

Roncsolásmentes minősítési módszer kidolgozása TiN PVD bevonatokhoz

Development of a Non-Destructive Qualification Method for TiN PVD Coatings

KÖVÉR László Márk¹, Dr. GYURIKA István Gábor¹, Dr. KORIM Tamás²

¹Pannon Egyetem, Mérnöki Kar, Géptan Intézeti Tanszék, H-8200 Veszprém, Egyetem utca 10.
tel.: +36 88 624 458, kover.laszlo.mark@mk.uni-pannon.hu,
<https://uni-pannon.hu>

²Pannon Egyetem, Mérnöki Kar, Anyagmérnöki Intézeti Tanszék, H-8200 Veszprém, Egyetem utca 10.
tel.: +36 88 624 360, korim.tamas@mk.uni-pannon.hu,
<https://uni-pannon.hu>

Abstract

Wear and corrosion reduce the lifetime of highly loaded tools, highlighting the importance of PVD coatings. TiN coatings deposited by cathodic arc were analyzed for structural, mechanical, and optical properties. Higher hardness correlated with lower L^ lightness and reduced surface roughness. Results confirm that optical color measurement enables rapid, non-destructive industrial qualification of TiN coatings.*

Keywords: cathodic arc deposition, TiN, color measurement, microhardness, surface roughness

Kivonat

A kopás és korrózió csökkenti a szerszámok élettartamát, ezért fontosak a PVD bevonatok. Katódívés eljárással készült TiN bevonatokat vizsgáltam gyorsacél hordozón. A bevonatokat mechanikai, topográfiai és optikai módszerekkel jellemeztem. A nagyobb keménység kisebb érdességgel és alacsonyabb L^ értékkel járt együtt. Az optikai színmérés alkalmas gyors, roncsolásmentes ipari minősítésre.*

Kulcsszavak: katódívés leválasztás, TiN, színmérés, mikrokeménység, felületi érdesség

1. BEVEZETÉS

A mechanikai kopás és a korrózió jelentős károsodást okoz a mozgó és érintkező alkatrészeknél, ezáltal korlátozza a berendezések megbízható és gazdaságos működését [1]. A forgácsoló szerszám és a munkadarab közötti súrlódás, valamint a hűtő-kenő folyadék együttes hatása közvetlenül hozzájárul a felületi degradációhoz [1]. A fizikai gőzfázisú leválasztás (PVD) korszerű bevonattechnológia, amely vákuumban elpárologtatott anyag kondenzált leválasztásával hoz létre vékony rétegeket a hordozó felületén [2]. A PVD eljárások három fő típusa a katódívés leválasztás, a magnetronos porlasztás és az ionos bevonatolás [3]. Az 1970-es években megjelenő magnetron porlasztás jelentős előrelépést hozott a filmminőség, a leválasztási sebesség és az összetétel-szabályozás területén [3]. A PVD bevonatok rendkívüli keménységük, kopásállóságuk, korrózióval szembeni ellenállásuk és hőstabilitásuk miatt széles körben alkalmazhatók nagy igénybevételű szerszámfelületeken [4].

A titán-nitrid (TiN) az egyik legrégebben és legszélesebben körben alkalmazott PVD bevonat a szerszámiparban [5]. A TiN köbös NaCl-típusú kristályszerkezettel rendelkezik, amely 1000–3000 HV közötti keménységet és jó kémiai stabilitást biztosít [6]. A TiN bevonatok körülbelül 500 °C felett oxidációra hajlamosak, ami hőmérsékleti korlátot jelent alkalmazásukban [7]. A bevonat jellegzetes aranysárga színe és tribológiai tulajdonságai szoros összefüggésben állnak a sztöchiometriával, a nitrogéntartalommal és az előállítási paraméterekkel.

A jelen kutatás célja, a katódívés PVD eljárással előállított TiN bevonatok optikai tulajdonságai (L^*), felületi érdessége (R_a ; R_t) és mikrokeménysége (HV) közötti kapcsolat vizsgálata volt [8,9,10].

