



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

ANYAGTUDOMÁNY ÉS TECHNOLÓGIA TANSZÉK

TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA

OLÁH KLAUDIA

(GÉPÉSZMÉRNÖKI SZAK BSc, 5. FÉLÉV)

PORKOHÁSZATI TECHNOLÓGIÁVAL ELŐÁLLÍTOTT ROZSDAMENTES
ACÉL HIBRID FELÜLETKEZELÉSE

KONZULENS:

KORSÓS KRISZTIÁN

(DOKTORANDUSZ, ANYAGTUDOMÁNY ÉS TECHNOLÓGIA TANSZÉK)

BUDAPEST, 2024

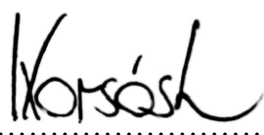
Szerzői jog © Oláh Klaudia, 2024.

NYILATKOZATOK

Elfogadási nyilatkozat

Ezen dolgozat a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Kara által a Tudományos Diákköri Konferenciára előírt valamennyi tartalmi és formai követelménynek, továbbá a célkitűzésekben megfogalmazottaknak maradéktalanul eleget tesz. Ezen dolgozatot a nyilvános bírálatra és nyilvános előadásra alkalmasnak tartom.

A beadás időpontja: 2024. 11. 10.



.....
konzulens

Nyilatkozat az önálló munkáról

Alulírott, *Oláh Klaudia* (D06NF9), a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem hallgatója, büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és sajátkezű aláírással igazolom, hogy ezt a dolgozatot meg nem engedett segítség nélkül, saját magam készítettem, és dolgozatomban csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, melyet szó szerint vagy azonos értelemben, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a hatályos előírásoknak megfelelően, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2024. 11. 10.



.....
hallgató

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni mindazoknak, akik segítettek és támogattak dolgozatom elkészítésében:

- Konzulensemnek, Korsós Krisztiánnak, aki kulcsfontosságú segítséget nyújtott kutatómunkám során,
- Széll Attilának, aki a dolgozat során „referencia” -ként hivatkozott próbatesteket biztosította számomra,
- Markoházi Sándornak, Magyar Domonkosnak, akik fémfröccsöntött próbatesteket állították elő,
- Luczai Norbertnek, a voestalpine High Performance Metals Hungary Kft. munkatársának, a minták felületkezeléseit végezte,
- Polyák Istvánnak, aki minták profilmérését végezte.

Köszönet illeti a Polimertechnika Tanszéket, ahol a tribológiai vizsgálatot végezhattük, valamint az Anyagtudomány és Technológia Tanszéket, hogy lehetővé tették a kutatás során szükséges eszközök és berendezések használatát.

Összefoglaló

A gépalkatrészek, szerszámok igénybevételi állapota megköveteli az anyagtulajdonságok inhomogén jellegét: míg a felületi és felületközeli rétegeknél követelmény a nagy keménység és kopásállóság, a magnak szívós jellege előnyös. A felületkezelési eljárásokon belül megkülönböztetünk technológiákat, melyek során az alapanyag felületi rétegét módosítjuk, valamint az eltérő felületi réteget felvivő technológiákat. A műszaki életben azonban olyan különleges tulajdonságokkal rendelkező felület kialakítására is szükség lehet, melyet önmagában egyik technológia sem képes biztosítani; így terjedtek el a komplex felületkezelési technológiák, melyek felületmódosító és bevonatoló technológiai lépéseket ötvöznak.

A gépalkatrészek gyártása során felmerülő tényezők a gazdaságosság és gyorsaság. Nagy sorozatszámban gyártott alkatrészek esetén egyre elterjedtebb technológia a fémfröccsöntés (MIM: metal injection molding).

A fémfröccsöntés során kialakuló finomabb szemcseszerkezet és irányított kristályszerkezet eltérő módon léphet reakcióba a felületkezelésekkel a hagyományos öntészeti és forgácsolási eljárásokkal szemben. Ennek jelenségét azonban kevés kutatás vizsgálta eddig.

Kutatásom során 17-4PH néven beszerezett martenzites, kiválóan keményíthető rozsdamentes acél esetében vizsgáltuk az eltérő előállítási technológiákkal elérhető felületi tulajdonságokat különböző hibrid felületkezelési kombinációk esetében. A minták felületmódosító kezelése minden esetben a plazmanitridálás volt. A bevonatolásnál különböző kerámia rétegeket vittünk fel a próbatestekre PVD eljárással: 5 mikron TiAlCN, 10 mikron TiAlCN, 5 mikron AlCrN.

Az előállított próbatesteken koptatási vizsgálatokat, SEM és EDS berendezésekkel végeztünk vizsgálatot.

Kulcsszavak: 17-4 PH, MIM, rozsdamentes, plazmanitridálás, pvd, plasmanitriding

Summary

In certain cases, the stress conditions of machine parts and tools require inhomogeneous material properties. In these cases while high hardness and wear resistance are essential for the surface and near-surface layers, it is advantageous for the core to possess toughness. In such instances of loading, surface modification or treatment enables the creation of a structure that meets these requirements. Among surface treatment processes, we differentiate between technologies that modify the surface layer of the base material and coating technologies that apply different surface layers. However, in technical applications, there is sometimes a need for surface properties that no single technology can provide on its own. This is where hybrid surface treatment technologies come into play, combining the effects of multiple, distinct surface treatment methods to achieve properties that would not be possible with a single treatment.

During the production of machine parts, factors such as cost-effectiveness and productivity are important considerations. For high-volume production, metal injection molding (MIM) is becoming an increasingly popular technology. This method effectively combines the advantages of injection molding, commonly used for polymers, with those of powder metallurgy technologies known in metal production. However, the interaction between the microstructures of products made via metal injection molding - which highly differs from those produced by traditional manufacturing methods - and the surface properties achieved through diffusion and coating technologies is a less explored area.

In my research, we examined the interaction between the microstructures achieved through different steel manufacturing technologies and various hybrid surface treatment technologies on martensitic, precipitation-hardening stainless steel designated as 17-4 PH. The manufacturing technologies employed in the study included traditional casting and metal injection molding, the latter being a powder metallurgy technique. The hybrid surface treatment technologies applied involved a combination of low-temperature nitriding and PVD coatings with different chemical compositions. The available test specimens were evaluated based on tribological properties, microstructure, hardness, and layer adhesion

Keywords: pvd, stainless steel, plasmanitriding

Tartalomjegyzék

Köszönetnyilvánítás	iii
Összefoglaló	iv
Summary	v
1. Bevezetés	1
2. Szakirodalmi összefoglaló	2
2.1 Felületkezelések	2
2.1.1 Termokémiai felületkezelések	3
2.1.1.1 Cementálás	3
2.1.1.2 Nitridálás	4
2.1.1.2.1 Kis hőmérsékletű plazmanitridálás	5
2.1.2 Tribológiai bevonatok.....	5
2.1.2.1 PVD – Fizikai gőzfázisú rétegleválasztás	6
2.1.2.1.1 PVD eljárás-változatok.....	6
2.1.2.2 CVD – Kémiai gőzfázisú rétegleválasztás	10
2.1.2.2.1 Hagyományos és Plazmával Segített CVD (PACVD)	11
2.1.3 Kombinált és duplex eljárások.....	11
2.1.3.1 Duplex kezelés: plazmanitridálást követő PVD eljárás	12
2.2 Porkohászat	12
2.2.1 A porkohászat technológiája.....	12
2.2.2 Fémfröccsöntés (MIM).....	15
3. Kísérleti terv.....	17
3.1 Az alapanyag	17
3.2 Alkalmazott felületkezelések	17
3.3 Vizsgálatok.....	19
4. A vizsgálatok kiértékelése	20
4.1 SEM és EDS vizsgálatok.....	20
4.2 Keménységmérés.....	24
4.3 Adhéziós vizsgálat.....	25
4.4 Tribológiai vizsgálat.....	29
4.5 Felületi érdesség vizsgálata	32
5. Eredmények összefoglalása	34
6. Irodalomjegyzék.....	35

1. Bevezetés

A munkadarabok, szerszámok igénybevételi állapota megköveteli az anyagtulajdonságok inhomogén jellegét: míg a felületi és felületközeleli rétegeknél követelmény a nagy keménység és kopásállóság, a magnak szívós jellege előnyös. A felületkezelési eljárásokon belül megkülönböztetünk technológiákat, melyek során az alapanyag felületi rétegét módosítjuk, valamint az eltérő felületi réteget felvivő technológiákat. A műszaki életben azonban olyan különleges tulajdonságokkal rendelkező felület kialakítására is szükség lehet, melyet önmagában egyik technológia sem képes biztosítani; így terjedtek el a komplex felületkezelési technológiák, melyek felületmódosító és bevonatoló technológiai lépéseket ötvöznék.

A gépalkatrészek gyártása során felmerülő tényezők a gazdaságosság és gyorsaság. Nagy sorozatszámokban gyártott alkatrészek esetén egyre elterjedtebb technológia a fémfröccsöntés (MIM: metal injection molding).

A fémfröccsöntés során kialakuló finomabb szemcseszerkezet és irányított kristályszerkezet eltérő módon léphet reakcióba a felületkezelésekkel a hagyományos öntészeti és forgácsolási eljárásokkal szemben. Ennek jelenségét azonban kevés kutatás vizsgálta eddig.

2. Szakirodalmi összefoglaló

Ezen fejezet a műszaki életben használatos felületkezelések fontosságáról kíván szót ejteni, mélyebb áttekintést nyújtva a plazmanitridálás és PVD eljárás kombinációjából felépülő duplex felületkezelésről, különböző alakadási eljárással előállított martenzites, rozsdamentes acél esetében.

2.1 Felületkezelések

A felületi, illetve felületközeli rétegek szerkezetének, minőségének, és ennek következtében tulajdonságainak megváltoztatására irányuló sokféle eljárás kifejlesztése és rohamos elterjedése jellemezte az elmúlt évtizedeket. A tudományterület rendkívül dinamikus fejlődésének okai elsősorban a gépalkatrészekkel szembeni állandóan fokozódó igénybevételek, valamint az új megközelítéseket és megoldási lehetőségeket kínáló elméleti ismeretek és technikai újítások.

A gépalkatrészek igénybevételi állapotai, terhelési viszonyai megkövetelik az anyagtulajdonságok inhomogén jellegét, így nem található olyan anyag, amely a munkadarab térfogatának minden pontjában az igénybevételnek megfelelő legkedvezőbb tulajdonságokat biztosítaná. Ennek következtében az igénybevételi módok szempontjából azon gépalkatrészek bizonyosodtak legoptimálisabbnak, melyek inhomogén anyagszerkezettel rendelkeznek.

A tönkremeneteli okokat elemezve megállapítható, hogy az ipari termékek döntő hányadának esetében az élettartamot befolyásoló tönkremeneteli mechanizmus valamilyen, a felületi vagy felületközeli réteg fokozatos minőségromlását előidéző folyamat. Az élettartam növelés szempontjából kiemelt jelentősége van a kopásállóság növelésének céljából végzett felületi réteg módosításának, bevonatolásának. (Cserjésné et al., 2015)

A felületkezelés során a munkadarab teljes tömegének tulajdonságait változtatlanul hagyva a felületi tulajdonságokat, és azok rétegmélység szerinti változását az igénybevétel szempontjából szükséges, legoptimálisabb tulajdonságkombináció érdekében módosítjuk. A legfőbb célok közé tartozik a felület szilárdságának és teherviselő képességének növelése, kedvezőbb súrlódási viszonyok kialakítása, a kopásállóság javítása, valamint az élettartam növelése a maradó feszültségek optimalizálásával, ami fokozza a kifáradással és korrózióval szembeni ellenállást, ezáltal költséghatékonyabbá téve a termelést. Az eljárások két fő csoportra oszthatók: aszerint, hogy a szubsztrátum felületi rétegét módosítjuk, vagy egy eltérő anyagi minőségű réteget viszünk fel a felületére. Ezen belül tovább csoportosíthatjuk az eljárásokat aszerint, hogy az anyag kémiai összetétele változatlan marad-e, csupán a szerkezete módosul, vagy esetleg adalékanyag hozzáadásával történik a felület ötvözése. (Kocsisné et. al, 2013)

2.1.1 Termokémiai felületkezelések

A termokémiai felületkezelések során az acélok felületét emelt hőmérsékleten ötvözik kémiai elemekkel a megkövetelt mechanikai tulajdonságok elérése érdekében. Az alábbi fejezetek két, napjainkban is széles körben alkalmazott termokémiai felületkezelést kívánnak bemutatni.

2.1.1.1 Cementálás

A cementálás egy elterjedt termokémiai felületmódosító eljárás, amely során a kis karbontartalmú acél felületi rétegébe karbont diffundáltatva, majd a cementált darabot megedzve növelik annak felületének keménységét és kopásállóságát. Az eljárás célja a felületi réteg karbonkoncentrációjának feldúsítása jellemzően 0,75-2,1%-ra, amelyet ezt követően edzéssel nagy keménységű martenzites szövetszerkezetűvé alakítanak. A cementált réteg vastagsága az alkatrészt terhelő igénybevételektől függően általában 1,0–3,0 mm között változik. Rendszerint olyan munkadarabokat cementálnak, melyek alacsony karbontartalmúak, így a felületi réteg csak a megnövelt széntartalom következtében lesz edzhető. Nagyobb karbontartalmú acélok is cementálhatók, ebben az esetben a felület kopásállóságának növelésére alkalmas karbidok létrehozása, kedvezőbb feszültségi állapot kialakítása a cél.

A cementálást az adott acélra jellemző ausztenites tartományban végzik, jellemzően 900-1050°C-on, mivel az acél karbonoldó képessége ezen a hőmérséklettartományon ugrásszerűen megnő. (Réti, 1983)

A cementálásnak többféle technológiai változata terjedt el. Az eljárásváltozatokat elsősorban a reakcióközeg halmazállapota szerint különböztetik meg.

