

*Fe-Al intermetallic layers produced by welding methods***Warstwy międzymetaliczne Fe-Al
wytwarzane metodami spawalniczymi**

DOI: 10.15199/62.2024.11.21

An Al coating was applied to steel samples using an electric arc thermal spraying process, and then the resulting coating was plasma melted to produce layers contg. Fe-Al intermetallic phases. Metallographic anal. of the obtained structure, microhardness measurements of the layer and substrate, and X-ray phase anal. of the layers were performed. The use of appropriate parameters of the plasma melting process allowed for obtaining a coating with Fe-Al type intermetallic phases with a thickness of at least several dozen microns, with variable but high microhardness of the order of 400–900 μ HV.

Keywords: intermetallic phase, Fe-Al, arc spraying, plasma remelting

Podjęto próbę wytworzenia powłok z materiałów w postaci faz międzymetalicznych z układu Fe-Al, stosując dwuetapowy proces łukowego natryskiwania cieplnego powłoki aluminiowej na podłoże ze stali S235, a następnie przetapiania uzyskanej powłoki tukiem plazmowym. W ramach eksperymentu wykonano kilkadziesiąt prób przetapiania powłoki aluminiowej, modyfikując powierzchnię materiału na szerokość jednego lub kilku ściągów. Badania wykazały, że zastosowanie odpowiednich parametrów procesu przetapiania plazmowego umożliwia uzyskanie powłoki z udziałem faz międzymetalicznych typu Fe-Al, o grubości co najmniej kilkudziesięciu mikrometrów i o zmiennej, ale wysokiej twardości 400–900 μ HV. Pozostającym problemem do rozwiązania jest znacząca porowatość uzyskanej warstwy, która może być następstwem porowatości wstępnie naniesionej powłoki aluminiowej.

Słowa kluczowe: faza międzymetaliczna, Fe-Al, natryskiwanie łukowe, przetapianie plazmowe

Stopy o osnowie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al charakteryzują się właściwościami pośrednimi pomiędzy ceramiką konstrukcyjną a metalami. Materiały te są kruche w temperaturze otoczenia, ale wykazują odporność na zużycie ścierne, rosnącą ze wzrostem twardości¹⁾ oraz odporność na erozję w temperaturze do 800°C. Materiały te zastosowane w odpowiednich miejscach, np. jako powłoki, mogą znacznie wydłużyć rewers urządzeń/konstrukcji z takim pokryciem²⁾.

Podatność na kruche pękanie utrudnia obróbkę mechaniczną i zasadniczo ogranicza zastosowanie materiałów o osnowie faz Fe-Al na warstwy powierzchniowe. Powłoki z faz międzymetalicznych mogą być nanoszone metodami

natryskiwania cieplnego, stosując uprzednio wytworzony proszek metodami metalurgii proszków PVD (*physical vapour deposition*)³⁾, CVD (*chemical vapour deposition*) w złożu fluidalnym⁴⁾ oraz stosując metody spawalnicze^{5, 6)}. Metody spawalnicze umożliwiają syntezę faz Fe-Al *in-situ*, co umożliwia ograniczenie zużycia drogiego proszku intermetalicznego. Podejmowano już próby wytworzenia warstw intermetalicznych z układu Fe-Al, stosując dwuetapowy proces natryskiwania łukowego oraz przetapiania powłoki tukiem spawalniczym (TIG), gdzie wytworzono wolne od pęknięć warstwy o twardości powyżej 1000 μ HV⁷⁾.

Celem pracy była ocena możliwości wytwarzania *in-situ* warstw zawierających fazy międzymetaliczne z układu Fe-Al w dwuetapowym procesie natryskiwania Al na podłoże stalowe i następnie przetapiania z wykorzystaniem łuku plazmowego.

Część doświadczalna**Surowce**

Próby wytwarzania warstw zawierających fazy międzymetaliczne przeprowadzono dla próbek ze stali konstrukcyjnej S235JR o wymiarach 100 × 50 × ≈3 mm z naniesioną obustronnie powłoką z czystego aluminium o grubości 0,3–0,6 mm, metodą natryskiwania łukowego.



