

Edyta OSUCH-SŁOMKA\*, Zbigniew SŁOMKA\*, Marian SZCZEREK\*

## **OKREŚLANIE INTENSYWNOŚCI ZUŻYCIA POWŁOK NISKOTARCIOWYCH METODĄ BALL-CRATERING**

### **DETERMINATION OF THE ABRASIVE WEAR RATE FOR THE LOW FRICTION COATINGS USING BALL-CRATERING METHOD**

#### **Słowa kluczowe:**

zużycie ściernie, metoda ball-cratering, powłoki niskotarciowe

#### **Key-words:**

abrasive wear, ball-cratering method, low friction layers

#### **Streszczenie**

W artykule przedstawiono wyniki badań szybkości zużywania niskotarciowych powłok przeciwzużyciowych metodą ball-cratering.

Badaniom poddano próbki wykonane ze stali WCLV, na które osadzono powłokę typową TiN i powłoki złożone WC/C oraz MoS<sub>2</sub>/Ti. Przeciwpółką stanowiła kula ze stali ŁH15 o średnicy 1 cala.

Ślady wytarcia w kształcie kraterów obserwowano z użyciem optycznego mikroskopu pomiarowego oraz skaningowego mikroskopu

---

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

elektronowego SEM. Po przeprowadzonej analizie powierzchni zaobserwowano występowanie zużycia na skutek przetaczania ziaren ścierniwa przez strefę styku (znanego w literaturze pod nazwą three-body rolling wear) i zużycia w wyniku ścierania (two-body grooving wear).

Wykonano analizę składu powierzchni powstałych śladów z użyciem mikroanalizatora rentgenowskiego EDS.

Obliczenia współczynnika intensywności zużycia powłoki  $K_c$  i podłoża  $K_s$  wykonano w oparciu o normę PN-EN 1071-6:2008.

## WPROWADZENIE

Wiedza o odporności na zużycie ściernie cienkich powłok może pomagać w prawidłowym ich doborze do zastosowań, gdzie ścieranie odgrywa główną rolę w ich degradacji. Istniejące metody pomiaru zużycia ściernego materiałów objętościowych oraz grubych powłok nie mogą być zastosowane do powłok cienkich. Często stosowaną metodą do badania cienkich powłok jest metoda kulotester, ale ma ona wiele wad (brak kontroli parametrów pracy). Po jej zmodyfikowaniu powstała nowa metoda ball-cratering, obecnie, z uwagi na swoje zalety, coraz częściej stosowana do oceny odporności na ścieranie zarówno cienkich, jak i grubych warstw.

Efektom badań metodą ball-cratering jest współczynnik szybkości zużycia powłoki  $K_c$  oraz współczynnik szybkości zużycia podłoża  $K_s$ .

Dotychczas zgromadzone dane literaturowe najczęściej obejmują wyniki badań tą metodą powłok prostych (TiN, CrN) [L. 1–3]; dla innych rodzajów powłok (wieloskładnikowe) stan wiedzy jest ubogi. W artykule przedstawiono wyniki badań dotyczących wyznaczenia metodą ball-cratering współczynnika intensywności zużycia  $K_c$  zarówno powłok prostych, jak i złożonych.

## METODYKA BADAŃ

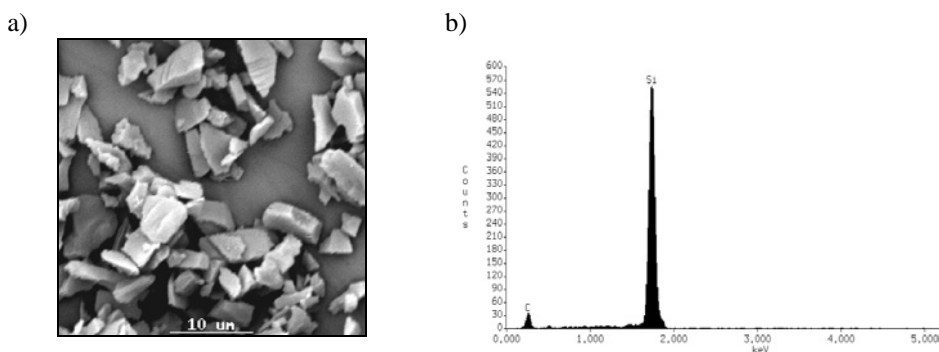
Badania dotyczące odporności na zużycie ściernie materiałów konstrukcyjnych i powłok przeciwzużyciowych metodą ball-cratering wykonano na testerze T-20 produkcji ITeE – PIB.

