

Kvalitativní zhodnocení modifikací alitačních vrstev

Marie Rohlová

ČVUT v Praze, Ústav materiálového inženýrství, Karlovo nám. 13, 121 35 Praha 2 – Nové Město, Česká republika

Abstrakt

Príspevek je zaměřen na kvalitativní zhodnocení alitačních vrstev vytvořených z různých druhů prášků, za rozdílných podmínek přípravy i průběhu vlastního difuzního žíhání. Hodnocení je založeno na pozorování příčných řezů vrstvou alitace, prostřednictvím skenovacího elektronového mikroskopu (SEM). Pro posouzení kvality byla hodnocena tloušťka vrstvy, její proměnlivost, homogenita jednotlivých částí a porozita vrstvy.

Klíčová slova: Alitace; niklové slitiny, alitační vrstvy, difuzní žíhání

1. Alitování

Alitace je tepelné zpracování, při kterém difuzně sytíme povrch hliníkem. Používá se jako ochrana proti účinkům vysokoteplotní koroze. Provádí se nástřikem hliníkového prášku nebo barvy na povrch vzorku s následným difuzním žíháním. Vrstva by měla být homogenní, neporézní a rovnoměrná na celém průřezu s tloušťkou mezi 0,02 – 0,05 mm. [1,2]

1.1. Druhy alitování

Alitování lze rozdělit na dvě základní skupiny na nízko aktivní a vysoko aktivní.

Nízkoaktivní alitování

Difuze se provádí při teplotách 1000 °C – 1100 °C. Vzniká zde dvouzónová struktura. Vnější struktura je tvořena NiAl a obsahuje také různé legující prvky v tuhém roztoku, které difundovaly společně s Ni ze slitiny během tvorby vrstvy. Vnitřní zóna je tvořena NiAl obsahující různé precipitáty tvořené ostatními prvky ze slitiny, které jsou buď nerozpuštěny, nebo neúplně rozpuštěny v NiAl. Jako výsledek difuze Ni ze slitiny do vrstvy je pak podkladová vrstva ochuzená o Ni a obohacená slitinovými prvky hlavně Al. Tento stav vede k vytvoření NiAl fáze. Pro tento typ vrstvy je typický malý rozptyl obsahu Al, který se mění jen velmi málo přes celou tloušťku NiAl. Díky tomu jsou pak tyto vrstvy za provozu součástí strukturně velice stabilní. Pouze při zvlášť vysokém obsahu chromu v základním materiálu a dalších prvků může vznikat křehká fáze ve vnitřní vrstvě a tím ztuhnout, což se pak může projevit dělením vrstvičky nebo oddělováním této ochranné vrstvy. [1]

Vysokoaktivní alitování

Vysoko aktivní alitování je řízeno při nižší teplotě než nízko aktivní, a to při teplotě 700 °C – 950 °C. NiAl vrstva je tvořena difuzí hliníku do základního materiálu součástí. Na základě toho obsahuje vrstva nejprve Ni₂Al₃ a požadovaná NiAl fáze je poté vytvořena difuzním žíháním při teplotě 1050 °C – 1200 °C. Takto vytvořena vrstva vykazuje vysoký gradient hliníku přes

vrstvu NiAl a je náchylná k degradaci při provozování za vysokých teplot vlivem vnitřních difuzních dějů mezi vrstvou a základním materiálem součástí. Transformace počáteční Ni₂Al₃ do konečného tvaru NiAl během dalšího tepelného difuzního zpracování je komplexním procesem obsahujícím vnitřní difuzi Al ve vnějších vrstvách a vnější difuzi Ni z povrchu materiálu slitiny přes vnitřní vrstvu NiAl, kde jsou přítomny různé precipitáty jak z původního materiálu, tak vytvořené během povlakování a následného difuzního zpracování, společně s prvky z tuhého roztoku základního materiálu. Vnitřní zóna vytvořená alitováním základního materiálu, je tvořena dvěma vrstvami, které se podobají vrstvám nízko aktivního alitování. [1]

Obnova alitace

Při obnovení alitované vrstvy, opravárenská technologie pracuje s difuzním zažiháváním koloxilínové vrstvy. Jedná se o speciální alitační směs, která se aplikuje nástřikem a následně se zažihává při teplotě 950 °C ± 20 °C po dobu 5 – 6 hodin v ochranné atmosféře argonu nebo ve vakuu. Vzhledem k výšce teploty difuzního žíhání lze proces alitování v tomto případě považovat za proces hraniční mezi nízko aktivním a vysoko aktivním alitováním. [1]

Modernější technologií obnovy alitovaných vrstev je alitování v práškovém zásypu. Alitace probíhá při teplotě 800 °C – 820 °C (vysoko aktivní alitování) v ochranné atmosféře argonu. Po dosažení této teploty se vypne ohřev a spustí se ochlazování. Následně je nutné provést difuzní žíhání ve vakuu v režimu 1000 °C po dobu 2 hodin a ochlazení na 920 °C s výdrží 10 hodin. Jinou variantou alitace v zásypu je technologie nanášení vrstvy metodou difuze prášku Al v atmosféře vodíku v peci při teplotě 1050 ± 20 °C (nízko aktivní alitování) s následným ochlazením rychlostí odpovídající ochlazení na vzduchu. [1]

2. Zkoušky alitačních vrstev

Součásti z Ni slitiny za sebou měli před zkouškou alitace několik hodin v provozu. Provoz obnášel, jak tlakové namáhání, tak teplotní (cca 900 °C).

Zkoušky byly provedeny na Ni slitině stejného typu pro všechny vzorky. Pro obnovu alitace se zvolila metoda zažhávání koloxilínové vrstvy s různými druhy alitačních prášků a odlišnými podmínkami pro difuzní žhání a předúpravu.

