

Technologia wytwarzania i właściwości powłok węglkowo-ceramicznych nanoszonych elektroiskrowo modyfikowanych wiązką laserową

Manufacturing technology and properties of electro-spark deposited carbide-ceramic coatings modified by laser beam

Streszczenie

W pracy badano wpływ obróbki laserowej na właściwości powłok nanoszonych elektroiskrowo. Ocenę właściwości powłok po obróbce laserowej przeprowadzono na podstawie obserwacji mikrostruktury, pomiarów chropowatości i przyczepności oraz analizy składu fazowego. Powłoki nanoszono elektroiskrowo, wykorzystując elektrody WC-Co-Al₂O₃, które zostały wytworzone przez spiekanie nanostrukturalnych proszków. Powłoki nakładano elektroiskrowo przy użyciu urządzenia EIL-8A na próbki ze stali C45, a następnie modyfikowano wiązką laserową, stosując laser Nd: YAG.

Abstract

The paper is concerned with determining the influence of the laser treatment process on the properties of electro-spark coatings. The properties of the coatings after laser treatment were assessed based on following methods: microstructure analysis, roughness measurement, adhesion tests and X-ray diffraction analysis. The studies were carried out using WC-Co-Al₂O₃ electrodes produced by sintering nanostructural powders. The coatings were electro-spark deposited over C45 carbon steel by means of an EIL-8A and they were laser treated with the Nd:YAG.

Wstęp

Procesy wytwarzania powłok na elementach metalowych, do których należy obróbka elektroiskrowa, związane są z transportem masy i energii oraz reakcjami: chemicznymi, elektrochemicznymi i elektrotermicznymi, które im towarzyszą [1]. Współcześnie stosowane są różne odmiany obróbki elektroiskrowej spełniające standardy wytwarzania powłok, a także kształtowania mikrogeometrii powierzchni [2+5].

O pozycji obróbki elektroiskrowej wśród technik wytwarzania warstw powierzchniowych świadczą liczne zastosowania przemysłowe (począwszy od twardych powłok na krawędziach tnących narzędzi skrawających, aż do rozwiniętych struktur na powierzchniach implantów) i nowoczesne konstrukcje urządzeń (od

urządzeń ręcznych do zrobotyzowanych systemów obróbki elektroiskrowej). Tylko w Stanach Zjednoczonych badania nad tą technologią prowadzone są przez instytuty pracujące dla NASA, AIR FORCE, US NAVY.

Powłoki nanoszone metodą elektroiskrową spełniające funkcje ochrony przed korozją, jak również przeciwzużyciowe, mogą być stosowane np. na:

- pierścieniach uszczelnień czołowych pomp wirowych,
- elementach śrub okrętowych,
- powierzchniach form odlewniczych,
- elementach instalacji transportu paliwa,
- elementach układów wydechowych.

Powłoki elektroiskrowe nie są pozbawione wad, które jednak można eliminować różnymi metodami. Jedną z metod, którą można poprawiać właściwości powłok elektroiskrowych, jest ich obróbka laserowa. Wiązka laserowa może zostać wykorzystana do wygładzania, kształtowania geometrii powierzchni, uszczelniania, ujednorodnienia składu chemicznego itd. naniesionych powłok [6+9].

Cechą charakterystyczną powłok nanoszonych elektroiskrowo jest specyficzna, nietrawiąca się struktura tzw. biała warstwa. Warstwa wierzchnia kształtowana jest w warunkach lokalnego oddziaływania wysokiej temperatury i dużych nacisków. Wartości podstawowych parametrów obróbki elektroerozyjnej są następujące [10]:

- ciśnienie fali uderzeniowej od iskry elektrycznej wynosi $(2\div 7) \cdot 10^3$ GPa,
- temperatura osiąga wartości ok. $(5\div 40) \cdot 10^3$ °C.

W pracy przedstawiono ocenę wpływu obróbki laserowej na właściwości użytkowe powłok WC-Co-Al₂O₃ naniesionych elektroiskrowo. Ocenę właściwości powłok po obróbce laserowej przeprowadzono na podstawie obserwacji mikrostruktury, pomiarów chropowatości i przyczepności oraz analizy składu fazowego.

Materiały i parametry obróbki

Przedmiotem badań były powłoki nakładane elektrodą WC-Co-Al₂O₃ (85% WC, 10% Co oraz 5% Al₂O₃) o przekroju 3x4 mm (anoda) metodą elektroiskrową na próbki wykonane ze stali C45 (katoda).

