

BEVONATOK TRIBOLÓGIAI TULAJDONSÁGAINAK VIZSGÁLATA

ANALYSIS OF TRIBOLOGICAL PARAMETERS OF COATINGS

Bányai Kristóf*, Vadászné Prof. Dr. Bognár Gabriella**

ABSTRACT

In this research work, the authors compare the tribological parameters of Ni-P and Ni-B coatings. The friction coefficients and wear of Ni-P-I, Ni-P-II and Ni-B coatings are investigated using different methods and the test results are analysed using microhardness measurement, abrasion test and determination of the coefficient of friction as a function of time, determination of wear volume loss by measuring microscopy, scanning electron microscopy to determine the morphology and thickness of coating types and the chemical composition of wear marks, and calculation of the wear coefficient.

1. BEVEZETÉS

Az ipari termékek a szerelés, szállítás és a rendeltetésszerű használat során számos igénybevételnek vannak kitéve. A felhasznált szerkezeti anyagok nagy része azonban nem felel meg a felhasználás követelményeinek, ezért az ellenállóképesség növelése érdekében az ipari termékek alkatrészeit sok esetben felületnemesítési eljárásnak kell alávetni. A bevonatoknak számos típusa terjedt el a gyakorlatban, így: galvanikus fémbevonatok, nemfémes kémiai és elektrokémiai rétegek, fémszórta bevonatok, tűzi fémbevonatok, festékek, szinterelt műanyag bevonatok és tűzzománc bevonatok [1].

A felülettechnikai bevonatképző módszerek közül a kémiai redukciós eljárások révén egyenáramforrás alkalmazása nélkül lehet fém és fémmátrixú kompozit bevonatokat képezni. Kémiai redukciós úton le lehet választani nikkelt, rezet, aranyat, palládiumot, platinát és ezüstöt, melyek közül a kémiai nikkelezést alkalmazzák a leggyakrabban. A kémiai redukcióval történő fémleválasztásnál a fémbevonat előállításához szükséges elektronokat a leválasztani kívánt fémsó oldatában jelenlévő redukálószer adja. A redukálódott fém az oldatba merített munkadarab felületén tömör réteget képezve leválik.

A kémiai nikkellebevonat nemesebb, mint az acél és az alumínium. Pórusmentes bevonatot képezve védi a hordozót. Amorf jellege miatt a bevonat korrózióállósága kiváló, és számos környezetben jobb, mint a

tiszta nikkelle vagy krómötvözeteké. Az amorf ötvözetek jobb korrózióállósággal rendelkeznek, mint a megfelelő polikristályos anyagok. A magas P-tartalmú ötvözetek semleges vagy savas környezetben ellenállóbbak, mint az alacsonyabb foszfortartalmúak. Az alacsony foszfortartalmú (3-4%) ötvözetek ellenállóbbak az erős lúgos környezetben, mint a magas foszfortartalmúak. A Ni-B ötvözetből készült bevonatok kevésbé korrózióállóak, mint az Ni-P ötvözetek [2].

Jelen kutatómunka keretében a szerzők Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságait hasonlítják össze. Jelen fejezet keretében az Ni-P-I, Ni-P-II és Ni-B bevonatok súrlódási tényezőinek és kopásának különböző módszerek segítségével történő vizsgálata és a vizsgálati eredmények elemzése kerül bemutatásra az alábbiak szerint:

- mikrokeménység mérése,
- koptatóvizsgálat és a súrlódási tényező meghatározása az idő függvényében,
- kopási térfogatvesztés meghatározása mérőmikroszkópos vizsgálattal segítségével,
- pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat a bevonattípusok morfológiájának és vastagságának, valamint a kopásnyomok kémiai összetételének meghatározása céljából,
- kopási tényező számítása.

