

Dionizy BIAŁO\*, Maria TRZASKA\*\*

**ZUŻYCIE TRIBOLOGICZNE POWŁOK  
KOMPOZYTOWYCH Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
WYTWORZONYCH METODĄ REDUKCJI  
CHEMICZNEJ**

**TRIBOLOGICAL WEAR OF COMPOSITE Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
COATINGS DEPOSITED BY AN ELECTROLESS PROCESS**

**Słowa kluczowe:**

powłoki kompozytowe, zużycie tribologiczne, redukcja chemiczna

**Key-words:**

composite coatings, tribological wear, electroless process

**Streszczenie**

W pracy przedstawiono wyniki badań zużycia twardych powłok kompozytowych wytworzonych na podłożu ze stopu Al + 1% Mg + 0,4% Si. Wytworzone metodą redukcji chemicznej powłoki o osnowie Ni – 6,5% P zawierały fazę dyspersyjną Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o średnim wymiarze cząstek ok. 3 μm i udziale objętościowym rzędu 30%.

---

\* Politechnika Warszawska, Wydział Mechatroniki, Instytut Inżynierii Precyzyjnej i Biomedycznej, ul. Chodkiewicza 8, 02-525 Warszawa.

\*\* Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej, ul. Narutowicza 85, 02-524 Warszawa.

Próby tribologiczne przeprowadzono na maszynie z węzłem tarcia w układzie trzpień-tarcza. Powłoki kompozytowe nanoszone były na tarczy ze stopu aluminium o średnicy 60 mm. Stosowano trzpień ze stali o różnej twardości, tj. 32 i 54 HRC. Próby przeprowadzono na sucho przy następujących wymuszeniach: obciążenie 10–50 N, prędkość tarcia 0,1 m/s, droga tarcia 1000 m.

W pracy przedstawiono wyniki badań wytworzonych powłok, ich mikrostruktury, jednorodności i twardości. Zbadano przebieg zużywania warstw kompozytowych, określono także zużycie stalowych przeciwpróbek. Badania prowadzono dla dwóch postaci cząstek zbrojących – nieregularnych i kulistych. Zużycie powłok kompozytowych porównano ze zużyciem nieumocnionych powłok Ni – P. Określono wpływ twardości przeciwpróbek na zużycie trących się materiałów.

## WPROWADZENIE

Nakładanie powłok na powierzchnie wyrobów jest skuteczną metodą ograniczania destrukcji materiału w wyniku tarcia i korozji w warunkach eksploatacji. Duże możliwości w tym zakresie stwarzają powłoki kompozytowe z osnową metalową i dyspersyjną fazą ceramiczną. Połączenie twardej fazy ceramicznej z plastyczną osnową metalową umożliwia redukcję negatywnych zjawisk związanych z tarciem. Poprzez odpowiedni dobór materiału osnowy i dyspersyjnej fazy ceramicznej oraz wytworzenie właściwej struktury materiału kompozytowego można kształtować właściwości eksploatacyjne takich powłok. Zastosowanie metody redukcji chemicznej (RC) do wytworzenia tego typu powłok zapewnia dobrą ich adhezję do podłoża, jednakową ich grubość na całej pokrywanej powierzchni oraz dobrą spójność pomiędzy fazą ceramiczną a metalową osnową.

Powłoki kompozytowe wytworzone metodą RC mają dużą twardość i są wykorzystywane przede wszystkim jako powłoki o dużej odporności na zużycie. Najczęściej wytwarzane są na podłożu stalowym [1–4].

Prezentowana praca dotyczy badań zużycia powłok nikłowo-fosforowych (Ni-P) zawierających cząstki  $Al_2O_3$  wytworzonych na podłożu ze stopu aluminium. Podjęte badania zmierzały do określenia właściwości takich powłok z punktu widzenia możliwości ich praktycznych zastosowań w węzłach tarcia, w których występują elementy ze stopów aluminiowych. W tym celu wytworzono powłoki

o osnowie Ni – 6,5% P umocnione cząstkami  $Al_2O_3$  o kształcie kulistym i o kształcie nieregularnym. Stworzyło to możliwość oceny wpływu kształtu cząstek umacniających na proces zużycia powłok. Dla porównania, próbom tribologicznym poddano powłoki Ni-P bez cząstek umacniających.