Do nanoszenia powłok elektroiskrowych użyto urządzenia (o ręcznym przesuwie elektrody) produkcji ukraińskiej, model EIL-8A. Widok urządzenia wraz z elektrodą WC-Co-Al₂O₃ umieszczoną w uchwycie przedstawiono na rysunku 1.

Proces wytwarzania elektrod polegał na mieszaniu nanoproszków WC, Co, Al₂O₃ w odpowiednich proporcjach w mieszalniku Turbula T2C, przez 30 min. Następnie odważono 12 g wymieszanych proszków, które wsypano do otworów grafitowej matrycy. Mieszanki prasowano na gorąco (przepuszczając stały prąd przez grafitową matrycę), wytrzymałając proszek przez 3 min w temperaturze 950°C pod ciśnieniem 40 MPa.

Matrycę i praso-piec stosowane do wytwarzania elektrod przedstawiono na rysunkach 2 i 3.

Opierając się na doświadczeniach własnych oraz zaleceniach producenta urządzenia, przyjęto następujące parametry nanoszenia powłok elektroiskrowych: napięcie $U = 230$ V, pojemność kondensatorów $C = 300$ mF, natężenie prądu $I = 2,4$ A.



Rys. 1. Urządzenie do nanoszenia powłok elektroiskrowych EIL-8A
Fig. 1. Device for electro-spark coatings EIL-8A deposition



Rys. 2. Matryca grafitowa
Fig. 2. Graphite matrix



Rys. 3. Praso-piec do spiekania elektrod
Fig. 3. Furnace press for electro-de sintering

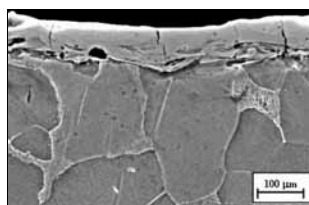
Obróbkę laserową wykonano laserem Nd:YAG (impulsowy tryb pracy), model BLS 720. Próbkę z powłokami elektroiskrowymi naświetlano laserowo przy następujących parametrach obróbki: średnica ogniska $d = 0,7$ mm; moc lasera $P = 20$ W; prędkość przemieszczania wiązki $V = 250$ mm/min; odległość dysza-przedmiot obrabiany $\Delta f = 6$ mm; czas trwania impulsu $t_i = 0,4$ ms; częstotliwość powtarzania $f = 50$ Hz; skok przesuwu wiązki $S = 0,4$ mm, gaz osłonowy azot $Q = 25$ l/min.

Wyniki badań i analiza

Analiza mikrostruktury powłok

Analizie mikrostruktury poddano powłoki WC-Co-Al₂O₃ przed i po obróbce laserowej. Do badań mikrostruktury wykorzystano elektronowy mikroskop skaninowy Joel JSM-5400.

Na rysunku 4 przedstawiono przykładowy widok mikrostruktury powłoki elektroiskrowej WC-Co-Al₂O₃. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że grubość uzyskanych powłok wyniosła 60÷70 μm, natomiast zasięg strefy wpływu ciepła (SWC) w głąb materiału podłoża ok. 30÷40 mm. Na fotografii widoczna jest wyraźna granica pomiędzy powłoką a podłożem. Można zaobserwować niekorzystne zjawiska w postaci porów i mikropęknięć powłoki.



Rys. 4. Mikrostruktura powłoki WC-Co-Al₂O₃
Fig. 4. WC-Co-Al₂O₃ coating microstructure



Rys. 5. Mikrostruktura powłoki WC-Co-Al₂O₃ po obróbce laserowej
Fig. 5. WC-Co-Al₂O₃ coating microstructure after laser beam treatment

W wyniku modyfikacji wiązką laserową powłok WC-Co-Al₂O₃ nastąpiło ujednorodnienie składu chemicznego powłoki. Wytworzone w wyniku przetapienia laserowego, technologiczne warstwy powierzchniowe (TWP) nie zawierają mikropęknięć i porów (rys. 5). Grubość powłoki WC-Co-Al₂O₃ po modyfikacji laserowej uległa zmianie i mieściła się w zakresie 90±110 μm. Zasięg SWC w głąb materiału podłoża wyniósł ok. 50±60 μm.