Badanie polegało na przeprowadzeniu serii biegów badawczych pary trącej kulka/tarcza w następujących warunkach:

- obciążenie styku           0,1 N,
- prędkość poślizgu       1,1 m/s,

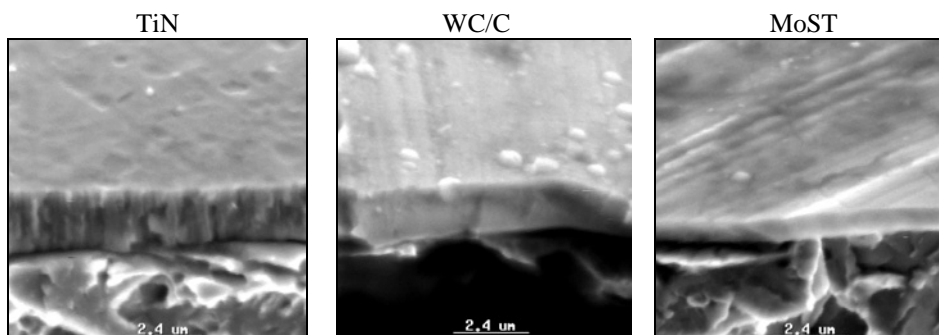
- droga tarcia 16 m, 32 m, 48 m, 96 m,
- wydatek ścierniwa 1.0 cm<sup>3</sup>/min.

Ścierniwo stanowił proszek SiC (SiC/F1200-C6, Washington Mills Abrasive, Wielka Brytania) o średniej wielkości cząstek nieprzekraczającej 4 μm (**Rys. 1**). Był on dostarczany do strefy styku w postaci 20% zawiesiny w wodzie destylowanej.



**Rys. 1. Zdjęcie SEM proszku SiC oraz analiza EDS składu jakościowego**  
Fig. 1. SEM image of SiC abrasive particles and EDS spectrum

Badaniu poddano próbkę w postaci płytki, wykonanej ze stali WCLV (DIN X40CrMoV5-1, ASTM H13) o twardości 55 HRC. Na płytkę naniesiono: powłokę jednowarstwową prostą TiN o twardości 2200 HV i chropowatości powierzchni  $R_a = 0,045 \mu\text{m}$ , powłokę złożoną DLC typu WC/C o twardości 1200 HV i chropowatości 0,098 μm oraz MoST (MoS<sub>2</sub>/Ti, której twardość wynosi 520 HV, a  $R_a = 0,125 \mu\text{m}$ ) (**Rys. 2**).



**Rys. 2. Fotografie przełamów badanych powłok**  
Fig. 2. Photos of fracture of TiN, WC/C and MoST coatings

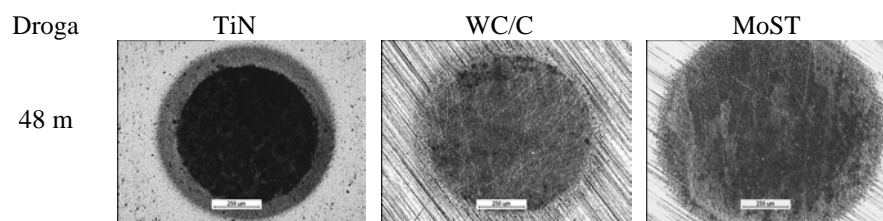
Przeciwpróbkę stanowiła kulka łożyskowa o średnicy 25,4 mm, wykonana ze stali ŁH15 (ASTM 52100, firma Dejay Distribution Limited, Wielka Brytania) o twardości 58,6 HRC i chropowatości powierzchni  $R_a = 0,177 \mu\text{m}$ .

