

Měření vlastností povlaků vytvořených PVD technologíí

Michal Holčák

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: **Michal Holčák**
Osobní číslo: **T14091**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření vlastností povlaků vytvořených PVD 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 nevdělečně 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 přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá měřením vlastností povlaků vytvořených PVD technologií. Na základní materiál ocel ČSN 419552 byly nanесeny dva typy povlaků technologií PVD. Jedná se o povlaky TiN a TiAlN. Vlastnosti povlaků byly měřeny zkouškou mikrotvrdosti dle normy ČSN EN ISO 14577 a tribologickou zkouškou metodou Pin-on-Disc. 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 PVD, metoda Pin-on-Disc, instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI).

ABSTRACT

Bachelor thesis deals with the measuring properties of coating created by PVD technology. On the base material steel ČSN 419552 were applied two kinds of coatings by PVD technology. These are coatings TiN and TiAlN. Properties of coatings were measured by microhardness test according to the norm ČSN EN ISO 14577 and by tribological test using Pin-on-Disc method. 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, PVD method, Pin-onDisc method, Depth sensing indentation (DSI).

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.

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POVLAKOVÁNÍ NÁSTROJŮ	12
1.1 ROZDĚLENÍ POVLAKŮ	13
1.2 METODA CVD (CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION)	14
1.3 METODA PVD (PHYSICAL VAPOUR DEPOSITION)	14
1.3.1 Naprašování.....	16
1.3.2 Vakuové napařování.....	17
1.3.3 Magnetronové naprašování	18
1.4 POROVNÁNÍ PVD A CVD POVLAKŮ	19
1.4.1 Vlastnosti vrstev	19
1.4.2 Škála materiálů	20
1.4.3 Tlak	20
1.4.4 Teplota.....	20
1.4.5 Tloušťka	20
1.5 ROZBOR POUŽÍVANÝCH PVD POVLAKŮ V SOUČASNOSTI	20
1.5.1 Charakteristika vybraných povlaků.....	20
1.5.2 Přídavné prvky PVD povlaků	23
1.6 ZÁKLADNÍ CHARAKTERISTIKY PVD POVLAKŮ	24
1.6.1 Tvrdost	24
1.6.2 Tloušťka	25
1.6.3 Adheze.....	25
1.6.4 Abraze	26
1.6.5 Kluzné vlastnosti	27
1.6.6 Drsnost	28
2 MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVLAKŮ	29
2.1 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	29
2.1.1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse.....	30
2.1.2 Metoda měření DSI	31
2.2 METODA „PIN-ON-DISC“	31
II PRAKTICKÁ ČÁST	34
3 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	35
4 PŘÍPRAVA VZORKŮ A POUŽITÉ PŘÍSTROJE	36
4.1 POUŽITÉ TYPY MATERIÁLŮ A POVLAKŮ.....	36
4.2 ZKUŠEBNÍ STROJE.....	38
4.2.1 Měření metodou „PIN-onDISC“	38
4.2.2 Měření tvrdosti metodou DSI.....	39
4.3 ÚPRAVA MĚŘENÉHO POVRCHU	41
4.3.1 Řezání vzorků.....	41
4.3.2 Úprava povrchu vzorků.....	41
5 VÝSLEDKY MĚŘENÍ	43

5.1	VÝSLEDKY MĚŘENÍ TRIBOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ POVRCHU VZORKU	43
5.1.1	Úběr vrstvy materiálu ve stopě V	43
5.1.2	Koeficient opotřebení	44
5.2	VÝSLEDKY MĚŘENÍ MIKROMECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVRCHU VZORU	45
5.2.1	Vtisková tvrdost	45
5.2.2	Vtiskový modul pružnosti	47
5.2.3	Vtiskové tečení	48
5.2.4	Deformační práce	49
6	DISKUSE VÝSLEDKŮ	50
	ZÁVĚR	55
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	56
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	59
	SEZNAM OBRÁZKŮ	62
	SEZNAM PŘÍLOH.....	64

ÚVOD

Dnes žijeme v době, kdy má strojírenský průmysl velké uplatnění v mnoha různých odvětvích a to vše jde opravdu velice rychle dopředu a pokrok bude neustále pokračovat. V oblasti obráběcích strojů, kde jsou stroje stále výkonnější, je také nezbytné vyrábět nástroje, které umožní využít co nejvyšší výkon těchto zařízení, a s tím jsou také spojené úpravy povrchu materiálu. Dále v oblasti vstřikování polymerů, kde tyto povlaky umožňují lepší vyplňování forem, vyšší odolnost vůči abrazi.

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

V teoretické části jsou uvedeny povlakovací metody. Jejich rozdělení a způsoby nanášení na nástroje. Jsou zde popsány nejpoužívanější povlaky a také jejich měření.

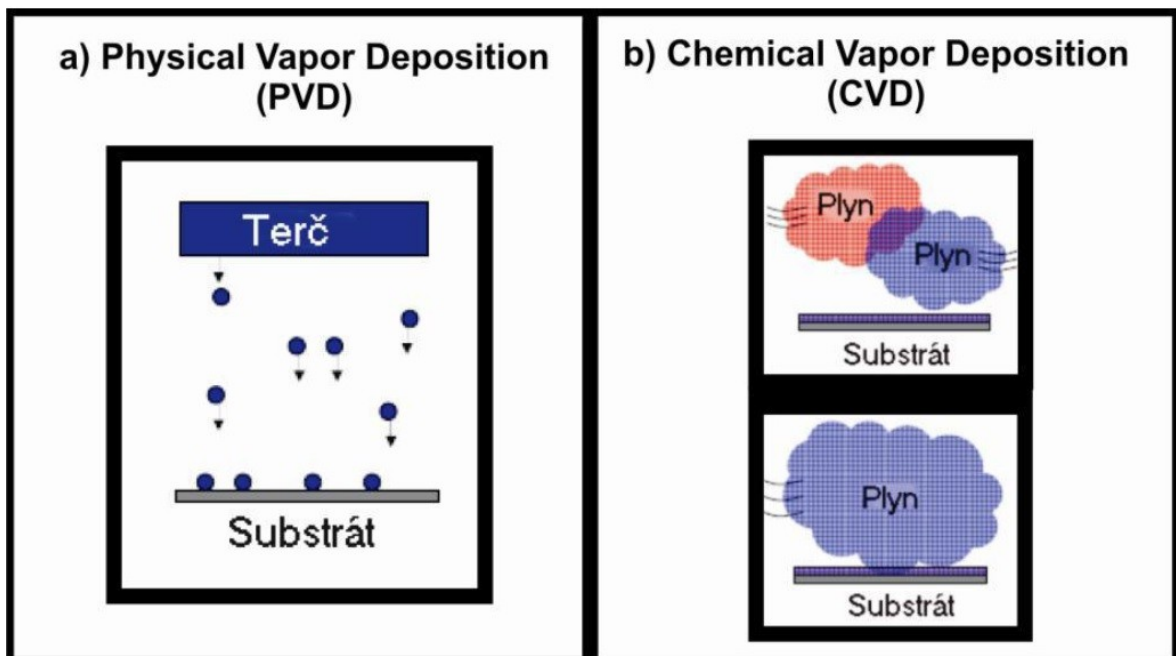
Praktická část je zaměřena na laboratorní měření vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552 a dvou různých povlaků TiN a TiAlN nanesených PVD technologií. Vyhodnocování hodnot a srovnávání povlaků mezi sebou.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POVLAKOVÁNÍ NÁSTROJŮ

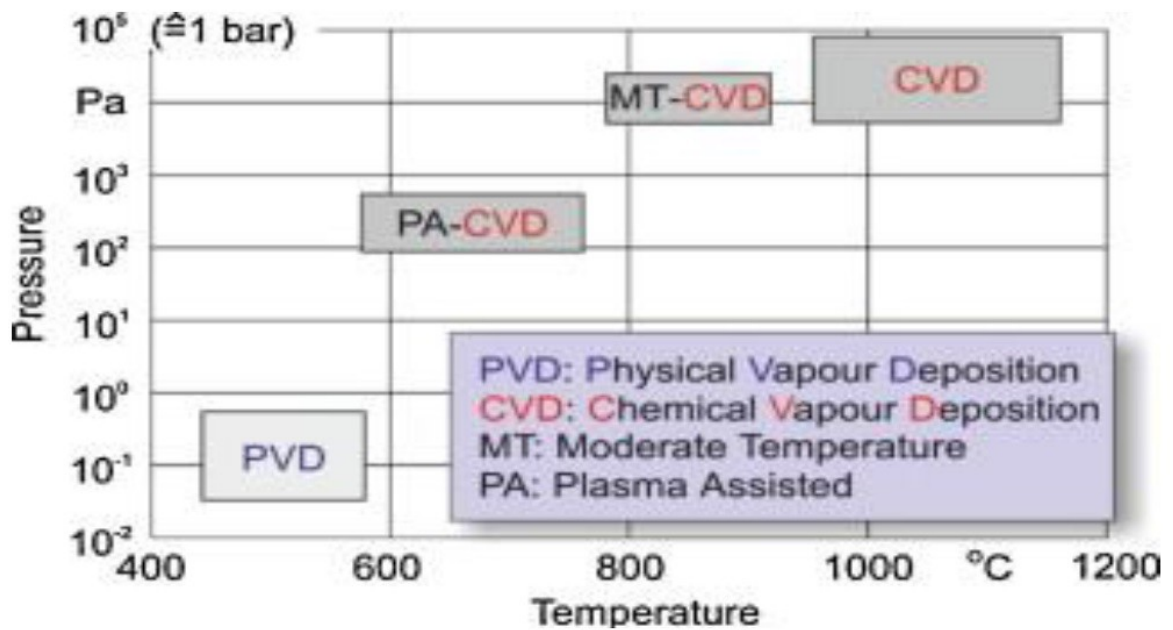
Výroba povlakovaných nástrojů znamená velký kvalitativní skok ve vývoji řezných materiálů. Aplikace povlaků typu Al_2O_3 , TiN, TiC, TiCN nebo jejich kombinace v mnohonásobných vrstvách přinesla snížení opotřebení hran, zvýšení životnosti a trvanlivosti řezných nástrojů. Existují dvě základní metody povlakování řezných materiálů. Jedná se o PVD (Physical Vapour Deposition) a CVD (Chemical Vapour Deposition), které se dají dělit do dalších modifikací. CVD povlaky se objevily již v roce 1960. Metoda PVD byla objevena přibližně o 20 let později. [1]

Jeden z hlavních rozdílů mezi PVD a CVD povlaky je způsob přípravy vrstvy.



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

Další velice podstatný rozdíl je rozdílná teplota a tlak potřebný k nanesení povlaku.



Obr. 2. Nanášení povlaků v závislosti teploty a tlaku [1]

PVD (Physical Vapour Deposition) je metoda fyzikální, ale naproti tomu CVD (Chemical Vapour Deposition), PA-CVD (Plasma Assisted CVD), MTCVD (Middle Temperature CVD) jsou metody chemické.

1.1 Rozdělení povlaků

Aktuálně jsou na trhu s povlakovanými nástroji čtyři základní druhy povlaků.

1. **Generace:** Jednovrstvý povlak převážně se jedná o TiC povlaky s tloušťkou přibližně 6 μm a špatnou soudržností podkladu a povlaku. Tato vlastnost je způsobena špatnou technologií výroby.
2. **Generace:** Jednovrstvé povlaky na bázi sloučeniny titanu, které svými tepelnými a mechanickými vlastnostmi nejvíc odpovídají současným požadavkům. Díky dokonalším technologiím je možné vytvořit vrstvy povlaků o tloušťce 7 až 10 μm .
3. **Generace:** Vícevrstvý povlak, který obsahuje dvě až tři vrstvy, ale může jich být i více. Přechody mezi jednotlivými vrstvami jsou ostře ohraničeny. Jednotlivé vrstvy se řadí podle jejich vlastností. Jako první se nanášejí vrstvy s lepší přilnavostí jako podklad, ale mají nízkou odolnost proti opotřebení, proto se musí nanést vrstva, která má vysokou odolnost proti opotřebení a zároveň odolnost proti oxidaci za zvýšených teplot.
4. **Generace:** Speciální vícevrstvý podklad, který má více jak 10 vrstev. Vrstvy jsou použity stejně jako u 3. Generace.

Mezi povlaky 4. Generace řadíme diamantové, nanokompozitní, gradientní, supermřížkové povlaky.

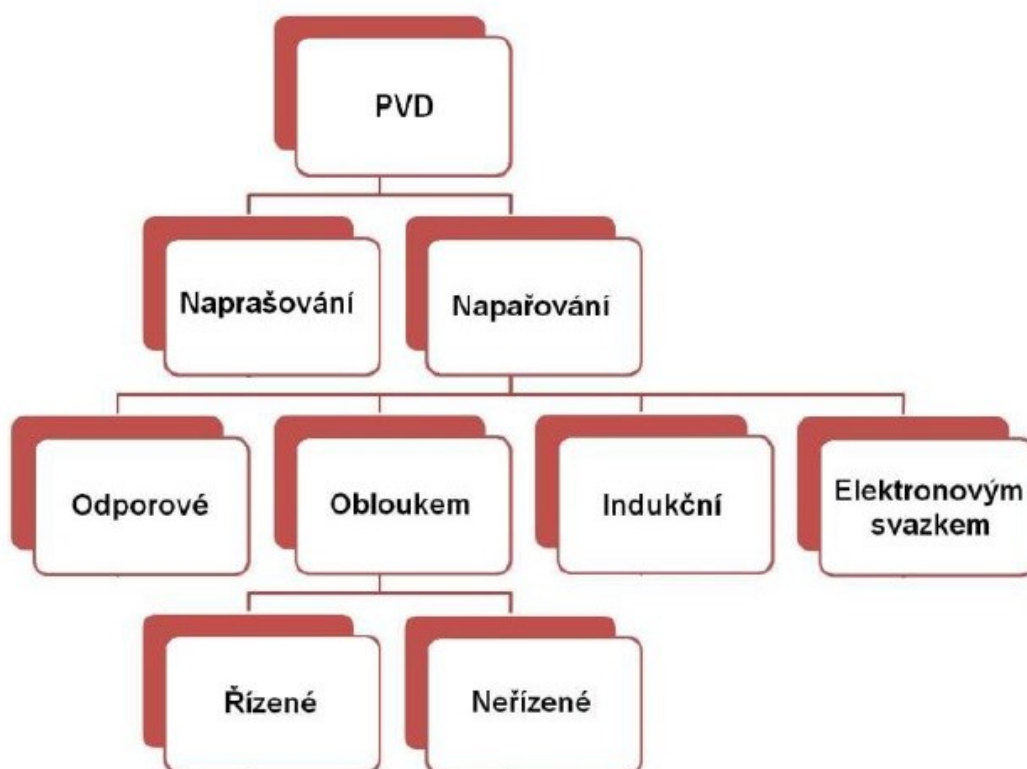
1.2 Metoda CVD (Chemical Vapour Deposition)

