

Schlussbericht vom 31.05.2022

zu IGF-Vorhaben Nr. 20747 BR

Thema

Verschleißprognose für gemischte tribologische Belastungen von außenstromlos abgeschiedenen und wärmebehandelten Ni/P-Schichten

Berichtszeitraum

01.12.2019-31.01.2022

Forschungsvereinigung

Deutsche Gesellschaft für Galvano- und Oberflächentechnik e.V. - DGO

Forschungseinrichtung(en)

Technische Universität Chemnitz

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik

Professur Werkstoff- und Oberflächentechnik

Gefördert durch:

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhalt

Abbildungsverzeichnis.....	2
Tabellenverzeichnis.....	4
1. Einleitung und Zielsetzung	4
1.1 Zusammenfassung des Forschungsvorhabens	5
1.2 Technischer und wissenschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse	5
2. Arbeiten im Forschungsvorhaben	6
2.1 Schichtherstellung	6
2.2 Wärmebehandlung	7
2.3 Parameteridentifikation	7
2.4 Schichtcharakterisierung	10
2.5 Ermittlung Gleitverschleiß	12
2.6 Ermittlung Taber-Abraser	13
2.7 Ermittlung Scratch-Test.....	16
2.8 Ermittlung Schwingverschleiß.....	19
2.9 Modelbildung + Erstellung Verschleißkatalog	22
3. Zusammenfassung und Ausblick	25
4. Verwendung der Zuwendung.....	25
5. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	26
6. Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft	26
7. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzen der erzielten Ergebnisse	27
8. Anhang.....	28

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Querschliff einer Ni/P-Schicht mit 3,7 % P-Gehalt.....	10
Abbildung 2: Verschleißfläche der auf Gleitverschleiß getesteten Proben mit 10.000 Zyklen und 20 N (links). Tabelle für die Zuordnung der Probennummern (rechts).	12
Abbildung 3: TWI-Werte der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).	13
Abbildung 4: TWI-Werte der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der Mid-Phos-Schicht (bleistabilisiert, 9,3 % P) (rechts).....	14
Abbildung 5: TWI-Werte der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der High-Phos-Schicht (bleistabilisiert, 14,0 % P) (rechts).	15
Abbildung 6: TWI-Werte von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt.	15
Abbildung 7: Ritzenergiedichten der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).....	16
Abbildung 8: Ritzenergiedichten der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der Mid-Phos-Schicht (9,3 % P) (rechts).....	17
Abbildung 9: Ritzenergiedichten der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der High-Phos-Schicht (14,0 % P) (rechts).....	18
Abbildung 10: Ritzenergiedichten von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt.	19
Abbildung 11: Verschleißvolumen der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleißes der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).....	20
Abbildung 12: Verschleißvolumen der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleißes der Mid-Phos-Schicht (9,3 % P) (rechts).....	21
Abbildung 13: Verschleißvolumen der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleißes der High-Phos-Schicht (14,0 % P) (rechts).....	21
Abbildung 14: Verschleißvolumen von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt unter reversierendem Schwingverschleiß.	22
Abbildung 15: Verschleißkatalog auf Grundlage der MatLab-Software.	23
Abbildung 16: Eingabefunktionen für den Nutzers.	23

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Untersuchte Schichten und die anfertigenden Unternehmen.	6
Tabelle 2: Matrix der durchgeführten Wärmebehandlungsparameter.	7
Tabelle 3: Probennummerierung nach Wärmebehandlungsparametern.	7
Tabelle 4 Phosphormassenanteile der untersuchten Ni/P-Schichten mit RFA-Mapping zum Überprüfen der Homogenität und ICP-OES.	11
Tabelle 5: Ergebnisse aller Taber-Abraser-Tests nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung).	30
Tabelle 6: Ergebnisse aller Ritzenergiedichten nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung).	31
Tabelle 7: Ergebnisse aller reversierenden Schwingverschleiß-Tests nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung). Rot markierten Werte stellen die Verschleißproben dar, die beim Test versagten.	32

1. Einleitung und Zielsetzung

1.1 Zusammenfassung des Forschungsvorhabens

Das Ziel des Vorhabens bestand darin, für chemisch abgeschiedene Nickel-Phosphorschichten ein anwenderorientiertes Vorhersagemodell in Bezug auf die Grundverschleißarten für eine gezielte Wärmebehandlung aufzustellen. Dieses soll dem Anwender den optimalen Phosphorgehalt und geeignete Wärmebehandlungsparameter für das zu beschichtende Bauteil im individuellen Anwendungsfall liefern.

Dafür wurden industriell gefertigte Ni/P-Schichten mit unterschiedlichen Phosphorgehalten (niedrig-, mittel- und hochphosphorhaltig) und reproduzierbaren Eigenschaften als Ausgangspunkt genommen und hieran umfassende Untersuchungen mit verschiedenen Verschleißtests durchgeführt. Diese Verschleißtests wurden den dort vorrangig auftretenden Verschleißarten zugeordnet und quantifizier- und vergleichbare Kennwerte wie Verschleißvolumen, Ritzenergiedichte, Taber-Wear-Index und Härte gemessen. Mithilfe dieser Daten und einer Interpolation wurde das Modell erstellt und frei zur Verfügung gestellt. KMU können nun interaktiv eine Wichtung der Verschleißarten individuell einstellen und erhalten die in Bezug auf Phosphorgehalt, Wärmebehandlungstemperatur und -dauer optimierten Parameter. Zusätzlich sollte ein Vergleich zwischen bleistabilisierten Grundelektrolyten bzw. Elektrolyten mit alternativen Stabilisatorsystemen aufgestellt und in Bezug seiner Performance auf Verschleiß untersucht werden.

1.2 Technischer und wissenschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse

Durch die enge Zusammenarbeit mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurden Grundlagen für eine effiziente Wärmebehandlung von Low-, Mid- und High-Phos-Schichten aus zum einen bleifreien und zum anderen bleistabilisierten Elektrolyten erarbeitet. Durch die Optimierung der Wärmebehandlungsschritte werden kostengünstige Prozessrouten in Bezug auf Zeit und Energieersparnis erschlossen. Die Anwendung der Forschungsergebnisse wird in Produkten, die außenstromlos vernickelt und anschließend wärmebehandelt werden, zu verbesserten Gebrauchseigenschaften bzw. erhöhter Lebensdauer führen. Durch das Anbieten von Produkten mit verbesserten Eigenschaften entstehen für die anwendenden Unternehmen wichtige Wettbewerbsvorteile. Die einfache Modifikation der industriell angewandten Wärmebehandlungsprozesse gewährleistet bei KMU eine optimale und schnelle Anwendung. Neben der Zeit- und Energieeinsparung kann auch das Anwendungsspektrum der chemisch abgeschiedenen Ni/P-Schichten erweitert werden, da die Wärmebehandlungstemperatur gesenkt und damit auch temperaturempfindliche Bauteile beschichtet und wärmebehandelt werden können. Durch einfache Handhabung einer frei zugänglichen, interaktiven Übersicht zur

Bewertung der kombinierten Verschleißbeständigkeit ist eine Reduktion des Zeitaufwandes zur Bewertung und Herstellung von Ni/P-Schichten zu erwarten. Außerdem konnte durch den direkten Vergleich der REACH-konformen, bleifreien Elektrolytsysteme mit bleihaltigen Elektrolyten die Verschleißbeständigkeit in unterschiedlichen tribologischen Systemen direkt miteinander verglichen werden.

2. Arbeiten im Forschungsvorhaben

2.1 Schichtherstellung

Die Substrate, auf denen die Ni/P-Schichten abgeschieden werden sollten, wurden angefertigt. Für den Taber-Abraser-Test wurden Stahlplatten benötigt, die die Maße 100 × 100 × 2 mm³ aufweisen. Diese wurden durch die in der ASTM B733-97 Appendixes X1 beschriebenen Massengenauigkeit von ± 0,1 mg und der eingesetzten Waage bestimmt. Es wurden Löcher mit einem Durchmesser von 4 mm an den jeweilig gegenüberliegenden Seiten durch Laserschneiden eingebracht. Diese waren sowohl für die Aufhängung im Galvanikbad als auch für die Aufhängung während der Wärmebehandlung notwendig. In der Mitte der Platte wurde ein Ø 7 mm Loch ebenfalls durch Laserschneiden eingebracht, mit dem die Probe am Taber-Abraser-Test befestigt wird. Die Substrate, die für die Verschleißtests Ball-on-Disk, Scratch-Test und Vibrationsverschleißtribometer benötigt werden, wurden von einer Stahlstange (S235) mit dem Durchmesser von 40 mm Abstand von 10 mm abgedreht und mit zwei gegenüberliegenden Löchern für die Aufhängung der Substrate im Elektrolyten und während der Wärmebehandlung versehen. Zunächst wurde angenommen, dass eine abgedrehte Oberfläche für die übrigen Verschleißtests ausreicht. Allerdings bildet das Verfahren der chemischen Metallabscheidung die Oberfläche sehr gut ab. Ohne weitere Vorbehandlung der Oberfläche würden während der Verschleißmessung große Schwankungen durch die inhomogene Oberfläche entstehen. Aus diesem Grund wurden die Stahlsubstrate vor dem Versand an die einzelnen Beschichter geschliffen und poliert. Dies war nicht nur wegen der Coronavirus-Pandemie ein enormer zeitlicher Mehraufwand. Die Schichtherstellung wurde durch die jeweiligen Unternehmen aus dem PA durchgeführt (Tabelle 1).

Tabelle 1: Untersuchte Schichten und die anfertigenden Unternehmen.

Firma	Beschichtung
NovoPlan GmbH	Low-Phos (Pb), Low-Phos, Mid-Phos (Pb)
Dr.-Ing. Max Schlötter GmbH & Co. KG	Mid-Phos, High-Phos
COVENTYA GmbH	High-Phos (Pb)
Deatwyler SwissTec AG	Ni/P + W
LKS Kronenberger GmbH	Hartchrom

2.2 Wärmebehandlung

Die durchgeführte Wärmebehandlung wurde in einem Hochtemperaturumluftofen (Fa. Carbolite, Typ E201) durchgeführt. Dabei wurden die Proben mit Haken an einem mit Löchern perforierten Stahlblech aufgehängt. Besonders beachtet wurde, dass sich die Proben untereinander nicht berühren und die vorgeschriebene Wärmebehandlungsdauer strikt eingehalten wurde. Um die Nähe zu den anwendenden Unternehmen zu gewährleisten, wurden die Proben unter atmosphärischen Bedingungen sowohl wärmebehandelt als auch bei Raumtemperatur abgekühlt. Die genutzten Wärmebehandlungsparameter sind in Tabelle 2 aufgeführt. Diese leiten sich aus den relevanten Zusammenhängen von Wärmebehandlung und Verschleißarten aus Vorversuchen und Literaturdaten ab.

Tabelle 2: Matrix der durchgeführten Wärmebehandlungsparameter.

Wärmebehandlungsdauer (min)	Wärmebehandlungstemperatur (°C)					
		280	300	350	400	500
20				x	x	x
30			x	x	x	x
60		x	x	x	x	
120		x	x	x		x
As deposited	x					

Die rot markierte Wärmebehandlung wurde aufgrund der Interpolation in der erstellten Software hinzugefügt. Mit dieser konnte der Rechenaufwand erheblich verringert werden. Für die Zuordnung der Proben in allen folgenden Diagrammen wurde Tabelle 3 aufgestellt.

Tabelle 3: Probennummerierung nach Wärmebehandlungsparametern.

Nr.	Temp. (°C)	Zeit (min)	Nr.	Temp. (°C)	Zeit (min)
1	280	120	9	350	20
2	280	60	10	400	60
3	300	120	11	400	30
4	300	60	12	400	20
5	300	30	13	500	30
6	350	120	14	500	20
7	350	60	15	22	0
8	350	30	16	500	120

2.3 Parameteridentifikation

Die Parameteridentifikation nahm einen nicht unerheblichen Teil der Projektbearbeitung in Anspruch. Ziel war es, mit einem einzigen Parametersatz möglichst alle Beschichtungen messen zu können, ohne die Schicht durchzuprüfen. Außerdem wurde darauf geachtet, dass eine hohe Verteilung der Messwerte erreicht wird, um auch geringe Unterschiede der Schichteigenschaften zu erkennen. Dies wurde durch den Vergleich der Schicht mit dem größten sowie der mit dem geringsten erwarteten Verschleiß validiert. Der Abschluss der Parameteridentifikation konnte erst nach dem Erhalt der letzten Schichten von den Firmen erfolgen. Die relative Luftfeuchtigkeit betrug bei allen Tests ca. 30 % und die Temperatur im Raum lag bei 21 °C. Sichergestellt wurden diese Raumbedingungen durch eine Klimatisierung. Weiterhin ist zu erwähnen, dass alle durchgeführten Verschleißtests ohne Schmierung durch Öl oder Fette stattgefunden haben und die Oberfläche der Schichten mit Ethanol vor Testbeginn gereinigt wurde.

