

Krzysztof DRUET*

**BADANIA ZUŻYCIA POWŁOK DLC
W SKOJARZENIU KULA-TARCZA OBROTOWA
(„BALL-ON-DISK”)**

**WEAR TESTING OF DLC COATINGS WITH FRICTION
COUPLE „BALL-ON-DISK”**

Słowa kluczowe:

powłoki DLC, zużycie, metody badań

Key-words:

DLC coating, wear, testing method

Streszczenie

W Katedrze Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn PG opracowano metodę badania powłok DLC oraz innych (ceramicznych) w układzie kula-płaska powierzchnia obrotowej tarczy („ball-on-disk”). Układ badawczy składa się z kuli osadzonej w popychaczu łożyskowanym tocznie, poprzez który wywierana jest siła docisku próbek. Kula dociskana jest od góry do płaskiej powierzchni obrotowej tarczy – próbki dolnej (o pionowej osi obrotu). Próbka dolna osadzona jest wraz z pojemnikiem smaru na wyjściowym czopie przekładni napędzanej silnikiem o regulowanej prędkości obrotowej.

* Politechnika Gdańska, Wydział Mechaniczny, ul. G. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk.

wej. Stanowisko służy do wywoływania procesu zużycia modelowego skojarzenia, przy czym oceny ilościowej i jakościowej zużycia dokonuje się za pomocą mikroskopu optycznego wyposażonego w kamerę cyfrową. Przykładowe efekty zastosowania metody w pracach badawczych zilustrowano wynikami uzyskanymi dla powłok DLC modyfikowanych chromem albo tytanem, badanych przy smarowaniu wodą destylowaną albo 0,9% wodnym roztworem NaCl. Badania prowadzono w temperaturze otoczenia przy maksymalnym nacisku w styku kula–powierzchnia płaska 1 GPa (wg wzoru Hertza) oraz przy średniej prędkości ślizgania 0,08 m/s. Większą odpornością na zużycie wykazały się powłoki zawierające tytan; zastosowanie smarowania 0,9% wodnym roztworem NaCl radykalnie przyspieszało zużywanie się obu powłok.

WPROWADZENIE

Stosowanie różnorodnych powłok nakładanych na podłoże z tradycyjnych materiałów (np. stopów metali) jest znanym od lat sposobem nadawania elementom różnych obiektów technicznych wymaganych właściwości w zakresie odporności na oddziaływanie środowiska agresywnego chemicznie, żaroodporności, odporności na różne formy erozji i na zużycie będące skutkiem tarcia, zapewnienia odpowiedniego (najczęściej małego) współczynnika tarcia pomiędzy ciałami stałymi tworzącymi różne systemy tribologiczne itd. W ostatnich latach nastąpił szczególny wzrost zainteresowania powłokami bazującymi na węglu, który szybko przełożył się na liczne zastosowania praktyczne. Dotyczy to zwłaszcza amorficznego węgla z wysoką zawartością wiązań sp^3 , charakterystycznych dla diamentu – znanego jako DLC (diamond-like carbon). Powłoka taka często może również zawierać wodór, węgiel z „grafitowymi” wiązaniami sp^2 oraz metale (na przykład chrom, tytan, wolfram, ...). Dzięki temu powłoce można nadać pożądane właściwości, ułatwić jej wytwarzanie oraz zmniejszyć jego koszt. Równocześnie z rozwojem powłok pojawiła się potrzeba badania ich właściwości, istotnych z punktu widzenia praktycznych zastosowań. Oznacza to między innymi konieczność opracowywania metod badań tribologicznych – stwarzania nowych albo adaptowania dotychczas stosowanych. Wśród wielu metod różnych kategorii chętnie stosowanych w badaniach cienkich, twardych powłok, ważne miejsce zajmuje metoda badań w warunkach tarcia ślizgowego w skojarzeniu kula–powierzchnia płaska, wykonująca ruch obrotowy względem osi równoległej do normalnej w punkcie