Metoda CVD je založena na reakci plynných chemických sloučenin (např.: CH_4 , TiCl_4 , AlCl_3 atd.) v plazmě, která se tvoří v bezprostřední blízkosti povrchu podkladového materiálu a následném uložení produktů heterogenní reakce na tomto povrchu. Povlakování metodou CVD probíhá za poměrně vysokých teplot, které se pohybují v rozsahu 900 - 1100 °C. V současné době jsou tyto povlaky ve velkém měřítku používány na povlakování slinutých karbidů. Navzdory tomu, že povlaky (primárně TiC, TiCN, TiN, oxidu hlinitého a jejich kombinací) poskytují prodloužení životnosti materiálu slinutého karbidu, konvenční metoda CVD je prováděna při vysokých teplotách (přes 1000 °C), což vede k dekarbonizaci slinutých karbidů, rezultující ve významné snížení houževnatosti a pevnosti. Tato skutečnost limituje aplikace povlakovaných karbidů. Obvykle tyto karbidy povlakované klasickou metodou CVD nejsou využívány v aplikacích, kde je zapotřebí využití ostrých břitů nebo velké výdrže karbidu za nepříznivých řezných podmínek. [12]

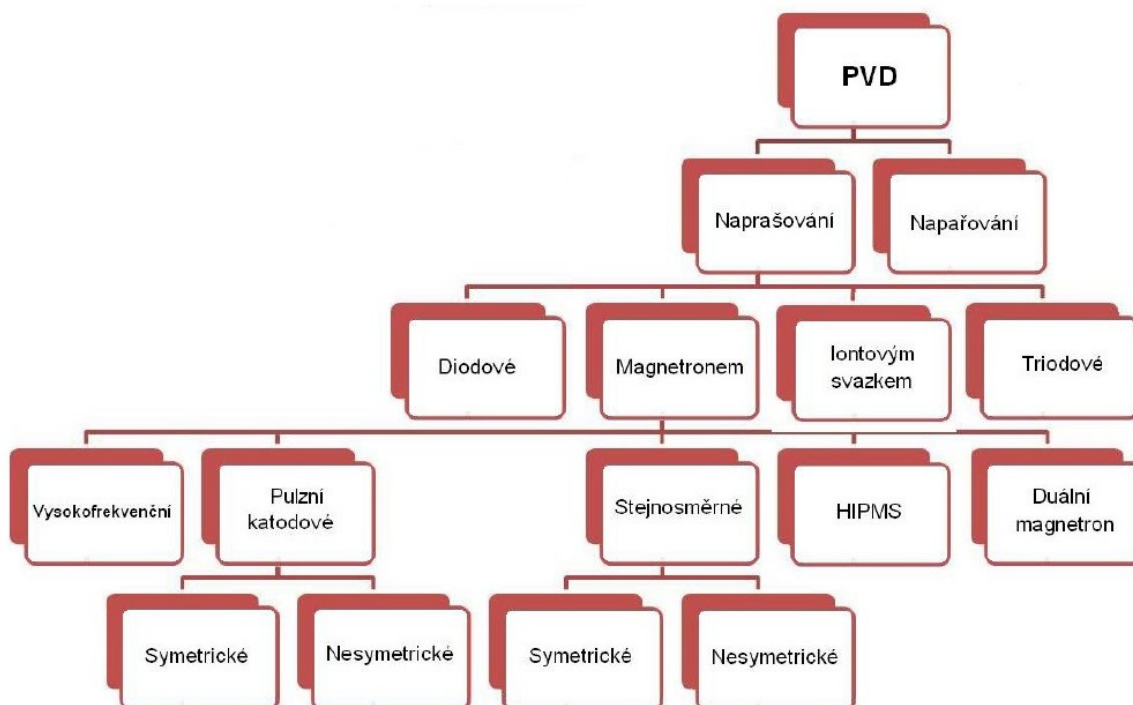
1.3 Metoda PVD (Physical Vapour Deposition)

Známa technologie vytváření vrstev PVD (Physical Vapour Deposition) je založena na odpaření nebo odprašení pevné látky v řízené atmosféře. Podmínky vzniku a vlastností vytvořených vrstev jsou velmi rozmanité, proto se budeme věnovat pouze oblastem jejich nejčastějšího využití. Povlaky vznikají při tlaku mezi 0,1 - 1 Pa ve vakuové komoře, do níž je vpouštěn pracovní plyn, např. argon nebo dusík. Podle způsobu získání kovových iontů rozlišujeme metodu odpaření nízkonapětovým obloukovým výbojem (obloukové odpařování) nebo metodu odprašení ionty (magnetronové naprašování). [2]

Vrstva povlaku je vytvářena z jednotlivých dopadajících atomů. Atomy jsou na povrchu nejdříve zachyceny procesy sorpce (chemické nebo fyzikální), pohybují se po povrchu a potom jsou zachyceny trvalou vazbou nebo zpětně uvolněny. Další dopadající atomy se díky pohyblivosti po povrchu mohou spojit s dříve zachycenými atomy a postupně vytvořit izolované zárodky a ostrůvky rostoucí vrstvy. Ty se poté spojují, až vytvoří souvislou vrstvu, která dál roste a zvětšuje svou tloušťku. [3]



Obr. 3. Přehled technologií PVD napařování [13]



Obr. 4. Přehled technologií PVD napařování [13]

Výhody PVD metody:

- Možnost povlakování ostrých hran
- Vysoká odolnost vrstev
- Výroba přesných vrstev
- Malá tloušťka vrstev
- Možnost provedení za nízkých teplot
- Výroba různých druhů vrstev

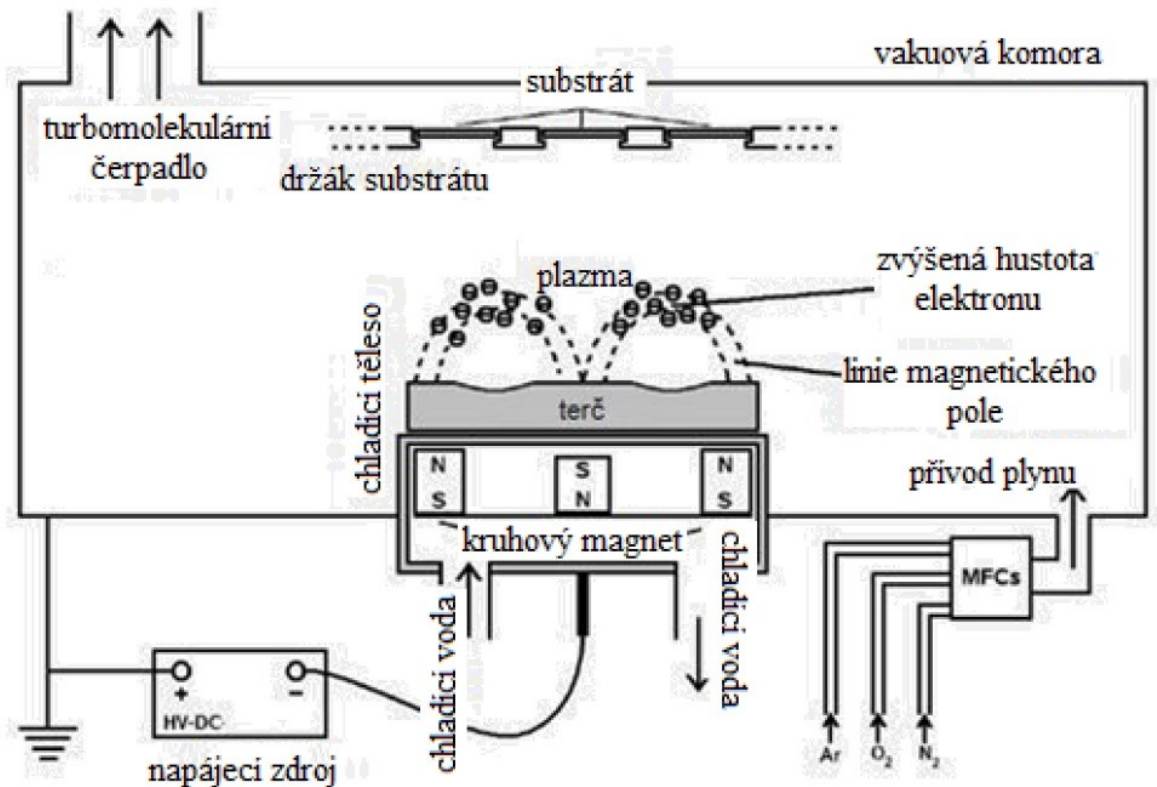
Nevýhody PVD metody:

- Složitý vakuový systém
- Potřeba pohybování s povlakovaným předmětem, aby vznikla rovnoměrná vrstva povlaku

1.3.1 Naprašování

Naprašování je proces nanášení částic odpařených z povrchu nanášeného materiálu na podklad, pomocí fyzikálního napravovacího procesu. Naprašování je neteplotní proces odpařování. Povrchové atomy nanášeného materiálu jsou vypuzeny z pevného povrchu pomocí kinetické energie částice, kterou je obvykle plynný iont urychlený plazmatem. [4]

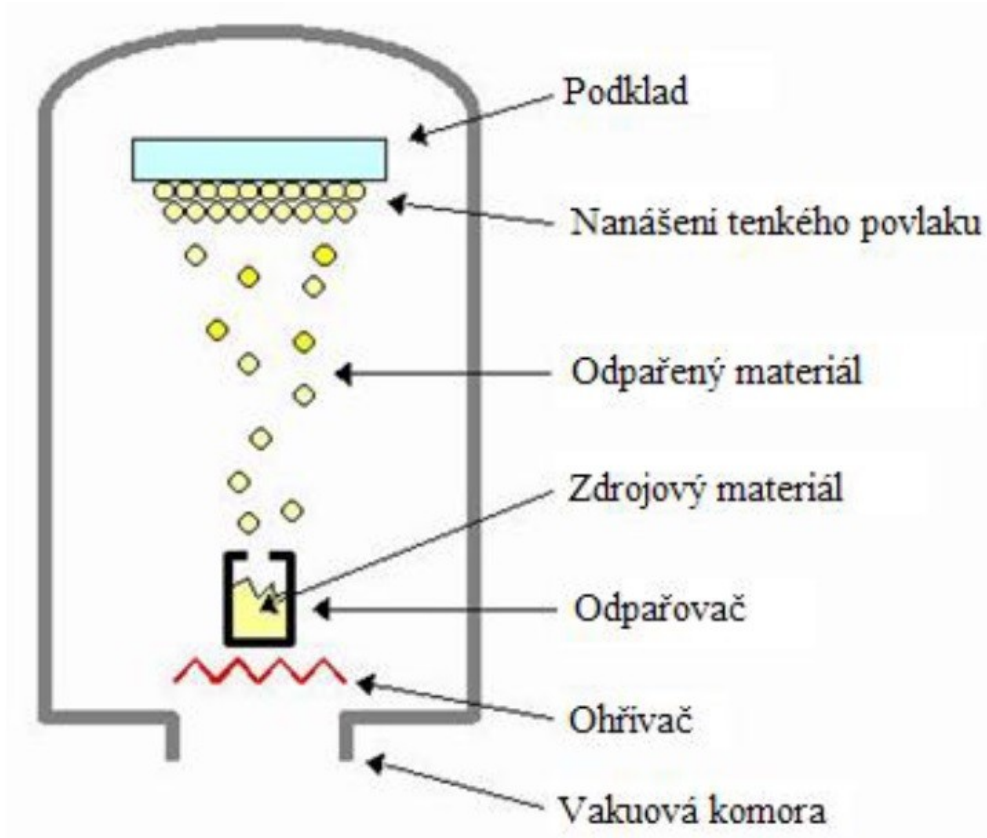
Mezi napravovací zdroje patří částice, sloučeniny nebo směsi. Materiál je z terče odpařován ve velkém množství. Naprašovací terče jsou zdrojem odpařování s velkou životností, které mohou být upraveny tak, aby odpařovaly v jakémkoliv směru. [4]



Obr. 5. Schéma napařování [4]

1.3.2 Vakuové napařování

Metoda vakuového napařování slouží k odpařování materiálu z tepelného odpařovacího zdroje a k nanesení tohoto materiálu na povlakovaný podklad. Mezi tepelným zdrojem a podkladem dochází k malým srážkám odpařeného materiálu s molekulami plynu. Vakuové prostředí je schopné redukovat plynné znečištění v nanášecím systému na nízkou úroveň. Při vakuovém napařování tlaky dosahují $10^{-4} - 10^{-6}$ Pa. To závisí hlavně na plynném znečištění. [4]



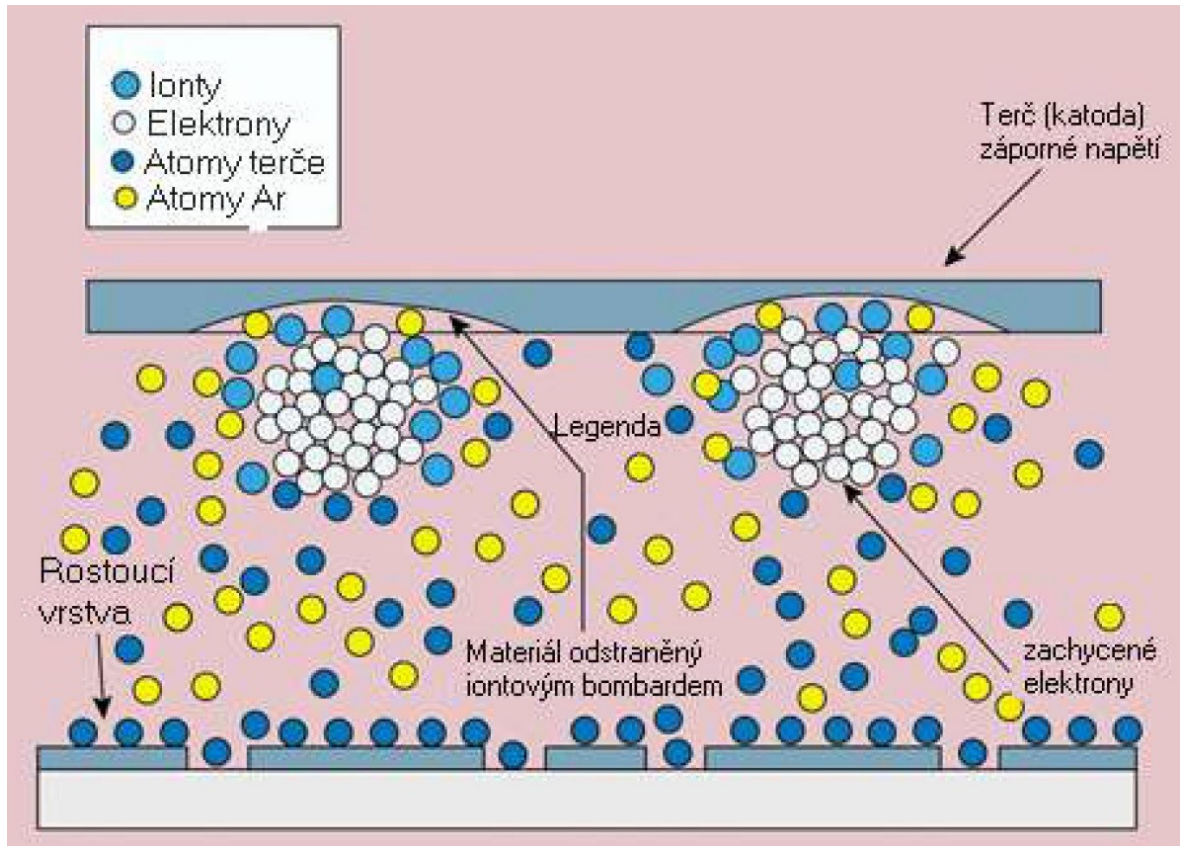
Obr. 6. Schéma vakuového napařování [4]

1.3.3 Magnetronové napařování

Tato metoda je založena na rozprašování pevného terče, který je katodou, ionty pracovního plynu extrapolovanými z plazmatu doutnavého výboje, který je lokalizován pomocí magnetického pole v těsné blízkosti katody. [5]

Elektrony plazmatu se zachycují v tunelu siločar magnetického pole a driftují podél tunelu.

