



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2



# Nitridálási eljárások hatásának vizsgálata fogfelületek különböző pontjain

*Gyarmati Dániel, DY2XRE*

*Konzulens: Dr. Kovács Dorina, adjunktus*

## NYILATKOZAT AZ ÖNÁLLÓ MUNKÁRÓL

Alulírott, *Gyarmati Dániel* (DY2XRE), a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem hallgatója, büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és sajátkezü aláírással igazolom, hogy ezt a TDK 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, 2023.11.03



*Gyarmati Dániel*

## TARTALOMJEGYZÉK

1. Bevezetés.....	4
2. Szakirodalmi áttekintés .....	5
2.1. Nitridált réteg kialakulása és szerkezete.....	5
2.2. Nitridálási eljárások összehasonlítása .....	6
Plazmanitridálás .....	6
Gáznitridálás .....	7
Sófürdős nitridálás.....	7
Karbonitridálás.....	7
Általános összehasonlítás .....	7
2.3. Előzetes kutatási eredmények.....	8
3. Célkitűzés.....	10
4. Kísérleti munka bemutatása és értékelése .....	11
4.1. Kísérleti paraméterek .....	11
4.2. Felhasznált eszközök és berendezések .....	12
4.3. Optikai mikroszkópos vizsgálat .....	12
4.4. Vegyületi réteg vastagságának mérése.....	14
4.4.1. Meghatározás pásztázó elektronmikroszkóppal .....	15
4.4.2. GDOES mérés alapján .....	17
4.5. Diffúziós zóna meghatározása.....	20
4.6. Kopási kísérlet .....	24
5. Összefoglalás/Eredmények értékelése.....	28
6. Felhasznált források .....	29

\* \* \*

### **Köszönetnyilvánítás**

Ezen dolgozat elkészítése nem jöhetett volna létre konzulensem, Dr. Kovács Dorina nélkül, így köszönöm a lehetőséget, hogy kipróbálhattam magam az anyag tudomány ezen területén, ahol belátást nyerhettem egy gyakorlatiasabb környezetbe. Megtanulhattam, milyen szempontok alapján vizsgáljuk meg az adott mérni kívánt munkadarabot, illetve a mérő berendezések használatát.

Köszönöm az Anyagtudomány és Technológia Tanszéknek, hogy használhattam a labort. Továbbá Jóna Attilának a próbatesteket és előzetes eredményeket.

Korsós Krisztiánnak a koptató vizsgálatban való segédkezést és Kovács Dórának az elektronmikroszkópozást.

*Budapest, 2023.11.03.*

*Gyarmati Dániel*

## 1. BEVEZETÉS

A fogaskerekek nitridálási módszereinek vizsgálata kritikus fontosságú az ipari és gépgyártási szektorokban. Elsősorban azért fontos, mert a megfelelő nitridálási módszer kiválasztása javíthatja a fogaskerek teljesítményét és élettartamát, növelve ezzel a gépek megbízhatóságát. Az eltérő eljárások hatásainak megértése lehetővé teszi az optimális folyamat kiválasztását, ami jelentős költségcsökkentést eredményezhet a termelés során. A nitridálás mélységének és keménységének meghatározása alapvető a fogaskerek minőségének biztosításában, így csökkentheti a karbantartási költségeket és növelheti a gépek élettartamát. A minőségellenőrzés is kiemelkedő szerepet játszik, és lehetővé teszi az esetleges hibák vagy gyenge minőségű nitridálás azonosítását. Az iparban alkalmazott adatok és információk széles körben hasznosíthatók más területeken is. Az eredmények hozzájárulnak a fenntartható gyártáshoz és a környezetvédelemhez, az által, hogy hosszabb élettartammal rendelkezik egy-egy alkatrész, így tovább képes üzemelni, csökkentve a hulladék mennyiségét. Az optimális nitridálási módszerek kiválasztása elősegíti a gépek és járművek megbízhatóságát, a biztonság és a teljesítmény szempontjából.

## 2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

### 2.1. Nitridált réteg kialakulása és szerkezete

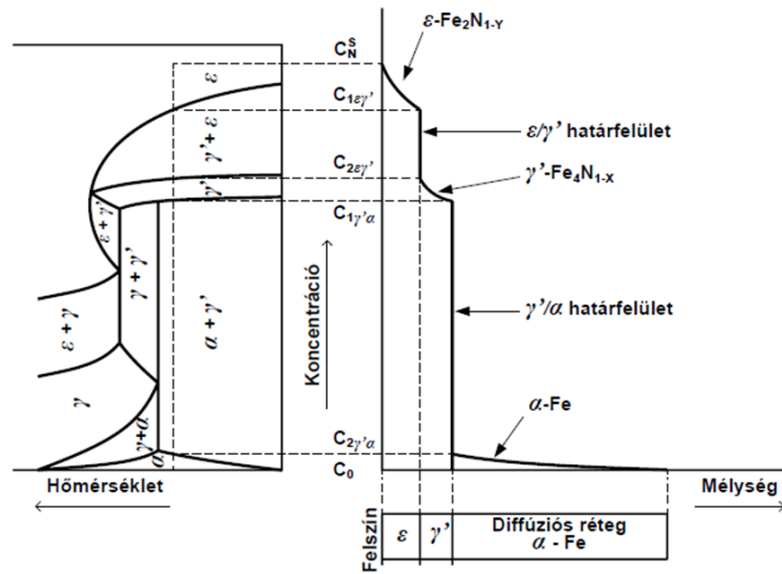
A nitridálás lényegében egy felületi ötvözés (diffúziós folyamat), amely során nitrogén diffundál be az alapanyagba. A nitrogén diffúziója során az anyag mikroszerkezete és tulajdonságai megváltoznak.

A nitridálás során létrejövő nitridréteg növeli az anyag keménységét és kopásállóságát, valamint ellenállóbbá teszi a korrózióval és kopással szemben. Ezért népszerű eljárás a fémes anyagok felületi tulajdonságainak javítására, például gépalkatrészek és szerszámok esetében.

A nitridálás folyamata során először a felület nitrogént vesz fel, mely miatt a ferrit fázis nitrogénnel telítődik. Ezt követően megjelennek a  $\gamma'$ - és  $\varepsilon$ -fázisok, amelyek speciális kristályszerkezetekkel rendelkeznek [1]. A  $\gamma'$ -fázis ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) egy rendezett rácsú szilárd oldat, ahol a vasatomok középpontos kristályrácsot alkotnak, melynek közepén intersztíciósan egy nitrogén atom található. Az  $\varepsilon$ -fázis ( $\text{Fe}_2\text{-3N}$ ) egy rendezett rácsú szilárd oldat, melynek kristályszerkezete hexagonális rács, ahol a nitrogén atomok a grafit-típusú rács oktaédes hézagjaiban helyezkednek el. Ezek összességében egy többrétegű kéreg kialakul, amely tartalmaz  $\varepsilon$ -,  $\gamma'$ -,  $\alpha\text{N}$ - és  $\alpha$ -fázisokat. A hőkezelés során a szilárd oldat túltelítetté válik, és hasonlóan a kiválásos keménységhez, a  $\gamma'$ -fázis és az ötvözőelemek nitridjeinek kiválásához vezet. Az ötvözött acélok esetén az ötvözőelemek a  $\gamma'$ - és  $\varepsilon$ -fázis vasatomjai helyére kerülhetnek, létrehozva komplex nitrideket és karbonitrideket. Az ötvözőelemek másik hatása a nitrogén diffúziójának lassítása, ami a rétegvastagság csökkenését eredményezi. A nitridálással kialakított kéreg optikai mikroszkópon két jól elkülöníthető részből áll: a vegyületi zónából, mely nitridekből áll és fehérnek látszik a képeken, valamint az alatta levő diffúziós zónából.

A különböző ötvözők az alapanyagban befolyásolják, hogy milyen nitridek alakulnak ki, például: Cr, Mo, Ti, Al stb.

A Ti, V, Nb, Cr, Mn, Mo növeli a nitrogén oldódásának mértékét és mélységét az alapanyagban, növelve ezzel a diffúziós sebességet, míg a Ni, Si és leginkább a C csökkenti a diffúziós sebességet.



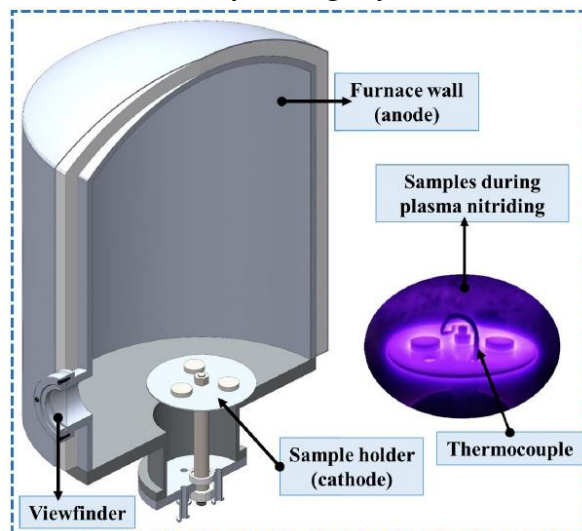
1. ábra. Nitridált réteg kialakulása tiszta vas felületén [1]

## 2.2. Nitridálási eljárások összehasonlítása

A következőkben bemutatom a különböző nitridálási eljárások jellegzetességeit.

### PLAZMANITRIDÁLÁS

A plazmanitridálás olyan folyamat, ahol a réteget nitrogén-hidrogén gáz keverékben vákuum kemencében hozzák létre, ionizálják, így reakcióba lép a felülettel, amely felmelegszik kb. 500°C-ra. Az elektromos mezőben végrehajtott ionizáció lehetővé teszi a nitrogén bejuttatását a fém felületébe. A plazmanitridált réteg rendkívül kopásálló és nagyon kemény, ami ideális mechanikai alkatrészeknél. Az eljárás magas beruházási költségeket, és jól kontrollált körülményeket igényel a működéshez.



2. ábra. Plazmanitridáló berendezés vázlatja [2]

## GÁZNITRIDÁLÁS

A gáznitridálásnál az alkatrészt magas hőmérsékleten és alacsony nyomáson ammóniagázban kezelik. Az ammóniagáz környezet lehetővé teszi a nitridált réteg kialakítását, úgy, hogy a fém felület katalizátorként funkcionál, és az ammónia nitrogénre és hidrogénre bomlik. A kialakult réteg rendkívül kopásálló és rendkívül kemény. A folyamat hosszú időt vesz igénybe, és 500-570 °C hőmérsékletet igényel [1].

## SÓFÜRDŐS NITRIDÁLÁS

A sófürdős nitridálásnál az alkatrészt egy nagy cianid-tartalmú sófürdőben mártják be, végül utóoxidálják. A folyamat gyors és hatékony, és nem igényel magas hőmérsékletet, így a hőre érzékeny alkatrészek is nitridálhatóak. Az eljárás viszonylag kis költségekkel és egyszerű berendezéseket igényel, amennyiben folyamatos üzemben történik a felület kezelése.

