

**Edyta OSUCH-SŁOMKA\***

## **MECHANIZMY ZUŻYWANIA ŚCIERNEGO CIENKICH POWŁOK PVD METODĄ BALL- -CRATERING**

### **ABRASIVE WEAR MECHANISMS OF THIN PVD COATINGS AFTER BALL-CRATERING TESTS**

#### **Słowa kluczowe:**

metoda ball-cratering, powłoka przeciwzużyciowa, mechanizmy zużycia ściernego

#### **Key words:**

ball-cratering method, antiwear coating, abrasive wear mechanisms

#### **Streszczenie**

W artykule przedstawiono mechanizmy zużycia wybranych cienkich powłok PVD, zaobserwowane po badaniach zużyciowych metodą ball-cratering. Warunki pracy węzła tarcia, przy których wykonano badania tribologiczne opracowano na podstawie eksperymentów optymalizacyjnych opisanych w pracach [L. 1–5]. Celem artykułu jest analiza powierzchni granicznej powłoka–podłoże. Obserwowany obszar znajduje się na powierzchni śladu zużycia – krateru, jest

---

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

to miejsce wyjścia kuli ze śladu, zgodnie z kierunkiem wybierania powłoki. Badaną powierzchnię obserwowano z użyciem technik mikroskopowych: elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM), mikroskopu interferometrycznego (WLI) i mikroskopu sił atomowych (AFM). Założeniem autora było przedstawienie powtarzalnego charakteru mechanizmu zużywania cienkich powłok PVD metodą ball-cratering, ponieważ wpływa on na otrzymywanie powtarzalnych śladów zużycia, dzięki którym uzyskujemy powtarzalną wartość współczynnika szybkości zużywania dla danej powłoki ( $Kc$ ) [L. 1–2, 11–12].

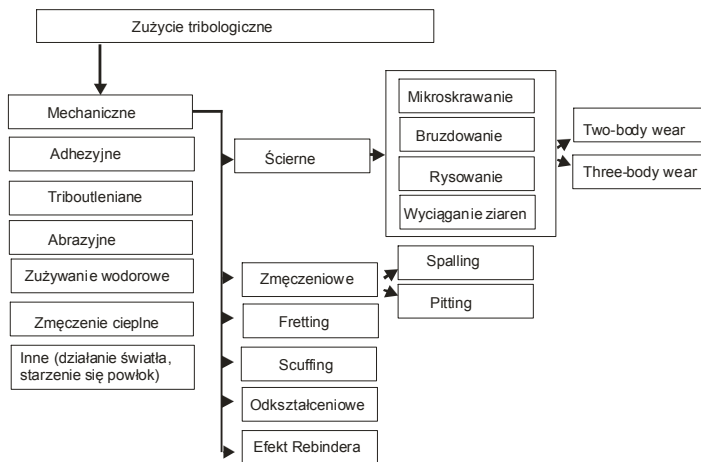
## WPROWADZENIE

Różnorodność form zużycia materiałów inżynierskich wymaga wykonywania szeroko zakrojonych prac badawczych w obrębie powstałych uszkodzeń. Najczęściej badane są mechanizmy tribologiczne wywoływane procesami tarcia, ponieważ stanowią one około 80% ogółu wszystkich przypadków zużycia i uszkodzenia. Zużycie powierzchni ciała stałego odnosi się przede wszystkim do procesu eksploatacji maszyn i urządzeń, co w skrajnych przypadkach prowadzi do wymiany uszkodzonego elementu. Projektując poszczególne zespoły maszyn i całe urządzenia, należy zwracać uwagę na odporność pracujących elementów na uszkodzenia zarówno tribologiczne (mechaniczne, zmęczeniowe, adhezyjne i inne), jak i nietribologiczne (korozja, dyfuzja, kawitacja i inne).

Zużyciem jest uszkodzenie powierzchni ciała stałego polegające na stopniowej utracie materiału z warstwy wierzchniej spowodowanej jej współdziałaniem (m.in. ruchem) lub reakcją chemiczną z innym elementem lub ośrodkiem będącym z nim w kontakcie. Podczas zużycia następuje, w długim czasie, stopniowe zmniejszanie się masy i zmiana wymiarów przedmiotu. Proces ten występuje podczas kontaktu powierzchni z metalami, niemetalami, przepływającymi cieczami, cząstkami stałymi lub kroplami cieczy w przepływającym gazie. Zużywaniem określa się proces zmian w warstwie wierzchniej ciała stałego, czego skutkiem jest zużycie mierzone objętościowo, powierzchniowo, liniowo lub masowo [L. 6]. Przyjmując jako kryterium przyczyny, wyróżnia się zużycie tribologiczne i nietribologiczne. Na **Rysunku 1** przedstawiono najważniejsze mechanizmy i warunki zużycia, jakie występują w przypadku materiałów inżynierskich i ich powierzchni dla zużycia tribologicznego [L. 6, 8].

