

УДК 621.793:621.14

**МЕТАЛОГРАФІЧНИЙ АНАЛІЗ МАКРОСТРУКТУРИ ПОВЕРХНІ
КОМПОЗИТНИХ ПОКРИТТІВ, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ
ВИСОКОЕНЕРГЕТИЧНОГО ВПЛИВУ**

Є. П. Калинушкін, Ю. П. Синицина, К. Д. Підгорна

Національна металургійна академія України

Вступ. Підвищення експлуатаційних вимог до таких характеристик, як щільність енергії та потужність вторинних електродів [1–3], призвело до необхідності пошуку більш високоенергетичних і перспективних електродних матеріалів, а також технологій їх одержання [4; 5].

Найбільш перспективним сучасним альтернативним матеріалом для одержання катодів є шпінель (LiMn_2O_4). Це пов'язано з тим, що її питома ємність має один з найвищих показників серед усіх відомих катодних матеріалів [6].

Найперспективнішим методом одержання катодних матеріалів для хімічних джерел струму з підвищеними електрохімічними характеристиками є метод високоенергетичного впливу – спосіб нанесення покриттів із використанням розігнаних до надзвукових швидкостей електрохімічно-активних матеріалів, які спрямовано на підкладку [7]. Однією з основних переваг застосування методу високоенергетичного впливу є збільшення площі поверхні активної речовини безпосередньо під час нанесення мікрочастинок на підкладку, а також створення пористої структури електрода, яка забезпечує найкраще проникнення електроліту до активної речовини [8; 9].

Мета та завдання дослідження. Здійснення якісного металографічного аналізу макроструктури поверхні композитних покриттів, отриманих методом високоенергетичного впливу, з метою визначення оптимальних технологічних параметрів для одержання якісного композитного покриття, яке надалі використовують при виготовленні катодів для хімічних джерел струму.

Матеріал і методика досліджень. Об'єктом дослідження були зразки композитних покриттів довжиною 47–51 см, отримані методом високоенергетичного впливу. Як вихідні використовували такі матеріали: підкладка – алюмінієва фольга (стрічка); матеріал, що наносять – суміш порошків алюмінію + шпінель.

Якісний металографічний аналіз макроструктури композитних покриттів здійснювали за допомогою стереометричного мікроскопа Stemi–2000CS з використанням збільшень від 6,5 до 50 разів.

Результати досліджень та їх обговорення

Головними технологічними параметрами одержання композитних покриттів методом високоенергетичного впливу є: температура стрічки (підкладки) ($T_{\text{підкл.}}, ^\circ\text{C}$), відстань від сопла до підкладки (L , мм), робочий тиск ($P_{\text{роб.}}$, атм), температура печі для нагрівання суміші, яку наносять ($T_{\text{печі}}, ^\circ\text{C}$), швидкість руху стрічки ($V_{\text{стрічки}}, \text{см/с}$).

За результатами аналізу нанесених композитних покриттів на досліджуваних зразках було виявлено дві зони, що мають відмінність у макроструктурі.

Перша зона (зона початку нанесення покриттів) має довжину 3–4 см. Особливість цієї зони полягає в тому, що на поверхні отриманих зразків виявлені макродефекти у вигляді хвилеподібної поверхні (рис. 1 а, в). У деяких випадках спостерігається локальне руйнування не тільки нанесеного покриття, а й матеріалу підкладки (алюмінієвої фольги). Ймовірно, це пов'язано як з первісним, більш інтенсивним, впливом потоку матеріалу, що наносять на підкладку (порівняно із впливом у процесі руху фольги-підкладки) за робочого тиску 5 атм, так і з сильнішим нагріванням підкладки ($T_{\text{підкл., max}} = 200 \text{ } ^\circ\text{C}$) (рис. 2), яка не рухається в момент початку нанесення покриття.

