

Miskolci Egyetem



GÉPÉSZMÉRNÖKI- ÉS INFORMATIKAI KAR
GÉP- ÉS TERMÉKTERVEZÉSI INTÉZET

TDK DOLGOZAT

Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságainak vizsgálata

KÉSZÍTETTE:

Bányai Kristóf

gépészmérnöki alapszakos hallgató

KONZULENSEK:

Vadászné Prof. Dr. Bognár Gabriella

intézetigazgató, egyetemi tanár

Miskolci Egyetem, Gép-és Terméktervezési Intézet

Dr. Czagány Máté

tudományos munkatárs

Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Miskolc, 2023.

Tartalom

1.	Bevezetés	3
2.	Felületvédelem.....	4
3.	Kémiai fémleválasztás	5
3.1.	Kémiai nikkelezés	5
3.1.1.	Redukció nátrium-hipofoszfittal, KANIGEN-eljárás	5
3.1.2.	Redukció bórvegyületekkel, NIBODUR-eljárás	6
3.2.	Ni-P és Ni-B bevonatok tulajdonságai	6
4.	A kopás	9
4.1.	Kopások típusai	9
4.2.	Kopási mechanizmus térkép.....	12
4.3.	Kopás jellemzésére alkalmas mérőszámok	15
4.4.	Kopás mérésére alkalmas módszerek.....	18
4.5.	Mérés során alkalmazott eszközök rövid bemutatása	19
4.5.1.	Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer	19
4.5.2.	Optimol SRV5 tribométer.....	20
4.5.3.	Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp.....	20
4.5.4.	ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkóp	21
5.	Vizsgált minták jellemzése	22
5.1.	Bevonatok.....	22
5.1.1.	Savas Ni-P bevonat fürdője	23
5.1.2.	Lúgos Ni-B bevonat fürdője	23
5.2.	A mérés során alkalmazott minták előállítása	24
5.2.1.	Minta geometriája, mérete	24
5.2.2.	Az Ni-P és Ni-B bevonatok előállítása	24
6.	Bevonatok tulajdonságainak meghatározása	26
6.1.	Mikrokeménység mérése.....	26

6.2.	Koptatóvizsgálat	28
6.2.1.	Optimális mérési paraméterek meghatározása.....	28
6.2.2.	Koptatóvizsgálat elvégzése	29
6.2.3.	Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-P-I bevonat esetében.....	30
6.2.4.	Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-P-II bevonat esetében	32
6.2.5.	Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-B bevonat esetében	33
6.2.6.	Koptatóvizsgálat eredményeinek összefoglalása	34
6.3.	Kopási térfogatveszteség meghatározása	35
6.3.1.	Kopási térfogatveszteség meghatározása méréssel.....	35
6.3.2.	Kopási térfogatveszteség meghatározása DIN szabvány szerint	37
6.3.3.	Kopásmélység és kopási térfogatveszteség meghatározása hengerpalást alakú kopásnyom geometria esetén	39
6.3.4.	Kopási térfogatveszteség mért és számított értékeinek összehasonlítása	40
6.4.	Kopási tényező számítása.....	42
6.4.1.	Az Archard-féle kopási tényező meghatározása.....	43
6.4.2.	A Liu-féle kopási tényező meghatározása	43
6.5.	Bevonatok pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata	44
6.5.1.	Bevonatok morfológiai vizsgálata	44
6.5.2.	Bevonatok vastagságának mérése.....	45
6.5.3.	Kopásnyomok kémiai összetételének vizsgálata	46
7.	Összefoglalás	51
8.	Jövőbeli kutatási tervek	53
9.	Köszönetnyilvánítás.....	54
10.	Felhasznált irodalom.....	55

1. Bevezetés

A kémiai fémleválasztással előállított bevonatok egyre nagyobb jelentőségre tesznek szert napjainkban, hiszen az elektrolízis nélküli bevonatokat széles körben használják az autóiparban, a repülőgépiparban, a vegyiparban, az élelmiszeriparban, az olaj- és gáziparban, az elektronikai iparban, a textiliparban és a nyomdaiparban [1]. Kutatómunkám kitűzött célja Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságainak vizsgálata.

Ezen cél megvalósítása érdekében a dolgozat első nagy tartalmi egységében röviden ismertetem a felületvédelem fontosságát, a felületkezelési eljárásokat. Bemutatom a kémiai fémleválasztást, mely alkalmas fém és fémmátrixú kompozit bevonatok kialakítására. Részletesen ismertetem a kémiai nikkelezés két fontos módszerét, a nátrium-hipofoszfittal történő redukciót és a bórvegyületekkel történő redukciót. Röviden összefoglalom a Ni-P és Ni-B bevonatok tulajdonságait. Bemutatom a jellegzetes kopástípusokat és azon kopási mechanizmus térképeket, melyek segítségével egy ismert anyagkombináció esetében megállapítható, hogy adott paraméterek mellett milyen kopási mechanizmus valósul meg.

A dolgozat következő részében bemutatom a vizsgált próbadarabokat, a bevonatok kialakításának módját, illetve azon berendezéseket, melyekkel a tribológiai tulajdonságok meghatározhatók, így röviden ismertetem az Optimol SRV5 tribométer, az Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp és a Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer jellemzőit.

Ezt követően meghatározom az egyes bevonatok Vickers mikrokeménységét Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer segítségével. Ismertetem az Optimol SRV5 tribométerrel végzett koptatóvizsgálatot, melynek célja egy olyan idő-súrlódási tényező diagram meghatározása, mely alapján az átlagos súrlódási tényezők számíthatók. Másik fontos célja a koptatóvizsgálatnak az egyes próbadarabokon olyan kopásnyomok kialakítása, melyek vizsgálatával további tribológiai tulajdonságok határozhatók meg.

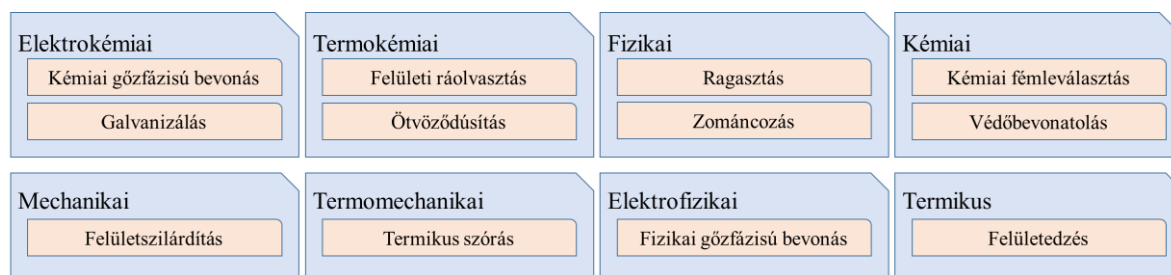
A koptatóvizsgálat eredményeként kapott kopásnyomok vizsgálatát Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp segítségével végzem el és megmérem a kopási térfogatvesztést és meghatározom a kopásnyom geometriáját. A kopási térfogatot a mérés mellett számítással is meghatározom, hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve, illetve a DIN 51834-1 szabvány alapján [2]. A mért tribológiai jellemzők alapján számításokat végzek el az Archard-féle és Liu-féle kopási tényező meghatározása céljából. A dolgozat tartalmazza a bevonatok morfológiai vizsgálatának eredményeit pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat alkalmazásával. A mérések és számítások alapján megállapítom, hogy az egyes bevonattípusok milyen tribológiai tulajdonságokkal rendelkeznek.

2. Felületvédelem

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, fémszórt bevonatok, tűzi fémbevonatok, festékek, szinterelt műanyag bevonatok és tűzzománc bevonatok [3].

A felületkezelési eljárások célja a felület olyan kedvező tulajdonságokkal történő felruházása, mely révén nő a környezeti hatásokkal és a fáradásos törésménettel szembeni ellenállóképessége.

A 2.1. ábra a felületkezelési eljárások csoportosítását szemlélteti a felületi rétegeképzt biztosító hatás (mechanikai, termomechanikai, termikus, termokémiai, kémiai, elektrokémiai, elektrofizikai, fizikai) alapján.



2.1. ábra Felületkezelési eljárások csoportosítása [4]

Az alkatrészek gyártási költségeit befolyásolja a kialakított felületvédelem. Az alkatrészek felületvédelmének megtervezéséhez figyelembe kell venni [3]: az alapanyagot, az üzemeltetés környezeti tényezőit, a minőséggel szemben támasztott technikai és esztétikai követelményeket, a tervezett védőbevonat felviteli technológiáját.

Az anyagfelvitellel járó felületkezelések során fémes vagy nemfémes védőbevonatot hoznak létre a tárgy felületén. Fémsók vizes oldatából elektrokémiai úton fémbevonat állítható elő. Az oldatban lévő fémion a pozitív töltéseivel azonos számú elektront vesz fel és fémmé redukálódik. A redukció folyamán az oldatba merített fémes, illetve megfelelően előkészített nem-fémes munkadarabon összefüggő fémbevonat válik le. A redukcióhoz szükséges elektronokat nyerhetjük külső áramforrásból (galvanizálás) és kémiai folyamatból. A külső áramforrás nélküli kémiai eljárások esetén az elektronok származhatnak töltéscseréből, kontaktfémből vagy kémiai redukálószerből [5]. A következőkben a kémiai redukcióval történő fémleválasztással foglalkozom.

3. Kémiai fémleválasztás

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, platínát 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. Az eljárás során nagy figyelmet kell fordítani a fürdő összetételére, a munkadarab felületének előkészítésére és a hőmérsékletre is. A kémiai redukcióval megvalósított fémleválasztás költségesebb és nagyobb műszaki körülmények között igénylő folyamat, mint a galvanizálás, azonban az így elkészített fémbevonatok általában tömörek, pórusmentesek, a fémréteg vastagsága a felület minden részén egyenletes. A kémiai redukciós bevonatképzésnek különösen az elektronikai iparban nagy a jelentősége: a nyomtatott áramkörtől a lapokra reztet, míg például a mágneses adathordozó lemezek felületére nikkelt szoktak leválasztani.

3.1. Kémiai nikkelezés

A kémiai nikkelezés legnagyobb előnye más fémleválasztó eljárásokkal szemben, hogy külső áramforrás nélkül is egyenletes rétegvastagságú, tömör, korrózióálló réteg választható le különböző szubsztrátokra. A kémiai nikkelt rétegek széles körű ipari alkalmazása 1950-től terjedt el. Az elmúlt évtizedekben számos fürdőt fejlesztettek ki a bevonatok különböző célú alkalmazhatóságának tekintetében, melyek összetételben különbözőek, de működési elvük nagyon hasonló. A két legelterjedtebben használt redukálószer a nátrium-hipofoszfát (NaH_2PO_2) és a nátrium-borohidrid (NaBH_4).

3.1.1. Redukció nátrium-hipofoszfáttal, KANIGEN-eljárás

A nikkelen és nátrium-hipofoszfáton alapuló autokatalitikus bevonatképző technikát Charles Adolphe Wurtz elzászi francia kémikus dolgozta ki 1844-ben [6], amit François Auguste Roux 1914-ben szabadalmaztatott. Az eljárás ekkor még nem terjedt el széles körben az iparban, csak miután az Amerikai Nemzeti Szabványügyi Hivatal munkatársai Abner Brenner és Grace E. Riddel véletlenül újra felfedezték és szabadalmaztatták 1946-ban [7]. Az eljárást Gregoire Gutzeit és munkatársai fejlesztették tovább és KANIGEN-eljárás (Katalytic Nickel Generation) néven szabadalmaztatták 1952-ben.

A KANIGEN-eljárás során a vegyi nikkelezésnél (angolul: electroless nickel deposition) egyazon kezelő fürdőben oldott redukálószer és több szükséges oldott adalék-komponens mellett a nátrium-hipofoszfít (NaH_2PO_2) a fémesen vezető vagy vezetővé tett tárgy felületén az alábbi bruttó reakció szerint redukálja a nikkel-szulfát só nikkel kationjait [8]:



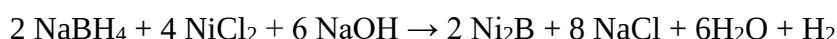
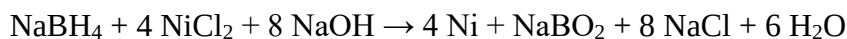
A tárgy felületére tehát fémnikkel válik le, miközben a nikkelt redukáló hipofoszfít ionokból foszfít ionok keletkeznek és közben elemi hidrogén is felszabadul. Emellett a katalitikus hatású felületen a hipofoszfít önbomlása is végbemegy és a keletkező elemi foszfor beépül a leváló nikkellebe. E mellékreakció az alábbi folyamattal szemléltethető:



3.1.2. Redukció bórvegyületekkel, NIBODUR-eljárás

A másik általánosan alkalmazott kémiai nikkelező eljárás a NIBODUR-eljárás. Az 1950-es években a németországi Farbenfabriken Bayer és az egyesült államokbeli DuPont egymástól függetlenül tanulmányozta a nátrium-borohidriddel vagy annak származékaival redukált bevonatokat.

A NIBODUR-eljárás lényege, hogy ha redukálószerként bórtartalmú vegyületeket (pl. nátrium-tetrahidro-borát(III), dimetil-aminoborán, dietil-amino-borán) használnak, a bevonatba bór épül be [5].



Az első szabadalmakat ezekre a bevonatokra 1955-ben adták ki, de csak 1963-ban kezdődött meg a kereskedelmi célú bevonatolás.

3.2. Ni-P és Ni-B bevonatok tulajdonságai

A bevonatképzés paramétereinek (fürdő összetevők koncentrációja, hőmérséklet, fürdő pH) változásával a bevonatok foszfor, illetve bór tartalma, a felületi morfológia, a bevonatvastagság, a bevonat keménység és a kopásállóság is módosítható.

Az összetételtől és a kémiai műveletektől függően a foszfor esetében 2-14 tömegszázalék, a bór esetében pedig 0,1-10 tömegszázalék közötti bevonatokat lehet előállítani. Az ötvözet tartalom ilyen mértékű változtatása jelentős előnyökkel jár. A nikkel-foszfor bevonatok egyenletesek, kemények, viszonylag ridegek, könnyen forraszthatók és rendkívül korrózióállóak. A tulajdonságoknak ez a kombinációja lehetővé teszi a bevonatok széles alkalmazását, és gyakran a drágább vagy nehezebben hozzáférhető ötvözetek helyettesítését. A Ni-B tulajdonságai

többnyire hasonlóak a Ni-P tulajdonságaihoz, néhány különbséggel. A hőkezelt Ni-B ötvözet keménysége a kemény krómhoz hasonlóan nagyon magas. Kiváló kopásállósággal rendelkezik. A Ni-B bevonat drágább, mint a Ni-P, de kisebb a korrózióállósága [9].

A bevonat egyenletes vastagsága fontos fizikai tulajdonság, és a kémiai redukciós nikkelezési eljárás jelentős előnye. Ez a képesség lehetővé teszi, hogy a bonyolult geometriájú és alakú alkatrészek egyenletes vastagságot lehet előállítani.

A bevonat magas foszfortartalom esetén teljesen amorf. A Ni-B kereskedelmi bevonat 5% bórt tartalmaz, vegyes kristályos és amorf szerkezettel.

A kémiai redukciós Ni-P és Ni-B bevonatok sűrűsége hasonló az azonos ötvözetartalmúakéhoz. Ez fordítottan arányos a foszfor/bór-tartalmukkal.

A kémiai redukciós Ni-P bevonatoknak nincs pontos olvadáspontjuk, hanem egy olvadási tartományban olvadnak. A tiszta nikkel olvadáspontja 1455 °C, de a foszfortartalom növekedésével a bevonat alacsonyabb hőmérsékleten olvadni kezd. A 11% foszfort tartalmazó kémiai redukciós Ni-P lerakódások legalacsonyabb olvadáspontja 880 °C. Az alacsony foszfortartalmú (3% alatti) bevonatok olvadáspontja a legmagasabb, 1200 °C körüli. A Ni-B olvadáspontja viszonylag magas. Az 5% bórt tartalmazó, nátrium-borohidriddel redukált Ni-B lerakódások olvadáspontja 1080 °C [9].

A nikkelbevonatok elektromos ellenállása nagyobb, mint a tiszta nikkelé. A foszfor-, illetve bórtartalom növelésével az elektromos fajlagos ellenállás is növekszik.

A mechanikai tulajdonságok elsősorban a bevonat foszfor-/bórtartalmától függenek. A bevonatok általában nagy szilárdsággal, korlátozott alakíthatósággal és magas rugalmassági moduluszal rendelkeznek.

A maradó feszültség a kémiai redukciós nikkelbevonatokban a bevonat összetételének függvénye. Alacsonyabb foszfortartalmú bevonatoknál 15-45 MPa húzófeszültségek alakulnak ki, a bevonatok és a szubsztrát közötti termikus tágulásbeli különbség miatt. A nagyfokú feszültség ezekben a bevonatokban elősegíti a repedezést és a porozitást [9].

A kémiai redukcióval előállított Ni-P és Ni-B bevonatok keménysége megegyezik számos edzett ötvözt acélával. A kémiai redukcióval előállított nikkelbevonatok keménységének megőrzése magas hőmérsékletű üzemi körülmények között a foszfor- vagy bórtartalom növekedésével csökken. A Ni-B bevonatok általában jobban ellenállnak a kopásnak magas hőmérsékleten, ezért szélesebb körben alkalmazzák őket ilyen körülmények között.

A kémiai nikkel bevonatokat nagy keménység és kopásállóság jellemzi, ami hőkezeléssel még tovább növelhető. Az 1 órás 400 °C-on történő hevítés optimális keménységet eredményez, amely keménység és kopásállóság tekintetében a "kemény" krómbevonatokhoz hasonlítható.

A korrózióállóság és kopásállóság szempontjából a kémiai nikkelt a legszélesebb körben a folyadékok vagy gázok áramlását szabályozó szelepeknél alkalmazzák. A kémiai nikkelt alkalmazásai közé tartoznak az alumínium dugattyúfejek, a repülőgépmotorok tengelyei, a gázturbinák alkatrészei, valamint az olyan autóiipari alkatrészek, mint a differenciálmű tengelye, az üzemanyag-befecskendezők. A bányászati alkalmazásokban és a hozzájuk kapcsolódó anyagmozgató berendezésekben, ahol a koptató igénybevétel jelentős, a kémiai nikkelt helyettesíti a kemény nikkelt.

A kémiai nikkeltbevonat 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 nikkelt 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.

A bevonatok alkalmazási területei a repülőgépipar, autóiipar, különböző alkatrészek, szerszámok felületi keményítése, vegyiparban korrozív környezettel szembeni ellenállás növelésére hőcserélő csövek, tartályok bevonása. A Ni-P bevonatot emellett a mikroelektronikai iparban is alkalmazzák NYÁK lapok forraszthatóságának megkönnyítésére [9].

4. A kopás

A kopásnak a szakirodalomban számos definíciója található, melyek közül az alábbiakat szeretném kiemelni:

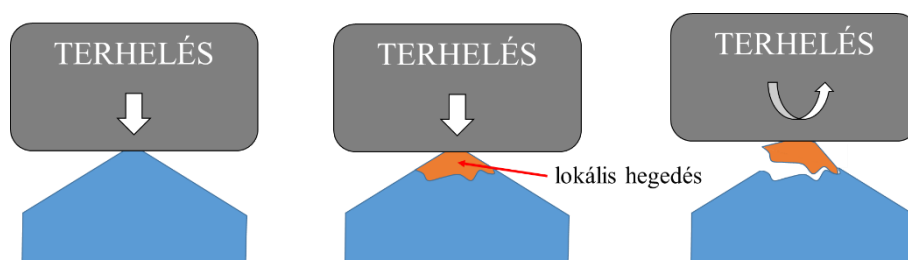
- „A kopáson a felületi részeknek a súrlódó erők hatására bekövetkező folyamatos, az üzemeltetés szempontjából káros leválását értjük.” [10]
- „A forgácsolás során az érintkező felületek elsősorban a nagy nyomás, a magas hőmérséklet és a nagy sebesség miatt kopnak.” [11]
- „A kopás szilárd testek felületén bekövetkező anyagvesztés, amelyet szilárd, cseppfolyós vagy légnemű ellentesttel, illetve közeggel való érintkezés és relatív elmozdulás okoz.” [12]

Jelen fejezetben ismertetem a kopások jellegzetes típusait, a kopási mechanizmus térképeket, melyek segítségével különböző üzemi körülmények esetében (sebesség, terhelés) meghatározható a jellegzetes kopási mechanizmus. Bemutatom a kopás mérésére alkalmazható jellemző mérőszámokat és röviden ismertetem a koptatóvizsgálat néhány jellemző megoldási változatát.

