



Miskolci Egyetem
Gépészmérnöki és Informatikai Kar



TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT

**Hidegalakító szerszámacél különböző összetételű,
PVD és PACVD eljárással készült kerámia
bevonatrendszerének összehasonlító tribológiai
vizsgálata**

**Comparative tribological study of ceramic coating
systems of different compositions produced by PVD
and PACVD processes on cold work tool steel**

Fülöp Fruzsina

II. éves MSc Logisztikai mérnök hallgató

Tervezésvezető:

Dr. Marosné Prof. Dr. Berkes Mária
egyetemi tanár

Konzulens:

Széll Attila
termelési vezető

Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézet

Miskolc
2021

Eredetiség nyilatkozat

Alulírott Fülöp Fruzsina, Neptun-kód: ARUVT1, a Miskolci Egyetem Gépészmérnöki és Informatikai Karának hallgatója büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és aláírással igazolom, hogy ezt a dolgozatot saját magam készítettem, a benne leírt vizsgálatokat – ha ezt külön nem jelzem – magam végeztem el, és az ismertetett eredményeket magam értem el. Adatokat, információkat csak az irodalomjegyzékben felsorolt forrásokból használtam fel. Minden olyan részt, melyet szó szerint, vagy azonos értelemben, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Miskolc, 2021.04.08.



.....
a hallgató aláírása

A konzulens nyilatkozata

Alulírott, Dr. Marosné Prof. Dr. Berkes Mária, a Miskolci Egyetem Anyagszerkeztani és Anyagtechnológiai Intézetének oktatója a *Hidegalakító szerszámacél különböző összetételű, PVD és PACVD eljárással készült kerámia bevonatrendszereinek összehasonlító tribológiai vizsgálata* című TDK dolgozatot beadásra alkalmasnak ítélem.

Miskolc, 2021.04.08.



.....
a konzulens aláírása

TARTALOM

1. Bevezetés.....	3
2. Szakirodalmi áttekintés	4
2.1. Bevonatok alkalmazása	4
2.1.1. TiBN bevonat.....	5
2.1.2. Az egy- és többrétegű DLC bevonatok szerkezeti és tribológiai jellemzői.....	5
2.2. Bevonatolási eljárások.....	7
2.2.1. A PVD eljárás	8
2.2.2. A PACVD eljárás.....	8
2.3. A tribológiai rendszer.....	9
2.4. A Rockwell C típusú tapadásvizsgálat	11
2.5. A golyókoptatásos rétegvastagságmérés (Calotest vizsgálat)	12
2.6. Karcvizsgálat	13
2.6.1. A vizsgálati eljárás	13
2.6.2. Jellemző károsodási módok	14
2.7. Kopásvizsgálatok.....	16
3. Kísérleti munka	19
3.1. A vizsgálati minták jellemzése	19
3.1.1. Az alapanyag vegyi összetétele.....	19
3.1.2. A próbatestek geometriája	19
3.1.3. A próbatestek hőkezelése és felületelőkészítése	20
3.1.4. A próbatestek szövetszerkezete	20
3.1.5. A vizsgált bevonatok előállítása	20
3.1.5.1. A TiBN bevonat készítése	21
3.1.5.2. TiBN+DLC bevonat készítése	21
3.1.5.3. TiAlN+DLC bevonat készítése.....	22
3.1.5.4. CrN+DLC bevonat készítése	23
3.2. Keménységmérés a szubsztráton és a bevonatokon	23
3.3. Rockwell C tapadásvizsgálat.....	24
3.4. Rétegvastagság mérés.....	25
3.5. Műszerezett karcvizsgálatok	28
3.5.1. A vizsgálat körülményei	28
3.5.2. A karcdiagramok és az F_{krit} terhelőerő.....	29

3.5.2.1. TiBN bevonat.....	29
3.5.2.2. A TiBN+DLC többrétegű bevonat	29
3.5.2.3. A TiAlN+DLC többrétegű bevonat	30
3.5.2.4. A CrN+DLC többrétegű bevonatok.....	31
3.5.3. A karcok morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusok	31
3.5.3.1. A TiBN bevonat morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusai ...	31
3.5.3.2. A DLC fedőréteges többrétegű bevonatok morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusai	33
3.5.3.3. Karckárosodás mechanizmus térkép.....	33
3.5.4. A műszerezett karcvizsgálatok eredményeinek összefoglalása	35
3.6. Ball-on-disc kopásvizsgálatok.....	37
3.6.1. Vizsgálati körülmények	37
3.6.2. A súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramok meghatározása	37
3.6.2.1. A bevonat nélküli minták vizsgálata.....	37
3.6.2.2. A TiBN bevonatok vizsgálata.....	39
3.6.2.3. A különféle (TiBN, TiAlN és CrN) alátétréteges, többrétegű, DLC fedőréteges bevonatok kopásvizsgálata	40
3.6.2.4. Az állandósult súrlódási együtthatók értékének összehasonlítása a különböző bevonatrendszerek és terhelések esetén	41
3.6.3. A kopási károsodás jellemzése	42
3.6.3.1. A kopásnyomok szélességének összehasonlítása	42
3.6.3.2. A kikopott térfogat becslése	46
3.6.3.3. A kopási tényező számítása	48
3.6.4. A kopásvizsgálati eredmények összefoglalása	49
3.7. A tribológiai vizsgálatok eredményeinek összegzése	50
4. Összefoglalás.....	51
5. Az eredmények hasznosíthatósága	52
6. A kutatás további iránya.....	52
Köszönetnyilvánítás	52
Felhasznált irodalom	54

1. Bevezetés

Napjainkban az egyik legfontosabb ipari feladat a megmunkálószerszámok élettartamának növelése a gazdaságosság és termelékenység fokozása érdekében. Az autóiparban is elterjedten használt hidegalakító szerszámok leggyakoribb tönkremeneteli okai a kopás, a korrózió és a különféle mechanikai igénybevételek, amelyek döntően a termék felületére koncentrálódnak. Az alkatrészek felületének teherbíró képességét és élettartamát leggazdaságosabban felületkezelő eljárásokkal növelhetjük. Az egyik leggyakrabban alkalmazott módszer a különféle bevonatok kialakítása a szubsztráton, amelyet számos technológiával valósíthatunk meg. Korábban a legszélesebb körben a PVD (Physical Vapour Deposition = fizikai gőzfázisú leválasztás), illetve a CVD (Chemical Vapour Deposition = kémiai gőzfázisú leválasztás) technológiákat használták bevonatolásra, amelyeknek számos alkalmazási korlátja, nehézsége van. A két technológia előnyeit ötvöző, korszerű, új, környezetbarát eljárás a plazmával segített kémiai gőzfázisú rétegleválasztás – *Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition* (PACVD).

TDK kutatásaim célkitűzése különféle hazai elérhetőségű, többretegű DLC bevonatrendszer komplex tribológiai vizsgálata, a megmunkálószerszámok tribológiai teljesítőképességének fejlesztése, és új környezetbarát bevonatrendszer és technológiák ipari alkalmazásának széleskörű elterjedésének elősegítése.

A kutatási programom fókuszában álló többretegű DLC bevonatrendszer kopás- és karcvizsgálata, és az eredmények komplex értékelése lehetőséget ad egyrészt a PACVD előállítási technológia továbbfejlesztésére, hatékonyságának növelésére, másrészt a károsodási folyamatot befolyásoló tényezők és azok kölcsönhatásának feltárására, továbbá a tönkremeneteli folyamatok okozta károsodások becslésére és a katasztrofális károsodást megelőző „jelző folyamatok” felismerésére. Mindezen információk ismerete lehetővé teszi, hogy a bevonattal ellátott szerszámok biztonságosabban működhessenek, illetve, hogy csökkentjük a kopásos és karcos károsodások miatti tönkremeneteket.

Nemzetstratégiai szempontból munkámnak az ad jelentőséget, hogy a tervezett kutatómunka révén elérhető új tudományos eredmények hasznosításával olyan anyag- és technológia fejlesztésekre nyílik lehetőség, amelyek eredményeképpen kifejlesztett termékek többszörösen is a fenntartható műszaki fejlődés szolgálatába állíthatók.

Egyrészt, a kifejlesztett termékek, azaz a különlegesen kopásálló, extrém kis súrlódási együtthatójú ($\mu < 0,01$!) DLC bevonatok rendkívül korszerű, környezetre ártalmatlan segédanyagokat nélkülöző, a gyártási folyamat során kisebb energiafelhasználást igénylő, növelt hatékonyságú PACVD technológiával készíthetők.

Másrészt, az ilyen kis súrlódási együtthatójú és különlegesen kopásálló, nagy hőterhelést elviselő DLC bevonatokkal ellátott szerszámok lehetőséget adnak a kenőanyagmentes, ún. száraz megmunkálások megvalósítására, amelyek a XXI. század környezetvédelmi követelményeit kielégítő zöld technológiák közé tartoznak, és egyértelműen a fenntartható fejlődést biztosító gyártástechnológiák korszerű képviselői.

2. Szakirodalmi áttekintés

2.1. Bevonatok alkalmazása

Napjaink egyik legdinamikusabban fejlődő iparágában, az autóiparban a karosszériagyártás az egyik legfontosabb terület, amelynek fejlődési iránya az alacsony sorozatú gyártás, a környezetre káros préskenőanyagok alkalmazásának és az autók össztömegének csökkentése felé mutat. Az alkalmazott kenőanyagok mennyiségi korlátai, illetve a nagy- és ultranagy szilárdságú lemezek elterjedése miatt folyamatosan növekszik az alakító szerszámok igénybevétele. Az új generációs nagyszilárdságú anyagok lemezalakításához új szerszámanyagok fejlesztése szükséges, amelyek vágással és kopással szembeni ellenállása meghaladja a korábban alkalmazott anyagokét. Ezek az új fejlesztésű szerszámanyagok jellemzően kedvezően kialakított, az adott feladatra optimalizált mikroszerkezettel rendelkeznek, amelyek karbidokat, illetve nitrideket, vagy egyéb szilárdságnövelő fázisokat például intermetallikusokat tartalmaznak, továbbá elterjedt módszer a szerszámok teljesítőképességének növelésére a bevonatok alkalmazása, vagy a felületminőség javítása is [1]. Az alakítószerszámok esetében jellemzően a szerszám működő felületének mechanikai és termikus, illetve a fáradásos vagy korróziós károsodással szembeni ellenállóképesség javítására van szükség [2]. Dolgozatomban a kopással szembeni ellenállás javítására szolgáló kemény és és szuperkemény keramikus bevonatok vizsgálatával foglalkozom.

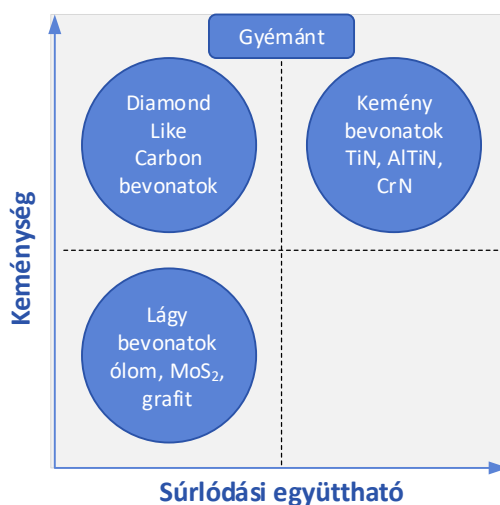
Egyrétegű bevonatok alkalmazására számos példát találunk az ipari gyakorlatban, de vannak olyan esetek, ahol egyetlen monolitikus réteggel nem tudjuk kielégíteni a kívánalmakat. Ilyen esetekben többrétegű bevonatokat alkalmazunk, amelyek egyrészt több anyag kedvező tulajdonságát egyesítik, másrészt jelentősen csökkenthetik az egyrétegű bevonatokra jellemző olyan hátrányokat, mint például a kemény, rideg bevonat és a lágyabb, szívósabb szubsztrát határfelületén kialakuló nagymértékű szilárdságbeli és keménységbeli gradiens. A többrétegű bevonatok alkalmazásának leggyakoribb példái a határfelületi kötőrétegek kialakítása, amelyek segítik a bevonat tapadását, illetve a kopásálló bevonatokon létrehozott vékony inert (kémiaiilag ellenálló) bevonatok, amelyek csökkentik a vágószerszám korrózióra való hajlamát [3].

Az iparban leggyakrabban alkalmazott bevonatok tulajdonságait az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat. A legelterjedtebb bevonatanyagok jellemzői [4, 5, 6]

Bevonattípus	Keménység [HV]	Alkalm. hőmérséklet [°C]	Rétegvastagság [μm]
TiBN	3000-5000	max. 800	3-4
CrN	1500 - 1800	700 - 800	2-8
Si ₃ N ₄	3500 - 4000	max. 1200	1-4
TiCN	2800 - 3200	max. 400	2-5
ZrN	2700	max. 500	3-4
TiN	2100 - 2300	450 - 500	2-5
TiAlN	3000	max. 800	3-4
DLC	2500 - 3200	350	2,5 - 4

Az ipari felhasználás szempontjából a bevonatok két legfontosabb tulajdonsága a keménység és a kopásállóság. A leggyakrabban használt bevonatok tulajdonságmátrixát az 1. ábra szemlélteti.



1. ábra. A leggyakoribb bevonatanyagok tulajdonságmátrixa a keménység és a súrlódási együttható alapján [7]

A kedvezőbb tulajdonságok elérése érdekében gyakran kombinálják a nagy keménységű, keramikus alátétrétegeket és a nagy kopásállóságú DLC fedőréteget.

A szén allotróp módosulatai közül a tetraédes koordinációjú, és erősen kovalens gyémánt kristály a legkeményebb ismert anyag, míg a grafit réteges felépítésű kristályszerkezetének köszönhetően lágy és kiválóan alkalmazható kenőanyagként. A szénalapú bevonatok ötvözik ezeket a kedvező tulajdonságokat és koptatáskor egyszerre biztosítanak nagy keménységet, és kiváló – a hagyományos PVD bevonatokhoz képest 200-500%-kal kisebb – súrlódási együtthatót [7].

A dolgozatomban a következő bevonatrendszereket vizsgáltam: egyrétegű TiBN és TiBN+DLC, TiAlN+DLC, CrN+DLC többrétegű rendszerek. Ezen bevonatok tulajdonságait a következő fejezetekben ismertetem.

2.1.1. TiBN bevonat

Az US20040016329A1 szabadalom alapján a TiBN bevonatot jellemzően vágószerszámok élettartamának növelése céljából alkalmazzák, amely TiN és TiB₂ fázisokból áll és a bórtartalma legalább 6 tömeg%. A bevonat átlagos keménysége 3500 és 5000 HV között változik [8], kémiaiilag inert és 800 °C-ig hőálló. A TiBN bevonat – hő- és kopásállóságának köszönhetően – kiválóan alkalmazható fröccsöntő szerszámokhoz, illetve olyan esetekben, ahol az abrazív kopásállóság érdekében kivételesen nagy keménységű felületre van szükség [9].

2.1.2. Az egy- és többrétegű DLC bevonatok szerkezeti és tribológiai jellemzői

A szén számos formája közül az ipari gyakorlatban az egyik leggyakrabban alkalmazott módosulat a Diamond-Like Carbon (DLC) és a tetraédes amorf szén (ta-C), amelyek döntően

sp^3 kötésű szénatomokból állnak. A megfelelően előállított DLC bevonatok bizonyos alkalmazásokhoz jobban megfelelnek, mint a gyémánt. A DLC előnyös tulajdonságait az sp^3 szén atomok véletlenszerű hálózata biztosítja, így a teljesítőképesség szabályozható az sp^2 és sp^3 arány módosításával [10]. A gyémántszerű bevonatokat széleskörűen alkalmazzák az elektronikában, tribológiában, illetve orvosbiológiai és optikai felhasználásuk is gyakori. A mechanikai terhelésnek kitett érintkező felületek között létrejövő súrlódás nagy mennyiségű befektetett energiát emészt fel, illetve roncsolja a felületeket is, amelyre megoldást jelenthet a DLC bevonat alkalmazása. A bevonat tribológiai viselkedését számos tényező befolyásolhatja, mint például a tapadást segítő alátétréteg alkalmazása, a szubsztrát felületi érdessége, illetve a bevonatolás technológiai paraméterei. Ilyenek például a feszültség, az áramerősség, a prekursor gáz minősége és mennyisége, a bevonatolási idő, vagy a szubsztrát hőmérséklete. A tribológiai teljesítőképességet a bevonat tulajdonságain kívül jelentősen befolyásolják az alkatrész működési körülményei, például a hőmérséklet, a csúszási sebesség, a terhelés, a relatív páratartalom, az ellendarab anyaga, illetve a kenési állapot [11]. A DLC bevonatoknak négy alapvető típusát különböztetjük meg:

- hidrogénmentes gyémántszerű bevonatok (a-C);
- hidrogénmentes tetraéderes amorf szén bevonatok (ta-C);
- hidrogénezett amorf szén (a-C:H);
- hidrogénezett tetraéderes amorf szén (ta-C:H).

A súrlódási viszonyoktól függően (nedves/száraz) kell az alkalmazás szempontjából legmegfelelőbb bevonatot kiválasztani, mivel az eltérő DLC típusok eltérő viselkedést mutatnak a különféle környezeti viszonyok esetében. A hidrogénezett DLC bevonatnak (a-C:H) száraz súrlódási viszonyok között kiváló a kopásállósága, kicsi a súrlódási együtthatója és nagy a keménysége. A kiváló tribológiai tulajdonságok magyarázata a súrlódó párral szemben mutatott gyenge adhéziós hajlam, ugyanis a DLC réteg határfelületeinél jelenlévő π - π kötések, illetve a szabad vagy aktív σ kötések hidratációja, bihidratációja csökkenti a reakcióképeséget. Ezzel szemben a hidrogénmentes DLC rétegeket (a-C) kis kopásállóság és nagy súrlódási együttható jellemzi száraz súrlódáskor. Ennek magyarázata, hogy a DLC rétegek karbon atomjainak sp^3 kötéseiben mindig vannak szabad, vagy aktív kötések, amelyek a súrlódópár anyagával könnyen reakcióba lépnek és azzal kovalens kötésekkel hoznak létre [12].

Nedves környezetben mindkét típusú DLC réteg viselkedése megváltozik [13, 14]. A hidrogénezett DLC bevonat nedves súrlódáskor a környezetből (víz, oxigén vagy nitrogén molekulákból) atomokat adszorbeál a felületén, ezáltal a súrlódópárral egy dipól-szerű kölcsönhatást hoz létre, ami kedvezőtlenebb kopási tulajdonságokhoz vezet, a súrlódási együttható és a kopási tényező növekszik. Hidrogénmentes DLC rétegek esetén viszont a szabad σ kötések a vízmolekulák passzíválják, vagyis nedves közegben az ilyen DLC bevonatok alkalmazása ajánlott [15, 16].

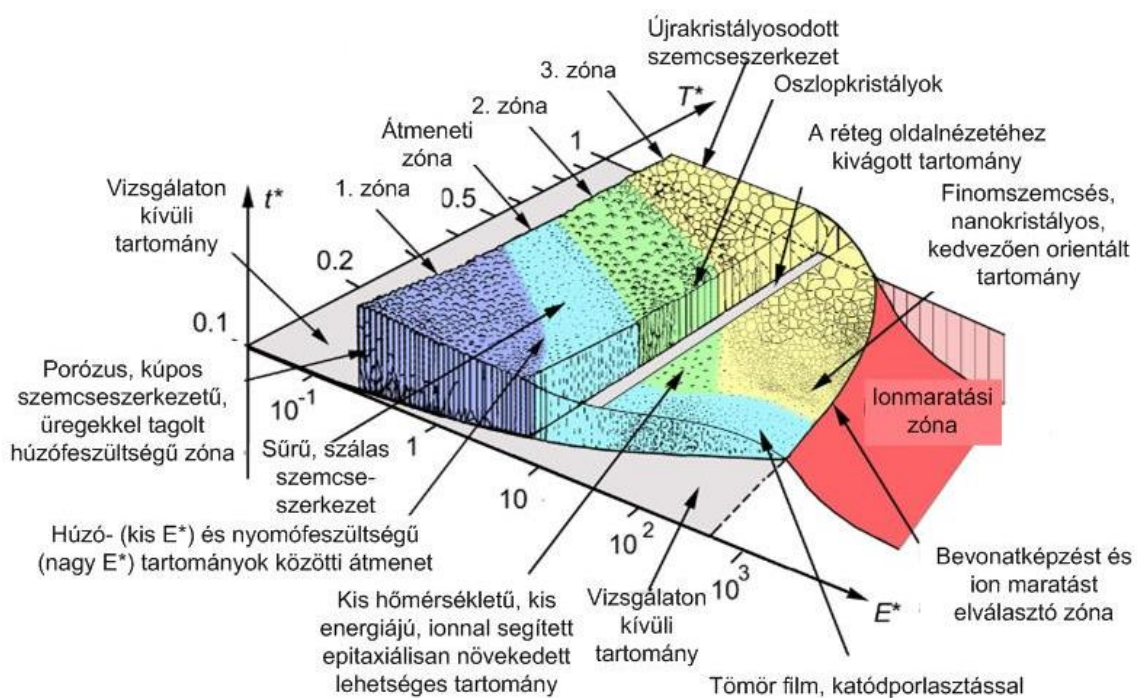
A DLC réteg önmagában egy teljesértékű, funkcionális réteg, azonban a teljesítőképesség növelése céljából egyre elterjedtebben alkalmazzák különféle alátétrétegekkel kombináltan. Az alátétrétegek legfőbb célja, hogy megfelelő megtámasztást biztosítsanak a fedő, szuperkemény

DLC rétegnek a jellemzően acél szubsztráton. A multiréteges bevonatok további előnye, hogy a réteghatárok lelassítják, vagy akár megállítják a repedésterjedést. A legelterjedtebben alkalmazott alátétrétegek: Ti, Ti/C, CN, CrN, Cr [17].

2.2. Bevonatolási eljárások

A keramikus bevonatok leválasztására különféle módszerek állnak rendelkezésre, amelyek közül a két leggyakrabban alkalmazott eljárás a fizikai gőzfázisú leválasztás – *Physical Vapour Deposition* (PVD), illetve a kémiai gőzfázisú leválasztás – *Chemical Vapour Deposition* (CVD). Napjainkban egyre elterjedtebben alkalmazzák a két technológia legfőbb előnyeit ötvöző, plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztást – *Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition* (PACVD). A létrehozott bevonat minőségét számos tényező befolyásolhatja, ilyen például az elektronok és ionok energiája, a reaktív gázok típusa, mennyisége, illetve a bevonatolás hőmérséklete.

A katódporlasztással készült bevonatok esetében a felépülő réteg szerkezetét befolyásoló tényezők közül a legfontosabbak a leválasztási folyamat során alkalmazott hőmérséklet, illetve a kinetikus energiaáram hatása. A bevonatolási folyamat során létrejövő réteg szerkezeti felépítését a 2. ábra szemlélteti.



2. ábra. A bevonatolás során létrejövő rétegek felépítésének jellegzetes tartományai [18]

T^* : általánosított, homológ hőmérséklet; t^* : normalizált rétegvastagság; E^* : a pozitív ionok normalizált energiája

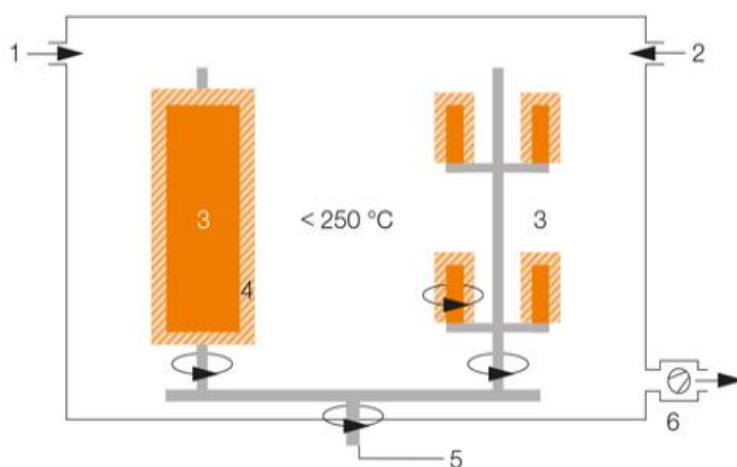
Az ábra alapján megállapítható, hogy a kívánt réteg felépítéséhez milyen bevonatolási paraméterek szükségesek, például mekkora legyen a pozitív ionok normalizált energiája, a homológ hőmérséklet, vagy a nettó filmvastagság.

2.2.1. A PVD eljárás

A bevonatok előállításához legelterjedtebben alkalmazott technológia a fizikai gőzfázisú leválasztás, amely során max. 10 µm rétegvastagságú filmet képeznek a szerszám felületén. A PVD eljárással felvitt bevonatanyag leggyakrabban fém, vagy valamilyen fémes ötvözet, nitrid, oxid, karbid, vagy ezek keveréke. A kialakult bevonat tulajdonságait számos tényező befolyásolhatja, amelyek közül a legmeghatározóbban a bevonatolási eljárás során alkalmazott paraméterek. Az egyik legfontosabb a bevonatolási hőmérséklet, ami a PVD esetében általában 50 és 600 °C közé esik. Jellemzően 10^{-2} MPa nyomást alkalmaznak, míg a rétegfelépülés sebessége széles tartományban 1-100 µm/h változhat. A bevonatolási folyamat három lépésre bontható: elpárolgotatás, anyagtranszport, illetve lecsapítás. Az elpárolgotatás során leválasztják a bevonat anyagaként alkalmazni kívánt részecskéket a targetról, amely történhet katód- vagy ívporlasztással. Plazma állapotú közeg segítségével elszállítják a targetról (bevonat alapanyagáról) leválasztott anyagot a szubsztráthoz, ahol a megszilárdulás során csíráképződéses, növekedéses mechanizmussal megkezdődik a réteg felépülése. A kívánt bevonatot a plazmában áramló leválasztott bevonatanyag és az alkalmazott reakciógáz hozza létre [19, 20].

2.2.2. A PACVD eljárás

A CVD eljárás során szükséges nagy hőmérsékleten a fémes szubsztrát szövetszerkezete kedvezőtlenül módosulhat és az alapanyag elvesztheti nagy szilárdságát vagy szívósságát. Ezzel szemben a plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztás (PACVD) ötvözi a fizikai gőzfázisú, illetve a kémiai gőzfázisú leválasztás előnyeit, így a CVD-hez képest alacsonyabb hőmérsékleten is létrejön a bevonatolás, mert a reagenseket plazma segítségével aktiválják. A PACVD eljárás során a kamrában alacsony nyomást hoznak létre, amelyben plazmát alakítanak ki egyenáram, illetve rádiófrekvencia segítségével. Az alkalmazott reaktív gáz jellemzően argon, ami az elektronütközések hatására disszociálódik, reakcióképes anyagot létrehozva ezzel [21]. A PACVD bevonatolási folyamatot a 3. ábra szemlélteti.



