

Měření vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií

David Suchomela

Bakalářská práce
2017



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2016/2017

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **David Suhomela**
Osobní číslo: **T14132**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování literární studie na dané téma
2. Příprava zkušebních vzorků (těles) pro experimentální část
3. Provedení experimentu
4. Vyhodnocení naměřených výsledků

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího BP.

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. David Maňas, Ph.D.**
Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání bakalářské práce: **2. ledna 2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **19. května 2017**

Ve Zlíně dne 31. ledna 2017



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.
děkan



prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 12.5 2017


.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevýdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihledne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá měřením vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií. Na základní materiál ocel ČSN 419552 byly nanесeny dva typy povlaků technologií PA-CVD. Jedná se o povlaky TiB₂ a DLC COMP. Vlastnosti povlaků byly měřeny tribologickou zkouškou metodou PIN-on-DISK a zkouškou mikrotvrlosti dle normy ČSN EN ISO 14577. Měření bylo provedeno vždy 10x. Výsledky měření ukázaly zlepšení mechanických vlastností nanесených povlaků v porovnání se základním materiálem ČSN 419552 používaným při výrobě tvarových dutin vstřikovacích forem.

Klíčová slova: Povlaky, metoda PA-CVD, PIN-on-DISK, Instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI)

ABSTRACT

This bachelor thesis deals with measuring properties of coating created by PA-CVD technology. On the base material steel ČSN 419552 were applied two kinds of coatings by PA-CVD technology. These are coatings TiB₂ and DLC COMP. Properties of coatings were measured by tribological test using PIN-on-DISK method and by microhardness test according to the norm ČSN EN ISO 14577. Measuring was always repeated 10x. Measuring results showed increased mechanical properties of applied coatings compared to base material ČSN 419552 used in the production of mold cavities of injection molds.

Keywords: Coatings, PA-CVD method, PIN-on-DISK, Depth Sensing Indentation (DSI)

Poděkování:

Chtěl bych poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Doc. Ing. Davidu Maňasovi Ph.D
Za odborné vedení, poskytnuté rady, za čas, který obětoval při laboratorním měření, který
mi věnoval při postupném vypracování práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná na IS/STAG
jsou totožné

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POVLAKOVÁNÍ NÁSTROJŮ	12
1.1 DALŠÍ CHEMICKÉ METODY	13
1.1.1 Metoda povlakování CVD	13
1.1.2 Metoda MTCVD (Moderate Temperature Chemical Vapor Deposition).....	14
1.2 METODA PA-CVD (PLASMA ASSISTED CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION).....	15
1.2.1 Vývoj multivrstev a nanovrstev	17
1.2.2 Praktické aplikace vrstev PA-CVD.....	18
1.3 TYPY POUŽÍVANÝCH PA-CVD POVLAKŮ	20
1.3.1 Charakteristika vybraných povlaků.....	20
1.4 ZÁKLADNÍ CHARAKTERISTIKY PA-CVD POVLAKŮ.....	22
1.4.1 Tvrdost	22
1.4.2 Tloušťka	23
1.4.3 Adheze.....	24
1.4.4 Abraze	25
1.4.5 Kluzné vlastnosti	26
1.4.6 Drsnost	27
2 MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVLAKŮ	28
2.1 METODA „PIN-ON-DISC“	28
2.2 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	29
2.2.1 Metoda měření DSI	31
II PRAKTICKÁ ČÁST	32
3 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	33
4 PŘÍPRAVA VZORKŮ A POUŽITÉ PŘÍSTROJE	34
4.1 POUŽITÉ TYPY MATERIÁLŮ A POVLAKŮ.....	34
4.2 ZKUŠEBNÍ STROJE.....	36
4.2.1 Měření metodou „PIN-on-DISC“	36
4.2.2 Měření tvrdosti metodou DSI.....	37
4.3 ÚPRAVA VZORKŮ	39
4.3.1 Nařezání vzorků	39
4.3.2 Úprava povrchu vzorků.....	40
5 VÝSLEDKY MĚŘENÍ	41
5.1 VÝSLEDKY MĚŘENÍ TRIBOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ POVRCHU VZORKU	41
5.1.1 Úběr vrstvy.....	41
5.1.2 Opotřebení.....	42
5.2 VÝSLEDKY MĚŘENÍ MIKROMECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVRCHU VZORKU	43
5.2.1 Vtisková tvrdost	43
5.2.2 Vtiskový modul pružnosti	45
5.2.3 Vtiskové tečení.....	46
5.2.4 Deformační práce	47

6	DISKUSE VÝSLEDKŮ	48
	ZÁVĚR	51
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	52
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	54
	SEZNAM OBRÁZKŮ	57
	SEZNAM TABULEK.....	59
	SEZNAM PŘÍLOH.....	60

ÚVOD

V dnešní době kdy se uplatňuje strojírenský průmysl v mnoha různých odvětvích a je hnán rychle kupředu vývojem nových technologií. V oblasti obráběcích strojů a tlakového lití je potřeba se stále posouvat kupředu s použitím novějších metod povrchových úprav materiálů, které dokáží do značné míry proces zefektivnit.

V mé bakalářské práci na téma „Měření vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií“, jsou objasněny záležitosti v oblasti povlakování PA-CVD technologií a dále zde budou objasněny některé záležitosti z oboru vlastnosti povlaků. Bakalářská práce se dělí na 2 základní části. Teoretickou a praktickou část.

V teoretické části jsou uvedeny povlakovací metody. Jejich rozdělení a výhody. Jsou zde popsány nejpoužívanější povlaky a také měření jejich vlastností.

Praktická část je zaměřena na laboratorní měření vlastností různých povlaků různými metodami. Vyhodnocování hodnot a srovnávání povlaků mezi sebou a také srovnávání se základním materiálem.

I. TEORETICKÁ ČÁST

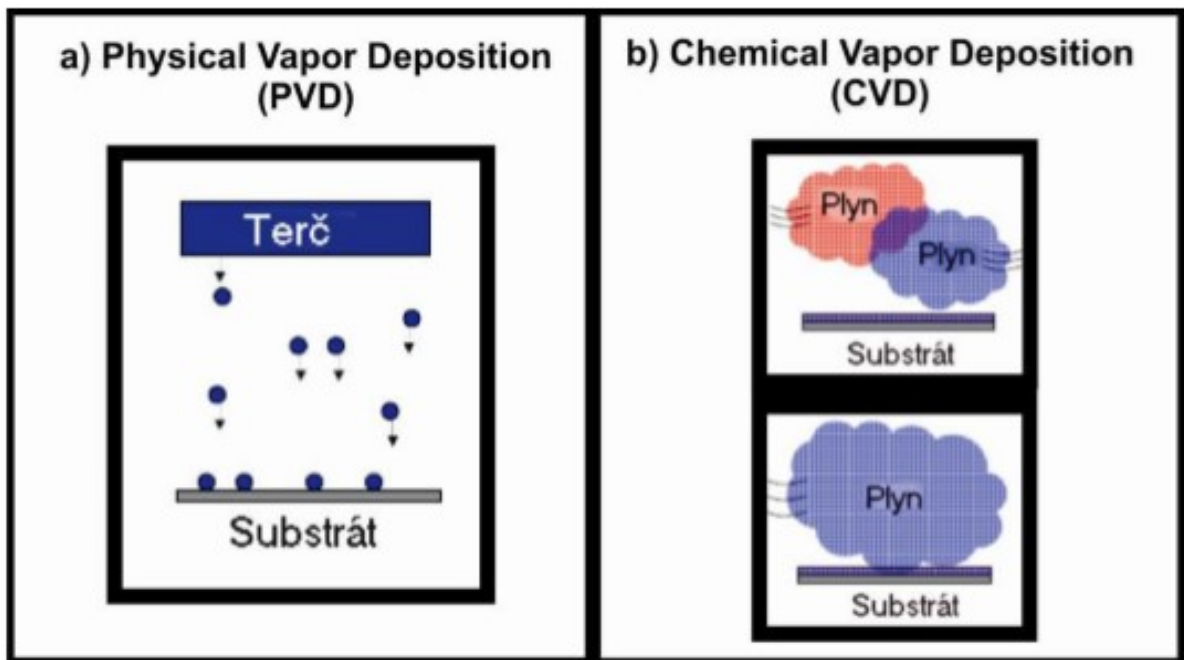
1 POVLAKOVÁNÍ NÁSTROJŮ

Povlakování nástrojových materiálů se provádí za účelem vylepšení jejich mechanických vlastností. Spočívá to v tom, že se nanáší tenká vrstva materiálu s vysokou odolností proti opotřebení a vysokou tvrdostí. Zlepšení vlastností je dosaženo tak, že nanášený povlak neobsahuje pojivo, jeho zrnitost je jemnější než podklad a má méně strukturních defektů. Povlak vytváří bariéru proti difuznímu mechanismu opotřebení a dále se podílí na omezení tvorby nárůstku na břitu nástroje, což má za následek zvýšení jeho trvanlivosti. [1]

Metody povlakování je možné rozdělit do dvou základních skupin: [1]

- CVD (chemical vapour deposition, chemický proces povlakování),
- PVD (physical vapour deposition, fyzikální proces povlakování).

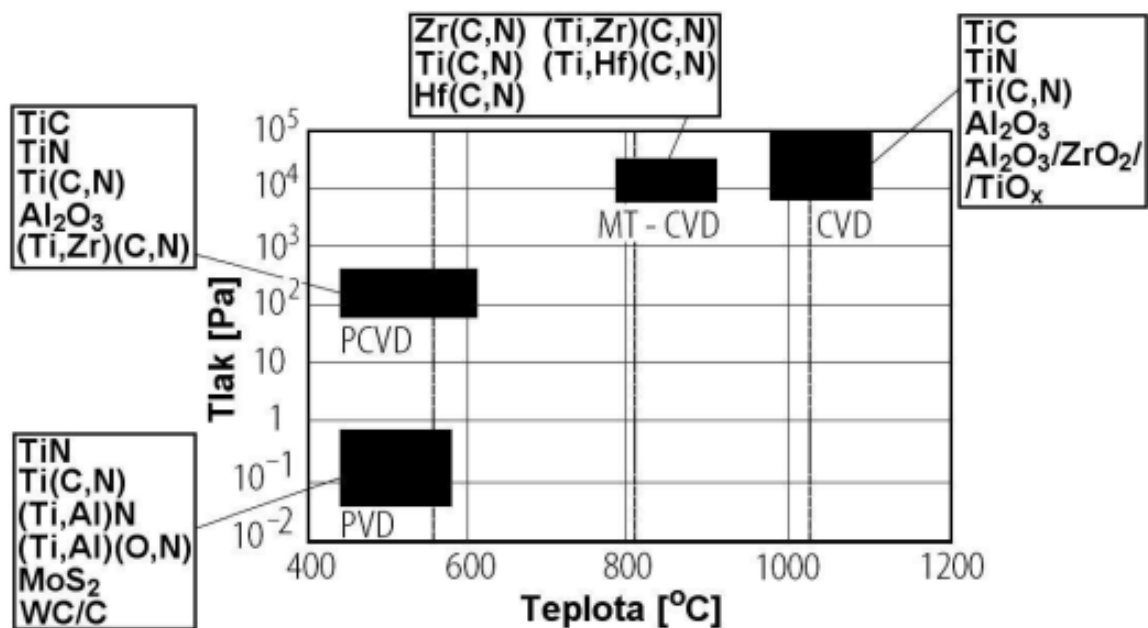
Hlavní rozdíl mezi PVD a CVD povlaky je způsob přípravy vrstvy.



Obr. 1. Schéma tvorby povlaků a) PVD metoda b) CVD metoda [2]

Další z hlavních rozdílů je tlak a teplota potřebná k nanesení povlaku.

Porovnání povlakovacích lze vidět na obr. 2., společně s nejpoužívanějšími typy povlaků, které se různými metodami nanášejí v tab. 1.



