

Stanisław F. ŚCIESZKA  
Politechnika Śląska, Gliwice

## KONTROLOWANE ZARYSOWANIE JAKO METODA BADAŃ TRIBOLOGICZNYCH

**Streszczenie.** W artykule dokonano podziału przyrządów do badań ryskowych na cztery kategorie oraz przedstawiono główne parametry podlegające monitorowaniu. Przedstawiono zależności opisujące badania ryskowe, w tym: modele geometrii styku między penetratorem a próbką, współczynnik sprawności zdzierania materiału oraz energię właściwą bruzdowania. Przedstawiono także opis procedur badania adhezji twardych powłok i najważniejsze wyniki na podstawie przeglądu literatury.

## CONTROLLED SCRATCHING AS A MEANS OF TRIBOLOGICAL TESTING

**Summary.** In the first part of the article the four types of scratch test devices including measured quantities, scratching elements and quick-stop devices were presented. In the second part the fundamentals of scratching deformations were shown including a cross-sectional area parameters, removal coefficient and specific grooving energy. The next two parts were dealing with scratch testing of thin hard coatings. In these two parts test equipment and procedure for the scratch hardness and the adhesion of the coating to the substrate were presented.

### 1. Wstęp

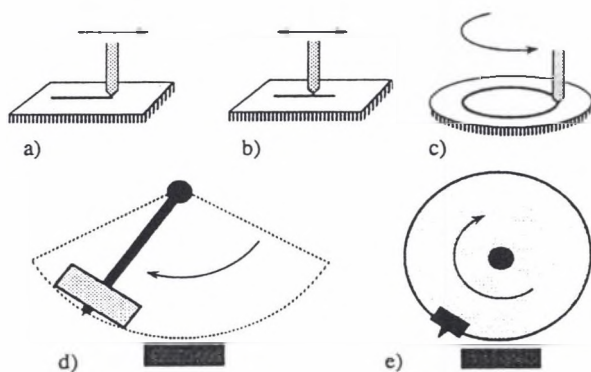
Badania ryskowe są jedną z mechanicznych metod oceny własności tribologicznych materiałów. W metodzie tej twardy penetrator (np. wgłębnik twardościomierza) stosowany jest dla wytworzenia ryski (bruzdy) na powierzchni elementu badanego. Głównymi celami tych badań są:

- wyjaśnienie mechanizmów deformacji i zużycia materiałów [1,4],
- ocena i ranking materiałów pod względem ich odporności na zużycie ściernie [2,8],
- pomiar mikrotwardości ryskowej materiałów [1,9,10],
- ocena jakości powłok i pokryć powierzchniowych [1,15,16,17],
- ocena umocnienia materiału warstwy wierzchniej [9].

## 2. Klasyfikacja przyrządów do badań ryskowych

Przyrządy do badań ryskowych można zakwalifikować do czterech kategorii (rys.1):

1. Wolnobruzdzące przyrządy ryskowe z penetratorem wykonującym pojedynczy ślad (rys.1a, np. metoda Martensa i Bierbauma [10]), wykonującym ruch posuwisto-zwrotny (rys.1b) oraz wielokrotne przejścia (rys.1c).
2. Wolnobruzdzące przyrządy ryskowe działające in situ wewnątrz komory scanningowego mikroskopu elektronowego (SEM), przeznaczone do precyzyjnego badania zjawisk tribologicznych [4].
3. Mikro – i nanotribologiczne przyrządy oparte na zasadzie działania mikroskopii sił atomowych (AFM), w których ostrza są wykonane z diamentu oraz  $\text{Si}_3\text{N}_4$  o promieniu 10-20 nm [5,6].
4. Szybkobruzdzące przyrządy ryskowe oparte na konstrukcji mechanizmu wahadłowego (rys.1d) [2] oraz tarczy szlifierskiej (rys.1e) [3].



