



Sebastian Baloš^{1,a}, Miroslav Dramićanin¹, Petar Janjatović¹, Dragan Rajnović¹, Nenad Kulundžić¹, Ivan Zabunov², Lepasava Šidanić¹

AKTIVNI TOPITELJ BAZIRAN NA NANO I MIKRONSKIM ČESTICAMA TiO₂ ZA A-TIG ZAVARIVANJE

ACTIVATED FLUX BASED ON TiO₂ NANO AND MICRO PARTICLES FOR A-TIG WELDING

Originalni naučni rad / Original scientific paper

Rad primljen / Paper received:

Av gust 2022.

Rad prihvaćen / Paper accepted:

Jul 2023.

Adresa autora / Author's address:

¹ Fakultet tehničkih nauka, Departman za proizvodno mašinstvo,
Novi Sad, Srbija

² Proficut, Bački Petrovac, Srbija

email: ^a sebab@uns.ac.rs

Rad je u izvornom obliku objavljen u Zborniku radova sa 32. Savetovanja sa međunarodnim učešćem „Zavarivanje 2022“ održanog na Tari, Srbija od 12. do 15. oktobra 2022. godine

Ključne reči: aktivni topitelj, TIG zavarivanje, nerđajući čelik, dubina uvara,

Keywords: activated flux, TIG welding, stainless steel, penetration depth

Rezime

U ovom radu, prikazana je tehnologija zavarivanja A-TIG, varijanta TIG postupka sa primenjenim aktivacionim topiteljem. Prikazano je eksperimentalno ispitivanje inovativnog topitelja baziranog na mešavini nano i mikronskih oksidnih čestica. Izvršeno je ispitivanje zeta potencijala topitelja, makro ispitivanje, ispitivanje mikrostrukture i mikrotvrdoće. Takođe, na osnovu dobijenih rezultata, prikazan je model kretanja tečnog metala u metalu šava. Na osnovu toga je identifikovan mehanizam povećanja dubine uvara, a to je promena smera kretanja od ivice prema sredini metala šava i u dubinu, čime se povećava dubina uvara. Pokazano je da najveću efikasnost ima mešavina nano i mikronskih čestica, zbog efekta mlevenja aglomerisanih nano čestica.

1. Uvod

TIG zavarivanje (Tungsten Inert Gas) je jedan od najčešće korišćenih postupaka zavarivanja električnim lukom, posebno za zavarivanje obojenih metala i nerđajućih čelika, zahvaljujući postizanju izuzetno visokog kvaliteta zavarenih spojeva. Osnovni nedostatak u odnosu na MIG (Metal Inert Gas) postupak, je produktivnost, pre svega zahvaljujući relativno maloj brzini izvođenja postupka s jedne strane i maloj dubini uvara. Mali uvar je posledica kretanja tečnog metala, koji se kreće od sredine tečnog metala prema periferiji, odnosno liniji stapanja. Nakon toga, tečni metal teče duž linije stapanja prema dole, što rezultuje

Abstract

In this paper, the A-TIG welding technology, a variation of the TIG welding process with an activated flux, was presented. An experimental investigation of an innovative flux based on a mixture of nano and micron oxide particles in solvent was shown. The zeta potential of the flux, the macro test, the microstructure and microhardness test were performed. Also, based on the obtained results, a model of the liquid metal flow in the weld metal is shown, where the increase in depth occurs due to a change in the direction of liquid metal flow from the edge to the middle of the weld metal. It has been shown that the mixture of nano and micron particles has the highest efficiency, due to the grinding effect of agglomerated nano particles.

relativno širokom, ali ujedno i plitkom metalu šava. To je korisno u slučaju da se zavaruje tanak lim, ali za zavarivanje većih debljina, potrebna je primera radi V- priprema žleba i zvarivanje u više prolaza [1]. To u velikoj meri povećava cenu postupka, jer se osim troškova složenije pripreme, svaki prolaz iziskuje utrošak električne energije, netopljive elektrode i što je još važnije, relativno skupi inertni zaštitni gas i dodatni materijal kako bi se popunio prostor između limova. To ujedno znači, da se povećavaju mogućnosti nastanka grešaka, te je TIG zavarivanje pre svega rezervisano za



zavarivanje tanjih poprečnih preseka osnovnog materijala.

