

Wpływ parametrów osadzania na właściwości powłok diamentopodobnych ostrzy narzędzi skrawających

MONIKA MADEJ, JOANNA KOWALCZYK, KATARZYNA PIOTROWSKA *

W artykule dokonano oceny właściwości tribologicznych powłok diamentopodobnych DLC osadzanych na ostrzach narzędzi skrawających metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej ze wspomaganie plazmowym PECVD. W ramach badań eksperymentalnych naniesiono dwa rodzaje powłok diamentopodobnych, różniących się od siebie czasem osadzania. Badania tribologiczne zrealizowano w warunkach tarcia ze smarowaniem bazą olejową PAO 8 oraz olejem syntetycznym SW30, ze skojarzeniem trącem trącem kula – tarcza. Za pomocą elektronowej mikroskopii skaningowej obserwowano ślady wytarcia po testach tribologicznych. Mikroskop konfokalny z trybem interferometrycznym posłużył do oceny zużycia próbek. Analiza wyników badań wskazała, że czas nanoszenia powłoki ma wpływ na właściwości tribologiczne. Mniejsze wartości współczynników tarcia oraz zużycia liniowego uzyskano dla powłoki osadzonej przez półtorej godziny.

Wprowadzenie

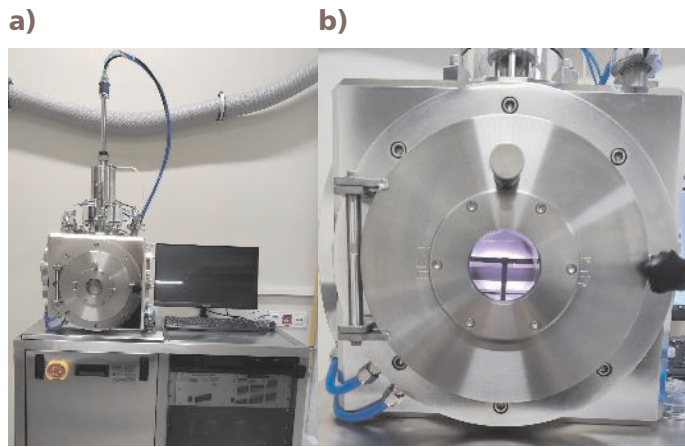
Jednym ze sposobów poprawy właściwości powierzchni materiałów jest nanoszenie cienkich, twardych powłok w procesach fizycznego PVD, chemicznego osadzania z fazy gazowej CVD oraz elektroosadzania w fazie ciekłej [2, 10]. Przykładem mogą być powłoki diamentopodobne DLC charakteryzujące się dużą twardością i doskonałymi właściwościami smarowymi. Za dużą twardość odpowiadają wiązania sp^3 – charakterystyczne dla diamentu, za właściwości smarowe – wiązania sp^2 typowe dla grafitu [5, 10]. Powłoki diamentopodobne to amorficzne, w większości przypadków uwodornione, cienkowarstwowe materiały o różnorod-

nych właściwościach, które zależą od rodzaju zastosowanej metody i warunków ich osadzania. Powłoki diamentopodobne DLC charakteryzują się bardzo dobrymi parametrami mechanicznymi: dużym modułem sprężystości, odpornością na kruche pękanie oraz stabilnością chemiczną. Ponadto posiadają dobrą adhezję do podłoża, którą dodatkowo można poprawiać poprzez tworzenie międzywarstwy – warstwy pośredniej między powłoką DLC a podłożem. W przypadku wykorzystania powłok DLC na narzędzia skrawające, przejściowa warstwa pośrednia może zrównoważyć różnice rozszerzalności cieplnej, między powłoką DLC a podłożem narzędzia. Nie tylko poprawia adhezję powłoki DLC do podłoża, ale

także zmniejsza wewnętrzne naprężenia szczątkowe, zwiększa też wytrzymałość i trwałość narzędzia [1, 3, 6, 8, 10].

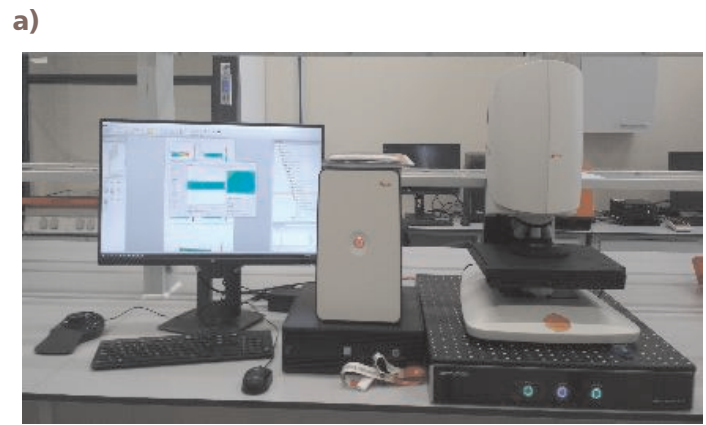
Powłoki DLC mają bardzo szerokie spektrum aplikacji, gdyż spełniają wysokie wymagania stawiane przez przemysł nie tylko narzędziowy, lecz także elektroniczny, motoryzacyjny, medyczny oraz tekstylny. Przykładem zastosowań z pierwszej grupy są ostrza różnych narzędzi skrawających pokryte warstwą DLC. Stosowanie tych powłok stało się powszechne w celu zwiększenia trwałości eksploatacyjnej elementów głównie stalowych, szczególnie tych, narażonych na działania tribologiczne. Powłoki te dzięki swoim doskonałym właściwościom samosmarującym znajdują zastosowanie wszędzie tam gdzie wymagana jest poprawa parametrów tribologicznych elementów, a także wówczas kiedy nie można użyć smarów płynnych. W przemyśle elektronicznym

* Dr hab. inż. Monika Madej prof. PŚk, mmadej@tu.kielce.pl, dr inż. Joanna Kowalczyk, jkowalczyk@tu.kielce.pl, mgr inż. Katarzyna Piotrowska, Politechnika Świętokrzyska, Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn.



Rys. 1. Urządzenie do osadzania powłok Nanomaster NPE-4000: a) widok ogólny, b) widok komory w czasie procesu nanoszenia powłoki

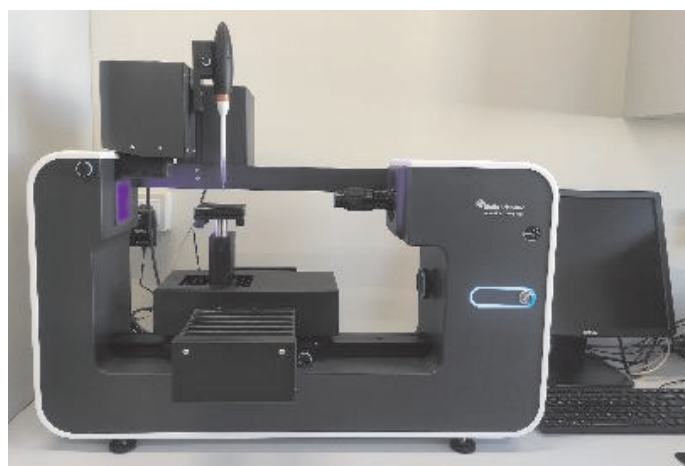
powłoki DLC stosuje się jako warstwy ochronne magnetycznych dysków twardych, a także matryc nośników CD i DVD itp., w przemyśle samochodowym jako elementy silników, skojarzenie popychacz-krzywka, sworzeń tłokowy, elementy sprzęgła. Wykorzystywane są także w medycynie jako elementy mające kontakt z krwią: zastawki, stenty, pompy krwi, implanty stawów kolanowych, biodrowych, ramiennych. W przemyśle tekstylnym powłoki takie znajdują zastosowanie jako pokrycia elementów maszyn, a przy formowaniu wtryskowym jako pokrycia matryc [2, 4, 7, 9].



