

**Michał MICHALAK\***, **Remigiusz MICHALCZEWSKI\***  
**Jan WULCZYŃSKI\***, **Marian SZCZEREK\*,\*\***

## **METODA BADANIA ELEMENTÓW Z POWŁOKAMI PVD W WARUNKACH RUCHU OSCYLACYJNEGO W WYSOKIEJ TEMPERATURZE**

### **THE METHOD OF TRIBOTESTING OF PVD COATED ELEMENTS IN OSCILLATORY MOTION AT HIGH TEMPERATURES**

#### **Słowa kluczowe:**

stanowisko SRV, wysoka temperatura, metodyka badawcza, ruch oscylacyjny ślizgowy, powłoki PVD/CVD

#### **Key words:**

SRV tribotester, high temperature, test methodology, oscillating sliding movement, PVD/CVD coating

#### **Streszczenie**

Prace nad nowymi rodzajami powłok są realizowane przez liczne ośrodki naukowe i technologiczne, za czym jednak nie podąża rozwój metod badawczych. Do oceny nowych rozwiązań technologicznych stosowane są różne metody

---

\* Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, ul. Pułaskiego 6/10, 26-600 Radom, Polska.

\*\* Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny, Wydział Mechaniczny, ul. Krasickiego 54, 26-600 Radom, Polska.

i stanowiska badawcze, a wyniki uzyskiwane za ich pomocą są wzajemnie nieporównywalne. Brak powszechnie uznanej metody badawczej stanowi barierę dla rozwoju nowych technologii, zwłaszcza powłokowych.

W pracy przedstawiono metodę badania zużywania i współczynnika tarcia skojarzeń z elementami pokrytymi powłokami PVD/CVD przeznaczonymi do pracy w warunkach ruchu oscylacyjnego. Metoda jest realizowana za pomocą stanowiska badawczego SRV firmy Optimol Instruments Prüftechnik GmbH (Niemcy).

Wykonane badania weryfikacyjne potwierdziły poprawność przyjętych parametrów dla oceny charakterystyk tribologicznych elementów z powłokami w zakresie od temperatury pokojowej do 900°C.

## WPROWADZENIE

Panująca w przemyśle tendencja do zwiększania obciążeń przenoszonych przez kinematyczne węzły maszyn oraz narzędzia przy jednoczesnym zwiększaniu temperatury pracy nawet do 800°C [L. 1] wymusza opracowywanie nowych materiałów i technologii ich wytwarzania, np. innowacyjnych technologii osadzania cienkich twardych powłok metodami PVD/CVD. Powłoki te, ze względu na dobre właściwości przeciwzużyciowe w wysokiej temperaturze oraz grubość powłoki w granicach tolerancji wymiarowej, będą coraz częściej stosowane. Do badania charakterystyk tribologicznych nowych materiałów, zwłaszcza z powłokami cechującymi się lepszymi właściwościami mechanicznymi, a także tribologicznymi, powszechnie stosowane metody do materiałów litych są już niewystarczające. Metodyka badawcza musi być dostosowana do rodzaju materiału badawczego oraz występujących w technice wymuszeń mechanicznych i cieplnych. Jednym z tribologicznych urządzeń badawczych wykorzystywanym do wyznaczania charakterystyk tribologicznych w podwyższonych i wysokich temperaturach oraz ruchu oscylacyjnym jest stanowisko SRV firmy Optimol Instruments Prüftechnik GmbH (Niemcy). Dotychczasowy zakres stosowalności urządzenia jest bardzo szeroki i obejmuje: środki smarowe (m.in. zawierające nanocząstki jako dodatki smarowe [L. 2]) i materiały konstrukcyjne: stale (np. stale kwasoodporne [L. 3], stale specjalne [L. 4]), stopy metali (np. stopy aluminium [L. 5]), kompozyty [L. 6], elementy poddane obróbce powierzchniowej (m.in. powłoki hybrydowe natryskiwane plazmowo [L. 1]), a także osadzaniem próżniowo [L. 7]. Stanowisko jest stosowane także do badania frettingu [L. 8].

Dotychczas dla stanowiska SRV nie opracowano jednolitej metodyki badań elementów z cienkimi powłokami przeciwzużyciowymi. W badaniach, w których stosowane są różne procedury, parametry badawcze oraz materiały przeciwpróbek uzyskane wyniki są wzajemnie nieporównywalne. Na przykład

w publikacjach zestawionych w **Tabeli 1**, gdzie stosowane różne parametry badań oraz różne przeciwpróbki nie ma możliwości porównania wyników.

**Tabela 1. Parametry stosowane na stanowisku SRV do badań w wysokiej temperaturze**

Table 1. Test parameters used in SRV tribotester for high temperature testing

Lp.	Tarcza	Kula	Parametry badawcze	Źródło
1	Warstwa azotowana plazmowo na stali narzędziowej	Powłoka Al-Si na stali	Temp.: 40–800°C Obciążenie: 20, 50 N Częstotliwość: 50 Hz Skok: 1–2 mm Czas: 15, 20 min	[L. 5]
2	Powłoka Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> osadzona na stali AISI 304	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Temp.: 20–800°C Obciążenie: 30, 50 N Częstotliwość: 100 Hz Skok: 1 mm Czas: 60 min	[L. 3]
3	Powłoki Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +NiAl osadzone na azotowanej stali X20CrMoV121	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Temp.: 20–550°C Obciążenie: 100 N Częstotliwość: 100 Hz Skok: 2 mm Czas: 180 min	[L. 8]
4	Kompozyt ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )–BaCrO <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Temp.: 20–800°C Obciążenie: 10–30 N Częstotliwość: 10 Hz Skok: 1 mm Czas: 60 min	[L. 9]
5	Powłoka Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> osadzona na stali AISI 304	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Temp.: 20–800°C Obciążenie: 50–100 N Częstotliwość: 10 Hz Skok: 1 mm Czas: 60 min	[L. 1]
6	Powłoki (Cr,Al,Y)N (Cr,Al)N osadzone na WC/Co (K15)	100Cr6	Temp.: 30–400°C Obciążenie: 50 N Częstotliwość: 50 Hz Skok: 1, 2 mm Czas: 30 min	[L. 7]
7	Powłoka Al-Si na borowanej stali	Stal azotowana	Temp.: 500–800°C Obciążenie: 20 N Częstotliwość: 50 Hz Skok: 2 mm Czas: 15 min	[L. 4]
8	Powłoka CrN osadzona na stopach TiAl6V4 i AlMgSi0,5	100Cr6	Temp.: 30–700°C Obciążenie: 5 N Częstotliwość: 50 Hz Skok: 1, 2 mm Czas biegu: 60 [min]	[L. 10]

