

Anna PIĄTKOWSKA

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Warszawa

Stanisław KUCHARSKI

Instytut Podstawowych Problemów Technicznych, Warszawa

DETEKCJA USZKODZEŃ POMIAREM EA ORAZ METODAMI MIKROSKOPOWYMI

Słowa kluczowe

Emisja akustyczna, badanie twardości, uszkodzenia, warstwa węglowa RF PACVD, FIB.

Streszczenie

W pracy opisane zostały pomiary emisji akustycznej EA generowanych podczas badania mikrotwardości węglnikiem Vickersa, na próbkach krzemowej i stalowej 316L z warstwą węglową. Otrzymane wyniki w postaci wykresów w dziedzinie czasu są porównywane z obserwacjami mikroskopowymi. Za pomocą analitycznego elektronowego mikroskopu skaningowego SEM zobrazowano powierzchnie odcisków, z uwidocznieniem powierzchniowych pęknięć i uszkodzeń. Odcisk mikrotwardości został przecięty z użyciem systemu FIB, zapewniającego odsłonięcie rzeczywistej struktury wewnętrznej materiału w otoczeniu odcisku. Wykonanie sekwencji przekrojów pozwoliło na zobrazowanie SEM przestrzenne uszkodzeń, zwłaszcza typu pęknięcia i rozwarstwienia, a także usytuowanie elementów warstwy wierzchniej i podłoża oraz zasięg odkształceń plastycznych. Zastosowanie obu metod pomiarowych: emisji akustycznej oraz obrazowania mikroskopowego, wzajemnie uzupełniających się, daje wnikliwą diagnostykę do analizy właściwości mechanicznych materiału.

Wprowadzenie

Istotną rolą w prawidłowym i optymalnym doborze materiałów dla określonych warunków pracy węzła tarcia jest zaprojektowanie takiego systemu układu materiałów, aby jego uszkodzenia nie przebiegały katastroficznie.

Szczególnym przypadkiem są węzły tarcia zbudowane z materiału typu warstwa-podłoże. Elementy konstrukcji biomedycznych, stosowane np. w endoprotezoplastyce są najczęściej wytwarzane z materiałów takich jak ceramika lub stopy tytanu bądź stal. W celu zwiększenia trwałości i kompatybilności z organizmem ludzkim powierzchnię elementu pokrywa się warstwą ochronną – najczęściej jest to warstwa węglowa. Badania wykazują jej korzystne właściwości antybakteryjne [1] wraz ze wzrostem odporności na zużycie [2, 3] oraz stanowią skuteczne zabezpieczenie przeciwko utlenianiu [4].

Istotne więc się staje zaprojektowanie i wykonanie takiej warstwy, która spełni określone wymagania – w tym jedno z istotniejszych – dużą odporność na zużycie. Podczas każdego tarcia, współpracy tarciowej dwóch elementów powstają produkty zużycia. W układzie zamkniętym to one mogą być największymi zagrożeniami trwałości węzła tarcia. Szczególnie niebezpiecznymi produktami zużycia są twarde cząsteczki, które działają jak mikroskopijne ostrza wbijające się we współpracujące powierzchnie. Wgniatanie twardych cząsteczek może doprowadzić do spękania warstwy i głębokich uszkodzeń. Rozpoczęty proces rozwija się lawinowo, doprowadzając do katastroficznych uszkodzeń. Istotne jest więc uchwycenie pierwszych symptomów uszkodzeń. Pomocne w projektowaniu poprawnych układów jest korzystanie z modelowania numerycznego [5]. Niemniej jednakże teoretycznie zaprojektowana warstwa jest następnie badana w warunkach zbliżonych do rzeczywistych, towarzyszących jej funkcjonowaniu. I tak powtarzalną i szybką symulacją wgniatania jest pomiar twardości, którego wynikiem jest korelacja pomiędzy maksymalną siłą obciążającą a ilościową i jakościową oceną uszkodzeń. Obok typowych narzędzi do badania uszkodzeń, jakimi są techniki mikroskopowe korzystne jest zastosowanie dołączenie techniki metody, która umożliwi na śledzenie w czasie stanu – zachowań materiału. Analiza procesów zachodzących podczas indentacji wskazuje na zastosowanie techniki wykorzystującej pomiar generowanych fal sprężystych, których źródłem są rozprzestrzeniające się uszkodzenia. Technika pomiaru emisji akustycznej znajduje już od lat praktyczne zastosowania w diagnostyce urządzeń, pojazdów (łożysk) czy obiektów wielkogabarytowych (zbiorniki ciśnieniowe).

