

热喷涂涂层的制备

作者：George Vander Voort

热喷涂涂层金相

热喷涂涂层的应用是为了改善基体材料的抗氧化、抗腐蚀、抗表面磨损和抗烧蚀能力。有涂层金属部件的准确表征要求对其显微组织进行金相检验。涂层的厚度范围从 0.002 至 0.060 英寸 (0.005 至 1.5mm) 并用不同的喷涂技术和参数沉积到基底上。必须用金相制备技术准确地确定显微组织特性。由于一些涂层的脆性本质和孔隙的存在并在涂层构成了很不相同的硬度，在金相制备中总是有可能无法显示出真实的显微组织或引入假象，从而对涂层特性作出错误的诠释。光学显微技术为一块经过正确制备的涂层试样提供了一种评估手段，以确定或测定 涂层/基底界面的质量、孔隙度、未熔化颗粒及氧化物的分布、涂层厚度、以及其它涂层特性，如图 1 所示。

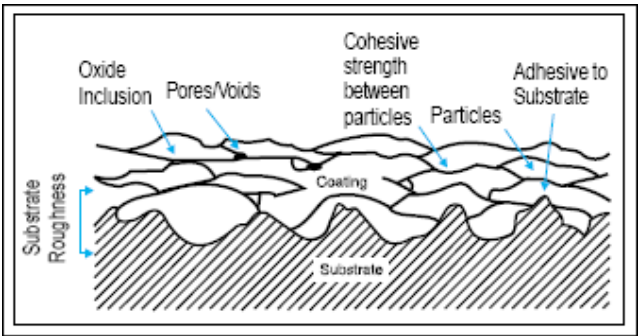


图 1。典型的涂层截面组织，图中示出氧化物和夹杂物的层状组织

各个实验室为了对热喷涂试样进行显微组织评估而使用的金相制备技术不尽相同，这一差异往往会造成勉强合格的结果。这些技术包括在粗磨和细磨阶段，碳化硅砂纸、固定或半固定金刚石的使用。粗抛光阶段是在无绒毛织物上使用分级系列的金刚石膏或悬浮液。对于最终抛光阶段，则在有绒毛或无绒毛的织物上使用细金刚石膏或悬浮液，或使用小于 1 微米的氧化铝粉。如果在使用以上任何消耗品或制备表面时采用不恰当的技术都会产生不够精确的结果。

TABLE 1:
Sectioning Parameters

Equipment
ISOMET® 2000
Blade
Diamond (15HC) or Aluminum Oxide (thin)
Speed
2500 rpm or 4000 rpm
Applied Load
600gms or 500gms
Lubricant
ISOCUT® Plus (water soluble)

本期标乐公司的《技术评论》是为了给读者提供能够始终如一地准确对涂层进行表征的热喷涂涂层金相制备步骤的信息。

金相试样制备

取样/切割

对于不同类型的热喷涂试样，应当使用带有金属粘接的金刚石薄片或超薄氧化铝砂轮片的精密切割机沿着垂直于试样轴的方向进行切割。试样应当用台钳夹紧，其位置应使切割片从涂层一侧进入而从基底一侧出去，这样就显著减小了涂层的损伤。图 2 示出在切割热喷涂涂层时所建议的切割片转动方向、试样位置、及试样类型。通过真空浸渗可以使多孔性涂层或易碎涂层上有一薄层的环氧树脂可以避免在切割时造成损伤。表 1 给出切割参数。每一块切下的试样都应当放在丙酮中彻底清洗并在镶嵌前在 70° C 的烘箱中干燥 5 分钟。