Taber-Abraser:

Das verwendete Gerät für die Untersuchungen ist der Taber® Abrasion Tester Model 5150 der Firma Erichsen. Die Parameteridentifikation gestaltete sich für den Taber-Abraser-Test am einfachsten. Hier werden die Testbedingungen durch die ASTM B-733-97 „Standard Specification for Autocatalytic (Electroless) Nickel-Phosphorous Coatings on Metal“ festgelegt. Die verwendenden Abriebrollen sind die Calibrase® CS-10. Nach 1000 Zyklen wird die Massendifferenz der Proben ermittelt. Dafür wird eine Präzisionswaage von Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. mit der Modellnummer MSA524S verwendet. Diese ist in der Lage, wie in der ASTM vorgeschrieben, den Massenabtrag mit $\pm 0,1$ mg Genauigkeit zu messen. Nach jeden 1.000 Zyklen wird die Oberfläche der Abriebrollen durch 50 Zyklen auf S11 Refacing Discs erneuert. Dabei wird der entstandene Abtrag an den Rollen während des Prozesses durch einen Industriestaubsauger oberflächennah entfernt. Dieses Vorgehen wurde für jede Probe zehnmal wiederholt, sodass 10 000 Zyklen insgesamt für jede Probe durchgeführt wurden. In die Betrachtung der Werte fließen allerdings die ersten 3000 Zyklen nicht ein, da sich zum einen während der Wärmebehandlung eine Oxidschicht bildet, die die Werte verfälschen würde, und zum anderen die Rauheitsspitzen auf den Proben eingeebnet werden sollen, damit der Anteil des Furchungverschleißes minimiert wird. Zur statistischen Absicherung wurden drei Verschleißtests pro Wärmebehandlungszustand durchgeführt. Aus den Messungen wurde dann der Taber Wear Index (TWI) berechnet, der den Durchschnitt aller Messungen angibt und als quantifizierbarer Wert für den Wälzverschleiß geeignet ist.

Scratch-Test:

Die Scratch-Tests wurden am Ritzgerät (Revetest-RST, CSM Instruments SA, Schweiz) durchgeführt. Um die verwendeten Parameter zu identifizieren, wurden solche Proben miteinander verglichen, bei denen aus Erfahrungswerten die beste bzw. die schlechteste Verschleißbeständigkeit vermutet wurde. Diese Proben waren: Low-Phos (bleifrei) mit einer Wärmebehandlung von 280 °C für 60 min, Low-Phos (bleifrei) 400 °C für 30 min, High-Phos (bleifrei) 280 °C für 60 min und High-Phos (bleifrei) 400 °C für 30 min. Zunächst wurde für alle diese Proben ein progressiver Scratch-Test durchgeführt. Dabei wurde die Belastung

von 0 bis 200 N gewählt. Da bei einer Belastung von 30 N keine der Schichten durchgeprüft wurde, wurde diese als Belastungskraft für alle weiteren Messungen eingestellt. Die übliche Ritzlänge von 10 mm wurde aufgrund der enormen Zeitersparnis auf 5 mm verkürzt. Vergleichsmessungen zeigten, dass auch bereits bei dieser Länge das komplementäre Ergebnis erhalten wurde. Der Vorschub von 2,50 mm/min wurde aufgrund der guten Erfahrung mit diesem Parameter beibehalten. Nach den durchgeführten Scratches wird die Ritzquerschnitt mithilfe eines Tastschnittgeräts Hommel Etamic T4000 der Firma Jenoptik taktil erfasst. Anschließend wird der Ritzquerschnitt durch Integration des Tiefenverlaufs über die Ritzbreite berechnet. Um die für diesen Test quantitative Größe zu erhalten, wird die Tangentialkraft F_t , die durch das Prüfgerät aufgenommen wird, durch den Ritzquerschnitt geteilt. Der daraus resultierende Wert ist die Ritzenergiedichte. Für die Validierung der Werte wurden jeweils vier Scratches auf zwei Rundproben der gleichen Wärmebehandlung durchgeführt. Durch Schwankungen in der Schichtdicke von bis zu 5 μm , die während der Schichtcharakterisierung identifiziert wurden, war die Betrachtung über die benötigte Kraft für den Schichtdurchbruch für das Ziel des Projektes leider nicht zielführend, da sich nur bei hinreichend gleicher Schichtdicke bei allen Ni/P-Schichten ein vergleichbarer Wert ergeben würde.

Schwingverschleiß

Der Schwingverschleiß wurde am Tribometer SVT40 der Firma Wazau durchgeführt. Ähnlich dem Scratch-Test wurde auch die Parameteridentifikation für den Schwingverschleiß durchgeführt. Anders als beim Scratch-Test konnte hier keine progressive Messung durchgeführt werden. Daher mussten in einer Vielzahl an Versuchen die passenden Prüfparameter für Schwingfrequenz und Testdauer ermittelt werden, bei denen die meisten Schichten nicht versagten. Wie später gezeigt wird, waren selbst die ausgewählten moderaten Bedingungen nicht für alle Zustände geeignet. Eine weitere Reduzierung der Parameter hätte allerdings den Vergleich zwischen den verschleißbeständigen Proben nahezu unmöglich gemacht. Es wurde eine Normalkraft von 5,95 N gewählt. Die eingestellte Schwingfrequenz betrug 20 Hz für 15 min. Der resultierende, quantifizierbare Wert ist das Verschleißvolumen der sich bildenden Kalotte. Diese wurde durch ein 3D-Profilometer (MicroCAD compact) ausgemessen. Wie auch bei den Scratch-Tests wurden hier jeweils 4 Kalotten auf zwei unterschiedlichen Rundproben der gleichen Wärmebehandlung geprüft.

Gleitverschleiß

Der Gleitverschleiß wurde an einem Tribometer der Firma Tetra mit einer Vorrichtung für den Ball-on-Disk-Test durchgeführt. Allerdings gestaltete es sich schwierig, einen geeigneten Parametersatz festzulegen. Die für den Gleitverschleiß anfälligsten Schichten sind bei einem typischen Parametersatz bereits nach sehr wenigen Umdrehungen bis auf den Grundwerkstoff durchdrungen. Demgegenüber steht eine Vielzahl an Nickel-Phosphor-Schichten, die dabei nur in geringem Maße verschleifen. Um diese trotzdem geeignet quantifizieren zu können, wurden zunächst zwei Parametersätze festgelegt, wobei einer für die für den Gleitverschleiß widerstandsfähigeren und einer für die anfälligen Oberflächen gebildet wird. Für die verschleißfesten Schichten wird eine Zyklenzahl von 10.000 Zyklen und eine Kraft von 20 N festgelegt. Für die Schichten mit hohem Gleitverschleiß werden

3.000 Zyklen und 10 N eingestellt. Der Durchmesser der Gleitbahn von 6 mm sowie der Gegenkörper bestehend aus 100Cr6 und die Geschwindigkeit von 100 rpm ist für beide Parametersätze gleich. Es wurde jeweils eine Verschleißspur auf zwei unterschiedlichen Proben geprüft und diese dann mit dem Tastschnittgerät zu vermessen. Dabei wurden vier Mal die Verschleißquerschnittsflächen an einem Kreis alle 90° gemessen und anschließend der Mittelwert aus diesen gebildet.

2.4 Schichtcharakterisierung

Die wesentlichen Aufgaben der Schichtcharakterisierung vor der Wärmebehandlung sind die Bestimmung der Schichtdicke und des Schichtaufbaus sowie der vorliegende Phosphorgehalt. Für die Schichtdicke und den Schichtaufbau wurden Stichproben der einzelnen Ni/P-Schichten genommen und Querschliffe von diesen angefertigt. In Abbildung 1 ist ein Beispiel eines Querschliffes von einer Low-Phos-Schicht dargestellt.

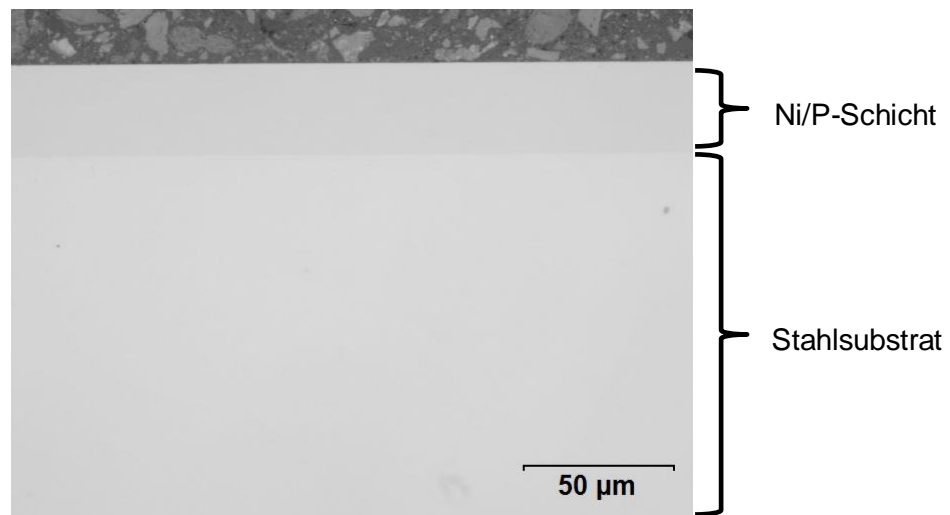


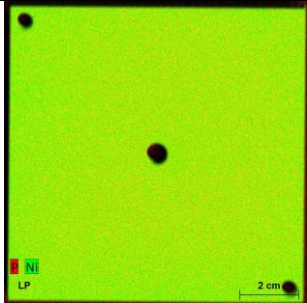
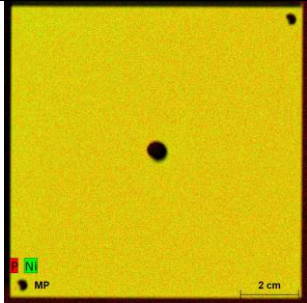
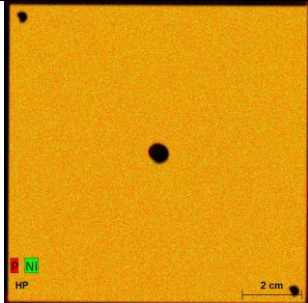
Abbildung 1: Querschliff einer Ni/P-Schicht mit 3,7 % P-Gehalt.

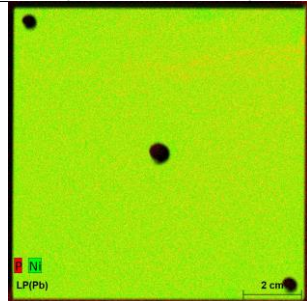
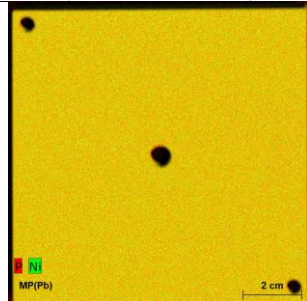
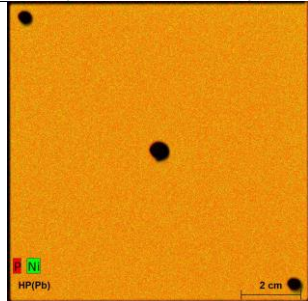
Die hier gezeigte Probe weist eine Schichtdicke von 26,1 µm auf und ist vollständig kompakt und rissfrei. Alle untersuchten Proben wiesen eine solche Morphologie auf und waren somit für die Verschleißuntersuchungen geeignet.

Der Phosphorgehalt der von den Firmen hergestellten Schichten wurde durch zwei Methoden untersucht. Zum einen wurde das ICP-OES Spektrometer Optima 8300 der Firma Perkin Elmer genutzt. Dafür wurden Stichproben aus allen erhaltenen Proben genommen, in 10 × 10 mm² große Stücke geschnitten und anschließend in Königswasser bei 120 °C gelöst und im Spektrometer gemessen. Die andere angewendete Analysemethode erfolgte über Röntgenfluoreszenz. Dabei wurde das Röntgenfluoreszenz-Spektrometer M4 TORNADO der Firma Bruker genutzt. Das Gerät ist in der Lage, die gesamten Oberfläche einer Probe zu erfassen, abzurastern und die lokale Elementverteilung darzustellen. Dabei wurden die Taber-Abraser-Proben auf ihrer gesamten Oberfläche untersucht. Das durchgeführte Mapping über die

Oberfläche führte 11.200 Messpunkte über die gesamte Oberfläche aus und mittelte die erhaltenen Werte. Die Ergebnisse der beiden Untersuchungsmethoden wurden in Tabelle 4 zusammengefasst.

Tabelle 4 Phosphormassenanteile der untersuchten Ni/P-Schichten mit RFA-Mapping zum Überprüfen der Homogenität und ICP-OES.

