

Kinga CHRONOWSKA-PRZYWARA¹, Marcin KOT², Sławomir ZIMOWSKI³

TECHNIKI BADAWCZE W ANALIZIE WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH I TRIBOLOGICZNYCH CIENKICH WARSTW I POWŁOK

Streszczenie. W artykule przedstawiono techniki badawcze pozwalające na analizę właściwości zarówno mechanicznych, jak i tribologicznych cienkich powłok nanoszonych na elementy maszyn pracujących niejednokrotnie w ciężkich warunkach. W Katedrze Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn w Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie studenci studiów magisterskich na kierunku mechanika i budowa maszyn w ramach fakultetu tribologia odbywają laboratoria, podczas których poznają między innymi nowe techniki badań cienkich powłok nanoszonych metodami PVD i CVD. Obejmują one analizę mikro-, nanotwardości oraz modułu Younga przy użyciu techniki instrumentalnej indentacji. Studenci wykonują także testy zarysowania, dzięki którym przeprowadzają pomiar adhezji cienkich powłok i warstw wierzchnich do podłoża. Właściwości tribologiczne układów powłoka-podłoże są badane różnymi technikami, głównie w styku skoncentrowanym kula-tarcza i rolka-klocek oraz środowisku silnie ściernym tarcza-kula.

Słowa kluczowe: powłoki tribologiczne, twardość, tarcie, zużycie

THE RESEARCH TECHNIQUES FOR ANALYSIS OF MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF COATING-SUBSTRATE SYSTEMS

Summary. The article presents research techniques for the analysis of both mechanical and tribological properties of thin coatings applied on highly loaded machine elements. In the Institute of Machine Design and Exploitation, AGH University of Science and Technology students of the second level of Mechanical Engineering study tribology attending laboratory class. Students learn on techniques for mechanical and tribological testing of thin, hard coatings deposited by PVD and CVD technologies. The program of laboratories contains micro-, nanohardness and Young's modulus measurements by instrumental indentations and analysis of coating to substrate adhesion by scratch testing. The tribological properties of the coating-substrate systems are studied using various techniques, mainly in point contact load conditions with ball-on-disc and block-on-ring tribometers as well as using ball cratering method in strongly abrasive suspensions.

Keywords: tribological coatings, hardness, friction, wear

¹ Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, 30-065 Kraków, al. Mickiewicza 30, e-mail: chronows@agh.edu.pl.

² Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, 30-065 Kraków, al. Mickiewicza 30, e-mail: kotmarc@imir.agh.edu.pl.

³ Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, 30-065 Kraków, al. Mickiewicza 30, e-mail: zimowski@imir.agh.edu.pl.

1. WPROWADZENIE

Na całym świecie produkuje się w ogromnej ilości elementy maszyn pracujące w warunkach ciężkich obciążeń węzłów tarcia, takich jak: łożyska, koła zębate, mechanizmy typu krzywka-popychacz. Wciąż dąży się do ciągłego zwiększania ich trwałości i energooszczędności. Na elementy par kinematycznych poddawanych wysokim obciążeniom stosowane są obecnie głównie stale stopowe, które są narażone na duże zużycie ściernie, zacieranie, a także na powierzchniowe zużycie zmęczeniowe powszechnie zwane pittingiem, będące przyczyną wielu awarii maszyn. Zamiast wprowadzania uciążliwych dla środowiska środków smarnych z dodatkami uszlachetniającymi, np. EP, AW, mającymi na celu zmniejszenie naprężeń ścinających sporym zainteresowaniem cieszą się osadzone na powierzchniach trących cienkie powłoki tribologiczne. Obecnie na rynku światowym można zauważyć ogromny rozwój w dziedzinie wytwarzania różnych powłok z coraz to nowszych materiałów oraz o złożonej budowie [13, 14]. Widoczna jest również tendencja do ciągłego zmniejszania grubości powłok oraz do stosowania powłok składających się z wielu warstw. Podczas doboru powłoki na części maszyn istotna jest analiza, w jakich warunkach powłoka będzie pracowała. Dobór powłok przeciwzużyciowych na elementy maszyn jest poprzedzony jest kompleksowym programem badań w celu wyznaczenia ich właściwości mechanicznych i tribologicznych. Jeśli chodzi o grubość powłok, konieczne jest prowadzenie testów układów powłoka-podłoże w skali mikro lub nano. Do analizy właściwości mechanicznych takich układów służą między innymi testy indentacyjne, które mogą być wykonywane różnymi wgłębnikami w celu określenia maksymalnych obciążeń dla konkretnej geometrii kontaktu i warunków eksploatacji pary trącej. Tego typu badania pozwalają wyznaczyć mikro/nanotwardość oraz moduł sprężystości powłok. Analizę właściwości tribologicznych cienkich, twardych powłok przeciwzużyciowych prowadzi się na podstawie wyników badań tarciovo-zużyciowych wykonanych w styku kula-płaszczyzna w ruchu obrotowym próbki lub też w obecności zawieszin z twardymi cząstkami. W Katedrze Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie studenci studiów magisterskich na kierunku mechanika i budowa maszyn w ramach fakultetu tribologia odbywają laboratoria w wymiarze 30 godzin lekcyjnych, zapoznając się z technikami badawczymi stosowanymi w analizie właściwości mechanicznych i tribologicznych cienkich warstw.

