Marcin KOT^{*}

ANALIZA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH UKŁADÓW POWŁOKA–PODŁOŻE Z UŻYCIEM METODY INDENTACJI Z WYKORZYSTANIEM WGŁĘBNIKÓW O RÓŻNEJ GEOMETRII

DEFORMATIONS AND FRACTURE ANALYSIS OF COATING-SUBSTRATE SYSTEMS USING INDENTATION METHOD WITH DIFFERENT INDENTERS

Słowa kluczowe:

twarde powłoki, indentacja, deformacje, pękanie

Key words:

hard coatings, indentation, deformation, fracture

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki testów indentacyjnych wykonanych trzema wgłębnikami o różnej geometrii wraz z ich interpretacją dla powłok TiN, CrN i a-C:H nałożonych na miękkim podłożu stalowym. Wyniki badań wskazują, że największe obciążenie do zniszczenia na skutek pękania może przenieść powłoka CrN, a najmniejsze powłoka a-C:H. Natomiast najsztywniejsza powłoka TiN w największym stopniu zabezpie-

^{*} Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, 30-065 Kraków, al. Mickiewicza 30, e-mail: kotmarc@imir.agh.edu.pl.

cza podłoże przed odkształceniami plastycznymi, co jest szczególnie widoczne dla kontaktu z wgłębnikiem o najmniejszym promieniu zaokrąglenia. Przedstawiona analiza, oparta na transformacji krzywych indentacyjnych na krzywe naprężenie–odkształcenie, umożliwia tworzenie map deformacji i niszczenia w wyniku kruchego pękania złożonych układów powłoka–podłoże.

WPROWADZENIE

Powłoki znajdują coraz więcej zastosowań tribologicznych na elementy maszyn i silników spalinowych, narzędzia skrawające, implanty biologiczne i inne. Widoczny jest niezwykle szybki rozwój, zwłaszcza w obszarze wytwarzania powłok z nowych materiałów i o złożonej architekturze. Wytwarzane są powłoki o coraz większej twardości i odporności na zużycie przez tarcie. Problemem jednak wciąż pozostaje brak opracowanych zasad doboru powłoki do konkretnego zastosowania. Wynika to z braku pełnego obrazu niszczenia złożonych układów powłoka--podłoże przy obciążeniach działających w styku skoncentrowanym. Do określenia dopuszczalnych obciążeń w danych warunkach eksploatacji i geometrii kontaktu służyć mogą testy indentacyjne wykonane różnymi wgłębnikami. Metoda instrumentalnej indentacji, podczas której wgłębnik o znanej geometrii wciskany jest w badany materiał przy jednoczesnej rejestracji obciążenia i głębokości penetracji [L. 1, 2], stosowana jest najczęściej w celu wyznaczenia twardości i modułu sprężystości powłok [L. 3]. Pomimo powszechnego stosowania tej metody nadal wiele kłopotów przysparza interpretacja uzyskiwanych wyników badań, zwłaszcza powłok o grubościach do kilku mikrometrów [L. 4]. Poza tym metoda ta daje znacząco większe możliwości analizy właściwości mechanicznych, jeżeli do badań użyte są wgłębniki o różnej geometrii. Indentacja z wykorzystaniem różnych wgłębników i odpowiadającym im deformacjom układu powoduje różny rozkład naprężeń [L. 5, 6]. Analiza wyników badań jest możliwa po transformacji uzyskiwanych krzywych siła--głębokość penetracji na krzywe naprężenie-odkształcenie, którą autor przedstawił we wcześniejszej pracy [L. 7]. Krzywe takie umożliwiają analizę deformacji i pękania powłok oraz określenie dopuszczalnych obciążeń układów powłoka-podłoże. Tworzone w ten sposób mapy uwzględniające zakresy obciążeń wywołujących odkształcenia sprężyste, plastyczne i pękanie mogą służyć do przewidywania dopuszczalnych obciążeń w konkretnym węźle tarcia o znanej geometrii współpracujących