Součást získána z provozu byla po umytí a odmaštění omílaná ve vibračních bubnech za pomoci polymerních elementů. Byly zvoleny dva druhy předúpravy povrchu:

- elektrolytické mytí
- leptání

Po očištění a přípravě vzorků, byl připraven a následně nanesen alitační prášek

- prášek č. 1 – dodáván v nezpracované formě pouze prášek
- prášek č. 2 – dodáván v namíchaném stavu

Po nanesení alitačního prášku se součást difuzně zažihala v peci proháněné argonem. Pro technologii difuzního žhání byly zvoleny dva způsoby.

- s předehřevem
- bez předehřevu

2.1. Příprava vzorků

Vzorky získaných součástí bylo potřeba připravit pro další metalografické pozorování.

Z každé součásti byl vyříznut jeden vzorek před a jeden vzorek po alitaci. Preparace probíhala laboratorní pilou, poté byly vzorky zalisovány do epoxidové pryskyřice a vyleštěny na laboratorní leštičce.

Bylo důležité dosáhnout zrcadlově lesklého povrchu, a tak po každém konečném leštění probíhala kontrola na optickém mikroskopu.

Při dosažení potřebné kvality povrchu, následovalo leptání. Vzorky, které byly před alitací, byly leptány na strukturu a vzorky po alitaci byly leptány pro zvýraznění alitační vrstvy.

Následné pozorování, vyhodnocování a měření probíhalo na řádkovacím elektronovém mikroskopu a za pomoci softwaru NIS Elements.

3. Výsledky a vyhodnocení alitačních vrstev

Označení sledovaných vzorků udává tabulka 1.

Tabulka 1. Seznam zkušebních vzorků

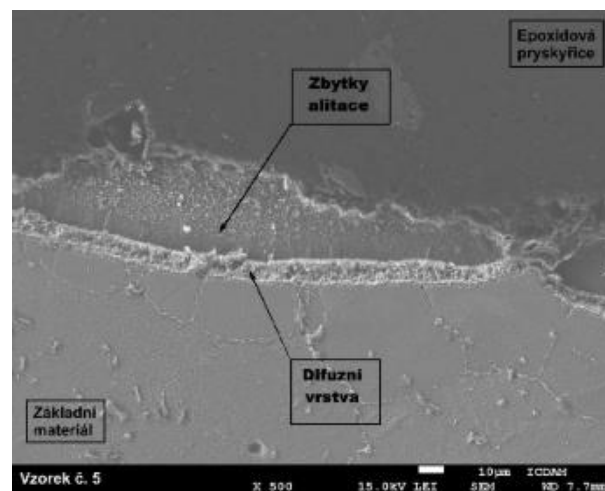
ALITAČNÍ PRÁŠEK Č. 1		
Číslo vzorku	Předúprava	Tepelné zpracování
5	Elektrolytické mytí	Bez předehřevu
6	Elektrolytické mytí	S předehřevem
7	Leptání	Bez předehřevu
8	Leptání	S předehřevem
ALITAČNÍ PRÁŠEK Č. 2		
Číslo vzorku	Předúprava	Tepelné zpracování
9	Elektrolytické mytí	Bez předehřevu
10	Elektrolytické mytí	S předehřevem
11	Leptání	Bez předehřevu
12	Leptání	S předehřevem

Součást měla z provozu na povrchu zbytky staré alitace, které se odstranili předúpravou povrchu. Na obrázcích po provozu všech vzorků (Obr. 1., 5., 9., 13., 17., 21., 25., 29.), jsou tyto zbytky alitace patrné spolu s původním profilem niklové slitiny.

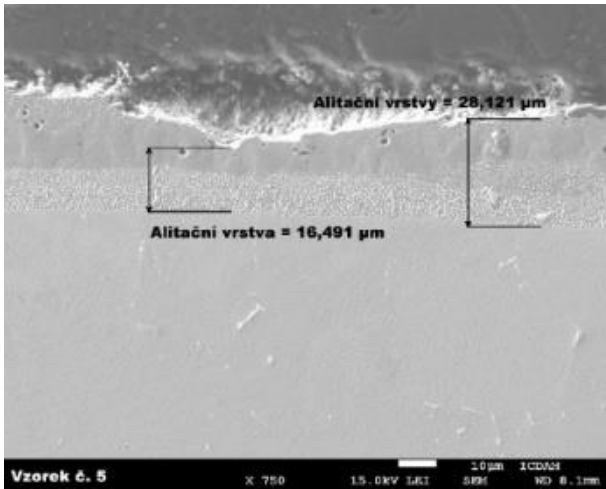
3.1. Alitační prášek č. 1

Vzorek číslo 5

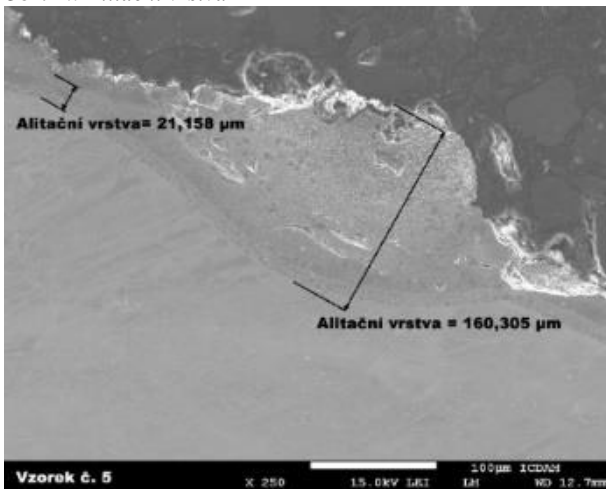
Alitační vrstva se na vzorku číslo 5 chová homogenně. Difuzní vrstva je souvislá a kompaktní, ale má velkou proměnlivost tloušťky a utváří jakési shluky (viditelné na Obr. 3.), které jsou jen velmi těžko odstranitelné.



