

**Wiesław RAKOWSKI\***, **Sławomir ZIMOWSKI\***,  
**Paweł ADAMCZYK\***

## **WPLYW TWARDOŚCI I SPRĘŻYSTOŚCI PODŁOŻA NA MIKROUDAROWE ZUŻYCIE ZMĘCZENIOWE POWŁOKI**

### **EFFECT OF THE SUBSTRATE HARDNESS AND ELASTICITY ON THE MICRO-IMPACT FATIGUE WEAR OF THE COATING**

#### **Słowa kluczowe:**

wytrzymałość mikroudarowa, powłoki, twardość, pękanie

#### **Key words:**

fatigue strength, coatings, hardness, cracking

#### **Streszczenie**

Badania mikroudarowej wytrzymałości powłok tribologicznych przeprowadzono w celu uzyskania wiedzy o pękaniu i odspajaniu fragmentów powłoki pod wpływem powtarzających się cyklicznie obciążeń o charakterze udarowym, w zależności od twardości i sprężystości podłoża. Niszczenie powłoki następuje pod wpływem kumulacji efektów zmęczeniowych w długich okresach mierzo-

---

\* AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Polska, e-mail: rakowski@agh.edu.pl, e-mail: zimowski@agh.edu.pl, e-mail: padamczy@agh.edu.pl.

nych liczbą uderzeń przy założonej sile i energii kinetycznej uderzenia. Badano powłoki TiN o grubości 0,5  $\mu\text{m}$  osadzone na stali ferrytycznej i austenitycznej. Twardość i sprężystość obu podłoży oraz układów powłoka–podłoże wyznaczono przy użyciu Micro-Combi-Testera firmy CSEM. Badania mikroudarowej wytrzymałości zmęczeniowej wykonano na stanowisku zaprojektowanym i zbudowanym w Laboratorium Tribologii i Inżynierii Powierzchni AGH. Stwierdzono istotny wpływ sprężystości podłoża oraz jego twardości na badane zjawiska.

## WPROWADZENIE

Pękanie zmęczeniowe powłok tribologicznych pod wpływem powtarzających się zmiennych naprężeń o charakterze udarowym występuje zarówno w ślizgowych węzłach tarcia, gdzie interakcja mikronierówności powierzchni jest dynamiczna [L. 1–3], jak i w warstwach wierzchnich narzędzi skrawających oraz narzędzi do przeróbki plastycznej na zimno pod wpływem fal sprężystych, a także w elementach poddanych zużyciu erozyjnemu i podobnych [L. 4]. W układach powłoka–podłoże pola naprężeń wywołane cyklicznymi mikroudarowymi obciążeniami powodują złożone skutki zarówno w materiale powłoki, jak i w połączeniu powłoki z podłożem oraz w materiale podłoża [L. 5]. Ich następstwem jest inicjacja i propagacja pęknięć zmęczeniowych prowadząca do niszczenia powłoki [L. 6, 7].

W artykule przedstawiono analizę badań eksperymentalnych mikroudarowego zmęczenia powłok TiN osadzonych na dwóch podłożach stalowych różniących się twardością i sprężystością. Uzyskane wyniki będą wykorzystane w kolejnych pracach do estymacji określonych parametrów w próbie teoretycznej analizy procesu mikroudarowego zmęczenia twardych powłok w celu opracowania zaleceń konstrukcyjnych i materiałowych.

## BADANE POWŁOKI

Badaniom poddano pojedyncze powłoki o składzie stechiometrycznym zbliżonym do TiN, o grubości 0,5  $\mu\text{m}$  wytworzone metodą PLD (*Pulsed Laser Deposition*) [L. 8]. Powłoki osadzono na podłożach ze stali ferrytycznej X20Cr13 oraz austenitycznej X10CrNi18-8. Wszystkie powłoki zostały wytworzone w jednakowych warunkach zgodnie ze ściśle określoną procedurą. Próbkę oznaczono odpowiednio do podłoża: TiN–feryt oraz TiN–austenit.