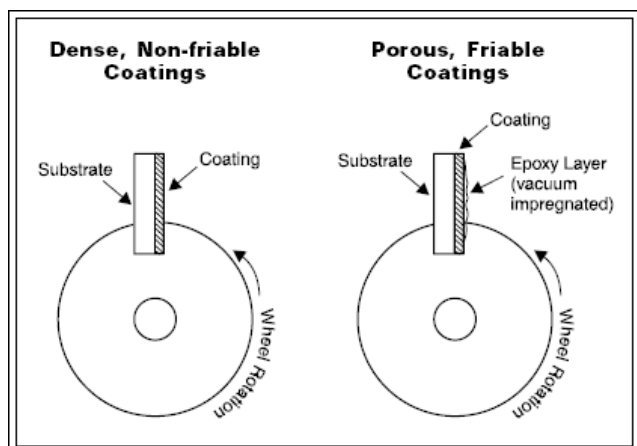


图 2。 热喷涂涂层的正确切割

镶嵌

镶嵌可以保护涂层免受破坏并在磨光和抛光工序时提供边缘保护。金相镶嵌可分为两类，即加压成型和可浇注环氧树脂。尽管有一些涂层可以采用加压模式镶嵌，可浇注环氧树脂已经成为优先考虑的镶嵌方法。这种方法没有会给易碎涂层带来损伤的高压和高温。EPO-KWICK，环氧化物或EPO-THIN 均适于进行正确的镶嵌。每一块试样应当放在真空浸渗系统中，容器内应抽真空至 26 英寸汞柱（约合 88 kPa）。然后将环氧树脂倒入每一个SAMPL-KUP 中并保持 5-10 分钟以使其浸渗到涂层的敞开孔隙中。图 3 为两种镶嵌方法的示意图并给出每种方法建议使用的涂层类型。

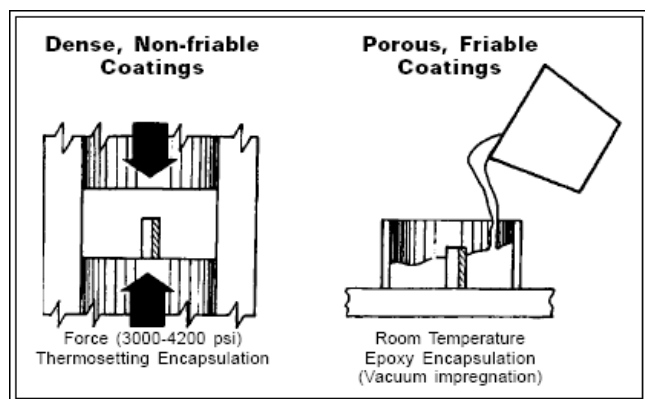


图 3。 热喷涂涂层的正确镶嵌

磨成平面阶段

这个第一阶段是为随后关键的试样无损伤阶段做准备。由于它除了产生平坦的表面外，还要去除由于切割而产生的变形层，因此它对于整个试样制备过程的成功与否有重大的影响。一旦这一阶段恰当地完成，随后的工序就不多了。每一道工序产生的损伤必须能在随后的工序中除去。使用粗碳化硅砂纸（粒度为 120 或 180）或固定的 45 微米金刚石磨盘（ULTRA-PREPP）可将热喷涂涂层试样磨成平面。每一种磨料都可以在短时间内产生平坦的表面。固定的金刚石磨盘能产生高的材料去除速率，而碳化硅砂纸的作用就没有这么大。正确的选择磨制表面很重要，它可以使涂层避免产生严重的损伤。在进入下一阶段以前，试样必须彻底清洗和干燥。超声波清洗并没有普遍被采用，因此使用时间应尽可能短，以避免导致损伤。

试样无损伤阶段

整个过程最终是否成功取决于这个阶段将磨平阶段产生的变形去除并使表面损伤大大减少的能力。当这一制备阶段完成后，涂层和基底应当没有损伤。表 2 及表 3 所示的两种方法使用两种不同的磨料制备，二者都可以达到试样无损伤的结果。使用粒度愈来愈细的碳化硅砂纸是有效的，但成本高。在硬的聚脂织物（ULTRA-PAD）上有效地使用半固定的多晶（PC）金刚石悬浮液（9 微米）可以保持磨成平面阶段已建立的平面度并去除该阶段产生的表面变形。用表 3 列出的两道试样无损伤工序取代表 2 中列出的 6 道碳化硅砂纸中的 5 道，在保持平面度远为良好的条件下又实际上消除了显微组织中的浮凸或表面变形。用TEXTMET 1000 织物和 3 微米多晶金刚石悬浮液可以很容易地除去特细砂纸和半固定多晶金刚石留下的细划痕。

最终抛光阶段

最终抛光阶段使用非常细的磨料（小于 1 微米）而且只去除很少量的材料；因此，这些磨料无法去除以前诸工序没有除去的、相当大的表面损伤或变形。旋转的、带绒毛的织物会产生有选择性的磨削作用，如果抛光时间过长，就会在硬涂层上造成显微组织浮凸和边缘圆角。如果磨成平面阶段和试样无损伤阶段都能正确地进行，则最终抛光阶段所需时间较短，但却能非常有效地产生没有浮凸和边缘圆角的干净、无损伤的显微组织。使用CHEMOMET 织物和MASTERPREPP（0.05 微米 A1203）可以获得无划痕、无变形的表面。

