

**Tomasz KMITA** \*

**WPLYW PARAMETRÓW PROCESU ANODOWANIA  
IMPULSOWEGO NA WŁAŚCIWOŚCI  
TRIBOLOGICZNE NANOCERAMICZNYCH WARSTW  
POWIERZCHNIOWYCH  $Al_2O_3$**

**THE INFLUENCE OF PULSE ANODIC PROCESS  
PARAMETERS ON THE TRIBOLOGICAL PROPERTIES  
OF THE NANOCERAMIC  $Al_2O_3$  SURFACE LAYERS**

**Słowa kluczowe:**

warstwa powierzchniowa  $Al_2O_3$ , tworzywo sztuczne, anodowanie impulsowe

**Key words:**

$Al_2O_3$  surface layer, plastic, pulsed anodizing

**Streszczenie**

W pracy przedstawiono badania wpływu parametrów wytwarzania nanoceramicznych warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  na ich właściwości tribologiczne we współpracy z kompozytem polimerowym PEEK/BG. Warstwy powierzchniowe  $Al_2O_3$  wytwarzano metodą anodowania impulsowego na podłożu ze stopu aluminium EN AW-5251. Anodowanie impulsowe prowadzono, stosując prostokątne przebiegi impulsów ze zmienną częstotliwością ( $1 \div 75$  Hz) i zmiennym

---

\* Uniwersytet Śląski, Katedra Materiałoznawstwa, 41-200 Sosnowiec ul. Śnieżna 2, Polska, e-mail:tomasz.kmita@us.edu.pl

stopniem wypełnienia impulsu prądu (25÷100%). Badania tribologiczne prowadzono w skojarzeniu ślizgowym bezolejowym z tworzywem PEEK/BG w ruchu posuwisto-zwrotnym na stanowisku badawczym T-17. Testy tribologiczne prowadzono w warunkach odpowiadających pracy siłowników pneumatycznych bezolejowych.

## WPROWADZENIE

Warstwy powierzchniowe  $Al_2O_3$  wytwarzane elektrochemicznie na stopach aluminium znajdują zastosowanie w węzłach kinematycznych maszyn roboczych m.in. jako gładzie cylindrów siłowników pneumatycznych czy sprężarek. Właściwości tribologiczne warstw  $Al_2O_3$  można kształtować poprzez zmianę warunków procesu anodowego utleniania, takich jak: skład i temperatura elektrolitu, czas procesu oraz anodowa gęstość prądu [L. 1–2]. Zmiana ww. parametrów wytwarzania pozwala bowiem na modyfikację struktury, morfologii i chropowatości powierzchni warstw, jak również na ich grubość i mikrotwardość, co istotnie wpływa na odporność zużyciową warstwy oraz łatwość nanoszenia na ich powierzchni polimerowego filmu ślizgowego podczas współpracy ślizgowej z tworzywami polimerowymi.

Poprawę właściwości tribologicznych warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  umożliwia również zmiana kształtu prądu anodowego podczas wytwarzania, szczególnie zastosowanie przebiegów prostokątnych [L. 3]. Metoda impulsowa (o prostokątnym przebiegu prądu) stosowana jest głównie podczas katodowego osadzania powłok metalicznych. Metoda ta ułatwia desorpcję produktów gazowych procesu elektrochemicznego i lepszy dostęp jonów metali do pokrywanej powierzchni. Umożliwia to uzyskanie powłok o zwiększonej jednorodności struktury, mniejszej porowatości i chropowatości powierzchni [L. 4]. Podobne efekty uzyskuje się, stosując metodę impulsową podczas anodowego utleniania aluminium [L. 5–6], co potwierdzają również wyniki badań własnych autora [L. 7–8].

Celem prezentowanych badań jest ocena wpływu parametrów anodowania impulsowego stopu aluminium EN AW-5251 na właściwości tribologiczne uzyskanych tą metodą nanoceramicznych warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  we współpracy z niskotarciowym tworzywem polimerowym PEEK/BG.