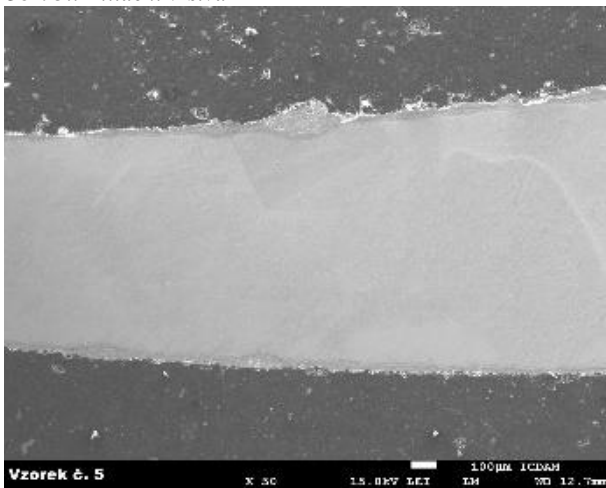
Obr. 1.: Po provozu



Obr. 2.: Alitační vrstva



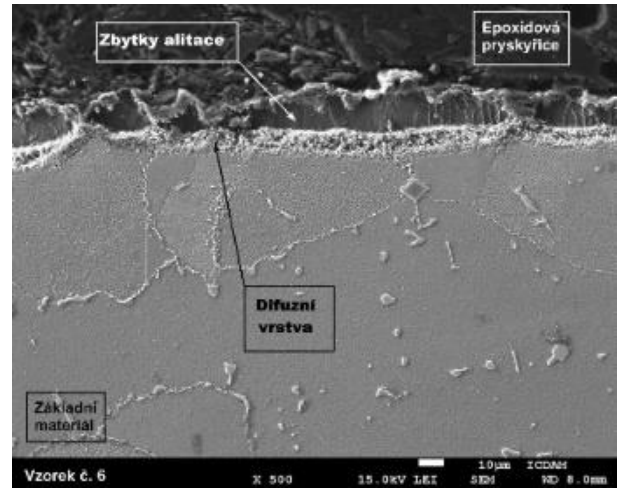
Obr. 3.: Alitační vrstva



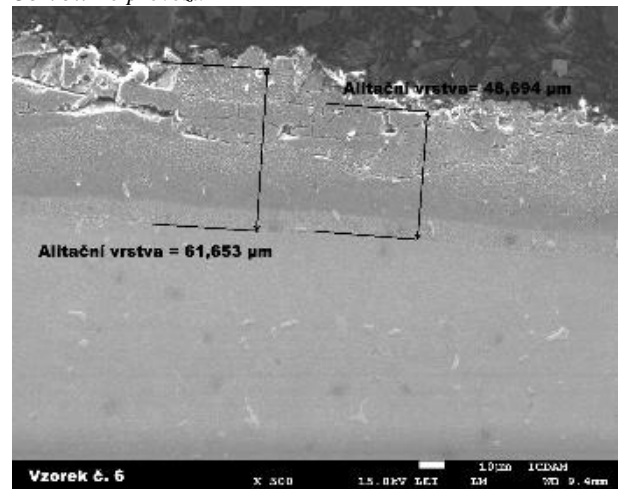
Obr. 4.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 6

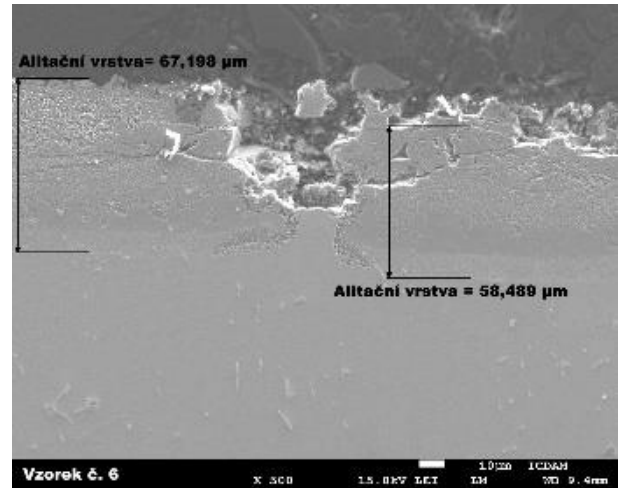
Vrstva na vzorku číslo 6 se oproti vzorku číslo 5 chová méně proměnlivě, je stejnorodá a nejsou patrné velké rozdíly tloušťky. Avšak, jak je vidět na Obr. 7., jsou zde místa, kde k alitaci nedošlo z důvodu špatně očištěné součásti, nebo byla následně narušena. Z Obr. 6. je vidět, že je alitační vrstva křehčí a má tendenci praskat.



