

Wpływ powłok Cr, Ti, Cr/Ti na właściwości tribologiczne stali X38CrMo16

SZYMON DRABIK, MONIKA MADEJ, KATARZYNA PIOTROWSKA, KRYSZYNA RADOŃ-KOBUS *

W artykule przedstawiono badania dotyczące wpływu powłok Cr, Ti, Cr/Ti na właściwości tribologiczne stali X38CrMo16 stosowanej, m.in. do wytwarzania form wtryskowych. Powłoki uzyskano techniką fizycznego osadzania z fazy gazowej PVD. Zwilżalność powierzchni określono za pomocą tensjometru optycznego przy użyciu metody kropli siedzącej. Testy tribologiczne przeprowadzono za pomocą tribometru TRB3 w skojarzeniu trącym kula-tarcza w ruchu posuwisto-zwrotnym w warunkach tarcia technicznie suchego. Przeciwpórkę w badanych węzłach tarcia stanowiła kulka ze stali 100Cr6. Po testach tarciovo-żużyciowych próbki poddano obserwacjom mikroskopowym. Wartości kątów zwilżania wodą demineralizowaną wskazały, że wszystkie badane powierzchnie charakteryzują się dobrą zwilżalnością. Na podstawie uzyskanych wyników badań tribologicznych stwierdzono, że powłoki charakteryzowały się mniejszymi oporami ruchu oraz zużyciem w porównaniu do stali X38CrMo16, przy czym najmniejsze wartości uzyskano dla powłoki Cr.

Wprowadzenie

Branża przetwórstwa tworzyw sztucznych jest silnie rozwijającą się dziedziną przemysłu. Technologię wtrysku wykorzystuje się do wytwarzania przedmiotów o powtarzalnym kształcie i wymiarach, produkowanych na masową skalę. W trakcie procesu, uplastyczniony polimer wtryskiwany jest pod ciśnieniem do formy, która jest głównym elementem wtryskarki. Wraz z postępem techniki, formy stają się coraz częściej osobnymi zautomatyzowanymi systemami. Wymiana zużytego elementu wiąże się z przestojem produkcji i kosztami jej regeneracji lub ponownego wytworzenia. Podczas projektowania oraz wytwarzania form pojawia się wiele problemów związanych z doбором materiałów oraz metod ich obróbki [3, 6, 9]. Zastosowanie stali o dużej twardości przyczynia się do zwiększenia trwałości eksploatacyjnej narzędzi formujących, ale utrudnia lub uniemożliwia uzyskanie ich założonych kształtów, wymiarów i jakości powierzchni [1, 4].

Jednym z rozwiązań wyżej wymienionych problemów jest zastosowanie cienkich twardych powłok, które mogą przyczynić się do zwiększenia twardości warstwy wierzchniej form i rdzeni, zmniejszenia czasu polerowania form poprzez poprawę struktury geometrycznej powierzchni. Ponadto powłoki wpływają na zwiększenie odporności na korozję, erozję oraz ścieranie [2, 4, 7]. Modyfikacja warstwy wierzchniej często przyczynia się również do poprawy efektywności procesu formowania poprzez zmniejszenie sił rozformowywania, czasu chłodzenia, adhezji wyprasek do form oraz zwiększenie prędkości przepływu uplastycznionego tworzywa [5, 12].

Wyżej wymienione czynniki różnią się od siebie w zależności od zastosowanych materiałów, techniki nakładania oraz gru-

bości poszczególnych warstw. Powłoki zazwyczaj składają się z dwóch lub kilku warstw z różnych materiałów [10]. Pożądanym efektem jest duża twardość i jakość powierzchni zewnętrznej, która ma bezpośredni kontakt z wtryskiwanymi polimerami. W procesie produkcyjnym często pojawia się problem z adhezją twardych powłok do stali [5]. Problem ten rozwiązuje się poprzez zastosowanie tzw. międzywarstwy pomiędzy materiałem podłoża, a warstwą wierzchnią. Na parametry tribologiczne i geometryczne ma wpływ wiele czynników takich, jak np. parametry osadzania, możliwość zastosowania różnych materiałów i grubości warstw. Sprawia to, że obszar możliwych rozwiązań jest bardzo duży.

W ramach niniejszej pracy nałożono powłoki Ti, Cr i Cr/Ti techniką fizycznego osadzania z fazy gazowej PVD. Wybrano tytan ze względu na jego twardość i odporność na korozję [8, 11, 13] oraz chrom, który charakteryzuje się dobrą adhezją do metalicznego podłoża [7].

Materiały i metody użyte w badaniach

Do badań wykorzystano wałek ze stali X38CrMo16 o średnicy 40 mm. Materiał ten jest stosowany m.in. do wytwarzania form wtryskowych. Skład chemiczny przedstawiono w Tabeli 1, a właściwości mechaniczne w Tabeli 2.

* Mgr inż. Szymon Drabik, dr hab. inż. Monika Madej, prof. PŚk., mgr inż. Katarzyna Piotrowska, mgr inż. Krystyna Radoń-Kobus – Politechnika Świętokrzyska, Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn, al. 1000-lecia PP 7, 8, 25-314 Kielce.

