

Edyta OSUCH-SŁOMKA*

BADANIE ZUŻYWANIA ŚCIERNEGO POWŁOK PRZECIWZUŻYCIOWYCH METODĄ BALL-CRATERING

ABRASIVE WEAR TESTING OF ANTIWEAR COATINGS BY BALL-CRATERING-METHOD

Słowa kluczowe:

zużywanie ściernie, metoda ball-cratering, powłoki przeciwzużyciowe PVD

Key words:

abrasive wear, ball-cratering method, antiwear coatings

Streszczenie

W pracy zaprezentowano wyniki współczynników zużywania ściernego K_c , wybranych powłok PVD wyznaczonych metodą ball-cratering. Podstawowym problemem, jaki należało rozwiązać, był dobór odpowiednich dla badanej powłoki, wartości parametrów pracy węzła tarcia w metodzie ball-cratering: ob-

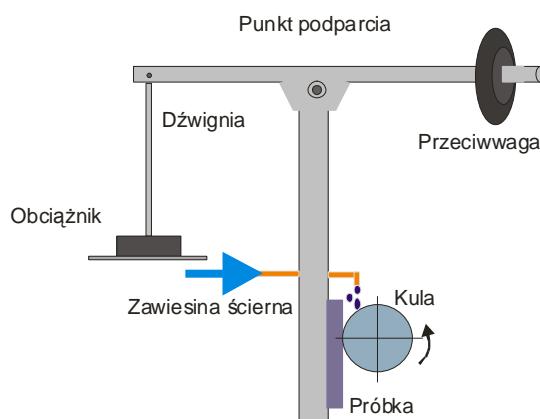
* Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, ul. K. Pułaskiego 6/10, 26-600 Radom.

ciężenia, prędkości obrotowej oraz drogi tarcia minimalnej, maksymalnej. Parametry te opracowano na podstawie wyników eksperymentów optymalizacyjnych zaplanowanych z wykorzystaniem metody optymalizacji jakości G. Taguchiego. Wyznaczone parametry pracy węzła tarcia zostały zastosowane do przeprowadzenia testów tribologicznych mających na celu wyznaczenie współczynników zużywania ściernego powłok przeciwzużyciowych. W wyniku przeprowadzonych eksperymentów zbadano odporność na zużywanie ściernie wybranych powłok PVD będących przedstawicielami powłok wielowarstwowych, złożonych, wieloskładnikowych i hybrydowych.

WPROWADZENIE

Dynamicznemu rozwojowi technologii wytwarzania powłok, w tym powłok PVD, nie towarzyszy odpowiednio szybki rozwój technik badania ich właściwości. Dotyczy to szczególnie właściwości tribologicznych, które w odniesieniu do części maszyn i narzędzi w znacznym stopniu determinują ich własności eksploatacyjne. Szczególnie istotne jest zbadanie odporności powłok na zużywanie ściernie, które występuje w poruszających się względem siebie, współpracujących elementach maszyn. Zużywanie ściernie jest najczęstszą przyczyną zużywania trących elementów maszyn (ok. 60% przypadków) i główną przyczyną zużywania narzędzi skrawających (90%). W praktyce badania własności przeciwzużyciowych powłok realizowane są z użyciem urządzeń tribologicznych wykorzystujących różnego rodzaju węzły tribologiczne. Najczęściej wykorzystywanym do tego celu skojarzeniem testowym jest układ kula-tarcza, w którym badana powłoka nanoszona jest na powierzchnię tarczy a ścierająca 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. Jednakże ten sposób badania odporności na zużycie ściernie charakteryzuje bardzo duży rozrzut wyników, będący efektem badania właściwości tribologicznych, które nie zależą tylko od własności materiałów elementów tworzących węzeł tarcia, ale także od właściwości całego systemu tribologicznego i jego otoczenia, tzn. obciążenia, prędkości poślizgu, stanu powierzchni, medium otaczającego, temperatury, drgań, a w przypadku tarcia suchego w dużym stopniu od wilgotności powietrza. W związku z powyższym powstała inicjatywa opracowania metody testowania, w której dla wzmocnienia efektu destrukcji tarciowej wykorzystywane jest luźne, twarde ścierniwo, podawane do strefy tarcia. Idea metody, nazwanej ball-cratering, została opracowana w ramach 5. Programu Ramowego UE [L. 1–5] (Rys. 1). Oparta została ona na tzw. metodzie kulotest służącej do wyznaczania grubości powłok poprzez pomiar średnic kraterów wytartych kulą w obecności ścierniwa, z uwzględnieniem możliwości zmian obciążenia i prędkości poślizgu oraz kontroli medium otaczającego badane próbki. Kula (prze-