W niniejszym opracowaniu autorzy przedstawili metodę badania zużywania i oporów ruchu w ruchu oscylacyjnym w wysokiej temperaturze (do 900°C) skojarzeń z elementami pokrytymi cienkimi twardymi powłokami za pomocą tribologicznego stanowiska SRV. Metoda ta została zweryfikowana na przykładzie dwóch komercyjnych powłok zalecanych do stosowania na elementy narażone na wysoką temperaturę pracy.

## STANOWISKO SRV

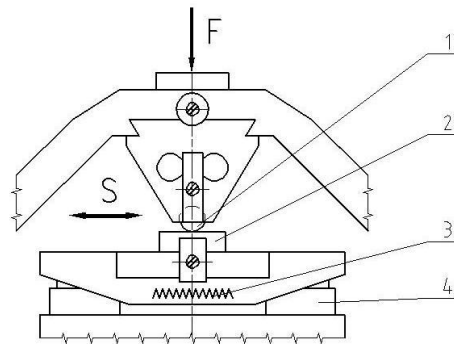
Stanowisko SRV firmy Optimol Instruments Prüftechnik GmbH (Niemcy) [L. 11] jest najbardziej rozpowszechnionym aparatem do badań tribologicznych środków smarowych, materiałów i warstw powierzchniowych w warunkach ruchu oscylacyjnego o dużej częstotliwości.



**Rys. 1. Stanowisko SRV do tribologicznych badań materiałów konstrukcyjnych w wysokiej temperaturze**

Fig. 1. The photograph of SRV tribotester for evaluation of friction and wear of heat-resisting materials

Skojarzenie badawcze składa się z oscylującej z zadaniem skokiem  $S$  i częstotliwością kuli (1) dociskanej siłą  $F$  do tarczy (2) zainstalowanej na stoliku (4) z elementem grzejnym (3).



**Rys. 2. Wzrost tarcia stanowiska SRV (opis w tekście)**

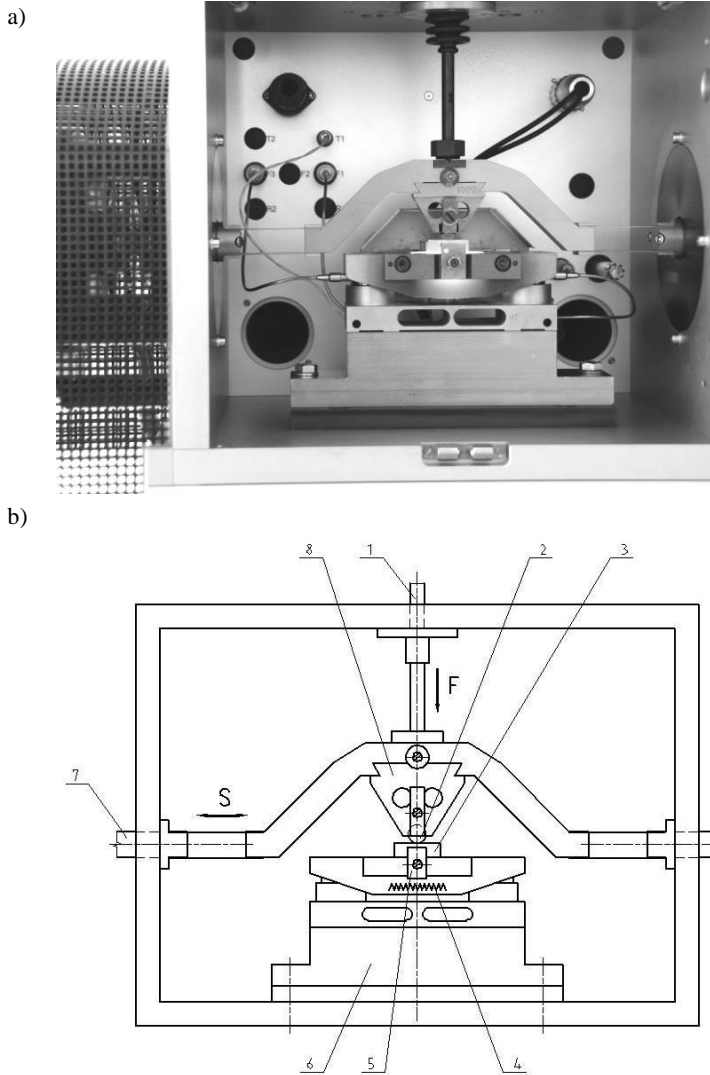
Fig. 2. The tribosystem of SRV test machine (description in the text)

Popularność stanowiska SRV wynika z jego możliwości badawczych. Możliwe jest wykonywanie badań tribologicznych w szerokim zakresie wymuszeń mechanicznych (obciążenie 1–2000 [N], częstotliwość oscylacji 1–511 [Hz], skok 0,2–4 [mm]), klimatycznych (temperatura komory 20–90°C, wilgotność względna 30–90%) oraz w ekstremalnie wysokiej temperaturze (do 900°C). Parametry techniczne stanowiska SRV przedstawia **Tabela 2**.