Tabela 1. Skład chemiczny stali of X38CrMo16, % wag

Element	Udział wagowy [%]							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
X38CrMo16	0,33–0,45	≤ 1,00	≤ 1,50	max 0,03	max 0,03	15,50–17,50	0,80–1,30	≤1,00

Tabela 2. Właściwości mechaniczne stali X38CrMo16

Materiał	R _m [MPa]	R _{p 0.2} [MPa]	A [%]	Z [%]	Twardość [HBW]
X38CrMo16	≤ 695	836 – 908	33	11	443

Tabela 3. Parametry osadzania powłok

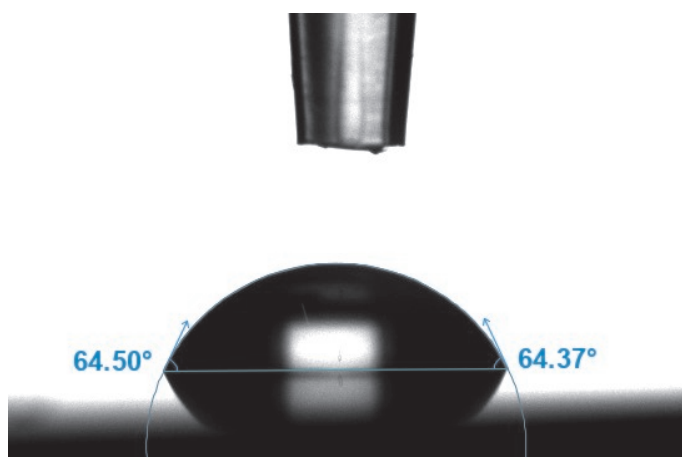
Cr		Ti	
Prędkość przepływu argonu	30 sccn	Prędkość przepływu argonu	30 sccn
Moc	150 W	Moc	200 W
Czas osadzania	0,5 h	Czas osadzania	2 h

Walek pocięto na krążki o wysokości 5 mm. Powierzchnie próbek szlifowano przy użyciu papierów o gradacji P120, P300, P600, P1200 i P2500, a następnie polerowano. Do polerowania zastosowano sukno polerskie z pastą o gradacji ziarna do 6 μm. Następnie, techniką próżniową PVD osadzono powłoki Cr, Ti oraz dwuwarstwową powłokę Cr/Ti. Ww. warstwy uzyskano za pomocą systemu Nanomaster NPE-4000. Parametry procesu nakładania powłok przedstawiono w Tabeli 3.

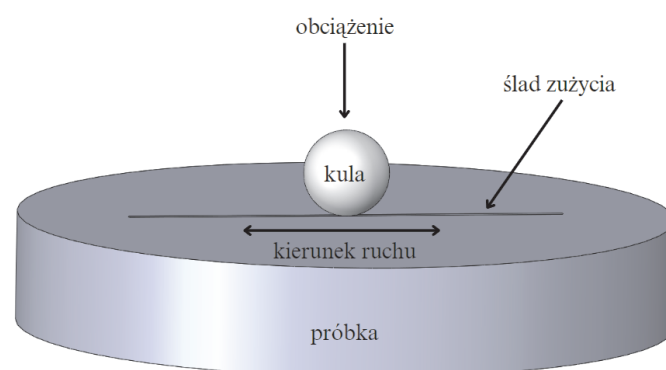
Mikroskop konfokalny z trybem interferometrycznym Leica DCM8 posłużył do określenia wpływu osadzonych powłok na strukturę geometryczną powierzchni stali X38CrMo16. Badania przeprowadzono przy 20-krotnym powiększeniu na obszarze pomiarowym równym 2,6 mm x 0,65 mm. Oceny struktury geometrycznej powierzchni dokonano na podstawie obrazów aksonometrycznych 3D oraz amplitudowych parametrów chropowatości, także 3D.

Do badań zwilżalności powierzchni użyto tensjometr optyczny Attension Theta Flex. Metoda wyznaczania kąta zwilżania polegała na umieszczeniu kropli wody demineralizowanej o objętości 4 μm na próbce, a następnie pomiarze kąta pomiędzy powierzchnią kropli i podłożem. Widok kropli wody demineralizowanej podczas pomiaru przedstawiono na rys 1.

Przy użyciu mikroskopu skaningowego Phenom XL przeprowadzono analizę składu chemicznego (Rys. 6). Powiększenie wynosiło 5000x, natomiast napięcie przyspieszające 15 kV.