## KARBONITRIDÁLÁS

A karbonitridálás eljárás során a nitrogént és a szénforrást egyidejűleg alkalmazzák a karbonitridált réteg kialakításához. A réteg közepes keménységgel és kopásállósággal rendelkezik. A folyamat kiválóan alkalmas az alacsony szén tartalmú acélok kezelésére, javítva keménységüket és kopásállóságukat. A karbonitridálás lehetővé teszi a felületi keménység és kopásállóság növelését 560-590 °C hőmérsékleten, az így kialakult réteg 0,2-0,5 mm vastag [1].

## ÁLTALÁNOS ÖSSZEHAJONLÍTÁS

A plazmanitridálás és a gáznitridálás jól kontrolált körülményeket igényelnek. A plazmanitridálás előnye a gáznitridálással szemben, hogy a gázösszetétel változtatásával könnyen szabályozható a vegyületi réteg mélysége és típusa [1]. Az alkatrészek méretváltozása is igen csekély.

A sófürdős nitridálás gyors és hatékony, homogén nagy kopásállóságú réteget hoz létre, rugalmas eljárás.

A karbonitridálás jó kopási és fáradási réteget hoz létre.

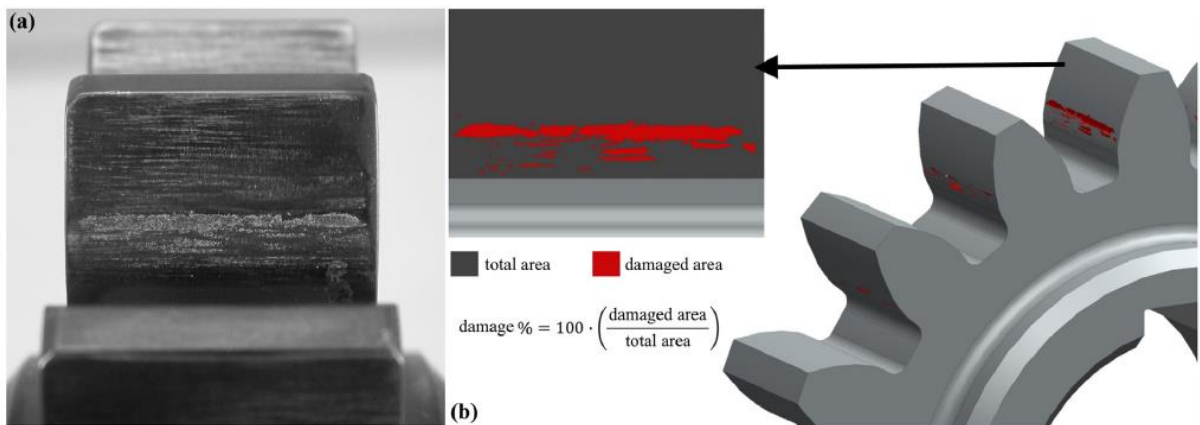


### 2.3. Előzetes kutatási eredmények

Conrado és társai [3] kutatásukban nitridált és cementált fogaskerekek hajlító kifaradási határát hasonlították össze. A kutatás során két különböző cementálható, 20MnCr5 és 18NiCrMo5, és két edzhető, 42CrMoS4 és 31CrMo12 acélt vizsgáltak. Öt próbadarabot készítettek azonos geometriai kialakítással, az edzhető acél próbadarabokat Nitreg gáznitridálási eljárással nitridálták, a cementálható acél próbadarabokat gázcementálták, illetve egy cementálható 20MnCr5-ös acél próbadarabot gáznitridálták. A kutatás konklúziójaként bizonyították a cementált és a nitridált acélok nagy teherviselő képességét kifaradási határ szempontjából.

Az eredmények azt mutatják, hogy a cementálás előnyösebb eljárás fogaskerekek felületi kezelésére, mivel nagyobb kifaradási határt biztosítanak a gépelemnek a felületi keménység, és ezáltal a kopásállóság jelentős vesztesége nélkül.

Dalcin és társai [4] a nitridáló gázközeg nitrogéntartalmának 18MnCrSiMo6-4 bainites acélra kifejtett hatását vizsgálták. A felületkezelést pulzáló plazmanitridálással végezték 500°C-on három eltérő gázkeverék összetétellel. Az N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> gáz nitrogéntartalma 5 %, 24 % és 76 % volt a különböző próbatetek kezelése során, amelyek 30, 20, illetve 15 órát vettek igénybe a felhasznált gáz nitrogéntartalmától függően. A koptatás során károsodott fogaskereket és a károsodott felület méretének meghatározását mutatja be a 3. ábra. Arra a konklúzióra jutottak, hogy a pulzáló plazmanitridálás alkalmas eljárás 18MnCrSiMo6-4 acél gödrös kopással szembeni ellenállóságának növelésére. Illetve kimutatták, hogy a nitridáló atmoszféra N<sub>2</sub> tartalma jelentős mértékben befolyásolja kialakuló nitrid réteg vegyületi rétegének és diffúziós zónájának vastagságát, valamint a mechanikai tulajdonságokat

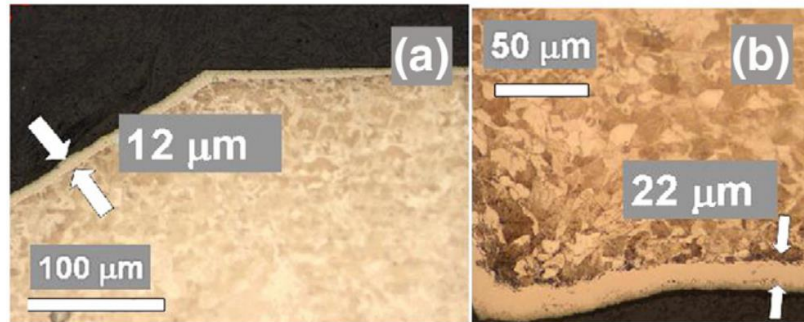


3. ábra. (a) A plazmanitridált fogaskerék fogán mutatkozó gödrös kopás és (b) károsodott felület méretének meghatározása [4]

Kimutatták, hogy a kialakult felületi réteg vastagsága arányosan nő a kezelési idő és a felhasznált atmoszféra nitrogén tartalmának növelésével. A próbatetek keménysége

csökken a fogcsúcs felülete felől a fogtő felé haladva, mivel csökken a vas-nitridek jelenléte az anyagban ebben az irányban.

Ochoa és társai [5] C45 anyagból készült fogaskereken kialakult réteget vizsgálta 540 °C-os plazmanitridálás után. A röntgendiffraktogramok azt mutatják, hogy az  $\epsilon$ - és  $\gamma'$ -nitrid fázisok alkotják a vegyületi réteget. A fogprofil mentén meglehetősen egyenletes vastagságú réteget alakítottak ki, ami a 4. ábrán is jól látható.



4. ábra. Fogak mentén kialakult vegyületi réteg [x]

### 3. CÉLKITÚZÉS

$42\text{CrMo4}$  alapanyagú fogaskerekek fejkörén és lábkörén kialakuló nitridálási keménység és nitridálási mélység vizsgálata. Különböző módszerek alkalmazásával arra törekszem, hogy megvizsgáljam ezeknek az eljárásoknak a hatásait a fogfelületeken. Csiszolaton megvizsgálom a nitridált réteg kialakulását optikai mikroszkóppal, megmérem a keménységét a mélység függvényében, amit összefüggésbe állítok a GDOES vizsgálattal megkapott nitrogén tartalom mélységgel. Ezen kutatással remélem, hogy az optimális eljárást választva javítom a kívánt tulajdonságok elérését.

## 4. KÍSÉRLETI MUNKA BEMUTATÁSA ÉS ÉRTÉKELÉSE

Ebben a fejezetben bemutatom a kutatási munkához alkalmazott próbatetek felületkezelését, valamint a vizsgálati módszerekkel megállapított eredményeket és következtetéseket.

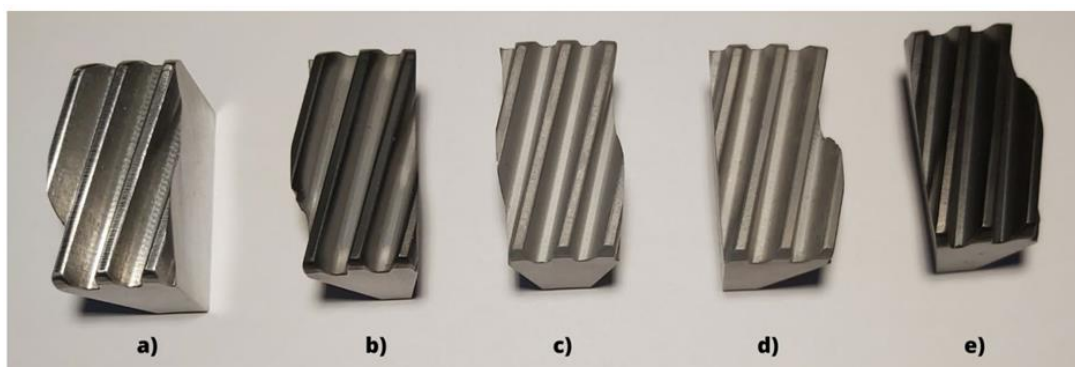
### 4.1. Kísérleti paraméterek

A kutatáshoz 42CrMo4 anyagú, előre nemesített fogaskerék darabokat használtam. A különböző nitridálási eljárások paraméterei a 1. táblázatban látható. A nitridálások 3 különböző ipari partnernél készültek, így a hőmérsékletek eltérők, hiszen az ott alkalmazott körülmények között készültek a próbatetek. A nitridálások kimenetele így kevésbé összehasonlítható, azonban az eljárások adta különbségek és használhatóság így is összehasonlíthatók a fogaskerekeknél.

1. táblázat. Nitridálási körülmények

Eljárások	Közeg	Hőmérséklet (°C)	Idő (óra)
Gáznitridálás	NH <sub>3</sub> gáz	570	95
Karbonitridálás	NH <sub>3</sub> +CO <sub>2</sub> gáz	480	25
Sófürdős nitridálás	CN – CNO – CO tartalmú sófürdő	580	12
Plazmanitridálás	75%H <sub>2</sub> – 25%N <sub>2</sub>	520	24

A nitridálások után elkészült munkadarabok az 5. ábrán láthatók. A különböző felületkezelések után a próbatetek színei különbözőek. Ez köszönhető a nitridálási körülményeknek, illetve, ha történt oxidáció a nitridálás végén, akkor az sötétebbre színezi a mintadarabot. Ilyen utóoxidáció a sófürdős nitridálás után biztosan készült.



5. ábra. Nitridálás utáni mintadarabok színei a) kezeletlen, b) plazmanitridált, c) gáznitridált, d) karbonitridált, e) sófürdőben nitridált

## 4.2. Felhasznált eszközök és berendezések

A mintadarabokat különböző papírokon (P120-500-800-1200) végzetem automata csiszolás és polírozás után (Struers Tegramin-20) 2% Nital marószerben martam, hogy láthatóvá váljon a szövetszerkezet és a vegyületi réteg. Ezt követően a vegyületi réteg kialakulása miatt Olympus PMG-3 fémmikroszkóppal vizsgáltam a keresztmetszetet. Mivel a nagyítás nem megfelelő a vegyületi réteg vastagságának méréséhez, ezért ehhez és a koptatási nyomok vizsgálatához Zeiss EVO MA10 pásztázó elektronmikroszkópot használtam konzulensem segítségével. A keménységmérést Buehler Indenta-Met 1100 mikrokeménységmérővel mértem 50 g terhelés mellett. A mérési részleteket az 4.5 fejezetben részletezem.

