



Kauno technologijos universitetas
Matematikos ir gamtos mokslų fakultetas

Grafito kiekio įtaka aliuminio oksido dangų tribologinėms savybėms

Baigiamasis magistro projektas

Lukas Bastakys
Projekto autorius

Prof. Dr. Liutauras Marcinauskas
Vadovas

Kaunas, 2020



Kauno technologijos universitetas
Matematikos ir gamtos mokslų fakultetas

Grafito kiekio įtaka aliuminio oksido dangų tribologinėms savybėms

Baigiamasis magistro projektas
Taikomoji fizika (6211CX015)

Lukas Bastakys

Projekto autorius

Prof. Dr. Liutauras Marcinauskas

Vadovas

Doc. Dr. Aleksandras Iljinis

Recenzentas

Kaunas, 2020



Kauno technologijos universitetas

Matematikos ir gamtos mokslų fakultetas

Lukas Bastakys

Grafito kiekio įtaka aliuminio oksido dangų tribologinėms savybėms


Akademinio sąžiningumo deklaracija

Patvirtinu, kad mano, Luko Bastakio, baigiamasis projektas tema „Grafito kiekio įtaka aliuminio oksido dangų tribologinėms savybėms“ yra parašytas visiškai savarankiškai ir visi pateikti duomenys ar tyrimų rezultatai yra teisingi ir gauti sąžiningai. Šiame darbe nei viena dalis nėra plagijuota nuo jokių spausdintinių ar internetinių šaltinių, visos kitų šaltinių tiesioginės ir netiesioginės citatos nurodytos literatūros nuorodose. Įstatymų nenumatytų piniginių sumų už šį darbą niekam nesu mokėjęs.

Aš suprantu, kad išaiškėjus nesąžiningumo faktui, man bus taikomos nuobaudos, remiantis Kauno technologijos universitete galiojančia tvarka.

Lukas Bastakys

(vardas ir pavardė)



(parašas)

Bastakys, Lukas. Grafito kiekio įtaka aliuminio oksido dangų tribologinėms savybėms. Magistro baigiamasis projektas / vadovas prof. dr. Liutauras Marcinauskas; Kauno technologijos universitetas, Matematikos ir gamtos mokslų fakultetas fakultetas.

Studijų kryptis ir sritis (studijų krypčių grupė): Fizika (C02), Fiziniai mokslai (Fiziniai mokslai)

Reikšminiai žodžiai: Aliuminio oksidas, grafitas, plazminis purškimas, tribologija.

Kaunas, 2020. 49 p.

Santrauka

Aliuminio oksido ir aliuminio oksido-grafito dangos buvo suformuotos naudojant atmosferinį plazminį purkšimą. Šio darbo tikslas yra nustatyti vidutinės plazmos srauto temperatūros ir grafito koncentracijos įtaką dangų morfologijai, struktūrai ir tribologinėms savybėms. Tyrimų rezultatai parodė, kad didinant plazmotrono galią nuo ~37 kW iki 45 kW, ištekantios plazmos srauto temperatūrą padidėja nuo 3550 K iki 3700 K. Skenuojančios elektronų mikroskopijos vaizduose matomas šiurkštus, tačiau be pažeidimų gerai padengtas paviršius. Linijinio ir kvadratinio vidutinio šiurkštumo vertės sumažėjo didinant galią (plazmos temperatūrą) ar įvedant grafito miltelių priemaišas. Energijos dispersijos spektroskopija parodė, kad anglies koncentraciją dangoje yra daug mažesnė nei naudojamų grafito priemaišų kiekis. Rentgeno spindulių difrakcijos tyrimais nustatyta, kad aliuminio oksido miltelius sudarė α -Al₂O₃ ir β -Al₂O₃, o dangose dominuoja γ -Al₂O₃ fazė. Tribologinių tyrimų rezultatai parodė, kad trinties paviršių kontakto vietose tribosluoksnis tirtose dangose pradeda formotis, tačiau yra nevientisas ir netolygus. Aliuminio oksido ir aliuminio oksido - grafito dangų dilimo intensyvumas yra net dešimt kartų mažesnis lyginant su plieno paviršiaus dilimo intensyvumu.

Bastakys, Lukas. Effect of Graphite Content on the Tribological Properties of Alumina Coatings. Master's Final Degree Project / supervisor prof. dr. Liutauras Marcinauskas; Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Kaunas University of Technology.

Study field and area (study field group): Physics (C02), Physical science (Physical science)

Keywords: Alumina, graphite, plasma spraying, tribology.

Kaunas, 2020. 49 pages.

Summary

Using atmospheric plasma spraying alumina and alumina-graphite coatings were deposited. Aim of this work was to investigate an average plasma jet temperature and graphite concentration influence on coatings morphology, crystallography and tribological properties. Results showed that an increase of plasma spraying power from ~37 kW to 45 kW, enhanced the mean plasma jet temperature from 3550 K to 3700 K. Scanning electron microscopy images revealed rough, however, undamaged and well-coated surface. Reduction in average linear and quadratic surface roughness was obtained with an increase of torch power (plasma temperature) or introduction of graphite powders into alumina coatings. Energy dispersive spectroscopy revealed mismatch between the carbon content in the coatings and graphite concentration in feedstock alumina powders. X-Ray diffraction revealed that an alumina powders consisted from α -Al₂O₃ and β -Al₂O₃ phases, meanwhile the additional γ -Al₂O₃ phase was observed in the deposited alumina and alumina-graphite coatings. Tribological investigation showed an appearance of the tribolayer on the surfaces of the alumina-graphite coatings. However, the formed tribolayer on the surface was non-homogenous and noncontinuous. The deposited Al₂O₃ and Al₂O₃-graphite coatings demonstrated normalized wear rate up to 10 times lower compared to the steel surface.

Turinys

Paveikslų sąrašas	7
Įvadas.....	9
1. Literatūros apžvalga	10
1.1. Dangu formavimas	10
1.1.1. Terminio purškimo metodai	10
1.1.2. Plazminis purškimas.....	11
1.2. Aliuminio oksidas ir jo savybės	13
1.2.1. Aliuminio oksido fazės.....	14
1.3. Kitų autorių aliuminio oksido kompozitų dangų tyrimai	15
2. Medžiagos ir tyrimų metodai	25
2.1. Aliuminio oksido ir grafito milteliai.....	25
2.2. Dangu formavimas plazminiu purškimu	26
2.3. Skenuojanti elektronų mikroskopija (SEM).....	28
2.4. Rentgeno spindulių energijos dispersijos spektroskopija (EDS).....	28
2.5. Rentgeno spindulių difrakcija (XRD)	29
2.6. Paviršiaus šiurkštumas.....	29
2.7. Tribologiniai tyrimai	30
3. Tyrimų rezultatai.....	31
3.1. Plazmos srauto vidutinė temperatūra ir greitis	31
3.2. Morfologijos tyrimai	31
3.3. Elementinės sudėties tyrimai energijos dispersijos spektroskopija.....	37
3.4. Rentgenostruktūrinė analizė	39
3.5. Tribologiniai tyrimai	42
Išvados	45
Mokslinių tyrimų rezultatų skelbimas konferencijose.....	46
Literatūros sąrašas	47

Paveikslų sąrašas

1 pav. Įvairių dujų entalpijos priklausomybė nuo plazmos srauto temperatūros [12].....	11
2 pav. Tipinio plazminio purškimo proceso schema [9]	12
3 pav. Plazminiu purškimu suformuotos dangos struktūra (a) [9]; įvairiais purškimo metodais išlydytos dalelės vaizdas ant skirtingos temperatūros padėklo (b) [14]	13
4 pav. aliuminio ir aliuminio hidroksidų kristalinės struktūros esant skirtingai temperatūrai [24]...	14
5 pav. Aliuminio oksido alfa (a) ir gama (b) kristalinės gardelės struktūros [25,26].....	15
6 pav. Tribologiniai tyrimai esant skirtingai anglies priemaišų koncentracijai: (a) nusidėvėjimo takelio pločio priklausomybė nuo anglies koncentracijos; (b) trinties koeficientas priklausomybė nuo atstumo [29].....	16
7 pav. Nudėvėtos medžiagos kiekis aliuminio oksido (A-SD) ir aliuminio oksido-anglies nanovamzdelių bandiniams [6].....	16
8 pav. Trinties koeficientai (a) ir dilimo spartos (b) esant skirtingai grafito dalelių koncentracijai [30]	17
9 pav. Ni-Al ₂ O ₃ /grafito dangų nusidėvėjimo takelių SEM vaizdai esant: 0 g/l (a), 0,5 g/l (b)...2,5 g/l (f) grafito dalelių koncentracijoms [30].....	18
10 pav. Dangų trinties koeficientų priklausomybė nuo laiko (a) ir dilimo intensyvumas esant 8 N apkrovai (b) [35].....	19
11 pav. Rentgenogramos esant didesniai n-Al ₂ O ₃ miltelių kiekiui [38].....	20
12 pav. Trinties koeficiento (a) ir dilimo intensyvumo (b) priklausomybės nuo n-Al ₂ O ₃ koncentracijos [38]	21
13 pav. Trinties koeficiento kreivės CuAl ir CuAl kompozitams [39]	21
14 pav. Dilimo intensyvumo (a) ir mikrokietumo (b) vertės CuAl ir CuAl kompozitams [39].....	22
15 pav. Dangų kietumo priklausomybė nuo srovės stiprio (galios) [40]	22
16 pav. Aliuminio oksido dangų paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo galios [41]	23
17 pav. Aliuminio oksido dangų rentgenogramos esant skirtingam srovės stipriui: 450 A (a); 550 A (b) ir 650 A [42]	24
18 pav. grafito (a) ir aliuminio oksido (b) miltelių vaizdai [43].....	25
19 pav. aliuminio oksido miltelių rentgenograma [43]	25
20 pav. Plazmotrono nuotrauka purškimo metu	26
21 pav. AG5b bandinio skerspjūvio SEM nuotrauka	27
22 pav. Elektronų sąveikos tūris [45]	28
23 pav. Rentgeno spinduliai iš molibdeno taikinio esant 35 kV greitinimo įtampai [46].....	29
24 pav. Plazmos srauto vidutinės temperatūros (a) ir greičio (b) priklausomybė nuo galios.....	31
25 pav. AG0 bandinio SEM nuotraukos: (a,b) prieš tribologinius tyrimus; (c,d) po tribologinių tyrimų	32
26 pav. Dangų paviršiaus vaizdai prieš tribologinius tyrimus esant x5000 didinimui: (a) AG5a; (b) AG5c;	32
27 pav. SEM nuotraukos bandinių (5% grafito), suformuotų: 36,9 kW (a), 41,0 kW (c) ir 45,1 kW (e) galiai. 36,9 kW (b), 41,0kW (d) ir 45,1 kW (f) – po tribologinių tyrimų.	33
28 pav. SEM nuotraukos bandinių, suformuotų: 10 % (a), 15 % (b) grafito koncentracijai. 10 % (c) ir 15 % (d) – po tribologinių tyrimų.	34
29 pav. Paviršiaus šiurkštumo profilis (AG5b)	35
30 pav. Vieno bandinio kelių matavimų rezultatai (AG5b)	35
31 pav. Paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo grafito koncentracijos milteliuose.....	36

32 pav. Paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo galios	36
33 pav. Anglies koncentracija bandinių paviršiuje esant skirtingai grafito miltelių koncentracijai..	37
34 pav. Anglies koncentracija bandinių paviršiuje esant skirtingai galiai	38
35 pav. AG5c bandinio EDS matavimo vieta po tribologinių tyrimų ir elementų pasiskirstymas plote	39
36 pav. AG5b rentgenograma.....	40
37 pav. Bandinių rentgenogramos esant 5% grafito miltelių koncentracijai ir skirtingai galiai	41
38 pav. Bandinių rentgenogramos esant 41,0 kW galiai ir skirtingai grafito miltelių koncentracijai	41
39 pav. Trinties koeficiento priklausomybė nuo trinties laiko: plienui ir bandiniams kai naudojama skirtinga grafito koncentracija mišinyje	42
40 pav. Matavimas profilometru nudėvėtoje dangos vietoje (AG5a)	43
41 pav. Dilimo intensyvumas skirtingiems bandiniams.....	44

Įvadas

Aliuminio lydiniai yra plačiai taikomi inžinerijos srityse, pavyzdžiui, architektūroje, automobilių pramonėje, aviacijoje, aeronautikoje ir kt. Aliuminio lydiniai pasižymi geru šilumos laidumu, mažu tankiu, mechaniniu atsparumu bei atsparumu korozijai [1, 2]. Tuo tarpu aliuminio oksidas be minėtų savybių pasižymi ir aukšta lydymosi temperatūra ~2070 °C [3]. Tačiau aliuminio lydiniai ir aliuminio oksido dangos pasižymi gana dideliu "sausos" trinties koeficientu, kas lemia ir didelę dilimo sparta. Taigi reikalingi nauji būdai siekiant pagerinti jų mechanines ir tribologines savybes, o tai praplėstų ir šių dangų taikymo sritis. Aliuminio oksidų kompozitų dangos yra plačiai naudojamos įvairių metalinių paviršių apsaugai nuo mechaninio ir cheminio poveikio. Šios kompozitinės dangos yra atsparios ne tik korozijai, bet ir apsaugo paviršius nuo oksidacijos bei gali būti tinkamos gerinant tribologines savybes [4].

Vienas iš dažnai naudojamų būdų aliuminio oksido ir jo kompozitų dangoms formuoti yra atmosferinis plazminis purškimas. Šiuo metodu galimas labai įvairių kompozitų formavimas dėl aukštos plazmos srauto temperatūros, kurioje gali būti lydamos beveik visos medžiagos. Kiti plazminio purškimo pranašumai yra didelis nusodinimo greitis, galimybė kontroliuoti srauto parametrus ir taip formuoti norimo storio, fazinės kompozicijos ar elementinės sudėties dangas.

Plazminio purškimo metodo privalumai gali būti naudojami tribologinių savybių pagerinimui formuojant aliuminio oksido dangas su grafito ar anglies nanodarinių priemaišomis. Įvedus grafeno nanoplokšteles į aliuminio oksidą pastebėta, kad lydomi milteliai suformuoja mažesnes ir tolygesnes lameles [5]. Dangos, suformuotos naudojant mišinius su anglies nanovamzdelių priemaišomis, pasižymi mažesniu trinties koeficientu ir tampa atsparesnės dilimui [6]. Nors grafitas pasižymi geromis tepamosiomis savybėmis, esant aukštai temperatūrai (3500-4000 °C) grafitas gali oksiduotis dėl sąveikos su oru. Todėl tyrimų apie atmosferiniu plazminiu purškimu suformuotų aliuminio oksido-grafito dangų trūksta. Nepakankamai tirta šių dangų tribologinės savybės bei grafito koncentracijos įtaką suformuotų dangų fazinei struktūrai, porėtumui, kietumui, trinties koeficientui ir t.t.

Darbo tikslas: atmosferiniu plazminiu purškimu suformuoti aliuminio oksido ir aliuminio oksido – grafito dangas bei nustatyti vidutinės plazmos srauto temperatūros ir grafito koncentracijos įtaką dangų morfologijai, struktūrai ir tribologinėms savybėms. Šiam tikslui įgyvendinti iškelti šie uždaviniai:

1. atlikti literatūros apžvalgą apie plazminį purškimą ir grafito priemaišų įtaką keraminių dangų savybėms;
2. plazminiu purškimu suformuoti aliuminio oksido ir aliuminio oksido – grafito dangas;
3. įvertinti plazmos srauto temperatūros įtaką suformuotų dangų paviršiaus morfologijai, elementinei sudėčiai, struktūrai bei tribologinėms savybėms;
4. nustatyti grafito koncentracijos įtaką suformuotų dangų struktūrai ir trinties koeficientui.

1. Literatūros apžvalga

1.1. Dangų formavimas

Medžiagos taikomos pramonėje pagal jų savybės, kurios turi atitikti nurodytus projektuojamo ir gaminamo komponento poreikius. Pavyzdžiui, statybinės medžiagos, kur svarbiausia yra stiprumas ir atsparumas įtrūkiams. Priklausomai nuo eksploataavimo aplinkos, komponentų tarnavimo laikas gali būti drastiškai apribotas ar jų savybės pakeistos tiek, kad nebeatitiks numatytų reikalavimų. Pavyzdžiui, statinius pajūryje išdina druska ir drėgmė ir tai palaiapsniui susilpnina jų struktūrą. Ar turbinose, kur aukšta temperatūra gali pažeisti neapsaugotus komponentus. Akivaizdu, kad sąveikos tarp medžiagos ir aplinkos esmė yra medžiagos paviršius. Vienas sėkmingų būdų, norint apsaugoti paviršių, yra plonas kitos medžiagos sluoksnio nusodinimas.

Besivystančios dangų technologijos praplečia medžiagų taikymo sritis, kurios yra ribojamos dėl medžiagoms būdingų savybių. Šiuo metu dangos yra naudojamos beveik visose aplinkose ir specializuotose srityse. Pažvelgiant į anksčiau minėtas problemas, atviroje jūroje esančios konstrukcijos gali būti padengtos korozijai atspariomis dangomis, tokiomis kaip cinkas ir cinko-aliuminis [7], o turbinų mentės paprastai yra padengtos šilumą izoliuojančiomis dangomis, tokiomis kaip itriu stabilizuotas cirkonio oksidas (YSZ), kurios pasižymi mažu šilumos laidumu ir geromis mechaninėmis savybėmis [8].

1.1.1. Terminio purškimo metodai

Pirmasis terminio purškimo procesas aukštos temperatūros liepsna buvo išrastas beveik prieš šimtmetį. Pirmosios taikymo sritys buvo susijusios su velenų remontu ir ritinių restauravimu bei paviršiaus padengimu. Šiems tikslams buvo naudojami gana paprasti metalai ir jų lydiniai. 1960-ųjų pradžioje plazmos ir elektrinio lanko purškimo technologijos pradėtos taikyti daugumoje pramonės sričių. Kelių dešimtmečių eigoje, aviacijos ir branduolinės pramonės sritys buvo pirmosios, kuriuose terminio purškimo technologijos buvo taikomos pramoninės gamybos mastu. Dabar terminis purškimas naudojamas įvairių dangų, pradedant metalų, jų lydinių ir baigiant keramikos, kermetų, bei polimerų formavimui. Šios dangos taikomos chirurginių įrankių, medicininių implantų, turbinų variklių, elektronikos komponentų, virtuvės reikmenų ir kt. gamybai [9].

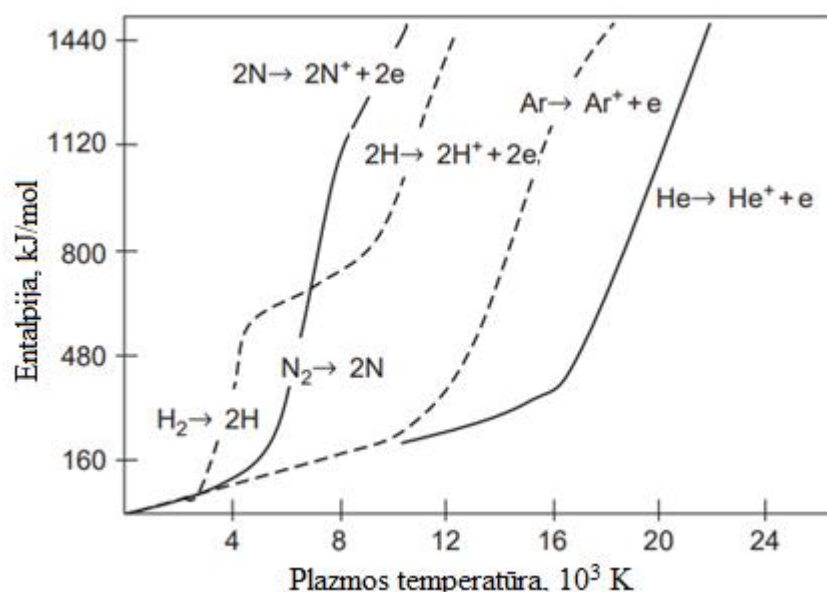
Terminio purškimo procesai skiriasi nuo kitų dengimo procesų tuo, kad medžiagos nenusėda ant paviršių kaip atskiri jonai, atomai ar molekulės. Vietoj to, santykinai masyvios dalelės nusėda ant paviršiaus skysčių lašelių arba dalinai išlydytų ar net kietų dalelių pavidalu. Dangai formuoti naudojamos žaliavos paprastai būna miltelių, vielos arba strypų pavidalu. Žaliavos medžiagos yra kaitinamos iki lydymosi temperatūros plazmos srautu, elektros lanku arba liepsna. Išlydyta medžiaga tuomet yra purškiama darbinių dujų srauto pagalba link pagrindo, kur vyksta dangos formavimosi procesai. Terminio purškimo metu danga formuojasi tik toje vietoje, kur vyksta plazmos srauto sąveika su padėklo paviršiumi [10].

Vidutinis dalelių temperatūros pasiskirstymas ir greičio pasiskirstymas lemia dangos tvirtumą, porėtumą ir galimus oksidų tarpus. Tai ypač svarbu naudojant atmosferinį plazminį purškimą, kuomet išeinančiame plazmos sraute esantys milteliai sąveikauja su išsiskverbusiū oru. Kita vertus, formuojant dangas elektriniu lanku, purškiamos medžiagos yra strypai, kurie, dėl tarp jų susiformavusio išlydžio, yra lydomi į mikro lašelius (daleles). Naudojant šį formavimo metodą nesusidaro įkaitusių dujų srautai. Skirtingai nuo kitų terminio purškimo procesų, lašelių (ar dalelių)

temperatūra pradeda mažėti iškart kai tik jos palieka vielos galus. Laikas, per kurį milteliai būtų lydomi įkaitusių dujų srautuose, šiuo atveju, naudojamas tik dalelių aušinimui. Dujų srautai naudojami tik dalelėms pagreitinti link dengiamo paviršiaus. Elektrinio lanko purškimo metu taip pat svarbu įvertinti oro (ypač ore esančio deguonies) sąveika su purškiamomis karštomis dalelėmis. Nepaisant skirtingos terminio purškimo procesų kilmės (plazminio, degimo ar elektrinio lanko) skirtumų, lydamos ir įkaitusios medžiagos dalelės panašiai deformuojasi ir sąveikauja su pagrindu. Fizikiniai skirtumai tarp terminio purškimo procesų yra dalelių bei naudojamo srauto temperatūrų ir greičių skirtumai, kurie lemia formuojamų dangų pokyčius [9, 10].