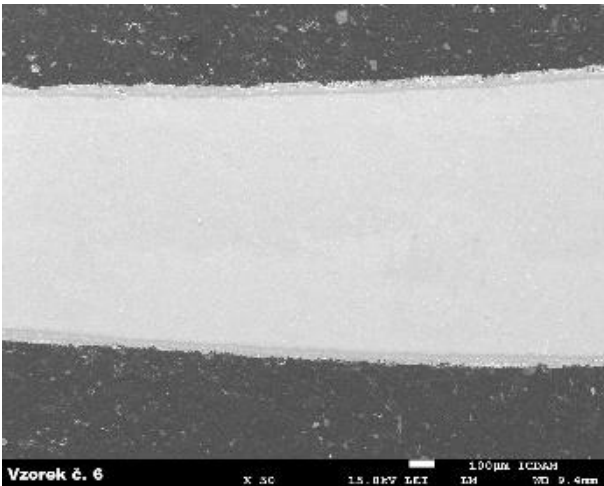
Obr. 5.: Po provozu



Obr. 6.: Alitační vrstva



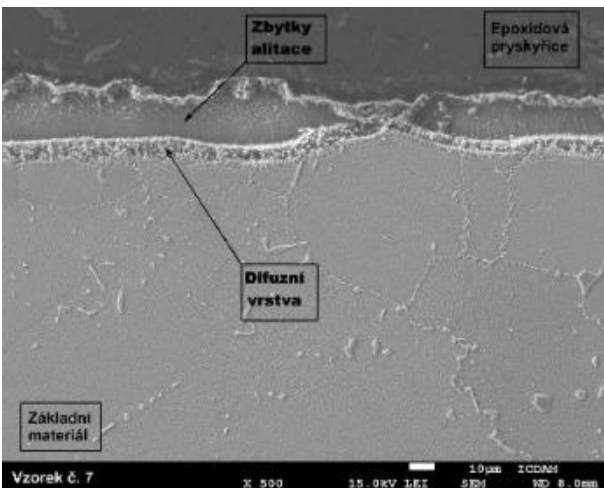
Obr. 7.: Alitační vrstva



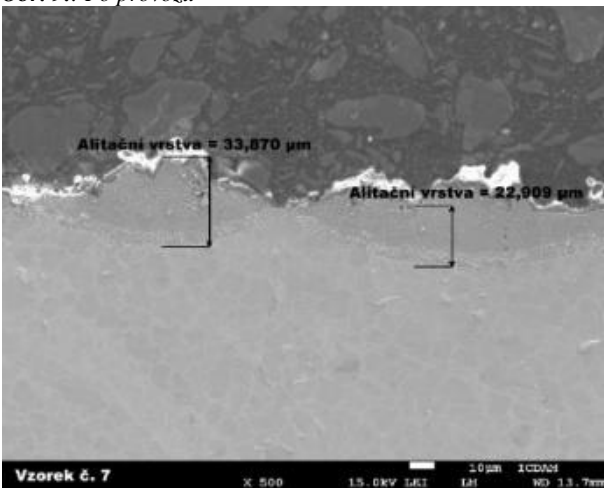
Obr. 8.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 7

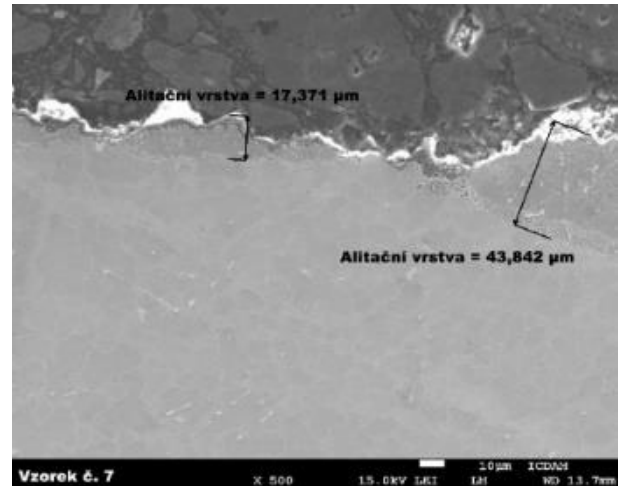
Alitační vrstva je nestejněměrná, nestejnorodá a nehomogenní, a proto se kombinace vstupních parametrů vzorku číslo 7 jeví jako zcela nevhodná. Nachází se zde místa, kde k alitaci vůbec nedošlo (viditelné na Obr. 10.) a k místům, kde je alitace zhlukována (Obr. 11). Takováto alitace je zcela nepřipustná.



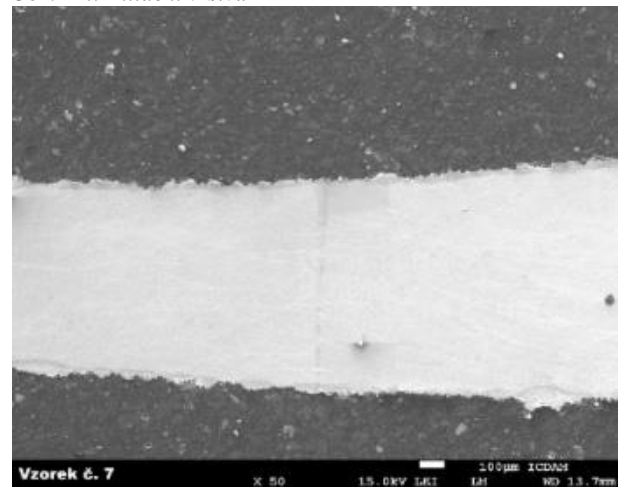
Obr. 9.: Po provozu



Obr.10.: Alitační vrstva



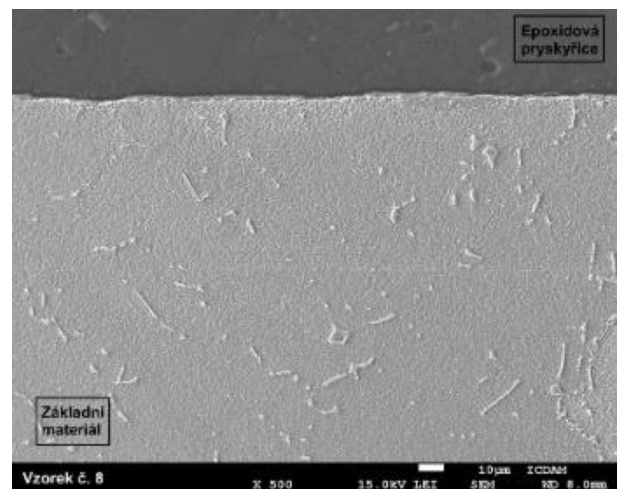
Obr. 11.: Alitační vrstva



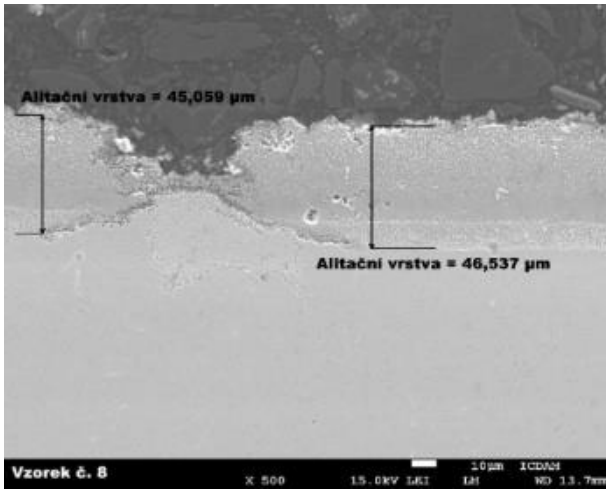
Obr. 12.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 8

