

Studies of the tribological properties of Ni-P/Si₃N₄ nanocomposite surface layers produced by chemical reduction on AW-7075 alloy

Badania tribologicznych właściwości nanokompozytowych warstw Ni-P/Si₃N₄ osadzanych metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075

DOI: 10.15199/62.2020.5.12

Nanocomposite Ni-P/Si₃N₄ and Ni-P layers were deposited on Al alloys by chem. redn. by using a polydisperse Si₃N₄ powder (grain size 20–25 nm) and studied for hardness, abrasion resistance (ball-on-disc method) and surface topogr. The addn. of Si₃N₄ nanoparticles resulted in improving tribol. properties of the surface layers.

Przedstawiono wyniki tribologicznych badań warstw nanokompozytowych Ni-P/Si₃N₄ i niklowych Ni-P osadzonych na stopie aluminium AW-7075 metodą redukcji chemicznej, a także stopu AW-7075 bez powłoki. Warstwy nanokompozytowe wytworzono, stosując azotek krzemu Si₃N₄ w postaci poldispersyjnego proszku o wielkości cząstek 20–25 nm. Analizowano wpływ zawartości w materiale warstwy fazy dyspersyjnej na twardość i zużycie ścierne, którą określono metodą *ball-on-disc*. Topografię powierzchni zbadano metodą stykową za pomocą profilometru. Wprowadzenie

cząstek Si₃N₄ do warstwy Ni-P spowodowało zwiększenie twardości oraz odporności na zużycie ścierne części ze stopu aluminium AW-7075 z osadzoną powłoką nanokompozytową. Warstwy Ni-P/Si₃N₄ charakteryzowały się lepszymi właściwościami tribologicznymi niż warstwy Ni-P oraz stop AW-7075 i stanowiły dobre zabezpieczenie przed zużyciem ściernym.

Stop aluminium AW-7075 stanowi obecnie ważny materiał konstrukcyjny w różnych gałęziach przemysłu, ze względu na mniejszą masę oraz lepszą odporność na korozję w porównaniu ze stalą. Ponadto część stopów aluminium posiada podobne właściwości mechaniczne do niektórych stali konstrukcyjnych, np. C45. Z tego powodu stop AW-7075 często jest stosowany w okrętownictwie, lotnictwie, a także motoryzacji. Niestety, elementy ze stopów aluminium charakteryzują się mniejszą odpornością na zużycie ścierne, wynikające z tarcia, niż części stalowe. Jedną z możliwości polepszenia właściwości tribologicznych jest obróbka powierzchniowa polegająca na osadzeniu odpowiedniej warstwy. Stopy aluminium do zastosowań technicznych mogą być pokrywane różnymi powłokami. Obecnie dużym zainteresowaniem cieszą się powłoki nanokompozytowe, które w zastosowaniu na stopy aluminium mogłyby znacząco zwiększyć odporność na zużycie warstwy wierzchniej danej części.

Podłoże z osadzoną powłoką stanowi pewien system areologiczny, który wymaga zastosowania odpowiedniego połączenia między elementami, umożliwiającego dopasowanie strukturalne^{1,2)}. Właściwy dobór materiału powłokowego pod względem twardości jest bardzo ważny, ponieważ ma wpływ na jego odporność na zużycie ścierne. Najczęściej takie powłoki składają się z cząstek lub nanocząstek ceramicznych lub polimerowych w metalicznej osnowie stopu nikiel-fosfor. Cząstkami będącymi fazami dyspersyjnymi mogą być m.in. SiC, Si₃N₄, Al₂O₃, PTFE lub diament²⁻⁷⁾. Powłoki z cząstkami ceramicznymi mają dużą twardość i odporność na zużycie ścierne, dlatego wpływają na właściwości mechaniczne i tribologiczne powłok. Jednak powłoka z zawartością nanocząstek będzie miała inne właściwości w porównaniu



Dr inż. Kazimierz CZAPCZYK w roku 2010 ukończył studia na Wydziale Mechanicznym Akademii Morskiej w Gdyni. W 2013 r. ukończył studia podyplomowe z zakresu zaawansowanego projektowania i modelowania komputerowego części maszyn na Wydziale Mechanicznym Energetyki i Lotnictwa Politechniki Warszawskiej. W 2019 r. uzyskał stopień doktora na Wydziale Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej. Specjalność – budowa i eksploatacja maszyn, inżynieria powierzchni.

* Adres do korespondencji:

Wydział Oceanotechniki i Okrętownictwa, Politechnika Gdańska, ul. G. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk, tel.: (58) 347-27-13, e-mail: kazimierz.czapczyk@pg.edu.pl

z tym samym materiałem powłokowym z zawartością mikrocząstek, ponieważ wielkość cząstek przyczynia się do zmian chropowatości powierzchni. Dalsze polepszenie właściwości, m.in. odporności na zużycie ściernie, jest możliwe poprzez zastosowanie obróbki cieplnej. Ponadto zbyt duża zawartość nanocząstek przyczynia się do zmniejszenia twardości i właściwości tribologicznych. Nanocząstki odgrywają bardzo istotną rolę w polepszaniu właściwości powłok, jednak tylko właściwy dobór fazy dyspersyjnej, wielkości cząstek, ich zawartości, a także możliwej obróbki cieplnej pozwoli na uzyskanie optymalnej powłoki do danych warunków eksploatacyjnych⁸⁻¹⁸).

W publikacjach naukowych wstępnie wykazano, że warstwy Ni-P/Si₃N₄ osadzone z kąpeli z dodatkiem 10 g/L nanocząstek Si₃N₄ na stopie aluminium 7075 charakteryzowały się lepszymi właściwościami tribologicznymi niż warstwy Ni-P w badaniach metodą trzech kul i stożka¹⁹). Jednak po analizach literaturowych stwierdzono, że nadal brakuje wystarczających informacji dotyczących dokładniejszego wpływu zawartości nanocząstek Si₃N₄, a nawet grubości warstw nanokompozytowych na właściwości tribologiczne elementów wykonanych ze stopów aluminium. W innych podobnych badaniach, gdzie podłożem było żelazo, uzyskano znaczący wzrost mikrotwardości oraz bardzo dobre wyniki pod względem ścieralności w badaniach metodą *pin-on-disc*²⁰). Na tej podstawie uznano, że warstwy nanokompozytowe nadal stanowią dobry materiał do badań tribologicznych w zastosowaniu na stopy aluminium AW-7075, które obecnie próbuje się szerzej wykorzystywać na ruchome części maszyn. Uzupełniając przeprowadzono analizy topografii i morfologii powierzchni w celu potwierdzenia wpływu nanocząstek Si₃N₄ na strukturę materiału powłokowego.