Mgr inż. Przemysław POŁASKI (ORCID: 0000-0003-2772-7683) w roku 2019 ukończył studia na Wydziale Inżynierii Produkcji Politechniki Warszawskiej. Jest asystentem w Zakładzie Inżynierii Spajania Instytutu Technik Wytwarzania tej samej uczelni. W 2022 r. uzyskał certyfikat Międzynarodowego Inżyniera Spawalnika (IWE). Specjalność – modyfikacja powierzchni oraz wytwarzanie addytywne części metodami spawalniczymi (WAAM).

***Adres do korespondencji:**

Zakład Inżynierii Spajania, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Warszawska, ul. Narbutta 85, 02-524 Warszawa, tel.: +48 509-732-579, e-mail: przemyslaw.polaski.dokt@pw.edu.pl

Table. Plasma remelting process parameters

Tabela. Parametry procesu przetapiania plazmowego

Prędkość ruchu uchwytu plazmowego V_{rob} , mm/min	Natężenie prądu łuku głównego I_{gl} , A	Napięcie łuku głównego, V	Natężenie prądu łuku pilotującego, A	Przepływ gazu plazmowego (Ar), L/min	Przepływ gazu osłonowego (Ar), L/min
15–80	15–25	16–17,5	10	0,6	12

Mikrotwardość najtwardszego z tych materiałów (stali) wg pomiarów własnych wyniosła ok. 120 μ HV.

Metodyka badań

Proces wytworzenia warstw międzymetalicznych był dwuetapowy. W pierwszym etapie na stalowe próbki stosując proces natryskiwania łukowego, obustronnie naniesiono powłokę aluminiową. Proces natryskiwania prowadzony był ręcznie, co miało wpływ na zróżnicowanie grubości powłoki w ramach tej samej próbki. Grubość powłoki na jednej ze stron wahała się w zakresie 400–600 μ m, a na drugiej 250–400 μ m. Tak przygotowane próbki poddano procesowi przetapiania mikroplazmowego z zastosowaniem urządzeń TransTig 800 Job oraz PlasmaModule 10 firmy Fronius, pracujących

synergicznie. Ruch roboczy uchwytu palnika plazmowego wykonywany był za pomocą manipulatora o napędzie śrubowym zapewniającym utrzymanie stałej prędkości.

Przeprowadzono 60 prób przetapiania powłoki aluminiowej. W pierwszym etapie badań proces optymalizowano tak, aby zapewnić możliwość stopienia i wymieszania się materiałów z powłoki aluminiowej i żelaza z podłoża w taki sposób, aby powłoka aluminiowa znajdująca się w najbliższym otoczeniu obszaru przetapiania nie została odkształcona. Po osiągnięciu warunków stabilnego procesu przetapiania badano wpływ poszczególnych parametrów procesu, czyli prędkości przetapiania oraz natężenia prądu łuku głównego (czyli parametrów wpływających na energię liniową procesu) na właściwości mechaniczne, grubość warstw oraz możliwość występowania wad w otrzymanych warstwach.

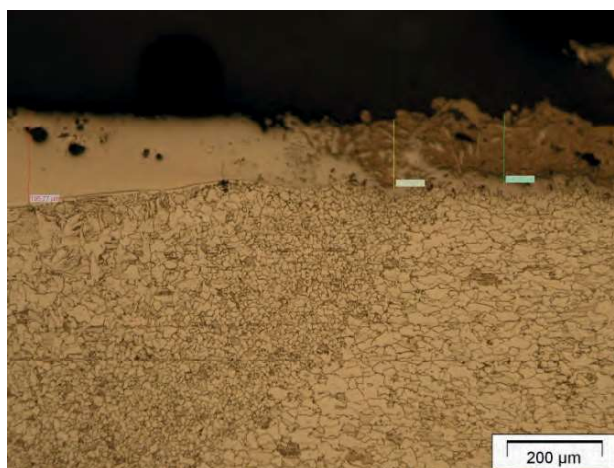
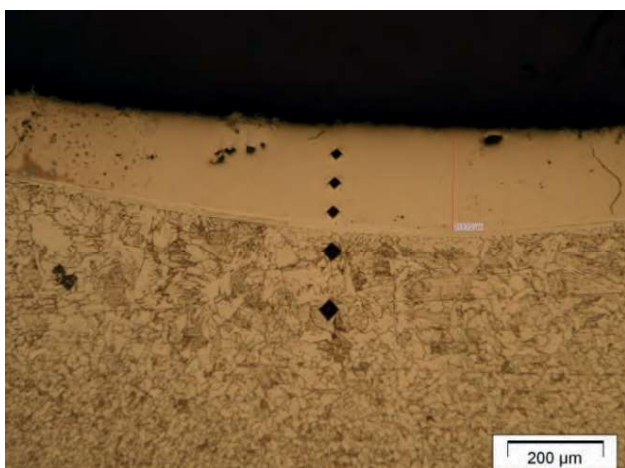


