

Ziaja György professzor emlékére

**A FELÜLETKÖZELI RÉTEG VISELKEDÉSE SZÁRAZ
SÚRLÓDÁS ESETÉN**

Értekezés
az „MTA doktora” tudományos fokozat megszerzéséért

Eleőd András

2009.

Tartalomjegyzék

| | |
|---|----|
| 1. Bevezetés | 4 |
| 2. A kutatási témakör áttekintése | 5 |
| 2.1. A száraz súrlódás jelentősége | 5 |
| 2.2. Rövid történeti áttekintés | 6 |
| 2.3. A súrlódó felületek tribológiai igénybevétele | 8 |
| 2.4. A felületközeli rétegben a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező változások | 11 |
| 2.5. Az elvégzett kutatómunka célja | 13 |
| 3. Nemfémes szerkezeti anyagok és bevonatok vizsgálata | 14 |
| 3.1. Az amorf karbon anyagok tulajdonságai | 14 |
| 3.2. <u>Szálerősítésű, hidrogénmentes karbon-karbon kompozit anyagok súrlódó felületének vizsgálata</u> | 20 |
| 3.2.1. A vizsgált C/C-kompozit anyagok bemutatása | 21 |
| 3.2.2. Súrlódásvizsgálatok | 22 |
| 3.2.3. Az eredeti és a koptatott felületek Raman spektroszkópiai analízise | 23 |
| 3.2.4. Az eredeti és a koptatott felületek mikrokeménységének vizsgálata | 31 |
| 3.2.5. A C-C kompozit anyagok vizsgálatával kapott új eredmények | 36 |
| 3.3. <u>Amorf karbon bevonatok vizsgálata</u> | 36 |
| 3.3.1. A vizsgált bevonat jellemzése | 37 |
| 3.3.2. A bevonat alakváltozóképségének vizsgálata | 40 |
| 3.3.3. Kopásvizsgálatok | 43 |
| 3.3.4. Kopásnyom analízis | 44 |
| 3.3.5. A bevonatban bekövetkezett szerkezeti változások vizsgálata | 52 |
| 3.3.5.1. Ultramikrokeménység vizsgálatok | 52 |
| 3.3.5.2. Raman spektroszkópiai vizsgálatok | 53 |
| 3.3.6. A hidrogénezett amorf karbon bevonatok javasolt alakváltozási mechanizmusa | 55 |
| 3.3.7. A DLC bevonatok vizsgálatával kapott új eredmények | 56 |
| 3.4. <u>Polikristályos gyémánt bevonatok súrlódó felületi rétegének vizsgálata</u> | 56 |
| 3.4.1. Gyémánt bevonatok tribológiai sajátosságainak vizsgálata | 59 |
| 3.4.2. Polikristályos gyémántbevonattal végzett súrlódásvizsgálatok | 59 |
| 3.4.3. A polikristályos gyémántbevonatok Raman vizsgálata | 60 |
| 3.4.4. A gyémántbevonatok terhelhetőségének vizsgálata a numerikus módszerrel | 68 |
| 3.4.5. A polikristályos gyémántbevonat vizsgálatával kapott új eredmények | 72 |

| | |
|--|-----|
| 4. Fémes súrlódó felületek felületközeli rétegének vizsgálata | 72 |
| 4.1. Előzetes vizsgálatok | 76 |
| 4.2. Magnézium és titán súrlódó felületközeli rétegének vizsgálata | 78 |
| 4.2.1. A vizsgált anyagok | 78 |
| 4.2.2. Magnézium és titán alakíthatósági vizsgálatai | 79 |
| 4.2.3. A zömített próbatestek szerkezeti változásainak vizsgálata | 88 |
| 4.2.4. Zömített próbatestek keménységvizsgálata | 90 |
| 4.2.5. Súrlódásvizsgálatok | 92 |
| 4.2.5.1. Kopásnyom-analízis | 93 |
| 4.2.5.2. Keménységvizsgálat | 95 |
| 4.2.5.3. A kopásnyom röntgendiffrakciós vizsgálatai | 96 |
| 4.2.5.4. Nagy felbontású röntgendiffrakciós vonalprofil-analízis | 98 |
| 4.2.6. A magnéziummal és titánnal végzett vizsgálatok eredményeinek értékelése | 101 |
| 5. Összefoglalás | 102 |
| 5.1. Új tudományos eredmények (tézisek) | 105 |
| 5.2. A tudományos eredmények hasznosítása, ill. további hasznosítási lehetőségei | 105 |
| 5.3. Az témaköréből készült publikációk jegyzéke | 106 |
| Hivatkozott irodalom | 109 |

1. Bevezetés

A természet a fejlődéséhez rendelkezésére álló évmilliárdok, évmilliók, évezredek, sőt esetenként csak néhány évszázad alatt már mindent kikísérletezett. A jelenkor kutatóinak fel kell ismerniük a természet kísérleti eredményeit, és - ami az igazi kutatási feladatot jelenti számukra - a jelenkor követelményeinek, adottságainak és lehetőségeinek megfelelően kell ezeket a jelenségeket és eredményeket reprodukálni és a hétköznapi gyakorlat számára tudatosan alkalmazhatóvá tenni. Így van ez a tribológia tudományában is.

A „tribológia” egy zseniális műszó, amelyet 1966-ban a német születésű, de Angliában élő és dolgozó *Peter JOST* alkotott meg [1] a súrlódás, kenés és kopás jelenségeivel, gyakorlati tapasztalataival és elméleti megközelítéseivel foglalkozó erőfeszítések fogalom- és tevékenységi körének egységesítésére. Azóta a tribológia vitathatatlanul önálló tudományággá vált a mérnöki tudományokon belül, és önálló nevet is kaptak ennek a tudománynak a művelői is (ők a "tribológusok"). Ugyancsak vitathatatlanul, a tribológia még ma is alapvetően kísérletező tudomány. Olyan tudomány, amely a társtudományok legmagasabb szintű alkalmazását igényli. A tribológiának, mint egy inter- és multidiszciplináris tudományágnak legtalálhatóbb mai meghatározása *Yves BERTHIER*-től származik [2]:

„A tribológia tudomány a tudományok útkereszteződésében”

Visszatérve a természeti hasonlathoz, az élő fa kérget növeszt, hogy megvédje a belsejét az időjárás viszontagságaitól és a károkozóktól. Érdekes módon az élő kérgetől és gyökerétől megfosztott, „halott” megmunkált faanyag is hasonlóképpen viselkedik, még akkor is, ha kezeletlenül tesszük ki a napsugárzás, a verő eső, hó, jég és szél hatásainak.



1. ábra. Kezeletlen zsaluléc-darab 17 év után

Az 1. ábra egy 17 évig a kéményen hagyott zsaluléc külső felületét és metszetét mutatja. A fadarab láthatóan „feláldozta” a felületét hogy ezzel megmentse a belsejét. (Zárójelben megjegyezhetjük, hogy a fadarab igénybevétele tipikusan tribológiai jellegű volt - különböző viszkozitású fluidummal való dinamikus felületi érintkezés, hő- és sugárzási igénybevétel, valamint a hőtágulásból eredő feszültségi állapot - még akkor is, ha közvetlen súrlódásos

kapcsolatban másik szilárd testtel nem állott. A fa pedig, mint szerkezeti anyag, éppen az egyik legkorszerűbb szerkezeti anyagnak, a többrétegű, szálerősítéses kompozit anyagnak felel meg.)

Az egyetlen kiragadott példát számtalan további megfigyeléssel egészíthetnék ki úgy az élő szerkezetek, ezen belül például az emberi szervezet alkotórészei, mint az élettelen világ részéről. Nem túl tudományosan, de talán a legáltalánosabban *Maurice GODET* fogalmazta meg a tribológiai anyagokkal szemben támasztott követelményeket (kötetlen beszélgetés formájában, az USA-ból hazatérve egy repülőút alkalmával, melyeket aztán Godet akkori doktorandusz hallgatója publikált a doktori értekezésében [3]). Godet szerint a tribológiai anyagoknak két típusa létezik:

- az egyik csoportba azok az anyagok tartoznak, amelyek feláldozzák a felületüket azért, hogy megmentse a térfogatukat (ilyenek pl. a fékbetétek, vagy a szilárd kenőanyag bevonatok),
- a másik csoportba azok tartoznak, amelyek nagy felületi alakváltozókéességük révén, a felület degradációja nélkül képesek a sebességi alkalmazkodásra (ilyenek pl. az acél féktárcsák, sínek, tengelykapcsolók nyomólapjai, "köves" órák tengelycsukjai, stb.).

A súrlódó felületek topológiájának és szerkezetének a tribológiai folyamatokra kifejtett hatását már az 1977-ben beadott egyetemi doktori értekezésemben is vizsgáltam [4]. A súrlódó felületek felületközeli rétegének szerkezetváltozásával foglalkozó első publikációm 1982-ben készült [5]. Jelen értekezésem vezérfonalát azok a kutatásaim jelentik, amelyekben a száraz csúszósúrlódásos érintkezésben közvetlenül résztvevő, különböző anyagok felületközeli rétegének viselkedését vizsgáltam, ill. igyekeztem a szerkezetváltozás mechanizmusát megérteni, esetenként megmagyarázni.

A bevezetést követően az értekezés második része a kutatási témakör rövid áttekintését tartalmazza, amelynek célja a tribológiai igénybevétel és a súrlódó felületek súrlódási igénybevételre adott válaszána rövid ismertetése, valamint az elvégzett kutatómunka céljának megfogalmazása. A harmadik és negyedik rész részletesen ismerteti az elvégzett kísérleti munkát és a vizsgálati eredményeket. Ahol szükséges, részletesen ismertetem a vizsgálati módszert is, mivel ezek fejlesztése közvetlenül részét képezte a kutatómunkának. Az értekezés befejező része az elvégzett munka összefoglalásából és a tézisek formájában megfogalmazott új tudományos eredmények felsorolásából áll.

Fokozott gondossággal különböztettem meg a saját munkámat, gondolataimat és következtetéseimet a velem együtt dolgozó vagy éppen engem segítő kollégáim munkájától, még akkor is, hogyha ez helyenként a dolgozat olvashatóságának rovására megy.

Munkámat Dr. Ziaja György okl. gépészmérnök, egyetemi tanárra emlékezve állítottam össze. Annak ellenére, hogy Ziaja professzor az értekezés cím szerinti tématerületnek nem volt közvetlen kutatója, kiemelkedő szakértője volt viszont minden részterületének. Oktató- és kutatómunkájával nagymértékben segítette a tribológia tudományának fejlődését is.

2. A kutatási témakör áttekintése

2.1. A száraz súrlódás jelentősége

A száraz súrlódás jelenségét, mint fizikai hatásvet, az emberiség az emberré válástól fogva tudatosan alkalmazta. Először a súrlódási erő megnövelésének érdekében használták

különböző tárgyak, alkotóelemek közötti kapcsolatok (kötések) létrehozásánál [6]. A súrlódás csökkentésének szükségessége az első mozgó alkatrészek (kapuszárny, görgő, kerék) feltalálásától és alkalmazásától kezdve került előtérbe. Bár a száraz súrlódás mechanizmusának a súrlódási erő, ill. veszteség csökkentésében játszott szerepe (szilárd kenőanyagokkal való kenés, önkenés) ismert és alkalmazott volt régóta (pl. a bronz kerékagy-kovácsoltvas tengely, vagy az óraszerkezetekben a réz/öntöttvas elő- és hátlap-kovácsoltvas tengely anyagpárosítás esetében), mégis az arány csak a mai, korszerű szerkezeti anyagok és technológiák alkalmazásával változott meg a súrlódás csökkentésének javára. Egy mai személygépkocsiban százon felül van a száraz állapotban üzemelő önkenő siklócsapágyak száma. Az élelmiszeripari gépekben nem alkalmazhatnak kenőanyagot, ezekben a berendezésekben az egymáson elmozduló alkatrészek súrlódásának és kopásának csökkentését a célszerűen megválasztott szerkezeti anyagokkal biztosítják. A világűrbe feljuttatott objektumokban a hagyományos viszkózus, ill. konzisztens kenőanyagok az adott környezeti viszonyok között nem tudják kifejteni hatásukat, ezekben a berendezésekben is csak a száraz kenőanyagok, ill. bevonatok segítségével biztosítható a súrlódási erő, ill. nyomaték csökkentése.

A száraz súrlódás legnagyobb előnye, hogy szélsőséges üzemeltetési feltételek mellett is viszonylag stabil, jól kontrolálható mechanikai és fizikai-kémiai peremfeltételeket biztosít, mivel a száraz súrlódás mechanizmusát befolyásoló paraméterek változása jóval kisebb mértékben függ a hőmérséklettől, mint viszkózus vagy konzisztens kenőanyagok esetében.

A "jóval kisebb mértékben" kifejezéssel jellemzett viszonylagosság igen tág fogalom, éppen ez az, ami miatt a tribológusok figyelme a száraz súrlódás során a súrlódó felületközeli réteg viselkedésének megismerése felé irányult. A felületközeli réteg viselkedése határozza meg ugyanis a részecskeleválás feltételét és mechanizmusát, a levált részecskék pedig közvetlenül módosítják a súrlódás és a kopás folyamatát [7]. A felületközeli réteg "viselkedését" a tribológiában a felületnek a súrlódási igénybevételre adott válaszaként értelmezik.

A súrlódás által a felületközeli rétegben okozott változások csak a tribológia újkori fejlődése óta érdeklík behatóbban a kutatókat. Csak amióta világossá vált, hogy a súrlódó felület igen vékony rétegének megváltoztatásával a súrlódás egész mechanizmusa megváltoztatható, gondoltak a tribológusok először arra, hogy a súrlódást magát, mint energia disszipáló jelenséget használják fel a súrlódó felület tulajdonságainak módosítására.

2.2. Rövid történeti áttekintés

A száraz (csúszó) súrlódás jelenségének első ismert kutatója a renaissance polihisztor, *Leonardo da VINCI* (1452-1519) volt [8]. Leonardo, bár nem pontosította a súrlódási erő fogalmát, de megalkotta az első súrlódásvizsgáló próbapadot (mai nevén tribométert), amelyet az eredeti formájában ma is használnak a súrlódási tényező meghatározásához. *AMONTON* (1699) óta feltételezzük, hogy a súrlódási erő arányos a terheléssel és független az érintkező felületek nagyságától [9]. *LEIBNITZ* (1706) különböztette meg először a csúszó és a gördülő súrlódást, *DESAGULIERES* (1734) ismerte fel az adhézió szerepét a száraz súrlódásnál, *EULER* (1750) pedig bevezette a súrlódási tényező fogalmát és a ma is használt jelölését (μ) [10]. *COULOMB* (1779) a súrlódási erőt az elmozdulással szembeni ellenállásként definiálta [11], nagyságát pedig a terhelésből a súrlódási tényező segítségével határozta meg. Ezt az összefüggést változatlan alakban mind a mai napig a fizikában és a mechanikában méretezési összefüggésként használjuk. Coulomb már a nyugvó és a mozgó súrlódás között is

különbséget tett, és a száraz súrlódást a felületi érdességek egymásra gyakorolt hatásával magyarázta.

A súrlódó felületi réteg vizsgálatával kapcsolatos első tudományos mű *Sir Geroge BEILBY*, skót ipari vegyész nevéhez kötődik [12]. Azt feltételezte, hogy polírozás közben a fémek felületén egy vékony amorf réteg alakul ki. Annak ellenére, hogy a későbbi kutatások ezt a feltételezést nem támasztották alá, sőt ma már kifejezetten tudománytalannak hangzik a "Beilby-réteg" kifejezés használata [13], ez a misztikus amorf réteg 30 éven keresztül megfelelő magyarázatot biztosított a súrlódó felületek felületközeli rétegének változásaira. Beilbyt *BOWDEN* követte, aki (egy magyar származású, de Oxfordban dolgozó kutatóval, *TÁBOR* Dáviddal együtt megjelentette a súrlódás, kenés és kopás tudományának mindmáig legtöbbet hivatkozott monográfiáját [14]) három cikket is szentelt a Beilby-rétegnek [15-17].

Beilby után 30 évvel, 1951-ben figyeltek fel az ún. maratási fehérréteg (angol nevén white etching layer, white phase, white layer) kialakulására a nagy felületi terhelésű, gördülő igénybevételnek kitett gépkatrészek (gördülőcsapágyak, vasúti sínek) felület alatti rétegében (részletes leírását lásd a "Fémes súrlódó felületek felületközeli rétegének vizsgálata" c. 4. fejezetben).

A fehérréteggel kapcsolatos ismeretek adták az ötletet a gépkatrészek súrlódó felületeinek szilárdításával (képlékeny hidegalakításával) foglalkozó kutatásokhoz is [18]. *KOSZTECKI*, óriási kutatói apparátussal, fémfizikai és energetikai alapokról kiindulva vizsgálta a felületszilárdítás hatását a fémek kopásállóságra [19].

A súrlódó felületek tulajdonságainak változásait először *KRAGELSZKI* rendszerezte [20]. Kragelszki szerint a felületi réteg változásai lehetnek:

- alakváltozás által kiváltott (Kragelszkij szóhasználatával "előhívott"),
- az érintkezési hőmérséklet emelkedése és gradiense által meghatározott,
- ciklikus szerkezetváltozások miatt fellépő,
- feszültségi állapot által befolyásolt, és
- a környezet kémiai hatása által kiváltott változások.

A súrlódás hatására bekövetkezett felületi változások kutatásának korábbi károsodást-elemző szemléletéhez képest jelentős változást okozott Godet-nak a bevezetőben már idézett definíciója a tribológiai anyagokkal kapcsolatban. Godet ezzel a kijelentésével nyitotta meg (Kosztecki után ismételt) az utat a korszerű, ún. "önfelépítő" tribológiai rétegek kutatásának irányába [21]. A tribológusok, akik már kételkedéssel fogadták a Beilby-réteg amorf jellegét is, nem értettek egyet a fehérréteg fogalmának általánosításával sem a súrlódó felületek felületközeli rétegében lejátszódó változások jellemzésére. Ezért egy új és semleges nevet adtak a jelenségnek: TTS (Tribologically Transformed Surface) [22]. Mára ez a kifejezés tovább finomodott, mivel világossá vált, hogy a felületközeli rétegben bekövetkezett változások alapvetően a felület sebességi alkalmazkodása során elszenvedett jelentős mértékű alakváltozásának következményei. A TTS-el kapcsolatos kutatások egyre jobban rámutattak arra, hogy az esetek nagy részében nem transzformációról (új fázis kialakulásáról), hanem a meglévő fázisok módosulásáról van szó. Ezért javasolták a Mechanically Modified Surface (MMS) kifejezést a jelenség megnevezésére [23, 24].

TTS-MMS-el kapcsolatos kutatások jelenleg három, egymással párhuzamos irányban folytatódnak:

- a TTS kialakulásának energetikai feltételrendszerével [25, 26],

- a felületközeli rétegben bekövetkező anyagszerkezettani változásokkal [27-30], valamint
- a felületi repedésképződéssel és részecskeleválással kapcsolatos kutatások irányába [31, 32].

A hazai kutatók közül a gépelemekkel, gépszerkezetekkel foglalkozó ipari szakemberek és egyetemi oktatók mindegyike szükségszerűen foglalkozott a száraz súrlódás jelenségével. Érdekes tény viszont, de egyáltalán nem véletlen, hogy új eredményeket a II. világháború után a képlékenyalakítással foglalkozó kutatók (Gelei Sándor, Skriba Zoltán, Gillemot László, Kapitány Sándor, Ziaja György, Szabadits Ödön) értek el, mivel a képlékenyalakítás technológiáinak eredményességét, sok esetben kivitelezhetőségét éppen a súrlódás határozta meg. Az alakítástechnika kutatóit és fejlesztőit követték a már tudatosan tribológusnak készülő és a tribológiai alapkutatásokkal, ezen belül is elsősorban a száraz súrlódás feladatkörével foglalkozó, iskolateremtő oktató-kutatók (Tóth Lajos, Zobory István, Kozma Mihály, Váradai Károly, Kalácska Gábor), valamint számos doktorandusz hallgatójuk.

2.3. A súrlódó felületek tribológiai igénybevétele

A súrlódó felületek tribológiai igénybevétele több komponensből:

- a felületi nyomásból,
- a sebességi alkalmazkodásból eredő nyíró igénybevételből,
- a hőigénybevételből,
- a sugárzásból,
- mágneses erőtér okozta igénybevételből,
- valamint dinamikus hatásokból tevődhet össze.

A felsoroltak közül a jelen dolgozat keretében csak az első három komponens hatását részletezem. Az 1. táblázat foglaltam össze az egyes súrlódási formákat az érintkezés jellege szerint, a jellemző tribológiai igénybevételekkel együtt (a táblázat a következő oldalra került).

| Érintkezés jellege | Felületi nyomás | Sebességi alkalmazkodás | Hőterhelés |
|---|--|---|--|
| HD (hidrodinamikusan kenés) | $p_{felület} = p_{olaj} = p_h$ | $\tau = \eta \frac{du}{dy}$ | $T_{olaj} \approx T_{test}$ |
| EHD (elasztohidrodinamikusan kenés) | $p_{felület} \approx p_{H\ max}$ | $\tau_{felület} \approx \tau_{H\ max}$ | $T_{olaj} \approx T_{test}$ |
| Hertz-féle érintkezés (ideális geometria) | $p_{felület} = p_{H\ max}$ | $\tau_{felület} = \tau_{H\ max}$ | $T_{felület} \gg T_{test}$ |
| Valóságos felületi geometria | $p_1 \neq p_2 \neq \dots p_i \gg p_H$ $p_i \approx 10GPa$ | $\tau \gg \tau_F$ és a gradiense változik | $T_1 \neq T_2 \neq \dots T_i \gg T_{test}$ |

1. táblázat. Az érintkezés jellegének és a súrlódó felület igénybevételének összehasonlítása

Amint az 1. táblázat vázlatos ábrái mutatják, a felületi nyomás viszkozus kenőanyag esetében egyenlő a kenőanyagban ébredő hidrosztatikus nyomással. Száraz súrlódás esetén, ha az érintkező felületek ideális geometriájú felületek, akkor az érintkezési nyomás a Hertz-féle felületi nyomással, ill. annak a súrlódás által kismértékben módosított értékével egyenlő. Valós felületi topográfia esetében az érintkezés környezetében kialakuló valóságos nyomás több nagyságrenddel meghaladja a névleges felületi nyomást [20]. Hasonlóképpen a hőmérséklet is igen nagy lokális értéket vehet fel, de ennek csak az állandósult értékét szokás, globális hőmérsékletként, a súrlódó felület hőterheléseként figyelembe venni. A lokális hőmérséklet hatásövezete esetenként csak néhány szemcsére korlátozódik.

A sebességi alkalmazkodás (amelynek eredményeképpen a súrlódó felületek közötti sebességkülönbség zérusra csökken) kenőanyag jelenlétében a magában a kenőanyagrétegben, száraz súrlódás esetén részben a felületen, részben a felületközeli rétegben következik be. Száraz súrlódás esetén tehát az igen nagy lokális nyomással terhelt tartományok a fellépő nyírófeszültség hatására nagymértékű képlékeny alakváltozást szenvedhetnek.

A súrlódó felületek hőterhelése kenőanyag jelenlétében elhanyagolható (a felület hőmérséklete az alkatrész testhőmérsékletével közel azonosnak vehető), míg száraz súrlódásnál a sebességi alkalmazkodással a felületnek átadott mechanikai energia csaknem teljes egészében hővé alakul.

Egy pontszerű érintkezés környezetét vizsgálva, a felület lokális igénybevételi állapotát a főfeszültségekkel és főnyúlásokkal kifejezett feszültségi és alakváltozási tenzorokkal jellemezhetjük. A feszültségi tenzor:

$$\sigma_{i,j} = \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (\sigma_1 - \sigma_m) & 0 & 0 \\ 0 & (\sigma_2 - \sigma_m) & 0 \\ 0 & 0 & (\sigma_3 - \sigma_m) \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \sigma_m & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_m & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_m \end{bmatrix} \quad (1)$$

Az (1) egyenletet egyszerűbb formában felírva:

$$\sigma_{i,j} = s_{i,j} + \sigma_m \cdot \delta_{i,j} \quad (2)$$

ahol: $s_{i,j}$ - a feszültség deviátor,

σ_m - a hidrosztatikus gömbtenzor skalár értéke, amely a feszültség tenzor első skalár invariánsának harmadával egyenlő: $\sigma_m = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$,

$\delta_{i,j}$ - a Kronecker szimbólum, $\delta_{i,j} = 1$ ha $i = j$ and $\delta_{i,j} = 0$ ha $i \neq j$.

A hidrosztatikus gömbtenzor (amelynek skalár értéke a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponensével egyenlő, $p_h = \sigma_m$) csak rugalmas alakváltozást okoz, de meghatározza viszont a hatásövezetének alakváltozókéességét.

A feszültségek intenzitását a feszültség tenzor második invariánsa és az aktuális nyíró folyáshatár (k) közötti összefüggéssel lehet jellemezni:

$$f = \frac{1}{2} s_{i,j} s_{i,j} - k^2 \quad (3)$$

Mindaddig, amíg az f függvény értéke negatív, az anyag csak rugalmasan alakváltozik. Ha $f=0$, megindul a képlékeny folyás. Rideg anyagoknál $f>0$ esetén bekövetkezik a törés. Képlékeny anyagoknál a keményedéssel járó alakváltozás mindaddig tart, amíg az $f=0$ állapot ismét be nem következik. A deviátor (a feszültségi tenzor második invariánsa) felelős tehát az anyag képlékeny alakváltozásáért.

A pontszerű érintkezés lokális alakváltozása az alakváltozási tenzorral jellemezhető:

$$\varepsilon_{i,j} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_2 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (\varepsilon_1 - \varepsilon_m) & 0 & 0 \\ 0 & (\varepsilon_2 - \varepsilon_m) & 0 \\ 0 & 0 & (\varepsilon_3 - \varepsilon_m) \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_m & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_m & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_m \end{bmatrix} \quad (4)$$

ahol: ε_m - a feszültségi gömbtenzor által okozott, minden irányban azonos mértékű,

fajlagos rugalmas összenyomódás: $\varepsilon_m = \frac{3(1-2\nu)}{E} p_h$,

p_h - a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponense.

Az alakváltozási tenzor deviátora jellemzi a maradó alakváltozást. A fajlagos alakváltozás idő szerinti deriváltja az alakváltozási sebesség (5).

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (5)$$

A vizsgált érintkezési környezet pillanatnyi hőmérsékletét (T) a hővé alakult energia mennyiségéből lehet meghatározni:

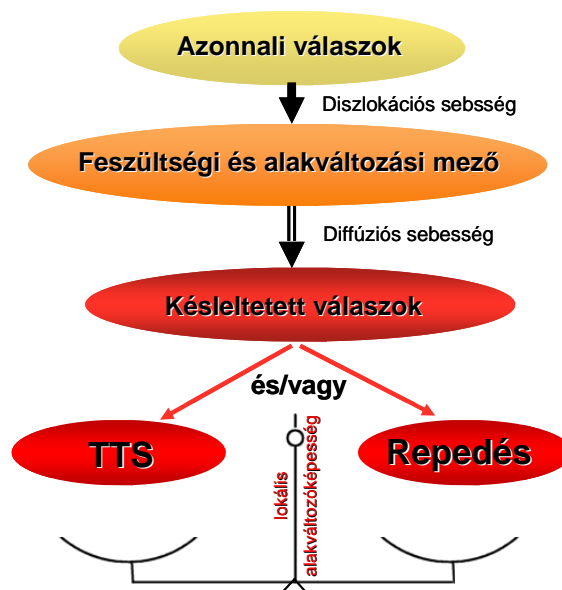
$$Q = \int \mu F ds + \int \sigma d\varepsilon \quad (6)$$

Amint a fenti gondolatmenetből látható, a súrlódó felületek felületközeleli rétegének változásait befolyásoló termodinamikai állapot tényezők, a hidrosztatikus nyomás (p_h), az alakváltozási sebesség ($\dot{\varepsilon}$) és a hőmérséklet (T), részét képezik a súrlódási igénybevételnek. Önmagukban viszont semmilyen átalakulást nem okoznak a felületközeleli réteg szerkezetében, csak átmeneti tulajdonságváltozásokat okoznak. A feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponense a felületközeleli réteg alakváltozó képességét határozza meg. A hőmérséklet az alakváltozott réteg változásának irányát jelöli ki. Az alakváltozási sebesség hatása az előző kettőhöz képest elhanyagolható.

2.4. A felületközeleli rétegben a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező változások

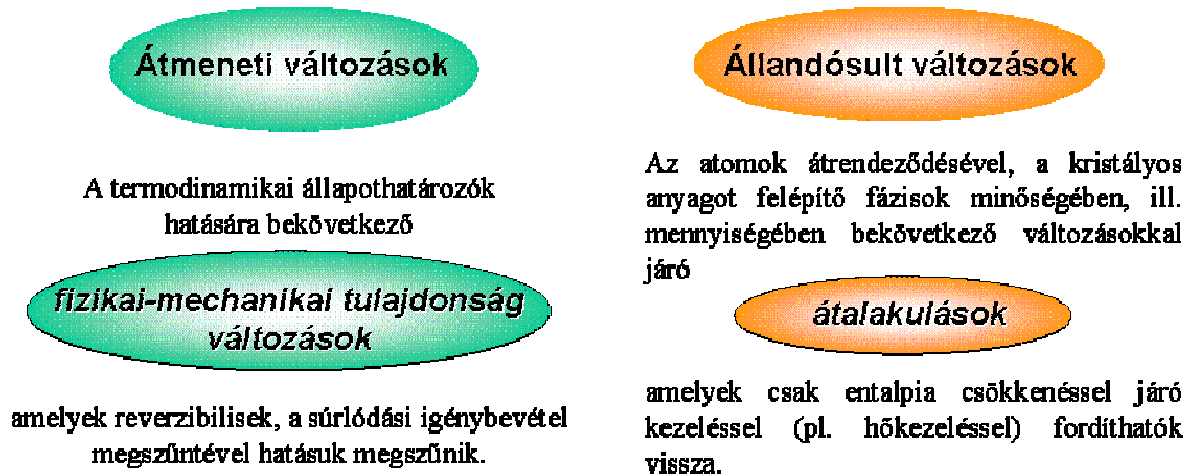
A felületközeleli rétegben bekövetkezett változások határozzák meg a súrlódó felületnek a súrlódás közbeni viselkedését, azaz a súrlódási igénybevételre adott választ (a felület alkalmazkodását a súrlódási igénybevételhez).

A súrlódó felületnek a tribológiai igénybevételre adott válaszai többfélék lehetnek. Az azonnali (a diszlokációk mozgásának sebességével kialakuló) válasz a feszültségi és alakváltozási mező kialakulása. Ezt követik az ún. késleltetett (diffúziós sebességgel kialakuló) válaszok, amelyek a végeredménye a TTS képződés vagy a repedésképződés/részecskeleválás lehet (2. ábra). A kétféle késleltetett válasz között a mérleg nyelvének szerepét a felületközeleli réteg lokális alakváltozó képessége tölti be. Ha a felület alakváltozó képessége nem elegendő a sebességi alkalmazkodáshoz, akkor repedés, ill. részecskeleválás következik be.



2. ábra. A súrlódó felületnek a tribológiai igénybevételre adott válaszai

A súrlódó felület felületközeli rétegében a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező változások fémek esetében az alakváltozás mechanizmusához, ill. az alakváltozás és hőhatás eredményeképpen bekövetkező átalakulásokhoz köthetően többé-kevésbé magyarázhatók (3. ábra). Ezek szerint a fémes súrlódó felületek felületközeli rétegében bekövetkező változások lehetnek:



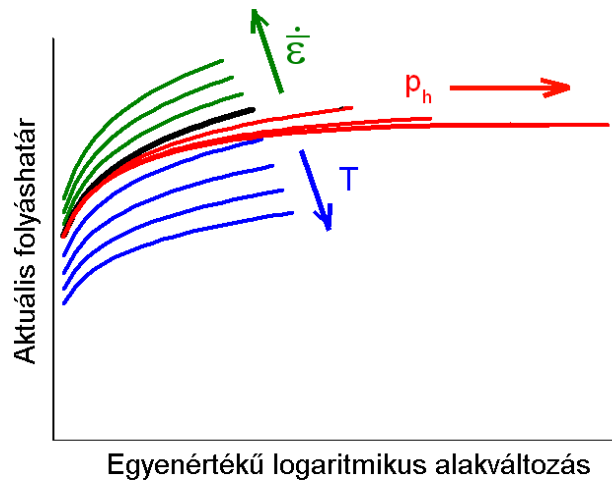
3. ábra. A súrlódó felület felületközeli rétegében bekövetkező változások

Az azonnali válaszok többségükben a súrlódó felület fizikai-mechanikai tulajdonságainak átmeneti, reverzibilis változásából adódnak. A felületközi réteg minden mechanikai tulajdonsága megváltozik átmenetileg a rugalmas alakváltozás során, és a változás mértéke függ a kristályrács kompresszibilitásától (χ), valamint a szemcsemérettől (d), (4. ábra).

4. ábra. A szemcsékre ható hidrosztatikus nyomás rugalmas alakváltozás esetén

A rugalmas alakváltozás hatására megnő a szemcsékre ható hidrosztatikus nyomás (a 4. ábrán p_i -vel jelölve), aminek következtében megnő a szemcsén belüli kristályrácsok energiája, ami a párolgási hő, az olvadáspont és a rugalmassági modulus növekedésével, továbbá a hőtágulási együttható és a kompresszibilitás csökkenésével jár együtt. A súrlódás során felületközeli réteg rugalmas alakváltozása az érintkezés környezetének merevségét növeli meg reverzibilis módon [33].

Átmeneti fizikai-mechanikai tulajdonságváltozást okoznak a termodinamikai állapottenyező (nyomás, hőmérséklet, sebesség) változásai. Ezek hatását szemlélteti az 5. ábra.



5. ábra. A termodinamikai állapot tényezők hatása a folyásgörbére

Az aktuális folyáshatárt (alakítási ellenállást) a hőmérséklet csökkenti, az alakváltozási sebesség növelése (kismértékben) növeli. Az alakváltozó képességet (más néven a fajlagos törési alakváltozást) a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponense befolyásolja. A nagy alakváltozó képesség tehát egy átmeneti (aktuális) állapota a felületközeleli rétegnek, mert az aktuális feszültségi állapot hidrosztatikus komponensétől függ.

Az állandósult változások az atomok átrendeződésével, a kristályos anyagot felépítő fázisok minőségében, ill. mennyiségében bekövetkező változásokkal járó folyamatok (átalakulások). Ezek lehetnek diffúziós vagy csíráképződéssel együtt járó átalakulások (újrakristályosodás, fázisátalakulás, kiválások), amelyek hajtóereje a felületi entalpia csökkenése, ill. diffúzió nélküli, rácsátrendező átalakulások (megújulás, szemcsefinomodás, ikresedés).

Az átalakulások eredményeképpen kialakuló új szemcseszerkezet tekintetéből a felületközeleli réteg feszültségi állapotának hidrosztatikus nyomáskomponense kitüntetett szerepet játszik. A csíráképződéssel együtt járó átalakulásoknál a hidrosztatikus nyomás fékezi, szélső esetben gátolja a szemcsék növekedését, így a kialakult új szerkezet finom mikroszemcsés, esetleg nanoszemcsés lehet. A rácsátrendező átalakulásoknál a hidrosztatikus nyomás elősegíti a diszlokációk annihilációját, csökkenti a hibahelyek számát, ezáltal lassítja az átalakulást, kitolja az alakváltozó képesség kimerülésének határát.

Nem fémes anyagok esetében még a súrlódó felület alakváltozási mechanizmusa sem tisztázott minden esetben. Mivel a nemfémes anyagok nagy része nem kristályos, így nincsenek csúszósíkjaik. Más részük nanokristályos, amelyekben a szemcséken belüli csúszást a szemcseméret korlátozza, így az alakváltozás minden anyag esetében más és más módon megy végbe. Ennek megfelelően a felületközeleli rétegben bekövetkező változások is az adott anyagra jellemző változások lesznek. Bizonyosnak vehető viszont, hogy a felület alakváltozó képessége ugyanolyan jelentőséggel bír ebben a nemfémes anyagok esetében is, mint a fémes súrlódó felületek esetében.

2.5. Az elvégzett kutatómunka célja

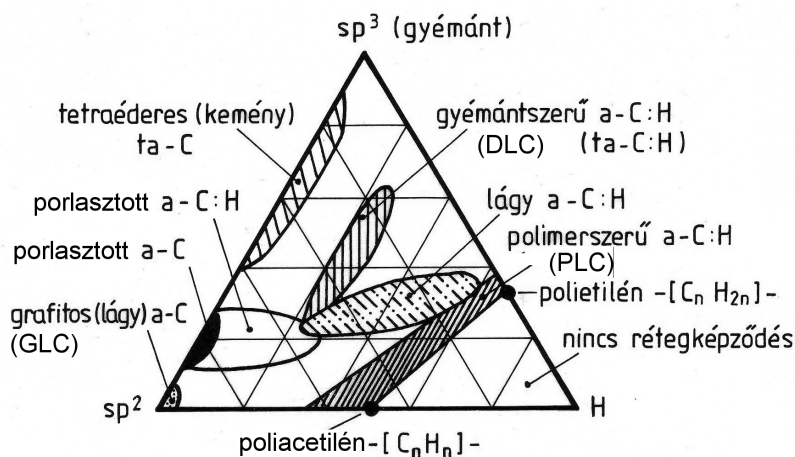
A súrlódó felületek felületközeleli rétegének változásait fémes és nemfémes anyagok esetében kutattam. Tekintettel arra, hogy a nemzetközi tudományos érdeklődés döntő többségében a fémes szerkezeti anyagokkal kapcsolatos kutatásokkal foglalkozott, még akkor is, amikor az új nemfémes szerkezeti anyagokat a repülőgépipar és az autópár már alkalmazta, kutatásaim

nagyobb részében a nemfém szerkezeti anyagokkal (karbon-karbon kompozitokkal) és a nemfém bevonatokkal (amorf karbon, ill. polikristályos gyémánt bevonatokkal) foglalkoztam. A nemfém felületek esetében a felületközeli réteg kialakulásának és lehetséges alakváltozásának mechanizmusát vizsgáltam. A fémes súrlódó felületek szerkezeti változásait kezdetben acélokkal, később a jelenségek szintetizálása érdekében nagy tisztaságú, hexagonális rácsszerkezetű fémekkel (magnéziummal és titánnal) vizsgáltam. Arra kerestem magyarázatot, hogy milyen kapcsolat áll fenn a súrlódás mechanizmusa és a felületközeli réteg kialakulása között, továbbá, hogy mi a szerepe a hidrosztatikus nyomáskomponensnek a felületközeli réteg szerkezeti változása során.

3. Nemfém szerkezeti anyagok és bevonatok vizsgálata

3.1. Az amorf karbon anyagok tulajdonságai

Az amorf karbon anyagoknak rendkívül széles választékát lehet előállítani annak függvényében, hogy szerkezetük a tiszta sp^2 (grafit) és a tiszta sp^3 (gyémánt) hibridizáció között hogyan változik. Ezt a szélest tartományt még színesebbé lehet tenni, ha lehetővé tesszük a hidrogén atomok beépülését az amorf karbon szerkezetbe. A háromfázisú állapotábra segítségével tudjuk értelmezni és megkülönböztetni az egyes szerkezeti anyagokat.



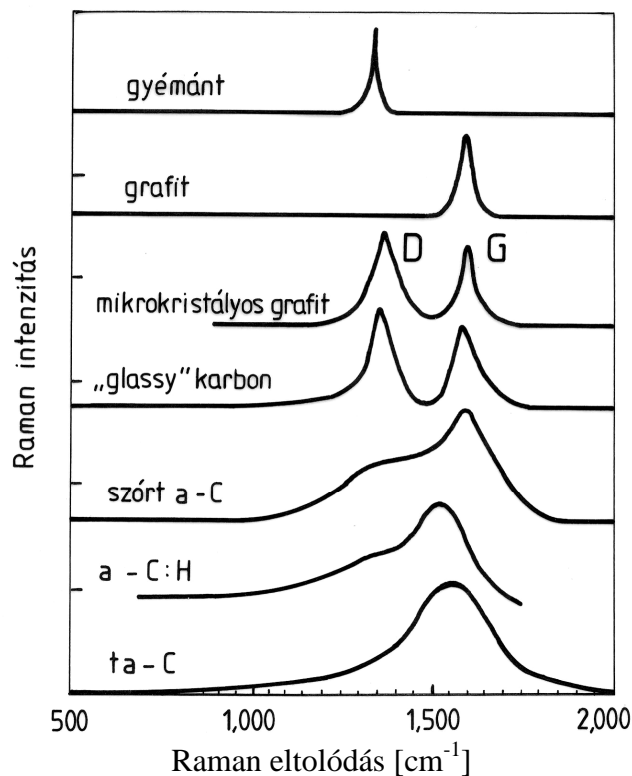
6. ábra. Az amorf karbon szerkezetek lehetséges megjelenési formái [34,35]

Az amorf karbon szerkezetekre azonban jellemző, hogy alapvetően sp^3 és sp^2 konfigurációjú szénatomok alkotják, amelyek szeparálódni igyekeznek. Az sp^3 konfigurációban a szénnek négy kovalensen kötött szomszédja van (négyes koordináció), mint a gyémánt kristályban, illetve az sp^2 konfiguráció háromszorosán koordinált, mint a grafitban. Az amorf karbon szerkezetekben az sp^2 konfigurációjú atomok klasztereket alkotnak és szigetszerűen helyezkednek el az sp^3 konfigurációjú atomokból álló mátrixban. Klasztereknek az atomok olyan egymáshoz kapcsolódó csoportjait nevezzük, amelyekben az atomi kötések közel optimálisak, kötéstávolságot és szöget illetően; a klaszterek közötti kötések paraméterei azonban többnyire távol vannak az optimálistól. Emiatt a klaszterek közötti tartományok sűrűségükben és más paramétereikben is erősen eltérő értékeket mutatnak. A klaszterek építőelemei még az előállítás során a plazmában kialakulhatnak, és ezek mérete, valamint a köztük lévő kötés erőssége határozza meg a szerkezet sajátosságait [35].

Tömör (bulk) amorf karbon anyagok esetén a hidrogén jelenléte a szerkezetben nem kívánatos, különösképpen nem, ha nagy hőfejlődéssel járó tribológiai igénybevételnek vannak

kitéve. Ezek a szerkezetek a fázisdiagram háromszögének 0% hidrogén tartalomhoz tartozó alkotója mentén helyezkednek el. Közülük *grafitos* amorf karbonnak (a-C) nevezzük azokat, amelyeknél a szerkezetet az sp^2 klaszterek gyűrűs szerkezeti egységbe rendeződött atomok dominálják. Az amorf karbon anyagokban nincsenek fázisok, a jól definiált kristályokéhoz képest a fizikai-mechanikai tulajdonságoknak is igen széles spektrumuk van. A jellegzetes koncentráció tartományokat mutatja a 6. ábra. A *nem grafitos*, tetraéderez vagy gyémántszerű (ta-C) kemény amorf karbon szerkezet az sp a szeparációs tendencia miatt az sp^3 mátrixban szigetesen elhelyezkedő sp^2 klasztereket találunk, olyan módon, hogy a szerkezet tulajdonságait döntően a domináns sp^3 hibridizációjú atomok határozzák meg.

A különböző konfigurációjú szénatomok arányának meghatározására egyik leggyakrabban használt vizsgálati módszer a Raman spektroszkópia, amely nem egy direkt szerkezetvizsgálati módszer, de nagyon hatékonyan bizonyult ezen anyagok vizsgálata során. A 7. ábra a különböző kristályos és amorf karbon módosulatok tipikus Raman szórási spektrumait mutatja be.



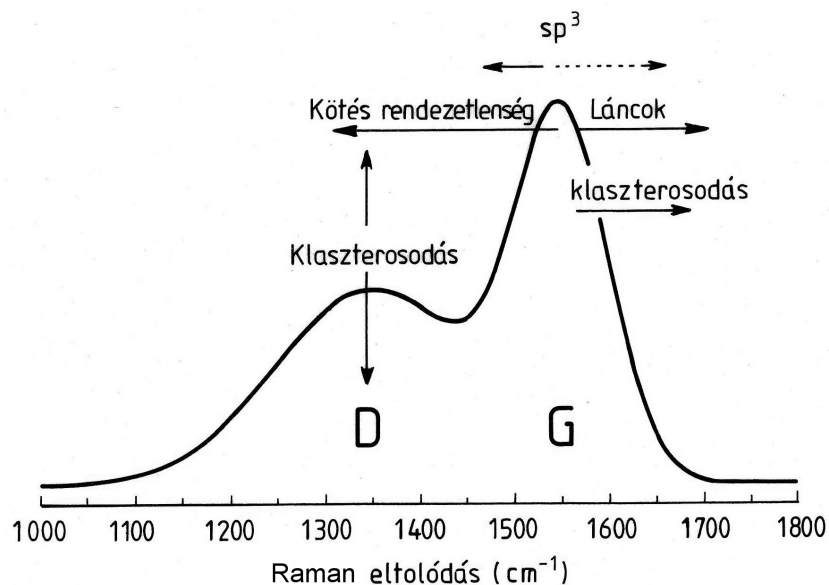
7. ábra. Kristályos és amorf szén módosulatok Raman szórási képei [36]

A mikrokristályos grafit spektrumában a G (grafit) sáv mellett egy nagy intenzitású, széles sáv, a D (disorder related) sáv is megjelenik, amely a grafit egykristály Raman spektrumában még nem volt jelen. A D csúcs megjelenését a translációs szimmetria sérülése okozza a mikrokristályok szélén deformálódott grafit szerkezetben [37]. A D csúcs nem csak a mikrokristályos, hanem a részben sérült grafit struktúrák Raman spektrumában is megfigyelhető [38]. A D sáv intenzitása mikrokristályos szerkezetnél a kristálmérettel fordítottan [39], míg nanokristályos szerkezeteknél (klaszterméret <2 nm) a klaszterméret négyzetével egyenesen arányos [34].

Az amorf szének Raman spektrumaiban az 1000 és 1800 cm^{-1} közötti tartományban egy széles sáv figyelhető meg. A sáv alakja az egyes anyagokra nézve eltérő ugyan, de

mindegyikben két, esetenként három, ill. négy csúcs is található az $1500\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$, ill. az $1300\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$ közötti tartományban. A G csúcs (G sáv) az sp^2 karbon atomok közötti nyújtó rezgéseknek felel meg. Jó minőségű grafit egykristály felszínén csak ez a sáv jelenik meg, keskeny formában 1581 cm^{-1} eltolódással. Kimutatták, hogy a G sávhoz a grafitos tartományok mellett kondenzált benzolgyűrűk és olefin sp^2 láncok C-C nyújtási rezgései is adnak járulékot. A G csúcs mellett, attól legtöbbször csak az eloszlásgörbék analízise során megkülönböztethetően, megjelenhet egy D' csúcs (D' sáv) is az sp^2 hibridizációjú szénatomokból álló aromás és olefin szénláncok nyújtó (disorder-induced) rezgésének következtében. Jellemző értéke 1620 cm^{-1} . Ez a csúcs általában a polikristályos pirokarbon jellemzője [38]. A D csúcs (D sáv, a gerjesztéstől függően $1350\text{-}1360\text{ cm}^{-1}$) pedig a mintában lévő atomi rendezetlenséggel arányos (disorder related) és a karbon gyűrűk lélegző rezgési módusához köthető, de itt jelenhetnek meg (néhány nagyságrenddel kisebb intenzitással) az sp^3 konfigurációjú karbon jelei is. A D csúcs megjelenése utal arra is, hogy a szerkezet mikrokristályos. Tudnunk kell azonban, hogy az sp^2 hibridizált szénatomok Raman szórási hatáskeresztmetszete 50...200-szorosa az sp^3 -hibridizációjúénak, így ezek sokkal intenzívebben jelennek meg a spektrumban. A kondenzált benzolgyűrűk lélegző rezgései emellett a D sávhoz is adnak járulékot [40]. Általánosan elmondható, hogy a D sáv az amorf karbon szerkezetekben található sp^2 gyűrűk lélegző rezgéseivel, a G csúcs pedig az sp^2 szénatomok nyújtási rezgéseivel azonosítható [39].

Az amorf karbon szerkezetek Raman spektrumának általános alakját mutatja az 8. ábra.



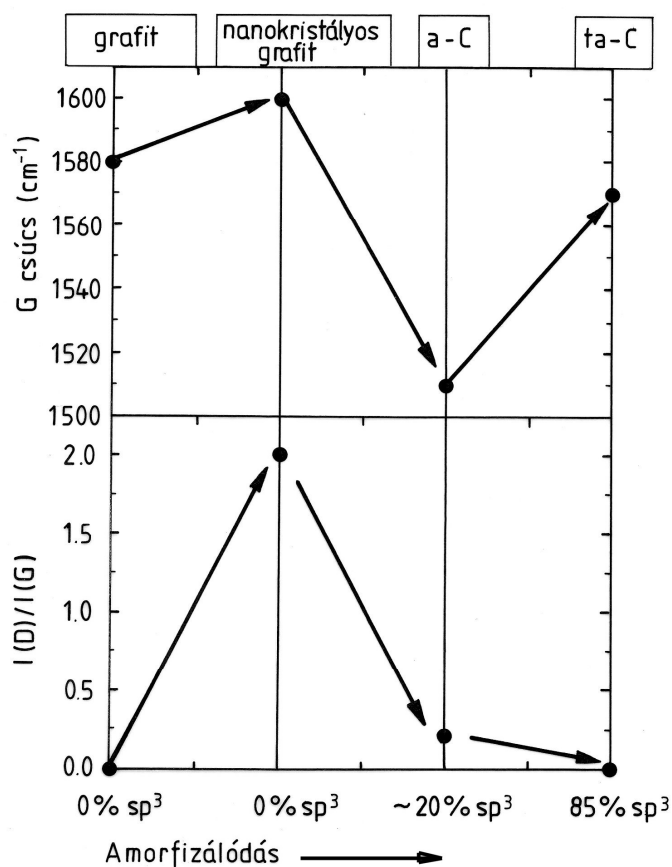
8. ábra. Az amorf karbon anyagok Raman-spektrumának általános alakja és a módosító tényezők hatása [34]

A Raman spektrum alakja függ:

- az sp^2 fázis klaszteresedésének mértékétől,
- a kötések rendezetlenségétől,
- az sp^2 gyűrűk, ill. láncok jelenlététől,
- az sp^2/sp^3 hibridizációjú szénatomok arányától (közvetve).

Az amorf karbon anyagok szerkezeti sajátosságain kívül a mérhető Raman spektrum csúcsainak helye és a csúcs félértékszélessége - közvetve - függ még egy sor technológiai és mérési paramétertől is, mint pl. a leválasztási feszültségtől, a kiinduló szénhidrogén típusától, valamint a gerjesztő frekvenciától [41].

A hidrogénmentes karbon anyagokban végbemenő szerkezeti változások leírására egy három-állapot modellt javasoltak [34], amely segítségével ezeknek a szerkezeteknek az amorfizációja is nyomon követhető, ill. magyarázható (9. ábra).



9. ábra. A grafit amorfizációjának javasolt modellje [34]

A grafit amorfizálódása a tökéletes rácyszerkezetből egy nanokristályos grafitná való átalakulással kezdődik, amely során:

- a G csúcs az 1581 cm^{-1} helyzetéből a $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ helyzetig tolódik. Ezt az eltolódást az okozza, hogy a monokristályos szerkezet polikristályossá válik és a G csúcs szomszédságában ($\sim 1620\text{ cm}^{-1}$ -nél) megjelenik a D' csúcs, ami csak az illeszkedő görbék számának növelésével mutatható ki,
- megjelenik a D csúcs, melynek intenzitására nézve igaz, hogy a D csúcs és a G csúcs intenzitásának aránya - $I(D)/I(G)$ - fordítottan arányos a klasztermérettel (D csúcs intenzitása dominál) [40],
- az sp^2 hibridizációjú kötések változatlanok maradnak (nem alakulnak ki sp^3 hibridizációjú atomok).

Az amorfizálódás második szakaszában a nanokristályos grafit amorf karbonná (a-C) alakul. Progresszíven nő a grafit síkok között a kötési hibák száma (csökken a hibátlan C-C gyűrűk száma) és a klaszterméret 20 nm alá csökken. Ennek következtében:

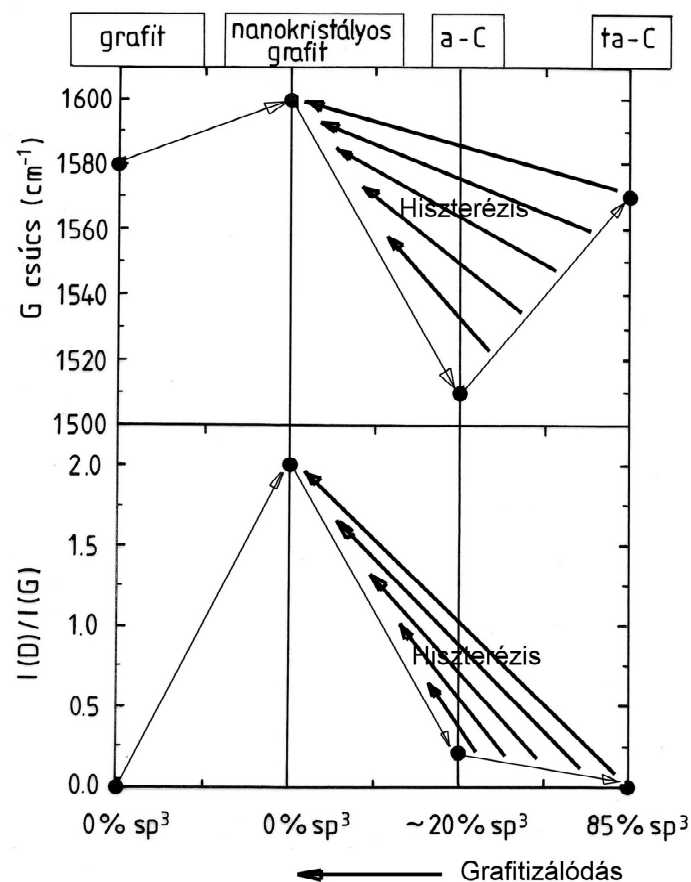
- a G csúcs helye a $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ -ről $\sim 1510\text{ cm}^{-1}$ -ig tolódik,
- a D csúcs és a G csúcs intenzitásának aránya - $I(D)/I(G)$ - a klaszterméret négyzetével arányosan csökken,
- a G csúcs helye szórást mutat,
- az sp^2 típusú kötések $\sim 20\%$ -a sp^3 típusúvá alakul (a-C \rightarrow ta-C)

Ilyen amorfizálódott szerkezettel jellemezhető a glassy-karbon [42, 43] és a porlasztott amorf karbon bevonat [44, 45].

