

Kinga CHRONOWSKA-PRZYWARA*, Marcin KOT*

WPLYW PARAMETRÓW BADAŃ NA DEFORMACJĘ I PEKANIE UKŁADU POWŁOKA-PODŁOŻE W WYNIKU PRÓBY ZARYSOWANIA

EFFECT OF SCRATCH TEST PARAMETERS ON THE DEFORMATION AND FRACTURE OF COATING-SUBSTRATE SYSTEMS

Słowa kluczowe:

powłoki, deformacje, pękanie, test zarysowania, obciążenia krytyczne

Key words:

coating, deformations, fracture, scratch test, critical load

Streszczenie

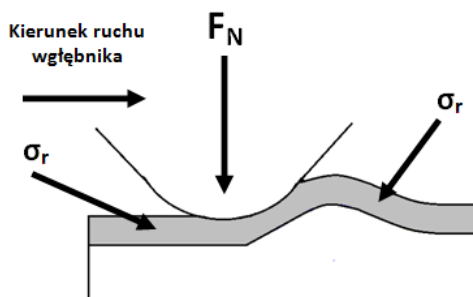
W publikacji zostały przedstawione rozważania na temat wyników badań uzyskiwanych w teście zarysowania. Omówiono najczęściej występujące formy niszczenia układów powłoka-podłoże przy obciążeniach krytycznych. Analizowano deformacje i pękanie oraz kolejne fazy niszczenia powłok. Badano wpływ parametrów testu jak prędkość przesuwu wgłębnika, prędkość narastania

* AGH Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, al. Mickiewicza 30, 30-065 Kraków, Polska; e-mail: kotmarc@agh.edu.pl, chronows@agh.edu.pl.

obciążenia w czasie na uzyskiwane wyniki badań, a analizę oparto o rachunek prawdopodobieństwa wystąpienia pęknięcia w powłoce przy zadanym obciążeniu. Model analityczny porównano z wynikami badań eksperymentalnych przeprowadzonych dla powłok ceramicznych TiN i CrN. Do badań wykorzystano próbki o podłożu ze stali X20Cr13 z naniesionymi metodą PLD (*Pulsed Laser Deposition*) powłokami ceramicznymi.

WPROWADZENIE

Twarde, cienkie powłoki znajdują szerokie zastosowanie głównie w przemyśle medycznym, spożywczym, chemicznym, lotniczym, a przede wszystkim w przemyśle ciężkim. Ciągły wzrost wymagań stawianych przez producentów firm spowodował szybki rozwój w dziedzinie metod badania cienkich powłok. Metodą pozwalającą badać adhezję powłok do podłoża jest test zarysowania znany pod nazwą „scratch test” [L. 1–4]. Polega on na wykonaniu rysy diamentowym wgłębnikiem najczęściej o geometrii Rockwella C na powierzchni badanej próbki przy kontrolowanym obciążeniu siłą normalną. Podczas badania obciążenie wgłębnika można zadawać w sposób ciągły lub skokowy. W efekcie narastającego obciążenia na powierzchni próbki pojawiają się początkowo odkształcenia sprężyste, następnie plastyczne, a dla twardych powłok ceramicznych powstają typowe dla takich powłok pęknięcia. Obciążenie, przy którym powstają pęknięcia kohezyjne w powłoce, nazywane jest obciążeniem krytycznym L_{c1} , a gdy usuwana jest powłoka z podłoża i pęknięcie ma charakter adhezyjny, obciążenie towarzyszące mu nazywamy L_{c2} [L. 5–10]. Pęknięcia kohezyjne powstające na skutek siły tarcia między wgłębnikiem a powłoką są wynikiem spiętrzenia naprężeń przed i za wgłębnikiem. Dla sztywnych, twardych podłoży powłoka przed wgłębnikiem jest w stanie naprężeń ściskających. Dla bardziej podatnych podłoży, przy ich uplastycznieniu i tworzeniu wypiętrzenia przed wgłębnikiem naprężenia zmieniają się na rozciągające. Stan naprężeń w powłoce jest wtedy zbliżony do czystego zginania, a wartość naprężeń rozciągających na powierzchni rośnie wraz ze zmniejszaniem promienia wypiętrzenia. Natomiast za wgłębnikiem powłoki są rozciągane na skutek siły tarcia i im wyższy współczynnik tarcia, tym wyższy poziom naprężeń, zakładając taką samą wartość obciążenia. Jeżeli poziom naprężeń rozciągających przekroczy poziom wytrzymałości powłoki, to nastąpi jej pęknięcie na powierzchni powłoki, które jest najczęściej prostopadłe do powierzchni powłoki. Pęknięcia te, osiągając płaszczyznę połączenia powłoki i podłoża, mogą dalej propagować w tej płaszczyźnie. Powstające naprężenia styczne na skutek tarcia prowadzą do powstawania pęknięć adhezyjnych, którym towarzyszy miejscowe odspajanie powłoki powstające w różnych obszarach – na zewnątrz lub/i wewnątrz toru zarysowania [L. 4–7, 9–11].



