

BÁNYÁSZATI ÉS KOHÁSZATI LAPOK

# Kohászat

Vaskohászat

Öntészet

Fémkohászat

Anyagtudomány

Felsőoktatás

Hírmondó

148. évfolyam

2015/2. szám



Jó szerencsét!

Az Országos Magyar Bányászati és Kohászati Egyesület lapja.

Alapította Péch Antal 1868-ban.

## TARTALOM

## Vaskohászat

- 1 **Godzsák M. – Pekker P. – Cora I. – Veres Zs.:** Ausztenites karbonitridálás során keletkező köztés rétegek vizsgálata
- 7 **Tardy P.:** A Szén- és Acél Kutatási Alap 10 éve
- 10 **Tardy P.:** A Közép-európai Vaskultúra Egyesület Magyar Tagozatának 2014. évi tevékenysége
- 12 **Tardy P.:** Tájékoztató a Magyar Vas- és Acélpári Egyesülés 2015. március 5-i taggyűléséről

## Öntészet

- 13 **Kovács T. – Szende Gy. – Tokár I. – Vörösné F. E.:** Öntészeti kutatás-fejlesztés a Gépipari Technológiai Intézetben. 2. rész
- 16 **Dobóczy I. – Iby Á.:** Öntészeti szimuláció alkalmazása a sárgaréz-kokillaöntés területén
- 20 Vaskutasok találkozója régi intézetükben

## Fémkohászat

- 22 **Horváth J.:** Az inert anódok vizsgálata elektrokémiai módszerrel az olvadékok elektrometallurgiájában
- 27 **Bánki S.:** Vésnök. Az érmészet mesterei – egy ősi hivatás nyomában

## Anyagtudomány

- 30 **Katona B. – Szebényi G. – Orbulov I. N.:** Fémátrixú szintaktikus fémhabok fázisai tulajdonságai
- 34 **Somlyai-Sipos L. – Baumli P. – Kaptay G. – Bálint P. – Dezső A. – Simon A. – Gács Z. – A. Lekatou – T. Sfikas – A. Karantzalis:** Volfrám-karbid szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozit fejlesztése

## Felsőoktatás

- 40 50 éves az Öntészeti Tanszék
- 41 **Károly Gy.:** A hazai metallurgus kohómérnök-képzés története
- 49 A Műszaki Anyagtudományi Kar rövid hírei 2015. március

## Hírmondó

- 50 Beszélgetés a 90 éves, vasdiplomás dr. Pilissy Lajossal
- 55 Dr. Hajtó Nándor (1914–1978) élete és munkássága
- 56 A XV. Képlékenyalakító Konferenciáról
- 58 Emlékeztető az OMBKE 2015. március 11-i választmányi üléséről
- 59 10. Bányász–Kohász–Erdész Találkozó (tájékoztató)
- 60 Zempléni technikátörténeti tanulmányút
- 61 Egyesületi hírek
- 63 Köszöntések
- 64 Nekrológok

Öntészet rovatunkat az 1950-ben indított és 1991-ben megszűnt önálló szaklap, a BKL Öntöde utódjának tekintjük.

## FROM THE CONTENT

**Godzsák M. – Pekker P. – Cora I. – Veres Zs.:** Investigation of the intermediate layers formed by austenitic nitrocarburizing ... 1

When nitriding is realised above the eutectoid temperature of the Fe-N system (592 °C), an intermediate layer of nitroaustenite may be formed under the compound (white) layer. In case of slow cooling, this phase decomposes into braunite, which is the eutectoid microstructure of the binary Fe-N system, consisting of body centered cubic  $\alpha$ -solid solution and  $Fe_4N$  iron-nitride ( $\gamma$ ). In our experiments two types of steel grades (100Cr6 and C105U) were nitrocarburised at 550 °C and 640 °C. Investigations for analysing the conditions and properties of the developed intermediate layers were performed, applying several testing methods: thickness and microstructure of the surface layers were examined by light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM), phases of the layers were identified by X-ray diffraction method (XRD), while glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES) was used to determine the carbon and nitrogen-distribution of the surface layers of the specimens, moreover microhardness measurements were used to analyse the properties and thickness of the layers.

**Dobóczy I. – Iby Á.:** Field of application of simulation modeling casting brass chill ... 16

The authors would like to present in this article that the casting simulation how could help the development process of the body of the new concealed bath-shower mixer during the modelling of brass chill casting technology to design the optimal chill mould at TEKA Magyarország Zrt. (Formerly MOFEM Zrt.). The modelling was carried out in two stages. In the first step we compared the simulation results with the practical experience and after the evaluation we modified the mould and reperformed the simulation. In the Article we do not wish write about the theoretical basics of casting simulation, rather to demonstrate the use of it in the industrial practice.

**Horváth J.:** Study of inert anodes using electrochemical method in the electro-metallurgy of molten salts ... 22

Electrometallurgy, especially the production of metal through the electrolysis process, plays a significant role in the field of extractive metallurgy. Aluminum, magnesium, alkali and alkali-earth metals (reactive metals) as well as high-melting metals (refractory metals) are all produced using the electrolysis of melts. Increasing social pressure has led to the tightening of environmental regulations for the electrometallurgy industry. Production of metals using the electrolysis process of melts with oxide content offers great perspectives. These procedures provide numerous advantages from a technological as well as an energy-efficiency point of view, however a number of operational issues are still to be fully addressed and resolved. One of the critical elements of future research and development efforts has to address how inert anodes will reduce the  $CO_2$  emissions during the production. The successful tests of inert anodes under laboratory conditions could pave the way for metal production in from metals with oxide content especially the case of iron, titanium and

aluminum. In the case of aluminum production, even limited operational successes during pilot plant programs may lead to a breakthrough of inert anode-based technologies. The inert anode-based technologies could have the most significant operational impact. Inert anodes have been developed to conduct tests in a laboratory condition and an electrochemical method has been designed to determine their operation and service life-time. The present study reviews the major metal production processes using the electrolysis of molten metaloxides, and where inert anodes can be used. The method uses voltage and energy balance calculations to assess the potential reduction of  $CO_2$  emissions in case of a transition to inert anode-based technology.

