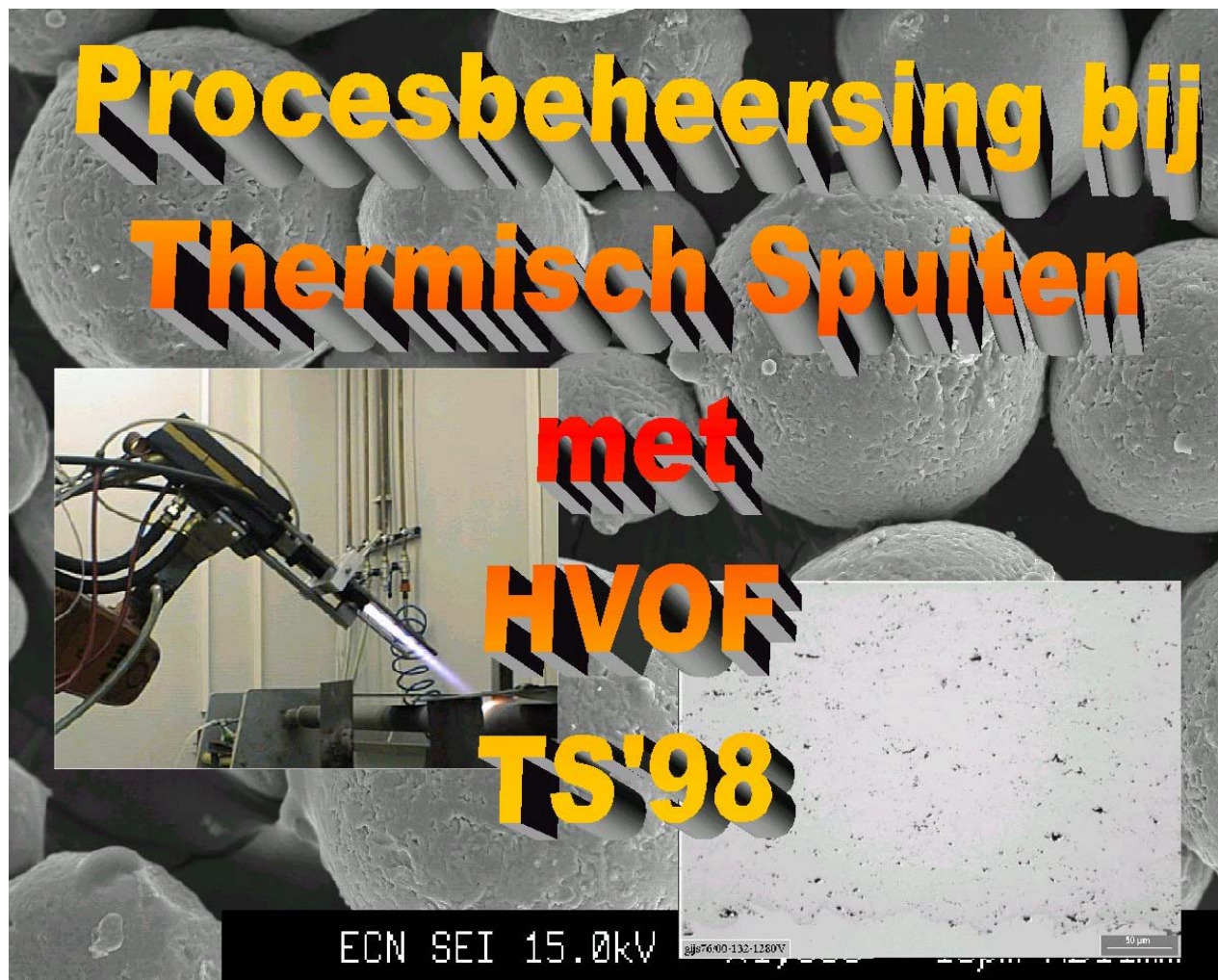




## ***Overkoepelend eindrapport***

Documentnummer TN 02-102

© Vereniging FME-CWM/oktober 2003

Niets uit deze uitgave mag worden verveelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotokopie, microfilm of op welke ander wijze ook zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de uitgever.

Hoewel grote zorg is besteed aan de waarborging van een correcte en, waar nodig, volledige uiteenzetting van relevante informatie, wijzen de bij de totstandkoming van de onderhavige publicatie betrokkenen alle aansprakelijkheid voor schade als gevolg van onjuistheden en/of onvolkomenheden in deze publicatie van de hand.

Vereniging FME-CWM  
afdeling Technische Bedrijfskunde  
Postbus 190, 2700 AD Zoetermeer  
telefoon 079 - 353 11 00 / 353 13 41  
telefax 079 - 353 13 65  
e-mail: pbo@fme.nl

internet: <http://www.fme-cwm.nl>

## Inhoudsopgave

|           |                                                                     |    |                    |                                                             |    |
|-----------|---------------------------------------------------------------------|----|--------------------|-------------------------------------------------------------|----|
| <b>1</b>  | <b>Samenvatting</b>                                                 | 4  | <b>Bijlage 1:</b>  | Projectdeelnemers                                           | 37 |
| <b>2</b>  | <b>Inleiding</b>                                                    | 5  | <b>Bijlage 2:</b>  | Overzicht testprogramma                                     | 38 |
| 2.1       | Regime                                                              | 5  | <b>Bijlage 3:</b>  | Testplan                                                    | 39 |
| 2.2       | Deklaagtype (materiaal)                                             | 6  | <b>Bijlage 4:</b>  | Kenmerken testregime maritiem                               | 40 |
| 2.3       | Substraatmateriaal                                                  | 6  | <b>Bijlage 5:</b>  | Model poederspecificatie / proces-<br>en poederkeuze        | 41 |
| 2.4       | Spuitsysteem                                                        | 6  | <b>Bijlage 6:</b>  | Ranking van deklagen middels ECP<br>test in de werkplaats   | 43 |
| 2.5       | Poeder- en draadtype                                                | 7  | <b>Bijlage 7:</b>  | Stroomschema procedure parameter-<br>optimalisatie          | 44 |
| 2.6       | Gas                                                                 | 8  | <b>Bijlage 8:</b>  | Overzicht technische projectdocu-<br>menten                 | 45 |
| 2.7       | Functionele eigenschappen                                           | 8  | <b>Bijlage 9:</b>  | Literatuur                                                  | 47 |
| 2.8       | Aspect (van de functionele<br>eigenschap)                           | 9  | <b>Bijlage 10:</b> | Enkele verzamelde commentaren uit<br>buitenlandse contacten | 48 |
| <b>3</b>  | <b>Doelstellingen</b>                                               | 11 |                    |                                                             |    |
| <b>4</b>  | <b>Onderzoeksprogramma</b>                                          | 12 |                    |                                                             |    |
| <b>5</b>  | <b>Resultaten fase I - Inventarisatie</b>                           | 13 |                    |                                                             |    |
| 5.1       | Literatuuronderzoek                                                 | 13 |                    |                                                             |    |
| 5.2       | Bestaande kennis en ervaring                                        | 13 |                    |                                                             |    |
| <b>6</b>  | <b>Resultaten fase II - Laboratoriumonderzoek</b>                   | 14 |                    |                                                             |    |
| 6.1       | Ontwikkelen ECP-test                                                | 14 |                    |                                                             |    |
| 6.2       | Ontwikkelen valproef                                                | 15 |                    |                                                             |    |
| 6.3       | Optimaliseren straaltest                                            | 16 |                    |                                                             |    |
| 6.4       | Ontwikkelen buigtest                                                | 17 |                    |                                                             |    |
| 6.5       | Ontwikkelen kwalificatievoorwaarden                                 | 18 |                    |                                                             |    |
| 6.6       | Opstellen procedure voor<br>ingangscontrole van poeders             | 19 |                    |                                                             |    |
| 6.6.1     | Laageigenschappen –<br>functionele eigenschappen                    | 20 |                    |                                                             |    |
| 6.7       | Opstellen procedure voor controle<br>microstructuur                 | 20 |                    |                                                             |    |
| 6.8       | Metten van restspanningen                                           | 20 |                    |                                                             |    |
| 6.9       | Parameteroptimalisatie                                              | 21 |                    |                                                             |    |
| 6.10      | Spuitmethodespecificatie                                            | 23 |                    |                                                             |    |
| <b>7</b>  | <b>Resultaten fase III - Praktijkonderzoek</b>                      | 24 |                    |                                                             |    |
| 7.1       | HT Praktijktesten                                                   | 24 |                    |                                                             |    |
| 7.2       | LT Praktijktesten                                                   | 26 |                    |                                                             |    |
| 7.3       | Kwaliteitspelen                                                     | 27 |                    |                                                             |    |
| 7.3.1     | Leermomenten kwaliteitspelen                                        | 28 |                    |                                                             |    |
| <b>8</b>  | <b>Resultaten fase IV - Technische en<br/>economische evaluatie</b> | 31 |                    |                                                             |    |
| 8.1       | De HVOF techniek                                                    | 31 |                    |                                                             |    |
| 8.2       | Poederkeuze                                                         | 31 |                    |                                                             |    |
| 8.3       | Substitutie van andere lagen                                        | 31 |                    |                                                             |    |
| 8.4       | Levensduur                                                          | 32 |                    |                                                             |    |
| <b>9</b>  | <b>Platform</b>                                                     | 33 |                    |                                                             |    |
| 9.1       | Kennisoverdracht uit TS-98                                          | 33 |                    |                                                             |    |
| 9.2       | Normering                                                           | 34 |                    |                                                             |    |
| <b>10</b> | <b>Flankerende projecten</b>                                        | 35 |                    |                                                             |    |
| 10.1      | IOP Oppervlakte technologie                                         | 35 |                    |                                                             |    |
| 10.2      | Elektrisch draadsputten van aluminium<br>en zinklegeringen          | 35 |                    |                                                             |    |
| <b>11</b> | <b>Conclusie</b>                                                    | 36 |                    |                                                             |    |

## Hoofdstuk 1

### Samenvatting

Het samenwerkingsproject "Procesbeheersing bij Thermisch Spuiten met HVOF (werktitel: Thermisch Spuiten – TS-98) omvatte 4 fasen:

- I inventarisatie
- II laboratoriumonderzoek
- III praktijkonderzoek aan voorbeeldproducten
- IV economische en technische evaluatie.

**Fase I** is afgesloten met een rapport met daarin een overzicht van de beschikbare HVOF spuitprocessen en hun kenmerken, de mogelijke invloed van spuitparameters op de functionele eigenschappen en specifieke informatie over materialen en de parameters waar ze mee verwerkt moeten worden en methoden voor het testen van opgespoten lagen.

**Fase II** omvatte twee deelstudies. *Fase II.1* leverde inzicht in de relatie tussen spuitparameters en functionele eigenschappen op grond van de resultaten van fase I en een 'Design of Experiment' (DoE). *Fase II.2*, die hierop aansloot, onderzocht mogelijkheden voor optimalisatie voor een aantal concrete coatingtypen met verschillende uitdagende toepassingen voor ogen. Voor de optimalisaties werden (verkorte) DoE trajecten gebruikt.

Het resultaat van fase II is in **fase III** gebruikt voor een serie praktische onderzoeken en ook deze fase bestond uit twee deelstudies. In *fase III.1* zijn geoptimaliseerde coatings onder praktijkcondities aan drie typen agressieve procesmilieu's blootgesteld: maritiem, sterk zuur en rookgas van vuilverbranding. In *fase III.2* is de haalbaarheid van spuitmethodekwalificatie onderzocht aan de hand van een viertal rollenspelen tussen spuiters en gebruikers van thermisch gespoten coatings. Een vijfde rollenspel met elektrisch draadspuiten werd gerealiseerd in een flankerend project. Voor de rollenspelen waren met name de nieuwe testen en de verworven inzichten uit de DoE's van belang.

Om het proces tussen klant en leverancier te kunnen optimaliseren, werden de rollenspelen gericht op het verwerven van praktisch inzicht. Niet met op het oog op het realiseren van een compleet systeem voor kwaliteitsborging, maar wel bedoeld om de fundamenteën hiervoor aan te dragen. Anders dan bijvoorbeeld bij lassen bestaat er voor de productie van thermisch gespoten deklagen nog geen vaste methode voor proces- of productkwalificatie. Alleen zogenaamde "Original Equipment Manufacturers" (OEM) in de luchtvaart en de automobiellindustrie hanteren dergelijke systemen, maar deze zijn per OEM verschillend en veelal beschermd. Niet alleen is de relatie tussen de grote hoeveelheid stuurbare procesparameters en de eigenschappen van een coating bij Thermisch Spuiten bij Nederlandse bedrijven relatief onbekend, ook ontbreken goede in de werkplaats bruikbare methoden voor proces- en afnamecontrole. Om deze reden zijn in fase II van TS-98 ook enkele in de werkplaats van de spuiters bruikbare methoden voor kwaliteitsonderzoek ontwikkeld, waarvan een Elektrochemische Porositeit Test (ECP-test) en een Evolvente Buigtest de belangrijkste zijn.

De uitvoering van het onderzoek in fase III van TS-98 werd nauwlettend gevolgd door een werkgroep, waarin de volgende bedrijven/organisaties waren vertegenwoordigd:

- Philips
- Hydraudyne
- Bouwdienst RWS
- Technisupport
- Corus
- Koninklijke Marine
- Revamo
- AGA Gas
- TNO Industrie locatie Den Helder
- Mechanische Industrie Habets
- Hoek Loos
- TNO Industrie locatie Apeldoorn
- Stork Surface Technology
- Praxair TAFE
- ECN
- Stork FDO
- Sulzer Metco
- TU-Eindhoven
- H.C. Starck
- Bureau PMP
- Akzo Nobel
- OSU Maschinenbau GmbH

Verder is via de werkgroep en de stuurgroep kennis uitgewisseld met het IOP Oppervlaktetechnologie (project IOT 96003), met buitenlandse instellingen waaronder de Gemeinschaft Thermisches Spritzen (GTS), de Universiteit van Aken en de Thermal Spray Society van ASM International, alsmede met een flankerend project zich bezig houdende met het elektrisch draadspuiten van aluminium- en zinklegeringen.

Voor een overzicht van de projectdeelnemers wordt verwezen naar bijlage 1. Bijlagen 2 en 3 geven een overzicht van het programma. De inleiding beschrijft de achtergrond van het project en geeft aan waar de resultaten van het project zijn te vinden.



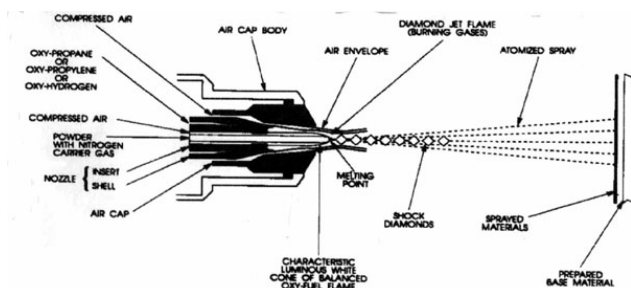
figuur 1.1 Eén van de traditionele en meest spectaculaire processen, waaraan de ontwikkelingen van TS-98 hebben toegevoegd

## Hoofdstuk 2

### Inleiding

In de metaalverwerkende industrie, met name in de maritieme sector, de procesindustrie en de energie-technologie is de behoefte aan hoogwaardige deklagen de laatste jaren sterk toegenomen. Verbetering van betrouwbaarheid, rendement en levensduur van producten en apparatuur speelt hierbij een belangrijke rol, evenals de te bereiken vermindering van de milieubelasting. Meer specifiek gaat de belangstelling uit naar de toepassing van hoogwaardige corrosiebestendige en slijtvaste deklagen.

In de afgelopen jaren is een nieuwe groep spuittechnieken tot ontwikkeling gekomen voor deze typen deklagen onder de verzamelnaam HVOF (High Velocity Oxygen Fuel), zie figuur 2.1. Hiermee kunnen van een aantal technisch zeer interessante materialen, deklagen worden vervaardigd met een zeer hoge kwaliteit en een dichtheid van nagenoeg 100%. Een probleem bij de toepassing van deze nieuwe spuittechnieken is dat er, ten onrechte, nog geen volledig vertrouwen bestaat ten aanzien van de kwaliteit en de reproduceerbaarheid van de geproduceerde deklagen.



figuur 2.1 Algemeen schema van het HVOF proces

Daarom werd in 1998 een samenwerkingsproject opgezet met als doelstelling het leggen van een stevige basis voor proces- en productkwalificatie. In tegenstelling tot bijvoorbeeld de lastechniek, beschikt men bij thermisch spuiten nog niet over een algemeen aanvaarde methode hiervoor. Naast kennis van speciale statistische technieken als 'Design-of-Experiment – DoE' voor snelle parameteroptimalisatie, ontbraken in de werkplaats bruikbare methoden voor productie- en afnamecontrole. Het project diende daarom te voorzien in het ontwikkelen van geschikte testen en het onderzoeken van de haalbaarheid van een vorm van spuitmethodespecificatie.

De economische en technische voordelen van deze hoogwaardige thermisch gespoten deklagen zijn vele. Teneinde deze voor de metaalverwerkende industrie bereikbaar te maken, werd een sterk op de praktijk gericht project opgezet, met als doel op overtuigende wijze aan te tonen, dat de vermeende poreusheid van thermisch gespoten lagen met de HVOF techniek beheersbaar kan worden opgeheven. Dit zou moeten leiden tot deklagen die niet alleen zeer slijtvast zijn, maar ook corrosievast. Voor ogen stond dit bewijs te leveren op basis van uitdagende applicaties, waaronder langdurige expositie in maritieme omgeving, in de vuurhaard van vuilverbrandingsinstallaties en in sterk zure procesmilieus. De resultaten van dit onderzoek

zullen dan ook een lans breken voor de toepassing van thermisch gespoten lagen.

Het onderzoeksprogramma was gericht op het verbeteren van de procesbeheersing door deze te optimaliseren en uiteindelijk in specificaties vast te leggen. Dit werd primair uitgevoerd voor de HVOF spuittechniek, maar tevens werd voor relevante aspecten de bruikbaarheid bij het elektrisch draadspuiten getoetst. De filosofie die hierbij werd gehanteerd was zoveel mogelijk gebruik te maken van bestaande kennis en ervaring door deze eerst in kaart te brengen. Daarna werd de ontbrekende kennis over de invloed van de spuitparameters aangevuld met onderzoek en vervolgens gebruikt om de functionele eigenschappen, corrosiebestendigheid en slijtvastheid van de deklagen te optimaliseren. Tenslotte werd het resultaat overgedragen aan de industrie in een serie praktijksimulaties, die een aanzet geven voor spuitmethodespecificatie.

Het project: "Procesbeheersing bij thermisch spuiten met HVOF", werktitel: "Thermisch Spuiten – TS-98" telde 4 fasen:

- Fase I: inventarisatie.
- Fase II: laboratoriumonderzoek.
- Fase III: onderzoek aan voorbeeldproducten in de praktijk.
- Fase IV: economische en technische evaluatie.

Dit rapport geeft een kort overzicht van de resultaten die per fase werden bereikt. De details liggen vast in een serie achterliggende rapporten, die echter met uitzondering van:

- Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen (doc. nr. TN 02-96);
- Model Procesbeschrijving (doc. nr. TN 02-98);
- Voorbeeld van een Procesbeschrijving (doc. nr. TN 02-101);

alleen voor de sponsors van dit project toegankelijk zijn.

Het onderzoeksgebied was zeer breed zodat om redenen van tijd en geld beperkingen moesten worden aangebracht:

- (a) Het aantal te onderzoeken variabelen is dermate groot dat niet voor elke variabele een volledig testprogramma mogelijk was.
- (b) De behoefte aan testen is in stappen afgeleid, waarbij achtereenvolgens de volgende projectvariabelen zijn bekeken:
  1. regime
  2. deklaagtype (materiaal)
  3. substraatmateriaal
  4. spuitsysteem
  5. poeder- en draadtype
  6. gas
  7. functionele eigenschap
  8. aspect (van de functionele eigenschap)

In de volgende paragraaf worden de projectvariabelen toegelicht.

### 2.1 Regime

Er werden 3 testregimes onderscheiden:

- Lage temperatuur (maritiem). De kenmerken voor dit regime zijn weergegeven in bijlage 4.
- Lage temperatuur (sterk zuur). Gekozen is voor exposeren in condensaat van rookgassen van vuilverbranding die een zeer agressief zuur mengsel vormen met grote hoeveelheden HCl, en in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. (pH ca. 0-1). Dit milieu is o.a. relevant voor de fabricage van kunststofvezels. In deze omgeving is naast corrosie ook abrasieve of adhesieve slijtage te verwachten.

- Hoge temperatuur (vuilverbranding). Kenmerkend zijn de hete verbrandingsgassen in de vuurhaard van een vuilverbrandingsinstallatie, waarin voornamelijk (een combinatie van) oxidatie en corrosie door chloriden en sulfiden te verwachten is. Daarnaast treedt erosie op. De metaaltemperatuur ligt echter aanzienlijk lager dan de rookgastemperatuur.

## 2.2 Deklaagtype (materiaal)

De testen zijn uitgevoerd op een beperkt aantal materiaaltypen (zie tabel 2.1).

Deze materialen zijn gekozen aan de hand van de resultaten van fase I en omdat ze voor de productie representatief zijn voor een brede groep. Zo hebben veel nikkelbasissuperlegeringen ongeveer dezelfde moeilijkheidsgraad als Inconel 625. Bovendien zijn de gekozen materialen verkrijgbaar in meerdere vormen (verschillende typen poeder en draad). De materialen waren afkomstig van Sulzer Metco, Praxair TAFE, H.C. Starck en OSU Maschinenbau.

*Noot: De (plasmagespoten) keramische toplagen ondergingen geen verdere ontwikkeling. Ze waren echter noodzakelijk omdat ze als lagen voor bescherming tegen slijtage invloed hebben op de corrosiebestendigheid en de hechting van het gehele systeem.*

## 2.3 Substraatmateriaal

De substraatmaterialen die in het project voor een bepaald regime zijn gekozen, zijn aangegeven in tabel 2.2.

tabel 2.2 Gekozen substraatmaterialen

| Temperatuurgebied | Milieu              | Substraat                                        |
|-------------------|---------------------|--------------------------------------------------|
| Laag              | Maritiem (zeewater) | C-staal, type C45<br>AISI316L<br>Monel alloy 400 |
|                   | Sterk zuur          | C-staal type C45                                 |
| Hoog              | Verbrandingsgassen  | St. 35.8<br>15Mo3                                |

De substraatmaterialen werden geleverd door ECN, Revamo, Mechanische Industrie Habets, TechniSupport, Akzo Nobel, AVR-Rotterdam, AVR-Avira, Essent VAM, Stork Aludra en Stork Industry Services Zuidoost.

tabel 2.1 Materiaaltypen gekozen voor de deklagen

| Temperatuurgebied | Milieu                               | Deklaagtype (materiaal)                                                                                                                                 | Bewerking         |
|-------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| Laag              | Maritiem (zeewater)                  | Ni-CrMoFeNb 21 9 4 (~Inconel 625)<br>Ni-Cr20 + Cr2O3<br>WC-CoCr 10 4                                                                                    | Onbewerkt/Schuren |
|                   | Sterk zuur                           | Ni-Cr20 + Cr2O3                                                                                                                                         | Slijpen           |
| Hoog              | Verbrandingsgassen (vuilverbranding) | Ni-CrMoFeNb 21 9 4 (~Inconel 625)<br>Cr-Ni 20<br>Cr-Ni 50<br>Fe-CrCMnBSi 28 5 1 (draad)<br>Fe-CrNiMoBCuSi 32 25 4<br>Fe-CrBSi 44 6<br>Fe-CrSi (draad) * | Onbewerkt/Slijpen |

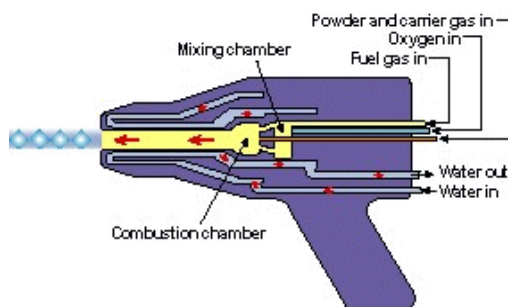
\* Dit betrof een experimentele draad voor toepassing bij vuilverbranding, waarvan de samenstelling nog niet was vrijgegeven.

## 2.4 Spuitsysteem

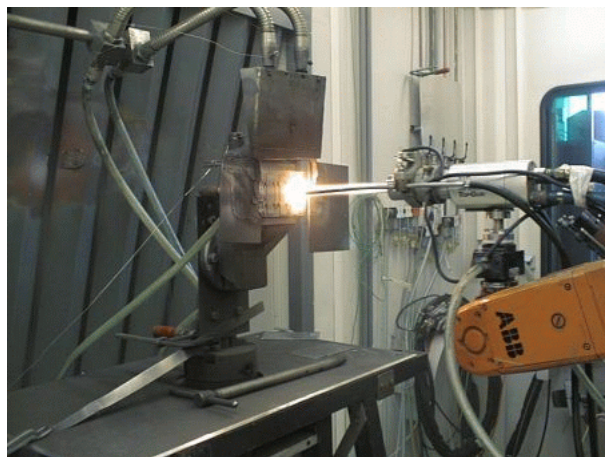
In het project is gewerkt met vier verschillende HVOF systemen, te weten:

- TopGun (zie figuren 2.2 en 2.3);
- JP5000 (zie figuren 2.4 en 2.5);
- DiamondJet (zie figuur 2.6);
- DiamondJet HybridCap (zie figuren 2.7 en 2.8).

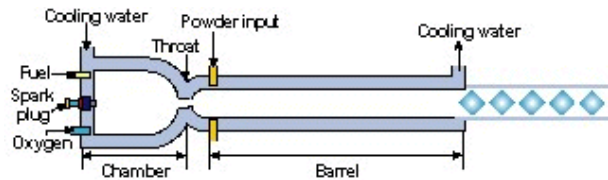
Voor de parameterontwikkeling en optimalisatie is gewerkt met de bij ECN aanwezige TopGun en JP5000. Het werken met de voor ECN nieuwe JP5000 werd ondersteund met kennis en ervaring van Praxair TAFE en Philips. Met de verkregen ervaring werden applicaties en proefstukken gespoten bij Revamo B.V. en Stork Aludra B.V. als vertegenwoordigers van de industrie.



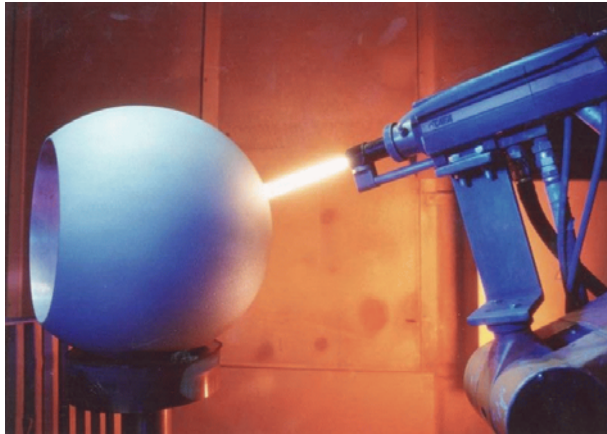
figuur 2.2 Inwendig schema van de TopGun waarmee in fase II van het onderzoek werd begonnen



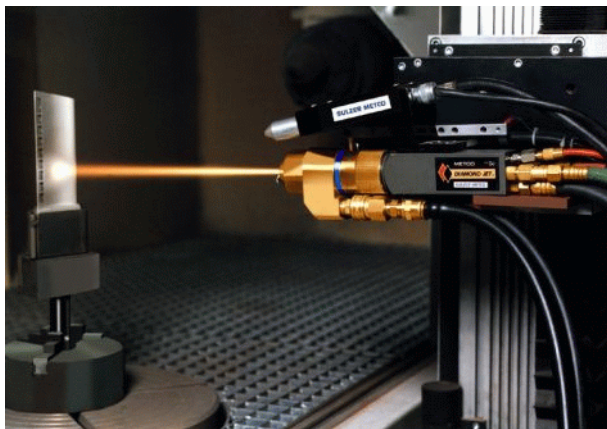
figuur 2.3 Met TopGun spuiten van Almen strips voor het restspanningsonderzoek



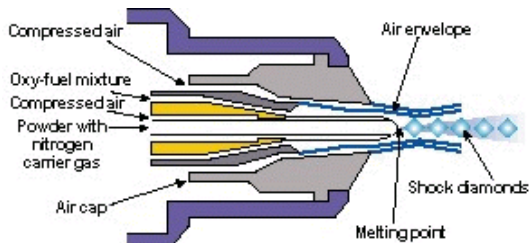
figuur 2.4 Inwendig schema van de JP5000 waarmee in fase II onderzoek werd gedaan



figuur 2.5 Spuiten van een bolklep met de JP5000



figuur 2.6 Met DiamondJet spuiten van een turbineschoep



figuur 2.7 Inwendig schema van de DiamondJet met Hybrid Cap, die in fase III van het project werd gebruikt



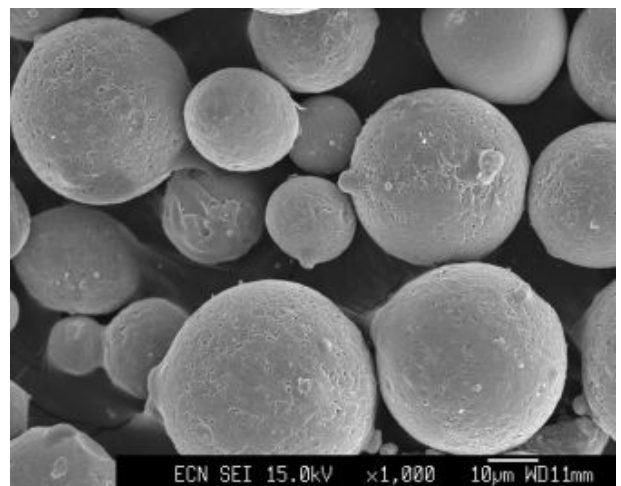
figuur 2.8 Met de DiamondJet Hybrid Cap spuiten van de lagerplaats van een waaiers

Het verificatie-onderzoek met elektrisch draadspuiten werd uitgevoerd door Revamo op de Smartarc en door OSU Maschinenbau. met hun G35/32-LD/U3 en G60/5-LDU3.

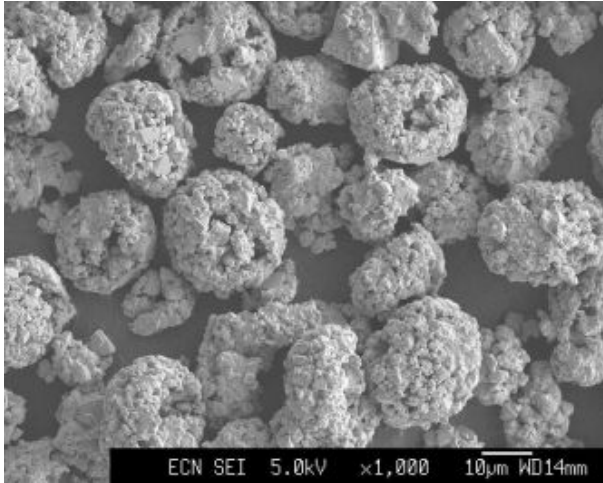
## 2.5 Poeder- en draadtype

De vorm en de korrelgrootteverdeling bleken bepalende factoren die voor de beheersing van de functionele eigenschappen nauwere afbakening behoefden. Hierin werd in het programma voorzien door verschillende varianten te bekijken, en het formuleren van een (theoretische) ideale poederformule. Hierop aansluitend werd een modelspecificatie ontwikkeld, die in staat stelt om, met inachtneming van de economische beperkingen, poeder voor HVOF in te kopen, die zo dicht mogelijk bij de ideale formule ligt. De modelspecificatie is te vinden in bijlage 5. Na een eerste oriëntatie is door de in het project betrokken poederleveranciers meegewerkt aan het beschikbaar stellen van op deze basis geoptimaliseerde poeders (zie figuren 2.9 t/m 2.12 voor enkele voorbeelden van poeders).

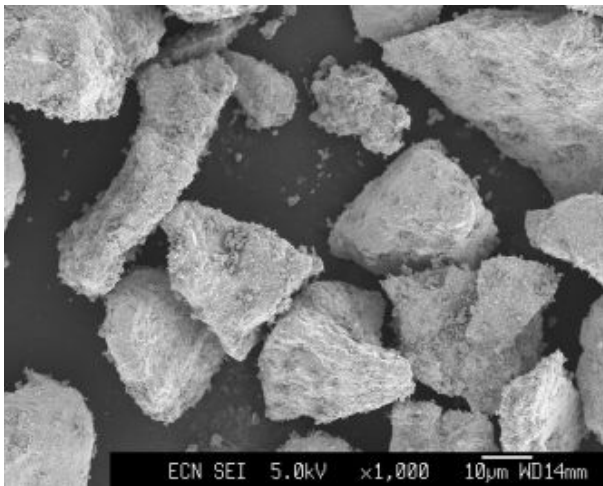
Het poeder voor de plasmagespoten toplaag, dat voor sommige testen werd gebruikt, was de gebruikelijke handelskwaliteit en werd niet geoptimaliseerd. De draden voor het elektrisch draadspuiten (zie figuur 2.13) behoefden geen aanpassing. Hier kon worden vertrouwd op normen.



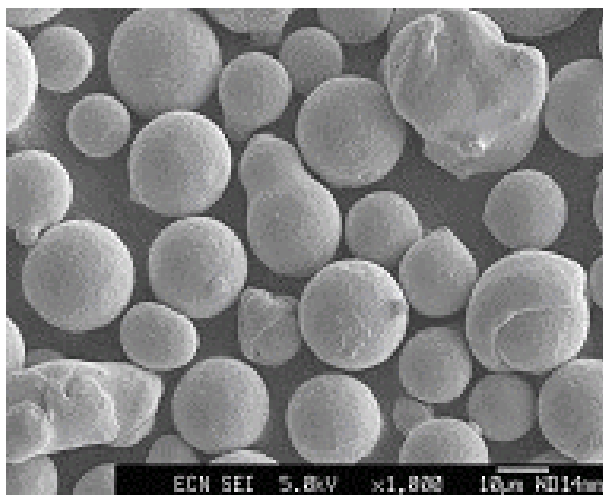
figuur 2.9 REM opname poeder Fe-CrNiMoBCuSi 32 24 4, gasverstoven



figuur 2.10 REM opname poeder WC-CoCr 10 4, geagglomereerd en gesinterd



figuur 2.11 REM opname poeder WC-CoCr 10 4, gesinterd en gebroken



figuur 2.12 REM opname poeder Inconel 625, gasverstoven

## 2.6 Gas

In dit project werd alleen gespoten met door de betreffende poederleverancier aanbevolen gassen. Waren er voor een gegeven poeder meer gassen mogelijk, dan koos de werkgroep het gas, daarbij geadviseerd door de beide deelnemende gasleveranciers Hoek Loos en AGA.