4.1. Kopások típusai

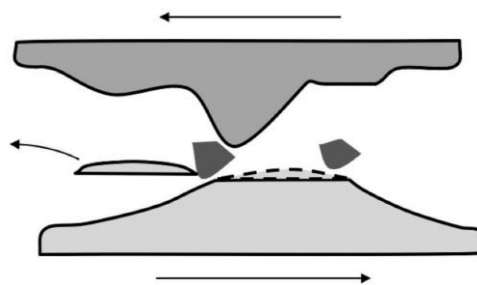
A kopási mechanizmusokat számos módon csoportosíthatjuk, ezek közül jelen dolgozatban a [13] forrás feldolgozásával mutatok be egy lehetséges csoportosítást:

- **Adhéziós vagy hegedéses kopás:** Az adhézios kopásnak kitett felületek oxidációs hajlama nagyban befolyásolja a kopás mértékét. Amennyiben nincs jelen kenőanyag illetve felületi oxidhártya, s a (rendszerint fémes) anyagok egymáson kis sebességgel, nagy felületi nyomás mellett mozognak el, akkor adhézios kopás jöhet létre. A nagyobb szilárdságú fém részecskéket szakíthat ki a lágyabb felületből, melyek a nagy nyomás hatására megkeményednek és egyfajta csiszolóanyagként funkcionálva koptatják a felületet. Ebből kifolyólag az adhézios kopás nagy kopási sebességgel jellemezhető (10-15 $\mu\text{m/h}$), nagy méretváltozást okoz (4.1. ábra).



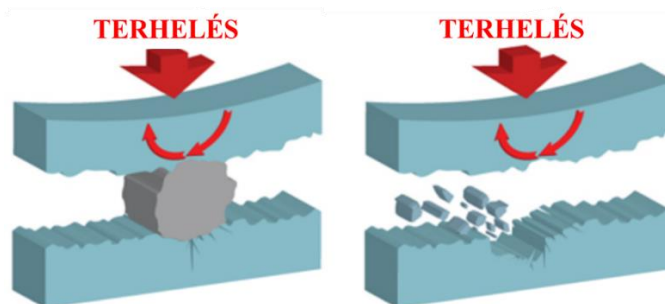
4.1. ábra Adhéziós kopás

- **Abrazív kopás:** Az abrazív kopásnak két típusa különböztethető meg, a kéttest és a háromtest abrázió. Mint azt neve is mutatja, két test abrazív kopásánál egy keményebb és egy lágyabb felület van jelen, melyek közül az előbbi kiálló csúcsai bemélyedéseket hoznak létre az utóbbiban, karcolják, forgácsolják azt. Ennek köszönhetően a lágy anyag mennyisége csökken. Háromtest abrazív kopásnál a két felület közé nagy keménységű, apró szemcsés anyag ún. abrazív anyag kerül. A nagyjából 7-8 μm nagyságú – idegen vagy az egyik anyag felületéről leváló – szemcsék jelentősen növelik a kopási sebességet (4.2. ábra).



4.2. ábra Abrazív kopás [14]

- **Fáradásos kopás:** Dinamikus igénybevételnek kitett súrlódó felületek jellemző kopástípusa a fáradásos kopás. Gördülő mozgást végző testek felületein, így például gördülőcsapágyaknál tapasztalható. Mikrorepedések keletkezése jellemzi, melyek a felületi réteg lepattogzódásával, gödrösödésével járhatnak. Az ismétlődő feszültségek okozzák ezen mikrorepedések létrejöttét, s a meglévő saját feszültségek és felületi repedések gyorsítják fel (4.3. ábra).

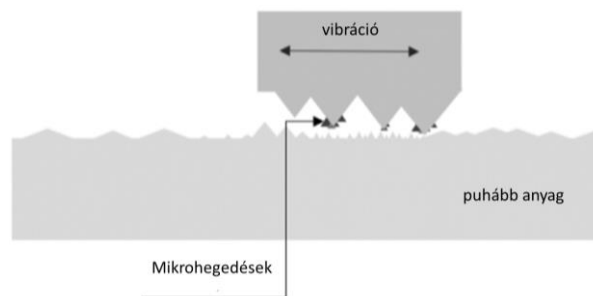


4.3. ábra Fáradásos kopás [15]

- **Mechano-kémiai kopás:** Fémes anyagok jellemző kopástípusa, mely során a felületi anyagréteg képlékeny deformációja tapasztalható, s egy másodlagos szövetszerkezet jön létre. Ezen réteg védekező funkciót lát el mindaddig, amíg a súrlódásból adódó deformáció és feszültség közvetett módon a védőréteg lekopását nem okozza. Amennyiben a védőréteg legalább akkora sebességgel képződik újra, mint amennyivel lekopik, akkor egy tartós, tribológiai szempontból kedvező felületi réteg alakul ki.

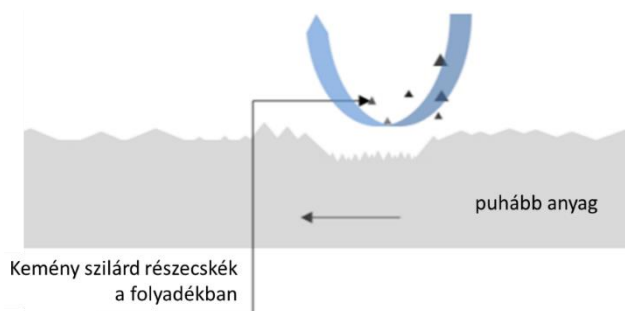
Ellenkező esetben súlyos felületi károsodások, mint berágódás vagy bemaródás keletkezhet, mely a vizsgált test rendeltetésszerű működését is meggátolhatja.

- **Oxidációs kopás:** Oxidációs kopás esetében nagy keménységű, rideg fémoxid vegyületek keletkeznek a felületen, melyet a nagy terhelés hatására végbemenő alakváltozás okoz, s elsősorban fémekre jellemző. A vékony, hártyszerű oxidrétegek leválása a további mozgás hatására megy végbe, ez egy lassú, 0,1- 0,5 $\mu\text{m}/\text{h}$ sebességgel lejátszódó folyamat. Fogaskerekek, kisebb terhelésű csapágyak felületén tapasztalható. Ezzel szemben a súrlódásos oxidáció nagyobb sebességű folyamat, mely az anyagok kífáradási határát csökkenti nagymértékben.
- **Fretting kopás:** A súrlódási korrózió vagy másnéven fretting kopás egy olyan speciális kopásfajta, mely az érintkező felületek kis amplitúdójú rezgőmozgásával jár és dinamikai igénybevétel hatására jön létre. Egy tengely és egy csapágygyűrű között fellépő kopás is ezen csoportba sorolható (4.4. ábra).



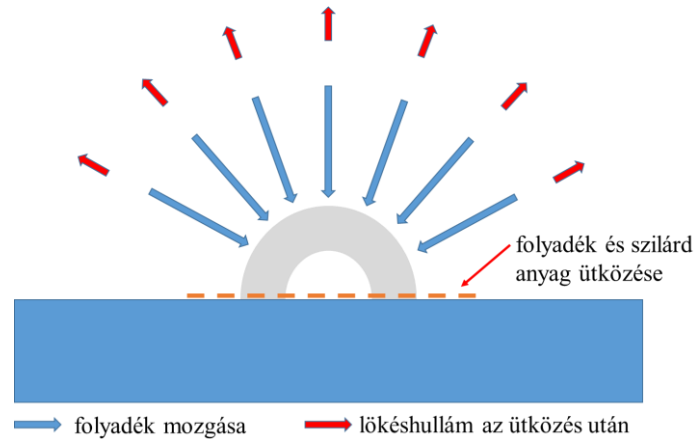
4.4. ábra Fretting [16]

- **Eróziós kopás:** Az eróziós kopás kialakulásához egy áramló közegre (például homokra vagy poros gázra) van szükség, mely részecskéinek mozgási energiája a szilárd testtel történő ütközés során ütközési energiává alakul. Az ütközés deformációval jár, ami anyagrészek kiszakítását okozza. A leváló anyag mennyisége határozza meg az eróziós kopás mértéket, melyet többek között befolyásol a szilárd test keménysége, alakváltozási képessége, az ütköző részecskék keménysége, alakváltozási képessége, az ütközések iránya és sebessége (4.5. ábra).



4.5. ábra Eróziós kopás [16]

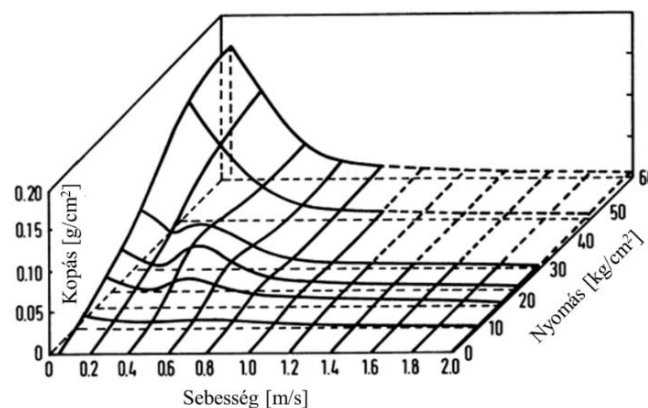
- Kavitációs kopás:** Kavitációs kopásról abban az esetben beszélhetünk, ha egy szilárd test áramló folyadékkal érintkezik. Lyukszerű kráteresedést okoz a szilárd felületen, mely a folyadékban található, oldott gázok kicsiny buborékainak felülettel történő ütközésével, azok szétrobbanásával jön létre. A felületen keletkező kár mértékét befolyásolja a folyadék felületi feszültsége és viszkozitása. Jellemzően motorcsónakok propellerein vagy szivattyúlapátokon figyelhető meg (4.6. ábra).



4.6. ábra Kavitációs kopás [17]

4.2. Kopási mechanizmus térkép

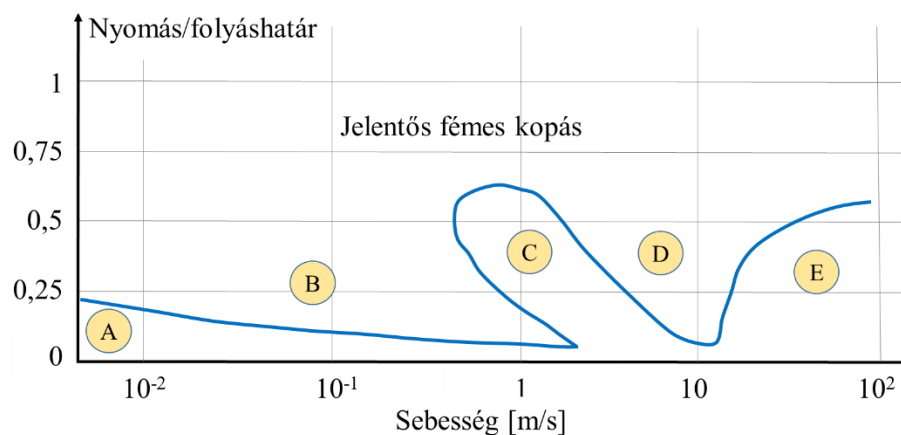
A kopási mechanizmusok leírására szolgálnak az úgynevezett kopási mechanizmus térképek, melyek segítségével egy ismert anyagkombináció esetében megállapítható, hogy adott paraméterek mellett milyen kopási mechanizmus valósul meg. A kopási mechanizmus térképek egyik előfutára volt Okoshi és Sakai háromdimenziós diagramja [18]. Ezen kopási mértéket ábrázoló diagram a relatív mozgási sebesség és a nyomás függvényében adja meg a kopás mértékét (4.7. ábra). Amint az a diagramból látható, a kopás mértéke nem lineáris függvénye a relatív sebességnek és a nyomásnak.



4.7. ábra Okoshi és Sakai kopási mértéket ábrázoló diagramja [18]

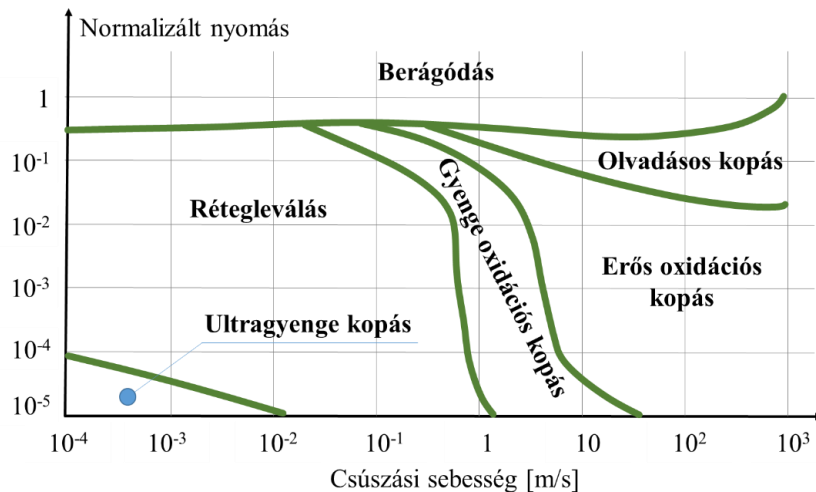
Okoshi és Sakai kopási mértéket ábrázoló diagramjához képest jelentős előrelépést jelentett Childs kopási mechanizmus térképe [19], mely lágyacél esetében a csúszási sebesség és a nyomás/folyáshatár függvényében egyrészt meghatározza a jelentős kopással járó sebesség-nyomás/folyáshatár értékek határgörbáját (4.8. ábra), másrészt definiálja a jellemző kopási mechanizmusokkal jellemzett területeket a sebesség-nyomás diagramon az alábbiak szerint:

- A terület: Alacsony terhelés és kis csúszási sebesség esetén egy oxidrétegen történik az elmozdulás, a súrlódó felületek felkeményedhetnek és enyhe kopás keletkezhet az oxidréteg leválásával, vagy fém leválásával.
- B terület: Nagyobb sebesség és terhelés esetén az oxidvédelem megtörik, ami nagymértékű fémleváláshoz vezethet.
- C terület: Még nagyobb sebességek esetén a súrlódásból származó hő fokozza az oxidációt, így az oxidvédelem fokozódása a kopás mértékének csökkenését eredményezheti a B területhez képest.
- D terület: A sebesség további növekedése esetén a fokozott súrlódási hő a felület jelentős lágyulásához vezethet, ami viszont a kopás növekedésével jár.
- E terület: Ezen sebesség-nyomás viszony esetén további oxidképződés figyelhető meg, amely a kopás csökkenését eredményezheti.



4.8. ábra Childs kopási mechanizmus térképe lágyacél esetében [19]

Az előzőekben bemutatott Okoshi és Sakai féle kopási diagram korlátozásait oldja fel Lim és Ashley kopási mechanizmus térképe [20], mely acél-acél kenés nélküli kopási mechanizmusát jellemzi a csúszási sebesség és a terhelés széles skáláján (4.9. ábra). Ezen kopási mechanizmus térkép nagy előnye, hogy ábrázolja az egyes kopási mechanizmusok (berágódás, rétegleválás, olvadásos kopás, erős és gyenge oxidációs kopás) jellegzetes területeit a csúszási sebesség és a nyomás függvényében.

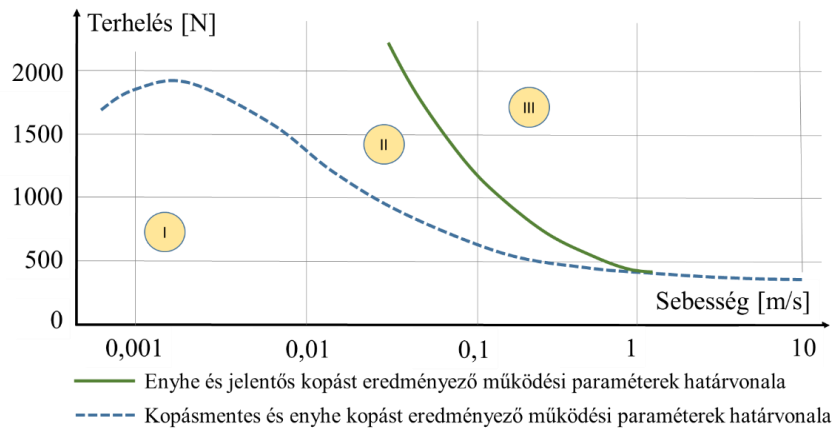


4.9. ábra Acélok kopási mechanizmus térképe [20]

- **Berágódás:** Ha az érintkező felületre ható terhelés nagyon nagy, akkor a csúszás előidézésére tett kísérlet hatására a tényleges érintkezési felület addig növekszik, amíg el nem éri a névleges területüket, és a felületek berágódnak. Ezt a jelenséget definiálja a 4.9. ábra közel vízszintes egyenese fölötti terület.
- **Olvasós kopás:** Amennyiben a hőmérséklet meghaladja az olvasási hőmérsékletet, akkor olvasós kopás jön létre.
- **Erős oxidációs kopás:** Előfordulhat olyan eset is, amikor a sebességből és terhelésből adódó hőmérséklet nem elegendő az érintkező anyagok olvasáshoz, azonban olyan nagymértékű oxidációhoz vezethet, mely erős oxidációs kopást eredményez. Előfordulhat, hogy az érintkező anyagok felszínén olyan magas hőmérséklet alakul ki, amely törékeny felületi réteg (például valamilyen oxid) kialakulásához vezet. Ez a törékeny felületi réteg az egyenetlenségi csúcsok révén könnyen leválik, lepereg. Ilyen jelenség játszódik le csigafűrészek működése közben.
- **Gyenge oxidációs kopás:** Alacsony sebesség és terhelés esetén az érintkező felületek nem melegednek fel nagymértékben, azonban az érintkezés kis területein, az egyenetlenségi csúcsoknál olyan lokális felmelegedések tapasztalhatók, melyek azok oxidációjához vezetnek. Ezen oxidok a súrlódás során leválnak.
- **Rétegleválás:** Nagyon alacsony sebesség esetén ($v_{cs} < 0,1 \text{ m/s}$) nincs jelentős hőtermelés, így a kopás alapvetően felület alatti repedésekből vagy rideg törésekből adódó leválások révén jön létre.

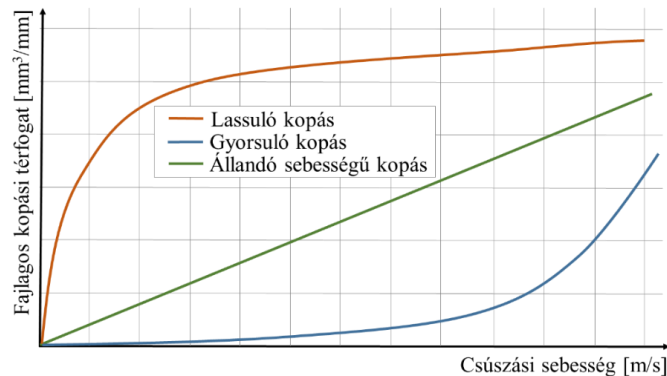
A kopási mechanizmus térképek egy másik változata az IRG (International Research Group on Wear of Engineering Materials) kopástérképe, mely olyan kritikus sebesség-terhelés görbéket ábrázol, melyek három jellegzetes területre bontják a diagramot [20]. Az I. területen nincs

kopás, a II. területen enyhe kopás lép fel, míg a III. terület a jelentős kopás zónáját jelöli (4.10. ábra). Ezen kopástérkép alkalmas különböző gépelemek kopás szempontjából optimális működési paramétereinek (sebesség, fordulatszám, terhelés) megválasztására.



4.10. ábra IRG kopástérkép [20]

Annak függvényében, hogy hogyan változik a kopási térfogat, három különböző kopási mechanizmust különböztetünk meg [21]: állandó sebességű kopás, lassuló kopás, gyorsuló kopás. Ezen kopási mechanizmusokat szemlélteti a 4.11. ábra.



4.11. ábra Kopási mechanizmusok a kopási sebesség jellege alapján

4.3. Kopás jellemzésére alkalmas mérőszámok

A kopás mértékének meghatározására számos mérőszám alkalmazható, melyek közül a leggyakrabban használtak a következők:

- *kopási térfogatveszteség* (lekopott térfogat), mely az Archard-féle kopási egyenlettel írható le [22]:

$$W = \frac{K^* \cdot F_N \cdot e}{H}, \quad (1)$$

ahol W – a lekopott anyag térfogata [mm^3],

K^* – dimenzió nélküli konstans,

F_N – a normál irányú terhelőerő [N],

e – a felületek elmozdulása [mm],

H – az érintkező felületek közül a kisebb keménységű anyag keménysége [MPa].

- *fajlagos kopási sebesség* [22]. Az Archard-féle kopási egyenletet deriválva meghatározhatjuk az egységnyi elmozdulásra eső kopási térfogatot. Feltételezve, hogy a vizsgált egyenetlenségi csúcs keresztmetszete egy r sugarú körrel jellemezhető, az egyenetlenségi csúcsnál ébredő terhelőerő az alábbi módon számítható:

$$F = P \cdot \pi \cdot r^2, \quad (2)$$

ahol P – a nyomás [N/mm²],

r – a vizsgált egyenetlenségi csúcs sugara [mm].