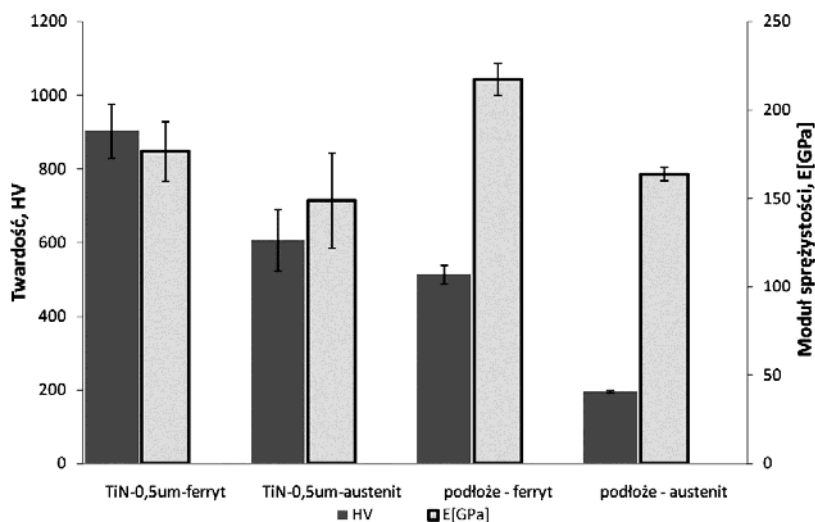
## BADANIA MIKROMECHANICZNE

Badania właściwości mikromechanicznych przeprowadzono przy użyciu Micro-Combi-Testra (MCT) firmy CSEM. Mikrotwardość i moduł Younga wyzna-

czono przez wciskanie węgelnika Vickersa przy obciążeniach: 10, 20, 50 i 1000 [mN]. Mikrotwardość układów powłoka–podłoże wyznaczono z co najmniej 5 pomiarów dla każdego obciążenia.

Na **Rys. 1** przedstawiono wyniki pomiarów mikrotwardości i modułu Younga dla podłoża ferrytycznego, austenitycznego oraz układów TiN–feryt i TiN–austenit przy obciążeniu 10 mN. Twardość dla TiN–feryt wynosiła 903 HV, a dla TiN–austenit 605 HV, natomiast ich moduły sprężystości były równe odpowiednio 176 GPa i 148 GPa. Niemal dwukrotna różnica twardości badanych układów wynika z dwukrotnie większej twardości podłoża ferrytycznego w porównaniu z podłożem austenitycznym. Twardość podłoża ze stali ferrytycznej wynosiła 513 HV, a austenitycznej 194 HV, natomiast ich moduły sprężystości były równe odpowiednio 217 GPa i 163 GPa.

Wykonano również pomiary z większym obciążeniem w celu określenia twardości układu powłoka–podłoże w sytuacji kiedy powłoka jest już zniszczona. Taki stan występuje w momencie częściowego wykruszenia lub odspojenia powłoki od podłoża w wyniku mikroudarowego zmęczenia.

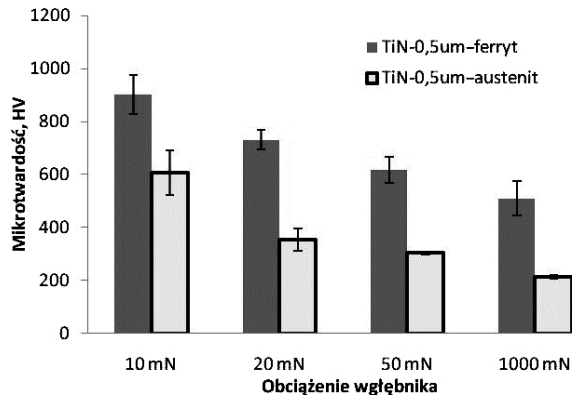


**Rys. 1. Mikrotwardość i moduł Younga dla podłoży i układów powłoka–podłoże przy obciążeniu 10 mN**

Fig. 1. Microhardness and Young modulus of the coating–substrate systems and the substrates without coatings under the load of 10 mN

Wyniki pomiarów mikrotwardości układów powłoka–podłoże w zależności od zastosowanego obciążenia są przedstawione na **Rys. 2**.

