



Kovács Dorina

okleveles gépészmérnök

Pattantyús-Ábrahám Géza Gépészeti Tudományok Doktori Iskola

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar
Anyagtudomány és Technológia Tanszék

Az aktív ernyő szerepének elemzése a plazmanitridálási eljárásban

című doktori (PhD-) értekezésének összefoglalását bemutató

Tézisfüzet

Témavezető:
Dobránszky János
tudományos tanácsadó

Budapest, 2019.

1. BEVEZETÉS

A tézisfüzetben ismertetem a doktori értekezésem teljes egészének legfontosabb tartalmi részleteit. Ez az összegzés egyaránt vonatkozik a szakirodalom-kutatási eredményeimre, a tudományos kutatómunkám célkitűzéseire, az ezekből következően meghatározott kutatási feladataim leírására és értékelésére. Ebben a tézisfüzetben, a doktori értekezések formai követelményeinek megfelelően egységes, önmagában is érthető rendszerben mutatom be a kutatási eredményeimet.

Ebben az összegzésben kívánom bevezetni, magyarázni és indokolni, valamint érvényességi tartományukban körülhatárolni a tudományos kutatómunkám önálló kezdeményezésként tekinthető, tételes, tézispontokban megfogalmazott eredményeit is. Ez a tézisfüzet-szerkezet lehetővé teszi a tézispontok egyértelmű és a lehető legrövidebb megfogalmazását.

A felületkezelések körében az egyik leggyakrabban alkalmazott eljárás a nitridálás. Célja, egy kemény, kopásálló réteg létrehozása az alkatrész felületén. Számos változata ismert a világon, a legrégebbi a gáznitridálás. Ahogyan a világ folyamatosan változik és fejlődik, úgy a felületkezelések terén is egyre újabb módszereket lehet alkalmazni. Az idő előrehaladtával sok befolyásoló tényező kényszeríti arra az ipart és a kutatókat, hogy már ne csak a termékkel szemben elvárt tulajdonságok, hanem a termék előállításának gazdaságossága és a termékminőségi követelmények is előtérbe kerüljenek. Ennek hatására az évtizedek múltán a gáznitridálás továbbfejlesztését is kényszerítette az idő, így köszöntött be új eljárásként a sófürdős nitridálás, illetve a karbonitridálás. A nitridálási idő lerövidítésével ez az eljárás még ma is népszerű az ipari környezetben. Nem csak a kialakult nitridréteg keménységét és vastagságát tudják figyelembe venni, hanem a különböző sófürdők adta utóoxidálási lehetőségeket is, amelyekkel esztétikai szempontból is jelentős fontosságú felületkezeléssé vált.

Azonban mint mindennek, akadnak ennek a módszernek is hátulütői. Manapság már nem elég, hogy egy eljárás gazdaságos legyen, hanem a környezetszemponitú követelményeknek is megfelelően kell működnie. Ez a nagyon is konkrét elvárás, vagyis a sófürdő cianidtartalmának kiküszöbölése, ösztönözte a plazmanitridálási eljárás kifejlesztését.

A szakirodalom-kutatás során, továbbá *Blücher József* professzor úr útmutatásával olyan szakmai kérdésekre bukkantam a plazmanitridálás terén, amelyekre még csak viszonylag kezdetleges eredmények, válaszok találhatók. Így adódott a kutatási téma belső rendszerben az a szakterület, hogy az aktív ernyős plazmanitridálásban az ernyő felület-szerkezeti jellemzőinek és anyagának vizsgálatára helyezzem a hangsúlyt.

A plazmanitridálási eljárás megismeréséhez először összehasonlítottam a hagyományos és az aktív ernyős eljárásokat, az aktív ernyő szerepére vonatkozó új ismeretek feltárására. A következőkben ezekről a hiányosságokról és kezdeti eredményekről is említést teszek, majd a célkitűzés ismertetése után rátérek a kutatómunkám alapvető részleteinek bemutatására.

2. A SZAKIRODALOM-KUTATÁS FŐBB EREDMÉNYEI

A nitridálás egy olyan termokémiai felületkezelési eljárás, mely során a nitrogénnek a felületbe diffundálásával és a jelen lévő atomokkal alkotott nitridfázisok létrehozatalával kemény, kopásálló réteg hozható létre [1, 2]. A nitrogén intersztíciós ötvözőként oldódik a vas szilárd oldataiban, valamint képes reakcióba lépni és vegyületet alkotni az acél egyes ötvözőivel, alkotóelemeivel. A hőmérséklet növelésével az acél kristályrácsában a vasatomok rezgőmozgása fokozódik, ami lehetővé teszi a nitrogénatomoknak a vas kristályrácsába történő bediffundálását. A szilárd oldat telítése után a nitrogén képes a vas atomjával vegyületet is alkotni (Fe_3N , Fe_4N), mely vegyületek az alkatrész felületén összefüggő, a szilárd oldatban oldott nitrogén hatásához képest nagyobb keménységű réteget alkotnak [3, 4]. Ez a vas-nitrid-képződési mechanizmus jellemzi a sófürdős és a gáznitridálást.