Kladné ionty dopadají z plazmatu na terč. Částice rozprašeného terče prochází k substrátu plazmatem, na kterém je záporné předpětí. [5]



Obr. 7. Schéma magnetonového naprašování [5]

1.4 Porovnání PVD a CVD povlaků

1.4.1 Vlastnosti vrstev

Výhody PVD:

- Připravené vrstvy mají menší vnitřní pnutí
- Možnost provedení za nižších teplot

Nevýhody PVD:

- Horší adheze vrstev k substrátu
- Horší teplotní stabilita

Výhody CVD:

- Velice dobrá odolnost vrstev proti opotřebení

Nevýhody CVD:

- Užití ekologicky závadných plynů
- Energetická a časová náročnost

1.4.2 Škála materiálů

CVD: Výběr substrátů je omezen vysokou teplotou procesu, výběr materiálů je omezen rozsahem prvků majících sloučeniny v plynném skupenství.

PVD: Umožňuje nanášet celou řadu materiálů – kovy, slitiny, směsi, polovodiče, supravodiče, polymery.

1.4.3 Tlak

PVD: Používají se velmi nízké tlaky. Maximální tlak je 100 Pa, spíše je zde vysoké vakuum (napařování: $10^{-3} - 10^{-8}$ Pa, naprašování: $10^{-2} - 10^{-5}$ Pa).

CVD: Zde je velký rozsah tlaků, od 10^{-6} Pa až do atmosférického tlaku.

1.4.4 Teplota

PVD: 150 – 500 °C

CVD: 1000 °C

1.4.5 Tloušťka

PVD: 2 – 5 μm

CVD: 5 – 10 μm

1.5 Rozbor používaných PVD povlaků v současnosti

Řezné materiály s PVD povlaky jsou specifické svou tuhostí, ale také ostrostí břitů. Doporučují se pro obrábění materiálů, které mají tendenci ulpívat na břítu nebo jsou vhodné pro dokončovací aplikace. [4]

1.5.1 Charakteristika vybraných povlaků

Povlak TiN (Nitrid titanu)

Tyto povlaky jsou zlaté barvy a vzhledem k dobře vyváženým vlastnostem se řadí mezi běžně používané povlaky. Tvrdost povlaku je přibližně 2300 HV a maximální pracovní teplota je okolo 500 °C. Mezi výhody tohoto povlaku patří například vysoká tvrdost, dobrá adheze, zvýšení houževnatosti nástroje, dobrá chemická stabilita. [6]



Obr. 8. Ukázka použití povlaku [6]

Povlak ZrN (Nitrid zirkonia)

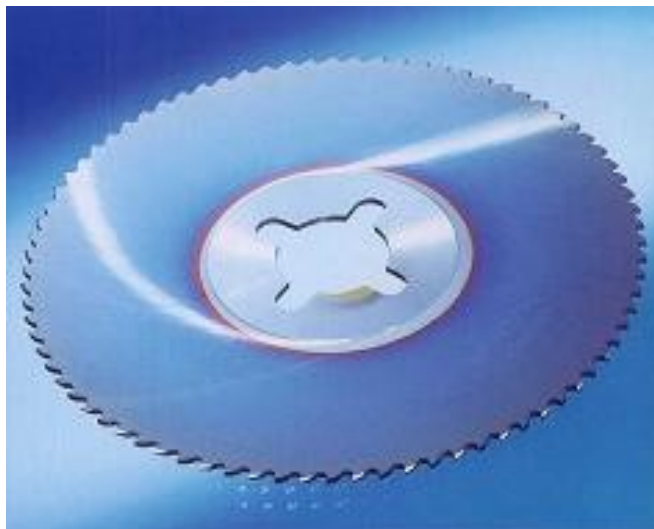
Tento povlak jasné, zlaté barvy je oproti povlaku TiN o 30 % tvrdší, má větší kluznost a za vyšších teplot lepší chemickou a tepelnou stabilitu. Tvrdost povlaku je přibližně 2600 HV a maximální pracovní teplota je 600 °C. Tento povlak je biokompatibilní a díky této vlastnosti je vhodný při používání v medicínské oblasti jako kloubní náhrady nebo nářadí. [7]



Obr. 9. Ukázka použití povlaku [7]

Povlak TiCN (Karbo - nitrid titanu)

Tento povlak modrošedé barvy má nízký koeficient tření, vysokou houževnatost a odolnost vůči opotřebení i přes svou vysokou tvrdost. Tvrdost tohoto povlaku je přibližně 3500 HV a maximální pracovní teplota přibližně 400 °C. [8]



Obr. 10. Ukázka použití povlaku [8]

Povlak TiAlN (Aluminio - nitrid titanu)

Tento povlak fialovočervené barvy je jedním z nejpoužívanějších povlaků v moderním, vysoce výkonném obrábění. TiAlN povlaky jsou odolné vůči oxidaci a mohou vykonávat práci přibližně o 20 – 35% rychleji než TiN povlaky. Obsah hliníku je zde zhruba 50 %. Tvrdost tohoto povlaku je přibližně 3000 HV a maximální pracovní teplota je 800 °C. Využití povlaku je v obrábění abrazivních materiálů, například litiny a je vhodný pro obrábění za sucha díky vysoké tepelné odolnosti. Jelikož obsah uhlíku je v rozmezí 65 – 70 %, tak povlaky ztrácí tvrdost a odolnost proti opotřebení. [4]



Obr. 11. Ukázka použití povlaku [11]

1.5.2 Přídavné prvky PVD povlaků

Křemík Si

Povlaky s obsahem křemíku mají dokonalé izolační vlastnosti, vysokou tepelnou odolnost. Jsou vhodné pro vysokorychlostní obrábění. Za použití správné technologie je možné přidáním křemíku vytvořit nanokompozitní povlak, který je otěruvzdorný. Tvrdost u nanokrystalických povlaků přesahuje 5000 HV. [4]

Chrom Cr

Povlaky s obsahem chromu mají vysokou odolnost proti abrazivnímu otěru a vysokou houževnatost. Je vhodný pro zvýšení tepelné odolnosti, ale jeho účinnost pro některé aplikace je nedostatečná. [4]

Bor B

Přídavek boru vede ke zlepšení abrazivního opotřebení povlaků na bázi titanu a hliníku. Bor zlepšuje řezný výkon. Přídavek boru a uhlíku snižuje třecí součinitel. [4]

Vanad V

Zahrnutí vanadu do mřížky TiN zvyšuje tvrdost povlaku, ale bohužel při použití většího obsahu vanadu klesá tažnost povlaků. Množství přídavku vanadu je důležité kvůli odolnosti proti opotřebení. [4]

1.6 Základní charakteristiky PVD povlaků

Povlaky nanesené pomocí fyzikálního napařování (PVD) jsou tenké a tedy je dost obtížné definovat jejich vlastnosti.

1.6.1 Tvrdost

Tvrdost je definována jako odolnost materiálu vůči vnikání cizího tělesa. Tvrdost se měří kvůli posuzování kvality povlaku, a také slouží k předpovědi výkonu povlaku v rozmanitých aplikacích. Na opotřebení má větší vliv než tvrdost například tažnost, odolnost proti únavě, chemická stabilita. Každé měření tvrdosti závisí na geometrii a materiálu indentoru, tloušťce povlaku, tvrdosti substrátu. [4]

Jednou ze zkoušek tvrdosti povlaku je zkouška podle Vickerse, kde do zkoumaného povlaku vniká diamantový čtyřboký jehlan o vrcholovém úhlu 136° , zatěžovaný silou po dobu 10 – 15 sekund. U vtisku se následně změří střední hodnota úhlopříček a pomocí vzorce se vypočte hodnota tvrdosti. [4]

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

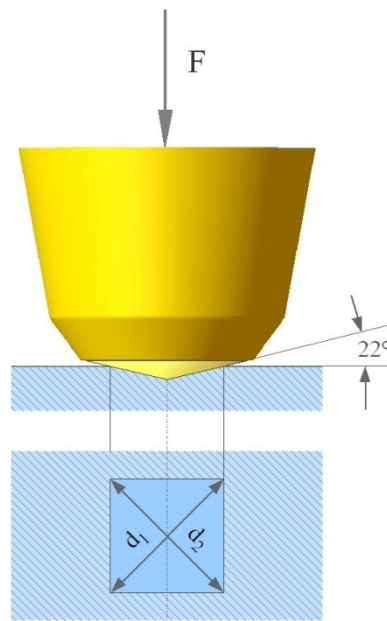
Kde:

HV - Tvrdost podle Vickerse

F [N] - Síla vtlačování

d [mm] - Průměr délky úhlopříček vtisku

α [°] - Vrcholový úhel indentoru



Obr. 12. Schéma zkoušky podle Vickerse [9]

1.6.2 Tloušťka

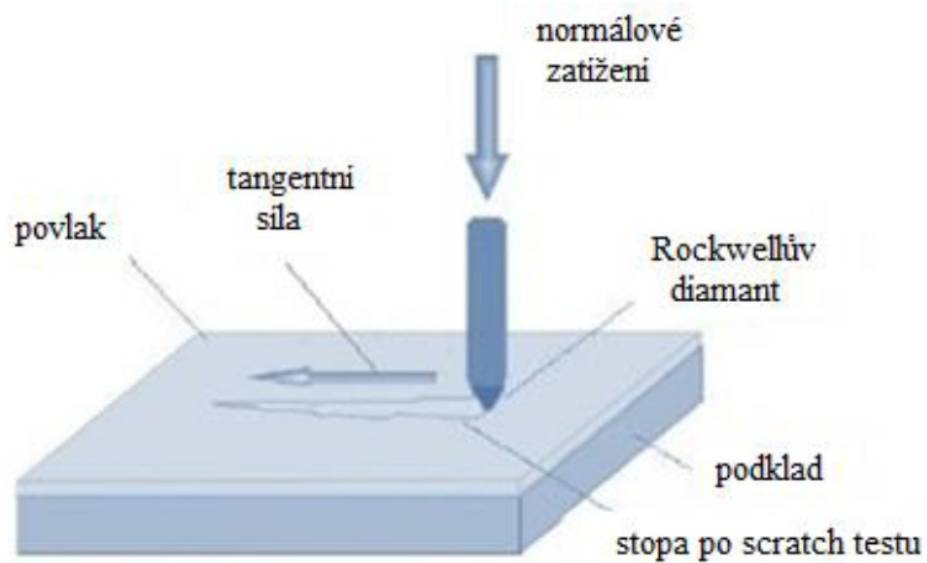
Tloušťka povlaků může ovlivnit výkon řezného nástroje, trvanlivost a řezné síly. Pohybuje se v rozmezí 2 – 10 μm . Tloušťka povlaku se musí volit optimálně, vzhledem k použití nástroje. Rostoucí tloušťka povlaku zhoršuje jeho mechanickou pevnost, ale může zvýšit efektivitu poloměru zaoblení na řezné hraně, čímž se snižuje napětí. Dále sice s tloušťkou roste výkon, ale také cena za PVD povlakování. [4]

1.6.3 Adheze

Adheze neboli přilnavost je schopnost materiálu přilnout k sobě. Jedná se o přenos tečných sil při styku dvou povrchů bez zjevného pohybu.

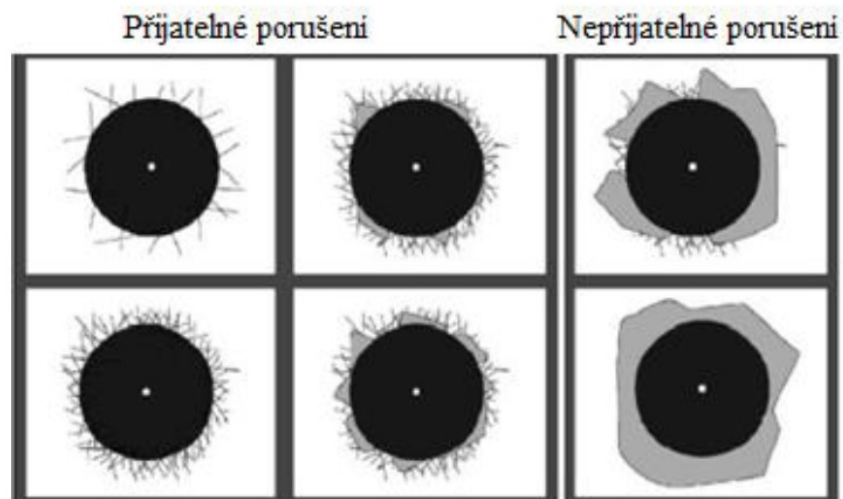
Abychom dosáhli maximálního výkonu povlakovaných nástrojů je nutné, aby povlak co nejlépe přilnul k podkladu. Proto se musí brát důraz na přípravu podkladu před nanesením samotného povlaku. Adheze patří k nejdůležitějším vlastnostem povlaků. Měří se pomocí metody Scratch test. [4]

Tato měřicí metoda spočívá v řízeném zatěžování diamantového hrotu, který se zároveň pohybuje po testované ploše. Zatěžovací síla se pohybuje v rozmezí 20 – 120 N. Kritická zátěž, při které dojde k odtržení povlaku je identifikovaná optickým mikroskopem nebo akustickým senzorem. [4]



Obr. 13. Scratch test [4]

Adhezi povlaku je možné měřit další metodou pomocí Rockwellova kuželového diamantu. Diamantový kužel proniká do povrchu povlakovaného materiálu a způsobuje velké plastické deformace na rozhraní povlak – substrát a tím dochází k odlupování povlaku. [4]



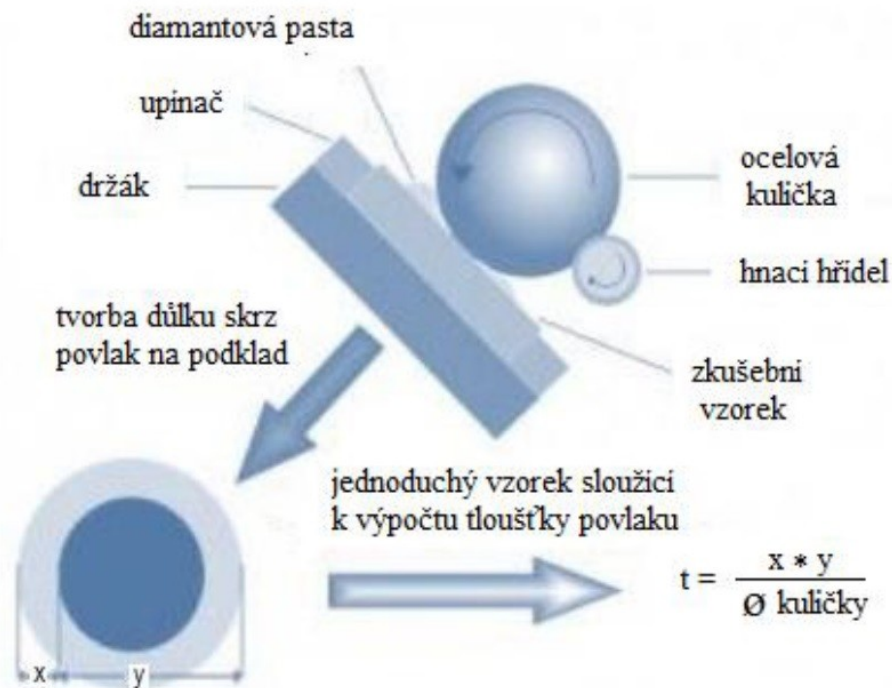
Obr. 14. Porucha povlaku [4]

1.6.4 Abraze

Abraze neboli otěr je druh opotřebení, ke kterému dochází vlivem tvrdých mikročastic obráběného materiálu i vlivem mikročastic z nástroje. [4]

K zjištění otěruvzdornosti 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. [4]

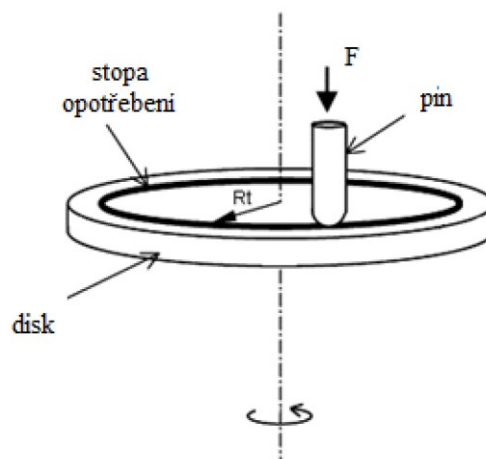


Obr. 15. Princip kalotestu [4]

1.6.5 Kluzné vlastnosti

Kluzné vlastnosti povlaku ovlivňují tepelné zatížení nástroje, jehož negativním projevem je zhoršení fyzikálních a chemických vlastností podkladu. Zatížení klesá, když klesá tření.