2. ANYAGOK ÉS MÓDSZEREK

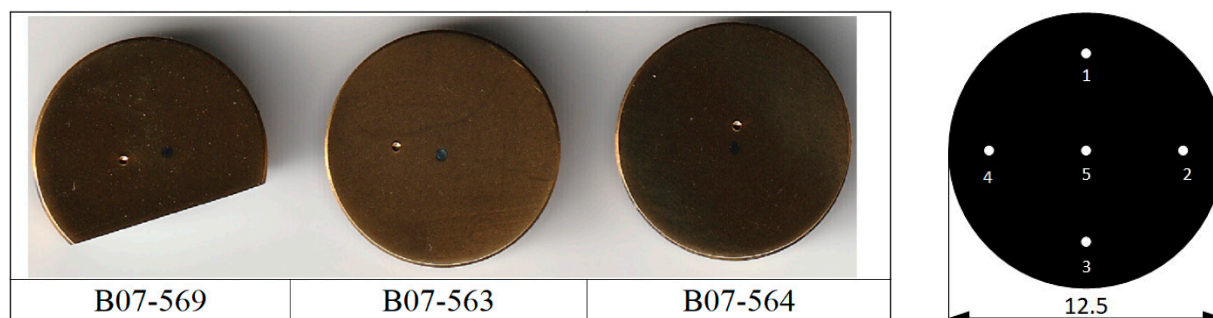
A bevonatok katódíves eljárással (Cathodic Arc Deposition) készültek egy ipari reaktorban. A minták Platit Pi411 Plus berendezéssel készültek. Az eljárás során célpontokról (targets) ionokat szabadítanak fel, amelyek a PVD berendezésben kondenzálódva bevonatot képeznek a szubsztrátumon (D12,5 mm, S = 4 mm). Három darab TiN bevonatú mintát vizsgáltam (B07-563, B07-569, B07-564), mindhárom mintát azonos paraméterekkel állították elő [1].

A bevonatolási paramétereket az 1. táblázat tartalmazza, a vizsgált mintákat az 1. ábra szemlélteti. Az ábrán látható mérési pontok nem konkrét koordinátákat jelölnek, hanem a vizsgált területek hozzávetőleges elhelyezkedését a mintán belül.

A vizsgált TiN minták bevonatolási paraméterei

1. táblázat

Bevonatolási paraméter	Beállított értékek
Hőmérséklet	450 °C
Munkanyomás	2,5 Pa
Áramerősség (ív)	75 A
Feszültség (ív)	22 V
Térfogatáram (Ar)	200 sccm
Térfogatáram (N ₂)	120 sccm
Bevonatolási idő	90 perc



1. ábra. A vizsgált minták és a mérési pontok

A bevonatvastagságot Thermofisher Niton XL2 Plus típusú röntgenfluoreszcens (XRF) készülékkel határoztam meg, amely roncsolásmentes módszer az anyagösszetétel meghatározására. A készülék 2 wattos röntgensövet használ (45 kV, 200 μ A), SDD detektorral. Minden mintát azonos geometriai konfigurációban (beesési szög: 90°, mérési pont átmérője: 8 mm, távolság: 2 mm), 30 s expozíciós idővel vizsgáltam [2].

A bevonatvastagságokat a 2. táblázat tartalmazza. A hordozó TS-M35 gyorsacél (HSS), amelynek elemösszetételét szintén az XRF készülékkel vizsgáltam, az eredményeket a 3. táblázat tartalmazza. A táblázatból jól kivehető, hogy csak a Mo és a Si tartalom tér el a szabványban meghatározottól.

A minták bevonatvastagsága (átlag \pm szórás, n=5)

2. táblázat

Minta	Bevonat vastagság (μ m)
B07-563	1,023 \pm 0,04
B07-569	1,699 \pm 0,06
B07-564	0,946 \pm 0,03

Összetevő	XRF (% m/m)	ASTM A600 Type M35 szabvány
Fe	77,068	–
W	5,966	5,5–6,5
Co	4,629	4,6–5,0
Mo	4,486	4,75–5,2
Cr	4,395	3,8–4,5
V	1,800	1,75–2,15
Si	1,038	0,2–0,45
Mn	0,341	0,15–0,4