	Low-Phos	Mid-Phos	High-Phos
RFA-Mapping			
P-Gehalt: ICP	3,2 %	8,9 %	12,2 %
P-Gehalt: RFA	4,3 %	9,8 %	10,8 %
P-Gehalt: Tool	3,8 %	9,4 %	11,5 %

	Low-Phos (bleistabilisiert)	Mid-Phos (bleistabilisiert)	High-Phos (bleistabilisiert)
RFA-Mapping			
P-Gehalt: ICP	4,0 %	10,1 %	14,0 %
P-Gehalt: RFA	4,3 %	9,8 %	14,0 %
P-Gehalt: Tool	4,2 %	10,0 %	14,0 %

Anhand des RFA-Mapping kann die einheitliche Verteilung des Phosphorgehaltes über die gesamte Probe bestätigt werden. Somit spielt es keine Rolle, an welcher Stelle der Proben die Verschleißuntersuchungen durchgeführt werden. RFA und ICP-OES liefern vergleichbare Werte. Für die Auswertung im Vorhersagetool wird der Mittelwert der beiden Messergebnisse angenommen.

Die von den Unternehmen gelieferten, industriesrelevanten Mid-Phos-Schichten wiesen Phosphorgehalte auf, die sich an der oberen Grenze des Mid-Phos-Bereichs mit 9,4 % P beziehungsweise sogar genau auf der Grenze mit 10 % P befinden. Somit liegen diese Schichten zwar noch im Mid-Phos-Bereich, allerdings beeinflusst dies den abgedeckten Parameterraum des Vorhersagetools negativ.

2.5 Ermittlung Gleitverschleiß

Die Ermittlung des Gleitverschleißes führte nicht zu zufriedenstellenden Ergebnissen. Die Testparameter waren: 100 rpm; 10.000 Zyklen; 6 mm Durchmesser und 20 N Prüflast. Nachdem die erste Hälfte der erhaltenen Proben mit diesem Parametersatz überprüft wurden, ergaben sich die in Abbildung 2 gezeigten Ergebnisse. Die Auswahl der gezeigten Proben wurde durch die Verschleißtiefe vorgegeben. Viele der Proben zeigten bei einem der Tests eine Verschleißtiefe über 30 µm. Das bedeutet, dass nicht mehr gewährleistet werden kann, dass ausschließlich die Schicht geprüft wurde. Diese verschleißanfälligeren Schichten wurden mit der geringeren Zyklenzahl von 3.000 Zyklen und einer Prüflast von 10 N geprüft. Um diese Proben für die anfälligeren Parameter zu identifizieren, müssen diese allerdings ebenfalls mit der hohen Beanspruchung geprüft werden, da keine Vorhersage getroffen werden konnte. Dies steigerte den zeitlichen Aufwand enorm.

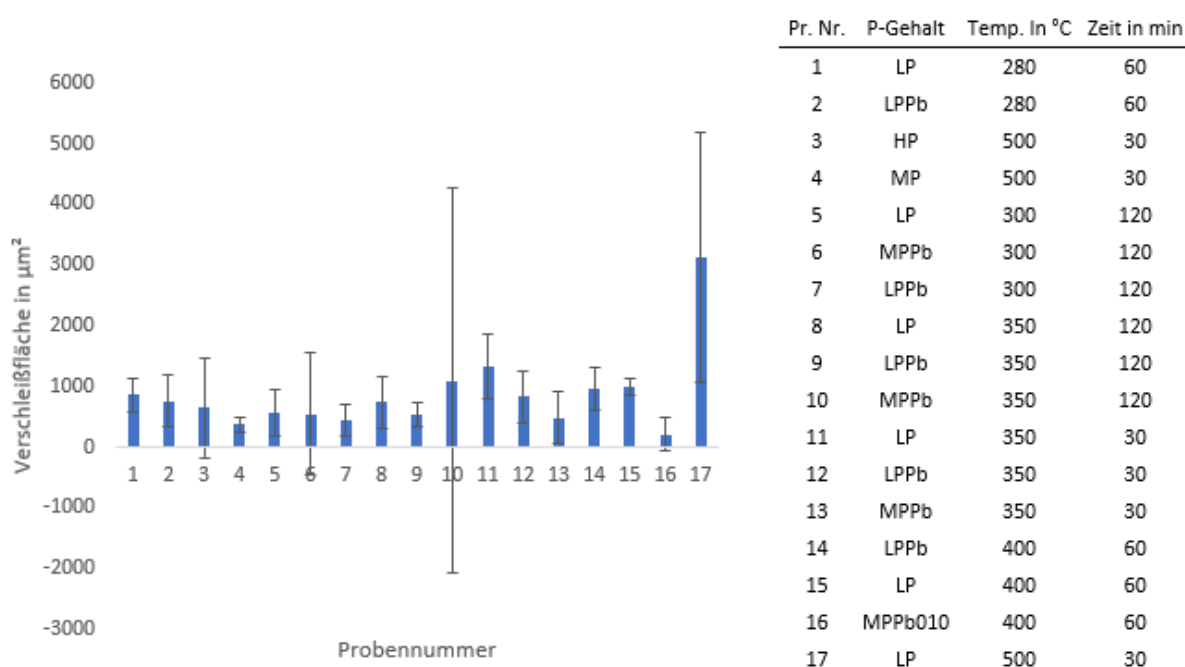


Abbildung 2: Verschleißfläche der auf Gleitverschleiß getesteten Proben mit 10.000 Zyklen und 20 N (links). Tabelle für die Zuordnung der Probennummern (rechts).

Aufgrund der in Abbildung 3 gezeigten, hohen Standardabweichungen wurde der Test nicht in die Betrachtung für das Anwendertool einbezogen. Die Unsicherheit der Ergebnisse hätte zu sehr ungenauen Vorhersagen geführt. Trotz einer Validierung der Werte durch das Testen von drei verschiedenen Proben, war die Standardabweichung mitunter größer als die erhaltenen Werte. Um die Standardabweichung für diese Parameter zu verringern, hätte es mindestens den doppelten Zeitaufwand der Tests benötigt. Das bedeutet, dass eine gut validierte Aussage über den Gleitverschleiß mit diesen Schichten und den relevanten Prüfparametern nicht gewährleistet werden kann. Um quantitative Aussagen über den Gleitverschleiß mithilfe des zur Verfügung stehenden Geräts zu untersuchen, hätte vermutlich die 100Cr6 Kugel durch Keramik oder gehärteten Stahl ersetzt werden müssen. Allerdings geht dadurch der Bezug zur realistischen Anwendung verloren.

2.6 Ermittlung Taber-Abraser

Das Prüfen der Ni/P-Proben mithilfe des Taber-Abraser-Tests konnten erfolgreich abgeschlossen werden. Die einzelnen Werte sind im Anhang in

Tabelle 5 zusammengefasst.

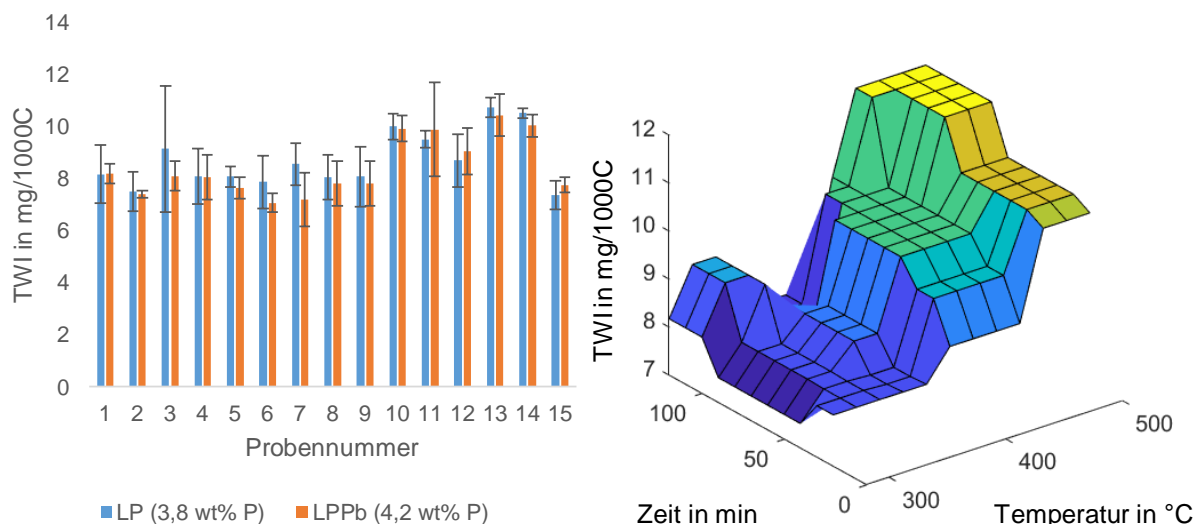


Abbildung 3: TWI-Werte der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).

Um die Plausibilität der Wert zu zeigen, sind in den nachfolgenden Abbildungen die erhaltenen Werte mit Standardabweichungen angegeben. Dabei wurde der Taber-Wear-Index (TWI) aus dem arithmetischen Mittel aller 21 Messergebnisse (3 × 7000 Zyklen) für einen Wärmebehandlungsparametersatz ermittelt. Aus diesen Werten wurde die Standardabweichung berechnet (Abbildung 3).

Die ermittelten Werte für den Taber-Wear-Index für chemisch Nickelschichten mit niedrigem Phosphorgehalt zeigen eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den Schichten, die im Elektrolyten mit Blei stabilisiert und denen, die mit einem bleifreien Elektrolyten hergestellt wurden. Somit lässt sich für diesen Fall sagen, dass die REACH-konformen Elektrolyte die gleiche Performance in der gebildeten Schicht zeigen wie die bleistabilisierten. Bemerkenswert ist, dass eine Wärmebehandlung der LP-Schichten (Low-Phos) immer zu einem höheren TWI führt, was gleichzeitig mit einem höheren Verschleiß für diese Messung einhergeht. Auch für die LPPb-Schichten (Low-Phos, bleistabilisiert) führt eine Wärmebehandlung häufig zu höheren TWI-Werten. Auf der rechten Seite der Abbildung 3 ist die dreidimensionale Darstellung der Low-Phos-Schichten gezeigt, die aus den Berechnungen für das Anwendertool entstanden ist. Diese Abbildung ist wie die nachfolgenden dreidimensionalen Abbildungen ein Beispiel, wie das fertige Tool die Verschleißwerte anschaulich ausgibt. Im fertigen Tool hat der Anwender zusätzlich die Möglichkeit, die Anwendung frei zu drehen.

Bei Betrachtung der Mid-Phos-Schichten ist auch hier zu erkennen, dass die erhaltenen Werte mit und ohne Bleistabilisierung sehr ähnlich sind. Somit stehen die REACH-konformen Elektrolyte

den bleistabilisierten in keiner Weise nach. Die nicht wärmebehandelten Schichten sind verschleißanfälliger. Behandelt man eine Mid-Phos-Schicht 120 min bei 350 °C, kann der TWI-Wert um 40 % gesteigert werden. Dieselben Parameter sind für die bleistabilisierten Proben gültig, mit einer Steigerung um 44 %.

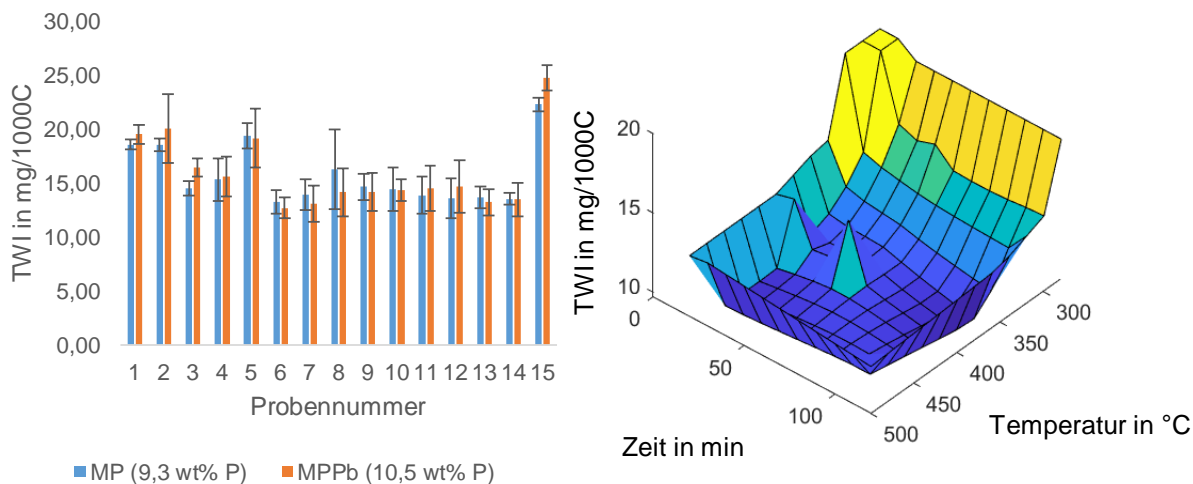


Abbildung 4: TWI-Werte der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der Mid-Phos-Schicht (bleistabilisiert, 9,3 % P) (rechts).