Rys. 1. Fotografia kropli wody destylowanej

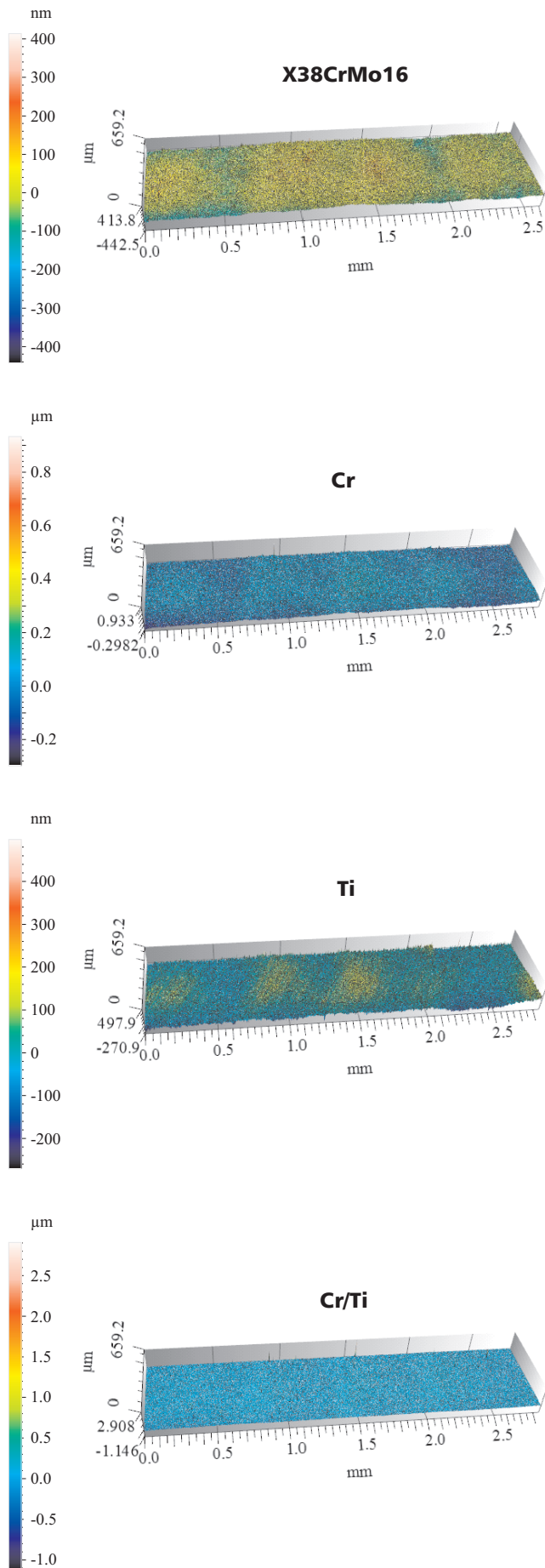


Rys. 2. Schemat węzła tarcia

Badania te miały na celu potwierdzenie składu chemicznego osadzonych powłok z założonym w procesie wytwarzania.

W kolejnym etapie wykonano badania tribologiczne przy użyciu Tribometru TRB³. Testy przeprowadzono w skojarzeniu trącym kula-tarcza w ruchu posuwisto zwrotnym, gdzie przeciwpróbkę stanowiła kula ze stali 100Cr6. Schemat węzła tarcia przedstawiono na rysunku 2, a w Tabeli 4 zestawiono parametry badań tribologicznych.

Charakterystyki tribologiczne osadzonych powłok analizowano na podstawie zmian wartości współczynnika tarcia i zużycia liniowego w funkcji ilości cykli. Po testach tarciovych ślady zużycia obserwowano przy użyciu mikroskopu konfokalnego Leica DCM8 przy 20-krotnym powiększeniu. Obszar pomiarowy wynosił 2,6 mm x 0,65 mm, a wskaźnikami zużycia były: objętość oraz pole powierzchni wzniesień (Rys. 9).



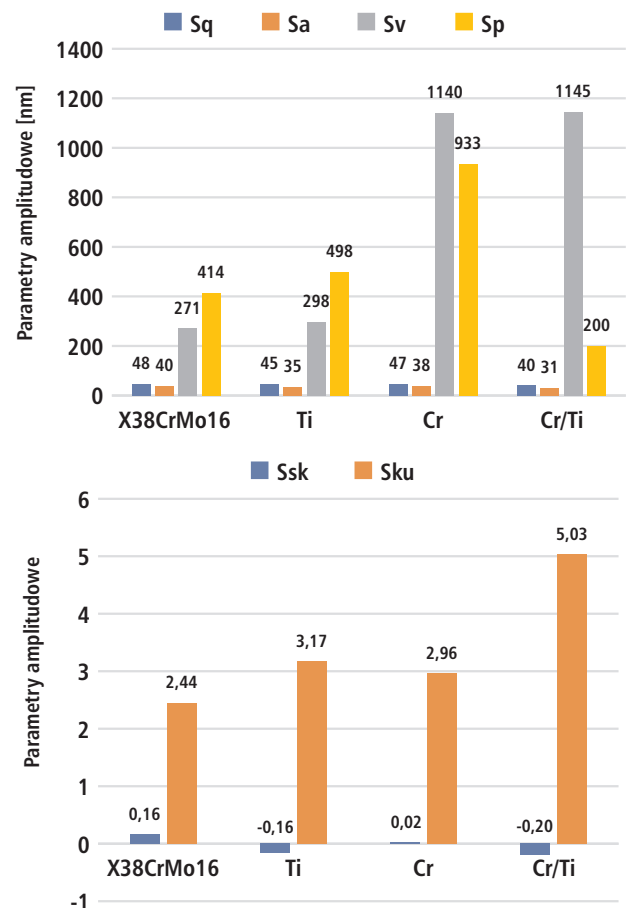
Rys. 3. Obrazy aksonometryczne 3D powierzchni badanych próbek

