

Jacek I. ŁUBIŃSKI*, Antoni NEYMAN*, Jan SIKORA*

**OCENA ODPORNOŚCI POWŁOK NA BAZIE
DLC NA DORAŻNE USZKODZENIE
W WARUNKACH TARCIA ŚLIZGOWEGO
ZE SMAROWANIEM WODĄ I SOLĄ
FIZJOLOGICZNĄ**

**EVALUATION OF DLC BASED COATINGS RESISTANCE
TO INSTANTANEOUS DAMAGE UNDER SLIDING
FRICTION CONDITIONS WITH DISTILLED WATER
OR SALINE LUBRICATION**

Słowa kluczowe:

powłoki ceramiczne, zużycie, metody badań, DLC, smarowanie wodą, smarowanie płynami ustrojowymi

Key-words:

ceramic coatings, wear, test methods, DLC, water lubrication, body fluid lubrication

Streszczenie

W ramach programu badawczego właściwości tribologicznych cienkich powłok ceramicznych na bazie DLC (Diamond – Like – Carbon) wyko-

* Politechnika Gdańska, Wydział Mechaniczny, ul. G. Narutowicza 11/12, 80-952 Gdańsk.

rzystywanych w konforemnych skojarzeniach ślizgowych wykonano testy odporności na zużycie. Jako obszar docelowy wykorzystania badań w technice przyjęto łożyska ślizgowe smarowane wodą oraz zastosowania biomedyczne. Ze względu na te założenia wykorzystano jako podłoże stal nierdzewną ulepszaną cieplnie, a jako środki smarowe zastosowano wodę destylowaną oraz sól fizjologiczną do wlewów dożylnych. Do badań wykorzystano dwie odmiany powłoki – niemodyfikowane DLC oraz DLC modyfikowane domieszką wolframu.

W trakcie opisywanych badań wykonano serię testów w celu wyznaczenia granicznych warunków wymuszenia, zdefiniowanego jako średnie naciski powierzchniowe oraz prędkość ślizgania, po przekroczeniu których następuje gwałtowne zniszczenie powłoki. Na podstawie wyników pomiarów opracowano aproksymowane charakterystyki granicznych wymuszeń w układzie $p - v$ oraz pokrewnych dla badanych materiałów, smarów i zakresu parametrów wymuszenia.

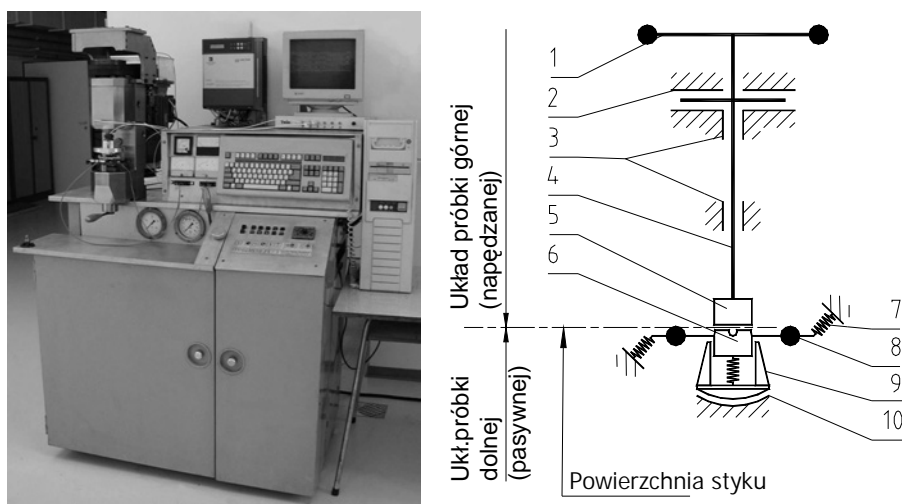
CEL I METODYKA BADAŃ

Opisywane badania przeprowadzono w celu rozpoznania granicznych warunków obciążenia i prędkości ślizgania, których przekroczenie powoduje wystąpienie z dużym prawdopodobieństwem szybkiego zniszczenia powłoki. Nowością w stosunku do znanych badań były zarówno skład, technologia nakładania wykorzystanych powłok, jak i technologia przygotowania podłoża oraz kombinacja użytych powłok i stali stanowiącej podłoże (gatunek 3H13, ulepszana cieplnie do twardości HRC 40) [L. 1– 12]. Do badań wykorzystano dwie odmiany powłoki nanoszonej plazmowo: DLC bez dodatków modyfikujących i DLC z dodatkiem wolframu (symbol DLC – W). Pary ślizgowe smarowano wodą destylowaną lub solą fizjologiczną. Przewidziano różnice zachowania każdego spośród czterech skojarzeń materiał–smar przy planowanych testach w układzie jednakowych materiałów obu próbek w parze. Dlatego konieczne było ustalenie warunków odpowiednich do przeprowadzenia długotrwałych testów trwałościowych (w stacjonarnych warunkach wymuszeń) poprzez ustalenie granicznych warunków dla każdego skojarzenia w planowanym zakresie wymuszeń. W oparciu o wyniki tych badań ustalono wymuszenia wspólne dla wszystkich skojarzeń w testach trwałościowych.

