

Ispitivanje otpornosti na mikro abraziju PACVD prevlaka na alatnom čeliku za topli rad X37CrMoV5-1

Bukovac, Marko

Master's thesis / Diplomski rad

2024

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:745065>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-04-03**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Marko Bukovac

Zagreb, 2024.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Student:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Marko Bukovac

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći se znanjem stečenim tokom studija i navedenom literaturom. Zahvaljujem se mentoru prof. dr. sc. Darku Landeku na mentorstvu i svoj pruženoj pomoći u radu, kao i asistentu mag. ing. mech. Josipu Cerovečkom na pomoći pri provođenju ispitivanja. Također se zahvaljujem svojoj obitelji i svim prijateljima koji su me podržavali tokom ovog studija.

Marko Bukovac



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
Proizvodno inženjerstvo, inženjerstvo materijala, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
mehatronika i robotika, autonomni sustavi i računalna inteligencija

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 - 04 / 24 - 06 / 1	
Ur.broj: 15 - 24 -	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Marko Bukovac** JMBAG: 0035221911

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje otpornosti na mikro abraziju PACVD prevlaka na alatnom čeliku za topli rad X37CrMoV5-1**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing the micro abrasion resistance of PACVD coatings on hot work tool steel X37CrMoV5**

Opis zadatka:

Postupkom PACVD proizvode se površinski slojevi specifičnih svojstava na konstrukcijskim dijelovima i alatima. U radu treba opisati provedbu postupka PACVD i djelovanje utjecajnih parametara postupka na svojstva prevlaka TiN, TiCN i TiBN na visokolegiranim alatnim čelicima za topli rad.

U eksperimentalnom dijelu rada treba provesti ispitivanje prionjivosti PACVD prevlaka TiN, TiN/TiCN i TiN/TiBN prema metodi VDI 3198 i njihove otpornosti na trošenje mikro abrazijom na alatnom čeliku za topli rad X37CrMoV5-1. Mjerenjem oštećenja na prevlakama i analizom istrošenih površina svjetlosnom mikroskopijom, usporediti otpornost na mikroabrazijsko trošenje dvoslojnih u odnosu na jednoslojnu prevlaku. Na temelju rezultata ispitivanja preporučiti optimalnu prevlaku za povišenje otpornosti na abrazijsko trošenje ispitivanog alatnog čelika

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

26. rujna 2024.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Datum predaje rada:

28. studeni 2024.

Predvideni datumi obrane:

5., 6. i 9. prosinca 2024.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Ivica Garašić

SADRŽAJ

POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	V
POPIS OZNAKA	VI
SAŽETAK	VIII
SUMMARY	IX
1. UVOD.....	1
2. ALATNI ČELICI.....	2
2.1. Alatni čelici za topli rad.....	2
2.1.1. Alatni čelik za topli rad X37CrMoV5-1	3
3. MODIFICIRANJE I PREVLAČENJE POVRŠINA.....	5
3.1. Modificiranje površina	5
3.1.1. Nitiranje.....	5
3.2. Prevlačenje površina.....	9
3.2.1. <i>Prevlačenje površina u parnoj fazi</i>	9
3.3. Prevlačenje površina postupkom PACVD.....	10
3.3.1. Opis postupka PACVD	11
3.3.2. Prednosti i nedostaci postupka PACVD	11
3.3.3. Primjena prevlaka dobivenih postupkom PACVD	12
3.4. Prevlake	12
3.4.1. Jednoslojne prevlake.....	13
3.4.2. Dvoslojne prevlake (dupleks).....	13
3.4.3. Kompozitne prevlake.....	14
3.4.4. Gradijentne prevlake.....	14
3.4.5. TiN prevlaka	14
3.4.6. TiCN prevlaka	17

3.4.7. TiBN prevlaka	17
4. ISPITIVANJE SVOJSTAVA PREVLAKA	19
4.1. Hrapavost površine	19
4.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake po normi VDI 3198	20
4.3. Određivanje debljine prevlake kalotestom	22
4.4. Ispitivanje otpornosti na mikroabraziju	25
5. EKSPERIMENTALNI DIO	27
5.1. Osnovna toplinska obrada čelika X37CrVMo5-1	27
5.2. Nitiranje u plazmi	29
5.3. Nanošenje prevlaka postupkom PACVD	30
5.3.1. Prevlačenje uzorka prevlakama TiN i TiCN	31
5.3.2. Prevlačenje uzorka prevlakom TiBN	32
6. REZULTATI ISPITIVANJA	35
6.1. Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka	35
6.2. Rezultati određivanja debljine prevlaka kalotestom	38
6.3. Rezultati ispitivanja hrapavosti površine	42
6.4. Ispitivanje otpornosti na mikro abrazijsko trošenje	45
ZAKLJUČAK	53
LITERATURA	54

POPIS SLIKA

Slika 1. Podijela alatnih čelika [2].....	2
Slika 2. Toplinska obrada alatnog čelika za topli rad [4]	4
Slika 3. Prikaz nitriranog površinskog sloja [7]	7
Slika 4. Postrojenje za nitriranje u plazmi [8]	8
Slika 5. Sustav za provođenje PACVD postupka [12]	10
Slika 6. Vrste prevlaka prema broju slojeva [14]	13
Slika 7. Utjecaj klora na tvrdoću i modul elastičnosti prevlake TiN-a [15].....	15
Slika 8. Utjecaj klora na koeficijent trenja prevlake od TiN-a [15]	16
Slika 9. Polovica kalupa prevučena prevlakom TiN-a [16].....	16
Slika 10. Polovica kalupa prevučena prevlakom TiCN-a [16]	17
Slika 11. Prevlaka TiBN: a) uzorci prevučeni prevlakom TiBN-a, b) usporedba životnog vijeka alata ovisno o toplinskoj obradi [18]	18
Slika 12. Procjena hrapavosti površine preko R_a [19].....	19
Slika 13. Procjena hrapavosti površine preko R_z [19]	20
Slika 14. Razredi oštećenja prevlake [20]	22
Slika 15. a) nepravilno pozicioniranje, b) pravilno pozicioniranje [21].....	23
Slika 16. Shema ispitivanja debljine prevlake [21]	24
Slika 17. Shema ispitivanja debljine prevlake na drugi način [21]	25
Slika 18. Ispitni uzorci.....	27
Slika 19. Postupak kaljenja i popuštanja [23]	29
Slika 20. Postupak plazmatskog nitriranja [23].....	30
Slika 21. Postupak prevlačenja uzorka B2 prevlakom TiCN [23].....	31
Slika 22. Struktura gradijentne prevlake TiCN-a [23].....	32
Slika 23. Postupak prevlačenja uzorka prevlakom TiBN-a [23]	33
Slika 24. Struktura višeslojne gradijentne prevlake TiBN-a [23].....	34
Slika 25. Tvrdomjer Rockwell C	35
Slika 26. Digitalni mikroskop Toolcraft	36
Slika 27. Otisak indentora na uzorku B1	36
Slika 28. Otisak indentora na uzorku B2	37
Slika 29. Otisak indentora na uzorku B3	37
Slika 30. Otisci kalote na uzorku B1 nakon 50 i 60 s.....	39

Slika 31. Otisci kalote na uzorku B2 nakon 60 s.....	39
Slika 32. Otisci kalote na uzorku B3 nakon 50 i 60 s.....	40
Slika 33. Usporedba debljina prevlaka	42
Slika 34. Prijenosni uređaj za mjerenje hrapavosti TR 3202	42
Slika 35. Profili hrapavosti ispitnih uzoraka: a) B0, b) B1.....	43
Slika 36. Profili hrapavosti ispitnih uzoraka: a) B2, b) B3.....	44
Slika 37. Usporedba parametara hrapavosti po uzorcima	45
Slika 38. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B0 nakon: a) 30 s, b) 10, 20, 40, 50, i 60s	46
Slika 39. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B1 nakon: a) 10, 20 i 30 s, b) 40, 50 i 60 s.....	47
Slika 40. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B2 nakon: a) 10 do 50 s, b) 60 s.....	48
Slika 41. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B3 nakon: a) 10 do 30s, b) 40 do 60 s	49
Slika 42. Grafički prikaz mikroabrazijskog trošenja uzoraka: a) B0, b) B1	51
Slika 43. Grafički prikaz mikroabrazijskog trošenja uzoraka: a) B2, b) B3	52

POPIS TABLICA

Tablica 1. Kemijski sastav alatnog čelika za topli rad X37CrMoV5-1	3
Tablica 2. Parametri nitriranja u plazmi	8
Tablica 3. Oznake ispitnih uzoraka i toplinska obrada	27
Tablica 4. Parametri postupaka osnovne toplinske obrade	28
Tablica 5. Parametri plazmatskog nitriranja i otprašivanja	30
Tablica 6. Parametri prevlačenja uzorka B2 prevlakom TiCN-a	31
Tablica 7. Parametri prevlačenja uzorka B3 prevlakom TiBN	33
Tablica 8. Razredi oštećenja prevlaka	38
Tablica 9. Parametri za izračun debljine prevlaka	40
Tablica 10. Izračunate vrijednosti debljine prevlaka po otiscima	41
Tablica 11. Srednje vrijednosti debljine prevlaka	41
Tablica 12. Izmjerene vrijednosti parametara hrapavosti	44
Tablica 13. Parametri za izračun volumena trošenja i dubine prodiranja kuglice	50
Tablica 14. Izračunate vrijednosti volumena trošenja i dubine prodiranja kuglice	50