**Tabela 2. Parametry techniczne stanowiska SRV**

Table 2. Technical specifications of SRV tribotester

Parametr	Wartość
rodzaj ruchu	oscylacyjny ślizgowy
skojarzenie	kula–tarcza
geometria styku	skoncentrowany punktowy
średnica kuli	10 mm
średnica tarczy	24 mm/25,4 mm (opcja)
grubość tarczy	7,85 mm
częstotliwość oscylacji	1–511 Hz
obciążenie	1–2000 N
skok	200–4000 $\mu\text{m}$
temperatura w komorze badawczej	20–90°C
wilgotność względna w komorze badawczej	30–90 %
temperatura tarczy	20–900°C



**Rys. 3. Komora badawcza stanowiska SRV: a) fotografia, b) elementy komory badawczej: 1 – popychacz ( $F$  siła obciążająca węzeł tarcia), 2 – kulka, 3 – tarcza, 4 – element grzewczy, 5 – zacisk tarczy, 6 – podstawa, 7 – piezoelektryczny czujnik siły ( $S$  – kierunek ruchu oscylacyjnego), 8 – uchwyt kulki**

**Fig. 3. The test chamber of SRV test machine: a) the photograph, b) test chamber elements: 1 – load rod ( $F$  – direction of load force), 2 – test ball, 3 – test disk, 4 – electrical resistance heater, 5 – test disk holder, 6 – support, 7 – piezoelectric measuring device ( $S$  – direction of oscillating motion), 8 – test ball holder**

Metody badawcze realizowane za pomocą stanowiska SRV są znormalizowane jedynie dla środków smarowych: DIN 51834-1, DIN 51834-2,

DIN 51834-4, ASTM D5706, ASTM D5707, ASTM D 7755, ASTM D 6425 i ASTM D 7421. Jest także wiele nieznormalizowanych metod opracowywanych dla nowych skojarzeń i materiałów, m.in.: folie ślizgowe na łożyska foliowe [L. 12], kompozyty Cu-C zawierające grafen [L. 13], powłoki odporne na wysoką temperaturę [L. 14]. Węzeł tarcia umieszczony jest w izolowanej komorze klimatycznej (Rys. 3), pozwalającej na uzyskanie i utrzymanie stałej temperatury oraz wilgotności w jej wnętrzu, co jest szczególnie istotne w badaniach skojarzeń z powłokami w warunkach tarcia suchego [L. 15, 16]. Zarówno kulka, jak i tarcza mogą być wykonane z każdego materiału. Zwykle jednak w przypadku badania powłok nanosi się ją na powierzchnię tarczy oraz stosuje się kulki ceramiczne podobnie jak w metodzie kula-tarcza w jednostajnym ruchu ślizgowym [L. 17].

W czasie biegu badawczego mierzone są wielkości: siła tarcia, obciążenie, skok, częstotliwość oscylacji, temperatura i wilgotność we wnętrzu komory badawczej oraz temperatura stolika (tarczy). Przebiegi mierzonych wielkości wyświetlane są na bieżąco na ekranie monitora, a po zakończeniu biegu badawczego dane archiwizowane są na dysku komputera. Układ napędowy urządzenia jest zatrzymywany po zadanym czasie. Istnieje możliwość wydrukowania raportu przedstawiającego wykresy poszczególnych mierzonych wielkości w funkcji czasu. Najnowsza wersja urządzenia SRV@4 Test System firmy Optimol Instruments Prüftechnik GmbH wyposażona w unikatowy system grzewczy (do 900°C) znajduje się na wyposażeniu Zakładu Tribologii Instytutu Technologii Eksploatacji – PIB w Radomiu.

## **METODA BADANIA ELEMENTÓW Z POWŁOKAMI W WYSOKIEJ TEMPERATURZE**

### **Sposób przygotowania próbek**

Sposób przygotowania próbek zależy od materiału badawczego. Szczególną uwagę należy zwrócić na prawidłowe przygotowanie podłoża pod powłokę (twardość, chropowatość) oraz sam proces osadzania. Badane powłoki powinny mieć zbliżoną grubość oraz być osadzone na podłożu wykonanym z jednej serii materiału.

### **Procedura badań zużycia**

Parametry badań dla testów zużyciowych zestawiono w Tabeli 3. Doboru parametrów dokonywano w ten sposób, aby w trakcie testu uzyskać mierzalne zużycie oraz nie dopuścić do przetarcia powłoki (bazowano na doświadczeniach zespołu oraz wynikach wstępnych badań).

**Tabela 3. Parametry badania dla testów zużyciowych**

Table 3. Test parameters for wear measurements

Parametr	Wartość
Temperatura, °C	25 (RT), 400, 600, 750, 900
Prędkość narastania temperatury, °C/s	1
Czas stabilizacji temperatury, s	1200
Obciążenie, N	5
Skok, $\mu\text{m}$	1000
Częstotliwość, Hz	10
Czas biegu badawczego, s	300
Materiał kuli	$\text{Si}_3\text{N}_3$
Średnica kuli, mm	10
Liczba powtórzeń	min. 3

Na jednej tarczy przeprowadza się 6 biegów badawczych w miejscach wskazanych na **Rys. 4**. Biegi badawcze wykonuje się w kolejności rosnącej temperatury. Dla osiągnięcia wymaganej liczby powtórzeń wymagane są min. 3 tarcze.