Za rešavanje ovog problema i proširenje efikasne upotrebe TIG zavarivanja na deblje poprečne preseke uz snižavanje troškova, 1960-tih godina prošlog veka, na Paton institutu u Kijevu, u bivšem SSSR, u današnjoj Ukrajini, pojavio se postupak zavarivanja A-TIG, koji podrazumeva upotrebu aktivacionog topitelja [2]. Topitelj ovog tipa se nanosi na osnovni materijal, na mesto zavarivanja neposredno pre izvođenja postupka TIG. Raspadom SSSR-a, princip A-TIG je obelodanjen ostatku sveta i time doživeo renesansu, jer je rad nastavljen uz nova naučna saznanja.

Aktivacioni topitelji se sastoje od metalnih oksida (SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , itd.) u etanolu, metanolu ili acetonu kao rastvaraču. Na taj način se dobija topitelj, u vidu tečnosti koji se nanosi četkicom ili u vidu spreja [3-5]. Tokom zavarivanja, električni luk rastapa i redukuje metal iz čestica oksida, dolazi do topljenja osnovnog materijala i izmene toka tečnog metala usled manipulacije površinskim naponom. Umesto uobičajenog toka od sredine prema liniji stapanja (TIG), kod A-TIG se sumnja da se uspostavlja izmenjen tok od ivica prema sredini i dole u dubinu. Rezultat je znatno uži ali višestruko dublji šav, čime se zavareno spoj umesto u nekoliko prolaza, može izvesti u samo jednom, uz višestruko smanjene troškove pripreme, utrošak zaštitnog gasa i bez dodatnog materijala [6-8].

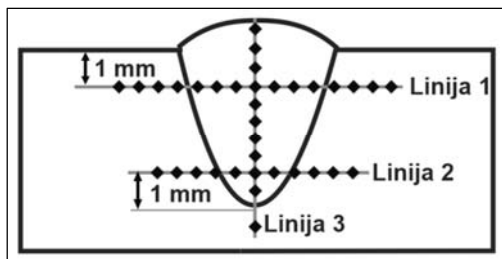
U ovom radu su prikazani rezultati zavarivanja, odnosno pretapanja bez i sa različitim topiteljima baziranim na nano i mikronskim česticama. Izvršena su makro ispitivanja, ispitivanje mikrostrukture i mikrotvrdoće, a na osnovu dobijenih rezultata, definisan je model kretanja tečnog metala u metalu šava i mehanizam povećanja dubine uvara.

2. Eksperiment

Osnovni materijal je bio austenitni nerđajući čelik AISI 304 (X5CrNi18-10), čiji je hemijski sastav: $<0.03\%$ C, 0.5% Si, 1.3% Mn, $<0.008\%$ Si, 18.03% Cr, 0.003% P, 0.01% Al, 0.41% Cu, 9.51% Ni, 0.012% Sn, 0.07% V, ostatak Fe. Širina osnovnog materijala bila je 50 mm, debljina 10 mm, a dužina 400 mm. Zavarivanje, tačnije pretapanje u cilju ispitivanja efekta aktivacionog topitelja je izvršeno u jednoj liniji, po sredini uzorka, sa prethodno nanesenim topiteljima različitog sastava. Ispitano je sedam pločica pojedinačne dužine 50 mm, jedna bez, a ostale sa topiteljima. Topitelji su dobijeni na bazi nanočestica TiO_2 nominalnog prečnika 20 nm i mikronskih čestica nominalnog prečnika 300 nm. Topitelji su dobijeni u sledećim odnosima: čiste mikronske čestice (uzorak 5M), odnos 4:1 (u korist mikronskih čestica, uzorak 4M1N), odnos 3:2 (uzorak 3M2N), odnos 2:3 (uzorak 2M3N), odnos 1:4 (uzorak 1M4N) i 0:5 (uzorak 5N). Čestice su bile izmerene analitičkom vagonom. Rastvarač je bio aceton, a mešanje je izvršeno magnetnim mešačem u trajanju 10 min. Stvarne veličine čestica u acetonu su izmerene metodom zeta potencijala, što je inovativna metoda karakterizacije u slučaju ispitivanja topitelja.

