



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

DZIEDZINA: INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

DYSCYPLINA: nauki inżynieryjno-techniczne

ROZPRAWA DOKTORSKA

Modyfikacja metodyki badań struktury geometrycznej
powierzchni, w zakresie oceny nieciągłości warstwy
wierzchniej i pomiarów ścieżek wytarcia

Autor: mgr inż. Aneta Łętocha

Promotor rozprawy: prof. dr hab. inż. Lucyna Jaworska

Promotor pomocniczy: dr hab. inż. Daniel Toboła

Praca wykonana: Szkoła Doktorska AGH

Kraków, 2024



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

FIELD OF SCIENCE: MATERIALS ENGINEERING

SCIENTIFIC DISCIPLINE: engineering and technical sciences

DOCTORAL THESIS

Modification of the methodology for testing the surface texture, in terms of assessing the discontinuity of the surface layer and measuring the abrasion paths

Author: mgr inż. Aneta Łętocha

First supervisor: prof. dr hab. inż. Lucyna Jaworska
Assisting supervisor: dr hab. inż. Daniel Toboła

Completed in: Doctoral School of AGH

Krakow, 2024

*Praca powstała w ramach III edycji programu „Doktorat wdrożeniowy”
w latach 2019-2024.*

*Przede wszystkim pragnę podziękować mojemu promotorowi
Pani prof. dr hab. inż. Lucynie Jaworskiej
za zaangażowanie, nieocenioną pomoc oraz cierpliwość*

*Opiekunowi pomocniczemu dr hab. inż. Danielowi Tobole
za cenne uwagi*

oraz

*Koleżankom i Kolegom z Instytutu,
za poświęcony mi czas, wsparcie, cenne sugestie i pomoc.*

SPIS TREŚCI

Streszczenie	6
Abstract	8
1. Stan wiedzy	10
1.1. Charakterystyka porów	10
1.2. Metody pomiaru porowatości	12
1.3. Ocena chropowatości powierzchni	14
1.4. Metody pomiaru topografii powierzchni	14
1.4.1. Metody stykowe	15
1.4.2. Metody optyczne	16
1.5. Analiza danych i parametry chropowatości	18
1.6. Zależność pomiędzy porowatością otwartą i chropowatością powierzchni	24
1.7. Rodzaje zużycia oraz metody badań zużycia materiału	27
2. Cel i teza pracy	32
3. Opracowanie nowej metody badania nieciągłości warstwy wierzchniej	34
3.1. Przygotowanie materiału badawczego	34
3.2. Metodyka badawcza	42
3.2.1. Badania właściwości fizycznych	42
3.2.2. Badania topografii powierzchni	44
3.3. Powierzchniowy wzorzec chropowatości	45
3.4. Analiza spieków metodą SPS	49
3.5. Analiza spieków metodą SLS/SLM	59
4. Metodyka pomiarów zużycia po testach tribologicznych	71
4.1. Specjalny stolik pomiarowy	71
4.2. Przygotowanie materiału badawczego	77
4.3. Metodyka badawcza	83
4.4. Testy tribologiczne ball-on-disc i pin-on-disc	83
Podsumowanie	93

Wnioski.....	96
Literatura.....	97

Streszczenie

Metrologia struktury geometrycznej powierzchni znajduje zastosowanie w bardzo wielu dziedzinach, takich jak: optyka, elektronika, procesy obróbki, inżynieria materiałowa, farmacja, protetyka, implantologia, a w szczególności kontrola jakości różnego rodzaju produktów. Dzięki niej można wstępnie sprawdzić np. odporność na ścieranie, wykryć ewentualne wady. Badania struktury geometrycznej powierzchni dzięki parametrom chropowatości powierzchni i profilu są bardzo rozbudowanym narzędziem umożliwiającym kompleksową ocenę badanych powierzchni. Wyznaczenie porowatości otwartej próbki możliwe jest z zastosowaniem różnych metod. Są to: metoda Archimedesa (nasycania w próżni), analiza obrazu czy porozymetria rtęciowa. Jedną z metod badania odporności materiału na zużycie jest metoda „ball – on – disc” (kula-tarcza). Tarcie zapewniane jest poprzez wciskanie kuli o znormalizowanych parametrach w obracającą się badaną próbkę. Analiza uzyskanego wytarcia wykonywana jest z zastosowaniem profilometru. Dla każdego przekroju obliczane jest pole wytarcia. Do tej pory badania związane z polem powierzchni ścieżki wytarcia wiązały się z dość małą dokładnością oraz niewystarczającą powtarzalnością pomiarów. Charakteryzowały się natomiast dużym odchyleniem standardowym wyników. Celem badań jest modyfikacja metod badawczych stosowanych w inżynierii materiałowej pozwalająca na rozszerzenie zakresu metodyki z wykorzystaniem pomiarów struktury geometrycznej powierzchni. Zaproponowano nową metodę analizy nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanych z porowatością otwartą, która opiera się na wykorzystaniu przyrządu do pomiaru chropowatości powierzchni. Ponadto, udoskonalono metodykę pomiaru śladów zużycia po testach tribologicznych metodą ball-on-disc, z zastosowaniem specjalnego stolika obrotowego w celu poprawy powtarzalności i dokładności pomiarów. Do badań nieciągłości warstwy wierzchniej wykorzystano powierzchnię wzorcową (typ ACG) oraz materiały ceramiczne i metaliczne uzyskane metodami spiekania SPS oraz SLS/SLM. Wykonano badania gęstości i porowatości metodą nasycania w próżni, a także obliczono moduł Younga oraz liczbę Poissona z zastosowaniem metody ultradźwiękowej. Wykonano pomiary topografii powierzchni z zastosowaniem metody profilowania konfokalnego oraz metody stykowej. Analizę zmierzonych danych wykonano za pomocą oprogramowania dedykowanego do przyrządów pomiarowych. Obliczono wybrane parametry objętościowe. Określono zależność opartą na parametrach chropowatości, umożliwiającą obliczanie objętości nieciągłości warstwy wierzchniej, silnie powiązanych z porowatością otwartą. Z zastosowaniem mikroskopii świetlnej wykonano zdjęcia powierzchni próbek, dla których zarejestrowano nieciągłości warstwy wierzchniej. W celu uzyskania odniesienia

dla prowadzonych badań, zanalizowano objętości porów widocznych na mikrofotografiach z zastosowaniem metody siatkowej (punktowej) analizy obrazu. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że zaproponowana metoda obliczania nieciągłości warstwy wierzchniej jest zbieżna z wynikami uzyskanymi za pomocą metody odniesienia. W celu udoskonalenia metodyki pomiaru ścieżki wytarcia zaprojektowano oraz wykonano prototyp specjalnego stolika obrotowego, umożliwiającego precyzyjny przesuw o zadany kąt. Wykorzystując metodę SPS przygotowano próbki ceramiczne oraz metaliczne do testów tribologicznych, na których następnie wykonano zgłady. W oparciu o analizę naprężeń współpracujących ciał, opierającą się o zagadnienia Hertza, wykonano szereg testów tribologicznych z różnymi obciążeniami przeciwpróbki. Następnie przeprowadzono pomiary przekrojów śladów zużycia z zastosowaniem metody stykowej. Pomiary w pierwszej kolejności zostały wykonane ręcznie, a następnie z zastosowaniem wspomnianego wyżej stolika obrotowego. Analiza wyników wykazała poprawę dokładności ustawienia próbki oraz zmniejszenie wyznaczanych odchyleń standardowych.

Efektem badań jest autorska metoda oceny nieciągłości powierzchni, ściśle powiązanych z porowatością otwartą, a także zwiększenie dokładności metodyki pomiaru zużycia po testach tribologicznych z zastosowaniem metody ball-on-disc.

Abstract

Metrology of the surface texture finds application in many fields, such as: optics, electronics, machining processes, materials engineering, pharmacy, prosthetics, implantology and, in particular, quality control of various types of products. Thanks to it, you can initially check, for example, abrasion resistance and detect any possible defects. Research on the surface texture thanks to the surface roughness and profile parameters is a very extensive tool enabling a comprehensive evaluation of the tested surfaces. The open porosity of a sample can be determined using various methods. These are: the Archimedes method (saturation in a vacuum), image analysis and mercury porosimetry. One of the methods of testing the wear resistance of a material is the "ball-on-disc" method. Friction is ensured by pressing a ball with standardized parameters into the rotating tested sample. The analysis of the obtained abrasion is performed using a profilometer. The abrasion area is calculated for each cross-section. Until now, studies related to the surface area of the abrasion track were associated with relatively low accuracy and repeatability of measurements. They were also characterized by a large standard deviation of the results. The aim of the research is to modify the research methods used in materials engineering, allowing for the extension of the scope of the methodology using measurements of the surface texture. A new method of analyzing surface layer discontinuities, closely related to open porosity, using devices for measuring surface roughness was developed. Furthermore improving the methodology of measuring wear obtained during ball-on-disc tribological tests, using a special rotary table to improve the repeatability and accuracy of measurements, was proposed. The surface discontinuity tests were performed using a reference surface (ACG type) and ceramic and metallic materials obtained by SPS and SLS/SLM sintering methods. Density and porosity tests were performed using the vacuum saturation method, and Young's modulus and Poisson's number were calculated using the ultrasonic method. Surface topography measurements were performed using the confocal profiling method and the contact method. The analysis of the measured data was performed using software dedicated to measuring instruments. Selected volume parameters were calculated. A relationship based on roughness parameters was determined, enabling the calculation of the volume of surface layer discontinuities, strongly related to open porosity. Using light microscopy, photos of the microstructure of samples were taken for which surface layer discontinuities were recorded. In order to obtain a reference for the conducted research, the volumes of pores visible in the micrographs were analyzed using the grid (point) image analysis method. Based on the obtained results, it was found that the proposed method of calculating surface layer discontinuities is consistent

with the results obtained using the reference method. In order to improve the methodology of measuring the abrasion track, a prototype of a special rotary table was designed and manufactured. It enables precise movement by a given angle. Ceramic and metal samples were prepared for tribological tests using the SPS method, on which microsections were then made. Based on analysis of stresses of cooperating bodies related with Hertz's issues, a series of tribological tests were performed with different counter-sample loads. Then, measurements of the wear cross-sections were performed using the contact method. The measurements were first performed manually, and then using a rotary table. Analysis of the results showed an improvement in the accuracy of sample positioning and a decrease in the obtained standard deviations.

The research results include an original method for assessing surface discontinuities, closely related to open porosity, as well as an increase in the accuracy of the wear measurement methodology after tribological tests using the ball-on-disc method.

1. Stan wiedzy

1.1. Charakterystyka porów

Porowatość nierozzerwalnie łączy się z wytwarzaniem materiałów różnymi technikami. Biorąc pod uwagę, że otaczająca nas materia nie jest idealna, tak samo wytwarzane materiały również – w większym lub mniejszym stopniu – posiadają wady. Jedną z nich jest porowatość, która najczęściej ma ona niekorzystny wpływ na właściwości materiałów – fizyczne, mechaniczne, elektryczne, cieplne, optyczne i użytkowe. W procesach wytwarzania dąży się do jak najmniejszego udziału porowatości w wytworzonym materiale, sięgającego zazwyczaj maksymalnie kilku procent objętości materiału. Tylko w niektórych rodzajach materiałów, wykorzystywanych do produkcji izolacji cieplnych, akustycznych, filtrów czy katalizatorów, porowatość jest niezbędna do uzyskania oczekiwanych właściwości użytkowych. [1].

Pory są elementami struktury, które podobnie jak ziarna, mogą przyjmować różne kształty i wielkość, rozmieszczenia, zależnie od metod stosowanych podczas całego procesu technologicznego [1]. Analiza porowatości obejmuje całkowitą porowatość, na którą składają się porowatość zamknięta oraz porowatość otwarta. Ze względu na kształt porów można wyróżnić pory zamknięte (nie łączące się z powierzchnią próbki) oraz pory otwarte (łączące się z powierzchnią próbki). Pory otwarte natomiast dzielą się na: otwarte przelotowe (proste, ślimakowe, pętlowkształtne) oraz otwarte nieprzelotowe (proste, butelkowe, ślimakowe, pętlowkształtne). Ze względu na rozmieszczenie porów zamkniętych wyróżnić można: rozmieszczenie jednorodne (regularne, losowe z taką samą wielkością porów, losowe z różną wielkością porów) oraz rozmieszczenie niejednorodne (losowe, gradientowe, warstwowe). W przypadku porów otwartych można wyróżnić pięć rodzajów rozmieszczenia: pory proste lub ślimakowe równomiernie rozmieszczone w materiale, pory proste lub ślimakowe nierównomiernie rozmieszczone, pory proste przelotowe równomiernie rozmieszczone w materiale, pory przelotowe równomiernie rozmieszczone, ale o zmiennej średnicy na grubości materiału oraz pory przelotowe o średnicy zmiennej na grubości rozłożone nierównomiernie. Pory mogą być klasyfikowane również pod względem wielkości. Umowna klasyfikacja (przyjęta w oparciu o kryteria adsorpcyjne) wprowadzona przez Międzynarodową Unię Chemii Czystej i Stosowanej – IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) rozróżnia: mikropory, które są mniejsze od 2 nm, mezopory o wielkości 2-50 nm oraz makropory, które są większe niż 50 nm [2].

Powszechnie uznaje się, że wiele właściwości ulega pogorszeniu, często znaczącemu, wraz ze wzrostem porowatości. Oprócz pogorszenia właściwości mechanicznych, porowatość

ma także duży wpływ na wiele istotnych właściwości, takich jak: izolacja termiczna, odporność na szoki termiczne [3]. Już w 1971 r. T. Gibas [4] podkreślał rolę porowatości i jej wpływu na właściwości wytrzymałościowe i fizyczne materiałów, łączącą się z pojęciem gęstości lub stopniem upakowania. Podkreślał on również znaczenie badania kształtu i rozkładu porów jako podstawy do oceny przebiegu procesu technologicznego.

Właściwości materiałów można podzielić na trzy grupy biorąc pod uwagę kryterium porowatości. Pierwszą stanowią te właściwości, które nie zależą od porowatości, a wynikają z lokalnych oddziaływań atomowych. Są to: parametr sieciowy i objętość komórki elementarnej, temperatura topnienia, energia ablacji, zdolność emisyjna czy rozszerzalność cieplna. Druga grupa, to właściwości, które zależą tylko od udziału objętościowego porowatości. Są to: gęstość, pojemność cieplna, względna przenikalność elektryczna. Trzecią – największą – grupę stanowią właściwości zależne nie tylko od udziału objętościowego porowatości, ale także od rodzaju porowatości (zamknięta, otwarta), kształtu, względnego ułożenia i rozmieszczenia porowatości w materiale. Są to właściwości charakteryzowane strumieniem pola, opisujące przepływ prądu elektrycznego, ciepła czy płynu – stanowiące przedmiot analiz dotyczących materiałów wysoko porowatych stosowanych jako izolacje, filtry czy katalizatory. Nie można też pominąć właściwości mechanicznych, za które odpowiadają zjawiska wynikające z przenoszenia naprężeń w materiałach. Są to sprężystość, wytrzymałość, odporność na pękanie oraz twardość [4].

W.H. Kan i inni [5] dokonali przeglądu literatury na temat wpływu porowatości wywołanej procesem wytwarzania na właściwości mechaniczne materiałów otrzymywanych metodą Laser – Powder Bed Fusion (L-PBF). Zwiększenie porowatości pogarsza wytrzymałość na rozciąganie. Moduł sprężystości i wytrzymałość są głównie zależne od morfologii i ilości porów. Całkowite wydłużenie również jest zależne od obecności porowatości, chociaż stopień wrażliwości zależy też od wytrzymałości lub ciągliwości stopu. Porowatość wpływa negatywnie na udurowienie i wytrzymałość na pękanie materiałów wytwarzanych przyrostowo. Obecność porów może również zmienić ścieżkę propagacji pęknięć. D. Wang i inni [6] również analizowali wpływ porowatości na właściwości materiałów po procesach L-PBF (Laser – Powder Bed Fusion). Według autorów porowatość jako najbardziej powszechna wada odgrywa kluczową rolę w określaniu wydajności mechanicznej i niezawodności produktów otrzymywanych metodami 3D oraz jest dla nich szkodliwa. Dotyczy to w szczególności wytrzymałości materiałów i odporności na zmęczenie. Duże i nieregularne pory wprowadzają tak zwane „karby” ułatwiając inicjację i rozprzestrzenianie się pęknięć. Rozszerzalność cieplna uwięzionego gazu w porowatości wymaga szczególnej uwagi podczas obróbki końcowej. Wysoka temperatura i długotrwała obróbka cieplna mogą powodować niebezpieczny wzrost

porowatości w mniej sztywnych materiałach. A. Samuel i inni [7] przeprowadzili badania wpływu porowatości na właściwości prętów siluminów. Wyniki pokazały, że porowatość otwarta znajdująca się w środku testowanych prętów wpływa na końcowy efekt w próbie rozciągania, podczas gdy porowatość krawędziowa odpowiada za inicjację pęknięć w przypadku badania zmęczenia materiału. Stwierdzono, że właściwości mechaniczne stopów zależą od lokalizacji porów w odlewie oraz od ich wielkości. A.Y. Al-Maharma i inni [8] w swoich badaniach potwierdzili znaczący negatywny wpływ porowatości na właściwości fizyczne i mechaniczne materiałów przetwarzanych przez stapianie proszku Laser – Powder Bed Fusion (L-PBF) i wytłaczania filamentu. Według autorów pory powstające podczas wytwarzania przyrostowego, generowane przez międzywarstwę mają krytyczny wpływ na wytrzymałość. Natomiast pory wywołane stapianiem proszku mają dwa główne kształty: pory kuliste oraz pory nieregularne. Na właściwości takie jak sztywność, wytrzymałość i wytrzymałość zmęczeniowa w większym stopniu negatywny wpływ mają pory nieregularne, ponieważ pory te sprzyjają inicjacji pęknięć w strukturze drukowanego materiału [8].

1.2. Metody pomiaru porowatości

Porowatość zamknięta obejmuje pory niepenetrowane przez ciecz, nie będące w kontakcie z atmosferą. Natomiast porowatość otwarta zawiera pory penetrowane przez ciecz, czyli takie będące w kontakcie z atmosferą. [9-11].

Najczęściej stosowaną metodą wyznaczania porowatości otwartej jest ta opisana w normach [10-11], określana jako metoda nasycania w próżni, metoda wypierania cieczy lub metoda Archimedesesa. Jest ona prosta w realizacji, ale czasochłonna. Polega na trzykrotnym ważeniu próbki. Na początku ważona jest sucha próbka. Kolejnym krokiem jest nasycenie próbki cieczą w próżni oraz drugie ważenie – podczas zanurzenia w tej cieczy. Ostatnie ważenie wykonywane jest w powietrzu, gdy próbka jest w dalszym ciągu nasycona cieczą. Porowatość w metodzie Archimedesesa oblicza się zgodnie ze wzorem:

$$\pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad (1.1)$$

gdzie: m_1 – masa suchej próbki [g]; m_2 – masa pozorna próbki zanurzonej [g]; m_3 – masa próbki nasyconej cieczą [g] [10-11].

Kolejną metodą obliczania porowatości otwartej jest porozymetria. Badana próbka umieszczana jest w porozymetrze, a następnie jest nasycona rtęcią. Porozymetr rtęciowy

jest urządzeniem, które jest w stanie wytworzyć odpowiednio wysokie ciśnienie i jednocześnie zmierzyć zarówno ciśnienie, jak i objętość rtęci pochłoniętej przez pory (poprzez pomiar zmniejszenia objętości rtęci pozostającej w wolnej przestrzeni). Jako środek pomiarowy często wykorzystuje się zmianę rezystancji elektrycznej drutu zanurzonego w rtęci w punkcie oddalonym od ciała stałego [12]. Technika porozymetrii rtęciowej polega na pomiarze przyłożonego ciśnienia hydrostatycznego. Objętość rtęci pochłoniętej przez ciało stałe (badaną próbkę) mierzy się w miarę stopniowego zwiększania przyłożonego ciśnienia. Porozymetry są obecnie stosowane do rutynowego badania struktury porów katalizatorów, cementów i innych materiałów porowatych [9].

Stosując analizę obrazu możemy otrzymać również charakterystykę wydzieleni, pęknięć i porów. Wyniki przedstawiane są jako wymiar metryczny, np. średnica, pole powierzchni, lub mają charakter topologiczny tj. liczba obiektów na jednostkę powierzchni. Ilościowa analiza obrazu w połączeniu ze stereologią umożliwia opis trójwymiarowy mikrostruktury – obliczanie objętości fazy lub porów [13-15]. Takie połączenie pozwala ocenić parametry trójwymiarowe na podstawie wielkości zmierzonych na płaskim obrazie, takich jak: odległości, pola powierzchni. Cechy trójwymiarowe określone są na podstawie układu testowego wspólnego dla wszystkich zaobserwowanych mikrostruktur danej próbki. Takim układem testowym może być, np. siatka pomiarowa lub zbiór linii prostych nakładanych na obraz mikrostruktury. Najważniejszą i najczęściej wykorzystywaną prawidłowością jest zależność Cavalieriego-Hacquet’a, opisana wzorem:

$$V_V = A_A = P_P \quad (1.2)$$

gdzie: V_V – ułamek objętości – średnia objętość na jednostkę objętości [mm^3/mm^3], A_A – ułamek powierzchni – średnie pole powierzchni na jednostkę pola struktury [mm^2/mm^2], P_P – ułamek punktów – średnia liczba punktów przypadająca na jeden punkt struktury [13-15].

Metody pomiaru objętościowego udziału faz lub porów można podzielić na: planimetryczną, liniową oraz punktową. Metoda planimetryczna obejmuje dokładny pomiar powierzchni danej fazy i odniesienie do całej powierzchni analizowanego zglądu. Jest to metoda bardzo pracochłonna. Obecnie jest ona najczęściej wykorzystywana w oprogramowaniu do analizy obrazu. Metoda liniowa polega na nakładaniu prostych o jednakowej długości na uzyskany obraz mikrostruktury. Analizowana jest długość cięciw przechodzących przez analizowaną fazę, w stosunku do całkowitej długości prostych. Metodę tą można stosować zarówno na obrazie mikrostruktury, jak i bezpośrednio podczas pracy na mikroskopie. Można wyróżnić

dwie metody punktowe: metoda punktów losowych lub metoda siatkowa (metoda punktów rozłożonych systematycznie). Najczęściej stosowana jest metoda siatkowa. Obie metody punktowe stanowią aproksymację metod: powierzchniowej i liniowej. Objętość fazy lub porów dla metody siatkowej oblicza się zgodnie ze wzorem:

$$V_V = P_P = \frac{\sum_{i=1}^k P_{\beta i}}{k \cdot z} \quad (1.3)$$

gdzie: V_V – objętość względna fazy (porów) w objętości jednostkowej stopu [mm^3/mm^3], k – krotność przyłożenia siatki, $P_{\beta i}$ – liczba węzłów siatki padających na przekroje fazy, z – liczba węzłów siatki [13-15].

1.3. Ocena chropowatości powierzchni

Badania chropowatości powierzchni stanowią jeden z kluczowych elementów kontroli jakości wielu gałęzi przemysłu, zwłaszcza: motoryzacyjnego, lotniczego czy odlewniczego. Są szeroko stosowane w badaniach związanych z obróbką mechaniczną, elektrochemiczną, elektroerozyjną, a także z przyrostowym wytwarzaniem materiałów. Różnorodność metod pomiaru pozwala na określenie topografii powierzchni praktycznie każdego rodzaju materiału – od materiałów metalicznych czy ceramicznych, a także kompozytów po polimery, szkła czy elastomery [16-20].

Struktura geometryczna powierzchni i jej chropowatość ma znaczący wpływ na procesy tarcia i zużycia zachodzące pomiędzy współpracującymi elementami, właściwości eksploatacyjne, szczelność połączeń, a także na odporność na korozję. Od jakości powierzchni częściowo zależy wytrzymałość czy koncentracja naprężeń w badanym materiale oraz propagacja pęknięć. Chropowatość powierzchni jest kluczową cechą w procesach nanoszenia powłok i wpływa na ich jakość, przyczepność oraz wytrzymałość [20]. Pomiar struktury geometrycznej powierzchni są ściśle powiązane z badaniami tribologicznymi i stanowią ich nieodłączny element. Umożliwiają one pomiar śladów po wykonanych testach oraz obliczenie wskaźnika zużycia materiału.

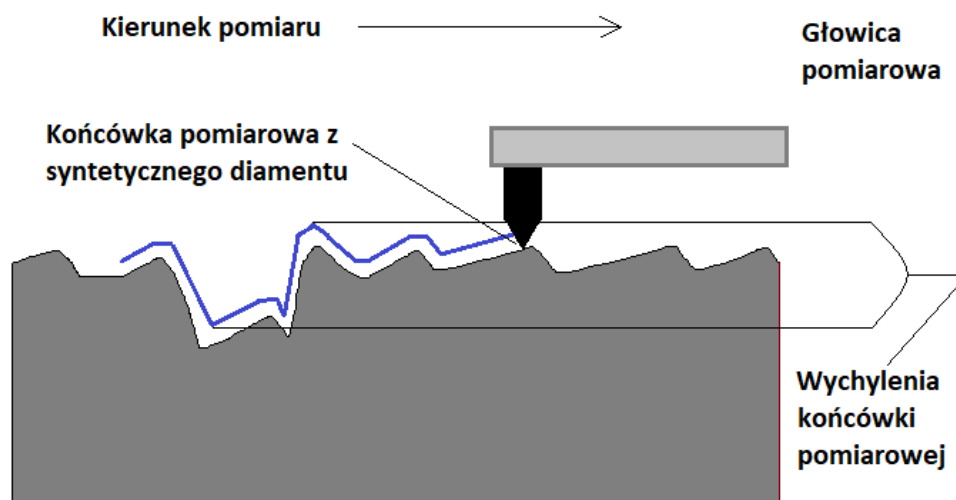
1.4. Metody pomiaru topografii powierzchni

Badania topografii powierzchni charakteryzują się dużą dokładnością i wymagają specjalnych warunków środowiskowych, tzn. temperatury ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) oraz wilgotności powietrza ($50 \pm 5\%$). Każdy przyrząd do pomiaru chropowatości musi być także izolowany od drgań

otoczenia. Najczęściej jest to zapewniane poprzez zamontowanie wibroizolatorów pod płytą granitową, na której umiejscowiony jest przyrząd. Metody badań chropowatości powierzchni można podzielić na dwie grupy: stykowe i optyczne [21-22].

1.4.1. Metody stykowe

Pomiar chropowatości powierzchni z zastosowaniem metody stykowej realizowany jest poprzez kontakt głowicy pomiarowej z badaną próbką. Mierzone są profile w równych odstępach, w osi prostopadłej do kierunku pomiaru. Profil powierzchni stanowi wynik pojedynczego przejścia głowicy pomiarowej po powierzchni próbki przetworzony przez przyrząd. Głowica pomiarowa zamocowana na wałku prowadzącym jednostki napędowej w czasie pomiaru przesuwana jest po nieruchomej badanej powierzchni próbki, co schematycznie przedstawiono na rysunku 1. Głowica pomiarowa zakończona jest stożkową końcówką pomiarową wykonaną z syntetycznego diamentu. Standardowe parametry geometrii ostrza diamentowego, to promień równy $2\text{ }\mu\text{m}$ lub $5\text{ }\mu\text{m}$ oraz kąt wierzchołkowy stożka równy 60° lub 90° . [21-26].



Rys.1. Schemat pomiaru chropowatości z zastosowaniem metody stykowej

W wyniku przesuwu ostrza pomiarowego po chropowatej powierzchni następują wychylenia ramienia głowicy pomiarowej, które przetwarzane są na wykres pomiaru 2D (profil powierzchni) i wyświetlane w oknie oprogramowania komputerowego dołączonego do przyrządu. Aby uzyskać wynik pomiaru, przemieszczenia końcówki pomiarowej muszą być odpowiednio przetworzone. Różnice pomiędzy metodami stykowymi pomiaru topografii powierzchni wynikają właśnie z rodzaju przetwornika wychyleń ramienia pomiarowego zmieniającego te przemieszczenia na sygnał dostarczany do komputera. Przetwornik

jest umiejscowiony wewnątrz głowicy pomiarowej. Wyróżnić można przetworniki: indukcyjne, piezoelektryczne, fotooptyczne oraz interferencyjne. W przetworniku indukcyjnym wychylenia ostrza pomiarowego powodują zmiany indukcyjności cewek, natomiast w przetworniku piezoelektrycznym ruch ramienia głowicy pomiarowej powoduje ugięcie elementu piezoelektrycznego i różnicę napięcia na płytkach również wykonanych z materiału piezoelektrycznego. Przetworniki fotooptyczne oparte są na zmianie prądu generowanego w fotokomórkach, pod wpływem wiązki światła przechodzącej przez przesłonę do rozdzielacza wiązki. Przetworniki interferencyjne są to małe interferometry wbudowane w głowicę pomiarową, a wychylenie ostrza pomiarowego przetwarzane jest na obraz prążków interferencyjnych [21, 22, 24, 27]. Obróbka sygnału pochodzącego z głowicy pomiarowej następuje w jednostce sterująco-obliczeniowej połączonej bezpośrednio z komputerem [21, 26]. Stykowe metody pomiaru należą do najdłużej używanych w badaniach oraz najlepiej opisanych. Ich największą zaletą jest bardzo duża dokładność pomiaru. Natomiast wadę stanowi fakt, że nie nadają się do pomiaru próbek wykonanych z miękkich materiałów – ponieważ mogą uszkodzić (zarysować) badaną powierzchnię. W przypadku analizy dużych obszarów próbek, wadą może być również długi czas pomiaru [21].

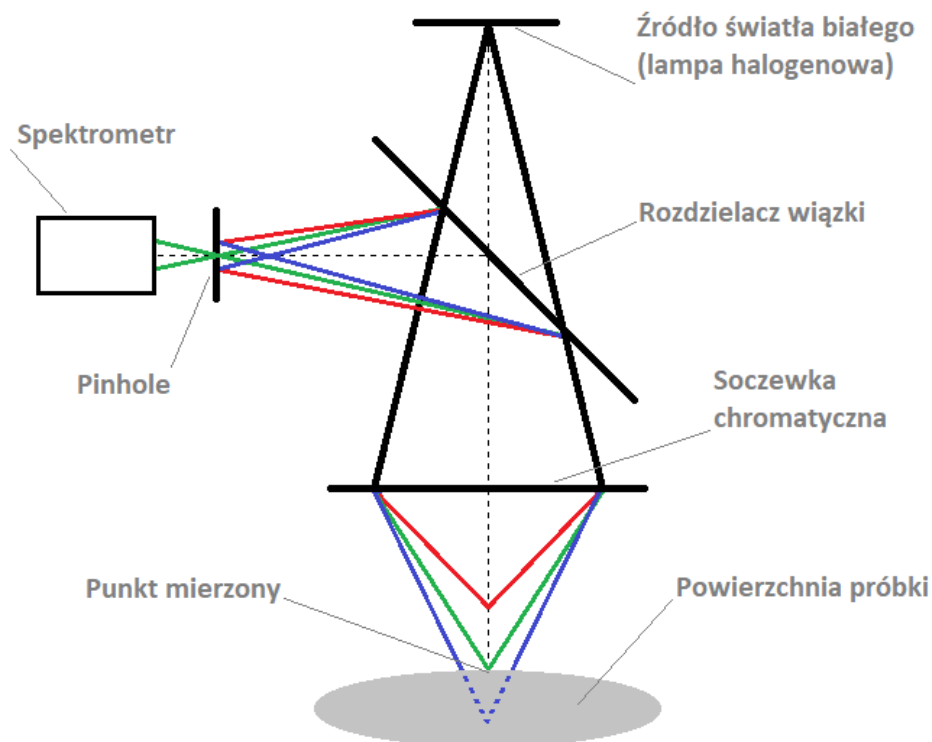
1.4.2. Metody optyczne

Metody optyczne można podzielić na dwie grupy, w zależności od sposobu zbierania danych, są one oparte na metodzie profilowej lub na skaningu pionowym. Przyrządy oparte na metodzie profilowej to głównie systemy zawierające czujniki konfokalne. Możliwość analizy chropowatości powierzchni tą metodą dają również niektóre mikroskopy tunelowe oraz mikroskopy sił atomowych. Natomiast wśród metod opartych na skaningu pionowym można wyróżnić: metody interferometryczne, mikroskopię konfokalną oraz mikroskopię różnicowania ogniskowego, a także tomografię komputerową (pomiar topografii powierzchni stanowi dodatkową opcję maszyny) [21].

W metodzie profilowania konfokalnego pomiar powierzchni realizowany jest poprzez zbieranie profili w równych odstępach w osi prostopadłej do kierunku pomiaru. Badana próbka jest przesuwana pod nieruchomym czujnikiem pomiarowym. Podczas pomiaru na badaną powierzchnię pada światło białe, którego źródłem jest lampa halogenowa. Zasadę działania metody profilowania konfokalnego przedstawiono na rysunku 2. Wiązka światła białego jest rozszczepiana na widmo kolorowe i kierowana przez system soczewek na powierzchnię badanej próbki. Zależnie od kształtu nierówności tylko jedna częstotliwość ogniskuje

się na powierzchni próbki. Dla tej długości fali otrzymywany jest ostry obraz, który dociera do spektrometru. W danym momencie pomiaru fotodetektor obserwuje tylko jeden punkt.

Długość fali lub częstotliwość barwy w tym punkcie jest przetwarzana na informację o wysokości mierzonej nierówności [21, 25, 28].



Rys.2. Zasada działania metody profilowania konfokalnego

W metodach interferometrycznych wiązka lasera lub świetlna jest rozszczepiana przez interferometr na dwie oddzielne wiązki. Każda wiązka przechodzi różną drogę optyczną. Jedna z nich kierowana jest na powierzchnię badaną, natomiast druga odbijana jest od powierzchni referencyjnej, którą najczęściej jest lustro. Po przejściu różnych dróg optycznych obie wiązki są łączone w celu uzyskania obrazu, który stanowi fragment powierzchni badanej. Tworzony jest zbiór obrazów optycznych z prążkami interferencyjnymi, które przetwarzane są na topografię powierzchni. W metodach interferometrycznych najczęściej stosowane układy obiektywów, to: Michelsona, Mirau (dla powiększeń od 50x) i Linnika (powiększenia powyżej 100x). Metody interferometryczne można podzielić na dwie grupy. Pierwsza to mikroskopia interferencyjna przesunięcia fazowego, w której stosowane jest źródło światła o znanej długości fali (laser). Analiza prążków skupia się na ich kształcie oraz ciągłości. Metoda ta może być stosowana wyłącznie do badań próbek bardzo gładkich. Nie nadaje się do pomiarów powierzchni zawierających zmiany wysokości o amplitudzie większej

niż 150 nm. Druga to skaningowa interferometria koherentna, w której próbka oświetlana jest światłem białym, natomiast analiza uzyskanych prążków skupiona jest na ich intensywności, a nie kształcie. Metody interferometryczne nie nadają się do pomiaru warstw przezroczystych i półprzezroczystych, ze względu na możliwe podwójne odbicie – od powierzchni mierzonej oraz od podłoża na którym osadzona została warstwa [21, 25, 26, 27, 29].

Mikroskopia różnicowania ogniskowego realizowana jest z zastosowaniem światła białego, które przechodzi przez drogę optyczną, pada na powierzchnię mierzonego przedmiotu i rozprasza się w różnych kierunkach. Wszystkie promienie odbite od powierzchni są zbierane przez detektor, natomiast tylko mały fragment obrazu próbki, czyli tzw. powierzchnia ogniskowa, jest ostra i zapamiętana do dalszego przetwarzania. Aby cała badana powierzchnia próbki była poprawnie zmierzona, wykonywane jest skanowanie pionowe i uzupełnianie o kolejne uzyskane ostre fragmenty [21, 26].

Mikroskopia konfokalna jako źródło światła również wykorzystuje światło białe, które po przejściu ścieżki optycznej jest skupiane na analizowanej powierzchni. Po odbiciu od powierzchni wiązka dociera do przesłony, która przepuszcza tylko skupione światło. Uzyskany obraz jest transmitowany do fotodetektora. Pionowy system skanowania porusza soczewką, co pozwala na analizę obszarów chropowatości o różnej wysokości. Skaningowe mikroskopy konfokalne wykorzystują różnicowanie głębokości i generowanie obrazu powierzchni, a odbiór wiązki odbitej odbywa się za pomocą tego samego układu optycznego. Położenia poszczególnych punktów zmierzonych są reprezentowane przez długość fali światła odbitego od powierzchni [21, 25, 26, 29].

Główną wadę wszystkich metod optycznych stanowią krótkie przerwy w sygnale odbitym od powierzchni spowodowane niektórymi nierównościami. Przerwy te powodują powstawanie ostrych pików na obrazie, nieistniejących na rzeczywistej powierzchni [25, 29].