Die erhaltenen Werte haben für Verschleißuntersuchungen geringe Standardabweichungen. Im Gegensatz zu den Low-Phos-Schichten zeigen die Mid-Phos-Schichten bei höheren Wärmebehandlungstemperaturen insgesamt niedrigere TWI-Werte und damit eine höhere Verschleißbeständigkeit. Der gleiche Trend ist für die untersuchten High-Phos-Schichten zu erkennen. Der Vergleich zwischen den bleistabilisierten und bleifreien Elektrolyten hergestellten Schichten ist hier allerdings schwieriger, da der Phosphorgehalt mit 12,3 % P und 14,0 % P weiter auseinanderliegt als bei den anderen Systemen. Aus Abbildung 4 geht hervor, dass für fast alle Wärmebehandlungen die High-Phos-Schicht mit dem geringeren Phosphorgehalt einen niedrigeren TWI aufweisen als bei höheren Gehalten. Es wird nicht davon ausgegangen, dass die Stabilisierung des Elektrolyten einen Einfluss auf die Morphologie der Schicht hatte, da kein Blei in den Schichten nachgewiesen werden konnte. Auch aus dem Vergleich der Low-Phos- und Mid-Phos-Schichten ist der Effekt lediglich auf den unterschiedlichen Phosphorgehalt zurückzuführen.

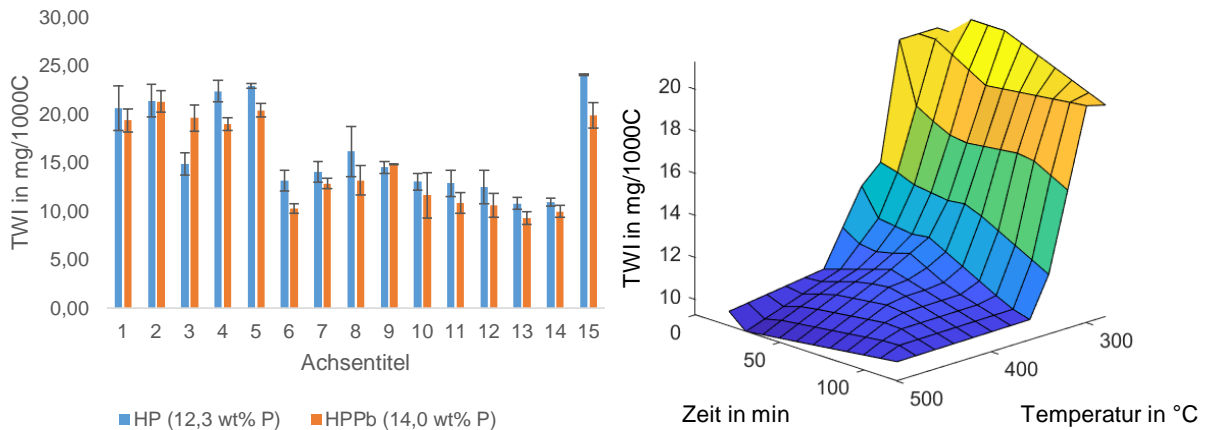


Abbildung 5: TWI-Werte der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Wälzverschleißes der High-Phos-Schicht (bleistabilisiert, 14,0 % P) (rechts).

Die bleistabilisierten Proben zeigen für zwei Parametersätze in der Wärmebehandlung höhere TWI-Werte gegenüber ihrem Ausgangszustand auf. Diese beiden sind 280 °C für 60 min und 300 °C für 60 min. Dies sind die beiden mildesten Wärmebehandlungsparameter. Somit haben diese Wärmebehandlungen noch keinen großen Effekt auf die Morphologie der Schichten und der höhere TWI-Wert ist durch statistische Schwankungen der Messungen zu erklären. Ab Probennummer 6 bis 14 tritt ein Plateau der TWI-Werte auf. Somit lässt sich der TWI nach Wärmebehandlung für 30 min bei 500 °C bereits halbieren und sollte für den Anwendungsfall von korrosionsbelasteten Bauteilen, die dem Wälzverschleiß ausgesetzt sind, in Betracht gezogen werden. Für einen besseren Überblick über alle P-Gehalte werden in Abbildung 6 ausgewählte Probennummern miteinander verglichen.

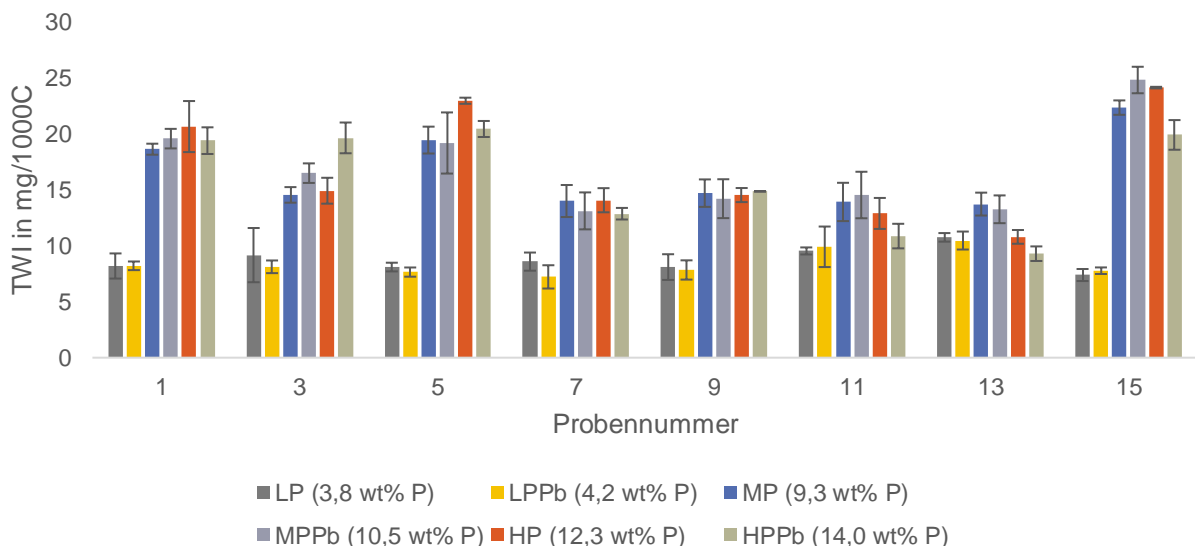


Abbildung 6: TWI-Werte von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt.

Anhand von Abbildung 6 lässt sich zeigen, dass die untersuchten Low-Phos-Schichten fast immer die niedrigsten TWI-Werte aufweisen. Allerdings ist auch hier deutlich zu erkennen, dass Low-Phos-Schichten für die Anwendung im Wälzverschleiß keine Wärmebehandlung im untersuchten Parameterraum benötigen. So wurden keine deutlichen Verbesserungen bzw. in einigen Fällen (z. B. 13) sogar ein negativer Trend aufgenommen. Demgegenüber konnte für High-Phos-Schichten der TWI durch Wärmebehandlungen deutlich verbessert und im Falle von Probennummer 13 (500 °C; 30 min) sogar ein höhere Wert als bei Low-Phos für die gleichen Bedingungen erzielt werden.

Insgesamt konnte das Arbeitspaket Wälzverschleiß vollständig bearbeitet werden. Die Standardabweichungen sind für alle Messungen sehr gering ausgefallen, sodass die Messergebnisse zur Verwendung in das Anwendertool einfließen. Außerdem konnten die Tests zeigen, dass ein REACH-konformer Elektrolyt in Bezug auf die Morphologie der Schicht und damit den zugehörigen Wälzverschleiß im Vergleich mit einem bleistabilisierten Elektrolyten gleichwertige Ergebnisse erzielt. Ein Vergleich unter denselben Bedingungen wurde ebenfalls mit Hartchrom durchgeführt. Hier konnte ein TWI von 1,7 mg/1000C erhalten werden. Der beste Wert aller geprüften Schichten betrug 7,08 mg/1000C und ist damit mehr als viermal so groß wie der für Hartchrom.

2.7 Ermittlung Scratch-Test

Alle vorgesehenen Scratch-Tests wurden erfolgreich abgeschlossen. Die einzelnen Werte sind im Anhang in Tabelle 6 zusammengefasst. Die Größe, die für das Anwendertool eingebracht wird, ist die Ritzenergiedichte W_R . Diese gibt an, welche Furchungsarbeit nötig ist, um ein bestimmtes Materialvolumen an der Probenoberfläche durch Spannen abgetragen oder durch Pflügen verdrängt wird. Diese Definition besagt, dass ein hoher Wert der Ritzenergie für eine verschleißbeständige Schicht steht. Abbildung 7 zeigt die Ergebnisse der Ritzenergiedichten der Low-Phos-Schichten

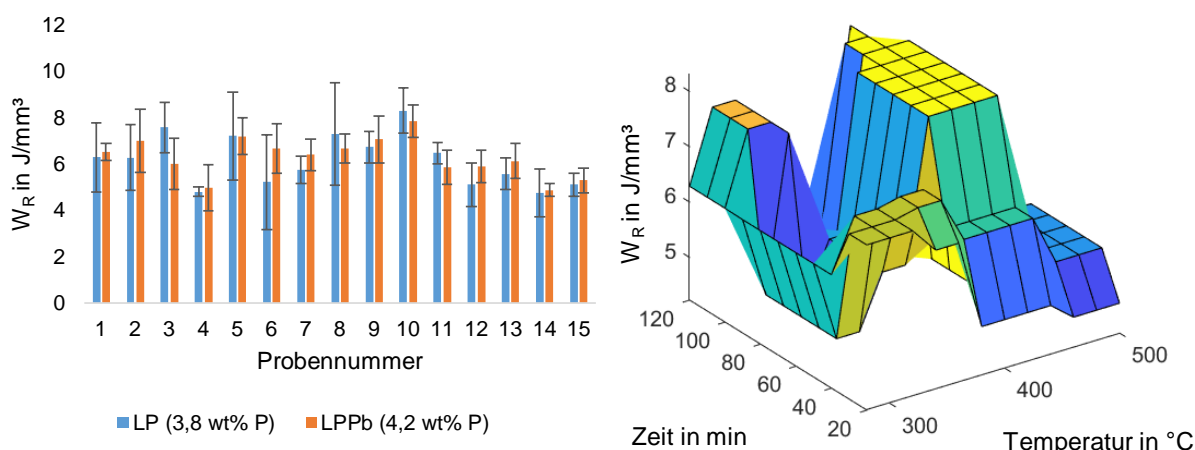


Abbildung 7: Ritzenergiedichten der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).

Die Darstellung der Ritzenergiedichten zeigt gegenüber den Taber-Abraser Tests eine größere Streuung der Werte und damit einhergehend der Standardabweichung. Der Vergleich zwischen Low-Phos und Low-Phos (bleistabilisiert) zeigt für einige Werte eine gute Übereinstimmung. Für die Probennummern 2; 3; 6; 7 und 8 werden jedoch stärkere Abweichungen voneinander beobachtet. Die Ausgangszustände $5,1 \text{ J/mm}^3$ und $5,3 \text{ J/mm}^3$ stimmen nahezu überein. Im Gegensatz zum Taber-Abraser-Test konnte für Low-Phos-Schichten eindeutig eine Verbesserung der Verschleißbeständigkeit für den Furchungverschleiß durch Wärmebehandlung beobachtet werden. Das bedeutet, dass eine Änderung der Morphologie durch Ausscheidungen und Kristallisation erzielt worden sein muss. Verglichen mit höheren Phosphorgehalten wird für die Low-Phos-Schichten eine erhöhte Streuung über den gesamten Parameterraum der Wärmebehandlung im 2D-Profil beobachtet. Gemeinsam haben die Ritzenergiedichten ihr Maximum bei einer Wärmebehandlungsdauer von $400 \text{ }^\circ\text{C}$ für 60 min mit $8,3 \text{ J/mm}^3$ und $7,9 \text{ J/mm}^3$.

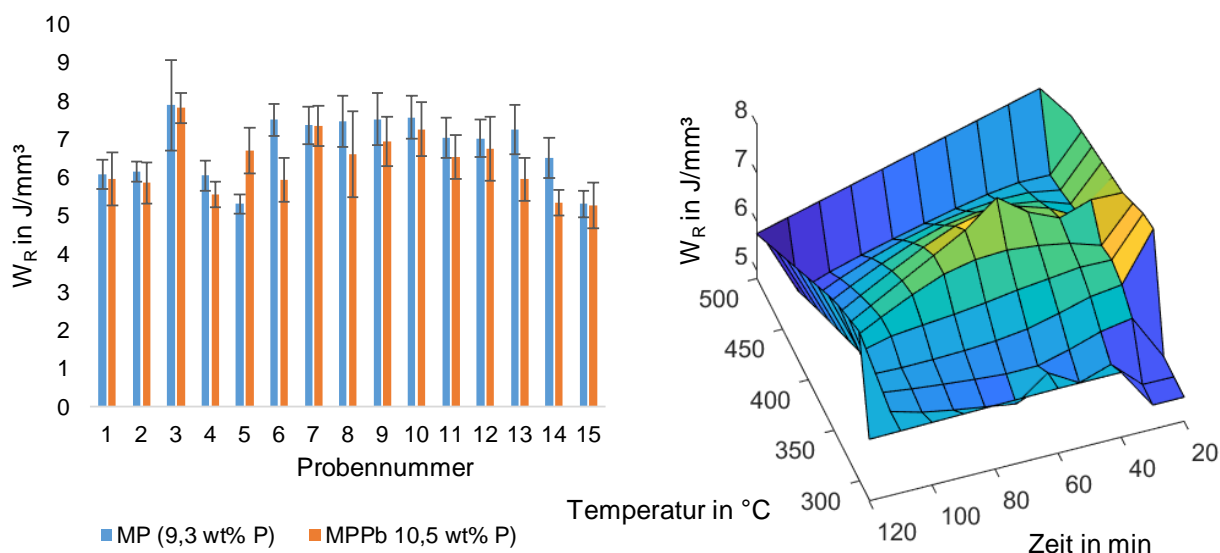


Abbildung 8: Ritzenergiedichten der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der Mid-Phos-Schicht (9,3 % P) (rechts).