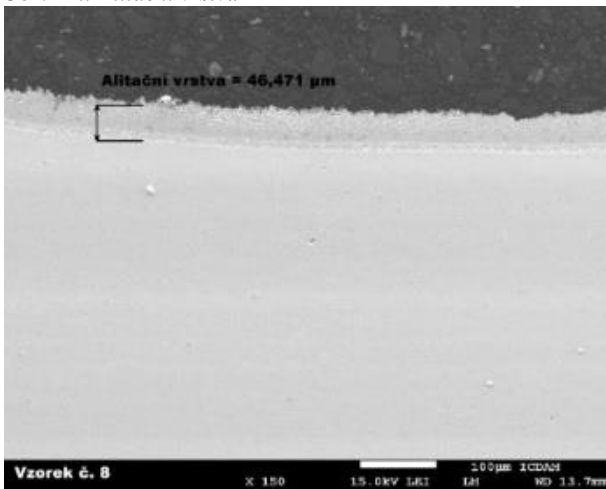
Poslední vzorek s alitačním práškem číslo 1 se chová podobně jako vzorek číslo 6. Na slitině jsou místa, kde k alitaci nedošlo, avšak oproti vzorku č. 6 je zde mnohem více míst, kde k alitaci nedošlo.



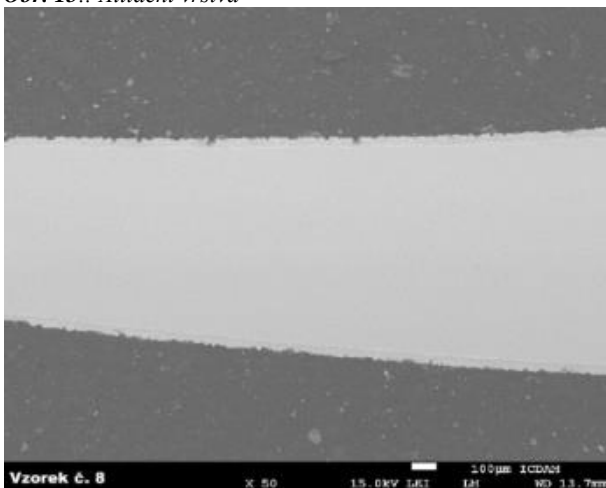
Obr. 13.: Po provozu



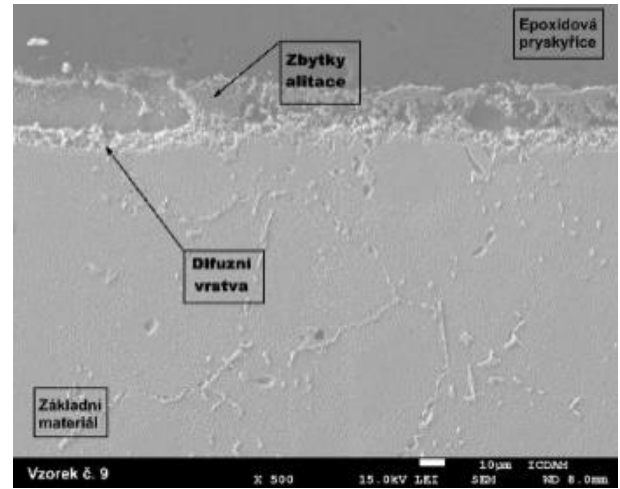
Obr. 14.: Alitační vrstva



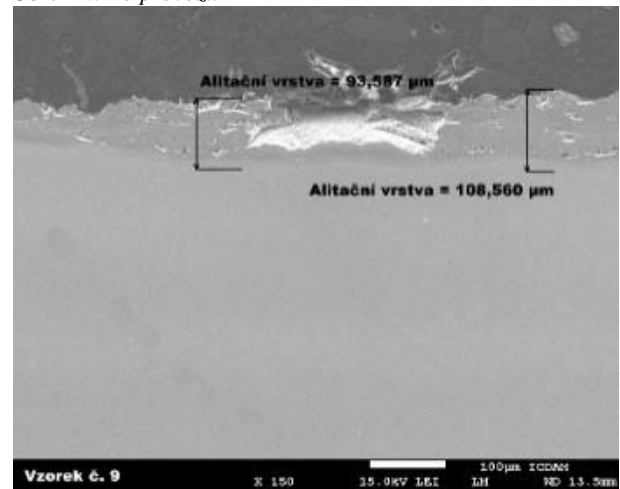
Obr. 15.: Alitační vrstva



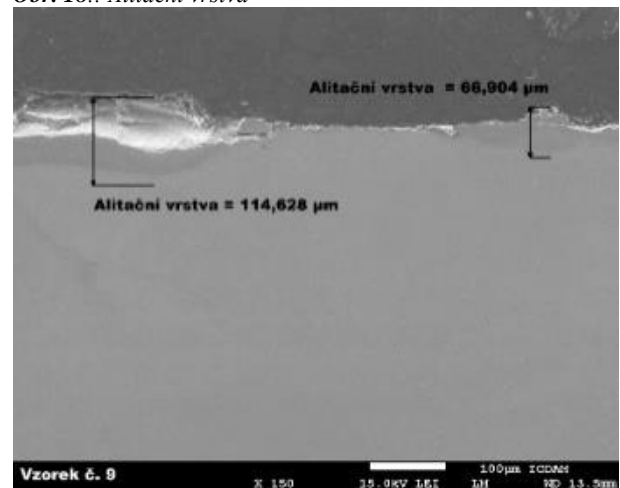
Obr. 16.: Proměnlivost vrstvy



Obr. 17.: Po provozu



Obr. 18.: Alitační vrstva

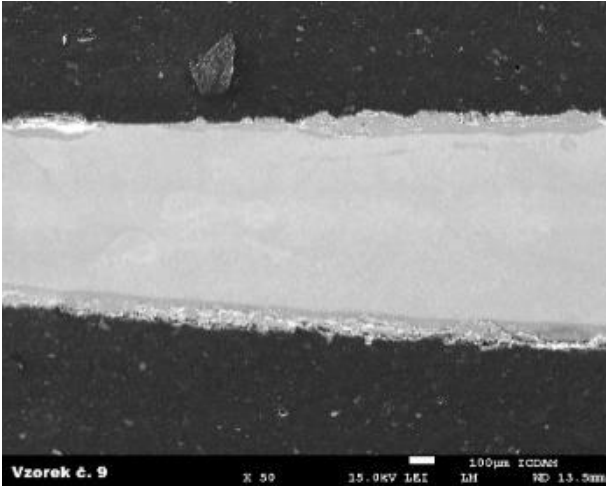


Obr. 19.: Alitační vrstva

3.2. Alitační prášek Č. 2