1. Materiał i metoda

W pracy przedstawione są badania przeprowadzone na próbkach wykonanych z monokryształu krzemu oraz ze stali nierdzewnej 316L z warstwą węglową.

wą, nałożoną metodą RF PACVD (Radio Frequency Plasma Asisted Chemical Vapour Deposition). Warstwy węglowe zostały opracowane i wykonane w Instytucie Inżynierii Materiałowej Politechniki Łódzkiej.

Podłoża próbek zostały wycięte z pręta, wypolerowane i przed procesem nakładania warstwy umyte w w acetonie w myjce ultradźwiękowej. Grubości wytworzonej warstwy węglowej wynosiły odpowiednio dla próbki krzemowej RF-Si: 560 nm, dla próbki stalowej RF-316L: 430 nm i zostały wykonane w jednym procesie technologicznym, a różnice grubości warstwy wynikają z odmiennych szybkości konstituowania się warstwy na różnych podłożach.

Badania mikrotwardości wykonano w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki w Warszawie, z użyciem urządzenia własnej konstrukcji. Jego szczególną opcją jest rejestracja siły obciążania i odciążania wgłębnika w funkcji przemieszczania w głąb materiału podczas pomiaru twardości. Twardościomierz został wyposażony we wgłębnik typu Vickers o specjalnej konstrukcji, umożliwiającej umocowanie czujnika emisji akustycznej w odległości około 5 mm od wierzchołka indentera.

Pomiary przeprowadzono przy kilku różnych maksymalnych obciążeniach wgłębnika F_{max} : 100 mN, 500 mN, 1 N oraz 2 N, a czas jednego pomiaru wynosił 50 s oraz 80 s. Wynikiem pomiaru twardości jest wykres zmian siły obciążającej w funkcji przemieszczenia wgłębnika $P = f(Depth)$ oraz wykres zmian przemieszczenia w funkcji czasu $Depth = f(t)$, natomiast liczbowa wartość twardości nie ma znaczenia dla analizy badań pod kątem oceny uszkodzeń.

W chwili rozpoczęcia indentacji załączano pomiar sygnałów emisji akustycznej, a następnie z zarejestrowanego sygnału EA wyodrębniono impulsy, których amplituda była większa od poziomu tła sygnału. Opis stanowiska pomiarowego do detekcji i zapisywania sygnałów EA został przedstawiony w [6]. Wyniki pomiarów emisji akustycznej oraz indentacji zostały zaprezentowane na wspólnym wykresie opisującym zmiany amplitudy EA oraz głębokości położenia indentera w funkcji czasu.

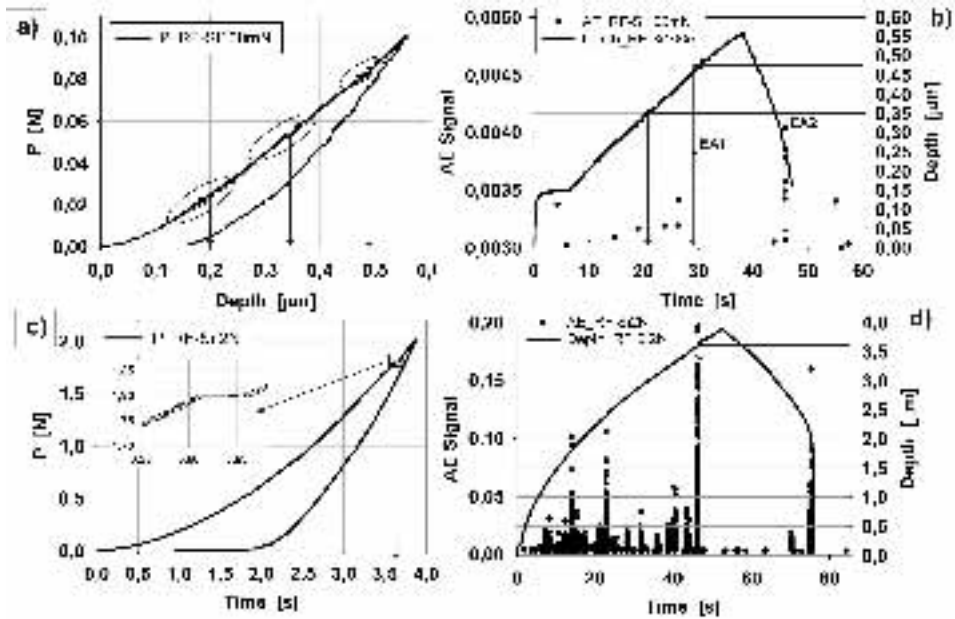
Po wykonaniu testów indentacji odciski wgłębnika były analizowane metodami mikroskopowymi z użyciem analitycznego skaningowego mikroskopu elektronowego Auriga firmy Zeiss. Najpierw dokonywano obserwacji topografii powierzchni odcisków oraz powierzchni próbki. Aby określić rodzaj i zasięg uszkodzeń pod powierzchnią próbki, wywołanych indentacją, wykonano przekroje odcisków, stosując trawienie jonami galu z użyciem systemu FIB (*Focused Ion Beam*).