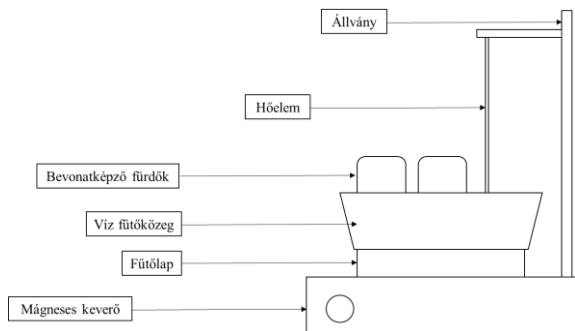
2. A VIZSGÁLT MINTADARABOK BEMUTATÁSA

A vizsgálatok során három különböző bevonatot hoztunk létre próbadarabokon a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében. A méréshez használt minták hengeres próbadarabok voltak, melyek átmérője 24 mm, magassága 7,8 mm, anyaga ötvözetlen nemesíthető acél (C40), melynek összetétele az MSZ EN ISO 683-1:2020 szabvány [3] alapján a következő: C: 0,37-0,44 m/m%, Si: 0,1-0,4 m/m%, Mg: 0,5-0,8 m/m%, P: 0,045 m/m%, S: 0,045 m/m%, Cr: 0,4 m/m%, Mo: 0,1 m/m%, Ni: 0,4 m/m%, Cu: 0,3 m/m%. A próbadarabok méretei a koptatóvizsgálathoz használt Optimol SRV5 berendezéshez alkalmazott befogó adatai szerint választottuk meg. A bevonatok minőségét számos

* gépészmérnöki alapszakos hallgató, Miskolci Egyetem, Gép- és Terméktervezési Intézet

** egyetemi tanár, Miskolci Egyetem, Gép- és Terméktervezési Intézet

paraméter befolyásolja. Ezen paraméterek a következők: fürdő összetevők minősége és koncentrációja, fürdő hőmérséklete, fürdő pH értéke. A Ni-P bevonatok kialakítása savas fürdőkből, a Ni-B bevonat kialakítása pedig lúgos fürdőből történt. A bevonatkialakítást egy többlépésből álló felületkezelési eljárás előzte meg: ultrahangos tisztítás acetonban (2 perc), desztilláltvízes öblítés, lúgos zsirtalanítás (10 m/m%-os NaOH oldatban, 80°C, 10 perc), desztilláltvízes öblítés, savas aktiválás (tömény HCl oldatban, 30 mp), desztilláltvízes öblítés, híg PdCl₂ oldatos felületi érzékenyítés (30 mp). A bevonat létrehozásához használt berendezés vázlatát az 1. ábra szemlélteti.

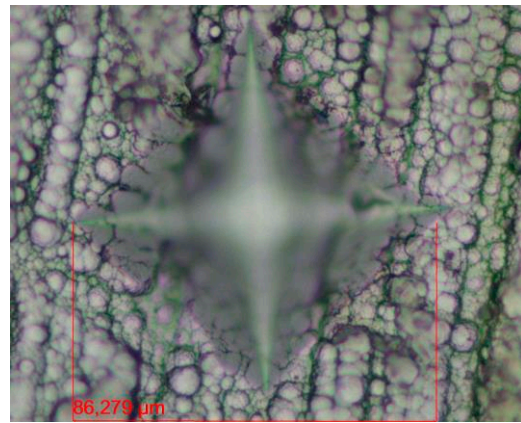


1. ábra Elektrolízis nélküli Ni-P és Ni-B bevonatok létrehozásához használt berendezés vázlatja

3. MIKROKEMÉNYSÉG MEGHATÁROZÁSA

A vizsgált bevonatok mikrokeménységének meghatározása Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszerrel lett elvégezve a Miskolci Egyetem Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézetének laboratóriumában. A mikrokeménység mérése során az alábbi mérési paramétereket alkalmaztuk az MSZ EN ISO 6507-1:2006 szabványnak megfelelően [4]: környezeti hőmérséklet 23°C, a terhelés kezdetétől a teljes terhelés eléréséig eltelt idő 6 s, a behatolótest közelítési sebessége 0,1 mm/s, a terhelőerő rajtatartási ideje 8 s. A mérés során 0,098 N terhelőerőt alkalmazva lett vizsgálva a próbadarabok bevont felületének mikrokeménysége (1. 2. ábra).

