



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR
ANYAGTUDOMÁNY ÉS TECHNOLÓGIA TANSZÉK

TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA

OLÁH KLAUDIA

(GÉPÉSZMÉRNÖKI SZAK BSC, 3. FÉLÉV)

ELTÉRŐ NITRIDÁLÁSI TECHNOLÓGIÁK
ALKALMAZÁSA MELEGALAKÍTÓ
SZERSZÁMACÉLON

KONZULENS:

KORSÓS KRISZTIÁN

(DOKTORANDUSZ, ANYAGTUDOMÁNY ÉS TECHNOLÓGIA TANSZÉK)

BUDAPEST, 2023

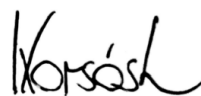
Szerzői jog © Oláh Klaudia, 2023.

NYILATKOZATOK

Elfogadási nyilatkozat

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

A beadás időpontja: 2023. 11. 05.



.....
konzulens

Nyilatkozat az önálló munkáról

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

Budapest, 2023. 11. 05.



.....
hallgató

Köszönetnyilvánítás

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

- Konzulensemnek, Korsós Krisztiánnak, aki rengeteg szakirodalommal és információval látott el a kutatómunka során, valamint kulcsfontosságú segítséget nyújtott a vizsgálati eredmények következetes kiértékelésében,
- Breznay Csabának, aki hasznos tanácsokkal látott el a vizsgálatok során, hozzájárulva kutatásom sikeréhez,
- Dr. Varbai Balázsnak, aki egy korábbi, meg nem valósult kutatás során járult hozzá a vizsgálatok sikeres elvégzéséhez,
- Dr. Kovács Dorinának, aki hasznos forrásokkal segítette irodalomkutatásomat,
- Dr. Szabó Péter Jánosnak, aki a kutatás kezdeti szakaszában koordinálta tevékenységeinket, segítve a témavezetőmmel való hatékony együttműködést,
- Molnár Enikőnek a dolgozat lektorálása során tett fogalmazásbeli észrevételeit és javaslatait.

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

Köszönet illeti Luczai Norbertet, a voestalpine High Performance Metals Hungary Kft., valamint Széll Attilát és Fazekas Pétert, a TS Magyarország Kft. munkatársait, akik a kutatáshoz szükséges felületkezelések megvalósításával járultak hozzá dolgozatom elkészítéséhez.

Összefoglaló

A nitridálás napjaink egyik legjelentősebb termokémiai felületkezelő eljárása. A nitridálási technológiák csoportosíthatóak a nitrogént leadó közeg halmazállapota szerint. Napjainkban főként három egymástól jelentősen eltérő eljárást alkalmaz az ipar: gáz-, sófürdős, valamint plazmanitridálási technológiákat.

Dolgozatom célja nyomásos alumíniumöntvények előállításánál alkalmazott melegalakító szerszámacél próbatesten végzett mérések alapján összehasonlítani a sófürdős, valamint plazmanitridálási eljárásokat.

A sófürdős nitridálást, mint a gáznitridálás alternatíváját fejlesztették ki. Rövidebb az eljárás kezelési ideje, valamint költséghatékonyabb elődjénél, nagy hátránya azonban, hogy a cianid tartalmú sófürdő rendkívül káros a környezetre. A plazmanitridálás kezelési ideje szintén jelentősen rövidebb, mint a gáznitridálás során, valamint környezetkímélőbb a sófürdős eljárás használatánál.

Kutatásom során a nitridálás két fő technológiai változatának, a sófürdős és plazmanitridáló eljárásnak melegalakító szerszámacélra gyakorolt hatását hasonlítom össze. A választott acél a BÖHLER W350 ISOBLOCK jelzésű melegalakító szerszámacélja, melyet az iparban széleskörben alkalmaznak nyomásos öntészetnél. A 20x20x5 mm geometriájú minták egy része a TS Hungary Kft. által sófürdős nitridálással lett kezelve, egy másik részét pedig a voestalpine HPM Hungary Kft. kezelte plazmanitridáló eljárással. Mindkét esetben 100 µm diffúziós réteg és 10 µm vastagságú vegyületi réteg kialakítása volt a cél.

A minták egy részét ezt követően olvadt alumínium közegben ciklikus hő és korróziós hatásoknak tettük ki, ezzel szimulálva a nyomásos öntészet során tapasztalható körülményeket. A különböző eljárásokat a keménységmérés értékei, a kialakult nitridált rétegmélységek és tribológiai szempontból a koptatási vizsgálat eredményei alapján hasonlítottuk össze.

Kulcsszavak: plazmanitridálás, sófürdős nitridálás, melegalakító szerszámacél

Summary

Nitriding is one of the most important thermomechanical surface treatment processes today. Nitriding technologies can be separated according to the state of the nitrogen providing medium. Today, the industry mainly uses three significantly different processes: gas, salt bath, and plasma nitriding technologies.

The purpose of my research is to compare the salt bath and plasma nitriding processes based on the measurements performed on hot forming tool steel specimens mainly used in high pressure die casting technologies.

Salt bath nitriding was developed as an alternative to gas nitriding. The treatment time of the procedure is shorter and more cost-efficient than its predecessor, but its major disadvantage is that the cyanide-containing salt bath is extremely harmful to the environment. The treatment time of plasma nitriding is also significantly shorter than during gas nitriding, and it is more environmentally friendly than using the salt bath process.

In my research, I compare the effect of the two main technological variants of nitriding on hot forming tool steel, the salt bath and plasma nitriding processes. The steel chosen for this research is BÖHLER Edelstahl W350 hot forming tool steel, which is widely used in the industry in pressure casting.

Three of the samples with 20x20x5 mm geometry were treated by TS Hungary Kft. by salt bath nitriding process, while another three specimens were treated by voestalpine HPM Hungary Kft. with plasma nitriding process. In both cases, the aim was to create a 100 µm diffusion layer and a 10 µm thick layer of compounds.

Some of the samples were then exposed to cyclic heat and corrosion effects in molten aluminium media, simulating the conditions experienced during pressure casting. The different technologies were compared based on hardness measurement tests, tribological abrasion tests, scanning electron microscopy and metallography.

Keywords: plasma nitride, salt bath nitride, hot forming tool steel

Tartalomjegyzék

Köszönetnyilvánítás	iii
Összefoglaló	iv
Summary	v
1. Bevezetés.....	1
2. Szakirodalmi összefoglaló.....	2
2.1 Felületkezelési eljárások	2
2.2 Nitridálás	2
2.3 A nitridált kéreg.....	2
2.4 A nitridálás technológiájának változatai	5
2.4.1 Gáznitridálás	6
2.4.2 Fluidágyas nitridálás	8
2.4.3 Pornitridálás	9
2.4.4 Sófürdős nitridálás.....	9
2.4.5 Plazmanitridálás	12
2.5 Plazmanitridálási technológiák változatai	12
2.5.1 Hagyományos plazmanitridálás (Direct Current Plasma Nitriding – DCPN).....	12
2.5.2 Aktív ernyős plazmanitridálás (Active Screen Plasma Nitriding – ASPN).....	14
2.6 Melegalakító szerszámacélok.....	15
3. Kísérleti terv	17
3.1 A minták felületkezelései	17
3.2 Ciklikus hő és korróziós kezelés	18
3.3 A vizsgálatok ismertetése	21
3.3.1 Mikrokeménységmérés	22
3.3.2 Fémmikroszkóppal végzett vizsgálat	22
3.3.3 Pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) végzett vizsgálat.....	23
3.3.4 Energiadiszerziós röntgenspektrometria (EDS)	23
3.3.5 Tribológiai vizsgálat.....	24
4. A vizsgálatok kiértékelése	25
4.1 A mikrokeménységmérés eredményei.....	25
A fémmikroszkóppal végzett vizsgálatok eredményei	28
4.2 A pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) végzett vizsgálat eredményei.....	29
4.3 Az energiadiszerziós röntgenspektrometria (EDS) eredményei	31
4.4 A koptatóvizsgálat eredményei.....	33
5. Eredmények összefoglalása.....	36
6. Irodalomjegyzék.....	38

1. Bevezetés

A nyomásos alumíniumöntvények nagy szerepet játszanak az autóiparban, különösképp a könnyű súlyú alkatrészek gyártásában. Az alumínium egy könnyű, de jó mechanikai tulajdonságokkal rendelkező anyag, mely lehetővé teszi a gépjárművek súlycsökkentését szilárdsági tulajdonságainak romlása nélkül, továbbá csökkentik a járműgyártás karbonlábnyomát. Az ilyen alkatrészek gyártásában az öntőszerszámok kiemelkedően fontos szerepet játszanak, melyeknek nagy ellenállóságot kell mutatniuk a nagy hőmérsékleten történő alkalmazások során mind mechanikai, mind korróziós szempontból, ezáltal alkalmasak legyenek az alumínium öntéséhez. Az iparban erre a célra megalakító szerszámacélt alkalmaznak, melyek az alumínium olvadáspontjának hőmérsékletén is megőrzik hőállóságukat. Karbid vegyületeiknek köszönhetően magas hőmérsékleten is nagy a keménységük és szilárdságuk. Az öntőszerszám felületkezelése elengedhetetlen a hosszú élettartamú működéséhez, hozzájárulva minőségük hosszútávú megőrzéséhez és a gyártási folyamat hatékonyságához.

A szerszámok felületkezelésének egy elterjedt és hatékony eljárás módja a nitridálás. A nitridálás egy olyan termokémiai felületkezelő eljárás, mely során a nitrogént a kezelendő munkadarab felületébe diffundáltatva egy kemény, kopásálló réteg hozható létre, miközben a mag szívós marad. Megemlítendő ugyancsak, hogy a megfelelően kialakított nitridált réteg nagymértékben javíthatja az anyag kémiai hatásokkal szemben mutatott ellenállását és tribológiai tulajdonságait is. Az iparban a nitridálásnak három technológiai változata terjedt el: a gáznitridálás, a sófürdős, valamint a plazmanitridálás. Minden változatnak megvan a maga előnye és hátránya, így eltérő alkalmazásokban használják őket, az adott felhasználási terület speciális igényeinek megfelelően. Az említett technológiák közül a gáznitridálás igényli a legkisebb beruházási költségeket, a sófürdős nitridálási eljárás során a legrövidebb a kezelési idő, a plazmanitridálás pedig irányíthatósági szempontból bizonyul megfelelő választásnak.

2. Szakirodalmi összefoglaló

2.1 Felületkezelési eljárások

Az alkatrészek élettartamát elsődlegesen annak felülete határozza meg, ezért fontos, hogy ellenálljon bizonyos mechanikai és korróziós hatásoknak. A kívánt tulajdonságokat gyakran hőkezeléssel és ötvözéssel érik el az acélok esetében. A felületkezelő eljárások különböző szempontok alapján csoportosíthatók. Csoportosíthatunk aszerint, hogy magát a felületi réteget módosítjuk-e, vagy pedig új, az alapanyagtól eltérő minőségű réteget viszünk-e fel a munkadarab felületére. Ezen kívül az eljárások csoportosíthatók aszerint is, hogy az anyag legfelső rétegének kémiai összetételét módosítjuk ötvözéssel vagy pedig csak a felület anyagi szerkezetét változtatjuk. A gyakorlatban elterjedt a felületmódosító eljárások kombinációjának, a duplex felületkezelési eljárások alkalmazása. Ezek két vagy több egymást követő felületmódosító eljárás kombinációjával hoznak létre összetett tulajdonságú kompozitokat a munkadarab felületén, melynek kialakítására önmagában egy korábbi eljárás sem képes. (Kocsisné Dr. Baán et al., 2013)

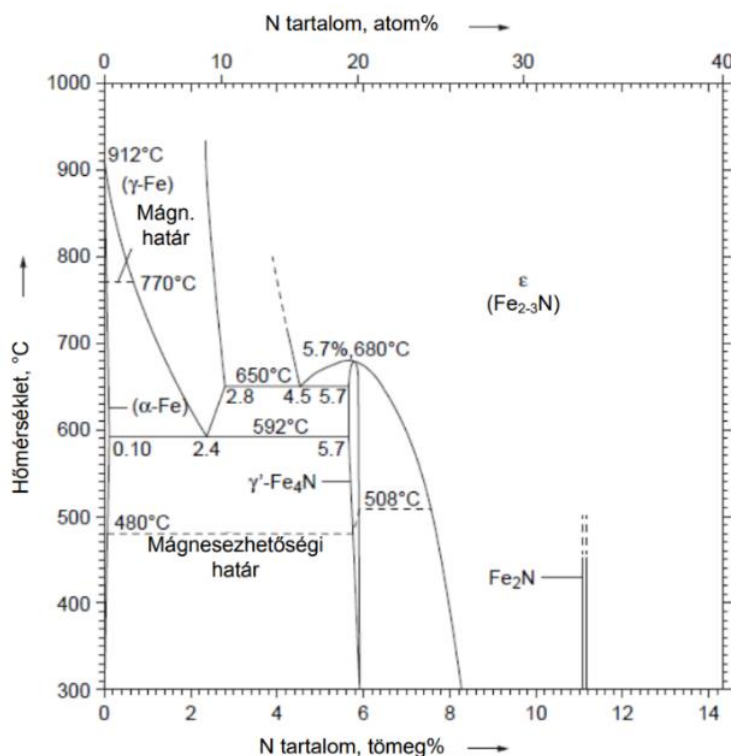
2.2 Nitridálás

A nitridálás a termokémiai felületkezelési eljárások közé tartozik, mely során a nitrogénnek a felületbe diffundáltatásával változtatják meg az alapanyag kémiai összetételét, ezáltal egy kemény, kopásálló réteg hozható létre. A nitrogén diffúziója 315 és 550 °C között játszódik le, így a nitridálás hőmérsékletén nem megy végbe allotróp átalakulás, az anyag megtartja a hőkezeléssel beállított szövetszerkezetét. A nitridálás ennek következtében minimális torzulással, alakváltozással jár, mivel nem történik ausztenítés vagy utólagos edzés. (Bulla, 2012)

A nitridálás a nitrogén és vas közötti erős kölcsönhatáson alapszik, különösen emelt hőmérsékleten. Kellően nagy hőmérsékleten a vasatomok termikus rezgőmozgása fokozódik, a nitrogénatom átmérője pedig elég kicsi ahhoz, hogy a vas kristályrácsába diffundáljon. (Cserjésné et al., 2015) A nitrogén az acél szilárd oldataiban interstíciósan oldódik, majd az alapanyag atomjaival nitrideket képezve jelentősen megnöveli a felületi keménységet, miközben az acél magja megőrzi szívósságát. (Bulla, 2012)

2.3 A nitridált kéreg

A nitridálás elvének ismertetéséhez szükséges kitérni a vas-nitrogén kétalkotós metastabil állapotábrára (1. ábra), amely az egyes nitrogén tartalmú fázisok koncentráció határértékeit és hőmérsékleti tartományait szemlélteti.