Przed badaniami elementy testowe myto w myjce ultradźwiękowej i suszono na powietrzu.

## WYNIKI BADAŃ

Badania zrealizowano dla czterech długości drogi tarcia: 16 m, 32 m, 48 m i 96 m. Przy krótszych długościach drogi (2 m, 4 m, 8 m) ślad krateru nie miał kształtu koła, co jest niezbędnym kryterium do prowadzenia pomiarów średnic, natomiast przy dłuższych drogach tarcia (np. 120 m) zanikała granica między podłożem a powłoką.

Przykładowe zestawienie zdjęć śladów zużycia w testach tribologicznych przy obciążeniu 0,1 N i drodze tarcia 48 m, przy powiększeniu 100x, zamieszczono na **Rys. 3**.



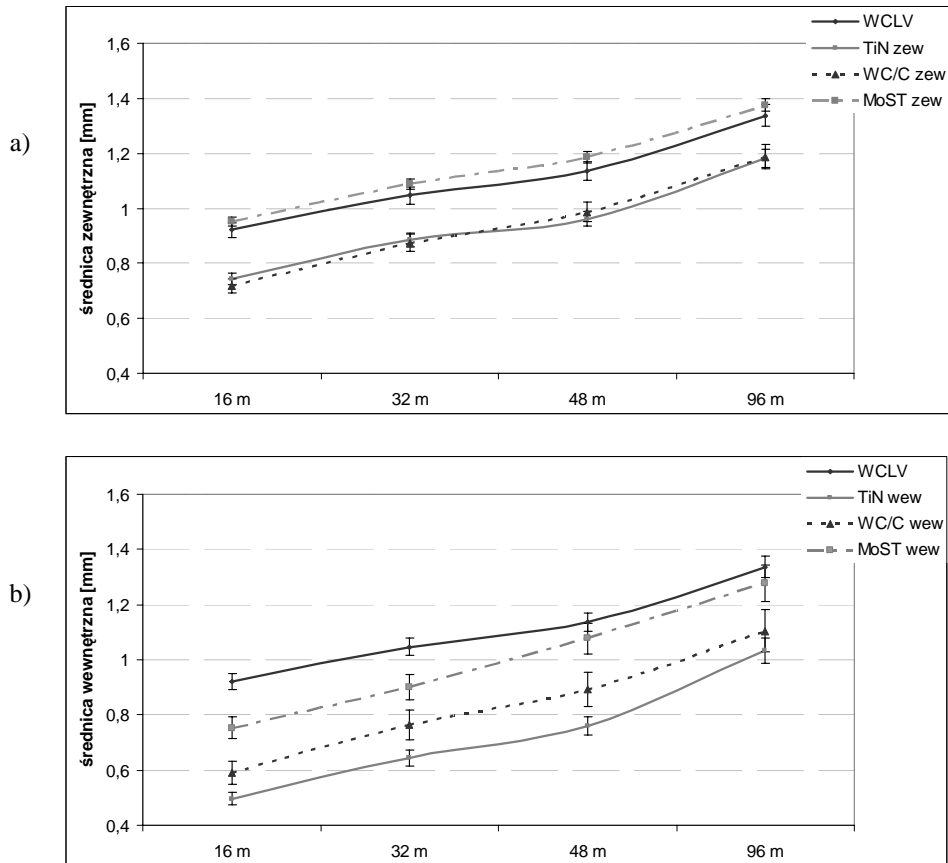
**Rys. 3. Zdjęcia śladów zużycia dla próbek: TiN, WC/C, MoST (powiększenie 100x)**

