

## XII Międzynarodowa Konferencja - Electromachining 2015



UNIwersytet Technologiczno-Przyrodniczy  
Wydział Inżynierii Mechanicznej, Zakład Inżynierii Produkcji  
STOWARZYSZENIE INŻYNIERÓW I TECHNIKÓW  
MECHANIKÓW POLSKICH – Koło Uczelniane UTP

85-789 Bydgoszcz, ul. Kaliskiego 7  
tel. (0 52) 340-87-47, fax. (0 52) 340-82-45,  
e-mail: tomasz.paczkowski@utp.edu.pl

## Właściwości i aplikacje powłok węglkowo-ceramicznych nanoszonych elektroerozyjnie

### Properties and applications of the electro-spark deposited tungsten carbide-ceramic coatings

NORBERT RADEK<sup>1</sup>  
KRZYSZTOF ANTOSZEWSKI<sup>2</sup>  
IZABELA PLISZKA<sup>3</sup>  
JURJI SHALAPKO<sup>4</sup>

W artykule przedstawiono wyniki badań właściwości powłok nanoszonych elektroiskrowo. Ocenę właściwości przeprowadzono na podstawie obserwacji mikrostruktury i składu fazowego, pomiarów przyczepności chropowatości i mikrotrwardości oraz badań aplikacyjnych. Badania przeprowadzono wykorzystując elektrody WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, które zostały wytworzone poprzez spiekanie nanostrukturalnych proszków. Przeciwzużyciowe powłoki zostały naniesione elektroiskrowo na próbki ze stali C45 za pomocą urządzenia EIL-8A. Ze względu na swoje właściwości powłoki tego typu mogą być stosowane w ślizgowych węzłach tarcia oraz jako powłoki ochronne.

**SŁOWA KLUCZOWE:** obróbka elektroiskrowa, powłoka, własności

*The paper is concerned with the performance properties of electro-spark deposited coatings. The properties were assessed by analyzing the coating microstructure, X-ray diffraction, bonding strength, roughness, microhardness, and application tests. The studies were conducted using WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> electrodes produced by sintering nanostructural powders. The anti-wear coatings were electro-spark deposited over C45 carbon steel by means of an EIL-8A. These coatings are likely to be applied in sliding friction pairs and as protective coatings.*

**KEYWORDS:** electro-spark deposition, coating, properties

Węglikki spiekane są to cermetale składające się w 70+96% z węglików metali trudnotopliwych (np. wolframu, tantalu, niobu) oraz osnowy wiążącej, która jest zwykle ko-

balt, czasami molibden, nikiel, a niekiedy żelazo. Węglikki spiekane obecnie są bardzo popularne jako materiał do wytwarzania ostrz skrawających, szczególnie w operacjach toczenia i frezowania [1].

Zastosowanie ceramicznych materiałów narzędziowych w porównaniu do węglików spiekanych jest niewielkie, ale ciągle wykazuje dynamikę wzrostu. Według szacunków około 5% ostrzy narzędzi skrawających wykonuje się z tej grupy materiałów. Do najbardziej popularnych materiałów służących do wytwarzania ceramicznych materiałów narzędziowych możemy zaliczyć [2]:

- jednofazowy tlenek glinu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,
- azotek krzemu Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>,
- wielofazowe mieszaniny Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> z twardymi węglkami, azotkami i tlenkami.

Dość interesująco przedstawia się możliwość wytwarzania obróbką elektroerozyjną przeciwzużyciowych powłok węglkowo-ceramicznych, elektrodami wykonanymi metodami metalurgii proszków [3]. Supertwarde powłoki mogą być nanoszone na ostrza skrawające narzędzi, takich jak np. noże tokarskie, frezy, dłutaki czy gwintowniki. Przypuszcza się, że w/w powłoki mogą być z powodzeniem stosowane na elementach maszyn, które pracują w ekstremalnych warunkach np. intensywne zużycie ściernie, obciążenia udarowe.

