

Nitridálás és többrétegű bevonatok hatása ötvözetlen és ötvözött acélok tribológiai viselkedésére

The effect of nitriding and multilayer coatings on the tribological behavior of unalloyed and alloyed steels

GÁBRIEL Bálint¹, PRÉMUS Karina¹, KORSÓS Krisztián¹, DR. KOVÁCS Dorina¹

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, 1111 Budapest Műegyetem rakpart 3., +36 1 463-1111, +36 1 463-1110, info@bme.hu, www.bme.hu

Abstract

In our research, we applied low-temperature plasmanitriding and PVD coatings on unalloyed and low-alloy steels. The examined materials were C45 carbon steel and 42CrMo4 steel. The specimens were first plasmanitrided and then coated with two different ceramic PVD coating systems. Tribological tests were conducted using a pin-on-disc tribometer to evaluate wear resistance and friction coefficient changes over time. Additionally, mechanical tests were performed to analyze the performance of the coatings.

Keywords: plasmanitriding, PVD coating, C45 carbon steel, 42CrMo4 martensitic steel, tribology

Kivonat

Kutatásunkban kis hőmérsékletű plazmanitridálást és PVD bevonatolást alkalmaztunk ötvözetlen és kis ötvöztartalmú acélokon. A vizsgált anyagok a C45 szénacél és a 42CrMo4 nemesíthető acélok voltak. A próbatesteket először plazmanitridáltuk, majd kétféle keramikus PVD bevonat rendszerrel láttuk el. A tribológiai vizsgálatokat Pin-on-Disc tribométerrel végeztük, kiértékelve a kopásállóságot és a súrlódási együtthatót. Emellett mechanikai tesztek is alkalmaztunk a bevonatok teljesítményének elemzésére.

Kulcsszavak: plazmanitridálás, PVD bevonatolás, C45 szénacél, 42CrMo4 martenzites acél, tribológia

1. BEVEZETÉS

Komplex felületkezelések alkalmazásával széles skálán módosíthatók a gépészeti elemek felületi tulajdonságai, megőrizve az eredeti térfogati tulajdonságokat, így keresztmetszete mentén mechanikai tulajdonságok szempontjából nagy inhomogenitású rendszerek kialakítása válik lehetővé. Ideális esetben a mag szívós marad, míg a felszín és a felszínközeli rétegek nagy keménységgel, kopásállósággal és korrózióállósággal rendelkeznek, illetve az így kialakított rétegnek esztétikai vonzata is van.

Egyes műszaki alkalmazások esetében azonban egyetlen felületkezelési eljárás nem elegendő a kívánt tulajdonságok eléréséhez. Ilyenkor különböző technológiák kombinációjával olyan felületek hozhatók létre, amelyek fizikai, kémiai és mechanikai szempontból egyaránt kedvezőbb tulajdonságokat biztosítanak, mint bármelyik eljárás önmagában. Kutatásunk során kis hőmérsékletű plazmanitridálással és PVD technológiával létrehozott hibrid felületkezelést alkalmazunk eltérő ötvöztartalmú acélokon. [1]

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

A szakirodalmi áttekintés során a hibrid felületkezelés fejlődésére és korábban alkalmazott módszereire összpontosítunk. Kiemelten vizsgáljuk azokat a tanulmányokat, amelyek innovatív kutatásokat és új alkalmazási eljárásokat mutattak be.

Zlatanović és Münz [2] 1990-ben sikeresen alkalmaztak kettős bevonatot M35 szerszámacélon, jelentősen növelve az élettartamot. Később más módszereket is kidolgoztak a szubsztrátum teherbíró képességének növelésére, például nikkel- és krómbevonatokat, lézeres kezeléseket alkalmazta. Frissebb kutatások additív gyártású Ti-6Al-4V anyagokon is vizsgálták a duplex kezelések hatását, kimutatva a mechanikai és tribológiai előnyeiket.