Az amorfizálódás harmadik szakaszában az amorf karbon (a-C) szerkezet tetraéderez (ta-C) amorf szerkezetté alakul, miközben az sp^2 kötéstípussal rendelkező gyűrűk fokozatosan sp^3 láncokká alakulnak. A maradék sp^2 klaszterek szigetszerűen helyezkednek el az sp^3 mátrixban [46]. Ennek következtében az amorf szerkezet Raman spektrumára jellemző, hogy:

- a G csúcs helye a $\sim 1510 \text{ cm}^{-1}$ -ről $\sim 1570 \text{ cm}^{-1}$ -re tolódik (ion-implantált polikristályos gyémántba ágyazott sp^2 esetében $\sim 1630 \text{ cm}^{-1}$ -re),
- a D csúcs és a G csúcs intenzitásának aránya - $I(D)/I(G)$ - gyakorlatilag zérussá válik (eltűnik a D csúcs),
- a G csúcs helye szórást mutat.

Az ismertett modellben az amorfizálódási trajektóriák a tökéletes rácsszerkezetű grafittól a tetraéderez (gyémántszerű) amorf karbon irányába mutattak (grafit amorfizálódása). Az amorf karbon szerkezeti anyagok esetében elképzelhető egy ezzel ellentétes irányú szerkezeti változás is, azaz az amorf karbon grafitizálódása (10. ábra).



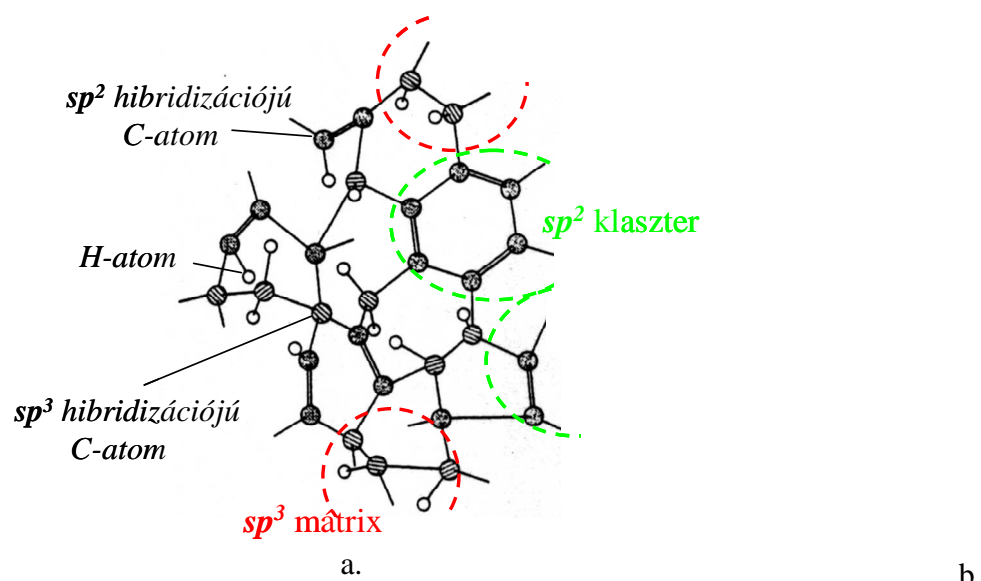
10. ábra. Az amorf karbon szerkezetek grafitizálódásának javasolt modellje [34]

A grafitizálódás során két jelenség játszódik le:

- az sp^3 kötések átalakulása sp^2 kötésekké,
- az sp^2 klaszterek növekedése, ezen belül a szénatomok között rendezett gyűrűs szerkezetekbe rendeződése.

Megfigyelték, hogy a nagy hőmérsékleten előállított amorf karbon anyagoknál a klaszteresedés már kisebb hőmérsékleten megtörténik, mint a kötéstípusok átalakulása (hiszterézis) [47]. Az sp^3 kötések részarányának csökkenésével nem csökkent a G csúcs $\sim 1510\text{ cm}^{-1} \dots \sim 1570\text{ cm}^{-1}$ közötti Raman eltolódása, hanem éppen ellenkezőleg, a csökkenésnél kisebb meredekséggel növekedett. Ezzel a jelenségével magyarázható az a mérési eredmény is, miszerint az 50...100 nm-es amorf karbon nanorészecskékből álló bevonat Raman spektrumában a G csúcs helye $1541\text{-}1547\text{ cm}^{-1}$ -nél adódott [39]. Az alapvetően sp^3 hibridizációjú amorf karbon szerkezetek esetén a $\sim 1550\text{ cm}^{-1}$ csúcs megjelenése a részleges grafitizációnak a jele.

A tömör amorf karbon anyagokkal szemben az bevonatok *hidrogénezett amorf karbon szerkezetek* (11. ábra). A hidrogén részaránya határozza meg, hogy kopásálló, kemény bevonatot, vagy lágyabb, szilárd kenőanyagként viselkedő bevonatot készítünk [48].



11. ábra. Hidrogénezett amorf karbon bevonat szerkezete [48] (a) és 3D modellje [35] (b)

A hidrogénezett amorf karbon (a-C:H, ta-C:H) bevonatok számos tulajdonsága alapvetően a szénatomok topológiájától és az sp^2 klasztereken belüli kötések rendezettségétől függ. Ezt a hidrogéntartalom befolyásolja, mivel a hidrogéntartalom növekedésével a C-C kötések száma csökken [36]. Egy bevonat hidrogéntartalmát az ún. Agnus-összefüggés [49] segítségével határozhatjuk meg:

$$\frac{sp^2}{sp^3} = \frac{8 - 13H}{9H - 4} \quad (9)$$

Az összefüggésben az sp^2/sp^3 arányt a Raman vizsgálat eredményeként, a spektrumra illesztett Gauss-görbék alatti területek arányából meghatározva értelmezhetjük.

Az amorf karbon bevonatokat megjelenési formájuk szerint polimerszerű (PLC) gyémántszerű (DLC) és grafitszerű (GLC) amorf karbon bevonatoknak nevezik a szakirodalomban.

Az amorf karbon bevonatok előállításának egyik legelterjedtebb módja a rádórfrekvenciás kémiai gőzfázisú leválasztás (CVD). Ezen eljárás során a szénhidrogén-gáz molekulái a

plazmában ionizálódnak, hidrogént veszítenek. A H^+ atomok egymással a nagyon illékony H_2 molekulákat alkotják, amelyek nagy részét a vákuumszivattyú elszállítja. A szubsztrátum felületére hidrogén-szegényített szénhidrogén ionok érkeznek, amelyek kovalens kötésekkel létesítenek a felszínen. Fontos paraméter az érkező ionizált molekulák sebessége, energiája. Ez a skála a kisenergiájú "puha" leszállástól a nagyenergiájú becsapódásig terjed, amikor a becsapódás energiája grafitizálja a becsapódási nyom környezetét.

A „puha” leszállás körülményei között polimerszerű (PLC) amorf réteg alakul ki. Ennek a sűrűsége lényegesen kisebb, mint a DLC bevonatoké. A mikroszerkezet többnyire dendrites, fraktál-szerű, számottevő üregekkel a dendritek között. A dendritet alkotó klaszterek szomszédainak a száma igen alacsony, kettő és három között lehet, így lehetőséget biztosít a réteg sűrűségének növelésére, hiszen szoros pakolás esetén egy gömb körül 12 azonos átmérőjű gömb helyezhető el.

A gyémántszerű (DLC) réteg növekedésének a folyamata egészen más. Ilyenkor a becsapódás számottevő energiával történik. A klaszterek formálódása a plazmában elhanyagolhatóan ritkán fordul elő, a réteg nagyenergiájú egyedi ionok becsapódásával gyarapszik. Ezek az ionok nem növelik a véletlenszerűen létrejött kiemelkedéseket, hanem szétverik azokat. A sokkal könnyebb hidrogén ionok nem követik a szénatomokat ebben a folyamatban, ezért a bevonatban további hidrogénvesztés történik [35]. Így nagy felületi finomságú réteg hozható létre. Az ideális gyémántszerű réteg azonban túlságosan kemény, csak speciális tribológiai célokra (pl. forgácsoló szerszámok élbevonataként) alkalmas. Az optimális rétegeknek puhábbaknak kell lenniük. Ezek képződésének leginkább megfelelő körülmények a dendrites és DLC növekedés határán valósulnak meg.

A főleg sp^2 atomok alkotta gyűrűkből álló grafitszerű (GLC) bevonatok átmenetet képezhetnek a kemény kopásálló bevonatok és a lágy szilárd kenőanyagok között. Ez a sokoldalúságuk annak köszönhető, hogy a kovalens kötéssel térhálósodott amorf szénrétegen belül a hibridizáció, valamint a hidrogénnel való telítés mértékének változtatásával a grafitszerű kötéstípusokkal rendelkező klaszterek aránya változtatható. Egy adott bevonaton belül a klaszterek aránya a bevonat fizikai-kémiai tulajdonságait csak elhanyagolható mértékben, mechanikai tulajdonságai viszont döntő mértékben befolyásolja. A számítógéppel vezérelt bevonatoló technológia természetesen lehetővé teszi az adott bevonat reprodukálhatóságát, de bármilyen technológiai, vagy anyagszerkezettani változtatás (a szubsztrátum anyagának változása) a DLC bevonat tulajdonságainak változtatását vonja maga után.

Az amorf karbon bevonatok szerkezeti kialakításához szorosan hozzátartozik, hogy ezeket a bevonatokat az esetek legnagyobb részében nem közvetlenül a szubsztrátumra, hanem annak felületén kialakított (általában Ti vagy TiN) alaprétegre növesztik. Ez az alapbevonat, túlmenően azon, hogy alapvetően meghatározza az amorf bevonat strukturáltságát (szabályos vagy kevésbé szabályos felépítését), maga is részt vehet a súrlódási, ill. kopási folyamatban.

3.2. Szálerősítésű, hidrogénmentes karbon-karbon kompozit anyagok súrlódó felületének vizsgálata

A karbonszál erősítésű karbon-karbon kompozit anyagok gyártásával a világon kevesen foglalkoznak. Közülük az egyik ismert gyártó és fejlesztő a francia Messier-Bugatti Division

Carbone Industrie. Termékei többségét repülőgép futóművek és Forma-1 versenyautók féktárcsái, valamint prémium márkás személyautók tengelykapcsolóinak súrlódó tárcsái teszik ki. Megbízásukból 2005 és 2007 között két doktori munka [50,51] keretében, részben az INSA de Lyon-on, részben a Centre de Recherche Paul Pascal Bordeaux-on vizsgálták a grafitos és nem grafitos karbon-karbon kompozit anyagok súrlódási és kopási tulajdonságait. Mivel mindkét doktori értekezésnek én voltam az egyik bírálója, a későbbiekben engedélyt kaptam a koptatott próbatetek utólagos vizsgálatára. Vizsgálataim eredményeinek publikálásához akkoriban a Messier-Bugatti cég nem járult hozzá, de beleegyezését adta azok felhasználására a készülőfélben lévő disszertációm számára.¹

3.2.1. A vizsgált C/C-kompozit anyagok bemutatása

A karbonszál erősítésű karbon-karbon kompozit anyagok rendkívül sokfélék lehetnek, alapvetően annak függvényében, hogy milyen technológiával gyártották a szálakat, ill. milyen nyomás alatt és milyen hőfokon növesztették a szálak köré a gázfázisból kiváló mátrix anyagot [52]. A vizsgálatok tárgyát képező SEPCARB[®] anyagokról tudjuk, hogy:

- PAN (poliakrilnitril) szálak képezik a szövetanyagát, amelyek több rétegben, egymással 60°-os szöveget bezárva, a súrlódó felülettel párhuzamosan helyezkednek el. Ezeket a szövetelemeket a felületre merőleges szálakkal kötik össze,
- a PAN szálak a CVI (chemical vapour infiltration) technológia során pirolízis eredményeképpen átlagosan 7 µm átmérőjű karbonszálakká alakulnak, miközben a szálak közötti teret a szálakra lerakódott pirokarbon kitölti (lassú, hónapokig tartó folyamat),
- a pirolízis hőfokától függően kétféle karbon-karbon kompozitot készítettek, aminek következtében az egyik grafitossá (GR), a másik nem grafitossá (NG) alakult.

A vizsgált anyagok ismert mechanikai, hőtani és fizikai-kémiai tulajdonságait az 2. táblázat tartalmazza [50].

| Ismert tulajdonságok | Grafitos (GR) | Nem grafitos (NG) |
|---|---------------------------|--------------------------|
| Átlagos sűrűség [g/cm ³] | 1,77 | 1,79 |
| Grafitizálódott fázis [%] | 95 (L _c =850Å) | 5 |
| Csavartan rétegződött (turbostratique) fázis [%] | 5 | 95 (L _c =70Å) |
| Rugalmassági modulus nyomásra [GPa] | E_Z^G | $2,6 \cdot E_Z^G$ |
| Lamináris nyírószilárdság [MPa] | 56 | 64 |
| 4 pontos hajlítószilárdság [MPa] | 64 | 80 |
| Diffúzióképesség a felületre merőlegesen, 300 °C-on [$\cdot 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$] | $4,5 \cdot A_Z^{NG}$ | A_Z^{NG} |
| Hőtágulási tényező 400°C-on [%] | 0,18 | 0,158 |
| Hőkapacitás [J/kg/K] | 767 | 750 |

2. táblázat. A vizsgált karbon-karbon kompozit anyagok ismert tulajdonságai

Az 2. táblázat alapján a két anyag közötti különbségeket összefoglalva megállapíthatjuk, hogy a grafitizálódás javította a GR anyag hőtani tulajdonságait az NG-hez képest, ugyanakkor csökkentette a szilárdsági tulajdonságait.

¹ A hivatkozott doktori értekezések egy-egy példánya bármikor megtekinthető, ellenőrizhető, hogy sem az alábbiakban közölt vizsgálatok, sem azok eredményei az értekezésekben nem szerepelnek, a bemutatott eredmények saját, eddig publikálatlan kutatási eredményeim.

3.2.2. Súrlódásvizsgálatok

Az ismertetett anyagokkal az INSA de Lyon Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides laboratóriumában, ipari megbízásos doktori képzés keretében, súrlódásvizsgálatokat végeztek [50]. A vizsgálatok ún. pion-disque ("tű-korong") típusú súrlódásvizsgáló berendezésen, szobahőmérsékletre felfűtve, 500°C üzemi hőmérsékleten, 0,7 MPa átlagos felületi nyomás és 6 m/s csúszási sebesség alkalmazásával, 12 órán keresztül végezték. Mindkét súrlódó elem, a forgó tárcsa és a rögzített hengeres próbatest (pion) ugyanabból az anyagból készült. A vizsgálatok során folyamatosan regisztrálták a súrlódási erő és a felületre merőleges normálerő hányadosaként definiált súrlódási tényezőt, valamint egy gázkromatográfiás tömegspektrométer segítségével folyamatosan elemezték az eltávozó gáz összetételét. A súrlódó felületeket a vizsgálatok előtt és után polarizált fényű optikai mikroszkóppal, pásztázó elektronmikroszkóppal, valamint atomerő-mikroszkóppal (AFM) vizsgálták.

Összefoglalva a vizsgálati eredményekből levont következtetéseket, megállapították, hogy:

- a grafitos anyag tribológiai viselkedése stabil és igen jól reprodukálható, de az átlagos kopásintenzitás 3-6-szorosa a nem grafitos anyagénak,
- a nem grafitos súrlódó elempár súrlódási tényezője és a kopási intenzitása változó, a változásokat hirtelen ugrások jellemzik,
- mindkét anyagra jellemző, hogy a súrlódási tényező kezdeti kis értéke ($<0,2$) egy kritikus hőmérséklet elérése után hirtelen megnő ($>0,3$). Ez a kritikus hőmérséklet a grafitos anyag esetében $250\pm 20^\circ$, a nem grafitos anyagnál $305\pm 15^\circ\text{C}$,
- megállapítható volt, hogy a hőmérséklet növekedés önmagában nem okozta a súrlódási tényező növekedését egyik anyag esetében sem,
- az NG anyagnál nagy súrlódási tényező mellett is lehetett elhanyagolhatóan kis kopást tapasztalni, ugyanakkor a kopás növekedése minden esetben a súrlódási tényező növekedésével együtt volt tapasztalható, viszont a súrlódási tényező értéke és a kopási intenzitás között nem lehetett korrelációt kimutatni,
- a gázkromatográfiás tömegspektrometriai vizsgálatok azt mutatták, hogy egyértelmű korreláció mutatkozott a súrlódási tényező változása és a mért gázösszetétel között. A hirtelen súrlódási tényező növekedés mindig jelentős CO_2 és CO keletkezésével, valamint O_2 felhasználással és páratartalom csökkenéssel járt együtt,
- a gázképződés mennyisége a kopás mértékével (pontosabban a lekopott anyag tömegével) volt összefüggésben, nem pedig a súrlódási tényező értékével.

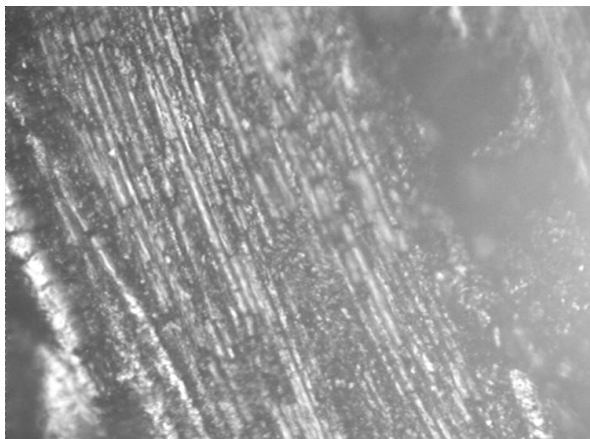
Amint az eredmények összefoglalásából kitűnik, a két különböző anyag tribológiai viselkedésének több közös jellemvonása és néhány igen jelentős különbsége volt kimutatható. Míg a grafitos anyagnál a súrlódási folyamatot a jelentős, de egyenletes kopadék (harmadik test) képződés határozta meg, addig a nem grafitos anyagra az ugrálva változó súrlódási tényező és az időben változó, de összességében lényegesen kisebb mennyiségű kopás volt a jellemző. Ennek okát nem lehetett kizárólag a két anyag közötti fizikai, kémiai és mechanikai sajátosságokbeli különbségekre visszavezetni.

A súrlódásvizsgálatok után, a súrlódó felületek felületközeleli rétegében bekövetkezett esetleges változások Raman spektroszkópiai és mikrokeménység vizsgálatához kölcsön kaptam a koptató (rögzített) próbatesteket (pion) és mintát vehettem a súrlódásvizsgálatok után a forgó tárcsáról összegyűjtött porból.

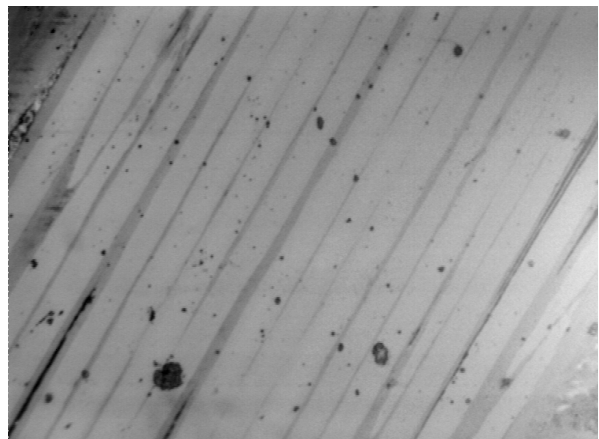
3.2.3. Az eredeti és a koptatott felületek Raman spektroszkópiai analízise

A Raman spektroszkópiai vizsgálatokat az INSA de Lyon LaMCoS-ban végeztem, a rendelkezésre álló ISA Jobin Yvon SPEX U 1000 vizsgáló berendezéssel. A gerjesztő lézer típusa: Spectra-Physics Lasers Inc. (California) Satellite 2017, maximális teljesítménye 20 W, hullámhossza 514,532 nm, a fókuszált nyaláb átmérője 5 μm volt. A mikroszkóp típusa: Watec WAT-202B. Az eredmények kiértékelését (2, 3, esetenként 4 csúcsos Gauss-, ill. Lorentz-görbeillesztéses módszerrel) részben a spektroszkóp saját LABSPEC 2.06 értékelő szoftverével, részben pedig az Origin nevű programmal végeztem.

A hengeres próbatest két, egymással szemközti sík felülete közül az egyik az eredeti (kiindulási), a másik a súrlódott (koptatott) felület. A felületekről, ill. azokról a felületi alkotóelemekről, amelyek vizsgálatait elvégeztem, a lézer fénysugár fókuszálására szolgáló mikroszkóppal készítettem felvételeket. A felvételek tehát minden esetben a mérési környezetet mutatják. A felvételek a GR anyag esetében az 12. ábrán, az NG anyag esetében a 13. ábrán láthatók.



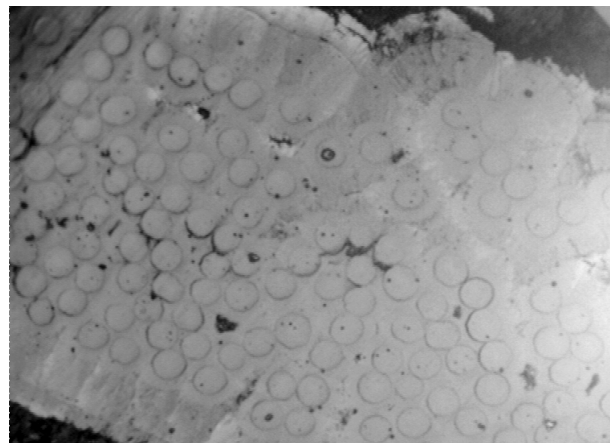
12/a. Felülettel párhuzamos szálak koptatás előtti állapotban (X20)



12/b. Hosszirányban kopott, felülettel párhuzamos szálak (X50)

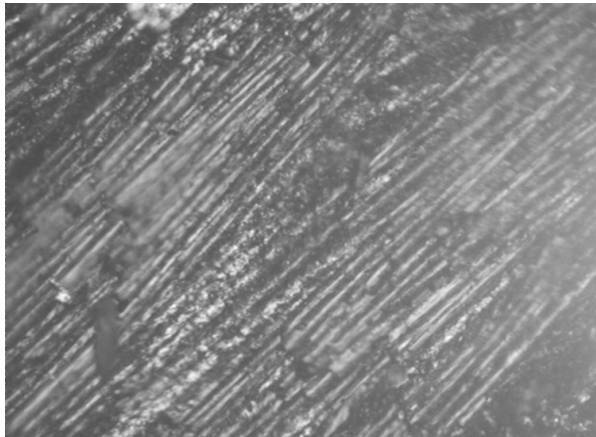


12/c. A szálak közötti pirokarbon koptatás előtti állapotban (X20)

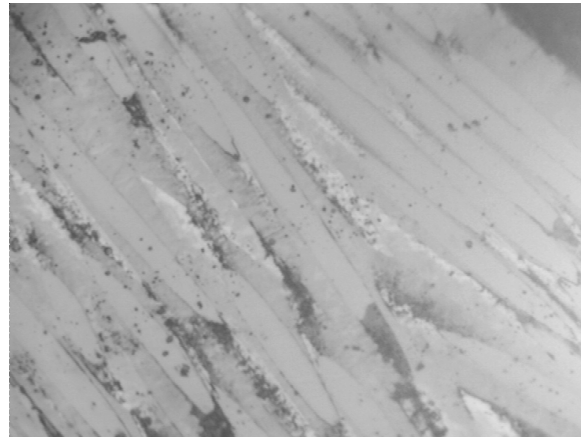


12/d. Felületre merőleges, kopott szálak (X50)

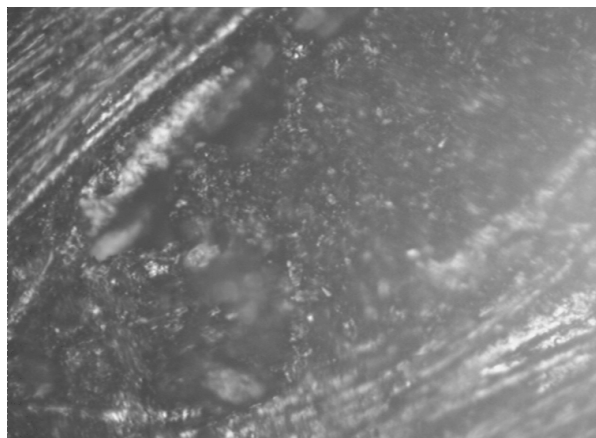
12. ábra. GR típusú karbon-karbon kompozit eredeti és koptatott felületeinek mikroszkópi képe a vizsgálatok környezetében



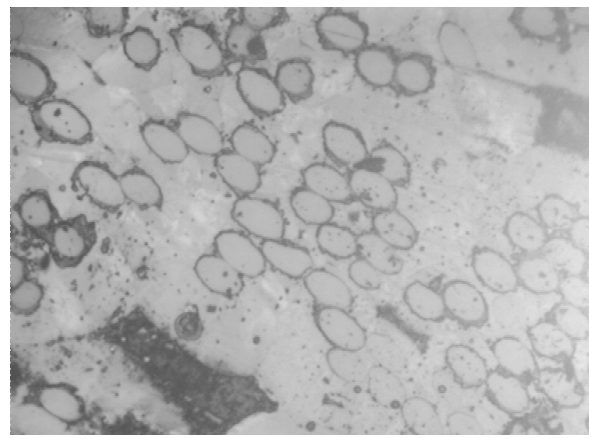
13/a. Felülettel párhuzamos szálak koptatás előtti állapotban (X20)



13/b. Hosszirányban kopott, felülettel párhuzamos szálak (X50)



13/c. A szálak közötti pirokarbon koptatás előtti állapotban (X20)



13/d. Felületre merőleges, kopott szálak (X50)

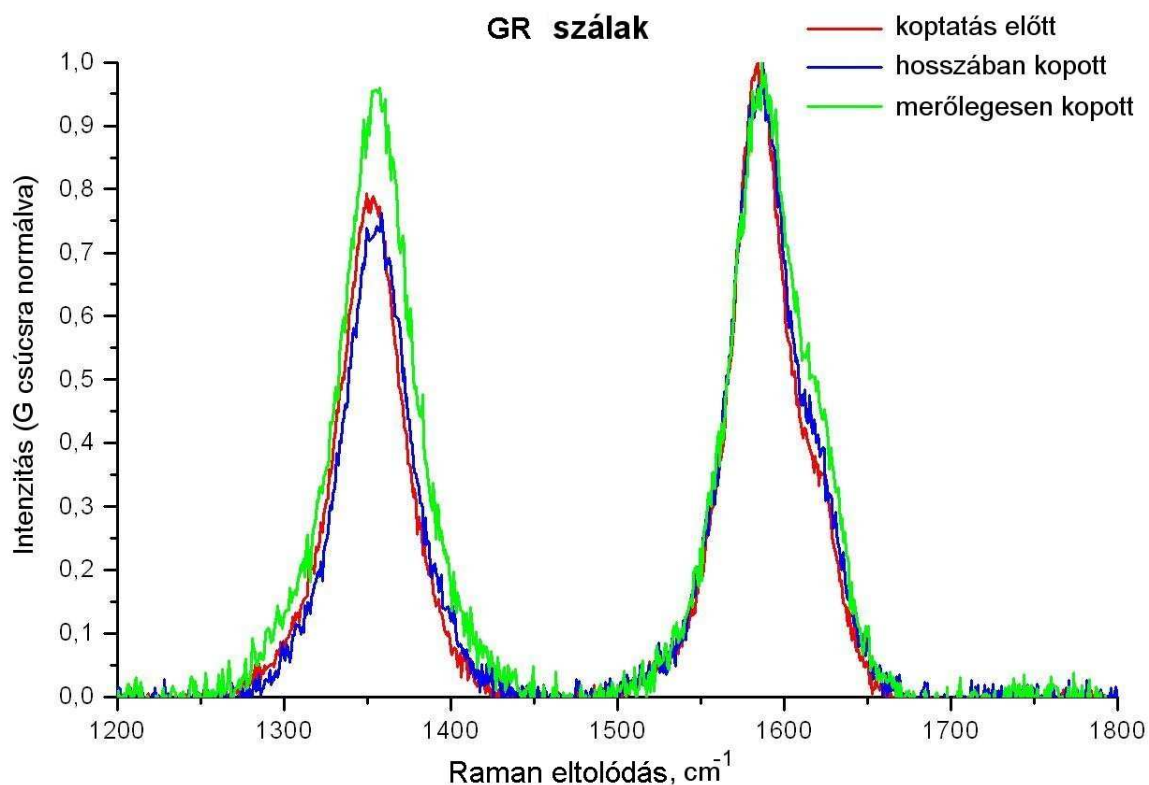
13. ábra. NG típusú karbon-karbon kompozit eredeti és koptatott felületeinek mikroszkópi képe a vizsgálatok környezetében

A feldolgozott mérési eredményeket (elsősorú Raman spektrumokat) a G csúcsra normált formában ábrázoltam. Mindkét kompozit típusnál külön vizsgáltam a felületre merőleges és a felülettel párhuzamos szálakat, a mátrixot (töltőanyagot), valamint a súrlódási rendszerből kikerülő por anyagot (kopadékot). A spektrumok alatt táblázatos formában is feltüntettem a csúcsokra jellemző számértékeket.

A táblázatokban alkalmazott jelölések, ill. rövidítések:

- width (w): az intenzitáscsúcsok félértékszélessége [cm^{-1}],
- A: az intenzitáscsúcsok alatti terület,
- $\tilde{\nu}$: a csúcsok Raman eltolódása [cm^{-1}].

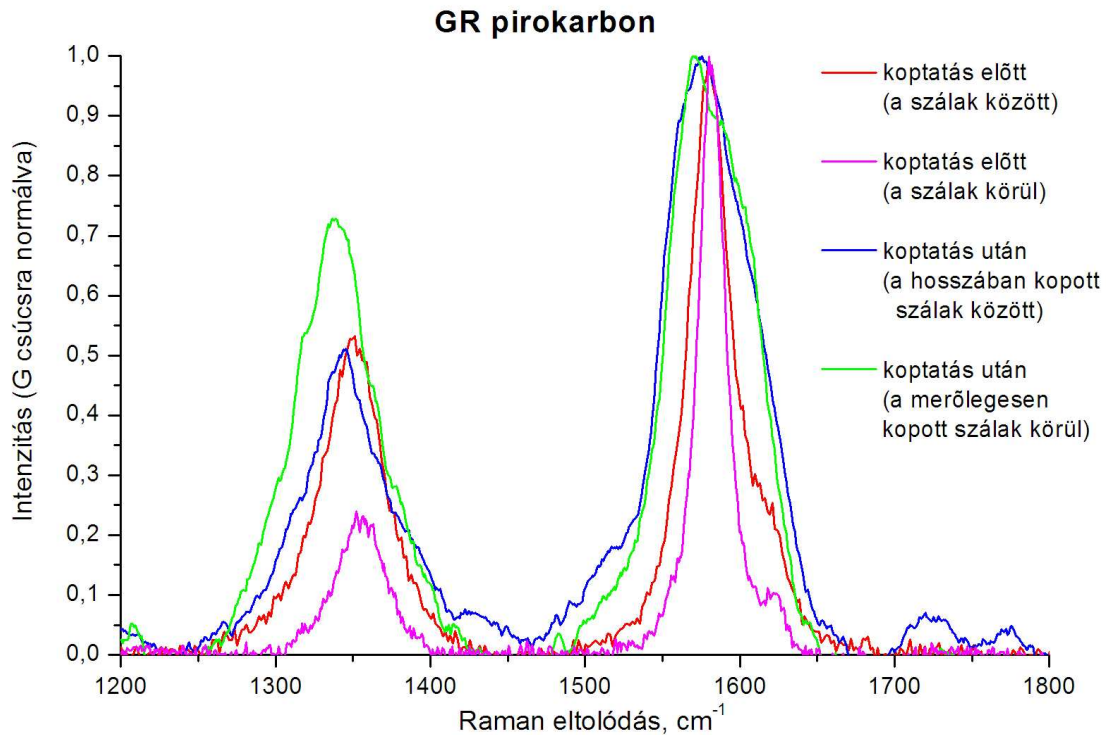
A GR típusú karbon-karbon kompozit Raman vizsgálati eredményei a 14.-16. ábrákon láthatók. A vizsgálatok eredményeit az amorf karbon amorfizációs trajektóriát tartalmazó három-állapot modell (9. és 10. ábrák) alapján értékeltem.



| Szálak | D csúcs | | | G csúcs | | | D' csúcs | | |
|--------------------|---------------|----|----|---------------|----|----|---------------|-----|-----|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| Koptatás előtt | 1353 | 48 | 40 | 1585 | 38 | 45 | 1627 | 26 | 8 |
| Hosszában kopott | 1357 | 51 | 52 | 1589 | 46 | 55 | 1630 | 24 | 6 |
| Merőlegesen kopott | 1357 | 55 | 58 | 1590 | 60 | 69 | 1623 | 6,5 | 0,2 |

14. ábra. GR típusú karbon-karbon kompozit erősítő szálanyagának Raman vizsgálati eredményei

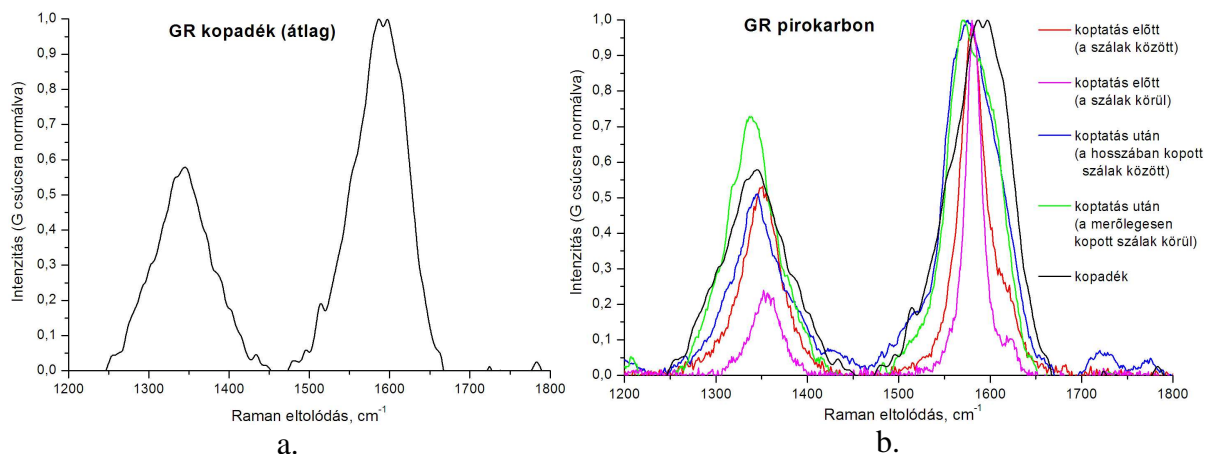
A spektrumokból és a számszerű eredményekből megállapítható, hogy a hosszában kopott szálakban a súrlódás hatására a paraméterek csak kismértékben változtak. A szálirányra merőlegesen kopott szálak keresztmetszetének spektrumában az 1355 cm^{-1} csúcs intenzitásának növekedése és az 1590 cm^{-1} csúcs jelenléte mellett a D' csúcs gyakorlatilag eltűnt, továbbá kismértékben megnőtt a G és D csúcsok félértékszélessége. Ezekből a változásokból arra következtethetünk, hogy a merőlegesen kopott szálak keresztmetszetében a súrlódási igénybevétel hatására jobban csökkent a szerkezet rendezett jellege, a szálak keresztmetszetének felületi rétege amorfizálódott, ill. nanoszemcséssé alakult.



| Mátrix | D csúcs | | | G csúcs | | | D' csúcs | | |
|---|---------------|----|----|---------------|----|----|---------------|----|---|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| Koptatás előtt (szálak között) | 1348 | 47 | 28 | 1578 | 30 | 35 | 1618 | 26 | 7 |
| Koptatás előtt (szálak körül) | 1355 | 35 | 9 | 1582 | 20 | 23 | 1616 | 23 | 3 |
| Koptatás után (hosszában kopott szálak körül) | 1344 | 65 | 32 | 1575 | 54 | 60 | 1620 | 28 | 6 |
| Koptatás után (merőlegesen kopott szálak körül) | 1337 | 68 | 56 | 1577 | 57 | 68 | 1615 | 31 | 4 |

15. ábra. GR típusú karbon-karbon kompozit pirokarbon anyagának Raman vizsgálati eredményei

A szálak körül kialakult pirokarbonról látszik, hogy a koptatás előtti állapotban majdnem tökéletes polikristályos grafit. A súrlódás hatására jelentősen megnőtt mind a G, mind a D csúcs félértékszélessége (a D' és a G csúcsok nem válnak külön) és megnőtt a D csúcs intenzitása. Ezekből arra következtethetünk, hogy a súrlódó felületen csökkent a polikristályos grafit kristályos jellege, azaz a felületközeleli réteg erősen amorfizálódott. A koptatott felületen a szálak közötti és a szálak körüli pirokarbon G csúcsa teljesen azonos, a D csúcsuk viszont a kisebb hullámszám irányába tolódott. Ez egyrészt maradófeszültségek jelenlétére [53], másrészt az sp^2 hibridizációjú klaszterek egy részének a súrlódási igénybevétel hatására sp^3 hibridizációjú tetraéders amorf szénne (ta-C) való átalakulására utal [54].

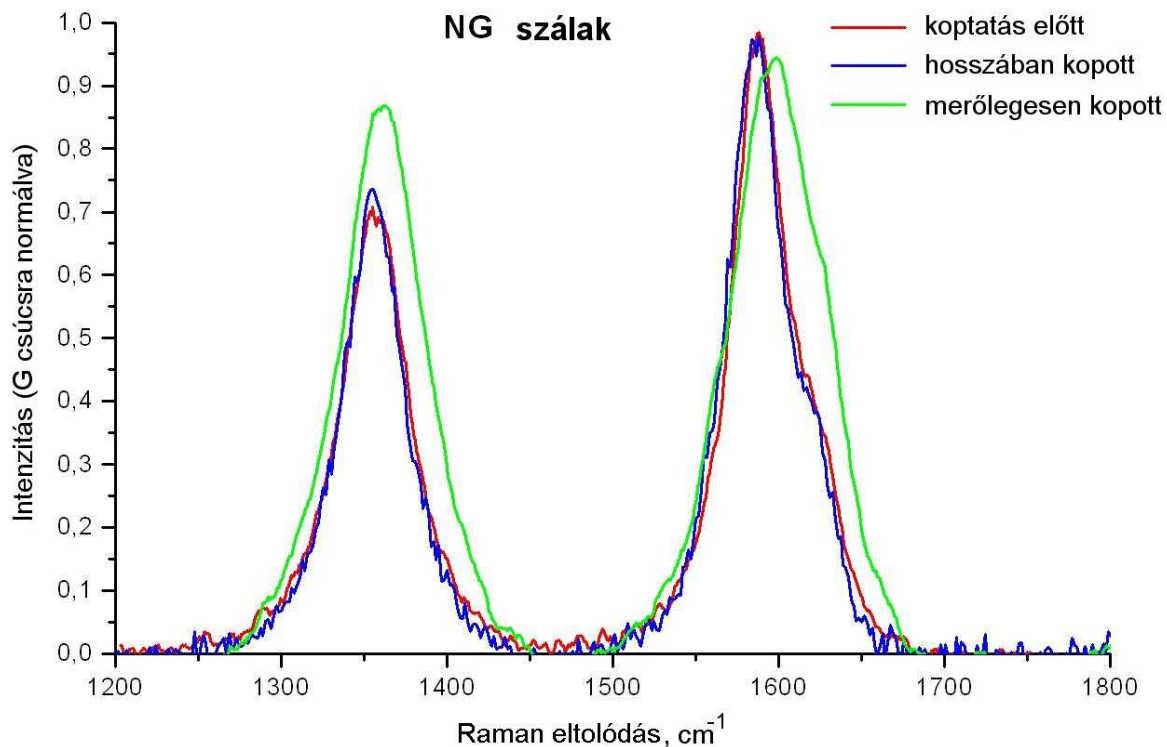


| Kopadék | D csúcs | | | 2. csúcs | | | G csúcs | | |
|---------|---------------|----|----|---------------|----|----|---------------|----|----|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| átlag | 1340 | 72 | 35 | 1557 | 74 | 33 | 1599 | 55 | 47 |

16. ábra. GR típusú karbon-karbon kompozit kopadék anyagának Raman vizsgálati eredményei (a); a kopadék és a pirokarbon spektrumai együtt (b)

A kopadék spektrumát összehasonlítva a mátrix és az erősítő szálak spektrumaival, megállapítható, hogy a lekopott részecskék alapvetően a mátrixból, még hozzá a felülettel párhuzamos szálak körüli/közötti pirokarbon kopásából származnak. A kopadék spektrumában viszont a G csúcs közelében megjelent egy 1557 cm^{-1} hullámszámú csúcs is, amely a grafit amorfizációs trajektóriáit követve (7.1. fejezet), sp^2 hibridizációjú nano-részecskék megjelenésére utal. A G csúcs a nagyobb hullámszám felé eltolódott, a D csúcs hullámszáma a kisebb hullámszámok felé eltolódott. Ebből arra következtethetünk, hogy a súrlódási rendszert elhagyó részecskék a pirokarbon mátrix felületének szerkezeti változása ($sp^2 \rightarrow sp^3$ a-C, ta-C) után a felületközeli rétegből töredezték le.

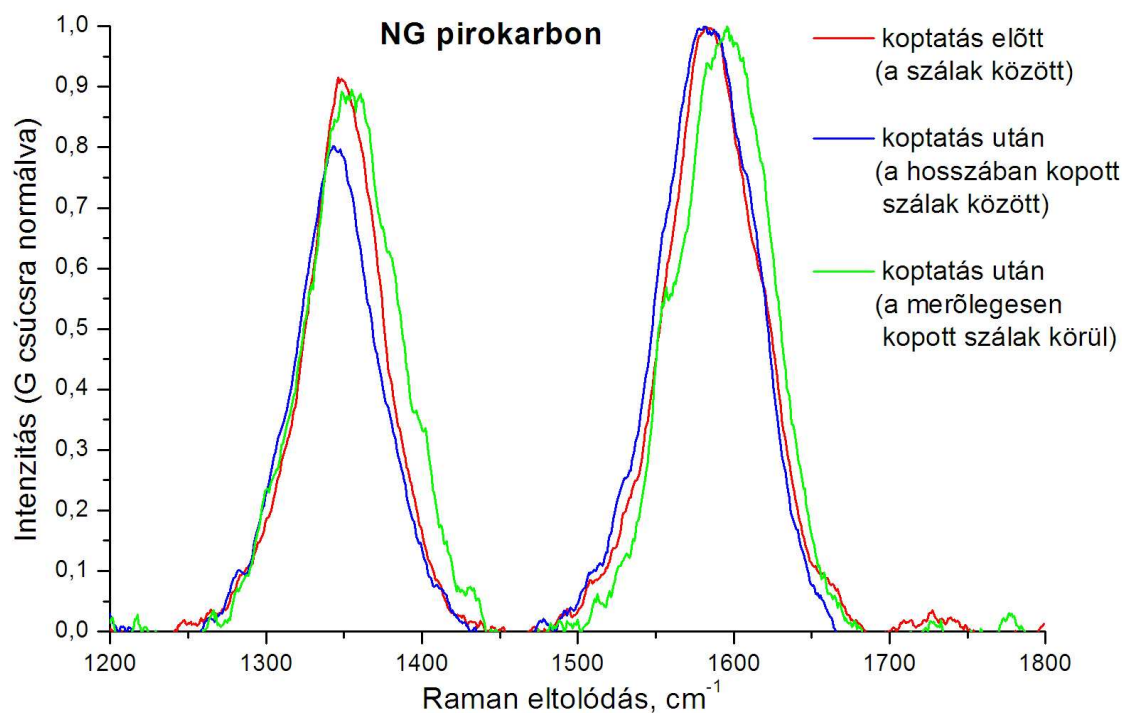
Az NG típusú karbon-karbon kompozit anyag Raman vizsgálati eredményei az 17.-19. ábrákon láthatók.



| Szálak | D csúcs | | | G csúcs | | | D' csúcs | | |
|--------------------|---------------|----|----|---------------|----|----|---------------|----|-----|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| Koptatás előtt | 1356 | 48 | 39 | 1588 | 38 | 43 | 1630 | 27 | 8 |
| Hosszában kopott | 1355 | 44 | 37 | 1585 | 38 | 44 | 1626 | 22 | 7 |
| Merőlegesen kopott | 1361 | 56 | 58 | 1598 | 60 | 68 | 1632 | 8 | 0,6 |

17. ábra. NG típusú karbon-karbon kompozit erősítő szálanyagának Raman vizsgálati eredményei

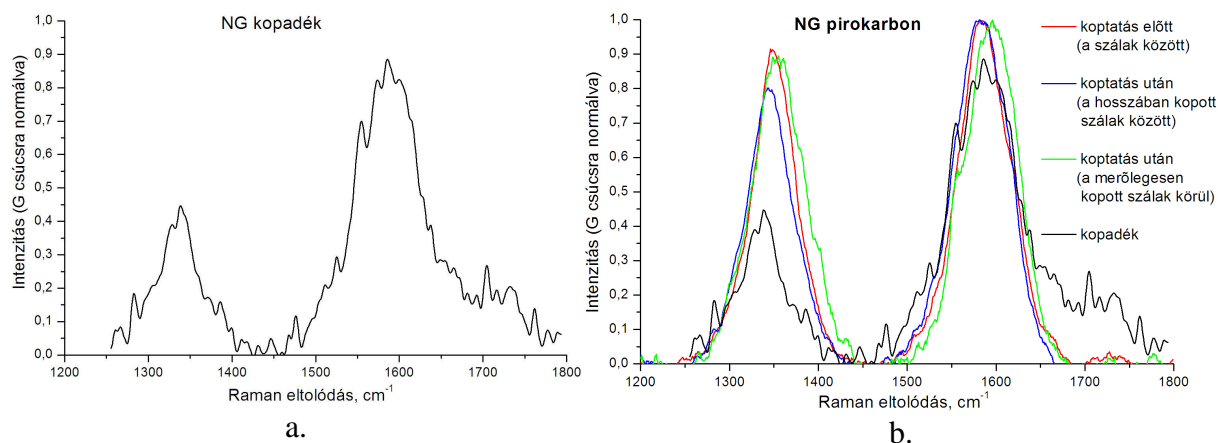
A 17. ábrát összevetve a GR típusú kompozit szálanyagának vizsgálati eredményeivel (15. ábra), megállapítható, hogy a súrlódási igénybevétel az NG szálaknál is elsősorban a súrlódó felületre merőleges szálak esetében okozott változást. Ismert, hogy az erősítő szálak kiinduló anyaga mindkét anyag esetében azonos volt, csak a pirolízis hőfoka különbözött a két anyag gyártása során. Úgy látszik, hogy a pirolízis hőmérséklete a szálak szerkezetében nem okozott változást. A felületre merőlegesen kopott szálak keresztmetszetének Raman spektruma kismértékben ($8 \dots 10 \text{ cm}^{-1}$ -nel) a nagyobb hullámszám irányába tolódt, a D és G csúcsok félértékszélessége megnőtt, a D' csúcs részaránya a másik kettőhöz képest lecsökkent. Ezekből arra következtethetünk, hogy a szálak keresztmetszete a GR szálakéhoz hasonlóan, szemcsefinomodással együtt amorfizálódott.



| Mátrix | D csúcs | | | G csúcs | | | 3. csúcs | | |
|--|---------------|----|----|---------------|----|----|---------------|----|---|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| Koptatás előtt (szálak között) | 1350 | 53 | 54 | 1587 | 62 | 71 | - | - | - |
| Koptatás után (hosszában kopott szálak között) | 1347 | 57 | 50 | 1585 | 62 | 73 | - | - | - |
| Koptatás után (merőlegesen kopott szálak között) | 1355 | 63 | 60 | 1595 | 60 | 65 | 1553 | 10 | 2 |

18. ábra. NG típusú karbon-karbon kompozit pirokarbon anyagának Raman vizsgálati eredményei

Amint a 18. ábrához tartozó számszerű eredményekből látható, az NG kompozit mátrix anyagának Raman spektrumában koptatás előtt sem jelent meg a D' csúcs. Az NG mátrix tehát már kiinduló állapotában nanokristályos grafit [50]. A súrlódás hatására a felülettel párhuzamos szálak közötti pirokarbon semmilyen változást nem szenvedett. A súrlódó felületre merőleges szálak közötti/körüli pirokarbon D és G csúcsai a súrlódás hatására a nagyobb hullámszámok irányába tolódtak, tehát elkezdődött a felületi réteg grafitizációja (9. és 10. ábrák). Ennek a felületrésznek a Raman spektrumában megjelent egy 1553 cm⁻¹ hullámszámú csúcs is, ami a nanoszemcsés grafit kialakulására utal. Hasonló jelenség volt kimutatható a GR típusú kompozitból származó kopadék esetében is.



| Kopadék | D csúcs | | | 2. csúcs | | | G csúcs | | | 4. csúcs (C=O) | | |
|---------|---------------|----|----|---------------|-----|----|---------------|----|----|----------------|----|----|
| | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A | $\tilde{\nu}$ | w | A |
| átlag | 1336 | 64 | 30 | 1555 | 104 | 22 | 1589 | 68 | 61 | 1705 | 96 | 23 |

19. ábra. NG típusú karbon-karbon kompozit kopadék anyagának Raman vizsgálati eredményei (a); a kopadék és a pirokarbon spektrumai együtt (b)

A 19. ábrát összevetve a 17. és 18. ábrával, látható, hogy a kopadék sem a szálakból sem a mátrix anyagából nem származtatható közvetlenül. Igen nagy viszont az egyezés a GR anyag kopadékának átlagos spektrumával (16. ábra). A D csúcs és az 1555 cm^{-1} hullámszámú csúcsváltozása nanoszemcsés grafit mennyiségi növekedésére utal. Az $\sim 1705\text{ cm}^{-1}$ hullámszámú csúcs a részecskék oxidációjának következtében kialakult C=O kötések miatt jelent meg a spektrumban, ami arra enged következtetni, hogy a letöredezett részecskék feltehetően hosszabb időt töltöttek a súrlódó felületek között, mint a grafitos (GR jelű) anyag esetében, ill. mielőtt kikerültek volna a súrlódó felületek közül, jelentős, kötésátrendeződéssel együtt járó szerkezeti változáson mentek keresztül.

A fentiekből látható, hogy a karbon-karbon kompozit súrlódó felületek felületközeli rétegének szerkezete a súrlódási igénybevétel hatására lokálisan változott meg. A felületközeli réteg a grafitos anyag esetében amorfizálódott, a nem grafitos, amorf anyag esetében kismértékben grafitizálódott. Ennek függvényében a Raman-vizsgálatok eredményeit az alábbiakban összegezhetjük:

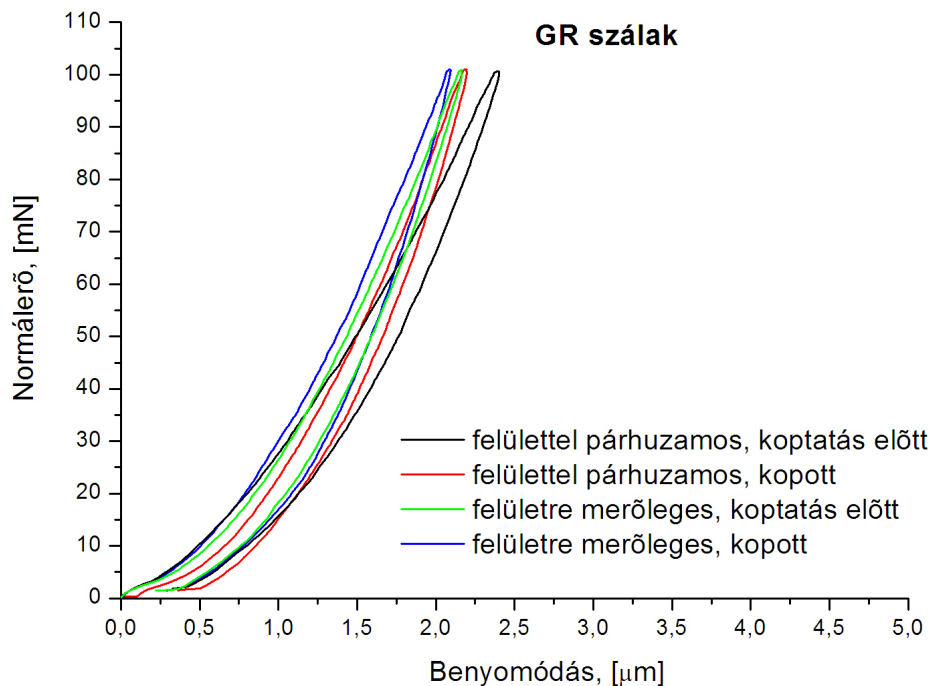
- A szálaknál mindkét anyag esetében elsősorban a szálirányra merőleges keresztmetszetben lehetett szerkezeti változást (amorfizációt) kimutatni. Az amorfizáció üvegszerű (glassy) karbon, vagy nanoszemcsés grafit kialakulását eredményezte.
- A grafitos jellegű pirokarbon felület felületközeli rétegében az sp^2 hibridizációjú klaszterek egy része a súrlódási igénybevétel hatására sp^3 hibridizációjú tetraéderez amorf karbonná (ta-C) alakult.
- A nem grafitos pirokarbon mátrix súrlódó felületközeli rétegének szerkezete a felületre merőlegesen kifutó szálak környezetében változott meg jelentősen. A változást ebben az esetben egy olyan csúcs megjelenése jelzi, amely a nanoszemcsés grafit kialakulására utal, a változás tehát grafitizáció.
- A súrlódó felületek közül kikerült kopadék Raman spektruma mindkét anyagnál közel azonos volt. De amíg a grafitos kompozitnál ez egyértelműen a mátrix felületközi rétegében bekövetkezett szerkezeti változásra utal, pontosabban arra, hogy a kopadék a már megváltozott szerkezetű felületközeli rétegből keletkezik, addig a nem grafitos anyagnál azt feltételezi, hogy a kopadék a súrlódó felületek között maradván, a súrlódási igénybevétel

hatására az eredetileg amorf szerkezet klaszter szerkezetét a nanoszemcsés sp^2 hibridizáció részarányának növekedése felé tolja el.

3.2.4. Az eredeti és a koptatott felületek mikrokeménységének vizsgálata

A súrlódó felület felületközeli rétegének mechanikai tulajdonságait ultramikrokeménység mérésel vizsgáltuk az ELTE Természettudományi Kara Fizikai Intézetének Anyagfizikai Tanszékén, a méréseket Dr. Juhász András egyetemi docens végezte. A Shimadzu DUH 202 típusú vizsgálóberendezés Vickers keménységmérő csúccsal volt felszerelve, az alkalmazott terhelés 100 mN volt. Az ábrákon feltüntetett erő-benyomódás görbék minden esetben legalább három értékelhető mérés átlagát jelentik. A méréseket a keménység szempontjából nem is értékeltük ki, mivel a felületközeli réteg válasza a mechanikai igénybevétellel (benyomódással) szemben jobban jellemezhető a teljes fel- és leterhelési görbével, mint egyetlen relatív mérőszámmal.