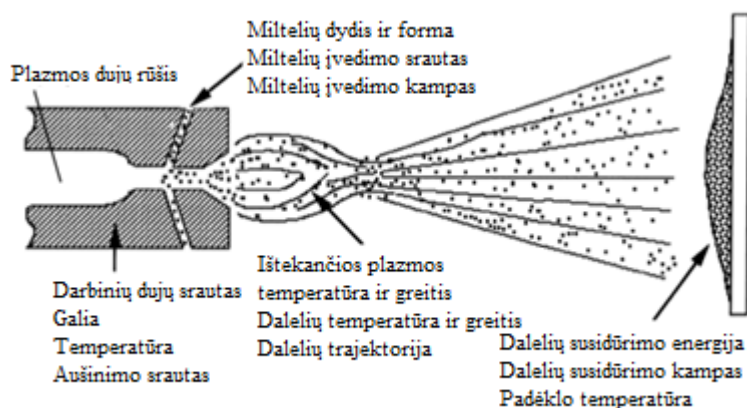
1.1.2. Plazminis purškimas

Plazminis purškimas yra plačiai naudojamas labai skirtingų tipų dangų formavimui. Dėl aukštos temperatūros šaltinio - plazmos - šis procesas leidžia išlydyti praktiškai visas medžiagas, įskaitant visas keramines medžiagas ir aukštą lydymosi temperatūrą turinčius metalus. Plazma generuojama perduodant energiją dujų atomams ar molekulėms, kol pasiekiamas reikiamas energijos kiekis joms jonizuotis, ir susidaro elektronų bei jonų srautai. Plazmos būseną pasiekama, kai, esant elektriniam laukui, laisvųjų elektronų judėjimas jonizuotose dujose gali būti išlaikomas. Pašalinus elektrinį lauką, elektronai ir jonai rekombinuoja, išskirdami šilumą ir šviesą. 1 pav. pavaizduota plazmą formuojančių dujų entalpijos priklausomybė nuo temperatūros. Vienatomės dujos, tokios kaip argonas (Ar) ir helis (He), yra jonizuojamos elektronų smūgiais tiesioginės jonizacijos metu. Dviatomės dujos, tokios kaip azotas (N_2) ir vandenilis (H_2), pirmiausia disocijuoja ir tik tada yra jonizuojamos. Argonas ir azotas yra naudojami formuojant plazmą kaip darbinės dujos, o vandenilis ir helis - kaip papildomos dujos. Argono dujos yra dažnai naudojamos kartu įvedant ir vandenilio dujas. Argonas lengvai jonizuojasi, tačiau jo entalpija (temperatūra) yra gana žema, vandenilio įvedimas leidžia žymiai padidinti plazmos entalpiją (temperatūrą), ir leidžiančią efektyviau išlydyti miltelius. Vandenilio įvedimas taip pat padidina dujų mišinio šilumos laidumą ir didina lanko įtampą, ko pasėkoje pasiekiamas didesnis purškimo efektyvumas. Tačiau, vandenilio dujų įvedimas ypač padidina elektrodo erozija, todėl jo koncentracija dujų plazmos mišinyje neturėtų viršyti 25% [11].



1 pav. Įvairių dujų entalpijos priklausomybė nuo plazmos srauto temperatūros [12]

2 pav. pavaizduotas plazminis purškimo procesas ir pateikti pagrindiniai proceso parametrai, kurie turi didžiausią įtaką formuojamų dangų kokybei. Siekiant gauti kokybišką dangą reikia, kad įvesti į plazmos srautą milteliai iki atsitrenkdami į padėklą pasiektų lydymosi temperatūrą. Laiko tarpas, kurį dalelė išbūna dujų plazmos sraute vadinamas dalelės lėkimo (skrydžio) laiku. Dalelės lėkimo laiką lemia dujų greitis ir purškiamų miltelių charakteristikos. Dujų greitį lemia bendras dujų srauto debitas ištekantis per tūtos (kanalo) išėjimo angą ir dujų tipas. Dalelių įgautas greitis priklauso ir nuo plazmos srauto greičio, dalelių įvedimo vietos ir naudojamų dalelių charakteristikų (dydis, morfologija, masė). Plazmoje esančių miltelių dalelių temperatūrą priklauso nuo plazmą sudarančių dujų entalpijos, greičio ir dalelės trajektorijos [13].



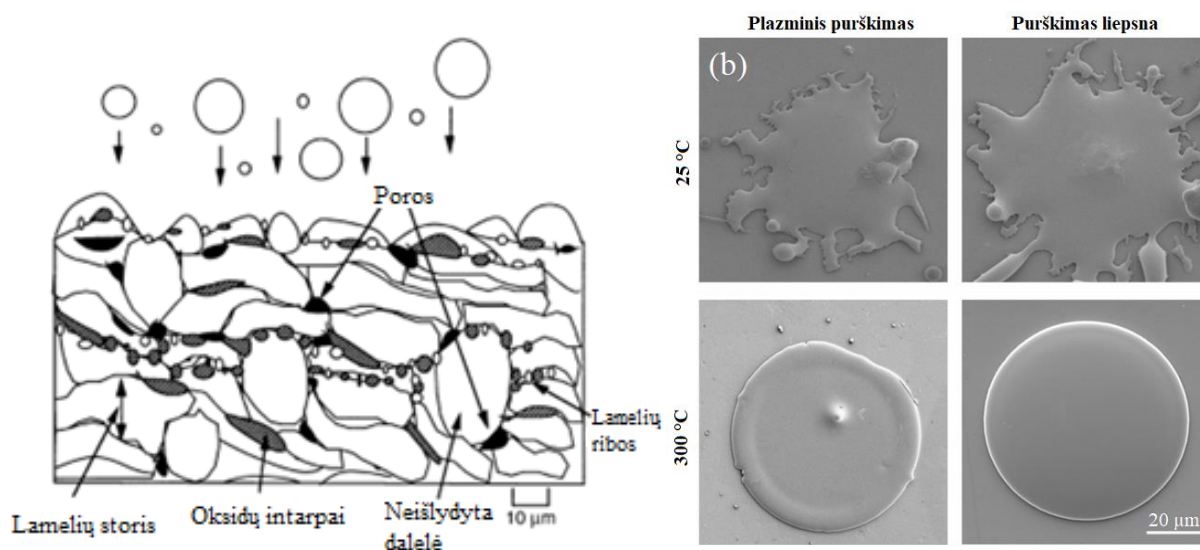
2 pav. Tipinio plazminio purškimo proceso schema [9]

Dėl didelių temperatūros skirtumų tarp reaktoriaus ir jį supančios aplinkos (vandeniui aušinamų anodų) plazmos sraute susidaro tiek greičio tiek ir temperatūros gradientai. Reaktoriaus viduje temperatūros kritimas nuo srauto vidurio iki išėjimo angos yra keli tūkstančiai laipsnių per kelis milimetrus. Temperatūra ir greitis taip pat sparčiai kinta, kai srautas išteka iš anodo kanalo į aplinką. Todėl viso proceso metu dujų temperatūros ir greičio gradientai yra abejomis kryptimis (išilgai ir skersai), o verčių skirtumai labai priklauso nuo koordinatės padėties. Dėl šios dinamiškos aplinkos labai svarbu kurioje reaktoriaus vietoje yra įvedami milteliai. Plazminio purškimo metu, dangai formuoti skirti milteliai paprastai yra įvedami plazmos srauto ištekėjimo srityje ar netoli jos t.y. aukščiausios temperatūros srityje [9, 11].

Įvestų dalelių greitis ir temperatūra priklauso nuo dalelių trajektorijų ir plazmos-dalelių sąveikos. Yra pastebėta, kad didesni srauto greičiai lemia didesnę vidutinę dalelių greitį. Taip pat, didesnes entalpijos vertės lemia ir aukštesnę vidutinę dalelių temperatūrą. Dalelių greičiai yra svarbūs, nes didėjant dalelių greičiams didės ir dalelių / lašelių kinetinė energija smūgio metu. Dalelių kinetinė energija lemia smarkesnę dalelių deformavimąsi smūgio į pagrindą metu, ir sukuriant tvirtesnes ir tankesnes dangas. Tačiau didėjant dalelių greičiui sutrumpėja miltelių lėkimo laikas sraute, todėl dalelės yra mažiau įkaitinamos. Žemesnė kietųjų dalelių temperatūra lemia mažesnę formuojamos dangos tankį, dėl porėtumo padidėjimo, kadangi tuomet dangoje yra santykinai didesnė neišsilydžiusių dalelių koncentracija. Didinant plazmos srauto entalpiją galima kompensuoti trumpesnį miltelių užsibuvimo laiką [13].

Norint gauti tolygią dangą ant pagrindo paviršiaus, kiekvienas pagrindą pasiekęs lašelis po smūgio turi ištikėti ir tolygiai pasiskirstyti į blyno formą (vadinamą lamele) bei tvirtai prilipti prie pagrindo

paviršiaus. Po pirmojo lamelių sluoksnio, kiti lašeliai ar dalinai išlydytos dalelės turi išplisti taip, kad jie sėkmingai priliptų prie naujai suformuoto sluoksnio. 3 pav. (a) pavaizduota plazminiu purškimu suformuotos dangos struktūra. Dažniausiai tik dalis miltelių yra visiškai išlydomi, todėl dangos yra dažnai porėtos, turi oksidų bei neišlydytų dalelių fragmentų. Norint suformuoti reikiamas lamelių formas, svarbu įvertinti ir padėklo temperatūrą. 3 pav. (b) pateiktos lamelių formos esant skirtingai padėklo temperatūrai. Kuomet padėklas nebuvo kaitinamas prieš formuojant dangas, susiformuoja nesimetriškos formos lamelės. Dėl didelių temperatūrų skirtumų tarp lydymų miltelių ir padėklo vyksta staigus aušinimas todėl, kai išlydytos dalelės susiduria su padėklu, jos iškart sukietėja. Kita vertus, kuomet padėklas yra pakaitintas iki 300 °C, lamelės sukietėja ne iškart ir dėl paviršiaus įtempių formuojasi sferinės formos lamelės, kurios lemia geresnes dangos mechanines bei tribologines savybes [11-14].



3 pav. Plazminiu purškimu suformuotos dangos struktūra (a) [9]; įvairiais purškimo metodais išlydytos dalelės vaizdas ant skirtingos temperatūros padėklo (b) [14]

1.2. Aliuminio oksidas ir jo savybės

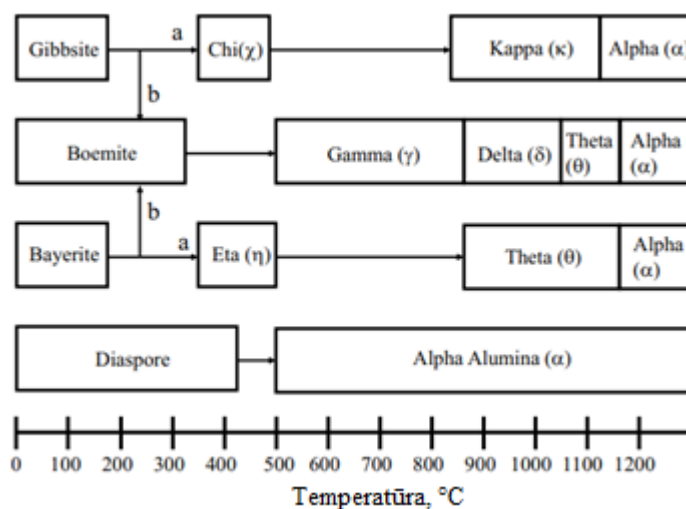
Aliuminio oksidas turi šias naudingas savybes kaip aukšta lydymosi temperatūra, kietumas ir stiprumas, atsparumas dilimui, ir cheminis stabilumas. Safyras ir rubinas yra Al_2O_3 su priemaišomis (Ti, Fe ir Cr), kurios suteikia spalvas (mėlynos ir raudonos spalvos) ir yra naudojami papuošalų gamyboje. Sintetiniai bespalviai leuka-safyrai (angl. *leucosapphires*) naudojami kaip didelio stiprumo optiniai komponentai langams, aktyvūs lazerio komponentai ir kt. Polikristalinis Al_2O_3 yra santykinai nebrangus ir yra viena iš labiausiai paplitusių keramikos rūšių, naudojamų kaip karščiui atspari medžiaga, elektros izoliatoriai, atsparūs dilimui mechaniniai komponentai, šlifavimo medžiaga apdirbimui ir kt. [15-17]. Aliuminio oksidas gali būti naudojamas kai kuriose kompozicinėse medžiagose kaip užpildas arba matrica [18]. Be to, Al_2O_3 pasižymi biologiniu suderinamumu ir yra naudojamas medicinoje, pavyzdžiui implantams, sintetiniams akies lęšiams ir kt. [19]. Dėl gerų mechaninių savybių ir mažo tankio Al_2O_3 medžiaga gali būti naudojama keraminių šarvų gamybai [20].

Korundas ($\alpha-Al_2O_3$) išsiskiria tarp kitų oksidų dėl savo kietumo ir gniuždymo stiprio (σ_c) verčių. Tačiau, lenkimo (σ_f) ir tempimo (σ_t) stiprio vertės, taip pat atsparumas įtrūkiams yra mažesni nei kitų

plačiai naudojamų oksidų (pvz. ZrO_2). Polikristalinio Al_2O_3 (tankios korundo keramikos) atsparumas dilimui yra pranašesnis nei monokristalinio aliuminio oksido (safyro). Korundo keramika ir safyras yra geriausi izoliatoriai tarp esamų oksidų (išskyrus SiO_2) [21]. Al_2O_3 dielektrinė konstanta, kuri yra apie 10, yra didesnė lyginant su dauguma dielektrikų. Tačiau sąlyginai maža lyginant su TiO_2 ($\sim 10^2$), bario titanatu ($\sim 10^3$) ir kt. Lyginant su dauguma nemetalų, Al_2O_3 pasižymi kur kas didesniu šilumos laidumu ($\sim 35-40$ W/(m·K)). Vieninteliai oksidai, turintys didesnę šilumos laidumą nei Al_2O_3 , yra MgO (~ 60 W/(m·K)) ir BeO (230 - 370 W/(m·K)) [22]. Al_2O_3 šiluminis plėtimosi koeficientas ($\alpha \sim 7,6 \cdot 10^{-6} K^{-1}$) yra didesnis nei dauguma kitų keraminių medžiagų (sukepintų karbidų, nitridų, mulito ir kt.) [23].

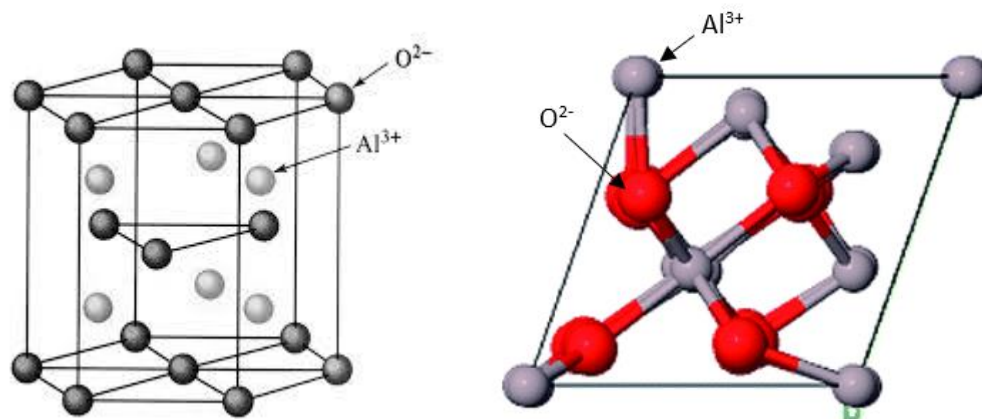
1.2.1. Aliuminio oksido fazės

Be termodinamiškai stabilaus $\alpha-Al_2O_3$ (korundo forma) aliuminio oksidas egzistuoja daugelyje metastabilių polimorfų. Įvairios aliuminio oksido kristalinių struktūrų atmainos yra gaunamos atkaitinus aliuminio hidroksidus arba aliuminio druskas. Yra keturios aliuminio hidroksidų rūšys: bemitas (γ -monohidratas), diasporas (α -monohidratas), gibsite (γ -trihidratas) ir beiritas (α -trihidratas). Galimi fazių virsmai parodyti 4 pav. [24]. Visos fazių atmainos esant pakankamai aukštai atkaitinimo temperatūrai transformuojasi į $\alpha-Al_2O_3$ struktūrą. Metastabilias Al_2O_3 struktūras galima suskirstyti į dvi kategorijas: į centruoto paviršiaus kubinį (fcc) arba tankiai supakuota heksagoninę (hcp) deguonies anijonų išsidėstymą. Al_2O_3 struktūros, pagrįstos fcc deguonies išsidėstymu apima γ , η (kubinę), θ (monoklininę) ir δ (tetragoninę arba ortorombinę) struktūras. Struktūros, pagrįstos hcp išsidėstymu - α (trigoninę) ir k (ortorombinę) fazės [25].



4 pav. aliuminio ir aliuminio hidroksidų kristalinės struktūros esant skirtingai temperatūrai [24]

$\alpha-Al_2O_3$ keramikos pasižymi dideliu kietumu, geromis dielektrinėmis savybėmis, aukšta lydymosi temperatūra ir geru šilumos laidumu. Trigoninę $\alpha-Al_2O_3$ struktūrą (5 pav. (a)) sudaro gardelės kraštinių kampuose esantys deguonies anijonai ir daug mažesni aliuminio katijonai. Norint gauti visiškai kristalinę $\alpha-Al_2O_3$ struktūrą, naudojama ~ 1450 °C temperatūra. $\gamma-Al_2O_3$ (5 pav. (b)) plačiai naudojama kaip stabili, porėta terpė aktyviems katalizatoriams. Ši struktūra susidaro kaitinant hidroksido bemitą 500-750 °C temperatūroje. Šios struktūros gardelėje deguonies anijonai sudaro kubinę centruoto paviršiaus gardelę, o aliuminio katijonai užima oktaedrinės ir tetraedrinės gardelės mazgus. Gardelė yra sudėtingos formos ir $\gamma-Al_2O_3$ struktūroje egzistuoja vakansijos [26].



5 pav. Aliuminio oksido alfa (a) ir gama (b) kristalinės gardelės struktūros [25,26]

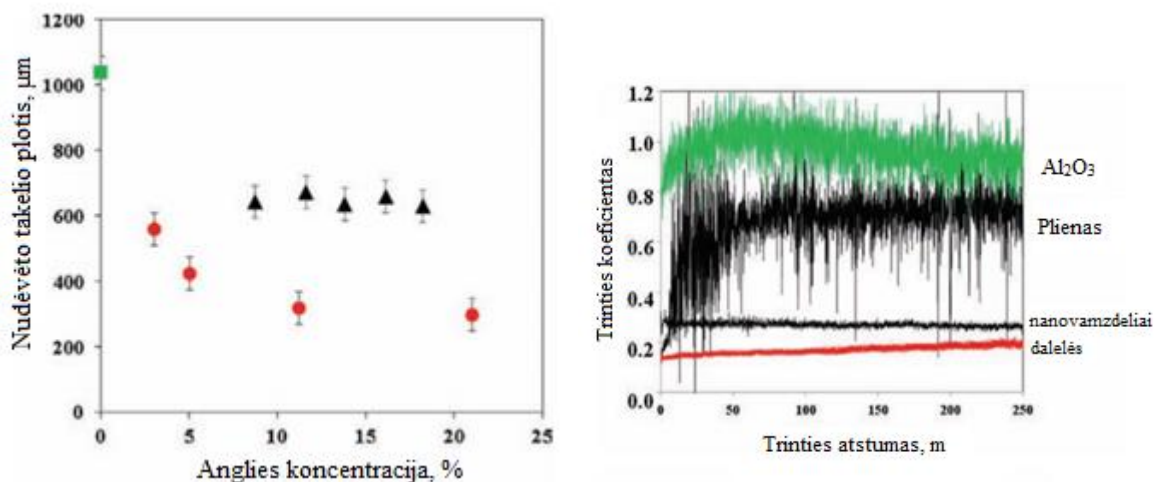
Aliuminio oksido dangų savybės taip pat priklauso ir nuo pradinių miltelių priemaišų. Al_2O_3 milteliai paprastai turi tokių priemaišų kaip silicio, kalcio, magnio, natrio ir kalio oksidai. SiO_2 , CaO , Na_2O ir K_2O lydosi žemesnėje temperatūroje nei Al_2O_3 . Todėl kaitinant miltelius gali susidaryti priemaišų lašeliai kurie skatina tankesnių dangų formavimąsi tačiau lemia sumažina mechanines dangų savybes esant aukštomis temperatūroms. Dažniausiai pasitaikanti priemaiša yra SiO_2 . Labiausiai nepageidaujama priemaiša yra Na_2O , nes ji pablogina būdingas aliuminio oksido keramikos savybes (kietumą, šilumos laidumą ir kt.). Kai kurios priemaišos įvedamos į Al_2O_3 kaip specialūs priedai. Pridedant priedus sumažėja sukepinimo temperatūra, o tai supaprastina keramikos gaminimo procesą ir sumažina jo sąnaudas. Dažnai nedideliais kiekiais (1–3 masės%) yra įvedamas MgO , kuris slopina didelių korundo grūdelių formavimąsi. Vienodas grūdelių dydis yra svarbus siekiant formuoti tankią aliuminio oksido struktūrą [27]. Priešingai nei MgO , kiti priedai gali palengvinti skystosios fazės susidarymą. Įvedant MnO-TiO_2 galima gauti stabilią $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ struktūrą esant žemesnei, ~1300 °C temperatūrai [28].

1.3. Kitų autorių aliuminio oksido kompozitų dangų tyrimai

Aliuminio oksido dangos yra plačiai taikomos dėl kietumo, aukštos lydymosi temperatūros, dielektrinės skvarbos ir kitų savybių. Tačiau dėl prastų tribologinių savybių įprasta naudoti aliuminio oksido kompozitų dangas. Daugelis autorių aktyviai siekia atrasti naujus formavimo būdus, sąlygas ar kitas medžiagas.

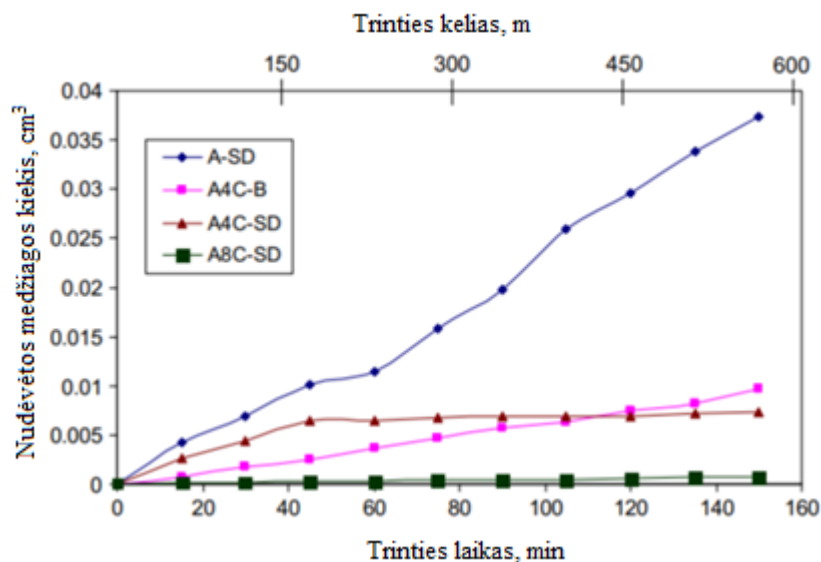
K. Hentour ir kt. [29] tyrinėjo aliuminio oksido ir aliuminio oksido-grafito dangų tribologines savybes. Autoriai dangas formavo panardinant nerūdijančio plieno pagrindą į bemito arba bemito-grafito koloidinį tirpalą. Vėliau bandiniai buvo termiškai apdorojami 500 °C temperatūroje siekiant paskatinti bemito fazinę transformaciją į $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Tirpalo priemaišos buvo grafito dalelės arba anglies nanovamzdėliai. Analizuojant bandinių nusidėvėjimo takelius (6 pav. (a)) autoriai nustatė, kad įmaišius grafito daleles ar nanovamzdėlius nusidėvėjimas sumažėja. Tačiau didinant anglies nanovamzdėlių kiekį atsparumas nusidėvėjimui nepagerėjo, tuo tarpu, didinant grafito kiekį nuo 2,4 % iki 22,8 % (pagal masę) nusidėvėjimas sumažėjo apie tris kartus. Autoriai teigia, kad tribologinių tyrimų metu trinamas rutuliukas sąveikauja tik su anglies nanovamzdėlių sienelėmis ir tai lemia jų itin mažą našumą lyginant su grafito dalelėmis. Grafito dalelės gali būti dalinai sutrupinamos ko pasėkoje susiformuoja reikiamas tribo-sluoksnis, kuris lemia didesnę atsparumą nusidėvėjimui.