1.5. Analiza danych i parametry chropowatości

Dobór parametrów pomiaru chropowatości powierzchni oraz analiza danych zmierzonych jest równie istotnym aspektem badań co dobór metody pomiaru. W zależności od skali chropowatości powinno się dobierać odpowiednie odcinki pomiarowe oraz parametry filtracji (wartość cut-off). Dla powierzchni losowych analizowane są zazwyczaj parametry R_a (średnia arytmetyczna rzędnych profilu) oraz R_z (największa wysokość profilu), a zgodnie z nową normą [30] również parametry R_p (wysokość najwyższego wzniesienia profilu), R_v (głębokość najniższego wgłębienia profilu), R_q (średnia kwadratowa rzędnych profilu), R_t (całkowita

wysokość profilu). Natomiast dla powierzchni o charakterze okresowym – parametr S_m (średnia szerokość elementów profilu) [30, 31]. Efekty źle dobranych parametrów pomiaru oraz filtracji mogą znacząco zaniżać lub zawyżać wartości parametrów chropowatości oraz zniekształcać wykres pomiaru. Źle dobrana filtracja może nadmiernie wygładzić wykres pomiaru, tzn. niektóre składowe chropowatości potraktować jak falistość i niepotrzebnie usunąć je z analizowanego wykresu – i na odwrót pozostawić niektóre składowe falistości, mimo że powinny one zostać usunięte do dalszej analizy [32].

Analiza parametrów chropowatości daje nam liczbową informację o charakterze, jakości oraz stanie powierzchni. Niestety osoby związane z przemysłem najczęściej skupiają się na analizie wyłącznie jednego oraz mocno uśrednionego parametru, jakim jest R_a (średnia arytmetyczna rzędnych profilu), który stosowany samodzielnie niewiele mówi o badanej próbce. W chwili obecnej, w polskich normach, zdefiniowanych jest co najmniej 50 parametrów chropowatości. Gdyby liczyć dla każdego rodzaju profilu i powierzchni (pierwotny, chropowatości i falistości) byłoby ich trzykrotnie więcej. Parametry chropowatości można przede wszystkim podzielić na dwie grupy: parametry chropowatości profilu (2D) oraz parametry chropowatości powierzchni (3D). Parametry chropowatości profilu (R – chropowatości, W – falistości, P – pierwotnego, niefiltrowanego) można podzielić na kilka grup [22, 24, 27, 30, 33, 34]:

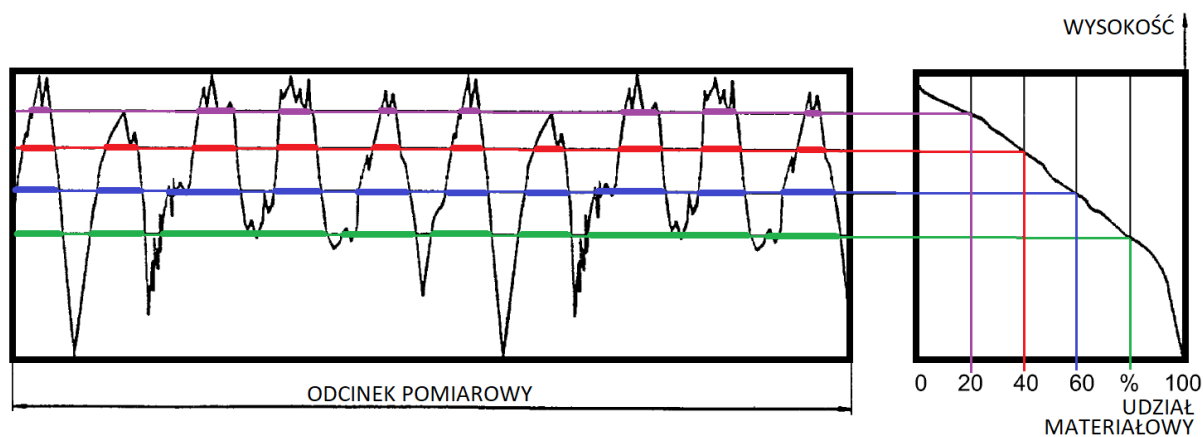
- parametry amplitudowe (pionowe): związane z wysokościami wzniesień oraz głębokościami wgłębień – R_p (wysokość najwyższego wzniesienia profilu), R_v (głębokość najniższego wgłębienia profilu), R_z (największa wysokość profilu), R_c (średnia wysokość elementów profilu), R_t (całkowita wysokość profilu), związane ze średnimi wartościami rzędnych – R_a (średnia arytmetyczna rzędnych profilu), R_q (średnia kwadratowa rzędnych profilu), R_{sk} (współczynnik asymetrii profilu), R_{ku} (współczynnik nachylenia profilu),
- parametry odległościowe (poziome) i mieszane: S_m (średnia szerokość elementów profilu), R_dq (średni kwadratowy wznios profilu),
- parametry związane z charakterystycznymi krzywymi (krzywa udziału materiałowego – Abbotta Firestona, krzywa gęstości amplitudowej): $R_{mr}(c)$ (udział materiałowy profilu na badanym przekroju), R_{dc} (różnica pomiędzy dwoma poziomami cięcia), R_{mr} (względny udział materiałowy profilu),
- parametry rdzenia chropowatości: R_k (głębokość rdzenia chropowatości), R_{pk} (zredukowana wysokość wzniesień), R_{vk} (zredukowana głębokość wgłębień), Mr_1 i Mr_2 (udziały materiałowe) [35].

- parametry dystrybucji udziału materiałowego: R_{pq} (nachylenie prostej regresji w obszarze plateau), R_{vq} (nachylenie prostej regresji w obszarze wgłębień), R_{mq} (względny udział materiałowy na przecięciu plateau i wgłębień) [36].

Dla parametrów chropowatości powierzchni można przedstawić analogiczny podział [20, 35, 37, 38]:

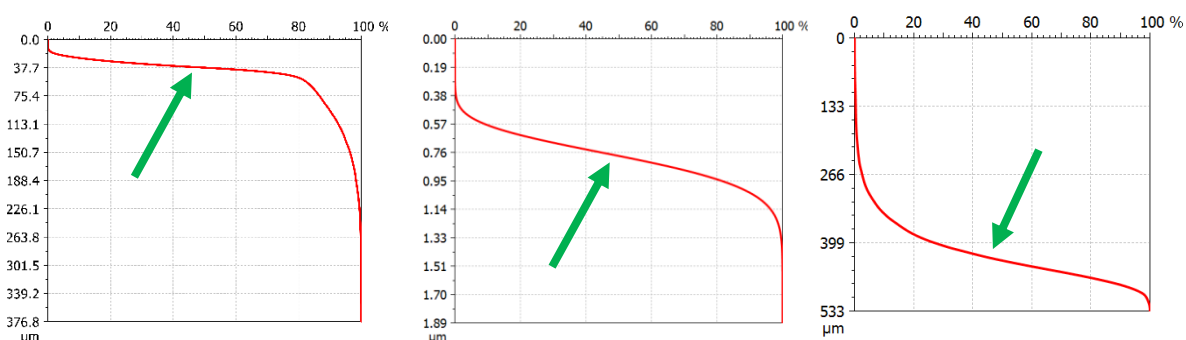
- parametry wysokościowe: S_a (średnia arytmetyczna wysokość powierzchni), S_q (średnia kwadratowa wysokość powierzchni), S_{sk} (współczynnik asymetrii powierzchni / skośność), S_{ku} (współczynnik nachylenia powierzchni / kurtoza), S_p (wysokość najwyższego wierzchołka powierzchni), S_v (maksymalna wysokość dołu powierzchni), S_z (największa wysokość powierzchni),
- parametry odległościowe: S_{al} (długość autokorelacji), S_{tr} (współczynnik kształtu struktury geometrycznej powierzchni),
- parametry mieszane: S_{td} (kierunek tekstury), S_{dq} (średniokwadratowe nachylenie powierzchni), S_{dr} (współczynnik rozwinięcia obszaru powierzchni),
- Parametry rdzenia chropowatości i udziału materiałowego: S_k (wysokość rdzenia), S_{pk} (zredukowana wysokość wierzchołków), S_{vk} (zredukowana głębokość wgłębień), S_{Mr1} (udział materiałowy wzniesień), S_{Mr2} (udział materiałowy wgłębień), $S_{mr(c)}$ (udział materiałowy powierzchni), $S_{mc(mr)}$ (odwrócony udział materiałowy powierzchni),
- Parametry dystrybucji udziału materiałowego: S_{pq} (średnie kwadratowe odchylenie plateau), S_{vq} (średnie kwadratowe odchylenie wgłębień), S_{mq} (udział materiałowy na przecięciu plateau i wgłębień),
- Parametry objętościowe: V_v (objętość pustek), V_{vv} (objętość pustek we wgłębieniach powierzchni), V_{vc} (objętość pustek w rdzeniu powierzchni), V_m (objętość materiału), V_{mp} (objętość materiału w wierzchołkach powierzchni), V_{mc} (objętość materiału w rdzeniu powierzchni), S_{xp} (różnica wysokości dwóch udziałów materiałowych).

Szczególne uwagi warto zwrócić na grupę parametrów objętościowych. Parametry te nie są powszechnie używane, a mogą dostarczyć ważnych informacji na temat chropowatości powierzchni. Podobnie jak parametry rdzenia chropowatości są one powiązane z krzywą udziału materiałowego. Krzywa udziału materiałowego przedstawia udział materiałowy profilu lub powierzchni jako funkcję wysokości cięcia i daje znaczącą informację o ich kształcie [22]. Wyznaczanie krzywej udziału materiałowego na podstawie profilu przedstawiono na rysunku 3.



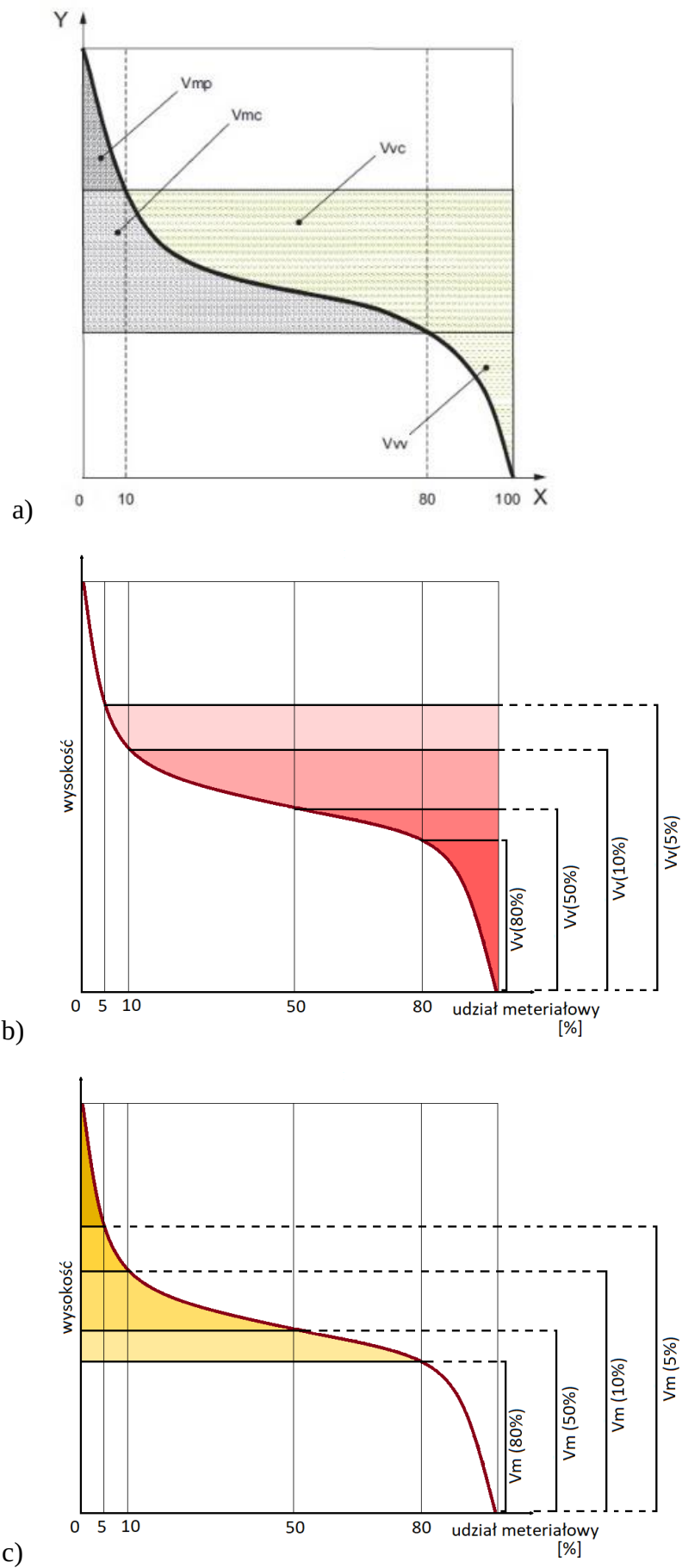
Rys.3. Graficzna prezentacja wyznaczania krzywej udziału materiałowego na podstawie profilu

Kształt krzywej udziału materiałowego jest zdeterminowany charakterem profilu lub powierzchni. Można wyróżnić 3 główne charaktery krzywej, które przedstawiono na rysunku 4 – krzywą nieznacznie nachyloną, symetryczną lub stromą. Na podstawie krzywej udziału materiałowego można w łatwy sposób określić charakterystykę zużycia materiałów w czasie współpracy. Nieznacznie nachylona krzywa udziału materiałowego (rys. 4a), świadczy o zredukowanych wierzchołkach, a co za tym idzie dużej odporności na ścieranie. Badania wykonane w tej pracy pokazały również, że taki kształt krzywej świadczy o zarejestrowaniu przez przyrząd pomiarowy nieciągłości warstwy wierzchniej. Symetryczna krzywa udziału materiałowego (rys. 4b) daje nam informacje, że profil lub powierzchnia również są symetryczne, to znaczy zawierają wzniesienia i wgłębienia o podobnej wysokości i głębokości. Natomiast stroma krzywa świadczy o występowaniu wysokich wzniesień (rys. 4c). Najczęściej taką krzywą można zaobserwować dla powierzchni frezowanych lub toczonych. Powierzchnie, które opisane są stromą krzywą udziału materiałowego szybciej się wykruszają oraz zużywają podczas współpracy elementów. Warto również zwrócić uwagę na fragment krzywej udziału materiałowego oznaczony zieloną strzałką na rysunku 4. Im bardziej poziomy jest ten fragment wykresu tym bardziej losowe (pojedyncze) są zarejestrowane wzniesienia i wgłębienia powierzchni lub profilu.



Rys.4. Charakter krzywej udziału materiałowego: a) nieznacznie nachylona, b) symetryczna, c) stroma

Parametry objętościowe dają informację na temat objętości materiału oraz tak zwanych „pustek” w topografii powierzchni badanej próbki, w przeliczeniu na jednostkę powierzchni. Można je podzielić na 2 grupy – parametry charakteryzujące objętość pustej przestrzeni, czyli te zawierające w nazwie małą literę „v” (V_{vc} , V_{vv} , V_v) oraz parametry dające informację o objętości materiału, czyli zawierające w nazwie małą literę „m” (V_{mp} , V_{mc} , V_m). Parametr, V_{vv} , obliczany jest dla obszaru poniżej poziomu dla którego 80% powierzchni stanowi materiał, natomiast parametr V_{vc} to objętość pustek dla obszaru między 10%, a 80% udziału materiałowego. Analogicznie – parametr V_{mp} obliczany jest dla obszaru powyżej 10% udziału materiałowego, a V_{mc} w przedziale od 10% do 80%. Podane wartości procentowe są określone w normie jako domyślne, jednakże na potrzeby badań istnieje możliwość obliczenia parametrów dla innych udziałów materiałowych. Realizowane jest to z zastosowaniem parametrów V_v oraz V_m , które dają informację o objętości pustek lub materiału, dla zadanego w oprogramowaniu udziału materiałowego. Graficzną prezentację parametrów objętościowych na krzywej udziału materiałowego przedstawiono na rysunku 5 [20, 35, 37, 38].



Rys.5. Graficzna prezentacja parametrów objętościowych na krzywej udziału materiałowego: a) V_{mp} , V_{mc} , V_{vc} , V_{vv} (X – powierzchniowy udział materiałowy, Y – wysokość profilu) [38], b) V_v , c) V_m

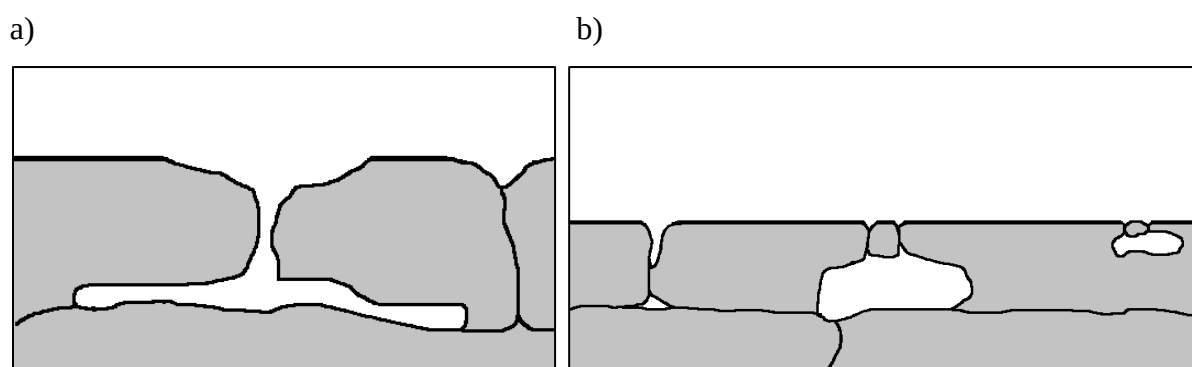
1.6. Zależność pomiędzy porowatością otwartą i chropowatością powierzchni

W literaturze można odnaleźć bardzo wiele publikacji przedstawiających wyniki badań, w których analizowane są jednocześnie parametry chropowatości oraz porowatość otwarta. W dużej części tych prac zwracana jest szczególna uwaga na istotność łączenia analizy chropowatości powierzchni i porowatości otwartej. W ostatnich latach opublikowano szereg artykułów łączących ocenę porowatości oraz topografii powierzchni. W 2014 A. Wrońska [39] i inni przedstawili wyniki badań wpływu przetapiania metodą spawania łukiem elektrycznym za pomocą elektrody wolframowej w gazie obojętnym (GTAW) na mikrostrukturę i wybrane właściwości warstwy wierzchniej spiekanych stali wielofazowych otrzymanych z proszków stali 304L i 434L. Autorzy analizowali m.in. chropowatość powierzchni, z zastosowaniem metody stykowej oraz porowatość otwartą na mikroskopie optycznym. Przedstawiono wyniki potwierdzające, że przetapianie łukowe zmniejszyło chropowatość powierzchni, a także przyczyniło się do zagęszczenia warstwy wierzchniej i wyeliminowania otwartej porowatości. W 2016 Huinan Luo i in. [40] opublikowali wyniki badań porowatości oraz chropowatości w analizie cyrkonowej ceramiki stosowanej w stomatologii poddanej przyspieszonemu starzeniu. Zastosowany proces przyspieszonego starzenia pogorszył analizowane właściwości materiałów. Natomiast w 2018 Poovanna Cheppudira Thimmaiah i in. [41] analizowali porowatość cienkich powłok miedzianych. Autorzy podkreślili, że porowatość oraz chropowatość cienkich powłok metalicznych są kluczowymi właściwościami. Porowatość została zmierzona z zastosowaniem piknometru helowego oraz tomografii komputerowej – co stanowiło nowość w tego typu badaniach. Chropowatość została określona z zastosowaniem alternatywnej metody Wenzela, w której wykorzystuje się kąt zwilżania kropli cieczy mierzony na powierzchni powlekanej folii za pomocą goniometru. W 2019 Javier Sartuqui i in. [42] opublikowali wyniki badań związanych z projektowaniem rusztowań tkankowych. Autorzy stwierdzili, że porowatość oraz chropowatość są ważnymi właściwościami związanymi z projektowaniem i wytwarzaniem implantów. Właściwości te są bardzo ważne dla wysiewu komórek, adhezji, unaczynienia, tworzenia nowych komórek i późniejszej regeneracji tkanek. Kolejny artykuł opublikowany w 2019 przez B.S.M. Kretzschmara i in. [43] dotyczył wytwarzania metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej w reakcji spalania cienkich warstw tlenku krzemu o różnym stopniu porowatości. Chropowatość powłok została zmierzona z zastosowaniem mikroskopii sił atomowych (AFM), natomiast porowatość oznaczono metodą ważenia i spektrometrii rozpraszania wstecznego Rutherforda. Autorzy pokazali sposób określania porowatości za pomocą spektroskopii w podczerwieni z transformacją Fouriera (FTIR). Potwierdzili, że zastosowane metody pozwalają określić porowatość osadzonej

warstwy. Ponadto stwierdzono, że chropowatość powierzchni również może wpływać na zmierzone wartości porowatości. W 2020 Saber Ghannadi i in. [44] opublikowali wyniki badań dotyczących wpływu warunków formowania zawiesziny i spiekania na mikrostrukturę i przepuszczalność porowatych arkuszy tytanu wytworzonych metodą odlewania taśmowego. Chropowatość powierzchni badano z zastosowaniem mikroskopu sił atomowych, a porowatość otwartą metodą Archimedesesa. Podwyższenie temperatury spiekania doprowadza do przemiany fazy anatazu w rutyl i gwałtownego spadku porowatości otwartej. Natomiast wydłużenie czasu spiekania skutkuje częściową przemianą fazową z nieznacznym wzrostem porowatości otwartej. Drugi artykuł opublikowany w 2020 przez Asghara Shirania i in. [45] dotyczył hybrydowych powłok dwufazowych ze stopu aluminium A356 modyfikowanego przez plazmowe utlenianie elektrolityczne (PEO). Stwierdzono, że porowata morfologia, zwłaszcza w obszarze powierzchni warstwy PEO, jest praktycznie odpowiedzialna za zmniejszoną przewodność cieplną i przyczynia się do zmian chropowatości powierzchni podczas polerowania. Wykazano, że resztkowa chropowatość powierzchni i porowatość warstwy PEO są kluczowym czynnikiem determinującym zachowanie tribologiczne tych powłok. Margarita A. Khimich i in. [46] przedstawili badania stopu Ti-Nb, wytwarzanego poprzez laserowe zgrzewanie łoża proszkowego (LPBF), do hodowli komórek. Autorzy zwrócili uwagę jak istotna jest porowatość w połączeniu z chropowatością. Chropowatość powierzchni materiału i otwarta porowatość mogą wspierać adhezję i proliferację hodowanych komórek. Kolejny artykuł z 2021 opublikowany przez Alexandra Kube i in. [47] dotyczył badań zwilżalności elektrolitami akumulatorów litowo-powietrznych. Autorzy zwrócili uwagę, że chropowatość i porowatość również mają wpływ na właściwości związane ze zwilżaniem akumulatorów [9]. W 2022 roku ukazały się dwie kolejne prace. Pierwszą opublikowali Dongxu Ke i in. [48]. Były to badania kompozytu mającego naśladować niejednorodny skład kości, wytwarzanego z zastosowaniem druku 3D. Analiza mikrotomograficzna (micro-CT) została wykorzystana do pomiaru porowatości i procentowej porowatości otwartej próbek. Pomiar powierzchni wykonano z zastosowaniem metody stykowej oraz z zastosowaniem mikroskopii sił atomowych (AFM). W 2022 D. Monceau i in. [49] przedstawili przegląd literatury dotyczący stopów metali wytwarzanych metodami przyrostowymi, w aspekcie utleniania materiałów. Autorzy uznali, że istotny jest także wpływ porowatości oraz chropowatości. Stwierdzono, że porowatość i defekty wynikające z braku przetopienia proszku, a także wynikające z wychwytywania gazu, prowadzą do znacznej degradacji materiału, jeśli defekty te są połączone z powierzchnią zewnętrzną. Chropowatość powierzchni, ogólnie związana z rozkładem wielkości cząstek proszków, zwiększa obszar powierzchni reaktywnej, a tym samym ilości powstającego tlenku w stosunkowo krótkim czasie.

Obliczanie porowatości otwartej i nieciągłości warstwy wierzchniej metodą Archimiedesa oraz analizy obrazu jest czasochłonne. Siatkowa metoda analizy obrazu wymaga dodatkowo od osoby mierzącej dużej koncentracji (przy liczeniu punktów łatwo jest popełnić błąd). W pomiarach chropowatości powierzchni analiza nie opiera się na „płaskim” zdjęciu mikrostruktury, jak ma to miejsce w metodach analizy obrazu. Wykonuje się ją w oparciu o trójwymiarowy skan mierzonej powierzchni. Natomiast parametry chropowatości, które mogą być wykorzystane do analizy nieciągłości warstwy wierzchniej w proponowanej metodzie są obliczane automatycznie przez program do analizy topografii powierzchni.

Mikrostruktura porów otwartych w warstwie wierzchniej pokazana na rysunku 6a może być bardzo rozległa i niemożliwa do oceny profilometrem.



Rys.6. Struktury warstwy wierzchniej: a) rozległa porowatość otwarta, b) nieciągłości warstwy wierzchniej

W materiałach otrzymywanych technikami 3D (SLS, SLM, EBS itp.) podstawowym problemem jest stan warstwy wierzchniej bezpośrednio po procesie spiekania [50-53]. Warstwa wierzchnia odwzorowuje kształt cząstek spiekane go proszku. Najczęściej stosowaną obróbką po spiekaniu jest piaskowanie lub szlifowanie. Pomiedzy spiekany mi cząstkami mogą gromadzić się wolne przestrzenie. Po szlifowaniu możliwa jest obecność niewielkich wgłębień, ale także otwartej porowatości o kształcie pokazanym na rysunku 6b. W większości przypadków rozległa porowatość taka jak na rysunku 6a zostaje zamknięta w wyniku szlifowania lub piaskowania. Dzieje się tak na skutek odkształceń plastycznych.

W przedstawionych powyżej publikacjach autorzy wykazali zależność pomiędzy pomiarami chropowatości i porowatości otwartej. Jednak z punktu widzenia mikrostruktury porów w warstwie wierzchniej trudno wskazać bezpośrednie powiązanie ponieważ mikrostruktura porów otwartych może być bardzo rozbudowana i niemożliwa do oceny za pomocą profilometru. Natomiast można wykorzystać pomiary do szybkiej oceny nieciągłości w warstwie wierzchniej, ściśle powiązane z porowatością otwartą. Wskazane jest opracowanie takiej metody pomiaru. Zwłaszcza, że pozwoli to na szybkie uzyskanie informacji zarówno

na temat chropowatości powierzchni, jak i nieciągłości warstwy wierzchniej podczas jednego pomiaru.

1.7. Rodzaje zużycia oraz metody badań zużycia materiału

Dziedzina nauki zajmująca się procesami i metodami badań zużycia to tribologia. Badane są zjawiska zachodzące podczas styku dwóch ciał w ruchu. Analiza zużycia jest bardzo ważnym elementem oceny przyczyn uszkodzeń różnego rodzaju elementów mechanicznych. Celem tych analiz jest zmniejszenie tarcia i zużycia. Zużycie jest to uszkodzenie powierzchni ciała stałego wskutek współpracy z innym ciałem, polegającym na stopniowej utracie materiału z warstwy wierzchniej (w warunkach regulowanych można je rozpatrywać jako proces wygładzania lub polerowania). Mechanizmem, bez którego nie można mówić o zużyciu jest tarcie, czyli siła hamująca ruch względny dwóch stykających się ciał. Jest ono ważnym czynnikiem procesów wytwarzania wyrobów, ponieważ wpływa na odkształcenie materiału podczas ich kształtowania. Nadmierne tarcie może doprowadzić do uszkodzenia współpracujących ze sobą elementów. Ze względu na sposób przemieszczania wyróżniamy tarcie toczne oraz ślizgowe. Natomiast ze względu na udział środka smarującego można wyróżnić tarcie: suche, płynne, graniczne oraz mieszane [54-55].

Wśród rodzajów zużycia wymienić można m.in.: ścierne, adhezyjne, korozyjne, zmęczeniowe, erozyjne, fretting, wodorowe [54-55]. Zużycie ścierne jest spowodowane twardymi, ostrymi cząstkami lub wypukłościami ślizgającymi się po innej powierzchni, a odporność na zużycie ścierne materiału jest wprost proporcjonalna do jego twardości. Podstawowe procesy tego rodzaju zużycia to: bruzdowanie oraz mikroskrawanie. Ze względu na współpracę ciał w procesie zużycia można wyróżnić dwa rodzaje zużycia ściernego: ścieranie z użyciem dwóch ciał (cząstki powodujące zużycie stanowią fazę materiału powierzchni ścierającej lub są utwierdzone w tej powierzchni) oraz ścieranie z użyciem trzech ciał (cząstki ścierające przemieszczają się między powierzchniami). Ze względu na charakter i intensywność uszkodzeń powierzchni zużycie ścierne możemy podzielić na ścieranie pod małym obciążeniem (powstają drobne rysy), ścieranie pod dużym obciążeniem (oprócz rys powstają pęknięcia i wykruszenia) oraz ścieranie żłobiące (efektem są makroskopowe odkształcenia plastyczne). Zużycie adhezyjne polega na tworzeniu lokalnych szczepień i zrostów między stykającymi się powierzchniami. Na początku współpracy dwóch powierzchni następuje usuwanie zanieczyszczeń i tlenków. Następnie rozpoczyna się proces tworzenia zrostów pomiędzy powierzchniami, po którym następuje ich pękanie i tworzenie narostów. Na tym etapie mogą zachodzić dwa procesy: pierwszym jest rozpoczęcie

przedstawionych etapów od początku, natomiast drugim jest wykruszanie powstałych w wyniku zużycia adhezyjnego narostów i rozpoczęcie procesu ścierania z użyciem trzech ciał [54-55]. Proces zużycia korozyjnego nazywanego także zużyciem utleniającym lub zużyciem chemicznym rozpoczyna się przez reakcję chemiczną, elektrochemiczną lub utlenianie. Pod wpływem działania mechanicznego usuwane są produkty tej reakcji, czyli produkty korozji. Tworzą się drobne cząstki ściernie, które usuwają warstwę korozyjną, odsłaniając czystą powierzchnię. W efekcie cały proces się powtarza. Zużycie zmęczeniowe inaczej nazywane zmęczeniem powierzchniowym występuje pod wpływem cyklicznego obciążenia zmiennego [54-55]. Dwoma podstawowymi mechanizmami zużycia zmęczeniowego jest wykruszanie oraz łuszczenie. Różnią się one od siebie przede wszystkim umiejscowieniem zarodkowania pęknięcia. Podczas wykruszania pęknięcie powstaje i rozrasta się pod powierzchnią, aż do odprysnięcia materiału. Łuszczenie charakteryzuje się powstawaniem pęknięć na powierzchni materiału, a także uszkodzeniami o dużych rozmiarach i małej głębokości. Najczęściej przyczyną tego mechanizmu są obciążenia ściskające. Ze zużyciem zmęczeniowym powiązane są pojęcia zmęczenia cieplnego (spowodowanego cyklicznym nagrzewaniem i chłodzeniem) oraz zużycia udarowego (spowodowanego obciążeniami dynamicznymi, które powodują intensywne odkształcenia plastyczne) [54-55]. Kolejnym rodzajem zużycia jest erozja, czyli stopniowa utrata materiału, która jest efektem oddziaływania mechanicznego pomiędzy powierzchnią ciała, a strumieniem cieczy lub gazu oraz cząstek (stałych lub cieczy) zawartych w tych strumieniach. Procesy, które mogą zachodzić podczas erozji, to: mikroskrawanie, bruzdowanie, zużycie zmęczeniowe, pękanie i wykruszanie materiału, reakcje chemiczne i elektrochemiczne (zużycie korozyjne), a także kawitacja (tworzenie i gwałtowne zanikanie w przepływającej cieczy pęcherzy pary powodujących zużycie). Ze względu na kąt padania cząstek możemy wyróżnić erozję ścierną, podczas której cząstki padają pod małym kątem na powierzchnię oraz erozję udarową, przy której cząstki padają pod kątem bliskim kątowni prostemu. Innym rodzajem zużycia jest fretting, inaczej nazywany zużyciem ciernokorozyjnym. Fretting to zużycie dwóch ściśle przylegających powierzchni spowodowane drganiami. Podczas niewielkich przemieszczeń tworzą się silne połączenia w miejscach styku powierzchni oraz narosty, które następnie są utleniane i wykruszane. Wykruszone cząstki działają jak ścierniwo. Wyróżnić można zużycie frettingowe (wykruszone cząstki nie mają kontaktu z otoczeniem) oraz korozję frettingową (wykruszone cząstki mają kontakt z otoczeniem) [54-55]. Ostatnim rodzajem zużycia jest zużycie wodorowe. Wodór może pojawiać się pomiędzy współpracującymi powierzchniami w efekcie rozkładu cieplnego środka smarnego, procesu korozji elektrochemicznej, a także w wyniku reakcji na katodzie i dysocjacji cieplnej wodoru

cząsteczkowego. Wodór może być przyczyną uszkodzeń wodorowych, takich jak: kruchość wodorowa, zmniejszenie ciągliwości, tworzenie się pęcherzy wodorowych oraz pęknięć schodkowych [54-55].

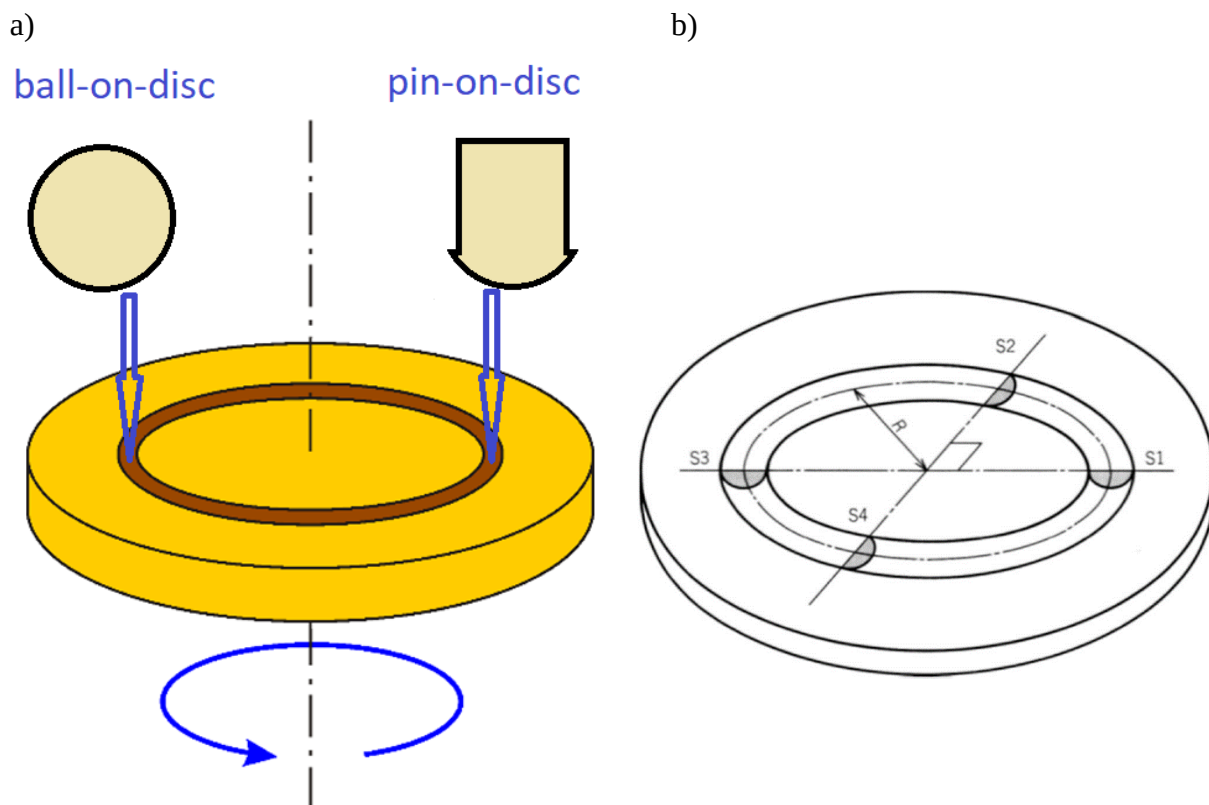
W celu oceny zjawisk zachodzących podczas zużycia oraz określenia liczbowej wartości współczynnika tarcia oraz wskaźnika zużycia wykonywane są testy tribologiczne. Istnieje bardzo dużo możliwości zaprojektowania układów współpracy próbki oraz przeciwpróbki. Najczęściej stosowane są metody ball-on-disc (pol. kula na tarczy) i pin-on-disc (pol. trzpień na tarczy). Można wyróżnić również metody: scratch test, micro impact fatigue test oraz ball-on-plate reciprocating test. Oprócz znormalizowanych badań, projektowane i konstruowane są urządzenia symulujące pracę określonych produktów w warunkach rzeczywistych.