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis oznake
d	mm	Promjer unutarnjeg otiska kalote
d_K	mm	Promjer vanjskog otiska kalote
D	mm	Promjer kuglice
D_V	mm	Promjer vanjskog otiska kalote
e	μm	Debljina prevlake
e_s	μm	Debljina prevlake po pojedinom otisku na uzorku
e_s	μm	Aritmetička sredina debljine po uzorku
E	μm	Debljina prevlake
h	mm	Dubina otiska kalote
l	μm	Mjerna duljina hrapavosti površine
n	μm	Broj točaka procjenjivanja visine profila uzduž mjerne duljine
R	μm	Polumjer kuglice
R_a	μm	Srednje aritmetičko odstupanje profila
R_{max}	μm	Najveća visina neravnina
R_z	μm	Srednja visina neravnina
S	mm^2	Površina poprečnog presjeka
t	s	Vrijeme
V	mm^3	Volumen otiska kalote

x	mm	Dužina uzduž mjerne duljine
X	mm	Širina vanjskog otiska
$y(x), y_i$	mm	Visina profila hrapavosti s obzirom na središnju crtu
y_{pi}	mm	Visina i-tog najvišeg vrha
y_{vi}	mm	Dubina i-te najniže udoline
Y	mm	Razmak između unutarnjeg i vanjskog prstena otiska

SAŽETAK

U teorijskom dijelu ovog rada opisana je toplinska obrada čelika X37CrMoV5-1, postupak plazmatskog nitriranja i postupak prevlačenja PACVD, kojima su obrađena tri ispitna uzorka dok je usporedbeni, četvrti uzorak ispitivan u polaznom kaljenom i popuštenom stanju. U eksperimentalnom dijelu provedena su ispitivanja prionjivosti prevlaka Rockwell C metodom i određivanja debljine prevlaka kalotestom kako bi se karakterizirala svojstva dobivenih prevlaka na uzorcima B1, B2 i B3 koji su nitrirani i prevučeni redom prevlakama od TiN-a, TiCN-a i TiBN-a. Ispitivanjem hrapavosti površine uočen je porast hrapavosti prevlaka, u odnosu na polaznu površinu, nastao kao rezultat formiranja i rasta prevlaka. Debljina prevlaka iznosila je između 2 do 3 μm . Najmanja brzina mikorabrazijskog trošenja postignuta je na prevlaci PACVD TiBN, dok je brzina trošenja prevlaka PACVD TiN i PACVD TiCN podjednaka.

Ključne riječi: X37CrMoV5-1, PACVD, TiN, TiCN, TiBN, kalotest, mikroabrazijsko trošenje, Rockwell C metoda

SUMMARY

In the theoretical part of this work, the heat treatment of X37CrMoV5-1 steel, the plasma nitriding process, and the PACVD coating process are described. These processes were applied to three test samples, while the fourth, comparative sample was tested in its initial quenched and tempered condition. In the experimental part, adhesion testing of the coatings was conducted using the Rockwell C method, and the coating thickness was determined using calotest method to characterize the properties of the coatings on samples B1, B2 and B3, which were nitrided and coated with TiN, TiCN and TiBN coatings, respectively. Surface roughness testing revealed an increase in roughness of the coatings compared to the initial surface, resulting from the formation and growth of the coatings. The coating thickness ranged from 2µm to 3 µm. The lowest rate of microabrasion wear was achieved with the PACVD TiBN coating, while the wear rates of the PACVD TiN and PACVD TiCN coatings were approximately equal.

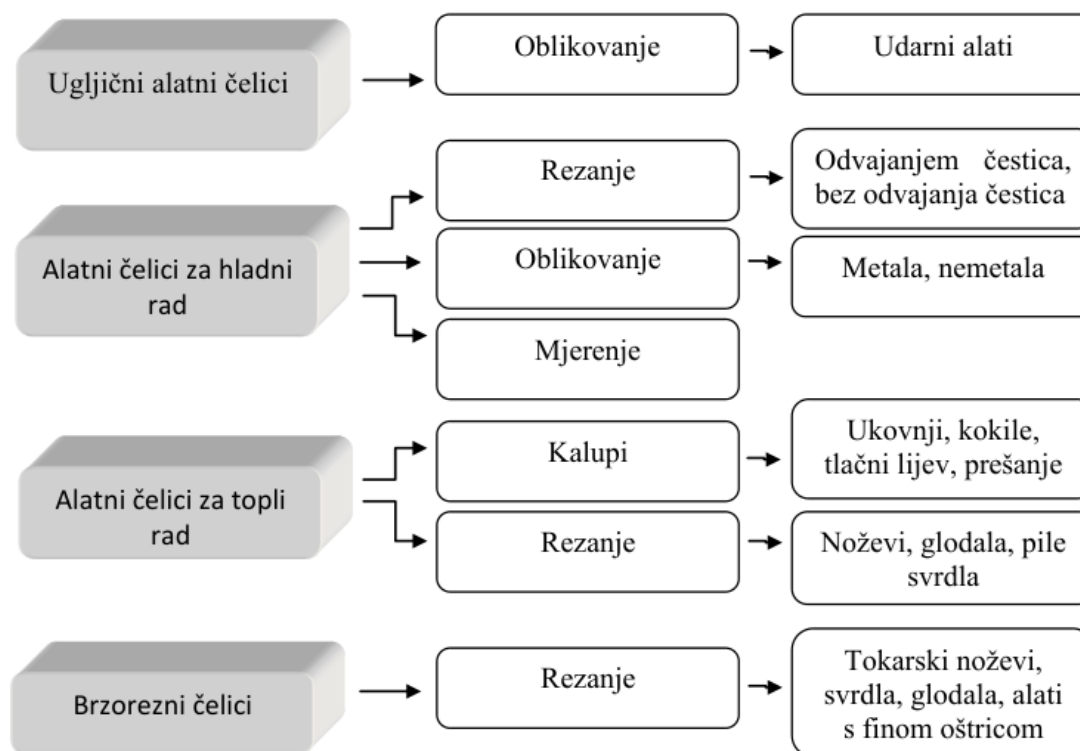
Key words: X37CrMoV5-1, PACVD, TiN, TiCN, TiBN, Calotest, Microabrasive wear, Rockwell C method

1. UVOD

Alatni čelici se koriste za izradu različitih alata, od najsitnijih (npr. alati za popravke ili namještanje dijelova ručnih satova) sve do masivnih alata (npr. kalup za izradu bloka brodskog motora). Kako se s vremenom svaki alat troši potrebno ga je redovito održavati, a ako je popravak nemoguć, bilo to zbog složenosti dijela ili pretjerane istrošenosti, treba ga zamijeniti novim. Velike proizvodne kompanije koje proizvode veliku količinu dijelova žele minimizirati broj promjena alata kako bi broj proizvoda izrađen jednim alatom bio što veći, a s time i profit. Kako bi se to postiglo alatni čelici trebaju imati što veću otpornost na trošenje. To se može postići različitim postupcima toplinske obrade, a sve se češće koriste moderniji postupci iz područja inženjerstva površina, kao što je prevlačenje materijala taloženjem iz parne faze. U sljedećim poglavljima bit će opisani alatni čelici za topli rad i postupci toplinske obrade kojima je cilj povećati otpornost na trošenje navedenih čelika. Također će biti opisana ispitivanja koja se provode kako bi se utvrdilo koliko toplinska obrada povećava otpornost na trošenje alatnog čelika za topli rad.

2. ALATNI ČELICI

Alatni čelici pripadaju skupini visokougličnih ili legiranih čelika. Alatni ugljični čelici sadrže od 0,6% do 2,06% ugljika dok legirani mogu imati manji udio zbog sadržaja legiranih elemenata. Najčešći legirni elementi kod alatnih čelika su: molibden, krom, vanadij, volfram i kobalt. Najvažnija svojstva alatnih čelika su visoka otpornost na trošenje (tvrdoća) i visoka žilavost [1]. Za proizvodnju nekog dijela bitno je izabrati alat izrađen od odgovarajućeg materijala. Ukoliko se odabere alat koji je mekši od obratka ili nije pogodan za rad u uvjetima u kojim se obradak obrađuje, vrlo je vjerojatno da će doći do deformacije i trošenja, a moguće čak i do loma alata. Ovisno o traženim uporabnim svojstvima razlikuju se alatni čelici za hladni rad, topli rad, brzorezni čelici i ugljični čelici. Na slici 1 prikazana je podjela alatnih čelika i njihova primjena.



Slika 1. Podjela alatnih čelika [2]

2.1. Alatni čelici za topli rad

Alatni čelici za topli rad su namijenjeni za rad u uvjetima visokih temperatura (radna temperatura iznad 200 °C) pri čemu su izloženi toplinskim šokovima, udarcima, trošenju i deformacijama. Kako bi sve te utjecaje mogli izdržati legiraju se legirnim elementima

kao što su krom, vanadij, molibden i volfram, koji podižu toplinsku postojanost i otpornost na trošenje. Ova skupina sadrži od 0,35% do 0,45% ugljika čime se postiže visoka žilavost i otpornost na toplinski umor. Alatni čelici za topli rad koriste se za izradu alata koji trebaju izdržati visoke temperature, a da pri tome ne dođe do deformacije ili loma. Neki od alata koji se izrađuju od ovih čelika su: kalupi i čekići za kovanje, kalupi za lijevanje aluminija i magnezija, alati za ekstruziju metala, itd. [3].