Obr. 2. Porovnání povlakovacích metod [1]

Tab. 1. Porovnání povlakovacích metod

Technologie povlakování	Teplota [°C]	Tlak [Pa]	Rotace	Drsnost povrchu
CVD	900 – 1100	atmosférický	ne	vysoká
MTCVD	700 - 800	atmosférický	ne	vysoká
PACVD	470-530	100 - 400	ne	nízká
PVD	do 600	0,1 - 1	ano	střední

PVD (Physical Vapour Deposition) je metoda fyzikální, ale metody CVD (Chemical Vapour Deposition), PACVD (Plasma Assisted CVD), MT-CVD (Moderate Temperature CVD) jsou metody chemické

1.1 Další chemické metody

1.1.1 Metoda povlakování CVD

Je to chemický proces povlakování, který se zakládá na reakci plynných chemických sloučenin (např.: AlCl₃, CH₄, TiCl₄ atd.). Reakční produkt vytváří následně na povrchu substrátu tenkou vrstvu. Povlakování za pomoci metody CVD probíhá při poměrně vysokých teplotách, které se pohybují v rozmezí 900-1100 °C. V dnešní době jsou povlaky získané za pomoci metody CVD ve značném měřítku používány na povlakování slinutých karbidů. Oproti tomu, že povlaky (primárně TiN, TiC, TiCN, oxidu hlinitého a jejich kombinací) poskytují prodloužení životnosti nástrojového materiálu ze slinutého karbidu, konvenční

metoda CVD se provádí při vysokých teplotách (přes 1000 °C), což má za následek dekarbonizaci slinutých karbidů, z čehož vyplívá významné snížení houževnatosti a pevnosti. Tento problém limituje aplikace povlakovaných slinutých karbidů. Často tyto slinuté karbidy povlakované za pomoci metody CVD nejsou používány v aplikacích, kde je potřeba využití ostrých břitů nebo vysoké výdrže slinutého karbidu za nepříznivých řezných podmínek. [1]

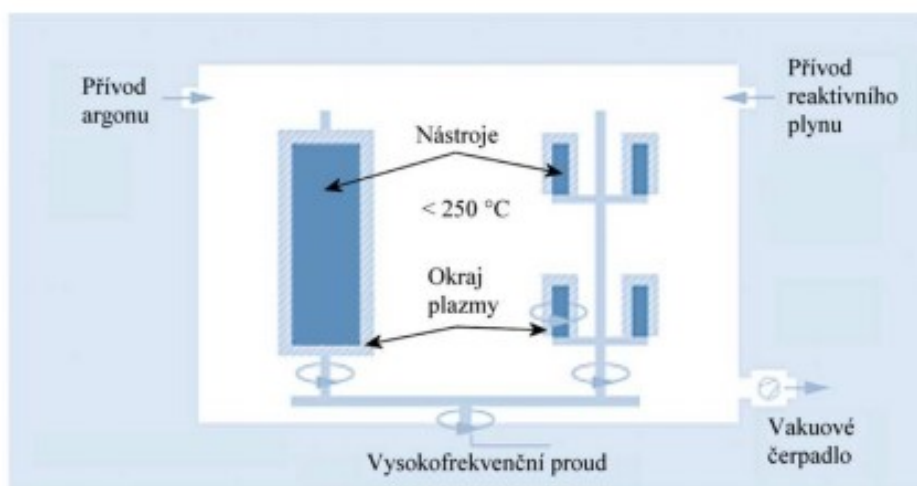
1.1.2 Metoda MTCVD (Moderate Temperature Chemical Vapor Deposition)

Metoda MTCVD byla vyvinuta za účelem snížení pracovních teplot při chemickém povlakování. Snížení teploty povlakování je z původních 900 až 1100 °C, kterých se dosahuje při použití metody CVD na teploty 700 až 850 °C. Metoda povlakování spočívá ve využití chemické sloučeniny acetonitridu (CH_3CN) nebo vysoce toxického a hořlavého metylkyanidu, místo methanu nebo dusíku, jak se využívá u základní metody CVD. Zdrojem povlaků jsou stejné povlakovací sloučeniny používané jako u metody CVD sloučeniny TiCl_4 , AlCl_3 atd. Rychlost nárůstu vrstvy povlaku například u povlaku TiC je u metody MTCVD až třináásobně vyšší než u základní metody CVD. Substrát za pomoci vysoké reaktivity sloučenin TiCl_4 a CH_3CN neovlivňuje materiál nanášeného povlaku. Mezi základní výhody povlakovací metody MTCVD patří, jak již byla zmíněna, nižší teplota povlakování, než u základní metody CVD. Za nižších teplot se zamezuje ztrátě houževnatosti slinutých karbidů a vyměnitelné břitové destičky jsou tím pádem odolnější proti mechanickým rázům při obrábění a jsou tedy vhodné k použití při vyšších posuvových rychlostech, to má za následek zvýšení produktivity výroby. Bohužel tyto teploty nejsou dostatečně nízké, aby zcela zamezily dekarbonizaci na daných substrátech ze slinutého karbidu, naštěstí jsou její vlivy ve značné míře potlačeny. Dále se dají vyrábět břitové destičky s větším kladným úhlem čela, bez rizika jeho vylomení. [1]

1.2 Metoda PA-CVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition)

Povlakování za pomoci metody PA-CVD probíhá při daleko nižších teplotách než u konvenčních CVD metod. CVD proces aktivovaný plazmou dokáže snížit teplotu, která je zapotřebí pro vznik vrstvy na povrchu podkladového materiálu na 470–530 °C. Povlakování nástrojů nastává až po konečném tepelném zpracování na požadovanou tvrdost a při povlakování nedochází k rozměrovým změnám. Tato metoda je vhodná k povlakování dutin. PA-CVD povlaky vynikají extrémně nízkým koeficientem tření – až 0,1. [3]

Je to chemický proces povlakování, který se zakládá na reakci plynných chemických sloučenin v plazmatu, který se tvoří v blízkosti povrchu podkladového materiálu. Základním požadavkem přitom je, aby výchozí plyny obsahovaly stabilní ale přitom prchavou sloučeninu, která se v důsledku přivedení energie (ohřevem, plazmovým obloukem, laserem) chemicky rozkládá (např. kovový halogenid, TiCl_4). Produkty jejího rozkladu jsou pak ukládány na ohřátý povrch povlakovaného předmětu a působí zde jako katalyzátor. Aby proběhla požadovaná reakce (vytvoření vrstvy povlaku), musí být v plynech obsažen i nekovový reaktivní plyn (např. N_2 , NH_4 , CH_4). [4]



Obr. 3. Povlakovací komora pro PA-CVD [1]

Výhody PA-CVD metody: [3]

- Vrstvy povlakované metodou PA-CVD zvyšují životnost nástrojů.
- U Metody PA-CVD není potřeba vysokého vakua, což zkracuje a usnadňuje odplynění použitého zařízení.
- U Zařízení, které je určeno pro povlakování PA-CVD není potřeba rotační části. Povlakované díly nerotují. Nucená cirkulace plynu v povlakovací komoře má za následek, že se vylučuje homogenní povlak i na velmi složitých nástrojích s dutinami.
- Technologie PA-CVD je vhodná při povlakování rozměrných a těžkých kusů až do hmotnosti 1 250 kg jako třeba licích forem.

Výhody nástrojů povlakovaných PA-CVD technologií

Metoda povlakování PA-CVD je vhodná pro zlepšení povrchových mechanických vlastností kovových nástrojů a konstrukčních součástí. Díky modifikovanému povrchu je značně zvýšená jejich životnost. Pro možnost využití povlakovací metody PA-CVD velmi dobře hovoří výsledné mechanické vlastnosti povlakované součásti: [3]

- Životnost je několikanásobně zvýšena.
- Koeficient tření je velice nízký.
- Opotřebenění je sníženo.
- Neměnná mikrostruktura a rozměry.
- Schopnost povlakování dutin.
- Spotřeba mazadel a separátorů je snížena.
- Tepelná odolnost vůči únavě je zvýšena.
- Přílnavost mědi, hliníků a jiných barevných kovů na povrch nástroje je snížena.

Metoda PA-CVD má další výhody, nejenom že umožňuje povlakování, ale i iontové čištění povrchů a nitridaci.

1. **Iontové čištění povrchu** – za pomoci procesního plynu, jehož kladně nabitě ionty dopadají na povrch součásti, kde jsou atomy nečistot zakotveny. Vysokou kinetickou energií iontů (cca 10 eV) dojde k odstranění atomů nečistot z povrchu materiálu. [3]

2. **Plazmová nitridace povrchu** – provádí se za účelem zvýšení adheze povlaku a základního materiálu. Při speciálních aplikacích je možné využít hlubokou nitridaci dle požadavku zákazníka (tzv. duplex). [3]

3. **Nanesení povlaku** – v plazmatu vznikají kladně nabitě molekuly (N^+ , Ti^+ atd.), které se následně vylučují na záporně nabitě součásti. Cílené řízení procesu má za následek vzniklou vrstvu s požadovaným složením a se žádanými vlastnostmi. [3]

1.2.1 Vývoj multivrstev a nanovrstev

Při použití metody PA-CVD je zvýšena energie plynné atmosféry v povlakovací komoře za pomoci její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Za pomoci chemicky aktivovaného plazmatu je možné snížit teplotu, která je potřeba pro depozici vrstev na povrchu součásti. Výhoda metody PA-CVD je, že probíhá zanedbatelná difuze mezi vrstvou a součástí v důsledku nízké teploty. Přípravování vrstev probíhá za termodynamicky nerovnovážných podmínek, což zpřístupňuje vrstvy s unikátními fyzikálními vlastnostmi, které mohou být připraveny a jejich kombinace v nanokrystalických kompozitech a multivrstvách. Speciální mnohovrstvé povlaky mohou mít méně či více výraznější přechody mezi jednotlivými vrstvami. [3]

Multivrstvy se vytvářejí za pravidelného střídání dvou typů vrstev s rozdílnými vlastnostmi. Vlastnosti monovrstev stejného průměrného složení jsou odlišné od vlastností multivrstev. Tvrdost a houževnatost je závislá na tloušťce jednotlivých vrstev, na typu kombinovaných materiálů, poměru jejich složek a není možné je popsat jednoduchým směšovacím pravidlem. Každá jednotlivá vrstva funguje jako bariéra, která zamezuje šíření trhlin, takže je zvýšena odolnost proti šíření trhlin. Oproti tradičním vrstvám drsnost povrchu je výrazně nižší, což má příznivé účinky na snížení tření, čímž je množství vznikajícího tepla sníženo. Multivrstvy mají výhodu ve vysoké odolnosti proti chemickým reakcím a vyšší trvanlivost. [3]

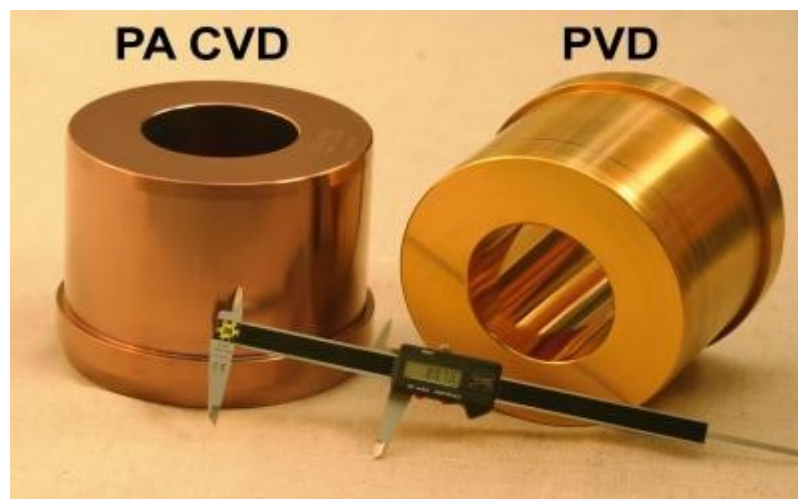
Nanovrstvy (supermřížky) jsou vytvářeny střídáním velice tenkých vrstev (cca 10 nm) s různými vlastnostmi. Pro výsledné vlastnosti je rozhodující tloušťka vrstviček. Odolnosti vůči šíření mikrotrhlin a velmi vysoké tvrdosti povrchu jde dosáhnout za pomoci optimalizací. [3]

1.2.2 Praktické aplikace vrstev PA-CVD

Přesné kalibrovací nástroje

Metoda PA-CVD je vhodná na přesné kalibrovací nástroje. Povlakovány byly kalibrační matrice. Kalibrační kroužky jsou standardně vyráběny z materiálu 1.3343 (ČSN 419830). Původní povlakování bylo prováděno za pomoci technologie vysokoteplotního CVD. Vysoké požadavky na rozměrovou přesnost, házivost a ovalitu byly problémem při klasickém technologickém zpracování s koncovým vysokoteplotním CVD povlakováním a následným zušlechtěním, dosáhnout rozměrových tolerancí, které byly požadovány. V případě, že bylo dosaženo rozměrových tolerancí, byla získána velmi vysoká životnost kalibračních kroužků – cca 1 mil. ks. Bohužel byly zaznamenány problémy s rozměrovou přesností, které vedli k vysoké zmetkovitosti a vysokým výrobním nákladům.

PA-CVD technologií byly povlakovány kalibrační matrice. Využit byl sendvičový povlak TiCN + TiN s tloušťkou 2–2,4 μm při povlakovací teplotě 520 ± 5 °C. Klesl koeficient tření pod 0,1, tím byly odstraněny problémy se zmetkovitostí a rozměrovou přesností, což mělo ekonomický přínos. [3]



Obr. 4. PA-CVD a PVD kalibrační matice [3]

„Vysoké požadavky na rozměrovou přesnost, ovalitu a házivost kalibračních matic splňuje povlak PACVD mnohem lépe než původně využívaný CVD“. [3]

Obráběcí nástroje

Při použití technologie PA-CVD na vrtáky, závitníky, frézy či soustružnické nože došlo k tří až pětinasobnému zvýšení životnosti v porovnání s nepovlakovanými nástroji. Dochází k omezení vzniku nárůstků na ostří, vyšší využití strojního času, možnost zvýšení řezné rychlosti a prodloužením intervalů mezi ostřením došlo ke zvýšení produktivity práce. Vhodná je úprava geometrie ostří u některých aplikací, obdobně jako u PVD technologie (snížení koeficientu tření). [3]



Obr. 5. Povlakované a nepovlakované nástroje [3]

„Při aplikaci povlakování PACVD na vrtáky, závitníky, frézy či soustružnické nože došlo ke 3 až 5násobnému zvýšení životnosti ve srovnání s nepovlakovanými nástroji“. [3]

Formy pro tlakové lití

Na nástroje pro protlačování a tlakové lití hliníku, zinku, mosazi, bronzu aj. byly vyvinuty speciální vrstvy NANOCOMP TiBN+TiB₂ s tří až pětinasobně vyšší životností. Dalšími výhodami je, že dochází k prodloužení intervalů čištění forem, protože téměř odstraněno nalepování barevných kovů na formy. Tyto povlakované formy jsou důkazem možnosti povlakování složitých tvarů s dutinami. Při provozních testech byl ve všech případech prokázán výrazný nárůst životnosti nástrojů v důsledku jejich povlakování PA-CVD povlakem. [3]

1.3 Typy používaných PA-CVD povlaků

Řezné materiály s PA-CVD povlaky jsou specifické svou tuhostí, ale také ostrostí břitů. Doporučují se pro obrábění materiálů, které mají tendenci ulpívat na břitu nebo jsou vhodné pro dokončovací aplikace. [5]

1.3.1 Charakteristika vybraných povlaků

Povlak TiCN

Tento povlak se používá na nástroje s vysokým mechanickým zatížením (tváření, lisování, stříhání, ohýbání zastudena). Tvrdost povlaku je 3000HV, koeficient tření 0,3 a pracovní teplota 500 °C. Je lesklé žluté barvy. [6]



Obr. 6. Ukázka použití povlaku [6]

Povlak TiB₂

Tento povlak se používá na tlakové lití barevných kovů-formy, jádra, vložky, licí komory, formy pro vstřikování plastů, povlakování mlecích válců, povlakování průchozích a neprůchozích dutin a povlakování tvarově složitých dílů s úzkými zářezy. Tvrdost povlaku je 2500 – 3200 HV, koeficient tření 0,4-0,5 a pracovní teplota 800 °C. Je žlutošedé barvy. [6]



Obr. 7. Ukázka použití povlaku [6]

Povlak TiBN

Tento povlak se používá na nástroje s vysokým mechanickým zatížením (tváření, lisování, stříhání, ohýbání za studena) a tlakovém lití barevných kovů. Tvrdost povlaku je 3500 HV, koeficient tření je 0,5 a pracovní teplota je 800 °C. Je šedé barvy. [6]



Obr. 8. Ukázka použití povlaku [6]

Povlak DLC COMP

Tento povlak se používá na povlakování hliníkových forem na lisování gumy, v potravinářském průmyslu, na aplikace s vysokými nároky na dobré kluzné charakteristiky při vysoké abrazivní odolnosti, snížení spotřeby maziv a zamezení nalepování zpracovaného materiálu. Tvrdost povlaku je 2000 - 4000 HV, koeficient tření je 0,1 a pracovní teplota je 350 °C. Je černé barvy. [6]



Obr. 9. Ukázka použití povlaku [6]

1.4 Základní charakteristiky PA-CVD povlaků

Povlaky nanesené pomocí chemického napařování za asistence plasmy (PA-CVD) jsou tenké a tedy je dost obtížné definovat jejich vlastnosti.