Rys. 1. Deformacje układu powłoka–podłoże oraz miejsca koncentracji naprężeń rozciągających i powstawania pęknięć

Fig. 1. Deformation of coating-substrate system with areas subjected to maximum tensile stress concentration and fracture

Można zatem przyjąć, że obciążenie krytyczne L_{c1} i L_{c2} są zależne od wytrzymałości powłoki i jej odporności na pękanie oraz wytrzymałości połączenia powłoki i podłoża. Niestety na uzyskiwane wyniki badań w teście zarysowania mają także duży wpływ inne parametry jak:

- grubość powłoki,
- stan naprężeń własnych,
- parametry testu zarysowania: prędkość przesuwania wglębnika, prędkość przyrostu siły obciążającej wglębnik i promień zaokrąglenia wglębnika [L. 8, 12, 13].

Wpływ powyższych czynników na uzyskiwane wyniki badań w teście zarysowania powoduje, że w większości przypadków nie jest możliwe bezpośrednie porównywanie wyników badań dla układów, w których powłoki są nałożone na różne podłoża, mają różną grubość, a także ze względów pomiarowych nie jest możliwe wykonywanie testów przy tych samych parametrach. Dzieje się tak pomimo normalizacji tego testu [L. 14, 15] i jego powszechnego stosowania do analizy właściwości układów powłoka–podłoże.

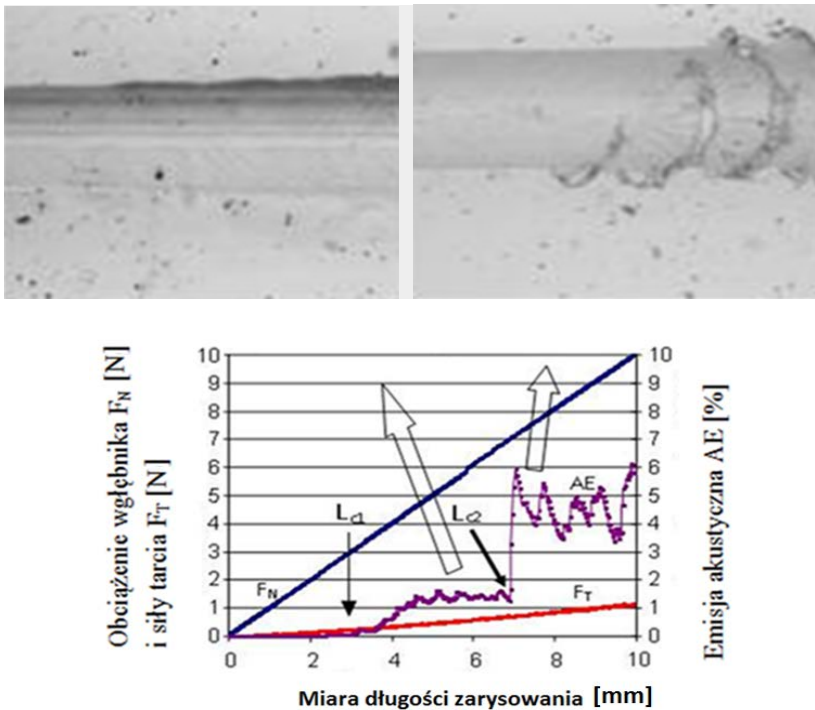
Celem niniejszej publikacji jest określenie wpływu parametrów testu na uzyskiwane wyniki badań. Ma to istotne znaczenie w przypadku badania powłok o znacząco różnych grubościach, dla których konieczne jest prowadzenie badań przy różnych wartościach granicznego obciążenia wglębnika.