Fig. 3. Optical images of wear scars for low friction coatings

## WYNIKI BADAŃ TRIBOLOGICZNYCH

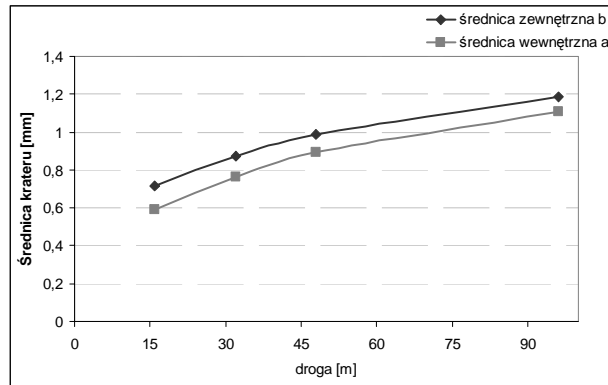
Wyniki pomiarów średnic śladów zużycia dla stali WCLV (podłoża) oraz powłok: TiN, WC/C i MoST przy obciążeniu 0,1 N przedstawiono na **Rys. 4**.

Średnie średnice zewnętrzne śladów zużycia dla powłoki TiN i WC/C są do siebie zbliżone, tylko dla powłoki MoST przekroczyły wartości średnicy próbki WCLV (podłoża). Powtarzalność pomiarów była na ogół na poziomie 2%, (nie przekraczała 10%) w każdym przypadku przeprowadzano trzy biegi badawcze.



**Rys. 4. Średnice śladu zużycia badanych materiałów: a) zewnętrzna b) wewnętrzna**  
 Fig. 4. Wear scar diameters for uncoated (AISI H13 steel) disks and TiN, WC/C and MoST coated discs; a) the diameters of the crater in the coating, b) the diameters of the crater in the substrate

Na **Rysunku 5** przedstawiono przykładowe zestawienie wyników pomiarów średnic: zewnętrznej i wewnętrznej dla powłoki WC/C. Widoczna jest stała odległość pomiędzy kolejnymi położeniami punktów odpowiadających obu tym średnicom, co świadczy o prawidłowym pomiarze.

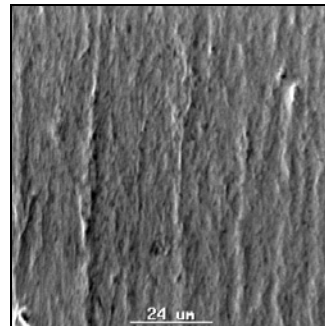
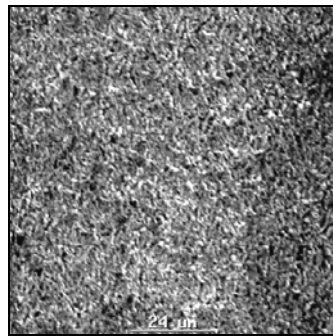


**Rys. 5. Zestawienie wartości średnicy krateru dla powłoki i podłoża dla powłoki WC/C**  
 Fig. 5. The effect of sliding distance on the diameters of the crater in the coating WC/C and in the substrate

Po przeprowadzonych testach tribologicznych, analizując powierzchnie kraterów, zaobserwowano dwa rodzaje zużycia. Zużycie na skutek przetaczania ziaren ścierniwa przez strefę styku (znane w literaturze pod nazwą *three-body rolling wear*, **Rys. 6**) występuje przy zastosowaniu 20% stężenia SiC – w każdym przypadku, zarówno dla krótkich testów (droga 4 m), jak i długich (droga 96 m) – dla podłoża WCLV, powłoki WC/C i MoST. Natomiast w przypadku powłoki TiN dla drogi = 4 m zaobserwowano zużycie w wyniku ścierania (*two-body grooving wear*, **Rys. 6**); w pozostałych przypadkach – również w wyniku przetaczania.

Zużycie powłoki TiN na skutek przetaczania ziaren ścierniwa

Zużycie powłoki TiN w wyniku ścierania



**Rys. 6. Fotografia śladu zużycia na skutek przetaczania ziaren ścierniwa przez strefę styku dla TiN (po przebyciu drogi 48 m). Fotografia śladu zużycia w wyniku ścierania dla powłoki TiN (po przebyciu drogi 4 m)**

Fig. 6. The worn surface of TiN coating samples tested with SiC abrasive in: rolling wear regime, grooving wear regime

W **Tabeli 1** przedstawiono wyniki szybkości zużycia powłoki  $K_c$  i podłoża  $K_s$  obliczone w oparciu o normę PN-EN 1071-6 [**L. 4**]. Równanie, które się przyjmuje za podstawę do wyznaczenia zużycia

(w przypadku przetarcia powłoki), jest następujące:  $SN = \left( \frac{V_c}{K_c} + \frac{V_s}{K_s} \right)$ ,

gdzie  $S$  – droga poślizgu kuli,  $N$  – obciążenie normalne,  $V_c$  – objętość usuniętej powłoki,  $V_s$  – objętość usuniętego podłoża,  $K_s$  – szybkość zużywania ściernego podłoża,  $K_c$  – szybkość zużywania ściernego powłoki.