3. ábra. Plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztás [22]

1 – Argon; 2 – Reaktív gáz; 3 – Munkadarab/szerszám; 4 – Sík felületű, mágneses katódporlasztásra alkalmas bevonatanyag; 5 – Nagyfrekvenciás csatlakozás 6 – Vákuumszivattyú

A PACVD eljárás alkalmazása esetén a titán-nitrid, illetve a különféle karbo-nitrid rétegek felviteléhez csak 300 °C-os bevonatolási hőmérsékletre van szükség a gázmolekulák nagyenergiájú elektronokkal történő aktiválásának köszönhetően. Míg például a titán-karbid és titán-nitrid, vagy a volfrám-karbid bevonatok esetében a hagyományos CVD eljárással 900-1000 °C-os bevonatolási hőmérsékletre van szükség, addig a PACVD technológia során az első két esetben elegendő az 500 °C, a WC réteg esetében pedig csupán 325-525 °C-ra van szükség.

A DLC bevonatok előállítása a kedvező teljesítőképesség elérése érdekében kis hőmérsékleten történik, így ezeknél csak a PACVD eljárást használják az ipari gyakorlatban [21, 23].

A CVD eljárással szemben a PACVD eljárás egy másik előnye, hogy a bevonatoláshoz kisebb kamranyomás is elegendő, illetve a plazmaaktiváció kisebb bevonatképzési hőmérsékleten történik. Míg a CVD eljárás során számolni kell az alkalmazhatóság termodinamikai, illetve kémiai korlátaival, addig a PACVD technológia esetén ez nem jelent problémát.

További előny, hogy a bevonatolandó munkadarabokon egyenletes vastagságú réteg hozható létre anélkül, hogy szükség lenne azok forgatására, vagy esetleges utókezelésre még a nagy geometriai pontosságot igénylő termékeknél is. A CVD eljárással szemben – a kisebb bevonatolási hőmérsékletnek és kamranyomásnak köszönhetően a hordozóanyagok szélesebb választéka érhető el. A PACVD eljárás jól alkalmazható különböző vegyületek felvitelére, ugyanakkor a tiszta anyagok alkalmazása nehézkes, problémát jelent a sztöchiometriai szabályozás is.

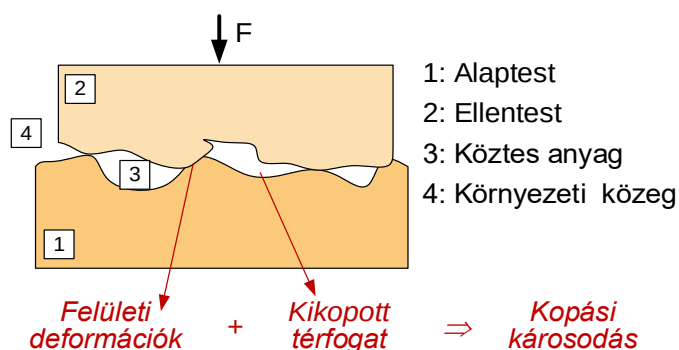
A PACVD eljárás hátrányai közé tartozik, hogy a CVD technológiával készült bevonathoz képest gyakrabban fordulnak elő anyagszerkezeti hibák, illetve a rétegsűrűség kisebb.

2.3. A tribológiai rendszer

A tribológia fogalma az 1988. DIN 50323 (Funktionale Sicherheit - Sicherheitstechnische Systeme für die Prozessindustrie) szabvány alapján:

„A tribológia a kölcsönösen egymásra ható és egymáshoz viszonyítva elmozduló felületek tudománya és technológiája; egyben felöleli az ezzel kapcsolatban álló gyakorlati intézkedéseket” [24].

A tribológiai rendszer felépítését az 4. ábra szemlélteti.



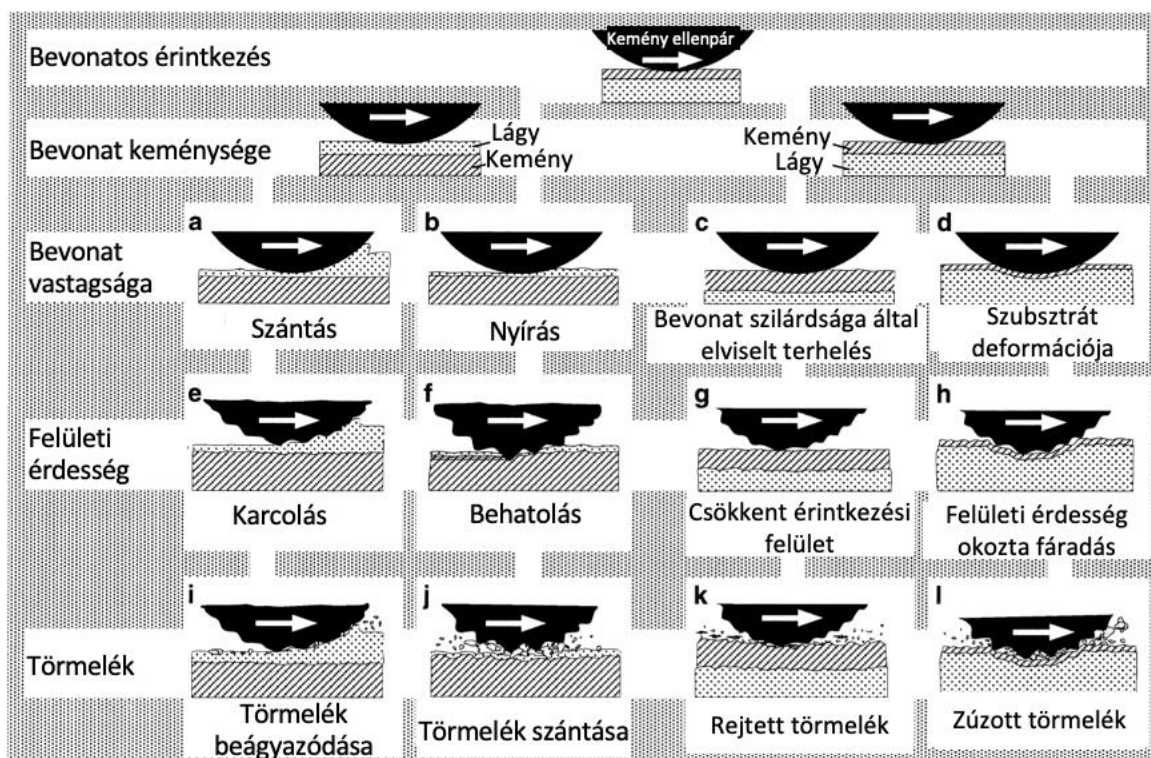
4. ábra. Tribológiai rendszer felépítése [25]

A tribológiai rendszer elemeinek összessége határozza meg a kopási folyamat során bekövetkező károsodásra jellemző tulajdonságokat – például a kopás mértékét, típusát, mechanizmusát. A kopási károsodásoknak többféle csoportosítása létezik. Az egyik leggyakoribb osztályozás szerint a főbb kopásfajták az abrazív, az adhézión, a fáradásos és a tribokémiai, vagy tribo-oxidációs (korróziós) kopás [25]. Az adhézión kopási jelenségeket két további csoportra oszthatjuk: elsőrendű adhézión, vagy hideghegesedéses kopás, illetve másodrendű adhézión, vagy meleghegesedéses kopás [26].

Ezek altípusai számos szakirodalomban megtalálhatók, amelyek tanulmányozásakor látni fogjuk, hogy a különféle kopási mechanizmusok logikus rendszerezése a befolyásoló tényezők nagy száma, az annak függvényében előforduló, sokszor kombináltan, egyidejűleg fellépő károsodási mechanizmusok elkülönítése és kategóriákba sorolása a szakirodalomban ma sem egységes, nem megoldott feladat [27, 28].

A súrlódási folyamat során az érintkező felületek között gyakran van jelen kikopott részecske, illetve törmelék, amely származhat a környezetből, vagy létrejöhet a kopási károsodás során. Ezek a részecskék jelentős hatást gyakorolhatnak a súrlódásra és a kopásra, attól függően, hogy mekkora a részecskék mérete, a bevonat vastagsága, a felületi érdesség, illetve a részecske, a bevonat és a szubsztrát keménysége.

A fellépő érintkezési állapotokat az 5. ábra szemlélteti.



5. ábra. A jellemző makromechanikai érintkezési állapotok és a súrlódást (kopást) kontrolláló mechanizmusok kemény, gömbszerű ellenpár síkfelületű bevonaton történő csúszásakor [29]

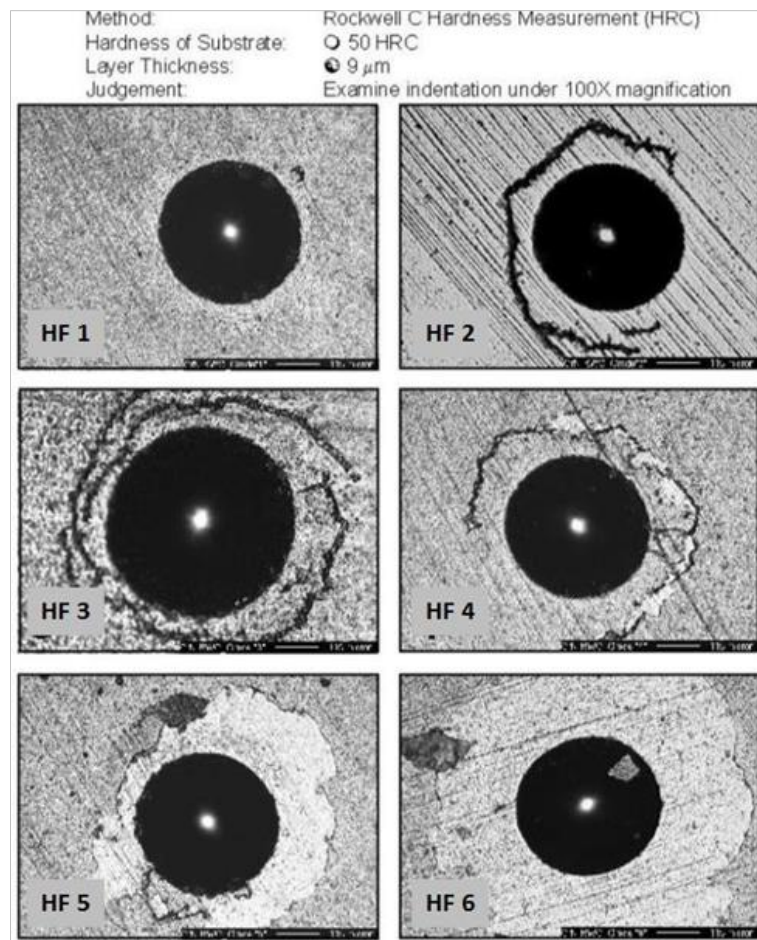
A kopási folyamat során kialakuló érintkezési állapotokat és a DLC bevonat kopását befolyásoló tényezők a következők:

- a relatív páratartalom;
- a hőmérséklet;
- a DLC bevonathoz alkalmazott adalékanyagok (szilícium, fluor, nitrogén stb.)
- a csúszási sebesség és terhelőerő;
- a súrlódó pár anyaga, geometriája, felületminősége [30].

A tribológiai rendszert és a szerszámok kopását számos tényező befolyásolhatja, ezért kifejezetten fontos a bevonat teljesítőképességének és várható élettartamának minél pontosabb ismerete.

2.4. A Rockwell C típusú tapadásvizsgálat

A Rockwell C típusú adhéziós teszt egy szabványos vizsgálati eljárás [31], amely kiváló lehetőséget nyújt a bevonatok ipari gyakorlatban történő gyors és hatékony minőségellenőrzésére. A bevonat minősítése egy Rockwell C gyémánt kúppal, 1500 N terhelőerővel létrehozott lenyomat alapján történik, amelyet a szabványban rögzített etalon képekhez hasonlítva kategóriákba sorolnak. Az etalonként használt HF 1-6 kategóriákat a 6. ábra szemlélteti.



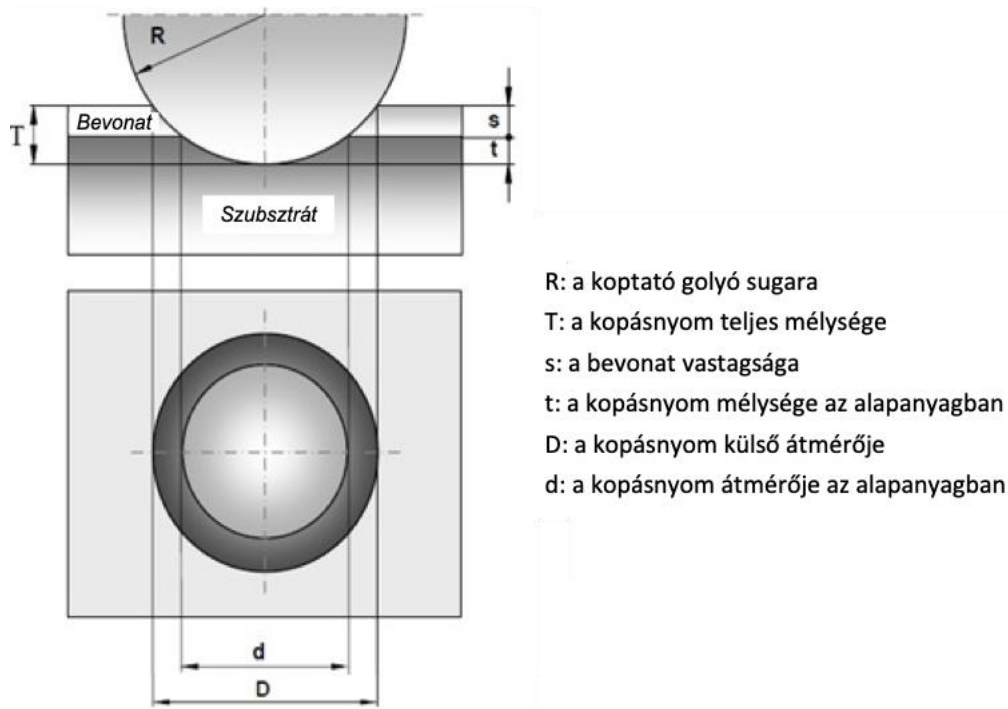
6. ábra. Rockwell C tapadásvizsgálat HF 1-6 károsodási kategóriái [31]

Az egyes kategóriák HF jelölése a német tapadási szilárdság kifejezésből ered. A kapott lenyomatokat optikai mikroszkóppal, 100×-os nagyításban vizsgálják és értékelik a lenyomat körül kialakult repedéseket, illetve a bevonat leválását (delaminációt). A HF 1-4 kategóriák megfelelő tapadási szilárdságot jelentenek, míg a HF 5 és HF 6 károsodások esetén a bevonat már nem felel meg a követelményeknek [32]. Az ipari felhasználás jellegétől függően szigorúbb követelmények vonatkozhatnak a bevonatok elvárt tapadószilárdságára, a DLC bevonatok esetében jellemzően csak a HF 1-2 besorolású lenyomatok megfelelőek, míg pl. a repülőgépiparban csak a HF 1 kategória megengedett [33].

2.5. A golyókoptatásos rétegvastagságmérés (Calotest vizsgálat)

A tribológiai tulajdonságok tekintetében komplex összefüggés van a bevonat vastagsága és egyes tulajdonságok között, mint például a maradófeszültség, a tapadóképesség, vagy a keménység [34]. A bevonatok vastagságának mérése többféle módszerrel történhet: geometriai úton a felület egy részének leválasztását követően a távolságok mérésével, vagy tömegméréssel, illetve közvetett módon, a bevonat olyan fizikai tulajdonságainak felhasználásával, mint az elektromos vezetőképesség, optikai adszorpció stb. [35]. A vékony filmrétegek vastagságának mérésére vonatkozó irányelveket az ISO: 2064: 2004, illetve az ISO EN -1071-2 szabványok rögzítik [36, 37].

A Calotest eljárás során egy ismert átmérőjű golyót használunk a bevonat rétegvastagságának meghatározására úgy, hogy a golyó forgó mozgásának eredményeképpen a bevonat és a szubsztrát anyagának egy részét eltávolítják. A vizsgálati mintán egy gömbszelet alakú üreg keletkezik és a próbatest felületén a különböző minőségű bevonatrétegek határait jelezve koncentrikus kör alakú nyomok jönnek létre, amelyek az 7. ábrán láthatók.



7. ábra. A Calotest vizsgálat során létrehozott lenyomat geometriája és jellemző méretei [38]

A keletkezett lenyomatok méretének mikroszkópi úton történő meghatározását követően, egyszerű geometriai megfontolások alapján, az (1) - (3) egyenletek segítségével kiszámítható a bevonat rétegvastagsága.

Az 7. ábrán T-vel jelölt teljes kopásnyom mélység az (1) összefüggéssel határozható meg:

$$T = 2R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - D^2} \quad (1)$$

A bevonat vastagságának meghatározásához szükség van a kopásnyomnak az alapanyagba eső mélységére, amelyet a (2) összefüggés szerint számíthatunk:

$$t = 2R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d^2} \quad (2)$$

A T és t különbségéből a (3) egyenlet szerint kiszámítható a bevonati réteg vastagsága:

$$s = T - t = \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d^2} - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - D^2} \quad (3)$$

A vizsgált bevonat kopásának növelése, így a mérés idejének csökkentése érdekében alkalmazhatók abrazív szemcsék, például gyémántpaszta. A Calotest eljárás pontossága kb $\pm 1 \times 10^{-7}$ m [39].

Az eljárás egyik legnagyobb előnye, hogy lehetővé teszi az egy- és többretegű bevonatok vizsgálatát is, illetve a próbatestet több helyen megvizsgálva megállapítható, hogy mennyire egyenletes a bevonat vastagsága [40]. További kedvező sajátosság, hogy nem igényel összetett berendezést, illetve a kapott eredményeket nem befolyásolják a vizsgálati paraméterek (pl. a koptató golyó átmérője, a vizsgálati idő, a fordulatszám, abrazív szuszpenzió alkalmazása stb.).

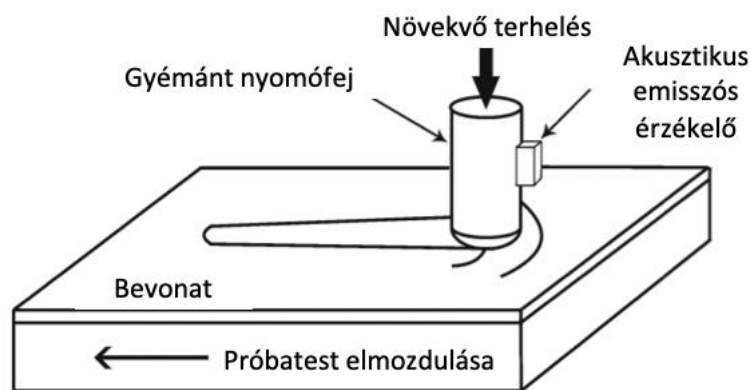
2.6. Karcvizsgálat

A kopásálló bevonatok tapadásának vizsgálatára a legelterjedtebb a karcvizsgálat, amelyet az 1970-es évektől alkalmaznak a különféle PVD és CVD bevonatok tulajdonságainak meghatározására és összehasonlítására [34].

A karcvizsgálatnak két alapvető típusát különböztetjük meg: növekvő terhelő erejű, illetve állandó terhelő erejű karcvizsgálatot. A vizsgálati eljárásra az ASTM Standard G171 (03) szabvány vonatkozik [41]. A létrehozott karc mikroszkóppal történő vizsgálata további információkkal szolgálhat a bevonat károsodását és tönkremenetelét illetően, amelyhez a bekövetkező károsodások egységes értelmezése és jelölése céljából hasznos útmutatást az ASTM C1624 szabvány [42].

2.6.1. A vizsgálati eljárás

A karcvizsgálat során egy 200 μm lekerekítési sugarú, 120°-os kúpszögű Rockwell C gyémánt kúppal, növekvő terheléssel lenyomatot készítenek a bevonaton. Az eljárás menetét a 8. ábra szemlélteti.



8. ábra. Karcvizsgálat sematikus ábrázolása [43]

A vizsgálat során a gyémánt kúp karcnyomot hoz létre a vizsgált bevonaton, amelynek során deformáció jön létre a fémes alapanyagban és a keramikus bevonatban is [40]. Az anyag rugalmas-képlékeny alakváltozásának eredményeképpen különböző károsodási módok figyelhetők meg [44].

A karcvizsgálatot jellemzően addig végzik, amíg a terhelőerő eléri azt a kritikus értéket, amely a bevonat teljes leválásához vezet, vagyis amikor az alapanyag láthatóvá válik. A bevonat tönkremenetelének megkezdődését kísérő intenzív repedéskeletkezés és terjedés akusztikus emissziós érzékelővel is kimutatható, illetve ennél a kritikus terhelésnél a súrlódási együttható értékében is szignifikáns változás következik be. Mindezek segítségével meghatározható a bevonat teljes leválását okozó F_{krit} terhelés nagysága.

2.6.2. Jellemző károsodási módok

A karcvizsgálatot jellemzően annak a kritikus terhelőerőnek a meghatározására használjuk, amelynek céljából a vizsgálat során rögzítjük a súrlódási együttható/terhelő értékeket a karcolási úthossz függvényében. A bevonat leválását azonban többféle egyéb károsodási mód megjelenése is megelőzi, amelyek típusa a bevonat és a szubsztrát anyagától, vastagságától, szerkezeti felépítésétől és egymáshoz viszonyított sajátosságaitól is függ.

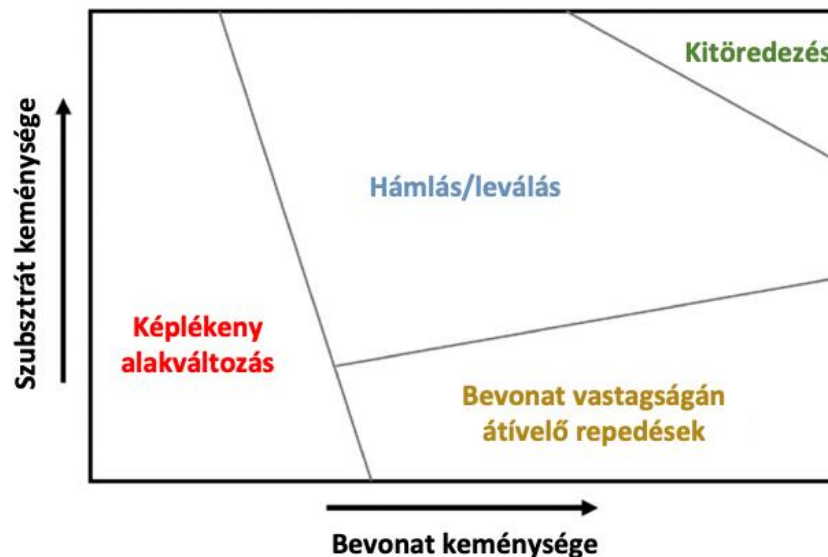
Amennyiben a bevonat jóval lágyabb, mint a szubsztrát anyaga, akkor a bevonatban jelentős képlékeny alakváltozás következik be, és a kritikus terhelés úgy határozható meg, mind az a terhelőerő, ahol a bevonat ledörzsölődik, és a szubsztrát szabaddá válik [45].

Számos esetben – főleg a tribológiai bevonatoknál – a teljes tönkremenetelt megelőző károsodások azonban még nem jelentik a bevonat minőségének olyan fokú romlását, amely működési problémát jelentene [45], ezért a tönkremenetel legfőbb jellemzőjeként az F_{krit} terhelést használjuk. A szubkritikus terhelések alatt bekövetkező károsodások meghatározása a karcnyomok mikroszkópi vizsgálatával viszont sokat segíthet abban, hogy feltárjuk az egyes bevonatok közötti eltéréseket és ennek ismeretében a bevonatok anyag- és technológia fejlesztési folyamatait a bevonatok teherbíróképességének növelés céljából elősegítsük.

A karcvizsgálat eredményeit számos tényező befolyásolhatja – mint például a felületi érdesség, a súrlódási együttható, a szerszám rádiusza és kopása, a mérőrendszer kialakítása, a bevonat

anyagi minősége, kristálytani felépítése, rétegvastagság, vagy maradó feszültségi állapota stb [46]. Ezek közül a szubsztrát és a bevonat mechanikai tulajdonságai a legmeghatározóbbak a vizsgálat eredményeire nézve [47].

A bevonat és a szubsztrát keménysége, illetve tönkremeneteli módja közötti kapcsolatot a 9. ábra szemlélteti.

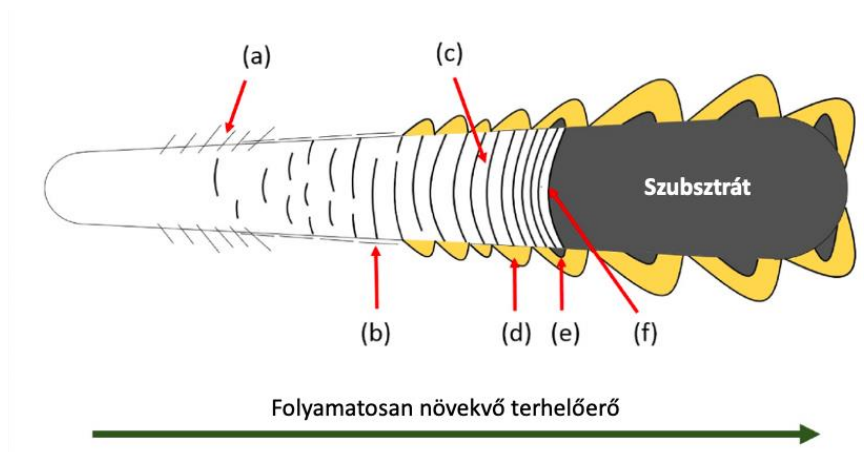


9. ábra. Jellemző tönkremeneteli módok a szubsztrát és a bevonat anyagának függvényében [40, 45]

Abban az esetben, ha lágy bevonat kerül az alapanyagra, akkor abban képlékeny alakváltozás figyelhető meg és nem jellemző a repedés megjelenése a bevonatban.

A lágy szubsztrátra felvitt kemény bevonatokban viszont gyakran keletkeznek a felületre merőleges repedések, amelyek a bevonat-szubsztrát határának elérésekor, annak síkjában tovaterjedhetnek [40].

A kemény, kopásálló bevonaton létrehozott karcnyom mentén bekövetkező jellemző károsodási módokat sematikusan a 10. ábra szemlélteti.



10. ábra. Karcvizsgálat során bekövetkező leggyakoribb tönkremeneteli módok [40]

A hivatkozott szakirodalom szerint jellemző károsodási módok a következők lehetnek [40]:

- ferde vagy laterális repedések (a);
- párhuzamos repedések (b);
- keresztirányú félkör alakú repedések (c);
- kitöredezés (d);
- bevonat leválása (e);
- a bevonat teljes átszakadása (f).

A bevonatok tapadásának vizsgálatára vonatkozó számos létező módszer közül a karcvizsgálat az egyik leggyakoribb, ugyanakkor a létező nemzetközi szabvány ellenére a tönkremeneteli módok meghatározása, a kritikus terhelőerő kijelölése, illetve a fellépő károsodások megnevezése és értelmezése még messze nem egységes a szakirodalomban.

Ennek oka többek között nemcsak a szakemberek eltérő tudása és gyakorlata, hanem az egyre újabb és újabb bevonat anyagok és bevonatrendszerek használata, azoknak a szokásostól eltérő viselkedése, amely a károsodások megjelenésében is különbözhet a korábbiaktól.