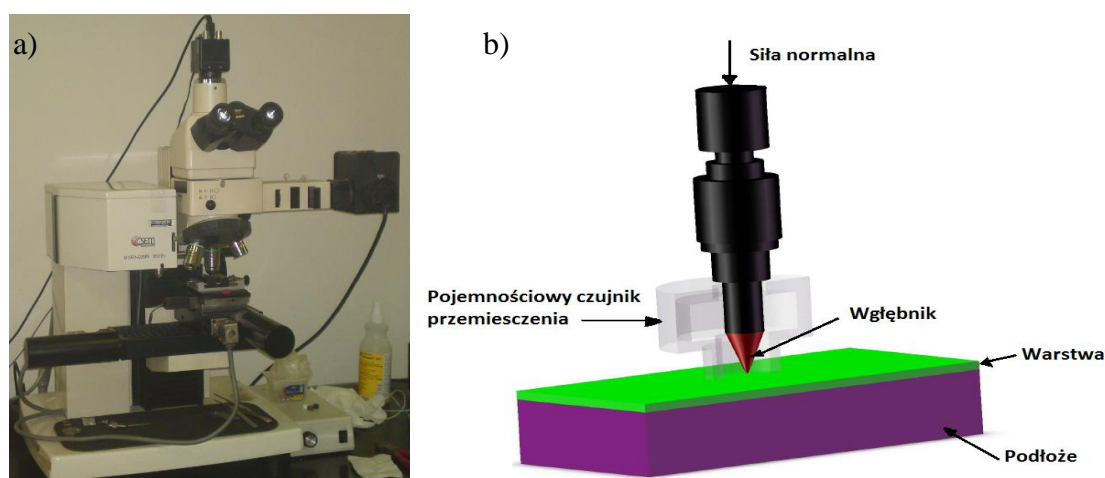
2. TECHNIKI BADAWCZE

Jednym z problemów ograniczających powszechne stosowanie powłok na elementy maszyn jest ich odpowiedni dobór do konkretnego węzła tarcia. Dodatkowo brak jest bazy wiedzy na temat właściwości powłok, co wynika z faktu, że nawet tak często stosowane powłoki jak TiN wykazują znacząco różne właściwości, gdy są wytwarzane różnymi technikami bądź są osadzone na różnych podłożach. Z tego powodu konieczne jest wykonywanie wielu analiz właściwości mechanicznych oraz tribologicznych powłok, aby wybrać optymalną powłokę do konkretnego zastosowania. Do tego celu wykorzystuje się techniki badawcze przedstawione w kolejnych podrozdziałach.

2.1. Wyznaczanie mikro/nanotwardości oraz modułu Younga warstw wierzchnich i powłok metodą instrumentalnej indentacji

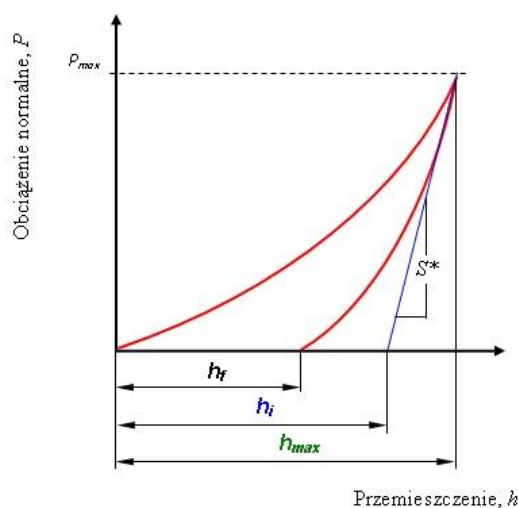
Najczęściej właściwości mechaniczne cienkich warstw decydują o trwałości powierzchni maszyn, na których są nałożone powłoki. Decydują one niejednokrotnie o niezawodności urządzeń przenoszących obciążenia w styku skoncentrowanym. Nałożenie powłoki powoduje zazwyczaj korzystny rozkład naprężeń ściskających na powierzchni. Ze względu na fakt, iż grubość warstw szacuje się od kilkudziesięciu nanometrów do kilkuset mikrometrów, niektóre ich rodzaje można oderwać od podłoża, aby wyznaczyć ich właściwości mechaniczne. Niestety w przypadku cienkich warstw taki zabieg jest niemożliwy. Najczęściej stosowanymi metodami pomiaru twardości oraz modułu sprężystości cienkich warstw są metody nano- i mikrowgłębnikowania [8]. Do tego celu stosowane są wgłębniki o geometrii Vickersa oraz Berkovicha. Pomimo używania tej techniki od około 20 lat wciąż napotyka się wiele problemów związanych z szacowaniem oraz analizą uzyskanych wyników. W przypadku cienkich warstw problem polega na doborze takiej względnej głębokości penetracji h_{max}/t , tak aby właściwości podłoża nie wpływały na wyniki pomiaru twardości warstwy nakładanej na elementy maszyn.