Obliczenie  $K_c$  i  $K_s$  dokonywane jest etapowo, przez: wyznaczenie wartości  $\frac{SN}{V_c}$  oraz  $\frac{V_s}{V_c}$  dla wszystkich kraterów, wykreślenie zależności

$\frac{SN}{V_c}$  w funkcji  $\frac{V_s}{V_c}$  dla wszystkich kraterów, zastosowanie regresji liniowej dla najlepszego dopasowania otrzymanych punktów, wyznaczenie  $K_c$

z przesunięcia liniowego oraz  $K_s$  z nachylenia prostej według równania

$$\frac{SN}{V_c} = \frac{1}{K_s} \frac{V_s}{V_c} + \frac{1}{K_c}.$$

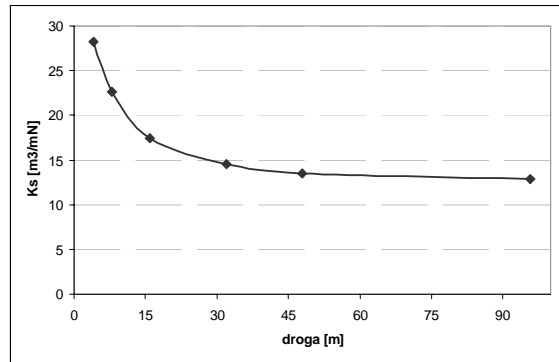
**Tabela 1. Otrzymane wartości szybkości zużywania badanych próbek**

Table 1. Results of the abrasive wear rate for samples

Powłoka	Badanie z przetarciem	
	$K_c [10^{-13} \text{ m}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}]$	$K_s [10^{-13} \text{ m}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}]$
TiN	6,9	8,5
WC/C	4,9	10,4
MoST	29	12,6
WCLV podłoże		12,9

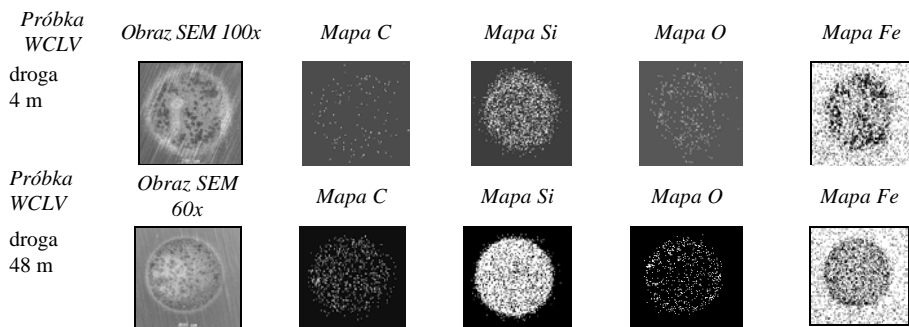
Najniższą wartość intensywności zużywania powłoki  $K_c$ , równą 4,6 [ $10^{-13} \text{ m}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ ], wykazała powłoka WC/C, natomiast najwyższą wartość, prawie sześciokrotnie większą, wykazała powłoka MoST.

Dla podłoża WCLV widoczna jest różnica w intensywności zużycia ściernego  $K_s$  w zależności od długości testu (**Rys. 7**). To samo dotyczy powłok TiN, WC/C i MoST. Może to być spowodowane rosnącym zagęszczeniem zainkludowanych cząstek SiC na powierzchni śladu zużycia. Na **Rysunkach 8–9** przedstawiono rozkład pierwiastkowy dla powierzchni podłoża WCLV oraz powłoki TiN dla drogi tarcia 4 m i 48 m.



