

Preiskava vodno atomiziranega prahu iz zlitine Nimonic 80A

An Investigation of Water Atomized Nimonic 80A Powder Alloy

M. Torkar, B. Šuštaršič, *Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana*

Izvršeni so bili preizkusi vodne atomizacije nikljeve superzlitine Nimonic 80A. Opređeljene so mikrostrukturne značilnosti, določena vsebnost kisika v delcih in z linijsko mikroanalizo izmerjene spremembe v koncentraciji Ti, Al, Ni in Cr, v odvisnosti od tlaka razpršilne vode in velikosti zrn prahu. Preizkušeno je bilo sintranje v vakuumu.

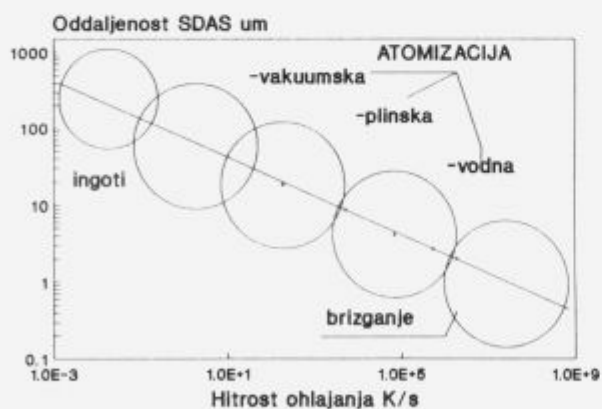
The water atomization of nickel base superalloy Nimonic 80A was investigated. The microstructural characteristics and oxygen content of powder which depend on water pressure and particle size were measured. The concentration profile of Ti, Al, Ni and Cr were determined with Electron Microprobe Analyser (EMPA). The sintering in vacuum and measuring of density was performed.

1 Uvod

Sodoben razvoj materialov temelji na vedno globljem poznavanju procesov v materialu. To omogoča nastanek "novih materialov", ki pa so le redkokdaj novi, saj gre večinoma za že poznane materiale, ki jim z določenimi ukrepi izboljšamo lastnosti in razširimo možnost njihove uporabe.

Tem trendom smo se prilagodili tudi na Metalurškem inštitutu, sedaj Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT) v Ljubljani, z ustanovitvijo laboratorija za metalurgijo prahov in hitro strjevanje.

Hitro strjevanje taline med procesom atomizacije ali med ulivanjem tankih trakov, neposredno vpliva na oddaljenost sekundarnih dendritnih vej (SDAS) v strjevalni strukturi. To je razvidno iz slike 1¹, ki kaže vpliv hitrosti ohlajanja pri različnih postopkih strjevanja na oddaljenost sekundarnih dendritnih vej.



Slika 1. Odvisnost med hitrostjo ohlajanja in oddaljenostjo sekundarnih dendritnih vej (SDAS) pri različnih postopkih atomizacije taline.

Figure 1. The relationship between the rate of solidification, secondary dendrite arm spacing (SDAS) and different atomizations.

Navedene vrednosti in področja so le orientacijska, saj je merjenje tako velikih ohlajevalnih hitrosti eksperimentalno

še neizvedljivo. Primer dendritne strjevalne strukture je prikazan na sliki 2. Razdalja med sekundarnimi dendritnimi vejami je shematsko prikazana na sliki 3.



Figure 2. Dendritic microstructure in particles > 1400 μm .

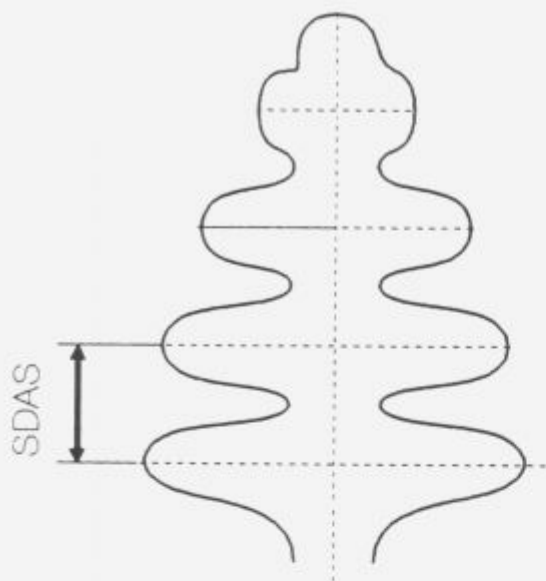
2 Namen raziskave

Postopek in naprava za vodno atomizacijo, ki jo imamo na IMT, je bistveno cenejša od plinske atomizacije. Vodna atomizacija se, zaradi pojava kontaminacije s kisikom, smatra kot neprimerna za izdelavo prahov iz zlitin, ki vsebujejo močno reaktivne elemente.