A mikrokeménység mérésének eredményeként megállapítható, hogy a legnagyobb keménységgel az Ni-P-I bevonat rendelkezik, melynek értéke 543 HV 0,01, míg a legkisebb keménysége az Ni-B bevonatnak van, melynek értéke 469 HV 0,01. Az Ni-P-II bevonat mikrokeménysége 499 HV 0,01.



2. ábra Az Ni-P próbadarab Vickers lenyomatának mikroszkópikus képe

4. KOPTATÓVIZSGÁLAT

A koptatóvizsgálatok Optimol SRV5 tribométer segítségével lettek elvégezve. A mérés első lépése az optimális mérési paraméterek meghatározása, melyet próbamérések segítségével lehet elvégezni. Az optimális mérési paraméterek kiválasztásához 8 próbamérés lett elvégezve, melyek során a terhelés és a frekvencia került meghatározásra, illetve az optimális ellendarab került kiválasztásra. Az optimális mérési paraméterek a következők: terhelőerő: 15 N, oszcilláló mérés amplitúdója: 5 mm, frekvencia: 10 Hz, mérés időtartama: 1800 s, ellendarab anyaga: cirkónium-dioxid ZrO₂, ellendarab geometriája: 10 mm átmérőjű Fritsch gyártmányú golyó. A koptatóvizsgálat környezetét a 3. ábra szemlélteti.

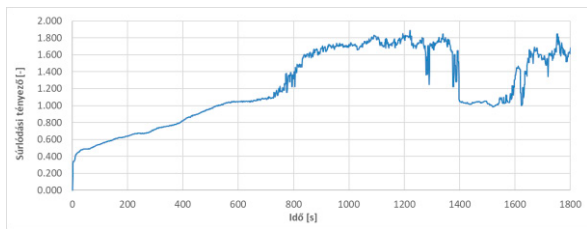


3. ábra Koptatóvizsgálat az Optimol SRV5 tribométerrel

A koptatóvizsgálat 10 próbadarabbal került elvégzésre. Három próbadarab Ni-P-I bevonattal (pH 6), három próbadarab Ni-P-II bevonattal (pH 4) és négy próbadarab Ni-B bevonattal lett ellátva. A mérés során minden próbadarabon két koptatóvizsgálatot végeztünk.

Hat koptatóvizsgálat esetében nem sikerült kiértékelhető kopásképet létrehozni a beállított mérési

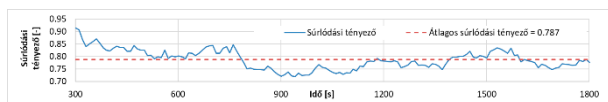
paraméterek segítségével, alapvetően a mérés megszakadása miatt, melynek oka az, hogy a mért súrlódási tényező elérte a berendezés által adott biztonsági értéket. Ezen sikertelen koptatóvizsgálatok idő-súrlódási tényező diagramjaira mutat példát a 4. ábra.



4. ábra Nem kiértékelt koptatóvizsgálatok idő-súrlódási tényező diagramja

A mérések sikertelenségének oka négy mérés esetében a mérés megszakadása, míg két mérés esetében a súrlódási tényező nagymértékű hirtelen változása okozott problémát. Ezen hirtelen történő súrlódási tényező változást feltételezhetően a próbadarab és az ellendarab közé bekerülő (majd onnan távozó) lekopott anyagdarabok okozták.

