



Óbudai Egyetem

**Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki
Kar**

PVD bevonatok minősítése keménységméréssel

Készítette:

Szóke-Tóth Éva

H8TA3Z

BSc. gépészmérnök
járműtechnika szakirány

Konzulensek:

Dr. Horváth Richárd Dr. Réger Mihály

egyetemi docens

egyetemi tanár

2022

Tartalomjegyzék

1	Bevezetés	3
2	Pvd bevonatok bemutatása	5
2.1	A PVD bevonatok fejlődése.....	5
2.2	PVD bevonatolási eljárások	6
2.2.1	Vákuumgőzölés	6
2.2.2	Katódporlasztás	7
2.3	Bevonattípusok anyagösszetétel szerint.....	9
3	Anyagvizsgálat pvd bevonatok esetében.....	11
3.1	Keménységmérés	11
3.1.1	Brinell-keménységmérés	11
3.1.2	Rocwell-keménységmérés.....	12
3.1.3	Vickers- keménységmérés.....	13
3.2	Karc-teszt	14
3.3	Daimler-Benz teszt.....	15
4	A vizsgálat	17
4.1	A vizsgálat célja	17
4.2	A mintadarab adatai	17
4.3	Felhasznált eszközök.....	18
4.4	Előzetes mérések	18
4.5	A vizsgálat leírása	22
4.6	A vizsgálat kiértékelése.....	23
5	Összefoglalás	26
6	Felhasznált irodalom	27

1 BEVEZETÉS

Napjainkban a modern megmunkáló eljárásoknak nagyon magas követelményei vannak, azért, hogy a megmunkáló eszközök, szerszámok minél hatékonyabbak legyenek, illetve a vevői igények is egyre növekszenek. Ahhoz, hogy ezeket a követelményeket teljesíteni lehessen, szükséges a megmunkáló eszközök anyagát szemügyre venni, illetve figyelembe kell venni, hogy egy adott alkatrész vagy összeállítás milyen igénybevételeknek lesz kitéve. A felületkezelő eljárásokkal nagyban növelni lehet az anyagok fizikai tulajdonságait (pl.: szilárdság növelése, kopásállóság növelése, korrózióállóság növelése stb.) anélkül, hogy az alapfém tömegét és szerkezetét nagy mennyiségben változtatni kellene. [1] Számos felületkezelő eljárás áll rendelkezésre az iparban, de szakdolgozatomban elsősorban a gőzfázisból történő bevonatolással szeretnék foglalkozni.

A gőzfázisból történő bevonatolási eljárásnak két fő csoportja van: a PVD (physical vapour deposition) és a CVD (chemical vapour deposition). Ezeknek az eljárásoknak a lényege, hogy az alapfémre bizonyos részecskéket permeteznek gőz fázisban, melyeknek speciális tulajdonságai vannak az alapfém teljesítményének növelése érdekében. A PVD eljárás esetén a leendő bevonat nem tartalmaz olyan vegyületeket, amik a folyamat során átalakulnak, ezért az alapfém rácsában nem képeznek kémiai kötéseket, a bevonat fizikailag kapcsolódik az alapfémhez. Az ilyen eljárással készített bevonatok általában 1-15 μm vastagságúak és az 5000 HV keménységet is elérhetik. [2]

A PVD eljárással készített bevonatokat nagyon széles körben használják, a legjelentősebb és legfontosabb felhasználási csoport a forgácsoló szerszámok körében van, jelenleg az iparban felhasznált szerszámlapkák nagy része is ilyen eljárással lett bevonatolva. A forgácsoló szerszámokon kívül más megmunkáló eszköznél, illetve alkatrésznél is alkalmazzák ezt az eljárást, de megtalálható még karórákon, evőeszközökön, ékszereken és kilincseken is, bár ilyen felhasználási körben elsősorban esztétikai szempontból használható. Ezeken felül fontos szerepe van a járműiparban is, mivel a járművekben található súrlódásnak kitett alkatrészeknél is előszeretettel alkalmazzák ezt az eljárást. Például a motorban a szelepeket vonják be ilyen eljárással,

mivel az alkatrész nagy hőhatásnak és kopásnak van kitéve, így lehet megnövelni az élettartamát. [3]

A PVD bevonatok minősítésére többféle eljárás is létezik, melyekkel tesztelni lehet magának a bevonatnak a minőségét vagy akár a bevonandó anyag és a bevonat közötti kapcsolatot is. A két legfőbb vizsgálat a Daimler-teszt és a Karc-teszt, melyek során egy behatoló eszközt bizonyos nagyságú erővel terhelnek a bevonaton annyira, hogy áttörje azt. Ilyen esetben a lenyomat körül kirajzolódik egy minta, ami alapján besorolható a bevonat és a bevont anyag közötti adhézió mértéke. [4] Szakdolgozatomban úgy szeretném a bevonatokat megvizsgálni, hogy egy Vickers keménységmérővel nem csak egy adott erővel mérem a keménységet, hanem egyre nagyobb erőt alkalmazva áttöröm a bevonatot a keménységmérő eszközzel. Így végeredményként az anyag keménységét felírva egy összefüggéshez lehet jutni, mely megmutatja az anyag és a bevonata közti kölcsönös együttműködést, illetve ezek hatékonyságát.

2 PVD BEVONATOK BEMUTATÁSA

A PVD bevonatok nagyon széles körben felhasználhatóak, ami annak az eredménye, hogy számtalan összetétele és előállítása lehet egy ilyen bevonatnak. A továbbiakban ezek az összetételek és előállítási formák kerülnek bemutatásra.

2.1 A PVD bevonatok fejlődése

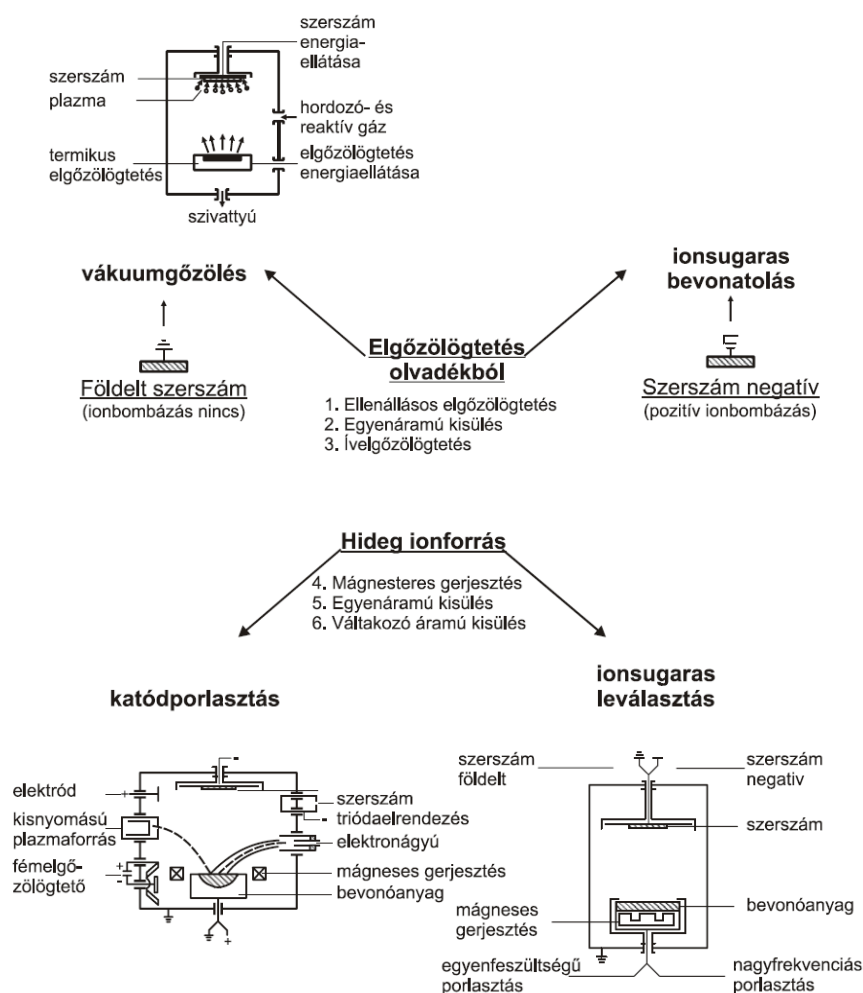
A történelem során a vágóanyagok folyamatos fejlesztés alatt álltak, melyben egy nagy ugrást egy új technológia jelentett, ami a kémiai gőzfázisú leválasztás (CVD), mellyel az 1968-69-es években egyszerre foglalkoztak a Sandviknél Svédországban és a Krupp-WIDIA-nál Németországban. A fejlesztések során eljutottak a fizikai gőzfázisú bevonatolási eljáráshoz (PVD) is, mely egy hasonló eljárás, amire úgy találtak rá, hogy a CVD eljárás során felmerülő problémákat próbálták elkerülhetővé tenni. A PVD eljárásokat vákuumban, lényegesen alacsonyabb hőmérsékleten alkalmazzák, mint a CVD eljárásokat. Ez a fejlesztés különösen fontos abban az esetben, amikor az alapfém és a bevonat hőtágulási együtthatói jelentősen különböznek egymástól. A CVD módszer előnye, hogy homogénebb bevonatot eredményez, míg a PVD eljárás során a homogenitást állandó pozícionálással lehet elérni. [5]