Rys.1. Schematy i zasady działania niektórych przyrządów do badań ryskowych: a) działanie jednokierunkowe pojedyncze, b) działanie postępowo-zwrotne, c) działanie jednokierunkowe wielokrotne, d) modyfikowany młot wahadłowy Charpiego [2], e) modyfikowana szlifierka. Przyrządy (a), (b) i (c) klasyfikowane są jako wolnobruzdzące, natomiast przyrządy (d) i (e) szybkobruzdzące [1]

Fig.1. Schematics showing setup in scratch test devices: a) single pass, b) reciprocating, c) multiple pass, d) modified Charpy pendulum [2], e) modified grinding machine. Devices (a), (b) i (c) are classified as low-speed machines. Devices (d) i (e) are classified as high-speed machines [1]

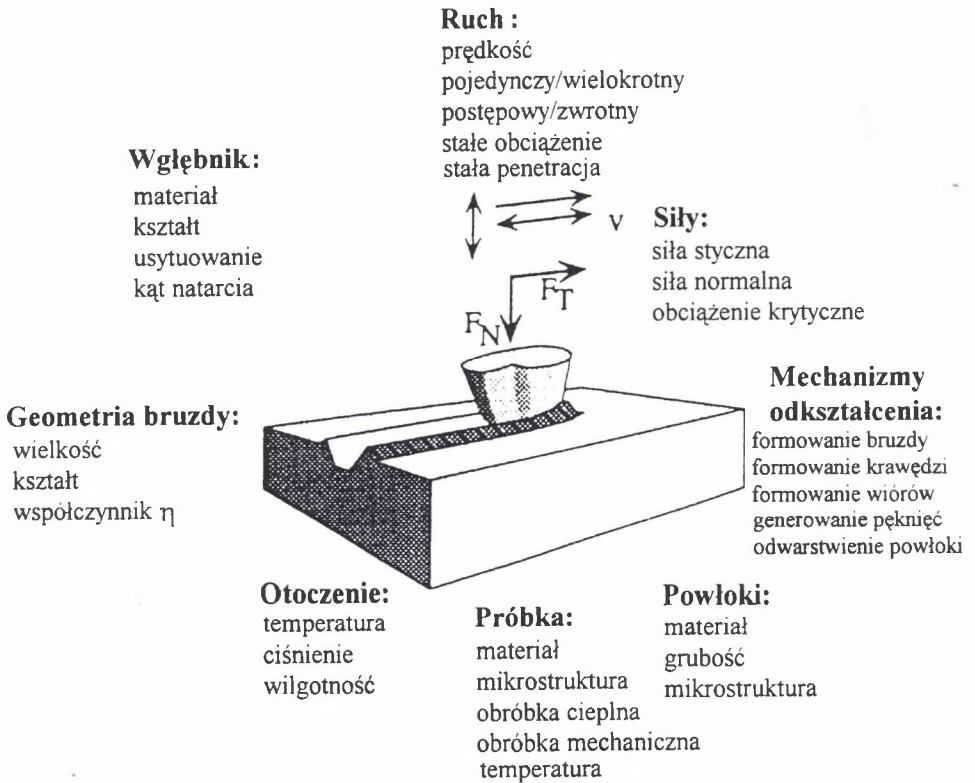
Wiele przyrządów do badań ryskowych jest wyposażonych w czujniki do ciągłego monitorowania siły tarcia, a niektóre z nich rejestrują także głębokość penetracji i emisję akustyczną.

Ponieważ jest niezwykle ważne, aby ostrze węgelnika zachowało w trakcie serii badań swój pierwotny kształt, musi ono być znacznie twardsze od badanego materiału. Najczęściej końcówki penetratorów wykonywane są z diamentu, szafiru lub węglików wolframu. Diamentowe węgelniki twardościomierzy Rockwella i Vickersa są często stosowanymi narzędziami ryskowymi, ale stosuje się także nieregularne cząsteczki twardych ścierniw.

W celu prześledzenia procesu deformacji materiału przed frontem węgelnika (w przyrządach z mechanizmem wahadłowym, rys.1d) obejmującego takie elementy tego procesu, jak: odkształcenie pojedynczych ziaren, formowanie się płaszczyzn ścinania i inicjację pęknięć zastosowano technikę polegającą na gwałtownym zatrzymaniu węgelnika, a przez to na "zamrożeniu" procesu na określonym etapie [1,2].