A szilárd közegben történő cementálás során a munkadarabot faszén, bárium-nátriumkarbonát és kokszpor keverékét tartalmazó acéllemez dobozban légmentesen zárva hevítik. A levegő oxigénje a cementálószerrel reakcióba lépve aktív karbont képez, mely a fém felületébe diffundálva alakítja ki a nagy keménységű felületi réteget. Az eljárást magas hőmérsékleten végzik, 850-900°C-on, akár 10-20 órán keresztül. (Cserjésné et al., 2015)

A folyékony közegű cementálást hagyományosan nátrium- és káliumcianidot tartalmazó sófürdőben végzik. A cianidok a sófürdő feletti légkörből felvett oxigénnel reakcióba lépve cianátokká alakulnak, melyek a fürdő és munkadarab határfelületén végbemenő reakciók során szén-monoxiddá alakulnak, melynek bomlása révén oldódásra képes karbon keletkezik. Megjegyzendő azonban, hogy a cianidok bomlása révén keletkező nitrogén egy része is a felületbe ötvöződik. (Thelning, 1974) Az eljárás legfőbb hátránya, hogy a ciántartalmú sók rendkívül egészségkárosítóak. Jelentős törekvések vannak a cíanmentes sófürdős eljárások fejlesztésére. (ASM, 2013)

A gázcementálás az ipari tömegtermelésben széles körben alkalmazott technológia. Az eljárás nem igényel külön előkészítő műveletet, ugyanakkor jól szabályozható a folyamat és a hőkezelés a cementálást követően megszakítás nélkül végezhető. A cementáló atmoszféra hordozó gáz és aktív gázok keveréke, fő komponensei a szén-monoxid, hidrogén és nitrogén, valamint metán és propán gázok. A gázelegy mindig tartalmaz valamennyi vízgőzt és/vagy széndioxidot is. A cementáláshoz szükséges aktív kARBONT a szerves gázok bomlása biztosítja nagy hőmérsékleten. (Mittemeijer, 2013)

2.1.1.2 Nitridálás

A nitridálás egy olyan termokémiai felületkezelő eljárás, amely során nitrogént diffundáltatnak az acél felületi rétegébe, ezáltal növelve annak keménységét, kopásállóságát és korrózióval szembeni ellenállását. Az eljárás alapja a nitrogén és a vas közötti magas affinitás növelt hőmérsékleten, amelyen az atomos nitrogén interstíciósan oldódik az acél szilárd oldataiban. (Lizák et al., 1983)

A nitridált réteg jellemzően két, egymástól jól elkülöníthető részből épül fel: a közvetlenül a felületen található, nagyobb nitrogéntartalmú vegyületi rétegből és az alatta elhelyezkedő diffúziós zónából. A nitridált réteg vastagsága általában 280-350 μm , mely a kezelési idő és a hőmérséklet megválasztásával szabályozható. (Lizák et al., 1983)

A nitridálásnak több eljárásváltozata terjedt el. A nitridáló közeg halmazállapota szerint három fő eljárásváltozatot különböztetünk meg.

A gáznitridálás a legelterjedtebb eljárás, amely során ammóniagázt vezetnek a zárt kemencébe. Az ammónia bomlása során keletkező nitrogén diffundál a fém felületébe, ahol nitrideket képez. A gáznitridálás hőmérséklete 510–570 °C között mozog, és a kezelési idő 10-90 óra is lehet. A gázáramlás és az ammónia disszociációs fokának szabályozásával lehet befolyásolni a nitrogén koncentrációját és így a réteg szerkezetét. (Davis, 2002)

A sófürdős nitridálás során a fémalkatrészeket cian alapú sókat tartalmazó fürdőben kezelik, ahol a nitrogén mellett karbon is diffundálhat a felületbe. A sófürdős nitridálás tipikus hőmérséklete 510–565 °C, időtartama pedig 0,1-4 óra. Ez az eljárás különösen alkalmas vékony rétegek gyors létrehozására, azonban környezetvédelmi szempontból kihívást jelent a rendkívül mérgező cianid sók kezelése. (ASM, 2013)

A plazmanitridálás során a nitridáló gázokat plazmaállapotba hozzák, így a pozitív töltésű nitrogénionok a katódként kapcsolt munkadarab felületének ütköznek. Az eljárás hőmérséklete széles tartományban (425–570 °C) mozoghat, és rövidebb kezelési időt (0,1-30 óra) igényel, mint a gáznitridálás. Az eljárással pontosan szabályozható a réteg vastagsága és szerkezete, így homogénebb és ellenállóbb rétegek hozhatók létre. Előnye, hogy környezetkímélőbb technológia. (Pye, 2003)

2.1.1.2.1 Kis hőmérsékletű plazmanitridálás

A plazmanitridálás fejlesztésében fontos célkitűzés a felületkezelés hőmérsékletének csökkentése. A kisebb hőmérséklet alacsonyabb költségeket, kevesebb deformációt és kisebb felületi érdességet jelent. Még fontosabb, hogy egyes ötvözetek tulajdonságai romlanak a hagyományos eljárások során alkalmazott nagy hőmérsékleten. Példaként az ausztenites rozsdamentes acél elveszítheti korrózióállóságát, ha 480°C feletti hőmérsékleten nitridáljuk, a króm-karbidok kialakulása miatt. (Fewell et al., 2000)

A plazmanitridálást hagyományosan 100-1000 Pa nyomáson, fénykisüléssel (glow discharge) végzik. A 300 V és 1000 V közötti negatív feszültség fenntartja a kisülést, amely a munkadarab körül néhány centiméterre korlátozódik. Bár ezt az előfeszültséget általában pulzálják a hőmérséklet jobb szabályozása és az ívképződés visszaszorítása érdekében, a folyamat hőmérsékletének van egy alsó határa a kisülést kísérő ionbombázásból eredő energialeadás miatt.

Számos kutató vizsgálta az alacsony nyomású plazmák alkalmazását nitridálási környezetként (Czerwiec et al., 1998). Körülbelül 0,1 Pa nyomáson a plazma egy, a munkadarabtól elkülönített forrásból, például rádiófrekvenciás gerjesztés, mikrohullámok vagy fűtött szálakból származó nagyenergiájú elektronok segítségével jön létre, majd szétterjed a kezelőkamrában. Az alacsony nyomás miatt ritkább ütközések következtében a plazma számos aktív részecskét tartalmaz, ami növeli a nitridálás hatékonyságát. A plazmagenerátor teljesítményének növelése nem szükséges akkor sem, ha a munkadarab felülete növekszik. Továbbá a kisülés természeténél fogva stabil, és nem hajlamos ívkisüléssé alakulni, ami egy újabb fontos előny a hagyományos plazmanitridálással szemben. (Fewell et al., 2000)

Az alacsonyabb hőmérsékleten végzett plazmanitridálás során nem válnak ki króm-nitridek az alapanyag krómtartalmából, így az megőrzi a rozsdamentes acélok korrózióállóságát. Az alacsonyabb feldolgozási hőmérséklet következtében csökken a munkadarabot érő hőterhelés, ami kisebb alakváltozást, vetemedést eredményez, ami különösen fontos a precíziós alkatrészek esetében.

2.1.2 Tribológiai bevonatok

A kopás- és korrózióállóság növelése érdekében az alkatrészek felületét különböző tribológiai bevonatokkal lehet ellátni. A gőzfázisból történő bevonatképzési módszereket alapvetően két fő csoportba oszthatjuk: fizikai gőzfázisú rétegleválasztás (PVD) és kémiai gőzfázisú rétegleválasztás (CVD). (Bell et al., 1997)

2.1.2.1 PVD – Fizikai gőzfázisú rétegleválasztás

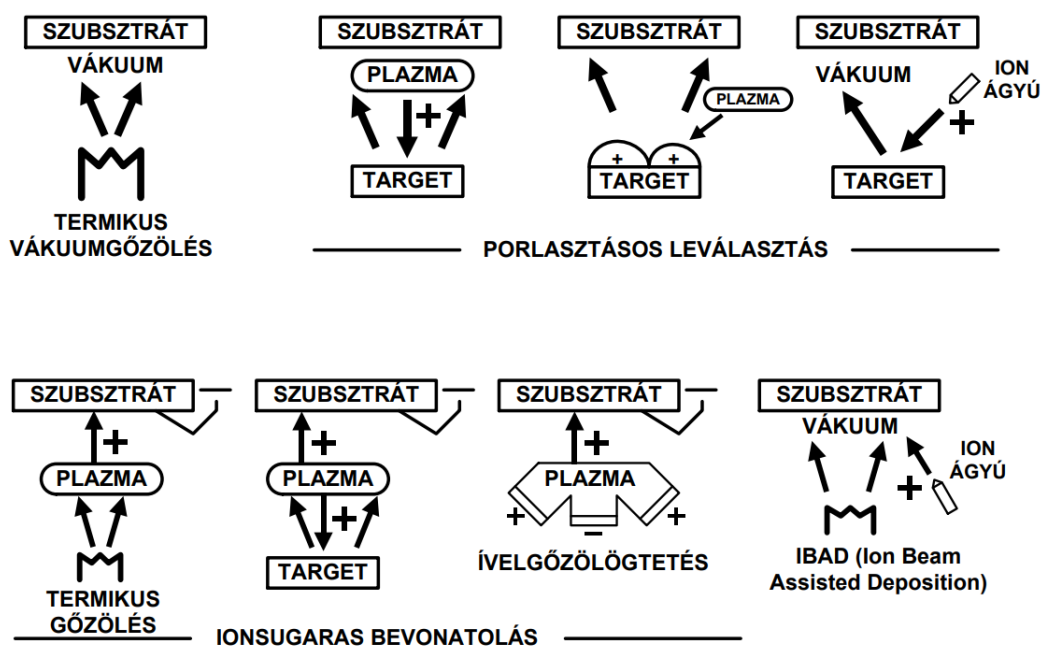
A fizikai gőzfázisú rétegleválasztás során atomos, molekuláris vagy ionos formában választják le a bevonó anyagot, majd a bevonandó alkatrész felületén kondenzáltatják. A réteget szilárd, folyékony vagy gáznemű forrásokból hozzák létre inkább fizikai, mint kémiai módszerekkel. Az eljárást jellemzően kis hőmérsékleten, 50-500°C között végzik, így a hordozóanyag szövetszerkezete és tulajdonságai változatlanok maradnak. A PVD eljárások során a rétegleválasztás három fő lépésben történik (Mattox, 2007):

1. A felvitelre kerülő anyag szintézise: A bevonóanyagot kondenzált fázisból gőz fázisba hozzák. Vegyületi rétegek felvitele esetében a reagensek közötti reakciók is ekkor mennek végbe.
2. A bevonatoló anyag eljuttatása a forrástól a hordozóanyagra: A gőzfázisú anyagot vákuum- vagy alacsony nyomású közegben áramoltatják a hordozó felé.
3. Kondenzáció és rétegnövekedés: A gőzök a hordozóanyagon kondenzálódnak, melyet a filmréteg képződése és növekedése követ, a bevonat fokozatosan felépül.

A PVD eljárással szinte bármilyen hordozóanyagra felvihetünk fém, ötvözet vagy vegyület anyagú bevonatot.

2.1.2.1.1 PVD eljárás-változatok

A fizikai gőzfázisú rétegleválasztás számos eljárást foglal magába, melynek három fő csoportja: az elgőzölögtetés, a katódporlasztás és az ionsugaras bevonatolás.



1. ábra A PVD eljárás-változatok (Mattox, 2007)

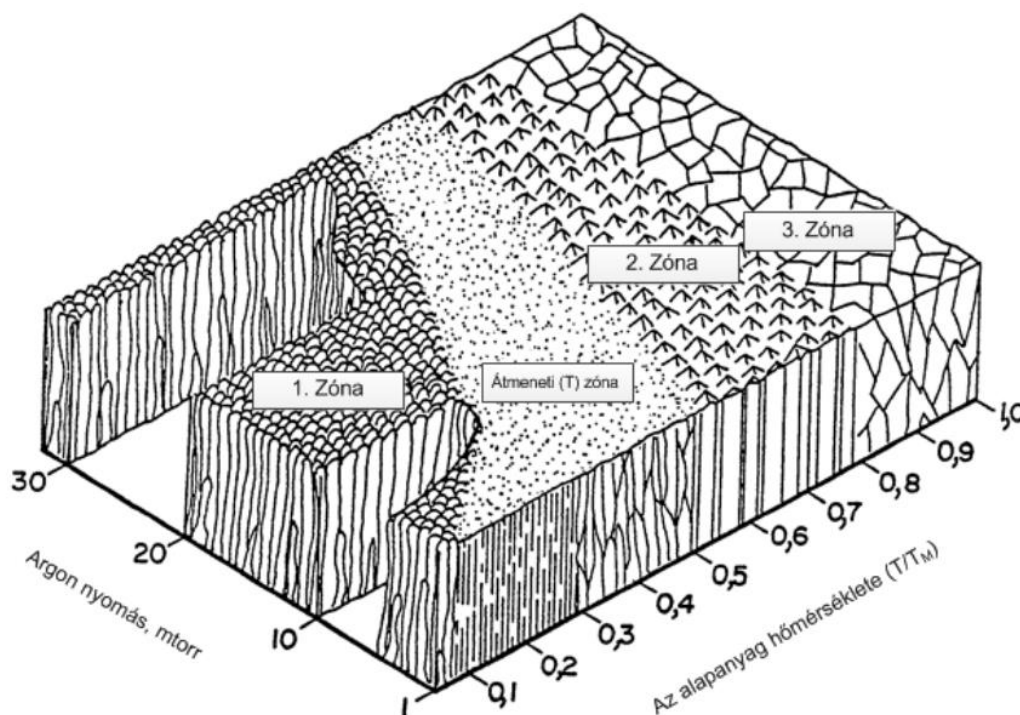
Az *elgőzölögtetés* elvén alapuló eljárás tekinthető a legegyszerűbb PVD eljárásnak, melyet régóta alkalmaznak optikai alkatrészek, üveglencsék bevonatolására. A bevonatot olvadt anyag párologtatásával hozzák létre vákuumban, jellemzően elektronsugaras hevítéssel. Ez a módszer csak viszonylag kis forráspontú bevonatok alkalmazására korlátozott, melyek hő hatására nem bomlanak el. Reaktív párologtatás során reaktív gáz (pl. metán, oxigén, nitrogén) jelenlétében kémiai reakciók történnek, így vegyülete réteg képződik a felületen.

Az elgőzölögtetési bevonatolás során az atomok mozgási energiája, amellyel a hordozóanyag felületéhez érkeznek, kizárólag hőenergiából származik. Alacsony hőmérsékletű hordozóanyagon a bevonatot alkotó atomok gyorsan elveszítik energiájukat, így csak minimálisan keverednek a hordozó felületi atomjaival. Ennek következtében gyenge az adhézió, melyet a felületi szennyeződések tovább rontanak. Az adhézió némileg javítható a kölcsönös diffúzió elősegítésével, ha a hordozóanyagot bevonatképzés közben vagy után melegítjük, de a felgőzölt bevonat kötési szilárdsága tribológiai szempontból általában nem elégséges. Az elgőzölögtetési módszer másik korlátját jelenti, hogy a bevonat anyaga a forrás és a szubsztrát között egyenes vonalban halad, ami megnehezíti az egyenletes bevonatképzést, különösen bonyolult geometriájú alkatrészek esetén. Az eljárást leginkább fémfilmek, mint például alumínium-, arany-, ezüst-, króm-, kadmium- és ólomrétegek felvitelére alkalmazzák. A lágyabb fémeket, mint az ólom, indium és ezüst, gyakran használják szilárd kenőanyagként, főként űrtechnológiában alkalmazott alkatrészek bevonására.

A *katódporlasztás* során nehéz gázionok energiája juttatja a bevonat anyagát a forrástól a hordozó felületére. Ezt általában 0,1–10 Pa nyomású argonban létrehozott hideg plazma pozitív ionjainak segítségével végzik, amelyek a negatív előfeszültségű szilárd anódhoz ütköznek. Az ionbombázás következtében a bevonóanyag felületéről atomok válnak le, amelyek a közeli hordozó felületén kondenzálódnak. Egyenáramú áramforrás esetén az eljárás csak vezető anyagoknál alkalmazható, de váltakozó áram használatával ez a korlátozás kiküszöbölhető. Az ionizációs hatások növelésével gyorsítható a porlasztási folyamat. A porlasztás rendkívül sokoldalú eljárás, számos anyag felvitelére alkalmas. Reaktív porlasztás során reaktív gázt alkalmazva oxid, nitrid és karbid bevonatokat hoznak létre. A porlasztással leválasztott atomok energiája jelentősen meghaladja a párologtatás során leválasztott atomokét, így nagyobb mértékű az interdiffúzió és keveredés, ezáltal erősebb adhézió alakul ki a bevonó és a hordozóanyag között. A porlasztás egyik fő előnye, hogy kiváló egyenletességű bevonat hozható létre, valamint a kis hőmérséklet lehetővé teszi műanyag hordozók bevonását is.

