

Anna PIĄTKOWSKA*

WPLYW GRUBOŚCI WARSTWY DLC NA WŁAŚCIWOŚCI TRIBOLOGICZNE W TARCIIU ŚLIZGOWYM

THE EFFECT OF THE DLC LAYER THICKNESS ON THE TRIBOLOGICAL PROPERTIES IN SLIDING FRICTION

Słowa kluczowe:

warstwy DLC, tarcie ślizgowe, zużycie, FIB

Key words:

DLC layers, sliding friction, wear, FIB

Streszczenie

W pracy przedstawione są wyniki badań tribologicznych wykonanych na próbkach z warstwami o grubości 50 nm, 500 nm i 1300 nm nałożonymi na podłoże ze stali narzędziowej 316L. Warstwy nakładane były metodą RF PACVD. Testy tribologiczne realizowano w węźle tarcia typu kula–powierzchnia płaska z postępowo-zwrotnym ruchem ślizgowym kulki. Grubsze warstwy DLC wykazały stabilny i niski współczynnik tarcia. Ślady tarcia analizowano za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego oraz mikroskopu interferencyjnego. Najmniejsze zużycie zaobserwowano dla próbki z warstwą DLC o grubości

* Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, 01-191 Warszawa, ul. Wólczyńska 133.

500 nm. Nawet w przypadku intensywnego uszkodzenia, warstwy DLC pełniły funkcję zabezpieczającą i zmniejszały zakres i zmieniały rodzaj zniszczeń.

WPROWADZENIE

Zainteresowanie warstwami DLC datuje się już od kilkunastu lat. Prognozowane zastosowania [L. 1], które wynikały z właściwości pierwszych laboratoryjnych warstw [L. 2], zostały wdrożone w praktykę, a kolejne modyfikacje struktury warstw [L. 3] poprawiły ich najbardziej newralgiczne parametry. Wśród właściwości fizycznych niezaprzeczalnie najczęściej podkreślaną zaletą warstwy DLC jest jej cecha obniżenia współczynnika tarcia [L. 1–4] oraz minimalizowania zużycia w konkretnych rozwiązaniach konstrukcyjnych węzłów trących. Jedną z istotnych grup zastosowań są elementy w konstrukcjach biomedycznych. Wykorzystywane w endoprotezach inne materiały, takie jak polimery czy ceramika [L. 5] nie do końca spełniają wysokie wymagania odporności na zniszczenia. Wkładki panewki z polietylenu są podatne na zużycie i mają najwyższy współczynnik tarcia z metalową główką, a z kolei ceramika jest podatna na mikropęknięcia zarówno w toku wytwarzania, jak i podczas użytkowania [L. 6]. Stąd powstała opcja poprawy właściwości tribologicznych standardowych elementów: metal–metal za pomocą nałożenia cienkiej warstwy DLC [L. 7, 8]. W niniejszej pracy przedstawiono wyniki oceny właściwości tribologicznych par trących w różnych konfiguracjach materiałowych oraz z warstwami DLC o różnych grubościach nałożonymi na stal narzędziową.

PRZEDMIOT I METODYKA BADAŃ

Badania tribologiczne zostały przeprowadzone na próbkach z warstwami DLC nałożonymi metodą RF PACVD (*Radio Frequency Plasma Asisted Chemical Vapour Deposition*) na podłoże ze stali narzędziowej 316L.

Próbki z warstwami o grubościach 50 nm oraz 500 nm wykonane zostały w Zakładzie Inżynierii Biomedycznej Instytutu Inżynierii Materiałowej PŁ. Próbką z warstwa DLC o grubości 1300 nm wykonana została na urządzeniu DLC-system firmy Leybold GmbH.

Struktura otrzymanych warstw jest jednorodna z nanokrystalitami diamentu rozproszonymi równomiernie w objętości warstwy.

Testy tribologiczne przeprowadzono na tribotesterze własnej konstrukcji z węzłem tarcia typu kula–powierzchnia płaska. Obciążona kulka–przeciwpróbka ślizgała się po badanej powierzchni ruchem postępowo-zwrotnym z prędkością średnią 0,33 mm/s, a długość śladu wynosiła 3 mm. W testach zastosowano dwa rodzaje kulek trących: kulkę łożyskową o średnicy 1 mm oraz kulkę z ceramiki SiC o średnicy 4 mm. Różne materiały kulek trących oraz odmienne średnice mają na celu wywołanie różnorodnych dominujących składowych