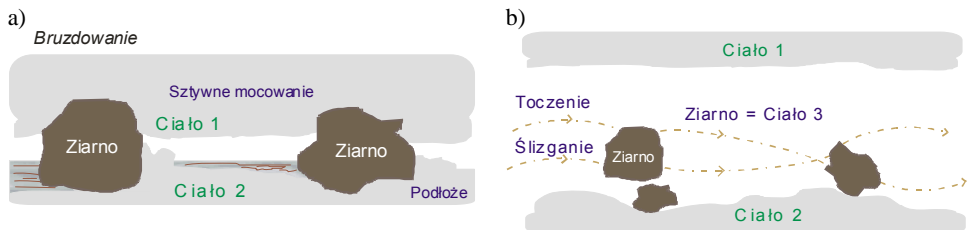
Ścieranie jest najpowszechniejszym rodzajem zużywania. Występuje zawsze tam, gdzie luźne ścierniwo przesuwa się względem powierzchni ciała stałego. Podstawowymi mechanizmami występującymi przy zużywaniu ściernym są: mikroskrawanie, bruzdowanie, rysowanie i wyciąganie ziaren. Bruzdowanie i mikroskrawanie zazwyczaj występują jednocześnie, co wpływa na intensywność zużywania ściernego [L. 6, 8]. Podczas zużywania ściernego (**Rys. 2**) wyodrębniono [L. 8, 10] dwie formy zużywania: *two-body abrasive wear* 'grooving wear regime' – zużywanie ściernie dwóch ciał z charakterystycznym wy-

stępowaniem mechanizmu brzdowania i *three-body abrasive wear* 'rolling wear regime' – zużywanie ściernie w obecności trzech ciał, charakterystyczne dla ruchu tocznego przy użyciu luźnego ścierniwa. Zużywanie ściernie w obecności dwóch ciał występuje w przypadku, kiedy materiał osnowy wchodzi w bezpośredni kontakt z materiałem obrabianym, natomiast zużywanie ściernie w obecności trzech ciał zachodzi wówczas, gdy materiał osnowy zużywa się poprzez kontakt z nieumocowanymi cząstkami materiału obrabianego przemieszczającymi się pomiędzy obrabianym materiałem i osnową.



**Rys. 1. Mechanizmy i warunki zużycia, jakie występują dla zużycia tribologicznego [L. 6, 8]**

Fig. 1. Wear mechanisms and conditions that exist for tribological wear [L. 6, 8]



**Rys. 2. Formy zużycia ściernego: a) two-body abrasive wear, b) three-body abrasive wear [L. 8]**

Fig. 2. Two and three-body modes of abrasive wear [L. 8]

Tarciowe badania powłok przeciwzużyciowych realizowane są z użyciem różnorodnych urządzeń tribologicznych. Najczęściej wykorzystywanym do tego celu skojarzeniem testowym jest układ kula–tarcza, w którym badana powłoka nanoszona jest na powierzchnię tarczy, a ściierającą powłokę kula wykonana

jest ze stali (100Cr6) lub ceramiki ( $Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$ ). Tarcie odbywa się w ruchu ślizgowym, w którym nieruchoma przeciwpróbka (kulka) dociskana jest do obracającej się tarczy. Metoda ta umożliwia badania przede wszystkim odporności na zużywanie ściernie, które jest najczęstszą przyczyną zużywania trących elementów maszyn (ok. 60% przypadków) i główną przyczyną zużywania narzędzi skrawających (90%). Ten sposób badania odporności na zużycie charakteryzuje bardzo duży rozrzut wyników. Wynika to z tego, że właściwości tribologiczne – odporność na zużywanie i opory ruchu przy tarcu – nie są cechą materiałów elementów tworzących węzeł tarcia, lecz właściwością całego systemu tribologicznego i zależą od obciążenia, prędkości poślizgu, stanu powierzchni, medium otaczającego, temperatury, drgań, a w przypadku tarcia suchego w dużym stopniu od wilgotności powietrza. W związku z powyższym ulepszeniu metody badań tribologicznych powłok przeciwzużyciowych służyło wiele inicjatyw badawczych.