A plazmanitridálási eljáráson belül három eljárásváltozatot különböztethetünk meg: az egyenáramú plazmanitridálást (angolul direct current plasma nitriding, DCPN), az aktív ernyős plazmanitridálást (active screen plasma nitriding, ASPN) és a katódként kapcsolt ernyőn kívül a munkadarabra külön rákapcsolt, katódos előfeszültséggel végzett, ún. aktív ernyős, előfeszítéses plazmanitridálást, amelynek angol elnevezését (active screen biased plasma nitriding) és mozaikszavát (ASBPN) én kezdeményeztem.

Az aktív ernyős plazmanitridálásnál a plazma nem közvetlenül a munkadarabon képződik, hanem a körülötte elhelyezett, laza rácsos szerkezetű ernyőn, amely aktív ernyővé azáltal válik, hogy a plazmanitridálási folyamatban katódként – vagyis negatív potenciálra – kapcsolják be az egyenáramú áramkörbe, és ennek következtében a villamos tér által létrehozott villamos kisülés egyik aktív fenntartójává válik. Ebből adódóan a gázmolekulákból disszociálódott atomok és a belőlük képződő, pozitív töltésű ionok az ernyőt bombázzák. Az itt kiporlasztott vasatomok a plazmatérben a nitrogénionokkal ütközve vas-nitridet alkotnak az aktív ernyő felülete mentén. Ezekből a nitridekből van olyan, amelyik megtapad az aktív ernyő felületén, azonban vannak olyanok is – és ezek vannak túlnyomó többségben –, amelyek az ernyő laza, rácsos geometriájából adódóan átrepülnek rajta, és megtapadnak a kezelendő munkadarabon, amelyet az aktív ernyő hőszugárzása, valamint a gázbeadás és a vákuumszivattyú által fenntartott folyamatos plazmaáramlás hője melegít [5, 6].

2.1. Az ernyő felületszerkezetének szerepe

Az ernyő méretére és kialakítására nézve ideális méret vagy geometria sincs még kifejlesztve. Különböző kutatások fejtegetik, hogy a munkadarab és az ernyő távolsága vagy az ernyő perforáltsága hogyan befolyásolja a nitridréteg-képződést és a rétegtulajdonságokat. A szakirodalomban nem térnek ki rá, hogy az aktív ernyőnek a munkadarabot minden oldalról takarnia kell-e, vagy a fedél elhagyható, esetleg mintázata változtatható-e az oldallának szerkezeti kialakításához képest.

2.1.1. Az ernyő fedelének szerepe

Ahangarani és társai [7] megfigyelték, hogy 550 °C-on a 6 mm lyukátmérőjű ernyővel, és annak megfelelő fedéllel kisebb rétegvastagság jött létre, míg a 8 mm lyukátmérővel a réteg szinte ugyanakkora mindkét típusú fedéllel. A legvékonyabb réteg a kisebb lyukátmérőjű ernyővel végzett nitridálásnál keletkezett, melyet a szerző azzal magyaráz, hogy itt a legkisebb az esélye az aktív részecskék (ionok és molekulákból disszociálódott atomok) eljutásának a próbatestre.

Gallo és Dong [8] kutatásában azt vizsgálta, hogy milyen befolyása van a nagy lyukakkal perforált fedélnek. Eltérést találtak az üres rész alatt és a fémes rész alatti területek keménysége között. Az üres rész alatti terület keménysége csak harmad akkora, mint a fémes rész

alatti terület keménysége. Ezenkívül a próbatesten nehezen észrevehető, fényes és matt elszíneződés látszik.

2.1.2. Az ernyő perforáltságának szerepe

Ahangarani [9], továbbfejlesztve kísérletét, továbbra is kétféle lyukátmérőjű ernyővel dolgozva azt a megállapítást tette, hogy a hőmérséklet növekedésével a rétegvastagság nő, továbbá a lyukátmérő növelésének adott hőmérsékleten nincs hatása a rétegvastagságra. Az állítás a nagyobb nitrogéntartalmú gázkeverék esetén igaz, azonban kisebb nitrogéntartalom mellett és kisebb hőmérsékleten a rétegvastagság a kétszeresére nőtt.

Egyes kutatásokban nem az ernyő pontos felületszerkezeti jellemzőit adják meg, úgy mint lyukátmérő, lyukközéppontok közötti távolság, hanem az ernyő terítéke üres részének, vagyis a fémmel nem fedett területnek az arányát. Ezt angol kifejezésként 'open area fraction' vagy 'open area ratio'-nak nevezik [8]. Magyarul a nyitottság kifejezést használjuk rá, melyen azt a százalékos területarányt értjük, melyet nem tölt ki fémes anyag az ernyő által körülhatárolt tér burkolófelületéből az ernyő legalsó pontja által meghatározott sík feletti térben.

Nishimoto [10] még ennél is különlegesebb eljárást alkalmazott és használt ki a nyitottságára nézve. Nem csak a lyukátmérőt, illetve a lyuk geometriáját változtatta, hiszen ő nem kör keresztmetszetű, hanem rombusz alakú kivágásokkal dolgozott, továbbá a hengerpalást alakú ernyőn nagy rést (vagy inkább kaput) hagyott. Megállapította, hogy a nitridált réteg vastagsága a nyitottság növekedésével csökken. A legnagyobb keménység (780 HV) a legkisebb nyitottságú ernyővel adódott, majd a másik kettővel kezelt mintákon a legnagyobb keménység megegyezik (620 HV), ami jelentős csökkenést jelent. A felületi érdesség is hasonló tendenciát mutat: a felületi érdesség a nyitottság növekedésével csökken. Az így kapott eredményeket a szerző azzal magyarázza, hogy a nyitottságú ernyő miatt megnövekszik a nitridálásban aktív részecskék száma.