Így például a kutatócsoportunkban használt rendszerezés szerint [48] – elsősorban a már említett szabványra [42] támaszkodva – hat alapvető károsodási forma különböztethető meg, amelyek már nemcsak a kemény bevonatokra érvényesek:

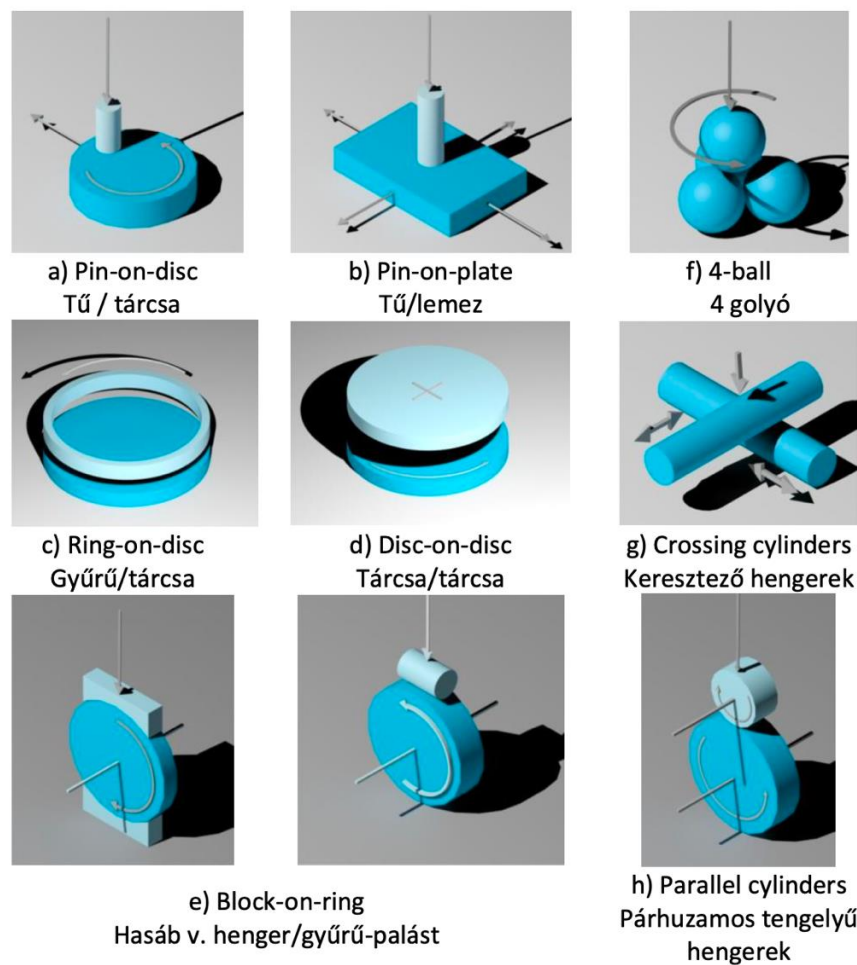
- húzófeszültség hatására kialakuló repedések (arc tensile cracks);
- konformális repedések (conformal cracks);
- szabályosan ismétlődő felgyűrődések vagy leválások a bevonatban (buckling cracks or spallation);
- a szubsztrát rugalmas visszaalakulását követő kitöredezés (recovery spallation)
- ismétlődő részleges leválás (wedging spallation, chipping);
- nagy kiterjedésű leválás (gross spallation);

A bevonatok károsodásának értelmezésekor tehát körültekintően kell eljárni, és az adott bevonattípus vizsgálatára irányuló specifikus szakirodalmakat is át kell tekinteni [49].

2.7. Kopásvizsgálatok

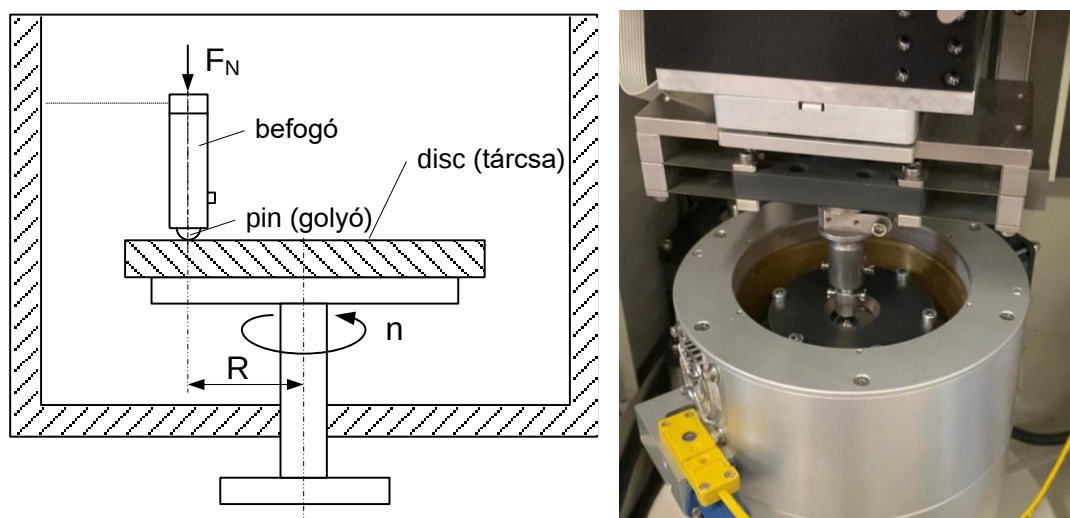
A kopásvizsgálatoknak kiemelt jelentőségük van az alkatrészekben és szerszámokon alkalmazott keménybevonatok valós igénybevételének szimulációjában.

A ténylegesen kialakuló súrlódási viszonyok minél pontosabb modellezésének céljából sokféle kopásvizsgálati elrendezés létezik, ezek közül mutat be néhányat a 11. ábra.



11. ábra. Különböző kopásvizsgálati elrendezések és a vonatkozó szabványok [48]

A leggyakrabban alkalmazott eljárás a ball-on-disc elrendezés, amely elrendezése azonos a pin-on-disc vizsgálatával, azonban a súrlódó ellendarab egy golyó. A vizsgálat sematikus elrendezését, illetve az általam használt vizsgálóberendezést a 12. ábra szemlélteti.



12. ábra. Ball-on-disc típusú kopásvizsgálat elrendezése [25]

A vizsgálati eljárásra vonatkozó előírásokat az ASTM G99-17 szabvány tartalmazza [50].

A kopásvizsgálat során fellépő károsodási mechanizmusokat, illetve a mérési eredményeket, amelyek közül a legfontosabbak a súrlódási együttható-kopási úthossz diagram vagy a kikopott anyaghányad –, számos tényező befolyásolhatja, ilyen például az alkalmazott terhelőerő, a csúszási sebesség, a súrlódó ellendarab geometriája és anyagminősége, a teljes csúszási úthossz, a hőmérséklet és környező közeg páratartalma, vagy a kenési állapot.

A kopásvizsgálat elvégzése után számos információt kaphatunk az anyag viselkedéséről, kopásállóságáról további vizsgálatokkal. Ilyen például a szerszámok élettartamát korlátozó felületi károsodási mód azonosítása és előfordulási helyének meghatározása, a kopott és kopást nem szenvedett alkatrész felületek összehasonlítása, a kopást szenvedett felület szerkezeti elemzése, továbbá a súrlódó ellendarab felületének és a kopási törmeléknek az elemzése [48].

A kopási károsodás mértékének megállapítására az egyik legegyszerűbb módszer a kopási anyagveszteség meghatározása a koptatást megelőző és azt követő tömegméréssel, amely gyorsan kiértékelhető eredményt biztosít a bevonatok kopásállóságának értékelésére, összehasonlítására.

Ennél bővebb információt kaphatunk, ha olyan kvantitatív jellemzőket határozunk meg, mint például a kikopott keresztmetszet területe, a kikopott anyag térfogata, a kopási sebesség, fajlagos kopási sebesség, azaz kopási tényező, vagy a dimenziótlan kopási együttható.

A kopási sebesség az anyagveszteség és a csúszási úthossz hányadosa, míg a kopásállóságot ennek a mennyiségnek a reciprokaként értelmezhetjük.

A fajlagos kopási sebesség a kopási sebesség és a terhelés hányadosaként számítható [51, 52].

A bevonatok kopási viselkedésének egyik legfontosabb jellemzője a koptatáskor felvett súrlódási együttható-kopási úthossz diagram. A súrlódási együttható a jól ismert (4) összefüggés szerint számítható:

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (4)$$

ahol μ : a súrlódási együttható [–];

F_n : a normál irányú terhelőerő [N];

F_t : a tangenciális irányú terhelőerő [N].

A kopási viselkedésről további információt nyújthat a keletkezett kopásnyom profilometriai, illetve optikai mikroszkópos (OM) és pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) vizsgálata, vagy a kopásnyomok szélességének összehasonlítása.

Ezeknek a vizsgálati módszereknek a nagy részét én is igyekeztem hasznosítani a kísérleti munkám során.

3. Kísérleti munka

Kísérleti munkám során a bevonatok jellemzésére az iparban használatos (Rockwell C tapadásvizsgálat, Calotest) vizsgálatokat, illetve a szakirodalomban a bevonatok minősítésére és összehasonlítására alkalmazott (kopásvizsgálat, karcvizsgálat) vizsgálati módszereket végeztem el. A paraméterek kiválasztásánál a szakcikkekben alkalmazott terheléseket vettem alapul, továbbá segítségemre volt a korábbi munkám során, hasonló bevonattípusokon elvégzett vizsgálatok terhelési paramétereinek ismerete is [53, 54, 55, 56].

A kopásvizsgálatok elvégzéséhez Miskolci Egyetem Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézetének Felületvizsgáló laboratóriumában található UNMT-1 típusú multifunkciós kopásvizsgáló berendezést használtam, amelyen ball-on-disc típusú vizsgálatok elvégzésére volt lehetőségem. Ez a vizsgálati típus összhangban van a más kutatók által elvégzett kopásvizsgálatokkal, így az eredmények összehasonlíthatók az irodalmi adatokkal.

A karcvizsgálatokat az egyedi felépítésű, SP-15 típusú karcvizsgáló berendezésen végeztem, a széleskörűen elterjedt növekvő terhelőerővel végzett vizsgálati módszerrel.

3.1. A vizsgálati minták jellemzése

3.1.1. Az alapanyag vegyi összetétele

A vizsgált próbatestek alapanyagául Böhler gyártmányú K100 jelű acél szolgált. A ledeburitos szövetszerkezetű hidegalakító szerszámacél EN-számjele: 1.2080, EN-jele pedig: X210Cr12, ez utóbbi az erősen ötvözött jellegre, illetve a 12%-os krómtartalomra utal.

Az alapanyag átlagos ötvöztartalmát a 2. táblázat szemlélteti.

2. táblázat. A Böhler K100 acél legfontosabb ötvözőinek mennyisége tömeg%-ban kifejezve [57]

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	W	Egyéb
2,00	0,25	0,35	11,50	—	—	—	—	—

A magas króm-karbid tartalomnak köszönhetően jó az abrazív kopásállóság, illetve jó az éltartósság is, amely lehetővé teszi a vágó- és kivágó szerszámokhoz való alkalmazást [57].

3.1.2. A próbatestek geometriája

A próbatestek kialakításánál elsődleges szempont az volt, hogy alkalmasak legyenek a tervezett tribológiai, azaz kopás- és műszerzett karcvizsgálatok céljára.

Ennek érdekében a vizsgáló berendezésekbe befogható méretű, tárcsa alakú próbatesteket készítettem, amelyek 29,9 mm átmérőjű rúdból és a pontosabb befogás érdekében kétoldali lelapolással készültek.

A rúd lágyított állapotú volt, amiből gépi forgácsolással 6,3 mm magas próbatesteket választottak le, majd megköszörülték mindkét homlokfelületet. Ennek eredményeképpen a kész mintadarabok névleges mérete $\phi 30 \times 6$ mm volt.

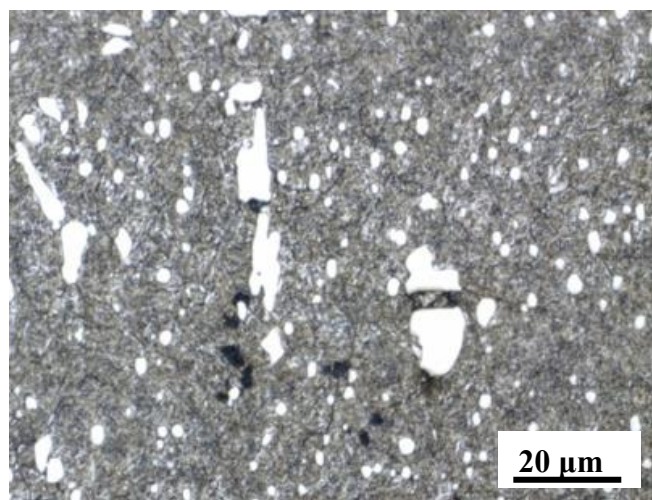
3.1.3. A próbatestek hőkezelése és felületelőkészítése

A K100 alapanyagot szerszámként használva a szokásos hőkezelés az edzés és a felhasználási igény szerinti megeresztés. Az edzés vákuumkemencében történik 980 °C-on. A hűtőtartás a teljes átmelegedést követően 15-30 perc. A kísérlethez használt próbatesteket nitrogénben hűtöttük $p = 6$ bar túlnyomással. Az edzést követő megeresztés 350 °C-on történt. A hőkezelés utáni keménység szokásosan 57-61 HRC.

A hőkezelést az elvégzendő felületmechanikai és mikroszkópos vizsgálatok céljából felületelőkészítési műveletek követték, amelyeket a Miskolci Egyetem Anyagszerkezzettani és Anyagtechnológiai Intézetének Felületelőkészítő laboratóriumában, Struers LaboPol-21 kéttárcsás csiszoló- és polírozó berendezésén végeztem.

3.1.4. A próbatestek szövetszerkezete

A vizsgált próbatestek szövetszerkezetét optikai mikroszkópos vizsgálattal tártam fel. A vizsgált hidegalakító szerszámacél jellegzetes szövetszerkezete a 13. ábrán látható.

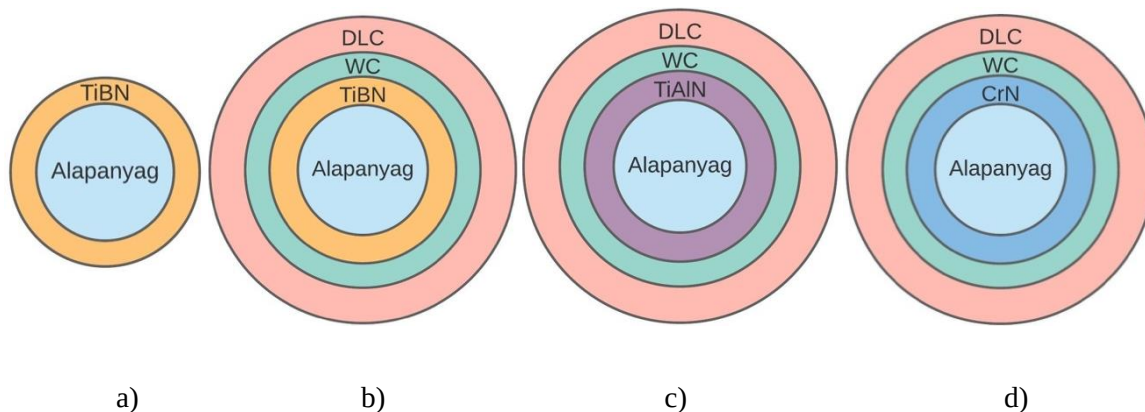


13. ábra. A próbatestek alapanyagának szövetszerkezete ($N=500\times$)

A mikroszerkezeti felvételen jól látszanak a viszonylag nagyméretű kiválások, amelyek az acélgyártás során a primér kristályosodáskor az alapfém és az ötvözők részvételével létrejött nagy keménységű eutektikus karbidok. Ezeket megfelelő oldó izzítással kell általában feloldani az ausztenítés során, ami a vizsgált minták esetében nem történt meg teljes mértékben.

3.1.5. A vizsgált bevonatok előállítása

Munkám során négy különböző bevonatot vizsgáltam, amelyek a következők voltak: TiBN, TiBN+DLC, TiAlN+DLC és CrN+DLC. A bevonatok felépítése a 14. ábrán látható. A bevonatok készítésének lépéseit és folyamatát a következő fejezetekben ismertetem. A bevonatok felvitelét minden esetben egy ún. ionmaratási eljárás előzte meg, amely a bevonat jobb tapadását, illetve a felületen található szennyeződések eltávolítását segíti. A maratás Ar^+ ionokkal történik, amelyek nagy sebességgel a felületbe csapódva kilökik a felületen megtapadt szennyeződések, először a felületen található vizet párologtatják el, majd a külső oxid réteget távolítják el.



14. ábra. A vizsgált bevonatok felépítése: a) TiBN, b) TiBN+DLC, c) TiAlN+DLC, d) CrN+DLC

Ezt követően a maratási művelet a munkadarab felületéről 0,05-0,15 μm vastagságban anyagot választ le, elősegítve ezzel a készítendő bevonat jobb tapadását. A folyamat eredményeképpen reaktív, kiváló tapadású, fémtiszta felület jön létre.

3.1.5.1. A TiBN bevonat készítése

A TiBN bevonat plazmával segített magnetronos porlasztással (Plasma Enhanced Magnetron Sputtering) került felvitelre, amelynek során a plazma intenzitás növelése külső elektronforrás alkalmazásával történik. A PEMS eljárás egyik legnagyobb előnye, hogy hozzájárulhat a létrehozott bevonatok mechanikai és tribológiai tulajdonságainak javításához [58]. A folyamat a kamra 260 °C történő felfűtésével kezdődik, majd kb. 2 órás hőntartási folyamat következik. Ezt követi az ionmaratás, amelynek során a kamra hőmérséklete 280 °C-ra emelkedik. Ekkor megkezdődik a bevonatolási folyamat, amelynek során a kamrában a TiBN leválasztása egy ún. targetről (a bevonat alapanyagának összetevőit tartalmazó betétanyag), amelyet porkohászati úton előállítanak elő 50-50 atom% Ti és TiB felhasználásával. A target bomzása Ar^+ ionokkal történik, amelyek kilökik a target felületéről a bevonat egyik alkotójául szolgáló fématomokat. Az Ar^+ mellett reaktív gázként nitrogént vezetnek a kamrába, amely a targetről leválasztott atomokkal együttesen hozza létre a szubsztráton a TiBN bevonatot. A bevonatolás kb. 260 °C-on történik, időtartama két óra, így a bevonatolandó próbatest a kamrában összesen 4,5 órát tölt el 260 és 280 °C között. Az általam vizsgált TiBN bevonat átlagos keménysége 3500 HV, rétegvastagsága jellemzően 1-5 μm .

3.1.5.2. TiBN+DLC bevonat készítése

A TiBN+DLC többrétegű bevonatrendszer esetében az alátétréteg a 2.1.1. pontban ismertetett TiBN bevonat, amire egy önkenő, jellemzően hidrogénezett DLC réteg kerül fedőréteggént. Az önkenő DLC fedőréteg jellemzően PACVD eljárással kerül felvitelre. A

bevonatolási eljárás során a DLC bevonatot alatt egy nanoméretű szemcsékből álló WC alátétréteget hoznak létre. A hidrogénezett szén-alapú fedőréteg, mint azt a 2.1.2. pontban ismertettem, amorf és kémiaiilag inert. A rendkívül vékony fedőréteg felvitele nem befolyásolja érdemben a bevonatolt felület geometriáját, vagy az alkatrész méreteit. Az ilyen többrétegű

DLC bevonatok jól alkalmazhatók abrazív kopásnak és nagymértékű súrlódásnak kitett felületeken, mint amilyenek a csapágyak, szivattyúk, hajtóművek, kompresszorok stb.

A TiBN+DLC bevonatok maximális alkalmazási hőmérséklete 350 °C, a jellemző teljes rétegvastagság 2-4 µm. A DLC bevonatok keménysége a bevonatolási paraméterektől függően 2500 és 3200 HV között változik, a rugalmassági modulus pedig 190-200 GPa [59].

A TiBN+DLC bevonatrendszer esetében az alsó TiBN réteg a 3.1.5.1. pontban ismertetett PVD eljárással készült. A DLC réteget tartalmazó többrétegű bevonatrendszereknél minden általam vizsgált bevonat esetében egy vékony WC-Co (keményfém) réteg biztosítja a DLC számára a megfelelő tapadást, illetve a kellő szilárdságú alátámasztást. A WC-Co réteghez szükséges atomok leválasztása – a TiB réteghez hasonlóan – PVD eljárással, targetről történik Ar^+ ionok segítségével, amelyek ráépülnek az előző lépésben létrehozott TiBN rétegre. A keményfém réteg nanoméretű szemcsékből áll.

A DLC réteg létrehozása PACVD (Plasma Assited Chemical Vapour Deposition = Plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztás) eljárással történt. A kamrába vezetett acetilén gázt mikrohullám segítségével plazma állapotba hozzák, amely így C^* és H^* szabad gyökökre bomlik és kialakul a felületen a DLC réteg. Az általam vizsgált DLC bevonatok a-C:H típusú, hidrogénezett rétegek, amelyek száraz kenési körülmények esetén biztosítanak nagy keménységet és kiváló kopásállóságot.

A DLC fedőréteg létrehozása előtt a kamrát 150 °C-ra felfűtik, ami kb. 1,5 órát vesz igénybe, majd két órán keresztül hűtőtartás következik. A DLC réteg kialakulása 150 °C-on kezdődik, majd a kétórás bevonatolási folyamat során a kamrahőmérséklet lecsökken 90-100 °C-ra.

3.1.5.3. *TiAlN+DLC bevonat készítése*

A TiAlN+DLC bevonatrendszer első rétege a titán alumínium nitrid bevonat, amely egy PVD technológiával felvitt, jellemzően 1-5 µm vastag réteg. A bevonat a PVD technológiával előállítható maximum keménységű, 3000 HV és 800 °C-ig kiváló hőállóságú. A TiAlN előállítási hőmérséklete 300-450 °C és kiválóan alkalmazható vágószerszámok kopásállóságának növelésére, illetve olyan fémek és ötvözetek esetén, amelyek nem tartalmaznak cinket, magnéziumot vagy ólmot [60]. Erre a TiAlN bevonatra viszik fel a felső, WC támasztóréteges DLC bevonatot a TiAlN+DLC bevonatrendszer esetében.

A többrétegű bevonatrendszer készítésének első lépése a reaktív ionmaratás. Ezt követően a TiAlN réteg létrehozása, amely a 3.1.5.1. pontban ismertetett PVD eljáráshoz hasonlóan történik, 50-50 atom% Ti és Al targetről való ionleválasztásával és nitrogén gáz bevezetésével. A kamrát 260 °C-ra felfűtik, és 2 óráig tartják ezen a hőmérsékleten a bevonatolás megkezdése előtt. A reaktív ionmaratás során a hőmérséklet eléri a 280 °C-ot, ekkor megkezdődik a fémionok leválasztása és a reaktív gáz beáramoltatása a kamrába. A TiAlN réteg készítése során a próbatest 4,5 órát tölt 260 és 280 °C közötti hőmérsékleten.

A DLC fedőréteg létrehozása ebben az esetben is acetilén gáz segítségével történik PACVD eljárással, 150 °C kezdő hőmérsékleten, kb. két óra alatt.

3.1.5.4. CrN+DLC bevonat készítése

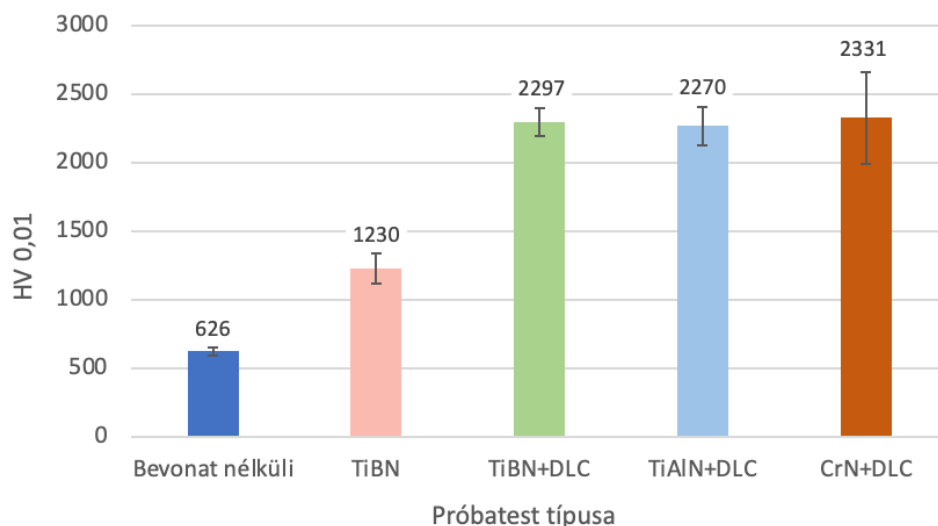
A króm-nitrid bevonat egy 1800 HV keménységű, PVD technológiával felvitt réteg, amely jellemzően 2-8 μm vastagságú. A bevonat 700 °C-ig biztosított hőállóságú és a TiBN, illetve TiAlN bevonatokhoz hasonlóan szintén kémiai inert. A CrN bevonatot leggyakrabban sajtoló és formázó szerszámok, illetve öntőformák felületére viszik fel, biztosítva ezzel a növelt abrazív, illetve csúszási kopásállóságot, illetve a kémiai korrózióállóságot [61].

Az előzőekben ismertetett ionmaratási eljárással kezdődik a CrN+DLC bevonatrendszer készítése is. Ezt követően megkezdődik a Cr atomok targetről történő leválasztása Ar^+ ionok segítségével, majd a nitrogén gáz beáramoltatása a kamrába. A CrN bevonat Cr és N elemek reakciójának eredményeként jön létre, amelynek célja, hogy lapközepes köbös kristályszerkezetű CrN réteg alakuljon ki. A TiBN+DLC és TiAlN+DLC bevonatokhoz hasonlóan itt is egy WC-Co keménységű réteg biztosítja a DLC fedőréteg tapadását, amely az előzőekben ismertetett PVD technológiával jön létre. A DLC fedőréteg létrehozása itt is a 3.1.5.2. pontban ismertetett PACVD eljárással valósul meg.

A bevonatolás során alkalmazott idő és hőmérséklet adatok megegyeznek az előzőekben ismertetett eljárásoknál megadottakkal.

3.2. Keménységmérés a szubsztráton és a bevonatokon

A vizsgált próbatesteken felületi keménységméréseket végeztem $F = 0,1 \text{ N}$ terheléssel. Az így kapott HV_{0,01} keménységértékeket a 15. ábrán látható diagram tartalmazza.