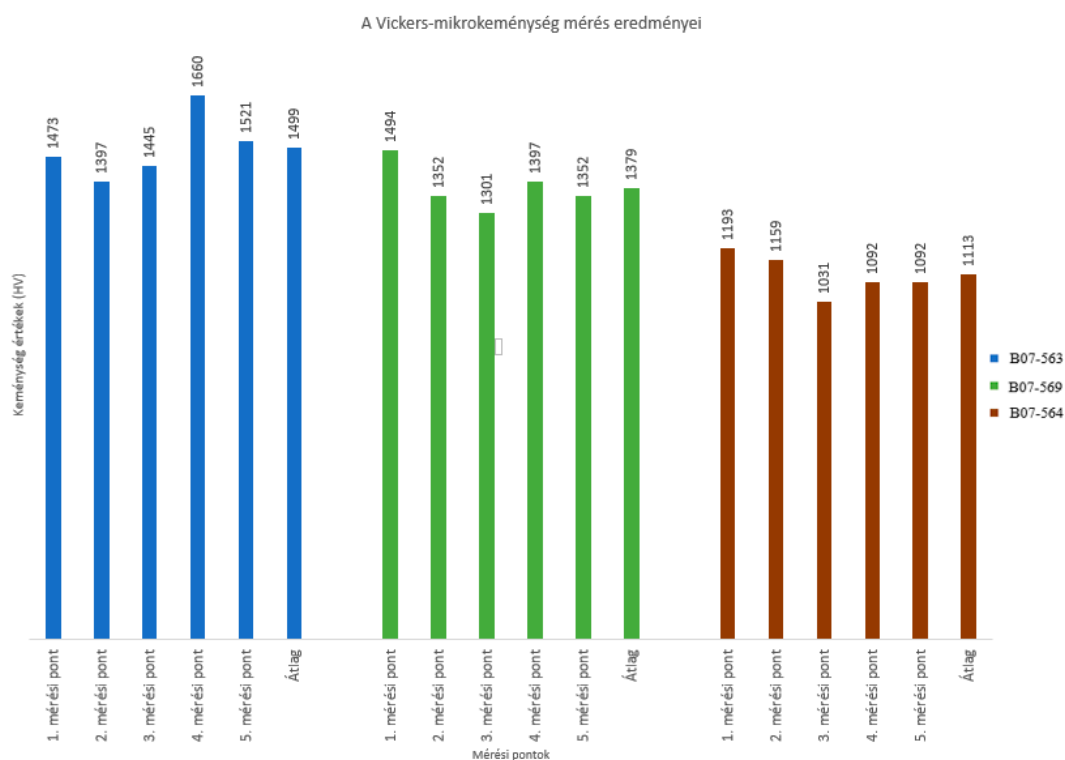
A mikrokeménységet Vickers-módszerrel mértem (0,025 kgf, Wolpert 402 MVD), öt ismétlés átlaga alapján [3][6]. A felületek vizsgálathoz a mintákat EXAKT 310/36 fűrészsel daraboltam, fenolgyantába ágyaztam, P240–P400-P800 csiszolópapírokkal csiszoltam és 3 μ m szuszpenzióval políroztam [4][5].

A felületi érdességet Taylor Hobson Surtronic S-128 kontakt profilométerrel határoztam meg, az ISO 4287 szabványnak megfelelően (skidded, Gauss szűrő, 4 mm kiértékelési hossz, 0,25 mm cut-off, gyémánthegy), mintánként 5 ponton. A mérések során az átlagos felületi érdességet (R_a), az egyenetlenségmagasságot (R_t) és a négyzetes átlagot (R_q) vizsgáltam [7]. A színfényességet Konica Minolta CM-3600d spektrofotométerrel mértem CIE Lab színtérben (diffúz megvilágítás, 8°-os szög, pontosság: $\pm 0,05$), mintánként 5 ponton [8][9].

3. EREDMÉNYEK

3.1. Vickers-mikrokeménység

Az alkalmazott nyomóerő 0,025 kgf (25 N), a terhelési idő 10 s volt. A pontonkénti eredményeket a 2.ábra tartalmazza.