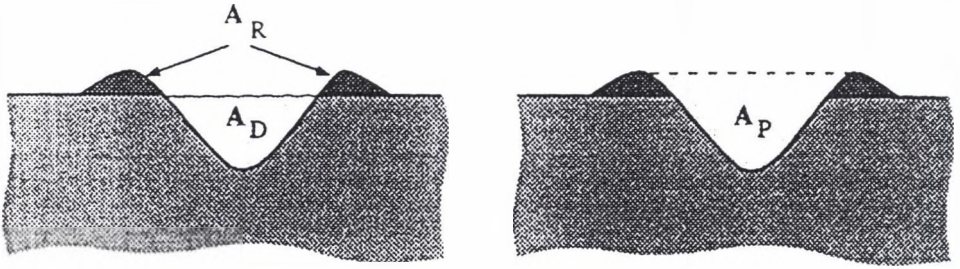
### 3. Podstawowe zależności opisujące badania ryskowe

Czynniki charakteryzujące zakres oraz parametry opisujące badania ryskowe przedstawia rys.2. Geometrię styku końcówką węgelnika a bruzdowanym materiałem przedstawiają modele opisane na rys.3 i rys.4.



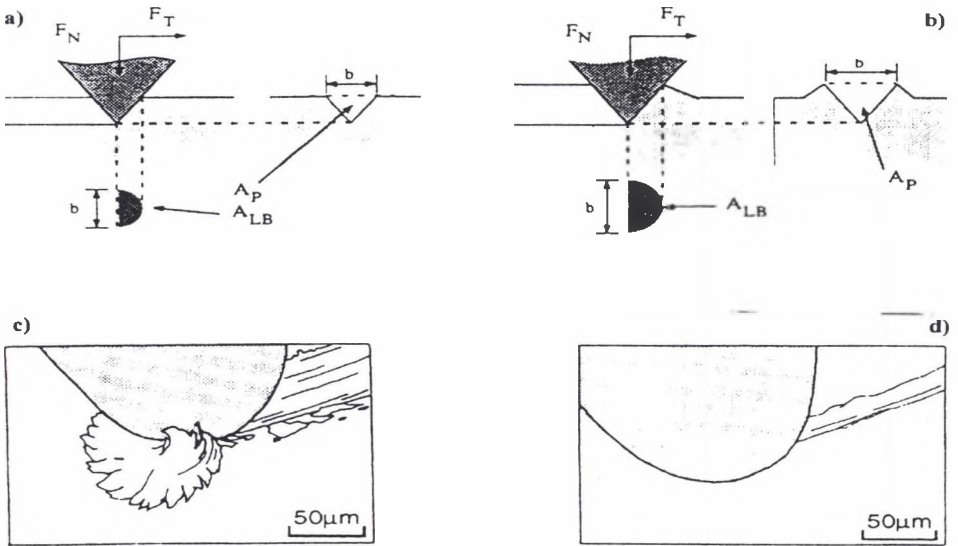
Rys.2. Parametry uwzględniane w badaniach ryskowych;  $F_T$  - siła tarcia,  $F_N$  - obciążenie normalne,  $v$  - prędkość względna węgelnika [1]

Fig.2. Schematic showing parameters encountered in scratch testing;  $F_T$  - tangential friction force,  $F_N$  - normal load,  $v$  - scratching speed [1]



Rys.3. Przekrój prostopadły do bruzdy utworzonej na pierwotnie płaskiej powierzchni. Odpowiednikiem usuniętej (zutej) objętości materiału jest  $A_w = A_D - A_R$ , gdzie:  $A_D$  – powierzchnia przekroju materiału przemieszczonego,  $A_R$  – powierzchnia przekroju materiału krawędzi,  $A_P$  – powierzchnia przekroju bruzdy

Fig.3. Cross – sectional area perpendicular to a groove on an initially flat surface. The cross – sectional area  $A_w$  of the worn – of material equals  $A_D - A_R$ .  $A_D$ , cross – sectional area of displaced material,  $A_R$ , cross – sectional area of formed ridges,  $A_P$ , cross – sectional area of the resulting groove