Ključna svojstva alatnih čelika za topli rad jesu sljedeća [3]:

1. Tvrdoća pri visokim temperaturama – ovi čelici moraju zadržati svoju tvrdoću pri visokim temperaturama (često preko 500 °C)
2. Visoka žilavost – kako ne bi došlo do pucanja ulata pri udarnim opterećenjima; posebno važno kod kovačkih alata i kalupa za lijevanje pod visokim tlakom
3. Otpornost na toplinski umor – zbog ponavljajućih ciklusa grijanja i hlađenja alata može doći do loma alata; dodavanjem kroma, molibdena i vanadija se podiže stabilnost na visokim temperaturama
4. Korozijska postojanost – s obzirom na rad na visokim temperaturama, alati moraju biti otporni na oksidaciju

2.1.1. *Alatni čelik za topli rad X37CrMoV5-1*

Za potrebe ovog rada korišten je visokolegirani alatni čelik za topli rad oznake X37CrMoV5-1. U tablici 1 prikazan je njegov kemijski sastav propisan normama EN ISO 4957:2018 i DIN 17350:1980.

Tablica 1. Kemijski sastav alatnog čelika za topli rad X37CrMoV5-1

Udio, %							
C	Cr	Mo	V	Si	Mn	S	P
0,35– 0,42	4,8 – 5,5	1,1– 1,75	0,3 – 0,6	0,8 – 1,2	0,25 – 0,5	Max. 0,03	Max. 0,03

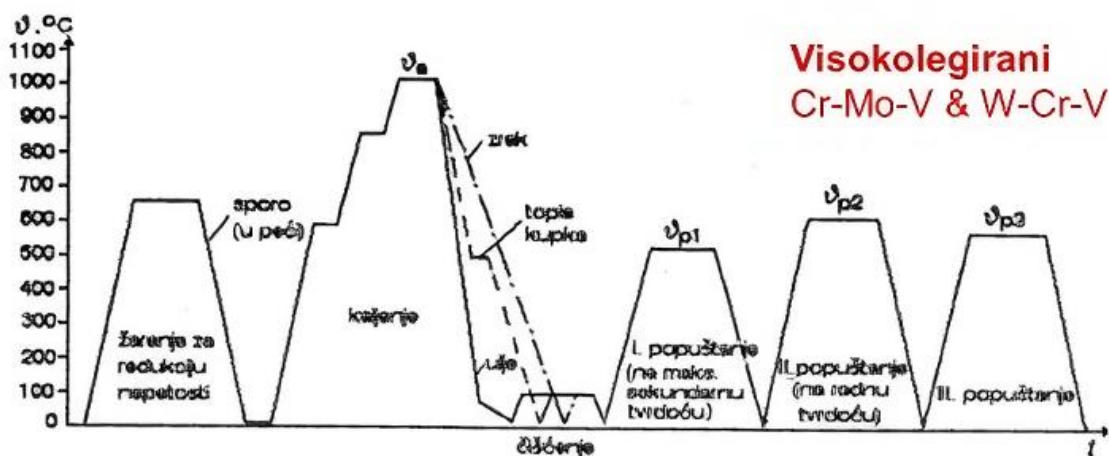
Iz tablice 1 vidljivo je da ovaj čelik sadrži legirne elemente kroma, molibdena, vanadija, silicija i mangana, ali i da ne smije sadržavati više od 0,03% štetnih uključaka kao što su sumpor i fosfor. Krom, molibden i vanadij podižu tvrdoću i toplinsku postojanost, a silicij

se dodaje kako bi se poboljšala dinamička izdržljivost. Ovaj alatni čelik je jedan od najkorištenijih čelika za izradu alata za topli rad uz čelik X40CrMoV5-1.

Najvažnija svojstva alatnog čelika za topli rad X37CrMoV5-1 jesu sljedeća [3]:

1. Visoka tvrdoća pri povišenim temperaturama – 45 do 55 HRC
2. Visoka toplinska postojanost i otpornost na toplinski šok
3. Dobra žilavost
4. Otpornost na trošenje
5. Korozijska postojanost

Kako bi se poboljšala svojstva ovog alatnog čelika, provode se različiti postupci toplinske obrade kao što su kaljenje i popuštanje, nitriranje, i drugi postupci, no sve se češće koriste suvremenije metode kao što su prevlačenje ili modificiranje površina. Na slici 2 prikazani su postupci toplinske obrade koji se provode na alatnim čelicima za topli rad.



Slika 2. Toplinska obrada alatnog čelika za topli rad [4]

3. MODIFICIRANJE I PREVLAČENJE POVRŠINA

Modificiranje i prevlačenje površina su postupci kojima je primarni cilj povećanje otpornosti materijala na trošenje, ali i na ostale vanjske utjecaje kao što su korozija i povišena ili snižena temperatura.

3.1. Modificiranje površina

Modificiranje površine je postupak površinske obrade kod kojeg se difuzijom nemetalnih elemenata u površinski sloj osnovnog materijala mijenja njegova struktura i poboljšavaju površinska svojstva. Prema mehanizmu provođenja modificiranje površine se dijeli na toplinsko, toplinsko – kemijsko i mehaničko. Toplinsko modificiranje se, ovisno o izvoru toplinske energije za kaljenje, dijeli na plameno, indukcijsko, lasersko i kaljenje elektronskim snopom. Mehaničko modificiranje se odnosi na postupak sačmarenja. Toplinsko – kemijsko modificiranje se ovisno o nemetalnom elementu koji difundira u površinu, dijeli na pougljičavanje, nitriranje, boriranje i kombinacije dvaju elemenata (npr. nitrokarburiranje i karbonitriranje). [5].

3.1.1. Nitriranje

Nitriranje je toplinsko kemijski postupak u kojem se djelovanjem topline, difuzije i kemijske reakcije dušika sa željezom stvara difuzijska zona i površinski sloj željeznih nitrida, zona spojeva. Za industrijsku primjenu je razvijeno nekoliko postupaka nitriranja nazvanih prema aktivnom sredstvu za nitriranje ili difundirajućim elementima [6]:

1) Plinsko nitriranje:

- Najčešći postupak.
- Temperatura: 500 – 580 °C.
- Dijelovi se izlažu amonijaku pri čemu amonijak disocira te se oslobađaju aktivni atomi dušika koji difundiraju u površinski sloj.
- Moguća kontrola dubine nitriranog sloja i kemijskog sastava.
- Pogodno za zupčanike i klipove zbog visoke otpornosti na trošenje i koroziju koja se može postići ovim postupkom.

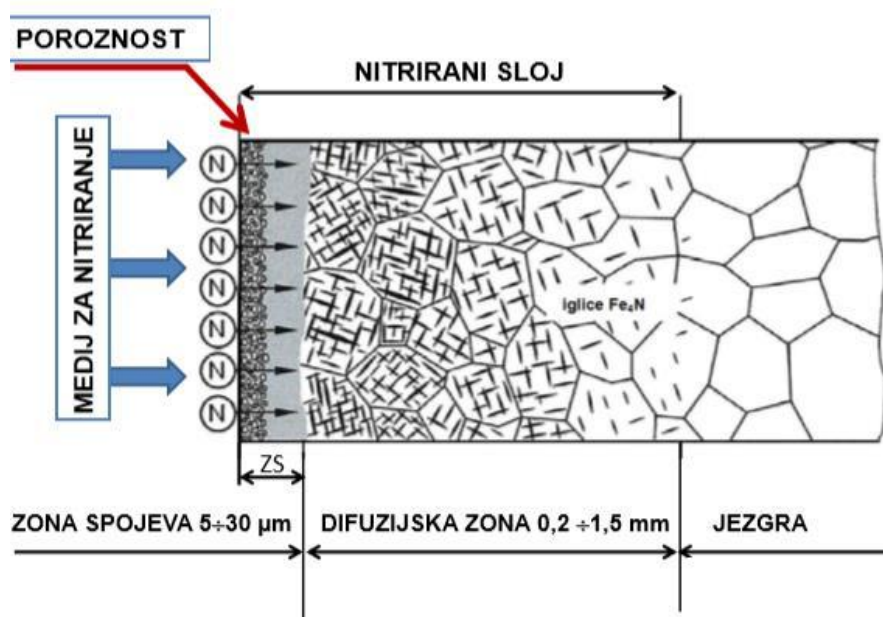
2) Nitriranje u solnim kupkama:

- Dijelovi se uranjaju u rastopljene soli sa dušikom, pri čemu dolazi do difuzije dušika u metal.
- Najčešće se koriste kupke na bazi cijanida koji je vrlo reaktivan što zahtijeva stroge ekološke mjere.
- Relativno brz postupak koji omogućuje ravnomjerno nitriranje složenih oblika.
- Povoljan postupak za dijelove koji zahtijevaju visoku otpornost na adheziju.

3) Nitiranje u plazmi:

- Moderniji postupak.
- Temperatura od 350 do 580 °C.
- Primjenjuju se plazma i električno polje za ubrzanje atoma dušika prema površini dijela koji se nitira.
- Bolja kontrola debljine i homogenosti sloja i manje promjene geometrije pri nižim temperaturama
- Za visoko precizne dijelove, alate, medicinske dijelove...

Na slici 3 prikazana je struktura nitrirane površine.



Slika 3. Prikaz nitriranog površinskog sloja [7]

Iz slike 3 je vidljivo da se nitrirani sloj sastoji od zone spojeva i difuzijske zone. Zona spojeva je tanak površinski sloj koji se sastoji od nitrida $Fe_{2-3}N$ i Fe_4N . Ovaj sloj je jako tvrd i krhak, no ima visoku otpornost na adhezijsko trošenje. Difuzijska zona je zona ispod zone spojeva u kojoj je dušik otopljen u feritu te daje otpornost na umor materijala [6].