1. ábra Az Fe-N állapotábra (Cserjésné et al., 2015)

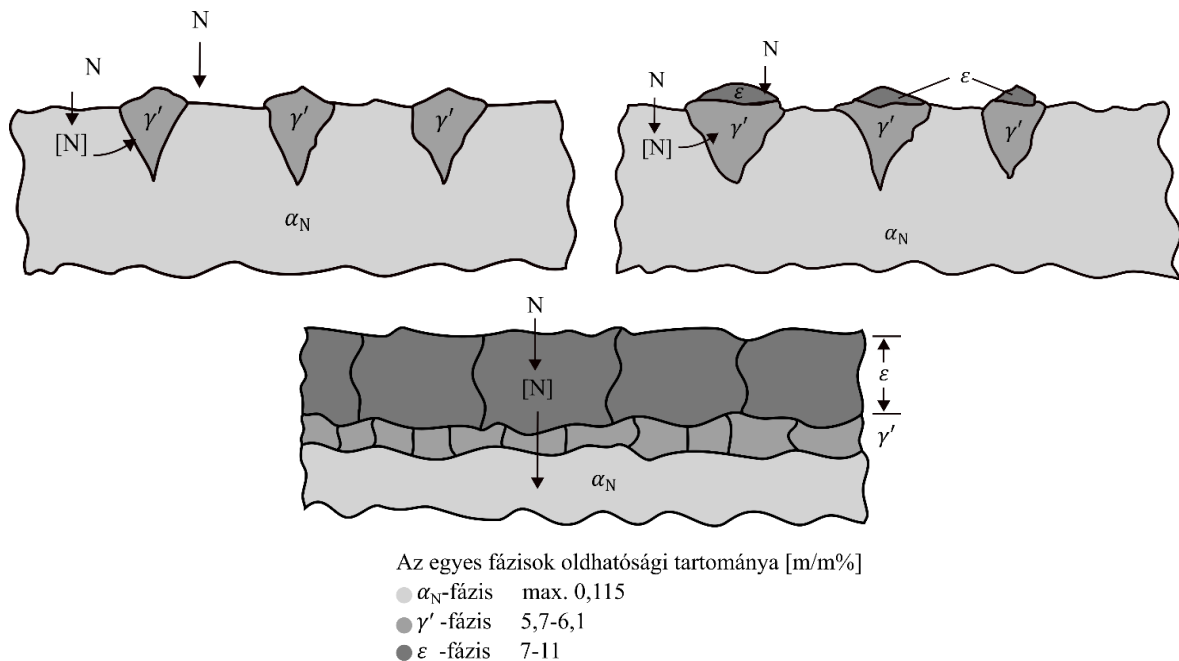
Az állapotábrán feltüntetett fázisok (Bulla, 2012; Cserjésné et al., 2015):

- α -fázis (nitroferrit): interstíciós, térközepes köbös rácsú szilárd oldat, amelyben a nitrogén atom az α -vas oktaéderes hézagjait foglalja el. A nitroferritben a nitrogén oldhatósága nagyon kicsi, ezáltal olyan kis belső feszültséget kelt, hogy röntgendiffrakcióval sem mutatható ki.
- γ -fázis (nitroausztenit): felületen középpontos köbös rácsú szilárd oldat, melyben a nitrogén atom a γ -vas oktaéderes hézagjait foglalja el. Egyensúlyi hűtéskor eutektoidosan α + γ' fázisokra, braunitra bomlik, gyors hűtés során α' nitromartenzitté alakul át, amely egy nitrogénben túltelített, térközepes tetragonális rácsú szilárd oldat. Megeresztése során először α'' -fázis, Fe₁₆N₂ metastabil nitrid, majd γ' -fázis Fe₄N nitrid válik ki.
- γ' -fázis: Fe₄N összetételű, rendezett rácsú szilárd oldat, melyben a nitrogén atom a felületen középpontos rács oktaéderes hézagjait tölti ki.
- ϵ -fázis: Fe₂₋₃N összetételű, rendezett rácsú szilárd oldat, rácsszerkezete a legsűrűbb illeszkedésű hexagonális rács. A nitrogén atom a grafit típusú rács oktaéderes hézagjait tölti ki.
- ζ -fázis: Fe₂N, rombos kristályszerkezetű fázis. A nitridálás során nem jelentős.

Fázis jele	Neve/ jelölése	Rácsa	Típusa	Nitrogén helye	Nitrogén oldhatósági tartomány		Nitrogén oldhatóság 20 °C-on, tömeg%
					T, °C	tömeg%	
α	nitro-ferrit	térközepes köbös	szilárd oldat	oktaéderez hézag	590	0-0,115	0 - 0,004
γ	nitro-ausztenit	lapközepes köbös	szilárd oldat	oktaéderez hézag	650	2,8	-
γ'	Fe_4N	lapközepes köbös	rendezett rácsú szilárd oldat	térközépen	590	5,7-6,1	5,7-5,75
ε	$\text{Fe}_{2,3}\text{N}$	tömött hexagonális	rendezett rácsú szilárd oldat	oktaéderez hézag	590	7-11	8,1-11,07
ζ	Fe_2N	ortorombos	szilárd oldat	oktaéderez hézag	20	11,07-11,8	11,07-11,8

1. táblázat Az Fe-N rendszer fázisi és jellemzőik (Szilágyiné, 2017)

Ferrites acél nitridálása során az alkatrész határfelületén vékony rétegben megkezdődik a ferrit fázis telítődése nitrogénnel nézve. A nagy lokális nitrogén-koncentráció következtében megindul a nitrogén diffúziója a mag felé. Az α -szilárd oldatból a telítettség határát elérve további nitrogént felvéve túltelítetté válik, melynek következtében γ' -fázis csírák válnak ki a termodinamikailag kedvezőbb helyeken, például a szemcsehatárok, diszlokációk mentén. Mivel túltelítettség kezdetben a felületi kéregben van, a γ' -fázis itt összefüggő felületi réteget alkot. Az γ' -fázis telítettségét elérve jelennek meg az ε -fázis csírái. Így a nitridálás hőmérsékletén egy többrétegű, α - α_N - γ' - ε fázisokból álló egyensúlyi réteg alakul ki. (Cserjésné et al., 2015)



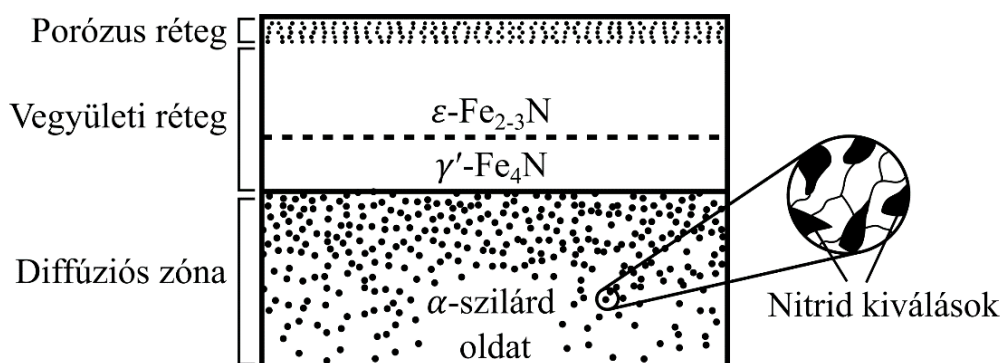
2. ábra A nitridált kéreg kialakulása: a γ' fázis kialakulása a α_N fázis telítődésekor, majd az ε fázis kialakulása a γ' fázis telítődésekor, végül a teljes nitridált réteg kialakulása

A nitridált réteg jellegzetesen két, egymástól elkülöníthető részből áll:

- közvetlenül a felületen képződő, nagy nitrogén tartalmú vegyületi rétegből;
- és az alatta elhelyezkedő diffúziós zónából, amely nitroferritből, valamint a vas és egyéb ötvöző elemek nitridjeiből áll.

A vegyületi réteg a nitridálás körülményeitől függően állhat egyfázisú γ' vagy ε , vagy pedig kétfázisú $\varepsilon + \gamma'$ rétegekből. A zóna legfőbb jellemzői a keménység és kopásállóság, valamint a korrózióállóság is ennek a rétegnek köszönhető. A főként γ' -fázisból álló vegyületi réteg nagy keménységű, ütőmunkája azonban kicsi, a felület rideg. Az ε -fázis megjelenésével az ütésállóság növelhető. A vegyületi zóna kialakulása azonban nem minden esetben kívánatos a porozitásra való hajlama miatt, bár esetenként maga a porozitás is előnyös tulajdonság. (Cserjésné et al., 2015)

A diffúziós zóna tulajdonságait elsősorban a vas- és az egyes ötvözőelemek nitridjei határozzák meg, a szilárd oldatba diffundált nitrogén hatása közel elenyésző. A térben középpontos köbös rácsú α -szilárd oldathoz a nitridálás során képződő felületen középpontos köbös rácsú ötvöző nitridek koherensen kapcsolódnak. A nitridek mennyiségét a nitridálása hőmérséklete, valamint az acél nitridképzésre hajlamos ötvöző tartalma befolyásolja. A réteg keménysége annál nagyobb, minél finomabbak a nitrid kiválások. Az általuk okozott nyomófeszültség a felület kifáradási határát növeli. (Cserjésné et al., 2015)



3. ábra A nitridálás során kialakult rétegszerkezet

2.4 A nitridálás technológiájának változatai

A nitridálás széles hőmérsékleti tartományokon belül, különböző összetételű és halmazállapotú közegekben végezhető. A gyakorlatban három fő technológiai változat terjedt el: gáznitridálás, sófürdős- és plazmanitridálás. Minden változatnak megvan a maga előnye és hátránya, így eltérő alkalmazásokban használják őket, az adott felhasználási terület speciális igényeinek

megfelelően. Az említett technológiák közül a gáznitridálás igényli a legkisebb beruházási költségeket, a sófürdős nitridálási eljárás során a legrövidebb a kezelési idő, a plazmanitridálás pedig irányíthatósági szempontból bizonyul megfelelő választásnak.

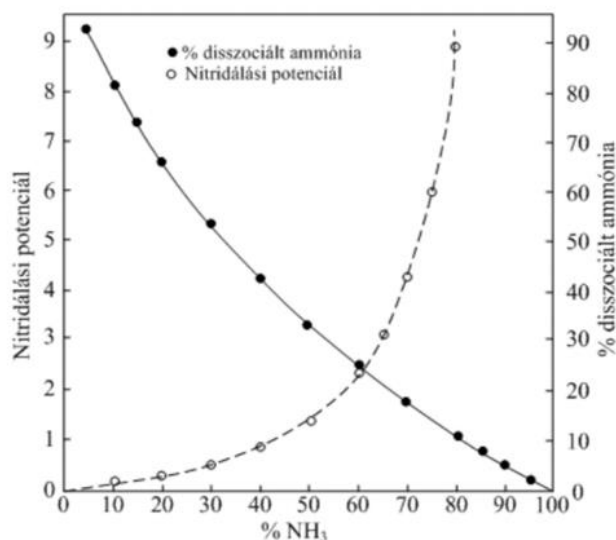
2.4.1 Gáznitridálás

A legelterjedtebben alkalmazott nitridálási technológiának napjainkban is az ammónia közegű gáznitridálás számít. Az eljárást jellemzően egy előoxidációs lépéssel kezdik, melynek következtében egy olyan vékony vas-oxid réteg keletkezik a felületen, ami a nitridálás során elősegíti a nitrogén felvételt. Ez a folyamat 30-45 percet vesz igénybe. A nitridáló közeg beadagolása, és a kemence további hevítése előtt szükséges a maradék oxigén eltávolítása, hogy megelőzzék a gázok alkotta robbanóelegy kialakulását. (Davis, 2002) Amikor a kemence eléri az 500-550°C-ot, megkezdődhet a nitridálás. A folyamat során az ammónia gáz a forró alkatrészekkel való érintkezéskor termodinamikailag instabil állapotba kerül, melynek következtében nitrogén és hidrogén gázra bomlik. (Mittemeijer, 2015)



A bomlás során képződő atomos nitrogén megköt a felületen, majd az alapanyagba diffundálva kötést létesít a vassal és egyes ötvöző elemekkel, nitrideket alkotva. A nitridálás során a szükséges aktív nitrogén biztosítása érdekében állandó gázáramoltatást kell fenntartani a nitridálandó darab felületén, mivel az ammónia disszociációjából származó nitrogén rövid időn belül rekombinálódik molekuláris gázzá. (Bulla, 2012)

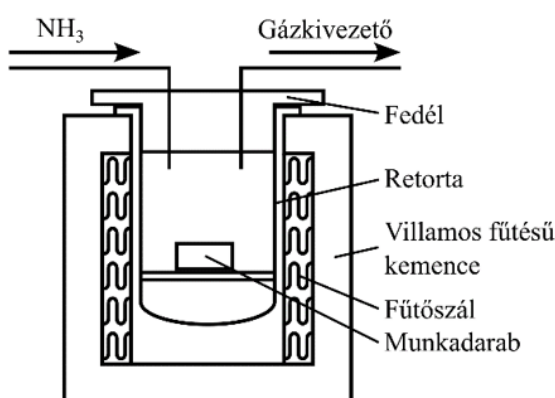
A nitridálási potenciál, ezáltal a nitrogénfelvétel annál nagyobb, minél kisebb az ammónia disszociációs foka, ahogyan ezt az ábra is mutatja (4. ábra), így annak értékét a folyamat során 20-30% között tartják. (Mile, 2014; Cserjésné, 2015)



4. ábra A disszociációs fok és a nitridálási potenciál kapcsolata (Cserjésné et al., 2015)

Az ammónia elbomlási fokát disszociométerrel mérik, míg távozó gázkeverék ammóniatartalmát vízben való elnyeletéssel, mely alapján meghatározható a bomlás mértéke. (Cserjésné et al., 2015)

A nitridálás végén megkezdődik a hűtés folyamata. 450-550°C-ot elérve az alkatrész opcionálisan utóoxidálható, amennyiben az hozzájárul a kívánt tulajdonságok kialakításához. Ezt követően gyors hűtést alkalmaznak nitrogén védőgáz vagy olaj közegben. Olajhűtést felületi edzés, valamint a nem kívánatos kiválások elkerülésének érdekében alkalmaznak, a nitrogéngáz a felület elszíneződését akadályozza meg a hűtés során. (Davis, 2002)



5. ábra Gáznitridáló berendezés vázlatja

Gáznitridálás során alkalmazható egy- illetve kétlépcsős eljárás is. Egylépcsős gáznitridálás során a folyamat 495-525°C-on megy végbe, 15-30%-os disszociációs fokkal. Ennek

következtében egy törékeny, nitrogénben gazdag réteg, a vegyületi zóna alakul ki, ami sok esetben nem kívánatos. A vegyületi zóna rétegmélységének csökkentésére, vagy akár kialakulásának megakadályozására lett kifejlesztve a kétlépcsős, más néven a Floe eljárás.

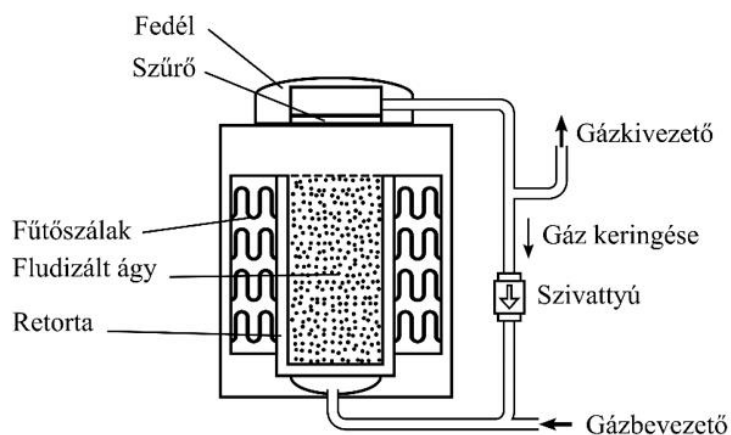
A technológia első lépése az egylépcsős változatnak feleltethető meg, mindössze a kezelési idő rövidebb. A második lépést szintén végezhetik 495-525°C közötti tartományban, vagy akár 550-565°C-os nitridálási hőmérsékletet is alkalmazhatnak. Mindkét esetben 65-80% körül tartják az ammónia disszociáció fokát. Ahogy az a 4. ábrán is látható, a megnövekedett disszociációs fok hatására a nitrogén felvétel mértéke, a kisebb nitrogéntartalom következtében pedig a vegyületi réteg vastagsága is lecsökken. (Davis, 2002; Mile 2014)

2.4.2 Fluidágyas nitridálás

A fluidfűrdős eljárás során kisméretű szemcséket (főként alumínium-oxidot) lebegtetnek gázárammal, így bár a kemenceteret ammónia- és nitrogéngáz keveréke alkotja, a közvetítő közeg folyadékként viselkedik. (Pye, 2003)

A fluidágyas nitridálás technológiáját tekintve a gáznitridáláshoz hasonló, hőátadás szempontjából pedig a sófűrdős nitridálásra hasonlít. Az eljárás során rendkívül fontos a gázáram helyes megválasztása, mivel a nagy áramlási sebesség hatására a finom eloszlású szemcsék eltávozhatnak a fluidizált ágyból. (Cserjésné, 2015)

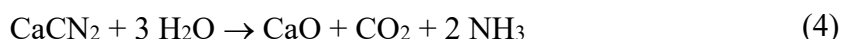
A fűtőberendezés által leadott hőt az alumínium-oxid részecskék veszik fel, majd közvetítik a munkadarab felé, ez biztosítja a megfelelő kezelési hőmérsékletet. Munkadarab váltás során a fluidizált részecskék a hőt megtartják, a folyamat gazdaságos és termelékeny. A technológia hátránya azonban a nagy gázfogyasztás.