Atliekant trinties koeficiento matavimus K. Hentour ir kt. taip pat pastebėjo, kad įmaišius grafito daleles arba anglies nanovamzdelius trinties koeficientas žymiai sumažėja (6 pav. (b)).



6 pav. Tribologiniai tyrimai esant skirtingai anglies priemaišų koncentracijai: (a) nusidėvėjimo takelio pločio priklausomybė nuo anglies koncentracijos; (b) trinties koeficientas priklausomybė nuo atstumo [29]

K. Balani su bendraautoriais [6] tyrinėjo plazminiu purškimu suformuotų aliuminio oksido ir aliuminio oksido-anglies nanovamzdelių tribologines savybes. Mokslininkai suformavo aliuminio oksido ir, skirtingais miltelių maišymo būdais, aliuminio oksido-anglies nanovamzdelių dangas. Buvo nagrinėjama 4 ir 8 % pagal masę nanovamzdelių priemaišų įtaka. 7 pav. Pavaizduota kaip nusidėvėjimo tūris kinta didėjant trinties trukmei. Dangoje, kuri suformuota naudojant tik aliuminio oksido miltelius, pastebėta didžiausia dilimo sparta.

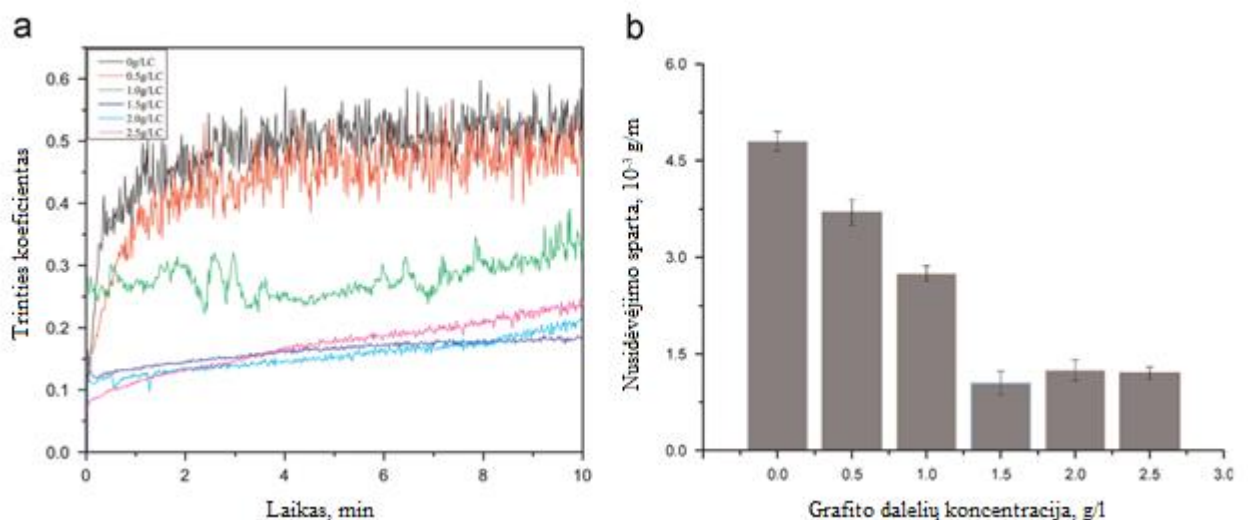


7 pav. Nudėvėtos medžiagos kiekis aliuminio oksido (A-SD) ir aliuminio oksido-anglies nanovamzdelių bandiniams [6]

Autoriai pastebėjo, kad pilnai išsilydžiusių miltelių kiekis yra didesnis kuomet įmaišomi anglies nanovamzdeliai. K. Balani teigia, kad trinties metu tik aplydytų dalelių vietose susidaro dangos

atplaišos kurios didina trinties koeficientą ko pasėkoje didėja ir nutrintos medžiagos kiekis. Įmaišius bent 4 % (pagal masę) anglies nanovamzdelių nusidėvėjimo tūris žymiai sumažėja. Padidinus anglies nanovamzdelių kiekį iki 8 %, nusidėvėjimo tūris yra mažiausias.

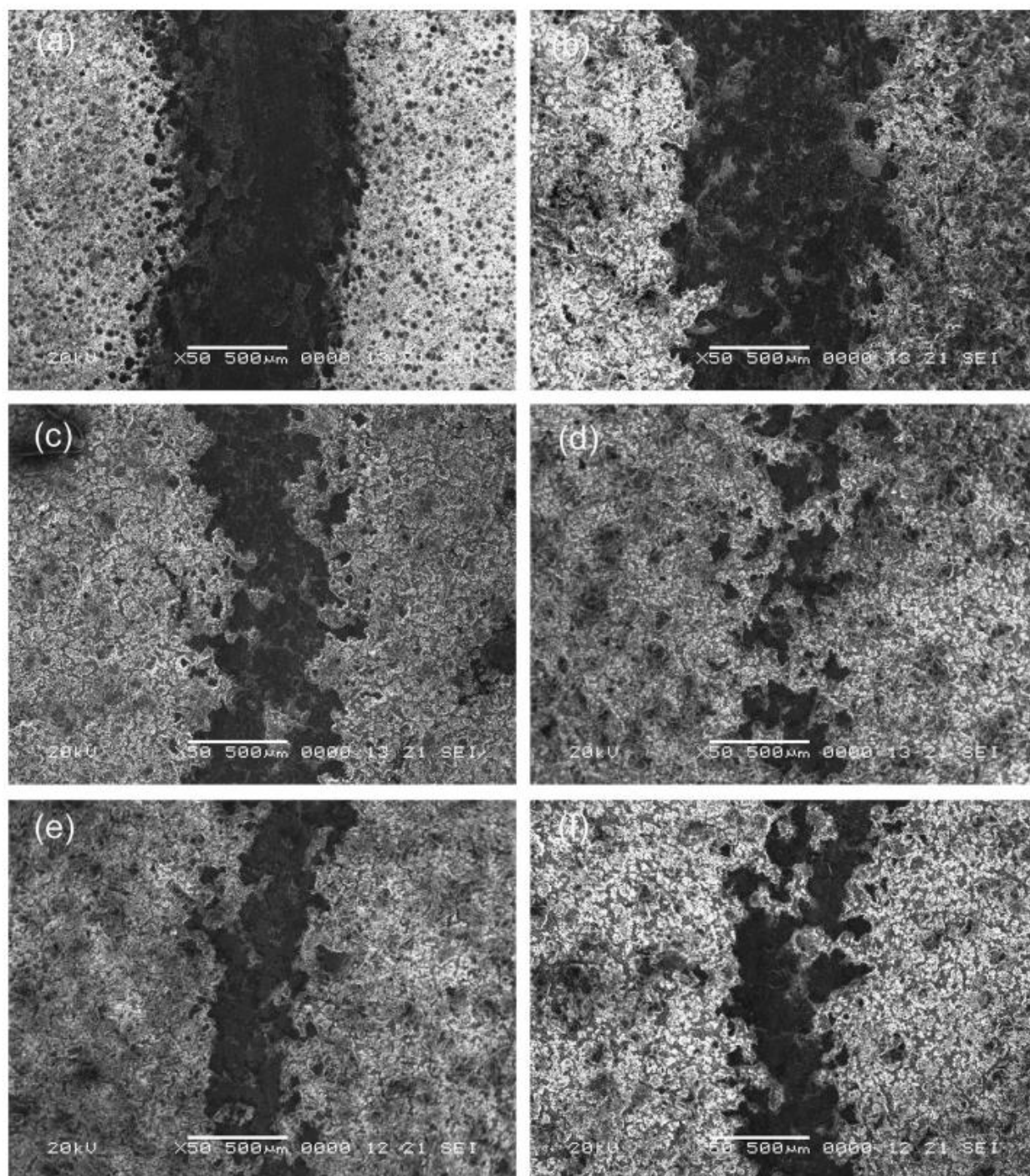
W. Sun ir kt. [30] elektroforezės būdu formavimo nikelio aliuminio oksido-grafito dangas ir tyrė grafito koncentracijos įtaka tribologinėms savybėms. Skirtingų dangų formavimui buvo naudota 12 g/l Al_2O_3 suspensija, į kurią buvo įmaišyta 0; 0,5...2,5 g/l grafito dalelių. 8 pav. (a) matyti kaip kinta trinties koeficientas esant skirtingai grafito dalelių koncentracijai. Padidinus grafito dalelių koncentraciją nuo 0 iki 2,5 g/l trinties koeficientas žymiai sumažėja. Kuomet buvo naudojama 1,5 g/l koncentracija, trinties koeficiento vertė yra mažiausia (~0,15). Dangų, suformuotų esant didžiausioms grafito dalelių koncentracijoms, trinties koeficiento vertės dilimo metu didėja ir jų vidutinis trinties koeficientas yra nežymiai didesnis. Panaši priklausomybė matoma ir dilimo spartos nuo grafito dalelių koncentracijos grafike (8 pav. (b)). Dilimo sparta žymiai sumažėja nuo $4,2 \cdot 10^{-5}$ g/m iki $1,4 \cdot 10^{-5}$ g/m padidinus koncentraciją nuo 0 iki 1,5 g/l, tačiau nežymiai padidėja iki $1,5 \cdot 10^{-5}$ g/m esant 2,0 g/l ir 2,5 g/l koncentracijoms. Trinties koeficiento ir dilimo spartos sumažėjimas gali būti paaiškintas dėl grafito dalelių pasiskirstymo ir plonos triboplėvės formavimosi. Plonas grafito sluoksnis susiformavęs tribologinių tyrimų kontakto vietoje žymiai sumažinti trinties koeficientą [31].



8 pav. Trinties koeficientai (a) ir dilimo spartos (b) esant skirtingai grafito dalelių koncentracijai [30]

9 pav. matome dangų SEM vaizdus po tribologinių tyrimų esant skirtingai grafito dalelių koncentracijai. Lyginant 9 pav. (a) su kitais vaizdais matyti, kad įvedant grafito daleles dangų nusidėvėjimas yra kur kas mažesnis. Autoriai teigia, kad trinties metu Al_2O_3 mikrodalelės atplyšta nuo suformuotos dangos. Atskirtos aliuminio oksido dalelės didina paviršiaus šiurkštumą ir taip skatina dangos dilimą. Kuomet įvedama 0,5 g/l grafito dalelių koncentracija nusidėvėjimo takelis yra siauresnis (9 pav. (b)). Tačiau toks nedidelis grafito kiekis yra nepakankamas suformuoti ploną grafito sluoksnį kontakto zonoje. Todėl nusidėvėjimas sumažėja nežymiai. Naudojant didesnę nei 0,5 g/l dalelių koncentraciją, nusidėvėjimo takelis siaurėja, kadangi formuojasi apsauginis tribo-sluoksnis. Trinties metu šis sluoksnis gali būti suformuotas kelis kartus jeigu yra pakankamas grafito kiekis dangoje. Taigi, parinkus tinkamą grafito koncentraciją galima formuoti savaime besitepančias dangas. Mokslininkai taip pat atliko mikro-kietumo tyrimus ir pastebėjo, kad didinant grafito dalelių kiekį mikro-kietumas sumažėja. Kai mikro-kietumas yra mažiausias susidaro daugiausia aliuminio

oksido dalelių, kurios atitrūksta nuo nikelio- Al_2O_3 matricos. Esant dideliam abrazyvinių dalelių kiekiui pažeidžiamas tribo-sluoksnis todėl 9 pav. (e-f) takeliai yra platesni. Tai taip pat gali paaiškinti 8 pav. trinties koeficiento ir nusidėvėjimo nežymų padidėjimą esant didžiausioms grafito dalelių koncentracijoms.



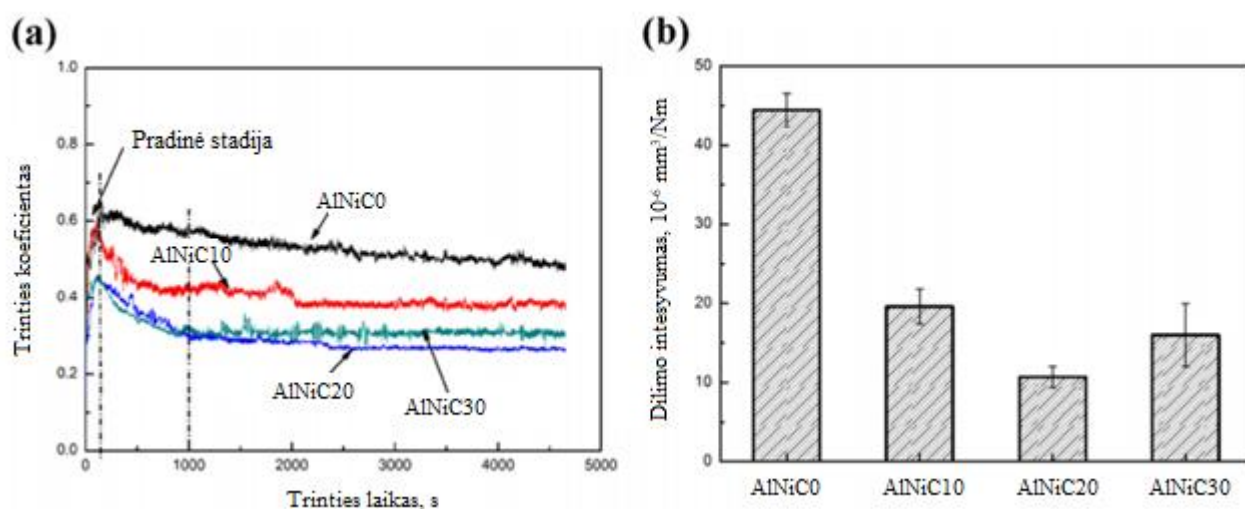
9 pav. Ni- Al_2O_3 /grafito dangų nusidėvėjimo takelių SEM vaizdai esant: 0 g/l (a), 0,5 g/l (b)...2,5 g/l (f) grafito dalelių koncentracijoms [30]

J.H. Ouyang ir kt. [32] lygino $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ įvairių kompozitų tribologines savybes. Vikerso kietumo tyrimų rezultatai parodė, kad įmaišius 20 % (pagal masę) aliuminio oksido, kibirkštinio plazminio purškimo suformuotų dangų kietumas padidėjo nuo 1450 iki 1720 HV. Į šį kompozitą pridėjus 10 % (pagal masę) grafito, kietumas sumažėja du kartus nuo 1720 iki 872 HV. Autoriai taip pat nustatė,

kad šio kompozito tankis sumažėja nuo 6,08 iki 4,59 g/cm³. Grafito dalelės dangos struktūroje suformuoja poras, kurios lemia tankio bei kietumo sumažėjimą. Šis grafito poveikis pastebėtas ne tik keramikos, bet ir aliuminio-grafito kompozituose. P. Sharma ir kt. [33] nustatė, kad įmaišius į aliuminio kompozitą nuo 0 iki 12 % (pagal masę) grafito, kompozito Vikerso mikro-kietumas sumažėjo nuo 49,5 iki 44 VHN, o tankis – nuo 2,69 iki 2,58 g/cm³. Aliuminio kompozito-grafito dangų porėtumas padidėjo nuo 0,37 iki 2,27 % įmaišius nuo 0 iki 12 % grafito atitinkamai.

Įvedus grafito ar grafeno priemaišų, galima pagerinti ne tik tribologines savybes, bet ir lamelinę formuojamų dangų struktūrą. X. Lu ir kt. [5] mokslininkų rezultatai parodė, kad grafeno nanoplokštelių (GNP) pagalba galima kontroliuoti susiformuojančių lamelių formą. Autoriai ant plieno padėklo plazminiu purškimu formavo aliuminio oksido ir aliuminio oksido su 0; 5 ir 1,0 % (pagal masę) grafeno nanoplokštelių priemaišomis dangas. Jie pastebėjo, kad įvedus GNP formuojamos vientisos lamelės. Įprastai, plazminio purškimo metu lašeliams susiduriant su padėklui jie yra ištaškomi į mažesnius fragmentus prieš jiems sukietėjant. Tai lemia netolygiai padengtą paviršių. Papildomai į aliuminio oksidą įmaišius GNP, pagerėja mišinio šiluminis laidumas (GNP ~5300 W/mK [34]), todėl lašeliai sparčiau atiduoda šilumą padėklui. Dėl šios sąveikos, autoriai teigia, kad lamelės kraštuose formuojasi sukietėjusios medžiagos žiedas. Jo viduje lašelis yra sulaikomas ir taip formuojamos mažesnio skersmens tolygios lamelės. SEM analizės metu autoriai nustatė, kad įmaišius 1,0 % (pagal masę) GNP, lamelės skersmuo sumažėja nuo (120 ± 28) μm iki (83 ± 17) μm.

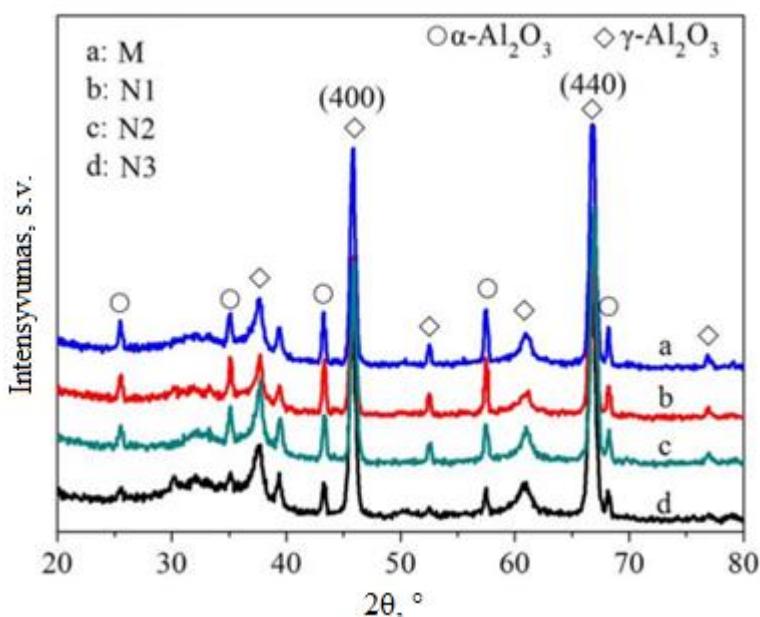
X. Zhao ir kt. [35] tyrė aliuminio-nikelio-grafito dangų tribologines savybes. Buvo formuojamos dangos naudojant mechaniškai sumaišytų aliuminio oksido ir nikelio-grafito miltelių mišinį. Mišinį sudarė aliuminis, kuriame buvo įmaišyta 10, 20 ir 30 % (pagal masę) nikelio-grafito miltelių. Nikelio-grafito milteliai buvo sudaryti iš 20 % grafito ir 80 % nikelio (pagal masę). 10 pav. (a) matome trinties koeficiento kreives esant skirtingai Ni-grafito priemaišų koncentracijai. Pradiniame etape trinties koeficiento vertės didėja dėl paviršiaus šlifavimo procesų [36, 37]. Vėliau AlNiC0 dangos trinties koeficientas stabilizuojasi ir mažėja. Tuo tarpu dangų, su Ni-grafito priemaišomis, trinties koeficiento kreivės pasiekus 1000 s vertes yra pastovios.



10 pav. Dangų trinties koeficientų priklausomybė nuo laiko (a) ir dilimo intensyvumas esant 8 N apkrovai (b) [35]

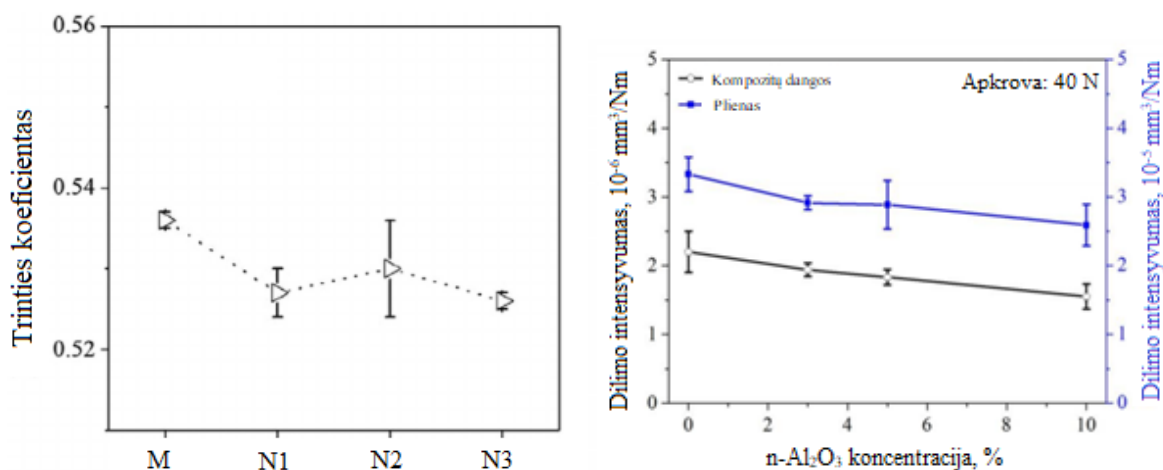
Tai gali būti dėl grafito triboplėvės formavimosi dangų paviršiuje. Taip pat, didėjant Ni-grafito priemaišų koncentracijai, pradinės trinties koeficiento vertės yra mažesnės lyginant su AlNiC0 danga. Rezultatai rodo, kad įvedant Ni-grafito priemaišas galima sumažinti trinties koeficientą, o didėjanti nikelio-grafito koncentracija lemia greitesnę triboplėvės formavimąsi. AlNiC30 dangos trinties koeficientas yra net 52 % mažesnis lyginant su AlNiC0 danga. 10 pav. (b) matome dilimo intensyvumą esant skirtingai nikelio-grafito priemaišų koncentracijai dangoje. Autoriai nustatė, kad dilimo intensyvumas dangų su priemaišomis yra 2,26; 4,15 ir 2,77 kartų mažesnis įvedus 10, 20 ir 30 % Ni-grafito (pagal masę) į aliuminio dangą. Didinant priemaišų koncentraciją nuo 20 iki 30 %, atsparumas dilimui sumažėja dėl abrazyvinių dalelių formavimosi. Kuomet grafito kiekis mišinyje yra per didelis, formuojamos dangos yra minkštos ir to pasėkoje tribologinių tyrimų metu aliuminio oksido dalelės suardo triboplėvę. Autoriai SEM vaizduose taip pat pastebėjo, kad esant didžiausiai grafito koncentracijai, nusodintos dangos turi mikroįtrūkimų. Tuo tarpu AlNiC20 dangos paviršius buvo tolygiausias. Mikroįtrūkimai taip pat gali lemti didesnę dangos nusidėvėjimą.