Da bi ugotovili kakšen je obseg te kontaminacije, smo preizkusili vodno atomizacijo zlitine Nimonic 80A, ki vsebuje Cr, Ni, Al in Ti. Podrobnejše informacije o sami atomizaciji je možno najti tako v tuji kot tudi domači literaturi¹⁻⁴, zato bomo v tem prikazu več poudarka dali opisu značilnosti vodno atomiziranega prahu.

3 Eksperimentalni del

Opređeljen je bil vpliv tlaka razpršilne vode na zrnatost in obliko vodno atomiziranega prahu^{2,3} zlitine Nimonic 80A.



Slika 3. Shematski prikaz oddaljenosti sekundarnih dendritnih vej (SDAS).

Figure 3. Secondary dendrite arm spacing (SDAS). Schematic.

Z elektronskim mikroanalizatorjem smo preiskali zrna in merili intenziteto izceja posameznih elementov v odvisnosti od zrnatosti. Izmerili smo spreminjanje vsebnosti kisika v prahu, ki ga je v vodno atomiziranem prahu lahko tudi preko 1%, v odvisnosti od tlaka razpršilne vode, afinitete zlitine do kisika in atmosfere v atomizacijski komori.

Vodno atomiziran prah smo kompaktirali v hladnem na hladni izostatski stiskalnici (CIP) in ga sintrali v vakuumu 1 uro na 1230°C.

4 Rezultati

4.1 Metalografske preiskave

Metalografski pregled je pokazal, da je strjevalna struktura pri vseh granulacijah dendritna, velikost dendritov, oziroma meddendritna razdalja (SDAS) pa se zmanjšuje z manjšanjem velikosti zrn, kar kaže, da se ohlajevalna hitrost z manjšanjem velikosti zrn povečuje. Izgled dendritne strjevalne strukture v zrnih večjih od 1400 µm, je prikazan na sliki 2, v zrnih pod 63 µm pa na sliki 4.

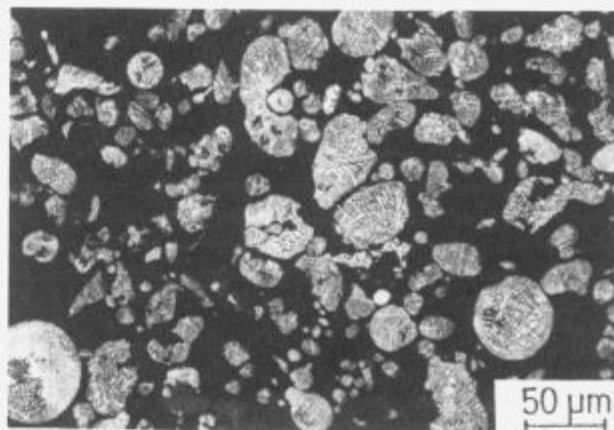
Na metalografskih posnetkih izmerjene oddaljenosti sekundarnih dendritnih vej (SDAS) v zrnih z različno zrnatostjo smo vnesli v diagram, ki je prikazan na sliki 1, pri čemer smo dobili ohlajevalne hitrosti med 10^4 in 10^7 K/s.

Pokazalo se je, da se ohlajevalna hitrost povečuje z zmanjševanjem velikosti zrn.