Az 1970-es évektől kezdve a bevonatolási eljárások folyamatos fejlesztés alatt álltak. Eleinte TiN és TiCN vékonyréteg bevonatokat használtak, de az állandó fejlődés hatására a '80-as évekre a TiAlN bevonatok széleskörű alkalmazása terjedt el, ami lehetővé tette, hogy a fejlesztések az AlCr alapú vékonyrétegek felé vegyék az irányt. A korszerűsítések lehetővé tették, hogy kialakítsanak olyan szerszámokat, amelyek mikro geometriája, bevonatának anyaga és szerkezete lehetővé teszi az adott felhasználásra való kialakítást. [6]

Jelenleg több mint 100 különböző bevonatrendszer áll rendelkezésre, ez azt bizonyítja mekkora jelentősége van a bevonatoknak az iparban. A legújabb generációt a többrétegű bevonatok jelentik, melyeknél pontosan az adott felhasználásra szabott tulajdonságú anyagokat lehet előállítani, beleértve a nanokristályos rétegszekvenciákat is. [5]

2.2 PVD bevonatolási eljárások

Az 1. ábrán látható a PVD eljárások csoportosítása.



1. ábra

PVD eljárások részletes csoportosítása [1]

2.2.1 Vákuumgőzölés

Vákuumgőzölés során a bevonandó felületet elsősorban meg kell tisztítani, hogy a bevonat teljes mértékben kapcsolódni tudjon a felülethez. Az eljárás vákuumban folyik, kb. 10^{-4} Pa nyomáson, ahol a bevonandó anyag és a bevonat is jelen van. A bevonatot felhevítik az összetételtől függően 200-550 °C-ra, így átlép gőzfázisba, ami lecsapódik a bevonandó anyagon és megszilárdul. Ennél az eljárásnál a rétegek felépítése a nyomástól függ, ezért a fűtéssel befolyásolható a rétegleválasztás sebessége. Az így keletkezett

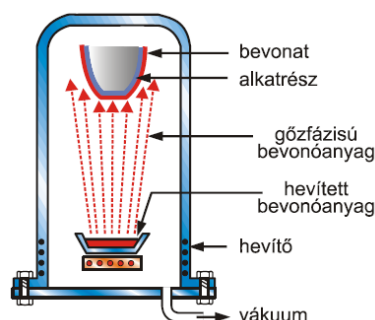
bevonatoknál szükséges, hogy a rétegek egyforma vastagságúak legyenek, ennek érdekében gyakran forgatják a bevonandó anyagot.

Mivel a vákuumban hevítik a bevonatot, ezért a bevonandó anyag felületén is legfeljebb 550°C keletkezik, aminek feszültségcsökkentő hatása van az anyagban és nem következik be méretváltozás allotróp átalakulás miatt, illetve nem történik kilágyulás.

A forrás fűtése többféleképpen történhet, vannak olyanok, ahol áramot vezetnek a forráson, vagy elektronnyalábbal fűtenek, de léteznek indukciós elven fűtött berendezések is.

Ezt a bevonatolási technológiát tükörbevonatok, dekoratív bevonatok, rugalmas csomagolóanyagokon levő zárófoliák, elektromosan vezető vékonyrétegek, vízálló és korrózióálló bevonatok kialakítására használják. [7]

A 2. ábrán látható a vákuumgőzölés sematikus rajza.



2. ábra

Vákuumgőzölés [1]

2.2.2 Katódporlasztás

A katódporlasztás egy olyan folyamat, ahol a vákuumkamrában felgyorsított gáz ionok találhatók, általában Ar^+ ionokat, vagyis plazmát használnak. Mivel a keletkezett ionok pozitívak, ezért a katódra csapódnak, ahonnan atomokat löknek ki. A bevonandó alkatrész egy anódon helyezkedik el és a katódból kilökött atomok az elektrosztatika hatására a bevonandó alkatrészbe csapódnak, így alakítva ki a bevonatot. Az eljárás során nem fűtik fel sem a bevonat anyagát, sem a bevonandó anyagot, ilyenkor csak a fizikai kapcsolatot alakítják ki a bevonat és az alapfém között. [7]

A katódba csapódott ionokkal többféle folyamat is lejátszódhat:

- Semlegesítve visszaszóródnak a vákuumkamrába.
- Beépülnek a katódba.
- Becsapódás hatására megváltozhat a katód atomszerkezete, szennyező atomok, lyukak alakulhatnak ki.
- Atomokat löknek ki a katódból, amik kedvező esetben a bevonandó alkatrészbe csapódnak, kialakítva a bevonatot. [8]

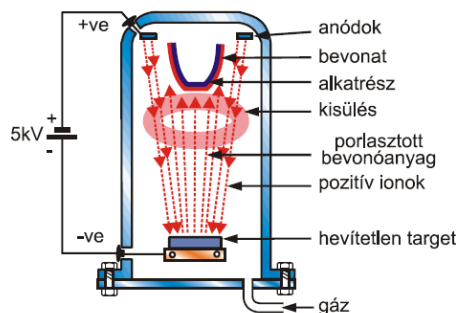
Többféle porlasztási technológia létezik:

- *Magnetronos porlasztás:* Ebben az esetben a katód mögé egy erős állandó mágnes helyeznek el, így egy mágneses tér alakul ki. Úgy helyezik el a mágneset, hogy a kialakult mágneses tér merőleges legyen az elektromos térre. A kamrában jelen lévő nyugalomban lévő elektronok az elektromos tér gyorsító hatására felgyorsulnak, de a mágneses tér hatására eltérülnek és ciklois pályát fognak leírni a mozgásukkal. Az ilyen pályán mozgó elektronok addig mozognak periodikusan, amíg nem ütköznek egy Ar atommal, így létrehozva az Ar^+ iont. Az így kialakított ionizációs hatások jelentősen megnő, és kedvező rétegtulajdonságokat hoz létre. [8]
- *Rádiófrekvenciás porlasztás:* Általában szigetelők porlasztásánál alkalmazzák, pólusok nagyfrekvenciás váltogatásával (13,56 MHz) félperiódusonként az elektródákat elektronbombázás éri, így semlegesíti a pozitív töltést. 50 kHz alatt az ilyen porlasztás változó elektróda polarítású DC porlasztásnak tekinthető. Az ilyen eljárás nem vezető anyagok bevonatolására is alkalmas. [8]
- *Reaktív porlasztás:* Ebben az esetben a gáztérbe nem csak nemesgáz atomokat vezetnek, hanem a katód anyagából reagáltatni kívánt gázt is, ami a folyamat során ionizálódik. Így a gáztérben és elsősorban, a bevonni kívánt alkatrész felületén vegyületek képződnek, ez az eljárás sokkal előnyösebb a nem reaktív porlasztáshoz képest. [8]

A katódporlasztást széles körben használják, például félvezetők vékonyréteggel való fémezésére, építészeti üvegek bevonataira, CD-k fényvisszaverő bevonataira,

mágneses fóliákhoz, kemény bevonatokhoz (szerszámok, motoralkatrészek) és dekoratív bevonatokhoz is. [7]

A 3. ábrán a katódporlasztás látható.