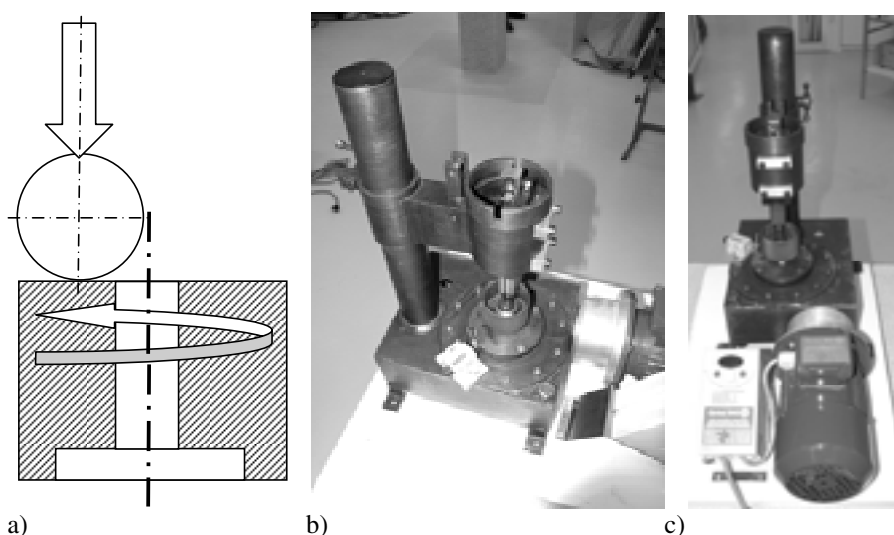
styku próbek – metoda „ball-on-disk”. Bardzo znacząca liczba publikacji dotyczy właśnie różnych odmian tej metody, stosowanej także w badaniach konwencjonalnych materiałów, zjawisk w filmie smarowym itd. Również w Laboratorium Katedry Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn w Politechnice Gdańskiej, po wdrożeniu metod badawczych tarcia powłok ceramicznych oraz powłok DLC w skojarzeniu 2 powierzchni płaskich (płaskie czoło tulei ślizgające się ruchem obrotowym po drugiej powierzchni płaskiej) [L. 5] oraz w skojarzeniu niekonforemnym kula–powierzchnia płaska w warunkach oscylacyjnego ślizgania wywołanego ruchem postępowo-zwrotnym jednej z próbek [L. 1, 2, 5], postanowiono zastosować w badaniach metodę „ball-on-disk”. Zaznaczyć tutaj trzeba, że badania powłok nie są jedynym kierunkiem prowadzonych prac badawczych, niemniej ważne są badania nad odtwarzalnością wyników uzyskiwanych w różnych układach eksperymentu [L. 3]. Konfrontacja wyników uzyskanych metodą „ball-on-disk” (przy niezmiennym zwrocie ruchu obrotowego) z wynikami uzyskanymi przy prostoliniowym ruchu postępowo-zwrotnym pozwoli na przykład ocenić wpływ specyficznej zmiany pola naprężeń i odkształceń w materiale próbek dla obu metod.

STANOWISKO „BALL-ON-DISK”

Postanawiając wzbogacić wyposażenie Laboratorium Katedry Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn o stanowisko umożliwiające prowadzenie badań w skojarzeniu kula–powierzchnia płaska wykonująca ruch obrotowy, przyjęto następujące założenia:

- stanowisko powinno umożliwić badania zużycia próbek, pomiaru oporów ruchu skojarzenia można zaniechać,
- przestrzenna konfiguracja układu badawczego (położenie osi obrotu próbki, dobór próbki górnej i dolnej oraz czynnej i biernej) – nieistotna,
- wykorzystanie próbek stosowanych na stanowiskach PT-3 lub TPZ-1 [L. 5],
- obciążenie i prędkość ślizgania – stałe w czasie, możliwość zadawania różnych wartości obciążenia i prędkości,
- eksperymenty w temperaturze otoczenia,
- eksperymenty w styku smarowanym cieczą albo w warunkach tarcia technicznie suchego,
- zapewnienie powtarzalności montażu próbek po ich wyjęciu w celu dokonywania obserwacji mikroskopowych określających jakościowo i ilościowo ich zużycie,
- niski koszt wytworzenia.