Az *ionsugaras bevonatolás* tekinthető a legszélesebb körben alkalmazott PVD eljárásnak. A bevonat anyagának atomjait vagy molekuláit a hevített forrásból plazmába gőzölik, melyet általában argongáz

közeggel, 0,1-10 Pa közötti nyomással hoznak létre. A gőzképző forrás hevítése történhet ellenállásfűtéssel, elektronsugárral, vagy szilárd forrásra adott ívkisüléssel. Az elpárollogtatott gőzben lévő atomok egy része pozitív ionizált állapotba kerül a plazmában, majd gyorsuló sebességgel halad a negatív feszültségen tartott hordozóanyag felé. A hordozóanyag felületét ezzel egyidejűleg nagy energiájú argon ionok is bombázzák. A hordozóanyag felületén lévő atomok az argon ionokkal való ütközés során a határfelületen jól tapadó bevonatot képeznek. Az eljárás előtt nem szükséges a munkadarab felületének tisztítása, mivel az a plazmában való porlasztás révén megvalósul. Az ionsugaras bevonatolással fémbevonatok esetén néhány $\mu\text{m}/\text{perc}$ bevonatképzési sebesség is elérhető. A korábban ismertetett PVD eljárásokhoz hasonlóan reaktív ionbevonás is megvalósítható reaktív gázok bevitelével, így vegyülete réteg leválasztására is van lehetőség. A szubsztrát nagy hőmérsékletére való tekintettel az eljárás csak olyan kemény hordozóanyagok esetében alkalmazható, melyek szövetszerkezete ezen a hőmérsékleten is stabil, nem lágyul ki.



2. ábra PVD eljárással kialakított réteg szerkezete: Thornton Diagram (Cserjésné et al., 2015)

A film mikroszerkezetét és következésképpen a tulajdonságokat is a nukleációs és növekedési kinetika határozza meg, amely erősen függ a leválasztási paraméterektől. A leválasztási paraméterek és a kialakuló mikroszerkezetek összefüggésbe hozására szerkezeti zónamodelleket (SZM) dolgoztak ki. (Schalk, et al., 2022)

A Thornton-diagram a PVD eljárással kialakított réteg szerkezetének kialakulását szemlélteti különböző hőmérsékleti és nyomásviszonyok mellett. A diagram a bevonat anyagának olvadáspontjához viszonyított hőmérsékletét, azaz a homológ hőmérsékletet (T/T_m) ábrázolja. A főbb szerkezeti zónák (Schalk, et al., 2022):

1. zóna:

Alacsony hőmérsékleten ($T/T_m < 0,1$) és alacsony felületi diffúzió mellett porózus, oszlopos szerkezet alakul ki. Ezen a hőmérsékleten az atomok mozgása minimális, ezért az anyag laza szerkezetet képez.

Átmeneti (T) zóna:

A T zónában a felületi diffúzió erősebb, mint az 1. zónában, és kompetitív növekedés következik be, ami tömörebb szálak szerkezetet eredményez.

2. zóna

Magasabb hőmérséklet mellett ($T/T_m > 0,3$) a felületi diffúzió dominál, ami alulról felfelé terjedő, sűrű oszlopos szemcséket eredményez.

3. zóna

A 3. zónában az ömlesztett diffúzió válik meghatározóvá, és rekrisztallizálódott szerkezet figyelhető meg egyenlő tengelyű szemcsékkel, valamint a film további sűrűsödése.

A diagram segítségével meghatározható, milyen körülmények mellett hozható létre a tömbihez hasonló finomszerkezetű és sima felületű réteg, azaz nem alakulnak ki a túszerű krisztallitokra jellemző fázishatárok. (Bertóti et al., 2003)

A szennyezők jelenléte szintén jelentős befolyással van a kialakuló rétegek szerkezetére. A hatás mértéke a kölcsönhatás jellegének függvénye. Abban az esetben, ha a szennyező a rétegalkotóval magas olvadáspontú vegyületet képez, ami a felületi mozgékonyság csökkenését eredményezi, annak hatása a növesztési hőmérséklet csökkenéséhez hasonló. Az alacsony olvadáspontú fázist képző szennyezők ezzel ellentétes hatást fejtenek ki. Egyes szennyezők preferált adszorpciója bizonyos kristálytani síkokon kitüntetett irányú. Ezen hatásokat figyelembe véve meghatározhatók a növesztés körülményei a kívánt célnak megfelelő szerkezetű és morfológiájú rétegek elérése érdekében. (Bertóti et al., 2003)

A PVD eljárás számos előnnyel rendelkezik a hasonló technológiákkal, például a kémiai gőzfázisú rétegleválasztással (CVD) és a galvanizálással szemben. A bevonatképzés kis hőmérséklete lehetővé teszi a nagy hőmérsékletű CVD eljárásoknál gyakran jelentkező vetemedés és megeresztődés elkerülését, a hordozóanyag eredeti anyagminőségével megegyező felületi minőség érhető el, alkalmas nagy tisztaságú bevonat létrehozására, széleskörűen alkalmazható, szinte bármilyen fém,

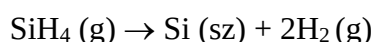
ötvözet vagy vegyületi réteg felvihető különféle anyagú és formájú hordozófelületre. Az eljárás további előnye, hogy környezetbarát megoldást nyújt kerámiabevonatok létrehozására, hulladékkezelési problémák nélkül.

2.1.2.2 CVD – Kémiai gőzfázisú rétegleválasztás

A kémiai gőzfázisú rétegleválasztás (CVD) a PVD-hez hasonlóan sokoldalú eljárás, amely lehetővé teszi szinte bármilyen fém, nemfémes elem, valamint különféle vegyületek, karbidok, nitridek, oxidok, és intermetallikus vegyületek bevonatolását. A CVD során a gáz halmazállapotú reagenseket egy reaktorkemencébe vezetik, ahol a hordozóanyag közelében termikus úton (hagyományos CVD) vagy egyéb módszerekkel (plazmával segített CVD, lézerrel aktivált CVD) aktiválják. Az így elindított kémiai reakció eredményeként szilárd bevonat képződik a hordozóanyag felületén. A CVD eljárások általában 600–1100 °C közötti hőmérsékleten történnek, ahol a nagy hőmérséklet és a szilárd halmazállapotú diffúzió révén egyenletes vastagságú, erős adhéziós kötésű és alacsony porozitású filmrétegek alakíthatók ki, még bonyolult geometriájú alkatrészek esetében is. Fontos megemlíteni, hogy míg a szinterelt karbid alkatrészek ellenállnak a nagy hőmérsékletnek torzulás és tulajdonságaik romlása nélkül, szerszámacélok esetében gyakran szükség van egy utólagos edzésre és megeresztésre, illetve elkerülhetetlen némi torzulás vagy deformáció. Jelenleg is zajlanak kísérletek alacsonyabb hőmérsékletű eljárások kifejlesztésére, mint a plazmával segített CVD-re, amelyek 300 °C alatti hőmérsékleten is képesek megfelelő minőségű, nagy kötési szilárdságú és sűrűségű bevonatot létrehozni. A CVD különböző kémiai reakciók révén számos anyagtípust képes bevonni, ideértve a karbidokat, nitrideket és oxidokat. A fő CVD reakciók kategóriái:

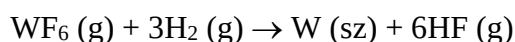
Hőbontásos reakciók (például a szilícium leválasztása):

1. Egyenlet



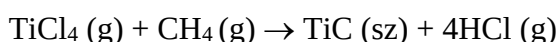
Redukciós reakciók (például volfrám réteg leválasztása):

2. Egyenlet



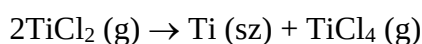
Szubsztitúciós reakciók (például titán-klorid és metán reakciója):

3. Egyenlet



Diszproporcionálós reakciók (például titán leválasztása titán-kloridból):

4. Egyenlet



Bizonyos CVD eljárásban ezen reakciótípusok különféle kombinációja is előfordulhat.

2.1.2.2.1 Hagyományos és Plazmával Segített CVD (PACVD)

A hagyományos CVD eljárás vegyület-előállító reakciói sok esetben csak nagy hőmérsékleten mennek végbe, ami sokszor nem kívánt deformációt okoz a munkadarab geometriájában. Plazmával segített CVD (PACVD) technológia esetén a reagenseket plazma segítségével aktiválják, így az eljárás hőmérséklete hatékonyan csökkenthető. A PACVD eljárás lehetővé teszi a gyorsabb, hatékonyabb kémiai reakciókat, és minimalizálja a hőhatások okozta torzulásokat. Hátránya azonban a hagyományos CVD eljáráshoz képest, hogy több a hibalehetőség, kisebb a bevonat sűrűsége és nehéz tiszta anyagok felvitele. (Cserjésné et al., 2015)

A CVD nagy sűrűséget és kiváló tapadású bevonatot eredményez, valamint bonyolult geometriák esetében is jól alkalmazható eljárás. Hátránya azonban a nagy hőmérséklet szükségessége, ami bizonyos hordozóanyagok esetében torzulásokat okozhat, illetve a mérgező reagensek használata, amely zárt rendszerű alkalmazást igényel. (Cserjésné et al., 2015)

2.1.3 Kombinált és duplex eljárások

Az eljárásváltozatok, technológiai paraméterek és anyagpárosítások megválasztása mellett a különböző eljárások egymást követő alkalmazási lehetőségei, az ún. duplex, illetve kombinált kezelések további lehetőségeket kínálnak, így számtalan variációs lehetőség közül kell megválasztani a felhasználói igény számára legoptimálisabb megoldást.

Duplex felületkezelés alatt az egymást követő két, vagy több felülettechnológiai eljárás alkalmazását értjük olyan célból, hogy azok a felületen olyan összetett tulajdonságú kompozitot képezzenek, melyet önmagában egyik eljárás sem tudna biztosítani. A két különálló eljárás közötti kölcsönhatás, valamint a kombinált tulajdonságok kialakításában betöltött szerepük alapján a duplex eljárások két csoportba sorolhatók. Magyar nyelvi megfelelőjének hiányában az alkalmazott kifejezések angol megfogalmazásával élek. (Cserjésné et al., 2015):

I. „Complementary” technológia: Ebben az esetben a két eljárás úgy egészíti ki egymást, hogy a kívánt kombinált hatás mindkét eljárás együttes eredményeként alakul ki. Jellemző példája a technológiának az előzetesen nitridált, nagy szilárdságú alapanyagra kopásálló keramikus bevonat felvitele PVD eljárással

II. „Supplementary” technológia: Ebben a megközelítésben az egyik technológia elősegíti a domináns technológia hatékonyságát, ezáltal növelve annak hatását, eredményét. Tipikus példa erre, amikor a felszórással létrehozott felületi réteg elektronsugár alkalmazásával átolvasztják.

2.1.3.1 Duplex kezelés: plazmanitridálást követő PVD eljárás

A plazmanitridálást követő PVD eljárás a duplex felületkezelési technológiák közé tartozik, melyet a fémalkatrészek kopásállóságának és korrózióállóságának javítására alkalmaznak. Az eljárás két lépésből áll:

1. Plazmanitridálás: A kezelés első lépéseként plazmanitridálással kemény és nagy kopásállóságú nitridált réteget hoznak létre az alapanyag felületén. Ez a réteg segít megerősíteni az alapanyag felületét, növelve annak teherbíró képességét, valamint előkészíti a felületet a következő réteg felvitelére.
2. PVD bevonatolás: A nitridálás után következik a PVD eljárás, amely során egy vékony, kopásálló keramikus bevonatot, például titán-alumínium-nitrid (TiAlN) réteget visznek fel. Ez a réteg rendkívül kemény és ellenálló, ami növeli az alkatrész élettartamát és javítja a teljesítményét szélsőséges körülmények között is.

Ezt a duplex kezelést főként olyan területeken alkalmazzák, ahol az alkatrészek kopásállósága és korrózióállósága kritikus fontosságú, például szerszámgyártásban, autóiipari alkatrészek esetén, illetve nagy igénybevételű gépalkatrészeknél.

Az eljárás számos előnye közül kiemelkedő a kiváló adhézió a rétegek határfelületén, ezáltal megakadályozva a kerámiabevonat delaminálódását nagy terhelés alatt.

2.2 Porkohászat

Az acélt kiváló mechanikai tulajdonságai és költséghatékonysága miatt széles körben használják az iparban, különösen az autó-, kőolaj- és vegyiparban. Közülük a rozsdamentes acélok kapnak egyre nagyobb figyelmet kiváló korrózió- és oxidációállóságuk miatt. Nagy krómtartalmuk passzív védőréteget biztosít, ha a mennyiség több mint 11%. A hagyományos forgácsoló gyártás alkalmazásával azonban nehézséget okoz a hűtőcsatornákkal, hálós szerkezettel vagy belső üregekkel ellátott, összetett alakú alkatrészek gyártása. (Zadi 2018)

A porkohászat a korszerű tömeggyártási technológiák egyik legprogresszívebben fejlődő ága, mely lehetőséget nyújt bonyolult geometriájú alkatrészek nagy termelékenységű, költséghatékony előállítására. (Németh, 2009)

2.2.1 A porkohászat technológiája

A porkohászat kiindulási anyagaként szolgáló por adalékanyagokat alakot adva összesajtoltjuk, majd hőkezeléssel megindított diffúziós folyamattal kohéziós kapcsolatot létesítünk a porszemcsék között, miközben a köztük lévő üregek, pórusok folyamatosan csökkennek. Mivel a folyamat során a térfogat

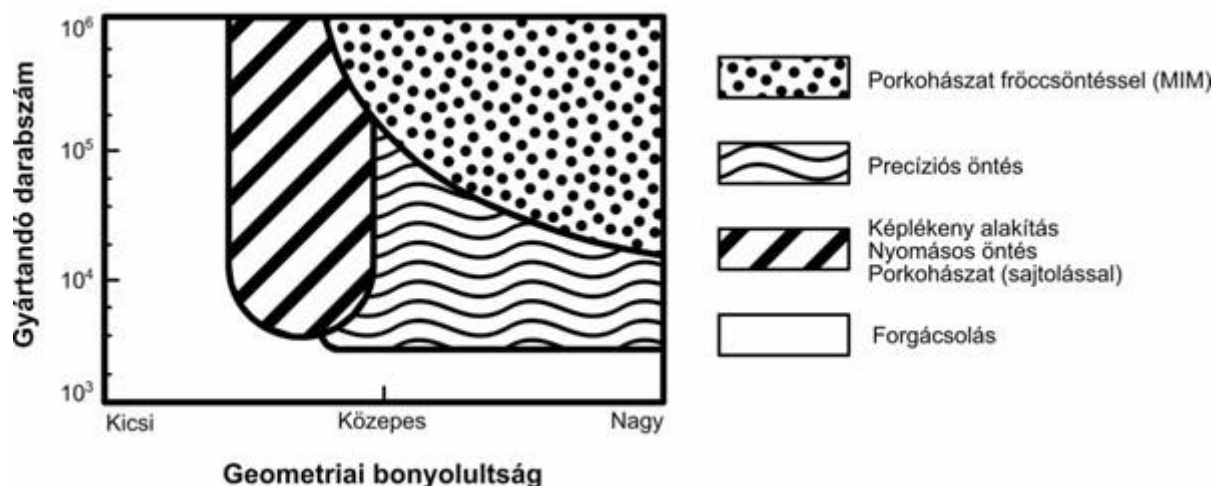
rendszerint csökken, ezt a folyamatot zsugorításnak nevezzük, elterjedt megnevezése továbbá a szinterezés, szinterelés is. A hőkezelés hőmérséklete a rekrisztallizációs hőmérséklet (az olvadáspont 0,3-0,7 szerese K -fokban).

