

Jacek RUDNICKI*, **Tomasz BOROWSKI***,
Halina GARBACZ*, **Tadeusz WIERZCHON***

KSZTAŁTOWANIE WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH STOPU NIKLU INCONEL 625 W PROCESIE AZOTOWANIA JARZENIOWEGO

MODIFYING THE PROPERTIES OF THE INCONEL 625 NICKEL ALLOY BY GLOW DISCHARGE ASSISTED NITRIDING

Słowa kluczowe:

Inconel 625, azotowania jarzeniowe, azotek chromu, odporność na zużycie przez tarcie, wytrzymałość zmęczeniowa

Key-words:

Inconel 625 alloy, glow discharge nitriding, chromium nitride layer, wear resistance, fatigue strength

Streszczenie

Stopy niklu typu Inconel stosowane w przemysłach: lotniczym, chemicznym, energetycznym, (zawierające powyżej 15% wag. chromu) charakte-

* Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa.

ryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi, plastycznością, dobrą odpornością korozyjną. Wykazują jednak niską odporność na zużycie przez tarcie, co można wyeliminować poprzez zastosowanie obróbek powierzchniowych.

W artykule omówiono strukturę i właściwości warstw azotowanych wytworzonych na stopie Inconel 625 (20% wag. Cr, 10% wag. Mo, 5% wag. Fe, 1% wag. Co, Ni – reszta). Stwierdzono znaczny wzrost twardości, odporności na zużycie przez tarcie i wytrzymałości zmęczeniowej stopu niklu z wytworzoną dyfuzyjną warstwą azotku chromu.

WPROWADZENIE

Nikiel i jego stopy stosowane są w przemyśle, m.in. lotniczym, motoryzacyjnym i chemicznym, ze względu na dobre właściwości plastyczne, zmęczeniowe i korozyjne. Ich szersze stosowanie ogranicza jednak niska odporność na zużycie przez tarcie, co można wyeliminować metodami inżynierii powierzchni, takimi jak: procesy PVD, natryskiwania cieplnego, CVD [L. 1÷5] czy też metodą hybrydową łączącą proces PVD, tj. magnetronowego rozpylania z utlenianiem jarzeniowym, umożliwiającą wytwarzania dyfuzyjnych warstw aluminidków niklu w celu zwiększenia odporności na utlenianie w temperaturach powyżej 900°C oraz zwiększenia odporności na zużycie przez tarcie [L. 6]. Perspektywnym kierunkiem dla obróbki stopów niklu zawierających powyżej 15% wag. chromu typu Inconel jest zastosowanie metody azotowania jarzeniowego. W tym przypadku możliwe jest wytworzenie w warstwie wierzchniej obrabianego stopu niklu azotków chromu zwiększających twardość stopu i odporność na zużycie przez tarcie [L. 7÷10], jak też odporność na utlenianie w podwyższonych temperaturach [L. 8, 11]. W artykule przedstawiono strukturę i właściwości, tj. twardość, odporność na zużycie przez tarcie i wytrzymałość zmęczeniową stopu niklu Inconel 625 przed i po procesie azotowania jarzeniowego.

METODYKA BADAŃ

Badania prowadzono na stopie Inconel 625 (skład chemiczny w % wag.: 20% Cr, 10% Mo, 5% Fe, 1% Co, 0,01% C, Ni – reszta). Materiał ten poddano procesowi azotowania jarzeniowego w temperaturze 560°C w czasie 6 h w mieszaninie gazowej azotu i wodoru ($N_2:H_2 = 4:1$) przy ciśnieniu 3 mbar. Próbkę zostały wycięte z pręta o średnicy 20 mm i po-