3. ábra

Katódporlasztás [1]

2.3 Bevonattípusok anyagösszetétel szerint

A PVD bevonatok felhasználása nagyon különböző lehet a bevonat összetételétől függően. Néhány PVD eljárásnál használt bevonat a tulajdonságaival következő:

- Arany – elektromos vezető, korrózióálló felület, infravörös visszaverő felület
- Ezüst – elektromos vezető, hővisszaverő, optikai tükör
- Alumínium – elektromos vezető, optikai visszaverő felület, korrózióállóság, permeációs gát
- Réz – elektromos vezető, forraszthatóság
- Titán, Króm, Molibdén – „ragasztó réteg” az oxidok számára
- Amorf szilikon (α -Si) – félvezető, fotovoltaikus
- Cink + alumínium – korrózióvédelem
- Titán-nitrid – diffúziógátló bevonat, szerszámbevonat, dekoratív bevonat
- Titán-karbon-nitrid – szerszámbevonat, dekoratív bevonat
- Titán-alumínium-nitrid – kopásos bevonat
- Króm-nitrid – keménybevonat, alacsony súrlódás
- Alumínium-oxid – áthatolás gátlás, diffúziógátlás
- Titán-oxid – nagy indexű optikai bevonat

- Szilikon-dioxid – kis indexű optikai bevonat [7]

Az 1. táblázat összefoglalja a leggyakrabban használt PVD bevonatokat anyagösszetétel szerint. Ahogy a táblázatból is leolvasható az anyagösszetételtől függenek a bevonat fizikai tulajdonságai, illetve alkalmazási területe.

1. táblázat:

PVD bevonatok típusai anyagösszetétel szerint [1]

Összetétel	TiN	TiCN	TiAlN	TiAlN+TiN	WC/C	CrN	CrC
Típus	kemény, kopásálló	kemény, kopásálló	kemény, oxidációálló	kemény, szívós, hőálló	kis súrlódású, jó siklású	oxidáció-állóság	csekély adhézió
Szín	aranyárga	kékesszürke	ibolyakék-szürke	aranyárga	sötétszürke	ezüstös szürke	ezüstös szürke
Bevonatolás hőmérséklete (°C)	350-500	500	480-600	480-500	250	350	350
Rétegvastagság (µm)	1,0-5,0	1,0-7,0	1,5-12,0	1,5-5,0	1,0-4,0	1,0-10,0	1,0-10,0
Mikrokeménység (HV0,05)	2200-3000	3000-4000	3300-4500	3000-3500	1000	1750-2500	1850
Alkalmazási terület	forgácsolás, alakítás, fröccsöntés	marás, sajtolás, lyukasztás	fúrás, esztergálás, száraz-forgácsolás	általános	átalakítás, stancolás, siklóelem	fém és műanyag nyomásos öntés	nyomásos fémöntés, gumigyártás

A bevonat anyagválasztását több tényező is befolyásolja, mint a bevonandó anyag anyagösszetétele, a bevonatoló eljárás, a bevonatolás hőmérséklete és a késztermék felhasználási területe.

3 ANYAGVIZSGÁLAT PVD BEVONATOK ESETÉBEN

Egy bevonatot meg lehet határozni az előállítás és az összetétele szerint, de ezekből az adatokból nem feltétlen derül ki, hogy az adott bevonat hogyan működik együtt az alapfémrel. Azért, hogy az így keletkezett együttműködést meg lehessen állapítani többféle tesztelési módot fejlesztettek ki.

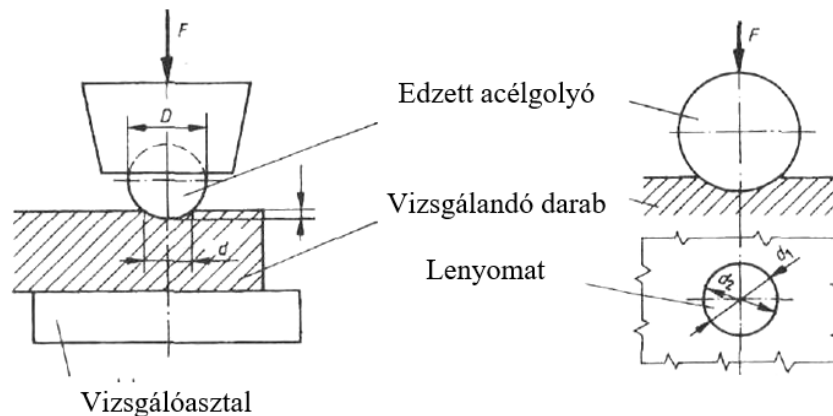
3.1 Keménységmérés

A keménység nem alapvető tulajdonsága az anyagnak és a mérési módszer befolyásolja az eredményt. Az anyag keménységét általában az alakváltozással szembeni ellenállásként határozzák meg, és általában egy felület maradandó alakváltozásaként mérik, adott terhelésen adott formájú bemélyedés hatására. Ezzel a méréssel nem lehet a képlékenyalakítást meghatározni, de a mérést befolyásolja az anyag szemcsemérete, a rácshibák, az anyag sűrűsége és még további tényezők is. [7]

A keménységmérési módszereket elsősorban nem feltétlen a bevonatolt anyagokra használják, de ebben az esetben is nagyon hasznos. Ilyenkor a keménységet nem csak a bevonat határozza meg, hanem az alapfém és a közöttük lévő adhézió is, de közrejátszik még, hogy hány réteges a bevonat, illetve az összetétele és a gyártási módja is. [7] Többféle keménységmérési módszer létezik, ezek a Brinell-, Vickers-, és Rockwell-keménységmérési módok.

3.1.1 Brinell-keménységmérés

Brinell módszer esetén a behatoló szerszám egy edzett, polírozott acélgolyó, ezt nyomják a felületbe előre meghatározott erővel és ideig. Az anyag vastagságától függően többféle átmérő szabványos, ezek a 10mm, 5 mm, 2,5 mm és a 1,25 mm, de a mérendő anyag vastagsága legalább a bemélyedés tízszerese kell legyen. A módszert sematikus képen lentebb a 4. ábra mutatja be. A mérés során figyelembe kell venni, hogy a lenyomat nem lehet kisebb $0,25 \cdot D$ -nél, de nem lehet nagyobb $0,5 \cdot D$ -nél. A módszer elve, hogy a lágy anyagoknak minél több időre van szüksége, hogy a lenyomat a behatolás után ne változzon meg, míg a keményebb anyagoknál kevesebb időre szükséges, például a keményebb anyagoknál 15 másodperc is elég, de a lágyabbaknál már akár 2 percig is tarthat a mérés.



4. ábra

Brinell-keménységmérés [9]

Ez a módszer legfeljebb 450 HB keménységre mérésre alkalmas, de lehetőség van nagyobb keménységű golyókat alkalmazni, ebben az esetben ez már egy módosított Brinell-keménységmérés (HBW). A módszer legnagyobb hibája, hogy az eredményt a vizsgálat körülményei jelentősen befolyásolják. A fontosabb befolyásoló tényezők:

- a golyó átmérője
- a terhelőerő nagysága
- a golyóátmérő és a vizsgálat anyag vastagságának viszonya
- a golyó benyomódásának mértéke
- a benyomódás ideje
- a lenyomatok távolsága [9]

3.1.2 Rockwell-keménységmérés

Rockwell módszer esetén többféle szúrószerszám van és többféle terhelő erő, de a keménység kiszámításánál minden esetben a lenyomat mélysége számít. A vizsgálandó anyagnak legalább a behatolás mélységének nyolcszorosa kell legyen, a mérés értékelhetősége szempontjából. A mérés során a behatolás mélységét nem az anyag felületétől kell számolni, hanem egy előterheléssel létrehozott bemélyedéstől. Erre azért van szükség, mert így lehet biztosítani, hogy a szúrószerszám biztosan érintkezzen az anyag felületével, amikor megkezdődik a fő terhelés.

Háromféle Rockwell-keménységmérési módszer létezik: HRB esetén egy 1/16” átmérőjű 850 HV-nél nagyobb keménységű acélgolyó a behatoló szerszám, míg HRA és HRC esetén egy 120°-os csúcsszögű gyémántkúppal történik a mérés.

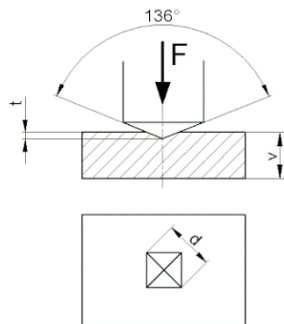
Rockwell-keménységmérés során nincs szükség arra, hogy az eredményeket a kezelő számolja ki, mivel a műszerbe épített mérőóra automatikusan elvégzi a műveleteket. Ezzel a három mérési módszerrel (HRA, HRB, HRC) viszonylag gyorsan eredményhez lehet jutni, éppen ezért a lassabb, de pontosabb HB és HV mérések helyettesítésére szolgálnak elsősorban ellenőrzés és minősítés gyanánt. [9]

3.1.3 Vickers- keménységmérés

Vickers-módszer esetén a behatoló szerszám egy négyzet alapú 136°-os csúcsszögű gyémántgúla, aminek a lenyomata jól arányosítható a terhelő erővel, így szabadabban meg lehet választani a terhelést. Ennél a módszernél nagyon fontos, hogy a mért felület teljesen sima legyen, mivel van olyan mérés, ahol viszonylag kis terhelésnél nagyon kicsi lesz a lenyomat, amit le kell olvasni.

