

STOPY NIKLOWE MODYFIKOWANE RENEM W POSTACI PROSZKÓW JAKO MATERIAŁ NA POWŁOKI OCHRONNE WYTWARZANE W PROCESACH NATRYSKIWANIA I PRZETAPIANIA

Adriana Wrona¹, Katarzyna Kustra¹, Marcin Lis¹, Stanisław Dymek², Izabela Kalemba-Rec², Marek Stanisław Węglowski³

¹ Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice,
² AGH, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, Kraków,
³ Łukasiewicz – Instytut Spawalnictwa, Gliwice

Wprowadzenie

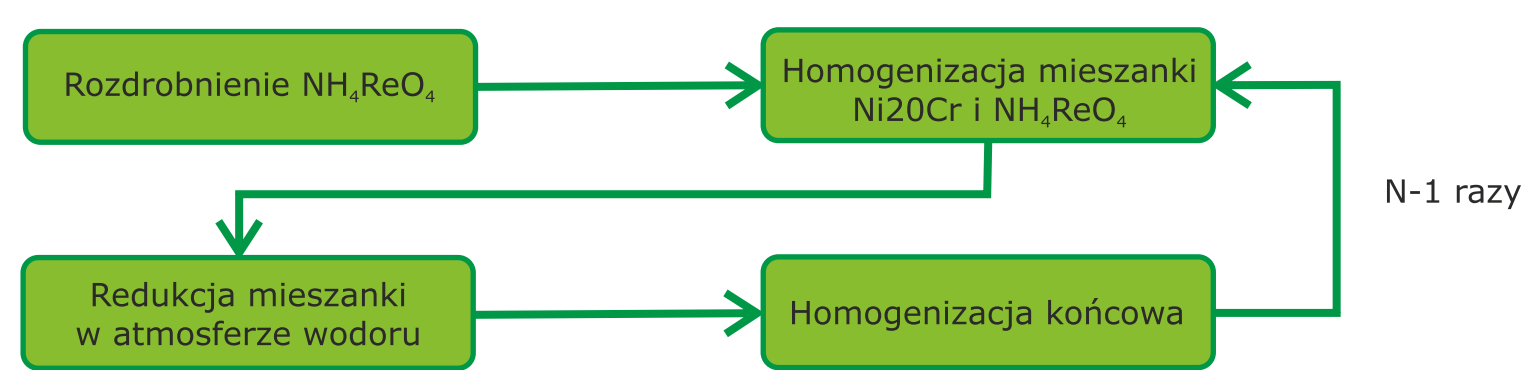
W sytuacji rosnącej konkurencji na rynku, wytwarzanie warstw wierzchnich o zadanych własnościach fizycznych, chemicznych, mechanicznych i użytkowych jest niezbędnym elementem nowoczesnych systemów produkcyjnych, a technologia natryskiwania ciepłego warstw wierzchnich w wielu przypadkach nie ma alternatywy. Jedną z najbardziej rozpowszechnionych technologii jest natryskiwanie plazmowe (APS), które zapewnia stosunkowo wysoką wydajność natryskiwania oraz umożliwia wytwarzanie warstw z szerokiej gamy materiałów, w tym również ceramicznych. W procesie natryskiwania plazmowego materiał dodatkowy w postaci proszku stapiany jest ciepłem łuku plazmowego i rzucający strumieniem gazu plazmowego na natryskiwany powierzchnię przedmiotu. Uzyskane w ten sposób powłoki natryskiwane mogą jednak wykazywać anizotropię własności oraz niedoskonałości (artefakty) mikrostrukturalne, takie jak porowatość oraz niejednorodność nadtopienia cząstek w trakcie przenoszenia z palnika na powierzchnię pod wpływem płomienia. Część z tych wad może być wyeliminowana na drodze doboru właściwych warunków prowadzenia procesu, jednak, w większości przypadków, ograniczenie porowatości przy jednoczesnym wzroście twardości jest możliwe jedynie poprzez przetapienie powłoki przy użyciu np. wiązki laserowej lub elektronicznej.

Z drugiej strony, by zapewnić wysoką trwałość wytworzonej powłoki, koniecznym jest dysponowanie odpowiednim materiałem dodatkowym, który z jednej strony gwarantowałby np. wysoką odporność na zużycie w warunkach tarcia, oporność na działanie wysokich temperatur ale z drugiej byłby stabilny w trakcie samego procesu natryskiwania. W celu opracowania takich materiałów niezbędnym jest dysponowanie wiedzą, technologią i specjalistyczną aparaturą.