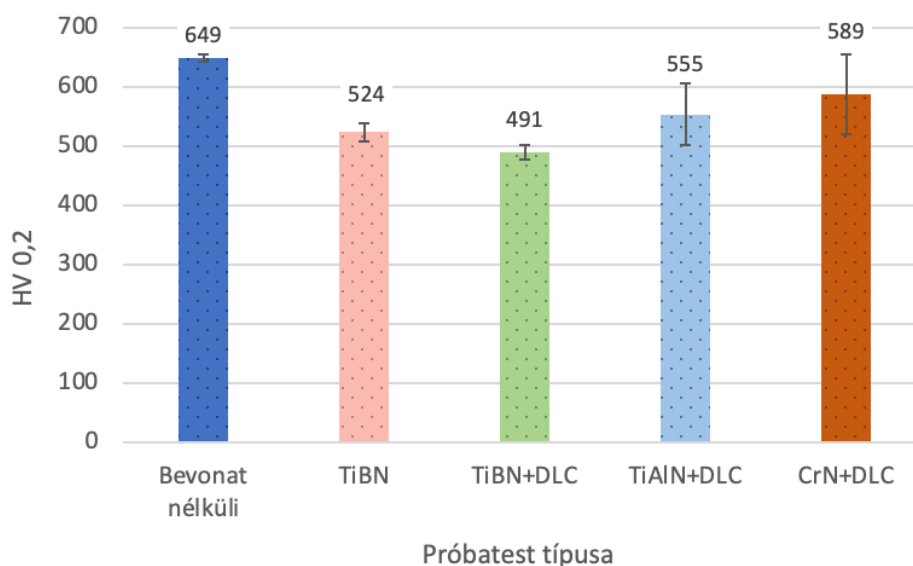


15. ábra. A bevonatolt minták HV_{0,01} felületi keménység értékei

A bevonatolás során a darabokat érő hőhatás elemzése érdekében megmértem a bevonatolt minták HV_{0,2} magkeménységét is ($F = 2 \text{ N}$ terheléssel), és összehasonlítottam a bevonat nélküli alapanyag keménységével, amelynek eredményeit a 16. ábra tartalmazza.

A bevonatolt minták magkeménysége – a bevonattól távolabb eső, mélyebben fekvő tartományokban mért keménység – kisebb értéket mutatott, mint a referencia anyag keménysége. Ennek oka, hogy bevonatoláskor a próbatestet érő hőhatás, mint egy utólagos

megeresztési művelet, csökkenthette az edzési keménységet, amely nem volt kellően nagy, mivel a primér karbidok az ausztenítés során nem oldódtak fel kellőképpen.



16. ábra. A referenciaanyag és a bevonatolt minták HV_{0,2} magkeménysége

3.3. Rockwell C tapadásvizsgálat

A bevonatok ipari alkalmazásra való megfelelésének minősítésére a 2.4. pontban bemutatott Rockwell C típusú tapadásvizsgálatot végeztem el, minden bevonatos próbatesten, bevonat típusonként 8 db-on 1-1 lenyomatot létrehozva.

A lenyomatokról optikai mikroszkópi felvételeket készítettem 100×-os nagyításban, amelyek közül bevonatonként egy-egy reprezentatív felvétel a

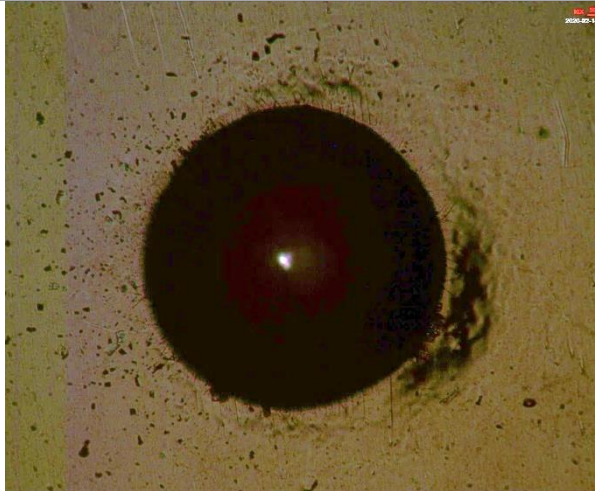
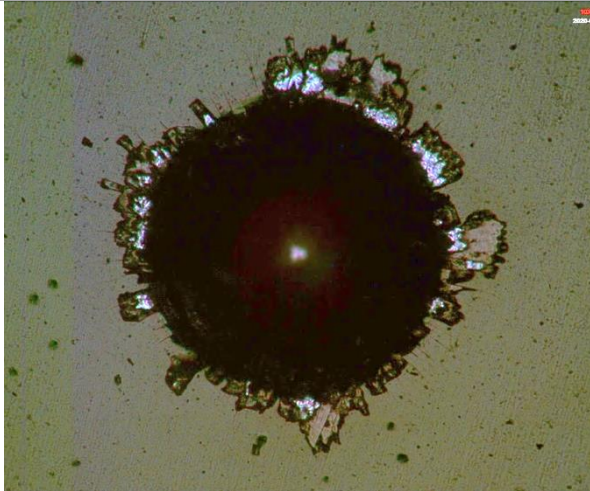
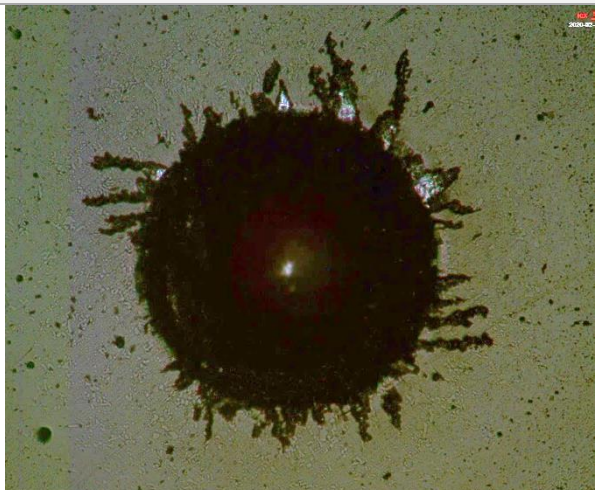
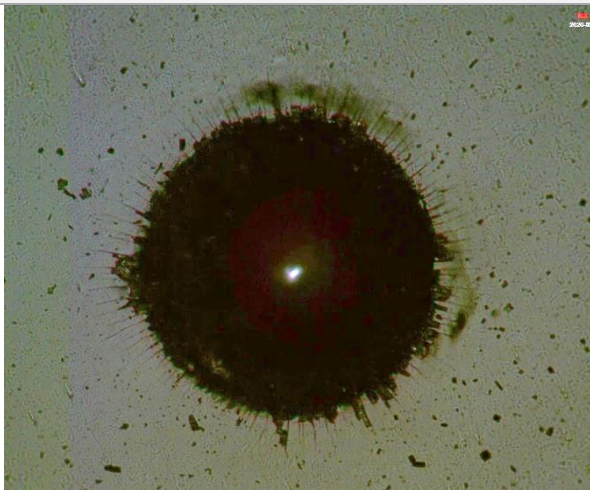
3. táblázatban látható.

A kapott lenyomatokat a 2.4. pontban ismertetett etalon képekkel összehasonlítva megállapítottam, hogy a lenyomatok mindegyike a HF1 kategóriába sorolható, nem jelentkeztek a lenyomatok körül összefüggő repedések, nagymértékű leválások, tehát a kísérleti munkához készült összes bevonat az ipari felhasználás szempontjából megfelelőnek minősíthető.

Az egyes bevonattípusoknál megfigyelt károsodások a következők voltak:

- Az egyrétegű TiBN bevonaton készült lenyomat körül felgyűrődések figyelhetők meg, de repedések nem alakultak ki.
- A legnagyobb mértékű sérülés a TiBN+DLC többrétegű bevonatban következett be a bevonatnak a lenyomat kontúrját övező kismértékű lepattogzásával.
- A TiAlN+DLC multiréteg esetén sugárirányú repedések keletkeztek.
- A DLC fedőréteges bevonatrendszerek közül a CrN+DLC többrétegű bevonat sérült a legkevésbé a lenyomat körül.

3. táblázat. A Rockwell C tapadásvizsgálat eredményei

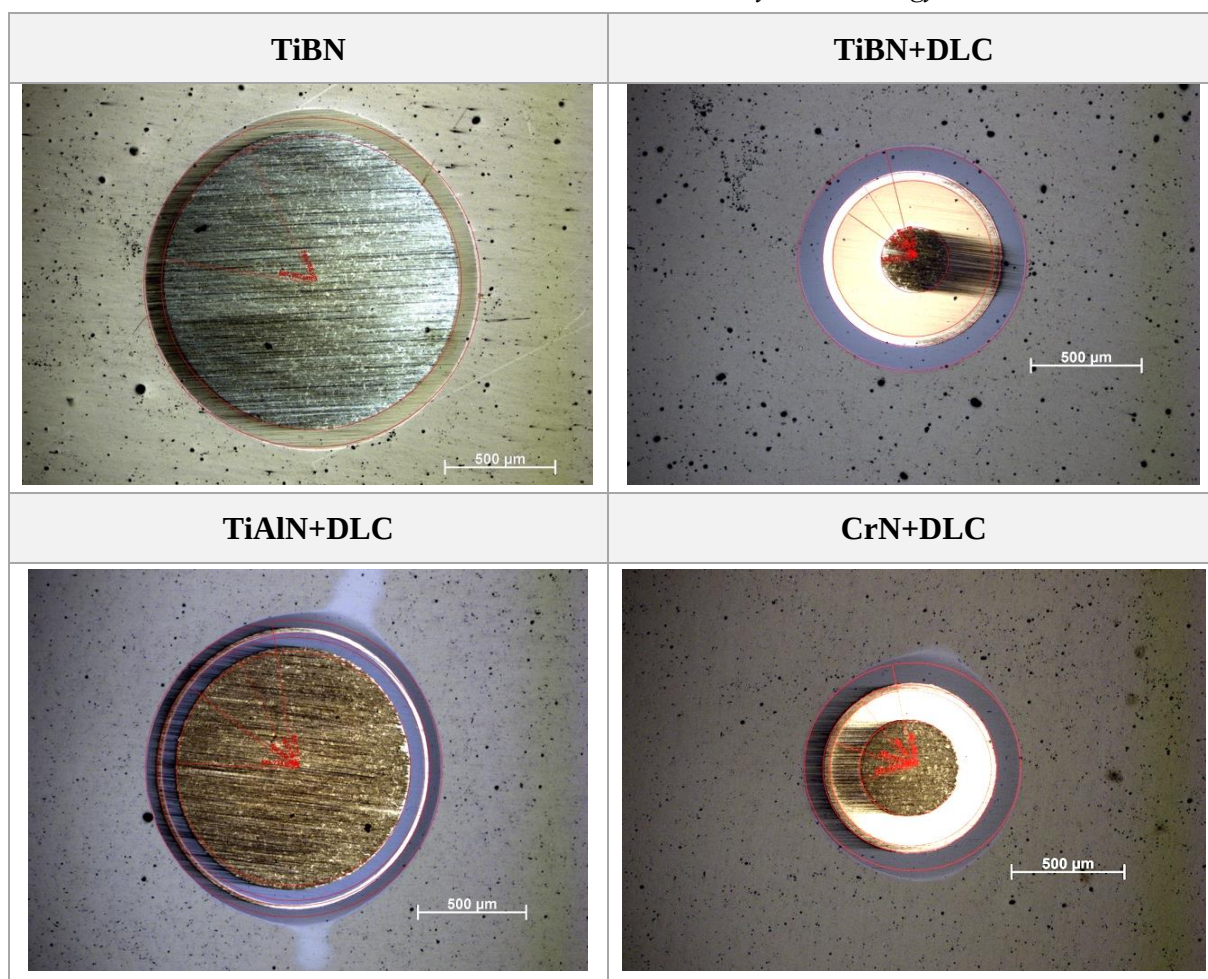
TiBN – M12	TiBN+DLC – M20
	
TiAlN+DLC – M28	CrN+DLC – M36
	

3.4. Rétegvastagság mérés

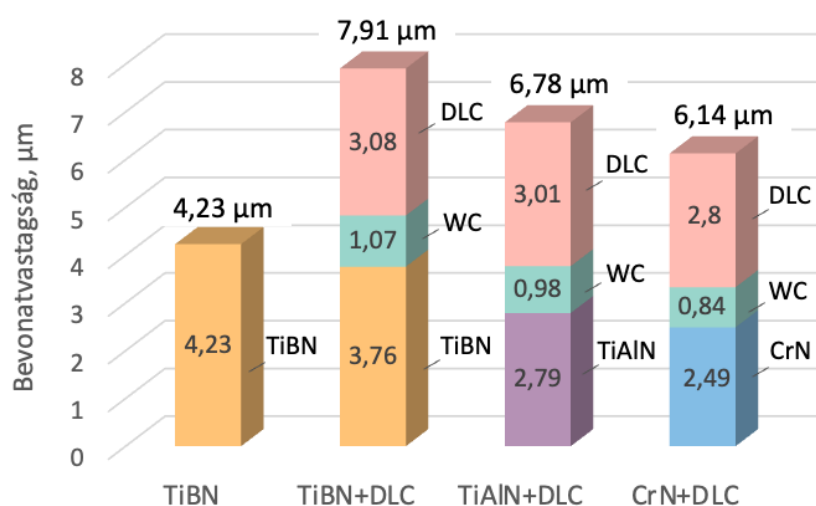
A bevonatrendszerek rétegvastagságának meghatározására a 2.5. pontban bemutatott golyós koptató eljárást (Calotest) alkalmaztam. A vizsgálathoz egy $\phi 30$ mm átmérőjű edzett acélgolyót használtam, a méréseket 3000 1/min fordulatszámmal végeztem 3 percig. A mérés során keletkezett lenyomatokról optikai mikroszkópi felvételeket készítettem és lemértem az egyes rétegekhez tartozó lenyomat átmérőket, majd a kapott értékekből az (1)-(3) összefüggések segítségével kiszámítottam az egyes rétegek vastagságát, illetve a teljes bevonatvastagságot. Az egyes bevonattípusokon kapott lenyomatok mikroszkópi képe a 4. táblázatban látható.

Az így kapott összes lenyomat optikai mikroszkópos felvételét teljeskörűen az 1. számú melléklet tartalmazza. A bevonat kopással szembeni ellenállóképességétől és maradófeszültségi állapotától függően igen eltérő méretű lenyomatok keletkeztek, ami azonban a rétegvastagság mérés eredményét nem befolyásolja. A vizsgálatokat minden bevonattípus esetében 2-2 mintán végeztem el, mintánként 3 lenyomatot készítve.

4. táblázat Calotest lenyomatok az egyes bevonatrendszereken



A vizsgált bevonatok – TiBN, TiBN+DLC, TiAlN+DLC, CrN+DLC – egyes rétegeinek átlagos vastagságát, illetve a bevonat teljes vastagságát a 17. ábra szemlélteti.



17. ábra. Vizsgált bevonatok egyes rétegeinek vastagsága és a teljes bevonatvastagság

A legkisebb (4,23 µm) rétegvastagságot az egyrétegű TiBN bevonat esetében figyeltem meg, míg a legnagyobb (7,91 µm) rétegvastagságú bevonatrendszer a TiBN+DLC volt. A

TiAlN+DLC és a CrN+DLC bevonatrendszerek átlagos vastagsága hasonló, rendre 6,78 μm és 6,14 μm volt.

A DLC fedőrétegek átlagos vastagsága az összes bevonattípust tekintve átlagosan 2,96 μm volt. A DLC fedőréteges bevonatokhoz képest az egyrétegű TiBN vastagsága pedig ~1,9-3,7 μm -rel kisebb volt. A Calotest vizsgálat eredményeit számszerűen az 5. táblázat tartalmazza.

5. táblázat. A vizsgált bevonatok rétegvastagságának értékei

Próba- test jele	Bevonat típusa	TiBN réteg, μm				Átlagos réteg- vastagság, μm	Szórás, μm	Variancia e.h., %
M9	TiBN	4,15				4,23	0,37	8,86
M11		4,56						
M12		4,00						
M13		4,26						
M14		3,68						
M16		4,71						
Próba- test jele	Bevonat típusa	TiBN réteg, μm	WC réteg, μm	DLC réteg, μm	Teljes réteg- vastagság, μm	Átlagos réteg- vastagság, μm	Szórás, μm	Variancia e.h., %
M17	TiBN+ DLC	3,43	1,01	2,71	7,15	7,91	0,51	6,44
M19		4,17	1,04	3,00	8,21			
M20		3,90	1,04	3,23	8,17			
M21		3,55	1,18	3,39	8,12			
Próba- test jele	Bevonat típusa	TiAlN réteg, μm	WC réteg, μm	DLC réteg, μm	Teljes réteg- vastagság, μm	Átlagos réteg- vastagság, μm	Szórás, μm	Variancia e.h., %
M25	TiAlN+DLC	2,61	0,99	2,38	5,98	6,78	0,89	13,14
M27		2,94	1,16	3,56	7,66			
M28		2,84	1,13	3,46	7,42			
M30		2,78	0,64	2,63	6,05			
Próba- test jele	Bevonat típusa	CrN réteg, μm	WC réteg, μm	DLC réteg, μm	Teljes réteg- vastagság, μm	Átlagos réteg- vastagság, μm	Szórás, μm	Variancia e.h., %
M35	CrN+ DLC	2,59	0,80	2,88	6,27	6,14	0,45	7,37
M36		2,76	0,77	2,96	6,49			
M37		2,65	0,72	2,69	6,07			
M38		1,79	1,05	2,42	5,27			
M39		2,56	0,81	2,95	6,32			
M40		2,62	0,92	2,90	6,44			

A Calotest vizsgálat eredményeiből jól látható, hogy a WC-Co (az ábrán WC jelölésű) réteg minden DLC-s bevonatrendszer esetében egy kis vastagságú támasztó réteg, amely a DLC megfelelő tapadását segíti elő, illetve annak megtámasztására szolgál mechanikai igénybevétel esetén.

Az általam vizsgált bevonatok ipari használatra kifejlesztett és alkalmazott rétegek, előírt gyártástechnológiával készülnek, ezért a bevonatok vastagsága eltérő, amit majd érdemes figyelembe venni a tribológiai vizsgálatok eredményeinek kiértékelésekor.

3.5. Műszerezett karcvizsgálatok

3.5.1. A vizsgálat körülményei

A kerámia bevonatok karcállóságának megítélésére használt legáltalánosabb jellemző az a legkisebb terhelőerő (F_{krit}), amelynek hatására a bevonat teljesen leválk a szubsztrátról.

Kutatómunkám során a már bemutatott négy különböző bevonattípust – TiBN, TiBN+DLC, TiAlN+DLC, CrN+DLC – hasonlítottam össze a karcállóság, illetve a tönkremeneteli mechanizmusok szempontjából.

A karcvizsgálatokat növekvő terhelőerővel végeztem, a karcolási viselkedést a súrlódási együttható-karcolási úthossz diagramok segítségével, valamint a karcnyomok optikai mikroszkópos (OM) és pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételeinek morfológiai elemzése alapján értékeltem.

A karcvizsgálatokat a Miskolci Egyetem Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézetében található egyedi tervezésű SP15 típusú karcvizsgáló berendezésen hajtottam végre, 2-2 mintán mintánként 2-2 karcnyomot hozva létre, bevonatonként összesen 4 karcnyomot készítve.

A vizsgálatok paraméterei az 6. táblázatban láthatók.

A kapott súrlódási együttható-karcolási úthossz diagramokat teljeskörűen a 2. számú melléklet tartalmazza.

6. táblázat. A műszerezett karcvizsgálatok paraméterei

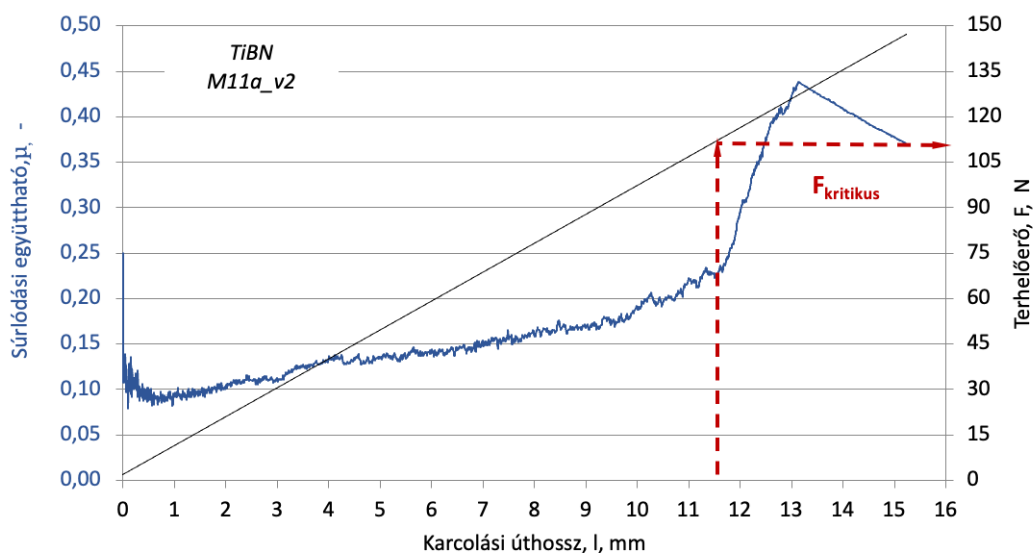
A vizsgálati paraméter		
megnevezése	jele, mértékegysége	beállított értéke
Induló nyomóerő	$F_{n,i}$ [N]	2
Végnyomóerő	$F_{n,v}$ [N]	150
Nyomóerő gradiens	dF_n/d_s [N/mm]	10
Asztal sebessége	v_a [mm/perc]	5
Karcnyom hossza	l [mm]	15

A vizsgálatok elvégzése után a berendezés által rögzített F_n (normálirányú terhelés) F_s , (tangenciális erő) és l (karcolási úthossz) adatokból súrlódási együttható/terhelőerő-karcolási úthossz komplex diagramokat készítettem, majd leolvastam a bevonat teljes leválásához tartozó kritikus terhelőerőt (F_{krit}).

3.5.2. A karcdiagramok és az F_{krit} terhelőerő

3.5.2.1. TiBN bevonat

A TiBN bevonattal ellátott próbatestekre jellemző súrlódási együttható/terhelőerő – karcolási úthossz diagramot a 18. ábra szemlélteti.



18. ábra. A TiBN bevonatok egy jellemző $\mu/F - l$ karcdiagramja

A karcdiagram alapján megállapítottam, hogy a TiBN bevonat igen nagy karcállósággal rendelkezik. A bevonat leválásához tartozó kritikus erő jellemzően 110 N-nál jelent meg (ld. 2. számú melléklet vonatkozó diagramjai), amelyet a súrlódási együttható értékében tapasztalható szignifikáns változás jelez.

A görbe első felének emelkedő szakasza és a súrlódási együttható értékének finom ingadozása a bevonat enyhe sérülésével járó finom karc-törmelék képződését jelzi, amely a növekvő terhelések során egyre nagyobb mennyiségben képződik, és torlódik fel a bevonatban folyamatosan haladó karc-tű előtt.

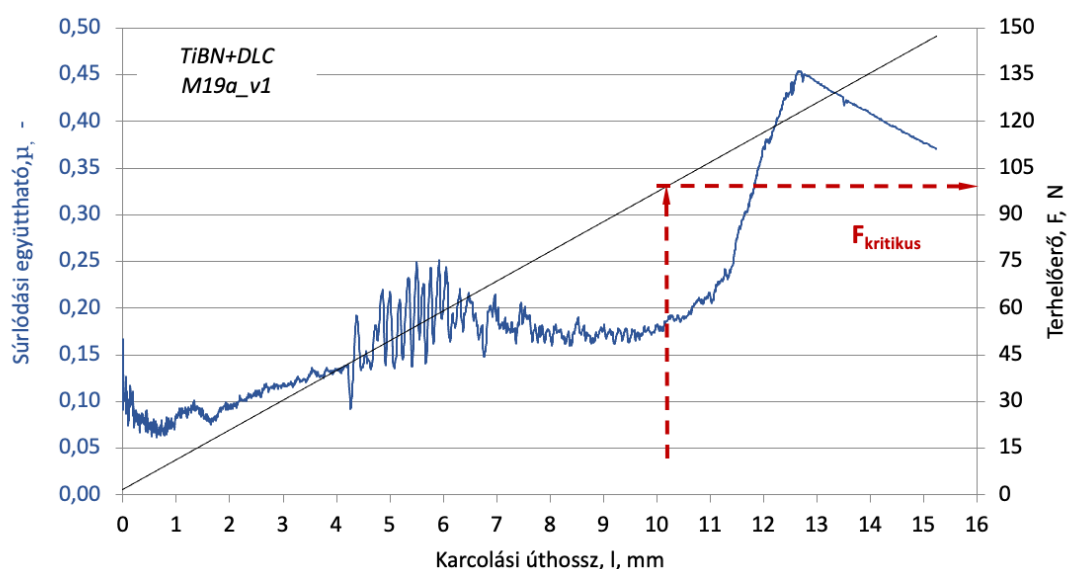
A kritikus terhelés után a karc-tű már a fémes szubsztrátban halad, annak képlékeny alakváltozását okozva, amely jelentős ellenállást képvisel a karc-tű haladásával szemben, ezt jelzi a súrlódási együttható meredeken emelkedő értéke.

3.5.2.2. A TiBN+DLC többrétegű bevonat

A TiBN+DLC bevonatrendszerrel ellátott mintadarabokra jellemző súrlódási együttható/terhelőerő – karcolási úthossz diagram a 19. ábrán látható.

Az egyrétegű TiBN bevonathoz képest eltérő, de az összes TiBN+DLC bevonatrendszer esetében jellemző sajátosság (ld. 2. számú melléklet vonatkozó diagramjai), hogy kb. 4 mm karcolási úthossznál változás érzékelhető a súrlódási együttható értékében, ami jelezheti a DLC fedőréteg sérülését.

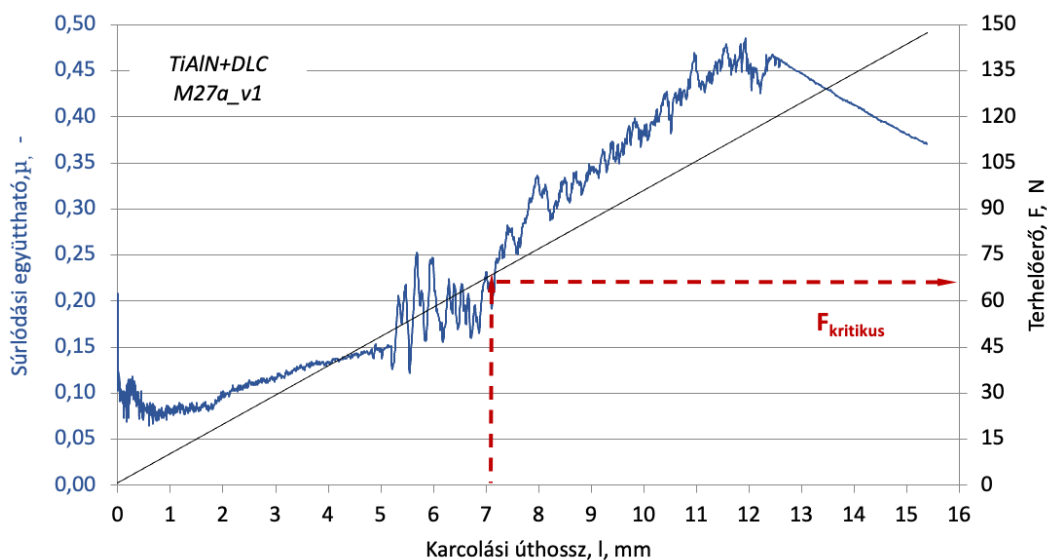
Ezt követően a TiBN alátétréteg még védelmet biztosít a karcolással szemben, kb. $F = 100$ N terhelőerő eléréseig, amikor azonban már a TiBN bevonat is felszakad és a karctű eléri az alapanyagot, amit súrlódási együttható értékének meredek emelkedése jelez.