Fei Sun és társai [3] a fogászati implantátumok hosszú távú működését vizsgálták ívkiüléses plazmanitridálással és TiN bevonattal. A kettős kezelés javította a bevonat tapadását, csökkentette a kopást és növelte a fáradási élettartamot. Qianxi He és társai [4] a PVD eljárással növelték a vágószerszámok kopásállóságát és élettartamát. Doğuş Özkan és társai [5] megállapították, hogy az AlTiSiN+TiSiN bevonat TiN közbenső réteggel jelentősen javította a tribológiai teljesítményt. H. Holleck és V. Schier [6] szerint a PVD technológia alkalmas fejlett bevonati koncepciók, például többrétegű bevonatok létrehozására, amelyek jó tapadást és alacsony súrlódási együtthatót biztosítanak.

A fentebb bemutatott kutatások között vannak olyanok, amelyekben vizsgálták az előzetes nitridálásnak a hatását, azonban olyanra nem találtunk példát, ahol a többrétegű bevonatok hatását is vizsgálták volna. Jelen kutatásunk ezen többrétegű bevonatok vizsgálatára fókuszál.

3. ANYAGOK ÉS VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

3.1. Kutatásban használt acélok és bevonatok

A vizsgált anyagaink közé tartozik a C45 ötvözetlen szénacél, valamint a 42CrMo4, kis ötvözőtartalmú nemesíthető acél. A kutatásban használt anyagok kémiai összetételét az 1. táblázat tartalmazza.

A vizsgálatban használt anyagok kémiai összetétele

1. táblázat

	C%	Mn%	Si%	Cr%	Mo%
C45	0,42 – 0,50	0,50 – 0,80	< 0,40	-	-
42CrMo4	0,38 – 0,45	0,60 – 0,90	< 0,40	0,90 – 1,20	0,15 – 0,30

Előkészítés tekintetében a próbatestek mechanikai polírozáson esetek át. A próbatestek felületkezelés tekintetében 2 órán át tartó, 450°C-on kivitelezett plazmanitridáláson, majd további, összesen 4 órán át tartó, eltérő kémiai összetételű, 450°C hőmérsékletű PVD bevonatoló technológián esetek át. A bevonatok kémiai összetételét tekintve két különböző bevonatot alkalmaztunk. Az „A” jelölésű bevonat egy TiN tapadórétegű és TiC-TiN-AlTiN tartalmú, többrétegű bevonat, míg a „B” jelölésű bevonat egy CrN tapadóréteggel ellátott AlCrN egyrétegű bevonat. Mind az A és B bevonat teljes vastagságát tekintve 5 mikrométer vastagságú, így a kombinációkból kiadódó bevonat teljes vastagsága minden esetben 10 mikrométer. A bevonatok vastagsága a gyártás során került ellenőrzése. A kutatás során előállított mintákat, illetve a gyártó által megadott keménységeket a 2. táblázat tartalmazza:

Kutatásunk során használt minták

2. táblázat

Elnevezés	C45-REF	C45-BB	C45-BA	42Cr-REF	42Cr-BB	42Cr-BA
Szubsztrát	C45	C45	C45	42CrMo4	42CrMo4	42CrMo4
Tapadóréteg	-	CrN	CrN	-	CrN	CrN
Bevonat	-	AlCrN	AlCrN	-	AlCrN	AlCrN
Tapadóréteg	-	CrN	TiN	-	CrN	TiN
Bevonat	-	AlCrN	AlTiCN	-	AlCrN	AlTiCN

Az áttekinthetőség érdekében a különböző kombinációkat jelölésrendszerrel láttuk el, mely sorrendet az 1. ábra is követi balról jobbra: C45-REF, C45-BA, C45-BB, 42CrMo4-REF, 42CrMo4-BA, 42CrMo4-BB.



1. ábra: Kutatásunk során használt minták (felső sor: C45, alsó sor: 42CrMo4)

3.2. A kutatásban használt vizsgálatok

Az adhéziós vizsgálatokat Lynx Moto Rockwell keménységmérővel végeztük az ISO 26443:2023 szabvány [7] szerint. A legfeljebb 20 μm vastag kerámia bevonatok tapadását gyémánt nyomófejjel végzett benyomás alapján értékeljük, mely benyomódás során keletkezett repedések és delaminációk megjelenése adhéziós hibákra utalhat. A kiértékelést Olympus PMG 3 mikroszkóppal végezzük el.

A tribológiai méréseket Anton Paar TRB³ készülékkel, Pin-on-Disk tribométer alkalmazásával készítjük el. Ez a berendezés egy álló csapból és egy forgó tárcsából áll, ahol a gömbölyű csapot állandó súly terheli. A módszer alkalmas különböző anyagok összehasonlítására és felületkezelések kopásállóságának vizsgálatára.