Vzorek číslo 9

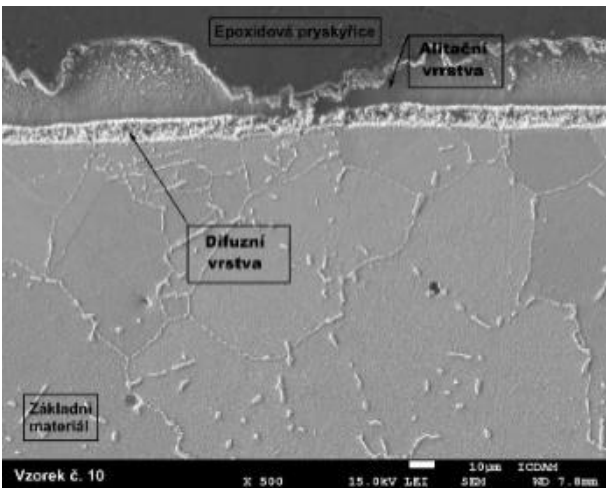
Na Obr. 20. je vidět, že alitační vrstva nadifundovala pouze do části vzorku a místy k alitaci vůbec nedošlo. Vrstva se chová velmi křehce a vylupuje se. Tato kombinace parametrů by byla pro obnovení alitace nevhodná



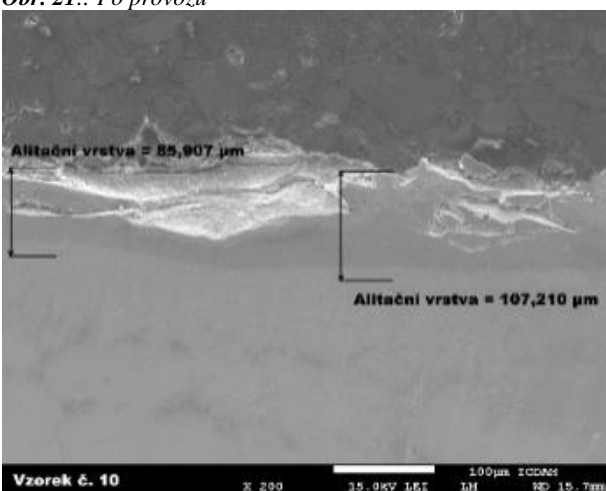
Obr. 20.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 10

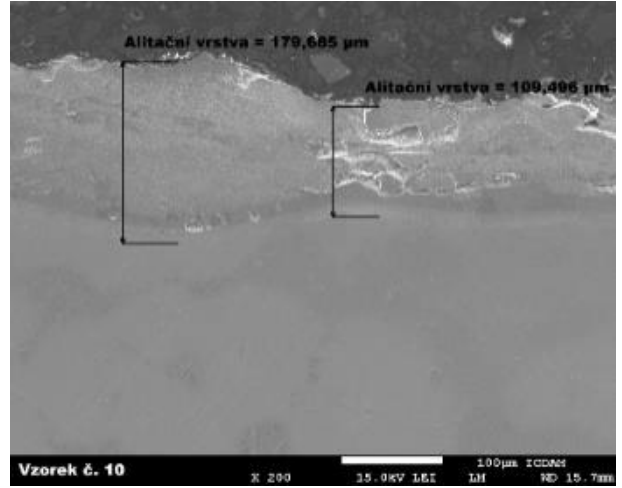
Na vzorku číslo 10 je vidět, že alitační prášek nadifundoval po celém průřezu vzorku (Obr. 24.) Avšak vrstva se chová extrémně křehce a lamelárně se vylupuje, více než u vzorku číslo 9. Jsou zde extrémní rozdíly tloušťky vrstvy.