Miltelių dydis ar jų kilmė, gali lemti formuojamos dangos tribologines savybes. Y. An ir kt. [38] tyrė aliuminio oksido nanomiltelių priemaišų įtaką formuojamoms dangoms naudojant mikrometrų eilės dydžio (10~50 μm) aliuminio oksido miltelius. Autoriai nusodino Al_2O_3 dangas esant be nanomiltelių ir su 3, 5 ir 10 % n- Al_2O_3 miltelių. Autoriai nusodino Al_2O_3 dangas be nanomiltelių (M danga) ir su 3 (N1 danga), 5 (N2 danga) ir 10 % (N3 danga) n- Al_2O_3 miltelių.. Milteliai buvo sudaryti tik iš α - Al_2O_3 fazė. 11 pav. matome skirtingų bandinių rentgenogramas. Autoriai nustatė, kad suformuotose dangose dominuoja γ - Al_2O_3 fazė ((400) ir (440) orientacijos). Autoriai teigia, kad γ - Al_2O_3 fazė dangose atsiranda dėl staigaus išlydytų miltelių aušinimo. Aušinimo sparta yra per didelė γ - Al_2O_3 fazės transformacijai į stabilią α - Al_2O_3 struktūrą. Dangoje taip pat pastebėtos liekamosios α - Al_2O_3 fazės, kurios atitinka neišlydytus miltelius suformuotoje dangoje. 12 pav. (a) matome trinties koeficiento priklausomybę nuo n- Al_2O_3 priemaišų kiekio. Autoriai pastebėjo, kad didinant nanomiltelių kiekį, trinties koeficientas suformuotoms dangos kinta labai nežymiai 0,525-0,530 ribose. Tačiau lyginant dilimo intensyvumo vertes (12 pav. (b)) mokslininkai pastebėjo, kad n- Al_2O_3 įvedimas lemia didesnę atsparumą dilimui.



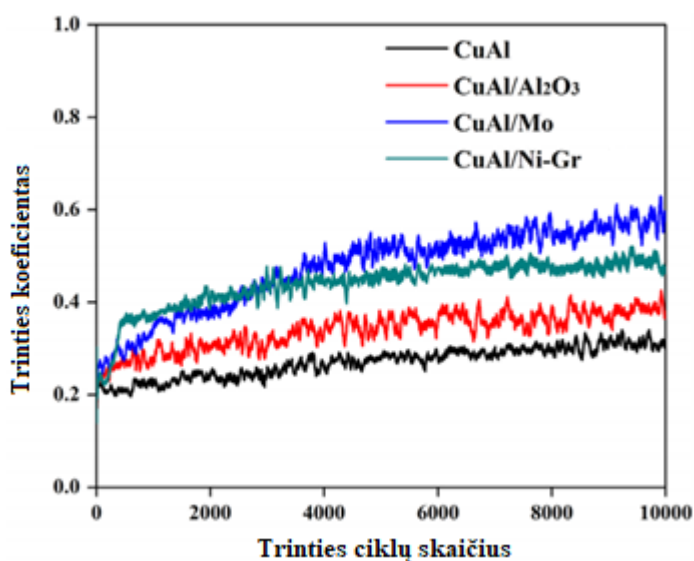
11 pav. Rentgenogramos esant didesniam n- Al_2O_3 miltelių kiekiui [38]

Nemažiau svarbi savybė yra ir besitrinančios medžiagos apsaugojimas. Aktualu įvertinti ne tik formuojamos dangos tribologines savybes, bet ir kitų mechaninių komponentų apsaugojimą. Todėl autoriai pateikė ir naudoto plieno rutuliuko dilimo intensyvumo vertes esant skirtingai $n\text{-Al}_2\text{O}_3$ koncentracijai dangoje. Rezultatai rodo, kad didinant aliuminio oksido nano-miltelių kiekį milteliuose taip pat pastebimas mažesnis trinamo rutuliuko nusidėvėjimas [38].



12 pav. Trinties koeficiento (a) ir dilimo intensyvumo (b) priklausomybės nuo $n\text{-Al}_2\text{O}_3$ koncentracijos [38]

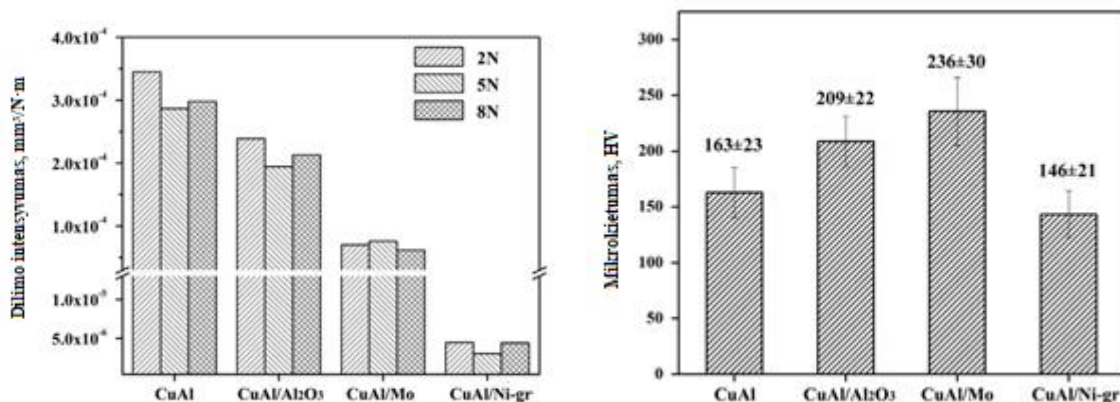
Grafito priemaišų įtaka plazminiu purškimu formuotoms dangos yra tiriama ne tik aliuminio kompozituose. Jie Yang ir kt. [39] tyrė CuAl ir CuAl kompozitų dangas. Autoriai plazminiu purškimu suformavo CuAl; CuAl/ Al_2O_3 ; CuAl/Mo ir CuAl/Ni-grafito dangas ant plieno padėklo. 13 pav. matome šių dangų trinties koeficientų kreives. CuAl ir CuAl kompozitams nustatytos santykinai nedidelės trinties koeficientų vertės ($\sim 0,25\text{-}0,45$). Pastebėta, kad CuAl lydinio trinties koeficientas buvo mažiausias, tuo tarpu lydinio kompozitų išmatuotos trinties koeficientų vertės buvo didesnės.



13 pav. Trinties koeficiento kreivės CuAl ir CuAl kompozitams [39]

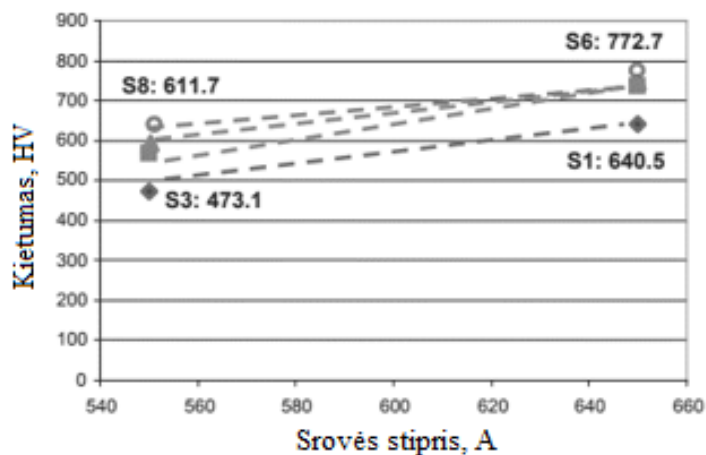
14 pav. (a) pavaizduoti dilimo intensyvumai CuAl ir CuAl kompozitams. CuAl dangos dilimo intensyvumas yra didesnis lyginant su CuAl kompozitais. Įmaišius Al_2O_3 , dilimo intensyvumas

sumažėja apie 30 %, o esant Mo priemaišai – 75 %. Tuo tarpu CuAl/Ni-grafito dangos dilimo intensyvumas buvo net apie 10 kartų mažesnis. SEM tyrimų metu autoriai nustatė, kad dangos dilimo vietoje susidaro grafito lakštai. Abrazyvinių dalelių šios dangos paviršiuje nebuvo aptikta ir tai galimai lemia žymiai mažesnę dilimo intensyvumą. Tačiau lygindami mikrokietumo matavimų rezultatus (14 pav. (b)), galime pastebėti, kad šio kompozito kietumo vertės yra mažiausios. Todėl galima tikėtis, kad įvedant vis didesnę kiekį grafito lakštai bus suardomi ir dėl abrazyvinių dalelių formavimosi dilimo intensyvumas padidės [39].



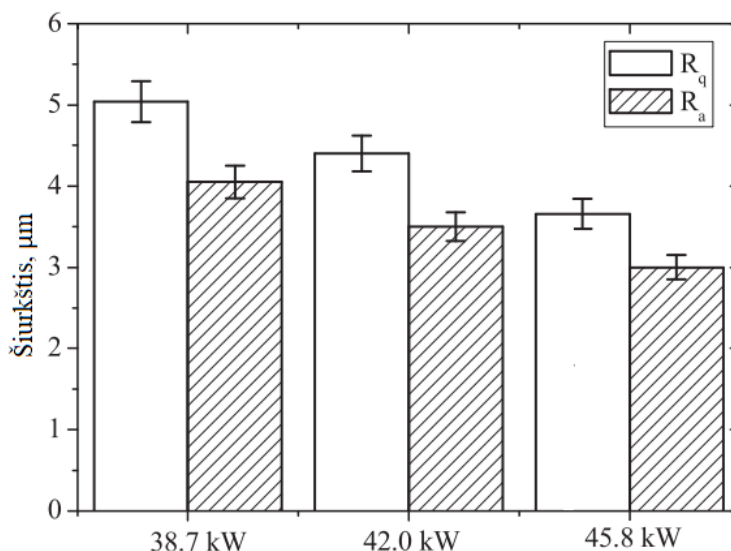
14 pav. Dilimo intensyvumo (a) ir mikrokietumo (b) vertės CuAl ir CuAl kompozitams [39]

Dangų struktūra ir savybės gali būti gerinamos ne tik įvedus priemaišas, bet ir keičiant plazminio purškimo parametrus, tarp jų – galią. A. Sahab ir kt. [40] tyrė plazminio purškimo parametrų įtaką aliuminio oksido-titano oksido dangų savybėms. Buvo suformuota serija bandinių (S1 – S8) keičiant purškimo atstumą, miltelių įvedimo srautą ir galią. S1 ir S3 bandiniai buvo suformuoti esant 550 ir 650 A srovei (išlaikant 75 mm purškimo atstumą ir 22,5 g/min miltelių srautą). Autoriai nustatė, kad didinant srovę (galią) plazminio purškimo metu, dangų kietumas padidėja nuo ~473 HV iki ~641 HV esant 550 A ir 650 A srovei atitinkamai (15 pav.). Padidinus purškimo atstumą ir miltelių srautą, tačiau jų nekeičiant kuomet didinamas srovės stipris, dangų kietumas taip pat padidėja nuo ~612 HV iki ~773 HV. Autoriai teigia, kad esant didesnei galiai padidėja išlydytos dalies kiekis miltelių dalelėse, o tai padidina koheziją ir mažina dangų porėtumą. Dėl to nusodinamos tolygesnės ir tvirtesnės aliuminio oksido-titano oksido dangos [40].



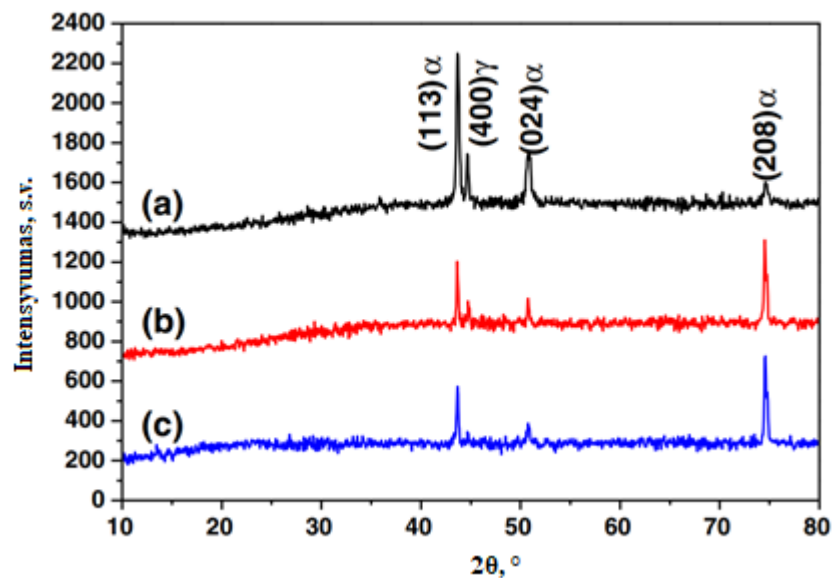
15 pav. Dangų kietumo priklausomybė nuo srovės stiprio (galios) [40]

Keičiant plazminio purškimo galią kinta ir formuojamos dangos morfologija. L. Marcinauskas ir kt. [41] tyrė plazmotrono galios įtaką aliuminio oksido dangų paviršiaus šiurkštumui (16 pav.). Autoriai nustatė, kad esant 38,7 kW plazmotrono galiai, suformuotų dangų vidutinis linijinis paviršiaus šiurkštumas buvo 4,05 μm . Vidutinis kvadratinis šiurkštumas - 5,05 μm atitinkamai. Padidinus galią iki 45,8 kW šiurkštumo vertės sumažėjo iki $R_a = 3,00 \mu\text{m}$ ir $R_q = 3,65 \mu\text{m}$ atitinkamai. SEM analizės metu buvo nustatyta, kad padidinus galią nuo 38,7 iki 45,8 kW, dangų vidutinis storis sumažėjo nuo ($\sim 35 \pm 3$) iki ($\sim 25 \pm 2$) μm . Autoriai teigia, kad esant mažiausiai galiai nesudaromos tinkamiausios sąlygos visiškai miltelių išlydymui. Tik dalis plazmos srauto energijos tenka milteliams todėl danga formuojama ne tik iš lamelių, bet ir dalinai ar visiškai neišlydytų dalelių. Didinant galią didėja miltelių lydymo našumas ir gerėja koheziją tarp lamelių [41].



16 pav. Aliuminio oksido dangų paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo galios [41]

Keičiant galią yra valdoma plazmos srauto temperatūra. S.T. Aruna ir kt. [42] formavo aliuminio oksido dangas esant skirtingai galiai. Buvo suformuoti trys bandiniai: A1, A2 ir A3 kurių nusodinimui naudotas 450, 550 ir 625 A srovės stipris. Šiems bandiniams autoriai atliko Rentgeno spindulių difrakcijos (XRD) analizę ir nustatė, kad keičiant srovės stiprį (galią) kinta ir dangų fazinė sudėtis (17 pav.). Dangų nusodinimui buvo naudojami $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ milteliai. 17 pav. matome, kad dangas sudaro $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ir $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazės. Esant mažiausiai galiai (17 pav. (a)) šių fazių santykiniai intensyvumai yra didžiausi. Didinant srovės stiprį (galią), alfa ir gama aliuminio oksido fazių smailių intensyvumai rentgenogramoje mažėja. Esant didžiausiai galiai, rentgenogramoje gama aliuminio oksido smailė yra mažo intensyvumo, kas rodo, kad šios fazės dangoje beveik nebelieka. Galima manyti, kad purškimo metu padėklo temperatūra smarkiai pakyla, o išlydytų dalelių atvėsimo trukmė yra ilga ir išlydytiems milteliams užteko laiko iš skystos gama fazės transformuotis į $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazę. Įdomu ir tai, kad vyko ne tik aliuminio oksido gama į alfa fazės virsmai, bet taip pat kristalografinės orientacijos pokyčiai dangos struktūroje. Autoriai nustatė, kad didinant galią ženkiai padidėja $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazės, (208) orientacijos, smailės intensyvumas. Mokslininkų teigimu, tokia alfa fazės transformacija yra retai stebima kitų autorių tyrimuose [42].



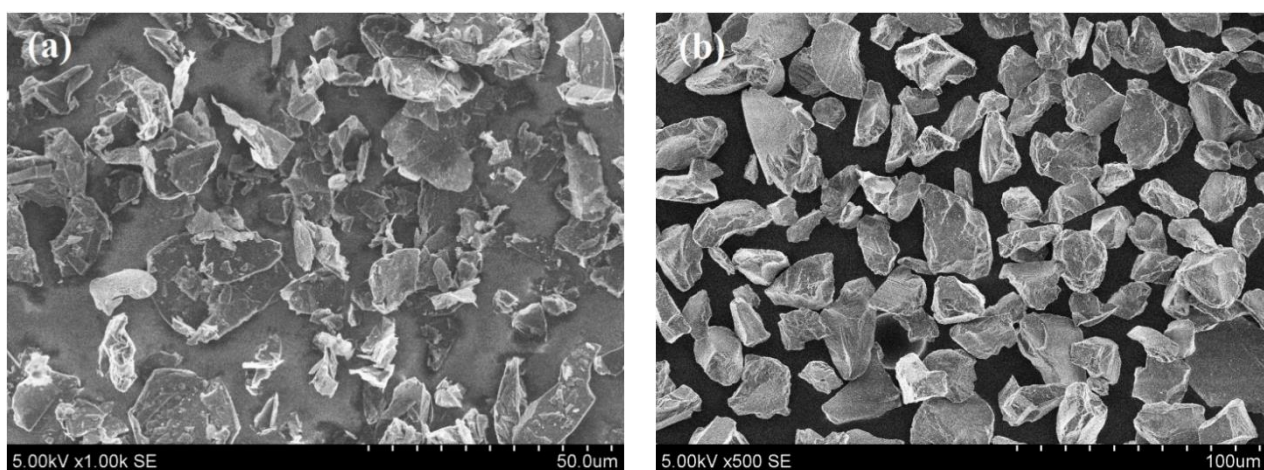
17 pav. Aliuminio oksido dangų rentgenogramos esant skirtingam srovės stipriui: 450 A (a); 550 A (b) ir 650 A [42]

Iš atliktos literatūros apžvalgos matyti, kad daugelis autorių vykdo tyrimus siekdami parinkti tinkamas priemaišas aliuminio oksido kompozitų formavimui ar rasti optimalius plazminio purškimo parametrus. Keičiant priemaišų koncentraciją ar plazminio purškimo parametrus galima sumažinti dangų trinties koeficientą ir tuo pačiu padidinti atsparumą dilimui. Kitų autorių tyrimų rezultatai rodo, kad grafito ar anglies nanodarinių priemaišos gali ženkliai pakeisti dangų tribologines savybes, tačiau šioms dangoms formuoti yra naudojami kiti formavimo būdai kaip elektroforezė, kibirkštinis plazminis purškimas ir kt.. Atmosferiniu plazminiu purškimu dangų, su grafito priemaišomis, formavimas yra sudėtingas. Purškimo metu grafitas sąveikauja su aplinkoje esančiu oru ir jame esantis deguonis lemia grafito oksidavimąsi (degimą) bei anglies monoksido ar dioksido susidarymą. Grafito degimo metu plazmos srauto temperatūrą padidėja. Aukštoje temperatūroje ($\sim 3600-3800$ °C) grafitas pradeda sublimuoti ir dėl to yra sudėtinga nusodinti grafito daleles ant padėklo. Atsižvelgiant į šiuos iššūkius, šio baigiamojo projekto tikslas yra suformuoti aliuminio oksido-grafito dangas naudojant atmosferinį plazminį purškimą ir įvertinti grafito koncentracijos bei temperatūros įtaką gautų dangų savybėms.

2. Medžiagos ir tyrimų metodai

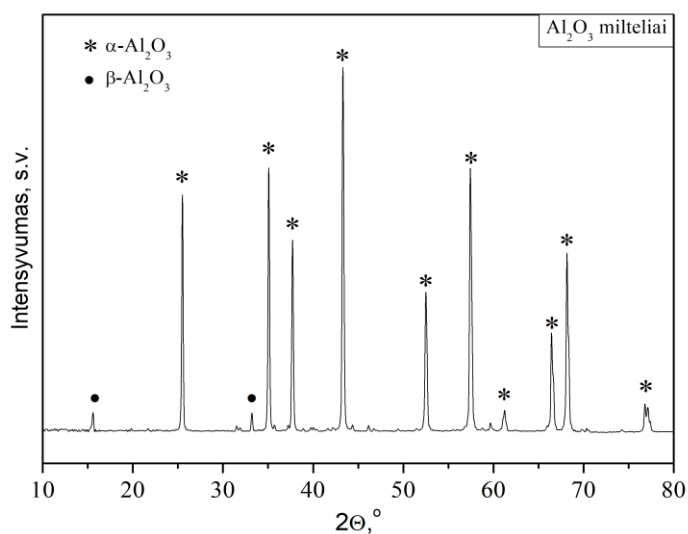
2.1. Aliuminio oksido ir grafito milteliai

Aliuminio oksido-grafito dangų formavimui buvo naudojami aliuminio oksido (ALO-101, Praxair Surface Technologies, dydis $\sim 45 \mu\text{m}$) ir grafito (MOLYDUVAL Fondra NS, $< 25 \mu\text{m}$) milteliai [43]. Grafito miltelius sudarė įvairios formos dalelės (žr. 18 pav. (a)), kurių dydis buvo $\sim 5\text{-}25 \mu\text{m}$. Aliuminio oksido miltelių (žr. 18 pav. (b)) dydis buvo $\sim 20\text{-}50 \mu\text{m}$. Aliuminio oksido-grafito milteliai buvo paruošti įmaišant grafito miltelius į aliuminio oksido santykiu 5%, 10% ir 15% pagal masę. Aliuminio oksido-grafito milteliai buvo mechaniškai maišomi 24 h ir vėliau džiovunami $\sim 350 \text{ K}$ temperatūroje 18 h.



18 pav. grafito (a) ir aliuminio oksido (b) miltelių vaizdai [43]

19 pav. pateikta naudotų aliuminio oksido miltelių rentgenograma. Matome, kad milteliai yra sudaryti iš $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ir $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ aliuminio oksido fazių. Intensyvioji smailė priklauso stabiliai $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazei. Mažiau intensyvioji smailė ties $\sim 7,8^\circ$ ir $15,6^\circ$ priklauso $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$. Ši fazė atsiranda dėl gardelės iškreipymų esant nedideliame kiekiui $\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$ priemaišų.