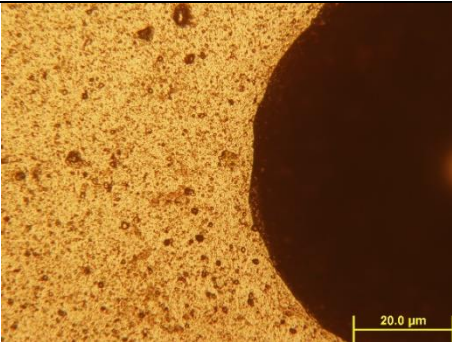
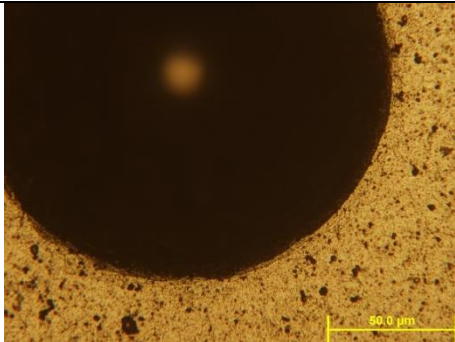
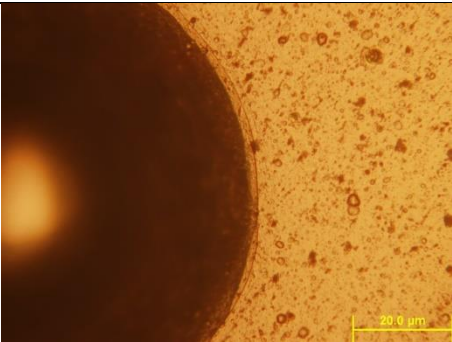
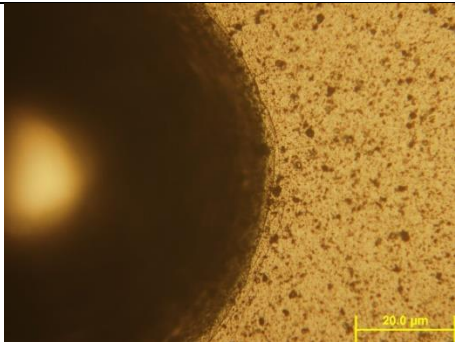
Az ASTM G99-es [8] szabvány alapján készült a vizsgálat, viszont 2 pontban eltértünk. A csapvég gömbátmérőjét tekintve a 10 mm helyett 6 mm átmérőjű SiC csapágygolyót használtunk, illetve a koptatási sugarat jelentősen kisebb értékre választottuk meg, annak érdekében, hogy mélyebb és a profilméréssel könnyebben mérhető kopási völgy alakuljon ki, azonos szabványos mérési idő alatt.

A profilméréseket Mitutoyo Surftest SJ-401 műszeren végezzük el a kopási árkok és a felületérdesség meghatározása érdekében. Az eredményekkel a tribológiai mérések hatását tudjuk elemezni, illetve az adatokból profilgörbét készíthetünk, amely szemlélteti a felszín magasságváltozását és a kopásnyomokat. A mérések elvégzése és kiértékelése során Pawlus és Reizer [9] munkáját vettük alapul.

4. EREDMÉNYEK

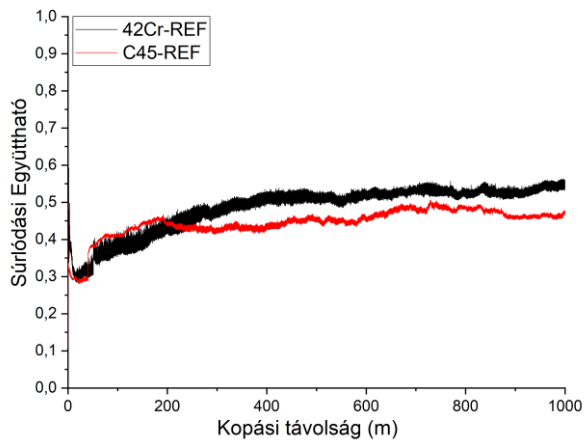
4.1. Adhéziós vizsgálatok

Az általunk alkalmazott ISO 26443:2023 szabvány 4 osztályba sorolja a lenyomatokat. A Class 0 kategóriába tartozó minták esetében sem repedések, sem adhéziós delaminációk nem figyelhetők meg. A Class 1 besorolású mintákon már megjelennek repedések, azonban adhéziós leválás továbbra sem tapasztalható. A Class 2 osztályba azok a minták tartoznak, amelyeknél részleges adhéziós delamináció észlelhető, repedésekkel vagy anélkül. Végül, a Class 3 kategóriába sorolt minták esetében teljes adhéziós delamináció figyelhető meg. A mintáink besorolását a következő táblázat mutatja be:

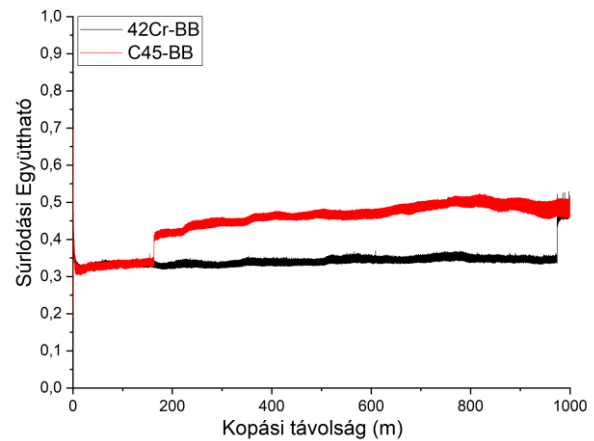
Minta	C45-BA	C45-BB
Lenyomat		
Besorolás	Class 0	Class 0
Minta	42Cr-BA	42Cr-BB
Lenyomat		
Besorolás	Class 1	Class 1

4.2. Tribológiai vizsgálatok

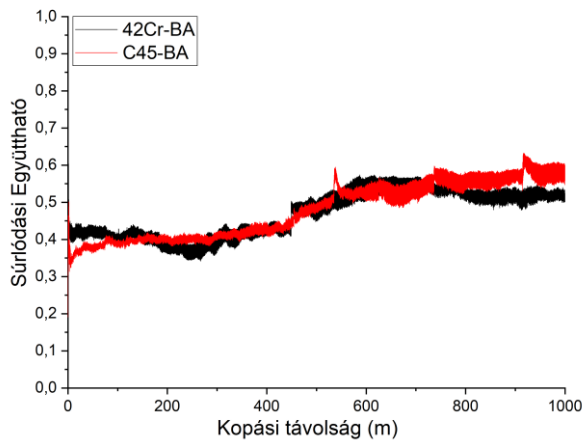
A mért értékeket az alábbi diagramokon jelenítettük meg, amelyek a súrlódási együttható és a kopatási távolság összefüggését mutatja:



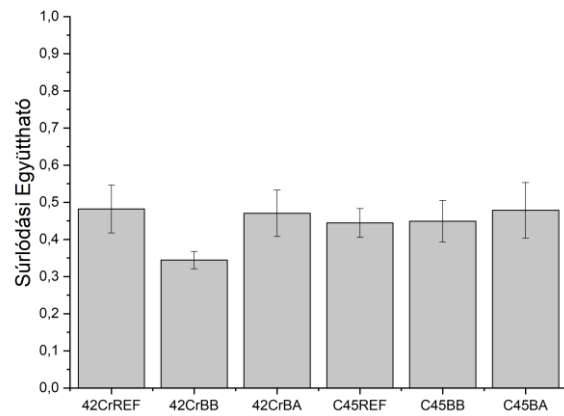
2. ábra: A REF jelölésű minták eredményei



3. ábra: A BB jelölésű minták eredményei



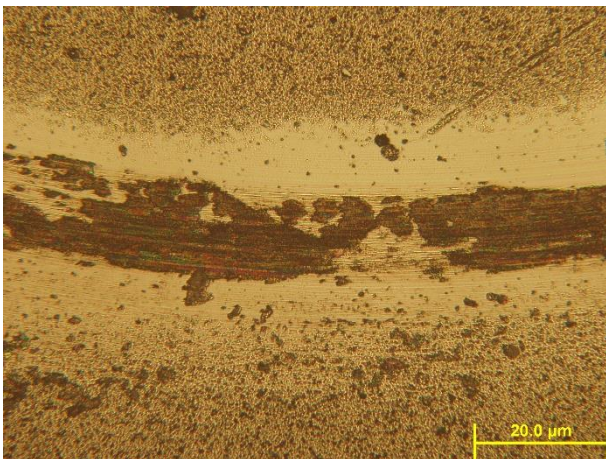
4. ábra: A BA jelölésű minták eredményei



