

# Właściwości mechaniczne oraz tarciovo-zużyciowe spieków korundowych pokrytych powłoką typu $TiB_x$

## On mechanical and friction-wear properties of $TiB_x$ coated alumina sinters

AGNIESZKA TWARDOWSKA \*

DOI: 10.17814/mechanik.2016.5-6.52  
Międzynarodowa Konferencja IMT 2016

Spieki korundowe pokryto powłoką typu  $TiB_x$  metodą wspomaganego jonowo rozpylania jonowego. Właściwości mechaniczne spieków z powłoką i bez powłoki określono w teście nakłucia, natomiast adhezję powłok do podłoża oraz współczynnik tarcia badano w teście tarciovo-zużyciowym metodą rysy. Nałożenie powłoki  $TiB_x$  korzystnie wpłynęło na właściwości spieków korundowych.

**SŁOWA KLUCZOWE:** powłoki PVD,  $TiB_x$ , właściwości, test nakłucia, współczynnik tarcia, zużycie

*TiB<sub>x</sub> coatings were deposited by dual beam ion assisted deposition method on sintered alumina substrates. Nanoindentation test was used to determine mechanical properties of coated and uncoated samples, while adhesion and friction-wear performance were examined in a scratch-tests. Deposition of the coating was beneficial for properties of sintered alumina.*

**KEYWORDS:** PVD coating, properties,  $TiB_x$ , nanoindentation, coefficient of friction

Dwuborek tytanu  $TiB_2$  jest wysokotopliwym (3490 K), twardym (35 GPa) i stabilnym termodynamicznie materiałem, co czyni go atrakcyjnym dla przemysłu narzędziowego [1]. Niska odporność na pękanie oraz nieefektywność procesów syntezy i konsolidacji  $TiB_2$  powodują, że wykorzystanie tego tworzywa jest nadal ograniczone. Przykładowo w spiekach  $\alpha-Al_2O_3$  z dodatkiem  $TiB_2$  udział objętościowy borku nie powinien przekraczać 6-8%, ponieważ przy wyższych zawartościach obserwuje się znaczne obniżenie odporności spieku na pękanie [2]. Zwiększenie twardości i odporności na ścieranie spieków korundowych bez zwiększenia ich kruchości możliwe jest przez nałożenie na ich powierzchnie twardych, odpornych na zużycie powłok. Powłoki  $TiB_2$  są najczęściej otrzymywane metodami chemicznego osadzania z fazy gazowej, lecz charakteryzuje je wysoki poziom naprężeń wewnętrznych, co podobnie jak w przypadku próbek masywnych przekłada się na ich niską odporność na pękanie. Nowoczesne powłoki ochronne wytwarzane metodami fizycznego osadzania z fazy gazowej mogą osiągać wysoką twardość oraz zadawalającą ciągliwość, a dodatkowo zapewniać odpowiednio niski współczynnik tarcia (w danym skojarzeniu ciernym) [3]. Powłoki tego rodzaju są otrzymywane w układach, w których występują twarde fazy, głównie węgliki, azotki i borki (oraz niektóre tlenki), jako fazy nanokrystaliczne lub amorficzne [4]. W niniejszej pracy określono zmiany właściwości mechanicznych i tarciovo-zużyciowych spieku korundowego ( $\alpha-Al_2O_3$  z dodatkiem 1% obj. MgO) w wyniku nałożenia powłoki typu  $TiB_x$ .