Fig. 1. Microstructure of the obtained layers of sample 1, $V_{rob} = 30$ mm/min, $I_{gl} = 19$ A

Rys. 1. Mikrostruktura uzyskanych warstw próbki 1, $V_{rob} = 30$ mm/min, $I_{gl} = 19$ A

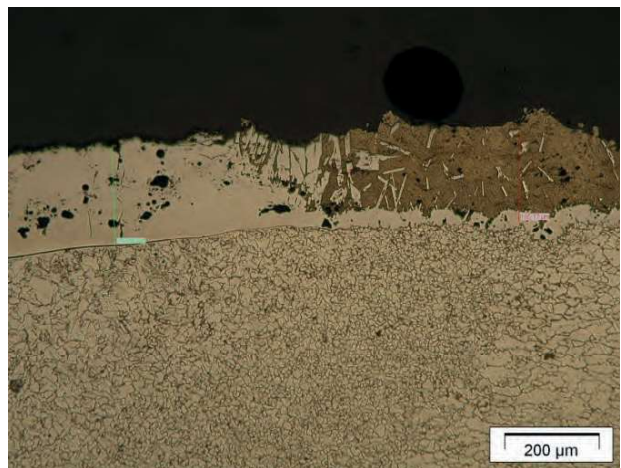
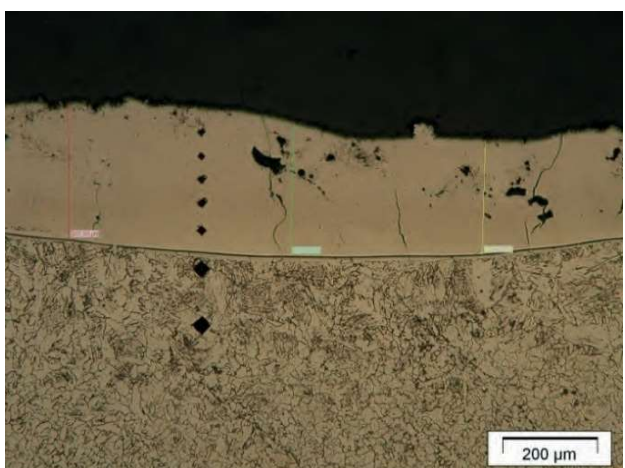


Fig. 2. Microstructure of the obtained layers of sample 2, $V_{rob} = 50$ mm/min, $I_{gl} = 25$ A

Rys. 2. Mikrostruktura uzyskanych warstw próbki 2, $V_{rob} = 50$ mm/min, $I_{gl} = 25$ A

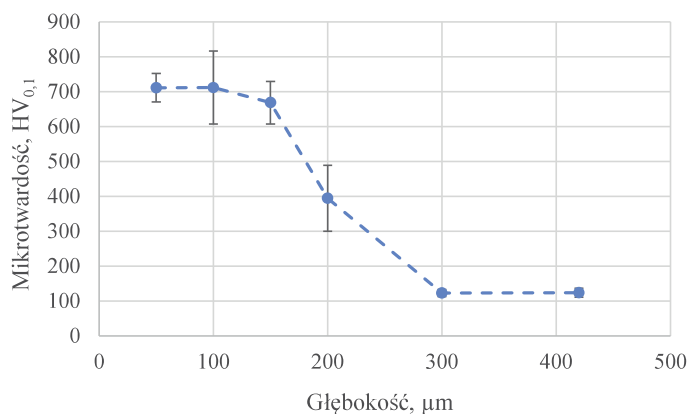


Fig. 3. Cross-sectional hardness distribution of sample 2, $V_{\text{rob}} = 50 \text{ mm/min}$, $I_{\text{gl}} = 25 \text{ A}$
 Rys. 3. Poprzeczny rozkład twardości próbki 2, $V_{\text{rob}} = 50 \text{ mm/min}$, $I_{\text{gl}} = 25 \text{ A}$

