

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра материаловедения в машиностроении

Утверждаю

Зав. кафедрой ММ

_____ В. Г. Буров

«__» _____ 2020 г.

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА

по направлению высшего образования

22.03.01. Материаловедение и технологии материалов

Механико-технологический факультет

Насырова Алина Камильевна

Структурные особенности ZrO_2 покрытий, полученных воздушно-плазменным
напылением

**Руководитель
от НГТУ**

Корниенко Е. Е.

к.т.н.

**Автор выпускной
квалификационной работы**

Насырова А. К.

МТФ, ММ-601

(подпись, дата)

(подпись, дата)

Кафедра материаловедения в машиностроении

Утверждаю

Зав. кафедрой ММ

_____ В. Г. Буров

«__» _____ 2020 г.

**ЗАДАНИЕ
НА ВЫПУСКНУЮ КВАЛИФИКАЦИОННУЮ РАБОТУ БАКАЛАВРА**

студенту *Насыровой Алине Камильевне*

Направление подготовки *22.03.01 Материаловедение и технологии материалов*

Механико-технологический факультет

Тема *Структурные особенности ZrO_2 покрытий, полученных воздушно-плазменным напылением*

Цель работы: *исследование влияния режимов плазменного напыления на структуру и свойства покрытий из 7YSZ*

Структурные части работы:

- 1. Литературный обзор: описать применение керамических термозащитных покрытий в авиационной промышленности; описать диаграмму состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$; рассмотреть способы стабилизации тетрагональной фазы диоксида циркония; описать способы нанесения керамических термозащитных покрытий; рассмотреть структуру и свойства покрытий из диоксида циркония, полученных воздушно-плазменным напылением.*
- 2. Материалы и методы исследования: описать материал, используемый для нанесения покрытий, технологию нанесения покрытий и режимы напыления, описать методы исследования образцов (растровая электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ, измерение пористости, измерение микротвердости).*
- 3. Исследовательский раздел: исследовать структуру полученных покрытий и выбрать наиболее оптимальные режимы воздушно-плазменного напыления.*
- 4. Охрана труда и окружающей среды: описать технику безопасности на участке плазменного напыления, а также защиту окружающей среды.*

5. *Экономический раздел: провести экономический расчет научно-исследовательской работы.*

Задание согласовано и принято к исполнению.

**Руководитель
от НГТУ**

Корниенко Е. Е.

К.Т.Н.

(подпись, дата)

**Автор выпускной
квалификационной работы**

Насырова А. К.

МТФ, ММ-601

(подпись, дата)

Тема утверждена приказом по НГТУ № 1606/2 от «20» марта 2020г.

изменена приказом по НГТУ № _____ от «____» _____ 2020 г.

Диссертация сдана в ГЭК № _____, тема сверена с данными приказа

(подпись секретаря государственной экзаменационной комиссии по защите ВКР, дата)

(фамилия, имя, отчество секретаря государственной
экзаменационной комиссии по защите ВКР)

АННОТАЦИЯ

Выпускная квалификационная работа посвящена исследованию структуры и свойств керамических термозащитных покрытий из диоксида циркония (ZrO_2), полученных воздушно-плазменным напылением. Данная работа содержит 5 глав.

В первой главе представлен литературный обзор, в котором рассмотрены способы формирования покрытий, структура и свойства покрытий из диоксида циркония, полученных воздушно-плазменным напылением.

Во второй главе описаны материалы и методы исследования, в частности, растровая электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ, измерение пористости и измерение микротвёрдости.

В третьей главе смоделирован оптимальный режим напыления, были проведены структурный и фазовый анализы полученных образцов, проведены измерения пористости и микротвердости.

В четвёртой главе описаны особенности охраны труда и окружающей среды, правила безопасности и требования к персоналу и рабочему месту при работе на плазменном участке.

В пятой главе проведен экономический расчет научно-исследовательской работы.

Пояснительная записка содержит 86 страниц, 70 рисунков, 13 таблиц, 47 источника литературы и 2 приложения.

ABSTRACT

The bachelor work contains the study of the structure and properties of ceramic thermal barrier coatings made of zirconia (ZrO_2) obtained by air-plasma spraying. This work contains 5 chapters.

The first chapter contains a literature review that describes the structure and properties of thermal barrier coatings (TBC). Zirconia ZrO_2 stabilized with yttrium oxide (YSZ) is widely used as the material for TBC. This material has one of the lowest coefficients of thermal conductivity. Zirconia exists in three modifications: monoclinic (m- ZrO_2), tetragonal (t- ZrO_2) and cubic (c- ZrO_2). t- ZrO_2 is important modification for the manufacturing of TBC since m- ZrO_2 is a low-temperature phase and c- ZrO_2 has a low crack resistance. To ensure the possibility of using t- ZrO_2 , it is necessary to stabilize it with yttrium oxide Y_2O_3 . This oxide forms a solid solution with zirconia. Air-plasma spraying (APS) methods are widely used for obtaining coatings in industry. The structure of thermal barrier plasma coatings is a layered material formed from deformed particles (lamellas). Coatings with such structure are characterized by a short service life due to microcracks formed parallel to the surface of the substrate. However, the low cost of equipment and the high productivity of the plasma spraying makes APS method commercially beneficial. The durability of thermal barrier plasma coatings depends on the structural and phase composition, as well as on the plasma spraying modes.

The second chapter describes the material used to obtain the samples, the modes that were used for plasma spraying. Research methods including scanning electron microscopy (SEM), X-ray phase analysis have been described. In addition, methods for measuring microhardness and porosity have been described.

The third chapter contains research results. Mathematical modeling was carried out in order to select the optimal spraying modes. SEM showed that cracks and pores are present in the coatings. The molten particles of ceramic powder formed dense patches, and the non-molten particles formed loose patches. Particles of the powder of the sublayer completely melted. There are horizontal cracks in some coatings. X-ray phase analysis showed that the initial powder consists of the t- ZrO_2 .

The results of the X-ray phase analysis showed that t-ZrO₂ was preserved in each sample. The results of porosity measurements showed that coatings that were sprayed according to the following parameters had the minimum porosity: powder feed rate – ≤ 1.5 g/s, spraying distance – ≤ 150 mm, particle size – 20-40 μ m. The results of microhardness measurements showed that the coatings obtained by the above-described modes have the maximum microhardness values.

The fourth chapter contains issues of protection of labor and the environment. It is necessary to use anti-noise headphones to protect against noise. It is necessary to use light filters to protect against infrared radiation. An employee must undergo appropriate training to work on a plasma installation. The employee must study the necessary documentation for technological equipment. There are the requirements for the workplace in the fourth chapter. Environmental issues were also considered.

The fifth chapter contains the calculations of the costs of research work, which amounted to 207 349 rubles. The cost of research work includes the cost of depreciation of equipment, raw materials, electricity and salaries of performers.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	9
1 СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТЕРМОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ (литературный обзор).....	10
1.1 Керамические термозащитные покрытия в авиационной промышленности.....	10
1.2 Диаграмма состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$	11
1.3 Стабилизация тетрагональной фазы диоксида циркония.....	15
1.4 Способы нанесения керамических термозащитных покрытий.....	16
1.5 Структура и свойства керамических термозащитных покрытий, полученных методом плазменного напыления.....	19
1.6 Выводы.....	32
1.7 Цели и задачи.....	33
2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	34
2.1 Материалы исследования.....	34
2.2 Оборудование и режимы плазменного напыления.....	34
2.3 Структурные исследования.....	37
2.4 Рентгеноструктурные исследования.....	38
2.5 Измерение пористости.....	38
2.6 Измерение микротвердости.....	39
3 СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ И СВОЙСТВА ТЕРМОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ.....	40
3.1 Моделирование оптимального режима плазменного напыления.....	40
3.2 Структурные исследования.....	43
3.3 Рентгенофазовый анализ.....	52
3.4 Измерение пористости.....	52
3.5 Измерение микротвердости.....	54
3.6 Выводы.....	57
4 ОХРАНА ТРУДА И ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	58
4.1 Охрана труда.....	58

4.2 Требования к персоналу	59
4.3 Требования к организации рабочих мест	60
4.4 Охрана окружающей среды	60
4.5 Регламентированные перерывы.....	60
5 ЭКОНОМИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ.....	62
5.1 Составление сметы затрат	62
5.2 Затраты на амортизацию оборудования	62
5.3 Затраты на исходные материалы	63
5.4 Затраты на электроэнергию	65
5.5 Затраты на оплату труда.....	66
5.6 Смета затрат.....	67
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	68
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	69
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	75
Приложение А Программа и методики исследовательских испытаний термозащитных покрытий из диоксида циркония, стабилизированного 7 мол. % оксидом иттрия (7YSZ), на пористость	76
Приложение Б Протокол результатов испытаний по пункту № 6 Программы и методик исследовательских испытаний термозащитных покрытий из диоксида циркония, стабилизированного 7 мол. % оксидом иттрия (7YSZ), на пористость.....	84

ВВЕДЕНИЕ

Керамическая промышленность не стоит на одном месте, она развивается, изобретает новые методы изготовления керамики и предоставляет новые виды продукции. В последнее время были разработаны новые типы керамики. Они разрабатываются, чтобы удовлетворить особые требования в отношении стойкости при сверхвысоких температурах, в отношении высоких механических и электрических свойств и высокой химической устойчивости. К новым типам керамики относятся керамика чистых оксидов, которая широко используется для нанесения термозащитных покрытий. Керамические термозащитные покрытия (ТЗП) оказывают большое влияние на время эксплуатации деталей и изделий, которые применяются в условиях высоких температур. Основными требованиями к термозащитным покрытиям являются: хорошая термическая стабильность, низкая теплопроводность, низкая температуропроводность, высокая долговечность, высокая вязкость разрушения. Особо широкое применение получили керамические покрытия из диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия (YSZ).

Диоксид циркония является жаропрочным материалом, обладает высокими показателями прочности, а покрытия из этого материала характеризуются высокой адгезией. Существует несколько способов нанесения покрытий, каждый из которых имеет свои преимущества и недостатки. Одним из наиболее распространённых методов нанесения термозащитных покрытий из диоксида циркония является плазменное напыление. Основными преимуществами данного метода являются высокая производительность и более дешёвое оборудование.

1 СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТЕРМОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ (литературный обзор)

Термозащитные покрытия из диоксида циркония используются при производстве газотурбинных двигателей. Долговечность таких покрытий зависит от структурного и фазового состава, а также от режимов плазменного напыления. В первой главе будут рассмотрены все факторы, влияющие на свойства плазменных покрытий.

1.1 Керамические термозащитные покрытия в авиационной промышленности

Авиационная промышленность является одной из самых важных наукоемких областей машиностроения. Авиационная промышленность занимается проектированием, производством и модернизацией авиационной техники. Основными направлениями являются создание и развитие перспективных конструкций, установок и двигателей, а также обновление авиапромышленного комплекса. Одним из основных элементов самолетов является газотурбинный двигатель. Он реализует силу тяги, необходимую для осуществления полёта в пределах атмосферы.

Газотурбинный двигатель работает за счет энергии сжатого и нагретого газа, которая преобразуется в механическую энергию с помощью вращения лопаток. Лопатки газотурбинного двигателя подвергаются воздействию больших термических и механических нагрузок. Лопатки работают при высокой температуре в газовой среде, содержащей агрессивные действующие вещества, которые способствуют возникновению газовой коррозии, разрушающей лопатки. В качестве материалов для изготовления лопаток газотурбинных двигателей используют жаростойкие и жаропрочные никелевые сплавы [1]. Однако температура, при которой лопатки двигателя способны сохранять свою работоспособность, ограничена температурой плавления никелевых сплавов. Наиболее эффективным способом защиты

лопаток является нанесение керамических термозащитных покрытий (ТЗП) [2, 3].

ТЗП обычно состоят из трех слоев (рисунок 1.1): керамического, металлического и слоя термически выращенного оксида, который образуется в процессе эксплуатации изделия между керамическим и металлическим слоем. Металлический слой, который уменьшает разницу термического расширения между подложкой и керамическим слоем, наносится на поверхность подложки. В качестве металлического слоя используют соединения состава М-Cr-Al-Y, где М – это Ni или Co, которые предоставляют защиту от окисления. В условиях высоких температур алюминий в металлическом слое начинает окисляться, и на границе раздела «металлический слой – керамический слой» образуется плотный слой термически выращенного оксида, главным образом оксида алюминия. Обычно добавление небольшого количества иттрия может снизить скорость роста термически выращенного оксида за счет замедления скорости окисления покрытия, что в основном объясняется осаждением иттрия на границах зерен термически выращенного покрытия [3].

В качестве керамического слоя часто используют диоксид циркония, стабилизированный оксидами редкоземельных металлов, и цирконаты редкоземельных элементов [2, 4-5]. В настоящее время применяются покрытия из диоксида циркония, стабилизированные иттрием (YSZ). Данный материал характеризуется одним из самых низких из всех керамических материалов коэффициентом удельной теплопроводности (2,3 Вт/мК при 1000 °С для 8YSZ). Также он имеет низкий коэффициент линейного расширения ($11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ для 8YSZ) [6].

1.2 Диаграмма состояния $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$

Диоксид циркония существует в трёх кристаллических модификациях: стабильной моноклинной (рисунок 1.2, а); метастабильной тетрагональной (рисунок 1.2, б) и нестабильной кубической (рисунок 1.2, в).

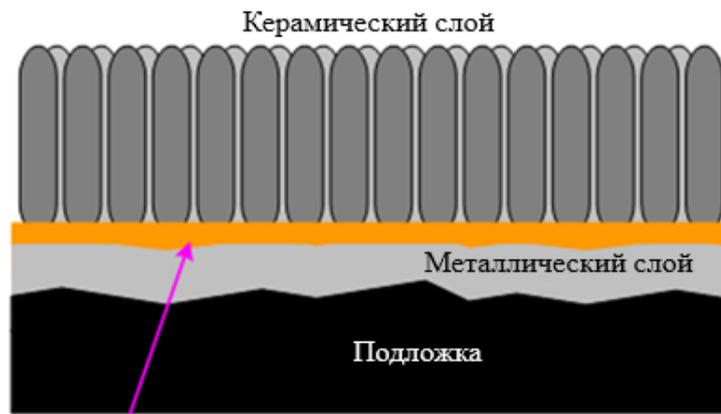


Рисунок 1.1 – Схема ТЗП

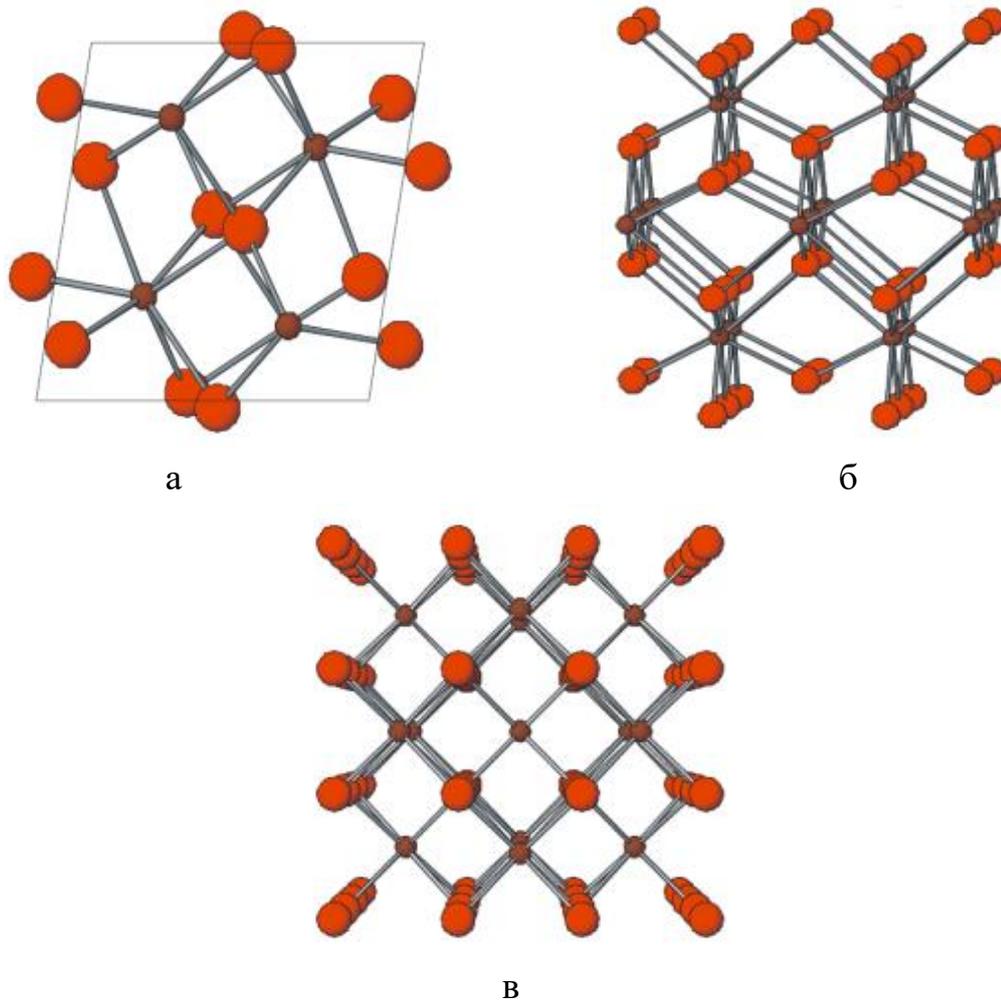


Рисунок 1.2 – Строение решетки ZrO₂:

а – моноклинная модификация; б – тетрагональная модификация; в – кубическая модификация [7]

Диаграмма состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$ претерпела множество изменений с появлением новых научных исследований. Ниже приведена современная диаграмма состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$ (рисунок 1.3) [8].

При температуре выше области моноклинной фазы (m), существует двухфазная моноклинно-тетрагональная область (m+t). Далее с увеличением температуры появляется область трансформируемой тетрагональной фазы (t). t-фаза при охлаждении испытывает превращение в m-фазу. При более высоких концентрациях оксида иттрия существует двухфазная область тетрагональной и кубической фаз (t+c). Дальнейшее увеличение концентрации оксида иттрия приводит к образованию кубической фазы (c). t-фаза диоксида циркония обладает высокими физико-механическими свойствами. Но наличие моноклинно-тетрагонального мартенситного превращения, сопровождающегося резким увеличением объема, приводит к разрушению изделий. Для обеспечения возможности применения ZrO_2 , необходима его стабилизация [8].

Фазовая стабильность диоксида циркония является проблемой, поскольку объемное расширение мартенситного превращения может вызвать растрескивание покрытия. Хотя c- ZrO_2 , t- ZrO_2 и m- ZrO_2 являются характерными фазами диоксида циркония, также в диоксиде циркония может быть обнаружена такая фаза как нетрансформируемая тетрагональная (t'- ZrO_2). t'- ZrO_2 является термически стабильной при температурах ниже 1200 °C. Важно отметить, что t'- ZrO_2 не подвергается фазовому превращению в m- ZrO_2 . Таким образом, покрытия с чистой t'-фазой применяются, чтобы избежать отрицательных эффектов мартенситного превращения. Однако t'-фаза спекается при более высоких температурах (выше 1200 °C) или после длительного процесса спекания (больше 200 ч). Поэтому для рабочих температур, превышающих 1200 °C, высокотемпературное спекание и мартенситное превращение диоксида циркония могут влиять на микроструктуру покрытия [9-10].

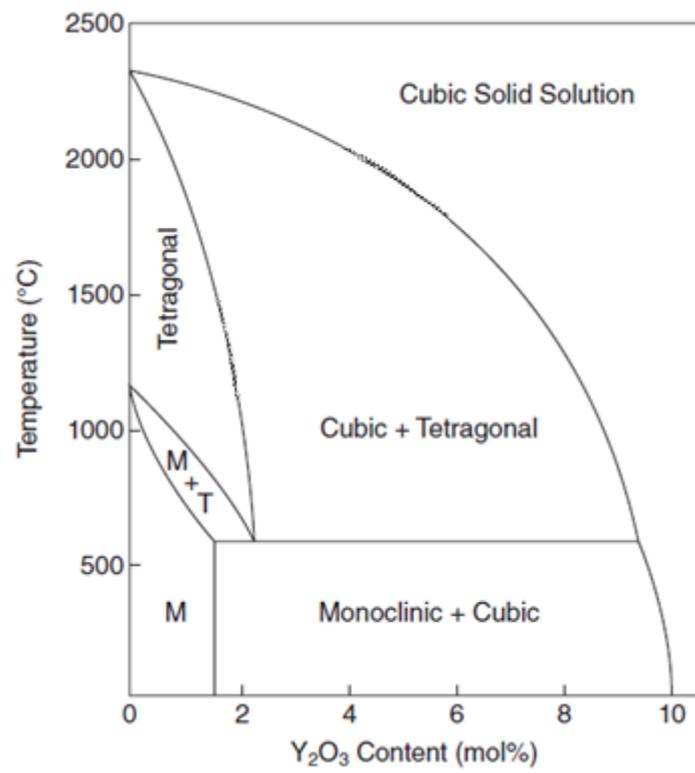


Рисунок 1.3 – Диаграмма состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$ [8]

В t' - ZrO_2 происходит ферроупругий поворот доменов. Это явление описывается как дополнительный механизм упрочнения в керамике из диоксида циркония. Микроструктурные исследования показали, что t' - ZrO_2 имеет полидоменную структуру. Ферроупругое упрочнение не связано с каким-либо изменением кристаллической структуры, а приводит к переориентации доменов [9]. Это механизм деформации, при котором происходит переориентация двойников t -фазы в поле приложенных напряжений. Данный вид упрочнения наблюдается только в t - ZrO_2 , в c -фазе и m -фазе данный вид упрочнения отсутствует. Когда кубический кристалл или отдельное зерно трансформируется в тетрагональную фазу, возможна реализация шести различных кристаллографически равных ориентаций осей. Каждый из этих вариантов обладает одинаковой энергией и может быть перенаправлен при приложении напряжения. Соответственно, каждое зерно или какая-то часть кристалла в пределах зерна меняет свою ориентацию при приложении напряжения к кристаллу или при распространении трещины, которая так же вызывает напряжение. Данный механизм упрочнения керамики на основе диоксида циркония проявляется при высоких температурах [11].