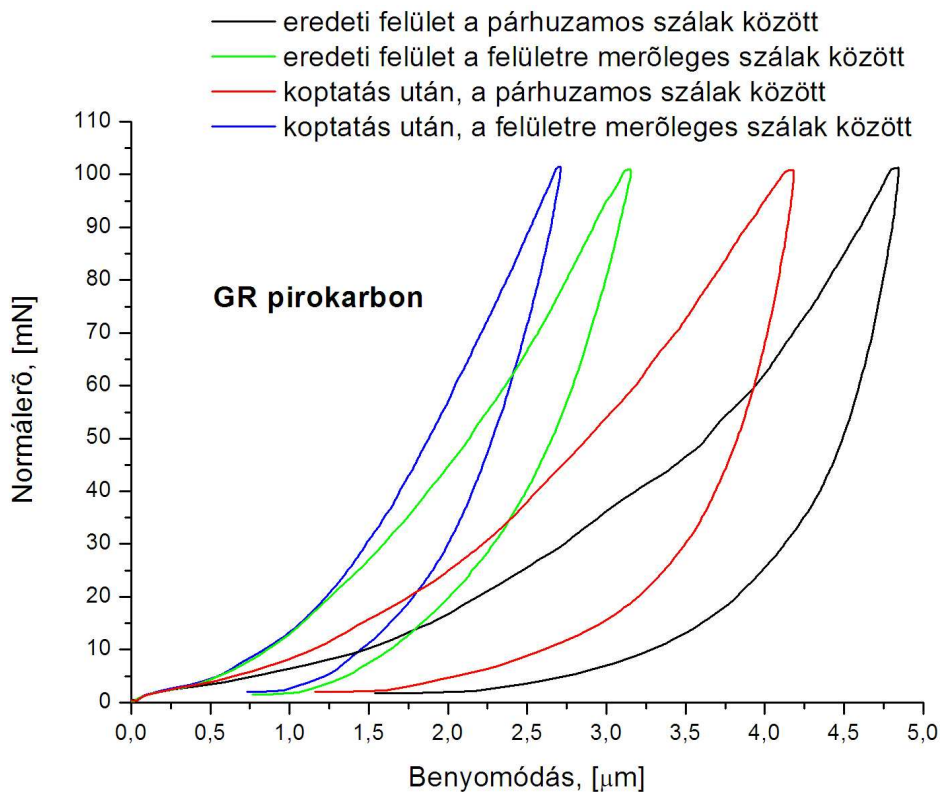
A grafitos kompozit anyag erősítő szálainak benyomódási görbéi a 20. ábrán láthatók.



20. ábra. GR típusú kompozit erősítő szálainak benyomódási görbéi

A görbékől látható, hogy a szálak mindegyike csaknem tökéletesen rugalmas, egyedül a felülettel párhuzamos szálak esetén beszélhetnénk egy igen kismértékű keménység növekedésről, (a keménység a legnagyobb normálerő és a benyomódás keresztmetszetének hányadosaként értelmezhető [55]. A benyomódás keresztmetszete a benyomódás mélységével négyzetesen nő, tehát ugyanakkora normálerőnél a benyomódás csökkenése a keménység növekedésére utal.), de mivel a koptatás előtt, az érdesség finomítása során a szálakat nem csiszoltuk meg, ezt az értéket a szálakat körülvevő vékony pirokarbon bevonat módosíthatta.

A grafitos kompozit pirokarbon töltőanyagának koptatás előtti és koptatás utáni mechanikai tulajdonságait a 21. ábra érzékelteti.

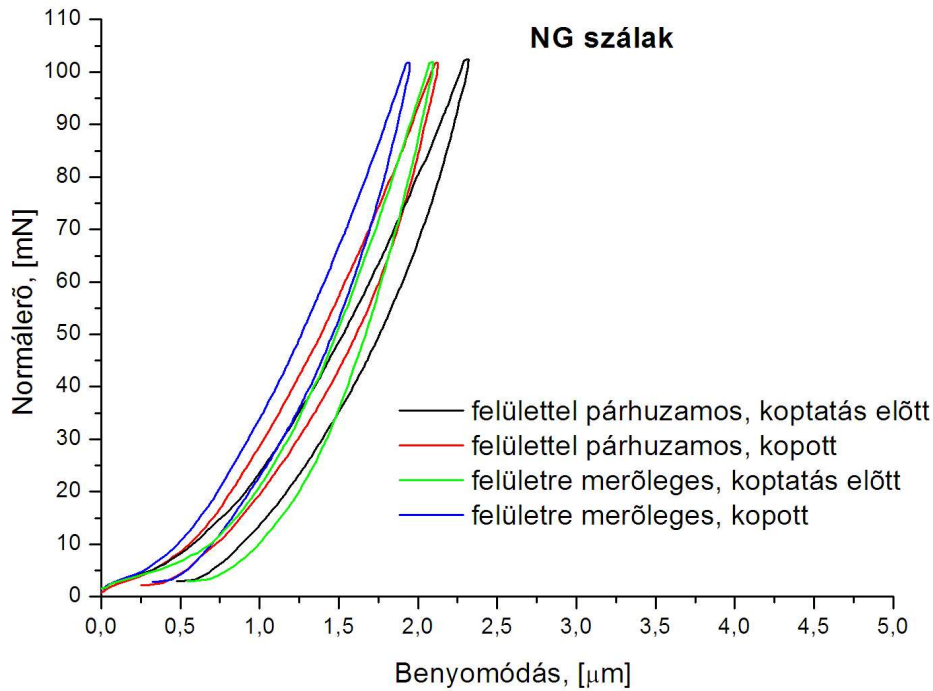


21. ábra. GR típusú kompozit pirokarbon töltőanyagának benyomódási görbéi

Úgy az eredeti, mint a koptatás utáni pirokarbon felületközeli rétegének benyomódási görbéi kis terhelésnél nagy rugalmas alakváltozásra és jelentős rugalmas hiszterézisre, azt követően pedig maradó alakváltozásra utalnak. Ennek magyarázata az sp^2 hibridizációjú klaszterek (ún. „bogáncsszerű”) elmozdulása [56]. A pirokarbon a súrlódási igénybevétel hatására határozott keményedést mutat. Ez a jelenség összhangba hozható a Raman analízis eredményeivel, nevezetesen, hogy az alapvetően sp^2 hibridizációjú szerkezetben az sp^3 hibridizációjú atomok részaránya megnövekedett, ezáltal a szerkezet alakváltozó képessége lecsökkent.

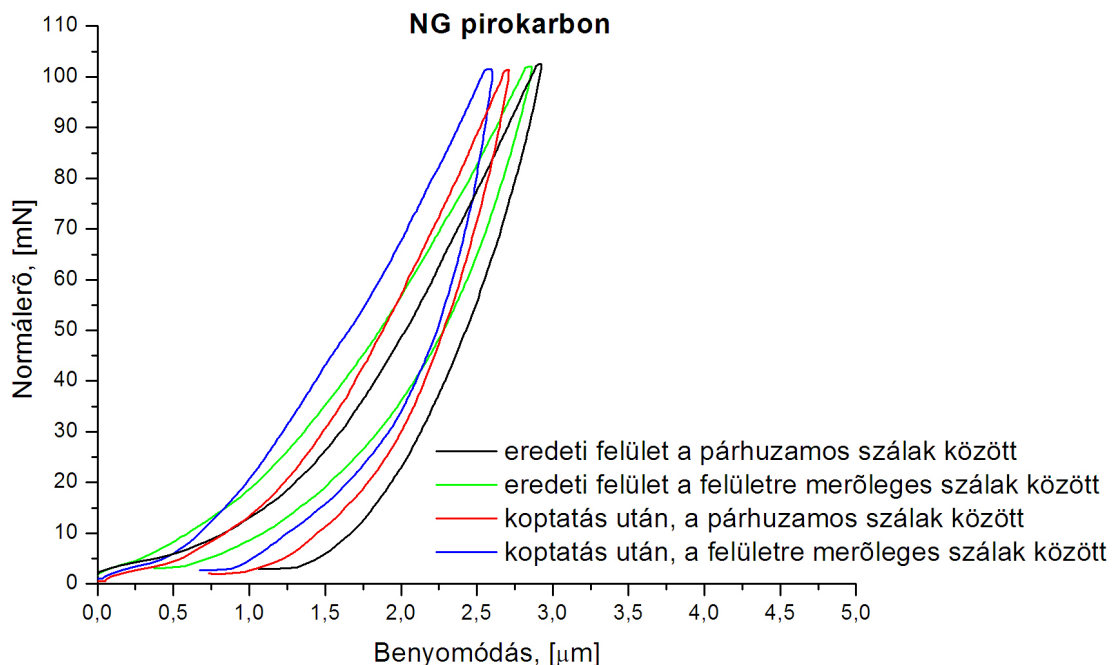
A felületre merőleges szálak körüli pirokarbon vizsgálatánál, a Vickers-csúcs kiemelése után, a benyomódás körül Newton-gyűrűk jelentek meg, amelyek a felület relaxálódása után (néhány másodperc múlva) eltűntek. A Newton-gyűrűk kialakulása egy vékony, kemény lakkréteg-szerű bevonat jelenlétére utalnak, amely a benyomódás során elvált a felülettől. Ez a megfigyelés a glassy-karbon kialakulásának feltételezését támasztja alá.

A nem grafitos karbon kompozit anyag benyomódási görbéi a 22. és 23. ábrákon láthatók.



22. ábra. NG típusú kompozit erősítő szálainak benyomódási görbéi

Az NG kompozit szálainak benyomódási görbéi (22. ábra) gyakorlatilag megegyeznek a GR típusú kompozit szálainak görbéivel (20. ábra), viszont már nem nevezhetők ideálisan rugalmasnak (a görbék a leterhelés után nem futnak be a kiindulási pontba). A kismértékű maradó alakváltozás feltehetően nem a szálak anyagában következett be, hanem annak következménye, hogy a szálak egymáshoz képest a mátrixban elmozdulhattak.

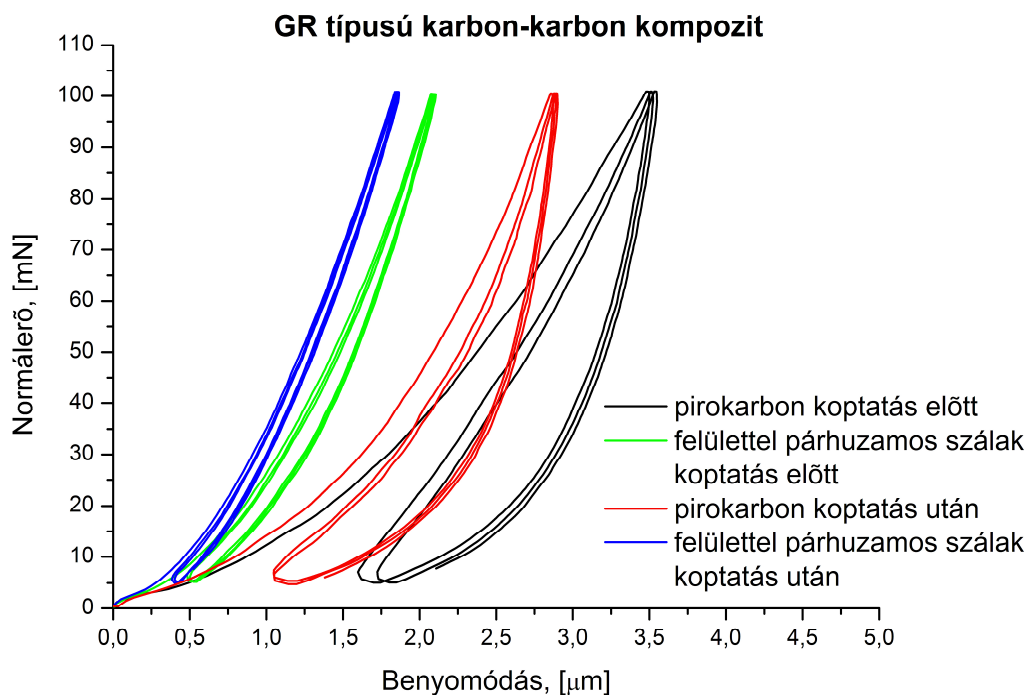


23. ábra. NG típusú kompozit pirokarbon töltőanyagának benyomódási görbéi

Az NG típusú kompozit pirokarbon töltőanyagának benyomódási görbéi nagyobb mechanikai szilárdságra utalnak (lásd az 2. táblázatban is), mint a GR kompozit esetében (a görbék

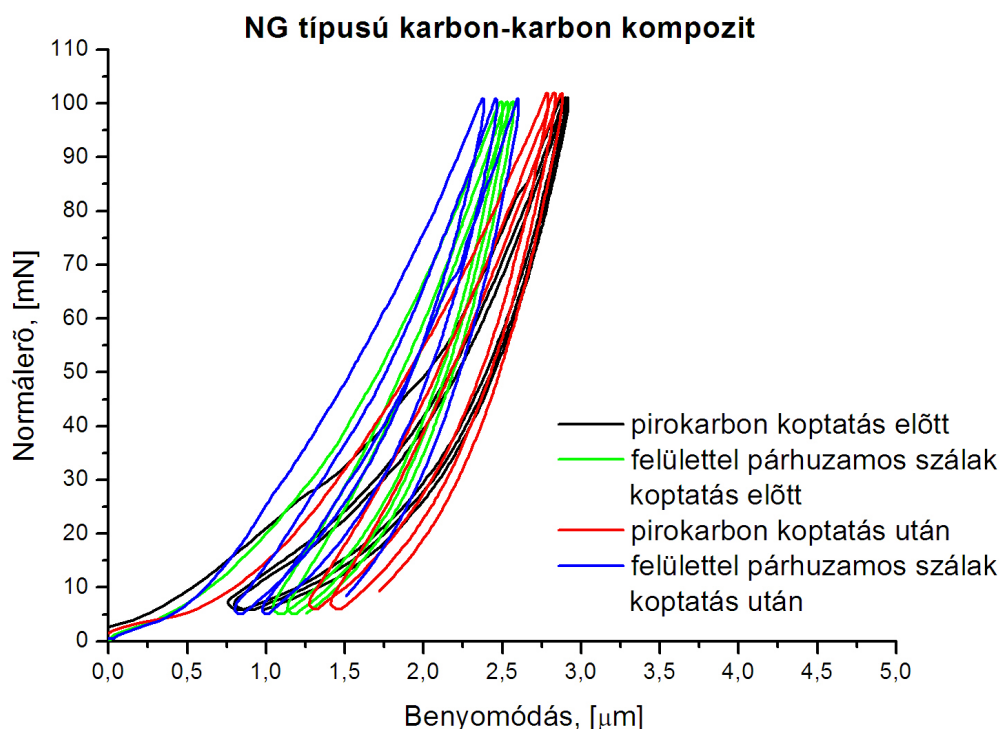
meredekebbek és a rugalmas hiszterézis is kisebb, mint a GR mátrixnál), ugyanakkor a töltőanyag felületének maradó alakváltozása jelentős mértékű. A felületre merőleges szálak közötti pirokarbon vizsgálatánál ennél az anyagnál is megfigyelhető volt a Newton-gyűrűk átmeneti előtűnése.

A kétféle kompozit anyag felületének viselkedését az ismétlődő mechanikai igénybevétellel szemben a kisciklusú (5 N és 100 N között háromszor ismétlődő) benyomódás vizsgálattal [57] jellemezhetjük a legjobban. A ciklikusan ismételt benyomódás vizsgálat azokat a jelenségeket (rugalmas hiszterézis, maradó alakváltozás) világíthatja meg jobban, amelyeket a mikrokeménység vizsgálat során figyelhattunk meg. A kisciklusú benyomódás vizsgálattal a felületeknek csak többségi alkotóelemeit (a súrlódó felülettel párhuzamosan elhelyezkedő szálakat és környezetüket) vizsgáltuk. A mérések eredményeit a 24. és 25. ábrák tartalmazzák.



24. ábra. GR típusú karbon-karbon kompozit felületközelbeli rétegének ciklikus benyomódási görbéi

A grafitos karbon-karbon kompozit ciklikus benyomódási görbéi, összhangban a 20. és 21. ábrákkal, a pirokarbon keményedésén és rugalmas hiszterézisének kismértékű csökkenésén kívül a felületközelbeli réteg mechanikai tulajdonságainak más változását nem mutatják.



25. ábra. NG típusú karbon-karbon kompozit felületközeli rétegének ciklikus benyomódási

Az NG típusú kompozit ciklikus benyomódási görbéi a 23. ábrához képest annyiban térnek el, hogy a ciklikus görbék csúcsai nem térnek vissza ugyanabba a pontba, hanem az ismételt terhelés hatására elmozdulnak, mégpedig lágyulódást mutatva. Ez a jelenség a kopott felületeknél erősebb, mint a koptatás előtt. Ebből arra következtethetünk, hogy a szálak egymáshoz képest elmozdulhatnak, ill. hogy a kompozit szerkezet együtt mozog. A koptatás előtti és utáni görbék alig különböznek egymástól, ez arra utal, hogy a súrlódási igénybevétel a kompozit szerkezet mechanikai tulajdonságait nem változtatta meg.

Összehasonlítva a két kompozit anyag mikrokeménység vizsgálatával jellemezhető mechanikai tulajdonságait, megállapítható, hogy a GR jelű grafitos anyag esetében az erősítő szálak és a töltőanyag tulajdonságai egymástól különbözőek, a szerkezet mindkét alkotóeleme rugalmas, de az alakváltozásuk nem energiavesztés nélküli. A pirokarbon töltőanyag rugalmas hiszterézisre és kismértékű keményedésre is képes. A rugalmas hiszterézis és a keményedés is a klaszterek korlátozott elmozdulásának következménye. A ciklikus benyomódás vizsgálatnál a görbék csúcspontja egybeesett, ebből arra következtethetünk, hogy a szerkezet merevsége az igénybevétel hatására nem változott. A rugalmas hiszterézis csökkenéséből, a töltőanyag keményedéséből, valamint a gyakorlatilag változatlan merevségből arra következtethetünk, hogy a felületközeli réteg alakváltozó képességének kimerülése és a részecskeleválás egy állandósult folyamatot alkotnak.

A nem grafitos NG típusú kompozit alkotóelemeinek mechanikai tulajdonságai hasonlóak egymáshoz. Egyik sem ideálisan rugalmas, viszont maradékalakváltozásra mindegyik alkotóelem képes. Az NG kompozit szerkezet együttesen merevebb, mint a GR típusú kompozit, ugyanakkor az alakváltozó képessége a maradékalakváltozások szempontjából nagyobb, mint a grafitos anyagé. A szálak a töltőanyaggal együtt alakváltoznak, de az alakváltozás nem a klaszterek elmozdulásából, hanem a szerkezeti elemek (az erősítő szálak és a töltőanyag) egymáshoz képesti és együttes elmozdulásából adódik.

3.2.5. A C-C kompozit anyagok vizsgálatával kapott új eredmények

A C-C kompozitok súrlódó felületközeli rétegében a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkezett szerkezeti változás Raman analízissel kimutatható volt. Ez a szerkezeti változás a felületközeli réteg mechanikai tulajdonságaiban is változásokat eredményezett, amelyek a felületközeli réteg mikrokeménység vizsgálatával, pontosan a vizsgálat eredményeként kapott terhelő erő - benyomódás görbék segítségével nyomon követhetőek voltak. A C-C kompozitok súrlódó felületének rugalmas hiszterézisével és maradó alakváltozásával az ilyen típusú kompozit anyagok alakváltozó képessége értelmezhető. Az alakváltozó képesség segítségével már magyarázható a kétféle anyag egymástól különböző kopási mechanizmusa is. A grafitos kompozit esetében a rugalmas hiszterézis csökkenéséből, a töltőanyag keményedéséből, valamint a gyakorlatilag változatlan merevségből arra következtethetünk, hogy a felületközeli réteg alakváltozó képességének kimerülése és a részecskeleválásból eredő kopás egy állandósult folyamatot alkotnak. Az amorf (NG típusú) kompozit felülete a súrlódási igénybevétel hatására maradó (vagy késleltetett rugalmas) alakváltozást szenvedhet, így a részecskeleválás a felületközeli réteg alakváltozó képességének kimerülése után következik csak be. A levált részecskék a GR típusú kompozithoz képest kevésbé jól kitöltött felület pórusaiban összegyűlve, harmadik testet képeznek és az így kialakult agglomerációk akadályozzák a felületközeli réteg alakváltozását. A kialakult kopás tehát nem egy állandósult folyamat eredménye, hanem lökészerűen megy végbe.

3.3. Amorf karbon bevonatok vizsgálata

A tribológiai célú bevonatok mindegyike megváltoztatja a súrlódó felület tulajdonságait, a fizikai-kémiai tulajdonságokat teljes egészében, mechanikai tulajdonságokat csak részben vagy kismértékben. Egy bevonattal ellátott felület funkcionálisan viszont csak addig tekinthető megfelelőnek, ameddig a bevonat, bármilyen vékony legyen is, sértetlen és folytonos marad.

Az elsősorban kenőanyagként (és nem kopásálló bevonatként) alkalmazott nemfémes bevonatok közül a MoS_2 bevonatok voltak az elsők, amelyeket az 1970-es évektől kezdődően ipari méretekben használtak. A MoS_2 szilárd kenőanyagként a felülethez való "erősítése" már hosszú idő óta foglalkoztatta és foglalkoztatja továbbra is a kutatókat [58-60]. Miután a különböző kötőanyagokba ágyazott MoS_2 szemcsékből álló bevonatok egyelőre nem váltották be a hozzájuk fűzött reményeket, a CVD (Chemical Vapour Deposition), PVD (Physical Vapour Deposition) eljárások megjelenésével egy csapásra minden megvalósíthatóvá vált. Sőt, ennek a technológiának köszönhetően jöttek rá, hogy a legjobb kenőképességgel nem a MoS_2 , hanem a $\text{MoS}_{1,6}$ rendelkezik [61,62]. Ezt a Mo és S ionokból a szubsztrátum felületén létrejövő bevonattípust először az űrbe juttatott objektumoknál alkalmazták szilárd kenőanyagként [63]. A kedvező súrlódási tényezőhöz azonban viszonylag kis felületi szilárdság társult, ezért kerültek a fejlesztés előterébe az amorf karbon bevonatok. Az amorf karbon bevonatok fejlesztését furcsa módon ismét a háború, ebben az esetben a közel-keleti háborúk provokálták ki. Az első tribológiai rendeltetésű DLC bevonatot a Patriot elfogó rakéták kormányásíkjainak siklócsapágyaihoz fejlesztették ki [Irwin Singer (U.S. Naval Research Laboratory) szóbeli közlése alapján]. A fejlesztés célja egy olyan nagy szilárdságú, száraz kenőanyag kifejlesztése volt, amelynek tribológiai tulajdonságai a környezeti viszonyoktól nem vagy csak kismértékben függenek, és amellyel a nyugvó- és csúszósúrlódás súrlódási tényezője közötti különbséget minimálisra lehetett csökkenteni [64]. A DLC

bevonatok igen tág határok között változtatható keménysége, felületi szilárdsága, ill. alakváltozó képessége mára ezt a bevonattípust egy általánosan alkalmazott önkenő-kopásálló bevonattá tette [65]. A DLC bevonatok mellett elterjedten alkalmazzák már a mikro- és nano-rétegekből álló, többrétegű OLC (Onion-Like Carbon), valamint a felületre merőleges tengelyű nanocsövekből álló CNT (Carbon Nanotube) bevonatokat is, amelyek hidrogénmentesek, de ennek ellenére progresszíven rugalmasabbak, mint a hagyományos DLC bevonatok. A korszerű bevonatok általában többrétegű bevonatok, amelyek előnye, hogy a kemény és lágyabb rétegek szendvicsszerű bevonatot alkotnak a súrlódó felületen, egyúttal nagymértékben csökkenthetők a bevonatképződés során kialakuló maradófeszültségek is. (Érdekességként megemlítem, hogy az egyik japán autógyár a motor szelepvézelésénél a vezérműtengely-bütyökkel érintkező korong (pasztilla) felületén úgy alakítja ki a CNT bevonatot, hogy a nanocsöveket előbb egy Si egykristály lapkán növeszti, majd onnan ragasztja át a pasztilla felületére, a végén pedig leválasztja Si lapkáról [66]. Ezzel az eljárással gyakorlatilag tökéletesen sík felületet tudnak létrehozni.)

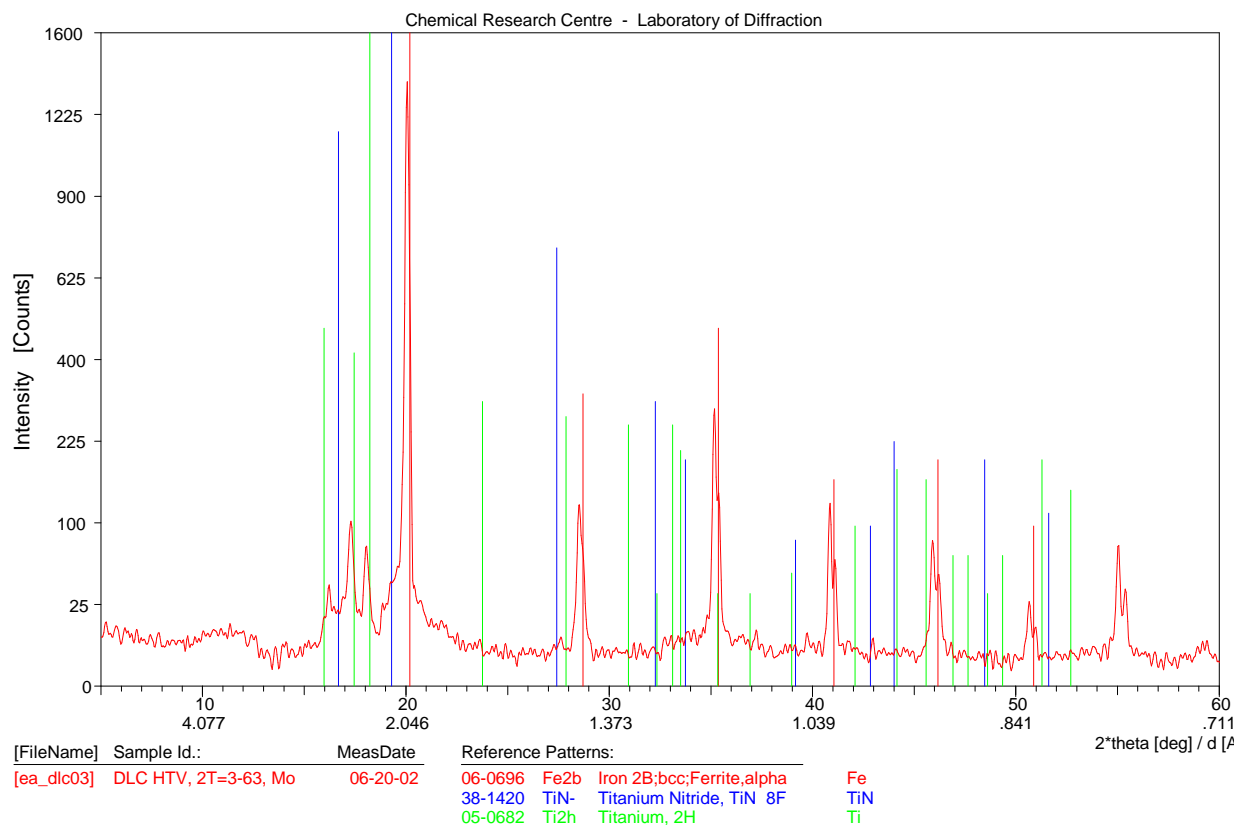
Az amorf karbon bevonatokkal végzett vizsgálataim elsődleges célja az volt, hogy a bevonat súrlódási igénybevételén és szerkezeti változásain keresztül megismerhessem az adott bevonat alakváltozási mechanizmusát, és ebből kiindulva javaslatot tehessek a bevonat méretezhetőségére.

A DLC bevonatokkal végzett súrlódás és kopás vizsgálataink során arra a következtetésre jutottunk, hogy a bevonat jellegzetes delaminációs kopását minden esetben megelőzi a bevonat valamilyen mértékű alakváltozása [67-69]. Tekintettel arra, hogy az amorf karbon bevonatok alapvetően nem kristályos jellegűek, nincsenek csúszósíkjaik, amelyek mentén az atomsíkok elmozdulhatnának egymáson, mindenekelőtt tisztázni kellett az amorf karbon anyagok lehetséges alakváltozási mechanizmusát. A kérdés tisztázásához a bevonatok olyan roncsolásos és roncsolásmentes szerkezeti vizsgálatait végeztem el, amelyekkel a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező alakváltozás egyes fázisait meg lehetett különböztetni egymástól.

3.3.1. A vizsgált bevonat jellemzése

A vizsgált bevonat egy polírozott felületű, C45 acél szubsztrátumon létrehozott DLC bevonat, amelyet a HTV HORSZT Kft a TSD-400 típusú PVD berendezésével készített. A Ti alapbevonattal (<1 μ m) együtt a DLC bevonat átlagos vastagsága 5 μ m. A bevonatkészítés hőmérséklete 230 °C. Az elkészült bevonat keménysége $HU_{0.1/10/50} = 4 \pm 0,2$ GPa.

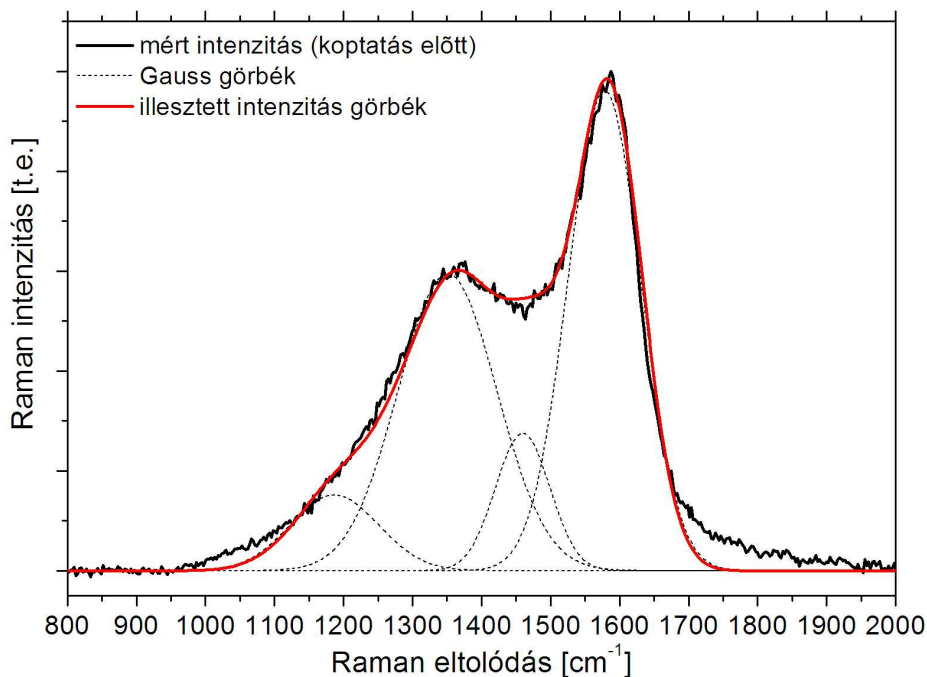
Az alapbevonat tulajdonságait röntgendiffrakcióval vizsgáltuk (26. ábra), a méréseket Sajó István, az MTA KKKI munkatársa végezte.



26. ábra. Az alapbevonat és a DLC bevonat együttes röntgendiffrakciós spektruma

Az elsődleges diffrakciós sávokból látható, hogy a fémes titán az $\{001\}$ irányra rendezetten kristályosodott a szubsztrátum felületén. A spektrogramban a DLC-re jellemző domborulat rendezett amorf struktúrára utal. Ez feltehetően annak köszönhető, hogy a DLC réteg egy egységesen és jól orientált Ti alaprétegre lett növesztve. A rendezetten kristályosodott alaprétegre növesztett bevonat rendezettsége kedvező mechanikai tulajdonságokat sejtet.

Az elkészült DLC bevonatot az amorf karbon anyagok vizsgálatához általánosan alkalmazott Raman spektroszkópiai eljárással azonosítottuk. A bevonat mikro-Raman-analízisét az MTA SZFKI-ban Dr. Pócsik István és akkori doktorandusz hallgatója, Dr. Veres Miklós készítették. A Raman-analízis eredményeképpen kapott spektrum kiértékelését 2,3, esetenként 4 Gauss-görbe felhasználásával, az Origin nevű program segítségével végeztem. A vizsgálatok eredményeit a 27. ábra mutatja.

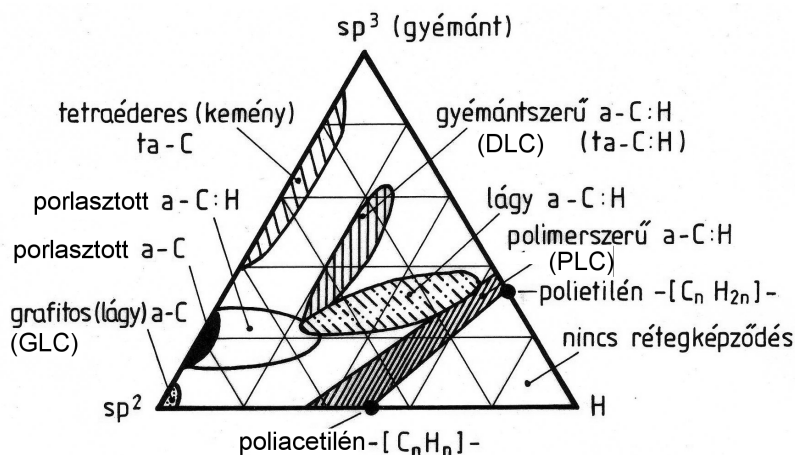


| G csúcs | | | | D csúcs | | | | sp^2/sp^3 | H at% |
|---------------|-----|-----|-----|---------------|-----|-----|------|-------------|---------|
| $\tilde{\nu}$ | A | w | at% | $\tilde{\nu}$ | A | w | at% | | |
| 1578 | 127 | 106 | 25 | 1351 | 107 | 143 | 21,2 | 1,18 | 0,538 |

27. ábra. A vizsgált DLC bevonat Raman spektruma és a görbeillesztés számszerű eredményei

A legjobb illeszkedést a 4 Gauss-görbével sikerült elérni, amiből arra következtethetünk, hogy az sp^2 és sp^3 hibridizációjú atomcsoportokon kívül különböző, jelen esetben sp^2 hibridizációjú transzpoliacetilén láncok (~ 1150 és ~ 1450 cm^{-1}) is találhatóak a bevonatban.

Az sp^2 és sp^3 hibridizációjú karbon atomok részarányának ismeretében a (9) összefüggés felhasználásával kiszámíthatjuk a hidrogén részarányát is. A mérési eredmények ismeretében a háromalkotós állapotábrában a vizsgált bevonat azonosítható (28. ábra).

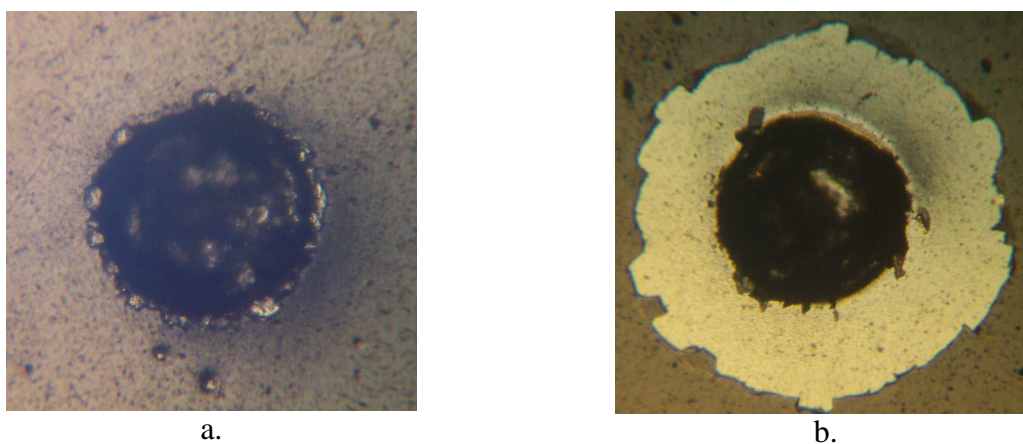


28. ábra. A vizsgált DLC bevonat azonosítása a háromalkotós állapotábrában

Amint látható, a bevonat a polimerszerű és a lágy amorf karbon bevonatok elméleti határmezsgyéjén képződött, ami szilárd kenőanyagként viselkedő kopásálló bevonatot jelent.

3.3.2. A bevonat alakváltozókéességének vizsgálata

A bevonat minőségének ellenőrzésére a gyártó cég a felületi Rockwell-T (HR30T) keménységmérést használja. A mérés lényege, hogy az elkészült bevonatba egy szabványos (ISO 6508-2) keménységmérővel 1,5875 mm átmérőjű acélgolyót nyomunk 294,2 N teljes terheléssel. A leterhelés után nem a mért keménységet, hanem a benyomódás képét értékelik, ill. hasonlítják össze egy etalon képsorozattal. Mindaddig, amíg a benyomódás pereme mentén lepattogzódás, vagy a bevonat teljes delaminációja nem figyelhető meg, a bevonatot megfelelő minőségűnek tekintik. A 29. ábrán bemutatom a vizsgált bevonat (29/a) és összehasonlítás képpen egy hibás technológiával készült bevonat (29/b) benyomódási képét.

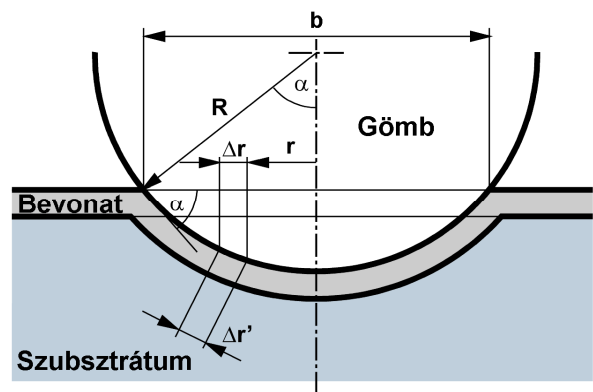


29. ábra. A DLC bevonatok ipari minősítő eljárása (a - megfelelő, b - nem megfelelő)

Az ipari eljárás hátránya, hogy nem teszi lehetővé a bevonat alakváltozókéességének számszerűsítését, pontosabban a bevonat alakváltozási határértékének meghatározását, mivel az alkalmazott terhelés nem változtatható, ennek következtében a benyomódás mértéke alapvetően a szubsztrátum keménységétől függ.

Az ismertett módszer hátrányának kiküszöbölésére, valamint a bevonat alakváltozókéességének meghatározására a karcvizsgálatot használtam (a vizsgáló berendezés a Miskolci Egyetem Mechanikai-Technológiai Tanszékének tulajdona, a vizsgálatokat Berkesné Dr. Maros Mária végezte). A karcvizsgálatot, mint roncsolásos anyagvizsgálati módszert, éppen a bevonatok minősítésével kapcsolatban fejlesztették ki és szabványosították [70,71]. A karcvizsgálat eredetileg a bevonatok adhéziójának összehasonlító vizsgálatát tenné csak lehetővé oly módon, hogy az egyenletesen növekvő normálerő mellett fellépő tangenciális irányú erő (vonóerő) változásából enged következtetni a bevonatot átszakító normálerőre, amelyet a bevonat kritikus terhelésének is neveznek [72]. Valójában ennél sokkal több információt tartalmaz ez a vizsgálat a bevonat mechanikai tulajdonságairól, mivel a karcoláshoz használt Rockwell-gyémánt kúp (amelynek kúpszöge 120°, csúcsának lekerekítési sugara 0,2 mm) a bevonatot átszakadása előtt alakítja, ill. koptatja. A gyémánt kúp csúcsának lekerekítési sugara, valamint a karc aktuális szélességének

ismeretében kiszámítható a bevonat fajlagos alakváltozása az adott karckeresztmetszetben (30. ábra).



30. ábra. A karctű által okozott fajlagos alakváltozás meghatározása [73]
(b - a karc szélessége, R - a karctű lekerekítési sugara)

A lekerekített hegyű, szabványos (ISO 6508-2) Rockwell-karctű benyomódása során a logaritmus alakváltozás radiális komponense:

$$\varepsilon_r = \ln \frac{\Delta r'}{\Delta r} = \ln \frac{1}{\cos \alpha} \quad (10)$$

Ha feltételezzük, hogy a tangenciális nyúlás $\varepsilon_t \approx 0$, akkor az összehasonlító fajlagos alakváltozás:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{1}{\cos \alpha} \quad (11)$$

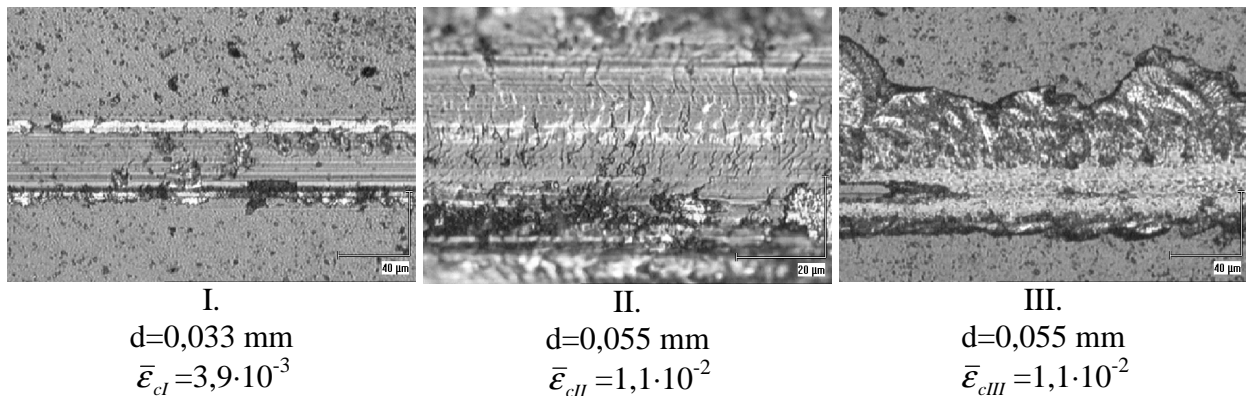
Kifejezve $\cos \alpha$ értékét a gömbfelület sugarával (R) és a karc szélességével (b), továbbá figyelembe véve, hogy a legnagyobb alakváltozás a benyomódás peremén jön létre, a bevonat legnagyobb fajlagos alakváltozása a karc hossz tengelyére merőlegesen az alábbi összefüggéssel számítható:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(1 - \frac{b^2}{4R^2} \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (12)$$

A karc teljes hosszának mikroszkópi vizsgálata alapján a vizsgált DLC bevonatoknál három, egymást követő, de egymástól különböző károsodási módot különböztethetünk meg a karc hossza mentén:

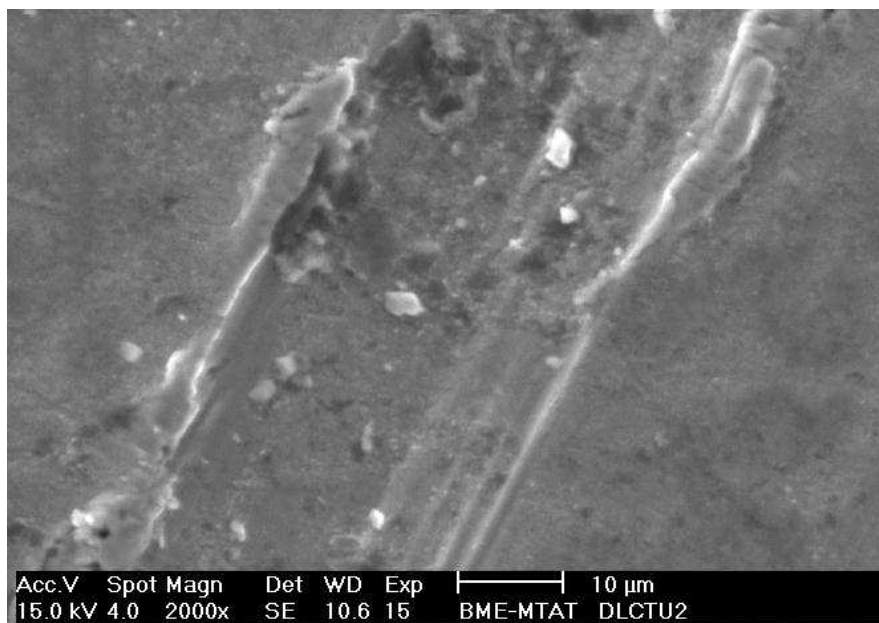
- gyöngysor-formájú repedések a karc két hosszanti éle mentén (elsődleges károsodás),
- az amorf anyagra jellemző kagylós törés (ami még nem azonos a bevonat delaminációjával, lepattogzódásával) a karc élei mentén és keresztirányú repedések a karc hossz tengelyére merőlegesen (másodlagos károsodás),
- a bevonat delaminációja és az alapréteg teljes átszakadása (harmadlagos károsodás).

A 31. ábrán a bevonatról optikai mikroszkóppal készített felvételek mutatják a három károsodási módot. Az ábrák alatt feltüntettem a karc aktuális szélességét és a segítségével kiszámított fajlagos alakváltozást.



31. ábra. Elsődleges (I.), másodlagos (II.) és harmadlagos (III.) károsodási módok a karcvizsgálat során

A karcvizsgálat eredményeit összehasonlítva a Rockwell-T benyomódás vizsgálat minőségi kritériumával, megállapítható, hogy a karcvizsgálat során az elsődleges károsodási módhoz tartozó összehasonlító nyúlással jellemezhetjük a bevonat alakváltozókéességét (mindkét esetben a gyöngysor-formájú repedés jelentette a bevonat károsodását). A 32. ábra mutatja a gyöngysor-formájú repedés kezdetét a karc mentén.



33. ábra. A gyöngysor-formájú repedés kezdete a karc hossza mentén (a tű elmozdulásának iránya a képen alulról felfelé)

Az elkészült bevonat fajlagos alakváltozókéességét a fent ismertetett módon, vagy más, hasonló módszerekkel (pl. különböző átmérőjű gömbök benyomásával, vagy adott átmérőjű gömb fokozatos benyomásával [74]) kísérleti úton meg tudjuk határozni.

Ismert, hogy a bevonatokban jelentős rugalmas "előfeszítés" jön létre a bevonat növekedése során, valamint annak befejeztével, amikor a bevonat és a szubsztrátum hőmérséklete kiegyenlítődik. Az alapanyag és a bevonat különböző hőtágulási tényezői miatt a szubsztrátum jobban összezsugorodhat, mint a bevonat, ezáltal a bevonatban egy rugalmas előfeszítés jön létre:

$$\bar{\epsilon}_e = \bar{\epsilon}_{\text{hőtágulás}} + \bar{\epsilon}_{\text{növekedés}} \quad (13)$$

Szakirodalmi adatok alapján [75] a növekedésből adódó fajlagos alakváltozás legfeljebb a 30%-a lehet a hőtágulások különbségből fellépőnek, amelyet egyszerű összefüggés segítségével számíthatunk ki:

$$\bar{\epsilon}_{\text{hőtágulás}} \approx \left| \frac{\Delta\alpha\Delta T}{1-\nu_B} \right| \quad (14)$$

Az összefüggésben ν_B jelenti a bevonat Poisson-tényezőjét, $\Delta\alpha$ a bevonat és a szubsztrátum hőtágulási együtthatójának különbségét, ΔT a szobahőmérséklet és a bevonatolás hőmérséklete közötti különbséget. Ezzel a bevonatban a technológia befejeztével a bevonatban ébredő rugalmas előfeszítés:

$$\bar{\epsilon}_e \approx 1,3 \left| \frac{\Delta\alpha\Delta T}{1-\nu_B} \right| \quad (15)$$

Egy adott szerkezetű bevonat teljes alakváltozó képességét a gyártás után visszamaradó előfeszítés és a méréssel meghatározott fajlagos alakváltozások összege jelenti:

$$\bar{\epsilon}_{\text{bevonat}} = \bar{\epsilon}_e + \bar{\epsilon}_{\text{mért}} \quad (16)$$

Ezt az értéket, mint fajlagos tönkremeneteli alakváltozást, elvileg minden bevonat típushoz hozzá lehetne rendelni. Gyakorlati értéke viszont továbbra is csak a méréssel meghatározott alakváltozó képességnek (12. összefüggés) van, mivel ez az az érték, amelyet az elkészült bevonat biztonsággal elvisel. Ha a súrlódási igénybevétel hatására a bevonat alakváltozása nem haladja meg a kísérletileg meghatározott értéket, akkor üzem közben nem következik be a bevonat repedezése, ill. lepattogzódása.

Adott konstrukciós környezetben a bevonatok alakváltozását ma már a végeleemes számítási technika segítségével, akár valós érdességi topográfiával rendelkező súrlódó elempárok között is meg tudjuk határozni [76].

3.3.3. Kopásvizsgálatok

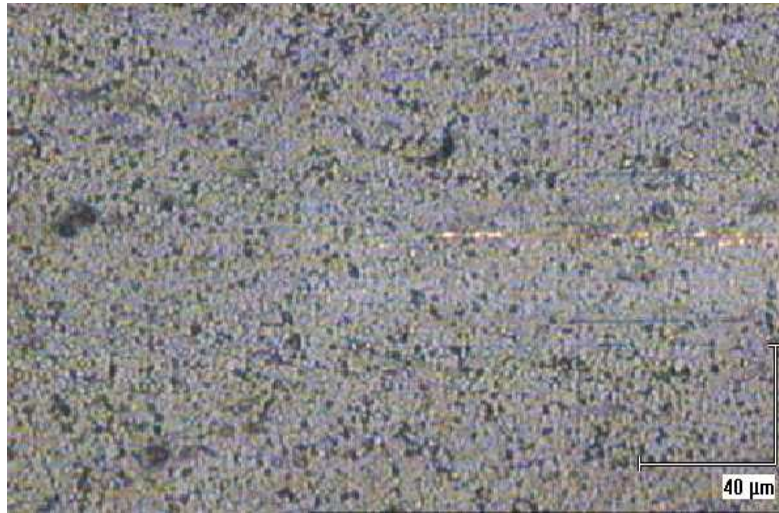
A fent ismertetett DLC bevonattal SRV[®] (Schwing-Reib-Verschleißuntersuchungen) kopásvizsgálatokat végeztem a MOL-LUB Kft. Wearcheck Laboratóriumában (az álló próbatest Ø24 x 8 mm-es polírozott acéltárcsa DLC bevonattal, a mozgó ellendarab 5 mm átmérőjű, befogott acél csapágygolyó, 1 mm lökettel, 10 Hz frekvenciával; atmoszférikus légnyomáson és szobahőmérsékleten, ~50%-os relatív páratartalom mellett. A vizsgálati idő egységesen 60 s volt). A golyóra ható normálerő nagyságát 20 N-tól indulva addig növeltem, amíg a bevonat a vizsgálati időn belül át nem szakadt. A kopásvizsgálat célja nem a bevonat kopásállóságának vizsgálata, de nem is a súrlódási tényező meghatározása volt, hanem annak

feltárása, hogy milyen változások következnek be a vékony amorf karbon szerkezetben a súrlódási igénybevétel hatására. Az előzetes vizsgálataink és tapasztalataink alapján feltételezzük, hogy a változásokat az amorf szerkezet esetében is az alakváltozás indukálja, így a kopásvizsgálatok eredményeit és a kopásnyomokat a bekövetkezett alakváltozás szempontjából értékeltük.

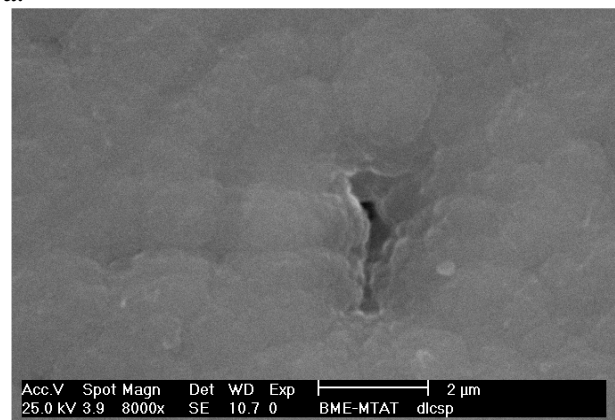
3.3.4. Kopásnyom analízis

A kopásnyomoknak először a topológiáját vizsgáltam optikai, pásztázó elektron- és atomi erő mikroszkóppal. Az alapállapoton kívül öt jellegzetes alakváltozási típushoz (fajlagos alakváltozáshoz) tartozó kopásnyomot választottam ki az alakváltozási jelenségek bemutatására (33-38. ábrák). A pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket részben a BME Mechanikai Technológia és Anyagszerkezet-tani Tanszéken Portkó Mihály, részben az MTA-Központi Kémiai Kutató Intézetében Dr. Nagy Péter készítették. Az atomi erő mikroszkópos felvételeket Dr. Nagy Péter készítette.

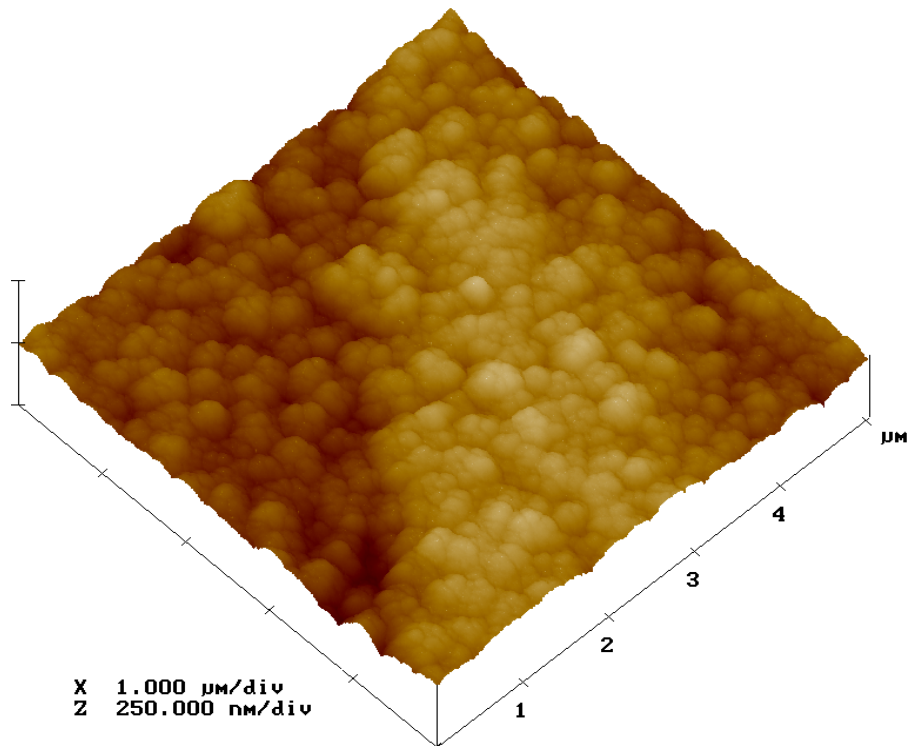
(A kopásnyomokról készített felvételek a következő oldalakon találhatóak.)



a.