**Bánki S.:** Engraver. The masters of medalart – an ancient profession footsteps ... 27

Engraver work. Gemmaengraver. Mints Hungary. Illustrious engravers

**Katona B. – Szebényi G. – Orbulov I. N.:** Fatigue properties of metal matrix syntactic foams ... 30

Our paper deals with the fatigue properties of metal matrix syntactic foams (MMSFs). The investigated materials were produced by experimental route from the combination of Al99.5 or AlSi12 matrix and mixed-oxid ceramic hollow spheres. The investigations were carried out on cylindrical specimens with 1.5 aspect ratio, which were machined out from the produced composite blocks. The fatigue tests were performed in cyclic compression mode at different load ratios ( $k = \sigma_{max} / \sigma_t$  where  $\sigma_{max}$  is the maximal load of the cycle and  $\sigma_t$  is the compressive strength of the investigated MMSFs). The recorded deformation-number of cycles curves can be divided into three sections, in which rapid, long stable and again rapid deformation increment periods follows each other subsequently, that leads to the fracture of the specimen. The results reveal the strong influence of the matrix material on the expected lifetime of the specimens. Moreover, the gap between the number of cycles until fracture increases in the case of lower load ratios. The matrix material has important rule on the fracture modes of MMSFs also; the fracture mode depends mainly on the ratio between the yield strength of the matrix and the crush strength of the ceramic hollow spheres.

**Somlyai-Sipos L. – Baumli P. – Kaptay G. – Bálint P. – Dezső A. – Simon A. – Gács Z. – A. Lekatou – T. Sfikas – A. Karantzalis:** Development of the Tungsten carbide particle reinforced aluminum matrix composites ... 34

Metal matrix composites can be produced in several ways. In each method it is important that the adhesion energy between the reinforcing-phase and the matrix should be as high as possible. This requires that the surface of the molten metal should not be covered by an oxide film and that the molten metal wets the reinforcing-phase as well as possible. This paper reviews the currently used composite production technologies through the liquid route and reports on new experimental results on preparing carbide particles reinforced Al-matrix composites, when the WC particles are pre-treated by aqueous solutions containing dissolved  $K_2TiF_6$  of different concentrations.

• Szerkesztőség: 1051 Budapest, Október 6. utca 7., III. em. • Telefon: 06-1-201-7337 •

• E-mail: bkl.kohaszat@gmail.com •

• Felelős szerkesztő: Balázs Tamás •

• A szerkesztőség tagjai: dr. Buzáné dr. Dénes Margit, dr. Klug Ottó, dr. Kórodi István, Lengyelne Kiss Katalin, Schudich Anna, Szabados Ottó, Szende György, dr. Tardy Pál, dr. Török Tamás •

• Kiadó: Országos Magyar Bányászati és Kohászati Egyesület • Felelős kiadó: dr. Nagy Lajos •

• Nyomja: Press+Print Kft. 2340 Kiskunlacháza, Gábor Áron u. 2/a • HU ISSN 0005-5670 •

Belső tájékoztatásra, kereskedelmi forgalomba nem kerül. • A közölt cikkek fordítása, utánnomása, sokszorosítása és adatrendszerekben való tárolása kizárólag a kiadó engedélyével történhet. •

Internetcím: www.ombkenet.hu/bkl/kohaszat.html

GODZSÁK MELINDA – PEKKER PÉTER – CORA ILDIKÓ – VERES ZSOLT

## Ausztenites karbonitridálás során keletkező köztes rétegek vizsgálata

*Az Fe-N rendszer eutektoidos hőmérséklete (592 °C) felett végzett nitridáláskor a vegyületi réteg alatt egy köztes réteg, nitroausztenit alakulhat ki, amely lassú hűtés közben, az eutektoidos hőmérsékleten braunittá alakulhat át. Az így képződő kétfázisú szövetelem – a braunit – térben középpontos kockarácsú  $\alpha$ -vasból és  $Fe_4N$  vas-nitrid vegyületből ( $\alpha + \gamma'$ ) álló eutektoid. Kísérleteink során 100Cr6 és C105U anyagminőségű acélokat karbonitridáltunk az eutektoidos hőmérséklet felett. Vizsgáltuk a keletkező köztes rétegek kialakulásának feltételeit és tulajdonságait, szövetszerkezetüket, valamint a nitrogén és karbon eloszlását a mintákban. Ezeket fénymikroszkópos (LOM)-felvételek, mikrokeménység-mérés, röntgendiffrakciós (XRD)-, pásztázó elektronmikroszkópos (SEM)- és transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM)-vizsgálatok és ködfénykísüléssel optikai emissziós spektrometriás (GD-OES)-mérések segítségével végeztük.*

### Bevezetés

Az acélok termokémiai kezelésén belül, az Fe-N rendszer eutektoidos hőmérséklete felett zajló karbonitridálás és az azt követő lassú hűtés eredményeként, a vegyületi réteg alatt kialakuló braunitréteg keveset kutatott terület. Ez többek közt annak tulajdonítható, hogy ezt az emelt hőmérsékletű, ún. ausztenites karbonitridálást az iparban ritkán alkalmazzák. Ha a nitridálást az eutektoidos hőmérséklet felett végezzük, akkor a kezelés utáni hűtés módjától függően nitroausztenit vagy braunit köztes

réteg alakulhat ki a vegyületi réteg és a diffúziós zóna között. Megfelelően gyors hűtésnél a hőkezelés során keletkezett nitroausztenit ausztenit marad, lassú hűtés esetében pedig braunitréteg alakul ki a vegyületi réteg alatt. Elvégzett kísérleteinkkel célunk volt a köztes réteg kialakítása és tulajdonságainak vizsgálata.

### A nitroausztenit köztes réteg képződése

Az ausztenitté alakulás hőmérséklete alatt történő karbonitridálás esetén ferrites karbonitridálásról, felette

ausztenites karbonitridálásról beszélünk. Az átalakulás határhőmérséklete a kezelendő alapanyag összetételétől jelentősen függ. *Du* termodinamikai számításai [1] szerint ötvözetlen acél esetében a legalacsonyabb hőmérséklet, amely változást okoz, 586 °C. *Isabella Flodström* eredményeiből [2] megfigyelhető, hogy az 592 °C fölé növelt karbonitridálási hőmérsékletnek és a nitrogénnek a mátrixban történő dúsulása következtében a mátrix egy része átalakul ausztenitté. Az ausztenites gázközegű karbonitridálást követően a mikrostrukturát négy régióból fog állni. A vegyületi réteg  $\epsilon$ - és  $\gamma'$ -fázist ( $Fe_4N$ ) tartalmaz, amely a felületen alakul ki. A vegyületi réteg alatt egy nitrogénben és karbonban gazdag ausztenit-réteg képződik, ez alatt van a diffúziós zóna, és a nem módosult alapanyag. *Kristian Vinter Dahl* kísérleteiben [3] többek között azt is megállapította, hogy a nitridképző ötvözők mennyiségének növekedésével nő az átalakulás hőmérséklete. 8,5 tömegszázalék nitridképző elemet (Cr, Mo, V) tartalmazó acélnál nem figyelhető meg ausztenit-réteg 640 °C-os nitridálást követően sem. 15 tömegszázalék nitridképző elemet tartalmazó acélnál pedig még 700 °C-os nitridálás esetén sem alakul ki köztes réteg. Megjegyezte, hogy néhány esetben, amikor nem sikerült kellően gyorsan hűtenie a mintákat a nitridálást követően braunit ( $\gamma' + \alpha$ ) kétfázisú szövetelem alakult ki.