Rys. 2. Elementy stanowiska badawczego: a) mikroskop Leica DCM8, b) skaningowy mikroskop elektronowy Phenom XL

Tabela 1. Parametry nanoszenia powłok DLC

Próbka	Parametry											
	czyszczenie				międzywarstwa Cr				powłoka			
	Ar	CH ₄	czas	RF	Ar	CH ₄	czas	DC	Ar	CH ₄	czas	RF
A	30	0	15 min	200 W	30	0	30 min.	200 W	50	10	1,5 godz.	150 W
C	30	0	15 min	200 W	30	0	30 min.	200 W	50	10	2,0 godz.	150 W



Rys. 3. Widok tensjometru Attention Theta

Celem niniejszej pracy było porównanie właściwości tribologicznych powłok diamentopodobnych osadzanych z różnymi parametrami procesu. Badania zrealizowano w Laboratorium Zaawansowanych Nanotechnologii i Nanomateriałów CENWIS Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach.

Materiały i metodyka badań

Proces osadzania powłok DLC przy użyciu systemu próżniowego Nanomaster NPE-4000 (Rys. 1) składa się z trzech etapów. Pierwszy z nich polega na oczyszczeniu warstwy wierzchniej w środowisku argonu. W kolejnym etapie metodą fizycznego osadzania z fazy gazowej (PVD) uzyskiwana jest międzywarstwa chromu. Jej zadaniem jest zapewnienie dobrej adhezji do stalowego podłoża. W etapie trzecim nanoszona jest właściwa powłoka techniką chemicznego

osadzania z fazy gazowej ze wspomaganie plazmą (PACVD). Parametry procesu przedstawiono w Tabeli 1.

Do pomiarów struktury geometrycznej powierzchni przed i po testach tribologicznych wykorzystano mikroskop konfokalny z trybem interferometrycznym Leica DCM8 (Rys. 2a). Oceny dokonano wykorzystując obrazy aksonometryczne badanych powierzchni oraz profile powierzchni.

Skaningową mikroskopię elektronową Phenom XL (Rys. 2b) wykorzystano do badań morfologii powłok, zarówno przed jak i po testach tribologicznych. Zastosowanie mikroanalizatora EDS pozwoliło na wykonanie analiz składu chemicznego w mikroobszarach.

Tensjometr Attention Theta (Rys. 3) użyto do pomiarów kąta zwilżania. Do badań wykorzystano dwie cieczy pomiarowe: bazę olejową PAO oraz olej syntetyczny 5W30. Podczas badań krople cieczy pomiarowych o objętości ok. 4 mm³ osadzono na powierzchni powłok DLC, każdorazowo w innym miejscu próbki. Badania realizowano w temperaturze 25±1°C i wilgotności powietrza 50±5%. Wyniki badań przedstawiono na Rysunku 8.

Badania tribologiczne przeprowadzono na tribometrze TRB³ pracującym w skojarzeniu trącym kula – tarcza w ruchu posuwisto-zwrotnym. Parametry testów zestawiono w Tabeli 2, z kolei zdjęcie testera i schemat węzła tarcia przedstawiono na Rys. 4.

Na podstawie wyników badań tarcio-owych określono najważniejsze charakterystyki tribologiczne powłok diamentopodobnych: wartości współczynników tarcia oraz zużycia liniowego.

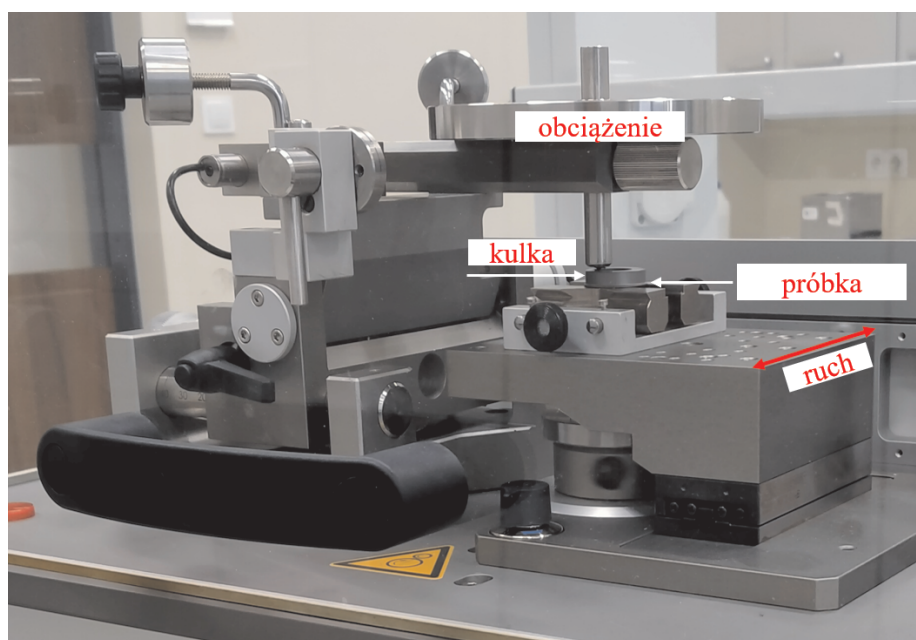
Wyniki i dyskusja

Na rysunku 5 przedstawiono cechy osadzanych powłok DLC.

Analizy wskazały, że powłoka DLC A (nanoszona przez 1,5 godziny) składała się z węgla i chromu. W przypadku próbki DLC C (osadzanej przez 2 godziny) zawartość węgla była o około 20% większa, a chromu o około 30% mniejsza w porównaniu z wartościami uzyskanymi dla DLC A. Zarówno w przy-