TABLE 2:
Conventional Preparation

Stage	Surface	Lubricant	Abrasive Type/Size	Time (sec)	Ibs/ spie	Head Speed	Base Speed	Head Rot
Planar Grinding	SIC Paper	Water	180 grit	60	5	60 rpm	240 rpm	comp.
Fine Grinding	SIC Paper	Water	240 grit	25	5	60 rpm	240 rpm	comp.
	SIC Paper	Water	320 grit	25	5	60 rpm	240 rpm	comp.
	SIC Paper	Water	400 grit	25	5	60 rpm	240 rpm	comp.
	SIC Paper	Water	600 grit	25	5	60 rpm	240 rpm	comp.
Rough Polishing	TEXMET® 1000	—	3µm PC diamond	180	6	60 rpm	120 rpm	comp.
Final Polishing	CHEMOMET®	—	MASTERPREP™	90	5	60 rpm	120 rpm	comp.

TABLE 3:
Advanced Preparation

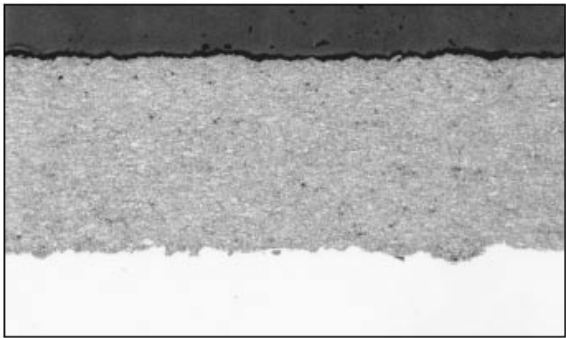
Stage	Surface	Lubricant	Abrasive Type/Size	Time (sec)	Ibs/ spie	Head Speed	Base Speed	Head Rot
Planar Grinding	ULTRAPREP™	Water	45µm diamond disc	60	5	60 rpm	300 rpm	comp.
Specimen Integrity	ULTRA-PAD™	—	9µm PC diamond	380	5	60 rpm	200 rpm	comp.
	TEXMET® 1000	—	3µm PC diamond	180	6	60 rpm	120 rpm	comp.
Final Polishing	CHEMOMET®	—	MASTERPREP™	90	5	60 rpm	120 rpm	comp.

显微组织评估

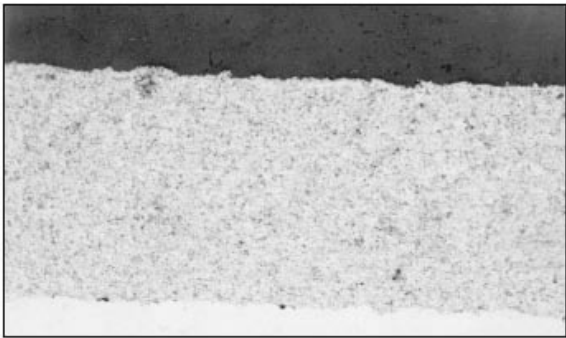
不论使用传统的或新型的磨料和制备表面都可以使多种热喷涂涂层和基底产生始终如一的良好结果。抛光完成后的表面能显露出涂层—基底界面的真实组织、孔隙度和未熔颗粒数量、是否有氧化物、以及涂层的总厚度。这些信息可以使评估者对涂层的显微组织特征有一个准确的概念，从而使他（她）能以更大的信心对涂层的质量做出判断。