Zavarivanje je izvršeno jednosmernom strujom 200 A, elektrodom od volframa sa 2 % torijum-oksida (crvena elektroda), čiji je vrh naoštren pod uglom 90° . Gorionik je bio prečnika 12,7 mm. Rastojanje do osnovnog materijala je bilo 2 mm, a brzina kretanja podešena na traktoru za zavarivanje je bila 100 mm/min. Zaštitni gas je bio argon, sa protokom 12 l/min.

Nakon zavarivanja, izvršena je karakterizacija pretopljenih uzoraka. Metalografsko ispitivanje je izvršeno standardnom tehnikom pripreme: isecanjem poprečno u odnosu na šav, montiranjem u polimerni nosač, brušenjem SiC brusnim papirima različite granulacije (od P80 do P2000) i poliranjem dijamantskim suspenzijama granulacije 6, 3, 1 i $\frac{1}{4}$ μm . Nagrizanje je izvršeno carskom vodom. Ispitani su makro preseki, kao i mikrostrukture u različitim zonama. Mikrotvrdoća po Vickersu je izmerena sa opterećenjem 100g, prema šemi datoj na slici 1, uz rastojanje između otisaka od 0,5 mm.



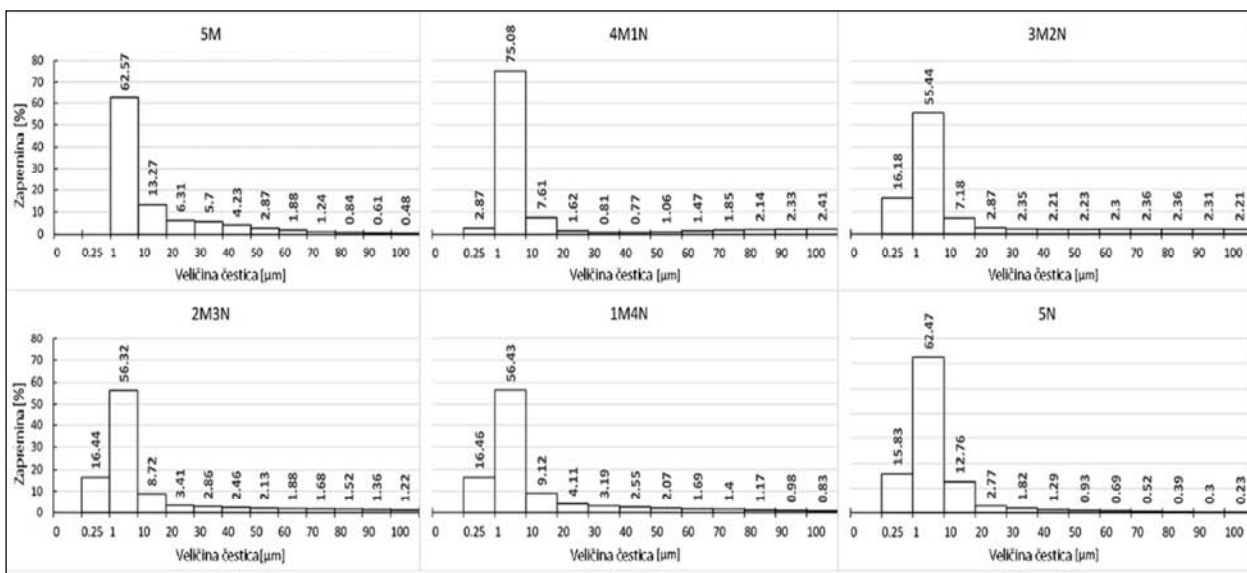
Slika 1. Šema merenja mikrotvrdoće

Figure 1. Microhardness measurement scheme

3. Rezultati i diskusija

Rezultati ispitivanja zeta potencijala prikazani su na slici 2. Vidi se da je zapreminska distribucija čestica najpovoljnija kod uzoraka 3M2N, 2M3N i 1M4N, s obzirom da je udeo čestica najmanjih dimenzija ispod 1 μm i od 1 do 10 μm najveći. Naime, manje čestice su osetljivije na izlaganje visokoj temperaturi i brže se redukuju, oslobađajući kiseonik koji direktno utiče na promenu površinskog napona u metalu šava s jedne strane, a s druge strane, metal koji participira u metalnim oksidima, aktivnoj supstanci topitelja, utiče na sužavanje električnog luka u procesu zavarivanja [9]. Interesantno je da uzorak 5N koji sadrži isključivo nano čestice, nije u prednosti u odnosu na uzorke koji sadrže i nano i mikronske čestice, a pogodno