W pracy przedstawiono metodę wytwarzania proszku Ni20Cr modyfikowanego renem o zawartości renu od 10 do 50% oraz własności fizykochemiczne materiału przeznaczonego do natryskiwania ciepłego.

Metodyka badań

Proszki do natryskiwania wytworzone zostały z proszku bazowego o handlowej nazwie Amperit 250 (oznaczenie Ni20Cr) i nadrenianu amonu NH₄ReO₄. Przygotowano mieszanki umożliwiający wytworzenie proszków o zawartości renu od 10 do 50% (masowo). Pierwszym etapem procesu było rozmielenie nadrenianu amonu w młynku kulowym do postaci umożliwiającej jego homogenizację z pozostałymi składnikami. Następnie proszek Ni20Cr był mielony z nadrenianem amonu w młynku kulowym. Mieszanka poddana została redukcji w piecu w atmosferze wodoru. W celu eliminacji aglomeratów powstałych w procesie redukcji termicznej otrzymany proszek kompozytowy był ponownie rozmielony w młynie kulowym. Proszki wywarane były na dwa sposoby tj. poddawano je redukcji jedno- lub wielostopniowej. Proces wielostopniowy polegał na stopniowym wprowadzaniu renu do bazowego proszku. W pierwszym etapie przygotowywana jest mieszanka dająca po procesie redukcji proszek o zawartości 10% masowych renu. Kolejną mieszanką przygotowywana jest z proszku zawierającego już 10% masowych renu i nadrenianu amonu w ilości umożliwiającej wprowadzenie kolejnych 10% masowych renu do proszku. Podstawą do wytworzenia mieszanki zawierającej n% masowych renu jest proszek o zawartość n-10% masowych renu.



Rysunek 1. Schemat wytwarzania proszku Ni20Cr+Re

Gęstość wytworzonych proszków mierzono metodą piknometryczną przy użyciu urządzenia AccuPyc 1340 firmy Micromeritics, natomiast rozwinięcie powierzchni właściwej metodą BET przy wykorzystaniu urządzenia AccuPyc 1330 (Micromeritics). Morfologie proszków określono przy użyciu technik SEM na mikroanalizatorze rentgenowskim JXA-8230 firmy JEOL. Przyjęte oznaczenia dla wytworzonych proszków przedstawiono w tabeli 1.

Lp.	Nazwa	Udział renu [%]	Metoda wytwarzania
1.	010/1	10	1 stopniowa
2.	020/1	20	1 stopniowa
3.	020/2	20	wielostopniowa
4.	030/1	30	1 stopniowa
5.	030/2	30	wielostopniowa
6.	040/1	40	1 stopniowa
7.	040/2	40	wielostopniowa
8.	050/1	50	1 stopniowa

Tabela 1. Przyjęte oznaczenia dla wytworzonych proszków

Wyniki badań i dyskusja

W tabeli 2 porównano gęstość wyznaczoną metodą piknometryczną z gęstością teoretyczną ρ_{m} obliczoną z zasady mieszania składników i gęstością teoretyczną ρ_{st} liczoną jak dla stopów – z zasady addytywnego wpływu składników. Widoczny jest wyraźny spadek gęstości proszków względem gęstości teoretycznej ρ_{m} wraz ze wzrostem zawartości renu - przy wyższych zawartościach Re mieszanki mają gęstość poniżej 80% gęstości teoretycznej ρ_{m} . W przypadku porównania gęstości mieszanek do gęstości teoretycznej ρ_{st} również obserwowany jest spadek gęstości zmierzonej względem teoretycznej jednak jest on wyraźnie mniejszy, materiał o najniższej gęstości osiąga ponad 90% gęstości teoretycznej ρ_{st} . Taka wartość gęstości może świadczyć o tym, że w wyniku zastosowanych operacji technologicznych dochodzi do częściowego zastopowania materiałów wejściowych lub uzyskiwania ziaren o dużej porowatości.