Metody ball-on-disc oraz pin-on-disc polegają na wciskaniu w badaną powierzchnię kulki lub trzpienia (o znanym promieniu lub przekroju) z zadaną siłą skierowaną prostopadle do powierzchni obracającej się próbki. Wśród kluczowych parametrów testu wymienić można: średnica i materiał kulki, obciążenie, promień tarcia, liniowa prędkość tarcia, czas testu, smarowanie oraz temperatura. Schemat działania metod ball-on-disc oraz pin-on-disc przedstawiono na rysunku 7a. Na podstawie danych uzyskanych podczas testu obliczany jest współczynnik tarcia. Stanowi on iloraz siły normalnej do powierzchni oraz siły stycznej [56-57]:

$$\mu = \frac{F_f}{F_p} \quad (1.4)$$

gdzie: F_f - siła styczna [N], F_p – siła normalna (precyzyjny docisk kulki) [N]. Efektem testu jest także ścieżka wytarcia, która jest następnie analizowana.

Analizie można poddać morfologię oraz skład pierwiastkowy wytarcia. Natomiast w celu obliczenia wskaźnika zużycia konieczne jest wykonanie pomiarów przekrojów wytarcia próbki. Zgodnie z normami należy wykonać 4 pomiary wgłębiania, za każdym razem obracając próbkę o 90°, tak jak przedstawiono to na rysunku 7b.



Rys.7. Metody ball-on-disc i pin-on-disc: a) schemat testu, b) schemat pomiaru przekrojów ścieżki wytarcia [56-57]

Dla każdego pomiaru należy obliczyć pole przekroju wytarcia, które następnie przeliczane jest na wskaźnik zużycia materiału, zgodnie ze wzorem:

$$W_s = \frac{V}{(F_p \cdot L)} \quad (1.5)$$

gdzie: F_p – przyłożona siła [N], L – droga testu [m], V – objętość zużycia [m^3] wyrażona wzorem:

$$V = \frac{\pi \cdot R \cdot (S_1 + S_2 + S_3 + S_4)}{2} \quad (1.6)$$

gdzie: R – promień ścieżki wytarcia [m], S_1 - S_4 – zmierzone pola przekrojów (rys. 7b) [m^2].

Często oprócz próbki badana jest też przeciwpróbka, czyli kulka lub pin, zwłaszcza jeżeli można zauważyć jej duże zużycie [56-57].

Koleją metodą umożliwiającą m.in. ocenę zużycia jest „scratch test” (pol. badania metodą zarysowania). Polega na wykonaniu rysy z zadaniem obciążeniem na powierzchni badanej próbki. Najważniejsze parametry testu to: kąt oraz promień końcówki, prędkość i odcinek

przesuwu, obciążenie, temperatura, atmosfera. Do testów najczęściej używany jest wgłębnik stosowany w badaniach twardości metodą Rockwella, ale możliwe jest również stosowanie innych końcówek w kształcie stożka, kuli, ostrosłupa, a także wgłębniaka Vickersa. Metodą zyskującą coraz większą popularność jest ball-on-plate reciprocating (pol. test w ruchu posuwisto-zwrotnym) test. Podczas tego badania, kulka obciążona zadaną siłą jest wciskana w płaską powierzchnię próbki poruszającej się ruchem posuwisto – zwrotnym. Najważniejsze parametry testu to: promień kulki, długość ścieżki wytarcia, częstotliwość przesuwu próbki oraz czas testu. Metodą o nieco innym charakterze badanego zużycia są micro impact fatigue testy (pol. powierzchniowa odporność na zmęczenie). Polegają one na uderzaniu kulką w badaną powierzchnię z zadanym obciążeniem oraz w równych odstępach czasu. Główne parametry testu to: promień końcówki, odległość od próbki, obciążenie, czas pomiędzy kolejnymi uderzeniami, ilość uderzeń, czas testu. W pomiarach zużycia po micro impact fatigue testach sprawdzana jest głębokość krateru oraz jego objętość. Pomiary zużycia dla przedstawionych testów tribologicznych wykonuje się z zastosowaniem pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, które omówiono w rozdziale 1.4.

2. Cel i teza pracy

CEL PRACY:

Celem badań jest modyfikacja metod badawczych realizowanych z wykorzystaniem pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, stosowanych w inżynierii materiałowej. Cele szczegółowe badań to: zaproponowanie nowej metody analizy nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanej z porowatością otwartą wykorzystującej przyrządy do pomiaru chropowatości powierzchni oraz udoskonalenie metody pomiaru zużycia uzyskanego podczas testów tribologicznych ball-on-disc, z zastosowaniem specjalnego stolika obrotowego.

TEZA PRACY

Z wykorzystaniem badań chropowatości powierzchni, możliwa jest ocena nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanych z porowatością otwartą oraz zwiększenie dokładności pomiaru wytarcia dla próbek po testach tribologicznych ball-on-disc dzięki specjalnemu stolikowi obrotowemu.

Praca obejmuje następujące zagadnienia badawcze i techniczne:

- charakterystykę proszków wyjściowych uwzględniającą badania wielkości cząstek proszków oraz morfologii proszków z użyciem mikroskopu elektronowego (SEM),
- wytworzenie wyprasek i spieków z zastosowaniem metody spiekania iskrą elektryczną (SPS),
- wytworzenie spieków z zastosowaniem metody selektywnego spiekania laserowego (SLS/SLM),
- badania podstawowych właściwości fizycznych spieków: gęstości i porowatości otwartej z zastosowaniem metody nasycenia w próżni (metody Archimedes), modułu Younga i liczby Poissona (metodą ultradźwiękową),
- analizę topografii powierzchni z zastosowaniem metody stykowej i metody profilowania konfokalnego oraz obliczenia parametrów chropowatości powierzchni,
- badania i analizę powierzchni spieków z zastosowaniem mikroskopii świetlnej oraz analizę obrazu metodą punktów rozłożonych systematycznie,
- opracowanie metody pomiaru objętości nieciągłości warstwy wierzchniej ściśle związanej z porowatością otwartą, w oparciu o pomiary topografii powierzchni,
- wykonanie projektu oraz prototypu specjalnego stolika obrotowego do pomiaru ścieżki wytarcia po testach metodą ball-on-disc,
- badania tribologiczne z zastosowaniem metody ball-on-disc,

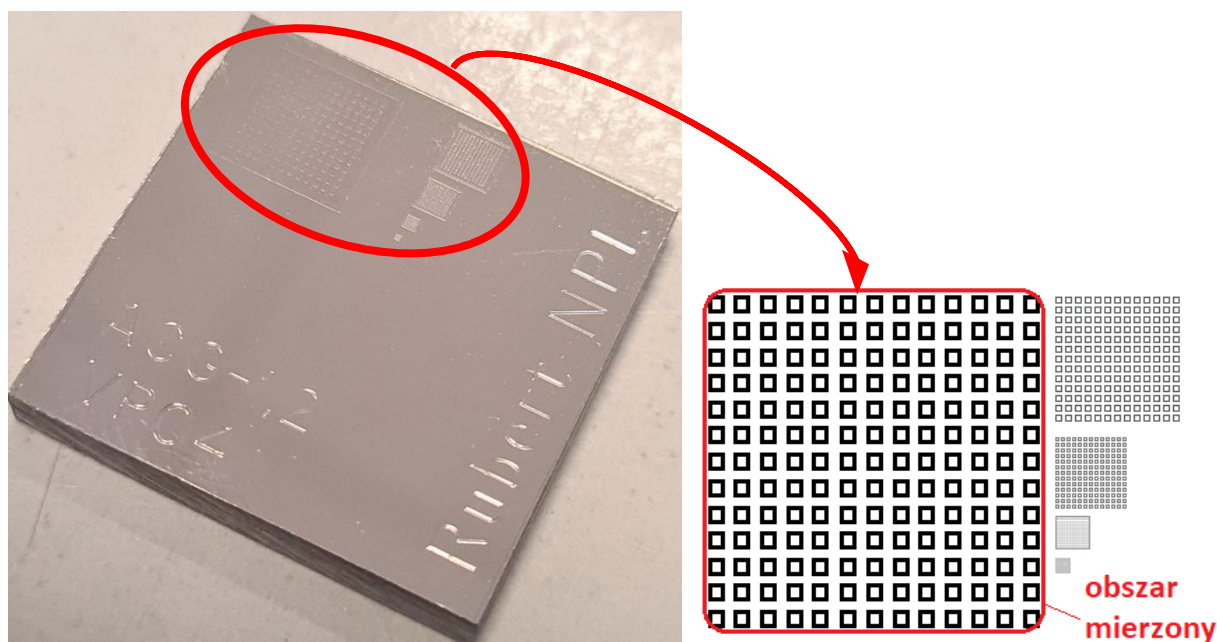
- pomiary ścieżek wytarcia z wykorzystaniem metody stykowej i wspomnianego wcześniej specjalnego stolika oraz ręcznego ustawiania próbek,
- sformułowanie założeń dla metody pomiaru ścieżek wytarcia po testach tribologicznych metodą ball-on-disc z zastosowaniem specjalnego stolika obrotowego.

3. Opracowanie nowej metody badania nieciągłości warstwy wierzchniej

W ramach pracy opracowano nową metodę oceny nieciągłości warstwy wierzchniej opartą na pomiarach chropowatości powierzchni.

3.1. Przygotowanie materiału badawczego

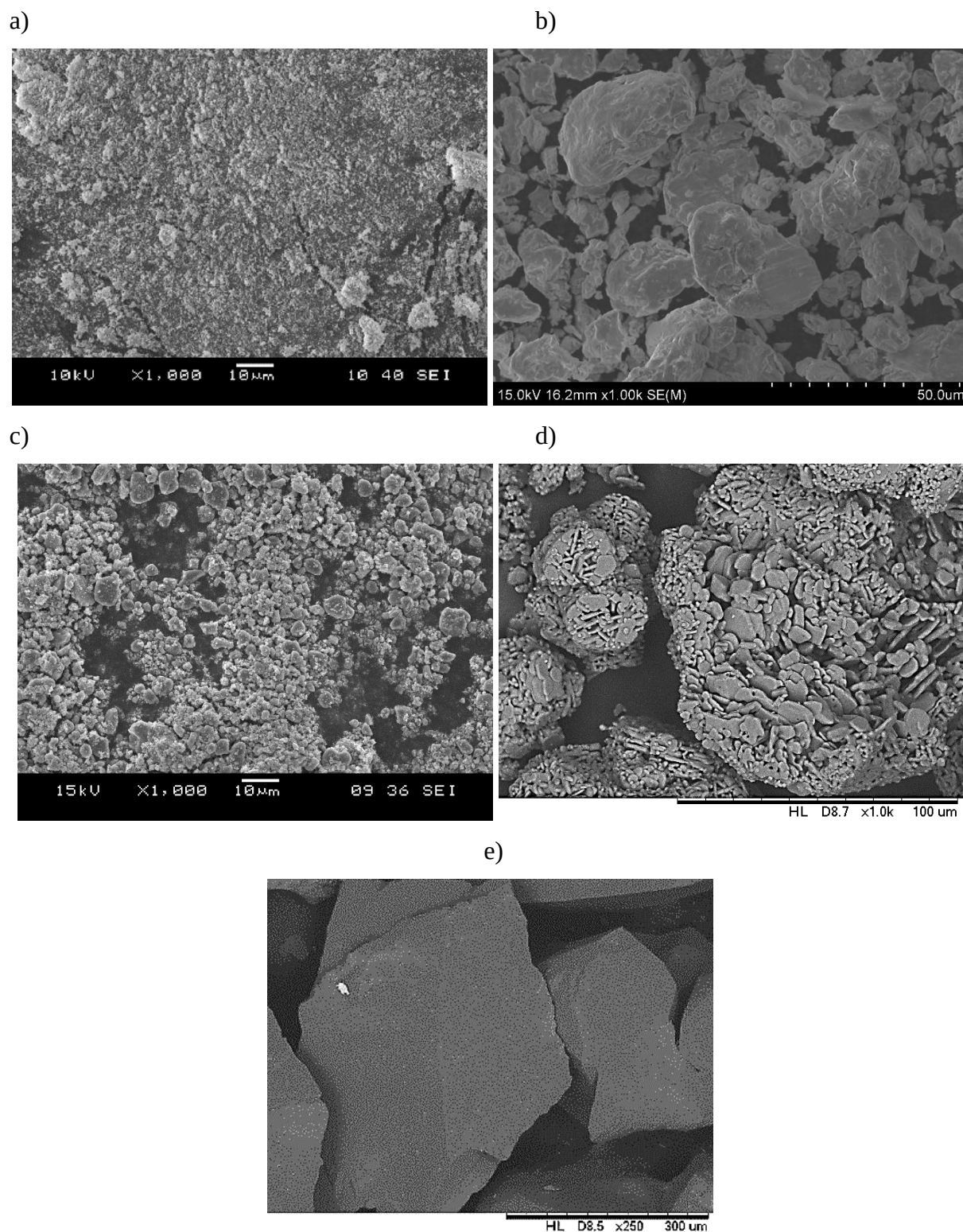
Badania przeprowadzono w dwóch etapach – dla powierzchni wzorcowej oraz dla wytworzonych w ramach tej pracy próbek. W pierwszym etapie analizowano stalowy powierzchniowy wzorzec chropowatości typu ACG (prod. Rubert i National Physik Laboratory), którego powierzchnia charakteryzuje się kilkoma obszarami zawierającymi wgłębienia o głębokości równej $1,2\text{ }\mu\text{m}$, o zdefiniowanych odstępach pomiędzy wgłębieniami. W badaniach przeanalizowano obszar, dla którego odstęp wynosił $400\text{ }\mu\text{m}$. Zdjęcie wzorca zastosowanego w badaniach oraz schemat obszarów pomiarowych przedstawiono na rysunku 8. Wzorzec ten stanowił próbkę o znanych i określonych nieciągłościach warstwy wierzchniej.



Rys.8. Zdjęcie powierzchniowego wzorca chropowatości typu ACG oraz schemat powierzchni wzorcowej

W badaniach wykorzystano także specjalnie przygotowane próbki. W celu wytworzenia próbek zastosowano dwie metody spiekania: Spark Plasma Sintering (SPS) oraz Selective Laser Sintering/Melting (SLS/SLM). Procesy spiekania SPS wykonano z zastosowaniem proszków metalicznych oraz ceramicznych takich jak: cyrkon, korund oraz tlenek cyrkonu. Morfologię proszków przedstawiono na rysunku 9. Zdjęcia morfologii proszków wykonano z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej na mikroskopach: JSM-6460LV

firmy JEOL, Hitachi TM3000 oraz Hitachi SU-70 produkcji Hitachi High-Technologies Corporation. Wytypowane proszki materiałów były zróżnicowane pod względem średniej wielkości ziarna, w zakresie od 0,1 μm do 1 mm (Tabela 1).

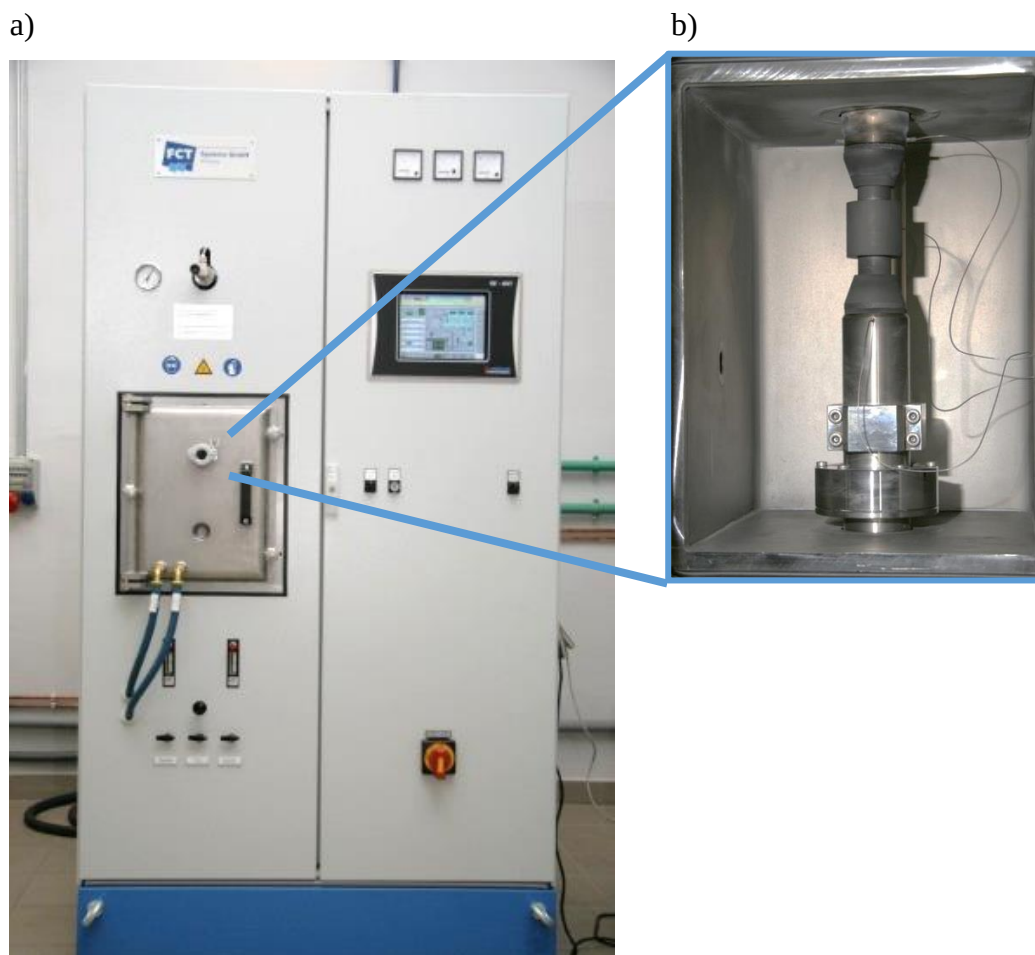


Rys.9. Zdjęcia SEM spiekanych proszków: a) Al₂O₃ prod. Taimei, b) Zr distr. Bimo, c) Al₂O₃ prod. Almatiss, d) prod. Al₂O₃ Skawina, e) prod. Al₂O₃ Washington Mills

Tabela 1. Proszki wykorzystane do spiekania metodą SPS

Proszek	Producent/Dystrybutor	Średnia wielkość ziarna	Czystość [%]
Al ₂ O ₃	TAIMEI, Japonia	0,1 µm	99,9
Al ₂ O ₃	ALMATIS, USA	2,5 µm	99,9
Al ₂ O ₃	SKAWINA, Polska	5 µm	99,9
Zr	BIMO, Polska	60 µm	99,9
Al ₂ O ₃	Washington Mills, USA	400 µm	99,9
ZrO ₂	TOSOH, Holandia	1 mm	95

Spiekanie wykonano na urządzeniu HP D5 firmy FCT (Rys. 10a-b). Prąd przepływający przez proszek umieszczony w matrycy grafitowej, powoduje miejscowe nadtapianie, formowanie i wzrost tak zwanych szyjek pomiędzy cząstkami, natomiast przyłożone ciśnienie jednocześnie powoduje zagęszczenie spiekane proszku. Spiekanie może być prowadzone w próżni lub w atmosferze gazów ochronnych. Metoda ta pozwala na znaczne skrócenie czasu spiekania, obniżenie temperatury procesu oraz ograniczenie rozrostu ziarna [58-62].



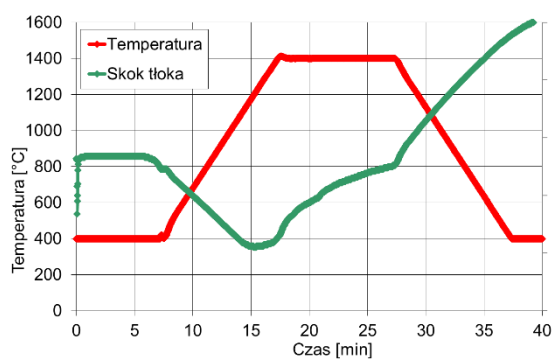
Rys.10. Metoda Spark Plasma Sintering (SPS): a) urządzenie HP D5 firmy FCT, b) zdjęcie komory spiekania

Tabela 2. przedstawia parametry procesów spiekania metodą SPS oraz porowatość otwartą, którą charakteryzują się te materiały. Parametry procesu są zróżnicowane pod względem temperatury i czasu spiekania, a także przyłożonej siły, w celu uzyskania różnych wartości porowatości otwartej. Uzyskanie porowatych próbek stanowiło wyzwanie technologiczne, ponieważ zazwyczaj w procesie spiekania dąży się do uzyskania jak najniższej porowatości oraz największego zagęszczenia wytwarzanych próbek. Przykładowe wykresy spiekania przedstawiono na rysunku 11. Na wykresach wyraźnie widać etap zagęszczania proszku oraz rozpoczęcie procesu spiekania.

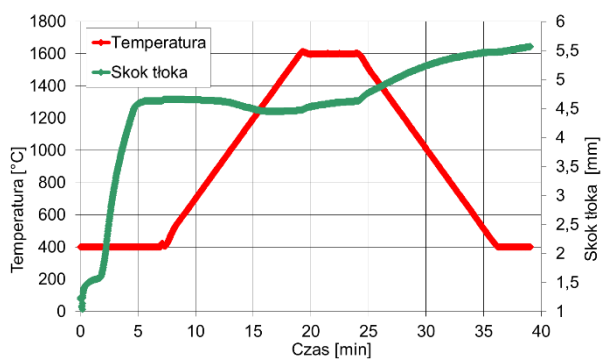
Tabela 2. Parametry procesów spiekania metodą SPS

Proszek	Producent/Dystrybutor	Temperatura spiekania [°C]	Czas spiekania [min]	Siła [MPa]
Al ₂ O ₃	TAIMEI	1300	10	35
Al ₂ O ₃	ALMATIS	1400	1	48
		1400	10	10
		1400	10	48
		1500	1	10
		1500	1	29
		1500	10	29
Al ₂ O ₃	SKAWINA	1500	10	35
		1600	10	35
Zr	BIMO	1100	1	35
Al ₂ O ₃	Washington Mills	1500	5	35
		1600	5	35
ZrO ₂	TOSOH	1300	10	16
		1350	10	16
		1400	10	16
		1450	10	16
		1550	10	16
		1550	10	35
		1650	1	35

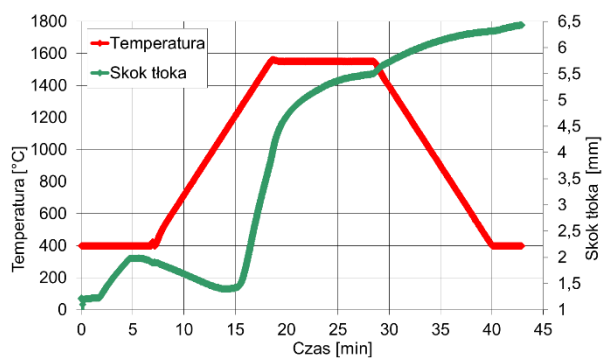
a)



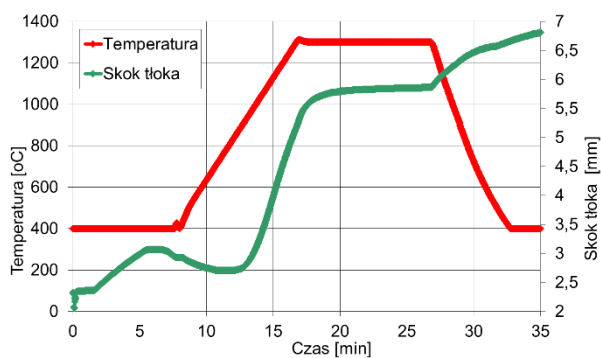
b)



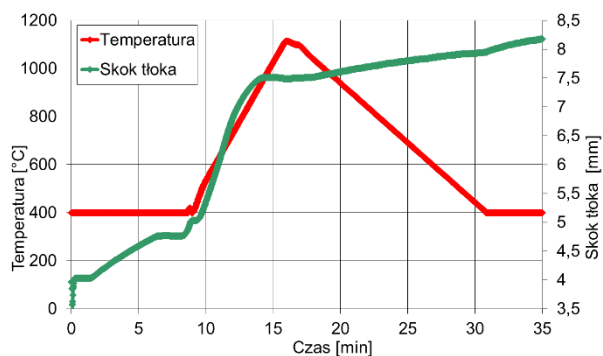
c)



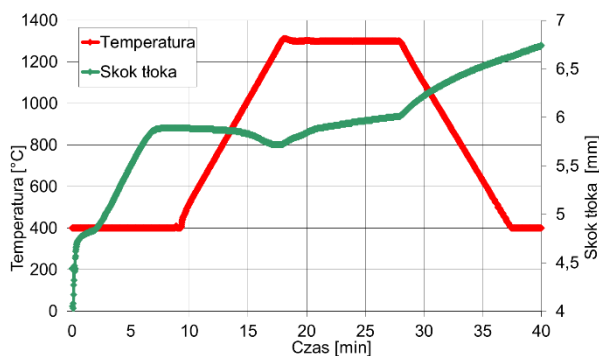
d)



e)



f)

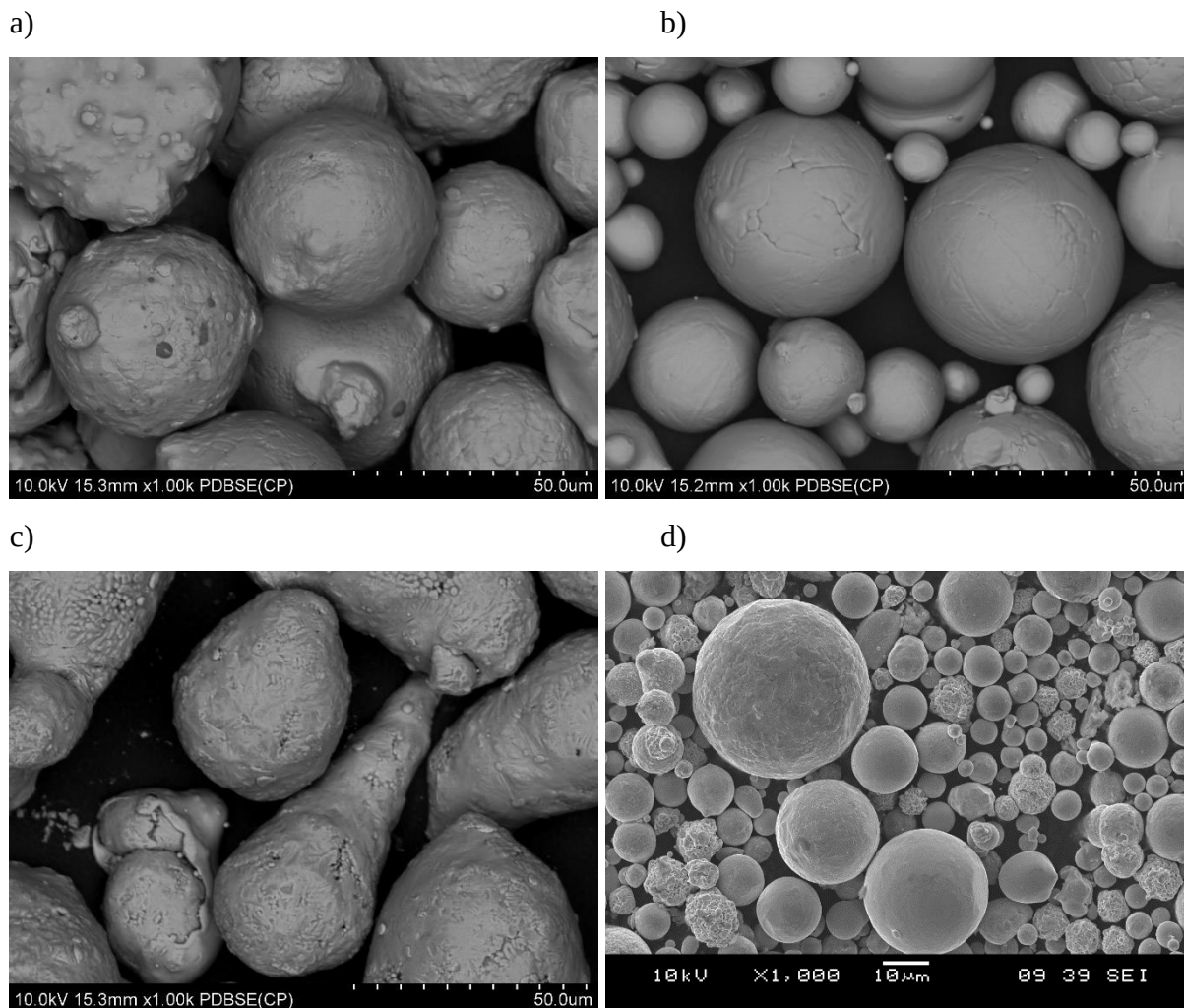


Rys.11. Przykładowe krzywe spiekania: a) Al₂O₃ (prod. Almatiss) – wielkość ziarna 2,5 μm, b) Al₂O₃ (prod. Washington Mills) – wielkość ziarna 400 μm, c) Al₂O₃ (prod. Skawina) – wielkość ziarna 5 μm, d) Al₂O₃ (prod. Taimei) – wielkość ziarna 0,1 μm, e) Zr (dystr. Bimo) – wielkość ziarna 60 μm, f) ZrO₂ (prod. Tosoh) – wielkość ziarna 1 mm

Procesy spiekania metodą SLS/SLM wykonano z zastosowaniem proszków metalicznych:

- stali – 316L (Ametek) – wielkość ziarna 40 μm,
- stopu tytanu – Ti-6Al-4V (Renishaw) – wielkość ziarna 10 ÷ 40 μm,
- stopu aluminium – AlSi10Mg (Renishaw) – wielkość ziarna 50 μm,
- brązu – Direct Metal DM20 (EOS GmbH – Electro Optical Systems) – wielkość ziarna 5 ÷ 20 μm.

Podobnie jak dla proszków spiekanych metodą SPS, wykonano zdjęcia SEM morfologii proszków z zastosowaniem mikroskopów: Hitachi SU-70 produkcji Hitachi High-Technologies Corporation oraz JSM-6460LV firmy JEOL. Ich morfologię przedstawiono na rysunku 12. Proszki stali 316L (rys. 12a), Ti-6Al-4V (rys. 12b) oraz brązu DM20 (rys. 12d) mają kształt kulisty, niezależnie od ich wielkości. Tymczasem kształt proszków AlSi10Mg zmienia się od prawie kulistego do wydłużonego, a nawet nieregularnego (rys. 12c).



Rys.12. Morfologia zastosowanych proszków, SEM : a) stal chirurgiczna 316L (wielkość ziarna 40 μm), b) Ti-6Al-4V (wielkość ziarna 10-40 μm), c) AlSi10Mg (wielkość ziarna 50 μm), d) Direct Metal 20 (wielkość ziarna 5-20 μm)

W tabeli 3 przedstawiono skład chemiczny zastosowanych proszków. Proszek Direct Metal DM20 składa się z: Cu, P, Sn, Ni.

Tabela 3. Skład chemiczny proszków zastosowanych w procesach SLS/SLM

Stal 316L									
pierwiastek	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	S	P
% mas.	osnowa	16-18	10-14	2-3	<1	<1	<0,03	<0,03	<0,045
Proszek Ti-6Al-4V									
pierwiastek	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	pozostałe
% mas.	osnowa	5,5-6,5	3,5-4,5	<0,25	<0,13	<0,08	<0,05	<0,012	<0,10
Proszek AlSi10Mg									
pierwiastek	Al	Si	Mg	Fe	N, O	Ti	Zn, Mn	Ni, Cu	Pb, Sn
% mas.	osnowa	9-11	0,25-0,45	<0,25	<0,2	<0,15	<0,1	<0,05	<0,02

Spiekanie z zastosowaniem metody Selective Laser Sintering/Selective Laser Melting polega na przejściu wiązki lasera, punkt po punkcie, przez kolejne warstwy proszku, w celu otrzymania zaprojektowanego detalu. Podczas procesu następuje przetopienie ziaren proszku prowadzące do połączenia się sąsiednich ziaren proszku ze sobą [63]. Do wytworzenia próbek z zastosowaniem metody SLS/SLM wykorzystano dwie maszyny:

- AM250 firmy Renishaw, wyposażona w laser światłowodowy iterbowy o długości fali 1064 nm i średnicy włókna 70 μm – wytworzenie próbek z proszków 316L, AlSi10Mg oraz Ti-6Al-4V (rys. 13),
- Eosint 250xt firmy EOS GmbH, wyposażona w laser CO₂ o długości fali 10 600 nm i średnicy włókna 100 μm – wytworzenie próbki z proszku DM20.

Parametry procesów spiekania SLS/SLM przedstawiono w tabeli 4. Spiekania wykonano w atmosferze ochronnej argonu. Z proszku stali 316L wykonano dwie próbki. Pierwsza została wytworzona w orientacji pionowej (316L-P), natomiast drugą wytworzono pod kątem 45° (316L-S). Dla proszku DM20 nie podano odległości między punktami spiekania oraz czasu naświetlania wiązki w punkcie, ponieważ maszyna Eosint 250xt wykorzystuje laser pracujący w trybie pracy ciągłej.

Tabela 4. Parametry procesów SLS/SLM; PL – moc lasera, PD – odległość między punktami spiekania, HS – odległość między kolejnymi przejściami wiązki, ET – czas naświetlania wiązki w punkcie, SS – prędkość skanowania, LT – grubość warstwy proszku

Materiał	PL [W]	PD [μm]	HS [μm]	ET [μs]	SS [mm/s]	LT [μm]
316 L	180	65	125	100	295	50
AlSi10Mg	400	75	125	115	2400	50
Ti-6Al-4V	360	75	75	75	104	50
DM20	200	-	100	-	2000	60



Rys.13. Maszyna do spiekania Selective Laser Sintering/Melting (AM250 – Renishaw) z komorą spiekania

3.2. Metodyka badawcza

3.2.1. Badania właściwości fizycznych

Aby ocenić jakość spieków wykonano podstawowe badania właściwości fizycznych – gęstości oraz porowatości otwartej. Badania przeprowadzono z zastosowaniem opisanej wcześniej metody nasycania w próżni (metody Archimedes). Wyniki badań przedstawiono w tabelach 5,6. Są one zbliżone do wartości teoretycznych i charakteryzują się małymi odchyleniami standardowymi.