## POWŁOKI KOMPOZYTOWE

Powłoki Ni-P i powłoki kompozytowe Ni-P- $Al_2O_3$  wytworzono metodą redukcji chemicznej. Podstawą tej metody nakładania powłok jest chemiczna redukcja dwudodatnich jonów niklu ( $Ni^{2+}$ ) do postaci atomowej (Ni). Jako reduktor w tym procesie stosowano diwodorofosforan(I) sodu  $NaH_2PO_2$ .

Warstwy kompozytowe osadzano na podłożu ze stopu aluminium w kąpielach stanowiących mieszaninę dyspersyjnej fazy ceramicznej i wieloskładnikowego elektrolitu.

W czasie realizacji procesu na pokrywanej powierzchni, równoległe z redukcją jonów niklu, osadzają się rozproszone w kąpeli cząstki fazy ceramicznej, które w miarę postępu procesu obudowywane są przez narastającą warstwę niklu. Do wytwarzania warstw kompozytowych stosowano materiał ceramiczny  $Al_2O_3$  w postaci polidispersyjnych proszków o kulistym (k) i nieregularnym (n) kształcie cząstek. Wytworzone powłoki o grubości 20-40  $\mu m$  poddawano obróbce cieplnej w temperaturze 400°C w czasie 1 godziny. Twardość powłok określano metodą Vickersa przy obciążeniu 0,98 N.

W Tablicy 1 zestawiono dane charakterystyczne wytworzonych powłok Ni-P i powłok kompozytowych Ni-P- $Al_2O_3$ .

**Tablica 1. Oznaczenia i parametry charakterystyczne powłok**

Table 1. Codes and characteristic parameters of coatings

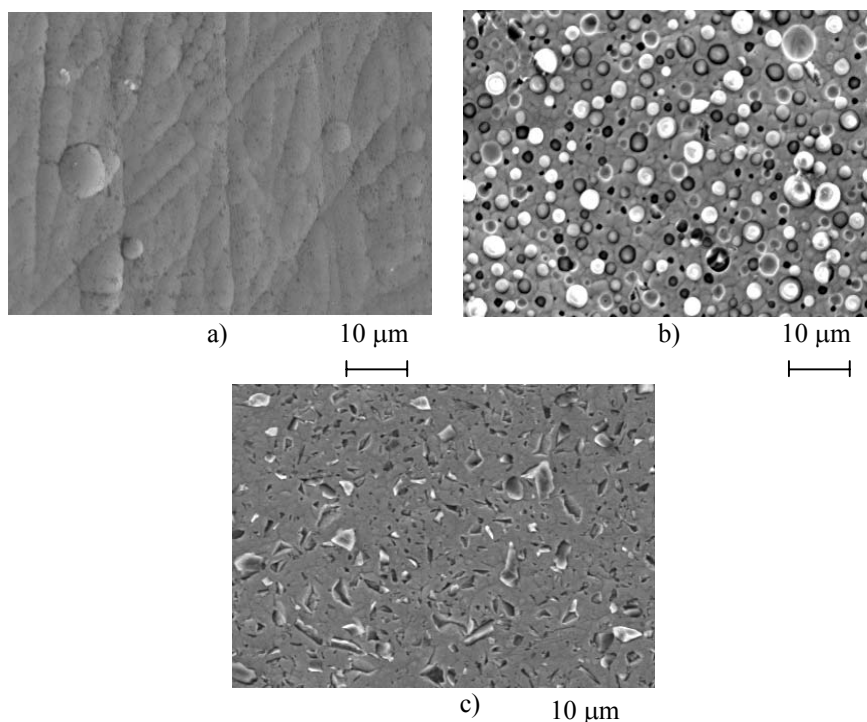
Oznaczenie powłok	Osnowa	Faza umacniająca $Al_2O_3$			Twardość HV0,1	
		udział $V_p$ [%]	średni wymiar cząstek [ $\mu m$ ]	kształt	przed obr. cieplną	po obróbce cieplnej
Ni-P	Ni + 6,5% P	-	-	-	588	1038
Ni-P- $Al_2O_3$ (k)		~ 29,2	3,6	kulisty	658	1114
Ni-P- $Al_2O_3$ (n)		~ 29,8	3,0	nieregularny	714	1152