Oznaczenie	Gęstość teoretyczna ρ_{m} [g/cm ³]	Gęstość teoretyczna ρ_{st} [g/cm ³]	Gęstość zmierzona [g/cm ³]	Gęstość teoretyczna ρ_{m} [%]	Gęstość teoretyczna ρ_{st} [%]
010/1	9,58	8,83	8,82	92,04	99,8
020/1	10,86	9,44	9,38	86,39	99,3
020/2			9,27	85,44	98,2
030/2	12,14	10,14	9,56	78,80	94,3
030/2			9,66	79,61	95,2
040/2	13,41	10,96	10,73	79,96	97,9
040/2			9,88	73,67	90,2
050/1	14,69	11,91	11,52	78,38	96,7

Tabela 2. Porównanie wartości gęstości teoretycznej oraz gęstości rzeczywistej proszków

Wnioski

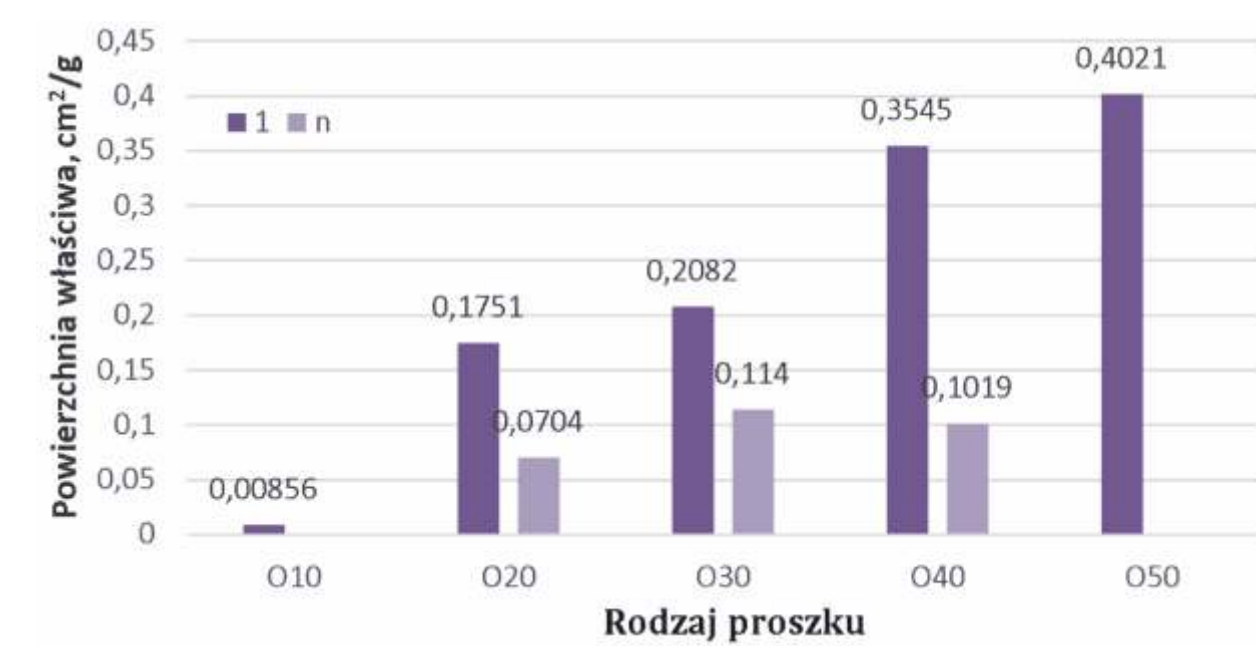
Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

- metoda wieloetapowego wprowadzania renu do proszku stopu niklu jest korzystniejsza ze względu na lepsze przyleganie otoczek renowych do ziaren, co wykazały obserwacje mikrostrukturalne i pomiary powierzchni właściwej, powierzchnia właściwa proszków modyfikowanych w procesie wielostopniowym jest wyraźnie mniejsza od powierzchni proszków wytwarzanych poprzez redukcję jednostopniową,
- przeprowadzone badania gęstości oraz mikroanalizy wskazują na częściowe zastopowanie materiałów, konieczne jest jednak przeprowadzenie analiz fazowych lub mikrostrukturalnych na urządzeniu o większej rozdzielczości,
- wzrost zawartości renu powoduje wyraźny spadek gęstości proszków względem gęstości teoretycznej ρ_{m} ,
- powierzchnia właściwa proszków kompozytowych wzrasta stopniowo wraz z zawartością renu, co związane jest z jego osadzeniem na powierzchni proszku NiCr.