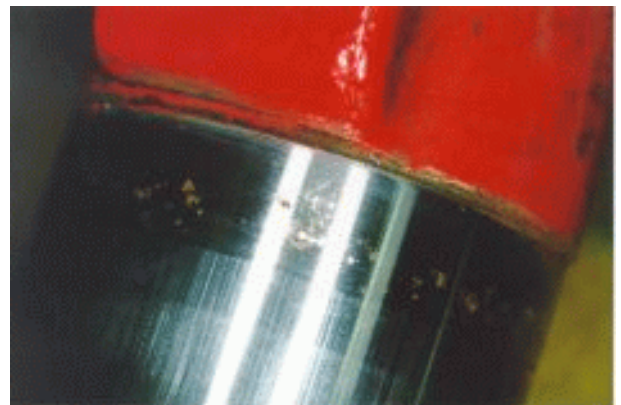
figuur 2.13 Draden voor thermisch spuiten

## 2.7 Functionele eigenschappen

Binnen dit project wordt aandacht besteed aan drie functionele eigenschappen:

- corrosievastheid (figuur 2.14);
- slijtvastheid (figuren 2.15 en 2.16);
- hechting (figuur 2.17).

Afhankelijk van het toepassingsregime is één van deze eigenschappen als dominant gesteld. De functionele eigenschappen zoals hier genoemd, zijn nogal breed van betekenis en daardoor slecht toegankelijk voor testen. Voor de procesbeheersing was het echter erg belangrijk om op de uitkomst van testen te kunnen anticiperen. Daarom werden de testen gericht op één of meer betekenisvolle aspecten van een functionele eigenschap.



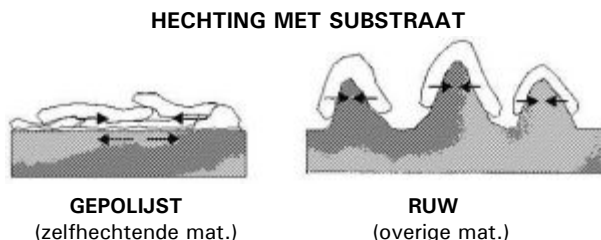
figuur 2.14 Corrosieschade aan het verchroomde oppervlak van een hydraulische zuigerstang



figuur 2.15 Plunjer brandstofpomp dieselmotor met vreetverschijnselen (abrasie)



figuur 2.16 Erosiepatroon op de wand (NiCu legering, Werkstoffnr. 2.4360) van een afgestreekte film verdamper



figuur 2.17 Schema van hechtvormen bij thermisch spuiten. Ingesmolten lagen hebben een metallurgische binding, de overige voornamelijk een mechanische verankering, doordat de coatingdeeltjes zich vastkrimpden op de ruwheidstoppen

## 2.8 Aspect (van de functionele eigenschap)

### Corrosievastheid

Van de gekozen deklaagmaterialen mag binnen de gekozen regimes worden aangenomen, dat ze qua chemische samenstelling principieel voldoende corrosiebestendig zijn als ze dicht zijn, zodat de **dichtheid** de bepalende factor is (zie ook figuur 2.18). Deze aanname is, met name voor de agressievere regimes, formeel niet juist. Voor de dichtheidmetingen is aanvankelijk alleen het gebruik van zeewater voorzien.

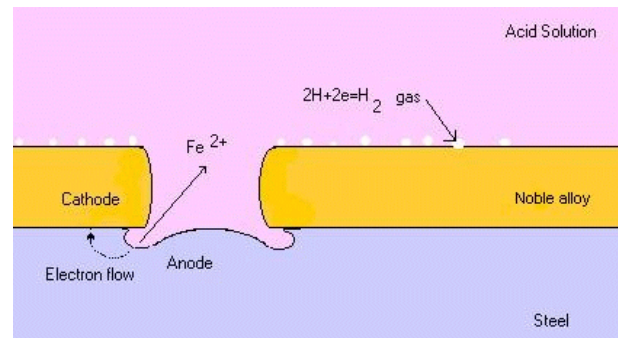
Naast de dichtheid zijn ook de **hardheid** (brosheid, scheurgevoeligheid) en **microstructuur** (vrijheid van defecten, homogeniteit, enz.) beoordeeld als aspect van de corrosievastheid.

### Slijtvastheid

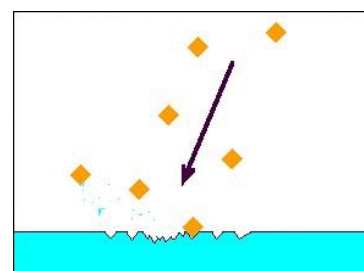
Van de vele slijtmodi werden in het project alleen **abrasie** en **erosie** (zie figuur 2.19) bekeken. Inmiddels is duidelijk, dat naast de slijtmodus ook de **hardheid** (brosheid, uitbrokkelgevoeligheid) en de **microstructuur** (vrijheid van defecten, homogeniteit, enz.) aspecten van de slijtvastheid zijn. Voor onderzoek waarbij de slijtvastheid geen primaire functionele eigenschap was, werden de spuitparameters zo gekozen, dat deze eigenschappen niet meer dan acceptabel (en beheersbaar) voor de toepassing achteruit gingen.

### Hechting

Alhoewel deze eigenschap op zichzelf al onderzoek verdient, lag het niet in de bedoeling specifiek onderzoek naar hechting te doen. Dit is alleen al het gevolg van de internationaal bestaande verschillen van inzicht



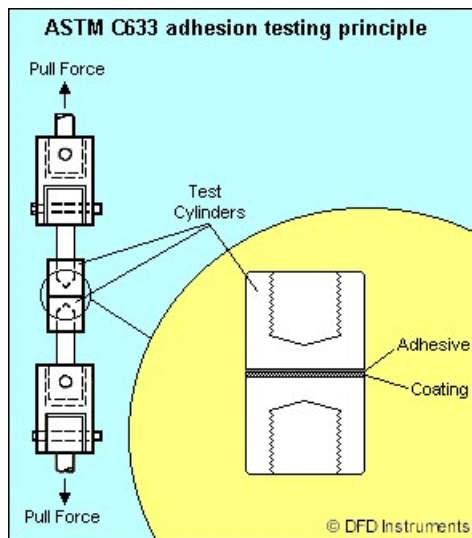
figuur 2.18 Een poreuze edele coating op staal, die is ondergedompeld in een elektrisch geleidende, zure oplossing, vormt een corrosiecel, die werkt als een batterij. De opgewekte stroom loopt van de edele laag naar het staal en zoekt daarbij de weg met de minste weerstand. De stroom gaat terug via de coating door elektrisch geladen deeltjes (ionen) in de oplossing. Het staal, dat de laagste negatieve potentiaal heeft, lost op en wordt anode genoemd. De edele laag heet dan kathode. In een dergelijk zuur wordt de waterstof, die vrijkomt als het ijzer oplost, afgezet op het oppervlak van de kathode en als de concentratie groeit, kunnen er twee dingen gebeuren. De corrosie van het staal vermindert door de vorming van een tegenwerkende waterstofelektrode, d.w.z. de cel wordt gepolariseerd, of de waterstof ontwikkelt zich verder als gasbellen die ontsnappen met als resultaat dat de corrosie blijft doorgaan. In het eerste geval zal de corrosie worden versneld door blootstelling aan oxiderende elementen (bijvoorbeeld lucht) die de waterstof van de kathode binden. De grootte van de kathode ten opzichte van de anode is belangrijk, bijvoorbeeld een RVS klinknagel in een grote staalplaat wordt snel gepolariseerd en daardoor is de corrosie van de plaat gering. Aan de andere kant heeft een grote kathode gekoppeld aan een kleine anode het tegenovergestelde effect, waarbij de anode snel wordt aangetast. Als de coating geen gaatjes bevat en edel (chemisch voldoende 'sterk') is, stopt de corrosie.



figuur 2.19 Erosie wordt veroorzaakt door een gas of een vloeistof, al dan niet vaste deeltjes bevattend, die met kracht inslaat op een oppervlak. Wanneer de hoek van inval klein is, lijkt de slijtage sterk op abrasie. Wanneer de hoek van inval loodrecht op het oppervlak is, wordt het materiaal plastisch vervormd of losgeslagen door brosse breukjes

over hoe in een test de hechting eenduidig kan worden bepaald. Daar staat tegenover dat de genormeerde test volgens ASTM C633, met name voor HVOF lagen, nogal wat bezwaren kent. In de praktijk is het vaak alleen noodzakelijk te weten of de instellingen voor een optimale corrosiebestendigheid of slijtageweerstand voldoende hechting opleveren. Dit is ook het uitgangspunt voor parameterontwikkeling en optimalisatie geweest.

Het resultaat van fase I gaf als een belangrijk aspect voor de hechting de restspanningen. In de eerste fase van het IOP Oppervlaktetechnologie zijn de diverse meetmethoden hiervoor op een rij gezet<sup>1)</sup> (zie ook figuur 2.20). Onderzoek naar de invloed van restspanningen was binnen project TS-98 echter niet voorzien, maar het belang werd groot genoeg geacht om oriënterend restspanningsmetingen uit te voeren tijdens de parameterontwikkeling en optimalisatie. Als methode werd gekozen voor de 'Almen Gage', omdat deze zich ook zou lenen voor gebruik 'in-het-veld'. De testplaatjes (naar de uitvinder, Almen strips genoemd) worden gebruikt bij het kogelstralen (shot peenen) voor het instellen van het proces. De methode is beschreven in normen<sup>2)</sup> en inmiddels is ook in het buitenland onderzoek gedaan naar de bruikbaarheid<sup>3)</sup>.



figuur 2.20 Schematische voorstelling van de 'Tensile Adhesion Test (TAT) volgens ASTM C633

Fase I leerde dat bijzondere aandacht moest worden gegeven aan de oppervlaktegesteldheid van het substraat. Vastgesteld is dat HVOF spuiten een metalische hechting oplevert, waarbij verruwing van het oppervlak negatief zou kunnen werken. Gritten zou dus een tegengesteld effect kunnen hebben, maar de literatuur is over dit effect nog sterk verdeeld. De voorbewerking werd daarom als een variabele in de parameterstudie opgenomen.

1) **M.F.J. Koolloos**

Het meten van spanningen in thermisch gespoten lagen (literatuurstudie), IOT 94002, TNO rapport MI-95-00375, dec. 1995

2) O.a.: Test strip, Holder and Gage For Shot Peening, SAE J442, aug. 1997 / Procedures for Using Standard Shot Peening Test Strip, SAE J443, jun. 1984 / Calibration System Requirements MIL-STD 45662a, 1988.

3) **J.-J. Han, R. Knight and L.S. Schadler**

Residual stresses in HVOF-sprayed  $\text{Cr}_3\text{C}_2/\text{NiCr}$ -coatings, Proc. UTSC 99 Düsseldorf, pag. 771-776.

## Hoofdstuk 3

### Doelstellingen

De hoofddoelstelling van het project was het verbeteren van de reproduceerbaarheid van de HVOF-spuittechnieken. Te bereiken door optimalisatie van de procesbeheersing in relatie tot de kwaliteit en vooral de constantheid van de kwaliteit van de vervaardigde corrosie- en slijtvaste deklagen.

Daarvan afgeleide doelstellingen waren:

1. Het verbeteren van het inzicht in de invloed van een aantal procesvariabelen (poeder, gassamenstelling, spuitparameters) bij HVOF-spuiten op de mechanische eigenschappen en de slijtage- en de corrosie-eigenschappen van de lagen.
2. Het optimaliseren van HVOF-gespoten lagen met betrekking tot de corrosiebestendigheid in maritiem milieu, in agressieve procesvloeistoffen en bij hoge temperatuur. Een belangrijk aspect van dit gedeelte van het onderzoek zal zijn ernaar te streven om tot dichte gespoten deklagen te komen.
3. Een aanzet te geven tot een systeem van spuitmethodespecificatie en het doen van aanbevelingen voor afnametesten.
4. Samen te werken met buitenlandse instellingen werkzaam op dit terrein.



figuur 3.1 Sluisdeur met  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  beklede hydraulische stang

## Hoofdstuk 4

### Onderzoeksprogramma

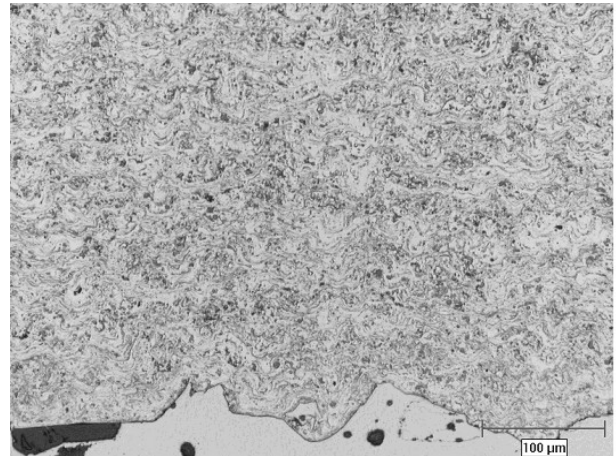
Het onderzoek wordt gericht op een aantal applicatiegebieden. Deze omvatten in alle gevallen deklagen die zowel corrosiebestendig als slijtvast zijn. De projectfasen waren zo ingericht, dat eerst een overzicht van bestaande kennis en ervaring werd verkregen, waarna volgende fasen hierop konden inhaken met het ontwikkelen van ontbrekende kennis en testen en vervolgens het geheel toe te passen in een serie praktijkonderzoeken. Het project werd afgesloten met een serie praktijkaanbevelingen.

Een punt van bijzondere aandacht voor de definitie van het onderzoeksprogramma was, dat uit het onderzoek van fase I bleek, dat een deel van de testen voor de aspecten van § 2.8 nog moest worden ontwikkeld. Omdat enerzijds de parameterontwikkeling niet kon wachten tot deze testen beschikbaar zouden zijn, maar anderzijds de resultaten van deze testen nodig waren voor zowel de parameterontwikkeling als de optimalisatie, werd dit project gekenmerkt door een relatief groot projectrisico. Dit werd echter met succes opgevangen door tijdens de ontwikkeling van de testen met oriënterende proeven steeds na te gaan of:

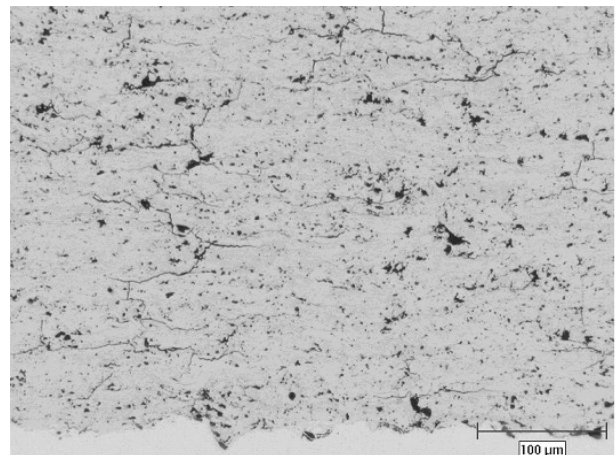
- (a) het doel van de testontwikkeling binnen de gestelde randvoorwaarden nog steeds haalbaar lijkt, waarbij zo nodig de randvoorwaarden in overleg worden bijgesteld;
- (b) (het aspect van) de functionele eigenschap ongeveer op het niveau ligt waar het wordt verwacht, waarbij sterke afwijkingen steeds zorgvuldig worden geanalyseerd.

en bovendien het project op te delen in een aantal parallelle deelprojecten, die per projectfase met mijlpalen en "go/no go" criteria apart werden geborgd. Dit had onder meer als resultaat, dat tijdens de uitvoering werd besloten de verdere ontwikkeling van een valtest te staken. Hiervoor kwam de ontwikkeling van een verbeterde buigtest in de plaats. Het onderzoek naar de mogelijkheden voor spuitmethodespecificatie en kwalificatie vond interactief plaats door een voortdurende evaluatie van de per deelproject bereikte resultaten en het geven van terugkoppeling. Door overleg met het Nederlands Instituut voor Lastechniek en buitenlandse organisaties op het gebied van thermisch spuiten, zoals the Thermal Spray Society van ASM International, de Gemeenschap Thermisches Spritzen en de Universiteit van Aken werd ingehaakt op de aldaar geldende inzichten (zie bijlage 10).

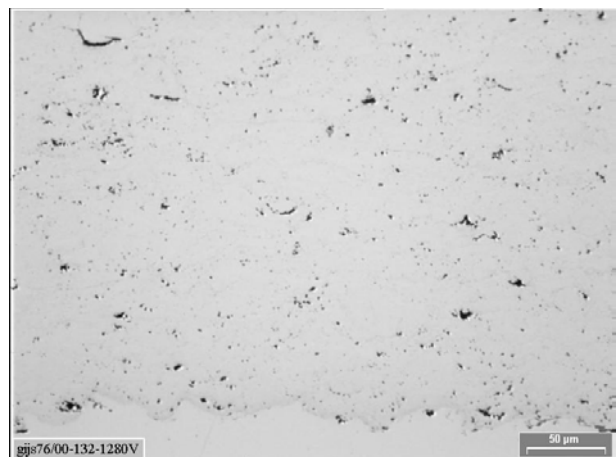
De bijlagen 2 en 3 geven een overzicht van de projectopbouw en het testprogramma. De volgende hoofdstukken geven in het kort de bereikte resultaten weer.



figuur 4.1 Microstructuur TopGun gespoten Inconel 625



figuur 4.2 Microstructuur TopGun gespoten WC-CoCr 10.4



figuur 4.3 Microstructuur JP5000 gespoten Fe-CrNiMoBCuSi 32 24 4

## Hoofdstuk 5

### Resultaten fase I - Inventarisatie

De bedoeling van fase I, zoals vastgelegd in het werkplan fase I (doc.nr. TN-98-27) was het verzamelen van:

1. Gegevens over beschikbare processen en de kenmerken ervan.
2. Parameter ranges en de mogelijkheden c.q. noodzaak deze in te perken voor specifieke corrosie- en slijtage-toepassingen.
3. Mogelijke invloed van spuitparameters (poederkarakteristieken, substraatmateriaal, gas, procesinstellingen) op functionele eigenschappen als corrosievastheid, slijtvastheid, hechting en bewerkbaarheid.
4. Beproevingsmethoden, met de nadruk op niet-destructieve methoden.
5. In het buitenland toegepaste methoden voor spuitmethodespecificatie.

Het totale resultaat moest voorzien in de benodigde 'input' voor fase II, het laboratoriumonderzoek.

Naast een uitgebreid literatuuronderzoek werd de bij projectdeelnemers beschikbare kennis en ervaring in kaart gebracht.

#### 5.1 Literatuuronderzoek

Het door ECN uitgevoerde literatuuronderzoek leverde het volgende op (doc. nr. TN 99-40).

Voor constructieve toepassingen blijken van de WC-cermets, de WC-CoCr en de WC-17Co het beste te functioneren. Voor tribologische toepassing voldoet WC-CoCr beter dan WC-17Co, zowel abrasief als erosief wordt lage slijtage gemeten. Echter evaluatie van de resultaten uit de literatuur doet vermoeden, dat deze functionaliteit sterk gekoppeld is aan de restspanning en de faseveranderingen die op kunnen treden door thermische belasting van het spuitpoeder. Voor zowel de restspanning als de thermische belasting is het gunstig een poeder met een smalle deeltjesgrootteverdeling te kiezen en de aanwezigheid van fijne deeltjes te voorkomen. Wat betreft de morfologie is een gesinterd/gemalen poeder te verkiezen boven geagglomereerde poeders in verband met het ietwat langzamer opwarmen van de massieve deeltjes. Het vermoeden bestaat dat met de JP5000 WC-Co deklagen gemaakt kunnen worden met een minimale invloed van de spuitparameters.

Voor hoge temperatuur toepassingen worden zowel NiCr legeringen als carbide-cermets gebruikt. Voor NiCr legeringen leidt een verhoogd chroomgehalte met toevoegingen als Si en Mo tot verbeterde corrosie- en erosiebestendigheid. Een nieuw, goed functionerend materiaal is Ni-CrMoSiB 58 2,5 1. Dit materiaal zou binnen TS-98 als een goed alternatief voor Ni-Cr 50 kunnen dienen. Misschien is er een probleem ten aanzien van de beschikbaarheid als draadmateriaal. Bij de cermets zijn het de Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>/NiCr cermets die goed voldoen. Door toevoeging van TiC wordt de hoge temperatuurbestendigheid verder verbeterd. Voor zeewater toepassingen blijkt naast aluminium ook Ni-Cr 20 goed te voldoen. Relatief zwaar geoxideerde HVOF deklagen vertonen weinig corrosie en zijn veelbelovend voor verder onderzoek.

#### 5.2 Bestaande kennis en ervaring

Uitwisseling van kennis en ervaring vond vooral plaats in het werkgroepoverleg. Daarnaast heeft een korte evaluatie van standpunten middels een uitvraag op papier plaatsgevonden ten aanzien van enkele belangrijke onderwerpen:

- representativiteit van proefstukken;
- documenteren van werkstukken en proefstukken;
- gebruik van algemene kwaliteitsnormen;
- aantoonbaarheid van kennis en ervaring tussen spuiters en opdrachtgever;
- mogelijke oorzaken voor succes of falen van deklagen.

De gegevens zijn verwerkt in de bijlagen van het document "Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen" (doc. nr. TN 02-96) en in de verslagen van de werkgroepbijeenkomsten.

## Hoofdstuk 6

### Resultaten fase II - Laboratorium-onderzoek

De bedoeling van fase II was tweeledig:

II.1 Onderzoek naar de invloed van spuitparameters (zie werkplan -doc. TN-00-44).

- ▶ Wat zijn de belangrijkste procesvariabelen die de corrosie- en slijtage-eigenschappen en de hechting bepalen?
- ▶ Welke poederkenmerken spelen de belangrijkste rol en hoe kunnen deze op een praktisch uitvoerbare manier worden gekarakteriseerd?
- ▶ In welke mate bepaalt de oppervlaktegesteldheid van de ondergrond de eigenschappen?

II.2 Optimalisatie van functionele eigenschappen (zie werkplan doc. nr. TN 01-61).

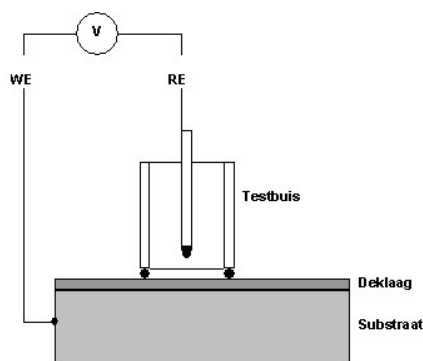
In fase II zijn de werkzaamheden ingedeeld naar de deelprojecten:

1. Ontwikkelen ECP-test
2. Ontwikkelen valproef
3. Optimaliseren straalttest
4. Ontwikkelen buigtest
5. Ontwikkelen kwalificatievoorwaarden
6. Opstellen procedure voor ingangscntrole van poeders
7. Opstellen procedure voor controle microstructuur
8. Meten van restspanningen
9. Parameteroptimalisatie
10. Spuitmethodespecificatie

Alle deelprojecten werden afgesloten met een gedetailleerd rapport. Hieronder wordt kort beschreven wat er werd bereikt.

#### 6.1 Ontwikkelen ECP-test

De ECP test (zie ook figuur 6.1) is te karakteriseren als een elektrochemische porositeitest en werd ontwikkeld door TNO Oppervlakte Technologie Den Helder.



figuur 6.1 Schema van de ECP opstelling

Rapport TN 02-90 geeft het volgende:

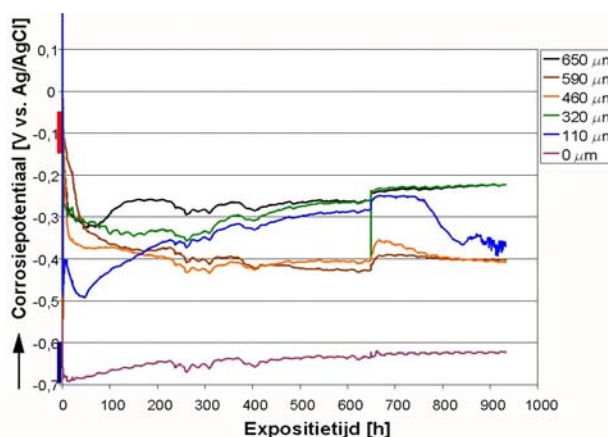
Voor het corrosiegedrag van de deklaag kan worden gesteld dat de doorgaande porositeit zeer belangrijk is voor de levensduur van de deklaag. Met de Elektro Chemische Porositeitest (ECP) die hiervoor werd ontwikkeld, kan op locatie en in de werkplaats een indicatie worden gegeven van de porositeit van een edele deklaag op een onedel substraat. Het rapport beschrijft de theoretische achtergrond en geeft de

meettechnische onderbouwing door het presenteren van meetresultaten die de werking van de test aantonen. Daarnaast worden criteria voor toetsing en beoordeling gegeven.

De test is ingezet bij de parameterontwikkeling, waarbij de invloed van de spuitparameters op de zogenaamde mengpotentiaal werd beoordeeld om tot dichte lagen te kunnen komen. De test is verder ingezet in het praktijkonderzoek van fase III, waarmee de werking van de test middels zeewater en zuurexposities kon worden geverifieerd. Daarnaast werd de test in de werkplaats van Stork Aludra gebruikt voor ranking van enkele bekende coatings. Bijlage 6 geeft aan dat het niet veel uitmaakt of de test in een laboratorium of in werkplaats wordt gebruikt. Tenslotte werd onderzoek gedaan naar de bruikbaarheid bij levensduuronderzoek (zie doc. nr. TN 02-104). Het gebruik van de test vereist wel elementaire kennis over corrosie en chemie.

Aan het eind van het project zijn de volgende conclusies te trekken:

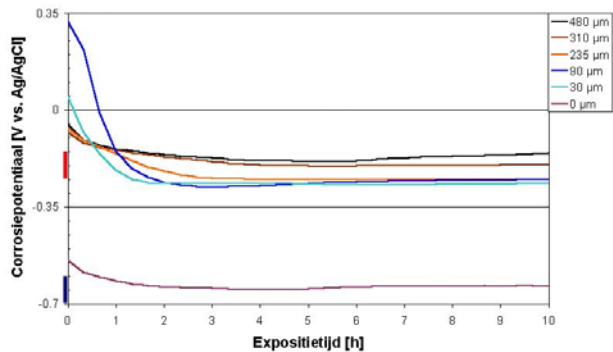
1. Het stabiele niveau van de mengpotentiaal is een maat voor de doorgaande porositeit van een edele deklaag op een onedel substraat.
2. Met de ECP test is het mogelijk om op relatief eenvoudige, reproduceerbare en eenduidige wijze de doorgaande porositeit van een HVOF gespoten deklaag te karakteriseren (zie ook figuur 6.2).



figuur 6.2 lange termijn gedrag van Ni-Cr20 hechtlaag in zeewater

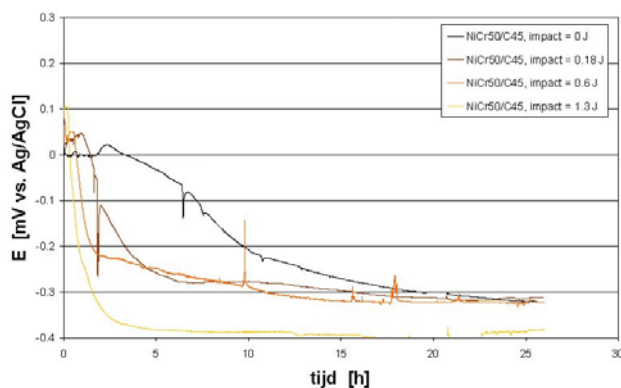
3. Voor Ni-Cr 20 op staal (C45) is gebleken, dat er een optimale laagdikte bestaat die aan de onderzijde begrensd wordt door toenemende doorgaande porositeit en aan de bovenzijde begrensd wordt door scheurvorming vanwege spanningsofbouw in de laag. Deze waarde wordt geacht af te hangen van de spuitparameters en de poederkarakteristiek.
4. De daling van de corrosiepotentiaal gedurende de eerste uren van expositie wordt eerst veroorzaakt door indringing van het milieu in de deklaag en vervolgens door het opstarten van het galvanisch corrosiemechanisme.
5. De invloed van het achterblijven van testmilieu en corrosieproducten in de laag op later corrosiegedrag van de laag is nog onbekend, waardoor de test vooralsnog niet als non-destructief kan worden aangeduid. De test kan wellicht non-destructief worden genoemd wanneer als testmilieu het praktijkmilieu of een minder agressief milieu wordt gebruikt.

6. De test is niet geschikt voor onedele deklaag op een edeler substraat. TNO ontwikkelt echter een op soortgelijke principes berustende test die hier wel geschikt voor lijkt.
7. Met de test is het mogelijk tot een goede rangorde van deklaag te komen, wanneer scheurvorming, zoals die bij groter laagdikten voorkomt, buiten beschouwing wordt gelaten (zie figuur 6.3).



figuur 6.3 voorbeeld van een ECP diagram zoals normaal wordt verkregen

8. De potentiaal van een deklaag kan stijgen door opvullen van doorgaande poriën in de deklaag.
9. De potentiaal van een deklaag kan dalen door het uitgroeien van scheuren in de deklaag (zie figuur 6.4); scheuren zijn te groot om opgevuld te worden.
10. De spanningen in een deklaag kunnen door de vorming van corrosieproducten zo hoog oplopen, dat de deklaag scheurt.



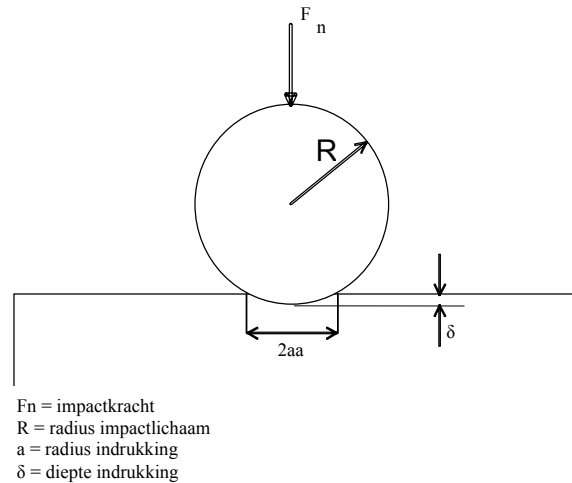
figuur 6.4 voorbeeld van de ECP respons op een Ni-Cr 50 laag nadat het oppervlak werd blootgesteld aan een valtest

De ontwikkelaars bevelen aan de relatie tussen de resultaten van de ECP test en de levensduur van de deklaag te onderzoeken. Voor het definiëren van criteria voor afkeur van een bepaalde deklaag na een ECP test is vergelijking met lange termijn expositie nodig. De conclusies van doc. nr. TN 02-104 geven hiervoor nog niet voldoende houvast. Verder verdient het aanbeveling om meerdere deklaag/substraatcombinaties te testen, om de toepasbaarheid van de ECP test verder te inventariseren. Spuiters kunnen dit, met hulp van TNO, in principe in eigen beheer.

## 6.2 Ontwikkelen valproef

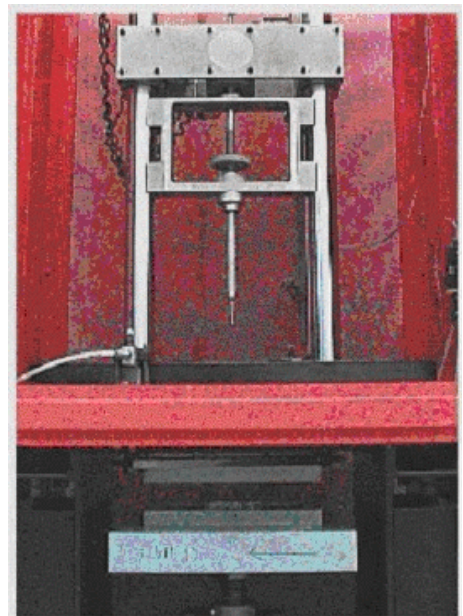
In dit project werd gekozen voor het ontwikkelen van een test (zie figuur 6.5), die de hechtsterkte van een

deklaag aanspreekt in termen van 'het vermogen een gecontroleerde, pulsvormige hoeveelheid energie die loodrecht op het oppervlak van de deklaag wordt afgegeven, zonder schade te verdragen'. De test zou daarmee niet-destructief zijn voor een 'goede' deklaag en destructief voor een 'slechte'.



figuur 6.5 Principeschema van de valtest

De ontwikkeling werd gestart op de dynamische deuktester (DDT) van het toenmalige Hoogovens (nu Corus) om de faalgevoeligheid bij inslag van de binnen TS-98 gebruikte deklaagmaterialen te bepalen. Na de proeven op de DDT is de ontwikkeling voortgezet op een geïntstrumenteerde valhamer bij Stork FDO (figuur 6.6).