objašnjenje može da se pronađe u činjenici da nano čestice aglomerišu, odnosno spajaju se tokom mešanja. Kako je njihova koncentracija veća u uzorku 5N nego kod uzoraka 3M2N i 2M3N, srednja rastojanja između čestica su manja, te je jasna i povećana tendencija za njihovim spajanjem. Osim toga, drugo objašnjenje se može pronaći u teoriji da se tokom mešanja, aglomerisane nano čestice sudaraju sa mikronskim česticama. Kako su veze između nano čestica u aglomeratima Van der Waalsove, inače relativno slabe veze, daleko slabije u odnosu na veze unutar mikronske čestice (kovalentne), tokom mešanja, odnosno sudara, dolazi do rafinacije aglomerisanih čestica i poboljšanja njihove reaktivnosti [10].

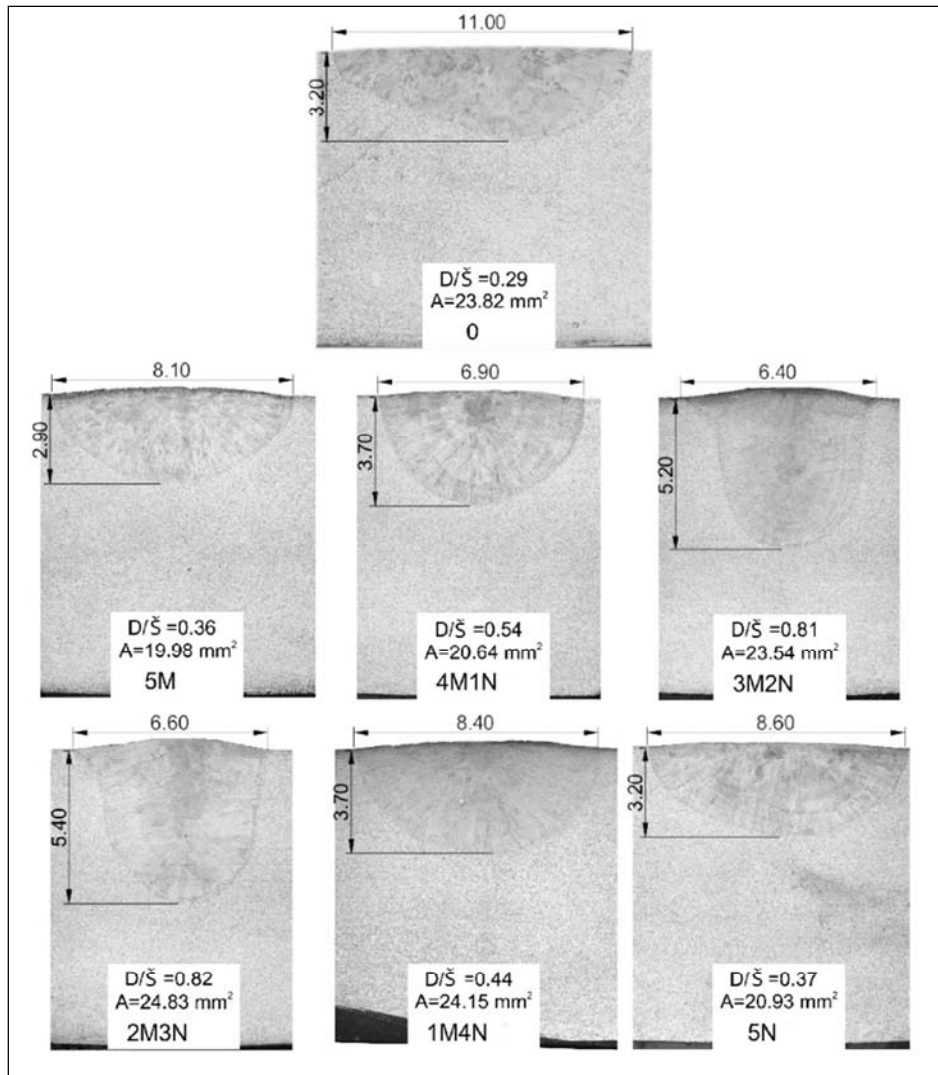


Slika 2. Rezultati ispitivanja zeta potencijala za uzorke različitih topitelja

Figure 2. Zeta potential test results for samples of different fluxes

Makro prikazi zavara dati su na slici 3. Pored toga, na slici 3 su date dubine uvara, odnosi dubine i širine metala šava (D/\bar{S}) i površine pretopljenog materijala, kao indikatori efikasnosti pojedinih topitelja. Na osnovu datih rezultata, može da se konstatuje da najveću dubinu uvara, odnos D/\bar{S} i površinu metala šava imaju smeše 3M2N i 2M3N,