4.2 Intenziteta izcejanja

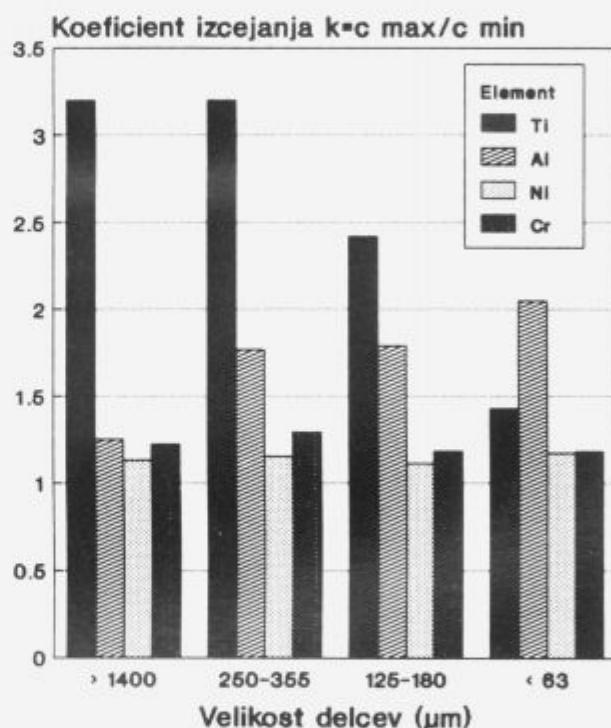
Z elektronskim mikroanalizatorjem smo napravili serijo meritev preko dendritnih vej, da bi izmerili spreminjanje koncentracije vseh elementov.

Iz diagrama na sliki 5 in iz Tabele 1 se vidi, da se večje spreminjanje koncentracije pojavlja predvsem pri titanu in aluminiju. Pri ostalih elementih pa je koeficient izcejanja manjši in je razporeditev elementov enakomernejša.



Slika 4. Dendritna strjevalna struktura v zrnih < 63 µm.

Figure 4. Dendritic microstructure in particles < 63 µm.



Slika 5. Koeficient izcejanja Ti, Al, Ni in Cr preko dendritnih vej.

Figure 5. Coefficient of segregation of Ti, Al, Ni and Cr over the dendritic arms.

Tabela 1. Koeficienti izcejanja.

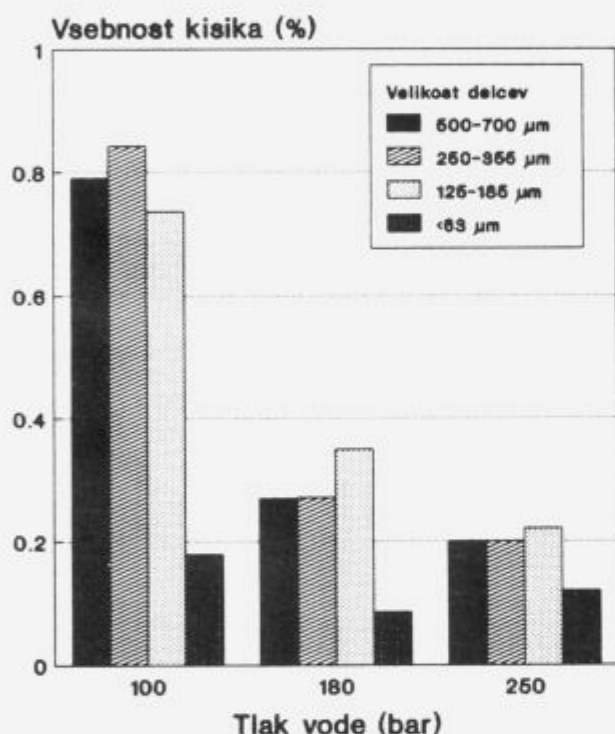
Velikost delcev (µm)	Koeficient izcejanja k				$k = \frac{c_{max}}{c_{min}}$
	Ti	Al	Ni	Cr	
>1400	3.2	1.25	1.13	1.22	
250-355	3.2	1.77	1.15	1.29	
125-180	2.42	1.79	1.11	1.18	
<63	1.43	2.05	1.17	1.18	

Obstaja možnost, da ne gre za čiste izceje, temveč za drobne izločke. Vendar je ta druga možnost po našem

mnemu skoraj izključena, saj tudi pri večjih povečavah takih izločkov ni opaziti, poleg tega pa je povišanje koncentracije titana in aluminija vezano izključno na mejo med dendriti.