### A braunit köztes réteg képződése

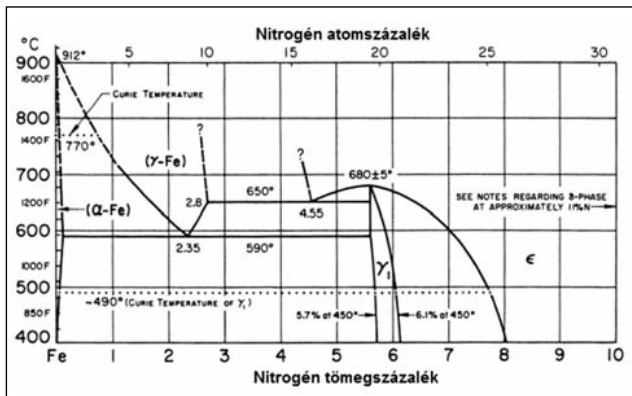
Ha az emelt hőmérsékletű karbonitridálást követően kellően lassan hűlnek le a hőkezelt darabok, akkor a vegyületi réteg és a diffúziós zóna

**Godzsák Melinda** 2007-ben diplomázott okleveles közgazdászként az osztatlan ötéves képzésben a Miskolci Egyetem Gazdaságtudományi Karán. 2011 decemberében BSc, majd 2012 decemberében MSc anyagmérnök diplomát szerzett öntész-hőkezelő, illetve hőkezelő-anyagvizsgáló szakirányon a Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Karán. 2013 őszétől a Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola doktorandusz hallgatója, kutatási területe acélok gázközegű karbonitridálása a Fe-N rendszer eutektoidos hőmérséklete felett.

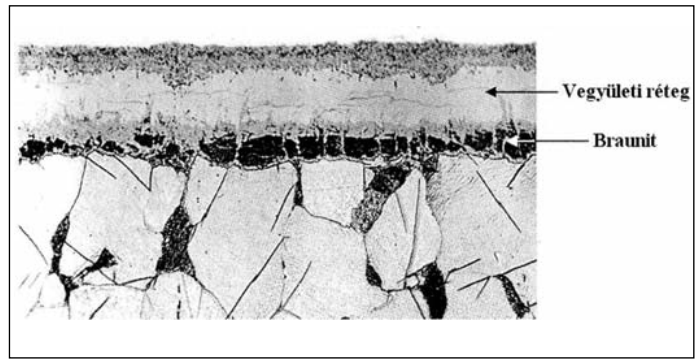
**Pekker Péter** szakmai életrajzát 2012/5. számunkban közzöltük.

**Cora Ildikó** 2009-ben diplomázott okleveles geológusként az ELTE TTK-n, geológus szakon. 2014-ben szerzett PhD doktori fokozatot az ELTE Földtudományi Doktori Iskolában, mineralógia szakterületen, *summa cum laude* minősítéssel. Jelenleg az MTA EK MFA Vékonyréteg Fizikai Osztályán dolgozik tudományos munkatársként.

**Veres Zsolt** szakmai életrajzát 2012/5. számunkban közzöltük.



■ 1. ábra. Fe-N fázisdiagram [4]



■ 2. ábra. C15-ös acél 650 °C-os gázközegű karbonitridálás, valamint lassú hűtés után kialakult felületi kéregszerkezete, braunittal a vegyületi réteg alatt, Nitál-ban maratva, N = 1000x [6]

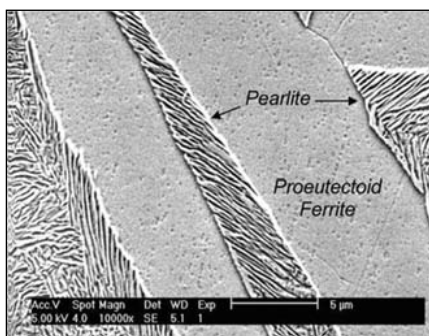
között kialakul a braunit szövet. Ahogyan az 1. ábra Fe-N fázisdiagramján [4] látható, a braunit az  $Fe_4N$ -és az  $\alpha$ -fázis eutektoidja, amely az Fe-N rendszer eutektoidos hőmérséklete felett (592 °C) elvégzett (karbo)nitridálást követő lassú hűtés eredményeként képződik 2,35 tömegszázalék nitrogéntartalomnál, amely irodalmi adatok alapján akár 50-60  $\mu m$  vastagságú is lehet [5]. A 2. ábrán braunit köztes réteg látható [6].

Celik és társai [5] kutatásaikból megállapították, hogy azonos hőkezelési hőmérsékleten, de növekvő hőkezelési időnél csökken a kialakult braunitréteg vastagsága (600 °C –

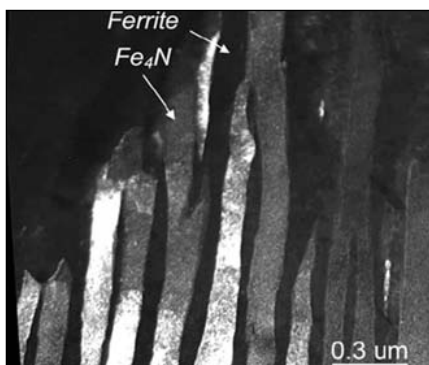
1 óra: 50-60  $\mu m$ , 600 °C – 8 óra: 20-30  $\mu m$ ). Fattah és Mahboubi [7] a mikroszerkezeti és röntgendiffrakciós vizsgálati eredményeikből megállapították, hogy 592 °C felett végzett karbonitridálást követő lassú hűtés esetén braunit köztes réteg alakul ki. Speciális, rétegenkénti röntgendiffrakciós (XRD) mérést is készítettek. Előbb a felszín, majd 15, 25 és 29  $\mu m$ -re a felülettől vizsgálták a mintát, 29  $\mu m$  mélyen  $Fe_4(N,C)$ - és  $\alpha$ -Fe-fázist detektáltak a 620 °C-on hőkezelt próbán, mely braunit jelenlétére utal. Xiong kutatásaiban [8] az Fe-N rendszer eutektoidját, a braunitot vizsgálta elektronmikroszkópia segítségével, melyet ő az Fe-C rendszerhez hasonlítva nitrogén perlitnek nevez. Megállapította, hogy a ferritben szigetenként alakul ki a lemezes perlit (3. ábra), amely nem más, mint a  $\gamma' + \alpha$ . Ezt TEM-vizsgálattal támasztotta alá, amelyben sötét látóterű felvételen egyértelműen meg tudta különböztetni a ferrit mátrixot és a lemezes  $Fe_4N$  vas nitridet (4. ábra), amelyek váltakozva helyezkedtek el. A vas-nitrogén állapotábra alapján kimondta, hogy ez a  $\gamma' + \alpha$  szövetelem, tehát a braunit.

a 100Cr6 és C105U jelű acélokkal végzett kísérleteket és a mérések eredményeit mutatjuk be. A két anyagminőség szabvány szerinti összetétele az 1. táblázatban látható.