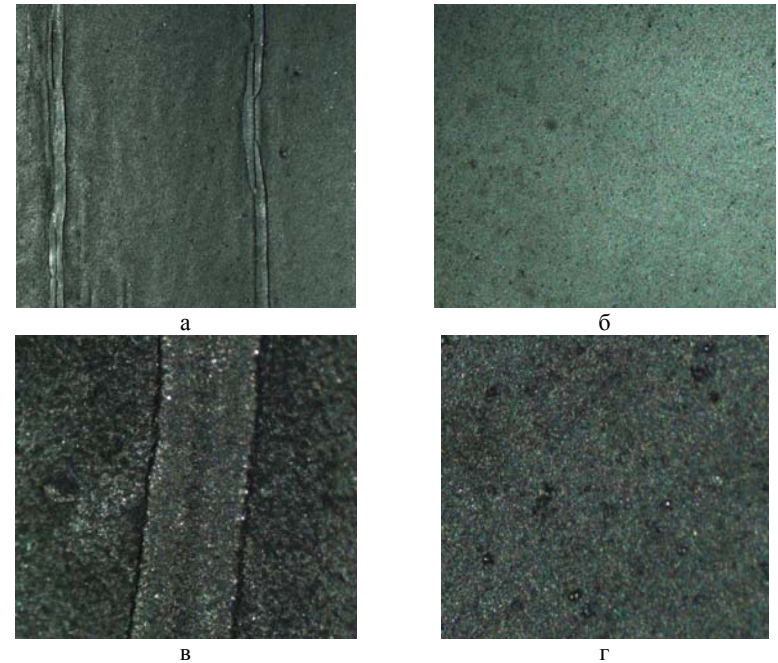


Рис. 1. Макроструктура нанесених металокерамічних покриттів: а, в – початок стрічки; б, г – середина стрічки; а, б – х 6,5; в, г – х 50.

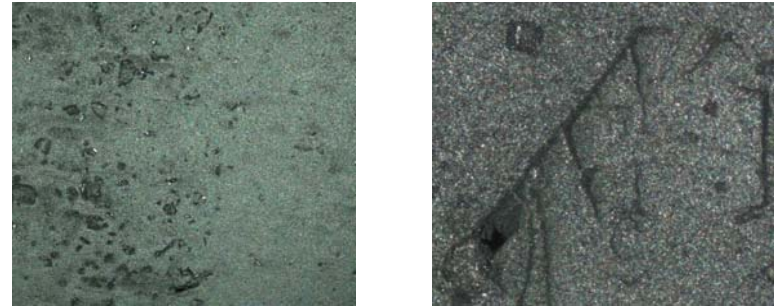


Рис. 2. Макроструктура нанесених металокерамічних покриттів: а, б – початок нанесення; а – х 6,5; б – х 50.

Уникнення удару та перегріву підкладки в початковий момент нанесення покриття є неможливим. Тож, ймовірно, забезпечивши більшу довжину стрічки з нанесеним на неї покриттям, можна зменшити відсоток дефектної зони та відповідно збільшити відсоток корисної довжини стрічки до 99 %. Таким чином, для зменшення кількості періодичних дефектів уздовж стрічки, що виникають під час нанесення покриття, необхідно забезпечити безперервність процесу одержання композитних покриттів.

Також за допомогою якісного металографічного аналізу макроструктури було виявлено ділянки алюмінію у вигляді краплі (рис. 3).

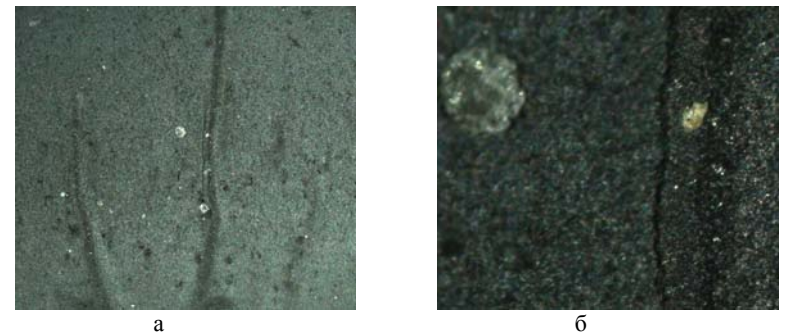


Рис. 3. Макроструктура нанесених металокерамічних покриттів: а, б – початок нанесення; а – х 6,5; б – х 50.