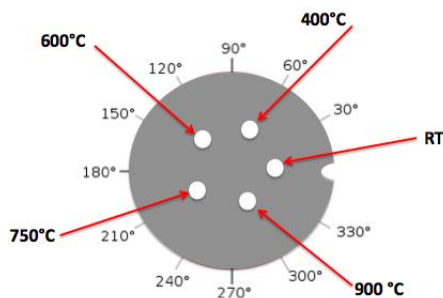
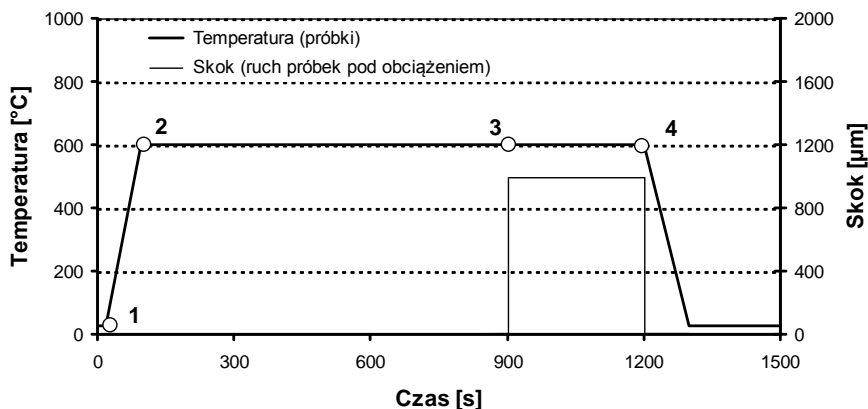
**Rys. 4. Rozmieszczenie miejsc testów zużyciowych na tarczy**

Fig. 4. The location of wear tests on disk

W badaniach wysokotemperaturowych istotny jest sposób nagrzewania próbek. Pełen jego cykl obejmował: nagrzewanie z temperatury pokojowej do zadanej (np. 600°C) ze stałą prędkością 1°C/s, stabilizację temperatury zadanej, 300-sekundowy bieg badawczy. Przykładowy przebieg badania zużywania przedstawiono na **Rys. 5**.





**Rys. 5. Przykładowa procedura pomiaru zużycia (600°C): 1 – początek biegu, 1–2 – nagrzewanie z temp. pokojowej do 600° z prędkością 1°C/s, 2–4 – stabilizacja temperatury 600°C, 3–4 – 300-sekundowy bieg badawczy z pomiarem, 4 – koniec biegu**

**Fig. 5.** The example of test procedure for wear measurement (600°C) 1— beginning of the test, 1–2 – heating from RT up to 600°C with 1°C/sec. increase rate, 2–4 – stabilization at 600°C, 3–4 – 900 second run, 4 – test end

Po biegu badawczym należy dokonać pomiaru śladu wytarcia z wykorzystaniem profilografometru 3D. Bieg uznaje się za ważny, jeśli nie nastąpiło przetarcie powłoki.

### Procedura badań oporów ruchu

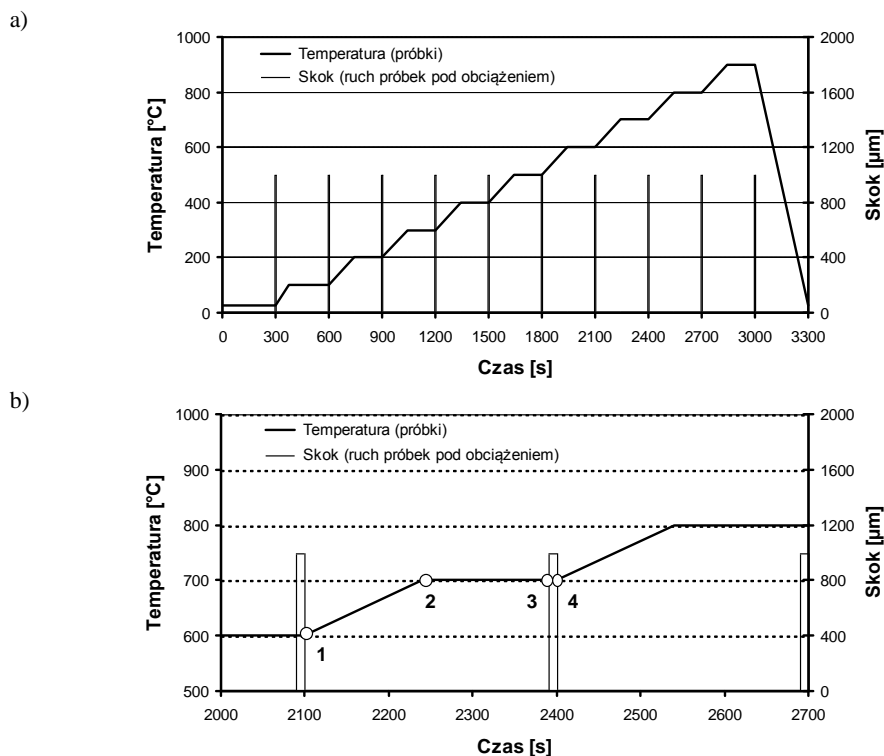
Parametry badań dla testów tarciovych zestawiono w **Tabeli 4**.

**Tabela 4. Parametry badania dla testów tarciovych**

Table 4. Test parameters for friction measurement

Parametr	Wartość
Temperatura, °C	25, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900
Prędkość narastania temperatury, °C/s	1
Czas cyklu, s	300
Obciążenie, N	20
Skok, μm	1000
Częstotliwość, Hz	10
Czas badania (pomiaru), s	10
Materiał kuli	Si <sub>3</sub> N <sub>3</sub>
Średnica kuli, mm	10
Liczba powtórzeń	min. 3

Na jednej tarczy możliwe jest przeprowadzenie jednego biegu badawczego obejmującego zakres temperatury od pokojowej do 900°C. Ze względu na to, że proces tarcia zawsze odbywał się w tym samym miejscu, czas biegu badawczego skrócono do 10 sekund. Pomiędzy biegami badawczymi stosowano nagrzewanie i stabilizację temperatury próbki. Po osiągnięciu zadanej temperatury realizowano kolejny bieg badawczy (w tym samym miejscu, lecz w wyższej temperaturze). Procedurę pomiaru współczynnika tarcia przedstawiono na **Rys. 6a**. Szczegółowy przebieg badania dla cyklu 700°C pokazano na **Rys. 6b**.



