

JOANNA AUGUSTYN-PIENIAŻEK, STANISŁAW J. SKRZYPEK, MARCIN GOŁY\*

SKŁAD FAZOWY I MIKROSTRUKTURA  
WARSTWY WIERZCHNIEJ NA PODŁOŻU STALI  
AUSTENITYCZNEJ 18-8 PO LASEROWEJ MODYFIKACJI

MICROSTRUCTURE AND PHASE COMPOSITION  
OF SURFACE LAYER OF THE 18-8 AUSTENITIC STEEL  
AFTER LASER TREATMENT

Streszczenie

W artykule przedstawiono wyniki badań stopowych warstw wierzchnich na podłożu ze stali austenitycznej X10CrNi18-8. Analizowane warstwy otrzymano w wyniku laserowego przetapiania podłoża z naniesioną warstwą proszku Fe-Al. Wykonano dyfrakcyjną analizę fazową, obserwacje mikrostruktury otrzymanych warstw wzbogaconych w fazy międzymetaliczne z układu Fe-Al oraz pomiary mikrotwardości. Uzyskane podczas laserowego przetapiania warstwy charakteryzują się silnie rozdrobnioną mikrostrukturą. Znaczny wzrost mikrotwardości w odniesieniu do podłoża był efektem powstania związków międzymetalicznych w analizowanej warstwie wierzchniej. Maksymalna wartość mikrotwardości wynosiła ok. 490  $\mu\text{HV}_{40}$ .

*Słowa kluczowe: laserowe przetapianie, fazy międzymetaliczne, warstwa wierzchnia*

Abstract

Alloyed surface layers on X10CrNi18-8 austenitic substrate were presented in this work. The alloyed surface layers after laser melting with powder layer contained Fe-Al intermetallic compounds were analyzed. Investigated layers were enriched with intermetallic phases from Fe-Al system. X-ray diffraction phase analysis, optical microscopy and microhardness measurements were used to explain relation between phase composition, microstructure and some properties. Laser treatment caused refinement of alloyed ferrite and austenite microstructure and additionally some ordered intermetallic phases. Formed in surface layers intermetallic compounds caused meaningfully increase of microhardness to 490  $\mu\text{HV}_{40}$  in comparison with substrate 200  $\mu\text{HV}_{40}$ .

*Keywords: laser melting, intermetallic phases, surface layers*

\* Dr inż. Joanna Augustyn-Pieniążek, dr hab. inż. Stanisław J. Skrzypek, prof. AGH, mgr inż. Marcin Goły, Katedra Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, Akademia Górniczo-Hutnicza w Krakowie.

## 1. Wstęp

Zainteresowanie stopami zawierającymi fazy międzymetaliczne, takie jak FeAl czy Fe<sub>3</sub>Al, wynika z faktu, że mają one specyficzną kombinację odporności na działanie atmosfery utleniającej, nawęglającej lub zawierającej związki siarki, połączoną z wysoką odpornością na ścieranie, małą gęstością i dużą wytrzymałością w podwyższonych temperaturach [1–5]. Przeprowadzono wiele badań dotyczących poprawy właściwości technologicznych i użytkowych tych materiałów, stosując odpowiedni dobór składników stopowych, obserwacji mikrostruktury oraz parametrów obróbki cieplno-chemicznej [6, 8, 9].

Stopy Fe-Al znalazły szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu, mianowicie w przemyśle energetycznym (elementy kotłów, filtry gazowe, wymienniki ciepła, elementy palników), przemyśle motoryzacyjnym (turbiny gazowe, pierścienie, katalizatory, elementy układu wydechowego itp.), przemyśle petrochemicznym (narzędzia, rury, pojemniki, tuby palników), jak również w przemyśle okrętowym, lotniczym (elementy silników lotniczych, turbin gazowych) oraz do produkcji urządzeń pracujących w podwyższonych temperaturach (tostery, suszarki, grzejniki elektryczne, zapalniczki) [6–10].