GDOES (glow discharge optical emission spectroscopy), azaz ködfénykisüléssel járó optikai spektroszkópiával vizsgáltuk a Közlekedésmérnöki karon a vegyületi réteg nitrogén tartalmát a mélység függvényében. A mérések a felületen egy kb. 5 mm átmérőjű körben történtek, amely a 6. ábrán látható a gáznitridált mintánál példaként.

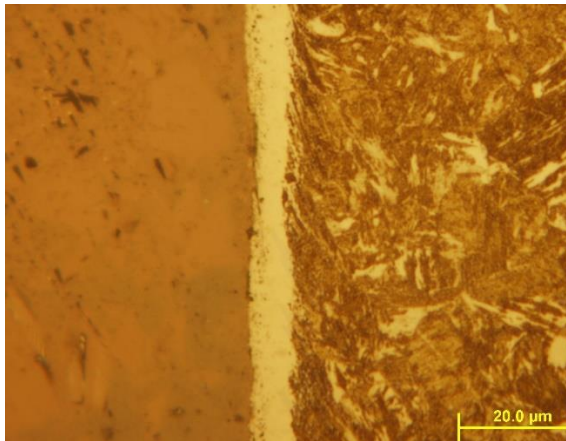


6. ábra. GDOES mérés helyei a gáznitridált mintán

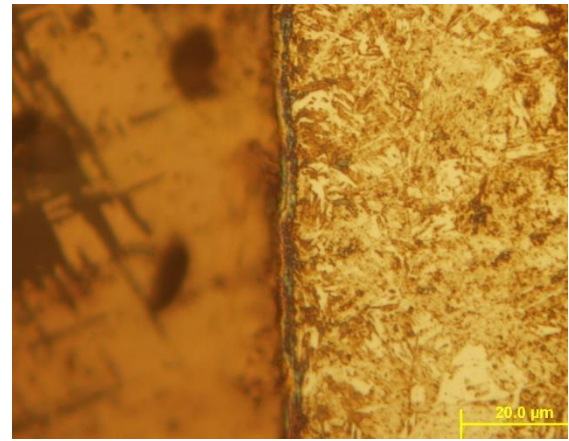
A koptató kísérletekhez a Polimertechnika Tanszék Anton Paar típusú koptatógépét használtuk.

## 4.3. Optikai mikroszkópos vizsgálat

Az optikai mikroszkópos képeken jól látható az anyag martenzites szövetszerkezete. Ezen alakult ki a vegyületi réteg, amely fehér sávként látszik a képeken. Mindegyik mintánál megnéztem, hogy a fejkörnél és a lábkörnél kialakult-e a vegyületi réteg, amelyek a 7-10. ábrákon láthatók.

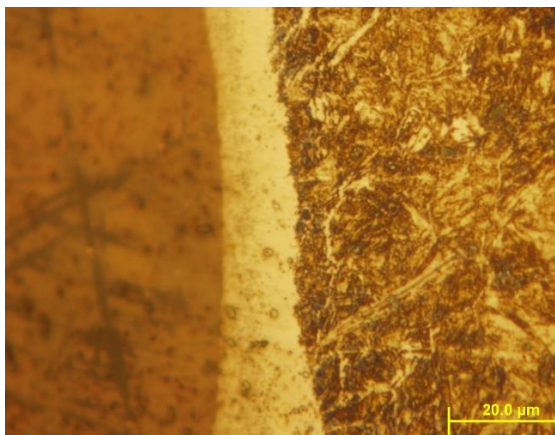


a)

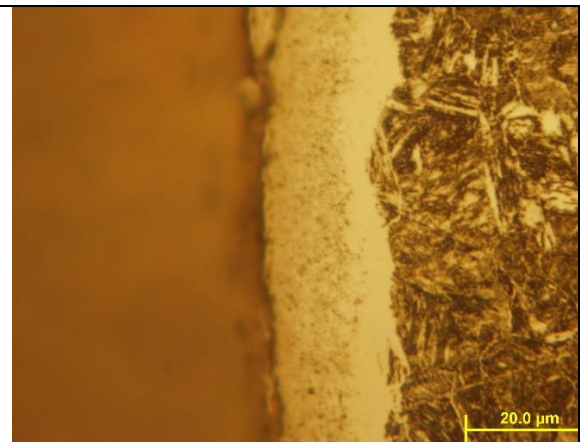


b)

7. ábra. Plazmanitridált minta: a) fejkörön b) lábkörön

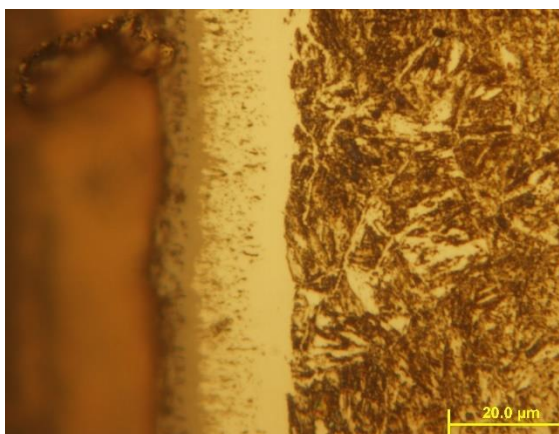


a)

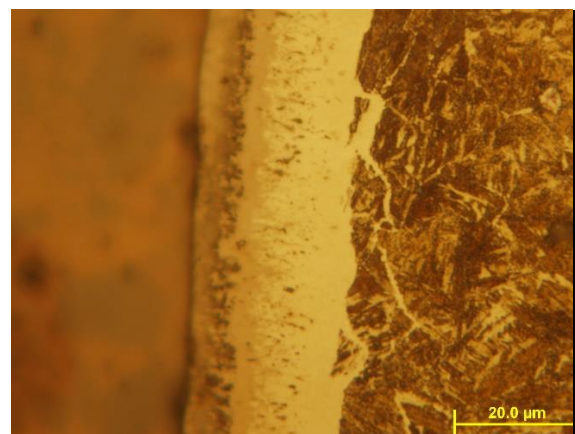


b)

8. ábra. Gáznitridált minta: a) fejkörön b) lábkörön

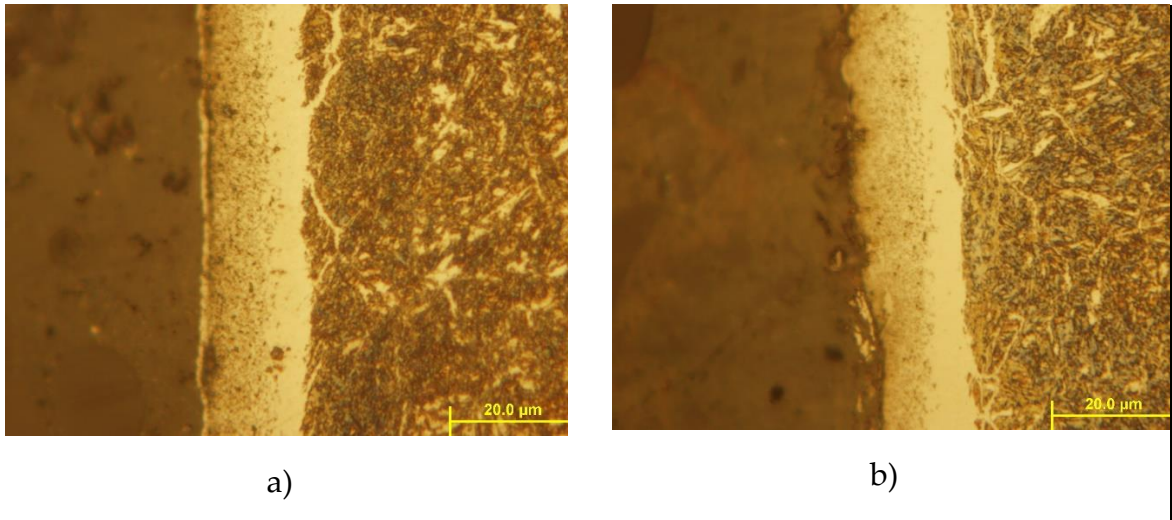


a)



b)

9. ábra. Sófürdőben nitridált minta: a) fejkörön b) lábkörön



10. ábra. Karbonitridált minta: a) fejkörön b) lábkörön

A plazmanitridált mintán (7.a) ábra) közel egyforma vastagságú nitridréteg látható, ez a 7.b) ábrán nem látható egyáltalán. Ez azt jelenti, hogy a fogak között a felületen nem alakult ki a vas-nitrid réteg, de ennyiből még a diffúziós zónára nem lehet következtetni. Ehhez keménységmérésre van szükség. Valószínűsíthető, hogy a lábkörön lényegesen kisebb keménységet fogok majd mérni.

A gáznitridált mintán (8. ábra) közel egyforma vastagságú nitridréteg látható, ami vastagabb, mint a 7.ábrán látható mintáé. A 8.b) ábrán megfigyelhetünk már 2 fázist, az egyik a külső porózusabb réteg, ez előzetes ismereteink szerint az  $\epsilon$ -fázis ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ), a másik ennek a jobb oldalán egy fehérebb, mely körülbelül 1/3-a a nitrid rétegnek, ez valószínűleg a  $\gamma'$ -fázis ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) [1]. Ennek pontos megállapítására röntgendiffrakcióra lenne szüksége, azonban ez nem állt rendelkezésemre.

A sófürdőben nitridált mintán, 9. a) és b) ábra hasonló a 8. ábrához megfigyelhető a két fázis jelenléte, itt a lábköri képen továbbá megfigyelhető a nitridréteg hálózása az alapfémbe [6]. Nitridháló a sarkok mentén tud kialakulni az erőteljes nitrogénfelvétel miatt, ami itt is látható.

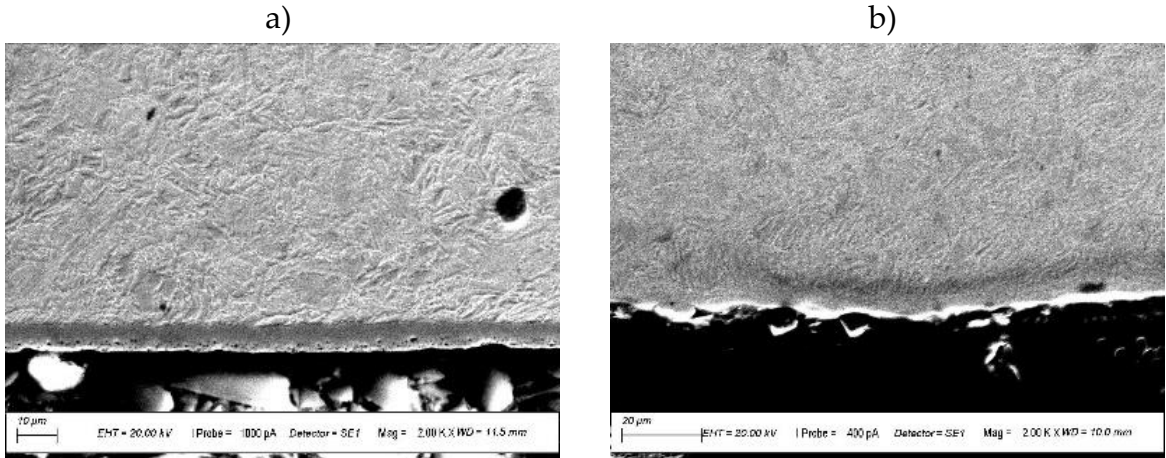
A karbonitridált mintán, 10.a) és b) ábrán közel azonos vastagságú, egybefüggő vegyületi réteget látunk hasonlóan az 9. ábrához, de itt vékonyabb a réteg vastagsága.