Ze wzrostem obciążenia, a więc też głębokości penetracji węgelnika, twardość układów powłoka–podłoże zmniejszała się, a przy obciążeniu 1000 mN była prawie taka sama jak dla podłoży bez powłok. Pomiary twardości cienkich

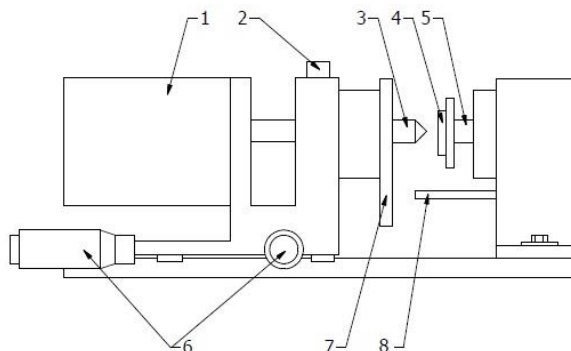


**Rys. 2. Mikrotwardość TiN-ferryt i TiN-austenit przy obciążeniach 10, 20, 50 i 1000 [mN]**  
 Fig. 2. Microhardness of TiN-ferritic steel and TiN-austenitic steel under the load of 10, 20, 50 and 1000 [mN]

powłok należy wykonywać z takim obciążeniem, aby zagłębienie wgłębnika nie przekraczało 10% grubości powłoki, co powinno zapewnić ograniczenie wpływu właściwości podłoża [L. 9].

### MIKROUDAROWE BADANIA ZMĘCZENIOWE

Badania zmęczeniowe powłok wykonano przy użyciu testera skonstruowanego w Laboratorium Tribologii i Inżynierii Powierzchni AGH w Krakowie (Rys. 3). Wzbudnik (1) generuje cykliczne uderzenia wgłębnika z kulką (3) w powierzchnię próbki (4). W czasie testu rejestrowana jest siła uderzenia w funkcji czasu, przemieszczenie kulki oraz liczba cykli. Do pozycjonowania wgłębnika względem powierzchni próbki służą śruby mikrometryczne.



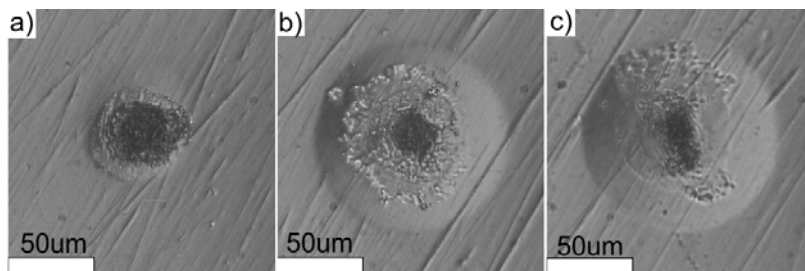
**Rys. 3. Schemat testera do badania mikroudarowej wytrzymałości zmęczeniowej:**  
 1 – wzbudnik, 2 – smarownicznka, 3 – wgłębnik, 4 – próbka, 5 – czujnik siły, 6 – śruby mikrometryczne, 7 – tarcza, 8 – czujnik przemieszczenia

**Fig. 3. Scheme of the impact tester:** 1 – inductor, 2 – lubricating nipple, 3 – indenter, 4 – sample, 5 – force sensor, 6 – micrometer screw, 7 – target, 8 – displacement sensor

W badaniach zastosowano wglębnik w postaci kuli  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o średnicy 1 mm, który uderzał w powierzchnię próbki z siłą  $F_N = 2 \text{ N}$  i częstotliwością 5 Hz. Aby najlepiej odzwierciedlić charakter uderzeń udarowych zastosowano piłokształtny sygnał sterujący urządzeniem wymuszającym ruch wglębniaka. Badanie przeprowadzono dla trzech zakresów cykli uderzeniowych: 20 000, 40 000 oraz 80 000. Po każdej serii badań analizowano stan powierzchni odcisku powstałego po mikroudarowym zmęczeniu przy użyciu mikroskopu optycznego (LM).

### Powłoka TiN na podłożu ferrytycznym

Na **Rys. 4** przedstawiono obrazy kraterów powstałych na powierzchni próbek TiN–ferryt po testach zmęczeniowych przy wzrastającej liczbie cykli.