Tabela 4. Parametry testu tribologicznego

Elementy węzła tarcia	
Próbka 1	tarcza ze stali X38CrMo16
Próbka 2	tarcza ze stali X38CrMo16 z powłoką Cr
Próbka 3	tarcza ze stali X38CrMo16 z powłoką Ti
Próbka 4	tarcza ze stali X38CrMo16 z powłoką Cr/Ti
Przeciwpróbka	kula ze stali 100Cr6
Parametr	Wartość
Obciążenie	5 N
Częstotliwość	1 Hz
Amplituda	20 mm
Liczba cykli	10 000

Rezultaty badań

Za pomocą mikroskopu konfokalnego z trybem interferometrycznym analizowano strukturę geometryczną powierzchni próbek. Na rys. 3 przedstawiono obrazy aksonometryczne 3D, na podstawie których wyznaczono parametry amplitudowe (Rys. 4): Sa – średnie arytmetyczne odchylenie chropowatości, Sq – średnie kwadratowe odchylenie chropowatości po-



Rys. 4. Amplitudowe parametry chropowatości 3D badanych próbek

wierzchni, S_p – maksymalna głębokość piku powierzchni, S_v – maksymalna wysokość wgłębienia, S_{ku} – kurtoza powierzchni, S_{sk} – skośność.

Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzono, że osadzenie powłok Ti, Cr oraz Cr/Ti techniką próżniową PVD przyczyniło się do zmiany parametrów amplitudowych. We wszystkich badanych przypadkach doszło do wzrostu wartości analizowanych parametrów, przy czym najbardziej rozwiniętą powierzchnię miały powłoki: Cr oraz Cr/Ti. Nałożenie powłoki Ti na stal nie wpłynęło znacząco na zmianę charakteru warstwy wierzchniej. Świadczą o tym wartości parametrów S_a , S_q , S_p , S_v oraz S_{sk} , które były zbliżone do uzyskanych dla materiału podłoża.

Na rysunku 5 przedstawiono wyniki badań kąta zwilżania wodą demineralizowaną dla stali oraz powłok: Ti, Cr oraz Cr/Ti.

Analizując uzyskane wyniki badań stwierdzono, że wszystkie próbki charakteryzowały się hydrofilowością. Świadczą o tym wartości kątów zwilżania poniżej 90° . Największy średni kąt zwilżania uzyskano dla stali X38CrMo16, a najmniejszy dla powłoki Cr/Ti, wynosiły one odpowiednio 74° i 40° .

W kolejnym etapie przeprowadzono analizę składu chemicznego dla poszczególnych próbek. Wyniki przedstawiono na rys. 6.

Wyniki analizy EDS składu chemicznego wskazały, że skład chemiczny stali X38CrMo16 jest zgodny z normą ISO 4957, a powłoki składają się z pierwiastków takich jak założono w procesie wytwarzania.

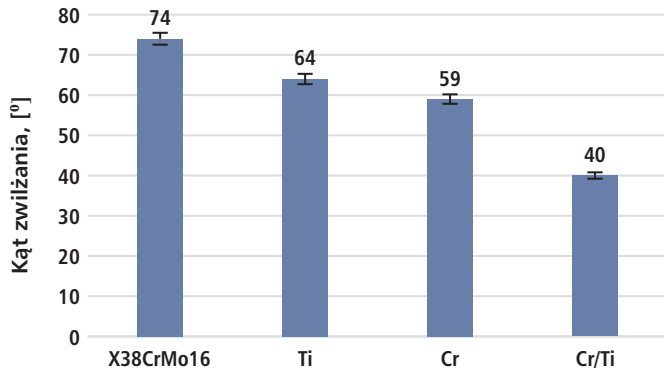
Na rys. 7 i 8 przedstawiono przebiegi zmian współczynników tarcia oraz zużycia liniowego w odniesieniu do liczby cykli dla: stali X38CrMo16 oraz powłok Ti, Cr oraz Cr/Ti, a w Tabeli 5 średnie wartości tych parametrów.

W przypadku wszystkich badanych węzłów tarcia na początku trwania testu współczynniki tarcia dynamicznie wzrastały do około 500 cyklu drogi tarcia, po czym ulegały zmniejszeniu do wartości około 0,7 i utrzymywały się na tym poziomie do końca badania. Najprawdopodobniej było to związane z chropowatością powierzchni i etapem docierania w pierwszej fazie trwania testu.

Na podstawie wyników badań przedstawionych w Tabeli 5 stwierdzono, że powłoka Cr charakteryzuje się najmniejszymi współczynnikami tarcia oraz zużyciem liniowym, a największe wartości uzyskano dla podłoża. Dla powłoki Cr wynosiły one odpowiednio 0,66 i $88 \mu\text{m}$ i były o około 10% mniejsze w porównaniu do X38CrMo16. Dodatkowo zaobserwowano, że wszystkie badane pary trące miały podobny przebieg zużycia liniowego, które wzrastało przez cały okres prowadzenia testu. W przypadku: stali X38CrMo16, powłoki Ti oraz Cr/Ti odnotowano zbliżone wartości zużycia liniowego, które zawierało się w przedziale $92 \div 98 \mu\text{m}$.