Intensywny rozwój technologii nakładania powłok (wielowarstwowych, wieloskładnikowych, hybrydowych itp.) wymaga odpowiedniego narzędzia umożliwiającego szybką ocenę ich jakości. Naprzeciw temu wychodzi metoda testowania, w której dla wzmocnienia efektu destrukcji tarciowej wykorzystywane jest luźne, twarde ścierniwo, podawane do strefy tarcia – jest to metoda ball-cratering.

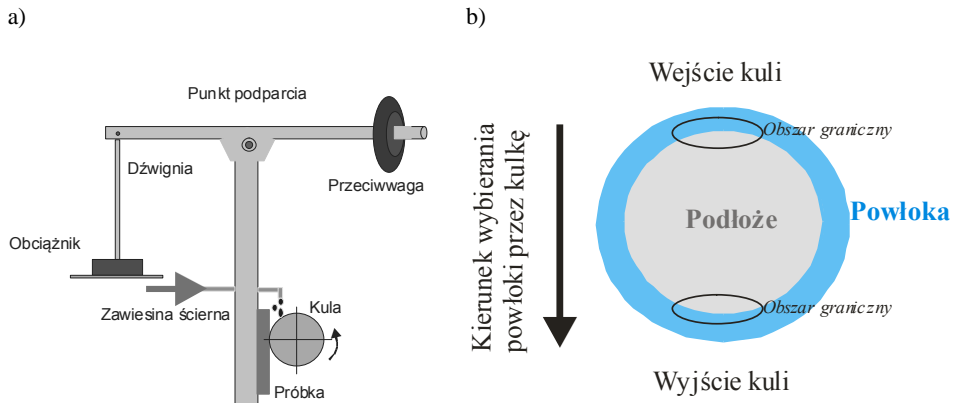
Badanie odporności powłok na zużywanie ściernie jest istotne, gdyż ten rodzaj zużycia występuje w większości przypadków poruszających się względem siebie, współpracujących elementów części maszyn.

## MATERIAŁY DO BADAŃ

Badania przeprowadzono na stanowisku badawczym T-20<sup>1</sup> (**Rys. 3a**) metodą ball-cratering. Metoda ball-cratering służy do badania odporności na zużycie ściernie powłok i materiałów konstrukcyjnych. Jej zastosowanie wymaga dobadania do badanego rodzaju powłoki (materiału) wartości parametrów (obciążenia, prędkości obrotowej i co najmniej 4 dróg tarcia). Zgodnie z wymaganiami jej autorów [**L. 1–5**] warunkiem skuteczności metody są odpowiednio „okrągłe” kraterki śladów zużycia – błąd względny zmierzonych średnic nie powinien przekraczać 10%. Pomiaru średnic śladów wytarcia w kształcie kraterów dokonano z użyciem optycznego mikroskopu pomiarowego Nikon MM-40 (**Rys. 3b**).

---

<sup>1</sup> <http://www.itee.radom.pl/oferta/aparatura.htm>.



**Rys. 3.** a) schemat zestawu badawczego do badania zużycia ściernego powłok [L. 2], b) ślad zużycia

**Fig. 3.** a) schematic layout illustrating the geometry of the micro-abrasion apparatus [L. 2], b) wear scar

Badaniu poddano próbki w postaci płytki o średnicy 25,4 mm i grubości 10 mm wykonane ze stali WCLV (DIN X40CrMoV5-1, ASTM H13) o twardości 55 HRC. Na płytce naniesiono powłoki PVD o właściwościach podanych w Tabeli 1.