A sikeresen elvégzett koptatóvizsgálatok alapján megállapítható, hogy az Ni-P-I bevonat esetében az átlagos súrlódási tényező átlagértéke 1,0074, az Ni-P-II bevonat esetében 0,8408, míg az Ni-B bevonat esetében 0,896, azaz a legkisebb súrlódási tényezővel az Ni-P-II bevonat rendelkezik, míg a legnagyobb súrlódási tényező a koptatóvizsgálat során az Ni-P-I bevonat esetében adódott. Ezen súrlódási tényezők a sikeres koptatóvizsgálatok átlagaként kerültek meghatározásra. A sikeres koptatóvizsgálatok idő-súrlódási tényező függvényére mutat példát az 5. ábra.



5. ábra Példa sikeres koptatóvizsgálat idő-súrlódási tényező függvényére

5. KOPÁSI TÉRFOGATVESZTESÉG MEGHATÁROZÁSA

A kopási térfogatvesztés meghatározását három módszer segítségével végeztük el:

- kopási térfogatvesztés meghatározása mikroszkópos vizsgálattal Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóppal végzett méréssel,
- kopási térfogatvesztés számítása hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve [5] szerint,
- kopási térfogatvesztés számítása a DIN 51834-1 szabvány [6] szerint.

A kopási térfogatvesztés Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp segítségével történő mérésének folyamata a következő:

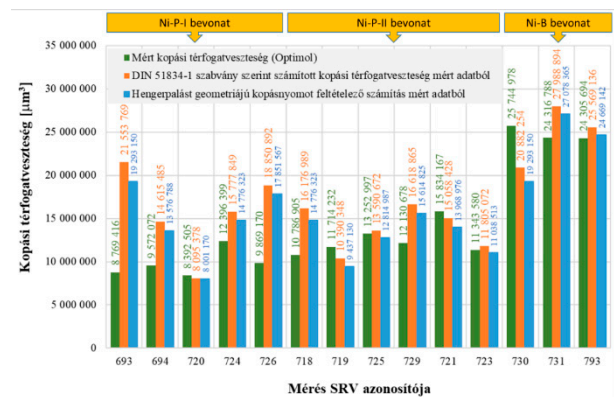
- mérőmikroszkóp beállítása a kopásnyom megfelelő ábrázolása érdekében,
- koptatás irányával párhuzamosan egy egyenes felvétele a kopásnyomban,
- kopási keresztmetszet meghatározása (6. ábra) a felvett egyenes mentén,
- kopási térfogatvesztés meghatározása a kopási keresztmetszet alapján.



6. ábra Kopási keresztmetszet a koptatási irányval párhuzamosan felvett egyenes mentén

A mérési eredmények alapján megállapítható, hogy a legkisebb kopási térfogatvesztés az Ni-P-I bevonat esetében keletkezett (átlagosan $9\,799\,912\ \mu\text{m}^3$), míg a legnagyobb kopási térfogatvesztés az Ni-B bevonat esetében adódott (átlagosan $24\,789\,153\ \mu\text{m}^3$).

Ezt követően meghatároztuk a kopási térfogatvesztést DIN 51834-1 szabvány szerint, valamint hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve [5]. A mért adatok és számított kopási térfogatvesztés összehasonlítását a 7. ábra mutatja be. A hengerpalást geometriájú kopásnyomot feltételező számítás esetében a számított érték a kapcsolódó mért érték 75-220%-a volt.



7. ábra Kopási térfogatvesztés mért és számított értékeinek összehasonlítása

A mért és a hengerpalást geometriájú kopásnyom feltételező számítás eredménye között nem határozható meg egyértelmű kapcsolat, hiszen 6 esetben a számított érték volt kisebb, míg 8 esetben a mért érték volt kisebb. A DIN 51834-1 szabvány alapján történő számítás esetében a számított érték a kapcsolódó mért érték 81-246%-a volt. A mért és a DIN 51834-1 szabvány alapján történő számítás eredménye között szintén nem határozható meg egyértelmű kapcsolat.