Ennél a módszernél lehetőség van egyes fázisok mikrokeménységének mérésére grammos terhelésekkel és vékony rétegek helyi keménységének meghatározására is. Ezt használják ki a bevonatok keménységének mérésekor is. Általában a mikrokeménységmérést egy-egy fázis keménységének meghatározására használják és a gyémánt behatoló szerszámmal még a keményebb anyagok mérésére is alkalmas. [9] Mikrokeménységmérés esetén szükséges, hogy egy terheléssel több lenyomat is elkészüljön, mert így sokkal pontosabb eredmény határozható meg. A méretek leolvashatók a keménységmérő mikroszkópjával, vagy más mikroszkóppal is.

Az 5. ábrán a Vickers-keménységmérés látható, mely jól ábrázolja, hogyan arányosítható a lenyomat a terhelőerővel.



$$HV = \frac{F}{S} = \frac{F}{\frac{d^2}{2 \sin 68^\circ}} = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

5. ábra

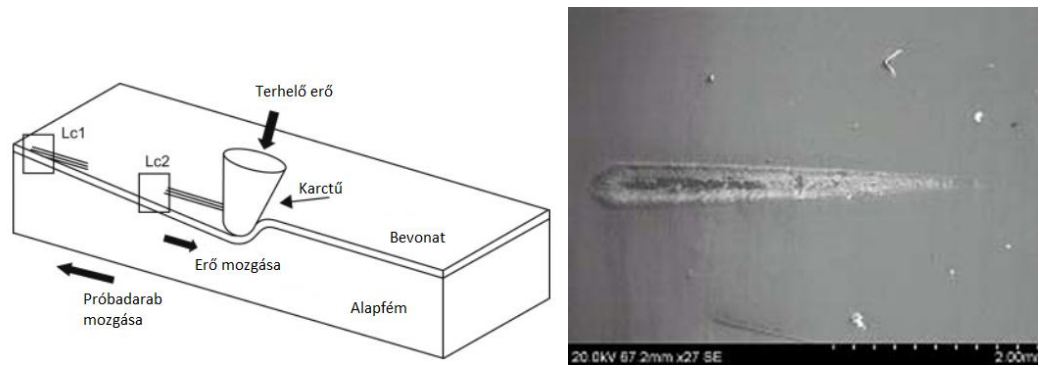
Vickers-keménységmérés [9]

3.2 Karc-teszt

A karc-teszt nagyon hasonló a keménységméréshez, de ebben az esetben a mérendő érték nem az anyag egy tulajdonságát méri, hanem az adhéziót a bevonat és az alapfém között. Ez a mérés kifejezetten festékrétegek, kompozitok és bevonatolt eljárással készül alkatrészek mérésére szolgál.

A tesztelés során egy karcoló tű hatol az anyagba növekvő terheléssel úgy, hogy közben a mérendő anyag vagy maga a karcű lassú mozgata történik egy irányba. A tű feje többféle lehet, keménymetall vagy gyémánt kúp gömbormájú fejjel, aminek az átmérője 200 µm. A pontszerű terhelés hatására a bevonat és az alapfém is deformálódik, így összetett feszültséget generálva a bevonat és az alapfém közötti felületen. A bevonat meghibásodási módját mikroszkóp alatt lehet megfigyelni, a kritikus terhelést szubjektív módon lehet meghatározni ennél a tesztelési módnál. [7]

Az így kapott karcvonalból az anyag többféle tulajdonsága is meghatározható. Elsősorban az anyag kopásállóságát és kopását lehet meghatározni. [10] Az alapfém keménysége nagymértékben befolyásolja a mérés során a karcállóságot, repedések alakulhatnak ki. Amennyiben a bevonat nagyon vastag és a mérés pontosságát befolyásolná ezzel, abban az esetben fel lehet vágni és felpolírozni a felületet, hogy a karcolás a felület normálisára essen. Ennél a módszernél nem befolyásoló tényező, ha a felületen apróbb karcolások vannak, így az ebből adódó bizonytalanságok elkerülhetők. [7]



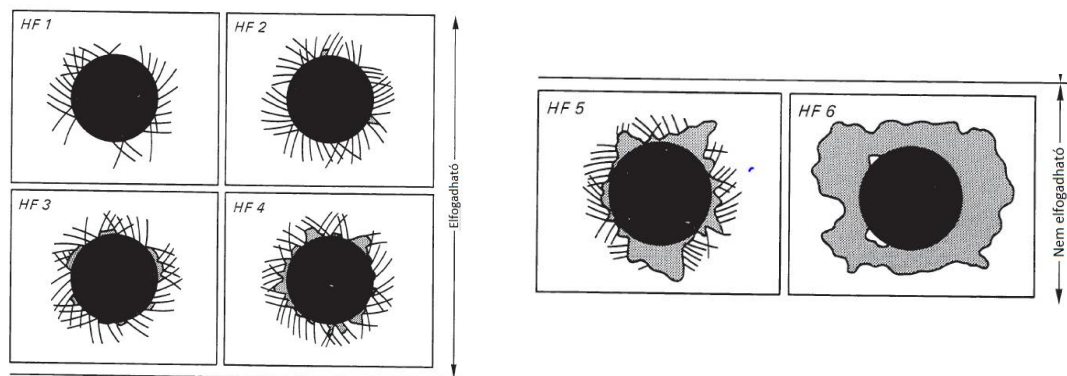
6. ábra

Karc-teszt ábrája (föül), a tesztelés után kapott kép mikroszkópon (alul) [11]

A 6. ábrán látható a tesztelés ábrája sematikus rajzon, illetve a mérés után mikroszkópon látható kép. Az alsó képen látható, hogy a karcolás mellett repedések találhatók, így szemmel is látható az adhézió a bevonat és az alapfém között. Ezeket a repedéseket a következő mérési módszernél nagyobb jelentőséggel alkalmazzák.

3.3 Daimler-Benz teszt

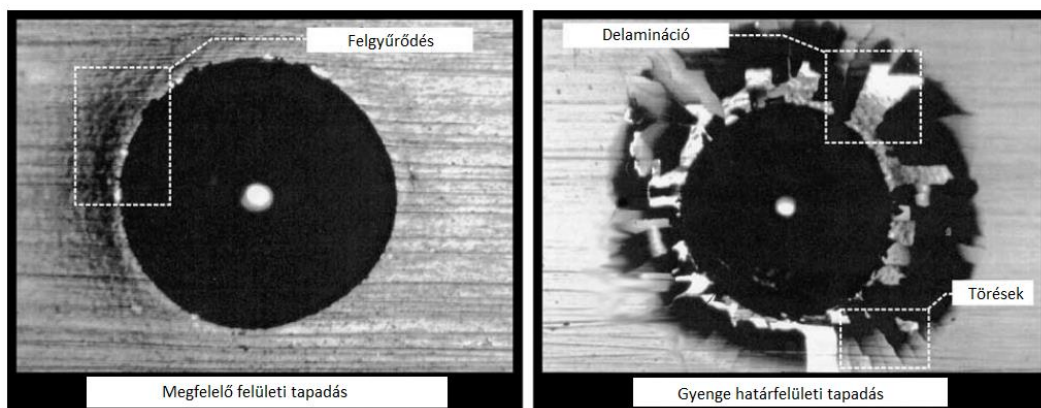
A Daimler-Benz teszt egy roncsolásos anyagvizsgálat kifejezetten bevonatolt felületek adhéziójának vizsgálatára szolgál. A mérés során egy Rockwell-kúppal törik át a bevonat felületét, melynek képét mikroszkóppal értékeli ki szabvány szerint. A teszt VDI szabvány szerint történik és a VDI 3198-as számot kapta, ez alapján meg lehet határozni a bevonat és az alapfém mérés utáni képét, amit egy adott minta alapján lehet besorolni. [12] A mikroszkópon kapott kép megadja, hogy az adhézió a héj és az alap között elfogadható, vagy nem elfogadható határok közé esik.