### Materiały, parametry procesu nakładania powłok

Powłoki  $TiB_x$  nakładano na podłoże ze spieku  $\alpha-Al_2O_3$  z dodatkiem 1% obj. MgO, wytworzonym (przez IZTW, Polska) w postaci płytek o wymiarach  $10 \times 10 \times 7$  mm. Przed nałożeniem powłoki, powierzchnie spieku oszlifowano i wypolerowano mechanicznie stosując zawiesziny diamentowe *Dia-duo* firmy Struers. Po każdym etapie szlifowania i polerowania próbki płukano w płuczce ultradźwiękowej w wodzie destylowanej, następnie próbki odtuszczano w izopropanolu i suszono w powietrzu. W procesie nakładania powłok metodą dwuwiązkową IBAD (*ion beam assisted deposition*) zastosowano dwie wiązki jonów  $Ar^+$  o tej samej energii (10 keV) – jedną skierowaną na rozpylaną tarczę pod kątem  $67^\circ$  (kąt mierzony względem normalnej do powierzchni tarczy), drugą wiązkę skierowano prostopadle do powierzchni podłoża. W procesie wykorzystano tarczę  $TiB_2$  (Goodfellow, Wielka Brytania) o średnicy 50 mm i grubości 5 mm. Proces prowadzono w próżni  $10^{-2}$  Pa, w czasie 10 godzin, szczegółowe informacje dotyczące preparatyki podłoża oraz metody i warunków nakładania przedstawiono w pracy [7].

Obserwacje mikrostrukturalne otrzymanych powłok przeprowadzono metodami mikroskopii elektronowej transmisyjnej i skaningowo-transmisyjnej. Cienkie folie przygotowano metodą trawienia jonowego (FEI Dual Beam), stosując wiązkę jonów  $Ga^+$ . Próbki wycięto prostopadle do powierzchni powłoki. Obserwacje mikrostrukturalne przeprowadzono przy użyciu mikroskopu Tecnai G<sup>2</sup> (200 kV).

Wpływ powłoki na właściwości mechaniczne spieku analizowano w teście nanoindentacji, stosując wgłębnik diamentowy o geometrii Berkovich'a pod obciążeniem 1 mN. Twardość i moduł Younga obliczono metodą Oliviera i Pharra [5]. Zmiany współczynnika tarcia w skojarzeniu z diamentem, ocenę adhezji powłoki  $TiB_x$  do podłoża oraz analizę procesu niszczenia systemu powłoka-podłoże wykonano w ruchu postępowym w teście rysy (*scratch-test*). Badania przeprowadzono przy użyciu trzpienia diamentowego o geometrii Rockwell C o promieniu wyokrąglenia 200  $\mu m$ . Zastosowano obciążenie wzrastające liniowo w zakresie od 0 do 10 N, szybkość obciążania wynosiła 10 N/min. Pomiar prowadzono na odcinku 5 mm.

### Wyniki i ich dyskusja

W tablicy zestawiono wartości średnie twardości  $H_{IT}$ , i modułu Younga  $E_{IT}$  (dla spieków pokrytych powłoką i bez powłoki) oraz wyliczonych na ich podstawie wartości  $H/E$  oraz  $H^3/E^2$  [6]. Obciążenie wybrano po wykonaniu serii wstępnych prób nakłucia, pod obciążeniem w zakresie 1÷50 mN.

Z uwagi na niską grubość otrzymanych powłok, nawet dla najniższego obciążenia głębokość indentacji przekraczała 10% grubości powłoki, dlatego obliczone wartości

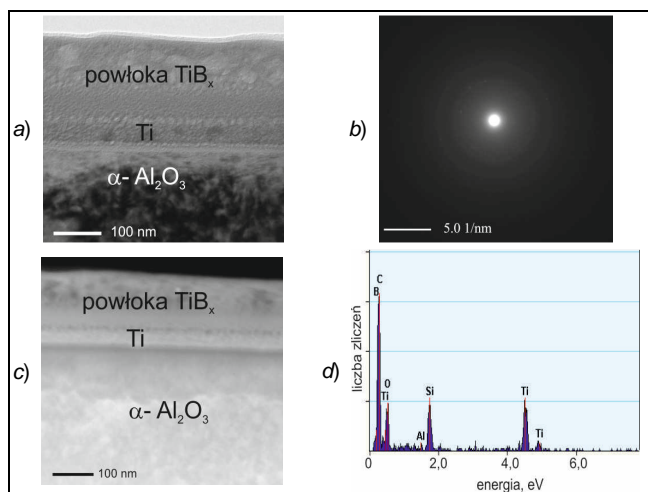
\* Dr hab. inż. Agnieszka Twardowska (atwardow@up.krakow.pl) – Instytut Techniki, Uniwersytet Pedagogiczny w Krakowie