1.3 Стабилизация тетрагональной фазы диоксида циркония

Интервал температур, при которой работает лопатки газотурбинного двигателя, как правило, проходит через температуру моноклинного-тетрагонального превращения. Чтобы предотвратить превращение тетрагональной фазы в моноклинную, необходимо стабилизировать диоксид циркония примесями оксидов других металлов. Добавление к ZrO_2 стабилизирующих кубическую решетку оксидов MgO , CaO , Y_2O_3 , Yb_2O_3 , CeO_2 , HfO_2 расширяет область стабильности c - ZrO_2 от температуры плавления до комнатной температуры. Это позволяет избежать изменений объема, связанного с фазовым превращением. Однако в системе $ZrO_2 - Y_2O_3$ может быть также получена t -фаза, которая обладает повышенной прочностью (до 1 ГПа) и ударной вязкостью (до 10 МПа) [12]. Известно, что теплопроводность

t-ZrO₂, ниже, чем у c-ZrO₂ [13]. Также известно, что c-ZrO₂ обладает более низкой трещиностойкостью, чем t-ZrO₂ [11, 12]. Таким образом, сохранение t-ZrO₂ является главной задачей при нанесении ТЗП, потому что она обладает рядом преимуществ по сравнению с c-ZrO₂.

В качестве стабилизатора для диоксида циркония получил широкое применение оксид иттрия. Данный оксид имеет соответствующий размер иона металла и способен образовывать твердый раствор с диоксидом циркония [6, 14].

Необходимо соблюдать пропорции при добавлении оксида иттрия для предотвращения отрицательных последствий. Отрицательное влияние повышенного содержания оксида иттрия в исходном порошке на долговечность покрытий объясняется несколькими причинами. Во-первых, исходные порошки имеют, как правило, неравномерное распределение стабилизатора по сечению, что сохраняется в структуре покрытия. Во-вторых, возможна фазовая неоднородность покрытия. Это приводит к неравномерности свойств по всему сечению покрытия и к возможности появления дефектов. В-третьих, стабильность t-фазы во многом зависит от количества оксида иттрия [7, 14].

1.4 Способы нанесения керамических термозащитных покрытий

На данный момент существует большое количество способов нанесения керамических покрытий. К таким способам относятся:

1. атмосферное плазменное напыление (atmospheric plasma spraying (APS)) [2, 4, 10, 13, 15-22];
2. высокоскоростное газопламенное напыление (high-velocity oxygen fuel (HVOF));
3. электронно-лучевое осаждение из паровой фазы (electron-beam physical vapor deposition (EB-PVD)) [2, 13, 23];
4. золь-гель процесс (sol-gel) и т.д.

В настоящее время в промышленности наиболее широко используются два метода нанесения ТЗП: EB-PVD-метод и APS-метод.

ТЗП, нанесенные методом EB-PVD, имеют столбчатую структуру. Рост керамики в виде тонких кристаллитов, ориентированных перпендикулярно к поверхности подложки, и наличие вертикальных каналов обеспечивают керамическому слою высокую термостойкость. При электронно-лучевом нанесении покрытий нагрев и испарение вещества осуществляются в результате теплового действия электронов, бомбардирующих испаряемую мишень. Поток электронов создает электронная пушка. Электроны фокусируются в пучок и ускоряются под действием разности напряжения. Магнитное поле направляет пучок электронов на мишень. Поток испарившегося материала осаждается в виде тонкой пленки на подложке [2, 23].

При нанесении плазменного покрытия электрическая дуга, возникающая между анодом и катодом, ионизирует используемый газ (аргон, водород, азот или гелий) в плазменное состояние. Частицы керамического порошка вводят в плазменную струю, где они нагреваются и направляются к подложке. При взаимодействии расплавленных частиц с подложкой на высокой скорости происходит деформация частиц и распространение их на поверхности подложки в виде ламелей. Тепло от горячих частиц переходит к более холодному материалу подложки, ламели охлаждаются и сжимаются. Растягивающие закалочные напряжения возникают внутри ламелей и ослабевают за счет микротрещин, возникающих между ламелями. Такая структура имеет теплопроводность 0,7-1,0 Вт/мК (7YSZ) [15, 18].

ТЗП, нанесенные APS-методом, по эксплуатационным свойствам уступают электронно-лучевым покрытиям, так как не имеют столбчатой структуры. Структура теплозащитных плазменных покрытий представляет собой слоистый материал, сформированный из деформированных частиц (ламелей) толщиной в несколько микрон. Такая ламельная структура имеет значительно меньшую термостойкость, чем столбчатая структура, полученная

при электронно-лучевом осаждении. Из-за возникновения микротрещин, параллельных поверхности подложки, ТЗП, нанесенные APS-методом, имеют более короткие сроки службы, чем покрытия, полученные EB-PVD-методом. Однако более низкая стоимость оборудования и высокая производительность плазменного нанесения покрытий делают данный метод коммерчески привлекательными. Однако ламельная микроструктура покрытий приводит к многочисленным дефектам, которые снижают его производительность. Поэтому выгоднее получать покрытия именно со столбчатой структурой [2, 24].

С помощью плазменного напыления можно достичь роста керамики в виде тонких кристаллов, ориентированных по нормали к поверхности подложки. Коэффициент теплопроводности таких покрытий находится в диапазоне 1,3-1,8 Вт/мК (7YSZ) [15]. Одной из технологий получения столбчатых покрытий является суспензионное плазменное напыление (suspension plasma spraying (SPS)) [15, 18, 19, 25-27]. Вместо микронного размера частиц порошка используются суспензии с субмикронными частицами. При испарении суспензии образуются небольшие частицы порошка, которые будут следовать потоку технического газа перпендикулярно поверхности подложки. Частицы порошка образуют зародыши, которые затем станут стержнями для образования столбчатой структуры. Полученная столбчатая структура увеличит срок службы покрытия [15, 25, 27]. SPS считается перспективным методом напыления для улучшения свойств ТЗП. SPS-покрытия имеют более низкую теплопроводность, которая объясняется высокой пористостью [18]. Также наличие пор может привести к снижению растрескивания под действием внутренних напряжений, т.к. поры способны притормозить или изменить направление растущей трещины. Малые, острые и угловатые поры являются концентраторами напряжений и могут вызвать снижение вязкости разрушения керамики. Однако большие и округлые поры приводят к притуплению и торможению трещин. Вследствие снижения прочности пористых покрытий существует оптимальная величина общей

пористости, при которой достигается максимальная долговечность покрытия [28]. Также столбчатая структура SPS-покрытий обеспечивает лучшее сопротивление термической циркуляции, чем APS-покрытия [25-27].

1.5 Структура и свойства керамических термозащитных покрытий, полученных методом плазменного напыления

В большинстве исследовательских работ о влиянии технологии плазменного напыления на долговечность покрытия отмечается, что концентрация стабилизирующего оксида иттрия оказывает большое значение на фазовый состав, структуру и, как следствие, на свойства напыленных плазменных покрытий. Меняя концентрацию оксида иттрия, можно достичь желаемых свойств.

После многочисленных исследований и испытаний было установлено, что широкое применение получили термозащитные покрытия, содержащие 3 и 5 мол. % Y_2O_3 [10].

Наноструктурированные покрытия 3YSZ и 5YSZ были получены плазменным напылением с введением наноструктурированных агломератов. Наноструктурированные покрытия привлекли большое внимание, поскольку они лучше других покрытий проявляют теплоизоляционные свойства и показывают более высокую долговечность. Кроме того, из-за пониженной теплопроводности требуется очень тонкое покрытие, тем самым гарантируя то, что вес изделия будет сведен к минимуму [5, 17, 30]. В результате напыления наноструктурированного покрытия получают как столбчатые зерна микронного размера, так и нерасплавленные наногранулы. Высокие температуры обеспечивают рост зерна, а большие удельные площади поверхности наногранул могут вызвать более высокие темпы роста зерна [10].

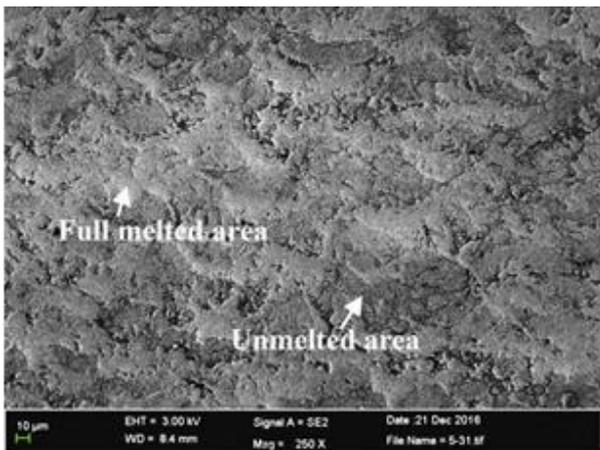
Покрытия 3YSZ и 5YSZ были получены путем плазменного напыления. В структуре покрытий наблюдаются плотные расплавленные области и рыхлые нерасплавленные области (рисунок 1.4, а, б). Структура рыхлой

области может обеспечивать высокую пористость во время спекания, что благоприятно влияет на теплоизоляционные свойства покрытий [10].

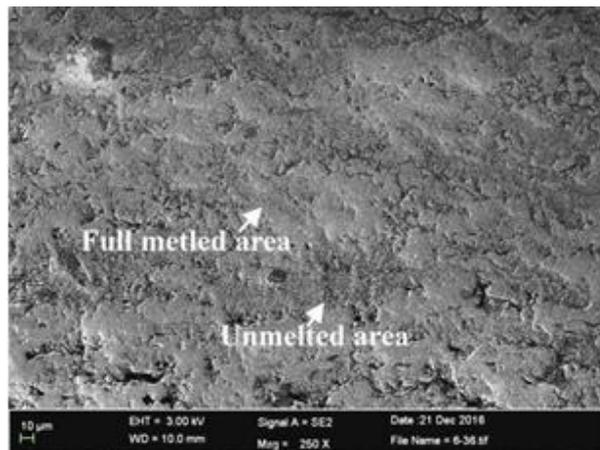
Данные образцы были подвергнуты спеканию при температуре 1400 °С в течение 50 ч и 100 ч. После спекания в покрытии было обнаружено большое количество пустот вокруг расплавленных наноструктурных зон (рисунок 1.4, в-е, пустоты указаны стрелкой). Это может быть связано с тем, что при спекании количество мелких пор уменьшалось, но увеличивались размеры крупных пор [10].

С появлением пустот значения пористости 3YSZ и 5YSZ покрытий увеличиваются в первые 20 ч, но при дальнейшем нагреве пористость снижается. Также со временем нагрева увеличивается средний размер зерна в обоих покрытиях. Хотя исходная пористость покрытий 3YSZ и 5YSZ была схожи, пористость покрытия 3YSZ остается выше, чем покрытия 5YSZ после спекания. Высокотемпературное спекание вызывает уплотнение структуры покрытия и резкое увеличение среднего размера зерна. Тем не менее, наноструктурированное покрытие с более низким содержанием Y_2O_3 показывает более высокое сопротивление спеканию [10].

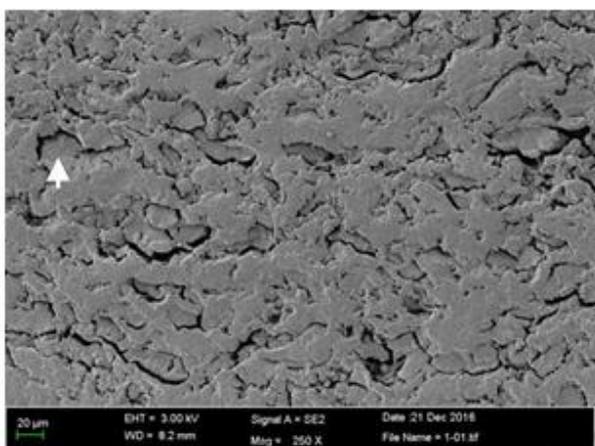
Напыленные покрытия 3YSZ и 5YSZ были исследованы на термоциклирование. 5YSZ покрытие начинает разрушаться после 37 циклов термоудара, в то время как небольшая часть поверхности 3YSZ покрытия отслаивается после 37 циклов, следовательно, 3YSZ покрытие имеет более высокую стойкость к термоудару. Содержание наноструктурированных зон в 3YSZ и 5YSZ покрытиях превышало 50 %. В 3YSZ покрытиях не появилось m -фазы после 30 циклов при 1000 °С. Следовательно, разрушение покрытий не связано с мартенситным превращением, но вызвано высоким содержанием наноструктурированных зон [10].



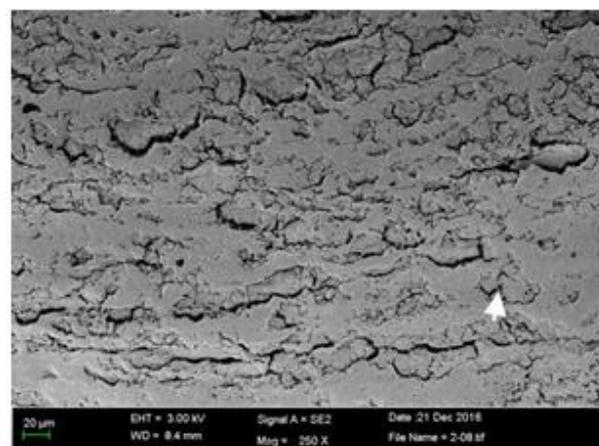
а



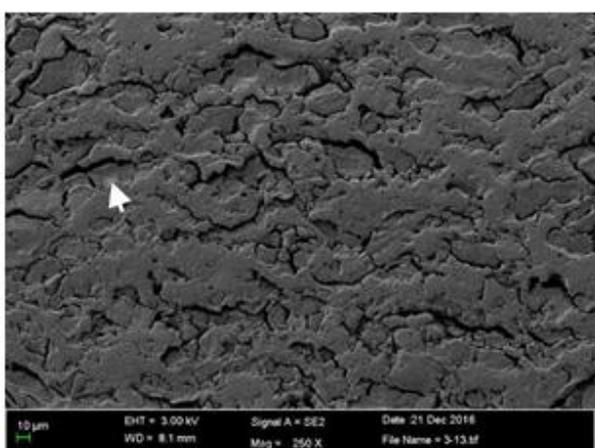
б



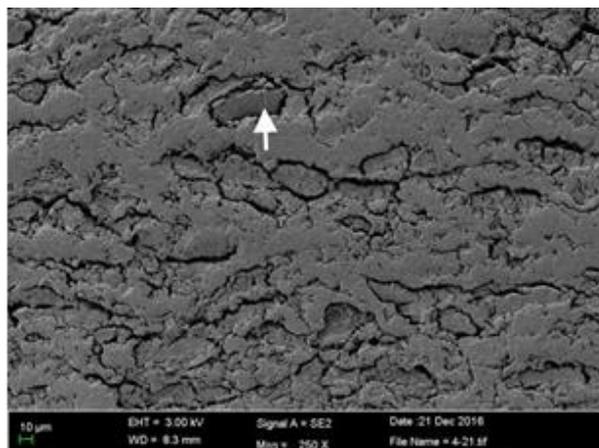
в



г



д



е

Рисунок 1.4 – Структура покрытий:

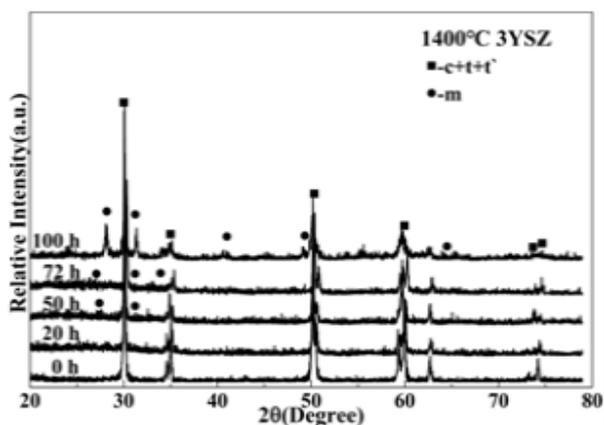
а – 3YSZ; б – 5YSZ; в – 3YSZ после 50 ч нагрева; г – 5YSZ после 50 ч нагрева; д – 3YSZ после 100 ч нагрева; е – 5YSZ после 100 ч нагрева [10]

На рисунке 1.5 представлены рентгенограммы покрытий 3YSZ и 5YSZ до и после спекания. В состав 3YSZ и 5YSZ покрытий входят t-фаза, t'-фаза, с-фаза и m-фаза. В 5YSZ покрытиях образуется меньшее количество m-фазы, т.к. содержание оксида иттрия в данных покрытиях больше. Образование m-фазы на стадии раннего спекания происходит из t-фазы. Разложение t'-фазы сопровождается образованием равновесных t-фазы и с-фазы. Равновесная t-фаза трансформируется в m-фазу в процессе нагревания. Это означает, что фазовое превращение при 1400 °С неизбежно. Расширение объема при образовании m-фазы может увеличить уровень остаточных напряжений и вызвать растрескивание. Однако через 50 ч нагревания в поперечных сечениях не обнаруживается явного растрескивания. Можно сделать вывод о том, что пустоты вокруг наноструктурированной зоны релаксируют накопленное напряжение [10].

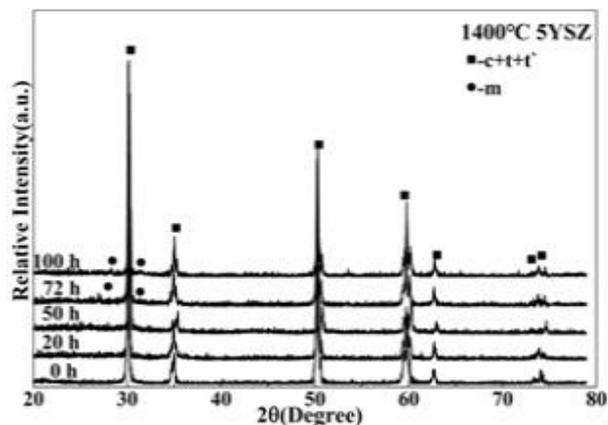
Анализ литературных данных показал, что YSZ, содержащий 3 % Y_2O_3 и менее, в основном используется как легирующая добавка.

Также были исследованы APS-покрытия диоксида циркония, стабилизированные 4 мол. % оксида иттрия (4YSZ). Такие покрытия обладают низкой теплопроводностью (0,86-1,2 Вт/мК) и высоким коэффициентом теплового расширения ($10,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [16].

Микроструктура покрытий, полученных с помощью плазменного напыления, является однородной, хотя и содержит поры и микротрещины. На рисунке 1.6 показана микроструктура покрытий 4YSZ после напыления и после спекания при температуре 1200 °С. На рисунке 1.6 (а) видно, что покрытие имеет lamellarную структуру, в которой пластинка состоит из параллельных столбчатых зерен. Также РЭМ показал, что напыленные покрытия 4YSZ являются наноструктурированными, содержащим нанопоры и микротрещины [16]. Наличие нанопор снижает теплопроводность покрытия, что является положительным фактором для термозащитных покрытий [30]. Пористость покрытий составляет примерно 17 %. Можно отметить, что после термического воздействия происходит рост зерен (рисунок 1.6, б).