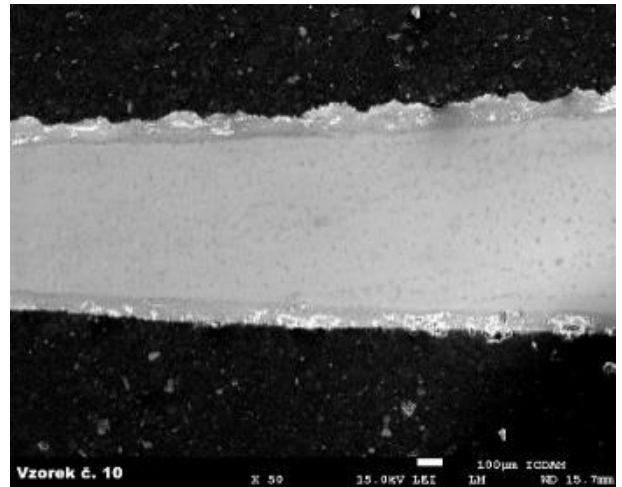
Obr. 21.: Po provozu



Obr. 22.: Alitační vrstva



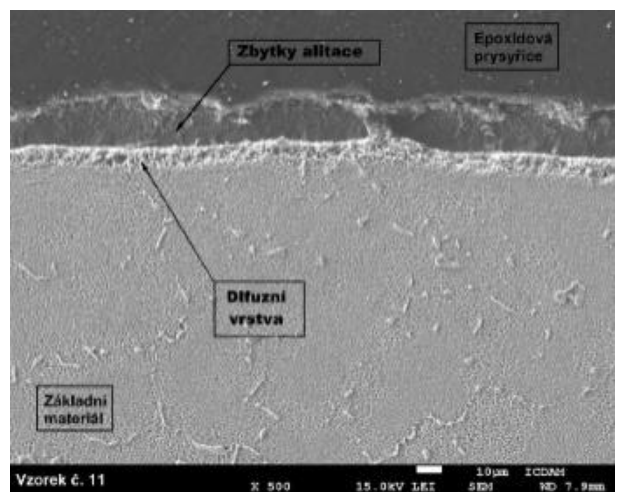
Obr. 23.: Alitační vrstva



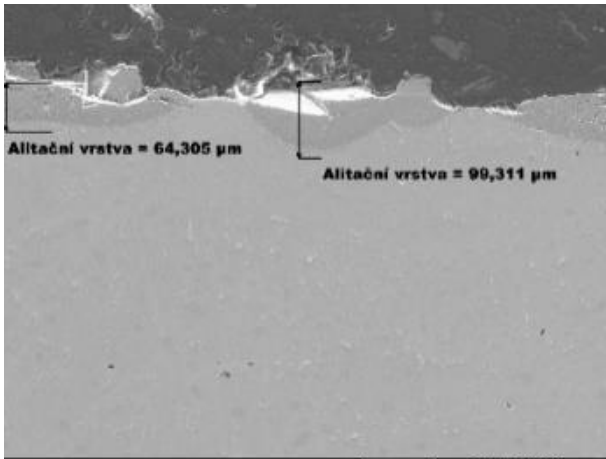
Obr. 24.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 11

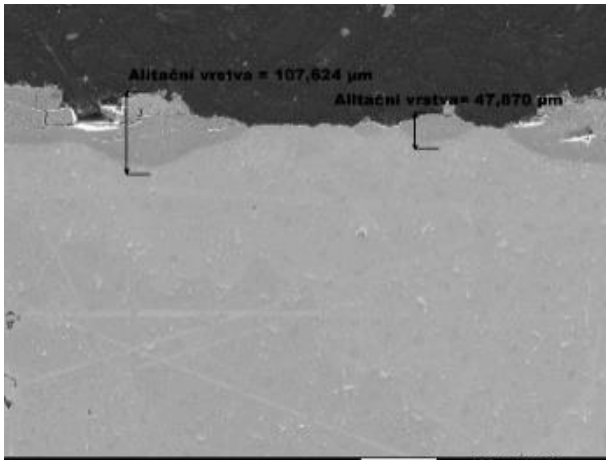
Jako u vzorku číslo 9 tak i u vzorku číslo 11 na určitých místech průřezu nedošlo k alitaci. Alitace je velmi křehká a je proměnlivá.