Kluzné vlastnosti stanovíme pomocí metody „PIN-on-DISC“ a ball – on – disc. [4]



Obr. 16. Schéma metody „PIN-on-DISC“ [4]

Při této zkušební metodě je testovaný povlak nanesen na zkušební vzorek, který se otáčí kolem své osy, zatímco pin po svém průjezdu zanechává stopu ve zkoumané vrstvě. Z testu se následně vyhodnocuje koeficient tření, ořez vrstvy, profil ořezu atd. Metoda nezahrnuje vyšší zatížení ani teploty, které vznikají během řezného procesu. [4]

Kluzné vlastnosti se dají také posoudit podle drsnosti povlaku. Pro jejich zjištění se používají drsnoměry. U drsnoměrů je snímán profil povrchu měřícím hrotem, který se pohybuje po dané délce povrchu. [4]

1.6.6 Drsnost

Drsnost je definována jako souhrn nerovností povrchu s relativně malou vzdáleností, které vznikají při výrobě nebo jejím vlivem. Výsledná drsnost PVD vrstev je ovlivněna kvalitou opracování nástroje a povlakem. Vady povrchu se při měření neuvažují.

Zdrojem zvýšené drsnosti vrstev jsou mikročástice, které vznikají během procesu povlakování. Drsnost povlaku zapříčiňuje zvýšení tepelného a mechanického namáhání břitů. Výrobci se tento jev snaží eliminovat úpravou technologie povlakování nebo dodatečnou úpravou nástrojů po povlakování. Měření se převážně provádí na vyleštěných substrátech s drsností povrchu $R_a 0,01 - 0,02 \mu\text{m}$. [10]

2 MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ POVLAKŮ

Měřením mechanických vlastností povlaků se zjišťují veličiny, které vyjadřují deformační chování materiálu a podmínky porušení vzorků za působení vnějších sil. Výsledky těchto zkoušek slouží jako podklad pro dimenzování součástí. Tyto zkoušky poskytují nejdůležitější hodnoty pro použití materiálu v konstrukci technologických zařízení, které musí odolávat při zatížení vnějšími silami. Jedná se převážně o destruktivní zkoušky, při nichž se zkoušený vzorek namáhá až do porušení.

2.1 Zkoušky mikrotvrdomosti

Principy zkoušek mikrotvrdomosti se příliš neliší od měření makrotvrdomosti, ale užívá se nižších hodnot zatížení. Mikrotvrdomost je měřena převážně na metalografických výbrusech a to především z důvodů vysokých nároků kladených na úpravu povrchu. Povrch vzorku není obvykle vhodné upravovat mechanickým leštěním, které způsobuje deformační zpevnění povrchové vrstvy kovu. K úpravě povrchu je proto vhodné užít elektrolytické a chemické leštění. Měření mikrotvrdomosti lze užít například pro zjišťování tvrdosti povrchových vrstev. Běžnými způsoby měření makrotvrdomosti totiž nelze měřit tvrdost (povrchových vrstev apod.) tak, aby výsledek zkoušky nebyl ovlivněn tvrdostí základního materiálu. Oblast užití, ale také zahrnuje například: měření malých nebo tenkých součástí, měření tvrdosti strukturních složek fází, hodnocení svarových spojů.

Pro určování mikrotvrdomosti nelze použít obvyklé tvrdoměry, protože vyžaduje mnohem větší přesnost při zatěžování a při proměřování vtisku. Nejpřesnější je přímé zatěžování závažím nebo přesné cejchování pružinkou. Pro poměřování vtisku se používá přesná optika. [14]

Pro zkoušky mikrotvrdomosti jsou použitelné pouze vnikací metody s diamantovým indenterem. V praxi se používá zkouška podle Vickerse, Berkovich nebo Knoop.[14]

Jedna z nejpřesnějších konstrukcí je u nás používaný Hanemannův mikrotvrdoměr. Indentor je zde Vickersův jehlan, který je usazen přímo do speciálního objektivu, který je vložen místo normálního objektivu do metalografického mikroskopu. Objektiv je zavěšen na pružných membránách, které umožňují pohyb ve směru optické osy. Prohnutí membránových pružin, kterému odpovídá zatížení působící na diamant, se měří na obrazu zatěžovací stupnice uvnitř objektivu. Po odlehčení a zaostření na strukturu se pomocí měřicího okuláru změří vytvořený vtisk. [14]

Odpovídající mikrotvrдость se vypočítá dle vztahu:

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

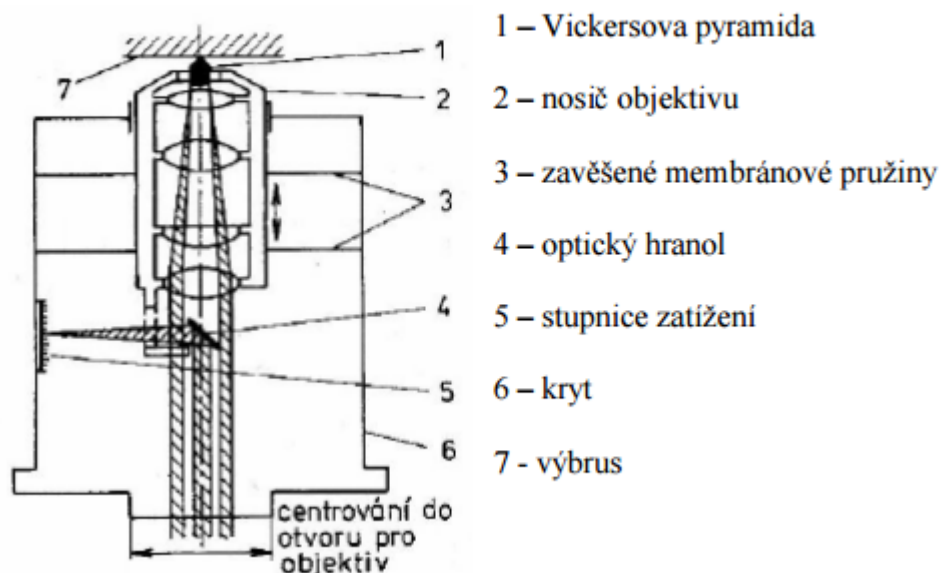
Kde:

HV - Tvrđost podle Vickerse

F [N] - Zatěžující síla

u [mm] - Průměrná hodnota úhlopříčky

Podle použitého zatížení se mikrotvrđost značí např. HV 0,05 (0,49 N – 50g). [14]



Obr. 17. Schéma Hanemannova mikrotvrđoměru [14]

2.1.1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Tato metoda se používá pro měření měkkých i tvrdých materiálů a pro svou přesnost a citlivost je využívána v laboratořích. Zkouška je dána předpisem normy „ČSN EN ISO 6507“. [15]

Princip Vickersovy metody spočívá ve vtlačování pravidelného čtyřbokého diamantového jehlanu s vrcholovým úhlem 136° a čtvercovou základnou do zkoušeného tělesa působením síly F, která směřuje kolmo k povrchu tělesa po stanovenou dobu t a změřením úhlopříček vtisku d po odlehčení zatížení. Tvrđost podle Vickerse je definována jako poměr působícího zatížení F k ploše vtisku indentoru. [15]

2.1.2 Metoda měření DSI

Snaha o zjištění mechanických vlastností tenkých vrstev byla jedním z hlavních důvodů k tomu, aby vznikla nová indexační metoda. Běžné zkoušky mikrotvrlosti a hlavně přístroje nebyly schopny vytvořit tak malé zatížení, aby při samotné indentaci nebyl ovlivněn substrát, na kterém byla nanesena vrstva povlaku. Požadavkem bylo, aby celková hloubka vtisku byla rovna 10% z celkové hloubky vrstvy. Pokud se vytvořil vtisk dle daného požadavku, nebylo možné jeho rozměry v klasickém tj. optickém mikroskopu přesně změřit. Rozměry vtisku se musely proměřit elektronovým mikroskopem, což práci prodlužovalo a znesnadňovalo, určování mikrotvrlosti resp. ultramikrotvrlosti se stávalo nepohodlným. [18]

Metoda DSI (Depth Sensing Indentation) pro niž byl zvolen český ekvivalent Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti má své počátky v sedmdesátých letech 20 století (Bulychev a Alekin). Zásadní vylepšení metodologie, analýzy a shromáždění dat provedli až Oliver a Pharr na počátku let osmdesátých. Principem metody je, že měřicí přístroj detekuje současně okamžitou změnu hloubky průniku indentoru do zkoumaného materiálu v závislosti na plynulém nárůstu/poklesu zatížení v průběhu celého zatěžovacího a odlehčovacího procesu. Grafickým zpracováním dat vzniká charakteristická indentační křivka zatížení-hloubka vtisku. Díky možnosti napojení měřicího přístroje na PC jsou průběhy zkoušek ihned zaznamenány současně s vyhodnocením některých materiálových parametrů. [18]

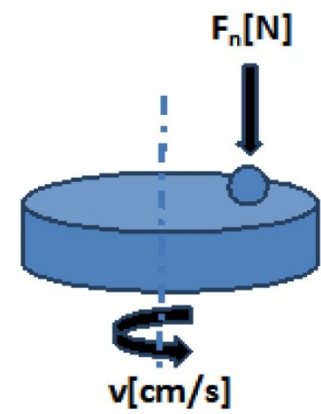
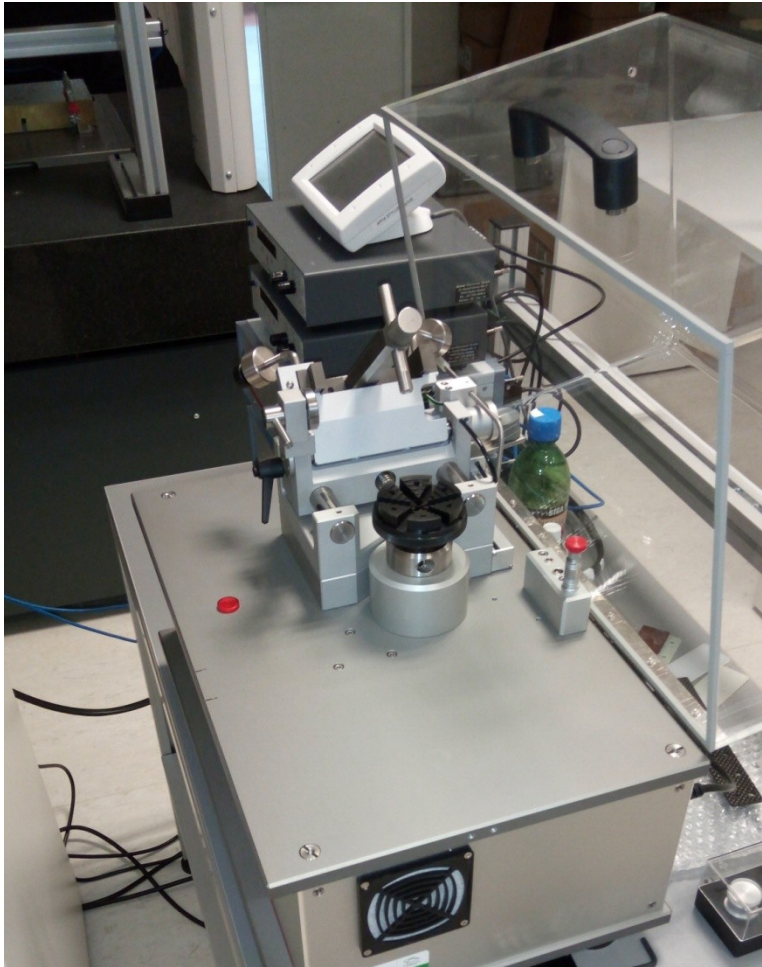
2.2 Metoda „PIN-on-DISC“

Zařízení, které se využívá pro provádění testů metodou „PIN-on-DISC“ se nazývá tribometr, který 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“ tělíčko (v našem případě kulička). Součástí, která rozhodně nesmí chybět, se nazývá třecí snímač. Koeficient tření mezi zkušebním vzorkem a diskem je určován během testu měřením odchylky elastického ramene. Zkušební vzorek se vkládá do speciálního sklíčidla, které se otáčí námi zvolenou rychlostí v rozmezí od 10 do 500 otáček za minutu. Rameno je možné zatěžovat silou 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.
- Zatěžující síla.
- Počet cyklů eventuelně doba trvání testu.
- Okolní prostředí (vlhkost, teplota) a přítomnost mazací látky.
- Teplota povrchu vzorku.
- Relativní rychlost pohybu mezi kuličkou a vzorkem.

Při tomto experimentu je pravděpodobně tribologický systém nejvíce ovlivněn „PIN“ tělískem. Než je samotný experiment započat, tak 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 vypočítací 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 mikrotvrdost vyšší než „PIN“ tělísko Al_2O_3 eventuelně Si_3N_4). Tento faktor může ovlivnit charakter prováděného testu. Při hodnotách opotřebení „PIN“ tělíska cca $400\mu m$ poklesne tlak působící na vzorek až stonásobně. Tento tlak pak není ve většině případů dostačující k proboření tenké vrstvy. [19]

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. [19]



Obr. 18. Schéma tribometru „PIN-on-DISC“ [16]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce bylo měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PVD technologií. Jedná se tedy o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky a to TiN povlak a TiAlN povlak. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrlosti na přístroji MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments a měření tribologických vlastností proběhlo na tribometru od firmy CSM Instruments (Anton Paar) metodou „PIN-on-DISC“.

Praktická část je věnována následujícím úkolům:

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

4 PŘÍPRAVA VZORKŮ A POUŽITÉ PŘÍSTROJE

Jednotlivé vzorky byly nařezány a následně tepelně zpracovány. Vzorky byly kaleny a následně popouštěny. Po tepelné úpravě proběhlo nanesení povlaku PVD technologií.