## PRZEDMIOT I METODYKA BADAŃ

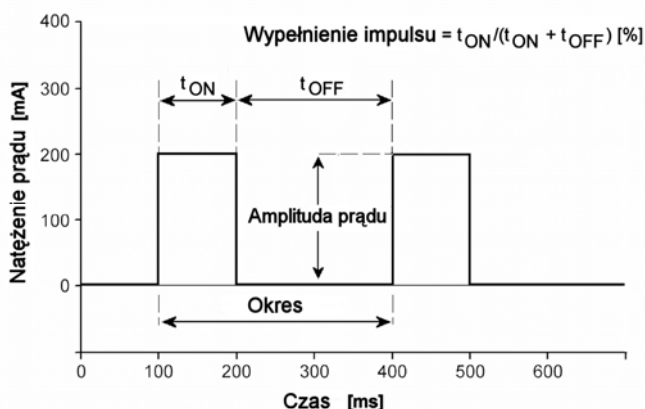
Przedmiotem badań były nanoceramiczne warstwy powierzchniowe  $Al_2O_3$  wytwarzane na stopie aluminium EN-AW-5251 metodą anodowania impulsowego (o prostokątnych przebiegach prądu). Anodowanie prowadzono z użyciem stabilizowanego zasilacza impulsowego ZI-101, stosując zmienne częstotliwości (1÷75 Hz) oraz wypełnienie (25÷100 %) przebiegów prostokątnych prądu. **Tabela 1** przedstawia spis zastosowanych modyfikacji przebiegów prądu anodo-

wania impulsowego, natomiast **Rys. 1** zawiera oznaczenia parametrów prądu impulsowego. Proces elektrochemiczny prowadzono w czasie 60 minut i w temperaturze 303K, przy zachowaniu średnich gęstości ładunku elektrycznego  $108 \text{ A}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ . Elektrolit stanowił wodny roztwór kwasu siarkowego, szczawowego i ftalowego. Powłoki nanoszono na powierzchni  $10 \text{ cm}^2$  blachy aluminiowej o grubości 4 mm.

**Tabela 1. Zastosowane modyfikacje prądu impulsowego**

Table 1. Applied modifications of pulse current

Nr warstwy	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Częstotliwość prądu [Hz]	Prąd stały (DC)	1	1	1	5	5	5	25	25	25	75	75	75
Wypełnienie impulsu [%]	100	75	50	25	75	50	25	75	50	25	75	50	25



**Rys. 1. Oznaczenia parametrów zastosowanego przebiegu prądu impulsowego**

Fig. 1. Designations of the parameters of the pulse current applied

Badania tribologiczne prowadzono na stanowisku badawczym T-17 w skojarzeniu ślizgowym bezolejowym trzpień–pytka w ruchu posuwisto-zwrotnym. Jako próbki w badaniach tribologicznych zastosowano niskotarciowe tworzywo PEEK/BG (polieteroeteroketon z dodatkiem grafitu, PTFE i włókien węglowych) w formie trzpienia o średnicy 9 mm. Testy tarcio-zużyciowe prowadzono w warunkach tarcia technicznie suchego przy naciskach jednostkowych 1 MPa i przy średniej prędkości ślizgania 0,2 m/s (w warunkach odpowiadających pracy siłowników pneumatycznych bezsmaro-

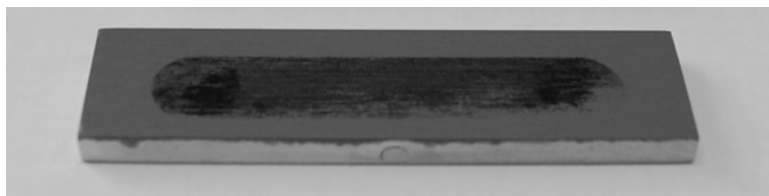
wych). Ruch posuwisto-zwrotny tribopartnerów o amplitudzie  $8 \times 10^{-2}$  m prowadzono z częstotliwością 2,5 Hz na drodze 32 km (docieranie + test zasadniczy). Biegi badawcze wykonywano w temperaturze  $293 \pm 2$  K, przy wilgotności względnej powietrza  $35 \pm 5\%$ .