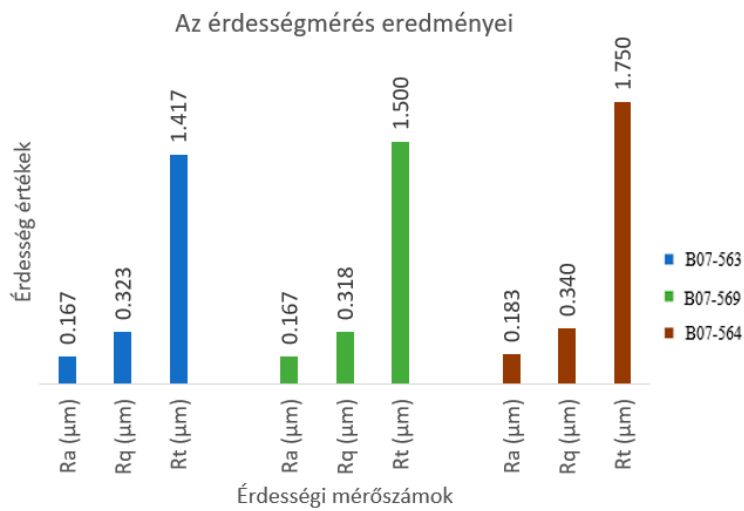
2. ábra. A Vickers-mikrokeménység mérés eredményei

A B07-563 minta mutatta a legmagasabb átlagos mikrokeménységet 1499 ± 55 (HV_{0,025}), a B07-569 mintán 1379 ± 50 (HV_{0,025}), míg a B07-564 mintán 1113 ± 40 (HV_{0,025}) adódott. Bár a minták azonos

bevonatolási paraméterek mellett készültek, a mért keménységértékek között megfigyelhető eltérések több tényező együttes hatására vezethetők vissza. A katódívés PVD eljárás sajátosságaiból adódóan a plazmaáram nem teljesen homogén, így a bevonat összetétele és mikroszerkezete lokálisan változhat. Emellett a minták geometriai elhelyezkedése a bevonatoló térben befolyásolhatja a beérkező részecskeáramot, ami különbségeket okozhat a rétegvastagságban és a kémiai összetételben, ezáltal a keménységben is. További hatással lehetnek a felületi előkészítés kisebb eltérései, valamint a mikrokeménység-mérés saját bizonytalanságai, amelyek kis terhelés esetén fokozottabban érvényesülnek. Ezek együttesen indokolják a mért értékek közötti eltéréseket [6].

3.2. Felületi érdességmérés

Minden mintán 5 mérési ponton határoztam meg az Ra, Rq és Rt paramétereket. Az átlagos érdességi értékeket a 3. ábra foglalja össze.

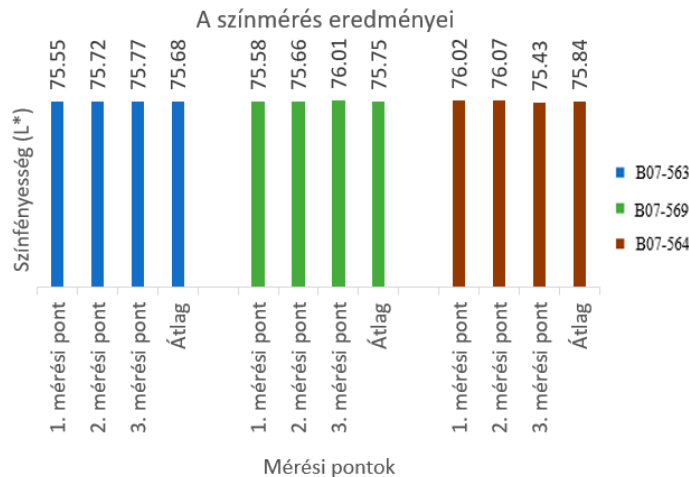


3. ábra. Az érdességmérés eredményei

A B07-563 és B07-569 minták azonos Ra értéket mutattak (0,167 μm), míg a B07-564 esetében az Ra = 0,183 μm volt. Az Rt értékek 1,417–1,750 μm tartományban mozogtak. Mindhárom minta sima, egyenletes felületet mutatott, az Ra értékek 0,2 μm alatt maradtak, ami kedvező a kopásállóság szempontjából [7][10]. A bevonatok felületi topográfiája homogén volt, jelentős felületi hibák nem jelentkeztek.

3.3. Színmérés

A minták jellegzetes aransárga réteget kaptak. A CIE Lab színtérben az L* érték a világosságot kvantifikálja (0 = fekete, 100 = fehér). Az eredményeket a 4. ábra szemlélteti.