ciwpróbką) obraca się na powierzchni nieruchomej tarczy (próbki), a w strefę kontaktu kula/tarcza doprowadzona jest zawieszina ścierna. W ten sposób uzyskuje się kuliste wgłębienie – krater, którego wielkość jest mierzona. Jeżeli nie dochodzi do przetarcia powłoki, wyznaczamy współczynnik zużycia powłoki K_c , natomiast w przypadku przetarcia powłoki można obliczyć współczynnik zużycia powłoki K_c oraz współczynnik zużycia podłoża K_s .



Rys. 1. Schemat zestawu badawczego do badania zużycia ściernego powłok [L. 10]

Fig. 1. Schematic layout illustrating the geometry of the micro-abrasion apparatus [L. 10]

Idea ta została zapisana w postaci projektu normy europejskiej [L. 5] i jest obecnie rozwijana w wielu ośrodkach badawczych. Podstawowym problemem warunkującym skuteczne i efektywne wykorzystanie metody ball-cratering jest odpowiedni, do używanego ścierniwa i badanej powłoki, dobór parametrów metody (tzn. obciążenia, prędkości obrotowej, dróg badawczych) umożliwiającą uzyskanie wiarygodnych i powtarzalnych rezultatów.

MATERIAŁY DO BADAŃ

Badania zużycia ściernego metodą ball-cratering przeprowadzono w skojarzeniu pary trącej kula–tarcza. Przeciwwóbkę stanowiła kulka 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 $R_a = 0,177 \mu\text{m}$. Tarczę stanowiła próbka ze stali AISI H13 o wymiarach: średnicy 24,4 mm i grubości 10 mm. Obróbkę cieplną próbek przeprowadzono na piecu próżniowym, uzyskując twardość 56 HRC. Część ulepszonych cieplnie próbek azotowano jarzeniowo na urządzeniu CDS-Standard ITeE – PIB w Radomiu, z wykorzystaniem optycznego systemu sterowania intensywnością azo-

towania [L. 6]. Tak przygotowane podłoża (ulepszone cieplnie oraz z wytworzoną warstwą azotowaną) stanowiły bazę do osadzania wybranych powłok przeciwzużyciowych. Przed procesami osadzania powłok powierzchnie próbek polerowano z wykorzystaniem ścierniw diamentowych do uzyskania chropowatości $R_a = 0,01 \mu\text{m}$, a następnie myto i odfuszczano w trójkomorowej myjce ultradźwiękowej w trójchloroetylenie. Procesy osadzania wybranych powłok przeprowadzono metodą łukowo-próżniową na urządzeniach MZ 383 META-PLAS IONON oraz CDS-Standard. Właściwości osadzonych powłok przeciwzużyciowych przedstawiono w **Tabeli 1**.

Tabela 1. Właściwości osadzonych powłok PVD

Table 1. Properties of the PVD coatings

Rodzaj osadzonej powłoki	Właściwości powłok PVD					
	Grubość	Chropowatość	Twardość	Moduł Younga	Utrata kohezji (obłuszczenie powłoki)	Całkowita utrata adhezji
	g [μm]	R_a [μm]	HV	E [GPa]	Lc2 [N]	Lc3 [N]
TiN	2,2	0,05	2200±150	420±12	21	72
CrN	3,2	0,37	1720 ±146	300 ±35	32	64
Warstwa azotowana /CrN	3,5	0,35	1860 ±250	300 ±21	104	156
AlTiN	2,2	0,14	3200 ±100	440±10	30	60
Warstwa azotowana/AlTiN	2,0	0,15	3100 ±100	440±15	30	60
(TiN/AlCrN)x5	2,25 0,16 - TiN 0,29 - AlCrN	0,20	2400±160	305±12	26	55
AlCrN	1,8	0,19	2400±350	350±66	14	70

Grubość warstwy azotowanej wytworzonej na stali AISI H13 wyniosła 70 μm . Parametry procesu azotowania przedstawiono w **Tabeli 2**.