Amennyiben a két felület csúszása $2 \cdot r$ távolságban történik, akkor a kopás során levált részecske egy félgömbbel modellezhető, azaz

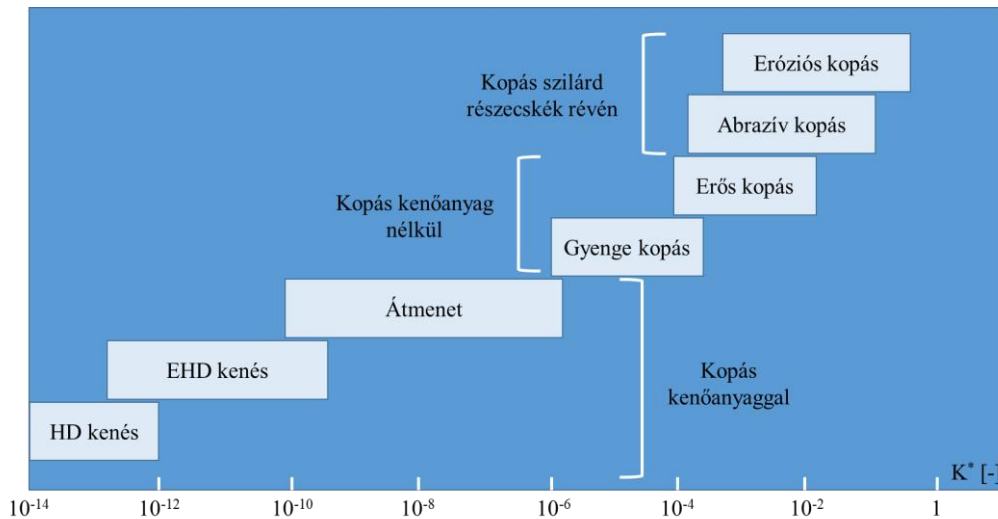
$$\Delta V = \frac{2 \cdot \pi \cdot r^3}{3} \quad (3)$$

a félgömbbel modellezett kopás során levált részecske térfogata [mm³].

Mindezekből az következik, hogy egységnyi elmozdulás esetén az egyenetlenségi csúcs által keletkezett fajlagos kopási részecske térfogata egységnyi elmozdulás esetén az alábbi módon határozható meg [mm³/mm] mértékegységgel:

$$\Delta Q = \frac{\Delta V}{2 \cdot r} = \frac{\pi \cdot r^2}{3} = \frac{F}{3 \cdot P} \approx \frac{F}{3 \cdot H}. \quad (4)$$

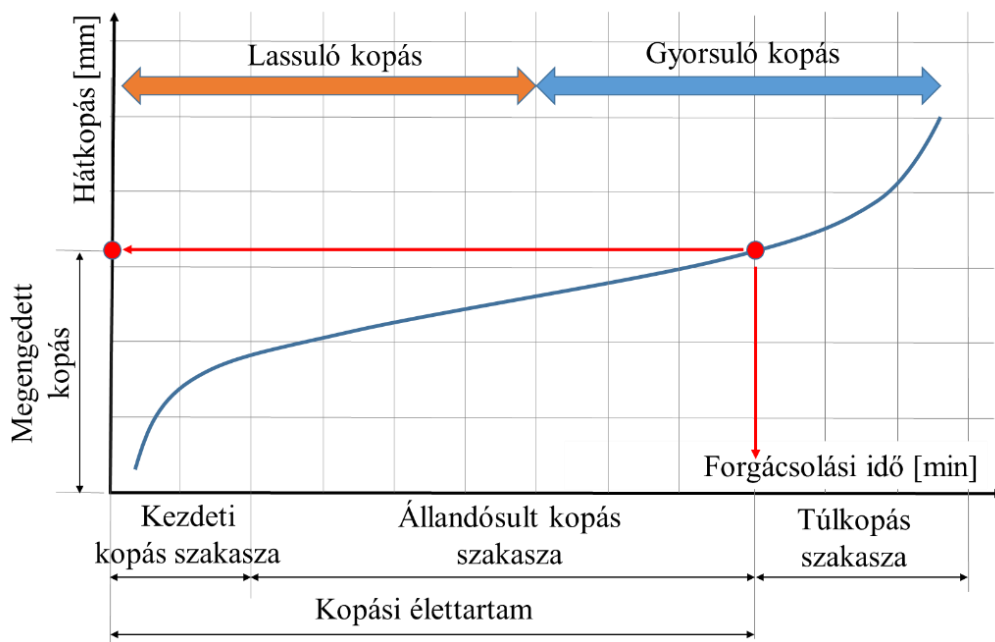
Mivel nem minden egyenetlenségi csúcs okoz kopást, ezért ezen térfogatot módosítani kell egy dimenzió nélküli állandóval, ami gyenge kopás esetén $K^* = 10^{-8}$, míg nagymértékű kopás esetén $K^* = 10^{-2}$. Ezen dimenzió nélküli állandó értékét [23] még precízebben határozza meg különböző kopási mechanizmusok esetében (lásd 4.12. ábra).



4.12. ábra A K^* dimenzió nélküli konstans értéke különböző kopási mechanizmusoknál [23]

Hidrodinamikai kenés (HD kenés) esetén a mozgó súrlódó felület szállítja a kenőanyagot a terhelt zónába, míg elasztó-hidrodinamikai kenés (EHD kenés) esetén a súrlódó felületek közötti résben hidrodinamikai kenés van, miközben rugalmas deformáció jön létre a terhelt felületeken, például egy fogaskerékpár kapcsolódása esetén az érintkező fogak felületén. Mint ahogy azt a 4.12. ábra mutatja, a kenés több nagyságrenddel is csökkentheti a kopás mértékét. Az autóiparban találhatók olyan hidrodinamikai kenéssel rendelkező alkatrészek, melyek esetében $K^* = 10^{-19}$.

- *kopási réteg vastagsága* (lekopott anyagvastagság),
- *kopási tömegvesztés* (lekopott anyag tömege), mely a kopási térfogatvesztésből és a kopó anyag sűrűségéből az Archard-féle kopási egyenlettel meghatározható,
- *fajlagos kopásállóság*, mely a fajlagos kopási sebesség reciproka,
- *relatív kopásállóság*, mely egy etalonhoz viszonyított kopásállóságot fejez ki,
- *kopási élettartam*, mely az az időtartam, amíg a kopás mértéke nem veszélyezteti az üzemszerű működést. Például forgácsolószerszámok esetében a kopásgörbe alapján meghatározható a forgácsolószerszám megengedett kopáshoz tartozó élettartama (4.13. ábra).

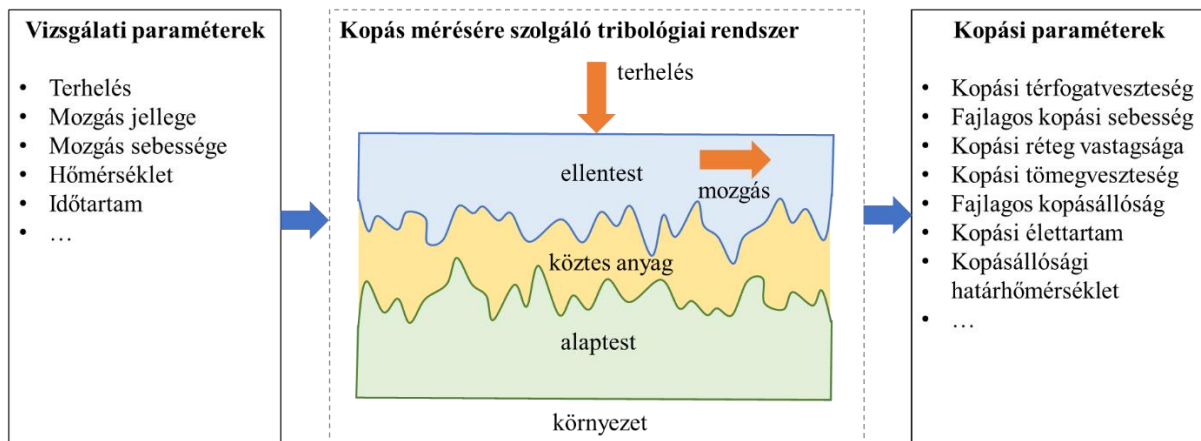


4.13. ábra Forgácsolószerszám kopási élettartamának meghatározása a kopásgörbe alapján [24]

- *kopásállósági határhőmérséklet*, ami az a hőmérséklet, ami nem léphető túl az előírt kopási élettartam betartása érdekében [25].

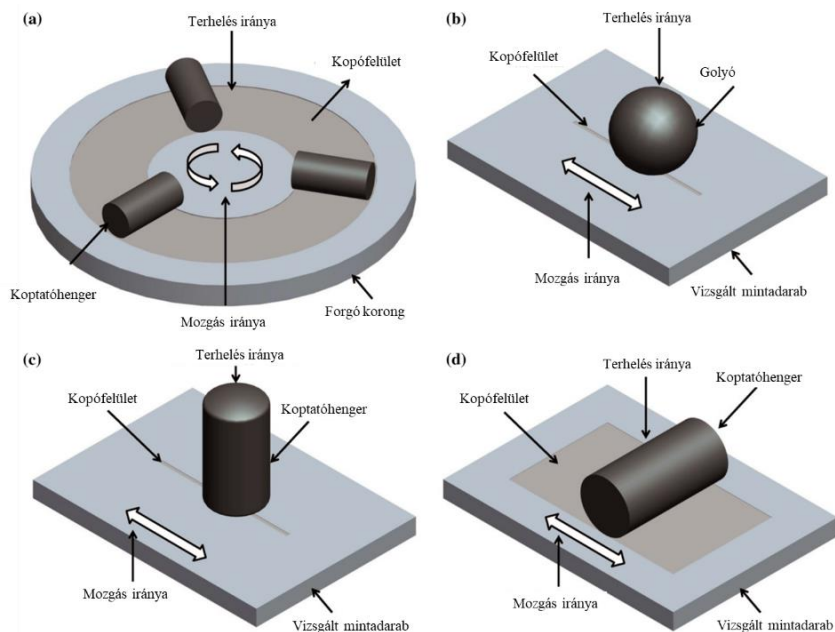
4.4. Kopás mérésére alkalmas módszerek

A kopás mérésére szolgáló tribológiai rendszer négy fontos elemből épül fel: alaptest, ellentest, köztes anyag, környezet (4.14. ábra). Az alaptest az a gépelem, amelynek a kopását vizsgáljuk. Az ellentest az a gépelem (golyó, henger, tűske, tű), amely a kisebb keménységű alaptest kopását előidézi a terhelés révén. A köztes anyag az alaptest és az ellentest között elhelyezkedő kenőanyag. A működési környezet az ezeket körülvevő gáz, folyadék vagy vákuum.



4.14. ábra Kopás mérésére szolgáló tribológiai rendszer felépítése

A kopás mérésére szolgáló tribológiai rendszer, mint mérőrendszer számos formában valósítható meg annak függvényében, hogy milyen típusú kopás mérésre van szükség. A 4.15. ábra a kopás mérésére szolgáló mérőrendszerek kialakítására mutat néhány példát.



4.15. ábra Leggyakoribb koptatóvizsgálati módszerek: a., pin-on-disk elrendezés, b., ball-on-plate elrendezés., c., vertikális pin-on-plate elrendezés, d., horizontális pin-on-plate elrendezés [26]

A pin-on-disk elrendezés esetében a vizsgált mintadarab egy forgó mozgást végző körlemez, a koptatást koptató hengerek végzik, melyek a vizsgált munkadarabbal a koptatóhenger palástjának egy alkotója mentén érintkeznek, ebből adódóan a kopófelület egy körgyűrű.

A ball-on-plate elrendezés esetében a vizsgált munkadarab egy tetszőleges alakú síklap, mely egyenes vonalú alternáló mozgást végez a golyó alakú koptató elem alatt. A koptató elem és a munkadarab egy pontban érintkezik, így a kopófelület vonalmenti.

A vertikális pin-on-plate elrendezés esetében a vizsgált munkadarab egy tetszőleges alakú síklap, mely egyenes vonalú alternáló mozgást végez egy vertikális tengelyű koptatóhenger alatt, így a kopófelület vonalmenti abból adódóan, hogy a koptatóhenger alapja konvex.

A horizontális pin-on-plate elrendezés esetében a vizsgált munkadarab egy tetszőleges alakú síklap, mely egyenes vonalú alternáló mozgást végez egy horizontális tengelyű koptatóhenger alatt, így a kopófelület egy téglalap abból adódóan, hogy a vizsgált munkadarabbal a koptatóhenger palástja egy alkotója mentén érintkezik.

Ezen koptatóvizsgálati módszerek esetében a bemutatott elrendezések alapvetően a koptatás megvalósítását szolgálják, majd ezt követően elvégezhető a felületek vizsgálata.

4.5. Mérés során alkalmazott eszközök rövid bemutatása

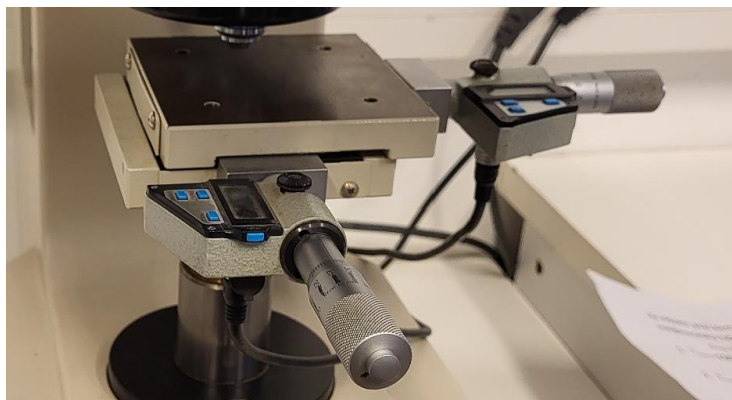
4.5.1. Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer

A keménységmérő 10 grammtól 1 kg-ig terjedő terhelési tartományt kínál, ezzel lehetőséget ad kis terhelésű keménység mérésre (HV 1; HV 0,5; HV 0,3; HV 0,2) és mikrokeménység mérésre (HV 0,01; HV 0,015; HV 0,02; HV 0,025; HV 0,05; HV 0,1). A HV utáni számok a keménységmérés során alkalmazott terhelőerőre utalnak a 4.1. táblázat szerint. A mérés során a HV 0,01 mikrokeménység került mérésre.

Keménységmérés típusa	Keménységi jel	Névleges terhelőerő [N]
Kisterhelésű keménységmérés	HV 1	9,807
	HV 0,5	4,903
	HV 0,3	2,942
	HV 0,2	1,961
	HV 0,1	0,9807
Mikrokeménység mérés	HV 0,05	0,4903
	HV 0,025	0,2452
	HV 0,02	0,1961
	HV 0,015	0,1471
	HV 0,01	0,09807

4.1. táblázat Keménységi jel és névleges terhelőerő kapcsolata az MSZ EN ISO 6507-1:2006 szabvány szerint [27]

A műszer digitális XY-állvánnyal (4.16. ábra) és 100x és 400x nagyítással rendelkezik. A keménységvizsgálat mérése a digitális okulárral történik, amely a lenyomat geometriai méreteinek pontos mérését kínálja. A kijelzőn megjelenik a HV értéke.



4.16. ábra Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer XY-állványa

4.5.2. Optimol SRV5 tribométer

Az SRV5 tribométer szimulációk, mérési és tesztelési projektek, valamint tribológiai súrlódási és kopási elemzések elvégzésére alkalmas. A terhelés értéke 0,01 és 6500 MPa közötti tartományban változtatható. A csúszási sebesség 0,0001 m/s-tól 0,5 m/s-ig módosítható. Az oszcillációs meghajtás 20 g gyorsulást tesz lehetővé. A koptatóhenger üzemi hőmérséklete szobahőmérséklettől 350°C-ig növelhető, azonban opcionálisan lehetséges nagyobb hőmérsékletre alkalmas konfigurációt is összeállítani.

Az Optimol SRV5 tribométer főbb tulajdonságai a következőkben foglalhatók össze:

- terhelőerő: 1-5000 N,
- hőmérséklet: -45 °C-1000 °C,
- légkondicionálási lehetőség: 20-40 °C és 30-90% páratartalom között,
- vákuum: 10^{-7} mbar,
- mozgástípusok: forgómozgás 3000 1/s-ig, az oszcillációs és rotációs mozgás kombinálásával valós 3D mozgásminták hozhatók létre.

A koptatóvizsgálatok ezen tribométer segítségével lettek elvégezve. Az alkalmazott paraméterek: terhelőerő: 15 N, oszcilláló mérés amplitúdója: 5 mm, frekvencia: 10 Hz, mérés időtartama: 1800 s, ellendarab anyaga: Cirkónium-dioxid ZrO_2 , ellendarab geometriája: 10 mm átmérőjű Fritsch gyártmányú golyó.

4.5.3. Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp

A mérés során a próbadarabok érdességének mérésére az Olympus cég DSX1000 típusú, telecentrikus objektívlencsével szerelt digitális mikroszkópját használtam. Azért esett a

választás ezen mikroszkópra, mivel több megfigyelési módot tesz lehetővé, illetve nagyítása is széles határok között változtatható, illetve kifejezetten alkalmas profilometriai feladatok elvégzésére (3D képkészítés és mérés), valamint topográfiai mérések elvégzésére.

A telecentrikus optika kifejezetten mérési célokra kialakított optika, mely a mérés tárgyát képező objektumból visszaverődő fényből csak a párhuzamos sugarakat engedi be és így kiküszöböli a perspektivikus hibát. A mikroszkóp által felkínált megfigyelési lehetőségek [29]:

- Világos látótér: Lapos, sík tárgyak megfigyelésére alkalmas, mivel tükröződött felületen a karcolások sötétnek tűnnek a felülethez képest, ami kiemeli azokat.
- Sötét látótér: A szórt vagy visszavert fény ferdén esik a minta felületére, kiemelve a port, a karcolásokat, egyéb szennyeződéseket és más tárgyakat, melyek a látómezőben fényesen jelennek meg.
- Hibrid látótér (világos és sötét látótér): Könnyedén felismeri a karcolásokat és hibákat, mivel kombinálja a sötét látótér észlelési képességét a világos látótér kiváló láthatósági tulajdonságaival.
- Ferde: Ezzel a módszerrel a felületi egyenetlenségek emelhetők ki jól azáltal, hogy a tárgyat csak egy oldalról világítjuk meg, így jól kiemelhetők az egyenetlenségek.
- Polarizációs: Két polarizáló szűrő ortogonális elrendezése révén kiemelhető a vizsgált tárgy kontrasztja és színei.
- Differenciál interferencia kontraszt: Ez a módszer lehetővé teszi a felszíni egyenetlenségek megfigyelését nanoszinten. Ideális üvegfelületek vizsgálatára.

A mérés során a hibrid látóteret választottam, mivel topográfiai mérések (felületi érdességmérés) során a cél az érdességet okozó barázdák felismerése a sötét látótér nyújtotta lehetőségek révén és a felismert barázdák jól látható megjelenítése a világos látótér segítségével.

4.5.4. ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkóp

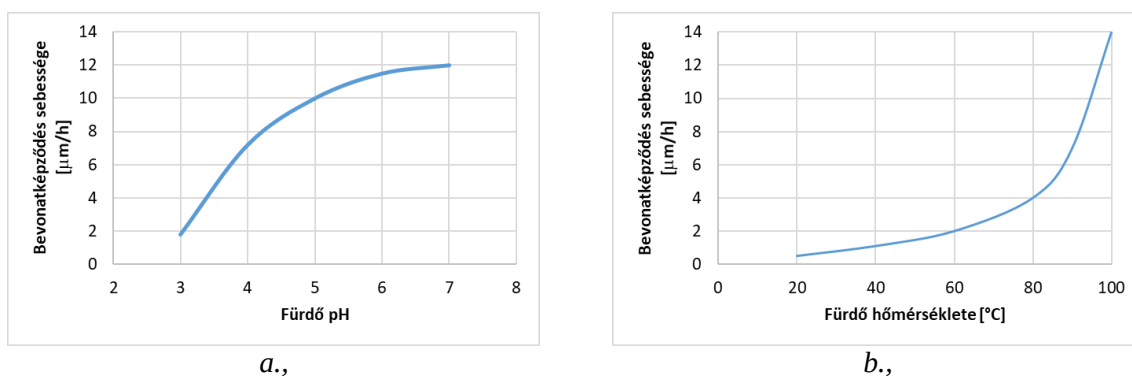
A próbadarabokon létrehozott bevonatok morfológiai vizsgálatára a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének Komplex Képelemző Laboratóriumában kaptam segítséget, ahol ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkóp alkalmazásával kerültek a szükséges mérések elvégzésre. A pásztázó elektronmikroszkóp 200 V és 30 kV közötti gyorsítófeszültséggel, 5 tengelyes X, Y, Z, tilt and shift munkaasztallal és 100 nm mintafüggő felbontással rendelkezik. Az elektronmikroszkóp nem csupán a vizsgált minta morfológiájának vizsgálatára alkalmas, hanem segítségével a vizsgált minta felszínének kémiai összetétele is meghatározható egy adott rendszám-tartományban.

5. Vizsgált minták jellemzése

Jelen fejezetben bemutatásra kerül a mérés során alkalmazott próbadarabok geometriája és anyagminősége, a vizsgált bevonattípusok és az azok előállításához alkalmazott fürdők összetétele. Néhány példán keresztül ismertetem a fürdőparamétereknek a bevonat tulajdonságaira gyakorolt hatását.

5.1. Bevonatok

A vizsgálatok során három különböző bevonat lett a próbadarabokon kialakítva. A bevonatok minőségét számos paraméter befolyásolja. Ezen paraméterek a következők: fürdő összetevők minősége és koncentrációja, fürdő hőmérséklete, fürdő pH értéke. Az 5.1. ábra a fürdő pH értékének és hőmérsékletének bevonatképzés sebességére gyakorolt hatását mutatja adott fürdőösszetétel mellett.