结论

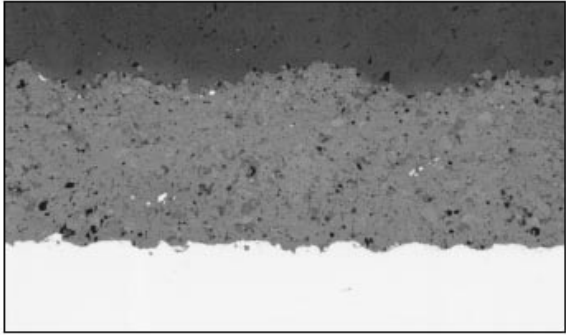
使用当前技术发展水平的磨料、制备表面和设备可以成功地完成热喷涂涂层各方面的显微组织评估。半自动和全自动制样设备和与其配套使用的新型、且性能价格比高的磨料和制备表面可以为涂层特性评估制备出始终如一的、精确的无损伤表面。使用这种设备和技术将使热喷涂供应商、质量鉴定实验室以及最终用户对于最终产品具有高度的置信度。用手工方法制备热喷涂涂层需要具有特殊技能、高度熟练的金相技术人员，这样才能始终如一地取得准确的结果。由于目前很难找到这种人员，因此不推荐采用手工方法制备。



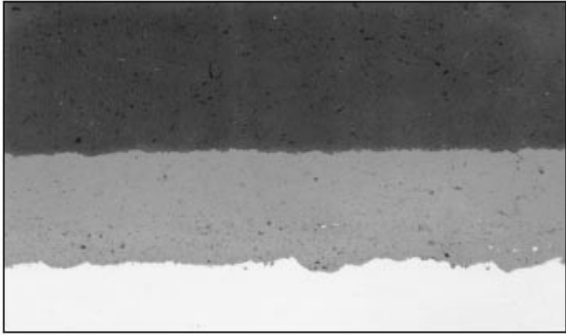
WC/Co 100x



NiCrAlY 50x



Al₂O₃ 100x



Yttria-Zirconia 100x

技术提示

问：怎样准确判定涂层损伤的起因？

答：不让诸如“什么时候会产生损伤”这类问题出现的最好办法就是在 27 英寸（约 686 毫米）汞柱（约合 91.4 kPa）的真空环境中将整个收到的涂层试样用可浇注的环氧树脂（EPO-THIN 或环氧化物）封装起来。这一步骤可以在切割操作前将所有敞开的孔隙、空洞及各种缺陷填好。然后，经过预封装的涂层可以使用金刚石压制切割片（15HC）在 ISOMET 2000 或 ISOMET 1000 型精密切割机上进行切割。如果在生产型切割机上用厚的氧化铝片进行切割，即使试样经过预封装，也会造成局部过热。因此，对于重要的评估工作，不推荐用这种设备来切割涂层。切下的试样接着就可以用粒度愈来愈细的碳化硅砂纸制备，再用 3 微米多晶金刚石进行粗抛光和 0.05 微米氧化铝——MASTERPREP™进行最终抛光。这一步骤可以获得将涂层真实本性显示出的可靠结果。

问：热固性镶嵌是否适用于各种类型热喷涂涂层？

答：由于存在高温（150° C）和高压（4200 英磅/平方英寸，约合 29 MPa），有可能对涂层造成损伤。致密的非陶瓷涂层，如 WC/Co，或其它致密的金属涂层可以成功地用压力镶嵌机进行镶嵌而不会产生损伤。所有其他涂层都应当在 27 英寸汞柱（约合 91.4 kPa）的真空中用可浇注环氧树脂（如环氧化物、EPO-KWICK，EPO-THIN，EPO-COLOR™）镶嵌。可浇注树脂可以在较低温度（75° F 至 170° F，约合 24° C 至 77° C）和常压下固化，因此消除了涂层产生损伤的可能性，从而可以对涂层特性进行准确的评估。

问：为什么有些热喷涂实验室将涂层试样未经切割的表面进行镶嵌而不是用切下的表面镶嵌，这样做可以吗？

答：在那些没有精密金刚石切割机的实验室，人们在切割热喷涂涂层试样时才采用这种办法。生产用切割机由于使用厚的氧化铝片，会在切割过程中对涂层造成过多的损伤，因此磨光时也需要去除过多的变形。用未经切割的表面进行镶嵌，估计就是为了排除这一问题。但是这样做会在磨成平面阶段中要除去 1—2 毫米的材料。新型高速精密切割机（ISOMET 2000 或 ISOMET 1000）只对涂层造成最低限度的损伤，从而使实验室人员可以用切割面来镶嵌试样。这两种办法都是可以接受的，但是采用金刚石精密切割机可以减少金相制备最初阶段所需的工作量。

如果您有问题希望得到解决，或者有解决某一问题的办法并认为对我们的读者有帮助，请写邮件或打电话到：

中国咨询邮箱：china@buehler.com.hk

中国咨询热线：86-21-6410 8359