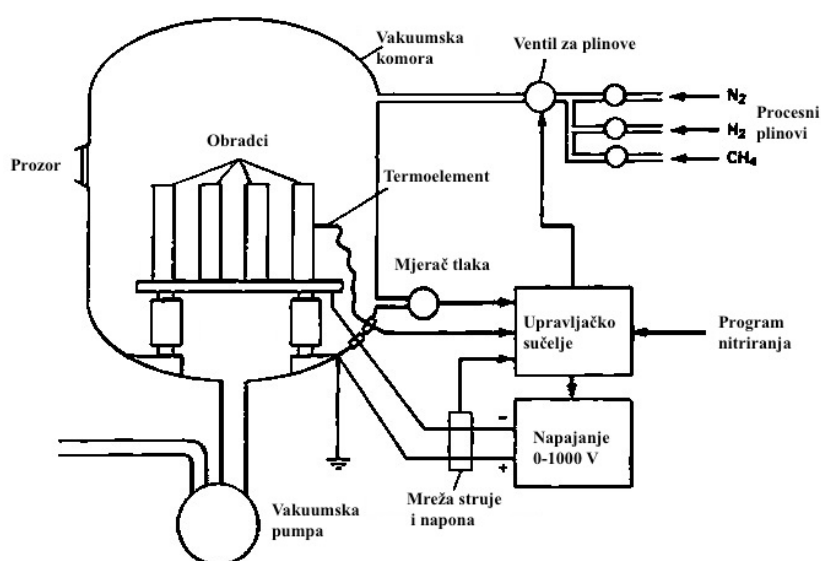
3.1.1.1. Nitiranje u plazmi

Nitiranje u plazmi je postupak obrade površine difuzijom dušika u površinu metalnog materijala potpomognutom djelovanjem ioniziranog plina s ciljem poboljšanja mehaničkih, triboloških i korozivskih svojstava. Postupak se provodi u niskotlačnoj komori ispunjenoj ioniziranim plinom (plazmom) koji se obično sastoji od dušika i vodika. Plazma se stvara primjenom visokog napona između elektroda, što uzrokuje ionizaciju plina. Ioni dušika bombardiraju površinu te dolazi do apsorpcije i difuzije dušika u metal koji se nitrira pri čemu se na površini stvara sloj željeznih nitrida. Ovim postupkom se povećava tvrdoća, a s time i otpornost materijala na trošenje te otpornost na umor materijala zbog zaostalih tlačnih naprezanja ispod površine [8]. Postrojenje za provedbu nitiranja u plazmi sastoji se od:

1) vakuumske komore – u njoj se odvija proces ionizacije plina i nitiranja,

- 2) električnog sustava za induciranje plazme – stvara električno polje koje ionizira plin i održava plazmu; može koristiti istosmjernu ili izmjeničnu struju,
- 3) vakuumske pumpe – održava nizak tlak u komori,
- 4) sustava za kontrolu plinova – dovodi plin u komoru u točno definiranim omjerima,
- 5) sustava grijanja: održava zadanu temperaturu u komori, što je ključno za kvalitetu nitriranog sloja [8].

Na slici 4 prikazano je postrojenje za provedbu nitriranja u plazmi.



Slika 4. Postrojenje za nitriranje u plazmi [8]

U tablici 2 navedeni su najvažniji parametri za proces nitriranja u plazmi. Ovaj postupak nitriranja je bolji u odnosu na ostale postupke zbog manje potrošnje energije i jer se ne stvaraju se štetni nusproizvodi.

Tablica 2. Parametri nitriranja u plazmi

Parametar	Vrijednost
Temperatura, °C	350 – 600
Vrijeme nitriranja, h	0,5 – 60
Sastav plina	25-50% N ₂ ; 50-75% H ₂
Tlak, MPa	50 – 500 MPa
Napon i struja plazme	100 – 800 V; 1 – 500 A

3.2. Prevlačenje površina

Prevlačenje površina je postupak nanošenja tankog sloja materijala s traženim svojstvima na površinu osnovnog materijala bez promjene njegov unutrašnje mikrostrukture. Ovi se postupci dijele prema mehanizmu provođenja na toplinske, mehaničke, kemijske, elektrokemijske, toplinsko-mehaničke i prevlačenje u parnoj fazi. [5].

3.2.1. *Prevlačenje površina u parnoj fazi*

Postupci prevlačenja površina u parnoj fazi koriste se za nanošenje tankih prevlaka koje posjeduju visoku tvrdoću, otpornost na koroziju i nizak koeficijent trenja, što je ključno za dobru otpornost na trošenje. S obzirom na mehanizam provođenja prevlačenja postoje tri vrste prevlačenja površina u parnoj fazi, a to su kemijsko prevlačenje u parnoj fazi (CVD – eng. *Chemical Vapour Deposition*), fizikalno prevlačenje u parnoj fazi (PVD – eng. *Physical Vapour Deposition*) i plazmom potpomognuto kemijsko prevlačenje u parnoj fazi (PACVD – eng. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) [5].

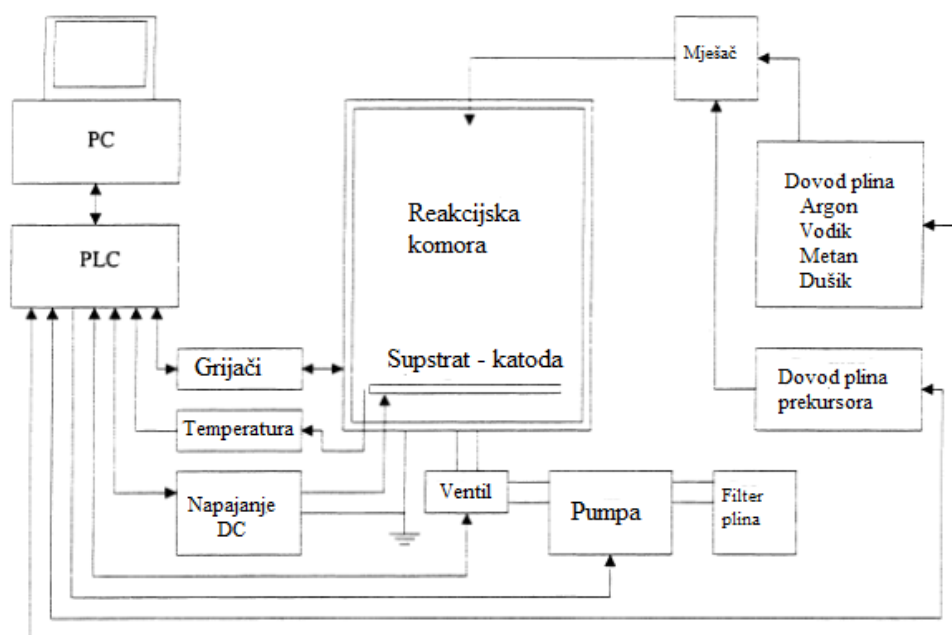
Fizikalno prevlačenje u parnoj fazi provodi se pri temperaturama od 200 °C do 400 °C te se njime mogu prevlačiti nemetalni i metalni materijali. Prevlake mogu biti metalne, od metalnih legura ili keramičke. Postupak je temeljen na fizikalnom taloženju dodanog materijala (atoma, molekula ili iona materijala željene prevlake) na materijal koji se prevlači. Postupci kojima se provodi prijenos krutih čestica u parnu fazu su raspršivanje i isparavanje. Ovi postupci su takozvani *line-in-sight* postupci, što znači da je moguće prevlačenje samo onog dijela podloge koji je izravno izložen meti. To zahtijeva posebnu opremu i dodatno vrijeme za pomicanje uzorka koji se prevlači. Postupkom PVD-a se mogu dobiti prevlake debljine od 1 μm do 10 μm, a ovisno o temperaturi dobiju se različita svojstva. Ukoliko se postupak provodi na nižoj temperaturi, prevlaka će imati bolju prionjivost, a ako se prevlaka nanosi na višoj temperaturi imat će bolja mehanička svojstva [9].

Kemijsko prevlačenje u parnoj fazi je postupak u kojem dolazi do reakcije hlapljivih prekursora u vakuumskoj komori pri visokim temperaturama od 800 °C do 1150 °C. Ovaj postupak omogućuje stvaranje prevlaka na složenim površinama s visokom otpornosti na toplinski umor. Kod prevlačenja čelika postoji opasnost pogrubljenja austenitnog zrnabog visokih temperatura postupka, . Na kon CVD postupka

čelike treba kaliti i popuštati što može uzrokovati mikropukotine i delaminaciju prevlake. Ovim postupkom se dobije gruba površina i često je potrebno poliranje što povećava proizvodne troškove. Također, prevlačenje je dosta zahtjevno i veličina dijela koji se prevlači ovisi o kapacitetu komore. CVD postupkom je moguće prevlačiti različite vrste materijala kao što su keramika, metali, legure pa čak i staklo [10].

3.3. Prevlačenje površina postupkom PACVD

Plazmom potpomognuto kemijsko prevlačenje u parnoj fazi (PACVD) je suvremenija metoda prevlačenja površina koja se temelji na taloženju tankih prevlaka na površinu različitih materijala korištenjem plazme za poticanje kemijskih reakcija pobuđivanjem i ioniziranjem plinova u komori. Ovaj postupak je razvijen kao napredna verzija kemijskog prevlačenja u parnoj fazi (CVD), s ciljem prevladavanja nekih ograničenja povezanih s visokim temperaturama koje se koriste u CVD postupku. PACVD kombinira elemente fizikalnog (PVD) i kemijskog prevlačenja u parnoj fazi, a provodi se na nižim temperaturama najčešće ispod 500 °C što je posebno važno za osjetljive materijale kao što su čelici koji bi mogli oksidirati na višim temperaturama [11]. Za ovaj postupak potrebna je oprema koja se sastoji od reakcijske komore, grijača, računala na kojem se zadaju parametri, dovoda plinova, izvora plazme i pumpe koja osigurava vakuum u komori. Ovaj sustav prikazan je na slici 5.