**Rys. 4.** Obraz powierzchni TiN–ferryt po a) 20 000 cyklach, b) 40 000 cyklach, c) 80 000 cyklach ( $F_N = 2 \text{ N}$ , LM, pow.  $\times 200$ )

Fig. 4. Image of TiN–ferritic steel surface after a) 20 000 cycles, b) 40 000 cycles, c) 80 000 cycles ( $F_N = 2 \text{ N}$ , LM, mag.  $\times 200$ )

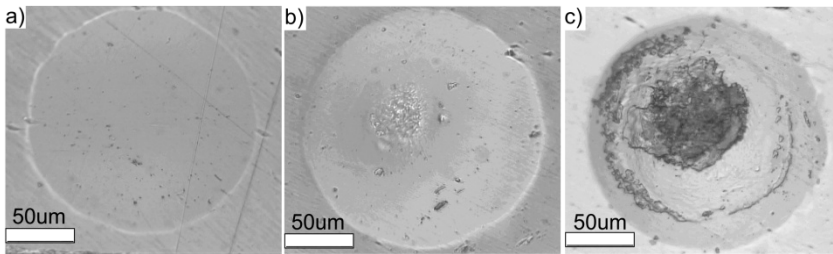
Krater po 40 000 uderzeń jest wyraźnie większy od krateru po 20 000 cyklach. Natomiast zwiększenie liczby cykli do 80 000 nie spowodowało powiększenia pola powierzchni odcisku ani też wykruszenia powłoki na dużym obszarze. Zniszczenie powłoki było zlokalizowane w centralnej części krateru w miejscu kumulacji maksymalnych naprężeń.

### Powłoka TiN na podłożu austenitycznym

Stan powierzchni TiN–austenit po testach zmęczeniowych przy wzrastającej liczbie cykli jest przedstawiony na **Rys. 5**.

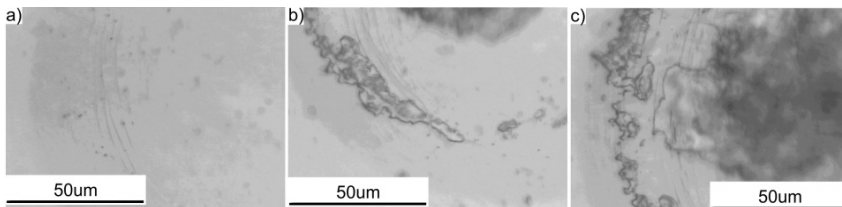
Po 20 000 cyklach powierzchnia krateru nie ulega spękanii, jak również nie obserwowano na niej żadnych widocznych zniszczeń. Po 40 000 cyklach w kraterze powstały charakterystyczne obwodowe pęknięcia (**Rys. 6a**). Efektem tych pęknięć w kolejnych cyklach udarowych było postępujące niszczenie powłoki, kiedy to po 80 000 cyklach nastąpiło wykruszanie jej fragmentów

i odsłonięcie podłoża (**Rys. 6b, c**). Pęknięcia obwodowe w powłoce charakterystyczne dla tej próbki przedstawiono na **Rys. 6**.



**Rys. 5.** Obraz powierzchni TiN–austenit po a) 20 000 cyklach b) 40 000 cyklach c) 80 000 cyklach ( $F_N = 2\text{ N}$ , LM, pow.  $\times 200$ )

Fig. 5. Image of TiN–austenitic steel surface after a) 20 000 cycles, b) 40 000 cycles, c) 80 000 cycles ( $F_N = 2\text{ N}$ , LM, mag.  $\times 200$ )



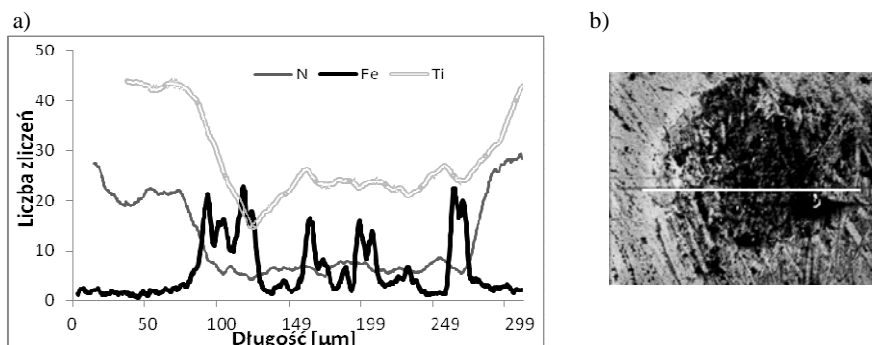
**Rys. 6.** Obraz powierzchni TiN–austenit po a) 40 000 cyklach; b), c) 80 000 cyklach ( $F_N = 2\text{ N}$ , LM, pow.  $\times 500$ )