**Rys. 6. Procedura pomiaru współczynnika tarcia: a) temperatura w trakcie badania od temperatury pokojowej do 900°C, b) wybrany cykl (700°C): 1 – początek cyklu, 1–2 – nagrzewanie z 600°C do 700°C z prędkością 1°C/s, 2–4 – stabilizacja temperatury 700°C, 3–4 – 10-sekundowy bieg badawczy z pomiarem współczynnika tarcia, 4 – koniec cyklu**

**Fig. 6. The procedure of friction coefficient measurement: a) temperature during test from RT up to 900°C, b) one period (700°C): 1 – beginning of the cycle, 1–2 – heating from 600°C up to 700°C with 1°C/sec. increase rate, 2–4 – stabilization at 700°C, 3–4 – 10 second run with friction measurement, 4 – end of the cycle**

Współczynnik tarcia oblicza się jako średnią arytmetyczną wielkości maksymalnych w cyklu.

## Badania weryfikacyjne

W celu weryfikacji opracowanej metodyki badań wykonano badania odporności na zużywanie i oporów ruchu dla dwóch wybranych powłok dedykowanych do zastosowań wysokotemperaturowych.

## Materiały do badań

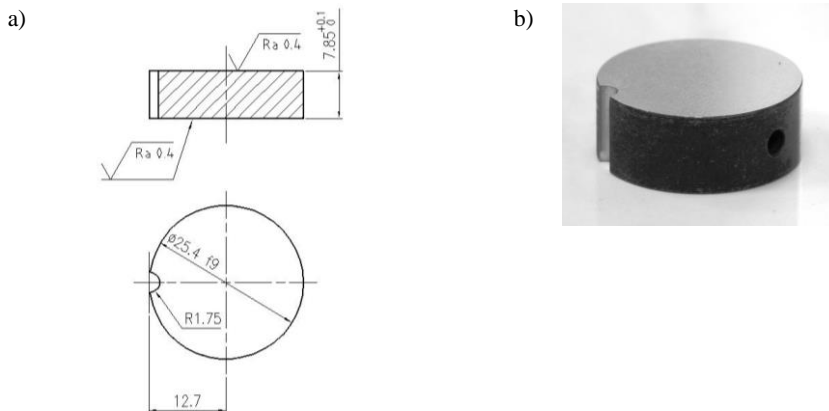
Podłoże do badań wykonano z węgla spiekane gatunku K10F o właściwościach przedstawionych w **Tabeli 5**.

**Tabela 5. Właściwości węgla spiekane K10F**

Table 5. The properties of K10F sintered carbide

Parametr	Wartość
Gatunek	K10F
Skład	91,5 %WC, 8,5% Co
Gęstość, g/cm <sup>3</sup>	14,7
Twardość, HRA	92,0
Twardość HV30	1800
Wielkość ziarna, μm	0,8

Kształt i wymiary tarcz zamieszczono na **Rys. 7**.



**Rys. 7. Próbkę (tarcza) z węgla spiekane: a) rysunek, b) fotografia**

Fig. 7. A specimen (disk) made of sintered carbide: a) a drawing, b) a photograph

Zgodnie z zaleceniami w celu uzyskania jednakowej chropowatości próbek powierzchnie tarcz poddano dwustopniowemu polerowaniu z użyciem polerki ATM Sapphire 500, stosując parametry zestawione w **Tabeli 6**.

**Tabela 6. Parametry polerowania próbek**

Table 6. The parameters used for specimen polishing

Parametr	Etap 1	Etap 2
Rodzaj dysku polerskiego	Cameo Gold	Cameo Gold
Środek smarowy	BioDiamant 6 Mpe	BioDiamant 3 Mpe
Prędkość obrotowa, obr./min	200	200
Obciążenie (na próbkę), N	15	15
Kierunek obrotów	zgodny	zgodny
Czas, s	240	240

Parametry chropowatości powierzchni uzyskane w kolejnych etapach polerowania zestawiono w **Tabeli 7**.

**Tabela 7. Parametry chropowatości tarcz po polerowaniu**

Table 7. The roughness parameters of disks after polishing

Stan powierzchni	Parametry chropowatości	
	$R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]	$R_z$ [ $\mu\text{m}$ ]
Stan po szlifowaniu	0,0318	0,2233
Polerowanie Etap 1	0,0173	0,1412
Polerowanie Etap 2	0,0028	0,0220

Do badań wytypowano handlowe powłoki: AlTiN – BALINIT® LATUMA (Powłoka A) oraz TiAlN – BALINIT® FUTURA NANO (Powłoka B) produkowane w firmie Oerlikon Balzers Coating sp. z o.o., które osadzono na polerowanych tarczach z węgla wolframu. Skład chemiczny powłok zestawiono w **Tabeli 8**, natomiast właściwości w **Tabeli 9**.

**Tabela 8. Skład chemiczny powłok wraz z odchyleniem standardowym (pomiar wykonano techniką EDS)**

Table 8. The chemical composition of coatings with standard deviation obtained (measured by EDS)

Skład chemiczny	Skład [at.%]		
	Al	Ti	N
AlTiN (A)	37,1 ± 0,3	40,1 ± 0,2	22,3 ± 0,4
TiAlN (B)	24,1 ± 0,1	55,3 ± 0,1	20,4 ± 0,4

**Tabela 9. Właściwości powłok wraz z odchyleniem standardowym (wartości katalogowe)**

Table 9. The properties of coatings with standard deviation (manufacturer information)

Parametr	Powłoka A	Powłoka B
Max. temperatura pracy, °C	1000	900
Twardość, Hv (0.05)	3000	3300
Adhezja (scratchtest), N	133±5	170±14
Grubość (kalotest), $\mu\text{m}$	1,9–2,0	1,4–1,5

Średnie wartości parametrów chropowatości tarcz po nałożeniu powłok zestawiono w **Tabeli 10**.