4.3 Vsebnost kisika v prahu

Vodno atomiziran prah zlitine Nimonic 80A, različnih granulacij smo analizirali tudi na vsebnost kisika. Zanimivo je, da so meritve pokazale, da je vsebnost kisika sistematično najmanjša v najdrobnejši frakciji (Tabela 2, slika 6). To je nekoliko presenetljivo, ker smo pričakovali, da bo najvišja vsebnost kisika v najdrobnejši frakciji, ki ima tudi največjo specifično površino. Zdi se, da tu pride do drugačne porazdelitve vsebnosti kisika, ki je teoretično možna v treh oblikah; raztopljen v osnovi, v obliki oksidnih vključkov in v obliki oksidne skorje. Iz analiznega stališča je problematična opredelitev deleža kisika v posamezni obliki.



Slika 6. Vsebnost kisika v vodno atomiziranem prahu zlitine Nimonic 80A, v odvisnosti od granulacije in tlaka razpršilne vode.

Figure 6. Oxygen content of atomized Nimonic 80A alloy powder in dependence on particle size and water pressure of atomizing water.

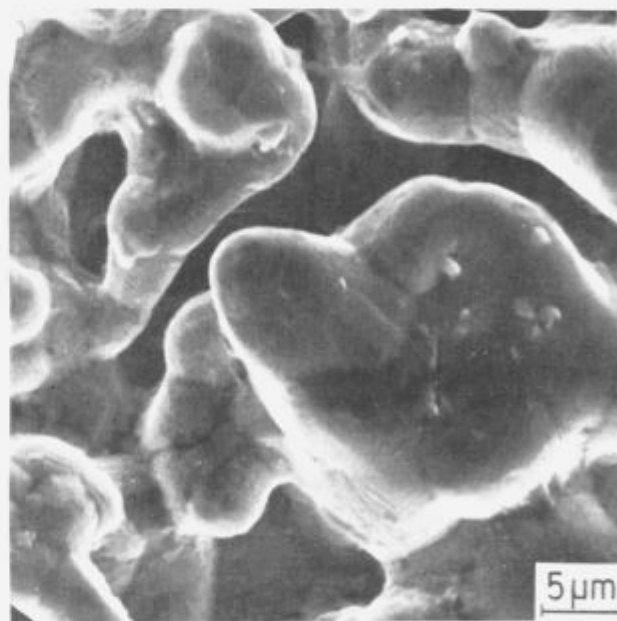
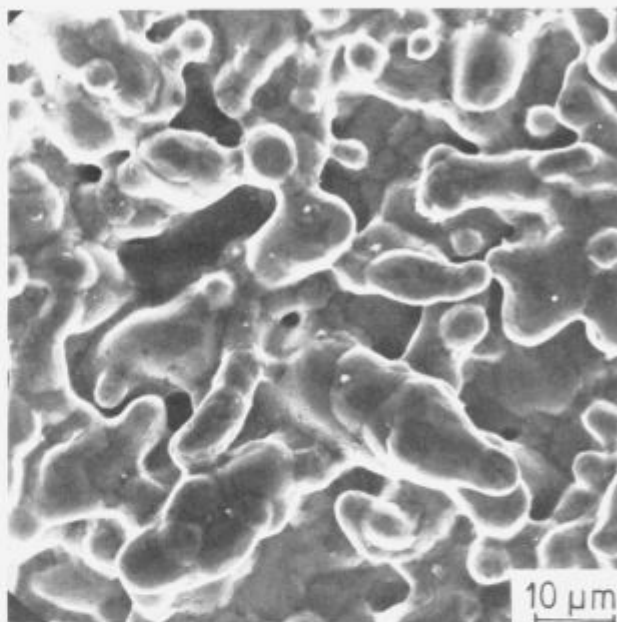
Tabela 2. Vsebnost kisika v prahu po razredih zmatosti.

Tlak vode (bar)	Zrnatost prahu (μm)			
	500–700	250–355	125–185	<63
100	0.791	0.842	0.736	0.179
180	0.268	0.270	0.350	0.086
250	0.200	0.200	0.220	0.120

4.4 Površina po sintranju

Pregled površine po sintranju v vakuumu pokaže, da je prišlo do zapiranja por med zrn in do njihovega zlivanja,

opazi pa se tudi, da so nekatere pore še odprte (slika 7a, b). Dosežena gostota materiala po sintranju je okrog 94% teoretične gostote. Nadaljno zgostitev pa bi bilo mogoče doseči z vročim izostatskim stiskanjem ali z vročo ekstruzijo.