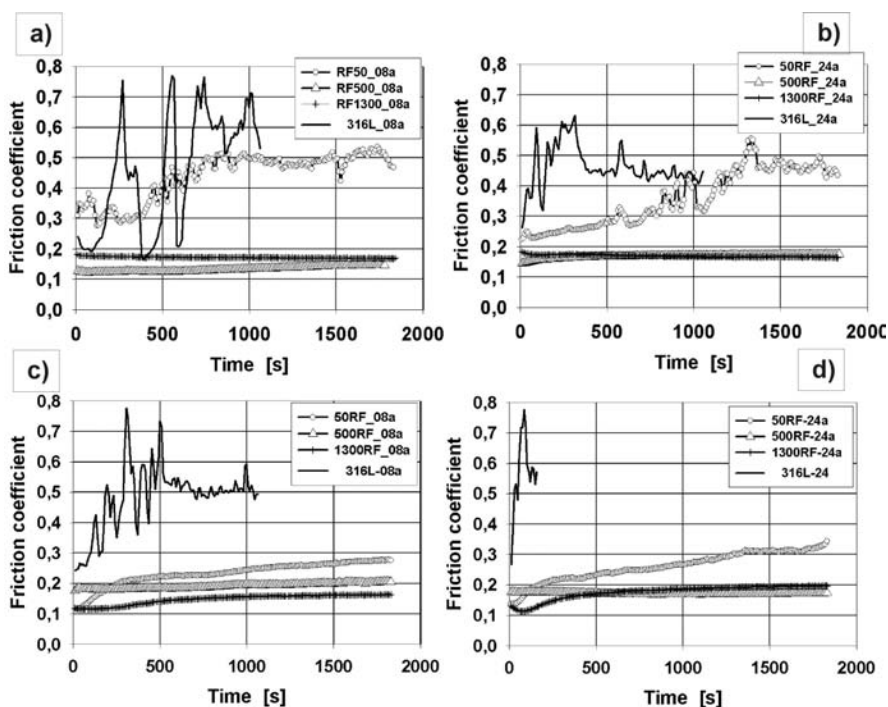
tarcia: abrazyjnej lub adhezyjnej. W testach zastosowano obciążenia 0,8 N oraz 2,4 N. Badania tarcia trwały 100 cykli przemieszczeń, czyli ok. 1800 s.

Ślady tarcia obserwowano za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego Auriga z wykorzystaniem systemu FIB (*Focused Ion Beam*) do wykonania przekrojów poprzecznych w wybranych obszarach zużycia.

Zastosowanie detektora SE typu In-Lens pozwoliło na rozróżnienie topografii masowej i uszczegółowienie charakteru zniszczenia powierzchni warstwy. Do analizy głębokości wykorzystano mikroskop interferencyjny firmy Veeco, który umożliwia wizualizację trójwymiarową oraz wykonanie profilu powierzchni i śladu tarcia.

WYNIKI BADAŃ I Dyskusja

Na **Rys. 1** przedstawiono wykresy zmian współczynnika tarcia zarejestrowane w przykładowym teście dla każdej opcji warunków pomiarowych.



Rys. 1. Wykresy współczynnika tarcia: a) obciążenie $F_n = 0,8$ N kulka łożyskowa $\phi 1$ mm, b) obciążenie $F_n = 2,4$ N kulka łożyskowa $\phi 1$ mm, c) obciążenie $F_n = 0,8$ N kulka SiC $\phi 4$ mm, d) obciążenie $F_n = 2,4$ N kulka SiC $\phi 4$ mm, dla podłoża 316L oraz warstw DLC 50 nm, 500 nm i 1300 nm

Fig. 1. Graphs of a friction coefficient at: a) load 0.8 N, the ball of $\phi 1$ mm, b) load 2.4 N, the ball of $\phi 1$ mm, c) load 0.8 N, the ball of $\phi 4$ mm, d) load 2.4 N, the ball of $\phi 4$ mm

Do pomiarów tribologicznych dołączona została próbka bez warstwy, podłoże 316L. Ze względu na znaczne wartości siły tarcia otrzymywane dla tej próbki, testy były przerywane wcześniej, głównie ze względu na niebezpieczeństwo uszkodzenia czujnika piezoelektrycznego.

W porównaniu z wartościami współczynnika tarcia dla stali 316L, warstwy DLC spowodowały jego znaczne zmniejszenie oraz stabilność wartości w czasie.

Pośród badanych warstw największy współczynnik tarcia zmierzony został dla DLC o grubości 50 nm i w tarciu z kulką $\phi 1$ mm.