Testy prowadzono przy ustalonej prędkości ślizgania i narastającej liniowo sile dociskającej próbki. Prędkości ustalano w przedziale od 0,40

do 0,65 m/s z postępowaniem w kolejnych próbach o 0,05 m/s. Obciążenie maksymalne ustalano w przedziale od 22,5 do 42,5 MPa. W kolejnych próbach obciążenie zwiększano o 2,5 MPa. Jako kryterium osiągnięcia granicy ‘doraźnej wytrzymałości’ powłoki przyjęto wystąpienie na próbce makroskopowych ubytków powłoki odsłaniających stalowe podłoże lub całkowite zatarcie próbki spowodowane zerwaniem powłoki w całej strefie styku. Obserwacje uszkodzeń były wykonywane po zakończeniu testu trwającego 15 minut, przyjmując warunki zakończenia testu jako wartości graniczne wymuszeń w danej kombinacji. W przypadku całkowitego zerwania powłoki warunki ustalano na podstawie pomiaru momentu tarcia, który w momencie wystąpienia styku metal–metal gwałtownie zwiększa się. Testy, w których zaobserwowano uszkodzenie powłoki powtarzano w celu uniknięcia błędów przypadkowych.

Badania przeprowadzono na tribometrze PT-3 (**Rys. 1**) [L. 13–18], którego układ badawczy dostosowano do geometrii przygotowanych próbek (**Rys. 2**). W celu uzyskania odporności na korozję elementów układu w zetknięciu z wodą oraz solą fizjologiczną (roztw. 0,9% NaCl w H₂O) próbki (później powleczone ceramiką), uchwyty próbek oraz naczynia na subst. smarową wykonano ze stali nierdzewnej.



Rys. 1. Widok ogólny i schemat kinematyczny tribometru PT-3

Fig. 1. General view and a schematic of the PT-3 tribometer

Ogólny schemat kinematyczny głowicy Tribometru PT przedstawiono na **Rys. 1**. W urządzeniu tym napęd próbki ruchomej pochodzi od silnika prądu przemiennego, którego prędkość jest płynnie regulowana i kontrolowana z wykorzystaniem komputera. Moment obrotowy z silnika jest przenoszony przez przekładnię pasową na ułożyskowane w podporach hydrostatycznych (2, 3) wrzeciono 4, do którego swobodnego końca przymocowana jest próbka 5. Próbka dolna 6 jest dociskana do próbki górnej od dołu przez nurnikowy siłownik hydrauliczny, którego górna panewka kulista 10 jest przedstawiona schematycznie na rysunku. Nieruchoma próbka dolna 6 dla dwóch stopni swobody podparta jest sprężystości: 7 – ruch obrotowy w płaszczyźnie styku, 9 – ruch liniowy normalny do płaszczyzny styku. Układ elementów chwytowych i podpierających 9 próbkę dolną 6 jest zakończony od dołu kulistą stopą. Łącznie z panewką 10 na górnym końcu tłoka nurnika tworzy ona łożysko hydrostatyczne zasilane przez kanały w tłoku. Kulisty kształt łożyska podpierającego układ próbki dolnej zapewnia samonastawność i niwelację wpływu bicia czoła próbki górnej. Bezwładnik 8 umożliwia zmianę właściwości dynamicznych układu próbki dolnej w celu dostrojenia układu badawczego do warunków próby i minimalizacji ewentualnych drgań.