Tabela 2. Parametry badań tribologicznych

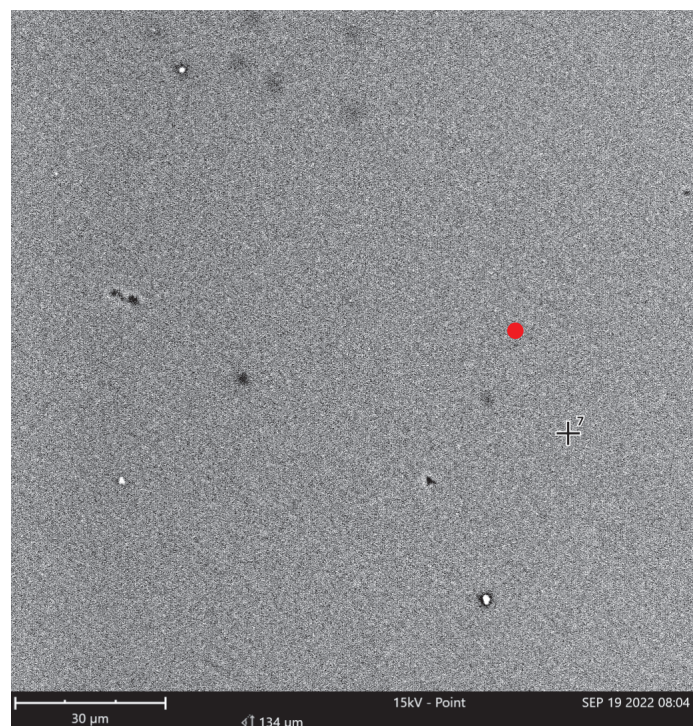
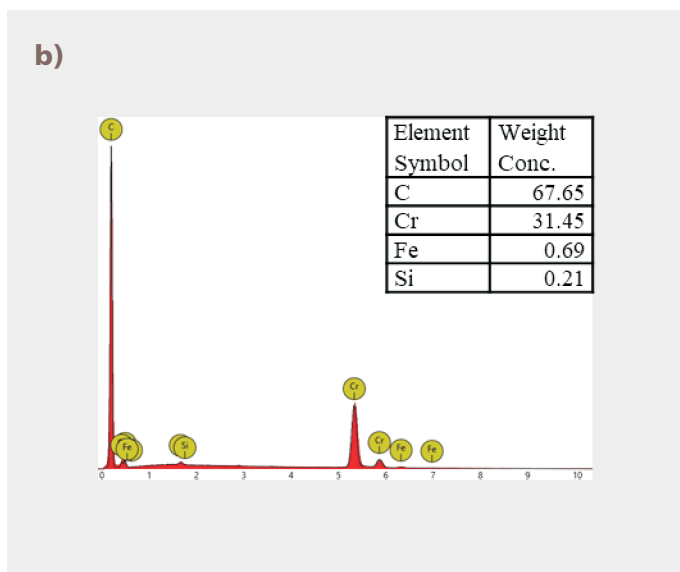
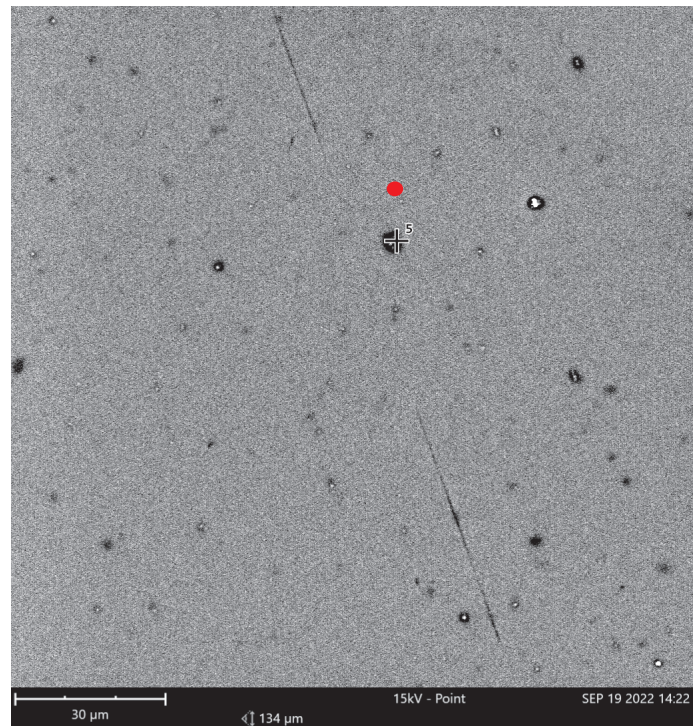
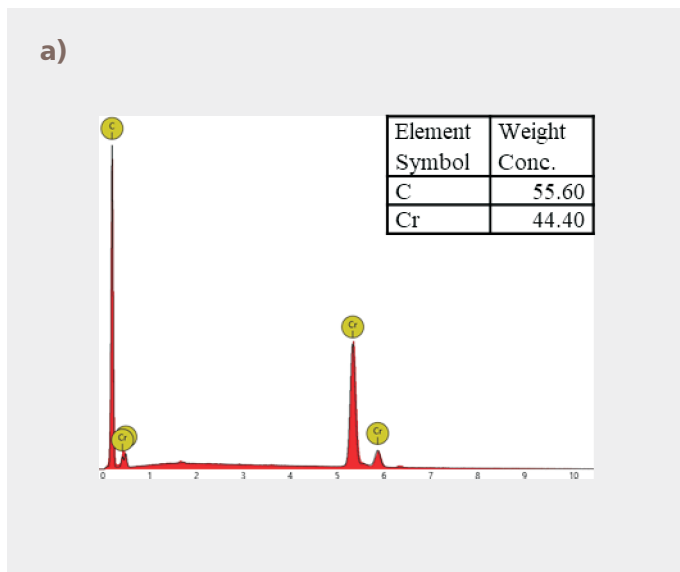
Para trąca	kulka 100Cr6 o średnicy 6 mm – powłoka DLC A i C
Obciążenie	10 N
Amplituda	6 mm
Prędkość poślizgu	0,02 m/s
Liczba cykli	10 000
Częstotliwość pomiarów	1 Hz
Wilgotność i temperatura	50 ± 5%, 25 ± 1°C
Środek smarowy	baza olejowa PAO, olej syntetyczny 5W30



Rys. 4. Widok ogólny tribometru TRB3

Tabela 3. Parametry chropowatości powierzchni struktury geometrycznej powierzchni

Parametry chropowatości		DLC A	DLC C
Sa	nm	24,59	44,03
Sq	nm	31,80	54,05
Sp	nm	120,8	167,3
Sv	nm	92,48	203,8
Sz	nm	213,3	371,1
Ssk		0,06	-0,09
Sku		3,10	2,67



Rys. 5. Morfologia powierzchni powłok oraz widma promieniowania charakterystycznego wraz analizą składu chemicznego, a) DLC A, b) DLC C

padku DLC A, jak i C obecność chromu pochodziła z międzywarstwy, a jego zawartość procentowa związana była z grubością osadzonych powłok

Na Rysunkach 6 i 7 przedstawiono wyniki badań struktury geometrycznej powierzchni przed testami tribologicznymi. Obserwacjom poddano stalowe tarcze z osadzonymi na nich powłokami diamentopodobnymi. Rezultatem tych

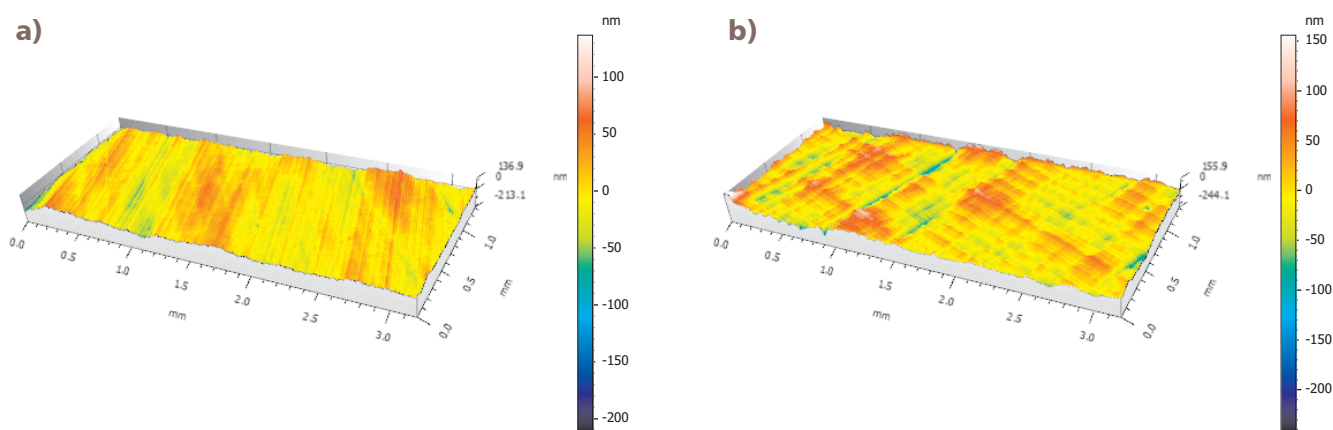
badań było uzyskanie obrazów izometrycznych oraz średnich profili powierzchni wygenerowanych w oparciu o 5 serii pomiarowych.