kod kojih je sadržaj mikronskih i nano oksidnih čestica blizak. Pored toga, oblik metala šava se u potpunosti menja, iz polukružnog, odnosno poluelipsastog oblika u oblik koji možda najbolje može da se opiše kao oblik vaze. Ovi rezultati su u skladu sa rezultatima merenja zeta potencijala, tj. sa rezultatima prikazanim na slici 2.



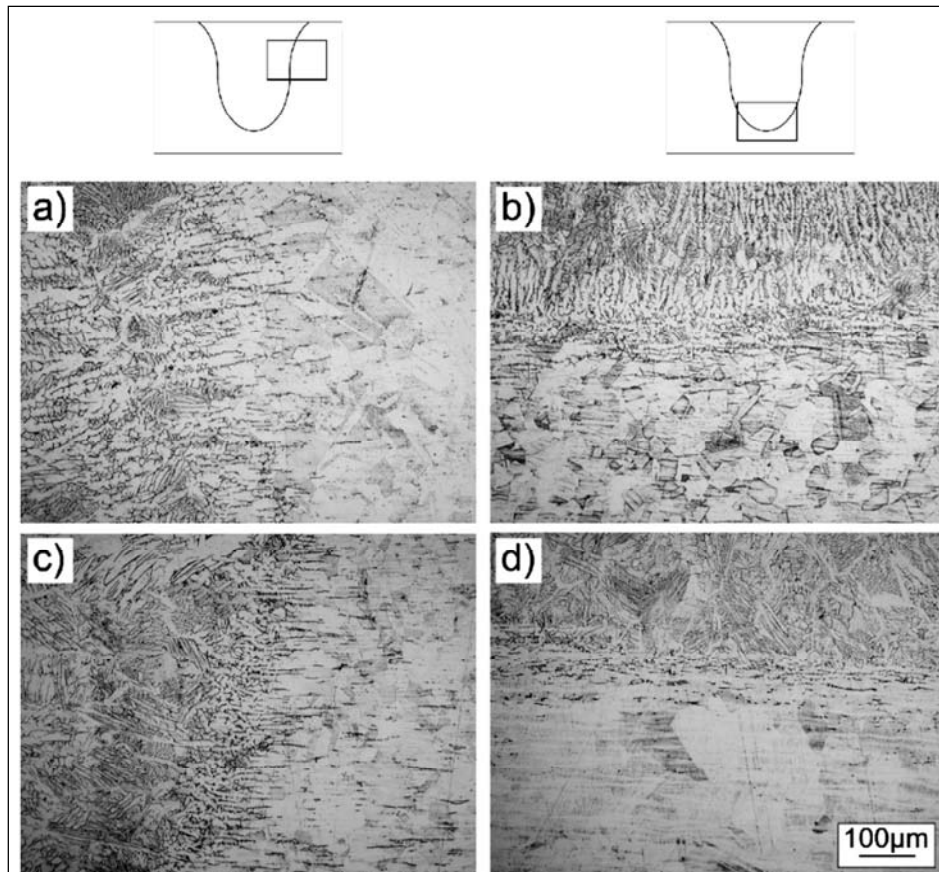
Slika 3. Makro prikazi metala šava sa indikovanim uzorkom, dubinom uvara, odnosom dubine i širine metala šava (D/\bar{S}) i površinom pretopljenog materijala

Figure 3. Macro views of weld metal with indicated sample, weld depth, weld metal depth-to-width ratio (L/W) and melted area

Mikrostrukture u pojedinim zonama, u blizini linije topljenja, prikazane su na slici 4. Na slici 4 se vidi da je kod uzorka 0 dobijenog bez topitelja mikrostruktura u blizini linije topljenja krupnozrna, za razliku od uzorka dobijenog sa topiteljem. Međutim, ispod metala šava, u blizini linije topljenja, krupnozrna mikrostruktura se javlja kod uzorka dobijenog uz primenu topitelja, ali ne i kod uzorka dobijenog bez topitelja. To je potvrđeno i kod uzoraka kod kojih je merena mikrotvrdoća, slike 5 i 6, označeno strelicama. Naime, kod oba uzorka, mikrotvrdoća u zonama krupnog zrna je niža u odnosu na druge zone gde su prisutna zrna nepromenjene veličine.