Warto odnotować, że pomimo dużego wypełnienia powłok kompozytowych cząstkami  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (ok. 30%) ich twardość jest zróżnicowana w stosunkowo niewielkim stopniu. Jest to efekt zastosowanej obróbki cieplnej, w wyniku której następuje przekształcenie amorficznej osnowy Ni-P w dwufazowy materiał krystaliczny. Dyspersyjna faza  $\text{Ni}_3\text{P}$  w krystalicznym Ni powoduje znaczny wzrost twardości materiału w porównaniu z twardością powłok nie poddanych takiej obróbce (Tablica 1).

Na rysunku 1 przedstawiono obrazy powierzchni badanych powłok otrzymane za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego.

Topografia powierzchni powłoki Ni-P (rys.1a) ukazuje liczne wypukłości, co jest charakterystyczne dla procesu redukcji chemicznej.

Na rysunkach 1a i 1b można również zaobserwować etapy wbudowywania cząstek  $\text{Al}_2\text{O}_3$  w osadzającą się warstwę Ni-P.



**Rys.1. Obraz powierzchni powłok przed próbami tribologicznymi: a) Ni-P, b) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (k), c) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (n)**

Fig. 1. Images of coatings surfaces before tibological tests: a) Ni-P, b) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (k), c) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (n)

## BADANIA TRIBOLOGICZNE

Badania tarcia i zużycia wytworzonych powłok przeprowadzono na stanowisku tribologicznym własnej konstrukcji w układzie trzpień – tarcza.

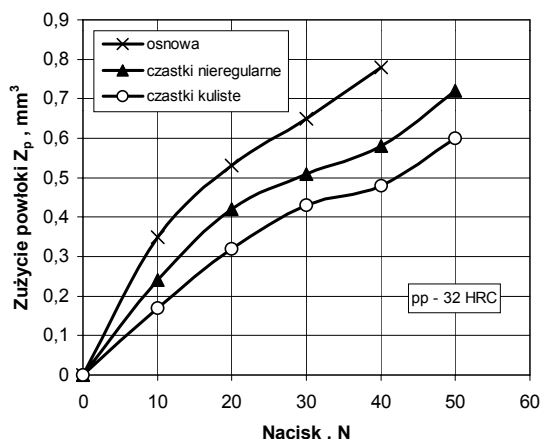
Badaną próbkę stanowił krążek ze stopu Al + 1% Mg + 0,4% Si o średnicy 60 mm z naniesioną powłoką na powierzchni czołowej. Przeciwpóbkę stanowił trzpień wykonany ze stali NC10 o średnicy 5 mm i długości 15 mm.

Warunki prób tribologicznych:

- nacisk 10-50 N,
- prędkość tarcia 0,1 m/s,
- droga tarcia 1000 m,
- środowisko – powietrze, ~ 20°C,
- rodzaj tarcia – technicznie suche,
- twardość przeciwpóbk – 32 ± 1 i 54 ± 1 HRC.