1.4.1 Tvrdost

Tvrdost je definována jako odolnost povrchu proti pronikání cizího předmětu. Jelikož základním způsobem opotřebení je abrazivní ořez, proto je pro ořezuvzdorné vrstvy vysoká tvrdost základním parametrem.

Tloušťka PA-CVD bývá pouze několik mikro metrů, proto je třeba při měření tvrdosti tenkých vrstev zajistit, aby měřicí hrot (obvykle Vickersův diamantový jehlan) neproniknul dál než do 1/10 tloušťky vrstvy. Proto je velikost přitlačné síly při měření tvrdosti vrstev volena v řádu desítek mN. Vzniklé obtisky je velice obtížné měřit mikroskopem. Proto je zapotřebí využít speciálního přístroje tzv. mikrotvrdoměru, který zároveň se zatěžováním hrotu měří hloubku jeho proniknutí do vrstvy vzorku s přesností na jednotky nm.

Přístroje, které využívají jiných principů měření, mají velkou chybu, která je způsobena rozdílem mezi maximální hloubkou vtisku a skutečnou zjištěnou velikostí zbytkového vtisku. [9]

Zkouškou tvrdosti povlaku podle Vickerse, kde zatlačujeme do zkoumaného povlaku diamantový jehlan se čtvercovou podstavou, zátěžovou silou po dobu 10-15 sekund. Po odlehčení měříme mikroskopem délky obou úhlopříček a vypočítáme průměrnou hodnotu. [7]

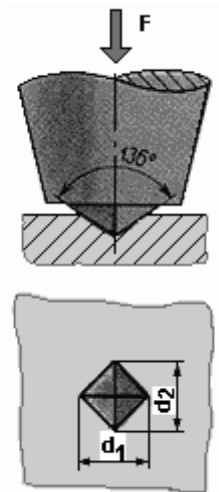
$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} \quad (1)$$

Kde: HV - tvrdost podle Vickerse

F [N] - síla vtlačování

d [mm] - průměr délky úhlopříček vtisku

α [°] - vrcholový úhel indentoru



Obr. 10. Schéma zkoušky podle Vickerse [8]

1.4.2 Tloušťka

V praxi je volba tloušťky povlaku nejzásadnější při aplikaci na břity rezných nástrojů. Ta v konečném důsledku ovlivňuje jak trvanlivost nástroje samotného, tak i velikost rezných sil během obrábění. Stručně řečeno – pro různé použití je vhodná jiná tloušťka vrstvy povlaku. Např. optimální tloušťka vrstvy povlaku u odvalovacích fréz může být i 8 μm , za to na závitnicích se tloušťka vrstvy pohybuje kolem 1 až 2 μm .

Tloušťka vrstvy na břitech nástrojů se může výrazně lišit od tlouštěk vrstev na rovných nebo válcových plochách. Tloušťka je ovlivňována průměrem nástroje, a jakým způsobem je naložena povlakovací komora.

V dnešní době stále neexistuje přesná vyhodnocovací technologie, která je jednoduchá a také nedestruktivní. Proto se využívá tzv. kalotester pro měření rovinných částí nástrojů. Jeho princip měření je jednoduchý. Výpočtem z mikroskopem změřených kulových vrchlíků a průměru kuličky lze stanovit tloušťku nanesené vrstvy. Pro toto měření je doporučeno, aby provádělo na vyleštěných etalonech z důvodů vyšší přesnosti.

Na břitech se tloušťka vrstvy stanovuje pomocí klasické metalografie, která je založená na leštění vybrané části vzorku. [9]

1.4.3 Adheze

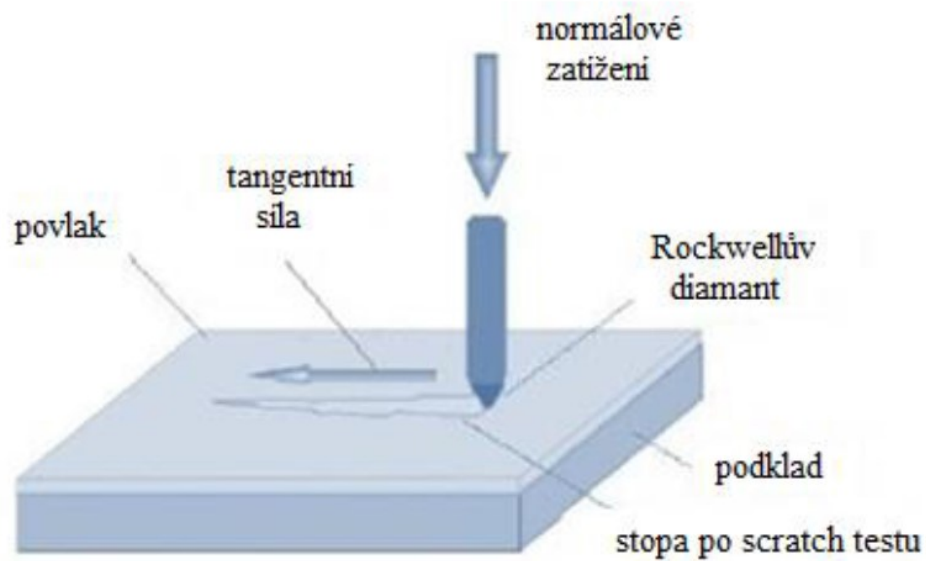
K využití maximálního potenciálu povlakované vrstvy dojde pouze v případě, kdy je adheze k nástroji dobře zajištěna. Bez důkladné přípravy povrchu součásti před povlakováním není možné připravit kvalitní povlak.

Standardní metodou pro vyhodnocování přilnavosti povlaků je tzv. scratch-test. Pro měření se využívá principu postupně se zvyšující zátěžné síly na diamantový Rockwellův hrot při současném posouvání špičky hrotu po měřené vrstvě. S ohledem na běžné hodnoty adheze se používá zátěžná síla v rozsahu 20 - 120 N.

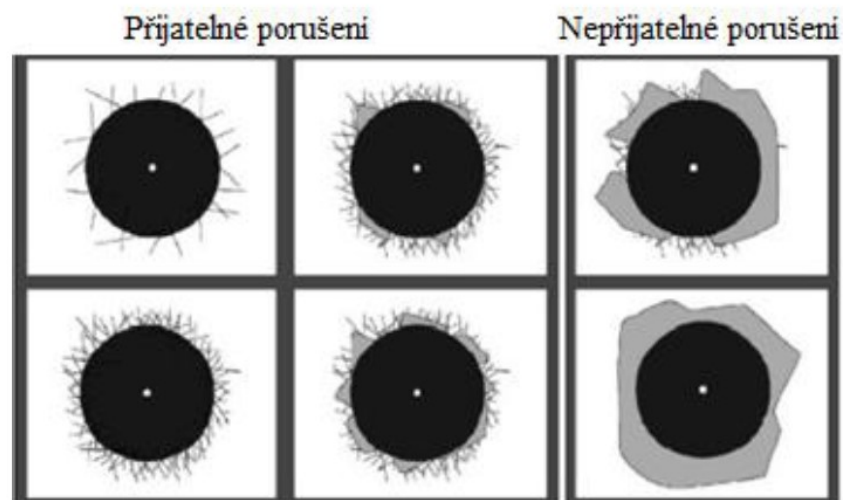
Při měření vrstvy je možné detekovat akustickou emisi na hrotu. Dosažením kritické hodnoty zátěžné síly dojde k odtržení vrstvy od substrátu. To je doprovázeno skokovým zvýšením hodnoty akustické emise.

Další způsob vyhodnocení je pomocí mikroskopu. Na stopě vytvořené hrotem se odečte místo, kde došlo k odtržení vrstvy. Při lineární závislosti dráhy na zátěži lze pak snadno určit kritickou hodnotu zátěže.

Hodnota adheze větší než 60 N zajišťuje, že při běžných aplikacích nedojde ke stržení či odloupení vrstvy. Adheze povlaku závisí mimo jiné i na jeho celkové tloušťce a podkladovém materiálu. [9]



Obr. 11. Scratch test [5]



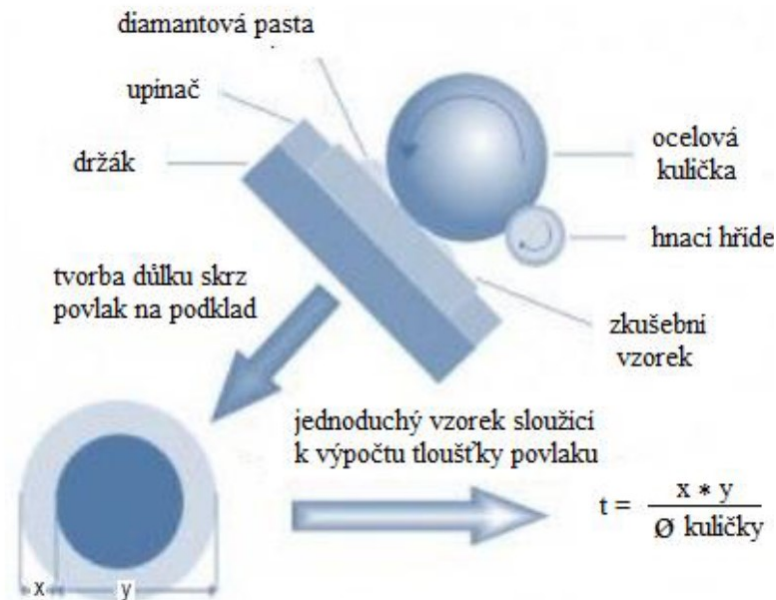
Obr. 12. Porucha povlaku [5]

1.4.4 Abraze

Abráze neboli ořez je druh opotřebení, ke kterému dochází vlivem tvrdých mikročástic obráběného materiálu i vlivem mikročástic z nástroje. [5]

K zjištění ořezuvzdornosti povlaků se používá nástroj zvaný kalotester. Původně byl používán k měření tloušťky povlaku. Měření se provádí pomocí kalené ocelové kuličky s předně

daným průměrem. Kulička se valí a tlačí do povrchu po dobu několika sekund. Tento tlak způsobí, že ve zkoumané vrstvě vznikne důlek. Tloušťka se pomocí tohoto zařízení měří dle obrázku. [5]



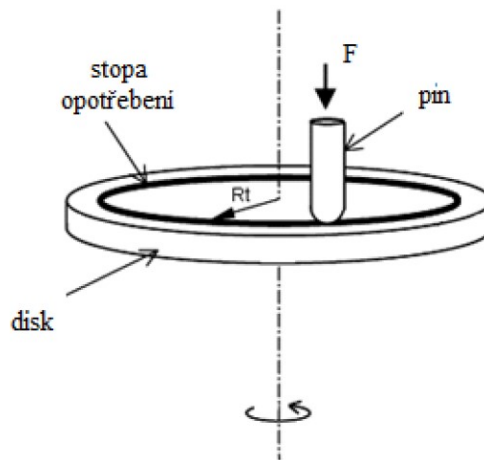
Obr. 13. Princip kalotestu [5]

1.4.5 Kluzné vlastnosti

Během obrábění dochází se stoupající teplotou ke zhoršování fyzikálně chemických vlastností podkladového materiálu. Snížením frikčních sil, vlivem povlaku, se výrazně omezuje tepelné zatížení nástroje.

Pro změření kluzných vlastností je používaným standardem v laboratoři tzv. PIN-on-DISC, resp. ball-on-disk. Testovaná vrstva je nanесena na zkušební vyleštěný vzorek a následně umístěna na otočný stolek. Hrot, resp. kulička definovanou silou tlačí na rotující vzorek s testovaným povlakem. Měří se otěr kuličky, frikční koeficient, otěr vrstvy, profil otěru apod. Při měření pin-on-diskem se používá zátěžné síly v řádu jednotek N, zatímco při řezných zkouškách jsou řezné síly o dva řády vyšší. Navíc teplota generovaná při běžných řezných podmínkách je o několik set stupňů vyšší než při testech pomocí pin-on-disku.