**Tabela 10. Chropowatość podłoża i elementów z powłokami**

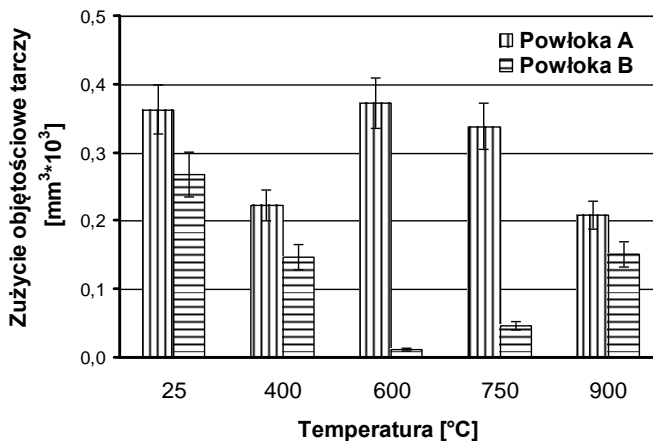
Table 10. The roughness parameters of substrate and coatings

Parametr	Bez powłoki [ $\mu\text{m}$ ]	Powłoka A [ $\mu\text{m}$ ]	Powłoka B [ $\mu\text{m}$ ]
$R_a$	0,0028	0,0643	0,0228
$R_z$	0,0247	0,7346	0,3447

Osadzenie powłok zwiększało chropowatość próbek, przy czym elementy z powłoką A wykazywały wyższą chropowatość niż elementy z powłoką B.

### Wyniki badań zużycia

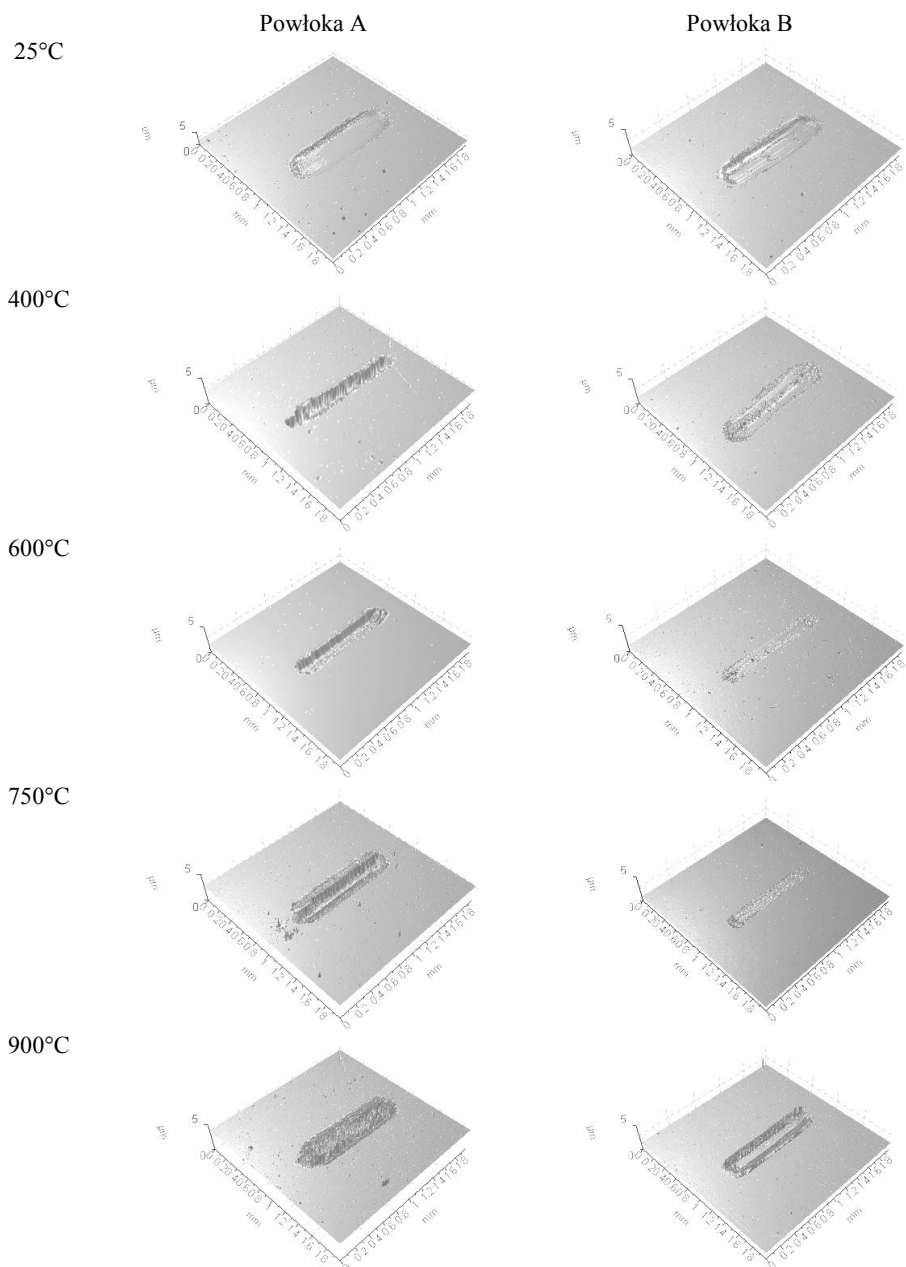
Wyniki badań zużycia skojarzeń z powłoką A i B w zależności od temperatury w ruchu oscylacyjnym przedstawiono na **Rys. 8**. Wygląd śladów wytarcia na elemencie pokrytym powłoką przedstawiono na **Rys. 9**. Natomiast wyniki pomiarów maksymalnej głębokości zużycia wykonane z zastosowaniem profilografu optycznego (interferometru) zestawiono w **Tabeli 11**.



**Rys. 8. Wyniki pomiarów zużycia objętościowego tarczy**

Fig. 8. Results of disk volumetric wear

Opracowana metoda pozwoliła na precyzyjne znalezienie różnic pomiędzy charakterystykami zużyciowymi skojarzeń z powłoką A i B. Pomimo że obie powłoki są dedykowane zastosowaniu w wysokiej temperaturze, ich charakterystyki zużyciowe są różne w zależności od temperatury. Dla powłoki A zużycie w 600°C i 750°C było zbliżone do zużycia w temperaturze pokojowej (25°C).