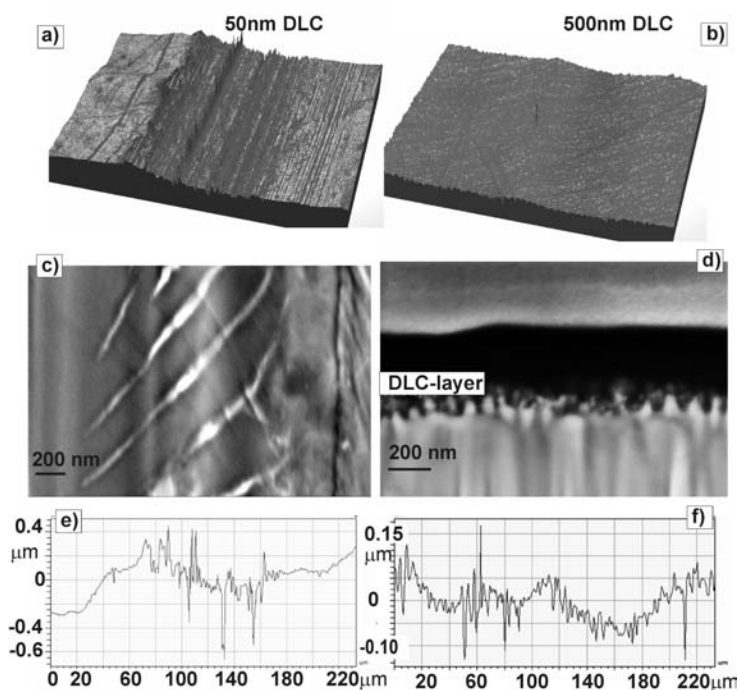
Przy początkowej wartości współczynnika tarcia około 0,25–0,3 po 30 cyklach tarcia (500 s) nastąpił intensywny wzrost oraz zmienność jego wartości. W końcowej fazie krzywe współczynnika tarcia stali 316L oraz z warstwą 50 nm miały podobne wartości. Tarcie kulką ceramiczną SiC o większej średnicy $\phi 4$ mm przebiegało dla próbki z warstwą 50 nm bardziej równomiernie. Wzrost współczynnika tarcia następował łagodnie, w miarę przebiegu testu i z początkowej wartości 0,1 dochodził do 0,3–0,35. Zwiększenie obciążenia nie zmieniło zachowania się tej pary trącej, jedynie nieznacznie zwiększony został współczynnik tarcia. Warstwy o grubości 500 nm oraz 1300 nm wykazały bardzo niskim i stabilnym współczynnikiem tarcia we wszystkich wariantach testów tribologicznych. Wartości współczynnika tarcia na końcowym etapie badań zmieniały się w zakresie od 0,17 do 0,20.

Większe zróżnicowanie właściwości tribologicznych warstw DLC o różnej grubości zaobserwowano w odniesieniu do odporności na zużycie.

Po 100 cyklach tarcia głębokości śladów tarcia na próbkach 316L i z warstwą 50 nm są podobne i wynoszą kilka mikrometrów. Natomiast morfologia śladów i charakter zniszczeń przedstawiają się znacząco odmiennie. Ślad tarcia na stali ma nieregularny kształt, a także plastycznie ukształtowane bruzdy, które zawierają zanieczyszczenia powierzchni i intensywne rozdrobnioną strukturę materiału. Pomimo że ślad na próbce z warstwą 50 nm jest równie głęboki jak na próbce podłoża, to jego powierzchnia jest względnie gładka i regularna. Wprawdzie warstwa DLC uległa częściowemu zerwaniu, jednakże struktura podłoża zachowała swój pierwotny charakter.

Zużycie na próbce z warstwą o grubości 500 nm było znikome i trudne do obserwacji mikroskopowych. **Rysunek 2** przedstawia zestawienie obrazów śladów tarcia na próbkach z warstwą 50 nm i 500 nm badanych w tych samych warunkach. Na próbce z warstwą 50 nm tarcie kulką o średnicy 4 mm wywołało mniejsze uszkodzenia niż tarcie kulką o średnicy 1 mm (**Rys. 2e**) i dla tych testów można było uchwycić fazę niszczenia warstwy, jej pękanie oraz delaminację. Warstwa 500 nm okazała się wyjątkowo odporna na zużycie w tarciu z kulką stalową $\phi 1$ mm. Jedyne zaobserwowane mikroskopowo uszkodzenia zostały wywołane tarcie przy obciążeniu 2,4 N z kulką $\phi 4$ mm, a i tak są one

bardzo nisko (**Rys. 2b**). Głębokości uszkodzeń wynoszące około $0,1 \mu\text{m}$ zostały zmierzone na mikrozarysowaniach (**Rys. 2f**), które były na tyle płytkie, że nie dochodziły do styku warstwy z podłożem.