A porkohászat több lépésből áll:

1. Porgyártás: Mechanikus aprítással vagy folyékony fém porlasztásával fémes porokat állítanak elő. Az aprítás különösen rideg anyagok esetén alkalmazható, míg a porlasztás finom szemcseszerkezetet eredményez.
2. Por előkészítése: A porok előkészítése alatt azok szemcsenagyság szerinti osztályozását, keverését, adalékolását, valamint granulálását értjük.
3. Sajtolás és tömörítés: A porkeveréket nagy nyomással sajtolják és tömörítik annak érdekében, hogy elérje a kívánt formát és sűrűséget.
4. Hőkezelés (szinterelés): A szinterelés során a sajtolt darabot hőkezelésnek vetik alá, hogy diffúziós kötés alakuljon ki a porszemcsék között. Ennek hatására nő a darab sűrűsége, valamint mechanikai tulajdonságai is javulnak.
5. Kiegészítő műveletek: Egyes termékeknél utólagos műveletek indokoltak, például kalibrálás, felületi kezelés, hőkezelés, vagy korrózióvédelem.

A porkohászatnak számos előnye van. Különleges, más eljárással nem biztosítható tulajdonságok elérésére alkalmas; nagy tisztasággal, olvasztás nélkül dolgozhatóak fel magas olvadáspontú anyagok; kiváló felületi minőséget és méretpontosságot biztosít; a gyártási folyamat minden lépése automatizálható; nagy darabszám esetén költséghatékony megoldást biztosít; kisebb az anyagvesztés.

Egy gépalkatrész gyártása során kiemelkedően fontos tényező a gazdaságosság. Bár anyagvesztéssel nem kell számolnunk a porkohászati eljárások során, szükséges figyelembe venni a magas beruházási és szerszámozási költségeket is, melyek kis darabszámú sorozat gyártása esetén nem megtérülendő. A 3. ábra a különböző porkohászati és egyéb gyártási eljárások alkalmazási területét mutatja a gyártandó darabszám és a geometriai bonyolultság függvényében. A porkohászati eljárások esetében lehetőség adódik összetett alakú alkatrészek gyártására, azonban ezek az eljárások meglehetősen költségesek kisebb darabszám esetén.



3. ábra Az alakadó eljárások alkalmazási területe (Németh, 2009)

Főbb porkohászati eljárások alkalmazási területeit az 1. táblázat veti össze. A *hagyományos porkohászat* széles körben alkalmazható különböző anyagok, például acélok és ötvözetek, valamint kerámiák előállításánál. Jó méretpontosságot és bonyolult geometriák költséghatékony kialakítását teszi lehetővé nagy sorozatszám esetén.

A *fémfröccsöntés (MIM-Metal Injection Molding)* során kiváló geometriai összetettség érhető el jó méretpontossággal és kiváló sűrűség mellett. A technológia hátránya azonban, hogy magas szakképzettséget igényel, és költséges beruházásokkal, szerszámköltségekkel jár, valamint alkalmazhatósága a kisebb alkatrészekre korlátozódik. A *meleg izosztatikus sajtolás (HIP)* nagy sűrűséget és kiváló mechanikai tulajdonságokat biztosít, valamint nagy méretű alkatrészek gyártására is alkalmas.

Hátránya azonban, hogy rossz méretpontosságot biztosít, így utómunkálatokat igényelhet. A *porkovácsolással* kiváló méretpontossággal és sűrűséggel érhető el. A speciális eszközök és jelentős energiaigény miatt azonban költséges eljárás, valamint a geometriai alak bonyolultsága is korlátozott.

1. táblázat A főbb porkohászati eljárások

Jellemzők	Hagyományos porkohászat	Porkohászat fröccsöntéssel (MIM)	Meleg izostatikus sajtolás	Porkovácsolás
Anyag	Acélok, korrózióálló acélok, réz ötvözetek, kerámiák	Acélok, korrózióálló acélok, kerámiák	Szuperötvözetek titán ötvözetek, korrózióálló acélok, szerszámacélok, kerámiák	Acél ötvözetek
Darabszám	>5000	>5000	1-1000	>10,000
Tömeg (kg)	<2,5	0,1 (max. 0,3)	2-2500	<2,5
Alak bonyolultság	jó	kiváló	nagyon jó	jó
Méretpontosság	kiváló	jó	rossz	nagyon jó
Költség	kiváló	jó	rossz	nagyon jó
Teljesítmény	kiváló	jó	rossz	kiváló
Sűrűség	közepes	jó	kiváló	kiváló

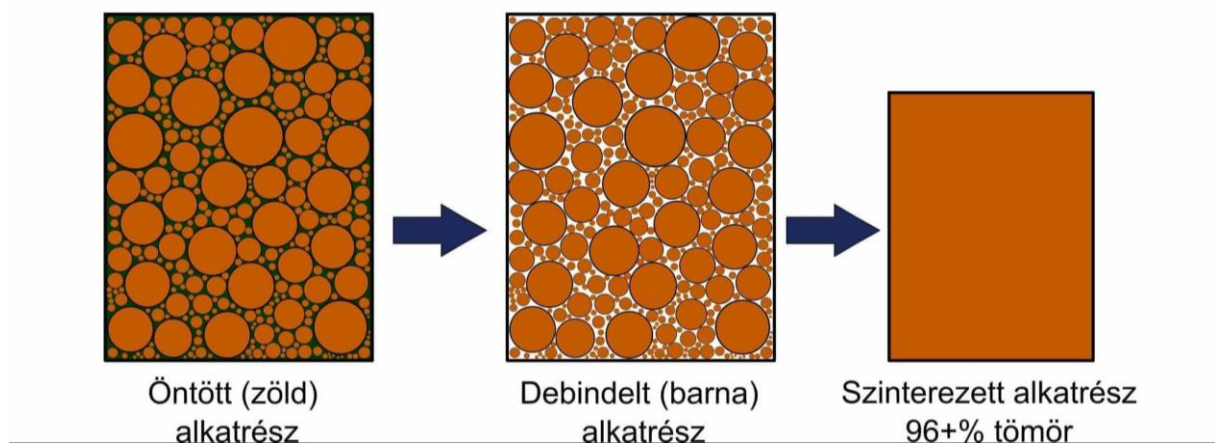
2.2.2 Fémfröccsöntés (MIM)

A fémfröccsöntés (MIM) a műanyagokat feldolgozó általános fröccsöntési eljárás módosítása, ahol a műanyag jelentős térfogatrészét finom fémporral helyettesítik. A fémfröccsöntés során nagyon finom fémporokat kevernek műanyag kötőanyaggal, hogy paszta állagú alapanyagot képezzenek, majd az így előállított alapanyag felhasználásával hagyományos hőre lágyuló műanyag fröccsöntő berendezésen fröccsöntéssel „zöld” alkatrészt készítenek, kivonják a kötőanyagot, és végül a termékeket szinterelik. A gyártási technológia fő előnyei közé tartozik a nagy terméksűrűség, a bonyolultabb formák kialakítása, a célnak megfelelőbb mechanikai tulajdonságok és a hagyományos porkohászati termékekhez képest jobb felületi minőség. További előnye, hogy az öntött alkatrészek elég kemények ahhoz, hogy másodlagos megmunkálásra is alkalmasak legyenek, ezáltal komplex geometriák alakíthatóak ki. (Huang et al., 2003)

A MIM technológia révén létrehozott szövetszerkezet különleges jellemzőkkel bír. Az eljárás során a porszemcsék alaposan összetömörülnek, és a szinterelés következtében egy szinte teljesen pórusmentes, homogén mikrostruktúra jön létre. Ez a finomszemcsés szerkezet rendkívül kedvező mechanikai tulajdonságokkal bír, például nagy szakítószilárdság, kifáradási ellenállás és kiváló kopásállóság.

A MIM technológia lépései (Németh, 2009):

1. Porkeverés: Az eljárás első lépése, ahol finom, 50 mikron alatti porokat kevernek össze polimer adalékkal (kb. 30-40%-os arányban), majd granulátum készítés következik. A porkeverék polimertartalma biztosítja a fröccsöntés közbeni megfelelő folyást és szilárdságot.
2. Fröccsöntés (molding): A porkeveréket hidraulikus, elektromos vagy hibrid működtetésű fröccsöntő gépekkel juttatják a formába. A fröccsöntés során különböző méretű darabokat lehet előállítani, 0,1-től 450 grammig terjedően.
3. Adalék eltávolítása (debinding): Az előformázott darabokból az adalékokat részben eltávolítják, hogy előkészítsék a zsugorítási (szinterelési) folyamatot. Ez a lépés kritikus a végtermék minősége szempontjából.
4. Zsugorítás (sintering): A végső lépés a zsugorítás, amely során a darabot vákuumkemencében vagy védőgázos környezetben kezelik, hogy a porszemcsék között szorosabb kohéziós kötések alakuljanak ki. A folyamat végére az anyag sűrűsége és szilárdsága közel 100%-ra nő, miközben a méretei csökkennek.



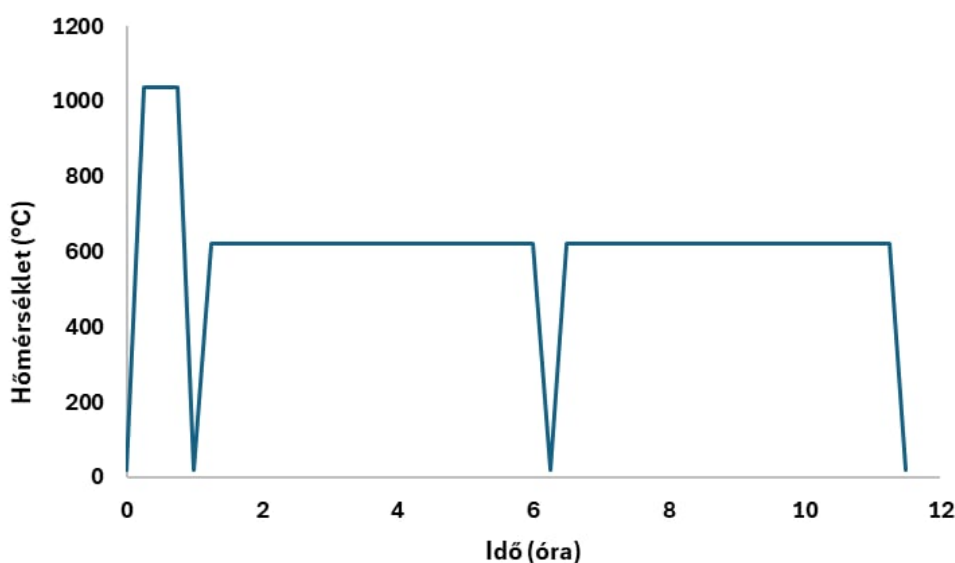
4. ábra Az alkatrészek zsugorodása szinterelés után (Németh, 2009)

A fémfröccsöntés előnyeiként felsorolható az eljárás során elérhető nagy, akár 96-98%-ot is meghaladó tömörség. A MIM technológia alkalmas rendkívül pontos alkatrészek gyártására, amelyeket szűk tűrésekkel, bonyolult geometriákkal és kiváló felületi minőséggel lehet előállítani.

3. Kísérleti terv

3.1 Az alapanyag

A 17-4PH egy martenzites, kiválóan keményíthető korrózióálló acél, mely nagy szilárdsággal és keménységgel rendelkezik. A 17-4PH sokoldalúan felhasználható anyag, amelyet széles körben alkalmaznak a repülőgépiparban, a vegyiparban, a petrokémiai iparban, az élelmiszeriparban, a papíriparban és az általános fémmegmunkáló iparban. Az acél H1150 jelölésű hőkezelésen esett át, melynek hőkezelési diagramja az 5. ábrán látható.



5. ábra Az acél hőkezelési diagramja

A hőkezelés egy oldó hőkezeléssel kezdődött, mely fél órán át tartó hűtéstől állt 1038°C-on, majd levegőn hűtötték. Az acélt ezt követően 620°C-on öregítették, egyenként négy órán keresztül.

3.2 Alkalmazott felületkezelések

A PVD bevonatolást megelőző alacsony hőmérsékletű plazmanitridálás 400°C-on történt, 2 órán keresztül nitrogén és hidrogén gáz keverékében.

A minták bevonatolása három különböző kerámiabevonattal történt, voestalpine HPM Kft termékkatalógusából kiválasztva. A DUPLEX CROSAL-plus® egy alumínium-króm-nitrid alapú bevonat, melynek jellemzői a nagy melegekeménység, kiváló kopásállóság és hőterheléssel szembeni ellenállás, valamint kiváló a bevonat adhéziója. A DUPLEX VARIANTIC® bevonat egy ALTiCN bázisú, nagy keménységű és kiváló oxidációs ellenállással rendelkező bevonat. A termék gyorsacél és keménymetall felületén is alkalmazható, kis súrlódású, kemény és szívós tulajdonságait egészen 800°C-ig megőrzi. A DUPLEX VARIANTIC 1000® az alap DUPLEX VARIANTIC® bevonat

fejlesztett változata, nagyobb rétegvastagsággal, nagyobb felületi keménységgel. A bevonatok tulajdonságait a 2.táblázat foglalja össze.

2. Táblázat A bevonatok jellemzőinek összefoglalása

Terméknév	DUPLEX VARIANTIC®	DUPLEX CROSAL-plus®	DUPLEX VARIANTIC 1000®
Próbatest hivatkozás	VAR	CRO	VAR10
Anyag	TiAlCN	AlCrN	TiAlCN
Keménység	3500±500 HV	3200±300 HV	4000±200 HV
Alkalmazási hőmérséklet	800°C	1100°C	800°C
Súrlódási együttható (acél kontaktpár)	0,2	0,45	0,65
Bevonatvastagság	2-4 µm	2-5 µm	8-10 µm
Szín	rózsaarany	palaszürke	sötétvörös arany

A mintákat a hivatkozás megkönnyítése érdekében egyedi jelölésekkel láttam el. Ezeket az alábbi táblázat szemlélteti.