5.1. ábra Fürdő paramétereinek hatása a bevonatképződés sebességére Ni bevonatok esetén: a., Fürdő pH értékének hatása a bevonatképződés sebességére, b., Fürdő hőmérsékletének hatása a bevonatképződés sebességére [9]

A szakirodalomban találhatunk vizsgálati eredményeket a bór- és foszfortartalmú bevonatok tulajdonságainak vizsgálatára. Az egyik legrészletesebb elemzést a [30] szakirodalmi forrás tartalmazza, mely a W302 általánosan alkalmazható melegalakító szerszámacél esetében vizsgálta a foszfortartalmú bevonatok tulajdonságait. Vizsgálataik során olyan bevonatokat hoztak létre, melynek a foszfortartalma 6,73 és 22,2 n/n% között változik. Ezen vizsgálatok eredményei azt mutatták, hogy a különböző bevonatok esetében jelentős eltérések vannak az egyes tulajdonságokban (5.1. táblázat).

Minta	1	2	3	4	5	6
pH	4,2	5,2	6,2	7,2	8,2	9,2
x_p	0,126	0,0917	0,0673	0,0687	0,228	0,222
γ_{Ni_3P}	0,504	0,367	0,269	0,275	0,912	0,888
d [μm]	13,9	17,3	19,8	16,7	4,8	5,8
$HV_{0.01}$	480	595	634	596	363	396
d_{gr} [nm]	11,3	15,9	22,1	21,6	5,7	5,9

5.1. táblázat Különböző Ni-P bevonatok tulajdonságai [30]

Az 5.1. táblázat a növekvő pH értékek függvényében mutatja a foszfor mólarányát (x_p) a bevonatban, hőkezelés után az Ni_3P fázis arányát a bevonatban (y_{Ni_3P}), a bevonat vastagságát (d), a bevonat mikrokeménységét ($HV_{0.01}$) és a szemcseméretet (d_{gr}). Az Ni-B bevonatok esetében hasonlóan tárgyalja a mérési paramétereket a [31] szakirodalmi forrás.

5.1.1. Savas Ni-P bevonat fürdője

A forró savas oldatoknak több előnye is van a lúgos oldatokkal szemben. A forró savas kémiai redukciós nikkelfürdőket szinte kizárólag viszonylag vastag bevonatok leválasztására használják alapvetően fémekre. A savas oldatból nyert bevonatok jobb minőségűek és a fürdőoldat stabilabb a leválasztási folyamat során. A foszfortartalom könnyen szabályozható az igényeknek megfelelően. Három jellemző osztálya van a savas fürdővel kialakítható Ni-P bevonatoknak a fürdő függvényében [9]:

- 3-5% P (alacsony foszfortartalom). Ezek a bevonatok kiváló kopásállósággal rendelkeznek. Korrozioállóságuk kiváló tömény nátronlúgban.
- 6-9% P (közepes foszfortartalom). A korrozioállóságuk és kopásállóságuk jó, a fürdő gazdaságosan működik. Az általam vizsgált bevonatok ezen kategóriába tartoznak.
- 10-14% P (magas foszfortartalom). A bevonatok nagyon képlékenyek és korrozioállóak. Különösen a kloridokkal szemben korrozioállóak, miközben az egyidejű mechanikai igénybevételt is jól viselik [31].

Egy tipikus fürdő összetétele: 33 g/l nikkel-szulfát, 20 g/l nátrium-hipofoszfát, 28 g/l tejsav, 16 g/l nátrium-szukcinát és 0,003 g/l ólom (Pb^{2+}). A fürdő pH értéke 5-6, hőmérséklete 85-95 °C, ami 25 $\mu m/h$ leválasztási sebességet eredményez.

5.1.2. Lúgos Ni-B bevonat fürdője

Az Ni-B bevonatok fürdője általában 20 és 90 °C közötti hőmérsékletű, de általában a hideg lúgos fürdőt előnyben részesítik a gyakorlatban, mivel a meleg fürdő magas hőmérsékleten instabillá válik [33]. Egy tipikus meleg lúgos fürdő összetétele 30 g/l nikkel-klorid, 60 g/l etiléndiamin, 1,2 g/l nátrium-borohidrid, 0,07 g/l tallium-nitrát és 40 g/l nátrium-hidroxid. A fürdő pH értéke 14, hőmérséklete 90 °C, ami 20-25 $\mu m/h$ lerakódási sebességet eredményez. Egy tipikus hideg lúgos fürdő összetétele: 30 g/l nikkel-szulfát, 3 g/l dimetilamin-borán (DMAB), 15 g/l ammónium-citrát, 15 g/l ammónium-klorid és 0,0002 g/l 2-metkaptobenzo-tiazol. A fürdő pH értéke 7,5, hőmérséklete 25-35 °C, ami 7-12 $\mu m/h$ lerakódási sebességet eredményez [9].

5.2. A mérés során alkalmazott minták előállítása

5.2.1. Minta geometriája, mérete

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 [34] 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 lettek megválasztva.

5.2.2. Az Ni-P és Ni-B bevonatok előállítása

A mérésekhez három különböző bevonat lett előállítva három különböző fürdőben a Miskolci Egyetem Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében, melyek paramétereit az 5.2. táblázat és az 5.3. táblázat foglalja össze.

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),
- desztilláltvizes öblítés,
- lúgos zsírtalanítás (10 m/m%-os NaOH oldatban, 80°C, 10 perc),
- desztilláltvizes öblítés,
- savas aktiválás (tömény HCl oldatban, 30 mp),
- desztilláltvizes öblítés,
- híg PdCl₂ oldatos felületi érzékenyítés (30 mp).

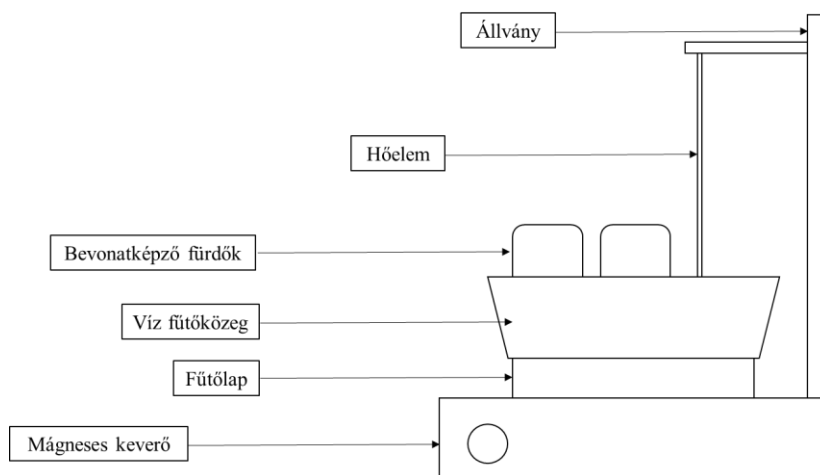
Fürdő tulajdonságai	Ni-P-I	Ni-P-II
NiSO ₄ [g/l]	15	15
NaH ₂ PO ₂ [g/l]	14	14
CH ₃ COONa [g/l]	13	13
Tiokarbamid [g/l]	0,001	0,001
H ₂ SO ₄ [g/l]	-	szükséges mennyiség
pH	6	4
T [°C]	80	80
Leválasztási idő [min]	60	60

5.2. táblázat Ni-P bevonat kialakítására szolgáló fürdő összetétele [35]

Fürdő tulajdonságai	Ni-B
NiCl ₂ [g/l]	20
C ₂ H ₈ N ₂ [g/l]	90
NaOH [g/l]	90
NaBH ₄ [g/l]	1,2
Tiokarbamid [g/l]	0,001
pH	>12
T[°C]	85
Leválasztási idő [min]	60

5.3. táblázat Ni-B bevonat kialakítására szolgáló fürdő összetétele [35]

A bevonatok főbb tulajdonságai a következők: bevonat foszfor- és bórtartalma, a felület morfológiája, a kialakított felület vastagsága, a bevonat keménysége, mely alapvetően befolyásolja a kopásállóságot. A vizsgálatok során két Ni-P bevonat (5.2. táblázat) és egy Ni-B bevonat (5.3. táblázat) lett a próbadarabokon létrehozva. A bevonatok létrehozásához használt berendezés elrendezését az 5.2. ábra mutatja.



5.2. ábra Elektrolízis nélküli Ni-P és Ni-B bevonatok létrehozásához használt berendezés vázlata

6. Bevonatok tulajdonságainak meghatározása

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. Ez a fejezet a következő vizsgálatokat és azok eredményeit ismerteti:

- mikrokeménység mérése Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszerrel,
- koptatóvizsgálat Optimol SRV5 tribométerrel és a súrlódási tényező meghatározása az idő függvényében,
- kopási térfogatveszteség meghatározása Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp segítségével,
- pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat a bevonattípusok morfológiájának és vastagságának, valamint a kopásnyomok kémiai összetételének meghatározása céljából,
- kopási tényező számítása.

6.1. Mikrokeménység mérése

Jelen fejezet keretében bemutatom három különböző bevonat (Ni-P-I, Ni-P-II és Ni-B) mikrokeménység vizsgálatát 10 próbadarab segítségével. A vizsgált bevonatok mikrokeménységének meghatározása Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszerrel lett elvégezve a Miskolci Egyetem Anyagszerkezzetani és Anyagtechnológiai Intézetének laboratóriumában. A mérési környezetet és a mérőműszert a 6.1. ábra szemlélteti.



6.1. ábra A mikrokeménység mérésére használt Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer

A mikrokeménység mérése során az alábbi mérési paraméterek lettek alkalmazva az MSZ EN ISO 6507-1:2006 szabványnak megfelelően [27]: környezeti hőmérséklet 23 °C, a terhelés kezdetétől a teljes terhelés eléréséig eltelt idő 6 s, a behatolótest közelítési sebessége 0,1 mm/s,

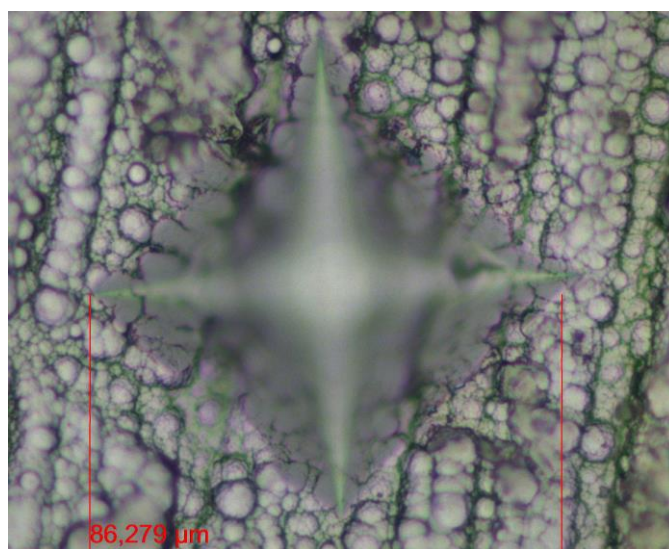
a terhelőerő rajtatartási ideje 8 s. A mérés során 0,098 N terhelőerőt (lásd 4.1. táblázat) alkalmazva lett vizsgálva a próbadarabok bevont felületének mikrokeménysége. A mért mikrokeménység értékeket a 6.1. táblázat foglalja össze.

Próbadarab	1. mérés HV 0,01*	2. mérés HV 0,01	3. mérés HV 0,01	Átlag HV 0,01
Ni-P-I-1	466	523	476	488
Ni-P-I-2	620	656	642	639
Ni-P-I-3	436	633	439	503
Ni-P-II-1	418	374	446	413
Ni-P-II-2	454	602	452	503
Ni-P-II-3	530	633	581	581
Ni-B-3	431	385	482	433
Ni-B-4	377	587	440	468
Ni-B-5	394	430	335	386
Ni-B-6	460	731	579	590

* HV 0,01: a próbadarabok Vickers mikrokeménység értéke 0,09807 N névleges terhelőerő esetén.

6.1. táblázat A próbadarabok Vickers mikrokeménység értékei

A Vickers lenyomat mikroszkópikus képét szemlélteti Ni-P-I-3 próbadarab esetében a 6.2. ábra.



6.2. ábra Az Ni-P-I-3 próbadarab Vickers lenyomatának mikroszkópikus képe

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 (6.2. táblázat). Ezen Vickers mikrokeménységek a mért értékek átlagaként kerültek számításra.

Bevonat típus	Ni-P-I	Ni-P-II	Ni-B
Átlag HV 0,01	543	499	469

6.2. táblázat A bevonatok átlagos Vickers mikrokeménység értékei

6.2. Koptatóvizsgálat

Jelen fejezet keretében bemutatásra kerül az Optimol SRV5 tribométer segítségével elvégzett koptatóvizsgálat, mely során három különböző bevonat vizsgálata került elvégzésre 10 próbadarab és 20 mérés segítségével. A fejezet keretében ismertetem az optimális mérési paraméterek kísérleti úton történő meghatározásának módját, majd ismertetem a mérési eredményeket Ni-P-I, Ni-P-II és Ni-B bevonatok esetében.

6.2.1. Optimális mérési paraméterek meghatározása

A koptatóvizsgálatok az Optimol SRV5 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. A mérési környezetet a 6.3. ábra mutatja be.



6.3. ábra Koptatóvizsgálat az Optimol SRV5 tribométerrel

A 6.3. táblázat a próbamérések eredményeit foglalja össze. A 8 mérés közül egy mérés esetében volt elfogadható kopáskép, a többi esetben a mérési paraméterek nem eredményeztek kiértékelhető kopásképet. Az egyik mérési paraméter a megfelelő ellendarab kiválasztása, melyhez két ellendarab került vizsgálatra:

- a 100 Cr6 kovácsolt csapágyacél golyó, mely egy alacsonyan ötvöztött szerszámacél, összetétele: C: 0,9-1,05%, Si: 0,4-0,6%, Mn: 0,8-1,0%, Cr: 1,3-1,65%, P: <0,02% és S<0,02%. Magas széntartalma miatt jó éltartással rendelkezik;
- cirkónium-dioxid (ZrO_2) őrlőgolyó, mely nagyon kemény, szilárd anyag, mely az acélt is képes metszeni. Magas hajlítószilárdságú és keménységű anyag, tulajdonképpen egy

porcelán, melyet fogpótlások, koronák készítésére is használnak. A használt golyó összetétele: ZrO_2 : 94,2-95,2%, HfO_2 : 1-2%, MgO : 3,5%, SiO_2 : 0,1%, Al_2O_3 : 0,1%, egyéb: 0,1%. A cirkónium-dioxid golyó sűrűsége $5,7 \text{ g/cm}^3$, Vickers keménysége 1200 (HV10) [36].

A 100 Cr6 kovácsolt csapágyacél ellendarab esetében alapvetően annak nagymértékű kopása és felkenődése volt tapasztalható. A ZrO_2 ellendarab esetében a terhelőerő és a frekvencia változtatása alapján a 15 N terhelés, 10 Hz frekvencia bizonyult olyan mérési paraméternek, mely esetében a kopáskép kiértékelhető. A 6.3. táblázat vastaggal kiemelt sora az optimális mérési paramétereket eredményező mérés paramétereit mutatja.

Mérés sorszám	Mérések száma	Terhelés [N]	Frekvencia [Hz]	Ellendarab	Időtartam [min]	Mérés eredménye
1	1	10 N	1 Hz	100 Cr6	1:55	Megszakadt mérés
2	2	10 N	1 Hz	100 Cr6	15:18	Ellendarab kopás, felkenődés
3	3	10 N	1 Hz	ZrO_2	51:05	Nem volt kopás
4	1	10 N	5 Hz	ZrO_2	15:15	Nem volt kopás
5	2	10 N	10 Hz	ZrO_2	23:25	Ugrásszerű súrlódási tényező változás, tárcsán lévő kopásnyom közepén eltérő kopáskép
6	3	15 N	10 Hz	ZrO_2	30:01	Elkopott résznek tűnő kopásnyom
7	1	20 N	20 Hz	ZrO_2	30:01	Elkenődött felület
8	2	40 N	20 Hz	ZrO_2	1:31	Pattogás

6.3. táblázat Próbamérések eredményeinek összefoglalása

Összefoglalva, az Optimol SRV5 segítségével végzett koptatóvizsgálat során az alábbi paraméterek kerültek alkalmazásra: terhelőerő: 15 N, oszcilláló mérés amplitúdója: 5 mm, frekvencia: 10 Hz, mérés időtartama: 1800 s, ellendarab anyaga: Cirkónium-dioxid ZrO_2 , ellendarab geometriája: 10 mm átmérőjű Fritsch gyártmányú golyó.

6.2.2. Koptatóvizsgálat elvégzése

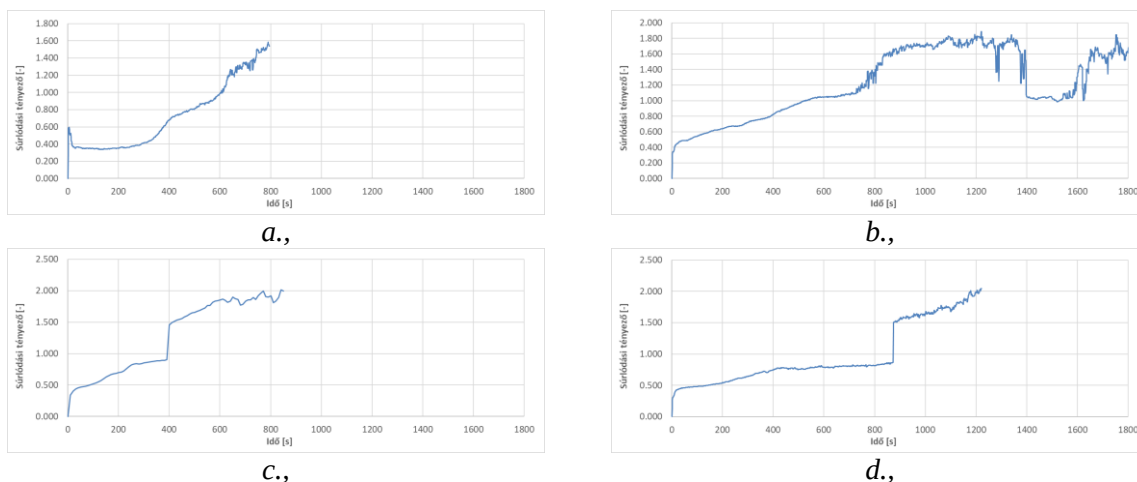
A koptatóvizsgálat 10 próbadarabbal került elvégzésre. Három próbadarab Ni-P-I bevonattal (pH 6), három próbadarab Ni-P-II bevonattal (pH 4) és négy próbadarab Ni-B bevonattal lett ellátva. A mérés során minden próbadarabon két koptatóvizsgálat lett végezve, melyek úgynevezett SRV azonosítóval lettek ellátva. Az SRV azonosítót a tribométer rendeli hozzá az egyes mérésekhez. A mérések SRV azonosítóinak és a bevonat típusának összerendelését az 6.4. táblázat foglalja össze. A táblázatban a bevonatok jelölése az alábbi módon történik: bevonat típusa-savas fürdő típusa (Ni-P bevonat esetében)-próbadarab sorszáma az adott típusú bevonatból. Így például Ni-P-II-3 a II. típusú fürdőben (pH 4) előállított harmadik Ni-P

bevonatú próbadarabot jelöli, melyen két koptatóvizsgálat lett elvégezve, melyek SRV azonosítója 721 és 723.

SRV azonosító	Bevonat	SRV azonosító	Bevonat	SRV azonosító	Bevonat	SRV azonosító	Bevonat
693	Ni-P-I-1	726	Ni-P-I-3	721	Ni-P-II-3	732	Ni-B-4
694	Ni-P-I-1	718	Ni-P-II-1	723	Ni-P-II-3	734	Ni-B-5
720	Ni-P-I-2	719	Ni-P-II-1	730	Ni-B-3	735	Ni-B-5
722	Ni-P-I-2	725	Ni-P-II-2	733	Ni-B-3	792	Ni-B-6
724	Ni-P-I-3	729	Ni-P-II-2	731	Ni-B-4	793	Ni-B-6

6.4. táblázat Próbadarabok bevonata és azonosítója

Hat koptatóvizsgálat esetében nem sikerült kiértékelhető kopásképet létrehozni a beállított mérési paraméterek segítségével, így az Ni-P bevonatos próbadarabok közül a 722-es koptatóvizsgálat, míg az Ni-B bevonatos próbadarabok közül a 732-es, 733-as, 734-es, 735-ös és 792-es koptatóvizsgálat lett sikertelen, 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 6.4. ábra.