2. Przykładowe wyniki badań

Zakres obciążeń indentera od 100 mN do 2 N miał na celu wywołanie zniszczeń w postaci od niewielkich deformacji do całkowitej destrukcji powierzchni.

Wybrany do badań materiał krzemowy jest bardzo podatny na kruche pękanie, które jest silnym źródłem generującym sygnał emisji akustycznej [7].

Rysunek 1 przedstawia zestawienie wybranych wyników indentacji oraz pomiarów emisji akustycznej wykonanych na próbce krzemowej z warstwą węglową.



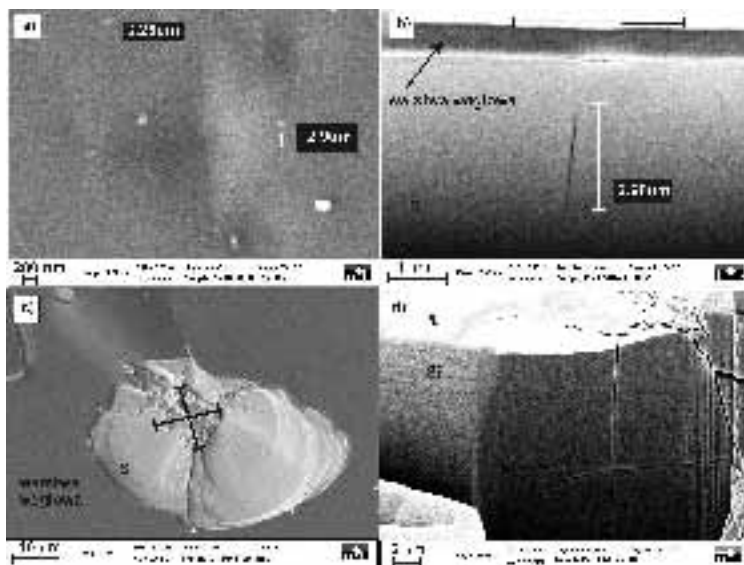
Rys. 1. Wykresy indentacji oraz odpowiadające wykresy EA: a) wykresy obciążania do 100 mN, b) wykres zmian położenia wglębnika (linia) i sygnał EA (kropki) w funkcji czasu dla 100 mN, c) wykres obciążania do 2 N, d) wykres zmian położenia wglębnika (linia) i sygnał EA (kropki) w funkcji czasu dla 2 N, pomiary na RF-Si

Przy maksymalnym obciążeniu 100 mN na wykresie siły obciążania zarejestrowane zostały trzy obszary nieciągłości, zakreślone elipsami (rys. 1a). Zaburzenia te miały miejsce, gdy wglębnik znajdował się na głębokościach zaznaczona strzałką: 0,2 μm , 0,35 μm oraz 0,48 μm . Następnie na wykresie przemieszczenia w funkcji czasu (rys. 1b) porównywano równoczesne zaistnienie zburzenia siły i występowania impulsów EA. W teście z obciążeniem do 100 mN podczas całego procesu indentacji zarejestrowane zostały jedynie dwa piki emisji; EA1 oraz EA2, o bardzo małej amplitudzie i bardzo krótkim czasie trwania, wynoszącym około 0,6 ms. Impuls EA1 miał miejsce podczas obciążania, a drugi impuls EA2 został wygenerowany w 45,8 s testu, w zakresie odciążania, czyli wycyfywania wglębnika. Zwiększenie maksymalnego obciążenia wglębnika spowodowało powstawanie poślizgów (pin-up) ujawniających się na krzywej siły obciążania. Jeden z nich został powiększony na rys. 1c. Jednocześnie podczas testów zarejestrowano liczne impulsy EA. Przy obciążeniu 500 mN wystą-