elementów. Jest to istotny problem, z którym spotyka się inżynier mający zadecydować, jaką powłokę zastosować i o jakiej grubości oraz naukowiec opracowujący nowe powłoki przeciwzużyciowe. O intensywności zużywania układów powłoka–podłoże w znaczący sposób decyduje charakter deformacji systemu [L. 7, 8]. Najmniejszego zużycia spodziewać się można przy sprężystych deformacjach, a wzrost obciążenia prowadzący do uplastycznienia podłoża lub powłoki albo do jej pękania powoduje pogorszenie właściwości tribologicznych. Aby zużycie węzłów tarcia z twardymi powłokami było jak najmniejsze, spełniony musi być warunek niewielkich deformacji układu, o których decydują w różnym stopniu wzajemne relacje pomiędzy właściwościami powłoki i podłoża, geometria kontaktu i charakter obciążenia oraz stan naprężeń własnych. Wszystkie z powyższych czynników wpływają na to, jaka z form zużycia układu będzie dominująca.

Najczęściej występujące formy niszczenia powierzchni z nałożonymi twardymi powłokami przy obciążeniach działających w styku skoncentrowanym przedstawiono na Rysunku 1. Dla kontaktu z wierzchołkami nierówności, produktami zużycia o niewielkich rozmiarach obecnymi w strefie tarcia naciski mogą osiągać wartości powodujące uplastycznienie powłoki i podłoża oraz prowadzić do powstawania pęknięć w powłoce, wykruszania jej niewielkich fragmentów intensyfikujących proces zużycia. Proces taki jest zbliżony do indentacji wgłębnikiem o niewielkim promieniu zaokrąglenia R_i jak wgłębnik Berkovicha (promień zaokraglenia wierzchołka wynosi około R_i = 100 nm) czy Vickersa (R_i = 250 nm). Podczas indentacji takimi wgłębnikami początkowo niewielkie obciążenie powoduje uplastycznienie powłoki (Rys. 1a), a rosnąca siła prowadzi do powiększania strefy odkształcenia plastycznego. Znaczny wzrost deformacji układu obserwowany jest kiedy odkształceniu plastycznemu ulegnie podłoże (Rys. 1b). Duże naprężenia rozciągające wokół wgłębnika i jego ostrych krawędzi bocznych prowadzą dla kruchych powłok do powstawania pęknięć promieniowych, które są obserwowane w narożach odcisku lub obwodowych wokół odcisku. Mogą one w zależności od grubości powłoki i jakości jej połączenia z podłożem propagować w powłoce lub w płaszczyźnie połączenia z podłożem. Podczas kontaktu z elementami o znacząco większych promieniach zaokrąglenia niż grubość powłoki, dla których koncentracja naprężeń nie jest tak duża, jak dla ostrych wgłębników, pierwsze odkształcenia trwałe pojawiają się w podłożu pod płaszczyzną połączenia z podłożem lub na pewnej głębokości (**Rys. 1c**). Rosnąca strefa odkształceń plastycznych prowadzi do zginania powłoki i powstawania promieniowych naprężeń rozciągających na powierzchni powłoki tuż za obszarem kontaktu z wgłębnikiem i w osi symetrii wgłębnika w płaszczyźnie połączenia z podłożem. W zależności od obciążenia i stosunku t/R_i (t – grubość powłoki, R_i – promień zaokrąglenia wgłębnika) rozkład naprężeń w powłoce jest zbliżony do naprężeń w membranie (t/R_i<0,01) obciążonej stałym ciśnieniem lub utwierdzonej na krawędziach grubej płyty, na którą działa obciążenie na obszarze wynikającym z obszaru kontaktu z wgłębnikiem (0,01<t/k_i<0,1) [**L. 5, 9, 10**]. Duże deformacje układu prowadzą do koncentracji naprężeń rozciągających w powłoce i do powstawania pęknięć, które dla pojedynczych, cienkich powłok propagują przez całą ich grubość.

Celem pracy jest analiza deformacji i pękania układów powłokapodłoże z użyciem metody instrumentalnej indentacji z wykorzystaniem wgłębników o różnej geometrii.