Praktyczne zastosowanie stopów międzymetalicznych wyróżnia konieczność pokonywania problemu związanego z niską plastycznością i słabą odpornością na pękanie w temperaturze pokojowej. W ostatnich latach nastąpił jednak postęp w diagnozowaniu zewnętrznych i wewnętrznych czynników wpływających na zachowanie się stopów międzymetalicznych opartych na aluminkach żelaza [6–8]. Niskie koszty materiałowe w wytwarzaniu stopów Fe-Al, w porównaniu ze stalami odpornymi na korozję zawierającymi drogi chrom, nikiel oraz molibden, czynią je materiałem perspektywnym w nowoczesnych zastosowaniach XXI w.

## 2. Materiał do badań

Materiał do badań stanowił proszek Fe-Al otrzymany metodą samoistnego rozpadu wysokoalumiowego stopu żeliwnego [11–14]. Proszek Fe-Al został wykorzystany do otrzymania stopowych warstw wierzchnich na podłożu ze stali austenitycznej 18-8. Skład chemiczny proszku oraz zastosowanego materiału podkładowego podano w tab. 1.

Przetapianie warstwy wierzchniej podłoża z naniesioną warstwą proszku Fe-Al wykonano z użyciem lasera molekularnego CO<sub>2</sub> typu TRUMPF TLF 6000 Turbo, o pracy ciągłej; długość fali promieniowania  $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$  i maksymalnej mocy 6,5 kW.

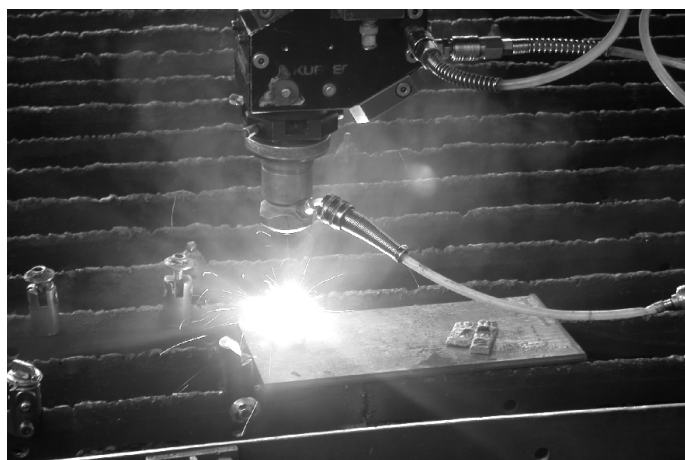
Tabela 1

Skład chemiczny proszku i materiału podłoża

	Skład chemiczny [% masowe]									
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Fe
Proszek „1K”	0,1	–	4,9	–	–	–	–	–	29	resz.
Stal austenityczna X10CrNi18-8	0,12	2	1	0,02	0,15	18	8	0,6	–	resz.

W przeprowadzonym eksperymencie zastosowano dwie różne prędkości przesuwu głowicy lasera, które dobrano w sposób eksperymentalny: 9,5 i 12,5 mm/s, moc lasera 2 i 2,5 kW.

Próbkami były płaskowniki o wymiarach  $12 \times 20 \times 75$  mm. Przed nałożeniem warstw proszkowych próbki poddano oczyszczaniu i odtłuszczeniu. Na jedną z powierzchni próbek ( $20 \times 75$  mm) nałożono warstwę pasty składającej się z proszku Fe-Al i szkła wodnego w stosunku 3:1 (szkło wodne spełniało rolę materiału wiążącego). Grubość nałożonych powłok wynosiła  $0,6 \pm 0,1$  mm. Obróbkę laserową prowadzono w atmosferze argonu. Odległość głowica lasera–próbka wynosiła 90 mm (fot. 1).