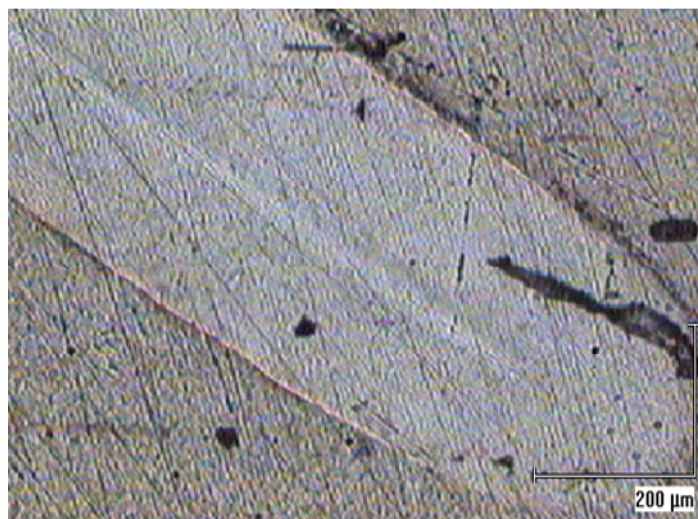


b.

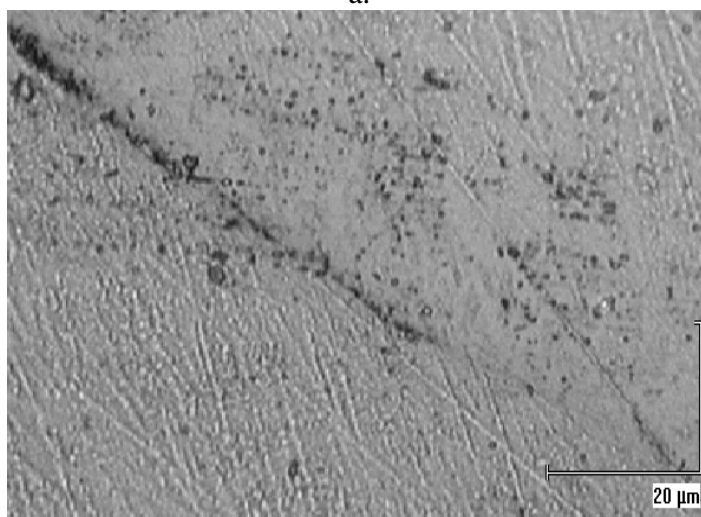


c.

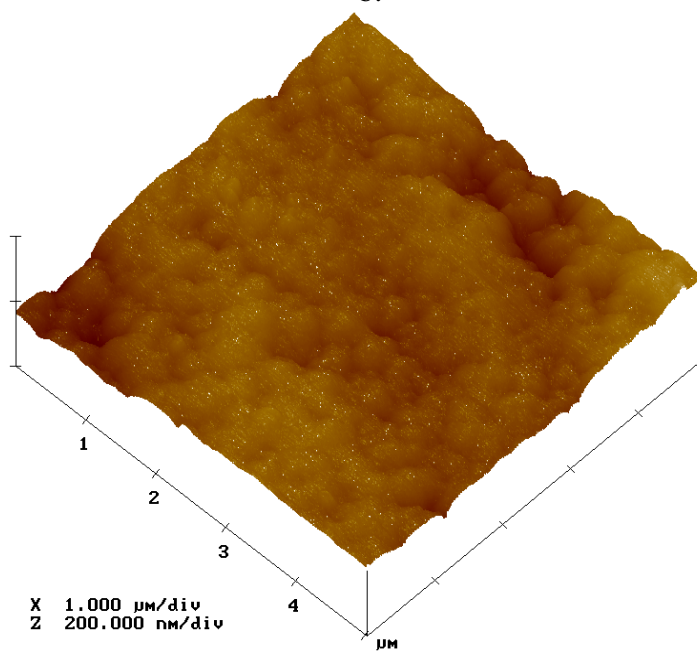
33. ábra. A vizsgált DLC bevonat felülete koptatás előtt (a - optikai, b - SEM, c - AFM felvétel)



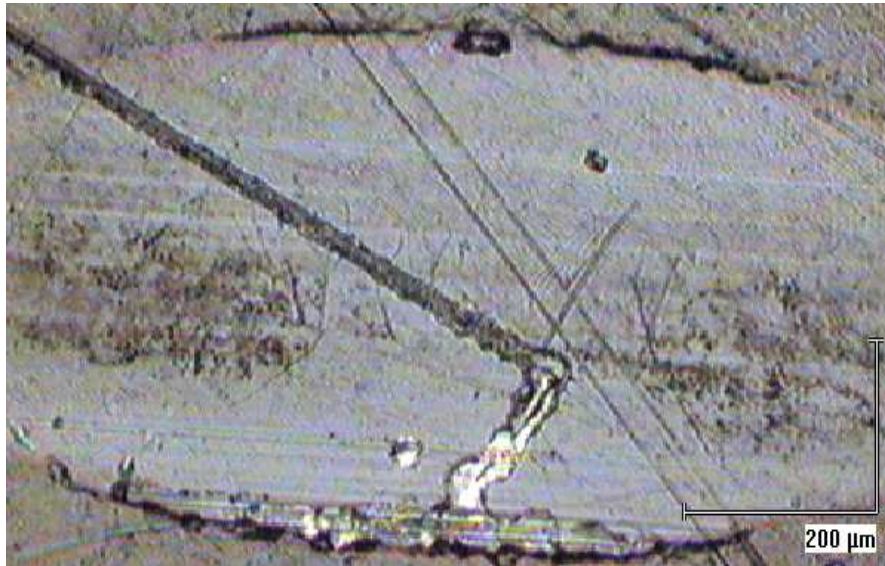
a.



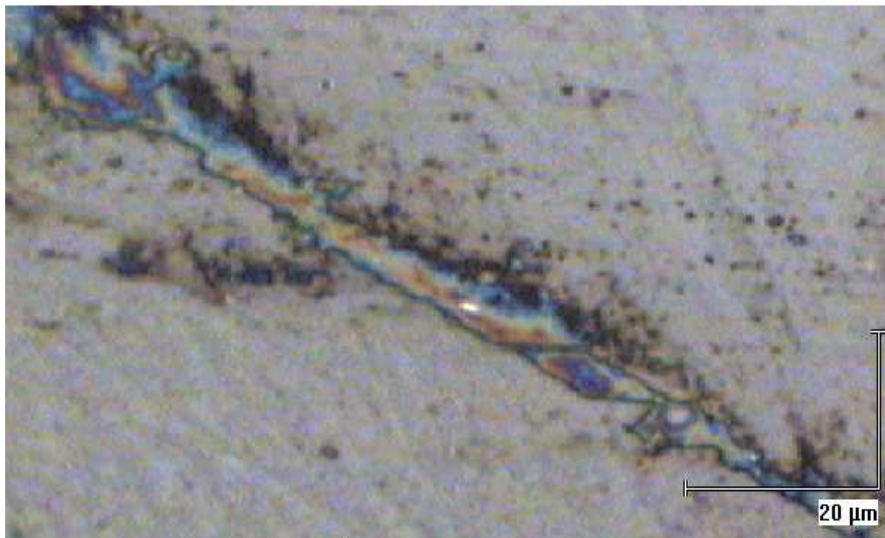
b.



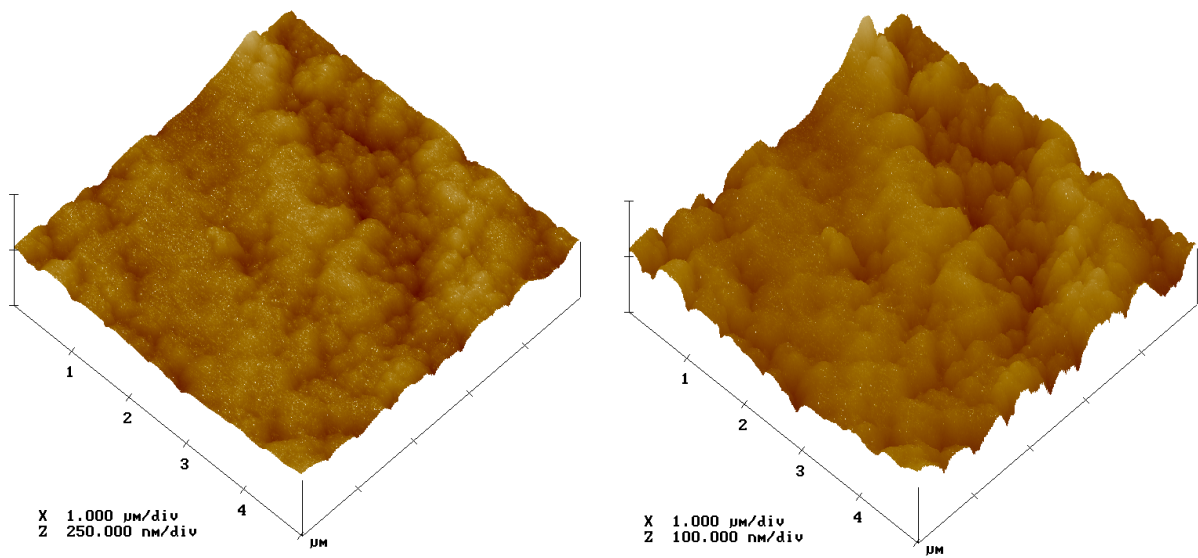
34. ábra. $\bar{\epsilon} = 7,9 \cdot 10^{-4}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom ($b=0,37$ mm, $F_N=20$ N)
(a - optikai, b - optikai, c - AFM felvétel)



a.

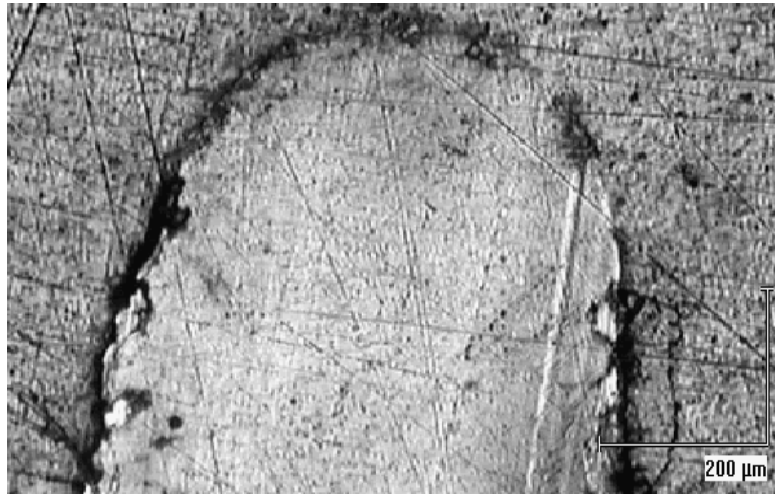


b.

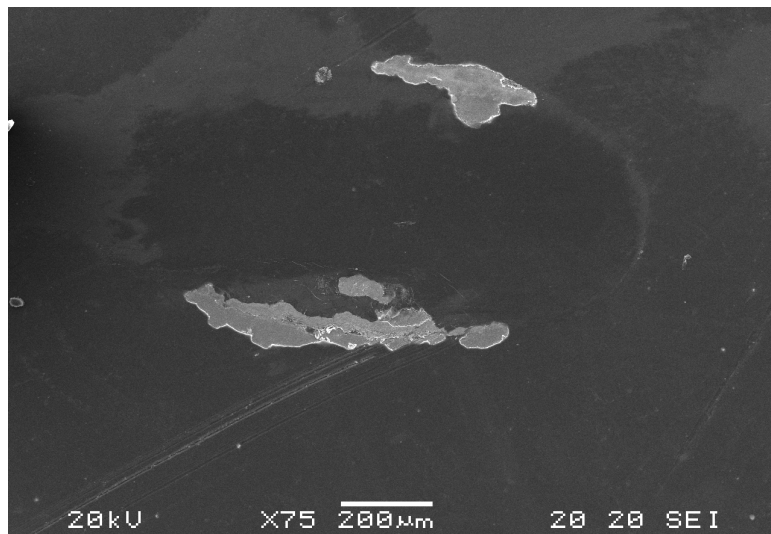


c.

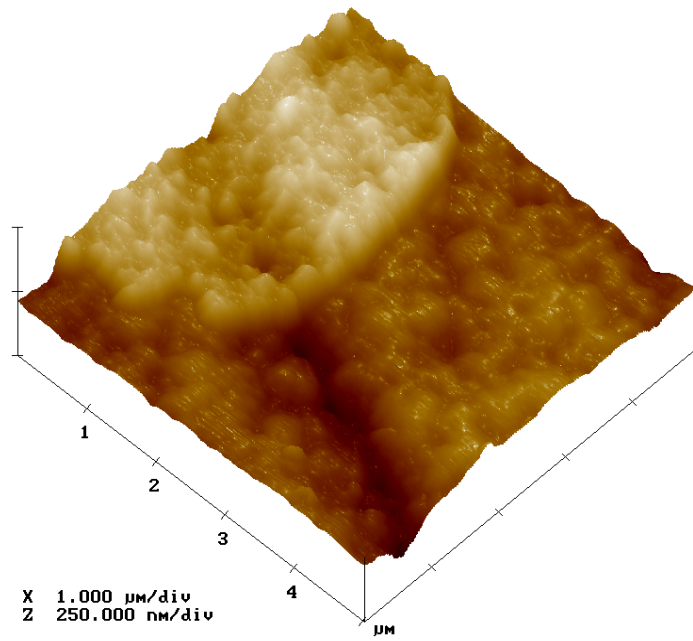
35. ábra. $\bar{\epsilon} = 1,6 \cdot 10^{-3}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom ($b=0,52$ mm, $F_N = 30$ N)
(a - optikai, b - optikai, c - AFM felvétel)



a.

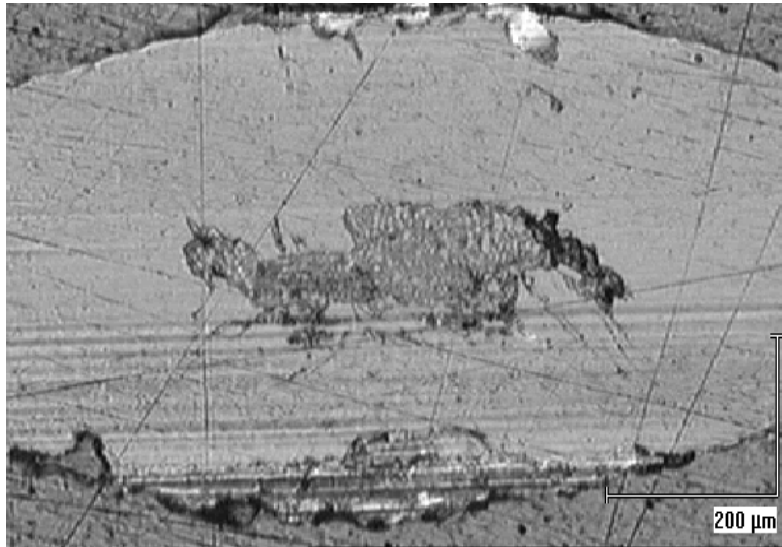


b.

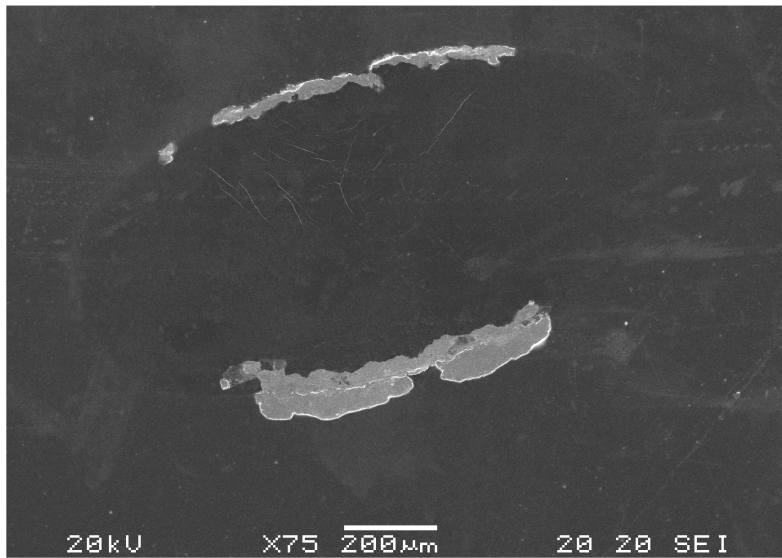


c.

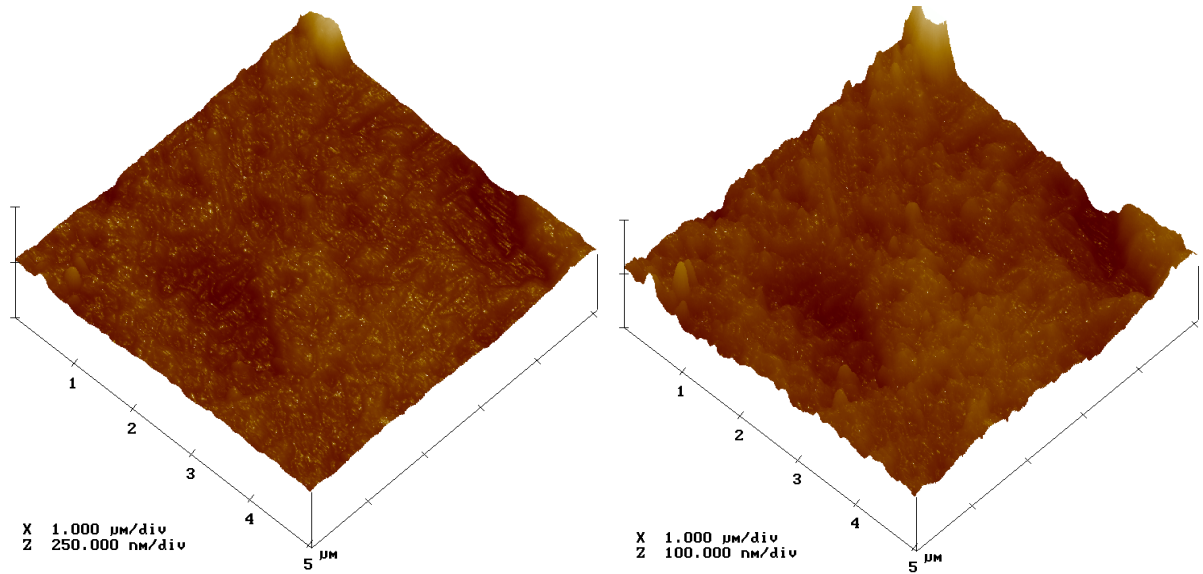
36. ábra. $\bar{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^{-3}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom ($b=0,62$ mm, $F_N=50$ N)
(a - optikai, b - SEM-BSE, c - AFM felvétel)



a.

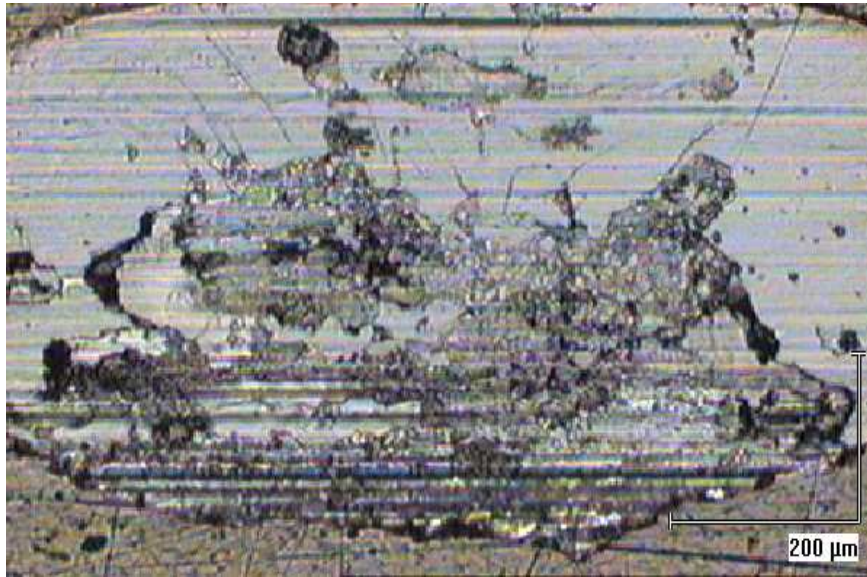


b.

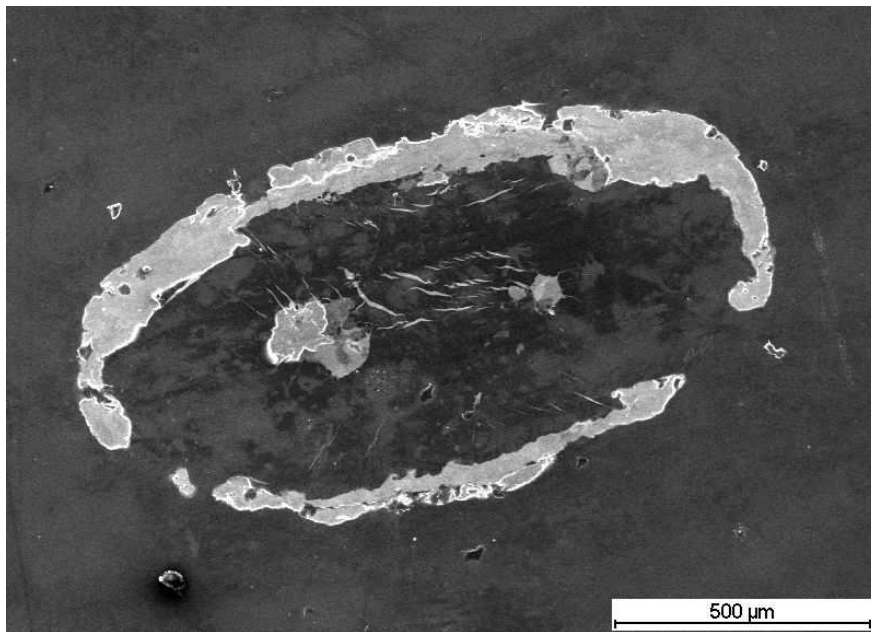


c.

37. ábra. $\bar{\epsilon} = 2,4 \cdot 10^{-3}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom ($b=0,65$ mm, $F_N=100$ N)
(a - optikai, b - SEM-BSE, c - AFM felvétel)



a.



b.

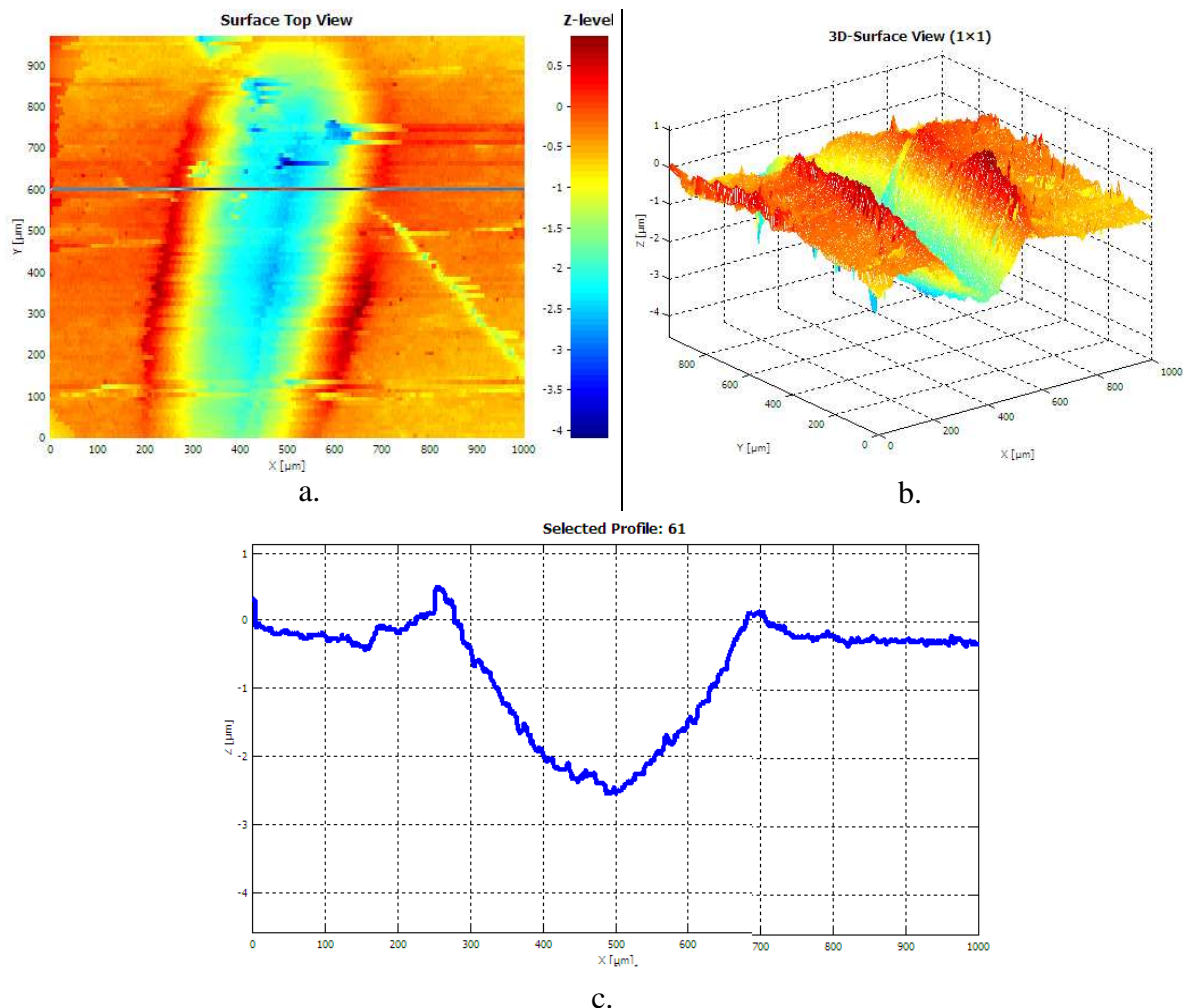
38. ábra. $\bar{\epsilon} = 2,6 \cdot 10^{-3}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom ($b=0,67$ mm, $F_N=170$ N)
(a - optikai, b - SEM-BSE felvétel)

Az egyes fajlagos alakváltozáshoz (terheléshez) tartozó kopásnyomokat külön-külön vizsgálva, megállapíthatjuk, hogy:

- a vizsgált DLC bevonat a klaszterekből képződött aggregátumok halmazából áll (33/b és 33/c képek), de a felületen helyenként diszkontinuitások is előfordulnak (33/b és 34/c képek),
- a súrlódó igénybevétel hatására a bevonat maradé alakváltozást szenvedett, kompaktálódott (34/a, 34/b és 34/c képek), de a bevonat felülete megtartotta az eredeti topográfiáját (a bevonat topográfiája a kopásnyomban is változatlanul megmaradtak),
- a terhelés növelésével megnőtt a kopásnyom szélessége és az alakváltozás mértéke, a bevonat szélén megjelentek a gyöngysor-formájú repedések (35/a, 35/b, 35/c képek),

- a terhelés további növelésével a gyöngysor-formájú repedésekből kiindulva a legnagyobb alakváltozás helyén (a bevonat szélén, a legszélesebb keresztmetszet környezetében) a bevonat lepattogzódott (36/a, 36/b és 36/c képek),
- a további terhelésnövekedés hatására a lepattogzódás a kopásnyom szélein folytatódott, és megjelentek a kopásnyom közepe felé irányuló haránt irányú repedések (37./a, 37/b képek). A kopásnyomban már nem láthatók az ép bevonatra jellemző aggregátumok (a "karfiolos" szerkezet), (37/c kép). A felületről lekopott részecskék a kopásnyom közepén harmadik testet alkotnak (37/a),
- a terhelés további növelésével a kopásnyom teljes pereme mentén lepattogzódott a bevonat. A haránt irányú repedések a kopásnyom közepén összeértek és a harmadik test abrazív hatásának eredményeképpen a kopásnyom közepén is megindult a bevonat intenzív lepattogzódása (38. ábra).

A kopásnyomok topológiai analíziséből levonható egyik fontos következtetés, hogy a bevonat a részecskeleválás megindulása előtt alakváltozott (kompaktálódott). A kompaktálódás mértékéről a 34. ábrán látható kopásnyom 3D profilometriai mérési eredményei adnak tájékoztatást (39. ábra).



39. ábra. $\bar{\epsilon} = 7,9 \cdot 10^{-4}$ fajlagos alakváltozáshoz tartozó kopásnyom 3D profilometriai vizsgálatának eredményei (a - a kopásnyom felülnézete, c - a kopásnyom keresztmetszetének profilja az a - képen bejelölt helyen)

További lényeges következtetés, hogy ugyanazokat a tönkremeneteli módokat ismerhettük fel a kopásnyomoknál is, amelyeket a karcvizsgálat során azonosítottunk. A bevonat elsődleges károsodási módjához (a gyöngysor-formájú repedések megjelenéséhez a kopásnyom peremén) tartozó fajlagos alakváltozás nagyságrendileg megegyezett a karcvizsgálattal meghatározott értékkel. Az ezt követő károsodások során, csakúgy, mint a karcvizsgálatnál, a kopásnyom szélessége, ezzel a bevonat fajlagos alakváltozása lényegében nem változott, viszont a bevonat a teljes pereme mentén lepattogzott, sőt a lepattogzódás a kopásnyom belsejére is kiterjedt, azaz hiába lehetett még a terhelést a bevonat átszakadásáig jelentősen növelni, a bevonat funkcionális élettartama az elsődleges tönkremenetel bekövetkeztéig tartott.

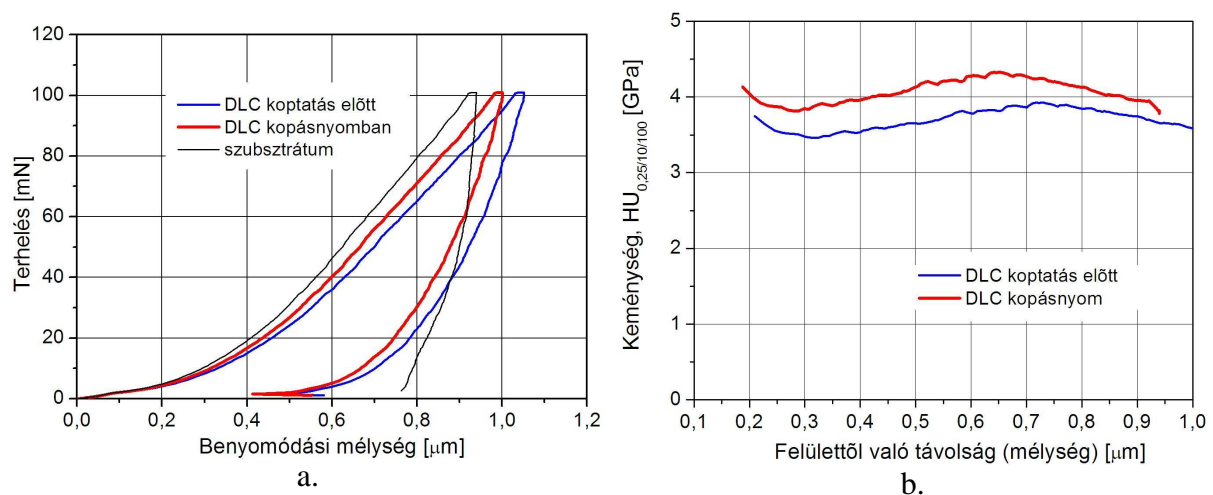
Amint a 34-38. képeken látható, a repedésképződés a kompaktálódás után indult meg, először a perem mentén (a hajlító- ill. húzó- és nyíró igénybevétel hatására, a bevonat alakváltozó képességének kimerülése után), azután kopásnyom belsejében, az ellendarab elmozdulásának irányára merőlegesen (a húzó-, nyomó- és nyíró igénybevétel együttes hatására, a kompaktálódott bevonat alakváltozó képességének kimerülése után). Ezt követően bekövetkezett a kopásnyom belsejének lepattogzódása (a felaprózódott bevonat lecsökkent adhéziója miatt), aminek következtében megindult az intenzív részecskeleválás, ezzel együtt a harmadik test képződés és az abrázio.

3.3.5. A bevonatban bekövetkezett szerkezeti változások vizsgálata

A bevonat alakváltozásának következtében bekövetkezett szerkezeti változások vizsgálatához a 35. ábrán látható kopásnyomot használtuk, mivel ez az igénybevételi állapot jelentette a bevonat funkcionális határállapotát.

3.3.5.1. Ultramikrokeménység vizsgálatok

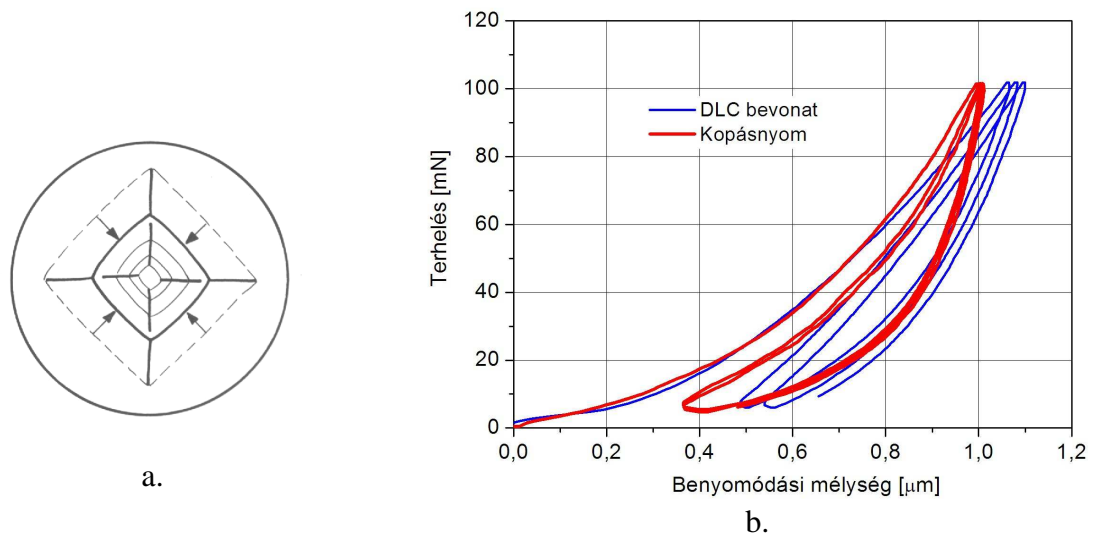
A kopásnyom és az eredeti bevonat felületközeli rétegének mechanikai tulajdonságait ultramikrokeménységméréssel vizsgáltuk. A méréseket Dr. Juhász András végezte az ELTE Természettudományi Karának Fizikai Intézetének Anyagfizikai Tanszékén, Shimadzu DUH 202 típusú vizsgálóberendezéssel, Vickers keménységmérő csúccsal, az alkalmazott terhelés 100 mN volt.



40. ábra. DLC bevonat ultramikrokeménység vizsgálatának eredménye (a - benyomódási görbék, b - a mikrokeménység változása a felület alatt)

A keménységvizsgálat alátámasztotta a kompaktálódással kapcsolatos feltételezéseinket (a 40/b. ábra görbéinek első, meredeken emelkedő szakaszát nem rajzoltam fel, mivel ez nem a bevonat valóságos keménységének, hanem az ún. "indentation size effect"-nek a következménye [77]). A görbék felterhelési és leterhelési ágai között lévő nagy különbség arra utal, hogy a benyomódás során a bevonat jelentős mértékben alakváltozott. A görbék meredeksége közötti kis különbség pedig azt mutatja, hogy a DLC bevonat a kopásnyomban (a kompaktálódás eredményeképpen) kismértékben, de szignifikánsan keményedett. A szubsztrátumnál valamivel lágyabb, szilárd kenőanyag jellegű bevonat benyomódási görbéinek jellege viszont nem változott. Ebből arra következtethetünk, hogy a kompaktálódás során az atomok közötti kötések nem változtak meg, feltehetően a klaszterek egymáshoz képesti elhelyezkedése változott a szorosabb illeszkedés irányába.

A benyomódás mikroszkópi vizsgálata során figyeltünk fel arra a jelenségre, hogy az érintetlen bevonat esetében megfigyelés ideje alatt a benyomódás kontúrja kisebb lett (41/a. ábra), a bevonat a leterhelés után néhány másodperccel relaxálódott. Ezt a relaxációt késleltetett rugalmas alakváltozásként értelmezhetjük és a klaszterek reverzibilis mozgásával magyarázhatjuk. A kopásnyomban végzett benyomódás vizsgálatoknál ezt a jelenséget nem tapasztaltuk. A ciklikus benyomódás vizsgálatok eredménye (41/b. ábra) alátámasztotta a megfigyelésünket. Az eredeti bevonat az ismételt benyomódás vizsgálat során "engedett", alakváltozott. A kopásnyomban ezt a jelenséget nem mutatják a görbék.

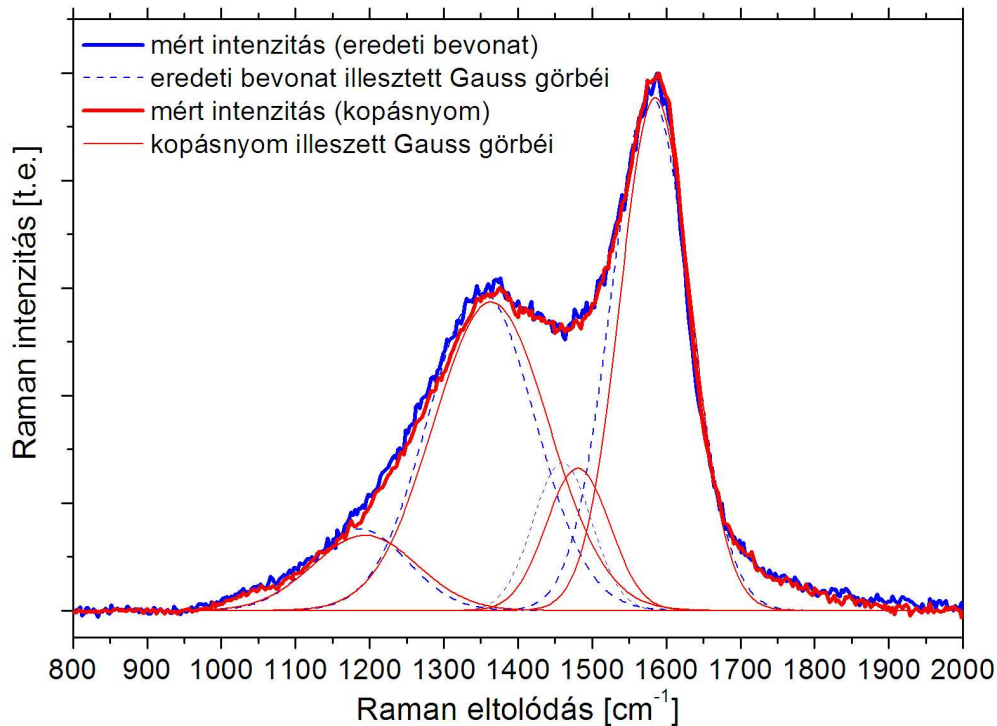


41. ábra. DLC bevonat ciklikus keménységvizsgálata (a - a behatolási nyom relaxációja, b - a ciklikus benyomódási görbék)

A ciklikus keménységvizsgálatok eredményeiből is arra következtethetünk, hogy a DLC bevonat alakváltozásra képes, és az alakváltozás következtében kismértékű keményedés következik be.

3.3.5.2. Raman spektroszkópiai vizsgálatok

Az elkészült bevonat Raman analízisének eredményét már a kopásvizsgálatok előtt bemutattam (27. ábra). Összehasonlításuképpen elvégeztük ugyanezt a vizsgálatot a 35. ábrán látható kopásnyomban is. Az eredményeket az sp^2 és sp^3 , valamint a H komponensek szempontjából, összesítve a 42. ábra mutatja.



| G csúcs | | | | D csúcs | | | | sp^2/sp^3 | H at% |
|---------------|-----|-----|------|---------------|-----|-----|------|-------------|------------|
| $\tilde{\nu}$ | A | w | at% | $\tilde{\nu}$ | A | w | at% | | |
| 1578 | 127 | 106 | 25 | 1351 | 107 | 143 | 21,2 | 1,18 | 0,538 |
| 1585 | 115 | 96 | 23.1 | 1364 | 112 | 155 | 22.5 | 1,03 | 0,544 |

42. ábra. A vizsgált DLC bevonat és a kopásnyom Raman intenzitás görbéi és a görbeillesztés számszerű eredményei (kék színnel jelölve a kiindulási állapotot, piros színnel jelölve a kopásnyomban kapott értékeket)

Az intenzitás görbék látszólag egybeesnek, a két spektrum jellegében megegyezik egymással, viszont úgy a D, mint a G sávok helye (és a másik kettőé is) a nagyobb hullámszám értékek felé toldott el, ami arra utal, hogy az sp^2 klaszterekben megnövekedett a gyűrűbe rendeződött atomok aránya. Ez egy orientációs rendeződésre utal, ami teljesen megegyezik azzal az eredménnyel, hogy a G csúcs félértékszélessége is csökkent. A súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező kompaktálódás során tehát az amorf szénréteg rendezettsége növekedett. Ennek a rendeződésnek nem mond ellent az, hogy a D csúcs félértékszélességének növekedése, ez ugyanis a belső feszültség növekedésére, ill. a kötések torzulására utal. Mindebből arra következtethetünk, hogy a súrlódás hatására a C-C kötésekben nem következett be számottevő változás, a kompaktálódás hatására viszont a kopásnyomban a kötéstorzulások léptek fel. A görbeillesztés számszerűeredményeinek kiértékelésével a különbség már szemléletesebbé tehető. A súrlódás okozta alakváltozás (kompaktálódás) hatására az sp^3 hibridizációjú atomok részarányának kismértékű növekedése mellett a bevonatban hidrogénvesztés következett be. Ezek a változások nem számottevők, hatásukat tekintve viszont a bevonat alakváltozó képességét csökkentik, elridegedését okozzák.

3.3.6. A hidrogénezett amorf karbon bevonatok javasolt alakváltozási mechanizmusa

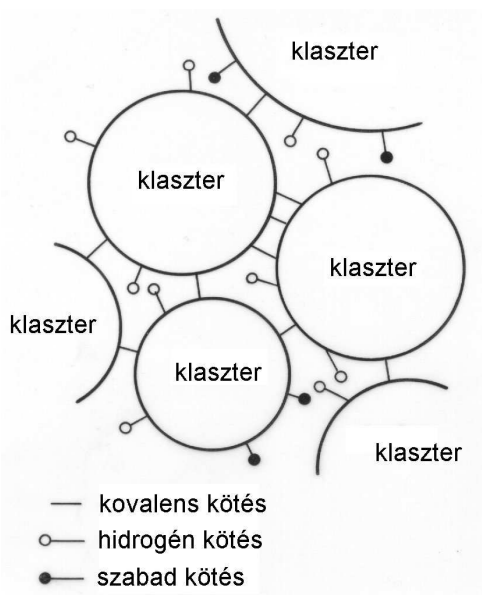
A hidrogénezett amorf karbon bevonatok alakváltozása a bevonat teljes tönkremeneteléig három szakaszból tevődik össze, miközben az egyes szakaszokra más és más alakváltozási mechanizmusok jellemzők. Amennyiben a klaszterek mozgása a sűrűlódás során nyomon követhető lenne, azt tapasztalhatnánk, hogy a sűrűlódási erő által közvetlenül terhelt klaszterek egy része az őket alkotó kötéstávolságok átmeneti változásával rugalmasan változtatja alakját, más részük pedig ún. "bogáncsszerű" elmozdulással (a kifejezés néhai Dr. Pócsik István fizikustól származik) a számukra kedvezőbb konfiguráció felé elmozdul.

A bevonat rugalmas alakváltozása a klasztereken belüli kötэшosszak reverzibilis változásának következménye. A kötэшossz változást az sp^2 hibridizációjú szénatomok esetében a kötések nyújtó (43/a. ábra) és lélegző rezgése (43/b. ábra) okozza [78].

a. b.
43. ábra. sp^2 hibridizációjú szénatomok kötэшossz változásai (a - nyújtási-, b - lélegző rezgés)

A 41. ábrával kapcsolatban megállapítottuk, hogy a DLC bevonat rugalmas alakváltozása kiegészült egy késleltetett rugalmas alakváltozással (relaxációval) is, amely a klaszterek reverzibilis elmozdulásával magyarázható.

A bevonat maradó alakváltozása a klaszterek, ill. a klaszterekből álló aggregátumok irreverzibilis, a sűrűbb illeszkedésű formáció felé tett "bogáncsszerű" elmozdulásának következménye (44. ábra).



44. ábra. sp^2 hibridizációjú szénatomokból álló klaszterek "bogáncsszerű" elmozdulása

A bogáncsszerű mechanizmuson a klaszterek, ill. a klaszterekből álló aggregátumok olyan egymás körüli elmozdulását, elfordulását érzük, amikor a korábbi láncok kovalens C–C kötése felszakadnak és újabbak jönnek létre és a H atomok átrendeződnek az új helyzetnek megfelelően, miközben a klaszterek egymáshoz rögzített „kötött” állapota folyamatosan fennáll. A bogáncs szűrős termése tud ilyen módon összetapadni. Kiálló klaszterek tudnak ilyen módon benyomódni egy mellettük lévő üregbe, növelve a környezetük koordinációs számait is és fokozva az anyag sűrűségét, amely a bevonat keményedését okozza. A klaszterek legsűrűbb illeszkedésű formációjának elérésével a bevonat alakváltozó képessége kimerül, további alakváltozás csak töréssel, ill. repedésképződéssel lehetséges.

3.3.7. A DLC bevonatok vizsgálatával kapott új eredmények

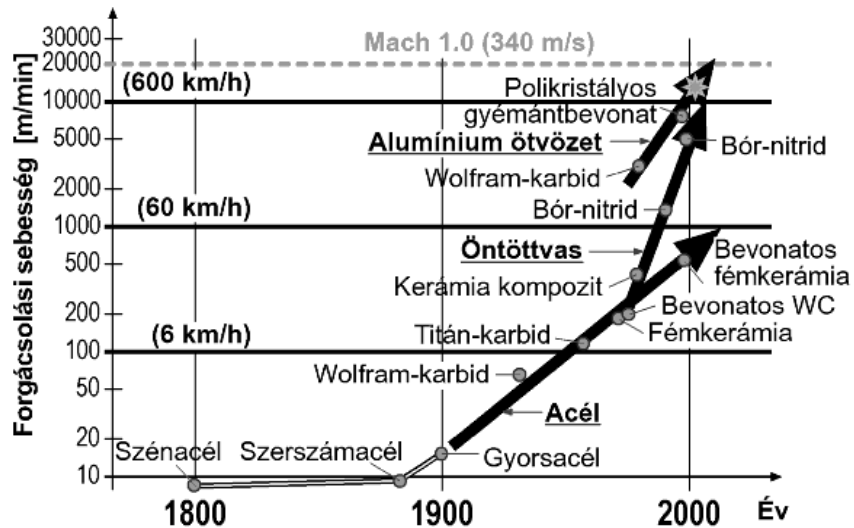
Vizsgálataimmal kimutattam, hogy a hidrogénezett amorf karbon bevonatok szerkezete megváltozik a súrlódási igénybevétel hatására. A bevonat kompaktálódása során az sp^2/sp^3 arány csökkent, tehát nőtt az sp^3 szénatomok aránya (a bevonat a súrlódás hatására egyre "gyémántszerűbbé" vált), ami a bevonat elridegedéséhez vezetett. Javaslatot tettem a hidrogénezett amorf karbon bevonatok alakváltozási mechanizmusának magyarázatára, valamint az alakváltozó képesség kísérleti úton való meghatározására.

3.4. Polikristályos gyémánt bevonatok súrlódó felületi rétegének vizsgálata

1998-tól 2006-ig MTA-CNRS és TÉT Balaton által támogatott kutatási együttműködésünk volt a Metz-i egyetem (INPL - Institut National Polytechnique de Lorraine) ERMES-LPMM (Equipe de Recherche en Mécanique et Energétique des Surfaces - Laboratoire de Physique et de Mécanique des Matériaux) laboratóriumával, aminek korábbi vezetője, Daniel Paulmier professzor egy olyan eljárást fejlesztett ki, amelynek segítségével WC szubsztrátumon különböző orientáltságú polikristályos gyémánt bevonatok hozhatók létre. Az együttműködés keretében a bevonatokkal végzett kopásvizsgálatok numerikus szimulációjával, a bevonatok terhelhetőségi kérdéseivel és a bevonatokban a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkezett változások vizsgálatával foglalkoztam.

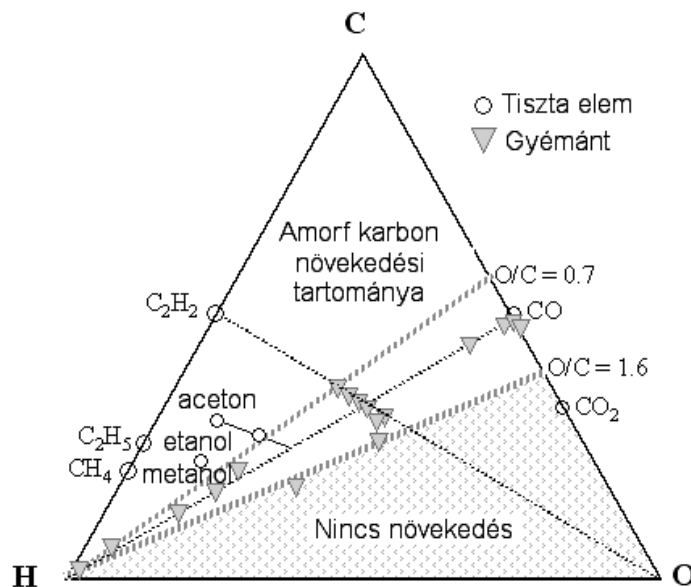
A természetes gyémántot szerszámanyagként először a XVII. században, Velencében kezdték használni az üvegvágásnál. Felhasználási területe a XX. sz. elejétől kezdve két további technológiával bővült, talajfúráshoz és az izzókban alkalmazott wolframszálak húzásához is természetes gyémántot használtak.

A gyémánt bevonatok iránti igényt elsősorban a járműipar által felhasznált Al-, Mg- és Ti-ötvözetek, valamint kompozit anyagok széleskörű elterjedése váltotta ki. A karbon alapú bevonatok egyik speciális típusát jelentő polikristályos gyémánt bevonatok a legkorszerűbb forgácsoló szerszámok, ill. lapkák bevonatául szolgálnak.



45. ábra. Forgácsoláshoz alkalmazott szerszám- és bevonatanyagok fejlődése [79]

A polikristályos gyémánt bevonatok előállításának számos technológiája ismert. A Metz-i Egyetem ERMES-LPMM laboratóriumában kifejlesztett gázfáklyás eljárásnak legnagyobb előnye, hogy a hagyományos lánghegesztési eljárásra épül [80,81]. Nincs szükség sem vákuumra, sem védőgázra, az acetilén és oxigén keverék égéshőjét használják a bevonatkészítés energiaforrásaként, és a keverék összetételével szabályozzák a gyémántkristályok növekedését.



46. ábra. Gyémánt bevonatok lehetséges keletkezési helye a szén-hidrogén-oxigén egyensúlyi diagramon belül [82] (pirossal jelzett terület a gázfáklyás eljárás helyét mutatja)

A gázfáklyás eljárással előállított amorf karbon és polikristályos gyémánt bevonatok közös jellemzője, hogy létrejöttek szénhidrogén molekulák felbontásából keletkező szénatomok új kötéstípussal való újraegyesülésének köszönhető. Amennyiben a bevonatkészítés során az összes felszabaduló hidrogént elégetik és az égési hőt a szénatomok aktiválására használják, a szénatomok között sp^3 kötéstípus alakul ki, és a szubsztrátum felületén polikristályos gyémánt bevonat képződik.

A polikristályos gyémánt bevonatok egyik legfontosabb sajátossága, hogy a gyémántkristály nukleációja szénatomok aktiválásával indul meg, tehát szubsztrátum célszerűen csak kARBONT nagy mennyiségben tartalmazó anyag lehet. A gyakorlatban a szubsztrátum anyaga majdnem mindig wolframkarbid alapú keményfém. A polikristályos gyémánt bevonatnál nem alkalmaznak alapbevonatot, sőt a megfelelő erősségű kötés érdekében a bevonat alatti felületről a keményfém kötőanyagául használt kobaltot maratással eltávolítják. Itt kell megjegyeznünk, hogy ez a maratás után kialakult kobaltszegény határréteg lesz a bevonat leggyengébb része.

A bevonatkészítés technológiai paramétereinek változtatásával a gyémántkristályok növekedése irányítható, így tribológiai szempontból is különböző bevonatok készíthetők. A gyémántkristály két jellemző síkja az {111} és az {100} sík. A növekedési tényező ($R=V_{\{1,0,0\}}/V_{\{1,1,1\}}$) függvényében olyan polikristályos bevonatok készíthetők, amelynek külső felületét döntő részben a gyémántkristályok {111} vagy {100} síkjai borítják.

48. ábra. Gyémánt kristály kialakulása a növekedési tényező függvényében [83]

A kifejlesztett gázfáklyás eljárással, 140-400 $\mu\text{m/h}$ növekedési sebességgel, az adott szubsztrátumon homogén orientációjú polikristályos bevonat készíthető (49. ábra), miközben a WC szubsztrátum hőmérséklete 500-900°C-ra emelkedik.

{111}

{110}

{100}

49. ábra. Gázfáklyás eljárással előállítható polikristályos gyémánt bevonatok [84]

Szabálytalan élgeometriájú forgácsoló szerszámhoz az {111}, ill. {110} irányítottágú kristályokból álló bevonat javasolt, míg szabályos élgeometriájú szerszám esetén az {100} irányítottágú bevonat a legkedvezőbb. Kísérleti úton is és a numerikus szimuláció módszerével bizonyítottuk, hogy a legkisebb súrlódási tényezőt és a legnagyobb terhelhetőséget az {100} irányítottágú bevonat eredményezi [85,86].