Część doświadczalna

Materiały

Przedmiotem badań był stop aluminium oraz powłoki o różnym składzie chemicznym. Powłoki niklowe Ni-P i nanokompozytowe Ni-P/Si₃N₄ osadzono bezprądowo na stopie aluminium AW-7075, który stanowił podłoże w kształcie krążków o grubości 7 mm i średnicy 50 mm. Skład chemiczny stopu podano w tabeli 1. W powłokach nanokompozytowych fazą dyspersyjną był azotek krzemu Si₃N₄ (prod. Nanostructured & Amorphous Materials Inc.). W kąpeli zastosowano siarczan nikiel cz.d.a. (prod. Chempur), fosforan(I) monosodu cz.d.a. (prod. Chempur) i kwas hydroksypropionowy cz.d.a. (prod. Avantor Performance Materials Poland SA/POCH SA). Smar suchy MoS₂ pochodził z firmy ZEP Dry Moly.

Table 1. Chemical composition of AW-7075 alloy, % by mass

Tabela 1. Skład chemiczny stopu AW-7075, % mas.

Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Cr	Zr	Ti	inne	Al
5,1–6,1	2,1–2,9	1,2–2,0	maks. 0,50	maks. 0,4	maks. 0,3	0,18–0,28	maks. 0,25	maks. 0,20	maks. 0,05	reszta

Metodyka badań

Próbki przed osadzeniem powłok zostały poddane procesom przygotowawczym. W pierwszej kolejności próbki odfuszczone w acetonie, trawiono w roztworze zasadowym (0,75-proc. roztwór NaOH) i ocynowano w roztworze wieloskładnikowym, którego skład i stężenia substancji podano w tabeli 2. W celu bezprądowego osadzenia warstw metodą redukcji chemicznej stosowano kąpeli o składzie chemicznym przedstawionym w tabeli 3. Uzyskano tam ustabilizowany odczyn pH 4,3–4,6). Temperatura kąpeli podczas procesu osadzania wynosiła k. 363 K. Warstwy nanokompozytowe uzyskano, wprowadzając polidispersyjny proszek Si₃N₄ jako fazę dyspersyjną o wielkości cząstek 0–25 nm. Zawartość nanocząstek Si₃N₄ w kąpielach wynosiła 2 g/L oraz 5 g/L. Stosowano również mieszanie ultradźwiękowe przed procesem osadzania oraz podczas osadzania warstw mieszanie mechaniczne a pomocą mieszadła w postaci szklanego pręta z łopatkami w celu

Table 2. Components concentrations of multi-constituent substance for galvanizing

Tabela 2. Stężenia składników roztworu wieloskładnikowego do cynkowania

Nazwa składnika	Wzór chemiczny składnika	Stężenie, g/L
Wodorotlenek sodu	NaOH	120
Tlenek cynku	ZnO	12
Siarczan nikiel(II)	NiSO ₄ ·6H ₂ O	1,5
Chlorek żelaza(III)	FeCl ₃ ·6H ₂ O	2
Winian sodowo-potasowy	KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	15
Cytrynian sodu	C ₆ H ₅ O ₇ Na ₃ ·H ₂ O	15

Table 3. Components concentrations of nickel deposition bath

Tabela 3. Stężenia składników kąpeli do osadzania nikiel

Nazwa składnika	Wzór chemiczny składnika	Stężenie, g/L
Fosforan(I) monosodu (reduktor)	NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	30
Octan sodu	CH ₃ COONa·3H ₂ O	35
Siarczan nikiel(II)	NiSO ₄ ·6H ₂ O	28
Kwas mlekowy (bufor stabilizujący odczyn)	C ₂ H ₄ OHCOOH	20

zapewnienia odpowiedniego rozproszenia cząstek, zapobieżenia sedimentacji, a także uzyskania jednorodnej zawiesiny i sprawnego przeniesienia fazy zbrojącej⁹). Grubości wszystkich powłok wynosiły 10 ± 2 μm na podstawie dobranego czasu osadzania, który wynosił 60 min.

Analizę morfologii i topografii powierzchni przeprowadzono za pomocą optycznego mikroskopu Keyence VHX 5000, skaningowego mikroskopu elektronowego Tescan Vega 5135 ze spektrometrem rentgenowskim EDS PGT Prism 200 Avalon (który umożliwił zbadanie zawartości nikiel, fosforu i krzemu, bez azotu) oraz profilometru AltiMap Premium 7.1.7037. Morfologię powierzchni każdej próbki zbadano wielokrotnie przy różnych powiększeniach w kilku miejscach. Badania topografii wykonano w częściach środkowych próbek. Badaną powierzchnią był kwadrat o wymiarach 5 × 5 mm. Obrazy posłużyły do

określenia m.in. obszarów zagłębień, wzniesień, wyrzuseń, a także wykrycia możliwych uszkodzeń materiału powłoki przed badaniami tribologicznymi, ponieważ jej stan, rodzaj oraz grubości mają wpływ na strukturę powierzchni¹⁸).

Zbadano takie parametry chropowatości powierzchni, jak *R_p* (wysokość najwyższego wzniesienia profilu), *R_v* (głębokość najniższego wgłębienia profilu), *R_q* (średnie kwadratowe odchylenie profilu) i *R_t* (całkowita wysokość profilu, między szczytem najwyższego wierzchołka a najniższym zagłębieniem). Z sumy *R_p* i *R_v* obliczono *R_z* (największą wysokość profilu), jednak podane osobno dają dokładniejszy obraz powierzchni. Wybrane parametry wysokościowe uwzględniono z uwagi na ich wpływ na właściwości funkcjonalne powierzchni, np. odkształcenia stykowe, wytrzymałość zmęczeniową, nośność, tarcie i zużycie, smarowanie oraz pęknięcie.

Badania mikrotwardości stopu i materiału warstw przeprowadzono metodą DSI (*depth sensing indentation*) w urządzeniu Picodentor HM500 z zastosowaniem wglębniaka Vickersa, przy obciążaniu wglębniakiem siłą 300 mN przez 20 s oraz utrzymaniu tej siły przez 5 s. Wykonano po 5 pomiarów na każdej próbce. W badanym systemie areologicznym wyznaczono twardość Martensa *HM*, która obejmowała

odkształcenie plastyczne i sprężyste, a określana była jako iloraz siły obciążającej i pola powierzchni wgłębnika. Próby mikrotwardości zrealizowano na powierzchniach próbek dla stopu AW-7075 oraz dla układu stopu AW-7075 z osadzoną warstwą. W badaniach uwzględniono pomiary głębokości penetracji wgłębnikiem w celu potwierdzenia wykonania odcisku w danym materiale powłokowym bez fizycznego kontaktu wgłębnika z aluminiowym podłożem, a także w celu określenia stopnia zagłębienia wgłębnika w osadzoną warstwą. Badano mikrotwardość układu stop aluminium-powłoka; przy bardzo niewielkim odkształceniu materiału powłokowego o grubości 10 µm wpływ podłoża był znikomy, co udokumentowano również w innej pracy, badając wpływ grubości warstw Ni-P (10, 20, 30 µm) m.in. na głębokość penetracji, która była stała i powtarzała się²¹⁾.