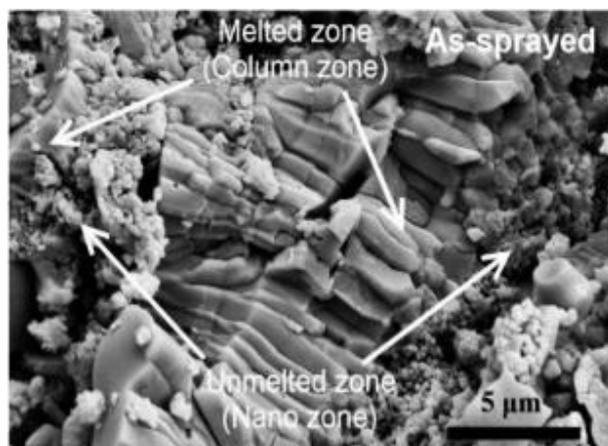
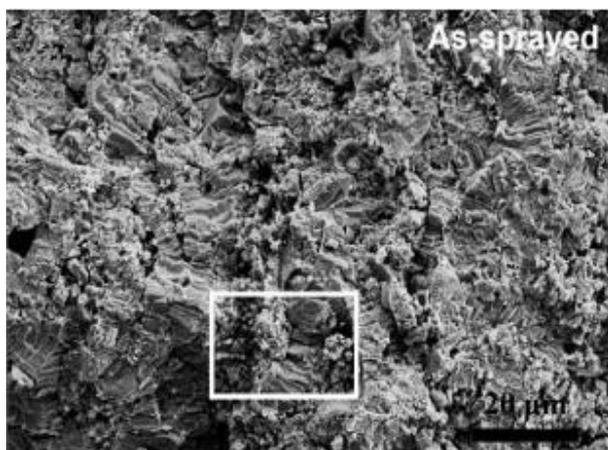
а



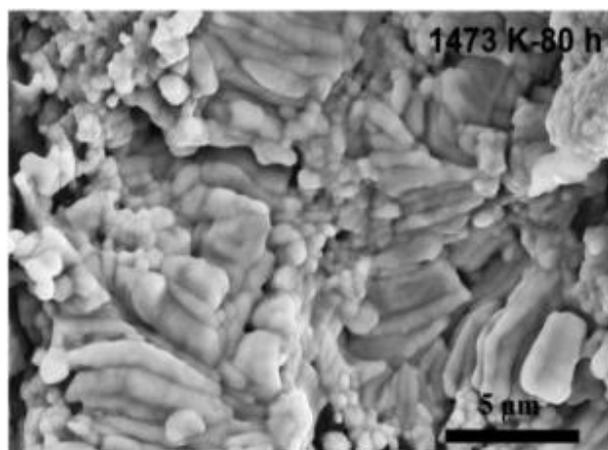
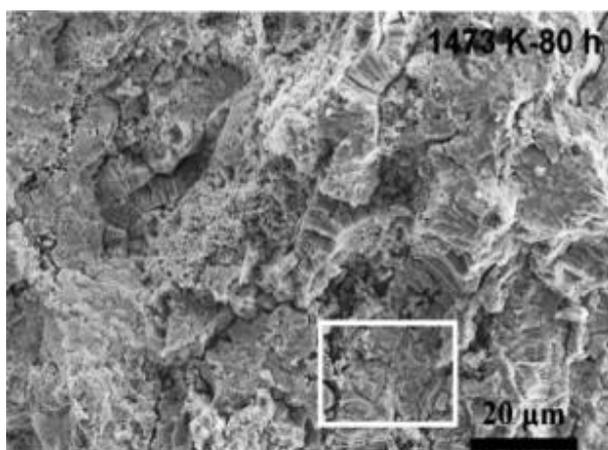
б

Рисунок 1.5 – Рентгенограммы покрытий:

а – 3YSZ; б – 5YSZ [10]



а



б

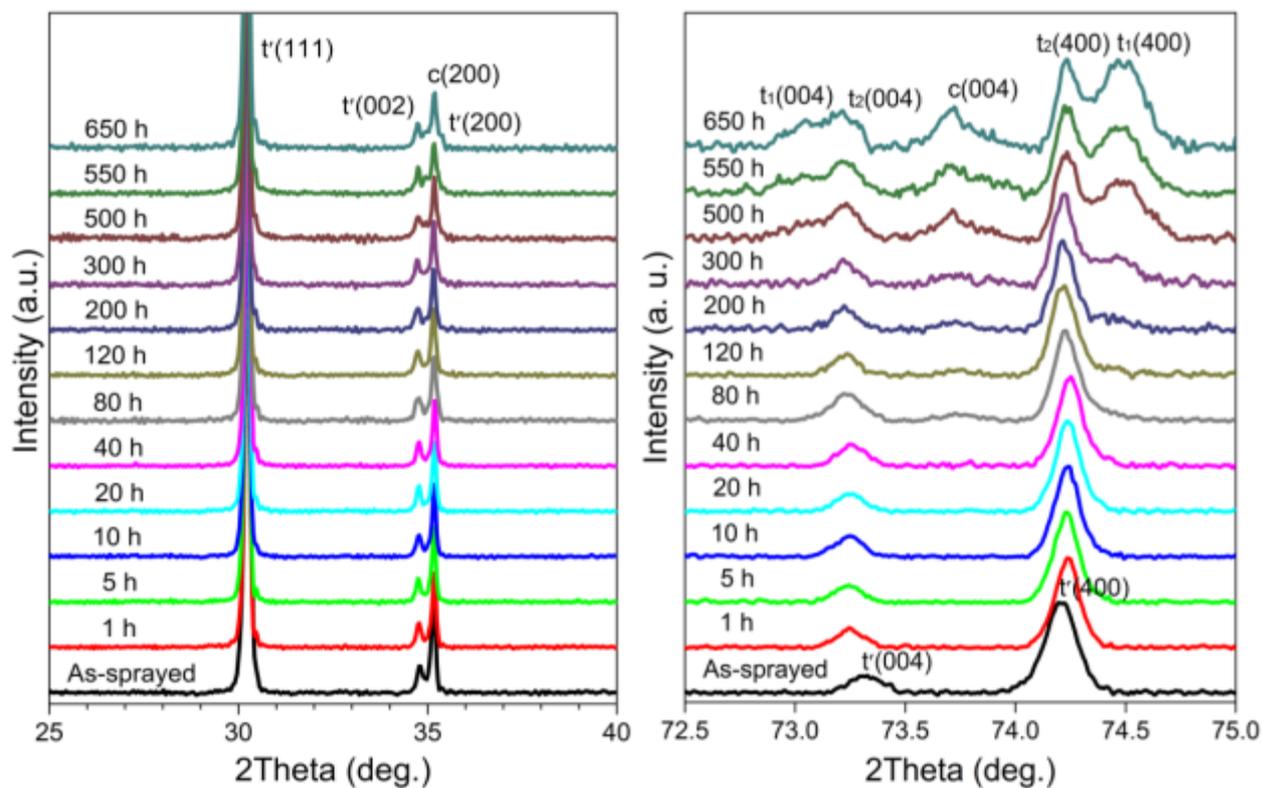
Рисунок 1.6 – Структура 4YSZ покрытий:

а – после напыления; б – после 80 ч спекания [16]

На рисунке 1.7 представлена рентгенограмма покрытия 4YSZ. При высоких температурах t' -фаза будет подвергаться быстрому разделению на t -фазу и c -фазу, а t -фаза будет превращаться в m -фазу при охлаждении. С увеличением теплового воздействия от 80 до 650 ч происходит разделение t' -фазы на обедненную Y_2O_3 фазу t_1 , на богатую Y_2O_3 фазу t_2 и на c -фазу. Результаты экспериментов показали, что количество t_2 -фазы уменьшается в процессе спекания, а количество фазы t_1 и c , наоборот, возрастает. Результаты показали, что фазовое разбиение t' -фазы на фазы t_1 , t_2 и c во время высокотемпературного спекания сопровождалось изменением градиента концентрации стабилизатора, что приводило к неравномерности химического состава покрытия 4YSZ [16].

Удельная теплоемкость покрытий увеличивается с увеличением температуры из-за объемного расширения. Однако, температуропроводность уменьшается с увеличением температуры. Теплопроводность для 4YSZ покрытий составляет 0,86-1,2 Вт/мК. Самая низкая теплопроводность наблюдается при температуре 700 °С. Исследования показали, что теплопроводность увеличивается при высокотемпературном спекании и изменения формы и площади поверхности частицы влияет на теплопроводность покрытия. Кроме того, превращение из t' -фазы в m -фазу также должна приводить к увеличению теплопроводности, поскольку m - ZrO_2 имеет более высокую теплопроводность, чем фаза t' - ZrO_2 . Однако в структуре данных покрытий не возникло m -фазы [16].

В другом исследовании 4YSZ покрытия получили с помощью суспензионного плазменного напыления. Полученные покрытия имели столбчатую структуру. Данные покрытия были подвергнуты спеканию при температуре 1200 °С. В результате спекания уменьшалось количество мелких пор, в то время как количество крупных пор увеличилось. Также в результате спекания увеличивается толщина слоя термически выращенного оксида, что может привести к отслоению покрытия. Фазовый состав данных покрытий состоит из t -фазы и m -фазы (рисунок 1.8) [19].



а

б

Рисунок 1.7 – Рентгенограмма покрытия 4YSZ:

а – в угловом диапазоне 25-40°; б – в угловом диапазоне 72,5-75° [16]

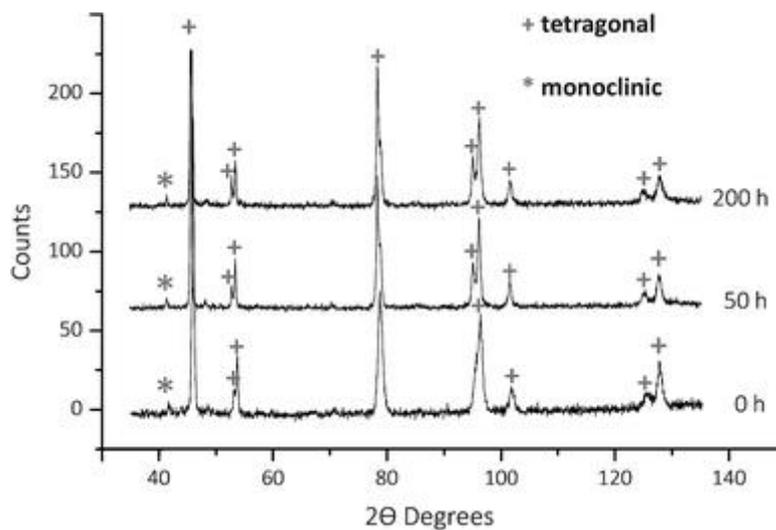


Рисунок 1.8 – Рентгенограмма 4YSZ покрытия [19]

Авторы работы [20] получили 4YSZ покрытия с помощью APS-метода. Теплопроводность, полученных покрытий, составляла 2,29-1,96 Вт/мК. Данные покрытия содержали 99,15 % t'-фазы и 0,85 % m-фазы. Однако при спекании при температуре 1300 °С в течение 100 ч количество m-фазы увеличилось до 14 %.

Кроме концентрации стабилизирующего оксида на свойства и структуру ТЗП большое влияние оказывают режимы напыления. Во время напыления покрытий APS-методом температура и скорость частиц увеличивается с увеличением силы тока и скорости потока используемого технического газа. Также количество пор керамического слоя может варьироваться в зависимости от режимов напыления [28, 29].

Для исследования влияния режимов напыления на свойства и структуру покрытий были исследованы покрытия, стабилизированные 7 мол. % оксида иттрия. Исходным сырьем был нано-порошок 7YSZ. Нанесение покрытий проводилось в двух режимах (таблица 1.1) [13].

Таблица 1.1 – Режимы напыления [13]

Параметры напыления	N1	N2
Скорость, м/с	326	224
Температура, °С	3274	3144

Покрытие N1 состоит из плотных участков, пор и трещин, а также из расплавленных и частично расплавленных наночастиц. Можно заметить, что покрытие N2 намного плотнее, чем покрытие N1. Средняя пористость у N2 составляет 4,8 %, у N2 – 12,4 %. Это связано с тем, что на втором режиме частицы плавятся лучше, чем на первом режиме. Степень плавления частиц в плазменной струе можно контролировать, изменяя температуру или скорость частиц. Другими словами, для обеспечения полного расплавления частиц в плазменной струе требуется температура, превышающая температуру плавления самих частиц, тогда как низкая скорость частиц обеспечивает достаточное время пребывания в высокотемпературной плазменной струе до

осаждения. Температура для обоих режимов была выше, чем температура плавления ZrO_2 , которая составляет $2700\text{ }^\circ\text{C}$. Это означает, что большой вклад в расплавление частиц вносит скорость частиц в плазменной струе [13]. Структура покрытий представлена на рисунке 1.9.

По результатам анализа дифракции отраженных электронов (рисунок 1.10) видно, что в покрытиях есть три типа зерен: столбчатые (помеченные как № 1), мелкие равноосные (помеченные как № 2) и крупные зерна (отмечены стрелками). Покрытие N1 имеет 20,6 % столбчатых зерен, N2 – 52,5 %. Частицы полностью расплавленного порошка образуют столбчатые зерна после затвердевания, тогда как нерасплавленные частицы остаются в виде небольших равноосных зерен. Частицы расплавленного порошка, с другой стороны, могут образовывать равноосные зерна, а также несколько крупных зерен. Это означает, что за исключением нескольких нерасплавленных частиц, большинство равноосных зерен и несколько крупных зерен образуются в результате спекания в высокотемпературном плазменном пламени. Можно сделать вывод, что более высокая концентрация столбчатых зерен в покрытии N2 является результатом того, что частицы в полете в большей степени расплавляются в процессе напыления [13].

Данные покрытия были подвержены термоциклическим испытаниям. После 40 циклов происходит отслаивание на поверхности покрытия N1, в то время как покрытие N2 не разрушилось. Это означает, что покрытие N2 имеет более высокую термическую стойкость, которая объясняется наличием большего количества столбчатых зерен. Кроме того, поскольку столбчатые зерна в APS-покрытиях, как правило, перпендикулярны поверхности подложки, вертикальные зазоры между столбчатыми зернами могут улучшить устойчивость к деформации покрытий и предотвратить распространение вертикальных трещин [13].

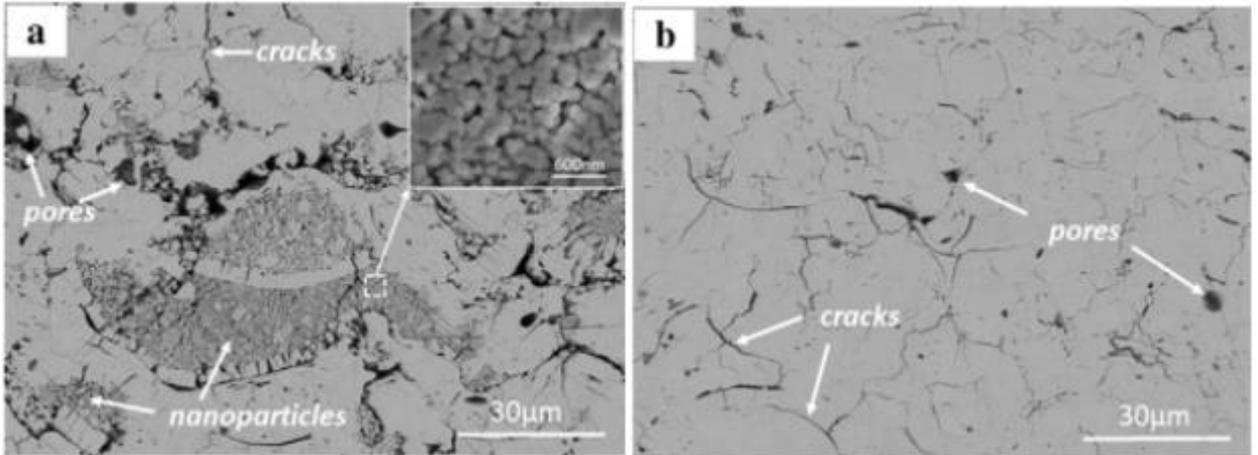


Рисунок 1.9 – Структура покрытий, которые были получены по режиму:
а – N1; б – N2 [13]

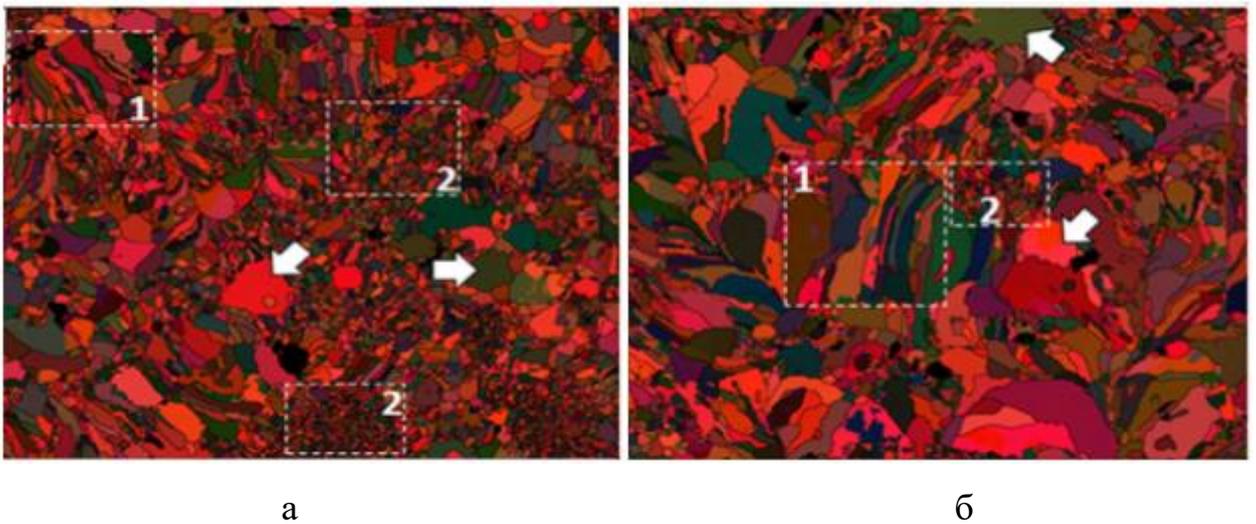


Рисунок 1.10 – Дифракция отраженных электронов:
а – покрытия N1; б – покрытия N2 [13]

Удельную теплоемкость и температуропроводность покрытий N1 и N2 измеряли в диапазоне температур от 200 до 1100 °С. Теплопроводность обоих покрытий снижалась с ростом температуры. В исследованном интервале температур теплопроводность покрытия N1 была ниже, чем у покрытия N2. Причиной этого может быть то, что теплопроводность пор в покрытиях пренебрежимо мала, и поэтому увеличение пористости приводит к уменьшению теплопроводности. Более высокая степень плавления приводит к формированию столбчатой структуры, которая не только улучшает сопротивление тепловому удару, но также увеличивает теплопроводность [13].

Авторы работы [31] проводили испытания на термоциклирование 7YSZ покрытий, полученных плазменным напылением, при температуре 1250 °С. По мере проведения испытания в покрытиях происходит зарождение и рост микротрещин. Данные покрытия начали разрушаться только после 100 циклов термического удара. Это свидетельствует о том, что микротрещины во время спекания способны залечиваться за короткое время при высокой температуре.

В работе [32] 7YSZ покрытия, полученные плазменным напылением, имели пористость 10-20 %, что объясняло низкую теплопроводность покрытий 0,7-1 Вт/мК. При напылении в структуре покрытий образовывались микротрещины и поры. Структура напыленных покрытий состояла из плотных участков, т.к. напыление проводилось при температуре 2700 °С.

Также были исследованы покрытия APS-1, APS-2 и APS-3, содержащие 8 мол. % оксида иттрия. Покрытие APS-3 содержит максимальное количество m-фазы, что составляет 1,90 %, в то время как в APS-1 и APS-2 содержится 1,51 и 1,47 % [33].

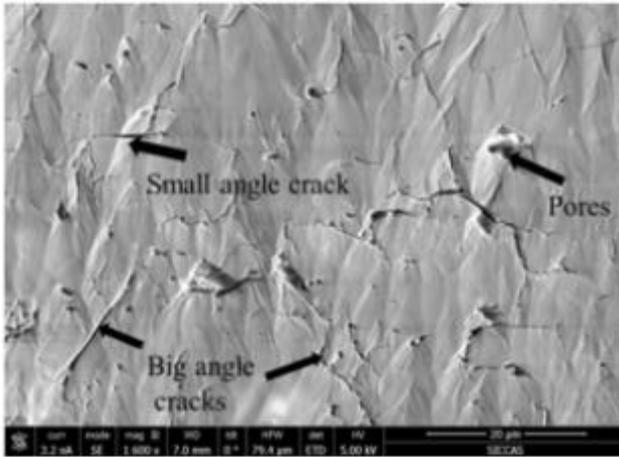
Данные о режимах напыления представлены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Режимы напыления [33]

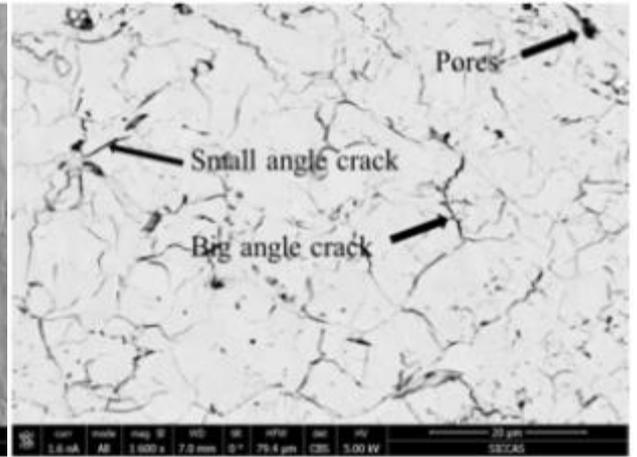
Параметр	APS-1	APS-2	APS-3
Сила тока, А	550	600	650
Скорость, м/с	200	213	214
Температура, °С	2850	3000	2900
Расстояние, мм	120	120	120

Структура покрытий представлена на рисунке 1.11. Наличие пор и трещин в покрытиях зависят от параметров режимов напыления покрытий. Покрытие APS-3 содержит наибольшее количество трещин, что может быть связано с мартенситным превращением, которое сопровождается увеличением объема и образованием трещин. В структуре всех покрытий отсутствуют нерасплавленные частицы, т.к. температура плазменной струи во всех режимах выше 2700 °С [33].

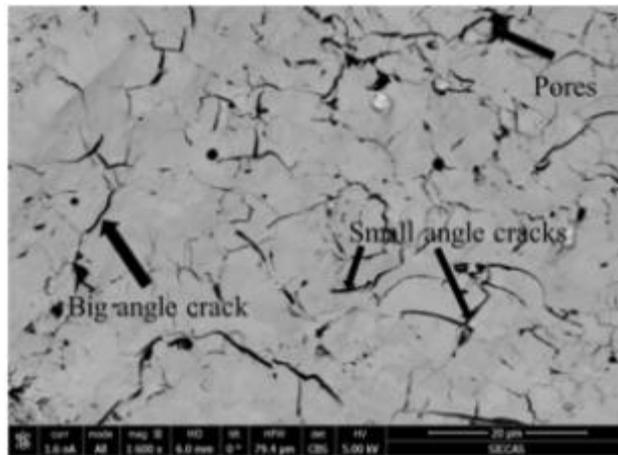
Авторы работы [21] получили 8YSZ наноструктурированные покрытия методом плазменного напыления, которые в своем фазовом составе содержат только t' -фазу. Авторы работы [22] получили аналогичные результаты.



а



б



в

Рисунок 1.11 – Структура покрытий:
а – APS-1; б – APS-2; в – APS-3 [32]

1.6 Выводы

Анализ литературных данных позволяет сделать следующие выводы:

1. В настоящее время наиболее широкое применение для защиты лопаток турбин получили покрытия из диоксида циркония, стабилизированные иттрием. Такие покрытия характеризуются низким коэффициентом удельной теплопроводности и низким коэффициентом линейного расширения.

2. Тетрагональная фаза диоксида циркония ($t\text{-ZrO}_2$) обладает рядом преимуществ по сравнению с другими фазами диоксида циркония. Для сохранения тетрагональной фазы ее необходимо стабилизировать оксидом иттрия.

3. Эффективным способом нанесения ТЗП является APS-метод, который характеризуется высокой производительностью и низкой стоимостью оборудования.

4. Наличие наноструктурированных агломератов в структуре термозащитных покрытий благоприятно влияет на их свойства, они обладают хорошей теплоизоляцией и долговечностью.

5. Было установлено, что процесс спекания покрытий YSZ замедляется при более низком содержании оксида иттрия. Также покрытия с более низким содержанием оксида иттрия показали более высокую устойчивость к росту зерна.

6. Согласно анализу литературы для получения керамических покрытий YSZ с требуемыми тепловыми и механическими свойствами необходимо установить зависимость между режимами напыления и структурой покрытий.