7. ábra

VDI 3198 elfogadhatósági táblázat [12]

Amint a 7. ábrán is látható, a Daimler-Benz teszt során egy olyan kép alakul ki a bevonat és alapja között, hogy a továbbiakban elfogadható-e az adott összeállítás. Amennyiben a mikroszkópról leolvasott kép a H1 és a H4 ábra közé esik, az adott adhézió elfogadottnak tekinthető további alkalmazásra, viszont ha a kép a H5 vagy H6 ábrákhoz hasonlít, akkor az adott összeállítás nem felel meg a szabványnak. Az ábrán a lenyomat körül látható vonalak mikrorepedéseket jelentenek, míg a szürkével jelzett terület pedig delaminációt. A mérés során szükséges az 1/10 szabály követni, miszerint a minta vastagságának legalább tízszer olyan vastagnak kell lennie, mint a bemélyedés mélységének. [13]



8. ábra

Daimler-Benz teszt mikroszkópos képe [13]

A 8. ábrán a mérések során felvehető határértékek vizuális képe látható. A jobb oldali képen jól látható, hogy a mérés során az anyagban csak felgyűrődés keletkezett, míg a bal oldali képen már delamináció és törések is keletkeztek.

4 A VIZSGÁLAT

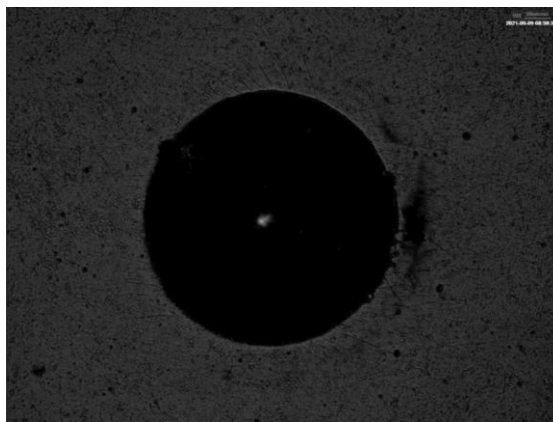
4.1 A vizsgálat célja

A dolgozat fő célja egy saját értékelési szempont bemutatása a bevonatolt anyagok adhéziójának, az alapfém és a bevonat együttműködésének meghatározására. A vizsgálat egy alapkutatás, mely során a vizsgált mintadarab az alapfémből és egy PVD vékonyrétegből áll. Ez az összeállítás nem feltétlenül így jellemző az iparban, mivel nem csak egy vékonyréteg bevonatot szoktak használni, hanem nitrid réteg is kerül a vékonyréteg és a bevont fém közé, de a mérés alapján további mintadarabok is vizsgálhatók.

4.2 A mintadarab adatai

A vizsgálat során elvégzendő méréseket egy olyan mintadarabon végeztem el, mely egy 1.2344 szerszámacél rúdból lett levágva, majd Certess HM bevonat került rá, mely egy króm-alumínium-nitrid alapú bevonat, nagy sűrűségű, nanoméretű, lapközepes köbös (FCC) struktúrával. [14] A bevonatolási eljárást a Techniques Surfaces Magyarország Kft. végezte el. A vállalat előzetes méréseket is elvégzett a felületen, melyek után a következő adatok állnak rendelkezésre:

- rétegvastagság: $45\text{ }\mu\text{m} = 0,9\text{ }\mu\text{m}$ tapadó réteg + $3,6\text{ }\mu\text{m}$ funkcionális réteg,
- keménység 1500 HV0,025,
- tapadás VDI 3198 szerint HF1 (9. ábra).



9. ábra

A mintadarab mikroszkóp alatti képe VDI 3198 vizsgálat után balra

Azért a szerszámacél lett a próbadarab alapjának megválasztva, mert nagyon gyakori felhasználása van, olyan melegalakító szerszámacél, melyet sajtoláshoz, fröccsöntéshez, alumíniumöntésnél, illetve ipari kések, szerszámok kialakításánál alkalmaznak. [15] Az alapfémhez választott króm-alumínium-nitrid alapú PVD bevonat is az alapanyag felhasználási területéhez lett választva, elsősorban nagy mechanikai igénybevételű és hőterhelésű forgácsolás, kovácsolás, nyomásos öntés szerszámai és üveggyártás. [14]

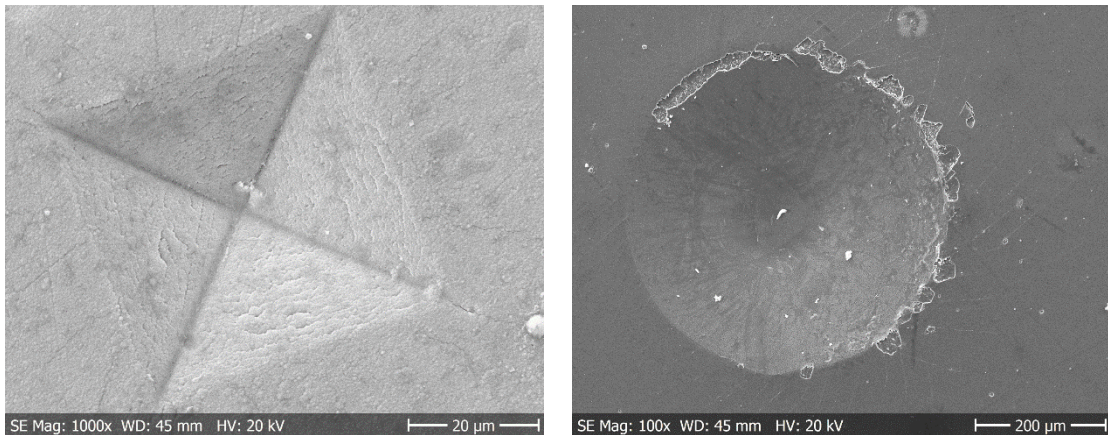
4.3 Felhasznált eszközök

A vizsgálat során a próbadarab adhéziójának, vagyis a bevonat és az alapfém közötti kölcsönhatásnak a kifejezésére a saját értékelési szempont kialakításához Vickers-keménységmérőt alkalmaztam. A mérőeszköz legkisebb terhelése 0,2 kg-os, de a legnagyobb akár 10 kg is lehet, ahol a határértékek közötti terheléseket manuálisan lehet állítani a műszeren.

A keménységmérő mikroszkópjáról is jó közelítéssel le lehet olvasni a kapott értékeket, de az igazán pontos meghatározáshoz egy Olympus DSX 1000 típusú mikroszkópot használtam. A műszeren kétdimenziós és háromdimenziós képeket is lehet végezni, mely adottságokat fel is használtam a vizsgálat során. [16]

4.4 Előzetes mérések

A próbadarabon előzetes méréseket is végeztem abból az indokból, hogy a fő vizsgálat során pontos értékeket kapjak. Az előzetes mérések során ellenőriztem az előre megadott Daimler-Benz teszt eredményét, illetve felületi érdesség mérést is végeztem, melyek a 10. ábrán láthatóak. A képek jól mutatják, hogy a bevonat felülete, sem a VDI3198 teszt alatt, sem az előzetes Vickers-keménységmérés alatt nem repedezett be nagy mennyiségben.

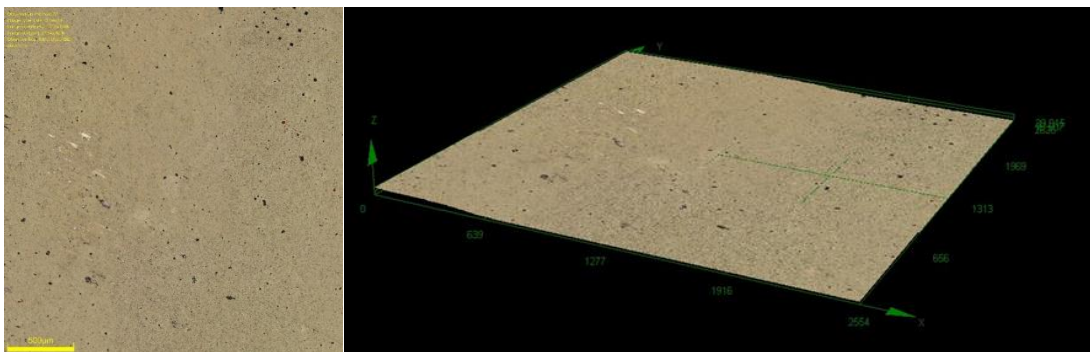


10. ábra

Előzetes mérés során készített képek

A további előzetes mérés a felületi érdességmérés, melyre azért van szükség, mert a keménységmérés során a kis terheléseknél előzetes becslések alapján csak pár μm a benyomódás mélysége, ezért szükséges volt ellenőrizni a bevonat felületi érdességét.