Abbildung 8 zeigt die Ritzenergiedichten aus den Scratch-Tests der beiden deklarierten Mid-Phos-Schichten. Auch hier sind die ermittelten Werte für das Anwendertool verwendbar. Bei dem Vergleich zwischen den Mid-Phos-Schichten zeichnet sich ab, dass der geringere Phosphorgehalt über fast alle Wärmebehandlungsparameter höhere Ritzenergiedichten aufweist. Betrachtet man die 3D-Darstellung der Mid-Phos-Werte, bildet sich in der Mitte des untersuchten Parameterfeldes ein Maximum heraus, ähnlich wie es bei der Grafik für die Low-Phos-Schichten zu erkennen war. Die Ritzenergiedichte im lokalen Maximum beträgt $7,6 \text{ J/mm}^3$ und wurde nach 60 min Wärmebehandlung bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht. Insgesamt schwanken die Werte nicht so stark wie in Abbildung 7 bei den Low-Phos-Schichten.

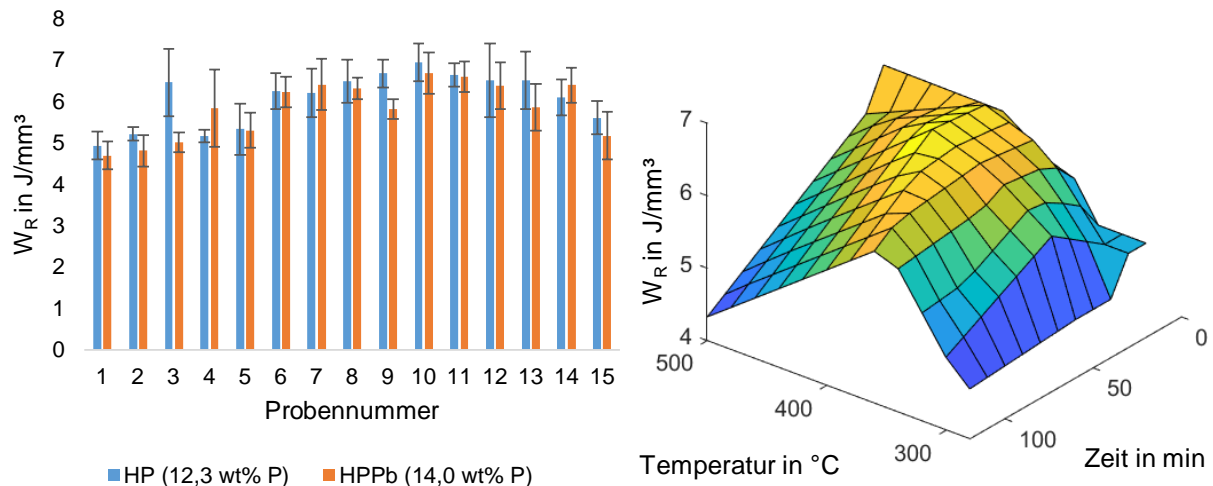


Abbildung 9: Ritzenenergiedichten der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Furchungverschleißes der High-Phos-Schicht (14,0 % P) (rechts).

Auch die Ritzenenergiedichten der High-Phos-Schichten zeigen zuverlässige Ergebnisse. Auffällig ist, dass Probennummer 3 der High-Phos-Schichten einen stark abweichenden Wert gegenüber der durch den bleistabilisierten Elektrolyten hergestellten High-Phos-Schicht zeigt. Allerdings kann davon ausgegangen werden, dass für 120 min bei 300 $^{\circ}C$ die NiP_3 -Ausscheidung bereits vorangeschritten sind und so einen erheblichen Einfluss auf die Verschleißbeständigkeit gegenüber Furchung haben. Weitere Erkenntnisse werden die geplanten XRD Untersuchungen hervorbringen, in denen die Kristallitgrößen verglichen werden. Zusammen mit den Schadensbildern der Ritzquerschliffe werden Zusammenhänge identifiziert. Wie auch bei Low- und Mid-Phos-Schichten befindet sich ein eindeutiges Maximum für diesen Parameterraum in der Mitte. Es scheint über alle Phosphorgehalte eine bevorzugte Wärmebehandlung zur Steigerung des Furchungverschleißes für 60 min bei 400 $^{\circ}C$ zu liegen. Die exakten Werte sind hierbei für die durch den bleifreien Elektrolyten hergestellten High-Phos-Schichten 6,95 J/mm^3 und für die bleistabilisierten High-Phos-Schichten 6,69 J/mm^3 . Der unter den gleichen Bedingungen durchgeführte Scratch-Test einer Hartchrom-Schicht hatte das Ergebnis 14,15 J/mm^3 . Keine der geprüften Ni/P-Schichten konnte eine solch hohe Ritzenenergie erzielen. Mit 7,57 J/mm^3 konnte gerade einmal die Hälfte dieses Wertes erreicht werden. Für einen besseren Überblick über alle P-Gehalte wurden in Abbildung 10 ausgewählte Probennummern miteinander verglichen.

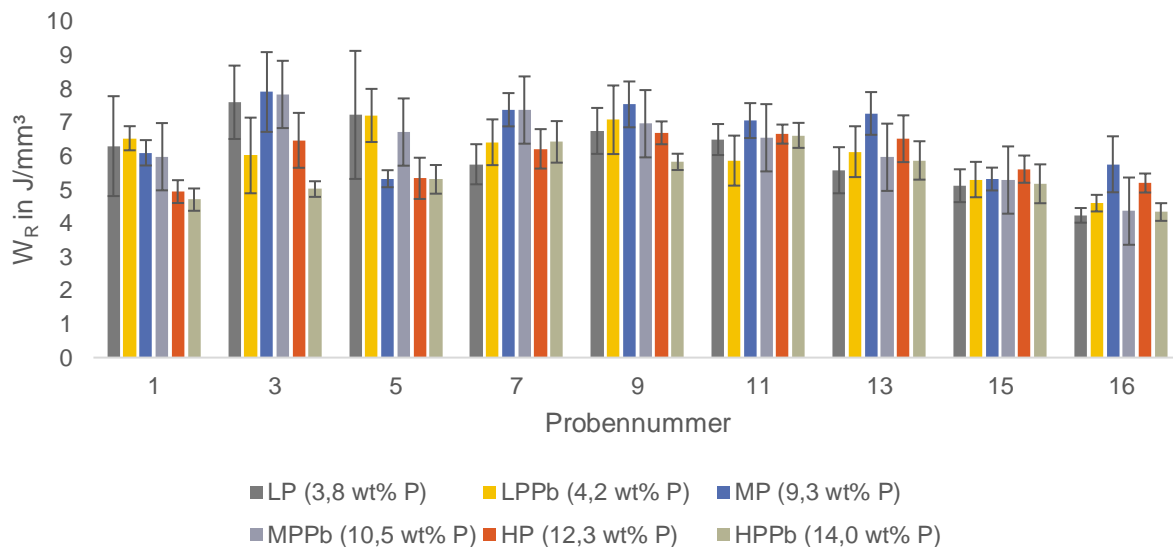


Abbildung 10: Ritzenergiedichten von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt.

Aus Abbildung 10 wird ersichtlich, dass alle Schichten bei einem ähnlichen Ausgangswert für die Ritzenergie starten (15; o. WB). Low-Phos-Schichten zeigen jedoch bei moderaten Wärmebehandlungen (1; 3; 5) höhere Ritzenergiedichten als bei hohen Temperaturen bzw. Zeiten. Demgegenüber steigt die Ritzenergiedichte für phosphorreichere Schichten erst bei höheren Temperaturen, erreicht dort jedoch ein ähnliches Niveau wie die phosphorärmeren Schichten. Um zu zeigen, dass sich eine zu intensive Wärmebehandlung negativ auf die Verschleißeigenschaften auswirken kann, wurde im Diagramm die Wärmebehandlung der Probennummer 16 hinzugefügt. Hierbei wurde für 120 min bei 500 °C wärmebehandelt. Mit Ausnahme der Mid-Phos-Schicht (9,3 % P) sind die Schichten verschleißanfälliger in Bezug auf den Furchungverschleiß. Das bestätigt noch einmal den für das Projekt ausgewählten Parameterraum.

2.8 Ermittlung Schwingverschleiß

Die geplanten Schwingverschleißuntersuchungen konnten abgeschlossen werden. Die einzelnen Werte sind im Anhang in Tabelle 7 zusammengefasst. Die für das Anwendertool einfließende quantitative Verschleißgröße ist das Verschleißvolumen. Durch die gleichbleibende Beanspruchung der chem. Nickelschichten werden die für den Schwingverschleiß robusteren Schichten weniger Volumen verlieren als die anfälligeren. Das bedeutet für die Diagramme, dass niedrigere Werte die verschleißfesteren Schichten zeigen. Die Ergebnisse für die Low-Phos-Untersuchungen sind in Abbildung 11 dargestellt.

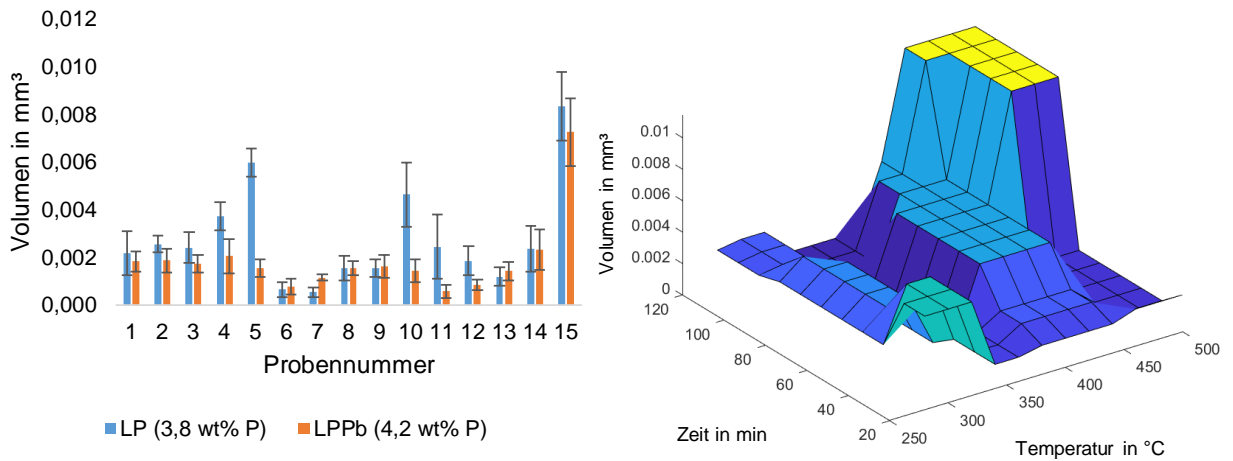


Abbildung 11: Verschleißvolumen der untersuchten Low-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleiß der Low-Phos-Schicht (3,8 % P) (rechts).

Betrachtet man die Werte der Verschleißvolumina im Balkendiagramm, weichen diese gegenüber anderen Verschleißtests zwischen den Low-Phos-Schichten am stärksten voneinander ab. So sind die Werte 5 und 10 vier- bis fünfmal so hoch wie die durch den bleistabilisierten Elektrolyten hergestellten Low-Phos-Schichten. Allerdings ist das Verschleißvolumen für beide Low-Phos-Schichten am Ausgangspunkt am höchsten. Der niedrigste Wert wird für die Low-Phos-Schicht mit einer Wärmebehandlung von 60 min bei 350 °C mit 0,00053 mm³ beobachtet. Die LPPb-Schicht mit dem niedrigsten Verschleißvolumen ist die, die für 30 min bei 400 °C wärmebehandelt wurde. Hier wird ein Wert von 0,00057 mm³ gemessen.

