

Alicja KRELLA

Instytut Maszyn Przepływowych im. R. Szewalskiego PAN, Gdańsk

Andrzej CZYŻNIEWSKI

Politechnika Koszalińska

NISZCZENIE KAWITACYJNE NANOKRYSTALICZNEJ POWŁOKI TiN WYTWORZONEJ NA STALI AUSTENITYCZNEJ 1H18N9T

Słowa kluczowe

Kawitacja, erozja kawitacyjna, powłoki nanokrystaliczne, TiN, pękanie.

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań kawitacyjnych powłoki TiN wytworzonej na stali austenitycznej 1H18N9T metodą katodowego odparowania łukowego (ARC). Ocenę odporności kawitacyjnej powłoki TiN przeprowadzono w oparciu o badania na stanowisku przepływowym ze szczelinowym wzbudnikiem kawitacji. Stwierdzono, że okres inkubacji uszkodzeń powłoki TiN jest o ok. 100% dłuższy niż w przypadku nie pokrytej stali 1H18N9T. Analiza z wykorzystaniem mikroskopii skaningowej wskazuje, że proces niszczenia powłoki TiN następuje głównie w wyniku jej delaminacji.

Wprowadzenie

Zjawisko kawitacji powstaje w warunkach gwałtownych zmian ciśnienia powodując powstawanie, a następnie implozję pęcherzyków kawitacyjnych. Erozja kawitacyjna powstaje głównie w wyniku mechanicznego oddziaływania impulsów kawitacyjnych na powierzchnię materiału, chociaż zaznacza się również w niektórych pracach wpływ efektu cieplnego towarzyszący implozji pę-

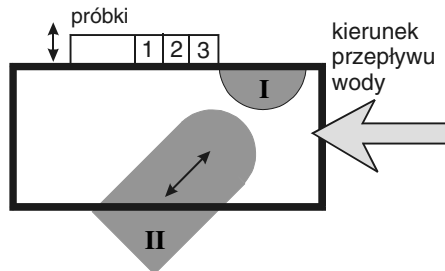
cherzyków kawitacyjnych na proces niszczenia materiału [1, 2]. Odporność kawitacyjna materiałów konstrukcyjnych wzrasta wraz ze zmniejszeniem się wielkości ziarna oraz wzrostem właściwości mechanicznych, głównie wytrzymałości zmęczeniowej jak również twardości, choć nie jest to korelacja ścisła. Wydaje się, że materiały nanostrukturalne (nanomateriały), charakteryzujące się wysoką twardością oraz korzystnymi własnościami plastycznymi, mogą wykazywać wysoką odporność na niszczenie kawitacyjne. Do nanomateriałów zalicza się zarówno materiały lite, jak i materiały w postaci powłok o nanometrycznej wielkości krystalitów, osadzone na materiałach konstrukcyjnych tradycyjnych. Z technologicznego punktu widzenia, te ostatnie wykazują specyficzne właściwości, ponieważ łączą właściwości rdzenia wykonanego z tradycyjnych materiałów i właściwości nanomateriałów i z reguły są dużo tańsze w wykonaniu, w stosunku do litych materiałów nanokrystalicznych.

Twarde nanokrystaliczne powłoki typu TiN, CrN, TiAlN o grubości zazwyczaj do 10 μm , otrzymywane metodami PVD, są obecnie szeroko stosowane głównie do pokrywania narzędzi skrawających i formujących.

Celem pracy było zbadanie i opis procesu niszczenia kawitacyjnego powłoki TiN wytworzonej na stali austenitycznej 1H18N9T.

1. Stanowisko badawcze

Badania erozji kawitacyjnej przeprowadzono na stanowisku ze szczelinowym wzbudnikiem kawitacji znajdującym się w laboratorium IMP PAN (rys. 1) [4].



Rys. 1. Schemat budowy komory ze szczelinowym wzbudnikiem kawitacji; I – górny wzbudnik kawitacji (przeszkoda stała), II – dolny wzbudnik kawitacji (przeciwpreszkoda ruchoma)

Na stanowisku pomierzono impulsy kawitacyjne w pięciu odległościach od stałej przeszkody. Wyniki pomiarów posłużyły do wyznaczenia intensywności kawitacji J korzystając z wzoru:

$$J = \frac{\kappa}{T} \cdot \frac{1}{2\rho c} \sum_{k=1}^M n_k p_k^2$$

gdzie: κ – współczynnik proporcjonalności, $\kappa=1 \cdot 10^{-6}$ s

T – całkowity czas pomiaru,

ρ – gęstość,

- c – prędkość dźwięku w ośrodku,
 M – ilość przedziałów ciśnienia,
 n_k – ilość impulsów w jednym przedziale,
 p_k – wartość amplitud ciśnienia w k -tym przedziale.