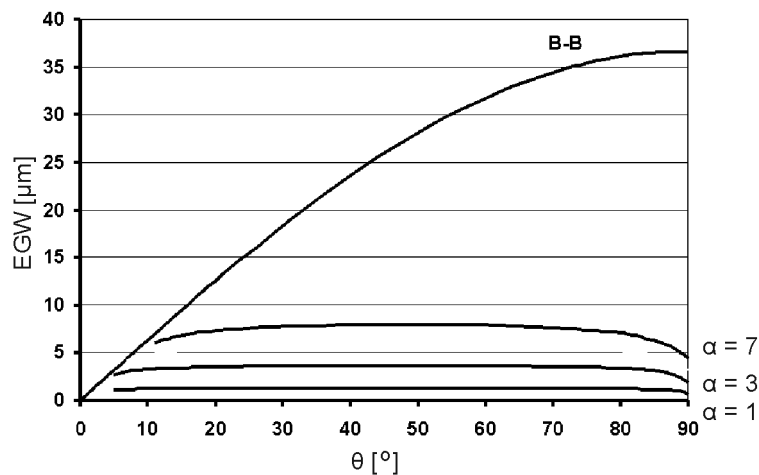


Fot. 1. Laserowe przetapianie powierzchni próbek stalowych wraz z nałożoną proszkową warstwą wierzchnią z użyciem lasera molekularnego CO<sub>2</sub> typu TRUMPF TLF 6000 Turbo  
Photo 1. Laser melting of surface layer with powder layer by applied molecular CO<sub>2</sub> laser TRUMPF TLF 6000 Turbo

W efekcie przeprowadzonej obróbki przetapianiem uzyskano warstwy wierzchnie o grubości 0,2–0,4 mm. W ten sposób otrzymano ścieżki przetopione o wymiarach  $5 \times 20$  mm. W celu ujawnienia mikrostruktury po przetopie laserowym próbki przecięto w płaszczyznach prostopadłych do ścieżki. Zainkludowane próbki szlifowano na papierach ściernych o gradacji od 100 do 2000, polerowano mechanicznie, stosując pasty diamentowe 3, 1 i  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  oraz wodną zawiesinę tlenku aluminium Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1  $\mu\text{m}$ ). Zgłady metalograficzne poddano trawieniu elektrolitycznemu.

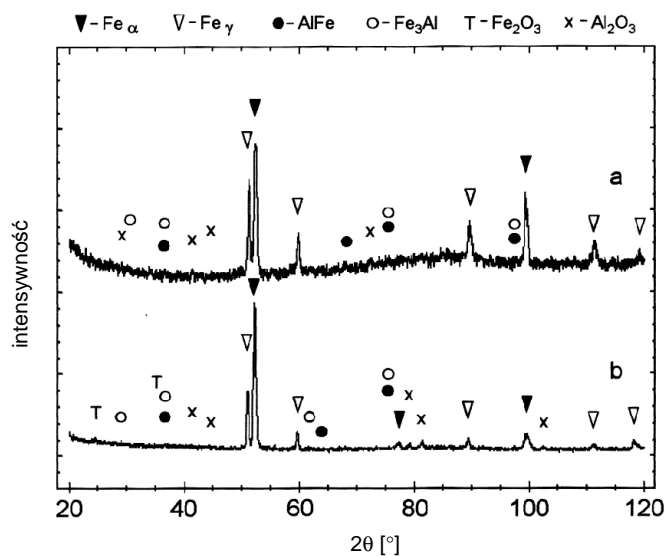
### 3. Wyniki badań

Rentgenowską dyfrakcyjną analizę fazową przeprowadzono w celu zidentyfikowania faz występujących w strefie wzbogaconej w aluminki żelaza. Do badań dyfrakcyjnych zastosowano geometrię Bragg–Brentano (BB) oraz geometrię stałego kąta padania (SKP). Efektywną głębokość wnikania zmieniano, wykonując pomiary przy różnych kątach padania  $\alpha = 1, 2, 3, 5$  i  $7^\circ$  (rys. 1) [16].