Tabela 2. Parametry procesu azotowania

Table 2. Parameters of the ion nitriding process

Proces	Ciśnienie	Atmosfera	Stosunek sygnałów spektralnych	Napięcie UBIAS	Temperatura	Czas
	p[mbar]	[%]	p(N ⁺ /H ⁺)	U[V]	T[°C]	t[min.]
Azotowanie jonowe	4,3	N ₂ 20 % H ₂ 80 %	2,0	-600	520	420

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 μm. Do badań wykorzystano 20% roztwór SiC i wody destylowanej.

EKSPERYMENT

Parametry procedury badania odporności na zużywanie ściernie ujęte w normie PN-EN 1071-6:2008 [L. 5] przeznaczone do badań porównawczych powłoki jednowarstwowej TiN, nie są użyteczne do badań innych rodzajów powłok. Zatem wyznaczenie współczynnika zużywania ściernego powłok należących do różnych grup wymagało wyznaczenia wartości parametrów procedury ball-cratering.

Dokładny opis przeprowadzonych eksperymentów dla wybranych powłok PVD opisano w pracach [L. 10–12]. Przeprowadzono serię badań mających na celu dobór odpowiednich dla badanej powłoki wartości parametrów pracy wężła tarcia w metodzie ball-cratering. Parametry te opracowano na podstawie wyników eksperymentów optymalizacyjnych zaplanowanych z wykorzystaniem metody optymalizacji jakości G. Taguchiego [L. 13]. Punktem wyjścia planowania eksperymentów optymalizacyjnych był wybór obszaru wartości dopuszczalnych badanych parametrów. Ponieważ wartości obciążenia (0,1N; 0,2N, 0,4N i 0,6N) i prędkości obrotowej (38, 80 i 150 obr/min) przyjęto na podstawie normy [L. 5] i przeprowadzonych wcześniej badań własnych [L. 7–9] do wyznaczenia obszaru wartości dopuszczalnych pozostało wyznaczenie wielkości dróg badawczych. Przyjęcie założenia o zbliżonym przyroście długości kolejnych dróg pozwoliło zmniejszyć liczbę zmiennych w badaniach optymalizacyjnych poprzez ograniczenie się do wyznaczenia wartości tylko dwóch dróg: drogi pierwszej (d_{\min}) i czwartej (d_{\max}). Drogi druga d_2 i trzecia d_3 są obliczone tak, aby przyrosty wartości kolejnych dróg były zbliżone, tzn. jeżeli $\delta = (d_{\max} - d_{\min})/3$, to $d_2 = d_{\min} + \delta$ i $d_3 = d_{\max} - \delta$. Zatem w dalszym ciągu należało się skupić na wyznaczeniu obszaru dopuszczalnych dróg minimalnej i maksymalnej. Wartości dopuszczalne dróg (max. i min.), wyznaczano na podstawie badania otrzymanych śladów zużycia w kształcie kraterów, dla wytypowanych na podstawie wcześniejszych badań wartości możliwych dróg. Analizując wyniki ba-