**Rys. 9. Obrazy 3D śladów zużycia na tarczach z powłokami**

Fig. 9. 3D images from wear scars on the coated disks

Minimum zużycia odnotowano dla 400°C i 900°C. Jednakże wynik uzyskany dla temperatury 900°C należałoby odrzucić, gdyż powłoka w trakcie

badania uległa całkowitemu przetarciu – maksymalna głębokość zużycia zmierzona profilografem przekroczyła 3  $\mu\text{m}$ , czyli znacząco przekroczona została grubość powłoki.

W temperaturze pokojowej zużycie skojarzenia z powłoką B było jedynie nieznacznie mniejsze niż skojarzenia z powłoką A. Badania z wykorzystaniem opracowanej metody pozwoliły na znalezienie różnic pomiędzy tymi skojarzeniami w temperaturze 600°C i 750°C. Odmiennie niż dla skojarzenia z powłoką A, dla skojarzenia z powłoką B w temperaturze 600°C i 750°C uzyskano zużycie objętościowe kilkukrotnie niższe niż w temperaturze pokojowej (25°C). W całym zakresie temperatur maksymalna głębokość zużycia nie przekraczała grubości powłoki.

**Tabela 11. Maksymalna głębokość wytarcia na tarczach z powłokami**

Table 11. The maximum wear depth on the coated disks

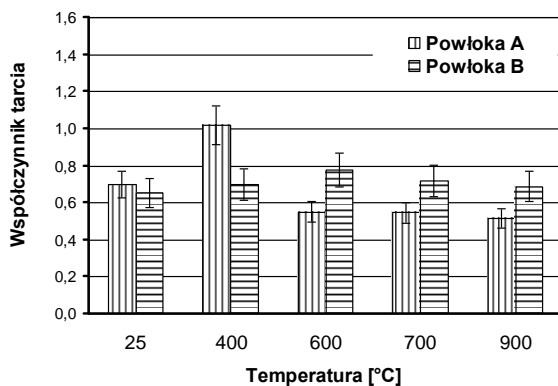
Temperatura [°C]	Powłoka A [ $\mu\text{m}$ ]	Przedział ufności [ $\pm$ ]	Powłoka B [ $\mu\text{m}$ ]	Przedział ufności [ $\pm$ ]
RT	1,615	0,889	1,115	1,566
400	2,239	1,043	1,630	0,476
600	2,246	1,268	1,464	0,329
750	2,241	1,346	1,092	2,329
900	3,138	3,279	1,500	0,208

Wybrane warunki badań są kompromisem pomiędzy uzyskaniem mierzalnego dużego zużycia (z dobrą powtarzalnością) a przetarciem powłoki. Dla przyjętych parametrów dla powłoki A maksymalna głębokość śladu zużycia przekraczała nieznacznie grubość, jednak obserwacje mikroskopowe wskazały, że przetarcie następuje jedynie na niewielkiej części śladu tarcia, co uznano za dopuszczalne. Natomiast dla powłoki B nie stwierdzono przetarcia w całym zakresie temperatury badania. Zwiększenie wartości parametrów badania (czasu, częstotliwości, obciążenia) powodowałoby przetarcie powłoki w każdym biegu badawczym, a więc jego dyskwalifikację. Natomiast zmniejszenie wartości parametrów badania powodowałoby uzyskiwanie niemierzalnego zużycia.

Podsumowując, można stwierdzić, że wyniki badań weryfikacyjnych dowiodły słuszności przyjętej metody badawczej do oceny odporności na zużycie elementów pokrytych powłokami przeznaczonych do pracy w wysokiej temperaturze.

### Wyniki badań testów tarciovych

Wyniki badań współczynnika tarcia dla skojarzeń z powłoką A i B w zależności od temperatury w ruchu oscylacyjnym przedstawiono na **Rys. 10**.



**Rys. 10. Wyniki pomiarów współczynnika tarcia w różnych temperaturach**

Fig. 10. Results of friction coefficient in different temperatures

W temperaturze pokojowej współczynniki tarcia skojarzeń z powłoką A i B nie różnią się istotnie. Dopiero dla temperatury badania 400°C i wyższej współczynnik tarcia skojarzenia z powłoką A jest wyższy niż dla skojarzenia z powłoką B. Uzyskany wynik pokazał, że z wykorzystaniem opracowanej metodyki można dokonać precyzyjnego pomiaru współczynnika w całym zakresie temperatury od pokojowej do 900°C. Metoda ma kilka istotnych zalet: jest dobrze powtarzalna, gdyż uzyskane wyniki charakteryzują się niskim rozrzutem (poniżej 10%), jest także szybka i tania. Dla całego cyklu pomiarowego trwającego około trzech godzin potrzebne są minimum 3 zestawy próbek.

Podsumowując, można stwierdzić, że wyniki badań weryfikacyjnych dowiodły słuszności przyjętej metody badawczej do pomiaru współczynnika tarcia skojarzeń z elementami pokrytymi powłokami przeznaczonymi do pracy w wysokiej temperaturze.

## PODSUMOWANIE

W artykule przedstawiono autorską metodę badania wysokotemperaturowych charakterystyk tribologicznych skojarzeń z powłokami przeciwzużyciowymi pracującymi w ruchu oscylacyjnym o dużej częstotliwości. Metoda realizowana jest z użyciem rozpowszechnionego na świecie stanowiska SRV. Charakteryzuje się niskim rozrzutem wyników badań oraz tanim kosztem przygotowania elementów testowych. Wyniki badań weryfikacyjnych dowiodły słuszności przyjętej metody badawczej do oceny odporności na zużywanie i współczynnika tarcia skojarzeń z elementami pokrytymi powłokami przeznaczonymi do pracy w wysokiej temperaturze. Opracowana metodyka zastosowana została w Zakładzie Tribologii ITeE – PIB do badania charakterystyk tribologicznych elementów pracujących w ruchu oscylacyjnym w wysokiej temperaturze [L. 18–20].