twardości i modułu Younga nie mogą być odniesione do samej powłoki, ale kompozytu, jakim jest spiek pokryty powłoką. Dla każdej z próbek (z powłoką i bez powłoki) wykonano po pięć odcisków. Obecność powłoki pozwoliła na dwukrotne podwyższenie twardości przy zwiększeniu modułu  $E$  o 25%. Pokryte spieki charakteryzują się wyższymi wartościami wskaźników  $H/E$  oraz  $H^3/E^2$ , którym poświęca się wiele uwagi w przypadku projektowania powłok twardych i supertwardych, jako wskaźników zdolności do odkształcenia plastycznego i odporności na zużycie. Przykładowo powłoki o wartości wymienionych wyżej indeksów powyżej 0,1 wykazują wysoką odporność na zużycie [6, 7].

**TABLICA. Wartości średnie twardości  $H_{IT}$ , modułu Younga  $E_{IT}$  oraz wyliczonych na ich podstawie wartości indeksów  $H/E^*$  i  $H^3/E^2$ , dla spieków pokrytych powłoką  $TiB_x$  oraz bez powłoki**

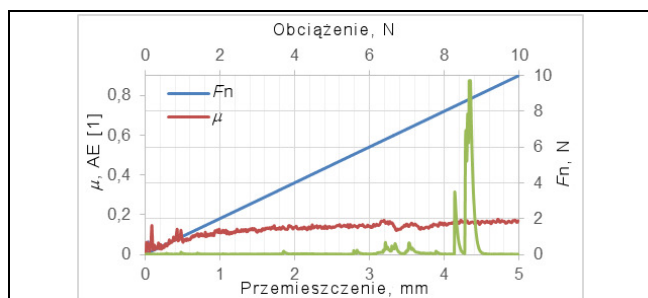
Wartość	Spiek z powłoką $TiB_x$	Spiek bez powłoki
Twardość $H_{IT}$ , GPa	$35 \pm 8$	$15,8 \pm 1$
Moduł Younga $E_{IT}$ , GPa	$450 \pm 22$	$360 \pm 6$
$H/E$ , 1	0,077	0,044
$H^3/E^2$ , GPa	0,21	0,03

Na rys. 1a przedstawiono mikrostrukturę powłoki  $TiB_x$  nałożonej na powierzchnię spieku  $\alpha-Al_2O_3$  obserwowaną na przekroju poprzecznym. Powłoka była ciągła, wolna od porowatości i pęknięć, amorficzna i cienka (rys. 1 a, b). Grubość powłoki była niewielka, w analizowanym obszarze nie przekraczała 200 nm. Powłoki typu  $TiB_x$  otrzymywane metodami PVD bez nagrzewania podłoża zazwyczaj są amorficzne [4, 8].



Rys. 1. Obraz mikrostruktury powłoki  $TiB_x$  nałożonej na powierzchnię spieku  $\alpha-Al_2O_3$  / 1% obj. MgO: a) TEM, jasne pole, b) obraz dyfrakcyjny pochodzący z obszaru powłoki, c) obraz STEM HAADF wraz linią analizy EDS, d) widmo EDS zarejestrowane z obszaru powłoki

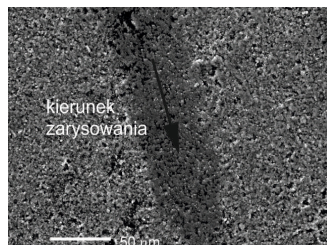
W teście rysy (rys. 2) powłoka  $TiB_x$  niszczona była przez ścieranie (rys. 3).