Podczas testów dokonywano ciągłych pomiarów zużycia liniowego węzła tarcia oraz siły tarcia z częstotliwością 50 Hz przetwornikiem analogowo-cyfrowym Spider 8. Do akwizycji danych pomiarowych wykorzystano program Catman 4.5. Ze względu na charakter ruchu i ilość danych pomiarowych dokonano wstępnej obróbki wyników siły tarcia poprzez wyznaczenie jej wartości bezwzględnej, a następnie średniej ich wartości z następujących po sobie kolejnych 60 s testu. Zużycie masy tworzywa PEEK/BG określano za pomocą wagi analitycznej WA-35.

Uzupełnieniem badań tribologicznych była ocena struktury geometrycznej powierzchni wytworzonych warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  metodą profilografii stykowej z użyciem profilografometru Talysurf Series 2. Analizę uzyskanych danych profilografometrycznych przeprowadzono z wykorzystaniem programu TalyMap 3D.

## WYNIKI BADAŃ

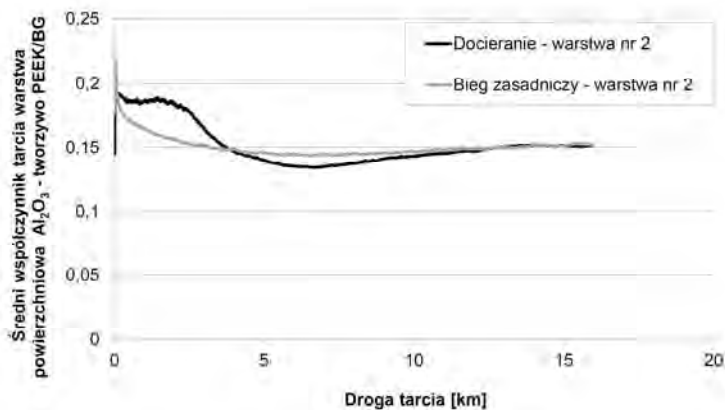
Efektom współpracy tribologicznej tworzywa PEEK/BG z warstwami powierzchniowymi  $Al_2O_3$  było tarciove naniesienie polimerowego filmu ślizgowego na porowatą powierzchnię przeciwpórek (**Rys. 2**). W trakcie współpracy ślizgowej nastąpiła zamiana pary ślizgowej twarda warstwa powierzchniowa – miękka tworzywo polimerowe PEEK/BG na tarcie między jednakowymi materiałami: miękkim po miękkim (zgodne z modelem F.P. Bowdena).



**Rys. 2.** Polimerowy film ślizgowy naniesiony na powierzchni warstwy  $Al_2O_3$

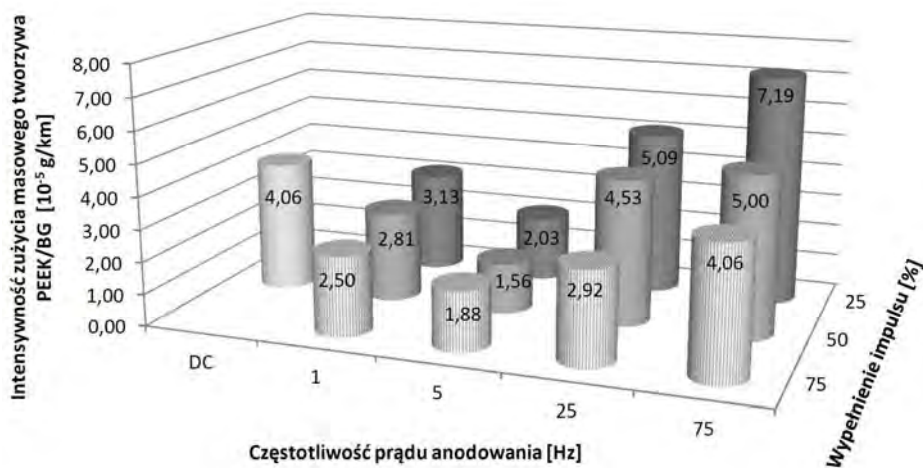
Fig. 2. A sliding polymer film deposited on the  $Al_2O_3$  surface layer