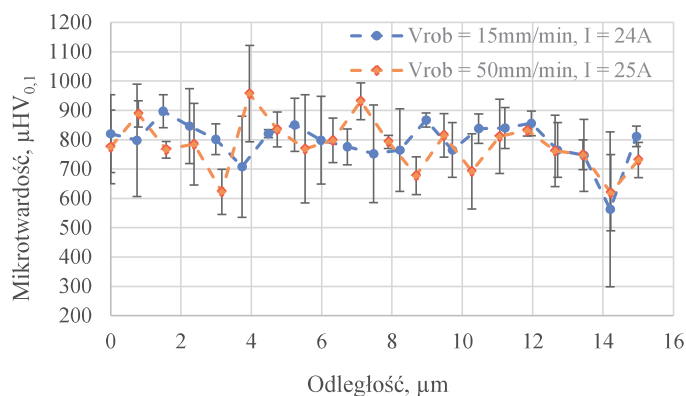


Fig. 4. Longitudinal hardness distribution
 Rys. 4. Wzdłużny rozkład twardości

W tabeli podano zakres analizowanych parametrów procesu przetapiania plazmowego.

Zakres badań tak wykonanych warstw obejmował obserwacje i analizę metalograficzną uzyskanej struktury mikroskopem metalograficznym Olympus BX51M wraz z oprogramowaniem Olympus Stream Essential, pomiary mikrotwardości warstwy i podłoża twardościomierzem LEITZ MINILOAD 8375 oraz rentgenowską analizę fazową warstw za pomocą dyfraktometru Bruker D8 Advance.

Wyniki badań

Metalografia

Reprezentatywne wyniki badań mikrostrukturalnych przedstawiono na rys. 1 i 2. Dla obydwu przedstawionych warstw struktura była podobna, mimo zastosowania różnej prędkości roboczej oraz prądu łuku głównego. W obydwu przypadkach łuk plazmowy przetopił całą powłokę oraz część materiału podłoża, umożliwiając syntezę Al z Fe i utworzenie nowych faz z układu Fe-Al. Nowo powstała warstwa w porównaniu z materiałem podłoża okazała się odporna na trawienie Nitaliem (roztworem kwasu azotowego w alkoholu). Wytworzone warstwy wykazywały wady struktury w postaci pęcherzy gazowych (próbka 1 i 2) oraz pęknięć (próbka 2). Naniesiona w procesie natryskiwania łukowego powłoka Al charakteryzowała się pewną porowatością w postaci pustek. Miejsce występowania pęcherzy gazowych było porównywalne z miejscem pustek w powłoce. Przetopienie powłoki powinno spowodować ograniczenie porowatości i zagęszczenie powłoki, jednakże zastosowane źródło ciepła mogło utrudniać pełne odgazowanie powstałej warstwy.

W przypadku próbki 1 przetopiono powłokę o grubości 150 μm i uzyskano warstwę o grubości ok. 210 μm . Dla próbki 2 wartości te wynosiły odpowiednio 200 i 210 μm . W przypadku próbki 2 znacznie większa ilość Al wzięła udział w syntezie nowej fazy, która w porównaniu z tą wytworzoną w ramach próbki 1 była bardziej podatna na występowanie pęknięć, a po wielkości widocznych odcisków

z pomiarów twardości można wnioskować także o większej twardości warstwy próbki 2. W obydwu przypadkach zmodyfikowana warstwa związana była metalurgicznie z podłożem, co zapewniało znacznie większą przyczepność warstwy niż adhezyjne połączenie powłoki z podłożem.

Mikrotwardość

Badania twardości pokazały, że warstwy charakteryzowały się dużą, ale zmniejszającą się w kierunku podłoża twardością, co przedstawiono na rys. 3. Mniejsza twardość przy podłożu mogła być spowodowana wytworzeniem się innej fazy z układu Fe-Al niż w pozostałych obszarach warstwy. Wytworzony materiał zachował dużą twardość nie tylko lokalnie, czego potwierdzeniem są wyniki pomiarów twardości wykonane na kierunku równoległym do kierunku przetapiania i przedstawione na rys. 4. Średnia zmierzona twardość dla dwóch próbek wykonanych przy różnych parametrach przetapiania nie spadła poniżej 700 μHV . Słupki błędów widoczne na wykresach reprezentują wartość odchylenia standardowego wartości średniej. Lokalnie twardość mogła spadać nieznacznie poniżej 500 μHV . Były to wartości wielokrotnie wyższe niż dla stali S235 i czystego Al. Wyniki pomiarów twardości sugerują, że na przekroju tak wytworzonej warstwy mogło występować całe spektrum faz z układu Fe-Al, a rodzaj zsyntezowanej fazy mógł zależeć od dynamiki procesu, ilości wprowadzonego ciepła, a także udziału żelaza w stosunku do glinu, co wymaga dalszej weryfikacji oraz badań.