Właściwości tribologiczne osadzonych warstw przebadano metodą *ball-on-disc* z użyciem smaru suchego MoS₂ za pomocą tribotestera Instytutu Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie. Badania przeprowadzono zgodnie z normami^{22, 23)} i podzielono je na 2 etapy (tabela 4). Ślady wytarcia poddano analizom za pomocą mikroskopu optycznego Keyence VHX 5000, a jako kryterium zużycia przyjęto szerokości rys. W obu etapach powierzchnie próbek, poprzez natrysk, pokryto warstwą smaru suchego MoS₂ w celu zapobieżenia uszkodzenia powierzchni próbek oraz głowicy z przeciwpróbką. W celach porównawczych przeprowadzono również badanie dla próbki ze stopu AW-7075

Table 4. Parameters of tribological tests

Tabela 4. Parametry badań tribologicznych

Etap badań	Pierwszy	Drugi
Obciążenie, N	7,5	7,5
Czas, s	60	300
Średnica wytarcia, mm	15	15
Prędkość obrotowa, s ⁻¹	2	2

Przeciwpółka: kulka ze stali łożyskowej 100Cr6 o średnicy 6,3 mm (1/4")

w warunkach technicznie suchych. Wstępny etap miał na celu określenie możliwości przeprowadzania badań metodą *ball-on-disc*.

Wyniki badań

Charakterystyka warstw

Wyniki badań morfologii dla warstw Ni-P, a także warstw z fazą dyspersyjną Si₃N₄ przedstawiono na rys. 1 i 2. Wyniki badań EDS przedstawiono na rys. 3. W przygotowanych kąpielach galwanicznych utworzono warstwy, których składy przedstawiono w tabeli 5.

Obrazy mikroskopowe, które uzyskano za pomocą mikroskopu optycznego (rys. 1) oraz SEM (rys. 2) pokazały, że wszystkie powłoki charakteryzowały się jednorodną i zwartą budową. Powierzchnie warstw Ni-P/Si₃N₄ w porównaniu z warstwami Ni-P były bardziej porowate i pofałdowane. Różnice te były bardziej zauważalne w wyni-

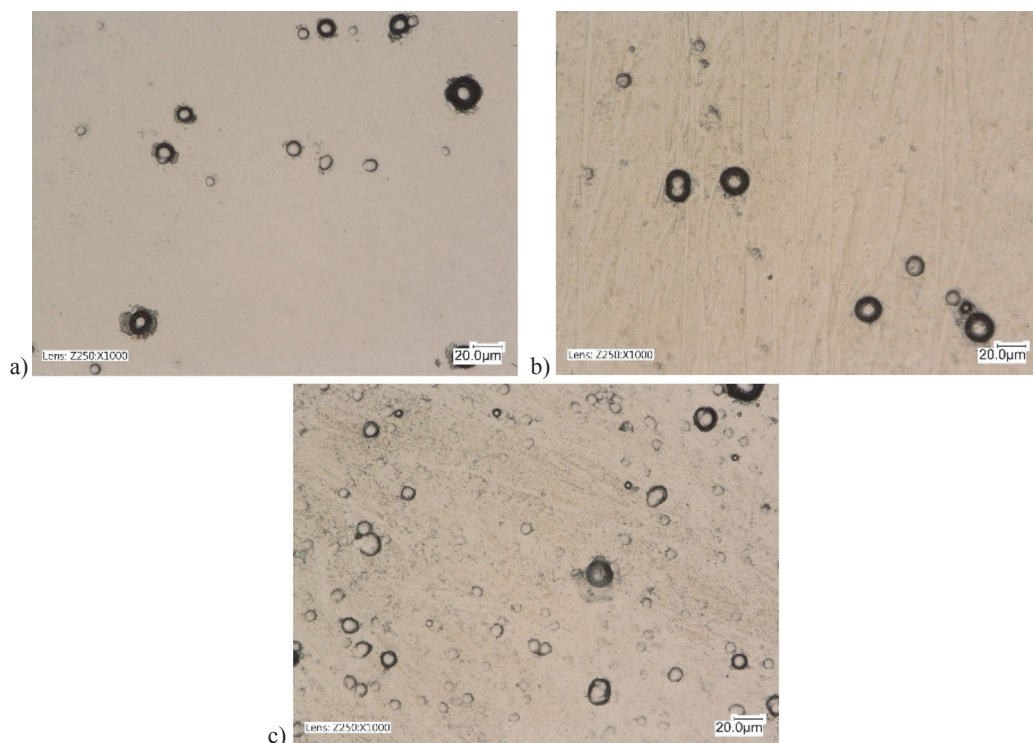
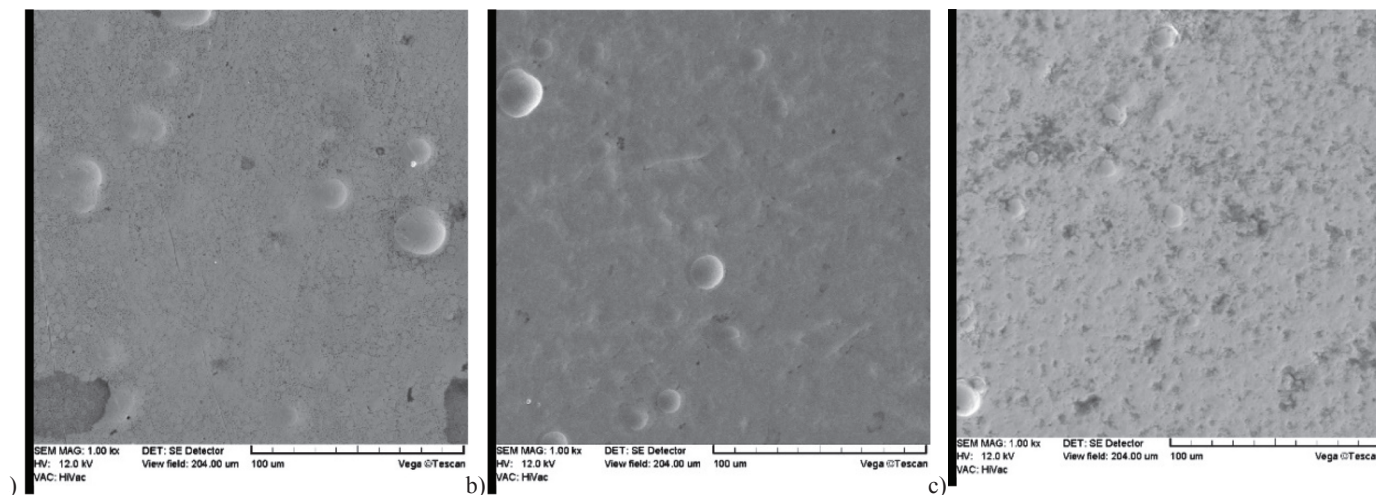


