnotou ekvivalentního poměru 0,85 vykazují obecně vyšší mikrotvrdosti. Konkrétně se jedná o povlaky p8,000,85 (4a) a p8,300,85 (4w). Vyšší hodnoty mohou být tedy ovlivněny kombinací vyššího tlaku, vyššího ekvivalentního poměru a vysokých průtoků kerosinu a kyslíku.

Nicméně mikrotvrdosti povlaků na bázi WC-CrC s matricí Ni už byly mnohokrát hodnoceny v předchozích literaturách. Například Pradeep v práci [37] hodnotil povlaky na bázi WC-Co-Cr, kde se hodnoty mikrotvrdosti pohybovaly v rozmezí 1150 – 1250 HV. Výsledkem bylo, že čím je vyšší obsah WC v povlaku WC-Co-Cr, tím se zvyšují i hodnoty mikrotvrdosti. V další práci [38] Mahade prezentuje výsledky mikrotvrdosti HV<sub>0,1</sub> materiálu na bázi Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr, které se pohybují okolo 1000 HV. Zde je výsledek přisuzován mikrostruktuře povlaku, fázovému složení a obsahu pórů.

Pro porovnání měření mikrotvrdosti  $HV_{0,3}$  bylo navíc provedeno měření ve 2 dalších pracovištích. Jedná se o Fraunhoferův institut pro keramické technologie a systémy IKTS a o Fakultu jadernou a fyzikálně inženýrskou na ČVUT v Praze. Výsledky jsou porovnány v grafu na Obr. 19.



Obr. 19: Porovnání měření mikrotvrdosti HV<sub>0,3</sub>

Porovnání měření mikrotvrdosti s ostatními pracovišti bylo provedeno pouze jako informativní, a to z důvodu vysokých směrodatných odchylek. Bohužel velký rozptyl byl u všech měření, každopádně trend, že nejvyšší mikrotvrdosti mají povlaky s nejvyšším ekvivalentním poměrem, zůstal stejný. Velký vliv může také mít malá homogenita povlaku. Chemické složení obou druhů povlaků obsahuje karbidy wolframu, karbidy chromu a měkkou matrici ve formě niklu, respektive ve formě nikl-kobalt u Woky 7502. Tyto dva druhy karbidů se liší tvrdostí a velikostí, zároveň matrice mezi nimi má také odlišné vlastnosti. Veškeré tyto příčiny ovlivňují přesnost měření, protože výsledné hodnoty všech měření velmi záleží na poloze prováděného vtisku.

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

### 5.4 Odolnost proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65

Naměřené hodnoty odolnosti proti abrazivnímu opotřebení metodou DSRW dle ASTM G-65 hodnocených povlaků ve stavu po nástřiku jsou uvedeny v grafech na Obr. 20, 21 a 22.



Obr. 20: Směrnice kumulativního objemového úbytku po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení jednotlivých sad materiálu Amperitu 543.074

Směrnice kumulativního objemového úbytku ukazují postupné snížení objemu povlaku v závislosti na uražené abrazivní dráze. Z grafu na Obr. 20 je vidět, že procesní parametry nemají zásadní vliv na odolnost proti abrazivnímu opotřebení u materiálu Amperit 543.074. Každopádně lze pozorovat mírnou odchylku u sady p $6,4\Phi0,66$  (5a), což opět naznačuje, že s menším ekvivalentním poměrem se zhoršuje i odolnost proti abrazivnímu opotřebení. Tento jev je vidět i na Obr. 21.

Bc. Tomáš Taranda



Obr. 21: Směrnice kumulativního objemového úbytku po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení jednotlivých sad materiálu Woka 7502

Na Obr. 21 je vidět situace, která potvrzuje předchozí úvahu o horší odolnosti proti abrazivnímu opotřebení, pokud je zvolen při aplikaci nástřiku menší ekvivalentní poměr. Naopak hodnota tlaku opět funguje spíše pasivně pro daný test, a proto není možné určit, zda je výhodnější menší nebo větší tlak při nástřiku.



Obr. 22: Porovnání rychlosti opotřebení mezi všemi zkoušenými sadami po zkoušce odolnosti proti abrazivnímu opotřebení

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2022/23
Katedra materiálů a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Taranda

Graf na Obr. 22 porovnává získané hodnoty tzv. koeficientu opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-65. Tvrdokovové otěruvzdorné povlaky na bázi WC a CrC stříkané technologií HVOF vykazují značně vysokou odolnost proti abrazivnímu opotřebení. Hlavním důvodem je samozřejmě chemické složení povlaku, ale zároveň i menší pórovitostí z důvodu aplikované technologie nástřiku. Oba druhy povlaků disponují velmi podobnou odolností proti abrazivnímu opotřebení, což souvisí i s jejich podobnou strukturou povlaku. Berger ve své práci [39] zjistil podobné výsledky odolnosti tvrdokovů proti abrazivnímu opotřebení.