**Tabela 1.** Właściwości osadzonej powłoki PVD

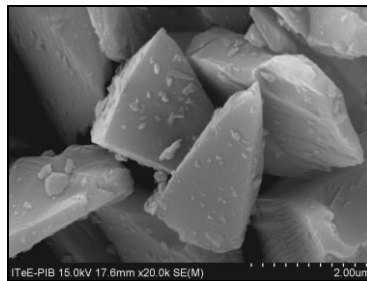
Table 1. Properties of the PVD coating

Powłoka PVD	Grubość całkowita	Chropowatość	Twardość Vickersa	Twardość indentacyjna	Obciążenie max.	Moduł Younga	Utrata kohezji	Całkowita utrata adhezji
	g [ $\mu\text{m}$ ]	$R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]	HV	HIT [GPa]	$F_{\text{max}}$ [mN]	E [GPa]	$L_{c2}$ [N]	$L_{c3}$ [N]
CrN	3,2	0,37	1720 $\pm$ 146	18,5 $\pm$ 1,5	16,0	300 $\pm$ 35	32	64
AlTiN	2,2	0,14	3200 $\pm$ 100	32,8 $\pm$ 1,2	35,0	440 $\pm$ 10	30	60

Pomiary chropowatości powierzchni osadzonych powłok przeprowadzono na profilografie Taylor Hobson. Badania adhezji powłok wykonano metodą zarysowania wgłębnikiem Rockwella typ C na Scratch-Testerze REVETEST CSEM z zastosowaniem progresywnie wzrastającego obciążenia do 100 N ze stałą szybkością narastania obciążenia 10 N/mm. Wartości sił wywołujących charakterystyczne mechanizmy zniszczenia powłoki określono na podstawie mikroskopowych obserwacji uszkodzeń powłoki w obszarze zarysowań. Pomiar twardości i modułu Younga wykonano na nanotwardościomierzu Nano-

Hardness Tester CSEM wyposażonym we wgłębnik Berkovich'a, stosując zagłębienie wgłębnika nieprzekraczające 10% grubości powłoki.

W badaniach tribologicznych przeciwpróbkę stanowiła kulka łożyskowa o średnicy 25,4 mm wykonana ze stali 100Cr6 (ASTM 52100, firma Dejay Distribution Limited, Wielka Brytania) o twardości 58,6 HRC i chropowatości powierzchni  $R_a = 0,177 \mu\text{m}$ . We wszystkich przeprowadzonych badaniach ścierniwo stanowił proszek SiC (SiC/F1200-C6 wyprodukowany w Washington Mills Abrasive, Manchester, Wielka Brytania) o średniej wielkości cząstek nieprzekraczającej  $4,0 \mu\text{m}$  (**Rys. 4**) i wartości twardości ok. 3000 HV [**L. 8, 9**]. Do badań wykorzystano 20% roztwór SiC i wody destylowanej.



**Rys. 4.** Kształt cząstek ściernych SiC

Fig. 4. Morphology of the abrasive particles employed SiC

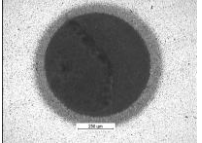
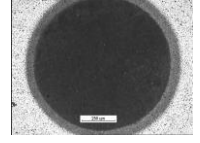
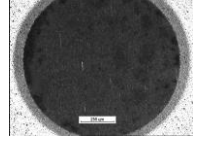
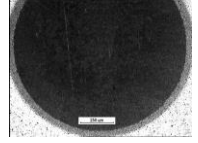
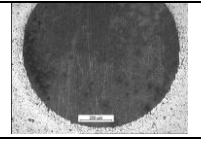
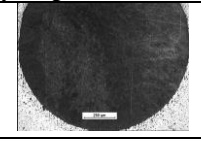
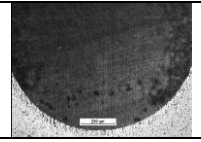
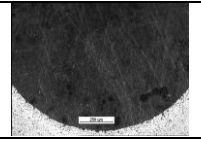
## BADANIA EKSPERYMENTALNE

W **Tabeli 2** przedstawiono ślady zużycia otrzymane dla cienkich powłok przeciwzużyciowych: CrN i AlTiN, po biegach tribologicznych przeprowadzonych metodą ball-cratering [**L. 1, 2**]. Ślady charakteryzują się okrągłym kształtem i porównywalną grubością pierścienia. Badania wykonano przy czterech długościach drogi tarcia, co było niezbędne do wyznaczenia końcowego parametru badań, czyli współczynnika zużywania ściernego ( $K_c$ ) badanych powłok PVD. Współczynnik  $K_c$  dla powłoki AlTiN wynosi  $2,1 [10^{-13} \text{m}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}]$ , natomiast dla CrN jest dziesięciokrotnie wyższy i wynosi  $21,0 [10^{-13} \text{m}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}]$ , co oznacza znacznie mniejszą odporność powłoki CrN na ścieranie [**L. 1–2, 12**].