Rys.4. Wpływ rodzaju procesu ryskowania na rzut powierzchni nośnej  $A_{LB}$ ; a) czyste skrawanie  $\left(0 < \frac{A_R}{A_D} \rightarrow 0\right)$ ,  
 b) bruzdowanie złożone z mikroskrawania i z mikrobruzdowania  $\left(0 < \frac{A_R}{A_D} < 1\right)$ ,  
 c) szkic mikroskrawania obserwowanego in situ za pomocą SEM, d) szkic mikrobruzdowania obserwowanego in situ za pomocą SEM [1,7]

Fig.4. Effect on load – bearing area,  $A_{LB}$ , of scratching with a conical tool a) pure cutting  $\left(0 < \frac{A_R}{A_D} \rightarrow 0\right)$ ,  
 b) mixed microplowing and microcutting  $\left(0 < \frac{A_R}{A_D} < 1\right)$ , c) microcutting observed in SEM,  
 d) microplowing observed in situ in SEM [1,7]

Do interpretacji badań ryzykowych bierze się współczynnik:

$$\eta = \frac{A_w}{A_D} \quad (1)$$

Współczynnik ten jest miarą sprawności zdzierania (zużywania) materiału próbki (rys.3). Inną miarą jest stosunek energii zużytej na utworzenie ryski do masy zdartego w tym czasie materiału próbki:

$$e = \frac{E}{w} \quad (2)$$

gdzie:

- E – energia zużyta na utworzenie ryski,
- w – masa zdartego materiału.

Wartość „e”, zwana także energią właściwą bruzdowania, może być podstawą oceny pozwalającej na porównanie odporności różnych materiałów na ten typ oddziaływań mechanicznych. Procesy zachodzące w materiale podczas próby ryzykowej są bardziej złożone niż podczas penetracji węgelnika twardościomierza i nie ograniczają się tylko do sprężystego i plastycznego odkształcenia materiału, co schematycznie pokazuje rys.2. Zgodnie z modelami pojedynczego styku tribologicznego Kragielskiego oraz Bowdena i Tabora siłę tarcia można podzielić na składową adhezyjną (molekularną) oraz mechaniczną (deformacyjną). Korzystając z tych modeli można zapisać, że:

$$F_T = F_A + F_P \quad (3)$$

gdzie:

- $F_T$  – całkowita siła tarcia (rys.2 i 4),
- $F_A$  – składowa adhezyjna siły tarcia,
- $F_P$  – składowa deformacyjna (bruzdowania) siły tarcia.

W próbie ryzykowej wyznacza się następujące wielkości:

- Twardość próby ryzykowej, którą definiuje się jako stosunek siły normalnej  $F_N$  do rzutu powierzchni nośnej  $A_{LB}$

$$H_R = \frac{F_N}{A_{LB}} \quad (4)$$

- Jednostkowy opór ryzykowania (naprężenie bruzdowania), który definiuje wyrażenie:

$$H_P = \frac{F_P}{A_P} \quad (5)$$

Dla materiałów nie ulegających utwardzeniu przez zgmiot jednostkowy opór ryzykowania ( $H_P$ ) powinien być w przybliżeniu równy twardości z próby ryzykowej ( $H_R$ ).

#### 4. Badania materiałów metodą ryskową

Celem pomiarów ryskowych najczęściej jest wyznaczenie twardości.

Pierwsze zastosowanie metody ryskowej dla oceny twardości wykonał w 1824 r. Mohs wprowadzając szeroko znaną po dzień dzisiejszy skalę twardości dziesięciu minerałów [1].

Twardość z próby ryskowej (równanie 4) jest to iloraz obciążenia do powierzchni nośnej. Ponieważ nie jest łatwo zmierzyć wielkość powierzchni nośnej podczas próby ryskowej, oblicza się ją z szerokości ryski „b” po zakończeniu próby (rys.4). Dla wgłębników o przekroju kołowym (stożek, półkula itp.) twardość ryskową obliczamy z równania:

$$H_s = \frac{8F_N}{\pi b^2}, \quad (6)$$

natomiast dla wgłębnika o kształcie piramidy o podstawie kwadratowej z równania:

$$H_s = \frac{4F_N}{b^2} \quad (7)$$

Podobnie jak w przypadku penetratorów do kwazistatycznych pomiarów twardości wyniki pomiarów twardości ryskowej zależą od kształtu wgłębnika oraz (w przypadku penetratorów o przekroju innym niż kołowy) także od usytuowania krawędzi w stosunku do kierunku ruchu.