Jeden z pierwszych modeli wyznaczających twardość powierzchni dla znanej twardości warstwy i podłoża pokazali Jonsson i Hogmark [10]. Autorzy przedstawili dwa modele: o powierzchniowym prawie mieszanin dla dużych głębokości penetracji oraz o objętościowym prawie mieszanin dla małych głębokości penetracji. Jednak wyznaczenie eksperymentalne objętości i powierzchni odkształconej plastycznie jest problematyczne dla obydwu tych metod. Popularniejszą analityczną metodą obliczania jest wyznaczenie promieni odkształcenia plastycznego warstwy oraz podłoża [1]. Dużo bardziej skuteczny model przedstawili Korsunsky i inni [18, 19]. Model ten jest stosowany dla warstw wykazujących sprężysto-plastyczny oraz kruchy charakter odkształceń. Konwencjonalne metody pomiaru mikro-twardości powierzchni są oparte na obliczaniu stosunku wartości siły przyłożonej do wgłębnika oraz pola powierzchni odcisku po odciążeniu wgłębnika. Dużo dokładniejsza jest metoda, która polega na pomiarze siły obciążającej w sposób ciągły i zagłębieniu wgłębnika podczas obciążenia oraz odciążeniu badanej próbki. Takie badania przeprowadza się na urządzeniach takich jak Micro-Combi-Tester (MCT) przedstawiony na rys. 1a, a produkowany przez szwajcarską firmę CSM.



Rys. 1. a) Micro-Combi-Tester (MCT) firmy CSM, b) układ obciążający badaną próbkę
Fig 1. a) Micro-Combi-Tester (MCT) produced by CSM, b) loading system of tested sample

Urządzenie to służy do wyznaczenia mikromechanicznych właściwości materiałów. Między innymi pozwala na wyznaczenie twardości oraz modułu Younga cienkich powłok. Dzięki układowi pozycjonowania próbki z dokładnością do 1 μm możliwe jest precyzyjne wyznaczenie miejsca pomiaru. Dodatkowo, co jest szczególnie istotne podczas badania cienkich warstw, siła jest mierzona z dokładnością do 0,15 mN, a penetracja do 0,3 nm. MCT ma możliwość pomiarów twardości nowymi metodami, np. Martensa, oraz tradycyjnymi, jak Vickersa. Układ obciążający badaną próbkę jest widoczny na rys. 1b. Po każdym pełnym cyklu składającym się z obciążenia i odciążenia próbki kreślony jest wykres obciążenia wgłębnika w funkcji jego przemieszczenia będącego głębokością penetracji – jak na rys. 2.



Rys. 2. Typowa krzywa wgłębnikowania – obciążenie P w funkcji przemieszczenia h z zaznaczonymi parametrami: h_f – zagłębienie pozostające, h_i – głębokość kontaktu, h_{max} – maksymalne zagłębienie, S^* – całkowita sztywność systemu

Fig. 2. Typical load-penetration depth curve – P -load, h -penetration depth and h_f – residual depth, h_i – contact depth, h_{max} – maximal depth, S^* – contact stiffness

Analiza właściwości mechanicznych jest oparta na metodzie Olivera i Parra [15]. Metoda ta umożliwi obliczenie modułu sprężystości badanego materiału bezpośrednio z powstałej krzywej obciążenia z zależności:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{2 \cdot \sqrt{A}} \quad (1)$$

gdzie:

E_r – zredukowany moduł sprężystości równy $\frac{1}{E_r} = \frac{1-v^2}{E} + \frac{1-v_i^2}{E_i}$

E_i – moduł Younga badanego materiału;

v – współczynnik Poissona badanego materiału;

v_i – współczynnik Poissona materiału wgłębnika (dla diamentu $v = 0,07$);

E – moduł Younga materiału wgłębnika (dla diamentu $E = 1141$);

S – sztywność kontaktowa (tangens kąta nachylenia krzywej odciążania);

A – powierzchnia kontaktu przy uwzględnieniu odkształcenia trwałego.