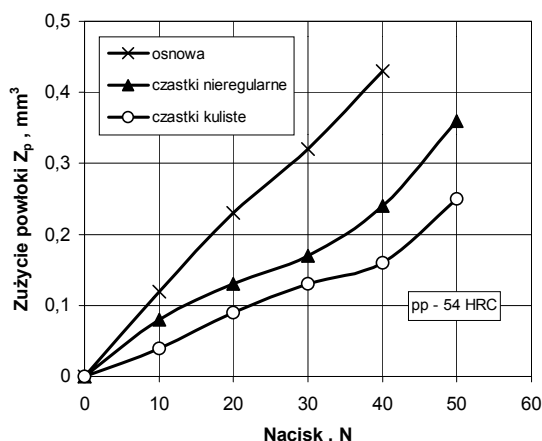
## WYNIKI BADAŃ

Wyniki badań zużycia powłok Ni-P i powłok kompozytowych Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> przedstawiono na rysunkach 2 i 3, które kolejno dotyczą prób przeprowadzonych w tych samych warunkach, ale przy różnej twardości przeciwpóbk 32 HRC (rys.2) i 54 HRC (rys.3).



**Rys.2. Zależność zużycia powłoki Ni-P i powłok kompozytowych od nacisków przy tarcu z przeciwpóbkami o twardości 32 HRC**

Fig.2. Wear of Ni-P and composite coatings as a function of contact force during friction with counter – specimens of 32 HRC hardness



**Rys.3. Zależność zużycia powłoki Ni-P i powłok kompozytowych od nacisków przy tarcu z przeciwnymi o twardości 54 HRC**

Fig.3. Wear of Ni-P and composite coatings as a function of contact force during friction with counter – specimens of 54 HRC hardness

W obu przypadkach zaobserwowano największe zużycie powłok nie zawierających fazy umacniającej. Porównanie zużycia wytworzonych powłok kompozytowych wykazuje, że zastosowanie cząstek kulistych  $Al_2O_3$  wpływa na obniżenie ich zużycia w stosunku do zużycia takich powłok z cząstkami nieregularnymi.

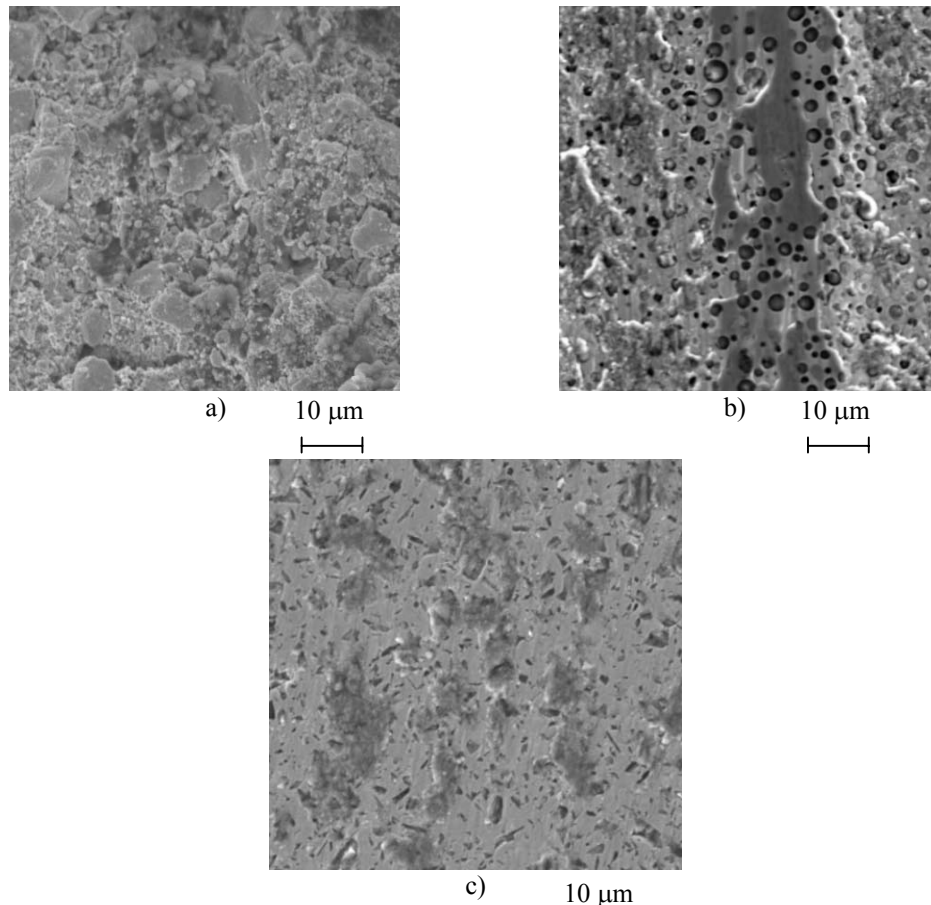
Wyznaczone krzywe zużycia mają charakterystyczne przegięcie, przy największych naciskach, wskazujące na istotny wzrost zużycia. Obserwacje śladów tarcia wykazały, że jest to etap tarcia, w którym na powłoce pojawiają się pierwsze pęknięcia prowadzące, przy większych naciskach, do odwarstwienia od podłoża fragmentów powłoki. Z tego powodu największe naciski jakie stosowano w badaniach wynosiły 50 N dla powłok kompozytowych i 40 N dla powłok Ni-P.