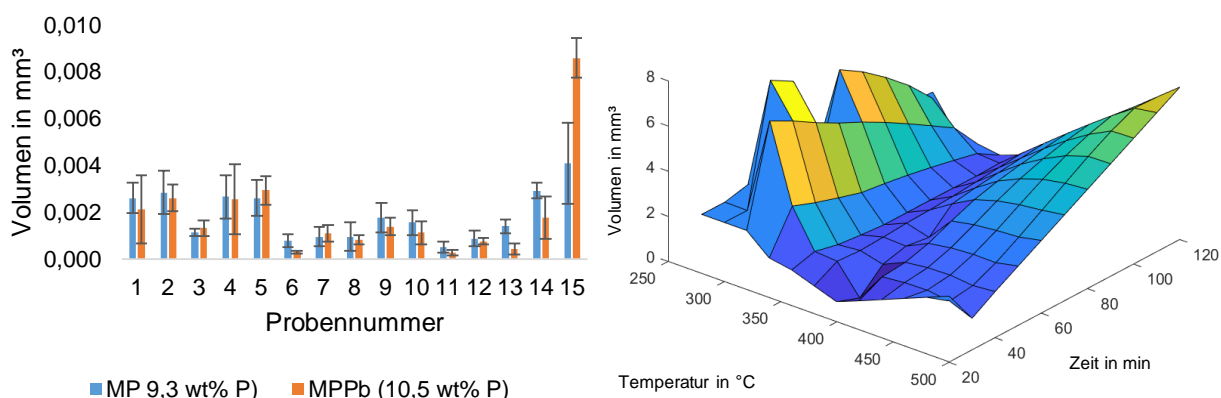


Abbildung 12: Verschleißvolumen der untersuchten Mid-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleiß der Mid-Phos-Schicht (9,3 % P) (rechts).

Mit Ausnahme des Ausgangszustandes sind die gemessenen Verschleißvolumina der MP-Proben (Mid-Phos) ähnlich zu den MPPb-Proben. Dies war bei den vorherig betrachteten Low-Phos-Schichten nicht der Fall. Ein Trend aus den Untersuchungen lässt sich in der dreidimensionalen Darstellung eindeutig erkennen. Es bildet sich eine Art Korridor bei ca. 400 °C, der mit steigender Wärmebehandlungsdauer verschwindet. Das niedrigste aufgenommene Verschleißvolumen ist für beide Mid-Phos-Schichten bei 350 °C für 120 min.

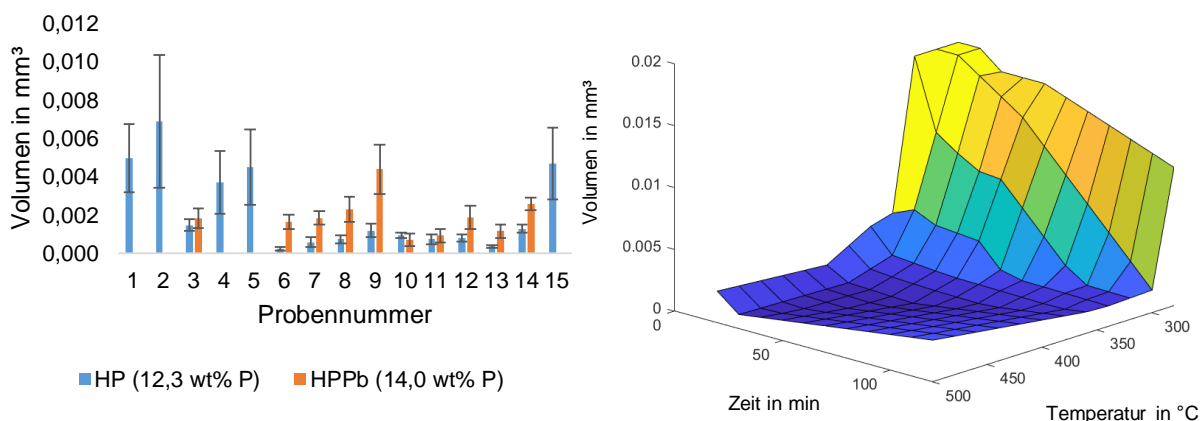


Abbildung 13: Verschleißvolumen der untersuchten High-Phos-Schichten mit Standardabweichung (links). 3D-Darstellung des Schwingverschleiß der High-Phos-Schicht (14,0 % P) (rechts).

Die Prüfung des Schwingverschleiß ergab für die Ni/P-Schichten mit dem höchsten Phosphorgehalt erwartungsgemäß die höchsten Verschleißvolumina. Wie aus Abbildung 13 zu entnehmen ist, ist für einige Wärmebehandlungsparameter kein Verschleißvolumen eingetragen. Grund dafür ist, dass während jeder Messung zeitgleich die Verschleißtiefe der Kalotten aufgenommen wurden. Für die fehlenden Werte überstieg die Verschleißtiefe die Schichtdicke der Ni/P-Schichten. Da diese Tests nicht mehr die untersuchte Schicht abbilden, sondern

zusätzlich das sich darunter befindliche Substrat, wurden diese aus der Betrachtung entfernt. Für die Software wurden diese Werte auf den geringsten Wert der Normierung gesetzt. Trotzdem erkennt man eindeutig die Bildung eines Plateaus zu drastischen Wärmebehandlungsparametern. Für diese Schichten ist die positive Veränderung im Sinn der Verschleißfestigkeit am stärksten. Für einen besseren Überblick über alle P-Gehalte wurden in Abbildung 14 ausgewählte Probennummern miteinander verglichen.

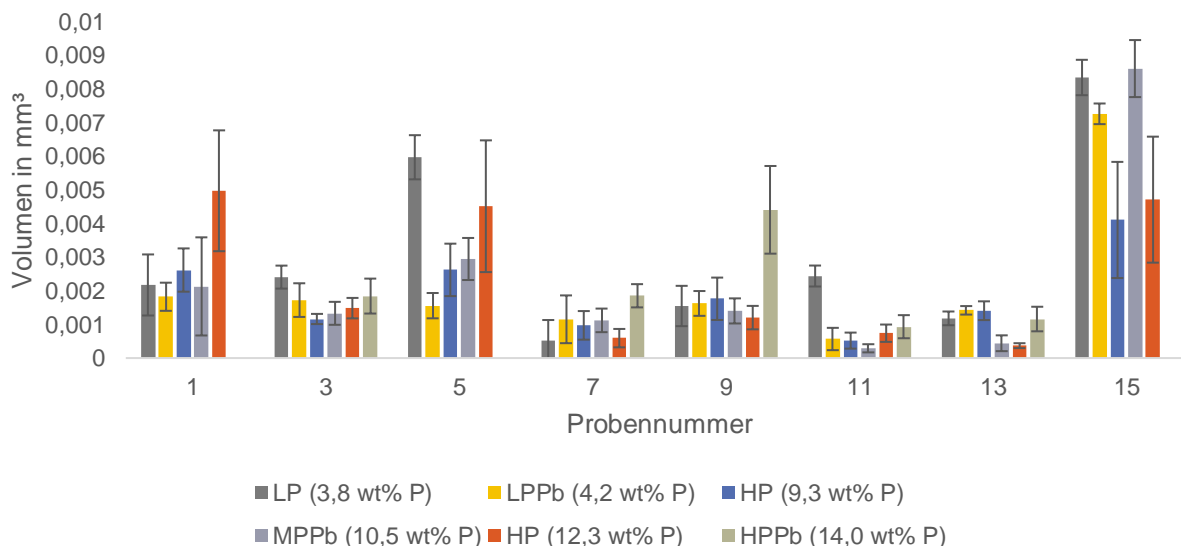


Abbildung 14: Verschleißvolumen von ausgewählten Ni/P-Schichten mit unterschiedlichem P-Gehalt unter reversierendem Schwingverschleiß.

Das Diagramm zeigt eindeutig, dass durch eine Wärmebehandlung eine Steigerung der Widerstandsfähigkeit gegenüber dem Schwingverschleiß für alle Phosphorgehalte erreicht werden kann. Dies wird deutlich, wenn man die Probennummern 5, 11 und 13 (300 °C; 400 °C; 500 °C für 30 min) miteinander vergleicht. Auffällig ist, dass auch für Low-Phos-Schichten eine erhebliche Verbesserung erzielt werden konnte. Dies war für den Wälzverschleiß nicht gegeben.

2.9 Modelbildung und Erstellung des Verschleißkatalogs

Die quantitativen Verschleißmesswerte aller Prüfungen wurden zusammengetragen und in MatLab für die Software aufgearbeitet. Zunächst mussten die Werte normiert werden. Dabei erhielt für das jeweilige Verschleißprüfverfahren die verschleißbeständigste Schicht den Anfälligkeitswert 1 und der verschleißanfälligste den Wert 0. Die weiteren Ergebnisse ordnen sich entsprechend ihres Wertes zwischen diesen Grenzen linear ein. Somit wird jedem Messwert ein Anfälligkeitsfaktor für die jeweilige Untersuchung zugewiesen. Zwischen benachbarten Anfälligkeitswerten wurde linear interpoliert. Um dabei die Aussagefähigkeit zu gewährleisten, fand keine Extrapolation statt. Da reale Verschleißbeanspruchungen sich mit verschiedenen Anteilen aus verschiedenen Verschleißarten zusammensetzen, kann der Nutzer des Verschleißkatalogs die von ihm gewählten Beanspruchungen prozentual angeben. Entsprechend der prozentualen Angaben wurde eine neue Bewertung als Konvexkombination der Einzelbewertungen der Verschleißformen aufgestellt. Die Konstruktion der neuen Bewertung ermöglicht es, die optimalen Bedingungen für die gewählten Beanspruchungen durch einen

Sortierungsalgorithmus „Quick-Sort“ zu berechnen. Da das Interface des Tools zum Zeitpunkt der Berichterstellung noch nicht in der finalen Form vorliegt, ist in Abbildung 15 das vorläufige Interface des funktionsfähigen Tools dargestellt.

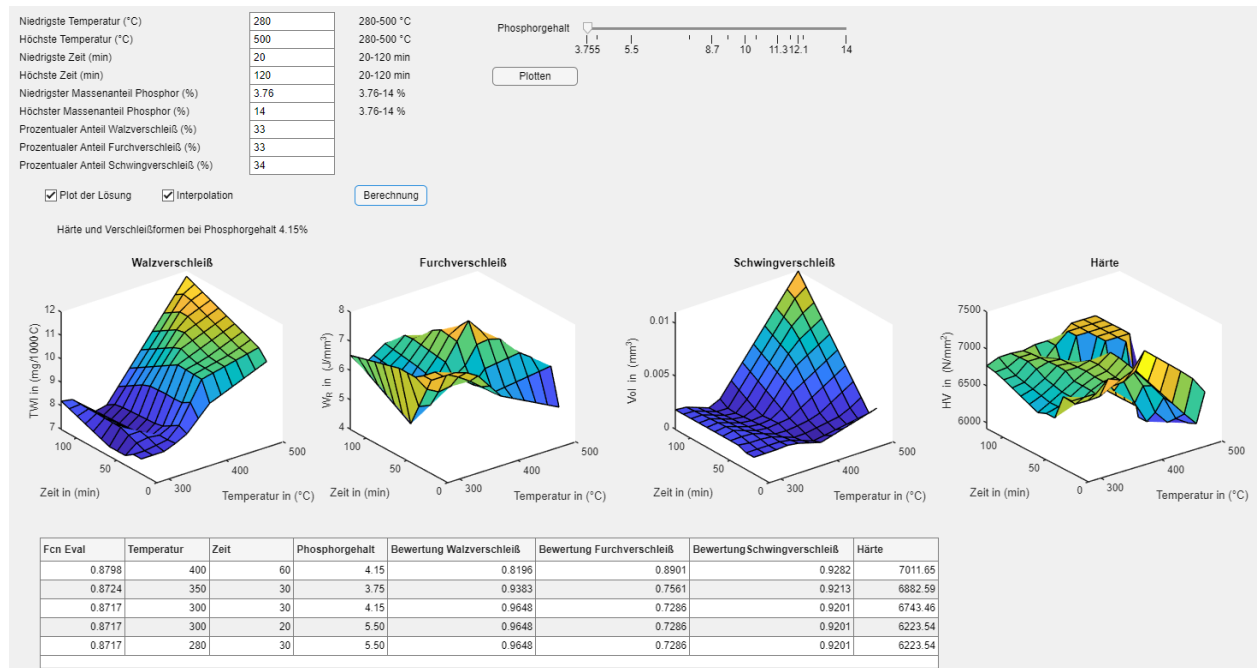


Abbildung 15: Verschleißkatalog auf Grundlage der MatLab-Software.

Für den besseren Überblick ist in Abbildung 16 die für den Nutzer individuell einstellbaren Funktionen vergrößert dargestellt. Der Nutzer hat neben der individuellen Einstellung der prozentualen Anteile der Verschleißarten zusätzlich die Möglichkeit, sowohl die Wärmebehandlungsparameter in Temperatur und Zeit als auch den Phosphorbereich selbst einzuschränken.

Niedrigste Temperatur (°C)	280	280-500 °C
Höchste Temperatur (°C)	500	280-500 °C
Niedrigste Zeit (min)	20	20-120 min
Höchste Zeit (min)	120	20-120 min
Niedrigster Massenanteil Phosphor (%)	3.76	3.76-14 %
Höchster Massenanteil Phosphor (%)	14	3.76-14 %
Prozentualer Anteil Walzverschleiß (%)	33	
Prozentualer Anteil Furchverschleiß (%)	33	
Prozentualer Anteil Schwingverschleiß (%)	34	

Plot der Lösung Interpolation

Abbildung 16: Eingabefunktionen für den Nutzers.