BADANIA EKSPERYMENTALNE

Badaniom zostały poddane dwie powłoki TiN i CrN o grubości $1\ \mu\text{m}$, które nałożono na podłoża ze stali ferrytycznej X20Cr13. Powłoki osadzono metodą PLD. Testy zarysowania wykonano na urządzeniu Micro-Combi-Tester. Użyto wglębnik o geometrii Rockwella i promieniu zaokrąglenia $0,2\ \text{mm}$. Pomiarzy wykonano przy zmiennych parametrach testu:

- prędkościach przesuwu węgelnika: 1, 5, 10 mm/min,
- prędkościach narastania obciążenia w czasie (dL/dt): 10, 30 i 50 N/min.

Wykonano po 5 rys dla każdej z kombinacji parametrów testu, a do dalszych rozważań brano obliczone wartości średnie. Analizując sygnał emisji akustycznej oraz obraz toru zarysowania z mikroskopu optycznego z powiększeniem $\times 200$, określono wartości obciążenia krytycznego L_{c1} i L_{c2} (**Rys. 2**). Obrazy przykładowych pęknięć powstałych w wyniku testu zarysowania przedstawiono na końcu rozdziału (**Rys. 5**).

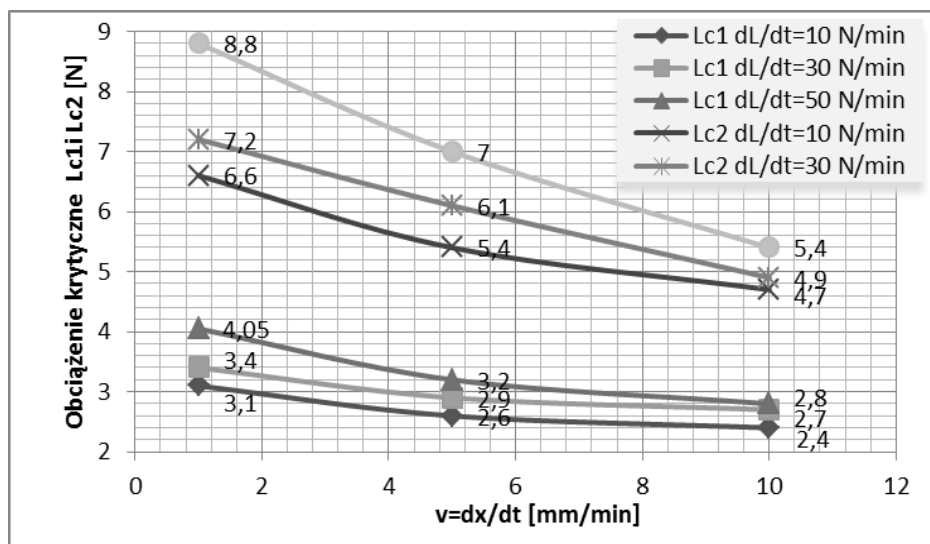


Rys. 2. Identyfikacja wartości obciążeń krytycznych L_{c1} i L_{c2} z obserwacji mikroskopowych i sygnału emisji akustycznej

Fig. 2. Identification of critical loads values form microscopic observations and acoustic emission signal

Porównywanie wyników testów zarysowania dla różnych próbek jest możliwe tylko w przypadku, gdy mamy taką samą prędkość przesuwu węgelnika dx/dt , prędkości narastania siły w czasie dL/dt oraz ten sam typ węgelnika. Stosowanie tych samych parametrów badań może być kłopotliwe, gdy mierzone wartości obciążeń krytycznych są istotnie różne ze względu na różną wytrzymałość samej powłoki oraz wytrzymałość połączenia powłoki i podłoża. Zmiany obciążenia na długości zarysowania dL/dx mogą być określone podczas testu poprzez zmiany prędkości przesuwu węgelnika w czasie dx/dt oraz od prędko-