pięć 5 poślizgów i 11 impulsów EA, przy obciążeniu 1 N zarejestrowano 9 poślizgów i 13 impulsów EA, a przy obciążeniu 2 N powstało 12 poślizgów i 40 impulsów EA. Rysunek 2c, d przedstawia wykresy indentacji oraz sygnał EA przy obciążeniu do 2 N. Z porównania wykresów na rys. 1d wynika doskonała synchronizacja występowania poślizgów oraz impulsów EA. Dla przykładowej analizy strzałkami zaznaczono kolejność postępowania w wyznaczaniu korelacji efektu: poślizg–impuls EA.

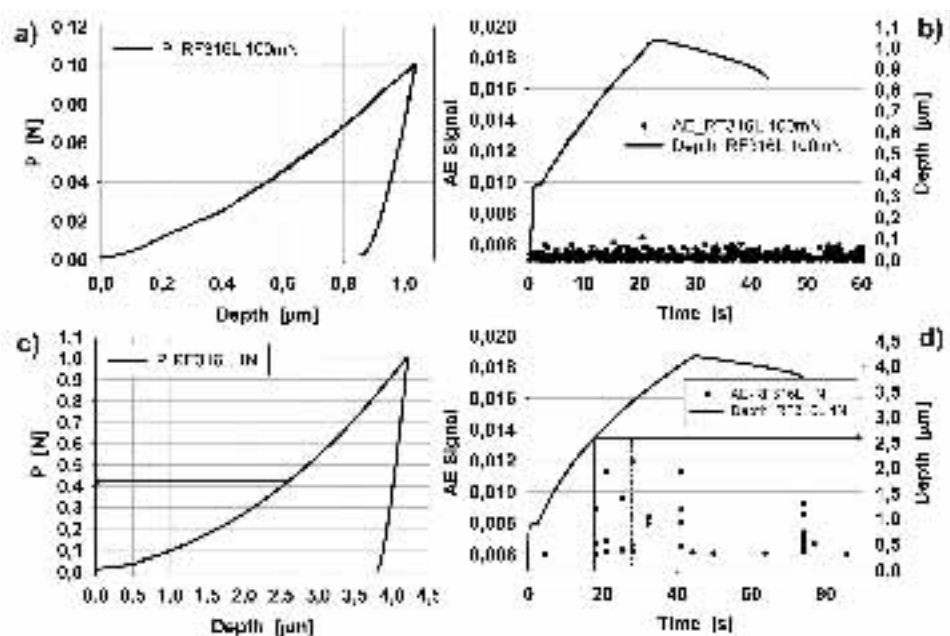
Tak zróżnicowane wyniki testów zostały potwierdzone obserwacjami mikroskopowymi, a wybrane zdjęcia SEM przedstawiono na rys. 2.

Odcisk z indentacji przy obciążeniu 100 mN jest płytki i bardzo słabo widoczny na powierzchni (rys. 2a), jak i na przekroju (rys. 2b). Jego przekątne są długości około 3 μm , a głębokość wynosi 50 nm. Dopiero przecięcie odcisku i wykonane zdjęcia SEM uwiadcniają odkształcenie plastyczne oraz oderwanie warstwy węglowej od podłoża. Drugim uszkodzeniem jest długie na 2,65 μm pionowe pęknięcie, które powstało w podłożu Si. Większe obciążenie węglownika powodowało silne spękanie warstwy węglowej i jej odrywanie od podłoża. Przy obciążeniu wynoszącym 2 N zasięg zerwania warstwy znacznie przekraczał rozmiar odcisku i osiągał obszar około $30 \times 50 \mu\text{m}$ (rys. 2c). Dewastacji uległo też podłoże Si, którego część została wykruszona, a pod mniej uszkodzonym fragmentem warstwy wykryte zostały bardzo długie i szerokie pęknięcia pionowe i lateralne. Na kilku sekwencyjnych przekrojach wykryto w sumie 7 większych szczelin, niektóre widoczne na rys. 2d, obrazującym przekrój wzdłuż przekątnej odcisku.