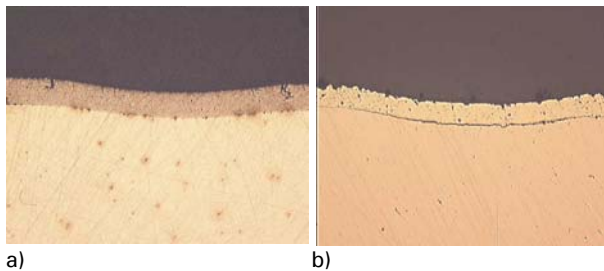


figuur 6.6 Valhamer waarmee de valtest werd ontwikkeld

De ontwikkeling had een pragmatischer karakter dan oorspronkelijk bedoeld, omdat de kennis van impuls-theorie door reorganisatie plots niet meer bereikbaar was. Alle aspecten van impuls zijn wel eerst bestudeerd, zij het met geringe diepgang. De theorie van Hertz leek het meest bruikbaar. Direct onder de inslag ontstaat een deformatiegebied, waarin zogenaamde Hertzse spanningen heersen, die ook optreden bij statische puntlasten. De overige effecten bleken ruim ondergeschikt. Het beschadigingsmechanisme bleek

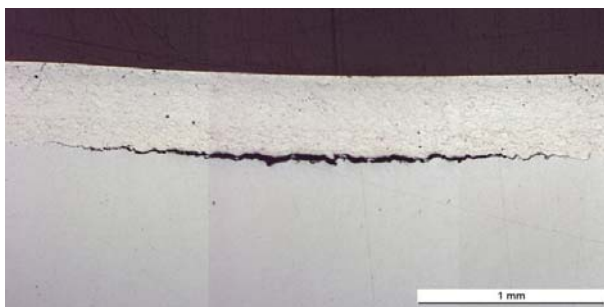
rek bepaald, wat achteraf van groot belang bleek voor binnen het project gebruikte materialen, omdat deze kunnen verstevigen. Het gevolg is, dat bij deze materialen de rekgrens toeneemt bij toenemende vervormingsnelheid, waardoor nu de impulsnelheid, die groter is naarmate de valhoogte toeneemt, gaat bepalen of de schade in de vorm van randscheuren bij de inslag of delaminatie onder de inslag ontstaat (zie figuren 6.7 en 6.8). Gaande de ontwikkeling werd het steeds duidelijker, dat de valsnelheid een grote invloed had. Vastgesteld is dat in de meeste gevallen materiaaleigenschappen als elasticiteitsmodulus en rekgrens met de impulsnelheid het type en de grootte van de schade bepalen, weliswaar goed reproduceerbaar, maar op dit moment voor gebruik in de werkplaats toch weinig praktisch. Dit wordt vooral veroorzaakt omdat alleen forse beschadigingen gemakkelijk zijn waar te nemen. Het begin van schade, waarbij tevens de ondergrond nog nauwelijks vervormt is of helemaal niet (delaminatie), of alleen met extra maatregelen (randscheuren) waar te nemen. De werkgroep heeft op 1 augustus 2001 dan ook op basis van de toen gepresenteerde resultaten geconcludeerd dat de doelstellingen binnen het project onvoldoende bereikbaar zijn en besloot de stuurgroep te adviseren de verdere ontwikkeling te staken. De stuurgroep heeft hier op 3 oktober 2001 gevolg aan gegeven. Rapport TN 02-79 sluit de ontwikkeling af met de volgende informatie:

- de eindconclusie is, dat een gemakkelijk te hantieren, non-destructieve test (nog) niet haalbaar is;
- het testconcept kan bewezen worden geacht;
- de test kon slechte van goede deklagen onderscheiden, maar zonder aanvullend, bijvoorbeeld microscopisch onderzoek in een dwarsdoorsnede, kan delaminatie of het begin van scheurvorming niet worden waargenomen. Aanvullend onderzoek doet echter verwachten, dat de ECP test op termijn hierin zou kunnen voorzien.



figuur 6.7 Gevolg Hertze indrukking bij Inconel 625

a) Deuktest: 1,85 J; 21,94 m/s  
b) Valtest: 4,00 J; 3,01 m/s



figuur 6.8 delaminatie onder indrukking bij net zichtbare scheur rond inslag

Op dit moment is een aantal invloedsfactoren nog onvoldoende gekwantificeerd. Spuiters met enig gevoel

voor onderzoek kunnen de test echter met de volgende gegevens zelf verder ontwikkelen:

- het lengtegebied van de valpijp bepalen waarbinnen de valsnelheid geen onverantwoord grote invloed heeft. Waarschijnlijk is dit materiaalafhankelijk;
- nog bepalen welke grootte initiële scheurtjes nog mogen hebben, voordat er sprake is van onverantwoorde schade door de valtest. Waarschijnlijk is dit applicatieafhankelijk;
- nog bepalen welke indrukking van het substraat nog acceptabel is. Waarschijnlijk is dit afhankelijk van de ruwheidseis;
- het inzicht verdiepen in de reproduceerbaarheid van "als gespoten" deklagen;
- de invloed evalueren van de productgeometrie t.o.v. proefstukgeometrie;
- in een Design of Experiment kan de beschreven test snel het gebied met onacceptabele inhomogeniteit, hechting en cohesie afbakenen. De beschikbaarheid van microscopisch onderzoek is hierbij een voorwaarde.

Om zeker te stellen of een impuls al dan niet tot schade heeft geleid, staan in principe de volgende wegen open:

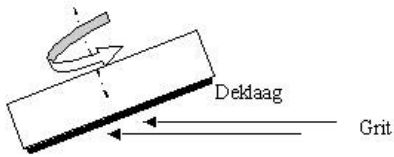
- microscopisch onderzoek aan proefstuk (voor delaminaties en randscheuren);
- penetrant onderzoek (alleen voor randscheuren);
- de mechanische impuls vervangen door een thermische. Vooral met een laser zal door de zeer steile flank van de temperatuurgradiënt die wordt opgewekt, goed gebruik kunnen worden gemaakt van het verschil in uitzetting tussen deklaag en substraat. De vraag is alleen of het thermische geweld beter in staat is een slechte laag reproduceerbaar zo te beschadigen, dat dit visueel waarneembaar is.

### 6.3 Optimaliseren straalttest

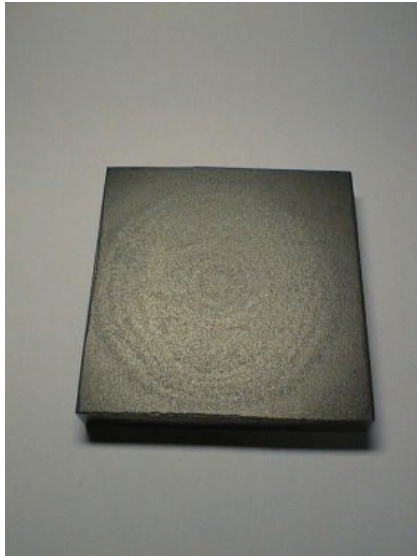
Corus beschikt over een standaard testmethode (zie figuren 6.9 t/m 6.11), waarmee oppervlakken op bestendigheid tegen abrasieve slijtage kunnen worden getest. De test heeft met name waarde voor het bepalen van de rangorde in de slijtbestendigheid van materialen. Er was nog geen ervaring met de binnen dit project gebruikte deklagen. Daarom zijn door Corus ten behoeve van de parameterontwikkeling en optimalisatie een serie testen uitgevoerd, waarmee de test ook op potentiële geschiktheid op gebruik in de spuitwerkplaats kon worden beoordeeld. De test bestaat uit het aanstralen van het te testen oppervlak met een door lucht gedreven straal staalgrit. Hierbij ontstaat een zware abrasieve belasting van het oppervlak.



figuur 6.9 Voorbeeld van de opstelling bij Corus



figuur 6.10 Schematische voorstelling van de straalttest



figuur 6.11 WC-CoCr laag met slijtingen na de test

Het ontwikkelrapport (doc. nr. TN 02-82) vermeldt verder, dat de exacte waarde van de beproeving, zoals die wordt verkregen in de vorm van een tijd en belasting gerelateerd gewichtsverlies, geen grondslag is voor een exacte voorspelling van het gedrag.

In de praktijk vormt immers elke toepassing een eigen en soms regelmatig veranderend, slijtagesysteem. Naast invloeden van de materiaaltoestand zijn hierbij veel andere factoren van belang, zoals bijvoorbeeld massa en snelheid van het abrasief medium, belastingshoek, temperatuur, enz. Elke slijtagebelasting heeft eigen specificaties en omstandigheden, die tezamen telkens een uniek slijtsysteem vormen. Slijtage is daarom geen materiaaleigenschap, maar een systeemeigenschap.

Gebruik van een straalttest in de spuitwerkplaats ter controle van de opgespoten lagen is mogelijk, maar vereist grote zorg gezien de grote afhankelijkheid van het resultaat voor alle procesomstandigheden van de test. Vereist is dat alle procesomstandigheden worden gestandaardiseerd of via één van de zeer vele standaarden worden uitgevoerd.

Gebruik van de resultaten ten behoeve van proces- of afnamekeuring is een punt van discussie. Binnen de beperking van een vergelijkende test en bij beschikbaarheid van eenduidige referenties kunnen tussen spuiters en opdrachtgever vóór afspraken worden gemaakt. De test zal op separate proefstukken moeten worden uitgevoerd.

#### 6.4 Ontwikkelen buigtest

Er zijn verschillende methoden om te bepalen of een opgespoten laag voldoende hechting zal hebben op het substraat. Binnen TS-98 werd op basis van de gezamenlijke ervaring van enkele projectpartners een

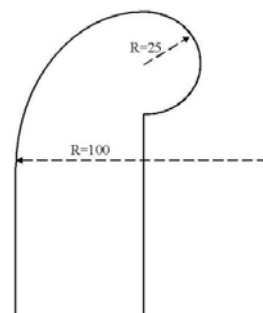
kwalificatiebuigproef uit de luchtvaartindustrie aangepast voor het gebruik bij dikkere deklagen. Na het wegvallen van de valtest als hechtproef werd de ontwikkeling van de buigtest doorgezet en is door Mechanische Industrie Habets een prototype gebouwd voor een buigapparaat, dat een geleide buigproef over een doorn met een evolvente kromming mogelijk maakt (zie figuur 6.12). Deze opzet maakt het mogelijk met één test de volgende functies te vervullen:

- optimaliseren van spuitparameters;
- testen van de weerstand tegen scheurvorming;
- testen van de weerstand tegen afpellen.



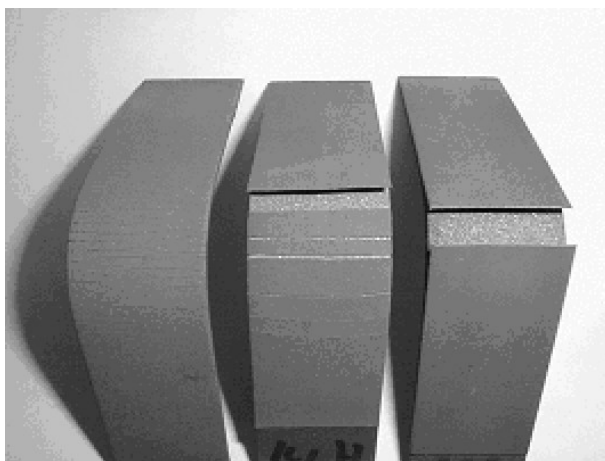
figuur 6.12 Prototype ontwikkeld in TS-98 met evolvente buigdoorn

De proefstukafmetingen hangen samen met de applicatie en daarmee met de gewenste deklaagdikte en de verwachte dikte van het substraat. Bij de buigtest werd dit aanvankelijk aangebracht door een bepaalde vaste verhouding tussen deklaagdikte, substraatdikte en buigdoordiameter aan te houden. Als hechtproef wordt gebogen over een vaste doorn, waarbij de laag niet mag afpellen. Bij de test treden rekken op, die in de praktijk niet voor zullen komen. Wordt uitgegaan van een rekmeting, dan dient de rek bij eerste scheurvorming als maat te worden genomen. Om een goed contact tussen buigdoorn en testplaatje te handhaven, moet de buigdoorn bij toenemende buighoek een steeds kleinere diameter hebben (zie ook figuur 6.13). De rekmeting is zeer geschikt voor parameteroptimalisatie en de op te leggen rek, die zonder scheuren moet kunnen worden verdragen, is afhankelijk te maken van de in de applicatie optredende rekken.



figuur 6.13 Schets van de evolvente buigdoorn

Het prototype werd door ECN praktisch ingezet bij de parameteroptimalisaties en in fase III door Revamo bij de uitvoering van een kwaliteitspel. Stork FDO en TNO Industrie Materiaal Technologie leverden een bijdrage aan de theoretische onderbouwing. De achtergrond, de details van de ontwikkeling en de ervaringen liggen vast in document TN 02-97. Bij de verificatietesten bleek dat de buigtest complexer is dan aanvankelijk werd aangenomen. Zo bleek het resultaat van de test sterk te worden beïnvloed door de restspanningen in het proefstuk. Het restspanningsonderzoek met de Almen strips bevestigde dit (zie doc. nr. TN 02-92). Verder werd duidelijk, dat de test beter discrimineert, naarmate de coating taaier en meer eigen sterkte bezit. Zo zijn de buigtestresultaten van de TopGun, de DiamondJet en de JP5000 onderling niet te vergelijken. Wel is het mogelijk voor één systeem vergelijkend onderzoek te doen, waarbij moet worden aangetekend, dat de herkenbaarheid van de invloed van parameterverschillen lijkt af te hangen van de balans tussen thermische en kinetische energie. Doc. nr. TN 02-97 gaat hier wat dieper op in. Grote verschillen in coatingkwaliteit worden door de test eenduidig herkend, voor de interpretatie bij kleinere kwaliteitsverschillen is nader onderzoek nodig. De volgende deklagen zijn in de buigproef onderzocht (zie ook figuur 6.14), afhankelijk van de systemen: TopGun: Inconel 625 en WC-CoCr, JP5000: Inconel 625 (zelfde poeder als TopGun), DiamondJet: WC-CoCr. Bij de TopGun was gebleken dat het discriminerend vermogen voor WC-CoCr deklagen lager is. De laag kan minder vervorming opnemen en zal daardoor een craquelé patroon gaan vertonen. Ook bij latere testen bleek de buigtest minder discriminerend voor 'brosse' deklagen en beter te discrimineren bij metallische deklagen. De laagdikte is mede bepalend voor het niveau van de restspanningen en speelt dus een grote rol. Voor de sprayability test is de laagdikte niet van belang, reden waarom de nu nog bestaande onzekerheden bij de buigtest het gebruik bij ingangscntrole van spuitpoeders zeker niet in de weg staan. Deze test is niet voor niets voorschreven in de luchtvaartindustrie!



figuur 6.14 Inconel 625 bij verschillende opspuitcondities

De buigtest is een systeemtest, waarbij het systeem bepaald wordt door de samenwerking tussen:

- proefstuk (afmetingen, fabricage, enz.);
- buigapparaat (type, afmeting, bediening, enz.);
- buigtestparameters (buigsnelheid, smering, registratie, enz.).

Het onderzoek binnen TS-98 is beslist niet uitputtend geweest. De invloed van veel variabelen is nog onvol-

doende bekend. Het is daarom absoluut noodzakelijk bij de uitvoering in het eigen bedrijf alle variabelen in het systeem vooralsnog zo constant mogelijk te houden. Het wordt sterk aanbevolen om ervaringen met anderen uit te wisselen. Verder onderzoek moet uitwijzen wat de meest kritische variabelen zijn en op termijn zal dan standaardisering en mogelijk normering van de test mogelijk blijken.

Samenvattend kan worden gesteld dat de buigproef goed te gebruiken blijkt, maar dat bij de interpretatie de nodige voorzichtigheid moet worden betracht. De onderzoekers doen daarom de volgende aanbevelingen:

- Alle factoren die de restspanningen beïnvloeden dienen in het eigen bedrijf zoveel mogelijk te worden gestandaardiseerd. Een niet te onderschatten factor hierin is het gritten. Het beste is de adviezen die hierover worden gegeven in § 6.8 onverkort aan te houden. Er zijn echter tal van andere factoren die restspanningen veroorzaken. Zo is ook de kwaliteit van de randen een mogelijke bron van verschillen, ten minste bramen verwijderen.
- Beheersing van de proefstuktemperatuur is noodzakelijk. Deze mag niet teveel afwijken van het werkstuk. Proefstukken met de geringste aanloopkleur moeten worden afgekeurd. Om voldoende zekerheid te krijgen is het beter de temperatuur regelmatig te meten en de oppervlaktetemperatuur  $< 100\text{ }^{\circ}\text{C}$  te houden. Een werkstuktemperatuur moet in dit verband bij voorkeur beneden  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  blijven.
- Oppervlaktegesteldheid van proefstukken en werkstuk moeten vóór het spuiten zo veel mogelijk gelijk zijn.
- Als het proefstuk door de restspanningen kromtrekt, mag dit beslist voor het buigen niet worden gecorrigeerd, want de fout die dit oplevert ten opzichte van de restspanningen in het werkstuk kan groot zijn.
- Werkstuk en proefstuk moeten dezelfde laagdikte hebben.
- Spuitmateriaal van werkstuk en proefstuk moeten uit dezelfde batch komen.
- Het substraatmateriaal van het proefstuk moet liefst gelijk zijn aan dat van het werkstuk, maar tenminste tot dezelfde 'familie' behoren.
- Houdt voor de buigmonsters in het bedrijf zoveel mogelijk steeds dezelfde verhouding aan tussen laagdikte en substraatdikte.
- De inspanning dient zo aangepast te worden, dat de proefstrippen over de hele breedte van de strippen worden geklemd. Een eenvoudig klembalkje onder de spanmoer is voldoende.
- De proefstukgeometrie lijkt weinig invloed te hebben, met uitzondering van de dikte ratio (deklaag/substraat).

*De boodschap voor een goed bruikbare buigtest zal hiermee duidelijk zijn:*

- voorkom introductie van onbekende variabelen met onbekende invloed;
- maak KEUZES;
- houdt ALLES constant;
- DOCUMENTEER verschillen en ervaring;
- DEEL deze ERVARING met anderen.

## 6.5 Ontwikkelen kwalificatievoorwaarden

De verzamelde inzichten van de werkgroep werden door TechniSupport omgewerkt naar een praktijkaanbeveling. De aanbeveling is als bijlage 7 "Aanbeveling voor de selectie van testen en proefstukken" opgenomen in het "Raamwerk voor het opstellen van Procesbeschrijvingen (doc. nr. TN 02-96) en is tijdens de

kwaliteitspelen getoetst op bruikbaarheid. De inzichten werden aangescherpt aan de hand van enkele thematische werkgroepdiscussies over poederkwalificatie en de relatie tussen poeder en functionele eigenschappen. In de aanbeveling is ook een overzicht van bruikbare testen opgenomen met een korte beschrijving. De aanbeveling levert verder criteria voor:

- aanbouwen of apart opstellen van proefstukken;
- accepteren van verschillen in materiaaldikte tussen proefstuk en werkstuk;
- beoordelen van de werkstukgeometrie op geschiktheid voor spuiten;
- beoordelen van omgevingsinvloeden;
- nabewerken van proefstukken.

## 6.6 Opstellen procedure voor ingangsc controle van poeders

Bij het thermisch spuiten met het HVOF spuitproces is het poeder een van belangrijkste factoren gebleken, welke de kwaliteit van zowel het spuitproces als de uiteindelijke, thermisch gespoten laag beïnvloeden.

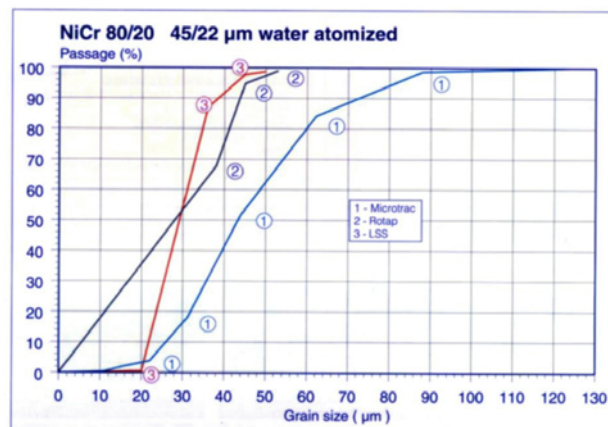
Om deze reden werd door Mechanische Industrie Habets, met hulp van de deelnemende poederleveranciers Sulzer Metco, Praxair Tafa en H.C. Strack informatie verzameld op basis waarvan uiteindelijk een modelspecificatie kon worden ontwikkeld. Deze wordt getoond in bijlage 5. Aspecten welke bij fabricage en keuze van het poeder een rol spelen zijn:

- chemische samenstelling;
- korrelgrootteverdeling (zie figuur 6.15) en primaire carbidegrootte (bij carbide poeders);
- morfologie (zie ook figuur 6.16);
- schijnbaar soortelijk gewicht (apparent density);
- meetmethode voor korrelgrootteverdeling.

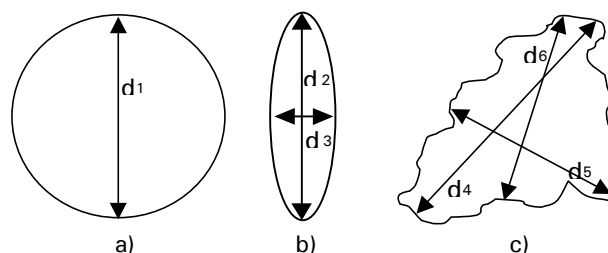
Door deze aspecten bij een toepassing met HVOF spuiten te onderzoeken, liet zich een theoretisch ideaal poeder definiëren.

In tabel 6.1 en 6.2 staan de definities voor zowel de "standaard" als de "ideale" poeders, waarbij de belangrijkste parameters genoemd zijn. Verdere verfijning binnen deze grenzen is nog mogelijk, maar niet altijd noodzakelijk.

De uiteindelijke poederkeuze is altijd applicatie- en systeemafhankelijk. Zie verder § 7.3.



figuur 6.15 Korrelgrootteverdeling van Ni-Cr 20, korrelgrootte 45/22, waterverstuven, gemeten volgens drie verschillende methoden: Microtrac (ASTM B822), Rotap (ASTM B214) en LSS (ASTM C371)



figuur 6.16 a) De diameter ligt vast, namelijk  $d = d_1$   
b) De diameter ligt niet vast, afhankelijk van de oriëntatie kan  $d_2$  of  $d_3$  of een gemiddelde worden gemeten  
c) De diameter ligt niet vast, afhankelijk van de oriëntatie kan  $d_4$ ,  $d_5$  of  $d_6$  of een andere waarde of een gemiddelde worden gemeten

tabel 6.1 Carbide Poeders

| Parameter                           | Standaard poeder                                       | Ideaal poeder                                          |                                      |
|-------------------------------------|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| Poedertype                          | - gesinterd + gebroken<br>- geagglomereerd + gesinterd | - gesinterd + gebroken<br>- geagglomereerd + gesinterd |                                      |
| Korrelgrootteverdeling (Korrelband) | -53 + 10 µm                                            | -45 + 15 µm                                            | -38 + 10 µm                          |
| Bovengrens korrelgrootte            | Max. 5 % > 53 µm                                       | Max. 0 % > 53 µm<br>Max. 1 % > 45 µm                   | Max. 0 % > 45 µm<br>Max. 1 % > 38 µm |
| Ondergrens korrelgrootte            | Max. 5 % < 10 µm                                       | Max. 3 % < 15 µm<br>Max. 0 % < 10 µm                   | Max. 3 % < 10 µm<br>Max. 0 % < 5 µm  |
| Satellieten aanwezig                | Nee                                                    | Nee                                                    |                                      |

tabel 6.2 Metallische poeders

| Parameter                           | Standaard poeder | Ideaal poeder                        |                                      |
|-------------------------------------|------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Poedertype                          | Geatomiseerd     | Geatomiseerd                         |                                      |
| Korrelgrootteverdeling (Korrelband) | -53 + 10 µm      | -45 + 15 µm                          | -38 + 10 µm                          |
| Bovengrens korrelgrootte            | Max. 5 % > 53 µm | Max. 0 % > 53 µm<br>Max. 1 % > 45 µm | Max. 0 % > 45 µm<br>Max. 1 % > 38 µm |
| Ondergrens korrelgrootte            | Max. 5 % < 10 µm | Max. 3 % < 15 µm<br>Max. 0 % < 10 µm | Max. 3 % < 10 µm<br>Max. 0 % < 5 µm  |
| Satellieten aanwezig                | Ja, beperkt      | Ze moeten vast zitten!!!             |                                      |

Voor kritische applicaties bleek het noodzakelijk om het poeder pas voor de productie vrij te geven na ingangscntrole. Deze kan op diverse wijzen worden uitgevoerd. Naast controle van de standaard documenten zijn de testmethoden meestal afgestemd op de praktische toepasbaarheid. Bij de controle bleek ook een juiste monstername van groot belang (homogeniseren). Voor kritische applicaties wordt het uitvoeren van een 'sprayability test' aanbevolen. Dit is het opspuiten van een referentieproefplaatje. Dit proefstuk wordt volgens een standaardprocedure met het geleverde poeder opgespoten en vergeleken met een referentie proefstuk (master). Hierbij worden niet-destructief de laagdikte, ruwheid en het ruwheidprofiel opgemeten, al dan niet na een standaard bewerking.

Belangrijke aandachtspunten bij poederoptimalisatie zijn o.a.:

- ▶ optimaliseren van de korrelgrootteverdeling;
- ▶ fijnere primaire carbiden (< 2 micrometer) voor specifieke applicaties;
- ▶ verbetering van neerslag rendement (Deposit Efficiency).

#### 6.6.1 *Laageigenschappen – functionele eigenschappen*

In het Raamwerk (doc. nr. TN 02-96) is de relatie tussen laageigenschappen en functionele eigenschappen verwoord als:

Het reproduceerbaar aanbrengen van één of meer thermisch gespoten deklagen op (delen van) één of meer productoppervlakken met het doel deze eigenschappen mee te geven, die het product onder gegeven omstandigheden gedurende een bepaalde termijn naar wens laat functioneren.

De laageigenschappen worden bepaald door het poeder en de procesvoering. Een belangrijke afgeleide van een beheerste poederformulering en -karakterisering is dus dat de eigenschappen van de deklaag en daarmee de functionaliteit van het product worden beheerst.

Het rapport "Procedure poederspecificatie en ingangscntrole" van Mechanische Industrie Habets (doc. nr. TN 01-69 rev. 2) is door ECN aangevuld met resultaten en ervaringen uit de parameterontwikkeling en optimalisatie en het praktijkonderzoek in het rapport "Functionele laageigenschappen in relatie tot de poederkarakteristiek" (doc. nr. TN 02-105). Hierin worden niet alleen verdere aanbevelingen gedaan voor de omgang met proces en poeder, maar worden ook de resultaten getoond van de karakteristiek van de poeders die in het project zijn gebruikt. De aanbevelingen zijn inmiddels voor een groot deel al geïmplementeerd bij de projectpartners. § 6.10 besteedt verder aandacht aan de relatie tussen poeder – laageigenschappen en functionaliteit.

#### 6.7 *Opstellen procedure voor controle microstructuur*

Het maken van preparaten voor microscopisch onderzoek is een specialistische activiteit en iedere laag vraagt een specifieke polijstprocedure. De resultaten van round robin onderzoek tussen de volgende bedrijven/instellingen:

- ▶ ECN - Petten;
- ▶ TNO - Apeldoorn;
- ▶ Philips Harderij - Eindhoven;
- ▶ Habets - Nuth.

aan een serie monsters met verschillende deklagen heeft duidelijk gemaakt, dat gedetailleerde, algemene procedures voor het prepareren van de microstructuur niet zinvol zijn. Temeer daar ze ook nog afhankelijk zijn van de apparatuur waarmee wordt gewerkt. Dit werd krachtig ondersteund door het gezamenlijk inzicht van de uitvoerenden, waarvan er één kon bogen op meer dan 25 jaar ervaring op dit gebied. Veel belangrijker bleek de ervaring van de persoon die de preparaten maakt. Dit en de resultaten van het onderzoek werden vastgelegd in rapport "Round Robin Microstructuur TS-98 (doc. nr. TN 02-87) en de daarvan afgeleide aanbeveling. Deze is niet alleen bedoeld voor de ervaren microscopist, maar beoogt vooral iedereen die hieraan belang hecht, de specifieke knelpunten inzichtelijk te maken. Het rapport is geschreven door Philips CMTI en Philips Enabling Technologies. De aanbevelingen uit dit document zijn integraal overgenomen in bijlage 4 van het Raamwerk (doc. nr. TN 02-96), waarin steeds de vraag centraal staat:

***Is de getoonde structuur wel de ware microstructuur?***

Deze vraag kan pas met JA worden beantwoord als alle in de aanbeveling opgenomen aandachtspunten in acht worden genomen. De aandachtspunten zijn in de volgende groepen onderverdeeld:

- ▶ snijden;
- ▶ inbedden, koud/warm;
- ▶ schuren;
- ▶ polijsten;
- ▶ microscoperen.

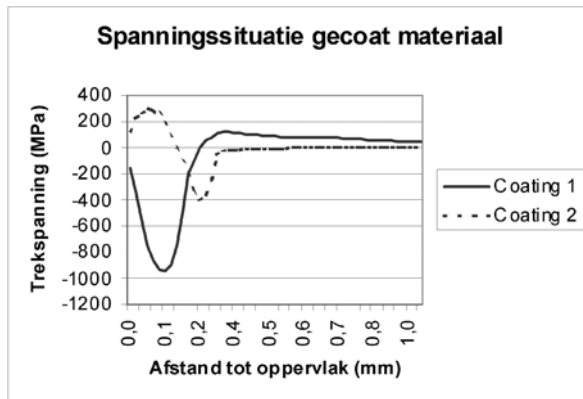
Twee belangrijke aandachtspunten van meer algemene aard zijn:

- ▶ beoordeel een microstructuur altijd in samenhang met andere testen!
- ▶ maak zoveel mogelijk gebruik van referentiefoto's. Vooral bij productiecontrole zijn voorbeeldfoto's met minimaal en maximaal toelaatbare effecten onmisbare attributen. Referentiefoto's zijn te vinden bij poederleveranciers en in de "Gefügeatlas Thermisch Gespritzter Schichten". Fachreihe Schweißtechnik. Band 146, DVS Verlag, Bestell Nr. 100146, ISBN 3-87155-197-X.

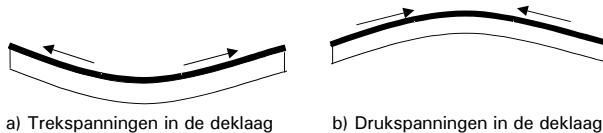
#### 6.8 *Metten van restspanningen*

Eén van de aspecten die de laageigenschappen beïnvloeden is de aanwezigheid van restspanningen in de deklaag. Deze restspanningen zijn inherent aan het spuitproces en ontstaan tijdens de depositie en het afkoelen van de deeltjes die de deklaag vormen. Afhankelijk van de spuitparameters zal de deklaag hoge of lage, druk- of trekspanningen hebben (zie figuren 6.17 en 6.18). Te hoge (rest)spanningen zullen resulteren in mindere laageigenschappen. Het is dus van belang de hoogte van de (rest)spanningen te beheersen. Aanvankelijk werd onderzoek in deze richting niet tot de projecttaken gerekend. Contacten met buitenlandse onderzoekers leerde echter dat een relatief eenvoudig apparaat: de 'Almen gage', gebruikt zou kunnen worden voor het meten van restspanningen (figuur 6.19). Dit apparaat, dat normaal wordt gebruikt voor het instellen van 'shot peenen' (een proces waarbij met kleine glazen, keramische of stalen kogeltjes, drukspanningen in een oppervlak worden gebracht om de initiatie van vermoeiingscheuren te vertragen) bleek beschikbaar bij Stork TurboServices. Besloten werd het meten van restspanningen ter informatie mee te nemen in de parameterstudies. Aan de hand van de resultaten en

de opgedane ervaringen werd een aanbeveling opgesteld voor gebruik en verdere ontwikkeling.



figuur 6.17 Voorstelling uit de literatuur van metingen aan twee verschillende coatings, waarvan de een onder forse (gunstige) drukspanning bleek te verkeren en de ander door krimp (ongewenste) trekspanningen had opgebouwd



figuur 6.18 Effect van de relaxatie van trekspanningen (a) en drukspanningen (b) op de vervorming van een almenstrip. Doorbuiging van de Almenstrip met restspanningen na spuiten



figuur 6.19 Almengage voor kalibreren effect kogelstralen

Een standaardplaatje, de Almen strip, dat met een werkstuk kan worden meegespoten, krijgt een zekere kromming als gevolg van de relaxatie van de (rest)spanningen. Het opmeten van de kromming kan kwantitatief inzicht geven in de grootte van de (rest)spanningen. Bovendien is snel te zien of het trek- of drukspanningen zijn. Na enig vooronderzoek en aanpassing leidde het onderzoek tot onderstaande conclusies en aanbevelingen, die door ECN werden vastgelegd in een rapport (doc. nr. TN 02-092):

- Aan de hand van Almen strips kan een relatief inzicht in de restspanningen als gevolg van thermisch spuiten worden gekregen.
- Als een aantal randaspecten in acht wordt genomen, is met het gebruik van Almen strips stralen en thermisch spuiten zodanig beheersbaar, dat bij een gelijke laagdikte de restspanningen reproduceerbaar zijn en daarmee hun invloed op de functionele eigenschappen. Deze randaspecten zijn:
  - gelijkmatige laagdikte en laagdikte per passage;
  - temperatuur van de strip;

- hechting van de deklaag op de strip;
- bij vergelijking van de verschillende deklagen dient de dikte van de deklagen gelijk te zijn;
- goede gritprocedure.

- Als Almen strip is het aan te raden type A of C te gebruiken. Type A is een standaard type voor algemeen gebruik en lijkt de meest bruikbare.
- Om temperatureffecten uit te sluiten, is het aan te bevelen Almen strips toe te passen die gemaakt zijn van een materiaal dat niet gevoelig is voor thermische invloeden.
- Optimaliseren van de procedure, waarbij gedacht kan worden aan standaard gritprocedures en maximaal toelaatbare temperaturen. De te standaardiseren gritparameters zijn:
  - druk;
  - gritdebiet;
  - grit morfologie (rekening houden met degradatie bij hergebruik);
  - grithoek;
  - gritduur;
  - niveau van de in het oppervlak opgebouwde spanningen;
  - morfologie van het oppervlak na gritten (in verband met de eisen die de hechting stelt).
- Nader onderzoek uitvoeren naar de thermische invloeden in relatie tot het gebruik van zachtere staal-soorten bij temperaturen tussen 20 en 300 °C.
- Ontwikkelen van de procedure naar goed- en afkeur-criteria voor thermisch gespoten deklagen.
- De invloed van het verschil in oppervlakteruwhheid tussen een zacht stalen werkstuk en de martensitische Almen strip.
- Verificatie van de methode tegen andere standaard methoden voor (rest)spanningsmeting.
- Opstellen van ijkcurven voor kalibratie van de Almenwaarde tegen de restspanning met bijvoorbeeld Röntgenspanningsmetingen.
- Ontwikkelen van een procedure met goed- en afkeur-criteria voor thermisch gespoten lagen.

## 6.9 Parameteroptimalisatie

Het doel van dit onderzoek was om door middel van een statistische aanpak te komen tot een methodiek, waarmee met een beperkt aantal experimenten de spuitparameters voor een optimale en reproduceerbare HVOF-deklaag gevonden kunnen worden. De basis vormde fase I van het project, waarin was gevonden dat een 'experimental design' volgens Box-Behnken (verder aangeduid als "DoE") de meest geschikte aanpak zou zijn. Met dit model is een matrix te bepalen waarmee met 15 experimenten de afhankelijkheid van één variabele van drie andere variabelen op 3 niveaus kan worden gevarieerd. Dit model voldeed ook aan een tweede doelstelling om de matrix verder te kunnen verkleinen, waarbij enig verlies van betrouwbaarheid moest worden afgewogen tegen de praktische bruikbaarheid. De onderzoekers bij ECN, gesteund door verificatie-experimenten uitgevoerd bij TNO Oppervlakte Technologie Den Helder, Corus, Akzo Nobel en Stork FDO, hebben laten zien hierin geslaagd te zijn met de levering van een tweetal rapporten: "Evaluatie Parameteroptimalisatie DoE-TopGun" (doc. nr. TN 01-71) en "Verificatietesten JP5000" (doc. nr. TN 02-91). In deze rapporten wordt de methode uitgelegd en worden de resultaten gepresenteerd, waarmee de optimalisatie van de lagen met de volgende testen werd vastgesteld:

- ECP test (TNO Den Helder);
- valtest (Stork FDO);
- buigtest (ECN);
- straalttest (Corus);

- hardheid (ECN);
- oxidatie en porositeit (ECN);
- restspanning (ECN).