Fig. 1. Morphology of Ni-P and Ni-P/Si₃N₄ layers; a – Ni-P, b – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), c – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L), lens 250 × 1000

Rys. 1. Morfologia powierzchni warstw Ni-P i Ni-P/Si₃N₄; a – Ni-P, b – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), c – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L), obiektyw 250 × 1000



g. 2. SEM images of the morphology of Ni-P and Ni-P/Si₃N₄ layers; a – Ni-P, b – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), c – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L), magnification 1000×

ys. 2. Obrazy SEM morfologii warstw Ni-P i Ni-P/Si₃N₄; a – Ni-P, b – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), c – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L), powiększenie 1000×

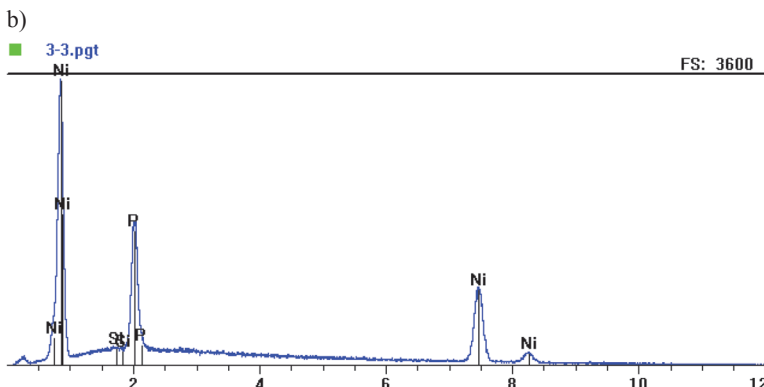
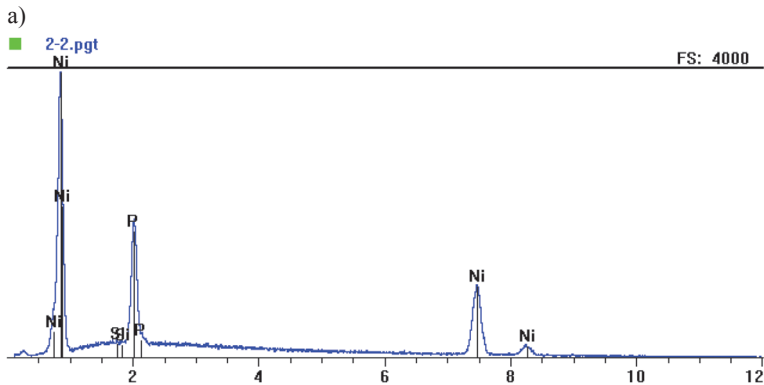


Fig. 3. EDS analysis of chemical composition of Ni-P/Si₃N₄ layers; a – 2 g/L, b – 5 g/L

Rys. 3. Analiza EDS składu chemicznego warstw Ni-P/Si₃N₄; a – 2 g/L, b – 5 g/L

kach badań profilometrycznych, ponieważ wpływały bezpośrednio na chropowatość powierzchni. Nanocząstki Si₃N₄ były bardzo małe i trudno je było zaobserwować mikroskopem. Na powierzchniach warstw nie zaobserwowano wad materiałowych, takich jak nieciągłości, ubytki, pory lub mikropęknięcia.

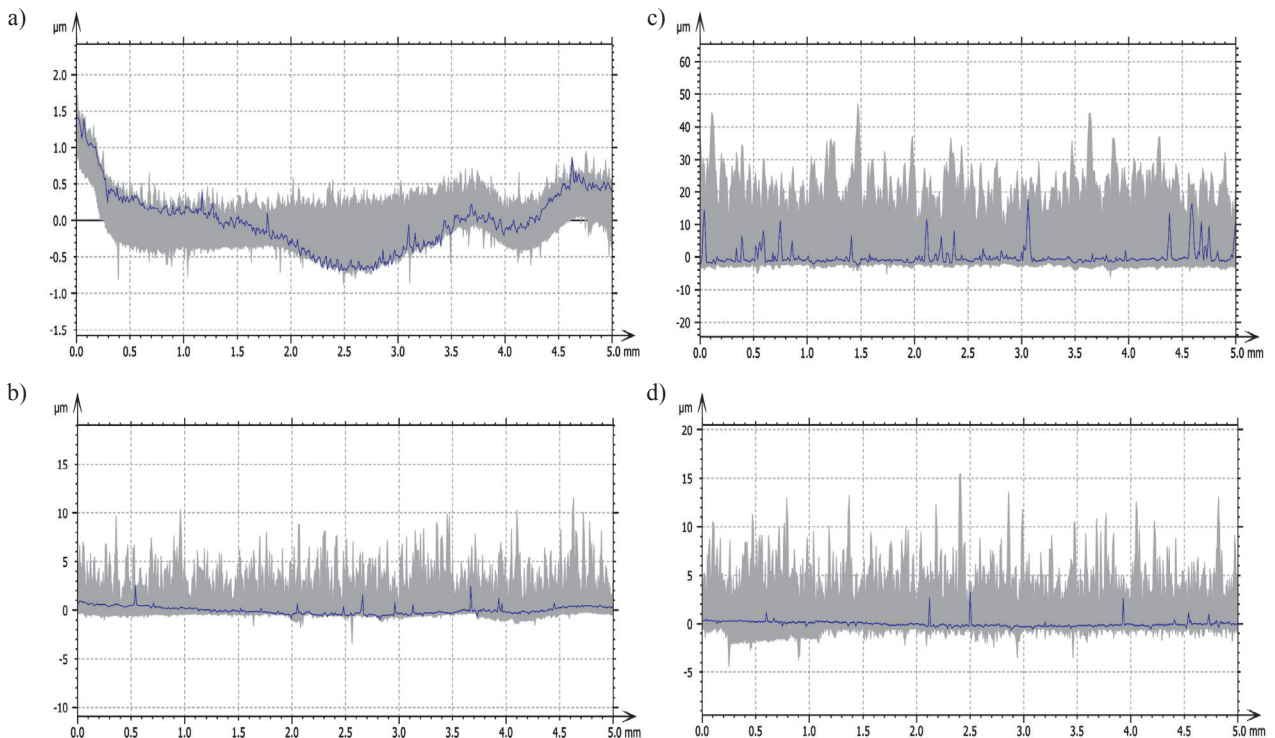
Table 5. Content of elements of Ni-P/Si₃N₄ layers

Tabela 5. Zawartość pierwiastków w warstwach Ni-P/Si₃N₄

Zawartość Si ₃ N ₄ w kąpeli, g/L	Pierwiastek	Warstwa	
		% mas.	% obj.
2	P	14,52	24,28
	Ni	85,22	75,23
	Si	0,26	0,48
5	P	14,57	24,36
	Ni	85,11	75,06
	Si	0,32	0,58

Na rys. 4 pokazano profile chropowatości powierzchni z badań profilometrycznych w celu ich wizualnego zobrazowania i porównania. Dokładne wartości parametrów chropowatości zestawiono w tabeli 6.