Po testach tribologicznych próbki poddano obserwacjom mikroskopowym. Na rys. 10 przedstawiono obrazy śladów zużycia: aksonometryczne 3D (a) oraz profile (b), które posłużyły do określenia objętości wytarcia oraz pola powierzchni wzniesień (rys. 9).

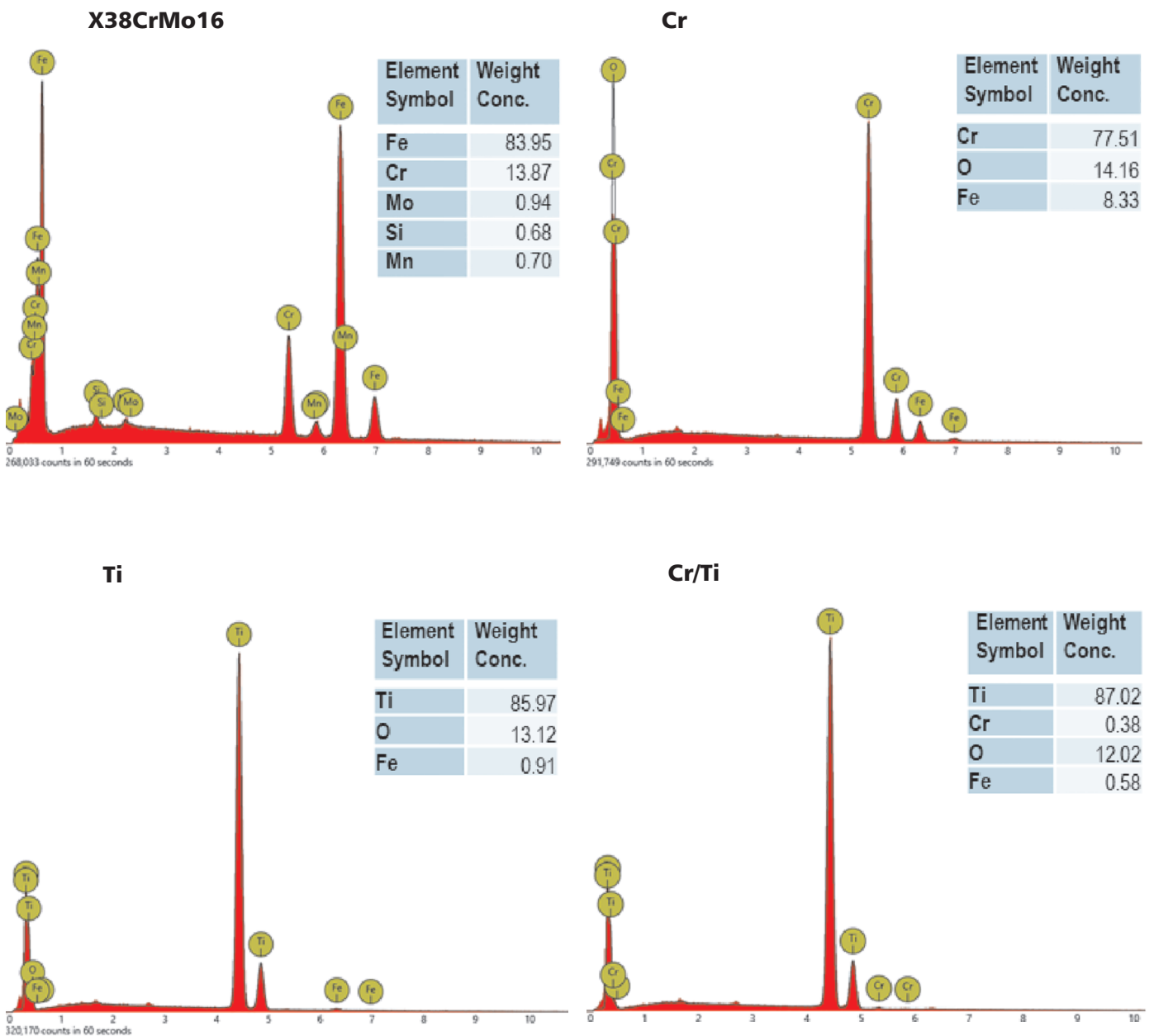
Badania struktury geometrycznej powierzchni oraz pomiary wskaźników zużycia próbek jednoznacznie wskazują, że na skutek osadzenia powłok na bazie tytanu i chromu nastąpił wzrost odporności na zużycie stali X38CrMo16. Najmniejsze wartości zużycia objętościowego uzyskano dla powłok:



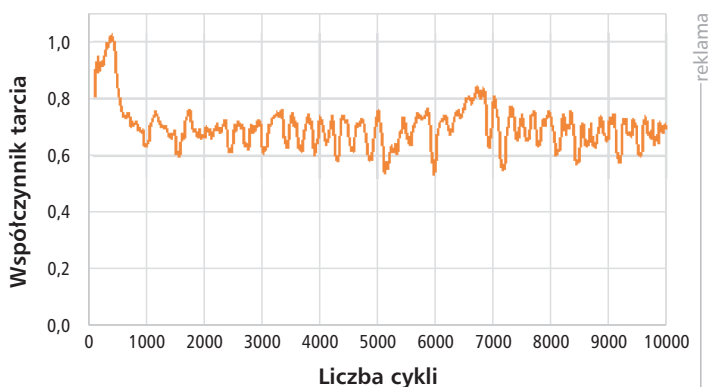
Rys. 5. Wyniki badań kąta zwilżania dla badanych próbek

Tabela. 5. Charakterystyki tribologiczne badanych węzłów tarcia

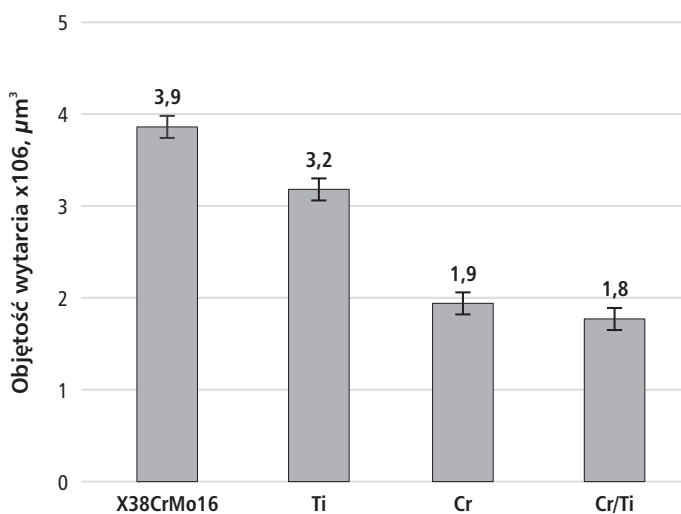
Parametr	X38CrMo16	Ti	Cr	Cr/Ti
Współczynnik tarcia	0.71	0.70	0.66	0.69
Zużycie, μm	98	92	88	97



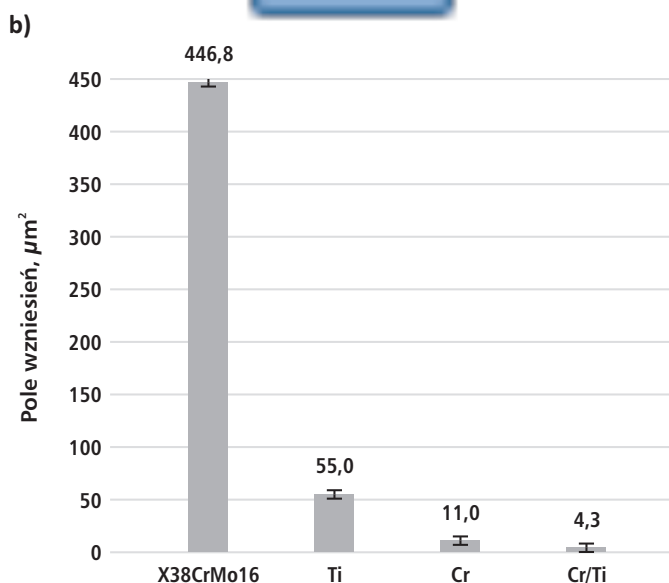
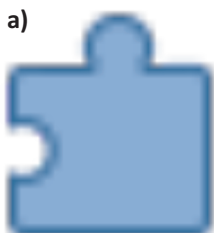
Rys. 6. Widma charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego w wybranych obszarach



Rys. 7. Zmiana wartości współczynników tarcia w funkcji liczby cykli



Rys. 8. Zmiany wartości zużycia liniowego w funkcji liczby cykli



Rys. 9. Wskaźniki zużycia a) objętość wytarcia, b) pole powierzchni wzniesień



Cr/Ti oraz Cr, wynosiły one odpowiednio $1,8$ oraz $1,9 \mu\text{m}^3$ i były o około 50% mniejsze w porównaniu z podłożem. Stal X38CrMo16 charakteryzowała się największym zużyciem objętościowym i polem powierzchni wzniesień.

Podsumowanie

Wyniki badań struktury geometrycznej powierzchni wskazały, że osadzenie powłok na bazie tytanu i chromu wpłynęło na zmianę amplitudowych parametrów chropowatości stali X38CrMo16, przy czym największe różnice zaobserwowano dla próbek z powłoką Cr oraz Cr/Ti.