Znaczącą przewagę pomiaru twardości metodą ryskową daje fakt, że dla płytkiej penetracji wgłębnika i płytkich deformacji próbki łatwiej jest zmierzyć z pożądaną dokładnością szerokość ryski niż przekątną odcisku penetratora. Metoda twardości ryskowej jest przez to bardziej predestynowana do pomiarów na małych próbkach i cienkich warstwach. Metoda ta pozwala także prześledzić w sposób ciągły zmianę twardości wzdłuż ryski i w ten sposób umożliwia uzyskanie informacji o niejednorodności materiału (zmiany fazowe, strukturalne, orientacji krystalograficznej i inne).

Metoda ryskowa jest wykorzystywana także do oceny i rankingu odporności materiałów na zużycie ściernie. W tym zakresie możliwe są dwa podejścia:

- Pierwsza metoda opiera się na wartościach współczynnika sprawności zdzierania materiału (równanie (1)).
- Druga metoda bazuje na wartościach energii właściwej bruzdowania (równanie (2)).

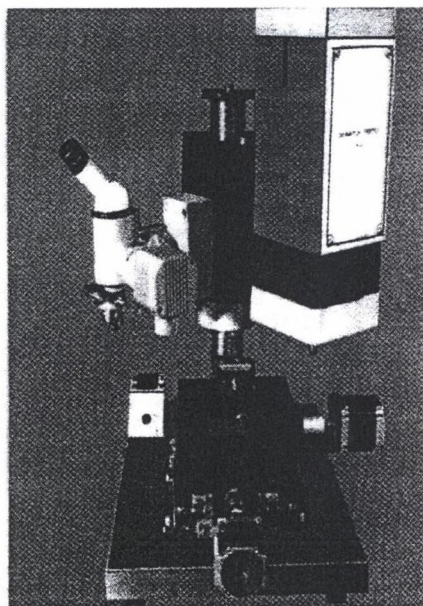
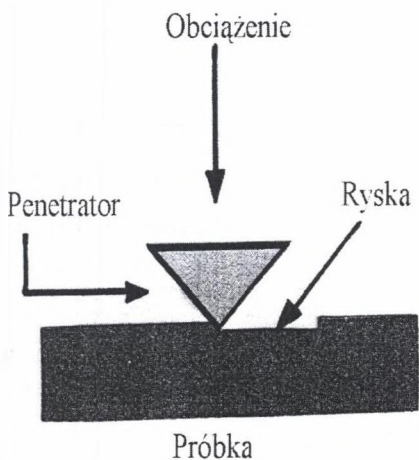
W zakresie zastosowania metod ryskowych do oceny odporności materiałów na zużycie ściernie (ścieranie, bruzdowanie, skrawanie) najważniejsze prace wykonał Vingsbo i Hogmark [2] oraz Zum Gahr [8].

## 5. Badania adhezji powłok metodą ryskową

Cienkie, twarde, odporne na zużycie powłoki są z powodzeniem stosowane w wielu urządzeniach przemysłowych oraz w narzędziach powszechnego użytku [12,13]. Praktyka wykazała, że najczęstszą przyczyną nieudanego zastosowania tego typu powłok jest ich słabe związanie z podłożem, co manifestuje się odwarstwianiem (delaminacją) i pękaniem powłok. Stąd precyzyjna metoda oceny jakości wiązania powłok z podłożem jest bardzo ważnym elementem kontroli jakości produkcji.

Przegląd metod badawczych [1] wykazał, że najlepszymi metodami badania adhezji twardych powłok do podłoża są: fotoakustyczna metoda laserowa fali uderzeniowej oraz metoda ryskowa.