W niniejszej pracy testy erozyjne przeprowadzono przy ciśnieniu przed komorą kawitacyjną wynoszącym 1200 kPa, za komorą 120 kPa i szerokości szczeliny 5 mm. Obciążenie kawitacyjne występujące przy tych parametrach przepływu w różnych odległościach od wzbudnika kawitacji podano w tab. 1.

Tabela 1. Warunki badań kawitacyjnych

	Odległość od szczeliny kawitacyjnej				
	8 mm	24 mm	40 mm	56 mm	72 mm
Intensywność kawitacji J, Wm^{-2}	25,85	9,56	0,024	0,083	1,3

Badania kawitacyjne wykonano na próbkach (1, 2, 3 – rys. 1), wykonanych ze stali austenitycznej 1H18N9T i przesyconych w wodzie z temperatury 1050°C. Próbki po przesycaeniu szlifowano i polerowano do uzyskania chropowatości $R_a < 0,05 \mu\text{m}$, a następnie pokryto powłoką TiN.

2. Wytwarzanie, struktura i właściwości mechaniczne powłoki TiN

Powłoki TiN wytworzono metodą katodowego odparowania łukowego (ARC) w urządzeniu opisanym w pracy [3], znajdującym się w Katedrze Inżynierii Materiałowej Politechniki Koszalińskiej. Metoda ARC ma wiele zalet, takich jak wysoki stopień jonizacji plazmy i wysoka gęstość strumienia jonów bombardujących narastającą powłokę. Jedną z wad tej metody jest natomiast, „zanieczyszczenie” powłoki mikrokroplami odparowywanego metalu, co może wpływać niekorzystnie na jej właściwości.

Wyniki badań składu chemicznego i fazowego (tab. 2) pokazują, że powłoka TiN ma nanokrystaliczną strukturę, składającą się ze stechiometrycznych nanokrystalitów regularnej fazy δ -TiN o zdecydowanej orientacji krystalograficznej (111).

Tabela 2. Właściwości powłoki TiN

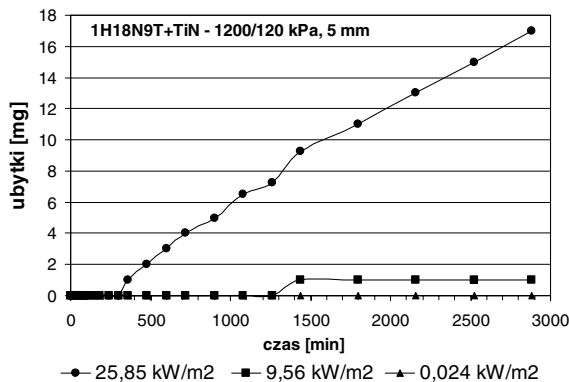
Skład chemiczny [% at]	Ti – 48,9 N – 49 O – 2,1
Skład fazowy, struktura	δ -TiN, regularna (B1)
Orientacja krystalograficzna	(111) bardzo silna
Średnia wielkość krystalitów [nm]	10–14
Twardość [GPa]	26,7
Moduł Younga [GPa]	308
Grubość powłoki [μm]	1,8
Adhezja powłoki (metoda rysy) [N]	
L_{C1} – uszkodzenia kohezyjne (pęknięcia)	10
L_{C2} – uszkodzenia adhezyjna (zdarcie)	20