siadały grubość 4 mm. Płaskie powierzchnie próbek były szlifowane na papierze ściernym o gradacji 800. Następnie próbki zostały odtłuszczone w acetonie w płuczce ultradźwiękowej. Bezpośrednio przed procesem azotowania jarzeniowego przeprowadzono zabieg rozpylania katodowego w mieszaninie argonu i wodoru ($\text{Ar:H}_2 = 5:1$) przy ciśnieniu 1 mbar w czasie 1 h. Zastosowanie tego procesu miało na celu aktywację warstwy wierzchniej obrabianego stopu niklu, tj. oczyszczenie, rozwinięcie powierzchni w skali nanometrycznej, zdefektowanie strefy wierzchniej obrabianego detalu, co wpływa na zjawisko chemisorpcji aktywnych cząstek azotu z tworzącej się w warunkach wyładowania jarzeniowego niskotemperaturowej plazmy i aktywację procesów dyfuzyjnych [L. 12].

Skład fazowy wytwarzanych warstw badano na dyfraktometrze rentgenowskim BRUCKER D8 DISCOVER z użyciem promieniowania CoK_α . Badania mikrostruktury wykonano na mikroskopie optycznym OLYMPUS 1X70 i skaningowym mikroskopie elektronowym Hitachi 3500N wyposażonym w przystawkę EDS (Thermo NORAN VANTAGE). Topografię powierzchni Inconelu 625 w stanie wyjściowym i azotowanego jarzeniowo przeprowadzono z użyciem skaningowego mikroskopu elektronowego HITACHI S-3500N oraz mikroskopu sił atomowych AFM firmy Veeco, model Nanoscope MultiMode V, a także profilometru skanującego Form Talysurf Series firmy Taylor Hobson. Badania twardości wykonano przy użyciu mikrotwardościomierza ZWICK przy obciążeniu 50 G (HV0,05).

Badania odporności na zużycie przez tarcie przeprowadzono z użyciem metody „rolka–klocek” wg ASTM G 77–93. Zastosowano naciski 200, 400 i 600 MPa oraz przeciwpróbkę ze stali łożyskowej (AISI 52100) o twardości 64HRC i wymiarach: $\phi 35 \times 9$ mm. Próbki do badań miały kształt prostopadłościanów o wymiarach: $15 \times 6 \times 10$ mm. Pomiarы szerokości wytarcia wykonano na mikroskopie optycznym OLYMPUS 1X70, które następnie przeliczono na objętość materiału. Odporności na zużycie przez tarcie badano także metodą „trzy wałeczki–stożek” zgodnie z normą PN-83/H-04302, stosując przeciwpróbkę ze stali 45 ulepszanej cieplnie (30HRC). W metodzie tej tarcie prowadzone jest pod określonym obciążeniem między trzema wałeczkami (próbki badawcze) o wymiarach $\phi 8 \times 21$ mm a obracającym się stożkiem (przeciwpróbka). Zużycie liniowe, wyrażone jako głębokość wytarcia, zostało uzyskane z pomiarów średnic elips tworzących się na każdym z wałeczków. Wyniki pomiarów zostały uśrednione. W próbie tej zastosowano dwie wartości nacisków

jednostkowych: 200 i 400 MPa. Wysokocyklowe badania zmęczeniowe przeprowadzono na próbkach ze stopu Inconel 625 bez i z wytworzoną warstwą. Badanie prowadzono w temperaturze pokojowej z użyciem Dynamic Testing Machine MTS858 o nominalnej sile 25 kN. Stosowano sinusoidalny przebieg czasowy zmiany odkształcenia i częstotliwości obciążenia 25 Hz. Próby zmęczeniowe realizowano przy stałej amplitudzie naprężeń i rejestrowano liczbę cykli do zniszczenia próbki. Wykreślono krzywe w układzie amplituda naprężenia w funkcji liczby cykli do zniszczenia próbek. W badaniach przyjęto za podstawę prób zmęczeniowych liczbę cykli N równą 10^5 . W celu dobrania zakresu naprężeń do wykonania badań wytrzymałości zmęczeniowej stopu Inconel 625 przeprowadzono tzw. próbę z zaprogramowaną zmianą obciążenia. Próba ta polegała na stopniowym zwiększaniu obciążenia próbki aż do jej zniszczenia.