2.1.3. Az ernyő anyagának hatása

Li [6] kutatásánál réz- és titánlemezeket is használt a fedél anyagának. Réz esetén a próbatest keménysége nem változott, titán használatakor az alapanyaghoz képest 100 HV növekedés figyelhető meg a felületen. A felület összetételét elemezve rezet és titánt is találtak.

Yazdani és társai [12] alumínium próbatestet nitridáltak ötvözetlen acél ernyővel. A próbatesteken Fe_3N réteg alakult ki, ami a próbatest köré elhelyezett ernyőről átadódó vasból származik.

Naeem [13] kísérletsorozatából ismerhetők meg új eredmények a duplex vagy más néven kettős felületkezelésre vonatkozóan. A kettős felületkezelés számos változata közül ő azt az egyedi megoldást alkalmazta, hogy két különböző ernyőt használt egymás után (alumínium és ausztenites rozsdamentes acél). A röntgendiffrakciós vizsgálatból kiderült, hogy ha alkalmazott alumíniumernyőt, akkor AlN mindig létrejött.

Ezekből a korábbi megállapításokból következik, hogy az ernyő anyagából porlasztott részecskék megtapadnak a munkadarab felületén, s mi több, a nitrogénnel képesek nitridet alkotni.

3. SZAKIRODALMI HIVATKOZÁSOK JEGYZÉKE A 2. FEJEZETHEZ

- [1] Tömöry Tiborné: Az ammónia gáz disszociáció fokának szerepe a nitridálási folyamatokban. *Kohászati Lapok*, 89 (1956:11) 199–206.
- [2] Marchev K., Cooper C.V., Blucher J.T., Giessen B.C.: Conditions for the formation of a martensitic single-phase compound layer in ion-nitrided 316L austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 99 (1998:3) 225–228.
[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(97\)00532-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00532-X)
- [3] Janosi S., Kolozsvary Z., Kis A.: Controlled hollow cathode effect: New possibilities for heating low-pressure furnaces. *Metal Science and Heat Treatment*, 46 (2004) 310–316.
doi: 10.1023/B:MSAT.0000048840.94386.25
- [4] Pye D.: *Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing*. ASM International, Materials Park, OH, 2003.
- [5] Kocsisné Baán Mária, Marosné Berkes Mária, Szilágyiné Bíró Andrea: *Nitridálás – korszerű eljárások és vizsgálati módszerek*. Miskolci Egyetem, Miskolc, 2012.
- [6] Li C.X., Bell T., Dong H.: A study of active screen plasma nitriding. *Surface Engineering*, 18 (2002) 174–181.
doi: 10.1179/026708401225005250
- [7] Ahangarani S., Mahboubi F., Sabour A.R.: Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel. *Vacuum*, 80 (2006) 1032–1037.
doi: 10.1016/j.vacuum.2006.01.013
- [8] Corujeira-Gallo S., Dong H.: On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding. *Vacuum*, 84 (2009) 321–325. doi: 10.1016/j.vacuum.2009.07.002
- [9] Ahangarani S., Sabour A.R., Mahboubi F., Shahrabi T.: The influence of active screen plasma nitriding parameters on corrosion behaviour of a low alloy steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 484 (2009) 222–229. doi: 10.1016/j.jallcom.2009.03.
- [10] Hubbard P., Doney S.J., Partridge J.G., Doyle E.D., McCulloch D.G.: Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system II: Application of a biased screen. *Surface and Coating Technology*, 204 (2010) 1151–1157.
doi: 10.1016/j.surfcoat.2009.08.030
- [11] Nishimoto A., Matsukawa T., Nii H.: Effect of screen open area on active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel. *ISIJ International*, 54 (2014) 916–919.
doi: 10.2355/isijinternational.54.916
- [12] Yazdani A., Soltanieh M., Aghajani H.: Active screen plasma nitriding of Al using an iron cage: Characterization and evaluation. *Vacuum*, 122 (2015) 127–134.
doi: 10.1016/j.vacuum.2015.09.018
- [13] Naeem M., Shafiq M., Bashir M.I., Zakauallah M.: Novel duplex cathodic cage plasma nitriding of non-alloyed steel using aluminum and austenite steel cathodic cages. *Journal of Alloys and Compounds*, (2017). doi: 10.1016/j.jallcom.2017.06.004

4. CÉLKITŰZÉSEK

A plazmanitridálás alapjait már több mint 50 évvel ezelőtt lefektették. Magyarországon kevésbé elterjedt ez a fajta felületkezelési eljárás, azonban más országokban előszeretettel alkalmazzák a plazmanitridálást az autóipari alkatrészek kopásállóságának növelése érdekében. Különösen felerősödött a témakör kutatása az aktív ernyős plazmanitridálás ipari elterjedése óta, aminek nyilvánvalóan az ipari igények jelentik a hajtóerejét. A szakirodalom-kutatás során kiderült, hogy még mindig vannak olyan befolyásoló tényezők, amelyeknek a hatása nem vagy nem teljeskörűen vizsgált a nitridálási folyamatban.