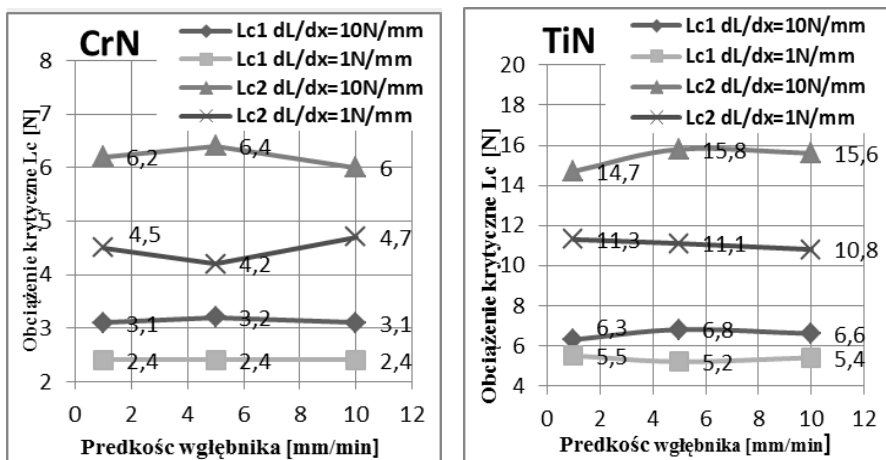
ści narastania siły w czasie dL/dt , przy czym tylko dwa z tych trzech parametrów są niezależne. Wpływ parametrów testów dL/dt i dx/dt na uzyskiwane wartości obciążeń krytycznych L_{c1} i L_{c2} zmierzonych dla powłoki CrN przedstawiono na **Rys. 3**.



Rys. 3. Zmiany wartości obciążeń krytycznych L_{c1} i L_{c2} dla powłoki CrN w zależności od prędkości przesuwu wglębnika dx/dt

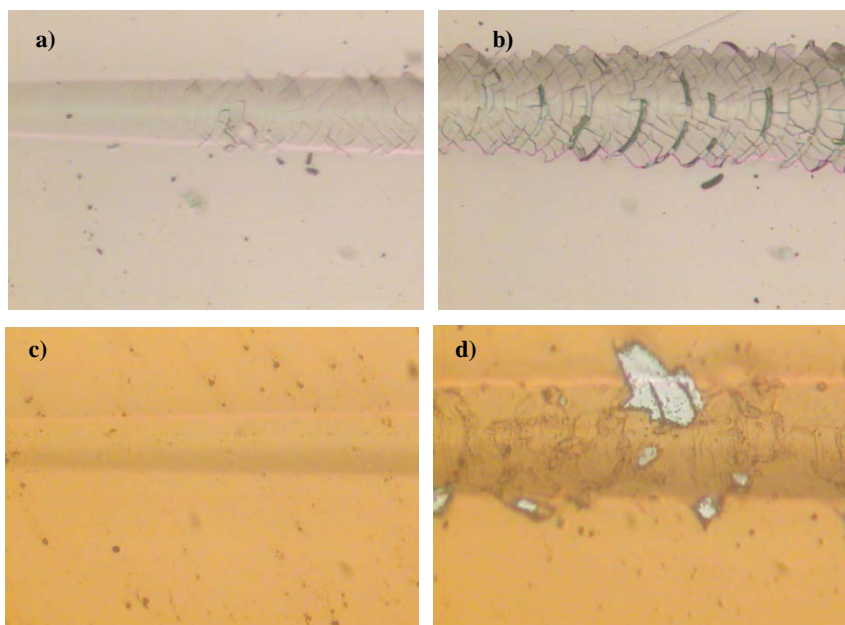
Fig. 3. Changes of critical load L_{c1} i L_{c2} values of CrN coating as a function of indenter speed dx/dt