W rezultacie przeprowadzonych badań mikroskopowych przedstawiono miejsca przetarcia na granicy układu: powłoka–podłoże, powstałe w wyniku przetarcia po przeprowadzonych badaniach zużyciowych metodą ball-cratering, zgodnie z kierunkiem wybierania powłoki przez kulę (**Rys. 3b**). Wybrany obszar badań wyjścia kulki ma identyczny charakter zużycia jak obszar graniczny wejścia kulki. Celem obserwacji było zaprezentowanie mechanizmów

**Tabela 2. Optyczne obrazy kraterów otrzymane po przeprowadzonych badaniach zużyciowych**

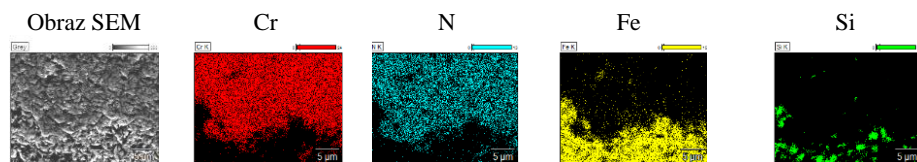
Table 2. Optical images of the crater after tribological tests

Powłoka PVD	Parametry pracy			
	Obciążenie: 0,2 [N], prędkość obrotowa: 150 [obr./min], cztery drogi tarcia: 12 [m], 40 [m], 68 [m], 98 [m]			
CrN				
AlTiN	Obciążenie: 0,6 [N], prędkość obrotowa: 80 [obr./min], cztery drogi tarcia: 54 [m], 72 [m], 90 [m], 108 [m]			
				

zużywania występujących na analizowanym obszarze granicznym [L. 10]. W Tabeli 3 i 4 przedstawiono obrazy wykonane za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego. Porównano powierzchnie krateru na granicy przetrarcia powłoki przy wyznaczonych optymalnych wartościach parametrów pracy [L. 1–5]. W Tabeli 3 przedstawiono zdjęcia wykonane metodą SEM z powierzchni  $120\ \mu\text{m} \times 120\ \mu\text{m}$  przy powiększeniu  $1000\times$ , natomiast w Tabeli 4 zdjęcia SEM wykonano z powierzchni  $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$ , stosując powiększenie  $4000\times$ . Po przeprowadzonych biegach tribologicznych zaobserwowano znaczącą różnicę ścierania powłoki CrN i AlTiN. W każdym z przeprowadzonych biegów obu powłok formy zużycia były powtarzalne. Dla powłoki CrN zaobserwowano występowanie formy zużycia – toczenie (*three-body abrasive wear*), natomiast dla powłoki AlTiN – bruzdowanie (*two-body abrasive wear*). Zróżnicowany charakter zużycia ściernego, zdaniem autora, uwarunkowany jest zróżnicowaną twardością badanych powłok względem użytego ścierniwa, którego twardość szacuje się na ok. 3000 HV. Powłoka CrN jest stosunkowo miękka, o twardości 1700–1800 HV, w porównaniu z powłoką AlTiN o twardości 3200–3300 HV (Tab. 1). Kolejna z przyczyn występowania zróżnicowanych form zużycia ściernego uwarunkowana jest wartościami zastosowanych obciążeń węzła tarcia. Dla powłoki CrN obciążenie wynosiło 0,2 N, natomiast dla powłoki AlTiN 0,6 N [L. 12]. Niska wartość zastosowanego obciążenia umożliwiła swobodne poruszanie się ziaren ścierniwa SiC między dwoma ciałami, efektem czego było powstanie formy zużycia – toczenie (*three-body abrasive wear*). Przy trzykrotnie większym obciążeniu dystans między dwoma ciałami zmniejszył się, tym samym uniemożliwiając swobodne poruszanie się

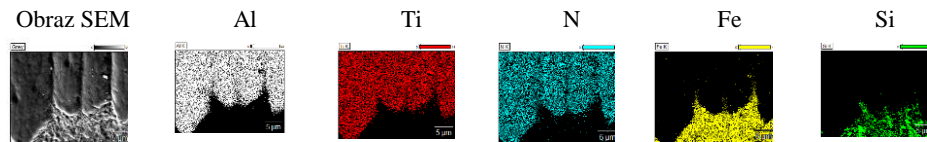
cząstek ścierniwa w węzle tarcia, co zainicjowało powstanie formy zużycia – bruzdowanie (*two-body abrasive wear*).