Zużycie powłok w przypadku zastosowania przeciwnych o twardości 54 HRC (rys.3) są niemal dwukrotnie mniejsze niż przy zastosowaniu przeciwnych o twardości 32 HRC (rys.2). Taka zależność bywa obserwowana także przy tarcu materiałów kompozytowych, np. kompozytów aluminiowych umocnionych cząstkami ceramicznymi [5]. Jest to skutek „zbrojenia” warstw powierzchniowych przeciwnych cząstkami umacniającymi lub ich fragmentami pochodzącymi z powłok kompozytowych. Zjawisko takie występuje łatwiej w przypadku bardziej miękkich przeciwnych, co potwierdzają obserwacje za pomocą SEM powierzchni przeciwnych.

Cząstki  $\text{Al}_2\text{O}_3$  białe w powierzchni przeciwpróbki intensyfikują zużywanie ściernie powłok.

Na rysunku 4 przedstawiono obrazy śladów tarcia na powierzchni badanych powłok uzyskane za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego.

Stan powierzchni tarcia zależy od rodzaju powłoki. Powłoka Ni-P bez cząstek umacniających jest stosunkowo gładka i wykazuje występowanie zjawiska adhezyjnego przenoszenia materiału przeciwpróbki (rys. 4a). Powłoki kompozytowe mają rysy i bruzdy charakterystyczne dla zużycia ściernego (rys. 4b, c).

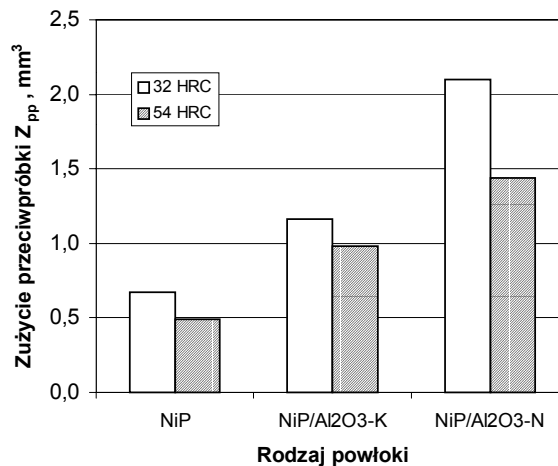


**Rys.4. Obrazy śladów tarcia na powłokach: a) Ni-P, b) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (k), c) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (n)**

Fig.4. Images of wear trace on coatings: a) Ni-P, b) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (k), c) Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (n)

Zużycie stalowych przeciwpróbek (rys. 5) zależy od rodzaju materiału badanej powłoki. Najmniejsze zużycie obserwowano w przypadku powłoki Ni-P, większe w przypadku powłok kompozytowych z cząstkami kulistymi  $Al_2O_3$ , a największe gdy powłoki były umacniane cząstkami o kształcie nieregularnym tj. charakteryzującymi się ostrymi krawędziami i narożami. W tym ostatnim przypadku dominuje mechanizm zużywania ściernego przeciwpróbek.