Slika 5. Sustav za provođenje PACVD postupka [12]

3.3.1. Opis postupka PACVD

Osnovni princip metode PACVD se temelji na stvaranju plazme koja se koristi za aktivaciju i ioniziranje plinova u komori. Postupak se sastoji od sljedećih koraka [12]:

1) Pripreme podloge – Površina supstrata koji će se prevlačiti najprije se treba dobro očistiti od nečistoća koje bi mogle negativno utjecati na prionjivost podloge.

2) Generiranja plazme – Plinovi (npr. argon, dušik, vodik) se dovode u komoru i izlažu visokom naponu te se plinovi ioniziraju stvarajući plazmu koja sadrži aktivne ione, elektrone i radikale.

3) Kemijske reakcije i taloženja – Aktivni ioni iz plazme sudaraju se s molekulama plina, uzrokujući kemijske reakcije koje dovode do stvaranja tankih slojeva prevlake na površini supstrata. Npr., reakcija između titanijevih spojeva i dušika rezultiraju taloženjem titanijevog nitrida.

Za aktivaciju plazme postoji više načina, a razlikuju se u izvoru električne energije koja služi za pobudu plinova.

Neki od načina aktivacije plazme jesu [12]:

- izmjeničnom strujom (AC)
- mikrovalnom pobudom (MW)
- pulsirajućom istosmjernom strujom (DC)
- izbojima radio frekvencije (RF)

3.3.2. Prednosti i nedostaci postupka PACVD

Prednosti postupka PACVD jesu sljedeće [13]:

- niske temperature taloženja (uglavnom od 300 do 500 °C; za čelike od 480 do 550 °C)
- dobra prionjivost i kvaliteta prevlake (nije potrebno naknadno poliranje)
- nije štetan za okoliš

- fleksibilnost – pogodno za prevlačenje širokog spektra materijala
- postiže bolja mehanička svojstva prevlake od CVD-a i PVD-a

Nedostaci postupka PACVD jesu sljedeći [13]:

- visoka cijena opreme
- nešto lošija prionjivost prevlaka nego PVD

3.3.3. Primjena prevlaka dobivenih postupkom PACVD

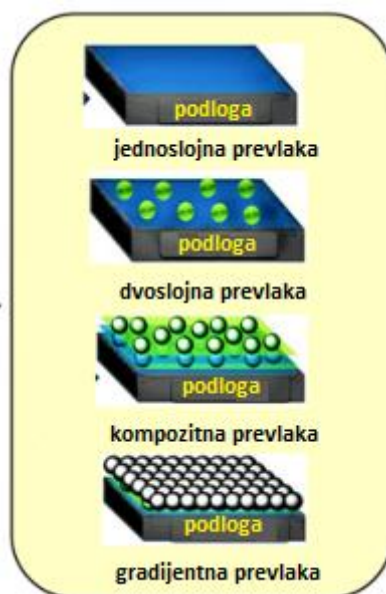
Prevlake dobivene postupkom PACVD imaju široku primjenu u industrijskom sektoru od kojih su najvažniji [11]:

- tlačno lijevanje aluminijske legure – povećanje trajnosti kalupa do 300% u odnosu na neprevučeni kalup
- alati za obradu lima – smanjuje se trenje između kalupa i lima čime se smanjuje abrazivno trošenje; u oblikovanju hladnog čelika može se povećati broj radnih ciklusa alata sa 2000 do čak 26000
- kalupi za injekcijsko prešanje – sprječavaju naljepljivanje plastike i time smanjuje potrebu za poliranje kalupa

Ovo su samo neke od primjena PACVD prevlaka, a još se koriste u medicini, optici, za izradu reznih alata, u automobilske industriji, itd.

3.4. Prevlake

Prevlake su tanki slojevi materijala kojima se prevlače materijali s ciljem postizanja poboljšanih svojstava, a glavni cilj je produljenje vijeka trajanja materijala. Postoje različite vrste prevlaka s različitim primjenama kako je već opisano u prethodnom poglavlju o prevlačenju površina. Također, prevlake mogu biti jednoslojne, dvoslojne (dupleks), kompozitne ili gradijentne. Na slici 6 prikazane su izvedbe prevlaka, a u nastavku je svaka od njih detaljnije opisana.



Slika 6. Vrste prevlaka prema broju slojeva [14]

3.4.1. Jednoslojne prevlake

Jednoslojne prevlake se koriste u slučajevima kada prevučeni dio u eksploataciji nije podvrgnut visokim naprezanjima i agresivnijim uvjetima rada. Ove prevlake malo poboljšavaju otpornost na trošenje, visoke temperature i koroziju u odnosu na druge strukture. U odnosu na višeslojne prevlake imaju niži koeficijent trenja. Najčešće jednoslojne prevlake su titan nitrid (TiN), krom nitrid (CrN) i aluminij nitrid (AlN). Jednoslojne prevlake su jeftinije od višeslojnih i lakše su za održavanje [14].

3.4.2. Dvoslojne prevlake (dupleks)

Dvoslojne (dupleks) prevlake kombiniraju dvije različite zaštitne strukture. Najčešće je donji sloj metalna prevlaka koja služi kao vezivni sloj između podloge i gornjeg sloja prevlake, a gornji sloj je tvrd keramički sloj sa povoljnim tribološkim svojstvima. Također, metalni vezivni sloj služi kao privremena zaštita podloge kada se površinski sloj istroši dok se ponovno ne prevuče. Dupleks prevlake postižu znatno bolju otpornost na trošenje i koroziju od jednoslojnih no s njima dolazi i puno izazova. Da bi dupleks prevlaka pružala optimalne rezultate potrebno je poznavati elastična i plastična svojstva podloge i vezivnog sloja kako bi se ravnomjerno rasporedila naprezanja u cijeloj prevlaci [14].

3.4.3. *Kompozitne prevlake*

Kompozitne prevlake su prevlake koje nastaju kombinacijom dva ili više različitih materijala u istoj prevlaci, a koriste se za povećanje otpornosti na trošenje i koroziju dijela koji se prevlači. Ove prevlake se primjenjuju za one dijelove u industriji koji zahtijevaju postojanost u znatno agresivnijim uvjetima od ostalih tipova prevlaka. Kompozitne prevlake su vrlo otporne na povišene temperature, koroziju, kao i na različite mehanizme trošenja (abrazija, erozija). Zbog svojih povoljnih svojstava najčešće se koriste u građevini s primarnim ciljem zaštite čelika od korozije. Zbog visoke otpornosti na koroziju i eroziju, te dobre postojanosti pri visokim temperaturama, najkorištenije su kompozitne prevlake na bazi kroma i volframa, a najviše se primjenjuju u zrakoplovnoj i automobilskoj industriji [14].

3.4.4. *Gradijentne prevlake*

Gradijentne prevlake su specifična vrsta kompozitnih prevlaka čiji se sastav postepeno mijenja po presjeku. Takva struktura omogućava da se svojstva prevlake prilagode različitim dijelovima površine, čime se poboljšavaju mehanička i funkcionalna svojstva. Gradijentne prevlake nisu niti jednoslojne niti višeslojne poput drugih tipova prevlaka već su faze u njihovoj strukturi (metali, keramika ili polimeri) nejednoliko raspoređeni po presjeku prevlake. Umjesto naglih prijelaza (kao kod slojevitih prevlaka), svojstva se kod gradijentnih prevlaka mijenjaju postepeno, što smanjuje rizik od dodatnih naprezanja ili odvajanja prevlake pri izloženosti ekstremnim uvjetima. Također, postepeni prijelazi u sastavu omogućuju prevlaci da bolje podnosi toplinske šokove i visoke temperature. Za dobru otpornost na trošenje i koroziju koristi se kombinacija metalnih i keramičkih elemenata. Zbog povoljnih svojstava ove prevlake se koriste u automobilskoj i zrakoplovnoj industriji za različite dijelove koji su izloženi radu na visokim temperaturama (dijelovi motora, ispušnog sustava, ...); u reaktorima za nuklearnu energiju; u biomedicini za implantate [14].

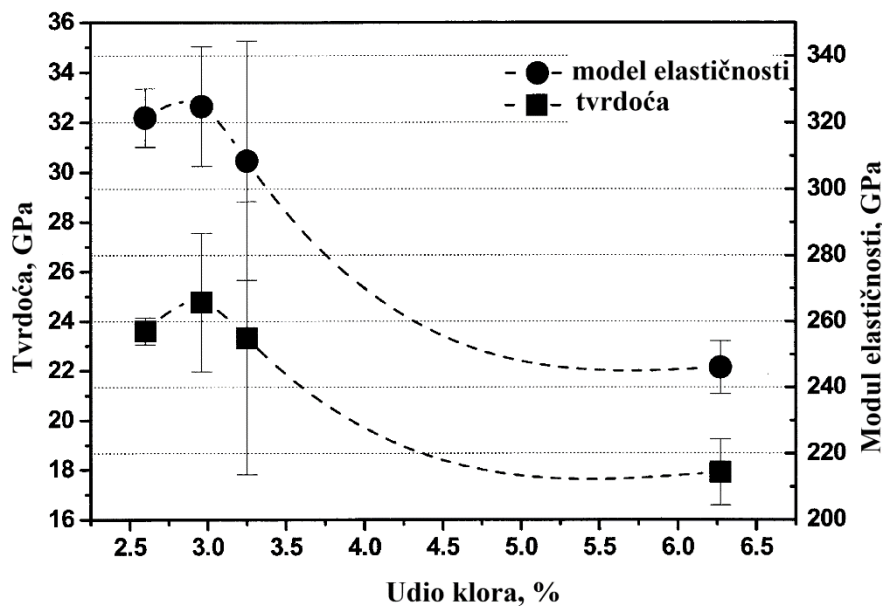
U nastavku su navedena svojstva koja daju prevlake TiN-a, TiCN-a i TiBN-a nanese PACVD postupkom na alatnom čeliku za topli rad.