6. ábra Fluidfűrdős berendezés vázlata

2.4.3 Pornitridálás

Olyan üzemekben, ahol nem áll rendelkezésre nitridáló berendezés, egyszerűbb nitridálási feladatok pornitridálással is megoldhatók, elsősorban kis darabszám vagy egyedi gyártás esetén. A munkadarabot úgy helyezik a nitridáló por tartalmú acéldobozba, hogy a nitridálandó felületet a por egyenletesen vegye körül. A dobozt ezt követően légmentesen lezárják. Az acéldobozt kemencébe helyezik, majd a nitridálás hőmérsékletére hevítik. Az előírt hőtartási folyamatot követően a dobozt levegőn hagyva hűtik szobahőmérsékletig. Az eljáráshoz alkalmazott por nitridálás szempontjából fontos összetevője a műtrágyaként is ismert mésznitrogén, más néven kalcium-ciánamid. A por ezen kívül egyéb adalékanyagokat is tartalmaz, többek között ferromangánt, szilíciumkarbidot és karbamidot. A nitridálás a kalcium-ciánamidból keletkező ammóniában történik. Az ammónia keletkezésének egyenlete:



A reakcióban szereplő vizet a nátriumkarbonát kristályvize biztosítja. Az ammónia a nitridálás hőmérsékletén disszociál, a nitridálási folyamat a gáznitridáláshoz hasonlóan megy végbe.

2.4.4 Sófürdős nitridálás

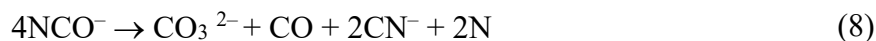
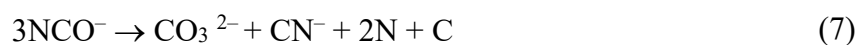
A sófürdős nitridálást, mint a gáznitridálás alternatíváját fejlesztették ki. Hasonló elven alapszik, mint a fentebb részletezett eljárás, a nitrogént közvetítő közeget azonban sófürdő formájában biztosítják. Hőközlés során a só megolvad, nitrogént szabadítva fel, amely az anyagba diffundál. Fontos előnye a gázközegű nitridálással szemben, hogy egységes szerkezetű réteg hozható vele létre, nagy rétegmélység elérésére azonban nem alkalmas. (Pye, 2003; Davis, 2002)

Egy hagyományos sófürdő alapvetően alkálifém sókat, nátrium és kálium cianidot, cianátot tartalmaz. (Davis, 2002) A nitridálásban meghatározó szerepe a cianátoknak van. A sófürdő cianát tartalmát átlagosan 25 tömegszázalék körül tartják. A kívánt összetétel biztosítása érdekében a fürdőt üzembe helyezés előtt öregítik. A folyamat során a sóolvadékokat 565 és 595°C között hőn tartják legalább 12 órán keresztül. Ennek következtében a levegő oxigén tartalma cianáttá oxidálja a cianidot a következő egyenlet szerint. (Mittemeijer, 2015)



A nitridálandó munkadarabot a kezelés előtt alaposan meg kell tisztítani az esetleges felületi oxidrétegtől. A nedvességtartalom eltávolítása érdekében előmelegítés szükséges, nagyjából 350°C-on. Az előmelegített alkatrészt a fürdőbe helyezve megkezdődik a nitridálási folyamat,

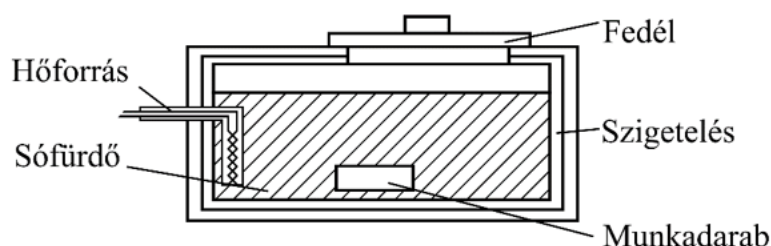
amely általában 580°C-on, fél órától 4 óráig terjedően megy végbe. A cianát katalitikus reakcióba lép a kezelendő felülettel alkáli-karbonátokat képezve.



A reakció során naszcensz nitrogén szabadul fel, amely a gáznitridáláshoz hasonló módon az alapanyagba diffundál. (Mittemeijer, 2015)

Ezt követően az alkatrész oxidáló hatású nitrát-nitrit fürdőben opcionálisan utóoxidálható. A folyamat 370°C körül, nagyjából 15 percig tart.

Az alkatrész gyors hűtését vízben, nitrogén gázban vagy vákuumban végzik, majd tisztítás céljából további fürdőkbe merítik. Az esetleges sómaradványokat, valamint a kialakult porózus réteget polírozással távolítják el. Végül oxidáló közegben egy másodlagos utóoxidációt is végeznek a munkadarabon. (Mittemeijer, 2015)



7. ábra Sófürdős kemence vázlata

Az eljárás alkalmazható szakaszos üzem mellett, azonban az öregítés okozta hosszadalmas előkészítési idő miatt folyamatos üzemben alkalmazva gazdaságos. A sófürdő folyamatos karbantartást igényel a folyamat reprodukálhatósága érdekében. A technológia előnyei közé sorolható a gáznitridáláshoz képest jelentősen rövidebb kezelési idő, a jó hatásfokú energia-kihasználás, valamint a homogén, nagy keménységű réteg kialakulása. Az eljárásnak azonban számos hátránya létezik, különösképp környezetvédelmi szempontokból: a sófürdő cianid tartalma rendkívül mérgező.

A cianidok erősen mérgező vegyületek, a vasat tartalmazó enzimekhez kötődve akadályozzák a sejtek oxigén felvételét, már kis mennyiségben is súlyos egészségügyi problémákat okozhatnak. Környezetvédelmi szempontokból és a cianidtartalmú szennyvizek méregtelenítésének megnövekedett költségének hatására az ipari gyakorlatban elterjedt az

alacsony cianidtartalmú sófürdők alkalmazása. Az aktív nitridáló komponensek továbbra is a cianátok maradtak. A cianidtartalom csökkentése jelentősen magasabb cianát koncentrációt tesz lehetővé a sófürdőkben, mely a nitridálási potenciál növekedését eredményezi. Az alacsony cianidtartalmú sófürdők oxidáló hatásúak. A sófürdő főbb komponensei alkálifém sók, nátrium- és kálium-karbonátok és kevés, 2-3% alkáli-cianid. A nitridálás során az alkáli-cianátok nitrogént és kARBONT juttatnak az acél felszínébe. (ASM, 2013) Célszerű a sóolvadékhoz nem mérgező regenerátort adni, melynek hatására az aktív nitridáló komponens ismét a sóolvadékban képződik közvetlenül, ezáltal a fürdő aktivitását szűk határok közt képes tartani. (Cserjésné et al., 2015)

A hagyományos eljárás toxikus reagenseinek elkerülése érdekében a sófürdőt kálium-nitráttal helyettesítik. Ekkor a nitrogént biztosító közeg a KNO_3 500°C feletti bomlása során keletkező NO és NO_2 . Kálium-nitráton kívül alkalmazható még nátrium-nitrit (NaNO_2) és nátrium-nitrát (NaNO_3), melyek hasonló módon bomlanak magas hőmérsékleten. (Bonow et al., 2019)

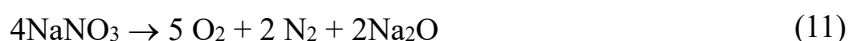
A NaNO_2 bomlási folyamata



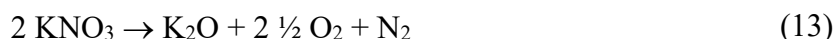
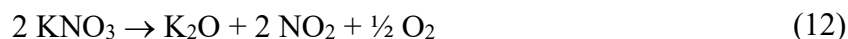
Oxigén jelenlétében a NaNO_2 hasonló hőmérsékleten oxidálódhat



500°C fölött a bomlás



Hasonlóan a KNO_3 bomlása



Mindkét só bomlási termékeként N és O keletkezik, cianátok azonban nincsenek jelen a reakció során. (Bonow et al., 2019)

Az eljárás hátránya azonban a szabad oxigén jelenléte, ami a felület oxidációját okozza. Az oxidáció nem csak anyagvesztéset jelent, hanem a nitridálás eredményességét is

csökkentheti, mivel a felületi oxidréteg gátolja a nitrogénfelvételt. Az oxidáció elkerülése végett NaCl és KCl sókat adnak a fürdőhöz. A kloridok elősegítik a felület tisztítását az oxidréteg megbontásával, ezáltal utat adva a nitrogén diffúziójának. (Bonow et al., 2021)

A nem mérgező közegben végzett sófürdős nitridálási vizsgálatok során bebizonyosodott, hogy ezen eljárásváltozat során is megfelelő eredmények érhetőek el, a hagyományos technológiával összevetve. (Bonow et al., 2021)

2.4.5 Plazmanitridálás

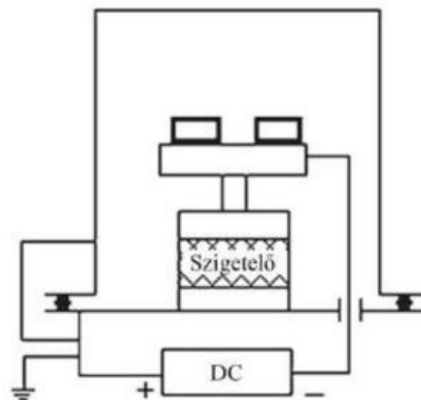
Az elektronika rohamos fejlődésének köszönhetően, a mikroprocesszorok megjelenésével lehetővé vált a folyamat szabályozása, így a nitridált réteg mikroszerkezetének pontosabb módosítása. A plazmanitridálást a hagyományos gáznitridálás alternatívájaként vezették be. A korábban ismert gáznitridálással szembeni előnye, hogy a kezelési idő jelentősen rövidebb, valamint környezetkímélőbb a sófürdős eljárás használatánál. (Bulla, 2012; Kovács 2019)

2.5 Plazmanitridálási technológiák változatai

A plazmanitridálásnak több eljárásváltozata is ismert: hagyományos plazmanitridálás során az elektromos kisülés a munkadarab felületén jelentkezik, míg az aktív ernyős változat során egy ernyő játssza a katód szerepét, így nincs feszültségre kapcsolva a munkadarab, a kisülés nem azon történik.

2.5.1 Hagományos plazmanitridálás (Direct Current Plasma Nitriding – DCPN)

Egy tipikus berendezés vákuumkamrából, energiaforrásból, szabályozó és vezérlő egységből, valamint vákuumrendszerből áll. Egy ilyen berendezés elrendezésének vázlata látható az alábbi ábrán.



8. ábra A plazmanitridálás elrendezésének vázlata (Zhao et al., 2006)

Az eljárás során egy kis nyomáson tartott, nitrogén és hidrogén gáz elegyét tartalmazó közegbe helyezük az alkatrészt. A munkadarabot negatív túlfeszültségre kapcsolva katódként, a tartály falát pozitív túlfeszültséggel anódként alkalmazzuk. A kialakuló potenciálkülönbség erős elektromos mezőt hoz létre, amely ionizálja a gázközeget. Az így létrejött pozitív töltésű N^+ -ionok a negatív töltésű munkadarabot bombázzák, ezt a jelenséget nevezzük porlasztásnak. Ennek következtében nem csak tisztítják az alkatrészt, hanem jelentősen hevítik is, így az eljárás során nem szükséges külön hőforrást alkalmazni. A nitrogén-ion a felülettel kötést kialakítva vas-nitrideket alkot. A felülettel való kis energiájú ütközéskor egy másik lehetséges reakció, hogy az ionizált gázcseppképek elektronjai gerjesztett állapotba kerüljenek. Ezek fénykibocsátással kerülnek vissza atomos állapotba, ez okozza az eljárásra jellemző fényjelenséget, amelyet plazma köpenynek is szokás nevezni. (Korsós, 2021; Kovács, 2019) Az eljárás akkor megfelelő, ha a kialakult plazma felhő színe lila. A rózsaszín köpeny nagy hidrogén-, a kékes szín nagy nitrogén koncentrációra utal. Ha a nitridálás során fehéres réteg keletkezik, lokális túlhevülés történt a munkadarabon, ami a túl nagy áramsűrűség következménye. (Cserjésné et al., 2015)

Az eljárásnak számos előnye van a korábban ismertetett technológiákkal szemben. A nitridálás paraméterei könnyedén változtathatóak, a folyamat szabályozható, ezáltal adott a lehetőség a nitridált kéreg mikroszerkezetének módosítására a kívánt tulajdonságok elérésének érdekében. (Bulla, 2012) A hagyományos gáznitridálással szemben egyik fő előnye, hogy a gázösszetétel módosításával könnyedén szabályozható a vegyületi réteg összetétele és mélysége. További előnye, hogy a munkadarab meglehetősen kis méretváltozást szenved a kezelés során, mivel az ionokkal való bombázás során elporlasztott anyag kompenzálja a nitridálás során bekövetkező térfogatbeli növekedést. (Cserjésné, 2015).

A plazmanitridálás során azonban számos nehézség is felmerülhet:

- Üregkátód hatás: Az úgynevezett üregkátód hatás bonyolult geometriájú alkatrészek nitridálása során lép fel, amikor a gázmozgás nem tudja lekövetni a munkadarab alakját. Amennyiben a katódosítás tartományának mérete eléri a katódok közti távolság méretét, a gáz túlionizálódik a furaton belül, helyi túlhevülés lép fel.
- Élhatás/sarokhatás: A munkadarab geometriája mentén nem állandó az elektromos térerősség, külső él mentén erősebb, belső élknél gyengébb, mely nagyban befolyásolja a nitridált réteg vastagságát és tulajdonságait, így a kialakuló felületi réteg nem lesz homogén. További problémát jelent, hogy az

élek, sarkok mentén a nitrogén több irányból diffundálhat az anyagba. A nitrogénben való túltelítettség hatására a szemcsehatárok mentén nitridhálózatok alakulnak ki, melyek elridegítik ezeket a területeket. Ez a hatás gyakran fehér elszíneződésként jelenik meg az alkatrész felületén.