Powierzchnia uzyskanej warstwy Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L) miała bez dodatkowej obróbki (polerowanie) niekorzystny kształt i gorsze parametry w porównaniu z pozostałymi próbkami, ponieważ charakteryzowała się największą chropowatością. Wypolerowana powierzchnia stopu AW-7075 teoretycznie miała najlepsze właściwości funkcjonalne. Procesy przygotowawcze w postaci trawienia i cynkowania oraz osadzanie powłok metodą redukcji chemicznej przyczyniły się zatem do pogorszenia parametrów *Rp*, *Rv*, *Rq* i *Rt*. Ponadto w przypadku próbek z powłokami na obrazach profili chropowatości (rys. 4 a, b, c, d) widoczne były liczne „igielki” o różnych wysokościach, które powodowały zwiększenie chropowatości. Jednak porównując wykresy, przy warstwach Ni-P oraz Ni-P/Si₃N₄ nie zaobserwowano takiego pofalowania powierzchni jak w przypadku stopu AW-7075.



g. 4. Series of the AW-7075 alloy profiles, Ni-P and Ni-P/Si₃N₄ layers; a – AW-7075, b – Ni-P, c – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), d – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L)

rys. 4. Serie profili stopu AW-7075 oraz warstw Ni-P i Ni-P/Si₃N₄; a – AW-7075, b – Ni-P, c – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), d – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L)

Table 6. Roughness parameters of AW-7075 alloy

Tabela 6. Parametry chropowatości powierzchni

Próbka	Zawartość Si_3N_4 , g/L	$R_p \pm SD$, μm	$R_v \pm SD$, μm	$R_q \pm SD$	$R_t \pm SD$
AW-7075	–	$0,212 \pm 0,036$	$0,130 \pm 0,016$	$0,0612 \pm 0,0044$	$0,498 \pm 0,921$
Ni-P	–	$1,620 \pm 0,649$	$0,337 \pm 0,070$	$0,248 \pm 0,083$	$4,15 \pm 1,73$
Ni-P/ Si_3N_4	2	$11,60 \pm 2,85$	$2,53 \pm 0,75$	$2,55 \pm 0,72$	$23,60 \pm 6,17$
	5	$2,28 \pm 0,88$	$0,445 \pm 0,142$	$0,352 \pm 0,131$	$5,90 \pm 2,20$

Mikrotwardość warstw

Wyniki badania mikrotwardości przedstawiono w tabeli 7, w której uwzględniono twardość Martensa HM oraz głębokość penetracji

Table 7. Microhardness of layers

Tabela 7. Mikrotwardość warstw

Materiał	Grubość powłoki, μm	Zawartość Si w warstwie, % mas.	Zawartość Si_3N_4 w kąpeli, g/L	$HM \pm SD$, N/mm^2	Głębokość penetracji materiału $\pm SD$, μm
AW-7075	–	–	–	1570 ± 48	$2,25 \pm 0,05$
Ni-P	10	–	–	3967 ± 115	$1,19 \pm 0,05$
Ni-P/ Si_3N_4	10	0,26	2	4297 ± 105	$1,18 \pm 0,05$
	10	0,31	5	4245 ± 108	$1,18 \pm 0,05$

powierzchni. Na rys. 5 pokazano przykładowy obraz odcisku sporządzony za pomocą mikroskopu optycznego Keyence VHX 5000. Na rys. 6 przedstawiono obraz uzyskany z mikrotwardościomierza Picodentor HM500 oraz przykładowy wykres głębokości penetracji. Powierzchnia stopu AW-7075 bez powłoki miała twardość o 60% mniejszą niż warstwa Ni-P o grubości 10 μm . Największą twardością charakteryzowały się powłoki z wbudowaną fazą dyspersyjną Si_3N_4 . Powłoka utworzona w kąpeli o zawartości fazy dyspersyjnej 2 g/L charakteryzowała się większą twardością niż warstwa osadzona w kąpeli o zawartości nano-cząstek Si_3N_4 5 g/L. Ponadto wyniki głębokości penetracji dla wszystkich warstw były do siebie bardzo zbliżone i wynosiły 1,18–1,19 μm ,

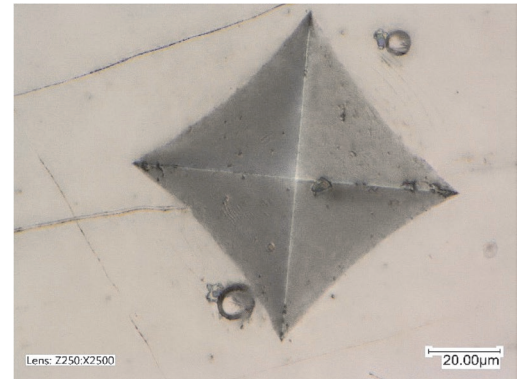


Fig. 5. Image of the imprint on the sample with Ni-P layer; lens 250 × 2500
Rys. 5. Obraz odcisku na próbce z warstwą Ni-P; obiektyw 250 × 2500

a dla stopu AW-7075 wartość ta była większa i wynosiła ok. 2,25 μm . Przy jednakowych grubościach powłok, które wynosiły 10 μm , głębokość penetracji stanowiła zaledwie 11,8–11,9% ich grubości. Przy maksymalnym działaniu obciążenia wartość ta wzrastała chwilowo do ok. 16%.