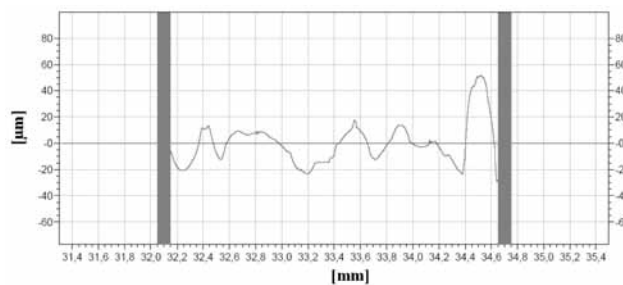
Pomiary mikrogeometrii

Jedną z głównych wad powłok naniesionych obróbką elektroiskrową jest ich duża chropowatość końcowa. Dotychczasowe badania oraz analiza literatury wykazują, że kształtowanie powierzchni zachodzi w wyniku nakładania się kraterów będących wynikiem erozji podłoża, jak również grzbietów utworzonych z przemieszczających się na powierzchnię cząstek materiału powłokowego (elektrody). Tak powstała powierzchnia cechuje się: regularnością, brakiem kierunkowości, dużym promieniem zaokrągleń wierzchołków mikronierówności. W wielu opracowaniach naukowych analizuje się wpływ parametrów procesu na chropowatość powierzchni. Sterując tymi parametrami, można uzyskać zakładane zmiany mikrogeometrii powierzchni. Jest to zatem sposób na wytwarzanie powierzchni o zadanej rozwiniętej powierzchni chropowatej zwanej *relifem powierzchniowym*.

Pomiary chropowatości wykonano w Laboratorium Pomiarów Wielkości Geometrycznych Politechniki Świętokrzyskiej za pomocą przyrządu Form Talysurf 120L. Pomiary chropowatości powłok WC-Co-Al₂O₃ wykonano w dwóch prostopadłych do siebie kierunkach. Pierwszy pomiar był wykonany zgodnie z ruchem przemieszczania się elektrody, natomiast drugi był prostopadły do ściegów skanujących. Z dwóch pomiarów obliczono wartość średnią parametru Ra dla danej powłoki.

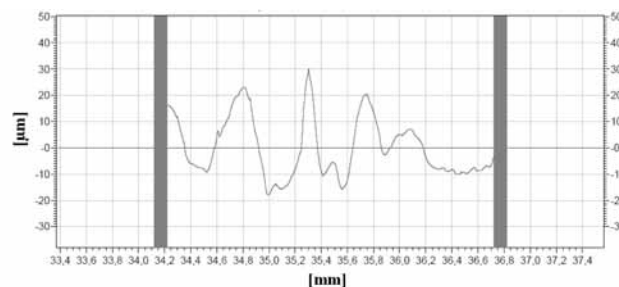
Pomiary powłok WC-Co-Al₂O₃ obrabianych laserem wykonano w kierunku prostopadłym i równoległym do osi ścieżek wykonanych wiązką laserową, a następnie obliczono wartość średnią chropowatości dla danej powłoki. W większości prac podawane są wyniki pomiarów chropowatości dla profili mierzonych wzdłuż osi ścieżek otrzymanych laserem, co nie odzwierciedla rzeczywistego obrazu mikrogeometrii powierzchni po tej obróbce. Maksymalne wysokości chropowatości występują bowiem w kierunku prostopadłym do osi ścieżek.

Powłoki WC-Co-Al₂O₃ miały chropowatość Ra = 6,16±7,79 μm, natomiast po obróbce laserowej chropowatość wynosiła 13,43±14,17 μm. Próbki ze stali C45, na które nanoszono powłoki, miały chropowatość Ra = 0,39±0,41 μm.



Rys. 6. Przykładowe wyniki pomiarów parametrów mikrogeometrii powłoki WC-Co-Al₂O₃

Fig. 6. Results of microgeometry parameters measurements for WC-Co-Al₂O₃ coating



Rys. 7. Przykładowe wyniki pomiarów parametrów mikrogeometrii powłoki WC-Co-Al₂O₃ po obróbce laserowej

Fig. 7. Results of microgeometry parameters measurements for WC-Co-Al₂O₃ coating after laser beam treatment

Przykładowe protokoły pomiarów parametrów mikrogeometrii badanych próbek przedstawiono na rysunkach 6 i 7.

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów można stwierdzić, że obróbka laserowa powoduje wzrost chropowatości powłok WC-Co-Al₂O₃. Jest to efektem ruchu ciekłego metalu wywołanego siłami napięcia powierzchniowego. Niejednorodny rozkład temperatury w wiązce laserowej (mod TEM₀₀) powoduje, że profil powierzchni po zakrzepnięciu jest również niejednorodny i w pewnym sensie odzwierciedla rozkład energii w obszarze przetopionym.