Na **Rysunku 5** przedstawiono rozkład pierwiastkowy dla powłoki CrN na powierzchni obszaru granicznego, po badaniach zużyciowych, dla przykładowej drogi wynoszącej 12 m (z czterech badanych). Natomiast na **Rysunku 6** przedstawiono rozkład pierwiastkowy dla powłoki AlTiN, również przykładowej drogi wynoszącej 54 m. Celem analizy EDS było przedstawienie rozkładu pierwiastków na granicy układu powłoka–podłoże tworzących mapy rozmieszczenia występującego danego pierwiastka. Obszary, na których wyznaczono żelazo, pierwiastek będący bazą podłoża nie wyznaczono pierwiastków pochodzących z badanych powłok PVD. Krzem pochodzi ze ścierniwa SiC, które zastosowano w celu zwiększenia szybkości przetarcia powłoki.



**Rys. 5.** Obrazy SEM i mapy powierzchniowego rozkładu pierwiastków dla powłoki CrN przy parametrach: droga 12 m, obciążenie 0,2 N i prędkość obrotowa 150 obr./min

Fig. 5. SEM image and maps of elements for CrN coating for parameters: 12 m, 0.2 N and 150 rpm



**Rys. 6.** Obrazy SEM i mapy powierzchniowego rozkładu pierwiastków dla powłoki AlTiN przy parametrach: droga 54 m, obciążenie 0,6 N i prędkość obrotowa 80 obr./min

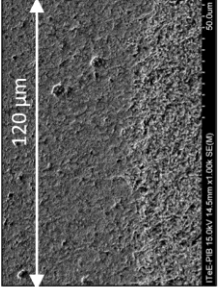
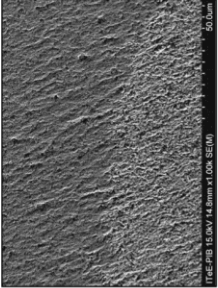
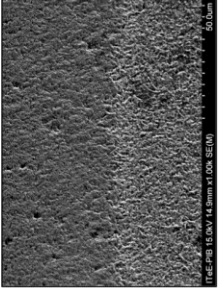
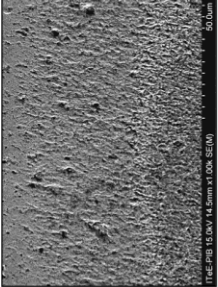
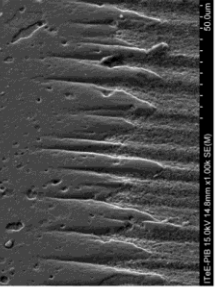
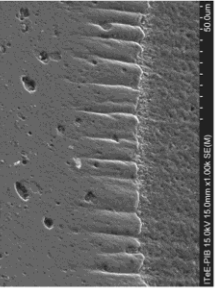
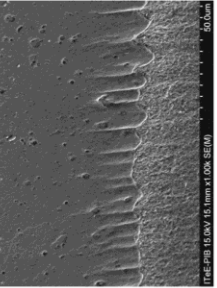
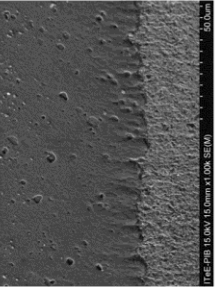
Fig. 6. SEM image and maps of elements for AlTiN coating for parameters: 54 m, 0.6 N and 80 rpm

W **Tabeli 5** przedstawiono zdjęcia wykonane z użyciem mikroskopu interferometrycznego z powierzchni  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ . Obserwowane obrazy przedstawiają identyczne mechanizmy zużycia jak te przedstawione w **Tabelach 4 i 5**.