Tabela 5. Gęstość oraz porowatość otwarta próbek spiekanych SPS

Materiał	Producent/ Dystrybutor	Parametry spiekania			Gęstość [g/cm ³]		Porowatość otwarta [%]	
		Temp. [°C]	Czas [min]	Siła [MPa]	średnia	odch. stdr.	średnia	odch. stdr.
Al ₂ O ₃	TAIMEI	1300	10	35	3,96	0,01	0,03	0,03
Al ₂ O ₃	ALMATIS	1400	1	48	3,34	0,01	13,69	1,08
		1400	10	10	3,12	0,01	19,17	0,96
		1400	10	48	3,67	0,01	5,50	0,46
		1500	1	10	3,25	0,07	13,90	7,02
		1500	1	29	3,61	0,01	7,06	0,56
		1500	10	29	3,92	0,01	0,02	0,03
Al ₂ O ₃	SKAWINA	1550	10	35	3,82	0,01	0,42	0,23
		1600	10	35	3,87	0,01	0,15	0,23
Zr	BIMO	1100	1	35	6,56	0,01	0,02	0,02
Al ₂ O ₃	Washington Mills	1500	5	35	3,05	0,03	22,88	0,48
		1600	5	35	3,06	0,06	22,60	1,83
ZrO ₂	TOSOH	1300	10	16	5,26	0,17	13,44	2,73
		1350	10	16	5,56	0,14	8,59	2,28
		1400	10	16	5,61	0,17	7,80	2,81
		1450	10	16	5,92	0,02	2,75	0,21
		1550	10	16	6,06	0,01	0,33	0,10
		1550	10	35	6,07	0,02	0,30	0,02
		1650	1	35	6,07	0,01	0,22	0,09

Tabela 6. Gęstość oraz porowatość otwarta próbek spiekanych SLS/SLM

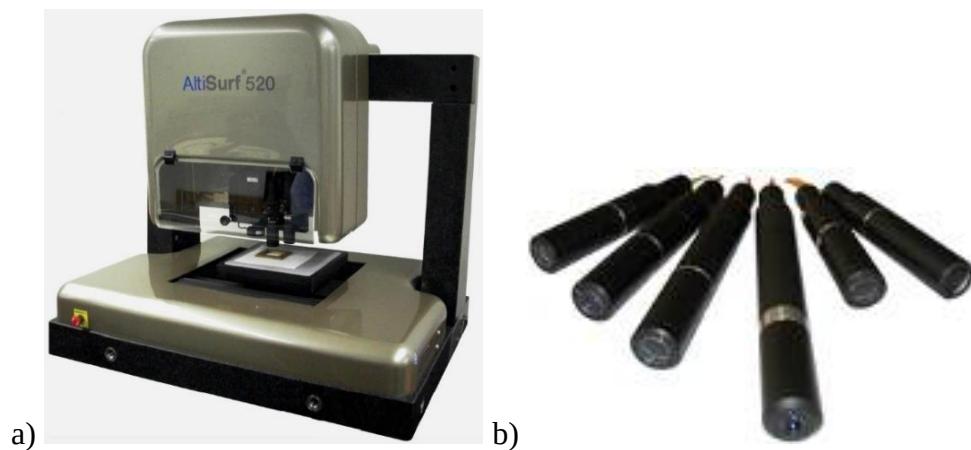
Materiał	Producent/ Dystrybutor	Gęstość [g/cm ³]		Porowatość otwarta [%]	
		średnia	odch. stdr.	średnia	odch. stdr.
316L-P	Ametek	5,40	0,06	7,58	0,13
316L-S	Ametek	5,60	0,01	4,17	0,27
AlSi10Mg	Renishaw	1,93	0,01	0,24	0,06
Ti-6Al-4V	Renishaw	3,10	0,01	4,62	0,21
DM20	EOS GmbH	5,34	0,02	12,91	0,39

3.2.2. Badania topografii powierzchni

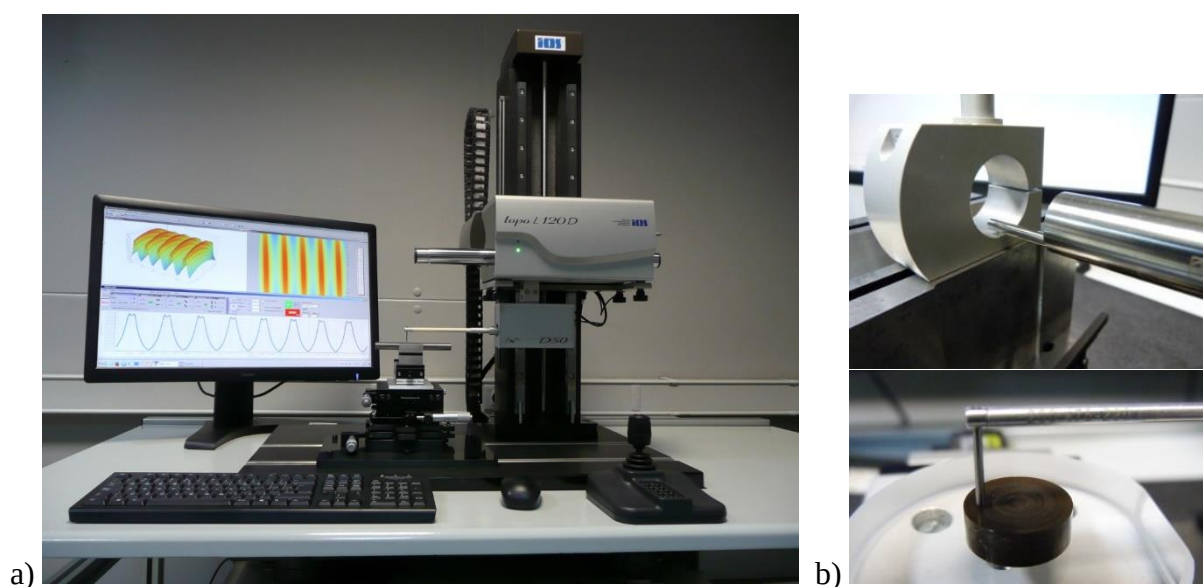
Do analizy chropowatości powierzchni zastosowano optyczną oraz stykową metodę pomiaru. Badania z zastosowaniem metody optycznej wykonano na systemie AltiSurf 520 produkcji Altimet (Francja) przedstawionym na rysunku 14, który służy do pomiarów opisaną wcześniej metodą profilowania konfokalnego (rozdz. 1.4.2). Do pomiaru zastosowano czujnik konfokalny o zakresie pionowym 1,2 mm oraz rozdzielczości 40 nm. Na każdej próbce zmierzono obszary 4 x 4 mm (z wyjątkiem powierzchniowego wzorca chropowatości, gdzie obszar pomiaru wynosił 5,5 x 5,5 mm). Krok próbkowania w osi pomiaru wynosił 0,5 μm . Profile zebrano w równych odstępach w osi prostopadłej do pomiaru, wynoszących 10 μm , a następnie przetworzono na trójwymiarową powierzchnię zmierzoną.

Badania z zastosowaniem metody stykowej zostały wykonane na przyrządzie TOPO 02, produkowanym przez Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania (obecnie ŁUKASIEWICZ – Krakowski Instytut Technologiczny), przedstawionym na rysunku 15. Pomiary wykonano głowicą z ramieniem pomiarowym zakończonym końcówką z syntetycznego diamentu o promieniu 2 μm oraz kącie wierzchołkowym stożka równym 60°. Podobnie jak w metodzie optycznej krok próbkowania wynosił 0,5 μm w osi pomiaru oraz 10 μm w osi prostopadłej do kierunku pomiaru.

Analizy danych zmierzonych wykonano w dedykowanym do przyrządów oprogramowaniu AltiMap 7.1 Standard. W celu zachowania jak największej zgodności powierzchni zmierzonej z powierzchnią rzeczywistą, podczas analizy danych nie stosowano filtracji Gaussa. Punkty zostały jedynie wypoziomowane. Obliczono objętościowy parametr chropowatości powierzchni Vv (objętość pustek) w zakresie od 5% do 50% udziału materiałowego (skok co 5%) oraz parametry Sv (głębokość najniższego dołu powierzchni) i Pv (głębokość najniższego wgłębienia profilu pierwotnego – niefiltrowanego).



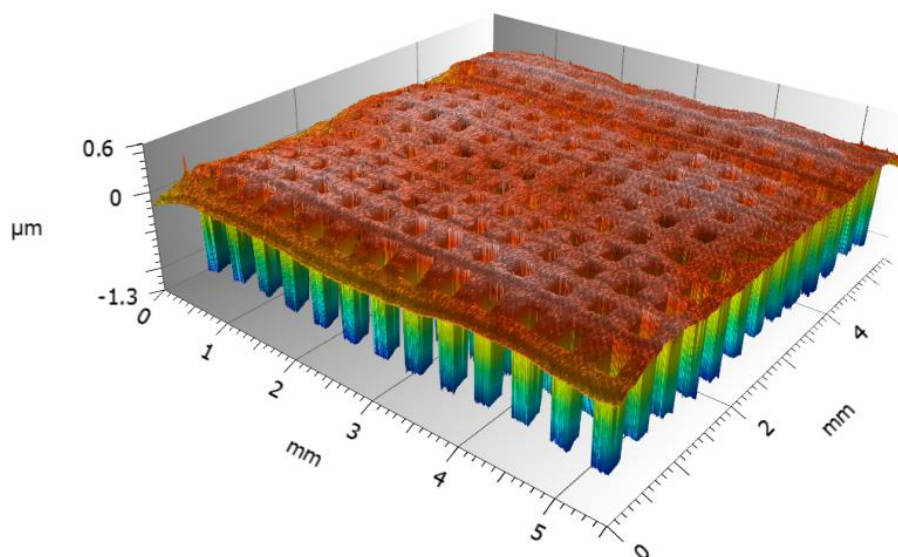
Rys.14. AltiSurf 520: a) przyrząd optyczny do pomiaru struktury geometrycznej powierzchni, b) konfokalne czujniki pomiarowe



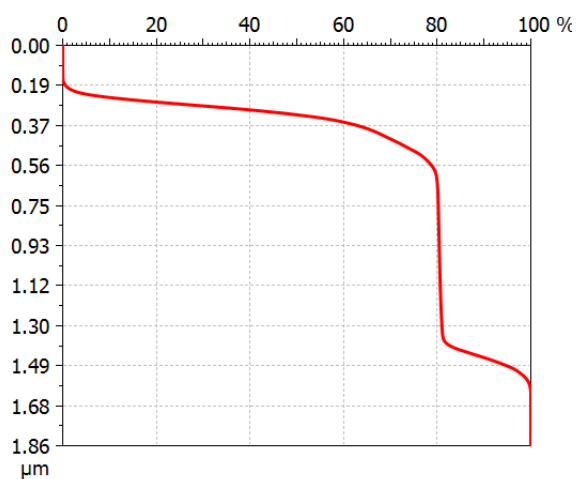
Rys.15. TOPO 02: a) zdjęcie przyrządu stykowego do pomiaru struktury geometrycznej powierzchni, b) zdjęcia głowic do pomiaru chropowatości

3.3. Powierzchniowy wzorzec chropowatości

Przykładowy wynik pomiaru topografii powierzchni wzorca (wykresy stereometryczne oraz krzywe udziału materiałowego), z zastosowaniem metody profilowania konfokalnego przedstawiono na rysunku 16. Na wykresie wyraźnie widoczne są wgłębienia, natomiast przebieg krzywej udziału materiałowego jest wyraźnie przesunięty w kierunku górnej części wykresu, co świadczy o zarejestrowaniu niskich wgłębień (rozdz. 1.5).



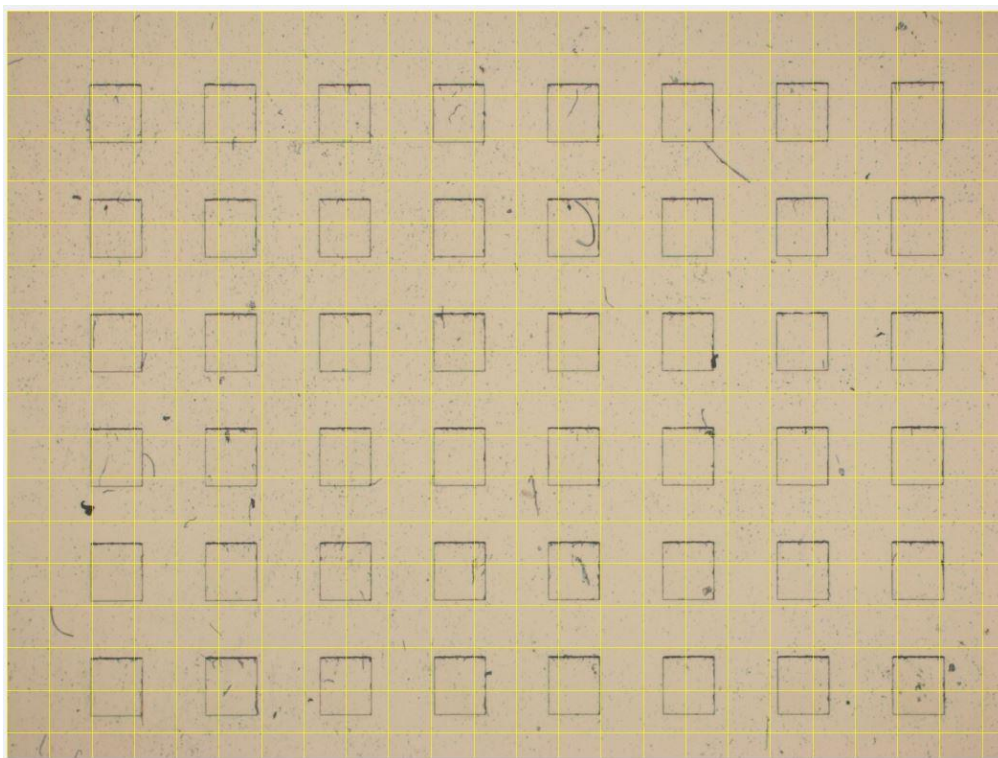
a)



b)

Rys.16. Powierzchniowy wzorec chropowatości typ ACG (areal cross grating) firmy Rubert: a) wykres stereometryczny, b) krzywa udziału materiałowego

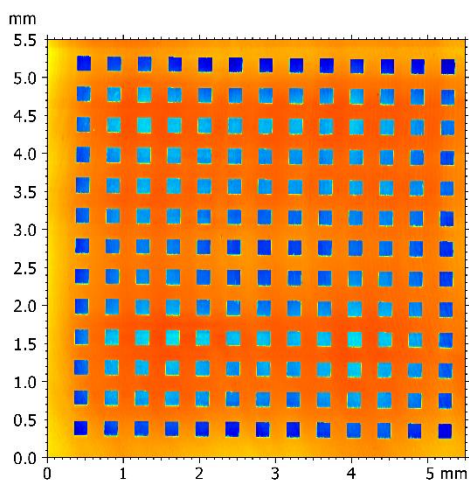
W celu uzyskania wartości odniesienia wykonano zdjęcia powierzchni wzorca, które posłużyły do oceny nieciągłości warstwy wierzchniej z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu, która stanowiła metodę odniesienia dla prowadzonych badań. Zdjęcia wykonano na metalograficznym mikroskopie świetlnym AxioObserver Z1m firmy Zeiss z powiększeniem 50x. Wszystkie obrazy powierzchni i pomiary topografii wykonano na tych samych obszarach próbek. Umożliwiło to porównanie otrzymanych wyników. W badaniach siatka umożliwiająca obliczenie udziału fazy (w tym przypadku nieciągłości warstwy wierzchniej) z zastosowaniem metody punktów rozłożonych systematycznie została przyłożona czterokrotnie, ponieważ jednemu zmierzonemu obszarowi odpowiadały cztery obrazy powierzchni. Przykładowe zdjęcie powierzchni, wykonane mikroskopem świetlnym (powiększenie 50x) z nałożoną siatką przedstawiono na rysunku 17.



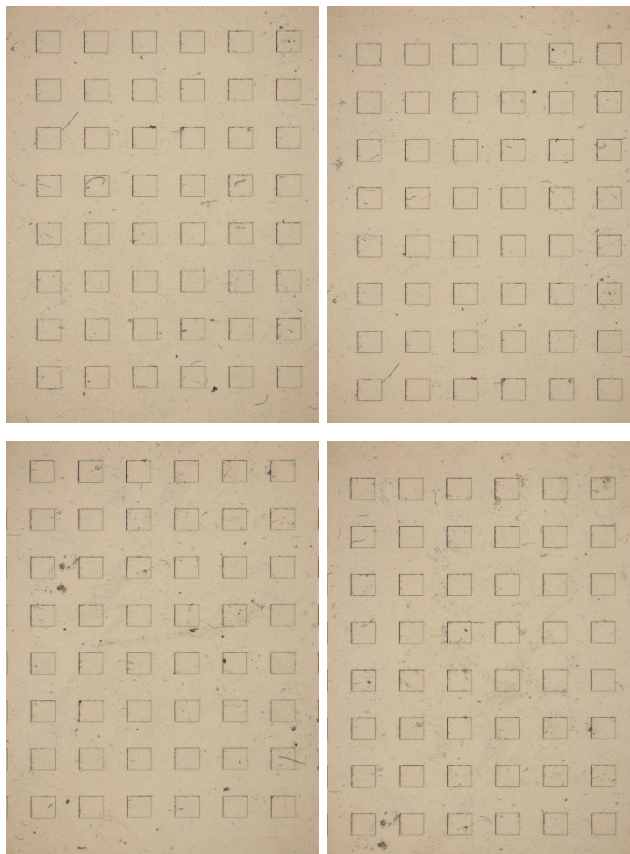
Rys.17. Zdjęcie powierzchni wzorca chropowatości (powiększenie 50x), wykonane mikroskopem świetlnym AxioObserver Z1m, z nałożoną siatką

Rysunek 18 przedstawia mapę warstwicową oraz zdjęcia powierzchni wzorca chropowatości wykonane mikroskopem świetlnym. Dla obu metod widać charakterystyczne dla wzorca wgłębienia. Na mapie warstwicowej (rys.18a) są one oznaczone kolorem niebieskim. Natomiast na zdjęciach powierzchni są one widoczne w postaci małych kwadratów (rys.18b). Wyraźnie widać, że obrazy uzyskane obiema metodami są do siebie bardzo podobne.

a)



b)



Rys.18. Powierzchniowy wzorec chropowatości: a) mapa warstwiczna (Altisurf 520), b) zdjęcia powierzchni (AxioObserver Z1m, powiększenie 50x)

Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej silnie powiązanych z porowatością otwartą, dla powierzchniowego wzorca chropowatości obliczono zgodnie ze wzorem:

$$NM = \frac{V_v}{S_v} \quad (3.1)$$

gdzie: NM – nowa metoda obliczania objętości nieciągłości warstwy wierzchniej [mm^3/mm^3], V_v – objętość pustek dla danego udziału materiałowego [mm^3/mm^2], S_v – maksymalna wysokość dołu powierzchni [mm].

Wyniki obliczeń objętości nieciągłości powierzchni warstwy wierzchniej przedstawiono w tabeli 7. Obliczono objętości pustek (V_v) dla zakresu udziału materiałowego od 5% do 50% ze skokiem co 5%. Wyniki obliczeń porównano do wartości odniesienia uzyskanej z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu. Kolorem czerwonym oznaczono wyniki najbardziej zbliżone do wartości odniesienia.

Tabela 7. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej powierzchniowego wzorca chropowatości (Rubert); wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – nowa metoda obliczania nieciągłości powierzchni warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm ³ /mm ³]	NM – średnia [mm ³ /mm ³]	NM – odchylenie standardowe [mm ³ /mm ³]
50%	0,225	0,189	0,004
45%		0,195	0,004
40%		0,200	0,004
35%		0,206	0,003
30%		0,211	0,003
25%		0,217	0,003
20%		0,223	0,003
15%		0,230	0,003
10%		0,238	0,004
5%		0,249	0,005

3.4. Analiza spieków metodą SPS

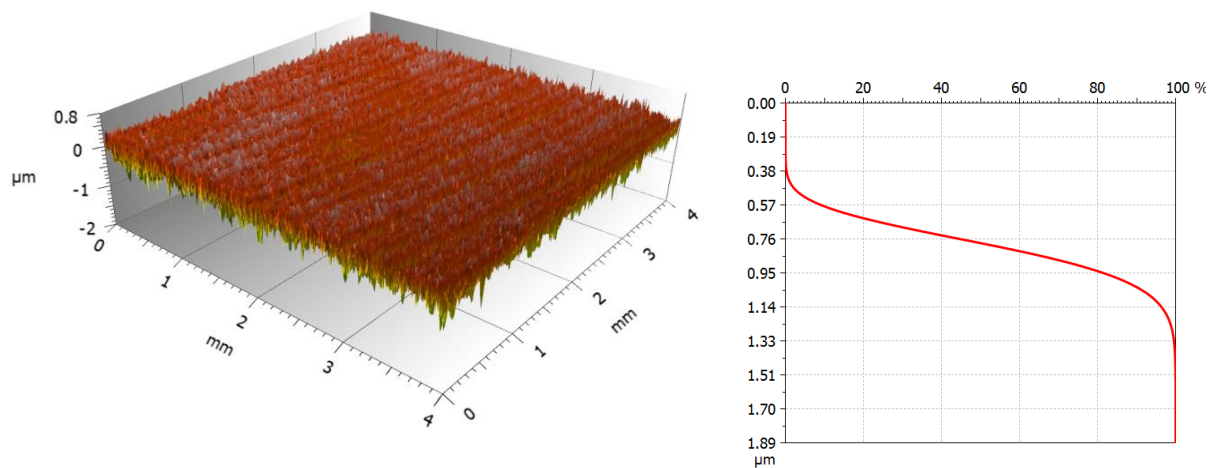
Przykładowe wyniki pomiaru topografii powierzchni próbek spieczonych z zastosowaniem metody spiekania iskrą elektryczną SPS (wykresy stereometryczne oraz krzywe udziału materiałowego) dla których uzyskano porowatość otwartą w zakresie od 0,02% do 22,88% (metoda Archimedes), z zastosowaniem metody profilowania konfokalnego oraz metody stykowej przedstawiono na rysunkach:

- próbki Al₂O₃ (prod. Taimei) – metoda optyczna rysunek 19, metoda stykowa rysunek 20
- próbki Zr (dystr. BIMO) – metoda optyczna rysunek 21, metoda stykowa rysunek 22.

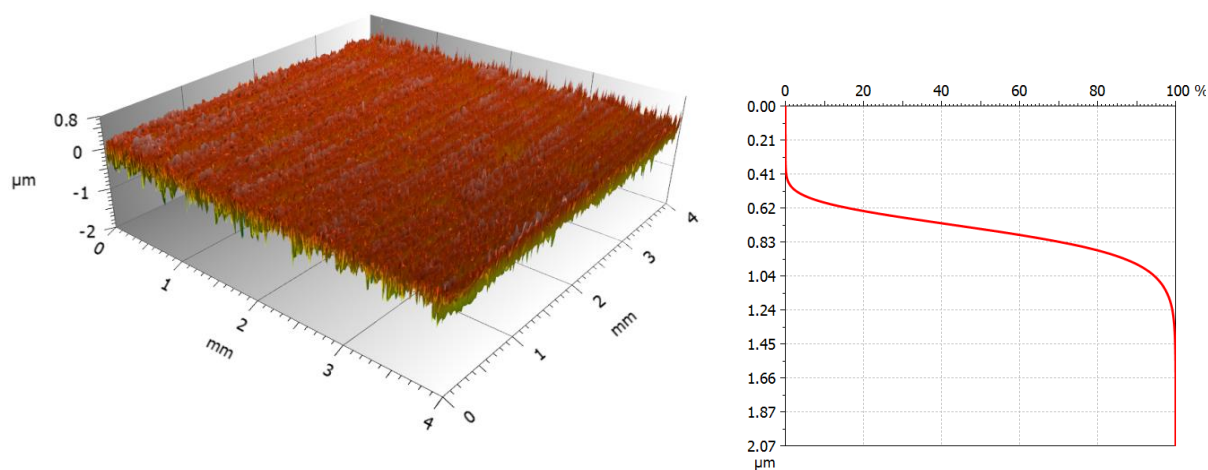
Rysunki 19-22 pokazują, że dla próbek Al₂O₃ (prod. Taimei) oraz Zr (dystr. BIMO) nie udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej. Na wykresach stereometrycznych nie widać niskich wgłębień oznaczonych odcieniami koloru niebieskiego i czarnego. Natomiast przebieg krzywej udziału materiałowego znajduje się mniej więcej po środku wykresu, co świadczy o tym, że powierzchnia zmierzona jest symetryczna, czyli wysokość zarejestrowanych wzniesień w przybliżeniu odpowiada głębokości wgłębień. Zarejestrowanie nieciągłości w warstwie wierzchniej nie było możliwe najprawdopodobniej z powodu zbyt

małej porowatości otwartej – poniżej 1% (pomiar metodą Archimedes) – lub małej wielkości cząstek proszków zastosowanych do spiekania.

a)

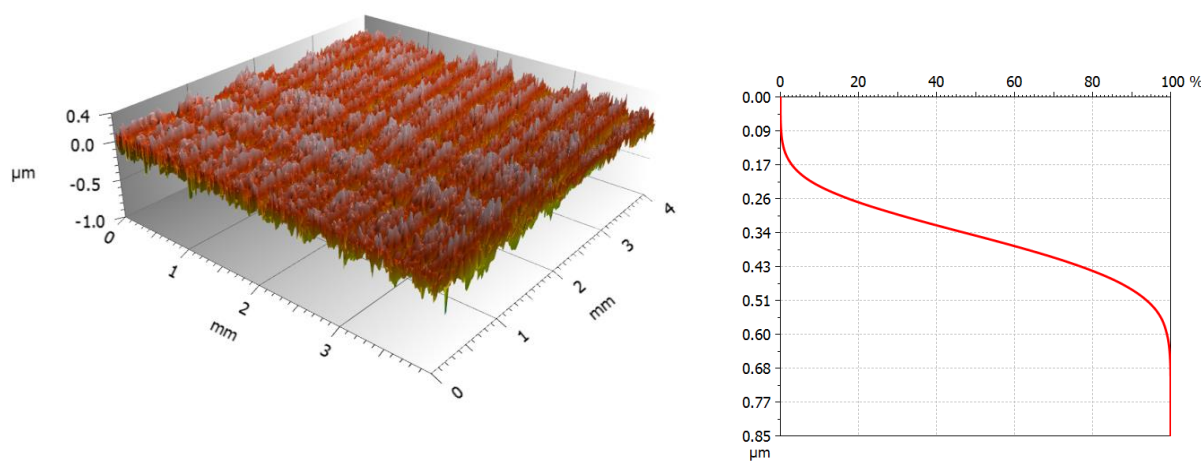


b)

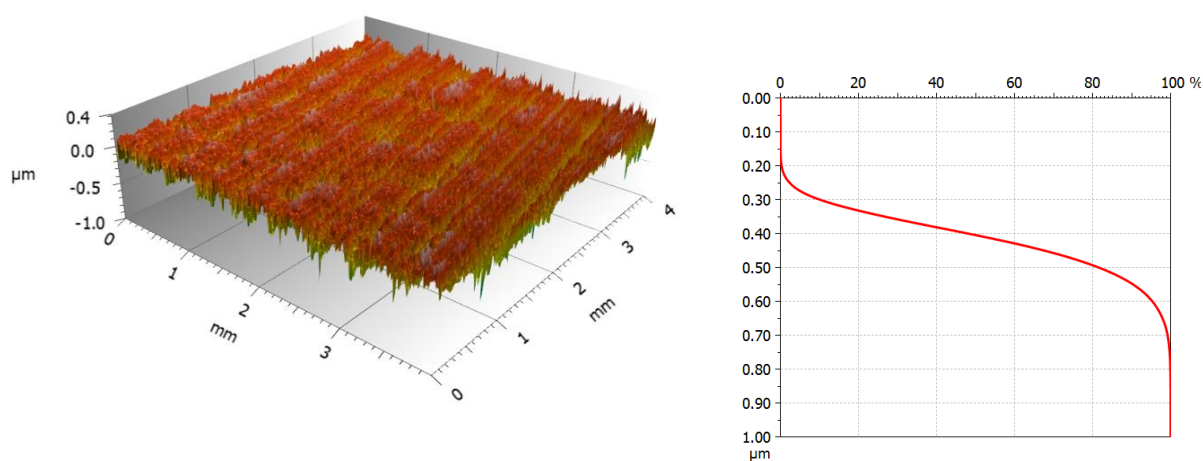


Rys.19. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody optycznej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Al_2O_3 (prod. Taimei), wielkość ziarna – $0,1 \mu\text{m}$: a) temp. spiekania 1300°C , czas spiekania 10 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,02%, b) temp. spiekania 1300°C , czas spiekania 10 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,01%

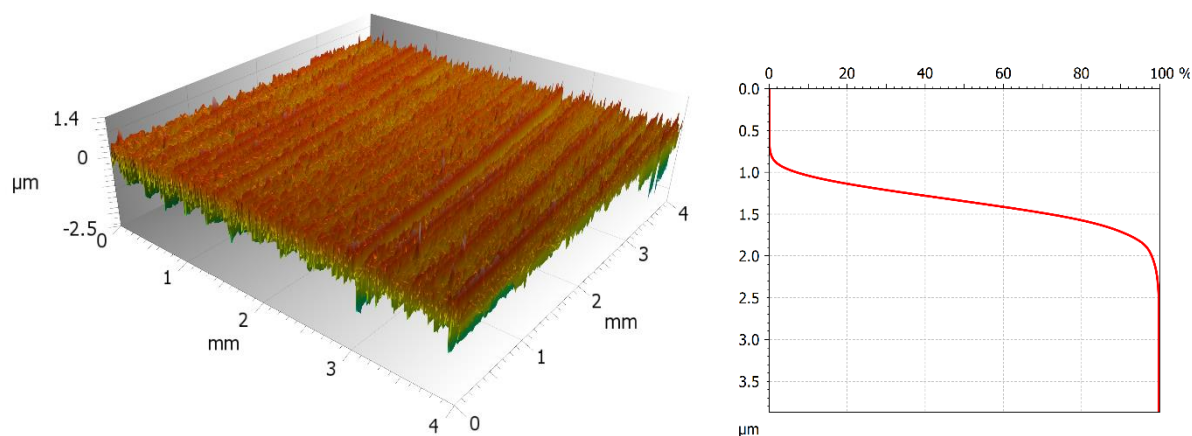
a)



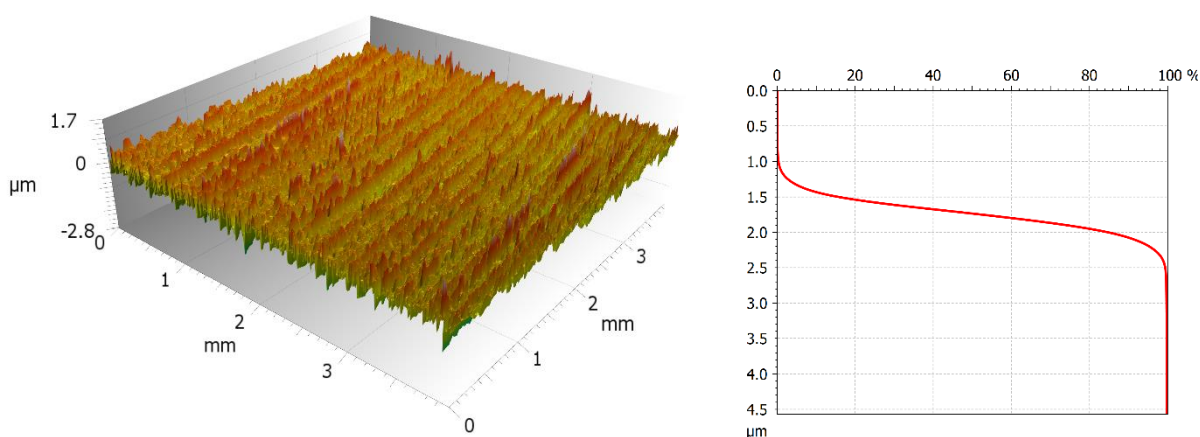
b)



Rys.20. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody stykowej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Al_2O_3 (prod. Taimei), wielkość ziarna – $0,1 \mu\text{m}$:
a) temp. spiekania 1300°C , czas spiekania 10 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,02%, b) temp. spiekania 1300°C , czas spiekania 10 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,01%



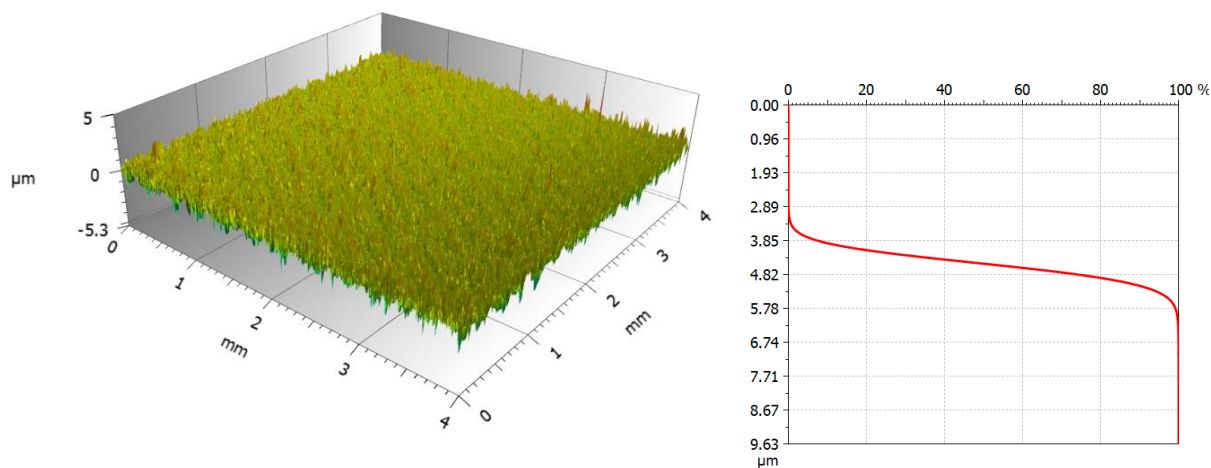
Rys.21. Wyniki pomiarów chropowatości (wykres 3D oraz krzywa udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody optycznej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Zr (dystr. BIMO), wielkość ziarna – 60 μm , temp. spiekania 1100°C, czas spiekania 1 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,02%



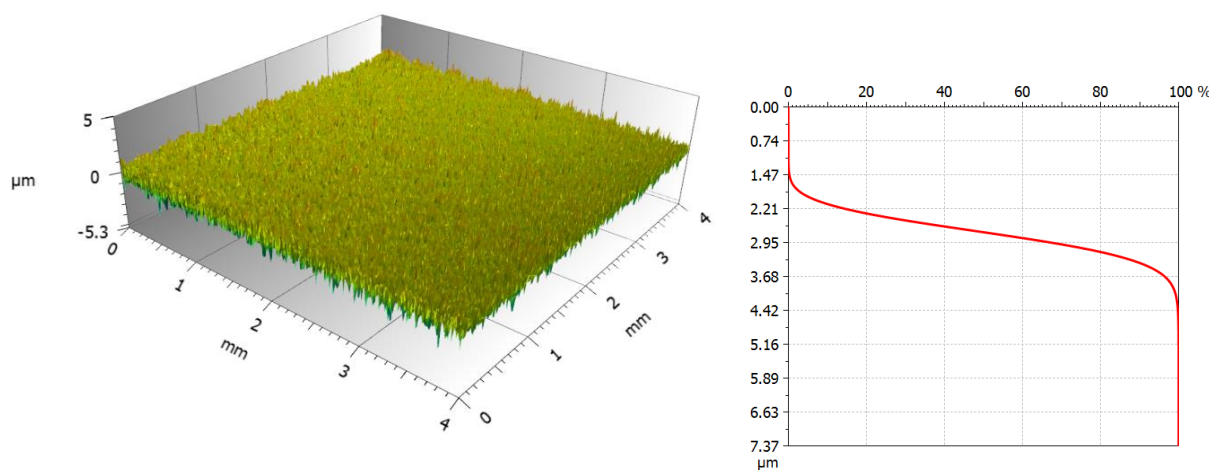
Rys.22. Wyniki pomiarów chropowatości (wykres 3D oraz krzywa udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody stykowej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Zr (dystr. BIMO), wielkość ziarna 60 μm , temp. spiekania 1100°C, czas spiekania 1 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 0,02%

Biorąc pod uwagę wyniki badań dla materiałów otrzymanych metodą SPS spieczono kolejne próbki z proszku Al_2O_3 (Almatis) o małej wielkości cząstek (2,5 μm), w celu uzyskania większej porowatości otwartej. Dla materiałów otrzymano wartości porowatości otwartej od 0,02% do 19,17%. Wykresy pomiaru topografii powierzchni oraz krzywe udziału materiałowego z zastosowaniem metody optycznej przedstawiono na rysunku 23, natomiast z zastosowaniem metody stykowej zamieszczono na rysunku 24.

a)

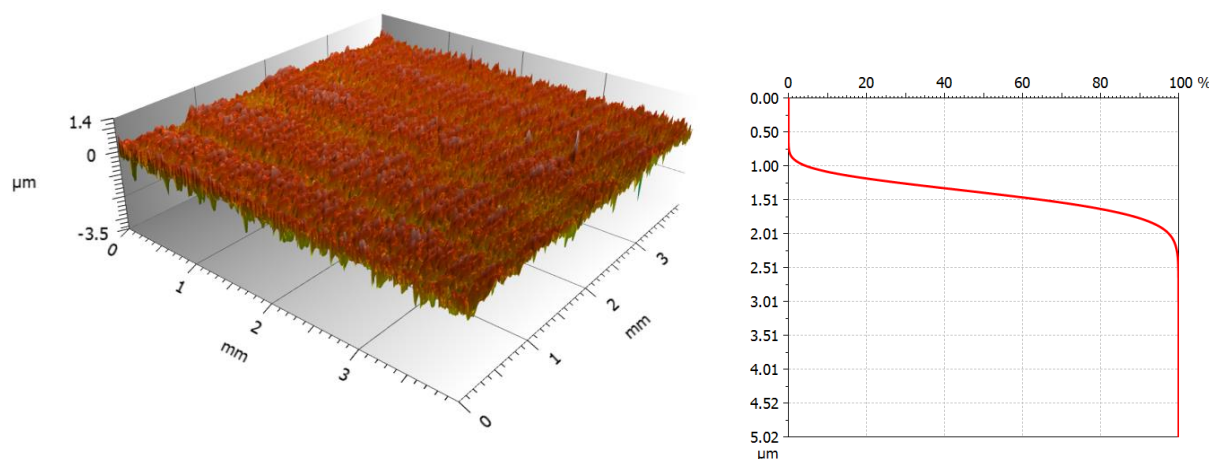


b)

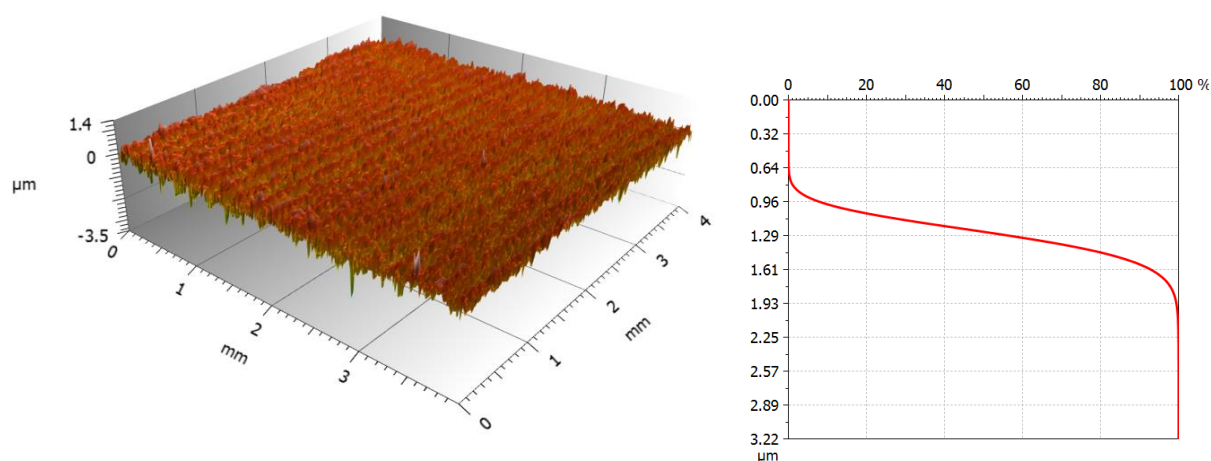


Rys.23. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) przeprowadzonych z zastosowaniem metody optycznej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Al_2O_3 (prod. Almatiss), wielkość ziarna – 2,5 μm : a) temp. spiekania 1300°C, czas spiekania 1 min, siła 48 MPa, porowatość otwarta 13,69%, b) temp. spiekania 1500°C, czas spiekania 1 min, siła 29 MPa, porowatość otwarta 7,06%

a)



b)