Rys. 2. Obrazowanie uszkodzeń wykonanych na RF-Si: a) zdjęcie SEM powierzchni odcisku przy 100 mN obciążeniu, b) przekrój odcisku z rys. 2a, c) zdjęcie SEM powierzchni odcisku przy 2 N obciążeniu, d) przekrój odcisku z rys. 2b

W analogiczny sposób zostały opracowane wyniki badań wykonanych na próbce ze stali 316L z warstwą węglową (RF-316L). Rysunek 3 przedstawia zestawienie pomiarów twardościomierzem oraz pomiarów emisji akustycznej. Przy indentacji na próbce o podłożu ze stali na wykresach obciążania nie pojawiły się znaczące zaburzenia ciągłości krzywej. Położenie końca krzywej odciążania wskazuje na plastyczne odkształcenie materiału próbki (rys. 3a,c). Podczas testów indentacji na próbce RF-316L także zarejestrowano impulsy EA, ale dla większych obciążeń węgelnika. Na rys. 3b sygnał emisji akustycznej jest ciągły i reprezentuje tło pomiarowe. Przy obciążeniu 500 mN i 1 N liczba impulsów EA wynosiła odpowiednio 4 i 7 impulsów. Impulsy te powstały głównie podczas narastania obciążenia i były generowane po przekroczeniu siły wynoszącej ok. 400 mN.

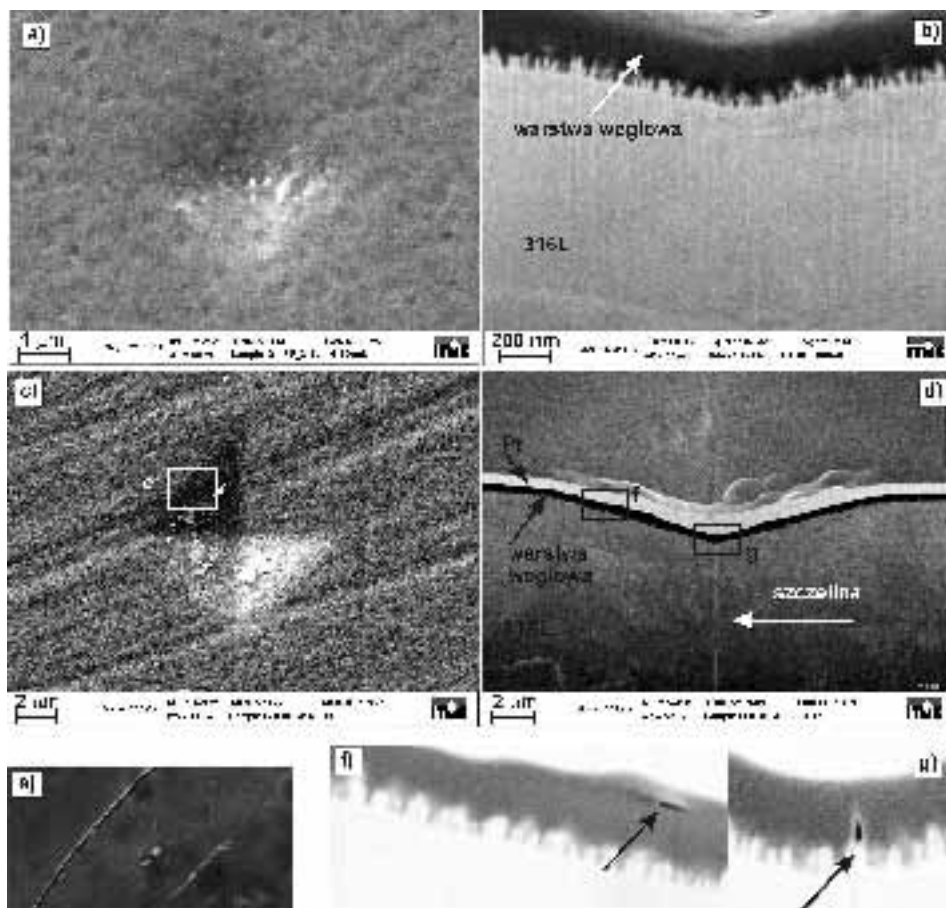


Rys. 3. Wykresy indentacji oraz odpowiadające wykresy EA: a) wykresy obciążania do 100 mN, b) wykres zmian położenia węgelnika (linia) i sygnał EA (kropki) w funkcji czasu dla 100 mN, c) wykres obciążania do 2 N, d) wykres zmian położenia węgelnika (linia) i sygnał EA (kropki) w funkcji czasu dla 2 N, pomiary na RF-316L

Wyniki obserwacji mikroskopowych odcisków na materiale RF-316L przedstawia rys. 4.