Rys. 2. Zestawienie obrazów śladów tarcia na próbce z warstwą 50 nm, lewa kolumna oraz z warstwą 500 nm, prawa kolumna rysunków, po tarcii przy $F_n = 2,4 \text{ N}$, $\phi 4 \text{ mm}$, a, b) topografia fragmentu śladu, c) powiększenie środkowej części śladu, d) przekrój poprzeczny fragmentu śladu, e, f) profile poprzeczne całych śladów tarcia

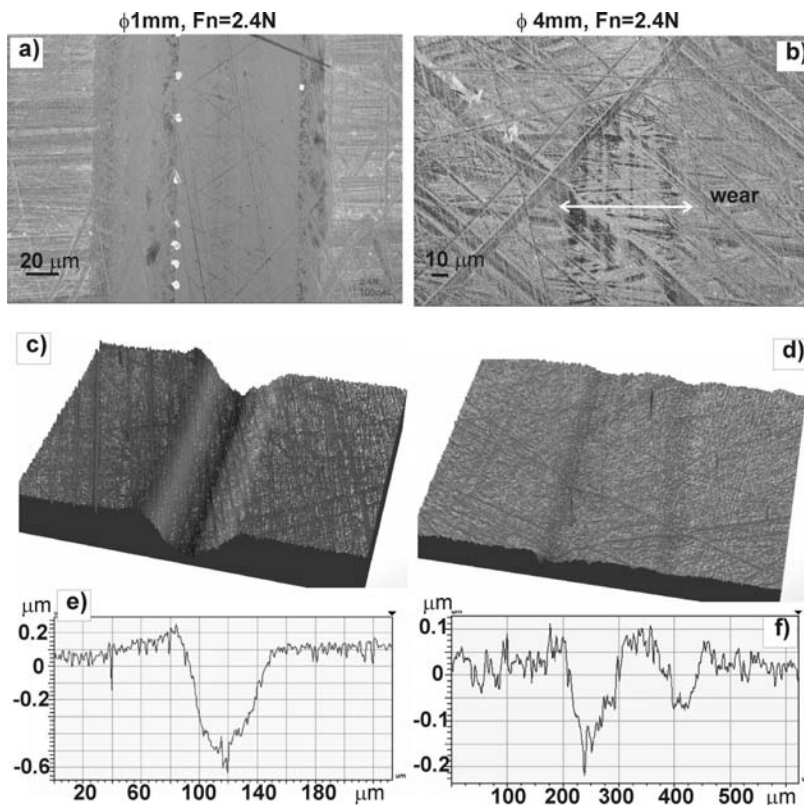
Fig. 2. Images of friction traces on the sample with a layer of 50 nm, the left column, and the layer of 500 nm, the right column of Fig. 4, the friction at $F_n = 2.4 \text{ N}$, the ball of $\phi 4 \text{ mm}$, a, b) topography trace fragment, c) enlarged the middle of a track, d) cross-section of a track, e, f) cross sections of complete tracks of friction

Na **Rys. 2d** przekrój śladu ujawnia szczególne połączenie zachodzące między warstwą a podłożem. W efekcie oczyszczania jonami argonu przed procesem nakładania warstwy powierzchnia podłoża została podtrawiona, co stworzyło korzystne warunki do bardzo dobrej adhezji pomiędzy warstwą a podłożem i jest przyczyną korzystnych właściwości tribologicznych.

Uszkodzenia powierzchni próbki z warstwą 1300 nm w efekcie tarcia różnymi kulkami pokazuje **Rys. 3**. Tarcie kulką $\phi 1 \text{ mm}$ pod obciążeniem 2,4 N wywołało największe naciski powierzchniowe i dla warstwy o grubości 1300 nm naciski te spowodowały powstawanie wyraźnego rowka (**Rys. 3c, e**).

Prawdopodobnie w tym przypadku badań lokalnie dochodzi do drobnych wyrwań w warstwie DLC, co obrazują jasne plamki na **Rys. 3a**. Tarcie kulką $\phi 4$ mm nie powoduje równie intensywnych uszkodzeń. Głębokości mikrorys są rzędu 0,1–0,2 μm , a powierzchnia warstwy w miejscu tarcia zawiera aglomeraty wytartych zanieczyszczeń.

Na **Rys. 3b**, dzięki zastosowaniu detektora In-Lens, możliwe było uwidocznienie bardzo cienkiej warstwy na powierzchni próbki. Są to pozostałości po środkach czyszczących (np. acetonie), których „rozsmarowanie” jest często jedynym widocznym mikroskopowo śladem po badaniu tarcia, w przypadku gdy zniszczenia powierzchni są bardzo małe.