6. KOPÁSI TÉNYEZŐ SZÁMÍTÁSA

Meghatároztuk az egyes bevonattípusok esetében a kopási tényezőt az alábbiak szerint:

- Archard-féle kopási tényező [5],
- Liu-féle kopási térfogatvesztés számítása a próbadarab és az ellendarab érintkező felületének függvényében [7].

Az Archard-féle kopási tényező meghatározható a súrlódási munkára vonatkoztatott kopási térfogatvesztés és a keménység függvényében az alábbi módon [6,8]:

$$\kappa_A = \frac{3 \cdot W_{PD} \cdot HV}{F_N \cdot L}, \quad (1)$$

ahol κ_A az Archard-féle kopási tényező, L a koptatóvizsgálat során az ellendarab által megtett koptatási út, F_N a normál irányú terhelőerő, HV a Vickers keménység és W_{PD} a próbadarab kopási térfogatvesztése.

A Liu-féle kopási tényező más megközelítést alkalmaz a számítás során, ugyanis figyelembe veszi a próbadarab és az ellendarab érintkező felületét [7]:

$$\kappa_L = w \cdot HV \cdot \frac{1}{F_N \cdot 2 \cdot f \cdot t} \cdot h, \quad (2)$$

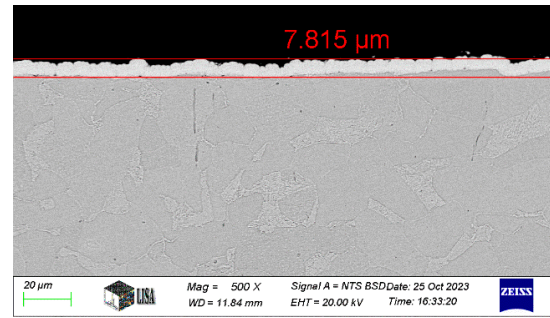
ahol w a kopásnyom szélessége, h a kopásnyom mélysége, f az ellendarab mozgásának frekvenciája és t a mérés időtartama.

Az Archard- és Liu-féle kopási tényezők számítása alapján megállapítható, hogy a két kopási tényező közel azonos eredményre vezetett, hiszen a legnagyobb kopási tényezővel mindkét számítási módszer alapján az Ni-B bevonatok rendelkeznek. Minden bevonat esetében az Archard-féle kopási tényező nagyobb volt, mint a Liu-féle kopási tényező.

7. BEVONATOK VASTAGSÁGÁNAK MÉRÉSE

A bevonatok ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata során meghatároztuk a három vizsgált bevonat esetében az egyes bevonattípusok morfológiája, az egyes bevonattípusok vastagsága és a kopásnyomok kémiai összetétele. Jelen cikk keretében a kopásnyomok mélységének vizsgálati eredményei kerülnek bemutatásra.

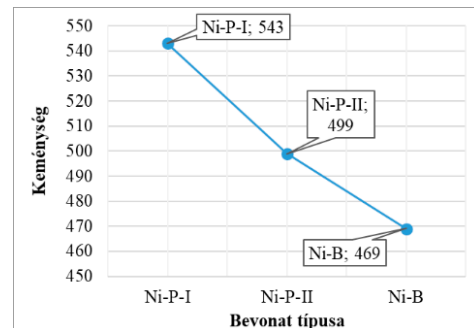
A vizsgált bevonatok esetében a keresztmetszetek pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatával mérhető a bevonatok vastagsága, melyre példát a 8. ábra szemléltet. Az Ni-P-I bevonat esetében az átlagos bevonatvastagság $7 \mu\text{m}$, a Ni-P-II bevonatok átlagos vastagsága $6 \mu\text{m}$, az Ni-B bevonatok átlagos vastagsága $8 \mu\text{m}$.