Slika 7. Izgled površine vzorca po sintranju v vakuumu.

Figure 7. The sample surface after the sintering in vacuum.

5 Analiza rezultatov

Raziskava je pokazala, da sama vodna atomizacija zlitine Nimonic 80A ni problematična. V talini pred atomizacijo je vsebnost kisika v običajnih okvirih. Glavni proces oksidacije se izvrši med razprševanjem taline z visokotlačnimi

vodnimi curki. Ta oksidacija je neizbežna kljub atmosferi dušika v razpršilni komori.

Žarjenje prahu v vodiku je pokazalo, da je možno zmanjšati vsebnost kisika v prahu, vendar pa se pojavi ponovna oksidacija, če žarjen prah pri hranjenju ni zaščiten pred oksidativno atmosfero.

Raziskava je tudi pokazala, da je težko opredeliti, v kateri obliki prevladuje kisik v prahu, saj je analitska ločitev treh možnih pojavnih oblik zapletena.

Sistematično zmanjšanje vsebnosti kisika v najdrobnejši frakciji prahu kaže, da delež kisika, ki je v osnovi ostal raztopljen ali v obliki oksidnih vključkov in delež kisika, ki je v obliki oksida na površini, ni enak pri vseh zrnatostih. Če bi prevladoval delež oksida na površini, potem bi morala biti vsebnost kisika največja v najdrobnejši frakciji, ki ima največjo specifično površino. Vendar pa, kot smo ugotovili, to ne drži. Večjo vsebnost kisika v debelejših frakcijah si lahko razlagamo z večjim deležem kisika, ki je raztopljen v osnovi, medtem ko naj bi pri drobnejših frakcijah prevladoval kisik, ki je vezan v tanki plasti oksida na površini. Ker pa je strjevanje končano pri vseh frakcijah v zelo kratkem času, za difuzijo kisika v notranjost pred strjevanjem najverjetneje ni bilo na razpolago dovolj časa. Zato je kot najbolj verjetna razlaga večje vsebnosti kisika v debelejših zrnih, večanje debelina oksidne plasti z večanjem velikosti frakcije prahu. Za to našo predpostavko zaenkrat sigurnih dokazov še nimamo.

6 Zaključki

Izvršeni so bili preizkusi vodne atomizacije nikljeve superzlitine Nimonic 80A, opredeljene mikrostrukturne značilnosti vodno atomiziranega prahu, napravljena analiza vsebnosti kisika in določen koeficient izcejanja Ti, Al, Ni in Cr.

Empirično določene hitrosti ohlajanja pri vodni atomizaciji zlitine Nimonic 80A so med 10^4 in 10^7 K/s, odvisno od velikosti nastalih delcev prahu.

Metalografske preiskave so pokazale, da je strjevanje dendritno, amorfnih zrn ni bilo opaziti.

Močnejše izcejanje se pojavi le pri Ti in Al. Malo verjetno je, da bi šlo za pojav drobnih izločkov, saj so preiskave na vrstičnem mikroskopu pokazale po dendritnih mejah le plast karbidov.

Sintranje v vakuumu je pokazalo, da je možno doseči 94% teoretične gostote materiala, večja zgostitev bi bila mogoča le z vročim izostatskim stiskanjem ali z vročo ekstruzijo.

7 Literatura

- 1 R.M. German: Powder Metallurgy Science, MPIF, Princeton New Jersey, 1984, 91
- 2 M. Torkar, B. Šuštaršič, F. Vodopivec, D. Gnidovec, A. Kveder, J. Rodič, D. Kmetič, B. Omejc, T. Gnidovec: Poročilo št. 90-013, MIL, Ljubljana, 1990
- 3 M. Torkar, B. Šuštaršič: Mikrostrukturne značilnosti vodno atomiziranega prahu iz Ni-superzlitine, Železarski zbornik, 25, 1991, št. 3, 97-103
- 4 B. Šuštaršič, M. Torkar, F. Vodopivec, Izdelava prahov na osnovi kobalta z vodno atomizacijo, Rudarsko-metalurški zbornik, 38, 1991, št. 4, 515-528