Dodatkową zaletą zachęcającą do stosowania super twardych powłok elektroerozyjnych jest wątek ekologiczny. Obróbkę elektroerozyjną cechuje brak szkodliwych oddziaływań na środowisko.

<sup>1</sup>dr hab. inż. Norbert Radek (norrad@tu.kielce.pl)

<sup>2</sup>mgr inż. Krzysztof Antoszewski (ktrka@tu.kielce.pl)

<sup>3</sup>mgr inż. Izabela Pliszka (izabelka.luiza@interia.pl)

<sup>4</sup>dr hab. inż. Jurji Shalapko (shalapko@yahoo.com)

Proces osadzania elektroerozyjnego charakteryzują wyładowania impulsowe generowane pomiędzy elektrodą i podłożem [4÷6]. Podczas obróbki elektroerozyjnej następuje jonizacja powietrza do obszarów wysokotemperaturowych i wysokociśnieniowych pól, w efekcie czego następuje tworzenie się stopu. Stopowanie elektroerozyjne jest technologią obróbki powierzchniowej i cechuje się intensywnym dopływem ciepła i bardzo wąską strefą wpływu ciepła (SWC), również przy nakładaniu powłok z trudno topliwych kompozytów [7÷9].

W ramach aktualnie realizowanych badań odniesiono się do obserwacji mikrostruktury i analizy składu fazowego, pomiarów przyczepności, chropowatości i mikrotwardości oraz badań aplikacyjnych powłok węglkowo-ceramicznych.

### Materiały i parametry obróbki

Przedmiotem badań były powłoki nakładane elektrodami WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (85% WC, 10% Co oraz 5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) o przekroju 4 mm x 6 mm metodą elektroerozyjną na próbki wykonane ze stali C45 (chropowatość Ra = 0,42÷0,44 μm). Powłoki nanoszono w osłonie argonu. Charakterystykę proszków stosowanych do wytworzenia elektrod przedstawiono w tabeli 1.

Proces wytwarzania elektrod polegał na mieszaniu nanoproszków WC, Co, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> w odpowiednich proporcjach w mieszalniku Turbula T2C, przez 30 minut. Następnie przygotowano 12 g odważki wymieszanych proszków, które wsypano do otworów grafitowej matrycy. Mieszanki prasowano na gorąco (przepuszczając stały prąd przez grafitową matrycę), wytrzymując proszek przez 3 minuty, w temperaturze 950°C, pod ciśnieniem 40 MPa.

Do nanoszenia powłok elektroerozyjnych użyto urządzenia produkcji ukraińskiej, model EIL-8A. Opierając się na zdobytych doświadczeniach własnych przyjęto następujące parametry nanoszenia powłok elektroerozyjnych:

- napięcie U = 230 V,
- pojemność kondensatorów C = 150 μF,
- natężenie prądu I = 2,4 A,
- czas ekspozycji τ = 2 min/cm<sup>2</sup>.

Tab. 1. Proszki stosowane do wytworzenia elektrod

Proszek	Gatunek	Wielkość cząstek
Co	Extrafine	0,4 μm <sup>(1)</sup>
WC	Superfine	0,2 μm <sup>(1)</sup>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	101B-NS	-22 +45 μm <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> średnia wielkość cząstek zmierzona aparatem Fishera

<sup>(2)</sup> określona metodą analizy sitowej

### Analiza wyników badań

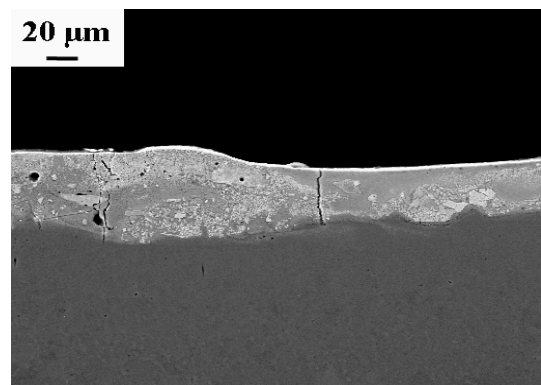
#### ■ Badania morfologii powłok

Do badań mikrostruktury wykorzystano wysokorozdzielczy skaningowy mikroskop Quanta 3D FEG (SEM/FIB), który wyposażony jest między innymi w zintegrowany system EDS/WDS/EBSD.