4.1 Použité typy materiálů a povlaků

Jako základní materiál byla použita nástrojová ocel 1.2343 (ČSN 419552).

Jedná se o chrom - molybden - křemík - vanadovou ocel ke kalení v oleji a na vzduchu s velmi dobrou prokalitelností, vysokou pevností za tepla a odolností proti popouštění. Má velmi dobrou houževnatost a plastické vlastnosti při normálních i zvýšených teplotách. Dále ocel vykazuje velmi dobrou odolnost proti vzniku trhlin za tepla a má malou citlivost na prudké změny teploty. Ocel je vhodná pro tepelné zpracování a díky malé citlivosti na změnu teploty je vhodná na nástroje chlazené vodou. Její pevnost dosahuje až 1800 MPa. Je dobře tvárná za tepla a dobře obrobitelná ve stavu žíhaném na měkko. [18]

Využití oceli 1.2343 (ČSN 419552)

Tato nástrojová ocel je vhodná pro formy na pevné a pohyblivé díly jádra a jiné části forem pro tlakové lití slitin hliníku a velké série odlitků slitin zinku a hořčíku. Nástroje pro tvářeni za tepla tj. velmi namáhané malé a středně velké zápustky a vložky zápustek. Matrice, trny, čelisti a razníky zejména s vysokou pevností až 1800 MPa chlazené vodou. Velmi namáhané průtlačníky a jiné pomocné nástroje pro protlačování neželezných kovů za tepla, průtlačnice na hliník a jeho slitiny. Nástroje pro stříhání za tepla, např. malé a středně velké nože nůžek, ostříhovací matrice, prostříhovací trny a vstřikovací formy na polymery.

Tato ocel byla před nanesením povlaků kalena a popouštěna. [18]

Jako zkušební povlaky byly vybrány TiAlN a TiN jejichž stručné charakteristiky jsou uvedeny v kapitole 1.5.1.

Použité vzorky:

- Ocel ČSN 419552 kalena a popouštěna
- Ocel ČSN 419552 kalena a popouštěna, povlak nanesen technologií PVD povlakem TiN
- Ocel ČSN 419552 kalena a popouštěna, povlak nanesen technologií PVD povlakem TiAlN

Povlak TiN

Základní materiál: nástrojová ocel 1.2343 (ČSN 419552)

Povlak: TiN

Tloušťka povlaku: 3 μm



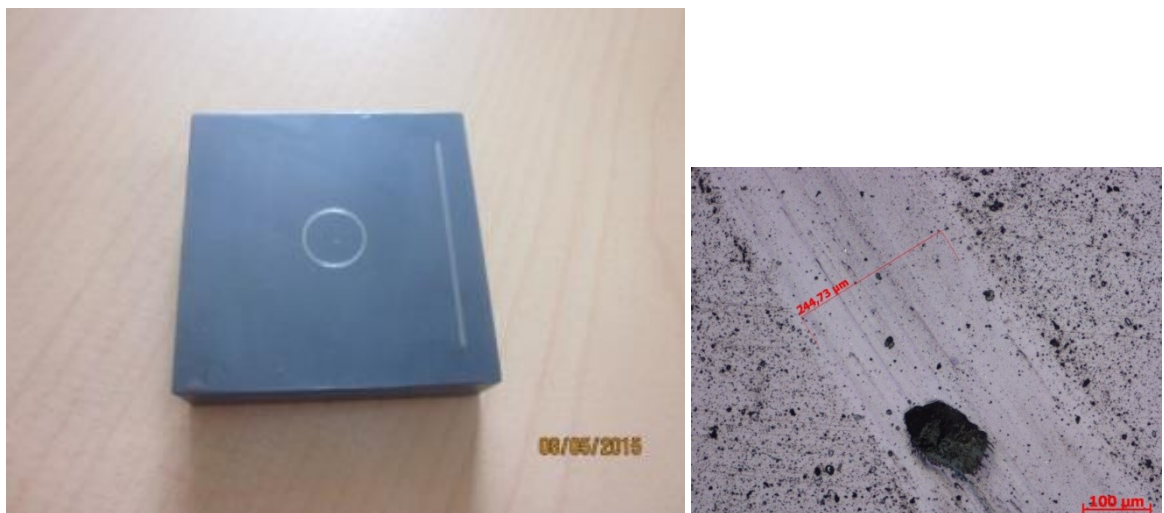
Obr. 19. Fotka vzorku s naneseným TiN povlakem

Povlak TiAlN

Základní materiál: nástrojová ocel 1.2343 (ČSN 419552)

Povlak: TiAlN

Tloušťka povlaku: 1,5 μm



Obr. 20. Fotka vzorku s naneseným TiAlN povlakem

4.2 Zkušební stroje

4.2.1 Měření metodou „PIN-on-DISC“

Při zkoušení povlaků byla prováděna metoda „PIN-on-DISC“, která byla realizována na zařízení Tribometr PIN-on-DISC (TRB) od firmy Anton Paar.



Obr. 21. Tribometr od firmy Anton Paar

Technické specifikace tribometru:

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

Maximální torze: 450 N.m

Třecí síla: až 10 N (volitelné 20 N)

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

Maximální tloušťka disku: až 15 mm

Lineární délka zdvihu modulu: až 60 mm

Lineární rychlost modulu: až 100 mm/s

Materiály kuliček: ocel 1.2067 (ČSN 14 109), ocel 1.4125 (440C), karbid wolframu, oxid hlinitý, nitrid křemičitý, 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 $n = 100$ až $20\,000$ cyklů
- Dráha testu $s =$ až 516 m
- „PIN“=kulička z alumina (Al_2O_3)

Míra opotřebení se vyhodnocovala s tzv. koeficientu opotřebení, který získáme ze vzorce:

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

V [mm^3] - Opotřebený objem

L [N] - Zatížení F_n

S [m] - Dráha testu

4.2.2 Měření tvrdosti metodou DSI

Instrumentovaná zkouška tvrdosti byla provedena na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments podle normy ČSN EN ISO 14577.

Parametry zkoušky:

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

Při této zkoušce byl použit indentor ve tvaru čtyřbokého diamantového jehlanu s vrcholovým úhlem 136° (Vickersův indentor). Měření bylo provedeno metodou DSI (Depth Sensing Indentation) a následné vyhodnocení nanomechanických vlastností bylo provedeno metodou Oliver & Pharr.

Měřením byly stanoveny tyto parametry:

H_{IT} – vtisková tvrdost (MPa)

HV_{IT} – tvrdost podle Vickerse

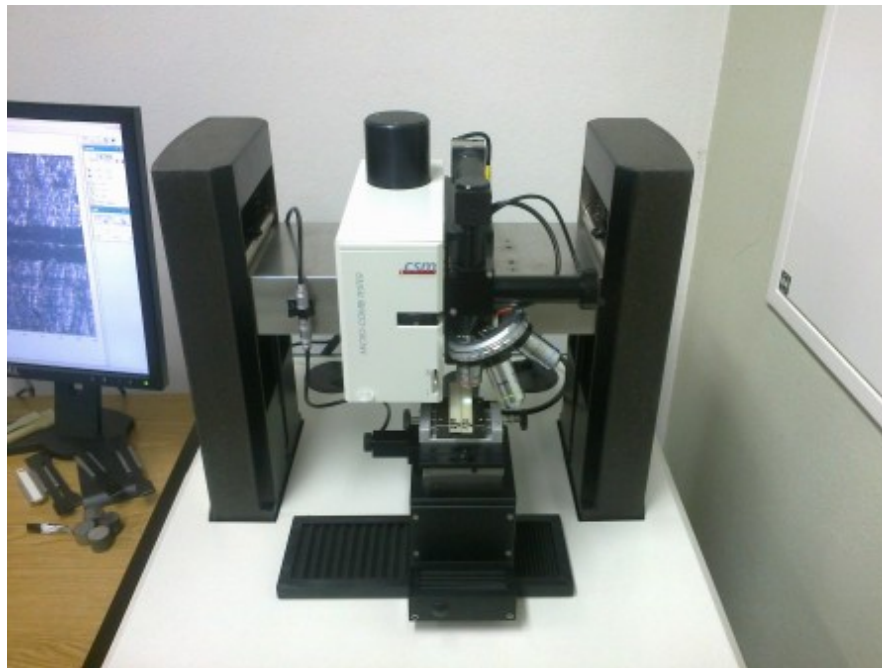
E_{IT} – vtiskový modul pružnosti (GPa)

C_{IT} – vtiskové tečení (%)

W_e – elastická deformační práce (pJ)

W_{pl} – plastická deformační práce (pJ)

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



Obr. 22. Nanotvrdoměr od firmy CSM Instruments

4.3 Úprava měřeného povrchu

4.3.1 Řezání vzorků

Zkušební vzorky byly řezány na velikost (50x50) mm na pile ISOMET 4000, kde byly nastaveny otáčky řezného kotouče 1900 ot/min.



Obr. 23. Pila ISOMET 4000 [20]

4.3.2 Úprava povrchu vzorků

Povrch byl upraven leštěním na zrcadlový lesk. Leštění probíhalo na leštícím stroji ECOMET 250, kde byly připravené zkušební vzorky přitlačeny na různá leštící plátna silou 30N. Plátna byla střídána podle velikosti zrn od největších po nejmenší. Otáčky hlavy leštícího stroje byly nastaveny na 40 ot/min. Otáčky plátna leštícího stroje byly nastaveny na 100 ot/min. Na finální část byla použita diamantová leštící pasta CAMEO o velikosti zrn 9 μm .



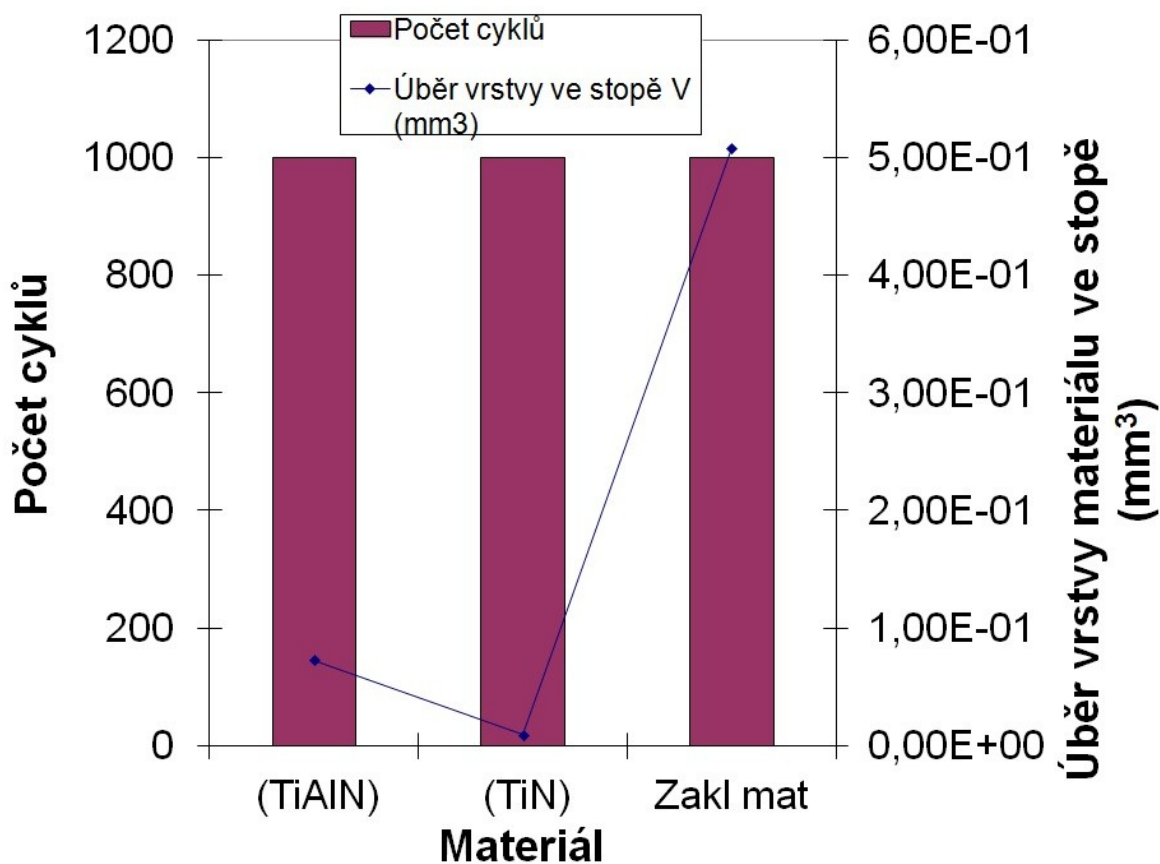
Obr. 24. Leštící stroj ECOMET 250 [21]

5 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

5.1 Výsledky měření tribologických vlastností povrchu vzorku

Měření proběhlo na tribometru metodou „PIN-on-DISC“. Ze získaných výsledků měření byly vyhodnoceny výsledky úběru materiálu ve stopě V a koeficient opotřebení W v závislosti na celkovém počtu cyklů.

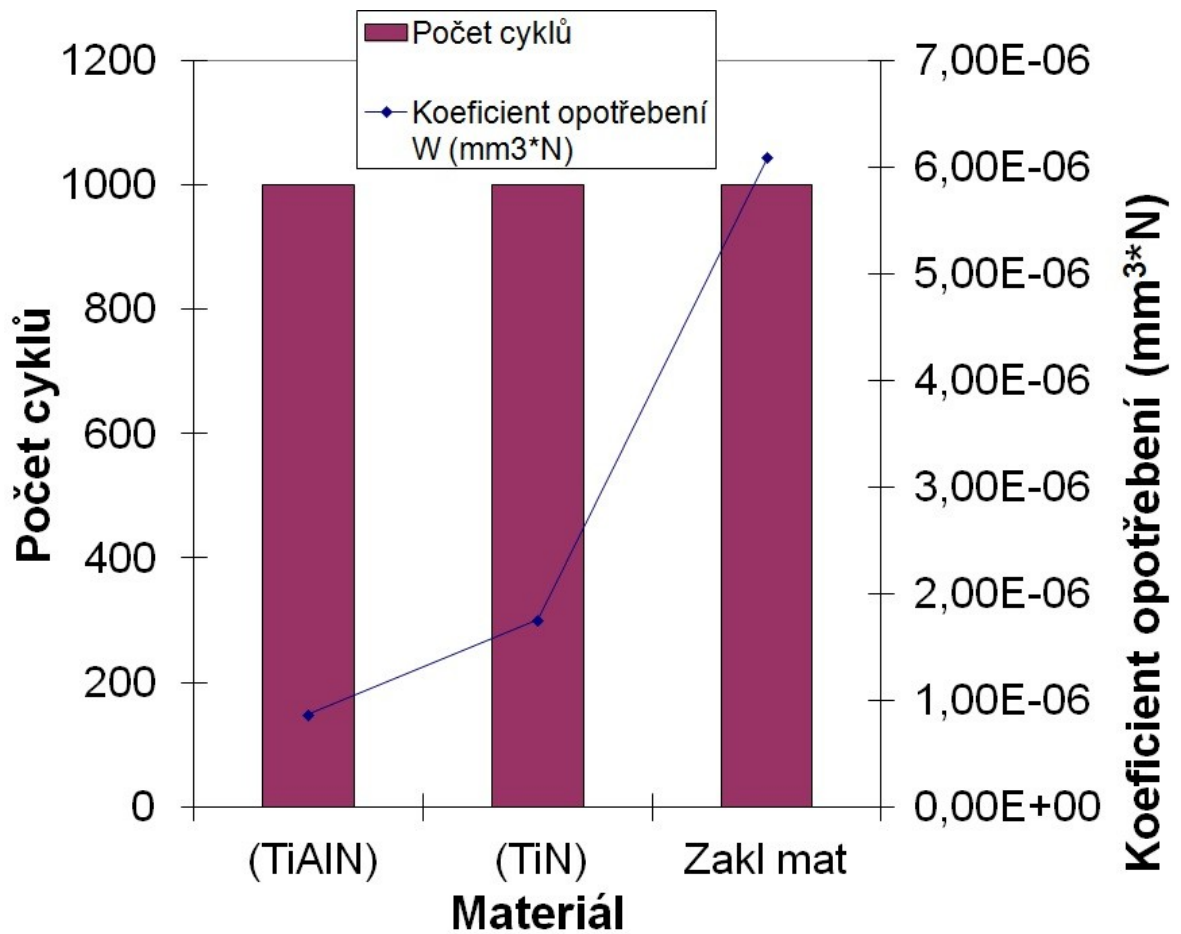
5.1.1 Úběr vrstvy materiálu ve stopě V



Obr. 25. Úběr vrstvy materiálu ve stopě V (mm³)

Při měření opotřebení testovaných zkušebních vzorků bylo zjištěno, že nejvyšší úběr vrstvy ve stopě V byl naměřen u základního materiálu oceli ČSN 419552, kde hodnota V dosahuje 0,51 mm³, kdežto nejmenší úběr vrstvy ve stopě V byl zjištěn u povlaku TiN, kde hodnota V dosahuje pouhých 0,0093 mm³.