WYNIKI BADAŃ I DISKUSJA

Na **Rys. 1** przedstawiono mikrostrukturę, topografię powierzchni i skład chemiczny warstwy powierzchniowej wytworzonej w procesie azotowania jarzeniowego na stopie niklu Inconel 625. Wytworzona warstwa azotowana jest równomiernej grubości rzędu około 5 μm , o rozwiniętej powierzchni i zawartości azotu około 16% wagowych.

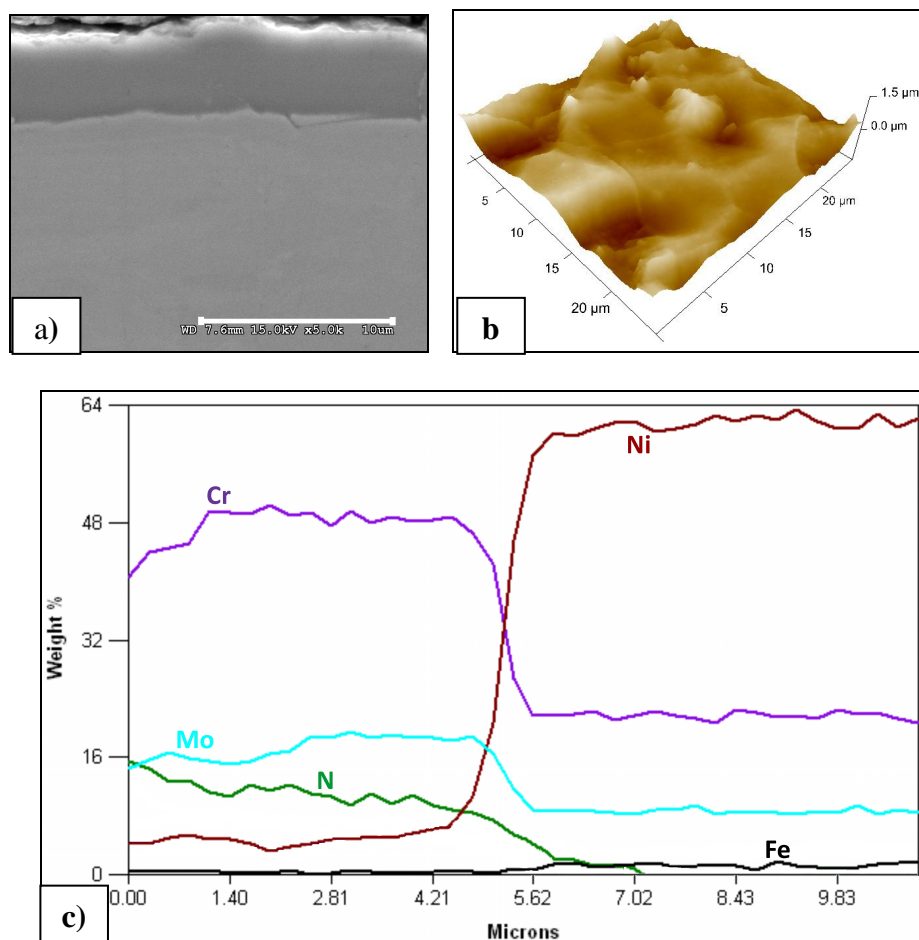
Mikrotwardość stopu Inconel 625 wzrosła po wytworzeniu warstwy powierzchniowej z 380HV_{0,05} do 1480HV_{0,05}.

Na **Rys. 2** przedstawiono dyfraktogram wytworzonej warstwy, z którego wynika, że warstwa złożona jest z azotku chromu CrN o strukturze regularnej ściennie centrowanej (parametr sieci $a = 4,148\text{\AA}$) oraz o strukturze ortorombowej (parametry sieci $a = 2,9698\text{\AA}$, $b = 4,3118\text{\AA}$, $c = 2,8796\text{\AA}$).