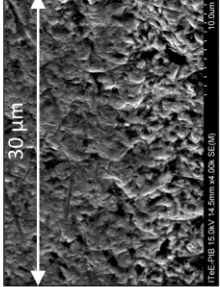
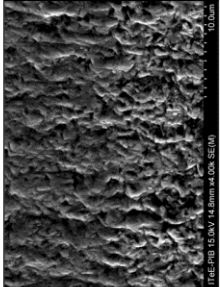
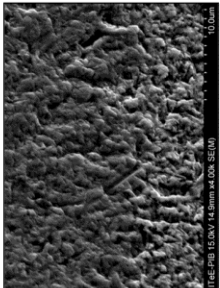
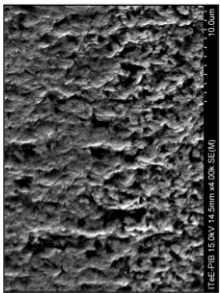
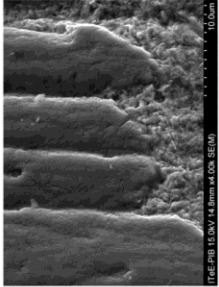
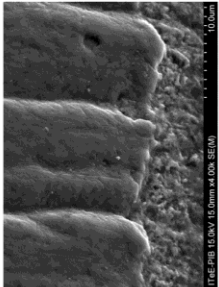
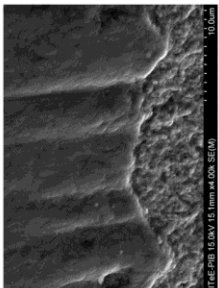
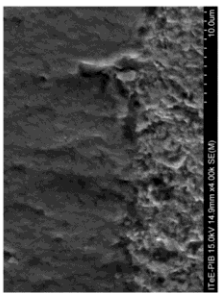
**Tabela 6** przedstawia zdjęcia wykonane przy użyciu mikroskopu sił atomowych z powierzchni  $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ . Dla AlTiN zaobserwowano różnicę poziomów między obszarem przetarcia a powłoką PVD wynosząca od  $2,9\ \mu\text{m}$  dla drogi pierwszej i drugiej do  $4,2\ \mu\text{m}$  dla drogi trzeciej i  $5,5\ \mu\text{m}$  dla drogi czwartej. W przypadku powłoki CrN różnica wynosiła od  $1,15\ \mu\text{m}$  do  $1,8\ \mu\text{m}$ , wynikiem czego widoczne są łagodne przejścia między badanymi obszarami.



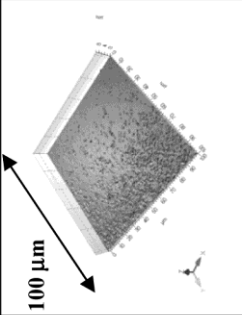
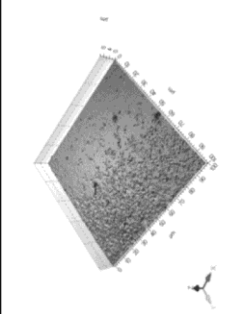
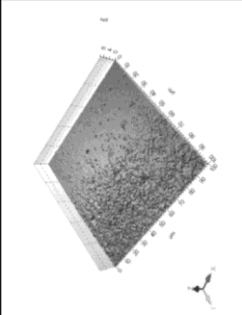
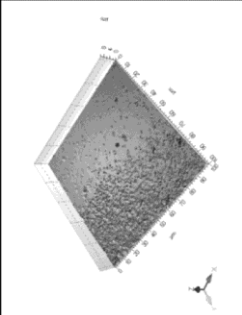
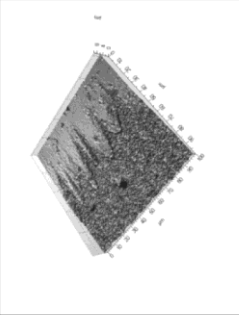
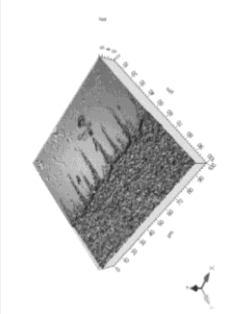
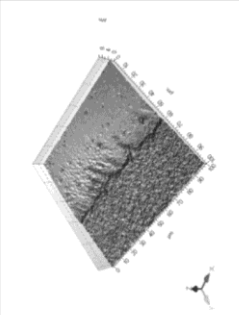
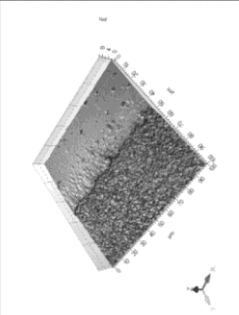
**Tabela 3. Obszar graniczny między powłoką a podłożem wykonany z użyciem SEM przy powiększeniu 1000×**  
**Table 3. SEM images for border area between the coating and the substrate (magnification 1000×)**

Powłoka PVD	Droga 1	Droga 2	Droga 3	Droga 4
CrN				
AlTiN				

**Tabela 4. Obszar graniczny między powłoką a podłożem wykonany z użyciem SEM przy powiększeniu 4000×**  
**Table 4. SEM images for border area between the coating and the substrate (magnification 4000×)**