Analiza wyników badań wykazała, że zmiana parametrów dx/dt i dL/dt nie ma wpływu na wyniki badań, jeżeli zachowany jest identyczny przyrost siły na długości zarysowania dL/dx . Brak zmian wartości obciążeń krytycznych przy identycznym przyroście siły na długości zarysowania dL/dx przedstawiono na **Rys. 4**. Zestawiono wyniki testów przeprowadzonych przy trzech wartościach dL/dx równych 1 i 10 N/mm. Na rysunku widoczne jest także, że wyższe wartości obciążeń krytycznych uzyskano przy wyższej prędkości narastania siły $dL/dx = 10$ N/mm niż dla $dL/dx = 1$ N/mm. Z dalszej analizy wpływu parametrów testu na wyniki testu zarysowania wykluczono wartość współczynnika tarcia, który miał praktycznie stałą wartość. Dla całego zakresu zmian parametrów dL/dx i dx/dt mieści się on w zakresie 0,066–0,07. Dlatego przyjęto, że naprężenia wynikające z tarcia między wglębniakiem i powłoką (proporcjonalne do wartości współczynnika tarcia) są takie same przy wszystkich testach, porównując te same grupy, ale przy różnych prędkościach przesuwania wglębnika.



Rys. 4. Zmiany wartości obciążeń krytycznych L_{c1} i L_{c2} dla powłoki CrN i TiN w zależności od zmiany prędkości przesuwu węgelnika dx/dt dla różnych wartości parametru dL/dx

Fig. 4. Changes of critical load L_{c1} i L_{c2} values of CrN and TiN coatings vs. indenter speed dx/dt at different load rise with scratch length dL/dx



Rys. 5. Obrazy pęknięć podczas testu zarysowania powłok: a) CrN – pęknięcia kohezyjne, b) CrN – pęknięcia adhezyjne, c) TiN – pęknięcia kohezyjne, d) TiN – pęknięcia adhezyjne

Fig. 5. Images of fractures after coating scratch test a) CrN – cohesive fracture, b) CrN – adhesive fracture, c) TiN – cohesive fracture, d) TiN – adhesive fracture

Analiza literaturowa oraz wyniki badań mikroskopowych wykazały, że w powłoce po procesie osadzania istnieje siatka mikropęknięć, które występują najczęściej na granicach kolumn. Taka struktura kolumnowa jest typowa dla powłok nakładanych metodami PVD. Te mikropęknięcia podczas oddziaływania węgelnika i w narastających naprężeniach rozciągających prowadzą do ich propagacji przez całą grubość powłoki. Ilość i rozmieszczenie tych mikropęknięć ma decydujący wpływ na wytrzymałość powłoki. Zatem o uzyskiwanych wartościach obciążeń krytycznych w teście zarysowania decyduje prawdopodobieństwo natrafienia na miejsce w powłoce o mniejszej wytrzymałości. Prawdopodobieństwo to zmienia się przy zmianie parametrów testu, co przedstawiono w dalszej części pracy.

MODEL ANALITYCZNY

Wartość obciążeń powodujących pęknięcia kohezyjne i adhezyjne zależy nie tylko od właściwości powłoki i podłoża, ale również od samych parametrów testu zarysowania i krzywizny zaokrąglenia węgelnika [L. 11, 12]. Spośród trzech parametrów testu dx/dt , dL/dt i dL/dx można dobrać tak dwa pierwsze, aby nie uległ zmianie trzeci. N.X. Randall i inni [L. 8] przedstawili, jak parametry testu zarysowania wpływają na uzyskiwane wartości obciążenia krytycznego L_c . Autorzy niniejszej pracy postulują, że o zmianach tych decyduje prawdopodobieństwo trafienia na miejsce w badanej powłoce o mniejszej wytrzymałości. Do obliczania tego prawdopodobieństwa niezbędna jest znajomość rozkładu pęknięć na długości zarysowania oraz średnia odległość między nimi. Aby wyznaczyć te parametry wykonano testy zarysowania przy stałej sile $dL/dx = 0$, przy czym wartość siły zmieniano co 0,2 N od zera. Wyniki takich testów dla powłoki CrN przedstawiono na **Rysunku 6**. Widoczna jest rosnąca stale liczba pęknięć (**Rys. 6a**) oraz zmniejszanie się odległości między pęknięciami (**Rys. 6b**) wraz ze wzrastającym obciążeniem.