19 pav. aliuminio oksido miltelių rentgenograma [43]

2.2. Dangų formavimas plazminiu purškimu

Aliuminio oksido ir aliuminio oksido-grafito dangos buvo formuojamos atmosferiniu plazminiu purškimu. Dangų formavimas atliktas naudojant Lietuvos energetikos institute esantį plazmotroną (žr. 20 pav.).



20 pav. Plazmotrono nuotrauka purškimo metu

Dangos buvo purškiamos ant P265GH tipo plieno. Šio padėklo matmenys buvo 40 x 10 x 6 mm. Oras buvo naudojamas kaip darbinės dujos plazmai formuoti, kurių debitas siekė 3,7 g/s. Oro dujos taip pat buvo naudojamos miltelių padavimui į plazmotroną debitu 0,75 g/s. Į plazmotrono reaktorių papildomai buvo įvedamos vandenilio dujos (0,1 g/s), kurios padidina plazmos srauto entalpiją (temperatūrą). Atstumas nuo reaktoriaus tūtos iki plieno pagrindo buvo 70 mm ir purškimo procesas truko 40 s. 1 lentelėje pateiktas tirtų bandinių sąrašas ir jų formavimui naudoti skirtingi parametrai. AG0 bandinys suformuotas naudojant tik aliuminio oksido miltelius. AG5, AG5b ir AG5c bandinių serija naudota skirtingos galios palyginimui, tuo tarpu AG5b, AG10 ir AG15 serija – skirtingo grafito kiekio milteliuose įtakai nustatyti.

1 lentelė. Bandinių žymėjimas ir atitinkami parametrai

Bandinys	Grafito kiekis Al ₂ O ₃ milteliuose, %	Galia, kW
AG0	0	41,0
AG5	5	36,9
AG5b	5	41,0
AG5c	5	45,1
AG10	10	41,0
AG15	15	41,0

Plazmos vidutinė srauto išėjimo temperatūrą ir greitis buvo apskaičiuoti pagal šią metodiką [44]:

Plazmotrono galia lygi:

$$P = U \cdot I \quad (1)$$

P – plazmotrono galia, kW; I – srovės stipris, A; U – įtampa, V.

Ne visa naudojama galia tenka plazmos srautui. Dalis energijos prarandama aušinimo sistemoje:

$$N_v = \sum Q_v = \sum c_p \cdot (G_v \cdot \Delta T_v) \quad (2)$$

N_v – galios nuostoliai, kW; G_v – aušinančio vandens srautas, kg/s; ΔT_v – aušinimo vandens temperatūros pokytis, K; c_p – savitoji šiluma esant pastoviam slėgiui, kJ/(kg·K).

Energijos dalis tenkanti dujų srautui:

$$N_s = P - N_v \quad (3)$$

Žinant šiuos parametrus galime apskaičiuoti naudingumo koeficientą iš santykio:

$$\eta = \frac{N_s}{P} \quad (4)$$

Papildomai buvo įvedamos vandenilio dujos, kurios padidina plazmos temperatūrą ir tuo pačiu galios nuostolius. Tai įvertinus, energijos dalis tenkanti dujų srautui yra:

$$N_s = P - \sum Q_v + Q_g \quad (5)$$

Plazmos srauto entalpija:

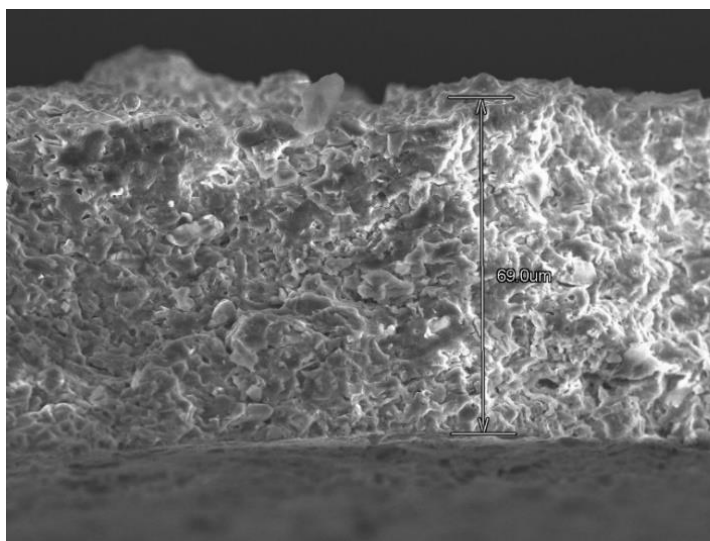
$$H_f = \frac{N_s}{G_d} + H_1 = \frac{N_s = P - \sum Q_v + Q_g}{G_d} + H_1 \quad (6)$$

H_f – plazmos srauto entalpija, J/kg; G_d – dujų srautas, kg/s; H_1 – įtekančių šaltų dujų entalpija, J/kg. Ištekantios plazmos srauto greitis:

$$v_p = \frac{4 \cdot G \cdot R \cdot T_f}{\pi \cdot d^2 \cdot p} \quad (7)$$

d – anodo kanalo skersmuo, m; T_f – vidutinė plazmos srauto temperatūra, K; R – universalioji dujų konstanta, J/mol K; p – slėgis, Pa [44].

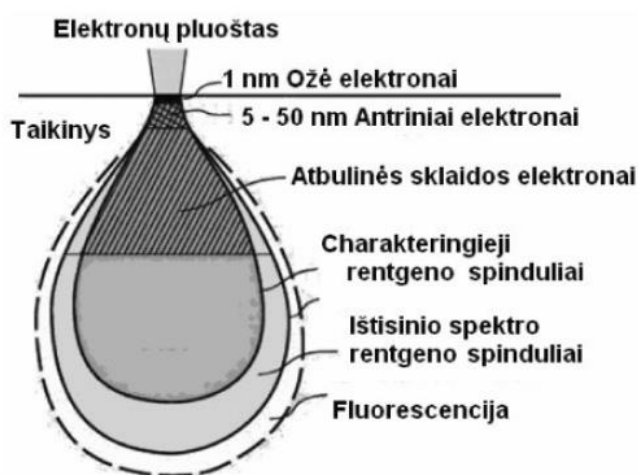
Atlikus skerspjūvio analizę (21 pav.) atmosferiniu plazminiu purškimu formuotiems bandiniams, nustatyta, kad dangų storis yra apie 40-80 μm .



21 pav. AG5b bandinio skerspjūvio SEM nuotrauka

2.3. Skenuojanti elektronų mikroskopija (SEM)

Skenuojančiu elektronų mikroskopu analizės metu elektronų pluoštas yra nukreipiamas magnetinių laukų pagalba link bandinio paviršiaus. Elektronų sąveikos metu su paviršiumi (žr. pav. 22) vyksta keletas reiškinų. Sugeneruojami antriniai, atbulinės sklaidos ir ožė elektronai bei būdingi ir išsisiniai rentgeno spinduliai. Antrinių ir atbulinės sklaidos elektronų signalas gali būti naudojamas vaizdų kūrimui ir morfologijos tyrimams, tuo tarpu būdingaisiais rentgeno spinduliais galime tirti medžiagos elementinę sudėtį.



22 pav. Elektronų sąveikos tūris [45]

Šiame darbe buvo tiriama dangų morfologija naudojant antrinių elektronų sugeneruotus vaizdus. Antriniai elektronai yra generuojami sąlyginai mažame gylyje (iki 100 nm) todėl kuriamas tik paviršiaus vaizdas. Šie elektronai yra generuojami kai šaltinio pirminiai elektronai išmuša taikinio atomo orbitalėje esančius elektronus, kurių energija yra iki 50 eV. Išmušti elektronai registruojami scintiliatoriniu detektoriumi ir šis signalas dėl rastrinio skenavimo paverčiamas į dviejų dimensijų vaizdą. Gauti vaizdai yra pilkos spalvos kur šviesumas priklauso nuo sugeneruotų elektronų signalo stiprumo. Taip suteikiamas trimačio vaizdo efektas.

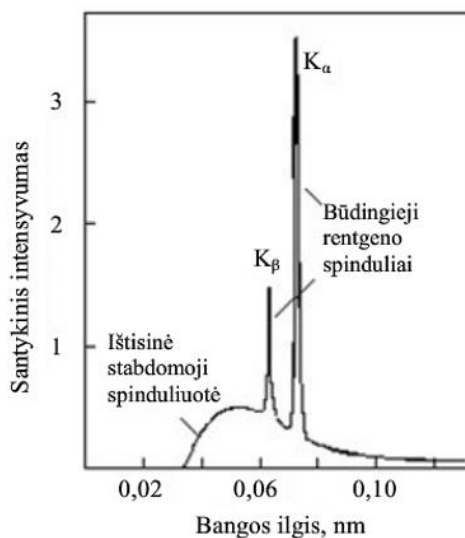
Darbe nagrinėjami skenuojančios elektronų mikroskopijos rezultatai gauti naudojant Lietuvos energetikos institute esantį elektroninį mikroskopą HITACHI S-3400N.

2.4. Rentgeno spindulių energijos dispersijos spektroskopija (EDS)

SEM išspinduliuoti elektronai gali būti naudojami ne tik topografijos ir morfologijos tyrimams, bet ir kiekybei ar kokybinei elementų analizei. Šiuo atveju yra naudojami pirminių elektronų sąveikos metu sugeneruoti būdingieji rentgeno spinduliai. Kiekvienas elementas turi skirtingas jonizacijos energijas. Todėl registruojant būdinguosius rentgeno spindulius galima gauti charakteringas smailes ir įvertinę išsines spinduliuotės įtaką galime nustatyti ne tik kokie elementai sudaro bandinio paviršių (mažiau kelių mikronų storio – tūrį), bet ir apskaičiuoti jų koncentracijas. Šio metodo tikslumas gali siekti iki 1-2% [45]. Bandinių elementinė sudėtis buvo nustatyta naudojant Lietuvos Energetikos institute esančiu SEM įmontuotu Bruker Quad 5040 EDS detektoriumi. Kiekvienas bandinys matuotas kelis kartus naudojant x100 didinimą (suformuotų dangų) ir x500 didinimą (po tribologijos tyrimų).

2.5. Rentgeno spindulių difrakcija (XRD)

Intensyvūs būdingieji rentgeno spinduliai (23 pav.) yra išspinduliuojami kuomet elektronų pluoštas sąveikauja su sunkiaisiais metalais. Sąveikos metu pirminiai elektronai išmuša taikinio atomo orbitalės elektronus taip sugeneruodami vakansijas. Šias vakansijas akimirksniu užpildo elektronai esantys didesnių energijų orbitalėse kartu išspinduliuodami rentgeno spindulius. Ištinė stabdomoji spinduliuotė yra generuojama kuomet pirminiai elektronai dėl sąveikos su taikinio atomų elektronų debėsėliais praranda energiją spinduliuodami ištininius rentgeno spindulius [46]. Tačiau šie spinduliai nėra naudingi rentgeno spindulių difrakcijos tyrimams atlikti.



23 pav. Rentgeno spinduliai iš molibdeno taikinio esant 35 kV greitinimo įtampai [46]

Medžiagai sąveikaujant su rentgeno spinduliuote galima šių spindulių difrakcija. Ši sklaidoma spinduliuotė kartu su difrakcijos kampais yra registruojama ir taip gaunamos difraktogramos arba difrakcijos spektrai. Spektuose stebima daug aštrių smailių tik tuomet kai bandinys pasižymi kristaline arba polikristaline struktūra. Priešingu atveju, amorfinės struktūros spektrai turi viena arba du maksimumus, kurie suteikia itin mažai informacijos.

Bandinių difraktogramos gautos naudojant KTU Santakos slėnyje esantį „Bruker D8 Discover“ difraktometrą. Bandinys buvo tiriamas Brego-Brentano (θ - 2θ) geometrija. Būdingieji 1,54 Å bangos ilgio rentgeno spinduliai buvo spinduliuojami iš vario anodo.

2.6. Paviršiaus šiurkštumas

Bandinio tribologinės savybės gali būti įvertintos naudojant paviršiaus šiurkštumo parametrus. Pagal ISO 4287:1997 standartą, kuriuo buvo remtasi šiame darbe, paviršiaus šiurkštumas gali būti nusakytas įvairiais skirtingais parametrais (R_a , R_q , R_{sk} , R_{sm} , R_{ku} ir kt.) Kadangi paviršiaus mikronelygumai gali lemti spartesnę paviršiaus dilimą, buvo matuojami R_a ir R_q parametrai. R_a parametras nusako vidutinį linijinį šiurkštumą [47]:

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |r(x)| dx \quad (8)$$

L – matuojamo intervalo plotis; $r(x)$ – nuokrypis nuo vidutinės vertės.

R_q leidžia apskaičiuoti vidutinį kvadratinį šiurkštumą [47]:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L |r^2(x)| dx} \quad (9)$$

Paviršiaus šiurkštumas nagrinėtas KTU mechanikos inžinerijos ir dizaino fakultete esančiu nešiojamu „Mitutoyo Surftest SJ-210“ profilometru, kurio skiriamoji geba 0,002 μm . Vieno bandinio tyrimui atlikti bent 5 matavimai skirtingose vietose. Vieno matavimo profilio ilgis – 4 mm. Po tribologinių tyrimų nudėvėtos vietos buvo tirtos naudojant Lietuvos energetikos institute esantį paviršiaus profilometrą „Ambios XP-200“. Aukščio paklaida 0,1 % nuo nominalios vertės.

2.7. Tribologiniai tyrimai

Dilimo intensyvumui ir trinties koeficiento įvertinimui buvo atliekami tribologiniai tyrimai. Matavimai atlikti Liubianos universiteto mechanikos ir inžinerijos fakultete esančiu tribometru „Bruker UMT-2“. Matavimo metu buvo pastoviai trinamas keraminis (Al_2O_3) rutuliukas 3 N jėga ir 0,05 m/s greičiu. Vienas matavimas truko 50 min. Trinties koeficiento vidutinės vertės buvo skaičiuojamos 30-50 min intervale, kuomet trinties koeficiento vertės buvo pastovios. Normalizuotas dilimo intensyvumas (NDI) buvo apskaičiuota pagal šią lygtį:

$$NDI = \frac{N_v}{F \cdot l} \quad (10)$$

Čia N_v – nusidėvėjimo tūris; F – apkrova trinties metu; l – trinties kelias
Nusidėvėjimo tūris (N_v):

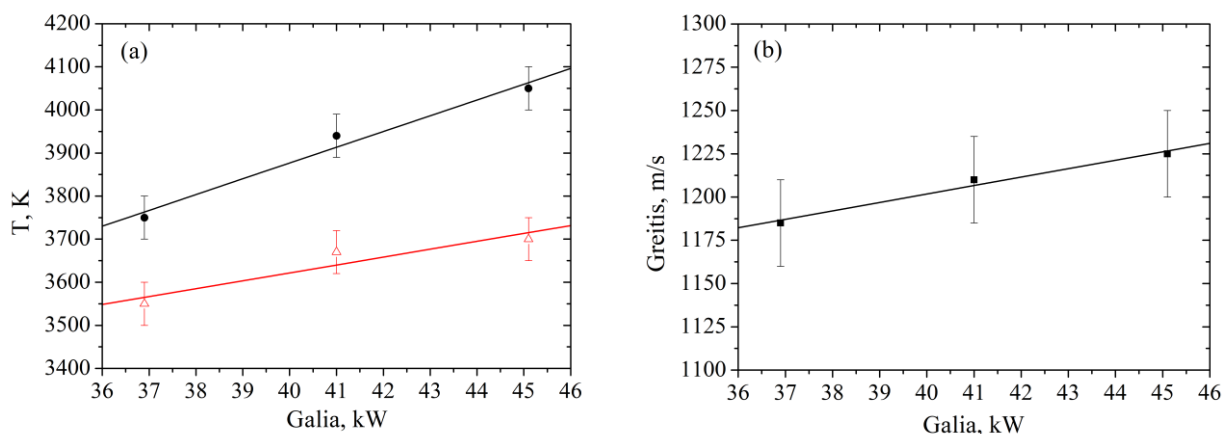
$$N_v = \left[\int_{-\frac{R}{2}}^{\frac{R}{2}} \left(-\frac{H}{\left(\frac{R}{2}\right)^2} x^2 + H \right) dx \right] \cdot l \quad (11)$$

Čia l – trinties kelias; R – takelio plotis; H – takelio gylis.

3. Tyrimų rezultatai

3.1. Plazmos srauto vidutinė temperatūra ir greitis

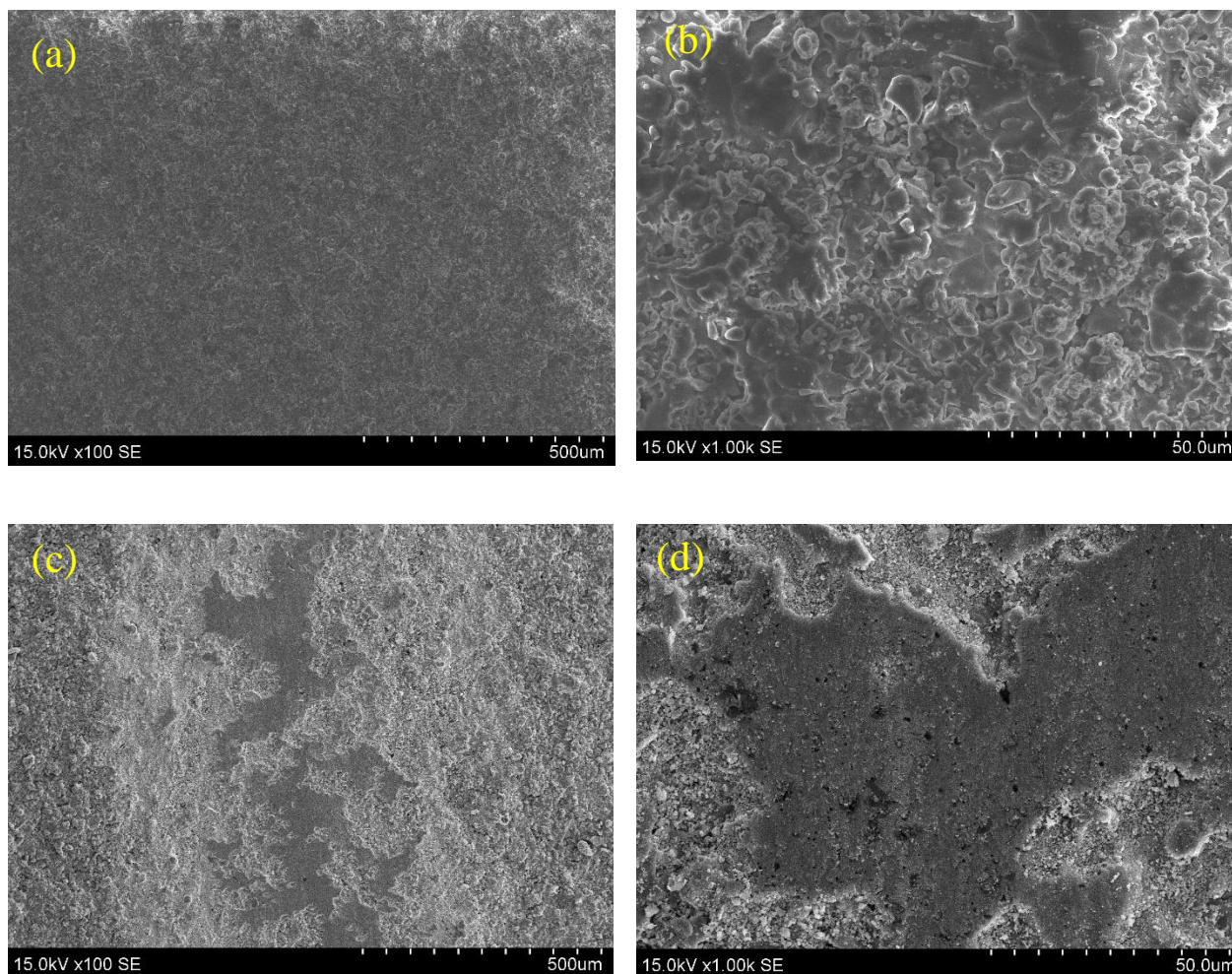
Pagal 1-7 lygtys buvo apskaičiuota vidutinė plazmos temperatūra (24 pav. (a)) ir greitis (24 pav. (b)). Plazminio purškimo metu yra matuojami du vandens aušinimo srautai: plazmotrono reaktoriaus viduje bei kanalo ruože. Įvertinus tik pirmąjį aušinimo srautą buvo teoriškai apskaičiuota vidutinė plazmos srauto temperatūrą reaktoriuje. Esant 36,9 kW galiai, vidutinė plazmos srauto temperatūra yra 3750 K. Didinant galią iki 41,0 kW, temperatūra padidėja iki 3940 K. Kai galia 45,1 kW, temperatūrą yra didžiausia ir siekia 4050 K. Įvertinus abu vandens aušinimo srautus, apskaičiuota vidutinė plazmos srauto temperatūra plazmotrono kanalo ištekėjimo vietoje. Didinant galią nuo 36,9 kW iki 45,1 kW temperatūrą padidėja nuo 3550 K iki 3700 K. Svarbu tai, kad šie skaičiavimai teoriškai įvertina didžiausias galimas temperatūras plazmos sraute. Milteliai gali būti lydomi ir mažesnėje temperatūroje, kadangi įvertinta tik dalis nuostolių. Apskaičiavus vidutinius plazmos srauto ištekėjimo greičius esant skirtingai galiai nustatyta, kad srauto greitis padidėja nuo 1185 m/s iki 1225 m/s kai naudojama 36,9 kW ir 45,1 kW galia atitinkamai.