19. ábra. A TiBN+DLC bevonatos próbatetek egyik jellemző $\mu/F - l$ karcdiagramja

3.5.2.3. A TiAlN+DLC többrétegű bevonat

A TiAlN+DLC bevonattal ellátott próbatetek karcolási viselkedését jellemző diagramot szemléltet a 20. ábra.



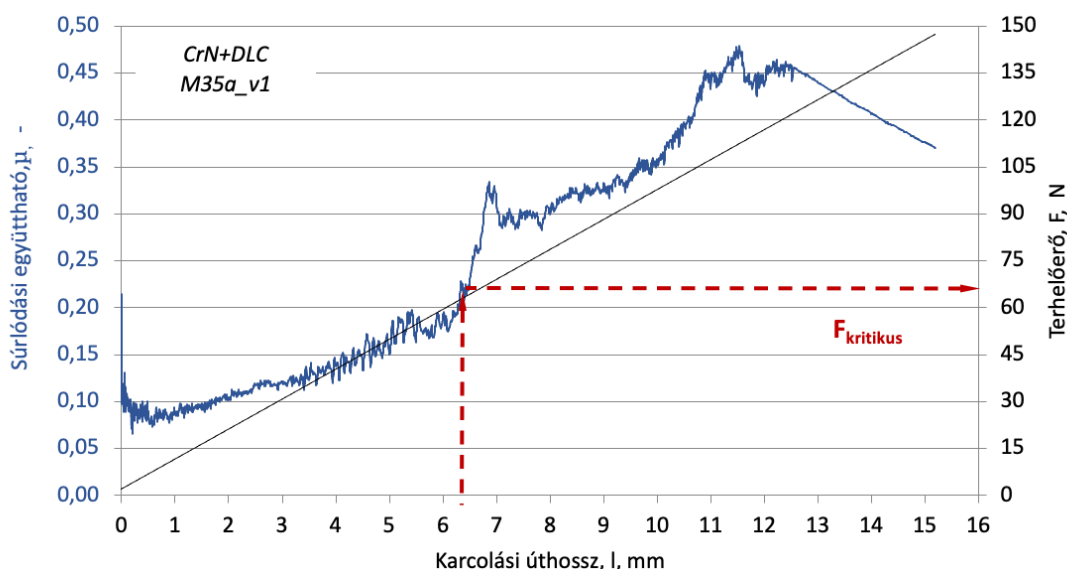
20. ábra. TiAlN+DLC bevonatos próbatest $\mu/F - l$ karcdiagramja

A TiBN+DLC bevonathoz hasonlóan a TiAlN+DLC bevonatrendszer esetében is tapasztalható a DLC fedőréteg viszonylag korai sérülése, amely jellemzően 5 mm karcolási úthossznál, 50 N

normálirányú terhelőerő elérésekor következik be. Ezt követően a TiAlN alátétréteg hatása érvényesül, ami kb. 70 N terhelésig biztosítja a karcállóságot. A terhelőerő további növelése a bevonat nagyfokú sérülését, majd – mint azt a későbbi morfológiai vizsgálatok is igazolni fogják –, annak teljes leválását eredményezte.

3.5.2.4. A CrN+DLC többrétegű bevonatok

A CrN+DLC bevonatok vizsgálata során rögzített egyik jellegzetes diagram látható a 21. ábrán.



21. ábra CrN+DLC bevonatos próbatest $\mu/F - l$ karcdiagramja

A CrN+DLC bevonatrendszer esetén kevésbé egyértelmű a DLC réteg sérülésének megkezdődése, de 4 mm karcolási úthossz elérése után itt is változás figyelhető meg a súrlódási együttható diagram alakját illetően. A CrN alátétréteg teljes tönkremenetelét az $F = 68$ N kritikus terhelést meghaladó normál irányú terhelés eredményezte.

A következőkben részletesebben elemzem az egyes bevonat típusokban bekövetkező károsodási módokat és mechanizmusokat.

3.5.3. A karcok morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusok

3.5.3.1. A TiBN bevonat morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusai

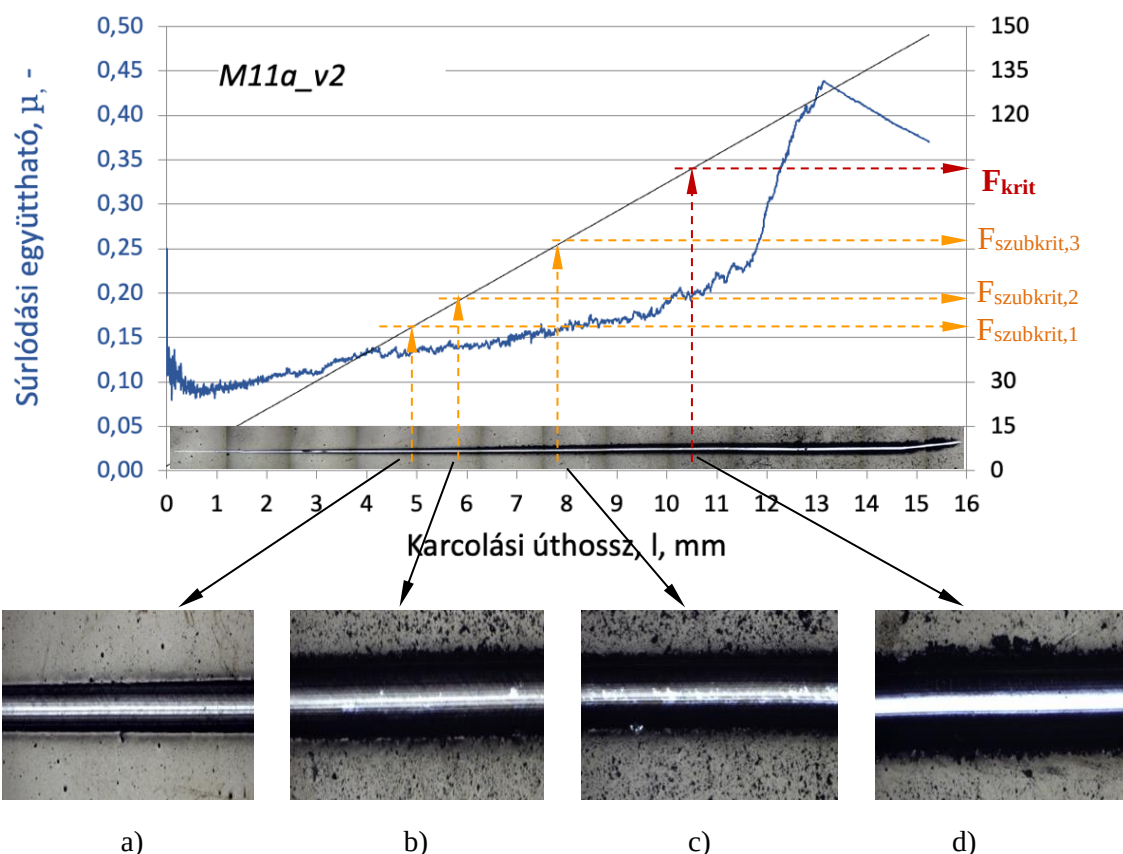
A bevonatok jellegzetes károsodási módjait, mechanizmusait a karcolásakor keletkezett karcnyomok morfológiai elemzése útján ismerhetjük meg.

Ennek érdekében elkészítettem a karcnyomok különböző ($25\times \div 100\times$ -os) nagyítású mikroszkópi felvételeit.

A rendkívül nagy „ l/d ” viszonyú karcnyomok mikroszkópi vizsgálata céljából azok teljes hosszúságában, ún. panorámaképeket készítünk. Ezek a vizsgált esetekben 13 mikroszkópi látómezőnyi területet egyesítettek magukban, ami egy rendkívül időigényes folyamat.

A TiBN bevonatok jellemző károsodási mechanizmusai a mikroszkópi képek elemzése alapján a következők voltak: karcmenti lokális hámlás, karcmenti globális hámlás (kitöredezés), a bevonat részleges leválása, illetve a bevonat teljes leválása.

A karcnyom optikai mikroszkópos panorámaképét, az adott bevonattípus $\mu/F-1$ karcdiagramját, valamint a jellemző károsodási mechanizmusokat és a 22. ábrán bemutatott kombinált diagram szemlélteti.



22. ábra. Az egyrétegű TiBN bevonat jellemző károsodási mechanizmusai: a) lokális hámlás, b) globális hámlás, c) részleges leválás, d) teljes leválás

Az ábrán jól megfigyelhető, hogy a karcdiagramok alapján a korábbiakban meghatározott kritikus terhelőerőnél már jóval kisebb terheléseknél megkezdődik a bevonat sérülése, jellegzetes repedésképek és sérülések alakulnak ki a bevonatban. Ezek helyét a karcúthossz mentén a nyilak helyzete jelöli ki a kicsinyített panorámaképen, a hozzájuk tartozó szubkritikus terhelőerők értékét a diagramban bejelöltem.

A megadott szubkritikus terhelésekhez tartozó károsodások jellegzetességeit a kissé nagyított a)-d) ábrarészletek mutatják.

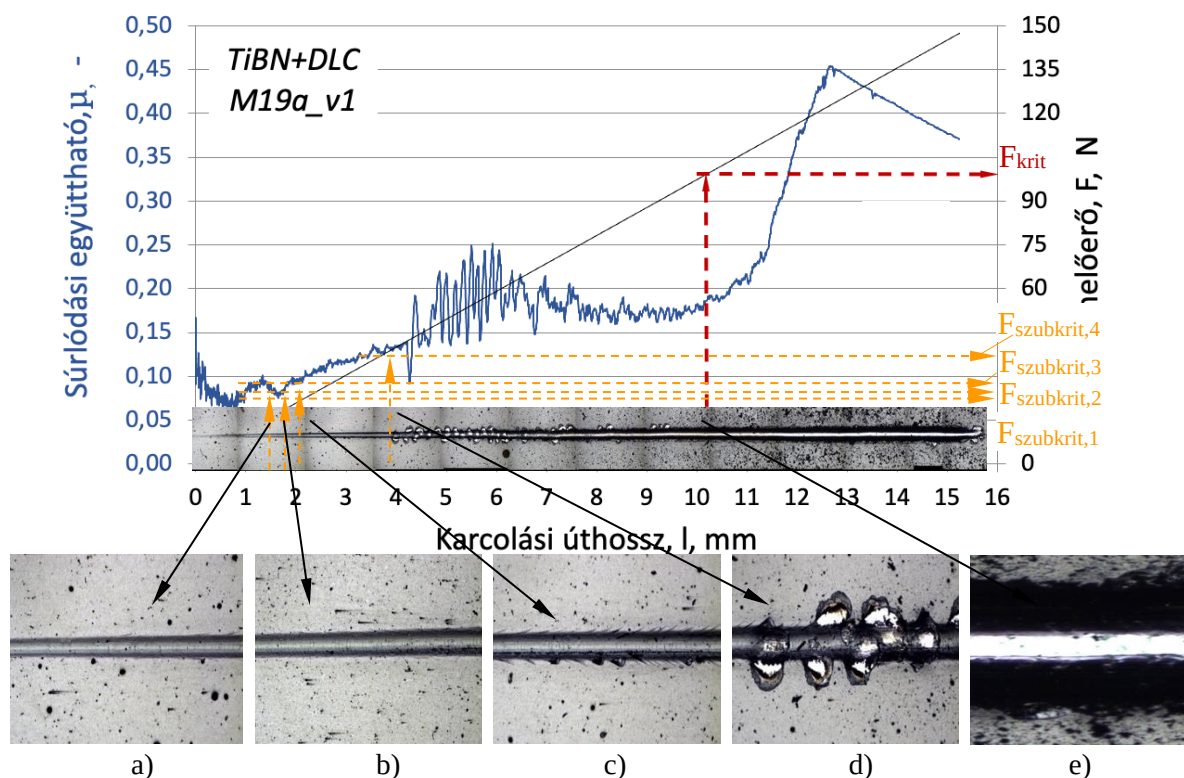
A dolgozat terjedelmi korlátai nem teszik lehetővé ezeknek a nagyon jellegzetes károsodási mechanizmusoknak a részletesebb bemutatását és elemzését. Ehhez nagyobb méretű és nagyítású, optikai mikroszkópos, vagy elektronmikroszkópos felvételek szükségesek, ezért itt csak megemlítem, hogy ezek elemzése szokásosan ilyen módon történik.

3.5.3.2. A DLC fedőréteges többrétegű bevonatok morfológiai elemzése, károsodási mechanizmusai

Amint azt a súrlódási együttható diagramok elemzésekor bemutattam, a DLC fedőréteges többrétegű bevonatok az egyrétegű TiBN bevonathoz képest igen jellegzetes eltéréseket mutatnak. Ezek egyike, hogy a bevonat leválását okozó kritikus terhelésnél jóval kisebb terhelőerőknél bekövetkezik a DLC fedőréteg sérülése.

A 23. ábrán bejelölt szubkritikus terhelések közül a legnagyobb értékhez tartozik a súrlódási tényezőnek ez a megfigyelt nagymértékű ingadozása. A hozzátartozó károsodási mechanizmus a 23/d ábrarészleten bemutatott jellegzetes pikkelyes leválás (chipping).

A morfológiai elemzés segítségével ennél kisebb terheléseknél bekövetkező finomabb károsodások is felfedezhetők, amelyek nemcsak a 23. ábrán bemutatott TiBN alátétréteges DLC fedőréteggel ellátott többrétegű bevonat rendszert jellemzik, hanem a 2. számú mellékletben bemutatott összes DLC fedőréteges bevonatrendszerénél előfordulnak az alátétréteg típusától függetlenül.



23. ábra. DLC fedőréteges bevonatrendszerek jellemző károsodási mechanizmusai: a) húzófeszültség okozta a) részleges- és b) teljes repedés, c) laterális repedés, d) pikkelyes leválás és e) teljes leválás

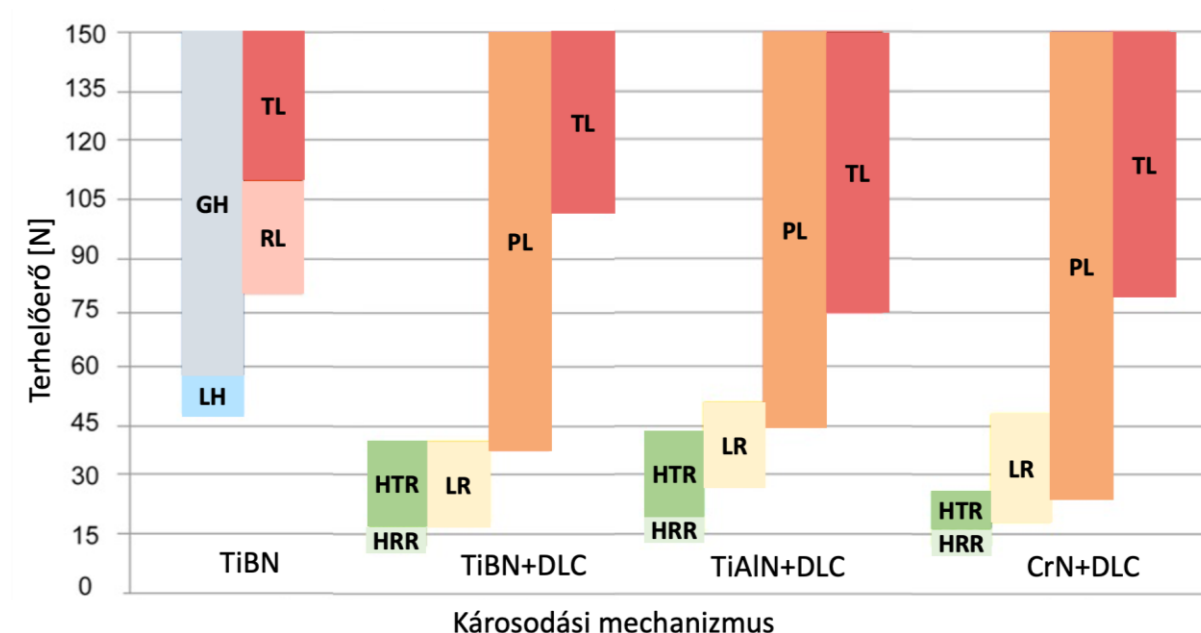
3.5.3.3. Karckárosodás mechanizmus térkép

Az itt nem részletezett, de általam teljeskörűen az összes bevonaton elvégzett szisztematikus és részletes morfológiai elemzések lehetőséget adtak arra, hogy a megfigyelt jellegzetes károsodásokat a 24. ábrán látható ún. karckárosodási mechanizmus térkép formájában összegezzem.

A térképen rövidítésekkel jelöltem a megfigyelt szubkritikus és kritikus terhelésekhez tartozó károsodási mechanizmusokat és feltüntettem az azok fellépéséhez tartozó terhelőerők értékét.

A térkép segítségével könnyen megállapítható, hogy az egyrétegű TiBN és a többrétegű DLC fedőréteges bevonatok két különböző viselkedési csoportot alkotnak, amelyeket eltérő károsodási mechanizmusok jellemeznek.

Az is egyértelműen látható, hogy a megvizsgált DLC fedőréteges bevonatrendszerek mindegyikénél ugyanazok a károsodás típusok fordulnak elő. A különbség csak abban van, hogy az eltérő alátétrétegek esetén a különféle kritikus terhelések nagysága eltérő értéket vesz fel.



24. ábra. A vizsgált kopásálló bevonatok karckárosodási mechanizmus térképe

A kritikus terhelések értékét a 7. táblázat tünteti fel, amelyből látható az egyrétegű TiBN és a többrétegű DLC fedőréteges bevonatok viselkedésbeli különbsége.

Az egyrétegű TiBN bevonat esetén a szubkritikus terhelések más típusú karckárosodási mechanizmusokat okoznak, mint a DLC bevonatrendszerek esetén. Az előbbinél a lokális és globális hámlás, illetve a részleges leválás figyelhető meg, míg az utóbbiaknál ezek a károsodási mechanizmusok egyáltalán nem fordulnak elő, ugyanakkor mindhárom DLC bevonat esetén fellép a húzófeszültségek okozta részleges és teljes repedés, a laterális repedés és a pikkelyes leválás.

A bevonat teljes leválását okozó F_{krit} terhelőerő értéke, amely minden bevonattípusnál jelentkezik, az egyrétegű TiBN esetén a legnagyobb, a DLC bevonatos rétegek esetén pedig a TiBN alátétréteg esetén a legkedvezőbb.

Az összes vizsgált bevonat közül a CrN alátétréteges DLC bevonat karcolással szembeni ellenállása a leggyengébb.

7. táblázat. A különféle karckárosodási mechanizmusokhoz tartozó kritikus terhelőerők

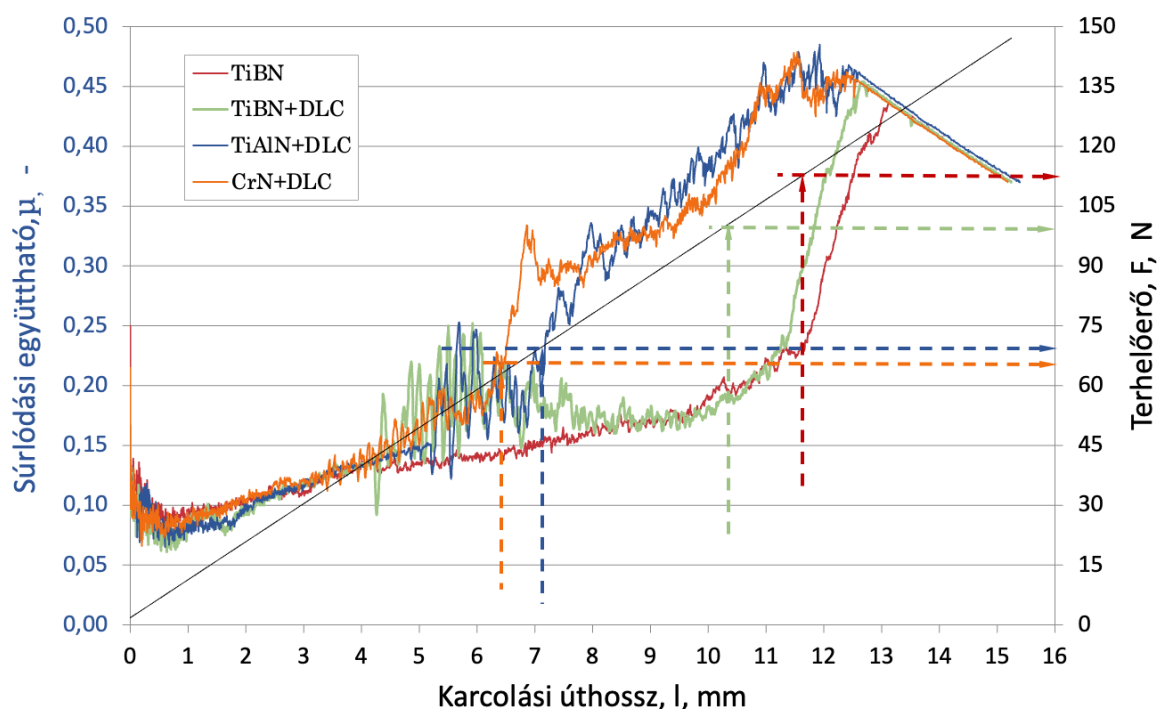
A károsodási mechanizmus			A RÉTEGSZERKEZET			
			EGYRÉTEGŰ	TÖBBRÉTEGŰ		
típusa	altípusa	kezdetéhez tartozó terhelés	A bevonat összetevői			
			TiBN	TiBN+WC +DLC	TiAlN+WC +DLC	CrN+WC +DLC
Hámlás	lokális (LH)	$F_{krit, LH}$	48 N	–	–	–
	globális (GH)	$F_{krit, GH}$	58 N	–	–	–
Részleges leválás		$F_{krit, RL}$	79 N	–	–	–
Húzó-feszültség okozta	részleges repedés (HRR)	$F_{krit, HRR}$	–	13 N	12 N	13 N
	teljes repedés HTR)	$F_{krit, HTR}$	–	17 N	20 N	16 N
Laterális repedés (LR)		$F_{krit, LR}$	–	19 N	29 N	19 N
Leválás	pikkelyes (PL)	$F_{krit, PL}$	–	38 N	43 N	26 N
	teljes (TL)	$F_{krit, TL}$	109 N	101 N	75 N	80 N

3.5.4. A műszerezett karcvizsgálatok eredményeinek összefoglalása

A különböző bevonattal ellátott próbatesteken elvégzett karcvizsgálatok eredményeképpen létrejött súrlódási együttható diagramokat összefoglalóan a 25. ábra szemlélteti.

A diagram a karckárosodási mechanizmus térkép kapcsán elmondott sajátosságok és a 7. táblázatban bemutatott kritikus terhelőerők szemléletes áttekintésének és összevetésének egy másik lehetőségét adja. A diagramban ábrázolt egyes bevonattípusokra jellemző görbéről leolvasható, hogy a bevonat teljes tönkremenetele a TiAlN és a CrN bevonatos mintákon következik be leghamarabb (a kritikus erő itt a legkisebb) és a karcral szembeni ellenállóképesség az egyrétegű TiBN bevonat esetén a legjobb. Ennek a legvalószínűbb oka a TiBN kivételes keménysége (3000 – 5000 HV) a többi réteghez képest.

Az egyrétegű TiBN és a DLC fedőréteges bevonatrendszer eltérő károsodási mechanizmusaira a súrlódási együttható görbék egymáshoz viszonyítva megmutatkozó eltérései is egyértelműen utalnak.



25. ábra. A bevonatos próbatestek $\mu/F - l$ karcdiagramjainak összehasonlítása

Bár a DLC fedőréteges bevonatrendszerek esetében minden esetben azonos károsodási mechanizmusok jelennek meg (3.5.3.2. pont), azonban a TiBN+DLC bevonatrendszer esetén a felső DLC réteg felszakadása után már a TiBN alátétréteg hatása dominál, így ezen bevonattípus $\mu/F - l$ diagramja a szubkritikus terhelések fölötti tartományban ($l > 8$ mm és $F > \sim 75$ N) már a TiBN bevonat diagramjához hasonló, ahhoz simulva halad tovább. Az adatok releváns kiértékelésekor érdemes figyelembe venni, hogy az alkalmazott alátétrétegek közül – TiBN, TiAlN és CrN – a TiBN bevonat a legvastagabb, így a bevonatrendszer viselkedését nagyobb mértékben befolyásolja, mint a többi alátétréteg. Ennek is tulajdonítható, hogy a DLC fedőréteges bevonatrendszerekkel szemben a TiBN egyrétegű bevonat eltérő károsodási mechanizmusokat (karcmenti lokális és globális hámlás, kitöredezés) mutatott, a bevonat részleges, illetve teljes leválása előtt, amelynek bekövetkezése ennél a bevonatnál igényelte a legnagyobb terhelőerőt: $F_{krit, TiBN} = 110$ N.

Az egyrétegű TiBN bevonattal összehasonlítva azt a bevonatrendszert, amelynél erre a rétegre egy további WC-Co+DLC felső réteget vittünk fel, azt tapasztaltam, hogy kissé csökkent a kritikus terhelőerő átlagos értéke: $F_{krit, TiBN+DLC} = 100$ N, és a többirétegű kombinált TiBN+DLC bevonatrendszer sokkal nagyobb karcoldással szembeni érzékenységet mutatott.

A bevonat húzófeszültség okozta részleges és teljes repedéséhez tartozó F_{krit} erő hasonló nagyságú volt az összes DLC fedőréteges bevonatrendszerénél, ami azt sugallja, hogy ezek a károsodási mechanizmusok a DLC fedőréteg velejárói, és nem függenek közvetlenül az alátétrétegtől.

Mindezek alapján azt a következtetést vontam le, hogy a mikroszkópos morfológiai vizsgálatokkal kiegészített műszerezett karcvizsgálat széleskörű információt nyújt a különböző

bevonatrendszerek karckárosodási viselkedéséről, és az ezek birtokában megalkotott karckárosodás-mechanizmus térképek hasznos gyakorlati segédletek lehetnek a különféle bevonatrendszerek gyors és hatékony rangsorolásakor, a szerszámbevonatok tervezésekor vagy optimalizálásakor.

3.6. Ball-on-disc kopásvizsgálatok

3.6.1. Vizsgálati körülmények

A ball-on-disc típusú kopásvizsgálatokat a Miskolci Egyetem Anyagszerkezzettani és Anyagtechnológiai Intézetének Felületvizsgáló laboratóriumában található CETR gyártmányú UNMT-1 típusú multifunkciós kopásvizsgáló berendezésen végeztem. A kopásvizsgáló a mérés végrehajtása közben online módon rögzíti a vizsgálati paramétereket, amelyeket a mérés végén kiexportáltam és súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramot készítettem belőlük. A mérések során megvalósuló mozgás egy körpályán leírt egyirányú csúszás, amely az álló koptató golyó (szerszám) és a tengelyére merőleges síkban forgó tárcsa (próbatest) között jön létre. A vizsgálatokhoz minden esetben $d = 6$ mm átmérőjű SiC golyót alkalmaztam súrlódó ellendarabként. A mérési paramétereket az 8. táblázat tartalmazza.