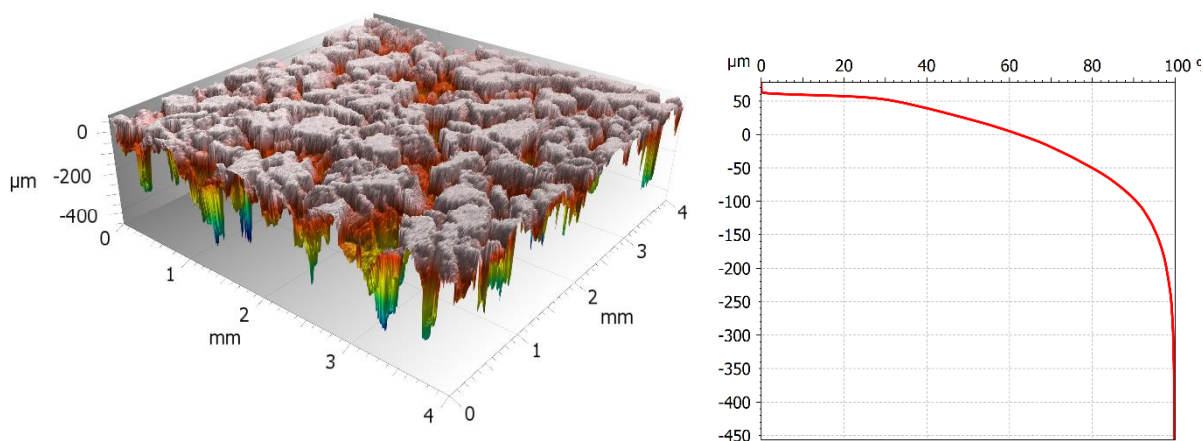


Rys.24. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) przeprowadzonych z zastosowaniem metody stykowej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Al_2O_3 (prod. Almatiss), wielkość ziarna – 2,5 μm : a) temp. spiekania 1300°C, czas spiekania 1 min, siła 48 MPa, porowatość otwarta 13,69%, b) temp. spiekania 1500°C, czas spiekania 1 min, siła 29 MPa, porowatość otwarta 7,06%

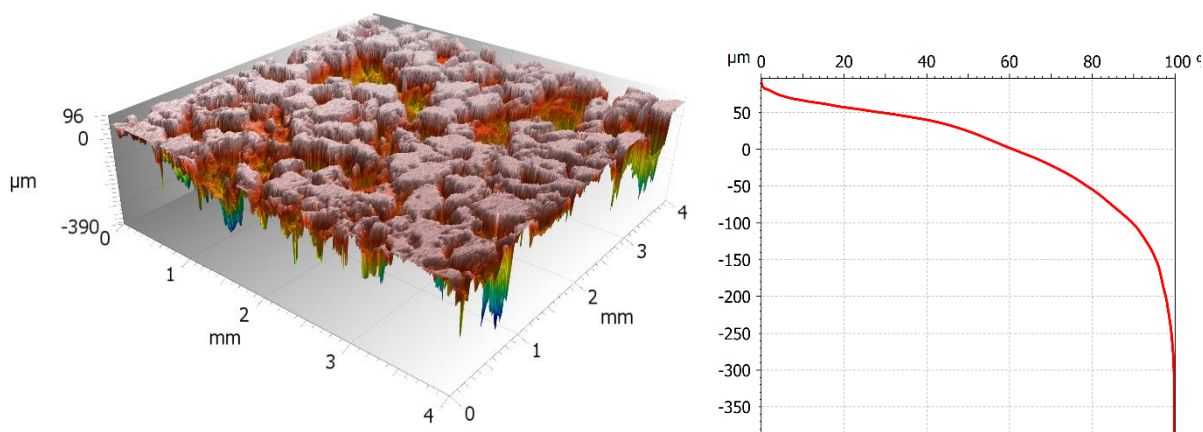
Podobnie jak dla próbek Al_2O_3 (rys. 19-20) oraz Zr (rys. 21-22) pomimo uzyskania większej porowatości otwartej, dla próbek Al_2O_3 otrzymanych z innego proszku (prod. Almatiss) nie udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej z powodu zbyt małej wielkości cząstek proszku zastosowanego do przygotowania próbek (rys. 23-24). Dlatego kolejne próbki wytworzono z proszków o większej wielkości cząstek – 400 μm Al_2O_3 (prod. Washington Mills) oraz 1 mm ZrO_2 (prod. Tosoh). Wyniki pomiarów struktury geometrycznej powierzchni próbek Al_2O_3 oraz ZrO_2 przedstawiono na rysunkach:

- pomiar z zastosowaniem metody optycznej – rysunek 25 i rysunek 27,
- pomiar z zastosowaniem metody stykowej – rysunek 28.

a)



b)



Rys.25. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody optycznej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku Al_2O_3 (proszek prod. Washington Mills), wielkość ziarna – 400 μm : a) temp. spiekania 1500°C, czas spiekania 5 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 22,9%, b) temp. spiekania 1600°C, czas spiekania 5 min, siła 35 MPa, porowatość otwarta 22,6%

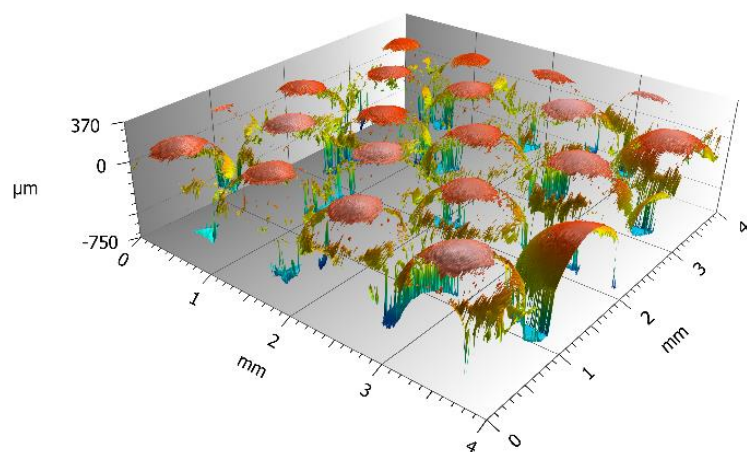
Wykresy pokazane na rysunku 25 pokazują, że pomiar topografii powierzchni próbek Al_2O_3 (prod. Washington Mills) umożliwił zarejestrowanie nieciągłości warstwy wierzchniej. Na wykresach 3D widać pojedyncze wgłębienia oznaczone kolorem niebiesko-czarnym. Przegięcia krzywych udziału materiałowego są wyraźnie przesunięte w górę, co świadczy o występujących na powierzchni niskich wgłębieniach. Pomimo tego dalsza analiza próbek nie była możliwa. Wyniki uzyskane z zastosowaniem metody optycznej cechowała duża ilość punktów niezmiernych w miejscach, gdzie potencjalnie mogły znajdować się nieciągłości warstwy wierzchniej. Punkty niezmierzone są skutkiem niewłaściwego załamania światła na powierzchni mierzonej próbki oraz odbiciem go w taki sposób, że nie powraca do czujnika pomiarowego. Natomiast dla wyników otrzymanych z zastosowaniem metody stykowej nie

było możliwe określenie wartości odniesienia. Rysunek 26 przedstawia przykładowe zdjęcie powierzchni próbki Al_2O_3 zarejestrowane z użyciem mikroskopu świetlnego przy powiększeniu 50x. Na fotografii nie da się jednoznacznie określić, które obszary stanowią nieciągłość warstwy wierzchniej, a co za tym idzie nie jest możliwe obliczenie porowatości otwartej z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu.

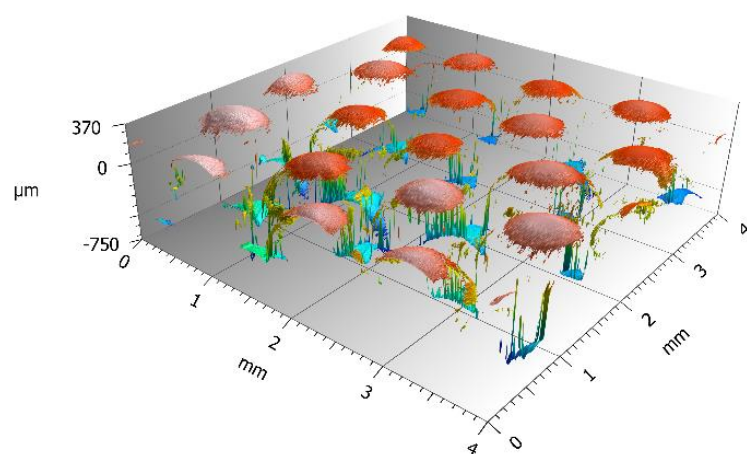


Rys.26. Zdjęcie powierzchni próbki Al_2O_3 (prod. Washington Mills) wykonane mikroskopem świetlnym AxioObserver Z1m, powiększenie 50x.

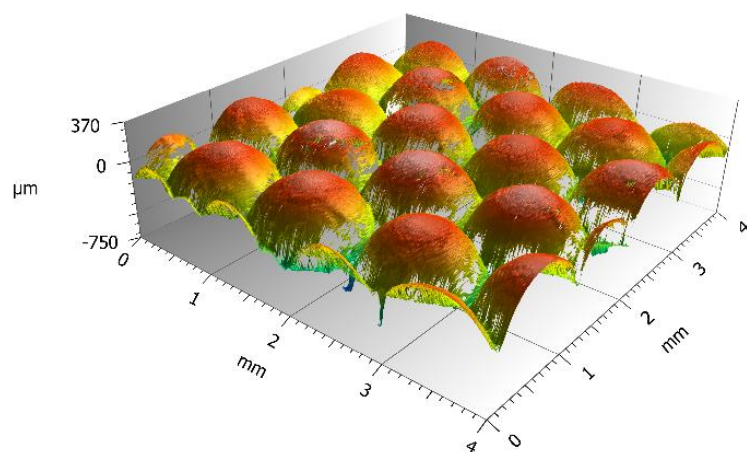
Podobne rezultaty uzyskano dla próbek ZrO_2 . Wyniki pomiarów topografii powierzchni z zastosowaniem metody optycznej cechują się bardzo dużą liczbą punktów niezmiernych (rys. 27), a dla wyników otrzymanych metodą stykową nie było możliwe wyznaczenie wartości odniesienia. Przykładowe zdjęcie powierzchni (powiększenie 50x) próbki ZrO_2 przedstawiono na rysunku 29. Dodatkowo podczas pomiarów metodą stykową, końcówka pomiarowa profilometru klinowała się we wgłębieniach (rys. 28b), co finalnie doprowadziło do uszkodzenia głowicy pomiarowej. Z tego powodu pozostałe pomiary struktury geometrycznej powierzchni wykonano wyłącznie z zastosowaniem metody optycznej.



a)

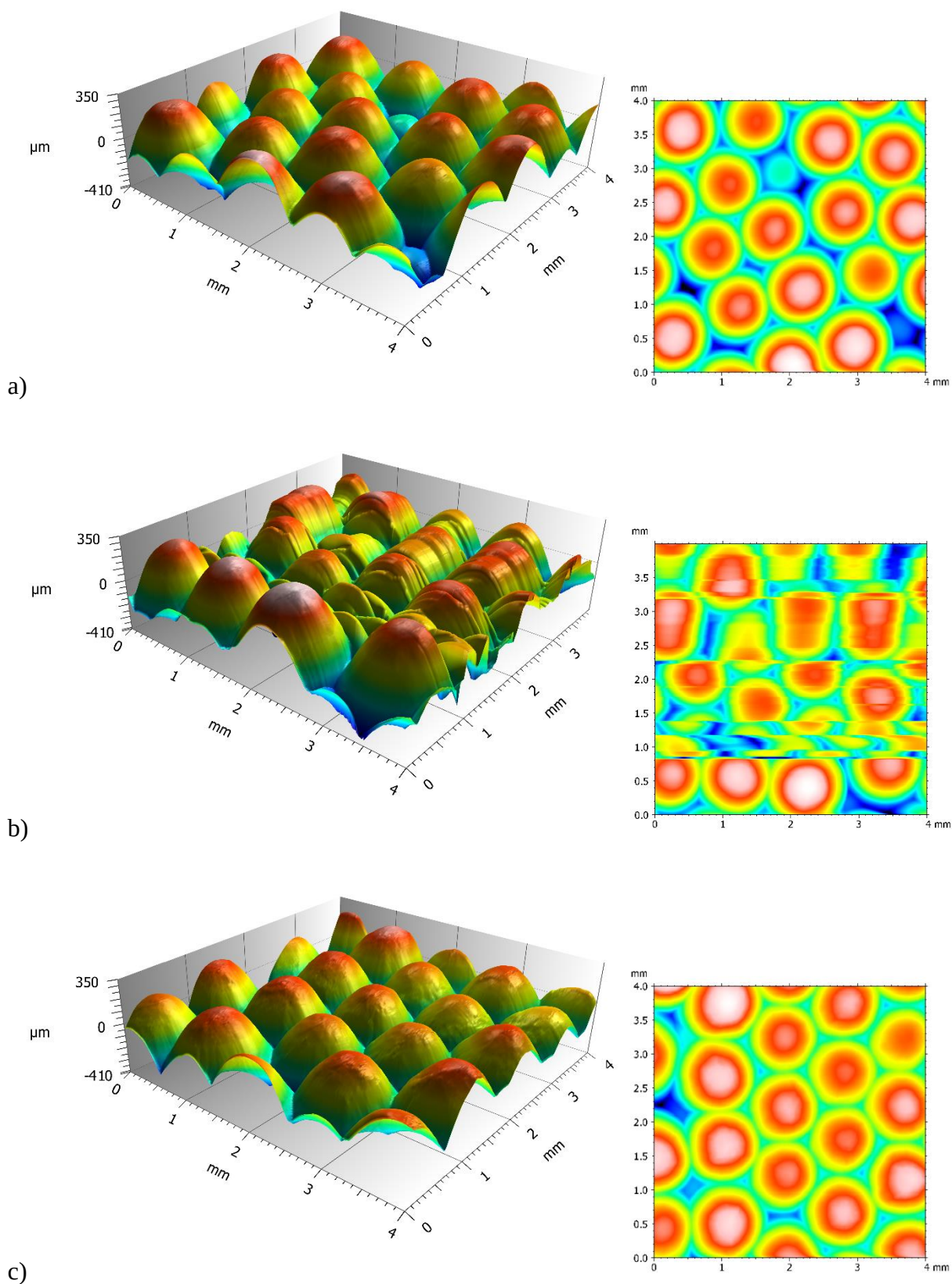


b)

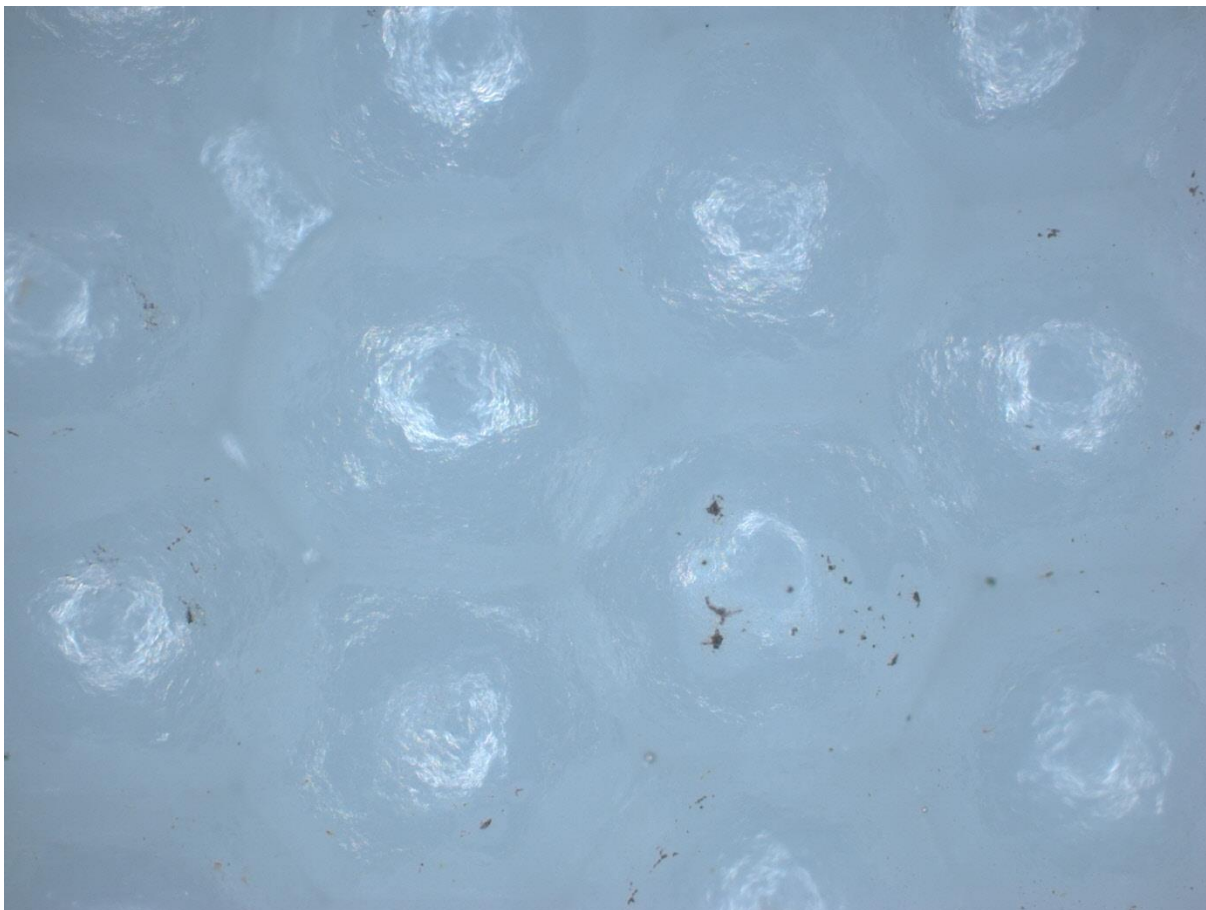


c)

Rys.27. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody optycznej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku ZrO_2 (prod. Tosoh), wielkość ziarna – 1 mm:
a) temp. spiekania 1350°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 8,59%, b) temp. spiekania 1400°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 7,80%, c) temp. spiekania 1450°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 2,75%



Rys.28. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz mapy warstwiczne) – z zastosowaniem metody stykowej – próbek spieczonych metodą SPS z proszku ZrO_2 (prod. Tosoh), wielkość ziarna – 1 mm:
a) temp. spiekania 1350°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 8,59%, b) temp. spiekania 1400°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 7,80%, c) temp. spiekania 1450°C , czas spiekania 10 min, siła 16 MPa, porowatość otwarta 2,75%

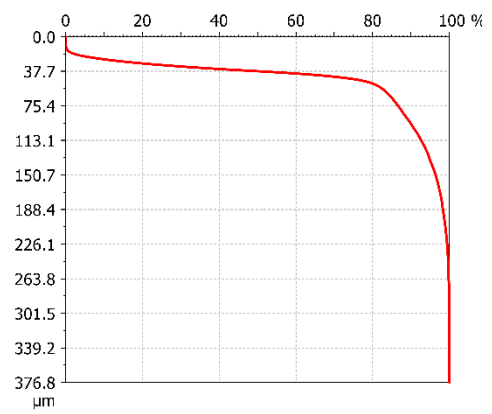
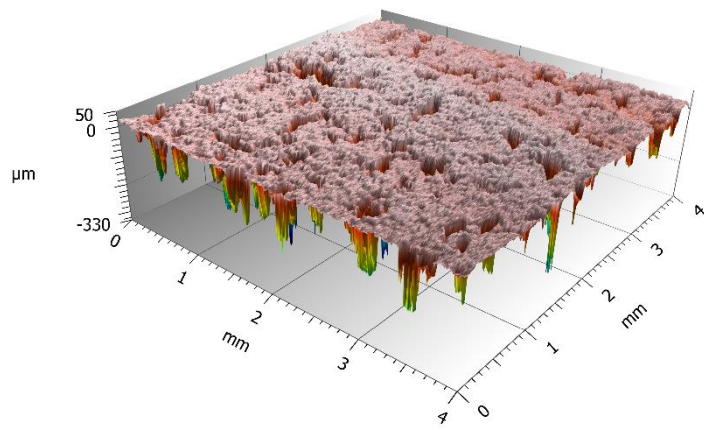


Rys.29. Zdjęcie powierzchni próbki ZrO_2 (z proszku prod. Tosoh) wykonane mikroskopem świetlnym AxioObserver Z1m, powiększenie 50x.

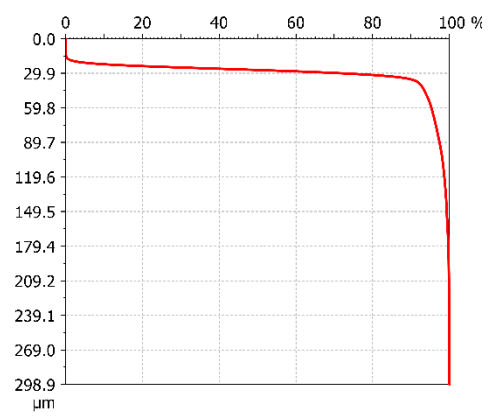
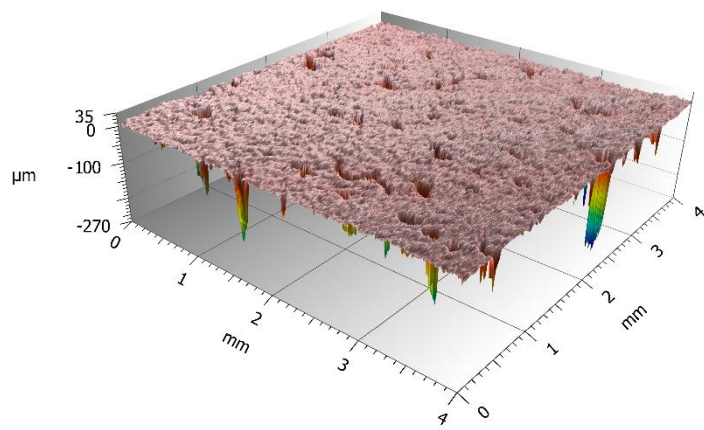
3.5. Analiza spieków metodą SLS/SLM

Przykładowe wyniki pomiaru topografii powierzchni próbek spieczonych z zastosowaniem metody selektywnego spiekania laserowego SLS/SLM przedstawiono na rysunku 30. Można zauważyć, że w przeciwieństwie do próbek spiekanych iskrą elektryczną (SPS) udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej. Dla każdej badanej próbki, na wykresach stereometrycznych 3D wyraźnie widać niskie wgłębienia. Natomiast przegięcia krzywych udziału materiałowego są znacząco przesunięte w górę, co również potwierdza obecność niskich wgłębień na powierzchniach próbek.

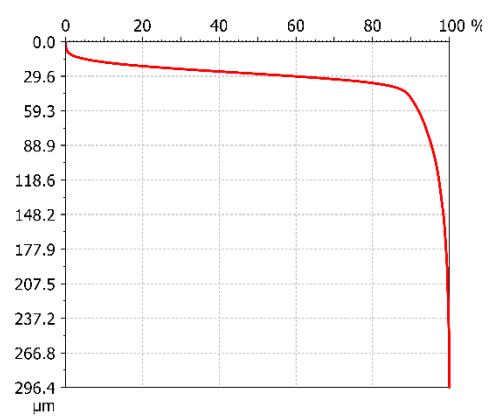
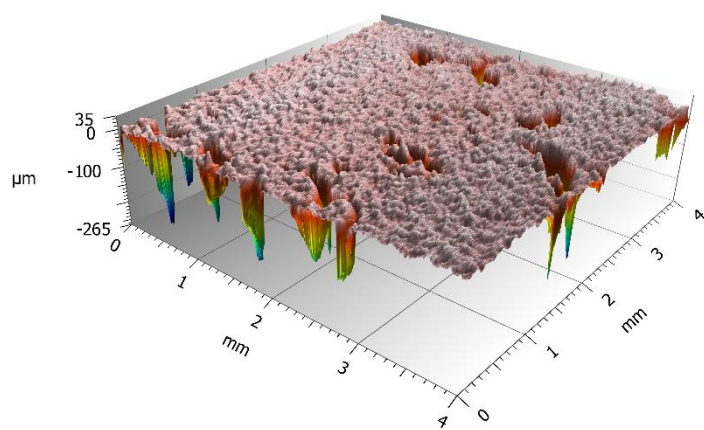
a)



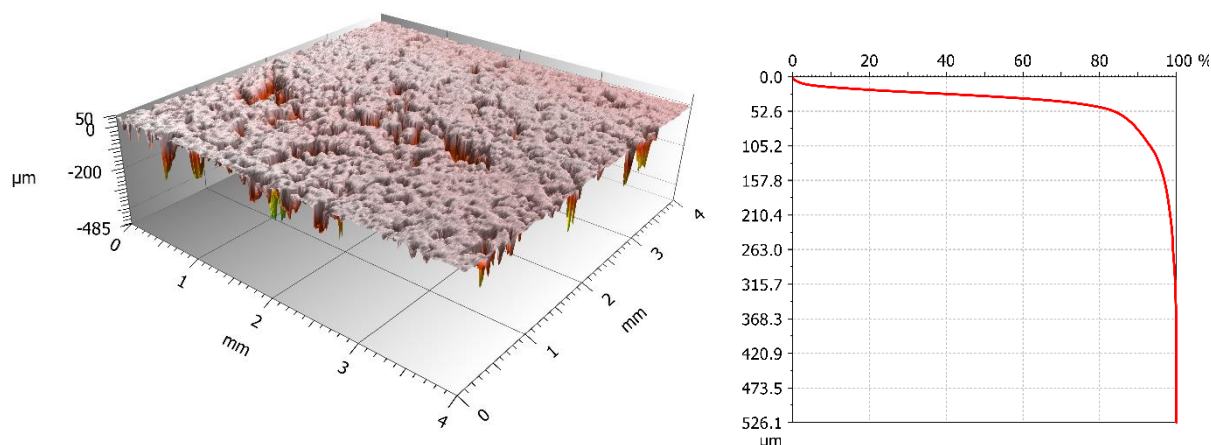
b)



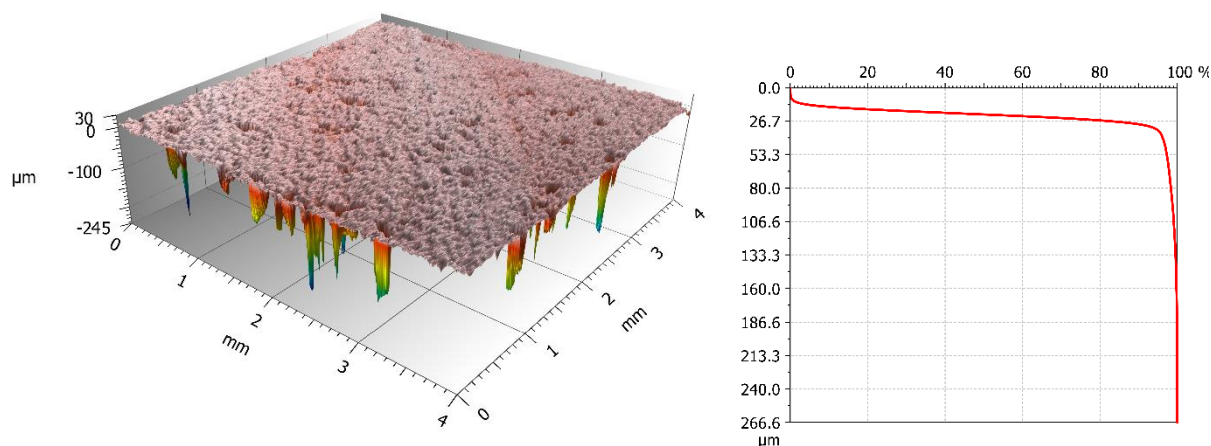
c)



d)



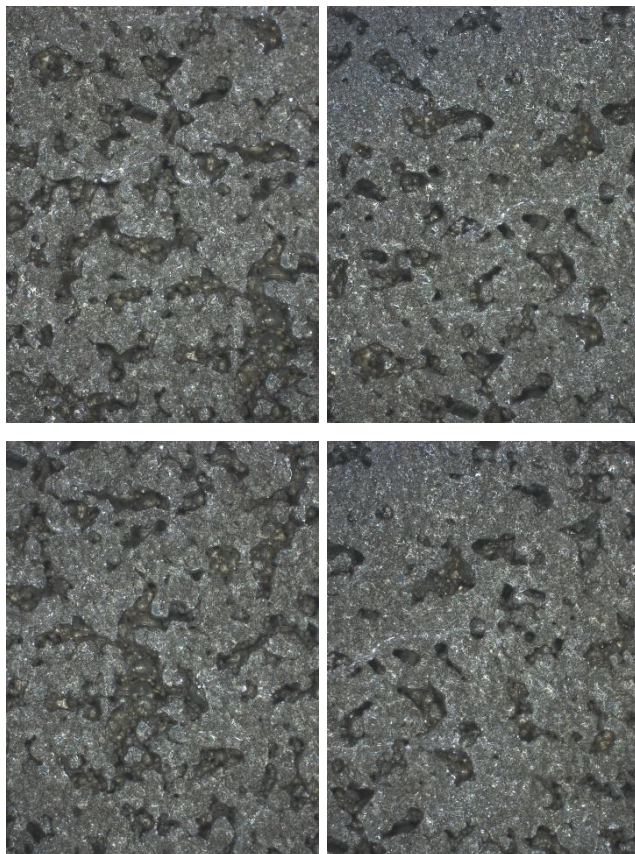
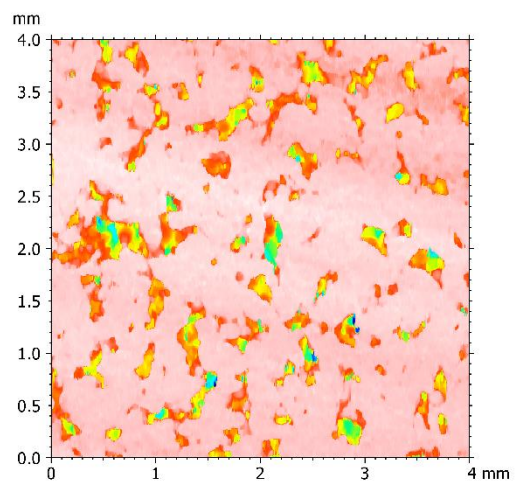
e)



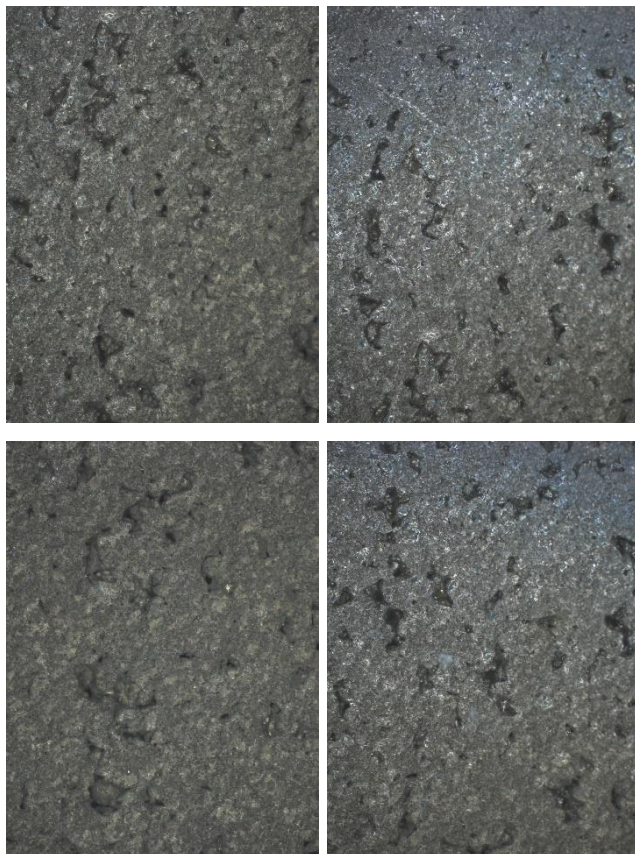
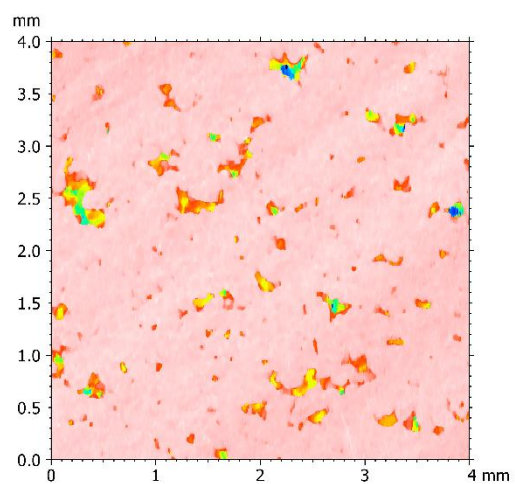
Rys.30. Wyniki pomiarów chropowatości (wykresy 3D oraz krzywe udziału materiałowego) – z zastosowaniem metody stykowej – próbek spieczonych metodą SLS/SLM z proszków: a) 316L-P, b) 316L-S, c) AlSi10Mg, d) brąz DM20, e) Ti-6Al-4V

W celu wyznaczenia wartości odniesienia dla próbek spiekanych z zastosowaniem metody SLS/SLM, na mikroskopie świetlnym AxioObserver Z1m firmy Zeiss zarejestrowano powierzchnie badanych próbek, z powiększeniem 50x. Analizie poddano ten sam obszar, który zmierzono profilometrem. Dla każdej próbki wykonano 4 zdjęcia, tak aby wielkość obszaru odpowiadała wielkością obszarowi pomiaru chropowatości powierzchni. Zdjęcia powierzchni badanych próbek w zestawieniu z mapami warstwicowymi przedstawiono na rysunku 31. Pokazują one, że zarówno z zastosowaniem profilometru optycznego, jak i mikroskopu świetlnego, udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej badanych próbek. Dla każdej analizowanej powierzchni można zauważyć, że kształt oraz rozmieszczenie zmierzonych z zastosowaniem metody profilowania konfokalnego nieciągłości odpowiada kształtowi i rozmieszczeniu nieciągłości zarejestrowanych z użyciem mikroskopu świetlnego.