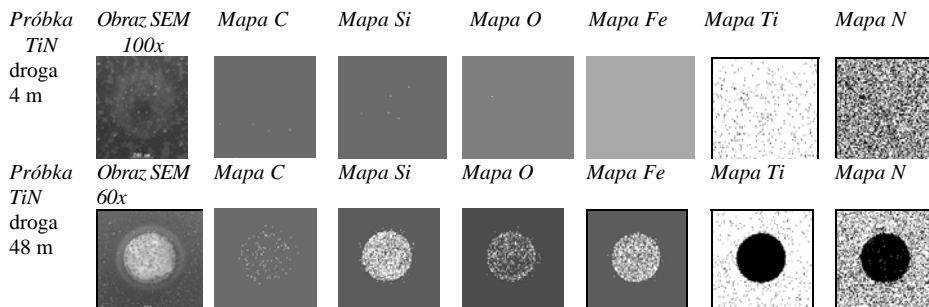
**Rys. 7. Intensywność zużywania podłoża (WCLV) w funkcji drogi przeprowadzonych testów**

Fig. 7. The effect of sliding distance on the abrasive wear rate for the substrate



**Rys. 8. Obraz SEM śladu wytarcia oraz rozkład pierwiastków pochodzących z podłoża oraz ze ścierniwa SiC (obciążenie 0,1 N, droga tarcia 4 m i 48 m)**

Fig. 8. SEM/EDS maps of elements distributed on the substrate disc (sliding distance 4 m and 48 m)



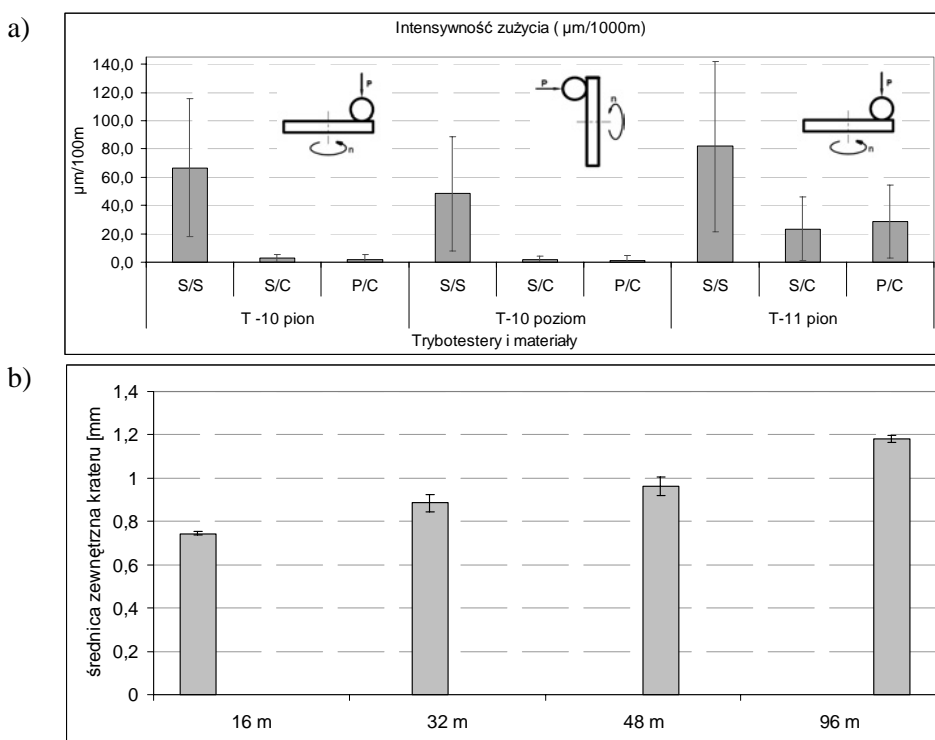
**Rys. 9. Obraz SEM śladu wytarcia oraz rozkład pierwiastków pochodzących z powłoki TiN oraz ze ścierniwa SiC (obciążenie 0,1 N, droga tarcia 4 m i 48 m)**

Fig. 9. SEM/EDS maps of elements distributed on the TiN coated (sliding distance 4 m and 48 m)



W przypadku powłoki TiN nie zaobserwowano przetarcia przy długości drogi 4 m i nie stwierdzono obecności Si i C na powierzchni śladu zużycia.