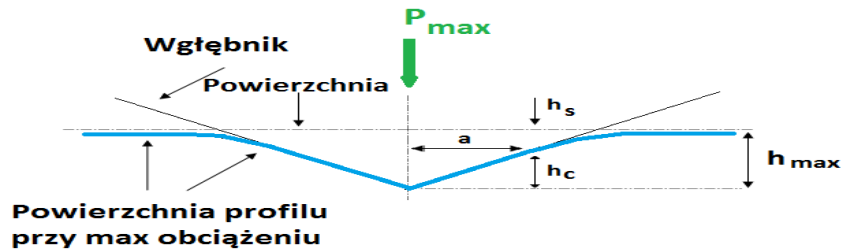
Mikrotwardość oznaczaną μHV określa się jako iloraz maksymalnej siły obciążającej wgłębnik do powierzchni odcisku po odciążeniu badanego materiału.

$$\mu Hv = \frac{P_{max}}{A} \quad (2)$$

gdzie:

P_{max} – siły obciążające wgnębnik;

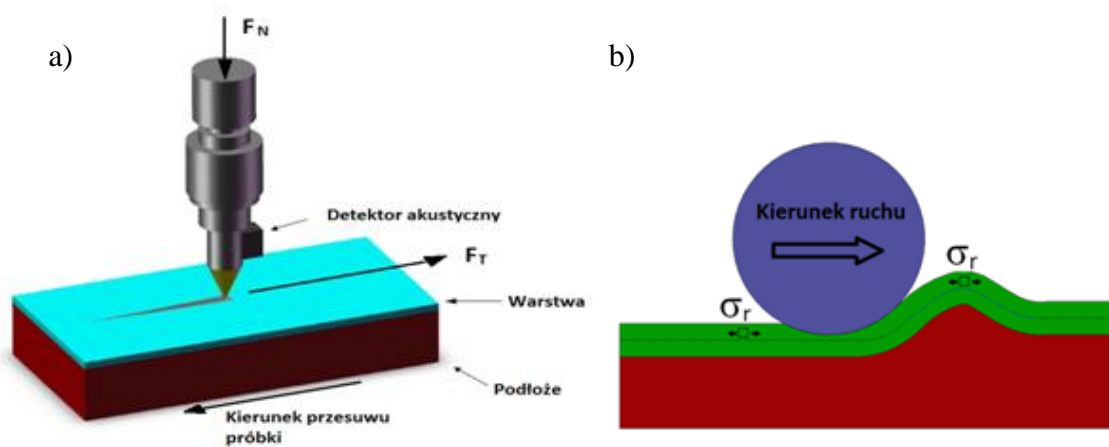
A – powierzchnia odcisku wyznaczona jako funkcja głębokości h_c , $A = A(h_c)$ gdzie $h_c = h_{max} - h_s$, jak na rys. 3.



Rys. 3. Schemat zagłębienia wgnębnika o idealnym stożkowym kształcie ostrza
Fig. 3. The scheme of ideal conically shaped indenter penetration

2.2. Pomiar adhezji cienkich powłok i warstw wierzchnich do podłoża – test zarysowania

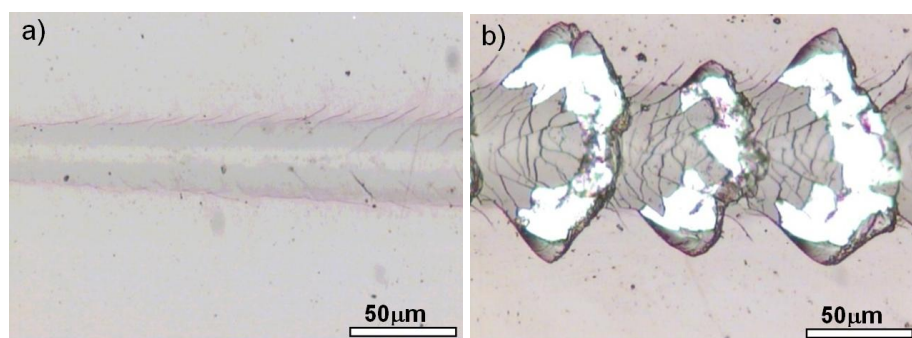
Powłoki nakładane na różne elementy przenoszące obciążenia w styku skoncentrowanym będą spełniać swoją funkcję, pod warunkiem że będą odpowiednio silnie zaczepione na podłożu. Najpopularniejszą metodą badania wytrzymałości połączenia powłoki z podłożem jest test zarysowania [7]. Badanie to na zajęciach laboratoryjnych na AGH wykonuje się na urządzeniu MCT (rys. 1a), dzięki któremu możliwy jest pomiar parametrów geometrycznych zarysowania, analizy mikroskopowej rysy oraz emisji akustycznej rejestrowanej podczas pęknięcia kruchych powłok. Dzięki otrzymanym informacjom można analizować nie tylko adhezję powłoki do podłoża, lecz także wytrzymałość powłoki i jej odporność na pęknięcie. Test zarysowania, zwany scratch testem, jest metodą polegającą na wykonaniu rysy na powierzchni próbki diamentowym wgnębnikiem Rockwella C przy obciążeniu siłą normalną F_N – jak pokazano na rys. 4a.