7. Столбчатая структура в ТЗП позволяет хорошо сопротивляться деформациям и предотвратить продвижение вертикальных трещин. Поэтому получение столбчатой структуры APS-покрытий из диоксида циркония является эффективным методом повышения стойкости к тепловому удару.

1.7 Цели и задачи

Цель данной работы заключается в исследовании влияния режимов плазменного напыления на структуру и свойства покрытий из 7YSZ.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Провести структурные и фазовые исследования плазменных покрытий.
2. Определить пористость полученных покрытий.
3. Оценить механические свойства керамических покрытий.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Во второй главе обоснован выбор материалов, методов исследования и типов испытательных установок, использованных при проведении исследований.

2.1 Материалы исследования

Для нанесения покрытий использовался порошок 7YSZ (Yttria Stabilized Zirconia): ZrO_2 , стабилизированный 7 % мол. Y_2O_3 . Исходный порошок представлен сферическими частицами (рисунок 2.1) и был рассеян с помощью сит на две фракции: 20-40 мкм, 40-63 мкм, которые в дальнейшем использовались для напыления.

Порошок 7YSZ напыляли на таблетки из низкоуглеродистой стали 20 диаметром 15 мм и толщиной 7 мм. Химический состав стали 20 представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав стали 20

C, %	Si, %	Mn, %	Ni, %	S, %	P, %	Cr, %	Cu, %	Fe, %
0,17-0,24	0,17-0,37	0,35-0,65	до 0,25	до 0,04	до 0,04	до 0,25	до 0,25	~98

Перед напылением керамического покрытия на поверхность подложки наносили подслоу ПНХ20К20Ю13 (NiCrAlY). Толщина подслоя составляет 50-100 мкм. Химический состав порошка ПНХ20К20Ю13 представлен в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Химический состав порошка ПНХ20К20Ю13

Ni, %	Cr, %	Co, %	Al, %	Fe, %	Y, %
~47	20	20	13	< 0,3	0,01-0,15

2.2 Оборудование и режимы плазменного напыления

При выполнении данной работы использовали технологию плазменного напыления. Сущность плазменного напыления заключается в том, что

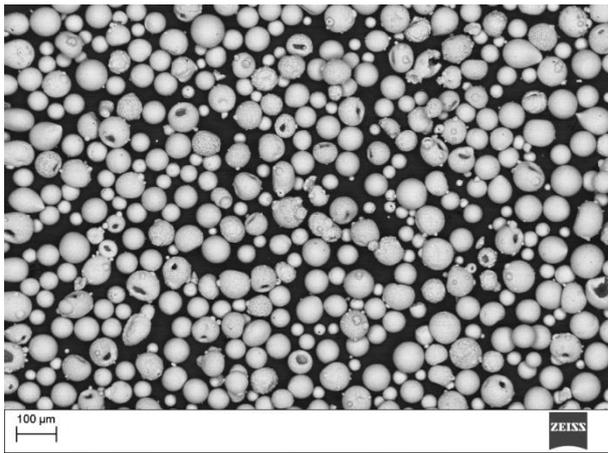
частицы керамического порошка вводятся в плазменную струю, где они нагреваются, плавятся и направляются к поверхности подложки. При взаимодействии расплавленных частиц с подложкой на высокой скорости происходит деформация частиц и распространение их на поверхности.

Напыление покрытий проводили в Институте прикладной и теоретической механики СО РАН на установке плазменного напыления порошковых материалов «Термоплазма 50-01» (рисунок 2.2). Плазматрон – это устройство, в котором электрическая дуга ионизирует используемый газ в плазменное состояние. Для работы «Термоплазма 50-01» в качестве плазмообразующего газа использовался воздух, что значительно удешевляет технологию нанесения покрытий. Другой особенностью данного плазматрона является возможность изменения длины дуги и, как следствие, увеличения напряжения. Таким образом, можно увеличить мощность плазматрона, не меняя силу тока, что также приводит к удешевлению технологии.

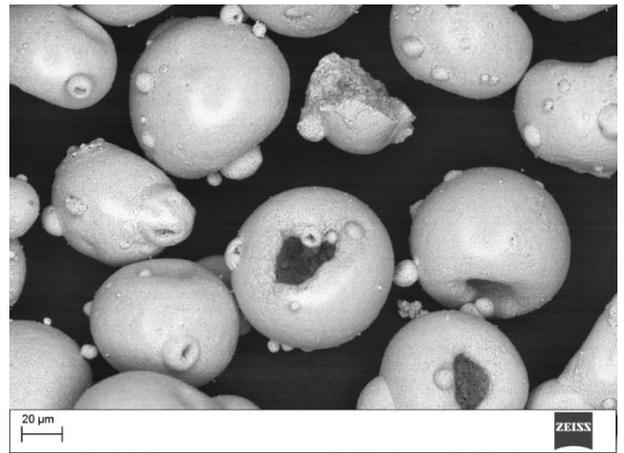
В качестве изменяемого параметра выступали ток дуги и дистанция напыления. Покрытия напыляли на токах 200 и 230 А на расстоянии 120, 150 и 200 мм. Напыление покрытий осуществляли на следующих сборках плазматрона: «металл», «керамика» и «сверхзвук». Режимы напыления покрытий представлены в таблицах 2.3 и 2.4.

Таблица 2.3 – Режимы плазменного напыления для сборок «металл» и «керамика»

Сборка, расход порошка (г/с), ток дуги (А)	Размер частиц напыляемого порошка, мкм			
	20-40		40-63	
	Дистанция напыления, мм			
	150	200	150	200
Номер режима				
«Керамика», 1.5, 200	1	2	3	4
«Керамика», 1.25, 200	5	6	7	8
«Металл», 2.5, 200	9	-	-	-
«Металл», 2.0, 200	10	-	-	-
«Металл», 2.3, 200	11	-	-	-

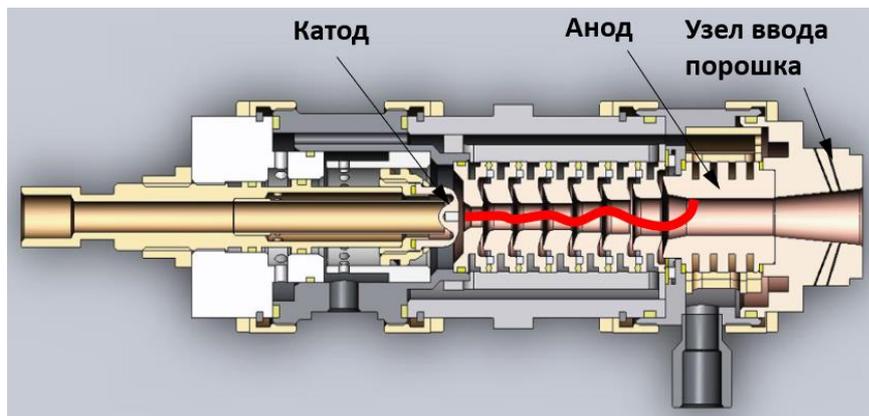


а

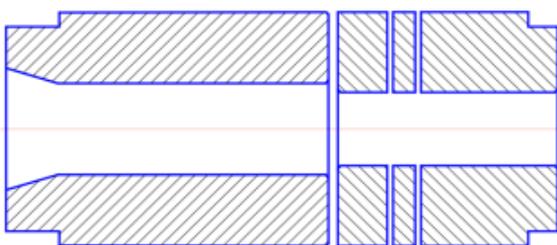


б

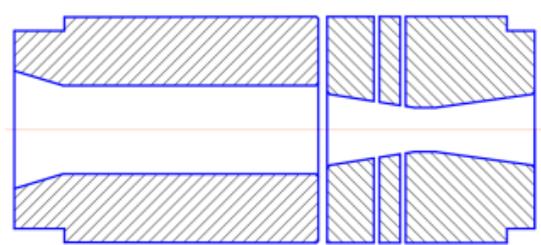
Рисунок 2.1 – Изображение частиц порошка 7YSZ



а



б



в

Рисунок 2.2 – Схема строения:

а – плазматрона «Термоплазма 50-01»; б – сопла, используемого на сборках «металл» и «керамика»; в – сопла, используемого на сборке «сверхзвук»

Таблица 2.4 – Режимы плазменного напыления для сборки «сверхзвук»

Номер режима	Расход порошка (г/с), ток дуги (А)	Дистанция напыления, мм	Размер частиц напыляемого порошка, мкм
12	1.5, 230	120	20-40
13	1.2, 230		
14	1.5, 200		
15	1.0, 200		

2.3 Структурные исследования

В качестве основного метода структурных исследований была использована растровая электронная микроскопия (РЭМ). РЭМ позволяет производить исследования микроструктуры в более широком диапазоне увеличений, чем оптическая микроскопия. Кроме того, РЭМ позволяет увидеть структуру керамических материалов.

Исследования структуры керамического покрытия проводились на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO50 XVP на поперечных микрошлифах, подготовленных по стандартной методике.

При помощи металлорежущего станка Exotom-150 (Struers) были отрезаны небольшие части каждого образца, которые были запрессованы в полимерную смолу в прессе Buehler SimpliMet 1000 S. Целью запрессовки является обеспечение простоты работы с мелкими образцами. Затем микрошлифы шлифовали с использованием абразивных дисков на установке Buehler AutoMet 300. Гладкость поверхности достигается шлифованием в несколько этапов с уменьшением абразивных частиц. Каждому диску соответствует определенная суспензия. Шлифование начиналось с использования абразивного диска зернистостью Р600 и проводилось на воде. Далее проводилось шлифование с использованием суспензий зернистостью 9, 6 и 3 мкм. Конечным этапом было полирование с использованием порошка Al_2O_3 на полировальном станке LaboPol-5 (Struers).

2.4 Рентгеноструктурные исследования

Рентгеноструктурные исследования исходного порошка и покрытий проводили на рентгеновском дифрактометре Thermo Scientific ARL X'TRA. Дифракционные картины образца регистрировали с помощью θ - 2θ геометрии дифрактометра с использованием медной рентгеновской трубки в качестве источника рентгеновского излучения. Пучок падающих лучей имел прямоугольное поперечное сечение, размеры которого контролировали с помощью ряда щелочей. Также ряд щелей был помещен перед детектором для создания параллельно идущего потока дифрагированного излучения. Размер облучаемой области составил 10x10 мм, что не превышало геометрических размеров самого образца. Длина волны используемого излучения была равна 1,540562 Å. Процесс съемки проходил в интервале углов от 20° до 90° с шагом $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$. Скорость сканирования – 0,75 град/мин., время накопления – 4 с.

В качестве образцов для проведения рентгеноструктурных исследований использовали таблетки диаметром 15 мм. Поверхность со стороны покрытия готовили путем механического полирования на абразивной бумаге с зернистостью P1500. Механическим полированием было снято 200 мкм материала.

Расшифровка рентгенограмм была проведена с помощью базы данных «PDF-4».

2.5 Измерение пористости

Пористость покрытий была измерена микроскопическим методом. Объектами исследований были микрошлифы, подготовленные по стандартной методике, описанной в разделе 2.3. Описание программы и методики измерения пористости представлено в Приложении А.

2.6 Измерение микротвердости

Измерение микротвердости структурных составляющих покрытий проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 9450-76. Для проведения исследований был использован микротвердомер Wolpert Group 402MVD.

Метод измерения микротвердости заключался во внедрении алмазной четырехгранной пирамиды с квадратным основанием в испытуемый образец под действием внешней нагрузки 0,5 Н. Испытаниям подвергали микрошлифы, подготовленные по стандартной методике. Значения микротвердости вычислялись автоматически по формуле:

$$HV = 1,8544 \cdot 10^6 \cdot \frac{P}{d_{cp}^2}, \quad (2.1)$$

где P – нагрузка, Н;

d_{cp} – среднее значение диагоналей одного отпечатка, мкм.

Для наиболее точного измерения значений микротвердости производили по 5-7 уколов.

3 СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ И СВОЙСТВА ТЕРМОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

В третьей главе приведены структурные и фазовые исследования покрытий из порошка диоксида циркония, а также некоторые их свойства.

3.1 Моделирование оптимального режима плазменного напыления

Известно, что при нанесении покрытий путем плазменного напыления в них могут возникнуть растягивающие остаточные напряжения, которые оказывают негативное влияние на адгезионную прочность. Для того, чтобы подобрать оптимальные режимы напыления нами предварительно было проведено математическое моделирование.

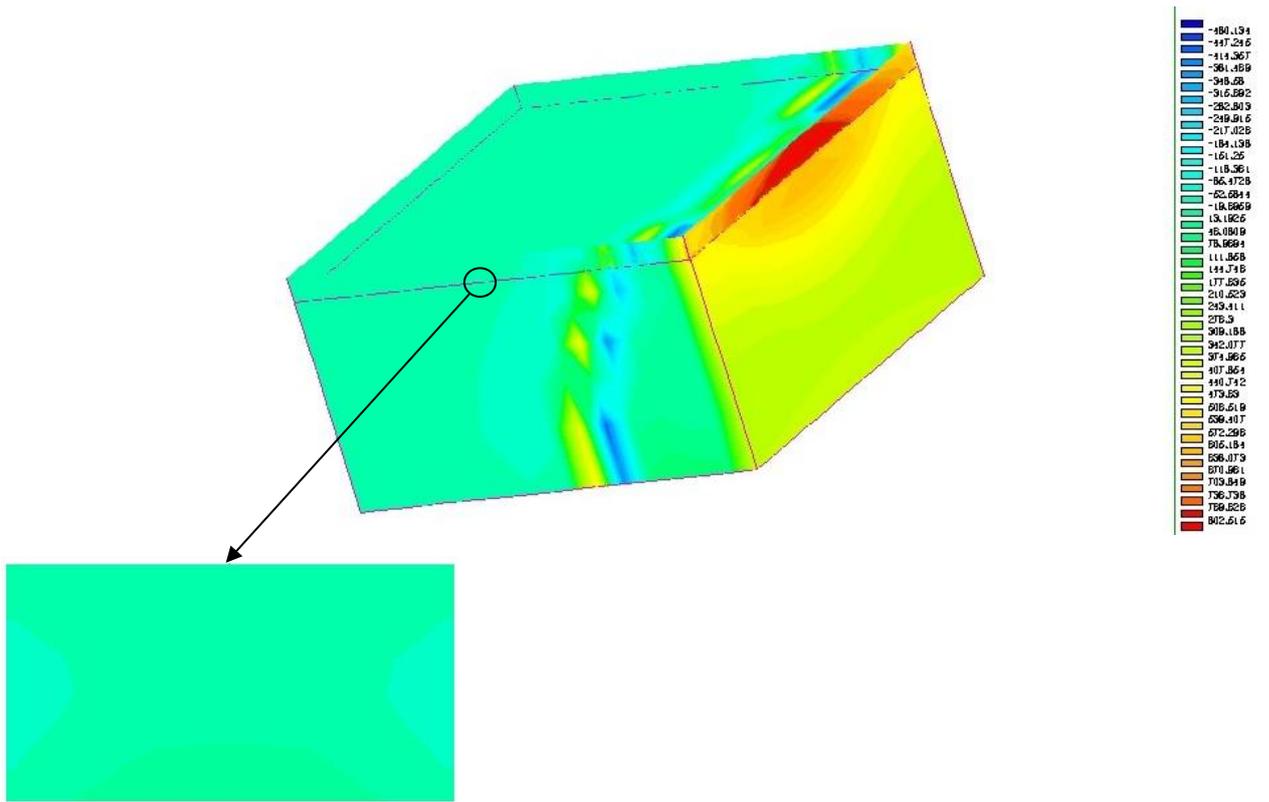
Моделирование проводилось в программе *ESI SYSWELD*. Целью моделирования было определить величину остаточных напряжений и, в соответствии с полученными данными, выбрать оптимальные режимы напыления. В процессе моделирования плазменного напыления мы изменяли мощность плазматрона от 20 до 50 кВт. Толщину покрытия брали 200 мкм (рекомендуемая толщина защитных покрытий на лопатках газовых турбин). Скорость перемещения плазматрона была равна 0,5 мм/с.

Результаты моделирования представлены на рисунке 3.1. Видно, что максимальное значение остаточных напряжений при мощности 20 кВт составляет 836 МПа (рисунок 3.1, а), при мощности 40 кВт – 242 МПа (рисунок 3.1, б), а при мощности 50 кВт – 190 МПа (рисунок 3.1, в). Таким образом, мощность 40-50 кВт – можно считать наиболее оптимальной для нанесения покрытий.

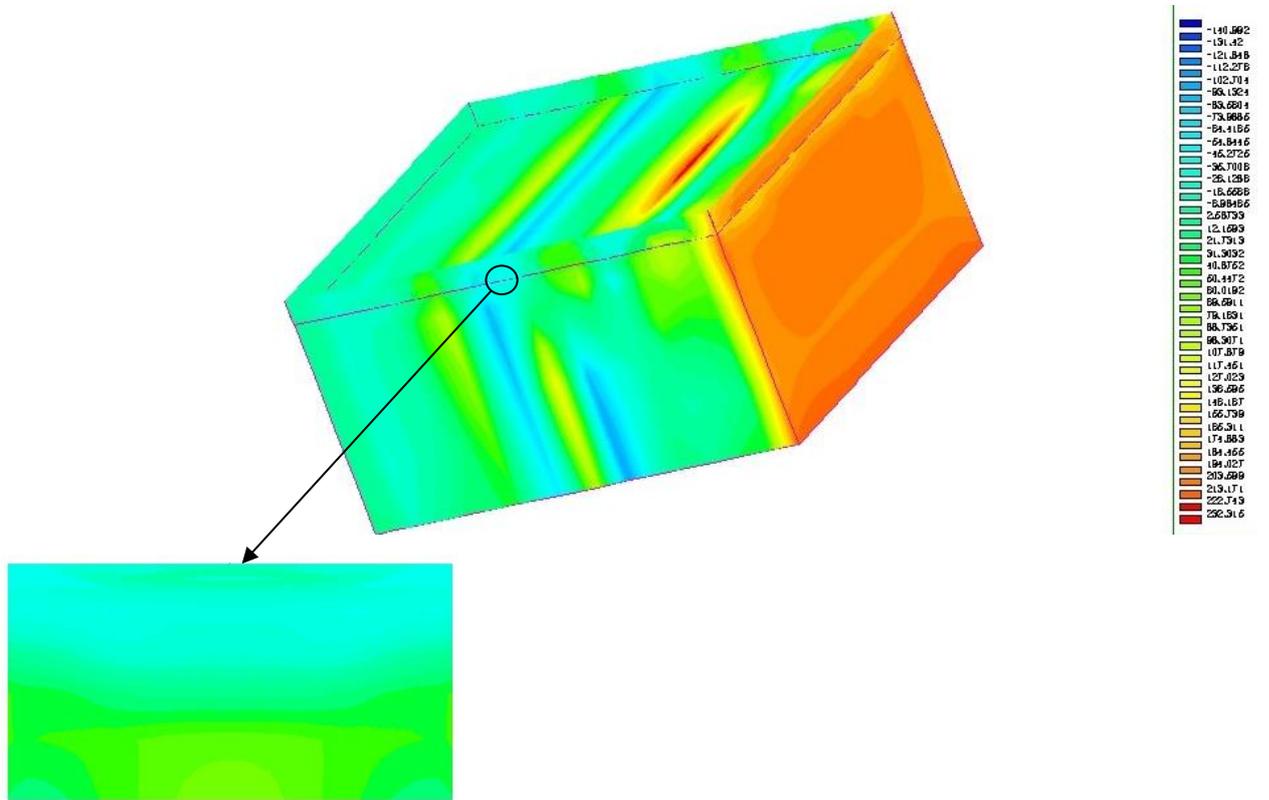
Сила тока рассчитывается по формуле:

$$I = \frac{P}{U}, \quad (3.1)$$

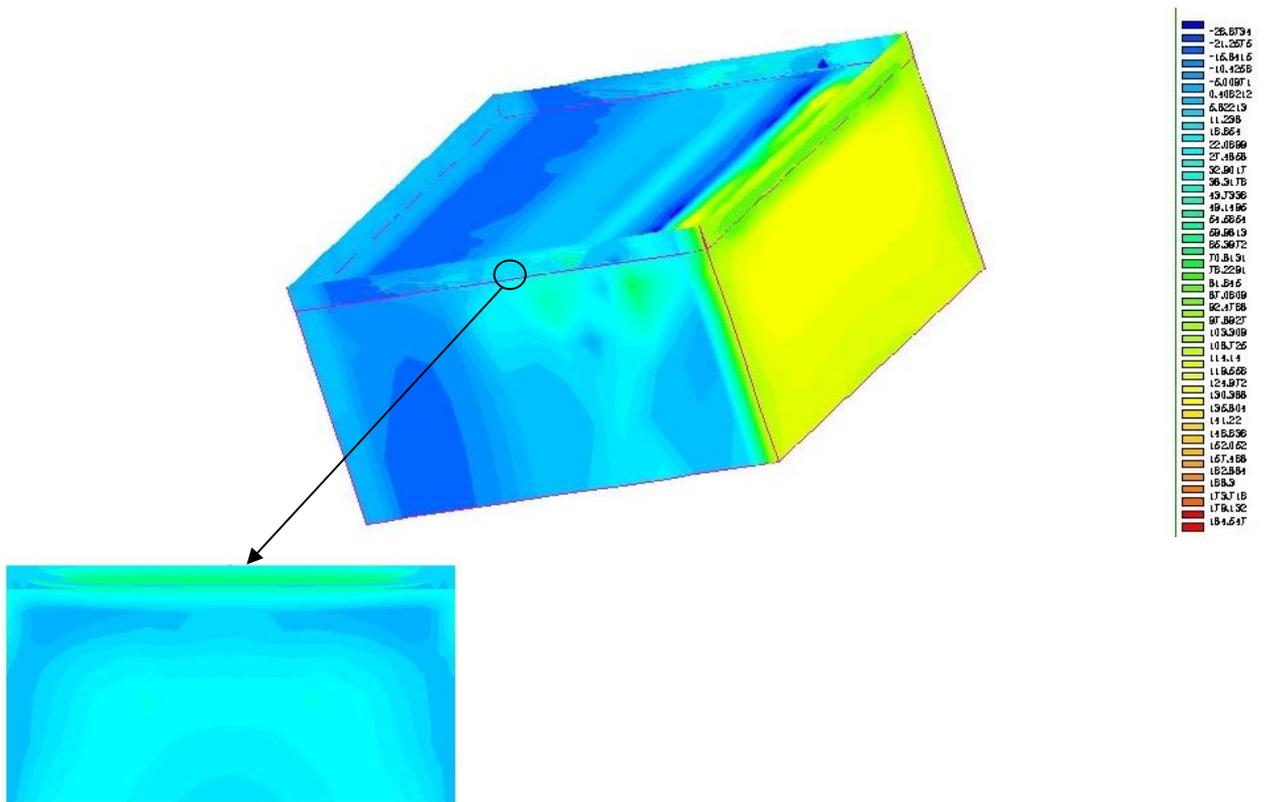
где P – мощность плазматрона, Вт;



a



6



в

Рисунок 3.1 – Поля распределения остаточных напряжений после напыления при разной мощности плазматрона:
а – 20 кВт; б – 40 кВт; в – 50 кВт

U – сетевое напряжение, которое равно 220 В.