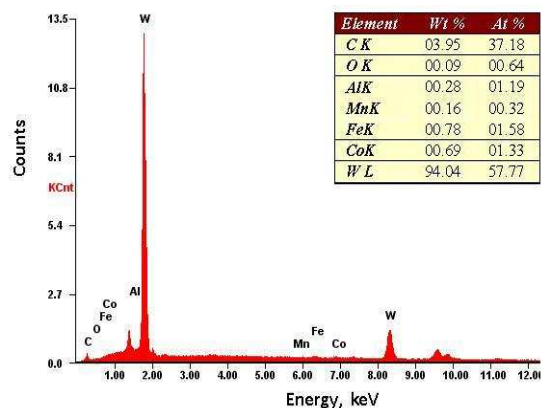
Na przykładowej fotografii (rys. 1) przedstawiono przykładowy widok mikrostruktury powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stopowanej elektroerozyjnie. W oparciu o uzyskane wyniki stwierdzono, że maksymalna grubość powłoki wyniosła 64 μm, natomiast minimalna grubość około 34 μm, natomiast zasięg strefy wpływu ciepła (SWC) w głąb materiału podłoża ok. 23÷31 μm.

Obserwacje mikrostruktury (rys. 1) powłok WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wykazały występowanie niekorzystnych zjawisk w postaci porów i mikropęknięć oraz nierównomierną grubość. Jedną z przyczyn uzyskania nierównomierności grubości powłok było zastosowanie do ich nanoszenia urządzenia o ręcznym posuwie elektrody. Ponadto efekt ten można rozpatrywać od fizycznej strony przebiegu wyładowania elektrycznego między elektrodami. Energia dostarczana w impulsie elektrod powoduje erozję anody (erody) jak i również katody (materiału podłoża). Powłokę tworzy nie tylko stopiony materiał erody, ale również stopiony materiał podłoża w efekcie czego tworzy się tzw. strefa przejściowa.

Przeprowadzona analiza punktowa w górnej części powłok (rys. 2) pokazała dużą intensywność pików pierwiastków wchodzących w skład zastosowanych elektrod. W przypadku powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zawartość W wyniosła około 57,77% at. oraz 39,59% at. C. Ponadto stwierdzono obecność Al (około 1,19% at.) oraz Co (około 1,33% at.).

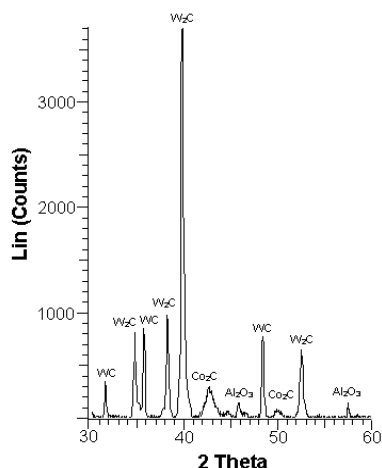


Rys. 1. Mikrostruktura powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Rys. 2. Spektrum EDS powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

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



Rys. 3. Obraz dyfrakcyjny powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Po przeprowadzeniu analizy składu fazowego powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (rys. 3) okazało się, że warstwa wierzchnia powłoki składała się głównie z fazy W<sub>2</sub>C oraz małej domieszki WC, Co<sub>3</sub>C i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Najbardziej intensywne piki pochodzą od fazy W<sub>2</sub>C.