A szakirodalom-kutatási tapasztalatok, valamint a kutatómunkámat segítő *Blücher* professzor és a témavezetőm javaslatai alapján állítottam össze kutatómunkám céljait és feladatait az alábbi felépítés szerint. A kutatási programom tehát elsősorban az aktív ernyő szerepének vizsgálatára irányult. Emellett lényeges szerepet kívántam adni a nitridált réteg tulajdonságaival kapcsolatos új ismeretek megszerzésének, mégpedig az ezen a kutatási területen eddig csak kevésbé alkalmazott, különleges felületanalitikai vizsgálati módszerek alkalmazásával. A kutatómunkám céljai röviden a következők:

- A különböző plazmanitridálási eljárások összehasonlítása, különös tekintettel az aktív ernyő fedelének szerepére.
- Az aktív ernyős plazmanitridálás során alkalmazott ernyők alakjának és szerkezeti kialakításának, ezen belül felületi kialakításának, vagyis felületiszerkezetének vizsgálata.
- Az ernyő anyaga hatásának vizsgálata a nitridált réteg összetételére.
- A különböző nitrogéntartalom-mérési módszerek alkalmazási lehetőségeinek elemzése a nitridált réteg vizsgálatában.

5. A KUTATÓMUNKA MUNKASZAKASZAINAK ÁTTEKINTÉSE

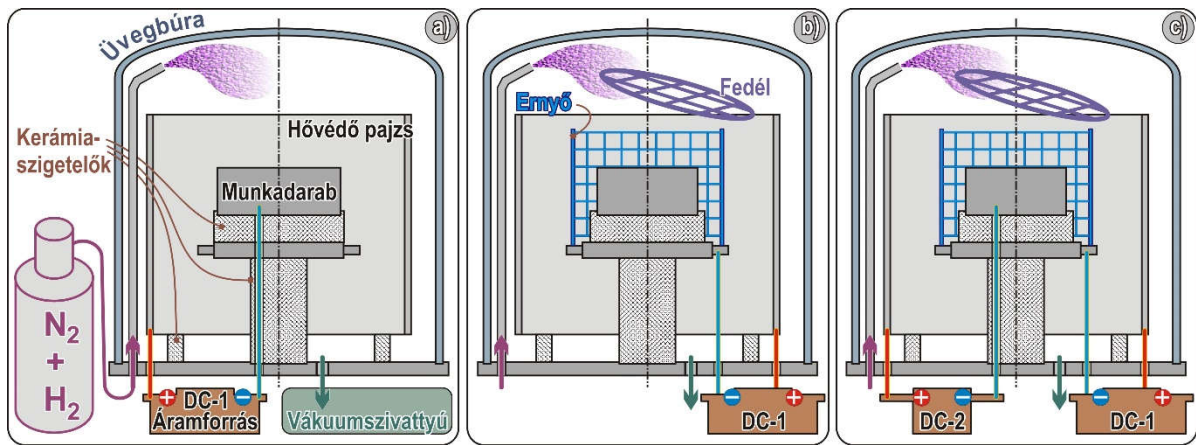
A kutatómunkámat a célkitűzésekkel összhangban három nagy témakörre osztottam, amelyek a következők:

- 1) a plazmanitridálási eljárások összehasonlítása,
- 2) az ernyő nyitottságának és perforáltságának hatásának és
- 3) az ernyő anyaga szerepének elemzése.

A továbbiakban az egyes témakörökhöz tartozó kísérleti és anyagvizsgálati munkát, valamint az elemzési és értékelési eredményeket témakörönként összegzem, kifejezetten olyan felépítésben, hogy ezek az összegzések kellő alapot és indokolást adjanak a tézisek rövid megfogalmazásához.

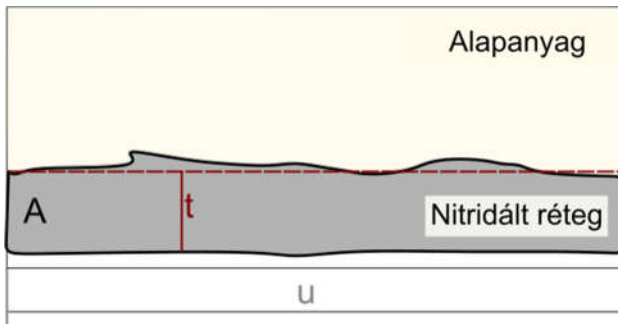
5.1. A plazmanitridálási eljárások összehasonlítása céljából végzett kísérletek ismertetése

A kísérletekhez $\varnothing 20 \times 6$ mm méretű, C45E anyagjelzésű, ötvözetlen acélt használtam, melynek keménységi átlagértéke 250 ± 22 HV_{0,05}. A próbatesteket 490 °C-on, 4 órán keresztül, 2,8 torr nyomáson két különböző gázkeverékkel, egy kis nitrogéntartalmú (25% N₂ + 75% H₂), valamint egy nagy nitrogéntartalmú (95% N₂ + 5% H₂), gázzal plazmanitridáltam. Az egyes eljárások elrendezési vázolata az 1. ábrán látható. Az aktív ernyős plazmanitridálási kísérleteket fedéllel és a nélkül is elvégeztem.