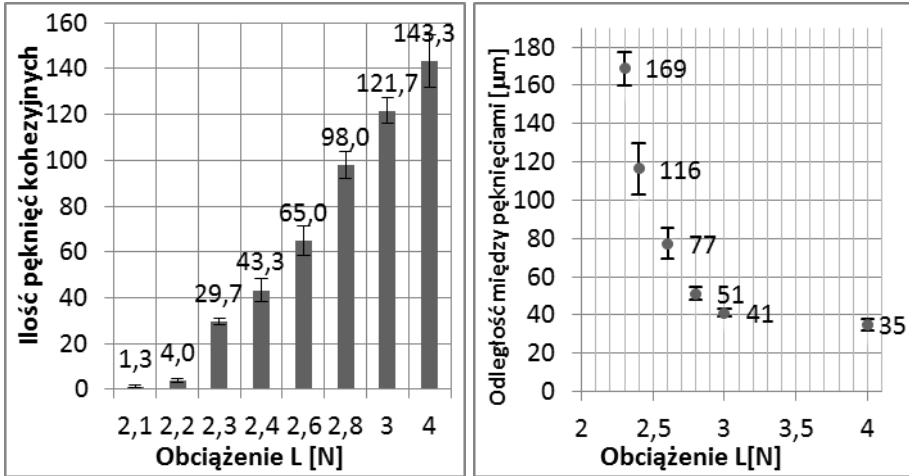
Liczbę pęknięć kohezyjnych oraz ich rozmieszczenie na torze zarysowania próbki dopasowano do rozkładu Weibulla. Przyjęto, że wartość oczekiwana wystąpienia pęknięcia odpowiada prawdopodobieństwu 0,5, które określano z zależności:

$$P(L) = 1 - e^{-B(L-L_0)^m} \quad (1)$$

gdzie:

- L_0 – obciążenie, przy którym nie wystąpiło pęknięcie,
- B, m – parametry obliczane z dopasowania krzywej do wyników eksperymentalnych.

Następnie wykorzystując program Statistica, obliczano z dokładnością 95% przedziały ufności. Dolną i górną granicę wartości obciążeń krytycznych przedstawiono na **Rys. 7**.

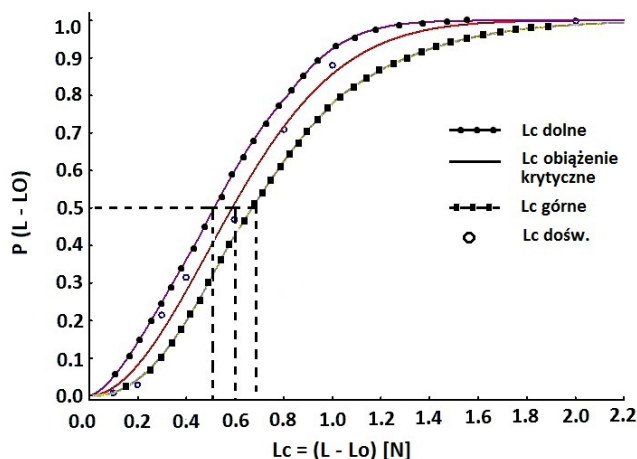


Rys. 6. Wyniki testów zarysowania przy $dL/dx = 0$: a) średnia liczba pęknięć dla wszystkich prób na długości 5 mm, b) średnia odległość pomiędzy pęknięciami w funkcji obciążenia węgelnika

Fig. 6. Results of scratch tests performed at $dL/dx = 0$: a) average number of cracks, b) average distance between cracks as a function of indenter load