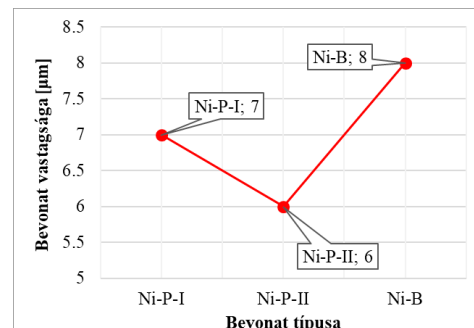
8. ábra Ni-B bevonat vastagságának mérése

8. MÉRÉSI EREDMÉNYEK

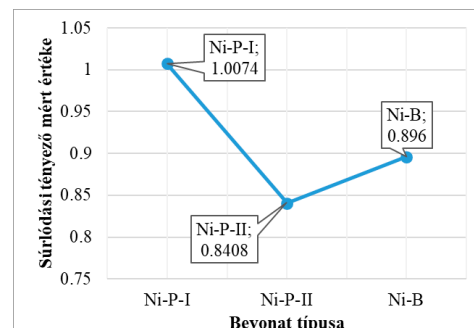
A kutatómunka során három különböző bevonat tribológiai tulajdonságait határoztuk meg, ezen tribológiai tulajdonságokat szemléltetik a 9-19. ábrák.