Zdecydowano wykorzystać istniejący tribometr TST-1 konstrukcji prof. Antoniego Neymana [L. 4]. Stanowisko to umożliwiało badanie skojarzeń poddanych obciążeniu osiowemu przykładanemu do „nieruchomej” próbki górnej, przy pionowej osi obrotu ruchomej próbki dolnej. Zasadniczym podzespołem stanowiska jest przekładnia ślimakowa o pionowym wale ślimacznicy, na którym osadzona jest dolna część układu badawczego. Dokonano stosownych modyfikacji tak, by możliwe stało się prowadzenie badań przy niewspółosiowym ustawieniu próbki górnej i dolnej (Rys. 1), przy czym próbką górną („nieruchomą”) jest kula $\varnothing 10$ mm (stosowana w badaniach w ruchu postępowo-zwrotnym na stanowisku TPZ-1) [L. 1], a próbką dolną („ruchomą”) – próbka stosowana w badaniach na tribometrze PT-3. Obie próbki osadzone są odpowiednio w uchwytych pochodzących z wymienionych stanowisk. Przewidziane jest przy tym wykorzystywanie „nietartej” części płaskiego (bez rowków) czoła próbki stosowanej w badaniach na tribometrze PT-3.



Rys. 1. Stanowisko TST-1 dostosowane do badań w układzie „ball-on-disk”: a) schemat układu utworzonego z wykorzystaniem próbki stosowanej w badaniach na tribometrze PT-3, b) widok ogólny stanowiska z zamontowanym układem badawczym, c) widok stanowiska od strony silnika elektrycznego i falownika

Fig. 1. Test rig TST-1 adapted for working as “ball-on-disk” system: a) schematic of couple with specimen extracted from tribometer PT-3, b) general view of test rig and installed test system, c) view in the direction of electric motor and A.C. frequency converter

Uchwyt z kulą $\varnothing 10$ osadzany jest w gnieździe popychacza wykonanego z odcinka szyny profilowanej, prowadzonej tocznie przez 4 rzędy kulek (przetaczających się w zamkniętym obiegu) wózka umocowanego we wsporniku stanowiska TST-1 (**Rys. 1**). Szalka nakładana od góry na popychacz umożliwia zadawanie obciążenia układu badawczego poprzez zastosowanie obciążników. Do napędu stanowiska służy 3-fazowy silnik indukcyjny klatkowy zasilany z przekształtnika częstotliwości (falownika). Ogólny widok stanowiska (bez szalki założonej na popychacz) przedstawiony jest na **Rys. 1b i 1c**.

WARUNKI BADAŃ

Badaniom poddano powłoki DLC zawierające chrom albo tytan, smarowane wodą destylowaną albo 0,9% wodnym roztworem NaCl. Badane powłoki nałożono na stal nierdzewną – na kule $\varnothing 10$ mm ze stali AISI 440-C oraz płaską powierzchnię próbek ze stali 3H13.

Eksperymenty prowadzono w następujących warunkach:

- średnia prędkość ślizgania stała, 0,08 m/s,
- średni promień „ścieżki tarcia” na próbce dolnej 7 mm,
- temperatura kąpieli smarowej temperatura otoczenia,
- nacisk nominalny w strefie styku (wg wzoru Hertza) 1 GPa.

Próbki poddawano kilkietapowemu myciu – przed rozpoczęciem badań, a także przed kolejnymi pomiarami zużycia i ponownym użyciem w dalej prowadzonych testach. Myciu poddawano również pozostałe elementy układu badawczego.

Zmontowany układ badawczy zalewano cieczą smarową i prowadzono badanie, przerywając je w celu dokonania oględzin próbek i pomiaru zużycia – w czasie pierwszej minuty testu co 10 sekund, potem co 60 sekund (do 10 minuty testu), co 600 sekund (do końca pierwszej godziny testu), co pół godziny (do 20 godzin testu), co godzinę (do 30 godzin testu) i co 2 godziny po przekroczeniu 30 godzin testu. Badanie kończono, gdy wystąpiło totalne zniszczenie powłoki DLC na kuli.