Fig. 6. Image of TiN–austenitic steel surface after a) 40 000 cycles; b), c) 80 000 cycles ( $F_N = 2\text{ N}$ , LM, mag.  $\times 500$ )

## BADANIA MORFOLOGII POWIERZCHNI KRATERÓW

Dokonano również analizy morfologii i składu chemicznego wybranych odcisków przy użyciu skaningowego transmisyjnego mikroskopu elektronowego FEI Nova NanoSEM 450 (STEM), który wyposażony jest w mikroanalizator EDS (*Energy-dispersive X-Ray Spectroscopy*). Na podstawie analizy jakościowej EDS wzdłuż linii przechodzącej przez krater (**Rys. 7b, 9b**) wyznaczono rozmieszczenie poszczególnych pierwiastków w kraterze oraz w obszarze z nim sąsiadującym (**Rys. 7a, 9a**).

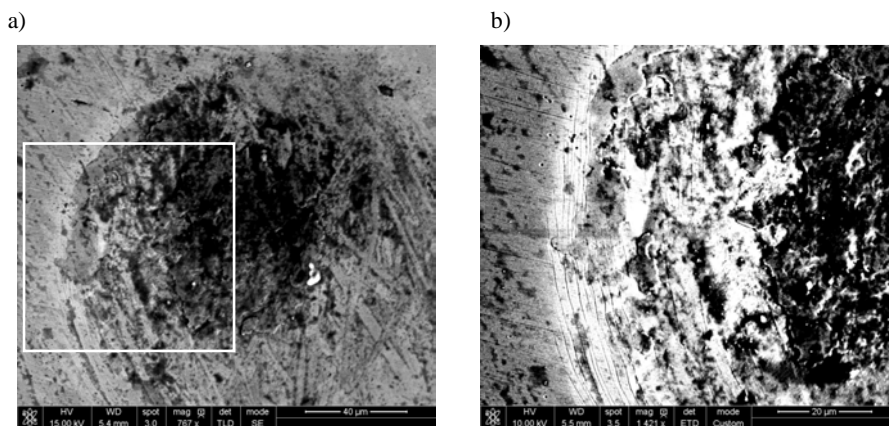
W kraterze powstałym w TiN–austenit po 80 000 uderzeń nastąpiło wykruszenie powłoki i odsłonięcie podłoża (**Rys. 7b**), o czym świadczy wysoka intensywność sygnału pochodzącego od żelaza (Fe) obecnego tylko w obszarze krateru. Wzrost liczby zliczeń Fe wyraźnie odpowiada spadkowi liczby zliczeń N (azotu) i Ti (tytanu), które są składnikami powłoki (**Rys. 7a**).



**Rys. 7. Mikroanaliza składu chemicznego w obszarze krateru TiN–austenit po 80 000 cykli, a) rozkład pierwiastków wzdłuż linii, b) obraz SEM krateru z zaznaczoną linią skanowania**

Fig. 7. Chemical microanalysis of the crater on TiN–austenitic steel after 80 000 cycles, a) distribution of the elements along the line, b) SEM image of the crater with marked linescan

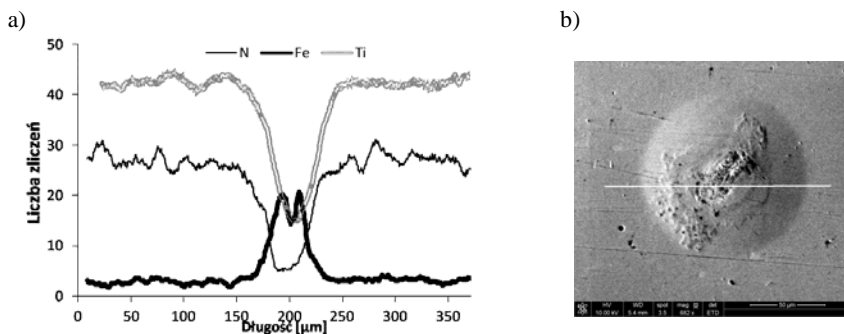
Szczegółową analizę zniszczenia TiN–austenit w obszarze krateru wykonano również przy użyciu SEM. Na brzegach krateru można zaobserwować wyraźne pęknięcia obwodowe i dużą deformację powłoki prowadzącą do jej zapadnięcia (**Rys. 8**).