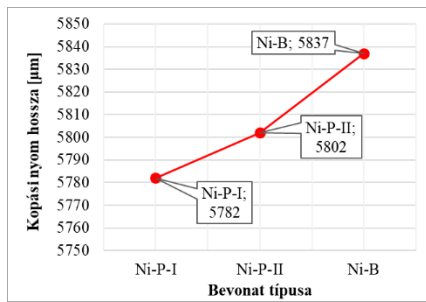
9. ábra Keménység



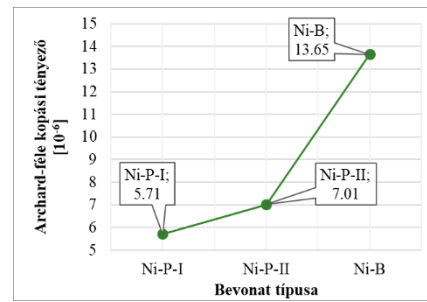
10. ábra Bevonat vastagsága



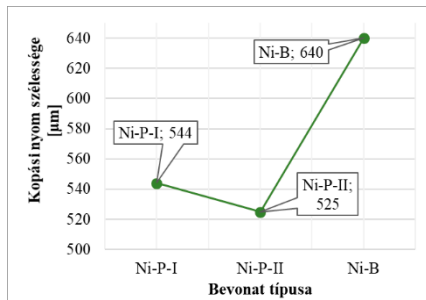
11. ábra Súrlódási tényező mért értéke



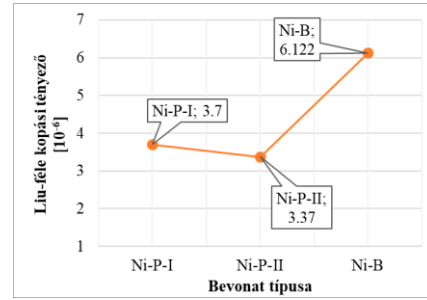
12. ábra Kopási nyom hossza



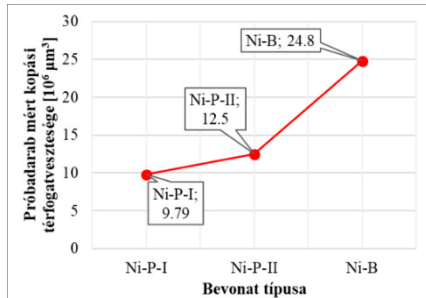
17. ábra Archard-féle kopási tényező



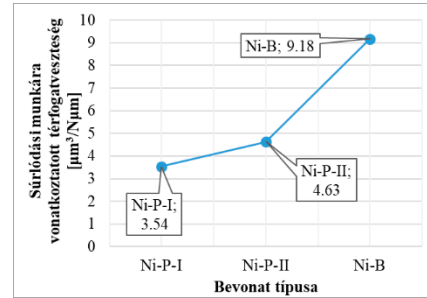
13. ábra Kopási nyom szélessége



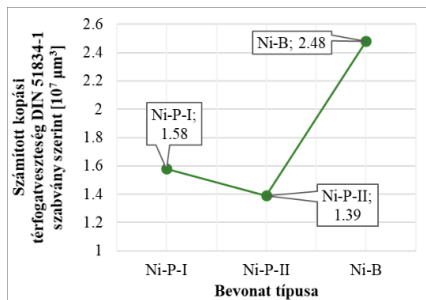
18. ábra Liu-féle kopási tényező



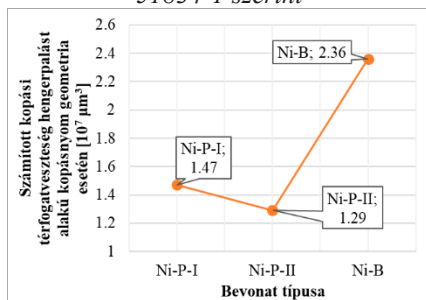
14. ábra Próbadarab mért kopási térfogatvesztése



19. ábra Súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatvesztés



15. ábra Számított kopási térfogatvesztés a DIN 51834-1 szerint



16. ábra Számított kopási térfogatvesztés hengerpálást alakú kopásnyom geometria esetén

9. BEVONAT ELŐÁLLÍTÁSI PARAMÉTEREK OPTIMALIZÁLÁSA TAGUCHI MÓDSZERREL

A fentiekben bemutatott kutatási eredmények egyik továbbfejlesztési lehetősége lehet a Taguchi módszer alkalmazása annak érdekében, hogy meghatározhatók legyenek azon paraméterek, melyek révén a legjobb tribológiai paraméterekkel rendelkező bevonat állítható elő. A Taguchi módszernek a szakirodalomban vannak olyan alkalmazásai, melyek célja az optimális mérési paraméterek meghatározása. Így például Alam és társai a Taguchi módszer alkalmazásával optimalizálják alumínium mátrix nanokompozitok tribológiai vizsgálatainak mérési paramétereit [9]. Véleményünk szerint az Alan és társai által bemutatott módszer egy triviális eredményhez vezetett, hiszen a Taguchi módszer révén az került megállapításra, hogy akkor várható a koptatóvizsgálat során a legkisebb kopási tömegvesztés, ha a legkisebb terhelőerővel, a legrövidebb hosszon, a legrövidebb ideig végzünk koptatóvizsgálatot.

A Taguchi módszer véleményünk szerint jól alkalmazható a bevonatelőállítási paraméterek optimalizálására, hiszen nincs szükség nagyszámú különböző tulajdonságú bevonat előállítására, hanem a bevonat minőségét befolyásoló paraméterek számának és szintjének függvényében kisszámú bevonatváltozat előállítása és tribológiai vizsgálata révén meghatározható a legjobb tribológiai paraméterekkel rendelkező bevonat. Például Ni-P bevonatok előállításakor a fürdő minősége jelentős hatással van a keletkezett bevonatra. Ezen fürdő számos olyan paraméterrel rendelkezik (NiSO₄ tartalom, NaH₂PO₂ tartalom, CH₃COONa tartalom, tiokarbamid tartalom, pH, hőmérséklet és leválasztási idő), mely hatással van a bevonat minőségére. Amennyiben a fürdő ezen 7 paraméterét csak 2-2 különböző értékkel vizsgáljuk, akkor 128 különböző fürdő készíthető, azaz 128 különböző bevonat állítható elő. Ehelyett felhasználva Taguchi módszerét, kiválasztható az adott paraméterszámhoz és szinthez tartozó ortogonális táblázat, mely jelen esetben az L8 ortogonális táblázat. Az L8 ortogonális táblázat alapján előállítható azon 8 különböző paraméterű bevonat 8 különböző fürdőben, melyek tribológiai vizsgálata után egy jel-zaj analízis segítségével meghatározhatók a legjobb tribológiai paraméterekkel rendelkező bevonat előállításához szükséges fürdő paraméterei. A jövőben kutatásainkat ezen irányban kívánjuk folytatni.