Analizując uzyskane parametry struktury geometrycznej powierzchni zaobserwowano, że powłoka DLC A naniesiona w krótszym czasie – 1,5 godziny, charakteryzowała się mniejszymi wartościami parametrów chropowato-

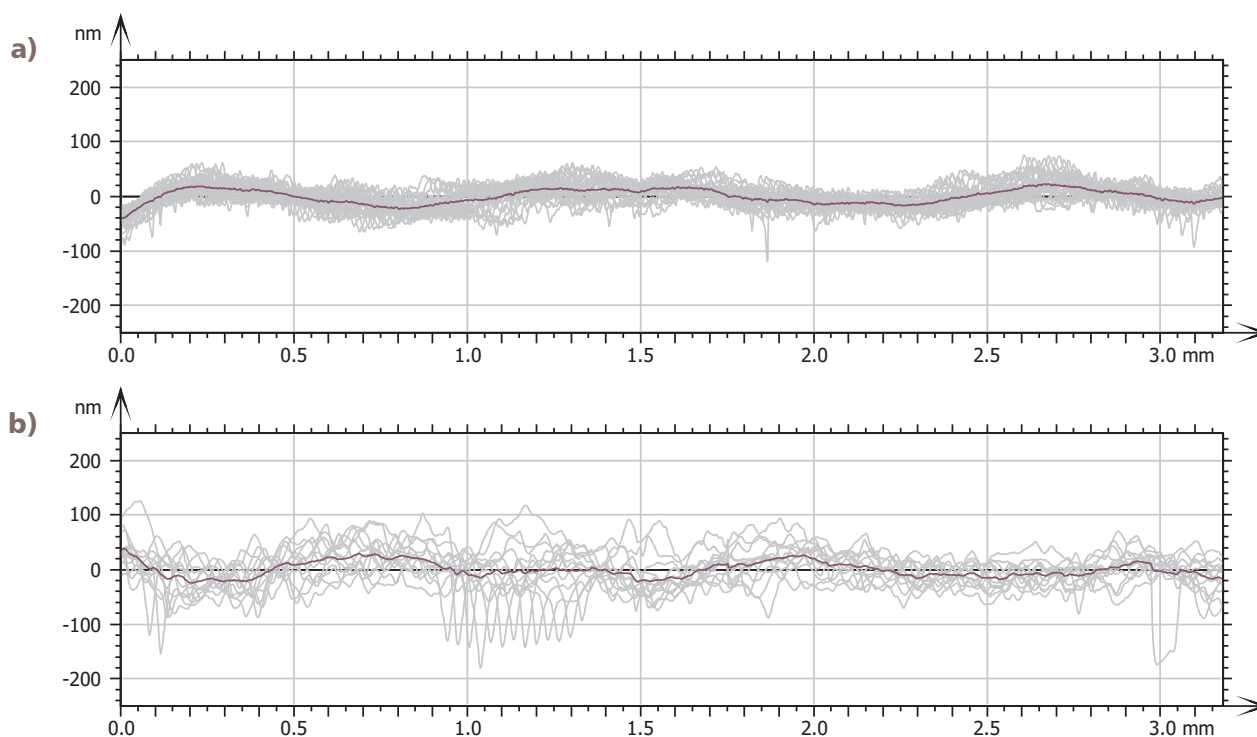
ści powierzchni. Wartości parametrów Sa , Sq , Sp , Sv oraz Sz były mniejsze dla powłoki DLC A w porównaniu z powłoką DLC C o 27–54%. Świadczy to o tym, że czas nanoszenia powłoki wpływa na ukształtowanie struktury geometrycznej powierzchni.

Po ocenie mikrostruktury powłok zbadano kąt zwilżania – olejem PAO 8 i olejem silnikowym Castrol Magnatec





Rys. 6. Obrazy izometryczne przed badaniami tribologicznymi: a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C



Rys. 7. Profile pierwotne przed badaniami tribologicznymi: a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C

5W30 (Rys.8), które następnie wykorzystano w testach tribologicznych.

Na podstawie wyników badań kąta zwilżania nie stwierdzono zależności pomiędzy czasem osadzania powłoki a zwilżalnością. Wyniki badań wskazują, że obie powierzchnie mają charakter hydrofilowy. Zarejestrowane wartości kątów zwilżania bazą olejową PAO oraz olejem syntetycznym 5W30 wynosiły około 30° , co świadczy o dobrej zwilżalności badanych powierzchni obydwoma olejami.

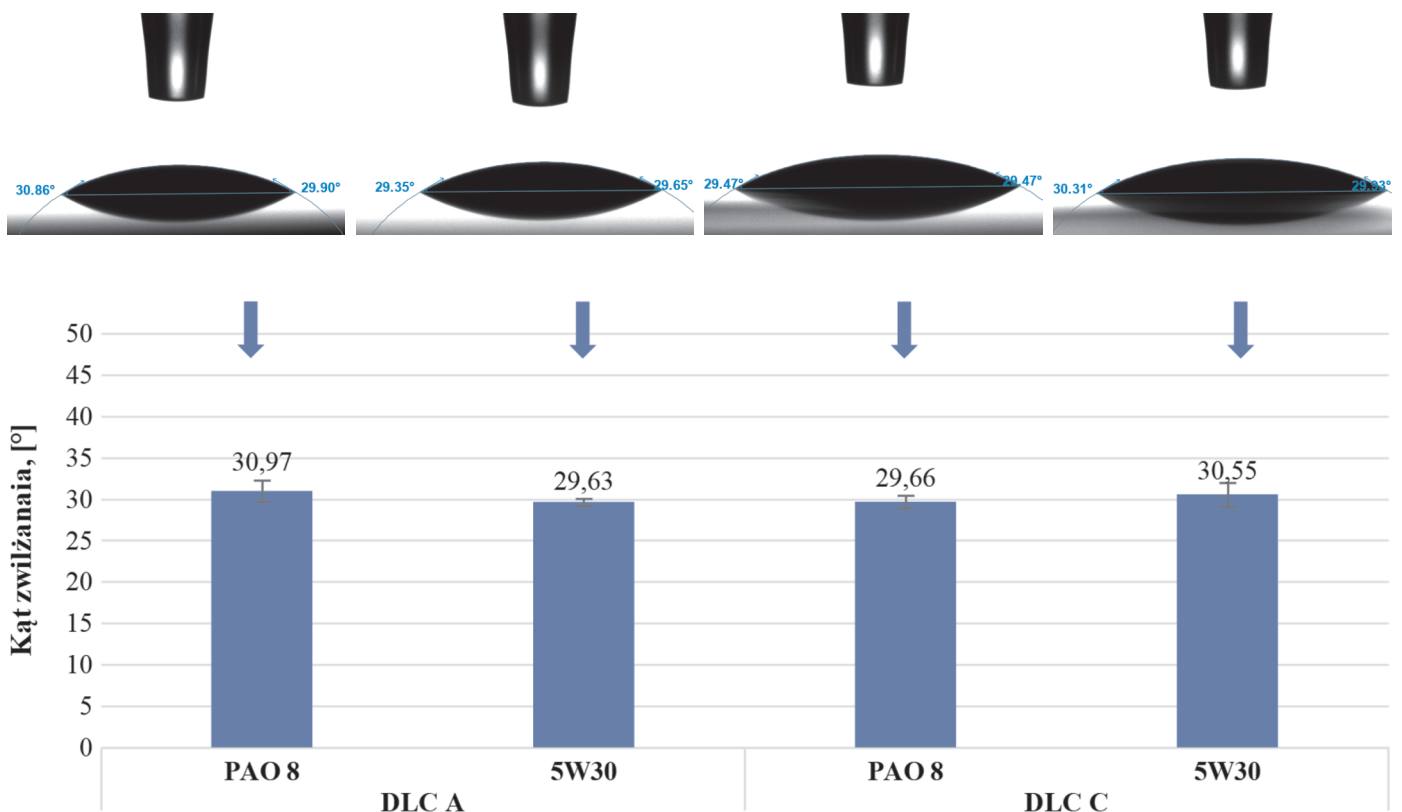
Na Rysunku 9 zaprezentowano wyniki badań tribologicznych.