Rys. 1. Wykres efektywnej głębokości wnicania EGW dla geometrii Bragg–Brentano oraz stałego kąta padania

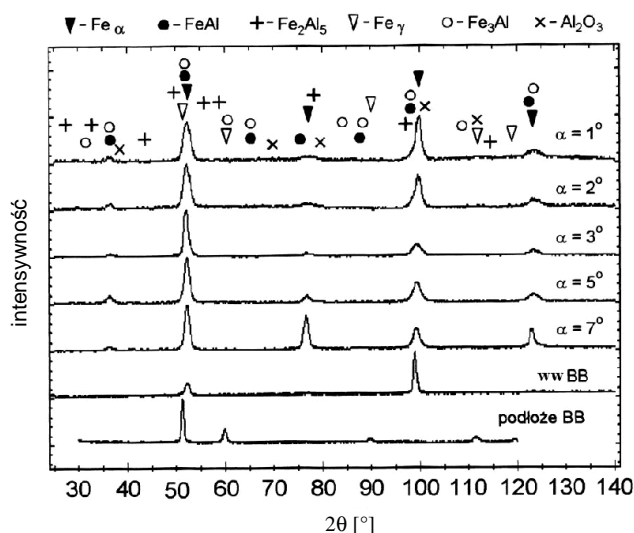
Fig. 1. Effective penetration depth for Bragg–Brentano and grazing incident geometry



Rys. 2. Dyfraktogramy warstwy wierzchniej na stali austenitycznej typu 18-8 poddanej przetapianiu laserowemu wraz z naniesionymi wzorcami – zapisy w geometrii Bragg–Brentano z użyciem promieniowania  $\lambda_{\text{CoK}\alpha}$ : a)  $V = 9,5$  mm/s,  $P = 2$  kW, b)  $V = 12,5$  mm/s,  $P = 2$  kW

Fig. 2. Diffraction pattern of surface layer on the 18-8 austenitic steel after laser melting with marked particular phases characteristic line – Bragg–Brentano geometry with  $\lambda_{\text{CoK}\alpha}$  wavelength: a) scan speed –  $V = 9.5$  mm/s, power of beam –  $P = 2$  kW, b) scan speed –  $V = 12.5$  mm/s, power of beam –  $P = 2$  kW

Jakościowa analiza fazowa pozwoliła stwierdzić występowanie następujących faz:  $(\text{Fe, Al})_\alpha$ ,  $(\text{Fe, Al})_\gamma$ , uporządkowanej fazy FeAl i  $\text{Fe}_3\text{Al}$  oraz faz  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (rys. 3 i 4).



Rys. 3. Dyfraktogramy warstwy wierzchniej na stali austenitycznej typu 18-8 poddanej przetapianiu laserowemu wraz z naniesionymi wzorcami – zapisy w geometrii stałego kąta padania  $\alpha = 1, 2, 3, 5$  i  $7^\circ$  oraz w geometrii Bragg–Brentano.

Parametry przetapiania laserowego:  $V = 9,5$  mm/s,  $P = 2$  kW

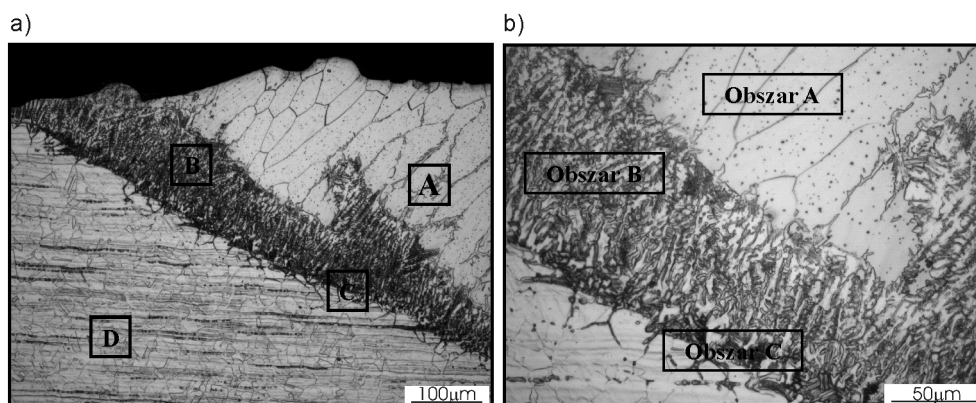
Fig. 3. Diffraction pattern of surface layer on the 18-8 austenitic steel after laser melting with marked particular phases characteristic line – grazing incident geometry  $\alpha = 1, 2, 3, 5, 7^\circ$  and Bragg–Brentano geometry. Parameters of laser melting: scan speed –  $V = 9.5$  mm/s, power of beam –  $P = 2$  kW