3. Táblázat A minták és jelöléseik

Alakadási eljárás	Bevonat	Bevonat vastagsága	Megnevezés
Hagyományos	AlCrN	5 µm	REF-CRO
Hagyományos	TiAlCN	5 µm	REF-VAR
Hagyományos	TiAlCN	10 µm	REF-VAR10
MIM	AlCrN	5 µm	MIM-CRO
MIM	TiAlCN	5 µm	MIM-VAR
MIM	TiAlCN	10 µm	MIM-VAR10

A mintákat keresztmetszetük mentén vágtuk, csiszoltuk és políroztuk, majd meleg beágyazáson esett át. A mintákat pikralsav, sósav és etanol keverékében marattuk, a maratási idő 15 mp volt.



6. ábra A próbatestek

3.3 Vizsgálatok

A minták felületén vágás és csiszolás előtt tribológiai vizsgálatot végeztünk. A mérést a Polimertechnika Tanszéken található Anton Paar TRB³ típusú tribométeren vittük véghez az ASTM-G99 szabvány szerint. A profilmérést Polyák István végezte a Gyártástudomány és -technológia Tanszéken, Mitutoyo Surftest profilmérőn az ISO 4287:1997 szabvány alapján. Az adhéziós teszt ISO 26443-as szabványa szerint lett végezve, Lynx Moto motorikus Rockwell keménységmérővel végeztük el a lenyomatok lerakását, majd a lenyomatokat Olympus PMG3 típusú fémmikroszkóppal minősítettük. A keresztmetszeti csiszolatokat az Anyagtudomány és Technológia Tanszéken vizsgáltuk Zeiss EVO MA 10 típusú elektronmikroszkóppal, valamint EDAX EDS berendezéssel. A mikrokeménységmérést Buehler Indentamet 1100 gépen végeztük ISO 18203:2016 szabványnak megfelelően.

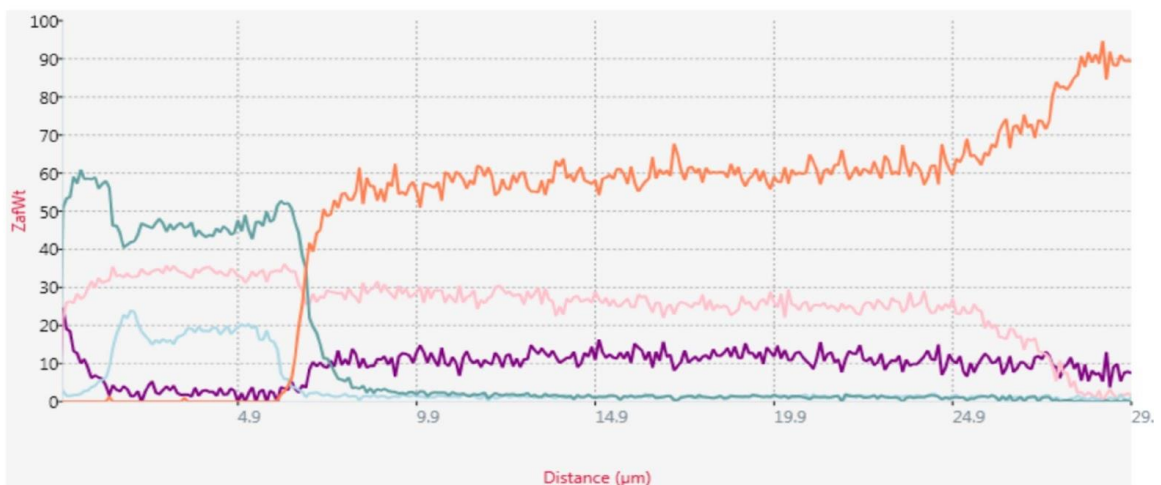
4. A vizsgálatok kiértékelése

4.1 SEM és EDS vizsgálatok

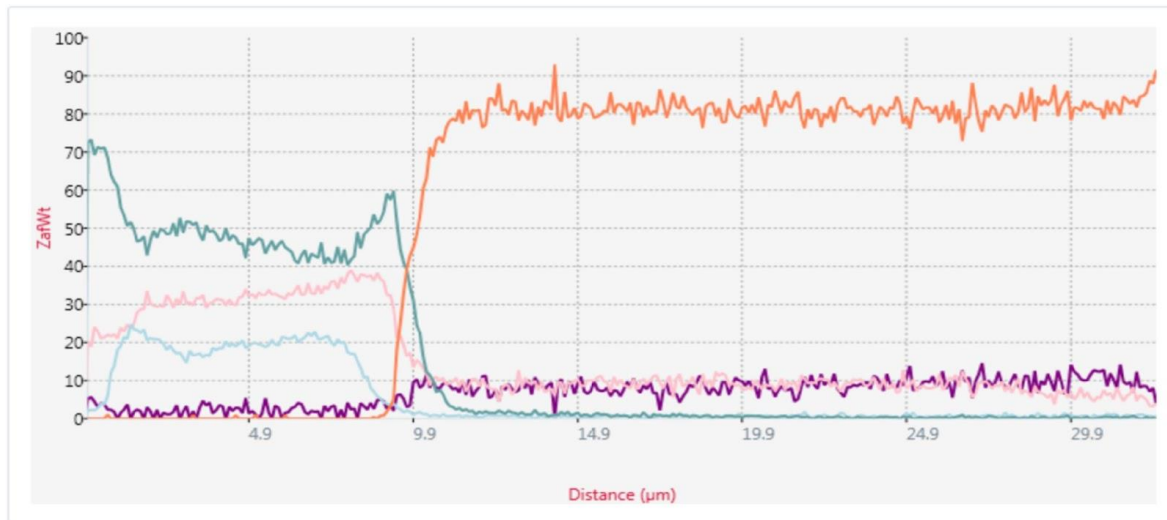
Az elektronmikroszkóppal végzett vizsgálat előtt a gyantába ágyazott mintákra PVD eljárással egy vékony arany filmréteg került felvitelre, ezáltal elektromosan vezetővé téve azokat. Ezt követően a minták kétoldalú ragasztós vezető szalaggal lettek a mintatartóra erősítve. A SEM vizsgálattal egyidőben végezhető az EDS vizsgálat is az anyagminőség megállapítására. Az elemanalízis során szépen látható a kerámiabevonatok összetétele. A CRO bevonat nagy koncentrációban tartalmazott alumínium, króm és nitrogén atomokat. A VAR és VAR10 minták esetében az alumínium, titán, szén és nitrogén elemek magas koncentrációja figyelhető meg.



7. ábra A CRO bevonat elemanalízise a referencia mintán

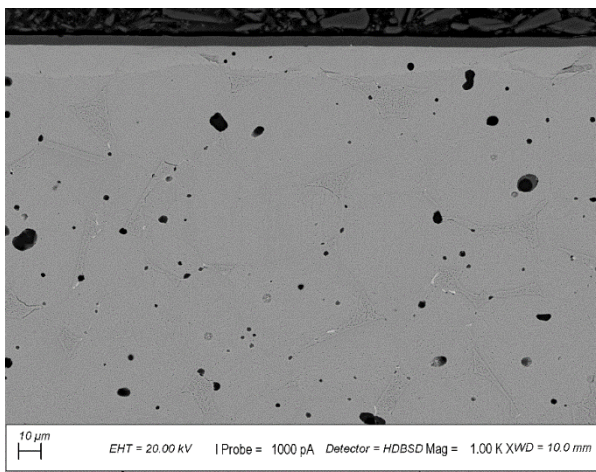


8. ábra A VAR bevonat elemanalízise a fémfröccsöntött mintán

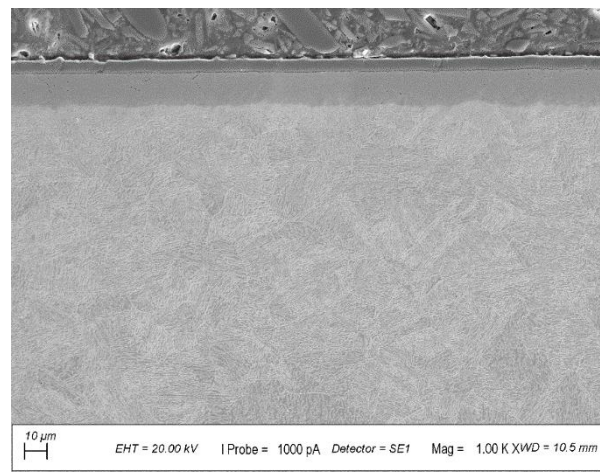


9. ábra A VAR10 bevonat elemanalízise a fémfröccsöntött mintán

A MIM-mel készült minták esetében jól kivehetőek a gyártástechnológiára jellemző pórusok, melyek a képeken sötét foltokként vehetőek ki. Ezzel szemben a referencia minták tömör, homogén szerkezete figyelhető meg.

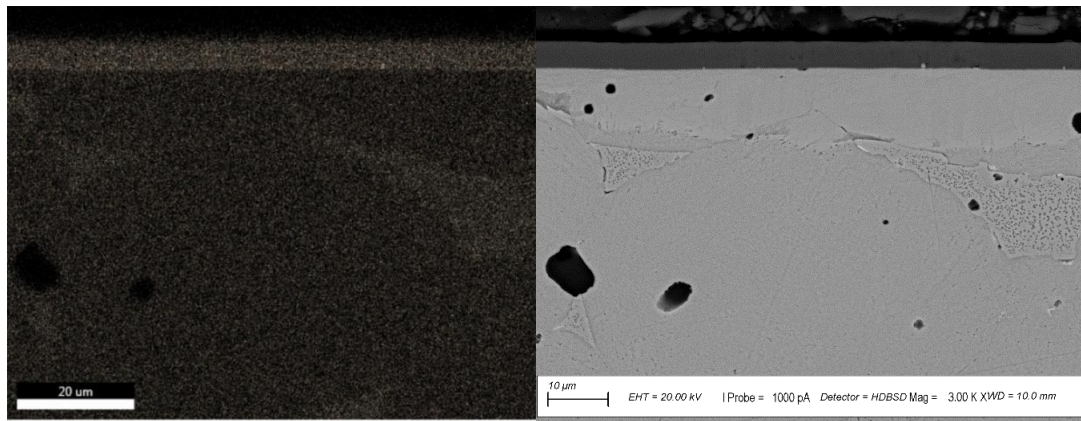


10. ábra: A MIM-CRO minta porózus szerkezete



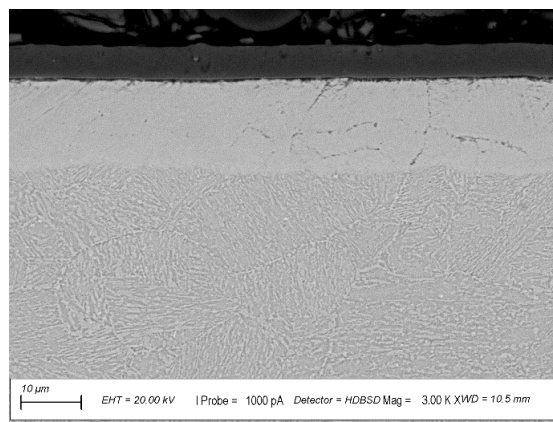
11. ábra A REF-CRO szövetszerkezete

A fémfröccsöntött minták esetében szemcsehatárok mentén porózus kiválások figyelhetőek meg. A kiválásokon elemanalízist végezve megállapítható, hogy azok anyaga krómban dúsult martenzit. A referencia mintákon látható szemcsehatárok mindössze a maradék ausztenit következménye.



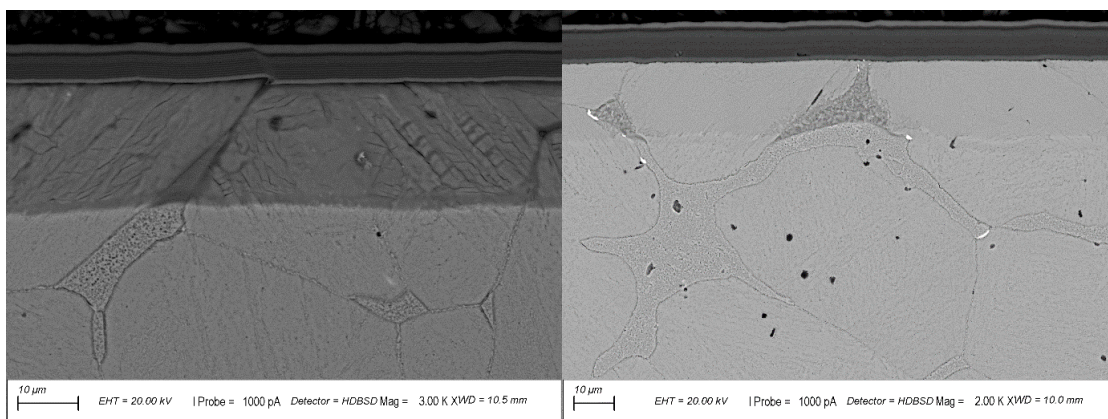
12. ábra Cr kiválások a MIM-CRO mintán

A referencia mintákon látható szemcsehatárok mindössze a maradék ausztenit következménye.



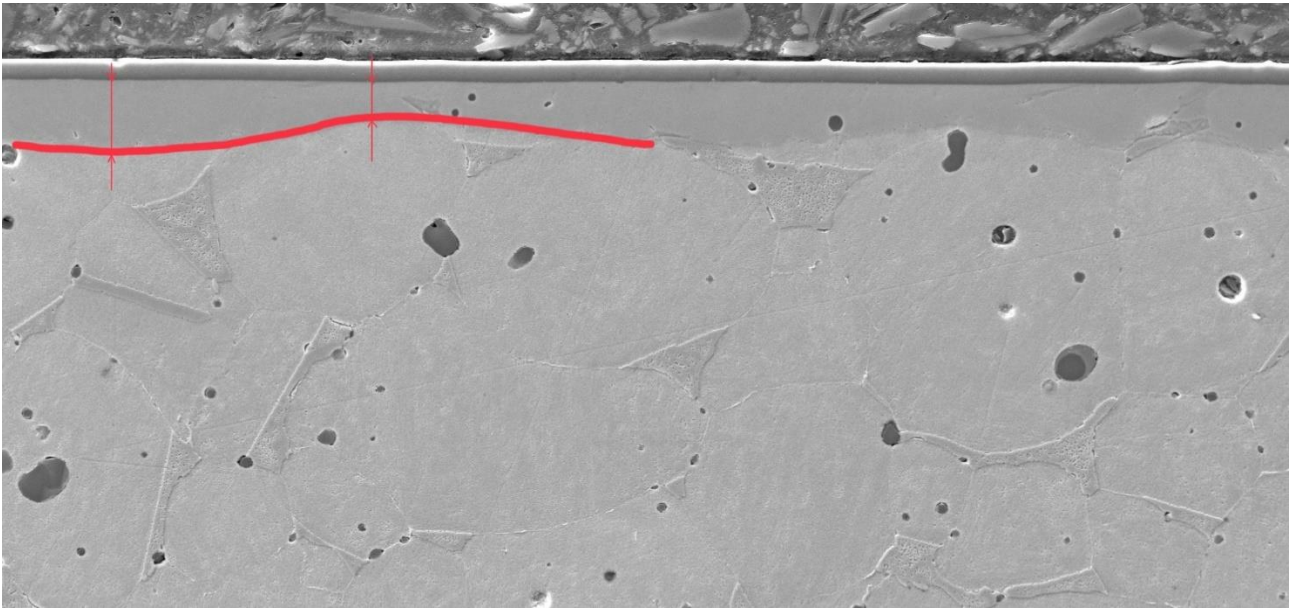
13. ábra a REF-CRO minta keresztmetszeti képe

A fémfröccsöntött minták esetében megfigyelhető, hogy a felületen képződött kerámia bevonat nem egyenletes, törések láthatóak benne. A MIM technológia során egy inhomogén szerkezet jön létre, mely egyenetlenséget a PVD bevonat képződése során lekövet. A felvételeken látható hibák a bevonat szerkezetében párhuzamba vonható a későbbiekben részletezett adhéziós teszt során tapasztalt gyengébb minősítésével a bevonatnak.