8. táblázat. A ball-on-disc kopásvizsgálat során alkalmazott paraméterek

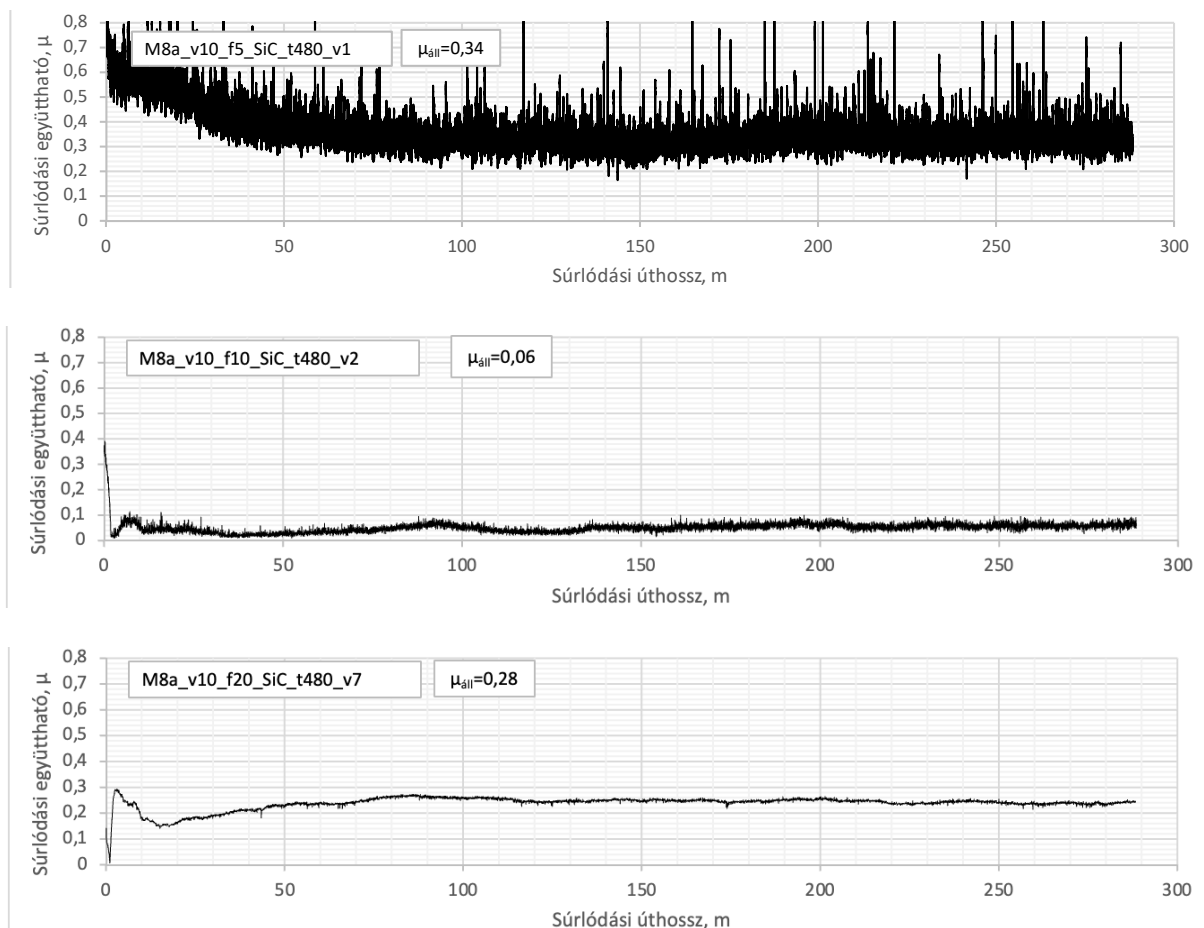
A paraméter megnevezése	A paraméter jele, mértékegysége	Beállított érték
Normál irányú terhelőerő	F, N	5; 10; 20
Csúszási sebesség	v, mm/s	10
Vizsgálati idő	t, min	480
Csúszási úthossz	s, m	288

A méréseket kenőanyag nélkül, szobahőmérsékleten végeztem. A kopásvizsgálatokat mind az alapanyagon, mind pedig a TiBN, TiBN+DLC, TiAlN+DLC és CrN+DLC bevonatos mintákon végrehajtottam. Minden paraméterkombinációval bevonat típusonként két-két mérést hajtottam végre és megállapítottam, hogy a súrlódási együttható - csúszási úthossz diagramok minden esetben hasonlóak, így releváns információt szolgáltatnak a bevonat kopási viselkedéséről. Az így készült diagramokat, illetve a mérési jegyzőkönyvet a 3. számú melléklet tartalmazza.

3.6.2. A súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramok meghatározása

3.6.2.1. A bevonat nélküli minták vizsgálata

A bevonat nélküli referencia anyagból készült, polírozott felületű minták kopásvizsgálatakor kapott súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramok jellege a három különböző terhelőerő esetén nagymértékben eltérő volt (26. ábra), és a teljes csúszási úthossz utolsó 20%-án mért súrlódási együttható értékek átlagából meghatározott állandósult súrlódási együtthatók ($\mu_{\text{áll}}$) értékei is nagymértékben különböztek. $F = 5$ N terhelőerőnél átlagosan $\mu_{\text{áll}} = 0,29$ volt (mért értékek: 0,24 és 0,34), míg $F = 10$ N terheléskor extrém módon lecsökkent átlagosan $\mu_{\text{áll}} = 0,05$ értékre (mért: 0,06 és 0,03) majd $F = 20$ N terheléskor ismét nagyobb, átlagosan $\mu_{\text{áll}} = 0,28$ értéket (mért: 0,27 és 0,28) határoztam meg.



26. ábra. A bevonat nélküli referencia anyag súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramjai
 $F = 5 \text{ N}$ (felül); $F = 10 \text{ N}$ (középen) és $F = 20 \text{ N}$ (alul) terhelőerőjű koptatáskor

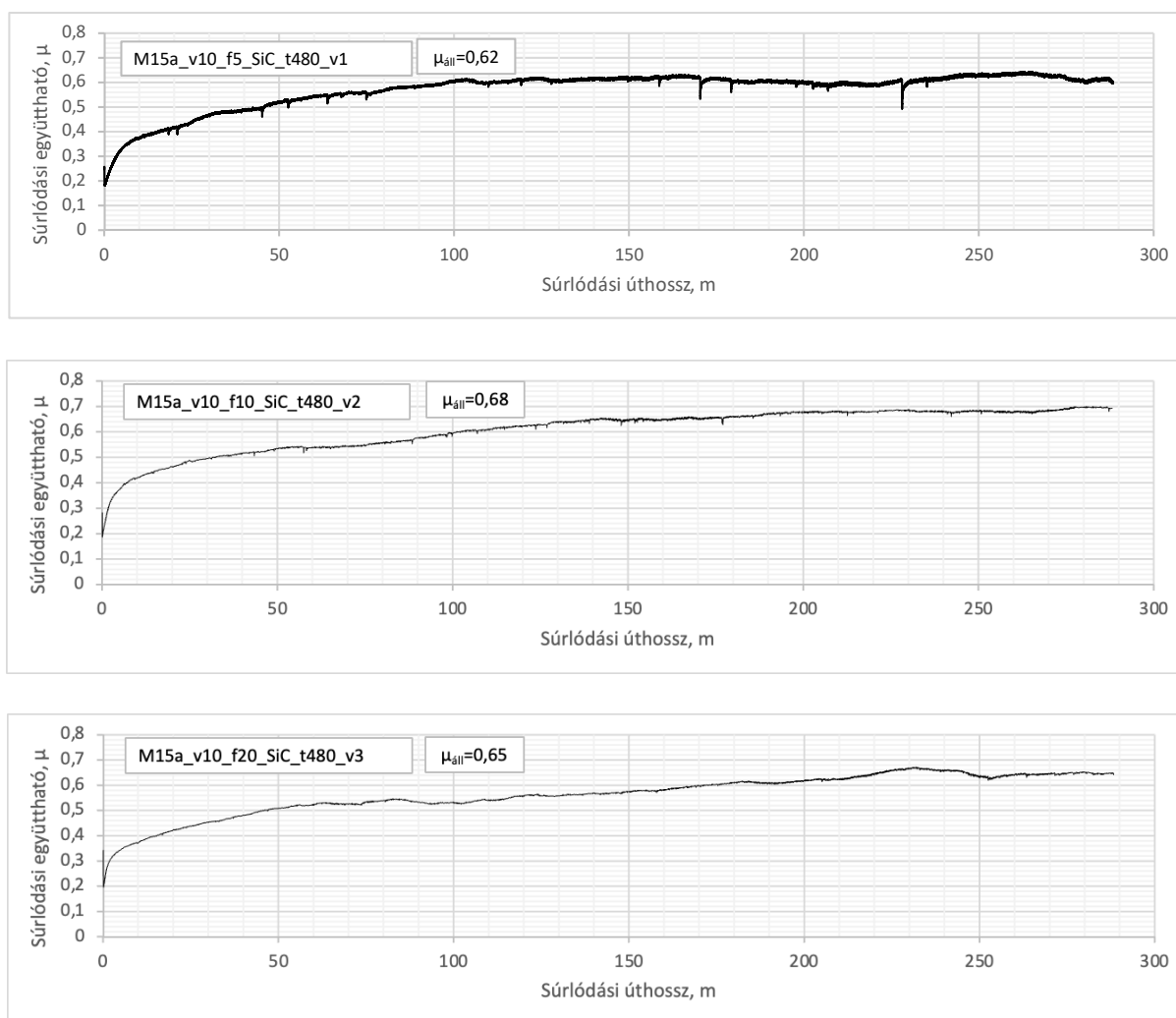
Az $F = 5 \text{ N}$ és $F = 10 \text{ N}$ terhelőerőnél kapott diagramok jelentős eltéréseinek legvalószínűbb oka az a szakirodalomból jól ismert jelenség, amelynek során a csúszáskor keletkező fémtiszta felületről levált törmelék felpad a keramikus ellenpárra (golyóra) és vékony réteget képez rajta. A koptatás során a golyóra tapadt fémréteg a fellépő erős adhéziós erők hatására a tárcsa fémtiszta felületéhez tapad, majd kiszakítva abból egy darabot továbbhalad. A megfigyelt jelenség szempontjából az alkalmazott normál irányú terhelés és az adott csúszási sebesség mellett az $F = 5 \text{ N}$ terhelés volt a legkedvezőbb, míg nagyobb terhelőerők esetén ez a jelenség már kevésbé volt meghatározó, ugyanis a normál irányú terhelés meghaladta a rövid időre kialakuló adhéziós erők nagyságát. Ez a *stick-slip* (tapadás-csúszás) jelenség a legkisebb terhelésnél adhéziós kopáshoz vezetett és a súrlódási együttható nagymértékű ingadozásával járt. A 26. ábrán azt is megfigyelhetjük, hogy $F = 10 \text{ N}$ terhelésnél a súrlódási együttható értéke jelentős mértékben, egy nagyságrenddel csökkent ($\mu_{áll} = 0,05$). Ennek hátterében az az acéloknaál is jól ismert oxidációs tribofilm képződés áll, amelynek során a környezetből a felülethez kötődő atomok a súrlódó felületek anyagával kis súrlódási együtthatójú, így kenőanyagként funkcionáló vegyületet – tribofilmet – hoznak létre.

A bevonat nélküli minták átlagos súrlódási együttható értékeit a többi mintán kapott hasonló vizsgálati eredménnyel együtt a 29. ábrán mutatom be és ott térek ki átfogó értékelésükre is.

3.6.2.2. A TiBN bevonatok vizsgálata

A TiBN monoréteges bevonatok esetén mindegyik ($F=5$; 10; és 20 N) terhelési szinten nagyobb súrlódási együtthatót mértem, mint a bevonat nélküli mintákon (ld. 3.1-3.2. számú melléklet). A növekvő terheléseknek megfelelően ezek átlagos értéke: 0,59; 0,67 és 0,58 volt. Megállapítottam, hogy az alkalmazott TiBN bevonat kedvezőtlenül hat a felület súrlódási viszonyaira. Fontos megjegyezni, hogy a súrlódási együttható nem prognosztizálja egyértelműen a kopással szembeni ellenállás mértékét, annak értékelését a később bemutatandó kopásnyom morfológiai vizsgálatok útján és kikopott térfogat számításával fogom megtenni.

Az egyrétegű TiBN bevonatra jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramok láthatóak a 27. ábrán. A terhelőerő növelés a vizsgált tartományban nem okoz látható változást sem a diagramok alakjában, sem az állandósult súrlódási együttható értékében, amely lényegében nem is nevezhető állandósult értéknek. Mindhárom terhelés esetén igaz ugyanis, hogy a bevonat korai sérülésével kemény, abrazív törmelék képződik és annak folyamatos aprózódása és halmozódása kíséretében egyre nagyobb akadályt képez az ismételten elhaladó súrlódópárral szemben. A súrlódási együttható ennek eredményeként folyamatosan nő.

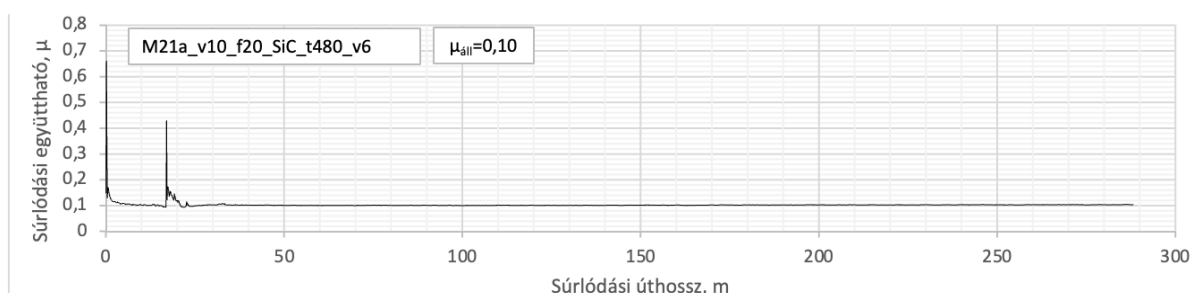


27. ábra. A TiBN bevonat jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramjai különböző terhelések esetén: $F=5$ N (felül); $F=10$ N (középen) és $F=20$ N (alul)

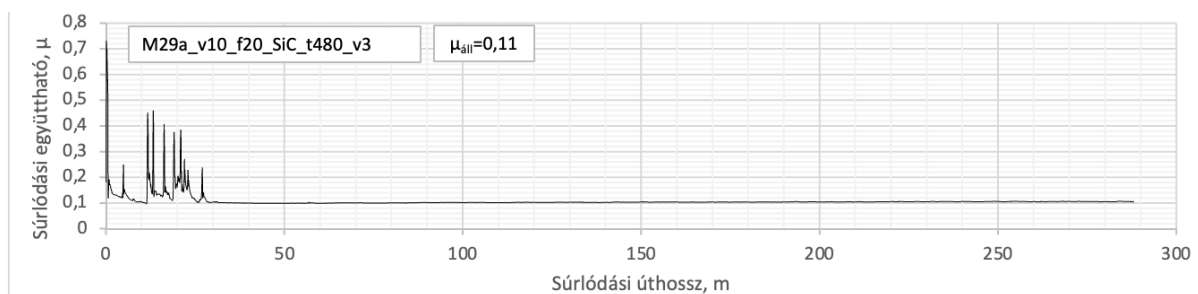
Az állandósult szakaszon számított átlagos súrlódási együttható értékek további értékelését és a TiBN bevonat súrlódási viselkedésének összehasonlítását a többi bevonattal a 29. ábra kapcsán fogom megtenni.

3.6.2.3. A különféle (TiBN, TiAlN és CrN) alátétréteges, többrétegű, DLC fedőréteges bevonatok kopásvizsgálata

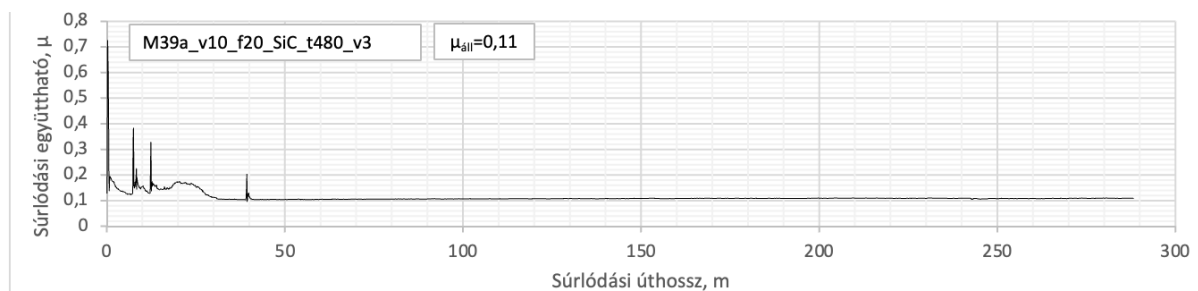
A különféle keramikus alátétréteggel készült DLC fedőréteges, többrétegű bevonatok súrlódási együttható diagramjai rendkívüli hasonlóságot mutatnak. Mindhárom multiréteges bevonatrendszerre igaz, hogy a DLC bevonatra jellemző alacsony – $\mu_{all}=0,1\div0,2$ súrlódási együtthatók alakultak ki a súrlódás állandósult szakaszában. Az is hasonlóan jellemző volt mindegyik bevonat rendszerre, hogy a kezdeti, néhány méter csúszási úthosszon megfigyelhető tranziens után hamar, ~25-40 m elérése előtt stabilizálódik a súrlódási együttható értéke, amely a háromféle bevonatra $F=20\text{ N}$ terhelőerőnél $\mu_{all}=0,1$ körüli érték volt. A vonatkozó diagramok a 28. ábrán láthatók.



a) TiBN+DLC bevonatra jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagram



b) TiAlN+DLC bevonatra jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagram



c) CrN+DLC bevonatra jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagram

28. ábra. Különböző alátétréteges, DLC fedőréteges többrétegű bevonatrendszerek jellemző súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramjai ($F = 20\text{ N}$)

Megállapítottam, hogy ezeknek a bevonatrendszernek a viselkedését az adott terhelési feltételek között egyértelműen a hasonló fedőréteg, azaz a DLC bevonat tulajdonságai határozzák meg.

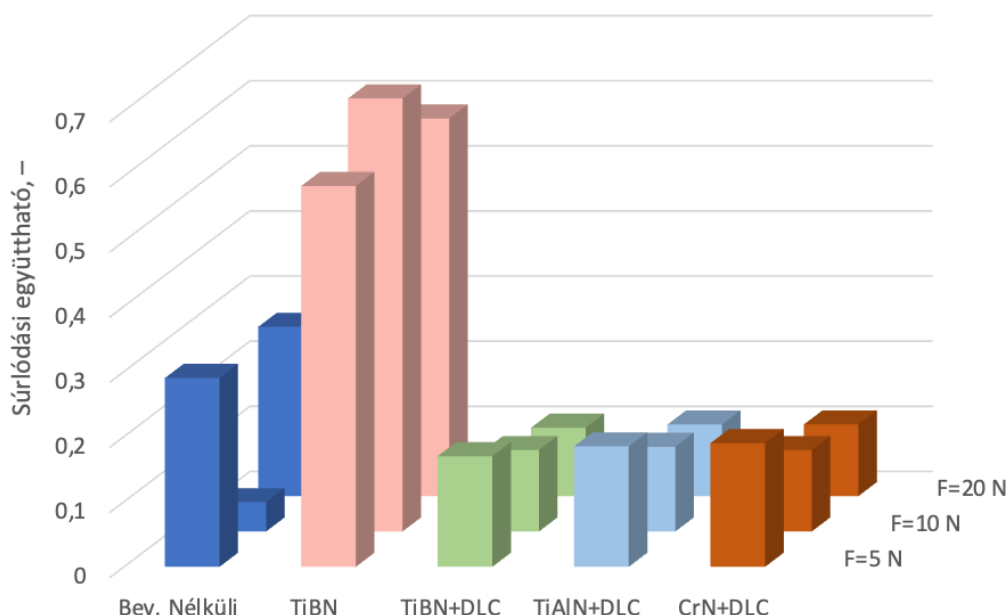
A bemutatott diagramokból nem következik, de a 3.3-3.5. számú mellékletekben bemutatott $F=5\text{ N}$, illetve 10 N terheléssel kapott diagramokból megállapítható, hogy a terhelőerő növelése a vizsgált tartományban a súrlódási együttható fokozatos csökkenését eredményezte. Ez a viselkedés egyértelműen a DLC bevonatoknál szokásos tribokémiai kopásra és annak növekvő intenzitására utal a terhelőerő növekedése esetén.

3.6.2.4. Az állandósult súrlódási együtthatók értékeinek összehasonlítása a különböző bevonatrendszerek és terhelések esetén

A bevonat nélküli referencia anyag, illetve a vizsgált bevonatok különböző terhelőerejű kopásvizsgálata során kapott átlagos állandósult súrlódási együttható értékeket számszerűen a 9. táblázat tartalmazza, amelyeket a könnyebb összehasonlíthatóság céljából grafikusan a 29. ábrán is bemutatok.

9. táblázat. A vizsgált bevonatrendszereken és a referencia mintán különféle terhelésű koptatáskor kapott állandósult súrlódási együttható értékek

Terhelőerő, F, N	A bevonatrendszer típusa				
	Bev. nélküli	TiBN	TiBN+DLC	TiAlN+DLC	CrN+DLC
5	0,29	0,6	0,2	0,2	0,2
10	0,045	0,7	0,1	0,1	0,1
20	0,26	0,6	0,1	0,1	0,1



29. ábra. Az állandósult súrlódási együtthatók átlagos értékei a vizsgált bevonatrendszerek és terhelőerők esetén ($v=10\text{ mm/s}$; súrlódópár $\phi 6\text{ mm}$ SiC golyó, száraz súrlódás, $T=23\text{ }^{\circ}\text{C}$, levegőn)

A vizsgált bevonatos acélminták és az alkalmazott keramikus súrlódópár (SiC golyó) alkotta triborendszerekre vonatkozóan – az alkalmazott háromféle terheléssel meghatározott

állandósult súrlódási együtthatók értékei alapján – összefoglalóan a következő megállapítások és következtések tehetők:

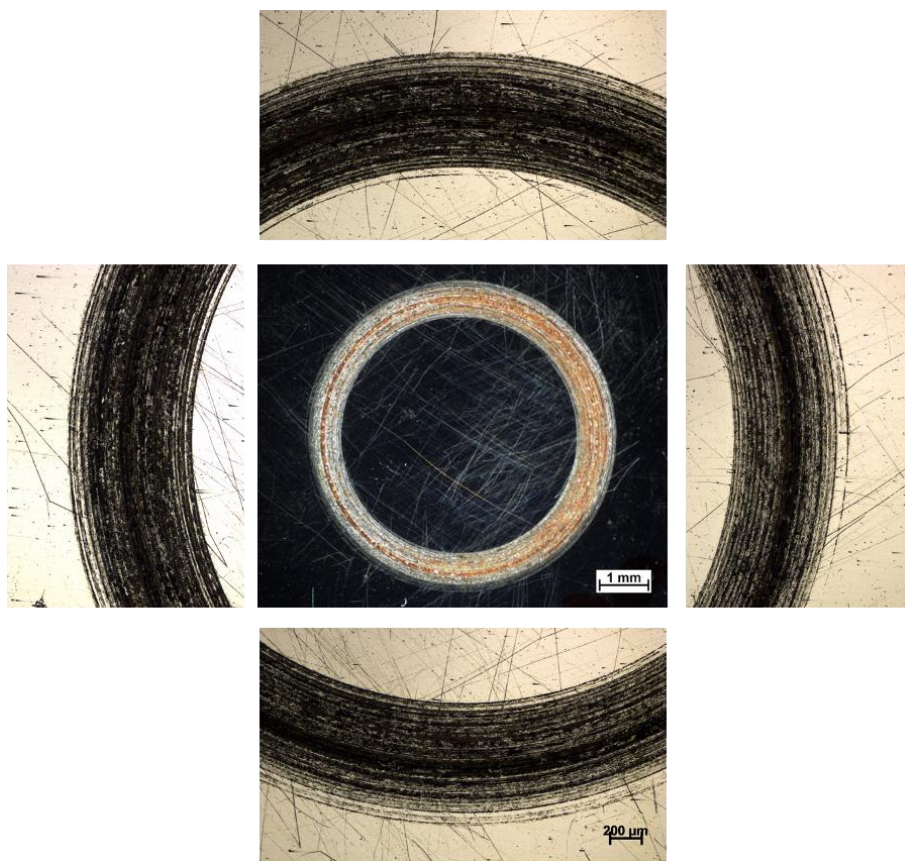
- Az egyrétegű TiBN bevonat minden vizsgált terhelőerő esetén kedvezőtlenebb súrlódási tulajdonságokat mutat, mint a bevonat nélküli referencia anyag. A súrlódás közben törmelék képződésre hajlamos bevonat kopását háromtestes abrazív kopás kontrollálja, ami a súrlódási együtthatót mintegy kétszeresére növeli, ezért ez a bevonat nem alkalmas az adott szerszámacél kopásállóságának javítására.
- A különböző alátétréteges DLC bevonatrendszerek mindegyike csökkenti a súrlódási együttható értékét – a bevonat nélküli állapothoz képest közel felére-harmadára –, tehát előnyös lehet a szerszám súrlódásának csökkentése céljából. Ezeknél a többrétegű DLC fedőréteges bevonatrendszereknél megállapítható, hogy az alkalmazott alátétrétegek típusa nem befolyásolja jelentős mértékben a bevonatrendszer viselkedését, az adott terhelési tartományban a DLC fedőréteg tulajdonságai és súrlódási viselkedése a domináns.
- A DLC fedőréteges bevonatrendszerek esetén a terhelőerő növelése a súrlódási együttható csökkenését eredményezte, amelynek legvalószínűbb oka, hogy bevonatrendszerre jellemző tribokémiai folyamatokat és a tribofilmképződést a terhelőerő növelése kedvezően befolyásolja, a tribokémiai reakciók aktiválási energiájának fedezése révén. Ezt a szakirodalmi ismeretek alapján [62, 63, 64, 65] megalapozott hipotézist természetesen a további kutatómunka során a kopásnyomok nagyfelbontású pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatával és a kopásnyomban feltételezetten kialakult tribofilm kémiai-, valamint fázisösszetételének elemzésével igazolni kell.