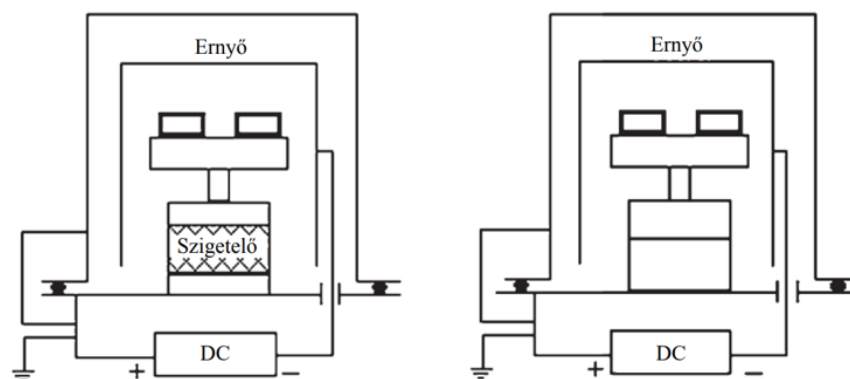
- Ívképződés: A jelenség oka többnyire az acél felületén megtapadt szerves szennyezők és az anyag belsejében lévő esetleges nemfémes zárványok. Ezek helyi túlhevüléshez vezethetnek, melynek következtében az anyag megolvadhat, ez költséges utómunkálatokat, esetenként selejtezést is eredményezhet.
- Hőmérséklet-szabályozási problémák: Plazmanitridálás során elsősorban a plazma biztosítja a kezeléshez szükséges hőmérsékletet, így az közvetlenül nem szabályozható. Bonyolultabb alakzatok esetén nem lehetséges állandó hőmérséklet-eloszlást biztosítani a munkadarab minden pontján.

2.5.2 Aktív ernyős plazmanitridálás (Active Screen Plasma Nitriding – ASPN)

A fentebb ismertetett nehézségek a hagyományos plazmanitridálás velejáráói. Ezek elkerülése érdekében fejlesztették ki az aktív ernyős plazmanitridálást, ahol a katód szerepét egy úgynevezett ernyő tölti be, melyre feszültséget kapcsolva az elektromos kisülés nem az alkatrészen jelentkezik. Elrendezés szempontjából az aktív ernyős plazmanitridálásnak két változata is létezik:

Az elektromos kisülés létrejöhet a kemence fala és az ernyő között, ilyenkor a munkadarab ún. „lebegő potenciálon” van.

A munkadarabra egy másodlagos, ún. BIAS (ASBPN – Active Screen Biased Plasma Nitriding - aktív ernyős, előfeszítéses plazmanitridálás) feszültséget kapcsolva az ernyőn és a munkadarabon is képződik plazma, ezáltal biztosított a gyorsabb hevülés, valamint a kezelés hatékonysága is növelhető. (Kovács, 2019) (9. ábra)



9. ábra Az aktív ernyős plazmanitridálás változatai (Zhao et al., 2006)

A különböző eljárásokat áttekintve megállapítható, hogy minden technológiának megvannak a saját előnyei és hátrányai egyaránt. A megfelelő technológia megválasztásában fontos szerepet játszik az elérni kívánt felületi minőség, a gazdaságosság, a gyártási volumen, a környezetvédelmi szempont, valamint a rendelkezésre álló berendezések.

Az alábbi táblázat szemlélteti a különböző nitridálási technológiák főbb jellemzőit. A berendezések típusai, az alkalmazott közeg, a hőmérsékleti paraméterek és kezelési időszükséglet alapján jól láthatóak a technológiák közötti különbségek és hasonlóságok.

Eljárás	Berendezés	Közeg	Hőmérséklet (°C)	Időtartam (h)
Gáznitridálás	Zárt kemence	Ammónia	510-570	10-90
Fluidizált ágy	Fluidfürdős kemence	Ammónia	510-570	0,1-90
Pornitridálás	Kemence + dobozok	Mész-nitrogén és adalékok	425-570	3-30
Sófürdős nitridálás	Titán tégely (elsősorban)	Cián alapú sók	510-570	0,1-4
Plazmanitridálás	Vákuumkemence	$N_2 + H_2 + (CH_4)$	425-570	0,1-30

2. táblázat Nitridálási technológiák összevetése (Cserjésné et al., 2015)

2.6 Melegalakító szerszámacélok

A melegalakító szerszámacélok arra tervezték, hogy képesek legyenek ellenállni a lágyulásnak magas hőmérsékleten történő igénybevétel mellett, ezáltal alkalmasak legyenek más anyagok megmunkálásához, öntéséhez. Az ötvözés jellege alapján három csoportra bonthatók: króm, wolfram és molibdén melegalakító acélokra. A króm melegalakító szerszámacélok megközelítőleg 5% krómot és kis mennyiségű ötvözőt, többek közt szilíciumot, molibdént és vanádiumot tartalmaznak. Ezen acélok általános jellemzője, hogy krómtartalmuknak, valamint karbidképző ötvözőinek köszönhetően rendkívül stabilak hőlagúulással szemben. Az alacsony széntartalom és ötvözöttség következtében keménysége 40-55 HRC közé esik. Szerkezete temperált martenzites. A vanádium ötvöző a kopásállóságot biztosítja nagy hőmérsékleten. Ezen acélok ötvözöttsége általában kellően alacsony ahhoz, hogy vízben hűthetőek legyenek a hősokk okozta törés nélkül. (ASM, 2008; ASM, 1998 Tool Steels). A kutatómunka során vizsgált fém a BÖHLER W350 ISOBLOCK jelzésű melegalakító

szerszámacélja, melynek vegyi összetétele (3. táblázat) és ötvözőinek hatása (4. táblázat) az alábbi táblázatokban látható.

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,38%	0,20%	0,55%	5,00%	1,80%	0,55%

3. táblázat A W350 vegyi összetétele (Böhler)

Szén	növeli az acél keménységét és szakítószilárdságát, ellenállóbbá teszi kopással szemben
Szilícium	az oxidációval szembeni ellenállást növeli
Mangán	melegalakíthatóságot és a N oldhatóságát növeli
Króm	jó karbidképző, javítja a kopással, valamint a korrózióval szembeni ellenállást
Molibdén	karbidképző, növeli a kúszással szembeni ellenállóságot magas hőmérsékleten
Vanádium	nagyon kemény nitrideket és karbidokat képez, amelyek biztosítják a kopásállóságot

4. táblázat Ötvözők tulajdonságai (ASM, 2008)

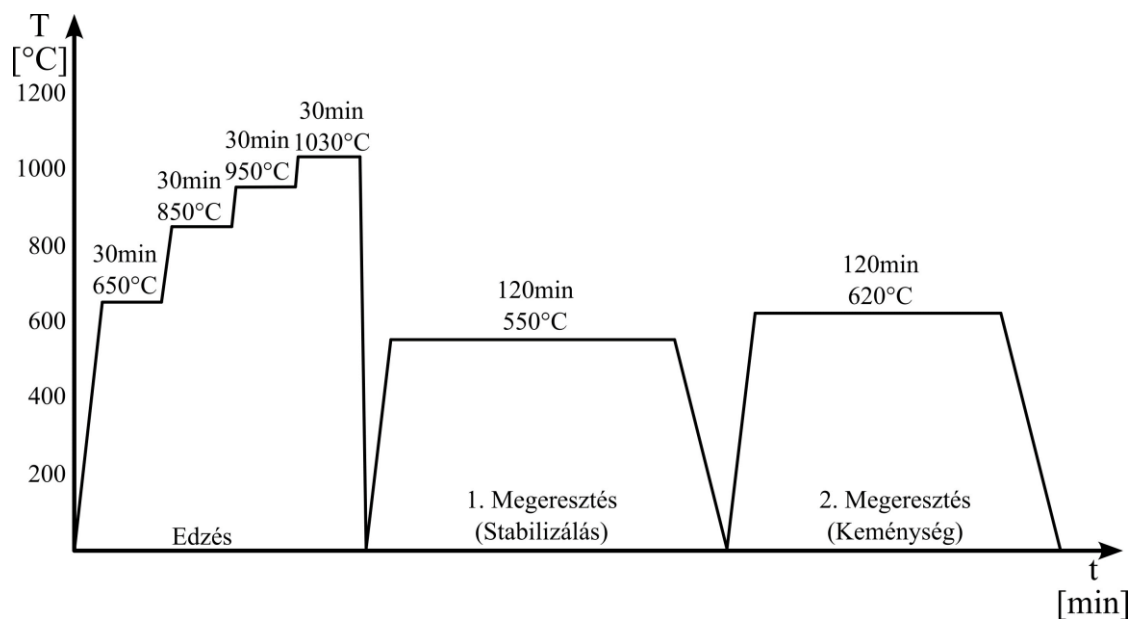
3. Kísérleti terv

3.1 A minták felületkezelései

A minták előzetesen hőkezelve lettek. Ennek lépései a következők voltak:

- Felfűtés 650°C-ra, majd hőntartás 30 percig
- Felfűtés 850°C-ra, majd hőntartás 30 percig
- Felfűtés 950°C-ra, majd hőntartás 30 percig
- Felfűtés 1030°C-ra, majd hőntartás 30 percig
- Edzés gyors hűtéssel
- 550°C-on megeresztés 2 óra hőntartással a stabilizálás érdekében
- 620°C-on megeresztés 2 óra hőntartással a megfelelő keménységérték elérésére
- A harmadik megeresztést a minták nitridálása jelentette

Ezek az acélok általában kiválóan keményíthetők. A különböző kiválások különböző hőmérsékleten válnak ki, ezek felelősek az anyag elvárt tulajdonságainak beállításáért. A harmadik kiválás hőmérséklete egybeesik a nitridálás hőmérsékletével, ezért a két folyamatot egy lépésben végezték.



10. ábra A hőkezelés diagramja

A sófürdős kezelést kis ciántartalmú, karbonitridáló közegben végezték 580°C-on, 2,5 órán keresztül.

A plazmanitridálást a következő lépésekben végezték:

- 470°C-ra felfűtés, ezen a hőmérsékleten hidrogénes tisztítás, levegő kitolás, vas felszínén lévő oxigén redukciója, 10 másodpercig
- 480°C-ra felfűtés hidrogén, nitrogén és argon 1:5:40 arányú közegében, az ionbombázás ezen a hőmérsékleten történt 135 percig (az argon is ionizálható, ionja nagy térfogatának köszönhetően hatékonyan porlasztja és tisztítja a felületet)
- 510°C-ra felfűtés, gázkeverék beállítása argon kivonásával, nitrogén tartalom növelésével, hidrogén és nitrogén 110:20 arányú keverékére, 10 másodpercig
- 520°C-ra felfűtés és nitridálás 1:3 arányú nitrogén és hidrogén gázkeverékben, 25 órán keresztül
- Lassú hűtés

Mindkét eljárás során a cél 100 μm diffúziós réteg és 10 μm vastagságú vegyületi réteg kialakulása volt a cél.

3.2 Ciklikus hő és korróziós kezelés

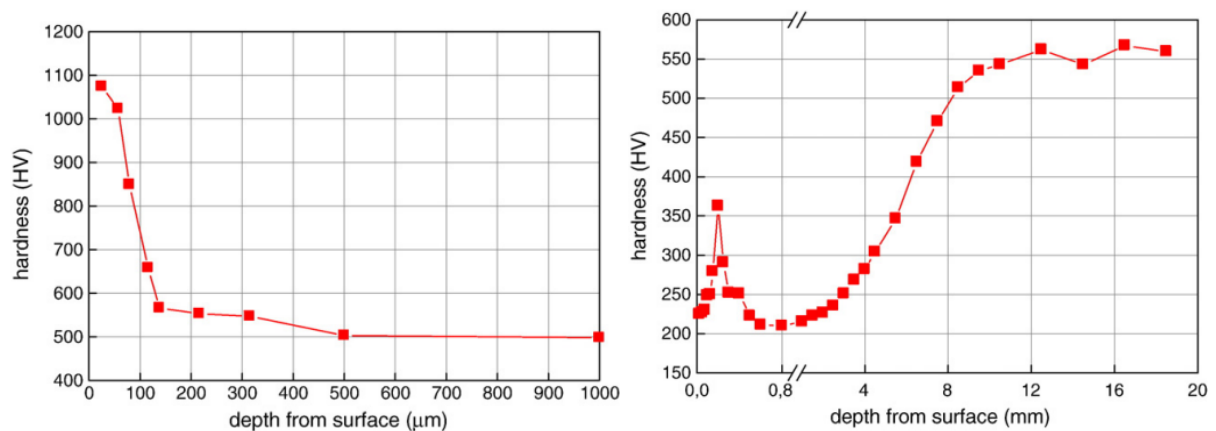
Alumínium nyomásos öntés során 650-700°C-on olvadt alumíniumot fecskendeznek a szerszám üregeibe, gyakran a 30 m/s-ot meghaladó sebességgel, akár 1300 bar nyomáson. Az öntőszerszám felülete így erős mechanikai terhelésnek, súlyos korróziós hatásoknak van kitéve. Az összetett romlási mechanizmusok okozta károsodások a hófáradás, a kopás és a korrózió. (Salem, et al., 2019) Az acél alkatrészek elsődleges korróziós mechanizmusa olvadt alumíniummal szemben a kioldódási korrózió. A kezelt munkadarabok felületi rétege védelmet nyújt a károsodással szemben mindaddig, amíg képes megőrizni kezdeti minőségét. A felületi réteg folytonosságának megszűnésével az olvadt alumínium erózió révén képes kölcsönhatásba lépni a szerszám felületével. Az alumínium és vas atomok egymás felé diffundálnak magas affinitásuk miatt és a korrózió eredményeként intermetallikus fázisokat alakítanak ki az öntött alumínium ötvözet és az acél közötti felületen. (Solgi et al., 2023) A vas ilyesfajta korróziójának megelőzésére kétféle megoldás létezik:

- a folyamat hajtóerejét jelentő kémiai potenciálkülönbség csökkenthető, amennyiben alumínium ötvözet adunk az acélhoz;
- a diffúzió mértéke csökkenthető különféle mikroszkópikus és makroszkópikus akadályokkal, mint például grafit lamellák vagy eutektoidos szövetszerkezet kialakítása, valamint kémiai úton, a mikroszerkezet ötvözőkkel való módosítása során.

A nitridálás az utóbbi módszer alapján növeli az acél alumíniummal szembeni korrózióállóságát. (Balloy, 2010)

Egy másik jelentős, az öntőszerszám élettartamát befolyásoló tényező nyomásos öntészetnél az erőteljes oxidáció, amely a termikus kifáradás során lép fel. A felületi oxidréteg gyenge tapadása és korlátozott alakíthatóságának következményeképp könnyen reped, lepattogzik, a felületi védőréteg folytonosságának hiánya pedig további oxidációhoz vezet. (Biol, 2010) Korábbi tanulmányok (Atapour, 2008; Fossati, 2006) azt az eredményt mutatták, miszerint az 500°C fölött kezelt plazmanitridált mintadarabok felülete jóval nagyobb mértékben oxidálódott a kezeletlen próbatestnél. Ez a kialakult felületi réteg porózus jellegének tudható be, mivel folytonossági hibáival segíti a diffúzió mechanizmusát a felületen keresztül. (Biol, 2010)

A fentebb ismertetett romlási mechanizmusokon túl számításba kell venni a hőlágulás okozta keménységesítés problémáját is. Egy korábbi tanulmány alapján az előzetesen 12 órán át, 520°C-on, 100 Pa nyomáson, 100% ammónia gáz közegben DCPN nitridálással kezelt X32CrMoV33 típusú melegalakító szerszámacél 1084 HV felületi keménysége ciklikus hőfárasztó vizsgálat során több, mint 75%-os csökkenést mutatott 500 termikus ciklust követően (11. ábra). (Biol, 2010)



11. ábra A keménységérték csökkenése plazmanitridált melegalakító szerszámacél esetében 500 termikus ciklus után (Biol, 2010)

A kutatás során a minták olvadt alumínium közegben végzett ciklikus hő és korróziós hatásoknak lettek kitéve. A próbatestek 5 percre lettek a 700°C-os alumínium közegbe merítve, majd 5 percen keresztül hűltek levegőn, összesen 10 cikluson keresztül.

