XII. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2007. március 16–17.

Si₃N₄ / C-NANOKOMPOZIT TRIBOLÓGIAI VIZSGÁLATA

Kuzsella László, Dr. Marosné dr. Berkes Mária, Koncsik Zsuzsanna

Abstract

In the last decades the ceramic matrix composites (CMC) reached significant importance on several fields of machinings and engineerings. One of the most important application areas are related to the high temperature wear resistant components because of these materials show extreme tribological properties. The main topic of the current work consists in analysing the tribological behaviour of graphite reinforced Si₃N₄ nanocomposites.

Összefoglalás

Az utóbbi időben a speciális célra, igénybevételre kifejlesztett kerámia mátrixú kompozitok (CMC) térhódítása jellemző. Nagy hőmérsékletű kopásálló alkatrészként való felhasználási módjuknak megfelelően, átfogó kutatási területet jelent ezen anyagok tribológiai vizsgálata. Jelen cikk témája grafit nanoszemcsékkel erősített Si₃N₄ alapmátrixú nanokompozit tribológiai tulajdonságainak vizsgálata.

1. Bevezetés

A Si₃N₄ az egyik legfontosabb anyag a műszaki kerámiák csoportján belül. Jó mechanikai tulajdonságok, és korrózióval szembeni ellenállása, magas hőmérsékleten mutatott kedvező tulajdonságok (nagy hőmérsékleti szilárdság, hősokkállóság), nagy keménység, kerámiák között kiváló szilárdság/szívósság kombináció, kedvező tribológiai tulajdonságok jellemzik [1, 2]. A nagyszámú kedvező tulajdonság ellenére a műszaki kerámiák, a fémekhez képest alacsony törési szívósságuk szerkezeti anyagként való alkalmazását korlátozza.

Vizsgálataink során alapvető célkitűzés volt annak meghatározása, hogy az új anyagtechnológiai fejlesztésű próbatestek anyagszerkezeti sajátosságai — az adalékolt grafit-mennyisége, szemcsemérete — vagy egyes vizsgálati paraméterek —pl. terhelőerő — milyen módon befolyásolja a kopási jellemzőket (pl. kikopott profil, súrlódási együttható, kopási sebesség, kopási mechanizmus).

2. Kísérleti munka

A kopásvizsgálat öt darab grafit nanoszemcsékkel erősített Si₃N₄ alapmátrixú porkohászati úton előállított kerámia kompozit tribológiai tulajdonságait elemezte. A vizsgált anyagot a Szlovák Tudományos Akadémia Szervetlen Kémiai Intézetében, Pozsonyban készítették.

Az alapmátrix előállításához E 10-es osztályú Si₃N₄ port használtak fel, és a szinterelés során ittrium-oxid adalékot alkalmaztak. A kiindulási keverék pontos kémiai összetételét az 1. táblázat tartalmazza.

A korong alakú próbatestek alapfelszínén két különböző színű – egy sötétebb belső, és egy világosabb külső – terület látható. Feltételezett, hogy az előállítás során reakcióba nem lépett grafit maradt vissza az anyagban, valamint egyéb, egyelőre ismeretlen fázisok (pl. SiC), komplex-vegyületek is keletkezhetnek.

1. táblázat. A kiinduló keverék kémiai összetétele, és sűrűsége

Próbatest	Si ₃ N ₄ [tömeg%]	Y ₂ O ₃ [tömeg%]	Grafit [tömeg%]	Szemcsemérete [nm]	Sűrűség [g/cm ³]
G1	93,1	4,9	2	< 25	3,246
G2	90,3	4,7	5	< 25	3,239
G3	85,5	4,5	10	< 25	2,494
G4	85,5	4,5	10	< 71	2,822
G5	85,5	4,5	10	< 125	3,141

A tribológiai vizsgálatok a Miskolci Egyetem Polimermérnöki Tanszékén, Pin-on-Disc rendszerű tribométeren végeztük. A vizsgálat során ellenanyagként egy 6 mm átmérőjű SiC golyó szolgált.

A mérés körülményeit ill. a mérési paramétereket a DIN 50324-es szabványban [3] rögzítetteknek megfelelően választottuk meg. Tehát a méréseket szobahőmérsékleten, 5, 10, és 15 N-os terhelőerő alkalmazásával, kb. 50 %-os relatív páratartalom mellett, és kenőanyag alkalmazása nélkül végeztük. A kopatási úthossz 100 m, a csúszási sugár 1,2 mm, a csúszási sebesség 0,01 m/s volt. A kopási tényező, k meghatározásához használt összefüggés:

$$k = \frac{W}{L \cdot F_N} \left[\frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}} \right] \quad (1)$$

ahol, W a kikopott keresztmetszet, L a megtett út hossza, F_N az alkalmazott normálirányú terhelőerő.

A kopásnyomok vizsgálata kétdimenziós profilométer segítségével történt. A kopási mechanizmus tisztázása érdekében a kopásnyomokat egy próbatest esetében scanning elektronmikroszkóp segítségével vizsgáltuk meg. A próbatestek keménységét MicroVickers keménységmérő berendezésen, 10N terhelőerő alkalmazásával mértük, mely lenyomatokról optikai mikroszkópos felvételeket is készítettünk.

3. Vizsgálati eredmények

A tribológiai vizsgálatok eredményeinek kiértékelésekor, következtetések levonásakor rendkívül körültekintően kell eljárni, mert a kopási rendszer viselkedését, a kopás kimenetét (kikopott térfogat, súrlódási együttható, állandósult állapot bekövetkezése) a vizsgálati paraméterek bármely megváltozása (az igénybevétel, a súrlódó anyagok, kenőanyagok, kopási törmelék, környezeti közeg) befolyásolja.