Opory ruchu skojarzenia nie były mierzone; mierzono natomiast nie-regulowaną temperaturę kąpieli smarowej – zwykle nieznacznie przekraczała ona 30°C . Zliczane były także obroty próbki dolnej.

POMIAR ZUŻYCIA POWŁOKI – PRZYKŁADOWE WYNIKI BADAŃ

Ocena zużycia powłoki nałożonej na elementy skojarzenia tarciowego może być dokonywana z uwagi na różne kryteria, za szczególnie ważną można uznać jej trwałość limitowaną ciągłością jej warstwy oraz szybkość zmniejszania się jej grubości. W związku z badaniami tarcia w ruchu postępowo-zwrotnym, prowadzonymi w styku kula–powierzchnia płaska, opracowano metodę mikroskopowych badań uszkodzeń powłoki na kulach, umożliwiającą zarówno ocenę jakościową skutków tarcia, jak też ocenę ilościową – poprzez pomiar powierzchni śladu tarcia na kuli [L. 1].

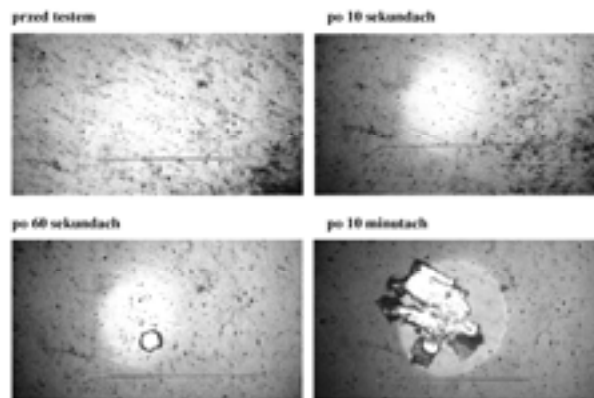
Geometria powierzchni kulistej powoduje, że pomimo bardzo cienkiej warstwy powłoki pokrywającej kulę (rzędu kilku μm), rozmiary śladu na powierzchni powłoki, zanim zostanie przerwana jej ciągłość, są znaczne (rzędu dziesiątych części milimetra).

Konstrukcja stanowiska pozwala na prosty demontaż próbki górnej poprzez jej wysunięcie razem z popychaczem (odcinkiem szyny profilowanej) z liniowego łożyska tocznego („wózka”). Wsuniecie popychacza z próbką w liniowe łożysko toczne oznacza w praktyce ponowny montaż w tej samej pozycji. Pomiar powierzchni śladu zużycia jest przeprowadzany poprzez wprowadzenie eliptycznej obwiedni śladów tarcia na powierzchni kuli – wykorzystując program komputerowy analizujący obraz przekazywany przez kamerę cyfrową zainstalowaną w mikroskopie optycznym [L. 1]. Przedstawiony sposób określania wielkości zużycia stosowano niezależnie od pojawiania się różnego rodzaju uszkodzeń w obszarze powierzchni styku – wyrw, pęknięć itp., których obecność uwzględnić należy w jakościowej ocenie stanu powierzchni powłoki.

Przykładowy rozwój uszkodzenia powłoki DLC przedstawiony jest na **Rys. 2**.