Badania tribologiczne

Wyniki wstępnych badań tribologicznych, które przeprowadzono przy obciążeniu 7,5 N, prędkości obrotowej 2 s^{-1} i w czasie 60 s, przedstawiono na rys. 7 i 8. Średnice wytarcia dla wszystkich próbek wynosiły

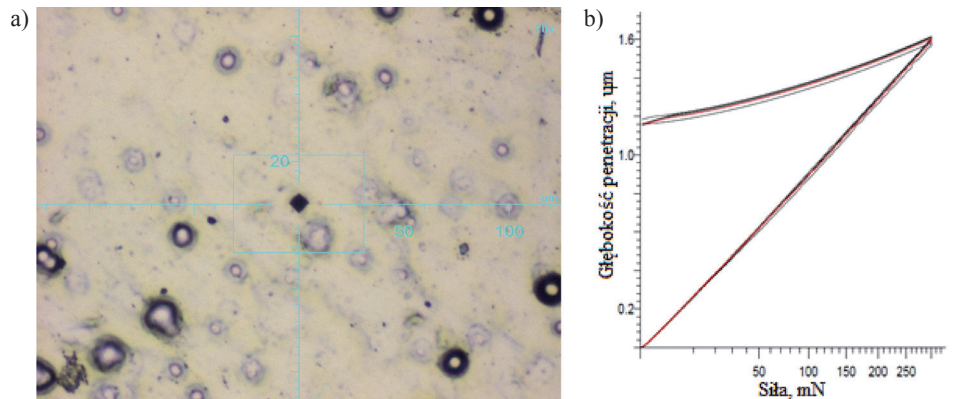


Fig. 6. Image of the prints at 20× magnification (a) with diagrams of depth penetration (b) of Ni-P/ Si_3N_4 (2 g/L) layer

Rys. 6. Obraz odcisku przy powiększeniu 20× (a) z wykresem głębokości penetracji (b) próbek z powłoką Ni-P/ Si_3N_4 (2 g/L)

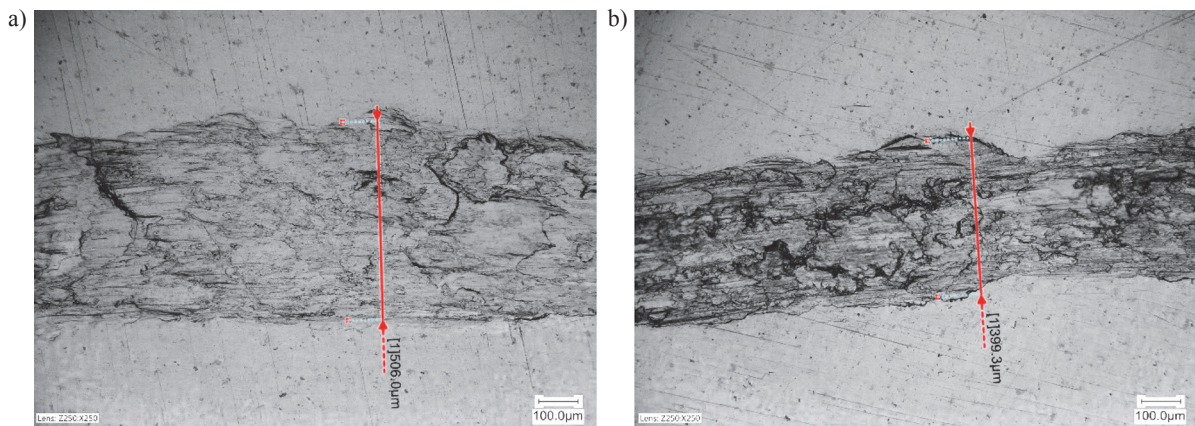


Fig. 7. Samples of alloy AW-7075 without coatings; a – without the grease; b – with MoS_2 grease (a, b – 250× magnification; crack widths: a – 506 μm , b – 399 μm)

Rys. 7. Próbkę ze stopu AW-7075 bez powłok; a – bez zastosowania smaru; b – z zastosowaniem smaru MoS_2 (a, b – powiększenie 250×, szerokość rys: a – 506 μm , b – 399 μm)

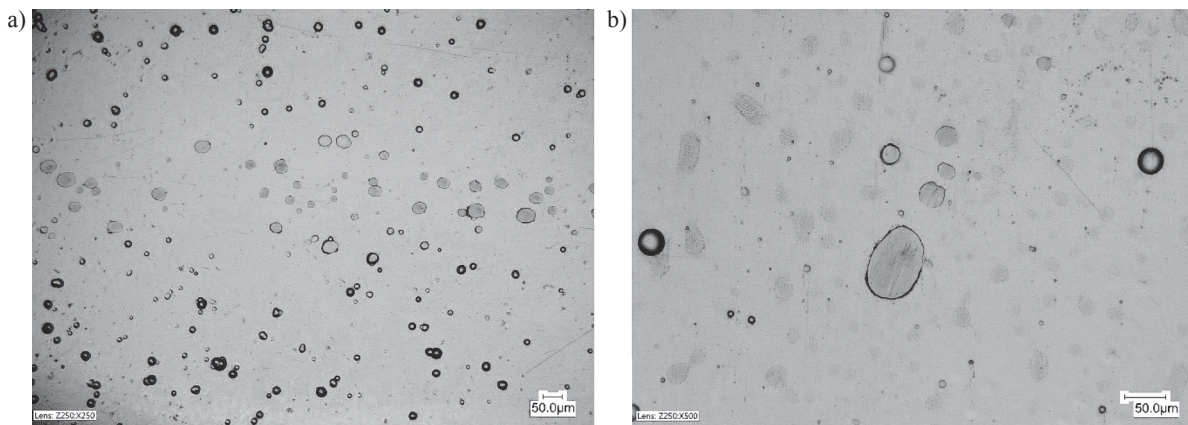


Fig. 8. Samples of AW-7075 alloy with Ni-P/Si₃N₄ coatings with MoS₂ grease; a – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L in the bath); b – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L in the bath) (a – 250×, b – 500×; a, b – no scratches)

Rys. 8. Próbkę ze stopu AW-7075 z powłokami Ni-P/Si₃N₄ z zastosowaniem smaru MoS₂; a – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L w kąpieli), b – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L w kąpieli); (a – powiększenie 250×, b – powiększenie 500×; a, b – brak rysy)

15 mm. Obrazy mikroskopowe miały dużą rozdzielczość. Za pomocą specjalistycznego oprogramowania komputerowego zaznaczono na nich szerokości rys lub wyłobionych rowków z dokładnością do 0,1 μm. W przypadku próbek ze stopu aluminium AW-7075 bez osadzonej powłoki już po upływie 1 min pojawiły się wyraźne, szerokie i nierówne wyłobienia w materiale w postaci rowków o szerokości ok. 506 μm, charakteryzujące się uszkodzeniami powierzchni w postaci ubytków i wyszczerbień. Zastosowanie cienkiej warstwy smaru suchego MoS₂, który natryśnięto na próbkę, zmniejszyło wyłobienia na powierzchni stopu AW-7075 do ok. 399 μm, jednak charakter uszkodzeń był identyczny. Próbkę z osadzonymi warstwami nanokompozytowymi Ni-P/Si₃N₄ o różnej zawartości fazy dyspersyjnej badane z zastosowaniem smaru MoS₂ wykazały się dużo lepszymi właściwościami tribologicznymi od stopu aluminium bez osadzonej powłoki, ponieważ podczas obserwacji mikroskopowych nie zauważono żadnych rys, rowków ani uszkodzeń na badanych powierzchniach. Jedynymi śladami zużycia były wyszlifowane wierzchołki pojedynczych, punktowych wzniesień (rys. 8).