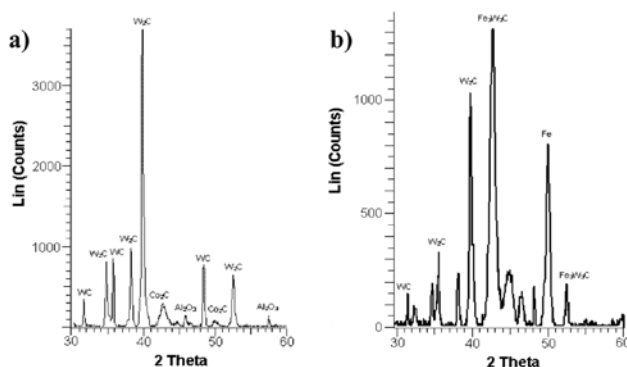
W przypadku obróbki laserem impulsowym przyjmuje się, że głównym czynnikiem decydującym o profilu powierzchni po zakrzepnięciu jest ciśnienie par materiału obrabianego, które powoduje „wyrzucanie” materiału z centralnego obszaru i powstanie charakterystycznych wypływek na granicy z obszarem nieprzetopionym. Wpływ parametrów obróbki laserowej na chropowatość powierzchni szczegółowo badano w [11].

Pomiary przyczepności

Pomiary przyczepności powłok WC-Co-Al₂O₃ przed i po obróbce laserowej wykonano metodą zarysowania (*scratch test*). Do pomiarów użyto przyrządu Revetest firmy CSEM. Pomiary przeprowadzono przy następujących parametrach testu zarysowania: szybkość

Tablica. Wyniki pomiarów przyczepności powłok
Table. Results of coating adhesion test

Powłoka	Siła krytyczna, N			Wartość średnia, N
	Numer pomiaru			
	1	2	3	
WC-Co-Al ₂ O ₃	7,42	6,67	4,89	6,33
WC-Co-Al ₂ O ₃ + laser	8,92	9,26	8,65	8,94



Rys. 8. Obraz dyfrakcyjny dla powłoki WC-Co-Al₂O₃: a) przed obróbką laserową, b) po obróbce laserowej
Fig. 8. Diffraction for WC-Co-Al₂O₃ coating: a) before laser beam treatment, b) after laser beam treatment

wzrostu obciążenia – 103,2 N/min; prędkość przesuwu stolika z próbką – 9,77 mm/min; długość rysy – 9,5 mm; stożek diamentowy Rockwella o promieniu zaokrąglenia – 200 μm.

Test zarysowania polegał na wykonaniu rysy za pomocą odpowiednio dobranego penetratora (w tym przypadku stożka diamentowego Rockwella) przy stopniowym wzroście siły normalnej (obciążającej ten penetrator) z jednoczesnym pomiarem siły oporu stawianego przez materiał (siły stycznej) i rejestracją sygnałów emisji akustycznej informujących o powstawaniu uszkodzeń warstwy w postaci pęknięć lub złuszczeń. Najmniejsza siła normalna powodująca utratę adhezji powłoki z podłożem określana jest mianem siły krytycznej i przyjmowana za miarę adhezji.

Do oceny wartości siły krytycznej służy zapis zmian

sygnałów emisji akustycznej i siły stycznej oraz obserwacje mikroskopowe (mikroskop świetlny wbudowany w aparat Revetest). W przeprowadzonych badaniach wartości sił krytycznych oceniono na podstawie obserwacji mikroskopowych rys powstałych po przejściu penetratora, które odnoszono do przebiegów sygnałów emisji akustycznej. Wyniki badań przyczepności przedstawiono w tablicy.

Powłoki elektroiskrowe miały porównywalną przyczepność. Średnia wartość (z trzech pomiarów) siły krytycznej powłoki WC-Co-Al₂O₃ wyniosła 6,33 N. Obróbka laserowa spowodowała poprawę przyczepności powłoki WC-Co-Al₂O₃ w stosunku do powłoki bez tej obróbki o 29%. Większa przyczepność powłok obrabianych laserem może być spowodowana ograniczeniem ich porowatości, a tym samym poprawą ich szczelności. Jednak szczegółowe ustalenia dotyczące tego problemu będą dokonywane w kolejnych etapach badań.