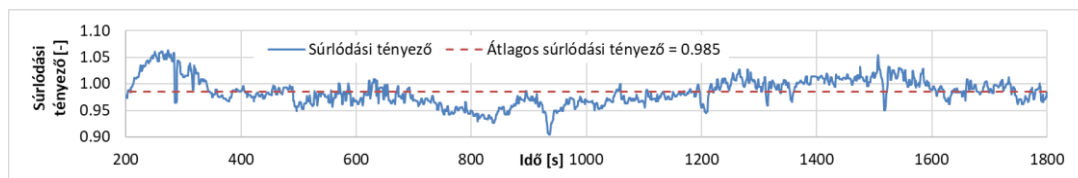


6.4. ábra Példák nem kiértékelt koptatóvizsgálatok idő-súrlódási tényező diagramjaira: a., SRV 722, b., SRV 732, c., SRV 733 és d., SRV 734 azonosítójú mérés

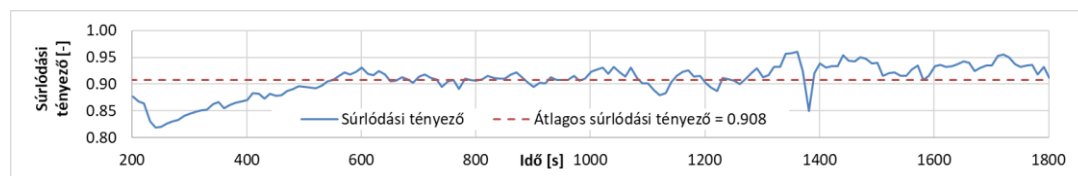
A mérések sikertelenségének oka négy mérés esetében a mérés megszakadása, míg két mérés esetében a súrlódási tényező nagymértékű hirtelen változása okozott problémát. Ezen hirtelen történő súrlódási tényező változást feltételezhetően a próbadarab és az ellendarab közé bekerülő (majd onnan távozó) lekopott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

6.2.3. Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-P-I bevonat esetében

Az Ni-P-I bevonat esetében 5 sikeres koptatóvizsgálatot sikerült elvégezni, melyek eredményeit az első próbadarab esetében a 6.5. ábra és a 6.6. ábra mutatja be.

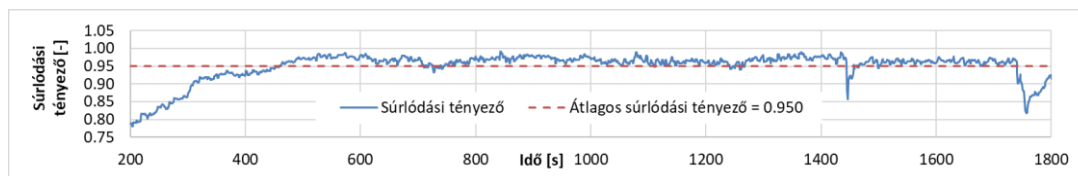


6.5. ábra Ni-P-I-1 próbadarab 693 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)



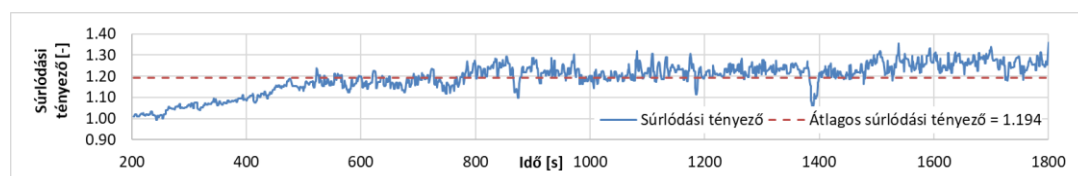
6.6. ábra Ni-P-I-1 próbadarab 694 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-P-I bevonat második próbadarabja esetében egy sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.7. ábra mutatja be.

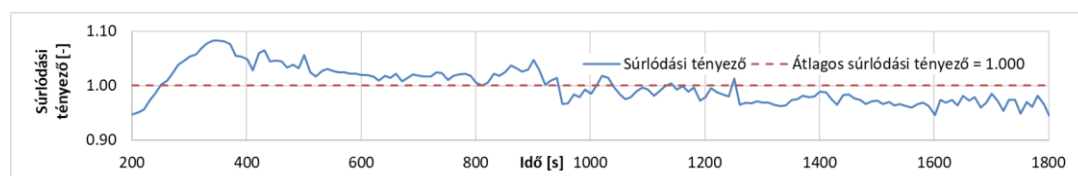


6.7. ábra Ni-P-I-2 próbadarab 720 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-P-I bevonat harmadik próbadarabja esetében két sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.8. ábra és a 6.9. ábra mutatja be.



6.8. ábra Ni-P-I-3 próbadarab 724 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)



6.9. ábra Ni-P-I-3 próbadarab 726 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

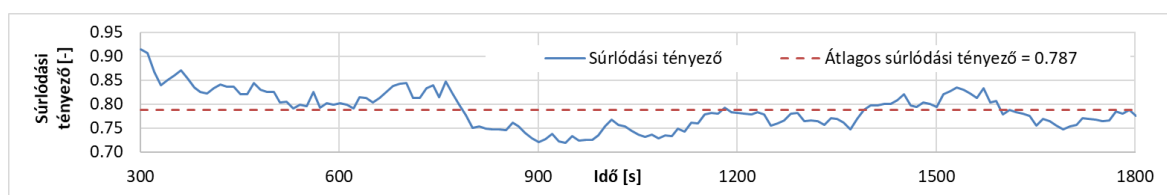
Az Ni-P-I típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredményét (minimális, maximális és átlagos súrlódási tényező) a 6.5. táblázat foglalja össze.

SRV azonosító	Minimális súrlódási tényező	Maximális súrlódási tényező	Átlagos súrlódási tényező
693	0,904	1,063	0,985
694	0,819	0,960	0,908
720	0,780	0,991	0,950
724	0,993	1,357	1,194
726	0,945	1,083	1,000

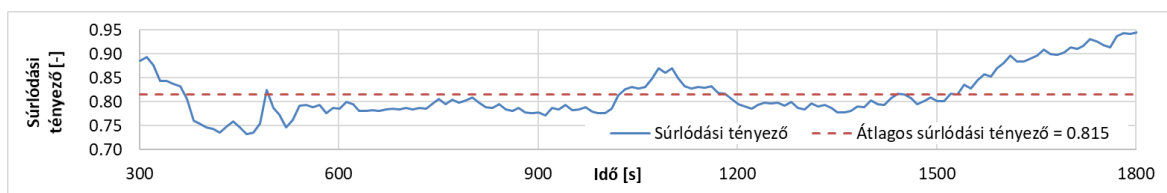
6.5. táblázat Ni-P-I típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredménye

6.2.4. Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-P-II bevonat esetében

Az Ni-P-II bevonat esetében 6 sikeres koptatóvizsgálatot sikerült elvégezni, melyek eredményeit az első próbadarab esetében a 6.10. ábra és a 6.11. ábra mutatja be.

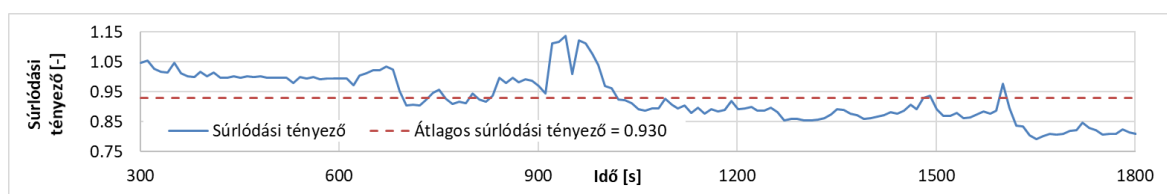


6.10. ábra Ni-P-II-1 próbadarab 718 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

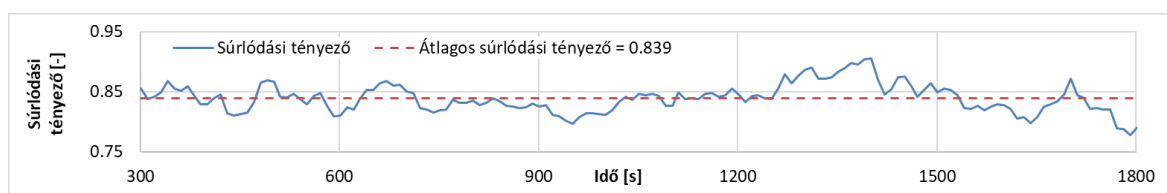


6.11. ábra Ni-P-II-1 próbadarab 719 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-P-II bevonat második próbadarabja esetében két sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.12. ábra és a 6.13. ábra mutatja be.

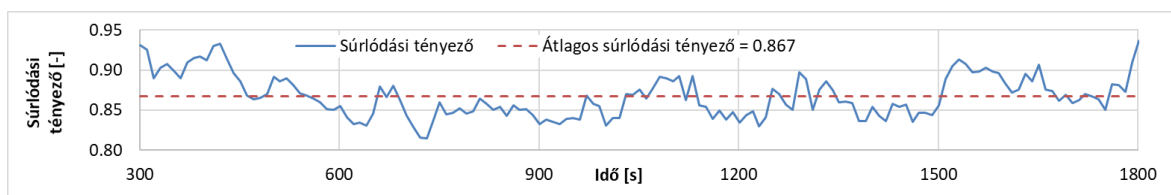


6.12. ábra Ni-P-II-2 próbadarab 725 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

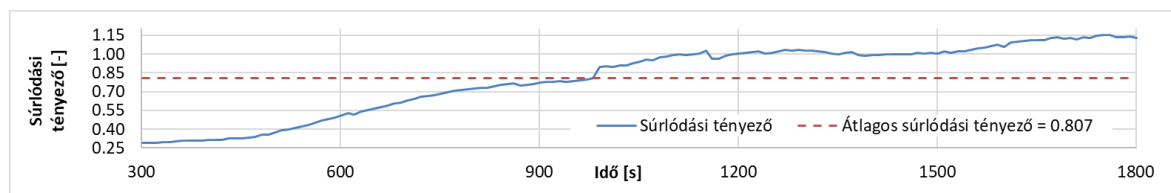


6.13. ábra Ni-P-II-2 próbadarab 729 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-P-II bevonat harmadik próbadarabja esetében két sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.14. ábra és a 6.15. ábra mutatja be.



6.14. ábra Ni-P-II-3 próbadarab 721 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)



6.15. ábra Ni-P-II-3 próbadarab 723 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

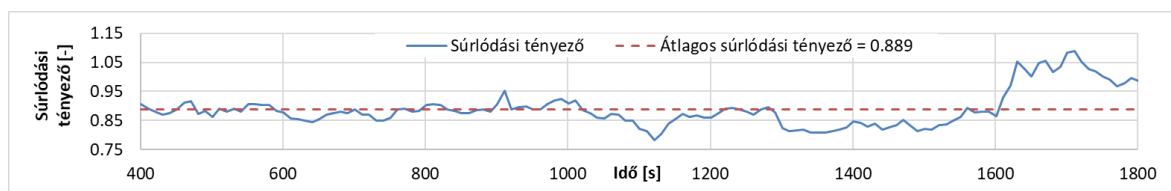
Az Ni-P-II típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredményét (minimális, maximális és átlagos súrlódási tényező) a 6.6. táblázat foglalja össze.

SRV azonosító	Minimális súrlódási tényező	Maximális súrlódási tényező	Átlagos súrlódási tényező
718	0,718	0,914	0,787
719	0,733	0,946	0,815
725	0,792	1,137	0,930
729	0,778	0,906	0,839
721	0,814	0,936	0,867
723	0,288	1,155	0,807

6.6. táblázat Ni-P-II típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredménye

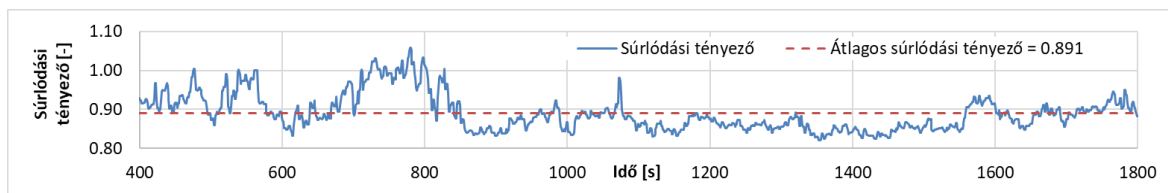
6.2.5. Súrlódási tényező mérésének eredményei Ni-B bevonat esetében

Az Ni-B bevonat első próbadarabja esetében egy sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.16. ábra mutatja be.



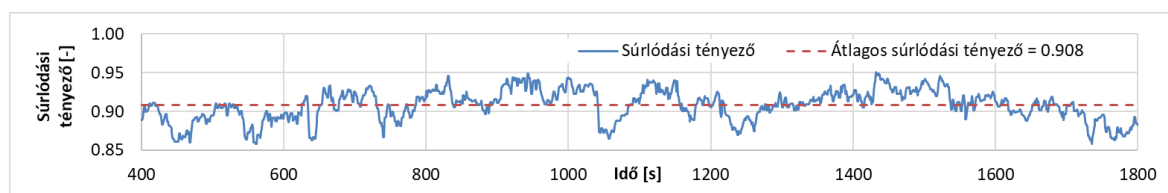
6.16. ábra Ni-B-3 próbadarab 730 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-B bevonat második próbadarabja esetében egy sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.17. ábra mutatja be.



6.17. ábra Ni-B-4 próbadarab 731 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-B bevonat harmadik próbadarabja esetében egy sikeres koptatóvizsgálatot sikerült végezni, melynek eredményét a 6.18. ábra mutatja be.



6.18. ábra Ni-B-6 próbadarab 793 SRV azonosítójú koptatóvizsgálatának eredménye (idő-súrlódási tényező függvény)

Az Ni-B típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredményét (minimális, maximális és átlagos súrlódási tényező) a 6.7. táblázat foglalja össze.

SRV azonosító	Minimális súrlódási tényező	Maximális súrlódási tényező	Átlagos súrlódási tényező
730	0,784	1,089	0,889
731	0,821	1,059	0,891
793	0,858	0,951	0,908

6.7. táblázat Ni-B típusú bevonatok koptatóvizsgálatának eredménye

6.2.6. Koptatóvizsgálat eredményeinek összefoglalása

Az elvégzett koptatóvizsgálat eredményeit a 6.8. táblázat foglalja össze.

Bevonat	Minimális súrlódási tényezők átlaga	Maximális súrlódási tényezők átlaga	Átlagos súrlódási tényezők átlaga
Ni-P-I	0,8882	1,0908	1,0074
Ni-P-II	0,6871	0,9990	0,8408
Ni-B	0,821	1,033	0,896

6.8. táblázat A koptatóvizsgálat eredményeinek összefoglalása

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.

6.3. Kopási térfogatveszteség meghatározása

A kopási térfogatveszteség meghatározását három módszer segítségével végeztem el:

- kopási térfogatveszteség meghatározása mikroszkópos vizsgálattal Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóppal végzett méréssel,
- kopási térfogatveszteség számítása a DIN 51834-1 szabvány [2] szerint,
- kopási térfogatveszteség számítása hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve [37] szerint.

Jelen fejezetben ezen mérési és számítási eredmények kerülnek bemutatásra és értékelésre.

6.3.1. Kopási térfogatveszteség meghatározása méréssel

A kopási térfogatveszteség meghatározását a Bay Zoltán Nonprofit Kft. Anyagvizsgálat Osztályán végeztem el Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp alkalmazásával. A mérőmikroszkópot és a mért próbadarab mérési környezetét a 6.19. ábra szemlélteti.



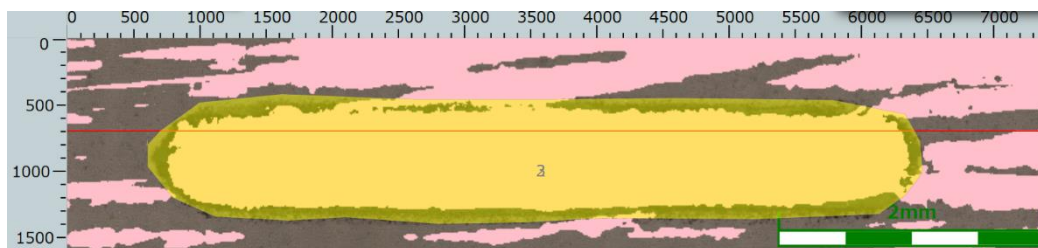
6.19. ábra Próbadarab az Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkópban

A vizsgálathoz hibrid látóteret választottam, mely a világos és sötét látótér előnyeinek kombinálásával könnyedén felismerhetővé teszi a kopásnyomokat, a sötét látótér észlelési képességének és a világos látótér kiváló láthatósági tulajdonságainak köszönhetően.

A kopási térfogatveszteség mérésének folyamata a következő:

- mérőmikroszkóp beállítása a kopásnyom megfelelő ábrázolása érdekében (lásd sárga területet a 6.20. ábra szerint),
- koptatás irányával párhuzamosan egy egyenes felvétele a kopásnyomban (lásd piros vonal a 6.20. ábra szerint),

- kopási keresztmetszet meghatározása (6.21. ábra) a felvett egyenes mentén,
- kopási térfogatveszteség meghatározása (6.22. ábra) a kopási keresztmetszet alapján.



6.20. ábra Kopásnyom és koptatási iránnyal párhuzamos egyenes felvétele a kopási keresztmetszet meghatározásához a 731 SRV azonosítójú próbadarab esetében



6.21. ábra Kopási keresztmetszet a koptatási iránnyal párhuzamosan felvett egyenes mentén a 731 SRV azonosítójú próbadarab esetében

Datasheet					
Volume measurement		☒ Statistics	☐ Tolerance	Save	
No.	Result	Area[μm^2]	Surface area[μm^2]	Volume[μm^3]	S ratio
☒ 1		3796094.794	3833989.502	22665526.136	1.010
☒ 2		4095888.431	4135281.984	25428457.520	1.010
☒ 3		4018640.389	4057776.133	24856380.016	1.010

6.22. ábra Kopási térfogatveszteség meghatározása a kopási keresztmetszet alapján a 731 SRV azonosítójú próbadarab esetében

A kopási térfogatveszteség mikroszkópos mérés által kapott eredményeit a 6.9. táblázat mutatja.

Bevonat típusa	SRV azonosító	w [μm]	l [μm]	W _{mért} [μm^3]
Ni-P-I	693	600	6 000	8 769 416
	694	535	5 810	9 572 072
	720	450	5 500	8 392 505
	724	550	5 800	12 396 399
	726	585	5 800	9 869 170
Ni-P-II	718	550	5 880	10 786 905
	719	475	5 810	11 714 232
	725	525	5 750	13 252 997
	729	560	5 800	12 130 678
	721	540	5 820	15 834 167
Ni-B	723	500	5 750	11 343 580
	730	600	5 900	25 744 978
	731	670	5 810	24 316 788
	793	650	5 800	24 305 694

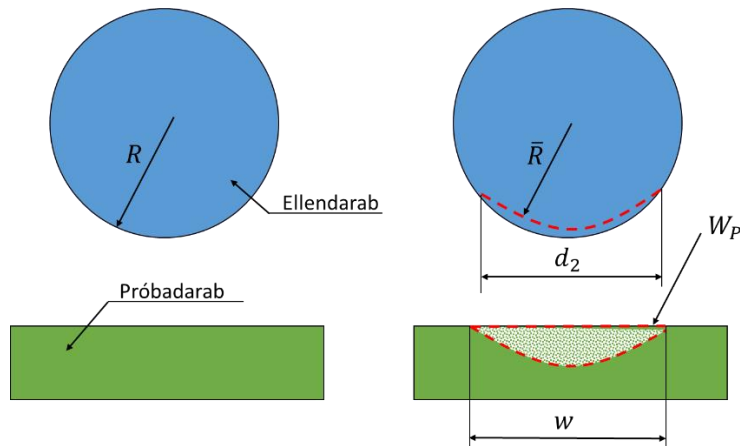
6.9. táblázat A kopási térfogatveszteség mikroszkópos mérésének eredményei

A 6.9. táblázatban $W_{mért}$ a kopási térfogatveszteség Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóppal mért értéke, w a kopásnyom szélessége és l a kopásnyom hossza. A 6.9. táblázat eredményei alapján megállapítható, hogy a legkisebb kopási térfogatveszteség az Ni-P-I bevonat esetében keletkezett (átlagosan $9\,799\,912\ \mu\text{m}^3$), míg a legnagyobb kopási térfogatveszteség az Ni-B bevonat esetében adódott (átlagosan $24\,789\,153\ \mu\text{m}^3$).

6.3.2. Kopási térfogatveszteség meghatározása DIN szabvány szerint

A kopásmélység és a kopási térfogatveszteség számítására számos módszer található a szakirodalomban, melyek közül jelen kutatómunka keretében a DIN 51834-1 szabványt [2], illetve egy egyszerűsített számítási módszert használok fel [37].

A DIN 51834-1 szabvány szerint [2] a kopási térfogatveszteség számításakor a teljes kopást, mint a próbadarab és az ellendarab kopásának összegét kell figyelembe venni. A kopási térfogatveszteség számításához használt jelölések értelmezését a 6.23. ábra szemlélteti.



6.23. ábra A DIN 51834-1 szabvány szerinti kopási térfogatveszteség számításának vázlata [2]

Az ellendarab kopási térfogatvesztesége az alábbi összefüggéssel számítható:

$$W_{ED} = \frac{\pi \cdot d_1^2 \cdot d_2^2}{64} \cdot \left[\frac{1}{R} - \frac{1}{\bar{R}} \right], \quad (5)$$

ahol d_1 – kopási nyom átmérője az ellendarabon a koptatási iránnyal párhuzamosan [mm],

d_2 – kopási nyom átmérője az ellendarabon a koptatási irányra merőlegesen [mm],

R – az ellendarab sugara a mérés előtt [mm],

$\bar{R}$ – az ellendarab átlagos sugara a koptatóvizsgálat után [mm].

Az ellendarab átlagos sugara a koptatóvizsgálat után d_2 függvényében az alábbi módon határozható meg:

$$\bar{R} = \frac{d_2^3}{12 \cdot W_p}, \quad (6)$$

ahol W_P – síkra vetített (planáris) kopásmennyiség a koptatási irányra merőlegesen [mm^2].

A (6) összefüggés esetében a golyó alakú ellendarab egyenletes kopása során a $d_1 \cong d_2$ egyenlőség alkalmazható.