**Rys. 8. Obraz powierzchni TiN–austenit po 80 000 cykli, a) cały krater, b) powiększenie w miejscu wystąpienia pęknięć obwodowych**

Fig. 8. SEM image of TiN–austenitic steel after 80 000 cycles, a) entire crater, b) enlargement of place with circular cracks

Na **Rys. 9** przedstawiono mikroanalizę EDS składu chemicznego odcisku w TiN–feryt powstałego po 80 000 cykli.



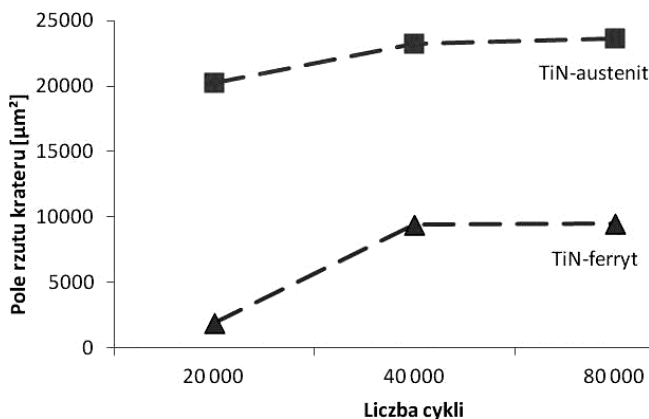
**Rys. 9.** Mikroanaliza składu chemicznego w obszarze krateru TiN–ferryt po 80 000 cykli, a) rozkład pierwiastków wzdłuż linii, b) obraz SEM krateru z zaznaczoną linią skanowania

Fig. 9. Chemical microanalysis of the crater on TiN–ferritic steel after 80 000 cycles, a) distribution of the elements along the line, b) SEM image of the crater with marked linescan

Powłoka została odspojona tylko w centrum krateru (**Rys. 9b**) o czym świadczy rozkład pierwiastków wzdłuż linii skanowania – spadek liczby zliczeń Ti oraz N odpowiada wzrostowi liczby zliczeń Fe (**Rys. 9a**).

## ANALIZA GEOMETRYCZNA KRATERÓW

W celu ilościowej oceny stopnia zużycia powłoki poddanej mikroudarowemu zmęczeniu wykonano pomiary średnic kraterów w dwóch kierunkach przy użyciu mikroskopu optycznego. Obliczone pola powierzchni rzutów odcisków dla kolejnych cykli przedstawiono na **Rys. 10**.



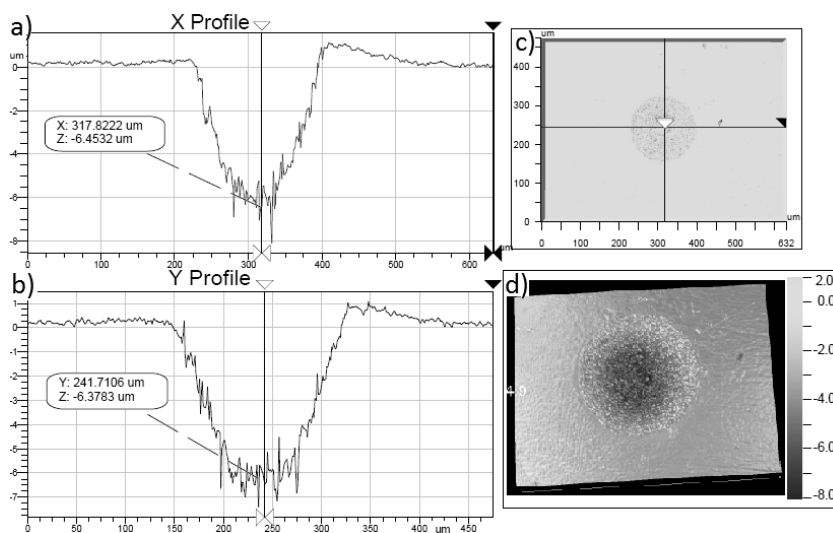
**Rys. 10.** Pola powierzchni rzutów kraterów powstałych w TiN–ferryt oraz TiN–austenit po 20 000, 40 000 i 80 000 cykli

Fig. 10. Projected surface area of the craters on TiN–ferritic steel and TiN–austenitic steel after 20 000, 40 000 and 80 000 cycles