Analiza fazowa

W celu oceny składu fazowego wybraną próbkę poddano badaniom rentgenowskiej analizy fazowej. Powierzchnia próbki poddana badaniom zawierała obszar z powłoką aluminiową oraz przetopioną warstwę o szerokości pojedynczego ściegu. Na rys. 5 przedstawiono dyfraktogram rentgenowski z badań z naniesionymi znacznikami poszczególnych faz. Niebieskie piki widoczne na rysunku wskazują na występowanie czystego Al w badanej próbce, a czerwone piki potwierdzają występowanie faz z układu Fe-Al w uży-

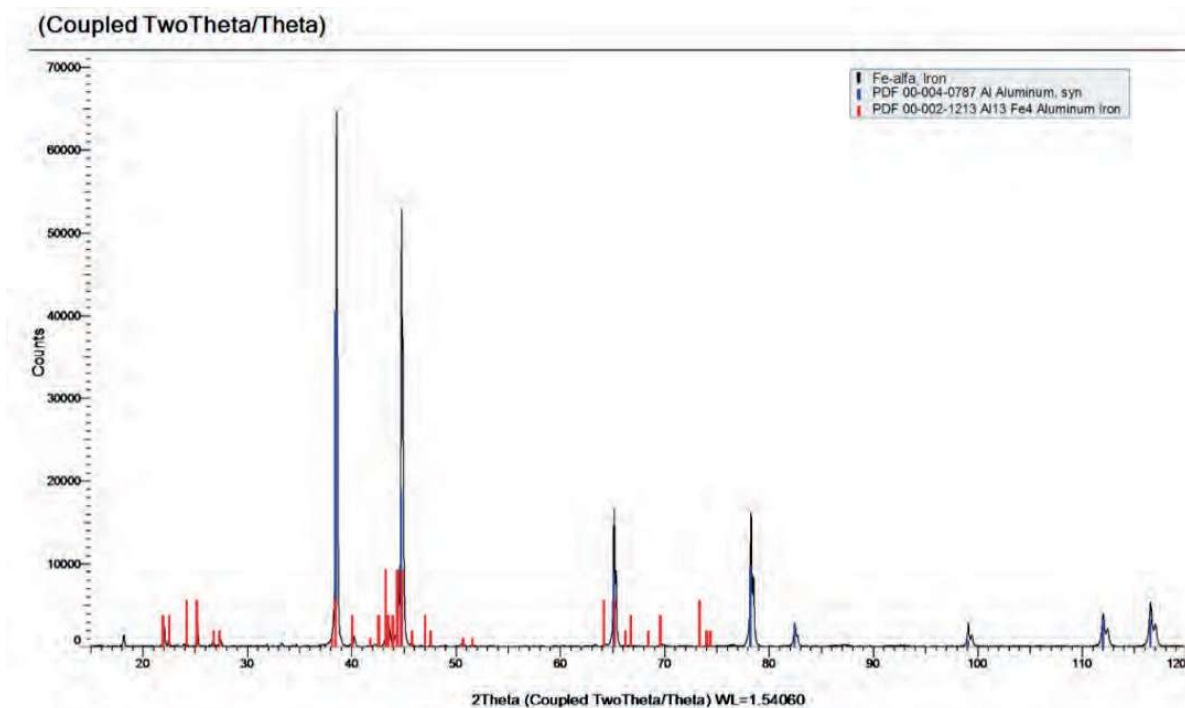


Fig. 5. Diffractogram of sample 44, $V_{rob} = 15 \text{ mm/min}$, $I_{gl} = 21 \text{ A}$

Rys. 5. Dyfraktogram próbki 44, $V_{rob} = 15 \text{ mm/min}$, $I_{gl} = 21 \text{ A}$

skanej warstwie, w tym przypadku była to faza $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$. Udział atomowy glinu w tej fazie wynosił ok. 80%, a jego twardość wg literatury wynosi ok. 800–1070 $\mu\text{HV}^{8, 9}$, co znajduje odzwierciedlenie w wynikach pomiarów twardości warstw wykonanych z podobnymi parametrami.