A vizsgálatról nem volt lehetőség valós idejű hőmérsékleteloszlást regisztrálni, azonban végesem módszerrel a valóságot megközelítő szimuláció készült a folyamatról, mely egy leegyszerűsített modellen keresztül szemlélteti a vizsgálat során a mintán fellépő

hőmérsékletváltozásokat. Megjegyzendő azonban, hogy ez a közelítés mindössze a tiszta, alumínium buroktól mentes mintadarab hőeloszlását vizsgálta.

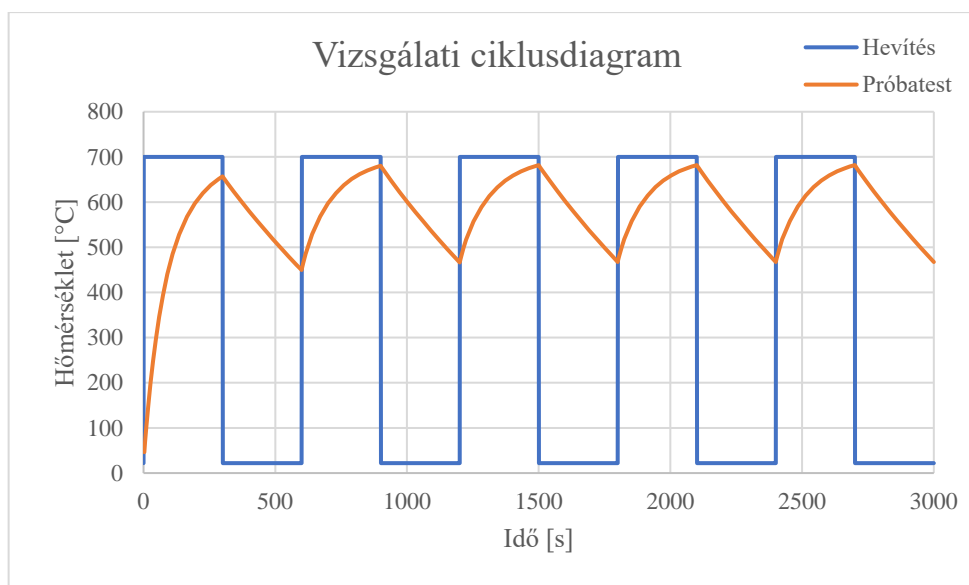
Verzió:	Ansys Mechanical 2022 R2
Kiinduló hőmérséklet:	22°C
Alumínium hőmérséklet:	700°C
Alumínium hőátadási tényezője	72 W/m ² K (Stewart, 1972)
Próbatest mérete	20x20x5 mm
Próbatest anyaga	W350 (1.2343)

5. táblázat A szimuláció adatai

Mivel a W350 jelzésű acél termikus tulajdonságai nem ismertek, a szimulációban a 1.2343 jelzésű, hozzá hasonló kémiai összetételű megalakító szerszámacél lett vizsgálva. (Rovalma)

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
W350	0,38	0,20	0,55	5,00	1,80	0,55
1.2343	0,33-0,41	0,80-1,20	0,25-0,50	4,80-5,50	0,80-1,30	0,30-0,50

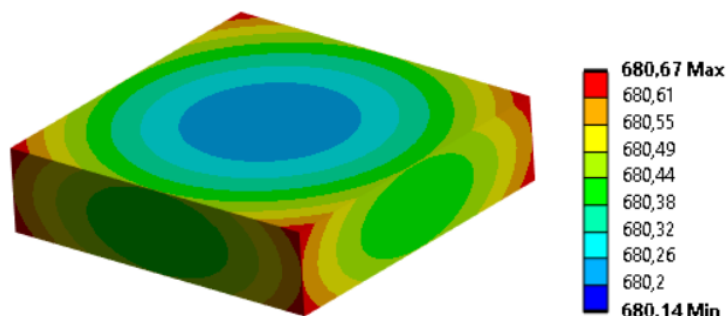
6. táblázat A két acél kémiai összetételének összevetése (tömegszázalékban kifejezve)



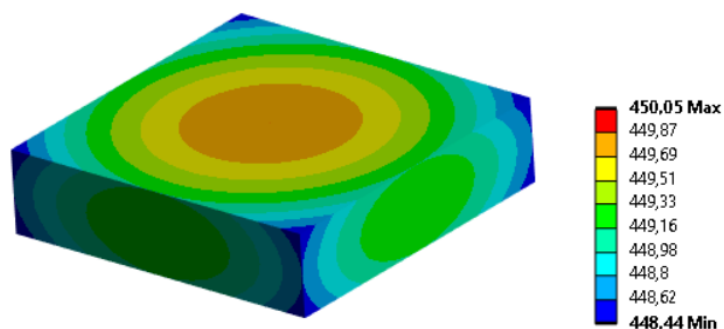
12. ábra A hőfárasztás ciklusdiagramja

A minták geometriájukból adódóan nem hevülnek és hűlnek azonos mértékben térfogatuk egészén, az élek és sarkok gyorsabban, míg a minta magja lassabban veszi fel vagy éppen adja

le a hőt. Ennek következtében a minta egyes részei nem ugyanazokat a hősokek ciklusokat szenvedik el. A minták hőmérsékleteloszlását az alábbi ábrák szemléltetik (13. és 14. ábra).



13. ábra A darab hőmérséklet eloszlása az első hevítésnél



14. ábra A darab hőmérséklete a hűtés végén (600 másodperc elteltével)

3.3 A vizsgálatok ismertetése

A minták a felületkezelést és korróziós vizsgálatot követően a felületre merőlegesen lettek elvágva. Ezt követően lettek beagyazva, majd a vágott felületük csiszolva, polírozva lett.

A minták a hivatkozás megkönnyítése érdekében kódnevet kaptak, az alábbi táblázatban látható módon:

Minta	Kódnév
Referencia	R1
Alumíniumban kezelt referencia	R2
Sófürdősen nitridált	S1
Sófürdősen nitridált, alumíniumban kezelt	S2
Plazmanitridált	P1
Plazmanitridált, alumíniumban kezelt	P2

7. táblázat A minták jelölései

3.3.1 Mikrokeménységmérés

Az anyagtudományi vizsgálatokban a Vickers-féle keménységmérés a legelterjedtebb. Keménységmérés során egy adott geometriájú benyomófejet meghatározott nagyságú, a mérés felületére merőleges irányú erővel a mintába nyomunk. A keménységet a merőfejre ható F terhelő erő és a lenyomat A felületének hányadosaként definiáljuk. (ISO 6507-1:2005)

A Vickers-módszernél alkalmazott mérőfej tetragonális gyémántpiramis, amely jellegzetes négyzet alakú lenyomatot hagy a minta felületén. A négyzet alaplapú piramis szemközti lapjai által bezárt szög $135,95^\circ$. A mérési lenyomat a benyomófej kiemelése után a négyzet alakú lenyomat d átlójából számítható ki, amely mikroszkóppal határozható meg.

Definíció szerint a Vickers-keménység az alábbi összefüggés alapján számítható:

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{F2\sin\left(\frac{135,95^\circ}{2}\right)}{d^2} = 1,8544 \frac{F}{d^2} \quad (14)$$

A keménységmérés az ISO 18203:2016, felületedzett kéreg vastagságának meghatározására vonatkozó szabvány szerint lett végezve. Először a magkeménység került megállapításra a minták közepén végzett három mérés átlagának 10 egészre kerekítésével. Ezután a további mérési pontok a minta felületéről befelé haladva 0,05 mm-enként lettek felvéve, két mérési sorban, egymástól 0,025 mm-rel eltolva. Egy mintán összesen 20 mérés készült.



15. ábra A mérés során használt Buehler márkájú mikrokeménységmérő

3.3.2 Fémmikroszkóppal végzett vizsgálat

A polírozott mintákon 2%-os Nital marószerral 60-90 másodpercig tartó kémiai maratás lett kivitelezve, hogy jól látható legyen a szövetszerkezet. 50x-es, 100x-os, 200x-os és 500x-os nagyításban készültek képek a mintákról Olympus PMG3 fémmikroszkóppal. A

fém-mikroszkóp azonban nem alkalmas nagy mélységélességek elérésére, így a vizsgálatot követően pásztázó elektronmikroszkóppal is készültek képeket a mintákról.

3.3.3 Pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) végzett vizsgálat

A SEM az elektronmikroszkópok egy típusa, amely közvetlenül a minták felületét és az ahhoz közeli rétegeket vizsgálja. Viszonylag kis energiájú fókuszált elektronsugarat használ elektronszondaként, amelyet rendszeresen pásztáznak a mintán. Az elektronnaláb hatása serkenti a magas energiájú visszaverődő elektronok és az alacsony energiájú másodlagos elektronok kibocsátását a minta felszínéről. Bonyolult mintaelőkészítési technikákra nincs szükség, azonban az éles kép eléréséhez fontos, hogy a minta elektromosan vezető legyen. Szigetelő minták esetében egy vékony vezető filmréteggel szokás bevonni a felületet, például aranyat vákuumban a próbatestre párologtatva. Ez a 0,005-0,01 μm vastagságú réteg nem befolyásolja a felület felbontását. (Bradbury et al., 2023)

A vizsgálat előtt a gyantába ágyazott mintákra PVD eljárással egy vékony arany filmréteg került felvitelre, ezáltal elektromosan vezetővé téve azokat. Ezt követően a minták kétoldalú ragasztós vezető szalaggal lettek a mintatartóra erősítve. A SEM vizsgálattal egyidőben végezhető az EDS vizsgálat is az anyagminőség megállapítására.

3.3.4 Energiadiszerziós röntgenspektrometria (EDS)

Az energiadiszerziós spektrometria egy olyan analitikai technológia, amely lehetővé teszi az anyagok kémiai jellemzését, elemvizsgálatát. Egy energiaforrással (például egy elektronmikroszkóp elektronnalábjával) gerjesztett minta az elnyelt energia egy részét egy belső héjról származó elektron kilökésével disszipálja. Ezután egy nagyobb energiájú, magasabb héjról származó elektron tölti be a helyét, energia foton formájában felszabadítva az energiakülönbséget, mint egy röntgensugár. Ez a röntgensugárzás különböző energiájú karakterisztikus sugarakat tartalmaz, amelyek a mintában található elemekre utalnak. (Dankházi, 2016) Az EDS detektora megméri az egyes karakterisztikus röntgensugarak energiáját és intenzitását. Ezek az információk egy spektrumban jelennek meg, ami ábrázolja az elemek jelenlétét és mennyiségét a vizsgált mintában. A csúcsok helyzete a spektrumban azonosítja az elemet, míg a jel intenzitása megfelel az elem koncentrációjának. Az EDS műszereket általában egy pásztázó elektronmikroszkóp rendszerébe integrálják. (Goodge, 2023)

A vizsgálatok során az egyes mintákon és a rajtuk található kiválásokon elemanalízis lett végezve, valamint megállapításra kerültek az esetlegesen kialakult vegyületi rétegek anyagi minősége.

3.3.5 Tribológiai vizsgálat

A kopás a tribológia körébe tartozó romlási folyamat. A kopás során mechanikai és termikus igénybevételek hatására a súrlódás során érintkező felületeken fokozatosan anyagrészeszkék válnak le, távoznak el. A kopás az alkatrész felületének mechanikai változását, tömeg és méretbeli csökkenést eredményez. A kopás okozta folyamatos minőségromlás egy bizonyos mérték felett az alkatrész tönkremenetelét eredményezi. (Tóth, 2015)

A kopás a súrlódás során fellépő bonyolult kölcsönhatások eredménye. Mértékét számos tényező befolyásolja, nagyban függ a kontaktfelületek nagyságától, az érintkező felületek anyagi minőségétől, a felületi minőségüktől, valamint a súrlódási viszonyoktól, a súrlódás együtthatójától. (Zsidai, 2005; Cserjésné et al., 2015)

A koptatási vizsgálat a Polimertechnika Tanszéken található Tribométeren lett végezve. A kopást egy 2 mm átmérőjű, nagy keménységű (2600 HV) volfrám-karbid anyagú fémgolyó végezte lineárisan alternáló mozgással, melynek amplitúdója 4 mm volt. A mérés során kenőanyag nem volt használatos. A fémgolyót terhelő erő 10 N volt. A vizsgálat 20 m koptatási úton, 0,05 m/s lineáris sebességgel történt.

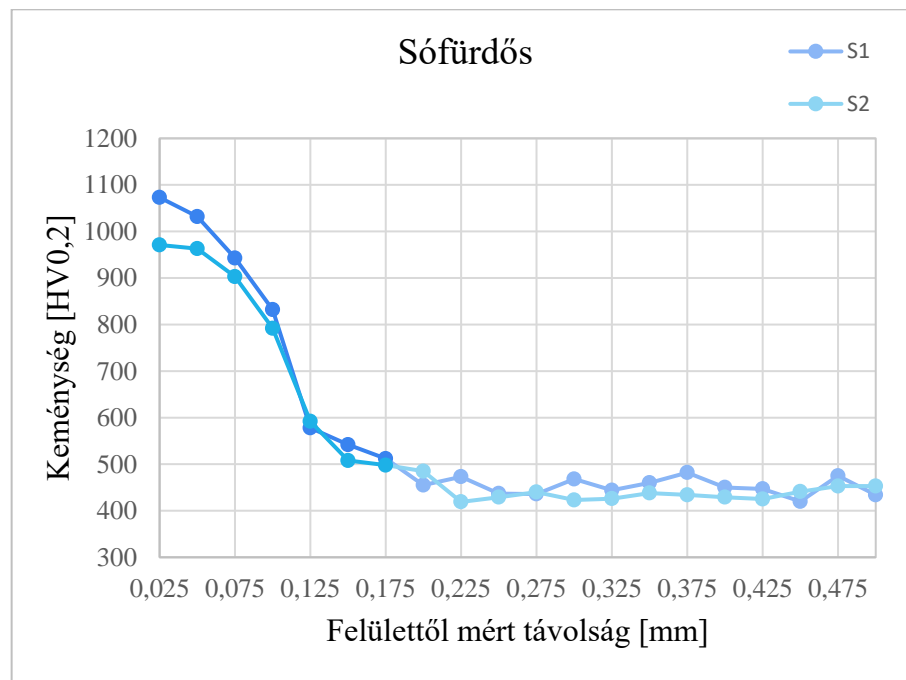
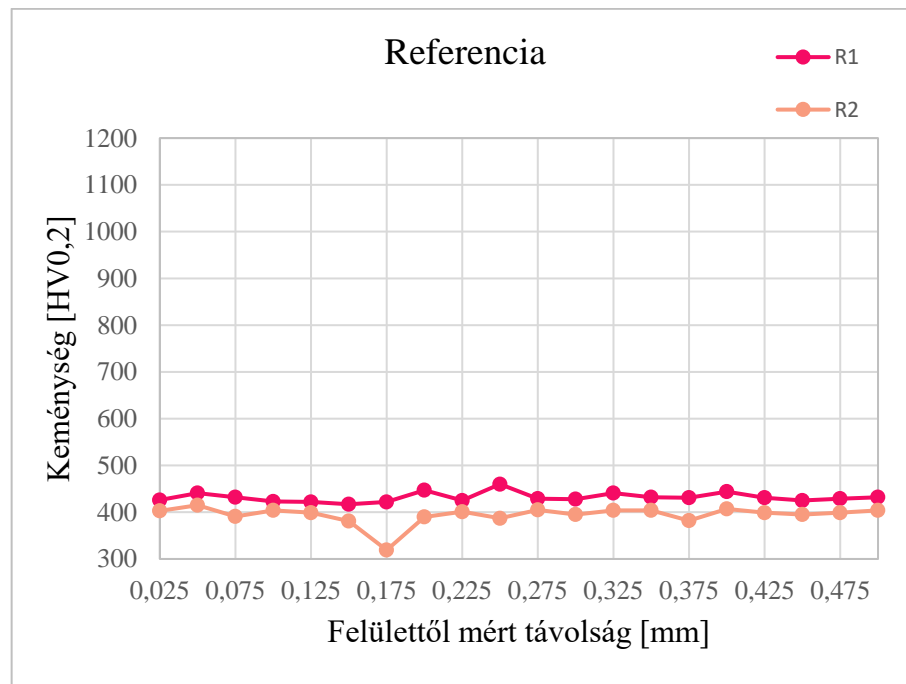