Pole powierzchni rzutu krateru powstałego po 20 000 uderzeń było równe  $1940 \mu\text{m}^2$  dla TiN–ferryt oraz  $20220 \mu\text{m}^2$  dla TiN–austenit. Duży wzrost wielkości krateru nastąpił po 40 000 cykli, a pole wynosiło  $9400 \mu\text{m}^2$  oraz  $23\,230 \mu\text{m}^2$  odpowiednio dla TiN na stali ferrytycznej oraz austenitycznej. Wielkość kraterów powstałych po 80 000 cykli nie zwiększyła się znacząco w porównaniu z tymi powstałymi po 40 000 cykli (**Rys. 10**). Taka geometria kraterów jest wynikiem wystarczająco dużego dopasowania powierzchni kulki i krateru, tak że pole styku jest już na tyle duże, że przejmuje całkowite obciążenie wynikające z uderzenia. Siła działająca na coraz większej powierzchni odcisku nie powoduje dalszej jego deformacji i znaczącego jego powiększania w zakresie zastosowanych parametrów badań.

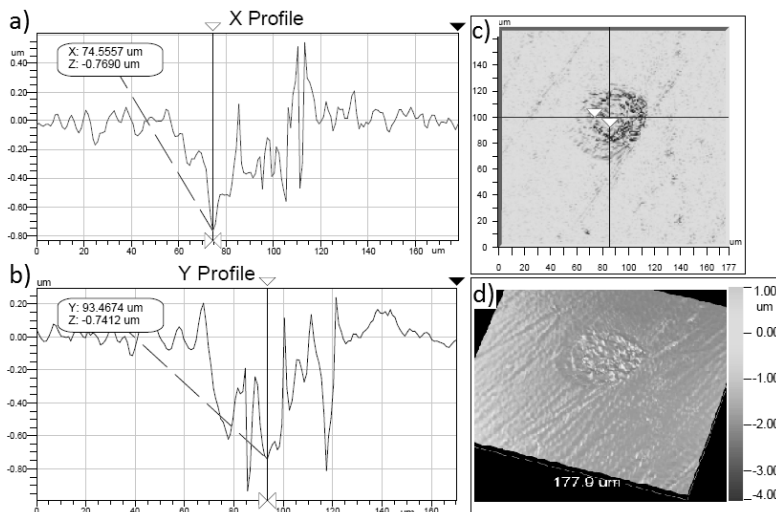
Profile odcisków zmierzono przy użyciu profilometru optycznego WYKO NT930 w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach X i Y, wzdłuż linii przechodzących przez ich środek (**Rys. 11, 12**).



**Rys. 11. Profile odcisku w TiN–austenit po 20 000 cykli, a) w kierunku X, b) w kierunku Y, c) kierunki linii pomiarowych, d) obraz krateru**

Fig. 11. Profiles of the crater on TiN–austenitic steel after 20 000 cycles, a) in X axis, b) in Y axis, c) scanning line, d) SEM image of the crater

Analizując kształt profilu (**Rys. 11a i 11b**), można zaobserwować wypiętrzenie materiału na brzegu krateru wynikające z plastycznej deformacji próbki TiN–austenit po 20 000 cykli. Jest to jeden z charakterystycznych mechanizmów niszczenia twardych powłok osadzanych na podłożu o mniejszej twardości.



**Rys. 12. Profile odcisku w TiN–feryt po 20 000 cykli, a) w kierunku X, b) w kierunku Y, c) kierunki linii pomiarowych, d) obraz krateru**

**Fig. 12. Profiles of the crater on TiN–ferritic steel after 20 000 cycles, a) in X axis, b) in Y axis, c) scanning line, d) SEM image of the crater**

Głębokość krateru powstałego w próbce TiN–feryt po 20 000 cykli (**Rys. 12**), jest prawie 10-krotnie mniejsza od głębokości krateru w TiN–austenit (**Rys. 11**), co wynika z większej wartości zarówno modułu sprężystości i twardości podłoża ze stali ferrytycznej. Profile odcisku w TiN–austenit (**Rys. 11**) są równomierne, co świadczy o tym, że powłoka została wgnieciona w podłoże i pomimo dużej głębokości (w porównaniu z grubością powłoki  $0,5 \mu\text{m}$ ) nie powoduje to jej odłupywania. Dopiero wskutek nakładania się odkształceń w warstwie wierzchniej w wyniku naprężeń własnych i naprężeń od obciążenia zewnętrznego, po 40 000 cykli pojawiają się mikropęknięcia. Nierówności profili odcisku w TiN–feryt (**Rys. 12**) są wynikiem oderwania powłoki od podłoża i zmiany struktury geometrycznej powierzchni. Dużo mniejsza powierzchnia styku wgłębника z próbką TiN–feryt powoduje powstawanie znacznie większych nacisków stykowych w porównaniu z tymi obecnymi w TiN–austenit.