Warstwa azotku chromu – CrN tworzy się w warunkach wyładowania jarzeniowego wskutek zachodzących procesów dyfuzyjnych, aktywowanych wykorzystaniem zjawiska rozpylania katodowego w trakcie nagrzewania próbek ze stopu Inconel 625 do temperatury obróbki (560°C) i z uwagi na duże powinowactwo chemiczne azotu atomowego (podstawowego składnika niskotemperaturowej, nieizotermicznej plazmy azotowo-wodorowej) do chromu z podłoża [**L. 7÷9, 12**]. W procesie zastosowano mieszaninę gazową azotu i wodoru o zawartości 80% azotu w celu zwiększenia zawartości azotu atomowego w tworzącej się plazmie

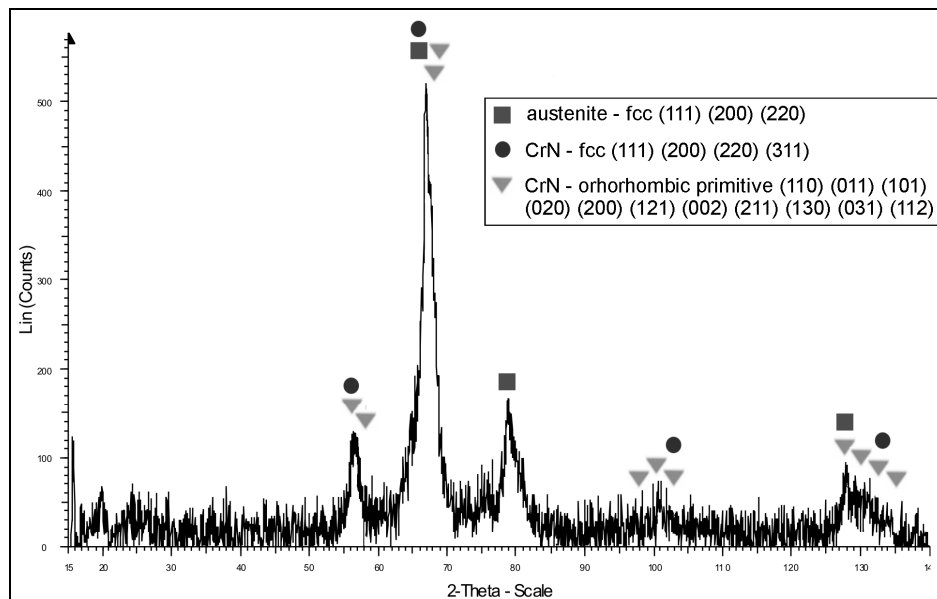
wyładowania jarzeniowego, co wpłynęło na intensyfikację tworzenia się azotków chromu.

W **Tabeli 1** przedstawiono wyniki badań chropowatości powierzchni stopu niklu Inconel 625 w stanie wyjściowym i po procesie azotowania jarzeniowego.



Rys. 1. Mikrostruktura (a), topografia powierzchni (b) oraz rozkład chromu, azotu, żelaza, molibdenu i niklu na przekroju warstwy (c) wytworzonej na Inconelu 625 w procesie azotowania jarzeniowego

Fig. 1. Microstructure (a), surface topography (b) of the nitrided layer produced on Inconel 625 by glow discharge nitriding, and (c) the distributions of chromium, nitrogen, iron, molybdenum and nickel in the layer



Rys. 2. Dyfraktogram warstwy powierzchniowej azotku chromu wytworzonego na stopie Inconel 625 w warunkach wyładowania jarzeniowego

Fig. 2. Diffractogram of the chromium nitride surface layer produced on the Inconel 625 alloy under glow discharge conditions

Tabela 1. Wpływ procesu azotowania jarzeniowego na chropowatość powierzchni stopu Inconel 625

Table 1. Effect of the glow discharge assisted nitriding on the surface roughness of the Inconel 625 alloy

Parametr [μm]	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt
Materiał					
Inconel 625 stan wyjściowy	0,535	0,688	1,87	3,03	4,9
Inconel 625 z warstwą CrN	0,666	0,835	3,72	3,11	6,83