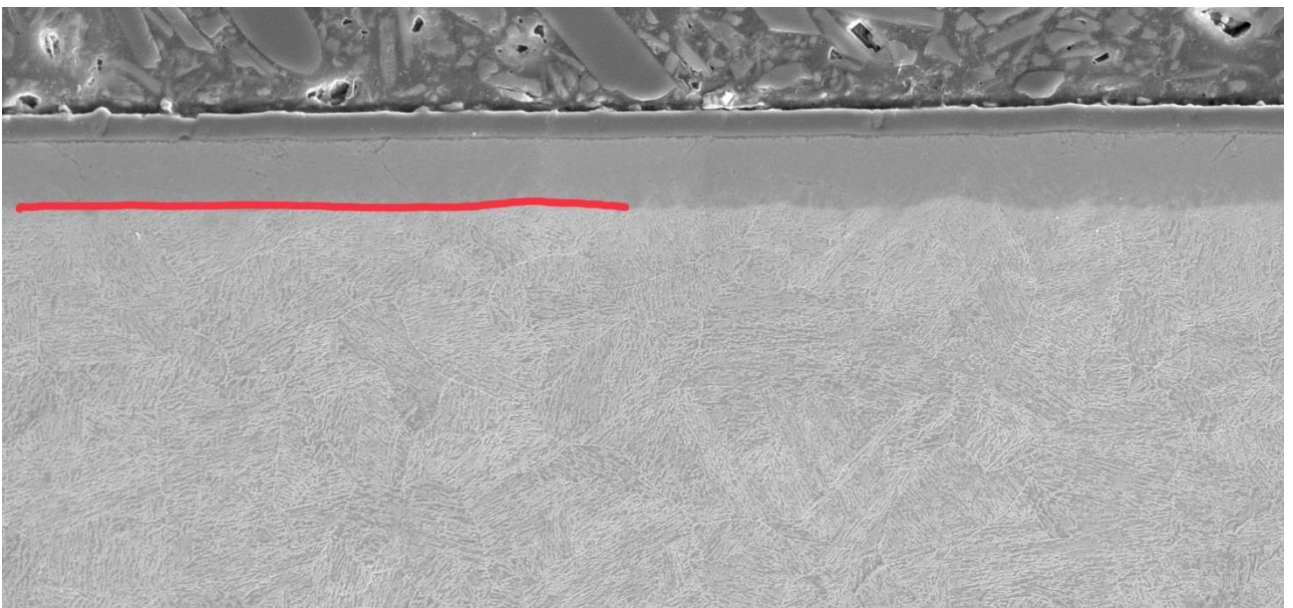


14. ábra A MIM mintán kialakult bevonat

Szembevetendő különbség a referencia és a fémfröccsöntött minta között, hogy míg a referencia mintán egyenletes mélységű diffúziós réteg alakult ki a plazmanitridálás során, a MIM-es minták esetében a nitrogén nem tudott a felület mentén azonos mértékben diffundálni. A jobb láthatóság érdekében a diffúziós zóna elszíneződött határát szabadkézzel kiemelttem piros színnel. A 15. ábrán megállapítható, hogy a diffúziós zóna kisebb mélységűnek adódott a magas króm-tartalmú fázisok kiválásának környezetében, így a korlátozott diffúzió gyaníthatóan ezen fázisok, valamint a pórusos szerkezet eredménye.

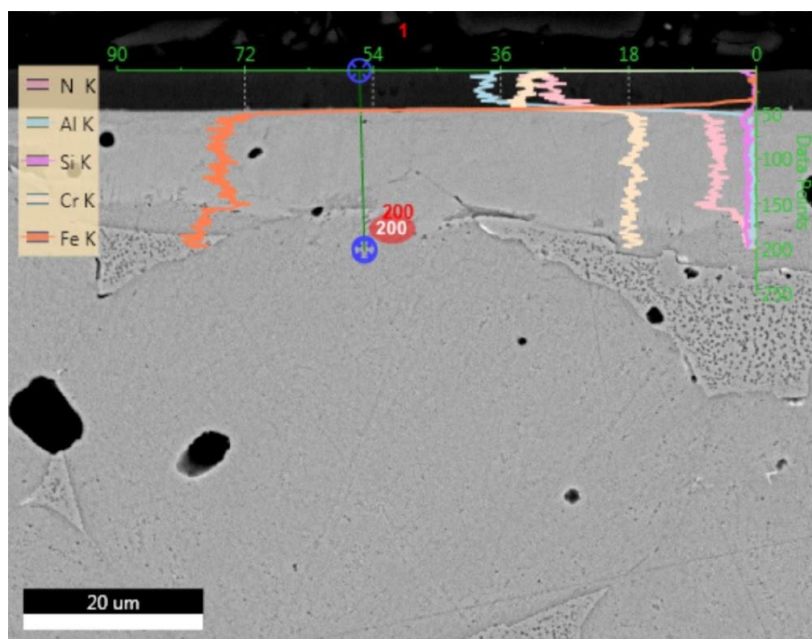


15. ábra A MIM-CRO diffúziós zónája



16. ábra A REF-CRO diffúziós zónája

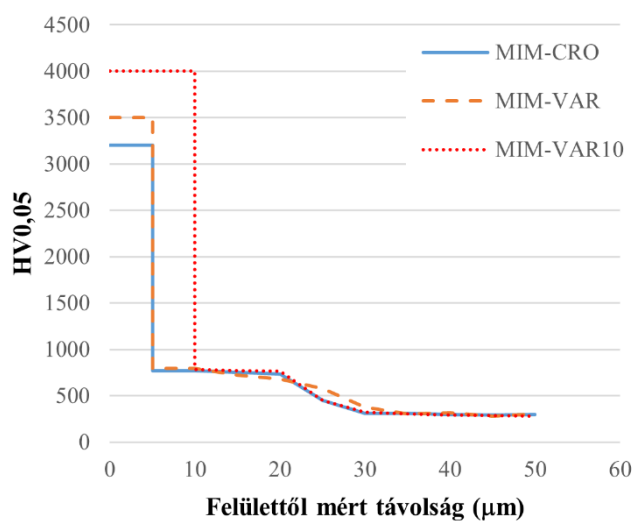
A tényt, miszerint az elszíneződött réteg a diffúziós zóna mélységét jelöli, az EDS vizsgálat támasztja alá. A halvány rózsaszín jel a nitrogénkoncentrációra utal, mely megközelítőleg az elszíneződött határ végénél kezd el rohamosan csökkenni.



17. ábra A MIM-CRO minta vonalmenti elemanalízise

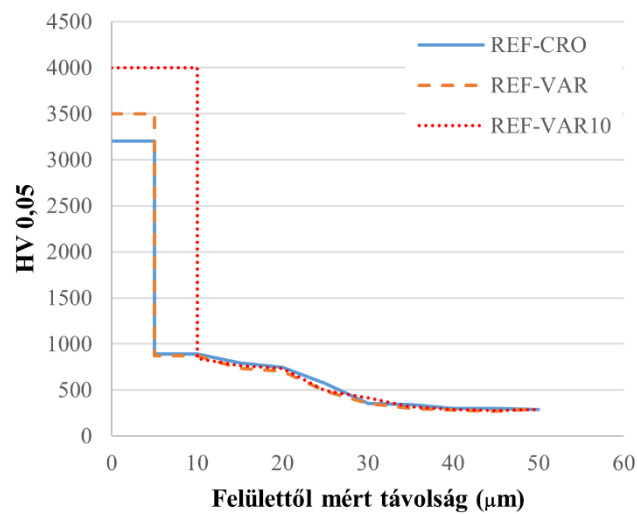
4.2 Keménységmérés

A keménységmérés az ISO 18203:2016, felületedzett kéreg vastagságának meghatározására vonatkozó szabvány szerint lett végezve. Először a magkeménység került megállapításra a minták közepén végzett három mérés átlagának 10 egészre kerekítésével. Ezután a további mérési pontok a minta felületéről befelé haladva 0,05 mm-enként lettek felvéve, több mérési sorban, egymástól 0,025 mm-rel eltolva. A mikrokeménységmérés eredményeit az alábbi diagramok foglalják össze:



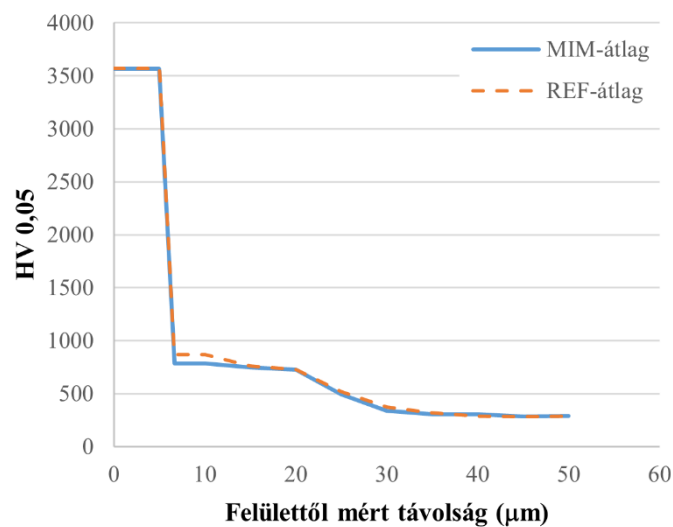
18. ábra: A fémfröccsöntött minták keménységértékei

A fémfröccsöntött minták esetében a diffúziós réteg vastagsága a magkeménység+50 HV alapján 29,9 μm , a rétegvastagság szórása 1,28 μm .



19. ábra: A referencia minták keménységértékei

A referencia minták rétegvastagsága 33,3 μm , szórásuk 0,956 μm -nek adódott.



20. ábra: A MIM és referencia minták keménységérték átlagainak összehasonlítása

Megállapítható, hogy a referencia minták nagyobb diffúziós keménységgel rendelkeznek, míg a MIM-es minták nagyobb átlagos rétegvastagságot mutatnak. Az utóbbi jelenséget a SEM-mel végzett méréseknél is felfedeztük. A MIM-es minták nagy szórási értéke a diffúziós zóna egyenetlenségét igazolja, mely a SEM-mel készült keresztmetszeti képen is jól megfigyelhető volt.

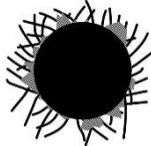
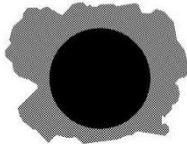
4.3 Adhéziós vizsgálat

A bevonatok adhéziós vizsgálatát az ISO 26443-as szabványa szerint végeztük. A szabvány a kerámiabevonatok tapadásának kvalitatív értékelésére alkalmas Rockwell-féle benyomási teszt

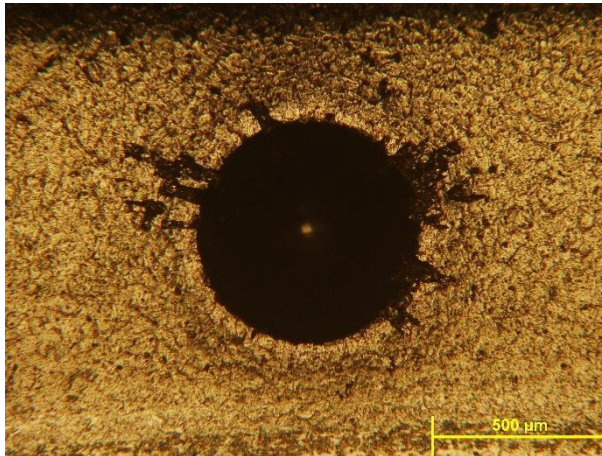
segítségével. Rockwell-teszt során egy gyémántbenyomó szerszámot használnak a bevonat és az alapanyag közötti adhéziónak a vizsgálatára.

A teszt eredményeként megállapítható, hogy a bevonat mennyire tapad jól az alapfelülethez, ezáltal meghatározható a bevonat minősége és tartóssága. A benyomásokat Rockwell-keménységmérő műszerrel végzik. A kapott lenyomatot optikai mikroszkóp százszoros nagyításának segítségével osztályozzuk az alábbi táblázat szerint.

4. táblázat: Az adhéziónak a vizsgálat

Osztályzat	Megfigyelés	Képi ábrázolás
1. osztály	Nincs repedés, sem adhezív delamináció	
2. osztály	Repedés a bevonat adhezív delaminációja nélkül	
3. osztály	Részleges adhezív delamináció	
4. osztály	Teljes adhezív delamináció	

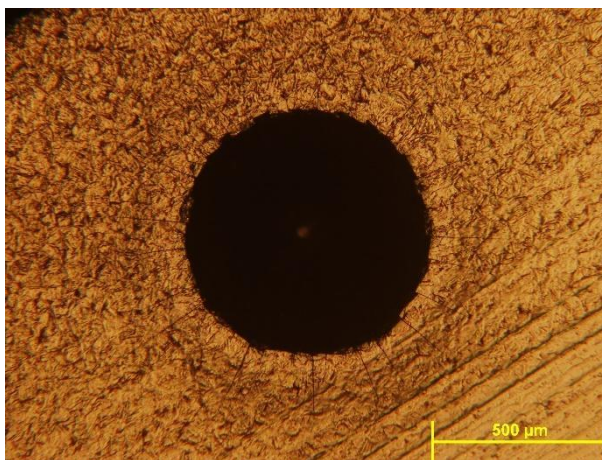
A minták osztályozása a megadott szabvány szerint:



21. ábra A MIM-CRO minta adhéziós vizsgálata

3. osztály:

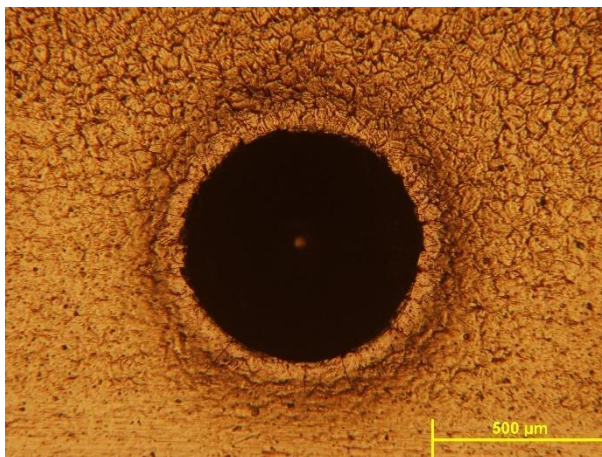
A képen jól megfigyelhető a bevonat adhezív delaminációja, az adhézió nem megfelelő az alapfelület és a kerámia között.