#### 4.4. Vegyületi réteg vastagságának mérése

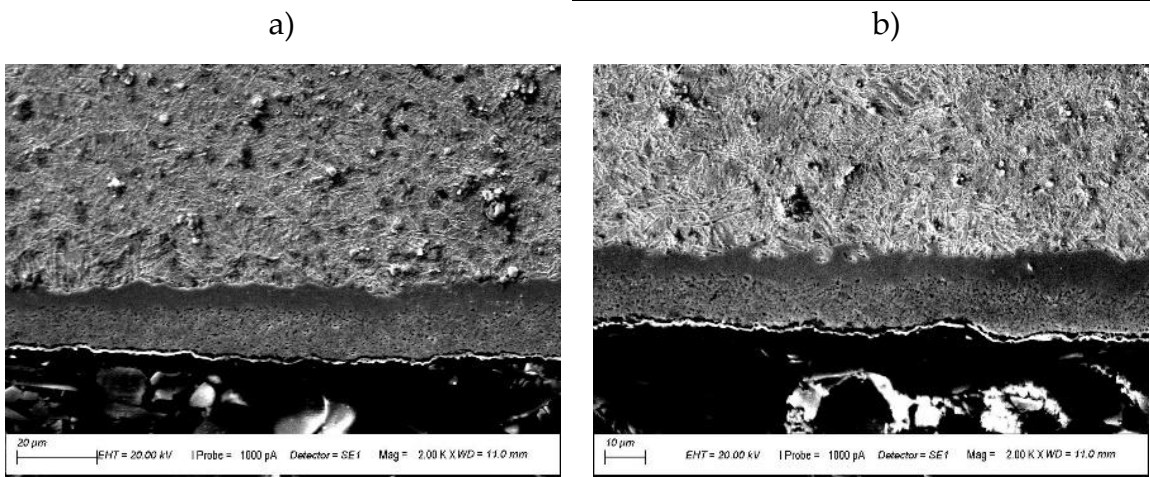
A vegyületi réteg meghatározásához két módszert használtam, amelyeket a végén összehasonlítottam. Az egyik pásztázó elektronmikroszkóppal a csiszolaton lemérni a rétegvastagságokat, a másik pedig GDOES-sel nitrogéntartalmat mérni a felületről a próbatest belseje felé haladva.

#### 4.4.1. MEGHATÁROZÁS PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPPAL

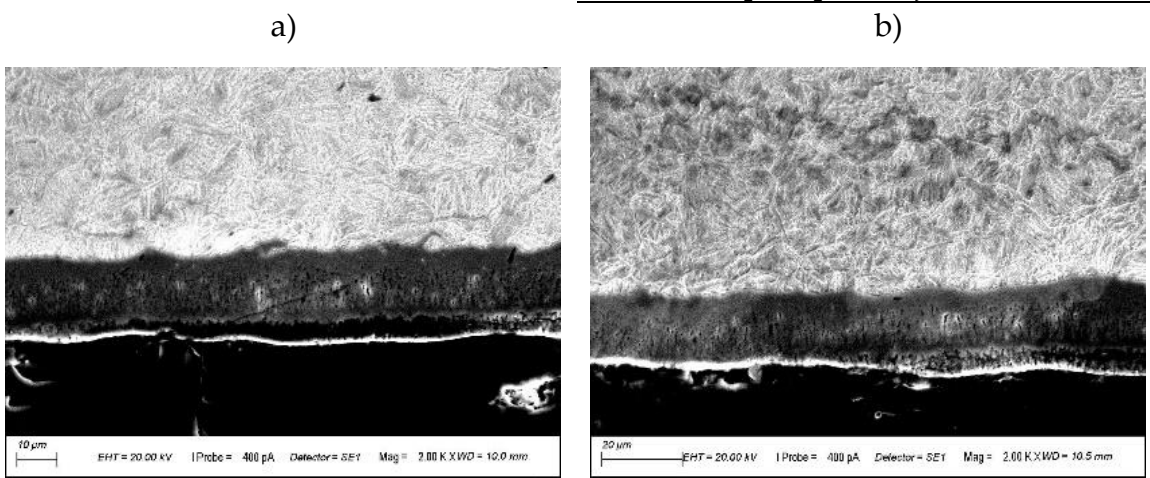
Második lépésként pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálattal mértem a rétegvastagságokat, melyek az 11-14. ábrán láthatók.



11. ábra. Plazmanitridált minta elektronmikroszkópi képe a) fejkör, b) láb kör

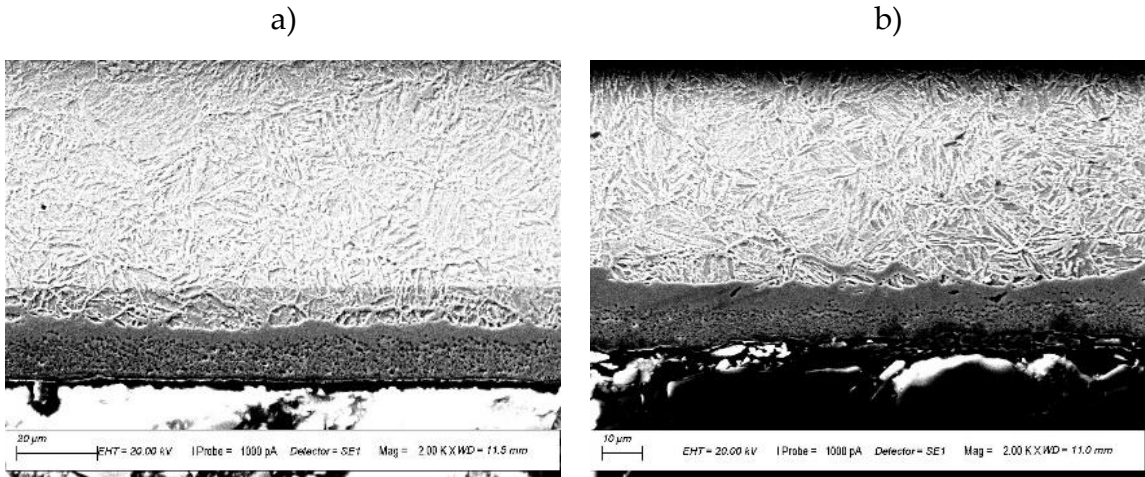


12. ábra. Gáznitridált minta elektronmikroszkópi képe a) fejkör, b) láb kör



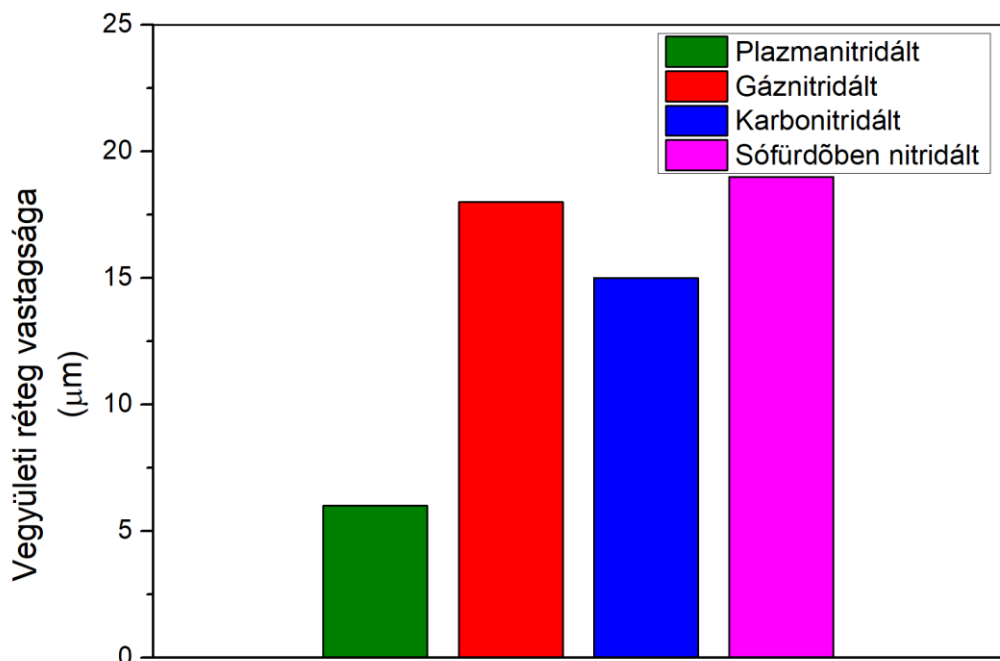
13. ábra. Sófürdőben nitridált minta elektronmikroszkópi képe a) fejkör, b) láb kör





14. ábra. Karbonitridált minta elektronmikroszkópi képe a) fejkör, b) lábkör

A kialakult vegyületi rétegek nagyságát az 15. ábrán látható diagramon ábrázoltam és a 2. táblázat tartalmazza a mért adatokat. Mivel a tizedek nem befolyásolják a kopást, tehát élettartamot kopás szempontjából nem növel, ezért az átlagokat egész számokra kerekítettem.