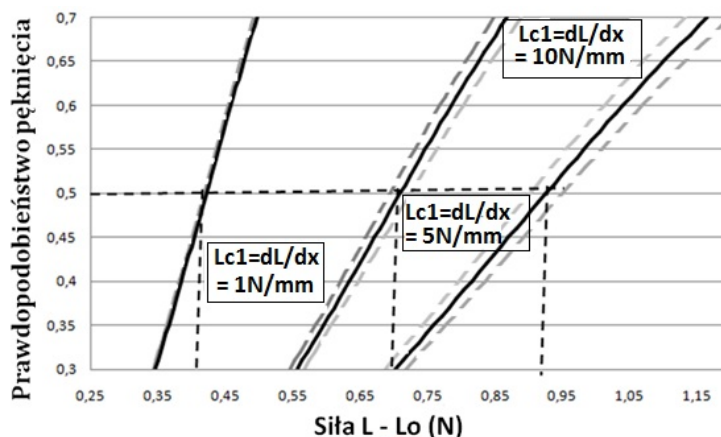
Dla prawdopodobieństwa wystąpienia pęknięcia na poziomie 0,5 obciążenie krytyczne, przy którym następuje pękanie kohezyjne powłoki CrN wynosi 2,59 N. Natomiast granice dolna i górna wynoszą odpowiednio 2,51 N i 2,67 N (**Rys. 7**). Obliczając prawdopodobieństwo $P(L_i - L_0)$ wystąpienia pęknięcia, wyznaczono prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięcia kohezyjnego w i -tym przedziale, przy założeniu, że pęknięcie nie wystąpiło do momentu $L_i = L_0$. Wartość początkowa L_0 dla badanych powłok była na poziomie 2N. Dla stałej wartości przyrostu dL/dt przyrost drogi Δx zależy od wartości dL/dx . Dlatego zmieni się skumulowane prawdopodobieństwo uszkodzenia powłoki przy zmiennych parametrach dL/dx . Zmiana wartości parametru dL/dx w zakresie, w którym prowadzono eksperyment wpływa zarówno na parametr skali B, jak i na parametr kształtu m rozkładu Weibulla $P(L)$. Dla trzech wartości $dL/dx = 1, 5$ i 10 N/mm obliczono prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięć kohezyjnych powłoki CrN. Następnie dla powstałych krzywych obliczono przedziały ufności, co przedstawiono na **Rys. 8** (ciągłe linie koloru szarego). Dla prawdopodobieństwa pęknięcia na poziomie 0,5 przy $dL/dx = 1$ N/mm obciążenie krytyczne $L_{c1} = 2, 4$ N, przy $dL/dx = 5$ N/mm obciążenie krytyczne $L_{c1} = 2, 7$ N a przy $dL/dx = 10$ N/mm obciążenie krytyczne $L_{c1} = 2, 9$ N (**Rys. 8**). Z wykresu można odczytać, że wzrost parametru dL/dx skutkuje większą wartością obciążenia L_{c1} .

Przy wzroście parametru dL/dx od 1 do 10 N/mm obciążenie krytyczne L_{c1} rośnie od 2,4 N do 2,9 N (Rys. 7). Różnica ta wynosi 17%. Porównując obliczone wartości obciążenia krytycznego L_{c1} z wartościami uzyskanymi z badań, wynika, że obliczeniowa wartość obciążenia dla 1 N/mm wynosi 2,4 N i jest taka sama jak dla uzyskanych w wyniku eksperymentu. Natomiast przy dziesięciokrotnym zwiększeniu przyrostu dL/dx różnica wynosi 6%, a wartości L_{c1} to 2,9 N i 3,1 N (Rys. 3) odpowiednio dla modelu i badań eksperymentalnych.



Rys. 7. Prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięcia w funkcji obciążenia $L-L_0$ dla powłoki CrN

Fig. 7. Probability of crack formation as a function of $L-L_0$ load for CrN coating



Rys. 8. Prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięcia powłoki CrN dla pęknięć kohezyjnych przy $dL/dx = 1, 5, 10$ N/mm

Fig. 8. Probability of CrN coating fracture at different load rate $dL/dx = 1, 5$ and 10 N/mm