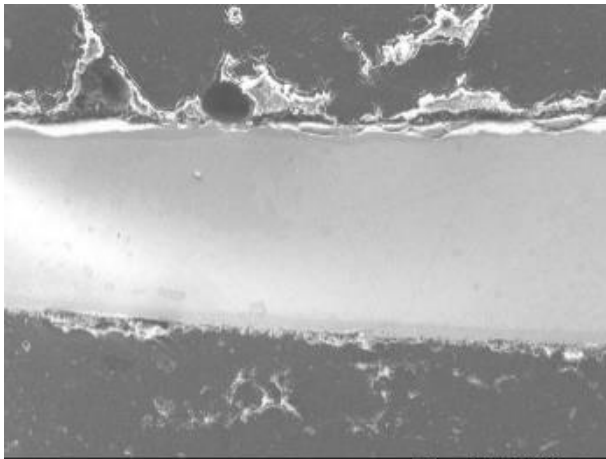
Obr. 25.: Po provozu



Obr. 27.: Alitační vrstva



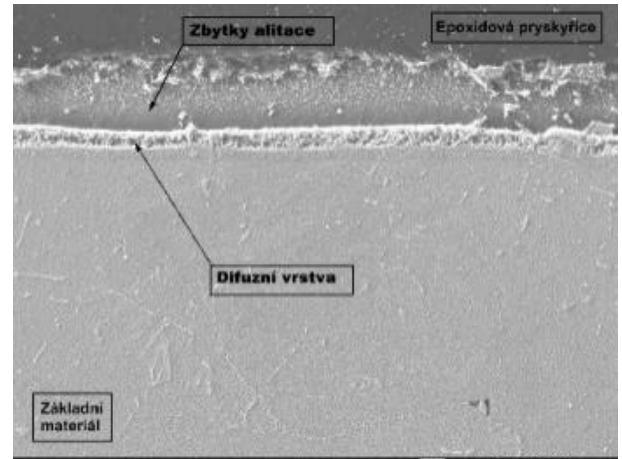
Obr. 26.: Alitační vrstva



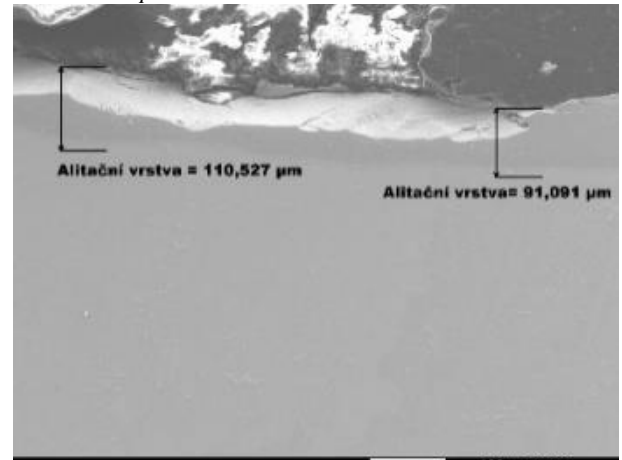
Obr. 28.: Proměnlivost vrstvy

Vzorek číslo 12

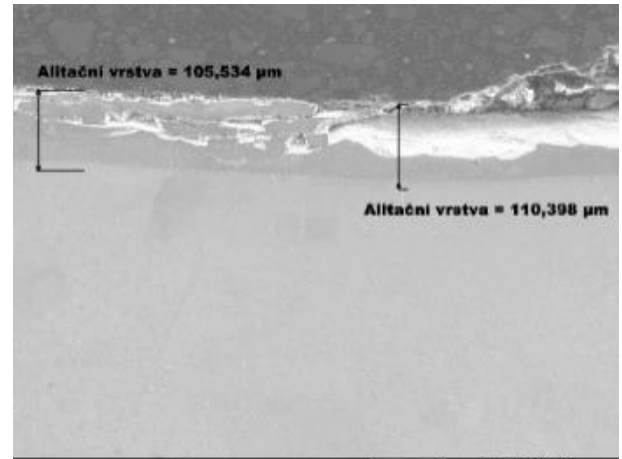
Difuze u vzorku číslo 12 proběhla v celém průřezu (Obr. 32.) avšak vrstva je nekompaktní a křehká. Rozdíly tloušťky vrstvy nejsou tak extrémní jako u jiných vzorků.



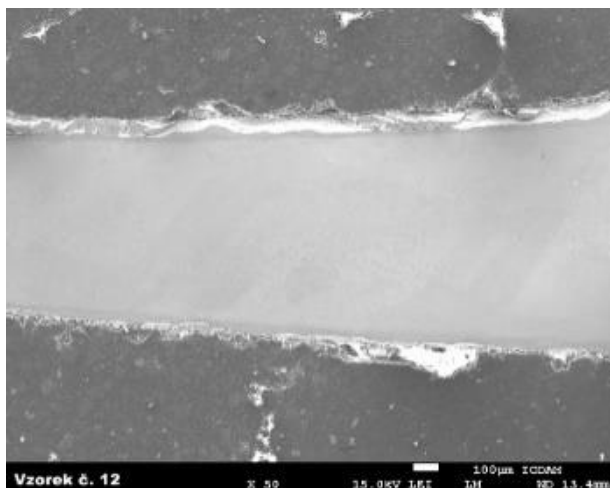
Obr. 29.: Po provozu



Obr. 30.: Alitační vrstva



Obr. 31.: Alitační vrstva



Obr. 32.: Proměnlivost vrstvy

Literatura

[1] Hořejší, Jakub. *Hodnocení struktury turbinových lopatek*. Praha, 2003

[2] ZUBČENKO, POD RED. A. S. *Alfred. Maročnik stalej i splavov. 2. izd. pererabot i dop.* Moskva : Mašinostroenie, 2003. ISBN 52-170-3177-8.

[3] Oddělení povrchového inženýrství. *Oddělení povrchového inženýrství*. [Online] <http://www.ateam.zcu.cz/>.

[4] Borovec, Z. *Elektronová mikroskopie a elektronová difrakce*.: Univerzita Karlova v Praze, 1985.

[5] Belan, J., Skočovský P. *Mikrostructural Alnalysis of Turbine after Long-time Working*, Material Engeneerin, Vol.9, 2002

4. Shrnutí získaných poznatků

Tabulka 2. Hodnocení vzorků

Číslo vzorku	Hodnocení
Vzorek č 5	Nevyhovující průběh tloušťky
Vzorek č 6	Nutná optimalizace předúpravy
Vzorek č 7	Nevyhovující kombinace
Vzorek č 8	Nutná optimalizace předúpravy
Vzorek č 9	Nevyhovující komplexně
Vzorek č 10	Nevyhovující chování vrstvy
Vzorek č 11	Komplexně nevyhovující
Vzorek č 12	Nevyhovující chování vrstvy

Z vyhodnocení jednotlivých vzorků vyšla jako nejlepší varianta vzorku číslo 6 a 8, kde došlo k plné difuzi po celém průřezu a nedostatky jsou v tloušťce vrstvy, která je ještě ovlivnitelná další úpravou (například omíláním). U obou vzorků by byla potřeba důkladnější příprava např. zopakovat cyklus čištění. Vzorek číslo 6 oproti vzorku číslo 8 může být opakovaně čištěn s minimálními následky. U vzorku číslo 8 je důležité hlídat koncentraci kyselin a pozorovat úběr součástí. Hrozí zde také naleptání až na strukturu, což je nežádoucí. Proto jako nejbezpečnější a nejméně rizikový vyšel pro další optimalizaci vzorek číslo 6.

Naopak absolutně nepřijatelné jsou vzorky u alitačního prášku č. 2 a to hlavně vzorek číslo 9 a vzorek číslo 11.

Návrhem pro další zkoušky by bylo difuzní žíhání ve vakuové peci s argonovou atmosférou, aby se vyliminovaly veškeré nečistoty, které do procesu mohly vstupovat v klasické peci proháněné argonem.