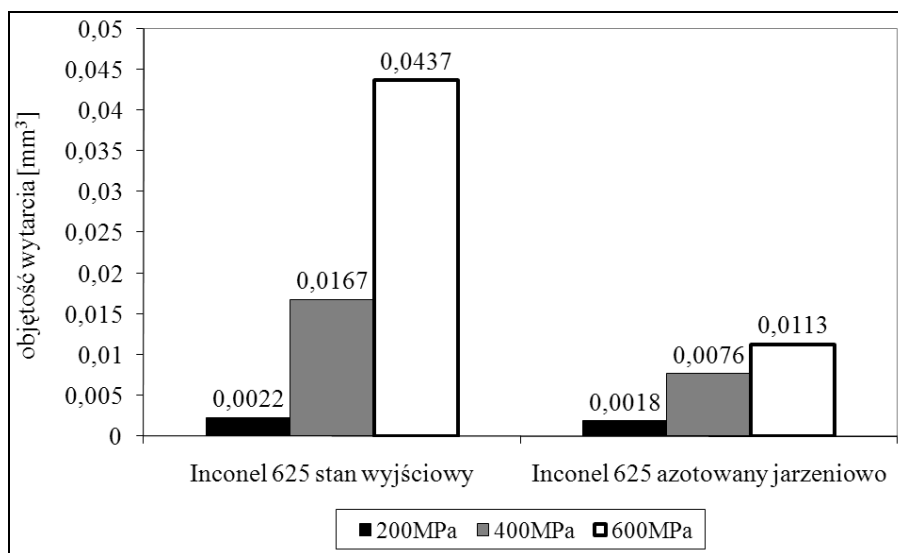
Ra – średnie arytmetyczne odchylenie profilu chropowatości, Rq – średnie kwadratowe odchylenie profilu chropowatości, Rp – maksymalna wysokość wzniesienia profilu chropowatości, Rv – maksymalna głębokość wgłębienia profilu chropowatości, Rt – maksymalna wysokość szczytu chropowatości ($R_t = R_p + R_v$) (wg ISO 4287/1-1984).

Wzrost chropowatości powierzchni stopu niklu po procesie azotowania wynikał z faktu rozwinęcia powierzchni w wyniku zastosowanego zabiegu rozpylania katodowego, mającego na celu aktywację zjawisk warunkujących tworzenie się warstwy azotowanej, tj. chemisorpcji i procesów dyfuzyjnych [L. 7, 12].

Wyniki badań odporności na zużycie przez tarcie (Rys. 3, 4) wskazują na znaczący wzrost odporności na zużycie stopu Inconel 625 po procesie azotowania jarzeniowego, szczególnie przy dużych obciążeniach węzła tarcia. Dla warstwy CrN objętość materiału wytartego (metoda „rolka-kłoczek”) przy naciskach 600 MPa jest około czterokrotnie mniejsza w porównaniu z Inconelem 625 w stanie wyjściowym (Rys. 3).

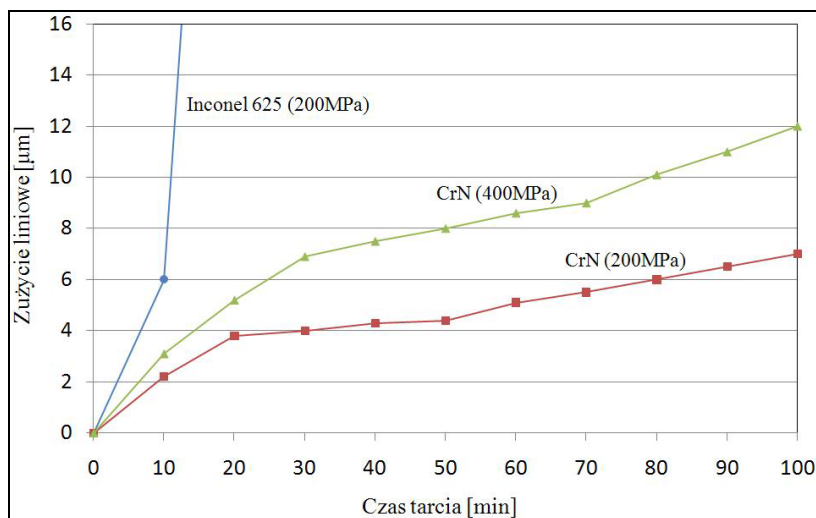
Na Rysunku 4 przedstawiono wyniki badań odporności na zużycie przez tarcie metodą „trzy wałeczki-stożek” stopu Inconel 625 bez i z powierzchniową warstwą CrN, z których wynika jednoznacznie, że wytworzone dyfuzyjnie warstwy o jednorodnej strukturze powierzchni (Rys. 1) w znaczący sposób zwiększyły odporność na zużycie przez tarcie stopu Inconel 625.