Z toho vyplývá, že měření frikčních vlastností je laboratorní metodou, která má k praktické využitelnosti poměrně daleko. Může však sloužit jako metoda k porovnání různých typů vrstev a pro získání představy o jejich kluzných vlastnostech. [9]



Obr. 14. Schéma metody „PIN-on-DISC“ [5]

1.4.6 Drsnost

V případě nanášení PA-CVD vrstev je výsledná drsnost ovlivněna jak kvalitou opracování nástroje, tak povlakem. Při měření drsnosti se neuvažují vady povrchu, tj. náhodné, ojediněle se vyskytující a nepravidelné nerovnosti (risky, trhlinky, důlky apod.), které vznikají v důsledku vad materiálu, poškození aj.

Zdrojem zvýšené drsnosti vrstev jsou makročástice, které vznikají během technologického procesu povlakování. Drsnost povlaku zvyšuje řezné síly, a tak dochází k tepelnému a mechanickému namáhání břitů nástrojů. Tento negativní jev se většina výrobců vrstev snaží minimalizovat úpravou technologie povlakování, popř. dodatečnou úpravou nástrojů po povlakování.

Měření je vhodné provádět na vyleštěných substrátech s výchozí drsností R_a 0,01 - 0,02 μm běžným dílenským drsnoměrem. Existují i jiné metody vyhodnocování drsnosti povrchu, např. pomocí AFM (Atomic Force Microscopy). [9]

2 MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVLAKŮ

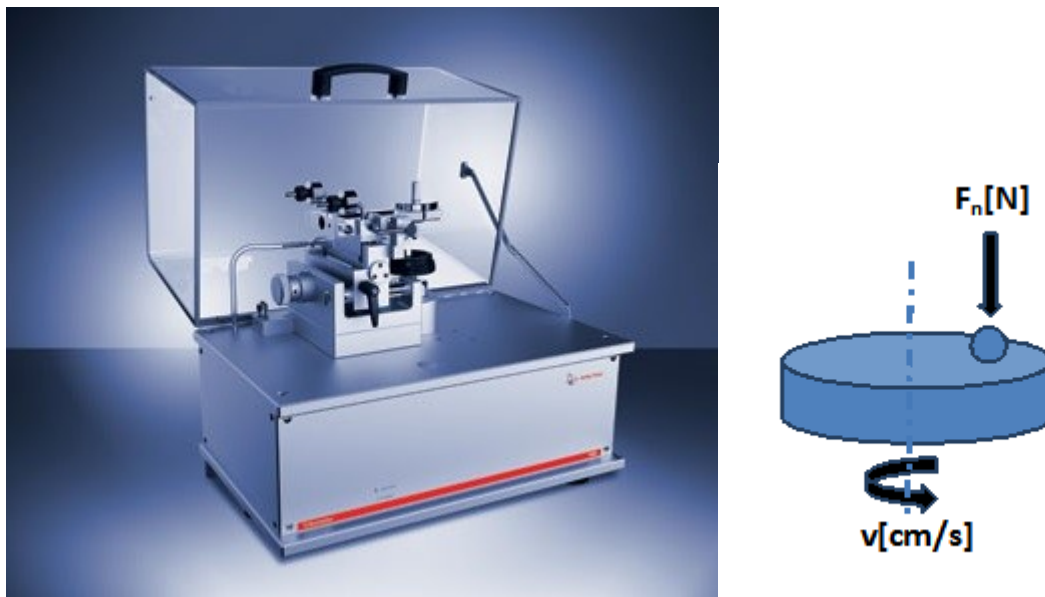
2.1 Metoda „PIN-on-DISC“

Zařízení pro provádění testů metodou „PIN-on-DISC“ se nazývá tribometr a je konstruován tak, aby část, kde dochází k měření, nebyla ovlivněna podmínkami okolního prostředí. K tomu slouží ochranný kryt, uvnitř kterého se sleduje teplota a vlhkost vzduchu. Nejdůležitější částí zařízení je elastické rameno, v němž je uchycen přípravek do kterého se vkládá „PIN“ tělísko (v našem případě kulička). Nezbytnou součástí je i třecí snímač. Koeficient tření mezi tělískem a diskem je určován během testu měřením odchylky elastického ramene. Disk se vkládá do „sklíčidla“, které se otáčí námi zvolenou rychlostí v rozmezí od 10 do 500 otáček za minutu. Na rameno je možné ukládat zatížení 0,25 – 60N. Výsledky rozsahu opotřebení a průběh koeficientu tření jsou závislé na těchto podmínkách:

- Mechanické a fyzikální vlastnosti materiálu měřeného vzorku a kuličky (velikost stykové plochy – geometrie "PIN(u)", stav a kvalita povrchu vzorku.
- Okolní prostředí (vlhkost, teplota) a přítomnost mazací látky.
- Teplota povrchu vzorku.
- Počet cyklů event. doba trvání testu.
- Relativní rychlost pohybu mezi kuličkou a vzorkem.
- Zatěžující síla.

Pravděpodobně nejvíce je tribologický systém při tomto experimentu ovlivněn „PIN“ tělískem. Před samotným experimentem je třeba stanovit z jakého materiálu má tělísko být. Pokud je cílem testu zjistit odolnost tenké vrstvy proti opotřebení, a to zejména abrazivnímu, je třeba použít tělísko z keramiky. Přičemž vypovídací hodnota je vysoká ve spojení s vysokým zatížením a rychlostí. Aby bylo možné jednotlivé systémy tenká vrstva-substrát vzájemně porovnat je důležité, aby byly podmínky ovlivňující tribologický systém vždy shodné (zatížení, rychlost otáčení vzorku, teplota, vlhkost vzduchu, drsnost vzorku). Při testování tenkých vrstev dochází k opotřebení tělíska (velká část testovaných tenkých vrstev má mikrotvrdość vyšší než „PIN“ tělísko Al_2O_3 event. Si_3N_4). Tento faktor může ovlivnit charakter prováděného testu. Při hodnotách opotřebení „PIN“ tělíska cca 400 μm poklesne tlak působící na vzorek až stonásobně. Tento tlak pak není ve většině případů dostačující k proboření tenké vrstvy. [13]

Je-li cílem experimentu simulovat podmínky obrábění je nutné tomuto cíli přizpůsobit i podmínky testu (vyšší zatížení, vyšší rychlost otáčení, vyšší teplota, drsnost odpovídající obráběcímu nástroji). Při tomto experimentu často dochází k navařování ocelového tělíska na vzorek, což má za následek ovlivnění hodnoty koeficientu tření. Je tedy nutné v těchto případech doplnit průběh koeficientu tření informací o stavu adhezního přilnutí materiálu na povrchu vzorku. [13]



Obr. 15. Schéma tribometru „PIN-on-DISC“ [10]

2.2 Zkoušky mikrotvrdomosti

Mikrotvrdomost je určení tvrdosti při velmi malých zatížení. Mezi makro a mikrotvrdomostí je uváděná hranice 19,8N. Mikrotvrdomost nemůžeme určit běžnými tvrdoměry. Jak při zatěžování, tak při proměřování vtisku je potřeba nesrovnatelně větší přesnosti. Nejpřesnější metodou bylo uznáno přímé zatěžování závažím anebo cejchovanou pružinkou. Vtisk je možné měřit pouze přesnou optikou.

Pro zkoušku mikrotvrdomosti se dají doporučit jen vnikací metody za použití diamantového indentoru. Pro tyto zkoušky můžeme použít pouze metody Vickersovu, Knoopovu nebo Bierkovičovu.

U nás používaný Hanemannův mikrotvrdoměr (1940) je zařízení se jednou z nejpřesnějších konstrukcí. Ve speciálním objektivu je usazeno vnikací tělísko – Vickersův jehlan, který se vloží na místo normálního objektivu do metalografického mikroskopu. Na pružných membránách je zavěšen objektiv. Membrány umožňují pohyb ve směru optické osy. Zatížení působící na diamant způsobí prohnutí membránových pružin. Toto prohnutí se změří na obrazu zatěžovací stupnice uvnitř objektivu. Vytvořený vtisk se měří po odlehčení a zaostření na jeho strukturu pomocí měřicího okuláru. Skutečnou mikrotvrdot vypočítáme dle vztahu: [11]

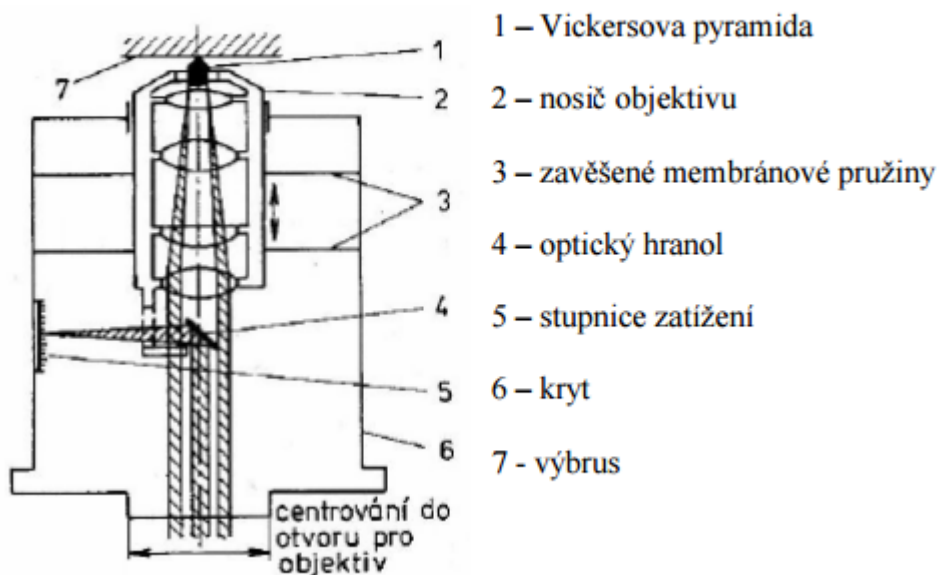
$$HV = 0,189 \frac{F}{u^2} \quad (2)$$

HV - Tvrdot podle Vickerse

F [N] - zátěžná síla

u [mm] - průměrná hodnota úhlopříčky

Podle použitého zatížení se mikrotvrdot značí např. HV 0,05 (0,49 N – 50g) [11]



Obr. 16. Schéma Hanemannova mikro-tvrdoměru [11]

„Hodnoty mikrotvrdosti jsou vždy vyšší než makrotvrdosti. Je to způsobeno zmenšením vtisku po odlehčení o elastickou deformaci, jejíž podíl na celkové velikosti vtisku se zvětšuje s jeho klesající velikostí.“ [11]

2.2.1 Metoda měření DSI

Vznikem nové indentační techniky je dána možnost zjišťování mikromechanických vlastností tenkých vrstev. Stávajícími zkouškami mikrotvrdosti na přístrojích nebylo možno vytvořit tak malé zatížení, které by samotnou indentací neovlivňovalo i podklad, na němž byla vrstva nanесena. Bylo požadováno, že celková hloubka vtisku se musí rovnat 10 % z celkové hloubky vrstvy. Takhle vytvořený vtisk dle daného požadavku se nedal v klasickém optickém mikroskopu přesně změřit. Hodnoty vtisku se proměřovali elektronovým mikroskopem. Toto měření bylo časově náročné. V neposlední řadě také nepohodlné.

Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti je českým ekvivalentem metody DSI (Depth Sensing Indentation). Její počátky se datují k sedmdesátým letům dvacátého století (Bulychev a Alekin). Na počátku osmdesátých let se dočkala velmi zásadního vylepšení metodologie, shromažďování dat, a analýzy, které provedli Oliver a Pharr. Princip metody spočívá, kdy měřicí přístroj detekuje současně okamžitý rozdíl změny hloubky průniku indentoru do zkoušeného materiálu v jeho závislosti na pozvolném nárůstu/poklesu zatížení v celém průběhu zatěžovacího a odlehčovacího procesu. Při grafickém zpracování dat vzniká charakteristická indentační křivka znázorňující zatížení-hloubka vtisku. Při napojení měřicího přístroje na PC je možno průběhy zkoušek ihned zaznamenávat a současně s vyhodnocovat některé materiálové parametry. [12]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce bylo měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií. Jedná se o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky TiB_2 a DLC COMP. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrdosti na přístroji MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments a měřením tribologických vlastností metodou „PIN-on-DISC“ byla provedena na tribometru od firmy Anton Paar.