Czynnikiem, który z pewnością miał wpływ na uzyskane wyniki był sposób przygotowania próbki do badań rentgenograficznych. Powierzchnia próbki została częściowo zeszlifowana w celu wyprowadzenia płaszczyzn do badań. Proces szlifowania mógł częściowo usunąć materiał zawierający inne fazy, które powstały przy samej powierzchni.

Podsumowanie

Dwuetapowy proces natryskiwania łukowego Al na podłożu ze stali S235JR i następującego po nim przetapiania plazmowego umożliwił wytworzenie warstw zawierających w składzie fazę międzymetaliczną z układu Fe-Al ($\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$).

Zastosowanie różnej energii liniowej w procesie przetapiania nie wpływa znacząco na zmianę twardości wytworzonych warstw. Dla badanych próbek twardość warstwy jest większa niż 700 μHV . Łuk plazmowy bardzo efektywnie przetapia powłokę aluminiową. Zwiększenie energii liniowej wpływa głównie na głębokość wtopienia w stalowe podłoże. Zmiana energii liniowej z 0,5 kJ/mm do 0,62 kJ/mm nie wpłynęła znacząco na grubość utworzonej warstwy, jednak spowodowała wzrost wtopienia w stalowe podłoże z ok. 20 do 60 μm .

Wytworzone warstwy charakteryzowały się obecnością pęcherzy gazowych. Proces przetapiania plazmowego zmniejsza ich występowanie, ale w ograniczonym

stopniu. Prawdopodobnie większą redukcję porowatości można byłoby uzyskać, stosując do nanoszenia powłoki Al metody natrysku cieplnego zapewniające większy wkład energii i większą prędkość podawania materiału powłokowego¹⁰.

Przeprowadzone badania mikrostrukturalne oraz pomiary twardości sugerują, że możliwe jest sterowanie rodzajem wytwarzanych faz międzymetalicznych z układu Fe-Al poprzez zmianę grubości nanoszonych powłok Al oraz energii liniowej procesu przetapiania plazmowego.

Zweryfikowanie potencjału aplikacyjnego tak wytworzonej powierzchni wymaga dalszych badań, które pozwolą na określenie odporności warstw na zużycie ścierne, utlenianie i korozję w podwyższonych temperaturach oraz w środowisku korozyjnym.

Otrzymano: 29-09-2024

Zrecenzowano: 18-10-2024

Zaakceptowano: 26-10-2024

Opublikowano: 20-11-2024

LITERATURA

- [1] R. Jasionowski, K. Bryll, J. Grabian, *Archiv. Foundry Eng.* 2012, nr 1, 87.
- [2] D. Vijaya Lakshmi, P. Suresh Babu, L. Rama Krishna, P. Vijaya Durga, R. Vijay, D. Srinivasa Rao, *Intermetallics* 2023, **155**, 1.
- [3] C. Senderowski, Z. Bojar, *Surf. Coat. Technol.* 2008, **202**, 3538.
- [4] W. Wołyński, C. Senderowski, J. Morgiel, G. Garzeł, *Archiv. Metal. Mater.* 2014, **59**, nr 1, 211.
- [5] S. PalDey, S.C. Deevi, *Mater. Sci. Eng.* 2003, **355**, 208.
- [6] D. Siemiaszko, J. Kuzia, *Intermetallics* 2019, **104**, 16.
- [7] G. Gontarz, *Przegl. Spawalnictwa* 2013, nr 1, 8.
- [8] S. Miyazaki, A. Kawachi, S. Kumai, A. Sato, *Mater. Sci. Eng.* 2005, **400**, 294.
- [9] T. Chmielewski, M. Chmielewski, A. Piątkowska, A. Grabias, B. Skowrońska, P. Siwek, *Materials* 2021, **14**, nr 12, 3210.
- [10] A. Klimpel, *Napawanie i natryskiwanie cieplne*, WNT, Warszawa 2000.