Rys. 1. Mechanizmy niszczenia układów powłoka-podłoże przy obciążeniach działających w styku skoncentrowanym i przy różnej geometrii kontaktu

Fig. 1. Failure mechanisms of coating-substrate systems under contact load and different contact geometries

BADANE POWŁOKI I METODYK A BADAŃ

Badania przeprowadzono dla powłok z azotku tytanu – TiN, azotku chromu – CrN i uwodornionego węgla amorficznego – a-C:H, które są często stosowane jako powłoki przeciwzużyciowe. Powłoki osadzano metodą ablacji laserowej (PLD – Pulsed Laser Deposition) na podłoże ze

stali austenitycznej X10CrNi 18-8. Grubość powłok, kontrolowana czasem ich nakładania i sprawdzana na zgładach poprzecznych, wynosiła 1 μm. Do testów indentacyjnych stosowano diamentowe wgłębniki o geometrii Vickersa oraz wgłębniki sferyczne o promieniach zaokrąglenia wierzchołka 20 i 200 μm. Testy przeprowadzono na urządzeniu MCT-CSM Instruments. Zakres obciążenia dobierano indywidualnie do wgłębnika i badanego układu tak, aby spowodować powstanie charakterystycznej formy niszczenia. Wyniki badań analizowano z użyciem procedury transformacji krzywych indentacyjnych na krzywe naprężenie– –odkształcenie, której schemat przedstawiono na **Rysunku 2**. Wartości średnich nacisków na powierzchni kontaktu oraz odkształcenia jednostkowego obliczano z zależności:

$$p_m = \frac{P}{A}, \qquad \epsilon = \frac{a}{R_i}$$
 (1)





Rys. 2. Schemat algorytmu transformacji krzywej nacisk–głębokość penetracji na krzywą naprężenie–odkształcenie

Fig. 2. Algorithm for evaluation stress-strain curve from load-indentation depth curve

Obrazy powierzchni po indentacji analizowano z użyciem mikroskopii skaningowej SEM i transmisyjnej TEM. Miejsca utworzonych odcisków precyzyjnie oznaczano i następnie, stosując technikę FIB (Focused Ion Beam), wycinano cienkie folie, pobierając próbki w osi symetrii odcisków.

WYNIKI BADAŃ

naprężenie-odkształcenie dla indentacji przeprowadzonej Krzywe wgłębnikiem Vickersa przedstawiono na Rysunku 3. Dla każdego z badanych systemów początkowo widoczny jest wzrost średnich nacisków p_m wraz ze wzrostem deformacji. Następnie naciski osiągają swe maksima odpowiadające twardości powłok. Maksima te dla badanych systemów wynoszą 26, 18 i 15GPa odpowiednio dla powłok TiN, CrN i a-C:H. Z analizy krzywych metodą Oliver'a-Pharr'a [L. 11] twardości te mają porównywalne wartości i wynoszą odpowiednio 26,4; 17 i 13,4 GPa. Przez pewien zakres obciążenia średnie naciski utrzymują się na maksymalnych poziomach, wskazując, że rozwój strefy odkształceń plastycznych następuje tylko w powłoce. Wzrost obciążenia prowadzi do zwiększania deformacji systemu i przy głębokościach penetracji stanowiących 10÷20% grubości powłoki widoczny jest początek zmniejszania średnich nacisków wynikających z deformacji plastycznych podłoża. Naciski pm będą maleć do wartości odpowiadającej naciskom zmierzonym dla samego podłoża, które dla badanej stali są na poziomie 3 GPa. Wzrost deformacji układów powłoka-podłoże w przypadku powłok ceramicznych i węglowych prowadzi po dużej koncentracji naprężeń rozciągających w okolicy wgłębnika. Kiedy naprężenia te osiągną wytrzymałość powłoki σ_{F,} dochodzi do jej pękania. Obciążenie, przy którym powstaje pierwsze pęknięcie powłoki widoczne jest jako nagły spadek nacisków (**Rys. 3**). Na obciążenie to duży wpływ mają naprężenia własne σ_R , jakie są w układzie po procesie osadzania. Całkowite naprężenia σ_T działające w powłoce są sumą naprężeń wynikających z obciążenia zewnętrznego σ_A i naprężeń własnych:

$$\sigma_{\rm T} = \sigma_{\rm A} + \sigma_{\rm R} \le \sigma_{\rm F} \tag{2}$$

Naprężenia ściskające, które bardzo często są spotykane w powłokach otrzymywanych metodami PVD w znaczący sposób mogą zwiększać nośność układu, dla którego dopuszczalne naprężenia rozciągające