De resultaten van de ECP test werden op beperkte schaal nog geverifieerd met de sealtest van Akzo Nobel. Middels deze experimenten werd een relatie gelegd tussen laageigenschappen en functionaliteit. Functionaliteit was voor dit project gedefinieerd als optimaal in corrosieweerstand, slijtweerstand en hechting. De functionaliteit werd voor het project vertaald in meetbare laageigenschappen, die konden worden aangesproken met bovengenoemde testen. Bij de experimenten werd gebruikgemaakt van standaard computerprogrammatuur voor de evaluatie van een DoE. De details worden gegeven in voornoemde rapporten. De experimenten werden gestart op een Miller TopGun, waarna de gevonden tendensen werden geverifieerd op een JP5000 van TAFA (zie figuur 6.20). De resultaten werden vervolgens toegepast bij het praktijkonderzoek.

De uitgebreide conclusies zijn als volgt samen te vatten:

- De optimale instelling betekent in thermische en kinetische termen:
  - een zo kort mogelijke verblijftijd van het poeder in de vlam;
  - een relatief lage vlamtemperatuur;
  - een relatief hoge vlamsnelheid.
- De gevonden instellingen reproduceren alleen als de korrelgrootteverdeling van het poeder hierop is afgestemd. De details hiervan zijn verder uitgewerkt in een ander deelproject (zie 6.6).
- Een DoE volgens Box-Behnken maakt het mogelijk met een beperkte matrix de invloed van elke spuitparameter op de diverse karakteristieke grootheden van de deklaag te kwantificeren. Bij de gewenste waarde van deze grootheid kan een theoretisch optimale spuitinstelling worden gevonden.
- Spuiten met een hoge kinetische energie bevordert de corrosieweerstand.
- Een lage thermische energie verbetert de slijtweerstand.
- Met de ECP test, de straalttest, de buigtest, onderzoek van de microstructuur (incl. hardheidsmeting) en de restspanningsmeting kunnen verschillen in

kwaliteit als gevolg van de verschillende spuitinstellingen worden aangetoond. De resultaten van de valproef bleken tot nu niet voldoende discriminerend, wat de beslissing om deze ontwikkeling te stoppen ondersteunt.

- Het HVOF proces kan voor een optimale beheersing van de laageigenschappen worden beoordeeld met de volgende relatie:

$$\text{deklaageigenschap} \equiv \text{testresultaat} \equiv K \times (\text{brandstofdebiet} \times \text{spuitafstand}) / \text{poederdebiet}$$

Deze relatie is naar alle waarschijnlijkheid afhankelijk van het spuitsysteem en vraagt nog nader onderzoek, mede door het nog ontbreken van een term voor de inwendige oxidatie.

In rapport TN 02-91 is een overzichtstabel opgenomen die de specifieke invloed van het brandstofdebiet, poederdebiet en de spuitafstand op de voornoemde laageigenschappen in beeld brengt.

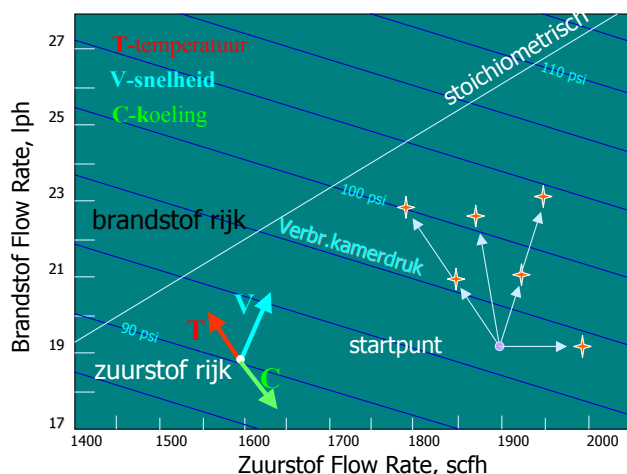
De resultaten van de verschillende experimenten met spuitparameters zijn samengevoegd met de rapporten over de relaties tussen laageigenschappen en de poeders (TN 01-69-rev-2 en TN 02-105), hetgeen resulteert in een aanbeveling voor het vaststellen van de optimale parameters voor een bepaalde toepassing. Dit is uitgewerkt in de vorm van een stroomschema in het rapport "Procedure Parameteroptimalisatie" (doc. nr. TN 02-89). De procedure is opgezet in twee fasen met het oogmerk de optimalisatie met een zo gering mogelijke inspanning uit te kunnen voeren (zie bijlage 7). Met een optimalisatie van de spuitparameters wordt waarschijnlijk het snelst resultaat geboekt, zodat daarmee wordt begonnen.

Het rapport geeft de volgende conclusies:

- Er is een procedure opgesteld voor het optimaliseren van de laageigenschappen naar de applicatie. Daarbij is ervan uitgegaan dat de gewenste laageigenschappen en toegestane variatie daarin bekend zijn.
- Voor het uitvoeren van de optimalisatie is het noodzakelijk dat de eisen, die door de applicatie aan de functionele eigenschappen en de functionaliteit worden gesteld, bekend zijn, alsook de toegestane variatie daarin.
- De optimalisatie moet niet verder worden doorge-

## Optimaliseren Spuitcondities

### Wijzigen spuitparameters:



figuur 6.20 Een van de belangrijke parameters bij het HVOF spuiten is de spuitafstand, maar het optimaliseren van de microstructuur is ook mogelijk. De resultaten uit een DoE zijn beter reproduceerbaar en betrouwbaarder te herleiden op de poederkarakteristiek

### Microstructuur:

Te veel "ongesmolten deeltjes"  
(hogere vlam temp.)

Te veel porositeit  
(hogere vlam snelheid)

Combinatie van beide  
(hetere & snellere vlam)

Te veel oxides  
(koudere & snellere vlam)

© TAFA

- voerd dan noodzakelijk is voor de applicatie.
- Voor het uitvoeren van de optimalisatie wordt gebruikgemaakt van een Design of Experiment (DoE).
  - Voor het opzetten van de DoE wordt een selectie gemaakt van:
    - de te optimaliseren systeem parameters.
    - de te optimaliseren poederparameters (poederkarakteristiek).
    - de uit te voeren testen voor de karakterisering van de gewenste laageigenschappen.

Rapport TN 02-89 bevat alle randvoorwaarden, beschrijft apparaat- en poedergerelateerde aspecten en geeft een opsomming van bruikbare DoE software en geeft vervolgens duidelijke aanwijzingen voor het stap-voor-stap beheerst optimaliseren van de procesparameters.

## 6.10 *Spuitmethodespecificatie*

Voor de kwalificatie van spuitmaterialen, processen, producten en personeel is momenteel alleen het laatste geregeld en het eerste gedeeltelijk. Voor de kwalificatie van personeel liggen er Europese opleidings- en exameneisen. Spuitmaterialen in draadvorm liggen redelijk vast in een aantal normen. Poeders zijn zeer beperkt genormeerd, maar er liggen wel specificaties van Original Equipment Manufacturer's (OEM's) in de luchtvaart- en automobiellindustrie. De inhoud van de specificatie is echter niet altijd vrijgegeven, maar de poeders die hieronder geleverd worden, mogen wel aan anderen te koop worden aangeboden. Voor proceskwalificatie liggen er voor een beperkte kring bereikbare OEM specificaties en voor productkwalificatie bestaat vrijwel niets. Overleg met de GTS en de Universiteit van Aken in Duitsland leerde, dat het voor een algemene opzet voor kwalificatie in Duitsland nog te vroeg is. Voor Amerika geldt hetzelfde. In de lastech-niek daarentegen is alles tot in de puntjes geregeld. Deze situatie vormde het startpunt voor een onderzoek naar de haalbaarheid van spuitmethodekwalificatie in Nederland. Het onderzoekstraject startte in fase II, maar kreeg voornamelijk zijn beslag in fase III tijdens het praktijkonderzoek (zie § 7.3).

Nadat in de werkgroep consensus was bereikt over de vorm en inhoud van een modelspecificatie voor spuitpoeders (zie § 6.6) en de werkwijze voor parameter-optimalisatie met een DoE, werd een eerste aanzet gegeven voor een spuitmethodespecificatie in de vorm van een zogenaamde procesbeschrijving. Voor een procesbeschrijving wordt de relatie genoemd in § 6.6.1 centraal gesteld.

Procesbeschrijvingen kunnen worden gezien als gestructureerde plannen voor het uitvoeren van een specifieke spuitapplicatie, waaraan zowel de spuitser als de opdrachtgever zijn gebonden. Het komt tot stand nadat spuitser en opdrachtgever samen een checklist hebben doorlopen, die leidt tot een serie bindende afspraken. Deze betreffen niet alleen de fabricage en het testprogramma, maar ook de functionele product-eisen, eisen voor de coating, achtergrondinformatie over de bedrijfscondities en een omschrijving van de documentatie van testresultaten en de levering. Als aanloop voor verdere proces- of productkwalificatie en het onderbrengen bij een willekeurig systeem voor kwaliteitsborging is ook aandacht gegeven aan de 'herleidbaarheid' van de documentatie op fabricage-handelingen en testen. Het opstellen van een proces-beschrijving is een relatief tijdrovend proces en niet voor alle te spuiten producten noodzakelijk. Door rekening te houden met het afbreukrisico van een applica-

tie is dit te ondervangen. Om het afbreukrisico te kunnen bepalen, werden twee begrippen geïntroduceerd: de 'technische zwaarte' en het 'risico van falen'.

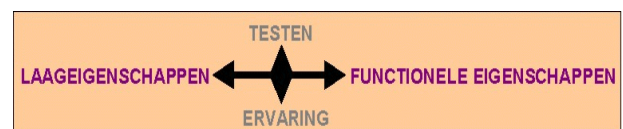
Deze begrippen worden nader toegelicht in het "Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen" (doc. nr. TN 02-96). In dit document wordt het gehele traject, dat door spuitser en opdrachtgever moet worden doorlopen, beschreven. De begrippen bepalen of het opstellen van een procesbeschrijving economisch verantwoord is. Deze begrippen bepalen ook de omvang en de diepgang van een procesbeschrijving. Een grotere technische zwaarte of een hoger risico van falen betekenen, dat er meer zaken in meer detail tussen spuitser en opdrachtgever moeten worden geregeld en gecontroleerd.

De volgende onderwerpen komen aan bod:

1. Doel/toepassing (van de applicatie).
2. Specificatie van de deklaag.
3. 'Sprayability' test (kwalificatietraject voor het spuitmateriaal).
4. Meetrapport (in- en uitgangscntrole voor het te spuiten product).
5. Spuiten (waarvoor vier soorten parameters met afnemende procesmarges werden gedefinieerd).
6. Nabewerken (waarvoor een topografisch model werd neergezet).
7. Afnamecontrole (beschrijving en eisen overeen-gekomen testen ...).
8. Levering (documentatie en de omvang van de levering).
9. Formulieren (voorbeelden).
10. Procedures (functie binnen de procesbeschrijving).
11. Certificaten (functie binnen de procesbeschrijving).

Dit document werd praktisch getoetst in fase III in een serie rollenspielen tussen een spuitser en een opdracht-gever. Beide rollen konden worden vervuld door projectdeelnemers met ervaring vanuit het dagelijks leven in die rol. De rollenspielen werden aangeduid als 'kwali-teitspel'. Aan de hand van de ervaringen werd een model procesbeschrijving opgesteld, die voorziet in de zwaarste applicatie. Voor een applicatie van geringere technische zwaarte en/of risico van falen wordt het model vereenvoudigd naar omvang en diepgang. Dit gebeurt aan de hand van een checklist, die als bijlage 1 is opgenomen in het 'Raamwerk'. Hierna is de model procesbeschrijving omgezet in een blanco procesbe-schrijving voor de gegeven applicatie, die vervolgens door spuitser en opdrachtgever samen wordt ingevuld. Het 'Raamwerk' bevat hiervoor een stappenplan.

Hierin wordt ook uitgebreid ingegaan op de verdeling van verantwoordelijkheid aan de hand van de volgen-de relatie:



Deze relatie moet bij de invulling van een procesbe-schrijving worden geanalyseerd voor de gegeven appli-catie. De spuitser neemt hierbij verantwoordelijkheid voor de laageigenschappen en de opdrachtgever voor de functionele eigenschappen. Als ze samen onvol-doende ervaring blijken te bezitten voor het maken van de 'vertaling', moet dit worden opgevangen met testen. Het testprogramma wordt opgenomen in de procesbeschrijving of leidt tot een apart vooronderzoek.

Zie verder § 7.3.

## Hoofdstuk 7

### Resultaten fase III - Praktijkonderzoek

Fase III van het project bestond uit praktijkproeven in keteldelen van afvalverbrandingsinstallaties (AVI's). Dit verder als "Hoge Temperatuur" (HT) aangeduide programma werd opgezet om zo snel mogelijk de expositiemogelijkheden te kunnen benutten. Al tijdens de uitvoering van fase II is gestart met onderzoek van coatings en het exposeren ervan. Daarnaast zijn exposities uitgevoerd voor het "Lage Temperatuur" (LT) programma, zoals eerder vastgelegd in het werkplan voor fase III (doc. TN 00-61). Fase III omvatte drie onderdelen:

1. Het HT programma met exposities in afvalverbrandingsinstallaties.
2. Het LT programma met statische exposities in zee-water en zowel statische als dynamische exposities in sterk zure milieus.
3. De kwaliteitsspelen.

Het doel van de exposities was na te gaan of de binnen het project, onder beheerste fabricageomstandigheden gefabriceerde coatings, na onderwerping aan de binnen het project gekozen en/of ontwikkelde testen, in de praktijk een redelijk voorspelbaar degradatiegedrag zullen vertonen.

Het doel van de kwaliteitsspelen was te onderzoeken, hoe het proces, waarmee een product van een (HVOF) gespoten deklaag wordt voorzien, zo goed mogelijk beschrijfbaar en meetbaar gemaakt kan worden en vervolgens vast te leggen in een flexibel raamwerk voor een procesbeschrijving.

De planning voor het HT programma werd bepaald door de vigerende onderhoudsplanning van de beheerders van de deelnemende afvalverbrandingsinstallaties:

1. Ketel van AVR te Rotterdam, oververhitter (OVO) en luchtvoorwarmer (LUVO);
2. Ketel van AVR-AVIRA te Duiven, oververhitter (OVO);
3. Ketel van Essent/VAM te Wijster (scherm pijpen).

In deze installaties werd het gedrag van coatings onder praktijkcondities in hoge temperatuur gasmilieu van afvalverbrandingsinstallaties geverifieerd.

#### 7.1 HT Praktijktesten

Voor de exposities werden pijpstukken en bochten door projectdeelnemer(s) aangeleverd en voorzien van

coatings. Een deel van de pijpstukken/bochten werd ingebouwd, extra pijpstukken/bochten werden gebruikt voor onderzoek naar de uitgangstoestand. Van de extra pijpstukken/bochten werd een deel in doorsnede geprepareerd en lichtmicroscopisch onderzocht. De pijpstukken hadden een gelijkmatige coating, die ook na het prepareren vast bleef zitten. De bochtstukken, die vanwege hun vorm moeilijker te spuiten zijn, hadden een variabele laagdikte, waarbij op sommige plaatsen de coating na prepareren los was.

Typisch voor de exposities was, dat de temperatuur van de gasstroom fluctueert door variaties in het afval en het verbrandingsproces. Daarnaast is de rookgas-temperatuur afhankelijk van de vervuilingsgraad van de ketelinstallatie. Naarmate er meer vervuiling optreedt, stijgt de rookgas-temperatuur in grote delen van de installatie, om weer op lager niveau te beginnen na een tussentijdse reiniging (meestal bij korte stop). Tabel 7.1 geeft gemiddelden voor de betreffende installaties.

In de periode 1999-2002 werd een uitgebreid expositiesprogramma uitgevoerd. Een overzicht van de uitgevoerde exposities is gegeven in tabel 7.2.

De volgende activiteiten zijn uitgevoerd door de projectdeelnemers:

|                                                                                                                   |   |                       |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---|-----------------------|
| Bochten en pijpstukken van coatings voorzien                                                                      | } | (Revamo/Sulzer Metco) |
| Pijpstukken van coatings voorzien                                                                                 | } | (ECN/Praxair: TAFA)   |
| Bochten van coatings voorzien                                                                                     | } | (OSU Maschinenbau)    |
| Beschikbaar stellen pijp-materiaal, in- en uitbouw van pijpen en monsters, begeleiden expositie (procescondities) | } | (AVI's)               |
| Vorbereiden procedures en expositie, onderzoek coatings.                                                          | } | (TNO Industrie)       |
| contact met COST 522 (Europese samenwerking).                                                                     | } |                       |

De monsters zijn in overleg met de AVI's geplaatst op zwaar belaste plaatsen. Op deze plaatsen maakt de korte levensduur van de gangbare ketelstaalsoorten maatregelen noodzakelijk, als oplossen met Alloy 625 of plaatsen van een extra afscherming. Het verloop van de exposities en de resultaten van het onderzoek zijn weergegeven in het rapport "Expositie van HVOF coatings bij hoge temperaturen in installaties voor verbranding van afval (AVI)" (doc. nr. TN 02-103). Er werden zowel HVOF coatings als elektrisch draadgespoten coatings getest (zie tabel 7.3).

tabel 7.1 Bedrijfscondities van de AVI's en temperaturen nabij de monsters

| Installatie             | AVR Avira   | AVR Rotterdam    | Essent VAM      |
|-------------------------|-------------|------------------|-----------------|
| Aantal trekken          | 2           | 4                | 4               |
| Stookwaarde afval (LHV) | ~ 9,5 MJ/kg | ~ 9,0 MJ/kg      | ~ 12 MJ/kg      |
| Gas bij monsters        | ~ 530 °C    |                  |                 |
| OVO bocht gas/stoom     |             | ~ 725 / ~ 355 °C |                 |
| LUVO pijp gas/lucht     |             | ~ 295 / ~ 175 °C |                 |
| Scherm 1 gas/water      |             |                  | ~ 1050 / 260 °C |
| Scherm 2 gas/water      |             |                  | ~ 900 / 260 °C  |

tabel 7.2 Overzicht uitgevoerde expositie van gecoat pijpmateriaal

| Installatie                              | Coatings <sup>1)</sup>                                      | Onderzoek <sup>2)</sup>     | Expositie in | Looptijd |
|------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|-----------------------------|--------------|----------|
| AVR ketel 3<br>OVO bochten               | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R)                          | B1, B2,<br>B3, <u>B4</u>    | Wk 45 (1999) | 6200 h   |
| AVR ketel 3<br>OVO bochten               | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R)                          | B6, B5,<br>B8, <u>B7</u>    | Wk 31 (2000) | 10250 h  |
| AVR ketel x <sup>3)</sup><br>OVO bochten | 355X (O)                                                    | B9, B10,<br>B11, <u>B12</u> | Wk 2 (2001)  | 10250 h  |
| AVR ketel 3<br>LUVVO pijpen              | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R),<br>Smartarc SM 8222 (R) | L1, L2, <u>L3</u>           | Wk 45 (1999) | 8500 h   |
| AVR ketel 3<br>LUVVO pijpen              | 350 (R),<br>Diamalloy 1005(R),<br>Smartarc SM 8222 (R)      | L5, L6, L7, <u>L4</u>       | Wk 48 (2000) | 7400 h   |
| AVR ketel x<br>LUVVO pijpen              | 1281V (E),<br>1280V (E),<br>1262 (E)                        | L14, L15, <u>L16</u>        | Wk 12 (2001) | 8700 h   |
| AVIRA ketel 1<br>OVO pijpen              | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R)                          | D1, D2, <u>D3</u>           | Wk 19 (2000) | 4030 h   |
| AVIRA ketel 1<br>OVO pijpen              | 1281V (E),<br>1280V (E)                                     | D4, D5, <u>D6</u>           | Wk 43 (2000) | 7800 h   |
| VAM ketel 12<br>Scherm 1                 | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R)                          | L8, L9, <u>L10</u>          | Wk 20 (2001) | 9200 h   |
| VAM ketel 12<br>Scherm 2                 | XPT 489 (R),<br>Diamalloy 1005 (R)                          | L11, L12, <u>L13</u>        | Wk 20 (2001) | 9200 h   |

1) R = Revamo/Sulzer-Metco, O = OSU Maschinenbau, E = ECN/Praxair TAFA  
2) Onderstreepte stukken voor microscopisch onderzoek vooraf.  
3) Bochten onvindbaar, onduidelijk in welke van de 4 ketels en op welke positie.

tabel 7.3 In programma gebruikte coatings en hun nominale samenstelling in gew. % (dikte HVOF ~0,5mm, draadgespoten coatings ~1,5 mm)

| Proces                   | Samenstelling (gew %)                               | Leverancier                  |
|--------------------------|-----------------------------------------------------|------------------------------|
| HVOF<br>HVOF<br>Arc Wire | Ni-CrMoFeNb 21 9 4<br>Ni-Cr 50<br>Fe-CrCMn 28 5 1   | Sulzer Metco<br>(Revamo)     |
| HVOF<br>HVOF<br>HVOF     | Fe-CrNiMoBCuSi 32 25 4<br>Fe-CrBSi 44 6<br>Ni-Cr 20 | Tafa/Praxair<br>(ECN-Petten) |
| Arc Wire                 | FeCrSi <sup>1)</sup> wire                           | OSU Maschinenbau             |

1) Experimentele draad, samenstelling ligt nog niet geheel vast

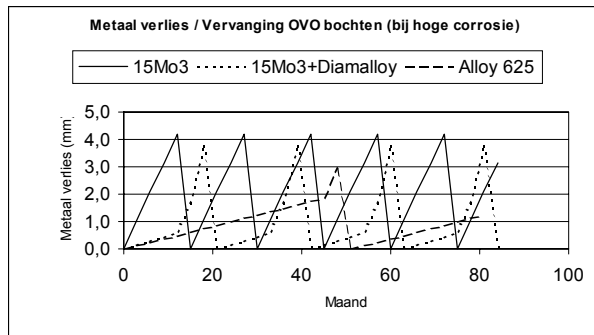
Als basismaterialen zijn gebruikt St. 35.8 (DIN Werkstoff Nr. 1.0305) en 15Mo3 (DIN Werkstoff Nr. 1.4515). Alloy 625 (DIN Werkstoff Nr. 2.4856), in de vorm van een oplaslegering, diende als referentie.

Het onderzoek leidde tot de volgende conclusies:

1. Voor de expositie is bewust gekozen voor plaatsen met zowel een hoge thermische belasting als een hoge chemische belasting door het rookgasmilieu en de vorming van afzettingen.
2. Met name de aanstroomkant van de diverse pijp-vormige onderdelen wordt zwaar belast en vertoont de hoogste corrosie. De evaluatie van het corrosie-gedrag van de coatings is gebaseerd op deze maximaal aangetaste zijden, waarbij als vergelijkings-materiaal heeft gediend, enerzijds ongelegeerd of laaggelegeerd ketelstaal en anderzijds nikkelbasis materiaal, in het bijzonder opgelast Alloy 625.
3. Het blijkt dat de coatings een hogere weerstand hebben tegen corrosie in afvalverbrandingsinstallaties dan ketelstaal. Coatings kunnen daarmee bescherming bieden aan stalen onderdelen.
4. Met name de HVOF coatings zijn veelbelovend, de hechting is in stand gebleven, de porositeit is vrijwel nihil. Het belangrijkste degradatieproces is min of meer uniforme corrosie door de agressieve bestanddelen in de hete gassen.
5. In het afvalverbrandingsmilieu vertonen met name coatings, waarvan de samenstelling goed overeenkomt met Alloy 625, een vergelijkbare corrosie-weerstand als opgelast Alloy 625. Wel is het mogelijke toepassingsgebied beperkt tot metaaltemperaturen van ca. 400 °C.
6. De in dit project waargenomen metaalverliezen voor de betreffende coatings, voor opgelast alloy 625 en voor ketelstaal o.a. 15Mo3 (zie ook figuur 7.1) komen goed overeen met eerder gepubliceerde gegevens van geëxtrapoleerde corrosiegetallen in afvalverbrandingsinstallaties.
7. Om redenen van beperking van thermische spanningen in de coating bij het aanbrengen, wordt aanbevolen de coatingdikte te beperken tot ca. 0,5 mm. In verband hiermee is bij een bepaalde corrosiesnelheid de levensduur van de coating

meer gelimiteerd dan van een dikkere opaslaag of massief pijpmateriaal.

8. Dit neemt niet weg dat door de toepassing van coatings de corrosie van keteldelen aanmerkelijk verminderd kan worden, waardoor levensduurverlenging kan worden gerealiseerd. Enerzijds kan hiermee voor matig belaste onderdelen een lange economische levensduur bereikt worden, anderzijds kan van zwaar belaste onderdelen de levensduur zodanig worden verlengd, dat lange en voorspelbare bedrijfsperiodes tot een onderhoudsstop gerealiseerd kunnen worden.



figuur 7.1 Indicatieve berekeningen laten zien dat de levensduur van 15 Mo3 door toepassing van een coating aanmerkelijk kan worden verlengd. Met name als de corrosie niet extreem is, is een levensduurverlenging met een factor 2 haalbaar

## 7.2 LT Praktijktesten

Voor het LT programma werd een serie expositietesten in zeewater en sterk zuur uitgevoerd, zoals aangegeven in tabel 7.4 en 7.5. De bedoeling hiervan was enerzijds het gedrag op langere termijn te achterhalen en anderzijds de ECP te toetsen aan praktisch gedrag.

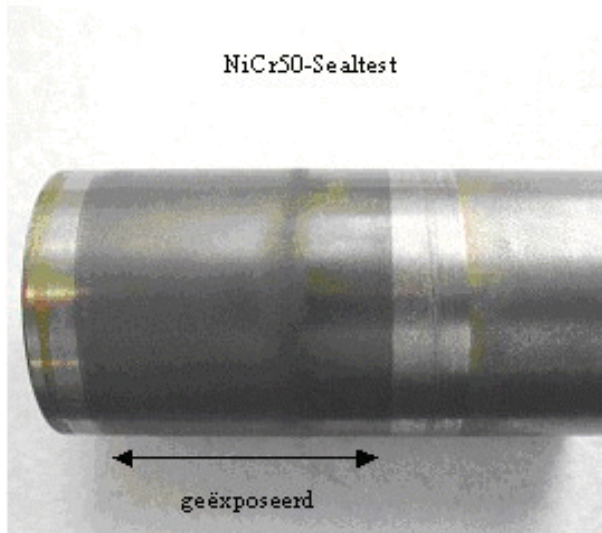
De proefplaten 1, 2 en 3 werden 13 maanden in ververst, stilstaand zeewater geëxposeerd, waarbij gedurende de eerste 320 dagen de potentiaal werd gemeten. Bij test [1] bleek na een aanvankelijke stijging van de potentiaal van  $-0,2$  V (tegen SCE) in de eerste 10-20 dagen, de potentiaal te dalen naar een stabiele waarde van ca.  $-0,45$  V (tegen SCE). Visueel onderzoek aan het eind van de expositie leerde dat de coating zeer brosse gebieden had, waarschijnlijk als gevolg van selectief in oplossing gaan. De coating was hier gemakkelijk te verwijderen. Bij test [2] daalde de potentiaal in ca. 10 dagen van ca.  $-0,1$  V (tegen SCE) naar een stabiele waarde van ca.  $-0,4$  V, waarbij het RVS actief corrodeerde. Visueel onderzoek aan het eind van de expositie leerde, dat dit werd veroorzaakt door een beperkt aantal gebiedjes met aantasting. Merkwaardig was dat de toplaag deels was verdwenen. Bij test [3] daalde de potentiaal gedurende de eerste 250 dagen continu van ca.  $-0,2$  V naar ca.  $-0,55$  V (tegen SCE). Visueel werd een relatief grote hoeveelheid corrosieproducten op het coatingoppervlak gevonden. De deklaag zelf was nog steeds aanwezig en vertoonde geen blisters of ander verlies van hechting.

tabel 7.4 Overzicht voorgenomen exposities voor het regime laag/maritiem

| Test | Substraatmateriaal | Coating                                                         | Afmetingen [mm]           | Milieu                               | Aantal tests |
|------|--------------------|-----------------------------------------------------------------|---------------------------|--------------------------------------|--------------|
| 1    | C-staal            | IN 625 (geoptimaliseerd)                                        | 100 x 120 x 12            | continu ververst natuurlijk zeewater | 3            |
| 2    | Monel              | Ni-Cr 20                                                        | 50 x 70 x 12              |                                      | 3            |
| 3    | AISI 316L          | Ni-Cr 20 (bondcoat)<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (topcoat) | 100 x 120 x 12            |                                      | 3            |
| 4    | C-staal, as        | IN 625                                                          | Ø ~ 20 mm<br>lengte 60 cm | continu ververst natuurlijk zeewater | 1            |
| 5    | AISI 316L, as      | Ni-Cr 20 (bondcoat)<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (topcoat) | Ø ~ 20 mm<br>lengte 60 cm | continu ververst natuurlijk zeewater | 1            |

tabel 7.5 Overzicht voorgenomen exposities voor het regime laag/sterk zuur

| Test | Substraatmateriaal | Coating                                                                              | Afmetingen [mm] | Milieu                                     | Aantal tests |
|------|--------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|--------------------------------------------|--------------|
| 1    | Asjes (C45)        | Ni-Cr 20 (bondcoat)<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (topcoat)<br>(geoptimaliseerd) | Ø 20            | Gaswasser condensaat Essent VAM            | 2            |
| 2    |                    | Ni-Cr 20 (bondcoat)<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (topcoat)                      | Ø 20            | Procesvloeistof Akzo Nobel                 | 2            |
| 3    |                    | Ni-Cr 20 (bondcoat)<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (topcoat)<br>(geoptimaliseerd) | Ø 20            | Procesvloeistof Akzo Nobel                 | 2            |
| 4    | Ketelpijp (15Mo3)  | Cr-Ni 50 (figuur 7.2)                                                                | Ø 50            | Gaswasser condensaat Essent VAM            | 2            |
| 5    |                    | Cr-Ni 50 (geoptimaliseerd)                                                           | Ø 50            | Gaswasser condensaat Essent VAM / ECP test | 1 / 1        |
| 6    |                    | IN 625 (geoptimaliseerd)                                                             | Ø 50            | Gaswasser condensaat Essent VAM / ECP test | 1 / 1        |



figuur 7.2 Uiterlijk van proefstuk 4 in tabel 7.5 na de stationaire sealtest gedurende 300 uur

Test [4] leverde een met test [1] overeenkomend resultaat op. Test [5] week af van test [3]. Er was veel ruis en de curve slingerde tussen -0,3 en 0,6 V (tegen SCE). Dit werd veroorzaakt door de onderzijde van de as, die niet gecoat was en sterk werd aangetast. De resultaten zijn verwerkt in de rapportage over de functionele eigenschappen (doc. nr. TN 02-105). De exposities leidden tot de volgende conclusies:

1. De afwijkingen tussen de proefstukken in de potentiaalgedrag en corrosiebeeld na expositie zijn klein.
2. Bij de geteste Ni-Cr 20 deklaag op Monel activeert de deklaag op enkele plaatsen, waardoor deze hier op den duur zijn integriteit verliest.
3. Er is na expositie van 13 maanden van de geteste Ni-Cr 20 +  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  deklaag op AISI316L,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  verdwenen op plaatsen waar de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  deklaag zwart was na het spuiten.
4. In het geval van de geteste Inconel 625 deklaag op staal C45 neemt de potentiaal geleidelijk af met het toenemen van het corroderend substraat. Hoewel corrosie van het substraat plaatsvindt, vindt geen blaarvorming plaats en is de deklaag niet makkelijk verwijderbaar met een scalpel.
5. Er is geen significant verschil gezien tussen de geometrie van platen en as met diameter 20 mm.

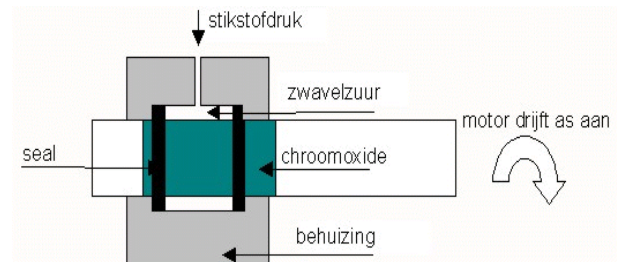
De expositietesten in sterk zuur zijn aangegeven in tabel 7.5.

Voor het ondersteunende onderzoek in de seal tester van Akzo Nobel (zie figuur 7.3) is een tiental kleine assen van C-staal aangeleverd door Akzo Nobel. De assen zijn bij ECN voorzien van een optimaal gespoten HVOF-TopGun Ni-Cr 20 laag. Op deze laag is een  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  slijtvaste toplaag aangebracht, die volgens specificaties van Akzo Nobel werd nabewerkt. De assen draaien in de behuizing, waarbij twee seals voor de afdichting en de slijtagedruk zorgen. De langste proeftijd resulteerde in de grootste verandering in oppervlaktegesteldheid door corrosie. Op alle assen werd blaarvorming waargenomen. De blaarvorming was begrensd tot het gebied tussen de seals. Corrosie aan de Ni-Cr 20 hechtlaag en slijtage onder de seals werden niet waargenomen.

Test [4] werd niet uitgevoerd, omdat de met de ECP test opgebouwde kennis en ervaring het testen van

een niet geoptimaliseerde coating overbodig maakte. In plaats daarvan werden parallel aan de testen [5] en [6] ECP testen uitgevoerd om een relatie te kunnen leggen tussen expositie- en ECP resultaten.

De pijpen in het gaswassercondensaat hielden zich goed. Visueel was er geen spraken van doorbraak van de laag. De ECP testen lieten zien, dat over een langere termijn wel algemene aantasting is te verwachten. Ruwheidsmetingen bevestigden dit (zie doc. nr. TN 02-105). Dit is normaal voor nikkelbasislegeringen, omdat het condensaat chloriden en organische zuren bevat.



figuur 7.3 Schematische weergave van de Akzo Nobel sealtester

### 7.3 Kwaliteitspelen

Het doel was te onderzoeken hoe het proces, waarmee een product van een (HVOF) gespoten deklaag wordt voorzien, zo goed mogelijk beschrijfbaar en meetbaar gemaakt kan worden en vervolgens vast te leggen in een flexibel raamwerk voor een procesbeschrijving.

Stork FDO heeft samen met Stork MHC<sup>4)</sup> op basis van een serie interviews een concept ontwikkeld, dat als basis diende voor het later door Stork Aludra en Stork FDO ontwikkelde "Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen" (doc. nr. TN 02-96, zie § 6.10). De ontwikkeling gebeurde interactief met de in tabel 7.6 aangegeven rollenspelen. De rollenspelen, onder de naam "kwaliteitspelen", hadden het oogmerk alles wat er zou moeten gebeuren en wat er werkelijk gebeurt rond realistische cases, tegen het licht te houden. Het uitgangspunt was daarbij, om op een zo eenvoudig mogelijke manier duidelijk te krijgen wat de belangrijkste aspecten zijn die voor kwalificatie van zowel proces, uitvoerend personeel, als product geregeld zouden moeten worden. Discussies in de werkgroep hebben duidelijk gemaakt, dat in de huidige situatie alleen proceskwalificatie kan worden nagestreefd. Gesprekken met anderen, waaronder de Duitse GTS en de Amerikaanse TSS, bevestigden dit. Met name productkwalificatie wordt nog steeds als een brug te ver gezien.