Друга зона – зона основного покриття – становить 93–94 % (44–47 см) від загальної довжини стрічки з покриттям. Особливістю даної зони є досить рівномірне покриття, однорідне за кольором. На поверхні цієї зони не було виявлено макроскопічних дефектів, які були присутні у першій зоні, а також здуттів, розтріскувань і розшарувань композитного покриття (рис. 1 б, г та 4).



Рис. 4. Макроструктура нанесених металокерамічних покриттів: а,б – зона 2;
а – х 6,5; б – х 50.

ВИСНОВКИ

Завдяки проведеним дослідженням було виявлено, що дефект стрічки катодного матеріалу становить 6–7 %. Другу зону основного покриття визначено як оптимальну для подальшого використання як катодного матеріалу хімічних джерел струму. Для отримання якісного композитного покриття рекомендовано забезпечити безперервність процесу нанесення покриття на стрічку (підкладку).

Література

1. Колосницын В. С. Литиевая энергетика – перспективы развития / В. С. Колосницын, Е. В. Карасева // *Материалы VI Междунар. конф. “Фундаментальные проблемы электрохимической энергетики” (+ЭХЭ)*. – Саратов: Изд-во Саратов. ун-та, 2005. – С. 445.
2. Швец Е. Я., Сутормина Е. А. Перспективы применения тонких плёнок кремния для создания солнечных батарей / Е. Я. Швец, Е. А. Сутормина // *XI наук.-техн. конф. ЗДІА. Ч.VII. «Електроніка та електронні технології» – Запоріжжя: ЗДІА, 2006. – С. 75–76.*
3. Афанасьев В. Л. *Праці I конференції Міжнародної асоціації "Інтербат" по літєвих акумуляторах* / В. Л. Афанасьев, І. В. Рижков, А. Б. Александров та ін. – К., 1997. – С.5.
4. Amine K. Olivine LiCoPO₄ as 4.8 V Electrode Material for Lithium Batteries / K. Amine H. Yasuda, M. Yamachib // *Electrochemical and Solid-State Letters*. – 2000. – 3 (4). – P. 178–179.
5. Качибая Э. И. Катодные материалы на основе модифицированной LiMn₂O₄ шпинели для Li-ионных аккумуляторов, полученные при низких температурах / Э. И. Качибая, Р. А. Имнадзе, Т. В. Паикидзе // *Материалы VI междунар. конф. “Фундаментальные проблемы электрохимической энергетики” (+ЭХЭ)*. – Саратов: Изд-во Саратов. ун-та, 2005. – С. 171–172.
6. Li Guohua LiMnPO₄ as the Cathode for Lithium Batteries / Guohua Li, Hideto Azuma, Masayuki Tohda // *Electrochemical and Solid-State Letters*. – 2002. – Vol. 5, Iss 6 .

7. Заявка на пат. 20070277370, США, МКИ В23Р 19/00 Apparatus for forming structured material for energy storage device and method: Заявка на пат. 20070277370, США, МКИ В23Р 19/00 Ye.Kalynushkin; (США); HOWARD & HOWARD ATTORNEYS, P.C. – № 561531; Заявл. 20.11.2006; Оpubл. 6.12.2007, НКИ 29/730 – 33 с.

8. Калинушкин Е. П. Металлографический анализ металлокерамических пористых материалов на основе Al И LiMn₂O₄ / Е. П. Калинушкин, Е. Д. Подгорная, Н. М. Горуля // Наук.-техн. журнал «Металлознавство та термічна обробка металів», К. – 2007. – № 3. – С.47–49.

9. Сеницына Ю. П. Особенности формирования структуры металлокерамических покрытий, полученных методом HDS / Ю. П. Сеницына, Е. Д. Подгорная // Металлофизика и новейшие технологии. – 2008. – № 30. – С. 34–37.