15. ábra. Vegyületi réteg vastagságok

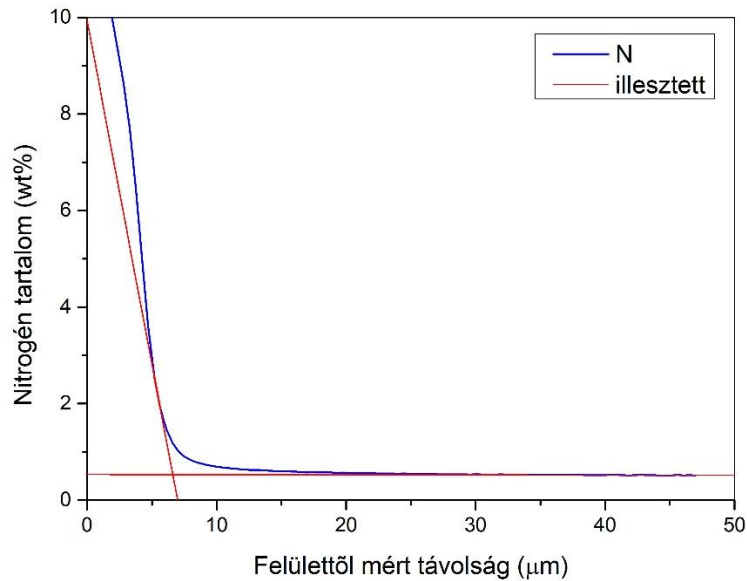
2. táblázat. Vegyületi réteg vastagságok

	vegyületi réteg vastagsága ( $\mu\text{m}$ ):
<b>Plazmanitridált minta:</b>	5,794
	6,514
	5,211
	5,658
átlag	6
<b>Gáznitridált minta:</b>	18,944
	22,785
	16,528
	17,52
átlag	18
<b>Sófürdőben nitridált minta:</b>	19,227
	17,564
	17,925
	22,193
átlag	19
<b>Karbonitridált minta:</b>	14,994
	15,606
	13,203
	16,172
átlag	15

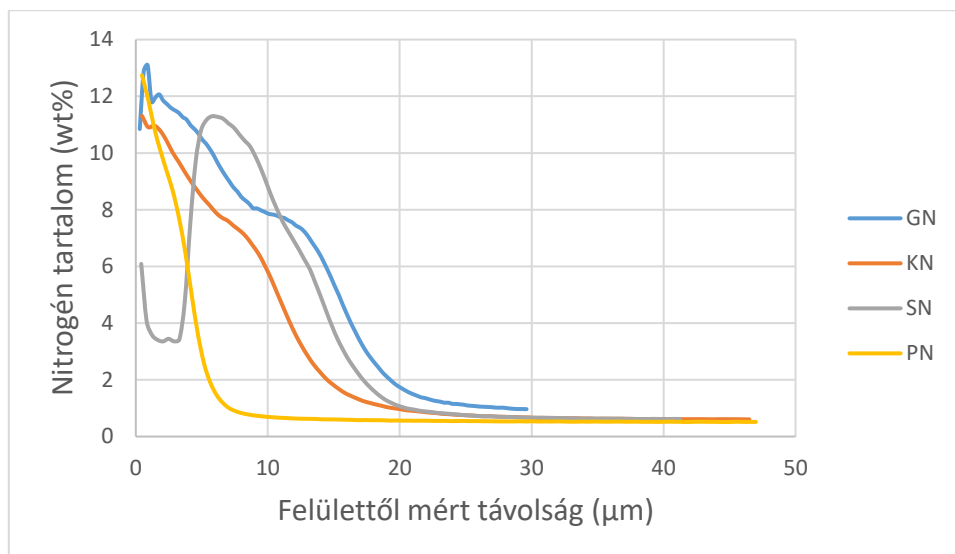
#### 4.4.2. GDOES MÉRÉS ALAPJÁN

Harmadik lépésben a GDOES vizsgálattal elem tartalmat néztem meg. A nitrogén tartalmat egy közös diagramban is ábrázoltam, melyeken lemértem a rétegvastagsá-

gokat a [6] ismertetett módszer szerint, azaz a görbe inflexiós pontjába, valamint a nul-lához konvergáló alapvonalára illesztett érintők metszéspontja jelöli ki a felülettől mért távolságot tengelyen. Ezt a kijelölést a 16. ábrán lévő példán mutatom be.

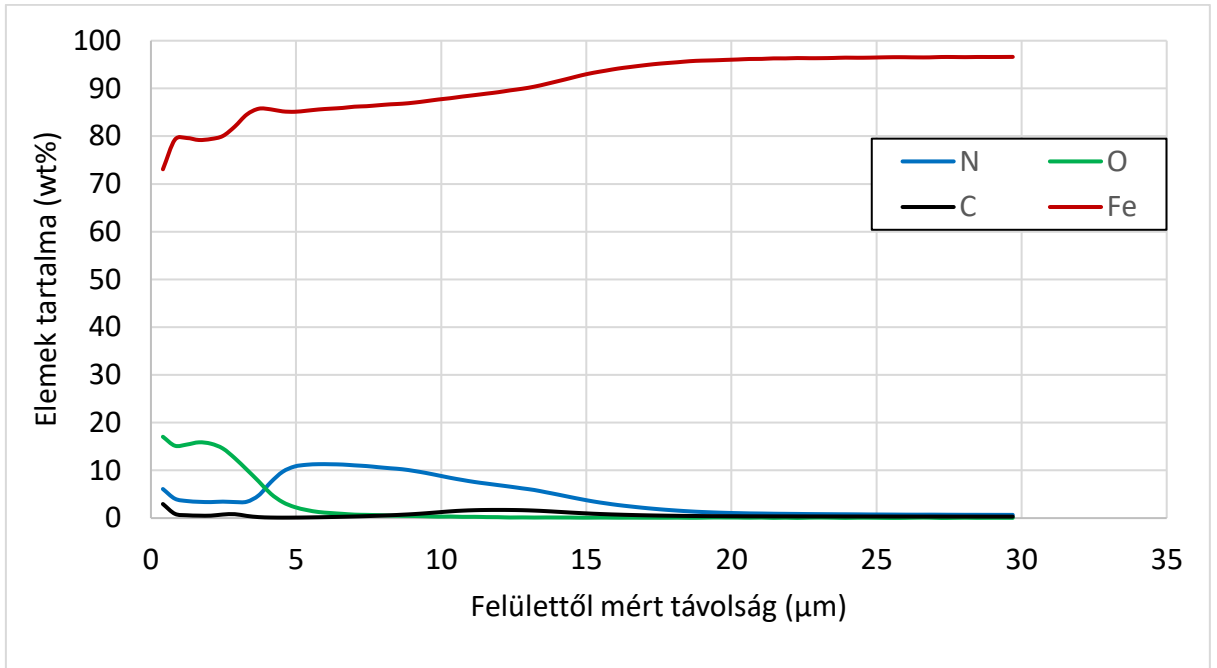


16. ábra. Illesztési példa a plazmanitridált mintán a vegyületi réteg meghatározásához

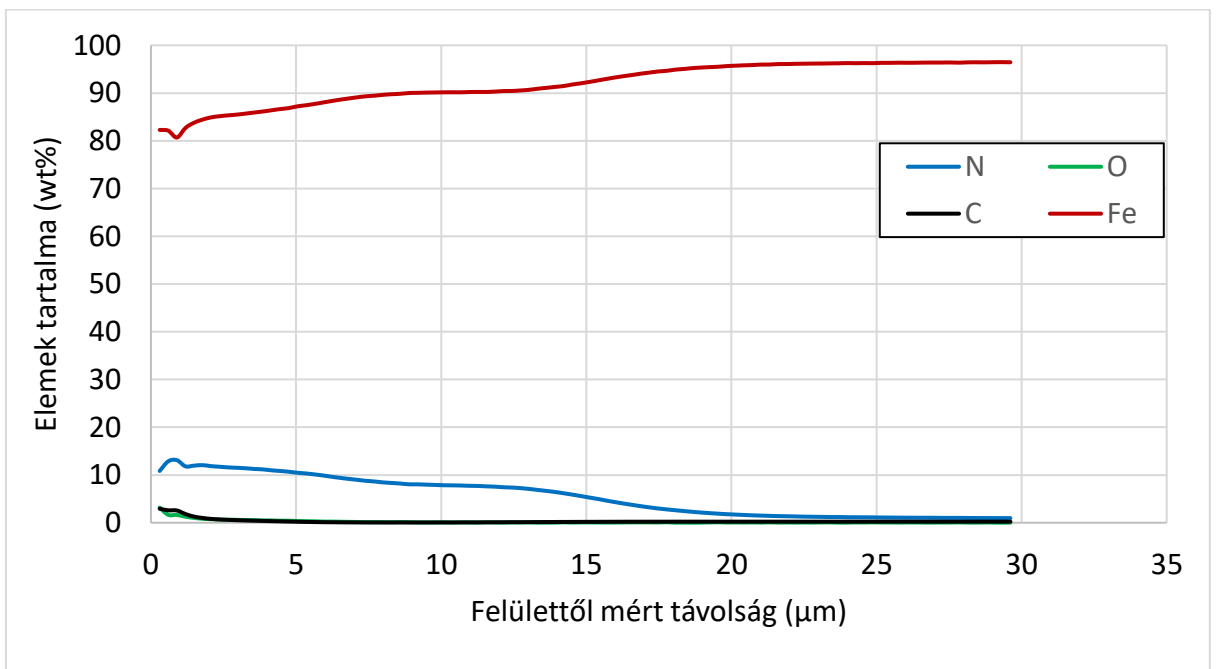


17. ábra. Plazma-, gáz-, sófürdőben és karbonitridált minták nitrogén tartalma

A 17. ábrán látható, hogy a sófürdős nitridálásnál a kezdeti nitrogéntartalom kicsi, majd ezt követően ugrik meg hasonló nagyságúra a többihez. Erre már a korábbiakban utaltam, hogy utóoxidáció történt a felületen, tehát egy a korrózió ellen védő oxidréteg került a felületre, ami esztétikailag is befolyásolta a mintát. Ennek bemutatására az oxigént, nitrogént és vasat külön diagramban ábrázoltam, amely a 18. ábrán látható.

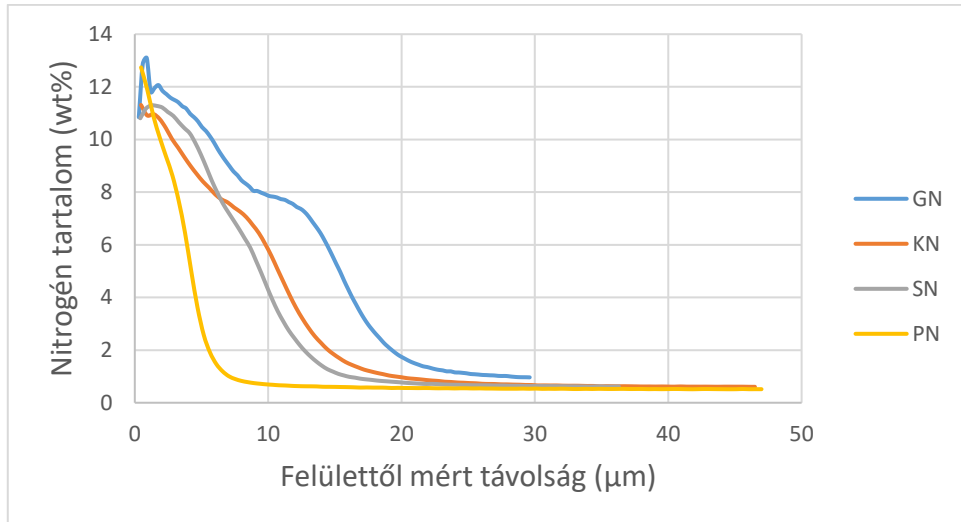


18. ábra. Sófürdőben nitridált minta elemösszetételi ábrázolása



19. ábra. Gáznitridált minta elemösszetételi ábrázolása

Megfigyelhető például a gáznitridált mintán (19. ábra), hogy az oxigéntartalom igen kicsi, a míg a sófürdősnél a nitrogén fölé ugrik a kezdeti szakaszon. Emiatt nitrogén mennyiségének görbáját el kell tolni a 0 pontba az x tengely mentén, azaz a felülettől mért távolság mentén, ha a valódi vegyületi réteget szeretnénk megkapni. Ezt a 20. ábrán mutatom meg.