Dies ermöglicht, auf die Bedürfnisse des Nutzers gezielt einzugehen, wenn beispielsweise nur eine Temperatur oder Zeit im Ofen durch bedingte Prozessschritte vorgegeben werden. Gleiches ist vorstellbar, wenn bereits ein gewisser Phosphorgehalt zur Wärmebehandlung auf maximale Verschleißbeständigkeit vorgegeben ist.

Ausgegeben werden dem Nutzer dann 5 verschiedene Wärmebehandlungsparameter und Phosphorgehalte, die die möglichst beste Verschleißbeständigkeit für die eingestellten Anteile liefern. Dabei wird außerdem angezeigt, wie weit der erhaltene Wert von 100 % abweicht. In der letzten Tabellenspalte wird die erwartete Härte für den jeweiligen Parametersatz angezeigt. Diese Werte wurden aus dem Vorgängerprojekt (16736BR/1) bezogen und aufgrund des Fehlens der Härtewerte unter 5,5 % P durch zusätzliche Messungen der Low-Phos-Werte erweitert. Außerdem kann der Nutzer abschließend die 3D-Grafiken zu- und abschalten, um eine bessere Einschätzung der Werte zu erhalten. Diese Grafiken können vom Nutzer über alle Achsen frei rotiert werden. Unter dem folgenden Link ist dieser Katalog kostenfrei auf der Homepage der TU-Chemnitz zugänglich:

https://www.tu-chemnitz.de/mb/WOT/forschung/forschungsprojekte/aif_bmbf_sab/IGF_20747BR.php

Damit die Nutzer eine Vorstellung für die Festlegung der Anteile der Verschleißarten im Nutzertool bekommen, sind konkrete Beispiele für Ni/P-Schichten im Anwendungsfall mit angegeben. Diese wurden im projektbegleitenden Ausschuss gesammelt und von der Projektleitung bewertet. Die angegebenen Anteile sind dabei lediglich Richtwerte, um eine Abschätzung für den eigenen Anwendungsfall zu erhalten. Die Beispiele stellen typische Schichtapplikationen dar, die dabei helfen, ähnliche individuelle Anwendungen einzuordnen. Jedes Beispiel geht außerdem von jeweils einer dominierenden Verschleißart aus, was auch in der Praxis häufig der Fall ist. Aufgrund der hohen Komplexität tribologischer Systeme müssen deren Elemente (Gegenkörper, Schmierung usw.) hinreichend konkret angegeben werden. Folgende Beispiele werden zusammen mit dem Nutzertool bereitgestellt:

- Eine mit Nickel/Phosphor beschichtete Ritzelwelle: Diese hat Stahl als Gegenkörper, ist möglichst schwingungsfrei und durch Schmierstoffe gelagert und im neuwertigen Zustand. Durch die schwingungsarme, schmierstoffgelagerte Aufhängung wird der Furchungsverschleiß als vernachlässigbar angenommen (1 %). Da Schwingungen erfahrungsgemäß dennoch auftreten, wird deren Anteil auf 9 % abgeschätzt. Die Hauptbelastung erfolgt über den Wälzverschleiß.
- Eine Rakelspitze in der Druckindustrie: Diese hat als umgebenes Medium Druckfarbe auf Lösemittelbasis mit Farbpigmenten und als Gegenkörper einen rotierenden Zylinder mit einer Chrombeschichtung. Durch die Farbpigmente kommt es in diesem Fall hauptsächlich zum Furchungsverschleiß (95 %). Ein geringer Anteil betrifft auch den Schwingverschleiß, der durch die ständige Rotation des Gegenkörpers und damit des Werkstücks hervorgerufen wird (5 %). Ein Wälzverschleiß kann durch die starre Aufhängung vernachlässigt werden (0 %).
- Differentialbolzen im Elektromotor: Hier werden durch Presspassung Kegelräder auf einen Bolzen aufgebracht, die sich in ihrer Anwendung im optimalen Fall nicht gegen das Bauteil verdrehen. Es könnte angenommen werden, dass in diesem Fall der Furchungsverschleiß am höchsten ist. Allerdings kommt es erst beim Versagen des Werkstücks zu dieser Verschleißart. Zuvor ist das Werkstück hauptsächlich den

Schwingungen im Motor ausgesetzt. Aus diesem Grund wird dem Bauteil ein Schwingverschleiß von 100 % zugeordnet.

Im Austausch mit dem projektbegleitenden Ausschuss werden weitere reale Anwendungen an die TU Chemnitz herangetragen und im Fachausschuss diskutiert. Nutzer können außerdem mit konkreten Beispielschadensbildern an die TU Chemnitz herantreten, um diese Beispiele dem Tool hinzuzufügen oder Hinweise zu möglichen Verschleißanteilen zu erhalten.

3. Zusammenfassung und Ausblick

Das Hauptziel des Forschungsvorhabens war die Erstellung eines Verschleißkatalogs in Form eines Online-Tools, der es Anwendern ermöglicht, für ihre individuellen tribologischen Beanspruchungen die geeigneten Phosphorgehalte und Wärmebehandlungsparameter zu bestimmen. Verwendet wurden dafür industriell abgeschiedene Ni/P-Schichten, die im Vorhaben auf Phosphorgehalt und Schichtmorphologie untersucht wurden. Dabei wurde für die Herstellung der nieder, mittel und hochphosphorige Schichten jeweils REACH-konforme- und bleistabilisierte Elektrolyte verwendet. Die Ni/P-Schichten wurden mit den ausgewählten Verschleißuntersuchungen, Taber-Abraser-Test, Scratch-Test, reversierender Schwingverschleiß und Ball-on-Disk-Test geprüft. Die Ergebnisse des letztgenannten Tests konnten aufgrund der ausgewählten vorliegenden Testbedingungen nicht in das Tool einfließen. Während der Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass die REACH-konform hergestellten Schichten eine vergleichbare Verschleißbeständigkeit aufweisen wie die Schichten, die durch bleistabilisierte Elektrolyte hergestellt wurden. Aus den quantitativen und vergleichbaren Kennwerten wurde für den Anwender ein einfaches und kostenfreies Tool auf der Homepage der Technischen Universität Chemnitz zur Verfügung gestellt. Dabei konnten die drei wichtigsten Arten der tribologischen Belastung (Wälzverschleiß, Furchungverschleiß und Schwingverschleiß) abgedeckt werden. Mithilfe dieses Tools können Anwender die anteiligen Grundverschleißarten gewichtet einstellen und Kosten in der Wärmebehandlung verringern sowie die Lebensdauer ihrer Bauteile verlängern. Der Verschleißkatalog kann durch weiterführende Untersuchungen anderer Verschleißarten wie z. B. Stoßverschleiß und Gleitverschleiß oder der Korrosionsbeständigkeit gegebenenfalls erweitert werden. Für die zusätzliche Verständlichkeit des Verschleißkatalogs werden auf der Internetseite Praxisbeispiele für chemisch Nickelschichten, an denen die Verschleißanteile abgeschätzt wurden, bereitgestellt. Für diese Beispiele steht die Universität im ständigen Austausch mit dem PA. Die geprüften Proben werden zur weiteren Ergebnisverwertung auf Schadensbilder und Korngrößen untersucht.

4. Verwendung der Zuwendung

Für die Umsetzung des Vorhabens wurden an der Forschungsstelle ein Wissenschaftler für 22,5 MM (Koordination, Schichtcharakterisierung, Betreuung praktischer Arbeiten, wissenschaftliche Interpretation, Erstellung Verschleißmodell, Dokumentation und Präsentation der Ergebnisse beschäftigt. Dabei teilen sich die Monate wie folgt auf:

Abrechnungsjahr	MM
2019	0
2020	9
2021	12,5
2022	1

Geräte wurden nicht beschafft.

5. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Für eine erfolgreiche Bearbeitung des Projektes waren die dargestellten Arbeiten wichtig. Diese setzen sich aus den Kernpunkten des Forschungsvorhabens zusammen. Wie aus dem Zwischenbericht und dem Abschlussbericht hervorgeht, sind die durchgeführten Maßnahmen als zielführend zu betrachten. Somit sind die durchgeführten Forschungsarbeiten als notwendig und angemessen einzustufen.

6. Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Am 02.04.2020 und am 07.10.2020 fand eine Telefonkonferenz des projektbegleitenden Ausschusses statt. Die Sitzung wurde u. a. dazu genutzt, einen über den Projektarbeitskreis hinausgehenden Interessentenkreis, insbesondere Mitglieder des DGO-Fachausschusses „Chemische Metallabscheidung“, über das Vorhaben und den Projektstand zu informieren. Das Thema wurde weiterhin in einem Kurzbericht im ZVOreport, erste Ausgabe Januar 2020, vorgestellt. Ein Vortragsbeitrag war für 2020 auf den ZVO-Oberflächentage geplant. Dieser wurde allerdings aufgrund der Coronavirus-Pandemie abgesagt. Im darauffolgenden Jahr konnte ein Vortrag zum Projektvorhaben und der ersten Ergebnisse auf den ZVO-Oberflächentagen 2021 am 24.09.2021 gehalten werden. So konnte einem großen Zuhörererkreis ein Einblick in die Forschungsarbeit gewährt werden. Der aktuelle Fortschritt des Projektes wurde wie geplant am 19.05.2021 per Telefonkonferenz sowie am 07.10.2021 persönlich in Dresden dem projektbegleitenden Ausschuss präsentiert und diskutiert. Trends des Verschleißverhaltens während der Wärmebehandlung von chemisch Nickelschichten wurden bereits in der Vorlesung „Elektrochemischen Beschichten“ der TU Chemnitz übernommen und werden nach den ergänzenden Schichtuntersuchungen vervollständigt. Diese Untersuchungen, bei denen der direkte Zusammenhang zwischen der Morphologie der Schichten und den Verschleißarten betrachtet wird, werden zu weiteren Veröffentlichungen führen. Das Tool wird in einem Artikel sowohl im ZVOreport (voraussichtlich Ausgabe 4/22) sowie im WOMag vorgestellt. Außerdem können auch durch einen Artikel des NewsBlog der TU Chemnitz fachfremde Personen auf die Thematik aufmerksam gemacht werden. Der im Antrag vorgelegte Plan zum Ergebnistransfer liegt dem Abschlussbericht als Anlage bei.

7. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzen der erzielten Ergebnisse

Aus den Gesprächen des Fachausschusses „Chemische Metallabscheidung“ der DGO wird ersichtlich, dass kleine und mittelständige Unternehmen ein großes Interesse an den erzielten Ergebnissen zeigen. Grund dafür ist, dass keine detaillierten Untersuchungen zu chemisch Nickelschichten der aktuell eingesetzten Elektrolyte in Bezug auf unterschiedliche Verschleißarten bestehen. Dabei wurde im Projekt die Verschleißanfälligkeit von Schichten, die mit bleistabilisierten Elektrolyten sowie mit REACH-konform bleifreien Elektrolyten hergestellt wurden, verglichen. Das für die Industriepartner interessante Ergebnis ist, dass die REACH-konformen Schichten keinen Nachteil in ihren Verschleißeigenschaften aufweisen. Somit können KMU diese ohne Bedenken für Ihre Kunden einsetzen. Das erspart den Firmen ein aufwendiges Genehmigungsverfahren sowie erhöhte Vorkehrungen zum Schutz der Beschäftigten. Dieses Ergebnis kann unmittelbar in die industrielle Praxis überführt werden.

Durch die Kenntnis der optimalen Wärmebehandlungsparameter werden Produkte, die mit chemisch Nickel beschichtet wurden, nun durch die individuellen Anpassungen an die reale Verschleißbelastung verbesserte Gebrauchseigenschaften bzw. erhöhte Nutzungsdauer zeigen. Durch das Anbieten von Produkten mit verbesserten Eigenschaften entstehen für die anwendenden Unternehmen wichtige Wettbewerbsvorteile. Außerdem werden durch die Optimierung der Wärmebehandlungsschritte kostengünstigere Prozessrouten erschlossen. Durch die einfache Modifikation der industriell angewandten Wärmebehandlungsprozesse sind auch kleine Unternehmen mit einfachen Wärmebehandlungsöfen in der Lage, schnell Anpassungen vorzunehmen.