A karbonitridálási kísérleteket a Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet SLR-150 típusú aknás gáznitridáló kemencéjében végeztük. A 3,5 órás karbonitridálás során az üzemi nitrogént 200 l/h, az ammóniát 200 l/h, a szén-dioxidot pedig 10 l/h térfogatárammal juttattuk a kemencetérbe. Az ausztenites karbonitridálási kísérletek utolsó fázisát, a mintadarabok hűtését különféle hűtőközegekben hajtottuk végre. A darabok egyik részét gyorsan, olajban, egy másik részét lassan, levegőn, egy harmadik részét még lassabban, a kemencével együtt hűtöttük le. Célunk volt a különböző hűtési erélyesség hatására kialakuló köztes réteg vizsgálata. Azonban az eltérő hűtési sebességek nem voltak megfelelően mérve és kontrollálva, ezért a hűtési sebesség hatását a kialakult szerkezetre jelen cikk nem tárgyalja.



■ 3. ábra. Lemezes szerkezetű nitrogén perlit, körülötte ferrit ( $\alpha$ -vas), N=10000x [8]



■ 4. ábra. Sötét látóterű TEM-felvétel  $Fe_4N$ -kiválásról, valamint ferritről [8]

## Vizsgálati eredményeink

### Karbonitridálás során kialakuló rétegrend

Kísérleteink elsődleges célja volt olyan emelt hőmérsékletű karbonitridálás elvégzése, amely eredményeként köztes réteg alakul ki a vegyüle-

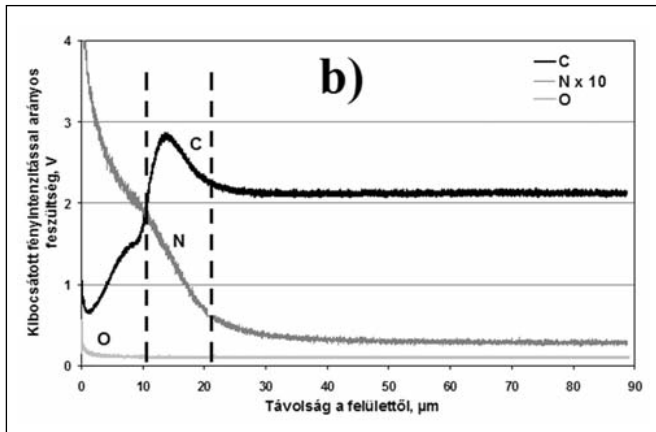
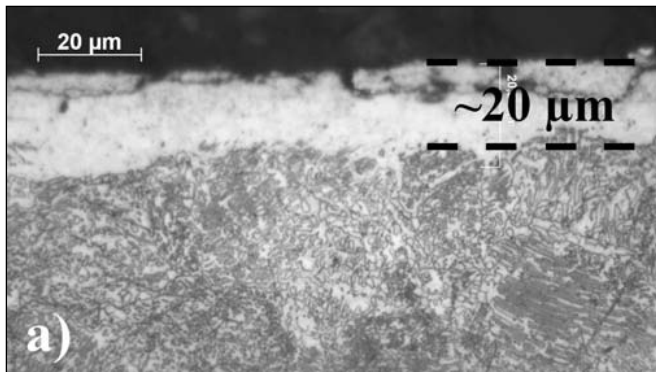
### Gázközegű karbonitridálási kísérleteink paraméterei

A köztes réteg vizsgálatához ausztenites karbonitridálással állítottuk elő a próbadarabjainkat. Jelen cikkünkben

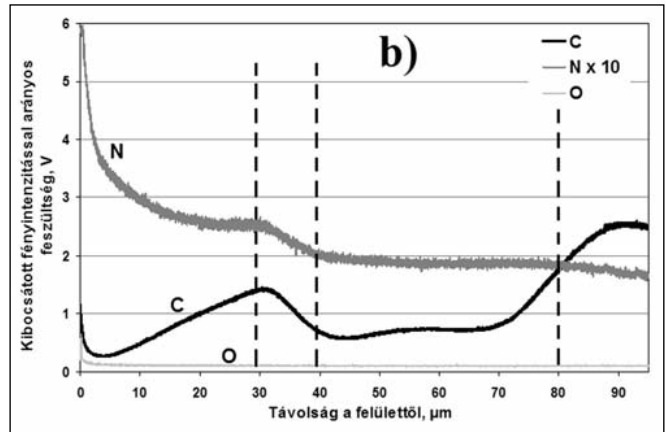
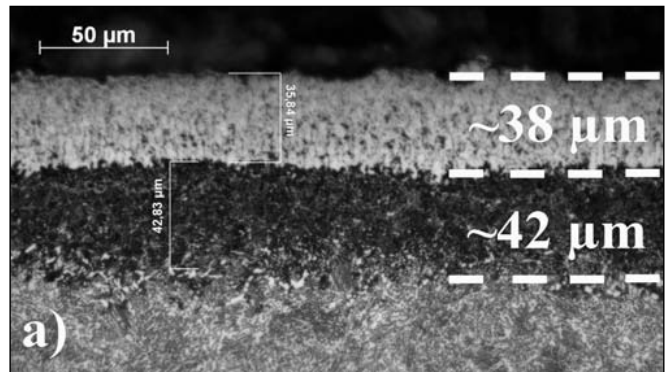
1. táblázat. A kísérletekhez használt acélok szabvány szerinti összetétele m/m%-ban

Anyagminőség	C	Si	Mn	Cr	Fe
1.3505 (100Cr6)	1,00	0,3	0,3	1,5	96,9
1.1545 (C105U)	0,95-1,04	0,15-0,35	0,15-0,35	≤ 0,030	98,75-98,23





■ **5. ábra.** C105U anyagminőségű 550 °C-on, 6 órán keresztül karbonitridált, kemencében hűlt mintadarab fénymikroszkópos felvétele, N = 1000x (a) és GD-OES mélységprofilja (b)