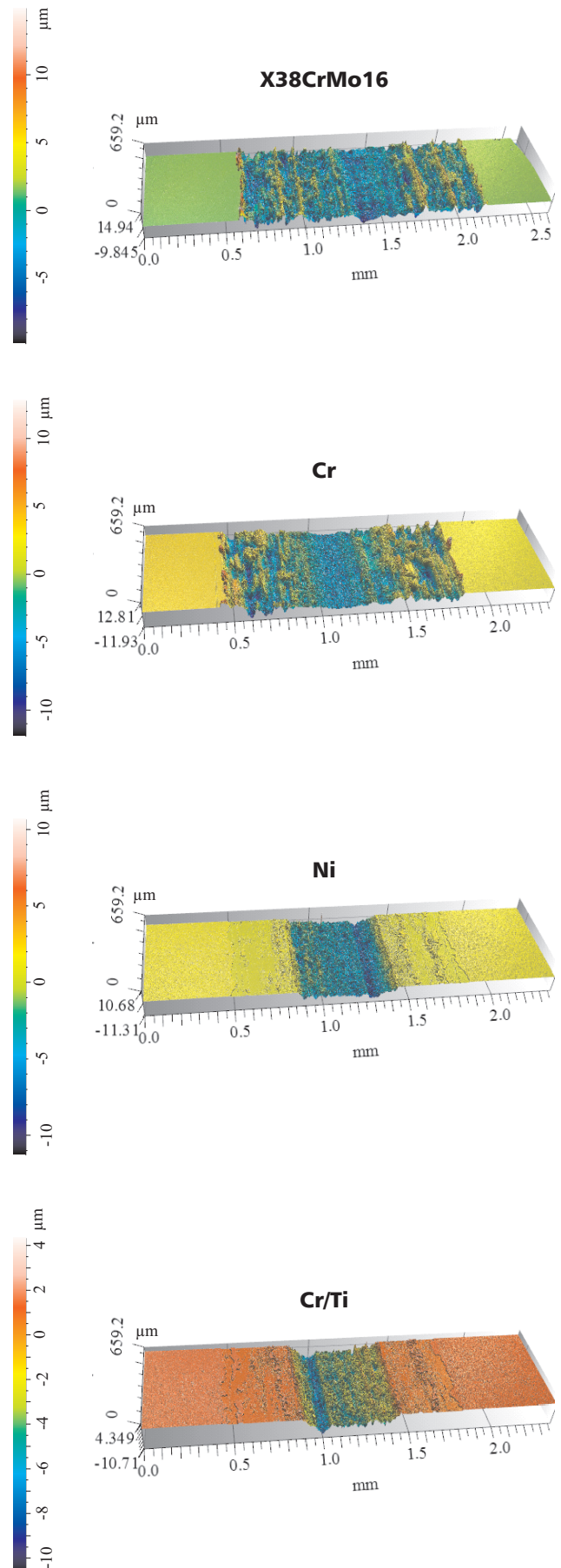
Uzyskane wartości kątów zwilżania wskazały, że wszystkie badane powierzchnie mają charakter hydrofilowy. Największy kąt zwilżania uzyskano dla stali X38CrMo16, a najmniejszy dla powłoki Cr/Ti; wynosiły one odpowiednio 74° i 41° . Zmniejszenie wartości kąta zwilżania poprzez osadzenie powłok może przyczynić się do zwiększenia prędkości przepływu uplastycznionego tworzywa w formie.

Wyniki badań tribologicznych i obserwacje mikroskopowe próbek po tych testach pokazały, że stal X38CrMo16 charakteryzowała się największymi współczynnikami tarcia oraz zużyciem objętościowym spośród wszystkich badanych próbek. W przypadku powłok najlepsze charakterystyki zarejestrowano dla powłoki Cr. Dla próbki z tą powłoką zarejestrowane współczynniki tarcia oraz zużycie było o około 10% mniejsze w porównaniu do stali.