8. Anhang

Maßnahmen	Ziel	Ort/Rahmen	5.2.1: Datum / Zeitraum <u>während</u> des Bewilligungszeitraums	5.2.2: Datum / Zeitraum <u>nach</u> dem Bewilligungszeitraum
Information der Unternehmen des projektbegleitenden Ausschusses (PA)	a) Unmittelbarer und kontinuierlicher Ergebnistransfer in die Wirtschaft. b) Klärung von Fragen und weiterem Vorgehen c) 1. Sitzung des PA als "Kick-Off" zur Festlegung der ersten Schritte	Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses (PA)	1., 3. Quartal durchgeführt 5., 8. Quartal durchgeführt	1. Quartal Besprechung Schlussbericht Weiterhin geplant
Ansprache potenziell interessierter Unternehmen außerhalb des PA	Einbindung interessierter Unternehmen, FV und ggf. Verbände; dadurch direkter Transfer in die Industrie	a) Präsentation der Ergebnisse auf den öffentlichen Tagungen / Veranstaltungen der Forschungsvereinigung (FV) b) gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen auch außerhalb des PA	a) halbjährlich durchgeführt b) meist in der Planungsphase erfolgt	a) 1–2 Quartal durchgeführt Weiterhin geplant
Publikation der Projektergebnisse im Internet, Datenträgern o. ä.	Verbreitung der Ergebnisse an interessierte Unternehmen ggf. auch branchenübergreifend	a) Bereitstellen einer Übersicht von Ergebnissen aus diesem Vorhaben auf der Homepage des Antragstellers b) Bereitstellen von Publikationen auf den Internet-Seiten der Antragsteller sowie der Deutschen Gesellschaft für Galvano- u. Oberflächentechnik – DGO	Halbjährlich a) erfolgt b) weiterhin geplant	1. Quartal Weiterhin geplant
wissenschaftliche Publikationen / Dissertation, in Fachzeitschriften oder sonstigen gedruckten Veröffentlichung	a) Vermitteln von wissenschaftlichen Kenntnissen und Heranführen an eigenständiges wissenschaftliches Arbeiten b) Verbreitung der Ergebnisse an interessierte Unternehmen und Fachleute national und international	a) Studien und Diplomarbeiten sowie Dissertationen b) Veröffentlichung z. B. in der Galvanotechnik, der Metalloberfläche, dem JOT, dem ZVO-Report sowie in Materialwissenschaft und Werkstofftechnik	a) mit Vorhaben-beginn eine abgeschlossene Studienarbeit b) ca. 8. Quartal bzw. bei Bedarf Weiterhin geplant	ca. 1 Jahr oder bei Bedarf Weiterhin geplant
Weitergabe von ausführlichen Forschungsberichten	Verbreitung der Ergebnisse an interessierte Unternehmen und Fachleute national und international	a) Vertrieb über Leutze-Verlag o. ä. b) Herausgabe auf individuelle Anfrage c) Vertrieb über externe Verlage		Fortlaufend Weiterhin geplant

Vorträge und Präsentationen				
in den Arbeitskreisen der FV oder in Seminaren	Information der Mitglieder der FV und anderer interessierter Fachleute	a) Publikationen auf den Internet-Seiten der Antragsteller sowie der DGO b) Fortschrittsberichte im FA Chemische Metallabscheidung der DGO	a) 4. Quartal Zwischenbericht b) halbjährlich erfolgt durchgehend	a) 2. Quartal Schlussbericht Weiterhin geplant
in anderen Fach- und Branchenverbänden	Nationaler und internationaler Ergebnistransfer	Seminare und Kolloquien, wie das regelmäßig stattfindende Werkstofftechnische Kolloquium (WTK) in Chemnitz	jährlich Weiterhin geplant	1x jährlich Weiterhin geplant
auf Fachtagungen und Messen	Verbreitung der Ergebnisse im Rahmen internationaler Tagungen	Internationale und nationale Konferenzen wie das Ulmer Gespräch, der Interfinish und den ZVO-Oberflächentagen	2. Projektjahr 2021: ZVO-Oberflächentage	1 Jahr nach Abschluss Weiterhin geplant
Einbeziehung von Multiplikatoren	Zusammenarbeit und Know-how Transfer in die Forschungslandschaft; Stärkung des Forschungsstandortes Deutschland	Kooperationspartner a) DFG b) DGO c) DVS	Jährlich erfolgt durchgehend auf Anfrage	jährlich Weiterhin geplant
Übernahme der Ergebnisse in Lehre und Weiterbildung	Anleitung der Studenten zur Anwendung der Ergebnisse in der Praxis	Übernahme der Ergebnisse in die Vorlesungen "Beschichtungstechnik", Elektrochemisches Beschichten" und „Wärmebehandlung“ an der TU Chemnitz	ab 3. Quartal erfolgt durchgehend	fortlaufend Weiterhin geplant
Übernahme der Ergebnisse in Arbeitsblätter, Normen u. Regelwerke	Sichern, aktualisieren und festlegen von Standards Erarbeiten neuer europäischer und internationaler Normen	Diskussion und Ergebnisübernahme in Arbeitsblätter / Technische Regelwerke / Normen durch Mitarbeit in entsprechenden Gremien	bei Bedarf	1–2 Jahre Weiterhin geplant
Beratung und Weiterbildung in Unternehmen	Erarbeitung des erforderlichen Kenntnisstandes und Weiterbildung von Fachleuten in Unternehmen	Workshops in interessierten Unternehmen zur Beratung	8. Quartal Innerhalb des PbA durchgehend erfolgt	fortlaufend auf Anfrage
Personaltransfer	Erhaltung des Wissens und direkter Wissenstransfer in die Industrie	Studien- und Diplomarbeiten in Unternehmen, Austausch von wiss. Mitarbeitern anderer Universitäten (Kooperation: China, Peru)	8. Quartal Durch Bereitstellung des kostenlosen online Tools unbegrenzt gegeben	fortlaufend auf Anfrage Weiterhin geplant

sonstige Transfermaßnahme	Wissenstransfer zur Umsetzung in die Unternehmen	Initiierung von bilateralen Anschlussvorhaben	6. Quartal Weiterhin geplant	fortlaufend auf Anfrage Weiterhin geplant
----------------------------------	--	---	---------------------------------	--

Tabelle 5: Ergebnisse aller Taber-Abraser-Tests nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung).

Nr.	Temp. (°C)	Zeit (min)	LP TWI (mg/1000 C)	SD	LP(Pb) TWI (mg/1000 C)	SD	MP TWI (mg/1000 C)	SD	MP(Pb) TWI (mg/1000 C)	SD	HP TWI (mg/1000 C)	SD	HP(Pb) TWI (mg/1000 C)	SD
1	280	120	8,17	1,12	8,19	0,39	18,59	0,49	19,53	0,87	20,61	2,28	19,35	1,19
2	280	60	7,52	0,76	7,40	0,13	18,58	0,58	20,05	3,18	21,40	1,67	21,31	1,08
3	300	120	9,15	2,42	8,10	0,57	14,51	0,69	16,45	0,87	14,89	1,15	19,60	1,37
4	300	60	8,10	1,08	8,06	0,87	15,34	1,97	15,59	1,86	22,36	1,11	18,98	0,67
5	300	30	8,08	0,39	7,63	0,41	19,40	1,20	19,14	2,73	22,91	0,27	20,39	0,71
6	350	120	7,87	1,00	7,08	0,37	13,27	1,06	12,70	0,96	13,14	1,06	10,26	0,50
7	350	60	8,57	0,81	7,20	1,04	13,97	1,43	13,09	1,65	14,04	1,08	12,84	0,52
8	350	30	8,05	0,85	7,82	0,86	16,28	3,71	14,16	2,23	16,15	2,58	13,17	1,53
9	350	20	8,08	1,15	7,82	0,86	14,67	1,22	14,18	1,73	14,50	0,63	14,83	0,02
10	400	60	10,01	0,51	9,93	0,50	14,41	2,01	14,36	1,01	13,01	0,90	11,62	2,33
11	400	30	9,52	0,31	9,89	1,81	13,89	1,71	14,51	2,07	12,86	1,38	10,84	1,09
12	400	20	8,71	1,01	9,05	0,90	13,57	1,84	14,68	2,47	12,46	1,76	10,58	1,25
13	500	30	10,73	0,38	10,44	0,80	13,70	1,02	13,23	1,24	10,77	0,61	9,27	0,65
14	500	20	10,53	0,19	10,04	0,42	13,53	0,54	13,48	1,53	10,90	0,42	9,96	0,60
15	22	0	7,37	0,54	7,75	0,29	22,30	0,64	24,76	1,18	24,08	0,07	19,86	1,32

Tabelle 6: Ergebnisse aller Ritzenergiedichten nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung).

Nr.	Temp. (°C)	Zeit (min)	LP		LP(Pb)		MP		MP(Pb)		HP		HP(Pb)	
			W_R (J/mm ³)	SD	W_R (J/mm ³)	SD	W_R (J/mm ³)	SD	W_R (J/mm ³)	SD	W_R (J/mm ³)	SD	W_R (J/mm ³)	SD
1	280	120	6,29	1,48	6,52	0,36	6,09	0,38	5,97	0,70	4,93	0,34	4,70	0,33
2	280	60	6,28	1,43	7,00	1,37	6,15	0,27	5,86	0,55	5,22	0,17	4,81	0,39
3	300	120	7,59	1,09	6,01	1,12	7,89	1,19	7,82	0,39	6,46	0,82	5,01	0,23
4	300	60	4,80	0,21	4,97	0,99	6,06	0,40	5,56	0,33	5,16	0,15	5,84	0,94
5	300	30	7,21	1,90	7,20	0,79	5,32	0,25	6,70	0,60	5,33	0,61	5,30	0,43
6	350	120	5,22	2,05	6,67	1,06	7,51	0,42	5,94	0,57	6,25	0,43	6,23	0,36
7	350	60	5,75	0,60	6,40	0,68	7,37	0,49	7,36	0,53	6,20	0,59	6,41	0,62
8	350	30	7,31	2,22	6,66	0,63	7,47	0,66	6,60	1,12	6,49	0,52	6,31	0,26
9	350	20	6,74	0,68	7,07	1,02	7,53	0,68	6,95	0,65	6,68	0,34	5,82	0,24
10	400	60	8,30	0,98	7,86	0,71	7,58	0,57	7,27	0,70	6,95	0,46	6,69	0,50
11	400	30	6,48	0,46	5,86	0,74	7,04	0,52	6,53	0,57	6,64	0,28	6,61	0,37
12	400	20	5,10	0,94	5,89	0,70	7,02	0,49	6,75	0,83	6,51	0,89	6,38	0,56
13	500	30	5,57	0,69	6,12	0,76	7,26	0,64	5,95	0,57	6,51	0,70	5,86	0,57
14	500	20	4,77	1,03	4,87	0,28	6,52	0,52	5,34	0,33	6,10	0,44	6,40	0,43
15	22	0	5,11	0,49	5,29	0,53	5,31	0,34	5,28	0,60	5,60	0,40	5,17	0,58

Tabelle 7: Ergebnisse aller reversierenden Schwingverschleiß-Tests nach der statistischen Zusammenfassung (SD- Standardabweichung). **Rot markierten Werte** stellen die Verschleißproben dar, die beim Test versagen.

Nr.	Temp. (°C)	Zeit (min)	LP V (mm ³)	SD	LP(Pb) V (mm ³)	SD	MP V (mm ³)	SD	MP(Pb) V (mm ³)	SD	HP V (mm ³)	SD	HP(Pb) V (mm ³)	SD
1	280	120	0,00217	0,00091	0,00182	0,00042	0,00262	0,00064	0,00213	0,00146	0,00497	0,00180	0,01120	0,00453
2	280	60	0,00256	0,00034	0,00186	0,00050	0,00285	0,00093	0,00263	0,00059	0,00690	0,00347	0,01511	0,00313
3	300	120	0,00241	0,00066	0,00172	0,00038	0,00116	0,00015	0,00133	0,00034	0,00148	0,00030	0,00184	0,00052
4	300	60	0,00372	0,00060	0,00205	0,00071	0,00268	0,00093	0,00257	0,00151	0,00371	0,00166	0,01293	0,00921
5	300	30	0,00597	0,00060	0,00156	0,00037	0,00262	0,00078	0,00295	0,00063	0,00451	0,00196	0,01654	0,00494
6	350	120	0,00065	0,00031	0,00075	0,00033	0,00081	0,00027	0,00031	0,00007	0,00026	0,00009	0,00164	0,00038
7	350	60	0,00053	0,00020	0,00115	0,00013	0,00097	0,00043	0,00112	0,00035	0,00059	0,00027	0,00185	0,00035
8	350	30	0,00154	0,00053	0,00154	0,00031	0,00096	0,00061	0,00085	0,00020	0,00075	0,00021	0,00232	0,00064
9	350	20	0,00155	0,00038	0,00162	0,00049	0,00176	0,00063	0,00140	0,00037	0,00120	0,00035	0,00441	0,00130
10	400	60	0,00464	0,00136	0,00143	0,00048	0,00157	0,00054	0,00114	0,00048	0,00096	0,00014	0,00071	0,00034
11	400	30	0,00244	0,00135	0,00057	0,00027	0,00052	0,00024	0,00029	0,00012	0,00074	0,00026	0,00093	0,00034
12	400	20	0,00185	0,00060	0,00084	0,00022	0,00090	0,00032	0,00077	0,00015	0,00081	0,00020	0,00189	0,00060
13	500	30	0,00118	0,00039	0,00142	0,00038	0,00141	0,00028	0,00044	0,00023	0,00037	0,00007	0,00116	0,00037
14	500	20	0,00235	0,00095	0,00232	0,00085	0,00294	0,00034	0,00179	0,00092	0,00129	0,00020	0,00258	0,00034
15	22	0	0,00834	0,00144	0,00726	0,00142	0,00411	0,00173	0,00861	0,00085	0,00471	0,00187	0,02353	0,00810