Rys. 4. Test zarysowania: a) schemat testu b) deformacje układu powłoka-podłoże oraz miejsca koncentracji naprężeń rozciągających i powstawania pęknięć

Fig. 4. Scratch test: a) scheme of the method, b) deformation of coating-substrate system with areas subjected to maximum tensile stress and fracture

Obciążenie węgelnika wzrasta ze stałą prędkością, jednak możliwy jest także skokowy wzrost obciążenia, a szybkość przesuwu próbki waha się w przedziale 0,4-20 mm/min. Urządzenie umożliwia wykonywanie rysy na długości do 20 mm oraz głębokości pomiarowej do 100 μm . Wzrastające obciążenia powodują narastanie odkształceń sprężystych i plastycznych, co prowadzi do jednej z charakterystycznych form niszczenia powierzchni. Obciążenie, przy którym rozpoczyna się proces niszczenia, nazywamy obciążeniem krytycznym L_c . Niszczenie powierzchni próbki może mieć charakter pęknięć kohezyjnych L_{c1} lub adhezyjnych L_{c2} . Jedną z bardziej typowych form niszczenia kohezyjnego są pęknięcia powłoki w kierunku prostopadłym do kierunku ruchu węgelnika. Występujące siły tarcia między węgelnikiem a badaną powłoką powodują powstawanie przed węgelnikiem dużych naprężeń ściskających, a za węgelnikiem naprężeń rozciągających. Pęknięcia adhezyjne ujawniają się jako lokalne delaminacje podczas powstawania wypłytki bezpośrednio przed węgelnikiem, na bokach śladu zarysowania lub też w skutek kruszenia i odrywania powłoki przed węgelnikiem jak na rys. 4b [3-5,17]. Wartości uzyskiwanych obciążeń krytycznych zależą głównie od właściwości zarówno powłoki, jak i podłoża, grubości powłoki, jej stanu naprężeń własnych, a także od parametrów testu, czyli od: promienia węgelnika, prędkości przesuwania i narastania siły obciążającej węgelnik. Powstałe zarysowanie na powierzchni badanego materiału jest obserwowane pod mikroskopem optycznym znajdującym się w urządzeniu badawczym. Podczas pomiaru za pomocą wbudowanego w aparat mikroskopu i kamery można rejestrować obrazy zniszczonych powłok, których typowe przykłady przedstawiono na rys. 5. Program pozwala na otrzymanie charakterystyk: siły normalnej F_N , siły stycznej F_T , emisji akustycznej AE, głębokości penetracji węgelnika P_d i głębokości pozostającej po zarysowaniu R_d .



Rys. 5. Pęknięcia powłoki a-C:H: a) kohezyjne, b) adhezyjne
Fig.5. Cracks on a-C:H coating: a) cohesive, b) adhesive

2.3. Tarcie i zużycie cienkich, twardych powłok przeciwzużyciowych nakładanych metodą PVD i CVD

Wysoko obciążone węzły elementów maszyn, powierzchnie robocze narzędzi skrawających oraz narzędzi do obróbki plastycznej są narażone na duże obciążenia mechaniczne, a także na wysoką temperaturę podczas pracy. Ponieważ w takich miejscach stosowane są powłoki, istnieje konieczność badań, których celem jest określenie ich odporności na zużycie również w podwyższonych temperaturach, a także wyznaczenie współczynnika tarcia par ślizgowych. Stosuje się wówczas różnego rodzaju triboterstery, między innymi typu trzpień-tarcza przedstawiony na rys. 6a, który służy do analizy właściwości tribologicznych tworzyw konstrukcyjnych. Badania są wykonywane zgodnie

z wymogami normy [9] w styku kula-tarcza (rys. 6b) lub trzpień-tarcza (rys. 6c). Urządzenie pozwala na ustalenie prędkości poślizgu do 1 m/s, nacisku do 100 N oraz badania w styku smarowanym lub w warunkach tarcia technicznie suchego.

W ramach przedmiotu tribologia studenci wykonują badania tarciovo-zużyciowe w styku skoncentrowanym kula-tarcza. Po ustaleniu parametrów badań: obciążenia F_n , prędkości obrotowej n , liczby cykli N oraz promienia tarcia R_t , jest mierzona siła styczna F_t i obliczany współczynnik tarcia:

$$f = \frac{F_t}{F_n} \quad (3)$$

gdzie:

F_t – siła styczna,

F_n – obciążenie.