Wyniki badań tribologicznych wskazują, że zastosowanie środków smarowych w formie bazy olejowej PAO 8 i oleju 5W30 korzystanie wpłynęło na współpracę par trących DLC-100Cr6. Najmniejsze wartości współczynników tarcia uzyskano dla powłoki DLC A w warunkach smarowania PAO 8. Ich wartość była o 20% mniejsza porównaniu z wartościami uzyskanymi dla DLC C, natomiast podczas smarowania olejem 5W30 zarejestrowane wartości średnich współczynników tarcia były takie same i wynosiły 0,13. Świadczy to o tym, że dla powłoki DLC A mniejsze współczynniki tarcia uzyskano przy zastosowaniu oleju PAO 8, natomiast

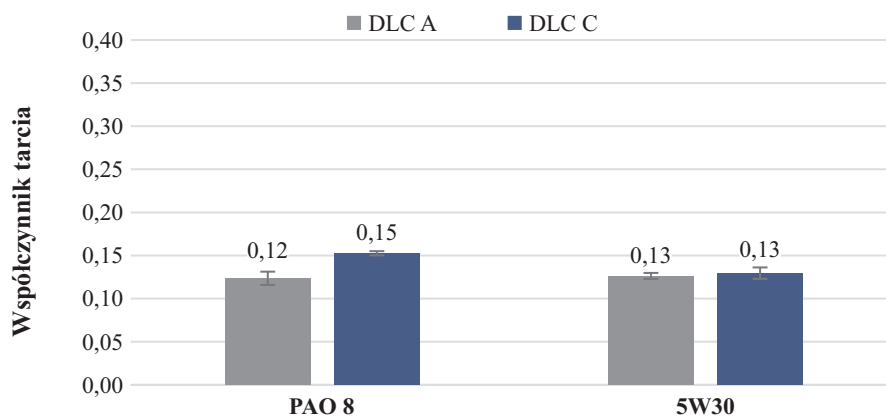
dla powłoki DLC C podczas smarowania olejem syntetycznym 5W30.

Rezultatem współpracy trących o siebie elementów jest zużycie tribologiczne. Na Rysunkach 10÷13 przedstawiono wyniki analiz mikroskopowych śladów zużycia tarcz po testach tribologicznych. Określono również wskaźniki zużycia: maksymalną głębokość oraz pole wytarcia na przekroju poprzecznym.

Analiza wyników badań struktury geometrycznej powierzchni próbek po tarcu ze smarowaniem PAO 8 i 5W30 wykazała, że najmniejszym zużyciem w parze trącej z kulką ze stali 100Cr6



Rys. 8. Kąty zwilżania powierzchni z powłoką DLC A i DLC C substancjami smarującymi PAO 8 i 5W30



Rys. 9. Wyniki badań tribologicznych – współczynnik tarcia

charakteryzowała się tarcza z naniesioną powłoką DLC A. Obserwacje mikroskopowe wskazują, że przypadku obu materiałów dominował ścierny mechanizm zużywania, o czym świadczą liczne bruzdy obecne w śladzie wytarcia.

Na Rysunku 14 zestawiono wskaźniki zużycia: maksymalną głębokość wytarcia oraz pole wytarcia na przekroju poprzecznym.

Na podstawie obserwacji mikroskopowych śladów wytarcia stwierdzono, że tarcza z powłoką DLC A charakteryzowała się większą odpornością na zużywanie. Dowodzi o tym zarówno wartość maksymalnej głębokości wytarcia jak i pola wytarcia. W przypadku smarowania PAO i 5W30 maksymalna głębokość była odpowiednio o 30% i 40% mniejsza w porównaniu z wartościami uzyskanymi dla DLC C. Z kolei pole wytarcia zmierzone na przekroju

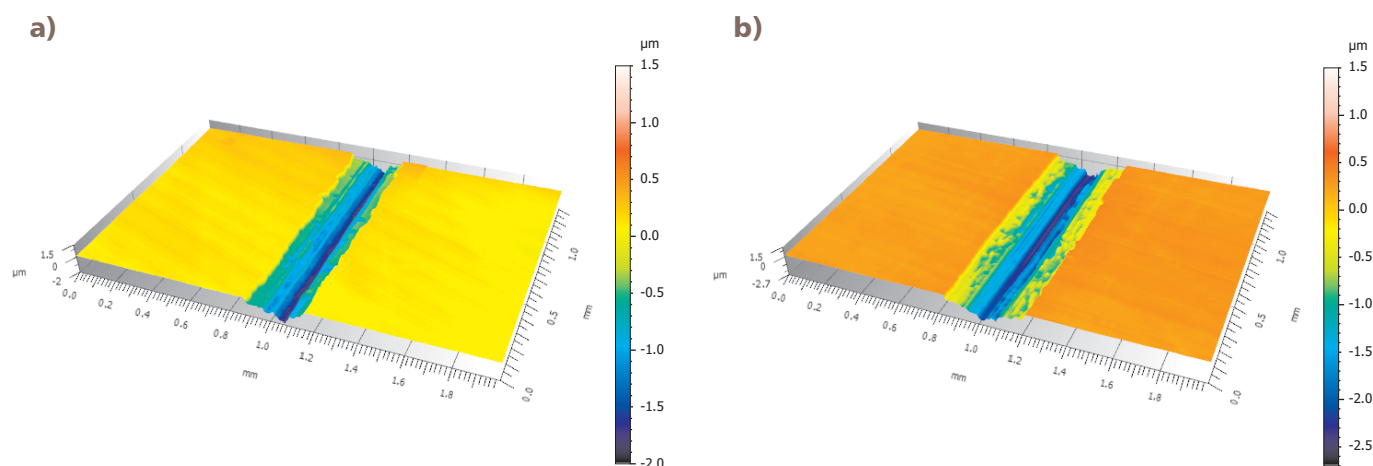
poprzecznym dla powłoki DLC A było o około 40% mniejsze podczas zastosowania PAO 8 i 60% mniejsze przy zastosowaniu 5W30 w odniesieniu do DLC C.

Na Rysunkach 15 i 16 przedstawiono wyniki badań morfologii śladów wytarcia oraz analiz składu chemicznego w wybranych mikroobszarach.