osiągane są przy większych obciążeniach zewnętrznych. Dla indentacji wgłębnikiem kulistym o promieniu 20 μ m (t/R_i = 0,05) średnie naciski nie osiągają już tak wysokich wartości, jak dla indentacji wgłębnikiem Vickersa. Początkowo naciski w strefie styku rosną liniowo wraz ze wzrostem deformacji, wskazując na sprężysty charakter odkształceń systemu (Rys. 4). Następnie osiągają maksimum, które dla układu z powłoką TiN wynosi 5,8 GPa, co jest wartością znacznie niższą niż jej twardość. Analiza wykonana z użyciem metody elementów skończonych (MES) i prezentowana we wcześniejszej pracy [L. 5] wskazuje, że to maksimum odpowiada obciażeniu, przy którym dochodzi do uplastycznienia podłoża. Rozwój strefy odkształceń plastycznych powoduje zmniejszanie średnich nacisków znów do poziomu 3 GPa. Im sztywniejsza powłoka, tym maksimum jest przy wyższej wartości nacisków. To znaczy, że w początkowym zakresie deformacji sztywniejsze powłoki w większym stopniu przenoszą obciążenia mechaniczne, jakie działają na układ, zabezpieczając go przed odkształceniami plastycznymi podłoża. Przy większych deformacjach, kiedy strefa odkształceń plastycznych podłoża jest większa od strefy kontaktu powłoki z wgłębnikiem, te sztywne powłoki zazwyczaj łatwo pekają, co widać na **Rysunku 4** dla krzywej napreżenie-odkształcenie odpowiadającej układowi z powłoką TiN. Kolejne stopnie na krzywej odpowiadają formowaniu pęknięć obwodowych wokół strefy odcisku. Pierwsze z takich pęknięć powstaje przy obciążeniu około 180 mN. Dla mniej sztywnej powłoki CrN pierwsze pęknięcie obserwowano przy obciążeniu 250 mN. Dla powłoki a-C:H pomimo jej niższego modułu sprężystości (E_{a-C:H} = 160 GPa) niż dla powłok ceramicznych (E_{TiN} = 420 GPa i E_{CrN} = 260 GPa) pęknięcia powstają już przy obciążeniu 120 mN. Powłoka ta ma najmniejszą odporność na pękanie, na co wskazuje także analiza literaturowa. Parametr K_{IC} dla powłok wę-glowych jest zazwyczaj na poziomie 1–3 MPa·m^{1/2}, a dla powłok cera-micznych może osiągać wartości 10 MPa·m^{1/2} [L. 12, 13]. Rysunek 5 przedstawia krzywe naprężenie-odkształcenie otrzymane z użyciem wgłebnika o promieniu zaokraglenia 200 μ m (t/R_i = 0,005). Oddziaływanie wgłębnika o większym promieniu zaokrąglenia powoduje, że średnie naciski w strefie kontaktu są na znacząco mniejszym poziomie niż przy indentacji mniejszymi wgłębnikami. Przy średnich naciskach 700--1000 MPa widoczne jest zakrzywienie charakterystyk wynikające z rozwoju odkształceń plastycznych podłoża. Pęknięcia powłoki nie są już tak widoczne na krzywych indentacyjnych w postaci charakterystycznych

stopni, jak dla wgłębników o mniejszych promieniach zaokraglenia, ponieważ energia rozpraszana podczas pęknięcia cienkiej powłoki jest niewielka w porównaniu z pracą odkształcenia plastycznego podłoża. Obrazy powierzchni powłoki TiN po indentacji wgłębnikiem o promieniu 200 µm z obciążeniem 500 mN i 2 N wykonane z użyciem mikroskopii skaningowej SEM przedstawia Rysunek 6. Przy obciążeniu 500 mN widoczny jest odcisk wynikający z trwałych odkształceń układu. Natomiast przy obciążeniu 2 N widoczne są pęknięcia obwodowe o kolistym kształcie wokół odcisku. Pierwsze pekniecia tego typu pojawiaja sie w badanych systemach przy obciążeniach 900, 1500 i 950 mN odpowiednio dla powłoki TiN, CrN i a-C:H. Analize procesu pekania powłok prowadzono także z użyciem mikroskopii transmisyjnej, obserwując cienkie folie wykonane metodą FIB w osi symetrii odcisków. Obraz takiego odcisku dla powłoki TiN, wykonanego przy obciążeniu 3 N przedstawia Rysunek 7. Widoczne są pęknięcia powstające na powierzchni powłoki tuż poza strefą kontaktu powłoki i wgłębnika (Rys. 7a) oraz w osi kontaktu wgłębnika w płaszczyźnie połaczenia powłoki i podłoża (Rys. 7b).