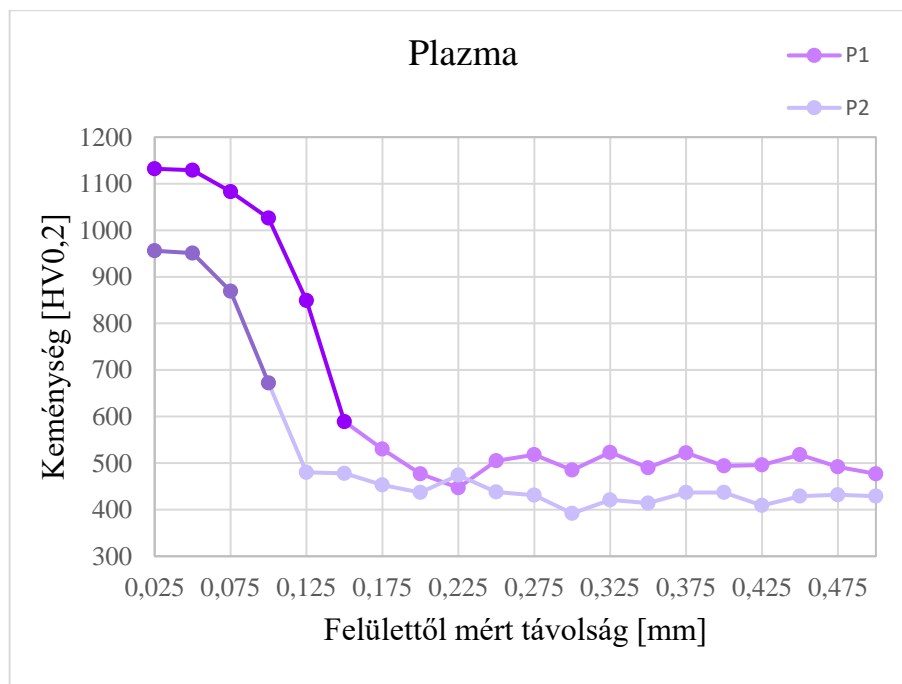
16. ábra A koptatás során használt Tribometer

4. A vizsgálatok kiértékelése

4.1 A mikrokeménységmérés eredményei

A mikrokeménységmérés eredményeit az alábbi diagramok foglalják össze (17. ábra). A könnyebb összehasonlíthatóság érdekében az azonos eljárással kezelt minták keménységértékei egy diagramon lettek ábrázolva. A nitridált réteg mélysége 50 HV-vel a magkeménység fölött kezdődik, ezt a területet nitridált minták ábráin sötétebb szín szemlélteti.





17. ábra A mikrokeménységmérés eredményei

Minta	S1	S2	P1	P2
Magkeménység [HV]	460	430	500	430
Diffúziós zóna vastagsága [μ]	176	149	167	110

8. táblázat Az egyes minták paramétereit

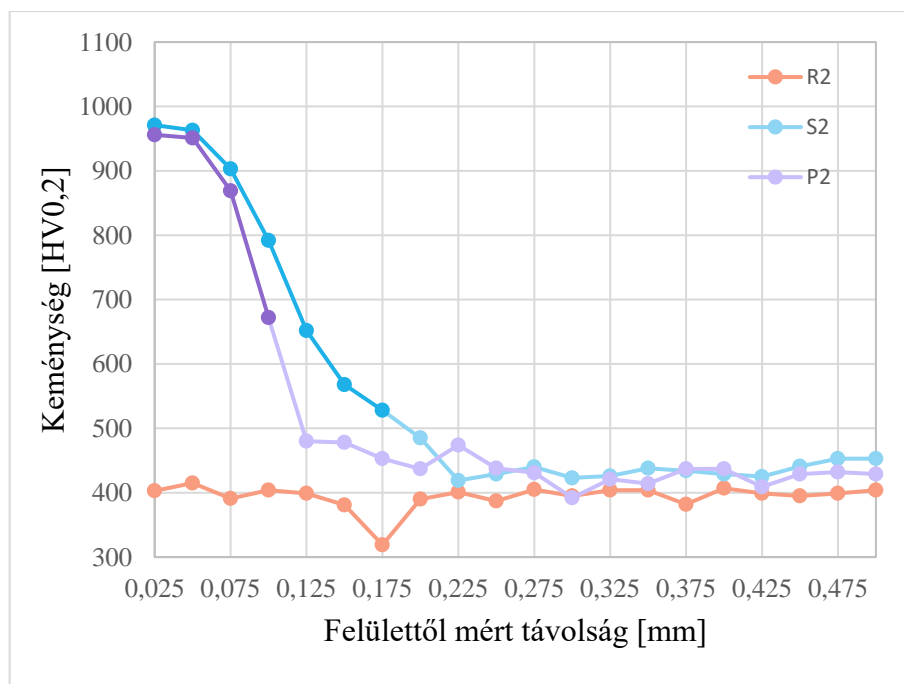
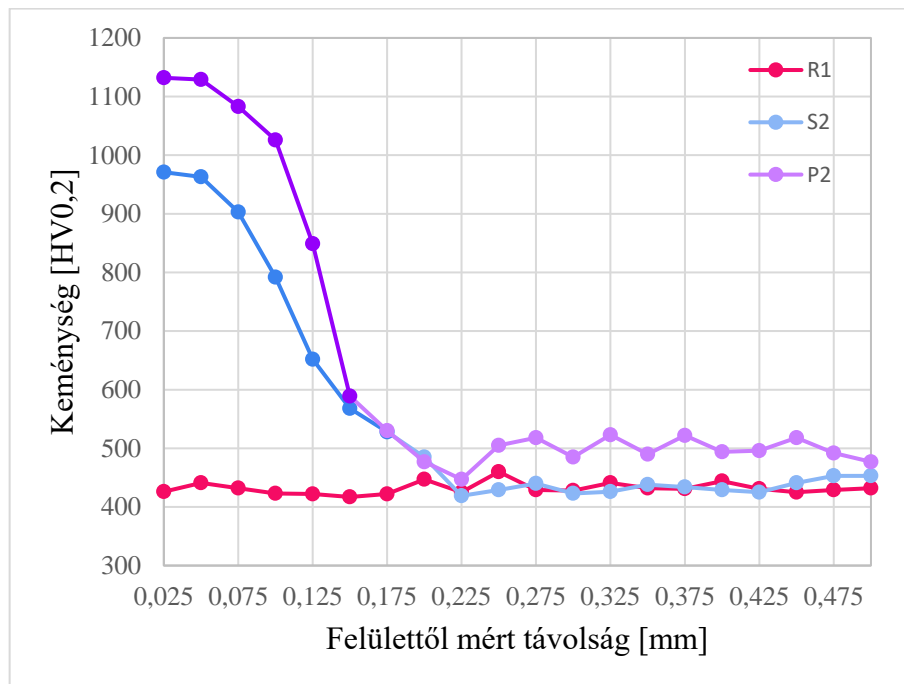
Előzetes elvárásainkat alátámasztva, a sófürdősen nitridált minta bár mélyebb diffúziós zónával rendelkezik, keménysége kisebb a plazmanitridált mintáénál. A 2-es indexű mintáknál a keménységérték csökkenése volt tapasztalható. Megfigyelhető, hogy a plazmanitridált minta magkeménysége nagyobb, mint a többi mintáé.

A referencia minta esetében átlagosan 10%-ot, a sófürdősen kezelt mintánál átlagosan 6,3% romlás figyelhető meg 0,1 mm rétegmélységig, a plazmanitridált minta esetén pedig 17,8%-ot csökkent a keménység a nitridált rétegmélységen.

Megemlítendő, hogy az alumíniumban kezelt minták rétegvastagságát a kezeletlen minták „magkeménység+50HV” keménysége alapján határoztuk meg.

Összegezve, bár a plazmanitridált minta nagyobb felületi keménységgel rendelkezik, hőfárasztás és korrózió során jelentősen lecsökken a keménység a minta egészén. A kisebb felületi keménységű sófürdősen kezelt minta a vizsgálat során többnyire megtartotta eredeti

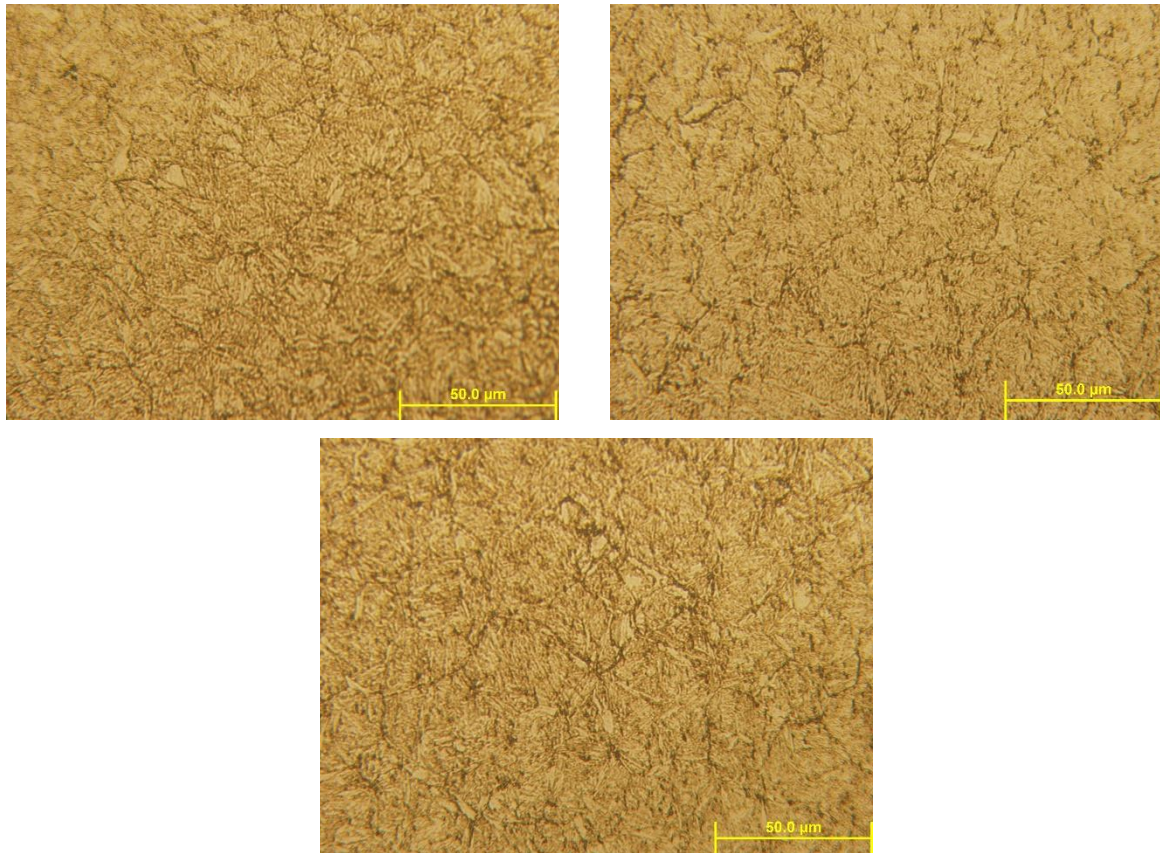
keménységértékét, az csupán kis mértékben romlott a felület közelében, a mag felé haladva nem tapasztalható érdemi változás.



18. ábra Az egyes eljárások eredményeinek összevetése alumíniumos kezelés előtt és után

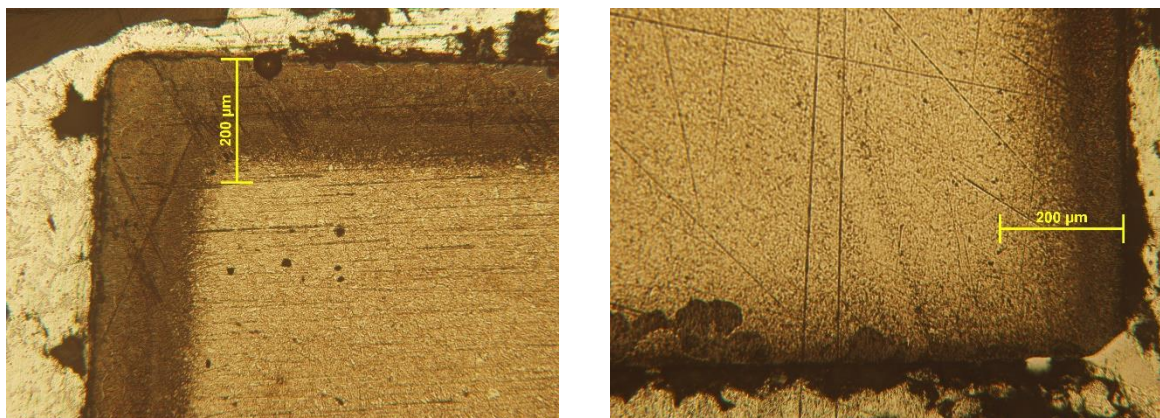
A fémmikroszkóppal végzett vizsgálatok eredményei

A fémmikroszkóppal készített képeken jól látható a minták martenzites szövetszerkezete (19. ábra).



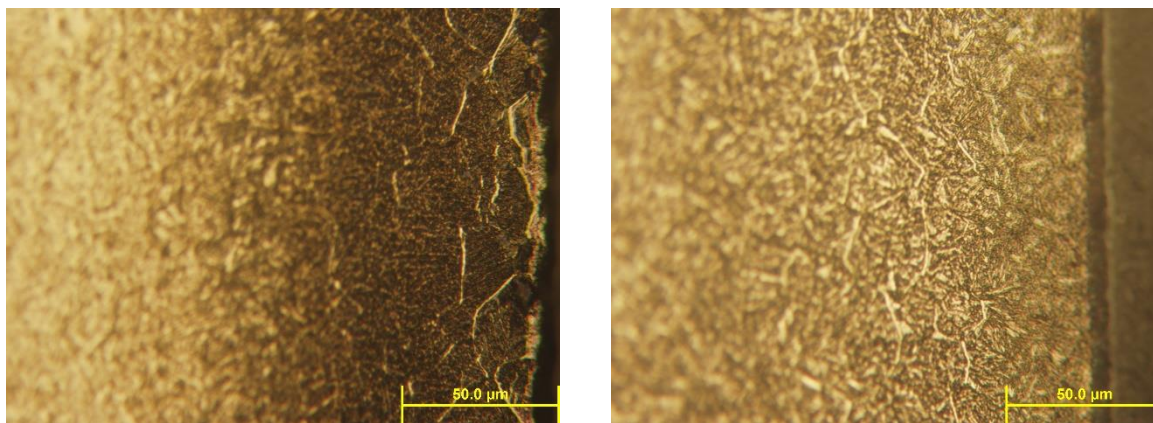
19. ábra A P2, P1 és R1 minták szövetszerkezete

A nitridált darabokon látható 150-200 µm vastagságú sötét sáv feltehetően a diffúziós zóna, mivel a keménységmérés során is hasonló rétegmélységet állapítottunk meg (20. ábra).