Proces azotowania jarzeniowego zwiększył także odporność zmęczeniową stopu niklu Inconel 625 (Rys. 5). Stop niklu poddany procesowi



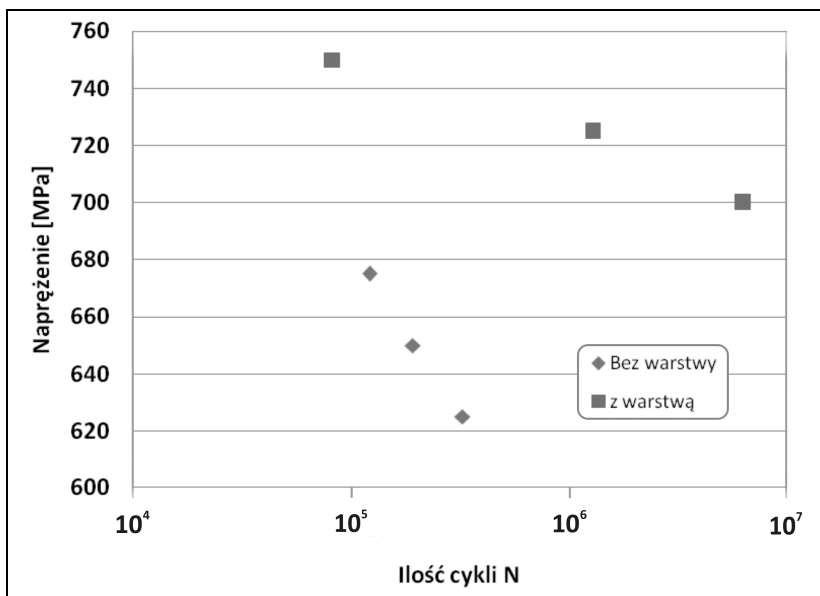
Rys. 3. Odporność na zużycie przez tarcie Inconelu 625 bez i z warstwą azotku chromu – CrN przy różnych obciążeniach

Fig. 3. Frictional wear resistance of Inconel 625 untreated and with a CrN surface layer under various loads



Rys. 4. Zużycie liniowe Inconelu 625 bez i z warstwą dyfuzyjną CrN w funkcji czasu tarcia przy naciskach jednostkowych 200 MPa i 400 MPa

Fig. 4. Linear wear of Inconel 625 and with a diffusion CrN layer, as a function of friction time under unit loads of 200 and 400 MPa



Rys. 5. Porównanie charakterystyk zmęczeniowych stopu Inconel 625 przed i po wytworzeniu warstwy CrN

Fig. 5. Comparison of the fatigue characteristics of the Inconel 625 alloy before and after the formation of the CrN layer

azotowania jarzeniowego, na każdym etapie badań, charakteryzował się większą ilością cykli do zniszczenia lub wyższym poziomem naprężeń, przy którym nastąpiło zniszczenie. Wytrzymałość zmęczeniowa stopu Inconel 625 dla stałej liczby cykli $N = 10^5$ wzrosła z 680 MPa do 745 MPa.

Wyniki przedstawione na wykresie są średnią z badań na trzech próbkach.