Rys. 3. Krzywe naprężenie-odkształcenie dla indentacji wgłębnikiem Vickersa badanych systemów powłoka-podłoże

Fig. 3. Stress-strain curves from Vickers indentation of tested coating-substrate systems





- Rys. 4. Krzywe naprężenie–odkształcenie badanych systemów powłoka–podłoże dla indentacji wgłębnikiem kulistym o promieniu 20 μm
- Fig. 4. Stress-strain curves from spherical indentation with indenter radius $R_i = 20 \ \mu m$ of tested coating-substrate systems



Rys. 5. Krzywe naprężenie–odkształcenie badanych systemów powłoka–podłoże dla indentacji wgłębnikiem kulistym o promieniu 200 μm

Fig. 5. Stress–strain curves from spherical indentation with indenter radius $R_i = 200 \ \mu m$ of tested coating–substrate systems

a)



- Rys. 6. Obrazy SEM powierzchni powłoki TiN z odciskami wykonanymi wgłębnikiem o promieniu 200 μm dla obciążenia: a) 500 mN, b) 2 N
- Fig. 6. SEM images of indents after $R_i = 200 \ \mu m$ spherical indentation of TiN coating under: a) 500 mN, b) 2 N loads



- Rys. 7. Obrazy TEM powłoki TiN z odciskiem wykonanym wgłębnikiem o promieniu 200 μm i obciążeniu 3 N
- Fig. 7. TEM images of cross-section TiN coating after $R_i = 200 \ \mu m$ spherical indentation under 3 N load

Zestawienie wartości obciążeń prowadzących do uplastycznienia podłoża lub powłoki (powłoka-plast) oraz do pękania powłoki (powłoka-fract) w funkcji ilorazu t/R_i przedstawiono na **Rysunku 8**. Widoczny jest wzrost obciażeń powodujących pękanie powłok wraz ze zmniejszaniem t/R_i (zwiększaniem promienia zaokraglenia wgłębnika przy t = const). Najmniejsze obciążenia dopuszczalne zmierzono dla układu z powłoką a-C:H, co świadczy o jej najmniejszej odporności na pękanie. Dla powłok ceramicznych wyższe wartości obciażeń dopuszczalnych, zwłaszcza przy małych promieniach zaokrąglenia wgłębnika, wyznaczono dla powłoki CrN pomimo jej mniejszej twardości. Można to tłumaczyć przede wszystkim większą różnicą modułu sprężystości powłoki TiN niż CrN w stosunku do stalowego podłoża. Różnica ta w decydujący sposób wpływa na koncentrację promieniowych naprężeń rozciągających w płaszczyźnie połaczenia powłoki i podłoża. Natomiast najsztywniejsza powłoka TiN w największym stopniu zabezpiecza podłoże przed odkształceniami plastycznymi. Im mniejszy jest moduł spreżystości powłoki, tym mniejsze sa obciażenia powodujące uplastycznienie podłoża.



Rys. 8. Mapy deformacji i pękania badanych układów powłoka–podłoże Fig. 8. Deformation and fracture map of tested coating–substrate system