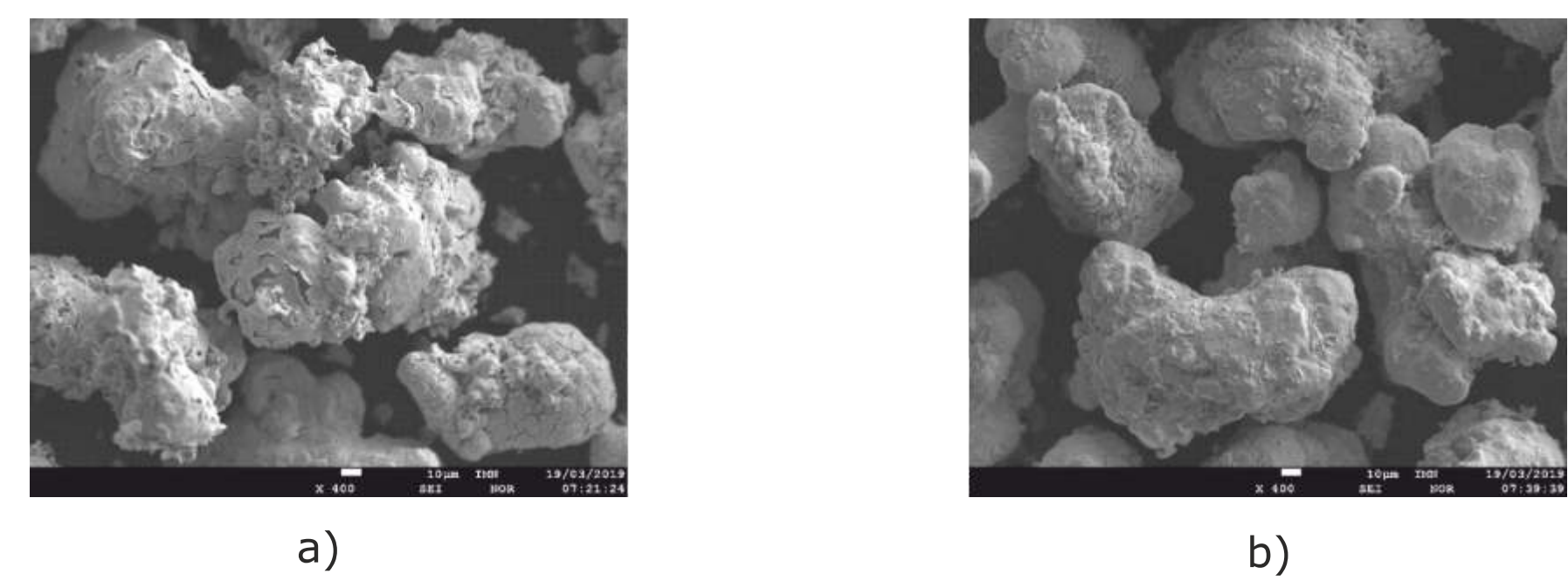
Podziękowania

W pracy przedstawiono wyniki badań, jakie zostały zrealizowane w ramach projektu finansowanego ze środków Narodowego Centrum Nauki „Wieloskalowa analiza zmian mikrostruktury warstw wierzchnich odpornych na ścieranie natryskiwanych plazmowo i przetapianych z wykorzystaniem skoncentrowanych źródeł energii w aspekcie poprawy ich własności mechanicznych”, umowa nr UMO-2018/29/B/ST8/01206.

Powierzchnia właściwa proszków kompozytowych wzrasta stopniowo wraz z zawartością renu, co związane jest z jego osadzeniem na powierzchni proszku NiCr (rys. 2). Zaobserwowano zależność między powierzchnią właściwą a zastosowanym sposobem modyfikacji proszków. Powierzchnia właściwa proszków modyfikowanych w procesie wielostopniowym jest wyraźnie mniejsza od powierzchni proszków wytwarzanych poprzez redukcję jednostopniową. Efekt ten jest korzystny i może być związany z jednolitym pokryciem proszków NiCr oraz brakiem luźnych, drobnych cząstek renu o rozwiniętej powierzchni. Bardziej jednolite i bez widocznych nieciągłości warstwy renu na powierzchniach ziaren proszków widoczne są w obserwacjach mikroskopowych wykonanych na przekrojach poprzecznych.