Obr. 23: Porovnání vybraných sad Amperitu 543.074 a Woky 7502 s materiály, které mají podobné mechanické vlastnosti jako zkoušené sady

Ve výzkumné zprávě [40] byly testovány materiály Amperit 588.074 (75 $Cr_3C_2$ -25NiCr) a Woka 3652 (WC-10Co-4Cr) na odolnosti proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65. Byly použity téměř identické procesní parametry nástřiku jako při nástřiku sad p7,6 $\Phi$ 0,75 (2a) a p6,6 $\Phi$ 0,85 (3w) v této práci. V grafu na Obr. 23 lze sledovat porovnání kumulativního objemového úbytku těchto čtyř povlaků. Povlak WC-10Co-4Cr se chová nejodolněji, protože obsahuje vyšší množství WC a nižší podíl matrice. Naopak povlak Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr odolává tomuto typu opotřebení nejhůře. Možná příčina by mohla být úplná absence WC a vyšší podíl matrice, eventuálně slabé rozhraní mezi karbidy a matricí, ve které jsou uloženy.

#### Bc. Tomáš Taranda

#### 5.4.1 Stopy opotřebení povlaku po testu odolnosti proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65

Vydřené stopy opotřebení po provedeném testu odolnosti proti abrazivnímu opotřebení dle ASTM G-65 jsou zobrazeny na Obr. 24 a 25.



Obr. 24: Stopy opotřebení po provedeném testu dle ASTM G-65 vyfoceny ve směru kolmým na povrch stopy: a) p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a); b) p8,3 $\Phi$ 0,85 (4w)

Stopy opotřebení jsou vyfoceny pouze na jedné sadě od každého testovaného materiálu povlaku. Byly vybrány sady p8,040,85 (4a) a p8,340,85 (4w) pro jejich nejoptimálnější kombinaci vlastností vzhledem k získaným výsledkům z ostatních analýz. Podle Obr. 24 jsou na vzorcích obě stopy opotřebení velmi podobné. Povlaky nejsou prodřeny na substrát, a rovněž nejsou okem registrovatelné výrazné drážky ve zkoušeném povlaku, které by byly ukazatelem špatné odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-65. Pokud tedy vzorky po provedené zkoušce vypadají jako na Obr. 24, tak má daný povlak vysokou odolnosti proti abrazivnímu opotřebení.

Bc. Tomáš Taranda



Obr. 25: Mikrostruktura příčně rozříznutých vzorků v místě stopy opotřebení: 4a - 1 - 2 - 3) mikrostruktura sady p8,000,85 (4a) při zvětšeních 500x, 1000x a 3000x; 4w - 1 - 2 - 3) mikrostruktura sady p8,300,85 (4w) při zvětšeních 500x, 1000x a 3000x

Jak již bylo zmíněno, tak pro analýzu stop po opotřebení byly vybrány pouze 2 sady. Vždy jeden vzorek z každé z vybraných sad byl příčně rozříznut a analyzován prostřednictvím zařízení SEM při zvětšení 500x, 1000x a 3000x. Při zvětšení 500x lze pozorovat nerovný povrch vzorků následkem nepatrného vydření materiálu povlaku po provedeného testu (Obr. 25-4a-1 a 25-4w-1). Při zvětšení 1000x (Obr. 25-4a-2 a 22-4w-2) je možné sledovat u povrchu vzorků "odlupování" povlaku. Na Obr. 25-4a-3 při zvětšení 3000x je toto "odlupování" zobrazeno ve větším detailu.

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.	Diplomová práce, akad. rok 2022/23
Katedra materiálů a strojírenské metalurgie	Bc. Tomáš Taranda

Možným důvodem této degradace povlaku ve formě odlupování jeho částí po provedeném testu je vytrhávání WC z měkké matrice, což odkazuje na slabší rozhraní mezi karbidy a matricí. V povlaku se v menším počtu vyskytují i póry, které by také mohly podpořit vznik tohoto vytrhávání částí povlaku.

#### 5.5 Odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

Naměřené hodnoty odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi hodnocených povlaků ve stavu po nástřiku jsou uvedeny v Tab. 10 a 11 a v grafech na Obr. 26 až 29.

Tab. 10: Získané hodnoty objemového úbytku materiálu povlaku Amperit 543.074 [mm<sup>3</sup>] při hodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

	90°	60°	45°	<b>30°</b>	15°
р7,7Ф0,66 (1a)	$0,788\pm0,029$	$0,671 \pm 0,032$	$0,532 \pm 0,021$	$0,\!488 \pm 0,\!061$	$0,382 \pm 0,064$
р7,6Ф0,75 (2а)	$0,779\pm0,031$	$0,\!658\pm0,\!032$	$0,520\pm0,036$	$0,\!499\pm0,\!054$	$0,\!436\pm0,\!078$
р6,4Ф0,85 (За)	$0,\!832\pm0,\!035$	$0,725 \pm 0,046$	$0,527 \pm 0,024$	$0,541 \pm 0,052$	$0,\!446\pm0,\!084$
р8,0Ф0,85 (4a)	$0,\!643 \pm 0,\!028$	$0,\!630 \pm 0,\!045$	$0,538 \pm 0,041$	$0,519\pm0,052$	$0,\!457\pm0,\!015$
р6,4Ф0,66 (5а)	$0,803 \pm 0,029$	$0,\!683 \pm 0,\!012$	$0,546 \pm 0,027$	$0,\!493 \pm 0,\!040$	$0,374 \pm 0,067$