Na podstawie uzyskanych wstępnych wyników oraz analiz stwierdzono, że badania metodą *ball-on-disc* mogą być kontynuowane bez zmiany wybranej przeciwpróbki oraz przyjętej wartości obciążenia i prędkości obrotowej. Modyfikacja ograniczyła się do wydłużenia czasu badań.

Wyniki drugiego etapu badań tribologicznych, które wykonano w czasie 300 s oraz z użyciem smaru suchego MoS₂, przedsta-

wiono na rys. 9 i 10. Pokazano na nich obrazy mikroskopowe o dużej rozdzielczości, na których zaznaczono szerokości rys lub wyłobionych rowków z dokładnością do 0,1 μm. W tabeli 8 zestawiono uśrednione szerokości rys dla poszczególnych próbek, gdyż ich pomiary wykonano w czterech różnych punktach, zgodnie z normą²²⁾.

Powłoki Ni-P oraz Ni-P/Si₃N₄ przyczyniły się do znacznego zmniejszenia zużycia powierzchni, a także były odporne na uszkodzenia i wyłobienia w porównaniu ze stopem AW-7075 bez osadzonej powłoki. W przypadku stopu AW-7075 pojawiły się takie same ślady zużycia oraz uszkodzenia, jak po przeprowadzonych badaniach wstępnych, jednak tym razem szerokości rowków były wyraźnie większe. Wpływ na ich rozmiar miał czas prowadzonego badania.

Na pozostałych próbkach, które zostały pokryte warstwami Ni-P oraz nanokompozytowymi zauważono ślady zużycia jedynie w postaci rys. Najmniejszą szerokością rysy i zużyciem charakteryzowała się warstwa Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L). Zawartość fazy dyspersyjnej przyczyniła się do zwiększenia odporności warstwy na zużycie ścierne. Zwiększenie jej zawartości z 2 do 5 g/L w kąpieli galwanicznej spowodowało jedynie nieznaczne zwiększenie zużycia powierzchni, ponieważ szerokość rysy zwiększyła się o ok. 11,5%. Największe zużycie powierzchni powłoki zauważono dla próbek z warstwą Ni-P. Dla wszystkich próbek z osadzonymi powłokami krawędzie rys były wyraźne i jednoznacznie można było określić ich szerokości.

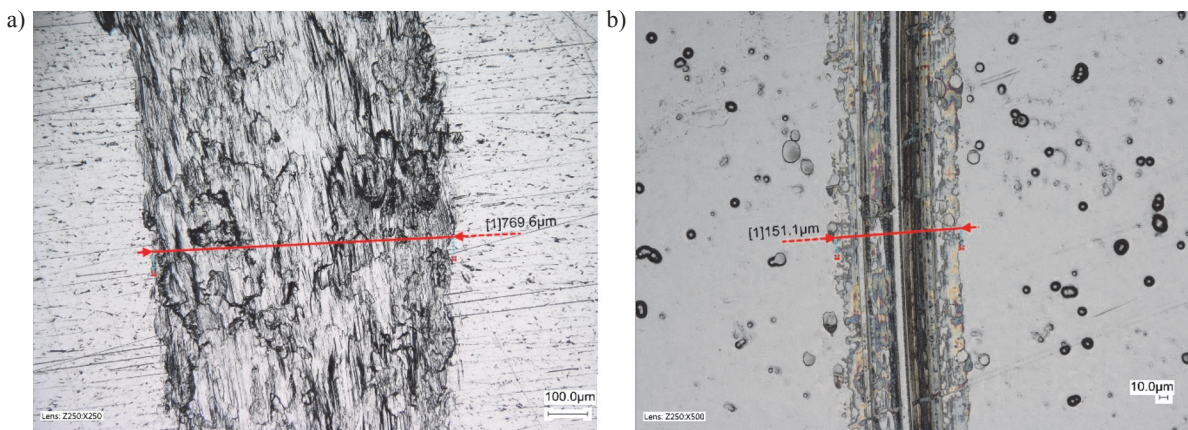


Fig. 9. Samples of alloy AW-7075 without coating and with Ni-P coating, with MoS₂ grease; a – without coating; b – Ni-P (a – 250×, b – 500×; crack widths: – 770 μm, b – 151 μm)

Rys. 9. Próbkę ze stopu AW-7075 bez powłoki i z powłoką Ni-P i z zastosowaniem smaru MoS₂; a – bez powłoki; b – Ni-P (a – powiększenie 250×, b – powiększenie 500×; szerokość rys: a – 770 μm, b – 151 μm)

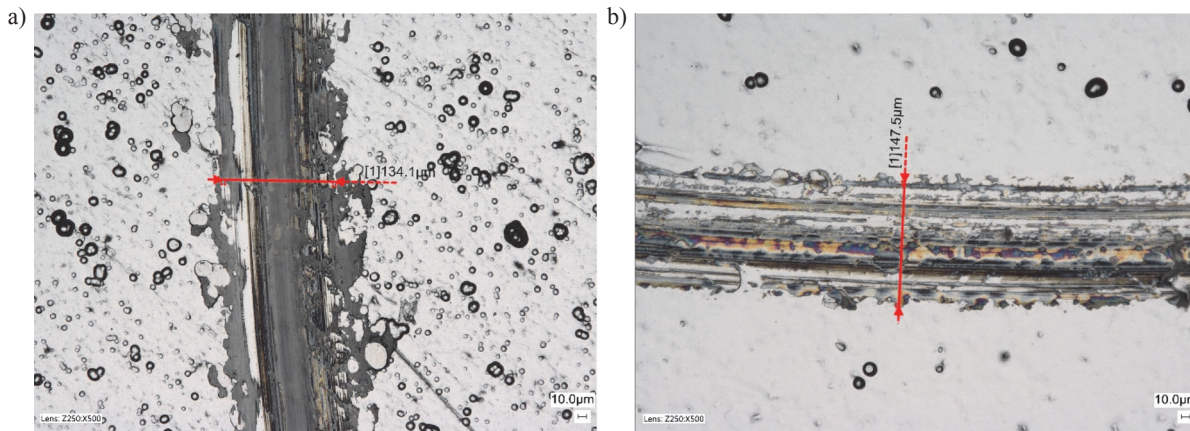


Fig. 10. Samples of the AW-7075 alloy with Ni-P/Si₃N₄ coatings with MoS₂ grease; a – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L in the bath); b – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L in the bath); (a, b – 500×; crack widths: a – 134 μm, b – 148 μm)