24 pav. Plazmos srauto vidutinės temperatūros (a) ir greičio (b) priklausomybė nuo galios

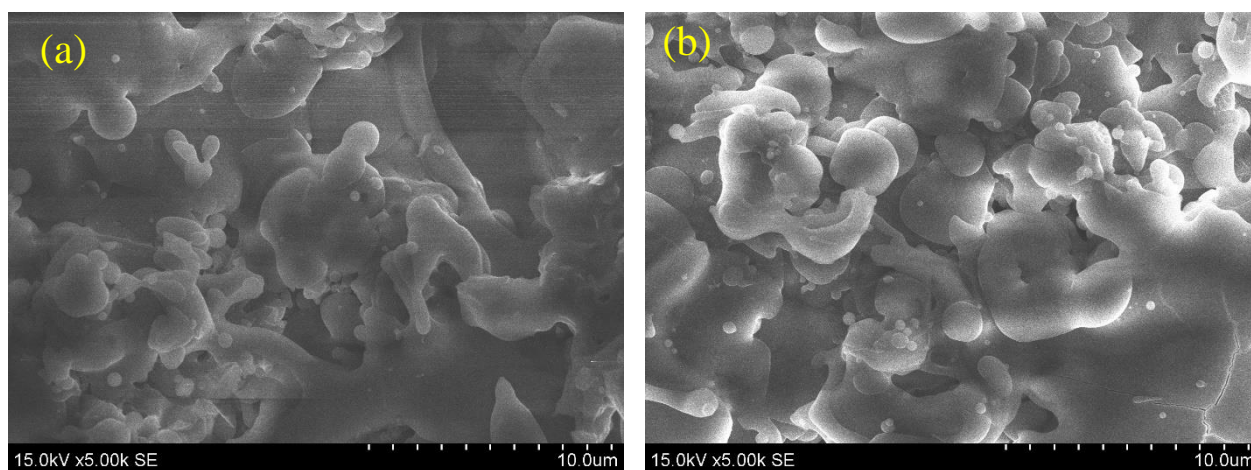
3.2. Morfologijos tyrimai

Skenuojančia elektronų mikroskopija gauti plazminio purškimo būdu suformuotų dangų vaizdai. Nuotraukoms gauti naudota tik 15 kV įtampa siekiant sumažinti keramikos įsikrovimą bei galimą paviršiaus elektroninį nuskurdinimą. 25 pav. pateikti AG0 bandinio paviršiaus vaizdai prieš ir po tribologinių tyrimų. 25 pav. (a) matome bendrą dangos paviršiaus vaizdą. Galime pastebėti šiurkštų paviršių kuris yra būdingas plazminiu purškimu formuotoms dangoms. Dangos paviršiuje nematyti įbrėžimų, atplaišų ar kitų pažeidimų. Naudojant didesnę didinimą (25 pav. (b)) pastebėta, kad dangos paviršių sudaro įvairios formos dalelės bei pilnai išlydytų miltelių vietos. Po tribologinių tyrimų (25 pav. c) akivaizdžiai matomi dangos pažeidimai keraminio rutuliuko trinties vietoje. Nusidėvėjimo takelio plotis yra apie ~500 μm . Po tribologinių tyrimų takelio vietoje nudyla nevisas dangos paviršius. Danga nusidėvi nesimetriškai (25 pav. (d)). Tai rodo kad suformuotos dangos yra trapios. 26 pav. matome x5000 didinimo vaizdus esant 36,9 kW (a) ir 45,1 kW (b) galiai.



25 pav. AG0 bandinio SEM nuotraukos: (a,b) prieš tribologinius tyrimus; (c,d) po tribologinių tyrimų

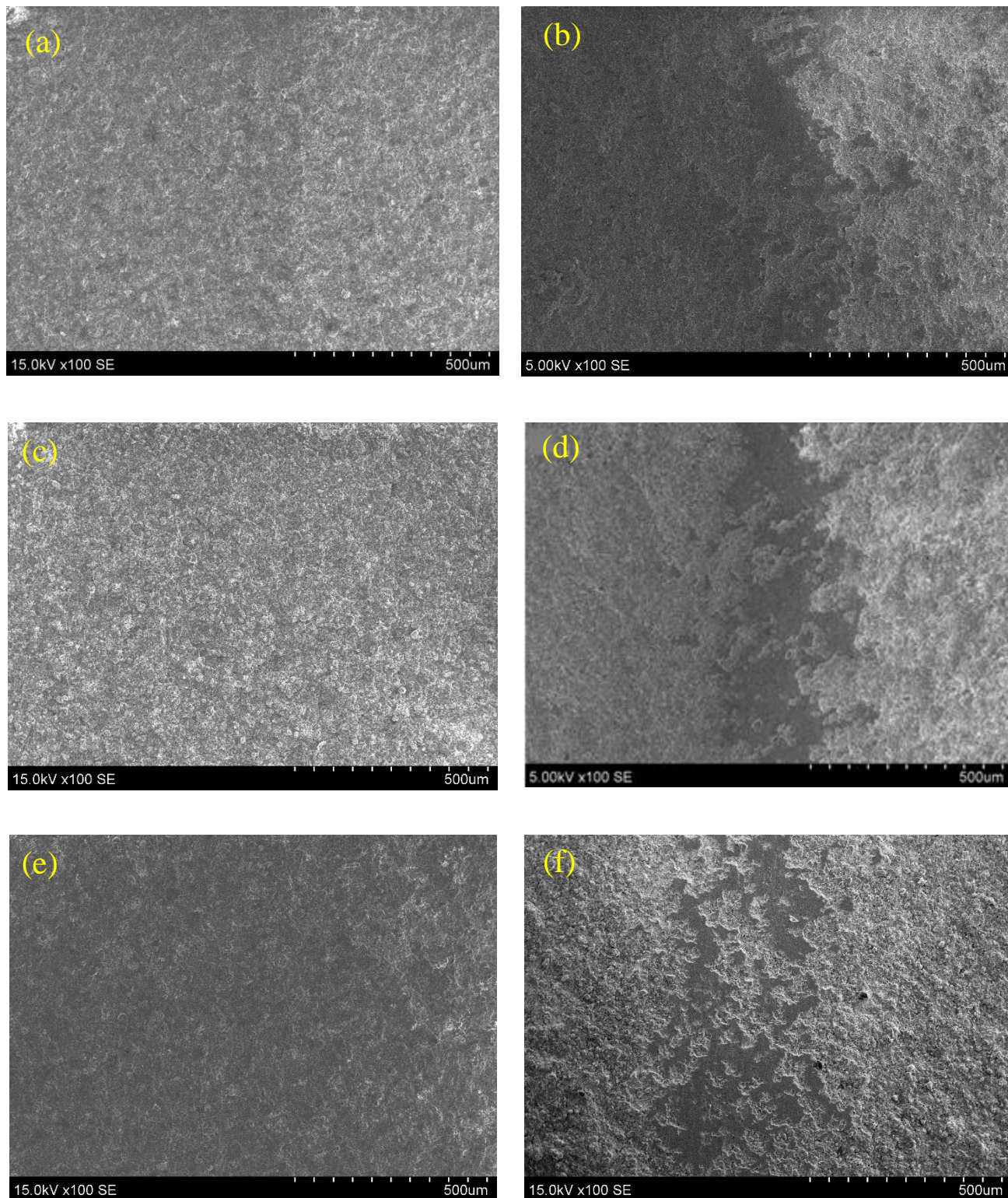
Suformuotų dangų paviršius didinant galią pasikeičia nežymiai. Dangos sudarytos iš įvairaus dydžio lamelių, kurių dydis $\sim 1-5 \mu\text{m}$. 26 pav. (b) pastebėta, kad naudojant 45,1 kW dangos paviršiuje atsiranda įtrūkimai. Bandiniai buvo formuojami ant kambario temperatūroje esančio ir vandeniui šaldomo padėklo. Didelis temperatūrų skirtumas tarp lydymų miltelių ir pagrindo sudaro nepalankias sąlygas. Dangų formavimo metu plazmos srautas įkaitina pagrindą ir tai priverčia jį plėstis.



26 pav. Dangų paviršiaus vaizdai prieš tribologinius tyrimus esant x5000 didinimui: (a) AG5a; (b) AG5c;

Iškart po purškimo suformuotas bandinys staigiai aušta ir vėl traukiasi. Tai sukelia paviršiaus įtempius dangoje, nes aliuminio oksido ir plieno plėtimosi koeficientai yra skirtingi, dėl kurių atsiranda mikroįtrūkimai. Naudojant didesnę galią (temperatūrą) šis termošoko efektas yra stipresnis.

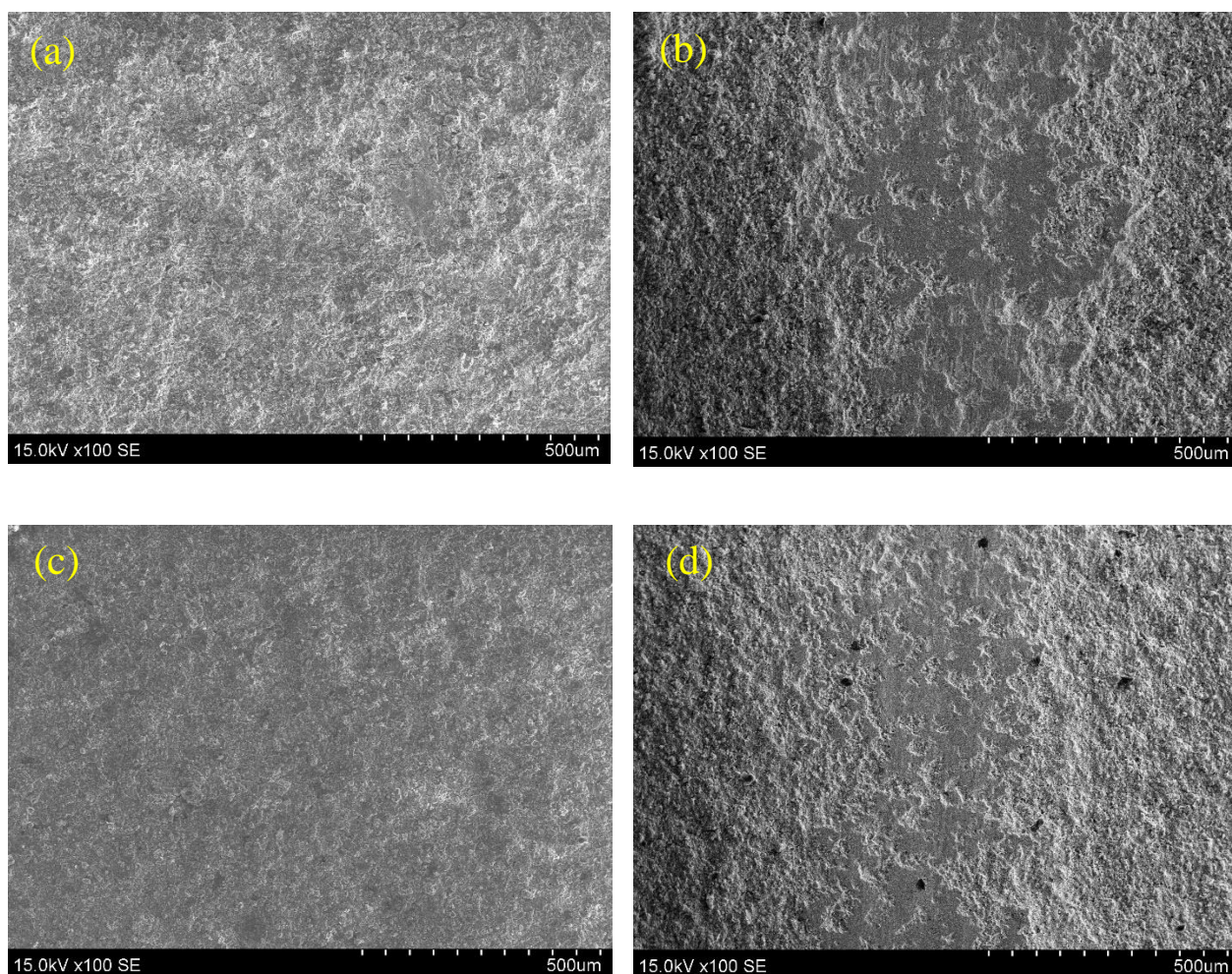
27 pav. pateikti prieš ir po tribologinių tyrimų bandinių paviršiaus vaizdai kuomet jų formavimui buvo naudota 5% (pagal masę) grafito koncentracija milteliuose ir skirtinga galia.



27 pav. SEM nuotraukos bandinių (5% grafito), suformuotų: 36,9 kW (a), 41,0 kW (c) ir 45,1 kW (e) galiai. 36,9 kW (b), 41,0kW (d) ir 45,1 kW (f) – po tribologinių tyrimų.

Didinant galią, dangos paviršius skiriasi nežymiai (27 pav. (a,c,e)). Galios didinimas taip pat neturėjo didelio poveikio dangų nusidėvėjimo atsparumui. 27 pav. (b,d,f) nuotraukose matyti, kad po tribologinių tyrimų kontakto vietoje dangų paviršiuose liko nevisiškai nudėvėti, panašaus pločio takeliai. Takelių plotis yra apie $\sim 500 \mu\text{m}$.

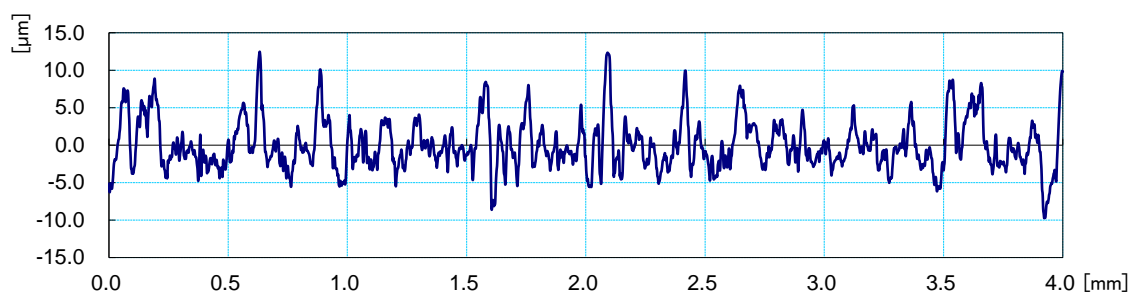
Siekiant nusakyti grafito koncentracijos įtaką dangų dilimo atsparumui, gautos 28 pav. pateiktos AG10 ir AG15 bandinių nuotraukos. 28 pav. (a-b) matome tipinį dangų, suformuotų plazminių purškimu, paviršių. Yra žinoma [30], kad didesnis grafito priemaišų kiekis tribologinių tyrimų metu formuoja triboplėvę. Ji sumažina paviršiaus trinties koeficientą bei tam tikram laikui apsaugo dangą nuo nusidėvėjimo. Tačiau lyginant 28 pav. (c-d) esančius nusidėvėjimo takelius, negalime išvelgti panašaus grafito poveikio. Plazminio purškimo metu grafito miltelių galimai sublimuoja. Todėl, nors ir įvedame 15 % (pagal masę) grafito kiekį į aliuminio oksido miltelius, negalime užtikrinti tokios grafito koncentracijos dangoje. Svarbu ir tinkamas jėgos parinkimas tribologiniams tyrimams. Triboplėvės formavimuisi reikiamas grafito dalelių sutrupinimas, todėl šio darbo tyrimuose naudotos 3 N jėgos galimai neužteko pakankamo storio grafito plėvės susidarymui.



28 pav. SEM nuotraukos bandinių, suformuotų: 10 % (a), 15 % (b) grafito koncentracijai. 10 % (c) ir 15 % (d) – po tribologinių tyrimų.

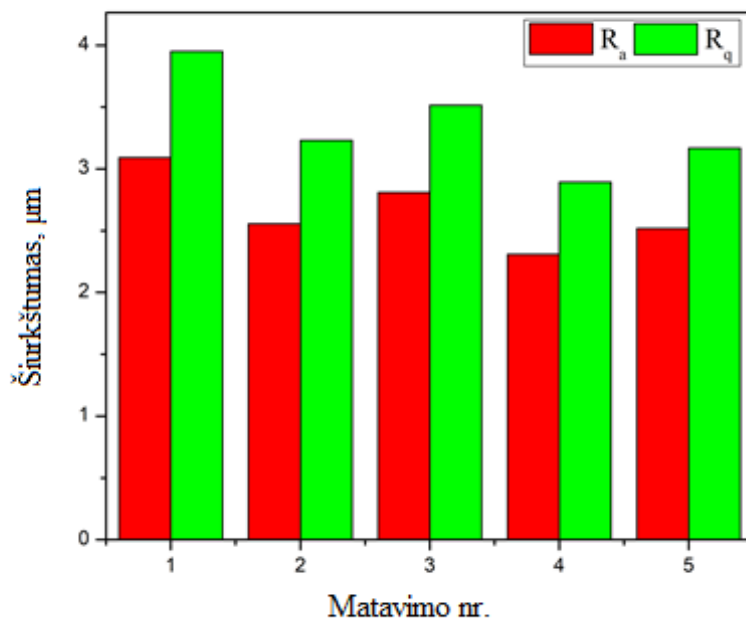
Siekiant nusakyti dangų morfologiją buvo atliekami paviršiaus šiurkštumo matavimai. Vienas bandinys buvo matuojamas kelis kartus skirtingose vietose. 29 pav. matome bendrą aliuminio oksido-

grafito dangos paviršiaus šiurkštumo profilį. Šie rezultatai rodo, kad dangose pasitaiko aukštų viršūnių ir gilesnių įdubų.



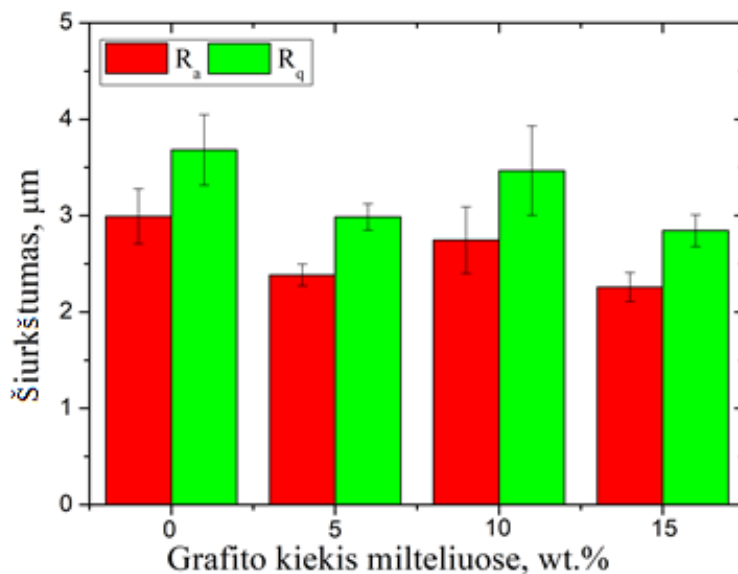
29 pav. Paviršiaus šiurkštumo profilis (AG5b)

30 pav. pateikta keli vieno bandinio paviršiaus matavimai. Rezultatai rodo, kad AG5b dangos R_a vertės yra (2,31 – 3,09) μm intervale, o R_q vertės kinta nuo 2,89 μm iki 3,95 μm .



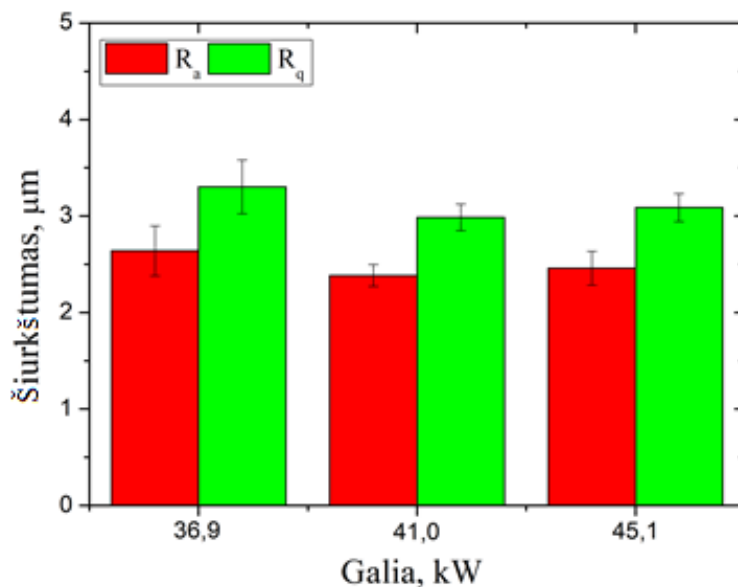
30 pav. Vieno bandinio kelių matavimų rezultatai (AG5b)

31 pav. pavaizduotos paviršiaus šiurkštumo (R_a ir R_q) vertės esant skirtingai grafito koncentracijai aliuminio oksido milteliuose. AG0 bandinio $R_a = (2,93 \pm 0,29) \mu\text{m}$; $R_q = (3,68 \pm 0,37) \mu\text{m}$. Įvedant grafito miltelius, vidutinis linijinis šiurkštumas mažėjo iki $(2,38 \pm 0,12) \mu\text{m}$; $(2,75 \pm 0,35) \mu\text{m}$ ir $(2,26 \pm 0,05) \mu\text{m}$ grafito 5, 10 ir 15% koncentracijoms (pagal masę) atitinkamai. Vidutinis kvadratinis šiurkštumas (R_q) įvedus grafito miltelius taip pat sumažėjo (esant 15%, $R_q = (2,85 \pm 0,06) \mu\text{m}$). Dėl žymiai mažesnio grafito miltelių tankio ($\sim 1,8 \text{ g/cm}^3$), maišant miltelius pagal masę, aliuminio oksido ir grafito miltelių santykis pagal tūrį yra santykinai 1:1. Todėl didinant grafito miltelių koncentraciją, aliuminio oksido dalelių kiekis dangoje gerokai sumažėja ir tai lemia paviršiaus linijinio ir kvadratinio šiurkštumo verčių sumažėjimą.



31 pav. Paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo grafito koncentracijos milteliuose

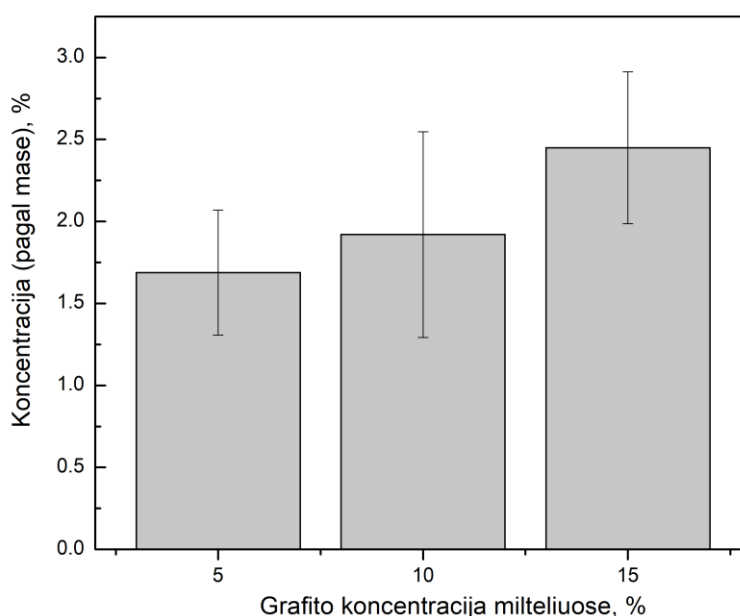
32 pav. matome paviršiaus šiurkštumo priklausomybę nuo galios. Padidinus galią nuo 36,9 kW iki 45,1 kW linijinis ir kvadratinis paviršiaus šiurkštumas nežymiai sumažėja nuo $R_a = (2,64 \pm 0,26) \mu\text{m}$ iki $R_a = (2,46 \pm 0,08) \mu\text{m}$ ir $R_q = (3,30 \pm 0,28) \mu\text{m}$ iki $R_q = (3,09 \pm 0,15) \mu\text{m}$ atitinkamai. Didinant galią didėja ir plazmos srauto vidutinė temperatūra. Todėl galimai daugėja ir visiškai išlydytų miltelių kiekis dangoje, ko pasėkoje formuojamos mažiau šiurkščios dangos [43].