Tab. 11: Získané hodnoty objemového úbytku materiálu povlaku Woka 7502 [mm<sup>3</sup>] při hodnocení odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

	90°	60°	45°	<b>30°</b>	15°
р8,0Ф0,66 (1w)	$0,\!434 \pm 0,\!021$	$0,393 \pm 0,021$	$0,396 \pm 0,025$	$0,\!329\pm0,\!034$	$0,336 \pm 0,040$
р7,8Ф0,75 (2w)	$0,\!414 \pm 0,\!024$	$0,377 \pm 0,024$	$0,\!404 \pm 0,\!03$	$0,323\pm0,038$	$0,374 \pm 0,059$
р6,6Ф0,85 (3w)	$0,\!412\pm0,\!033$	$0,\!387\pm0,\!040$	$0,\!399 \pm 0,\!057$	$0,\!336\pm0,\!047$	$0,377 \pm 0,063$
р8,3Ф0,85 (4w)	$0,\!422 \pm 0,\!010$	$0,\!400 \pm 0,\!020$	$0,399 \pm 0,033$	$0,\!357\pm0,\!034$	$0,\!397 \pm 0,\!053$
р6,6Ф0,66 (5w)	$0,\!482 \pm 0,\!020$	$0,465 \pm 0,041$	$0,\!431 \pm 0,\!034$	$0,354 \pm 0,030$	$0,336 \pm 0,022$

Při dopadu erodentu kolmo na povrch je nejvýraznějším atributem povlaku jeho kohezní pevnost a houževnatost, kdežto dopad erodentu pod úhlem simuluje především abrazivní opotřebení. Tvrdé a křehké povlaky se v důsledku toho při kolmém dopadu erodentu poškozují křehce, naopak houževnaté povlaky dokážou energii dopadu akumulovat lépe. U měkčích povlaků je plastická deformace převažujícím mechanismem, u tvrdých dochází k odlupování větších částí povlaku [1].

Naměřené hodnoty zaznamenané v Tab. 9 a 10 ukazují vysoký rozdíl mezi materiály obou povlaků při úhlech dopadu erodentu 90°, 60°, 45° a 30°. V případě 90° je rozdíl bezmála dvojnásobný, naopak erozní opotřebení při úhlu dopadu erodentu 15° je velmi podobné. Oba materiály jsou značně tvrdé, a proto bývá nejvyšší erozní opotřebení právě při 90°. V dřívější studii [41] byl testován materiál Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr na erozní opotřebení, přičemž při úhlu dopadu

Bc. Tomáš Taranda

erodentu 90° docházelo k lámavému porušení tohoto povlaku a uvolnění karbidových částic. Tím vznikla největší objemová ztráta, což bylo zdůvodněno právě vysokou tvrdostí a křehkostí materiálu.

Rozdíly odolnosti proti eroznímu opotřebení v závislosti na aplikovaném úhlu dopadu erodentu jsou lépe rozpoznatelné na v grafech na Obr. 26 a 27.



Obr. 26: Porovnání vlivu úhlu dopadu erodentu na testované vzorky nastříkané Amperitem 543.074 po zkoušce odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi



Obr. 27: Porovnání vlivu úhlu dopadu erodentu na testované vzorky nastříkané Wokou 7502 po zkoušce odolnosti proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi

Sady vzorků materiálu Amperit 543.074 (Obr. 26) odpovídají trendu, kdy by měla být nejhorší odolnost proti eroznímu opotřebení při úhlu dopadu 90°. Větší směrodatné odchylky byly většinou zaznamenávány při menších úhlech dopadu, jedná se hlavně o úhly 30° a 15°.

#### Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Diplomová práce, akad. rok 2022/23

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

Bc. Tomáš Taranda

Důvodem může být nečekané ulomení nastříkaného povlaku ze strany vzorku, popřípadě různé překrytí testované plochy vzorku. Bylo zjištěno, že větší rozptyl z důvodu překrytí testované plochy je způsoben mechanickým upínáním vzorků, které je potřeba pro budoucí testování eliminovat.

Výsledky sad vzorků materiálu Woka 7502 (Obr. 27) vycházely obecně lépe než v případě Amperitu 543.074. V tomto případě pravděpodobně hraje zásadní roli chemické složení daných materiálů, protože procesní parametry nástřiku zásadně neovlivnily výsledné hodnoty odolnosti proti eroznímu opotřebení.



Obr. 28: Porovnání erozního opotřebení všech sad materiálu Amperit 543.074 pod stejnými úhly dopadu erodentu na testovaný vzorek



Obr. 29: Porovnání erozního opotřebení všech sad materiálu Woka 7502 pod stejnými úhly dopadu erodentu na testovaný vzorek

Pro zajímavost je zde uvedeno porovnání hodnot erozního opotřebení jednotlivých sad pod stejnými úhly dopadu erodentu. Na Obr. 28 je porovnání pro sady materiálu Amperit 543.074, kde je opět vidět již zmíněný trend, kdy hodnoty erozního opotřebení jsou nejvyšší při 90° a nejnižší při 15°. Z výsledků z grafu je také možné určit, že sada p8,0 $\Phi$ 0,85 (4a) má pro budoucí aplikace nejoptimálnější nástřikové parametry.