20. ábra. Plazma-, gáz-, sófürdőben és karbonitridált minták korrigált nitrogén tartalma

Az így kapott vegyületi rétegvastagságok a 3. táblázatban láthatók.

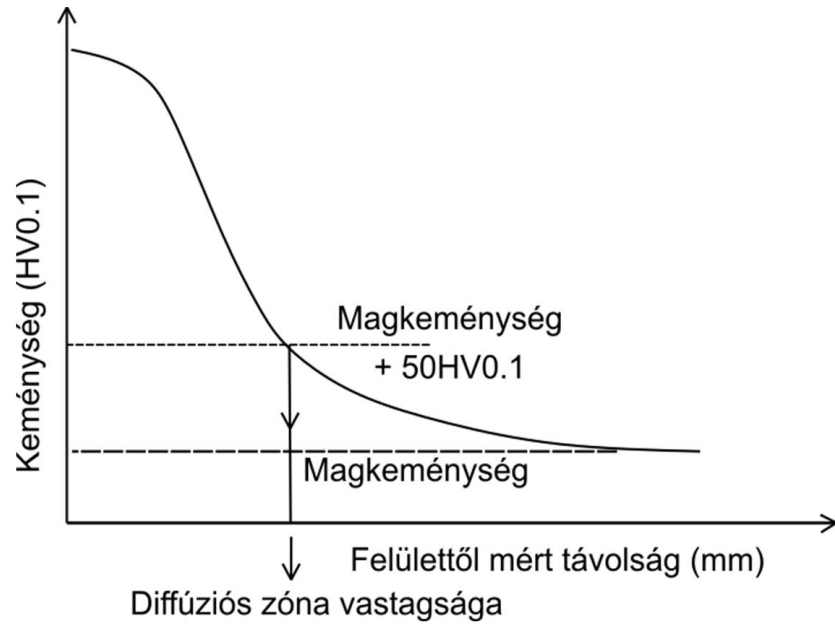
3. táblázat. Vegyületi réteg vastagságok mindkét meghatározási módszerrel

	PN		GN		KN		SN	
	SEM	GDOES	SEM	GDOES	SEM	GDOES	SEM	GDOES
μm	6	7	18	20	15	18	19	15

A két módszer között eltérések adódnak, amelyek fakadhatnak a hibás leolvasásból, kerekítési pontatlanságokból, mérési hely megválasztásából, hiszen a vegyületi réteg vastagsága ingadozik helyenként. Ezek az összehasonlítások mindkét esetben a fog oldalán történő mérést mutatják.

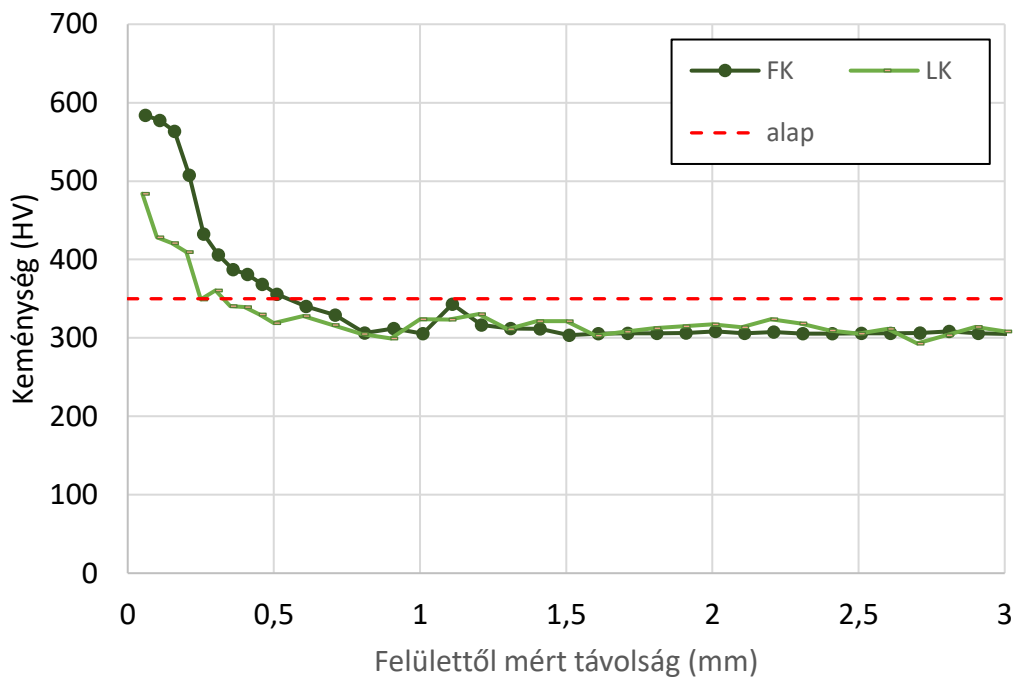
#### 4.5. Diffúziós zóna meghatározása

A mikrokeménységmérésnél mintánkként 2-2 mérési sorozatot mérek a fejszalagtól és fenékszalagtól a fogaskerék tengelye irányába. A felülettől 4-6 mm-re mérek egy alap keménységet 200 g-os terhelés és 7 s-os terhelési idő mellett, itt feltételezem már, hogy a magkeménységtől nem tér el a keménység. Visszatérek a fejszalag közepére, és rá merőlegesen 0,05 mm-enként mérek 10-et 50 g-os terhelés és 7 s-os terhelési idő mellett, majd 0,1 mm-enként mérek még 25-öt, hogy 3 mm-es mélységig elérjek. Ezt a mérési sorozatot megismétlem a fenékszalagon is. A mérési sorozatokból egy diagramon ábrázolom a keménységet a mélység függvényében, ahol a fejszalagon és fenékszalagon mért 2-2 mérési sorozat eredményeit átlagolom. A diagram rövidítései FK (fejkör), LK (láb kör). Végül meghatározom a diffúziós zóna vastagságát a 21. ábra szerint az alapkeménység +50 HV-nél [6]. A magkeménység átlagos értéke 300HV volt így az alapvonal 350HV-nél van behúzva.

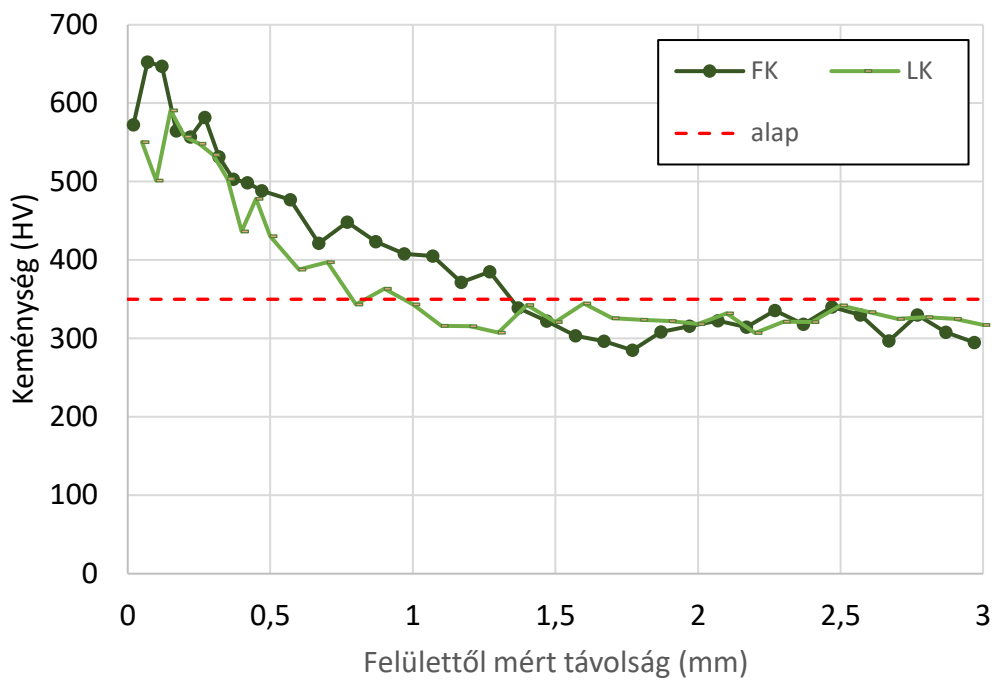


21. ábra. A diffúziós zóna határának meghatározása keménységlefutási görbéből [6]

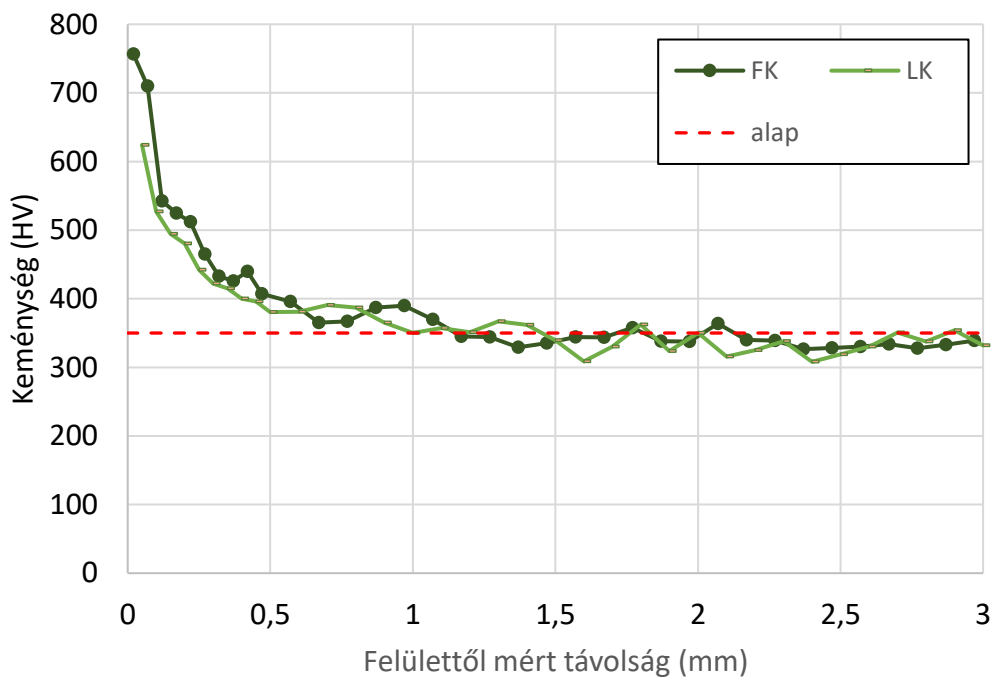
Az eredményeket a 22-25. ábrákon mutatom be.