A profilométer segítségével meghatározott kopásnyomok esetében általánosan megfigyelt tapasztalat, hogy 5 és 10 N között a terhelőerő növelése kevésbé befolyásolja (növeli) a kikopott terület (térfogat) nagyságát, de a 10 és 15N-os tartományban drasztikus növekedés tapasztalható. Ettől eltérő a G4-es próba viselkedése, amely esetében szinte állandónak vehetjük a kikopott területértéket, azaz a

terhelőerő változtatása gyakorlatilag nem befolyásolta a kikopott területet, azaz a kikopott térfogat nagyságát (1. ábra).

1. ábra. Kikopott felület nagyságának változása a terhelőerő függvényében

A próbatestek grafit-tartalma és a kikopott terület nagysága között nem állítható fel olyan egyértelmű viszony, mint a terhelőerő esetében. Eddigi vizsgálataink alapján egyértelműen annyi állapítható meg, hogy az adalékolt grafit szemcseméretének finomodásával javul a kopási tulajdonság.

Az összes mérés során folyamatosan vizsgáltuk a súrlódási együttható változását a megtett kopási úthossz függvényében. Ezen súrlódási diagramokat vizsgálva megállapítható, hogy a súrlódási együtthatók alakulása (G2, G4, G5 minták esetében) egy bizonyos távolság – az állandósult érték – eléréséig függ a kopási út hosszától, de az anyagra jellemző távolság elérése után a súrlódási együttható alakulása már független a súrlódási út hosszától. A G1 és G3 minták esetében nem alakult ki állandósult szakasz a vizsgált ciklusszám alatt.

A G1-es mintáról készített SEM felvételek feltárják a kopási törmelék jelenlétét az 5N terhelőerővel mért kopásvizsgálat során. A 2.a. ábrán egyrészt többféle, különböző színű és alakú kopási törmelék különíthető el, amely törmelékek pontos kémiai azonosításához további (pl. EDX) vizsgálatokra lenne szükség, másrészt a fekete körökbe eső területeken anyaghiányok láthatóak, amelyek feltehetően a kopási folyamatban kitépődött anyagrészek után visszamaradó mikroüregek. A 2.b. ábrán a nagy terhelőerő (15N) alkalmazásával kapott kopásnyom SEM felvétele látható. A [4] szakirodalom szerint feltételezhető, hogy a kopás, alakváltozás által kontrollált folyamatként játszódtott le.

2. a. ábra

2. b. ábra

SEM felvételek a kopásnyomokról

A mikrokeményység-mérés eredményei (keménységtraverz, és a kopásnyomok közvetlen környezetében mérve) a minta nagyfokú inhomogenitására utalnak. Nemcsak a próbatestek közepe felé haladva változnak a keménységmérési adatok, hanem egymáshoz közel eső, egymás mellett lévő mérési pontok esetében is az értékek ugrásszerű változása következhet be [5].

4. Összefoglalás

- A vizsgált Si_3N_4 C-nanokompozitok Pin-on-Disc kopásvizsgálatakor az adott terhelési feltételek mellett a kerámiákra jellemző mind a négy kopásfajta előfordulása lehetséges.
 - Kis terhelőerők: törmelék jelenlétéből következtethetően abrazív kopás játszódott le;
 - Nagy terhelés: SEM felvételekből következtethetően alakváltozás által kontrollált kopás jellemző;
 - DIN 50320: „*csúszás, és köztes szemcsék csúszásából eredő kopás*”; A kopási térkép enyhe tartományába eső kopási folyamat játszódott le. Terhelőerő hatása a kopás mértékére:
 - 5-10N-os intervallumban kevésbé;
 - 10N fölött drasztikusan növelte.
- Grafit adalék hatása (komplex):
 - a szemcseméretének finomodásával javul a kopási viselkedés;
 - a grafittartalom hatása nem egyértelmű;
 - új fázisok (pl. SiC , komplex oxidok, stb.) befolyásolhatnak.

Irodalom

- [1] Frank L. Riley: *Silicon Nitride and Related Materials*, Journal of the American Ceramic Society 83 [2], 2000.
- [2] M. Kašiarová, E. Rudnayová, J. Dusza, M. Hnatko, P. Šajgalík, A. Merstallinger, L. Kuzsella: *Some tribological properties of a carbon-derived $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ nanocomposite*, Journal of the Ceramic Society 24 (2004) 3431-3435
- [3] *Tribologie, Prüfung von Reibung und Verschleiß*, DIN 50 324, 1992.
- [4] B. W. Sheldon, S. C. Danforth: *Silicon-Based Structural Ceramics*, 1994. The American Ceramic Society; ISBN 0-944904-76-9, S. M. Hsu, M. C. Shen, T. N. Ying, Y. S. Wang, S. W. Lee: *Tribology of silicon-based ceramics*; Ceramics Division
- [5] Koncsik Zs.: *Si_3N_4 nanokompozitok tribológiai vizsgálata*, Miskolc, 2006. TDK Konferencia

Kuzsella László, egyetemi tanársegéd
Miskolci Egyetem, Műszaki Anyagtudományi Kar, Polimermérnöki Tanszék
3515, Magyarország, Miskolc, Egyetemváros
Telefon: +36-46-565-111
E-mail: femkuzsy@uni-miskolc.hu