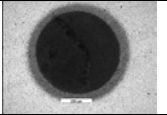
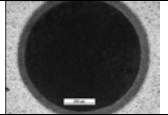
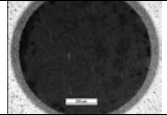
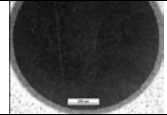
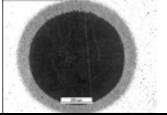
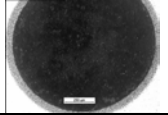
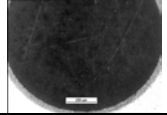
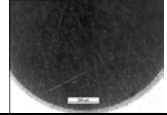
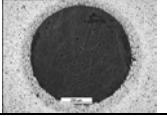
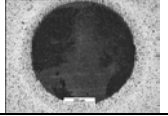
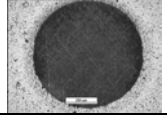
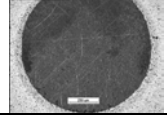
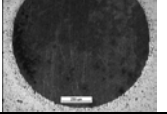
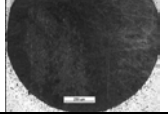
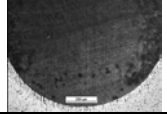
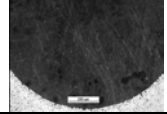
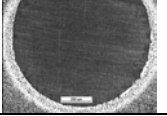
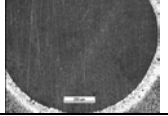
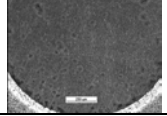
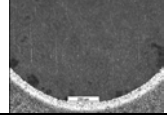
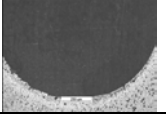
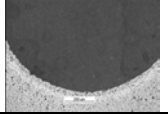
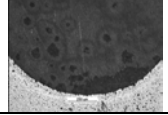
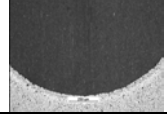
dania śladów zużycia dla wytypowanych dróg wybrano po trzy wartości drogi minimalnej i drogi maksymalnej. Po ustaleniu obszaru wartości dopuszczalnych parametrów metody, zgodnie z wykorzystywanym podejściem Taguchiego, wygenerowano plan eksperymentu, w którym zmiennymi były parametry: obciążenie, prędkość obrotowa oraz droga tarcia minimalna i maksymalna.

Badaniami objęto powłoki jedno- i wielowarstwowe, powłoki wieloskładnikowe oraz powłoki w systemie duplex (na podłożu azotowanym).

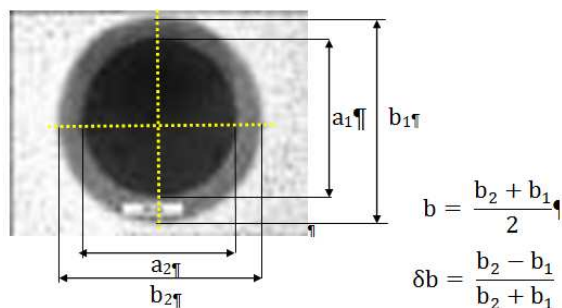
W tabeli 3 przedstawiono ślady wytarcia otrzymane dla poszczególnych powłok w warunkach optymalnych.

Tabela 3. Obrazy kraterów otrzymane w warunkach optymalnych

Table 3. Optical images of the crater after verification experiments

Powłoka	Obrazy kraterów otrzymane w warunkach optymalnych			
	Droga 1 [m]	Droga 2 [m]	Droga 3 [m]	Droga 4 [m]
CrN				
Warstwa azotowana/CrN				
Warstwa azotowana/AlTiN				
AlTiN				
AlCrN				
(TiN/AlCrN)x5				

Przedstawione ślady zużycia pokazują obrazy kraterów uzyskanych po przeprowadzonych testach zużyciowych w warunkach optymalnych. Po przeprowadzonych badaniach zużyciowych zmierzono średnice kraterów śladów zużycia. Średnicę podłoża a jako średnicę wewnętrzną oraz średnicę powłoki b jako średnicę zewnętrzną (**Rys. 2**) mierzono z użyciem optycznego mikroskopu pomiarowego.



Rys. 2. Wyznaczenie średnic śladu zużycia a , b i błędu względnego δb

Fig. 2. Measurement of crater with perforation of coating

Optymalnych wartości parametrów poszukiwano metodą optymalizacji jakości Taguchiego przyjmując kryterium „im mniejsze, tym lepsze” dla błędu względnego różnicy pomiędzy największą i najmniejszą średnicą śladu zużycia (zarówno wewnętrzną i jak i zewnętrzną).

Według opisanego schematu wykonano badania dla powłok PVD z **Tabe- li 1**. Wyznaczono optymalne wartości parametrów warunków pracy wężła tarcia, które następnie zweryfikowano [**L. 10**].