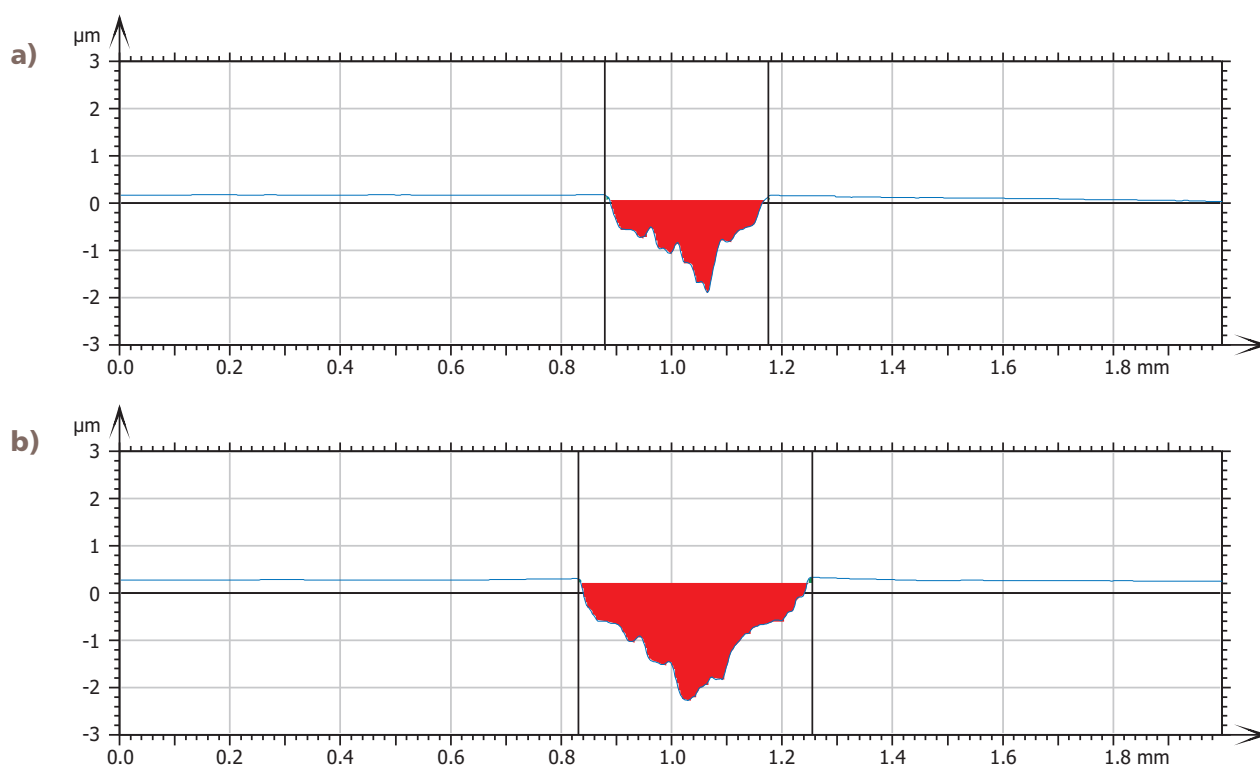
Z analizy składu chemicznego wynika, że po tarcu ze smarowaniem olejem 5W30 zarówno na powłoce DLC A, jak i DLC C zaobserwowano obecność cynku. Największą koncentrację tego pierwiastka odnotowano na tarczy DLC C. Była ona około 5 razy większa niż dla tarczy DLC A. Ponadto w analizowanym punkcie zarejestrowano jeszcze wapń, siarkę i fosfor pochodzące ze środka smarowego – oleju 5W30. Ww. pierwiastków nie zaobserwowano w śladzie wytarcia na powłoce DLC A.

Wnioski

W artykule przedstawiono jedynie dwa typy powłok diamentopodobnych różniące się między sobą czasem os-



Rys. 10. Obrazy izometryczne śladów wytarcia podczas tarcia ze smarowaniem bazą olejową PAO 8:
a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C



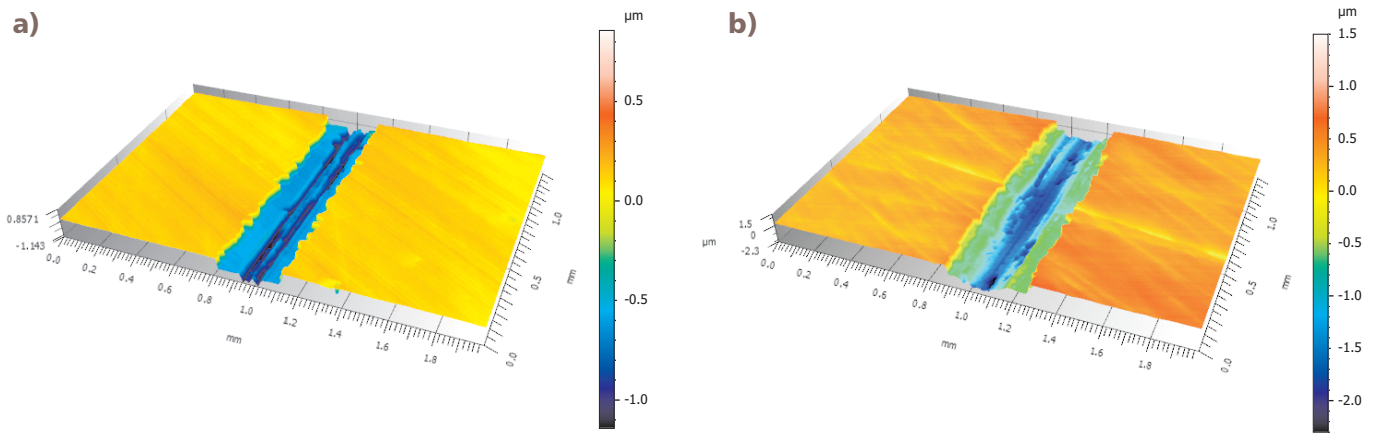
Rys. 11. Profile śladów wytarcia podczas tarcia ze smarowaniem bazą olejową PAO 8:
a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C

dzania. Na podstawie wyników badań sformułowano wnioski.

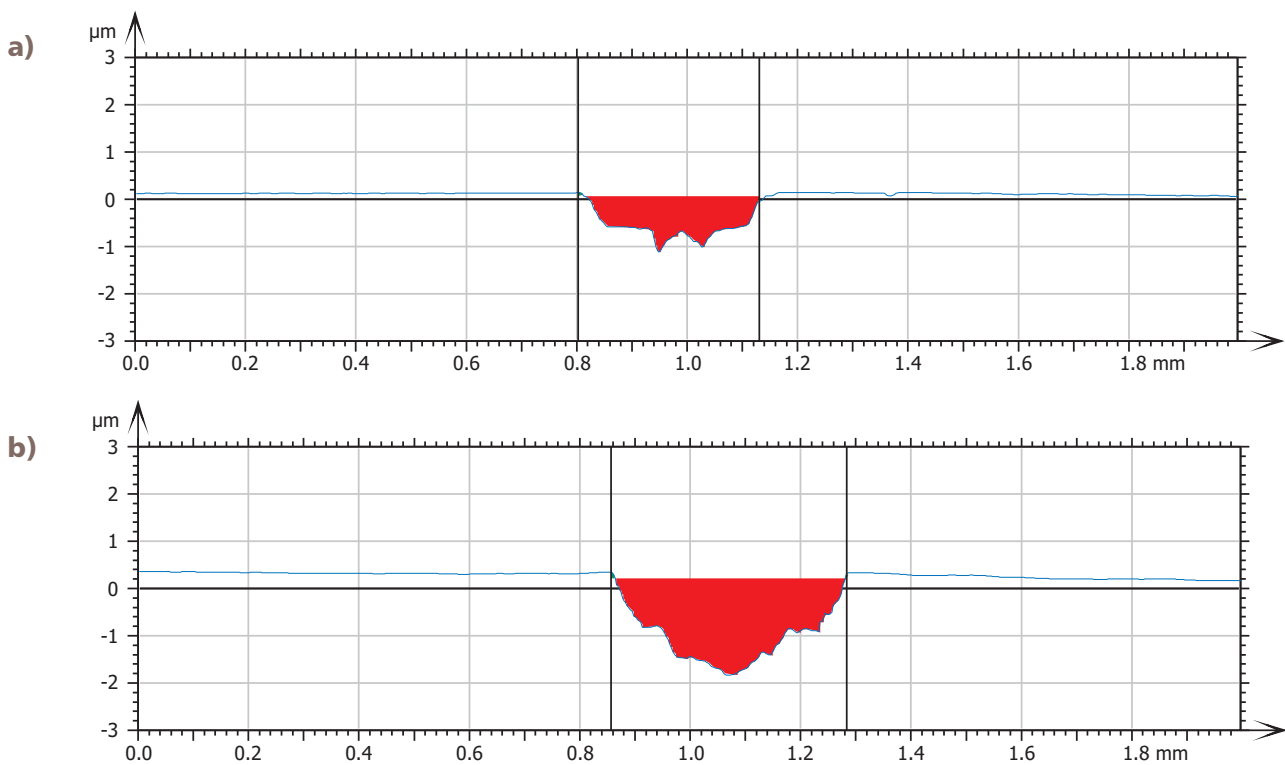
Czas osadzania powłok DLC nie wpłynął na uzyskane wartości kątów zwilżania. Dla powłok DLC A i DLC C uzyskano podobne wartości kątów zwilżania. Ponadto, obie badane powierzchnie powłok wykazywały charakter hydrofilowy. Zwiększanie czasu osadzania powłok diamentopodobnych techniką PECVD nie wpływa na poprawę właściwości tribologicznych. Lepsze charakte-