V případě sad nastříkaných materiálem Woka 7502 je výsledek nejistý vzhledem k větším směrodatným odchylkám. Není tedy možné přesně určit sadu s nejoptimálnějšími nástřikovými parametry. Každopádně výsledkem je, že tyto povlaky mají obecně lepší odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi než povlaky nastříkané materiálem Amperit 543.

### 5.6 Odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22

Zjištěné výsledky odolnosti proti kluznému lineárnímu vratnému opotřebení metodou dle ASTM G-133-22 byly testovány ve stavu po nástřiku při zatížení 25 N a za pokojové teploty (22 °C). Jako protikus byla použita kulička z korundu, která dosahuje tvrdosti 78 HRC, což je dostatečná tvrdost pro použití pro materiály jako je Amperit 543.074 a Woka 7502. Stopy opotřebení po hotové zkoušce v makroměřítku jsou zobrazeny na Obr. 30. Průběh koeficientu tření (COF) v závislosti na čase je uveden v grafech na Obr. 31 a 32. Na Obr. 30 a 31 jsou znázorněny mikrostruktury stop opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-133-22. V Tab. 12 a 13 jsou zapsány průměrné šířky stop opotřebení a v Tab. 14 je uveden objemový úbytek na sadách p8,0Φ0,85 (4a) a p8,3Φ0,85 (4w).



Obr. 30: Stopy opotřebení na testovaných vzorcích po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22

Všechny testované vzorky byly po dokončeném testu dle ASTM G-133-22 popsány a vyfoceny. Stopy opotřebení na všech vzorcích jsou dlouhé 10 mm a jejich šířka je průměrně

0,5 mm. Vizuálně jsou všechny drážky stejné, což souvisí i s velmi podobným průběhem COF zaznamenaného na Obr. 31 a 32.



Obr. 31: Průběh COF v závislosti na čase po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 na všech sadách materiálu Amperit 543.074



Obr. 32: Průběh COF v závislosti na čase po dokončené zkoušce odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení dle ASTM G-133-22 na všech sadách materiálu Woka 7502

Koeficient tření je důležitým parametrem k určení odolnosti materiálu proti opotřebení třením. Vyšší hodnota COF znamená, že materiál je náchylnější k opotřebení, zatímco nižší hodnota znamená, že materiál je odolnější. Průběhy COF v závislosti na čase všech měřených

Bc. Tomáš Taranda

sad (Obr. 31 a 32) se po ustálení pohybovaly okolo hodnoty 0,4. Pro představu hodnota COF pro kombinaci Fe-Fe je 0,3; pro kombinaci Cr-Cr je 0,6 [42]. Ve studii [43] bylo zjištěno, že povlak Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr se ustaluje do 250 s testu, kdy COF už více neroste a pohybuje se jen okolo dosažené hodnoty. Navíc v této studii byla věnována pozornost použitému zatížení při testování, které bylo 4 N, 8 N a 12 N. Výsledkem bylo, že získané hodnoty COF se zvyšovaly se zvyšujícím se zatížením. Pro porovnání mezi koeficientu tření Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr, Amperitu 543.074 a Woky 7502 byl ze studie [43] použit výsledek při zatížení 12 N, který se pohyboval okolo 0,5. Kdežto COF sad Amperitu 543.074 a Woky 7502 byl přibližně kolem hodnoty 0,4. Z porovnaných výsledků je vidět mnohem větší odolnost proti lineárnímu vratnému opotřebení u povlaků obsahující WC, což bylo potvrzeno i v práci [44], že mikrotvrdost a obsah karbidů významně ovlivňují odolnost povlaků vůči opotřebení.

Zajímavá část grafů je přibližně do 300 sekund, kdy se všechny sady obou materiálů ustalují. Pro úplnou analýzu by bylo potřeba test vždy zastavit v daném intervalu (např. po 50 s) do bodu ustálení a následně v každém bodu přerušení udělat rozsáhlou analýzu. Bohužel tento postup nebyl zahrnut do diplomové práce, a proto je z dostupných informací možné uvažovat, že v intervalu ustalování byly vytrhávány karbidy, které byly následně třeny o postupně se tvořící drážku.