W badanej warstwie wierzchniej zaobserwowano gradient składu chemicznego wraz z efektywną głębokością wnikania promieniowania rentgenowskiego. Świadczą o tym zmiany intensywności zarejestrowanych pików dyfrakcyjnych pochodzących od poszczególnych faz.

Obserwacje mikroskopowe (fot. 2) przetopu otrzymanego przy prędkości skanowania lasera  $V = 12,5$  mm/s i mocy promieniowania laserowego  $P = 2,5$  kW na stali stopowej austenitycznej typu 18-8 przedstawiają mikrostrukturę ścieżki i mikrostrukturę stref wpływu ciepła. Efektem działania wysokiej temperatury i występowania jej gradientów było powstanie w części środkowej przetopu cieczy bogatej w aluminium. W wyniku krzepnięcia tworzył się ferryt bogaty w aluminium i aluminki żelaza (FeAl,  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ) (fot. 2a) i b) – obszar **A**). Obszar **A** charakteryzował się ukierunkowanym wzrostem kryształów słupkowych o długości ok. 50–200  $\mu\text{m}$  zorientowanych swoimi dłuższymi osiami prostopadle do kierunku odprowadzania ciepła (fot. 2a) – obszar **A**).

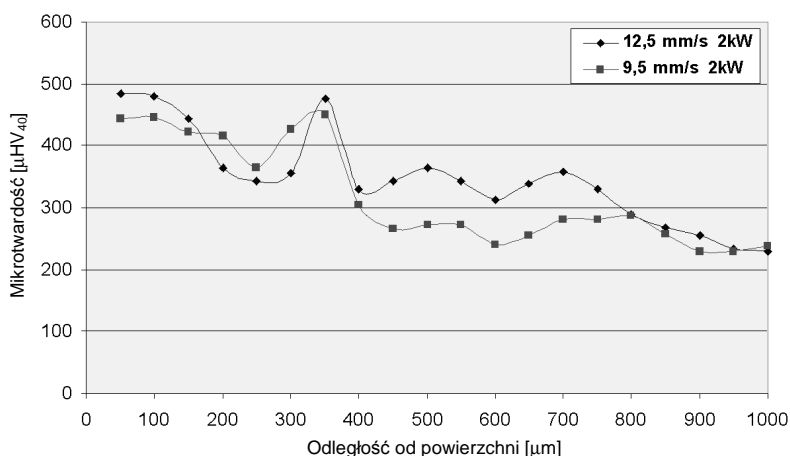
W wyniku działającego cyklu cieplnego przetopiony obszar **B** krystalizował z utworzeniem dendrytycznej struktury ferrytyczno-austenitycznej (fot. 2b) – obszar **B**). W powstałym obszarze nie doszło do wymieszania przetapianej warstwy proszku Fe-Al z materiałem podłoża, powstała tzw. strefa niewymieszana, a jej skład odpowiada materiałowi rodzimemu [15].

Głębiej, tuż za strefą niewymieszaną, znajdowała się wąska (ok. 25  $\mu\text{m}$ ) strefa wpływu ciepła o niewiele zmieniającej się mikrostrukturze (fot. 2b) – obszar C). Na otrzymanym przetopie uwidocznił się efekt Marangoniego konwekcji cieczy w jeziorku ciekłego metalu (fot. 2a)) [15]. Mikrostruturą podłoża złożona była z ziarn austenitu z niewielką ilością ferrytu (rys. 4a) – obszar D).