Таким образом,

$$I = \frac{40000}{220} \approx 180 \text{ А}$$

$$I = \frac{50000}{220} \approx 230 \text{ А}$$

Следовательно, оптимальное значение силы тока при выбранных условиях составляет 180-230 А.

3.2 Структурные исследования

В данном разделе нами исследовалось 3 серии образцов, полученных на разных сборках плазмотрона. В качестве изменяемого критерия выступали: скорость подачи керамического порошка (1-2,5 г/с), сила тока (200-230 А), размер частиц напыляемого порошка (20-63 мкм), дистанция напыления (150-200 мм).

Изображения покрытий, полученные при помощи растровой электронной микроскопии, приведены на рисунках 3.2-3.4. Покрытия, полученные на сборке «керамика», представлены на рисунке 3.2, на сборке «металл» – на рисунке 3.3, на сборке «сверхзвук» – на рисунке 3.4.

На рисунках 3.2, а, в, д, ж, и, л, н, п и на рисунке 3.3, а, в, д представлены композиции «керамическое покрытие 7YSZ – подслоя из ПНХ20К20Ю13 (NiCrAlY) – подложка».

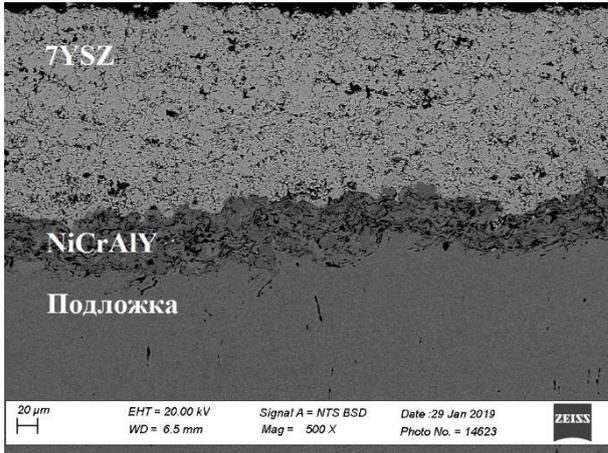
Толщина покрытий, полученных на сборке «керамика», примерно составляет 200-250 мкм, толщина подслоя – около 50 мкм. Видно, что все слои плотно прилегают друг к другу и к поверхности подложки, что свидетельствует о высокой адгезии. Стоит отметить, что в покрытиях присутствуют поры, оксидные пленки и микротрещины. Преимущественная форма пор – свободная. Размеры пор в покрытиях могут достигать 20 мкм.

Расположены они по границам между частицами, что хорошо видно, например, на рисунке 3.1, б или г. Пористость в покрытиях открытая. Частицы порошка подслоя расплавились полностью.

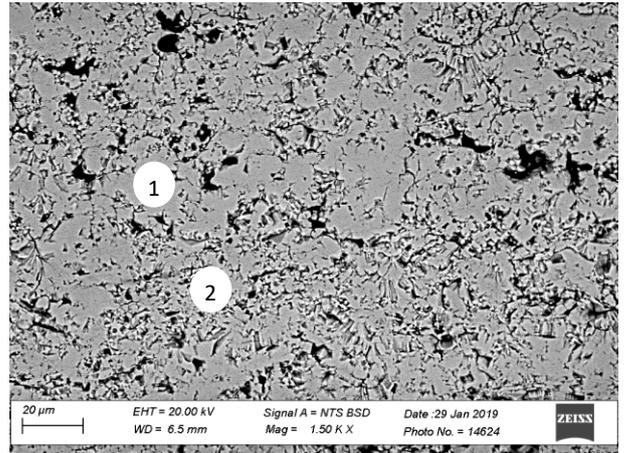
Толщина покрытий, полученных на сборке «металл», составляет примерно 150-200 мкм, толщина подслоя – около 50 мкм. На рисунках 3.3, в, д на границе раздела «керамическое покрытие – подслоя» видны горизонтальные трещины, что может свидетельствовать о возникновении высоких остаточных растягивающих напряжений, вызванных разницей термического расширения. В покрытиях так же присутствуют поры, оксидные пленки и микротрещины. Преимущественная форма пор – свободная. Размеры пор в покрытиях могут достигать 10 мкм. Расположены они по границам между частицами. Пористость открытая. Частицы порошка подслоя полностью расплавились.

Толщина покрытий, полученных на сборке «сверхзвук», около 150-200 мкм. На рисунке 3.4, а, в, д, ж можно различить два слоя: керамическое покрытие 7YSZ (верхний слой) и подложка (нижний слой). Также на рисунках 3.4, а, в, д, ж видны горизонтальные трещины, расположенные на границе раздела «керамическое покрытие – подложка». Возникновение этих трещин можно объяснить отсутствием подслоя из порошка ПНХ20К20Ю13, который уменьшает разницу термического расширения между подложкой и керамическим слоем, тем самым, снижая возникающие в покрытии напряжения. В покрытиях присутствуют поры, оксидные пленки и микротрещины. Форма пор – свободная, расположены они по границам между частицами. Длина пор в покрытиях не превышает 10 мкм.

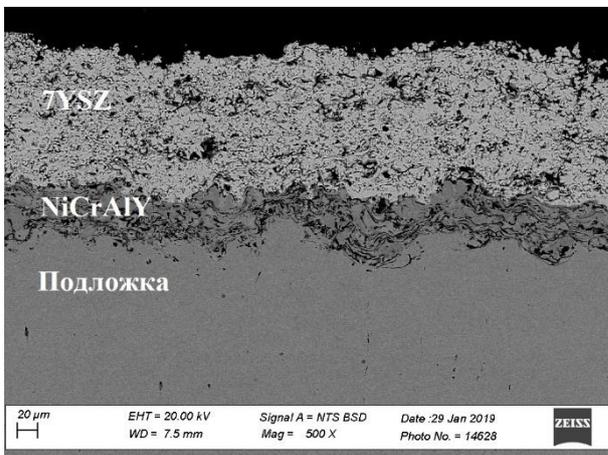
Анализ полученных изображений позволяет сделать следующий вывод: во всех покрытиях присутствуют плотные участки (на рисунках 3.2-3.4 обозначены как 1), которые представляют собой полностью расплавленные частицы порошка, и рыхлые участки (на рисунках 3.2-3.4 обозначены как 2), которые обладают более низкой плотностью, чем плотные участки.



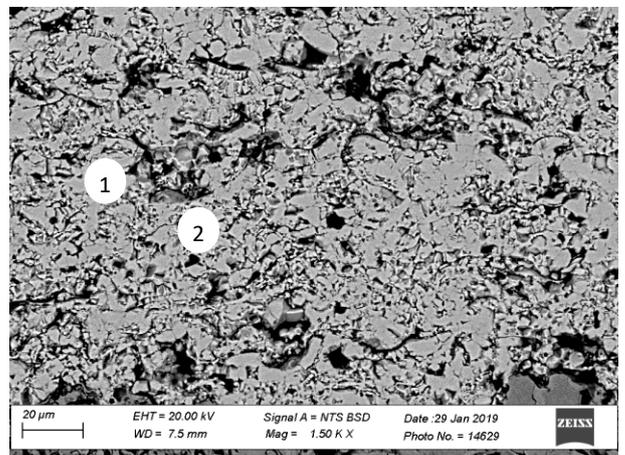
а



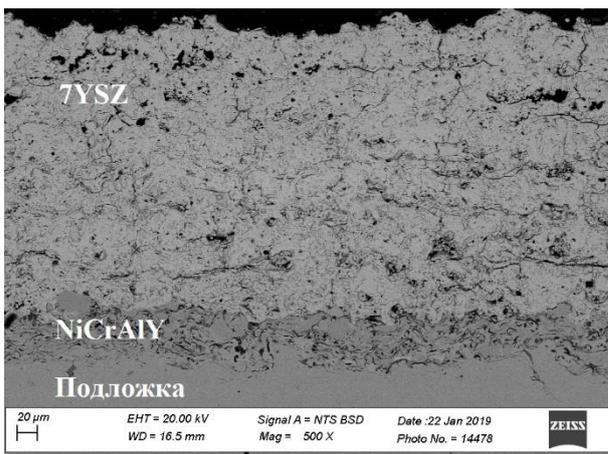
б



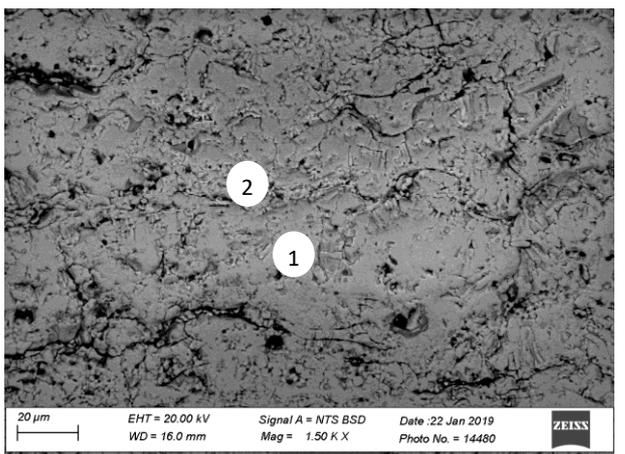
в



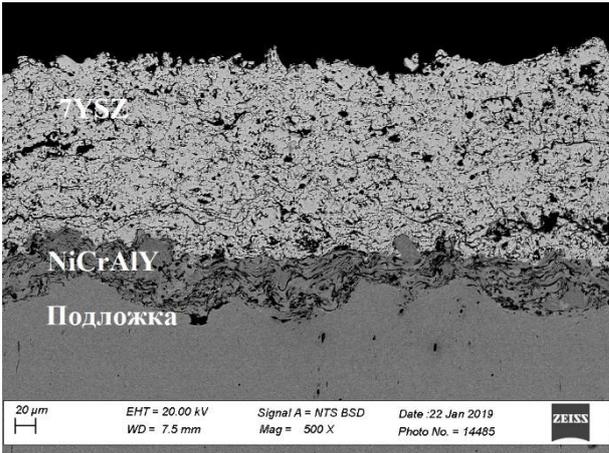
г



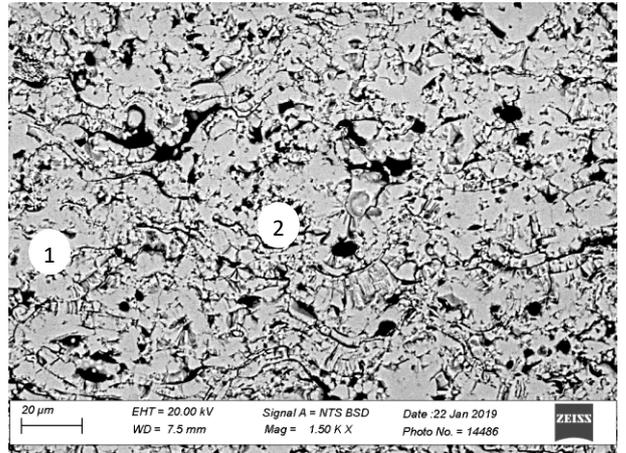
д



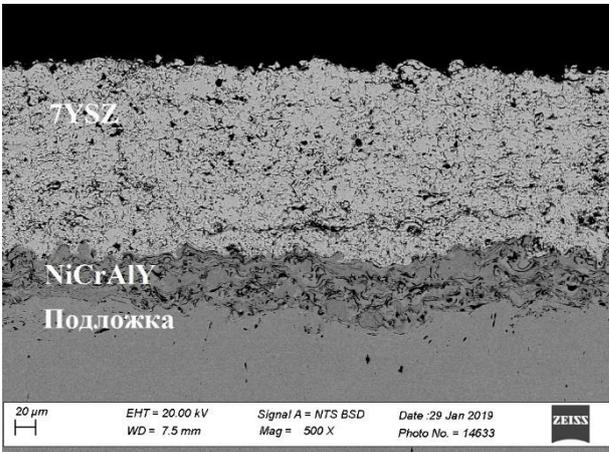
е



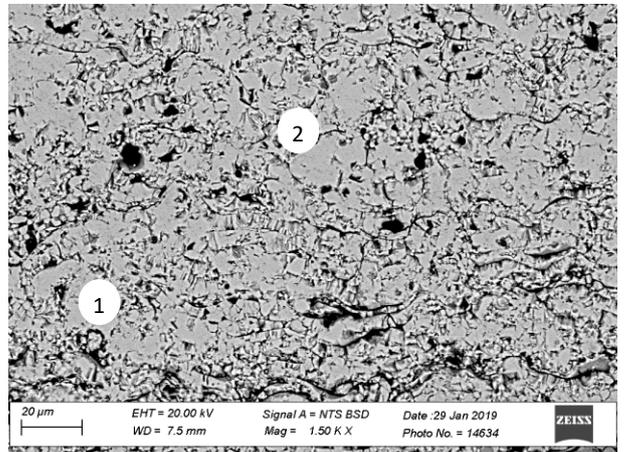
Ж



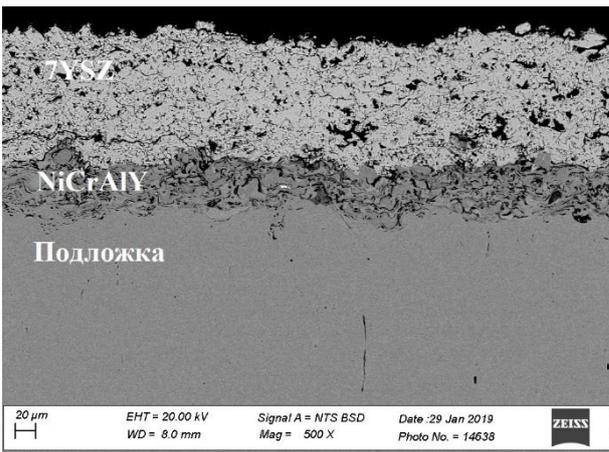
З



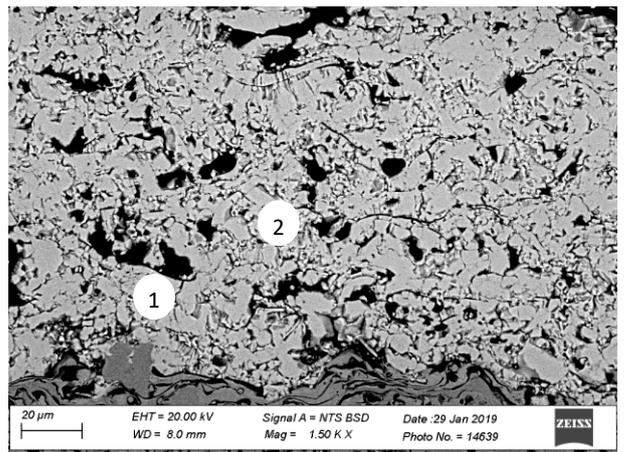
И



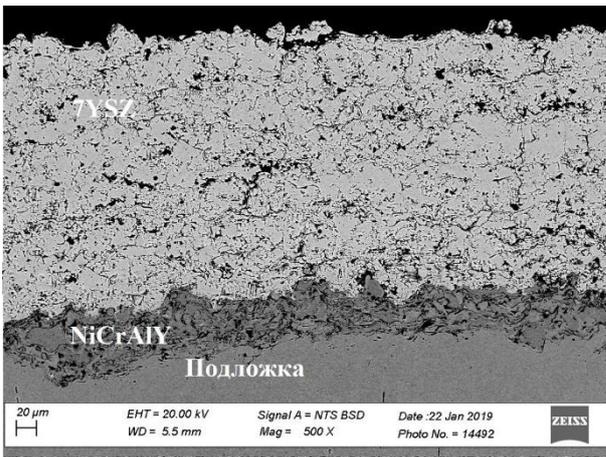
К



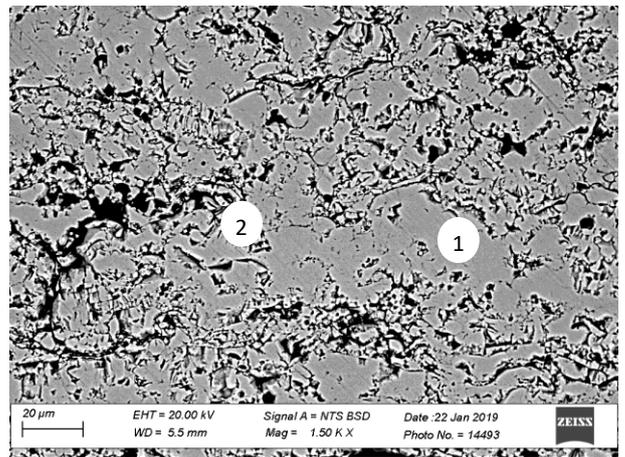
Л



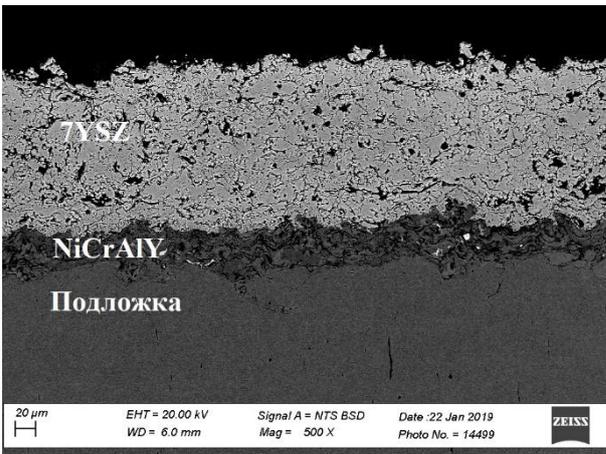
М



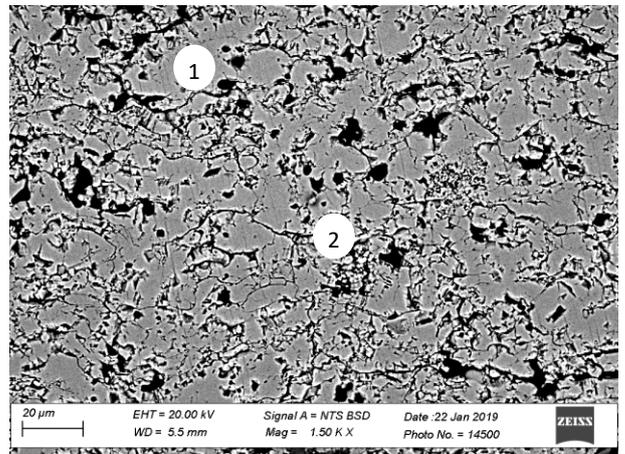
н



о

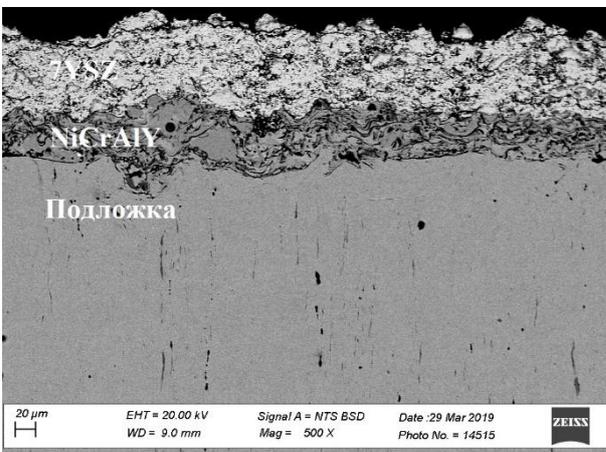


п

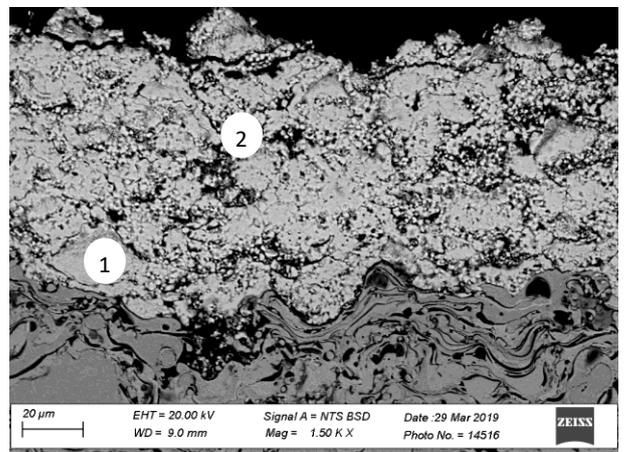


р

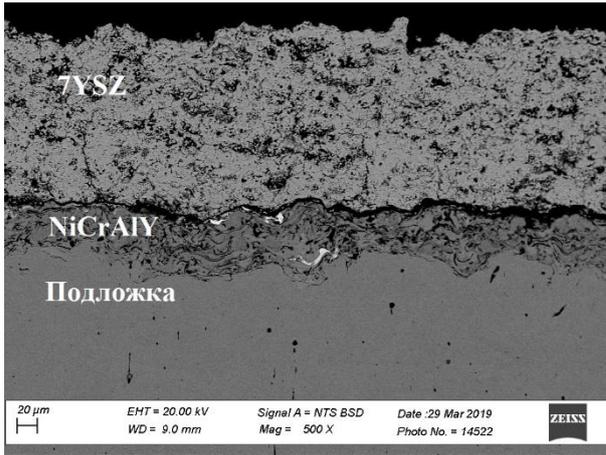
Рисунок 3.2 – Структура покрытий, полученных на сборке «керамика»:
 а, б – 1 режим; в, г – 2 режим; д, е – 3 режим; ж, з – 4 режим; и, к – 5 режим;
 л, м – 6 режим; н, о – 7 режим; п, р – 8 режим