Badania dyfraktometryczne

Analizę składu fazowego badanych powłok wykonano metodą dyfrakcji rentgenowskiej przy wykorzystaniu urządzenia Philips PW 1830. Stosowano filtrowane promieniowanie K_α lampy o anodzie Cu zasilanej napięciem 40 kV przy natężeniu prądu 30 mA. Badania wykonano dla kąta 2θ w zakresie 30°÷60° i szybkości skanowania 0,05°/3 s.

Po przeprowadzeniu analizy składu fazowego powłoki WC-Co-Al₂O₃ okazało się, że warstwa wierzchnia powłoki składa się głównie z fazy W₂C oraz małej domieszki WC, Co₂C i Al₂O₃ (rys. 8a). Obróbka laserowa spowodowała przetopienie powłoki WC-Co-Al₂O₃ i jej wymieszanie z materiałem podłoża (rys. 8b). Warstwa wierzchnia powłoki WC-Co-Al₂O₃ po obróbce laserowej składa się z faz Fe₃W₂C i W₂C oraz WC i Fe. Najbardziej intensywne piki pochodzą od fazy Fe₃W₂C, co świadczy o przetopieniu powłoki z podłożem.

Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych wstępnych badań można sformułować następujące wnioski:

- W wyniku laserowego przetopienia powłok elektroiskrowych i następującego po nim krzepnięcia uzyskuje się ujednorodnienie składu chemicznego oraz likwidację mikropęknięć i porów w powłoce.
- Chropowatość powłok elektroiskrowych po obróbce laserowej jest dwukrotnie większa w stosunku do chropowatości powłok bez tej obróbki. Jest to zjawisko niekorzystne pod względem jakości i przydatności w określonych warunkach eksploatacyjnych. Należy wyznaczyć parametry obróbki laserowej, przy których nastąpi

nadtopienie tylko wierzchołków mikronierówności powłoki (wyglądanie laserowe).

- Przyczepność powłok WC-Co-Al₂O₃ po obróbce laserowej jest o 29% większa niż bez tej obróbki.
- Warstwa wierzchnia powłoki WC-Co-Al₂O₃ składa się głównie z fazy W₂C, natomiast po obróbce laserowej najbardziej intensywne piki pochodzą od faz Fe₃W₂C i W₂C.
- W dalszym etapie badań konieczne wydaje się wykonanie pomiarów naprężeń własnych oraz porowatości powłok elektroiskrowych przed i po obróbce laserowej.

Literatura

- [1] Galinov I.V., Luban R.B.: Mass transfer trends during electrospark alloying. *Surface & Coatings Technology* 79 (1996), 9-18.
- [2] Depczyński W., Radek N.: Sposób wytwarzania i naprawy warstw wierzchnich z zastosowaniem wyładowań elektrycznych. Patent RP nr 380946 (Decyzja przyznania z dn. 19.01.2009 r.).
- [3] Radek N., Wrzałka Z., Szalapko J.: Measurement of electric impulses and properties of carbides electro-spark coatings. Rozdział 3.2.2 w monografii: *Scientific basis of modern technologies: experience and prospects*. Edited by J.I. Shalapko and L.A. Dobrzański, 223-235, Jaremche 2011, Ukraine.
- [4] Radek N.: Determining the operational properties of steel beaters after electrospark deposition. *Eksploatacja i Niezawodność – Maintenance and Reliability*, 4 (2009), 10-16.
- [5] Chang-bin T., Dao-xin L., Zhan W., Yang G.: Electro-spark alloying using graphite electrode on titanium alloy surface for biomedical applications. *Applied Surface Science*, 257 (2011), 6364-6371.
- [6] Radek N., Wajs W., Luchka M.: The WC-Co electrospark alloying coatings modified by laser treatment. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 3-4 (2008), 197-201.
- [7] Radek N., Antoszewski B.: Influence of laser treatment on the properties of electro-spark deposited coatings. *Kovove Materialy-Metallic Materials* 1 (2009), 31-38.
- [8] Radek N., Bartkowiak K.: Laser treatment of Cu-Mo electro-spark deposited coatings. *Physics Procedia*, 12 (2011), 499-505.
- [9] Radek N.: Electrospark deposition and laser technology in surface engineering. Rozdział 2.6 w monografii: *Selected problems of modeling and control in mechanics*. Edited by Stanisław Adamczak and Leszek Radziszewski, Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej, s. 146-157, Kielce 2011.
- [10] Miernikiewicz A.: Doświadczalno-teoretyczne podstawy obróbki elektroerozyjnej (EDM). Politechnika Krakowska, Kraków 2000.
- [11] Radziejewska J.: Wpływ stopowania laserowego na strukturę geometryczną i stan warstwy wierzchniej. Rozprawa doktorska, IPPT PAN, Warszawa 1999.