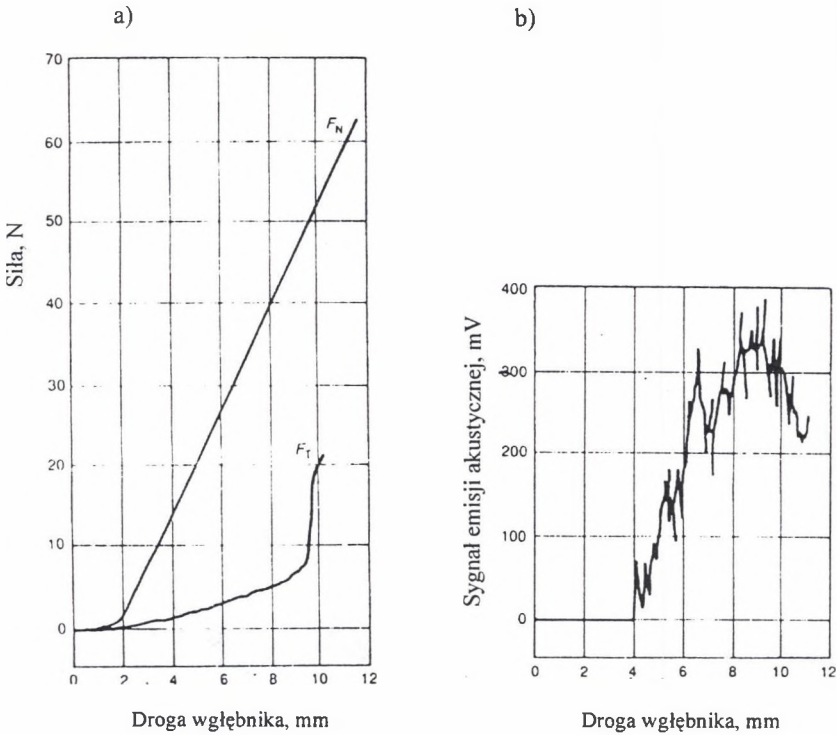
Badanie adhezji powłok metodą ryskową jest dość powszechnie stosowane w różnych laboratoriach, ponieważ metoda ta jest stosunkowo prosta i szybka, a stosowane przyrządy są dostępne na rynku (rys.5). Mimo wykonania szeregu prac w tym kierunku metoda ta nie została jednak dotychczas objęta normą międzynarodową.



Rys.5. Zasada działania i widok przyrządu do badań ryskowych [11]

Fig.5. Principle of operation and a typical commercial scratch testing apparatus [11]

Podczas badań ryskowych diamentowy penetrator przesuwają się wzdłuż powierzchni pokrytej powłoką. Obciążenie normalne penetratora ( $F_N$ ) zwiększane jest podczas eksperymentu skokowo lub płynnie (rys.6), aż powłoka ulegnie zniszczeniu (odłuszczeniu).



Rys.6. Przebieg monitorowania odłuszczenia powłoki podczas próby ryskowej: a) przez pomiar siły tarcia, b) przez pomiar sygnału akustycznego [14]

Fig.6. Monitoring of peeling of coating during a scratch test by two methods, a) friction force measurement, b) acoustic emission testing [14]

Obciążenie normalne, przy którym rozpoczyna się odłuszczenie, nazywa się obciążeniem krytycznym  $F_{NC}$  i jest miarą adhezji powłoki do podłoża. Rozpoczęcie procesu odłuszczenia powłoki może być śledzone za pomocą mikroskopu optycznego, emisji akustycznej i pomiaru siły tarcia. Najbardziej niezawodną i zalecaną metodą monitorowania przebiegu badania ryskowego adhezji powłok jest obserwacja mikroskopowa, nawet jeżeli przyrząd umożliwia ciągłą rejestrację siły tarcia i emisji akustycznej [1].

Podjęto wiele starań, aby powiązać uzyskiwaną z eksperymentów wartość siły krytycznej  $F_{NC}$  z adhezją powłok do podłoża. Według Jacobssona et al. [1] największe nadzieje rokuje model zastosowany przez Bulla et al. [15], który przedstawił zależność:

$$F_{NC} = \frac{A}{\nu\mu} \left( \frac{2EW_{1/2}}{t} \right)^{1/2}, \quad (8)$$

gdzie:

- A - pole przekroju ryski,
- $\nu$  - współczynnik Poissona materiału powłoki,
- $\mu$  - współczynnik tarcia dla obciążenia  $F_{NC}$ ,



E - moduł Younga materiału powłoki,

t - grubość powłoki,

$W_{12}$  - praca adhezji.

$$W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12},$$

gdzie:

$\gamma_1$  - napięcie powierzchniowe powłoki,

$\gamma_2$  - napięcie powierzchniowe podłoża,

$\gamma_{12}$  - napięcie powierzchniowe powierzchni międzyfazowej.