A felületi érdesség mérést a mikroszkópon végeztem, úgy hogy kiválasztottam a felületen egy olyan tiszta területet, ahol semmiféle olyan lenyomat nem volt benne, amit roncsolásos anyagvizsgálat során lehet az anyagban hagyni. Ezt a területet a mikroszkóppal három dimenzióban feltérképeztem és egy kétdimenziós képet is készítettem, mely képek a 11. ábrán láthatók



11. ábra

Felületi érdesség mérés 2D és 3D képe

A kétdimenziós képen síkokat vettem fel, mely helyeken a mikroszkóp kiértékeli a felületi érdességet. Egy ilyen képen hat síkot vettem fel, majd megnéztem a kapott értékek átlagát. A tizennyolc felvett síkot a 12. ábra mutatja, melyen a vízszintes vonalak

jelentik a különböző síkokat. A próbadarab felületéről három ilyen területet választottam ki és vizsgáltam meg, majd a kapott értékeket összesítettem.



12. ábra

A kétdimenziós képeken végzett mérések

A vizsgálat során meghatározott értékek a következők:

- átlagos érdesség (Ra): az alkatrész felületén kirajzolódó profil pontjainak átlagtávolsága a középvonaltól mikrométerben kifejezve,
- egyenetlenség-magasság (Rz): az alkatrész felületén kirajzolódó profil öt legmagasabb csúcsának és az öt legmélyebb gödrének az átlaga mikrométerben kifejezve, [17]
- Rp: a középvonal és a legmagasabb mérési pont közötti távolság az egyes mérési szakaszokon belül,
- Rv: a középvonal és a legalacsonyabb mérési pont közötti távolság az egyes mérési szakaszokon belül. [18]

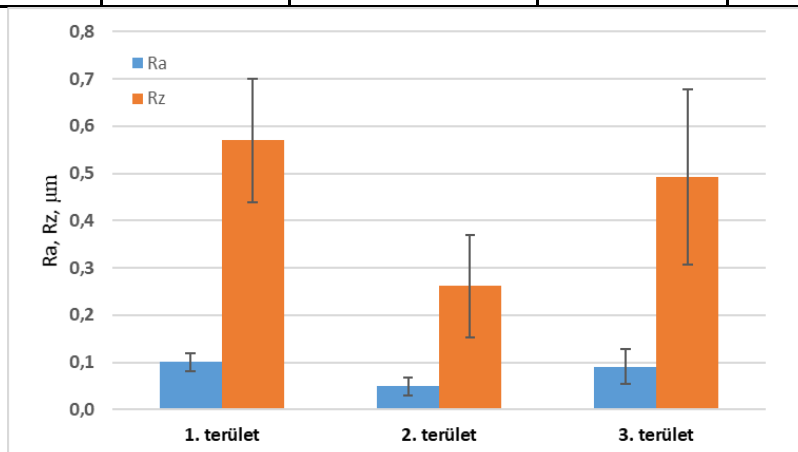
2. táblázat:

Felületi érdességmérés értékei

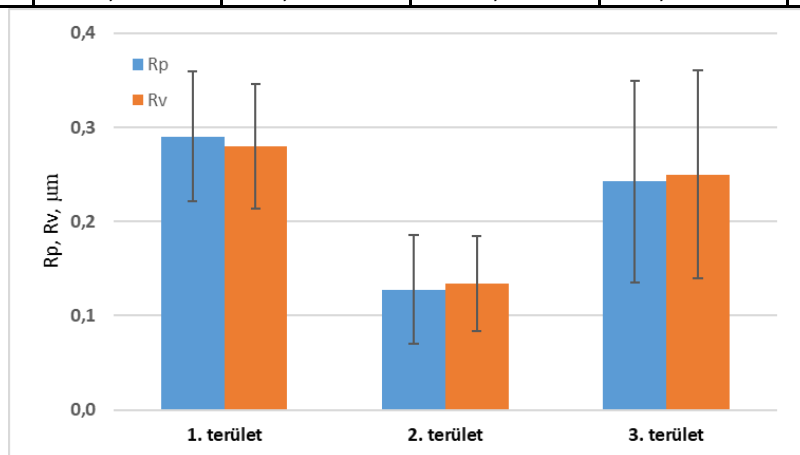
	No.	Rp[μm]	Rv[μm]	Rz[μm]	Rc[μm]	Rt[μm]	Ra[μm]	Rq[μm]	Rsk	Rku	Rsm[μm]	RΔq[°]	Rδc[μm]
1. terület	1	0,262	0,233	0,495	0,188	3,048	0,087	0,118	-0,152	2,52	4,843	2,347	0,003
	2	0,257	0,235	0,492	0,262	2,998	0,095	0,127	-0,007	2,669	4,817	2,634	0,006
	3	0,231	0,258	0,489	0,194	2,636	0,089	0,119	-0,346	2,905	5,509	2,344	0,013
	4	0,387	0,324	0,711	0,351	5,254	0,122	0,167	0,385	2,777	4,586	3,146	0,006
	5	0,37	0,394	0,764	0,259	4,354	0,128	0,177	0,117	3,154	4,689	4,074	0,013
	6	0,236	0,235	0,471	0,092	3,168	0,084	0,112	-0,393	2,023	1,537	1,882	0,003
Átlag		0,291	0,280	0,570	0,224	3,576	0,101	0,137	-0,066	2,675			
Szórás		0,069	0,066	0,131	0,088	1,008	0,019	0,028	0,294	0,385			
2. terület	1	0,202	0,2	0,402	0,036	1,818	0,07	0,095	0,498	2,158	1,337	1,836	0,025
	2	0,199	0,192	0,391	0,088	2,096	0,073	0,095	-0,26	2,34	2,209	1,479	0,025
	3	0,077	0,093	0,17	0,033	1,366	0,035	0,045	0,343	3,075	1,356	0,803	0,005
	4	0,105	0,124	0,229	0,092	2,171	0,043	0,057	-0,204	1,999	2,092	1,023	0,005
	5	0,108	0,118	0,226	0,09	2,201	0,045	0,058	-0,531	3,523	2,77	0,895	0
	6	0,075	0,078	0,153	0	1,485	0,028	0,038	-0,484	3,921	0	0,621	0
Átlag		0,128	0,134	0,262	0,057	1,856	0,049	0,065	-0,106	2,836			
Szórás		0,058	0,051	0,109	0,039	0,362	0,018	0,025	0,430	0,789			
3. terület	1	0,302	0,31	0,4923	0,249	2,75	0,117	0,149	-0,546	3,316	4,34	2,757	0,008
	2	0,334	0,349	0,4923	0,258	33,152	0,12	0,159	-0,099	3,975	5,134	2,958	0,011
	3	0,102	0,111	0,213	0,058	2,502	0,044	0,058	-0,241	3,876	1,279	1,055	0,004
	4	0,34	0,34	0,68	0,181	3,104	0,122	0,166	0,199	2,968	2,518	3,195	0,011
	5	0,261	0,279	0,54	0,24	3,172	0,101	0,136	0,548	3,802	4,436	2,834	0,008
	6	0,115	0,111	0,226	0,045	2,399	0,043	0,06	-0,077	2,008	0,93	1,063	0,004
Átlag		0,242	0,250	0,441	0,172	7,847	0,091	0,121	-0,036	3,324			
Szórás		0,107	0,110	0,185	0,097	12,401	0,038	0,049	0,375	0,750			

A kapott értékeket a 2. táblázatba beírva és összegezve a következő diagramokat kaptam. Ezek alapján az átlagos érdesség 0,05 μm és 0,1 μm közé tehető, míg az egyenetlenség-magasság 0,3 μm és 0,6 μm közé tehető, de a 13. ábrán jól látható a szórás nagysága mindkét esetben. Ezen Rz adatok alapján feltehetőleg 1 μm-es benyomódási mélység esetén még pontos mérési eredmények érhetők el.