5.1.2 Koeficient opotřebení



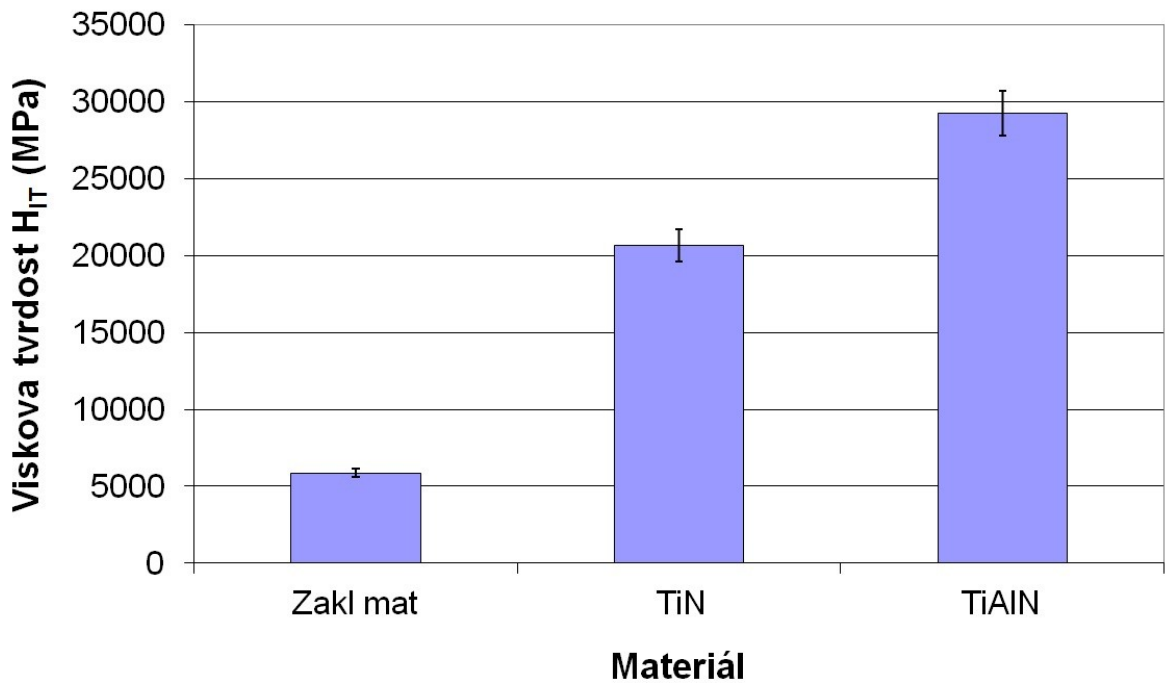
Obr. 26. Koefficient opotřebení W ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)

Při měření koeficientu opotřebení W testovaných vzorků bylo zjištěno, že největší koeficient opotřebení W byl naměřen u základního materiálu ČSN 419552, kde hodnota W dosahuje $6,09 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$, zatímco nejmenší koeficient opotřebení byl naměřen u povlaku TiAlN, kde hodnota W dosahuje $8,7 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N.m}$.

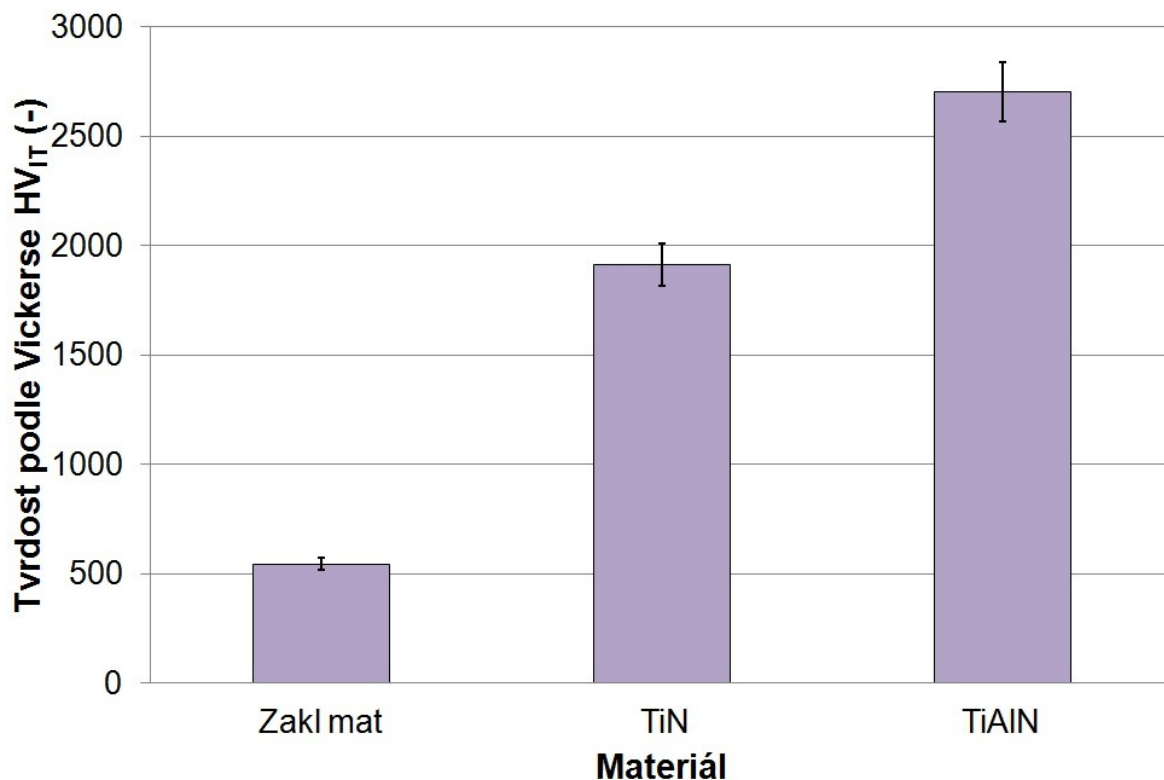
5.2 Výsledky měření mikromechanických vlastností povrchu vzoru

Měření proběhlo metodou DSI, kde se měřily mikromechanické vlastnosti povrchu vzorků. Ze získaných 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



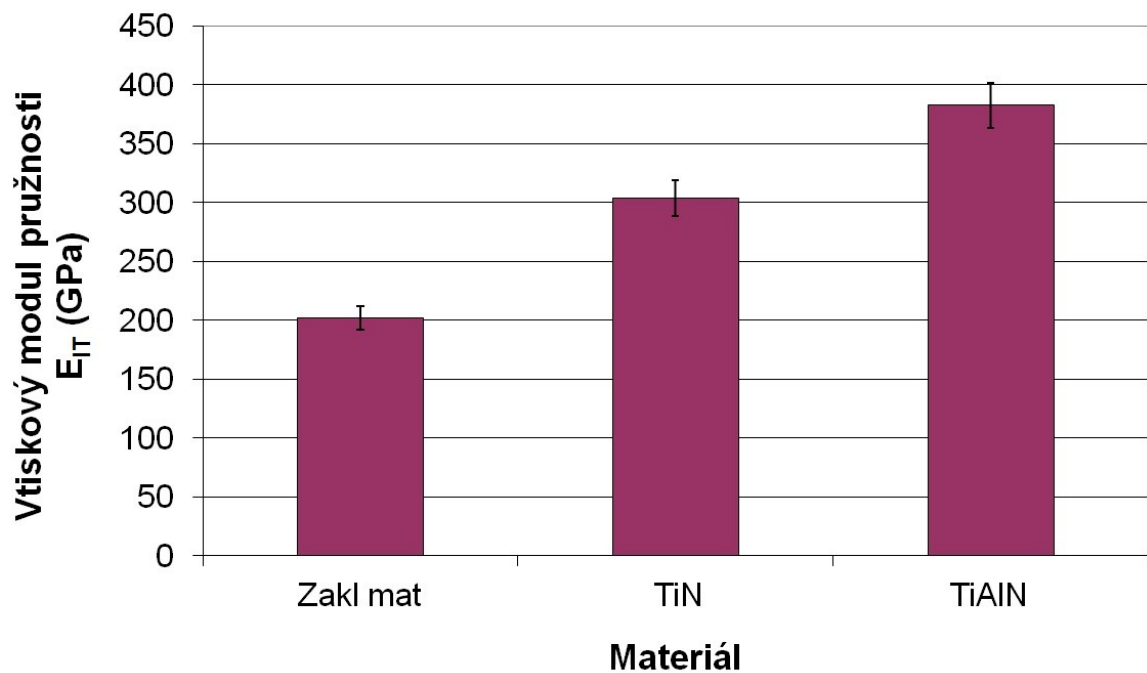
Obr. 27. Vtisková tvrdost H_{IT} (MPa)



Obr. 28. Tvrdość podle Vickerse HV_{IT} (-)

Při měření tvrdości podle Vickerse HV_{IT} a vtiskové tvrdości H_{IT} zkušebních vzorků bylo zjištěno, že nejvyšších hodnot tvrdości dosahuje povlak TiAlN, jehož hodnota vtiskové tvrdości je 29211,32 MPa a hodnota tvrdości podle Vickerse je HV 2705,3, zatímco nejmenších naměřených hodnot tvrdości dosahuje základní materiál ČSN 419552, jehož hodnota vtiskové tvrdości je 5874,79 MPa a tvrdość podle Vickerse je HV 544,07.

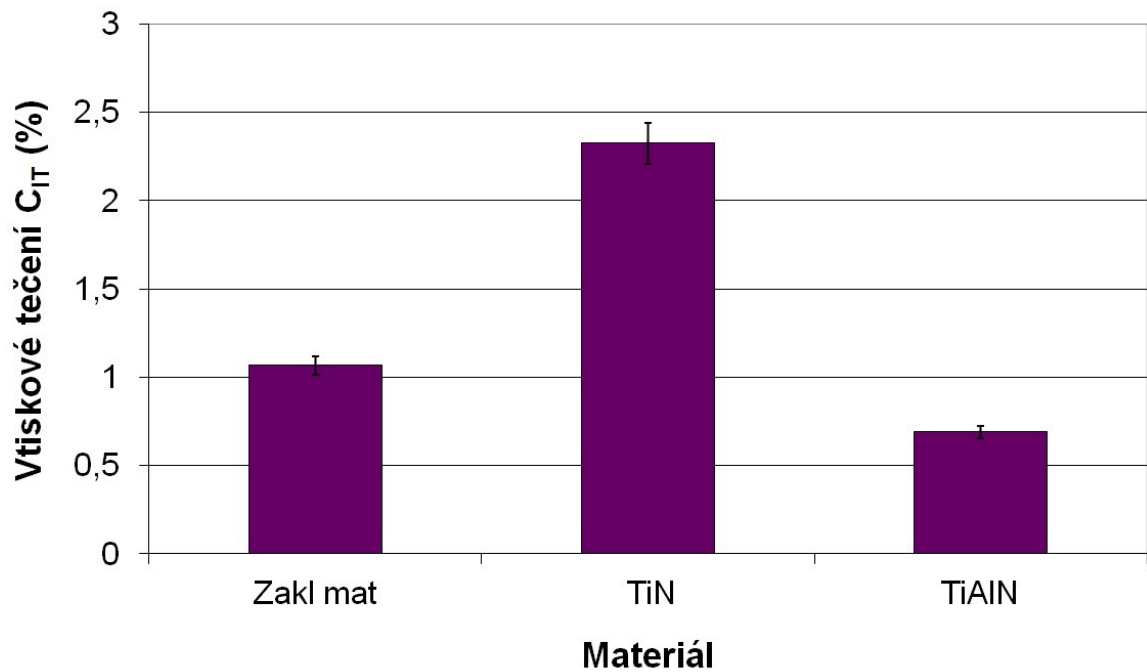
5.2.2 Vtiskový modul pružnosti



Obr. 29. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} (GPa)

Při měření vtiskového modulu pružnosti E_{IT} zkušebních vzorků bylo zjištěno, že nejvyšší vtiskový modul pružnosti byl naměřen u povlaku TiAlN, jehož hodnota je 382,75 GPa, zatímco nejnižší hodnota vtiskového modulu pružnosti byla naměřena u základního materiálu ČSN 419552, jehož hodnota je 202,22 GPa.