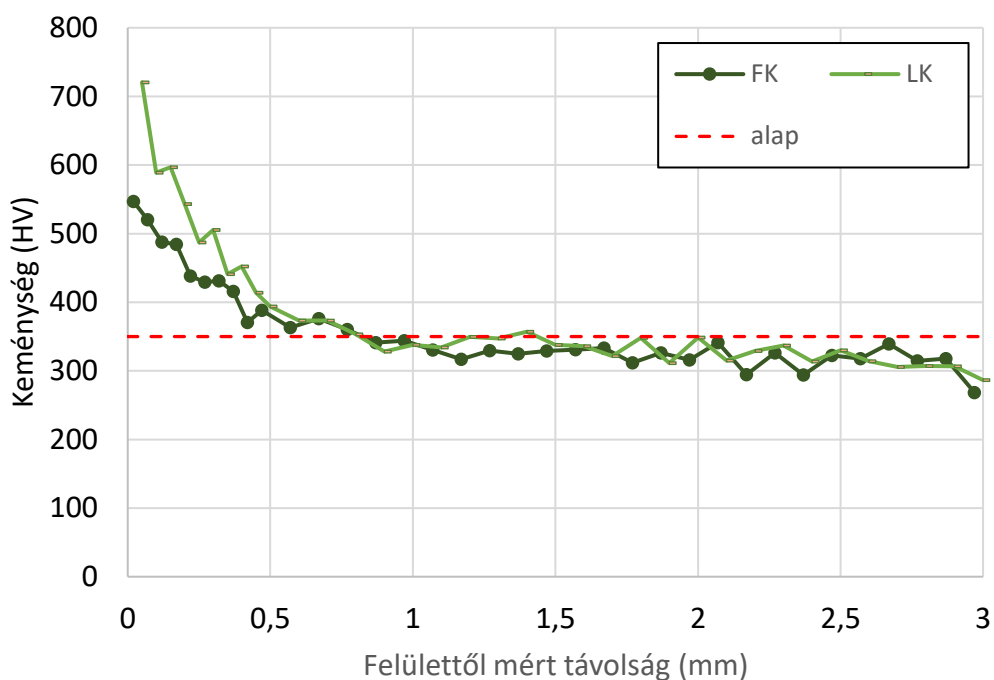
22. ábra. Plazmanitridált minta mikrokeménysége



23. ábra. Gáznitridált minta mikrokeménysége



24. ábra. Sófürdőben nitridált minta mikrokeménysége



25. ábra. Karbonitridált minta mikrokeménysége

A maximális keménységeket a felületre merőlegesen nyomva a mérőfejet mértem meg, amelyek a 4. táblázatban láthatók.

4. táblázat. Nitridált minták maximális keménységei

Gáznitridálás	671 HV
Karbonitridálás	715 HV
Plazmanitridálás	735 HV
Sófürdő nitridálás	845 HV

A diagramokról leolvassa a diffúziós zónákat az 5. táblázatban foglaltam össze. Ezeket mind a fejkörnél, mind a lábörnél meghatároztam.

5. táblázat. Diffúziós zóna nagysága

	Lábör	Fejkör
Gáznitridálás	1	1,3
Karbonitridálás	0,8	0,8
Plazmanitridálás	0,3	0,5
Sófürdő nitridálás	1	1,1

A sófürdős és karbonitridált esetben a fejkörön és lábörön mért diffúziós zónán azonosak a mindkét helyen. A sófürdő könnyedén be tud jutni a fogak közé is, illetve

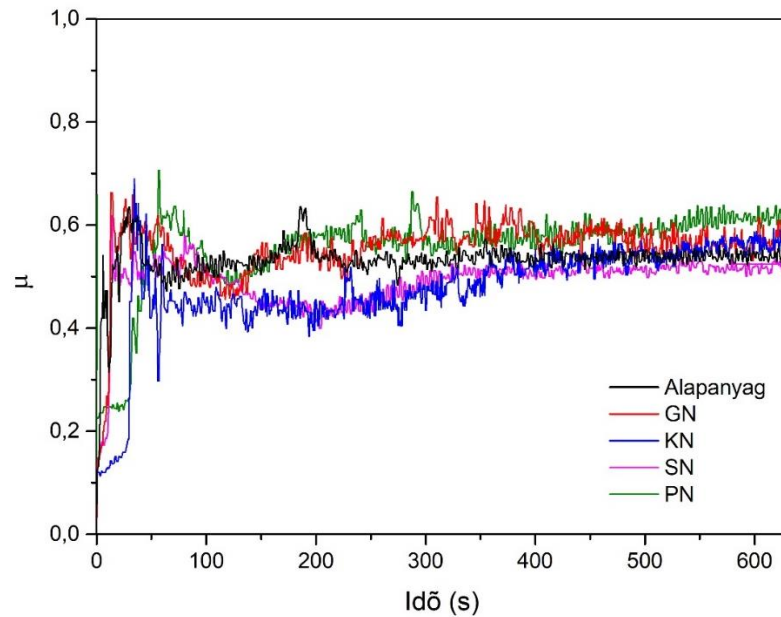


mindkét eljárásnál plusz C is diffundál a felületbe, ami szintén növeli a keménységet. A plazmanitridált mintánál nagy eltérés figyelhető meg, valamint nem is alakul ki vastag diffúziós zóna. A gáznitridáltnál alakul ki a legvastagabb nitridált réteg, és a vegyületi réteg is majdnem a legnagyobb.

#### 4.6. Kopási kísérlet

Ötödik lépésben a koptatás Anton Paar típusú koptatógépen lineáris mozgással ball-on-disc elrendezésben történt. A keményfém golyó átmérője 6 mm, terhelési erő 10 N, a koptatás során megtett út 20 m, sebesség 5 cm/s.

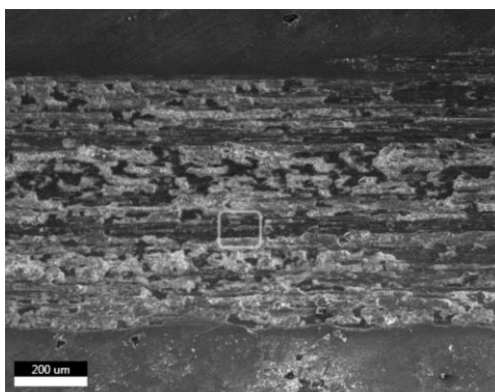
A súrlódási együttható az idő függvényében ábrázolva látható a 26.ábrán. Az alapanyag súrlódási együtthatója a felületkezelt minták között helyezkedik el. A sófürdős és a karbonitridált mintánál nagyobb, azonban a gáz és plazmanitridálttal nagyjából megegyező, 0,5-0,6 között mozog. Mindegyik minta görbéjén ingadozás figyelhető meg, ami arra utal, hogy jelentős kopás megy végbe a felületen. A plazmanitridált mintán alakult ki a legvékonyabb vegyületi réteg, amitől a leggyorsabb kopást is várjuk, ezért a felületkezelt minták között ennek a legnagyobb a súrlódási együtthatója. Bár a legvastagabb réteg a gáznitridált mintán alakult ki, azonban ennek a felülete, azaz a vegyületi réteg felső része porózus, így ez könnyebben kopik, mint az alatta található porozitásmentes rész. Ez arra utalhat, hogy  $\text{Fe}_3\text{N}$ , vagyis  $\epsilon$ -fázis alakult ki a felületen, ami porozításra jobban hajlamos, így a kopásállósága is kisebb [7]. A legkisebb súrlódási együtthatóval a karbonitridált minta rendelkezik, ami összefüggésbe hozható a keménységgel, hiszen ennek a legnagyobb a keménysége is. Ha az alapanyagot nem vesszük figyelembe, és csak a felületkezelt mintákat hasonlítjuk össze egymással, akkor a maximális keménységek csökkenése alapján a súrlódási együttható is csökkenek, ahogyan azt várnánk [8]. A három, nagyobb súrlódási tényezőt mutató koptatás eredménye között nem lehet különbséget tenni. Ezek elkülönítéséhez újabb kísérletre lenne szükség, amely választ adhat arra, hogy a mérésben történtek-e pontatlanságok (párhuzamosok rossz felévtele, felületi egyenetlenségek), vagy valóban egybe esnek-e a görbék, amik a kopást nem növelik az alapanyaghoz képest.



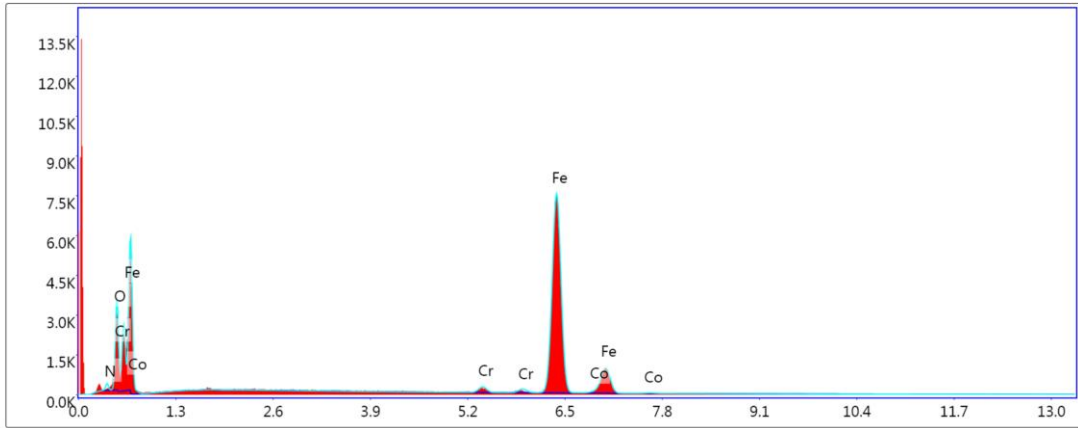
26. ábra. Súrlódási együttható ábrázolva a koptatási idő függvényében a különbözőképpen nitridált próbatesteknél

A felületeket elektronmikroszkóppal is megvizsgáltam, ami a 27.ábrán látható, valamint egy a mért területekre jellemző EDS spektrum. Bár az EDS pontatlanul méri a nitrogén tartalmat, azonban nagyságrendileg helyén lehet kezelni. Ez azt jelenti, hogy egy kis nitrogén tartalmú acélban 1 %-nál kevesebbet mutat. A mérés mindegyikénél látható, hogy 1-2 % közé esik a nitrogén mennyisége, ami azt jelenti, hogy a kopás még nem érte el, vagy részben érte el a mérés során az alapanyagot. A kopási nyomokat elemezve megállapítható, hogy abrazív kopás történt, amely a hosszanti sávos mélyedésekből és a megszakadt felületekből következtethető. A nagy oxigéntartalom a felület oxidációjára utal a koptatás során.

a)

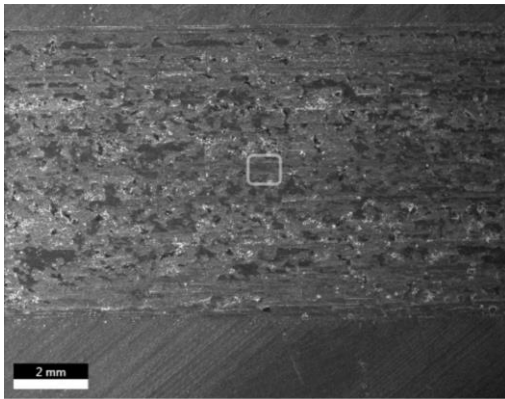


Elem	Tömeg %	Atom %
N K	1.27	4.06
O K	8.53	23.80
CrK	1.54	1.33
FeK	87.74	70.13
CoK	0.92	0.70