Zużycie badanego materiału określa wielkość profilu bruzdy mierzonej stykowo na urządzeniu MCT lub na profilometrze. Kolejno, przy użyciu odpowiedniego programu komputerowego, należy obliczyć w czterech miejscach obwodu, co 90° , pole przekroju poprzecznego bruzdy, jak np. na rys. 7. Następnie obliczany jest wskaźnik zużycia objętościowego badanej próbki wg zależności (4):

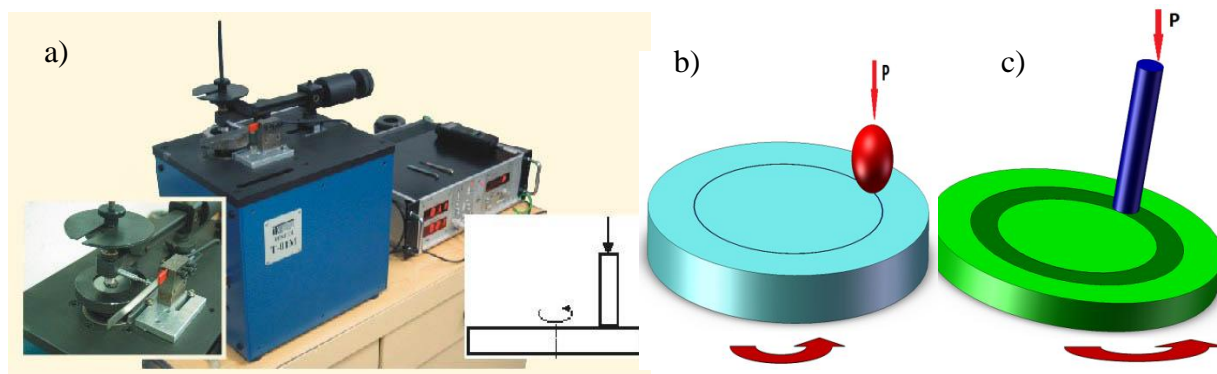
$$W_v = \frac{V}{F_n \cdot s} \left[\frac{\text{mm}^3}{\text{N} \cdot \text{m}} \right] \quad (4)$$

gdzie:

V – objętość przekroju bruzdy,

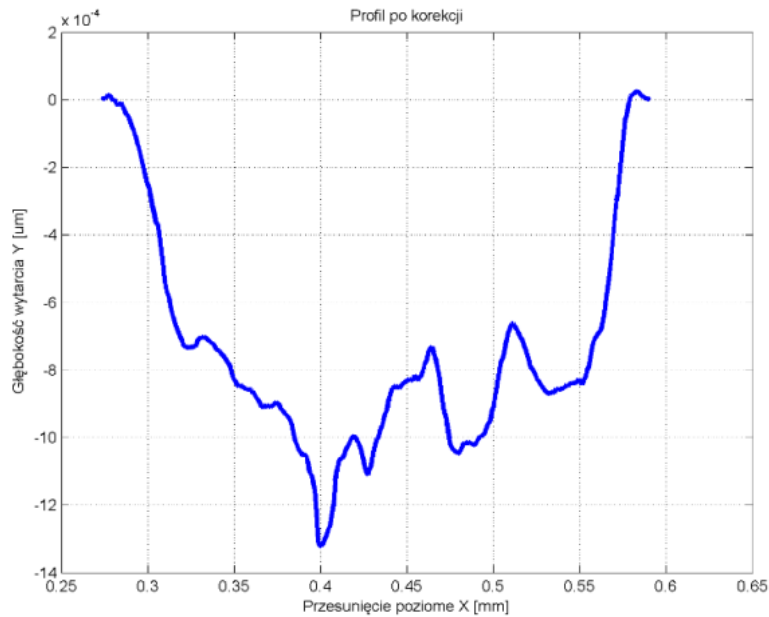
F_n – obciążenie,

S – droga poślizgu w styku.



Rys. 6. a) Triboterster typu trzpień-tarcza, b) styk kula-tarcza, c) trzpień-tarcza

Fig. 6. a) Pin-on-disc tribometer, b) Ball-on-disc geometry, c) pin-on-disc geometry