10. ÖSSZEFOGLALÁS

Jelen kutatómunka keretében a szerzők Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságait hasonlították össze mikrokeménység mérés, koptatóvizsgálat, súrlódási tényező és kopási térfogatvesztés meghatározás, pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat és kopási tényező számítás segítségével. Megállapították, hogy a legjobb tribológiai tulajdonságokkal az Ni-P-I bevonat rendelkezik, hiszen a legnagyobb mért átlagos Vickers mikrokeménység mellett a legkisebb mért térfogatvesztéssel és súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatvesztéssel rendelkezik. A jövőben a szerzők a Taguchi módszer segítségével kívánják meghatározni a legjobb tribológiai paraméterekkel rendelkező bevonat előállítása során alkalmazott fürdő paramétereit.

11. SUMMARY

In the present research work, the authors compared the tribological parameters of Ni-P and Ni-B coatings using microhardness measurements, abrasion testing, coefficient of friction and wear volume loss determination, scanning electron microscopy and wear factor calculations. It was found that the Ni-P-I coating provided the best tribological parameters, as it has the highest measured average Vickers microhardness, the lowest measured wear volume loss and the lowest

measured friction work volume loss. In the future, the authors intend to use the Taguchi method to determine the bath parameters used in the production of a coating with the best tribological parameters.

12. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

„A KULTURÁLIS ÉS INNOVÁCIÓS MINISZTERIUM EGYETEMI KUTATÓI ÖSZTÖNDÍJ PROGRAMJÁNAK A NEMZETI KUTATÁSI, FEJLESZTÉSI ÉS INNOVÁCIÓS ALAPBÓL FINANSZÍROZOTT SZAKMAI TÁMOGATÁSÁVAL KÉSZÜLT.”



13. IRODALOM

- [1] ORGOVÁN L.: *Felületvédelmi kézikönyv*. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1989.
- [2] SUDAGAR J., LIAN J., SHA W.: Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings – A critical review. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 571, (2013), pp. 183–204, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.107>
- [3] MSZ EN ISO 683-1:2020. Hőkezelhető acélok, ötvözött acélok és automata acélok - 1. rész: Ötvözetlen acélok edzésre és megeresztésre.
- [4] MSZ EN ISO 6507-1:2006: Fémek. Vickers-keménysegmérés. 1. rész: Mérési eljárás.
- [5] BALOGH T.: Érintkező felületek száraz súrlódásakor lejátszódó folyamatok numerikus és kísérleti vizsgálata. Doktori értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2017
- [6] DIN 51834-1: Testing of lubricants. Tribological test in the translatory oscillation apparatus – Part 3: Determination tribological behaviour of materials in cooperation with lubricants. 2008.
- [7] LIU T., YU J., WANG H., YU Y., LI H., ZHOU B.: Modified method for determination of wear coefficient of reciprocating sliding wear and experimental comparative study. *Journal of Marine Science and Engineering*, Vol. 10, (2022), 1014, <https://doi.org/10.3390/jmse10081014>
- [8] RAVIKIRAN A. Wear Quantification. *Journal of Tribology*. Vol. 122, No. 1, (2000), pp. 650–656, <https://doi.org/10.1115/1.555416>
- [9] ALAM T., ARIF S., ANSARI A.H., ALAM N.: Optimization of wear behaviour using Taguchi and ANN of fabricated aluminium matrix nanocomposites by two-step stir casting. *Materials Research Express*, Vol. 6, No. 6, (2019), <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab0871>