Oszacowana z wykorzystaniem metody Scherrera i analizy gaussowskiej średnia wielkość krystalitów w powłoce zawiera się w zakresie 10–14 nm. Jedną z przyczyn tak dużego rozdrobnienia mikrostruktury może być niska temperatura podłoża (poniżej 180°C) w czasie wzrostu powłok. Powłoka ma charakterystyczną dla azotku tytanu wysoką twardość, tj. 26,7 GPa. Biorąc pod uwagę niską twardość stali 1H18N9T (ok. 2 GPa) i w efekcie znaczne jej odkształcenie plastyczne już przy niewielkich naciskach stożka Rockwella, używanego do oceny adhezji w tzw. teście rysy, wyniki badań wskazują na wysoką adhezję powłoki TiN do tego typu podłoża. Pierwsze niewielkie pęknięcia pojawiają się przy obciążeniu normalnym ok. 10 N, odpowiadającym obciążeniu krytycznemu L_{C1} , natomiast zdercie powłoki wewnątrz rysy, co odpowiada obciążeniu krytycznemu L_{C2} , występuje przy obciążeniu 20 N.

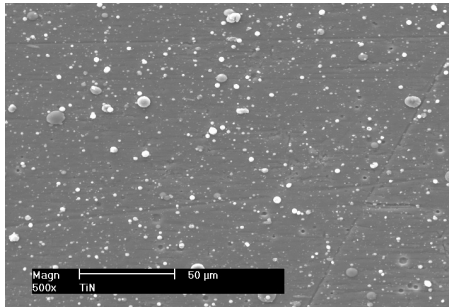
4. Badania kawitacyjne

W celu określenia odporności powłoki TiN na niszczenie kawitacyjne przeprowadzono 48 h testy erozyjne. Przed rozpoczęciem badań oraz po każdej ekspozycji próbki były dokładnie czyszczone, suszone, a następnie ważone na wadze analitycznej, której błędy graniczne dopuszczalne dla obciążenia do 60 g wynoszą $\pm 1,2$ mg. Krzywe erozyjne dla układu stal 1H18N9T – powłoka TiN przedstawiono na rys. 2.

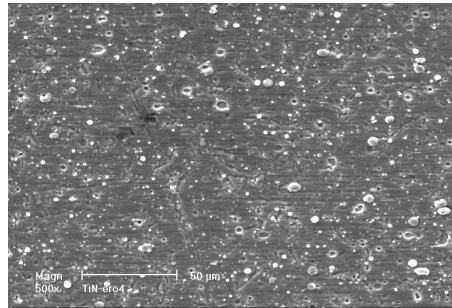
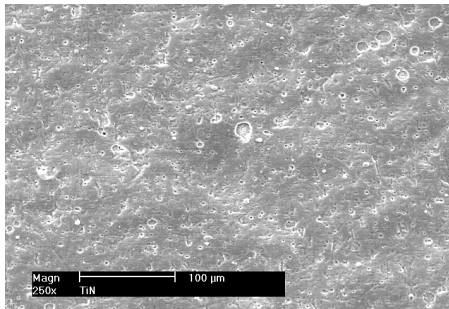
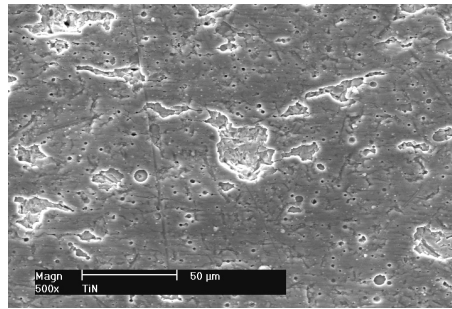
Największe ubytki odnotowano na próbce, dla których intensywność kawitacji wynosiła $J = 25,85$ kW/m². Przy tej intensywności, w przypadku stali 1H18N9T okres inkubacji ma wartość 150 min [5], natomiast dla układu stal 1H18N9T – powłoka TiN jest istotnie wyższy i wynosi 300 min (rys. 2). Szybkość niszczenia próbek, dla których intensywność kawitacji wynosiła $J = 9,56$ kW/m² była znacząco mniejsza. Okresy inkubacji wynosiły odpowiednio 600 i 1260 min dla stali nie pokrytej i pokrytej powłoką TiN, przy czym ubytki masy po całkowitym teście erozyjnym w obu przypadkach były mniejsze niż 1 mg i mieściły się w granicach błędu dopuszczalnego wagi. Przez cały okres prowadzonego testu kawitacyjnego nie odnotowano żadnych ubytków masy na próbkach, dla których intensywność kawitacji miała wartość $J = 0,024$ kW/m².