3.4.1. Gyémánt bevonatok tribológiai sajátosságainak vizsgálata

A gyémántbevonatok jellegzetes súrlódási sajátossága, hogy a lokális súrlódási igénybevétel hatására a gyémántrácsban elhelyezkedő atomok közül lehetnek olyanok, amelyek kötéstípusa a térbeli sp^3 -ról síkbeli sp^2 -re változik, aminek következtében a bevonat az adott rácshely környezetében amorfizálódhat vagy grafitizálódhat. Így a bevonat globális tulajdonságainak megváltozása nélkül, az elektronpályák irreverzibilis átrendeződésével képes a súrlódási folyamatot lokálisan kedvezően befolyásolni. Tekintettel viszont arra, hogy a gyémántkristály a kötэшossz változással járó rugalmas alakváltozáson kívül más alakváltozásra nem képes, a súrlódási folyamatot más módon befolyásolni nem tudja, így a gyémántbevonat súrlódási tényezője viszonylag nagy a többi ismert bevonattípuséhoz képest [87].

Másik jellegzetessége ezeknek a bevonatoknak, hogy a gyémántkristályok növekedése során, ill. a bevonatképződés befejeztével (a lehűléskor), a bevonat és a szubsztrátum különböző hőtágulási tényezője és a bevonatképződés nagy hőmérséklete miatt a bevonatban igen jelentős nyomó feszültségek ébrednek, amelyek egy meghatározott rétegvastagság elérése után külső mechanikai igénybevétel nélkül is a bevonat lepattogzódását eredményezhetik [89].

A feni jelenségeket egyrészt kísérleti úton, tű-korong típusú kopásvizsgálatok próbatestein, ill. polikristályos gyémántbevonattal ellátott, kereskedelmi váltólapkán vizsgáltam, másrészt a tű-korong vizsgálat végeselemes szimulációjának segítségével numerikusan is elemeztem.

3.4.2. Polikristályos gyémántbevonattal végzett súrlódásvizsgálatok

A tű-korong súrlódásvizsgálatot CSM tribométerrel, részben az INPL-ERMES-LPMM laboratóriumában, Nancy-ban, részben pedig az Institut de Chimie des Surfaces et Interfaces (ICHSI) laboratóriumában, Mulhouse-ban Dr. Marjorie Schmitt végezte. A bevonattal ellátott, rögzített próbatest egy 8 mm átmérőjű, félgömb lekerékítésű, WC henger (összetétele: 88% WC, 10% Co and 2% TiC/TaC, keménysége 72 HCR), aminek a félgömb felületére növesztették a bevonatot. A bevonat alapvetően {100} orientációjú, az átlagos szemcseméret 5-8 μm , a bevonat érdessége 0,4 μm , átlagos vastagsága 6...8 μm volt. A forgó tárcsa átmérője 57 mm, vastagsága 8 mm, anyaga az álló próbatest anyagával megegyező keményfém (bevonat nélkül). A vizsgálatokat szobahőmérsékleten és 200°C-on (tárcsa hőmérséklet), 2-5-(7) N normálerő alkalmazásával, 0,1 m/s csúszási sebességgel és 30 perc vizsgálati idővel végezték. A mérések során a súrlódási erő és a normálerő hányadosának változását rögzítették az idő függvényében, az ebből meghatározott átlagos súrlódási tényező értékeket az 3. táblázat tartalmazza.

| | 2N | 5N | 7N |
|-------|------|------|----------------|
| 20°C | 0,55 | 0,58 | nem volt mérés |
| 200°C | 0,61 | 0,63 | 0,65 |

3. táblázat. A polikristályos gyémántbevonat tú-korong vizsgálata során kapott átlagos súrlódási tényezők

A forgácsolási vizsgálatot kereskedelmi, polikristályos gyémántbevonatú váltólapkával (SDHT 1204 AEFN ALC), AZ91 magnéziumötvözet marásával, a BME Járműgyártás és -javítás Tanszékén Dr. Szmeikál Attila végezte (forgácsolási sebesség: 330 m/min, előtolás: 0,2 mm, fogásmélység: 1 mm, forgácsolási úthossz: 78 mm/ford., ciklusszám: 105).

3.4.3. A polikristályos gyémántbevonatok Raman vizsgálata

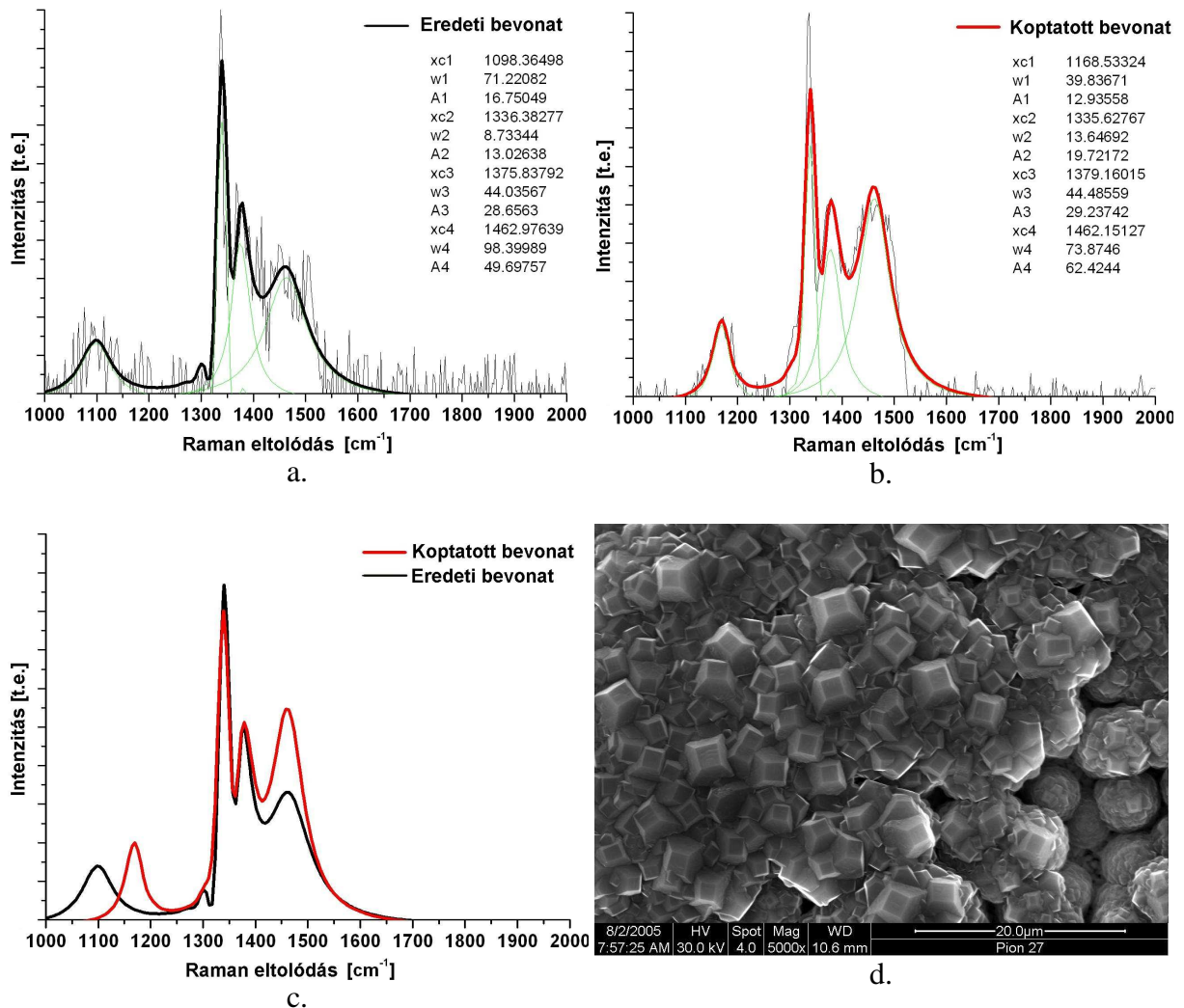
A kopásvizsgálatoknál használt, félgömb végű hengeres próbatestek Raman spektrumát részben a Mulhouse-i ICHSI-ben (Dr. Marjorie Schmitt), részben az MTA SZFKI-ban (Dr. Veres Miklós) mérték, a spektrumok kiértékelését én végeztem. Az alkalmazott gerjesztő fényforrás mindkét esetben 488 nm hullámhosszúságú Ar-ion lézer volt.

A polikristályos gyémánt egy kompozit anyag, amelyben a gyémántszemcséket egy amorf fázis köti össze. Így a görbeillesztés során az alábbi hullámszámú sávokat vettem figyelembe:

- gyémánt (1333 cm^{-1}),
- amorf karbon (D és G csúcsa, ~ 1350 és 1580 cm^{-1}),
- a gyémánt sávját (1333 cm^{-1}) kíséző, nano- vagy hexagonális kristályosodású gyémánt, vagy a gyémántkristály felületén lévő sp^2 hibridizációjú transzpoliacetilén láncok jelenlétére utaló sávok (~ 1150 , ~ 1450 és $\sim 1524\text{ cm}^{-1}$).

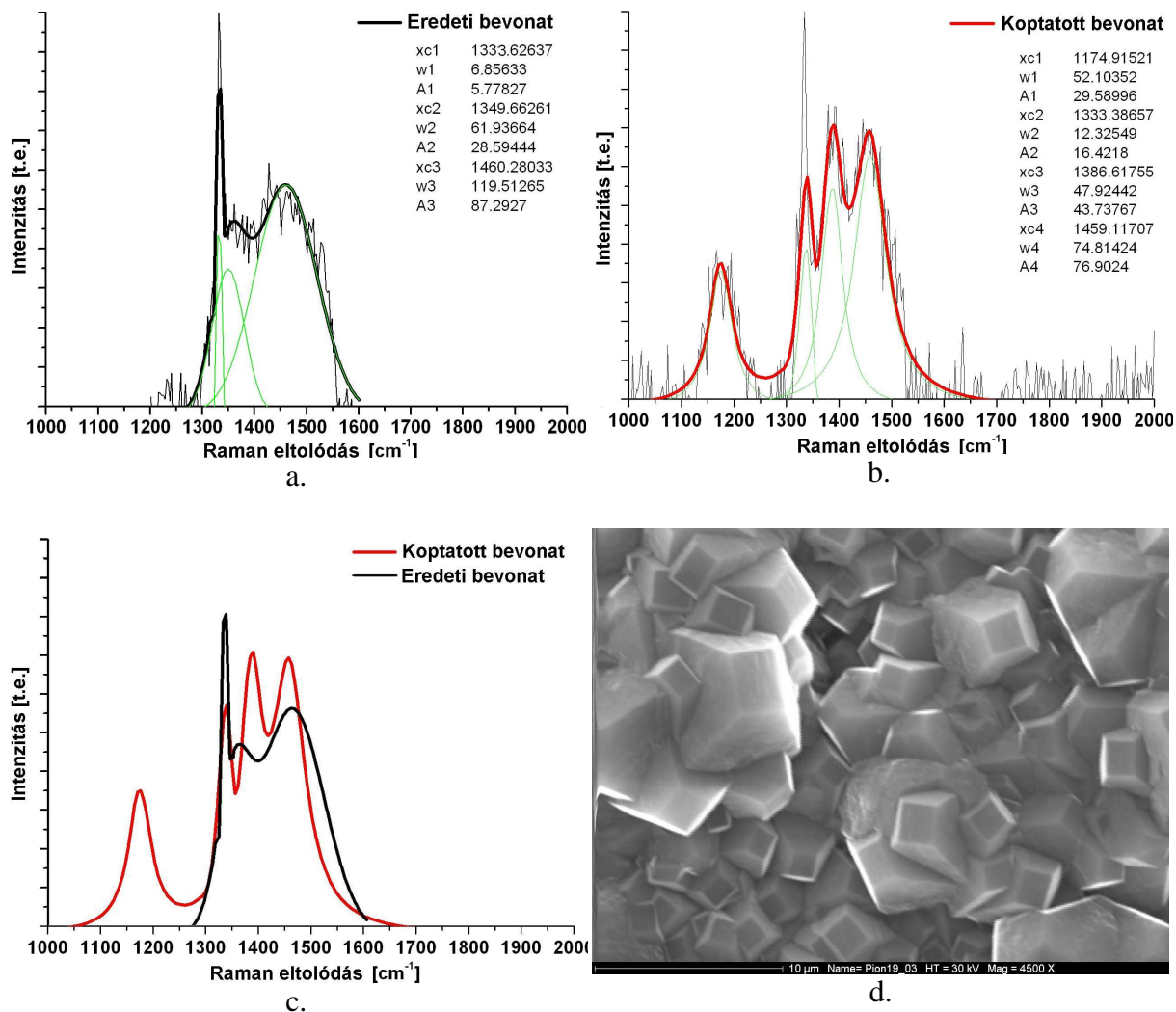
A mért spektrumokra való görbeillesztés a fenti azonosítható 4 (esetenként 5) csúcs figyelembevételével, Lorentz-függvények segítségével sikerült, így az illesztett görbék alakja eltér az amorf karbon anyagok megszokott görbétől. A görbék mindig csak az adott bevonat (próbatest) esetében hasonlíthatók össze egymással (koptatás előtt - koptatás után), mert amint a mikroszkópi felvételek mutatják, az azonos orientáltságú bevonatok között helyenként jelentős eltérések tapasztalhatók.

Az 50-60. ábrákon mutatom be a különböző hőfokon és különböző terhelés mellett végzett súrlódás vizsgálatok gyémántbevonattal ellátott próbatestjeinek Raman spektrumait. Az ábrák csoportosíthatósága és jobb áttekinthetősége érdekében a görbeillesztés eredményeit a görbékkel együtt tüntettem fel. Külön ábrán hasonlítottam viszont össze az illesztett görbéket egymással, ezekből a változások jellege jobban követhető.



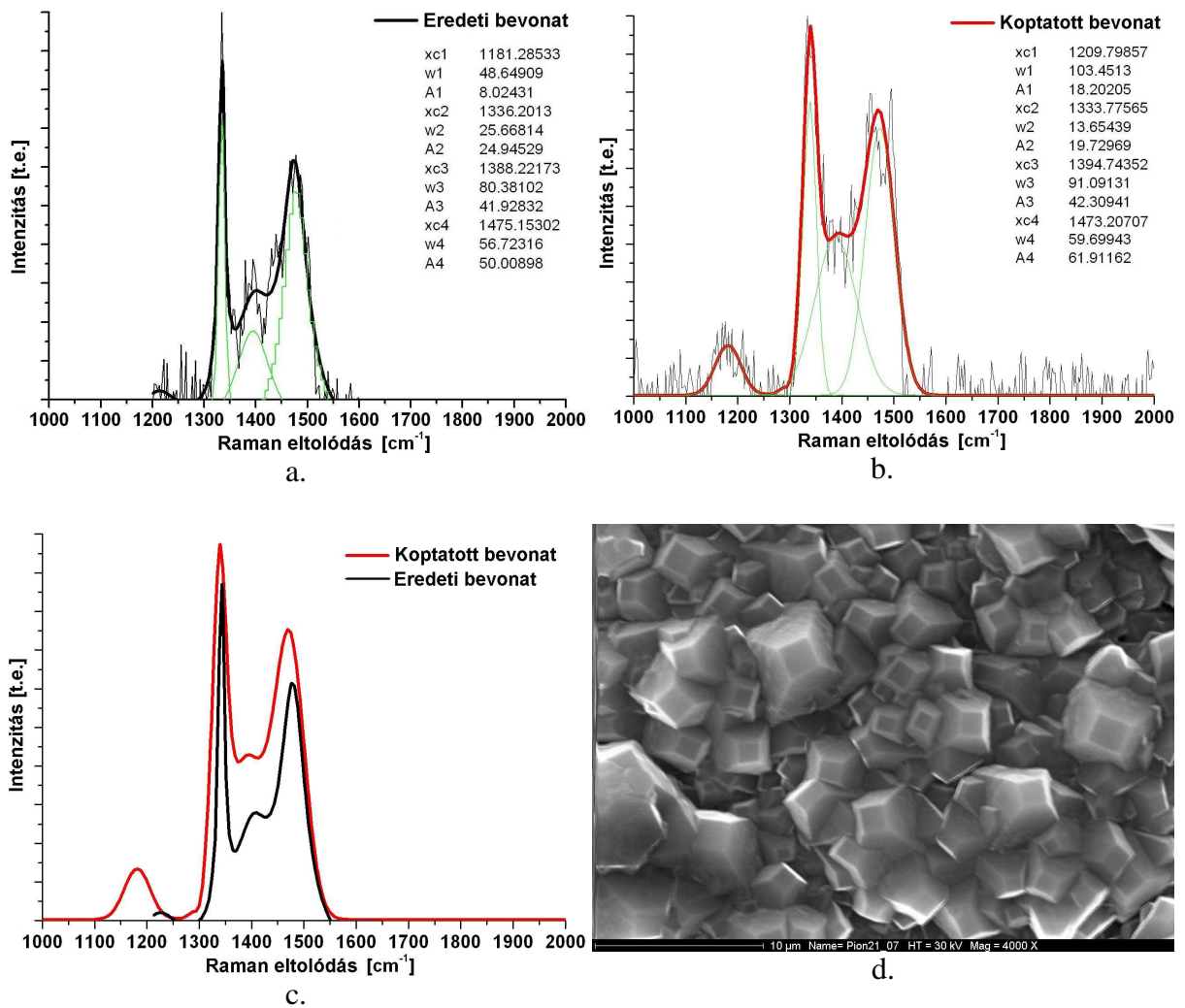
50. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú próbatest Raman spektrumai (20°C, 2 N) (a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a koptatás előtt)

A bevonat kiinduló állapotában (50/a.) mikrokristályos gyémánt, a polikristályos szerkezetre utaló 1450 cm^{-1} sávval. A sűrűlési igénybevétel hatására a spektrum 1 cm^{-1} értékkel a kisebb hullámszámok felé tolodott el, amelyből a bevonatban lévő maradófeszültségek csökkenésére lehet következtetni. A ~1150 cm^{-1} csúcs eltolódása a sűrűlés utáni spektrumban a gyémántkristályok felületén lévő gyűrűk és láncok átrendeződésére utal.



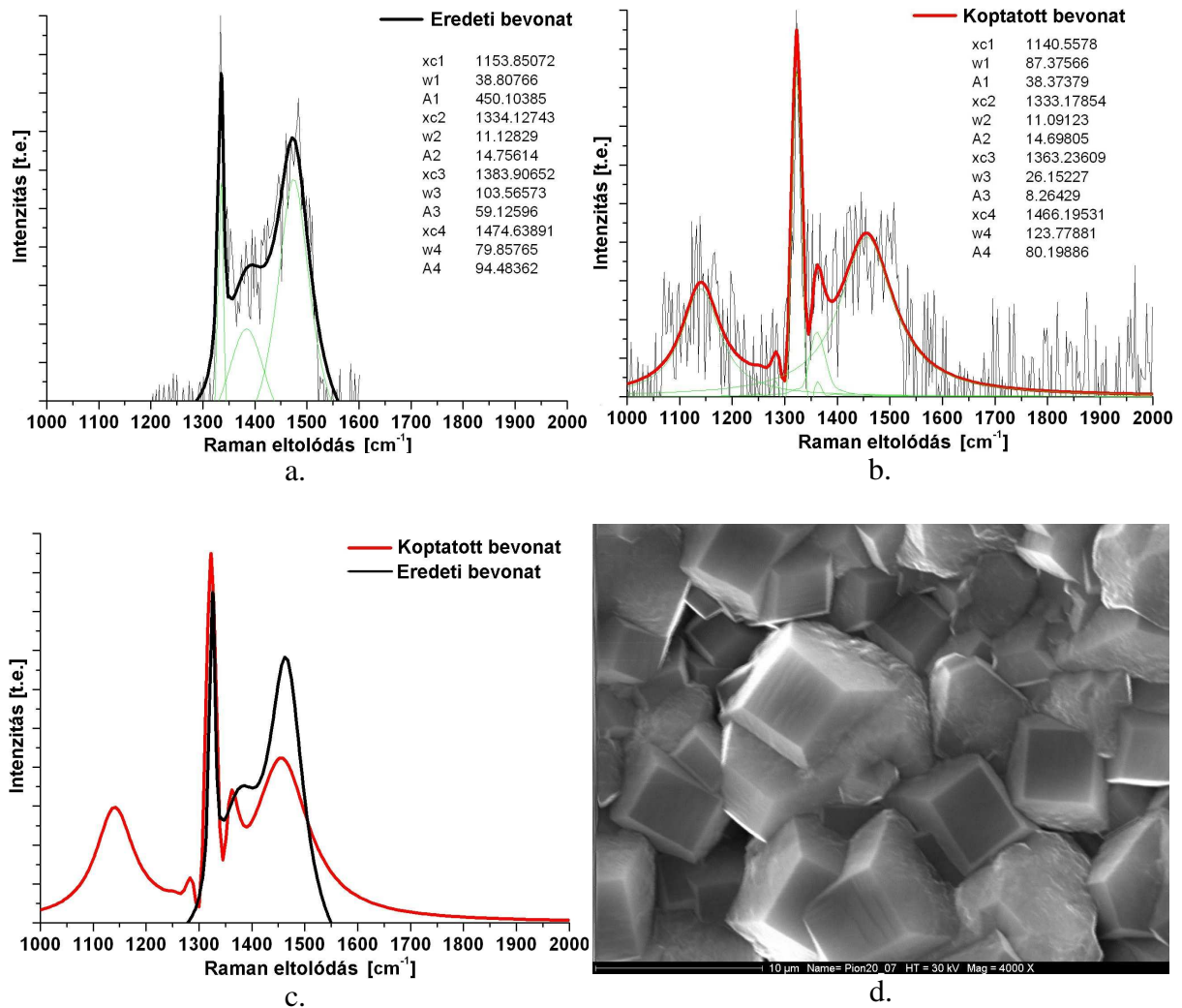
51. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú próbatest Raman spektrumai (20°C, 5 N)
(a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a koptatás előtt)

A nagyobb terhelés hatására az amorf karbon sávok intenzitása megnőtt (51. ábra), amiből a bevonat lokális amorfizációjára következtethetünk. Nem változtak viszont szignifikánsan a gyémánt és a D csúcs hullámszámait. A súrlódási igénybevétel hatására megerősödött a spektrumban a gyémánt sávját kísérő, a gyémántkristály felületén lévő sp^2 hibridizációjú transzpoliacetilén gyűrűkre utaló sáv is.



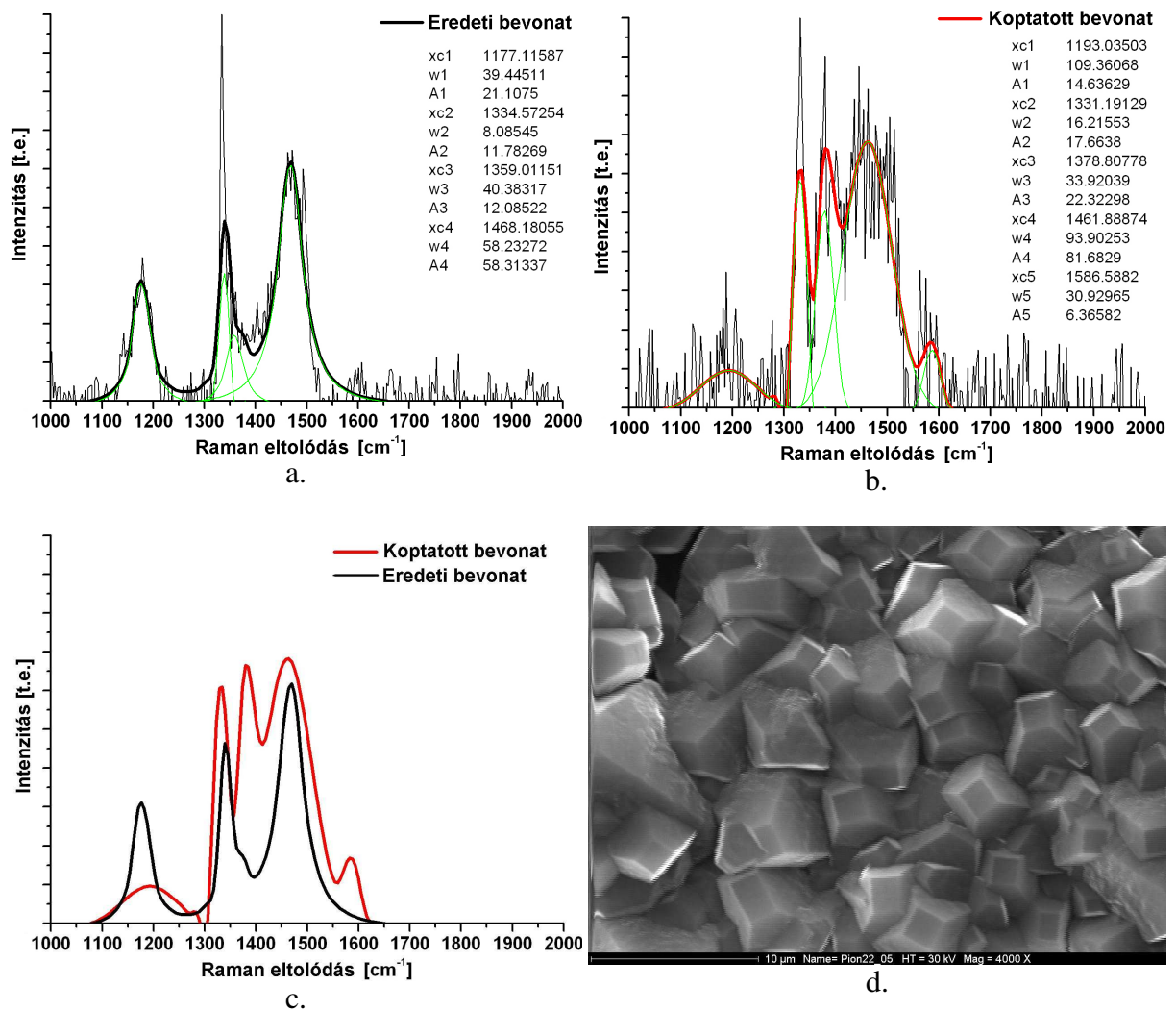
52. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú próbatest Raman spektrumai (200°C, 2 N)
(a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a koptatás előtt)

A nagyobb hőmérsékleten végzett vizsgálatok során kapott spektrumokkal (52. ábra) kapcsolatban megállapítható, hogy terhelés hatására az amorf karbon intenzitása lecsökkent, megjelent a spektrumban a gyémánt sávját kísérő, a gyémántkristály felületén lévő sp^2 hibridizációjú transzpoliacetilén láncokra utaló csúcs, továbbá a súrlódási igénybevétel hatására a csúcsok nagy része a kisebb hullámszámok felé tolódott el (1337→1334 és 1475→1473 cm^{-1}). Ez utóbbi arra enged következtetni, hogy a nagyobb üzemi (súrlódási) hőmérséklet hatására a bevonat növekedéséből származó maradófeszültségek egy része leépült.



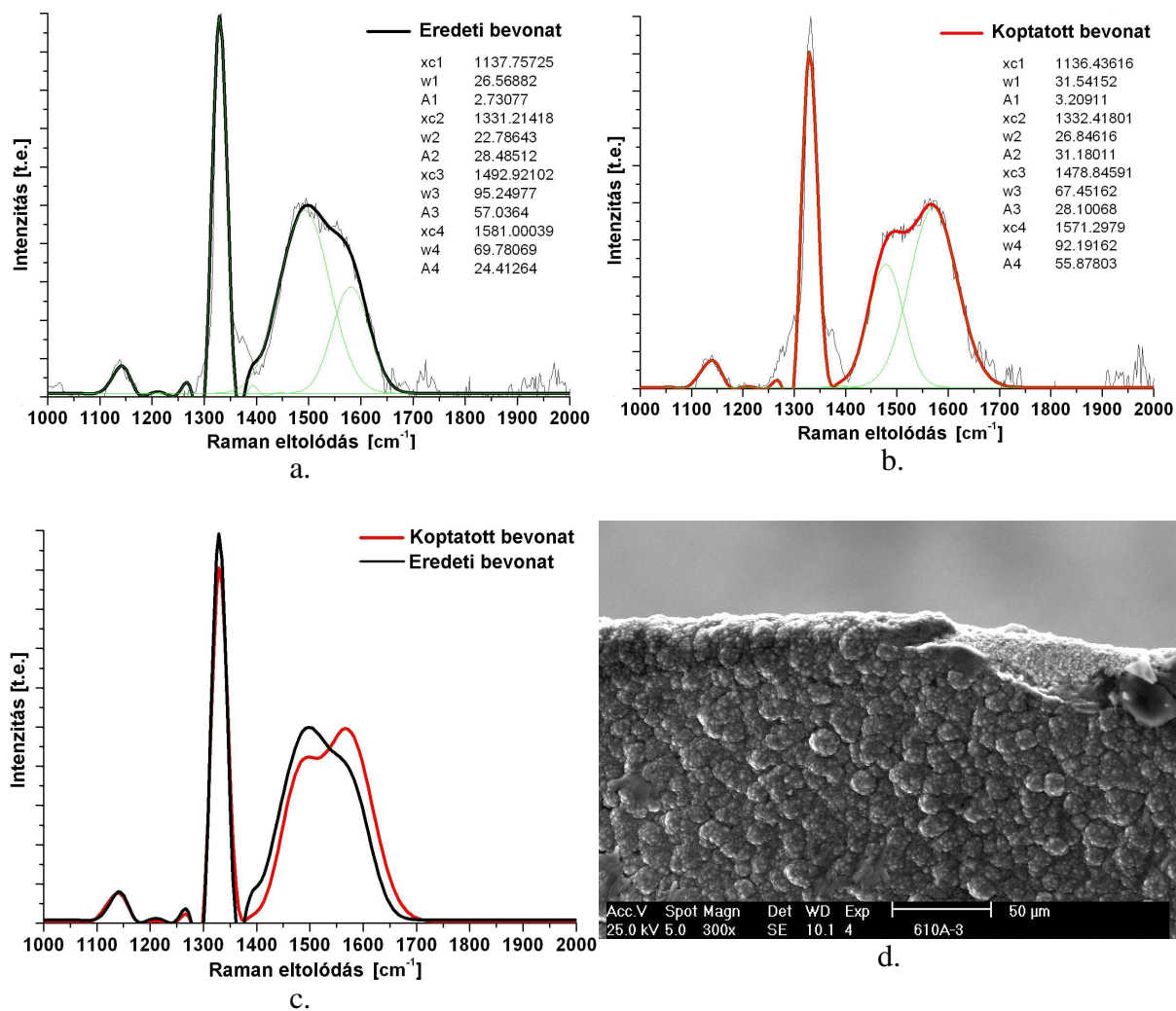
53. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú próbatest Raman spektrumai (200°C, 5 N)
(a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a koptatás előtt)

Hasonló jelenség figyelhető meg 200°C-on, 5 N normálerő mellett végzett vizsgálatok után is (8. ábra). A spektrum a kisebb hullámszámok felé tolódott el (1334 → 1333 cm⁻¹, ill. 1475 → 1466 cm⁻¹). Az eltolódás mértéke nagyobb volt, mint a 2 N normálerő esetében. Az eltolódással együtt ebben az esetben is megjelent az 1140 cm⁻¹ csúcs is, valamint jelentősen megnőtt a D sáv félértékszélessége. Ezekből arra következtethetünk, egyrészt, hogy a bevonatban a maradófeszültség lecsökkent, másrészt, hogy a vizsgált pontban a polikristályos gyémánt bevonat kristályos rendezettsége is csökkent.



54. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú próbatest Raman spektrumai (200°C, 7 N) (a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a koptatás előtt)

Az 54. ábra mért és az illesztett görbéi között látható különbség görbeillesztési hiba. Ha a gyémánt hegyes csúcsára illesztjük a görbét, akkor a többi csúcs nem lesz értékelhető, ha pedig mért spektrum összes csúcsát ki akarjuk értékelni, akkor a hegyes csúcsot nem követi az illesztett görbe. A számszerű adatokból látható, hogy a 200°C-os hőmérséklet hatására a súrlódásvizsgálat után kapott spektrum ebben az esetben is a kisebb hullámszám felé tolódott (1334 → 1331 cm⁻¹, ill. 1468 → 1461 cm⁻¹), ami a maradófeszültségek leépülését jelzi. A terhelés növelésének hatására először jelent meg a koptatott bevonat spektrumában a grafit G csúcsa, ami a vizsgált környezet kismértékű grafitizálására utal.



55. ábra. Polikristályos gyémánt bevonatú maró váltólapka Raman spektrumai (a - koptatás előtt, b - koptatás után, c - illesztett görbék együtt, d - bevonat a forgácsolás után)

A spektrumokból és a SEM felvételtől is látható (55. ábra), hogy kereskedelmi váltólapka bevonatában jelentős a gyémántszerű amorf karbon mennyisége, nem olyan jó minőségű polikristályos gyémánt, mint az előző bevonatok. Mindkét spektrumban (55/a és 55/b ábrák) látható a D sáv a gyémánt csúcsának lábánál, de mivel a gyémánt csúcs túl intenzív, a görbeillesztés során nem sikerült a két csúcsot külön választani. A forgácsolási igénybevétel hatására a bevonat kismértékben amorfizálódott és a szerszám csúcsának környezetében lepattogzott.

Amint az 50-55. ábrákból látható és az eredmények összefoglalásából is kiderül, a polikristályos gyémánt bevonatok esetében a bevonat szerkezeti változását (a bevonat lokális grafitizációját) csak egy esetben, a vizsgálatok során alkalmazott legnagyobb súrlódási igénybevétel (200°C tárcsahőmérséklet és 7 N normálerő) hatására lehetett egyértelműen kimutatni. A spektrumok kismértékű eltolódását viszont mindegyik esetben megfigyelhettük. A spektrumoknak a kisebb hullámszámok irányába való eltolódásából a bevonatokban a bevonatkészítés során kialakuló rugalmas maradófeszültségek leépülésére lehet következtetni. Ismert, hogy a polikristályos gyémánt bevonatokban csak kötéshossz változással járó

rugalmas alakváltozás ébredhet és ez alakváltozás egyenesen arányos a mérhető Raman-eltolódással [87,88]:

$$\varepsilon = K \cdot \frac{-\Delta\omega}{\omega} \quad (17)$$

ahol: $\Delta\omega$ - a gyémánt mért és elméleti Raman hullámszáma közötti különbség,
 ω - a gyémánt elméleti Raman hullámszáma (1333 cm^{-1}),
 $K=0,54$ állandó.

Ezzel a bevonatban ébredő rugalmas maradófeszültség kiszámítható:

$$\sigma_{res} = \varepsilon \cdot E = K \cdot \frac{-\Delta\omega}{\omega} \cdot E \quad (18)$$

ahol: $E=11,43 \cdot 10^5 \text{ MPa}$, a gyémánt rugalmassági modulusa.

Az 50-55. ábrákon szereplő görbeillesztési adatokkal kiszámolt maradófeszültségeket a 4. táblázat tartalmazza.

| Próbatest (tű) | | Súrlódásvizsgálat előtt | | Súrlódásvizsgálat után | | Változás [%] |
|----------------|--------------------|------------------------------|----------------------|------------------------------|----------------------|--------------|
| T [°C] | F _N [N] | ω [cm ⁻¹] | σ_{res} [MPa] | ω [cm ⁻¹] | σ_{res} [MPa] | |
| 20 | 2 | 1336,4 | -1836 | 1335,6 | -1404 | 24 |
| | 5 | 1333,6 | -324 | 1333,4 | -216 | 33 |
| 200 | 2 | 1336,2 | -1728 | 1333,7 | -378 | 78 |
| | 5 | 1334,1 | -594 | 1333,2 | -108 | 81 |
| | 7 | 1334,6 | -864 | 1331,2 | +972 | 125 |

4. táblázat. A görbeillesztési adatokkal kiszámolt maradófeszültségek

A 4. táblázat számértékeinél a görbeillesztés tőrését nem vettem figyelembe, a középértékekkel számolt eredmények viszont jól mutatják azt a tendenciát, amit a spektrumok értékelésénél már előre lehetett sejteni. A bevonat hőmérsékletének növelésével a maradófeszültségek leépültek (a legnagyobb vizsgált terhelés esetében előjelet is váltott). Nem ismeretes viszont az alakváltozás mechanizmusa, hiszen a súrlódásvizsgálat után az egyensúlyi hőmérséklet ismét a szobahőmérséklet volt, tehát a különböző hőtágulási tényezők miatt a maradófeszültségi állapotnak vissza kellett volna állnia az eredeti állapotba. Mérési, ill. számítási eredményeink viszont megegyeznek azzal az iparban alkalmazott gyakorlattal, miszerint az elkészült gyémánt bevonatokat a bevonatolás után lézerrel hőkezelik a belső feszültségek csökkentése érdekében [89]. A hőkezelés hatására feltételezhetően az amorf karbon bevonatoknál leírt alakváltozási mechanizmus játszódhat le az egyes kristályok között a gyémántréteg és a szubsztrátum átmeneti (interfész) rétegében.

A mérési eredményekből számított maradófeszültség két komponensből tevődik össze, a kristályok növekedése, ill. a bevonat és a szubsztrátum különböző hőtágulása miatt fellépő feszültségekből. Irodalmi közlések alapján ismert, hogy a kristálynövekedésből származó nyomófeszültség maximum 30%-a a bevonat és a szubsztrátum hőtágulásának különbségéből adódó feszültségnek [87]. Ha feltételezzük, hogy a bevonatban ébredő maradófeszültségek akkor épülnek le teljesen, ha a súrlódási hő okozta hőmérséklet emelkedés hatására kialakuló

hőfeszültségek a mérési eredményekből számított maradófeszültséggel egyenlők lesznek, akkor ki tudjuk számítani a gyémánt bevonat optimális üzemi hőmérsékletét:

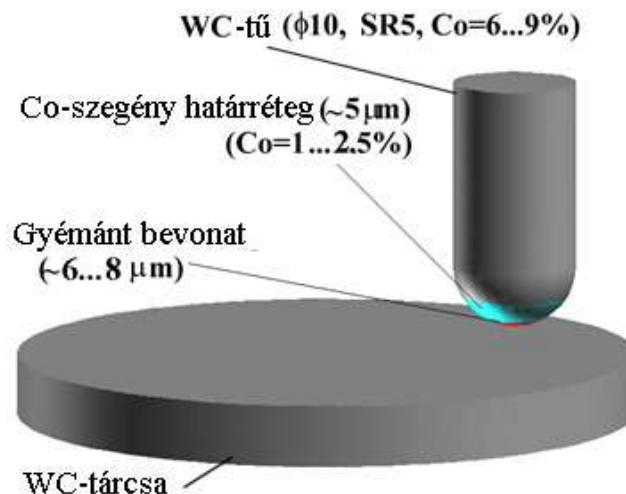
$$T = \frac{1,3 \cdot |\sigma_{res}| (1 - \nu)}{E \Delta \alpha} + T_0 \quad (19)$$

Az összefüggésben: E - a gyémánt rugalmassági modulusa,
 ν - a gyémánt Poisson-tényezője,
 $\Delta \alpha = \alpha_{szubszt} - \alpha_{bevonat}$,
 $\Delta T = T_{bevonatolás} - T_0$.

Behelyettesítve a bevonat, a szubsztrátum és a technológia jellemző számértékeit ($\Delta T = 700^\circ\text{C}$, $\alpha_{WC} = 4,6 \cdot 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$, $\alpha_{diam} = 2,5 \cdot 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$, $\nu_{diam} = 0,07$, $E_{diam} = 11,43 \cdot 10^5 \text{ MPa}$) a (3) összefüggésbe, a 2. táblázatban szereplő maradófeszültségek függvényében az optimális hőmérséklet tartomány $320 \dots 945^\circ\text{C}$ -ra adódik. A bevonat képződés hőmérsékletével azonos nagyságrendű értékek arra engednek következtetni, hogy a polikristályos gyémántbevonatok tönkremenetele alapvetően nem a súrlódás során keletkező hő hatására fog bekövetkezni.

3.4.4. A gyémántbevonatok terhelhetőségének vizsgálata a numerikus szimuláció módszerével

A fentiek alapján belátható, hogy a gyémántbevonatok esetében - a DLC bevonatokkal ellentétben - nem a bevonat alakváltozóképesége, hanem a feszültségi állapota fogja a bevonat terhelhetőségét korlátozni. A súrlódás közben kialakuló feszültségi állapot jellegét nagymértékben befolyásolja a kezdeti maradófeszültségi állapot, amelyre viszont a súrlódás során keletkező hő jótékony hatást gyakorol. A hőmérsékletnek, valamint a normál terhelésnek a bevonat szilárdságára gyakorolt hatását a MARC szoftverrel végzett, vége-selemes feladatmegoldáson alapuló, numerikus szimulációval is vizsgáltam (56. ábra).



56. ábra. A tű-korong súrlódásvizsgálat 3D modellje

A geometriai modellalkotás részletes leírása korábbi publikációinkban megtalálható [90-92]. A modellalkotás első lépéseként 3D felületi érdességmérővel lemértük a gyémánt bevonat felületének topográfiáját (57/a. ábra), majd a kapott pontfelhővel NURBS felületet definiáltunk (57/b. ábra).

a.

b.

57. ábra. A polikristályos gyémántbevonat topográfiája
(a) - a mérési pontok összekötése paramétervonalakkal
(b) - a pontfelhő segítségével generált felület árnyékolt képe

Az így kapott felületet segítségével a tú végeselemes modelljének felülete a gyémántbevonat karakterisztikus érdességi topográfiáját tartalmazza (58. ábra). A felületgeneráláshoz felhasznált paramétervonalak közötti távolság (20 μm) megegyezik a bevonathoz használt elemek szélességi-hosszúsági méretével, a bevonatot és a Co-szegény határréteget egy-egy elemsor alkotja. A modellalkotásnál figyelembe vehető térfogatok méreteit a számítások során még kezelhető maximális elemszám korlátozta.

a.

b.

58. ábra. A tú (a) és a súrlódásvizsgálat (b) végeselemes modellje

A numerikus modell definiálásához használt anyagjellemzőket a 5. táblázat tartalmazza.

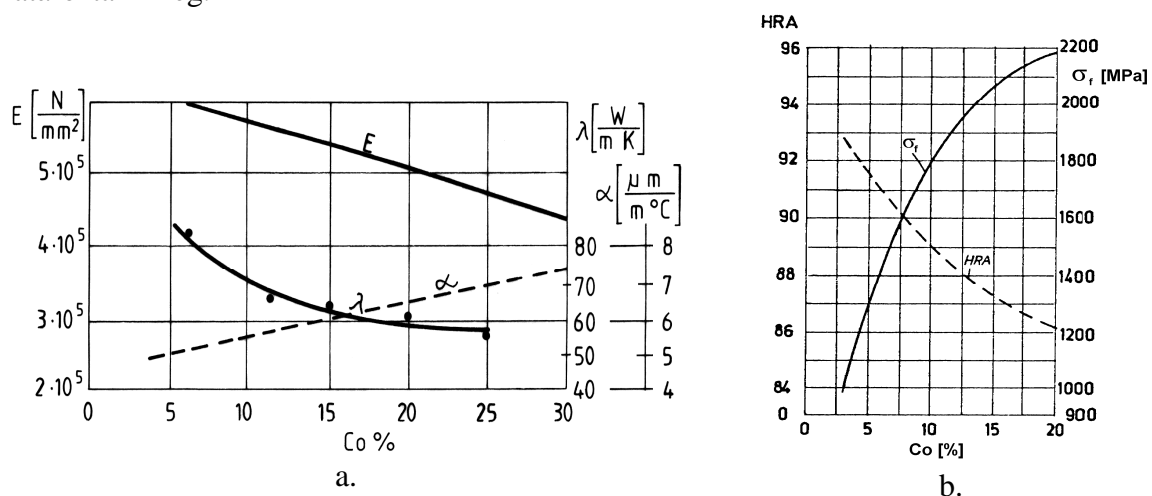
| | WC keményfém tárcsa (9% Co) | WC keményfém tű (8% Co) | Co-szegény WC-határreteg (2,5% Co) | Gyémánt |
|---|---|---|---|---------|
| Rugalmassági modulus [GPa] | 570 | 580 | 650 | 1143 |
| Poisson-tényező | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,07 |
| Hőtágulási tényező [$\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$] | 8 | 5,2 | 4,6 | 2,5 |
| Hővezetési tényező [W/mK] | 71 | 76 | 110 | 1500 |
| Fajhő [J/kg $^\circ\text{C}$] | 700 | 700 | 700 | 3000 |
| Sűrűség [kg/m 3] | 16000 | 15700 | 15000 | 3500 |
| Kontakt hőátadási tényező (becsült érték) [W/m ^2K] | WC/gyémánt (súrlódásos érintkezés) 10^6 | WC/Co-szegény WC határreteg között 10^8 | gyémánt/Co-szegény WC határreteg 10^7 | |

5. táblázat: a tű-korong súrlódásvizsgálat numerikus szimulációjánál használt anyagtulajdonságok [93,94]

A végeelemes analízis során a bevonat felületének topográfiája minden modellnél azonos maradt, a bevonat maradófeszültségi állapotát viszont, mint kezdeti feltételt, a 4. táblázatnak megfelelően, minden vizsgálat szimulációjánál újra definiáltam.

A numerikus analízis során a 2, 5, 7 és 10 N normálerő a tűt terhelte. A tárcsa fűtött, alsó felületének hőmérséklete (20, ill. 200 $^\circ\text{C}$) állandó volt. A tárcsa 1 teljes körülfordulást 360 lépésben tett meg. A hőáram a tárcsától kiindulva, a tárcsán belül hővezetéssel, a tárcsa és a gyémántbevonat között súrlódásos hőátadással, a gyémántbevonat, a Co-szegény határreteg és a tű alaptest között (ragasztott elemkapcsolatot feltételezve) érintkezéssel hőátadás útján terjedt. A környezeti hőátadástól a számítások során eltekinttem.

A számítási eredményeit egyrészt a bevonat felületén ébredő egyenértékű feszültség, másrészt a Co-szegény WC-határretegben ébredő csúsztatófeszültség szempontjából értékeltem. A Co-szegény WC határreteg határállapotú feszültségértékeit a 59/b. ábrán látható diagram alapján határoztam meg.



59. ábra. WC keményfémek fizikai tulajdonságai (a) és megengedett hajlítófeszültsége (b) a Co-tartalom függvényében [93]

A Co-szegény határrétegben ébredő csúsztatófeszültség határértékét, pontosabb adatok hiányában, az ismert összefüggéssel becsültem meg:

$$\tau_{krit} = \sigma_{krit} / \sqrt{3} \quad (20)$$

ahol: $\sigma_{krit} = \sigma_f$ - a határréteg hajlítószilárdsága.

A gyémántbevonat határfeszültségét a vékony polikristályos gyémántréteg megengedhető nyomófeszültségével (6900 MPa) vettem egyenlőnek [94]. A számítási eredményeket a normálerő függvényében ábrázoltam (60. ábra).

a.

b.

c.

d.

60. ábra. A végeelemes szimuláció eredménye

- (a) - a gyémántbevonat súrlódó felületén kialakuló feszültségcsúcs (5 N; 20°C; 12. inkr.)
- (b) - a gyémántbevonat felületén ébredő feszültségmaximum a normálerő függvényében
- (c) - a Co-szegény határrétegben ébredő csúsztatófeszültség (7N, 200°C, 8. inkrementum)
- (d) - a Co-szegény határrétegben ébredő csúsztatófeszültség maximális értéke a normálerő függvényében.

A 60/b és 60/d ábrákon bejelöltem a 20, ill. 200°C hőmérsékletéhez tartozó tönkremeneteli határokat. Az ábrából jól látható, hogy a numerikus analízis eredményei alátámasztják a Raman analízisek eredményei alapján tett feltételezésünket, miszerint a súrlódási hőmérséklet növelésével a bevonat feszültségi állapot kedvezőbbé válik, ezzel a bevonat terhelhetősége is megnő. A numerikus analízis további érdekes eredményt is adott. Az ábrákból látszik, hogy a Co-szegény keményfém határrétegben ébredő csúsztatófeszültség szobahőmérsékleten nagyjából ugyanannál a normálerőnél éri el a megengedhető határértéket, amelynél a gyémánt bevonatban ébredő egyenértékű feszültség is a határértékéhez közelít. 200°C-on a számítások szerint a törés előbb következik be a gyémánt bevonatban, mint a határrétegben.

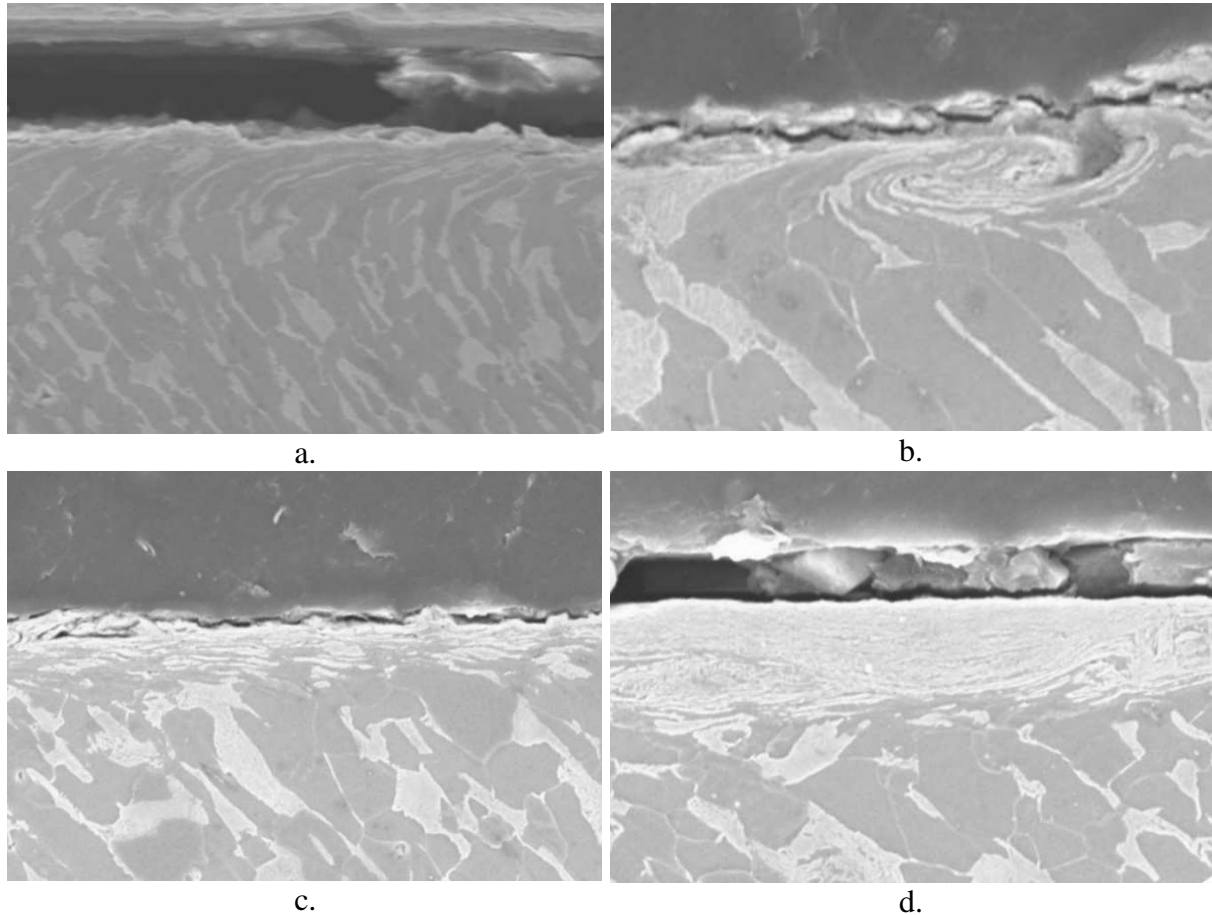
3.4.5. A polikristályos gyémántbevonat vizsgálatával kapott új eredmények

A polikristályos gyémántbevonatok Raman-analízisének legfontosabb eredménye, hogy kísérletileg is ki lehetett mutatni a bevonat maradófeszültségeinek leépülését a hőmérséklet növekedésének függvényében. Ezt követően a tű-korong vizsgálat végeselemes szimulációjával igazolható volt, hogy a polikristályos gyémánt bevonat terhelhetősége a bevonat üzemi hőmérsékletének függvényében nő, mivel a hőmérséklet növelésével a hőtágulásból eredő maradófeszültségek lecsökkennek. Mind a kísérletek, mind a numerikus vizsgálat azt támasztották alá, hogy a polikristályos gyémánt bevonatok tönkremenetelét nem szerkezeti változások, hanem a bevonat mechanikai igénybevételek következtében bekövetkező lepattogzás okozza.

4. Fémes súrlódó felületek felületközei rétegének vizsgálata

A súrlódó felületek megnövekedett alakváltozó képessége, valamint a felületközei réteg szerkezetváltozásai már régóta ismert jelenségek, teljes körű magyarázatukkal viszont mind a mai napig adósok még a tribológusok.

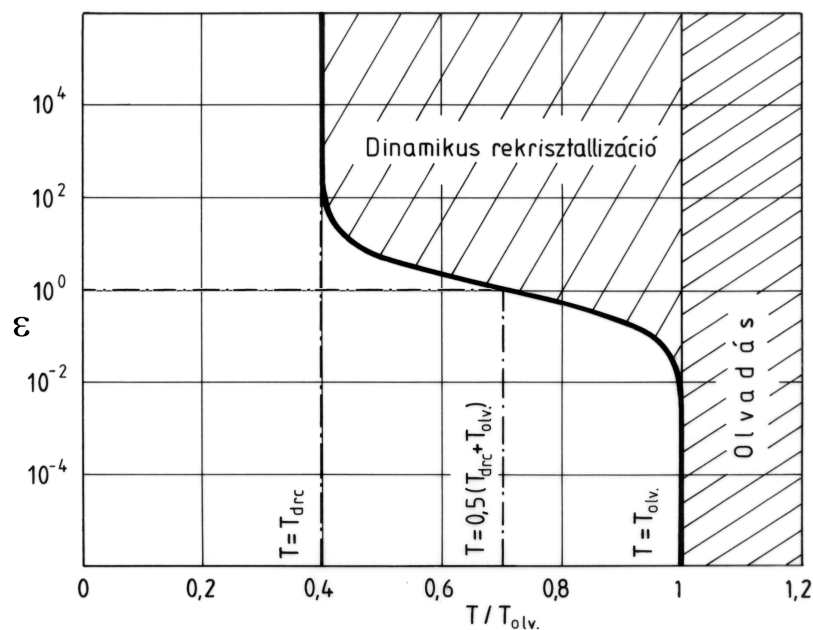
Példaként a 61. ábra mutatja be kis széntartalmú acél nagy hidrosztatikus nyomás melletti csúszó súrlódása során a felületi alakváltozásának és a felületközei réteg kialakulásának fázisait. A 61/a. képen a ferrit és perlit szemcsék nagymértékű nyúlása és a csúszásirányába való orientálódása látható. A 61/b. képen a képlékeny folyás állapotában lévő fém a felület mentén örvénylik, de a szemcsék nyúlása még követi a mozgás irányát. A 61/c. képen a szemcsék felaprózódása figyelhető meg, a felaprózódott szemcsék és a tömbi anyag szemcséinek orientációja már különböző. A 61/c. képen látható, hogy a felaprózódott szemcsékből egy új, az alapfémtől különböző szemcseszerkezetű, ún. maratási fehérréteg réteg alakult ki.