Poniżej, na **Rysunku 10a**, przedstawiono przykładowe wyniki badań zużyciowych powłoki prostej przeprowadzonych z użyciem tribotesterów T-10 i T-11 o skojarzeniu ball-on-disc przez D. Maldonado [L. 5]. Widoczne są bardzo duże rozrzuty wyników. Natomiast na **Rysunku 10b** przedstawiono wyniki badania zużycia tej samej grupy powłok metodą ball-cratering (T-20). Widoczna jest bardzo duża różnica w wielkości rozrzutów między metodami (na korzyść metody ball-cratering).



**Rys. 10** a) Intensywność zużywania materiałów (stal–stal [s/s], stal–ceramika [s/c], powłoka–ceramika [P/c]) wyznaczona z użyciem tribotesterów T-10 i T-11 przez D. Maldonado, b) średnie wartości średnicy śladu zużycia powłoki TiN otrzymane metodą ball-cratering

**Fig. 10** a) Wear intensity values with standards deviation for T-10 and T-11, of D. Maldonado's test, b) wear scar diameters and standards deviation for TiN coated

## PODSUMOWANIE

Metodę ball-cratering cechuje bardzo dobra powtarzalność wyznaczania intensywności zużywania powłok przeciwzużyciowych, w porównaniu z metodami stosowanymi dotychczas (kulotest, ball-on-disc). Prezentowane powyżej wyniki badań potwierdziły jej przydatność również do badania powłok złożonych typu WC/C i MoST. Bardzo krótki czas realizacji metody predestynuje ją szczególnie do stosowania, jako metody testowej, w pracach dotyczących rozwoju technologii wytwarzania powłok przeciwzużyciowych metodami PVD/CVD.

## LITERATURA

1. Gee M.G., Gant A.J., Hutchings I.M., Kusano Y., Bethke R., Schiffman K., Van Acker K., Poulat S., Gachoń Y., von Stebut J., Hatto P., Plint G.: Results from an interlaboratory exercise to validate the micro-scale abrasion test. *Wear* 259 (2005), s. 27–35.
2. Batista J.C.A., Matthews A., Godoy C.: Micro-abrasive wear of PVD duplex and single-layered coatings. *Surface and Coatings Technology* 142–144 (2001), s. 1137–1143.
3. Batista J.C.A., Godoy C., Matthews A.: Micro-scale abrasive wear testing of duplex and non-duplex (single-layered) PVD (Ti, Al.)N, TiN and Cr-N coatings. *Tribology International* 35 (2002), s. 363–372.
4. Norma PN-EN 1071-6:2007 Techniczna ceramika zaawansowana. Metody badania powłok ceramicznych. Część 6: Oznaczanie odporności na ścieranie powłok metodą mikrościerania.
5. Maldonado D.: The influence of test parameters on the coefficient of friction. *Tribologia* nr 6/2008 (222), s. 83–92.

**Recenzent:**  
**Janusz JANECKI**

## Summary

**In this paper, a micro-scale abrasive wear tests was used to calculate of the abrasive wear rate  $K_c$  for the coatings TiN, WC/C and MoS<sub>2</sub>/Ti.**

**SiC particles, with a mean size diameter of 4  $\mu\text{m}$ , were mixed with distilled water (concentration of 20% v/v).**

The experimental results indicated the following:

- This method is very important from the technological point of view because of low values of standard deviation obtained for the diameters of the craters in the substrate and coatings.
- It is possible to measure the abrasive wear rate for the substrate  $K_s$  and the abrasive wear rate for the coating  $K_c$  for different types coatings using this method.
- It is possible to compare the wear coefficient of coating  $K_c$  for all analysed coatings using ball-cratering method (same wear test parameters).