Rys. 2. Krzywe erozyjne układu stal 1H18N9T – powłoka TiN



a) powierzchnia powłoki przed erozją

b) intensywności kawitacji $J = 0,026 \text{ kW/m}^2$ c) intensywności kawitacji $J = 9,56 \text{ kW/m}^2$ d) intensywności kawitacji $J = 25,85 \text{ kW/m}^2$

Rys. 3. Mikrofotografie powierzchni badanych próbek przed erozją (a) oraz po 48 h ekspozycji przy intensywności kawitacji $J = 0,026 \text{ kW/m}^2$ (b), $J = 9,56 \text{ kW/m}^2$ (c), $J = 25,85 \text{ kW/m}^2$ (d)

Po całkowitym teście przeprowadzono obserwacje mikroskopowe (rys. 3) na skaningowym mikroskopie elektronowym celem analizy uszkodzeń i opisu mechanizmu niszczenia powłoki TiN. Obserwacje mikroskopowe ujawniły, że powłoka TiN dokładnie odzwierciedla topografię powierzchni podłoża, a na powierzchni powłoki widoczne są mikroprople tytanu i wklęsłe ślady po nich, co jest charakterystycznym efektem dla metody łukowej (ARC) wytwarzania powłok (rys. 3a). Przy intensywności kawitacji $J = 0,024 \text{ kW/m}^2$ obserwuje się tylko bardzo niewielkie „mechaniczne wytrawianie” w miejscach nieciągłości, takich jak mikroprople oraz wypłytki na krawędziach rys (rys. 3b).

Powłoka poddana działaniu kawitacji o intensywności $J = 9,56 \text{ kW/m}^2$ została oczyszczona z mikrokropli metalu znajdujących się na powierzchni oraz uległa pofalowaniu i punktowym wykruszeniom (delaminacji) (rys. 3c). Przy intensywności $J = 25,85 \text{ kW/m}^2$ powłoka została na wielu obszarach całkowicie usunięta (rys. 3d). Generalnie można stwierdzić, że proces niszczenia powłoki następuje głównie w wyniku jej wykruszania (delaminacji). Charakter uszkodzeń powłoki i podłoża w wielu miejscach wskazuje, że oderwane w czasie implozji mikrocząstki twardej powłoki, uderzając w nią, mogą potęgować proces jej erozji.

5. Analiza wyników

Przedstawione badania wykazały, że wpływ intensywności kawitacji na proces niszczenia powłoki TiN jest bardzo wyraźny. Zależy to nie tylko od bezwzględnej wartości intensywności, ale również od amplitudy impulsów kawitacyjnych. Obserwacje własne wskazały, że udział pęcherzyków o amplitudzie zbliżonej do granicy sprężystości wpływa znacząco na proces niszczenia, ponieważ wskutek niejednorodności struktury, składu chemicznego oraz stanu naprężeń, w niektórych mikroobszarach materiału, może zachodzić odkształcenie plastyczne, pomimo, że materiał makroskopowo znajduje się w stanie sprężystym.

Na potrzeby niniejszej pracy założono, że delaminacja powłoki zachodzi powyżej pewnej krytycznej wartości amplitudy impulsów kawitacyjnych, a na jej wartość mają wpływ zarówno właściwości podłoża, jak i powłoki. Dla uproszczenia rozważań pęcherzyki podzielono na kilka frakcji i analizowano oddzielnie wpływ poszczególnych frakcji na proces niszczenia układu stalowe podłoże–powłoka. Wstępny podział na frakcje dla danego układu przeprowadzono w oparciu o stan powłoki po całkowitym teście kawitacyjnym. W odległości 40 mm od górnej przeszkody rejestrowane były impulsy kawitacyjne o amplitudach w zakresie 500–2000 kPa. W tej odległości znajdowała się próbka 1 i odpowiadała jej intensywność kawitacji $0,026 \text{ kW/m}^2$. Po całkowitym teście kawitacyjnym nie odnotowano na tej próbce mierzalnych ubytków masy. Powłokę została tylko nieznacznie „oczyszczona”, szczególnie w miejscach nieciągłości (rysy, mikrokrople, luki) (rys. 3c). Świadczy to o nieznacznym wpływie takich impulsów na erozję danego układu. Pęcherzyki o amplitudzie 500–2000 kPa zaliczono do impulsów niskoamplitudowych, których wpływ na proces niszczenia jest nieznaczny.