Zmianę charakteru współpracy ślizgowej badanych skojarzeń dobrze obrazują przykładowe przebiegi średniego współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia podczas docierania i testu zasadniczego (**Rys. 3**). Prezentowane na **Rys. 3** zmiany uśrednionego współczynnika tarcia podczas etapu docierania wskazują, iż nanoszenie polimerowego filmu ślizgowego na powierzchnie warstwy  $Al_2O_3$  i stabilizacja współpracy ślizgowej badanego skojarzenia (dla zadanych nacisków i szybkości ślizgania) wymaga ok. 10 km współpracy tribologicznej.



**Rys. 3. Przykładowe przebiegi zmian współczynników tarcia skojarzenia tworzywo PEEK/BG – warstwa powierzchniowa  $Al_2O_3$**

Fig. 3. Exemplary courses of friction coefficients changes for cooperation PEEK/BG plastic –  $Al_2O_3$  surface layer



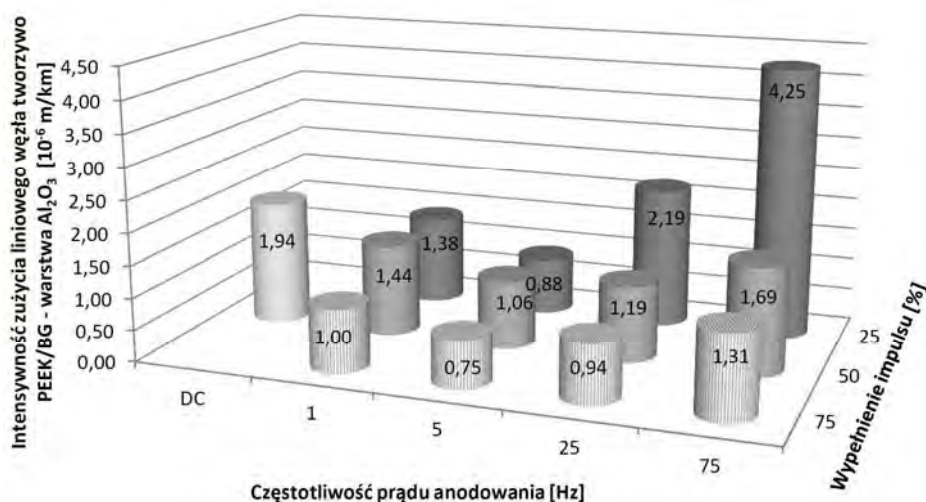
**Rys. 4. Intensywność zużycia masowego tworzywa PEEK/BG podczas współpracy z warstwami powierzchniowymi  $Al_2O_3$  wytworzonymi metodą impulsową**

Fig. 4. Intensity of mass wear of the PEEK/BG material after interacting with  $Al_2O_3$  surface layer fabricated via the pulse method

Wpływ parametrów procesu wytwarzania (anodowania impulsowego) nanoceramicznych warstw powierzchniowych na intensywność zużycia masy współpracującego z nimi tworzywa polimerowego PEEK/BG przedstawia **Rys. 4**. Uzyskane wyniki badań wskazują na istotne obniżenie zużycia masy tworzywa PEEK/BG w przypadku zastosowania do anodowania impulsów prądowych z częstotliwością 1÷5 Hz w stosunku do warstwy wytwarzanej stało-

prądowo (oznaczonej na wykresie skrótem DC). W przypadku zastosowania częstotliwości prądu anodowania w zakresie 25÷75 Hz intensywność zużycia masy tworzywa PEEK/BG jest porównywalna lub wyższa. Można również stwierdzić, iż intensywność zużycia masy tworzywa PEEK/BG wzrasta ze zmniejszeniem stopnia wypełnienia impulsu prądu anodowania – niezależnie od zastosowanych w badaniach częstotliwości prądu.