Rys. 7. Profil poprzeczny przekroju bruzdy

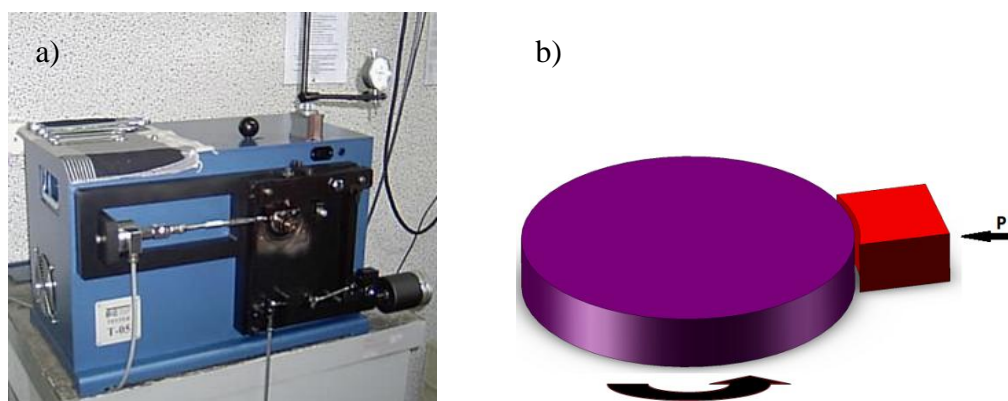
Fig. 7. Profile of the wear track

2.4. Tarcie i zużycie metali lub tworzyw sztucznych w styku skoncentrowanym liniowym

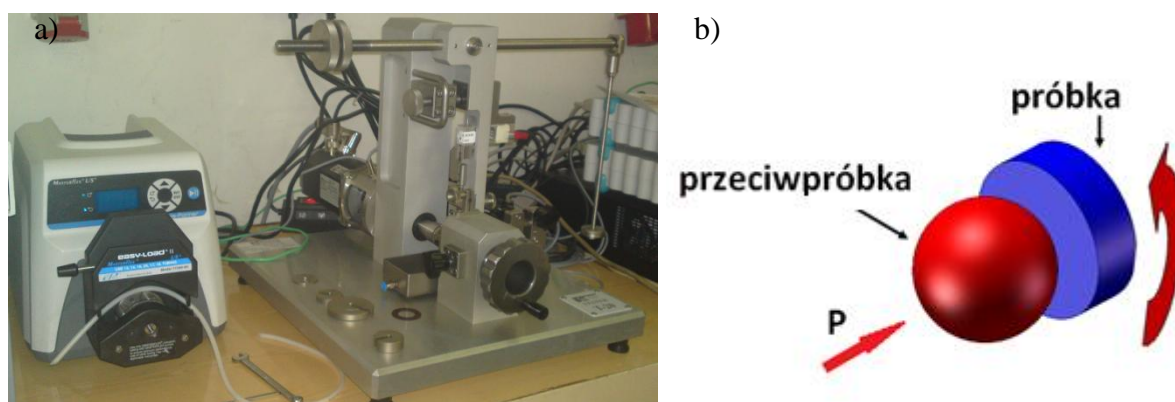
Kolejnym testem umożliwiającym pomiar odporności na zużycie ściernie oraz współczynnika tarcia jest test w styku rolka-kłosek (rys. 8a). Badania są przeprowadzone zgodnie z normami: ASTM D 2714, D 3704, D 2981 i G 77. Badanie to polega na dociskaniu płaskiego elementu (klocka) do obracającej się rolki tak jak na rysunku, z określoną siłą (rys. 8b). Rolka może wykonywać ruch obrotowy z jednostajną prędkością lub oscylacyjny z zadaną częstotliwością. Studenci na zajęciach wyznaczają współczynnik tarcia oraz dokonują pomiaru zużycia współpracujących powierzchni.

2.5. Badanie odporności na zużycie materiałów konstrukcyjnych i powłok nanoszonych na trące elementy maszyn

Do badań odporności na zużycie materiałów konstrukcyjnych i powłok nanoszonych na trące elementy maszyn jest także stosowana metoda wyszlifowania krateru (rys. 9a) zgodnie z w normą PN-EN 1071-6:2008 [16]. Przy pomocy tego testera można dodatkowo zmierzyć grubość badanej powłoki oraz intensywność zużywania powłoki i podłoża. Badanie polega na dociskaniu nieruchomej tarczy testowej z określoną siłą do obracającej się przeciwpróbki w postaci kuli jak na rys. 9b. W trakcie testu w strefę tarcia jest wprowadzana zawiesina z cząstkami ścierniwa. Najczęściej używana jest woda destylowana z cząstkami SiC o średnim uziarnieniu 1 µm.



Rys. 8. a) Tribotester typu rolka-klocek T-05, b) dociskany klocek do obracającej się rolki
 Fig. 8. a) Block-on-ring tribotester T-05, b) block pressed to rotating ring



Rys. 9. a) Tester T-20, b) metoda pomiaru w styku kula-tarcza
 Fig. 9. a) Tribotester T-20, b) testing method at ball-on-disc geometry

Tester T-20 produkowany przez ITEE Radom pozwala na przeprowadzenie badań z możliwością ustawienia różnych obciążeń oraz prędkości poślizgu przeciwpółki. Przed przystąpieniem do testu należy określić parametry wejściowe pracy węzła tarcia, tj. prędkość obrotową przeciwpółki, obciążenie próbki oraz drogę tarcia. Szybkość zużycia powłoki i podłoża przy ustalonych parametrach oblicza się z równania:

$$S \cdot N = \left(\frac{V_c}{K_c} + \frac{V_s}{K_s} \right) \quad (5)$$

gdzie:

S – droga poślizgu kuli,

N – obciążenie nominalne,

V_c – objętość usuniętej powłoki,

V_s – objętość usuniętego podłoża,

K_s – szybkość zużywania ściernego podłoża,

K_c – szybkość zużywania powłoki.