W przypadku intensywności kawitacji równej $9,56 \text{ kW/m}^2$ rejestrowano impulsy o amplitudach dochodzących do 16 MPa. Zakładając, że impulsy o amplitudach do 2000 kPa nie powodują erozji materiału, za powstałe uszkodzenia powłoki odpowiadają impulsy o amplitudach od 2000 do 16 000 kPa. Po 48 godzinach ekspozycji ubytek masy wyniósł 1 mg, mieścił się w granicach błędu dopuszczalnego wagi. Powłoka została całkowicie oczyszczona z mikrokropli metalu oraz uległa pofalowaniu oraz miejscowo usunięta (wykruszona). Pofalo-

wanie powłoki świadczy o odkształceniu plastycznym zarówno powłoki, jak i podłoża. Uwzględniając fakt, że moduł Younga powłoki jest o 50% większy niż podłoża, a twardość ponad 10 razy większa, można stwierdzić, że znacząca część energii odkształcenia jest pochłaniana przez powłokę. Impulsy kawitacyjne powodujące odkształcenie sprężyste powłoki są w stanie spowodować w mikroobszarach odkształcenia plastyczne przyczyniając się do jej delaminacji, przy czym miejsca wykruszeń są przypadkowe i raczej nie związane wyraźnie z wadami powłoki wynikającymi z procesu jej wytwarzania oraz topografii podłoża. Impulsy powodujące wykruszenie powłoki, nawet bez uprzedniego jej odkształcenia plastycznego, nazwano wysokoamplitudowymi. Wstępnie przyjęto, że są to impulsy o amplitudzie większej lub równej 10 MPa.

W przypadku intensywności kawitacji $J = 25,85 \text{ kW/m}^2$ liczba impulsów wysokoamplitudowych zwiększyła się, a obserwowana powłoka ulegała usuwaniu, nawet bez znacznego odkształcenia plastycznego. Świadczy to, że niszczenie przebiegało przede wszystkim w wyniku delaminacji powłoki.

Wyniki przedstawionych wyżej badań wskazują, że w przypadku układu miękkie podłoże (np. 1H18N9T) – twarda powłoka (np. TiN) miarą wzrostu odporności kawitacyjnej jest wydłużenie okresu inkubacyjnego, co również potwierdzają badania przedstawione w pracy [6], przy czym bardzo istotne znaczenie ma tu zapewnienie wysokiej twardości i adhezji powłoki.

Praca była częściowo finansowana ze środków budżetowych na naukę w ramach projektu badawczego nr 4T07B01528 realizowanego w latach 2005–2007.

Bibliografia

1. Y. Zhang, Z. Wang, Y. Cui: The cavitation behaviour of metastable Cr-Mn-Ni steel. *Wear* 240 (2000) 231–234.
2. Brennen Ch. E.: *Cavitation and bubble dynamics*. Oxford University Press 1995.
3. Czyżniewski A. Precht W.: Wytwarzanie i właściwości warstw Me-C:H na stopach aluminium, *Elektronika* 5, 1998, 15–19.
4. Krella A.: Badanie wpływu zmian parametrów ruchowych w tunelu kawitacyjnym z komorą typu Erdmanna-Jesnitzera na gęstość strumienia energii doprowadzonej do materiału. IMP PAN prace wew. 533/99, Gdańsk 1999.
5. Krella A.: Badania odporności kawitacyjnej stali 1H18N9T po przesycaniu. IMP PAN prace wew. 4257/04, Gdańsk 2004.
6. Mann B. S., Arya V.: An experimental study to correlate water jet impingement erosion resistance and properties of metallic materials and coatings. *Wear* 253 (2002), 650–661.

Recenzent:
Janusz A. GRABIAN

Cavitation erosion of TiN nanocrystalline coating deposited on stainless steel 1H18N9T

Summary

Results of investigation on cavitation erosion resistance of TiN coating deposited on stainless steel 1H18N9T by means of the cathodic arc method are presented. The evaluation of TiN coating resistance to cavitation erosion is based on the investigation performed in a cavitation tunnel with a slot cavitator and tap water as a medium. It has been confirmed that the incubation period of the TiN coating damage is approximately 100% longer than that of the uncoated steel. The scanning microscope analysis indicates that the damage of TiN coating is due mainly to its delamination.