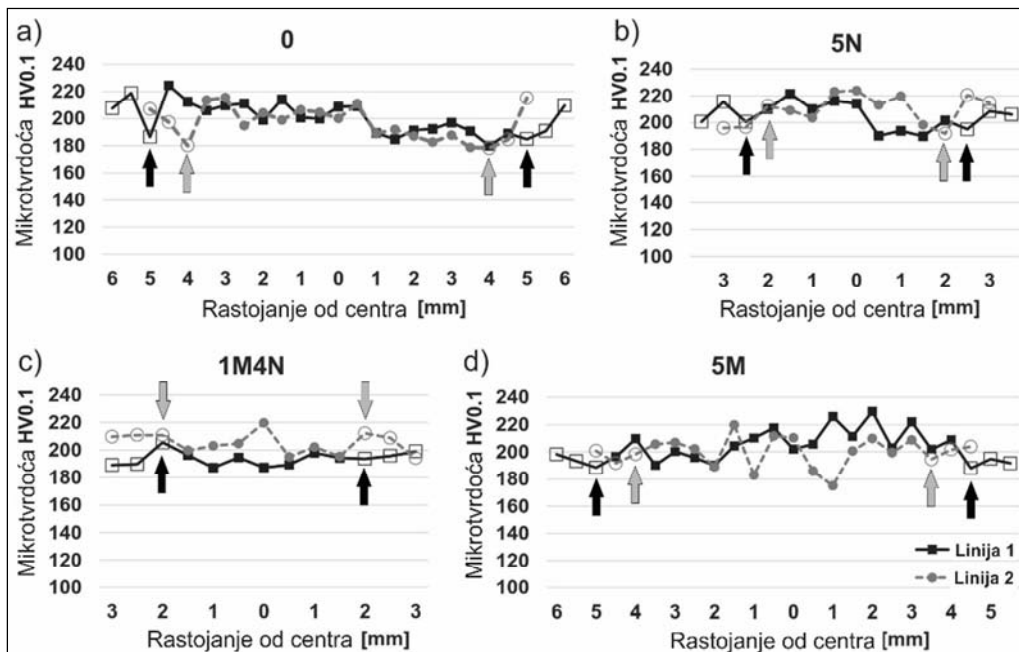
Na osnovu dobijenih rezultata, može se predstaviti model kretanja tečnog metala, slika 7. Kod uzorka koji je zavaren bez topitelja,

konvencionalnim postupkom TIG, krupno zрно, odnosno niža tvrdoća ispod površine i pored linije stapanja rezultat je činjenice da je u toj zoni izvršena rekristalizacija od strane toka tečnog metala na visokoj temperaturi. Kako struja tečnog metala skreće prema dole, prema dubini metala šava, temperatura opada i efekat na osnovni materijal se smanjuje. S druge strane, krupno zрно i smanjena tvrdoća u zoni koja je blizu dna metala šava kod uzorka dobijenog sa topiteljem, rezultat je rekristalizacije toka tečnog metala na visokoj temperaturi, koji teče od linije topljenja na površini prema centru metala šava i prema dubini, čime se značajno povećava dubina uvara. Kada tečni metal dostigne najnižu tačku, kreće se prema gore, ali kako je već predata najveća količina toplote, nema rekristalizacije u zoni koja je bliža površini.