3.4.5. *TiN prevlaka*

Prevlaka od titanijevog nitrida nanese postupkom PACVD-a posjeduje sljedeća svojstva [15]:

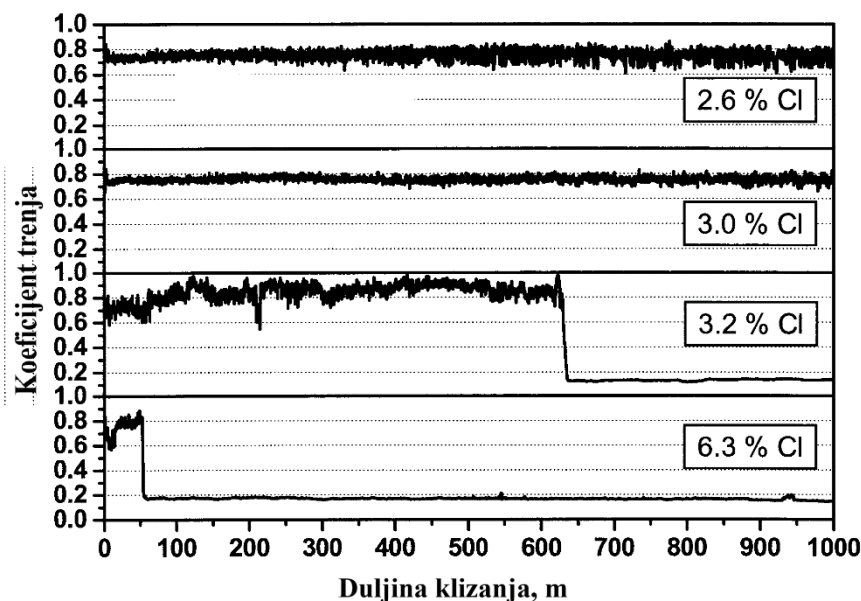
- visoku tvrdoću
- nizak koeficijent trenja
- dobru korozivsku postojanost
- dobru otpornost na visoke temperature i toplinski šok

Tvrdoća ove prevlake i koeficijent trenja znatno ovise o udjelu klora. Ta ovisnost je prikazana na slici 7.



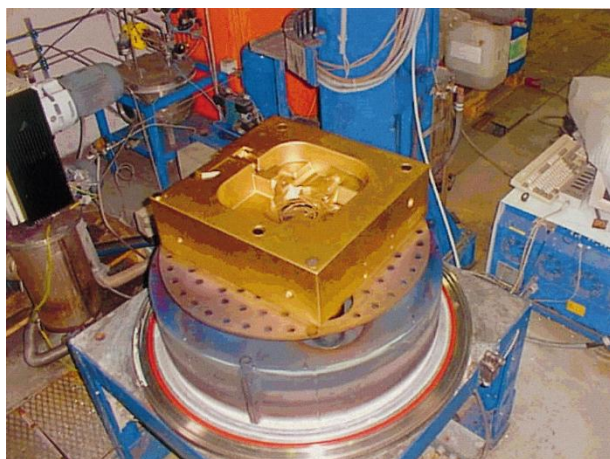
Slika 7. Utjecaj klora na tvrdoću i modul elastičnosti prevlake TiN-a [15]

Sa slike 7 se vidi kako s povećanjem udjela klora padaju tvrdoća i modul elastičnosti prevlake što je loše jer sa smanjenjem tvrdoće opada i otpornost materijala na trošenje. Na smanjenje trošenja znatno utječe i koeficijent trenja između dijelova u kontaktu koji također ovisi o udjelu klora u prevlaci. Slika 8 prikazuje ovisnost koeficijenta trenja o udjelu klora zadržanom u prevlaci.



Slika 8. Utjecaj klora na koeficijent trenja prevlake od TiN-a [15]

Dijagram na slici 8 pokazuje koeficijent trenja za četiri prevlake s različitim udjelom klora. Iz prikaza se vidi kako se koeficijent trenja smanjuje s povećanjem udjela klora u prevlaci što je povoljno, dok negativno ne utječe na ostala svojstva prevlake. Iz ove dvije slike zaključeno je da treba naći udio klora u prevlaci kojim bi se postigla maksimalna tvrdoća uz minimalno trenje kako bi se alatu prevučeni ovom prevlakom maksimalno poboljšala tražena svojstva. Zbog navedenih povoljnih svojstava i karakteristične zlatne boje prevlake TiN-a imaju široku primjenu u industriji, od alata za obradu do dekorativnih predmeta, a posebno tamo gdje je poželjno smanjenje upotrebe maziva. Na slici 9 prikazan je dio kalupa prevučeni prevlakom od titanijevog nitrida.



Slika 9. Polovica kalupa prevučena prevlakom TiN-a [16]

3.4.6. TiCN prevlaka

Prevlaka od titanijevog karbonitrida posjeduje veću tvrdoću od prevlake od titanijevog nitrida zbog prisutnosti ugljika, što istovremeno povećava otpornost na trošenje i povećava mogućnost krhkog loma pri visokim mehaničkim opterećenjima. Ova prevlaka je otporna na visoke temperature, ali je osjetljivija na nagle promjene temperatura (toplinski šok) od ostalih prevlaka. Također ima niži faktor trenja od titanij nitridne prevlake. Općenito, TiCN prevlake poboljšavaju tribološka svojstva alatnog čelika, što ih čini pogodnima za primjene u proizvodnim procesima gdje su otpornost na trošenje i smanjenje trenja ključni, slično kao i TiN prevlake. Na slici 10 prikazan je dio kalupa prevučen prevlakom TiCN [17].

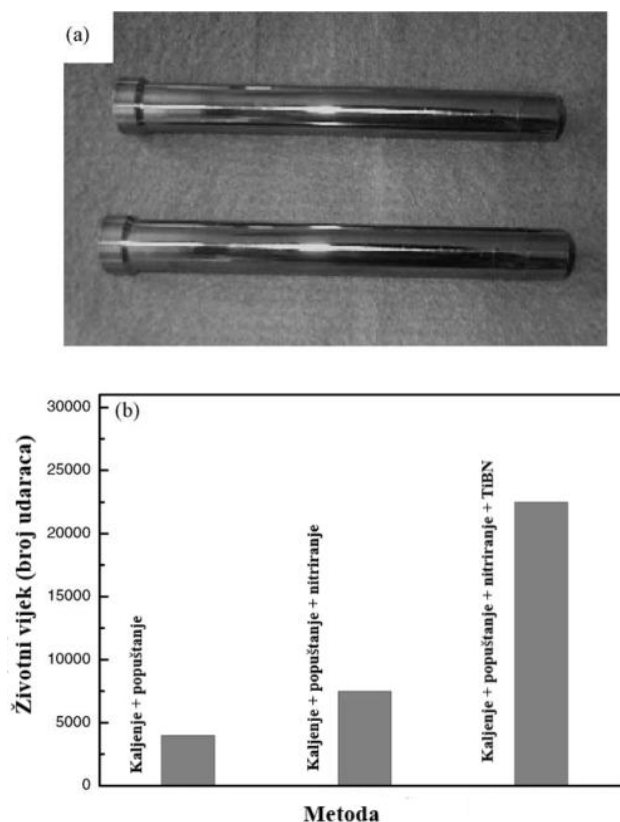


Slika 10. Polovica kalupa prevučena prevlakom TiCN-a [16]

Nedostatak ove prevlake je i visoka cijena.

3.4.7. TiBN prevlaka

Prevlaka titanijevog bornitrida posjeduje veću tvrdoću od ostalih prevlaka zbog sadržaja bora. Ove prevlake su iznimno izdržljive na visoka udarna opterećenja. Alati prevučeni ovom prevlakom imaju znatno produžen životni vijek. Na slici 11 prikazani su uzorci prevučeni prevlakom TiBN i njihov vijek trajanja u odnosu na alate koji su tretirani samo toplinskom obradom kaljenja i popuštanja te nitriranja.



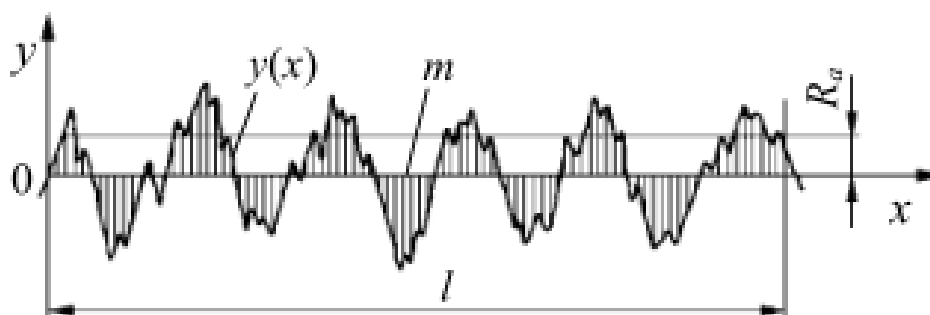
Slika 11. Prevlaka TiBN: a) uzorci prevučeni prevlakom TiBN-a, b) usporedba životnog vijeka alata ovisno o toplinskoj obradi [18]

Sa slike 11.b se vidi da alat prevučen prevlakom TiBN-a može izdržati između 20000 i 25000 ciklusa (udaraca) dok alat obrađen samo toplinskom obradom kaljenja, popuštanja i nitriranja može podnijeti oko 7500 ciklusa prije nego dođe do loma. Kao i ostale prevlake koje se koriste za prevlačenje alatnih čelika za topli rad, prevlaka TiBN također ima dobru korozivsku postojanost i toplinsku stabilnost. Negativna strana ove prevlake je kao i kod prevlake TiCN je visoka cijena. Uz to ove prevlake najčešće su hrapavije i slabije prijanjaju od TiN i TiCN prevlaka [18].