22. ábra A MIM-VAR minta adhéziós vizsgálata

1. osztály:

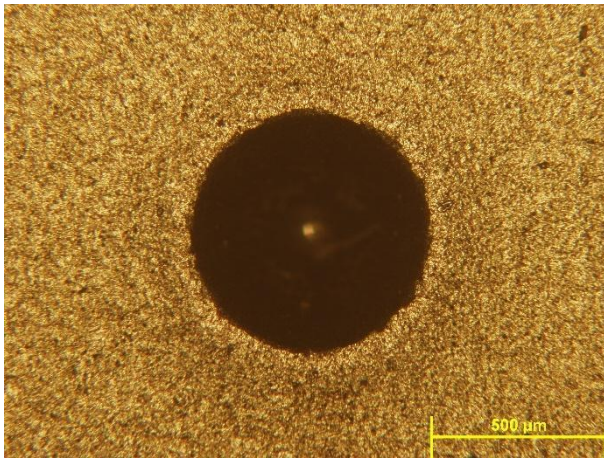
A mérés során a bevonat nem delaminálódott az alapanyagtól, a benyomás környezetében azonban jól látható sugárirányú repedések keletkeztek.



23. ábra A MIM-VAR10 minta adhéziós vizsgálata

1. osztály:

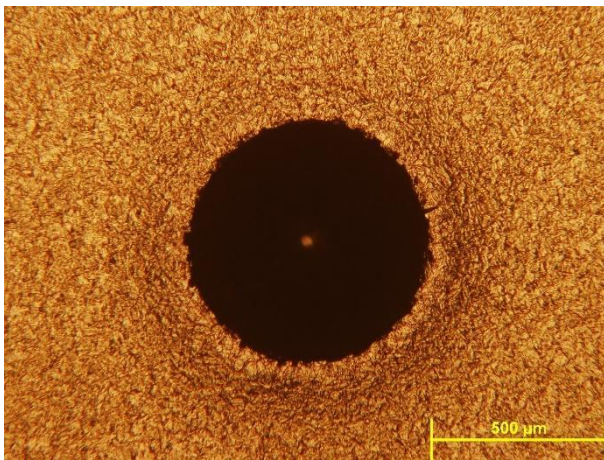
A mintát alaposabban szemügyre véve észrevehetőek a sugárirányú repedések.



24. ábra A REF-CRO minta adhéziós vizsgálata

0. osztály

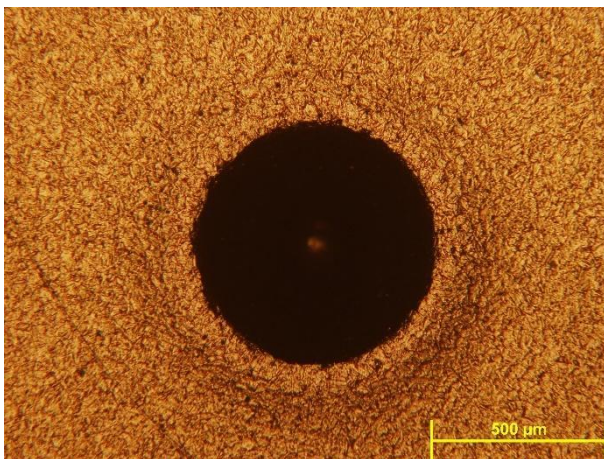
100x-os nagyításon nézve a mintán nem látható repedés, így az adhézió megfelelőnek tekinthető.



25. ábra A REF-VAR minta adhéziós vizsgálata

0. osztály

A mintán az adott nagyításon nem tapasztalható repedés.

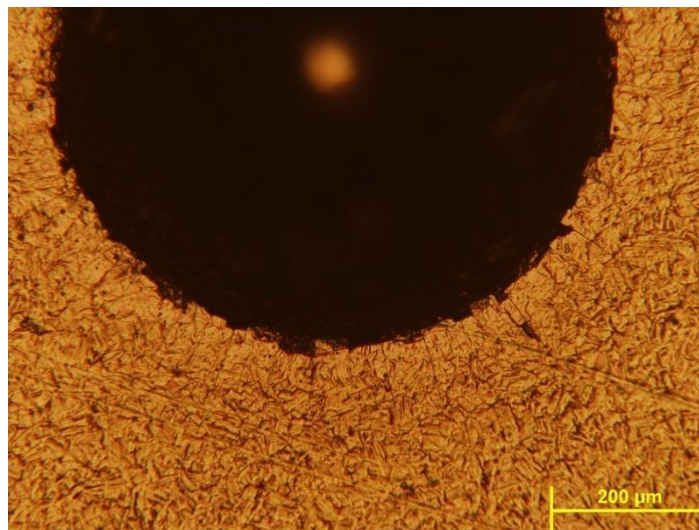


26. ábra A REF-VAR10 minta adhéziós vizsgálata

0. osztály

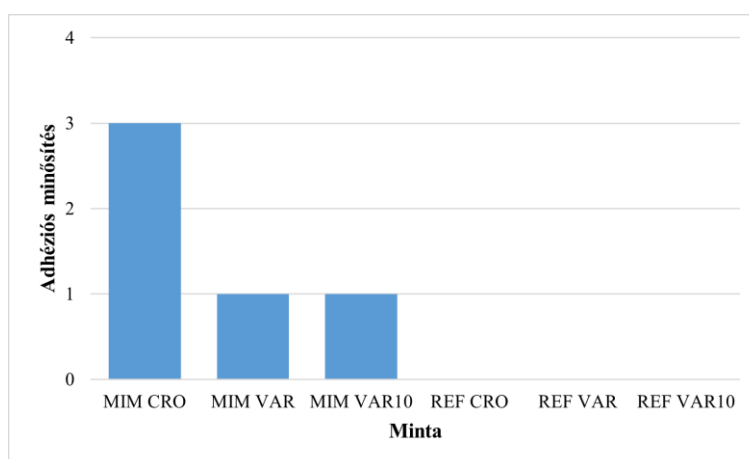
A mintán nem látható repedés az adott nagyítási mérték mellett.

Megjegyzendő azonban, hogy bár 100x-os nagyításon a referencia mintákon nem látható repedés, 200x-os nagyításon már lehet hajszálrepedéseket látni a benyomat körül. A szabvány viszont kimondja, hogy az adhéziót 100x-os nagyítás mellett kell minősíteni, így a referencia minták mindegyike a 0. osztályú minősítést kapta.



27. ábra A REF-CRO minta adhéziós vizsgálata 200x-os nagyításon

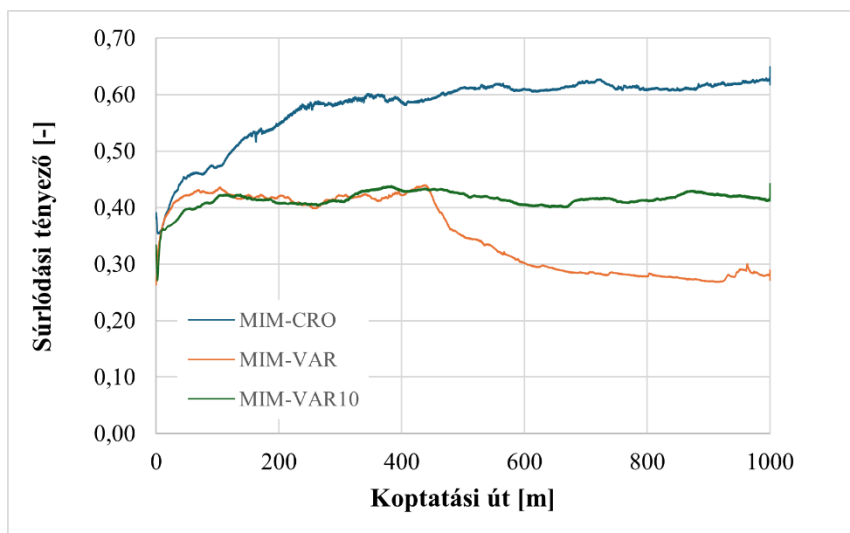
A mérés kiértékelése során megállapítható, hogy a referencia minták esetében jobb adhézió alakult ki az alapfelület és a kerámiabevonatok között. Ennek magyarázata, hogy a MIM során létrejött porózus, inhomogén szerkezeten nem egyenletesen alakul ki a diffúziós réteg, ezáltal a bevonat alátámasztása sem egyenletes a felület mentén, aminek következtében a kerámiabevonat könnyen megrepedhet, tönkre mehet az igénybevétel során.



28. ábra A minták adhéziós minősítése

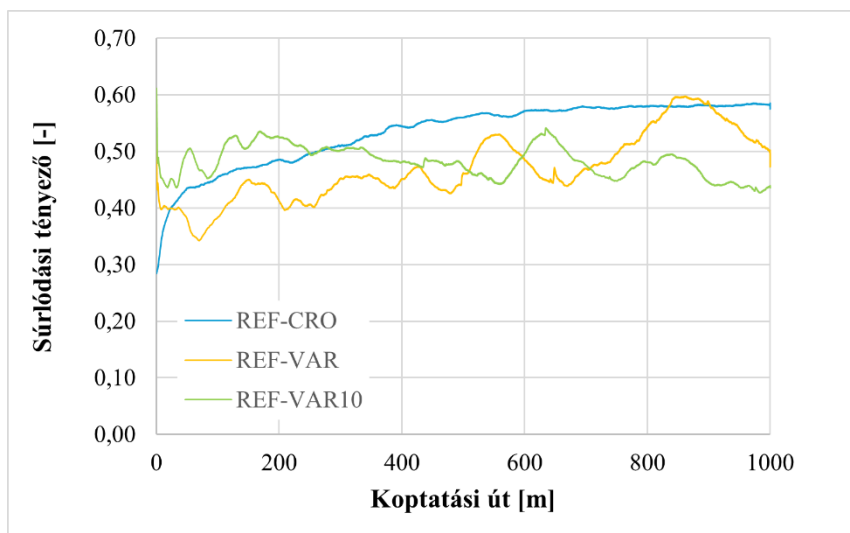
4.4 Tribológiai vizsgálat

A koptatási vizsgálat a Polimertechnika Tanszéken található Tribométeren, az ASTM-G99, Kopásvizsgálat pin-on-disc elrendezéssel szabvány szerint végeztük.



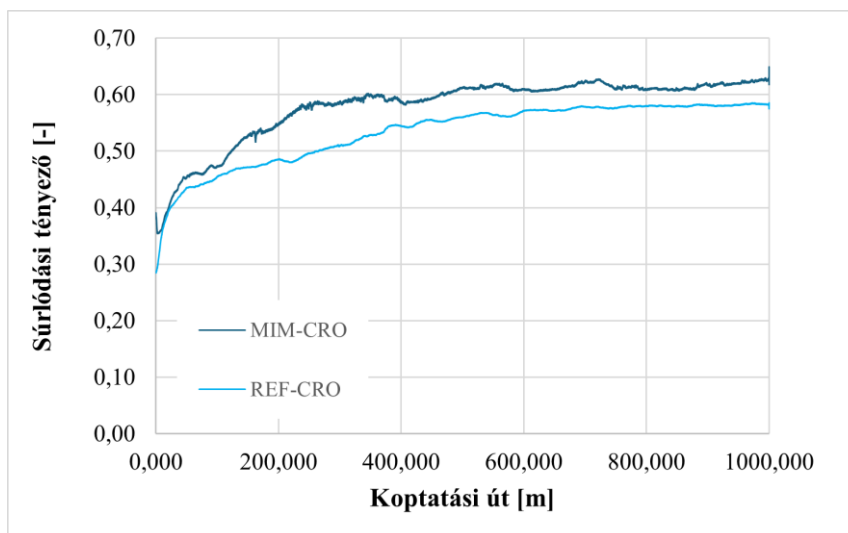
29. ábra A fémfröccsöntött minták szabványos tribológiai vizsgálata

A fémfröccsöntött minták esetében jelentős eltérést tapasztalunk a különböző bevonatok között. A legnagyobb súrlódási együtthatóval a MIM-CRO bevonatú minta rendelkezett a vizsgált tartományon. Az AlTiCN bevonatú minták esetében a görbék 450 m koptatási útig hasonló trendet követnek, ezt követően azonban a kisebb rétegvastagságú minta súrlódási együtthatója jelentősen lecsökken. A jelenséget az EDS mérések alapján a mintán kialakult titán-oxid tribofilmnek tulajdonítjuk.



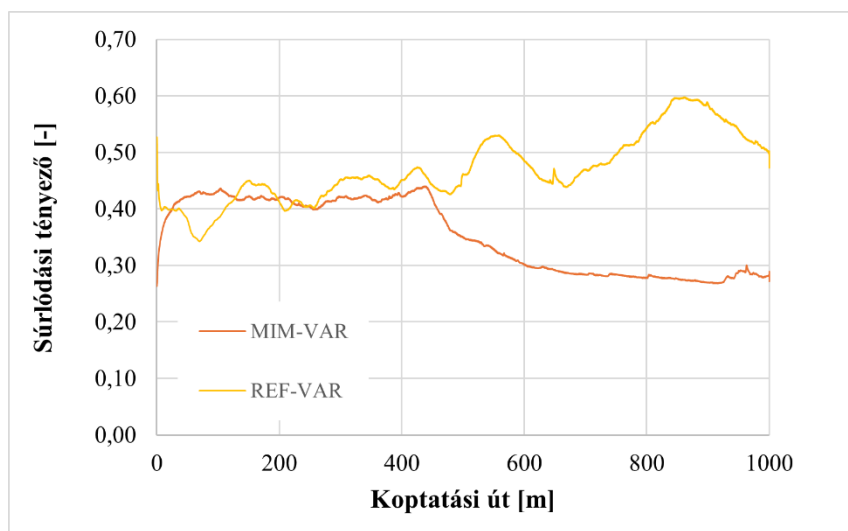
30. ábra A referencia minták szabványos tribológiai vizsgálata

A referencia minták esetében a REF-CRO minta a MIM-CRO mintához hasonló trendet követ. Az AlTiCN mintáknál a súrlódási együttható jelentős ingadozását tapasztaljuk a vizsgálati tartomány egészében. Az EDS mérések alapján a jelenséget a mintákon keletkező, illetve ezzel egyidőben amortizálódó titán-oxid alapú tribofilmnek tulajdonítottuk.