Daarnaast werd kennis overgedragen ten behoeve van een procesbeschrijving die werd opgesteld in een flankerend project (zie tabel 7.7). In dit project werden elektrisch draadgespoten deklaag, op basis van zink en aluminium, voor toepassing op zee en aan de kust op corrosiebestendigheid onderzocht. Partners waren TNO, Rijkswaterstaat en de Koninklijke Marine. Aan de hand van deze procesbeschrijving werden proefstukken gespoten die door de Koninklijke Marine in zeewater werden geëxposeerd.

De kwaliteitspelen werden uitgevoerd door kleine taakgroepjes met een waarnemer voor de registratie van de 'leermomenten'. Voor het flankerend project leverde

4) Stork MHC is inmiddels gesloten. De verplichtingen in het project werden volledig overgenomen door Stork Aludra.

tabel 7.6 Kwaliteitspelen TS-98

| "Leverancier" | "Klant"                          | Product                                                          | Procesbeschrijving   |
|---------------|----------------------------------|------------------------------------------------------------------|----------------------|
| Stork Aludra  | Stork Turboservices              | Brandstofleiding<br>Met babbitt opgespoten lagers (draadspuiten) | TN 02-95<br>TN 02-94 |
|               | Stork Industry Services Zuidoost | Conus spindelas                                                  | TN 02-99             |
| Revamo        | Akzo Nobel                       | Matrijzen likstenen                                              | TN 02-100            |

tabel 7.7 Procesbeschrijving voor flankerend onderzoek

| "Leverancier"    | "Klant"  | Product                    | Procesbeschrijving |
|------------------|----------|----------------------------|--------------------|
| OSU Maschinenbau | KM / RWS | Draadgespoten proefpanelen | TN 02-93           |

TS-98 alleen de waarnemer. Voor een optimale kennis-overdracht waren vertegenwoordigers van Rijkswaterstaat en Koninklijke Marine op uitnodiging van de projectleiding aanwezig bij enkele werkgroepvergaderingen en werden zij tevens genodigd de stuurgroepvergaderingen te bezoeken.

De in § 6.10 genoemde "Model procesbeschrijving" bestond eerst in een door Stork FDO opgesteld concept en werd tijdens de kwaliteitspelen doorontwikkeld tot doc. nr. TN 02-98. Zie hiervoor het verslag van de "leermomenten" in § 7.3.1. Ook de "Checklist" evolueerde tijdens de kwaliteitspelen.

### 7.3.1 Leermomenten kwaliteitspelen

In algemene zin zijn de volgende leermomenten te noemen:

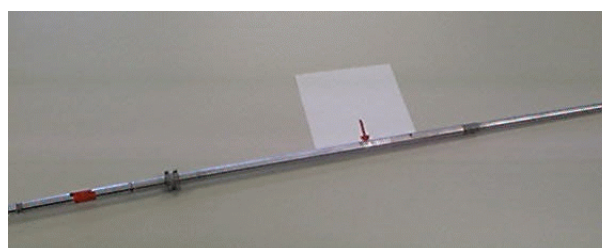
- ▶ Als eerste kan worden gesteld dat de toepassing van "Raamwerk" en "Model" in omvang zo groot zijn geworden dat voor een gemiddelde applicatie de te leveren inspanning ter discussie stond. Dit heeft geleid tot de ontwikkeling van de "Checklist" die als bijlage 1 in het "Raamwerk" is opgenomen.
- ▶ Met de checklist bleek bij een gegeven applicatie eenduidig, niet alleen de economische noodzaak voor een procesbeschrijving, maar ook de omvang en diepgang te kunnen worden bepaald. De op de applicatie aangepaste model procesbeschrijving wordt een "Blanco procesbeschrijving" genoemd die verder tussen spuiters en opdrachtgever vlot kon worden ingevuld. Omdat door de stuurgroep is besloten "Raamwerk" en "Model" ook voor bedrijven buiten de groep van projectdeelnemers beschikbaar te stellen bleek het nuttig daar een illustratief voorbeeld bij te doen. Dit voorbeeld, gebaseerd op de "conus spindelas", is uitgewerkt in doc. nr. TN 02-101.
- ▶ Vooral bij wat zwaardere applicaties werd vanaf de kant van opdrachtgever ervaren dat het eenduidig vastleggen van de context van de applicatie en het aan het spuiten te koppelen test- en kwalificatieprogramma een flinke stap voorwaarts richting proceskwalificatie oplevert.
- ▶ Regelmatig werd gezien dat het gemakkelijker is geworden voor de spuitspecialist om duidelijk te maken dat het aanbrengen van een betrouwbare thermisch gespoten laag niet alleen de verantwoordelijkheid is van de spuitspecialist.
- ▶ Het werken met gemarkeerde (vette en gekleurde) tekst om actieniveaus aan te geven tijdens de ontwikkeling van een procesbeschrijving bleek visueel zeer overzichtelijk te maken waar zaken nog niet voldoende waren geregeld. De rode teksten waarmee in het kwaliteitsspel nog openstaande zaken en vragen werden gemarkeerd, konden in de looptijd van alle spelen allen worden verwijderd. Een vette

markering, waarmee wijzigingen en aanvullingen ten opzichte van het oorspronkelijke "Raamwerk" werden aangegeven, zijn grotendeels gehandhaafd om een indruk te geven van het veranderingsvolume. Een deel hiervan is toe te schrijven aan het feit dat er ook vrije teksten moesten worden ingevuld, zoals in het hoofdstuk "Doel/toepassing". Onderstreepte tekst werd gebruikt om wijzigingen ten opzichte van de voorgaande versie bij te houden. Ook deze zijn verwijderd.

De overige applicatiespecifieke leermomenten waren:

#### 7.3.1.1 Brandstofleiding - doc. nr. TN 02-95

Dit betrof een zogenaamde OEM applicatie, waarin een product (figuur 7.4) moet worden bewerkt aan de hand van vooraf opgelegde procedures. Verandering van voorgeschreven materialen of productiemethoden is mogelijk, maar alleen nadat met succes een kwalificatietraject werd doorlopen. Doorgaans gaat dit gepaard met leveren van bewijzen middels functioneel onderzoek. De procesbeschrijving werd gericht op het produceren van een WC-Co coating op een plaats waar een galvanisch nikkel-chroom systeem is voorgeschreven. Het model bleek (na kleine aanpassingen) geschikt voor het werken op basis van door derden voorgeschreven procedures, aangevuld met eigen procedures o.a. voor de ontwikkeling van applicatiespecifieke parameters. Met name het voorgesteld model voor een 'meetrapport' werd aangepast aan de wens om op één formulier ingangs- en uitgangstoestand naast elkaar te kunnen vermelden. Het invlechten van bewijs voor equivalentie middels functioneel onderzoek is op zich niet onmogelijk. Echter, door het ontbreken van ervaring vroeg dit hier onderzoek vooraf, met waarschijnlijk een nog te ontwikkelen frettingtest. De noodzaak hiervoor werd zichtbaar bij het doorlopen van de checklist. Door te anticiperen op de beschikbaarheid van een dergelijke test kon in de procesbeschrijving worden volstaan met het plaatsen van enkele voetnoten en opmerkingen. Deze kunnen snel worden verwijderd als de test er is, zodat met de procesbeschrijving de nodige proefstukken kunnen worden gespoten voor het definitieve bewijs van equivalentie.



figuur 7.4 Brandstofleiding stationaire turbine, bescherming lagerplaats met anti-fretting laag

### 7.3.1.2 Met babbitt opgespoten lagere (draadspuiten) – doc. nr. TN 02-94

Dit kwaliteitspel was vooral gericht op het toetsen van de bruikbaarheid van Raamwerk en Model voor andere spuitprocessen. In overleg met Stork TurboServices werd gekozen voor elektrisch draadspuiten. De bedoeling van de opdrachtgever was het verkrijgen van een goedkoper en vooral betrouwbaar alternatief voor het ingieten van witmetaal voor lagere. Het kwaliteitspel werd ingericht voor het stuwlagere druklagere van een stationaire turbine.

Tijdens de uitvoering ontstond ook hier de noodzaak voor equivalentie onderzoek, omdat de voorgeschreven witmetaalkwaliteit niet beschikbaar bleek als draad voor thermisch spuiten. De tijd voor werkelijk onderzoek ontbrak, zodat via literatuuronderzoek en ervaringsgegevens moest worden gewerkt. Hierbij bleek het opspuiten van lagere met witmetaal een reeds lang bestaande applicatie te zijn (figuur 7.5), waarvoor Sulzer Metco achtergrondinformatie leverende. Dit betrof echter de gebruikelijke standaardkwaliteit. Het bleek echter vrij eenvoudig ervaringen met druklagere aan boord van een schip toe te voegen, waarmee weliswaar het bewijs niet onomstotelijk is, maar wel voldoende om tussen spuitere en opdrachtgever te documenteren, dat dit slechts een gering risico voor beiden oplevert. De winst was daarmee evident en de procesbeschrijving wordt inmiddels met succes toegepast.

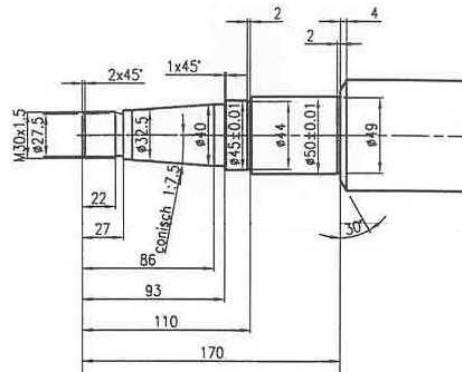


figuur 7.5 Deze babbitt lagere zijn een typisch voorbeeld van routine reparaties. De lagerhuizen hoeven niet te worden losgenomen, daar (op locatie) inwendige diameters vanaf 125 mm te spuiten zijn. Babbitt spuiten levert een economische reparatiemethode. Thermisch gespoten babbitt is beter dan gegoten babbitt, omdat het door de microporeusheid het smeermiddel beter vasthoudt en daarmee een langere levensduur geeft

### 7.3.1.3 Conus spindelass – doc. nr. TN 02-99

Dit kwaliteitspel was erop gericht te onderzoeken of procesbeschrijvingen zijn te gebruiken in een reparatiesituatie. Hier ontbreekt de tijd voor onderzoek en kwalificatie. Daar werd gekozen voor een generieke procesbeschrijving. Om toch zo realistisch mogelijk te blijven, werd gekozen voor een regelmatig terugkerende reparatie, namelijk het herstellen van slijtage van 'uitgelopen' assen. Tijdens de voorbereiding deed zich een kans voor een extra moeilijkheidsfactor aan te brengen, doordat er een dergelijk reparatie van een as met een conisch deel voordeed (figuur 7.6). Door dit te kwalificeren, zullen ook eenvoudiger reparaties aan rechte assen gekwalificeerd zijn. De kwalificatie zal in dit geval bestaan uit het volgen van de as in de praktijk. Bij succes is het voornemen de opgestelde procesbeschrijving op te nemen in het kwaliteitsstelsel van de opdrachtgever.

Door het generieke karakter bleek het haalbaar om voor de relatief goedkope reparatie toch een procesbeschrijving te maken. De omvang en de mate van



figuur 7.6 Tekening van de spindelass. De conus wordt van een WC-Co 12 laag voorzien

diepgang is daardoor relatief klein. Dit bracht de werkgroep ertoe juist deze procesbeschrijving te selecteren voor de voorbeeldfunctie, om zo te laten zien dat het gecompliceerde en omvangrijke model met de checklist kan worden teruggebracht tot een vrij eenvoudige (zie doc. TN 02-101).

Bij de uitwerking ontstond de wens in het hoofdstuk "Doel/toepassing" een paragraaf voor het opnemen van een probleemstelling in te voegen. De bedoeling hiervan is een stuk tekst te krijgen, waarin de visie van de opdrachtgever op de applicatie (door hemzelf) wordt verwoord. Dit wordt dan later uitgewerkt in de andere rubrieken. Het model werd hier op aangepast.

### 7.3.1.4 Matrijzen likstenen – doc. nr. TN 02-100 (confidentieel tussen Akzo Nobel en Revamo)

Dit was bedoeld als een onderzoek naar de bruikbaarheid voor dunwandige delen, waarbij bovendien sprake is te moeten voldoen aan eisen die niet aan de afzonderlijke te spuiten delen zijn te stellen, maar aan het samengebouwde geheel. Op zich bleek dit redelijk goed te passen in het model, maar met name het regelen van de details van het meetrapport en de levering bracht met zich mee dat er technische details moesten worden opgeschreven, die de opdrachtgever schade zouden berokkenen als deze bij derden bekend zouden worden. In een normale situatie zou de procesbeschrijving als 'confidentieel' worden gekwalificeerd, wat in het kwaliteitspel dan ook is gebeurd. Omdat de functie van het meetrapport pas duidelijk werd na het beschikbaar komen van de procesbeschrijvingen van andere kwaliteitspelen, was het pas in een relatief laat stadium duidelijk wat dit voor gevolgen zou hebben. De tijd ontbrak daardoor om het kwaliteitspel te vervangen door een ander. In ieder geval bleken de ontwikkelde instrumenten zeer goed bruikbaar en zullen de matrijzen in de toekomst waarschijnlijk wel volgens de procesbeschrijving worden gespoten. In het kwaliteitspel werd nog gebruikgemaakt van de binnen het project ontwikkelde ECP test en de buigtest. De resultaten hiervan zijn verwerkt in het rapport "Functionele laageigenschappen in relatie tot de poederkarakteristiek" (doc. nr. 02-105).

### 7.3.1.5 Draadgespoten proefpanelen - doc. nr. TN 02-93

Het kenmerk van dit kwaliteitspel was, dat er voor de achterliggende applicaties goed gedocumenteerde proefstukken nodig waren. De schaalgrootte en vereiste betrouwbaarheid betekent, dat de technische zwaarte en het risico van falen groot zijn. De proefstukken zijn daarom behandeld, alsof zij de applicaties zelf waren.

Het eerste wat opviel is, dat eigenlijk de verkeerde partijen aan tafel zaten. Zowel Rijkswaterstaat als de Koninklijke Marine maken gebruik van aannemer(combinatie)s, die het feitelijke werk uitvoeren. Niettemin bleek de waarde van de voorgestelde aanpak juist in deze situatie zeer groot, omdat op basis van het kwaliteitspel kennis is gegenereerd, waarop de thans geldende uitvoeringsvoorschriften nuttig kunnen worden aangepast. Tevens werd een bevestiging gevonden, dat het niet veel uitmaakt met welk thermisch spuitproces of met welke materialen wordt gewerkt. Wel ontstond inzicht, dat andere protocollen nodig waren voor de parameterregistratie. Voor het elektrische draadspuiten hebben deze, middels de medewerking van OSU Maschinenbau, vorm gekregen en konden later worden gebruikt bij het spuiten van babbitt. Dit kwaliteitspel heeft ook veel bijgedragen aan de ontwikkeling van de voorbeeldformulieren. Zo is het omgaan met datums en waarmerken verbeterd, mede omdat Rijkswaterstaat en de Koninklijke Marine veel ervaring hebben met de eisen die systemen voor kwaliteitsborging stellen. De aangepaste formulieren werden opgenomen in de model procesbeschrijving. De aanvankelijke opzet om blanco procesbeschrijvingen te maken voor de verschillende spuitprocessen kon worden verlaten op basis van de ervaringen met dit kwaliteitspel. Bijlage 1 van het werkplan, de oorspronkelijk opzet voor het Raamwerk, werd geheel omgewerkt en gescheiden van het model, dat nu zo algemeen kon worden opgesteld, dat het voor alle spuitprocessen is te gebruiken. Spuiters kunnen nu zelf blanco procesbeschrijvingen afleiden voor hun eigen materialen, processen en applicaties. Dit kwaliteitspel heeft ook veel duidelijkheid gebracht in het omgaan met de 'Sprayability test'. Over de functie hiervan bestond aanvankelijk veel misverstand, omdat de test aanvankelijk werd gezien als een onderdeel van de proceskwalificatie. Na raadpleging van soortgelijk procedures in de lastechniek en bij luchtvaartapplicaties kwam naar voren, dat de sprayability test zich uitsluitend moet richten op kwalificatie van het spuitmateriaal. De proceskwalificatie is dan ook mogelijk voor geoptimaliseerde parameters, omdat de ontwikkeling hiervoor bij voorkeur met een gekwalificeerd poeder moet worden gestart. Het invlechten van niet gestandaardiseerd onderzoek, zoals de zeewaterexposities, bleek erg eenvoudig. Een duidelijke tekening met randvoorwaarden was voldoende. Niettemin ging er toch een aantal dingen fout, maar dit kon achteraf worden toegeschreven aan de overgang van het Marine Materialen Laboratorium naar TNO Oppervlakte Technologie. Een opvallende zaak was dat als een grote organisatie geen eisen heeft voor thermisch gespoten lagen, de kans bestaat dat er eisen worden ontleend aan andere oppervlaktelagen. De relevantie van de eisen moet dan voor alle partijen onomstotelijk duidelijk zijn, voordat een partij zich hieraan kan binden. In het kwaliteitspel ontbrak de tijd alle eisen voor loop- of "heli"-dek, die feitelijk gelden voor verfsystemen op basis van epoxy- of polyurethaan bindmiddel op deze wijze te evalueren. Waar mogelijk werden vanuit het werkgroepje opmerkingen en kanttekeningen geplaatst. Dit bleek goed te werken als 'vlaggen', die aangeven dat er nog wat geregeld moet worden.

## Hoofdstuk 8

### Resultaten fase IV - Technische en economische evaluatie

De doelstelling van fase IV was te onderzoeken in hoeverre het project het volgende heeft opgeleverd:

1. een HVOF-techniek en de bijbehorende testmethoden voor corrosiebestendige en slijtvaste deklagen voor toepassingen in de procesindustrie, de metaalverwerkende industrie, de turbinesector, de afvalverbranding, de waterbouw, enz..
2. criteria voor de keuze van optimale poeders in verband met corrosiewerende deklagen.
3. substitutie van onder andere hardchroomlagen of APS-lagen door HVOF-lagen, wat een aanzet kan geven tot nieuwe toepassingen.
4. inzicht in de factoren die de levensduur van HVOF-deklagen bepalen.

Toetsing verliep langs twee trajecten. Door de werkgroepen is met hoge frequentie<sup>5)</sup> sturing en controle gegeven aan de uitvoerende werkzaamheden van de deelprojecten, die in één of meer sub-werkgroepen plaatsvonden. De sub-werkgroepen controleerden hierbij met de projectleiding de werkzaamheden die werden uitgevoerd door TNO Oppervlakte Technologie Den Helder (MML), TNO Materiaal Technologie, ECN en Stork FDO. De sub-werkgroepen rapporteerden aan de werkgroep, waar ook de coördinatie plaatsvond. De werkgroep rapporteerde aan de stuurgroep die programma-tisch eindverantwoordelijk was. In het tweede traject is middels een tweetal enquêtes in fase I en IV bij de stuurgroep de gewenste inhoud van de werkplannen gepeild en terugkoppeling gevraagd op de bereikte resultaten.

#### 8.1 De HVOF techniek

Het project heeft veel beter inzicht gegenereerd in alle aspecten die belangrijk zijn bij het HVOF spuiten. De gemiddelde waardering voor de ontwikkelingen was hoog. De sponsors menen onder andere met de nieuwe testen het kwaliteitsniveau van de deklagen te kunnen verbeteren en goed te kunnen beheersen. Uit het oogpunt van corrosie betekent dit, dat de materiaalkeus gestructureerd wordt afgestemd op de applicatie in zijn specifieke omgeving, coatings reproduceerbaar dicht kunnen worden aangebracht en dat testen dit kunnen aantonen. Een punt van zorg blijft de hechting. Aan de wens op een niet destructieve manier, aan het product de hechting aan te tonen kon niet worden voldaan. Indirect geeft de nieuwe buigtest voorlopig wel meer inzicht. De test is echter, samen met de te gebruiken proefstukken, in gebruik en interpretatie vrij kritisch, waarvoor nog een vorm van standaardisering en/of normering zou moeten worden ontwikkeld. Gesteld mag worden dat de industrie in Nederland voor vrijwel alle bedrijfstakken nu kan beschikken over een coating methodiek die reproduceerbaar de productie van betrouwbare dichte, corrosiebestendige en slijtvaste deklagen mogelijk maakt (zie figuur 8.1). Het project heeft de strikte randvoorwaarden, die hier weliswaar bij gelden, zichtbaar en beheersbaar gemaakt. Vooralsnog zijn deze alleen beschikbaar voor de projectsponsors, maar door het buiten de sponsorgroep beschikbaar

stellen van het Raamwerk voor het maken van procesbeschrijvingen en de Model procesbeschrijving met een voorbeeld zijn ook voor andere bedrijven de voordelen bereikbaar. Temeer daar aan de uitvoerende onderzoeksinstellingen wordt toegestaan de verworven kennis te gebruiken voor derden. Op de ontwikkelde testen rust een embargo.



figuur 8.1 Het HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) spuitproces is in wezen hetzelfde als het poeder vlamspuitproces (LVOF) behalve dat het werd ontwikkeld om een extreem hoge snelheid te produceren. Er zijn verschillende HVOF pistolen waarbij verschillende methoden worden gevolgd om de hoge snelheid te krijgen. Een methode is feitelijk een hogedruk, watergekoelde HVOF verbrandingskamer met een lange uitlaat. Brandstof (kerosine, acetyleen, propyleen of waterstof) en zuurstof worden in de kamer verbrand met een hoge druk vlam, die de ruimte alleen kan verlaten via de uitlaat en daarbij aan snelheid wint. Poeder kan onder hoge druk axiaal in de verbrandingskamer worden gebracht of door de zij van een laval type nozzle waar de druk lager is. Een andere methode gebruikt een eenvoudiger systeem van een hoge druk verbrandingsnozzle en een luchtkap. Brandstofgas (propaan, propyleen of waterstof) en zuurstof worden toegevoerd onder hoge druk buiten de uitlaat, maar binnen de luchtkap die wordt gevoed met perslucht. De perslucht pakt de vlam op en versnelt deze en fungeert tevens als koelmiddel voor het HVOF pistool. Poeder wordt onder hoge druk axiaal toegevoerd in het midden van de uitlaat

#### 8.2 Poederkeuze

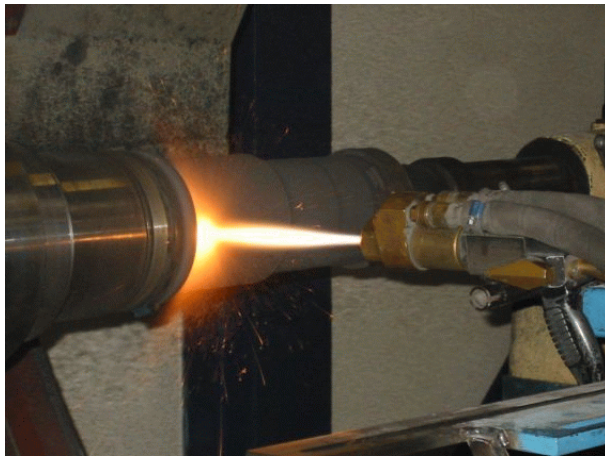
Een duidelijk winstpunt is dat geoptimaliseerde poeders voor HVOF nu veel beter verkrijgbaar zijn. Alhoewel het belang van een op de spuittechniek afgestemde poederkarakteristiek door sommigen al wel werd onderkend, onderbrak het aan overzicht en de mogelijkheid dit voldoende strak gespecificeerd in te kopen, zonder sterke kostenverhoging. Het project heeft hier in Nederland veel aan bijgedragen. Inmiddels zijn bij poederleveranciers de standaarden in gunstige zin verlegd, zodat nu tegen acceptabele voorwaarden optimale HVOF poeders te koop zijn. Projectdeelnemers, maar ook anderen, hebben hiermee nadrukkelijk uitzicht op toepassingen, die voorheen niet mogelijk waren. Op dit punt is het moeilijk concreet te zijn, omdat individuele bedrijven hun voorsprong in de markt willen behouden. Voorzichtige schattingen doen vermoeden dat het project een groei van de markt van 3-5% mogelijk maakt.

#### 8.3 Substitutie van andere lagen

De HVOF techniek heeft veel bijgedragen aan het vermogen hardchroomlagen te vervangen (zie ook figuur 8.2) en wel om twee redenen. De hechting, die ten opzichte van andere thermische spuittechnieken mogelijk

5) In totaal is de werkgroep 25 x bij elkaar geweest. Subwerkgroepen hebben in een ongedocumenteerd aantal werksessies mede controle uitgeoefend op de uitvoering van de werkzaamheden van TNO, ECN en FDO.

is zonder een warmtebehandeling te hoeven uitvoeren, is meer dan verdubbeld en ligt nu op het niveau van hardchroom. De dichtheid is nu voldoende beheersbaar om de intrinsieke corrosiebestendigheid van nikkelbasismaterialen ten volle te benutten. Er zijn thans diverse spuitmaterialen waarmee hardchroomvervangende lagen zijn te produceren. Hiervoor wordt verwezen naar de vakliteratuur en de poederleveranciers, die hardchroomvervangende coatings standaard in hun programma hebben. In feite is de in dit project geoptimaliseerde WC-CoCr een van die lagen. Deze presteert qua corrosiegedrag vergelijkbaar met een hardchroom-/nikkel systeem en qua slijtage beter. Dit is onder meer de reden geweest om de falende hardchroomlaag bij de brandstofleiding te vervangen door WC-CoCr 10 4. Ook onder frettingcondities zou dit zich beter moeten gedragen.



figuur 8.2 Het aanbrengen van een Fe-Mo legering is één van de mogelijkheden om hardchroom te vervangen, waarbij in dit geval de grote flexibiliteit om de versleten lagerplaats slijtvaster terug te brengen naar de oorspronkelijk maat doorslaggevend is

#### 8.4 Levensduur

Uitspraken doen over levensduur is in de techniek een hachelijke zaak. Materialen zijn niet alleen levensduurbepalend. De kosten van de verschillende beschermingssystemen zijn van vele factoren afhankelijk en niet eenvoudig vergelijkbaar (zie doc. nr. TN 02-103). Belangrijke invloedsfactoren zijn:

- ▶ kan het systeem op locatie worden aangebracht, hetzij direct in situ, hetzij in de werkplaats op in te bouwen onderdelen;
- ▶ kan het systeem bij vervanging in de fabriek op nieuwe delen worden toegepast;
- ▶ de toegankelijkheid van het object;
- ▶ de voorzieningen die daarvoor noodzakelijk zijn;
- ▶ de benodigde tijd. Past het in geplande stop of neemt de stilstandstijd extra toe;
- ▶ de omvang van het te beschermen deel;
- ▶ enz.

In relatieve zin mag als bewezen worden geacht, dat geoptimaliseerde HVOF lagen dichter zijn en daarmee onder corrosieve condities langer mee zullen gaan dan bijvoorbeeld vlamgespoten of plasmagespoten lagen, die met kunststoffen moeten worden 'geseald', om ze dicht te krijgen. Het HT programma in dit project heeft bewezen, dat bij dichte metallische lagen de levensduur van HVOF gespoten lagen, zelfs onder de zeer zware condities van de vuilverbranding, vergelijkbaar is met opgelaste lagen. Wel met de kanttekening, dat

in dat geval de laagdikte de levensduur bepaalt. Thermisch gespoten lagen op ketelpijpen en -bochten zijn over het algemeen beperkt tot 0,5 - 1 mm. Daar staat tegenover dat in AVI's tot nu toe bij onvoldoende levensduur dure maatregelen worden genomen als procesbeperking en het toepassen van composietpijpen (zie doc. nr TN 02-103). Oplassen is al goedkoper, maar de relatief dikke oplaslaag heeft een slechtere warmtegeleiding. Een niet gepubliceerde studie van een ketelbouwer heeft aangetoond dat het 'break-even' punt tussen thermisch spuiten en oplassen van Inconel 625 ligt bij ca. 8 jaar (volcontinu). Omdat ook TS-98 laat zien dat een dergelijke levensuur bij de gegeven laagdikte niet haalbaar is, moet de winst worden gehaald uit relatief goedkope technieken om deklagen snel in situ te kunnen vervangen en liefst net voordat de aantasting het pijpmateriaal zal bereiken. HVOF is mogelijk, maar relatief duur. Het elektrisch draadspuiten zou hiervoor een goed alternatief zijn. De methoden die nu beschikbaar zijn, stellen in staat in situ resistente lagen te produceren, die goedkoper zijn dan HVOF lagen. Het HT onderzoek laat echter zien dat de dichte HVOF lagen beter presteren.

In een natte omgeving blijkt dat de levensduur vooral wordt bepaald door twee zaken: de materiaalkeus en de dichtheid. Beide zijn door de resultaten van dit project volledig onder controle te krijgen. De spuiters kan zich voor een optimale materiaalkeus in moeilijke gevallen laten bijstaan door specialisten. De controle over de dichtheid regelt hij nu zelf met behulp van geoptimaliseerde procesparameters en de ECP test voor controle. Het toepassingsgebied van thermisch gespoten deklagen is daarmee sterk uit te breiden. Het wantrouwen ten aanzien van de prestaties van thermisch gespoten deklagen onder corrosieve omstandigheden is dan ook niet langer gerechtvaardigd. Voorwaarde is en blijft, dat dan wel moet worden gewerkt volgens de door dit project uitgegeven richtlijnen.

*De uitkomst van het onderzoek is, dat er nu weinig applicaties zijn, waar onder toepassing van HVOF spuiten geen technisch en/of economisch voordeel is te halen als spuiters en opdrachtgever samen werken met procesbeschrijvingen.*

## Hoofdstuk 9

### Platform

De spuiters zijn typisch kleine ondernemingen, die het moeten hebben van samenwerking, met respect voor de eigen identiteit en elkaars klantenkring. Er is nog steeds een duidelijke behoefte aan het uitwisselen van kennis en het doen van gezamenlijk onderzoek. Nieuwe subsidieregels maken het op dit moment moeilijker, zo niet onmogelijk om projecten zoals TS-98 met een breed collectief tegen acceptabele kosten uit te voeren. Er is voor het eerst na ruim 10 jaar dan ook geen vervolproject gedefinieerd, terwijl er nog wel belangrijke onderwerpen liggen, zoals:

- ▶ beheersbaar maken van restspanningen;
- ▶ corrosiebescherming, o.a. een database met gedrag in diverse milieu's;
- ▶ standaardisering en normering;
- ▶ niet-destructieve test voor hechtingsmeting;
- ▶ proces- en productkwalificatie;
- ▶ milieu-aspecten;
- ▶ volgen en toetsen van nieuwe ontwikkelingen, nieuwsbrief;
- ▶ stimuleren van onderwijs;
- ▶ vertalen van resultaten uit kwaliteitsonderzoek naar levensduur.

In feite allemaal onderwerpen die voortbouwen op de basis die door TS-98 is gelegd. De milieu-aspecten van thermisch spuiten zijn reeds enkele malen punt van discussie geweest in de stuurgroep- en werkgroepvergaderingen.

Daarom werd gezocht naar een manier om de nu beschikbare relaties in de Nederlandse industriële samenleving te verankeren. Op dit moment zijn hiervoor twee mogelijkheden:

1. Als een Studiekern van de Bond voor Materialenkennis. Dit geeft mogelijkheden voor overleg in een besloten groep, waarbij middels het uitnodigen van gastsprekers kennis kan worden verzameld. Assistentie bij het opstellen van projectvoorstellen en het aanvragen van subsidie is (tegen betaling) mogelijk. De Bond is zeer breed, zodat veel contacten kunnen worden gelegd o.a. naar slijtagewetenschappen (kring tribologie) en corrosiewetenschappen (studiekern corrosie).
2. Als een Technische Commissie van Het Nederlands Instituut voor Lastechniek (NIL). Dit zou een opwekking kunnen betekenen van TC1C, de technische commissie die eerder onderzoeksprojecten op het gebied van thermische spuiten heeft uitgevoerd. Het NIL kan als voordeel bieden, dat kan worden ingehaakt bij bestaande relaties met lasinstituten in het buitenland, waarvan velen ook commissies en werkgroepen actief hebben op het gebied van thermisch spuiten (o.a. DVS, IIW, TWI). Als tweede voordeel kan worden genoemd, dat het NIL actief is op het gebied van scholing, persoonscertificering en normering. Ook het NIL heeft ervaring met het initiëren en uitvoeren van onderzoek.

Beide instellingen hebben veel grote en kleine Nederlandse bedrijven als lid, zijn actief met het uitdragen van kennis middels seminars, congressen en het huisorgaan en beschikken over een ondersteunend secretariaat.

Er lijkt voldoende steun voor een van beide opties. Een kleine werkgroep bestaande uit ECN, TechniSupport,

Akzo Nobel en Stork FDO zal in de komende maanden een keus maken en een eerste bijeenkomst voorbereiden. De dan aanwezigen zullen samen invulling geven aan een programma voor het eerste jaar. Daarna zal worden geëvalueerd.

#### 9.1 Kennisoverdracht uit TS-98

Binnen dit project is veel kennis gegenereerd, die in een grote hoeveelheid rapporten, notulen, overzichten en memo's is vastgelegd (zie ook figuren 9.1 t/m 9.3).



figuur 9.1 Met zink zijn, onder regie van een procesbeschrijving, pijpleidingen ook reproduceerbaar in het veld te spuiten



figuur 9.2 Het herstel van versleten grote krukassen is onder regie van een procesbeschrijving ook onder keur uit te voeren



figuur 9.3 Ook een reeds lang bekende toepassing als het insmelten van een metallische laag op een versleten loopvlak wint bij de door TS-98 verworven inzichten

Aan het einde van dit project zijn de meest interessante documenten vastgelegd op CD. Een beperkt deel is door het FME-CWM overgebracht naar een aparte, promotionele CD. Deze wordt breed verspreid met als oogmerk een draagvlak te creëren voor de aanzet die door TS-98 is gegeven voor spuitmethodespecificatie. In overleg met de stuurgroep zijn hiervoor de volgende documenten geselecteerd:

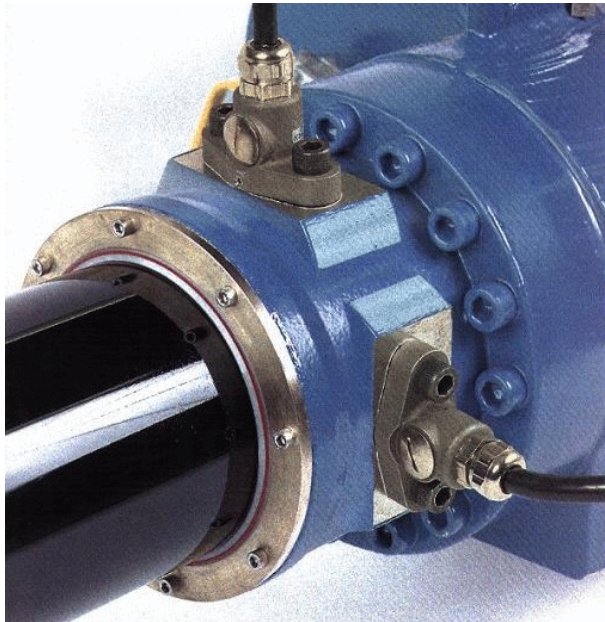
- TN 02-96 Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen;
- TN 02-98 Model procesbeschrijving;
- TN 02-101 Voorbeeld van een procesbeschrijving;
- TN 02-102 Overkoepelend eindrapport (dit rapport).