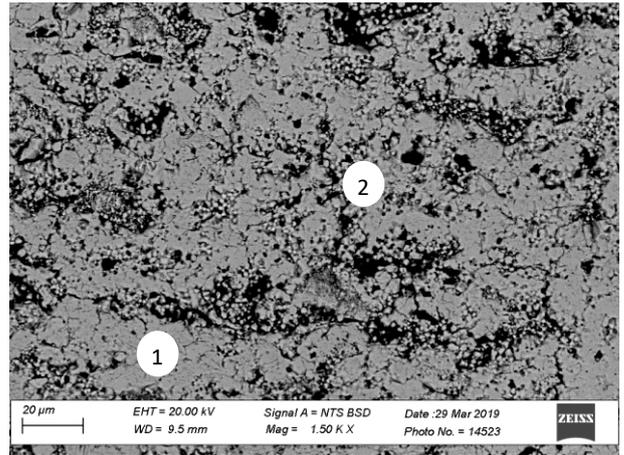
а



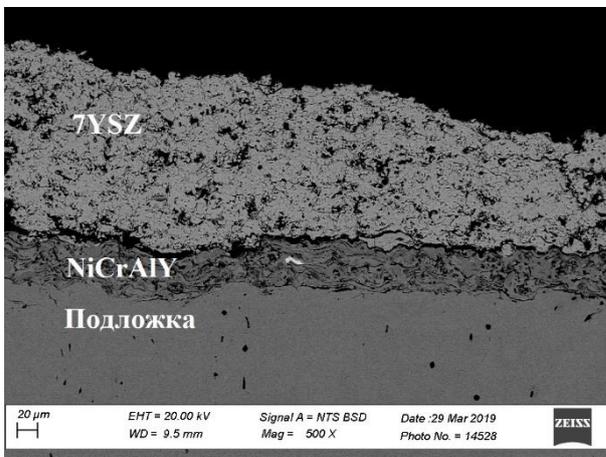
б



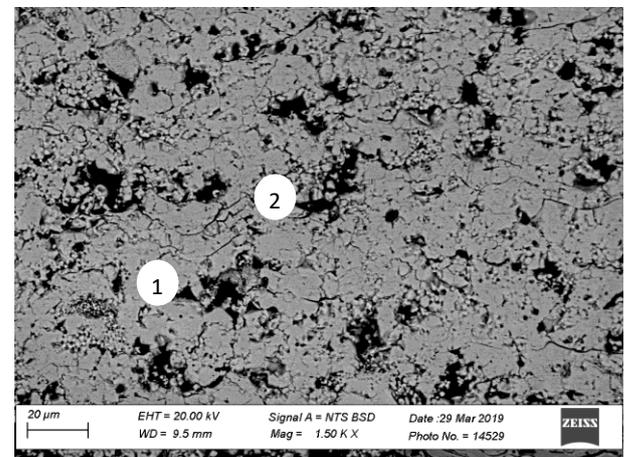
В



Г

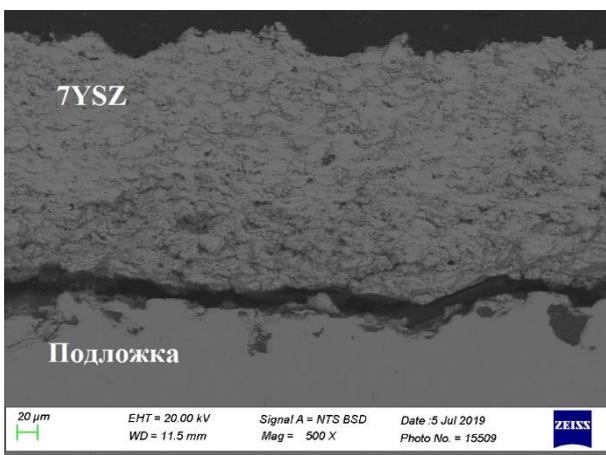


Д

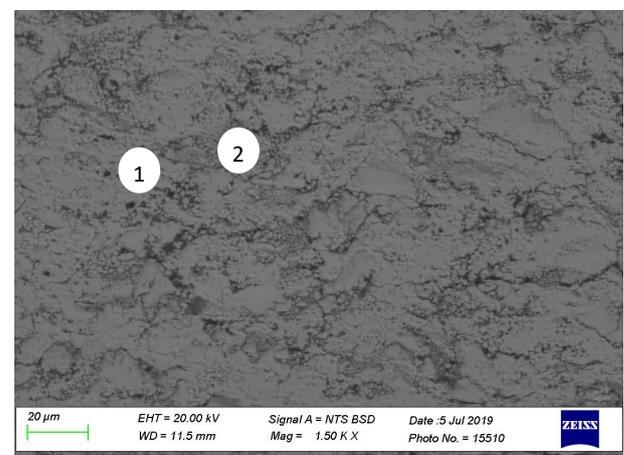


е

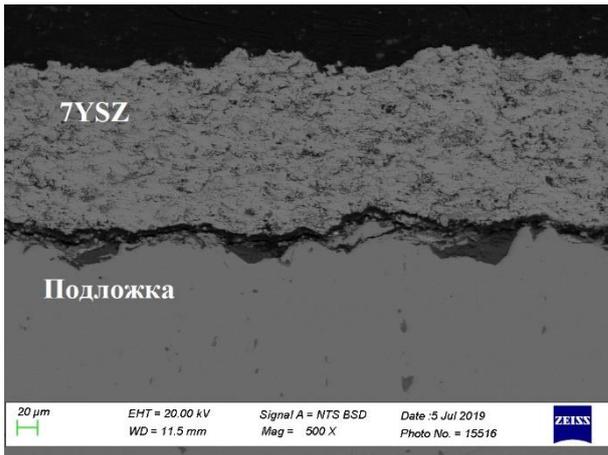
Рисунок 3.3 – Структура покрытий, полученных на сборке «металлы»:
а, б – 9 режим; в, г – 10 режим; д, е – 11 режим



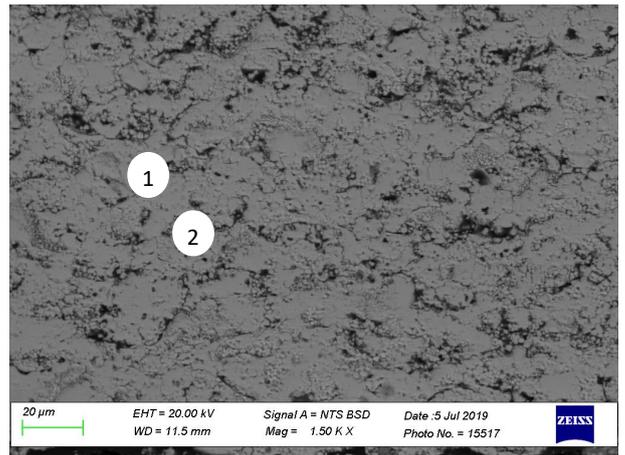
а



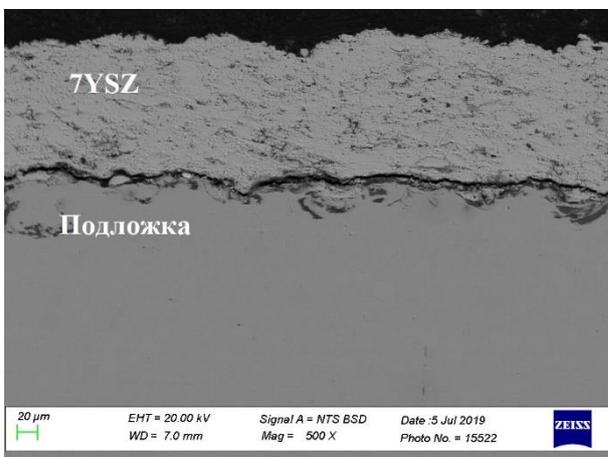
б



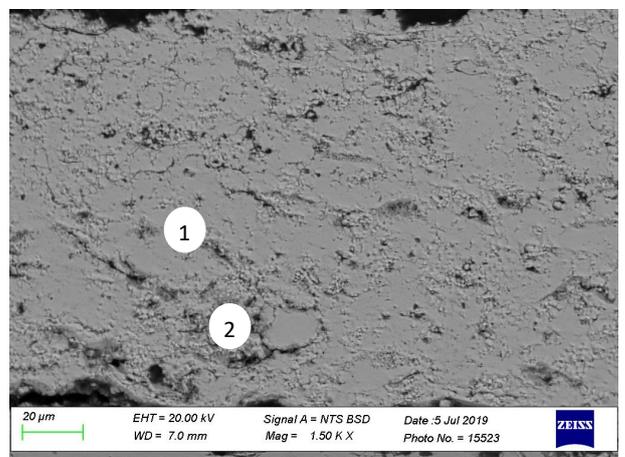
В



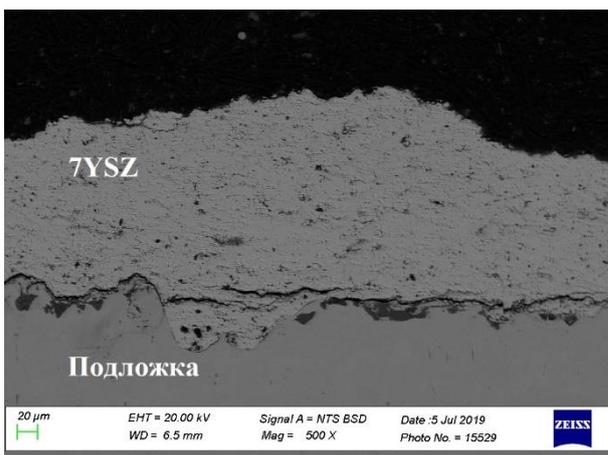
Г



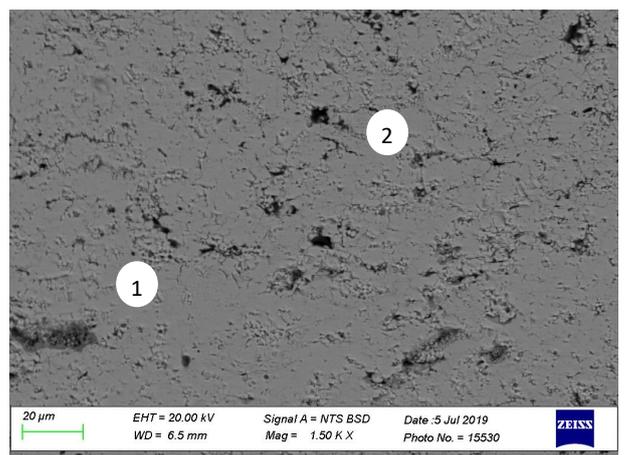
Д



е



Ж



з

Рисунок 3.4 – Структура покрытий, полученных на сборке «сверхзвук»:
а, б – 12 режим; в, г – 13 режим; д, е – 14 режим; ж, з – 15 режим

Были рассчитаны объемные доли плотных и рыхлых участков для каждого образца (рисунок 3.5 и таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Объемные доли плотных и рыхлых участков

Номер режима	Объемная доля плотных участков, %	Объемная доля рыхлых участков, %
1	52,3±6,82	47,7±6,82
2	31,91±6,75	68,09±6,75
3	57,97±4,66	42,03±4,66
4	55,56±3,27	44,44±3,27
5	71,04±2,98	28,96±2,98
6	63,81±3,67	36,19±3,67
7	66,14±2,53	33,86±2,53
8	75,6±3,42	24,4±3,42
9	40,45±4,43	59,55±4,43
10	29,62±3,65	70,38±3,65
11	50,69±6,56	49,31±6,56
12	74,32±2,75	25,68±2,75
13	68,3±2,5	31,7±2,5
14	77,47±1,9	22,53±1,9
15	79,25±1,7	20,75±1,7

Сравнивая структуры покрытий по сборкам, можно сделать вывод, что из всех покрытий, полученных на сборке «керамика», наибольшей плотностью обладают покрытия, полученные по режимам 5 и 8 (рисунок 3.2, к, р); на сборке «металл» – 11 (рисунок 3.3, е); на сборке «сверхзвук» – 14 и 15 (рисунок 3.4, е, з). Полученные данные можно объяснить следующим образом: для покрытий, полученных по режимам 5, 11, 14 и 15 маленькая скорость подачи керамического порошка и маленький размер частиц 20-40 мкм ведет более полному нагреву и расплавлению керамических частиц; по режиму 8 – маленькая скорость подачи керамического порошка и частицы с большим размером 40-63 мкм, которые не должны были полностью расплавиться, однако более большая дистанция напыления позволяет керамическим частицам полностью расплавиться.

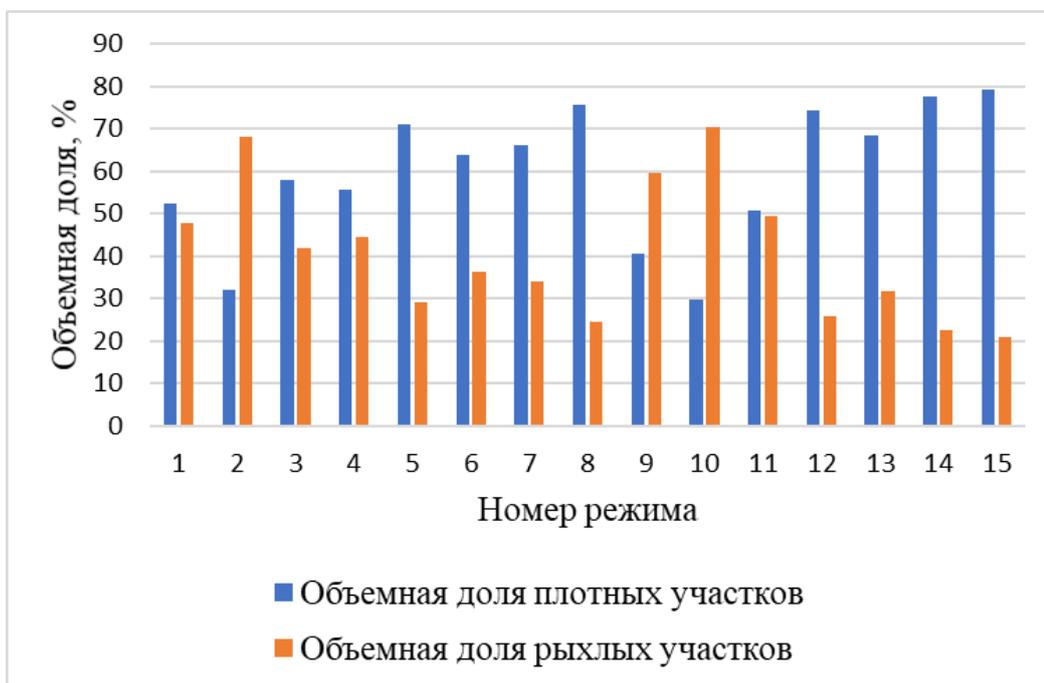


Рисунок 3.5 – Объемные доли плотных и рыхлых участков

Сравнивая структуры покрытий между сборками, можно сделать вывод, что покрытия, полученные на сборке «сверхзвук», более плотные; а в покрытиях, полученные на сборке «металл», присутствуют наибольшее количество нерасплавленных частиц порошка, которые могут оказывать отрицательное влияние на свойства ТЗП. Нерасплавленные частицы образуют рыхлую структуру, которая характеризуется пониженными механическими свойствами.

3.3 Рентгенофазовый анализ

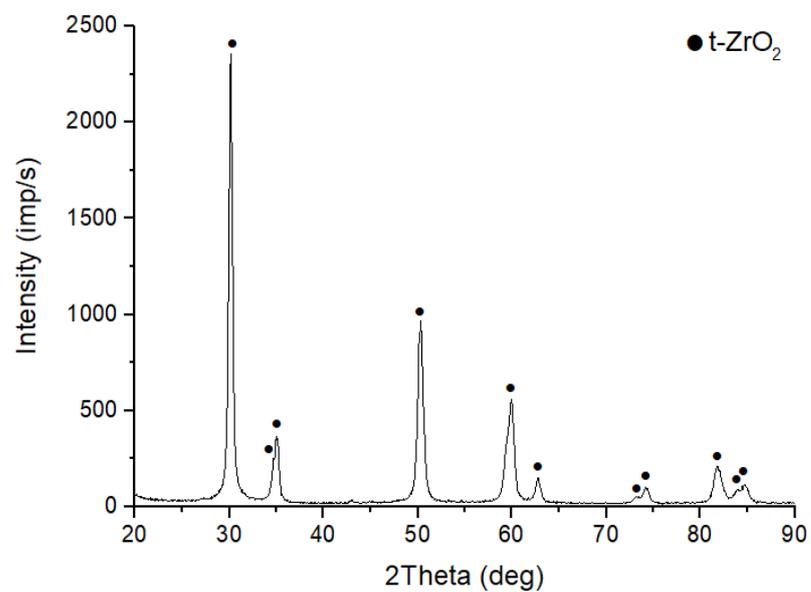
Для определения фазового состава покрытий проводили рентгенофазовый анализ. Рентгенофазовый анализ показал, что исходный порошок состоит из тетрагональной фазы диоксида циркония (рисунок 3.6, а).

Результаты анализа покрытий, полученных на сборке «керамика» и «сверхзвук», полностью соответствовали друг другу, расшифровка дифрактограмм показала, что в каждом образце, после нанесения покрытия, была сохранена тетрагональная фаза диоксида циркония. В качестве примера, на рисунке 3.6, б приведена рентгенограмма покрытия, полученного по режиму 1.

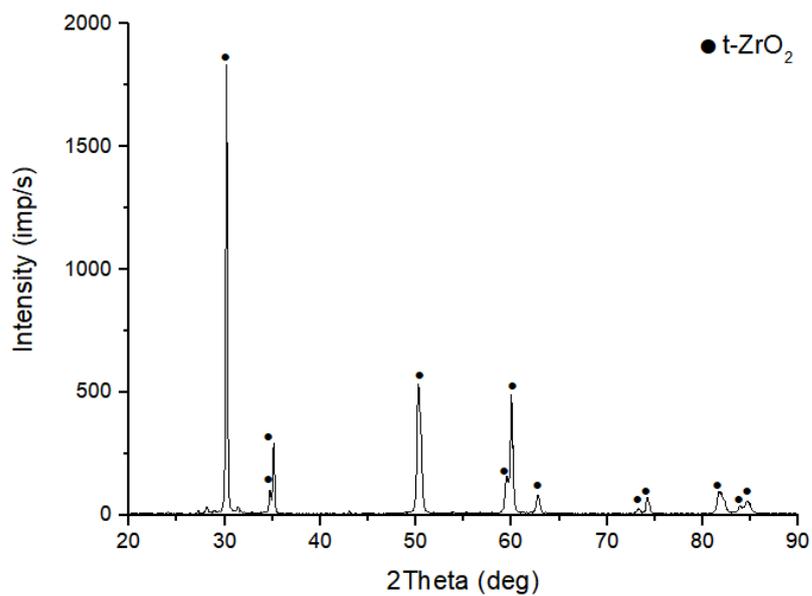
Рентгенофазовый анализ покрытий, полученных на сборке «металл», не проводился, т.к. данная сборка плазматрона не подходит для нанесения керамических покрытий из-за большого количества рыхлых участков.

3.4 Измерение пористости

Измерение пористости покрытий, полученных на сборке «керамика», показало, что минимальное значение пористости имеют покрытия, полученные по режиму 5, которые напылялись по следующим параметрам: скорость подачи порошка – 1,25 г/с, дистанция напыления – 150 мм, размер частиц – 20-40 мкм.



а



б

Рисунок 3.6 – Рентгенограммы:

а – исходного порошка; б – покрытия, полученного на сборке «керамика» по режиму 1

Измерение пористости покрытий, полученных на сборке «металл», показало, что значения пористости всех образцов лежат в пределах доверительного интервала. Изменение скорости подачи порошка при напылении не оказывает сильного влияния на пористость покрытий.

Аналогичная ситуация наблюдается для покрытий, полученных на сборке «сверхзвук». Среди всехборок покрытия, полученные на сборке «сверхзвук», обладают наименьшей пористостью.

Результаты измерения пористости покрытий представлены на рисунке 3.7 и в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Пористость покрытий и рассчитанное количество пор в интервале до 1 мкм, в интервалах 1-10 мкм и 10-20 мкм

Номер режима	Пористость покрытий, %	Количество пор, %		
		до 1 мкм	1-10 мкм	10-20 мкм
1	16,669±1,4	71	29	-
2	26,666±1,2	59	41	-
3	12,791±1,6	100	-	-
4	19,449±1,4	53	47	-
5	4,939±1,3	62,5	37,5	-
6	24,756±1,4	50	43,75	6,25
7	11,1±1,4	54	46	-
8	10,004±1,3	29	71	-
9	13,837±1,5	58	42	-
10	15,37±1,4	50	50	-
11	16,441±1,1	28	72	-
12	7,052±1,3	67	33	-
13	6,76±1,2	37,5	62,5	-
14	3,646±1,3	100	-	-
15	4,779±1,3	62,5	37,5	-

3.5 Измерение микротвердости

Результаты измерения микротвердости покрытий представлены на рисунке 3.8.