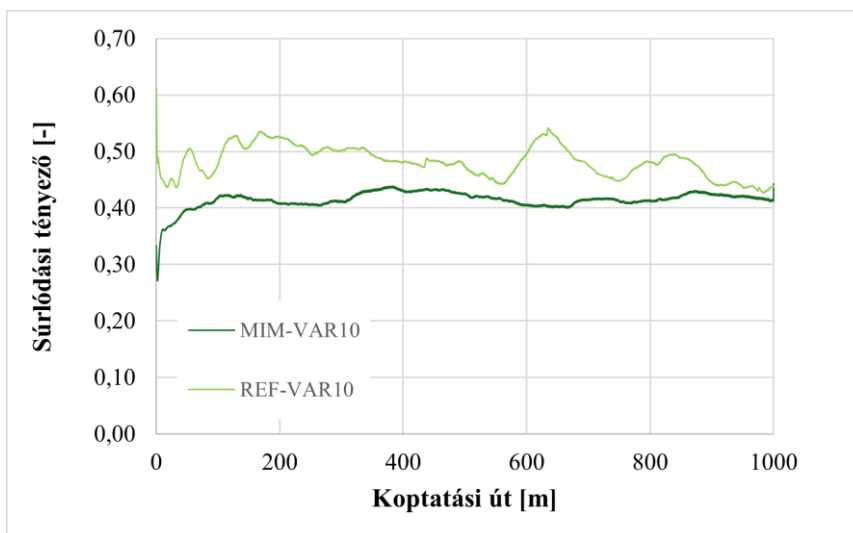
31. ábra A CRO minták szabványos tribológiai vizsgálata

Az ábra alapján megállapítható, hogy a görbék karakterisztikája közel azonos, gyökfüggvény jellegű, a fémfröccsöntött minta esetében azonban némileg magasabb a súrlódási tényező. A MIM-CRO minta esetében a mérés zajosabb volt.



32. ábra A VAR minták szabványos tribológiai vizsgálata

Az AlTiCN minták esetében jelentős eltérést tapasztalunk a görbék jellegében. A MIM-VAR minta egy rövid felfutó szakasz után 0,40-nél látszik stagnálni, majd nagyjából 450 m koptatási út megtétele után a súrlódási tényező értéke fokozatosan csökken. A REF-VAR minta görbéje jelentős ingadozásokat mutat. Bár a vizsgálat kezdetén a súrlódási együtthatója rohamosan lecsökken, nagyjából 50 m után fokozatosan nő. A mérés második felében megállapítható, hogy jelentősen nagyobb súrlódási együtthatóval rendelkezett a MIM-VAR mintánál.

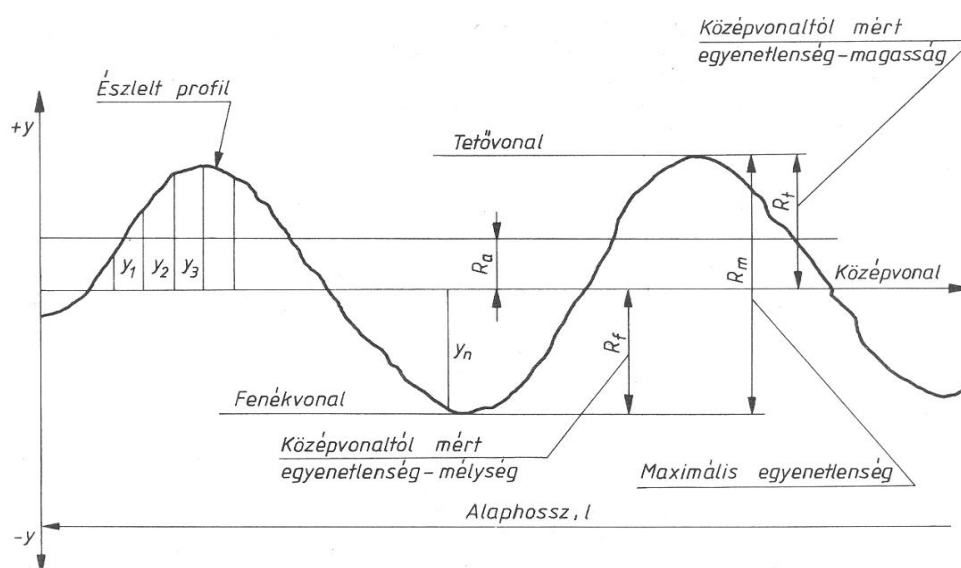


33. ábra A VAR10 minták szabványos tribológiai vizsgálata

A nagyobb rétegvastagságú AlTiCN mintáknál is hasonló jelenség figyelhető meg. A MIM-VAR10 minta súrlódási együttható értéke egy rövid növekvő szakasz után nagyjából 50 m-nél beáll 0,4 és 0,45 közé. A REF-VAR10 minta a vizsgált tartomány egészében ingadozó jelleget mutatott, valamint a súrlódási együttható értéke ebben az esetben is jelentősen nagyobb a fémfröccsöntött mintáénál.

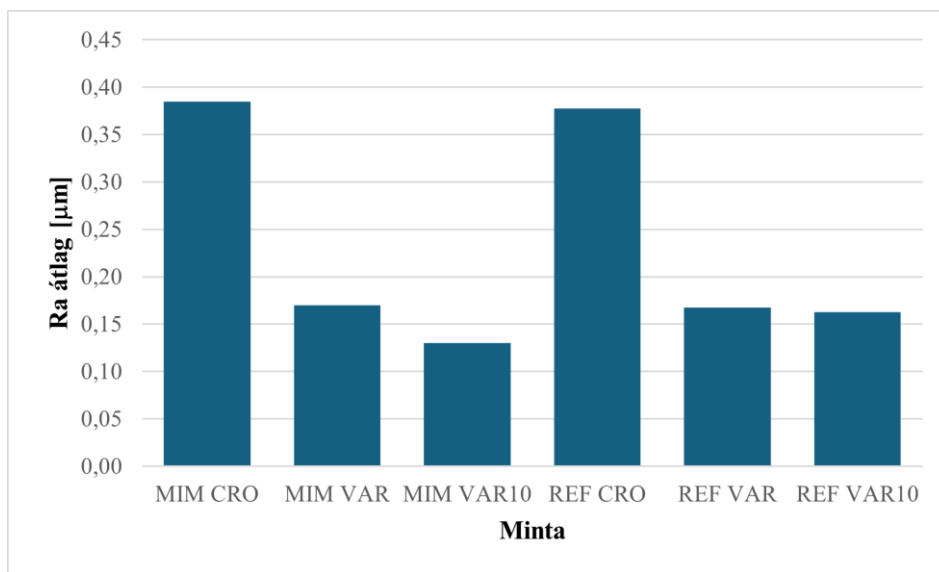
4.5 Felületi érdesség vizsgálata

A felületi érdesség vizsgálat az ISO 4287-1997, Felületi textúra: Profilmódszer szabvány szerint lett végeztük. A vizsgálat során a minták általános érdességét (R_a) és az egyenetlenség-magasságát (R_z) mértük. Az általános érdesség az abszolút értelemben vett magassági eltérések számtani közepe a középvonaltól mérve, míg a maximális egyenetlenség az alaphosszon belül található öt legjobban kiemelkedő csúcs és öt legmélyebb völgy magasságkülönbségének átlaga. (Házkötő, 2006)

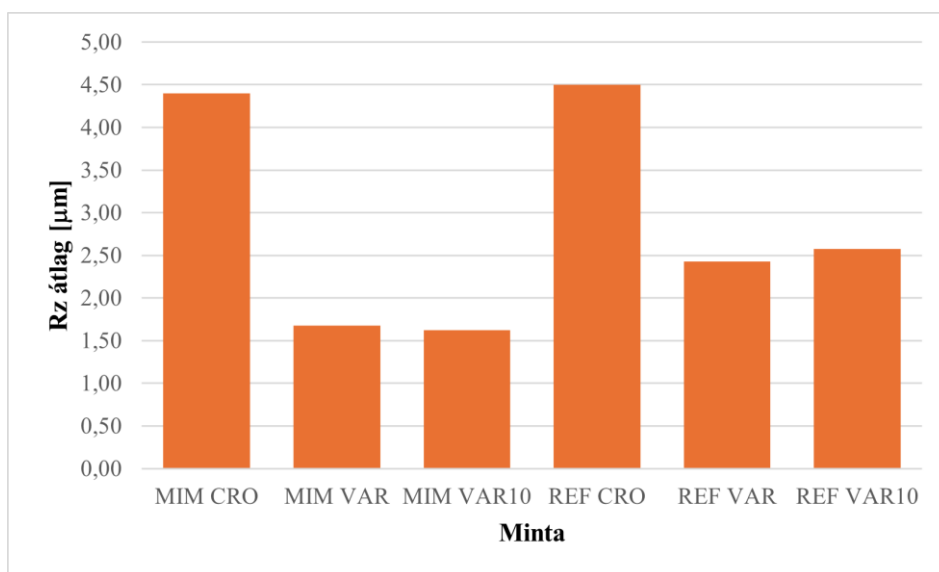


34. ábra A felületi érdesség értelmezése (Házkötő, 2006)

A mintákon mért általános érdességek, valamint maximális egyenetlenségek átlagát az alábbi ábrák szemléltetik.



35. ábra A minták felületi érdességének összevetése általános érdesség (Ra) szerint



36. ábra A minták felületi érdességének összevetése általános érdesség (Rz) szerint

A mérés kiértékelése során megállapítható, hogy a CROSAL kerámia bevonatú minták durvább felületi minőséggel rendelkeznek mind, a referencia, mind a fémfröccsöntött minták esetében. A magas Ra és Rz értékek arra utalnak, hogy a minták felületén szélsőséges magasságbeli ugrások vannak, amely egy egyenetlen, inhomogén felületre ad következtetést.

Az AlTiCN bevonat esetében nem okozott érdességbeli eltérést a bevonat vastagsága. A kapott eredmények alapján megállapítható, hogy az eltérő alakadási technológiák nem okoztak lényeges eltérést a minták felületi érdességében.

5. Eredmények összefoglalása

Mérési eredményeink összefoglalásaként megállapítható:

- A SEM-mel végzett mérések során megállapítottuk, hogy a fémfröccsöntött minták diffúziós rétegvastagsága egyenetlen. A jelenséget a későbbi EDS mérések során felfedezett krómban gazdag fázisok, mint diffúziót gátló fázisok, illetve a porozitás okozza.
- Az EDS mérések során megállapítottuk a bevonatok kémiai összetételét, amelyek alapvetően megegyeznek a gyártói információkkal. Nagy mennyiségű szilíciumot véltünk felfedezni a CRO típusú mintákban. Megfigyelhető volt a VAR típusú bevonatok réteges szerkezete.
- Az adhéziós mérések során megállapítottuk, hogy a referencia minták jelentősen jobb adhéziós osztályba sorolandók.
- A keménységmérés eredményeként elmondható, hogy a referencia minták nagyobb diffúziós keménységgel rendelkeznek, míg a MIM-es minták nagyobb átlagos rétegvastagságot mutatnak. Az utóbbi jelenséget a SEM-mel végzett méréseknél is felfedeztük.
- A tribológiai vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a VAR minták oxidációra hajlamosak, míg a CRO típusú minták a mérési tartományon stabil súrlódási együtthatót mutattak. Az EDS vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a VAR típusú mintákon kialakuló tribofilm titán-oxid alapú. Általánosságban elmondható, hogy a MIM minták jelentősen stabilabb súrlódási együtthatót mutatnak a mérési tartományon.
- A felületi érdességi vizsgálatok nem mutattak jelentős eltérést a MIM-es és referencia minták között.

6. Irodalomjegyzék

Abdul-Hassein A.: Nitriding of aluminium containing steel, Doctoral Thesis, 1984. The University of Leeds

ASM Handbook, Vol. 4A, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes: Liquid nitriding of steels, 2013, pp. 680-689.

ASM Handbook, Vol. 4A, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes: Carburizing and Cyaniding of Steels, 2013, pp. 565-580.

ASM Technical Books, Elements of Metallurgy and Engineering Alloys, 2008, pp. 411-431, F.C. Campbell, ISBN: 978-0-87170-867-0

Bell, T.; Sun, Yong: Combined Plasma Nitriding and PVD Treatments. Transactions of the Institute of Metal Finishing. 70. 38-44. (1992) 10.1080/00202967.1992.11870939.

Bertóti, I.; Marosi, Gy.; Tóth, A.: Műszaki felülettudomány és orvosbiológiai alkalmazásai, B+V Lap- és Könyvkiadó Kft., 2003

Bradbury, S.; Joy, D. C. and Ford, B. J. "scanning electron microscope". *Encyclopedia Britannica*, 12 Oct. 2023, <https://www.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope>

Cserjesné Sutyák Ágnes; Dr. Frigyk Gábor; Kocsisné dr. Baán Mária; Dr. Kuzsella László; Dr. Marosné dr. Berkes Mária; Szabó Endre; Szilágyiné Biró Andrea: Nitridálás – korszerű eljárások és vizsgálati módszerek, Miskolci Egyetem, Miskolc (2015)

Czerwiec et al.: Surface and Coatings Technology, Volume 110 pp. 128–135 (1998)

Dankházi Z.: Energia-diszperzív Röntgen Elemanalízis, ELTE kutatóegyetem, Budapest 2016

Davis, J. R.: Surface Hardening of Steels, 2002, ISBN:0-87170-764-0

Fewell, M.P.; Priest, J.M.; Baldwina, M.J.; Collinsb, G.A.; Short, T.K.: Nitriding at low temperature, Surface and Coatings Technology, Volume 131, Issues 1–3, Pages 284-290, ISSN 0257-8972 (2000)

Goodge, J.: Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS), part of Nanotechnology in STEM: Methods, University of Minnesota-Duluth (2023)

Dr. Házkötő István: Műszaki 2D-s ábrázolás, Műegyetemi Kiadó, Budapest (2006)

Kocsisné B. M.; Szilágyiné B. A.: Duplex felületmódosító eljárások – kiemelten plazma- nitridálás és PVD eljárás kombinációja – autóiipari alkatrészek kopásállóságának növelése érdekében, Miskolci Egyetem, Miskolc, 2013

Lizák J.; Romvári P.; Schäffer J.; Szabó E.: Szerkezeti- és szerszámacélok termokémiai kezelése A1 hőmérséklet alatt; X. Országos Hőkezelési Szeminárium, Miskolc-Tapolca, 1983. október 26-28.; pp. 41-90

Mattox, D. M.: Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, Cambridge University Press, 2007.

Mittemeijer, E. J.; Somers, M. A.J.: Thermochemical Surface Engineering of Steels, Improving Materials Performance, 2015, ISBN: 978-0-85709-592-3

Pye D.: Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM International, 2003, ISBN: 978-0871707918

Réti T., Cseh M., Petrich F.: Szerkezeti- és szerszámacélok termokémiai kezelése A₃ hőmérséklet felett, X. Országos Hőkezelési Szeminárium, Miskolc-Tapolca, 1983. október 26-28.; pp. 91-128

Schalk, N.; Tkadletz, M.; Mitterer, C.: Hard coatings for cutting applications: Physical vs. chemical vapor deposition and future challenges for the coatings community, Surface and Coatings Technology, Volume 429, (2022)

Thelning, K. E.: Steel and its Heat Treatment, Butterworth and Co. (publishers Ltd.), England, (1974)

Zadi-Maad, Ahmad & Rohib, Rohib & Irawan, Atika. (2018). Additive manufacturing for steels: a review. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 285. 012028. 10.1088/1757-899X/285/1/012028.

Zhao C., Li C. X., Dong H., Bell T.: Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism, Surface & Coatings Technology, Vol. 201, (2006) pp. 2320–2325

Zsidai László: Műszaki polimerek tribológiai kutatása különböző rendszerekben, Szent István Egyetem, PhD értekezés, Gödöllő (2005)