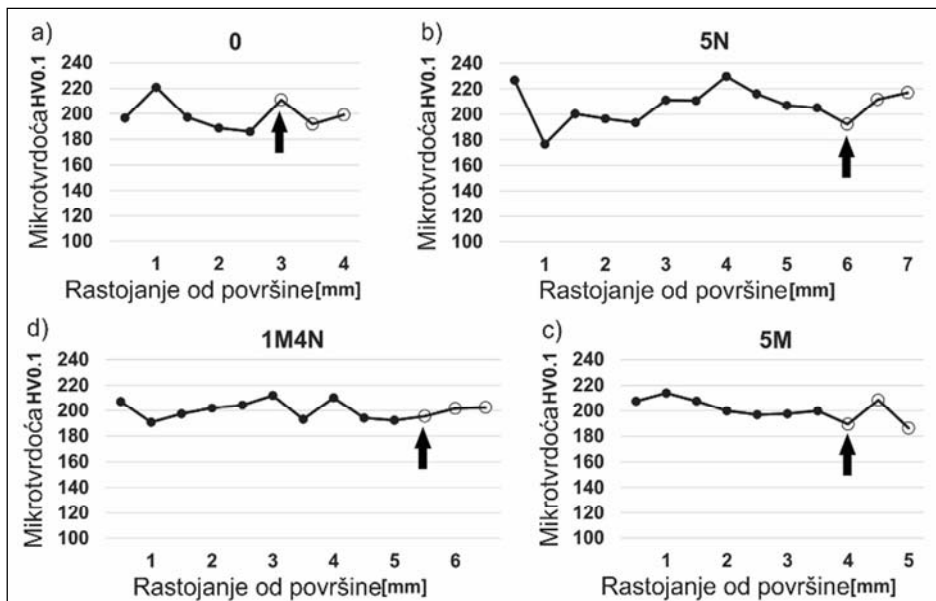
Slika 4. Mikrostrukture pored linije stapanja: a) ispod površine uzorka 0, b) u dnu metala šava, c) ispod površine uzorka 3M2N, d) u dnu uzorka 3M2N

Figure 4. Microstructures near the fusion line: a) under the surface of the sample 0, b) at the bottom of the weld metal, c) under the surface of sample 3M2N, d) at the bottom of sample 3M2N



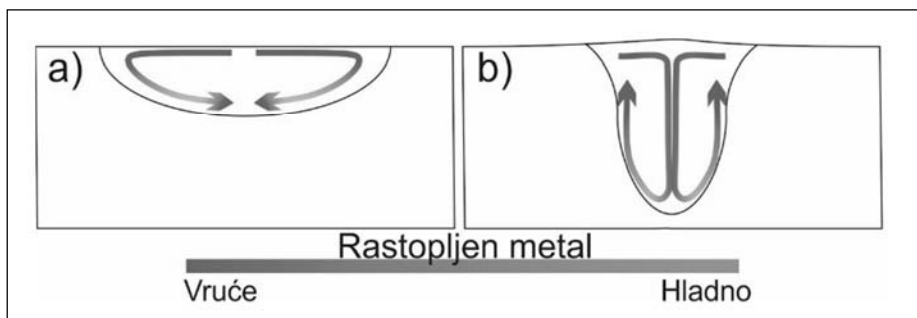
Slika 5. Mikrotvrdoća po horizontali, linije 1 i 2

Figure 5. Horizontal microhardness, lines 1 and 2



Slika 6. Mikrotvrdoća po dubini, linija 3

Figure 6. Microhardness by depth, line 3



Slika 7. Tok tečnog metala: a) TIG, b) A-TIG zavarivanje

Figure 7. Liquid metal flow: a) TIG, b) A-TIG welding

Rekristalizacija u zoni koja je ispod šava kod uzorka zavarenog sa topiteljem, u slučaju zavarivanja sa punim provarom bi prenelo najveći deo toplote na podložnu pločicu, bez efekta ili sa minimalnim efektom na osnovni materijal. S druge

4. Zaključak

Zavarivanje TIG sa aktivacionim topiteljem (A-TIG) predstavlja značajan napredak u odnosu na TIG zavarivanje, pre svega u pogledu zavarivanja većih poprečnih preseka. Kao takav, postupak A-TIG po produktivnosti može da konkuriše MIG postupku, uz kvalitet spoja koji je sličan TIG zavarivanju. Postižu se značajne uštede u odnosu na TIG, pre svega vezane za jeftiniju i bržu pripremu, bez potrebe za V pripremom osnovnog materijala. Takođe, zavarivanje osnovnog materijala veće debljine TIG postupkom je potrebno zavarivanje u više prolaza, uz značajan utrošak zaštitnog gasa i dodatnog materijala, dok je kod A-TIG dovoljan jedan prolaz i nije uopšte potreban

strane, kod uzorka dobijenog bez topitelja, konvencionalnim TIG postupkom, krupno zrno je neposredno ispod površine, uz liniju stapanja, što je znatno nepovoljnije, jer potencijalno smanjuje mehaničke osobine zavarenog spoja.