WNIOSKI

Analiza wyników testów zarysowania wykazała, że na uzyskiwane wartości obciążeń krytycznych mają wpływ parametry samego testu. Najistotniejszym parametrem jest prędkość przyrastania siły na długości zarysowania dL/dx . Pozostałe dwa parametry prędkości narastania siły w czasie dL/dt oraz prędkości przesuwania wgłębnika dl/dt nie mają istotnego wpływu, dopóki zachowany jest warunek $dL/dt = \text{const}$. Zmiany obciążeń krytycznych przy różnych wartościach dL/dt tłumaczono zmianami prawdopodobieństwa trafienia wgłębnika na miejsce o słabszej kohezji i adhezji powłoki do podłoża. Analizę przedstawiono dla stałych zmiennych wartości parametru dL/dx wynoszących kolejno 1, 5, 10 N/mm. Wyniki badań wykazały, że im mniejsza prędkość przyrastania siły na długości testu dL/dx prowadzonego przy stałym obciążeniu, tym wyniki bliższe są wartościom określonym dla $dL/dx = 0$. Niestety wyznaczenie obciążeń krytycznych dla $dL/dx = 0$ wymaga przeprowadzenia dużej ilości prób zarysowania, co wiąże się ze znacznym zużyciem diamentowych narzędzi. Wykonując zatem badania dla powłok o różnych wartościach obciążenia krytycznego L_c , należy przeprowadzić test zarysowania początkowo dla powłoki o mniejszej wartości L_c , przy znanym i możliwie małym dL/dx . Kolejno dla powłoki o wyższej wartości obciążenia krytycznego powinno się wykonać testy wstępne, a następnie przeprowadzić badania właściwe, rozpoczynając od wartości obciążenia mniejszego od obciążeń krytycznych L_c dla tej powłoki przy dL/dx ustalonej wcześniej dla słabszej powłoki. Taki dobór parametrów testu zarysowania pozwoli uwolnić się od ich wpływu na uzyskiwane wartości obciążeń krytycznych.

LITERATURA

1. Sekler J., Steinmann P.A., Hintermann H.E.: The scratch test: Different critical load determination techniques. *Surface and Coatings Technology*. 36, 1988, pp. 519–529.
2. Burnett P.J., Rickerby D.: The scratch adhesion test: An elastic indentation analysis. *Thin Solid Films*. 157, 1988, pp. 233–254.
3. Chronowska-Przywara K., Kot M., Zimowski S.: Techniki badawcze w analizie właściwości mechanicznych i tribologicznych cienkich warstw i powłok. *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej* 83, 2014, pp. 39–49.
4. Bull S.J., Berasetegui E.G.: An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. *Tribology International* 39, 2006, pp. 99–114.
5. Thouless M.D.: An analysis of spelling in the microscratch test. *Engineering Fracture Mechanics* 61, 1998, pp. 75–81.
6. Bull S.J.: Failure mode maps in the thin films scratch adhesion test. *Tribology International*. 30, 1997, pp. 491–498.

7. Bull S.J.: Failure modes in scratch adhesion testing. *Surface and Coatings Technology*. 50, 1991, pp. 25–32.
8. Randall N.X., Favaro G., Frankel C.H.: The effect of intrinsic parameters on the critical load as measured with the scratch test method. *Surface and Coating Technology* 137, 2001, pp. 146–151.
9. Strawbridge A. Evans H.E. Mechanical failure of thin brittle coating. *Engineering Failure Analysis* 2, 1995, pp. 85–103.
10. Kot M., Lackner J.M., Major Ł., Rakowski W.: Analysis of spherical indentations of coating-substrate systems – experiments and FEM modeling. *Materials and Design* 43, 2013, pp. 99–111.
11. Hedenqvist P., Hogmark S.: Experiences from scratch testing of tribological PVD coating. *Tribology International* 30, 1997, pp. 507–516.
12. Xie Y., Hawthorne H.M.: Effect of contact geometry on the failure modes of thin coatings in the scratch adhesion test. *Surface and Coatings Technology* 155, 2002, pp. 121–129.
13. Ichimura H., Ishii Y.: Effects of indenter radius on the critical load in scratch testing. *Surface and Coatings Technology* 165, 2003, pp. 1–7.
14. EN 1071-3 Advanced technical ceramics – Methods of test for ceramic coatings – Part 3: Determination of adhesion and other mechanical failure modes by a scratch test.
15. ISO 14577-1 Metallic materials – instrumented indentation test for hardness and material parameters – Part 1: Test method.

Summary

The paper presents studies on the results obtained in scratch testing. The most common failure forms in coating-substrate systems, their deformations, and fracture are discussed. The research program indicated the effect of test parameters such as speed of the indenter dx/dt , the rate of load rise dL/dt on the obtained critical loads. The analysis of results was based on the calculation of crack probability in the coating at certain load. The results of analytical model were compared with the results of experimental tests performed on TiN and CrN ceramic coatings deposited on X20Cr13 steel substrates.