Bakalářská práce se věnuje následujícím úkolům:

- Vypracování literární studie na dané téma
- Příprava zkušebních vzorků
- Provedení experimentu
- Vyhodnocení naměřených výsledků

4 PŘÍPRAVA VZORKŮ A POUŽITÉ PŘÍSTROJE

4.1 Použité typy materiálů a povlaků

Jako základní materiál byl použita ocel typu 1.2343 (ČSN 419552).

je to Cr - Mo - V legovaná ocel, která má vysokou prokalitelnost a houževnatost. Má velmi dobré pevnostní vlastnosti za tepla. Vyznačuje se dobrou tepelnou vodivostí, odolností k tvorbě trhlin za tepla a malou citlivostí na prudké změny teploty (umožňuje chlazení vodou). Je zaručená dobrá leštitelnost. Lze ji použít k nitridaci. Na vzduchu a ve vakuu má velmi dobrou kalitelnost. Ocel 1.2343 (ČSN 419552) za určitých podmínek lze kalit do vody. Po kalení vykazuje pouze malé rozměrové deformace. Obrobitelnost je dobrá a rovnoměrná. Dosahuje pevnosti až 1800 MPa. Ve stavu žíhaném na měkko tvrdost max. 230 HB. Nejvyšší dosažitelnou tvrdostí po kalení je 54 HRC

Použití oceli 1.2343 (ČSN 419522)

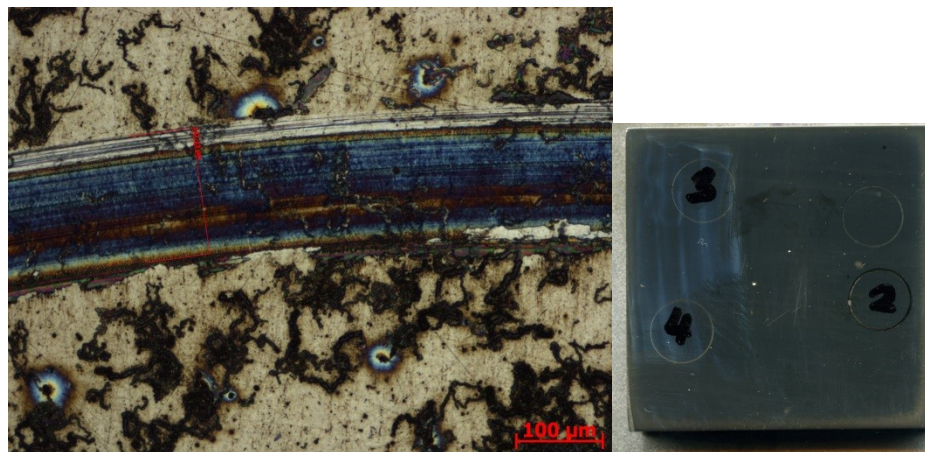
Tato ocel se dá universálně použít pro práci za tepla. Na formy pro tlakové lití a nástroje pro lisování za tepla se používá Ocel 1.2343 (ČSN 419552). Její využití je zejména na nástroje pro zpracování lehkých kovů, např. lisovací třmeny, lisovací matrice pro tlakové lití hliníku, zinku a hořčíku, průtlačné lisování, kovací a lisovací zápustky, tvarové části forem, šneky pro zpracování umělých hmot, nitridované vyhazovače, nože nůžek pro stříhání za tepla, razníky, průtlačníky na neželezné kovy a formy na plasty.

Tato ocel byla kalena a popouštěna.

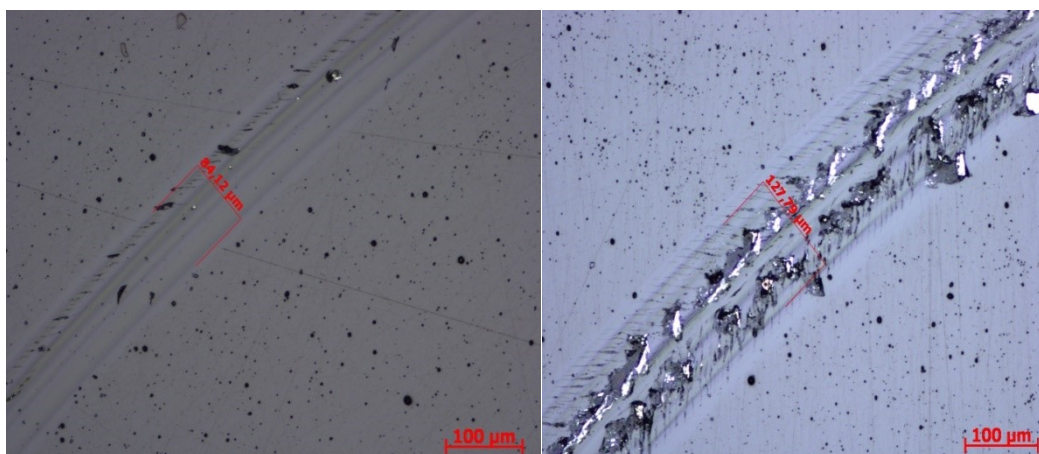
Zkušební povlaky byly použity DLC COMP a TiB₂. Stručné obecné charakteristiky vybraných povlaků jsou uvedeny v kapitole 1.3.1

Byly tedy použity tři vzorky:

- Ocel 19 522 kalena a popouštěna bez povlaku
- Ocel 19 552 kalena a popouštěna povlakována technologií PA-CVD povlakem TiB₂
- Ocel 19 522 kalena a popouštěna povlakována technologií PA-CVD povlakem DLC COMP



Obr. 17 Vzorek povlakovaný povlakem TiB_2



Obr. 18 Vzorek povlakovaný povlakem DLC COMP

4.2 Zkušební stroje

4.2.1 Měření metodou „PIN-on-DISC“

Zkouška metodou „PIN-on-DISC“ byla provedena na tribometru od firmy Anton Paar.



Obr. 19. Tribometr od firmy Anton Paar

Specifikace tribometru:

Normálové zatížení: 0.25, 1, 2,5,10 N až (max 60 N)

Třecí síla: až 10 N (volitelné 20 N)

Rotační mód:

Rotační rychlost: 0.3 až 500 ot/min (volitelně 1500 ot/min)

Maximální torze: 450 N.mm

Lineární vratný pohyb mód:

Lineární délka zdvihu modulu až 60 mm

Lineární rychlost modulu až 100 mm/s

Velký rozsah „PIN“ zkušebních kuliček:

Materiály kuliček: ocel 1.2067 (ČSN 414 109, 100Cr6), Ocel 1.4125 (440C), Ocel Inox, Alumina (Oxid hlinitý), Nitrid křemičitý, Karbid wolframu, Rubín, Safír

Průměry kuliček: 1,5, 3, 6 nebo 10 mm

Parametry prováděných testů:

- Normálové zatížení $F_n=10\text{N}$
- Rádiu $r=4,1\text{mm}$
- Lineární rychlost $v=6,5\text{cm/s}$
- Počet cyklů $n=250$ až $20\,000$ cyklů
- Dráha testu $s=6,5$ až 516 m
- „PIN“=ball Alumina (Al_2O_3)

Míra opotřebení se vyhodnocovala s tzv. koeficientu opotřebení:

$$W = \frac{V}{L \cdot s} \quad (3)$$

Kde : V [mm^3] - představuje opotřebený objem

L [N] - zatížení F_n

s [m] - dráhu testu.

4.2.2 Měření tvrdosti metodou DSI

Instrumentovaná zkouška tvrdosti byla provedena na nanotvrdoměru MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments dle normy ČSN EN ISO 14577-1.

Parametry zkoušky:

- Aplikované zatížení – 10 mN
- Zatěžující a odtěžující rychlost – 20 mN/min
- Poissonovo číslo – $0,3$

Jako indenter byl použit čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136° (Vickersův indenter). Měření bylo provedeno metodou DSI (Depth Sensing Indentation) a následné vyhodnocení mikromechanických vlastností bylo provedeno metodou Oliver & Pharr.

Pro měření byly stanoveny následující parametry:

H_{IT} – vtisková tvrdost (MPa)

HV_{IT} – tvrdost podle Vickerse

E_{IT} – vtiskový modul pružnosti (GPa)

C_{IT} – vtiskové tečení (%)

W_e – elastická deformační práce (pJ)

W_{pl} – plastická deformační práce (pJ)

η_{IT} – elastická část deformační práce (%)



Obr. 20. Nanotvrdoměr od firmy CSM Instruments

4.3 Úprava vzorků

4.3.1 Nařezání vzorků

Nejprve byly zkušební vzorky nařezány na příslušné velikosti (50x50) mm na přesné pile ISOMET 4000 při otáčkách řezného kotouče 1900 ot/min.



Obr. 21. Přesná pila ISOMET 4000

4.3.2 Úprava povrchu vzorků

Leštění probíhalo na leštícím stroji ECOMET 250, kdy připravené zkušební vzorky byly přitlačeny na různá plátna silou 30N. Plátna byla střídána dle velikosti zrn. Otáčky hlavy leštícího přístroje byly 40 ot/min. Otáčky plátna leštícího přístroje byly 100 ot/min. Finální část probíhala pomocí diamantové pasty CAMEO o velikosti zrn 9 μm .



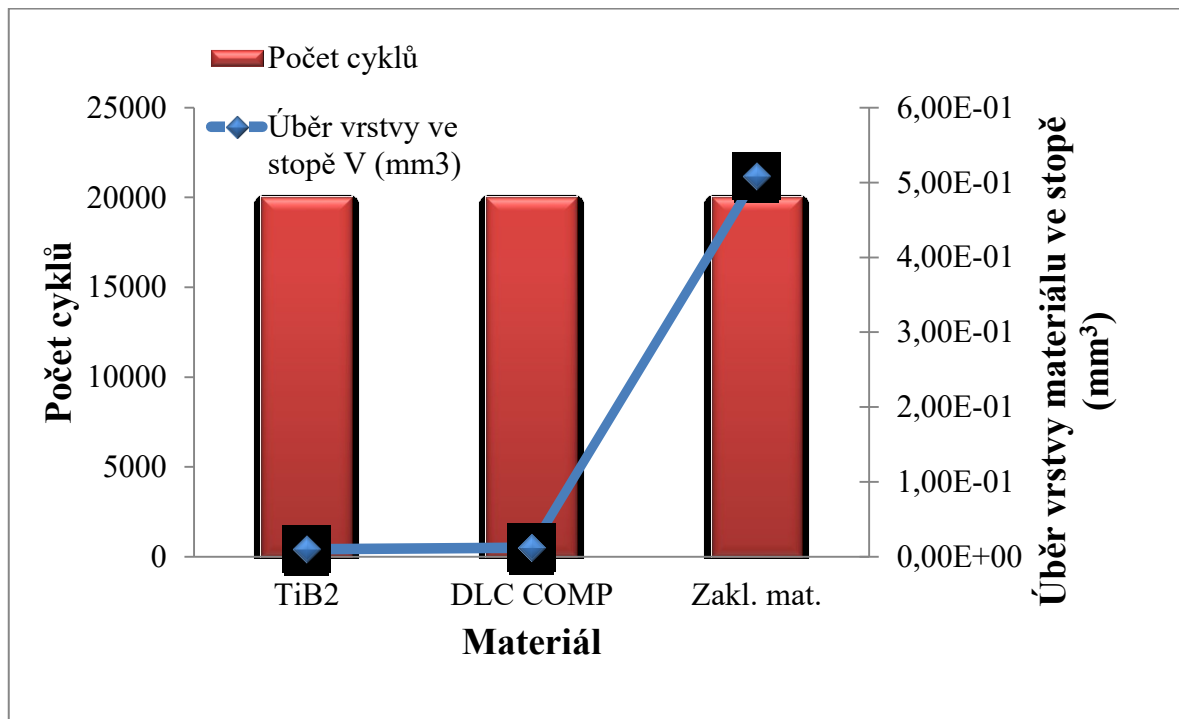
Obr. 22. Leštička ISOMET 250

5 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

5.1 Výsledky měření tribologických vlastností povrchu vzorku

Měření probíhalo metodou „PIN-on-DISC“ na Tribometru. Z výsledků měření byly vyhodnoceny výsledky úběru materiálu ve stopě V a koeficient opotřebení W v závislosti na počtu cyklů.

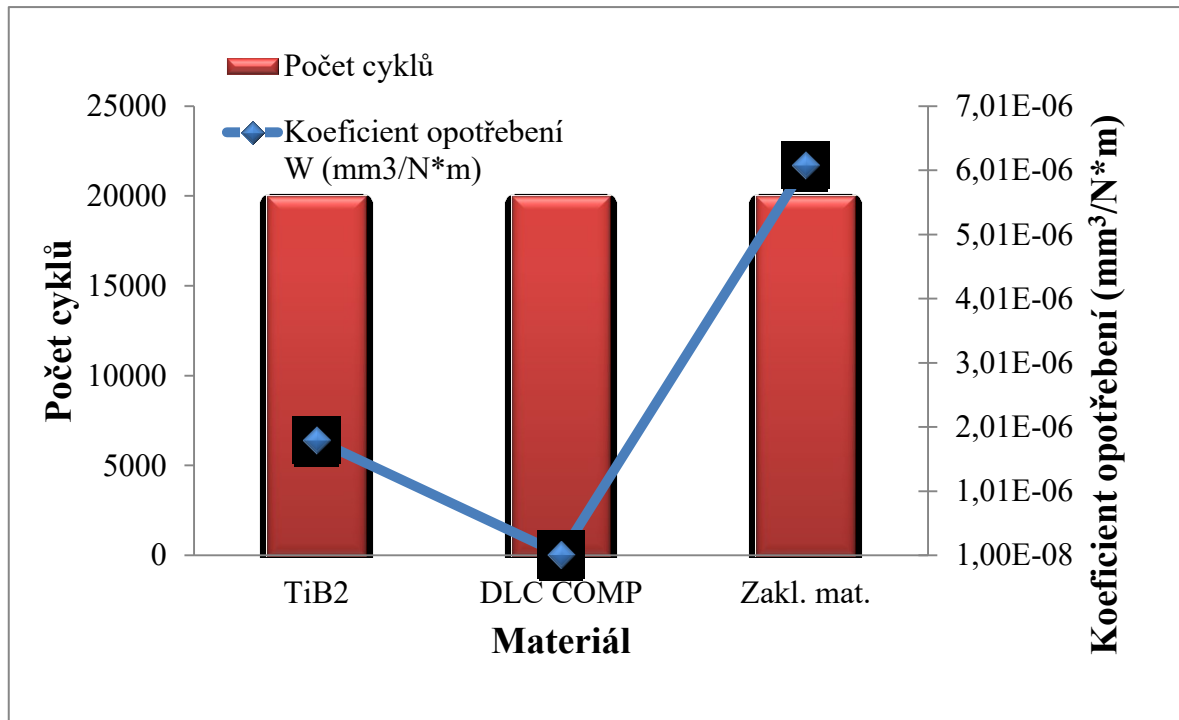
5.1.1 Úběr vrstvy



Obr. 23. Úběr vrstvy (mm³)

Při měření opotřebení testovaného zkušební vzorku bylo zjištěno, že nejvyšší úběr vrstvy ve stopě byl naměřen u základního materiálu oceli ČSN 419552 a to 5,08E-1 mm³, zatímco nejmenší úběr vrstvy ve stopě byl zjištěn u povlaku TiB₂ a to 1,01E-2 mm³.