Zmierzona na przekroju głębokość odcisku, po indentacji pod obciążeniem 100 mN, wyniosła 200 nm. Jak przedstawiono na rys. 4a, b, przy tym obciążeniu nie powstały pęknięcia ani na powierzchni, ani wewnątrz materiału, a uszkodzenie jest tylko w postaci plastycznego odkształcenia warstwy i podłoża. Przy większych obciążeniach, 500 mN oraz 1 N, na powierzchni próbki pojawiły się

pęknięcia równoległe do brzegów odcisków (rys. 4e, f). Ponadto przy obciążeniu 1 N nastąpiło pęknięcie warstwy węglowej w wierzchołku odcisku, pokazane na rys. 4d, g. Pęknięcie to propaguje w głąb materiału, także w stalowym podłożu, na długości ponad 6 μm i jest efektem spiętrzenia naprężeń w centralnym punkcie pod wierzchołkiem węglownika. Pęknięcie warstwy węglowej nie dochodzi do powierzchni i może być wykryte jedynie poprzez wykonanie przekroju. O stanie naprężeń w materiale może świadczyć układ pasm materiału podłoża pod odciskiem, pokazanych na rys. 4d. Można przypuszczać, że strukturę skośnych pasm stanowią odkształcone plastycznie różne fazy stali.



Rys. 4. Obrazowanie uszkodzeń wykonanych na RF-316: a) zdjęcie SEM powierzchni odcisku przy 100 mN obciążeniu, b) przekrój odcisku z rys. 4a, c) zdjęcie SEM powierzchni odcisku przy 2 N obciążeniu, d) przekrój odcisku z rys. 4b, e) powiększenie odcisku z rys. 4c, d) powiększenie przekroju z rys. 4d – ścianka odcisku, f) powiększenie przekroju z rys. 4d – wierzchołek odcisku

Podczas indentacji rejestrowano impulsy EA, które były zgodne w czasie z nieciągłościami krzywej obciążania–odciążania. Liczba impulsów EA była z reguły większa niż liczba zaburzeń wykresu siły. Największa liczba impulsów została zarejestrowana podczas narastania obciążenia, a ich amplituda maksymalna z reguły przypadała na wartość obciążenia nieznacznie mniejszą niż maksymalna. Zaobserwowano, że nie zawsze największa amplituda impulsu EA przypada na największy „pin-up” na krzywej obciążenia. Przy odciążaniu wgłębnika pojawia się jeden lub seria impulsów EA, związanych z relaksacją naprężeń i powstawaniem lateralnych pęknięć lub rozwarstwień.

Liczba impulsów EA zarejestrowanych podczas badania wzrasta wraz z wielkością obciążenia. Oceniając powierzchnię oraz przekrój odcisków, można stwierdzić, iż w podobnym stopniu wzrasta liczba uszkodzeń. Przy czym rozmiar pęknięcia jest proporcjonalny do amplitudy impulsu EA. Na podstawie porównania intensywności występowania impulsów EA oraz obecności poślizgów na krzywej obciążania wywnioskowano, iż pęknięcia lateralne i skośne objawiają się większymi amplitudami sygnału niż pęknięcia pionowe. Technika pomiarów EA okazała się również skuteczna do wykrywania rozwarstwienia materiału. Indentacja na próbce RF-Si przy obciążeniu 100 mN wywołała jedynie dwa uszkodzenia wewnątrz próbki. Zarejestrowane dwa impulsy EA odnoszą się niewątpliwie do tych uszkodzeń. Kształty oraz czasy trwania każdego z tych impulsów są na tyle różne, że można im przypisać odmienne rodzaje uszkodzeń.