4. Conclusion

TIG welding with an activation flux (A-TIG) represents a significant improvement over TIG welding, primarily in terms of welding larger cross-sections. As such, the A-TIG process can compete with the MIG process in terms of productivity, with joint quality similar to TIG welding. Significant savings are achieved compared to TIG, primarily related to cheaper and faster preparation, without the need for V preparation of the base material. Also, welding the base material with a larger thickness using the TIG process requires welding in several passes, with a significant consumption of shielding gas and additional material, while with A-TIG one pass is sufficient and no additional material is needed at all. All this makes the A-TIG



dodatni materijal. Sve ovo A-TIG postupak čini znatno produktivnijim postupkom u odnosu na TIG.

Dalja istraživanja u ovoj oblasti bi trebalo da daju definitivan odgovor na pitanje kakve su mehaničke osobine zavarenih spojeva dobijenih A-TIG postupkom i da li ti rezultati čine zavarene spojeve dobijene ovim postupkom usklađene sa važećim standardima i zahtevima za kvalifikacijom tehnologije zavarivanja.

Zahvalnost

Ovaj rad rezultat rada autora u okviru projekta pod naslovom „Inovativni materijali i tehnologije spajanja“ Laboratorija za ispitivanje materijala i Laboratorije za zavarivanje, Departmana za proizvodno mašinstvo, Fakulteta tehničkih nauka.

Literatura / References

- [1] Tseng K.-H., Hsu C.-Y. (2011), Performance of activated TIG process in austenitic stainless steel welds, *Journal of Materials Processing Technology*, 211, 503–512
- [2] Gurevich, S. M., Zamkov, V. N., Kushnirenko, N. A., (1965) Improving the penetration of titanium alloys when they are welded by argon tungsten arc process, *Automat Weld*, 18, 1–5.
- [3] Howse, D. S., Lucas, W. (2000), Investigation into arc constriction by active fluxes for tungsten inert gas welding, *Science and Technology of Welding and Joining*, 5, 189–193.
- [4] Balos, S., Dramicanin, M., Janjatovic, P., Zabunov, I., Klobcar, D., Busic, M., Grilli, M. L. (2019), Metal oxide nanoparticle-based coating as a catalyzer for A-TIG welding: Critical raw material perspective, *Metals*, 9, 5, 567.
- [5] Vora, J. J., Badheka, V. J. (2015), Experimental investigation on mechanism and weld morphology of activated TIG welded bead-on-plate weldments of reduced activation ferritic/martensitic steel using oxide fluxes, *Journal of Manufacturing Processes*, P1, 20, 224–233.
- [6] Vidyarthi, R.S.; Dwivedi, D.K. (2016), Activating flux tungsten inert gas welding for enhanced weld penetration. *Journal of Manufacturing Processes*, 22, 211–228.
- [7] Dramicanin, M.; Balos, S.; Janjatovic, P.; Zabunov, I.; Grabulov, V. (2019), Activated Flux TIG Welding of Stainless Steel Pipes. *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, 25, 353-360.
- [8] Chandrasekhar N., Vasudevan M. (2010), Intelligent modeling for optimization of A-TIG welding process, *Materials and Manufacturing Processes*, 25, 1341–1550.
- [9] Tseng K.-H., Lin P.-Y. (2014), UNS S31603 Stainless Steel Tungsten Inert Gas Welds Made with Microparticle and Nanoparticle Oxides, *Materials*, 7, 4755-4772.
- [10] Wei, D., Dave, R. & Pfeffer, R. (2002), Mixing and Characterization of Nanosized Powders: An Assessment of Different Techniques. *Journal of Nanoparticle Research*, 4, 21–41.

process a significantly more productive process compared to TIG.

Further research in this area should give a definitive answer to the question of what are the mechanical properties of the welded joints obtained by the A-TIG process and whether these results make the welded joints obtained by this process aligned with the current standards and requirements for the qualification of welding technology.

Acknowledgment

This paper is the result of the author's work within the project entitled "Innovative materials and joining technologies" of the Materials testing laboratory and Welding laboratory, Department of production engineering, Faculty of technical sciences.