1. ábra. Plazmanitridálási eljárásváltozatok (a) DCPN, (b) ASPN, (c) ASBPN

A vegyületi réteg vastagságának metallográfiai meghatározására szükségesnek tartom bevezetni az effektív vegyületiréteg-vastagság fogalmát, melyet a 2. ábrán értelmezek. Indokoltságát az adja, hogy a keresztmetszeti képeken a vegyületi réteg határvonala egyenetlen. Csak úgy lehet mérsékelni a vastagságmérés szubjektivitását, hogy a metallográfiai csiszolatról készült képen látható terület egészét figyelembe véve határozom meg a réteg-vastagságot. Az, amit a továbbiakban vegyületiréteg-vastagságnak nevezek, az itt ismertetett módon, 3 különböző metallográfiai képről meghatározott effektív vegyületiréteg-vastagság átlagát jelenti.



1. lépés: a vegyületi réteg kontúrjának felvétele
2. lépés: a körülhatárolt vegyületi réteg A területének kiszámítása képelemző programban
3. lépés: A t effektív vegyületiréteg-vastagság kiszámítása az A terület és az u szélesség hányadosának képzése

2. ábra. A képen t -vel jelölt effektív vegyületiréteg-vastagság meghatározása

Pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) mérve a legvékonyabb nitridréteg az ASPN-elrendezésben alakult ki gázkeveréktől függetlenül. A DCPN- és az ASBPN-elrendezéseknél a rétegvastagságok azonos gázkeverékekkel közel megegyezők, azonban a legvastagabb réteg a nagy nitrogéntartalmú gáz ASBPN-elrendezésében keletkezett. A fedél alkalmazása nem befolyásolta a rétegvastagságot.

Az itt összefoglalt kutatási eredményekre alapozva fogalmaztam meg a 1. tézisemet, amely tehát az 5.1. bekezdésben pontosan meghatározott anyagokra, technológiai feltételekre és vizsgálati körülményekre vonatkozóan értelmezendő.

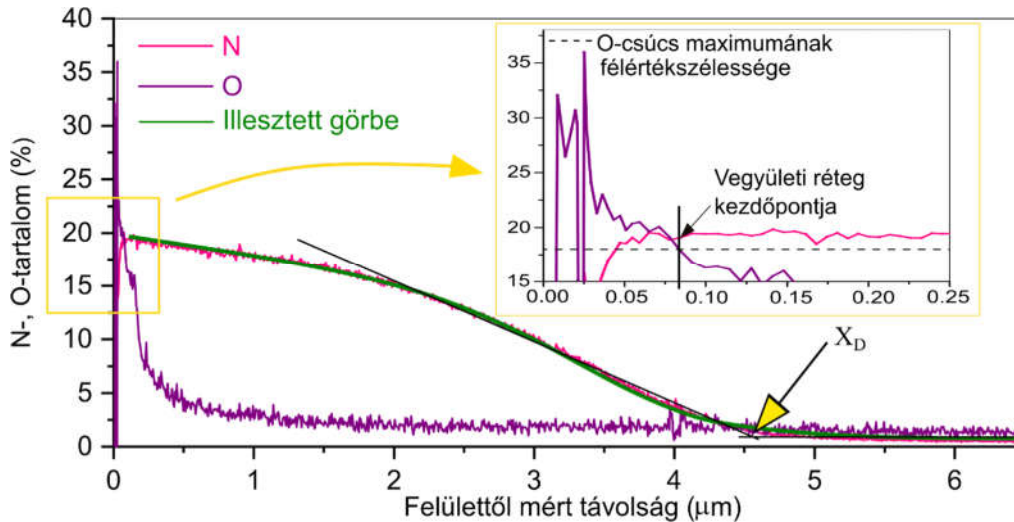
Mindkét gázkeverék esetén az ASPN-minták maximális keménysége a legkisebb, ami 510–560 HV_{0,05} között mozog. Ez kétszeres keménységnövekedést eredményezett az alapanyag nitridálás előtti keménységéhez képest, amíg ASBPN- és DCPN-elrendezés esetén a keménységmaximum eléri az alapérték háromszorosát is.

Összehasonlítva a kétféle gázkeverékekkel végzett nitridálás hatására keletkezett fázisokat, megfigyelhető, hogy 95% N₂ + 5% H₂ gázösszetétel mellett minden mintán keletkezett Fe₃N, mely legnagyobb mennyiségben az ASBPN-minták vegyületi rétegében keletkezett, míg a kis nitrogéntartalmú gázkeverékekkel csak Fe₄N alakult ki. A mérési eredményekben az is megfigyelhető, hogy fedéllel és a nélkül ugyanolyan fázisok jelennek meg.

Az itt összefoglalt kutatási eredményekre alapozva fogalmaztam meg a 2. tézisemet, amely tehát az 5.1. bekezdésben pontosan meghatározott anyagokra, technológiai feltételekre és vizsgálati körülményekre vonatkozóan értelmezendő.