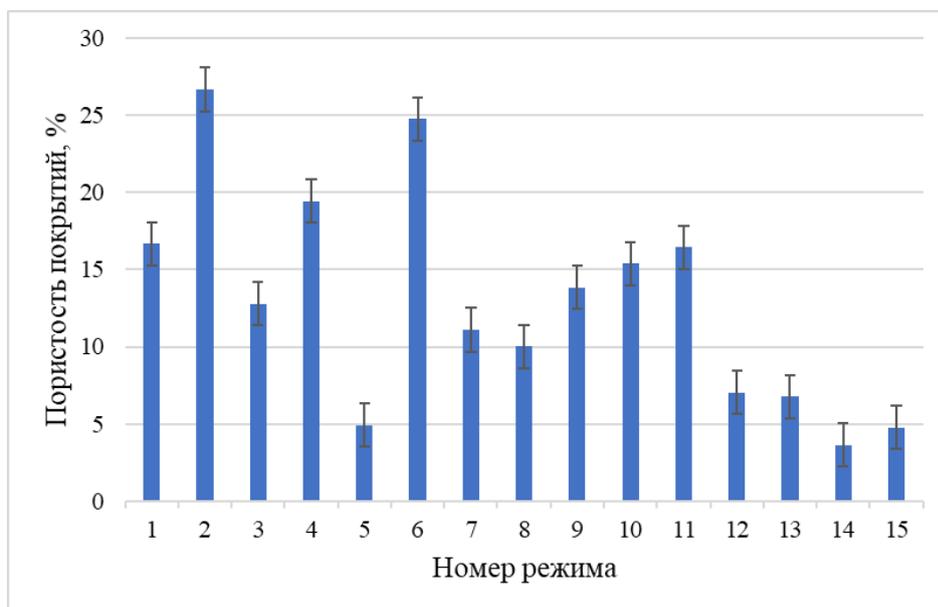


Рисунок 3.7 – Результаты измерения пористости

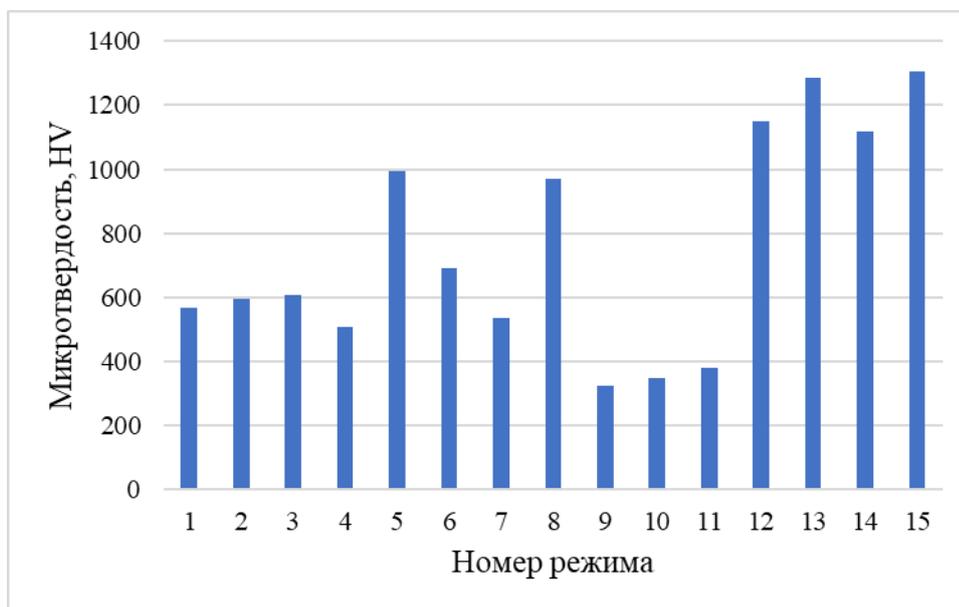


Рисунок 3.8 – Результаты измерения микротвердости

Измерение микротвердости покрытий, полученных на сборке «керамика», показало, что максимальное значение микротвердости имеют покрытия, полученные по режимам 5 и 8, которые напылялись по следующим параметрам: скорость подачи порошка – 1,25 г/с; дистанция напыления – 150 и 200 мм, соответственно; размер частиц – 20-40 и 40-63 мкм, соответственно.

Измерение микротвердости покрытий, полученных на сборке «металл», показало, что значения микротвердости всех образцов лежат в пределах доверительного интервала. Среди всехборок покрытия, полученные на сборке «металл», обладают наименьшей микротвердостью.

Измерение микротвердости покрытий, полученных на сборке «сверхзвук», показало, что значения микротвердости всех образцов лежат в пределах доверительного интервала. Среди всехборок покрытия, полученные на сборке «сверхзвук», обладают наибольшей микротвердостью.

Также можно отметить большой разброс значений микротвердости, связанный с большим количеством рыхлых участков и с помехами во время проведения эксперимента (таблица 3.3).

Таблица 3.3 – Результаты измерения микротвердости

Номер режима	Микротвердость, HV
1	569±89
2	597±143
3	606±139
4	507±120
5	993±53
6	693±121
7	534±77
8	972±42
9	325±65
10	349±112
11	380±76
12	1148±52
13	1286±41
14	1118±49
15	1307±38

3.6 Выводы

В результате проведённых исследований были сделаны следующие выводы:

1. Для снижения термических напряжений, вызванных разницей термического расширения, и предотвращения отслоения керамического покрытия от подложки перед нанесением покрытия необходимо наносить металлический подслоя из порошка ПНХ20К20Ю13 (NiCrAlY).

2. Растровой электронной микроскопией показано, что сборка «сверхзвук» является наиболее оптимальной для напыления плазменных керамических покрытий, т.к. покрытия, полученные на данной сборке, имеют наибольшее количество плотных участков.

3. Согласно данным рентгенофазового анализа, покрытия, полученные на сборке «керамика» и «сверхзвук», состоят только из тетрагональной фазы диоксида циркония.

4. Измерениями пористости было выявлено, что минимальную пористость имеют покрытия, полученные по режиму 5 ($4,939 \pm 1,4$ %). Также минимальную пористость имеют покрытия, полученные на сборке «сверхзвук» ($7,052 \pm 1,3$ %; $6,76 \pm 1,2$ %; $3,646 \pm 1,3$ % и $4,779 \pm 1,3$ %). Максимальную пористость имеют покрытия, полученные по режимам 2 и 6 ($26,666 \pm 1,2$ % и $24,756 \pm 1,4$ %, соответственно).

5. Измерениями микротвердости было показано, что максимальными значениями микротвердости обладают покрытия, полученные на сборке «сверхзвук» (1148 ± 52 HV, 1286 ± 41 HV, 1118 ± 49 HV и 1307 ± 38 HV).

4 ОХРАНА ТРУДА И ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Рассмотрение вопросов охраны труда и окружающей среды в четвертой главе проводится с целью обеспечения безопасности, повышения производительности и создания комфортных условий для работников во время работы.

4.1 Охрана труда

Согласно «Инструкции по охране труда при газотермическом и электродуговом нанесении покрытий» [34] плазматрон «Термоплазма 50-01», использованный для получения покрытий, может оказывать следующее негативное влияние:

- высокочастотный шум;
- инфракрасное излучение;
- загрязнение воздушной среды;
- высокое напряжение в электрической цепи;
- нагрев оборудования и изделия.

При проведении работ по нанесению покрытий воздействующий шум не должен превышать значений, установленных ГОСТ 12.2.003. При превышении предельно-допустимого уровня шума работники должны использовать противозумные наушники [35].

Для защиты от инфракрасного излучения следует использовать светофильтры [34].

Согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей» [36] и «Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» [37] для обеспечения безопасности при работе с электропроводящим оборудованием необходимо придерживаться следующих правил:

- обеспечить изоляцию всех кабелей электропитания и недоступность токопроводящих частей, которые находятся под напряжением;

- использовать защитное заземление и других методов защиты от поражения током при замыкании;
- пользоваться средствами индивидуальной защиты: диэлектрические резиновые перчатки, изолирующие коврики и т.д.;
- использовать звуковую и световую сигнализацию о подаче напряжения.

Следуя требованиям ГОСТ 12.4.011-89, работникам должны быть предоставлена спецодежда, спецобувь и средства индивидуальной защиты. Спецодежду необходимо ежедневно отчищать от пыли и стирать раз в месяц. Спецодежда должна быть удобной и не стеснять движения [38].

4.2 Требования к персоналу

Для допуска до работы на плазменной установке работник должен быть совершеннолетним, периодически проходить медицинский осмотр. Он должен пройти соответствующее обучение, аттестацию, инструктаж, проверку знаний по технике безопасности и охране труда, и стажировку на рабочем месте. Работник должен изучить необходимую документацию на технологическое оборудование, соответствующую «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей». Также работник должен знать [34]:

- план ликвидации аварийных ситуаций на своем рабочем месте;
- правила противопожарной безопасности на своем рабочем месте;
- правила оказания первой медицинской помощи при несчастных случаях;
- правила личной гигиены.

Перед началом и после завершения нанесения покрытий работник должен проводить работы по обслуживанию технологического оборудования, предусмотренные технологической документацией [36].

4.3 Требования к организации рабочих мест

Рабочее место должно быть организовано согласно ГОСТ 12.2.032 [39], ГОСТ 12.2.033 [40], ГОСТ 12.2.061 [41] и ГОСТ 12.2.062 [42].

Участок, где проводится плазменное напыление должен быть размещён в отдельном помещении на первом этаже. Оборудование должно располагаться таким образом, чтобы обеспечить безопасность и лёгкость эвакуации при экстренных случаях. Площадь помещения, не занятая оборудованием, должна составлять не менее 10 м². Высота помещения, где располагается оборудование, должна составлять не менее 3,5 м. Пол помещения не должен быть скользким, а также должен обладать низкой теплопроводностью.

Для освещения может использоваться как искусственный, так и естественный свет, удовлетворяющий СНиП 23.05-95 «Естественное и искусственное освещение» [43].

Для удаления пыли и керамических частиц в помещении должны быть предусмотрены вентиляционные системы и вытяжки [42].

4.4 Охрана окружающей среды

Для обеспечения чистоты внутренней и наружной воздушной среды оборудование должно быть герметичным, должна проводиться очистка воздушных выбросов от вредных веществ. Перед выбросом воздуха в атмосферу необходимо убедиться, что концентрация вредных веществ в нём не превышает предельно допустимого значения по ГОСТ 17.2.3.02-78, и проводить очистку газов, при превышении предельно допустимого значения. Контроль запылённости рабочего помещения осуществляется с помощью анализа проб пыли на фильтр [44].

4.5 Регламентированные перерывы

Согласно статье 91 Трудового кодекса РФ от 30.12.2001 N 197-ФЗ продолжительность рабочего времени не должно превышать 40 часов в

неделю. Режим труда, время начала и окончания трудового дня, а также время и продолжительность перерывов устанавливается внутренними правилами трудового распорядка. Трудовая неделя может быть пятидневной, шестидневной, а также может быть установлен посменный режим работы. Сменный график работы характеризуется чередованием смен через определенное время. Запрещено работать подряд в течение двух смен [45].

Согласно Трудовому кодексу, еженедельный непрерывный отдых должен длиться не менее 42 часов. В течение смены работнику должны предоставляться перерывы для отдыха и питания не менее 30 минут, но не более 2 часов. Работа в нерабочие праздничные дни запрещается. При совпадении выходного и праздничного нерабочего дня выходной переносится на следующий рабочий день после праздника. Ежегодно работникам предоставляется оплачиваемый отпуск не менее 28 календарных дней [45].

5 ЭКОНОМИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ

В пятой главе рассчитаны затраты на научно-исследовательскую работу (НИР).

5.1 Составление сметы затрат

Эффективное планирование и финансирование НИР предполагает использование обоснованных методов определения сметных затрат на проведение исследовательских работ.

При выполнении НИР были исследованы керамические тормозозащитные покрытия 7YSZ, полученные методом плазменного напыления. Задачами НИР были исследование структурных особенностей плазменных покрытий и влияния режимов плазменного напыления на свойства покрытий.

Смета затрат будет включать в себя следующие элементы:

1. Затраты на амортизацию оборудования.
2. Затраты на исходные материалы.
3. Затраты на электроэнергию.
4. Затраты на оплату труда.

5.2 Затраты на амортизацию оборудования

Затраты на амортизацию оборудования рассчитываются по формуле:

$$Z_{об} = \frac{Ц \cdot F_{ф}}{F_{н} \cdot F_{сс}}, \quad (5.1)$$

где $Ц$ – цена оборудования, руб.;

$F_{н}$ – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч.;

$F_{сс}$ – срок службы оборудования, год;

$F_{ф}$ – фактическое время занятости оборудования в НИР, ч.

Номинальный фонд времени рассчитывается как разница между количеством календарных дней и количеством праздничных и выходных дней. Один рабочий день длится 8 часов.

$$F_n = 366 - 118 = 248 \text{ дней} = 1984 \text{ ч.}$$

Результаты расчётов амортизации оборудования представлены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Затраты на амортизацию оборудования

№	Оборудование	Ц, руб.	F _{сс} , год	F _ф , ч.	З _{об} , руб.
1	Плазматрон «Термоплазма 50-01»	15 000 000	5	1	1 512
2	Отрезной станок Exotom-150 (Struers)	4 812 000	7	3	104
3	Автоматический станок для горячей запрессовки Buehler SimpliMet 1000 S	350 000	5	1	35
4	Станок шлифовально-полировальный Buehler AutoMet 300	500 000	10	7	35
5	Полировальный станок LaboPol-5 (Struers)	600 000	15	3	60
6	Растровый электронный микроскоп Carl Zeiss EVO50 XVP	50 000 000	7	15	54 003
7	Дифрактометр Thermo Scientific ARL X'TRA	7 915 000	7	30	17 097
8	Микротвердомер Wolpert Group 402MVD	626 200	10	3	95
9	Компьютер	30 000	10	100	151
ИТОГО					73 092

5.3 Затраты на исходные материалы

Для проведения НИР были нанесены 15 образцов покрытий 7YSZ толщиной 200 мкм на таблетки диаметром 15 мм. Перед напылением термозащитного покрытия на поверхность подложки наносили подслои NiCrAlY толщиной 50 мкм. Масса порошка, необходимая для нанесения покрытий, рассчитывается по формуле:

$$Q = \frac{V \cdot \rho}{\text{КИМ}}, \quad (5.2)$$

где V – объём покрытия;

ρ – плотность используемого порошка, г/см³;

КИМ – коэффициент использования порошка, КИМ = 80 %.

Объём покрытия рассчитывается по формуле:

$$V = \pi \cdot R^2 \cdot h, \quad (5.3)$$

где R – радиус таблетки, см;

h – толщина покрытия, см.

$$V_{7YSZ} = \pi \cdot 0,75^2 \cdot 0,02 = 0,035 \text{ см}^3$$

$$V_{NiCrAlY} = \pi \cdot 0,75^2 \cdot 0,005 = 0,009 \text{ см}^3$$

Плотность порошка 7YSZ составляет 5,68 г/см³, порошка NiCrAlY – 8,1 г/см³.

$$Q_{7YSZ} = \frac{0,035 \cdot 5,68}{0,8} = 0,25 \text{ г}$$

$$Q_{NiCrAlY} = \frac{0,009 \cdot 8,1}{0,8} = 0,09 \text{ г}$$

Затраты на расходный материал для 15 образцов рассчитываются по формуле:

$$P_{p.m.} = P_{кг} \cdot Q \cdot 15, \quad (5.4)$$

где $P_{кг}$ – стоимость порошка за 1 килограмм, руб./кг.

Стоимость порошка 7YSZ составляет 8 300 руб./кг, NiCrAlY порошка – 4 400 руб./кг [46].

$$P_{\text{р.м.7YSZ}} = 8\,300 \cdot 0,25 \cdot 15 = 31\,125 \text{ руб.}$$

$$P_{\text{р.м.NiCrAlY}} = 4\,400 \cdot 0,09 \cdot 15 = 5\,940 \text{ руб.}$$

Таким образом, на исходные материалы для нанесения покрытий было затрачено 37 065 руб.

5.4 Затраты на электроэнергию

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$\mathcal{E} = \mathcal{C} \cdot N \cdot t_{\text{зан}}, \quad (5.5)$$

где \mathcal{C} – стоимость 1 кВт/ч электроэнергии, руб.;

N – мощность оборудования, кВт;

$t_{\text{зан}}$ – время занятости оборудования, ч.

Результаты расчётов затрат на электроэнергию представлены в таблице

5.2.

Таблица 5.2 – Затраты на электроэнергию

№	Оборудование	Цена за 1 кВт/ч, руб.	N, кВт	$t_{\text{зан.ч.}}$, ч	\mathcal{E} , руб
1	Плазматрон «Термоплазма 50-01»	2,68	50	1	134
2	Отрезной станок Exotom-150 (Struers)		10,5	3	84
3	Автоматический станок для горячей запрессовки Buehler SimpliMet 1000 S		1,5	1	4
4	Станок шлифовально-полировальный Buehler AutoMet 300		1,5	7	28
5	Полировальный станок LaboPol-5 (Struers)		1,2	3	10
6	Растровый электронный микроскоп Carl Zeiss EVO50 XVP		16	15	643
7	Дифрактометр Thermo Scientific ARL X'TRA		10	30	804
8	Микротвердомер Wolpert Group 402MVD		0,3	3	3
9	Компьютер		0,2	100	54
ИТОГО					1 764

5.5 Затраты на оплату труда

Оператор плазменной установки участвовал в напылении покрытий. В получении образцов и проведении НИР использовались услуги, предоставляемые университетом. Оператор отрезного станка, оператор растрового электронного микроскопа, оператор дифрактометра и оператор микротвердомера участвовали в проведении НИР. Помимо этого, научный руководитель НИР участвовал в анализе полученных результатов.

Тарифная ставка рассчитывается по формуле:

$$T_c = \frac{ЗП_{\text{мес}}}{t}, \quad (5.6)$$

где $ЗП_{\text{мес}}$ – средняя заработная плата оператора установки (50 000 руб.);

t – количество рабочих часов в месяце, 165 ч.

Тарифная ставка оператора составляет 303 руб./ч.

Оклад рассчитывается по формуле:

$$ЗП = T_c \cdot t_{\text{факт}}, \quad (5.7)$$

где $t_{\text{факт}}$ – фактически отработанное время, ч.

Основную заработную плату рассчитывают по формуле:

$$ЗП_{\text{осн}} = ЗП \cdot k, \quad (5.8)$$

где k – районный коэффициент по Новосибирску, $k = 1,2$.

На основании пункта 1 статьи 58 закона N 212-ФЗ для учреждений, осуществляющих образовательную и научную деятельность, вводится пониженная ставка страховых отчислений во внебюджетные фонды – 27,1 % от фонда оплаты труда [47].

Результаты расчётов затрат на заработную плату каждого работника представлены в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Затраты на заработную плату

№	Работник	ЗП, руб.	ЗП _{осп.} , руб.	Страховые отчисления, руб.	Затраты на заработную плату, руб.
1	Оператор плазменной установки	303	364	99	463
2	Оператор отрезного станка	909	1 091	296	1 387
3	Оператор растрового электронного микроскопа	4 545	5 454	1 478	6 932
4	Оператор дифрактометра	9 090	10 908	2 956	13 864
5	Оператор микротвердомера	909	1 091	296	1 387
6	Научный руководитель НИР	3 030	3 636	985	4 621
ИТОГО					28 654

5.6 Смета затрат

Смета затрат представлена в таблице 5.4.

Таблица 5.4 – Смета затрат

№	Элемент затрат	Сумма, руб.	%
1	Амортизация оборудования	73 092	52
2	Затраты на исходные материалы	37 065	26,37
3	Затраты на электроэнергию	1 764	1,25
4	Затраты на заработную плату	28 654	20,38
5	ИТОГО	140 575	
6	Плановая прибыль (рентабельность Р = 25 %)	35 144	
7	Цена выполнения НИР	175 719	
8	НДС (18 %)	31 630	
9	Всего с НДС	207 349	

Таким образом, в данной главе были рассчитаны затраты на НИР, которые составили 207 349 руб.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе исследовалось влияние режимов плазменного напыления на структуру и свойства покрытий из диоксида циркония (ZrO_2), стабилизированного 7 мол. % оксида иттрия (Y_2O_3). В качестве изменяемого критерия выступали: скорость подачи керамического порошка (1-2,5 г/с), сила тока (200-230 А), размер частиц напыляемого порошка (20-63 мкм), дистанция напыления (150-200 мм). Напыление покрытий осуществляли на следующих сборках плазмотрона: «металл», «керамика» и «сверхзвук». Структуру полученных образцов исследовали с помощью растровой электронной микроскопии и рентгенофазового анализа. Также проводились измерения пористости и микротвердости полученных образцов.

РЭМ показал, что в покрытиях присутствуют поры, оксидные пленки и микротрещины. В некоторых покрытиях присутствуют горизонтальные трещины, что может свидетельствовать о возникновении высоких остаточных растягивающих напряжений, вызванных разницей термического расширения. Во всех покрытиях присутствуют плотные и рыхлые участки. Частицы порошка подслоя расплавились полностью.

Рентгенографический анализ показал, что покрытия, полученные на сборке «керамика» и «сверхзвук», состоят только из тетрагональной фазы диоксида циркония.

Измерения пористости и микротвердости покрытий показали, что результаты имели широкий диапазон значений и зависели от режима напыления.

Были рассмотрены особенности охраны труда и окружающей среды при работе на плазменной установке. Способы защиты работников и окружающей среды от вредного воздействия плазменного напыления.

Была рассчитана стоимость НИР, которая составила 207 349 руб.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смирнов А. А., Будиновский С. А., Матвеев П. В., Чубаров Д. А. Разработка теплозащитных покрытий для лопаток ТВД из никелевых монокристаллических сплавов ВЖМ4, ВЖМ5У // Труды ВИАМ, 2016. №1. с. 17-24.
2. Будиновский С. А., Чубаров Д. А., Матвеев П. В. Современные способы нанесения теплозащитных покрытий на лопатки газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии, 2014. №5. с. 38-44.
3. Yao Hu, Canying Cai, Yanguo Wang [and others]. YSZ/NiCrAlY Interface Oxidation of APS Thermal Barrier Coatings // Corrosion Science, 2018. Vol. 142. p. 22-30.
4. W. Nowak, D. Naumenko, G. Mor [and others]. Effect of Processing Parameters on MCrAlY Bondcoat Roughness and Lifetime of APS-TBC Systems // Surface and Coating Technology, 2014. Vol. 260. p. 82-89.
5. H. Qazi Lavasani, Z. Valefi, N. Ehsani, S. Tamaddon Masoule. Comparison of the Effect of Sintering on the Microstructure, Microhardness and Phase Composition of Conventional and Nanostructured YSZ TBCs // Ceramics International. 2017, Vol. 43, no. 15. p. 12497-12504.
6. Чубаров С. А., Будиновский С. А. Выбор керамического материала для теплозащитных покрытий лопаток авиационных турбин на рабочие температуры до 1400 °С // Труды ВИАМ, 2015. №4. с. 45-53.
7. Оковитый В. В. Выбор оксидов для стабилизации диоксида циркония при получении теплозащитных покрытий // Наука и техника, 2015. №5. с. 26-32.
8. Anil Virkar, David Clarke. The Tetragonal-monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends // Journal of the American Ceramic Society, 2009. No. 9. p. 1901–1920.
9. Bikramjit Basu, Kantesh Balani. Advanced Structural Ceramics. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2011. 481 p.