■ **6. ábra.** C105U anyagminőségű 640 °C-on, 10 órán keresztül karbonitridált, kemencében hűlt mintadarab fénymikroszkópos felvétele, N = 500x (a) és GD-OES mélységprofilja (b)

ti réteg és a diffúziós zóna között. A megfelelő összehasonlítás érdekében végeztünk nem emelt hőmérsékletű karbonitridálást is. Az így kapott darabok fénymikroszkópos felvételein látható az eltérő rétegrend. Míg az 550 °C-on karbonitridált minta fénymikroszkópos felvételén (5a ábra) csak a vegyületi réteg és alatta a diffúziós zóna, addig a 640 °C-on karbonitridált mintánál (6a ábra) a két réteg között a kialakult köztes réteg is megfigyelhető. A ferritesen és ausztenitesen karbonitridált próbákon GD-OES mélységprofil elemzést végeztünk a nitrogén és a karbon darabon belüli eloszlásának vizsgálatára. A Metallurgiai és Öntészeti Intézet Horiba Jobin Yvon – GD Profiler2 típusú berendezésével, valamint a hozzá tartozó profilométer segítségével készített mélységprofilokon a vizsgált elemek százalékos mennyiségével arányos jel látható a darab felületétől mért távolság függvényében. A jobb szemléltetés érdekében a nitrogéngörbék értékeit tízszeresére nagyítottuk.

Az 5b ábrán egy ferritesen karbonitridált darabról készült GD-OES mélységprofil látható. Megfigyelhető,

hogy ~10 μm-es porlasztási mélységben, a porózus ε és a tömör γ'-fázisok határán mind a nitrogén, mind a karbon görbéjének lefutásában törés van. A felülettől ~20 μm-re a nitrogén és a karbon mennyisége közel az alap mátrixban található mértékűre csökken, amely megegyezik a fénymikroszkópos felvételen mért vegyületi réteg vastagságával (5a ábra). A diffúziós zóna végére a két elem mennyisége eléri a kezelés előtti értéket.

Ezzel szemben a 6b ábrán, ahol egy ausztenitesen karbonitridált darabról készült GD-OES mélységprofil látható, a görbék lefutása eltérő. A felülettől mért ~28 μm mélységig a profil hasonló jelleget mutat, mint az előző ferritesen karbonitridált próba felületi ~10 μm-es rétege. Ezután az előző darabhoz képest egy vékonyabb, ~10 μm vastag γ'-réteg következik. A vegyületi réteg alatt ~42 μm vastag köztes réteg helyezkedik el, melyet a mélységprofil szintén mutat (ezen a mintán a köztes réteg braunit). Ugyanis amikor a porlasztás másik rétegbe ér át, változik a kémiai összetétel, azzal együtt megváltozik a kibocsátott fény intenzitása is, így különíthetők el a rétegek.

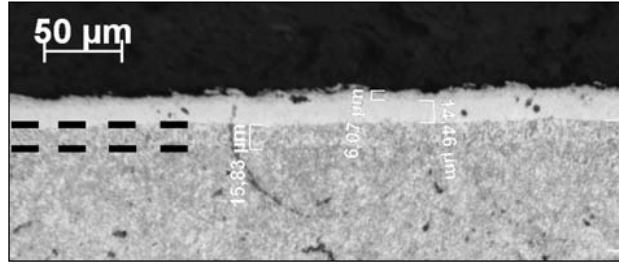
Mivel mind a nitrogén, mind a karbon interstíciósan oldódó elem, jól megfigyelhető, hogy a felülettől az anyag belseje felé haladva a nitrogén diffúziójával a karbon mennyisége folyamatosan nő (kvázi felhalmozza maga előtt a korbont a nitrogén), majd a nitrogén koncentrációjának csökkenésével (a diffúziós zóna végén) a karbon görbéje is beáll egy konstans értékre, melyet az acél eredetileg tartalmazott.

### A kialakult köztes réteg

Az ausztenites karbonitridálás során, a vegyületi réteg alatt kialakuló nitroausztenit-réteg az eutektoidos hőmérsékleten braunit szövetté alakulhat át. Ha a hűtés sebessége megfelelően kicsi, elegendő idő áll rendelkezésére a diffúzióknak ahhoz, hogy braunit keletkezzen. Ha ez a sebesség egy határértéknél nagyobb, az ausztenit nem alakul át, szobahőmérsékleten is megmarad.

Kísérleteink során többféle köztes réteget állítottunk elő. Nagy hűtési erélyesség esetén a nitroausztenit nem alakult át, a fénymikroszkópos vizsgálatok során világos színű volt (7. ábra).

Kiseb hűtési erélyesség esetén közvetlenül a vegyületi réteg alatt még mindig megmaradt az ausztenit, de a köztes rétegnek a darab belseje felé eső része átalakult braunittá (8. ábra). A még kisebb hűtési sebesség esetén pedig a teljes köztes réteg homogén braunit lett (9. ábra).



■ 7. ábra. 100Cr6 anyagminőségű, 620 °C-on, 3,25 órán keresztül karbonitridált, olajban hűlt minta fénymikroszkópos felvétele (N = 200x)

oxidréteg ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , magnetit) és térben középpontos  $\alpha$ -vas. Ezen vizsgálati eredményekből arra következtettünk, hogy a vegyületi réteg alatt lévő ferrit és  $\gamma'$  vas-nitrid braunit szövetet alkot ( $\alpha + \text{Fe}_4\text{N}$ ).

Az XRD-mérések eredményeit megerősítendő végeztünk transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatot is a Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet FEI

### A braunit szerkezete

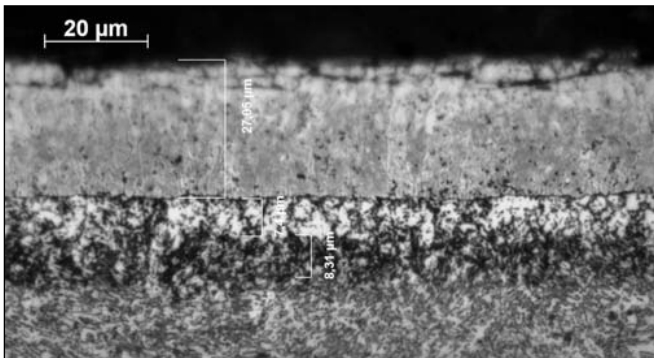
A keletkezett braunitot többféle módon vizsgáltuk. A 10a ábrán az 500x-os nagyításban elkészített pásztázó elektronmikroszkópos kép mutatja a kialakult köztes réteget. Az előzőtől lényegesen nagyobb nagyításban (N = 3500x) már jól láthatók a vegyületi réteg alatti, ferrit mátrixú köztes rétegben elhelyezkedő lemezszerű kiválások (10b ábra), amelyek az  $\text{Fe}_4\text{N}$  vas-nitrid ( $\gamma'$ ) jelenlétére utalnak, ahogyan arról Xiong is említést tesz kutatásában [8]. Ezek alapján pedig arra következtethetünk, hogy a magas hőmérsékletű és lassú

hűtésű karbonitridálásunk eredményeként braunit köztes réteget állítottunk elő.