	Ra	Ra szórás	Rz	Rz szórás
1. terület	0,101	0,019	0,570	0,131
2. terület	0,049	0,018	0,262	0,109
3. terület	0,091	0,038	0,492	0,185



	Rp	Rp szórás	Rv	Rv szórás	Rp/Rv
1. terület	0,291	0,06939	0,28	0,06584	1,038118
2. terület	0,128	0,05806	0,134	0,05078	0,951553
3. terület	0,242	0,10748	0,25	0,11044	0,969333



13. ábra

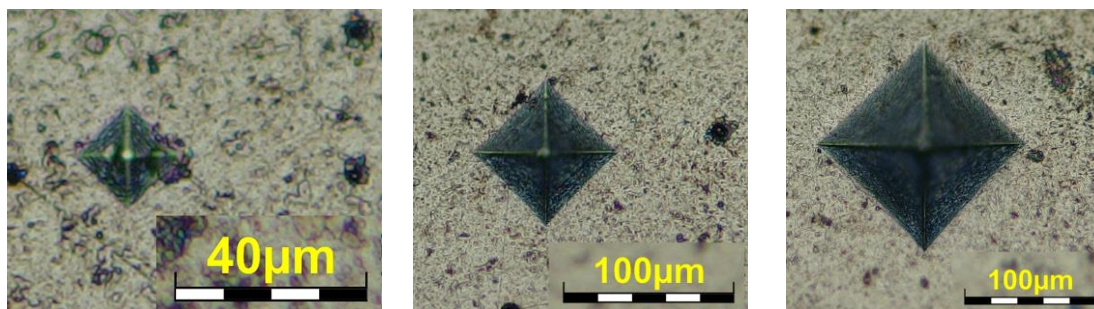
Felületi érdesség

Az alul elhelyezkedő diagram az Rp és Rv értékeket összegzi és hasonlítja össze. Az értékek kiértékelése során az Rp/Rv arányt is meghatároztam, mely adat megmutatja a felületen jelen levő hegyek és völgyek arányát. Amennyiben ez az arány megközelíti az 1-et, akkor az azt jelenti, hogy a hegyek és a völgyek körülbelül ugyanolyan mértékű eltérést mutatnak a középvonalhoz képest. A kapott adatokat kiértékelve ez az arány 0,95 és 1 közé esik, így feltételezhető a felület szimmetrikussága.

4.5 A vizsgálat leírása

A vizsgálat során, a próbadarabon keménységmérést végeztem Vickers mikrokeménység-mérővel. A növekvő terhelések a következőképpen alakultak: 0,2 kg; 0,3 kg; 0,5 kg; 1 kg; 2 kg; 3 kg; 4 kg; 5 kg; 7 kg és végül 10 kg.

A mérést minden terheléssel nyolcszor végeztem el, majd egy Olympus DSX 1000 típusú mikroszkópon lemértem a lenyomatok képét még. Minden lenyomatot kétszer mértem le a mikroszkópon, mivel négyzet alakú lenyomatok keletkeztek, majd a két érték átlagát vettem, így elérve a lehető legpontosabb mérési eredményt.



14. ábra

A lenyomatok képe mikroszkóp alatt: balról jobbra: 0,2 kg; 3 kg; 10 kg

A 14. ábrán jól látható, hogy a mikroszkóppal pontos képet lehet kapni a lenyomatokról, így viszonylag pontosnak tekinthetők a mért értékek.

4.6 A vizsgálat kiértékelése

A kiértékelés során a kapott átmérő értékeket átszámoltam HV keménység értékekre, melynek a számítása a következő: $HV = \frac{F}{A} = \frac{0,1854 \cdot F}{d^2}$

Ahol:

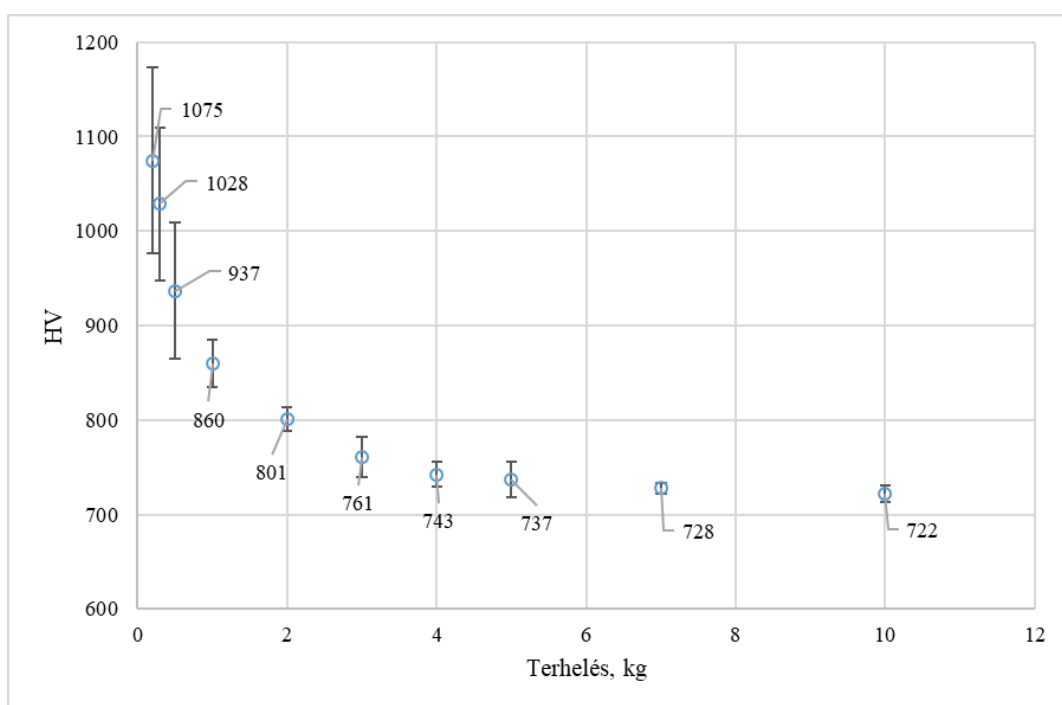
- F – terhelő erő
- A – lenyomat felülete
- d – lenyomat átmérője [19]

3. táblázat:

Kiszámolt keménység értékek

Terhelés kg	N	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	Átlag	Szórás
0,2	1,962	950,66	1038,10	1044,16	758,07	1146,41	791,20	1038,31	1230,87	1074,75	98,50
0,3	2,943	957,99	971,33	972,96	1196,39	1032,79	970,52	1058,64	1067,09	1028,46	80,44
0,5	4,905	886,93	918,47	878,70	1107,65	922,88	936,13	936,13	906,62	936,69	72,20
1	9,81	856,38	837,73	834,60	894,72	887,73	833,51	882,24	852,45	859,92	25,02
2	19,62	800,79	779,52	796,66	798,81	815,24	817,52	792,89	806,06	800,94	12,26
3	29,43	737,59	743,48	751,94	799,96	776,98	758,26	759,59	632,36	761,11	21,29
4	39,24	737,87	738,58	726,29	813,89	758,95	760,38	741,86	734,42	742,62	12,62
5	49,05	728,33	725,05	707,61	774,32	747,02	743,24	733,59	736,59	736,97	19,37
7	68,67	729,24	731,33	727,02	738,60	726,81	720,69	722,61	728,23	728,07	5,48
10	98,1	709,01	720,38	730,50	735,52	724,46	721,73	719,03	714,79	721,93	8,39

A 3. táblázaton látható az átmérőkből számított keménységek táblázata. Az így kapott keménység értékeket összehasonlítva egy diagramot készítettem, ami összefüggésbe hozza a terhelőerő nagyságát a mért keménység értékekkel. Ez a diagram a korábban számított keménységértékek grafikus ábrázolása. Az előzetes elgondolás alapján, a diagram elején, a kisebb terheléseknél a keménység közelít a bevonat előzetesen mért keménységével. A terhelés növelésével a bevonat átszakad és a nagyobb terhelések felé haladva a próbadarab keménysége meg fogja közelíteni az alapfém keménységének értékét.