Temat pomiaru charakterystyk tribologicznych skojarzeń z powłokami nie został całkowicie wyczerpany. Ważnym aspektem, niezawartym w pracy, jest wyjaśnienie mechanizmów zaobserwowanych zmian charakterystyk tribologicznych w oparciu o wyniki spektralne ze śladów zużycia, co będzie przedmiotem kolejnych artykułów.

## PODZIĘKOWANIA

Autorzy składają podziękowania Panu inż. Andrzejowi Batorowi za wykonanie analiz powierzchni oraz Panu Carlosowi Sánchez Villarreal z Uniwersytetu z Monterrey za pomoc w badaniach tribologicznych.

## LITERATURA

1. Ouyang J.H., Sasaki S.: Tribological characteristics of low-pressure plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coating from room temperature to  $800^\circ\text{C}$ . *Tribology International* 38 (2005), 49–57.
2. Wu Y., Tsui W., Liu T.: Experimental analysis of tribological properties of lubricating oils with nanoparticle additives. *Wear* 262 (2007), 819–825.
3. Ouyang J.H., Sasaki S.: Microstructure and tribological characteristics of  $\text{ZrO}_2$ – $\text{Y}_2\text{O}_3$  ceramic coatings deposited by laser-assisted plasma hybrid spraying. *Tribology International* 35 (2002), 255–264.
4. Hardell J., Kassfeldt E., Prakash B.: Friction and wear behaviour of high strength boron steel at elevated temperatures of up to  $800^\circ\text{C}$ . *Wear* 264 (2008), 788–799.
5. Hardell J., Prakash B.: High-temperature friction and wear behaviour of different tool steels during sliding against Al–Si-coated high-strength steel. *Tribology International* 41 (2008), 663–671.
6. Ouyang J.H., Li Y.F., Wang Y.M., Zhou Y., Murakami T., Sasaki S.: Microstructure and tribological properties of  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$  matrix composites doped with different solid lubricants from room temperature to  $800^\circ\text{C}$ . *Wear* 267 (2009), 1353–1360.
7. Scheerer H., Berger C.: Wear Mechanisms of (Cr,Al,Y)N PVD Coatings at Elevated Temperatures. *Plasma Process and Polymers* 6 (2009), 157–161.
8. Pawlus P., Michalczewski R., Lenart A., Dzierwa A.: The effect of random surface topography height on fretting in dry gross slip conditions. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology* 12, 228 (2014), 1374–1391.
9. Ouyang J.H., Sasaki S., Murakami T., Umeda K.: Spark-plasma-sintered  $\text{ZrO}_2$ – $\text{Y}_2\text{O}_3$   $\text{BaCrO}_4$  self-lubricating composites for high temperature tribological applications. *Ceramics International* 31 (2005), 543–553.
10. Scheerer H., Hoche H., Broszeit E., Berger C.: Tribological properties of sputtered CrN coatings under dry sliding oscillation motion at elevated temperatures. *Surface and Coatings Technology* 142–144 (2001), 1017–1022.
11. <http://www.optimol-instruments.de>

12. Pietrzak K., Chmielewski M., Piekoszewski W., Michalczewski R., Mańkowska-Snopczyńska A.: Powłoki WC-a:C i MoS<sub>2</sub> (Ti, W) na stopie Inconel 600 przeznaczony do pracy w łożyskach foliowych. *Materiały Elektroniczne (Electronic Materials)* 1, 42 (2014), 13–23.
13. Chmielewski M., Dutkiewicz J., Mańkowska-Snopczyńska A., Michalczewski R., Pietrzak K.: Właściwości tribologiczne kompozytów Cu-C zawierających grafen, nanorurki i nanoproszek grafitu. *Tribologia* 5, 257 (2014), 45–57.
14. Michalak M., Michalczewski M., Szczerek M.: Wysokotemperaturowe charakterystyki tribologiczne elementów z powłoką AlTiN i TiAlN. *Inżynieria Materiałowa*. 6, 202 (2014), 527–530.
15. Michalczewski R., Piekoszewski W., Szczerek M., Tuszyński W.: A method for tribological testing of thin hard coatings. *Tribotest Journal* 9 (2002), 117–130.
16. Huq M.Z., Celis J.P., Reproducibility of friction and wear results in ball-on-disc unidirectional sliding tests of TiN-alumina pairings, *Wear* 212, (1997), 151–159.
17. Santner E., Klaffke D., Kocker G.M.: Comprehensive tribological characterization of thin TiN based coatings, *Wear* 190 (1995), 204–211.
18. Szczerek M., Michalczewski R., Sánchez Villarreal C., Michalak M.: Tribological Characterisation and Wear Mechanisms of PVD Coatings Designed for High Temperature Applications. *Materiały Międzynarodowej Konferencji Asiatrib 2014 w Agra, Indie. 2014* (materiał opublikowany w postaci elektronicznej, nr art. TSI914659).
19. Michalak M., Michalczewski R., Szczerek M., Demófilo Maldonado Cortés, Carlos Sánchez Villarreal: Tribological Characteristics of PVD Coatings Designed for Applications at High Temperatures. *Materiały Międzynarodowej Konferencji „23rd International Baltic Conference on Materials Engineering 2014” 23–24.10.2014. Litwa, Kowno, s. 10.*
20. Carlos Sánchez Villarreal: Friction and wear resistance of PVD coated parts at high temperature (praca inżynierska. Promotor: R. Michalczewski) Uniwersytet w Monterrey (Monterrey, Meksyk) – ITeE – PIB (Radom, Polska), 2013.

## Summary

**The development of new types of coatings are realised by many scientific and technological centres in many countries. To evaluate the new solutions, researchers use various methods and various tribotesters. Consequently, the results obtained are incomparable. A barrier to the development of new technologies, especially surface modifications dedicated to work at high temperatures, is a lack of tribological test methods recognized worldwide.**

**This paper presents a method for tribological evaluation of tribosystems with PVD/CVD coated elements, in oscillatory motion and at high temperatures (up to 900°C). The method is realised by using SRV Optimol Instruments Prüftechnik GmbH (Germany).**

**The realised verification tests proved the correctness of the developed methodology.**