Fot. 2. Obraz mikrostruktury przekroju warstwy wierzchniej stali austenitycznej 18-8 poddanej przetapianiu laserowemu:  $V = 12,5$  mm/s,  $P = 2,5$  kW, a) poszczególne strefy przetopu, b) strefa wymieszania materiału stopionego z proszkiem „1K” (obszar A), obszar niewymieszania materiału z proszkiem „1K” (obszar B)

Photo 2. Structure of cross-section surface layer of 18-8 (316) austenitic steel after laser melting: scan speed  $V = 12.5$  mm/s, beam power  $P = 2.5$  kW, a) particular melting zones, b) powder „1K” mixed with substrate (zone A) and unmixed zone (zone B)



Rys. 4. Wykres zależności mikrotwardości warstwy wierzchniej po laserowym przetopie na stali austenitycznej w funkcji odległości od powierzchni próbki dla różnych mocy lasera

Fig. 4. Microhardness on the cross-section of the surface layer austenitic steel after laser melting versus distance from the surface. Diagrams for different laser beam power

Obserwacje mikrostruktury obszaru przetopu stali austenitycznej wykazały, że krzepnięcie miało charakter austenityczno-ferrytyczny (fot. 2b)). Zarodkowanie odbywało się na częściowo roztopionych austenitycznych ziarnach materiału podłoża, a wzrost odbywał się prostopadle do linii wtopienia (fot. 2a)). Krzepnięcie miało charakter komórkowo-dendrytyczny z utworzeniem ferrytu w obszarach międzydendrytycznych.

Mikrotwardość mierzono za pomocą mikrotwardościomierza Hanemanna przy obciążeniu 0,40 N, w czasie 5 s. Pomiary mikrotwardości próbek przeprowadzono na zglądach poprzecznych (rys. 4).

#### 4. Podsumowanie

Mikrostruktura warstw wierzchnich zależy od rodzaju podłoża, parametrów obróbki laserowej – tj. szybkości skanowania i mocy wiązki lasera.

Wskutek gwałtownego nagrzewania za pomocą wiązki laserowej przetopieniu ulegają naniesiona warstwa proszkowa oraz cienka warstwa podłoża. Gwałtowność procesów cieplnych spowodowała, że zachodzenie przemian fazowych w stanie stałym odbywało się w odmienny sposób niż konwencjonalnymi metodami. Na krystalizację powstałej warstwy wierzchniej wpływ miały zarówno parametry laserowego przetapiania, jak i rodzaj podłoża.

Duża szybkość chłodzenia i kierunkowe odprowadzanie ciepła sprzyjały uzyskaniu w przetapianych warstwach wierzchnich struktur o kierunkowym wzroście kryształów słupowych zorientowanych swoimi dłuższymi osiami prostopadle do powierzchni próbki.

Pewien rozrzut mikrotwardości na przekroju modyfikowanej warstwy wierzchniej w stosunku do podłoża spowodowany był występowaniem fluktuacji składu chemicznego i anizotropią składników mikrostruktury w strefie przetopionej.

#### 5. Wnioski

- Mikrostruktura warstwy wierzchniej po przetopie laserowym determinowana była intensywnością krzepnięcia materiału oraz zależała od wielkości przetopionego obszaru (mocy lasera) i czasu oddziaływania promieniowania laserowego na materiał.
- Efekty strukturalne wywołane obróbką laserową, tj. rozdrobnienie struktury krystalicznej przez przetopienie warstwy powierzchniowej i jej szybkie i kierunkowe krzepnięcie, a także tworzenie roztworów stałych i nadstruktur typu Fe-Al decydują o umocnieniu obrabianego cieplnie materiału.
- Obróbka laserowa umożliwia otrzymanie warstw wierzchnich wzbogaconych w aluminium przez tworzenie się uporządkowanych roztworów stałych:  $Fe_3Al$  o strukturze regularnej (typu  $D0_3$ ) i  $FeAl$  o strukturze regularnej (typu B2).
- Proces laserowej syntezy powierzchniowej spowodował znaczne utwardzenie warstw powierzchniowych. Mikrotwardość badanej warstwy wierzchniej wyniosła ok.  $490 \mu HV_{40}$  w stosunku do  $200 \mu HV_{40}$  podłoża.