A síkra vetített (planáris) kopásmennyiség koptatási irányra merőleges értékét mérésel lehetséges meghatározni.

Amennyiben az ellendarab átlagos sugara nem változik a koptatóvizsgálat során (vagy elhanyagolható mértékű), akkor $W_{ED} = 0$.

A próbadarab kopási térfogatvesztése az alábbi összefüggéssel számítható a DIN 51834-1 szabvány szerint [2]:

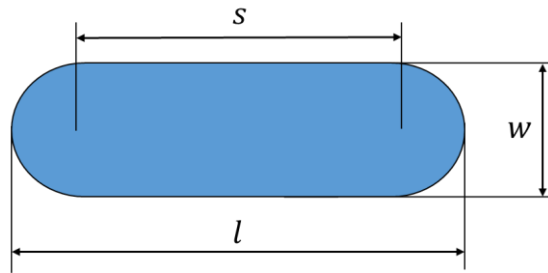
$$W_{PD1} = \frac{\pi \cdot w^2 \cdot [l - s]^2}{64} \cdot \frac{1}{R} + s \cdot W_P, \quad (7)$$

ahol l – kopási nyom hossza [mm],

w – kopási nyom szélessége [mm],

s – az oszcilláló mérés amplitúdója [mm].

A kopásnyom szélességének és hosszúságának értelmezését a 6.24. ábra szemlélteti.



6.24. ábra Kopásnyom szélességének és hosszúságának értelmezése

Amennyiben az ellendarab kopása elhanyagolható, akkor a próbadarab kopása $\bar{R} \cong R$ miatt

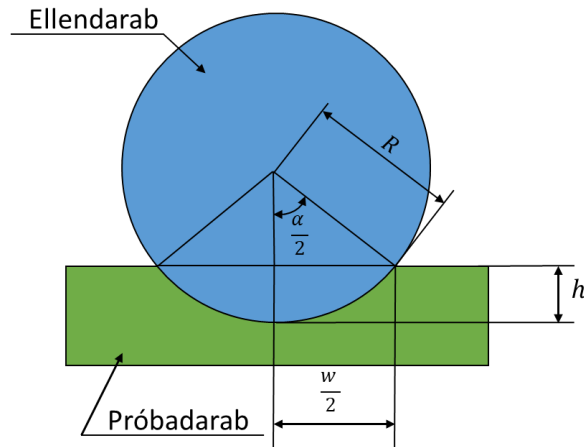
$$W_{PD1} = \frac{\pi \cdot w^2 \cdot [l - s]^2}{64} \cdot \frac{1}{R} + s \cdot W_P \quad (8)$$

módon számítható, ahol a síkra vetített kopásmennyiség a kikoptatott körszelet területeként határozható meg koptatási irányra merőlegesen a kopási nyom mérete és az ellendarab sugara függvényében (lásd 6.25. ábra)

$$W_P = \pi \cdot R^2 \cdot \frac{\alpha}{360^\circ} - \frac{R^2 \cdot \sin(\alpha)}{2}, \quad (9)$$

ahol

$$\alpha = 2 \cdot \sin^{-1} \left(\frac{w}{2 \cdot R} \right). \quad (10)$$



6.25. ábra Planáris kopásmennyiség meghatározásának geometriai ábrázolása

A DIN 51834-1 szabvány szerint [2] számítás mellett lehetőség van a kopási térfogatveszteség számítására, amennyiben feltételezzük, hogy hengerpalást alakú kopásnyom képződik a próbadarabon a koptatóvizsgálat során [37].

6.3.3. Kopásmélység és kopási térfogatveszteség meghatározása hengerpalást alakú kopásnyom geometria esetén

Hengerpalást alakú kopásnyom geometria esetén a kopásnyom szélessége és az ellendarab sugara alapján a kopási mélység az alábbi módon számítható [37] alapján:

$$h = R - 0,5 \cdot \sqrt{4 \cdot R^2 - w^2}, \quad (11)$$

ahol h – a kopásmélység [mm].

Ugyanezen forrás alapján a W_{PD2} kopási térfogatveszteség is számítható (l. [37]):

$$W_{PD2} = \frac{h}{6 \cdot w} \cdot [3 \cdot h^2 + 4 \cdot w^2] \cdot s + \pi \cdot h^2 \cdot \left[R - \frac{h}{3} \right]. \quad (12)$$

A fentiekben bemutatott számítási módszerek alapján meghatároztam a kopási térfogatveszteséget. A számítások eredményeit a 6.10. táblázat foglalja össze. A táblázatban W_{PD1} a kopási térfogatveszteség a DIN 51834-1 szabvány [2] alapján számítva (elhanyagolható ellendarab kopást feltételezve), míg W_{PD2} a kopási térfogatveszteség hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve (12) alapján számítva.

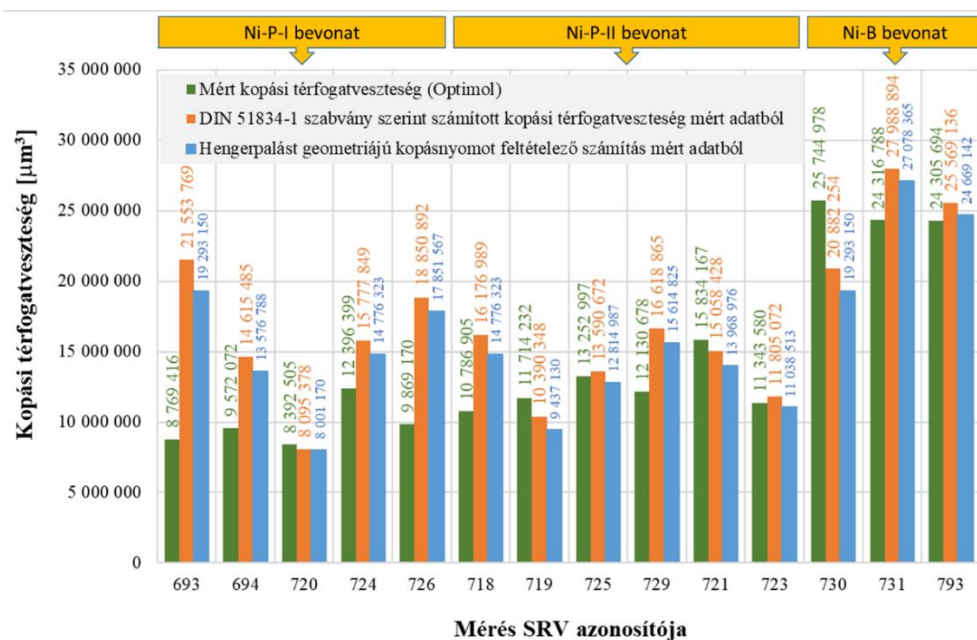
A 6.10. táblázat alapján megállapítható, hogy a hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételező számítási módszerrel és a DIN 51834-1 szabvány [2] alapján számított kopási térfogatveszteség értékek közel azonosak. Az eltérés oka az, hogy hengerpalást alakú kopásnyom geometria feltételezése esetében a planáris kopási térfogat nem veszi figyelembe a kopott felület érdességét, hanem teljes, hengerpalást alakú anyagveszteséget tételez fel, ami csak egy jó közelítése lehet a tényleges kopásnyom geometriának.

Bevonat típusa	SRV azonosító	W_{PD1} [μm^3]	W_{PD2} [μm^3]
Ni-P-I	693	21 553 769	19 293 150
	694	14 615 485	13 576 788
	720	8 095 378	8 001 170
	724	15 777 849	14 776 323
	726	18 850 892	17 851 567
Ni-P-II	718	16 176 989	14 776 323
	719	10 390 348	9 437 130
	725	13 590 672	12 814 987
	729	16 618 865	15 614 825
	721	15 058 428	13 968 976
Ni-B	723	11 805 072	11 038 513
	730	20 882 254	19 293 150
	731	27 988 894	27 078 365
	793	25 569 136	24 669 142

6.10. táblázat A kopási térfogatveszteség számítása [2 és 37] alapján

6.3.4. Kopási térfogatveszteség mért és számított értékeinek összehasonlítása

A mért adatok és számított kopási térfogatveszteség összehasonlítását a 6.26. ábra mutatja be. A hengerpalást geometriájú kopásnyomot feltételező számítás esetében a számított érték a kapcsolódó mért érték 75-220%-a volt.

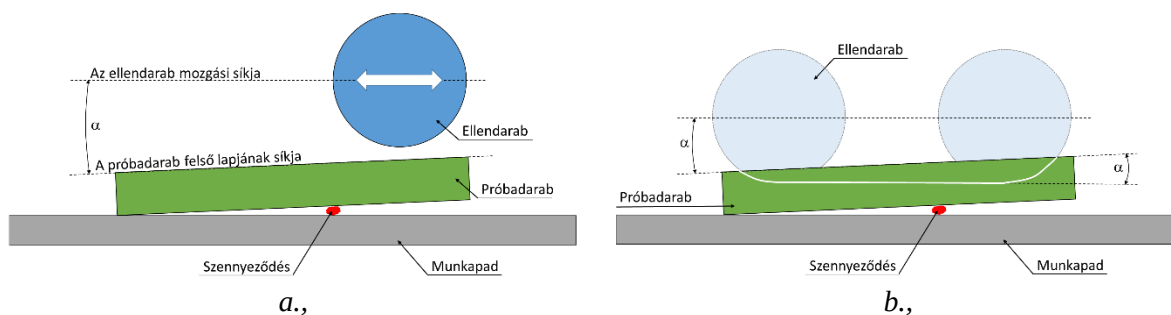


6.26. ábra Kopási térfogatveszteség mért és számított értékeinek összehasonlítása

A mért és a hengerpalást geometriájú kopásnyomot 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 [2] alapján történő számítás esetében

a számított érték a kapcsolódó mért érték 81-246%-a volt. A mért és a DIN 51834-1 szabvány [2] alapján történő számítás eredménye között szintén nem határozható meg egyértelmű kapcsolat, hiszen 4 esetben a számított érték volt kisebb, míg 10 esetben a mért érték volt kisebb. A számított és mért értékek közötti eltérés oka több tényezőre vezethető vissza:

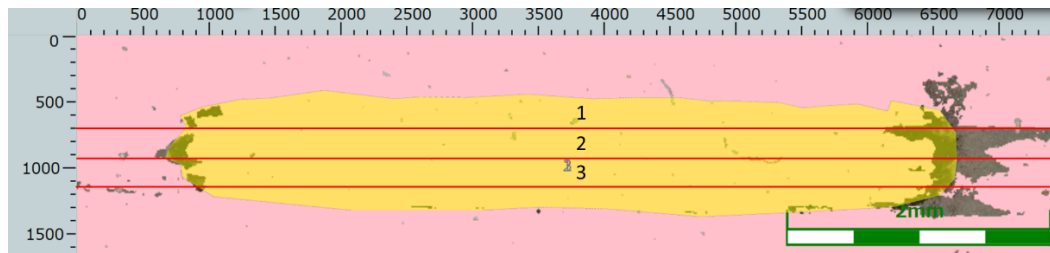
- A koptatás során a koptatás eredményét nagymértékben befolyásolja a próbadarab befogásának módja. Amennyiben a próbadarab felső síkje nem párhuzamos az ellendarab alternáló mozgásának síkjával, akkor a kopásnyom síkje nem lesz párhuzamos a próbadarab felső síkjával (6.27. ábra). Ez a későbbiekben gondot okozhat a mikroszkópos kopási térfogatveszteség meghatározásakor, hiszen ekkor a bázissík felvétele a mérő személy által történik, így szubjektív elemként megjelenik a mérő személy döntése a kopásnyom síkje és a próbadarab felső síkje által bezárt szögtartományban.



6.27. ábra Ferde kopásnyom keletkezésének oka: a., A tribométer munkapadja és a próbadarab közti szennyeződés miatt a próbadarab felső síkje nem párhuzamos az ellendarab mozgási irányával, b., A próbadarab ferde elhelyezkedése miatt a kopásnyom alapsíkja nem párhuzamos a próbadarab felső síkjával

- A kopási térfogatveszteség mikroszkópos meghatározása során a mérést végző személy szubjektív döntése nagymértékben befolyásolja a mérés eredményét. Egyrészt a mérést végző személy dönt a bázissík próbadarab felső síkjával bezárt szögéről (mely különösen akkor jelent problémát, amikor jelentős a kopásnyom síkje és a próbadarab felső síkje által adódó hajlásszög), másrészt a mérést végző személy szubjektív módon dönt a bázissík pozíciójáról. A bázissík elvileg a már nem koptatott felület síkjával egyezik meg, azonban mivel a próbadarab nem koptatott része nagyobb érdességgel is rendelkezhet, mint a kopásnyom, ezért a bázissík elhelyezése nagymértékben befolyásolhatja a planáris térfogatveszteséget és a kopási térfogatveszteséget.
- A kopási térfogatveszteség mikroszkópos mérése során a mérést végző személy szubjektív döntése alapján kerülnek kijelölésre azon vonalak, melyek alapján a planáris térfogatveszteség meghatározásra kerül, így ez is egy mérési pontosságot befolyásoló tényező. A mérések során igyekeztem úgy felvenni kopásnyomként 3-3 vonalat, hogy azok a kopásnyomban a koptatási irányával párhuzamosan egyenletesen helyezkedjenek

el (6.28. ábra), így a kopásnyomban egyenletesen lett 3 planáris térfogatveszteség és 3 térfogati kopásveszteség meghatározva.



6.28. ábra Kopásnyom és koptatási iránnyal párhuzamos egyenesek felvételi módja a kopási keresztmetszet meghatározásához a 693 SRV azonosítójú próbadarab esetében

- A koptatóvizsgálat során öt nem kiértékelhető Ni-B bevonatos kopásnyom keletkezett, amire már utalt a sikertelen idő-súrlódási tényező diagram is. Ennek egyik oka lehet az, hogy az optimális mérési paraméterek megválasztása általánosan történt, ami azt jelenti, hogy míg Ni-P bevonatok esetében egy kivétellel minden kopásnyom kiértékelhető volt, addig az Ni-B esetében csak három esetben sikerült a koptatóvizsgálat. Ez azt jelenti, hogy a koptatóvizsgálat optimális paramétereinek megválasztása során úgy kell megválasztani azokat, hogy azok minden bevonattípus esetében kiértékelhető kopásnyomot és idő-súrlódási tényező diagramot eredményezzenek. Fontos megjegyezni, hogy nem szabad a különböző típusú bevonatokhoz különböző mérési paramétereket alkalmazni, hiszen abban az esetben nem hasonlíthatók össze a koptatóvizsgálat eredményei.

6.4. Kopási tényező számítása

A kopási tényező számítására számos módszert kínál a szakirodalom annak függvényében, hogy milyen paramétereit kívánjuk figyelembe venni a kopásnak:

- Archard-féle kopási tényező [37],
- Blau-féle kopási tényező számítás tranziens és állandósult kopási térfogatveszteség esetén [38],
- Zhang-féle kopási térfogatveszteség számítása a leváló részecskék méretének figyelembevételével [39],
- Liu-féle kopási térfogatveszteség számítása a próbadarab és az ellendarab érintkező felületének függvényében [40].

Az eddigiekben ismertetett mérések adatai alapján a fenti kopási tényezők közül az Archard-féle és a Liu-féle kopási tényező számítható.

6.4.1. Az Archard-féle kopási tényező meghatározása

Az Archard-féle kopási tényező meghatározása a súrlódási munkára vonatkoztatott kopási térfogatveszteség és a keménység függvényében meghatározható az alábbi módon [37, 41]:

$$\kappa_A = \frac{3 \cdot W_{PD} \cdot HV}{F_N \cdot L}, \quad (13)$$

ahol κ_A – az Archard-féle kopási tényező [-],

L – a koptatóvizsgálat során az ellendarab által megtett koptatási út [mm].

A súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteség az alábbi módon számítható:

$$K = \frac{W_{PD}}{F_N \cdot L}. \quad (14)$$

A teljes kopási út a koptatóvizsgálat időtartamának, az ellendarab frekvenciájának és a mérés amplitúdójának függvényében az alábbi módon határozható meg:

$$L = 2 \cdot f \cdot s \cdot t, \quad (15)$$

ahol f – az ellendarab mozgásának frekvenciája [Hz],

t – a mérés időtartama [s].

A súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteség és az Archard-féle kopási tényező számításának eredményét a 6.11. táblázat foglalja össze. A 6.11. táblázatban $\overline{W_{PD}}$ a próbadarab átlagos térfogatvesztesége, mely a próbadarabon lévő kiértékelhető kopásnyomok méréssel meghatározott kopási térfogatveszteségének átlaga, míg K a súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteség.

Próbadarab	HV [MPa]	$\overline{W_{PD}}$ [μm^3]	L [μm]	F_N [N]	K [$\mu m^3/N\mu m$]	κ_A [-]
Ni-P-I-1	488	9 170 744	$1,8 \cdot 10^8$	15	$3,397 \cdot 10^{-3}$	$4,973 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-I-2	639	8 392 505			$3,108 \cdot 10^{-3}$	$5,959 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-I-3	502	11 132 785			$4,123 \cdot 10^{-3}$	$6,222 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-1	412	11 250 569			$4,167 \cdot 10^{-3}$	$5,163 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-2	503	12 691 838			$4,701 \cdot 10^{-3}$	$7,093 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-3	581	13 588 874			$5,033 \cdot 10^{-3}$	$8,772 \cdot 10^{-6}$
Ni-B-3	433	25 744 978			$9,535 \cdot 10^{-3}$	$1,238 \cdot 10^{-5}$
Ni-B-4	468	24 316 788			$9,006 \cdot 10^{-3}$	$1,264 \cdot 10^{-5}$
Ni-B-6	590	25 304 694			$9,002 \cdot 10^{-3}$	$1,593 \cdot 10^{-5}$

6.11. táblázat A súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteség és az Archard-féle kopási tényező meghatározása

6.4.2. A Liu-féle kopási tényező meghatározása

A Liu-féle kopási tényező más megközelítést alkalmaz a számítás során, ugyanis figyelembe veszi a próbadarab és az ellendarab érintkező felületét [40]:

$$\kappa_L = w \cdot HV \cdot \frac{1}{F_N \cdot 2 \cdot f \cdot t} \cdot h. \quad (16)$$

A Liu-féle dimenzió nélküli kopási tényező számításának eredményét a 6.12. táblázat foglalja össze. A kopási mélység meghatározása (11) alapján történt. A Liu-féle kopási tényező meghatározása során $t=1800$ s.

Próbadarab	HV [MPa]	w [μ m]	f [Hz]	F _N [N]	h [μ m]	κ_L [–]
Ni-P-I-1	488	568	10	15	8,084	$4,146 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-I-2	639	450			5,065	$2,697 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-I-3	502	568			8,066	$4,264 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-1	412	513			6,606	$2,589 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-2	503	543			7,371	$3,725 \cdot 10^{-6}$
Ni-P-II-3	581	520			6,775	$3,790 \cdot 10^{-6}$
Ni-B-3	433	600			9,008	$4,334 \cdot 10^{-6}$
Ni-B-4	468	670			11,235	$6,524 \cdot 10^{-6}$
Ni-B-6	590	650			10,573	$7,509 \cdot 10^{-6}$

6.12. táblázat A Liu-féle dimenzió nélküli kopási tényező számításának eredménye

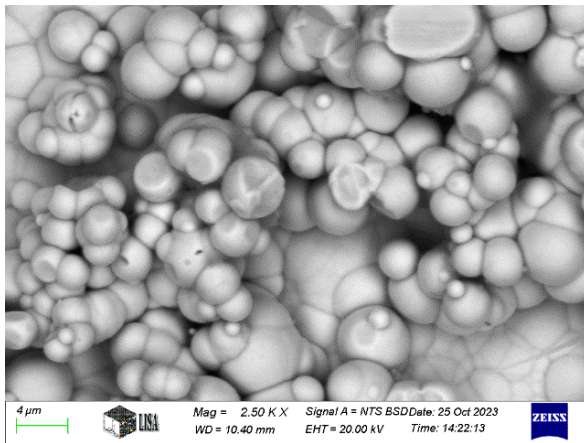
Az Archard- és Liu-féle kopási tényezők számítása alapján megállapítható, hogy a két kopási tényező közel azonos eredményre vezetett, hiszen a legnagyobb kopási tényezővel mindkét számítási módszer alapján az Ni-B bevonatok rendelkeznek. Minden bevonat esetében az Archard-féle kopási tényező nagyobb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

6.5. Bevonatok pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata

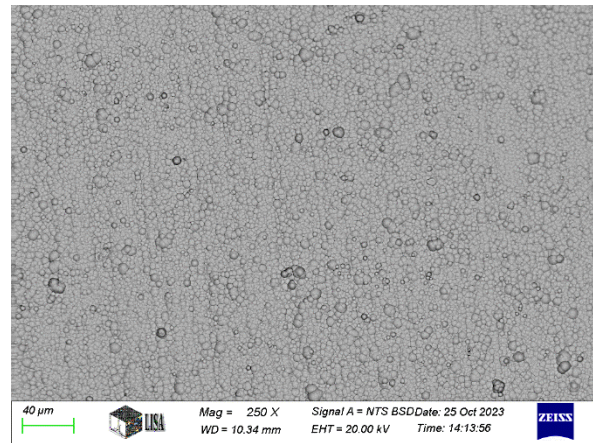
A bevonatok ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata során meghatározásra került a három vizsgált bevonat esetében az egyes bevonattípusok morfológiája, az egyes bevonattípusok vastagsága és a kopásnyomok kémiai összetétele.