Wyniki zużycia liniowego pary ślizgowej tworzywo PEEK/BG – warstwa powierzchniowa  $Al_2O_3$  prezentowane na **Rys. 5** wskazują na zmniejszenie intensywności zużywania badanego węzła (do 60%), z wyjątkiem tych skojarzeń, w których zastosowano warstwy anodowane przy częstotliwości 25÷75 Hz i 25% wypełnieniu impulsu prądu. Podczas testów tarcio-zyciowych zaobserwowano w przypadku skojarzeń, w których przeciwpróbką były warstwy wytwarzane przy częstotliwości 25÷75 Hz i 25% wypełnieniu impulsu prądu, jednoczesne nanoszenie filmu polimerowego z obecnością produktów zużycia ściernego (pył z tworzywa PEEK/BG) – co można tłumaczyć wyższą intensywnością zużycia liniowego tych skojarzeń.

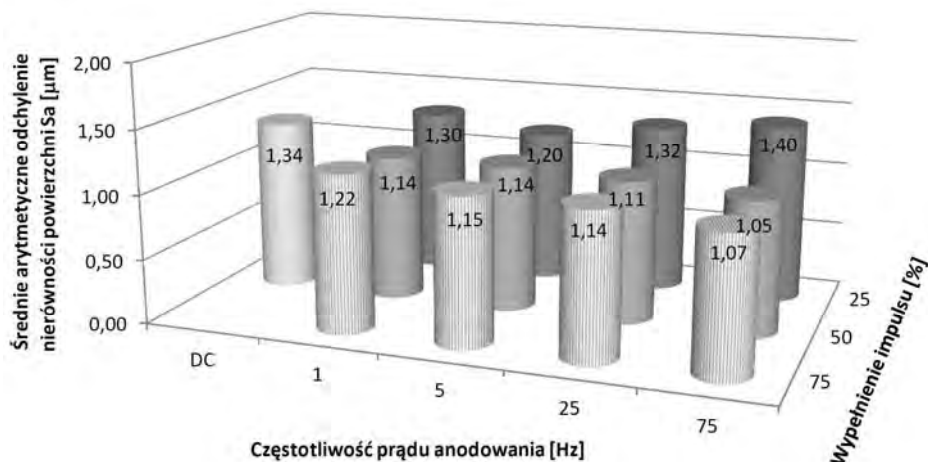


**Rys. 5.** Intensywność zużycia liniowego tworzywa PEEK/BG podczas współpracy z warstwami powierzchniowymi  $Al_2O_3$  wytworzonymi metodą impulsową

Fig. 5. Intensity of linear wear of the PEEK/BG material after interacting with  $Al_2O_3$  surface layer fabricated via the pulse method