#### ■ Pomiar przyczepności

Pomiary przyczepności i oznaczenie innych symptomów uszkodzenia mechanicznego powłok WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wykonano zgodnie z normą [10]. Badania wykonano przy narastającej sile obciążającej od 0÷200 N i przy następujących parametrach pracy:

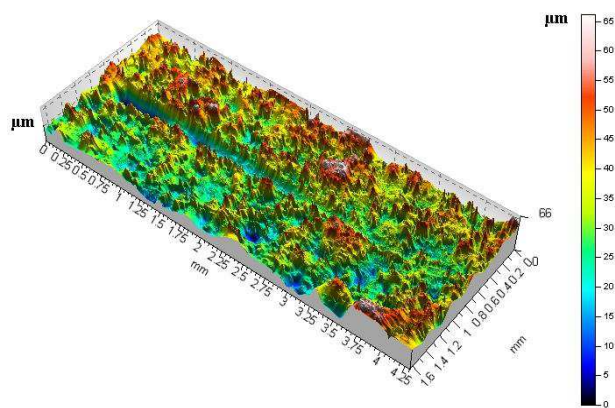
- szybkość wzrostu obciążenia - 39,8 N/min;
- prędkość przesuwu stolika z próbką - 1 mm/min;
- długość rysy - 5 mm;
- stożek diamentowy Rockwella o promieniu zaokrąglenia - 200 μm.

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

Do oceny wartości siły krytycznej służy zapis zmian sygnałów emisji akustycznej i siły stycznej oraz obserwacje mikroskopowe (mikroskop optyczny wbudowany w aparat REVETEST). W przeprowadzonych badaniach wartości sił krytycznych oceniono na podstawie obserwacji mikroskopowych powstałych rys po przejściu penetratora, które odnoszono do przebiegów sygnałów emisji akustycznej. Wyniki badań przyczepności przedstawiono w tabeli 2. Natomiast na rysunku 4 przedstawiono widoki 3D rysy po teście zarysowania. Średnia wartość (z trzech pomiarów) siły krytycznej powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wyniosła 6,33 N.

Tab. 2. Wyniki pomiarów przyczepności powłok

Powłoka	Siła krytyczna [N]			Wartość średnia [N]
	Numer pomiaru			
	1	2	3	
WC-Co-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,42	6,67	4,89	6,33

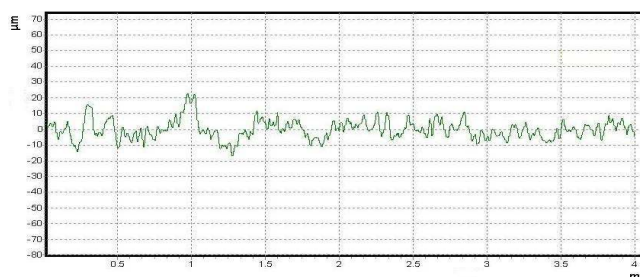


Rys. 4. Widok 3D rysy po teście zarysowania - powłoka WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### ■ Pomiar chropowatości i mikrotwardości

Struktura geometryczna powierzchni wykazuje znaczny wpływ na wiele procesów występujących w warstwie wierzchniej. Problematyce związanej z metodami pomiarów oraz oceną chropowatości i falistości powierzchni poświęconych jest wiele publikacji [11÷13].

Pomiary chropowatości zostały przeprowadzone w Laboratorium Komputerowych Pomiarów Wielkości Geometrycznych Politechniki Świętokrzyskiej za pomocą przyrządu Topo L120 przy wykorzystaniu programu PROFILOMETR. Pomiary chropowatości powłok WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wykonano w dwóch prostopadłych do siebie kierunkach. Pierwszy pomiar był wykonany zgodnie z ruchem przemieszczania się elektrody, natomiast drugi pomiar był prostopadły do ściegów skanujących. Z dwóch pomiarów obliczono wartość średnią parametru Ra dla danej powłoki. Powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> posiadały chropowatość Ra = 6,16÷7,79 μm. Próbkę ze stali C45, na którą nanoszono powłoki miały chropowatość Ra = 0,42÷0,44 μm. Przykładowy wykres pomiarów parametrów mikrogeometrii badanych próbek przedstawiono na rysunku 5.