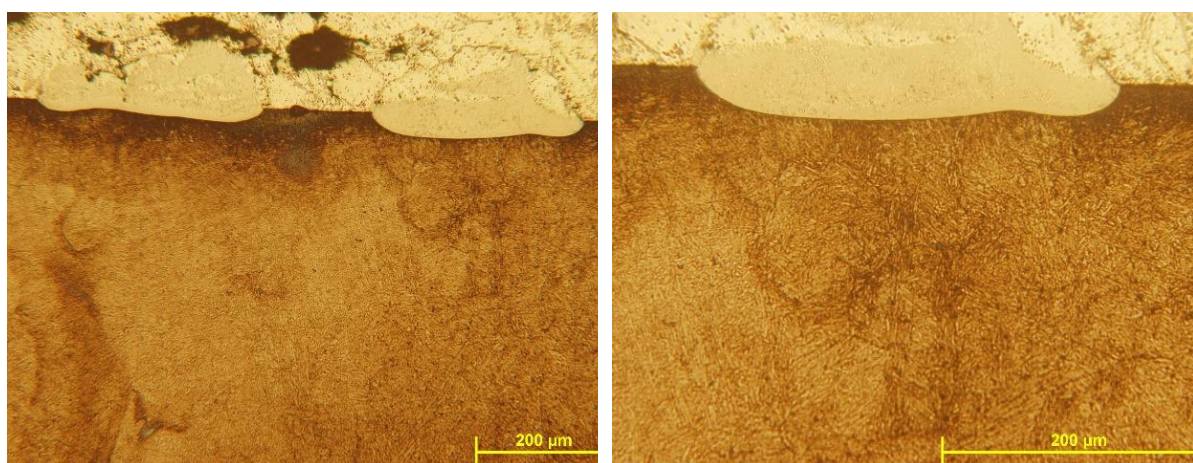
20. ábra A nitridált réteg mélysége (balra S2, jobbra P2)

500x-os nagyításon fehér hálók figyelhetők meg a felület mentén (21. ábra), melyek vélhetően a kialakult nitridhálók, erről az EDS vizsgálat során bizonyosodunk meg.



21. ábra A nitridált minták hálós szerkezete (balra S1, jobbra P1)

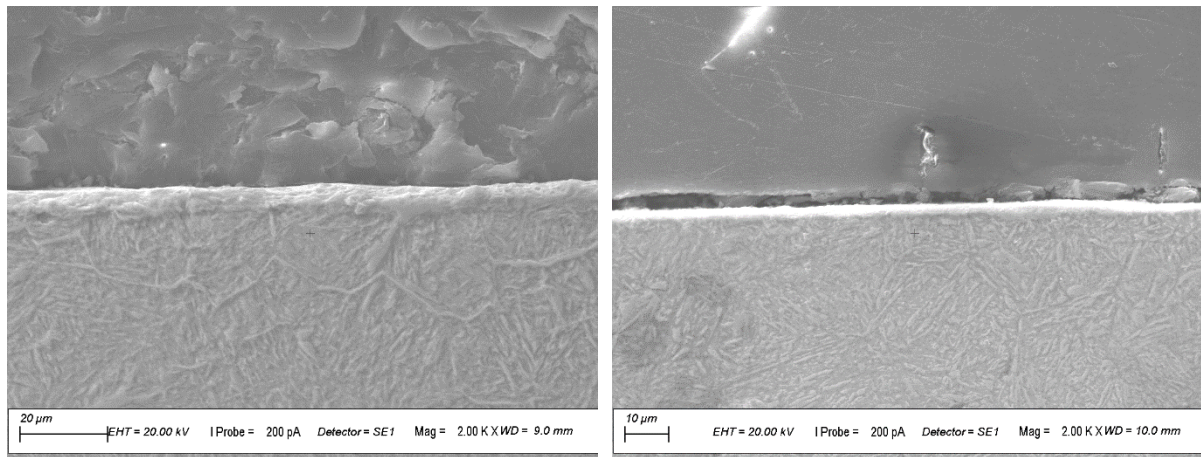
A korróziós mintáknál csak a referencia darabon figyelhető meg elváltozás. A minta felületén egy új fázis kialakulása látható a felület és az alumínium réteg között (22. ábra). Feltehetőleg a már korábban említett intermetallikus fázis jelent meg. Ennek összetételét szintén az EDS vizsgálat során elemezzük.



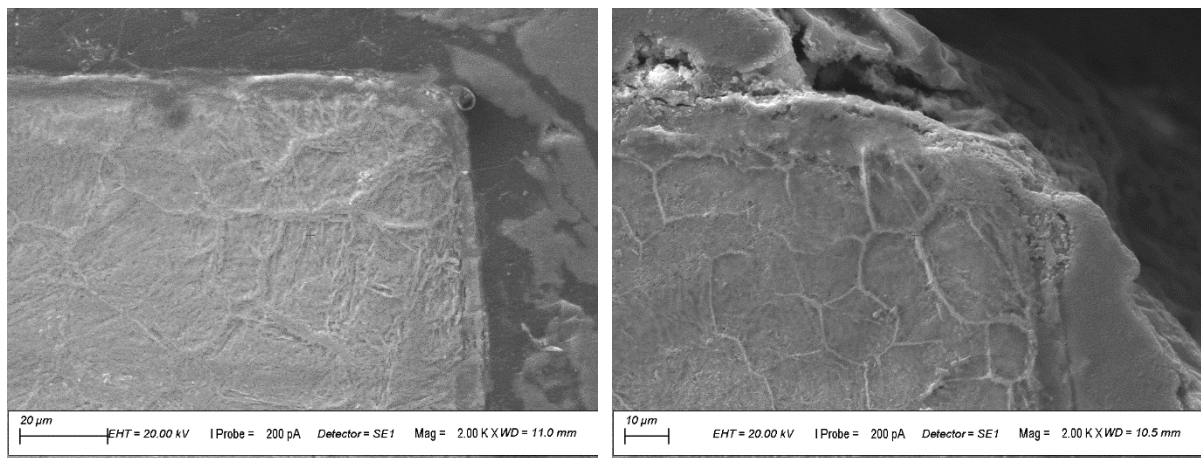
22. ábra Az intermetallikus fázisok képződése az R2 mintán

4.2 A pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) végzett vizsgálat eredményei

A vizsgálat során sikerült jobb felbontású, nagyobb nagyítású képeket készíteni a mintákról. Az alábbi ábrákon jól látható a kialakult hálós szerkezet, amelyről már korábban is említést tettem (23. ábra). Megfigyelhető, hogy a sófürdősen kezelt minták esetében ez a jelenség erőteljesebben jelenik meg. A minták felületén látható fehér sáv feltehetően a vegyületi réteg, erről azonban csak az elemanalízis után lehet megbizonyosodni. A minták sarkainál a hálók még sűrűbben tűntek fel (24. ábra).

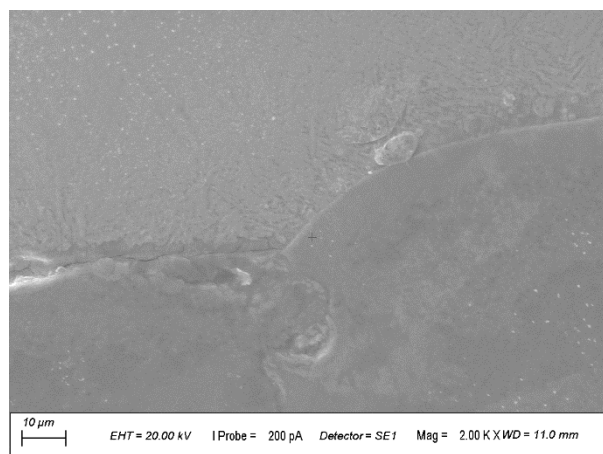


23. ábra A nitridált minták SEM-mel készített felületi képe (balra S1, jobbra P1)



24. ábra A kialakult hálós szerkezet SEM-mel készült képe (balra S2, jobbra P2)

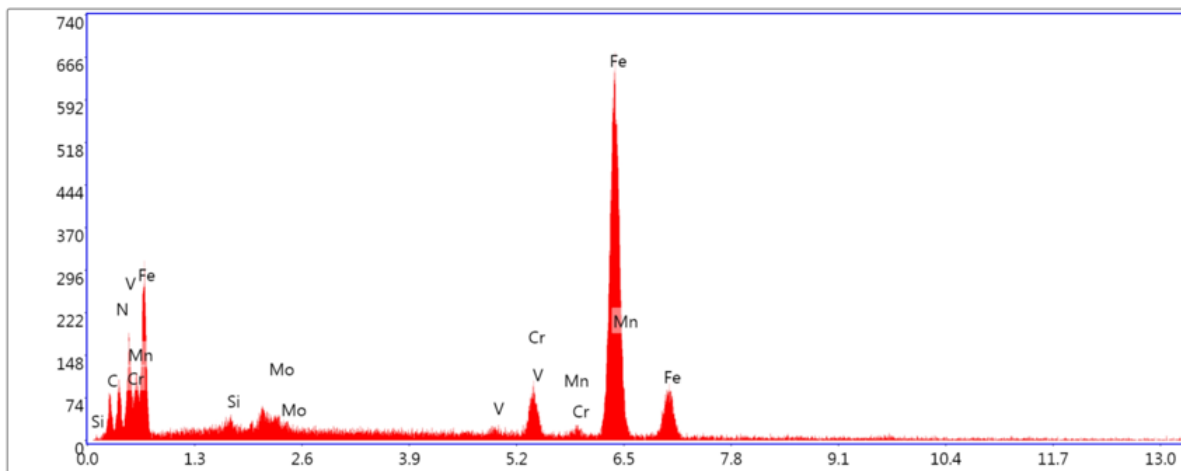
A pásztázó elektronmikroszkóppal a korróziós referencia mintán látható kiválásokról is készült kép az elemanalízis előtt (25. ábra).



25. ábra Az R2 mintán látható intermetallikus fázis SEM képe

4.3 Az energiadisperziós röntgenspektrometria (EDS) eredményei

A pásztázó elektronmikroszkóppal történő vizsgálattal párhuzamosan az EDS vizsgálatokat is elvégeztük a mintákon. A mérések során a nitrogén spektruma jól kivehető csúcsként jelent meg a diagramokon, a mérés során 10-20%-os hibával.



26. ábra Az EDS vizsgálat eredménye a plazmanitridált minta sarkainál történt mérés során

Elem	Tömeg %	Atom %	Hiba %
C	9,7	27,7	15,9
N	9,1	22,3	15,3
Si	0,7	0,8	34,4
Mo	2,5	0,9	23,6
V	0,9	0,6	37,5
Cr	5,5	3,6	11,7
Mn	0,4	0,2	65,1
Fe	71,3	43,8	2,6

9. táblázat Az EDS vizsgálat eredménye a plazmanitridált minta sarkainál történt mérés során

Az elemanalízis során bebizonyosodott, hogy az R2 mintán látható kiválások kevés szilícium és vanádium ötvözőn kívül nagy mennyiségben alumíniumot és vasat tartalmaztak, tehát valóban a két fém alkotta intermetallikus fázist figyelhettük meg.

A mintákon látható hálók nagy nitrogéntartalmából adódóan nitridhálók, melyek a szemcsehatár mentén váltak ki. A sarkok mentén a nitrogén nagyobb tömegszázalékban volt jelen. Ez a jelenség annak tudható be, hogy a minták sarkain a nitrogénnek több irányból adódik lehetősége az alapanyagba diffundálni, az így fellépő helyi túltelítettség hatására a szemcsehatárok mentén kiválások formájában jelenik meg a többlet nitrogénmennyiség. Ez az úgynevezett élhatás elsősorban a plazmanitridálás során figyelhető meg. Bár a nitridált minták mindegyikén nagyobb nitrogéntartalom mutatható ki, az EDS vizsgálat eredményei alapján a

plazmanitridált minták esetében ez a mennyiség közel kétszerese a sófürdősen kezelt minták nitrogéntartalmának.

A nitridált minták sarkai az éllhatás következtében feltehetően keményebbek, azonban ridegebbek. A jelenség nem minden esetben kívánatos, mivel dinamikus igénybevételű szerszámoknál könnyen lepattoghat az elridegedett anyag. A kemény élek azonban jó tribológiai tulajdonságaiknak köszönhetően kopással szemben jó ellenállóképességgel rendelkeznek. A nitridált minták sík felületeinek vizsgálata során megállapíthattuk, hogy azok nitrogéntartalma közel azonos. Ennek lehetséges oka, hogy bár a két eljárás különböző gyártási paraméterekkel lettek elvégezve, mindkét esetben azonos diffúziós- és vegyületiréteg vastagság elérése volt a cél. A 2-es indexű nitridált mintáknál a nitrogéntartalom jelentős csökkenése tapasztalható. A különböző mintákon és területeken mért értékeket az alábbi táblázat szemlélteti (10. táblázat).

Minta	Nitrogéntartalom [m/m%]		
	1-es	2-es	Csökkenés mértéke [%]
Sófürdő (síkfelületen)	4,6	2,8	39,1
Sófürdő (sarkon)	5,7	3,5	38,6
Plazma (síkfelületen)	5,8	1,9	67,2
Plazma (sarkon)	10,5	3,6	65,7

10. táblázat Az egyes minták nitrogénkoncentrációjának változása

A táblázatban foglalt eredmények alapján megállapítható, hogy ameddig a sófürdős minták nitrogéntartalma mindössze közel 40%-ot csökkent, a plazmanitridált minták ennél sokkal jelentősebb mennyiségű nitrogént vesztek, 66-67%-ban csökkent a nitrogéntartalmuk.

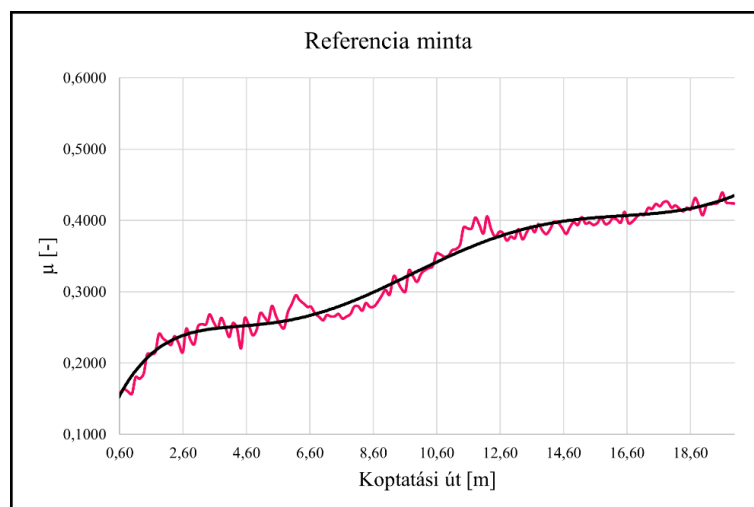
Ez a jelenség azzal a ténnyel magyarázható, hogy a sófürdős nitridálás során képződő ϵ -nitridek feltehetően termodinamikailag stabilabbak, jobb a hőállóságuk. Az állítást a keménységmérés során nyert eredmények is alátámasztják, ahol a sófürdőben kezelt minta esetében sokkal kisebb mértékben csökkent a keménységmérték a hőfárasztás hatására. A bomlás során diffúziós folyamatok indulnak meg a nitrogénben szegényebb területek felé, amely ebben az esetben a próbatesteket körülvevő környezet volt. A folyamat hatására a nitridált kéreg nitrogénben elszegényedetté vált.

A táblázat alapján az is megállapítható, hogy a sarkok mentén nagyobb a nitrogénvesztés. Ez a korábbiakban már kifejtett végeelem szimulációval azonosan annak köszönhető, hogy a

minta sarkai és élei nem ugyanazt a hőssokkot szenvedik el a ciklusok során, a sarkok drasztikusabb hőmérsékletingadozáson esnek át.