Het overkoepelend eindrapport werd voorzien van illustratiemateriaal en het NIL verzorgt een normenoverzicht, welke op hun site ([www.nil.nl](http://www.nil.nl)) is te downloaden.

Een overzicht van de onder het TN regime uitgebrachte technische documenten staat in bijlage 6.

## 9.2 Normering

De vraag om normering kwam bij de uitvoering van dit project regelmatig terug (zie ook figuur 9.4). TS-98 kon als onderzoeksproject hieraan weinig aandacht geven. Wel zijn overzichten van normen als aanhangsel van de notulen van de werk- en stuurgroepvergaderingen met elkaar gedeeld. Het NIL heeft een totaaloverzicht gemaakt, die op hun website is te vinden.



figuur 9.4 Met  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  beschermen van zuigerstangen wordt door veel bedrijven aangeboden, waarbij evenzoveel poedertypen worden gebruikt. Wisselende resultaten leiden tot de wens om het optimale poeder voor de applicatie te kunnen voorschrijven. Kennis van de invloed van de poederkarakteristiek opent de weg naar normering of standaardisering door de (eind)gebruiker

## Hoofdstuk 10

### Flankerende projecten

Ten tijde van de looptijd van dit project liepen er in Nederland diverse andere activiteiten op het gebied van thermisch spuiten. Van een tweetal wordt hieronder kort meer informatie gegeven.

#### 10.1 IOP Oppervlakte technologie

Het Innovatiegericht Onderzoek Programma (IOP) Oppervlaktetechnologie is een in 1993 door de Minister van Economische Zaken goedgekeurd subsidie-instrument voor wetenschappelijk onderzoek. De resultaten dienen ter beschikking te worden gesteld aan de gehele belanghebbende Nederlandse industrie. Op het ministerie wordt oppervlaktetechnologie gezien als één van de primaire gebieden binnen de materiaaltechnologie en uitermate belangrijk, zowel bij het ontwerpen en productieproces, als bij het functioneren van een product in zijn omgeving. De industriële belangstelling voor dit thema maakt, dat het onderzoek tot een herkenbare en eenvoudig toegankelijke kennisinfrastructuur moet leiden. Een IOP wordt uitgevoerd door Nederlandse universiteiten en onderzoeksinstituten, waarbij de onderzoeksthema's in overleg met de industrie zijn vastgelegd.

Een van de projecten is gestart in 1994 en had als titel "Ontwikkeling, fabricage en kwalificatie functionele eigenschappen van thermische lagen". Bij dit project waren bedrijven betrokken die op dat moment ook bezig waren met een voorloper van TS-98, namelijk het project Thermisch Spuiten TS-93 dat zich eveneens bezighield met de fabricage en kwalificatie van deklagen. Het was dus voor de hand liggend een koppeling te leggen tussen beide projecten, echter de toen geldende formele regels stonden dit in de weg. Middels de toen betrokken bedrijven is echter wel een vorm van kruisbestuiving tot stand gekomen, die o.a. veel heeft bijgedragen tot de definitie van het programma voor TS-98. Inmiddels was voor de tweede tender van het IOP opnieuw een project met het thema thermisch spuiten goedgekeurd. Tijdig overleg met SENTER heeft toen kunnen bewerkstelligen dat een koppeling tussen IOP project IOT 96003 en TS-98 tot stand kon komen. Dit werd vormgegeven door uitwisseling van kennis en ervaring tussen de projectleiders en door opname van de IOP projectleider en een technicus in de werkgroep en stuurgroep van TS-98. Het IOP heeft helaas veel tegenslagen gekend, waardoor het pas zeer laat op gang kwam en nu nog niet is afgesloten. Het heeft een tweetal, voor TS-98 zeer bruikbare, rapporten opgeleverd: "HVOF – Een thermische spuittechniek in ontwikkeling", GTS00-03 en "HVOF –Physics & Chemistry", GTS02-02 waarin een schat aan (wetenschappelijke) achtergrondinformatie, waaronder een zeer uitgebreide literatuurlijst en een overzicht van HVOF systemen, testen, een vergelijking van coating-eigenschappen, een fundamentele beschrijving van de 'splat'vorming en de warmte-overdracht op het poeder. De rapporten zijn als 'vertrouwelijk' uitgewisseld met het IOP tegen de rapportages van TS-98. Het lag in de bedoeling het IOP te voeden met fundamentele vragen uit TS-98. Zo is aandacht vanuit TS-98 gevraagd voor de fundamentele verschillen tussen WC-Co en WC-CoCr coatings met betrekking tot beheersbaarheid en rendement en een fundamentele onderbouwing van de buigtest. Door de eerder genoemde late start

van het IOP project kon hier slechts in beperkte mate aan worden tegemoetgekomen.

#### 10.2 Elektrisch draadspuiten van aluminium en zinklegeringen

Bij Rijkswaterstaat (RWS) bestond al geruime tijd belangstelling voor het toepassen van aluminiumdeklagen voor corrosiebescherming van stalen kunstwerken, o.a. om het milieu-onvriendelijke zink te kunnen vervangen en de kosten voor conservering te verlagen. Bij de uitvoering rezen vragen over de beheersbaarheid van het proces, temeer omdat aanbieders deden geloven dat met steeds grotere elektrische vermogens uit de hand (!) enorme tijdswinsten zouden zijn te behalen. Uit eerdere contacten was het programma van TS-98 bekend met als resultaat de wens om in een flankerend traject te onderzoeken of de aanpak van TS-98 voor procesbeheersing ook voor het elektrisch draadspuiten van betekenis zou zijn. Na uitleg over de aanpak werd een werkgroep gevormd voor het overdragen van kennis en werd een onderzoekprogramma opgesteld, waarvoor de expositie van grote proefplaten in zeewater nodig was. Via TNO Oppervlakte Technologie in Den Helder kon toegang worden verkregen tot de testbassins van de Koninklijke Marine (KM) in Den Helder, waarin expositie gedurende enkele maanden mogelijk was. Ook KM had belangstelling voor aluminium deklagen voor de bescherming van loopdekken en "heli"dekken. Als tegenprestatie konden TS-98 en KM beschikken over de resultaten. Tijdens de test werd d.m.v. potentiaalmetingen conform de ECP de ontwikkeling van eventuele corrosie gevolgd. Er werden vlakke monsters en monsters met (gesimuleerde) delen van brugdekken, sluisdeuren en loopdekken gespoten met een normale productiesnelheid en met een dubbel zo groot elektrisch vermogen. Dit leidde tot een omvangrijke proevenserie en omdat de documentatie van de proefstukken erg belangrijk werd gevonden, werd voor het spuiten ervan een kwaliteitsspel opgezet in analogie met de TS-98 kwaliteitsspel. Voor het spuiten van de monsters conform de procesbeschrijving werd de firma OSU Maschinenbau in Duitsland aangezocht, teneinde zo neutraal mogelijke vergelijkingen te kunnen maken. In overleg werd een viertal materialen op basis van Zn en Al geselecteerd. Het kwaliteitsspel werd begeleid door enkele deelnemers van TS-98. De expositieresultaten werden opgenomen in de procesbeschrijving (doc. nr. TN 02-93). De conclusie na evaluatie van de expositieresultaten was dat, indien uitgevoerd onder regie van een procesbeschrijving, zowel een normale als een hoge productiesnelheid tot goede resultaten leidde. Tevens werd bevestigd, dat aluminium zeer geschikt is voor corrosiebescherming in een maritieme omgeving. Tot slot stelde RWS welwillend haar inkoopspecificatie voor thermisch gespoten lagen NBD 10301 beschikbaar, waardoor een betere onderbouwing voor bijlage 5 van het "Raamwerk" werd verkregen.

## ***Hoofdstuk 11***

### ***Conclusie***

Voor de conclusie wordt verwezen naar de diverse rapporten en de tekst van de technische en economische evaluatie in hoofdstuk 8.

**Projectdeelnemers****Bijlage 1**

Aan dit project deden de volgende bedrijven en organisaties mee:

| Bedrijf/organisatie                                                       | Vertegenwoordigers                                       |
|---------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| -                                                                         | G.A. te Raa                                              |
| -                                                                         | H.B. Zeedijk                                             |
| A.V.R. Afvalverwerking Rotterdam                                          | H. Sagel                                                 |
| A.V.R.afvalverwerking Rotterdam                                           | H. Kapper                                                |
| AGA Gas BV                                                                | S. Hiemstra                                              |
| Akzo Nobel Chemicals BV - Materials Technology Center AMC                 | B.A.G. Kersten                                           |
| Babcock Borsig Power                                                      | R.J. Zaalberg                                            |
| Bouwdienst Rijkswaterstaat                                                | F.J. van Dooren<br>D. Ros                                |
| C.W.P.                                                                    | W.G. Essers                                              |
| Castolin Benelux                                                          | M. Kleykamp                                              |
| Corus IJmuiden B.V.                                                       | J. Koomen                                                |
| Energieonderzoek Centrum Nederland                                        | J.J. Saurwalt<br>E.W. Schuring<br>G.G.J. Strijk          |
| Essent Milieu                                                             | A. Potze                                                 |
| European Sales Benelux<br>Praxair TAFA                                    | I. Mac Millan                                            |
| GVA Adviesbureau                                                          | G.H.G. Vaessen                                           |
| H.C. Starck Liaison Office Benelux                                        | A.G. Geerts                                              |
| Hoek Loos                                                                 | D.R.J. Lafèbre                                           |
| Logistiek Centrum Koninklijke Luchtmacht - Logistieke divisie Woensdrecht | A.M.J.H.M. Goossens                                      |
| Mechanische Industrie Habets BV                                           | J.H.G. Habets<br>J. Rings                                |
| Ministerie van Defensie<br>DMKM / MARTECH                                 | C. van Sevenhoven<br>F.P.E. Westendorp                   |
| Ministerie van Defensie, DKML - Manoeuvre materieel, sectie ZGV           | M.G.W.C. van der Velden                                  |
| Nederlands Corrosie Centrum                                               | G.H. Nijhof                                              |
| Nederlands Instituut voor Lastetechniek                                   | H. Hendriks<br>W. Pors                                   |
| NV Avira Afvalverwerking                                                  | M.J. Mulder                                              |
| OSU Maschinenbau GmbH                                                     | F. van Rodijnen                                          |
| Philips CMTI, gebouw SJ - Afd. thermisch spuiten                          | H.A.P. Ulrich                                            |
| Philips Heat & Surface Treatment                                          | H.A.P. Pennings                                          |
| Revamo vlamspuittechniek BV                                               | R.J. Rijkmans                                            |
| Rexroth Hydraudyne BV                                                     | A.B. Bielderman                                          |
| Stork Aludra B.V.                                                         | T.G. Kraak                                               |
| Stork FDO BV                                                              | J.E. Buter                                               |
| Stork Industry Services Zuidoost (Stork Limburg)                          | J. Dorscheidt                                            |
| Stork NV                                                                  | B.J.J. Eikens                                            |
| Stork TurboServices                                                       | C. de Bruine                                             |
| Sulzer Metco Benelux BV                                                   | M.L. Scholte                                             |
| Technisupport BV                                                          | H.E. de Jonge                                            |
| TNO Industrie - Oppervlakte Technologie Harssens (MML)                    | G.M. Ferrari<br>G. Coolegem<br>H.J. van der Mijle Meijer |
| TNO Industrie - Materiaal Technologie – Divisie 12                        | P.L.F. Rademakers                                        |
| Traas Technology BV                                                       | J. Janse                                                 |
| Vereniging FME – CWM                                                      | C.J.T.M. Willems                                         |
| Vossebelt Precisiebewerking BV                                            | H. de Wolde                                              |

# Overzicht testprogramma

# Bijlage 2

| Leiding<br>deelproject          | Deelproject                                        | Projectfase / Coördinatie                                                                                                                                                                                                                                   |                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                            |                                                                                                                      |                                                                                  |                                                                                                                                                                        |
|---------------------------------|----------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                 |                                                    | II.1<br>ECN                                                                                                                                                                                                                                                 | II.2<br>ECN                                                                                                                                                                                            | III.1<br>TNO Mat. Techn.                                                                                                                                                   | III.2<br>Stork FDO                                                                                                   | Eindresultaat<br>Stork FDO                                                       | IV<br>Stork FDO                                                                                                                                                        |
| TNO Opp.<br>Techn.              | ECP-test                                           | 1 haalbare resistentie coatings (traditioneel)<br>2 1 <sup>ste</sup> prototype<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                                     | 1 bewijs bruikbaarheid <b>go/no go</b><br>2 testprocedure<br><br><b>praktijktesten</b>                                                                                                                 | 1 2 <sup>de</sup> prototype voor reële producten, proefstukdefinitie<br>2 kalibratie en testprocedure<br>3 bruikbaarheid voor andere coatings<br><br><b>praktijktesten</b> | 1 testbeschrijving<br>2 afkeurcriteria<br>3 bewijs bruikbaarheid<br>4 rapportage                                     | <b>AANBEVELING METHODEBESCHRIJVING</b><br>achtergrond prototype procedure        | 1 testbeschrijving<br>2 afkeurcriteria<br>3 bewijs bruikbaarheid<br>4 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                                       |
| Corus<br>Stork FDO              | valproef                                           | 1 schadetolerantie coatings (deuktester)<br>2 basis ontwikkeling<br>3 voorspelbaarheid testrespons<br>4 verificatie model met deuktester<br><br><b>lab testen</b>                                                                                           | 1 bruikbaarheid deuktester<br>2 relatie met impacttester <b>go/no go</b><br>3 elastisch/plastisch gedrag<br>4 vereenvoudigde valproef<br><br><b>lab testen</b>                                         | 1 testbelastingen t.b.v. reële producten, kritische energiewaarde<br>2 bruikbaarheid voor andere coatings<br><br><b>go/no go</b>                                           | 1 prototype<br>2 testbeschrijving<br>3 afkeurcriteria<br>4 bewijs bruikbaarheid<br>5 rapportage                      | <b>METHODEBESCHRIJVING</b><br>achtergrond prototype procedure                    | 1 prototype<br>2 testbeschrijving<br>3 afkeurcriteria<br>4 bewijs bruikbaarheid<br>5 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                        |
| Corus                           | staalstraalttest                                   | 1 bruikbaarheid<br>2 condities/instellingen<br>3 proefstukdefinitie<br>4 voorlopige procedures<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                     | 1 geoptimaliseerde slijtweerstand<br>2 vereenvoudiging<br>3 concept procedure<br><br><b>praktijktesten</b>                                                                                             |                                                                                                                                                                            | 1 vereenvoudigde test<br>2 afkeurcriteria<br>3 rapportage                                                            | <b>METHODEBESCHRIJVING</b><br>achtergrond procedure                              | 1 vereenvoudigde test<br>2 afkeurcriteria<br>3 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                                                              |
| TNO<br>Materiaal<br>Technologie | buigtest                                           | 1 bruikbaarheid<br>2 condities/instellingen<br>3 invloed laagdikte<br>4 proefstukdefinitie                                                                                                                                                                  | 1 bruikbaarheid als hechtingstest<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                             | 1 testprocedure<br><br><b>praktijktesten</b>                                                                                                                               | 1 relatie testparameters<br>2 representativiteit/ afkeurcriteria<br>3 prototype<br>4 rapportage                      | <b>PRAKTIJKTESTEN METHODEBESCHRIJVING</b><br>prototype achtergrond procedure     | 1 relatie testparameters<br>2 representativiteit/ afkeurcriteria<br>3 prototype<br>4 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                        |
| Technisupport<br>(VTS)          | kwal. eisen                                        | 1 proefstukvormen voor alle testen in project<br>2 kwalificatiebasis                                                                                                                                                                                        | 1 bruikbaarheid standaard proefstukken (basisvormen) <b>go/no go</b><br>2 overzicht randvoorwaarden kwalificatie                                                                                       | 1 kwalificatie-eisen                                                                                                                                                       | 1 bruikbaarheid<br>2 testoverzicht<br>3 randvoorwaarden<br>4 rapportage                                              | <b>AANBEVELING</b><br>achtergrond beperkingen overzicht testen                   | 1 bruikbaarheid<br>2 testoverzicht<br>3 randvoorwaarden<br>4 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                                                |
| Habets                          | proc. poeders                                      | 1 opstellen voorlopige poedereisen a.d.h.v. resultaat fase I<br>2 'ideale' poeder<br>3 keuze poeder(typen) en bijpassend gas<br>4 laageigenschappen<br><br><b>lab testen</b>                                                                                | 1 optimalisatie dichtheid<br>2 def. poeder- en gaseisen, criteria<br>3 keuze methode ingangscntrole<br>4 voorlopige ingangscntrole<br>4 voorlopige aanbeveling ingangscntrole<br><br><b>lab testen</b> | 1 voorlopige procedure<br><br><b>praktijktesten</b>                                                                                                                        | 1 procedure<br>2 ingangscntrole<br>3 raamspecificatie<br>4 laageigenschappen<br>4 functionele eigenschappen          | <b>AANBEVELING METHODEBESCHRIJVING RAAMSPECIFICATIE</b><br>achtergrond procedure | 1 procedure<br>2 ingangscntrole<br>3 raamspecificatie<br>4 laageigenschappen<br>4 functionele eigenschappen<br><br>beoordelen eindresultaat                            |
| Philips                         | proc. microstructuur                               | 1 status (ASTM)norm<br>2 voorlopige werkinstructie<br>3 verificatie TNO/ECN<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                                        | 1 overzicht ervaringen<br>2 voorlopige procedure<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                              | 1 overzicht ervaringen <b>go/no go</b><br>2 definitieve procedure<br><br><b>lab testen</b>                                                                                 | 1 toepassingsgebied<br>2 beperkingen<br>3 rapportage                                                                 | <b>AANBEVELING</b><br>achtergrond procedure beperkingen                          | 1 toepassingsgebied<br>2 beperkingen<br>3 rapportage<br><br>beoordelen eindresultaat                                                                                   |
| ECN                             | restspanningen                                     | 1 meetresultaten<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                                                                                                   | 1 meetresultaten<br><br><b>lab testen</b>                                                                                                                                                              | 1 bruikbaarheid gekozen methode                                                                                                                                            | 1 rapportage                                                                                                         | <b>AANBEVELING</b><br>achtergrond status behoefte                                | 1 meetresultaten<br>2 gekozen methode<br><br>beoordelen eindresultaat                                                                                                  |
| ECN                             | proc. par. optimalisatie                           | 1 opstellen DoE matrices<br>2 DoE TopGun (spuiten, testen)<br>3 bepalen belangrijkste eigenschap(pen) en parameters voor eigenschappen<br><br><b>lab testen</b>                                                                                             | 1 optimalisatie op JP5000 voor eigenschap(pen)<br>2 verkorte procedure<br>3 overdracht industrie en verificatie op DJ (HybridCap)<br><br><b>lab testen praktijk testen</b>                             | 1 poederkeuze<br>2 proefstukken spuiten<br>3 praktijktesten met optimale procedures<br>3 evaluatie<br><br><b>praktijk testen</b>                                           | 1 evaluatie status<br>2 procedure<br>3 rapportage<br><br><b>praktijk testen</b>                                      | <b>AANBEVELING</b><br>achtergrond procedure                                      | 1 opstellen DoE matrices<br>2 DoE TopGun (spuiten, testen)<br>3 bepalen belangrijkste eigenschap(pen) en parameters voor eigenschappen<br><br>beoordelen eindresultaat |
| Stork                           | SpruitMethode-Specificatie (verzameld uit anderen) | 1 relatie eigenschappen en spuitparameters<br>2 poederaspecten<br>3 testaspecten, proefstukvormen<br>4 beperkingen t.a.v. karakteriseren van coatings<br>5 substitutie hardchroom<br>6 overzicht resultaten ontwikkelingen<br><br><b>GO/NO GO (project)</b> | 1 optimale eigenschappen per regime<br>2 optimalisatie procedures<br>3 overzicht resultaten ontwikkelingen<br><br><b>GO/NO GO (project)</b>                                                            | 1 bruikbaarheid testen voor industrie<br>2 praktijksimulaties (kwaliteitsspel)en<br>3 overzicht resultaten ontwikkelingen                                                  | 1 praktijksimulaties<br>2 raamwerk procesbeschrijving<br>3 model procesbeschrijving<br>4 praktijk procesbeschrijving | <b>EINDRAPPORT</b><br>achtergrond resultaten aanbevelingen                       | <b>EINDRAPPORT</b>                                                                                                                                                     |

## Testplan

## Bijlage 3

| Regime                                                                                               | Materiaal                                             | Funct. eigenschap                                                | Aspect                          | Test                            | DoE <sup>1)</sup> | Fase <sup>2)</sup> |            |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|-------------------|--------------------|------------|
| Laag/Maritiem                                                                                        | Inconel 625<br>C45<br>plaat                           | Corrosievastheid                                                 | Dichtheid                       | ECP-test                        | 1                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Resistentie                     | Praktijktest                    | -                 | III                |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hardheid                        | (micro)vickers                  | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Microstructuur                  | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> | 2/2               | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      |                                                       | Slijtvastheid                                                    | Abrasie                         | Straaltest                      | 1                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hechting                        | Dynamisch                       | Dyn. deuktest     | 2                  | II.1       |
|                                                                                                      |                                                       | Valtest                                                          |                                 |                                 | II.2, III         |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Statisch                                                         |                                 | ASTM C633                       | 3                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       | Buigtest                                                         |                                 | 1                               | II.1              |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Restspanning                                                     | Almen gage                      | 2                               | II.1, II.2        |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Ni-Cr20 + Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>AISI316L<br>as groot | Slijtvastheid                   | Abrasie                         | Straaltest        | 1                  | II.1, II.2 |
|                                                                                                      | Hardheid                                              |                                                                  |                                 | (micro)vickers                  | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      | Microstructuur                                        |                                                                  |                                 | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> | 2/2               | II.1               |            |
|                                                                                                      | Corrosievastheid                                      |                                                                  | Dichtheid                       | ECP-test                        | 2                 | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Dynamisch                       | Dyn. deuktest                   | -                 | II.2               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hechting                        | Statisch                        | ASTM C633         | 1                  | II.1       |
|                                                                                                      | Buigtest                                              | 1                                                                |                                 | II.1                            |                   |                    |            |
|                                                                                                      | Ni-Cr20<br>Monel K-500<br>as klein                    | Corrosievastheid                                                 | Dichtheid                       | ECP-test                        | 1                 | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hechting                        | Dynamisch                       | Valtest           | -                  | II.2       |
|                                                                                                      |                                                       | Statisch                                                         |                                 | Buigtest                        | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       | Restspanning                                                     |                                 | Almen gage                      | 2                 | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      |                                                       | WC-CoCr10 4<br>C45<br>plaat                                      |                                 | Slijtvastheid                   | Erosie            | Straaltest         | 1          |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hardheid                        |                                 | (micro)vickers    | 1                  | II.1       |
|                                                                                                      | Microstructuur                                        |                                                                  | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> |                                 | 3/3               | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      | Corrosievastheid                                      |                                                                  | Dichtheid                       | ECP-test                        | 2                 | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Dynamisch                       | Valtest                         | 2                 | II.2               |            |
|                                                                                                      | Hechting                                              |                                                                  | Restspanning                    | Almen gage                      | 2                 | II.1, II.2, III    |            |
| Laag/sterk zuur                                                                                      | Ni-Cr20 + Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>C45<br>as | Corrosievastheid                                                 | Dichtheid                       | ECP-test                        | 2                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hardheid                        | (micro)vickers                  | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Microstructuur                  | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> | 3                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Resistentie                     | sealtest                        | -                 | III.1              |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  |                                 | -                               | II.2              |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Slijtvastheid                                                    | Abrasie                         |                                 | -                 | II.2               |            |
|                                                                                                      | Hechting                                              |                                                                  | Dynamisch                       | Valtest                         | -                 | II.2               |            |
|                                                                                                      |                                                       | Statisch                                                         | ASTM C633                       | 2                               | II.1              |                    |            |
|                                                                                                      | Cr-Ni50<br>St35.8<br>pijp                             | Corrosievastheid                                                 | Resistentie                     | sealtest                        | -                 | III.1              |            |
|                                                                                                      | Inconel 625<br>C45/15Mpijp                            | Corrosievastheid                                                 | Resistentie                     | sealtest                        | -                 | III.1              |            |
| Hoog/Verbrandings-<br>gassen                                                                         | Cr-Ni50<br>St35.8/15Mo3 pijp                          | Corrosievastheid                                                 | Dichtheid                       | ECP-test                        | 1                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hardheid                        | (micro)vickers                  | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Microstructuur                  | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> | 3/3               | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Resistentie                     |                                 | -                 | III.1              |            |
|                                                                                                      |                                                       | Slijtvastheid                                                    | Erosie                          | Praktijktesten                  | -                 | III.1              |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  |                                 |                                 | -                 | III.1              |            |
|                                                                                                      |                                                       | Hechting                                                         | Statisch                        | Buigtest                        | 2                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  |                                 | ASTM C633                       | 2                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Dynamisch                       | Valtest                         | -                 | II.2, III          |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Restspanning                    | Almen gage                      | 2                 | II.1, II.2         |            |
|                                                                                                      | Inconel 625<br>St35.8/15Mo3 pijp                      | Corrosievastheid                                                 | Dichtheid                       | ECP-test                        | 1                 | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Hardheid                        | (micro)vickers                  | 1                 | II.1               |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Microstructuur                  | TS-98 aanbeveling <sup>2)</sup> | 3/3               | II.1, II.2, III    |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  | Resistentie                     |                                 | III.1             |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Slijtvastheid                                                    | Erosie                          | Praktijktesten                  |                   | III.1              |            |
|                                                                                                      |                                                       |                                                                  |                                 |                                 | III.1             |                    |            |
|                                                                                                      |                                                       | Hechting                                                         | Statisch                        | ASTM C633                       | 3                 | II.1               |            |
| 1) 1 = Volledig programma; 2 = Alleen kenmerkende delen; 3 = Alleen voor trouble shooting            |                                                       |                                                                  |                                 |                                 |                   |                    |            |
| 2) Volgens de voorlopige aanbevelingen uit fase I, later te vervangen door definitieve aanbevelingen |                                                       |                                                                  |                                 |                                 |                   |                    |            |

1) 1 = Volledig programma; 2 = Alleen kenmerkende delen; 3 = Alleen voor trouble shooting

2) Volgens de voorlopige aanbevelingen uit fase I, later te vervangen door definitieve aanbevelingen

Een maritiem milieu laat zich omschrijven als een omgeving gelegen in, of in de nabijheid van, de zee. Zeewater onderscheidt zich van brak- en zoetwater door een chloridegehalte hoger dan 17,0 g/l [1]. De overige zones zijn weergegeven in tabel 3.1.

tabel 3.1 Beknopt Venetiaans systeem voor de classificatie van wateren [1]

| Zone                    | Saliniteit (g Cl <sup>-</sup> /l) |
|-------------------------|-----------------------------------|
| zoet (limnetisch)       | <0,3                              |
| zwak brak (oligohalien) | 0,3 - 3,0                         |
| brak (mesohalien)       | 3,0 - 10,0                        |
| sterk brak (polyhalien) | 10,0 - 17,0                       |
| zout (euhalien)         | > 17,0                            |

Een belangrijk kenmerk van een maritiem milieu is, dat het onder invloed staat van getijden. Hierdoor zijn langs natuurlijke en kunstmatige zeeweringen verschillende zones te onderscheiden [2]:

#### *Atmosferische zone*

De atmosferische zone van een object bevindt zich buiten het bereik van (spat)water. Regen kan het zout van de hoogst gelegen gedeeltes wegspoelen. De maritieme atmosfeer kenmerkt zich door een hoge concentratie aerosolen. Deze deeltjes worden voornamelijk gevormd door brekende golven. De emissie van zeezout aerosolen is de belangrijkste bron van atmosferische chloriden. Tot 2 km uit de kust kan nog 50% van de zeezout aerosolen aanwezig zijn [3].

#### *Spatzone*

De spatzone wordt aan de onderzijde begrensd door het gemiddelde hoogwater niveau. De bovengrens is afhankelijk van golfhoogte en de reikwijdte van het opspattende zeewater. In deze zone en daarboven is er geen sprake van aangroei van marine organismen.

#### *Getijdenzone*

Tussen het gemiddelde hoogwater en laagwater niveau bevindt zich de getijdenzone. In tegenstelling tot de spatzone is deze zone wel begroeid met marine organismen.

#### *Laagwater zone*

De laagwater zone bevindt zich ongeveer tussen de laagwater niveau's van doortij en springtij. Ook deze zone is meestal begroeid met marine organismen, hoewel ze in sommige havens zijn verwijderd door de schurende werking van stootkussens en aangemeerde schepen.

#### *Immersie zone*

De immersiezone bevindt zich onafgebroken onder water en strekt zich uit van het gemiddelde laagwater niveau tot de bodem.

#### *Ondergrondse zone*

De ondergrondse zone bestrijkt het gedeelte van de zeewering of constructie dat zich in de bodem bevindt.

**Dit betekent dat het testmilieu gekarakteriseerd kan worden als zijnde sterk brak.** De reden hiervoor is, dat het water in de haven Den Helder wordt binnengehaald, terwijl hier ook zoet water op wordt geloosd via de sluizen. Pas ver op zee wordt de norm van zout water gehaald. De gevolgen van het verschil tussen brak en zout water zijn pas op een termijn van jaren te herkenbaar. Hierdoor kunnen de resultaten van de LT maritiem exposities niet worden vertaald naar zwak brak en zoet water.

[1] MER Beheer Haringvlietsluizen, Over de grens van zout en zoet, Rijkswaterstaat Directie Zuid-Holland.

[2] M.E. Wilms, J.T. de Vrij, W.M. Bos & R.A.F. Mentz. Onderzoek naar de oorzaak van snelle corrosie aan de kadewanden van de Rijkswerf. TNO-Rapport CA01. 9028.

[3] H.J.A. Breur, Ing. W.M. Bos & J. Holtkamp. Luchthaven op zee: Inventarisatie van gevolgen voor materiaalgebruik. TNO-Rapport CA99. 9028.

|                  |                      |
|------------------|----------------------|
| Type certificaat | Gegevens leverancier |
| Datum            |                      |

---

|                                     |                         |
|-------------------------------------|-------------------------|
| Gegevens afnemer                    | Productgegevens         |
| Bestelnummer afnemer<br>Besteldatum | Ordernummer leverancier |
| Leverhoeveelheid                    | Lotnummer               |

**Analyse resultaten**

**Chemisch analyse**

|               |              |
|---------------|--------------|
| samenstelling | specificatie |
|---------------|--------------|

**Zeefanalyse**

|  |              |
|--|--------------|
|  | specificatie |
|--|--------------|

**Schijnbare dichtheid (apparent density)**

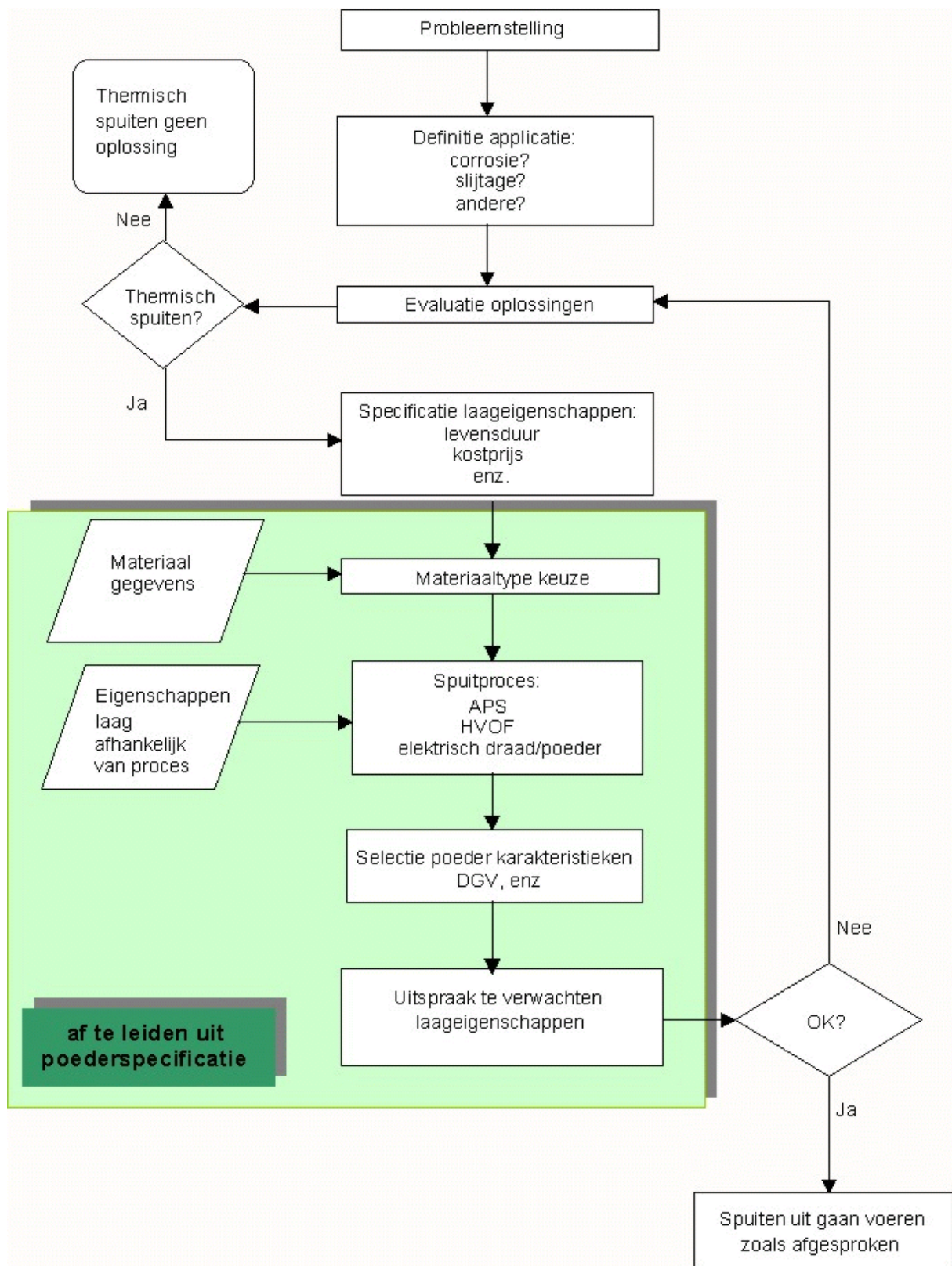
|        |              |
|--------|--------------|
| waarde | specificatie |
|--------|--------------|

**Laser scatter analyse**

|                                            |                                                                  |
|--------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| <u>volledige analyse</u><br>(alle poorten) | <u>afgeleide gegevens</u><br>Mediaan waarde<br>D90<br>D50<br>D10 |
|--------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|

**Opmerkingen**

**Handtekeningen voor akkoord**



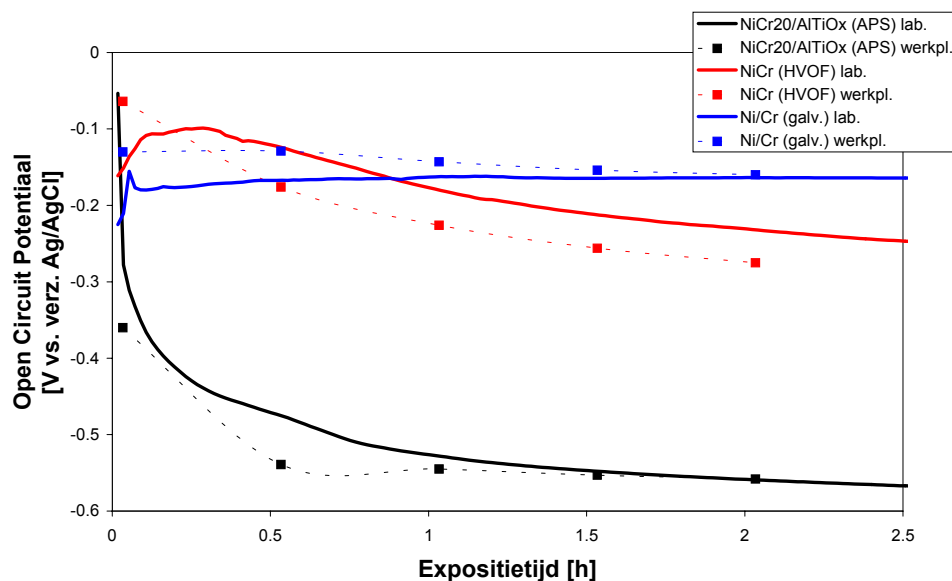
**Ranking van deklagen middels de ECP test in de werkplaats****Bijlage 6**

Binnen het kader van het project Procesoptimalisatie tijdens HVOF spuiten, kortweg TS-98, is door TNO een meetmethode ontwikkeld, om in korte tijd een indicatie te geven van de open c.q. doorgaande porositeit van thermische gespoten deklagen; de ECP test. Deze test is in de werkplaats uitvoerbaar. Om een vergelijk te krijgen tussen de waarden, zoals die verkregen worden in de werkplaats en het laboratorium, is de ECP test uitgevoerd in beide situaties. Hiervoor zijn drie proefstukken gebruikt, waarvan de gegevens in onderstaande tabel zijn weergegeven.