3.6.3. A kopási károsodás jellemzése

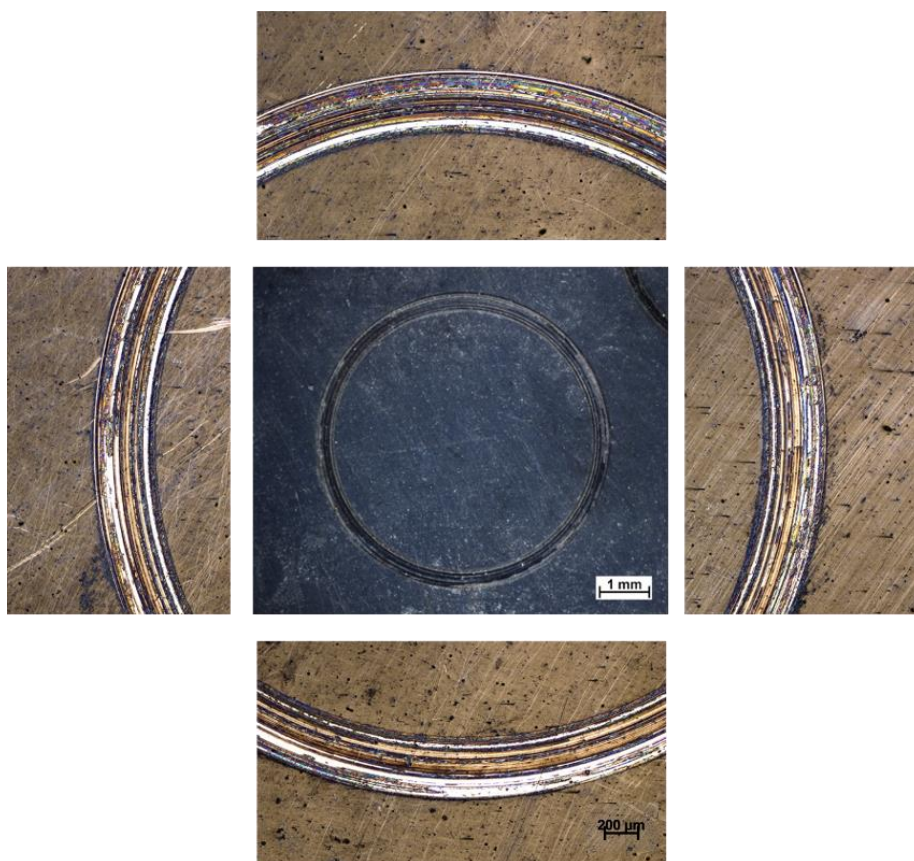
3.6.3.1. A kopásnyomok szélességének összehasonlítása

A kopásvizsgálatok elvégzését követően optikai mikroszkópi felvételeket készítettem a létrehozott kopásnyomokról és lemértem a szélességüket. Ezeket az adatokat összehasonlítva a súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramokkal, komplexebb képet kaphatunk a bevonatok tribológiai viselkedéséről. A kopásnyomok szélességének vizsgálatára és az egyes bevonatrendszerek vizuális összehasonlítására szolgáló szemléletes ábrázolásmód, ha a kopási gyűrű egészét és annak nagyított részleteit egyesítő kombinált felvételeket használunk. Ilyen összetett képen tanulmányozhatjuk:

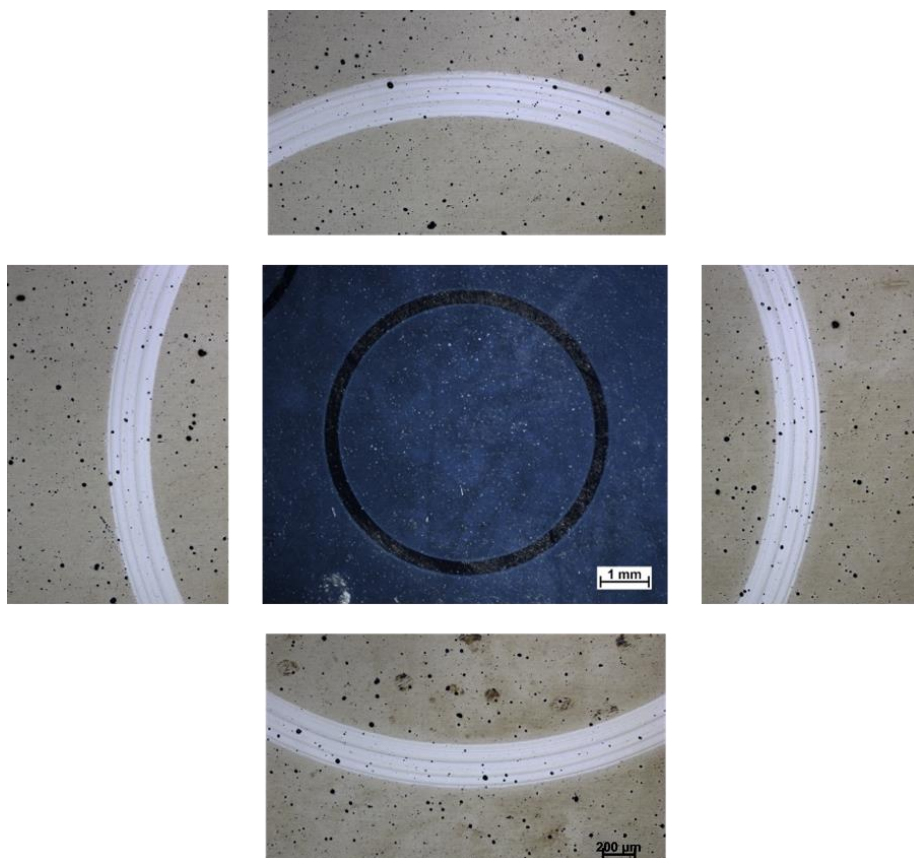
- a bevonat nélküli próbatest kopásnyomának részleteit a 30. ábrán;
- a TiBN bevonaton létrehozott kopásnyom felvételeit a 31. ábrán;
- a TiBN+DLC bevonatrendszerre vonatkozó kopásnyomot a 32. ábrán, a TiAlN+DLC bevonatrendszer kopásnyomát a 33. ábrán, valamint a CrN+DLC bevonatrendszeren kapott kopásnyomot a 34. ábrán.



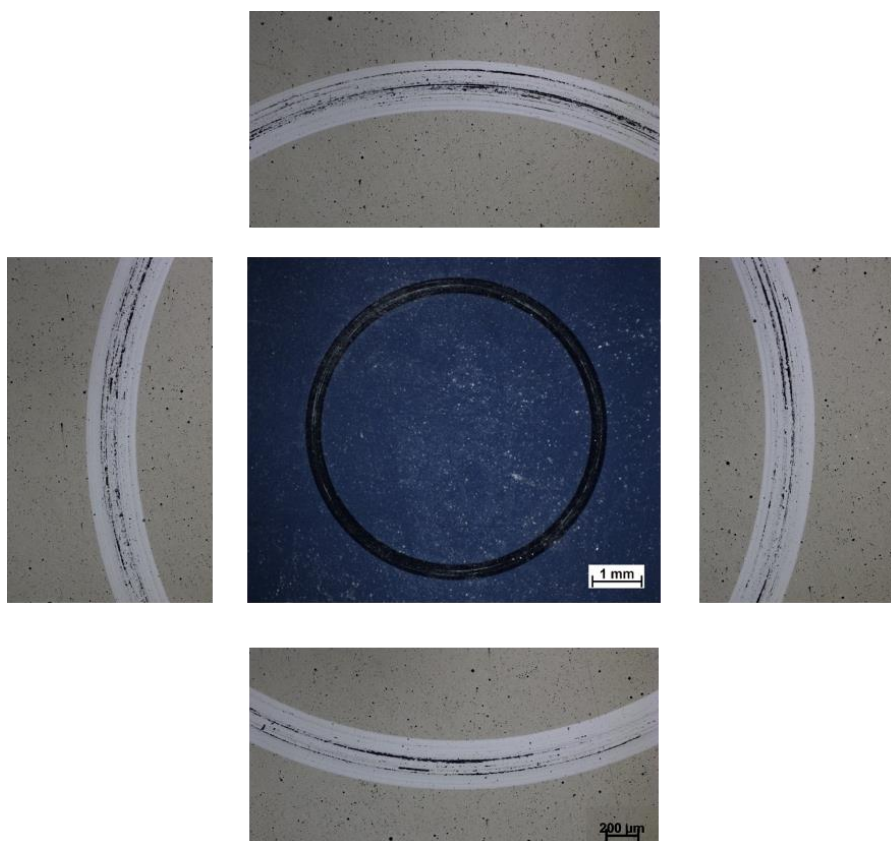
30. ábra. Bevonat nélküli próbatesten létrehozott kopásnyom ($v=10$ mm/s, $F=20$ N)



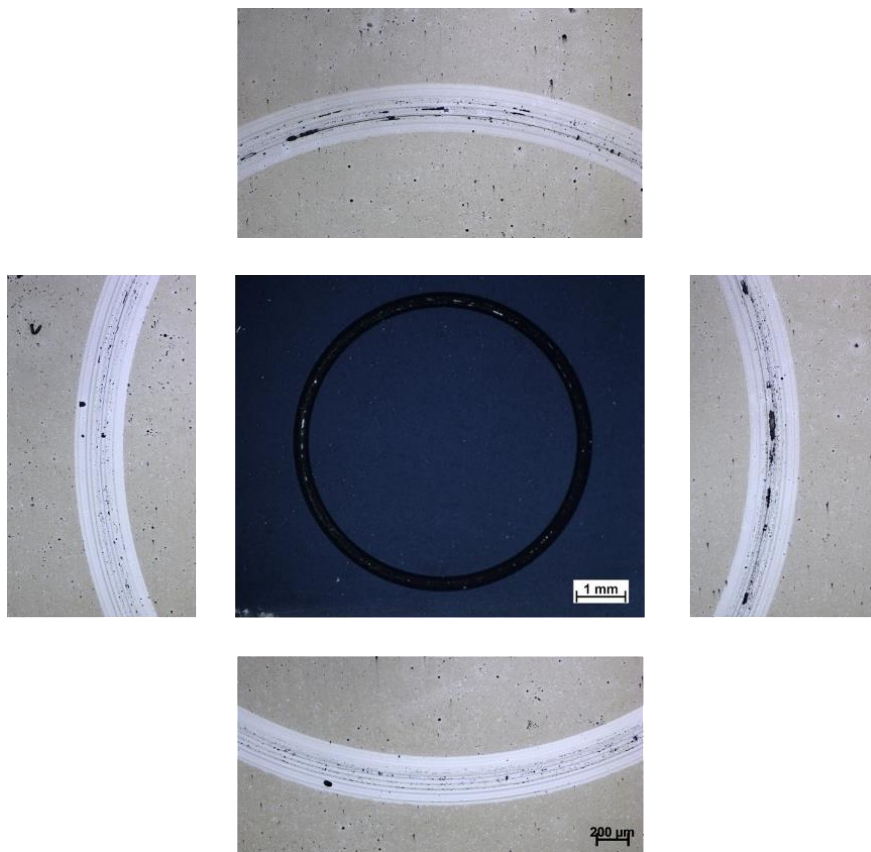
31. ábra. TiBN bevonatos próbatesten létrehozott kopásnyom ($v=10$ mm/s, $F=20$ N)



32. ábra. $\text{TiBN}+\text{DLC}$ bevonatos próbatesten létrehozott kopásnyom ($v=10\text{ mm/s}$, $F=20\text{ N}$)



33. ábra. $\text{TiAlN}+\text{DLC}$ bevonatos próbatesten létrehozott kopásnyom ($v=10\text{ mm/s}$, $F=20\text{ N}$)



34. ábra. CrN+DLC bevonatos próbatesten létrehozott kopásnyom ($v=10$ mm/s, $F=20$ N)

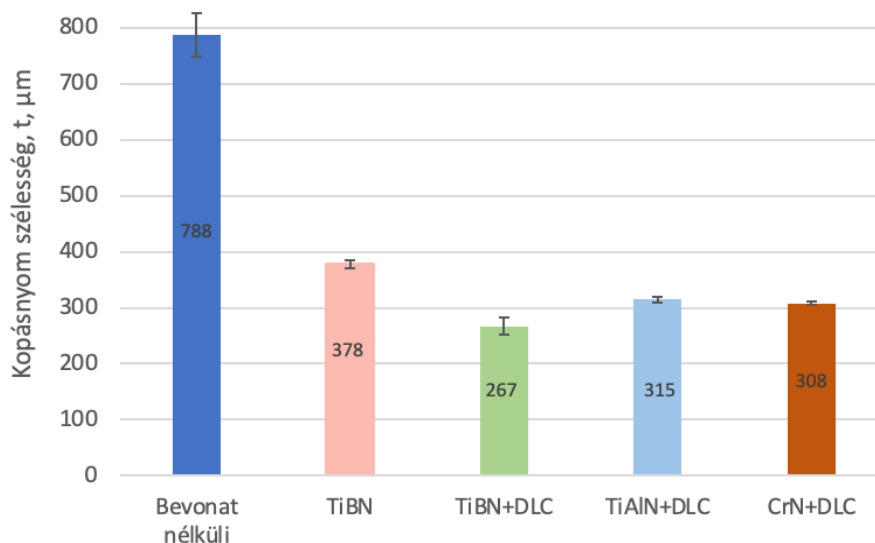
A bemutatott kopásnyomok $v=10$ mm/s és $F=20$ N terhelési paraméterekkel létrehozott kopásnyomok felvételei.

A vizuális elemzést kiegészítettem a kopásnyom szélességek számszerű meghatározásával, amelyeket a mikroszkópi vizsgálat során olvastam le a felvételekről. Minden egyes kopásnyom szélességét négy helyen mértem le, majd ezeket átlagolva kiszámoltam az átlagos kopásnyomszélességet, amelyeket bevonatonként a 35. ábra illusztrál.

Az eredményekből megállapítható, hogy a legszélesebb kopásnyom a bevonat nélküli mintán keletkezett ($788\text{ }\mu\text{m}$), amelyhez képest mindegyik bevonattípus alkalmazása javított a kopásállóságon. A bevonatolt próbatestek közül a TiBN bevonat kopása volt a legnagyobb ($378\text{ }\mu\text{m}$). A DLC fedőréteges bevonatokon létrejött kopásnyomok szélessége nagyságrendileg hasonló volt, de érdemes megjegyezni, hogy míg az egyrétegű TiBN kedvezőtlen súrlódási-kopási sajátosságokat mutatott, addig DLC fedőréteggel ellátva már a legkedvezőbben viselkedett a kopásállóság szempontjából. Ebben szerepe lehet annak is, hogy a TiBN volt a legvastagabb alátétréteg, így támasztó funkcióját leghatékonyabban tudta betölteni.

A kopásnyomok morfológiáját összevetve is egyértelműen látszik a különböző minták eltérő viselkedése. A referencia anyag kopásnyoma széles, és nagymértékű károsodásra, abrazív kopásra utaló nyomokat mutat. Kisebb mértékű kopást látunk a TiBN bevonat kopásnyomán nagyfokú barázdáltsággal és a kopásnyomba vasalódott kopási törmelékkel, amit a súrlódási együtttható és a kopási anyagvesztés növekedése kísért. A DLC fedőréteges bevonatok esetén

merőben más jellegű a kopásnyomok megjelenése. Nemcsak keskenyebb az előzőekhez képest, tribofilm képződésére utaló, jóval simább futást sejtető, keskeny és sekélyebb kopásnyomok jöttek létre.

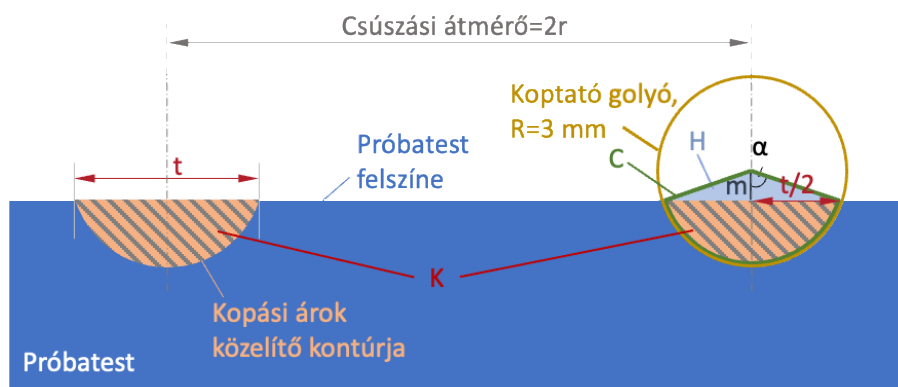


35. ábra. A kopásnyom szélességek átlagértéke próbatest (bevonat) típusonként ($v=10 \text{ mm/s}$, $F=20 \text{ N}$)

A DLC fedőréteg alatt TiBN alátétréteget tartalmazó bevonat esetén a törmelék képződés enyhébb, a kopásnyom megjelenése a legegyszerűsebb. Ezzel szemben a TiAlN és a CrN alátétrétegek esetén jelentősen nagyobb mennyiségű törmelék képződött és a DLC bevonat feltehetően nem kapott kellő alátámasztást, így a mélyebben fekvő alátétrétegek rugalmas alakváltozása miatt a fedőréteg könnyebben sérült és integritása megbomlott.

3.6.3.2. A kikopott térfogat becslése

A kopás mértékéről és a kopási viselkedésről további információt kaphatunk a kikopott keresztmetszet vagy -térfogat profilometriai úton történő meghatározásával, amely egy nagy pontosságú módszer. A kutatásom eddigi időszakában ilyen vizsgálatokra még nem volt lehetőségem, így geometriai úton, közelítő módon határoztam meg a kikopott térfogatot a kopásvizsgálati paraméterek és a kopásnyom szélesség értékek felhasználásával, amelyhez a 36. ábrán látható egyszerű geometriai modellt dolgoztam ki.



36. ábra. Geometriai modell a kikopott térfogat számításához

A kikopott térfogatot (V) a 36. ábra alapján az (5) összefüggés szerint a kopási gyűrű középvonalának kerülete és a kopási árok K keresztmetszetének ismeretében az (5) összefüggés szerint becsültem.

$$V = 2r\pi \times K, \quad (5)$$

ahol

- V: a geometriai úton becsült kikopott térfogat [mm³];
- K: a kopásnyom szélesség ismeretében a (6) összefüggéssel számítható kikopott keresztmetszet [mm²];
- r: a csúszási sugár (a kopási gyűrű középvonalának sugara) [mm].

A (K) kopási keresztmetszet a 36. ábra jobb oldalán zöld kontúrral megrajzolt körcikk és a kék színű (a t/2, az m és az R távolságokkal határolt) H háromszögek területének különbsége:

$$K = C - 2H = \frac{\alpha}{360} 2R^2\pi - 2\left(\frac{t \times m}{2}\right) = \frac{\alpha}{360} 2R^2\pi - \left(\frac{t \times \sqrt{R^2 - \frac{t^2}{4}}}{2}\right), \quad (6)$$

ahol

- H: a 36. ábrán α csúcsszöggel jellemzett derékszögű háromszög területe;
- t: a kopásnyom optikai mikroszkóppal meghatározott szélessége [mm];
- R: a koptatógolyó sugara [mm];
- r: a csúszási sugár (a kopásnyom középvonalának sugara) [mm],
- α és m értéke geometriai megfontolások alapján a (7) és a (8) egyenletekkel számítható:

$$\alpha = \sin^{-1}\left(\frac{t}{2R}\right), \quad (7)$$

$$m = \sqrt{R^2 - \frac{t^2}{4}}. \quad (8)$$

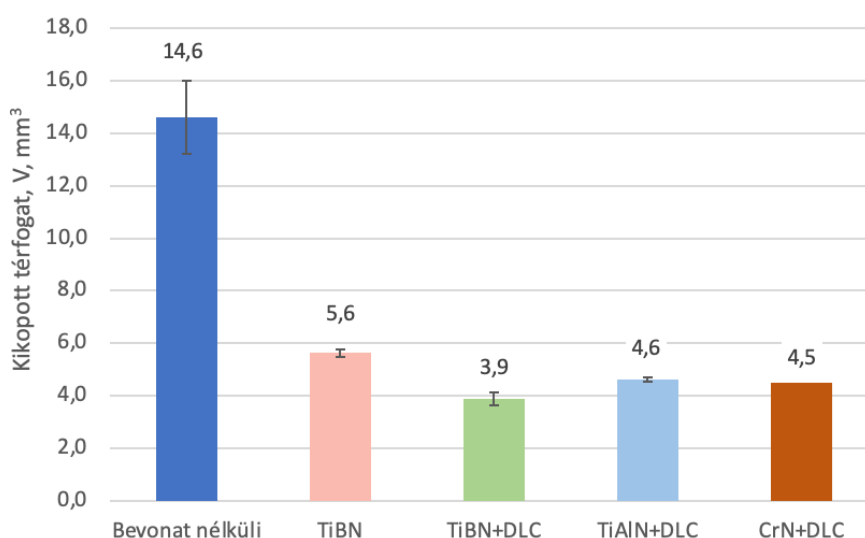
Az ily módon meghatározott kikopott térfogat értékeket az egyes próbatesteken a v=10 mm/s, F=20 N paraméterkombináció esetére a 37. ábra szemlélteti.

Az ábra alapján megállapítottam, hogy a bevonat nélküli próbatesten volt a legnagyobb a kikopott térfogat. A második legnagyobb, de a bevonat nélküli mintához képest egy nagyságrenddel kisebb kikopott térfogat értéket a TiBN esetén figyeltem meg.

A kopással szemben a legellenállóbb bevonattípus a TiBN+DLC rendszer volt, amit a CrN+DLC, majd a TiAlN+DLC követ. Fontos figyelembe venni azonban, hogy a TiBN+DLC

bevonatrendszer vastagsága volt a legnagyobb, és egyúttal a TiBN alátétréteg vastagsága szintén a legnagyobb, így a kopással szembeni jobb ellenállóképesség ennek is tulajdonítható.

Fontos megemlíteni, hogy a 3.6.2.4 pontban bemutatott súrlódási együttható értékek a DLC fedőréteges bevonatok esetében $v=10$ mm/s, $F=20$ N paraméterkombináció esetén egységesen 0,1 értéket vettek fel, ezzel szemben a kikopott térfogat értékében jelentősnek mondható eltéréseket mutatnak. Ez is igazolja, hogy a súrlódási együttható önmagában nem ad kellő információt a tribológiai viselkedésről, mert csak addig hozható egyértelmű kapcsolatba a két mennyiség, ameddig a kopási mechanizmus változatlan. Ez pedig a DLC bevonatok sérülését követően már nem állt fenn, azt megelőzően alapvetően tribokémiai, azt követően pedig már vegyes – együttes tribokémiai és abrazív – kopás együttesen kontrollálta a kopási károsodás mértékét.



37. ábra. Kikopott térfogat $v=10$ mm/s és $F=20$ N terhelési paraméterek esetén

Összességében a vizsgált bevonatok alkalmazása egy nagyságrenddel csökkentette a kikopott térfogat értékét.

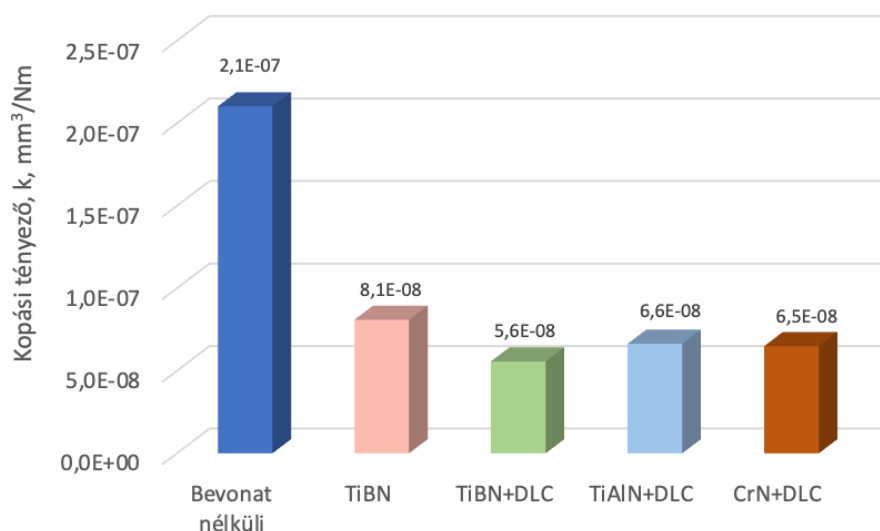
3.6.3.3. A kopási tényező számítása

A kopás mértékének meghatározására kiszámítottam a kopási tényezőt a (9) összefüggéssel.

$$k = \frac{V}{F \cdot L} \quad (9)$$

ahol k a kopási tényező [mm^3/Nm], V a kikopott térfogat [mm^3], F a koptatás során alkalmazott terhelőerő [N], L a csúszási úthossz [m].

A referencia és a különböző bevonattal ellátott próbatestekre $v=10$ mm/s, $F=20$ N terhelés mellett jellemző kopási tényező értékeit a 38. ábra szemlélteti.



38. ábra. Kopási tényező $v=10 \text{ mm/s}$, $F=20 \text{ N}$ terhelési paraméterek esetén

3.6.4. A kopásvizsgálati eredmények összefoglalása

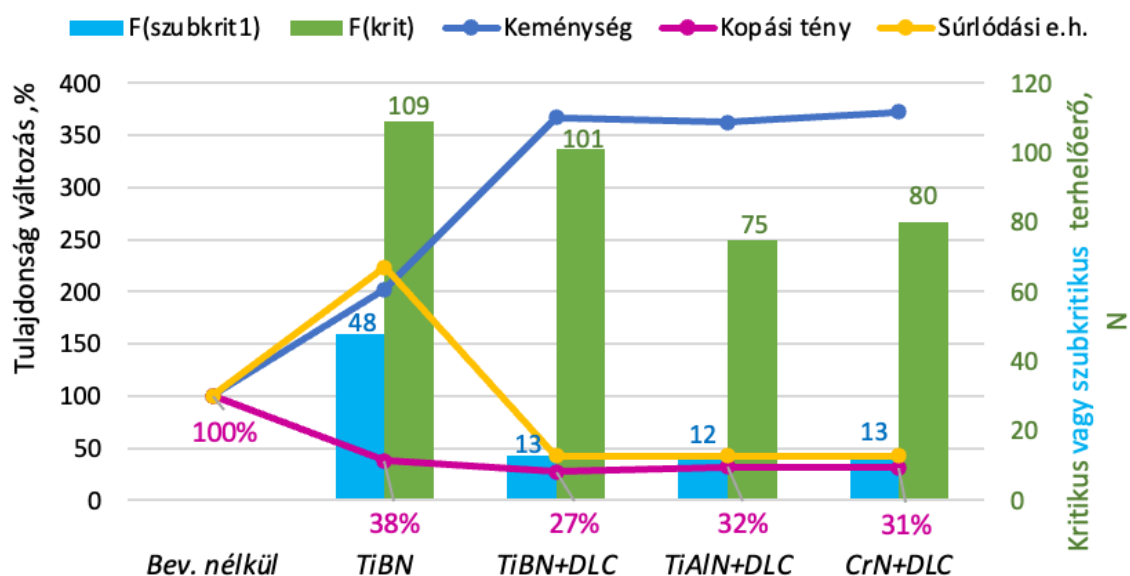
A ball-on-disc kopásvizsgálatok során a bevonatok tribológiai viselkedésének jellemzése céljából meghatározott különféle minőségi és mennyiségi jellemzők ismeretében az egyes vizsgált bevonatok súrlódási és kopás viselkedésére vonatkozó legfontosabb megfigyelések és következtések a következők:

- Az állandósult súrlódási együtthatók alapján megállapítottam, hogy a legkisebb súrlódási együtthatót a DLC fedőréteges bevonatrendszerek eredményezték, de a referencia anyaghoz képest a TiBN réteg alkalmazása is egy nagyságrenddel csökkentette a kikopott térfogat értékét.
- A kopásnyomok optikai mikroszkópos vizsgálatából levonható legfontosabb következtetés, hogy a legnagyobb kopási károsodás – a súrlódási együttható-csúszási úthossz diagramokkal összhangban – a bevonat nélküli referencia anyagon volt megfigyelhető, míg a legkevésbé a többrétegű DLC bevonatrendszerek sérültek a koptatás során.
- A kikopott keresztmetszetnek (a mikroszkópi úton meghatározott kopásnyom szélesség értékek ismeretében) a geometria modell alapján becsült értékeiből azt a következtetést vontam le, hogy bár a súrlódási együttható egyaránt 0,1-re adódott minden DLC fedőréteges bevonatrendszer esetében, a kopás mértéke, így a kikopott térfogat eltérő volt az egyes alátétrétegek esetében.
- A többrétegű bevonatok közül a legnagyobb mértékű kopás a TiAlN+DLC rendszernél mutatkozott, míg a legkopásállóbb bevonat a TiBN+DLC volt. Itt fontos megemlíteni, hogy a TiBN+DLC bevonatrendszer rétegvastagsága volt a legnagyobb, ami kedvező irányba befolyásolhatja a tribológiai teljesítőképességét a többi vizsgált bevonathoz képest.