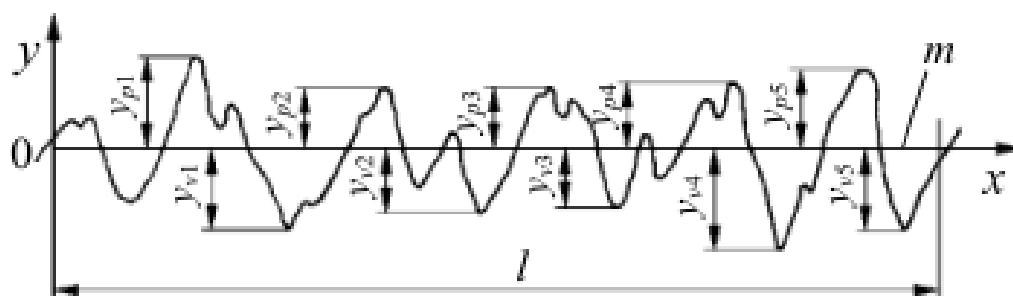
4. ISPITIVANJE SVOJSTAVA PREVLAKA

4.1. Hrapavost površine

Hrapavost predstavlja sitne površinske nepravilnosti koje nastaju uslijed obrade dijelova ili drugih utjecaja. Ove mikrogeometrijske neravnine mogu negativno utjecati na svojstva strojnih dijelova, a pogotovo dijelova u zahvatu u vidu trenja, zračnosti, podmazivanja, itd. Dijelovi s manjom hrapavosti uglavnom imaju povoljnija mehanička svojstva, otporniji su na koroziju, te imaju bolju toplinsku vodljivost. Kako bi se postigla kvalitetnija površina s manje nepravilnosti potrebna je dugotrajnija i skuplja obrada što povećava cijenu obrade. Mjerenje hrapavosti provodi se analizom profila površine, gdje se određuju parametri poput srednjeg aritmetičkog odstupanja (R_a) i srednje visine neravnina (R_z) kao najvažniji parametri. Hrapavost se mjeri u odnosu na srednju referentnu liniju profila neravnine m , koja dijeli profil na način, da je unutar mjerne duljine l veličina svih kvadrata odstupanja profila od te linije minimalna. Srednje aritmetičko odstupanje (R_a) se najčešće koristi za procjenu hrapavosti, a ono predstavlja srednju aritmetičku vrijednost apsolutnih vrijednosti svih visina profila neravnina na mjernoj duljini l . Srednja visina neravnina (R_z) se definira kao zbroj aritmetičke sredine apsolutnih vrijednosti visina pet najviših vrhova i aritmetičke sredine apsolutnih vrijednosti pet najvećih dubina udolina na mjernoj duljini l . Na slikama 12 i 13 prikazani su profili hrapavosti za procjenu hrapavosti površine preko R_a i R_z [19].



Slika 12. Procjena hrapavosti površine preko R_a [19]

Slika 13. Procjena hrapavosti površine preko R_z [19]

Iznosi parametara R_a i R_z računaju se pomoću formula (1) i (2).

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx \approx \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i| \quad (1)$$

Gdje je:

- R_a – srednje aritmetičko odstupanje profila, μm
- $y(x), y_i$ – visina profila hrapavosti s obzirom na srednju referentnu crtu, μm
- x – dužina uzduž mjerne duljine, μm
- n - broj točaka procjenjivanja visine profila uzduž mjerne duljine
- l - mjerna duljina hrapavosti površine, μm

$$R_z = \frac{1}{5} \left(\sum_{i=1}^5 |y_{pi}| + \sum_{i=1}^5 |y_{vi}| \right) \approx 4 \cdot R_a \quad (2)$$

Pri čemu je:

- R_z – srednja visina neravnina, μm
- y_{pi} – visina i -tog najvišeg vrha, μm
- y_{vi} – udubina i -te najniže udoline, μm

4.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake po normi VDI 3198

Prema normi VDI 3198 ispituje se kvaliteta prevlake u pogledu prionjivosti na podlogu (adhezije) pomoću Rockwell C indentacijskog testa. Ovaj test je destruktivan i provodi se na ravnim površinama prevučениh materijala kako bi se procijenila adhezija između prevlake i podloge. Postupak ispitivanja se sastoji od sljedećih koraka [20]:

1. Pripreme uzorka:

- Uzorak mora biti ravna površina sa prevlakom koja se ispituje
- Debljina uzorka treba biti najmanje 10 puta veća od dubine utiskivanja, kako bi se izbjeglo prodiranje u podlogu

2. Indentacije dijamantrnim stožcem:

- Kao indenter se koristi dijamantrni stožac koji se utiskuje u površinu pod opterećenjem (tipično 1471 N)
- Tijekom utiskivanja dolazi do velike plastične deformacije podloge i do loma prevlake

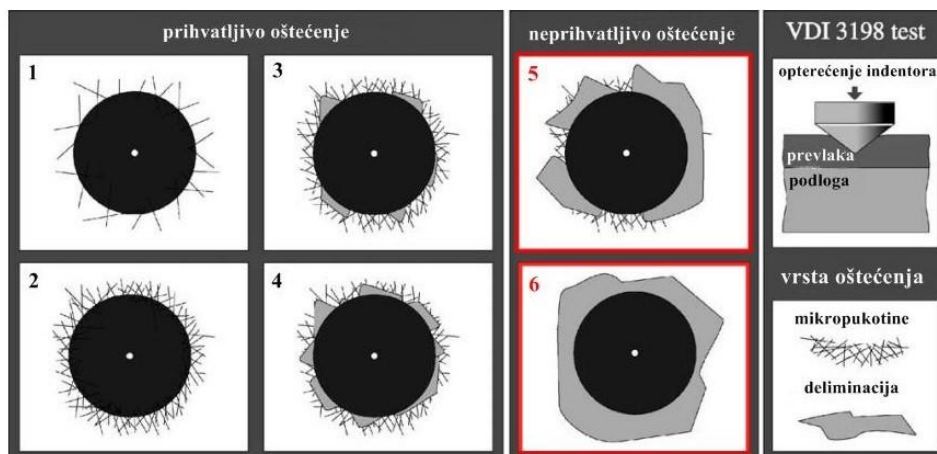
3. Analize rezultata:

- Nakon utiskivanja površina oko otiska se analizira pomoću optičkog ili skenirajućeg optičkog mikroskopa (SEM-a)
- Na osnovu oblika, veličine otiska, pukotina i delaminacija oko otiska, ocjenjuje se kvaliteta prionjivosti prevlake

4. Klasifikacije rezultata prema VDI 3198 po razredima:

- HF1 – HF2: Dobar kontakt između podloge i prevlake; otisak s minimalnom delaminacijom ili bez delaminacije
- HF3 – HF4: Djelomična delaminacija; prihvatljiva prionjivost
- HF5 – HF6: Velika koncentracija delaminacije; loša prionjivost prevlake

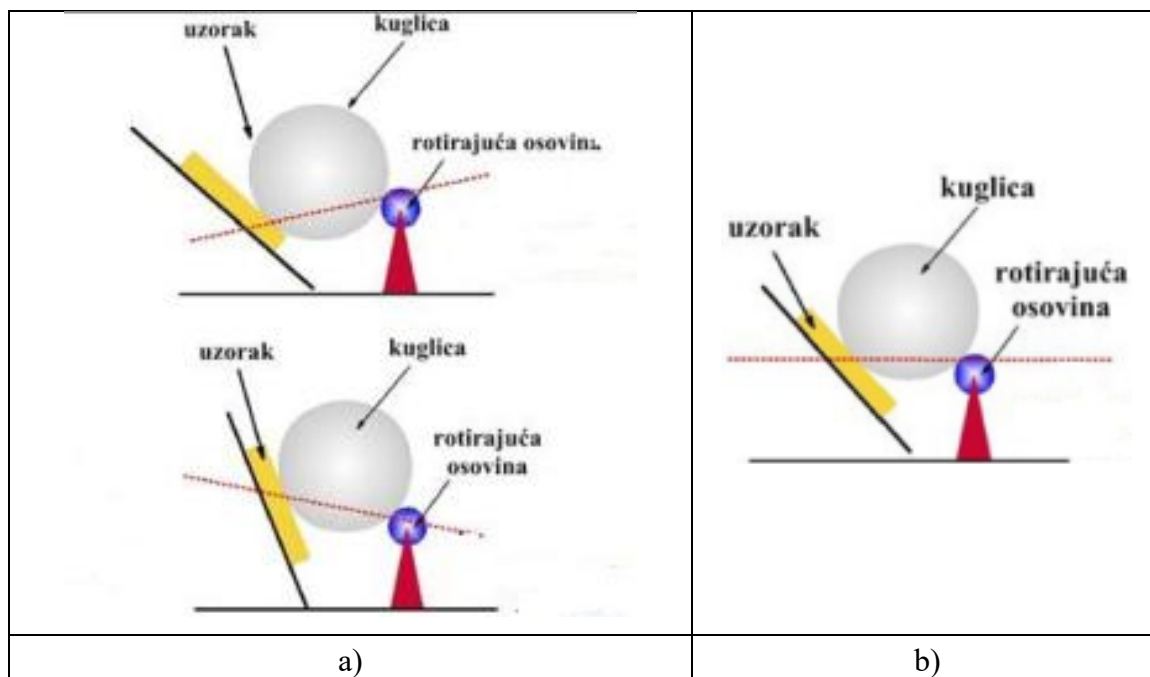
Na slici 14 prikazani su razredi oštećenosti prevlake.