Z analizy krzywej obciążania wgłębnika oraz sygnałów EA w dziedzinie czasu można stworzyć opis przebiegu uszkodzania. Przy zwiększaniu obciążenia najpierw pęka warstwa wierzchnia i powstają głębokie pionowe pęknięcia, widoczne na powierzchni próbki. Następnie rozwijają się szczeliny wewnętrzne: pionowe, lateralne oraz skośne. Ich powstawanie jest sygnalizowane przez detekcję impulsów EA o największych amplitudach. Oderwanie wierzchniej warstwy materiału lub delaminacja między warstwą a podłożem generuje sygnały EA o najmniejszych amplitudach. Podobnie też rozkruszanie materiału jest źródłem słabych impulsów EA. Procesowi odciążania towarzyszy powstawanie uszkodzeń, najczęściej w postaci lateralnych pęknięć lub rozwarstwień.

Wnioski

Badania opisane w pracy zostały wykonane na próbkach krzemowej i stalowej z warstwą węglową nałożoną metodą RF PACVD. Indentacja była metodą zbadania odporności materiału na naciski punktowe, a do oceny uszkodzeń zastosowano rejestrację generowanych podczas badań sygnałów emisji akustycznej. Analiza wyników badań wykazała bardzo dobrą korelację pomiędzy zarejestrowanymi sygnałami EA a liczbą i rodzajem uszkodzeń wywołanych indentacją. Możliwe jest detektowanie w czasie zapoczątkowania pęknięć oraz okre-

ślenie ilości i rodzaju największych uszkodzeń powstających na powierzchni, a także w głębi próbki. Metoda pomiarów EA sprawdza się także w wykrywaniu uszkodzeń wewnętrznych, w tym także do oceny adhezji warstwy do podłoża. Badany w pracy układ: warstwa węglowa–stal nierdzewna jest klasycznym przykładem materiału do zastosowań biomedycznych. Testy indentacji wykazały jego bardzo dużą odporność na naciski punktowe i jest to przykład dobrze opracowanej technologii nakładania warstwy węglowej, istotnej w zastosowaniach o najwyższym stopniu odpowiedzialności i bezpieczeństwa.

Praca została wykonana w ramach realizacji grantu badawczego nr 4842/B/T02/2010-39.

Bibliografia

1. Haiyang Zhou, Lei Xu, Akihisa Ogino, Masaki Nagatsu: Investigation into the antibacterial property of carbon films *Diamond & Related Materials* 17 (2008), 1416–1419.
2. Narayan Roger J.: Nanostructured diamondlike carbon thin films for medical application, *Material Science and Engineering C* 25 (2005), 405–416.
3. Hauert R.: An overview on the tribological behavior of diamond-like carbon in technical and medical application, *Tribologie International* 37 (2004), 991–1003.
4. Xu T., Pruitt L.: Diamond-like carbon coatings for orthopaedic application an evaluation of tribological performance, *Journal of Material Science Materials in Medicine* 10 (1999), 83–90.
5. Kot M.: Deformacje i pękanie układów powłoka-podłoże przy obciążeniach działających w styku skoncentrowanym, *Tribologia* 2010, nr 3.
6. Piątkowska A., Pokorska I.: Analysis of AE-signal generated during the microhardness measurement, *Diagnostyka* 1 (53) 2010, s. 33–36.
7. Oi Hua Fan, Gracio J., Nasar Ali, Pereira E.: Comparison of the adhesion of diamond film deposited on different materials, *Diamond and Related Materials* 10 (2001), 797–802.
8. Detection of damages by the measurements of AE signals and microscopic methods.

Recenzent:
Dariusz BOROŃSKI

Study of damages detection and identification by the measurements of AE signals and microscopic methods**Key words**

Acoustic emission, hardness test, damage, RF PACVD layer of carbon, FIB.

Summary

The paper describes the measurements of acoustic emission generated during the microhardness Vickers indentation of RF PACVD carbon layer on Si and 316L substrates. The results obtained in the form of graphs in the time domain are compared with microscopic observations. An analytical scanning electron microscope SEM was used to visualize the surface cracks and damages on the indentation print. Cross-section through microhardness indents was made using the FIB system that revealed the real internal structure of the material in the environment of the indent. Execution of a sequence of sections allowed the visualization of spatial defects, especially cracks and delamination, and also the location of the components of the surface layer and the substrate as well as the determination of plastic deformation range. Application of two complementary measurement methods: acoustic emission and detailed microscopic imaging provides a comprehensive diagnostic analysis of the mechanical properties of material.