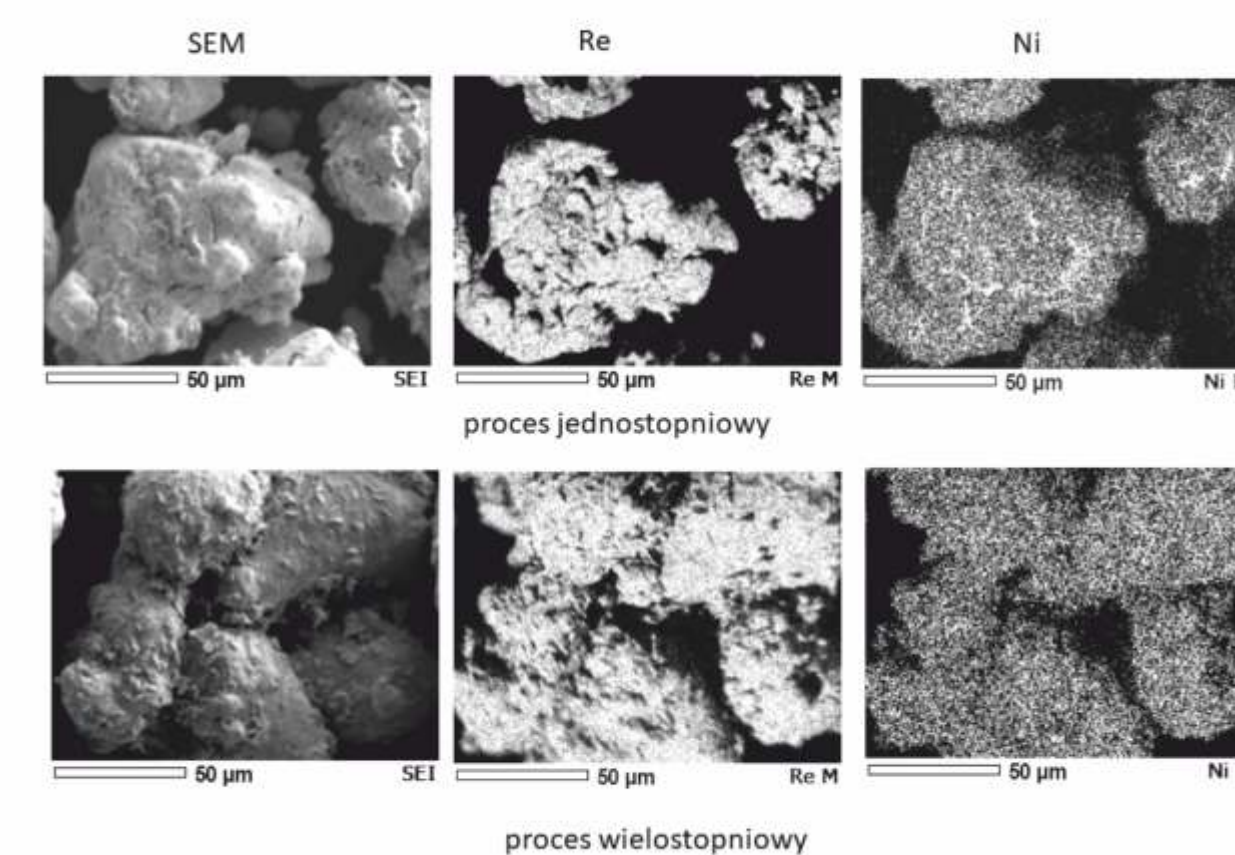


Rysunek 2. Wpływ zawartości renu i metody wytwarzania na powierzchnię właściwą proszków