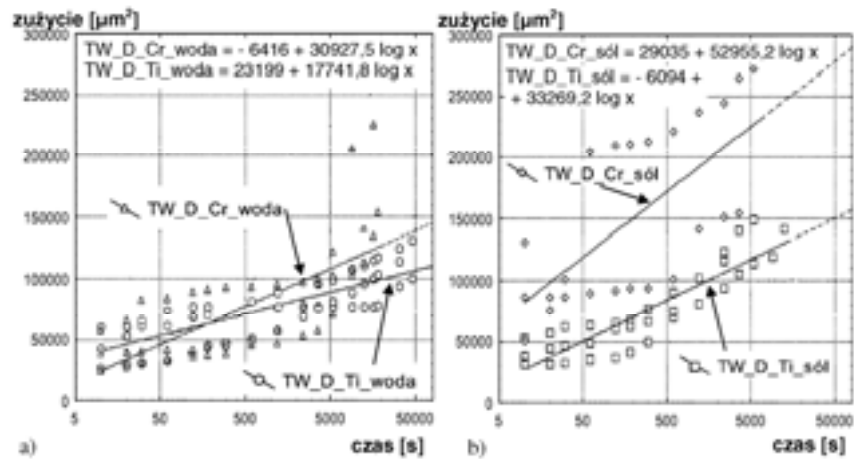
Ilościową ilustrację wyników uzyskanych dla 4 badanych kombinacji powłoka–smar (czyli DLC z chromem albo z tytanem, smarowanie wodą destylowaną albo 0,9% wodnym roztworem NaCl) podano w formie wykresów zebranych na **Rys. 3**.

Podobnie jak w przypadku badań prowadzonych w styku kula–powierzchnia płaska przy ślizganiu w ruchu postępowo-zwrotnym [L. 1], w początkowym okresie testów występował szybki przyrost powierzchni objętej eliptyczną obwiednią wokół śladów tarcia i zużycia, by



Rys. 2. Rozwój uszkodzenia nałożonej na powierzchnię kuli Ø10 mm powłoki DLC modyfikowanej chromem. Badanie prowadzone przy smarowaniu 0,9% wodnym roztworem NaCl. Rzeczywista długość odcinka wskazującego wielkość powiększenia wynosi 0,5 mm

Fig. 2. Development of failure on chromium modified DLC coating on Ø10 mm ball. Test carried out with aqueous solution of NaCl (0,9 %). Real length of line – magnification indicator is 0,5 mm



Rys. 3. Powiększenie się powierzchni eliptycznej obwiedni śladu tarcia na pokrytej DLC powierzchni kul Ø10 mm: a) przy smarowaniu wodą destylowaną, b) przy smarowaniu wodnym 0,9% roztworem NaCl. Oznaczenia: TW – symbol stanowiska i metody badań, D_Ti – DLC modyfikowane tytanem, D_Cr – DLC modyfikowane chromem, sól – roztwór NaCl

Fig. 3. Development of area of elliptic wear mark on DLC coated Ø10 mm balls: a) lubricated with distilled water, b) lubricated with aqueous solution of NaCl (0,9 %). Denotation: TW – sign of test rig and method, D_Ti – titanium modified DLC, D_Cr – chromium modified DLC, woda – distilled water, sól - solution of NaCl

następnie stawać się bardzo powolnym, nawet jeśli występowały znaczne uszkodzenia powłoki. Zwykle dopiero totalne zniszczenie powłoki podważało sens kontynuowania eksperymentu. Wykresy obrazujące powiększanie się powierzchni eliptycznej obwiedni (**Rys. 3**) uzyskano zakładając przebieg logarytmiczny (stosowne zależności algebraiczne podane są nad wykresami), a ponieważ na osi odciętych przyjęto skalę logarytmiczną, otrzymano linie proste. Z wcześniejszych badań wynika, że zwykle najlepiej aproksymuje takie dane doświadczalne zależność logarytmiczna [**L. 1**].

Z uzyskanych wyników można wnioskować, że DLC modyfikowane tytanem jest bardziej niż DLC z chromem odporne na zużycie w warunkach opisanego eksperymentu, a 0,9% zawartość NaCl w wodzie wyraźnie przyspiesza proces zużywania się i uszkodzania powłoki DLC. Podobne wnioski wypłynęły również z prowadzonych równolegle badań w styku niekonforemnym kula–powierzchnia płaska w ruchu postępowo-zwrotnym oraz z badań w styku konforemnym czoło obracającej się tulei–powierzchnia płaska (będzie to przedmiotem dalszych publikacji). Szkodliwy wpływ niewielkiej (0,9%, poziom fizjologiczny) zawartości NaCl w wodzie zaznaczał się również w badaniach innych twardych powłok niż DLC – powłok ceramicznych [**L. 5**].