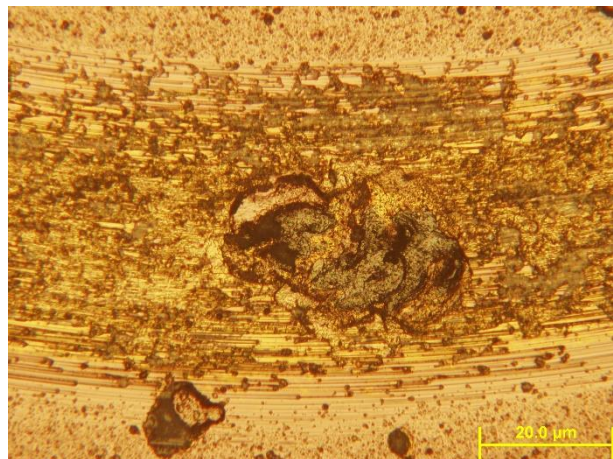
5. ábra: A mérési eredmények összesítése

A diagramok tekintetében megállapítható, hogy a felületkezeletlen C45 acél súrlódási együtthatója kisebb, mint a 42CrMo4 mintának. A C45-BB és 42Cr-BB minták esetén megfigyelhető egy ugrás a súrlódási együttható értékében, mely a ként minta esetén eltérő kopástáv után jelentkezik, viszont az ugrás előtti és utáni súrlódási együttható értékek a két minta esetén közel megegyeznek. A jelenség, a kopási nyomvonalakról készített felvételek alapján tribofilm képződésnek tulajdonítható (6. ábra). A 42Cr-BA és C45-BA minták súrlódási együttható értékei közel megegyeznek. A C45-BA mint

a görbében megfigyelhető kiugrásokat a PVD bevonat adhéziós károsodásának tulajdonítottuk (7. ábra).



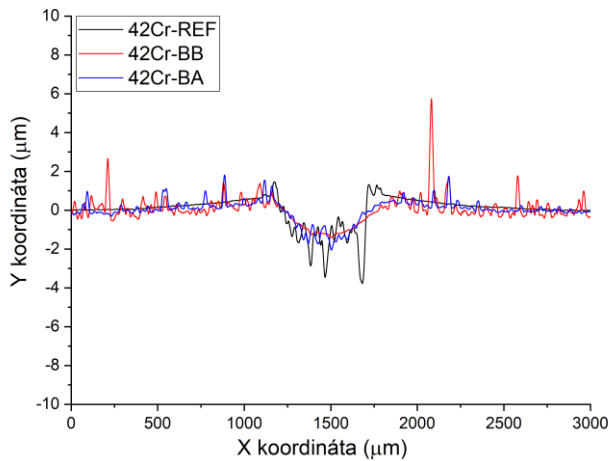
6. ábra: A BB mintákon megfigyelhető tribofilm