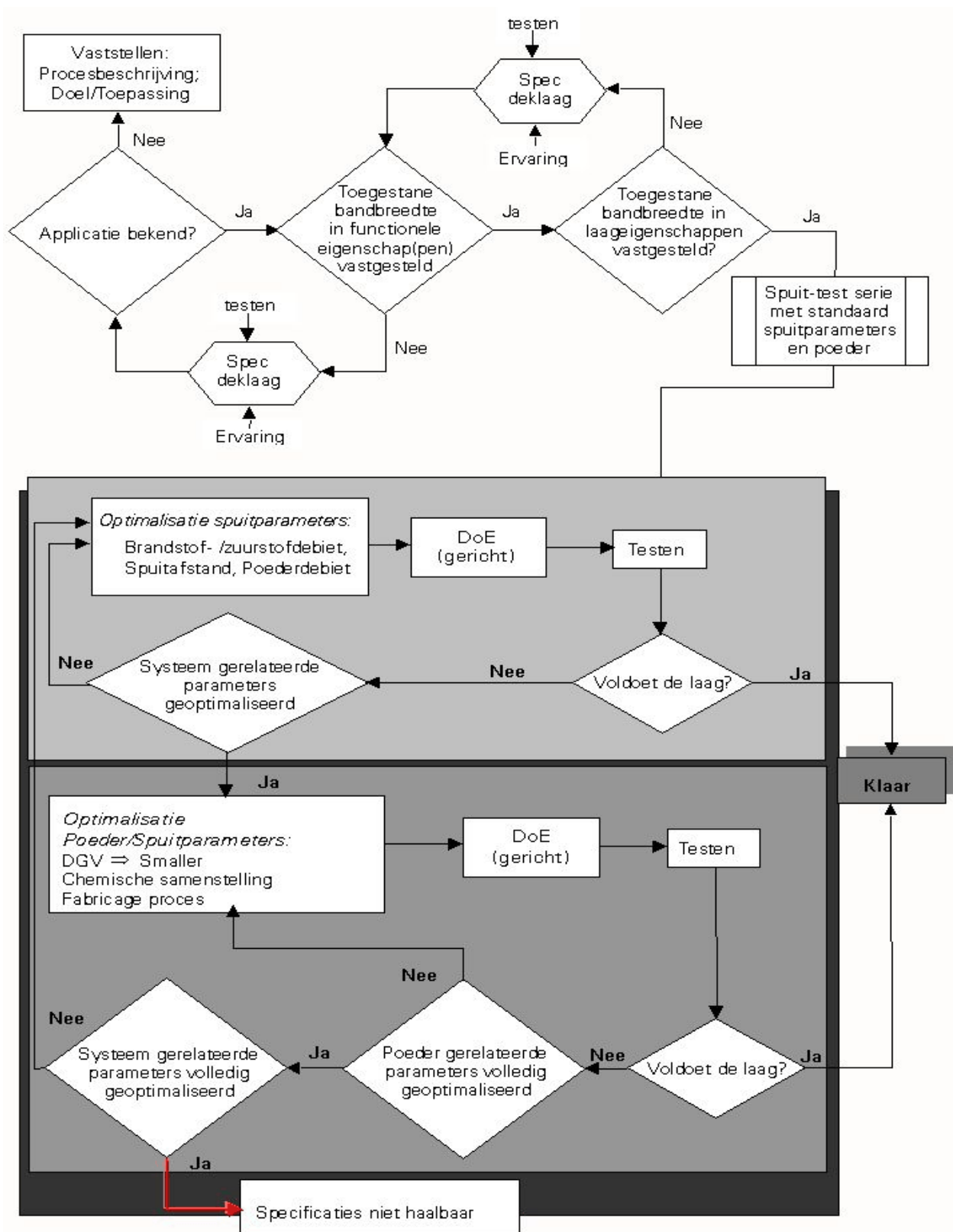
| Proefstuk | Samenstelling          |                                                           | Applicatieproces |        | Gespecificeerde coatingdikte |        |
|-----------|------------------------|-----------------------------------------------------------|------------------|--------|------------------------------|--------|
|           | Laag 1                 | Laag 2                                                    | Laag 1           | Laag 2 | Laag 1                       | Laag 2 |
| 1         | Ni80Cr20               | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / TiO <sub>2</sub> (87/13) | Plasma           | Plasma | 100                          | 200    |
| 2         | NiCr18Fe / BoSi (92/8) |                                                           | HVOF             |        | 400                          |        |
| 3         | Ni                     | Cr                                                        | Galv.            | Galv.  | 100                          | 50     |

De deklagen zijn in nabewerkte conditie getest, zonder dat er een zogenaamde sealer is toegepast. De ECP test is uitgevoerd volgens het principe dat is beschreven in het rapport TN 02-90. De omstandigheden in de werkplaats waren gunstig te noemen; de omgevingstemperatuur was ongeveer 20 °C.

De resultaten van de proeven zijn opgenomen in onderstaande figuur.



Uit de bovenstaande figuur blijkt dat de metingen in de praktijk en de metingen in het laboratorium in potentiaal-niveau en trend niet veel verschillen in resultaat. Dit betekent dat het meten in de werkplaats geen significante invloed op de resultaten van de test heeft gehad. Ook blijkt duidelijk, dat de keramische toplaag de hechtlaag activeert en dat de HVOF laag in corrosiegedrag vergelijkbaar is met het galvanisch hardchrom/nikkel systeem.



De parameteroptimalisatie is opgedeeld in twee fasen:  
 Fase 1: Spuitparameteroptimalisatie van het systeem.  
 Fase 2: Optimalisatie van de poederkarakteristiek.

**Stuurgroep**

|             |                                                                                                                                                                          |             |                                                                                                                                                                                 |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1998</b> |                                                                                                                                                                          | 01-76       | Rapport "Functionele laageigenschappen in relatie tot de poederkarakteristiek" (TS98 taak F V: Procedure ingangscntrole poeders)                                                |
| 98-08       | Verslag bijeenkomst 16.01.1998                                                                                                                                           | 00-78       | Verslag bijeenkomst 3 oktober 2001                                                                                                                                              |
| 98-10       | Eindrapport Inventarisatie-onderzoek Thermisch Spuiten lasercladden CVD en PVD                                                                                           |             |                                                                                                                                                                                 |
| 98-14       | Ausbildung von TS-Personal nach EWF-Richtlinien                                                                                                                          | <b>2002</b> |                                                                                                                                                                                 |
| 98-15       | Verslag bijeenkomst 14.04.'98                                                                                                                                            | 02-79       | Samenvatting van ontwikkelen valtest (nw versie van -72).                                                                                                                       |
| 98-16       | Definitief onderzoeksvoorstel "Thermisch Spuiten TS-98"                                                                                                                  | 02-80       | Voortgangsrapport                                                                                                                                                               |
| 98-20       | Verslag bijeenkomst 09.09.'98                                                                                                                                            | 02-81       | Verificatietesten JP5000Fase II taak I-6                                                                                                                                        |
| 98-24       | Concept werkplan fase 1                                                                                                                                                  | 02-82       | Procedure Straalttest                                                                                                                                                           |
| 98-26       | Verslag bijeenkomst 15.12.'98                                                                                                                                            | 02-83       | Round Robin Microstructuur TS-98-Definitief (incl inc625)                                                                                                                       |
| 98-27       | Definitief werkplan fase 1                                                                                                                                               | 02-84       | ECP-test: Ontwikkeling en apparatuur beschrijving                                                                                                                               |
| <b>1999</b> |                                                                                                                                                                          | 02-85       | ECP-test: Praktijkaanbeveling                                                                                                                                                   |
| 99-31       | Voortgangsverslag                                                                                                                                                        | 02-87       | Round Robin Microstructuur TS'98                                                                                                                                                |
| 99-32       | Concept werkplan fase 2                                                                                                                                                  | 02-88       | Verslag stuurgroepvergadering 3 april 2002                                                                                                                                      |
| 99-33       | Inventarisatie studie, 1e fase                                                                                                                                           | 02-89       | Procedure parameteroptimalisatie Fase II-I Taak 8                                                                                                                               |
| 99-34       | Artikel: Qualitätssicherung                                                                                                                                              | 02-90       | ECP-test: Ontwikkeling en apparatuur beschrijving-Definitief, vervangt 02-084 en 01-075                                                                                         |
| 99-35       | Artikel: Aus der Forschung - für den Praktiker                                                                                                                           | 02-91       | Verificatietesten JP5000Fase II taak I-6-Definitief, vervangt 02-081                                                                                                            |
| 99-36       | Verslag bijeenkomst 28.04.1999                                                                                                                                           | 02-92       | Procedure Restspanningsmetingen Almen strip                                                                                                                                     |
| 99-40       | Inventarisatie rapport ECN                                                                                                                                               | 02-93       | Kwaliteitspelen: Procesbeschrijving voor testplaten voor actieve corrosiebescherming in maritiem milieu                                                                         |
| 99-41       | Statusrapportage, 23-11-99                                                                                                                                               | 02-94       | Kwaliteitspelen: procesbeschrijving Aludra/STS "Babbitt druklager".                                                                                                             |
| 99-42       | Verslag bijeenkomst 23.11.1999                                                                                                                                           | 02-95       | Het aanbrengen van een HVOF gespoten deklaag op een lagervlak van brandstofleiding van een axiaalcompressor in het kader van TS 98                                              |
| <b>2000</b> |                                                                                                                                                                          | 02-96       | Procesbeheersing bij Thermische Spuiten met HVOF; Fase III: Industrieel onderzoek, Raamwerk voor het opstellen van procesbeschrijvingen                                         |
| 00-44       | Definitieve werkplan fase 2                                                                                                                                              | 02-97       | Ervaringen met de buigproef, Concept tussenrapportage                                                                                                                           |
| 00-45       | Definitieve planning fase 2                                                                                                                                              | 02-98       | Fase III Industrieel onderzoek, Model Procesbeschrijving                                                                                                                        |
| 00-46       | Concept Voortgangsrapport fase II                                                                                                                                        | 02-99       | Kwaliteitspelen: Procesbeschrijving voor; Het aanbrengen van een HVOF gespoten deklaag op conisch vlak van een snelopende spindel in het kader van TS 98 (Stork-IS Zo, -Aludra) |
| 00-50       | Verslag bijeenkomst 22.03.2000                                                                                                                                           | 02-100      | Kwaliteitspelen: Procesbeschrijving voor; Het aanbrengen van een HVOF deklaag op matrijzen likstenen. (Revamo- Akzo Nobel)                                                      |
| 00-51       | A simple method to evaluate deposition efficiency, microhardness and elastic modulus using roughness measurements as a non-destructive test for thermal sprayed coatings | 02-101      | Kwaliteitspelen: VOORBEELD van een PRO-CESBESCHRIJVING                                                                                                                          |
| 00-52       | Corrosion fatigue of alloy 625 weld claddings exposed to combustion environments                                                                                         | 02-102      | Overkoepelend eindrapport TS'98                                                                                                                                                 |
| 00-53       | Gemeinschaftsversuch an einer beschichteten Hastelloy-X-probe/Group trials on a specimen of coated hastelloy-X                                                           | 02-103      | Expositie van HVOF coatings bij hoge temperaturen in installaties van verbranding van afval (AVI) -Concept                                                                      |
| 00-54       | HVOF-spraying vs. hard chrome plating-coating characteristics and aircraft applications                                                                                  | 02-104      | Lange termijn expositie HVOF gespoten NiCr20 op C-45 staal Concept                                                                                                              |
| 00-55       | Literatuur rapport IOP van dhr. Diessen: Een thermische spuittechniek in ontwikkeling; Surface Technology Center TU/e-TNO                                                | 02-105      | Rapport "Functionele laageigenschappen in relatie tot de poederkarakteristiek" (TS98 taak F V: Procedure ingangscntrole poeders) -vervangt 01-076)                              |
| 00-58       | Voortgangsrapportage fase II: Onderzoeksfase                                                                                                                             |             |                                                                                                                                                                                 |
| 00-59       | Planning Fase II en III: Onderzoeksfase                                                                                                                                  |             |                                                                                                                                                                                 |
| 00-60       | Stand van zaken en ontwikkeling valproef                                                                                                                                 |             |                                                                                                                                                                                 |
| 00-61       | Werkplan fase 3: industrieel onderzoek                                                                                                                                   |             |                                                                                                                                                                                 |
| 00-62       | Verslag bijeenkomst 27-09-2000                                                                                                                                           |             |                                                                                                                                                                                 |
| <b>2001</b> |                                                                                                                                                                          |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-64       | Voortgangsrapportage fase 2 en 3                                                                                                                                         |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-65       | Update planning                                                                                                                                                          |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-66       | Samenvatting deuktestproeven                                                                                                                                             |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-67       | Round Robin Microstructuur TS-98                                                                                                                                         |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-68       | Concept rapport Fase II taak I-4                                                                                                                                         |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-69       | Rapport van Mechanische Industrie Habets                                                                                                                                 |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-70       | Verslag bijeenkomst d.d. 07-03-2001                                                                                                                                      |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-71       | Rapport Fase II taak I-4 (Def. van TN 01-68)                                                                                                                             |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-72       | Samenvatting van ontwikkelen valtest (nw versie van TN 01-66)                                                                                                            |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-73       | Eindrapport (concept) ontwikkelen valtest                                                                                                                                |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-74       | Voortgangsrapport                                                                                                                                                        |             |                                                                                                                                                                                 |
| 01-75       | Ontwikkeling van een ECP test - concept                                                                                                                                  |             |                                                                                                                                                                                 |

**Werkgroep****1999**

- WG 99-01 Verslag bijeenkomst 8 april 1999
- WG 99-02 Verslag bijeenkomst 19 mei 1999
- WG 99-03 Verslag bijeenkomst 25 juni 1999
- WG 99-05 Inventarisatie rapport
- WG 99-06 Voorstel buigproeven, versie 2
- WG 99-07 Onderzoek coatings: metallografische doorsneden
- WG 99-08 Verslag bijeenkomst 3 september 1999
- WG 99-10 Verslag bijeenkomst 5 november 1999

**2000**

- WG 00-11 Verslag 7e bijeenkomst 16 december 1999
- WG 00-12 Verslag 8e bijeenkomst 10 februari 2000
- WG 00-14 Verslag 10e bijeenkomst 16 mei 2000
- WG 00-16 Projectmemo "Randvoorwaarden voor de TS98 kwaliteitsspelers"
- WG 00-17 Verslag 11e bijeenkomst 29 juni 2000
- WG 00-19 Verslag 12e bijeenkomst 8 september 2000
- WG 00-21 Verslag 13e bijeenkomst 10 november 2000

**2001**

- WG 01-23 Microstructure and properties of Tungsten Carbide coatings
- WG 01-24 Verslag 14e bijeenkomst 26 januari 2001
- WG 01-26 Verslag 15e bijeenkomst 18 april 2001
- WG 01-28 Verslag bijeenkomst 1 augustus 2001
- WG 01-30 Verslag 17e bijeenkomst 10 oktober 2001
- WG 01-32 Verslag 18e bijeenkomst 6 november 2001

**2002**

- WG-02-34 Verslag 19e bijeenkomst 9 januari 2002
- WG-02-36 Verslag 20e bijeenkomst 25 maart 2002
- WG-02-39 Verslag 21e bijeenkomst 13 mei 2002  
(verstuurd op 10 juni)
- WG-02-41 Verslag 22e bijeenkomst 6 juni 2002
- WG-02-42 Verslag 23e bijeenkomst 24 juni 2002
- WG-02-43 Verslag 24e bijeenkomst 31 juli 2002
- WG-02-45 Verslag 25e bijeenkomst 21 augustus 2002

*Noot: alle in de nummering ontbrekende documenten hebben een administratief karakter*

- E. Kadyrov, Y. Evdodokimenko, V. Kisel, V. Kadyrov en F. Worzala  
INTERACTION OF PARTICLES WITH CARRIER GAS IN HVOF SPRAYING SYSTEMS  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 3(4), december 1994, pp. 389-397
- P. Heinrich Ch, Penszior, H. Meinasz,  
INDUSTRIAL GASES FOR THERMAL SPRAYING – FROM PRODUCTION TO APPLICATION WITH THE REQUIRED PURITY  
Proceedings of ITSC'99, Düsseldorf, pp. 95-105
- J. Beczkowiak, J. Fischer, H. Keller en G. Schwier  
NEUE BORIDHALTIGE WERKSTOFFE FÜR DAS HOCHGESCHWINDIGKEITS-FLAMMSPRITZEN (HVOF); PULVER UND SCHICHTEIGENSCHAFTEN  
H.C. Starck GmbH & Co.KG, juni 1996
- J. Beczkowiak, J. Fischer, en G. Schwier  
CERMETS FOR HVOF PROCESSES  
H.C. Starck GmbH & Co.KG, juli 1993
- A. Köhler, D. Adam, P. Männel  
AN INVESTIGATION INTO THE SLIDING ABRASIVE WEAR OF THERMALLY SPRAYED HARD COATINGS  
Praktische Metallografie 37, juli 2000.
- R. Schwetzke en H. Kreye  
MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF TUNGSTEN CARBIDE COATINGS SPRAYED WITH VARIOUS HIGH VELOCITY OXYGEN FUEL SPRAY SYSTEMS  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 8(3), september 1999, pp. 433-439
- E.S. Liebermann, C.R. clayton, H.Herman  
THERMALLY SPRAYED ACTIVE METAL COATING FOR CORROSION PROTECTION IN MARINE ENVIRONMENTS  
Final report to: Naval Sea Systems Command and U.S. Naval Supply Center, Puget Sound, contract Nos. N0040682C3258 en N615338M2596
- B. Fitzsimons BSc.  
THERMAL SPRAY METAL COATINGS FOR CORROSION PROTECTION  
Barrier Technical News, 27 september 1993
- J. Beczkowiak, H. Keller, en G. Schwier  
AL2O3-TiO2 COATINGS: AN ALTERNATIVE TO CR2O3?  
H.C. Starck GmbH & Co.KG, februari 1996
- J. Beczkowiak, H. Keller, en G. Schwier  
CARBIDE MATERIALS FOR HVOF APPLICATIONS – POWDER AND COATING PROPERTIES  
H.C. Starck GmbH & Co.KG, maart 1999
- J-G. Legoux, B. Arsenault, L. Leblanc, V. Bouyer en Ch. Moreau  
EVALUATION OF FOUR HIGH VELOCITY THERMAL SPRAY GUNS USING WC-10% CO-4% CR CERMETS  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 11(1), maart 2002, pp. 86-94
- Gordon England  
WEBSITE MET REFERENTIEFOTO'S VOOR METALLOGRAFISCH ONDERZOEK: INDEPENDENT METALLURGIST AND CONSULTANT TO THE THERMAL SPRAY COATING INDUSTRY  
<http://www.gordonengland.co.uk/xhomepage.htm>  
(gecontroleerd 7-9-2002)
- J. Yongchang en Y. Feng  
A COMPARISON OF PROPERTIES OF NiCrBSi-WC COATINGS DEPOSITED BY HVOF AND FLAME-FUSED PROCESSES  
Proceedings of ITSC'95, Kobe, mei 1995, pp. 827-832
- P. Sitonen, S.L. Chen, K. Niemi en P. Vuoristo  
ELECTROCHEMICAL METHOD FOR EVALUATING THE CORROSION RESISTANCE AND POROSITY OF THERMAL SPRAYED COATINGS  
Proceedings of ITSC'92, Orlando, juni 1992, pp. 853-858
- R. Maschio, V.M. Sgaiavo, L. Maittivi, L. Bertamini, S. Sturlese  
INDENTATION METHOD FOR FRACTURE RESISTANCE DETERMINATION OF METAL/CERAMIC INTERFACES IN THICK TBCs  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 3(1), maart 1994, pp. 51-56
- D.J. Greving, E.F. Rybicki, J.R. Shadley  
THROUGH-THICKNESS RESIDUAL STRESS EVALUATIONS FOR SEVERAL INDUSTRIAL THERMAL SPRAY COATINGS A MODIFIED LAYER-REMOVAL METHOD  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 3(4), december 1994, pp. 379-388
- L.N. Moskowitz  
APPLICATION OF HVOF THERMAL SPRAYING TO SOLVE CORROSION PROBLEMS IN THE PETROLEUM INDUSTRY - AN INDUSTRIAL NOTE  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 2(1), maart 1993, pp. 21-29
- M.D.F. Harvey, A.J. Sturgeon, F.J. Blunt, S.B. Dunkerton  
INVESTIGATION INTO THE RELATIONSHIPS BETWEEN FUEL GAS SELECTION, WEAR PERFORMANCE AND MICROSTRUCTURE OF HVOF SPRAYED WC-Co COATINGS  
Proceedings ITSC'95, Kobe, mei 1995 pp. 471-476
- M.D.F. Havey, A.J. Sturgeon, F.J. Blunt en S.B. Dunkerton  
THE INFLUENCE OF MICROSTRUCTURE ON THE AQUEOUS CORROSION BEHAVIOR OF ALLOY 625 COATINGS PREPARED BY HVOF SPRAYING  
Proceeding of ITSC'95, Kobe, mei 1995, pp. 531-535
- S. Shrestha, T. Hodgkiess en A. Nevill  
THE EFFECT OF POST TREATMENT ON A HIGH-VELOCITY OXY-FUEL Ni-Mo-Si-B COATING. PART 1: MICROSTRUCTURE/CORROSION BEHAVIOR RELATIONSHIPS  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 10(3), september 2001, pp. 470-478  
PART 2: EROSION-CORROSION BEHAVIOR  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 10(4), december 2001, pp. 656-665
- I.-M. Berger, P. Ettamayer, P. Vuoristo, T. Mäntylä en W. Kunert  
MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF WC-10% Co-4%Cr SPRAY POWDERS AND COATINGS: PART 1. POWDER CHARACTERIZATION  
Journal of Thermal Spray Technology, Volume 10(2), juni 2001, pp. 311 e.v.

## ***Enkele verzamelde commentaren uit buitenlandse contacten (1)      Bijlage 10***

Deze bijlage bevat handige en vooral praktische tips, die zijn verzameld uit e-mail correspondentie met leden van the Thermal Spray Society van ASM International. Ze zijn gerubriceerd naar onderstaande onderwerpen. De teksten zijn grotendeels vertaald uit het Engels.

|                                                   |    |
|---------------------------------------------------|----|
| Gassen en verbranding . . . . .                   | 49 |
| Certificering / kwalificatie . . . . .            | 50 |
| Testen . . . . .                                  | 51 |
| Zoutspoeitest . . . . .                           | 51 |
| Impact . . . . .                                  | 51 |
| Hechting . . . . .                                | 52 |
| Buigtest . . . . .                                | 53 |
| NDT . . . . .                                     | 53 |
| Almen strips . . . . .                            | 53 |
| Topografie . . . . .                              | 54 |
| Corrosie . . . . .                                | 54 |
| Vuurhaardcorrosie in stoomketels . . . . .        | 54 |
| H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> corrosie . . . . . | 55 |
| Metallografie . . . . .                           | 55 |
| Draadspuiten . . . . .                            | 55 |
| Reinigen . . . . .                                | 56 |
| Poreusheid . . . . .                              | 56 |
| Design of Experiment (DoE) . . . . .              | 57 |

### Gassen en verbranding

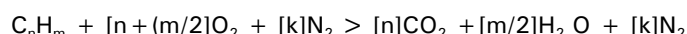
De verbrandingsvergelijking voor de stoichiometrische verbranding van een propaan/zuurstof mengsel in de verhouding  $1 : 5 \geq \text{C}_3\text{H}_8 + 5 \text{O}_2 \geq 3 \text{CO}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$   
 verbrandingsvergelijking voor de stoichiometrische verbranding van propyleen/zuurstof in de verhouding  $1 : 4,5 \geq \text{C}_3\text{H}_6 + 4,5 \text{O}_2 \geq 3 \text{CO}_2 + 3 \text{H}_2\text{O}$

De zuurstof/brandstof verhouding voor maximum temperatuur is bij propaan 4,5 : 1 à 2828 °C.  
 De zuurstof/brandstof verhouding voor maximum temperatuur is bij propyleen 3,6 : 1 à 2896 °C.

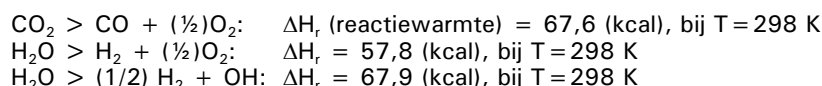
Werner Kroemmer – TSS van ASM International

---

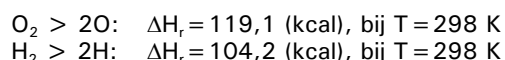
Het stoichiometrisch chemisch evenwicht tijdens verbranding van een gas ligt typisch bij:



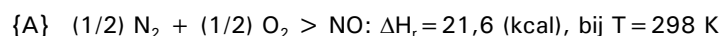
Bij normale verbrandingscondities (temperatuur, druk) levert het tweede deel van de voorgaande chemische vergelijking  $\text{O}_2$ , OH, O,  $\text{H}_2$ , CO (dissociatie producten van  $\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{CO}_2$ ). Bij hoge temperatuur (> 1927 °C bij  $p = 1$  bar of > 2227 °C bij  $p = 20$  bar) wordt de dissociatie van  $\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{CO}_2$  bepaald door de volgende reacties:



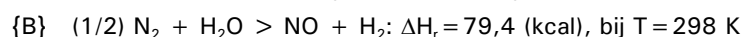
Bij nog hogere temperatuur (> 2127 °C bij  $p = 1$  bar of > 2527 °C at  $p = 20$  bar) wordt de dissociatie van  $\text{O}_2$  en  $\text{H}_2$  belangrijk:



In aanwezigheid van  $\text{N}_2$  kan NO worden gevormd bij temperaturen hoger dan 1527 °C. Bij vlamtemperaturen hoger dan 2727 °C wordt de vorming van NO belangrijk:

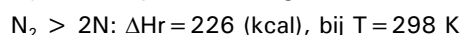


Deze chemische reactie is vrijwel onafhankelijk van de druk. NO kan ook worden gevormd op de volgende wijze:

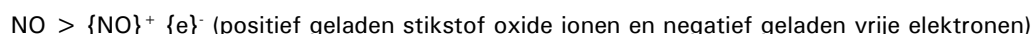


Omdat de warmte nodig voor reactie {B} hoger is dan voor de vorming van NO uit haar elementen {A}, is de NO vorming volgens {B} te verwaarlozen in vergelijking met de vorming volgens {A}. De vorming van een reactie-product is tenslotte rechtevenredig met de wet van Arrhenius.

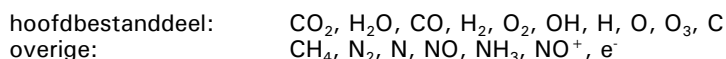
Bij vlamtemperaturen hoger dan 3227 °C bij 1 (bar) en 3327 bij 20 (bar) begint  $\text{N}_2$  te dissociëren:



Vanwege de lage ionisatie potentiaal van NO, zal het bij verbranding ioniseren volgens:



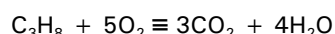
Samengevat leiden de reacties in de verbrandingskamer van een HVOF pistool tot de volgende mogelijk aanwezige elementen in het gas:



Stefan van Diessen – TSS van ASM International

---

Stoichiometrische vergelijking voor ideale verbranding van propaan is:



De  $\text{N}_2$  die gewoonlijk in vele spuitsystemen zoals Jet Kote, gelijk met het poeder 'down stream' wordt ingebracht, wordt doorgaans niet meegenomen in de verbrandingsvergelijking. Net als het poeder en de waterkoeling, verbruikt  $\text{N}_2$  wel thermische energie uit de verbrandingsreactie.

HVOF, gas gestookte apparaten werken niet met de ideale stoichiometrische zuurstof/brandstof verhouding, met uitzondering wanneer waterstof of methaan als brandstof worden gebruikt. Zij werken typisch rond 7 - 9 Mol zuurstof op 1 Mol propaan, om te voorkomen dat het proces de volgende reactie, of daarvan afgeleide reacties tussen beide ontwikkelt:



Samen met de soort brandstof en de zuurstof/brandstof verhouding zijn een paar andere kritische kenmerken die bij een HVOF pistool de chemie van de verbranding beïnvloeden: efficiency van het verbrandingsgasmengsel, kamerdruk en geometrie, water injectie en de temperatuur van de pistoolwand.

David Lee – TSS van ASM International

---

Bij gebruik van het PTI 100HE plasmaspuitstelsel Kunnen we met tegelijk  $N_2$  en  $H_2$  in het plasmagas elke gewenste TBC dichtheid bereiken bij een opbrengst die 100 g/min te boven gaat en met een typische depositie efficiëntie van meer dan 80%. Met betrekking tot metallische legeringen, produceren wij significant minder inter-splat oxide, terwijl de hechtsterkte en de coating cohesie significant uitstegen boven de equivalente HVOF coating. De  $Ar + N_2 + H_2(He)$  gas chemie zoals typisch gebruikelijk voor het 100HE plasma systeem en spuitconcept heeft zich in alle opzichten extreem gunstig bewezen. Een van de meest belangrijke gunstige effecten van de 100HE plasma pistool chemie werd bereikt met verschillende 'abradable' coatings met depositiesnelheden boven 100 g/min en een depositie efficiëntie boven 85%.

Lucian Bogdan Delcea, Ph.D. – TSS van ASM International

### ***Certificering / kwalificatie***

Luchtvaart motorenfabrikanten zoals GE, P&W and RR hebben afkeurcriteria opgesteld (eindkwaliteit) voor hun TS coatings. Meest gezochte eigenschappen zijn hardheid (micro- en/of macro-), hecht-/cohesiesterkte, interface en algemene coating microstructuur. Deze voorlopig opgestelde criteria zijn gebaseerd op ZOWEL laboratorium testen ALS actuele prestaties in een motor. Het merendeel van deze "ontwerpcriteria" zijn verbonden met (zijn te herleiden op) de ruwe uitgangsmaterialen. Laboratoriumtesten (geen specificatie-eis) omvatten over het algemeen bepaling van slijtageweerstand, thermische schokbestendigheid, slijtwilligheid, erosiebestendigheid, wrijvings-/expansiecoëfficiënt, enz.. Dit is het soort informatie dat "de snel tevreden groep" niet wil weten, of waarin ze niet geïnteresseerd is.

De U.S.A. 'Military (MIL) spec' verliest terrein. Traditioneel waren MIL specs gericht op draad (MIL-W-6712) en poeders (MIL-P83348). Ik geloof dat het de bedoeling is dat de American Welding Society hun rol over gaat nemen. ASTM heeft specificaties voor uitgangsmateriaal, coating- and testspecificaties. Deze worden NIET breed toegepast door het 'motorenvolk' in de luchtvaart, die liever hun eigen specificaties schrijven.

Coatingdikte wordt normaal op de ontwerptekening aangegeven. Bijvoorbeeld: "Gebruik uitgangsmateriaal xyz (specificatie van toepassing) in een dikte van x,yz mm. De coating moet voldoen aan de eisen van abc (specificatie van toepassing)". In sommige gevallen wordt een processpecificatie genoemd. Dit kan fataal zijn, want "Als ik het doe zoals voorgeschreven en het voldoet niet aan jullie criteria, wie heeft er dan schuld aan?". Jullie, niet ik, ik deed het zoals jullie mij opdroegen". De tegenpartij zal eraan vasthouden dat je je niet aan de procedures hebt gehouden. Processpecificaties kunnen leiden tot een hoop nawijzen met het vingertje. Wat in het algemeen gedaan wordt bij leveranciers van TS coatings is, dat de OEM hun coating cycli audit en certificeert, daarbij enige speelruimte laat, maar altijd vereist dat of aan de ontwerp tekening of aan de coatingspecificatie wordt voldaan. Straalmotoronderdelen zijn niet "gemaakt van thermisch spuiten", maar gebruiken meer het proces/de coating om hun functionaliteit verder te verbeteren.