Praca wykonana w ramach projektu badawczego N N503 150736

Laureat Medalu St. Olszewskiego

Mgr inż. Bogusław Olech

Ukończył studia na Wydziale Budowy Maszyn i Okrętów Politechniki Szczecińskiej w 1974 r. Następnie podjął studia podyplomowe na Politechnice Warszawskiej na Wydziale Inżynierii Materiałowej (Badania nieniszczące w praktyce przemysłowej – metodyka i zastosowanie), które ukończył w 2006 r. Wpisany od 1983 r. na listę Rzeczników Zespołu SIMP w specjalności „Metody kontroli jakości (w zakresie połączeń spawanych)”. Posiada tytuł Wykładowcy SIMP w specjalności „Spawalnictwo i połączenia nierozłączne”, jest również wpisany do rejestru wykładowców. Uzyskał I stopień specjalizacji zawodowej w dziedzinie ogólnotechnicznej, kierunek specjalizacji „Jakość (sterowanie jakością)”, nadany przez Urząd Gospodarki Morskiej. Posiada także uprawnienie do zajmowania stanowiska Inspektora Ochrony Radiologicznej, nadane przez Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki.

W latach 1974-1981 pracował w Katedrze Spawalnictwa Wydziału Mechanicznego Politechniki Szczecińskiej na stanowisku starszego asystenta, prowadząc zajęcia dydaktyczne ze studentami. W latach 1981-1983 prowadził wykłady z przedmiotu Spawalnictwo z uczniami Zasadniczej Szkoły Zawodowej przy Stoczni Remontowej Parnica w Szczecinie, gdzie opracował programy nauczania w zakresie spawania, a także wykłady dla Fundacji „Pomoc Szkole”, Szczecin. Prowadził zajęcia na kursach organizowanych przez Ośrodek Doskonalenia Kadr SIMP w Szczecinie i firmę BM. Wykonywał obowiązki opiekuna praktyk w Zespole Elektrowni Dolna Odra S.A. dla studentów Zakładu Spawalnictwa Politechniki Szczecińskiej.

Nadzorował prace wykonywane technologiami spawalniczymi w Stoczni Remontowej Parnica w Szczecinie, w Stoczni Rzecznej Odra w Szczecinie oraz w Zespole

Elektrowni Dolna Odra (Obecnie PGE). Od 1996 r. uczestniczył we wdrażaniu Systemu Jakości w Laboratorium Badań Materiałowych Zespołu Elektrowni Dolna Odra S.A. na zgodność z normą PN-EN ISO/IEC 17025.

Od 2002 r. sam odpowiada za nadzór i spełnianie wymogów uzyskiwania kolejnych odnowień posiadanego przez Laboratorium uznania UDT. Od 2002 r. nadzorował i brał czynny udział w opracowaniu, a obecnie w aktualizacji instrukcji: technologii wytwarzania, naprawy i modernizacji urządzeń technicznych podlegających dozorowi technicznemu, w tym opracowaniu ok. 220 Instrukcji Technologicznych Spawania – WPS.

Inżynier Bogusław Olech kieruje Programem Bezpieczeństwa Jądrowego, nadzorowanym przez Państwową Agencję Atomistyki, wprowadzonym w pracowni radiologicznej działającej w ramach Laboratorium Badań Materiałowych.

Wielokrotnie wyróżniany i nagradzany, m.in. zdobył III miejsce w Uczelnianym (w czasie pracy – Politechnice Szczecińska Zakładzie Spawalnictwa) Turnieju Młodych Mistrzów Techniki (1975) został wpisany do Księgi Zasłużonych dla Ruchu Stowarzyszeniowego na Pomorzu Zachodnim prowadzonej przez Federację Stowarzyszeń Naukowo-Technicznych NOT, Rada Regionu Zachodniopomorskiego w Szczecinie (2001), Srebrną Honorową Odznakę SIMP, (2001), Złotą Honorową Odznakę SIMP (2006), Odznakę im. Henryka Mierzejewskiego (2010), odznaka honorowa „Za zasługi dla energetyki”, nadaną przez Ministra Gospodarki (2011) Medal 100-lecia Polskiego Dozoru Technicznego (UDT, 2011).