Powłoka PVD	Droga 1	Droga 2	Droga 3	Droga 4
CrN				
AlTiN				

**Tabela 5. Obszar graniczny między powłoką a podłożem wykonany z użyciem mikroskopu interferometrycznego**  
 Table 5. Interferometry images for border area between the coating and the substrate

Powłoka PVD	Droga 1	Droga 2	Droga 3	Droga 4
CrN				
AlTiN				



## PODSUMOWANIE

Analizując wyniki badań, stwierdzono, że:

- Metoda ball-cratering pozwoliła na uzyskanie, w czasie całego badania zużyciowego, powtarzalnego mechanizmu zużywania wybranych cienkich powłok PVD: CrN i AlTiN.
- W przypadku powłoki CrN zaobserwowano zużywanie charakterystyczne dla toczenia się ziaren po badanej powierzchni ‘*rolling wear regime*’, co odpowiada formie zużycia *three-body abrasive wear*, natomiast w przypadku powłoki AlTiN zużywanie nastąpiło wyniku tworzenia się wyżłobień i bruzd ‘*grooving wear regime*’, formy zużycia charakterystycznej dla *two-body abrasive wear*.

## LITERATURA

1. Osuch-Słomka E.: Badanie zużywania ściernego powłok przeciwzużyciowych metodą ball-cratering. Tribologia nr 2/2012 (242), s. 59–68.
2. Osuch-Słomka E., Ruta R., Słomka Zb.: The use of a modern method of designing experiments in ball-cratering abrasive wear testing. Proc. IMechE. Part J: Journal of Engineering Tribology, vol. 227/2013, p. 1177–1187.
3. Osuch-Słomka E., Ruta R., Słomka Zb.: Application of response surface methodology in ball-cratering abrasive wear testing. Proc. IMechE. Part J: Journal of Engineering Tribology. DOI: 10.1177/1350650115578548, (przyjęty do druku) 2015.
4. Osuch-Słomka E., Szczerek M.: Oznaczanie odporności na ścieranie powłok metodą ball-cratering. Tribologia nr 6/2008 (222), s. 113–126.
5. Osuch-Słomka E.: Propozycja metodyki wyznaczania wartości parametrów testów dla metody ball-cratering. Tribologia nr 6/2011 (240), s. 161–171.
6. Dobrzański L.A, Dobrzańska-Danikiewicz A.D: Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich. Open Access Library. Volume 5, 2011.
7. Zwierzycki W. (red.): Wybrane zagadnienia zużywania się materiałów w ślizgowych węzłach maszyn. PWN Warszawa – Poznań 1990.
8. Stachowiak GW, Batchelor AW. Engineering Tribology. Butterworth-Heinemann, USA, 2001.
9. Shipway P.H., Hogg J.J.: Wear of bulk ceramics in micro-scale abrasion – The role of abrasive shape and hardness and its relevance to testing of ceramic coatings. Wear 263/2007, p. 887–895.
10. Gee M.G, Gant A., Hutchings I., et al.: Progress towards standardisation of ball-cratering. Wear 255/2003, p. 1–13.
11. Norma PN –EN 1071-6:2008 Techniczna ceramika zaawansowana. Metody badania powłok ceramicznych. Część 6: Oznaczanie odporności na ścieranie powłok metodą mikrościerania.
12. Sprawozdanie końcowe z projektu badawczego Nr N N504 346136. Opracowanie metody do badań tribologicznych powłok przeciwzużyciowych, Radom, ITeE – PIB 2011.

### Summary

The article presents the wear mechanisms of thin PVD coatings during abrasive wear the ball-cratering method. Abrasive wear tests were performed on chosen antiwear PVD coatings with the optimum work parameters of friction node [L. 1–5]. (The test friction node is created by the rotating ball and the immobile sample disc, which is pressed against it, and an abrasive slurry is drip fed into the contact zone.) The aim of the paper was to analyse the interface of coating – substrate. This area is located on the surface of the wear scar in the shape of a crater after tribological tests. The test area was observed using microscopic techniques: scanning electron microscope (SEM), atomic force microscopy (AFM), and interferometry microscope (White Light Interferometry WLI). The premise of the author was to show the repetitive nature of the wear mechanism of PVD coatings by ball cratering. It influences the receiving repetitive wear scar.