5.1.2 Opotřebení

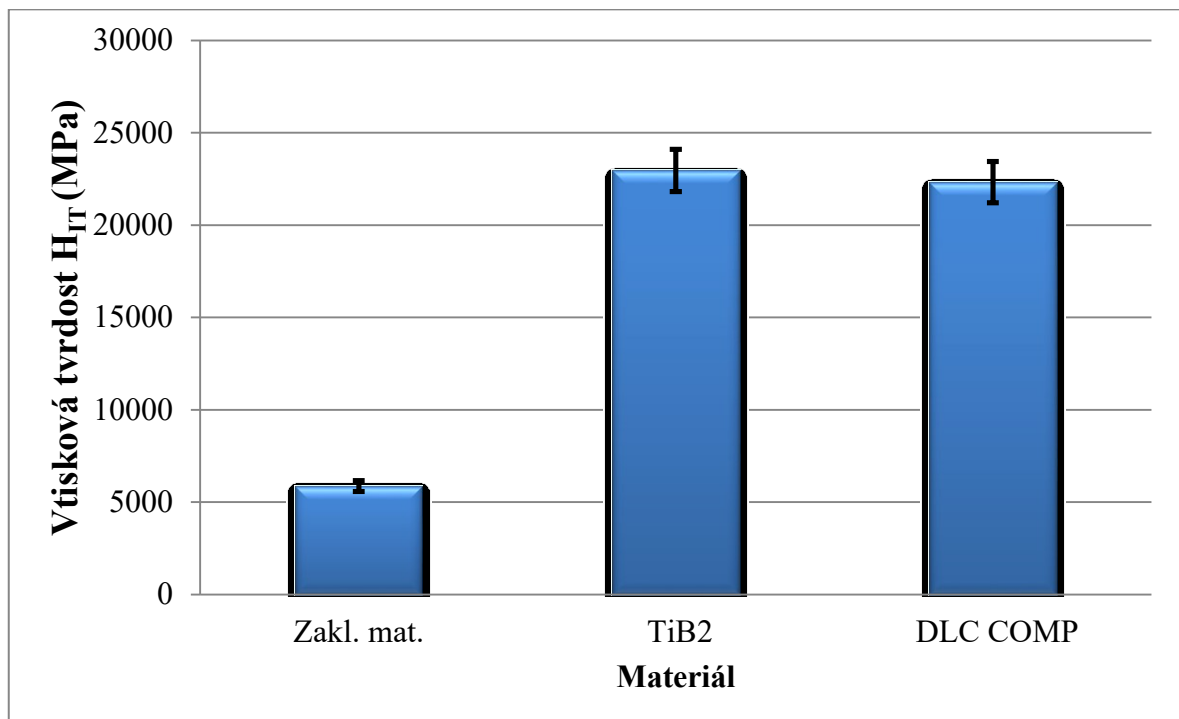
Obr. 24. Opotřebení ($\text{mm}^3/\text{N}^*\text{m}$)

Při měření koeficientu opotřebení W bylo zjištěno, že je značně rozdílná u všech materiálů. Nejvyšší hodnoty dosáhl základní materiál ČSN 419522 a to $6,09\text{E}-6 \text{ mm}^3/\text{N}^*\text{m}$. Z povlaků nejnižší hodnotu opotřebení měl materiál DLC COMP a to $2,42\text{E}-08 \text{ mm}^3/\text{N}^*\text{m}$. Povlak TiB_2 měl hodnotu opotřebení několikanásobně větší než druhý povlak ale ne tak vysokou jak základní materiál.

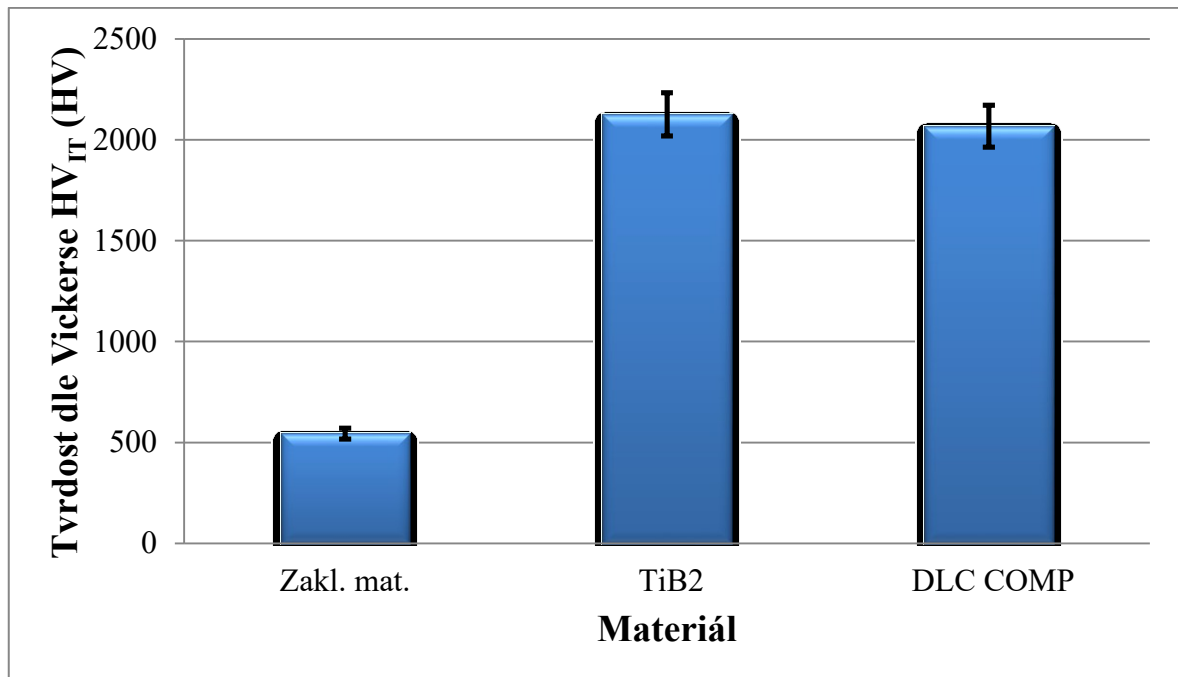
5.2 Výsledky měření mikromechanických vlastností povrchu vzorku

Proběhlo měření metodou DSI, kde se měřily mikromechanické vlastnosti povrchu vzorků. Z řad výsledků, které nám metoda DSI poskytla, byly vyhodnoceny výsledky vtiskové tvrdosti H_{IT} , vtiskového modulu pružnosti E_{IT} , Vickersovy tvrdosti HV_{IT} , vtiskového tečení C_{IT} , elastické a plastické deformační práce W_{elast} a W_{plast} a elastické části deformační práce η_{IT} . Tyto výsledky byly následně statisticky vyhodnoceny a graficky znázorněny.

5.2.1 Vtisková tvrdost



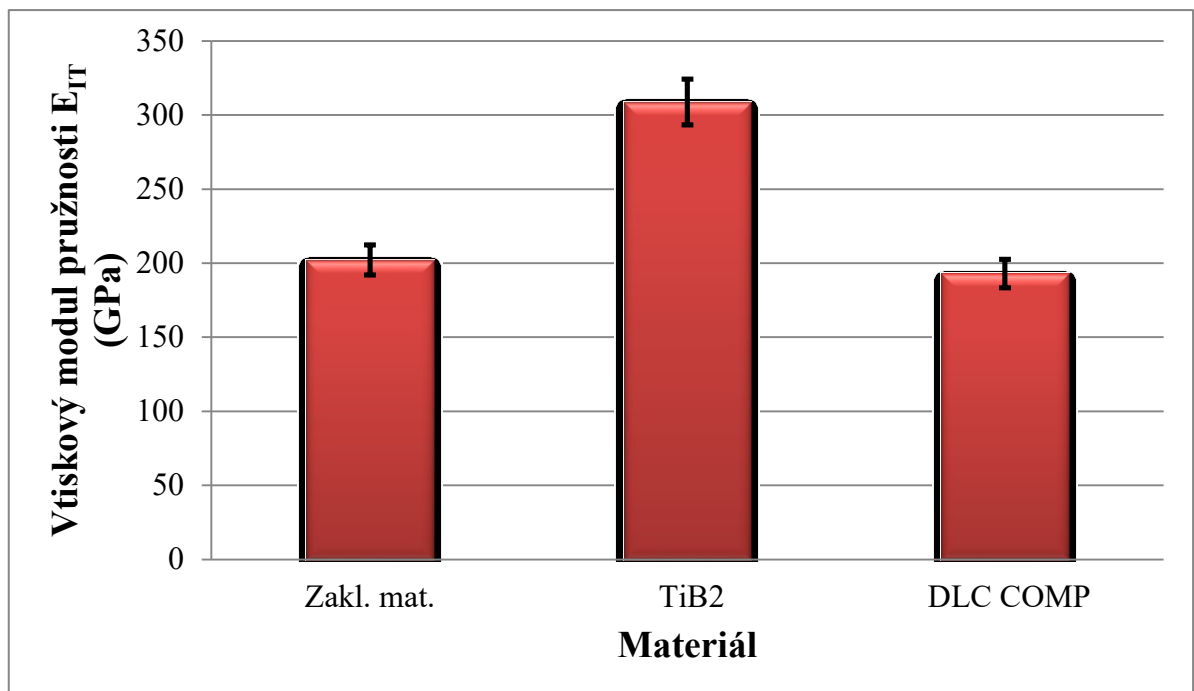
Obr. 25. Vtisková tvrdost H_{IT} (MPa)



Obr. 26. Vickersova tvrdość HV_{IT} (HV)

Při měření vtiskové tvrdości H_{IT} a Vickersovy tvrdości bylo zjištěno, že nejvyšší tvrdości dosáhl povlak TiB₂ a to 22 900 Mpa vtiskové tvrdości a 2120 HV tvrdości podle Vickerse. Povlak DLC COMP jejíž tvrdość povrchu je praktický stejná jako u povlaku TiB₂. Za to základní materiál ČSN 419552, který má nejnížší hodnotu vtiskové tvrdości 5 870 MPa a hodnotu tvrdości dle Vickerse 540 HV.

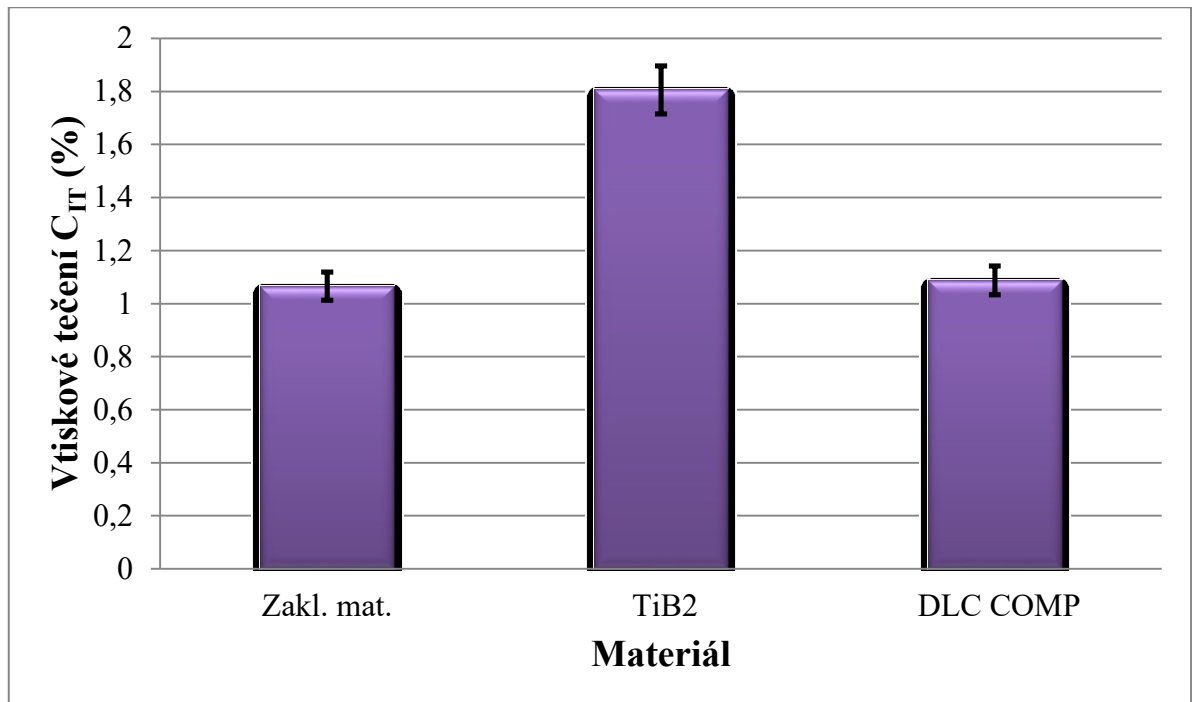
5.2.2 Vtiskový modul pružnosti



Obr. 27. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} (GPa)