32 pav. Paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo galios

3.3. Elementinės sudėties tyrimai energijos dispersijos spektroskopija

Energijos dispersijos spektroskopija dangos buvo tiriamos prieš ir po tribologinių tyrimų siekiant nusakyti dangą sudarančių elementų sudėties priklausomybę nuo galios ir grafito miltelių koncentracijos mišinyje. AG0 dangą prieš tribologinių tyrimų matavimus sudarė ~ 47,5 % aliuminio ir ~51,9 % deguonies. AG5b, AG10 ir AG15 bandinius vidutiniškai sudarė ~49,5-50,7 % aliuminio, ~46,0-48,8 % deguonies bei skirtingas kiekis anglies. 33 pav. matome anglies koncentracijos (pagal masę) priklausomybę nuo grafito koncentracijos miltelių mišinyje. Įmaišius 5 % grafito miltelių (pagal masę), dangos paviršiuje vidutiniškai aptinkama ~1,7 % anglies. Padidinus grafito koncentraciją iki 10 %, vidutinė anglies koncentracija paviršiuje padidėja iki ~1,9 %. Esant 15 % grafito miltelių koncentracijai (pagal masę), dangoje aptiktas vidutiniškai ~2,5 % kiekis anglies. Iš rezultatų matyti, kad įvedus didesnę kiekį miltelių, dangos paviršiuje vidutinė anglies koncentracija taip pat didėja.

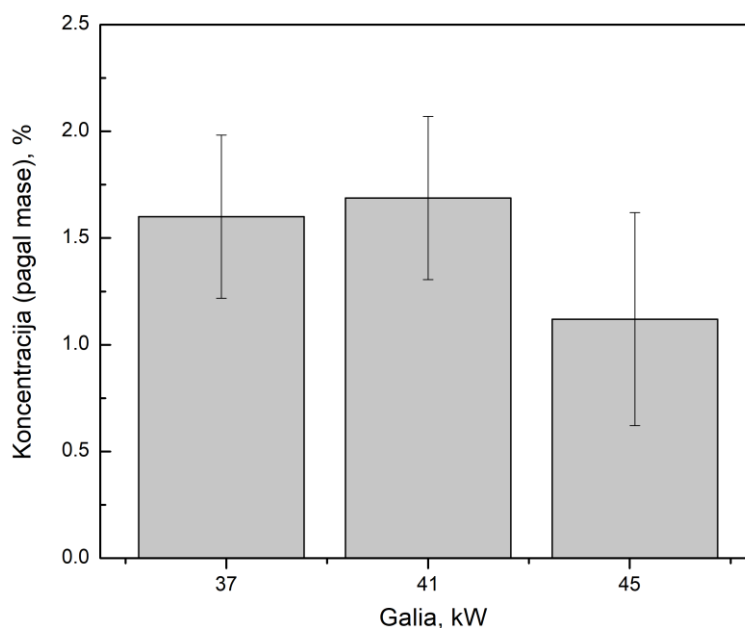


33 pav. Anglies koncentracija bandinių paviršiuje esant skirtingai grafito miltelių koncentracijai

34 pav. matome anglies koncentracijos paviršiuje priklausomybę nuo galios. Esant 36,9 kW galiai, bandinį sudarė ~49,2 % aliuminio, ~48,8 % deguonies, ~1,6 % anglies. Kai galia 45,1 kW, paviršių sudarė ~49,5 % aliuminio, ~48,4 % deguonies, o anglies sumažėjo iki 1,12 %. Didinant galią kyla plazmos srauto temperatūra. To pasėkoje galimai sublimuoja didesnis kiekis grafito miltelių ir dangos paviršius tuomet sudarytas iš mažesnės anglies koncentracijos.

Elementinė sudėtis buvo tirama po tribologinių tyrimų siekiant nustatyti ar formuojasi grafito tribosluoksnis trinties kontakto vietoje. AG0 po tribologinių tyrimų bandinio paviršių pagal masę sudarė ~60,7 % aliuminio, ~38,6 % deguonies ir ~0,7 % priemaišų (varis, geležis ir kt.). Įvedus 15 % pagal masę grafito į aliuminio oksido miltelius, dangos paviršių po tribologinių tyrimų pagal masę sudarė ~60,1 % aliuminio, ~34,7 % deguonies, ~4,4 % anglies ir ~0,8 % kitų elementų.

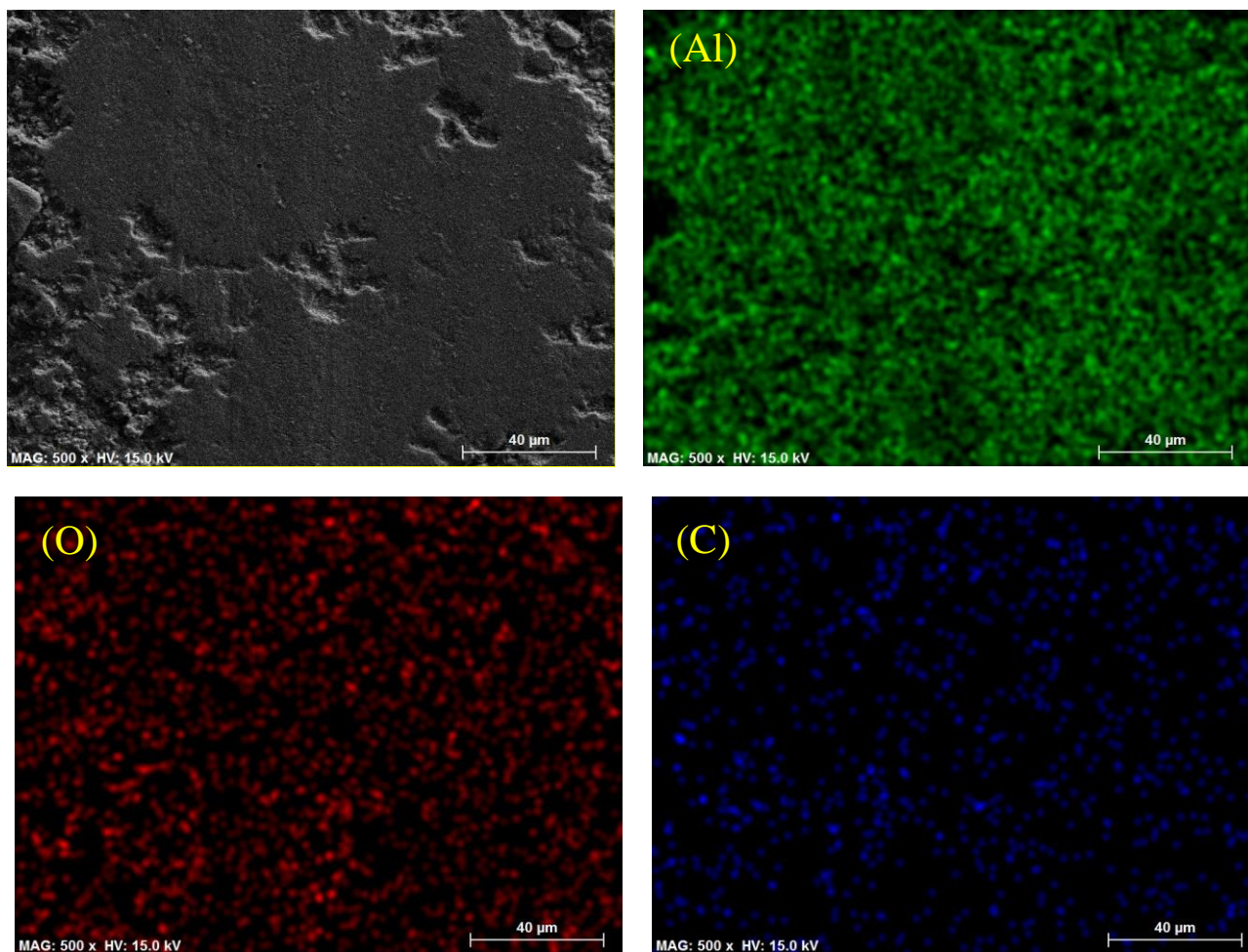
Padidinus galią nuo 36,9 kW iki 45,1 kW po tribologinių tyrimų paviršiuje aliuminio padidėjo nuo 54,4 % iki 67,5 %, deguonies sumažėjo nuo 41,8 % iki 29,0 %. Anglies koncentracija (pagal masę) pakito nuo 3,8 % iki 3,4 %.



34 pav. Anglies koncentracija bandinių paviršiuje esant skirtingai galiai

35 pav. pavaizduota viena iš AG5c bandinio paviršiaus EDS matavimų vietų po tribologinių tyrimų. Lygindami aliuminio, deguonies ir anglies vaizdus, galime pastebėti, kad visų elementų (aliuminio, deguonies ir grafito) pasiskirstymas yra gana tolygus visame paviršiaus plote. Nepastebėtos išsiskiriančios didelės elemento koncentracijos vietos. Tolygus grafito pasiskirstymas paviršiuje leidžia manyti, kad dangos ir aliuminio oksido rutuliuko kontakto zonose prasideda tribosluoksnio susidarymas.

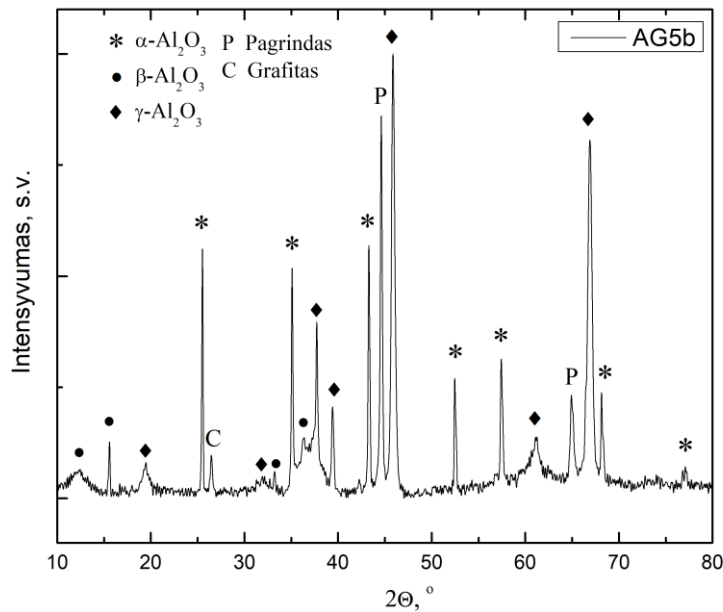
EDS rezultatai rodo, kad visuose bandiniuose grafito koncentracija pagal masę yra kur kas mažesnė nei yra įvesta į pradinis miltelius. Dėl didelės plazminio purškimo srauto temperatūros (~3500-3700 K) galima manyti, kad dauguma grafito miltelių sublimuoja prieš pasiekiant padėklo paviršių. Svarbu ir tai, kad plazmos srauto darbinės dujos yra oras, kuriame esantis deguonis karštame plazmos sraute gali sąlygoti anglies monoksido ar dioksido formavimąsi (degimo procesus) [41,43]. Ko pasėkoje galima padidėja plazmos srauto temperatūra, todėl esant didžiausiai grafito koncentracijai aliuminio oksido milteliuose dangoje grafito aptinkami vos keli procentai. Rezultatai rodo, kad grafito koncentracija dangos paviršiuje yra net 3-6 kartus mažesnė, lyginant su jo koncentracija milteliuose.



35 pav. AG5c bandinio EDS matavimo vieta po tribologinių tyrimų ir elementų pasiskirstymas paviršiuje.

3.4. Rentgenostruktūrinė analizė

36 pav. pavaizduota AG5b bandinio rentgenograma. Spektre matome, kad bandinį sudaro α - Al_2O_3 , β - Al_2O_3 , γ - Al_2O_3 fazės, grafito smailė, atitinkanti (002) orientacijos kristalines plokštumas ir padėklo smailės. Smailės, atitinkančios α - Al_2O_3 fazę, yra ties $2\theta = 25,5^\circ$; $35,1^\circ$; $43,3^\circ$; $51,4^\circ$; $57,5^\circ$; $68,2^\circ$ ir $76,9^\circ$. β - Al_2O_3 fazę atitinka $2\theta = 12,4^\circ$; $15,6^\circ$; $32,9^\circ$ ir $37,7^\circ$ smailės. Smailės, esančios ties $2\theta = 20,2^\circ$; $33,2^\circ$; $38,1^\circ$; $39,5^\circ$; $45,9^\circ$; $62,3^\circ$ ir $66,9^\circ$ atitinka γ - Al_2O_3 fazę. Lyginant su aliuminio oksido miltelių rentgenograma (19 pav.) pastebėta, kad po purškimo proceso dangą daugiausia sudaro γ - Al_2O_3 fazė ($2\theta = 45,9^\circ$). Yra žinoma [43], kad γ - Al_2O_3 fazė gali nusakyti išlydytų miltelių santykinį kiekį. Kuomet milteliai, kurie susideda iš α - Al_2O_3 , yra lydomi aukštatemperatūroje plazmoje, jų kristalinė struktūra yra suardoma (tampa amorfine).

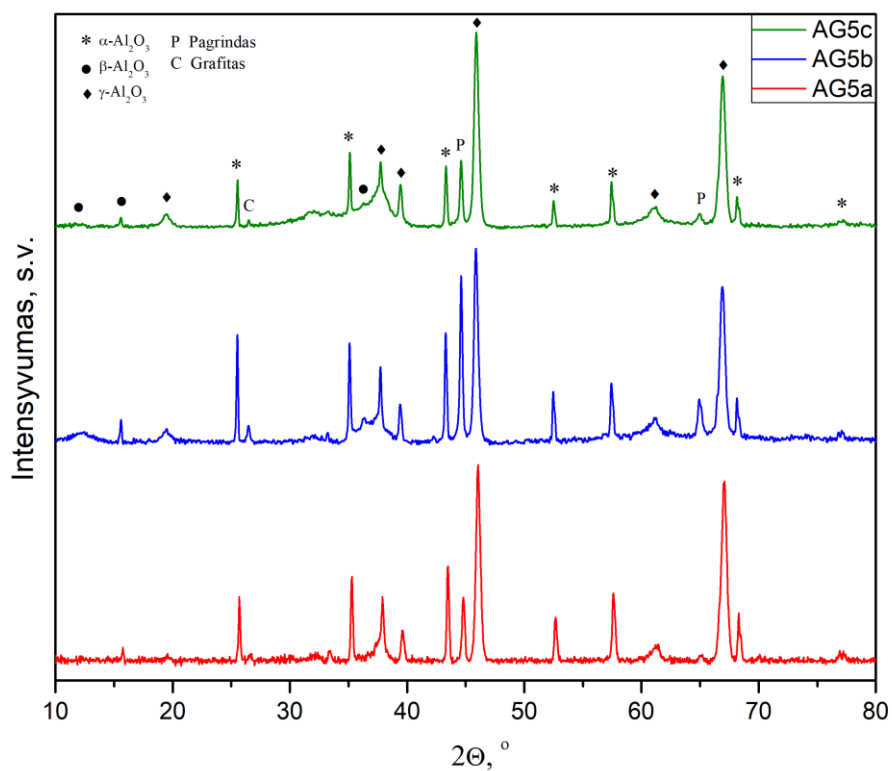


36 pav. AG5b rentgenograma

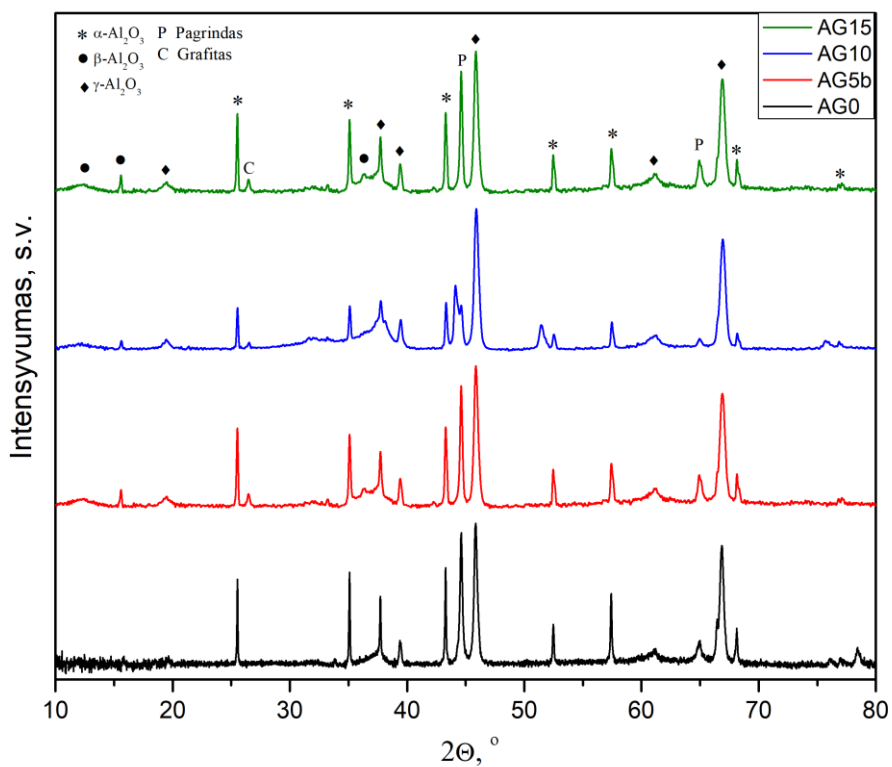
Kai plazmos srauto įgreitintos aliuminio oksido dalinai ar pilnai išlydytos dalelės pasiekia kambario temperatūros pagrindą, jie yra staigiai aušinami. Todėl kristalizacijos procesas vyksta nepakankamai aukštoje temperatūroje, kad dangos paviršiuje formuotųsi milteliuose buvusi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazė. Yra žinoma (žr. 4 pav.), kad žemesnėje temperatūroje formuojasi $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazė [24]. Be gama aliuminio oksido, dangoje vis dar randama ir $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazė smailė ($43,3^\circ$). Šios fazės būvimas dangoje siejamas su neišsilydžiusių miltelių kiekiu [41]. Todėl lygindami γ ir α smailių intensyvumų santykį, galime nusakyti formuojamoje dangoje išsilydžiusių miltelių santykinį kiekį. Dangą taip pat sudaro $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($15,6^\circ$) bei grafito kristalinė fazė (002) ties $2\theta = 26,5^\circ$, kuri atsiranda dėl grafito miltelių priemaišų. Fazių santykinė sudėtis buvo lyginama pagal šią formulę (pavyzdys gama fazei):

$$\gamma \% = \frac{I(\gamma)}{I(\alpha)+I(\beta)+I(\gamma)+I(C)} \quad (12)$$

Čia $I(\alpha)$, $I(\beta)$, $I(\gamma)$, $I(C)$ – alfa, beta, gama aliuminio oksido fazių bei grafito (002) būdingųjų smailių intensyvumai.



37 pav. Bandinių rentgenogramos esant 5% grafito miltelių koncentracijai ir skirtingai galiai



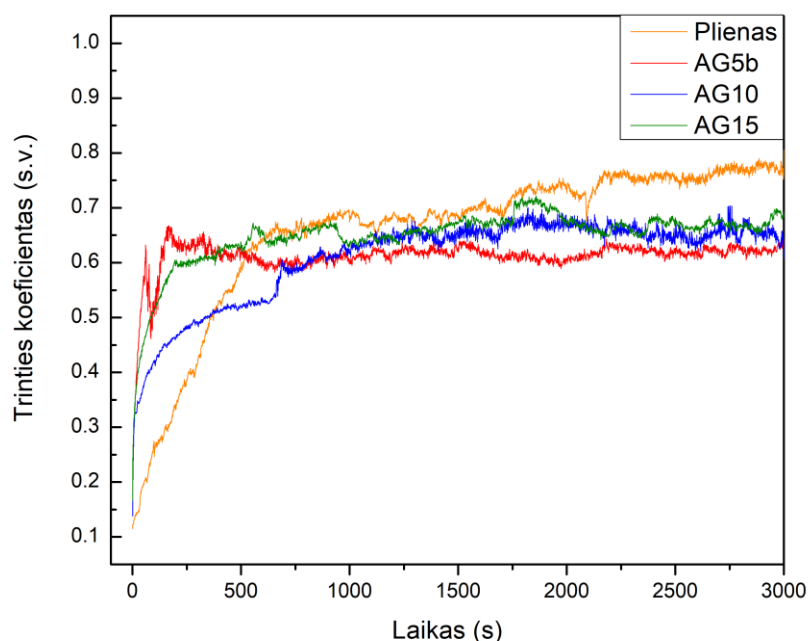
38 pav. Bandinių rentgenogramos esant 41,0 kW galiai ir skirtingai grafito miltelių koncentracijai

37 pav. pavaizduotos bandinių rentgenogramos esant skirtingai galiai. Kai galia 36,9 kW, lyginant intensyviausias kiekvienos fazės smailes, nustatyta, kad dangos struktūrą sudaro 38,5 % α -Al₂O₃; 4,7 % β -Al₂O₃; 53,0 % γ -Al₂O₃ fazės ir 3,8 % grafito (002). Padidinus galią iki 45,1 kW, struktūra susideda iš 22,3 % α -Al₂O₃; 3,5 % β -Al₂O₃; 71,7 % γ -Al₂O₃ fazių ir 2,6 % grafito (002). Santykinį gama aliuminio oksido fazės padidėjimą lemia didesnė plazmos srauto temperatūra ir išlydytų miltelių kiekis. Fazių virsmus esant skirtingai temperatūrai tyrė J.S. Lee ir kt. [48]. Autoriai atkaitino aliuminio hidroksidus skirtingose temperatūrose. Tyrimų rezultatai parodė, kad α -Al₂O₃ fazė susiformuoja tik tuomet kai naudojama 1200 °C atkaitinimo temperatūra. Aliuminio oksido ir aliuminio oksido-grafito dangų formavimo metu milteliai buvo purškiami ant kambario temperatūros padėklo. Dėl didelės aušimo spartos, aliuminio oksido dalelės kristalizuojasi nepakankamai aukštoje temperatūroje α -Al₂O₃ fazei susiformuoti.

38 pav. matome rentgenogramą esant skirtingai grafito priemaišų koncentracijai. Didinant grafito kiekį bandinyje, smailė ties 26,5° sudaro 3,5 %; 4,9 %, 9,2 % dalį fazių intensyvumų sumos, esant 5, 10 ir 15 % grafito miltelių koncentracijai. Didesnį grafito kristalinės fazės smailės intensyvumą lemia papildomas grafito miltelių kiekis mišinyje. EDS rezultatai parodė, kad didinant grafito miltelių koncentraciją didėja ir aptinkamas vidutinis grafito kiekis dangos paviršiuje. XRD rezultatai leidžia manyti, kad grafito kiekis dangos tūryje taip pat didėja kuomet į mišinį įvedamas didesnis kiekis grafito miltelių.

3.5. Tribologiniai tyrimai

39 pav. matome kaip kinta trinties koeficientas didėjant trinties trukmei. 0-500 s intervale matyti trinties koeficiento didėjimas. Bandymo metu, kuomet keraminis rutuliukas pradeda sąveikauti su dangos paviršiumi, pradžioje vyksta tik plastinės deformacijos ir abrazyvinės dalelės pasiskirsto paviršiuje.