Obr. 33: Příklad stopy opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-133-22 na vzorku ze sady p8,000,85 (4a) při zvětšení 100x

Bc. Tomáš Taranda



Obr. 34: Příklad stopy opotřebení po hotové zkoušce dle ASTM G-133-22 na vzorku ze sady p8,340,85 (4w) při zvětšení 100x

Stopy opotřebení (Obr. 33 a 34) umožňují určit, jak rychle se materiál opotřebovává a jakým způsobem se opotřebení projevuje. Bylo potřeba na několika místech změřit šířku stop opotřebení (viz Tab. 12 a 13), čímž bylo možné přibližně určit objemový úbytek materiálu u všech zkoumaných sad. Na fotkách mikrostruktur stop opotřebení lze sledovat útvary černé barvy. Tyto místa mohou být vytrhané karbidy WC nebo CrC, které následně ovlivňují průběh COF v intervalu ustalování zkoušky odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-133-22. Mahade [45] zjistil, že se v průběhu testu obvykle vytvářejí částice oddělené z povlaku nebo protikusu, které jsou chyceny mezi testovaný povrch a protikus a během testu se rozpadají na jemnější částice, které v důsledku třecího tepla oxidují, a nakonec jsou rozetřeny na povrchu povlaku. Tyto rozetřené částice mohou být ve tvaru tmavé čáry ve stopě opotřebení na Obr. 34.

Pro přesné určení objemového úbytku materiálu bylo nezbytné použit konfokální mikroskop. Konfokálním mikroskopem byl měřen objemový úbytek vybraných sad p8,0Φ0,85 (4a) a p8,3Φ0,85 (4w). Dle získaných výsledků pak mohou být poměrově určeny objemové úbytky i ostatních sad, a to díky využití průměrné šířky stop opotřebení.

	р7,7Ф0,66 (1a)	р7,6Ф0,75 (2a)	р6,4Ф0,85 (За)	р8,0Ф0,85 (4a)	р6,4Ф0,66 (5а)
Počet stop opotřebení	3	3	3	3	3
Počet měření šířky stop opotřebení	15	15	15	15	15
Průměrná šířka stop opotřebení[μm]	434,8	469,9	477,7	451,7	469,0
Směrodatná odchylka [µm]	28,1	28,4	32,1	14,3	30,1

Tab. 12: Průměrná šířka stop opotřebení všech testovaných sad materiálu Amperit 543.074

Bc. Tomáš Taranda

	р8,0Ф0,66 (1w)	р7,8Ф0,75 (2w)	р6,6Ф0,85 (3w)	р8,3Ф0,85 (4w)	р6,6Ф0,66 (5w)
Počet stop opotřebení	3	3	3	3	3
Počet měření šířky stop opotřebení	15	15	15	15	15
Průměrná šířka stop opotřebení[μm]	497,3	489,0	513,4	536,9	544,7
Směrodatná odchylka [µm]	27,4	26,7	35,6	24,3	36,6

Tab. 13: Průměrná šířka stop opotřebení všech testovaných sad materiálu Woka 7502

Na každém vzorku byly provedeny 3 testy testu odolnosti proti lineárnímu vratnému opotřebení. Šířka každé vzniklé stopy opotřebení byla měřena vždy pětkrát pomocí světelného mikroskopu, tudíž na jednom vzorku bylo uskutečněno 15 měření. Šířky stop opotřebení u materiálu Woka 7502 byly mírně širší než u Amperitu 543.074. Každopádně samotné měření stop opotřebení je do velké míry ovlivněno lidským faktorem. Velmi záleží na výběru pozice měřené šířky, protože stopy opotřebení mají na krajích nejmenší šířku a směrem k prostředku se šířka zvětšuje. Z tohoto důvodu je možné předpokládat, že všechny stopy opotřebení zkoumaných materiálů jsou podobné a liší se pouze ve směrodatné odchylce.

Tab. 14: Výsledné objemové úbytky materiálu a průměrná hodnota COF sad p8,0Φ0,85 (4a) a p8,3Ф0,85 (4w) po hotové zkoušce odolnosti proti opotřebení dle ASTM G-133-22

	Označení stop opotřebení	Objemový úbytek [µm <sup>3</sup> ]	Objemový úbytek [mm <sup>3</sup> ]	Průměrný COF [-]
р8,0Ф0,85 (4a)	1	2466707	0,00247	
	2	1132251	0,00113	0,429
	3	1086082	0,00109	
	1	2316836	0,00232	
p8,3 <b>Φ0,85</b> (4w)	2	2495648	0,00250	0,392
	3	2500537	0,00250	

Výsledné objemové úbytky materiálu sad p8,000,85 (4a) a p8,300,85 (4w) jsou velmi malé (viz Tab. 14). To znamená, že testované materiály vykazují vysokou odolnost proti opotřebení a minimální ztrátu materiálu během tření. Tyto hodnoty naznačují, že zkoušené materiály jsou schopny udržet svou původní kvalitu a pevnost i při vystavení náročným podmínkám opotřebení. Stopa opotřebení 1 sady p8,0Ф0,85 (4a) měla dvakrát větší objemový úbytek, což mohlo být způsobeno již zmíněným vytrháváním karbidů. Nicméně dle získaných výsledků má menší objemový úbytek materiálu Amperit 543.074, takže i více odolává lineárnímu vratnému opotřebení. Zajímavostí je, že naopak koeficient tření je nižší u materiálu Woka 7502. Příčinou může být klidnější a kratší průběh ustalování, který u Woky 7502 trval do 200 sekund, zatímco u materiálu Amperit 543.074 probíhalo ustálení COF až do necelých 400 sekund.