## WNIOSKI

Właściwości mechaniczne podłoża mają istotny wpływ na twardość i moduł sprężystości oraz zmęczeniową wytrzymałość mikroudarową układu powłoka–podłoże. Podczas pomiaru twardości cienkich powłok głębokość penetracji wgłębника w decydujący sposób wpływa na zakres oddziaływania właściwości podłoża na mierzoną twardość. Po 20 000 cykli obciążenia krateru w próbce

TiN–austenit mają aż 10-krotnie większą głębokość w porównaniu z głębokością kraterów w próbce TiN–ferryt. Należy podkreślić, że nie tylko twardość, lecz także sprężystość podłoża ma zasadniczy wpływ na wytrzymałość zmęczeniową powłok, w tym także na przebiegi czasowe obciążeń dynamicznych oraz maksymalną wartość naprężeń działających w układzie powłoka–podłoże. Pole powierzchni krateru w powłoce jest zależne od liczby uderzeń tylko do pewnej wartości granicznej, gdy dalsze uderzenia są przejmowane przez podłoże, nie powodując wykruszenia powłoki. Na powierzchni styku obecne są charakterystyczne strefy uszkodzeń: obszar centralny o osłabionej kohezji, obszar spiętrzania materiału, strefa z pęknięciami obwodowymi i pośrednia strefa z uszkodzeniami kohezyjnymi i adhezyjnymi.

## LITERATURA

1. Engel P.A.: *Impact wear of materials*, Elsevier Scientific Pub. 1976.
2. Rakowski W.A.: Istota kinetycznego tarcia zewnętrznego oraz jego modelowanie i symulacja cyfrowa. Zeszyty Naukowe AGH, *Mechanika Z.* 19, Kraków 1989, s. 1–150.
3. Li X., Bhushan B.: Development of a nanoscale fatigue measurement technique and its application to ultrathin amorphous carbon coatings. *Scripta Materialia*, 47 (2002) 473–479.
4. Kot M., Rakowski W., Major Ł., Lackner J., Load-bearing capacity of coating-substrate systems obtained from spherical indentation, *Materials and Design* 46, 2013, 751–757.
5. Xiaodong Zhu et. al.: Repeated impact test for characterization of hard coatings. *Surface and Coatings Technology* 201 (2007), 5495–5497.
6. Bouzakis K-D., Siganos A.: Fracture initiation mechanism of thin hard coatings during the impact test. *Surface and Coatings Technology*, 185 (2004), 150–159.
7. Bouzakis K-D., Maliaris G., and Makrimalakis S.: Strain rate effect on the fatigue failure of thin PVD coatings: An investigation by a novel impact tester with adjustable repetitive force. *International Journal of Fatigue* 44 (2012) 89–97.
8. Lackner J. M.: Industrially-scaled large-area and high-rate tribological coating by Pulsed Laser Deposition. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 200.5: 1439–1444.
9. Malzbender J., den Toonder J.M.J., Balkenende A.R., de With G.: Measuring mechanical properties of coatings: a methodology applied to nano-particle-filled sol–gel coatings on glass. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 36(2) (2002), 47–103.

### Summary

Micro-impact strength tests of tribological coatings were performed in order to obtain knowledge about cracking and decohesion of coatings under cyclically repeated impact loads, depending on the hardness and elasticity of the substrate. The destruction of the coating is caused by the accumulation of the effects over long periods of time, which are measured by the number of impacts at a set load and kinetic energy. TiN coatings with a thickness of 0.5  $\mu\text{m}$  deposited on austenitic and ferritic steel were investigated. The hardness and elastic modulus of both substrates and coating-substrate systems were determined using a Micro-Combi-Tester from CSM Instruments. Micro-impact fatigue tests were carried out on an impact tester designed and built in the Laboratory of Tribology and Surface Engineering AGH University of Science and Technology. It was found that the elasticity and the hardness of the substrate significantly influence the impact fatigue process.