Rys. 10. Próbkę ze stopu AW-7075 z powłokami Ni-P/Si₃N₄ z użyciem smaru MoS₂; a – Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L w kąpielu); b – Ni-P/Si₃N₄ (5 g/L w kąpielu); (a, b – powiększenie 500×; szerokość rys: a – 134 μm, b – 148 μm)

Table 8. Crack widths after tribological tests (with MoS₂ grease)

Tabela 8. Szerokości rys po badaniach tribologicznych (z użyciem smaru MoS₂)

Material	AW-7075	Ni-P	Ni-P/Si ₃ N ₄ (2 g/L)	Ni-P/Si ₃ N ₄ (5 g/L)
Szerokość rysy, μm	791	149	131	146

Podsumowanie i wnioski

Wszystkie badane powłoki o grubości 10 μm charakteryzują się zdecydowanie lepszymi właściwościami mechanicznymi i tribologicznymi niż stop AW-7075. Ponadto zauważalny jest wpływ obecności fazy dyspersyjnej na badane właściwości, ponieważ warstwy nanokompozytowe Ni-P/Si₃N₄ wykazują się większą twardością i odpornością na zużycie ściernie w porównaniu z powłokami Ni-P. Najlepsze wyniki uzyskano przy zawartości fazy dyspersyjnej 2 g/L w kąpielu podczas osadzania. Zwiększenie zawartości fazy dyspersyjnej do 5 g/L spowodowało niewielkie zmniejszenie twardości oraz odporności na zużycie. W żadnym badaniu tribologicznym nie zaobserwowano usunięcia warstw, pęknięć, delaminacji, ubytków lub wyszczerbień materiałów powłokowych. Szerokości powstałych rys charakteryzujące stopień wytarcia powierzchni zależały od rodzaju i stanu badanej powierzchni, zastosowanego środka smarnego, siły nacisku przeciwpróbki oraz czasu trwania badań przy ustalonej prędkości obrotowej. Próbka z osadzoną warstwą nanokompozytową Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L) wykazała się największą odpornością na powstanie rysy i innych śladów zużycia. Na uwagę zasługuje fakt, że pomimo największych zaobserwowanych wartości parametrów chropowatości warstw nanokompozytowych Ni-P/Si₃N₄ (2 g/L), ich powierzchnie wykazały się jednocześnie największą odpornością na zużycie ściernie. Przeprowadzone próby potwierdziły, że warstwy nanokompozytowe osadzone na stopie AW-7075 mogą być poddawane obciążeniom, a także mogą być eksploatowane w środowiskach przy zastosowaniu suchego smaru MoS₂. Wszystkie próby potwierdziły również, że adane warstwy nanokompozytowe stanowią dobry materiał do przeprowadzenia dalszych badań tribologicznych.

Powłoki osadzano na wypolerowane i gładkie podłoża, dlatego w celu poprawy właściwości powierzchni należałoby powtórzyć proces polerowania po utworzeniu warstw.

Otrzymano: 24-02-2020

LITERATURA

- [1] T. Burakowski, *Rozważania o synergizmie w inżynierii powierzchni*, Wydawnictwo Politechniki Radomskiej, Radom 2004.
- [2] T. Burakowski, *Areologia. Podstawy teoretyczne*, Instytut Technologii Eksploatacji-Państwowy Instytut Badawczy, Radom 2013.
- [3] M. Kupczyk, *Wytwarzanie i eksploatacja narzędzi skrawających z powłokami przeciwzużyciowymi*, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2009.
- [4] M. Blicharski, *Inżynieria powierzchni*, WNT, Warszawa 2012.
- [5] M. Trzaska, *Przem. Chem.* 2014, **93**, nr 8, 1286.
- [6] R. Starosta, T. Dyl, *Obróbka powierzchniowa*, Wydawnictwo Akademii Morskiej w Gdyni, Gdynia 2008.
- [7] K. Chronowska-Przywara, M. Kot, S. Zimowski, *Zesz. Nauk. Politechniki Śląskiej, Seria: Transport* 2014, z. 83, nr kol. 1904.
- [8] J. Sudagar, K. Venkateswarlu, J. Lian, *J. Mater. Eng. Performance* 2009, **19**, 810.
- [9] M. Vijayanand, R. Elansehian, *Procedia Eng.* 2014, **97**, 1707.
- [10] S. Prasanta, K.D. Suman, *Mater. Design* 2011, **32**, nr 4, 1760.
- [11] J. Sudagar, J. Lian, W. Sha, *J. Alloys Comp.* 2013, **571**, 183.
- [12] J.N. Balaraju, S.K. Seshadri, *Trans. Inst. Metal Finishing* 1999, **77**, nr 2, 84.
- [13] S. Wang, X. Huang, M. Gong, W. Huang, *Appl. Surf. Sci.* 2015, **357**, 328.
- [14] A. Farzeneh, M. Mohammadi, M. Ehteshamzadeh, F. Mohammadi, *Appl. Surf. Sci.* 2013, **276**, 697.
- [15] S. Karthikeyan, B. Ramamoorthy, *Appl. Surf. Sci.* 2014, **307**, 654.
- [16] J.N. Balaraju, V. Ezhil Selvi, K.S. Rajam, *Mater. Chem. Phys.* 2010, **120**, 546.
- [17] M. Franco, W. Sha, G. Aldic, S. Malinow, H. Cimenoglu, *Tribol. Intern.* 2016, **97**, 265.
- [18] R. Soleimani, F. Mahboubi, S.Y. Arman, M. Kazemi, A. Maniee, *J. Ind. Eng. Chem.* 2015, **23**, 328.
- [19] M. Trzaska, *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 2010, **43**, nr 1, 269.
- [20] M. Ulas, *Surf. Coat. Technol.* 2016, **302**, 528.
- [21] K. Czupczyk, S. Legutko, P. Siwak, K. Grochalski, A. Mazurek, *Inż. Pow. Surf. Eng.* 2018, nr 1, 18.
- [22] PN-EN 1071-12:2010, *Techniczna ceramika zaawansowana. Metody badania powłok ceramicznych. Cz. 12. Badanie ścieralności ruchem posuwisto-zwrotnym.*
- [23] PN-EN 1071-13:2010, *Techniczna ceramika zaawansowana. Metody badania powłok ceramicznych. Cz. 13. Oznaczanie szybkości ścierania metodą igły i tarczy.*

www.przemchem.pl