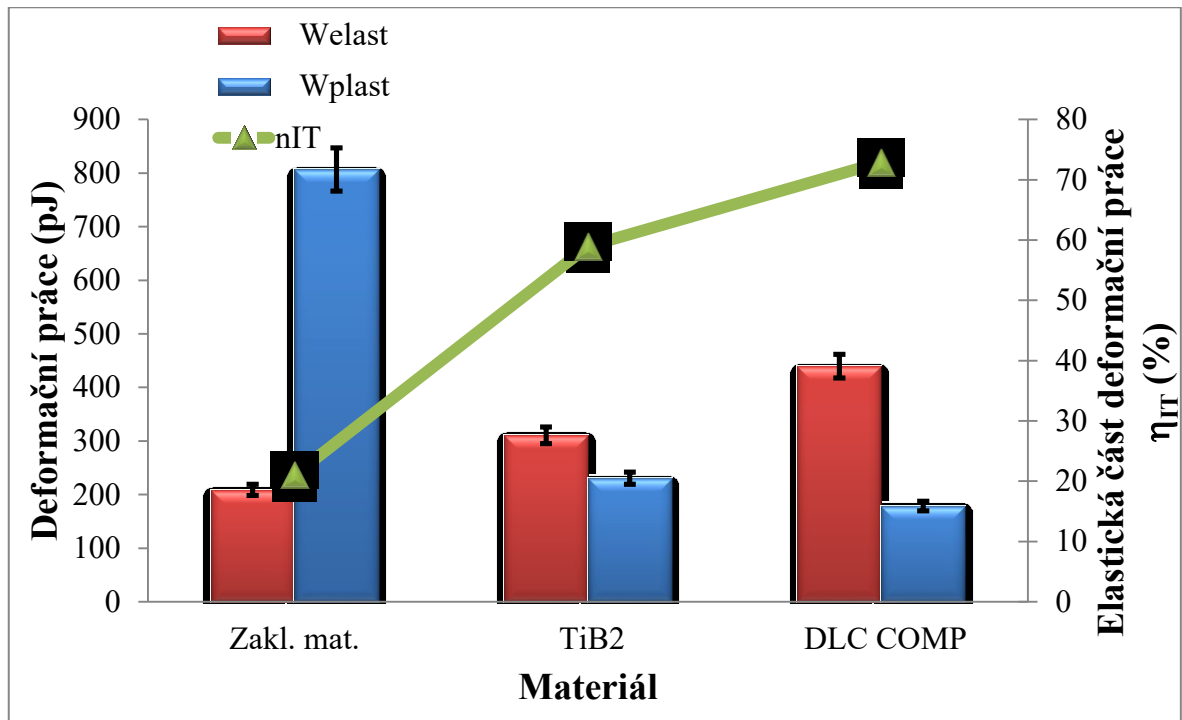
Při měření vtiskového modulu pružnosti E_{IT} bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty dosáhl povlak TiB_2 a to 310 GPa. Mezi základním materiálem ČSN 419522 a povlakem DLC COMP se výsledky nijak výrazně neliší, ale nejnižší hodnotu modulu pružnosti měl povlak DLC COMP a to 193 GPa.

5.2.3 Vtiskové tečení

Obr. 28. Vtiskové tečení C_{IT} (%)

Při měření vtiskového tečení C_{IT} bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty vtiskového tečení dosáhl povlak TiB_2 a to 1,81 %. Nejnižší hodnoty vtiskového tečení dosáhl základní materiál ČSN 419522 a to 1,06 %, avšak povlak DLC COMP má prakticky stejnou hodnotu vtiskového tečení jak základní materiál a to 1,08 %.

5.2.4 Deformační práce



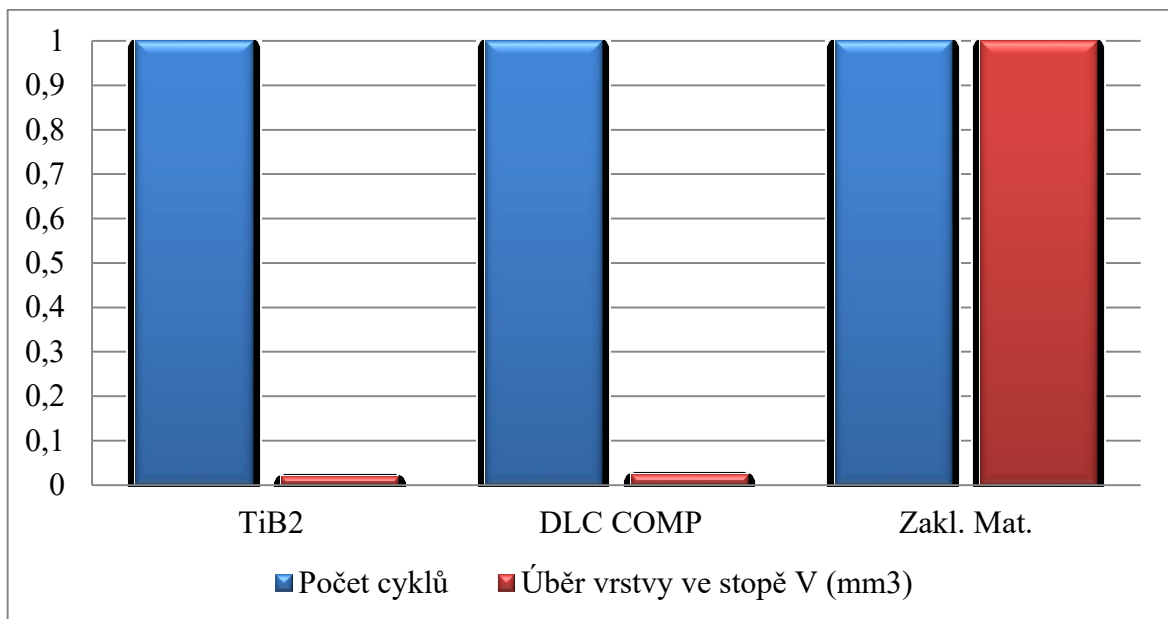
Obr. 29. Deformační práce

Při měření elastické deformační práce W_{elast} bylo zjištěno, že nejvyšší hodnotu má povlak DLC COMP a to 440 pJ, který má i nejvyšší hodnotu elastické části deformační práce η_{IT} a to 73 %. Nejnižší hodnoty, jak elastické deformační práce 209 pJ, tak elastické části deformační práce 21 % byly naměřeny u základního materiálu ČSN 419552, ale u plastické deformační práce W_{plast} materiál ČSN 419552 vykazuje nejvyšší hodnoty a to 807 pJ, kdežto povlak DLC COMP dosahuje nejnižší hodnoty a to 179 pJ.

6 DISKUSE VÝSLEDKŮ

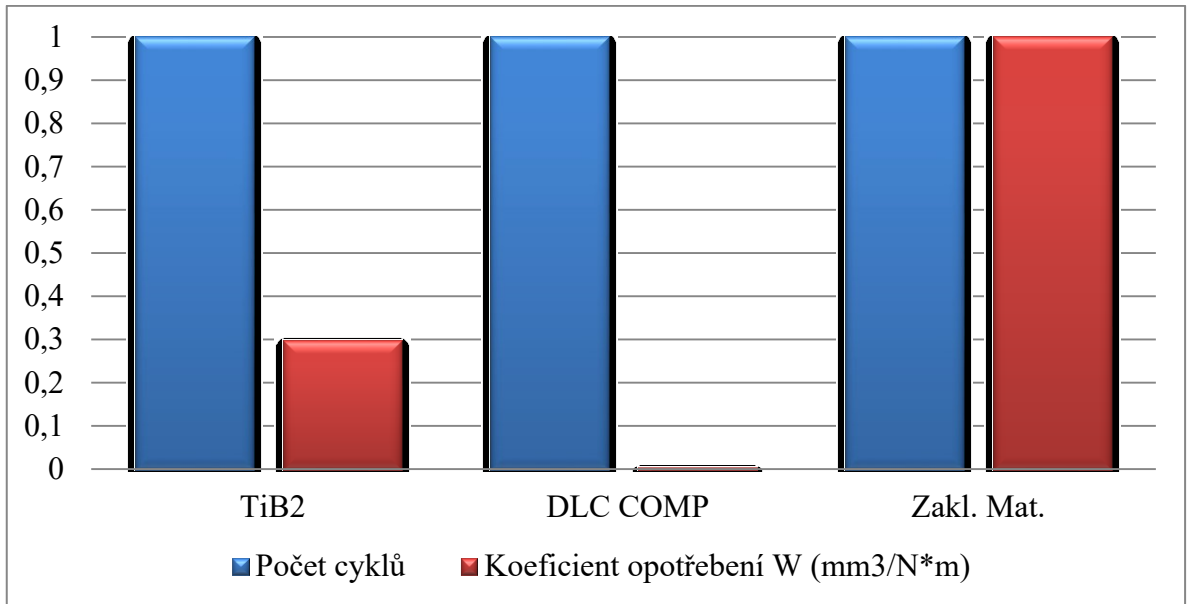
Bakalářská práce řeší problematiku měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií. Jedná se o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky TiB₂ a DLC COMP. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrdoosti na přístroji MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments a měřením tribologických vlastností na tribometru metodou „PIN-on-DISC“ byla provedena na tribometru od firmy Anton Paar. Měření mechanických vlastností bylo prováděno 10x. Naměřené výsledky byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Výsledky měření tribologických vlastností nám ukázaly, že nejnižšího úběru vrstvy ve stopě bylo dosaženo u povlaku TiB₂. Povlak DLC COMP vykazoval o trochu větší úběr vrstvy ve stopě v porovnání s povlakem TiB₂. Oproti základnímu materiálu ČSN 419552 byl zaznamenán nárůst úběru vrstvy ve stopě až padesátinásobný.



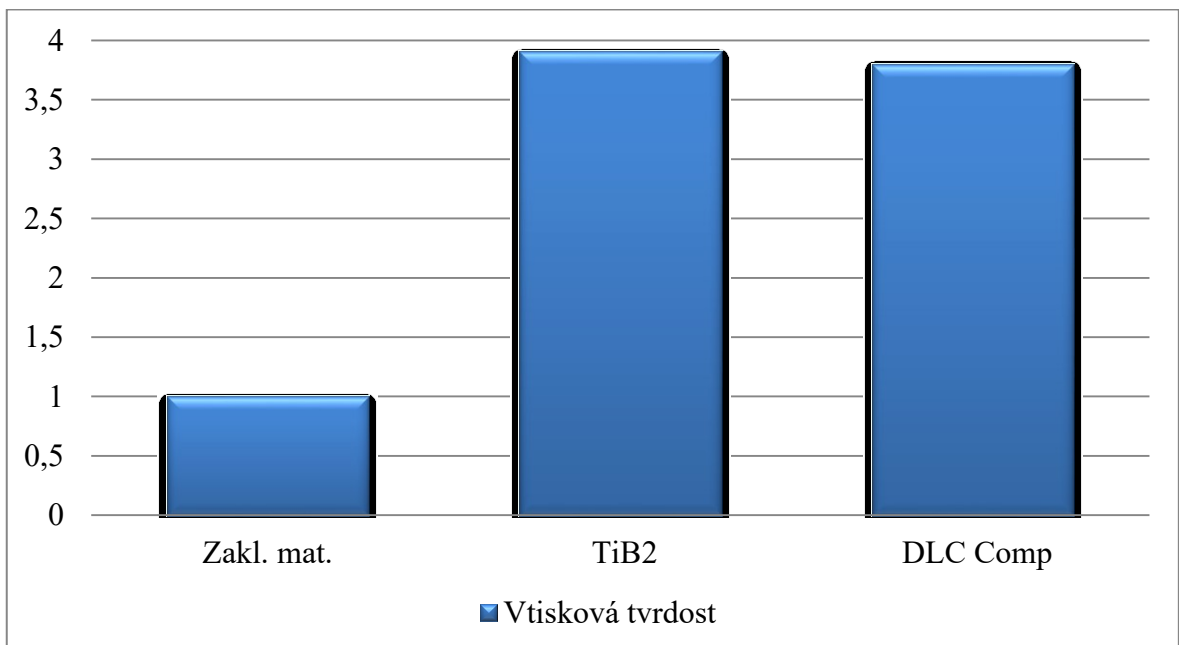
Obr. 30. Porovnání materiálů v úběru vrstvy ve stopě

Výsledky měření tribologických vlastností nám také ukázali, že nejmenšího koeficientu opotřebení dosáhl povlak DLC COMP. Povlak TiB₂ dosahoval vyšších hodnot koeficientu opotřebení než povlak DLC COMP. Koeficient opotřebení u základního materiálu ČSN 419522 nabýval až dvěstěpadesátinásobných hodnot v porovnání s povlaky.



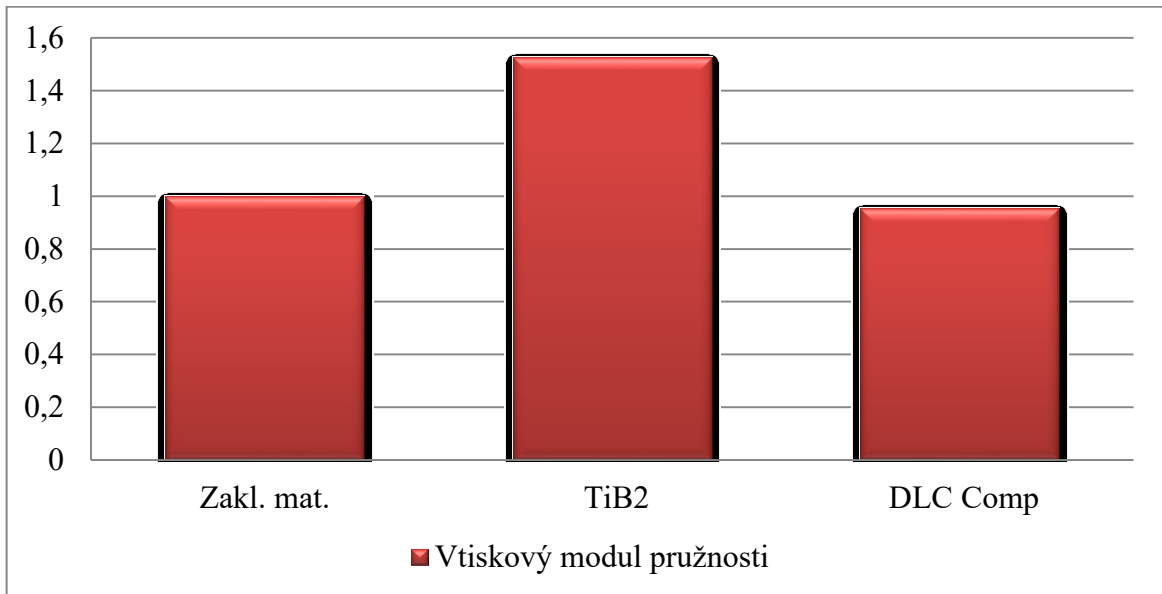
Obr. 31. Porovnání materiálů v koeficientu opotřebení

Z výsledků měření mechanických vlastností vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti bylo dosaženo u povlaku TiB₂. Povlak DLC COMP vykazoval menší hodnotu vtiskové tvrdosti v porovnání s povlakem TiB₂. Nárůst hodnoty vtiskové tvrdosti v porovnání se základním materiálem byl čtyřnásobný.