61. ábra. Kis széntartalmú, normalizált állapotú acél súrlódó felületközeli rétegének kialakulása nagy nyomás alatti csúszó súrlódás során (Jean-Pierre Petitet vizsgálata, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux et des Hautes Pressions, Université Paris 13; Berke Péter felvétele)

Korábban a felületközeli réteg megnövekedett alakváltozó képességét a szemcseszerkezet felaprózódásával kialakult, amorfnak vagy nanokristályosnak nevezett réteg létrejöttének tulajdonították [95-99]. A szemcsék felaprózódása a súrlódás irányába rendeződött, elvékonyodott szemcsékből, új szemcsehatárok vagy szubszemcsék kialakulásával, finomszemcsés szerkezetet eredményez. Megállapították, hogy azoknál a fémeknél mutatható ki ez a nagymértékű elvékonyodással járó alakváltozás, amelyek rétegződésihiba-energiája nagy (pl. titán) [99]. Ugyanakkor azoknál a fémeknél, amelyek alakváltozási mechanizmusa alapvetően ikresedésen alapul (pl. magnézium), a felületközeli réteg ilyen jellegű alakváltozása nem következik be [100].

Azoknál a fémeknél, amelyek esetében a súrlódás és a felületközeli réteg alakváltozása során felszabaduló hő az alakváltozott térfogat hőmérsékletét legalább az adott fém olvadáspontjának 40%-ig emeli, a megfelelő mértékben képlékenyen alakváltozott szemcsék újrakristályosodnak [101].



62. ábra. A dinamikus rekrisztallizáció aktivációs görbéje [102]

A rekrisztallizáció aktivációs görbéje (62. ábra) a fajlagos alakváltozás - homológ hőmérséklet által határolt területet képletesen három tartományra osztja. Amennyiben a lokális hőmérséklet nem éri el a $0,4 \cdot T_{olv}$ hőmérsékletet, az alakváltozás bármekkora lehet, rekrisztallizáció nem következik be. A $0,4 \cdot T_{olv} < T < T_{olv}$ hőmérséklettartományban a rekrisztallizáció mindenképpen bekövetkezhet, csak az alakváltozás és aktiválási hőmérséklet összetartozó értékei változnak rendkívül érzékenyen. A harmadik zónában ($T > T_{olv}$) az alakváltozás már nem játszik szerepet, az újrakristályosodás helyett fázisátalakulás, a lehűlés során pedig primer kristályosodás megy végbe. A súrlódási igénybevétel hatására tehát a felületközeli réteg egyaránt tartalmazhat megújult (torzulás- és feszültségmentes), valamint alakváltozott (torzult és belső feszültséggel terhelt), de termikusan még nem aktivált szemcséket, aminek következtében a felületközeli rétegben a repedést (részecskeleválást) elősegítő epitaxiális feszültségek is felléphetnek.

Azoknál a fémeknél, amelyek olvadási hőmérséklete elegendően nagy ahhoz, hogy a súrlódási és a felületközeli réteg alakváltozása során felszabaduló hő nem okoz akkora hőmérséklet emelkedést, amely elegendő lenne a szemcséken belüli nukleációs folyamatok aktiválására, a felületközeli réteg szemcsefinomodása a szemcsék cellásodásával, szubhatárok kialakulásának következtében jöhet létre. A nagy rétegződésihiba-energia a nukleáció megindulását késlelteti.

A felületközeli réteg szerkezetének változása megvalósulhat fázisátalakulással is [103]. Példaként erre az ausztenites acélok alakváltozott szemcséinek martenzites átalakulását szokták felhozni [104], de megfigyelhető ez a jelenség ötvözött acélok [105] és öntöttvasak esetében is [106].

A súrlódási igénybevétel által indukált fázisátalakulás legismertebb formája a maratási fehérreteg kialakulása ("white etching layer", nevét onnan kapta, hogy nem reagál az acélokhoz alkalmazott Nital marószerre, a mikroszkópi képen ez a réteg fehér színű marad). A fehérretegről ma már tudjuk, hogy egy dinamikus rekrisztallizáció eredményeként kialakult, a cementit dekarbonizációja (mechanikai energia hatására történő elbomlása) következtében karbonban túltelített, nanoszemcsés, térközepes köbös ferritből áll [107]. A

fehérréteg egyik sajátos megjelenési formáját ismerték fel erősen ötvözött acélokban. Fáradtan tört, nagyterhelésű gördülőcsapágy gyűrűk futófelülete alatti, erősen alakváltozott rétegben, a repedések kiindulásánál különleges alakzatokat figyeltek meg [108]. Alakja alapján "butterfly"-nak nevezték ezt a képződményt (ami nem tévesztendő össze a csapágygolyók törését okozó maradék ausztenit martenzites átalakulásával), amely majd 30 éven keresztül állt a tribológusok és anyagtudósok érdeklődésének középpontjában [109-111]. Mint ismeretes, ez a ciklikus igénybevétel hatására a gördülőcsapágy martenzites szerkezetében kialakult különleges, tú alakú ferrit elsősorban a nemfémes zárványok és a karbidok körül képződik a maximális Hertz-féle nyírófeszültség tartományában [110]. Szerkezetéről kiderült, hogy finomszemcsés, átalakult fázis (fehérréteg), amely hőhatás nélkül, tisztán mechanikai energia felhasználásával képződik a váltakozó Hertz-feszültség hatására [113]. Kialakulásának okai között a jelentős diszlokációsűrűség növekedést, a hidrosztatikus feszültségkomponens jelenlét és a szénatomok kisebb feszültségű helyek felé történő migrációját említik [114].

A legújabb kutatások szerint a fehérréteg kialakulásában az alakváltozás mértékén kívül szerepet játszik még az alakváltozás sebessége, a nyomás és a hőmérséklet-változás sebessége. A fehérréteggel kapcsolatos legújabb kutatások pedig azt mutatják, hogy a mechanikai igénybevétel által okozott fázisátalakulás még egy paramétertől, az igénybevétel intenzitásától (időbeli lefolyásától) is függ [115]. Megállapították továbbá, hogy a súrlódó felület oxidációjának és a fehérréteg kialakulásának mértéke összefügg egymással [116].

A TTS- (Tribological Transformed Structure), újabb javasolt nevén MMS- (Mechanically Modified Structure [117]) -képződés, legalább is annak első fázisai, a klasszikus szilárdtest-fizikai, fémfizikai és termodinamikai jelenségek, ill. összefüggések segítségével magyarázhatók és megérthetők. Ma már a kutatók között egyetértés kezd mutatkozni abban is, hogy a súrlódó felületnek a tömbi anyagtól jelentős mértékben eltérő szerkezeti és tulajdonságbeli változásait a felületközeli réteg nagymértékű alakváltozása indukálja (az alakváltozással felszabaduló hő a változás irányát jelöli ki), miközben az alakváltozó képességet a termodinamikai állapot tényezők (hőmérséklet, nyomás és alakváltozási sebesség) határozzák meg, közülük is alapvetően a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponense [118].

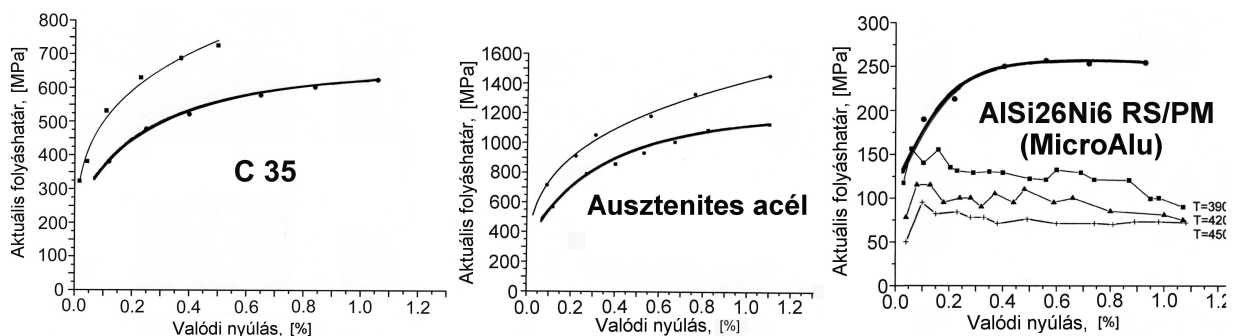
Fehérréteg kialakulását a gyakorlatban eddig csak gördülő súrlódásnál (pl. vasúti sínek, ill. gördülőcsapágyak esetében nagy igénybevételi szám elérése után [119-120]), valamint forgácsoláskor a forgácsoló környezetében mutatták ki. A jelenség laboratóriumi körülmények közötti reprodukálásához az igen nagy alakváltozással járó technológiai vizsgálatokat (pl. nagy nyomás alatti csavarás, golyósmalomban való szemcsealakítás), ill. a kis amplitúdójú, de nagy felületi terhelésű rezgő súrlódás (fretting) vizsgálatokat alkalmazzák [121-126]. Ezek a vizsgálatok az alakváltozás mechanizmusát tekintve azonos, de a peremfeltételek tekintetében extrém és nem valós feltételek között kényszerítik az anyagot alakváltozásra, így nehéz a reális kapcsolatukat megtalálni a tribológiai igénybevétel által okozott változásokkal.

A súrlódás közben kialakult szerkezeti változások azonosítása és ellenőrzött körülmények közötti reprodukálhatósága érdekében összehasonlító vizsgálatssorozatot végeztem. Járulékos hidrosztatikus nyomás mellett alakítástechnikai vizsgálatokkal határoztam meg az anyagok feszültségi állapottól függő alakváltozó képességét, miközben megpróbáltam a járulékos hidrosztatikus nyomásnak az alakváltozás mechanizmusára kifejtett hatását is vizsgálni. Ezzel párhuzamosan fémes súrlódó felületek felületközeli rétegének változásait elemeztem, és

megpróbáltam kapcsolatot találni az alakítástechnikai vizsgálatok próbatesteinél és a súrlódó felület esetében kimutatható változások között.

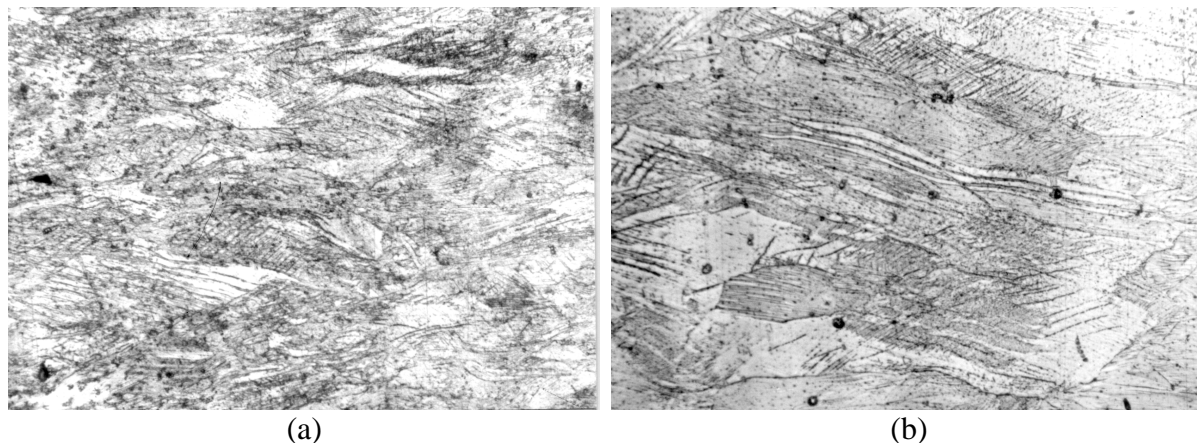
4.1. Előzetes vizsgálatok

A felületközei réteg megnövekedett alakváltozó képességével kapcsolatos kérdésekre egyrészt a számítástechnika fejlődése által lehetővé tett súrlódási folyamatok numerikus szimulációja [127, 128], másrészt egy 1995-ben publikált Johnson-cikk irányította ismételten a figyelmet [129]. Az érintkezések rugalmas-képlékeny analíziséből kiinduló, súrlódási és kopási folyamatokat szimuláló végeses elemes számításokhoz elengedhetetlenül szükség volt a felületközei réteg viselkedését leíró anyagtörvényre [130]. Már az első számítások során bebizonyosodott, hogy a hagyományos vizsgálatokkal meghatározott folyásgörbe erre a célra alkalmatlan, mivel nem tudja sem leírni, sem vezérelni a nagy alakváltozásra képes elemek viselkedését. Johnson sejtése nyomán, miszerint a súrlódó felületek nagymértékű alakváltozó képességéért feltehetően az érintkezésnél fellépő hidrosztatikus nyomáskomponens felelős, - Ziaja György professzor javaslatára - Kármán Tódor 1911-es göttingeni alakíthatósági kísérletei [131] kerültek az érdeklődés előtérbe. Első próbálkozásként a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékének tulajdonában lévő izosztikus nyomáskamrában, 800 MPa járulékos hidrosztatikus nyomás mellett végzett zömítővizsgálatokkal határoztam meg X5CrNi1810-ausztenites acél, normalizált állapotú C35 ötvözetlen acél, valamint porkohászati, gyorshűtött AlSi26Ni6 RS/PM hipereutektoidos ötvözet folyásgörbéjét [132]. (A vizsgálatoknál Stefániay Vilmos, a FÉMKUT egykori munkatársa volt segítségemre).



63. ábra. 800 MPa járulékos hidrosztatikus nyomás hatása különböző fémes anyagok folyásgörbéjére

A 63. ábrán vastag vonallal rajzoltam fel a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett kapott folyásgörbét, a vékony vonallal rajzolt görbék az acélok esetén az atmoszférikus nyomáson és szobahőmérsékleten, a porkohászati ötvözet esetében a melegalakítás során kapott folyásgörbéket jelentik. Már az első eredmények is azt mutatták, hogy a hidrosztatikus nyomás jelenléte nagymértékben befolyásolta az alakváltozó képességet, az alakítási szilárdság növekedésének mértékét csökkentette, a C35 acél esetében megnövelte a törési határ-alakváltozást, sőt az atmoszférikus körülmények között rideg porkohászati ötvözetnek olyan mértékű alakíthatóságot biztosított, mint a melegalakítás [133]. Az alakváltozó képesség növekedése és a bekövetkezett szerkezeti változások közötti összefüggést az ausztenites acél esetében vizsgáltam részletesen (a vizsgálati eredményeket a 64. ábra és az 5. táblázat tartalmazza).



(a)

(b)

64. ábra. a.- hidrosztatikus nyomás nélkül, b.- hidrosztatikus nyomás mellett alakított próbatest hossztengegyével párhuzamos metszete (az alakváltozás mértéke 100%, nagyítás 500X, marószersz királyvíz)

A 64/a. képen a fém "rendezetlen" alakváltozási (folyási) állapota látható, nehezen azonosítható szemcsehatárokkal, míg a 64/b. képen az alakváltozott szemcsék és a csúszósíkok a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására megtartották rendezett, a folyás irányába orientált szerkezetüket. A hidrosztatikus nyomásnak a szerkezetváltozásra kifejtett hatását röntgendiffrakciós vizsgálattal elemeztük (a vizsgálatokat Sajó István végezte, akkor még a BAYATI-ban).

| | Félértékszélesség 2 θ -ban | | Krisztallitméret | | α -fázis | Mikrokeménység | |
|---|--------------------------------------|--------|------------------|--------|-----------------|--------------------|-------------------------|
| | f.c.c. | b.c.c. | f.c.c. | b.c.c. | | csúszási sávban | csúszási sávon kívül |
| Alapanyag | 0,16 | 0,35 | 165 nm | 39 nm | 0,3 % | 353 HV | 321 HV |
| Hidrosztat. nyomás nélkül zömített | 0,28 | 0,38 | 66 nm | 35 nm | 10 % | 430 HV | 340 HV |
| Hidrosztat. nyomás mellett zömített | 0,25 | 0,35 | 55 nm | 39 nm | 7 % | 430 HV | 353 HV |

5. táblázat. A röntgendiffrakciós vizsgálatok és a mikrokeménység-mérések eredményei (Cu K α sugárzás, 45 kV, 30 mA, grafit monokromátor, proporcionális számláló)

A vizsgálati eredményekből arra következtettünk, hogy az ausztenites acélnál a hidrosztatikus nyomás hatására az alakváltozás jellege megváltozott, az alakváltozás inkább ikresedéssel, mint diszlokációcsúszással játszódtott le. A hidrosztatikus nyomás jelenléte lassította az ausztenites acélok hidegalakításánál lejátszódo részleges fázisátalakulást és az ezzel járó intenzív keményedést.

Az első vizsgálatok eredményei alapján a járulékos hidrosztatikus nyomásnak az alakváltozó képesség-változásra gyakorolt hatásáról feltételeztük, hogy:

- a hidrosztatikus nyomás a szemcséken belüli, ill. szemcsék között az alakváltozás során kialakult repedéseket bezárja, a diszlokációk annihilációját elősegíti,

- új csúszási rendszerek aktiválásával meghosszabbítja a kedvező helyzetben lévő kristályok törésmentes alakváltozásának mértékét,
- az atomok közötti távolságok csökkenésével - a hőmérséklet-növekedés hatásához hasonlóan, csak ellenkező irányban - növeli az atomok közötti potenciált (65. ábra), ezáltal csökkenti az atomok egymástól való eltávolításához szükséges erőt.

65. ábra. A hőmérséklet és a nyomás által okozott potenciálcsökkenés (elvi vázlat)

A hő és nyomás hatásának egyenértékűségét a C45 acéllal és a nagy tisztaságú magnéziummal kapott folyásgörbék tükrözik a legjobban [130].

Tekintettel arra, hogy az első vizsgálatokhoz alkalmazott anyagok a jelenségek szintetizált vizsgálatára még nem voltak alkalmasak, Ziaja György professzor tanácsára, a vizsgálatokat nagy tisztaságú magnéziummal és titánnal folytattam.

4.2. Magnézium és titán súrlódó felületközeli rétegének vizsgálata

4.2.1. A vizsgált anyagok

A vizsgált anyagok nagy tisztaságú, hexagonális rácsszerkezetű fémek: magnézium (99,94%) és titán (99,93%, Grade 2), mindkettő a Goodfellow-tól került beszerzésre. A próbatesteket 25,4 mm átmérőjű hidegen húzott rúdból forgácsoltuk ki, a rúd hossz tengelyére merőlegesen. A vizsgált felületeket a forgácsolást követően, előbb mechanikusan, majd elektrolitikusan políroztuk.

A fizikai és mechanikai tulajdonságokat tekintve a két fém az azonos rácsszerkezet ellenére nagymértékben különbözik egymástól. A magnézium atmoszférikus nyomáson és szobahőmérsékleten korlátozott alakváltó képességű, ezzel szemben a titán szívós és képlékeny. A tulajdonságbeli eltérés az atomok és ebből adódóan a rácsparaméterek különbözőségéből adódik. A 6. táblázatban foglaltam össze az anyagszerkezetre, valamint a fizikai és mechanikai sajátosságokra vonatkozó adatokat.

| | Magnézium | Titán (α) |
|--|-----------|--------------------|
| Rácsállandó-hányados, c/a | 1,6231 | 1,5864 |
| Sűrűség [kg/m ³] | 1738 | 4500 |
| Hővezető képesség [W/mK] | 159 | 21,9 |
| Rétegződésihiba-energia [mJ/m ²] | 30 | ~300 |
| Szabadentalpia [J] | -1151 | -1675 |
| Elektronegativitás (Pauling) | 1,31 | 1,54 |
| Olvadáspont [°C] | 650 | 1660 |
| Rugalmassági modulus [GPa] | 44 | 116 |
| Poisson-tényező | 0,35 | 0,34 |
| Folyáshatár [MPa] | 90 | 230 |
| Szakadási nyúlás [%] | 2-6 | 54 |
| Keménység [HB] | 30 | 70 |

6. táblázat. A vizsgálati anyagok jellemző tulajdonságai

Az 6. táblázatból levonható legfontosabb következtetés, hogy a titán rácsállandó-hányadosa lényegesen kisebb, mint az ideális illeszkedésű hexagonális rácsé ($\sqrt{8/3} = 1,633$). Ezáltal a legsűrűbb illeszkedésű síkok nem az alapsíkok, hanem az átlós síkok, így az alakváltozás során az összes prizmatikus és piramidális csúszási rendszere aktívvá válik. A magnézium esetében ez az arány nagyon közel van a kritikus értékhez, ezért a képlékeny alakváltozás során a csúszás csak az alapsíkbeli csúszási rendszerekben indulhat meg, ill. az alakváltozás csak ikresedéssel mehet végbe mindaddig, amíg a termodinamikai állapot tényezők hatására további csúszási rendszerek aktívvá nem válnak.

4.2.2. Magnézium és titán alakíthatósági vizsgálata

Alapszerszámként a már korábban bevált izosztatikus nyomáskamrát használtuk, amelyet kiegészítettünk a szakító- és nyíró-vizsgálatokhoz alkalmas betétekkel (66. ábra).

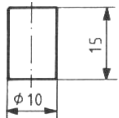
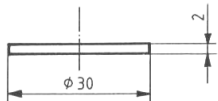
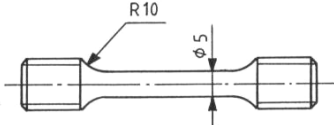
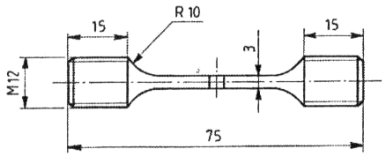
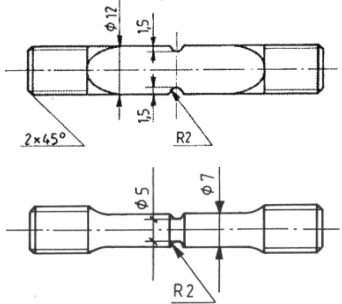
a.

b.

c.

66. ábra. A járulékos hidrosztatikus nyomás alatt végzett anyagvizsgálatok szerszámai
a.- izosztikus nyomáskamra a zömítő szerszámmal, b.- szakítópatron, c.- nyírószerszám

A vizsgálatokhoz használt próbatestek jellemzői a 7. táblázatban található (lásd a következő oldalon).

| Vizsgálatok | Geometriai méretek, [mm] | Feszültségmutatók | |
|---|--|-------------------|----------------|
| | | Mayer (k) | Lode (μ) |
| Zömítővizsgálat: |  | -1/3 | 1 |
| Hengerfelület mentén végzett nyíróvizsgálat: |  | 0 | 0 |
| Szakítóvizsgálat hengeres próbatesttel: |  | 0,41...0,45 | 1 |
| Szakítóvizsgálat lapos, bemetszett próbatesttel: |  | $1/\sqrt{3}$ | 0 |
| Szakítóvizsgálat hengeres, bemetszett próbatesttel: |  | 0,72...0,79 | 1 |

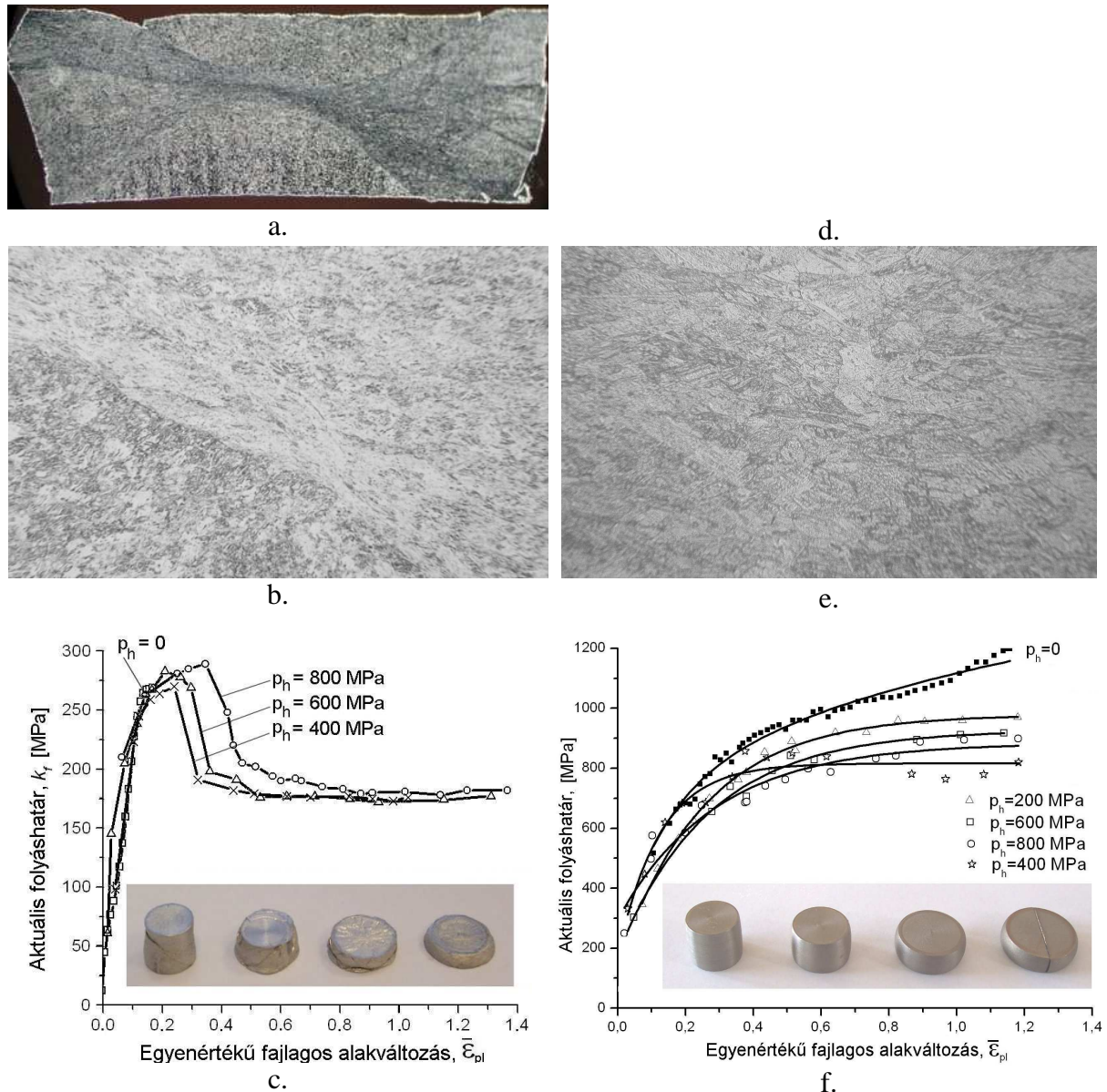
7. táblázat. A járulékos hidrosztatikus nyomás alatt végzett vizsgálatok próbatestei

Az izosztatikus nyomáskamra egy négyoszlopos, hidraulikus sajtológépre volt felszerelve. A nyomáskamra belső átmérője 40 mm, a sajtológép által kifejezhető legnagyobb nyomóerő 1000 kN, ami a nyomáskamrában 796 MPa névleges hidrosztatikus nyomást eredményez. A nyúlásmérő bélyegekkel végzett méréseink eredményei alapján a sűrűdés a sajtolóerő 4,5...5%-át emészti fel, így a szerszámban ébredő legnagyobb hidrosztatikus nyomás értéke ~750...760 MPa. A mérés elve minden esetben azonos volt. Az olajoszlop rugalmas összenyomásával állítottuk elő a szükséges hidrosztatikus nyomást, és a tüske elmozdulásának utolsó néhány tizedmilliméterét használtuk fel az alakításokhoz. A szerszámból cseppenként kivéve az olajat, elérhető volt, hogy a sajtoló tüske elmozdulásának csak az utolsó néhány tizedmilliméterében érje el az alakítandó munkadarabot. Számításaink szerint az alakítás során a tüske elmozdulása maximum 20 MPa nyomásnövekedést okoz.

A hidrosztatikus nyomástérben végzett vizsgálatoknál az alakítóerőt két mérés különbségéből lehetett csak megállapítani. Először meg kellett mérni a hidrosztatikus nyomás előállításához és az alakításhoz szükséges együttes erőt, majd a próbatestet a nyomáskamrából kivéve, változatlan olajtérfogattal, a hidrosztatikus nyomás létrehozásához szükséges erőt. A tüske és a nyomáskamra relatív elmozdulásának függvényében felvett két görbét egymásból kivonva, megkaptuk az alakítás erőszükségletét. A járulékos hidrosztatikus vizsgálatoknál Törköly Tamás, Ziaja György professzor doktorandusz hallgatója volt segítségemre. A

szerszámok tervezése, csakúgy, mint a vizsgálatok kiértékelési módszerének kidolgozása az ő tudományos eredménye.

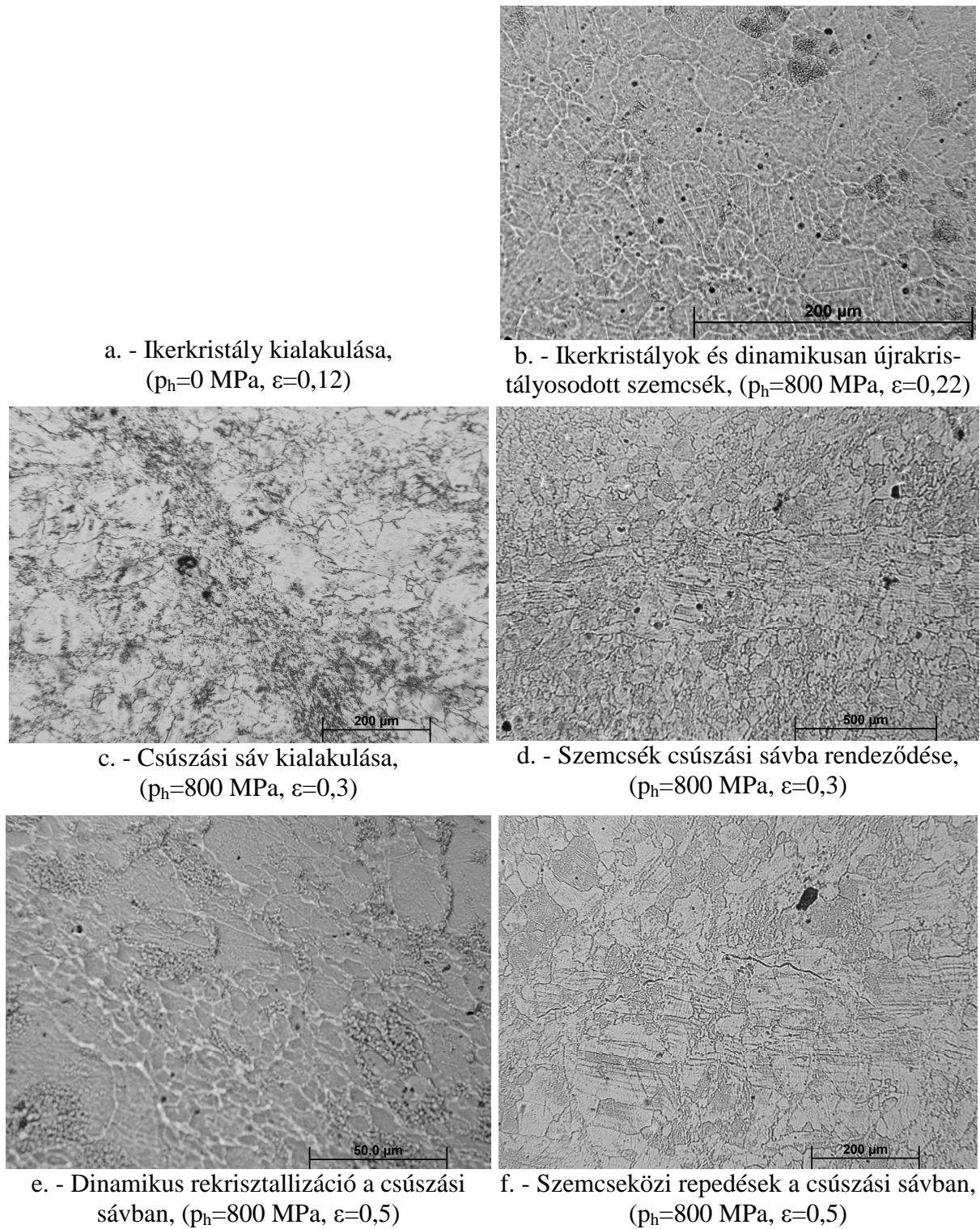
A zömítővizsgálatok eredményeit a 67. ábra foglalja össze.



67. ábra. Nagy tisztaságú magnézium (bal oldalt) és titán (jobb oldalt) zömítővizsgálatának eredményei. (a. és d. - a zömített próbatestek metszete, b. és e. - az alakváltozott szemcseszerkezet, c. és f. - folyásgörbék)

A 67. ábra a. és d., valamint b. és e. képein látható, hogy a magnézium alakváltozása alapvetően a csúszási sávokban valósult meg (lokálisan alakváltozott), míg a titánnál nem lehet különböző alakváltozási zónákat megkülönböztetni, a nyomókúpokon kívüli térfogatrészt kivéve, gyakorlatilag az egész térfogat azonos mértékben alakváltozott. A magnézium próbatest atmoszférikus nyomáson 12% alakváltozás után eltörött, míg járulékos hidrosztatikus nyomás mellett a csúszási sávokban kialakuló dinamikus rekrisztallizáció (lásd a 68. ábrán) következtében jelentősen megnőtt az alakíthatósága. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatására az alakváltozás mindkét fém esetében a kezdeti keményedés után további keményedés nélkül ment végbe.

A magnézium alakváltozása és a hidrosztatikus nyomás hatása jól követhető a zömített próbatestek metszeteiről készített felvételeken (68. ábra). A metallográfiai vizsgálatok elvégzésében és a csiszolatok előkészítésében Törköly Tamás és Portkó Mihály (BME-Anyagtudomány és Technológia Tanszék) voltak segítségemre.



68. ábra. A magnézium szerkezetének változása a zömítővizsgálat során (elektrolitikus maratás, elektrolit: 1-5 ml HNO₃, 100 ml metanol; Törköly Tamás felvételei)

A 68. ábrán megpróbáltam szemléltetni a magnézium zömítő próbatetek járulékos hidrosztatikus nyomás mellett bekövetkezett alakváltozásának egyes fázisait. A 68/a. képen az atmoszférikus nyomáson 12%-os alakváltozás után eltörött próbatest keresztmetszetének egy nagy nagyítású része látható egy ikerkristállal. Mint ismeretes, a magnézium szobahőmérsékleten és atmoszférikus nyomáson csak korlátozott alakváltozó képességgel rendelkezik, az alakváltozása csak az alapsíkok menti diszlokációs csúszással és ikresedéssel történhet. A 68/b. kép a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására kialakuló csúszási sáv (67/a. és b. képek) egy részét mutatja. Az egyes szemcséken belüli, egymásra merőleges csúszási síkokból ikresedésre, a nagyobb szemcsék között, a szemcsehatárok mentén elhelyezkedő kisméretű szemcsékből arra következtethetünk, hogy a megfelelő mértékben alakváltozott és energetikailag kedvező helyzetben lévő szemcsék dinamikus újrakristályosodtak. A 68/c. és d. képek a csúszási sávok kialakulását mutatják. A 68/d. képen megfigyelhető, hogy csak a csúszási sávban rendeződnek a csúszási síkok a képlékeny folyás irányába. A 68/e. képen a csúszási sávban lévő szemcsék dinamikus rekrisztallizációja látható, a csúszási sáv mellett a szemcsék mérete egy nagyságrenddel nagyobb (a magnézium alapanyag átlagos szemcsemérete 50 μm volt). A 68/f. kép a csúszási sáv mentén kialakuló szemcseközi repedéseket mutatja. Ezek a repedések nem terjedtek ki az anyag teljes keresztmetszetére, mert ez után az állapot után a próbatetek még tovább alakíthatók voltak.

Titán esetében sem a zömített próbatetek alakváltozásánál, sem a zömített próbatetek metszeteinek metallográfiai vizsgálatánál nem tapasztaltunk olyan jelenséget, amely a hidrosztatikus nyomás jelenlétére lett volna visszavezethető (69. ábra). A próbatetek hordósodása ugyanolyan jellegű volt, egyik hengeres zömítő próbatesten sem lehetett repedést észlelni, a határ-alakváltozást nem a törés, hanem a nyomólap méretei korlátozták.

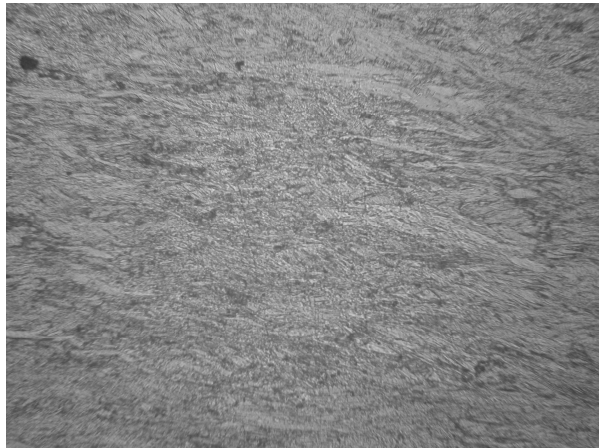


69. ábra. Titán zömítő próbatetek

A zömített próbatetek metszetein is csak a szemcsék nagymértékű és a képlékeny folyás irányába orientált alakváltozása látható (70. ábra).



Zömített titán próbatest, $p_h=0$ MPa, $\varepsilon=0,5$

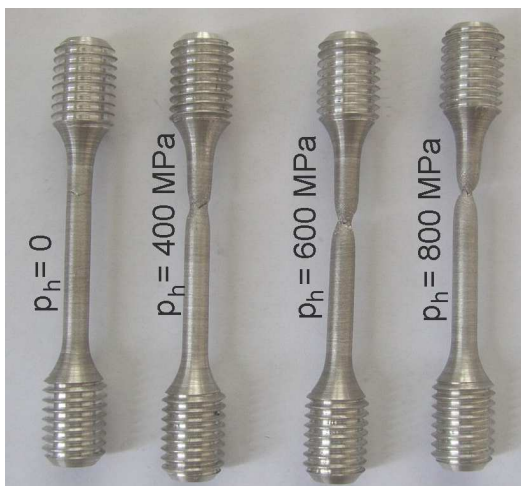


Zömített titán próbatest, $p_h=800$ MPa, $\varepsilon=0,5$

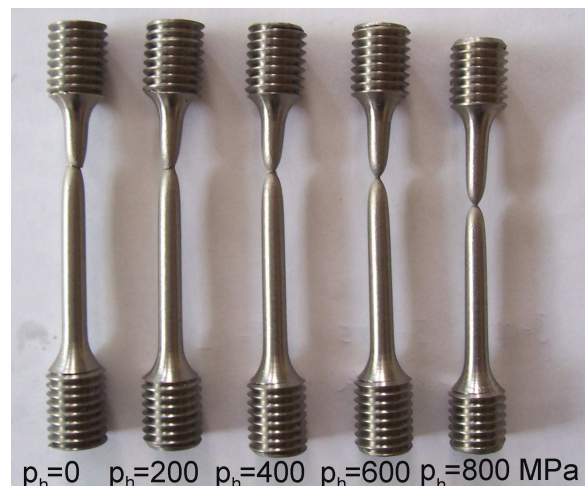
70. ábra. A titán szerkezetének alakulása a zömítővizsgálat során (baloldalon járulékos hidrosztatikus nyomás nélkül, jobb oldalon hidrosztatikus nyomás mellett alakítva; marószert: 10 mlHF, 5 ml HNO₃, víz))

A feszültségi állapottól függő alakváltozó képesség négyparaméteres Bogatov-függvényének [134], ill. a függvénnyel leírható törési határfelületek (74. ábra) meghatározásához a zömítővizsgálaton kívül további három független vizsgálatra (hengeres szakító, hengeres bemetszett szakító, lapos bemetszett szakító, vagy nyíró vizsgálatra) volt szükség. Ezeket a vizsgálatokat a zömítővizsgálatokkal megegyező feltételek mellett végeztük el.

A hengeres próbatestek szakító vizsgálatával meghatározható egyenértékű szakadási nyúlásnak kiemelt jelentősége van az anyagok alakváltozó képességének jellemzése szempontjából.



a.

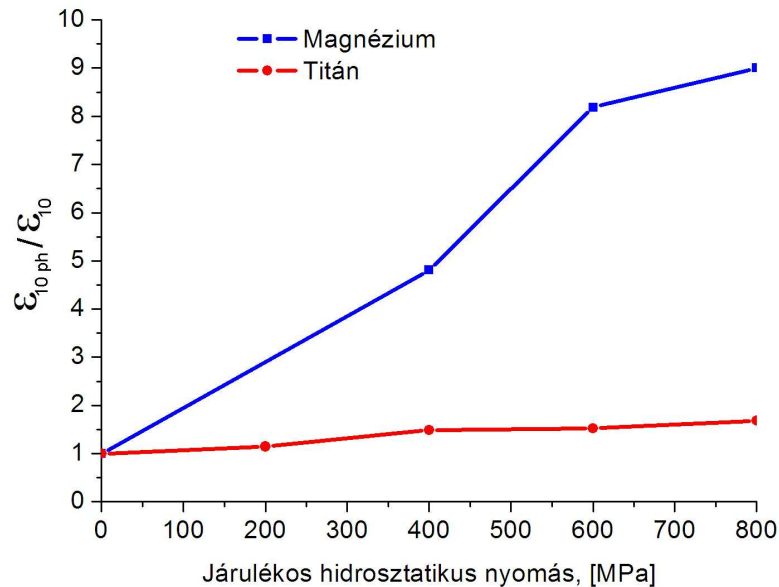


b.

71. ábra. A törési határértékek meghatározásához használt hengeres szakító próbatestek (a.- magnézium, b.- titán)

A kontrakció során kialakuló "kettős síkállapot" (síkbeli feszültségi állapotban kialakuló síkbeli alakváltozási állapot) jelenti az alakváltozás szempontjából legkedvezőtlenebb mechanikai állapotot. Ziaja professzor MTA doktori értekezésének egyik legfontosabb tézise volt, hogy minden törés a kettős síkállapotban következik be (síkbeli alakváltozási állapotban

legkisebb az alakváltozó képesség, ebben az esetben szükséges a legkisebb energia a töréshez), ezért az anyagok mechanikai tulajdonságainak jellemzéséhez használt mérőszámokat ki kellene egészíteni a kettős síkállapotban mérhető törési alakváltozással [118]. A két anyag alakváltozó képességének jellemzésére tehát elegendő lenne csak a síkbeli alakváltozási állapotban mérhető egyenértékű nyúlásokat összehasonlítani. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatását a vizsgált anyagokra ebben az állapotban mutatom be (72. ábra).



72. ábra. A járulékos hidrosztatikus nyomása hatása a kettős síkállapotban mért törési alakváltozásra

A 72. ábra a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett és a hidrosztatikus nyomás nélkül mért szakadási nyúlásnak az arányát mutatja a magnézium és a titán esetében. A diagramból megfigyelhető, hogy a magnézium törési alakváltozása többszörösére nő a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására, míg a titán esetében ez alig változik. Ebből arra következtethetünk, hogy a magnéziumnál a hidrosztatikus nyomás a kristályméreteket a legsűrűbb illeszkedés irányába jelentős mértékben képes változtatni, ezáltal a kristály alapsíkjain kívül a prizmatikus síkokban (73. ábra) is megindulhat a csúszás. Szakirodalmi adatok alapján 0,8 GPa járulékos hidrosztatikus nyomás a rácsállandó hányadost ~0,62%-kal, a *c* rácsállandót ~0,96%-kal, az *a* rácsállandót pedig 0,19%-kal csökkenti [135]. A járulékos hidrosztatikus nyomás az alakváltozás közben keletkező repedéseket bezárja, ill. a terjedésüket megakadályozza. A titánnál a hexagonális kristály összes csúszási rendszere már atmoszférikus nyomáson is aktív, így a hidrosztatikus nyomásnak a szerepe az alakváltozó képesség növelésében elhanyagolható.

Amíg egy anyag alakváltozó képességét - a hőmérsékleten és az alakváltozási sebességen kívül - alapvetően a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponense határozza meg, addig a törésért a teljes feszültségi állapot a felelős. A feszültségi állapottól függő törési határ-alakváltozás négyparaméteres Bogatov-függvényének (21) állandóit a további vizsgálatok (bemetszett hengeres szakító, bemetszett lapos szakító- és nyíróvizsgálatok) során kapott törési alakváltozások segítségével lehet meghatározni [132].

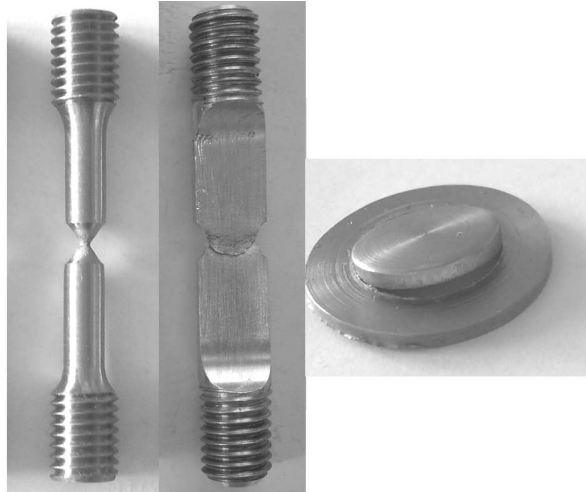
$$\bar{\epsilon}_f = (A + Bk + C\mu_\sigma^2)^D \quad (21)$$

ahol: A, B, C és D anyagtól függő állandók,

$$k = \frac{\bar{\sigma}_m}{k_f} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3k_f} \text{ - Mayer-féle feszültségmutató,} \quad (22)$$

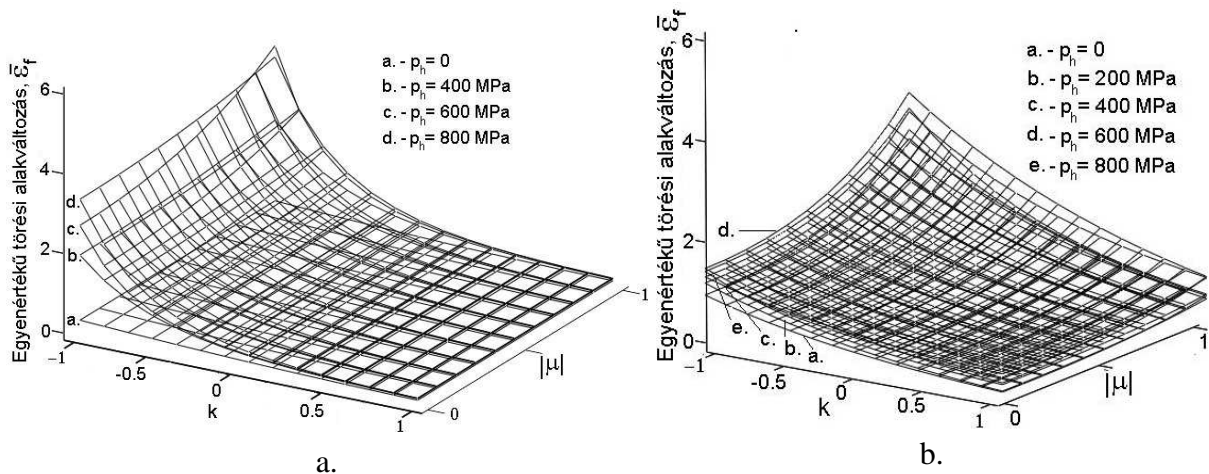
$$k_f = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \text{ - aktuális folyáshatár,} \quad (23)$$

$$\mu_\sigma = \frac{2\sigma_2 - \sigma_1 - \sigma_3}{\sigma_1 - \sigma_3} = \frac{\sigma_2 - \bar{\sigma}}{\sigma_1 - \sigma_3} \text{ - Lode-paraméter.} \quad (24)$$



73. ábra. A feszültségi állapottól függő törési határ-alakváltozás meghatározásához - a zömítő és a hengeres szakító próbatesteken kívül- használt próbatestek

A törési határfelületeket a próbatestek feszültségi állapotára jellemző Mayer és Lode feszültségmutatók (7. táblázat) függvényében a 74. ábra mutatja.



74. ábra. A magnézium (balra) és a titán (jobbra) Bogatov-féle törési határfelületei

A Bogatov-függvények anyagállandóit a 8. táblázat tartalmazza.

| Hidrosztatikus nyomás | Állandó | Magnézium | Titán |
|-----------------------|---------|-----------|----------|
| $p_h=0$ MPa | A | 0,338 | 0,986 |
| | B | -0,312 | -0,035 |
| | C | -4,89e-3 | 0,02 |
| | D | -1,94 | 34,328 |
| $p_h=400$ MPa | A | 1,101 | 0,995 |
| | B | 0,261 | -8,58e-3 |
| | C | -0,015 | 6,878e-3 |
| | D | -11,416 | 138,8 |
| $p_h=600$ MPa | A | 1,261 | -20,967 |
| | B | 0,765 | -27,511 |
| | C | -0,077 | 26,161 |
| | D | -4,443 | 0,515 |
| $p_h=600$ MPa | A | 1,093 | 0,984 |
| | B | 0,373 | -0,037 |
| | C | -0,016 | 0,02 |
| | D | -8,568 | 40,743 |

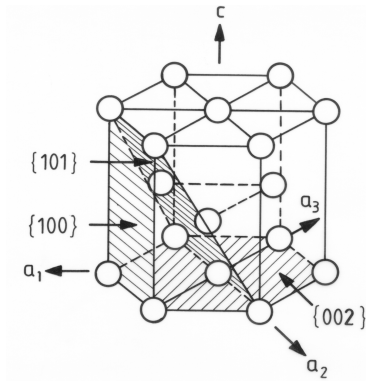
8. táblázat. A magnézium és titán Bogatov-függvényeinek anyagtól függő állandói

A törési határfelületek azt mutatják, hogy a magnézium alakváltozó képessége atmoszférikus nyomáson nagyon korlátozott, és gyakorlatilag nem függ a feszültségi állapot jellegétől. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatására viszont, főként a háromtengelyű nyomás tartományában, az alakíthatósága jelentős mértékben megnőtt. A titán alakváltozó képessége alapvetően a feszültségi állapottól függ, és gyakorlatilag érzéketlen a járulékos hidrosztatikus nyomás mértékére. Az egész alakíthatósági vizsgálatsorozat azt a célt szolgálta, hogy a két azonos rácsszerkezetű, de egymástól nagyon különböző mechanikai tulajdonságokkal rendelkező, nagy tisztaságú fém alakíthatóságának ezt a lényeges jellegzetességét meg lehessen állapítani.

4.2.3. A zömített próbatetek szerkezeti változásainak vizsgálata

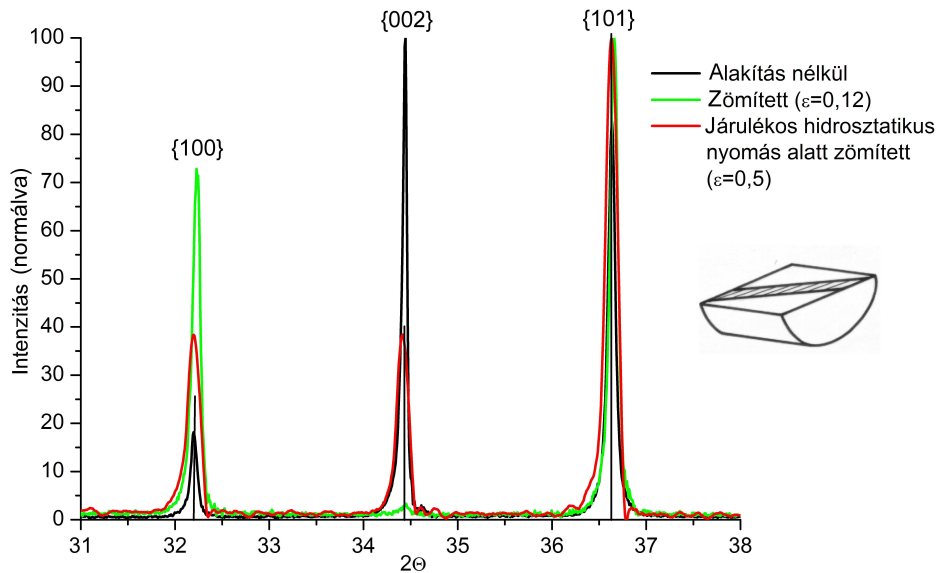
Mivel a vizsgált anyagok rugalmas-képlékeny anyagtörvényének (folyásgörbéjének) meghatározásához a zömítővizsgálatot alkalmaztuk, a zömítő próbatetek szerkezeti változásait vizsgáltam részletesen. A próbateteket a hossz tengelyükkel párhuzamosan elmetesztük, a metszetekről csiszolatot készítettünk és a csiszolatokkal röntgendiffrakciós és mikrokeménység vizsgálatokat végeztünk. A röntgendiffrakciós vizsgálatokkal Sajó István (MTA Központi Kémiai Kutató Intézet) és Madarász János (BME Szervetlen és Analitikai Kémia Tanszék), a keménységvizsgálatokkal Juhász András (ELTE Anyagfizikai Tanszék) voltak segítségemre.

A Philips X'Pert Pro PANalytical röntgen-diffraktométerrel végzett vizsgálatok paraméterei a következők voltak: $\text{CuK}\alpha$ sugárzás, generator feszültség 45 kV, áramerősség 30 mA, grafit monokromátor, proporcionális számláló, lépésköz $0,008^\circ$ (2Θ -ban), adatvételi szögtartomány 30° - 130° , instrumentális félértékszélesség 0,11. A diffraktogramban csak az első három reflexiót tüntettem fel ($\{100\}$ hossz tengellyel párhuzamos oldalsík, $\{002\}$ alapsík, $\{101\}$ átlós sík reflexióját), mert ezek jellemzik a hexagonális kristály három legfontosabb csúsztási síkját (75. ábra).