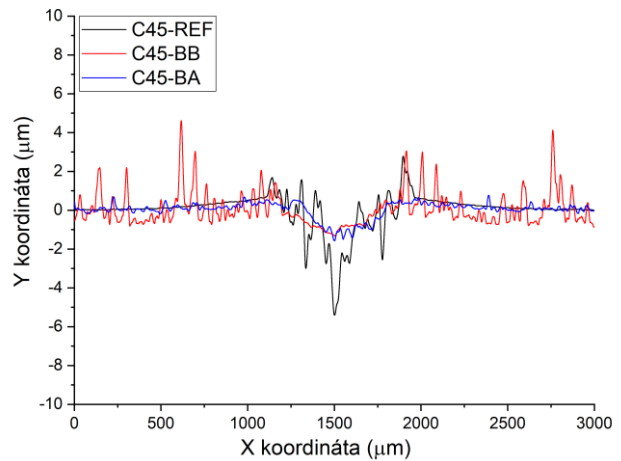
7. ábra: A C45-BA minta adhéziós hibája

4.3. Profilmérés

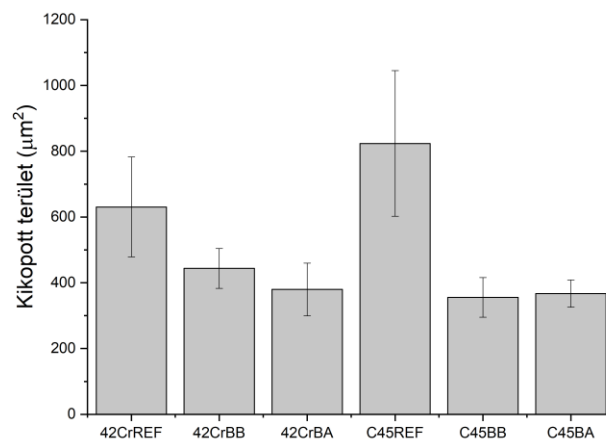
A referenciamintákon nagyon szépen kivehető, hogy a polírozás miatt a felületük egyenletes, míg a koptatási árkok mellett anyagfelgyűrődés figyelhető meg. A profilmérés eredményeit a következő ábrák szemléltetik:



8. ábra: A 42CrMo4 minták jellemző kopása



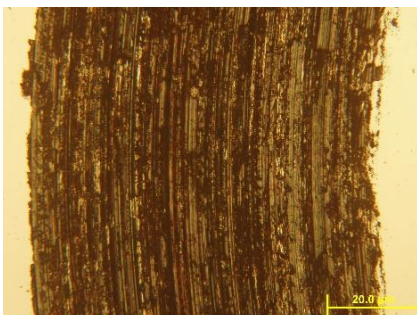
9. ábra: A C45 minták jellemző kopása



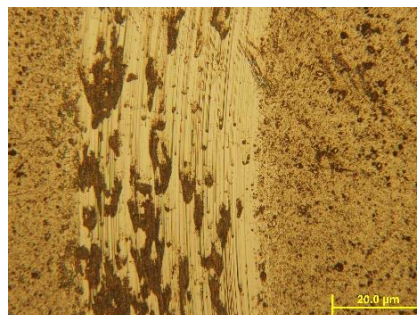
10. ábra: A mintákat jellemző kopási területek

A kopási profilgörbékből számított kopási térfogatok alapján megállapítható, hogy a 42CrMo4 acél felületkezeletlen állapotban kisebb kopási veszteséget szenved el a vizsgálat során. A bevonatolt minták tekintetében elmondható, hogy a C45 alapanyagra felvitt rétegek a vizsgálat során kisebb térfogatot veszítettek el, mint a 42CrMo4 hordozóra felvitt bevonatok.

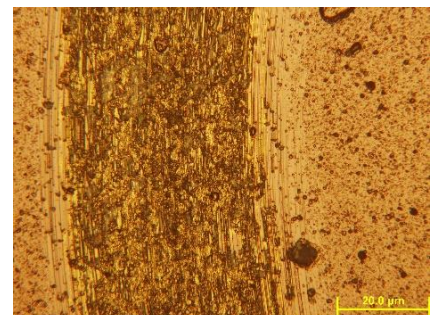
A felületeket mikroszkópos vizsgálata során megállapítható, hogy a referencia minták jellemző károsodása abrúziós és korróziós kopás (11. ábra), a BB mintákat abrúziós és korróziós kopás (12. ábra), míg a BA mintákat adhéziós és abrúziós kopás (13. ábra) jellemzi.



11. ábra: C45-REF kopása



12. ábra: C45-BB kopása



13. ábra: C45-BA kopása

6. ÖSSZEFOGLALÁS

Kutatásunk keretében 2 referenciamintát, valamint 2-2 darab PVD bevonattal ellátott mintát elemeztünk adhéziós vizsgálattal, tribológiai mérésekkel és felületi profilméréssel. A vizsgálatok során megállapított eredmények a következő pontokba foglalhatók:

Az adhéziós vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a C45 hordozóra felvitt bevonatok jobb tapadási tulajdonságokat mutatnak. A jelenség feltehetőleg összefügg a hordozó eltérő hővezetőképességével, hőtágulási együtthatójával vagy keménységével. A jelenség pontosabb értékelése és magyarázata további vizsgálatokat igényel. A súrlódási együttható vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a bevonatok közel hasonló súrlódási együttható értékeket vesznek fel, viszont merőben eltérő tribológiai viselkedések figyelhetők meg rajtuk. Az AlCrN tartalmú BB és a kezeletlen REF bevonatok esetén tribofilm képződés figyelhető meg. A BA bevonatok esetén adhéziós károsodást figyeltünk meg, mind a tribológiai görbéken, mind a kopásnyomvonalakról készített felvételeken. A profilmérés eredményeiként megállapítható, hogy mindkét bevonat rendszer, mindkét anyag esetében drasztikusan csökkentette a kikopott térfogatot. A további eredmények megállapításának érdekében több, elsősorban a bevonatok keménységét és érdességét érintő vizsgálat elvégzése szükséges.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönetünket fejezzük ki az Anyagtudomány és Technológia Tanszéknek, Gyártástudomány és technológia Tanszéknek, illetve a Polimertechnika Tanszéknek a rendelkezésünkre bocsátott eszközökért, szakmai segítségnyújtásért.

A Doktoranduszi Kiválósági Ösztöndíj Program (DKÖP) által támogatott projekt a Kulturális és Innovációs Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott, valamint a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem közös támogatásával, a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatallal kötött támogatási szerződés alapján valósult meg.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] A.S. Korhonen, E.H. Sirvio: A New Low Pressure Plasma Nitriding Method, Thin Solid Films, Volume 96, Issue 1, 1982, Pages 103-108, ISSN 0040-6090, [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(82\)90218-8](https://doi.org/10.1016/0040-6090(82)90218-8)
- [2] M. Zlatanović, W. D. Münz: Wear Resistance Of Plasma-Nitrided And Sputter-Ion-Plated Hobs, Surface And Coatings Technology, Volume 41, Issue 1, 1990, Pages 17-30, ISSN 0257-8972, [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(90\)90127-X](https://doi.org/10.1016/0257-8972(90)90127-X)
- [3] F. Sun, X. Liu, S. Luo, D. Xiang, D. Ba, Z. Lin, G. Song: Duplex Treatment of Arc Plasma Nitriding and PVD TiN Coating Applied to Dental Implant Screws, Surface and Coatings Technology, Volume 439, 2022, 128449, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/J.Surfcoat.2022.128449>.
- [4] Q. He, J. M. Depaiva, M. M. Martins, F. L. Amorim, R. D. Torres, A. F. Arif, S. C. Veldhuis: Pvd Coating Strategies: Developing A Combination of Alcrn and Altisin for Enhanced Surface Performance During Threading of Super Duplex Stainless Steel, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Volume 121, 2024, 106670, ISSN 0263-4368, <https://doi.org/10.1016/J.Ijrmhm.2024.106670>
- [5] D. Özkan, M. A. Yilmaz, M. Szala, C. Türküz, D. Chocyk, C. Tunç, O. Göz, M. Walczak, K. Pasierbiewicz, M. B. Yağci: Effects of Ceramic-Based CrN, TiN, And AlCrN Interlayers on Wear and Friction Behaviors of AlTiSiN+TiSiN PVD Coatings, Ceramics International, Volume 47, Issue 14, 2021, Pages 20077-20089, ISSN 0272-8842, <https://doi.org/10.1016/J.ceramint.2021.04.015>.
- [6] H. Holleck, V. Schier: Multilayer PVD Coatings for Wear Protection, Surface and Coatings Technology, Volumes 76–77, 1995, Pages 328-336, ISSN 0257-8972, [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(95\)02555-3](https://doi.org/10.1016/0257-8972(95)02555-3)
- [7] ISO, Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) — Rockwell Indentation Test For Evaluation Of Adhesion Of Ceramic Coatings (ISO 26443:2023), 2023, <https://www.iso.org/standard/86445.html>
- [8] ASTM International: Standard Test Method For Wear And Friction Testing With A Pin On-Disk Or Ball-On-Disk Apparatus (ASTM G99-23), 2023, <https://www.Astm.org/standards/G99>
- [9] P. Pawlus, R. Reizer: Profilometric Measurements Of Wear Scars: A Review, Wear, Volumes 534–535, 2023, 205150, ISSN 0043-1648, <https://doi.org/10.1016/j.wear.2023.205150>.