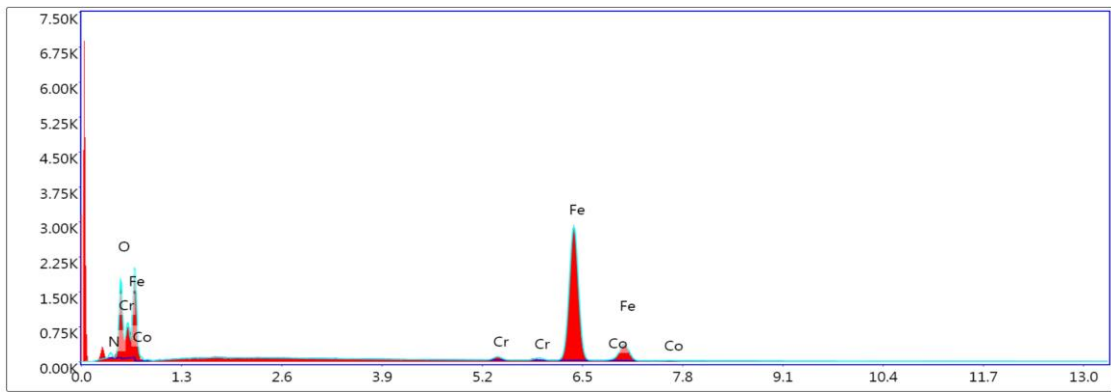
Lsec: 364.1 7.543K Cnts 6.400 keV Det: Octane Elect Plus

b)



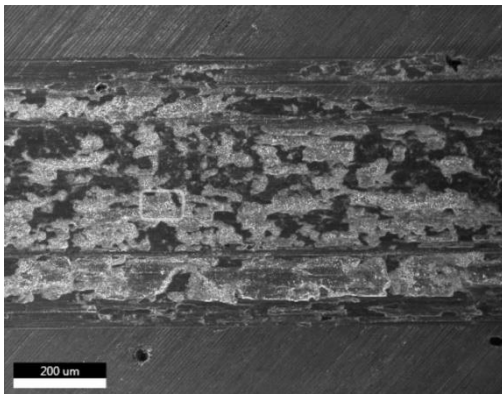
Elem Tömeg % Atom %

N K	1.49	4.48
O K	11.34	29.81
CrK	1.29	1.04
FeK	85.09	64.09
CoK	0.79	0.57



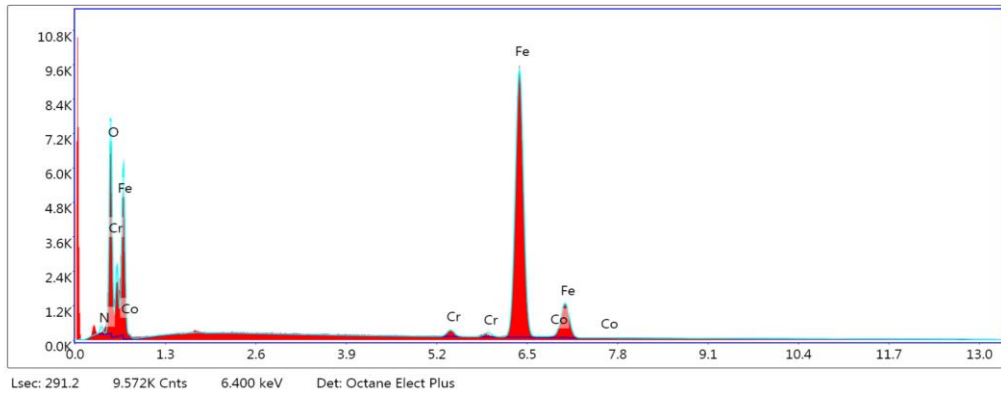
Lsec: 187.2 94 Cnts 1.760 keV Det: Octane Elect Plus

c)

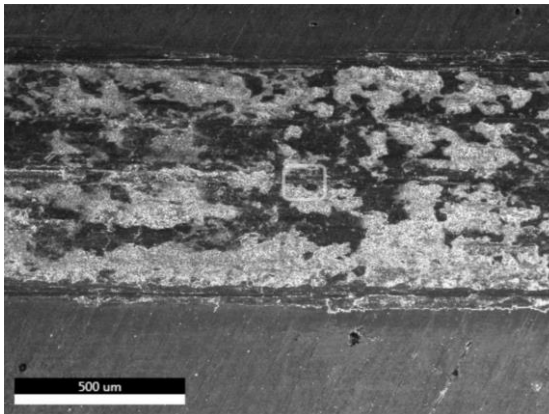


Elem Tömeg % Atom %

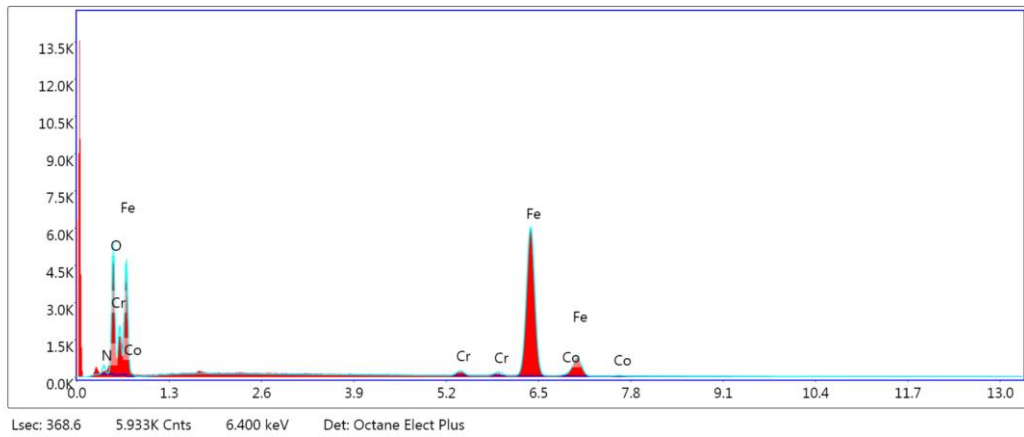
N K	1.15	3.24
O K	15.31	37.72
CrK	1.26	0.95
FeK	82.14	57.99
CoK	0.14	0.10



d)



Elem	Tömeg %	Atom %
N K	2.14	5.86
O K	15.61	37.49
Cr K	1.60	1.19
Fe K	79.50	54.71
Co K	1.15	0.75



27. ábra. SEM-EDS felvételi helyei, elemösszetétele és EDS spektruma a) gáznitridált, b) karbonitridált c) plazmanitridált, d) sófürdőben nitridált mintákon

## 5. ÖSSZEFOGLALÁS/EREDMÉNYEK ÉRTÉKELÉSE

A különböző nitridálási eljárások hatásainak vizsgálatával törekedtem megérteni, hogy milyen változások következnek be a fogaskerekek felületminőségében és tulajdonságaiban. Az összehasonlító elemzés során négy különböző eljárást vizsgáltam: plazmanitridálás, gáznitridálás, sófürdős nitridálás és karbonitridálás. Azokat a tényezőket, mint például a nitridréteg egybefüggése, a vegyületi réteg vastagsága, a keménysége, a nitrogén tartalma és a kopásállósága, értékelttem, hogy megértsem, melyik eljárás nyújtja az optimális eredményeket a legjobb élettartam szempontjából.

Az elektronmikroszkópos vizsgálatok és a mikrokeménységmérések révén megállapítható, hogy a különböző eljárások eltérő keménységet és kopásállóságot eredményeznek a fogaskerek felületén. A plazmanitridálásnál kialakuló nitridált réteg vékonyabb, és ennek eredményeként a kopási ellenállás is kisebb, ami alátámasztja a nagyobb súrlódási együtthatót. A gáznitridálás viszonylag hasonló eredményeket adott, de a kialakult vegyületi réteg vastagsága nagyobb volt, mint a plazmanitridálásnál, de a porózus réteg könnyebben lekopik, hiába vastag. A diffúziós zónája ezé a legnagyobb, ha a koptatás tovább folytatódott volna, valószínűleg jobban ellenáll a kopással szemben. A sófürdős- és karbonitridálás nagy keménységgel és kopásállósággal rendelkezett, hasonló eredményeket produkált minden vizsgálatnál.

A GDOES vizsgálatok kimutatták a mintákban, hogy a legnagyobb nitrogén tartalom a gáznitridált mintában volt, a sófürdős nitridált mintában nem sokat tért el a karbonitridált mintához képest, a legkisebb a plazmanitridált mintában volt.

Összességében a következőket lehet megállapítani:

- A plazmanitridált minta fogárkaiban, azaz a lábkör mentén vegyületi réteg nem alakult ki. A fejkörön is a legkisebb vegyületi réteg keletkezett, valamint a kopásállósága sem volt a legjobb.
- A gáznitridált mintán alakult ki a legnagyobb diffúziós zóna és mondhatjuk azt is, hogy a legnagyobb vegyületi réteg is, azonban ez porózus volt, ezért a kezdeti kopás nem a legjobb. (További koptató kísérlet szükséges a lefutáshoz).
- Bár a sófürdős nitridálásnak a legnagyobb a keménysége, mégis kopásban és diffúziós zónában is hasonló a karbonitridált mintához.
- Ha összevetjük a kezelési paraméterekkel az eredményeket, akkor azt állapíthatjuk meg, hogy időben, hőmérsékletben és ehhez mérten a legjobb kopási ellenállásban a sófürdős nitridálást ajánlom fogaskerekek nitridálásához.

## 6. FELHASZNÁLT FORRÁSOK

- [1] Kocsisné Baán Mária, Marosné Berkes Mária, Szilágyiné Bíró Andrea: Nitridálás – korszerű eljárások és vizsgálati módszerek. Miskolci Egyetem, Miskolc, 2015.
- [2] Rafael Luciano Dalcin és társai: Microstructure and Wear Properties of a Low Carbon Bainitic Steel on Plasma Nitriding at Different N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> Gas Mixtures. Materials Research. 2022. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0447>
- [3] Conrado E, Gorla C, Davoli P, Boniardi M. A comparison of bending fatigue strength of carburized and nitrided gears for industrial applications. Eng Fail Anal 2017; 78:41–54. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2017.03.006>
- [4] Dalcin RL, Marques De Menezes V, Fonseca Oliveira L, Da Silva CH, Klein Das Neves JC, Theis Soares Diehl CA, et al. Improvement on pitting wear resistance of gears by controlled forging and plasma nitriding. J Mater Res Technol 2022;18:4698–713. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.122>.
- [5] E.A. Ochoa, D. Wisnivesky, T. Minea, M. Ganciu, C. Tauziede, P. Chapon, F. Alvarez: Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma nitriding in steel gears. Surface & Coatings Technology 203 (2009) 1457–1461.
- [6] Kovács Dorina: Az aktív ernyő szerepének elemzése a plazmanitridálási eljárásban. Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest, 2019.
- [7] Jacobs H., Rechenbach D., U. Zachwieja: Structure Determination of  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N and  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N, J. Alloys Compd., 1995, 227(1), p 10–17
- [8] Yang Li, Yongyong He, JunJie Xiu, Wei Wang, YiJie Zhu, Baoguo Hu: Wear and corrosion properties of AISI 420 martensitic stainless steel treated by active screen plasma nitriding, Surface and Coatings Technology, Volume 329, 2017, Pages 184-192, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.09.021>.