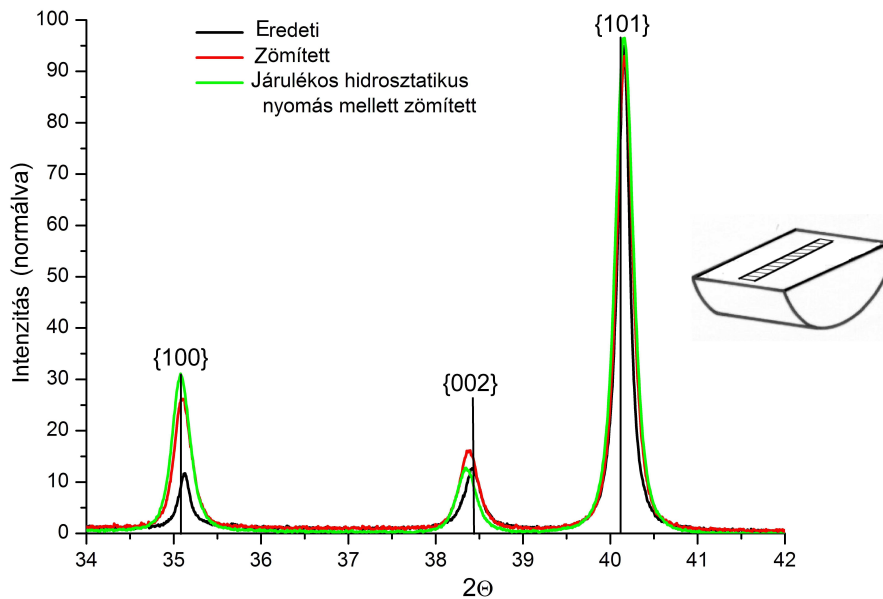


75. ábra. A hexagonális kristály legfontosabb csúszási síkjai

A diffraktogramokon a zömítetlen (eredeti), a járulékos hidrosztatikus nyomás nélkül és a 800 MPa járulékos hidrosztatikus nyomás mellett zömített próbatetek eredményeit hasonlítottam össze (76-77. ábra).



76. ábra. Zömített magnézium próbatetek röntgendiffraktogramjai



77. ábra. Zömített titán próbatetek röntgendiffraktogramjai

A vizsgálatok számszerűsített eredményeit a 9. táblázatban foglaltam össze.

| | Zömítetlen, $p_h=0$ MPa, $\varepsilon=0$ | | Zömített, $p_h=0$, $\varepsilon_{Mg}=0,12$, $\varepsilon_{Ti}=0,5$ | | Járulékos hidrosztatikus nyomás mellett zömített, $p_h=800$ MPa, $\varepsilon=0,5$ | |
|-----------|---|----------------------------|---|----------------------------|--|----------------------------|
| | Félérték- szélesség* | Krisztallit- méret [nm] | Félérték- szélesség* | Krisztallit- méret [nm] | Félérték- szélesség* | Krisztallit- méret [nm] |
| Magnézium | 0,12 | 165 | 0,23 | 141 | 0,13 | 34 |
| Titán | 0,18 | 72 | 0,29 | 58 | 0,34 | 74 |

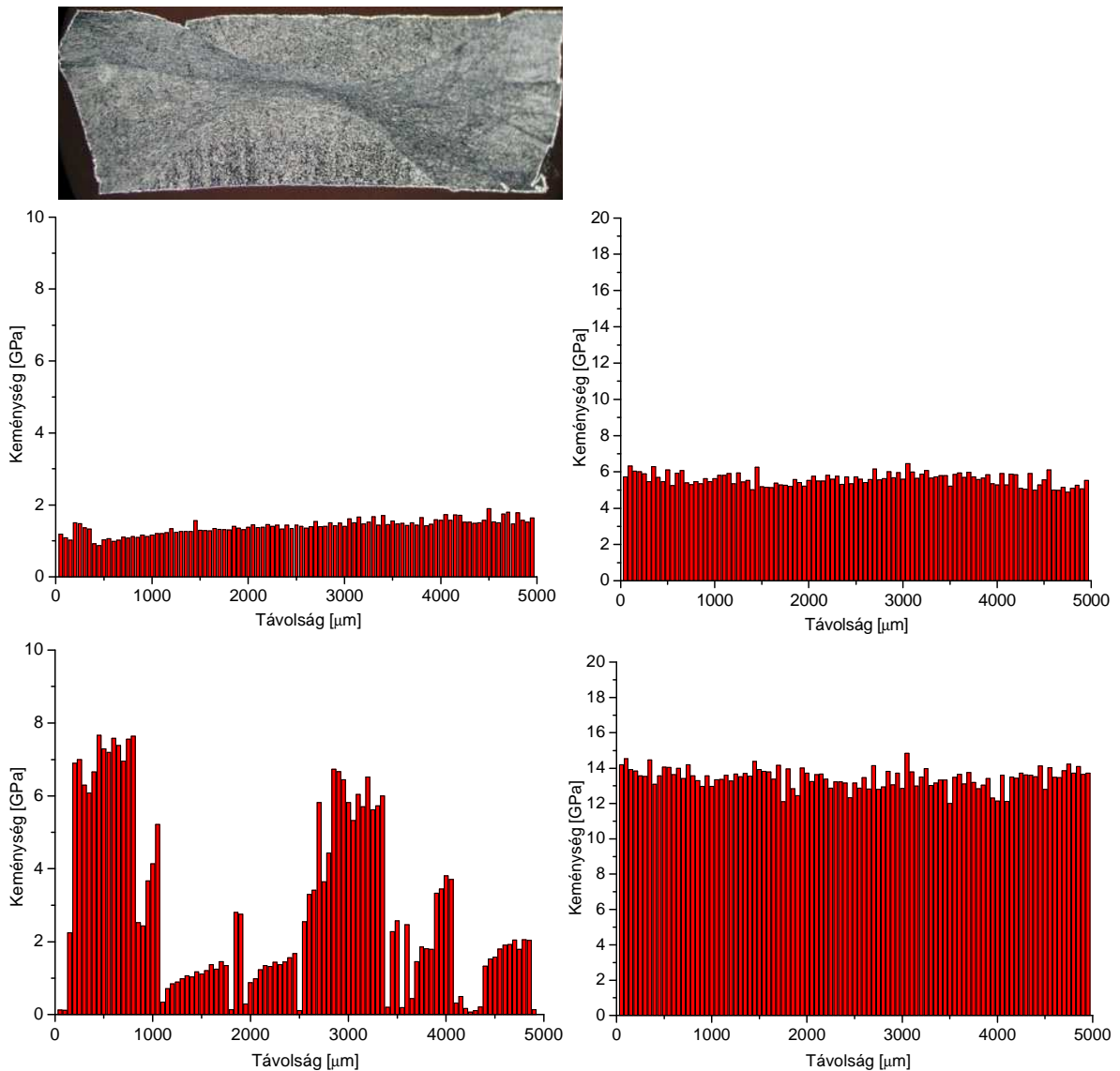
9. táblázat. A magnézium és titán zömített próbatetek röntgendiffrakciós vizsgálatának eredményei (2Θ -ban, *a bázissíkra vonatkoztatva)

A magnézium vizsgálati eredményeiből látható, hogy az alapanyag diffraktogramja is eltér a statisztikus eloszlásokkal jellemzett intenzitásértékektől (az ábrákon függőleges vékony vonal mutatja a sávok közepén), azaz az alapanyag szemcseszerkezete már egy bizonyos orientáltsággal rendelkezett (húzott rúdból készültek a próbatetek). A járulékos hidrosztatikus nyomás nélkül törésig zömített ($\varepsilon=0,12$) próbatetekben a szemcsék nagymértékű átrendeződése (orientálódása) figyelhető meg, mivel a $\{002\}$ síkok reflexiója gyakorlatilag eltűnt. Ebből arra következtethetünk, hogy az alakváltozás kizárólag az alapsíkok mentén csúszással, ill. ikresedéssel valósulhatott meg. A csúszási sávban (67/a. ábra) a diszlokációsűrűség megnövekedett, erre utal a krisztallitméret (= a röntgensugarat koherensen szóró domének mérete) csökkenése és az alapsík reflexiójának félértékszélesség-növekedése. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatására a reflexiók intenzitásai megközelítik a statisztikus eloszlásnak megfelelő értékeket, ami a vizsgált csúszási sávban végbemenő dinamikus rekrisztallizációra, ill. a kisebb torzulással járó, több csúszási rendszer mentén kialakult csúszásra utal.

A titán próbatetek diffraktogramjainak nagymértékű egybeesése és a statisztikus eloszlásnak nagyjából megfelelő intenzitások (77. ábra) arra utalnak, hogy az alakváltozás mechanizmusa a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására a polikristályos fémek alakváltozási mechanizmusához képest nem változott. A szemcsék az alakváltozás hatására átrendeződtek, a metszet síkjában a $\{100\}$ oldalsíkok reflexióinak intenzitása nőtt meg, a szemcsék a képlékeny folyás irányába rendeződtek. A félértékszélesség növekedése és a krisztallitméret csökkenése pedig szemcseaprózódásra utal.

4.2.4. Zömített próbatetek keménységvizsgálata

A mikrokeménység mérések UMIS nanokeménységmérő műszerrel, 0,5 mN/s terhelési sebességgel, Berkovich-mérőfejjel, 50 mN maximális terheléssel az ELTE Anyagfizikai Tanszékén készültek. A mérések egy sorban, a metszetek fényképein szaggatott vonallal bejelölt irányban történtek. Az egyes mérések távolsága 50 mikrométer, a mérések száma mindegyik mintán 100 volt. A grafikonok vízszintes tengelye mentén a mérések sorszáma van feltüntetve.



78. ábra. A zömített próbatestek keresztmetszetén mért nanokeménységek (baloldalon magnézium, jobb oldalon titán mérési eredményei)

A keménységmérések eredményei azt mutatják, hogy a magnéziumnál a csúszási sáv keménysége lényegesen nagyobb a csúszási sávon kívüli anyagrész keménységénél. Szakirodalmi közlések alapján, ha a szemcseaprózódásból finomszemcsés mikroszerkezet, ill. nanoszerkezet alakul ki, akkor annak keménysége 6-7-szer nagyobb, mint a mikroszemcsés szerkezeté [122]. A nanoszemcsés szerkezet kimutatására az elvégzett vizsgálatok nem alkalmasak, ill. ebből a szempontból nem adnak megbízható eredményt.

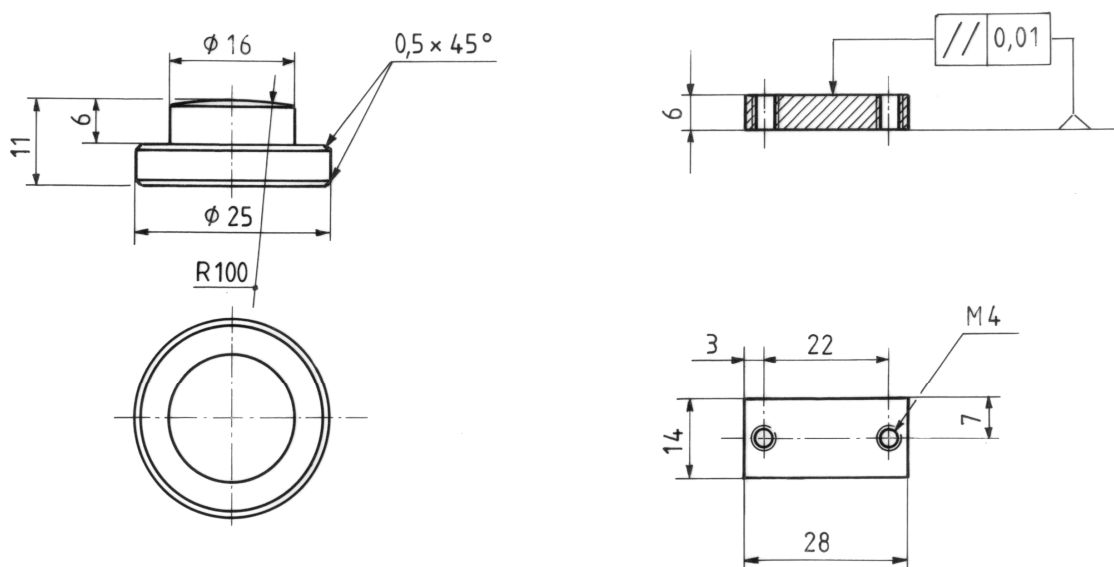
A titán próbatestek keménysége a vizsgált szakaszon belül csak kismértékben változott, de az alakváltozás hatására keményedés következett be.

A zömített magnézium és titán próbatesteken végzett vizsgálatok arra adtak lehetőséget, hogy az azonos kristályszerkezet ellenére különböző alakváltozási mechanizmusokat és az alakváltozás eredményeképpen kialakult szerkezetváltozásokat elemezni lehessen. Az elvégzett vizsgálatok eredményei, egymással összhangban, arra engednek következtetni, hogy a magnézium alakváltozó képességének növekedését a járulékos hidrosztatikus nyomás tette

lehetővé, továbbá, hogy a csúszási sávokra lokalizálódott alakváltozás a csúszási sávon belül a szemcsék egy részének dinamikus rekrisztallizációját eredményezte. Titán esetében az alakváltozás diszlokációcsúszással valósulhatott meg, amelynek következtében az anyag keményedett, de a keményedés mértéke a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására csökkent (a folyásgörbék meredeksége csökkent az atmoszférikus nyomáson felvethez képest, 67/f. ábra).

4.2.5. Súrlódásvizsgálatok

A súrlódásvizsgálatokat Juhász Gábor diplomatervező közlekedésmérnök hallgató végezte az INSA de Lyon LaMCoS laboratóriumának PeDeBa vizsgálóberendezésen, szobahőmérsékleten és atmoszférikus nyomáson. A próbatetek rajza a 79. ábrán látható. A hasáb alakú alsó, rögzített próbatetek felülete köszörült, a gömbhéj felületű felső, mozgó próbatest felülete tükrösített.

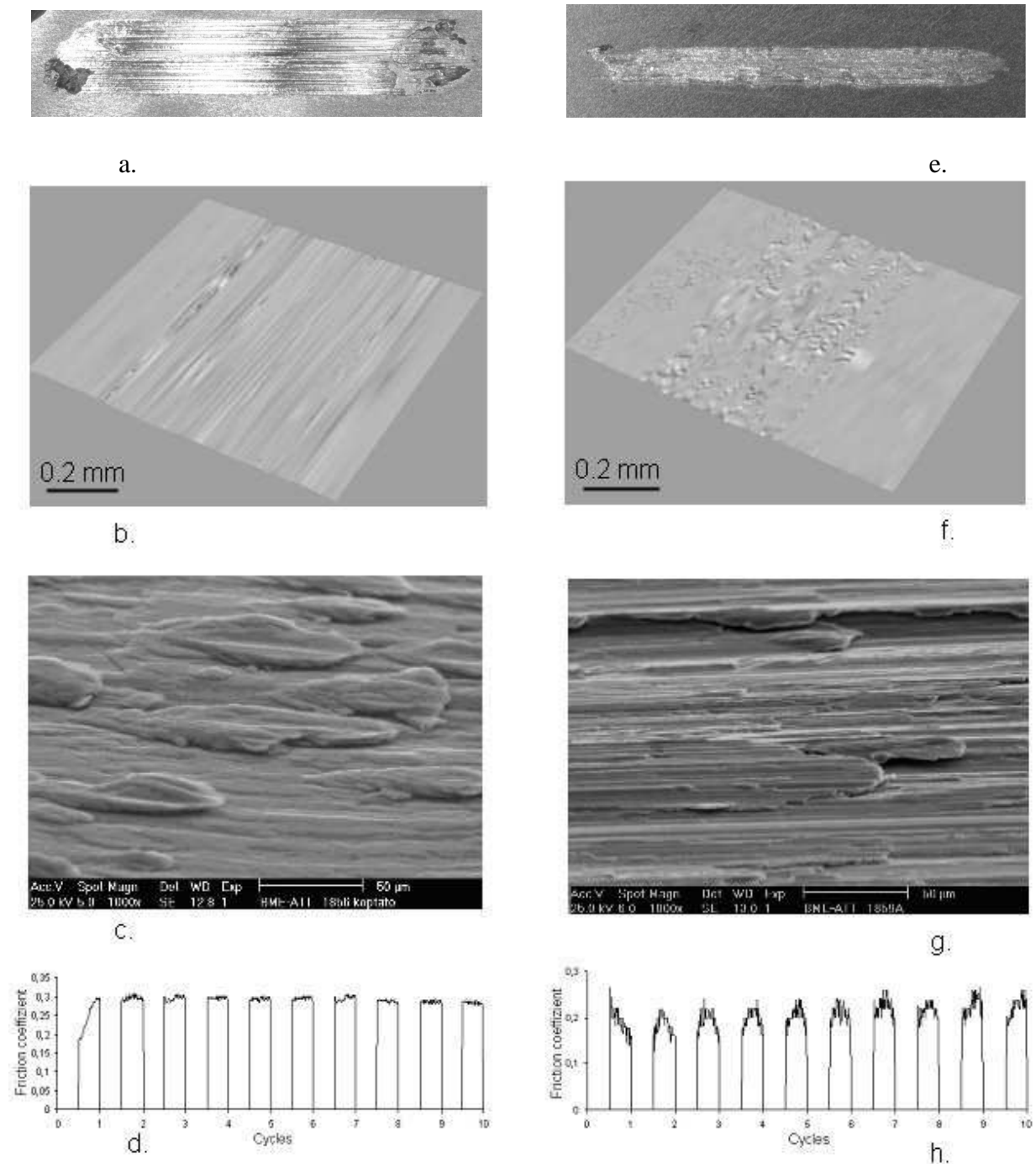


79. ábra. A súrlódásvizsgálathoz használt próbatetek

A hasáb alakú próbatest hossz tengelye mentén egyirányú elmozdulás (a gömbfelületű felső próbatest a visszaút során terheletlen volt) amplitúdója 4 mm, az elmozdulás frekvenciája 0,12 Hz, az összes ciklusszám 10 volt. A normál terhelés mindkét esetben 100 N volt, ami $\sigma_H = 148$ MPa Hertz feszültséget ébresztett a magnézium és $\sigma_H = 238$ MPa-t a titán esetében.

4.2.5.1. Kopásnyom-analízis

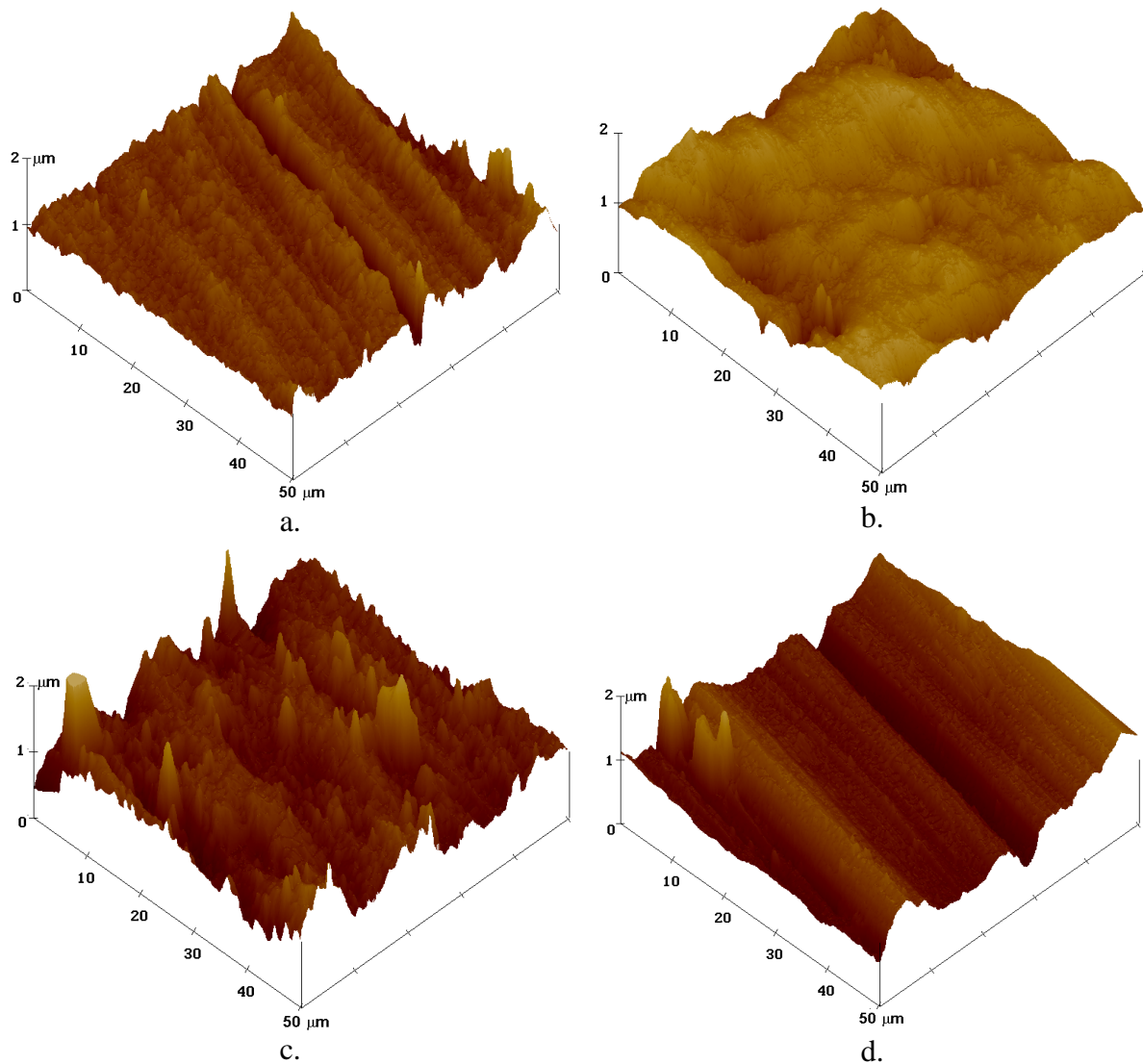
A kopásnyom felületének különböző technikákkal készített, különböző nagyítású képeit mutatja a 80. ábra.



80. ábra. A súrlódásvizsgálatok eredményei (bal oldali oszlopban a magnézium, jobb oldaliban a titán eredményei).

a. és e.- a kopásnyom kis nagyítású képe; b. és f.- a kopásnyom 3D profilometriai képe; c. és g.- a kopásnyom pásztázó elektronmikroszkópi képe (a csúszás iránya jobbról balra); d. és h.- a mért súrlódási tényező értékei.

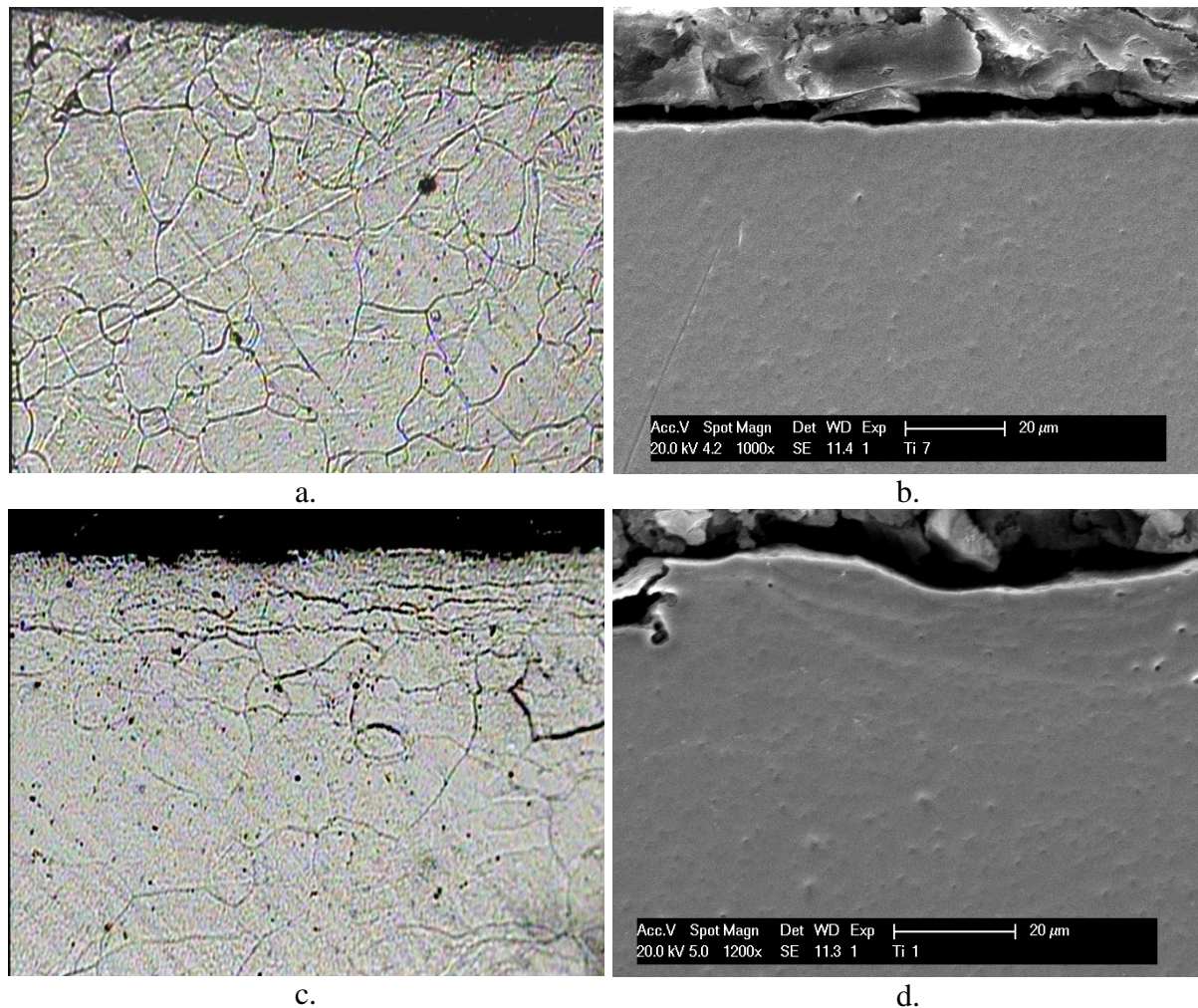
A próbatestek eredeti felületéről és a kopásnyomról nagy felbontású atomerő-mikroszkópi (AFM) felvételeket is készítettünk (81. ábra).



81. ábra. Az eredeti felület (a. és b.) és a kopásnyom (c. és d.) AFM felvétele (bal oldali oszlop magnézium, jobb oldali oszlop titán)

A kopásnyomok topográfiájából arra következtethetünk, hogy különböző súrlódási mechanizmus alakult ki a két különböző anyagpárosítás esetén. A magnézium súrlódási mechanizmusát az intenzív részecskeleválás és a részecskék aggregátumaiból álló harmadik testek képződése jellemezte. A súrlódási tényező a részecskeleválás megindulása után egyenletes értéken maradt egy cikluson belül és a ciklusok között is (80/d. ábra). A levált részecskékből álló harmadik testek, lokalizálva a nyomást és a sebességi alkalmazkodást az érintkező felületek között, a részecskeleválás fenntartását segítik elő. Ez a folyamat állandósult a súrlódás során, ennek köszönhető a súrlódási tényező közel állandó értéke. Titán esetében a ciklusok során a súrlódási tényező nem maradt állandó (80/h. ábra), a súrlódás mechanizmusát láthatóan a felületközeli réteg képlékeny alakváltozása határozta meg. Az átlagos súrlódási tényező értéke kismértékben emelkedő tendenciát mutat, de a ciklusokon belül sem állandó. Ebből arra következtethetünk, hogy a felületközeli réteg kismértékben, de a súrlódás során folyamatosan keményedett. Az AFM-felvételek megerősítik a fenti feltételezéseket. A magnézium felülete az eredeti megmunkáláshoz képest még töredezettebbé vált. A titán felületét súrlódás előtt és súrlódás után is a szemcsék nagymértékű képlékeny alakváltozása jellemezte.

A kopásnyomokra merőleges metszetek képeit a 82. ábra mutatja.



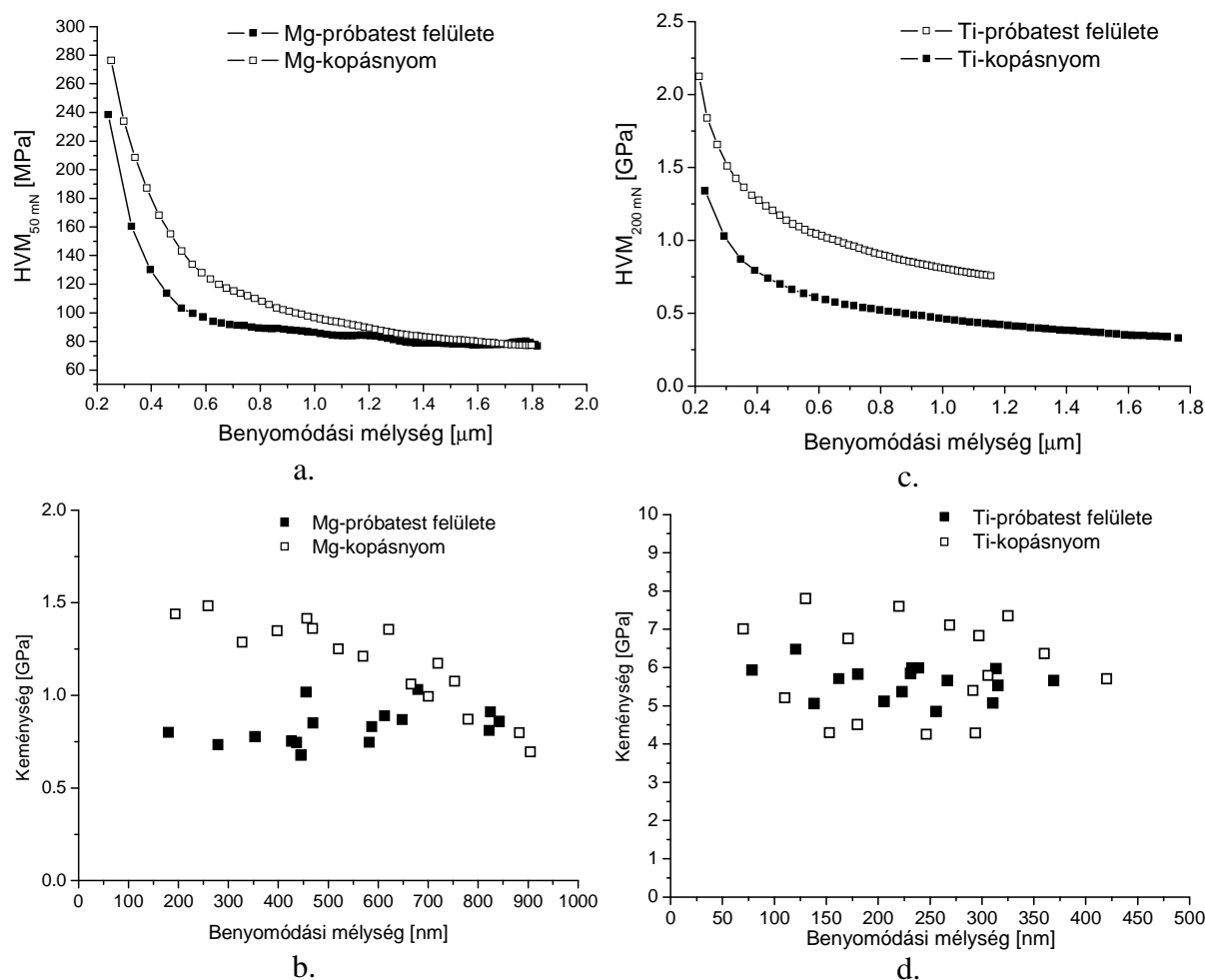
82. ábra. Az eredeti felület (a., b.) és a kopásnyom egy részének (c., d.) keresztmetszete (baloldalt magnézium, jobb oldalon titán)

Magnéziumnál a felületközeleli rétegben ellaposodott szemcsét és szemcsehatármenti repedést egyaránt megfigyelhetünk. Tekintettel arra, hogy a magnézium rekrisztallizációjának alsó hőmérsékleti értéke a szobahőmérséklethez közel van, elvileg a felületközeleli réteg rekrisztallizációja is bekövetkezhetett volna, de erre utaló nyomot a metallográfiai vizsgálatoknál nem találtunk. Titánnál az erősen alakváltozott réteg jól megkülönböztethető az alapanyagtól.

4.2.5.2. Keménységvizsgálat

A felületközeleli réteg mechanikai tulajdonságaiban bekövetkezett változásokat mikro- és ultramikrokeménységméréssel vizsgáltuk. A sűrűdésvizsgálatok előtt és után elvégeztük a kiinduló felület és a kopásnyom ultramikro- és nanokeménységmérését. Az ultramikrokeménységméréshez alkalmazott Shimadzu DUH 202 keménységmérő Vickers-tűvel volt felszerelve, az alkalmazott terhelés magnézium esetében 0-50 mN, titán esetében 0-200 mN volt. A vizsgálatokat Juhász András (ELTE Anyagfizikai Tanszék) végezte. A nanokeménység vizsgálatot Hysitron Triboscope műszerrel, Berkovich-típusú mérőheggyel végeztük, 16 pontból álló mátrix formájában, 1 mN-től 10 mN-ig növelve a terhelést. A

vizsgálatokat Nagy Péter (MTA Központi Kémiai Kutató Intézet) végezte. A vizsgálatok eredményeit a 83. ábrán látható diagramok mutatják.



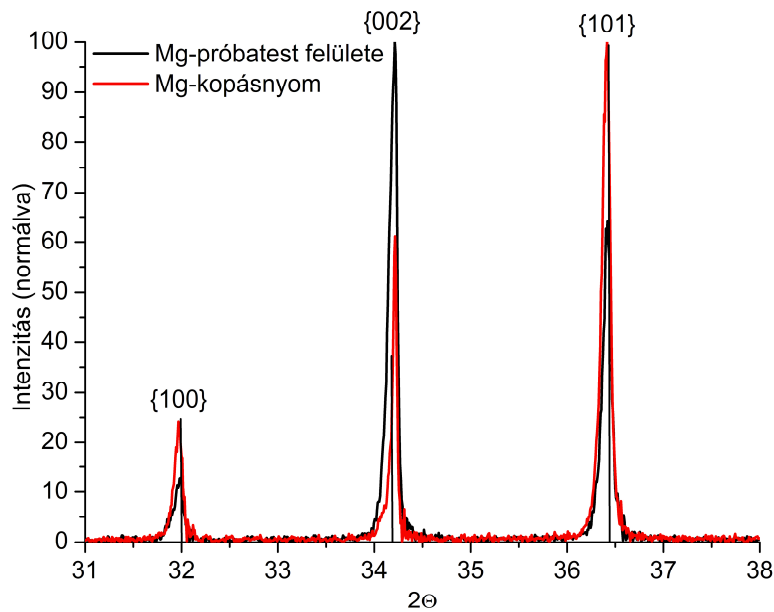
83. ábra: magnézium és titán felületközeli rétegének keménységmérési eredményei (a., b. - ultra-mikro keménységmérés, c.,d.- nano-keménységmérés)

Magnézium esetében mindkét vizsgálat hasonló eredményt adott. A felületközeli réteg igen vékony rétegében (<1 μm) lehetett csak az eredeti felület és a kopásnyom között különbséget kimutatni. Ebből arra következtethetünk, hogy a magnézium keményedett felületközeli rétege kismértékű alakváltozás után lekopott. A titán esetében a keménység növekedés a felületközeli réteg mérhető vastagságán belül állandó, ami a felületközeli réteg nagymértékű alakváltozására utal.

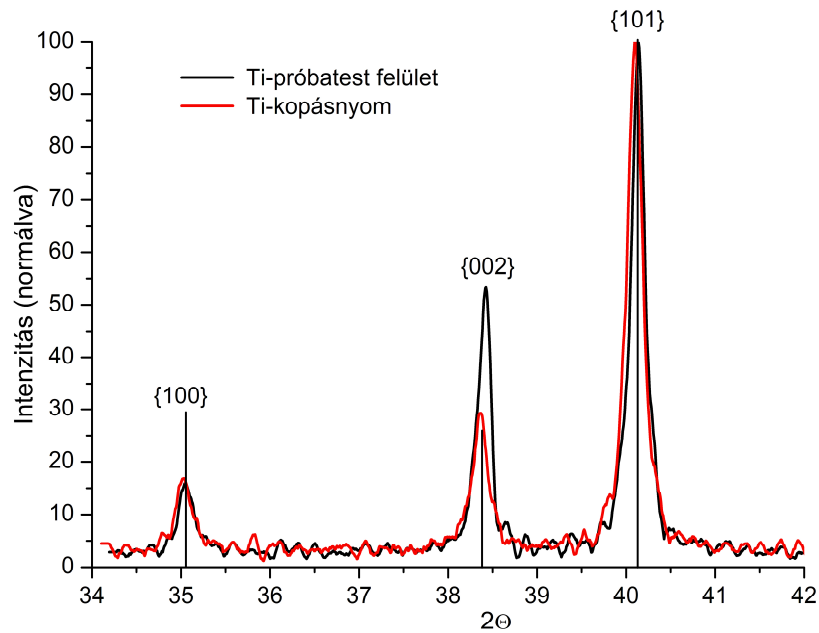
A nanokeménység alakulásából látható, hogy a magnézium esetében a felületközeli réteg, ill. a felületen kompaktálódott harmadik testek határozottan keményedtek. Ez az eredmény megerősíti az előző bekezdés megállapítását, miszerint a részecskék a keményedett felületközeli rétegből váltak le. A titán esetében a kopásnyom keménysége a felületközeli réteghez képest szórást mutat, ugyanakkor az átlagértékek gyakorlatilag azonosak. Ebből arra következtethetünk, hogy a felületközeli réteg alakváltozása nem homogén módon történt.

4.2.5.3. A kopásnyom röntgendiffrakciós vizsgálata

A kopásnyomok röntgendiffrakciós vizsgálatok ugyanazzal a diffraktométerrel és módszerrel készültek, mint a zömített próbatestek esetében.



84. ábra. Magnézium próbatest és kopásnyom diffraktogramja



85. ábra. Titán próbatest és kopásnyom diffraktogramja

A vizsgálatok számszerű eredményeit az 10. táblázat tartalmazza.

| | Próbatest felülete | | | | Kopásnyom | | | |
|-----------|---|-------|-------|------------------------|---|-------|-------|------------------------|
| | Félértékszélesség ($^{\circ}$ 2 Θ -ban) | | | Krisztallit méret [nm] | Félértékszélesség ($^{\circ}$ 2 Θ -ban) | | | Krisztallit méret [nm] |
| | {100} | {002} | {101} | | {100} | {002} | {101} | |
| Magnézium | 0,22 | 0,2 | 0,21 | 110 | 0,16 | 0,12 | 0,28 | 80 |
| Titán | 0,4 | 0,29 | 0,32 | 55 | 0,43 | 0,35 | 0,33 | 43 |

10. táblázat. Magnézium és titán sűrűségvizsgálatához használt próbatestek röntgendiffrakciós mérésének eredményei

A magnézium alapanyag spektruma nem különbözik a zömítéshez használt anyag spektrumától (76. ábra). A kopásnyom diffraktogramja, a reflexiók intenzitását tekintve, a hidrosztatikus nyomás mellett zömített próbatest diffraktogramjához hasonló. Sem a félértékszélességekben, sem a kristallit méreteken jelentős változás nem következett be a súrlódás hatására. A bázissík reflexiójának helye kismértékben eltolódott a nagyobb rácstávolságok irányába (cellatorzulás), de az eltolódás mértéke éppen a hibahatáron van. Mindezekből arra következtethetünk, hogy a magnézium súrlódása során a kopásnyom felületközeli rétege jelentős szerkezeti változást nem szenvedett. A szemcsék a súrlódási igénybevétel hatására átrendeződtek, torzultak, ill. a próbatest eredeti felületi megmunkálásának jegyeit hordozó felületi réteg a súrlódás során lekopott. Szeretném viszont megjegyezni, hogy a röntgensugár behatolási mélysége a magnéziumba nagyobb volt, mint a feltételezett felületközeli réteg vastagsága, így a magnézium kopásnyom esetében a röntgendiffrakció eredménye csak tájékoztató jellegű, mivel az alapanyagról és a felületközeli rétegről együttesen ad információt.

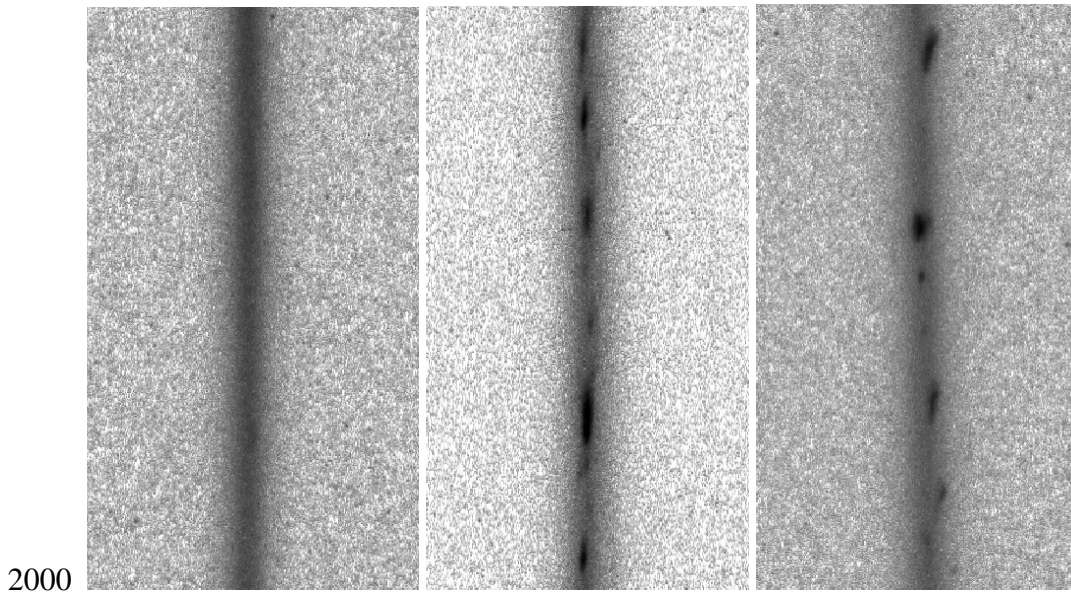
Titán esetében az eredeti felületmegmunkálás (köszörülés) következtében a bázissíkra rendeződött felületi szemcsék a súrlódási igénybevétel hatására visszafordultak, és a kopásnyomban a felületközeli réteg közel a statisztikai eloszlásnak megfelelően alakváltozott. A kristallitméret csökkenése és a félértékszélességek kismértékű növekedése arra utal, hogy a felületközeli réteg diszlokációsűrűsége megnőtt. Az alapsík reflexiója a titán esetében is eltolódott az eredeti felületéhez képest, de a magnéziummal ellentétesen, a kisebb rácstávolság irányába. A titán cellatorzulása maradó nyomófeszültségek kialakulására, a magnéziumé pedig maradó húzófeszültségek kialakulására utal.

4.2.5.4. Nagy felbontású röntgendiffrakciós vonalprofil-analízis

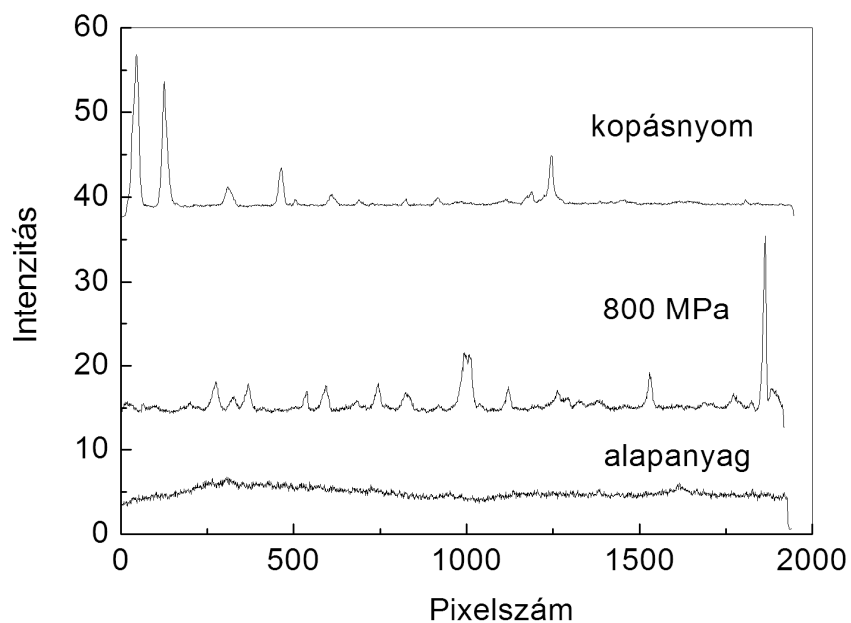
A járulékos hidrosztatikus nyomás hatásának, valamint a lejátszódó szerkezeti változásoknak mélyebb szintű elemzése érdekében a zömített próbatestek keresztmetszetében, valamint a kopásnyomokban nagy pontosságú röntgenvonalprofil-analízist végeztünk. A méréseket és a mérési eredmények kiértékelését Gubicza Jenő (ELTE Anyagfizikai Tanszék) készítette.

A röntgenvonalprofil egy nagy felbontású, forgóanódos diffraktométerrel (Nonius, FR591, $\text{CuK}\alpha_1$) vették fel. A visszavert röntgensugarakat képlemezen rögzítették, $0,005^\circ$ (2Θ -ban) szögfelbontással. A Debye–Scherrer-gyűrűk kiértékelése során azt tapasztalták, hogy amíg az alapanyagra a gyűrűk mentén gyakorlatilag állandó intenzitás jellemző, addig az alakított és koptatott felületekről a gyűrűkben erős intenzitású tartományok jelentek meg (86. ábra).

A gyűrűk hossza mentén (1-től 2000 pixelig) mért intenzitásokat a 87. ábra mutatja.



86. ábra. Magnézium {103} reflexiójának Debye–Scherrer-gyűrűi (a.- alapanyag, b.- $p_h = 800$ MPa hidrosztatikus nyomás mellett zömített, c.- kopásnyom)



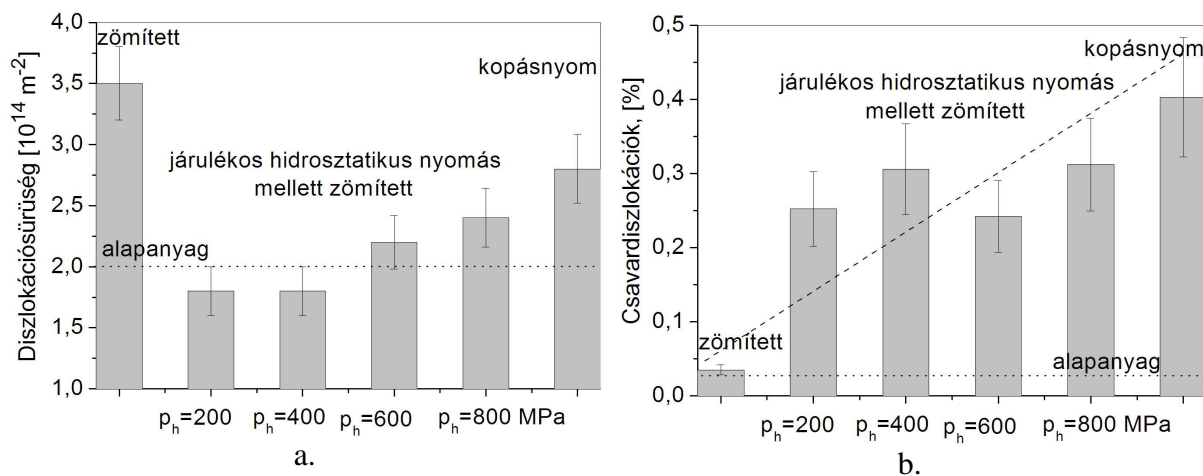
87. ábra. Intenzitáseloszlás a Debye–Scherrer-gyűrűk mentén

Az intenzitáspektrumok kiértékelését egy, a polikristályos hexagonális kristályrácsú anyagok alakváltozását modellező, saját fejlesztésű program (Multiple Whole Profile, [136-140]) segítségével végezték. Polikristályos fémek képlékeny alakváltozásának von Mises-kritériuma alapján minimum öt független csúszási rendszernek kell egy időben aktívnak lenni ahhoz, hogy az alakváltozás megindulhasson. Ezért a hexagonális kristályrácsú fémeknek a három alapsíkbeli csúszási rendszeren kívül további két csúszási rendszerre is szükségük van a képlékeny alakváltozáshoz. Másképp megfogalmazva, az alapsíkbeli diszlokációk Burgers-vektora merőleges a c tengelyre (75. ábra), ezért az alapsíkbeli csúszások a c irányban nem okoznak nyúlást. A hexagonális kristályrács alakváltozásához tehát olyan Burgers-vektorral rendelkező csúszási rendszerekre is szükség van, amelyeknek van a c iránnyal párhuzamos

komponensük is. Az ikresedésen kívül a prizmatikus és a piramidális csúszási rendszerek aktiválásának van legnagyobb valószínűsége a hexagonális rácsrendszerű polikristályos fémek alakváltozása során. A könnyű és nehéz csúszás összes csúszási rendszerét figyelembe véve, a röntgenvonalszélesítés alapján a csúszási rendszereket Burgers-vektoruk alapján 3 csoportba sorolhatjuk: $b_1 = 1/3\langle\bar{2}110\rangle$ ($\langle a \rangle$ típus), $b_2 = \langle 0001 \rangle$ ($\langle c \rangle$ típus), $b_3 = 1/3\langle\bar{2}113\rangle$ ($\langle c+a \rangle$ típus). Ennek megfelelően megkülönböztethetünk 4 $\langle a \rangle$, 2 $\langle c \rangle$ és 5 $\langle c+a \rangle$ Burgers-vektorral jellemzett diszlokációtípust.

A [140]-ban részletezett számítások eredményeként, a lehetséges összes csúszási rendszer (1395 kombináció) elemzése után, megkaptuk a vizsgált anyagrészen a diszlokációsűrűséget, valamint a diszlokációk típus szerinti ($\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$, $\langle c+a \rangle$) eloszlását, továbbá az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációkon belül a csavardiszlokációk részarányát. A csavardiszlokációk részarányának ismerete azért szükséges, mert az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációk közül ezek képesek keresztcsúszásra. A diszlokációk keresztcsúszása a megújulásnak és a rekristallizációnak egyik szükséges feltétele, így a csavardiszlokációk részarányának növekedése közvetett magyarázatát jelenti a megnövekedett alakváltozó képességnek.

A magnézium próbatestek Debye-Scherrer gyűrűit és a gyűrűk menti intenzitáseloszlásokat kiértékelve, az elvégzett modellszámítások szerint a vizsgált próbatestek mindegyikében az $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ és $\langle c+a \rangle$ diszlokációk részaránya állandó volt ($80\pm 4\%$, $8\pm 2\%$ és $12\pm 2\%$). A diszlokációsűrűség változását és az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációkon belül a csavardiszlokációk részarányát a 88. ábrán ábrázoltuk.

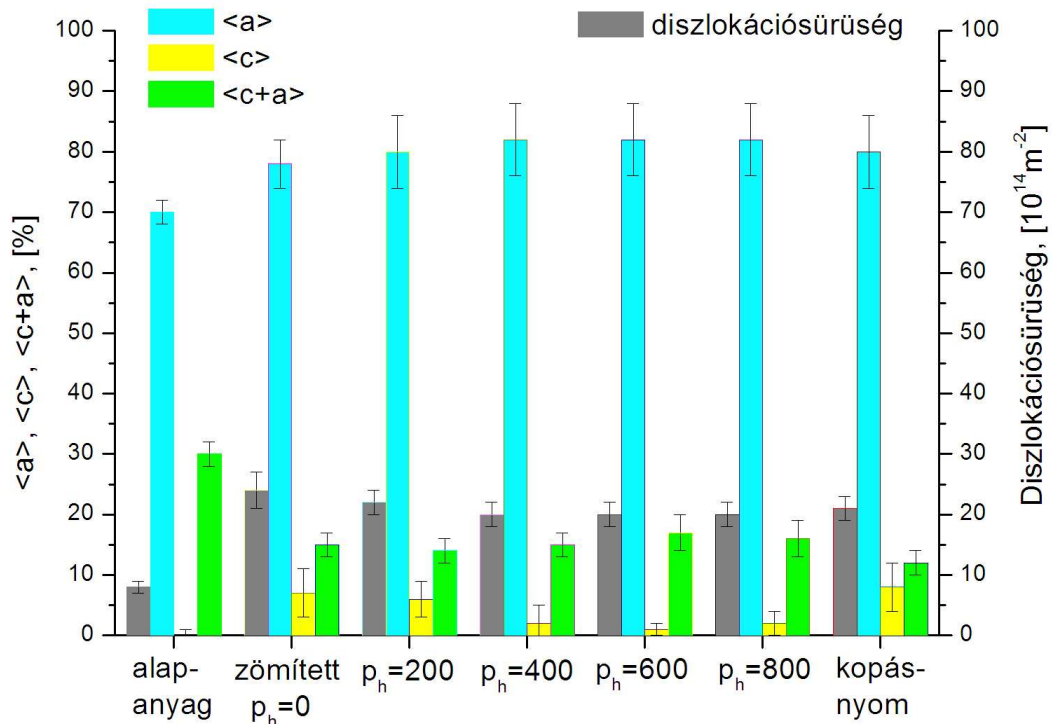


88. ábra. Magnézium próbatestekben mért diszlokációsűrűség (a.) és a csavardiszlokációk eloszlása

A 88. ábra adja a járulékos hidrosztatikus nyomás hatásának eddigi legszemléletesebb bizonyítékát. Magnéziumban a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására, a nyomás nagyságától gyakorlatilag függetlenül, közel tízszeresére emelkedett a csavardiszlokációk részaránya az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációkon belül, és ugyanez a növekedés volt tapasztalható a kopásnyomban is. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatására a c/a rácsállandó kismértékben lecsökkent [140], ezért indult meg a $\langle c+a \rangle$ irányokban is a diszlokációk csúszása. Szakirodalmi adatok alapján c irányban az összenyomódás 7 GPa nyomásig sokkal nagyobb mértékben történik, mint az a irányban [141]. A hidrosztatikus nyomás hatására a parciális diszlokációk összenyomódhatnak, ezáltal a csavardiszlokációk csúszását segítik elő. A diszlokációk keresztcsúszásához szükséges hőenergia viszont csak a legjobban alakváltozott szemcsékben lehetett elegendő a szemcsék dinamikus rekristallizációjához. Így a

diszlokációs szerkezet megújulása és a rekrisztallizáció nem következett be homogén módon a vizsgált anyag térfogata szempontjából. A Debye–Scherrer-gyűrűkben található nagy intenzitású foltok megújult szemcsékre utalnak, amelyek krisztallitmérete 4-5-szöröse ($> 1 \mu\text{m}$) a kiindulási anyag krisztallitméretének. A járulékos hidrosztatikus nyomás mellett zömített magnézium csúszási sávjában és a kopásnyom felületközeli rétegében tehát hasonló jelenségek, megújulás és részleges (lokális) rekrisztallizáció játszódott le.