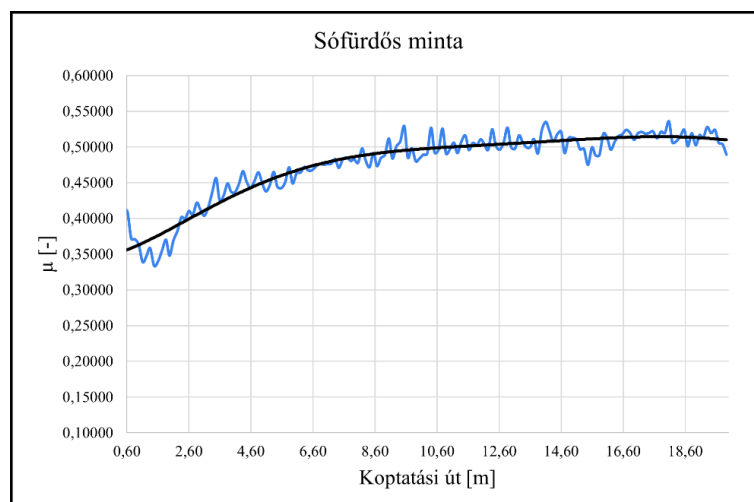
4.4 A koptatóvizsgálat eredményei

A koptatásból származó eredményeket a koptatási út függvényében mért súrlódási tényező értékei szemléltetik. A referencia minta diagramján látható, hogy kezdetben meglehetősen alacsony volt a súrlódási tényező értéke (27. ábra). Ez annak köszönhető, hogy a csiszolt minta a mérés elején sima, egyenletes felülettel rendelkezett. A vizsgálat során rohamosan romlani kezdett ez az érték.



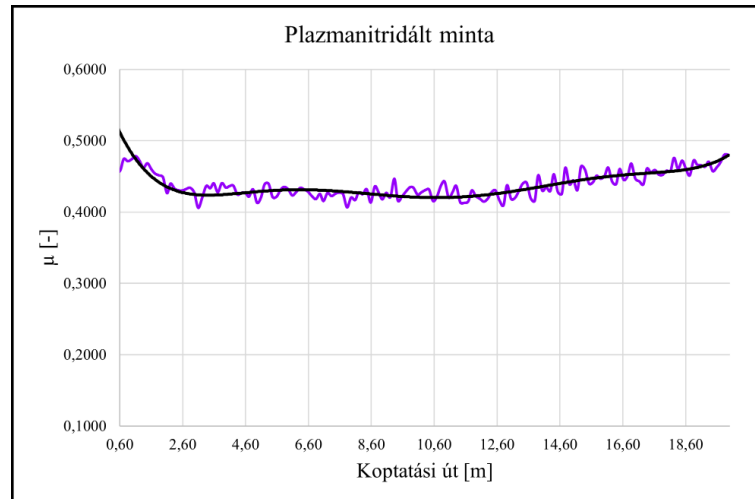
27. ábra A referencia minta kopási diagramja

A sófürdős minta esetében a vizsgálat elején a súrlódási tényező nagyobb értéket vett fel, azonban a mérés előrehaladtával ez az érték nem növekszik drasztikusan, 9 m koptatási út megtételével a súrlódási tényező 0,5-0,55 között látszik stagnálni (28. ábra).

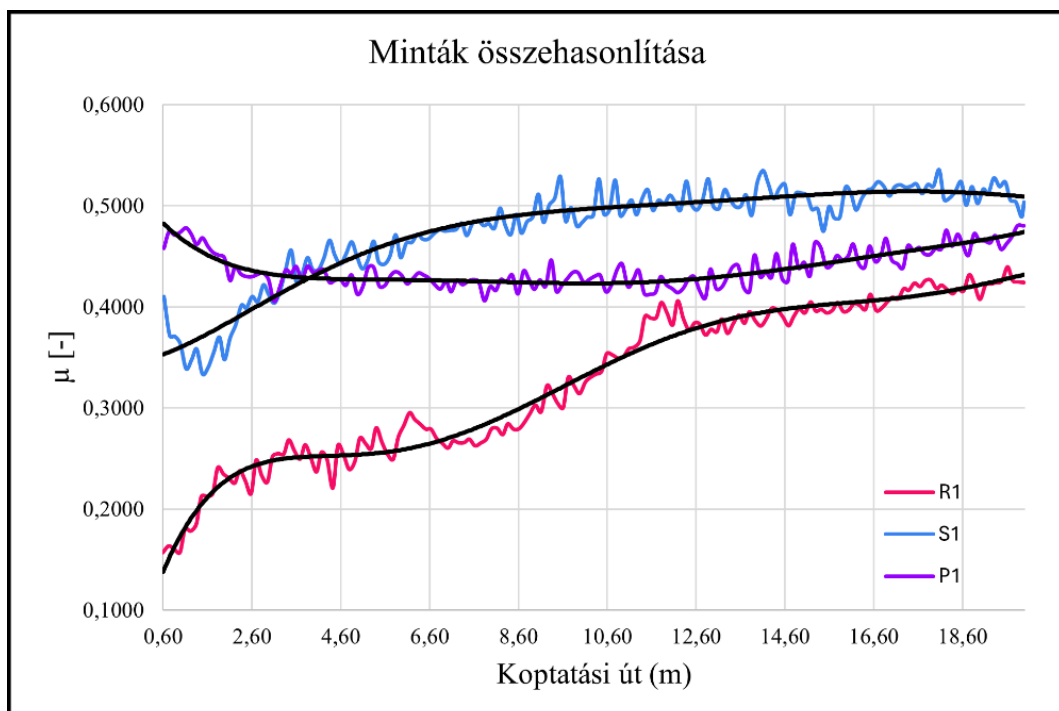


28. ábra A sófürdős minta koptatási diagramja

A plazmanitridált minta a sófürdősnél is nagyobb súrlódási tényezővel rendelkezik a mérés kezdetén (29. ábra). 2,6 m megtételével 10 m-en keresztül állandósulni látszik az értéke, majd ezt követően kis mértékben újból emelkedni kezd. A súrlódási tényező értékének kezdeti csökkenése annak tudható be, hogy az ionbombázással történő porlasztás során egy porózus felület alakul ki, melynek jóval nagyobb a súrlódási együtthatója a sima felületű referencia és viszonylag egyenletesebb felületű sófürdős mintáéhoz képest.



29. ábra A plazmanitridált minta kopási diagramja



30. ábra A kopási diagramok összehasonlítása

A fenti ábra (30. ábra) az egyes minták kopási diagramját veti össze, mely alapján a következő megállapítások tehetők:

- A nitridált minták a kezdeti szakaszban magasabb súrlódási tényezővel rendelkeztek, mint a referencia, a mérés előrehaladtával azonban míg a referencia kopásállósága rohamosan romlani kezdett, a nitridált minták súrlódási tényezője állandósulni látszik a vizsgált tartományon. Habár a mérési út tartományából pontos adat nem nyerhető ki a kopásállóságot illetően, a görbék karakterisztikájából feltételezhető, hogy a referencia minta súrlódási tényezőjének értéke tovább fog romlani, végül a nitridált minták értékénél nagyobbra áll be.
- Jelen mérési tartományon mindkét nitridált minta közel azonos kopásállóságot mutat a súrlódási tényező értékének növekedése alapján, ugyanakkor megállapítható, hogy a vizsgált tartományon a plazmanitridált minta jobb kopásállósággal rendelkezik.

A minták súrlódási tényezőjének minimum és maximum értéke táblázatba foglalva:

	Minimum	Maximum
Referencia	0,0106	0,4395
Sófürdősen nitridált	0,1133	0,5915
Plazmanitridált	0,2097	0,4580

11. táblázat A minták súrlódási tényezőjének minimum és maximum értékei

5. Eredmények összefoglalása

A mikrokeménységmérési vizsgálatok során megállapításra kerültek az egyes nitridálási technológiák eltérő keménység értékei és rétegmélységei. Megállapítható, hogy a plazmanitridált minta, ugyan nagyobb felületi keménységgel rendelkezik, a kialakult réteg vastagsága valamivel kisebb, mint a sófürdős technológiával előállított minták esetén.

Az alumínium fürdőben végzett ciklikus kezelést követően megállapításra került, hogy a kialakult nitridált réteg egyaránt megvédte mindkét technológiával kezelt nitridált mintát az intermetallikus vegyületek kialakulásától. Ugyanakkor mindkét kezelés esetén jelentős változást figyelhető meg a minták keménységében és nitridált rétegvastagságában. Ezen tekintetben megállapítható, hogy a kezelést követően a sófürdős nitridált minta mind keménységi és rétegvastagsági tekintetben kisebb károsodást szenvedett el a kezelés okán.

A fémmikroszkóppal készített képeken megfigyelhető volt a minták martenzites szövetszerkezete, a szemcsehatárok mentén kivált nitridhálózatok, valamint az R2 minta esetében a vas és alumínium alkotta intermetallikus fázisok kialakulása. Megfigyelhető volt valamennyi mintán a 2%-os nitállal történő maratás során egy elszíneződött réteg mely vastagsága nagyságrendileg a diffúziós zóna vastagságához mérhető.

A pásztázó elektronmikroszkóppal lehetőség adódott jobb felbontású, nagyobb nagyítású képeket készíteni a fémmikroszkópon látott jelenségekről.

Az energiadiszipatív röntgenspektroszkópia alátámasztotta a korábbi méréseknél tett feltételezéseket, valamint további megállapításokat tehetünk a minták anyagi összetételét illetően. Megállapíthattuk, hogy a megjelenő fázis valóban a korábban is említett intermetallikus vegyület. A nitridált mintákon található hálós szerkezetének magas nitrogénkoncentrációjából megállapíthattuk, hogy az élhatás nevű jelenség során fellépő nitridhálózatról beszélhetünk. Az olvadt alumíniumban korróziót szenvedő nitridált minták esetében azt a kijelentést tehetjük, miszerint a sófürdősen kezelt minta kisebb mértékben veszít nitrogéntartalmából a plazmanitridált darabhoz képest. Ezt a különböző nitridek különböző termodinamikai stabilitásával, valamint a bomlást követő diffúziós folyamatokkal magyaráztuk.

A koptatóvizsgálat során látható, hogy kezdetben a referencia minta rendelkezik a legkisebb súrlódási tényezővel, azonban a mérés előrehaladtával rohamosan romlik a kopásállósága. Bár a mérési tartományon belül nem látszódik egyértelműen, azonban a görbe karakterisztikájából következtetve hosszabb koptatási úton mérve vélhetően a referencia minta rendelkezne a

legnagyobb súrlódási tényezővel. A mérési tartományon a nitridált minták közel azonos mértékben koptak, azonban megállapítható, hogy a vizsgált koptatási úton mérve a plazmanitridált minta adódott kopásállóbbnak.

A fentebb ismertetett, különböző vizsgálatok során kapott eredmények közt több összefüggést tapasztalható:

- A keménységmérés során megállapíthattuk, hogy a sófürdősen nitridált minta a hőfárasztás után is hasonló keménység értékeket produkált a plazmanitridált mintával ellenben, mely jelentős romlást mutatott. Hasonló eredményekhez jutottunk az EDS vizsgálat során is, mely szerint a sófürdős minta nitrogéntartalma jóval kisebb mértékben csökkent a hőfárasztás és korróziós vizsgálatok során. Mindkét mérés eredményei alapján feltételezhetjük, hogy a sófürdős eljárás során kialakult vas- és egyéb ötvözők alkotta nitridek termodinamikailag stabilabbak 700°C-on.
- A fémmikroszkóppal, valamint pásztázó elektronmikroszkóppal készített képeken látható volt, hogy a nitridhálók a plazmanitridált minta esetében sűrűbben, erőteljesebben tűntek fel. A sejtető magasabb nitrogénkoncentrációt, ezáltal a nagyobb mértékű elridegést az EDS vizsgálat során mért nitrogéntartalommal támasztottuk alá.

A mérési eredményekből megállapítható, hogy a plazmanitridált minta felülete keménységi és tribológiai tulajdonságait tekintve kisebb hőmérsékletű alkalmazás mellett hosszabb élettartamot biztosít. A sófürdős kezelés során kialakult nitridált réteg azonban nagyobb stabilitást mutatott magas hőmérsékleten vett igénybevételekkel szemben, kisebb keménységcsökkenést szenved meleg munkakörnyezetben történő applikációk esetén, ezáltal hosszabb élettartamot is garantál.

6. Irodalomjegyzék

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

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

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

Atapour, M.; Ashrafizadeh, F.: Tribology and cyclic oxidation behavior of plasma nitrided valve steel, *Surface and Coatings Technology*, Volume 202, Issue 20, 15 July 2008, Pages 4922-4929

Balloy, D.; Tissier, J. C.; Giorgi, M. L.; Briant, M.: Corrosion Mechanisms of Steel and Cast Iron by Molten Aluminum; *Metals & Materials Society and ASM International*, 2010

Birol, Yucel: Response to thermal cycling of plasma nitrided hot work tool steel at elevated temperatures, *Surface & Coatings Technology* 205, 2010, 597–602

Bonow, V. T.; Maciel, D. S.; Fenner, N. L.; Reguly, A.; Zimmer, A.; Zimmer, C. G.: Nitriding in non-toxic salts bath: An approach to implement cleaner production in the metallurgic industry, *Cleaner Engineering and Technology*, Volume 4, 2021, ISSN 2666-7908

Bonow, V. T., Maciel, D. S., Zimmer, A., Zimmer, C. G: Nitriding in low carbon steels using non-toxic salt baths. In: *Revista Liberato*, 2019, 177–186

BÖHLER Hungary "W350ISOBLOC", **BÖHLER Hungary**, URL: <https://www.boehler.hu/hu/products/w350isobloc/>

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

Bulla P. Á.: Hagyományos és korszerű nitridálási technológiák összehasonlító vizsgálata, Miskolci Egyetem, Miskolc, 2012

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

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

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

Fossati, A., Borgioli, F., Galvanetto, E. and Bacci, T.: Corrosion Resistance Properties of Glow-Discharge Nitrided AISI 316L Austenitic Stainless Steel in NaCl Solutions. In: Corrosion Science, 2006, 48, 1513-1527.

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

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

Kovács D.: Az aktív ernyő szerepének elemzése a plazmanitridálási eljárásban, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, PhD értekezés, Budapest, 2019

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

Mile F.: Plazmanitridált felületi rétegek tulajdonságainak összefüggései a kezelés hőmérsékletének változásával, Miskolci Egyetem, Miskolc, 2014

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

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

Rovalma S. A. Hot Work Tool Steel 1.2343 ESR, Barcelona, 2017, URL: <https://rovalma.com/wp-content/uploads/2017/03/1-2343-ESR.pdf>

Salem, M., S. Le Roux, G. Dour, P. Lamesle, K. Choquet, F. Rézaï-Aria: Effect of aluminizing and oxidation on the thermal fatigue damage of hot work tool steels for high pressure die casting applications, International Journal of Fatigue, Volume 119, 2019, Pages 126-138, ISSN 0142-1123

Stewart, W. E. Jr.: Determination of thermal contact resistance between metals Determination of thermal contact resistance between metals using a pulse technique using a pulse technique, University of Missouri-Rolla, Doctoral Dissertation, 1972

Solgi, P.; Chenarani, M.; Eivani, A. R.; Ghosh,.; Heat checking as a failure mechanism of dies exposed to thermal cycles: A review, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 26, 2023, Pages 865-895, ISSN 2238-7854

Szilágyiné Biró Andrea: Aktív ernyős plazmantridálás BIAS paraméterének hatása a rétegszerkezetre, Miskolci Egyetem, PhD értekezés, Miskolc (2017)

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

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