Rys. 3. Zestawienie rysunków obrazujących ślady tarcia na próbce z warstwą 1300 nm po tarcia pod obciążeniem $F_n = 2,4$ N kulką $\phi 1$ mm, lewa kolumna rysunków oraz $\phi 4$ mm, prawa kolumna rysunków a,b) obrazy SEM śladów tarcia, c, d) fragment topografii śladów tarcia, e, f) profile poprzeczne śladów tarcia

Fig. 3. Pictures of the traces of friction on the sample with a layer of 1300 nm after friction under load $F_n = 2.4$ N, the ball of $\phi 1$ μm , the left column of Fig. 3, and the ball of $\phi 4$ mm, the right column of figures a, b) SEM images of friction tracks, c, d) topography of friction traces, e, f) cross sections of friction traces

WNIOSKI

Nałożenie warstwy DLC powoduje poprawę właściwości antyzużyciowych oraz obniżenie współczynnika tarcia. Bardzo cienka warstwa DLC o grubości 50 nm nie zabezpiecza przed uszkodzeniami ale zmniejsza rozmiar i liczbę mikrouszkodzeń. Współczynnik tarcia zostaje trwale zredukowany do wartości 0,18–0,20 dla warstw DLC o grubościach 500 nm i 1300 nm. Natomiast odporność na zużycie tych warstw znacznie zwiększa się. W obu przypadkach adhezja warstwy do stalowego podłoża jest bardzo dobra i w efekcie testów tarcia niewielkim uszkodzeniom ulega jedynie sama warstwa. Zdecydowanie lepsze właściwości antyzużyciowe posiada warstwa o grubości 500 nm. Jej uszkodzenia powstawały jedynie w tarcu z kulką SiC o średnicy 4 mm i związane były z adhezyjną składową tarcia. Stwierdzono natomiast, iż zwiększenie grubości warstwy może pogorszyć wytrzymałość na naciski, gdyż badana w tych samych warunkach warstwa 1300 nm odkształcała się plastycznie, podczas gdy warstwa 500 nm w ogóle nie uległa uszkodzeniu. Stąd można wyciągnąć wniosek, że zwiększanie grubości warstwy DLC w celu poprawy odporności na zniszczenia nie jest korzystne ze względu na właściwości wytrzymałościowe związane ze wzrostem warstwy oraz ukonstytuowaną strukturą.

Praca została wykonana w ramach Grantu Badawczego nr 4842/BT02/2010-39.

LITERATURA

1. Lifshitz Y.: Diamond-like carbon – present status, *Diamond and Related Materials*, 1999, 8, s. 1659–1676.
2. McLaughlin J.A., Meenan B., Maguire P., Jamieson N.: Properties of diamond like carbon thin film coatings on stainless steel medical guidewires, 1996, 5, s. 486–491.
3. Mitura S., Mitura A., Niedzielski P., Couvart P.: Nanocrystalline Diamond Coatings, *Chaos, Solutions & Fractals*, 1999, Vol. 10, No. 12, s. 2165–2176.
4. Neuville S., Matthews A.: A perspective on the optimization of hard carbon and related coatings for engineering applications, *Thin Solid Films*, 2007, 515, s. 6619–6653.
5. <http://www.ortopedia.edu.pl/html/endo%20biodra.html>.
6. Weglewski W., Basista M., Chmielewski M.: Modelling of thermally induced damage in the processing of Cr-Al₂O₃ composites, *Composites Part B-engineering*, 2012, Vol.43, s. 255–264.
7. Suzuki A., Aiyama Y et al: Friction and wear characteristic of hydrogenated diamond-like carbon films formed on the roughened stainless steel surface, *Wear*, 2010, 297, s. 118–124.
8. Huang S., Jeng R-J., Lui K-F.: Sliding wear characteristic of the diamond-like carbon films on alloy substrates, *Wear*, 2007, 263, s. 1266–1273.

Summary

This paper presents the results of tribological tests made on the samples with a layer thickness of 50 nm, 500 nm and 1300 nm deposited on the surface of 316L tool steel. The DLC layers were made by the RF PACVD method. Tribological tests were carried out on the ball-flat surface friction node, with the reciprocating sliding movement of the ball. The thicker DLC layers showed a stable and low friction coefficient. Friction traces were analysed by scanning electron microscopy and interference microscopy. The lowest wear was observed for the DLC layer with thickness of 500 nm. Even in the case of heavy damage, the DLC layer acted as a protection and reduced the extend and changed the type of damage.