Rys. 5. Przykładowy wynik pomiarów parametrów mikrogeometrii powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Pomiary mikrotwardości przeprowadzono metodą Vickersa. Mikrotwardość mierzono na mikrotwardościomierzu Microtech MX3 przy obciążeniu 0,4 N, przyłożonym na 15 s. Odciski penetratorem wykonano na zgładach prostopadłych w trzech strefach: w powłoce (białej trudnotrawiącej się, jednorodnej), w strefie wpływu ciepła (SWC), jak również w materiale rodzimym.

Zastosowanie obróbki elektroerozyjnej spowodowało zmiany mikrotwardości w obrabianym materiale. Mikrotwardość materiału podłoża po obróbce elektroerozyjnej wynosiła średnio około 141 HV<sub>0,4</sub> (taka samą wartość mikrotwardości miał materiał w stanie wyjściowym). Nakładając obróbkę elektroerozyjną powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzyskano znaczny wzrost mikrotwardości w stosunku



do mikrotwardości materiału podłoża. Powłoka WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> posiadała średnią mikrotwardość 843 HV<sub>0,4</sub> (nastąpił wzrost mikrotwardości średnio o 498 % w stosunku do mikrotwardości materiału podłoża). Mikrotwardość SWC po obróbce elektroerozyjnej wzrosła o 168 % (powłoka WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) w stosunku do mikrotwardości materiału podłoża.

### Badania trwałości gwintowników

Do badań wybrano gwintowniki wykonane ze stali HSSE (stal szybkotnąca kobaltowa). Badania trwałości wykonano stosując trzy grupy gwintowników: z powłoką TiN naniesioną metodą PVD, z powłoką WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nałożoną obróbką elektroerozyjną oraz gwintownik niepowleczonej żadną powłoką. Powłoki zostały naniesione na części robocze gwintownika.

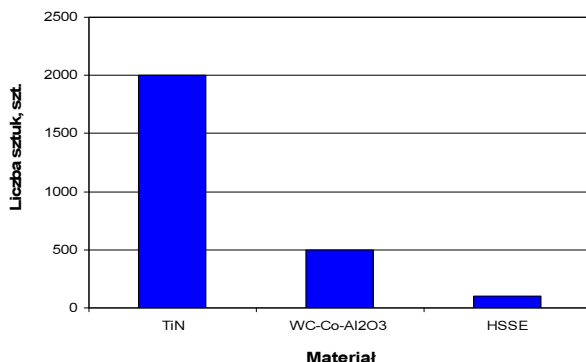
Jako kryterium trwałości części roboczej gwintownika przyjęto postać zużycia ściernego lub wykruszenia materiału.

Testy trwałościowe wykonano na tokarce CNC firmy YD-PM BML-280, która znajduje się w firmie Kiel-inox pod Kielcami. Elementem testowym były mufy ze stali S235JR, które są wytwarzane w w/w zakładzie i stosowane w piecach CO (rys. 6). W czasie operacji gwintowania stosowano płyn obróbkowy EMULKOL PS. Trwałość gwintowników określano liczbą nagwintowanych muf.



Rys. 6. Mufa z wykonanym gwintem

Wyniki badań trwałości gwintowników przedstawia wykres (rys. 7). W wyniku przeprowadzonych badań eksploatacyjnych okazało się, że największą trwałość wykazał gwintownik z powłoką TiN, przy pomocy którego wykonano gwinty w 2000 szt. muf. Gwintownikiem z przeciwzuzyciową powłoką WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wykonano gwinty w 500 szt. muf. Najmniejszą liczbę gwintów (w 100 szt. muf) wykonano gwintownikiem ze stali HSSE (bez powłoki).



Rys. 7. Wykres ilość nagwintowanych muf w zależności od zastosowanego gwintownika

Analiza zużytych części roboczych gwintowników po teście trwałości wykazała dominującą rolę zużycia ściernego.

W mniejszym stopniu występowało wykruszenie bądź wyszczerbienie materiału.