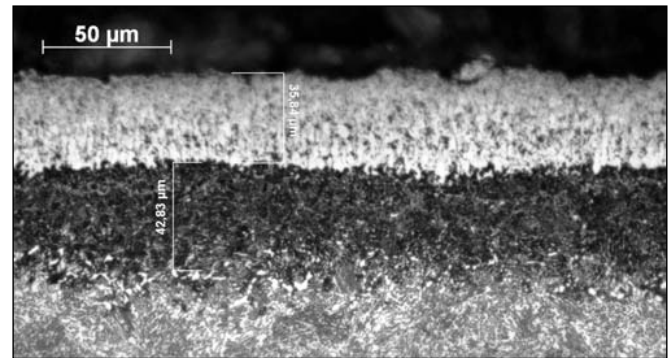
A kialakult köztes réteget alkotó fázisok azonosítása érdekében végeztünk XRD-méréseket is. A Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet Bruker D8 Advance típusú röntgenberendezése 40 kV gyorsítófeszültséggel, 40 mA csőárammal és kobalt csővel működött. A detektor az adatokat 0,05°-onként és 10 másodpercenként gyűjtötte.

A 11. ábra röntgendiffraktogramján látható csúcsok a következő fázisokhoz tartoztak:  $\gamma'$  vas-nitrid ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ),  $\epsilon$  vas-nitrid ( $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ ), a felületen vas-

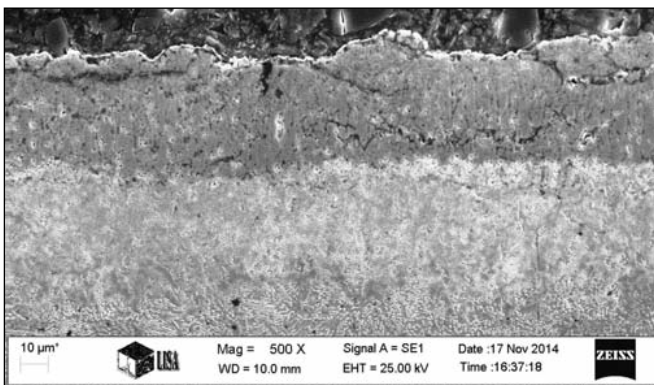
Tecnai G2 X-Twin 200 típusú, LaB6 katóddal és EDAX energiadiszipatív spektrométerrel működő berendezésével. A 12. ábrán látható felvételt a 100Cr6 acélminőség 620 °C-on, 2,5 óráig karbonitridált és olajban hűtött mintájáról készítettük, a mikroszkópon azonosított köztes rétegből. A 12a ábrán látható diffrakciós képről megállapítottuk, hogy  $\alpha$ -vasról ( $a_0=2,90(5)$  Å), míg a 12b ábrán egy F-centrál (felületen középpontos), köbös fázisról ( $a_0=3,68(2)$  Å),  $\text{Fe}_4\text{N}$ -ről készült. Tehát az azonosított fázisok braunit szövetelem jelenlétét erősítik meg.



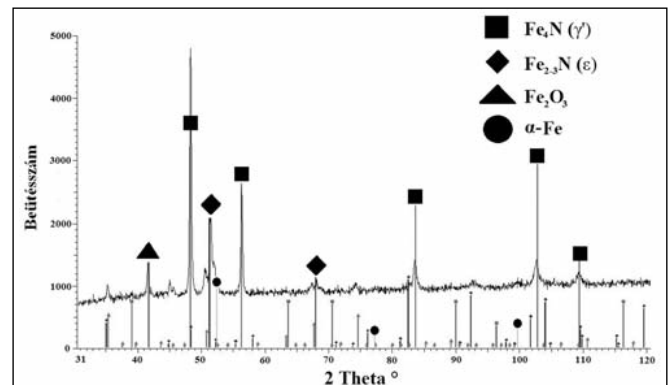
■ 8. ábra. C105U anyagminőségű, 640 °C-on, 2 órán keresztül karbonitridált, levegőn hűlt minta fénymikroszkópos felvétele (N = 1000x)



■ 9. ábra. C105U anyagminőségű, 640 °C-on, 10 órán keresztül karbonitridált, kemencében hűlt mintadarab fénymikroszkópos felvétele, N = 500x



■ 10a ábra. C105U anyagminőségű, 640 °C-on, 10 órán keresztül karbonitridált, kemencében hűlt minta SEM-felvétele (N=500x)

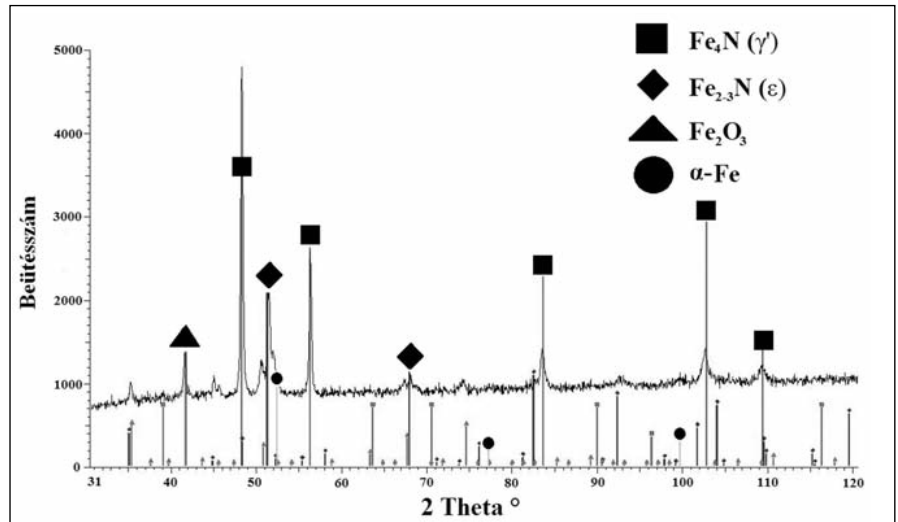


■ 10b ábra. A 10a ábrán látható minta köztes rétegének SEM-felvétele (N = 3500x)