Model Bulla et al. dotyczy jednakże tylko jednego typu uszkodzenia powłok, występującego przed frontem penetratora, polegającego na odłuszczeniu powłoki w wyniku działania naprężeń rozciągających prostopadłych do powierzchni układu powłoka / podłoże. Zakres zastosowania uzyskanego przez Bulla et al. modelu jest ograniczony przez fakt, że zidentyfikowano wiele innych mechanizmów zniszczeń twardych powłok. Wartość  $F_{NC}$  dodatkowo zależy także od warunków badań oraz od samego układu powłoka / podłoże. W związku z tym nie może ona być bezpośrednio odnoszona do wytrzymałości wiązania powłoka/podłoże. Dlatego próby ilościowej oceny adhezji na podstawie krytycznej wartości siły normalnej ( $F_{NC}$ ) nie są łatwe i wymagają dalszych badań.

## LITERATURA

1. Jacobsson S., Olsson M, Hedenqvist P., Vingsbo O.: Scratch testing v ASM Handbook „Friction, Lubrication, and Wear Technology” ASM, New York 1996, s.430-436
2. Vingsbo O., Hogmark S.: Single – pas pendulum grooving – a technique for abrasive testing, Wear, vol.100, 1984, s.489-502
3. Buttery T.C., Hamed M.S.: Some factors affecting the efficiency of individual grits in simulated grinding experiments, Wear, vol.44, 1977, s.231-241
4. Calabrese S.J., Ling F.F., Murray S.F.: dynamic wear tests in the SEM, ASLE Trans, vol.26, 1982, s.455-465
5. Kaneko R., Hamada E.: Microwear process of polymer surface, Wear, 162, 1993, s.370-377
6. Khurshudov A., Kato K.: Wear mechanisms in reciprocal scratching of polycarbonate, studied by atomic force microscopy, Wear, 205, 1997, s.1-10
7. Kato K.: Wear mechanisms, New Directions in Tribology. MEP, London 1997, s.39-56
8. Zum Gahr K.H.: Microstructure and Wear of Materials, Elsevier, Amsterdam 1987
9. Janecki J., Hebda M.: Tarcie, smarowanie i zużycie części maszyn WNT, Warszawa 1969
10. Solski P.: Zużycie cierne metali WNT, Warszawa 1968
11. Katalog firmy DUCOM, Bangalore, 1997

12. Burakowski T., Roliński E., Wierzchoń T.: Inżynieria powierzchni metali, Wyd. Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1992
13. Tkaczyk S.: Powłoki ochronne, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 1994
14. Valli J.: Journal of Vacuum Science and Technology, vol.4, 1986, s.3007
15. Bull S.J., Rickerby D.S., Matthews A., Leyland A., Pace A.R., Valli J.: Surface Coating Technology, vol.36, 1988, s.503
16. Steinmann P.A., Hintermann H.E.: Journal of Vacuum Science and Technology, vol.3, 1985, s.2394
17. Steinmann P.A., Tardy Y., Hintermann H.E.: Thin Solid Films, vol.154, 1987, s.333

Recenzent: Prof.dr hab.inż. Piotr Adamiec

### Abstract

Scratch testing is a method of testing a specimen surface. In the method a hard indenter is used to generate a scratch in the specimen surface. The general objectives of performing scratch tests in materials research and testing are to: clarify the mechanisms of deformation and material removal, evaluate or rank materials relative to abrasion resistance, measure scratch hardness and evaluate the adhesion of a surface coating to a substrate. In the first part of the article the four types of scratch test devices including measured quantities, scratching elements and quick-stop devices were presented. In the second part the fundamentals of scratching deformations were shown including a cross-sectional area parameters, removal coefficient and specific grooving energy. The next two parts were dealing with scratch testing of thin hard coatings. In these two parts test equipment and procedure for the scratch hardness and the adhesion of the coating to the substrate were presented.