Szybkość zużywania ściernego podłoża i powłoki oblicza się etapowo. Wyznacza się wartości $\frac{SN}{V_c}$ oraz $\frac{V_s}{V_c}$ dla wszystkich kraterów. Następnie wykreśla się zależności $\frac{SN}{V_c}$ w funkcji $\frac{V_s}{V_c}$ dla wszystkich kraterów, po czym stosuje się regresję liniową w celu dopasowania do wyników

eksperymentu. W końcowym etapie wyznaczania się K_c z przesunięcia liniowego oraz K_s z nachylenia prostej wg równania:

$$\frac{SN}{V_c} = \frac{1}{K_s} \cdot \frac{V_s}{V_c} + \frac{1}{K_c} \quad (6)$$

gdzie:

S – droga poślizgu kuli,

N – obciążenie nominalne,

V_c – objętość usuniętej powłoki,

K_s – szybkość zużywania ściernego podłoża,

K_c – szybkość zużywania powłoki.

3. PODSUMOWANIE

Wybór powłoki nanoszonej na elementy maszyn jest najczęściej poprzedzony szczegółową analizą jej właściwości mechanicznych oraz tribologicznych. Dzięki technikom przedstawionym w publikacji i stosowanym w Katedrze Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn w Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie studenci w ramach fakultetu tribologia poznają, w jaki sposób ocenić właściwości badanej powłoki oraz dobrać odpowiednią powłokę do konkretnego zastosowania. Najczęściej wykorzystywane techniki badawcze pozwalają wyznaczyć mikro-, nanotwardość, moduł Younga, pomiar adhezji cienkich powłok i warstw do podłoża oraz zużycie objętościowe powłok.

Bibliografia

1. Ahn J-H, Kwon D., Microchemical estimation of composite hardness using nanoindentation technique for thin – film coated system. *Materials Science and Engineering A*, vol. 285, 2000, p. 172-178
2. Burakowski T., Wierzchnoń T., *Inżynieria powierzchni metali*. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 1995, s. 47-61, 191-219, 449-550.
3. Bull S.J., Berasetegui E.G., *Tribology International*, 39, 2006, p. 99-114.
4. Bull S.J., *Tribology International*, 30, 1997, p. 491-498.
5. Bull S.J., *Surface and Coatings Technology*, 50, 1991, p. 25-32.
6. Dobrzański L.A., Dobrzańska-Danikiewicz A.D., *Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich*. Open Access Library, 2011, s. 89-136.
7. EN 1071-3; *Advanced technical ceramics – Methods of test for ceramic coatings - Part 3: Determination of adhesion and other mechanical failure modes by a scratch test*.
8. ISO 14577-1. *Metallic materials – instrumented indentation test for hardness and material parameters – Part 1: Test method*.
9. ISO 20808:2004. *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Determination of friction and wear characteristics of monolithic ceramics by ball-on-disc method*.
10. Jonsson B., Hogmark S., *Hardness measurements of thin films*. *ThinSolid Films*, vol. 114, 1984, p. 257-269.
11. Kot M., *Analiza właściwości mechanicznych układów powłoka-podłoże przy użyciu metody indentacji z wykorzystaniem wglębników o różnej geometrii*. *Tribologia: teoria*

- i praktyka, Polskie Towarzystwo Tribologiczne, Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, 42, nr 2, 2011, s. 47-60.
12. Kot M., Rakowski W., Wpływ chropowatości powierzchni i twardości podłoża na pomiar twardości cienkich warstw, *Zagadnienia Eksploatacji Maszyn*, vol. 40 z. 2, 2005, s. 17-30.
 13. Kot M., *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 12, 2012, p. 464-470.
 14. Kot M., Moskalewicz T., Wendler B., Rakowski W., Czyrska-Filemonowicz A., *Solid State Phenomena*, 177 (2011), p. 36-46.
 15. Oliver W.C., Pharr G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, vol. 7, 1992, p. 1564-1583.
 16. PN-EN 1071-6:2008. Techniczna ceramika zaawansowana - Metody badania powłok ceramicznych. Część 6: Oznaczanie odporności na ścieranie powłok metodą mikrościerania.
 17. Thouless M.D., *Engineering Fracture Mechanics*, 61, 1998, p. 75-81.
 18. Tuck J.R., Korsunsky A.M., Bull S.J., Davidson R.I., On the application of the work-of-indentation approach to depth- sensing indentation experiments in coated systems, *Surface and Coating Technology*, vol. 137, 2001, p. 217-224.
 19. Tuck J.R., Korsunsky A.M., Bhat D.G., Bull S.J., Indentation hardness evolution of cathodic arc deposited thin hard coatings, *Surface and Coating Technology*, vol. 139, 2001, p. 63-74.