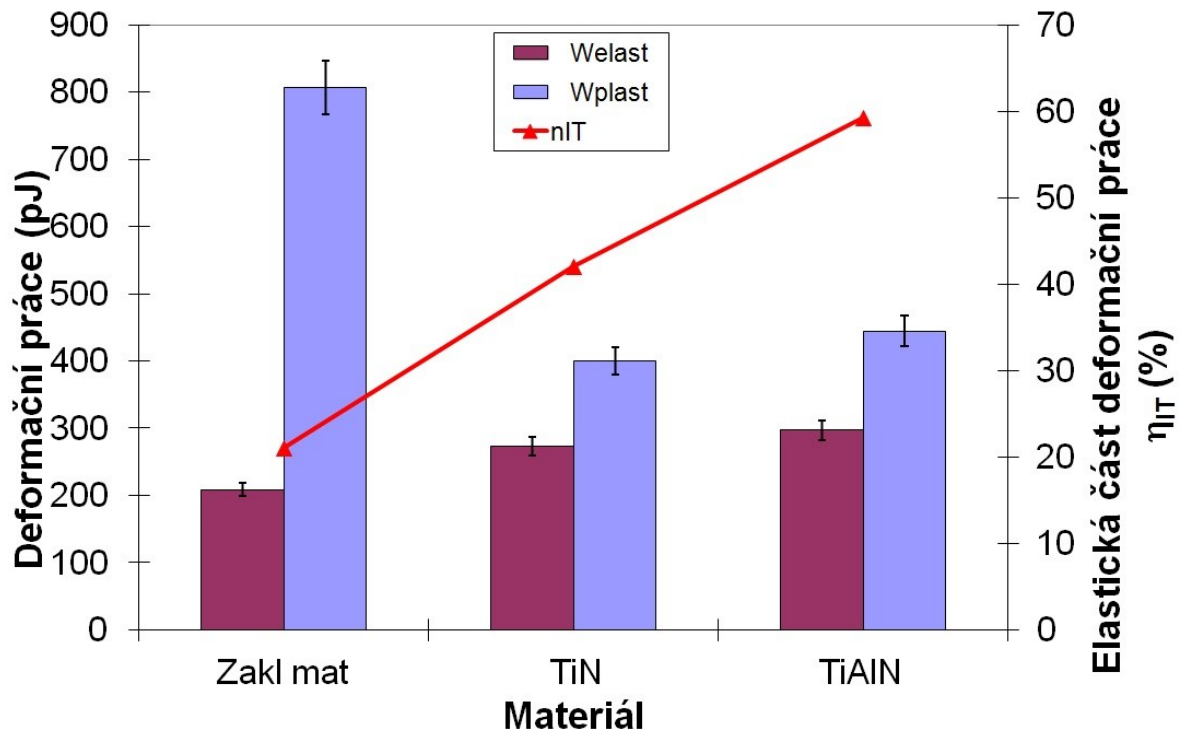
5.2.3 Vtiskové tečení



Obr. 30. Vtiskové tečení C_{IT} (%)

Při měření vtiskového tečení C_{IT} zkušebních vzorků bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty vtiskového tečení dosahuje povlak TiN, který dosáhl hodnoty 2,32 %, kdežto nejnižší hodnoty vtiskového tečení dosáhl povlak TiAlN, jehož hodnota je 0,69 %.

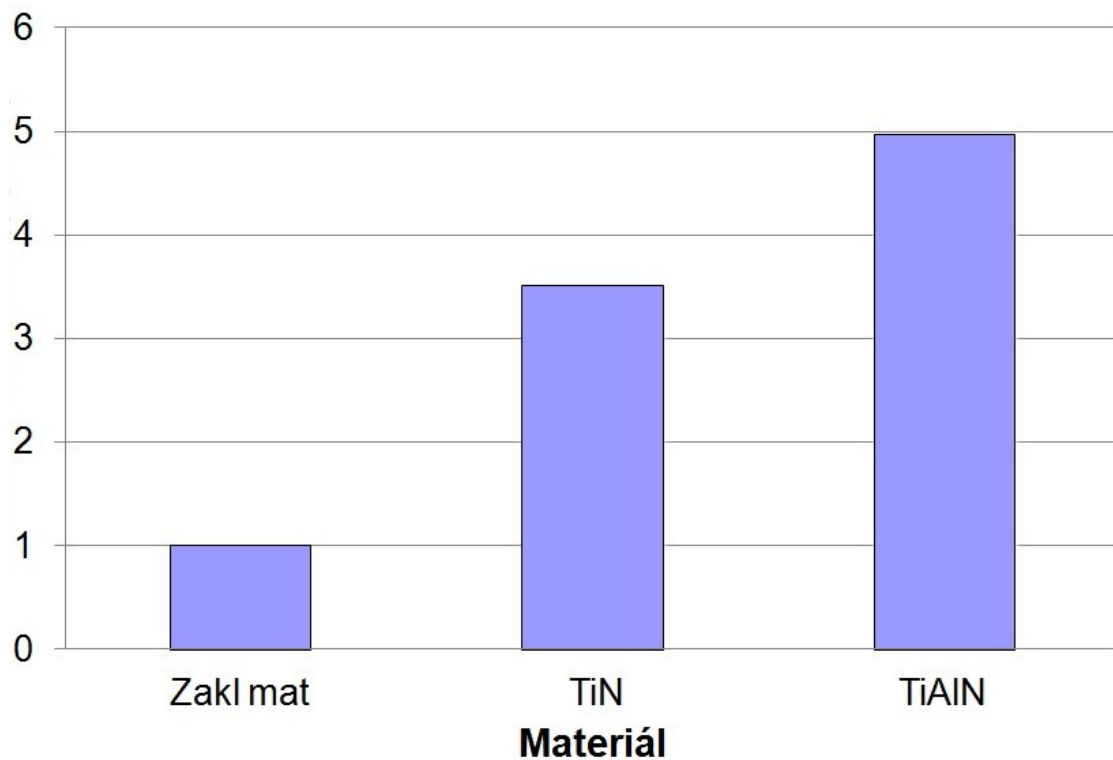
5.2.4 Deformační práce

Obr. 31. Deformační práce η_{IT} (%)

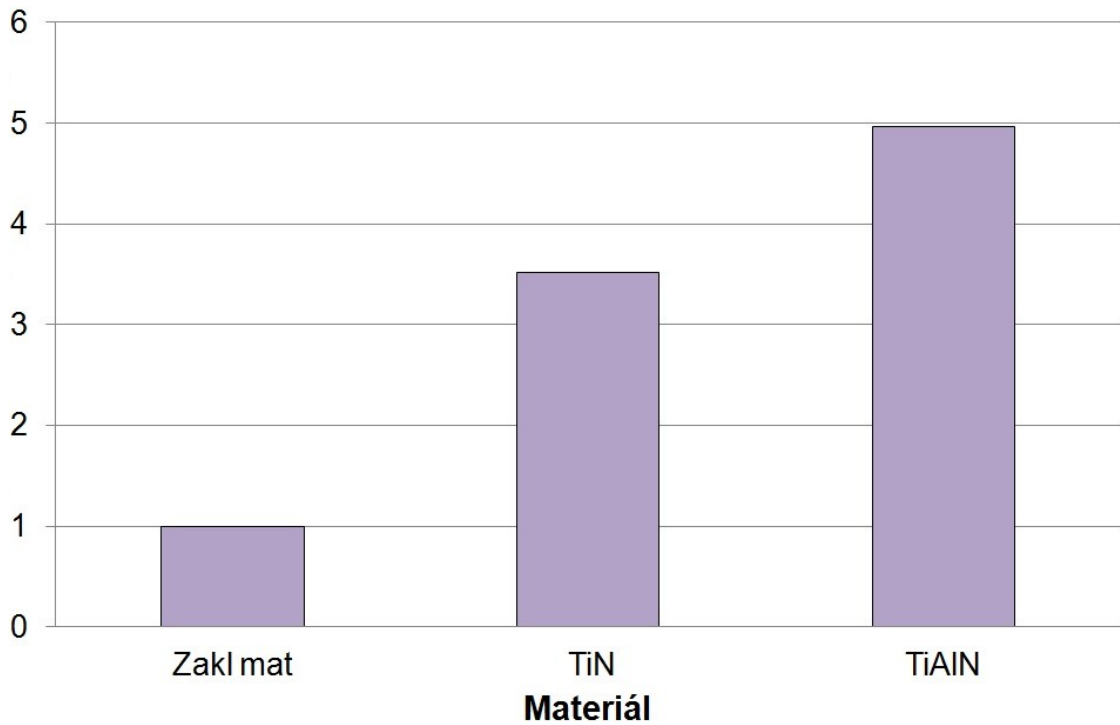
Při měření elastické deformační práce W_{elast} zkušebních vzorků bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty elastické deformační práce dosáhl povlak TiAlN, jehož hodnota je 296,88 pJ a dále má také nejvyšší hodnotu elastické části deformační práce η_{IT} , jejíž hodnota je 59,32 %. Nejnižší hodnoty elastické deformační práce dosáhl základní materiál ČSN 419552, který dosáhl hodnoty 208,86 pJ, který má také nejnižší hodnotu elastické složky deformační práce, která je rovna 21,07 %, ale co se týká plastické deformační práce W_{plast} , tak základní materiál ČSN 419552 dosahuje nejvyšší hodnoty 806,81 pJ, kdežto povlak TiN dosahuje nejnižší hodnoty 272,82 %.

6 DISKUSE VÝSLEDKŮ

Bakalářská práce řeší problematiku měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PVD technologií. Jedná se o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky TiN a TiAlN. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrlosti na přístroji MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments a měření 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.

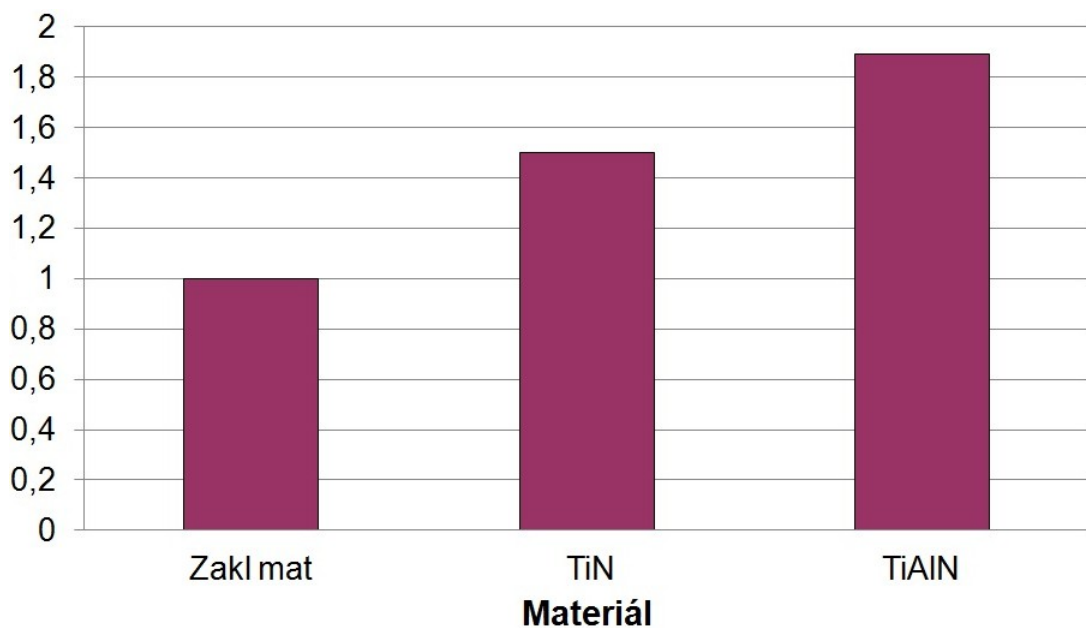


Obr. 32. Porovnání vtiskové tvrdosti H_{IT}



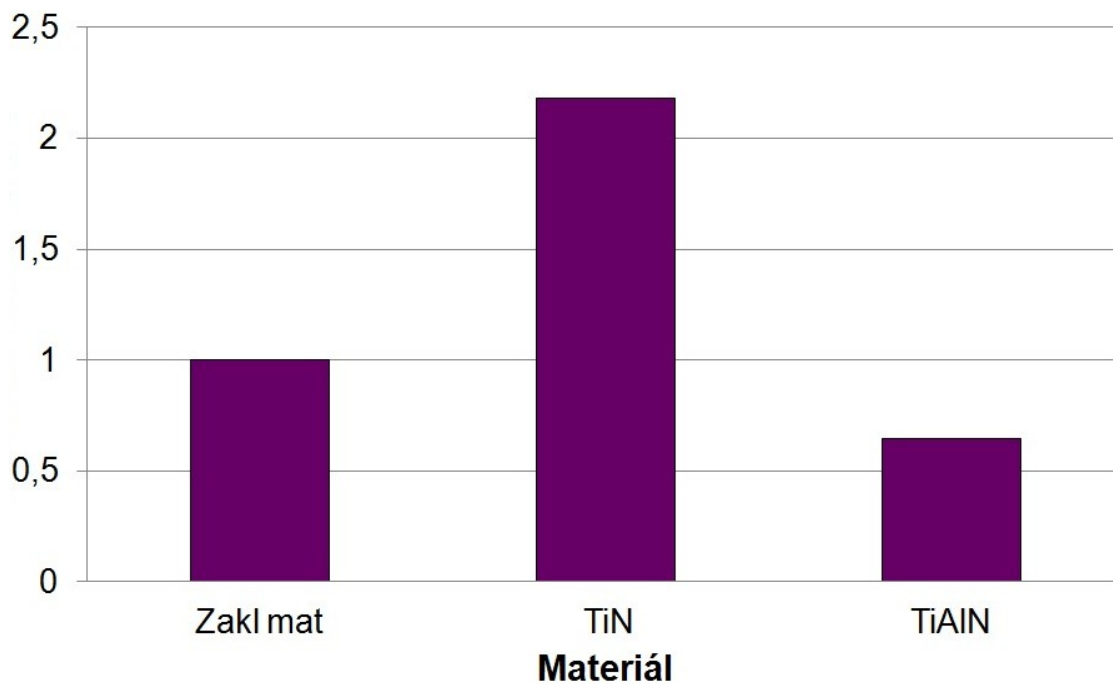
Obr. 33. Porovnání tvrdosti podle Vickerse HV_{IT}

Z výsledků měření mechanických vlastností vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti a tvrdosti podle Vickerse bylo dosaženo u povlaku TiAlN. Povlak TiN vykazoval menší hodnotu vtiskové tvrdosti v porovnání s povlakem TiAlN. Nárůst hodnoty vtiskové tvrdosti v porovnání se základním materiálem byl téměř pětinasobný.



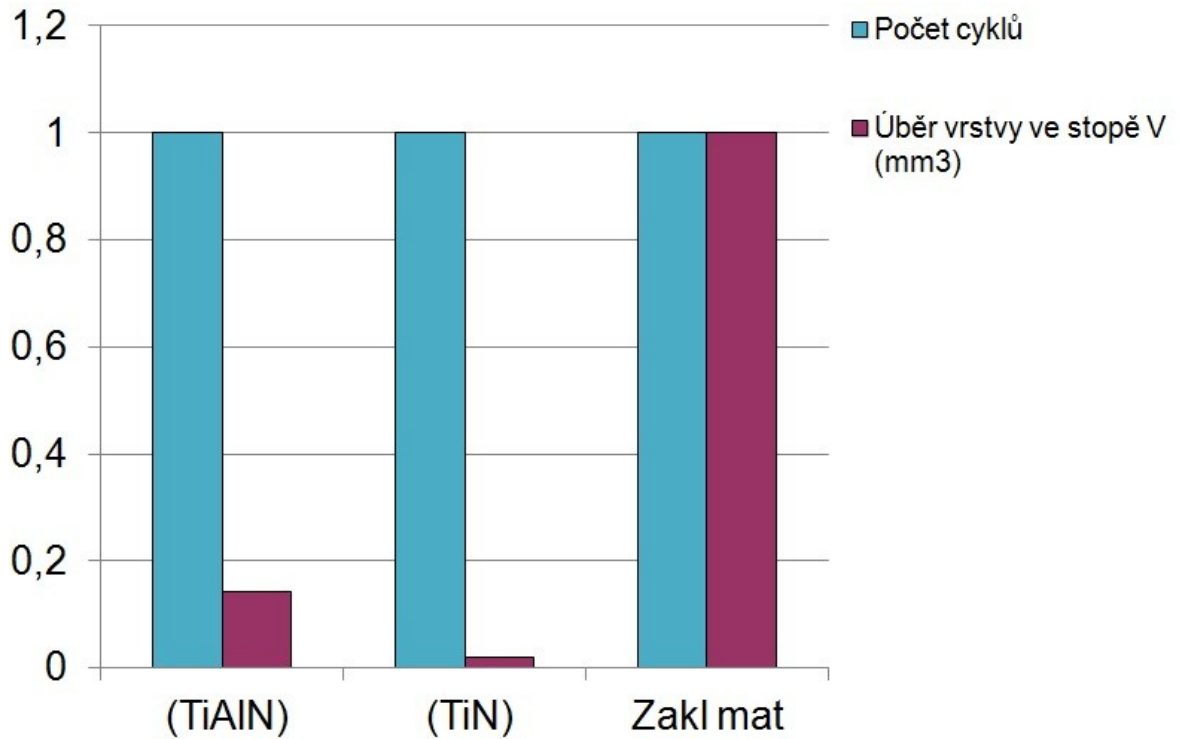
Obr. 34. Porovnání vtiskového modulu pružnosti E_{IT}

Z výsledků měření vtiskového modulu pružnosti, který reprezentuje tuhost testované povrchové vrstvy vyplynulo, že nejvyšší hodnota tuhosti byla naměřena u povlaku TiAlN, zatímco nejmenší hodnota tuhosti byla naměřena u základního materiálu. Nárůst hodnoty tuhosti u testovaných povlaků byl v porovnání se základním materiálem téměř dvojnásobný v případě povlaku TiAlN a v případě povlaku TiN byl nárůst přibližně o 50 %.