Bc. Tomáš Taranda

#### 6 Závěr

Hlavním cílem realizovaného experimentálního programu bylo najít optimální procesní parametry HVOF nástřiku tvrdokovových prášků na bázi WC-CrC deponovaných na základní materiál S235JR. V rámci hodnocení byla analyzována morfologie prášků, mikrostruktura povlaků po nástřiku, relativní depoziční účinnost nástřiku, hustota povlaků, povrchová tvrdost HR15N, Mikrotvrdost HV<sub>0.3</sub>, odolnost proti opotřebení dle ASTM G-65, dle ASTM G-133-22 a odolnost proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi. Na základě výsledků z těchto měření bylo možné vybrat nejvhodnější procesní parametry nástřiku.

Procesní parametry, které nejvíce ovlivňovaly konečné vlastnosti povlaku, byly ekvivalentní poměr plamene  $\Phi$  a tlak ve spalovací komoře p. U obou zkoumaných materiálů, Amperit 543.074 (WC-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni) a Woka 7502 (WC-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCo), bylo opakovaně prokázáno, že se mechanické i tribologické vlastnosti zlepšují s vyšším ekvivalentním poměrem  $\Phi$ . Nejvyšší aplikovaná hodnota tohoto poměru při nástřiku byla 0,85. Naopak hodnoty tlaku p ve spalovací komoře neměly výrazný vliv na konečné vlastnosti povlaků. Po analýze výsledků z provedených testů povlaků byla vždy zvolena jedna sada od každého použitého materiálu nástřiku. Konkrétně se jednalo o sadu p8,0Ф0,85 (4a) nastříkanou práškem Amperit 543.074 a sadu p8,340,85 (4w) nastříkanou práškem Woka 7502. Obě sady se vyznačovaly nejvyšším aplikovaným ekvivalentním poměrem 0,85 a zároveň i nejvyšším tlakem ve spalovací komoře (8,0 pro Amperit 543.074 a 8,3 pro Woku 7502).

Výsledky mechanických a tribologických zkoušek u obou testovaných tvrdokovových materiálů byly velmi podobné. Výrazně se lišily pouze výsledné hodnoty z testování odolnosti povlaku proti eroznímu opotřebení pevnými částicemi při úhlu dopadu erodujících částic 60° a 90°. Všechny sady materiálu Woka 7502 měly mnohem menší průměrný objemový úbytek v mm3 než sady nastříkané materiálem Amperit 543.074. Pouze sada p8,0Φ0,85 (4a) disponovala výsledky, které se blížily k výsledkům materiálu Woka 7502.

Dle zjištěných výsledků byl určen materiál Woka 7502 jako odolnější proti testovaným druhům opotřebení, přičemž procesní parametry, které byly zvoleny jako optimální pro nástřik tvrdokovových povlaků na bázi WC-CrC jsou:

•	Ekvivalentní poměr plamene:	$\Phi = 0,85$
•	Tlak ve spalovací komoře:	p = 0,83 baru

Z výrobně-ekonomického hlediska byla věnována pozornost i depoziční účinnosti nástřiku, která byla až dvojnásobná při nanášení materiálu Amperit 543.074 oproti materiálu Woka 7502. Sada s daleka nejvyšší depoziční účinností byla p8,0Φ0,85 (4a). Z tohoto důvodu a s ohledem na podobné mechanické a tribologické vlastnosti, diplomová práce doporučuje pro budoucí aplikace použití materiálu Amperit 543.074 jako levnější alternativu.

Výsledky práce budou dále využity při řešení dalších úkolů v rámci projektu DePriSS. Spoluřešiteli projektu jsou vyvíjeny nové experimentální prášky na základě WC-Cr3C2. Následovat bude optimalizace nástřiku těchto prášků metodou HVOF na pracovišti VZÚ Plzeň. V optimalizaci nástřiku nových prášků bude vycházet z poznatků získaných v rámci diplomové práce.

Bc. Tomáš Taranda

### Použitá literatura

[1] HOUDKOVÁ ŠIMŮNKOVÁ, Š. Charakteristika vybraných HVOF otěruvzdorných nástřiků, vhodných pro aplikaci za vysokých teplot. Plzeň, 2020. Habilitační práce. Západočeská univerzita, Strojní fakulta.

[2] PAWLOWSKI, L. The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings. 2. doplněné vydání. Anglie: John Wiley, 2008. ISBN 978-0-471-49049-4.

[3] DAVIS, J. R. Handbook of Thermal Spray Technology. USA: ASM International, Materials Park, 2004. ISBN 0-87170-795-0.

[4] FAUCHAIS, P. a A. VARDELLE. Thermal plasmas. IEEE Transactions on Plasma Science [online]. 1997, 25(6), 1258-1280 [cit. 2023-04-16]. DOI: doi:10.1109/27.650901

[5] HOUDKOVÁ, Š. Hodnocení mechanických vlastností žárových nástřiků. Plzeň, 2003. Disertační práce. Západočeská univerzita, Strojní fakulta.