Kritische componenten in een motor zijn ALLEMAAL draaiende delen. In de lage druk compressor (LPC) vallen hieronder ventilator en LPC schoepen. Ventilatorschoepen hebben altijd een harde, slijtvaste TS coating op hun middelste ondersteuning. De zwaluwstaarten van de schoepvoeten kunnen een anti-fretting deklaag hebben op hun belaste zijden. Hetzelfde voor de hoge druk compressor (HPC) schoepen. Compressorspoelen kunnen gecoat zijn met een slijtwillig materiaal voor beheersing van de speling net als het huis. Er zijn niet veel slijtage-toepassingen voor de hoge druk turbine (HPT) schoepen, MAAR er kunnen slijtvaste tippen (speling controle) zijn toegepast met vacuüm plasma spuiten (VPS). HPT schoepen 'airfoils' kunnen ook VPS gecoat zijn met een MCrAlY voor oxidatie en hete corrosiebescherming. De HPT "burner can" brander en enkele 'airfoils' kunnen bedekt zijn met een 'thermal barrier coating' (TBC) en zijn daardoor te gebruiken boven de ontwerp grenzen van het metallische substraat. De lage druk turbine (LPT) sectie 'vanes' zullen over het algemeen een slijtagebestendige coating hebben op hun interlocks en in enkele gevallen een TBC op schoep en vane airfoils. Turbinebouwers gebruiken ook TS coatings speciaal voor vleugelsporen en andere applicaties met glijdende slijtage.

GE Aircraft Engine heeft een specificatie P28TF2 "Thermal Spray Operator and Equipment Qualification", die je mogelijk kan helpen. Daarnaast heeft het Duitse DVS een DIN specificatie voor operator certificering uitgegeven. Met betrekking tot corrosie applicaties geloof ik, dat je zult zien dat vele Staten het schilderen van hun staal-constructies achterwege laten en corrosiebescherming realiseren door het toepassen van vlam en/of elektrisch draad gespoten coatings. Deze coatings zijn robuuster dan verf en zij houden het langer vol. In Europa, Australië, enz. is thermisch spuiten de voorkeursmethode voor lange termijn corrosiebescherming. Veel van mijn ijzeren/stalen tuingereedschappen zijn meer dan 25 jaar geleden aluminium vlamgespoten en vertonen nog steeds geen spoor van roest!

Frank Hermanek – TSS van ASM International

---

ANSI/AWS C2.16A-92 is een gepubliceerde 'Guide for Thermal Sprayer Qualification'. Het AWS C2F comité is/was bezig met een revisie van deze aanbeveling. Meer informatie heeft mogelijk Ed Mitchell van AWS (tel. 1800-443 9353 tst. 254).

Manish – TSS van ASM International

---

Naar mijn mening worden enkele kritische factoren bij het thermisch spuiten over het hoofd gezien, wat resulteert in slechte resultaten. Ik zal proberen er enkele van aan te geven. Ik weet zeker dat andere spuiters waardevolle suggesties hebben voor materialen en sealers voor maritieme omgeving.

- 1) Bij de voorbereiding, moet Al-oxide worden toegepast bij de juiste druk en vaak worden ververst. Anders heeft de operator onveranderlijk de neiging de druk te VERHOGEN, om een goed BLANK uiterlijk te krijgen. Vervelend genoeg leidt dit tot het inbedden van Al-oxide deeltjes in het substraat, waardoor de hechting en de bedekking achteruit gaan van de coatings. Een acceptabel niveau voor ingeslagen deeltjes ligt tussen 3-4% van het oppervlak. Er zijn speciale tapes beschikbaar om dit percentage te bepalen.
- 2) Met HVOF zijn handmatige of geautomatiseerde snelle pistoolbewegingen (30 m<sup>2</sup>/min) essentieel om een zeer dunne coating opbouw per passage te krijgen (.001-.003). Anders krijg je lokaal een te dikke opbouw, die zal leiden tot delaminatie en een slechte coating.
- 3) Tenslotte, het temperatuurverschil tussen het substraat en de coatings mag tijdens het spuiten niet meer zijn dan 100 °C. Anders zal het verschil in uitzetting tussen substraat en coating - en dit geldt in het bijzonder voor WC - onherroepelijk tot scheuren leiden in de coatings. Er zijn goedkope temperatuurmeters te krijgen om het te coaten oppervlak te monitoren.

Gérard Migneault – TSS van ASM International

## **Testen**

### **Zoutsproeitest**

De zoutsproeitest is een geschikte QA test, maar er zijn andere test procedures die meer geschikt zijn voor research onderzoek. Enkele alternatieve corrosietesten zijn SAE J2334 en GM-9540P (cyclische corrosietest) en ASTM D 5894 cyclische corrosie-/UV-test, om er maar een paar te noemen. Deze testen zijn ontworpen om de resultaten te kunnen correleren met expositieresultaten en ervaringsgegevens.

John Travaglini – TSS van ASM International

### **Impact**

Als je wilt vergelijken, kijk dan naar de USA defensie standaards en literatuur over galvanisch neergeslagen chroom. De standaard suggereert dat een inslag op een chroomlaag met een centerpons en hamerklap, met erna visuele inspectie van de aangerichte schade, voldoende is om de integriteit van de coatingadhesie te kunnen garanderen. Zie ook defensie standaard 03/14 (Brits). Uitgave 1 werd gepubliceerd in 1979 en is dus nogal oud maar goed!. In uitgave 2 van 1995 is de test nog steeds opgenomen in dezelfde paragraaf op p19. De beste manier om deze even in te kijken is te gaan naar:

<http://www.dstan.mod.uk/dsmain.htm> (gecontr. 10-9-2002)

Klik op de 'defense standards' knop en selecteer sectie '03' processen. Galvanisch chroom verschijnt als nummer 14 in de lijst. Je kunt het document GRATIS downloaden van deze site (IN PDF FORMAAT). De meeste mensen zijn bang de spuitlaag zo te mishandelen. Chroomlagen hechten beter dan TS coatings, maar niet altijd .....(van HVOF ben ik niet zeker). Dit betekent ook beslist niet dat ze beter zijn, maar ze kunnen wat taaier zijn. Covalente binding verslaat nog steeds mechanische binding ben ik bang.

Jon Starbuck – TSS van ASM International

---

Misschien helpt het volgende: Boeing Company maakt gebruik van "gravel-o-meter" test, waarbij gezeefd gravel (0.25 inch) op het doelloppervlak wordt geschoten. De test wordt gebruikt op de verschillende coatings zoals die aanwezig zijn op landingsgestellen van vliegtuigen. Je kunt je voorstellen dat het landingsgestel het nogal voor zijn kiezen krijgt bij landing en "take off". Deze test werd ook gebruikt om hardchroom lagen te vergelijken met verscheidene HVOF gespoten carbide coatings.

Adam Pearson – TSS van ASM International

**Hechting**

Een snelle methode om de kwaliteit van een coating te bepalen is het coating oppervlak te krassen met een snelstaten krasstift. Als de coating een goede hechtsterkte en hardheid heeft dan laat hij zich niet krassen. Voor oxidekeramiek is een snelle manier waarschijnlijk de coating met een hard houtje te poetsen (buffing) om te zien of de coating wil gaan glimmen of dat er poeder/stof van af komt. Poeder/stof komt los als de adhesie van de coating slecht is, doordat het poeder in de vlam onvoldoende werd aangesmolten. Deze testen zijn in de werkplaats te gebruiken om een ruw idee van de coatingkwaliteit te krijgen.

Eklavya Calla – TSS van ASM International

---

Nog een adhesietest die het noemen waard is, gebruikt een 12,5 mm diameter ongecoate prop, die kan worden gelijmd aan een gecoat product en/of een gecoat prop. De adhesietest is beschreven in ASTM Standaard D 4541-95, "Pull-Off Strength of Coatings using a Portable Adhesion Tester". Ik denk dat deze test tenminste één voordeel heeft boven de C633-01, aangezien het uitlijnen van de test propen geen rol speelt.

George Leissler – TSS van ASM International

---

De ASTM C633 is een lastige test. Er zijn veel dingen die fout kunnen gaan. Belangrijk is de uitlijning van de proefstukken, zowel bij het lijmen als bij het trekken. Een speciale mal, om ervoor te zorgen dat de proefstukken perfect zijn uitgelijnd bij het lijmen, is absoluut noodzakelijk en gemakkelijk zelf te maken. Wat wij hebben is zeker niet perfect, maar het is wel simpel. Het is een metalen geval met een aantal V-groeven die op een hoek van ongeveer 10° staan. Voor elke monster (ongecoate en gecoat exemplaar) hebben we kragen met dezelfde hoek als de V-groeven. Die kragen gaan dan om zowel het ongecoate als het gecoat exemplaar en leunen dan tegen de V-slots. De dikte van de kragen is hetzelfde en die zorgen dat we de monsters niet aan de mal vast lijmen. Nadat ze op de mal geplaatst zijn, gaan ze de oven in.

Frank M.J. van den Berge - TSS van ASM International

---

Er is duidelijk iets ernstig fout met het spuiten of het testen, als bij de trekproef veel te lage waarden worden gevonden. In de literatuur zie je normale waarden van 10-40 MPa voor elektrisch draadgespoten coatings. De oorzaak moet worden gezocht in de oppervlaktevoorbewerking (ontvetten, reinigen, gritten, enz.), of de spuitparameters, of in de uitvoering van de test. Het is normaal om 3-5 proefstukken te testen voor een minimaal statistisch verantwoorde waarde. Als je er maar 1 doet, heb je geen idee wat de oorzaak is als de uitkomst niet klopt. Let ook goed op de lijm die wordt gebruikt. Verder is het belangrijk waar de breuk optreedt: in de lijm, of dat de coating van het substraat wordt afgetrokken. Er is nog veel meer informatie op internet te vinden om je verder te helpen.

Richard Knight – TSS van ASM International

---

Bij een recente, onafhankelijke lab evaluatie voor een elektrisch draadgespoten zink coating (op een HSLA koolstofstaal substraat) werden de volgende resultaten verkregen:

Adhesie test per ASTM C633

Proefstuk: 1"x1" oppervlak, met 0,1 mm zink coating

Resultaat: Max. adhesiesterkte is 354 psi (ca. 2400 kPa)

Abrasie test per ASTM G65

Proefstuk: 25x75 mm oppervlak, met 0,1 mm zink coating

Test Conditie: 136 N. belasting bij 200 omw/min van het wiel; zandvoeding was 300 g/min

Test duur: 2000 cycli

Resultaat: Totaal Massa Verlies is 1,3 gram

Ik adviseer contact op te nemen met Dr. Chris Berndt van Stony Brook (cberndt@notes.cc.sunysb.edu). Hij is een autoriteit binnen onze thermische spuit gemeenschap op het gebied van adhesie/cohesie tests voor thermisch spuiten. Hij heeft ook een zeer interessante website voor dit onderwerp: <http://www.matscieng.sunysb.edu/Berndt/Berndt-NP34/> (gecontr. 10-9-2002)

Roger Lima, Ph.D. – TSS van ASM International

**Buigtest**

De volgende referenties gaan over "evaluatie van thermisch gespoten coatings met een buigtest":

- U. Senturk, R. S. Lima, C. R. C. Lima, C. C. Berndt, Deformation of Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings. Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, Vol. 122, 2000, p. 387-392.
- A. Kucuk, C. C. Berndt, U. Senturk, R. S. Lima, C. R. C. Lima, Influence of Plasma Spray Parameters on Mechanical Properties of Yttria Stabilized Zirconia Coatings I: Four Point Bend Test. Materials Science and Engineering A, 284, 2000, p. 29-40.

Roger Lima – TSS van ASM International

---

Een nuttige website: <http://www.matscieng.sunysb.edu/Berndt/Berndt-NP28/>

James E. Baker, Sr. – TSS van ASM International

**NDT**

De technologie genaamd "pulse-thermography" werd ontwikkeld door Mr. Florin van een bedrijf in Zwitserland. Voor meer informatie verwijs ik naar mijn artikel voor de ITSC 99 in Düsseldorf. Hier presenteerden we de eerste resultaten. Nieuwe resultaten worden gepresenteerd op de ITSC van volgend jaar (2002).

We zijn begonnen in 1995 met spuitlagen. De resultaten waren zo fantastisch dat ik met Mr. Florin een eigen bedrijf ben begonnen. De techniek gebruikt een bron met een goed gedefinieerde warmtepuls – enkelvoudig of continu gemoduleerd met bijvoorbeeld een sinusvorm. De impuls wordt op het te onderzoeken oppervlak gericht en het gereflecteerde signaal wordt opgevangen door een infrarood camera en vervolgens verwerkt in een computer. De eenvoud van de opzet maakt metingen in het veld mogelijk of de integratie van een systeem in een productielijn. In principe, wordt de mate van verzwakking van het signaal op de infrarood camera gevolgd, of anders de progressie van het warmtefront in de coating. Verschillen in coatingdikte, coating- en hechtingsdefecten, microstructuurveranderingen, poriën clusters en oxiden of metallische insluitingen veroorzaken een belangrijke verandering in de signaal intensiteit en worden daarom gedetecteerd. Het is mogelijk zowel locale defecten te detecteren als integrale coatingeigenschappen. De geometrische resolutie ligt rond de 1 micrometer en de penetratiediepte kan in metalen enkele mm en in keramiek enkele cm bedragen, afhankelijk van de thermisch/fysische eigenschappen van het te onderzoeken materiaal. De scansnelheid voor typische defecten in thermisch gespoten lagen is ongeveer enkele vierkante meters per uur, afhankelijk van de verlangde maximale geometrische resolutie. Echter, essentieel voor succesvolle toepassing van de pulsthermografie is, dat speciale, zeer snelle infrarood apparatuur nodig is. De meetsnelheid ligt in de range van enkele kHz. Met conventionele IR-systemen lukt dat niet. Daarom ontwikkelde Mr. Florin zijn eigen IR-systemen. Probleem is nu het gebrek aan ervaring in vergelijking met de gevestigde niet-destructieve technieken (bijv. ultrasoon of wervelstroom). Wat je verder moet weten is dat iedere applicatie (zoals diktemeting, meting van de chemische samenstelling, online of offline metingen) zijn speciaal aangepaste meetsysteem nodig heeft.

Dr. Michael Dvorak – TSS van ASM International

---

Zowel infrarood beeldverwerking als real-time laser holografische interferometrie kan worden gebruikt om scheuren te detecteren in componenten, teneinde de mechanische integriteit te bepalen. Met IR beeldverwerking wordt, nadat het onderdeel onder thermische last is geplaatst, zowel tijdens opwarmen als afkoelen het verschil in spreiding van de thermische energie gedetecteerd en daarmee de aanwezigheid van scheuren. Als het onderdeel onder een mechanische last kan worden gebracht, waarbij een radiale belasting de voorkeur heeft boven een axiale belasting, kan de scheur zelf worden gedetecteerd.

Roland David Seals, Ph.D. – TSS van ASM International

**Almen strips**

Je kunt ook de doorbuiging van Almen Strips nemen als een indicatie voor het relatieve niveau van de rest-spanningen. Het is een simpele, goedkope en snelle test, vooral als je alleen maar wilt weten of er trek- of drukspanningen in de coating zitten. Hierbij enkele referenties die de test zullen verklaren:

- Knight, R. and Smith, R. W., "Residual Stress in Thermally Sprayed Coatings," Proc. 5th National Thermal Spray Conference [NTSC '93], Thermal Spray Coatings: Research, Design and Applications, eds. Berndt, C. C. & Bernecki, T. F., ASM Int'l., Anaheim, CA, USA, pp. 607-612, June 1993.
- Han, J. J., Knight, R. and Schadler, L. S., "Residual Stresses in HVOF-Sprayed Cr3C2/NiCr Coatings," Proc. 2nd United Thermal Spray Conference [UTSC '99], DVS, Düsseldorf, Germany, pp. 771-776, March 17-19, 1999.

Rick Knight – TSS van ASM International

---

Een korte historie van de Almen strip is te vinden op:

<http://www.shotpeener.com/EI/Products/Almen/ahistory.htm> (gecontr. 10-9-2002)

Voor het selecteren van het juiste type Almen strip kun je kijken op:

<http://www.shotpeener.com/EI/Products/Almen/types.htm> (gecontr. 10-9-2002)

Het kiezen van de juiste gradatie moet lukken met:

<http://www.shotpeener.com/EI/Products/Almen/grades.htm> (gecontr. 10-9-2002)

James E. Baker, Sr. – TSS van ASM International

### **Topografie**

De topografie van het oppervlak is belangrijk. Deze is te meten met normale ruwheidsmeters, maar beter is een AFM/SPM te gebruiken. Dit staat voor "Atomic Force Microscope/Scanning Probe Microscope". In wezen is het werkingsprincipe gelijk aan elke 3D profilometer, waarbij een naald die over het oppervlak wordt getrokken in een raster het oppervlak aftast.

Ik had een redelijk succes met het opmeten van slijtagesporen met de apparatuur hier in Portsmouth, UK. Het enige nadeel is, dat de verticale volle schaal uitslag slechts ca. 2 microns is, waardoor de meting beperkt is tot redelijk vlakke oppervlakken. Het vlakke gebied is rond 70\*70 micrometer, waardoor ook je zichtveld beperkt is. Het sterke punt is echter de resolutie. Ik heb mij laten vertellen dat je in werkelijkheid atoomconfiguraties eruit moet kunnen halen, zoals de hexagonale morfologie van grafiet, maar dat moet ik nog zien. Het werkt zeker goed tot een schaal van 20 nanometer, wat voor de meeste mensen genoeg is. De software die wij gebruiken geeft een actuele berekening van het oppervlaktegebied van de profiel plot, met inbegrip van asperiteit etc. Je krijgt ook een draaggetal eruit, wat nuttig is voor het bepalen van het werkelijke contactoppervlak.

Jon Starbuck – TSS van ASM International

### **Corrosie**

Bobbel (blister) formatie in thermisch gespoten coatings wordt vaak geassocieerd met corrosie onder de coating, waarbij gassen worden gevormd. Het ontstaan van coating blisters wordt vaak gezien bij drukvaten. De belangrijkste oorzaken zijn dat de coating permeabel is voor het medium in combinatie met een zwakke hechting (of een lage weerstand van de coating-substrate interface tegen scheuren).

Als dit het geval is kun je het volgende doen:

- 1) slijp de lassen af, ondersnijdingen en andere oppervlaktedefecten stimuleren blisters;
- 2) gebruik grover grit bij het stralen om een ruwer substraattooppervlak te krijgen;
- 3) gebruik een sterker hechtmateriaal (hogere hechtsterkte en hogere dichtheid), je kunt ook andere spuitapparatuur of zelfs een ander proces overwegen;
- 4) grotere dikte van de hechtlaag;
- 5) sealen.

Ik zou ook kijken naar geometrische factoren. Bijvoorbeeld, het afketsen van spuitdeeltjes van het ene oppervlak kan een stofneerslag op het andere veroorzaken.

Andrew Verstak – TSS van ASM International

Een niet-standaard methode die ik gebruik om de porositeit/corrosiegevoeligheid van HVOF type coatings te evalueren, is een trog maken waarin zuur wordt gegoten. De trog bestaat uit een zuurbestendig vet of siliconenrubber. Zuur wordt in de trog gegoten en de coating eronder wordt 3 dagen blootgesteld aan het zuur. Zuuraantasting van het substraat zal blisters veroorzaken. Deze methode werkt alleen als het substraat een koolstofstaal of een laag gelegeerd materiaal is. Gebruik van de methode op een substraat zoals Alloys 718, 925, enz. zijn niet representatief en duren te lang. Deze methode wordt gebruikt op coatings met een dikte van enkel tiende mm. Je kunt deze methode ook gebruiken om je proces te controleren en in sommige gevallen kan de effectiviteit van een sealer ermee worden getest.

Manuel Maligas – TSS van ASM International

### **Vuurhaardcorrosie in stoomketels**

Er is een lange historie met het succesvol toepassen van thermisch gespoten lagen voor de bescherming van ketelpijpen. Een van de beste en meest economische oplossingen is het toepassen van elektrisch draadgespoten 45CT materiaal (Chroom Nickel Titaan). Meer dan 19,000 m<sup>2</sup> 45CT coatings zijn in gebruik in ketels in energiecentrales sinds 1984. Rond 95% van de toepassingen zijn membraanwanden en de rest is in de oververhittersectie, pigtails en economizer pijpen. De coatings geven typisch 8-12 jaar een betrouwbare bescherming. Veel centrales wisten hiermee af te komen van ongeplande stops en gingen van een 6-maands cyclus maar een 2-jaars cyclus. Een centrale had eerst 11 pijplekken in een jaar, na het aanbrengen van 45CT hadden ze niet één pijplek in meer dan 7 jaar.

Ik heb gevonden dat, waar deze coatings kunnen falen, de PIJPTemperatuur boven de 650 °C komt. (dit niet te verwarren met de rookgastemperatuur die veel hoger is). Typisch zie je zulke hoge temperaturen in de oververhitter sectie, hoewel ik "hot spots" ook heb gezien op de membraanwanden waar de coating moest worden gerepareerd. De locatie en ernst van de corrosie kan ook variëren, afhankelijk van de locatie en de configuratie van de branders en het type branders. Nu veel centrales "Low-NOx" branders toepassen, zien zij vaak de corrosie toenemen en verschuiven naar hoger gelegen plekken. "Low-NOx" branders vergroten de lengte van de vlam, het verbrandingsgebied en de intensiteit van de reductiezone in sommige gebieden van de ketel. Het is ook belangrijk te begrijpen dat erosie een rol kan spelen bij vuilverbranding. Hoog zwavel kolen zijn zachter en hebben een lager asgetal en zijn niet erg erosief. Als erosie meespeelt is het belangrijk de as te karakteriseren in termen van vorm, dichtheid, snelheid, hoek van inslag.

Dr. Bu Qian Wang, die vroeger werkte bij Lawrence Berkeley Laboratories, doet hoge temperatuur as karakterisaties, die erg nuttig zijn bij het bepalen van het beste materiaal en spuitproces wanneer erosie aanwezig is. Zijn diensten bleken van onschatbare waarde.

Patrick Fitzgerald – TSS van ASM International

### **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> corrosie**

De chemische samenstelling is ongeveer 9% Silicium, 2% Koper, 2% IJzer, 1,5% Cobalt, 1% Chroom, <0,1% Koolstof met als balans Nikkel. Er zijn geen carbidevormers in deze legering. Het materiaal is zeer ductiel, voor zover een thermische gespoten coating ductiel kan zijn. Passivatie ontstaat door de aantasting van Nikkelsilicide dat siliumoxide vormt, een glasachtige fase, die zeer resistent is tegen corrosie in zwavelzuur. De toevoeging van koper helpt ook de corrosieweerstand van deze legering te verbeteren. Hoewel de legering zonder de grote hoeveelheid silicium niet zelf-sealend is, lijkt het te werken als de porositeit laag genoeg is en het siliciumgehalte hoog genoeg.

De coating moet in feite worden aangetast om het zelf sealende mechanisme op gang te krijgen. Scheuren en loskomen van de coating (indien goed aangebracht) is in het verleden niet geconstateerd, maar hier moet bij worden aangetekend, dat de coating nog niet veel is toegepast. Information over dit product is te krijgen bij Stellite Coatings in hun technisch bulletin C-009, de meest recente update was 31/1/1992.

De corrosiesnelheid van JK592, met propylene als brandstof op 1018 staal, eenzijdig getest in een damp/vloeistof combinatie was verwaarloosbaar na 168 uur bij 90 °C in een 50% concentratie met een coatingdikte tussen 0,38 en 0,51 mm. Een sealer werd niet gebruikt. Persoonlijk heb ik geen ander materiaal gezien dat zich zo gedroeg, maar het mechanisme kan van toepassing zijn voor andere Ni-basis legeringen.

Wij hebben ook succes met Hasteloy D (or Nistelle D, bij Deloro Stellite verkrijgbaar als Jet Kote 592) in agressieve zwavelzuur omgeving. Het poeder is verwerkbaar met HVOF en produceert zeer hoge kwaliteit coatings (de parameters moeten wel worden geoptimaliseerd). De coating heeft zekere zelf-sealende eigenschappen, die zeer geschikt zijn voor een materiaal dat wordt aangebracht met thermisch spuiten waar enkele defecten en porositeit altijd aanwezig is.

### **Metallografie**

Voor het prepareren van dwarsdoorsneden van poreuze coatings kun je impregneren met een laagsmeltend vloeibaar metaal. Het 'backscatter' beeld in de REM na mechanisch polijsten is uitstekend en met argon ionenetsen zijn de stollingspatronen in de 'splats' aan te tonen.

Referentie: "The Preparation of Porous Materials for Micro-Beam Characterization Using Liquid Metal Pressure Impregnation", van James H. Steele Jr. Ph.D. op het symposium voor "Characterization of Non-Conductive or Charging Materials by Microbeam Analysis", McGill University, August 2-3, 2002.

Jim Steele Consultant - TSS van ASM International

### **Draadspuiten**

In Zimbabwe gebruiken we Metco 2# draad voor elektrisch draadspuiten waarmee de meest versleten rollen in de textiel en grafische industrie weer worden opgebouwd. Ze worden geseald met de Metco AP sealer. In het verleden werd deze reparatie uitgevoerd met chroom.

Ken Sparkes – TSS van ASM International

De best mogelijke vervanger voor hardchroom is een HVOF gespoten WC, maar elektric draadspuiten is een goed alternatief om mee te beginnen, als je nog geen HVOF hebt. Gebruik harde gevulde draad zoals Armacor M, Duocor, Alfa 8000, enz. Het nadeel is dat deze draden nogal kostbaar zijn (ca. 13-15 USD/kg). Er zijn hier ook veel Fe-Cr-C-type gevulde draden op de markt (2-5 USD/kg). Deze worden gebruikt voor oplassen, maar je krijgt wel vrije grafiet in de coating als je ze gebruikt voor draadspuiten en daardoor geen al te beste coatings.

Misschien kun je ze wel met succes gebruiken bij hoge snelheid draadspuiten. Dit nieuwe proces kent nog niet veel aanbieders, maar kijk gerust even op onze website voor meer informatie ([www.uniquecoat.com](http://www.uniquecoat.com)). Let op dat alle coatings met harde gevulde draden een goed netwerk van scheurtjes ontwikkelen. Bij gebruik onder corrosieve condities moeten ze dus worden geseald.

Andrew Verstak – TSS van ASM International

### **Reinigen**

Een snelle controle op de aanwezigheid van olie moet worden uitgevoerd op een paneeltje dat net zo is gespoten als het werkstuk. Laat er na het gritstralen in het centrum een druppel "electronic grade" oplosmiddel op vallen. De aanwezigheid van olie zal zich verraden door een donkere ring die achterblijft als het oplosmiddel verdampt. Minder schone typen oplosmiddel laten echter een ring achter door hun eigen verontreinigingen. Olie is meestal afkomstig van de perslucht die bij gritstralen wordt gebruikt. Als je dezelfde lucht gebruikt voor het koelen van het werkstuk, kom je te zitten met verontreinigingen tussen de lagen. Ze zijn te zien bij het microscopisch onderzoek, maar je zit dan al met de lagere hechtsterkte. Mijn ervaring is, dat soms de olie al in de omgevingslucht zit. Dit kan vooral gebeuren als je spuit in de buurt van een mechanische werkplaats.

Lou Marsh – TSS van ASM International

Gebruikelijk in de USA wordt het oppervlak voor spuiten gestraald tot "white metal", gespecificeerd als SSPC-SP5 en bij NACE als No 1 (beide standaards zijn redelijk vergelijkbaar).

Andrew Verstak – TSS van ASM International

Er zijn vele industrie standaarden met aanbevelingen voor het prepareren van oppervlakken voor het coaten. Zulke standaarden hebben bewezen te werken. Bijvoorbeeld die van NACE. Deze bevat o.a.:

SSPC-SP 5 – "White Metal Blast"  
 SSPC-SP 1 – "Solvent cleaning"  
 SSPC-SP 2 – "Hand tool cleaning"  
 SSPC-SP 3 – "Power tool cleaning"

Door te specificeren dat het materiaal schoon is tot "white metal" toestand betekent in de praktijk dat het oppervlak vrij is van olie, roest, hamerslag etc. Voor industriële toepassingen is de verklaring dat het materiaal schoon is tot "white metal" toestand, goed genoeg en klanten hebben dit tot nu toe geaccepteerd.

Manuel Maligas - TSS van ASM International

Zoals ik het heb begrepen is er nog geen specificatie voor een acceptabel niveau van olievervuiling, omdat niemand weet wat acceptabel is. Er is een spec. die zegt "vrij van olie, roest, en hamerslag", maar dit betekent niets. Uit wetenschappelijk standpunt gezien is nul absoluut en dat kan niemand bereiken, laat staan garanderen. Vanuit de leek gerekend betekent het: "als je het niet kunt zien of voelen is het er niet", dus als je het oppervlak zou afvegen met een wit katoenen handschoen, zou je handschoen nog steeds wit zijn. Toegegeven, ook gritstralen zal (kan) weer deeltjes inbedden in het substraat of zelfs een hele laag achterlaten op het oppervlak, dus een "technisch" oppervlak is nooit "vrij van vervuiling" als men gritstraalt om het schoon te maken. Er is ook een discussie over het recyclen van grit uit ander gebruik, zoals aluminiumoxide van oude slijpstenen. Volgens mij geeft zoiets zeker kans op olievervuiling op microscopische schaal, maar volgens boerenverstand zou het oppervlak nog steeds "schoon" zijn. In werkelijkheid dicteren de klant en de toepassingen het acceptabele niveau van vervuiling. Spuiten van aluminium of zink op een stalen pijp stelt duidelijk andere eisen dan het thermisch spuiten van medische implantaten of turbine onderdelen. De kern van de zaak is dus: wat vraagt de applicatie, wat wil de klant en wat willen ze ervoor betalen!

Cliff Roberts – TSS van ASM International

### **Poreusheid**

"Best" is een nogal subjectieve uitdrukking. Aan de ene kant is er de lijn intercept methode, waar een fijn raster met schaalverdeling willekeurig op een oppervlak wordt geplaatst om het veld te kwantificeren. De lengte van de porie intercepten worden vergeleken met de lengte van de referentielijn en een percentage wordt geschat. Als dit een aantal keren wordt herhaald krijg je een accuraat getal voor de poreusheid. Dit moet bij een vergroting die laag genoeg is om een groot oppervlak te kunnen beoordelen, maar toch hoog genoeg om de poriën in kwestie op te lossen.

Als de vergroting te hoog is, zal het actuele poreusheidsniveau vervormen. Digitale apparaten die de poreusheid meten zijn er vele, maar ik heb vaak zelf hun nauwkeurigheid moeten bijstellen aan de hand van de lijn intercept methode.

Het effect van de poreusheid op de coating integriteit hangt van wat je zoekt. In sommige gevallen, zoals loopvlakken, is poreusheid een goede zaak, want de poriën houden het smeermiddel vast. In abrasie resistente coatings, is poreusheid een slechte zaak, want de poriën houden abrasieve deeltjes vast, die vervolgens de coating fysiek degraderen. In andere situaties, kan de poreusheid tijdens bedrijf vervuiling invangen die de coatings kan vernielen. In sommige coatings kan poreusheid spanningconcentraties veroorzaken die breuken inleiden.

Poreusheid neemt toe met de poeder voedingsnelheid omdat de beschikbare thermische energie van het coating proces moet worden verdeeld over een grotere materiaal massa. Sommige poeders zullen niet genoeg worden opgewarmd om voldoende te deformeren als de deeltjes het oppervlak raken. Poriën worden gevormd omdat de vastere deeltjes in de coating het gebied ernaast effectief maskeren waar het volgende deeltje wil inslaan. Neem de poeder voedingsnelheid progressief terug tot het lab aangeeft dat de poreusheid stabiliseert en je moet een optimale depositie efficiency hebben. Als je de depositiesnelheid moet opvoeren, moet het proces heter worden ingesteld.

Lou Marsh – TSS van ASM International

### ***Design of Experiment (DoE)***

Meestal is het meer economisch om een fractionele “factorial design” toe te passen in plaats van een volledig “factorial”. Het is echter nog beter om te starten met een “screening design”, bijvoorbeeld volgens Plackett-Burman, waarin bijvoorbeeld 11 parameters in 12 runs worden gevarieerd. Met deze snelle procedure ben je in staat de factoren eruit te halen die de coatingeigenschappen statistisch gezien niet significant beïnvloeden. Met de overblijvende paar kan je dan of een fractionele factorial op twee niveaus, zoals voorgesteld, of een “response surface design” doen, zoals een Box-Behnken design met 3 (15 runs) or 4 (27 runs) parameters. Door dit te doen kan je de invloed inschatten van niet-lineaire parametereffecten of interacties. Dit is niet mogelijk met een factorieel ontwerp met twee niveaus dat geheel is gebaseerd op de (gewoonlijk onjuiste) aanname dat de effecten lineair zijn.

Robert B. Heimann, Ph.D. – TSS van ASM International

---

Voor wie is geïnteresseerd in dit onderwerp kan ik naar de volgende website verwijzen:

[http://www.matscieng.sunysb.edu/Berndt/Berndt-NP39/\(gecontr. 10-9-2002\)](http://www.matscieng.sunysb.edu/Berndt/Berndt-NP39/(gecontr. 10-9-2002))

Drie artikelen uit dit onderzoek zijn recentelijk gepubliceerd:

1. A. Kucuk, C. C. Berndt, U. Senturk, R. S. Lima, C. R. C. Lima, Influence of Plasma Spray Parameters on Mechanical Properties of Yttria Stabilized Zirconia Coatings I: Four Point Bend Test. *Materials Science and Engineering A*, 284 [1], 2000, p. 29-40.
2. A. Kucuk, C. C. Berndt, U. Senturk, R. S. Lima, Influence of Plasma Spray Parameters on Mechanical Properties of Yttria Stabilized Zirconia Coatings II: Acoustic Emission Response. *Materials Science and Engineering A*, 284 [1], 2000, p. 41-50.
3. A. Kucuk, C. C. Berndt, U. Senturk, R. S. Lima, Characterization of Mechanical Properties of TBCs via a Taguchi Experimental Design. *Surface Engineering via Applied Research*, Ed. C. C. Berndt, ASM International, Materials Park, OH, USA, 2000, p. 1211-1217.

We weten dat wanneer je een grote data collectie hebt, je kunt beschikken over betrouwbaarder resultaten uit trends. Maar, voor zover wij weten heeft nog niemand geprobeerd een “full factorial” te vergelijken met “fractional factorial” voor de spuitparameters die wij gebruikten in ons experiment. We besloten daarom zelf uit te zoeken of een fractioneel experiment hetzelfde niveau van vertrouwen (stat. “confidence”) als een volledig factorieel experiment. Het was verrassend te ontdekken dat zowel, fractioneel factorieel als volledig factorieel ontwerpen hetzelfde resultaat met betrekking tot de invloed van spuitparameters op de mechanische eigenschappen van TBCs opleverden (zie artikel nr. 3).

Natuurlijk is de fractionele factorieel sneller en goedkoper, maar het is belangrijk nu te kunnen stellen dat het hetzelfde resultaat produceert als de volledige full factorieel.

Roger Lima – TSS van ASM International