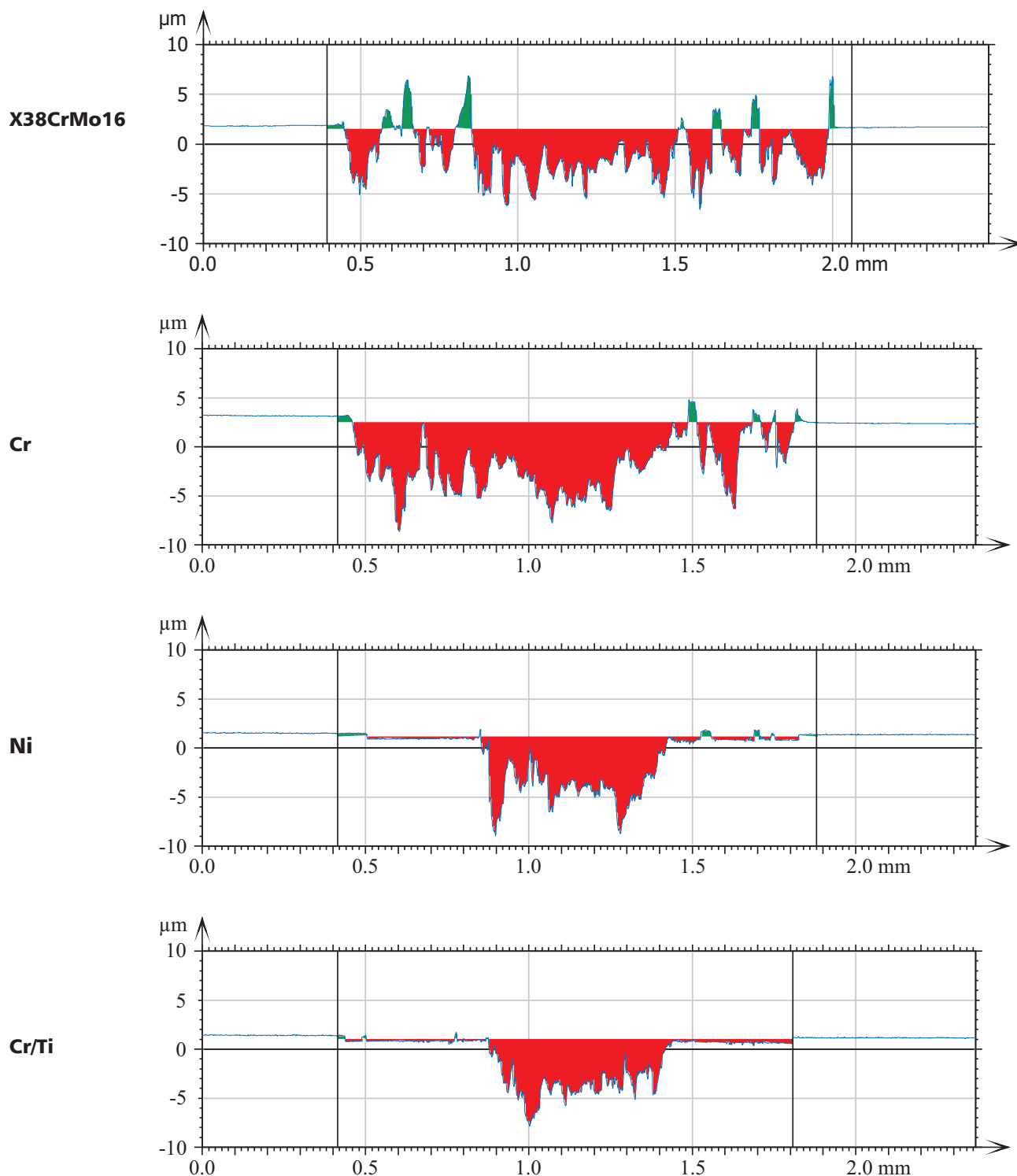
Na podstawie przedstawionych wyników badań stwierdzono, że zastosowanie cienkich powłok na bazie chromu i tytanu jest skuteczną metodą modyfikacji właściwości użytkowych stali X38CrMo16.

Literatura

1. Bobzin K. & others: Injection molding of products with functional surfaces by micro-structured, PVD coated injection molds. *Prod. Eng.*, t. 5, nr 4/2011, pp. 415–422.
2. Bobzin K., Nickel R., Bagcivan N., Manz F.D.: PVD-Coatings in Injection Molding Machines for Processing Optical Polymers. *Plasma Process. Polym.*, t. 4, nr S1/2007, s. S144–S149.
3. Chen Y.M., Liu J.J.: Cost-effective design for injection molding. *Robot. Comput.-Integr. Manuf.*, t. 15, nr 1/1999, pp. 1–21.
4. Gim J., Turng L.S.: A review of current advancements in high surface quality injection molding: Measurement, influencing factors, prediction, and control. *Polym. Test.*, t. 115/2022, p. 107718.
5. Griffiths C.A., Dimov S.S., Scholz S.G., Tosello G., Rees A.: Influence of Injection and Cavity Pressure on the Demoulding Force in Micro-Injection Moulding. *J. Manuf. Sci. Eng.*, t. 136, nr 031014/2014.
6. Hwang S., Kim I: Injection mold design of reverse engineering using injection molding analysis and machine learning. *J. Mech. Sci. Technol.*, t. 33, nr 8/2019, pp. 3803–3812.
7. Khelifi K., Larbi A.B.C.: Investigation of adhesion of PVD coatings using various approaches. *Surf. Eng.*, t. 29, nr 7/2013, pp. 555–560.



Rys. 10a. Obrazy śladów zużycia: aksonometryczne 3D



Rys. 10b. Obrazy śladów zużycia: profile

8. Lin L., Tian Y., Yu W., Chen S., Chen Y., Chen W.: Corrosion and hardness characteristics of Ti/TiN-modified Ti6Al4V alloy in marine environment. *Ceram. Int.*, t. 48, nr 23/2022, Part A, pp. 34848–34854.

9. Matin I., Hadzistevic M., Hodolic J., Vukelic D., Lukic D.: A CAD/CAE-integrated injection mold design system for plastic products. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, t. 63, nr 5/2012, pp 595–607.

10. Mitterer C. & others: Industrial applications of PACVD hard coatings. *Surf. Coat. Technol.*, t. 163–164/2003, pp. 716–722.

11. Movassagh-Alanagh F., Mahdavi M.: Improving wear and corrosion resistance of AISI 304 stainless steel by a multi-layered nanocomposite Ti/TiN/TiSiN coating. *Surf. Interfaces*, t. 18/2020, p. 100428.

12. Sasaki T., Koga N., Shirai K., Kobayashi Y., Toyoshima A.: An experimental study on ejection forces of injection molding. *Precis. Eng.*, t. 24, nr 3/2000, pp. 270–273.

13. Zhang Z. & others: Tribological Behaviors of Super-Hard TiAlN Coatings Deposited by Filtered Cathode Vacuum Arc Deposition. *Materials*, t. 15, nr 6/2022.