A nitrogéntartalom mélység profilját (a felülettől a próbatest belseje felé haladva vizsgált) GDOES-analízissel vettem fel. A nitrogénkoncentráció mélységi profiljának mérési eredményeinek értékelésére kidolgoztam egy illesztési metódust a vegyületi réteg vastagságának meghatározására, melynek kezdeti és végpontja a 3. ábrán látható módon jelölendő ki az általam kezdeményezett módszerrel.

Az itt összefoglalt kutatási eredményekre alapozva fogalmaztam meg a 3. tézisemet, amely tehát az 5.1. bekezdésben pontosan meghatározott anyagokra, technológiai feltételekre és vizsgálati körülményekre vonatkozóan értelmezendő.



3. ábra. A GDOES mélységi profilokon a vegyületi réteg kezdetének és végpontjának, azaz a vegyületi réteg vastagságának meghatározása

Az illesztéshez az (1)-es egyenletet alkalmaztam, a rétegvastagság végpontját a (2) egyenlettel határoztam meg.

$$N(x) = a e^{-bx} + \frac{c}{2} \left(1 + \tanh \left(-\frac{x+d}{\varepsilon} \right) \right) + g \quad (1)$$

$$x_D = d + \varepsilon - 2 a \varepsilon \frac{b\varepsilon - 1}{2 ab\varepsilon + a e^{bd}} \quad (2)$$

ahol,

$N(x)$ – nitrogéntartalom

x – helykoordináta (a diagramon: a felülettől mért távolság)

a – az exponenciális taggal közelített szakasz kezdőpontjának abszcisszája

b – az exponenciális taggal közelített szakaszon a függvény meredeksége a kezdeti ($x = 0$) pontban

c – a szigmoid taggal közelített szakasz kezdőpontjának abszcisszája

d – a szigmoid taggal közelített szakaszon a függvény inflexiós pontja

ε – a szigmoid tag ún. simítási paramétere, amely egyértelműen meghatározza a függvény érintőjét az inflexiós pontban

g – mérési hibák kiküszöbölésére alkalmas korrekciós tényező

x_D – a vegyületi réteg végpontjához tartozó abszcissza értéke

5.2. Az ernyő felületszerkezetének hatása a nitridált réteg kialakulására

Az ernyő felületszerkezetének meghatározására kidolgoztam egy pontos jellemzést lehetővé tevő tartalmi és fogalmi rendszerezést, amelynek egyik fontos eleme az ernyő nyitottsága. Az ernyő nyitottságán a kivágással eltávolított vagy más miatt hiányzó fémes anyag felületi részarányát értjük. Az 'Ny' nyitottság értéke 0 és 100 % közé eshet. A *perforáltság* az ernyő területében kialakított anyaghianyok elrendeződése.

A kísérletekhez $\varnothing 20 \times 6$ mm méretű, 42CrMo4 anyagminőségű nemesíthető acélt használtam, melynek keménysége 420 ± 45 HV0,01. A felületi kialakításra (perforáltság) vonatkozó méreteket a nitridálási körülményekkel és a próbatetek jelölésével együtt az 1. táblázatban foglaltam össze.

1. táblázat. Az ernyő felületi kialakítására vonatkozó méretek, valamint a nitridálási technológiai változói

Próbatest	Lyukátmérő (mm)	Ny (%)	T (°C)	t (óra)	p (torr)	Gázkeverék (%)
d4,5	4,5	50	490	4	2,8	75% N ₂ + 25% H ₂
d8	8	61				
d12	12	50				
d18	18	74				
d25	25	61				
d45	45	87				

A rétegvastagságok a perforáltságra nézve nem mutatnak lényegesnek tekinthető eltérést egymáshoz képest, azonban az ernyő nyitottsága összefüggést mutat. Ezzel ellentétben, az ernyők perforáltsága és nyitottsága érdemlegesen nem befolyásolja sem a maximális keménység, sem pedig a diffúziós zóna keménységét és vastagságát.

A vegyületi réteg vastagságának kváziazonossága miatt a röntgendiffrakciós fáziselemzés során minden esetben a vegyületi réteg alatt található vas alapfázis szinte ugyanolyan mértékben látható a vizsgálati eljárás számára, ezért az alapfázis nem befolyásolja a képződött nitridfázisok mennyiségének meghatározását. Emiatt levonható az a következtetés, hogy amíg a különböző lyukátmérő és nyitottság nem befolyásolta a rétegvastagságot, addig a képződött fázisok relatív mennyiségét igen. A csökkenő Fe₄N és ezáltal növekvő Fe₃N a nyitottság növekvő értékével változik.

A felületi érdességre vonatkozó eredményeket atomierő-mikroszkópos (AFM) vizsgálat után határoztam meg. A felületi textúrát jellemző völgyek és csúcsok eltérő mennyiségben és eloszlásban jelentek meg. Összevetve a ferdeségi (S_{sk}) értékeket az ernyő felületszerkezeti jellemzői közül a nyitottsággal, szoros korreláció mutatkozik. Az ernyő növekvő nyitottságával a felületi textúrában a ferdeség lineárisan növekszik.