## A vegyületi és a köztes réteg vastagsága, keménysége

Az előkészített karbinitridált darabokon fénymikroszkópos méréseket végeztünk, mely során Axio Vision képelemző szoftver segítségével megmértük a vegyületi és köztes rétegek vastagságát. A 13. ábrán a 100Cr6 mintadarabokon mért vegyületi és köztes réteg vastagságát mutatjuk be. A vegyületi és köztes rétegek vastagsága maximumos görbe szerint alakul, 2,5 órás karbinitridálás után elkezd csökkenni a rétegvastagság. A ferrites alapanyagban a diffúzió gyorsabb, mint a vegyületi rétegben és a köztes ausztenitrétegben. Egy bizonyos vegyületi réteg- és köztes rétegvastagság elérése után a nitrogén a légkörből, és a vas a darab magja felől nem tud kellően gyorsan pótlódni. Ezért ezek a rétegek részben leépülnek. Fattah és Mahboubi vizsgálataikban [7] hasonlólt állapítottak meg, miszerint az ugyanolyan hőmérsékleten karbinitridált, de növekvő időtartamú kezeléseknél a köztes réteg vastagsága csökken.

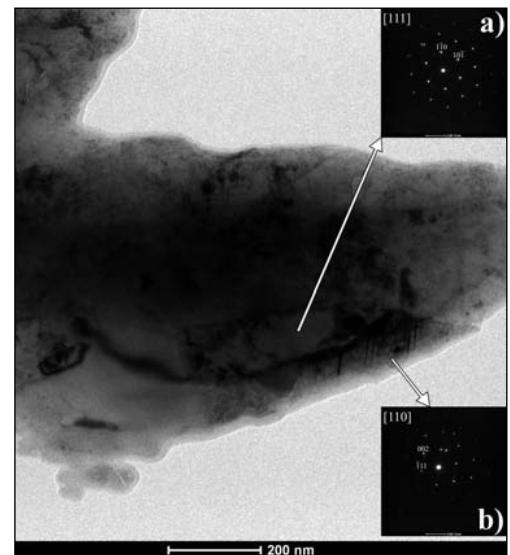
A fénymikroszkópos rétegvastagság-vizsgálatot kiegészítettük a vegyületi és (köztes) braunitrétegek mikrokeménységének mérésével is. A vegyületi rétegek keménysége csökkenő tendenciát mutat a karbinitridálási idő növelésével, ami minden bizonnyal azzal állhat összefüggésben, hogy ez a réteg egyre porózusabbá vált. A köztes rétegek esetén a rétegvastagsághoz hasonlóan maximumos görbe szerint alakul a keménység (14. ábra).



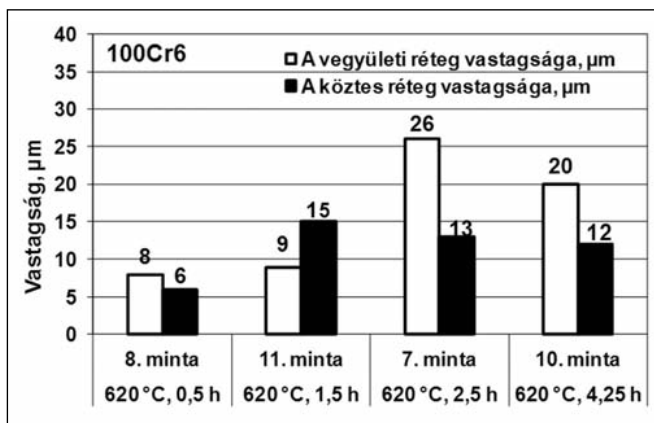
■ 11. ábra. A 100Cr6 anyagminőségű, 620 °C-on 2,5 óráig karbinitridált, olajban hűtött minta diffraktogramja és az azonosított fázisok

A C105U acél mintákon mért vegyületi és (köztes) braunit rétegvastagságok (15. ábra) egy értéktől eltekintve folyamatos növekedést mutatnak. Ez azt igazolja, hogy nem csak a karbinitridálás idejének, de az anyagminőségnek is fontos szerepe van a kialakuló rétegek vastagságában, hiszen eltérő ötvöztességeknel a diffúzió sebessége is különbözik.

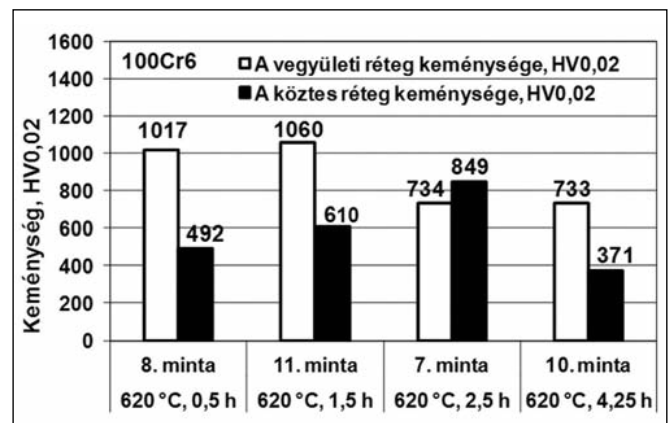
A 16. ábrán a vegyületi réteg keménységének csökkenése figyelhető meg, ezt a vegyületi réteg porozitásának növekvő mértéke okozhatja a karbinitridálási idő növekedésével. A köztes réteg keménysége a karbinitridálási idő növekedésével csökken, hasonlóan a 100Cr6 anyagminőség esetén mértékhez.



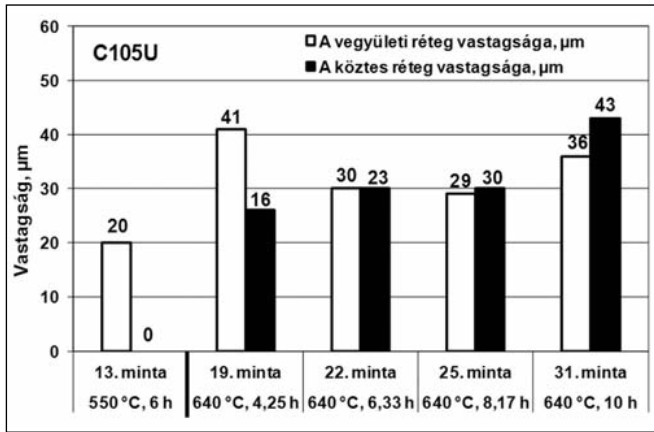
■ 12a, b ábra. A 100Cr6 anyagminőségű, 620 °C-on 2,5 óráig karbinitridált, olajban hűtött minta világos látóterű transzmissziós elektronmikroszkópos képe és a két azonosított fázis indexelt (szelektált területű) diffrakciós képe