[6] GLANC, A. Studium žárově stříkaných povlaků pro otěruvzdorné aplikace. FST ZČU, 2020. Disertační práce. Západočeská univerzita, Strojní fakulta.

[7] TUCKER, R.C., ed. Thermal Spray Technology. 5A. doplněné vydání. USA: ASM International, Materials Park. 2013, 412 s. ISBN 978-1-61503-996-8.

[8] JAFARI, H., S. EMAMI a Y. MAHMOUDI. Numerical investigation of dual-stage high velocity oxy-fuel (HVOF) thermal spray process: A study on nozzle geometrical parameters. Applied Thermal Engineering [online]. 2017, 111, 745-758 [cit. 2023-04-16]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.09.145

[9] ENŽL, R. Vysokorychlostní nástřik povlaků na bázi karbidu wolframu. Plzeň, 2001. Disertační práce. Západočeská univerzita, Strojní fakulta.

[10] ROSU, R.A., I. BRAN, M. POPESCU a C. OPRIS. In vitro characterization of hydroxyapatite layers deposited by APS and HVOF thermal spraying methods. Ceramics-Silikáty [online]. 2012, 56(1), 25-31 [cit. 2023-04-16]. ISSN 1804-5847. Dostupné z: https://www.ceramics-silikaty.cz/index.php?page=cs\_detail\_doi&id=193

[11] SAMAL, K. a W. Newkirk, ed. Powder Metallurgy. 7. doplněné vydání. USA: ASM International, 2015, 907 s. ISBN 978-1-62708-089-3.

[12] QUIAN, CH., X. KOU, C. PEI a Z. CHEN. Topcoat thickness measurement of thermal barrier coating using grating laser acoustic spectrum method. Ceramics International [online]. 48(3). 3676-3684 2023-04-22]. Dostupné 2022, [cit. z: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.10.149

[13] VAGGE, S.T. a S. GHOGARE. Thermal barrier coatings: Review. Materials Today: Proceedings [online]. 2022, 56(3), 1201-1216 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.170

[14] BERGER, L.-M. Application of hardmetals as thermal spray coatings. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2015, 49 (1), 350-364 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.09.029

[15] BOLELLI, G., BERGER, L.-M., et al. Sliding and abrasive wear behaviour of HVOF- and HVAF-sprayed Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr hardmetal coatings. Wear [online]. 2016, 358-359, 32-50 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.03.034

[16] MATTHEW, S. J., JAMES, B. J., HYLAND, M. M. Microstructural influence on erosion behaviour of thermal spray coatings. Materials Characterization [online]. 2007, 58 (1), 59-64 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.03.014

[17] BERGER, L.-M., SAARO, S., NAUMANN, T. et al. Microstructure and Properties of HVOF-Sprayed WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni Coatings. Journal of Thermal Spray Technology [online]. 2008, 17, 395-403 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11666-008-9189-x

[18] BERGER, L.-M., SAARO, S., NAUMANN, T. et al. Influence of feedstock powder characteristics and spray processes on microstructure and properties of WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni hardmetal coatings. Surface and Coatings Technology [online]. 2010, 205 (4), 1080-1087 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.07.032

[19] ISHIKAWA, Y., KURODA, S., KAWAKITA, J., SAKAMOTO, Y., TAKAYA, M. Sliding Wear Properties of HVOF Sprayed WC-20%Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-7%Ni Cermet Coatings. Surface and Coatings Technology [online]. 2007, 201 (8), 4718-4727 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.10.007

[20] BOLELLI, G., BERGER, L.-M, BONETTI, M., LUSVARGHI, L. Comparative study of the dry sliding wear behaviour of HVOF-sprayed WC-(W,Cr)<sub>2</sub>C-Ni and WC-CoCr hardmetal coatings. Wear [online]. 2014, 309 (1-2), 96-111 [cit. 2023-04-22]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.11.001

[21] BHUSHAN, B. Introduction to tribology. 2. doplněné vydání. New York: John Wiley, 2013. ISBN 978-1-119-94453-9.

[22] ČESÁNEK, Z., HOUDKOVÁ Š.: Porovnání erozivní odolnosti konkurenčních povrchových úprav. [Výzkumná zpráva č. VYZ-VZ-33/16/005]. Plzeň, VZÚ Plzeň s.r.o., 2016, 26 s.

[23] Struers Application Notes: Knowledge [online]. [cit. 2023-04-24]. Dostupné z: https://www.struers.com/Knowledge.

[24] ČSN EN ISO 6508-1. Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Rockwella - Část 1: Zkušební metoda. Praha: ÚNMZ, 2017.

[25] ČSN EN ISO 6507-1. Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse - Část 1: Zkušební metoda. Praha: ÚNMZ, 2018.

[26] ASTM G65-16e1. Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus. USA: ASTM International, 2016.