Należy podkreślić, że dla wszystkich rodzajów materiału powłok, przeciwpróbki mniej twarde zużywają się szybciej.



**Rys.5. Zużycie stalowych przeciwpróbek o twardości 32 i 54 HRC przy tarcii o powłokę Ni-P i powłoki kompozytowe; L=1000 m, F=40 N**

Fig.5. Wear of steel counterspecimens of 32 and 54 HRC hardness during friction tests with Ni-P and composite coatings, L=1000 m, F=40 N

## PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono wyniki badań tribologicznych powłok kompozytowych o osnowie Ni - 6,5% P umocnionych cząstkami  $Al_2O_3$  o kształcie kulistym i nieregularnym wytworzonych metodą redukcji chemicznej.

Na ich podstawie można sformułować następujące wnioski:

1. Powłoki kompozytowe Ni-P- $Al_2O_3$  ulegają zużyciu znacznie wolniej niż powłoki Ni-P nie zawierające cząstek umacniających.
2. Zużycie powłok kompozytowych zależy od kształtu cząstek umacniających i jest najmniejsze dla cząstek o kształcie kulistym.



3. Istotny wpływ na przebieg zużycia przez tarcie powłok kompozytowych ma twardość zastosowanych przeciwpróbek. Powierzchnie tarcia mniej twardych przeciwpróbek łatwiej ulegają „zbrojeniu” cząstkami ceramicznymi uwolnionymi przy zużywaniu z powłok kompozytowych. Wzrasta wtedy ich ściernie oddziaływanie na badane powłoki. W efekcie powłoka przy tarcu z mniej twardą przeciwpróbką ulega zużywaniu szybciej.

## LITERATURA

1. Li Y.: Investigation of electroless Ni-P-SiC composite coatings. Plating and Surface Finishing, November 1997, s. 77-81
2. Trzaska M.: Projektowanie właściwości i wytwarzanie kompozytowych warstw powierzchniowych z osnową metalową i dyspersyjną fazą ceramiczną. Problemy Eksploatacji, nr 2, 2000, s. 421-429
3. Gould A. J.: Electroless nickel – a wear resistant coating. Trans. IMF 66, 1988, s. 58-62
4. Trzaska M., Kowalewska M., Wyszyńska A.: Zużycie ściernie warstw niklowych modyfikowanych dyspersyjną fazą ceramiczną. Prace Naukowe Instytutu Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn Politechniki Wrocławskiej Nr 87, Seria „Konferencje”, Nr 27, 2002, s. 340-344
5. Biało D.: Zużycie tribologiczne kompozytów na osnowie stopów aluminium otrzymanych z proszków. Prace Naukowe Politechniki Warszawskiej. Mechanika, z. 192, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2002

**Recenzent:**  
**Marian GRĄDKOWSKI**

## Summary

**Results of the wear investigations of hard composite coatings deposited on Al + 1%Mg + 0,4% Si substrate are presented in this paper. Coatings obtained by electroless method contained Ni – 6,5% P matrix and 3 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles with volume fraction apr. 30%.**

**Tribological tests were carried out on pin – on – disk apparatus. Composite coatings were deposited on 60 mm disk made from an**

**aluminium alloy. The pins were prepared from alloy steel hardened at 32 and 54 HRC, respectively.**

**Conditions of tribological tests: contact force of 10-50 N, sliding velocity of 0,1 m/s, sliding distance of 1000 m, dry friction.**

**Microstructure, homogeneity and hardness of the composite coatings were investigated before tribological tests. Wear rate of composite coatings and steel countersamples were identified. Tribological tests were carried out for two different shapes of reinforcing particles – irregular and spherical. Wear rate of composite layer was compared with the wear rate of Ni-P matrix.**

**Influences of counterspecimen hardness on wear rate of coatings and countersamples are also presented.**