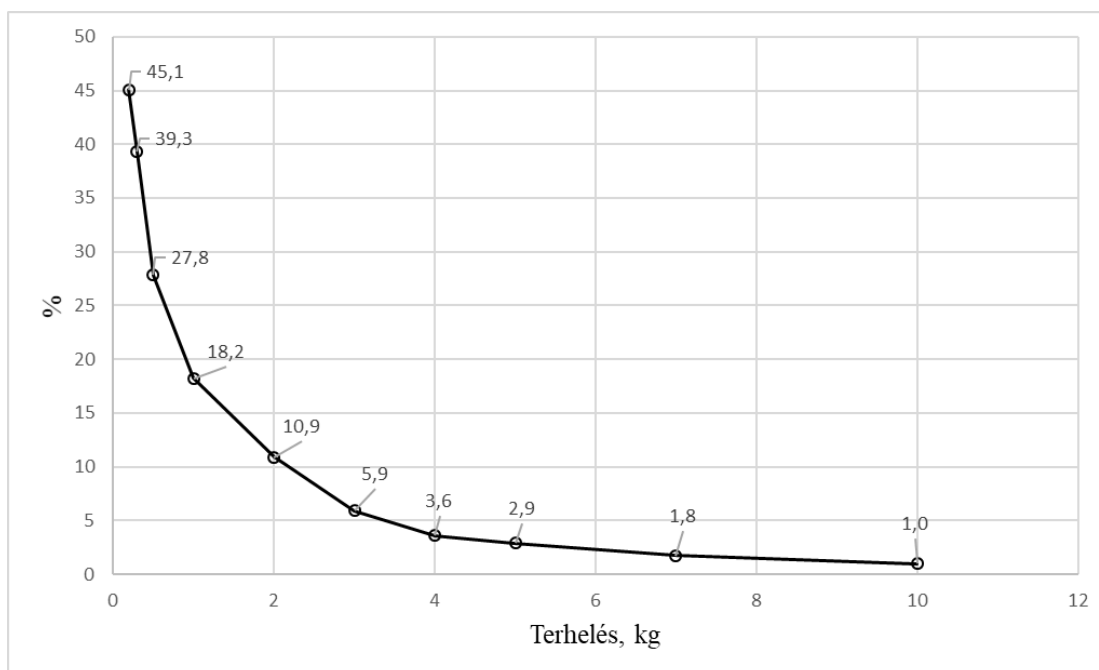


15. ábra

Keménység-terhelőerő diagram

Ahogy a 15. ábrán is látszik, a legkisebb terheléseknél mért keménység értékek nem közelítik meg a próbadarab keménységét, vagyis az eredetileg megadott 2300 HV értéket, ami a bevonatra vonatkozó érték. Ebből arra lehet következtetni, hogy a bevonat már 0,2 kg-os terhelésnél is elkezd átszakadni. A diagramról leolvasható továbbá, hogy az alapfém keménysége 700 HV körülire tehető, mivel a nagy terheléseknél a keménység értékek 700-hoz közelítenek. Ezt le is ellenőriztem úgy, hogy félbe vágtam a próbadarabot és megmértem az alapfém keménységét.

A következő diagramon (16. ábra) az látható, hogy a bevonat eredeti keménységéhez képest hány százalékát vette fel a próbadarab keménysége az adott terhelésen. Ebben az esetben a 100%-nak az 1500 HV felel meg, illetve a 0% 700 HV-t jelent. Ez egy előzetes elgondolás, ilyen kiértékelésnél sok szempontot kell figyelembe venni, a továbbiakban szeretnék ezzel is részletesebben foglalkozni.



16. ábra

Keménység-terhelőerő diagram százalékban kifejezve

5 ÖSSZEFOGLALÁS

A dolgozatban bemutatásra kerültek a különféle PVD bevonatolási eljárások, iparban betöltött szerepük, technológiai fejlődésük, előállításuk és összetételük szempontjából. Kifejtésre került a bevonatolás fontossága, mely lehetővé teszi, hogy a bevonatolt alapfém tulajdonságait megváltoztatni lehessen, így egy ellenállóbb anyagot létrehozva. PVD bevonatolási eljárás többféle lehet az előállítás szempontjából, ami a kívánt tulajdonságoktól, az alapfémtől és a bevonat összetételétől is függ.

Továbbá bemutatásra kerültek a bevonatolt alkatrészek anyagvizsgálati módszerei, többek között a keménységmérési technikák, a karc-teszt, illetve a Daimler-Benz teszt. Ezek a módszerek lehetővé teszik, hogy a bevonatolt alkatrészen kifejezni lehessen a bevonat és az alapfém közötti kapcsolat minőségét.

A dolgozat további fejezeteiben az alapkutatás kerül bemutatásra, mely során az egyéni vizsgálatok részletei olvashatók. A vizsgálathoz tartozik egy előzetes felületi érdesség mérés, ami azért szükséges, mert kis terhelés esetén a keménységmérés során a benyomódási mélység azonos, vagy kisebb lehet, mint a felületi érdesség, ilyen esetben pedig nem lehet valós mérési eredményekhez jutni. A vizsgálatban egy próbadarabról végeztem méréseket, ahol egy egyéni értékelési szempont szerint mutatom be az adott próbadarab alapfém és bevonata közötti kapcsolatot. A próbadarab kifejezetten erre a célra került legyártásra. A vizsgálat folyamán egy Vickers mikrokeménység-mérő eszközzel mértem a próbadarab keménységét, növekvő terhelések hatására.

A kiértékelés során kiderült, hogy a bevonat kis terhelés alatt is elkezd átszakadni, ezért a továbbiakban szeretném más bevonatokkal és alapanyagokkal is elvégezni a kísérletet, így bizonyítva az eredeti elméletet. Továbbá a dolgozatot szakdolgozatként szeretném folytatni és további két próbadarabon elvégezni a méréseket, melyeket már kézhez kaptam. A kiértékelésnél a felvett keménységek eredetihez való százalékos arányosítását is tovább szeretném folytatni.

6 FELHASZNÁLT IRODALOM

- [1.] Bagyinszki, G., & Bitay, E. (2009). Felületkezelés.
- [2.] <http://www.innopress.hu/index.php/technologiak/8-technologiak/10-pvd-vakuumplazma-bevonatok?fbclid=IwAR0dugMILaEnYn0703jyV-AxYFr3rejF3Tyfx7aEs0mz4ara-pkeGS6kBOk> (megnyitva 2022.02.05.)
- [3.] Gebauer, K. (2006). Performance, tolerance and cost of TiAl passenger car valves. *Intermetallics*, 14(4), 355-360.
- [4.] Fábíán, E. R., & Horváth, R. (2020). PVD-bevonatos forgácsolószerszámok adhéziós viselkedése.
- [5.] Ortner, H. M., Ettmayer, P., & Kolaska, H. (2014). The history of the technological progress of hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 44, 148-159.
- [6.] Lümke, A., Beutner, M., Morstein, M., Köchig, M., Cselle, M. W. T., & Karpuschewski, B. (2014, October). A New Generation of PVD Coatings for High-Performance Gear Hobbing. In *Preprint from A Coatings Conference, Thessaloniki, Greece*.
- [7.] Mattox, D. M. (2010). Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing. William Andrew.
- [8.] [http://mti.kvk.uni-obuda.hu/adat/tananyag/eltech/vekonyreteg-technologiak-\(MFA\).pdf](http://mti.kvk.uni-obuda.hu/adat/tananyag/eltech/vekonyreteg-technologiak-(MFA).pdf) (letöltve 2022.02.10.)
- [9.] Anyagok és technológiák I. online tananyag, Óbudai Egyetem BGK (Keménységmérés)
- [10.] Jawaid, M., Thariq, M., & Saba, N. (Eds.). (2018). Mechanical and physical testing of biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites. Woodhead Publishing.
- [11.] Aliofkhazraei, M. (2014). Anti-abrasive nanocoatings: Current and future applications. Elsevier.

- [12.] Rodríguez-Castro, G. A., Jiménez-Tinoco, L. F., Méndez-Méndez, J. V., Arzate-Vázquez, I., Meneses-Amador, A., Martínez-Gutiérrez, H., & Campos-Silva, I. (2015). Damage mechanisms in AISI 304 borided steel: scratch and daimler-benz adhesion tests. *Materials Research*, 18, 1346-1353.
- [13.] Vidakis, N., Antoniadis, A., & Bilalis, N. (2003). The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of materials processing technology*, 143, 481-485.
- [14.] Techniques Surfaces Magyarország Kft. leírása, Certess HM
- [15.] <https://hu.emilymetal.com/1-2344-h13-sk61-tool-steel-flat.html>
(online megnyitva 2022.03.20.)
- [16.] <https://www.olympus-ims.com/en/microscope/dsx/>
(online megnyitva 2022.04.05.)
- [17.] Géprajz, gépelemek, gépszerkezet I. online tananyag, Óbudai Egyetem BGK
(Felületi érdesség)
- [18.] https://perfor.hu/erdesseg_67 (online megnyitva 2022.04.05.)
- [19.] http://www.kemenysegmero.hu/Kem%C3%A9nys%C3%A9gm%C3%A9r%C3%A9s/Vickers_kem%C3%A9nys%C3%A9g.html (online megnyitva 2022.04.05.)