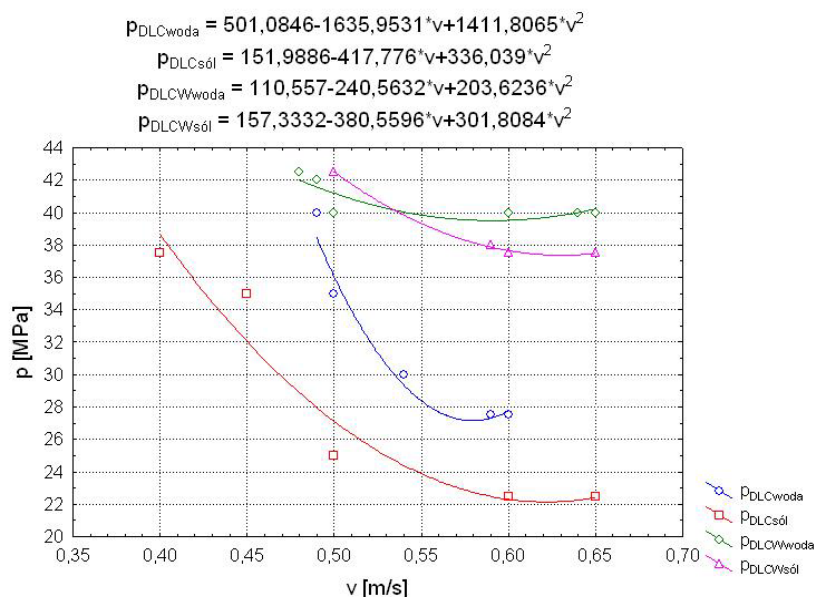
Rys. 2. Postać geometryczna próbek stosowanych w tribometrze PT-3. Od lewej do prawej: próbki w pozycji roboczej (strzałkami zaznaczono kierunek obrotów i siły dociskającej próbki), para próbek po rozsunięciu czół, próbka dolna (nieruchoma) z widocznym położeniem ścieżki tarcia

Fig. 2. General geometry of specimens used in the PT-3 tribometer. Left to right: normal working position (arrows show directions of rotation and force acting on the specimens), specimen set off-set to show the working surface, lower specimen (non-movable) with sliding path embossed into the surface

WYNIKI BADAŃ

W rezultacie przeprowadzonych doświadczeń wyznaczono graniczne wymuszenia, których przekroczenie skutkuje natychmiastowym znisz-

czeniu powłoki. Powtarzalność wyników testów można określić jako bardzo dobrą, co świadczy o małych rozrzutach właściwości powłok wykorzystanych do badań. Na podstawie punktów wyznaczono metodą najmniejszych kwadratów aproksymowane charakterystyki dla każdego z materiałów i smarów wykorzystanych podczas badań. Uzyskano cztery charakterystyki przedstawione zbiorczo na **Rys. 3**, których wykreślenie było praktycznym celem cząstkowego zadania eksperymentalnego. Uznano, że aproksymacja wielomianem drugiego stopnia jest wystarczająco dokładna do realizacji zamierzonego celu.



Rys. 3. Aproksymowane krzywe graniczne odporności na uszkodzenie powłok DLC i DLC-W dla ślizgania przy smarowaniu wodą destylowaną oraz solą fizjologiczną. Skojarzenia jednoimienne

Fig. 3. Approximated boundary conditions curves obtained for DLC and DLC-W coatings when lubricated with distilled water or saline. 'Self mated' sliding pairs

WNIOSKI

Zawartość NaCl w wodzie zastosowanej do smarowania badanego skojarzenia ślizgowego powoduje wyraźne zmniejszenie granicznych parametrów wymuszenia powodujących uszkodzenie powłoki w stosunku do testów wykonanych przy smarowaniu wodą bez dodatków. Mechanizm oddziaływania NaCl na procesy w strefie tarcia nie są dokładnie znane. Podejrzewany jest wpływ różnych mechanizmów. Za najbardziej praw-

dopodobny obecnie uważa się wpływ korozyjny na podłoże roztworu, wnikającego w mikropęknięcia na powierzchni powłoki, co zaburza adhezję i ułatwia odwarstwienie powłoki.

Powłoka DLC z dodatkiem wolframu wykazuje większą odporność na doraźne zniszczenie przy jednoczesnej wyraźnie mniejszej podatności na osłabiający wpływ zawartości NaCl w roztworze wykorzystywanym do smarowania.

Efekt zwiększonej odporności powłoki DLC – W na zniszczenie jest wyraźniejszy przy większych prędkościach ślizgania. Powłoka DLC w ekstremalnym przypadku ulega uszkodzeniu przy obciążeniu o prawie 50% mniejszym niż powłoka DLC – W dla takich samych prędkości ślizgania.

Granica wytrzymałości powłok ma charakter zbliżony do skokowej zmiany zachowania pary ciernej. Przy testach w warunkach wymuszeń poniżej krzywej granicznej możliwe jest długotrwałe ślizganie bez makroskopowych uszkodzeń powłoki. Przekroczenie parametrów granicznych skutkuje praktycznie natychmiastowym uszkodzeniem makroskopowym, które może rozwinąć się do zniszczenia katastroficznego z całkowitym usunięciem powłoki w strefie tarcia.