PODSUMOWANIE

Metoda indentacji układów powłoka-podłoże z wykorzystaniem wgłębników o różnej geometrii umożliwia analizę deformacji i pękania takich złożonych układów. Dla ostrych wgłębników - Vickers, Berkovich średnie naciski pod wgłębnikiem osiągają wartość twardości powłok. Wraz ze wzrostem obciążenia średnie naciski maleją na skutek rosnącego zakresu deformacji podłoża. Dla kulistych wgłębników średnie naciski przy identycznych obciążeniach jak dla ostrych wgłębników są na tyle małe, że nie są w stanie wywołać odkształceń plastycznych powłok. Odkształcenia plastyczne pojawiają się w podłożu, a na skutek rosnących deformacji układu i koncentracji naprężeń rozciągających na powierzchni powłoki dochodzi do powstawiania i propagacji pęknięć. Im większy promień zaokrąglenia wgłębnika, tym mniejsza wartość nacisków, a co za tym idzie mniejsze naprężenia rozciągające w powłokach. Badania powłok TiN, CrN i a-C:H nałożonych na stalowe podłoża wykazały, że najmniej odporna na pękanie jest powłoka węglowa, a najbardziej odporna powłoka CrN. Obciążenia powodujące pękanie powłok wynoszą 20--100 mN dla wgłębnika Vickersa oraz 120-250 mN i 900-1500 mN odpowiednio dla kulistych wgłębników o promieniach 20 µm i 200 µm.

Analiza z wykorzystaniem wgłębników o różnej geometrii umożliwia tworzenie map deformacji i pękania układów powłoka–podłoże. Mapy takie mogą być pomocne w doborze rodzaju i grubości powłoki do konkretnego zastosowania.

Autor pragnie podziękować dr. hab. J.M. Lackner z Joanneum Research Forschungsgesellschaft mbH, Leoben, Laser Center, Austria za nałożenie powłok oraz dr. Ł. Majorowi za wykonanie analiz mikroskopowych TEM.

LITERATURA

- Ullner C., Beckmann J., Morrell R.: Instrumented indentation test for advanced technical ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 22 (2002) 1183–1189.
- Fernandes J.V., Trindade A.C., Menezes L.F., Cavaleiro A.: A model for coated surface hardness. Surface and Coatings Technology 131(2000) 457–461.

- 3. Fischer-Cripps A.C., Karvankova P., Veprek S.: On the measurement of hardness of super-hard coatings. Surface and Coatings Technology, 200 (2006) 5645–5654.
- 4. Fischer-Cripps A.C.: Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. Surface and Coatings Technology, 200 (2006) 4153–4165.
- 5. Kot M.: Deformacje i pękanie układów powłoka-podłoże przy obciążeniach działających w styku skoncentrowanym. Tribologia, 231 (2010) 125-134.
- 6. Michler J., Blank E.: Analysis of coating fracture and substrate plasticity induced by spherical indentors: diamond and diamond-like carbon layers on steel substrates. Thin Solid Films, 381 (2001) 119–134.
- Kot M., Rakowski W., Morgiel J., Major Ł.: Metoda wyznaczania nacisku dopuszczalnego w styku skoncentrowanym dla układów powłoka–podłoże. Tribologia, 218 (2008) 285–295.
- Holmberg K., Matthews A., Ronkainen H.: Coatings tribology contact mechanisms and surface design. Tribology International, 31 (1998) 107–120.
- 9. Michler J., Blank E.: Analysis of fracture and substrate induced by spherical indentors: diamond and diamond-like carbon layers on steel substrates. Thin Solid Films, 381 (2001) 119–134.
- Herbert E.G., Pharr G.M., Oliver. W.C., Lucas B.N., Hay J.L.: On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation. Thin Solid Films, 398-399 (2001) 331–335.
- 11. Oliver W.C., Pharr G.M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 7 (1992) 1564–1583.
- 12. Zhang S., Sun D., Fu Y., Du H.: Toughness measurement of thin films: a critical review. Surface and Coatings Technology 198 (2005) 74–84.
- 13. Holmberg K., Matthews A., Coatings tribology: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering, Elsevier, Amsterdam (2009).

Recenzent: Witold PIEKOSZEWSKI

Summary

Load bearing capacity of coating-substrate systems can be found from indentation experiments using different indenter geometry by transforming the load-depth indentation diagram to stress-strain diagram. In article consideration about deformations and failure of coating-substrate system were presented using results of TiN, CrN and a-C:H coatings deposited on X10CrNi 18-8 steel substrates. Critical loads leading to plastic deformation of steel substrate and coating fracture have been evaluated. Determination of these parameters allow to make deformation and fracture map for tested system. Such a maps can be useful for optimization of coating material and thickness for selected applications.