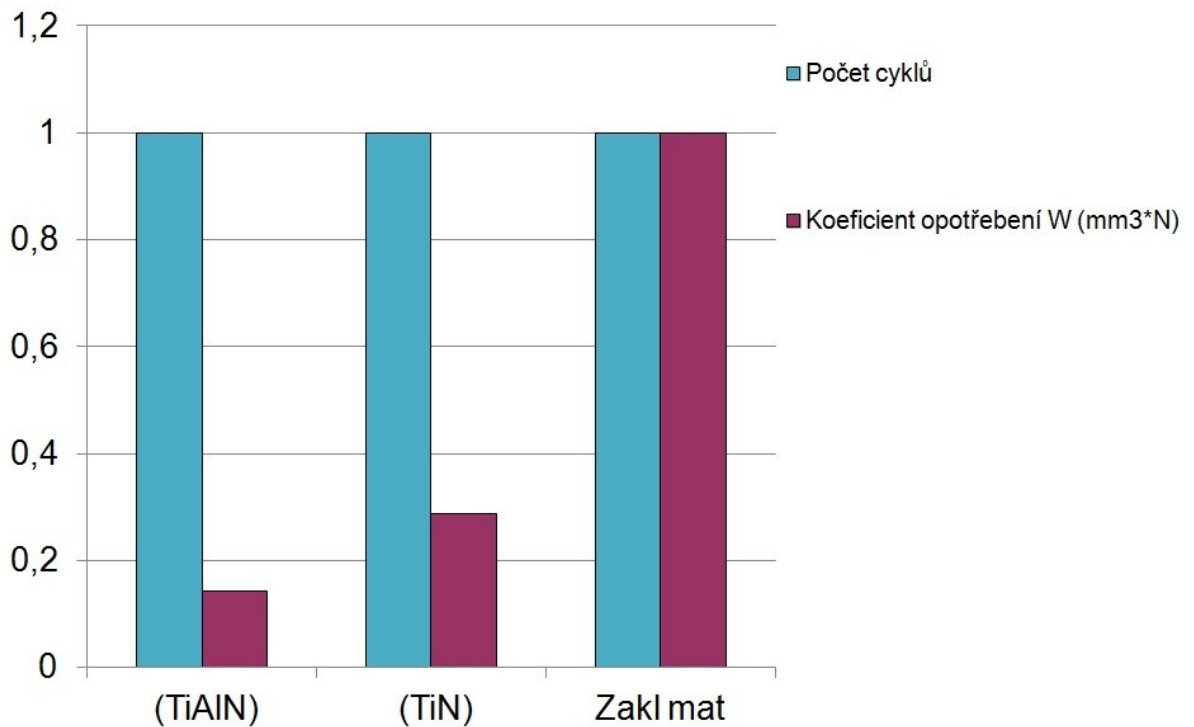
Obr. 35. Porovnání vtiskového tečení C_{IT}

Z výsledků měření vtiskového tečení vyplývá, že nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla dosažena u povlaku TiN, v případě tohoto povlaku se jedná o dvojnásobný nárůst oproti základnímu materiálu ČSN 419552. Naopak nejnižší hodnota byla naměřena u povlaku TiAlN v případě tohoto povlaku se jedná téměř o dvojnásobný pokles oproti základnímu materiálu ČSN 419552.



Obr. 36. Porovnání úběru vrstvy materiálu ve stopě V

Z výsledků měření úběru materiálu ve stopě vyplývá, že nejvyšší hodnota úběru materiálu ve stopě je u základního materiálu ČSN 419552, který má mnohonásobně vyšší hodnotu než povlak TiN a více než pětinasobně vyšší hodnotu než povlak TiAlN.



Obr. 37. Porovnání koeficientu opotřebení W

Z výsledků měření koeficientu opotřebení vyplývá, že nejvyšší koeficient opotřebení byl naměřen u základního materiálu ČSN 419552, který má více než čtyřnásobně vyšší hodnotu než povlak TiN a více než pětinašobně vyšší hodnotu než povlak TiAlN.

ZÁVĚR

Bakalářská se zabývá problematikou měření mechanických vlastností povlaků vytvořených PVD technologií. Jedná se o porovnání mechanických vlastností základního materiálu oceli ČSN 419552, na který byly nanесeny dva povlaky TiN a TiAlN. Měření mechanických vlastností povrchové vrstvy byly měřeny instrumentovanou zkouškou mikrotvrlosti 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 TiN a TiAlN technologií PVD 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 pětikrát tvrdší. Hodnota tuhosti byla u nanесeného povlaku TiAlN naměřena téměř 2x větší, než tomu bylo u základního materiálu oceli ČSN 419552.

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

Nanесené povlaky budou hrát zásadní roli při procesu vstřikování. Povrchové vrstvy forem, na které byly nanесeny testované povlaky, jednoznačně vykazují vyšší odolnost proti opotřebení. Rovněž vyhazování výrobků z forem bude podstatně snadnější, než u běžné formy vyrobené ze základního materiálu oceli ČSN 419552. Pokud 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] KRÁL P. *Testování kvality PVD povlaků na řezných nástrojích* [online]. Zlín, 2014
[cit. 2017-09-01]. Dostupné z: <http://digilib.k.utb.cz/handle/10563/28613>
- [2] MM PRŮMYSLOVÉ SPEKTRUM. *Současnost a trendy povlakování technologií PVD* [online].
[cit. 2017-09-01]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologiei-pvd.html>
- [3] HUMÁR A. *Materiály pro řezné nástroje* [online] Brno, 2006
[cit. 2017-09-01]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf
- [4] DOLEŽALOVÁ P. *Vlastnosti povlaků řezných nástrojů ze slinutého karbidu*, [online]. Brno, 2013
[cit. 2017-09-01]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/handle/11012/26941>
- [5] Tenké vrstvy [online].
[cit. 2017-09-01]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf
- [6] Povlak Eifeler TiN (titán nitrid) [online].
[cit.2017-10-01]. Dostupné z: <http://www.commercservice.sk/tin.html>
- [7] Povlak Eifeler ZrN (zirkonium nitrid) [online].
[cit. 2017-10-01]. Dostupné z: <http://www.commercservice.sk/zrn.html>
- [8] Multivrstvový povlak Eifeler TiCN (titán karbo nitrid) [online].
[cit. 2017-10-01]. Dostupné z: <http://www.commercservice.sk/ticn.html>
- [9] Zkouška tvrdosti podle Vickerse [online].
[cit. 2017-10-01]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrdosti_podle_Vickerse
- [10] MATUŠKA M. *Aplikace PVD povlaků pro frézování* [online]. Brno, 2010
[cit. 2017-10-01]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php

- [11] ZFS FRÉZOVACÍ NÁSTROJE. *Frézy válcověčelní, polohrubozubé, typ HR, povlak TiAlN* [online].
[cit. 2017-06-05]. Dostupné z:
<https://www.zps-fn.cz/frezy-nastrcne/detail/frezy-valcove-celni,-polohrubozube,-typ-hr,-povlak-tialn,-din-1880,-rychlomezna-ocel-hss-co5/>
- [12] DOLEŽAL J. *Metody povlakování řezných nástrojů* [online]. Brno, 2011
[cit. 2017-06-05]. Dostupné z:
https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=39194
- [13] GÜNZEL M. *Metody depozice tenkých vrstev pomocí nízkoteplotního plazmatu* [online]. České Budějovice, 2013
[cit. 2017-06-05]. Dostupné z: http://theses.cz/id/dywyo1/Diplomov_prce.pdf
- [14] ZKOUŠKY TVRDOSTI [online].
[cit. 2017-07-05]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf
- [15] VAŠINKA M. *Měření tvrdosti kovů* [online]. Zlín, 2012
[cit. 2017-07-05]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/46574463-Mereni-tvrlosti-kovu-martin-vasinka.html>
- [16] ANTON PAAR. *Tribometr Pin-on-Disc (TRB)* [online].
[cit. 2017-08-05]. Dostupné z: <http://www.anton-paar.com/cz-cs/produkty/detaily/tribometr-pin-on-disk-trb/>
- [17] Mgr. DUŠEK J. *Tvrlost, mikrotvrlost, nanotvrlost – čisté kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno, 2008
[cit. 2017-08-05].
Dostupné z: https://is.muni.cz/th/40981/prif_d/phd_thesis_dusek.pdf
- [18] JKZ BUČOVICE A.S. *Ocel nástrojová pro práce za tepla* [online].
[cit. 2017-08-05]. Dostupné z: <http://jkz.jb-webshare.com/node/33>
- [19] HÁJEK J. a KŘÍŽ A. *Tribologická analýza „PIN-on-DISC“* [online].
[cit. 2017-08-05]. Dostupné z:
<http://konference.tanger.cz/data/metal2005/sbornik/papers/70.pdf>
- [20] EGUPI MATCHING. *Buehler Isomet 4000 Linear Precision Saw* [online].
[cit. 2017-11-05]. Dostupné z:

http://www.equipmatching.com/used_equipment/4/55/168073.php

[21] AZO MATERIALS. *EcoMet / AutoMet 250 & 300 - Grinder - Polisher / Power Head from Buehler*. [online].

[cit. 2017-11-05]. Dostupné z: <http://www.azom.com/equipment-details.aspx?EquipID=1184>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PVD	Physical Vapour Deposition.
CVD	Chemical Vapour Deposition.
PA-CVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition.
MTCVD	Moderate Temperature Chemical Vapor Deposition.
TiC	Karbid titanu.
TiN	Nitrid titanu.
TiCN	Karbo - nitrid titanu.
Al ₂ O ₃	Oxid hlinitý.
CH ₄	Metan.
TiCl ₄	Chlorid titaničitý.
AlCl ₃	Chlorid hlinitý.
ZrN	Nitrid zirkonia.
TiAlN	Aluminio - nitrid titanu.
Si ₃ N ₄	Nitrid křemičitý.
Ti	Titan.
N	Dusík.
C	Uhlík.
H	Vodík.
Zr	Zirkonium.
Al	Hliník.
O	Kyslík.
Si	Křemík.
Cr	Chrom.
B	Bor.

V	Vanad.
HV	Tvrlost podle Vickerse.
F [N]	Síla vtlačování.
d [mm]	Průměr délky úhlopříček vtisku.
α [°]	Vrcholový úhel indetoru.
Ra [μm]	Drsnost povrchu.
u [mm]	Průměrná hodnota úhlopříčky.
DSI	Depth Sensing Indentation.
ČSN	Česká norma.
EN	Evropská norma.
ISO	Mezinárodní norma.
Fn [N]	Normálové zatížení.
r [mm]	Rádus.
v [cm/s]	Lineární rychlost.
n	Počet cyklů.
s [m]	Dráha testu.
W [$\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$]	Koeficient opotřebení.
V [mm^3]	Opotřeбенý objem.
L [N]	Zatížení Fn.
H _{IT} [MPa]	Vtisková tvrdost.
HV _{IT}	Mikrotvrlost podle Vickerse.
E _{IT} [GPa]	Vtiskový modul pružnosti.
C _{IT} [%]	Vtiskové tečení.
W _{elast} [pJ]	Elastická deformační práce.
W _{plast} [pJ]	Plastická deformační práce.

η_{IT} [%]

Elastická část deformační práce.

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Schéma tvorby povlaků a) PVD metoda b) CVD metoda [1]</i>	12
<i>Obr. 2. Nanášení povlaků v závislosti teploty a tlaku [1]</i>	13
<i>Obr. 3. Přehled technologií PVD napařování [13]</i>	15
<i>Obr. 4. Přehled technologií PVD naprašování [13]</i>	15
<i>Obr. 5. Schéma naprašování [4]</i>	17
<i>Obr. 6. Schéma vakuového napařování [4]</i>	18
<i>Obr. 7. Schéma magnetonového naprašování [5]</i>	19
<i>Obr. 8. Ukázka použití povlaku [6]</i>	21
<i>Obr. 9. Ukázka použití povlaku [7]</i>	21
<i>Obr. 10. Ukázka použití povlaku [8]</i>	22
<i>Obr. 11. Ukázka použití povlaku [11]</i>	23
<i>Obr. 12. Schéma zkoušky podle Vickerse [9]</i>	25
<i>Obr. 13. Scratch test [4]</i>	26
<i>Obr. 14. Porucha povlaku [4]</i>	26
<i>Obr. 15. Princip kalotestu [4]</i>	27
<i>Obr. 16. Schéma metody „PIN-on-DISC [4]</i>	27
<i>Obr. 17. Schéma Hanemannova mikrotvrdoměru [14]</i>	30
<i>Obr. 18. Schéma tribometru „PIN-on-DISC“ [16]</i>	33
<i>Obr. 19. Fotka vzorku s naneseným TiN povlakem</i>	37
<i>Obr. 20. Fotka vzorku s naneseným TiAlN povlakem</i>	37
<i>Obr. 21. Tribometr od firmy Anton Paar</i>	38
<i>Obr. 22. Nanotvrdoměr od firmy CSM Instruments</i>	40
<i>Obr. 23. Pila ISOMET 4000 [20]</i>	41
<i>Obr. 24. Leštící stroj ECOMET 250 [21]</i>	42
<i>Obr. 25. Úběr vrstvy materiálu ve stopě V (mm^3)</i>	43
<i>Obr. 26. Koeficient opotřebení W ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)</i>	44
<i>Obr. 27. Vtisková tvrdost H_{IT} (MPa)</i>	45
<i>Obr. 28. Tvrdost podle Vickerse HV_{IT} (HV)</i>	46
<i>Obr. 29. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} (GPa)</i>	47
<i>Obr. 30. Vtiskové tečení C_{IT} (%)</i>	48
<i>Obr. 31. Deformační práce η_{IT} (%)</i>	49
<i>Obr. 32. Porovnání vtiskové tvrdosti H_{IT}</i>	50

<i>Obr. 33. Porovnání tvrdosti podle Vickerse HV_{IT}.....</i>	51
<i>Obr. 34. Porovnání vtiskového modulu pružnosti E_{IT}.....</i>	51
<i>Obr. 35. Porovnání vtiskového tečení C_{IT}.....</i>	52
<i>Obr. 36. Porovnání úběru vrstvy materiálu ve stopě V</i>	53
<i>Obr. 37. Porovnání koeficientu opotřebení W</i>	53

SEZNAM PŘÍLOH

PI CD ROM obsahuje:

- Bakalářská práce