Az itt összefoglalt kutatási eredményekre alapozva fogalmaztam meg a 4., 5. és 6. tézisemet, amely tehát az 5.2. bekezdésben pontosan meghatározott anyagokra, technológiai feltételekre és vizsgálati körülményekre vonatkozóan értelmezendő.

5.3. Az ernyő anyagának hatása a nitridált réteg összetételére

A kísérletekhez $\varnothing 20 \times 6$ mm méretű, 42CrMo4 anyagminőségű nemesíthető acélt használtam, melynek keménysége 420 ± 45 HV0,01. Az ernyő anyaga 1.0330 típusú, hidegen hengerelt, ötvözetlen acél, az ernyő lyukátmérője 5 mm, a lyukközéppontok távolsága 8 mm, befoglaló méretei $\varnothing 140 \times 85$ mm. Az ernyők egyik sorozata nikkel-, a másik sorozata krómbevonatot kapott, amelyet galvanizálással állítottam elő. A nitridálást 510 °C-on,

4 órán keresztül, ~2,800 torr nyomáson 25% N₂ + 75% H₂ gázkeverékkel végeztem el. Az ernyőket egymás után kétszer is felhasználtam.

A nitridálás után a felület sima, fényes, polírozott jellegű maradt, az ötvözetlen acél ernyőnél megszokott matt elszíneződés nem jelentkezett. Vegyületi réteg nem keletkezett, a felület keménysége az eredetivel megegyező maradt.

Az AFM-es mérésekből megfigyelhető, hogy a völgyek és a csúcsok maximális magassága 70 μm-en belül ingadozik. Ezt a kezdeti felületi textúrát a nitridált réteg mélységi elemzésénél mindenképpen figyelembe kell venni.

A vas, a króm, a nikkel, a szén és az oxigén mélységi profiljának felvételét porlasztott-semlegesrészesecske-tömegspektrometriával (SNMS), a nitrogéntartalom mérését pedig röntgenfotoelektron-spektrometriával (XPS) végeztem el. Az első nitridálás után a Ni ~290 nm-es, a második után pedig ~420 nm-es mélységben tapadt meg a felületen. A nitrogén mennyiségét, valamint a kötésállapotát a Ni- és Fe- mélységi profilok metszéspontjában vizsgáltam. A nitrogén nem létesített kötést a vassal, tehát vas-nitrid nem keletkezett. A nitrogén 84%-ban molekuláris formában van jelen a felületről leporlasztott anyagréteg után feltárult felületi rétegben. Ebben a mélységben kis mértékben (16%, illetve 23%) N-C kötésű részecskék (véltetően cianidgyökök) is jelen vannak, amelyek felületkeményítő hatása a keménységmérés során nem mutatható ki.

A Cr-bevonatos ernyővel ASPN-kezelt próbatest felületének SNMS-es mélységi profiljában a króm és az oxigén csúcsa azonos változási jeleget mutat, sőt, az oxigén van jelen nagyobb mennyiségben. Ez azt jelenti, hogy a króm a felületen króm-oxidot hozott létre. A króm-oxidban dús felületkezelési réteg vastagságát az első nitridálás után ~168 nm-nek, a második nitridálás után pedig ~198 nm-nek jelzi a mélységi profil, ami nem számottevő különbség. Az XPS-elemzésből látható, hogy a nitrogén kötést létesített a vassal, ám ennek a vas-nitridnek a mennyisége nem elég ahhoz, hogy az XRD-analízissel is kimutatható mennyiségű Fe₃N vagy Fe₄N fázis alakuljon ki.

A három mérési módszer eredményeit összevetve megállapítható, hogy a felületen az ernyőről származó bevonatanyagok különböző felületi textúrát kialakítva megtapadnak a felületen, de a nitrogénnel nem reagálnak, és a vas nitridálódását is erősen gátolják.

Az itt összefoglalt kutatási eredményekre alapozva fogalmaztam meg a 7. és 8. tézisemet, amely tehát az 5.3. bekezdésben pontosan meghatározott anyagokra, technológiai feltételekre és vizsgálati körülményekre vonatkozóan értelmezendő

6. A KUTATÓMUNKA EREDMÉNYEI TÉZISPONTOKBA FOGLALVA

Az 1–5. fejezetben összegezve, egységes, önmagában is érthető rendszerben mutattam be a kutatási eredményeimet, amelyeket a célkitűzéseimből kiindulva a kutatómunkám során elértem, és a doktori értekezésemben részletesen ismertettem. Ennek az összegzésnek az is a rendeltetése, hogy bevezesse, magyarázza és indokolja az önálló tudományos munkásságom tézisszerű bemutatását, vagyis annak a tételes, tézispontokban való megfogalmazását, a forrásként szolgáló szakmai publikációim hozzárendelésével. Ez a tézisfüzet-szerkezet lehetővé teszi a tézispontok műfajhű (vagyis egyértelmű és a lehető legrövidebb) megfogalmazását.

1. tézis: [S2] [S10]

A plazmanitridálásnál kialakult vegyületi réteg vastagságának metallográfiai vizsgálattal való meghatározására kidolgoztam egy új módszert; az új módszer lényege az effektív vegyületiréteg-vastagság megállapítása.