W **Tabe- li 4** przedstawiono zweryfikowane optymalne wartości parametrów warunków pracy wężła tarcia dla badanych powłok PVD, wyznaczone według metody Taguchiego.

Tabela 4. Parametry warunków pracy wężła tarcia

Table 4. Test conditions

Powłoka	Parametry pracy wężła tarcia			
	Obciążenie [N]	Prędkość obrotowa [obr/min]	Droga min. [m]	Droga max. [m]
CrN	0,2	150	12	96
Warstwa azotowana/ CrN	0,4	150	12	96
Warstwa azotowana/AlTiN	0,2	150	60	100
AlTiN	0,6	80	54	108
AlCrN	0,6	80	60	120
(TiN/AlCrN)x5	0,4	38	105	165

Dalej, wykorzystując uzyskane w eksperymencie optymalne wartości parametrów (wartości średnich średnic kraterów zużycia uzyskanych w pięciu przebiegach badawczych), wyznaczono współczynniki: zużycia powłoki Ks AISI H13, którego wartość wynosiła 8,0–8,7 [$10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$] oraz współczynniki zużycia powłoki Kc. Otrzymane wartości współczynnika zużycia powłoki Kc dla badanych powłok przedstawiono w Tabeli 5.

Tabela 5. Współczynniki zużycia powłoki Kc badanych powłok PVD

Table 5. Wear coefficients for the PVD coatings

Rodzaj powłoki	Współczynnik zużycia powłoki Kc $10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$
Powłoka prosta	
TiN	7,6
CrN	21,0
Powłoka hybrydowa	
warstwa azotowana/CrN	18,0
warstwa azotowana/AlTiN	1,6
Powłoka złożona wieloskładnikowa	
AlTiN	2,1
Powłoka wieloskładnikowa	
o podwyższonej odporności cieplnej	
AlCrN	4,4
Powłoka wielowarstwowa	
(TiN/AlCrN)x5	5,5

Analizując wartości współczynników zużycia powłoki Kc, stwierdzono, że spośród badanych powłok najbardziej odporną powłoką na zużycie ścierne jest powłoka AlTiN zarówno na podłożu azotowanym, jak i po obróbce cieplnej. Współczynnik Kc dla powłoki AlTiN w porównaniu ze współczynnikiem Kc dla powłoki CrN osadzonej na podłożu po procesie azotowania i obróbce cieplnej ma dziesięciokrotnie niższą wartość. Zaobserwowano również, że na podłożu azotowanym współczynnik zużycia osadzonych powłok jest niższy ($Kc_{CrN} = 18,0 \cdot 10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$, $Kc_{AlTiN} = 1,6 \cdot 10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$) w porównaniu z Kc tych samych powłok osadzonych na podłożu po obróbce cieplnej ($Kc_{CrN} = 21,0 \cdot 10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$, $Kc_{AlTiN} = 2,1 \cdot 10^{-13} \text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$).

W przeprowadzonych badaniach zaobserwowano łączny wpływ rodzaju podłoża (zarówno po obróbce cieplnej, jak i po procesie azotowania) oraz powłoki na wartość współczynnika Ks. Ślad w podłożu jest efektem reakcji podłoża i powłoki na destrukcyjne działanie ścierniwa i kulki, co również tłumaczy wpływ rodzaju podłoża na wartość współczynnika Kc.

PODSUMOWANIE

Zastosowanie metody optymalizacji jakości Taguchiego umożliwia wyznaczenie parametrów metody ball-cratering, pozwalających na skuteczną i efektywną ocenę odporności różnego rodzaju powłok. Dzięki ustalonym parametrom pracy węzła tarcia możliwe jest nie tylko wyznaczenie, ale również porównanie współczynników zużywania, co pozwala na usystematyzowanie badanych powłok według ich odporności na ścieranie.