rystyki tribologiczne uzyskano dla powłoki DLC A. Pomimo, że wartości współczynników tarcia były zbliżone dla obydwóch materiałów, to powłoka DLC A charakteryzowała się mniejszym zużyciem. Na podstawie wskaźników zużycia, tj. głębokości wytarcia i pola powierzchni na przekroju poprzecznym stwierdzono, że powłoka DLC charakteryzuje się lepszą odpornością na zużywanie przez tarcie. Wartości maksymalnej głębokości wytarcia były dla powłoki DLC A mniejsze o około

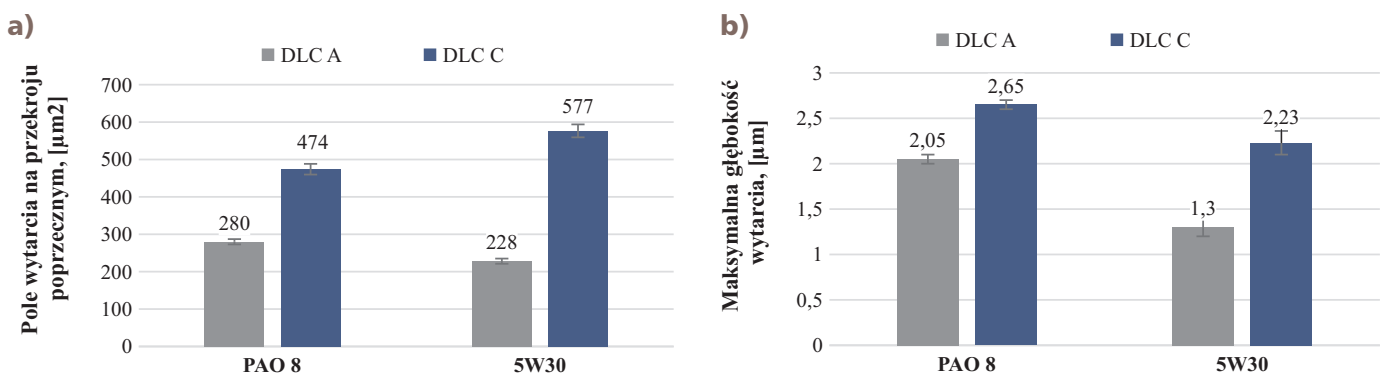
20% przy zastosowaniu oleju bazowego PAO 8 oraz o 40% dla oleju 5W30, niż dla powłoki DLC C. Uzyskane wartości przełożyły się także na mniejsze wartości pola wytarcia wyznaczone na przekroju poprzecznym. Otrzymane wartości pola powierzchni wytarcia dla powłoki DLC A były o około 40% mniejsze dla tarcia ze smarowaniem olejem PAO i o około 60% mniejsze podczas smarowania olejem syntetycznym 5W30 w odniesieniu do DLC C. Na uzyskanych obrazach izometrycznych



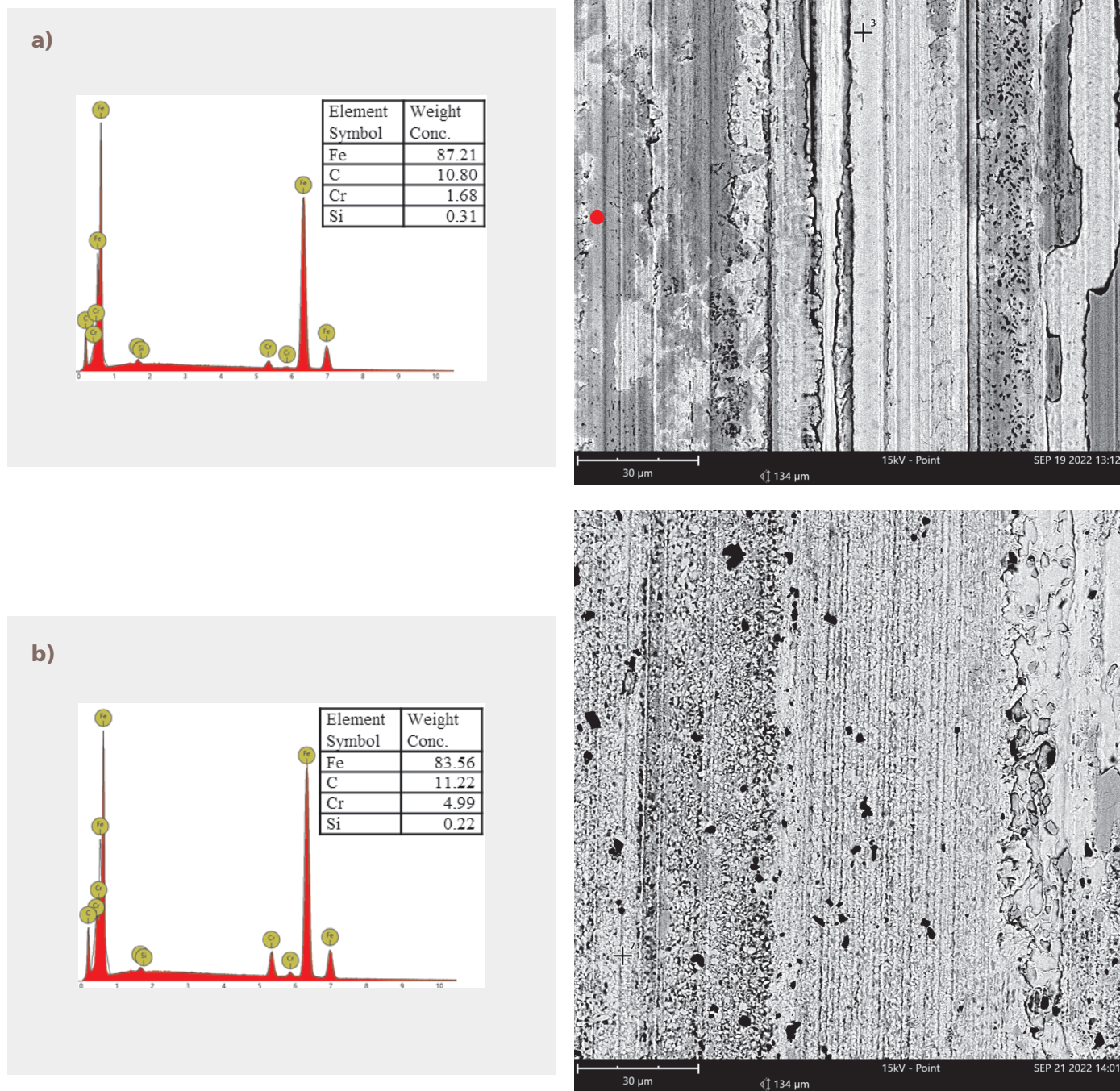
Rys. 12. Obrazy izometryczne śladów wytarcia podczas tarcia ze smarowaniem olejem SW30: a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C