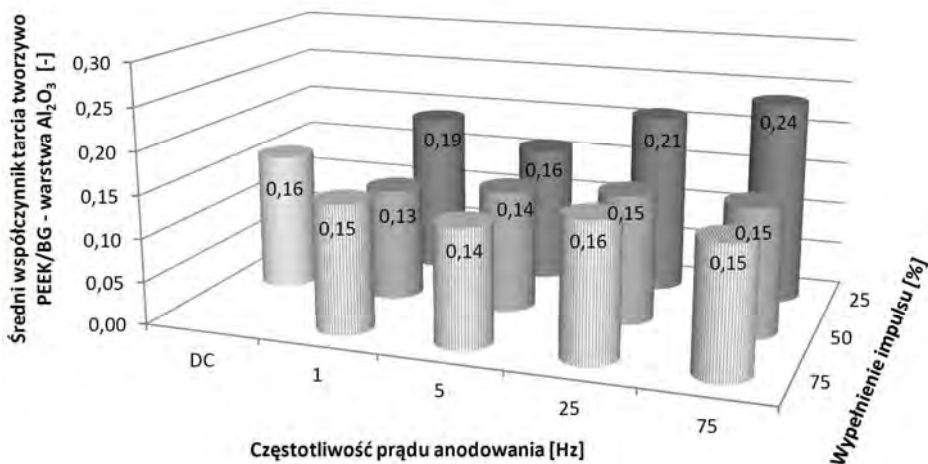
Struktura geometryczna powierzchni warstw  $Al_2O_3$  wytwarzanych impulsowo przy wypełnieniu impulsu w zakresie 75÷50% charakteryzuje się obniżeniem parametrów amplitudowych w stosunku do warstw wytwarzanych stałoprądowo (**Rys. 6**). Ponadto dla warstw wytwarzanych w ww. zakresie wartości średniego arytmetycznego odchylenia nierówności ich powierzchni  $S_a$  (od

płaszczyzny średniej) maleją ze wzrostem częstotliwości procesu ich wytwarzania. W przypadku anodowania prowadzonego przy 25% stopniu wypełniania impulsu prądu wspomniana tendencja ma charakter przeciwny.



**Rys. 6. Wartości średniego arytmetycznego odchylenia nierówności powierzchni Sa dla warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  wytworzonych metodą impulsową**

Fig. 6. Change in the arithmetic mean deviation of surface roughness Sa for  $Al_2O_3$  surface layer fabricated via the pulse method



**Rys. 7. Wartość średniego współczynnika tarcia skojarzenia tworzywo PEEK/BG – warstwa powierzchniowa  $Al_2O_3$  wytworzona metodą impulsową**

Fig. 7. Results of mean value of friction coefficient for sliding pair of PEEK/BG material –  $Al_2O_3$  surface layer fabricated via the pulse method

Wpływ parametrów procesu wytwarzania nanoceramicznych warstw powierzchniowych na współczynnik tarcia badanych skojarzeń prezentuje **Rys. 7**. Uzyskane wyniki wskazują na porównywalną lub nieznacznie niższą wartość średniego współczynnika tarcia ( $\mu = 0,13 \div 0,16$ ) w skojarzeniach, w których zastosowano warstwy anodowane przy wypełnieniu impulsu w zakresie  $75 \div 50\%$ , w stosunku do skojarzenia, w którym przeciwpróbką była warstwa referencyjna – DC ( $\mu = 0,16$ ). Natomiast pary ślizgowe, w których zastosowano warstwy powierzchniowe wytwarzane przy 25% stopniu wypełnienia impulsu prądu cechowała wyższa wartość współczynnika tarcia ( $\mu = 0,16 \div 0,24$ ) – szczególnie te, w których zaobserwowano wspomniane wcześniej luźne produkty zużycia (pył z tworzywa PEEK/BG).