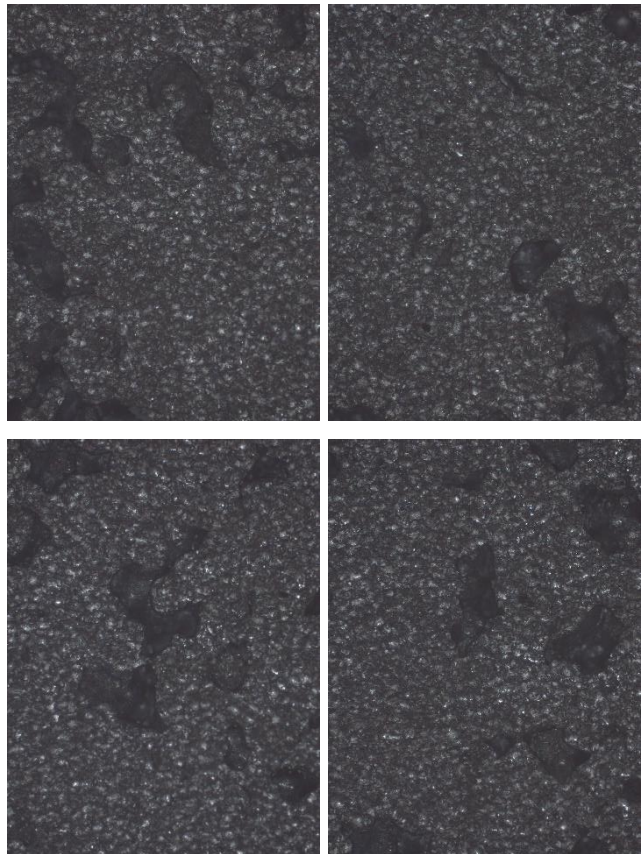
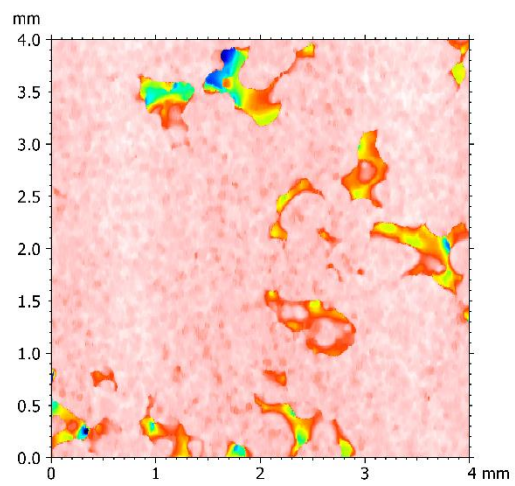
a)



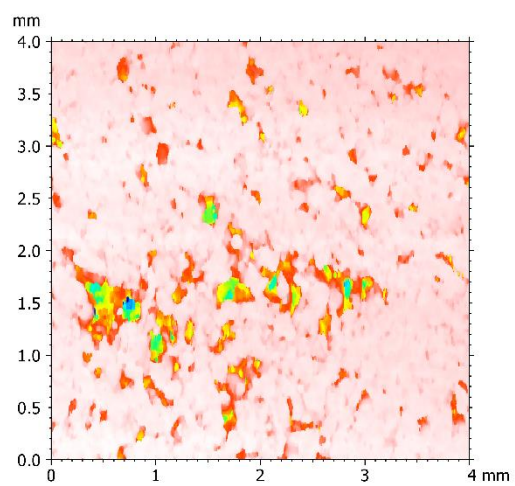
b)



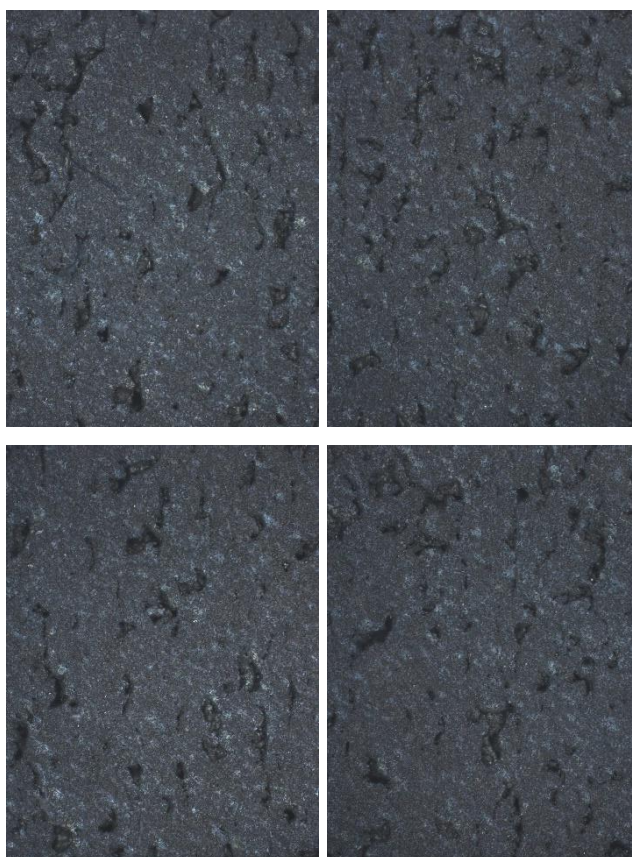
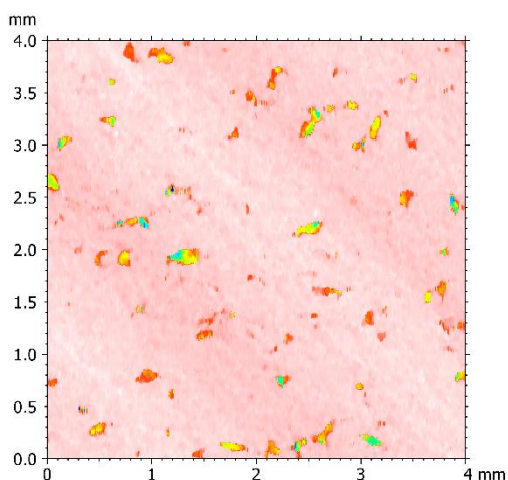
c)



d)



e)



Rys.31. Mapy warstwowe (Altisurf 520) oraz zdjęcia powierzchni (AxioObserver Z1m, powiększenie 50x) próbek wytworzonych z zastosowaniem SLS/SLM: a) stal 316L-P (próbka wytworzona w orientacji pionowej), b) stal 316L-S (próbka wytworzona pod kątem 45°), c) stop aluminium – AlSi10Mg, d) brąz DM20, e) stop tytanu Ti-6Al-4V

Ponieważ wgłębienia w próbkach spiekanych z zastosowaniem metody SLS/SLM mają różną głębokość, w przeciwieństwie do powierzchniowego wzorca chropowatości analizowanego w podrozdziale 3.3, w celu obliczenia objętości nieciągłości warstwy wierzchniej konieczne było zmodyfikowanie równania (3.2). Maksymalna głębokość wgłębienia powierzchni (S_v) została zastąpiona maksymalną głębokością wgłębienia profili (P_v). Parametr ten opisuje uśrednioną wartość wgłębień w spiekanej próbce. Zmodyfikowane równanie przedstawiono poniżej:

$$NM = \frac{V_v}{P_v} \quad (3.2)$$

gdzie: NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm^3/mm^3], Vv – objętość pustek dla danego udziału materiałowego [mm^3/mm^2], Pv – maksymalna głębokość wgłębienia profilu niefiltrowanego [mm].

Zestawienie wyników objętości nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle związanej z porowatością otwartą dla próbek wytworzonych z zastosowaniem metody selektywnego spiekania laserowego (SLS/SLM) przedstawiono w tabelach 8-12. Podobnie jak dla powierzchniowego wzorca chropowatości wykonano obliczenia objętości pustek (Vv) dla zakresu udziału materiałowego od 5% do 50% ze skokiem co 5%. Wyniki obliczeń porównano do wartości odniesienia uzyskanej z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu. Jako optymalny udział materiału do obliczenia parametru Vv określono 10%, na podstawie analizy otrzymanych wyników (tebele 8-12).

Tabela 8. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej stali 316L-P (próbka wytworzona w orientacji pionowej); wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm^3/mm^3]	NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm^3/mm^3]	NM – odchylenie standardowe [mm^3/mm^3]
50%	0,258	0,053	0,004
45%		0,052	0,012
40%		0,062	0,004
35%		0,068	0,003
30%		0,076	0,003
25%		0,085	0,002
20%		0,096	0,002
15%		0,108	0,003
10%		0,122	0,003
5%		0,140	0,002

Tabela 9. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej stali 316L-S (próbka wytworzona pod kątem 45°), wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm ³ /mm ³]	NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm ³ /mm ³]	NM – odchylenie standardowe [mm ³ /mm ³]
50%	0,097	0,046	0,0001
45%		0,048	0,0002
40%		0,050	0,0002
35%		0,053	0,0002
30%		0,056	0,0002
25%		0,059	0,0002
20%		0,063	0,0002
15%		0,068	0,0002
10%		0,075	0,0003
5%		0,085	0,0003

Tabela 10. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej stopu aluminium AlSi10Mg, wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm ³ /mm ³]	NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm ³ /mm ³]	NM – odchylenie standardowe [mm ³ /mm ³]
50%	0,124	0,102	0,0001
45%		0,107	0,0001
40%		0,111	0,0001
35%		0,117	0,0001
30%		0,123	0,0001
25%		0,130	0,0001
20%		0,138	0,0001
15%		0,148	0,0001
10%		0,161	0,0001
5%		0,180	0,0001

Tabela 11. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej brązu DM20, wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm ³ /mm ³]	NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm ³ /mm ³]	NM – odchylenie standardowe [mm ³ /mm ³]
50%	0,120	0,075	0,0003
45%		0,080	0,0003
40%		0,084	0,0003
35%		0,089	0,0003
30%		0,094	0,0003
25%		0,100	0,0003
20%		0,107	0,0004
15%		0,113	0,0004
10%		0,122	0,0004
5%		0,134	0,0004

Tabela 12. Objętość nieciągłości warstwy wierzchniej stopu tytanu Ti₆Al₄V, wartość odniesienia – wynik uzyskany z zastosowaniem metody siatkowej, NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej

Udział materiału dla parametru Vv	Wartość odniesienia [mm ³ /mm ³]	NM – objętość nieciągłości warstwy wierzchniej [mm ³ /mm ³]	NM – odchylenie standardowe [mm ³ /mm ³]
50%	0,087	0,038	0,0003
45%		0,041	0,0004
40%		0,046	0,0004
35%		0,050	0,0004
30%		0,055	0,0005
25%		0,062	0,0005
20%		0,069	0,0006
15%		0,078	0,0006
10%		0,090	0,0007
5%		0,111	0,0008

Metodę zaproponowaną w pracy można zastosować do szybkiej oceny nieciągłości w wierzchniej warstwie materiałów. Nieciągłości te nie są bezpośrednio porowatością otwartą materiału w całej jego objętości, lecz są z nią bardzo ściśle powiązane. Metodę można stosować bezpośrednio po spiekaniu i po obróbce powierzchniowej. Jest to duża zaleta, ponieważ pozwala zaoszczędzić czas i jest bardzo prosta w wykonaniu w porównaniu do innych metod. Zakres chropowatości, jaki można zastosować w tej metodzie, zależy głównie od pionowego zakresu pomiaru użytego przyrządu pomiarowego. Ograniczeniem metody może być zbyt mała wielkość nieciągłości (niemożliwa do zarejestrowania profilometrem).

Poovanna Cheppudira Thimmaiah et al. [41], Asghar Shirania et al. [45] and D. Monceau et al. [49] zwracają szczególną uwagę na znaczenie łączenia w swoich badaniach analizy chropowatości i porowatości otwartej. Takie badania często zajmują dużo czasu. Opracowana metoda wyznaczania nieciągłości warstwy wierzchniej związanych z porowatością otwartą może znacznie skrócić czas badań. Przeprowadzone badania potwierdzają tezy stawiane przez B.S.M. Kretschmar i in. [43], że chropowatość powierzchni może wpływać na wartości porowatości otwartej. Wykazano, że na podstawie analizy parametrów chropowatości powierzchni można określić nieciągłości warstwy wierzchniej oraz – pośrednio – porowatość otwartą.

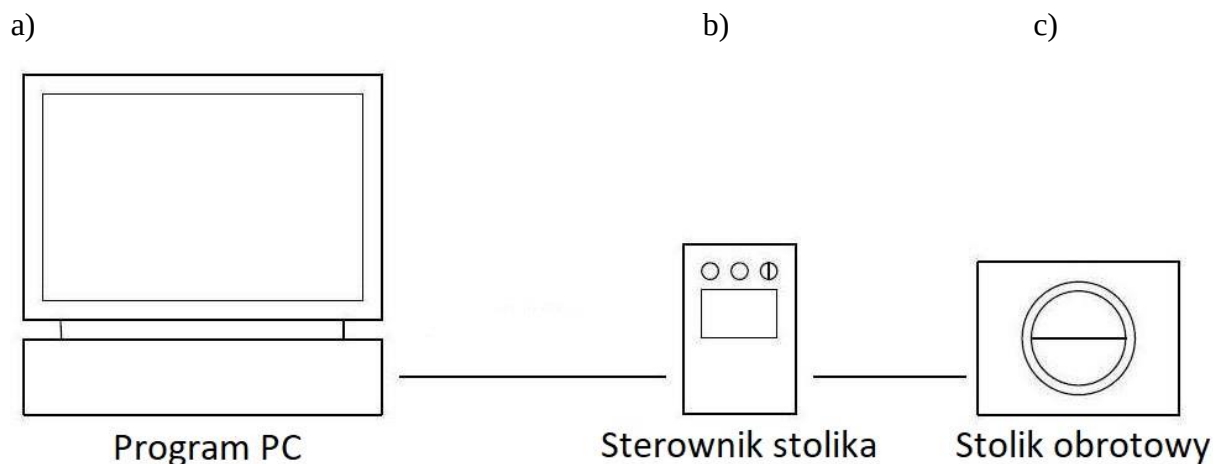
Najlepsze wyniki pomiarów nieciągłości warstwy wierzchniej otrzymano dla próbek metalicznych wytwarzanych z zastosowaniem metody selektywnego spiekania laserowego (SLS/SLM). Z powodzeniem zbadano próbki wytworzone z proszków o wielkości cząstek wynoszących od około 5 μm oraz porowatości otwartej (metoda Archimedesesa) wynoszącej około 2%. Dla próbek wytworzonych z zastosowaniem metody spiekania iskrą elektryczną (SPS) w większości przypadków nie udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej, bez względu na wielkość cząstek zastosowanych proszków oraz udział porowatości otwartej.

4. Metodyka pomiarów zużycia po testach tribologicznych

4.1. Specjalny stół pomiarowy

W celu poprawy dokładności oraz powtarzalności, a także zmniejszenia rozrzutu wyników pomiarów pola przekroju zużycia uzyskanego w testach tribologicznych z zastosowaniem metody ball-on-disc, wykonano specjalny stół pomiarowy oraz sprawdzono poprawność jego działania. Badania wykonane z zastosowaniem specjalnego stoika obrotowego powinny pozwolić na ulepszenie metodyki pomiarów zużycia po testach tribologicznych.

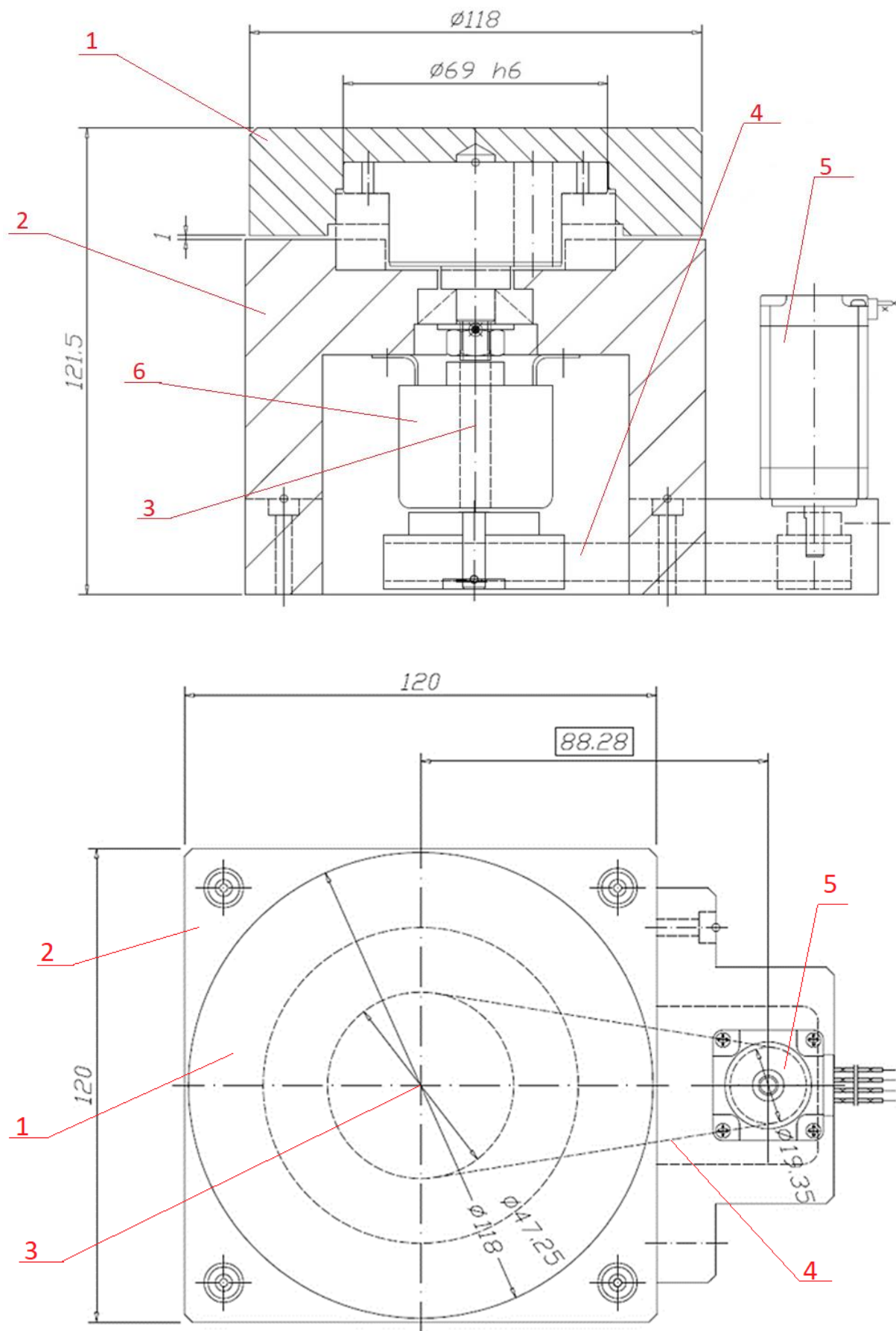
W systemach do pomiaru struktury geometrycznej powierzchni bardzo ważną rolę spełnia stół ustawczy posiadający kilka funkcji, takich jak pochylanie w dwóch prostopadłych płaszczyznach, przesuw precyzyjny wynoszący $\pm 12,5$ mm w dwóch kierunkach oraz obrót w osi pionowej stoika o kąt 15° . W celu poprawy metodyki pomiarów próbek po testach tribologicznych wykonano prototyp specjalnego stoika obrotowego umożliwiającego dokładne pozycjonowanie badanej próbki o zadany kąt. Stół obrotowy skonstruowano w formie nakładki mocowanej na płycie górnej stoika uchylnego. Schemat połączenia stoika obrotowego przedstawiono na rysunku 32. Komputer PC (rys. 33a), na którym zainstalowano dedykowane do obsługi stoika oprogramowanie, połączony jest ze sterownikiem przemysłowym PLC firmy Fatek z dotykowym panelem HMI (rys. 32b, rys. 34-8) umożliwiającym obsługę stoika bez konieczności włączania komputera. Programowalny sterownik logiczny – PLC (Programmable Logic Controller) – to programowalne urządzenie mikroprocesorowe, które poprzez swobodne zaprogramowanie może sterować i kontrolować dowolną instalacją przemysłową i automatyką. Podstawą każdego sterownika jest procesor, pamięć wewnętrzna, układ z wejściami i wyjściami cyfrowymi/dyskretnymi, zasilacz oraz opcjonalnie dodatkowe wejścia/wyjścia analogowe, moduły komunikacyjne, moduły specjalistyczne. Zasada działania sterowników przemysłowych polega na odczycie wartości z wejść cyfrowych lub analogowych, następnie na podstawie zebranych wartości na wykonaniu odpowiedniego algorytmu przez procesor i po wykonaniu algorytmu na wysterowaniu odpowiednich wyjść cyfrowych lub ustaleniu wartości na wyjściach analogowych. Sterowniki PLC mogą wykorzystywać komunikację MODBUS lub LAN. W wykonanym prototypie stoika obrotowego do komunikacji z urządzeniami zewnętrznymi zastosowano protokół MODBUS RTU RS485. Należy on do rodziny protokołów typu master (tylko jedno urządzenie) – slave (kilka urządzeń połączonych bezpośrednio z masterem), zapisujących dane w kodzie binarnym.



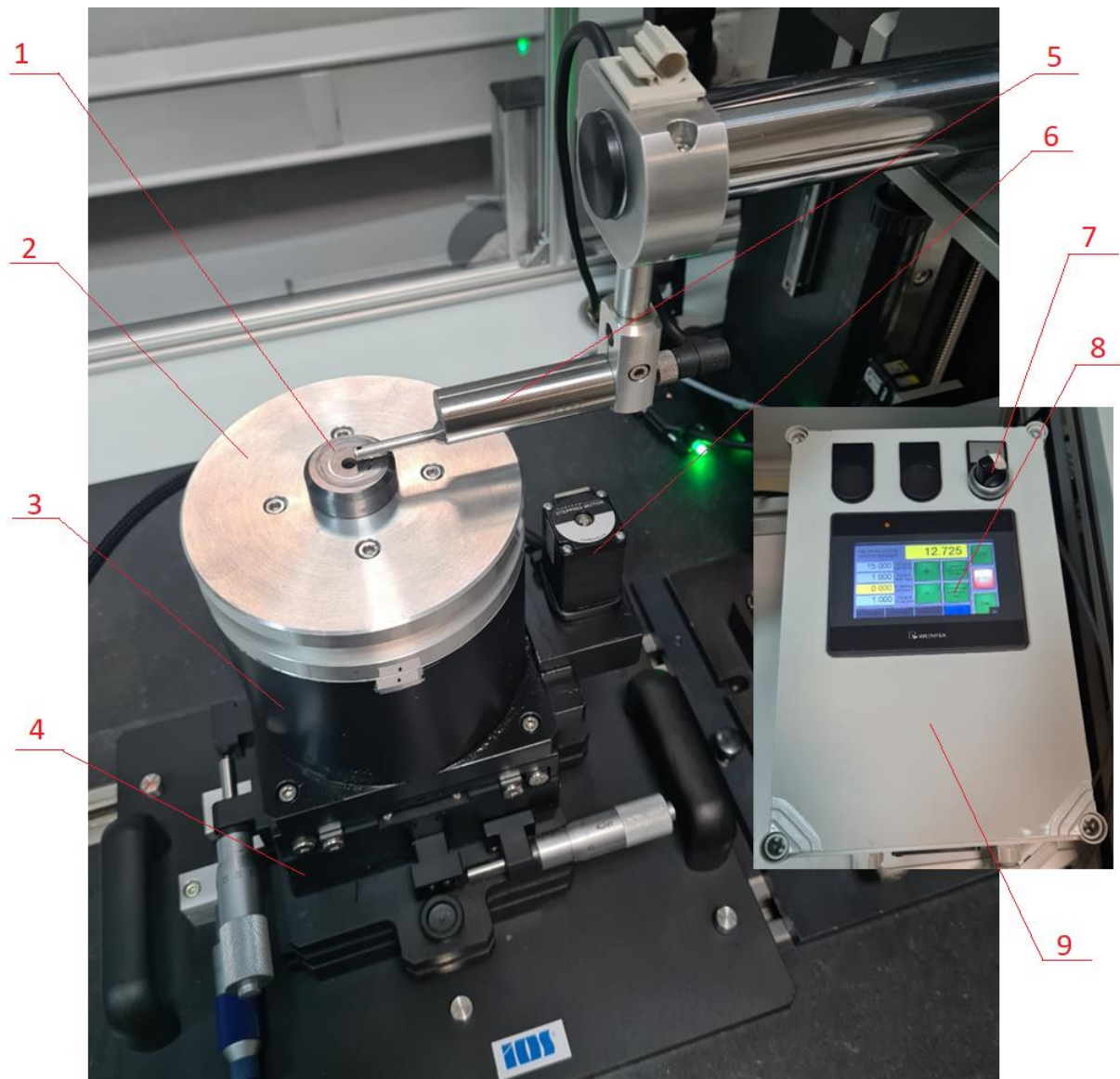
Rys.32. Schemat połączenia stolika obrotowego do pomiaru przekrojów śladu zużycia po testach tribologicznych: a) komputer z dedykowanym oprogramowaniem, b) sterownik Fatek, c) prototyp stolika obrotowego

W celu poprawy jakości pomiarów próbek po testach tribologicznych, wraz z zainstalowaniem stolika obrotowego, wprowadzono dodatkową oś zapewniającą obrót mierzonej próbki w zakresie 360° wzdłuż osi pionowej. Na rysunku 33 przedstawiono rozwiązanie konstrukcyjne stolika obrotowego. Ruch stolika realizowany jest za pomocą bipolarnego silnika krokowego Ezi-STEP BM-28L firmy Fastech (rys. 33-5, rys. 34-6). Silnik krokowy to rodzaj silnika elektrycznego, który obraca się w precyzyjny sposób o określony kąt za każdym razem, gdy tylko otrzyma impuls elektryczny. Silnik krokowy zapewnia w stoliku obrotowym płynną i równomierną pracę poprzez przekładnię zębatą pasową (rys. 33-4) napędzającą łożyskowaną oś stolika obrotowego (rys. 33-3), a co za tym idzie blat stolika (rys. 33-1, rys. 34-2). Wartość przemieszczenia kąтового kontroluje optoelektroniczny enkoder inkrementalny (przyrostowy) MHK-40 (WOBit) (rys. 33-6) umieszczony wewnątrz korpusu stolika (rys. 33-2, rys. 34-3), który zapewnia dokładność pozycjonowania oraz pracę w zamkniętej pętli. Enkoder przekształca ruch obrotowy stolika w sygnał elektryczny, który następnie zostaje odczytany w układzie sterowania (sterownik PLC, Fatek). Enkoder to rodzaj czujnika kontroli ruchu, który dostarcza informacje zwrotne do układu sterowania. Jego główny element stanowi tarcza kodowa przymocowana do wału, na której znajdują się przezroczyste i nieprzezroczyste pola. Światło generowane przez diodę LED oświetla tarczę i przechodzi lub jest przez nie zatrzymywane. Odbiornik (element optoelektroniczny) zamontowany z tyłu tarczy przekształca odbierane światło w sygnał elektryczny. Dzięki zastosowaniu enkodera możliwe jest dokładne określenie przemieszczenia kąтового oraz prędkości obrotowej skonstruowanego stolika. Przemieszczenie względem punktu początkowego wyznaczane jest poprzez zliczanie liczby impulsów. Natomiast prędkość poprzez iloraz liczby impulsów przez zmierzony przedział czasu. Liczba impulsów na jeden

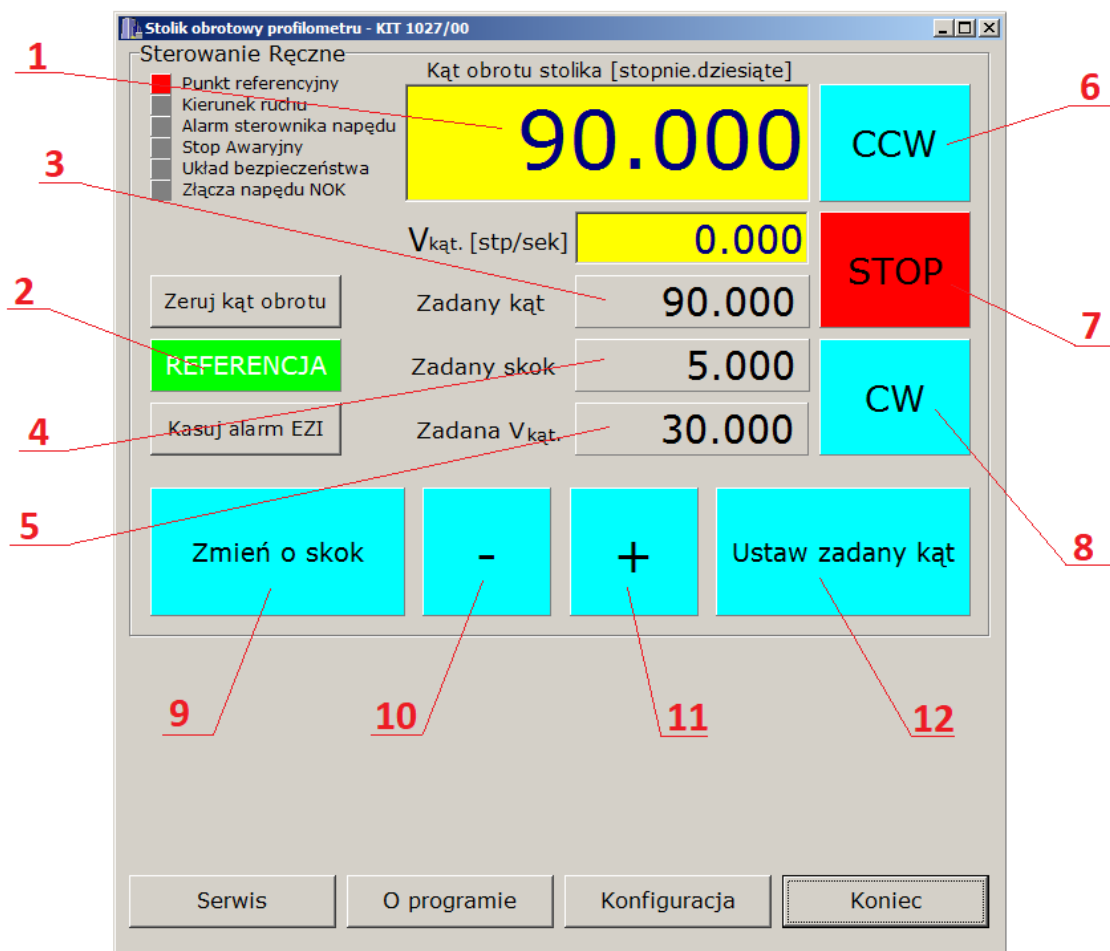
obrót określa rozdzielczość enkodera. Zastosowanie wspomnianej wcześniej przekładni pasowej (rys. 33-4) powoduje, że możliwe jest zapamiętanie aktualnego położenia stolika, niezależnie czy enkoder jest zasilany, czy nie. Przewidywana konstrukcyjnie rozdzielczość będąca wynikiem rozdzielczości enkodera i przełożenia przekładni pasowej zębatej z jaką będzie realizowany obrót wynosi: $0^{\circ} 00' 24''$. Zdjęcie prototypu stolika przedstawiono na rysunku 34.



Rys.33. Schemat projektu specjalnego stolika obrotowego: 1 – blat stolika, 2 – korpus stolika, 3 – oś obrotu stolika, 4 – pasowa przekładnia zębata, 5 – silnik krokowy, 6 – enkoder



Rys.34. Prototyp specjalnego stolika obrotowego: 1 – badana próbka, 2 – blat stolika, 3 – korpus stolika z umieszczonym wewnątrz enkoderem, 4 – stół ustawczy, 5 – głowica pomiarowa, 6 – silnik krokowy, 7 – włącznik stolika obrotowego, 8 – panel dotykowy, 9 – sterownik stolika obrotowego



Rys.35. Interfejs programu PC do obsługi stolika obrotowego: 1 - informacja o pozycji stolika, 2 – przemieszczenie stolika do punktu referencyjnego, 3 – kąt na którym ma się ustawić stolik obrotowy, 4 – wielkość kątowa, o jaką ma się przesunąć stolik, 5 – prędkość przesuwu stolika, 6 – (CCW) ruch w kierunku przeciwnym do wskazówek zegara, 7 – (STOP) zatrzymanie stolika, 8 – (CW) ruch stolika zgodnie ze wskazówkami zegara, 9 – zmiana położenia stolika o zadany skok, 10 – zmniejszenie o 1 zadanego kąta obrotu, 11 – zwiększenie o 1 zadanego kąta obrotu, 12 – przemieszczenie stolika na zadany kąt

Obsługa oprogramowania PC dedykowanego do stolika obrotowego jest intuicyjna. W górnej części okna znajduje się informacja o pozycji bieżącej stolika (rys. 35-1). Nieco niżej po lewej stronie znajduje się przycisk powrotu do punktu referencyjnego (rys. 35-2). W centralnej części znajduje się obszar związany z ustawieniami pracy stolika, w którym jest możliwość określenia: kąta na którym ma się ustawić stolik (rys. 35-3), wielkości kątowej, o jaką ma się przesunąć stolik (rys. 35-4) oraz prędkości przesuwu stolika (rys. 35-5). Po prawej stronie okna programu znajduje się obszar związany z ruchem stolika umożliwiający: ruch w kierunku przeciwnym do wskazówek zegara (rys. 35-6), zatrzymanie stolika (rys. 35-7) oraz ruch stolika zgodnie ze wskazówkami zegara (rys. 35-8). Pod omówionymi przyciskami znajduje się ostatni obszar, związany z pozycjonowaniem stolika, dający możliwość: zmiany

położenia o zadany skok (rys. 35-9), zmniejszenia (rys. 35-10) i zwiększenia (rys. 35-11) o 1 „Zadanego kąta”, a także przemieszczenia stolika na zdefiniowany kąt (rys. 35-12).

4.2. Przygotowanie materiału badawczego

W ramach badań zastosowano proszek Al_2O_3 produkcji Taimei (tabela 1), do którego wprowadzono dodatek whiskerów SiC (prod. Nanografi) o średnicy cząstek $2,6\ \mu\text{m}$ oraz czystości 99,5%. Wykorzystując krzywe spiekania rejestrowane przez urządzenie HP D5 firmy FCT wykonano optymalizację temperatury spiekania SPS, dla mieszanek na osnowie Al_2O_3 . Czas spiekania oraz nacisk był stały dla wszystkich próbek i wynosił, odpowiednio 4 min i 20 kN. W celu dobrania optymalnych parametrów spiekania wykonano pomiary podstawowych właściwości fizycznych i mechanicznych materiału: gęstości, porowatości oraz obliczono moduł Younga i liczbę Poissona. Wyniki pomiarów przedstawiono w tabeli 13.

Tabela 13. Optymalizacja parametrów spiekania SPS mieszanek na osnowie Al_2O_3

Mieszanka	Temperatura spiekania [°C]	Gęstość [g/cm ³]	Porowatość [%]	Liczba Poissona	Moduł Younga [GPa]
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\% \text{SiC}$	1250	2,95	25,5	0,23	148
	1300	3,44	12,3	0,23	256
	1400	3,93	0,5	0,24	394
	1500	3,92	0,4	0,24	392
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\% \text{SiC}$	1300	3,58	0,9	0,21	343
	1400	3,63	0	0,21	370
	1500	3,67	0,3	0,21	380
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 50\% \text{SiC}$	1300	3,10	12,2	0,17	194
	1400	3,21	8,6	0,17	240
	1500	3,35	2,2	0,20	302
	1600	3,51	0,5	0,19	373
	1650	3,49	0,3	0,20	360

Analizując parametry spiekania i właściwości w tabeli 13 można zauważyć, że wraz ze wzrostem temperatury spiekania wzrasta gęstość pozorna materiału i moduł Younga, natomiast porowatość otwarta próbki maleje, aż do osiągnięcia temperatury optymalnej, po której przekroczeniu właściwości materiałów zaczynają się pogarszać. Najlepsze wyniki

podstawowych właściwości fizycznych, pod względem zbieżności z wartościami teoretycznymi, uzyskano dla następujących temperatur spiekania:

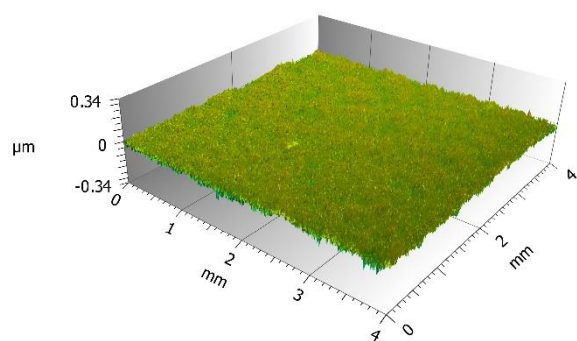
- $\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\% \text{SiC} - 1400^\circ\text{C}$,
- $\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\% \text{SiC} - 1500^\circ\text{C}$,
- $\text{Al}_2\text{O}_3 + 50\% \text{SiC} - 1600^\circ\text{C}$.

Wykonano także mieszanki na osnowie proszku Zr dystrybucji BIMO (tabela 1) z dodatkiem 2,5% mas. pierwiastków: Nb, Cu i Mn. Mieszanki spiekano przez 1 min, pod naciskiem 35 MPa, w temperaturze:

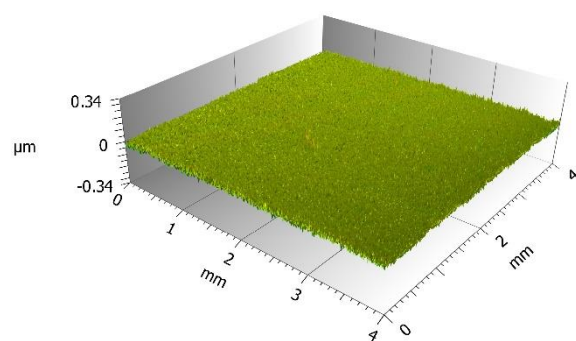
- $\text{Zr} + 2,5\% \text{Nb} - 1200^\circ\text{C}$,
- $\text{Zr} + 2,5\% \text{Cu} - 900^\circ\text{C}$,
- $\text{Zr} + 2,5\% \text{Mn} - 1100^\circ\text{C}$.