Rys. 13. Profile śladów wytarcia podczas tarcia ze smarowaniem olejem SW30: a) powłoka DLC A, b) powłoka DLC C



Rys. 14. Pole wytarcia (a) oraz maksymalna jego głębokość (b) na przekroju w śladzie wytarcia próbek po testach tribologicznych

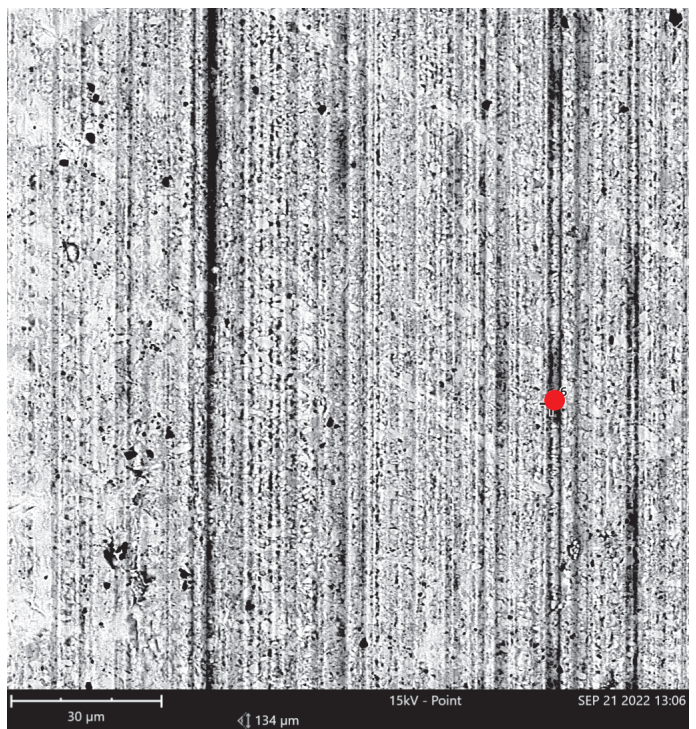
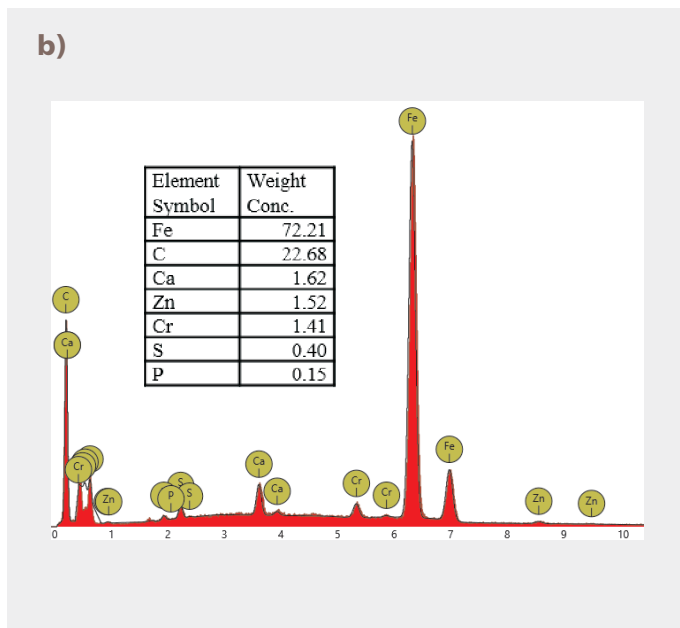
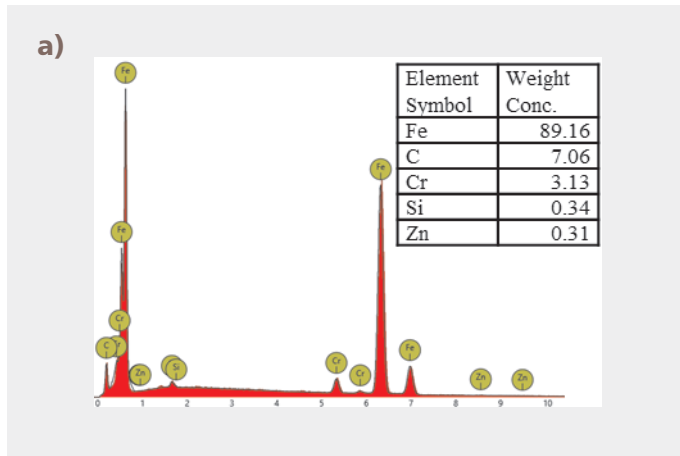


Rys. 15. Obraz SEM śladu zużycia oraz widma promieniowania charakterystycznego wraz z analizą składu chemicznego po tarcii ze smarowaniem PAO 8: a) DLC A, b) DLC C

zaobserwowano liczne odpryski i wykruszenia powłoki.

Literatura

- [1] Chowdhury S., Laugier M.T., Rahman I.Z.: Effects of substrate temperature on bonding structure and mechanical properties of amorphous carbon films. *Thin Solid Films*, 447–448, (2004), 174–180.
- [2] Czyżniewski A.: Powłoki DLC w zastosowaniu do pokrywania elementów maszyn, *Inżynieria Materiałowa*, R. XXIV, 6, 435–438.
- [3] Donnet C., Erdemir A., (Editors): *Tribology of diamond-like carbon films. Fundamentals and applications.* Springer, New York, 2008.
- [4] Du J., Hao J., Zhang X., Su G., Zhang P., Sun Y, Zhang J., Xu C.: Finite element investigation of cutting performance of Cr/W-DLC/DLC composite coated cutting tool, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 118 (2022) 2177–2192.
- [5] Kowalczyk J., Milewski K., Madej M., Ozimina D.: The properties of lubricated friction pairs with diamond-like carbon coatings, *Open Engineering*. 10 (2020) 688–698.



Rys. 16. Obraz SEM śladu zużycia po tarciu ze smarowaniem 5W30: a) DLC A, b) DLC C

[6] Madej M.: Właściwości powłok diamentopodobnych, Inżynieria Maszyn, 4, 2011, 75-84.

[7] Milewski K., Madej M., Ozimina D.: Tribological properties of Diamond-like carbon coatings at friction joints lubricated with ionic liquid. Tribologia, nr 5/2019, 59-69.

[8] Sahoo S., Pradhan S.K., Bhavanasi V., Pradhan S.S., Sarangi S.N., Barhai P.K.: Influence of bowl shaped substrate holder on growth of polymeric DLC film in a microwave plasma CVD reactor, Bulletin of Materials Science. 35 (2012) 1117-1121.

[9] Sulaiman M.H., Farahana R.N., Mustaffa M. N., Bienk K., Tribological properties

of DLC coating under lubricated and dry friction condition Materials Science and Engineering, 670, 2019, 1-4.

[10] Wang L., Nie X, Hu X.: Effect of Thermal Annealing on Tribological and Corrosion Properties of DLC Coatings, Journal of Materials Engineering and Performance. 22 (2013) 3093-3100. ■