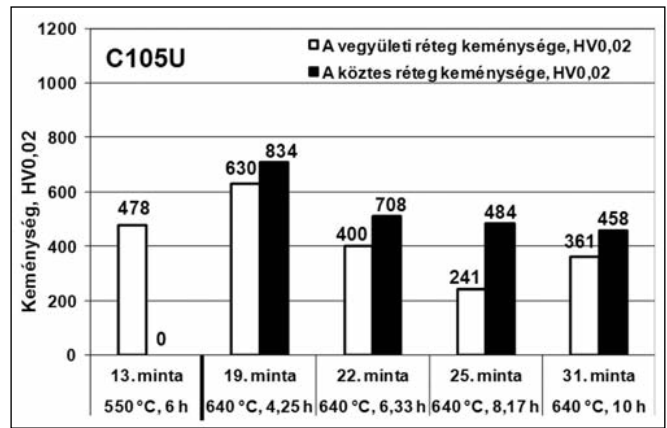
■ 13. ábra. 100Cr6 anyagminőségű acél 620 °C-on, különböző ideig karbinitridált darabjain mért rétegvastagság-értékek



■ 14. ábra. 100Cr6 anyagminőségű acél 620 °C-on, különböző ideig karbinitridált darabjainak vegyületi és köztes rétegén mért keménységértékek



15. ábra. C105U anyagminőségű acél 620 °C-on, különböző ideig karbonitridált darbjain mért rétegvastagság-értékek



16. ábra. C105U anyagminőségű acél 620 °C-on, különböző ideig karbonitridált darbjainak vegyületi és köztes rétegen mért keménységértékek

## Összefoglalás, következtetések

Kutatásaink során acélok ausztenites karbonitridálását végeztük. A kísérleteket két acélminőségen (100Cr6 és C105U) hajtottuk végre, majd vizsgáltuk az így kapott próbadarabokat. A 100Cr6 anyagminőségénél a gázkezelés idejével (0,5 – 1,5 – 2,5 – 3,25 óra) zajlott, a C105U esetében pedig 550 °C-on 6 óráig és 640 °C-on 2 – 4,25 – 6,33 – 8,17 és 10 óráig. A darabok melegbeágyazása és előkészítése után először fénymikroszkópos felvételeket készítettünk, melyeken rétegvastagságokat (vegyületi és köztes réteg), majd pedig a rétegek Vickers mikrokeménységét mértük. Végeztünk röntgendiffrakciós és transzmissziós elektronmikroszkópos méréseket a kialakult köztes réteget alkotó fázisok azonosítására. A keletkező braunitréteget GD-OES-analízissel és SEM-felvételek segítségével vizsgáltuk. Bár az iparban az emelt hőmérsékletű karbonitridálást ritkán alkalmazzák, viszont a vegyületi réteg és a diffúziós zóna közötti köztes réteg csak így alakítható ki. Mivel pedig elsődleges célunk volt a köztes réteg kialakítása és tulajdonságainak vizsgálata, ezért alkalmaztunk magasabb hőmérsékletű karbonitridálást is. Későbbi kutatásaink során ennek a köztes rétegnek a mechanikai tulajdonságokra, valamint a korrózió- és kopásállóságra való hatását is fogjuk vizsgálni.

Vizsgálataink alapján a következők állapíthatók meg:

1. Az Fe-N rendszer eutektoidos hőmérséklete felett zajló gázkezelés

karbonitridálás, majd az azt követő hűtés során a vegyületi réteg és a diffúziós zóna között köztes réteg alakult ki mindkét anyagminőség esetén.

- A szakirodalom szerint ennek a rétegnek a típusa attól függ, hogy milyen hűtési módot alkalmazunk. Kísérleteinkkel a 100Cr6 típusú acélminőség esetén a karbonitridálás utáni lassú hűtés alkalmazásával braunit köztes réteget hoztunk létre, melyet az XRD- és TEM-vizsgálatokkal alátámasztottunk.
- A fénymikroszkópos felvételek alapján a C105U anyagminőségről elmondható, hogy levegőn történő hűtéskor nem alakult ki homogén braunitréteg, mert a köztes rétegben át nem alakult, vékony ausztenit-réteg is maradt.
- A karbonitridálási idő növelésével a 100Cr6 acélnál mind a vegyületi, mind a köztes réteg vastagsága és keménysége maximumos görbe szerint alakul. A C105U acél esetében a vegyületi és köztes réteg vastagsága a karbonitridálási idő növelésével nő, a keménysége viszont csökken az általunk vizsgált tartományon belül.
- A GD-OES mélységprofil-elemzéssel nyomon követhető a karbonitridálás során diffundált nitrogén és karbon eloszlása, a vegyületi réteg vastagsága, valamint a köztes réteg megléte és annak vastagsága. Továbbá láthatóvá vált az a szakirodalomból ismert tény is, miszerint a karbonitridálás során a nitrogénatomok kiszorítják az acél felületi rétegéből a karbonatomokat, melyek csak a nitrogén koncentrációjának

lecsökkenése után állnak vissza konstans értékre.

## Köszönetnyilvánítás

A szerzők köszönetet mondanak a Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, valamint a Metallurgiai és Öntészeti Intézet munkatársainak.

## Irodalom

- [1] H. Du: A reevaluation of the Fe-N and Fe-C-N systems, Journal of Phase Equilibria, vol. 14, no. 6, pp. 682–693, 1993.
- [2] Isabella Flodström: Nitrocarburizing and High Temperature Nitriding of Steels in Bearing Applications, Chalmers University of Technology, Göteborg, Sweden, 2012.
- [3] Kristian Vinter Dahl: Austenitic Nitriding of Iron and Heat Treatable Steel, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark, 2002.
- [4] David Pye: Practical nitriding and ferritic nitrocarburising, ASM International, USA, 2003.
- [5] Ayhan Celik, Ihsan Efeoglu, Gürkan Sakar: Microstructure and structural behavior of ion-nitrided AISI 8620 steel, Materials Characterization, 2001.
- [6] Dr.-Ing. Dieter Liedtke und 6 Mitautoren: Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II.-Nitrieren und Nitrocarburieren, 5. Auflage 2010.
- [7] M. Fattah, F. Mahboubi: Comparison of ferritic and austenitic plasma nitriding and nitrocarburizing behavior of AISI 4140 low alloy steel, Materials and Design 31 – 2010.
- [8] X. C. Xiong, Č A. Redjaïmia, Č M. Gouné: Pearlite in hypoeutectoid iron–nitrogen binary alloys, Material Science, 44:632–638, 2009.