Kolejnym etapem pracy było zatopienie próbek w żywicy PolyFast firmy Struers z zastosowaniem praski do inkludowania na gorąco CitoPress 1 firmy Struers oraz przygotowano wysokiej jakości zgłady metalograficzne na szlifierko – polerce RotoPol21 firmy Struers. Próbkę były szlifowane na płasko tarczami diamentowymi, a także drobno szlifowane proszkami diamentowymi o wielkości około $9\text{ }\mu\text{m}$ i $3\text{ }\mu\text{m}$. W ostatnim etapie próbki były polerowane krzemionką koloidalną (wielkość ziaren tlenku krzemu około $0,04\text{ }\mu\text{m}$). Przed wykonaniem testów tribologicznych zmierzono strukturę geometryczną powierzchni zgładów, z zastosowaniem optycznego systemu Altisurf 520, który realizuje pomiary metodą profilowania konfokalnego. W pomiarach wykorzystano czujnik o zakresie $140\text{ }\mu\text{m}$ oraz rozdzielczości pionowej 8 nm . Dobrano obszar pomiarowy wielkości $4 \times 4\text{ mm}$ oraz kroki próbkowania $0,5\text{ }\mu\text{m}$ w osi pomiaru i $10\text{ }\mu\text{m}$ w osi prostopadłej do pomiaru. Wybrane wyniki pomiarów topografii powierzchni otrzymanych zgładów przedstawiono na rysunkach 36-37. Wykresy pokazują, że powierzchnie zgładów charakteryzują się bardzo małą chropowatością oraz są płaskie – a ta cecha jest kluczowa w przygotowaniu próbek do testów tribologicznych z zastosowaniem metod ball-on-disc oraz pin-on-disc. Obliczono parametry chropowatości profilu: R_a (średnią arytmetyczną rzędnych profilu) oraz R_z (największą wysokość profilu). Otrzymane wyniki przedstawiono w tabelach 14-15. Dla przygotowanych zgładów wartości R_a nie były większe niż $0,032\text{ }\mu\text{m}$, natomiast R_z nie większe niż $0,349\text{ }\mu\text{m}$. Świadczy to o dużej dokładności wykonanych zgładów.

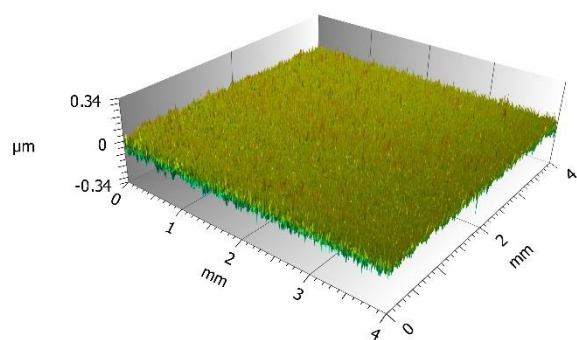
a)



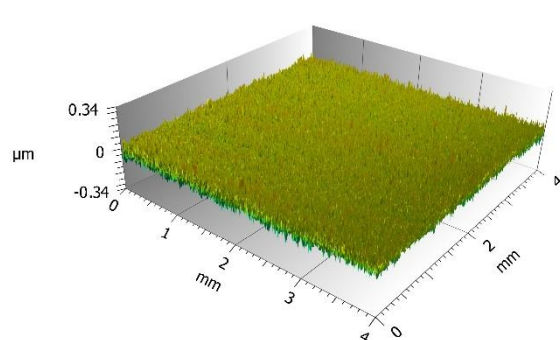
b)



c)



d)

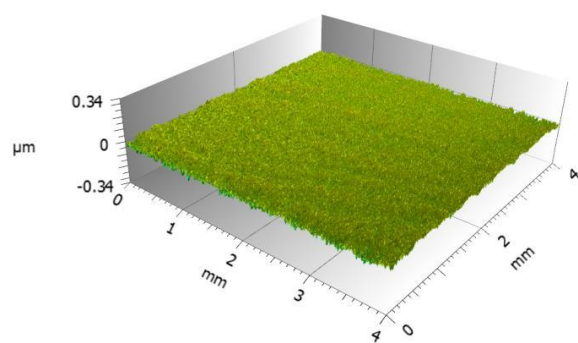


Rys.36. Struktura geometryczna powierzchni zglądów próbek na osnowie Al_2O_3 : a) Al_2O_3 , b) Al_2O_3 + 2% whiskery SiC, c) Al_2O_3 + 30% whiskery SiC, d) Al_2O_3 + 50% whiskery SiC

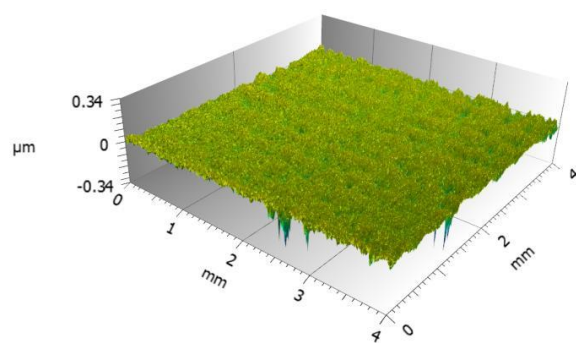
Tabela 14. Wyniki parametrów chropowatości – Ra i Rz – zglądów na osnowie Al₂O₃

Próbka	Ra [μm]		Rz [μm]	
	Średnia	Odchylenie standardowe	Średnia	Odchylenie standardowe
Al ₂ O ₃	0,016	0,001	0,124	0,007
Al ₂ O ₃	0,015	0,002	0,125	0,016
Al ₂ O ₃	0,015	0,001	0,117	0,006
Al ₂ O ₃ + 2% SiC	0,012	0,001	0,095	0,005
Al ₂ O ₃ + 2% SiC	0,013	0,001	0,103	0,005
Al ₂ O ₃ + 2% SiC	0,013	0	0,107	0,003
Al ₂ O ₃ + 30% SiC	0,029	0,001	0,235	0,010
Al ₂ O ₃ + 30% SiC	0,026	0,001	0,208	0,006
Al ₂ O ₃ + 30% SiC	0,025	0,001	0,201	0,007
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	0,026	0,001	0,209	0,005
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	0,026	0,001	0,206	0,005
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	0,026	0,001	0,207	0,005

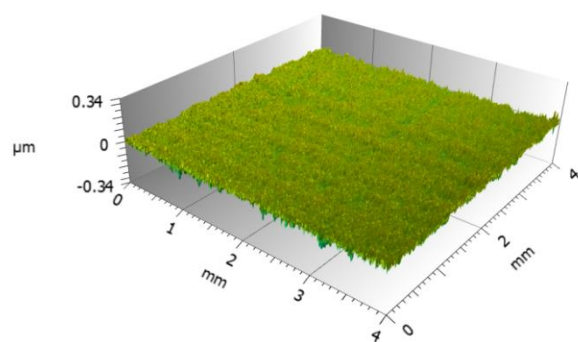
a)



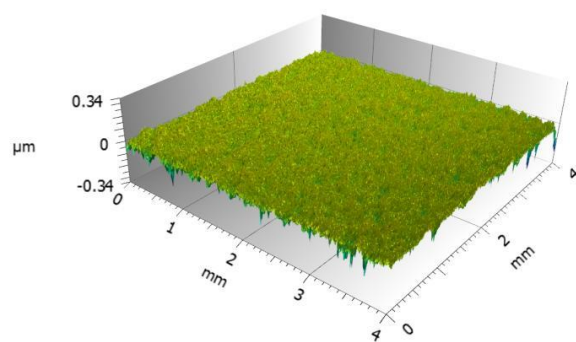
b)



c)



d)



Rys.37. Struktura geometryczna powierzchni zgładów próbek na osnowie Zr: a) Zr, b) Zr + 2,5% Nb, c) Zr + 2,5% Cu, d) Zr + 2,5% Mn

Tabela 15. Wyniki parametrów chropowatości – Ra i Rz – zglądów na osnowie Zr

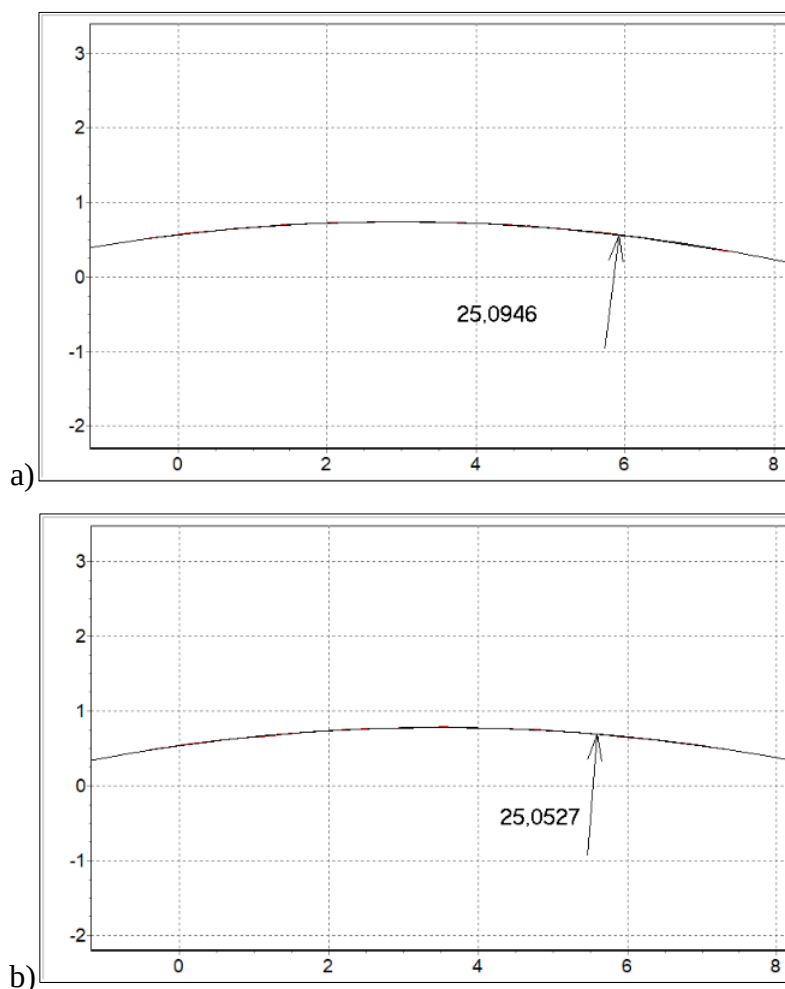
Próbka	Ra [μm]		Rz [μm]	
	Średnia	Odchylenie standardowe	Średnia	Odchylenie standardowe
Zr	0,010	0	0,079	0,003
Zr	0,010	0	0,079	0,003
Zr	0,011	0,001	0,083	0,004
Zr + 2,5% Nb	0,014	0,002	0,120	0,022
Zr + 2,5% Nb	0,032	0,005	0,341	0,065
Zr + 2,5% Nb	0,016	0,002	0,130	0,016
Zr + 2,5% Cu	0,013	0,001	0,104	0,004
Zr + 2,5% Cu	0,016	0,001	0,136	0,010
Zr + 2,5% Cu	0,014	0,001	0,108	0,004
Zr + 2,5% Mn	0,013	0,001	0,114	0,008
Zr + 2,5% Mn	0,014	0,001	0,121	0,008
Zr + 2,5% Mn	0,015	0,001	0,129	0,009

W celu uzyskania odpowiedniego promienia przeciwpróbki dla próbek metalicznych, wykonano specjalne trzpienie z Al_2O_3 o średnicy 10 mm oraz długości 20 mm (rys. 38).



Rys.38. Trzpień Al_2O_3 wykorzystany do testów tribologicznych

Rysunek 39 przedstawia promienie krzywizny wykonanych trzpień, zmierzone z zastosowaniem kształtografu TOPO 02 (prod. Łukasiewicz – KIT). Zastosowano głowicę cyfrową o zakresie pionowym 50 mm zakończoną ostrzem pomiarowym z syntetycznego diamentu o promieniu 100 μm oraz kącie wierzchołkowym stożka 30°. Pomiary promienia krzywizny wykonano w celu potwierdzenia dokładności wykonania pinu.



Rys.39. Promienie krzywizny trzpień Al_2O_3 wykorzystanych do testów tribologicznych (a-b)

4.3. Metodyka badawcza

4.4. Testy tribologiczne ball-on-disc i pin-on-disc

Badania tribologiczne z zastosowaniem metod ball-on-disc i pin-on-disc, opisanych wcześniej w rozdziale 1.7, wykonano z zastosowaniem uniwersalnego testera do badań tribologicznych materiałów UMT-2MT, produkcji CETR, USA (obecnie Bruker) przedstawionego na rysunku 40.



Rys.40. Uniwersalny tester do badań tribologicznych UMT-2MT (CETR, obecnie Bruker)

Parametry testów dobrano zgodnie z regułą Hertza dotyczącą spłaszczenia ciał kulistych oraz rozkładu nacisku w obrębie pola styku dwóch ciał stałych, wyrażoną wzorem:

$$A_H = \pi a_H^2 = \pi \left(\frac{3}{2} \frac{r}{E} \right)^{\frac{2}{3}} F_n^{\frac{2}{3}} \quad (4.1)$$

$$p = \frac{3}{2} \frac{F_n}{\pi a_H^2} \left[1 - \left(\frac{x}{a_H} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.2)$$

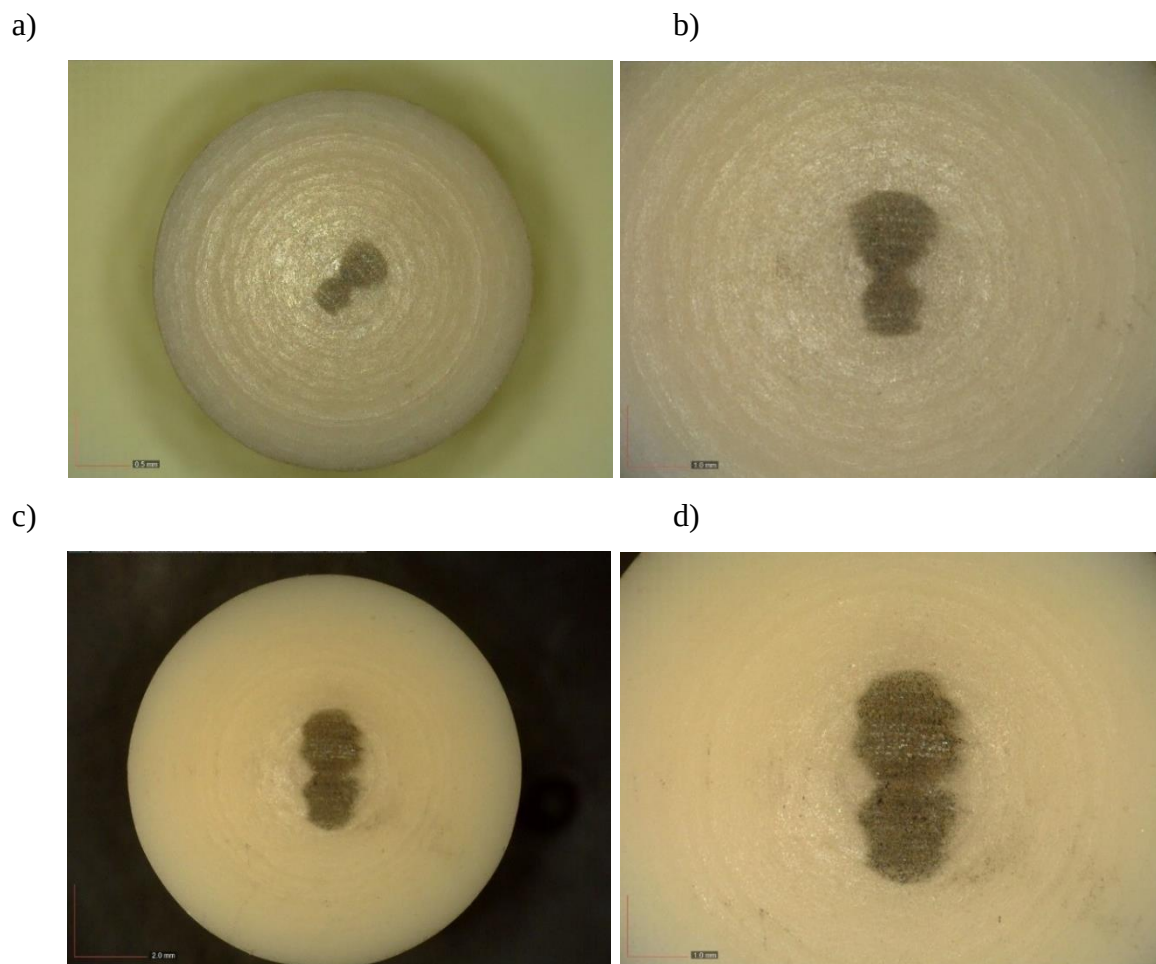
gdzie: $r = \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2}$, $E = \frac{1}{2} \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)$, r_1 – promień próbki [mm], r_2 – promień przeciwpróbki [mm], E_1 – moduł Younga próbki [GPa], E_2 – moduł Younga przeciwpróbki [GPa], ν_1 – współczynnik Poissona próbki, ν_2 – współczynnik Poissona przeciwpróbki.

Uwzględniono granicę plastyczności dla materiałów metalicznych oraz odporność na ściskanie dla materiałów ceramicznych. Wykonano testy z następującymi parametrami:

- Próbki na osnowie Zr: materiał przeciwpróbki Al_2O_3 , promień przeciwpróbki ok. 25 mm, droga tarcia 1000 m, liniowa prędkość tarcia 0,1 m/s, obciążenia: 2N, 5N, 10N.

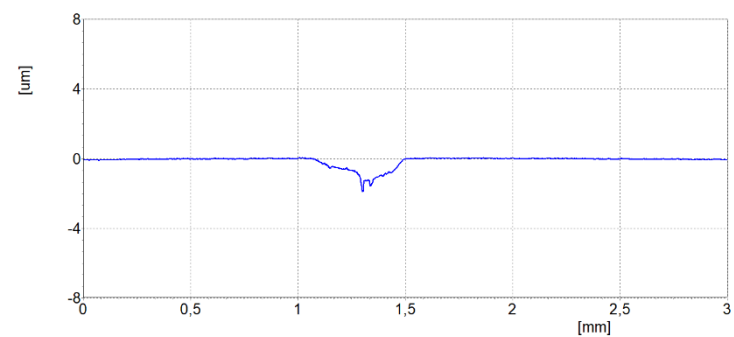
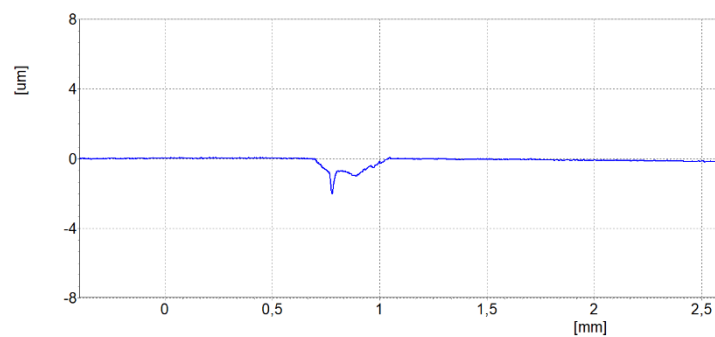
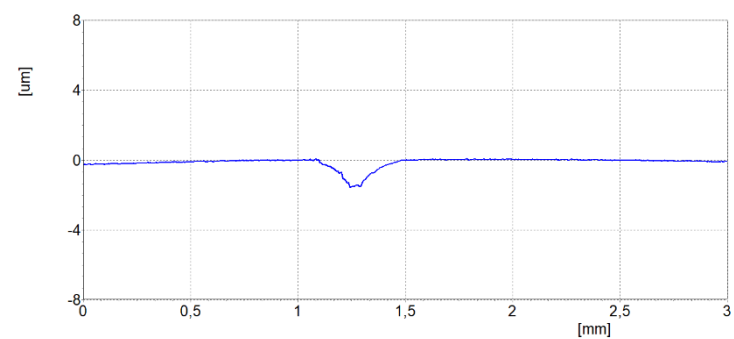
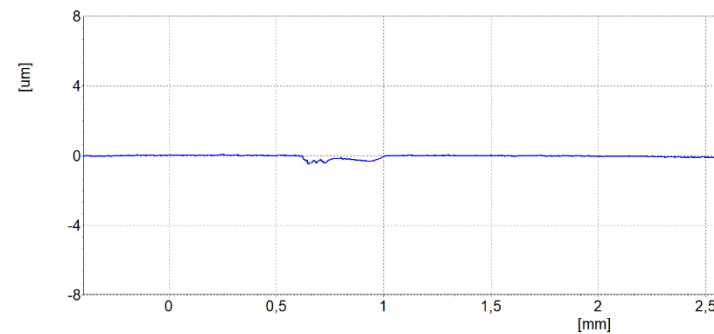
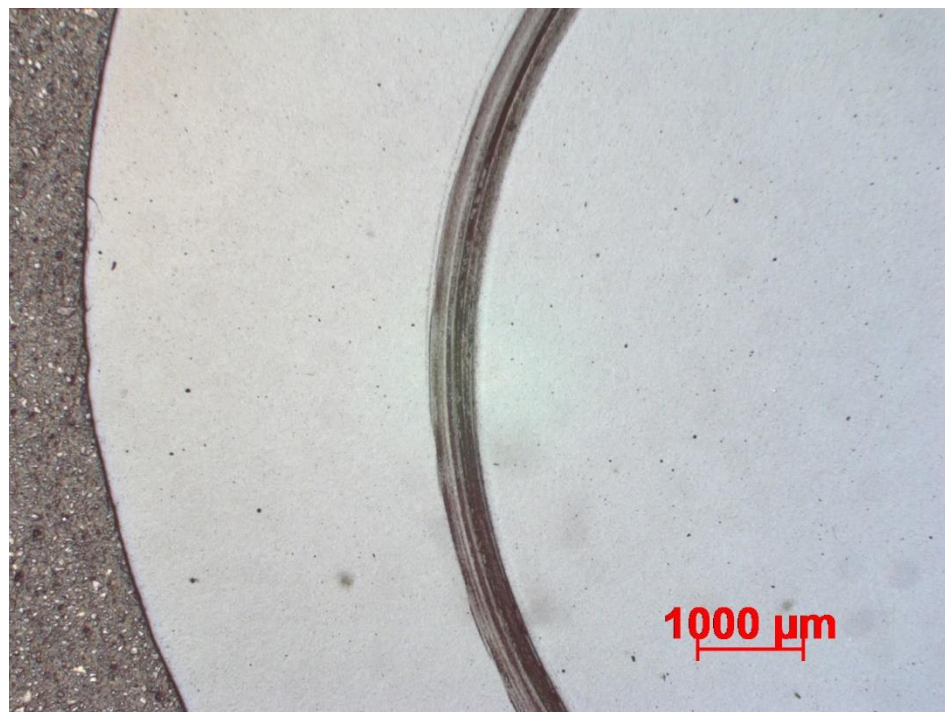
- Próbkę na osnowie Al_2O_3 : materiał kulki Al_2O_3 , promień kulki 10 mm, droga tarcia 1000 m, liniowa prędkość tarcia 0,1 m/s, obciążenia: 2N, 5N, 10N.

Rysunek 41 przedstawia przykładowe obrazy przeciwpróbek po wykonaniu testów tribologicznych dla próbek na osnowie Zr. Zdjęcia pokazują, że materiał przeciwpróbki nie uległ zużyciu, a jedynie zmienił zabarwienie w wyniku współpracy z próbką.

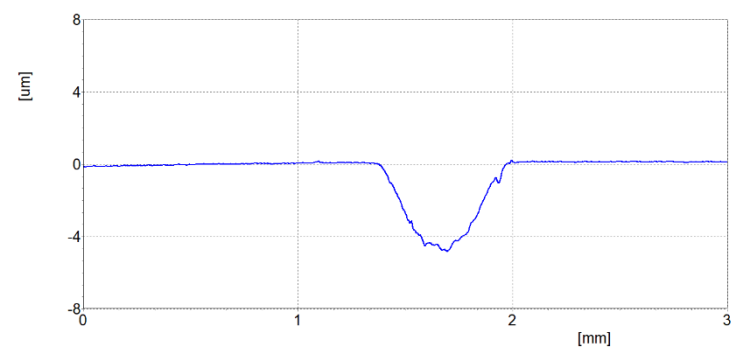
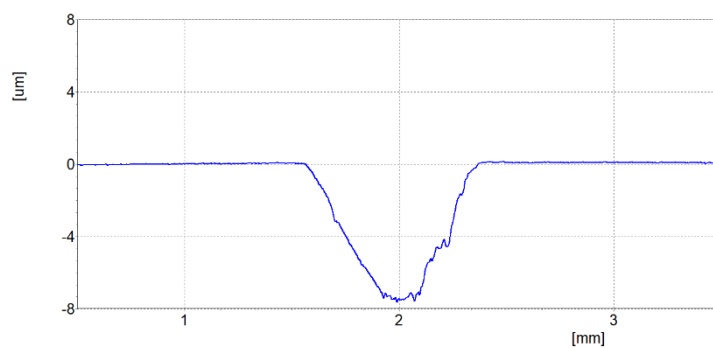
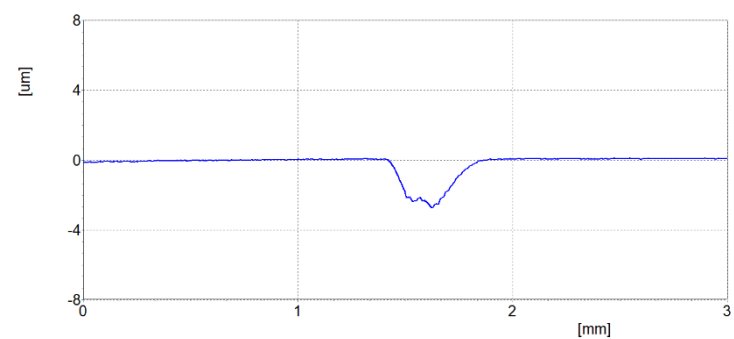
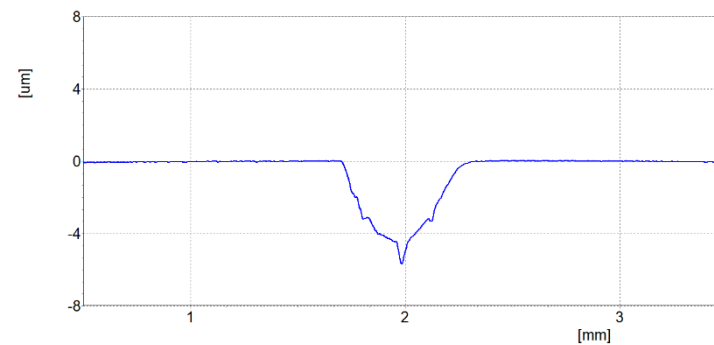
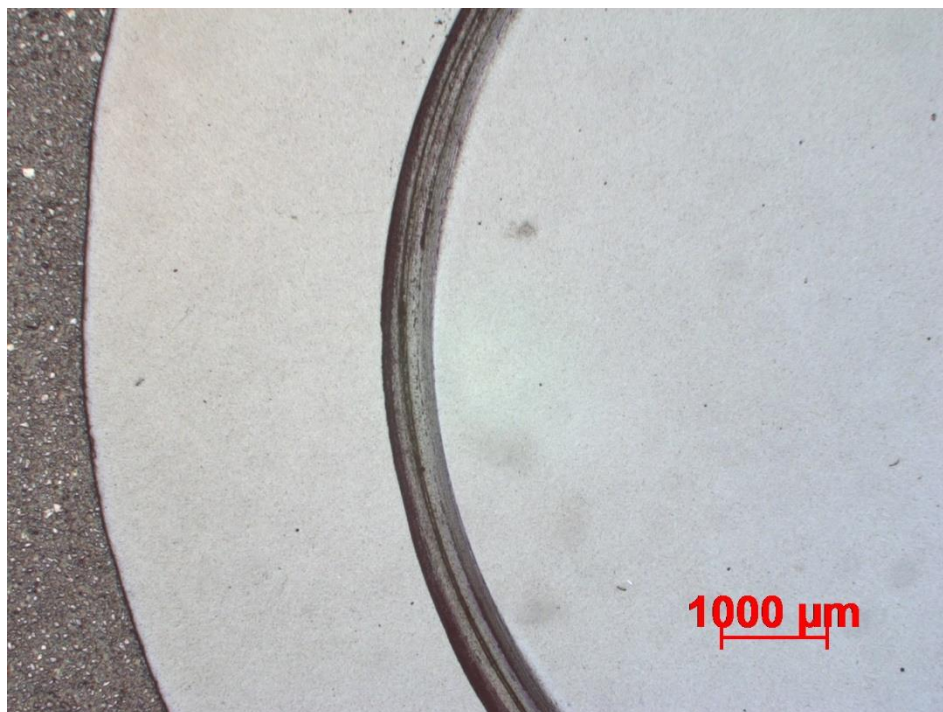


Rys.41. Piny po wykonaniu testów tribologicznych metodą pin-on-disc: a), c) powiększenie 30x, b), d) powiększenie 50x

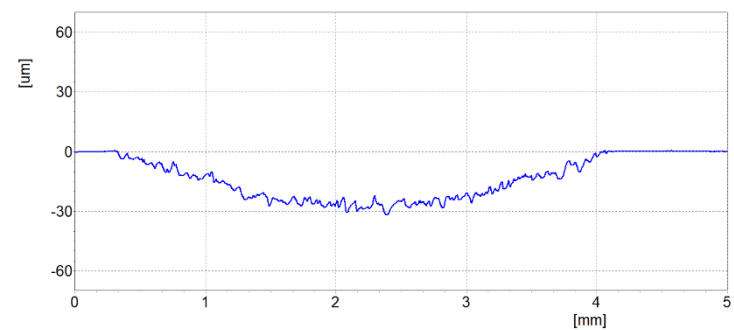
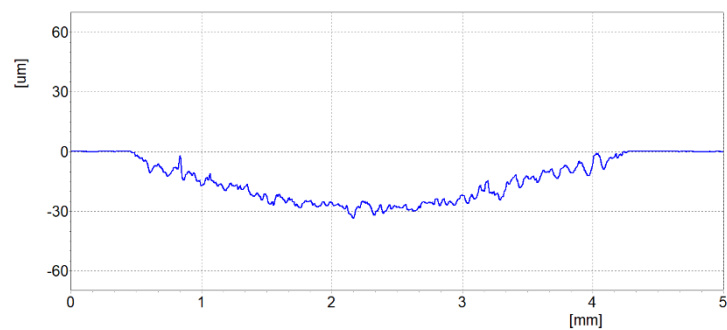
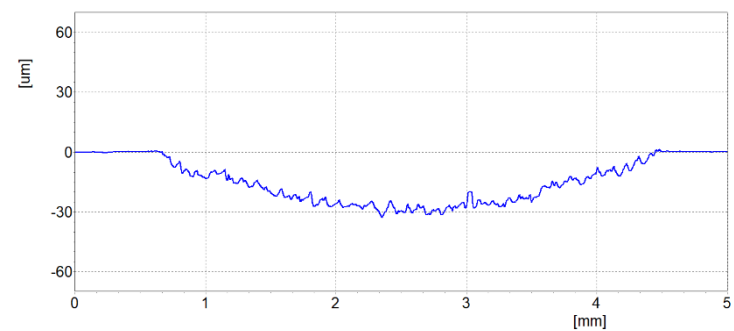
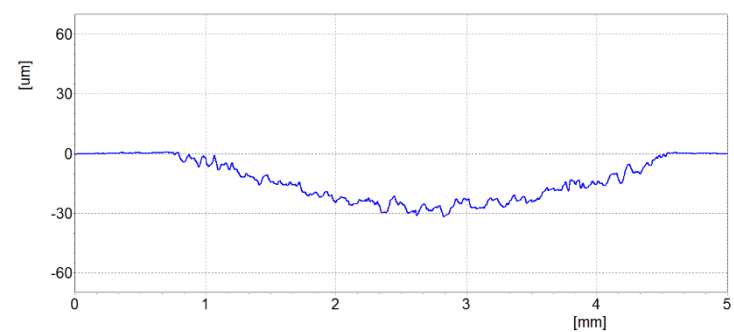
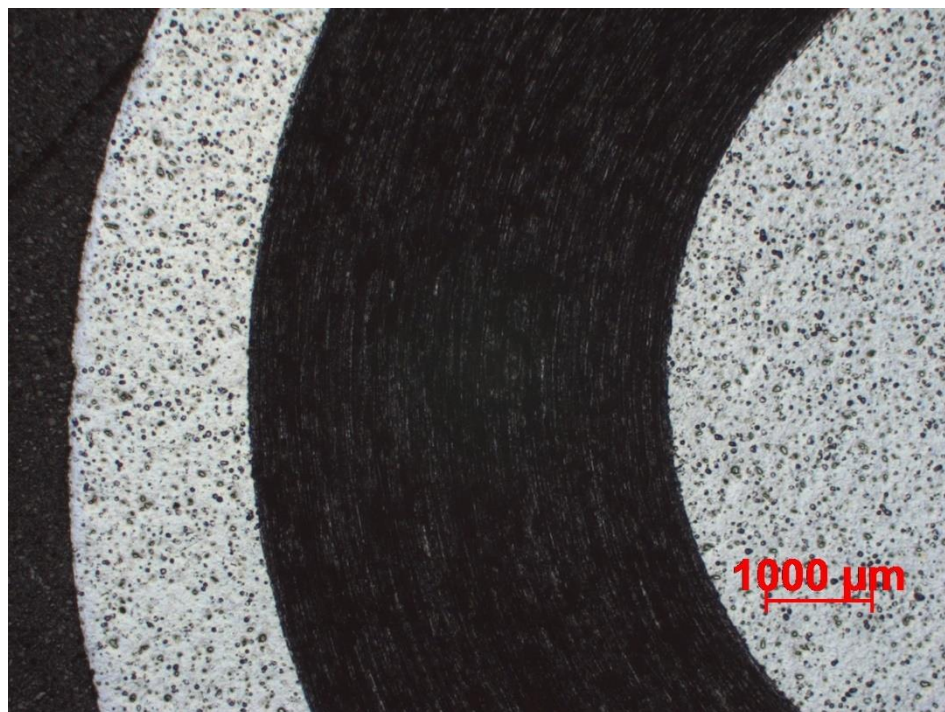
Rysunki 42-46 przedstawia przykładowe wyniki pomiaru przekrojów zużycia z zastosowaniem metody stykowej pomiaru oraz zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia uzyskane z użyciem metalograficznego mikroskopu optycznego. Można zauważyć, że dużo większe zużycie zarejestrowano dla próbek wykonanych na osnowie Zr, niż dla próbek na osnowie Al_2O_3 . Jest to spodziewany wynik, powiązany ze znaczną różnicą w twardości i wytrzymałości zastosowanych materiałów. Ze wzrostem udziału dodatku whiskerów SiC do próbek Al_2O_3 pogarsza się odporność na zużycie uzyskanych próbek (rys. 42-43). Dla próbek na osnowie Zr można zauważyć, że dodatek niobu nie wpływa znacząco na zarejestrowane zużycie, natomiast dodatek miedzi i manganu powoduje pogorszenie odporności na zużycie.