Prezentowana metoda wyznaczania wartości parametrów została pozytywnie zweryfikowana w odniesieniu do wszystkich rodzajów powłok wytworzonych metodą PVD: jednowarstwowych (jednoskładnikowych i wieloskładnikowych, w tym gradientowych), powłok wielowarstwowych oraz powłok w układzie duplex (na podłożu modyfikowanym dyfuzyjnie) [L. 10]. Zastosowanie podejścia Taguchiego pozwoliło na istotne zmniejszenie liczby eksperymentów badawczych (wystarczy 9 układów zamiast 81 obejmujących eksperyment całkowity). Ponadto wykorzystując metodę ball-cratering również skraca się czas badania zużycia ściernego powłok PVD. Przykładowo badanie powłoki CrN: metoda ball-cratering zajmuje 1100 s, zaś metodą ball on disc – 30 000 s. To w pełni uzasadnia prace mające na celu zwiększenie skuteczności metody ball-cratering, między innymi poprzez dobór optymalnych parametrów metody.

LITERATURA

1. Gee M.G., Gant A.J., Hutchings I.M., Bethke R., Schiffman K., Acker van K., Poulat S., Gachoń Y., Stebut von J.: Progress towards standardisation of ball cratering. *Wear*. 2003; 255: 1–13.
2. 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*. 2005;259:27–35.
3. Gee M.G., Wicks M.J.: Ball crater testing for the measurement of the unlubricated sliding wear of wear-resistant coatings. *Surface and Coatings Technology*.2000; 133–134: 376–382.
4. Gee M.G.: The use of PC scanners in micro-abrasion wear testing. *Wear*. 2005;259: 1448–1452.
5. Norma PN-EN 1071-6:2008 Techniczna ceramika zaawansowana. Metody badania powłok ceramicznych. Część 6: Oznaczanie odporności na ścieranie powłok metodą mikrościerania.
6. Sprawozdanie z projektu badawczego: PW-004/ITE/04/2006, Wielofunkcyjne stanowisko technologiczne do realizacji hybrydowych technologii obróbki powierzchniowej, Radom 2007.
7. Osuch-Słomka E., Słomka Z., Szczerek M.: Określanie intensywności zużycia powłok niskotarciowych metodą ball-cratering. *Tribologia*. 2009;224:127–137.

8. Sprawozdanie z działalności statutowej: Badania mechanizmów zacierania i powierzchniowego zużycia zmęczeniowego elementów smarowych. Radom, ITeE – PIB, 2009.
9. Sprawozdanie z działalności statutowej: Tribologiczne badania elementów z powłokami przeciwzużyciowymi pracującymi w styku skoncentrowanym smarowanym i niesmarowanym. Radom, ITeE – PIB, 2010.
10. Sprawozdanie końcowe z projektu badawczego Nr N N504 346136. Opracowanie metody do badań tribologicznych powłok przeciwzużyciowych, Radom, ITeE – PIB, 2011.
11. Osuch-Słomka E.: Propozycja metodyki wyznaczania wartości parametrów testów dla metody ball-cratering. Tribologia. 2011, 240:161–171.
12. Ruta R.: Zastosowanie metody Taguchiego do planowania eksperymentów w badaniach tribologicznych. Tribologia. 2011, 236:125–141.
13. Mitra A.: Fundamentals of Quality Control and Improvement. Macmilian Publishing Company. NY 1993, 517–543.

Summary

The present work shows the micro-abrasive wear resistance of CrN, AlTiN, AlCrN, (TiN/AlCrN)_{x5} coatings and composite layers, including nitrided layer/CrN, nitrided layer/AlTiN coatings on hardened AISI H13. The research method applied to determine the abrasion resistance of the coatings by a micro-abrasion wear tests is based on the ball-cratering method. A series of resistance tests to abrasive wear performed using ball-cratering method were conducted in accordance with the test plan based on the Taguchi design. Variable test parameters were load, the speed of ball rotation, and sliding distance. A measuring device, an optical microscope, was used to take photographs and measure the diameters of the wear traces visible in the form of craters received after the performance of tribological tests. The experiments were carried out using the combination of tribological test parameters based on nine experiments (L9) of Taguchi orthogonal design with three variable test parameters: load, speed of ball rotation, and sliding distance. The results of the abrasive wear tests performed using ball-cratering method on duplex and non-duplex coatings were successfully verified by using the Taguchi optimisation program. Optimisation of the tribological test parameters based on the Taguchi method has been found to be very efficient and convenient for the investigation of the abrasive wear rate of the antiwear coatings.