## WNIOSKI

- Zastosowanie metody impulsowej o prostokątnym przebiegu prądu do elektrochemicznego wytwarzania nanoceramicznych warstw powierzchniowych  $Al_2O_3$  na stopie aluminium EN AW-5251 pozwala na poprawę ich właściwości tribologicznych we współpracy ślizgowej bezolejowej z tworzywem konstrukcyjnym PEEK/BG.
- Parametry procesu wytwarzania warstw powierzchniowych (anodowania impulsowego), tj. częstotliwość prądu oraz wypełnienie impulsu prostokątnego prądu, w istotny sposób wpływają na zużycie liniowe pary trącej tworzywo polimerowe–warstwa tlenkowa oraz zużycie masy tworzywa PEEK/BG.
- Uzyskane wyniki badań wskazują na korzystne zastosowanie częstotliwości prądu anodowania w zakresie  $1 \div 5$  Hz – co pozwala na znaczne zwiększenie trwałości eksploatacyjnej węzła tribologicznego. Biorąc pod uwagę, iż zużyciu ulega przede wszystkim polimerowy tribopartner, można osiągnąć nawet 2,5-krotną poprawę trwałości węzła.
- Niekorzystne jest stosowanie w procesie anodowania impulsowego niskich stopni wypełnienia impulsu prostokątnego prądu (25%) przy wysokich jego częstotliwościach ( $25 \div 75$  Hz). Tak wytwarzane warstwy powierzchniowe  $Al_2O_3$  cechuje podwyższone zużycie współpracującego z nimi tworzywa polimerowego i zwiększone siły tarcia węzła, związane ze wzrostem parametrów amplitudowych struktury geometrycznej powierzchni warstw  $Al_2O_3$  i zużyciem ściernym polimerowego tribopartnera.

## LITERATURA

1. Posmyk A.: Kształtowanie właściwości tribologicznych warstw wierzchnich tworzyw na bazie aluminium, Zeszyty naukowe Politechniki Śląskiej, Z. 62, Gliwice 2002.



2. Skoneczny W.: Kształtowanie właściwości warstw wierzchnich aluminium i jego stopów metodą anodowania twardego, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej Filia w Bielsku-Białej, Bielsko-Biała 2001.
3. Kmita T., Skoneczny W.: Wzrost trwałości eksploatacyjnej skojarzenia tworzywo polimerowe–powłoka tlenkowa wytwarzana metodą anodowania impulsowego, Eksploatacja i Niezawodność, t. 45, 2010, nr 1, s. 77–82.
4. Ashassi-Sorkhabia H., Hagraha A., Parvini-Ahmadib N., Anzooric J.: Zinc-nickel alloy coatings electrodeposited from a chloride bath using direct and pulse current, Surface and Coatings Technology, t. 140, 2001, nr 3, s. 278–283.
5. Colombini C.: The use of pulse rectifiers in anodizing and plating, Metal Finishing, 1992, nr 5, s. 42–46.
6. Fratila-Apachitei L.E., Duszczyk J., Katgerman L.: AlSi(Cu) anodic oxide layers formed in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> at low temperature using different current waveforms. Surface and Coatings Technology, 2003, nr 3, s. 232–240.
7. Kmita T.: Właściwości anodowych powłok tlenkowych na aluminium wytwarzanych metodą impulsową, Inżynieria Materiałowa, t. 176, 2010, nr 4, s. 1104–1107.
8. Kmita T.: Wpływ parametrów procesu anodowania impulsowego na topografię powierzchni anodowych powłok tlenkowych na aluminium, Tribologia, t. 243, 2012, nr 3, s. 61–67.

## Summary

The paper presents a study on the influence of production parameters of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoceramics surface layers on the tribological properties in cooperation with the PEEK/BG plastic. The Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface layers were prepared by anodizing pulse method on an EN AW-5251 aluminium alloy base. Anodizing was carried out using rectangular pulse waveforms with a variable pulse frequency (1 to 75 Hz) and variable duty cycles of the current pulse (25 to 100%). The testing was carried out in sliding, oil-free cooperation with PEEK / BG plastic in reciprocating motion on the T-17 stand. The tribological tests were conducted under conditions corresponding to the operation of oil-free pneumatic cylinders.

Tribological tests were complemented by surface topography measurements of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layers by profilometer method using a Talysurf Series 2 stand.

The results show that during the modification of the parameters of anodizing process's current pulse, the parameters amplitudes of surface topography are reduced. The presented method allows the improvement of the tribological properties of the nanoceramics Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface layers in cooperation with the PEEK / BG material.