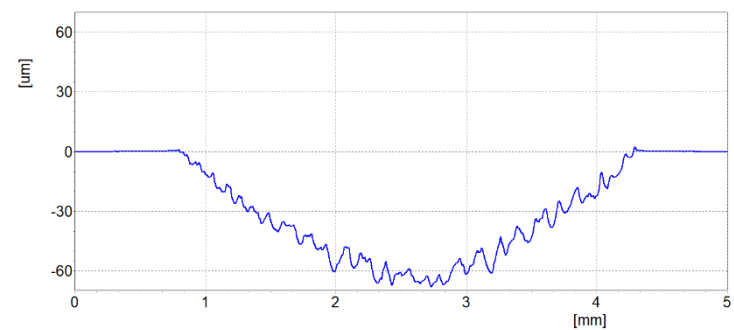
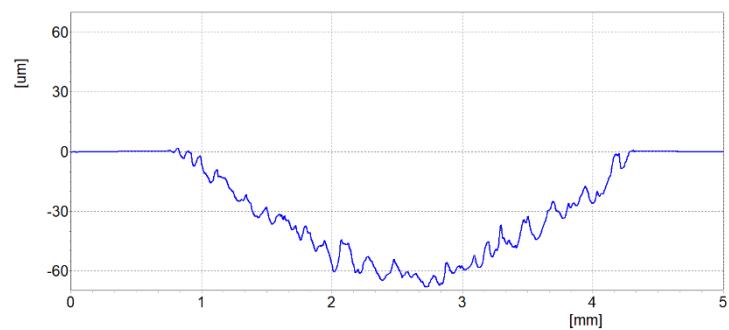
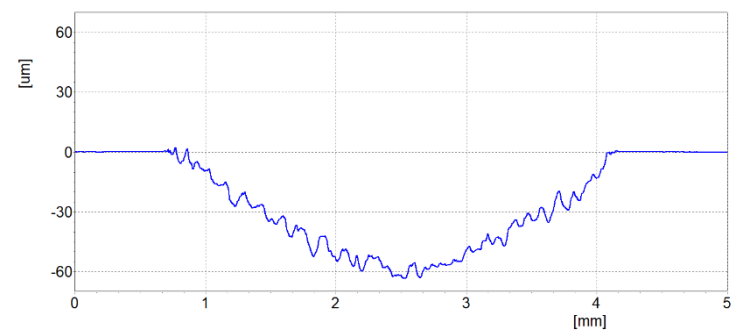
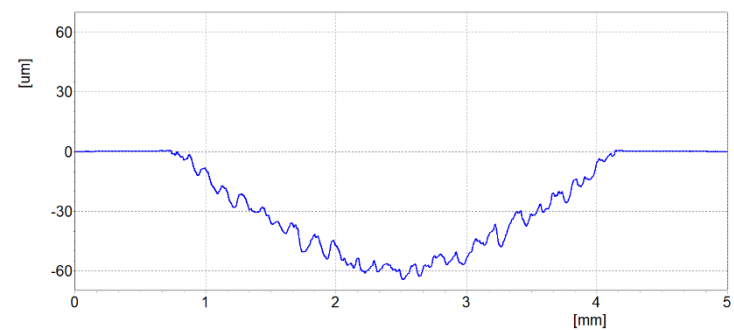
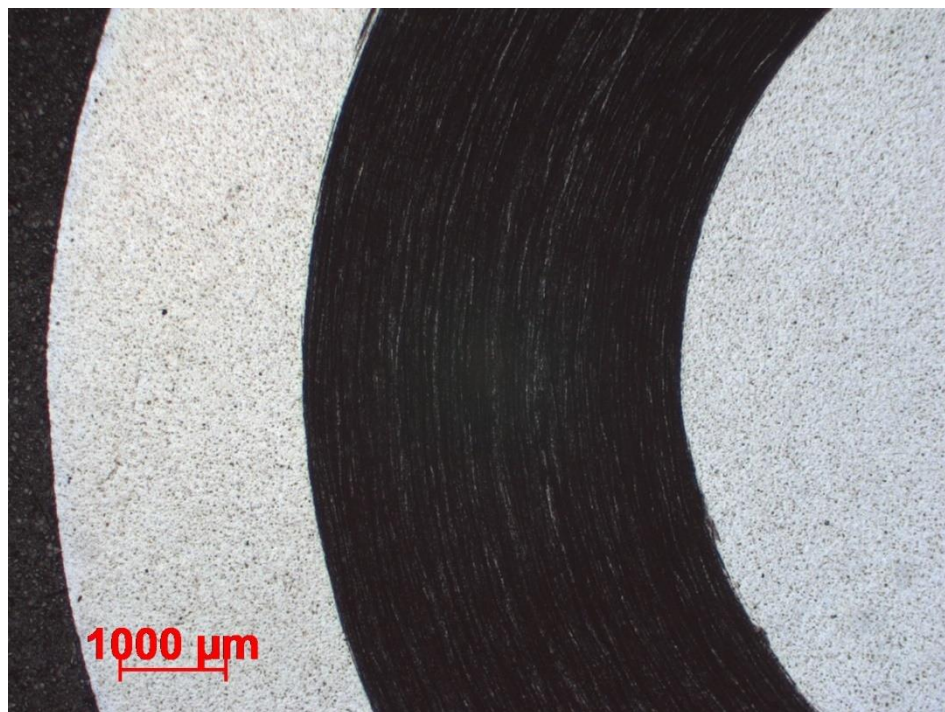
Rys.42. Zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia (powiększenie 20x) próbki $\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\% \text{SiC}$ po wykonaniu testów tribologicznych ball-on-disc z siłą 10N oraz profile przekrojów ścieżki zużycia wykonane z zastosowaniem metody stykowej



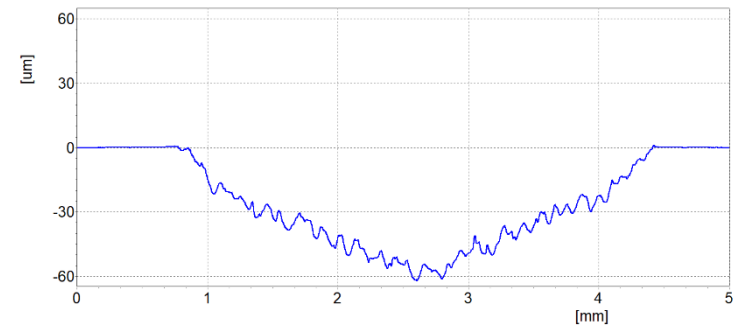
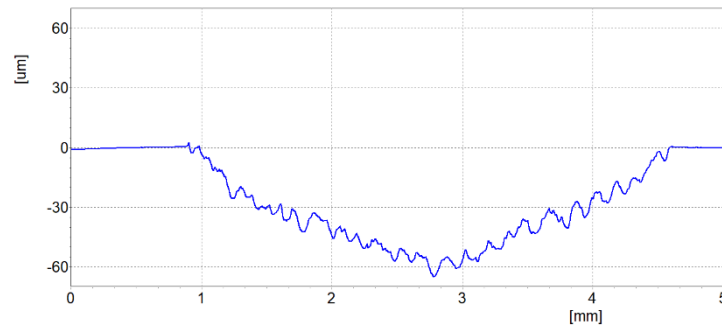
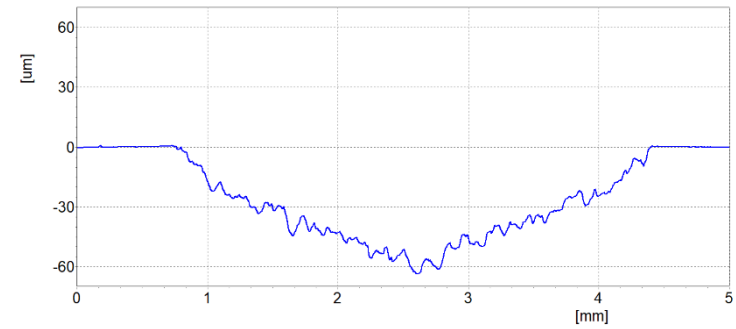
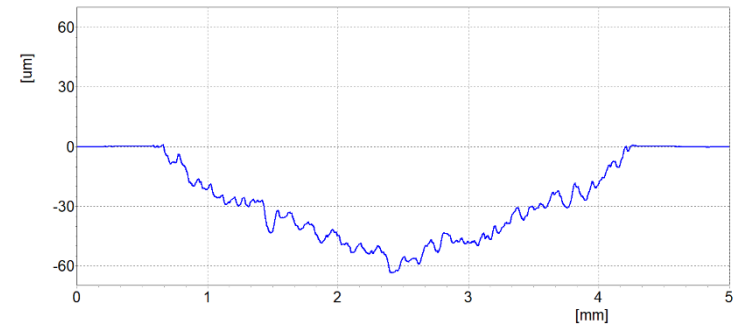
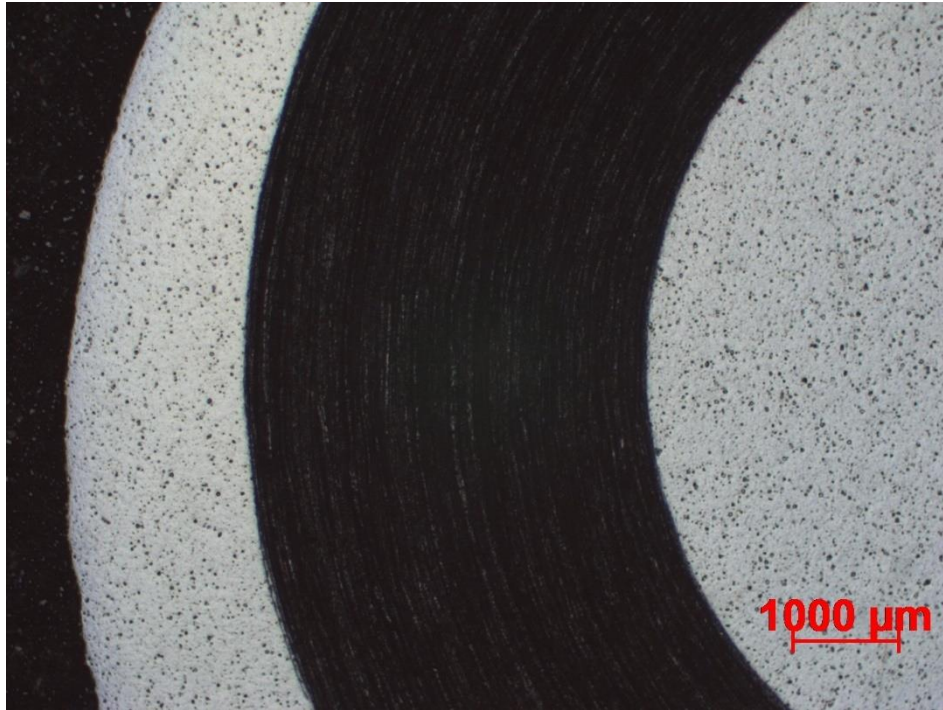
Rys.43. Zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia (powiększenie 20x) próbki $\text{Al}_2\text{O}_3 + 50\% \text{SiC}$ po wykonaniu testów tribologicznych ball-on-disc z siłą 10N oraz profile przekrojów ścieżki zużycia wykonane z zastosowaniem metody stykowej



Rys.44. Zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia (powiększenie 20x) próbki Zr + 2,5% Nb po wykonaniu testów tribologicznych ball-on-disc z siłą 10N oraz profile przekrojów ścieżki zużycia wykonane z zastosowaniem metody stykowej



Rys.45. Zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia (powiększenie 20x) próbki Zr + 2,5% Cu po wykonaniu testów tribologicznych ball-on-disc z siłą 10N oraz profile przekrojów ścieżki zużycia wykonane z zastosowaniem metody stykowej



Rys.46. Zdjęcie powierzchni zawierające ścieżkę wytarcia (powiększenie 20x) próbki Zr + 2,5% Mn po wykonaniu testów tribologicznych ball-on-disc z siłą 10N oraz profile przekrojów ścieżki zużycia wykonane z zastosowaniem metody stykowej

Zarejestrowane przekroje zużycia dla wszystkich próbek po testach tribologicznych w pierwszej kolejności zmierzono zgodnie z zaleceniami norm [56-57]. Ręcznie wykonano po 4 pomiary, w odstępach 90°. W następnej kolejności wykonano pomiary przekrojów ścieżki zużycia tych samych próbek z zastosowaniem skonstruowanego stolika obrotowego. Pomiary wykonano dla 3 różnych przesunięć kątowych wynoszących: 90°, 45° oraz 15°.

Tabela 16. Wyniki pomiarów przekrojów ścieżki zużycia dla próbek na osnowie Al₂O₃

Próbka	Pomiar ręczny		Pomiar ze stolikiem					
	obrót o 90°		obrót o 90°		obrót o 45°		obrót o 15°	
	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]
Przyłożona siła – 2N								
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	39	10	36	7	41	8	42	10
Przyłożona siła – 5N								
Al ₂ O ₃ + 30% SiC	17	10	14	4	18	9	17	9
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	293	50	315	71	329	50	320	53
Przyłożona siła – 10N								
Al ₂ O ₃ + 30% SiC	231	92	222	76	243	75	244	71
Al ₂ O ₃ + 50% SiC	1724	955	1861	1033	1812	1011	1820	1004

Dla większości próbek (tabele 16-17) odchylenie standardowe podczas pomiarów przekrojów ścieżki wytarcia po testach tribologicznych ball-on-disc jest mniejsze dla pomiarów ze stolikiem o średnio 15%. Samo zastosowanie specjalnego obrotowego stolika pomiarowego do pomiaru przekrojów ścieżki wytarcia zmniejszyło uzyskane wartości odchylenia standardowego w zakresie od 3 do 60%, natomiast zwiększenie liczby przekrojów zmniejszyło odchylenie standardowe w zakresie 1 – 30 %.

Tabela 17. Wyniki pomiarów przekrojów ścieżki zużycia dla próbek na osnowie Zr

Próbka	Pomiar ręczny		Pomiar ze stolikiem					
	obrót o 90°		obrót o 90°		obrót o 45°		obrót o 15°	
	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]	średnia [μm ²]	s [μm ²]
Przyłożona siła – 2N								
Zr	29 197	3 951	28 652	3 663	28 706	3 851	28 747	3 893
Zr + 2,5% Nb	26 032	1 029	25 792	960	25 865	1 032	25 815	972
Zr + 2,5% Cu	40 262	1 111	40 091	1 121	40 071	1 069	40 031	1 032
Zr + 2,5% Mn	42 154	4 930	41 558	4 671	41 496	4 857	41 611	4 741
Przyłożona siła – 5N								
Zr	36 679	2 635	36 775	2 481	36 815	2 448	37 021	2 526
Zr + 2,5% Nb	43 053	1 005	43 500	613	43 324	708	43 150	730
Zr + 2,5% Cu	69 345	2 917	68 942	1 866	69 269	2 054	69 618	2 284
Zr + 2,5% Mn	66 143	2 922	66 985	2 841	66 590	3 110	66 633	3 158
Przyłożona siła – 10N								
Zr	59 776	6 847	59 479	7 026	59 454	6 392	59 628	6 479
Zr + 2,5% Nb	68 005	3 223	68 814	2 807	68 787	3 294	68 632	3 059
Zr + 2,5% Cu	128 849	5 460	129 326	5 968	129 731	5 836	129 435	5 620
Zr + 2,5% Mn	128 055	2 419	127 324	2 145	127 537	2 117	127 255	1 788

Podsumowanie

Niniejsza rozprawa dotyczy możliwości modyfikacji metodyki badań struktury geometrycznej powierzchni, w zakresie oceny nieciągłości warstwy wierzchniej oraz zwiększenia dokładności pomiarów ścieżek wytarcia.

W badaniach dotyczących nowej metody określania objętości nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanej z porowatością otwartą, wykorzystano dwa rodzaje próbek. Pierwszym był powierzchniowy wzorec chropowatości typu ACG, który stanowił próbkę o określonych nieciągłościach w warstwie wierzchniej. Drugą grupę stanowiły próbki spiekane z zastosowaniem metod: spiekania iskrą elektryczną (SPS) oraz selektywnego spiekania laserowego (SLS/SLM). Do badań z zastosowaniem metody wytwarzania SPS zastosowano proszki materiałów: Al_2O_3 , Zr i ZrO_2 , o zróżnicowanej wielkości cząstek w zakresie od 0,1 μm do 1 mm. Natomiast do wytworzenia próbek z zastosowaniem metody SLS/SLM zastosowano proszki: stali 316L, AlSi10Mg, Ti-6Al-4V oraz brązu DM20 o wielkości cząstek w zakresie od 5 μm do 50 μm . Z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) zbadano morfologię wspomnianych wyżej proszków.

Przeprowadzono szereg procesów spiekania SPS oraz SLS/SLM ze zróżnicowanymi parametrami, w celu uzyskania różnych wartości porowatości otwartej. Temperatura spiekania SPS wynosiła od 1100°C do 1650°C. Próbkę spiekano przez 1 – 10 min pod ciśnieniem w zakresie od 10 MPa do 48 MPa. Procesy SLS/SLM wykonano z zastosowaniem mocy lasera (światłowodowego iterbowego lub CO_2) w zakresie od 180 do 400 W. Odległość między punktami spiekania wynosiła 65-75 μm , a między kolejnymi przejściami wiązki 75-125 μm . Czas naświetlania wiązki w punkcie mieścił się w zakresie 75-115 μs , a prędkość skanowania w 104-2400 mm/s. Kolejne warstwy proszku miały grubość w zakresie od 50 μm do 60 μm . Aby ocenić jakość wytworzonych spieków zbadano gęstość oraz porowatość otwartą z zastosowaniem metody nasycania w próżni (Archimedes).

W celu zarejestrowania nieciągłości warstwy wierzchniej wykonano pomiary struktury geometrycznej powierzchni z zastosowaniem optycznej metody profilowania konfokalnego oraz metody stykowej. Pomiary wykonano na obszarze 4x4 mm (5,5 x 5,5 mm dla powierzchniowego wzorca chropowatości), z krokami próbkowania 0,5 μm w osi pomiaru oraz 10 μm w osi prostopadłej do kierunku pomiaru. Podczas analizy danych nie zastosowano filtracji Gaussa, w celu zachowania jak największej zgodności powierzchni zmierzonej z powierzchnią rzeczywistą. Powierzchnie zmierzone jedynie wypoziomowano. Jako metodę odniesienia zastosowano metodę punktów rozłożonych systematycznie (siatkowa) analizy

obrazu. Wszystkie zdjęcia powierzchni i pomiary tekstury powierzchni wykonano na tych samych obszarach próbek. Dzięki temu możliwe było porównanie wyników.

W pierwszej kolejności poddano analizie próbkę wzorcową. Obliczono parametr V_v (objętość pustek) dla zakresu udziału materiałowego od 5 do 50%. W celu uzyskania objętości nieciągłości warstwy wierzchniej otrzymane wyniki podzielono przez wartość parametru S_v (maksymalna wysokość wgłębień). Zbieżność wyników z metodą odniesienia uzyskano dla 20% i 15% udziału materiałowego. Następnie zbadano próbki wytworzone metodą SPS. Zmierzono próbki Al_2O_3 oraz Zr o zakresie wielkości cząstek od 0,1 μm do 60 μm . Podczas pomiaru tych próbek nie udało się zarejestrować nieciągłości warstwy wierzchniej. Spowodowane to było zbyt małą wielkością oraz udziałem nieciągłości. Dlatego wykonano analizę próbek otrzymanych z proszków Al_2O_3 i ZrO_2 , odpowiednio o wielkości 400 μm i 1 mm. Dla tej grupy próbek częściowo zarejestrowano nieciągłości warstwy wierzchniej, jednakże nie było możliwości wyznaczenia wartości z zastosowaniem metody odniesienia, ze względu na brak wyraźnego odznaczania się nieciągłości na zdjęciach powierzchni (powiększenie 50x). Próbki, dla których nie zarejestrowano nieciągłości powierzchni z wykorzystaniem metody optycznej pomiaru chropowatości cechowały się bardzo dużą liczbą punktów niezmiierzonych (nawet 30%) uniemożliwiających dalszą analizę. Taka ilość punktów niezmiierzonych mogła być spowodowana niewłaściwymi kątami pochylenia fragmentów powierzchni, które odbiły wiązkę światła tak, że nie wracało ono do czujnika pomiarowego. Natomiast podczas pomiarów jednej z próbek ZrO_2 głowica pomiarowa przyrządu stykowego utknęła w jednym z wgłębień i uległa uszkodzeniu. W związku z tym podjęto decyzję, aby badania topografii powierzchni kontynuować tylko z zastosowaniem optycznej metody profilowania konfokalnego. W kolejnym etapie przeanalizowano próbki wytworzone metodą SLS/SLM. Pomiary wykonano analogicznie jak dla powierzchniowego wzorca chropowatości oraz próbek wytworzonych metodą SPS. Zarejestrowano nieciągłości warstwy wierzchniej, a także obliczono wartości odniesienia z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu. Aby obliczyć objętość nieciągłości dla próbek spiekanych metodą SLS, konieczne było zmodyfikowanie obliczeń. Wynikało to z faktu, że wgłębienia w spiekanych próbkach miały różną głębokość, w przeciwieństwie do powierzchniowego wzorca chropowatości. Maksymalna głębokość wgłębienia powierzchni (S_v) została zastąpiona maksymalną głębokością wgłębienia profili (P_v). Parametr ten opisuje uśrednioną wartość wgłębień w spiekanej próbce. Porównano uzyskane wyniki i na ich podstawie dobrano jako optymalny udział materiałowy 10%. Opracowana metodyka może być zastosowana do szybkiej oceny nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanej z porowatością otwartą.

Aby możliwe było wykonanie badań dotyczących dokładności pomiaru ścieżek wytarcia po testach tribologicznych zaprojektowano oraz skonstruowano specjalny stolik obrotowy umożliwiający precyzyjny obrót badanej próbki o zadany kąt, współpracujący z przyrządem do pomiaru topografii powierzchni metodą stykową. W badaniach częściowo wykorzystano próbki spieczone we wcześniejszym etapie pracy z zastosowaniem metody SPS. Przygotowano także nowe mieszanki proszków. Do próbek z Al_2O_3 dodano whiskery SiC, natomiast do próbek cyrkonowych wprowadzono dodatek miedzi, manganu oraz niobu. Wykonano optymalizację parametrów spiekania SPS. Spieczone próbki zainkludowano oraz przygotowano zglądy metalograficzne. Dobrano parametry testów tribologicznych ball-on-disc i pin-on-disc w oparciu o analizę nacisków jednostkowych (teoria Hertza). W celu przeprowadzenia testów wykonano przeciwpróbki (piny) z Al_2O_3 o zadanim promieniu, który został zweryfikowany z zastosowaniem kształtografu. Przekroje ścieżek zużycia po testach tribologicznych wykonano w dwóch etapach. Pierwszym był pomiar z ręcznym ustawianiem próbki, zgodny z normą, z obrotem o kąt 90° . W drugim etapie wykonano serie pomiarów z zastosowaniem stolika obrotowego dla 3 różnych kątów przesuwu 90 stopni, 45 stopni oraz 15 stopni. Dla wszystkich pomiarów obliczono wartości średnie oraz odchylenia standardowe pól przekrojów ścieżki wytarcia. Dla większości próbek zaobserwowano zmniejszenie odchylenia standardowego, gdy pomiary były wykonane z zastosowaniem stolika, średnio o 15%. Na tej podstawie można stwierdzić, że specjalny stolik obrotowy do pomiaru przekrojów wytarcia metodami ball-on-disc oraz pin-on-disc zwiększył dokładność ustawienia próbki, a co za tym idzie – wykonywanych pomiarów.

Zrealizowano cel pracy, którym była modyfikacja metod badawczych realizowanych z wykorzystaniem pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, stosowanych w inżynierii materiałowej oraz cele szczegółowe badań.

Przedstawiona w tej pracy teza: *„Z wykorzystaniem badań chropowatości powierzchni, możliwa jest ocena nieciągłości warstwy wierzchniej, ściśle powiązanych z porowatością otwartą oraz zwiększenie dokładności pomiaru wytarcia dla próbek po testach tribologicznych ball-on-disc dzięki specjalnemu stolikowi obrotowemu”* została potwierdzona. Opracowano nową metodykę pomiaru nieciągłości warstwy wierzchniej silnie powiązanej z porowatością otwartą. Wykonano prototyp specjalnego stolika pomiarowego, który umożliwił ulepszenie metodyki pomiaru ścieżek wytarcia po testach tribologicznych z zastosowaniem metody ball-on-disc oraz pin-on-disc.

Wnioski

Zrealizowane badania pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków i zaleceń:

- Dla materiałów otrzymywanych metodami ciśnieniowymi (np. SPS) z proszków o wielkości cząstek od 0,1 μm do 400 μm , niemożliwa jest ocena nieciągłości w warstwie wierzchniej z uwagi na zbyt małą wielkość uzyskanych nieciągłości, oraz zbyt dużą liczbę punktów niezmiernych co powoduje brak możliwości obliczenia wartości odniesienia z zastosowaniem metody siatkowej analizy obrazu.
- Opracowana ocena nieciągłości warstwy wierzchniej jest pomocna w zakresie oceny próbek wytworzonych metodą selektywnego spiekania laserowego. Na podstawie uzyskanych wyników określono udział materiałowy na poziomie 10% jako optymalny do obliczeń. Uzyskane wyniki są zbieżne z wartościami odniesienia.
- Zastosowanie specjalnego stolika obrotowego poprawia dokładność ustawienia oraz pomiaru przekroju ścieżek wytarcia po testach tribologicznych ball-on-disc i pin-on-disc, a tym samym pozwala na zwiększenie dokładności pomiarów ścieżek wytarcia. Zaobserwowano zmniejszenie odchylenia standardowego pomiarów przekroju ścieżek wytarcia średnio o 15%.
- Dla próbek ceramicznych i metalowych otrzymywanych metodą SPS, w przypadku pomiaru topografii powierzchni zaleca się stosowanie optycznej metody profilowania konfokalnego. Zastosowanie metod stykowych może spowodować uszkodzenie głowicy pomiarowej, na skutek zakleszczania się głowicy.
- Biorąc pod uwagę czasochłonność oraz dokładność - pomiary z zastosowaniem specjalnego stolika obrotowego zaleca się wykonywać z przesunięciem kątowym równym 45°.

Literatura

- [1] G. Grabowski, Mikrostruktura jako podstawa modelowania numerycznego właściwości tworzyw ceramicznych, Wydawnictwo Naukowe AKAPIT, Kraków, 2022.
- [2] A. Strugała, Rola czynników surowcowych oraz technologicznych w procesie formowania się porowatej struktury koksu, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2006.
- [3] R.W. Rice, Porosity of ceramics, Marcel Dekker Inc. 1998.
- [4] T. Gibas, Korund i jego zastosowanie w technice, Wydawnictwo Śląsk, Katowice, 1971.
- [5] W.H. Kan, L.N.S. Chiu, Ch.V.S. Lim, Y. Zhu, Y. Tian, D. Jiang, A. Huang, A critical review on the effects of process-induced porosity on the mechanical properties of alloys fabricated by laser powder bed Fusion, Journal of Material Science, 57, str. 9818-9865, 2022.
- [6] D. Wang, H. Han, B. Sa, K. Li, J. Yan, J. Zhang, J. Liu, Z. He, N. Wang, M. Yan, A review and a statistical analysis of porosity in metals additively manufactured by laser powder bed Fusion, Opto-Electronic Advances, 5(10) nr 210058, 2022.
- [7] A. Samuel, Y. Zedan, H. Doty, V. Songmene, F.H. Samuel, A Review Study on the Main Sources of Porosity in Al-Si Cast Alloys, Advances in Materials Science and Engineering, nr 1921603, 2021.
- [8] A.Y. Al-Maharma, S.P. Patil, B. Markert, Effects of porosity on the mechanical properties of additively manufactured components: a critical review, Materials Research Express, 7, nr 122001, 2020.
- [9] S.J. Gregg, K.S.W. Sing, Adsorption, surface area and porosity, wyd. 2, Academic Press, 1982.
- [10] PN-EN 623-2, Techniczna ceramika zaawansowana. Ceramika monolityczna. Właściwości ogólne i strukturalne. Część 2: Oznaczanie gęstości i porowatości, 2001.
- [11] PN-EN ISO 18754, Ceramika wysokiej jakości (ceramika zaawansowana, techniczna ceramika zaawansowana) – Oznaczenie gęstości i porowatości otwartej, 2022.
- [12] J. Gregg, K.S.W. Sing, Adsorption, surface area and porosity, Academic Press, London and New York, 1967.
- [13] J. Ryś, Stereologia materiałów, Fotobit-Design, Kraków, 1995.

- [14] A. Wala, Mikroskopowe badania metalograficzne, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, 2004.
- [15] L. Wojnar, K.J. Kurzydłowski, J. Szala, Praktyka analizy obrazu, Polskie Towarzystwo Stereologiczne, Kraków, 2002.
- [16] S. Adamczak, Pomiary geometryczne powierzchni. Zarysy kształtu, falistość i chropowatość, WNT, Warszawa, 2008.
- [17] B. Nowicki, Struktura geometryczna. Chropowatość i falistość powierzchni, Warszawa, WNT, 1991.
- [18] P. Pawlus, Topografia powierzchni. Pomiar, analiza, oddziaływanie, Wydawnictwo Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów, 2005.
- [19] A. Sadowski, Przemysłowe pomiary i sprawdzanie chropowatości powierzchni, WNT, 1966.
- [20] K. E. Oczos, V. Liubimov, Struktura geometryczna powierzchni. Podstawy klasyfikacji z atlasem charakterystycznych powierzchni kształtowanych, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów, 2003
- [21] M. Wieczorowski, Metrologia nierówności powierzchni. Metody i systemy, Wydawnictwo Zapol, Szczecin, 2013.
- [22] M. Wieczorowski, A. Cellary, J. Chajda, Przewodnik po pomiarach nierówności powierzchni, czyli o chropowatości i nie tylko, Poznań, 2003.
- [23] W. Jakubiec, S. Zator, P. Majda, Metrologia, Polskie Wydawnictwo Ekonomiczne S.A. Warszawa, 2014.
- [24] S. Białas, Z. Humienny, K. Kiszka, Metrologia z podstawami specyfikacji geometrii wyrobów (GPS), wyd. 2, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 2021.
- [25] P. Pawlus, M. Wieczorowski, T. Mathia, The errors of stylus methods in Surface topography measurements, ZAPOL Sobczyk sp.j., Szczecin, 2014.
- [26] PN-EN ISO 25178-6, Geometrical product specifications (GPS). Surface texture: Areal. Part 6: Classification of methods for measuring surface texture, 2010.
- [27] W. Jakubiec, J. Malinowski, Metrologia wielkości geometrycznych, wyd. 2, WNT, Warszawa, 1996.

- [28] P. Pawlus et al., Development of surface metrology, Wydawnictwo Naukowe Akademii Techniczno – Humanistycznej, Bielsko-Biała, 2012.
- [29] T.G. Mathia, P. Pawlus, M. Wieczorowski, Recent trends in surface metrology, Wear, 271, str. 494-508, 2011.
- [30] PN-EN ISO 21920-3, Specyfikacje geometrii wyrobów (GPS). Struktura geometryczna powierzchni: Profil. Część 3: Operatory specyfikacji, 2022.
- [31] PN-EN ISO 4288, Wymagania geometryczne wyrobów. Struktura geometryczna powierzchni. Zasady i procedury oceny struktury geometrycznej powierzchni metodą profilową. 2011.
- [32] A. Łętocha, T. Miller, The essence of proper selection of Gaussian filtration parameters, Mechanik, 2, str. 223-234, 2015.
- [33] PN-EN ISO 4287, Specyfikacje geometrii wyrobów -- Struktura geometryczna powierzchni: metoda profilowa -- Terminy, definicje i parametry struktury geometrycznej powierzchni, 1999.
- [34] PN-EN ISO 21920-2, Specyfikacje geometrii wyrobów (GPS) -- Struktura geometryczna powierzchni: Profil -- Część 2: Terminy, definicje i parametry struktury geometrycznej powierzchni, 2022.
- [35] PN-EN ISO 13565-2, Specyfikacje geometrii wyrobów. Struktura geometryczna powierzchni. Metoda profilowa. Powierzchnie o warstwowych właściwościach funkcjonalnych. Opis wysokości za pomocą linearyzacji krzywej udziału materiałowego, 1999.
- [36] PN-EN ISO 13565-3, Specyfikacje geometrii wyrobów. Struktura geometryczna powierzchni. Metoda profilowa. Powierzchnie o warstwowych właściwościach funkcjonalnych. Część 3: Opis wysokości za pomocą dystrybucji udziału materiałowego, 2002.
- [37] Z. Humienny, S. Białas, P.H. Osanna, M. Tamre, A. Weckenmann, L. Blunt, W. Jakubiec, M. Numan Durakbasa, I. Martson, X. Jiang, K. Kiszka, J. Malinowski, A. Afjehi-Sadat, D. Geus, T. Killmaier, A. Leśniewicz, W. Płowucha, M. Starczak, Specyfikacje geometrii wyrobów (GPS) – wykład dla uczelni technicznych, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 2001.

- [38] PN-EN ISO 25178-2, Specyfikacje geometrii wyrobów (GPS). Struktura geometryczna powierzchni: Przestrzenna. Część 2: Terminy, definicje i parametry struktury geometrycznej powierzchni, 2022.
- [39] A. Wrońska, A. Dudek, Characteristics of surface layer of sintered stainless steels after remelting using GTAW method, Archives of civil and mechanical engineering, 14, str. 425-432, 2014.
- [40] H. Luo, X. Tang, Z. Dong, H. Tang, T. Nakamura, H. Yatani, The influences of accelerated aging on mechanical properties of veneering ceramics used for zirconia restorations, Dental Materials Journal, 35(2), str. 187–193, 2016.
- [41] P.Ch. Thimmaiah, A.K. Panda, U.K. Pandey, C. McCague, P. Dutta, M. Bahrami, A New Approach to Compute the Porosity and Surface Roughness of Porous Coated Capillary-Assisted Low Pressure Evaporators, Nature, Scientific Reports, 8, nr 11708, 2018.
- [42] J. Sartuqui, N.L. D'Elía, D. Ercoli, D. Sánchez de Alcazar, A.L. Cortajarena, P.V. Messina, Mechanical performance of gelatin fiber mesh scaffolds reinforced with nano-hydroxyapatite under bone damage mechanisms, Materials Today Communications, 19, str. 140–147, 2019.
- [43] B.S.M. Kretzschmar, E. Wendler, A. Heft, R. Köcher, C. Voigt, C. Ronning, B. Grünler, E. Rädlein, Comprehensive porosity determination of combustion-deposited SiO_x thinfilms and correlation with FTIR signal, Surface & Coatings Technology, 375, str. 256–265, 2019.
- [44] S. Ghannadi, H. Abdizadeh, A. Babaei, Fabrication of porous titania sheet via tape casting: Microstructure and water permeability study, Ceramics International, 46, str. 8689–8694, 2020.
- [45] A. Shirania, T. Joya, A. Rogovb, M. Linb, A. Yerokhinb, J.E. Mogonyec, A. Korenyi-Bothd, S.M. Aouadia, A.A. Voevodina, D. Bermana, PEO-Chameleon as a potential protective coating on cast aluminum alloys for high-temperature applications, Surface & Coatings Technology, 397, nr 126016, 2020.
- [46] M.A. Khimich, K.A. Prosolov, T. Mishurova, S. Evsevlev, X. Monforte, A.H. Teuschl, P. Slezak, E.A. Ibragimov, A.A. Saprykin, Z.G. Kovalevskaya, A.I. Dmitriev, G. Bruno, Y.P. Sharkeev, Advances in Laser Additive Manufacturing of Ti-Nb Alloys: From Nanostructured Powders to Bulk Objects, Nanomaterials, 11, nr 1159, 2021.

- [47] A. Kube, F. Bienen, N. Wagner, K.A. Friedrich, Wetting Behavior of Aprotic Li–Air Battery Electrolytes, *Adv. Mater. Interfaces*, 9, nr 2101569, 2021.
- [48] D. Ke, J. Yu, P. Liu, Ch. Niu, X. Yang, Biomimetic 3D printed PCL/TCP/GelMA scaffolds with improved osteogenesis and angiogenesis for non-load bearing applications, *Materialia*, 21, nr 101339, 2022.
- [49] D. Monceau, M. Vilasi, High Temperature Oxidation of Additively Manufactured Structural Alloys, *JOM The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 74(4), str. 1659-1667, 2022.
- [50] Y. Liu, Z. Guo, H. Wang, J. Zhang, X. Li, Research Progress of 3D Printing Cemented Carbide, *Xiyu Jinshu/Chinese Journal of Rare Metals*, 45(4), str. 484-492, 2021.
- [51] T. Zakrzewski, J. Kozak, M. Witt, M. Dębowska-Wąsak, Dimensional Analysis of the Effect of SLM Parameters on Surface Roughness and Material Density, *Procedia CIRP*, 95, str. 115-120, 2020.
- [52] Y. Liu, J. Hou, Forming Defects and Its Influence on Mechanical Properties of Polyetheretherketone Manufactured by Selective Laser Sintering, *Zhongguo Jiguang/Chinese Journal of Lasers*, 50 (20), 2002305, 2023.
- [53] L. Piancastelli, E. Pezzuti, S. Cassani, Power speed reduction units for general aviation part 8: Casing design for metal direct additive manufacturing, *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, 17(6), str. 661-669, 2022.
- [54] Z. Lawrowski, *Tribologia. Tarcie, zużywanie i smarowanie*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2008.
- [55] M. Blicharski, *Inżynieria powierzchni*, Wydawnictwo Naukowo – Techniczne, Warszawa 2009.
- [56] ISO 20808, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics). Determination of friction and wear characteristics of monolithic ceramics by ball-on-disc method, 2004.
- [57] ISO 18535, Diamond-like carbon films. Determination of friction and wear characteristics of diamond-like carbon films by ball-on-disc method, 2016.
- [58] P. Wyżga, L. Jaworska, M.M. Bucko, J. Bonarski, P. Putyra, P. Figiel, TiN–TiB₂ composites prepared by various sintering techniques, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 41, str. 571-576, 2013.

- [59] P. Wyżga, L. Jaworska, P. Putyra, M. Podsiadło, J. Cyboron, Characterization of metal-like carbides-graphene composite prepared by SPS method, *Key Engineering Materials*, 655, str. 87 – 91, 2015.
- [60] I. Sulima, P. Putyra, P. Hyjek, T. Tokarski, Effect of SPS parameters on densification and properties of steel matrix composites, *Advanced Powder Technology*, 26(4), str. 1152 – 1161, 2015.
- [61] L. Jaworska, M. Karolus, S. Cygan, J. Morgiel, J. Cyboron, J. Laszkiewicz-Lukasik, P. Putyra, Influence of pulsed current during high pressure sintering on crystallite size and phase composition of diamond with Ti-B bonding phase, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 70, str. 101-106, 2018.
- [62] L. Jaworska, J. Panasiuk, P. Putyra, M. Stępień, P. Noga, P. Pałka, A. Zwoliński, The influence of powder characteristics on the sintering behaviour and impurity content of spark-plasma-sintered zirconium, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 82, str. 259-267, 2019.
- [63] A. Stwora, G. Skrabalak, Influence of selected parameters of Selective Laser Sintering process on properties of sintered materials, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 61(2), str. 375-380, 2013.