10. Yan Zhao, Yang Gao. Structural Evolution of Plasma-sprayed Nanoscale 3 mol% and 5 mol% Yttria-stabilized Zirconia Coating During Sintering // *Applied Surface Science*, 2017. Vol. 425. p. 1-1176.
11. C. Mercer, J.R. Williams, D.R. Clarke A.G. Evans. On a Ferroelastic Mechanism Governing the Toughness of Metastable Tetragonal–prime (t') Yttria–Stabilized Zirconia // *Proceedings of the Royal Society*, 2017. no. 2081. p. 1393–1408.
12. D. J. Green, R. H. J. Hannink, M. V. Swain. Transformation Toughening of Ceramics. Boca Raton, Florida: CRC Press, 2018. 232 p.
13. Xuemei Song, Ziwei Liu, Tomi Suhonen [and others]. Effect of Melting State on the Thermal Shock Resistance and Thermal Conductivity of APS ZrO₂–7.5 wt.% Y₂O₃ Coatings // *Surface and Coating Technology*, 2015. Vol. 270. p. 132–138.
14. Девойно О. Г., Оковитый В. В. Плазменные теплозащитные покрытия на основе диоксида циркония с повышенной термостойкостью // *Науки и техника*, 2015. №1. с. 35-39.
15. Vaben R., Bakan E. Ceramic Top Coats of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings: Materials, Processes and Properties // *Journal of Thermal Spray Technology*, 2017. Vol. 26, no. 6. p. 992-1010.
16. Kuo Jiang, Songbai Liu, Xin Wang. Phase Stability and Thermal Conductivity of Nanostructured Tetragonal Yttria-stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Deposited by Air–plasma Spraying // *Ceramics International*, 2017. Vol. 43, no. 15. p. 12633-12640.
17. Guang Rong Li, Guan Jun Yang, Cheng Xin Li, Chang Jiu Li. A Comprehensive Mechanism for the Sintering of Plasma-sprayed Nanostructured Thermal Barrier Coatings // *Ceramics International*, 2017. Vol. 43, no. 13. p. 9600-9615.
18. Guangrong Li, Hua Xie, Guanjun Yang. A Comprehensive Sintering Mechanism for TBCs-Part II: Multiscale Multipoint Interconnection-enhanced

Initial Kinetics // Journal of the American Ceramic Society, 2017. Vol. 100, no. 9. p. 4240-4251.

19. Johanna Ekberg, Ashish Ganvir, Uta Klement, Simone Creci [and others]. The Influence of Heat Treatments on the Porosity of Suspension Plasma-sprayed Yttria-stabilized Zirconia Coatings // Journal of Thermal Spray Technology, 2018. Vol 27, no. 3. p 391-401.

20. Huaifei Liu, Songlin Li, Qilian Li, Yongming Li [and others]. Microstructure, Phase Stability and Thermal Conductivity of Plasma Sprayed Yb_2O_3 , Y_2O_3 Co-stabilized ZrO_2 Coatings // Solid State Sciences, 2018. Vol 13, no. 3. p 513-519.

21. Feifei Zhou, Zhenguo Zhanga, Saiyue Liu, LanWang [and others]. Effect of Heat Treatment and Synergistic Rare-earth Modified NiCrAlY on Bonding Strength of Nanostructured 8YSZ Coatings // Applied Surface Science, 2019. Vol 480. p 636-645.

22. Feifei Zhou, You Wang, Liang Wang, Yaming Wang [and others]. Synthesis and Characterization of Nanostructured t'-YSZ Spherical Feedstocks for Atmospheric Plasma Spraying // Journal of Alloys and Compounds, 2019. Vol 740. p 610-616.

23. Stefan Rezanka, Daniel Emil Mack, Georg Mauer [and others]. Investigation of the Resistance of Open-column-structured PS-PVD TBCs to Erosive and High-temperature Corrosive Attack // Surface and Coatings Technology, 2017. Vol. 324. p. 222-235.

24. Yan Wang, Geoffrey Darut, Thierry Poirier, Jorge Stella [and others]. Ultrasonic Cavitation Erosion of As-sprayed and Laser-remelted Yttria Stabilized Zirconia Coatings // Journal of the European Ceramic Society, 2017. Vol. 37, no. 11. p. 3623-3630.

25. Bernar B., Quet A., Bianchi L., Schick V. [and others]. Effect of Suspension Plasma-Sprayed YSZ Columnar Microstructure and Bond Coat Surface Preparation on Thermal Barrier Coating Properties // Journal of Thermal Spray Technology, 2017. Vol. 26, no. 6. p. 1025-1037.

26. Pawel Sokolowski, Stefan Kozerski, Lech Pawłowski, Andrzej Ambroziak. The Key Process Parameters Influencing Formation of Columnar Microstructure in Suspension Plasma Sprayed Zirconia Coatings // *Surface and Coating Technology*, 2014. Vol. 260. p. 97-106.
27. Dong Zhao, Chuanyang Wang, Yongguang Wang, Zhixin Xia. Formation Mechanisms of the Cauliflower-like Structure in Suspension Plasma Spraying of Nanostructure Coatings // *MDPI Coatings*, 2018. Vol. 8. p. 1-11.
28. Пантелеенко Ф. И., Оковитый В. А., Девойко О. Г., Асташинский В. М. Разработка технологии нанесения плазменных композиционных покрытий на основе диоксида циркония для систем космических аппаратов // *Наука и техника*, 2015. №3. с. 3-39.
29. S. Wei, W. Fuchi, F. QunBo, M. Zhuang. Effects of Defects on the Effective Thermal Conductivity of Thermal Barrier Coatings, *Applied Mathematical Modelling*, 2012. Vol. 36. p. 1995–2002.
30. R. S. Lima, B. R. Marple. Thermal Spray Coatings Engineered from Nanostructured Ceramic Agglomerated Powders for Structural, Thermal Barrier and Biomedical Applications: a review // *Journal of Thermal Spray Technology*, 2007. Vol. 16. p. 40–63.
31. Chen Wen-Long, Liu Min, Zhuang Sai-Rang, Xiao Xiao-Ling. Microstructural Evolution and Impedance Analysis of 7YSZ Thermal Barrier Coatings During Thermal Shock // *Materials Performance and Characterization*, 2019. Vol. 8. no 1. p. 516-526.
32. M. Ahrens, R. Vaben, D. Stover, and S. Lampenscherf. Sintering and Creep Processes in Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings // *Journal of Thermal Spray Technology*, 2014. Vol. 13, no 3. p. 432-442.
33. Matiullah Khan, Yi Zeng, Ningning Hu [and others]. Optimizing the Structure and Properties of Y₂O₃ Stabilized Zirconia: An Atmospheric Plasma Spray (APS) and Solution Precursor Plasma Spray (SPPS) Based Comparative Study // *Ceramics International*, 2018. Vol. 44, no. 15. p. 18135-18142.

34. Строительные нормы и правила: СНиП «Инструкция по охране труда при газотермическом и электродуговом нанесении покрытий»: утв. Министерством труда Российской Федерации 14.05.2004: ввод в действие с 14.05.2004. М.: НЦ ЭНАС, 2004. 10 с.
35. ГОСТ 12.2.003. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное. Общие требования безопасности. Введ. 1992-01-01. М.: Стандартинформ, 2007. 11 с.
36. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей: утв. Министерством энергетики Российской Федерации 13.01.2003: ввод в действие с 13.06.2003. М.: НЦ ЭНАС, 2003. 14 с.
37. Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей: утв. Госэнергонадзором 21.12.1984: ввод в действие с 21.12.1984. М.: Энергоатомиздат, 1989. 44 с.
38. ГОСТ 12.4.011-89. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты работающих. Общие требования и классификация. Введ. 1990-07-01. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 8 с.
39. ГОСТ 12.2.032-78. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования. Введ. 1979-01-01. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 9 с.
40. ГОСТ 12.2.033. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования. Введ. 1979-01-01. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 9 с.
41. ГОСТ 12.2.061. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам. Введ. 1982-07-01. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 4 с.
42. ГОСТ 12.2.062. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное. Ограждения защитные. Введ. 1982-07-01. М.: Стандартинформ, 2006. 4 с.

43. Строительные нормы и правила: СНиП 23.05-95 «Естественное и искусственное освещение»: утв. Госстрой Российской Федерации 29.05.2003: ввод в действие с 29.05.2003. М.: Госстрой России, ГУП ЦПП, 2003. 26 с.
44. ГОСТ 17.2.3.02-78. Охрана природы (ССОП). Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями. Введ. 1980-01-01. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 11 с.
45. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 05.10.2015).
46. Alibaba.com. Online Trade Show [Электронный ресурс]: URL: <https://russian.alibaba.com/g/ysz.html> (дата обращения 13.05.2020).
47. Налоговый кодекс Российской Федерации от 24.07.2009 N 212-ФЗ (ред. от 31.10.2019).

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А

УТВЕРЖДАЮ

Зав. кафедрой ММ НГТУ

_____ В. Г. Буров

«__» _____ 2020 г.

ПРОГРАММА И МЕТОДИКИ

исследовательских испытаний термозащитных покрытий из диоксида циркония, стабилизированного 7 мол. % оксидом иттрия (7YSZ), на пористость

РАЗРАБОТАНО

Руководитель работ, к.т.н.

_____ Е. Е. Корниенко

«__» _____ 2020 г.

Исполнитель

_____ А. К. Насырова

«__» _____ 2020 г.

Новосибирск, 2020

Условные обозначения и сокращения, принятые в тексте

НГТУ – Новосибирский государственный технический университет

ПМ – программа и методики

ТЗП – термозащитные покрытия

7YSZ – 7 % Yttria-stabilized zirconia (диоксид циркония, стабилизированный 7 мол. % оксидом иттрия)

РЭМ – растровая электронная микроскопия

1 Общие положения

1.1 Наименование и обозначение объектов испытаний

Программа и методика разработана в соответствии с выполнением выпускной квалификационной работы в соответствии с образовательной программой: 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов». Проводятся испытания для оценки пористости покрытий из 7YSZ, нанесенных плазменным напылением.

1.2 Цель испытаний

Исследование пористости ТЗП из 7YSZ микроскопическим методом.

1.3 Условия предъявления на испытания

1.3.1 Испытания производятся в соответствии с руководством по эксплуатации компьютера и правилами работы с программным пакетом.

1.3.2 Для проведения испытаний были сняты фотографии микроструктуры с помощью РЭМ.

2 Общие требования к условиям, обеспечению и проведению испытаний

2.1 Место проведения испытаний

Испытания проводились на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ.

2.2 Требования к средствам проведения испытаний

2.2.1 Измерения пористости были проведены с помощью программного пакета «CorelDraw».

2.2.2 Средства измерений, используемые при испытаниях, могут быть заменены другими, обеспечивающими требуемую точность измерений.

2.2.3 Испытательное оборудование должно быть аттестовано по ГОСТ Р 8.568-97.

2.3 Требования к условиям проведения испытаний

Испытания должны проводиться в нормальных климатических условиях по ГОСТ 20.57.406:

Температура окружающего воздуха, °С	20 ± 10
Относительная влажность воздуха, %	от 45 до 80
Атмосферное давление, мм рт. ст.	от 630 до 800

Примечание: при температуре выше 30 °С относительная влажность не должна превышать 70 %.

2.4 Требования к обслуживанию технологического оборудования в процессе испытаний

В процессе проведения испытаний проводят работы по обслуживанию технологического оборудования, предусмотренные технологической документацией и инструкциями к оборудованию. К проведению испытаний допускается персонал, прошедший обучение, изучивший технологическую документацию и правила пользования необходимого программного пакета, а также эксплуатационную документацию на технологическое оборудование, подготовленный в соответствии с «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и имеющий степень аттестации по электробезопасности не ниже третьей группы.

2.5 Требования к порядку работы по завершении испытаний

После завершения испытаний проводят работы по обслуживанию технологического оборудования, предусмотренные технологической документацией.

2.6 Требования к персоналу, осуществляющему подготовку к испытаниям и испытания.

К проведению испытаний допускается персонал, прошедший обучение и аттестацию.

3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при подготовке объекта испытаний к испытаниям

При проведении испытаний на измерение пористости используют компьютер с установленным программным пакетом. В связи с этим, основной опасностью при работе с электрооборудованием является поражение электрическим током. Для предотвращения поражения электрическим током необходимо выполнять следующие требования:

- оборудование должно быть в исправном состоянии;
- корпус не должен иметь нарушений целостности;
- кабель электропитания не должен иметь нарушений изоляции;
- наличие пилота для предотвращения короткого замыкания оборудования при отключении электроэнергии.

Во время работы установок запрещается:

- допускать натяжения и скручивания шнура электропитания;
- допускать попадания влаги на поверхность прибора;
- оставлять включенные установки без присмотра;
- располагать на установках или вблизи них легко воспламеняющиеся материалы.

В случае возникновения аварийной ситуации (появления дыма, пламени, запаха горящей изоляции и т.д.) и в других случаях угрозы травмирования или появления опасностей, грозящих аварией, необходимо:

- прекратить работу;
- отключить оборудование от электрической сети;
- оставить рабочее место в неприкосновенности;
- в случае травмирования пострадавшему оказать первую помощь, при необходимости вызвать врача или сопроводить пострадавшего в лечебное учреждение.

3.2 Требования безопасности при проведении испытаний

3.2.1 При проведении испытаний персонал, участвующий в испытаниях, обязан соблюдать правила техники безопасности ГОСТ 12.1.019-79 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

3.2.2 Уровни освещенности производственных помещений и рабочих мест должны соответствовать нормированным значениям, установленным СНиП 23.05-95.

3.2.3 Метеорологические условия и содержание вредных веществ в рабочей зоне помещений не должны превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005-88.

3.2.4 При проведении испытаний персонал обязан соблюдать правила техники безопасности согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

3.3 Требования безопасности при выполнении работ по завершению испытаний.

После проведения исследований необходимо отключить оборудование от электрического питания.

4 Программа испытаний

Определяемые показатели и точность их измерений:

№	Наименование показателя	Метода анализа
4	Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры	ГОСТ 9391-80

5 Режимы испытаний

5.1 Порядок испытаний

Испытания проводят в соответствии с утвержденным планом-графиком.

Последовательность проведения испытаний:

5.1.1 Испытания необходимо начинать с выбора исследуемого участка фотографии микроструктуры образца.

5.1.2 Произвести расчет пористости ТЗП.

5.2 Ограничения и другие указания, которые необходимо выполнять на всех или на отдельных режимах испытаний

Испытания прекращаются в случаях:

- возникновения аварийных ситуаций;
- в случае значительного отклонения контролируемых параметров от нормы.

5.3 Условия перерыва, аннулирования и возобновления испытаний на всех или на отдельных режимах

Необходимость, условия и порядок перерыва, аннулирования или прекращения испытаний определяется комиссией.

6 Методы испытаний

6.1 Для проведения испытаний использовались фотографии микроструктуры ТЗП, полученных с помощью РЭМ при увеличении 100 крат в режиме обратно-отраженных электронов.

6.2 Была выбрана область на фотографии микроструктуры образца, по которой будет измеряться пористость.

6.3 Была проведена линия на фотографии с помощью соответствующей команды компьютерной программы.

6.4 Измерялась длина всей линии и участков линии, которые приходятся на поры.

6.5 Пористость рассчитывалась по формуле:

$$П = \frac{\sum l}{l} \cdot 100 \%$$

6.6 Было рассчитано количество пор в интервале до 1 мкм, в интервалах 1-10 мкм и 10-50 мкм.

7 Отчетность

7.1 Заданные и фактические данные, полученные при испытаниях по каждому пункту программы, оформляются протоколами, представляемыми на заседание комиссии.

7.2. По результатам испытаний в течение 3 дней комиссией составляется акт испытаний.

Акт испытаний должен содержать:

- подтверждение выполнения программы испытаний;
- оценку результатов испытаний с конкретными точными формулировками;
- выводы по результатам испытаний.

К акту прилагаются протоколы испытаний по пунктам программы.

7.3 Первичные материалы испытаний хранятся на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ в течение 5 лет со дня окончания испытаний.

Приложения

Приложение А	Перечень ссылочных документов
--------------	-------------------------------

Приложение А

к программе и методикам испытаний

Перечень ссылочных документов

Обозначение	Наименование
ГОСТ Р 8.568-97	Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Аттестация испытательного оборудования. Основные положения.
ГОСТ 20.57.406	Комплексная система контроля качества. Изделия электронной техники, квантовой электроники и электротехнические.
ГОСТ 12.1.019-79	Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
СНиП 23.05-95	Естественное и искусственное освещение
ГОСТ 12.1.005-88	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 9391-80	Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры.

Зав. кафедрой ММ НГТУ

В. Г. Буров

«__» _____ 2020 г.

**«НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»**

ПРОТОКОЛ

результатов испытаний по пункту № 6 Программы и методик
исследовательских испытаний термозащитных покрытий из диоксида
циркония, стабилизированного 7 мол. % оксидом иттрия (7YSZ), на
пористость

1 Вводная часть

1.1 Основание проведения работ

На основании выполнения выпускной квалификационной работы по теме «Структурные особенности ZrO_2 покрытий, полученных воздушно-плазменным напылением» для проведения испытаний были получены снимки микроструктуры образцов «стальная подложка – подслоя ПНХ20К20Ю13 (NiCrAlY) – керамическое покрытие из 7YSZ». Целью проведения испытаний являлось определение пористости покрытий. Испытания проводились на кафедре материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета.

1.2 Наименование и обозначение объектов испытаний

Объекты испытаний – образцы «стальная подложка – подслоя ПНХ20К20Ю13 (NiCrAlY) – керамическое покрытие из 7YSZ»

№ партии	Материал	Количество образцов, шт.
№1	Плазменное покрытие 7YSZ	11

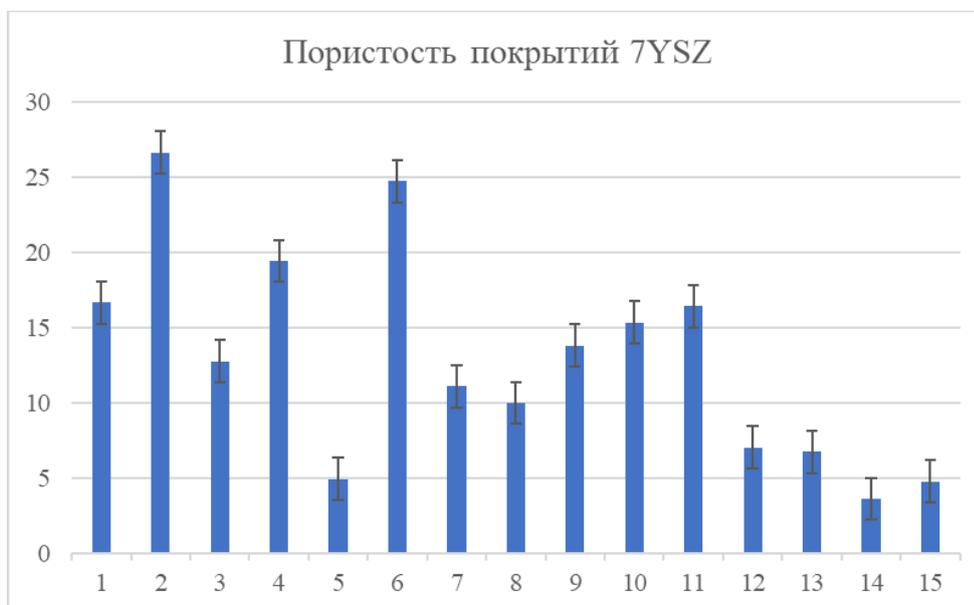
№2	Плазменное покрытие 7YSZ	4
Итого		15

1.3 Дата (период) проведения испытаний: апрель 2020 г.

1.4 Условия окружающей среды, влияющие факторы

Температура окружающего воздуха, °С 20 ± 10
Относительная влажность воздуха, % от 45 до 80
Атмосферное давление, мм рт. ст. от 630 до 800

2 Результаты испытаний (исследований)



Пористость покрытий и рассчитанное количество пор в интервале до 1 мкм, в интервалах 1-10 мкм и 10-20 мкм

Номер режима	Пористость покрытий, %	Количество пор, %		
		до 1 мкм	1-10 мкм	10-20 мкм
1	16,669±1,4	71	29	-
2	26,666±1,2	59	41	-
3	12,791±1,6	100	-	-

4	19,449±1,4	53	47	-
5	4,939±1,3	62,5	37,5	-
6	24,756±1,4	50	43,75	6,25
7	11,1±1,4	54	46	-
8	10,004±1,3	29	71	-
9	13,837±1,5	58	42	-
10	15,37±1,4	50	50	-
11	16,441±1,1	28	72	-
12	7,052±1,3	67	33	-
13	6,76±1,2	37,5	62,5	-
14	3,646±1,3	100	-	-
15	4,779±1,3	62,5	37,5	-

3 Выводы

Минимальную пористость имеют покрытия, полученные по режиму 5, 12, 13, 14 и 15 (4,939±1,4 %, 7,052±1,3 %, 6,76±1,2 %, 3,646±1,3 % и 4,779±1,3 % соответственно). Максимальную пористость имеют покрытия, полученные по режиму 2 и 6 (26,666±1,2 % и 24,756±1,4 %, соответственно).

Испытание проводил:

Студент Насырова А. К.