Összességében, az adott szerszámacél kopásállóságának leghatékonyabb növelésére TiBN+DLC többrétegű bevonatrendszer alkalmas a vizsgált terhelési feltételek esetén.

3.7. A tribológiai vizsgálatok eredményeinek összegzése

Az elvégzett tribológiai vizsgálatok és hozzájuk kapcsolódó kiegészítő vizsgálatok eredményeinek áttekintéséhez és komplex értékeléséhez a mérési eredményeket egy olyan diagramban foglaltam össze (39. ábra), amelyben a tribológiai viselkedéssel összefüggő mennyiségeket (állandósult súrlódási együttható, kopásnyom szélesség, kikopott térfogat) és a keménységet a referencia anyaghoz viszonyítva %-os arányban tüntettem fel, míg a karcolással szembeni ellenállást jellemző különféle kritikus terheléseket (viszonyítás alap hiányában) a mért mennyiségek mértékegységében adtam meg.



39. ábra. A különböző állapotú mintákon végzett tribológiai vizsgálatok eredményei

Az összegző diagram alapján következő megállapításokat fogalmaztam meg:

- A tribológiai viselkedés szempontjából legmeghatározóbb vizsgált sajátosság a kopásnyomszélesség és a kikopott térfogat, amelyek minden bevonatolt minta esetén kisebbek voltak, mint a bevonat nélküli alapanyagon. Jól látszik az ábrából, hogy a bevonatok felületi keménysége szoros kapcsolatban volt ezekkel a jellemzőkkel, a bevonat keménységének növelésével jelentősen javult a kopással szembeni ellenállás.
- A súrlódási együttható változása nem analóg módon változik a kopási ellenállással. Az egyrétegű TiBN esetében a kopásállóság javulása mellett jelentős súrlódási együttható növekedést figyeltem meg.
- A bevonatok kopással és karcolással szembeni ellenállása ugyancsak nem azonos módon változott. A legjobb karcállóságot – legnagyobb F_{krit} és $F_{szubkrit}$ – mutató egyrétegű TiBN az összes bevonat közül a leggyengébb kopásállóságú volt, míg a kopásállóság szempontjából rendkívül kedvező DLC fedőréteges bevonatrendszerek karcállósága messze elmaradt a TiBN karcolással szembeni ellenállásától.

- Karcoláskor a bevonat teljes leválását okozó F_{krit} terhelőerő tekintetében a különböző rétegszerkezetű bevonatok jelentős különbséget mutattak. Míg a bevonat kezdeti, enyhe károsodását okozó szubkritikus terhelés ($F_{szubkrit}$) tekintetében a DLC fedőrétegek igen hasonlóan viselkedtek, és jelentősen gyengébbek voltak, mint a TiBN, addig a bevonat teljes leválást okozó F_{krit} értékek az egyrétegű TiBN és a többrétegű TiBN+DLC bevonatok esetén közel azonosra adódtak.
- Az elvégzett kutatómunka eredményei alapján összességében
 - a **kopással szembeni ellenállás** szempontjából a **DLC fedőréteges bevonatok**,
 - míg a **karcállóság** tekintetében az **egyrétegű TiBN bevonat** minősíthető a legkedvezőbbnek.

4. Összefoglalás

A TDK dolgozatban bemutatott munka egy olyan többéves kutatás eredménye, amelynek célja egy széles körben alkalmazott hidegalakító szerszámacél (Böhler K100 – 1.2080) különféle – TiBN, TiBN + DLC, TiAlN + DLC, CrN + DLC – kerámia bevonatrendszerének komplex tribológiai jellemzése és különböző terhelési állapotokban, karcolás és koptatás során mutatott viselkedésének összehasonlítása volt. A bevonatok összehasonlítása céljából a következő vizsgálatokat végeztem el: rétegvastagság vizsgálat (Calotest), Rockwell C tapadásvizsgálat, műszerezett karcvizsgálat, illetve ball-on-disc típusú kopásvizsgálat.

A Calotest vizsgálatok során megállapítottam, hogy a legnagyobb összréteg-vastagságú bevonatrendszer a TiBN+DLC, ami hatással lehet a többi rendszerhez viszonyított tribológiai teljesítőképességre. A többrétegű bevonatok esetén a DLC réteg vastagsága közel hasonló volt.

A Rockwell C tapadásvizsgálat egy olyan gyors és könnyen alkalmazható eljárás, amit az iparban is gyakran végeznek a bevonatok minősítésére. A mérések alapján az általam vizsgált bevonatok mindegyike megfelelő tapadással rendelkezik ipari felhasználások céljára.

A műszerezett karcvizsgálatok során megállapítottam, hogy a bevonat leválását okozó kritikus terhelőerő értéke az egyrétegű TiBN bevonat esetében volt a legnagyobb. A többrétegű bevonatok közül a TiBN+DLC rendszer volt a legkedvezőbb, a CrN+DLC bevonatrendszer pedig a leggyengébb a karcolással szembeni ellenállás tekintetében.

Kutatómunkám során optikai mikroszkópos felvételek segítségével megállapítottam, hogy az egyrétegű TiBN bevonat jellemző karckárosodási módjai a lokális hámlás, globális hámlás, illetve részleges, illetve teljes leválás. A többrétegű rendszerek esetén a DLC bevonatokra jellemző károsodási mechanizmusok domináltak: a húzófeszültség okozta részleges repedés, a húzófeszültség okozta teljes repedés, a laterális repedés, a pikkelyes és a teljes leválás.

A ball-on-disc típusú kopásvizsgálat során a legkisebb súrlódási együtthatót a DLC fedőréteges bevonatrendszerek esetén kaptam. A kopásnyomok szélességének optikai mikroszkópos meghatározását követően geometriai modell segítségével kiszámítottam a kikopott térfogat becsült értékét, majd ezen eredmények alapján a kopási tényezőt, amely a bevonat nélküli

referencia anyag esetén volt a legnagyobb, amelyet az egyrétegű TiBN bevonat követett. Bár a súrlódási együttható a TiBN bevonat esetében nagyobb volt, mint a referencia anyagnál, a kopási tényező értékéből megállapítható, hogy a bevonat alkalmazása csökkentette a kopás mértékét. A kikopott térfogat és a kopási tényező számításának kiemelt jelentősége volt a DLC fedőréteges bevonatrendszer esetében, ugyanis lehetővé tette a bevonatok tribológiai teljesítőképesség alapján történő rangsorolását, annak ellenére, hogy a vizsgált terhelési paraméterek ($v=10$ mm/s, $F=20$ N) mellett a súrlódási együttható mindhárom esetben azonos ($\mu=0,1$) volt. A kikopott térfogat a TiBN+DLC bevonatrendszer esetén volt a legkisebb, amelyet sorban a CrN+DLC, majd a TiAlN+DLC követ, vagyis a DLC fedőréteges bevonatok kopásállósága volt a legnagyobb. A legintenzívebb kopást a TiBN bevonat esetében figyeltem meg.

Összességében megállapítható tehát, hogy a karccal szembeni ellenállóképességet tekintve az egyrétegű TiBN bevonat a legjobb, míg a kopással szembeni ellenállást tekintve a leggyengébb volt. A koptatásnak legjobban ellenálló bevonatrendszer a TiBN+DLC volt.

Tekintettel az elvégzett vizsgálatok korlátozott számára, a tribológiai viselkedés tekintetében a koptatás és karcolás során megfigyelt sajátosságokra és különbségekre vonatkozó megállapítások megbízhatóságát nagyobb mintaelemszámú vizsgálatokra alapozva növelni kell.

5. Az eredmények hasznosíthatósága

A bevonatok fejlesztését egy – a termékeit nemzetközi piacon értékesítő – vezető, hazai cég, a TS Magyarország Kft. szakmai támogatásával végzem így a kutatómunkám során elért eredmények azonnal kipróbálhatók és hasznosíthatók az ipari gyakorlatban, és az ennek révén elérhető előnyök mind a megrendelők, mind az ipari partnerek érdeklődésére számot tarthatnak.

Mivel az általam vizsgált PACVD technológiával felvitt bevonatok a hazai, és a nemzetközi gyakorlatban kevésbé ismertek, az itt bemutatott eredmények elősegíthetik ezeknek a korszerű szerszámbevonatoknak a széleskörű elterjedését.

6. A kutatás további iránya

A TDK kutatásaim szervesen kapcsolódnak egy ÚNKP ösztöndíjas kutatómunkához (ÚNKP-20-2-I-ME/15.–TNRT/765-9/2020), továbbá az elért eredményeket az MSc tanulmányok befejezését követően, ez év őszétől PhD kutatások keretében is szeretném hasznosítani. A kutatás jövőbeni irányát a vizsgált bevonatok károsodási mechanizmusainak mélyebb megértése és matematika modellezése, ezáltal a bevonatok élettartamának megbízhatóbb prognosztizálására kifejlesztett fél-fizikai modellek megalkotása célkitűzések jelölik ki.

Köszönetnyilvánítás

Kutatómunkámat az ME, Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézetében működő, Felületvizsgáló- és Tribológiai Szakmai Műhely tevékenységéhez kapcsolódva valósítom meg,

amelynek alapvető célkitűzése a szakmai utánpótlás nevelés a felületen végbemenő károsodási folyamatok, a felületi rétegek, bevonatok vizsgálata témakörökben. 2017-óta veszek részt a műhely munkájában, amelynek tagjai a tribológiai vizsgálatok elméleti kérdéseiben, és a vonatkozó mérés technikai feladatok megoldásában is hatékonyan segítik egymás munkáját. Szakmai és anyagi támogatásukat ezúton is köszönöm.

Ezúton szeretnék köszönetet mondani továbbá mindazoknak, akik munkámban és a vizsgálatok elvégzésében segítettek:

- *Dr. Marosné Prof. Dr. Berkes Máriának, tervezésvezetőmnek a szakmai segítségért, iránymutatásért, hogy gondos odafigyeléssel segítette a dolgozat elkészülését;*
- *Széll Attilának a próbatestek biztosításáért és a kiemelkedő szakmai segítségért;*
- *Prof. Dr. Lukács János, intézetigazgatónak a szakmai pályázatok és ipari együttműködések terén nyújtott támogatásért;*
- *Prof. Dr. Czél Györgynek a karcvizsgálatok vizsgálattechnikai kérdéseivel és a berendezés fejlesztésével kapcsolatban nyújtott nélkülözhetetlen segítségért;*
- *Csurilláné Balogh Ágnesnek a labormunkákban nyújtott segítségért;*
- *Szegeczki Tibornénak és Kőmíves Mariannak a beszerzésekkel kapcsolatos feladatokban nyújtott segítségért;*
- *Kecskés-Kristóf Sándornak, Bartók Andrásnak és Petrovics Andrásnak a próbatestek és szerszámbefogók elkészítésében nyújtott segítségért.*

A dolgozatban elvégzett kutatómunka „Az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-20-2-I. kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.”



Felhasznált irodalom

- [1] Anders, G. (2008). Wear in sheet metal forming. Karlstad University Studies 2008:10, ISSN: 1403-8099, ISBN 978-91-7063-168-9
- [2] Bagyinszki, Gy., Bitay, E. Kovács, T. (2006). Alakító szerszámacélok károsodás-állóságának javítása felületkezeléssel. Fiatal Műszakiak Tudományos Ülésszaka. 1. (2006). 9-14. 10.36243/fmtu-2006.05.
- [3] Bull, S. J., Jones, A. M. (1996). Multilayer coatings for improved performance. Surface and Coatings Technology, 78(1-3), 173–184. doi:10.1016/0257-8972(94)02407-3
- [4] Ghiotti, A., Bruschi, S. (2011). Tribological behaviour of DLC coatings for sheet metal forming tools. Wear, 271(9-10), 2454–2458. doi:10.1016/j.wear.2010.12.043
- [5] Podgornik, B., Hogmark, S., Sandberg, O.: Hard PVD coatings and their perspectives in forming tool applications; 6th International Tooling Conference, p.1053-1066
- [6] Son, M. J., Kang, S. S., Lee, E.-A., Kim, K. H. (2002). Properties of TiBN coating on the tool steels by PECVD and its applications. Journal of Materials Processing Technology, 130-131, 266–271. doi:10.1016/S0924-0136(02)00748-3
- [7] DLC coatings, HEF Duferrit USA, https://www.hefusa.net/pvd_coating/DLC-coatings.html, Megtekintve: 2021.04.05.
- [8] Holzschuh, Helga (Mehrstetten, DE) (2007) TiBN coating United States Walter Aktiengesellschaft (Tubingen, DE) 7267701 <https://www.freepatentsonline.com/7267701.html>, Megtekintve: 2021.03.16.
- [9] CERTESS SD Titanium Boron Nitride, HEF Duferrit USA, http://www.hefusa.net/pvd_coating/certess-SD-PVD-coating.html, Megtekintve: 2021.03.18.
- [10] Wei, Q., Narayan, J. (2000). Superhard diamondlike carbon: preparation, theory, and properties. International Materials Reviews, 45(4), 133–164. doi:10.1179/095066000101528340
- [11] Al Mahmud, K. A. H., Kalam, M. A., Masjuki, H. H., Mobarak, H. M., Zulkifli, N. W. M. (2014). An updated overview of diamond-like carbon coating in tribology. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 40(2), 90–118. doi:10.1080/10408436.2014.940441
- [12] Ronkainen, H., Varjus, S., Koskinen, J., Holmberg, K. (2001). Differentiating the tribological performance of hydrogenated and hydrogen-free DLC coatings. Wear, 249(3-4), 260–266. doi:10.1016/S0043-1648(01)00558-0
- [13] Kima, H. I., Lincea, J.R., Eryilmazb, O. L., et al. (2006). Environmental effects on the friction of hydrogenated Tribol Lett, 21: 53-58.
- [14] Jiang, J., Zhang, S., & Arnell, R. D. (2003). The effect of relative humidity on wear of a diamond-like carbon coating. Surface and Coatings Technology, 167(2-3), 221–225. doi:10.1016/S0257-8972(02)00905-2
- [15] Characterization of hard coatings – part I.: Diamond Like Carbon (DLC) coatings, Anton Paar, <https://www.anton-paar.com/corp-en/services-support/document-finder/application-reports/characterization-of-hard-coatings-part-i-diamond-like-carbon-dlc-coatings/>, (2021.04.01.)
- [16] Bhowmick, S., Alpas, A. T. (2008). The performance of hydrogenated and non-hydrogenated diamond-like carbon tool coatings during the dry drilling of 319 Al. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 48(7-8), 802–814. doi:10.1016/j.ijmachtools.2007.12.006
- [17] Voevodin, A. A., Walck, S. D., Zabinski, J. S. (1997). Architecture of multilayer nanocomposite coatings with super-hard diamond-like carbon layers for wear protection at high contact loads. Wear, 203-204, 516–527. doi:10.1016/S0043-1648(96)07425-x
- [18] Dearnley, P. A., Liskiewicz, T. (2013). Vapor Deposition Coating Technologies (CVD, PACVD, PVD, and Hybrid PVD-CVD) and Their Tribological Application. Encyclopedia of Tribology, 3948–3960. doi:10.1007/978-0-387-92897-5_705
- [19] Jörg, V., Manfred, B. Volker, D., Siegfried, K.: Plasma-Assisted Coating Processes, Tájékoztató füzet, Oerlikon Balzers
- [20] HEF group: PVD és PACVD/PECVD bevonatok, tájékoztató, pp.1-20, <https://www.hef.fr/en/Vacuum-deposition-PVD-PACVD.html>, Megtekintve: 2021.03.28.
- [21] Tisza, M., Kocsisné Baán, M., Szilágyiné Biró, A.: Duplex felületmódosító eljárások – kiemelten plazmanitridálás és PVD eljárás kombinációja – autóiipari alkatrészek kopásállóságának növelése érdekében; TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029 Járműipari anyagfejlesztések projekt keretében; Miskolci Egyetem 2013, pp. 31-34.

- [22] Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition, Oerlikon balzers, <https://www.oerlikon.com/balzers/com/en/portfolio/surface-technologies/pacvd/> Megtekintve:2021.01.07.
- [23] Mitterer, C., Holler, F., Reitberger, D., Badisch, E., Stoiber, M., Lugmair, C., Kullmer, R. (2003). Industrial applications of PACVD hard coatings. Surface and Coatings Technology, 163-164, 716–722. doi:10.1016/s0257-8972(02)00685-0
- [24] Jaworska, L. (2011). Ceramic cutting-edge materials, (pp15-26) in: Tooling Materials, Jaworska, L., Klimczyk, P (Eds), ISBN: 978-83-931339-1-8, p78.
- [25] Marosné Berkes, M., Németh, A. K.: Si₃N₄ többrétegű grafén kerámia nanokompozitok tribológiai vizsgálata, In: I. Zsoldos (szerk.) Fejezetek nemfém anyagok legújabb járműipari kutatási területeiből, Győr, Széchenyi István Egyetem, (2015) pp142-211.
- [26] Rácz, P. (2011): Jármű- és hajtáselemek II., ISBN 978-963-279-597-3
- [27] Kato, K. (2002). Classification of wear mechanisms/models. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology, 216(6), pp349–355. doi:10.1243/135065002762355280
- [28] Hsu, S. M., Shen, M. C. (2005). Wear Mapping of Materials, Wear – Materials, Mechanisms and Partice, ISBN: 9780470017029 , doi: 10.1002/9780470017029
- [29] Holmberg, K., Matthews, A., Ronkainen, H. (1998). Coatings tribology—contact mechanisms and surface design. Tribology International, 31(1-3), pp107–120. doi:10.1016/s0301-679x(98)00013-9
- [30] K. A. H. Al Mahmud, M. A. Kalam, H. H. Masjuki, H. M. Mobarak N.W. M. Zulkifli (2014): An updated overview of diamond-like carbon coating in tribology, Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, doi: 10.1080/10408436.2014.940441
- [31] Verein-Deutscher-Ingenieure 1992 Daimler Benz Adhesion Test VDI 3198 (Dusseldorf: VDI Verlag) p.7
- [32] Heinke, W., Leyland, A., Matthews, A., Berg, G., Friedrich, C., Broszeit, E. (1995). Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch, and Rockwell-C adhesion tests. Thin Solid Films, 270(1-2), pp431–438. doi:10.1016/0040-6090(95)06934-8
- [33] Broitman, E., Hultman, L. (2012). Adhesion improvement of carbon-based coatings through a high ionization deposition technique. Journal of Physics: Conference Series, 370, 012009. doi:10.1088/1742-6596/370/1/012009
- [34] N. M. Jennett, M. G. Gee (2006). Mechanical testing of coatings, In: B. G. Mellor (Ed.), Surface coatings for protection against wear, Woodhead Publishing, Cambridge, p448.
- [35] Mattox, D. M. (2010). Non-Elemental Characterization of Films and Coatings. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, doi:10.1016/b978-0-8155-2031-3.00015-6
- [36] PN-EN ISO 2064:2004 Metallic and other non-organic coatings - Definitions and conventions concerning the measurement of thickness.
- [37] DIN EN 1071-2 (2003): Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings - Part 2: Determination of coating thickness by the crater grinding method, pp1-17.
- [38] CSM Instruments Technical Features 2014, Calotest2, Antoon Paar, <https://www.anton-paar.com/hu-hu/termekek/reszletek/calotest/> Megtekintve: 2021.02.12.
- [39] M. Kupczyk, P. Cieszkowski, P. Libuda, D. Jakrzewski, Zeszyty naukowe Politechniki Poznanskiej, 2 (2005) pp33-41 (in Polish)
- [40] Łępicka, Magdalena Grądzka-Dahlke, M. (2019). The initial evaluation of performance of hard anti-wear coatings deposited on metallic substrates: Thickness, mechanical properties, and adhesion measurements – A brief review. REVIEWS ON ADVANCED MATERIALS SCIENCE. 58. pp50-65. 10.1515/rams-2019-0003.
- [41] ASTM Standard G171-03 (2017) – Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus
- [42] ASTM C1624-05 (2015) Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing
- [43] Chen, Z., Zhou, K., Lu, X., Lam, Y. C. (2013). A review on the mechanical methods for evaluating coating adhesion. Acta Mechanica, 225(2), pp431–452. doi:10.1007/s00707-013-0979-y
- [44] A. H. Choi, B. Bem-Nissam, A. Bendavid, and B. Latella, Mechanical behavior and properties of thin films for biomedical applications, In: H. J. Griesser (Ed.), Thin Film Coatings for Biomaterials and Biomedical Applications, Elsevier, (2016).
- [45] Bull, S. J. (1997). Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. Tribology International, 30(7), pp491–498. doi:10.1016/s0301-679x(97)00012-1

- [46] Fülöp, F., Marosné Berkes, M. (2020). A felületelőkészítés hatása a felületi réteg maradó feszültségi állapotára hidegalakító szerszámacélokon, Multidiszciplináris tudományok: A Miskolci Egyetem közleménye, 10: 3, pp. 264-276
- [47] Marosné B. M. et al.: Nitridált kéreg vizsgálata műszerezett karcvizsgálat segítségével, Kut. jel. TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029 Járműipari anyagfejlesztések (2014) http://www.met.uni-miskolc.hu/refbase/publication_files/2014/253_MarosneB.M._etal2014_Nitridaltkeregvizsgalatamusze_rezett.pdf; (Megtekintve: 2021.02.12.)
- [48] Kocsisné Baán, M., Marosné Berkes, M., Szilágyiné Biró A. (szerk): Nitridálás-korszerű eljárások és vizsgálati módszerek; Miskolci Egyetem, ISBN: 9789633580806 (2015)
- [49] Fülöp, F.; Maros, B. M.: Scratch damage mechanism transition maps of DLC coated cold work tool steels using instrumented scratch test and fractography, In: Pavol, Hvizdoš (szerk.) Fractography of advanced ceramics, FAC 2019: The International conference: Book of abstracts, Oral presentation, Košice, Szlovákia (2019) pp. 15-16. , 2 p.
- [50] ASTM G99-17, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org, Megtekintve:2021.03.09.
- [51] Torbacke, M., Rudolphi Kassman, Å., Kassfeldt, E. (2014). Tribological Test Methods (pp113–132) in: Lubricants: Introduction to Properties and Performance, 1st Ed. John Wiley & Sons, Ltd., ISBN: ISBN: 978-1-118-79973-4, p210. doi:10.1002/9781118799734.ch6, Letöltve: 2021.03.10.
- [52] Yang, L. J. (2005). A test methodology for the determination of wear coefficient. Wear, 259(7-12), pp1453–1461. doi:10.1016/j.wear.2005.01.026
- [53] Siddiqui, S.A., Berkes Maros, M. (2019). Wear behaviour of duplex (PN+PVD) layers produced on X42Cr13 steel, Multidiszciplináris Tudományok: A Miskolci Egyetem Közleménye, 9: 1 pp3-11. <https://doi.org/10.35925/j.multi.2019.1.1>
- [54] Siddiqui, S. A., Biro, A. Sz., B. Maros, M. (2019). The Effect of Surface Preparation on Friction and Wear Behaviour of DLC Coated X42Cr13 Plastic Mold Tool Steel, Tehnika (Beograd) 28: 2 pp175-179. doi: 10.5937/tehnika1902175S
- [55] Siddiqui, S. A., Szilágyiné Biró, A., B. Maros, M. (2017). Investigation of the tribological performance of wear resistant surface layers produced on automotive tool steel by duplex heat treatments In: Bodzás, Sándor; Mankovits, Tamás (szerk.) Proceedings of the 5th International Scientific Conference on Advances in Mechanical Engineering (ISCAME 2017), pp472-478.
- [56] Fülöp, F. (2017). Multiréteges kopásálló bevonatok komplex tribológiai vizsgálata In: Vadászné, Bognár Gabriella; Piller, Imre (szerk.) Doktoranduszok Fóruma 2017, Gépészmérnöki és Informatikai Kar szekciókiadványa, Miskolc, Magyarország: Miskolci Egyetem Tudományos és Nemzetközi Rektorhelyettesi Titkárság, (2018) pp. 24-31., 8 p.
- [57] Böhler Voestalpine Hungary, K100 anyagadatlap, <https://www.boehler.hu/hu/products/k100/>, Megtekintve:2021.04.04.
- [58] El-Rahman, A. M. A., Wei, R. (2014). A comparative study of conventional magnetron sputter deposited and plasma enhanced magnetron sputter deposited Ti–Si–C–N nanocomposite coatings. Surface and Coatings Technology, 241, pp74-79. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.08.049
- [59] CERTESS DDT DLC Coating, HEF Durferrit USA, http://www.hefusa.net/pvd_coating/certess-DDT-PVD-coatings.html, Megtekintve:2021.04.15.
- [60] CERTESS T Titanium Aluminium Nitride, HEF Durferrit USA, http://www.hefusa.net/pvd_coating/certess-T-titanium-aluminum-nitride-PVD-coating.html, Megtekintve:2021.04.15.
- [61] CERTESS X Chromium nitride, HEF Durferrit USA, http://www.hefusa.net/pvd_coating/certess-N-chromium-nitride-PVD-coating.html, Megtekintve: 2021.04.15.
- [62] Yazawa, S., Minami, I., Prakash, B. (2014). Reducing Friction and Wear of Tribological Systems through Hybrid Tribofilm Consisting of Coating and Lubricants. Lubricants, 2(2), pp90–112.
- [63] Erdemir, A., Donnet, C. (2006). Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future prospects. Journal of Physics D: Applied Physics, 39(18), R311–R327. doi:10.1088/0022-3727/39/18/r01
- [64] Charitidis, C., Koumoulos, E., Dragatogiannis, D. (2013). Nanotribological Behavior of Carbon Based Thin Films: Friction and Lubricity Mechanisms at the Nanoscale. Lubricants, 1(2), pp22–47. doi:10.3390/lubricants1020022
- [65] Yang, L., Neville, A., Brown, A., Ransom, P., Morina, A. (2014). Friction reduction mechanisms in boundary lubricated W-doped DLC coatings. Tribology International, 70, pp26–33. doi:10.1016/j.triboint.2013.09.020