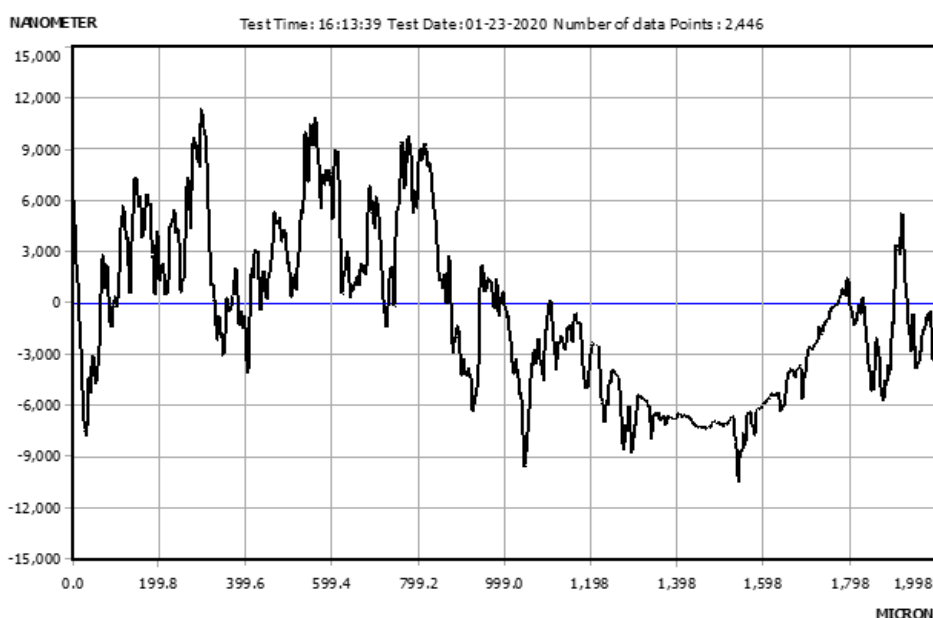


39 pav. Trinties koeficiento priklausomybė nuo trinties laiko: plienui ir bandiniams kai naudojama skirtinga grafito koncentracija mišinyje

Labai svarbu tinkamas jėgos parinkimas, kadangi per maža jėga sąlygos trinties koeficiento nusistovėjimą, o per didelė – jos visišką nudilimą trinties metu. Vėliau trinties koeficiento vertės stabilizuojasi ir iš šios grafiko dalies galima įvertinti vidutinį trinties koeficientą bandiniams. Nustatyta, kad AG5b vidutinis trinties koeficientas yra ~0,611.

Padidinus grafito koncentraciją, trinties koeficientas kinta nežymiai, AG10 dangai yra 0,616, o AG15 bandiniui padidėja iki 0,636. Trinties koeficiento tyrimai taip pat parodė, kad pakankamo storio triboplėvė nesusiformuoja. Kadangi suformuotoje dangoje grafito kiekis išlieka gana mažas, o dangos paviršius yra gana šiurkštus, tai paviršiaus savitepiškumo efektui pasireikšti reiktų ilgesnio trinties laiko. Tačiau lyginant su plienu pastebėta, kad trinties koeficientas vidutiniškai sumažėja ~18 %. Abrazyvinis plieno paviršius gali lemti didesnę trinties koeficientą.

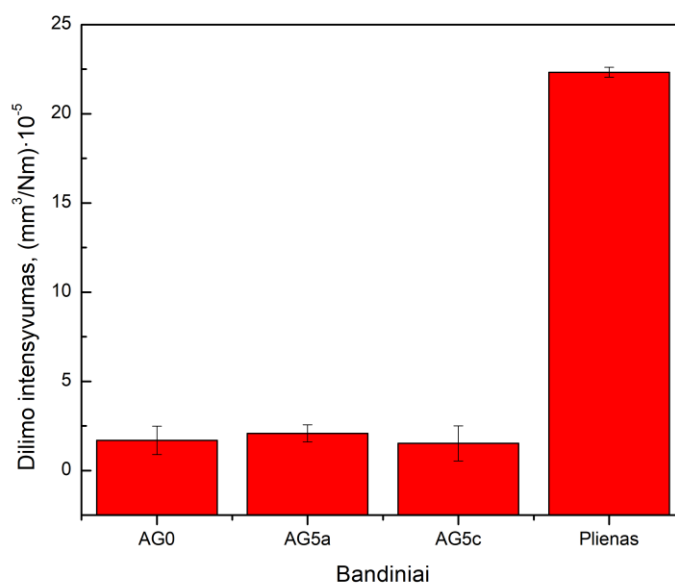
40 pav. pateiktas trinties takelio pavyzdys normalizuotam dilimo intensyvumui skaičiuoti. Šiuo atveju, nudilusios vietos intervalas yra nuo ~1200 μm iki ~1800 μm (~600 μm takelio plotis). Takelio maksimalus gylis siekia ~6 μm.



40 pav. Matavimas profilometru nudėvėtoje dangos vietoje (AG5a)

Tuomet, pagal (11) lygtį, įvertinta normalizuoto dilimo intensyvumo aproksimacija. Vienam bandiniui buvo atlikti kelių skirtingų matavimų skaičiavimai metodikos rezultatų patikimumui įvertinti. Gauti rezultatai pateikti 41 pav. Tyrimai parodė, kad AG0 bandinio dilimo sparta buvo $\sim 1,69 \cdot 10^{-5} \cdot \text{mm}^3/\text{Nm}$. Įvedus 5 % grafito į aliuminio oksido miltelius ir naudojant 36,9 kW galią, suformuotos dangos dilimo intensyvumas buvo $\sim 2,08 \cdot 10^{-5} \cdot \text{mm}^3/\text{Nm}$. Padidinus purškimo galią iki 45,1 kW, dilimo intensyvumas nežymiai sumažėjo iki $1,52 \cdot 10^{-5} \cdot \text{mm}^3/\text{Nm}$. Tuo tarpu plieno dilimo intensyvumas buvo žymiai didesnis ir siekė net $(22,33 \pm 0,28) \cdot 10^{-5} \cdot \text{mm}^3/\text{Nm}$.

Iš rezultatų matome, kad didinant galią ar įvedant grafito miltelių priemaišas, dilimo intensyvumas kinta nežymiai. Tačiau lyginant su plienu pastebėtas ~10 kartų mažesnis dilimo intensyvumas. W. Sun ir kt. nustatė, kad nikelio-aliuminio oksido dangų su grafito priemaišomis nusidėvėjimo sparta ženkliai mažesnė lyginant su nikelio-aliuminio oksido dangomis. Autoriai teigia, kad tribologinių tyrimų metu susiformuoja grafito tribosluoksnis, kuris sumažina trinties koeficientą ir tuo pačiu nusidėvėjimo spartą [30]. Kitų mokslininkų tyrimų rezultatai parodė, kad įmaišius Ni-grafito priemaišų į vario-aliuminio kompozitą sumažėja dilimo intensyvumas sumažėja apie 10 kartų [39]. Naudoto šiems tribologiniams tyrimams plieno rutulio dilimo intensyvumas mažėja didinant Ni-grafito priemaišų kiekį.



41 pav. Dilimo intensyvumas skirtingiems bandiniams

Atlikus dilimo intensyvumo skaičiavimus ir palyginus aliuminio oksido (AG0) bandinio dilimo intensyvumą su aliuminio oksido-grafito dangų (AG5a bei AG5c) pastebėta, kad vertės yra panašios. Priešingai nei minėtų autorių rezultatuose, akivaizdaus grafito paviršiaus tepimo efekto pastebėti nepavyko, nors grafito kiekis dangų paviršiuje po tribologinių tyrimų ir padidėjo net iki dviejų kartų.

Išvados

1. Naudojant atmosferinį plazminį purškimą suformuotos aliuminio oksido-grafito kompozitų dangos, kuriose grafito koncentracija paviršiuje buvo nuo ~1,6 % iki ~2,5 %.
2. Skenuojančios elektroninės mikroskopijos vaizdai parodė, kad suformuotos dangos yra šiurkščios, tačiau neturi atplaišų ar kitų pažeidimų. Bandinių paviršių sudarė ~1-5 μm dydžio lamelės ir dalis neišlydytų miltelių. Rezultatai po tribologijos tyrimų rodo, kad triboplėvės sluoksnis dar tik pradeda formuotis tiek didinant galią, tiek ir grafito koncentraciją milteliuose.
3. Dangos, suformuotos naudojant aliuminio oksido su 15 % grafito miltelių mišinį, vidutinis linijinis šiurkštumas ir vidutinis kvadratinis šiurkštumas sumažėjo ~33 %. Didinant plazmos srauto temperatūrą paviršiaus šiurkštumas nežymiai sumažėja: nuo $R_a = (2,64 \pm 0,26) \mu\text{m}$ iki $R_a = (2,46 \pm 0,08) \mu\text{m}$ ir $R_q = (3,30 \pm 0,28) \mu\text{m}$ iki $R_q = (3,09 \pm 0,15) \mu\text{m}$.
4. Rentgeno struktūrinės analizės rezultatai parodė, kad dangos sudarytos iš $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ir $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazių. Nustatyta, kad $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazės santykinis intensyvumas padidėja nuo ~53,0 % iki ~71,7 % padidinus galią nuo 36,9 kW iki 45,1 kW. Kai grafito koncentracija miltelių mišinyje buvo 5 %, 10 % ir 15 %, būdingos grafito (002) smailės santykinis intensyvumas buvo 3,5 %, 4,9 % ir 9,2 %.
5. Aliuminio oksido - grafito dangų trinties koeficientas padidėjo nuo ~0,59 iki 0,64 didėjant galiai nuo 36,9 kW iki 45,1 kW. Nustatyta, kad dangų trinties koeficientai buvo nuo ~16 % iki ~22 % mažesni už plieno trinties koeficientą.
6. Dilimo spartos tyrimų metu nustatyta, kad suformuotų dangų paviršius nudilo tik labai nežymiai. Aliuminio oksido ir aliuminio oksido-grafito dangų dilimo intensyvumai buvo bent 10 kartų mažesnis už plieno dilimo intensyvumą.

Mokslinių tyrimų rezultatų skelbimas konferencijose

Bastakys, Lukas; Marcinauskas, Liutauras; Mathew, Jacob Shiby; Milieška, Mindaugas; Aikas, Mindaugas; Abakevičienė, Brigita. Aliuminio oksido ir aliuminio oksido – grafito dangų, suformuotų plazminiu purškimu, tribologinių savybių tyrimas = Investigation of tribological properties of alumina and alumina-graphite coatings formed by plasma spraying // 43-ioji Lietuvos nacionalinė fizikos konferencija, 2019 m. spalio 3-5 d., Kaunas: pranešimų medžiaga. Kaunas : Kauno technologijos universitetas, 2019. eISBN 9786090216385. p. 213. DOI: 10.5755/e01.9786090216385.

Padėka

Dėkoju Lietuvos energetikos instituto Plazminių technologijų laboratorijos vadovui dr. V. Valinčiui už galimybę dalyvauti formuojant dangas.

Dėkoju Lietuvos energetikos instituto Vandenilio energetikos technologijų centro vadovui dr. D. Milčiui ir dr. S. Tučkutei už pagalbą atliekant SEM ir EDS matavimus.

Dėkoju doktorantui J.S. Mathew už atliktus tribologinius matavimus ir patarimus skaičiuojant dangų dilimo intensyvumą.

Dalis darbe pateiktų tyrimų rezultatų buvo gauta vykdant jungtinį Kauno technologijos universiteto Mokslinių tyrimų, eksperimentinės (socialinės, kultūrinės) plėtros ir inovacijų fondo ir Lietuvos energetikos instituto finansuojamą mokslo projektą "Naujų tribologiškai efektyvių keramikos kompozitų dangų formavimas (TRIBOKER)", projekto Nr. PP-88G/19.

Literatūros sąrašas

1. ZHANG, D. ir kt. Electrophoretic deposition of PTFE particles on porous anodic aluminum oxide film and its tribological properties. In *Applied Surface Science* [interaktyvus]. 2014. Vol. 290, p. 466–474. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.11.114>>.
2. HE, L. ir kt. Microstructure and wear properties of Al₂O₃-CeO₂ /Ni-base alloy composite coatings on aluminum alloys by plasma spray. In *Applied Surface Science* [interaktyvus]. 2014. Vol. 314, p. 760–767. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.07.047>>.
3. PATNAIK, P. „Handbook of Inorganic Chemicals“, McGraw-Hill, 2002, ISBN 978-0-07-049439-8.
4. ERICKSON, L.C. ir kt. Tribological characterization of alumina and silicon carbide under lubricated sliding. In *Tribology International* [interaktyvus]. 1993. Vol. 26, no. 2, p. 83–92. Prieiga per internetą: <[http://dx.doi.org/10.1016/0301-679X\(93\)90016-T](http://dx.doi.org/10.1016/0301-679X(93)90016-T)>.
5. LU, X. ir kt. Efficacy of graphene nanoplatelets on splat morphology and microstructure of plasma sprayed alumina coatings. In *Surface and Coatings Technology* [interaktyvus]. 2019. Vol. 366, p. 54–61. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.03.018>>.
6. BALANI, K. ir kt. Multiscale wear of plasma-sprayed carbon-nanotube-reinforced aluminum oxide nanocomposite coating. In *Acta Materialia* [interaktyvus]. 2008. Vol. 56, no. 20, p. 5984–5994. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2008.08.020>>.
7. VARDELLE, A. ir kt. The 2016 Thermal Spray Roadmap. In *Journal of Thermal Spray Technology* [interaktyvus]. 2016. Vol. 25, no. 8, p. 1376–1440. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11666-016-0473-x>>.
8. SMIALEK, J. - MILLER, R. Revisiting the Birth of 7YSZ Thermal Barrier Coatings: Stephan Stecura †. In *Coatings* [interaktyvus]. 2018. Vol. 8, no. 7, p. 255. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.3390/coatings8070255>>.
9. DAVIS, J.R., „Handbook of Thermal Spray Technology“, ASM International, 2004, ISBN 0-8717-795-0.
10. FAUCHAIS, P.L. ir kt. Industrial Applications of Thermal Spraying Technology. In *Thermal Spray Fundamentals* [interaktyvus]. Springer US, 2013. p. 1401–1566. Prieiga per internetą: <http://dx.doi.org/10.1007/978-0-387-68991-3_18>.
11. VUORISTO, P. Thermal Spray Coating Processes. In *Comprehensive Materials Processing* [interaktyvus]. [s.l.]: Elsevier, 2014. p. 229–276. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.00407-6>>.
12. DEARNLEY, P.A. Surface Engineering with Deposition Technologies. In *Introduction to Surface Engineering* [interaktyvus]. Cambridge University Press. 116–230. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1017/9781139031509.005>>.
13. FAUCHAIS, P. ir kt. Atmospheric Plasma Spraying Evolution Since the Sixties Through Modeling, Measurements and Sensors. In *Plasma Chemistry and Plasma Processing* [interaktyvus]. 2017. Vol. 37, no. 3, p. 601–626. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11090-017-9802-1>>.
14. SABER-SAMANDARI, S. ir kt. Micro-Raman spectroscopy shows how the coating process affects the characteristics of hydroxylapatite. In *Acta Biomaterialia* [interaktyvus]. 2013. Vol. 9, no. 12, p. 9538–9546. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2013.08.021>>.
15. PANDEY, N. ir kt. Physical and thermo-mechanical properties of coated and without coated alumina-boron based refractory castable for petrochemical industry application. In *Materials Today: Proceedings* [interaktyvus]. 2020. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2019.12.281>>.
16. GÜREL, S.B. - ALTUN, A. Reactive alumina production for the refractory industry. In *Powder Technology* [interaktyvus]. 2009. Vol. 196, no. 2, p. 115–121. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2009.07.007>>.

17. TOUZIN, M. ir kt. Alumina based ceramics for high-voltage insulation. In Journal of the European Ceramic Society [interaktyvus]. 2010. Vol. 30, no. 4, p. 805–817. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.09.025>>.
18. MASSON, B. Emergence of the alumina matrix composite in total hip arthroplasty. In International Orthopaedics [interaktyvus]. 2007. Vol. 33, no. 2, p. 359–363. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1007/s00264-007-0484-9>>.
19. RUYS, A., Alumina Ceramics, Biomedical and Clinical Applications, 2018, Woodhead Publishing, e. ISBN: 9780081024430.
20. SILVA, M.V. ir kt. Alumina-Based Ceramics for Armor Application: Mechanical Characterization and Ballistic Testing. In Journal of Ceramics [interaktyvus]. 2014. Vol. 2014, p. 1–6. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1155/2014/618154>>.
21. ABYZOV, A.M. Aluminum Oxide and Alumina Ceramics (review). Part 1. Properties of Al₂O₃ and Commercial Production of Dispersed Al₂O₃. In Refractories and Industrial Ceramics [interaktyvus]. 2019. Vol. 60, no. 1, p. 24–32. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11148-019-00304-2>>.
22. NEUSEL, C. ir kt. Thickness-dependence of the breakdown strength: Analysis of the dielectric and mechanical failure. In Journal of the European Ceramic Society [interaktyvus]. 2015. Vol. 35, no. 1, p. 113–123. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.08.028>>.
23. AUERKARI, P., „Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics“, 1996, Valtion teknillinen tutkimuskeskus (VTT), ISBN 951-38-4987-2
24. SHIRAI, T., ir kt., „Structural properties and surface characteristics on aluminium oxide powders, 2009, Ceramics Research Lab, 9, p. 31.
25. CURKOVIC, L., ir kt. „Corrosion behaviour of alumina ceramics in aqueous HCl solution“, Original scientific paper. Prieiga per: <https://bib.irb.hr/datoteka/300812.curkovic.pdf> [žiūrėta 2020-04-05].
26. PEINTINGER, M.F. ir kt. Quantum-chemical study of stable, meta-stable and high-pressure alumina polymorphs and aluminum hydroxides. In J. Mater. Chem. A [interaktyvus]. 2014. Vol. 2, no. 32, p. 13143–13158. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1039/C4TA02663B>>.
27. HARUN, Z. ir kt. Effect of MgO Additive on Microstructure of Al₂O₃. In Advanced Materials Research [interaktyvus]. 2012. Vol. 488–489, p. 335–339. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.488-489.335>>.
28. LUKIN, Ye. S., ir kt., New alumina-based ceramic materials, Ogneupory Tekhn. Keram., 7, 2001, p. 2–10.
29. HENTOUR, K. ir kt. Carbon nanotube/alumina and graphite/alumina composite coatings on stainless steel for tribological applications. In Materials Today Communications [interaktyvus]. 2016. Vol. 8, p. 118–126. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2016.07.007>>.
30. SUN, W. ir kt. Effect of graphite concentration on the friction and wear of Ni–Al₂O₃/graphite composite coatings by a combination of electrophoresis and electrodeposition. In Wear [interaktyvus]. 2015. Vol. 342–343, p. 172–180. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2015.08.020>>.
31. FRANCO, M. ir kt. Micro-scale wear characteristics of electroless Ni–P/SiC composite coating under two different sliding conditions. In Wear [interaktyvus]. 2014. Vol. 317, no. 1–2, p. 254–264. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2014.06.013>>.
32. OUYANG, J.H. ir kt. Microstructure and tribological properties of ZrO₂(Y₂O₃) matrix composites doped with different solid lubricants from room temperature to 800 °C. In Wear [interaktyvus]. 2009. Vol. 267, no. 9–10, p. 1353–1360. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.11.017>>.
33. SHARMA, P. ir kt. Effect of graphite reinforcement on physical and mechanical properties of aluminum metal matrix composites. In Particulate Science and Technology [interaktyvus]. 2015. Vol. 34, no. 1, p. 17–22. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1080/02726351.2015.1031924>>.

34. BALANDIN, A.A. ir kt. Superior Thermal Conductivity of Single-Layer Graphene. In Nano Letters [interaktyvus]. 2008. Vol. 8, no. 3, p. 902–907. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1021/nl0731872>>.
35. ZHAO, X. ir kt. Influence of doping graphite on microstructure and tribological properties of plasma sprayed 3Al₂O₃–2SiO₂ coating. In Tribology International [interaktyvus]. 2016. Vol. 101, p. 168–177. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2016.04.028>>.
36. RODRIGUEZ-SUAREZ, T. ir kt. Sliding wear behaviour of alumina/nickel nanocomposites processed by a conventional sintering route. In Journal of the European Ceramic Society [interaktyvus]. 2011. Vol. 31, no. 8, p. 1389–1395. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.02.011>>
37. BARTOLOMÉ, J.F. ir kt. Sliding Wear Behavior of ZTA with Different Yttria Stabilizer Content. In HOFFMAN, M.Sud. Journal of the American Ceramic Society [interaktyvus]. 2015. Vol. 98, no. 12, p. 3981–3987. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1111/jace.13795>>.
38. AN, Y. ir kt. Mechanical and tribological properties of nano/micro composite alumina coatings fabricated by atmospheric plasma spraying. In Ceramics International [interaktyvus]. 2017. Vol. 43, no. 6, p. 5319–5328. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.01.072>>.
39. YANG, J. ir kt. Tribological behaviors of plasma sprayed CuAl/Ni-graphite composite coating. In Tribology International [interaktyvus]. 2015. Vol. 90, p. 96–103. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2015.04.022>>.
40. SAHAB, A.R.M. ir kt. Impact of Plasma Spray Variables Parameters on Mechanical and Wear Behaviour of Plasma Sprayed Al₂O₃ 3%wt TiO₂ Coating in Abrasion and Erosion Application. In Procedia Engineering [interaktyvus]. 2012. Vol. 41, p. 1689–1695. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2012.07.369>>.DOI 10.1002/sia.5902
41. MARCINAUSKAS, L. ir kt. Effect of torch power on the microstructure of plasma sprayed Al₂O₃ coatings. In Surface and Interface Analysis [interaktyvus]. 2015. Vol. 48, no. 7, p. 552–555. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1002/sia.5902>>.
42. ARUNA, S.T. ir kt. Effect of critical plasma spray parameters on the microstructure, microhardness and wear and corrosion resistance of plasma sprayed alumina coatings. In Surface and Coatings Technology [interaktyvus]. 2012. Vol. 208, p. 92–100. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.08.016>>.
43. MARCINAUSKAS, L. ir kt. Effect of graphite concentration on the tribological performance of alumina coatings. In Journal of Alloys and Compounds [interaktyvus]. 2020. Vol. 827, p. 154135. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154135>>.
44. MILIEŠKA, Mindaugas. Termohidrodinaminių procesų tyrimas pluoštinant sunkiai besilydančias keramines medžiagas plazmoje. Daktaro disertacija. Kauno technologijos universitetas. Kaunas, 2011, p.102
45. GALDIKAS, A., „Spinduliuotės sąveika su medžiaga nanotechnologijose“, Šiaulių universiteto leidykla, 2008, e. ISBN 978-609-02-0370-5.
46. MILČIUS, D., Nanotechnologijos alternatyvaus kuro energetikoje. Laboratoriniai darbai, ISBN 978-9986-38-8609
47. RUDAWSKA, A. Mechanical treatment. In Surface Treatment in Bonding Technology [interaktyvus]. Elsevier, 2019. p. 87–128. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-817010-6.00005-9>>.
48. LEE, J.S. ir kt. Low temperature synthesis of α -alumina from aluminum hydroxide hydrothermally synthesized using [Al(C₂O₄)_x(OH)_y] complexes. In Chemical Engineering Journal [interaktyvus]. 2013. Vol. 230, p. 351–360. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2013.06.099>>.