2. tézis: [S1] [S7] [S8]

Az aktív ernyős plazmanitridálás során az ernyő részét képező fedél használata vagy elhagyása ugyanolyan nitridált réteget alakít ki, vagyis a fedélnek nincsen befolyásoló szerepe a kialakult nitridált réteg vastagságára, keménységére és a kialakult vas-nitrid fázisok egymáshoz képesti mennyiségére.

3. tézis: [S2] [S8]

A plazmanitridálásnál kialakult vegyületi réteg vastagságának GDOES-analízissel való meghatározására kidolgoztam egy módszert, amellyel a vegyületi réteg vastagsága kb. 0,2 μm -es pontossággal meghatározható; a vegyületi réteg kezdeti pontját az oxigén mélységi profiljának félértékszélessége, a végpontját pedig a nitrogén mélységi profiljának inflexiós pontjába, valamint a nullához konvergáló alapvonalára illesztett érintők metszéspontja jelöli ki a felülettől mért távolság tengelyen.

4. tézis: [S3] [S4]

Az ernyő nyitottságának és perforáltságának változtatásával a nitridált réteg keménysége változatlan marad, vagyis az ernyő ezen két felületszerkezeti jellemzőjének nincs érdemi hatása a nitridált réteg keménységére.

5. tézis: [S4] [S5]

Az ernyő nyitottságának változtatásával befolyásolható a vegyületi rétegben keletkező vas-nitrid fázisok mennyiségi viszonya: a nyitottság csökkenésével, a γ' -fázis (Fe_4N) részaránya csökkenthető, az ε -fázis (Fe_3N) részaránya növelhető.

6. tézis: [S3] [S4]

Az ernyő nyitottságának növelésével a felületi textúrát jellemző ferdeség (S_{sk}) nő.

7. tézis: [S6] [S7] [S9] [S10]

Nikkelbevonatú ernyővel végzett plazmanitridálással csak az ernyő felületi rétegéből származó nikkeltapad meg a felületen több száz nm-es vastagságban, és vas-nitrid fázisok nem alakulnak ki.

8. tézis: [S6] [S9] [S10]

Nikkelbevonatú ernyővel végzett plazmanitridálással az ernyő újbóli használata során a nikkeltapadástól védett rétegben rakódik le a munkadarab felületére, mint az első használat során, amely jelenség a nikkeltapadástól védett első alkalmazásakor kialakuló porozitás következménye.

7. A TÉZISPONTOKHOZ KAPCSOLÓDÓ SAJÁT PUBLIKÁCIÓK

- [S1] Dobránszky János, **Kovács Dorina**: Szemlézés a rozsdamentes acélok gyártásának európai kutatásaiból. *Bányászati és Kohászati Lapok – Kohászat*, 149,1, 6-10 (2016)
- [S2] **Kovács D.**, Kemény A., Dobránszky J., Quintana I.: Effects of plasma nitriding on tempered steel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 426, 012027 (2018)
- [S3] **Kovács D.**, Kemény A., Bonyár A., Dobránszky J.: The effects of screen sizes on the surface properties of tempered steel treated by active screen plasma nitriding. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 416, 012040 (2018)
- [S4] **Kovács D.**, Dobránszky J., Bonyár A.: Effect of different active screen hole sizes on the surface characteristic of plasma nitrided steel. *Results in Physics*, 12 (2019) 1311–1318. doi: 10.1016/j.rinp.2018.12.079
- [S5] **Kovács D.**, Kemény A., Dobránszky J.: Az aktív ernyő geometriai jellemzőinek hatása a plazmanitridált rétegre. Hohol R., Tóth T. (szerk): XXVIII. Hőkezelő és anyagtudomány a gépgyártásban országos konferencia és szakkiállítás külföldi résztvevőkkel: Előadások. Gépipari Tudományos Egyesület, Hőkezelő Szakosztály, Budapest, 2019, 180–185.
- [S6] Kemény A., **Kovács D.**, Károly D.: A plazmanitridálás hatásai a Ti-6Al-4V ELI orvosi biológiai anyagra. Hohol R., Tóth T. (szerk): XXVIII. Hőkezelő és anyagtudomány a gépgyártásban országos konferencia és szakkiállítás külföldi résztvevőkkel: Előadások. Gépipari Tudományos Egyesület, Hőkezelő Szakosztály, Budapest, 2019, 186–190.
- [S7] **Kovács D.**, Dobránszky J.: Effects of thermochemical surface treatments on the industrially important properties of X2CrNiMo17-12-2 austenitic stainless steel. *Periodica Polytechnica-Mechanical Engineering* 63 (3) (2019) 214–219. doi: 10.3311/PPme.13921.
- [S8] **Kovács D.**, Quintana I., Dobránszky J.: Effects of different variants of plasma nitriding on the properties of the nitrided layer. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28 (2019:9) 5485–5493.
- [S9] **Kovács D.**, Bonyár A., Dobránszky J., Fodor T., Takáts V.: Influence of the material of active screen on the surface properties of plasma nitrided low alloy steel. *Surface and Coatings Technology*. – beadva
- [S10] **Kovács D.**, Szabó A., Kemény A.: Az aktív ernyő anyagának szerepe a plazmanitridálás során. *Acta Materialia Transylvanica*. – bírálat alatt