Rys. 2. Zmiany współczynnika tarcia  $\mu$ , sygnału emisji akustycznej AE oraz obciążenia trzpienia  $F_n$ , zarejestrowane w teście rysy

Wartości obciążeń krytycznych  $L_{C1}$  (pierwsze pęknięcia kohezyjne),  $L_{C2}$  (pierwsze pęknięcia adhezyjne),  $L_{C3}$  (całkowite usunięcie powłoki) wyniosły odpowiednio: 3,7 N; 6,3 N oraz 8,2 N.

Współczynnik tarcia  $\mu$  mierzony w zakresie obciążeń  $L_{C1} - L_{C2}$  ustabilizował się na poziomie 0,16, a po przekroczeniu  $L_{C3}$  (całkowite usunięcie powłoki) nie przekroczył wartości 0,2, tj. wartości współczynnika tarcia w skojarzeniu korund – diament.



Rys. 3. Obraz SEM powierzchni powłoki  $TiB_x$  nałożonej metodą dwuwiązkową IBAD na powierzchnię spieku  $\alpha-Al_2O_3$ , po wykonaniu testu rysy

## Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych badań właściwości mechanicznych i tribologiczno-zużyciowych spieków pokrytych powłoką typu  $TiB_x$  oraz próbek referencyjnych (bez powłoki) stwierdzono, że:

- nałożenie powłoki  $TiB_x$  na powierzchnię spieku  $\alpha-Al_2O_3$  wyraźnie zwiększa jego właściwości mechaniczne (twardość oraz moduł Younga) oraz obniża dwukrotnie wartość współczynnika tarcia,
- adhezja powłok  $TiB_x$  nałożonych metodą DB IBAD do podłoża spieków jest wysoka, analizowany system powłoka–podłoże wykazuje wysoką odporność na zniszczenie przez ścieranie,
- zastosowany proces nakładania pozwala na uzyskanie wysokiej jakości powłok typu  $TiB_x$ , ale jest mało efektywny, ze względu na bardzo małe szybkości ich osadzania.

Badania zrealizowano w ramach programu POMOST13-8/13 „Mono- and multilayered, multiphase coatings based on  $TiB_2$  for anti-wear application” Fundacji na Rzecz Nauki Polskiej, współfinansowanego przez Unię Europejską ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka.

## LITERATURA

1. Munro R.G. „Materials Properties of Titanium Diboride”. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. Vol. 105, No. 5 (2000): pp. 709–720.
2. Jianxin D., Xing A. „Effect of  $TiB_2$  particle and wear behaviors of  $Al_2O_3$  ceramic”. *Journal of Advanced Materials*. Vol. 27, No. 4 (1996): pp. 32–36.
3. Voevodin A.A., Zabinski J.S. „Supertough wear resistant coatings with “chameleon” surface adaptation”. *Thin Solid Films*. Vol. 370, No. 1–2 (2000): pp. 223–231.
4. Twardowska A. „Nanostrukturalne powłoki z udziałem dwuborku tytanu do zastosowań przeciwzużyciowych”. Kraków: Wydawnictwo Naukowe Uniwersytetu Pedagogicznego, 2014.
5. Oliver W.C., Pharr G.M. „An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments”. *Journal of Materials Research*. Vol. 7, No. 6 (1992): pp. 1564–1583.
6. Musil J., Kunc F., Zeman H., Polakova H. „Relationships between hardness, Young’s modulus and elastic recovery in hard nanocomposite coatings”. *Surface and Coatings Technology*. Vol. 154, No. 2–3 (2002): pp. 304–313.
7. Twardowska A., Morgiel J., Rajchel B. „On the wear of  $TiB_2/TiSi_2C_2$  coatings deposited on 316L steel”. *International Journal of Materials Research*. Vol. 106, No. 7 (2015): pp. 758–763.
8. Pelleg J., Sade G., Sinder M., Mogilyanski D. „Compositional and structural changes in  $TiB_2$  films induced by bias, in situ and post-deposition annealing, respectively”. *Physica B: Condensed Matter*. Vol. 381, No. 1–2 (2006): pp. 118–127.