6.5.1. Bevonatok morfológiai vizsgálata

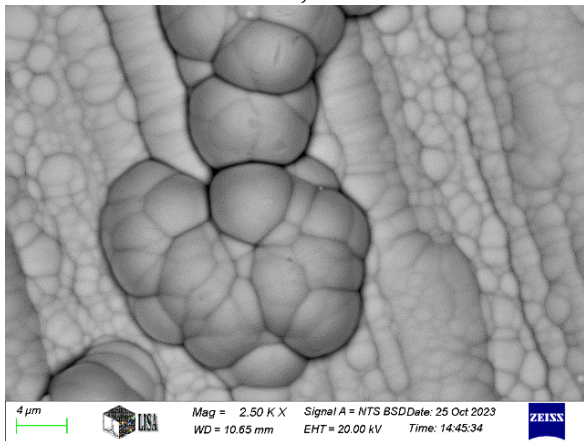
A bevonatokról készített pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket a 6.29. ábra szemlélteti. Megállapítható, hogy az Ni-P-I bevonat esetében szederszerű, az Ni-P-II bevonat esetében karfiolos, míg Ni-B bevonat esetében kavicsokra emlékeztető bevonati morfológiáról beszélhetünk, ami megfelel Bulbul [32] publikációjának. A mikroszkópos vizsgálat alapján látható, hogy a bevonat leköveti a megmunkálási élek szerkezetét.



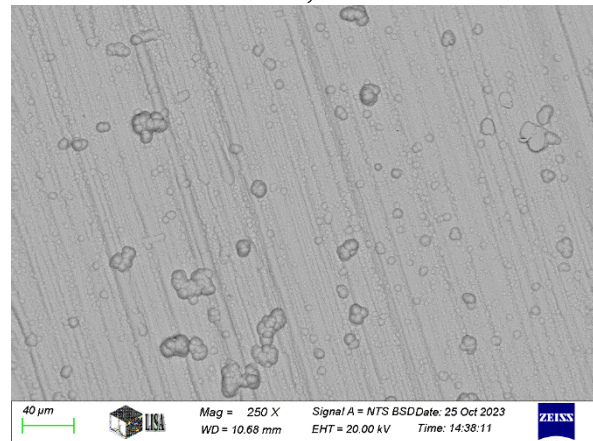
a.,



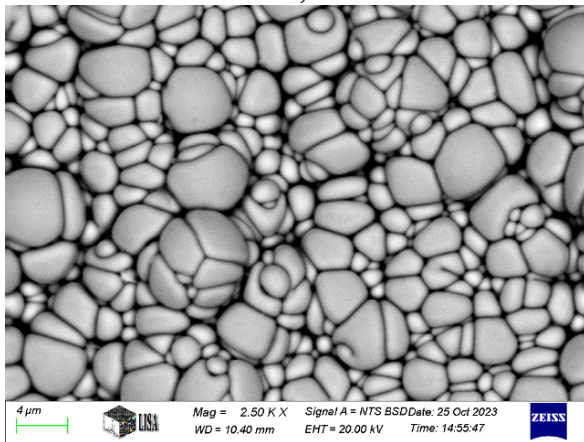
b.,



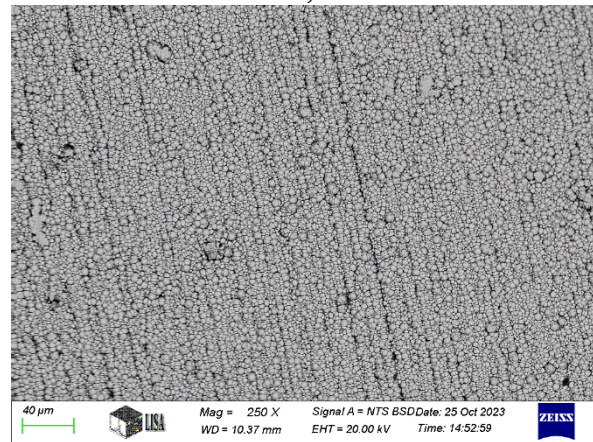
c.,



d.,



e.,



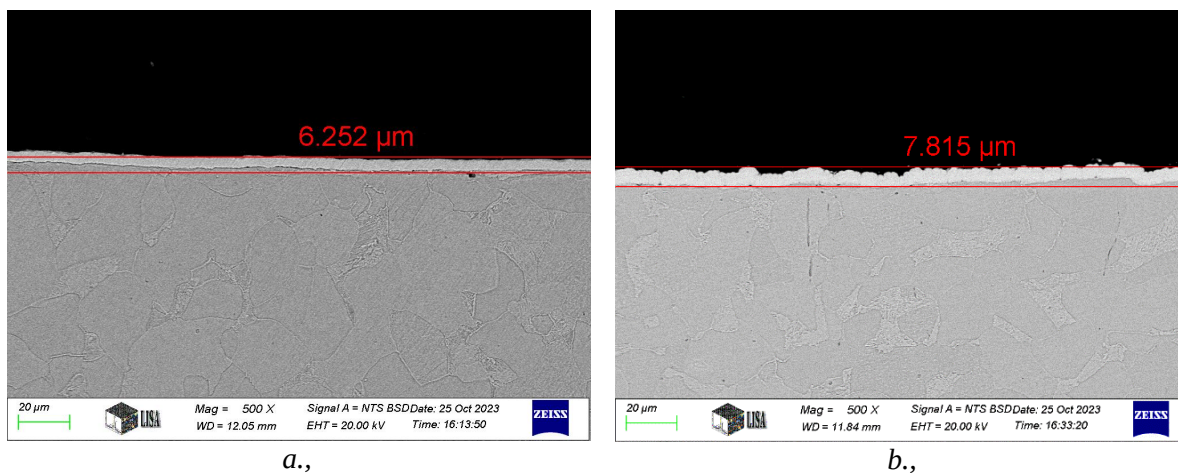
f.,

6.29. ábra Bevonatok pásztázó elektronmikroszkópos képe: a., Ni-P-I-1 bevonat 2500x-os nagyításban, b., Ni-P-I-1 bevonat 250x-es nagyításban, c., Ni-P-II-2 bevonat 2500x-os nagyításban, d., Ni-P-II-2 bevonat 250x-es nagyításban, e., Ni-B-3 bevonat 2500x-os nagyításban, f., Ni-B-3 bevonat 250x-es nagyításban

6.5.2. Bevonatok vastagságának mérése

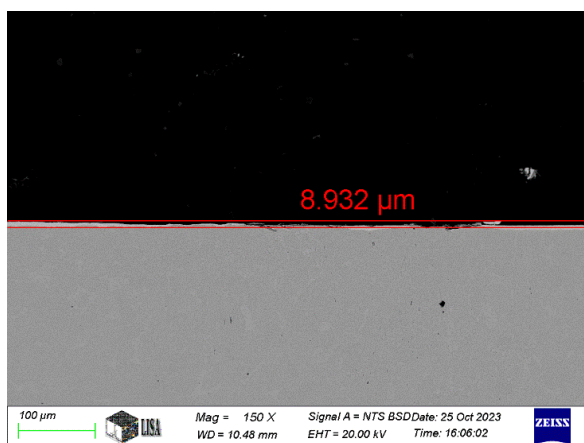
A vizsgált bevonatok esetében a keresztmetszetek pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatával mérhető a bevonatok vastagsága, melyet a 6.30. ábra szemléltet. Az Ni-P-I bevonat esetében az

átlagos bevonatvastagság $7\ \mu\text{m}$, a Ni-P-II bevonatok átlagos vastagsága $6\ \mu\text{m}$, az Ni-B bevonatok átlagos vastagsága $8\ \mu\text{m}$.



6.30. ábra Bevonat vastagságának mérése: a., Ni-P-II-2 bevonat 500x-os nagyításban, b, Ni-B-3 bevonat 500x-os nagyításban

A 6.31. ábra az Ni-P-I-1 bevonatú próbadarabon mutatja a kopás mértékét, az ábra baloldalán látható a sértetlen Ni-P bevonat, míg az ábra jobboldali részén a kopásnyom keresztmetszete.

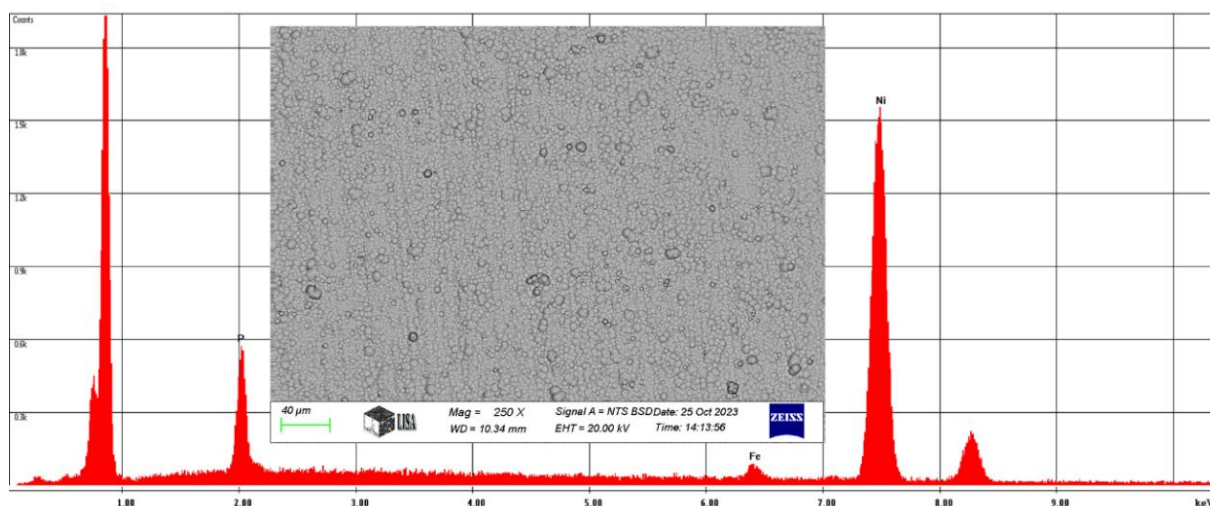


6.31. ábra Kopás az Ni-P-I-1 bevonatú próbadarabon 150-es nagyításban

6.5.3. Kopásnyomok kémiai összetételének vizsgálata

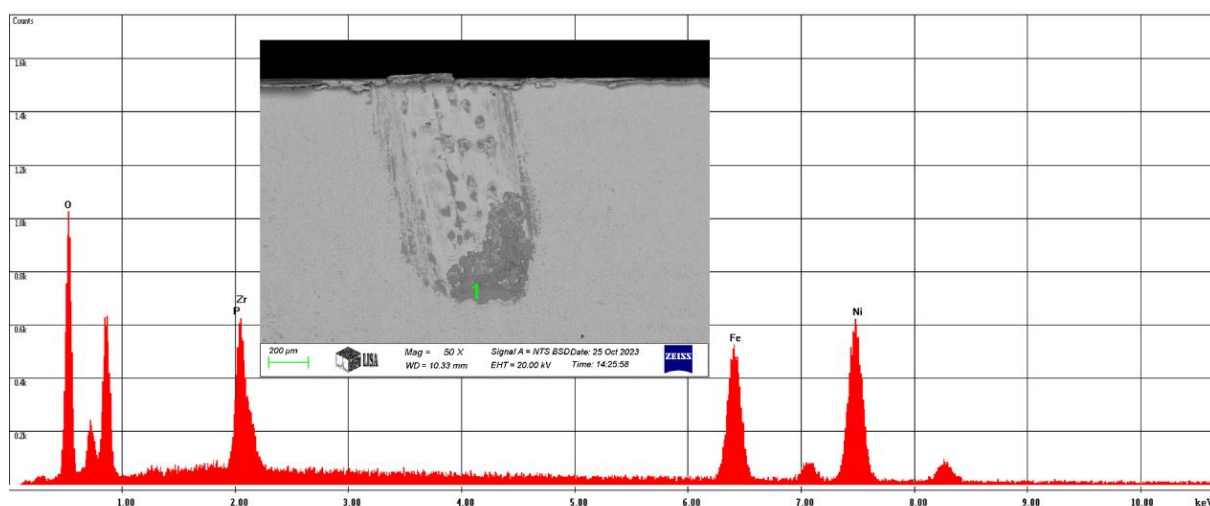
A három vizsgált bevonat esetében a felületek pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatával elvégezhető azok kémiai összetételének vizsgálata.

Az Ni-P-I bevonat esetében első lépésben meg lett vizsgálva 250x-es nagyítás látóterében a bevonat $145250\ \mu\text{m}^2$ nagyságú területének átlagos kémiai összetétele, melyet a 6.32. ábra szemléltet. A bevonat átlagosan 6,66 m/m% foszfort, 1,92 m/m% vasat és 91,42 m/m% nikkelt tartalmaz, ugyanezen elemek esetében a foszfor aránya 11,89 atom%, a vas aránya 1,91 atom%, a nikkelt aránya 86,2 atom%.



6.32. ábra Ni-P-I bevonat átlagos kémiai összetétele 250x-es nagyítás esetén

Az Ni-P-I bevonat esetében a következő mérés során a kopásnyom 50x-es nagyításban lévő képen lett vizsgálva a kémiai összetétel az 1 jelű területen, melyet a 6.33. ábra szemléltet.

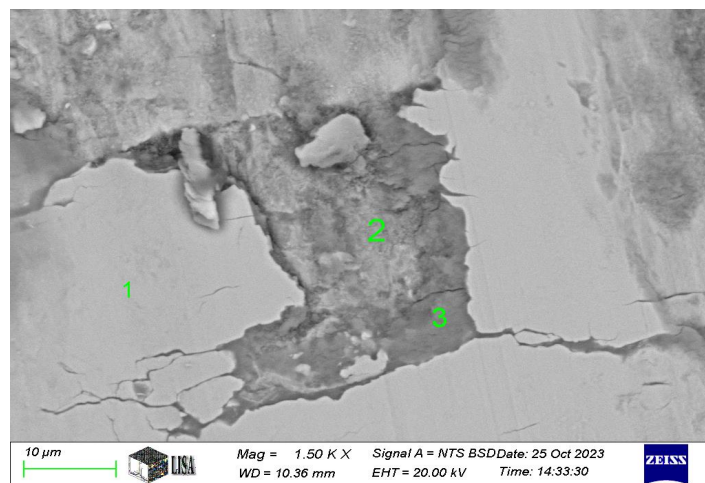


6.33. ábra Ni-P-I bevonatú próbadarabon található kopásnyombeli folt kémiai összetételének vizsgálata az 1 jelű területen 50x-es nagyításban

A kopásnyom átlagosan 16,63 m/m% oxigént, 1,93 m/m% foszfort, 13,91 m/m% cirkóniumot, 22,96 m/m% vasat és 44,57 m/m% nikkelt tartalmaz. Ez azt igazolja, hogy a koptatóvizsgálat során a cirkónium-oxid golyó felkenődött.

Az Ni-P-I bevonat esetében a harmadik mérés során a kopásnyom 1500x-os nagyításban lévő képen (lásd 6.34. ábra) lett vizsgálva a kémiai összetétel három jellegzetes pontban.

A 6.34. ábra jelölései: 1=bevonat, 2= lekopott bevonat, cirkónium-oxid golyó kismértékben felkenődött, 3=lekopott bevonat, cirkónium-oxid golyó nagymértékben felkenődött. A mérési eredményeket a 6.13. táblázat tartalmazza.

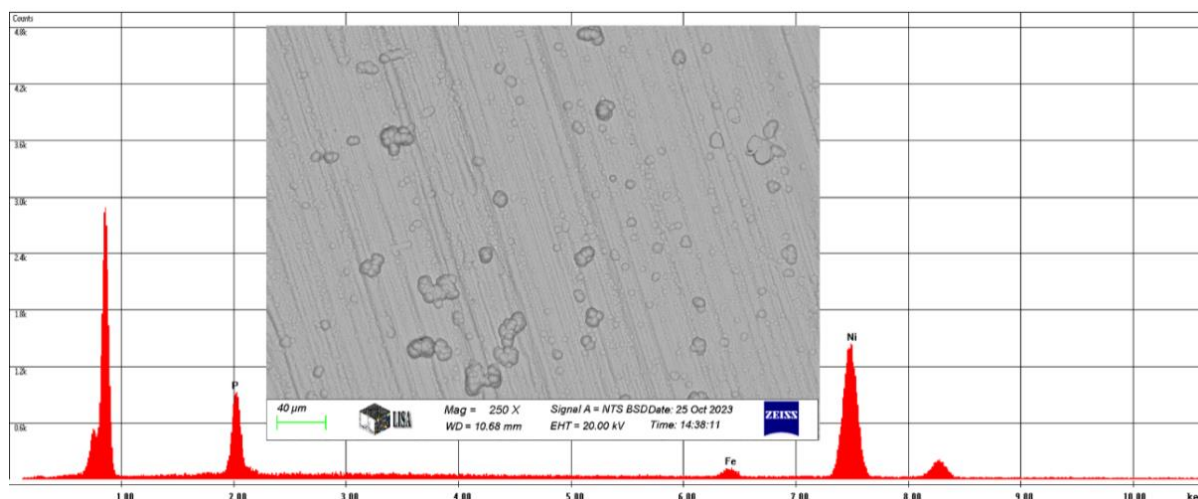


6.34. ábra Ni-P-I-1 bevonat kopásnyomának 1500x-os nagyított képe és a mérési pontok

Mérési pont	1		2		3	
	m/m%	atom%	m/m%	atom%	m/m%	atom%
P	4,22	7,69	1,31	1,94	2,24	3,02
Fe	4,66	4,71	62,13	50,97	12,67	9,50
Ni	91,12	87,60	20,17	15,74	51,80	36,96
O	-	-	9,79	28,03	16,31	42,71
Zr	-	-	6,60	3,32	16,99	7,81

6.13. táblázat Ni-P-I-1 próbadarabon lévő kopásnyom kémiai összetétele a 6.34. ábra által jelölt mérési pontokban

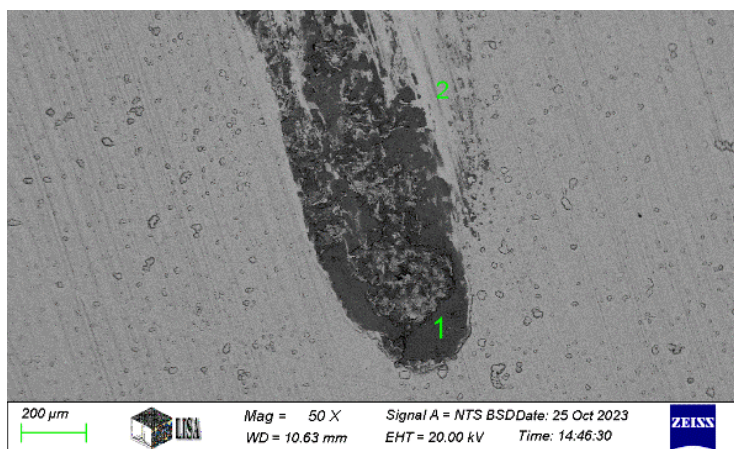
Az Ni-P-II bevonat esetében is meg lett vizsgálva 250x-es nagyítás látóterében a bevonat átlagos kémiai összetétele, melyet a 6.35. ábra szemléltet.



6.35. ábra Ni-P-II-2 bevonat átlagos kémiai összetétele 250x-es nagyítás látóterében

A bevonat átlagosan 11,56 m/m% foszfort, 2,88 m/m% vasat és 85,56 m/m% nikkelt tartalmaz, ugyanezen elemek esetében a foszfor aránya 11,82 atom%, a vas aránya 2,74 atom%, a nikkelt aránya 77,44 atom%.

Az Ni-P-II bevonat esetében a következő mérés során a kopásnyom 50x-es nagyításban lévő képen lett vizsgálva a kémiai összetétel a kopásnyom végében, illetve a kopásnyom szélén (lásd 6.36. ábra). A mérési eredményeket a 6.14. táblázat tartalmazza.