WNIOSKI

- W wyniku azotowania jarzeniowego stopu niklu Inconel 625 w temperaturze 560°C tworzy się warstwa azotku chromu – CrN o twardości 1480HV_{0,05} (stan wyjściowy – 360HV_{0,05}) i grubości około 5 μm.
- Wytworzone dyfuzyjne warstwy azotku chromu zwiększają odporność na zużycie przez tarcie i wytrzymałość zmęczeniową stopu niklu Inconel 625, co umożliwia rozszerzenie zakresu zastosowań tego materiału w przemyśle, np. zwiększenie trwałości dysków rozwłókniających szkło pracujących w ekstremalnych warunkach, tj. w temperaturze 1000°C i w kontakcie z ciekłym szkłem borowo-krzemowym [L. 8].

Badania zrealizowano w ramach projektu MNiSzW nr 0658/R/2/T02/2007/02.

LITERATURA

1. Lim M.K., Oh S.D., Lee Y.Z.: Friction and wear of Inconel 690 and Inconel 600 for steam generator tube in room temperature water, *Nuclear Engineering and Design* 226 (2003) 97–105.
2. He J.L., Yu C.H., Leyland A., Matthews A.: A comparative study of the cyclic thermal oxidation of PVD nickel aluminate coatings, *Surface and Coatings Technology* 155 (2002) 67–79.
3. You Z., Hass D.D., Wadley H.N.G.: NiAl bond coats made by a directed vapour deposition approach, *Materials Science and Engineering* 394 (2005) 43–52.
4. Wang Y., Chen W., Wung L.: Micro-indentation and erosion properties of thermal sprayed NiAl intermetallics – based alloy coatings, *Wear* 254 (2003) 350–355.

5. Hearly J.A., Little J.A., Sturgeon A.J.: The erosion behaviour of Ni-Al intermetallic coatings produced by HVOF thermal spraying, *Wear* 233–235 (1999) 328–333.
6. Tacikowski M., Słoma J., Woźniak M., Wierzchoń T.: Structure of the Al-Ni intermetallic layers produced on nickel alloy by duplex treatment, *Intermetallics* 14 (2006) 123–129.
7. Sun Y.: Kinetics of layer growth during plasma nitriding of nickel based alloy Inconel 600, *Journal of alloys and compounds* 351 (2003) 241–247.
8. Kost M., Rudnicki J., Wierzchoń T.: Glow discharge treatment of Inconel 625 for glass fibreizing spinner disc, *Journal of Materials: Design and Application*, vol. 222, 1 (2008) 241–243.
9. Singh V., Meletis E.I.: Synthesis, characterization and properties of intensified plasma – assisted nitrided superalloy Inconel 718, *Surface and Coatings Technology* 201 (2006) 1093–1101.
10. Leroy C., Czerwiec T., Gabet C., Michel H.: Plasma assisted nitriding of Inconel 600, *Surface and Coatings Technology* 142–144 (2001) 241–247.
11. Djouadi M.A., Nouvean C., Banakh O., Lévy F., Nouet G.: Stress Profiles and thermal stability of Cr_xN_y films deposited by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 151–152 (2002) 510–518.
12. Burakowski T., Wierzchoń T.: *Surface Engineering of Metals*, CRC Press, Boca Raton, London, 1999.

Recenzent:
Piotr KULA

Summary

The nickel alloys of the Inconel type (containing above 15wt% of chromium), used in many industrial applications, including the manufacture of aircraft, chemistry, power generation, and material processing, have advantageous mechanical properties, high plasticity and good corrosion resistance, but their frictional wear resistance is poor. This drawback can be obviated by subjecting the alloys to surface treatments.

The paper describes the structure and properties of nitrided layers produced on the Inconel 625 nickel alloy (20wt.%Cr, 10wt.%Mo, 5wt.%Fe, 1wt.%Co, balance-Ni). It was found that the diffusive chromium nitride layers produced on the alloy surface improve the hardness, frictional wear resistance, and fatigue strength of the alloy.