Podsumowując uzyskane wyniki badań można stwierdzić, że gwintownik z naniesioną powłoką WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (obróbka elektroerozyjna) może być stosowany do wykonywania precyzyjnych gwintów na obrabiarkach CNC, choć wykona mniejszą liczbę gwintów w stosunku do gwintownika z powłoką TiN (metoda PVD).

### Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

1. Analizując mikrostrukturę stwierdzono, że grubość powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mieściła się w zakresie 34÷64 μm, natomiast zasięg strefy wpływu ciepła w głąb materiału podłoża ok. 23÷31 μm. Ponadto powłoka posiadała mikropęknięcia oraz pory.
2. Przyczepność powłoki węglkowo-ceramicznej do podłoża była dobra. Średnia wartość siły krytycznej powłoki WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wyniosła 6,33 N.
3. Powłoka WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> naniesiona obróbką elektroerozyjną charakteryzowała się znacznym wzrostem chropowatości Ra w stosunku do chropowatości materiału podłoża. Powłoka WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> posiadała chropowatość Ra = 6,16÷7,79 μm, natomiast chropowatość materiału podłoża wynosiła Ra = 0,42÷0,44 μm.
4. W wyniku obróbki elektroerozyjnej otrzymano powłokę WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o średniej mikrotwardości 843 HV<sub>0,4</sub>, podczas gdy mikrotwardość materiału podłoża (stali C45) wynosiła 141 HV<sub>0,4</sub>.
5. Przeprowadzone w rzeczywistych warunkach pracy badania trwałości części roboczej gwintowników z powłoką WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dowiodły większą ich trwałość (5-krotnie większą) w porównaniu do gwintowników nie pokrytych powłoką.
6. W dalszych etapach badań należy wykonać pomiary naprężeń własnych oraz porowatości powłok WC-Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### LITERATURA

1. <http://www.fanar.pl/katalogi.php>
2. Wysięcki M., Nowoczesne materiały narzędziowe. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1997.
3. Konstany J., Powder metallurgy diamond tools. Elsevier, Oxford 2005.
4. Ho K.H., S.T. Newman S.T., State of the art: electrical discharge machining. Int. J. Mach. Tools Manuf., 43, 1287-1300, 2003.
5. Dibitonto D.D., Eubank P.T., Patel M.R., Barrufet M.A., Theoretical models of the electrical discharge machining process. I-A simple cathode erosion model. Journal of Applied Physics, 66/9, 123-131, 1989.
6. Galinov I.V., Luban R.B., Mass transfer trends during electrospark alloying. Surface and Coatings Technology, 79, 9-18, 1996.
7. Radek N., Determining the operational properties of steel beaters after electrospark deposition. Eksploatacja i Niezawodność, 4, 10-16, 2009.
8. Radek N., Welding technologies in surface engineering. Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej - Monografie, Studia, Rozprawy, M 37, Kielce, 2013.
9. Levashov E.A., Zamulaeva E.I., Kudryashov A.E., Vakaev P.V., Petzhik M.I., Sanz A., Materials science and technological aspects of electrospark deposition of nanostructured WC-Co coatings onto titanium substrates. Plasma Process. Polym., 4, 293-300, 2007.
10. PN-EN 1071-3:2007 Techniczna ceramika zaawansowana - Metody badania powłok ceramicznych, Część 3: Oznaczanie ad-

hezji i innych mechanicznych rodzajów uszkodzeń w próbie zarysowania.

11. Pomiary geometryczne powierzchni. Zarysy kształtu, falistości i chropowatości. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa. 2008.
12. Adamczak S., Normalizacja pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, Cz. 7, Ocena chropowatości i falistości powierzchni. *Mechanik*, 5-6, 526-529, 2005.
13. Adamczak S., Normalizacja pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, Cz. 8, Ocena chropowatości i falistości. Powierzchnie o warstwowych właściwościach funkcjonalnych. *Mechanik*, 8-9, 690-692, 2005.