Podziękowania

Niniejsze zadanie zostało zrealizowane w ramach projektu badawczego finansowanego przez Ministerstwo Nauki i Informatyzacji zgodnie z wnioskiem nr N N504 479934 pt.: *Badania właściwości tribologicznych modyfikowanych powłok DLC w warunkach smarowania wodą i roztworem NaCl.*

LITERATURA

1. Ronkainen H., Varjus S., Koskinen J., Holmberg K.: Differentiating the tribological performance of hydrogenated and hydrogen-free DLC coatings, *Wear* 249 (2001) 260–266.
2. Noda M., Umeno M.: Coating of DLC film by pulsed discharge plasma CVD, *Diamond & Related Materials* 14 (2005) 1791–1794.
3. Dearnaley G., Arps J.H.: Biomedical applications of diamond-like carbon (DLC) coatings: A review, *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 2518–2524.
4. Hauert R.: An overview on the tribological behavior of diamond-like carbon in technical and medical applications *Tribology International* 37 (2004) 991–1003.
5. Czyżniewski A., Precht W.: Deposition and some properties of nanocrystalline, nanocomposite and amorphous carbon-based coatings for tribological

- applications *Journal of Materials Processing Technology* 157–158 (2004) 274–283.
6. Liu E., Blanpain B., Shi X., Celis J.-P., Tan H.-S., Tay B.-K., Cheah L.-K., Roos J.R.: Tribological behaviour of different diamond-like carbon materials, *Surface and Coatings Technology* 106 (1998) 72–80.
 7. Ronkainen H., Varjus S., Holmberg K.: Friction and wear properties in dry, water- and oil lubricated DLC against alumina and DLC against steel contacts, *Wear* 222 (1998) 120–128.
 8. Yamamoto K., Matsukado K.: Effect of hydrogenated DLC coating hardness on the tribological properties under water lubrication, *Tribology International* 39 (2006) 1609–1614.
 9. Ronkainen H., Varjus S., Holmberg K.: Tribological performance of different DLC coatings in water-lubricated conditions, *Wear* 249 (2001) 267–271.
 10. Hauert R., Muller U.: An overview on tailored tribological and biological behavior of diamond-like carbon, *Diamond and Related Materials* 12 (2003) 171–177.
 11. Field S.K., Jarratt M., Teer D.G.: Tribological properties of graphite-like and diamond – like carbon coatings, *Tribology International* 37 (2004) 949–956.
 12. Wua J.-H., Karthikeyana S., Falkb M.L., Rigney D.A.: Tribological characteristics of diamond-like carbon (DLC) based nanocomposite coatings, *Wear* 259 (2005) 744–751.
 13. Łubiński T.: Testing of friction dynamics on a tribometer PT-3/96. Proc. 1st World Tribology Congress, London 1997.
 14. Łubiński T., Druet K., Kobylański J.: Tribometer PT-3: a test machine for investigation of friction dynamics. *Zagadnienia Eksploatacji Maszyn, Zeszyt 2* (110), 1997.
 15. Łubiński T., Druet K., Łubiński J.I.: Tribometr PT-3/96: Rozwój i zastosowanie. *Zeszyty Naukowe Politechniki Gdańskiej, Mechanika*, 1997.
 16. Łubiński J.: Tribometr PT-3/99 – udoskonalone narzędzie do badania charakterystyk tribologicznych. XXIV Jesienna Szkoła Tribologiczna Polska tribologia Teoria i praktyka, *Prace Naukowe Wydziału Materiałoznawstwa i Technologii Obuwia P. Radom. im. K. Pułaskiego nr 1(17)*, 2000.
 17. Łubiński J., Druet K., Neyman A.: Wpływ cech konstrukcyjnych stanowiska badawczego na proces tarcia ślizgowego. *Pr. Nauk. Inst. Konstr. i Eksp. Masz. P. Wroc.**2002 nr 87, Konfer. nr 27, XXV Szkoła Tribol., Łądek-Zdrój 2002.*
 18. Łubiński T.: Testing of friction dynamics on a tribometer PT-3/96. Proc. 1st World Tribology Congress, London 1997.

Recenzent:
Marian GRĄDKOWSKI

Summary

As a result of research on the evaluation of tribological properties of ultra thin DLC based ceramic coatings in flat sliding contacts lubricated with distilled water or saline a series of instantaneous damage resistance tests was carried out. The research was targeted at water lubricated bearings and bio – medical applications, thus DLC coatings were deposited on annealed stainless steel substrate. Two types of coatings were used: hydrogenated unmodified DLC and tungsten modified DLC (DLC – W). In the paper results are presented of tests carried out to determine the $p - v$ input parameters envelope for both coatings and both lubricants dividing mild wear of coatings from instantaneous damage leading to intense delamination of the coating. Results are given in the form of approximated boundary condition curves.