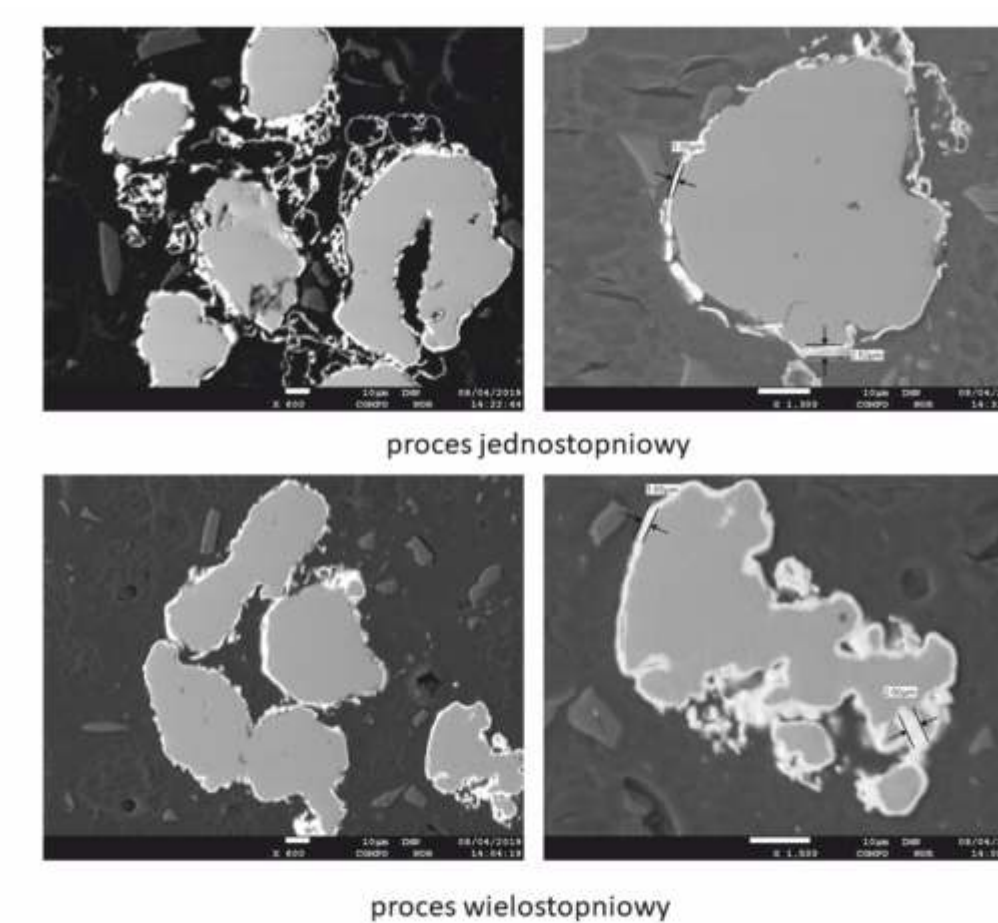


Rysunek 3. Obraz elektronowy proszków NiCr + 30% Re, a) proces jednostopniowy, b) proces wielostopniowy

Na rentgenowskich mapach rozkładu pierwiastków (rys. 4), wykonanych z powierzchni ziaren proszku otrzymanego w procesie jednostopniowym, można zaobserwować obszary wzbogacone w nikiel, co świadczy o nierównomiernym pokryciu renem ziaren proszków. Obszary wzbogacenia w ren nie są już tak wyraźnie widoczne w proszku uzyskanym w procesie wielostopniowym. Dodatkowo na podstawie zdjęć kompozycyjnych wykonanych na przekroju proszków można stwierdzić, że otoczki renowe lepiej przylegają do powierzchni ziaren dla proszku wykonanego w procesie wielostopniowym (rys. 5). W przypadku proszków modyfikowanych w procesie jednostopniowym otoczki są mocno zdefektowane, nie wykazują ciągłości, a ponadto nie przylegają ściśle do ziarna proszku. Natomiast grubość powłoczek renowych na proszkach modyfikowanych jednostopniowo i wielostopniowo jest zbliżona i wynosi około 1,5 – 2,6 μ m.



Rysunek 4. Zdjęcia SEM i mapy rozkładu Re i Ni otrzymane metodą EDS dla proszku NiCr + 30% Re otrzymanego w procesie jednostopniowym i wielostopniowym, pow. 800x



Rysunek 5. Obrazy kompozycyjne wykonane na zglądach dla proszku NiCr + 30% Re otrzymanego w procesie jednostopniowym i wielostopniowym



Adriana Wrona, dr hab.
Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych
ul. Sowińskiego 5
44-100 Gliwice
adrianaw@imn.gliwice.pl



**MIĘDZYNARODOWA
KONFERENCJA
SPAWALNICZA**
Nowoczesne spawalnictwo
– nowoczesna przyszłość



INTERNATIONAL CONGRESS
Konferencji towarzyszy
Kongres Międzynarodowego
Instytutu Spawalnictwa (IIW)