A titán esetében a diszlokációsűrűség és a diszlokációk típus szerinti eloszlása változott az egyes próbatestek esetében (89. ábra), így ezeket külön-külön kellett ábrázolni.



89. ábra. Titán próbatestekben mért diszlokációsűrűség és a diszlokációk típus szerinti eloszlása

A titán próbatestekben mért diszlokációsűrűség és -eloszlás különbözik a magnéziumétól. A diszlokációsűrűség jelentős mértékben nőtt az alakítás során, viszont ez a növekedés gyakorlatilag nem függ a járulékos hidrosztatikus nyomás nagyságától. A kopásnyomban mérhető diszlokációsűrűség megegyezett a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett zömített próbatestekben mérhetővel. A számítási eredmények alapján a többségi <a> típusú diszlokációk szinte kizárólag prizmatikus él típusúak, csak a kopásnyomban lehetett csavardiszlokációt kimutatni. A titán nagy rétegződésihiba-energiája miatt a diszlokációk az alakváltozás során nem hasadnak fel, a parciális diszlokációk nem akadályozzák a keresztcsúszást, ezért nincs vagy csak kisebb mértékben van szüksége a csavardiszlokációk jelenlétére az alakváltozás folytatásához [33].

4.2.6. A magnéziummal és titánnal végzett vizsgálatok eredményeinek értékelése

A magnéziummal és titánnal végzett vizsgálatok legfontosabb eredménye, hogy ki lehetett mutatni a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett végzett zömítés és a súrlódás

vizsgálat során a kopásnyomban kialakult felületközeli réteg szerkezetében bekövetkezett változások közötti hasonlóságot. Ennek alapján javasolható, hogy a súrlódási folyamatok numerikus szimulációjához a felületközeli réteg anyagtörvényét a fenti eljárással célszerű meghatározni.

A hidrosztatikus nyomáskomponensnek az alakváltozó képességre gyakorolt hatásáról korábban feltételezettek ki lehet egészíteni a diszlokációk csúszási rendszereire kifejtett hatásával. A hidrosztatikus nyomáskomponens kis rétegződésihiba-energiával rendelkező, hexagonális kristályrácsú, polikristályos magnézium esetében aktíválja a csavardiszlokációk csúszási rendszerét, amely jelentős mértékben megnöveli a magnézium törésmentes alakváltozási tartományát.

5. Összefoglalás

A kutatómunkám célja a súrlódó felületek igen vékony rétegében, az ún. felületközeli rétegben a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező átmeneti és állandósult tulajdonság-, ill. szerkezeti változások vizsgálata volt. Ezeket a változásokat nevezi a tribológiai szakirodalom TTS (MMS) képződésének.

Vizsgálataimhoz az előző kutatások tapasztalataiból kiindulva, fémes és nemfémes súrlódó felületepárokat használtam, egyrészt alkalmazástechnikai (különös tekintettel a járműipari alkalmazásra), másrészt alapkutatási szempontok szerint végzett kiválasztás alapján. A súrlódó felületek geometriája a vizsgálatok döntő többségénél gömb-síkfelület jellegű volt, mivel ennél az érintkezési típusnál legjelentősebb az érintkezési feszültségi állapot hidrosztatikus komponensének hatása. A súrlódásvizsgálatokat szükség szerint kiegészítettem járulékos hidrosztatikus nyomás alatt végzett anyagvizsgálatokkal, amelynek eredményeiből a numerikus szimulációkhoz szükséges anyagtörvényt határoztam meg. Az alakított, ill. koptatott próbatestek vizsgálatához felhasználtam a korszerű anyagvizsgálati módszereket (optikai- és elektronmikroszkópiát, Raman-spektroszkópiát, röntgendiffrakciót, atomierő-mikroszkópiát, valamint mikro- és nanokeménységmérést), amelyek segítségével a vizsgált szerkezeti változásokat azonosítani és elemezni lehetett.

A kutatáshoz kapcsolódó kísérleteket a korábbi nemzetközi együttműködés keretében végzett vizsgálatainkhoz használt anyagokkal (szálerősítésű karbon-karbon kompozittal, amorf karbon bevonattal, valamint polikristályos gyémánt bevonattal, továbbá magnéziummal és titánnal) végeztem el.

A szálerősítésű karbon-karbon kompozit anyagok súrlódó felületének Raman-analízise és mikrokeménység vizsgálata során két érdekes, újszerű felismerésre jutottam. Egyértelműen ki tudtam mutatni, hogy a szálerősítésű karbon-karbon kompozit súrlódó felületén is kialakul az ún. TTS. Mérésekkel igazoltam egyrészt, hogy a karbonszálak közötti töltőanyag (pirokarbon) a súrlódási igénybevétel hatására maradó alakváltozást is szenvedett. Másrészt kimutattam, hogy a súrlódó felületre merőlegesen kifutó karbonszálak keresztmetszetükben amorfizálódtak, megszűnt a kristályos jellegük, és ez az amorfizálódás a felületközeli rétegben nanoszemcsés grafit kialakulását eredményezte. Ezeknek az amorfizálódott "szigeteknek", valamint a töltőanyag alakváltozó képességének köszönhető a szálerősítésű karbon-karbon kompozit anyagok kiváló kopásállósága. A szálerősítésű karbon-karbon kompozittal végzett kopásvizsgálatok próbatesteinek mikrokeménység vizsgálata során arra a felismerésre jutottam, hogy a pirokarbon maradó alakváltozó képességén kívül a felületközeli

rétegben a súrlódó felülettel párhuzamosan elhelyezkedő karbon szálak jelentős rugalmas hiszterézissel is rendelkeznek. Ez a rugalmas hiszterézis azt jelenti, hogy a súrlódási igénybevétel egy része a szálak rugalmas alakváltozása során a belső súrlódás leküzdésére fordítódik, ezáltal az érintkező felületek közötti súrlódási tényező megnő. A súrlódási igénybevétel megszűnése után a rugalmasan igénybevett felületrészek regenerálódnak, ezáltal csökken a felületről letöredezett részecskék mennyisége, azaz csökken a kopás. A felületközeli réteg rugalmas hiszterézise tehát a súrlódási tényező növekedése mellett a kopás csökkenését eredményezi.

Amorf karbon bevonatok tribológiai viselkedésével kapcsolatos kutatásaim igazolták, hogy még ezek a ridegnek tartott, kemény és kopásálló bevonatok is képesek maradó alakváltozásra a tribológiai igénybevétel hatására. Egy merőben új, de lehetséges magyarázatot (a klaszterek „bogáncsszerű” elmozdulását a legszorosabb illeszkedési állapot eléréséig) javasoltunk (az elnevezés Pócsik István fizikustól származik) az alakváltozás mechanizmusának leírására. Az alakváltozás hatására a DLC bevonat szerkezetében olyan állandósult változás jön létre, amely a polikristályos fémek keményedési mechanizmusához hasonló tulajdonságváltozásokat eredményez. Mérésekkel igazoltam, hogy a DLC bevonat kompaktálódása során a maradófeszültségek megjelenésével együtt növekszik az amorf szerkezet rendezettsége.

A nemfémes felületek harmadik vizsgált csoportját a polikristályos gyémánt bevonattal ellátott keményfém felületek alkották. A bevonatok és a vizsgálatok egy része ebben az esetben is nemzetközi együttműködésben, részben a Metz-i Egyetem Equipe de Recherche en Mécanique et Energétique des Surfaces (ERMES) laboratóriumában, részben pedig a Mulhouse-i Institut de Chimie des Surfaces et Interfaces (ICHSI)-ben készültek. Kutatásaim egyrészt a bevonatok tribológiai igénybevételnek elemzésével foglalkoztak, másrészt a bevonatban kialakult szerkezeti változások kimutatására és lehetőség szerinti azonosítására szolgáltak. A tribológiai igénybevétel mechanikai összetevőit, ill. a bevonat tönkremenetelét okozó határigénybevételt a súrlódásvizsgálatokkal és a párhuzamosan végzett numerikus (végelelemes) szimuláció segítségével sikerült meghatározni. A polikristályos gyémánt bevonatokkal végzett súrlódásvizsgálatok próbatesteit pásztázó elektronmikroszkóppal és Raman-spektroszkópiával vizsgáltuk. A Raman-spektrumok összehasonlító analízisének eredményeit összevetve a végelelemes analízis eredményeivel, egybehangzóan megállapítható, hogy a polikristályos gyémánt bevonat tönkremeneteléért elsősorban a bevonat törése (delaminációja) és csak kismértékben az amorfizálódása vagy grafitizálódása felelős. Megállapítottuk továbbá, hogy a súrlódás során fellépő hőmérséklet növekedés a bevonat szempontjából jótékony hatással rendelkezik, mivel a bevonat és a szubsztrátum eltérő mértékű hőtágulása következtében kiegyenlítődik a bevonat növesztésekor a bevonatban kialakult maradófeszültség.

A polikristályos gyémánt és amorf karbon bevonatokkal végzett kutatásaim eredményeképpen kidolgoztam egy méretezési, ill. ellenőrzési eljárást, amelynek segítségével, a várható súrlódási igénybevétel ismeretében, a bevonatokkal szemben támasztott legfontosabb követelmények meghatározhatók.

Fémes felületek esetén a felületközeli rétegben bekövetkezett változásokat nagy tisztaságú magnéziummal és titánnal végzett kísérletekkel vizsgáltam. Mindkét fém hexagonális kristályrácsú, de a nagyobb rácsállandó viszonya miatt a magnézium atmoszférikus nyomáson és szobahőmérsékleten csak igen korlátozott mértékű alakváltozó képességgel rendelkezik, míg a titán kristályszerkezetének rácsparaméterei lehetővé teszik, hogy a képlékeny csúszás

szobahőmérsékleten és atmoszférikus nyomáson is akadálytalanul megindulhasson. A járulékos hidrosztatikus nyomás alatt végzett zömítő vizsgálatok azt mutatták, hogy a magnézium alakváltozása alapvetően csúszási sávokra korlátozódik (lokálisan alakváltozik), míg a titánnál nem lehetett alakváltozási zónákat megkülönböztetni, gyakorlatilag az egész térfogat azonos mértékben alakváltozott. A folyásgörbékből látható, hogy a magnézium atmoszférikus nyomáson néhány százaléknyi alakváltozás után eltörött, míg járulékos hidrosztatikus nyomás mellett, a csúszási sávokban kialakuló dinamikus rekrisztallizáció hatására jelentősen megnőtt az alakíthatósága. A járulékos hidrosztatikus nyomás hatására a kezdeti keményedés után az alakváltozás mindkét fém esetén keményedésmentesen ment végbe. Az alakíthatósági határfelületek azt mutatják, hogy a magnézium alakváltozó képessége gyakorlatilag nem függ a feszültségi állapot jellegétől, a járulékos hidrosztatikus nyomás hatására viszont az alakíthatósága jelentős mértékben megnőtt. Ezzel szemben a titán alakváltozó képessége alapvetően az aktuális feszültségi állapottól függ és gyakorlatilag érzéketlen a járulékos hidrosztatikus nyomás mértékére.

A hidrosztatikus nyomás alatt végzett vizsgálatoknál tapasztalt tulajdonságbeli különbség a súrlódás, ill. kopás mechanizmusában is különbözőséget jelentett. A magnéziumnál intenzív részecskeleválás jellemezte a súrlódási folyamatot, míg a titánnál a súrlódó felület teljes egészében nagymértékű képlékeny alakváltozást szenvedett. A súrlódás mechanizmusával, ill. a kopásnyom kialakulásával kapcsolatos észrevételeinket a nanokeményésgmérés és az AFM vizsgálatok eredményei is alátámasztották.

A kopásnyomok röntgendiffrakciós vizsgálata során megállapítottuk, hogy a magnéziumnál a súrlódás során a felületközeli réteg domain szerkezetének orientáltsága csökkent, a szerkezet felaprózódott vagy újrakristályosodott. Titán esetében az intenzitásokat tekintve inkább visszarendeződés, homogenizálódás volt megfigyelhető, nem pedig orientálódás. A kopásnyomok nagyfelbontású Röntgen-diffrakciós vizsgálata során megállapítottuk, hogy a magnézium felületének alakváltozása az ikresedésen túlmenően alapvetően a csavardiszlokációk jelenlétének volt köszönhető. A csavardiszlokációk keresztcsúsítása két nagyságrenddel nagyobb energiát igényel, mint a saját csúszási síkjukban való elmozdulás. Magnézium esetében az alakváltozás során felszabaduló termikus energia a jó hővezetőképesség miatt gyorsan eltávozik, így a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponensének lényegesen nagyobb szerepe van az alakváltozó képesség fenntartásában, mint a titán esetében. A hidrosztatikus nyomás egyrészt átmenetileg csökkenti a rácsparaméter hányadost, ezáltal növeli a csúszási rendszerek aktivizálódásának lehetőségét, másrészt csökkenti a diszlokációk felhasadásának (a parciális diszlokációk keletkezésének) esélyét, továbbá összenyomja a szalag diszlokációkat, azaz megkönnyíti a keresztcsúsítást. A csavardiszlokációk keresztcsúsítása a diszlokációs szerkezet megújulását, ezáltal pedig az alakváltozó képesség megnövekedését eredményezi. Ez a folyamat a magnéziumban nem homogén a vizsgált anyagtérfogatot tekintve, a jobban alakváltozott szemcsékben a megújulás vagy dinamikus rekrisztallizáció könnyebben következett be. A titán rétegződésihibá-energiája mintegy tízszerese a magnéziuménak, ebből következően a diszlokációk keresztcsúsításához kevesebb energiára van szüksége. A titán hővezetőképessége egy nagyságrenddel rosszabb, mint a magnéziumé, így az alakváltozás során a csúszási síkban felszabaduló hő csaknem teljes egészében a diszlokációk keresztcsúsításának termikus aktiválására fordítható. A titán esetében tehát a feszültségi állapot hidrosztatikus nyomáskomponensének az alakváltozó képességre gyakorolt hatása lényegesen kisebb, mint a magnéziumnál. A termikus aktiválás elősegítette a szemcseszerkezet megújulását az alakváltozott felületközeli réteg teljes vastagságában.

5.1. Új tudományos eredmények (tézisek)

1. Kimutattam és azonosítottam a vizsgált karbon-karbon kompozit anyagok súrlódó felületközi rétegének a súrlódási igénybevétel hatására bekövetkező szerkezeti változását, amely grafitos jellegű kompozit esetében amorfizációt, nem grafitos kompozit esetében grafitizálódást jelent. A karbonszálak keresztmetszetében mindez nanoszemcsés grafit kialakulásával is párosult.
2. Megállapítottam, hogy a karbon-karbon kompozit anyagok súrlódó felülete a súrlódási igénybevétel hatására hiszterézisvesztéssel járó "késleltetett" rugalmas alakváltozást, valamint keményedést okozó maradó alakváltozást is szenvedhet.
3. Vizsgálataimmal kimutattam, hogy a hidrogénezett amorf karbon bevonat a súrlódási igénybevétel hatására kompaktálódott és a kopásnyomban az sp^2 hibridizációjú klaszterek aránya lecsökkent az sp^3 hibridizációjú kötéssel rendelkező atomcsoportokhoz képest. Ezáltal nőtt az sp^3 hibridizációjú szénatomok aránya a felületközeli rétegben (a bevonat a súrlódás hatására "gyémántszerűbbé" vált), ami a bevonat elridegedéséhez vezet.
4. Javaslatot tettem a hidrogénezett amorf karbon bevonatok alakváltozási mechanizmusának magyarázatára, valamint az alakváltozó képesség kísérleti úton való meghatározására.
5. Kísérleti úton igazoltam, hogy a polikristályos gyémánt bevonatok tönkremenetele a bevonat szerkezetében bekövetkező változásokra nem vezethető vissza, továbbá numerikus szimuláció segítségével kimutattam, hogy a bevonat névleges terhelhetősége a bevonat hőmérsékletének növekedésével kedvezőbbé válik.
6. Kimutattam a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett végzett zömítés és a súrlódás vizsgálat során a kopásnyomban kialakult felületközeli réteg szerkezetében bekövetkezett változások közötti hasonlóságot. Ennek alapján a súrlódási folyamatok numerikus szimulációjához a felületközeli réteg anyagtörvényét a fenti eljárással javaslom meghatározni.
7. A hidrosztatikus nyomáskomponensnek az alakváltozó képességre gyakorolt hatásáról korábban feltételezetteket javaslom kiegészíteni a diszlokációk csúszási rendszereire kifejtett hatásával. A hidrosztatikus nyomáskomponens a kis rétegződésihibá-energiával rendelkező, hexagonális kristályrácsú, polikristályos magnézium esetében aktíválja a csavardiszlokációk csúszási rendszerét, ezáltal jelentős mértékben megnöveli a magnézium törésmentes alakváltozási tartományát.

5.2. A tudományos eredmények hasznosítása, ill. további hasznosítási lehetőségei

A felületközeli réteg alakváltozó képességének kimerülésével meginduló részecskeleválást és annak numerikus modellezhetőségét külön doktori kutatómunka keretében vizsgáltuk. Végeselemes számításokon alapuló numerikus szimuláció segítségével kimutattuk, hogy a járulékos hidrosztatikus nyomás mellett meghatározott anyagtörvénnyel, valamint az aktuális feszültségi és alakváltozási állapottól függő törési határalakváltozás alkalmazásával a felületközeli réteg alakváltozása és a részecskeleválás folyamata modellezhető. (Balogh Tibor levelező doktoranduszhallgatóm 2007-ben védte meg a PhD értekezését.)

"Felületi tulajdonságok átmeneti és állandósult változásai száraz súrlódás során" címmel a TTS (MMS) képződés időbeli és terheléstől függő kialakulásának vizsgálata képezi Juhász Gábor doktoranduszhallgatóm kutatási területét.

Repülőgépipari speciális csapágyanyagok járulékos hidrosztatikus nyomás melletti alakváltozó képességének, valamint a feszültségi állapottól függő törési határfelületének meghatározására meghívást kaptunk egy EU/ keretprogramban való kutatási együttműködésre (BEARINGS- New generation of aeronautical bearings for extreme environmental constraints, EU Contract No ASTS-CT-2006-030937, futamidő 2007-2009.).

A kifejlesztett, járulékos hidrosztatikus nyomás alatti anyag- és alakíthatósági vizsgálatok olyan - jelenleg egyedüli - vizsgálati lehetőséget jelentenek, amelyekkel a feszültségi állapottól függő alakváltozó képessége jellemezhető és hasonlítható össze azoknak a szerkezeti anyagoknak, amelyek nagy gördülő igénybevételnek vannak kitéve (gördülésnél a feszültségi állapot jelentős hidrosztatikus nyomáskomponenssel rendelkezik. Szerződés előkészítésének fázisában van egy franciaországi megbízás, amelynek keretében a La Manche alagútban újonnan telepítendő sínek anyagait kell a feszültségi állapottól függő alakváltozó képességük szempontjából összehasonlítani.

5.3. Az értekezés témaköréből készült publikációk jegyzéke

A 2. és 3. tézisekkel kapcsolatban:

Eleőd, A., Devecz, J., Balogh, T., Schmitt, M., Paulmier, D., Le Huu, T.: Numerical and experimental investigations of diamond/DLC friction under atomic hydrogen. Proceedings 7th International Conference on Tribology (Edited by Kozma, M.), 4th and 5th September 2000, Budapest University of Technology and Economics, pp. 322-326.

Eleőd, A., Törköly, T., Balogh, T.: Experimental and Numerical Investigations to Predict the Wear Resistance of Diamond Like Carbon Coating. Lubricants, Materials, and Lubrication Engineering: 13th International Colloquium Tribology, January 15-17, 2002, Technische Akademie Esslingen, Vol. I. (editor: Wilfried Bartz), ISBN 3-924813-48-5, pp. 671-678.

Eleőd, A.: Mechanische Belastbarkeit der DLC-Beschichtungen. GfT Tribologie-Fachtagung 2002, 23. bis 25. September 2002, Göttingen, Band I, pp. 20/1-20/10.

Eleőd, A.: Mechanische Belastbarkeit der DLC-Beschichtungen. Tribologie + Schmierungstechnik, 50. Jahrgang, 2/2003, pp. 27-33.

Eleőd, A., Veres, M., Pócsik, I., Nagy, P.: The Deformation Mechanism during Sliding of Thin Amorphous Carbon Coatings. 14th International Colloquium Tribology, January 13-15, 2004. Tribology and Lubrication Engineering. Technische Akademie Esslingen, Hrsg.: Wilfried J. Bartz, ISBN 3-924813-54-X, pp. 615-623.

Az 5. tézissel kapcsolatban:

A. Eleőd: Tribológiai rétegek és bevonatok III. Gépjáratástechnológia, XL évf. 10. sz., 2000. október, pp. 28-33.

Eleőd, A., Devecz, J., Schmitt, M., Paulmier, D., Huu, T. Le: Numerical and Experimental Investigations of the Tribological Behaviour of Diamond Coated WC Surfaces. 12th International Colloquium Tribology 2000-Plus, 11-13 January 2000, Technische Akademie Esslingen, Volume III. pp. 1881-1886.

Eleőd, A.- Schmitt, M.- Paulmier, D.- Devecz, J.: Gyémánt és hidrogénezett amorf karbon bevonatok. Gép, LIII., 2002. 8-9. sz., pp. 55-58.

Schmitt, M., Paulmier, D., Eleöd, A., Devecz, J.: Tribological Behaviour of the Diamond/Steel Couple: Experimental and Modelling Approaches. International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, California, April 22-26, 2002, Program and Abstracts, pp. 57.

Schmitt, M., Eleöd, A.: Experimental and Modelling Approaches of the Tribological Behaviour of the Diamond/Steel Couple. 14th International Colloquium Tribology, January 13-15, 2004. Tribology and Lubrication Engineering. Technische Akademie Esslingen, Hrsg.: Wilfried J. Bartz, ISBN 3-924813-54-X, pp. 623-631.

Schmitt, M., Eleöd, A., Mougín, K., Bistac, S.: Experimental and numerical approaches of the tribological behaviour of diamond/HSS couple, 7th European Adhesion Conference, EURADH 2004 (September 5-9, 2004) – Freiburg im Breisgau, Germany, Proceedings Vol2, pp. 699-704.

Eleöd, A., Paulmier, D.: Polikristályos gyémánt és amorf karbon bevonatok kiválasztásának és ellenőrzésének szempontjai. Gép, LVI. évfolyam, 2005., 9-10. szám, pp. 35-38.

Schmitt, M., Eleöd, A.: Tribological behaviour of diamond coatings sliding against steel: An experimental and numerical approach. Surface & Coatings Technology (2006), Vol 201/3-4 pp. 1215-1223.

Eleöd, A., Schmitt, M.: Experimental and Numerical Analysis of the Degradation of Polycrystalline Diamond Coatings, 15th International Colloquium Tribology, Automotive and Industrial Lubrication, 2006 January 17-19 in Stuttgart/Ostfildern Germany, Technische Akademie Esslingen, Proceedings on CD-ROM, 15-F8

6. és 7. tézisekkel kapcsolatban:

Eleöd, A., Oucherif, F., Devecz, J., Berthier, Y.: Conception of numerical and experimental tools for study the Tribological Transformation of Surface (TTS). Tribology Series "Lubrication at the frontier: The role of the interface and surface layers in the film and boundary regime" Dowson, D. and al., Amsterdam, Elsevier, 1999, vol. 36, pp. 673-682.

Eleöd, A., Ziaja, Gy., Stefániay, V.: Investigations to determine the deformability under Hydrostatic Pressure. K. Molnár, Gy. Ziaja, G. Vörös: Gépészet 2000. Proceedings of Second Conference on Mechanical Engineering. Springer Orvosi Kiadó, Budapest, 2000, Vol.1., pp. 164-168.

Eleőd, A., Ziaja, Gy., Stefániay, V., Sajó, I.: Hidrosztatikus nyomás alatt végzett alakíthatósági vizsgálatok. *Anyagvizsgálók Lapja*, 2000/3, TESTOR Bt. Budapest, pp. 80-83.

Eleőd, A., Baillet, L., Berthier, Y., Törköly, T.: Deformability of the near surface layer of the first body. *Tribology Series*, 41, Editor: D. Dowson, *Tribological Research and Design for Engineering Systems*, Elsevier, 2003, pp. 123-132.

Törköly, T., Eleőd, A., Ziaja, Gy.: Stress State Dependent Deformability of Polycrystalline Magnesium. *Magnesium. Proceedings of the 6th International Conference Magnesium Alloys and Their Applications (2003)*, DGM, Edited by K.U. Kainer, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA Weinheim, ISBN 3-527-30570-X, pp. 469-474.

Eleőd, A., Berthier, Y., Baillet, L., Törköly, T.: Transient and stationary changes of the mechanical properties of the first body governed by the hydrostatic pressure component of the local stress state during dry friction. *Tribology Series*, 42, Editor: D. Dowson, *Transient Processes in Tribology*, Elsevier, 2004, pp. 533-561.

Eleőd, A., Ziaja, Gy., Balogh, T., Baillet, L., Clair, D. – Berthier, Y.: Characterisation of the TTS and numerical modelling of the particle-detachment. *Advances in Mechanical Behaviour, Plasticity and Damage (Editors: D.Miannay, P. Costa, D. Francois, A. Pineau)*, Proceedings of EUROMAT 2000, 7-9 November 2000, Elsevier, Amsterdam-Lausanne-New York-Oxford-Shannon-Singapore-Tokyo, Vol.1., pp. 555...560.

Eleőd, A., Törköly, T., Balogh, T.: Deformability of the near-surface layer including coatings. 2nd World Tribology Congress, Sep. 03-07. 2001 Vienna, Österreichische Tribologische Gesellschaft, ISBN 3-901657-09-6, M-53-06-086-ELEOD.pdf

Eleőd, A., Törköly, T., Ziaja, Gy., Sajó, I.: Deformability of High Purity Polycrystalline Magnesium Under Superimposed Hydrostatic Pressure. Penninger, A. – Kulmann, L. – Vörös, G.: *GÉPÉSZET 2004*, Proceedings of the Fourth Conference on Mechanical Engineering, Budapest, Hungary, 2003, ISBN 963 214 748 0, Vol.1, pp. 52-56.

Eleőd, A.: Deformation induced transient and stationary changes of the near-surface layer, *Viennano 05'*, 2005, Vienna, Austria (Editors W.J. Bartz and F. Franek), ÖTG, ISBN 3-901657-17-7, pp. 149-157.

Juhász, G., Eleőd, A.: Surface layer's transitional and permanent changes in case of lubricated and dry friction. *Gépészet 2008*, Budapest, 29-30. May 2008, G-2008-B-15, Budapest University of Technology and Economics, Faculty of Mechanical Engineering.

Eleőd A, Berthier Y, Lach E, Törköly T, Juhász G: Friction-induced structural modifications of Mg and Ti surfaces, *Tribology International (Elsevier)*, 42 (2009), pp. 690-698.

Hivatkozott irodalom

- [1] Jost, P.: Lubrication (tribology) education and research. ("Jost Report") Department of Education and Science, HMSO (1966).
- [2] Berthier, Y.: Tribologie, Science Carrefour, European Conference on Breaking, Lille 7- 8 décembre, 1992.
- [3] Colombié, C.: Usure induite sous petits débattements, Thèse pour obtenir le titre de Docteur, présentée devant l'Ecole Centrale de Lyon, (1986) ECL 86-11.
- [4] Eleőd, A.: A szerszám felületi kialakításának hatása a súrlódási és kenési folyamatok kialakulására fémek képlékeny hidegalakításánál. Doktori értekezés. Nehézipari Műszaki Egyetem, Miskolc, 1977.
- [5] Eleőd, A.: Einfluß der mechanischen Grenzschichteigenschaften auf das tribologische Verhalten einer verfestigten Stahloberfläche. Schmierungstechnik 12 (1981) 12. pp.361-365.
- [6] Dowson, D.: History of Tribology, London/Bury St. Edmunds, Prof. Engng. Publ., 1999.
- [7] Berthier, Y.: Background on friction and wear, in Lemaitre Handbook of Materials Behavior Models, Academic Press, (2001), Chapter 8.2, pp. 676-699.
- [8] Leonardo da Vinci: Notebooks, translated into English by Edward MacCurdy, Jonathan Cape, London, 1938.
- [9] Amontons, M.: De la résistance causée dans les machines. Mémoires de l'Académie Royale des Sciences de Paris (1699) pp.206-209.
- [10] Euler: Histoire de l'Académie Royale des Sciences et Belles-Lettres, 1748. Berlin, 1750, pp. 122.
- [11] Coulomb, C.A.: Théorie des machines simples en ayant égard au frottement de leur parties et à la roideur des cordages. Nouvelle édition, Paris (1821).
- [12] Beilby, G.: Aggregation and Flow of Solids, Macmillan (London) (1921), pp 256.
- [13] Standard Terminology Relating to Wear and Erosion, ASTM Designation G 40-95.
- [14] Bowden, F.P., Tabor, D.: The Friction and Lubrication of Solids (Part I), Oxford, Clarendon Press, 1950. (Part II of this work was published in 1964).
- [15] Bowden, F.P., Hughes, T.P.: Surface temperature of rubbing solids and the formation of the Beilby layer, Nature, 139 (1937), pp. 152.
- [16] Bowden, F.P., Hughes, T.P.: Physical properties of surfaces. IV. Polishing, surface flow and the formation of the Beilby layer, Proceedings of the Royal Society of London, A, 160 (1937), pp. 575-587.
- [17] Bowden, F.P.: The polishing of solids and the mechanism of sliding on ice and snow, Society of Chemical Industry of Victoria, Proceedings, 40 (1940), pp. 240-250.
- [18] Kosztecki, B.I.: Verschleißbeständigkeit von Maschinenteilen, Maschgis 1950, Kiev, Moskau, pp. 168.
- [19] Nudelmann, J., Ehrlich, L.B.: Elastische Widerstandsfähigkeit einiger Maschinenteile, Vestnik Masinosztroenije (1952), H. 12., pp. 27-30.
- [20] Kragelszki, I.W.: Reibung und Verschleiß, VEB Verlag Technik, Berlin, 1971. (Eredeti kiadás: Trenyije i Iznoszty, Masinosztronije, Mockva, 1968.), pp. 24-33.
- [21] Play, D., Godet, M.: Self protection of high wear materials, ASLE Trans., Vol. 22, No. 1, 1979, pp. 55-64.
- [22] Blanchard, P.: Usure induite en petit débattements: Transformation Tribologique Superficielle d'alliages de titane, thèse, INSA de Lyon, No d'ordre : 91-32, 1991.
- [23] Haj-Mourad, H.: Analyse physique de la formation des transformations tribologiques superficielles. Thèse, INSA de Lyon, Ecole Doctorale des sciences pour l'ingénieur de Lyon (MEGA), 2005. No. d'ordre : 05-ISAL-00114

- [24] Eleöd A, Berthier Y, Lach E, Törköly T, Juhász G: Friction-induced structural modifications of Mg and Ti surfaces, *Tribology International*, (Article in press, available at Science Direct)
- [25] Fouvry, S., Kapsa, Ph., Vincent, L.: An elastic-plastic shakedown analysis of fretting wear, *Wear* 247 (2001), pp. 41-54.
- [26] Sauger, E., Fouvry, S., Ponsonnet, L., Kapsa, Ph., Martin, J.M., Vincent, L.: Tribologically transformed structure in fretting, *Wear* 245 (2000), pp. 39-52.
- [27] Pyzalla, A., Wang, L., Wild, E., Wroblewski, T.: Changes in microstructure, texture and residual stresses on the surface of a rail resulting from friction and wear, *Wear* 251 (2001), pp. 901-907.
- [28] Rigney, D.A.: Microstructural Evolution during Sliding, *Procs. ASM Sympos. on Wear of Engineering Materials*, ed. J. Hawk, ASM Intl., Indianapolis, IN, Sept., 1997, pp. 3-12.
- [29] Kuhlmann-Wilsdorf, D., Effects of Local High Pressures and Shears at Tribological Contact Spots, *Tribology Research*, G. Dalmaz et al. (eds), 2001 Elsevier Science B.V.
- [30] Berthier, Y.: Background on friction and wear, in *Lemaitre Handbook of Materials Behavior Models*, Academic Press, (2001), Chapter 8.2, pp. 676-699.
- [31] Eleöd, A., Berthier, Y., Baillet, L., Törköly, T.: Transient and stationary changes of the mechanical properties of the first body governed by the hydrostatic pressure component of the local stress state during dry friction. *Tribology Series*, 42, Editor: D. Dowson, *Transient Processes in Tribology*, Elsevier, 2004, pp. 533-561.
- [32] Dubourg-Baietto, M.C.: Réponse des premiers corps aux sollicitations tribologiques. Endommagement de fatigue et fissuration, Dossier d'habilitation à diriger des recherches, INSA de Lyon, LMC (UMR 5514), HDR 99 005
- [33] Prohászka, J.: A fémek és ötvözetek mechanikai tulajdonságai, Műegyetemi Kiadó, 2001, ISBN 963 420 671 9
- [34] Ferrari, A.C., Robertson, J.: Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon, *Physical Review B*, Vol. 61, Nb. 20, 15 May 2000-II, pp. 14095-14107.
- [35] Robertson, J.: *Diam. Rel. Mater.* 3 (1994) p. 361.
- [36] Robertson, J.: *Mat. Sci. Eng. R* 37 (2002) 129.
- [37] Nemanich, R.J., Solin, S.A.: First- and second-order Raman scattering from finite-size crystals of graphite. *Physical Review B*, Vol. 20, Nb. 2, 15 July 1979, pp: 392-401.
- [38] Veres, M.: Amorf szenek Raman szórása, PhD érkekezés, MTA Szilárdtestfizikai és Optikai Kutatóintézet, Budapest, 2005.
- [39] Tuinstra, J.L., Koenig, J.: *Chem.Phys.* 53 (1970) 1126.
- [40] Pocsik, I., Hundhausen, M., Koos, M., Ley, L.: *J. Non-Cryst. Solids* 227-230, 1083 (1988).
- [41] Koós, M., Veres, M., Tóth, S., Füle, M.: Raman Spectroscopy of CVD Carbon Thin Films Excited by Near-Infrared Light, in Messina, G., Santangelo, S. (Eds.): *Carbon, The Future Material for Advanced Technology Applications*, *Topics Appl. Phys.* 100, 447-470 (2006), Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2006.
- [42] McCulloch, D.G., Prawer, S., Hoffman, A.: *Phys. Rev. B* 50, 5905 (1994).
- [43] McCulloch, D.G., Prawer, S.: *J. Appl. Phys.* 78, 3040 (1995).
- [44] Parmigiani, F., Klay, E., Seki, H.: *J. Appl. Phys.* 64, 3031 (1989).
- [45] Li, F., Lannin, J.S.: *Appl. Phys. Lett.* 61, 2116 (1992).
- [46] Kohler, T., Frauenheim, T., Jungnickel, G.: *Phys. Rev. B* 52, 11837 (1995).
- [47] Chhowalla, M., Ferrari, A.C., Robertson, J., Amaratunga, G.A.J.: *Appl. Phys. Lett.* 76, 1419 (2000).

- [48] Fontaine, J.: Elaboration, caractérisation et tribologie de couches minces DLC pour la lubrification des mécanismes spatiaux. Thèse, Ecole Centrale de Lyon, 2000.
- [49] Agnus, J.C., Wang, Y.: Diamond and Diamond-Like Films and Coatings, edited by R.E. Clausing et al., Plenum Press (1991), p.173.
- [50] Gouider, M.: Tribologie des composites Carbone/Carbone, Thèse pour obtenir le grade de Docteur, présentée devant l'INSA de Lyon, (2004), No d'ordre 04-ISAL-0090
- [51] Kasem, H.: Etude des Mécanismes d'usure lors de la friction de composites carbone/carbone. Approche tribologique et physico-chimique : Application au freinage aéronautique, Thèse présentée à l'Université d'Orléans pour obtenir le grade de docteur de l'Université d'Orléans, 2008.
- [52] Luyckx, J.: Fibres de carbone, Technique de l'Ingenieur : traité Plastiques et Composites, 1994, Réf. A 2210.
- [53] Dillon, R., Wodam, J., Katkanant, V., Phys. Rev. B 29 (1984) 3482.
- [54] Veres, M.: Amorf szenek Raman szórása, PhD érkekezés, MTA Szilárdtestfizikai és Optikai Kutatóintézet, Budapest, 2005.
- [55] Universalhärteprüfung, DIN 50359-1 : 1977-10
- [56] Eleőd, A., Veres, M., Pócsik, I., Nagy, P.: The Deformation Mechanism during Sliding of Thin Amorphous Carbon Coatings. 14th International Colloquium Tribology, January 13-15, 2004. Tribology and Lubrication Engineering. Technische Akademie Esslingen, Hrsg.: Wilfried J. Bartz, ISBN 3-924813-54-X, pp. 615-623.
- [57] Nagy, P.M., Juhász, A., Vörös, Gy., Tóth, A., Ujvári T.: Internal friction measurement on polymers by low-frequency cyclic Vickers microindentation test. Materials Science and Engineering A, Structural Materials Properties Microstructure and Processing 387-89, 15 Dec. 2004, pp. 525-530.
- [58] Eleőd, A.: A molibdéndiszulfid hatásmechanizmusával kapcsolatban szerzett újabb kísérleti eredmények. Nagynyomású Kísérleti Intézet, FMKT pályázat, 1974.
- [59] Vámos, E., Valasek, I., Eleőd, A., Zakar, A.: A hidegalakítási technológiákhoz alkalmazható kenőanyagok vizsgálata és fejlesztése. Kutatási jelentés, Nagynyomású Kísérleti Intézet: 6-45-56/1977.
- [60] Schröer, A., Brenner, A., Deiss, K., Gisler, B., Pflüger, E., Lemke, M.: Vergleichende tribologische Untersuchungen von gleitaktiven Beschichtungen, Tribologie+Schmierungstechnik, 50. Jahrgang, 4/2003, pp. 37-40.
- [61] Descartes, S.: Lubrification solide à partir d'un revêtement de MoS_x, Thèse, présentée devant l'INSA de Lyon pour obtenir le grade de docteur, No d'ordre : 97 ISAL 0097, 1977.
- [62] Descartes S., Berthier Y.: Rheology and flows of solid third bodies: background and application to an MoS_{1.6} coating, Wear, 2002, Vol. 252. pp. 546-556.
- [63] Martin, J.M.: Superlubricity of molybdenum disulfide, Superlubricity, © 2007 Elsevier B.V., doi: 10.1016/B978-044452772-1/50044-5, pp. 207-225.
- [64] Erdemir, A., Eryilmaz, O.L.: Superlubricity in diamondlike carbon films, Superlubricity, © 2007 Elsevier B.V., doi: 10.1016/B978-044452772-1/50044-5, pp. 253-271.
- [65] Donnet, C., Erdemir, A.: Tribology of Diamond-Like Carbon Films, Springer US, 2008, ISBN 978-0-387-30264-5 (Print) 978-0-387-49891-1 (Online)
- [66] Ohmae, N.: Nanolubricants, Tribology in practice series, Wiley-Blackwell 2008, ISBN-13: 9780470065525; ISBN-10: 0470065524
- [67] Eleőd, A.- Törköly, T. – Balogh, T.: Deformability of the near-surface layer including coatings. 2nd World Tribology Congress, Sep. 03-07. 2001 Vienna, Österreichische Tribologische Gesellschaft, ISBN 3-901657-09-6, M-53-06-086-ELEOD.pdf
- [68] Eleőd, A.- Schmitt, M.- Paulmier, D.- Devecz, J.: Gyémánt és hidrogénezett amorf karbon tribológiai bevonatok. Gép, LIII. Évfolyam, 2002. 8-9. sz. pp. 55-58.

- [69] Eleőd, A. – Törköly, T. – Balogh, T.: Experimental and Numerical Investigations to Predict the Wear Resistance of Diamond Like Carbon Coating. 13th International Colloquium Tribology, Lubricants, Materials and Lubrication Engineering, Technische Akademie Esslingen, January 15-17, 2002., Vol.1., pp. 671-678.
- [70] Czél, Gy., Baán, M., Makk, P., Raffay, Cs., Fancsali, J., Janovszky, D.: Research Scene to Examine Mechanical Strength of Coatings on Metallic Substrate. Proceeding of the Fourth International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments (ed. by I. Dudás), Miskolc-Lillafüred, Hungary, Sept.2-4, 1998., Springer.
- [71] DIN Fachbericht 39 "Charakterisierung dünner Schichten", Beuth Verlag GmbH Berlin, Wien, Zürich, 1. Auflage, 1993.
- [72] Gold, P.W., Loos, J., Lugscheider, E., Bobzin, E., Burckhardt, M.: Korrelation zwischen Schichteigenschaften und Verschleißschutzeigung von PVD-Schichten in Wälzlagern, GfT Tribologie-Fachtagung 2000, 25-27 Sept. 2000, Göttingen, Band I. pp. 1-22.
- [73] Eleőd, A.: Mechanische Belastbarkeit der DLC-Beschichtungen. Tribologie + Schmierungstechnik, 50. Jahrgang, 2/2003, pp. 27-33.
- [74] Blug, B., Konrath, G., Hollstein, T., Brand, J., Beckmann, C.: Low friction coatings – a new design element for engineers. 2nd World Tribology Congress, Sep. 03-07. 2001 Vienna, Österreichische Tribologische Gesellschaft, ISBN 3-901657-09-6, M-51-01-431-BLUG.pdf
- [75] Chalker, P.R., Jones, A.M., Johnston, C., Buckley-Golder, I.M.: Evaluation of internal stresses present in chemical vapor deposition diamond films, Surface and Coatings Technology, 47 (1991) pp. 365-374.
- [76] Eleőd, A.: Tribológiai rétegek és bevonatok III. Tribológiai rétegek és bevonatok stabilitásának vizsgálata a numerikus szimuláció módszerével. Gépgyártástechnológia, XL évf. 10. sz., 2000. október, pp. 28-33.
- [77] Fischer-Cripps, Anthony C.: Nanoindentation, Mechanical Engineering Series, 2nd ed., 2004, XXII, Hardcover ISBN: 978-0-387-22045-1, Springer-Verlag
- [78] Ferrari, A.C., Robertson, J.: Phys. Rev. B61 (2000) 14095.
- [79] Markos, S.: Anyag- és gyártásismeret előadások (Gépgyártástechnológia alapjai, trendek), Gábor Dénes Főiskola, 2007.
- [80] Paulmier, D., Le Huu, T., Zaidi, H.: Surface Science 377-379 (1997) pp. 866-870.
- [81] Zaidi, H., Le Huu, T., Paulmier, D.: Diamond and Related Materials, Vol.3, No.4-6 (1994) pp. 787-790.
- [82] Bachmann, P.K.: Second International Conference on New Diamond Science and Technology, MRS Proceedings, edited by R. Messier and R. Roy, Pa. (1990)
- [83] Schmitt, M.: Etude du comportement tribologique de revêtements diamants. Thèse, INPL(Nancy), 2000.
- [84] Schmitt, M., Eleőd, A.: Experimental and Modelling Approaches of the Tribological Behaviour of the Diamond/Steel Couple. 14th International Colloquium Tribology, January 13-15, 2004. Tribology and Lubrication Engineering. Technische Akademie Esslingen, Hrsg.: Wilfried J. Bartz, ISBN 3-924813-54-X, pp. 623-631.
- [85] Schmitt, M., Eleöd, A., Mougín, K., Bistac, S.: Experimental and numerical approaches of the tribological behaviour of diamond/HSS couple, 7th European Adhesion Conference, EURADH 2004 (September 5-9, 2004) – Freiburg im Breisgau, Germany, Proceedings Vol2, pp. 699-704.
- [86] Eleőd, A.- Schmitt, M.- Paulmier, D.- Devecz, J.: Gyémánt és hidrogénezett amorf karbon bevonatok. Gép, LIII., 2002. 8-9. sz., pp. 55-58.
- [87] Chalker, P.R., Jones, A.M., Johnston, C., Buckley-Golder, I.M.: Evaluation of internal stresses present in chemical vapor deposition diamond films, Surface and Coatings Technology, 47 (1991) pp. 365-374.

- [88] Van Acker, K., Morhbacher, H., Blanpain, B., Van Houtte, P., Celis, J-P.: Materials Research Society Symposium, Proceedings Vol. 308, Materials Research Society, Pittsburgh, PA (1993) pp 677.
- [89] Uhlmann, E. – Kott, R. – Hübert, Ch.: Wear Mechanisms of Mono- and Multi-layer CVD Diamond Films. Production Engineering Vol. XI/2 (2004), pp. 83-86.
- [90] Eleőd, A., Devecz, J., Balogh, T., Schmitt, M., Paulmier, D., Le Huu, T.: Numerical and experimental investigations of diamond/DLC friction under atomic hydrogen. Proceedings 7th International Conference on Tribology (Edited by Kozma, M.), 4th and 5th September 2000, Budapest University of Technology and Economics, pp. 322-326.
- [91] Eleőd, A. – Pálinkás, T. – Devecz, J.: Érintkező felületek analízisének kísérleti és numerikus módszerei. Bánki Donát Műszaki Főiskola Jubileumi Tudományos Ülésszak, 1999, Proceedings, pp. 339-343.
- [92] Devecz, J.: Nanotribological modelling of real contact processes, Proceedings VI. Tribological Conference, Budapest, Hungary, 6-7 June, 1996. pp. 245-252.
- [93] Kiefer, R., Benesovsky, F.: Hartmetalle. Springer Verlag, Wien 1965.
- [94] www.MatWeb.com
- [95] Beilby, G.: Aggregation and Flow of Solids, Macmillan (London) (1921), pp 256.
- [96] Hirth, J.P., Rigney, D.A.: Wear 39 (1976), pp. 133-141.
- [97] Heilmann, P., Clark, W.A.J, Rigney, D.A.: Acta Metall. 31 (8), (1983), pp. 1293-1305.
- [98] Rigney, D.A., Glaeser, W.A.: The significance of near surface microstructure in the wear process, Wear, 46 (1978), pp. 241-250.
- [99] Rigney, D.A., Hirth, J.P.: Plastic deformation and sliding friction of metals, Wear, 53 (1979), pp. 345-370.
- [100] Rigney, D.A., Naylor, M.G.S., Divakar, R., Ives, L.K.: Mat. Sc. Eng. 81 (1986), pp. 409-425.
- [101] Bill, R.C., Wisander, D.: Recrystallisation as a controlling process in the wear, Wear, 41 (1977) pp. 9-19.
- [102] Medyanik, S.N., Wing Kam Lui, Shaofan Li: On criteria for dynamic adiabatic shear band propagation, J. Mech. Phys. Solids 55 (2007), pp. 1439–1461.
- [103] Jahanmir, S.: Wear 58 (1980), pp. 387-389.
- [104] Fayeulle, S.: Wear of Materials, Ed. Ludema, K.C., ASME (1987) pp. 11-22.
- [105] Newcomb, S.B. Stobbs, W.M.A.: A transmission electron microscopy study of the white-etching layer on a rail head, Mater. Sci. Eng. 66 (1984), pp. 195–204.
- [106] Pearche, J.T.H., Wear 89 (1983), pp. 301-310.
- [107] Eyre, T.S., Baxter, A.: The formation of white layers at rubbing surfaces, Metals and Materials, (Oct. 1972), pp. 435-439.
- [108] Styri, H.: Fatigue Strength of Ball Bearing Races and Heat Treated 52100 Steel Specimens, Proc. ASTM, Vol. 51 (1951), pp. 682-700.
- [109] Littman, W.E.: NASA Symp., proc. preprints 2, pp. 8.1.8.86 (1969)
- [110] Tricot, R., Monnot, J., Lluansi, M.: How Microstructural Alterations Affect Fatigue Properties of 52100 Steel, Metals Eng. Quart. Vol., 12, No 2 (1972), pp. 39-42.
- [111] Vincent, L., Coquillet, B., Perol, Y., Guiraldeno, P.: Evolution plastique par fatigue d'une martensite alliée: role et influence des propriétés cristallographiques, Scripta Metallurgica, Vol. 13, pp. 183-186, 1979, printed in USA.
- [112] Österlund, R., Vingsbo, O., Vincent, L., Guiraldenq, P.: Butterflies in Fatigued Ball Bearings - Formation Mechanisms and Structure, Scandinavian Journal of Metallurgy 11 (1982), pp. 23-32.
- [113] Marze, A., Vincent, L., Coquillet, B., Munier, J., Guiraldenq, P.: Evolution et dégradation par fatigue de la structure martensitique d'un acier semi rapide, Les

- mémoires scientifiques de la Revue de Métallurgie, Extrait du tome 76, No 3, mars 1979, pp. 165-173.
- [114] Buchwald, J., Heckel, R.W.: Trans. ASME 61 (1968), pp. 563-572.
- [115] Chaffron, L., Le Bouar, Y., Martin, G.: Different faces of tribology, Driven phase transformations: a useful concept for wear studies?, C.R. Acad. Sci. Paris, t. 2, Série IV, pp. 749-759, 2001.
- [116] Colombié, C.: Usure induite sous petits débattements, Thèse pour obtenir le titre de Docteur, présentée devant l'Ecole Centrale de Lyon, (1986) ECL 86-11.
- [117] Eleöd, A., Berthier, Y., Lach, E., Törköly, T., Juhász, G.: Friction-induced structural modifications of Mg and Ti surfaces, Tribology International, (Article in press, available at Science Direct, <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2008.09.009>)
- [118] Ziaja, Gy.: Alakítási folyamatok határállapotai, Magyar Tudományos Akadémia, doktori értekezés, 1994.
- [119] Jiraskova, Y., Svoboda, J., Schneeweiss, O., Daves, W., Fischer, F.D.: Microscopic investigation of surface layers on rails, Applied Surface Science 239 (2005), pp. 132–141.
- [120] Yunhua, Xu, Liang Fang, Qihong Cen, Jinhua Zhu: Nano structure and transformation mechanism of white layer for AISI1045 steel during impact wear, Wear 258 (2005), pp. 537–544.
- [121] Zhang, H.W., Ohsaki, S., Mitao, S., Ohnuma, M., Hono, K.: Microstructural investigation of white etching layer on pearlite steel rail, Materials Science and Engineering A 421 (2006), pp. 191–199.
- [122] Fecht, H.J.: Formation of Nanostructures in Metals and Composites by Mechanical Means, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Ed. by Zehetbauer, M.J., Valiev, R.Z.), Proceedings of NANOSPD2, 9-13 Dec. 2002, Vienna, Wiley-VCH Verlag, pp. 30-36.
- [123] Seefeld, M., Van Houtte, P.: Disclination-Based Modelling of Grain Fragmentation during Cold Torsion and ECAP in Aluminium Polycrystals, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Ed. by Zehetbauer, M.J., Valiev, R.Z.), Proceedings of NANOSPD2, 9-13 Dec. 2002, Vienna, Wiley-VCH Verlag, pp. 226-232.
- [124] Zehetbauer, M.J., Stüwe, H.P., Vorhauer, A., Schafler, E., Kohout, J.: The Role of Hydrostatic Pressure in Severe Plastic Deformation, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Ed. by Zehetbauer, M.J., Valiev, R.Z.), Proceedings of NANOSPD2, 9-13 Dec. 2002, Vienna, Wiley-VCH Verlag, pp. 436-446.
- [125] Krallics, Gy., Avena, A.: Investigation of Workability of Al-6082 Nanostructured Materials, Emirates Journal for Engineering Research, V.12 (3), 2007, pp.9-13.
- [126] Sauger, E., Fouvry, S., Ponsonnet, L., Kapsa, Ph., Martin, J.M., Vincent, L.: Tribologically transformed structure in fretting, Wear 245 (2000) pp. 39–52.
- [127] Néder, Z. – Váradi, K.: Érdes felületek érintkezési és feszültségi állapotának elemzése, GÉP, XLVII. évf., 1995/1, pp. 12-19.
- [128] Váradi, K.: Szerkezeti elemek valamint érdes felületű testek érintkezési és feszültségi állapotának vizsgálata, Habilitációs tézisek, Budapest, 1997.
- [129] Johnson, K.L.: Contact mechanics and the wear of metals. Wear 190 (1995), pp. 162-170.
- [130] Eleöd, A., Baillet, L., Berthier, Y., Törköly, T.: Deformability of the near surface layer of the first body. Tribology Series, 41, Editor: D. Dowson, Tribological Research and Design for Engineering Systems, Elsevier, 2003, pp. 123-132.
- [131] Kármán, Th.: Festigkeitsversuche unter allseitigen Druck, Zeitschrift VDI, 1911, 55, pp. 1749-1757.

- [132] Eleőd, A., Ziaja, Gy., Stefániay, V., Sajó, I.: Hidrosztatikus nyomás alatt végzett alakíthatósági vizsgálatok. *Anyagvizsgálók Lapja*, 2000/3, TESTOR Bt. Budapest, pp. 80-83.
- [133] Stefániay, V., Ziaja, Gy., Reé, A.: Properties of Al-Si(X) RS/PM aluminium alloys, *Proc. of First Conf. on Mech. Eng.*, Budapest, May 28-29, 1998. Vol. 1, pp. 242-246.
- [134] Bogatov, A.A., Mizhirickij, O.I., Sisminsev, V.F., Aksenov, Ju.A.: *Fizika metallov i metallovedenie*, 45(1978) 5. pp. 1089-1094.
- [135] Clendenen, G.L., Drickamer, H.G.: Effect of Pressure on the Volume and Lattice Parameters of Magnesium, *Physical Review*, Vol. 135, Number 6A, 14 September 1964, pp. A1643-A1645.
- [136] Gubicza, J., Ribárik, G., Goren-Muginstein, G.R., Rosen, A.R., Ungár, T.: The density and the character of dislocations in cubic and hexagonal polycrystals determined by X-ray diffraction, *Mater. Sci. Eng. A309-310* (2001), pp. 60-63.
- [137] Gubicza, J., Dragomir, I. C., Ribárik, G., Zhu, Y. T., Valiev, R. Z., Ungár, T.: Microstructure of severely deformed titanium from X-ray diffraction profile analysis, *Mater. Sci. Forum* 414-415 (2003), pp. 229-234.
- [138] Gubicza, J., Dragomir, I. C., Ribárik, G., Baik, S. C., Zhu, Y. T., Valiev, R. Z., Ungár, T.: Dislocation structure and crystallite size-distribution in plastically deformed Ti determined by X-ray peak profile analysis, *Zeitschrift fur Metallkunde* 94 (2003), pp. 1185-1188.
- [139] Gubicza, J., Nam, N. H., Balogh, L., Hellmig, R. J., Stolyarov, V. V., Estrin, Y., Ungár T.: Microstructure of severely deformed metals determined by X-ray peak profile analysis, *J. Alloys Comp.* 378 (2004), pp. 248-252.
- [140] Máthis, K., Gubicza, J., Nam N. H.: Microstructure and mechanical behaviour of AZ91 Mg-alloy processed by Equal Channel Angular Pressing, *J. Alloys Comp.* 394 (2005), pp. 194-199.
- [141] Kamado, S., Kojima, Y.: Deformability and strengthening of superlight Mg-Li alloys, *Metall. Sci. Techn.* 16 (1998), pp. 45-54.