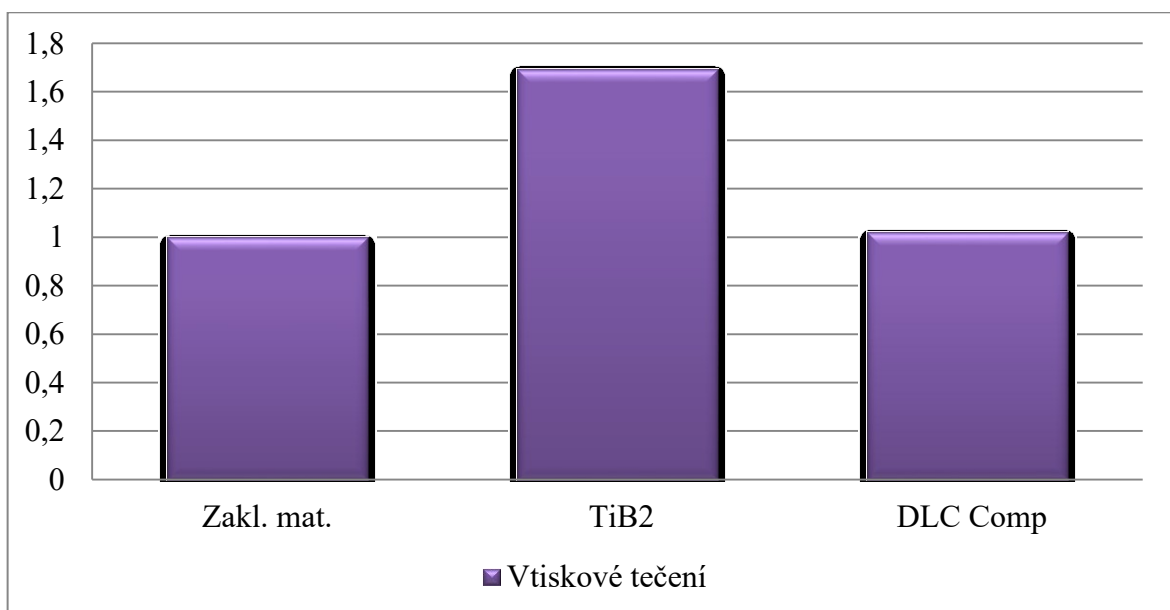
Obr. 32. Porovnání materiálů ve vtiskové tvrdosti

U vtiskového modulu pružnosti, který reprezentuje tuhost testované povrchové vrstvy, vyplynulo, že nejvyšší hodnota tuhosti byla naměřena u povlaku TiB_2 , zatímco nejmenší hodnota tuhosti byla naměřena u povlaku DLC COMP. Nárůst hodnoty tuhosti u testovaných povlaků byl v porovnání se základním materiálem až o polovinu větší.



Obr. 33. Porovnání materiálů ve vtiskovém modulu pružnosti

Z výsledků měření mechanických vlastností jsme také zjistily, že nejvyšší hodnoty vtiskového tečení dosáhl povlaku TiB_2 , zatímco nejnižší hodnoty dosáhl základní materiál ČSN 419522. Nárůst hodnoty vtiskového tečení u testovaných povlaků byl v porovnání se základním materiálem až o 75 % vyšší.



Obr. 34. Porovnání materiálů ve vtiskovém tečení

ZÁVĚR

Bakalářská se zabývá problematikou měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií. Jedná se o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky TiB₂ a DLC COMP. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrdosti na přístroji MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments a měřením tribologických vlastností na tribometru metodou „PIN-on-DISC“ byla provedena na tribometru od firmy Anton Paar. Měření mechanických vlastností bylo prováděno 10x. naměřené výsledky byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Z výsledků měření bylo zjištěno, že nanесené povlaky TiB₂ a DLC COMP technologií PA-CVD vykazují lepší mechanické vlastnosti než základní materiál používaný na výrobu tvarových dutin vstřikovacích forem ČSN 419552. V případě testování lokálních mechanických vlastností povrchových vrstev bylo zjištěno, že hodnoty vtiskové tvrdosti byly v porovnání se základním materiálem oceli ČSN 419552 čtyřikrát tvrdší. Hodnota tuhosti byla u nanесeného povlaku TiB₂ naměřena o polovinu větší, než tomu bylo u základního materiálu oceli ČSN 419552.

Z hlediska opotřebení vykázal nejnižší míru opotřebení povlak TiB₂. Pokud budeme hovořit o koeficientu tření, byl nejnižší koeficient tření zjištěn u povlaku DLC COMP. Naopak nejvyšší míra opotřebení byla zjištěna u základního materiálu oceli ČSN 419552.

Nanесené povlaky budou hrát zásadní roli při procesu vstřikování. Povrchové vrstva forem, na které byly nanесeny testované povlaky bude jednoznačně vykazovat vyšší odolnost proti opotřebení. Rovněž vyhazování výrobků z forem bude podstatně snadnější, než u běžné formy vyrobené ze základního materiálu o oceli ČSN 419552. Co se týká čištění forem, bude prodloužena doba použití formy v průmyslovém procesu a tím se zkrátí interval mezi jednotlivými údržbami forem (čištění).

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] DOLEŽAL J. *Metody povlakování řezných nástrojů* [online]. Brno 2011
[cit. 2017-26-01]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=39194
- [2] KRÁL P. *Testování kvality PVD povlaků na řezných nástrojích* [online]. Zlín, 2014
[cit. 2017-26-01]. Dostupné z: <http://digilib.k.utb.cz/handle/10563/28613>
- [3] MM Průmyslové spektrum. *Povlakování nástrojů metodou PA-CVD*
[cit. 2017-26-01]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/povlakovani-nastroju-metodou-pacvd.html>
- [4] HUMÁR A. *Materiály pro řezné nástroje* [online] Brno, 2006
[cit. 2017-26-01]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf
- [5] DOLEŽALOVÁ P. *Vlastnosti povlaků řezných nástrojů ze slinutého karbidu* [online]. Brno, 2013
[cit. 2017-26-01]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/handle/11012/26941>
- [6] Povlak GOLDCOMP TiCN (titan karbo nitrid), NANOCOMP TiB₂ (Titanium diborid), BORCOMP TiBN (titan nitrid boru), DLC COMP a-C:H (Amorfnní uhlíkový materiál dopovaný vodíkem) [online].
[cit.2017-26-01]. Dostupné z: http://www.vuhz.cz/media/povlaky-CVD-a-PACVD/VUHZ_povlakovacentrum_brozurka.pdf
- [7] Zkouška podle Vickerse Maturitní témata ze strojírenské technologie, Střední průmyslová škola Zlín, tř. Tomáše Bati 4187 Zlín, Str. 10-11
- [8] Zkouška tvrdosti podle Vickerse [online].
[cit.2017-26-01]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-vickers.htm>
- [9] MM Průmyslové Spektrum měření vlastností povlaku na nástrojích [online]
[cit.2017-26-01]. Dostupné z: <http://m.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich>

- [10] Tribometr „PIN-on-DISC“ [online].
[cit.2017-02-05]. Dostupné z: <http://www.anton-paar.com/za-en/products/details/pin-on-disk-tribometer-trb/>
- [11] Zkoušky tvrdosti [online]
[cit.2017-03-05]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrdosti.pdf
- [12] Mgr. JIŘÍ D. *Tvrlost, mikrotvrlost, nanotvrlost – čisté kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno 2008
[cit.2017-03-05]. Dostupné z:
https://is.muni.cz/th/40981/prif_d/phd_thesis_dusek.pdf
- [13] JIŘÍ HÁJEK a ANTONÍN KŘÍŽ, Tribologická analýza „PIN-on-DISC“ [online]
[cit.2017-06-05]. Dostupné z:
<http://konference.tanger.cz/data/metal2005/sbornik/papers/70.pdf>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PA-CVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition.
CVD	Chemical Vapour Deposition.
PVD	Physical Vapour Deposition.
MTCVD	Moderate Temperature Chemical Vapor Deposition.
TiC	Karbid titanu.
TiN	Nitrid titanu.
Ti	Titan.
N	Dusík.
C	Uhlík.
Al ₂ O ₃	Oxid hlinitý.
Zr	Zirkonium.
Al	Hliník.
O	Kyslík.
MoS ₂	Disulfid molybdenu.
WC	Karbid wolframu.
Hf	Hafnium.
ZrO ₂	Oxid zirkoničitý.
TiO	Oxid titanatý.
CH ₄	Metan.
TiCl ₄	Chlorid titaničitý.
AlCl ₃	Chlorid hlinitý.
TiCN	Karbo-nitrid titanu.
CH ₃ CN	Aceton-nitrid.
NH ₄	Amoniak.

TiBN	Borid-nitrid titanu.
TiB ₂	Diborid titanu.
HV	Tvrlost podle Vickerse.
F [N]	Síla vtlačování.
d [mm]	Průměr délky úhlopříček vtisku.
α [°]	Vrcholový úhel indetoru.
AFM	Atomic Force Microscopy.
Ra [μ m]	Drsnost povrchu.
Si ₃ N ₄	Nitrid křemičitý.
u [mm]	Průměrná hodnota úhlopříčky.
DSI	Depth Sensing Indentation.
Cr	Chrom.
Mo	Molybden.
V	Vanad.
ČSN	Česká norma.
EN	Evropská norma.
ISO	Mezinárodní norma.
HB	Tvrlost podle Brinella.
HRC	Tvrlost podle Rockwella.
Fn [N]	Normálové zatížení.
r [mm]	Rádus.
v [cm/s]	Lineární rychlost.
n	Počet cyklů.
s [m]	Dráha testu.
W [mm ³ /N*m]	Koeficient opotřebení.

V [mm ³]	Opotřeбенý objem.
L [N]	Zatížení F_n .
H_{IT} [MPa]	Vtisková tvrdost.
HV_{IT}	Mikrotvrdost podle Vickerse.
E_{IT} [GPa]	Vtiskový modul pružnosti.
C_{IT} [%]	Vtiskové tečení.
W_e [pJ]	Elastická deformační práce.
W_{pl} [pJ]	Plastická deformační práce .
η_{IT} [%]	Elastická část deformační práce.

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Schéma tvorby povlaků a) PVD metoda b) CVD metoda [2]</i>	12
<i>Obr. 2. Porovnání povlakovacích metod [1]</i>	13
<i>Obr. 3. Povlakovací komora pro PA-CVD [1]</i>	15
<i>Obr. 4. PA-CVD a PVD kalibrační matice [3]</i>	18
<i>Obr. 5. Povlakované a nepovlakované nástroje [3]</i>	19
<i>Obr. 6. Ukázka použití povlaku [6]</i>	20
<i>Obr. 7. Ukázka použití povlaku [6]</i>	21
<i>Obr. 8. Ukázka použití povlaku [6]</i>	21
<i>Obr. 9. Ukázka použití povlaku [6]</i>	22
<i>Obr. 10. Schéma zkoušky podle Vickerse [8]</i>	23
<i>Obr. 11. Scratch test [5]</i>	25
<i>Obr. 12. Porucha povlaku [5]</i>	25
<i>Obr. 13. Princip kalotestu [5]</i>	26
<i>Obr. 14. Schéma metody „PIN-on-DISK“ [5]</i>	27
<i>Obr. 15. Schéma tribometru „PIN-on-DISK“ [10]</i>	29
<i>Obr. 16. Schéma Hanemannova mikro-tvrdoměru [11]</i>	30
<i>Obr. 17. Vzorek povlakovaný povlakem TiB₂</i>	35
<i>Obr. 18. Vzorek povlakovaný povlakem DLC COMP</i>	35
<i>Obr. 19. Tribometr od firmy Anton Paar</i>	36
<i>Obr. 20. Nanotvrdoměr od firmy CSM Instruments</i>	38
<i>Obr. 21. Přesná pila ISOMET 4000</i>	39
<i>Obr. 22. Leštička ISOMET 250</i>	40
<i>Obr. 23. Úběr vrstvy (mm³)</i>	41
<i>Obr. 24. Opotřebení (mm³/N*m)</i>	42
<i>Obr. 25. Vtisková tvrdost H_{IT} (MPa)</i>	43
<i>Obr. 26. Vickersova tvrdost HV_{IT} (HV)</i>	44
<i>Obr. 27. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} (GPa)</i>	45
<i>Obr. 28. Vtiskové tečení C_{IT} (%)</i>	46
<i>Obr. 29. Deformační práce</i>	47
<i>Obr. 30. Porovnání materiálů v úběru vrstvy ve stopě</i>	48
<i>Obr. 31. Porovnání materiálů v koeficientu opotřebení</i>	49
<i>Obr. 32. Porovnání materiálů ve vtiskové tvrdosti</i>	49

Obr. 33. Porovnání materiálů ve vtiskovém modulu pružnosti 50
Obr. 34. Porovnání materiálů ve vtiskovém tečení..... 50

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. <i>Porovnání povlakovacích metod</i>	13
--	----

SEZNAM PŘÍLOH

PI CD ROM obsahuje:

- Bakalářská práce