4. ábra. A színmérés eredményei

A B07-564 minta mutatta a legmagasabb L^* értéket ($75,84 \pm 0,27$), a B07-569 mintáé ($75,75 \pm 0,30$), míg a B07-563 a legalacsonyabb ($75,68 \pm 0,25$). Az L^* értékek szűk tartományban mozognak, ami a TiN bevonat színének jó reprodukálhatóságát igazolja [8][9].

4. KÖVETKEZTETÉSEK

A kapott eredmények azt mutatják, hogy a TiN bevonatok keménységi értékének (HV) növekedésével a színfényesség (L^*) csökken, azaz a sötétebb aransárga árnyalatú bevonatok nagyobb keménységet mutatnak. Emellett a keménység növekedésével az R_a , és R_t érdességi paraméterek szintén csökkennek, tehát javul a felületi minőség. Ezen eredmények alapján kimondható, hogy ha CIE Lab módszerrel meghatározunk egy színfényesség-referencia értéket és egy tőrési tartományt, akkor spektrofotometriás színméressel könnyen és gyorsan, rögtön a bevonatolás után minősíthető a TiN bevonat roncsolásmentesen. Adott bevonatolási paraméterek mellett létrehozható egy színárnyalat-skála, amelyhez előzetes mikrokeménység méréssel Vickers-keménység értékek rendelhetők. Ez ipari oldalról különösen hasznos, mivel kiváltható a költséges roncsolásos mikrokeménység mérések minősítés, amelynek eredményeként gyorsabb, egyszerűbb és károsodásmentes minőségellenőrzés valósítható meg. A módszer különösen ígéretes a TiN bevonatok esetében, ahol a jellegzetes aransárga szín jól mérhető a CIE Lab szintérben.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] M. Chen, Y. Ma, L. Chen, D. Zhang, H. Zhou, J. Chen, Lubrication, wear resistance and corrosion protection on aluminum alloy toward multifunctional coatings with nano-CeO₂ inhibition effect, *Progress in Organic Coatings*, Vol. 186, 108066, 2024.
- [2] S. Das, S.K. Biswas, A. Kundu, R. Ghadai, S. Guha, Investigation of mechanical morphological structural and electrochemical properties of PVD TiAlN coating, *Applied Surface Science Advances*, Vol. 24, 100638, 2024.
- [3] N. Fereshteh-Saniee, H. Elmkhah, M. Nouri, M. Meghdari, An investigating of how mechanical properties impact the erosion resistance of CrN, CrTiN, and CrTiSiN PVD coatings, *Results in Surfaces and Interfaces*, Vol. 18, 100422, 2025.
- [4] C.I. Chiadikobi, R. Thornton, D. Statharas, D.P. Weston, The effects of deep cryogenic treatment on PVD-TiN coated AISI M2 high speed steel, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 493, 131248, 2024.
- [5] Z. Afshar, M. Nouri, H. Elmkhah, N. Lin, Y. Yang, The effect of roughness and top layer in solid particle impingement erosion of multilayer nanostructured nitride PVD coatings, *Results in Surfaces and Interfaces*, Vol. 17, 100335, 2024.
- [6] Q. He, J.M. DePaiva, J. Kohlscheen, B.D. Beake, S.C. Veldhuis, Study of wear performance and tribological characterization of AlTiN PVD coatings with different Al/Ti ratios, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 96, 105488, 2021.
- [7] V. Podgursky et al., Dependence of the friction coefficient on roughness parameters during early stage fretting of (Al,Ti)N coated surfaces, *Wear*, Vol. 271(5), 853–858, 2011.
- [8] K. Dejun, G. Haoyuan, W. Wenchang, Effects of Loadings on Friction and Wear Behaviors of Cathodic Arc Ion Plating AlTiN Coating at High Temperature, *Tribology Transactions*, Vol. 59(4), 604–612, 2016.
- [9] K.S.K. Saad, T. Saba, A.B. Rashid, Application of PVD coatings in medical implantology for enhanced performance, biocompatibility, and quality of life, *Heliyon*, Vol. 10(16), e35541, 2024.
- [10] G. Gupta, R.K. Tyagi, S.K. Rajput, P. Saxena, A. Vashisth, S. Mehndiratta, PVD based thin film deposition methods and characterization/property of different compositional coatings – A critical analysis, *Materials Today: Proceedings*, Vol. 38, 259–264, 2021.