PODSUMOWANIE

Przedstawiona metoda wykorzystująca jako miarę wielkości zużycia powłoki ceramicznej pole powierzchni śladu utworzonego na próbce kulistej w wyniku jej współpracy z próbką o płaskiej powierzchni roboczej, okazała się skutecznym narzędziem w badaniach intensywności zużywania się powłok. Proste obserwacje na mikroskopie optycznym wyposażonym w kamerę sprzężoną z komputerem dostarczają wystarczających danych niezbędnych do analizowania procesu zużywania się powłok – w ujęciu jakościowym oraz ilościowym. Dalsze przetwarzanie pozyskanych danych o wielkości śladów zużycia powinno stać się podstawą umożliwiającą wyznaczanie objętości materiału usuniętego z próbki czy też zmniejszania się grubości powłoki ceramicznej w procesie tarcia.

Szczegółowa prezentacja uzyskanych wyników badań zużycia powłok ceramicznych dla różnych skojarzeń materiałowych będzie przedmiotem odrębnej publikacji.

Praca wykonana w ramach projektu badawczego – nr 4799/B/T02/2008/34.

LITERATURA

1. Druet K.: Metoda badania powłok ceramicznych w ruchu postępowo-zwrotnym. Tribologia Nr 2/2008 (218), s. 167–177.
2. Druet K.: Badania uszkodzeń powłok ceramicznych wskutek tarcia ślizgowego w ruchu postępowo-zwrotnym. Tribologia Nr 4/2009 (226), s. 33–41.
3. Łubiński J.I., Druet K., Olszewski A., Neyman A., Sikora J.: A multi rig screening test for thin ceramic coatings in bio-tribological application. Journal of Biomechanics, Vol. 43, Suppl. 1, June 2010, s. 52.
4. Neyman A.: Stanowisko do badania zużycia ściernego. W [Materiały] XIII Sympozjon Podstaw Konstrukcji Maszyn. Świnoujście, 1987.09.17–20. Streszczenia referatów. Szczecin: P. Szczec. 1987, s. 300–301.
5. Poszukiwanie niskotarciowych skojarzeń, z cienkimi powłokami ceramicznymi, przeznaczonych na węzły ślizgowe. Neyman A., Sikora J., Łubiński J.I., Druet K., Olszewski A., Jarzembowski M. Projekt badawczy nr 4 T07B 044 27. Gdańsk: Politechnika Gdańska, Wydział Mechaniczny 2007.

Recenzent:
Witold PIEKOSZEWSKI

Summary

A method for tribological testing of DLC coatings was developed. The method is based on “ball-on-disk” tests and ex-post inspection by optical microscopy for qualitative and quantitative determination of the specimen wear. A DLC coated stainless (AISI 440-C steel) ball (Ø 10 mm) is sliding under load on a DLC coated face of stainless (3H13 steel) rotating disk. The method is based on the adapted TST-1 rotating sliding tribometer. Ultra thin coatings were tested, particularly DLC modified with chromium or titanium additive. Sliding contacts were lubricated either with distilled water or with an aqueous solution of NaCl.

Tests were carried out under the following conditions:

- Sliding velocity constant, 0.08 m/s;
- Mean radius of friction path 7 mm;

- Lubricant bath temperature ambient temperature; and,
- Nominal surface pressure (Hertz theorem) 1 GPa.

The course of wear of the DLC coating deposited on the specimen was evaluated quantitatively by optical microscope photography. The amount of wear was assessed as the surface area of the wear mark on the spherical specimen. The kinetics of wear was analysed as the wear mark surface area versus time (i.e. sliding distance). Good curve fitting for experimental data was obtained for the example with a logarithmic fit.

The experimental data are indicative of better wear resistance of DLC modified with titanium than DLC modified with chromium; whereas, the NaCl content in water considerably accelerates of wear process.