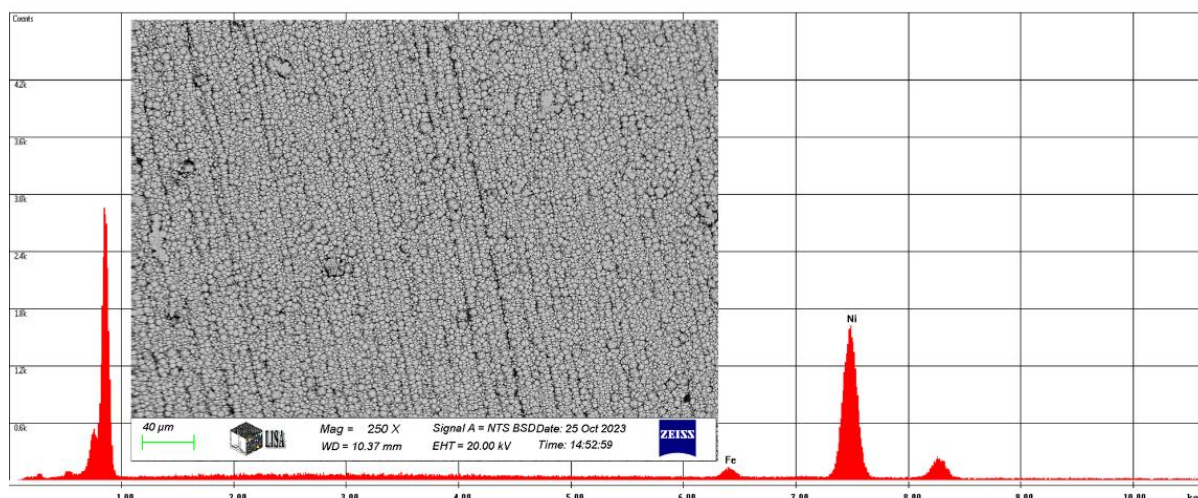


6.36. ábra Ni-P-II-2 bevonatú próbadarabon található kopásnyom 50x-es nagyításban és a mérési pontok: 1=kopásnyom, 2= kopásnyom környezete

Mérési pont	1		2	
	m/m%	atom%	m/m%	atom%
P	2,78	3,32	9,66	16,82
Fe	35,01	23,20	3,89	3,76
Ni	31,81	20,06	86,45	79,42
O	21,54	49,82	-	-
Zr	8,86	3,60	-	-

6.14. táblázat Ni-P-II-2 próbadarabon lévő kopásnyom és környezete kémiai összetétele a 6.36. ábra által jelölt mérési pontokban

Az Ni-B bevonat esetében is meg lett vizsgálva 250x-es nagyítás látóterében a bevonat átlagos kémiai összetétele. A vizsgálat eredményét a 6.37. ábra szemlélteti.



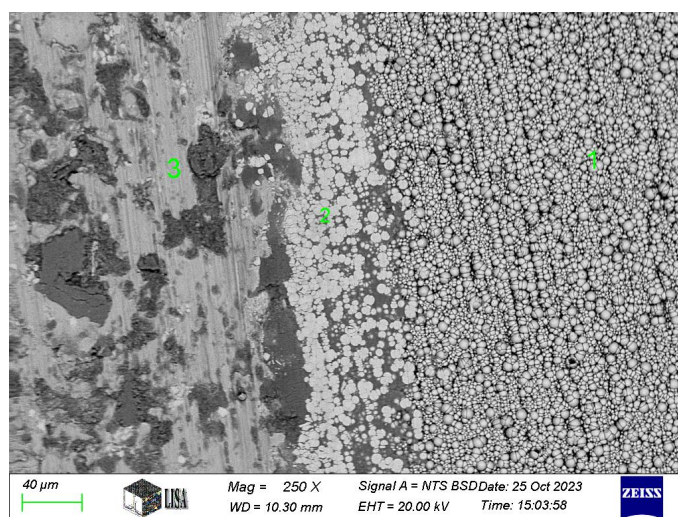
6.37. ábra Ni-B-3 bevonat átlagos kémiai összetétele 250x-es nagyítás látóterében

A bevonat átlagosan 2,94 m/m% vasat és 97,06 m/m% nikkelt tartalmaz, ugyanezen elemek esetében a vas aránya 3,08 atom%, a nikkel aránya 96,92 atom%. Természetesen a bevonat tartalmaz bórt, azonban a bór rendszáma 5, ami kívül esik a pásztázó elektronmikroszkóp által érzékelt rendszámtartományon.

Az Ni-B bevonat esetében a következő mérés során a kopásnyom 250x-es nagyításban lévő képén lett vizsgálva a kémiai összetétel a kopásnyomban, a kopásnyom és a sértetlen bevonat átmeneténél és a sértetlen bevonaton. A mérési eredményeket a 6.15. táblázat tartalmazza, a kopásnyom 250x-es nagyítású képét a 6.38. ábra mutatja. Az ábra jelölései: 1=sértetlen bevonat, 2= kopásnyom környezete enyhe bevonatkopással, 3=kopásnyom.

Mérési pont	1		2		3	
	m/m%	atom%	m/m%	atom%	m/m%	atom%
Fe	3,09	3,24	3,50	3,67	99,59	99,61
Ni	96,91	96,76	96,5	96,33	0,41	0,39

6.15. táblázat Ni-B-3 próbadarabon lévő kopásnyom kémiai összetétele a 6.38. ábra által jelölt mérési pontokban



6.38. ábra Ni-B-3 bevonatú próbadarabon található kopásnyom 250x-es nagyításban

Az elektronmikroszkópos vizsgálat alapján a következő eredmények fogalmazhatók meg:

- meghatározásra került a különböző bevonattípusok morfológiája, mely egyezik a szakirodalmi forrásokban megfogalmazottakkal [32],
- meghatározásra került a bevonat vastagsága,
- meghatározásra került a kopásnyomok és környezetük kémiai összetétele.

7. Összefoglalás

Jelen kutatómunka célja Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságainak vizsgálata volt. A dolgozat első részében röviden ismertettem a felületvédelem fontosságát, majd ismertettem a kémiai fémleválasztás két módszerét, a KANIGEN- és a NIBODUR-eljárást, melyek segítségével kémiai nikkelezést lehet elvégezni. Röviden áttekintettem az Ni-P és Ni-B bevonatok főbb tulajdonságait. Mivel a vizsgált bevonatok esetében a tribológiai tulajdonságok meghatározása volt a kutatómunka célja, ezért fontosnak tartottam a kopástípusok megismerését, a kopási mechanizmus térképek bemutatását, a kopások jellemzésére alkalmas mérőszámok és a kopás mérésére alkalmas módszerek áttekintését.

A kutatási célkitűzés megvalósításához kapcsolódó elméleti ismeretek összefoglalását követően megismerkedtem azon berendezések tulajdonságaival és használatuk módjával, melyek szükségesek voltak a tribológiai paraméterek meghatározásához, így megismertem az Optimol SRV5 tribométert, az Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkópot, a Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszert és a ZEISS EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkópot.

A kutatómunka során három különböző bevonat tribológiai tulajdonságait határoztam meg, két Ni-P és egy Ni-B bevonat vizsgálatával. Az Ni-P-I bevonat pH 6 savas fürdőben készült, az Ni-P-II bevonat pH 4 savas fürdőben készült, míg az Ni-B bevonat esetében pH >12.

A bevonatok Optimol SRV5 tribométerrel történő koptatóvizsgálata során meghatározásra került a súrlódási tényező, mely a mérés során felvett idő-súrlódási tényező diagram alapján elemezhető. 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 (7.1. táblázat).

A kutatómunka következő lépéseként mértem a kopási térfogatveszteség értékét Olympus DSX1000 digitális mérőmikroszkóp használatával, illetve végeztem számításokat is a DIN 51834-1 szabvány alkalmazásával [2], valamint számítottam kopási térfogatveszteséget hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételezve [37] szerint. A kopási térfogatveszteség mikroszkópos mérése alapján megállapítható, hogy a legkisebb kopási térfogatveszteség az Ni-P-I bevonat esetében keletkezett (átlagosan $9\,799\,912\ \mu\text{m}^3$) a koptatóvizsgálat során, míg a legnagyobb kopási térfogatveszteség az Ni-B bevonat esetében adódott (átlagosan $24\,789\,153\ \mu\text{m}^3$). A hengerpalást alakú kopásnyom geometriát feltételező számítási módszerrel [37] és a DIN 51834-1 szabvány [2] alapján végzett számítási módszerrel a mért értéket jól közelítő kopási térfogatveszteség határozható meg (7.1. táblázat).

A kopási tényező meghatározásához szükséges a bevonatok keménységének ismerete is, ezért következő lépésben Mitutoyo MVK-H1 keménységmérő műszer alkalmazásával meghatározásra került a bevonatok Vickers féle mikrokeménysége. A mikrokeménység mérésének eredményeként megállapítható, hogy a legnagyobb keménységgel az Ni-P-I bevonat rendelkezik, melynek átlagos értéke 543 HV 0,01, míg a legkisebb keménysége az Ni-B bevonatnak van, melynek átlagos értéke 469 HV 0,01. Az Ni-P-II bevonat mikrokeménységének átlagos értéke 499 HV 0,01 (7.1. táblázat).

A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat során meghatározásra került a bevonatok morfológiája, a bevonatok vastagsága, a kopásnyomok és bevonatok kémiai összetétele.

A tribológiai paraméterek mért értékei alapján a dolgozat következő részében elvégeztem az Archard-féle és a Liu-féle kopási tényezők számítását. Megállapítható, hogy a két kopási tényező nagyságrendileg azonos eredményre vezetett, továbbá a legnagyobb kopási tényezővel mindkét számítási módszer alapján az Ni-B bevonat rendelkezik, míg az Ni-P-I és Ni-P-II bevonatok közel azonos kopási tényezővel rendelkeznek az adott számítási mód esetében. A bevonatok mért és számított tulajdonságainak átlagértékeit a 7.1. táblázat foglalja össze.

Jelölés	Megnevezés	Bevonat típusa		
		Ni-P-I	Ni-P-II	Ni-B
μ	Súrlódási tényező mért értéke [-]	1,0074	0,8408	0,8960
$W_{mért}$	Próbadarab mért kopási térfogatvesztesége [μm^3]	$9,79 \cdot 10^6$	$1,25 \cdot 10^7$	$2,48 \cdot 10^7$
W_{PD1}	Számított kopási térfogatveszteség DIN 51834-1 szabvány szerint [μm^3]	$1,58 \cdot 10^7$	$1,39 \cdot 10^7$	$2,48 \cdot 10^7$
W_{PD2}	Számított kopási térfogatveszteség hengerpalást alakú kopásnyom geometria [37] esetén [μm^3]	$1,47 \cdot 10^7$	$1,29 \cdot 10^7$	$2,36 \cdot 10^7$
HV	Keménység [HVC 0,01]	543	499	469
d	Bevonat vastagság [μm]	7	6	8
κ_A	Archard-féle kopási tényező [-]	$5,71 \cdot 10^{-6}$	$7,01 \cdot 10^{-6}$	$1,365 \cdot 10^{-5}$
κ_L	Liu-féle kopási tényező [-]	$3,70 \cdot 10^{-6}$	$3,37 \cdot 10^{-6}$	$6,122 \cdot 10^{-6}$
K	Súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteség [$\mu m^3 / N \mu m$]	$3,54 \cdot 10^{-3}$	$4,63 \cdot 10^{-3}$	$9,18 \cdot 10^{-3}$
l	Kopási nyom hossza [μm]	5782	5802	5837
w	Kopási nyom szélessége [μm]	544	525	640

7.1. táblázat Ni-P és Ni-B bevonatok mért és számított tulajdonságainak összehasonlítása

Összefoglalva megállapítható, hogy a legjobb tribológiai tulajdonságokkal az Ni-P-I bevonat rendelkezik, hiszen a legnagyobb mért átlagos Vickers mikrokeménység mellett a legkisebb mért térfogatveszteséggel és súrlódási munkára vonatkoztatott térfogatveszteséggel rendelkezik.

8. Jövőbeli kutatási tervek

A kémiai fémleválasztással előállított bevonatok gyakorlati alkalmazhatósága miatt elengedhetetlen azok folyamatos fejlesztése, tulajdonságaik vizsgálata, így a kutatási téma számos jövőbeli kutatási irány megfogalmazására ad lehetőséget. Jövőbeli kutatási tervem Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságainak további vizsgálata különböző hőmérsékleteken, különböző kenőanyagok alkalmazásával, illetve hőkezelt darabok esetén. A tudományos diákköri dolgozatban bemutatott vizsgálatok kiterjeszthetők a kémiai fémleválasztás során alkalmazott fürdő paramétereinek (pH érték, hőmérséklet, fürdő kémiai összetétele, leválasztási idő) a bevonat tribológiai tulajdonságaira gyakorolt hatásának vizsgálatára, illetve akár más típusú kémiai fémleválasztással előállított bevonatok is vizsgálhatók.

9. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni témavezetőimnek, Vadászné Prof. Dr. Bognár Gabriella egyetemi tanárnak és Dr. Czagány Máté tudományos munkatársnak tudományos diákköri dolgozatom elkészítésében nyújtott segítségét. Köszönöm Potyka Attila ügyvivő szakértő segítségét a próbadarabok előállításában, Dr. Kuzsella László egyetemi docens és Csurilláné Balogh Ágnes laboráns közreműködését a keménységmérés elvégzésében, valamint Kovács Árpád mérnök tanár támogatását a pásztázó elektronmikroszkópos mérések kivitelezésében. Köszönettel tartozom a Bay Zoltán Nonprofit Kft. Anyagvizsgálat Osztályának, Molnár Tamásnak és Szegedi Krisztiánnak, akik segítettek a koptatóvizsgálatok elvégzésében.

10. Felhasznált irodalom

- [1] Chintada, V.B., Gurugubelli, T.R., Tamtam, M.R., Koutavarapu, R. Advancements in Nickel-Phosphate/Boron based electroless composite coatings: A comprehensive review of mechanical properties and recent developments. *Materials*, 2023, 16(18), 6116. <https://doi.org/10.3390/ma16186116>
- [2] 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.
- [3] Orgován L. Felületvédelmi kézikönyv. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1989.
- [4] Bagyinszki Gy., Bitay E. Felületkezelés. Erdélyi Múzeum-Egyesület, Kolozsvár, 2009.
- [5] Török, T. Korszerű fémipari felületkezelési és hulladékgazdálkodási módszerek. Miskolci Egyetem, 2004.
- [6] Gawrilov, G.G. Chemical (electroless) nickel-plating. Portcullis Press, 1979.
- [7] Brenner, A., Riddel, G. E. Nickel plating on steel by chemical reduction. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 1946, 37, 31–34. <https://doi.org/10.6028/jres.037.019>
- [8] Török, T., Barta. E. Fémes és szervesetlen bevonattechnológiák. Miskolci Egyetem, 2013.
- [9] Sudagar, J., Lian, J., Sha, W. Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings – A critical review. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 571, 183–204. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.107>
- [10] Szente, L., Kereszty, B. Tribológia alapjai. Kecskemét, 2019.
- [11] Pintér, J. Szerszámkopás, szerszáméltartam, rezgések, a forgácsolt felület minősége. Előadás anyag. Széchenyi Egyetem. 2018.
- [12] Németh, A.K. Si₃N₄ kerámia nanokompozitok tribológiai viselkedésének elméleti és kísérleti vizsgálata. PhD értekezés. Miskolci Egyetem, 2019. <https://doi.org/10.14750/ME.2019.019>
- [13] Menyhárt, J. Gépészeti rendszerek károsodása, javítástechnológiája és karbantartása. Debreceni Egyetem, 2018.
- [14] Monaca, A., Murray, J.W., Liao, Z., Speidel, A., Robles-Linares, J.A., Dragos, Axinte, A., Hardy, M.C., Clare, A.T. Surface integrity in metal machining - Part II: Functional performance. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2021, 164, 103718. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2021.103718>

- [15] Pall Company: Why is filtration important? <https://www.pall.co.in/en/industrial-manufacturing/automotive/why-is-filtration-important.html> (Letöltve: 2023.07.25.)
- [16] Material Properties: What is Fretting Wear – Definition. <https://material-properties.org/what-is-fretting-wear-definition/> (Letöltve: 2023.07.25.)
- [17] Mahadeshwara, M. M. Cavitation wear. <https://www.tribonet.org/news/general-topics/cavitation-wear/> (Letöltve: 2023.07.25.)
- [18] Okoshi, M., Sakai, H. Researches on the mechanism of abrasion. Report III, mechanism of abrasion of cast iron and steel. *Transactions of the JSME*, 1941, 7, 29–47.
- [19] Childs, T. H. C. The sliding wear mechanisms of metals, mainly steels. *Tribology International*, 1980, 13, 285–293. [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(80\)90092-4](https://doi.org/10.1016/0301-679X(80)90092-4)
- [20] Lim, S. C. Recent developments in wear- mechanism maps. *Tribology International*, 1998, 31(1-3), 87-97. [https://doi.org/10.1016/S0301-679X\(98\)00011-5](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(98)00011-5)
- [21] Jia, S. G., Liu, P., Ren, F. Z., Tian, B.H., Zheng, M.S., Zhou, G.S. Wear behavior of Cu–Ag–Cr alloy wire under electrical sliding. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, 398(1–2), 262–267. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.023>
- [22] Liu, B., Bruni, S., Lewis, R. Numerical calculation of wear in rolling contact based on the Archard equation: Effect of contact parameters and consideration of uncertainties. *Wear*, 2022, 490–491, 204188. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2021.204188>
- [23] Stachowiak, G.W. Wear – Materials, Mechanisms and Practice. John Wiley & Sons Ltd, The Atrium, Southern Gate, Chichester, 2005.
- [24] Szabó, L. Forgácsolás, hegesztés. Miskolci Egyetem, 2000.
- [25] Bagyinszki, Gy., Berecz, T., Dobránszky, J., Kovács-Coskun, T., Szabó, P. J., Mészáros, I., Nagyné Halász, E., Pinke, P., Szakál, Z., Varga, P. Anyagtudomány. Typotex Kiadó, 2012.
- [26] Zahid, R., Masjuki, H.H., Varman, M., Mufti, R. A., Kalam, A., Gulzar, M. Effect of lubricant formulations on the tribological performance of self-mated doped DLC contacts: a review. *Tribology Letters*, 2015, 58, 32. <https://doi.org/10.1007/s11249-015-0506-5>
- [27] MSZ EN ISO 6507-1:2006: Fémek. Vickers-keménységmérés. 1. rész: Mérési eljárás.
- [28] Optimol Instruments, SRV®5 Tribometer - Our All-Rounder. URL: <https://optimol-instruments.de/en/products/srv5/> (Letöltve: 2023.08.27.)
- [29] Olympus DSX1000 digitális mikroszkóp manual. <https://unicam.hu/termekeink/anyagtudomanyi-mikroszkopok/olympus-dsx1000/> (Letöltve: 2023.09.20.)

- [30] Czagány, M., Baumli, P., Kaptay, Gy. The influence of the phosphorous content and heat treatment on the nano-micro-structure, thickness and micro-hardness of electroless Ni-P coatings on steel. *Applied Surface Science*, 2017, 423, 160–169. <https://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.06.168>
- [31] Henry, J.R. Electroless (autocatalytic) plating. *Metal Finishing*, 2007, 105(10), 350–360. [https://doi.org/10.1016/S0026-0576\(07\)80353-9](https://doi.org/10.1016/S0026-0576(07)80353-9)
- [32] Bulbul, F. The effects of deposition parameters on surface morphology and crystallographic orientation of electroless Ni-B coatings. *Metals and Materials International*, 2011, 17, 67–75. <https://doi.org/10.1007/s12540-011-0210-4>
- [33] Agrawal, A., Sahu, K.K. An overview of the recovery of acid from spent acidic solutions from steel and electroplating industries, *Journal of Hazardous Materials*, 2009, 171(1–3), 61–75. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.06.099>
- [34] MSZ EN ISO 683-1:2020. Hőkezelhető acélok, ötvözött acélok és automata acélok - 1. rész: Ötvözetlen acélok edzésre és megeresztésre.
- [35] Czagány, M. Kémiai redukciós Ni-P, illetve Ni-B bevonatok. Mérési információ. Miskolci Egyetem, 2023.
- [36] Fritsch: Mini mill Pulverisette 23 - Grinding Balls. URL: <https://www.fritsch-international.com/sample-preparation/milling/ball-mills/details/product/pulverisette-23/accessories/> (Letöltve: 2023.09.28.)
- [37] Balogh, T. Érintkező felületek száraz súrlódásakor lejátszódó folyamatok numerikus és kísérleti vizsgálata. Doktori értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2017
- [38] Blau, P.J. Friction and wear transitions of materials: break-in, run-in, wear-in. Noyes Publications, Park Ridge, USA, 1989
- [39] Yang, L.J. Wear coefficient equation for aluminium-based matrix composites against steel disc. *Wear*, 2003, 255, 579–592. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(03\)00191-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00191-1)
- [40] 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*, 2022, 10, 1014. <https://doi.org/10.3390/jmse10081014>
- [41] Ravikiran, A. Wear Quantification. *Journal of Tribology*. July 2000, 122(3), 650–656. <https://doi.org/10.1115/1.555416>

A konzulens nyilatkozata

Alulírott, Vadászné Prof. Dr. Bognár Gabriella egyetemi tanár, a Miskolci Egyetem Gép- és Terméktervezési Intézetének oktatója és Dr. Czagány Máté tudományos munkatárs, a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetének oktatója az Ni-P és Ni-B bevonatok tribológiai tulajdonságainak vizsgálata című TDK dolgozatot beadásra alkalmasnak ítélem.

Miskolc, 2023. november 2.

Vadászné Bognár Gabriella
Vadászné Prof. Dr. Bognár Gabriella
intézetigazgató egyetemi tanár

Czagány Máté
Dr. Czagány Máté
tudományos munkatárs

Eredetiségi nyilatkozat

Alulírott Bányai Kristóf, a Miskolci Egyetem Gépészmérnöki és Informatikai Karának hallgatója büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és aláírással igazolom, hogy ezt a dolgozatot saját magam készítettem, a benne leírt vizsgálatokat – ha ezt külön nem jelzem – magam végeztem el, és az ismertetett eredményeket magam értem el. Adatokat, információkat csak az irodalomjegyzékben felsorolt forrásokból használtam fel. Minden olyan részt, melyet szó szerint, vagy azonos értelemben, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Miskolc-Egyetemváros, 2023. 10. 31.



.....
a hallgató aláírása