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Diplomová práce, akad. rok 2022/23

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie

Bc. Tomáš Taranda

[27] KAŠPAROVÁ, M., ZAHÁLKA, F., HOUDKOVÁ, Š. Hodnocení abrazivní a adhezivní odolnosti materiálů. METAL 2009 [online]. 2009, 7 [cit. 2023-04-25]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/287394253\_Evaluation\_of\_the\_abrasive\_and\_the\_a dhesive\_materials\_resistance

[28] PEJAKOVIC, V., JISA, R. a FRANEK, F. Abrasion Resistance of Selected Commercially Available Polymer Materials. Tribologia - Finnish Journal of Tribology [online]. 2015, 33 (1), 21-27 [cit. 2023-04-25] Dostupné z: https://journal.fi/tribologia/article/view/69241

[29] ASTM G133 – 22. Standart Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear. USA: ASTM International, 2022.

[30] LEROUX, P., LI, D. Wear Evaluation of Hard Metal Using Tribometer. [online]. 2015. 8 [cit. 2023-04-25]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/276294478\_WEAR\_EVALUATION\_OF\_HARD\_ METAL\_USING\_TRIBOMETER

[31] BERGER, L.-M. Binary WC- and Cr3C2-containing hardmetal compositions for thermally sprayed coatings. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016, 18(118). Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/118/1/012010

[32] Höganäs – Thermal spray powders [online]. Höganäs AB, 2019 [cit. 2023-04-25]. Dostupné https://www.fst.nl/images/downloads/material/amperit-thermal-sprayz: powders.pdf

[33] Oerlikon metco – Woka 7502 [online]. [cit. 2023-04-25]. Dostupné z: https://mymetcoeurope.oerlikon.com/en-us/product/woka7502

[34] MATIKAINEN, V., KOIVULUOTO, H., VUORISTO, P. A study of Cr3C2-based HVOF-and HVAF-sprayed coatings: abrasion, dry particle erosion and cavitation erosion [online]. 446-447 resistance. Wear 2020, [cit. 2023-04-26]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203188

[35] SOBOLEV, V. V., GUILEMANY, J. M. Flattening of Droplets and Formation of Splats in Thermal Spraying: A Review of Recent Work - Part 2. Journal of Thermal Spray Technology [online]. 1999. 2023-05-10]. 8 (2),301 [cit. Dostupné z: https://doi.org/10.1361/105996399770350520

[36] Š. Houdková, F. Zahálka, M. Kašparová, L.-M. Berger. Comparative Study of Thermally Sprayed Coatings Under Different Types of Wear Conditions for Hard Chromium Replacement. Tribology Letters [online], 2011, 43 (2), 139-154 [cit.2023-05-10]. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11249-011-9791-9

[37] PRADEEP, D. G., VENKATESH, C. V. a NITHIN, H. S. Review on Tribological and Mechanical Behavior in HVOF Thermal-sprayed Composite Coatings. Journal of Bio- and Tribo-Corrosion [online]. 8 (30)[cit.2023-05-10]. Dostupné 2022, z: https://doi.org/10.1007/s40735-022-00631-x

[38] MAHADE, S., MULONE, A., BJORKLUND, S., KLEMENT, U., JOSHI, S. Investigating load-dependent wear behavior and degradation mechanisms in Cr3C2-NiCr coatings deposited

Bc. Tomáš Taranda

by HVAF and HVOF. Journal of Materials Research and Technology [online]. 2021, 15, 4595 - 4609 [cit.2023-05-10]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.10.088

[39] BERGER, L.-M. Application of hardmetals as thermal spray coatings. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2015, 49, 350-364 [cit. 2023-05-12]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.09.029

[40] TARANDA, T., NAĎOVÁ, J, DLOUHÁ, Ž. Porovnání mechanických a tribologických vlastností tvrdokovových materiálů s oxidickými keramikami nanášených metodou žárového nástřiku HVOF [Výzkumná zpráva č. VZ-37-23-008]. Plzeň, VZÚ Plzeň s.r.o., 2023, 15s.

[41] KESLOVÁ, A., et al. Comparison of Microstructure and Erosion Wear Resistance of HVOF and Cold Sprayed Coatings. International Conference on Metallurgy and Materials 2020, [online]. 776-781 [cit. 2023-05-15]. Dostupné z: https://doi.org/10.37904/metal.2020.3551

[42] Tribonet - Friction Coefficient Tables in Air and Vacuum. [online]. [cit. 2023-05-15]. Dostupné z: https://www.tribonet.org/wiki/friction-coefficients-in-atmosphere-and-vacuum/

[43] OZKAN, D. Structural characteristics and wear, oxidation, hot corrosion behaviors of HVOF sprayed Cr3C2-NiCr hardmetal coatings. Surface and Coatings Technology [online]. 2023, 457 [cit. 2023-05-16]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129319

[44] GANG-CHANG, J., et al. Performance of abrasive wear of Cr3C2-NiCr coatings sprayed by HVOF. International Conference on Mechanic Automation and Control Engineering [online]. 2010, 3781-3784 [cit. 2023-05-17]. DOI: 10.1109/MACE.2010.5535821

[45] MAHADE, S., et al. Influence of processing conditions on the microstructure and sliding wear of a promising Fe-based coating deposited by HVAF. Surface and Coatings Technology [online]. 2021, 409 [cit. 2023-05-17]. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126953