*Praca finansowana przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego w ramach badań statutowych, umowa AGH nr 11.11.110.712.*

## Literatura

- [1] Bystrzycki J., Varin R.A., Bojar Z., *Postępy w badaniach stopów na bazie uporządkowanych faz międzymetalicznych z udziałem aluminium*, Inżynieria Materiałowa 5, 1996, 137-149.
- [2] Barcik J., Cebulski J., *Stop na osnowie związku międzymetalicznego FeAl – struktura i właściwości technologiczne*, Inżynieria Materiałowa 1, 1997, 23-27.
- [3] Deevi S.C., Sikka V.K., *Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications*, Intermetallics 4, 1996, 357-375.
- [1] Dymek S., *Charakterystyka wysokotemperaturowych związków międzymetalicznych*, Hutnik 6, 1998, 208-223.
- [5] Aleksander D.J., Maziasz P.J., Wright J.L., *Processing and alloying effects on tensile and impact properties of FeAl alloys*, Materials Science and Engineering A258, 1998, 276-284.
- [6] Stoloff N.S., Sikka V.K., McKamey C.G., *Iron Aluminides*, Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds, Chapman & Hall, United States of America 1996, 351-391.
- [7] Stoloff N.S., *Iron aluminides: present status and future prospects*, Materials Science and Engineering A258, 1998, 1-14.
- [8] Stoloff N.S., Liu C.T., Deevi S.C., *Emerging applications of intermetallics*, Intermetallics 8, 2000, 1313-1320.
- [9] Liu C.T., George E.P., Maziasz P.J., Schneibel J.H., *Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloy design*, Materials Science and Engineering A258, 1998, 84-98.
- [10] Liu C.T., Stringer J., Mundy J.N., Horton L.L., Angelini P., *Ordered intermetallic alloys: an assessment*, Intermetallics 5, 1997, 579-596.
- [11] Skrzypek S.J., Pieniążek J., Binczyk F., Przybyłowicz K., Ratuszek W., *Aluminiowanie stali w proszku z samorzutnego rozpadu wysokoaluminiowego żeliwa*, Hutnik, Wiadomości Hutnicze 7-8, 2004, 425-428.
- [12] Pieniążek J., Skrzypek S.J., Ratuszek W., Binczyk F., *Laserowe przetapianie proszków zawierających stopowe związki międzymetaliczne typu Fe-Al-Me*, materiały konferencyjne XXXII SIM, 2004, 409-416.
- [13] Augustyn-Pieniążek J., Skrzypek S.J., Ratuszek W., *Otrzymywanie warstw powierzchniowych wzbogaconych w aluminium za pomocą dyfuzyjnego aluminiowania*, monografia nt. „Problemy współczesnej techniki w aspekcie inżynierii i edukacji”, 2005, 177-182.
- [14] Augustyn-Pieniążek J., *Właściwości warstw wierzchnich zawierających fazy międzymetaliczne z układu Fe-Al*, praca doktorska, 2008.
- [15] Tasak E., *Metalurgia spawania*, Kraków 2008.
- [16] Skrzypek S.J., *Nowe możliwości pomiaru makro-naprężeń własnych w materiałach przy zastosowaniu dyfrakcji promieniowania X w geometrii stałego kąta padania*, Rozprawy i Monografie 108, Uczelniane Wyd. Nauk.-Dydaktyczne AGH, Kraków 2002.