Slika 14. Razredi oštećenja prevlake [20]

4.3. Određivanje debljine prevlake kalotestom

Kalotest je destruktivna metoda ispitivanja debljine prevlake primjenom rotirajuće kuglice (uglavnom čelične) koja se koristi za abrazivno uklanjanje prevlake i djelomično osnovnog materijala. Oprema za ovo ispitivanje je vrlo jednostavna a sastoji se od uređaja za kalotest (kalotestera), kaljene čelične kuglice i abrazivne paste. Postupak se provodi tako da se prvo pravilno namjesti uzorak u držač uzorka na kalotesterau na način dakuglica, koja je istovremeno oslonjena na osovinu kalotestera i površinu uzorka, dodiruje uzorak okomito na površinu prevlake. Ukoliko kuglica nije u pravilnom položaju u odnosu na uzorak, može doći do prestanka trošenja prevlake [21]. Pravilno postavljanje kuglice u odnosu na uzorak prikazano je na slici 15.



Slika 15. a) nepravilno pozicioniranje, b) pravilno pozicioniranje [21]

Nakon pravilnog pozicioniranja kuglice potrebno je postaviti parametre ispitivanja na kalotesteru:

- brzinu vrtnje osovine, okr/min,
- vrijeme ispitivanja, s.

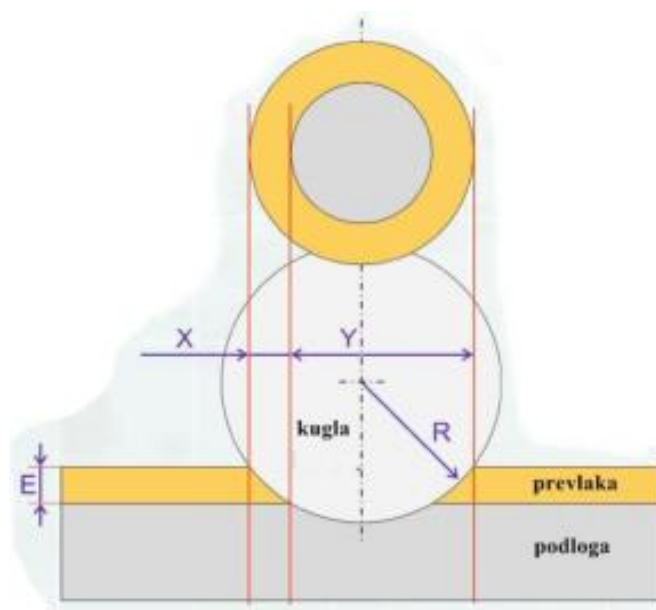
Kada su parametri zadani, započinje ispitivanje. Osovina se počinje vrtjeti i kuglica počinje strugati po uzorku, no kako je kuglica glatka, sama ne može abradirati površinu uzorka. Kako bi abrazija bila moguća, između uzorka i kuglice se dodaje abrazivna pasta koja sadrži abrazivne čestice kao što su Al_2O_3 , SiC ili dijamantne čestice koje troše površinu. Za ispitivanje prevlaka nanosene postupcima prevlačenja površina u parnoj fazi najčešće se koristi pasta sa dijamantnim zrnima.. Kao rezultattrošenja, na površini nastaju otisci u obliku kalote. Uz pomoć mikroskopa i računalnog programa za analizu slike, mjere se dimenzije otisaka potrebne za određivanje debljine prevlake. Za taj izračun koristi se sljedeća formula (3):

$$E = \frac{X*Y}{D} \quad (3)$$

Gdje je:

- E – debljina prevlake, μm
- D – promjer kuglice, mm
- X – širina vanjskog otiska, mm
- Y – razmak između unutarnjeg i vanjskog prstena otiska, mm

Na slici 16 prikazane su dimenzije otiska koje se mjere u kalotestu:



Slika 16. Shema ispitivanja debljine prevlake [21]

Navedene dimenzije se mjere u dva smjera kako bi se dobila točnija mjera otiska.

Za izračun debljine prevlake postoji i drugi, jednostavniji način koji se temelji na formuli (4):

$$e = \frac{D_v^2 - d^2}{8R} \quad (4)$$

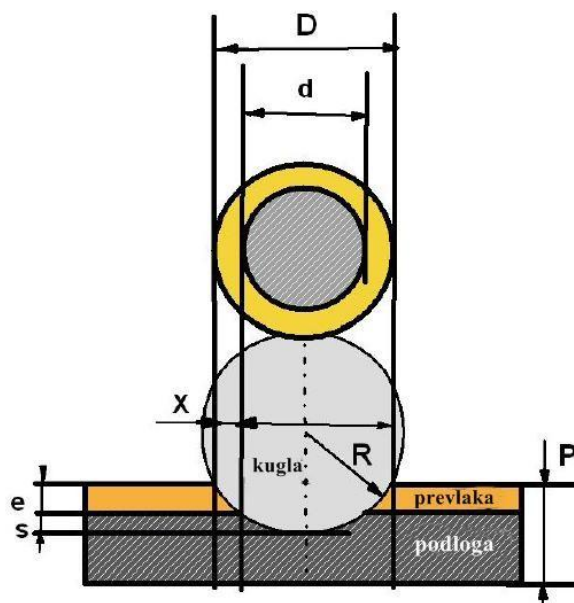
Pri čemu je:

- D_v – promjer vanjskog otiska, mm
- d – promjer unutarnjeg otiska, mm

- R – polumjer kuglice, mm

- e – debljina prevlake, μm

Ove dimenzije su prikazane na slici 17.



Slika 17. Shema ispitivanja debljine prevlake na drugi način [21]

4.4. Ispitivanje otpornosti na mikroabraziju

Postupak ispitivanja mikro abrazije bitan je za utvrđivanje kvalitete prevlake i njene otpornosti na trošenje. U ovom poglavlju opisan je postupak ispitivanja mikroabrazije s rotirajućom kuglicom koji se provodi za ispitivanje tankih prevlaka za koje metoda „suhi pijesak – gumeni kotač“ nije prikladna, jer bi pijesak brzo istrošio prevlaku do osnovnog materijala. Ovaj postupak se sastoji od sljedećih 5 koraka:

- 1) Pripreme uzoraka i ispitne opreme – pripremljeni uzorci su prevučeni prevlakama najčešće od $1\ \mu\text{m}$ do $20\ \mu\text{m}$, a od ispitne opreme se koristi uređaj sa rotirajućom osovinom i kuglica od kaljenog čelika određenog promjera.
- 2) Primjena sile na površinu uzorka – sila koja djeluje na površinu uzorka dolazi uglavnom od težine kuglice koja se rotira u kontaktu s površinom uzorka, a iznos sile se može povećati pomicanjem osovine koja rotira kuglicu i osigurava njen kontakt sa površinom uzorka.

- 3) Dodavanje abrazivne suspenzije – abrazivna suspenzija, najčešće čestice silicij karbida u vodi se polagano kaplje između kuglice i površine uzorka što stvara uvjete za abrazivno trošenje.
- 4) Trošenje u obliku kratera i mjerenje – rotacija kuglice uzrokuje trošenje prevlake u obliku kratera koji se snime optičkim mikroskopom, a zatim se iz dobivenih slika pomoću računalnog programa za izradu slike izmjere promjeri kratera u različitim fazama trošenja (npr. nakon 10, 20, 30 sekundi).
- 5) Analiza podataka i određivanje koeficijenta trošenja – koriste se matematički modeli za analizu promjera kratera u odnosu na prijeđenu udaljenost (put trošenja) te se tada prema jednadžbi (5) računa volumen istrošenosti prevlake [22].

$$V = \frac{\pi * d_K^4}{64R} \quad (5)$$

Gdje je:

- V – volumen istrošene prevlake, mm^3
- d_K – promjer otiska kalote, mm
- R – polumjer kalote, mm [22]

Nakon što se izračuna volumen istrošene prevlake, korištenjem formule (6) izračunava se dubina otiska kalote da bi se odredila dubina prodiranja kalote u prevlaku.

$$h = \sqrt{\frac{V}{\pi * R}} \quad (6)$$

Gdje je:

- h – dubina otiska kalote, mm [22].

5. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu rada opisani su postupci toplinske obrade provedeni na alatnom čeliku za topli rad X37CrMoV5-1 i postupci plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze istog čelika s prevlakama TiN-a, TiCN-a i TiBN-a. Na navedenim uzorcima provedena su ispitivanja prionjivosti prevlaka Rockwell C metodom prema normi VDI3198, ispitivanje hrapavosti površine, određivanje debljine prevlaka kalotestom i ispitivanje otpornosti na mikro abraziju kalotestom. Na temelju rezultata dobivenih iz navedenih ispitivanja donijet će se zaključci o tome utječe li prevlaka na povećanje otpornosti na mikro abraziju alatnog čelika za topli rad X37CrMoV5-1 i koja je od spomenutih prevlaka najbolja za primjenu. Na slici 18 prikazani ispitni uzorci na kojima su provedena navedena ispitivanja.



Slika 18. Ispitni uzorci

U tablici 3 navedene su oznake pridodane pojedinom uzorku i postupci njegove toplinske obrade.

Tablica 3. Oznake ispitnih uzoraka i toplinska obrada

Oznaka ispitnog uzorka	Dimenzije, mm	Toplinska obrada
B0	16x16x12	Kaljenje + popuštanje
B1	22x4	Kaljenje + popuštanje + nitiranje + TiN
B2	16x16x12	Kaljenje + popuštanje + nitiranje + TiCN
B3	16x16x12	Kaljenje + popuštanje + nitiranje + TiBN

5.1. Osnovna toplinska obrada čelika X37CrVMo5-1

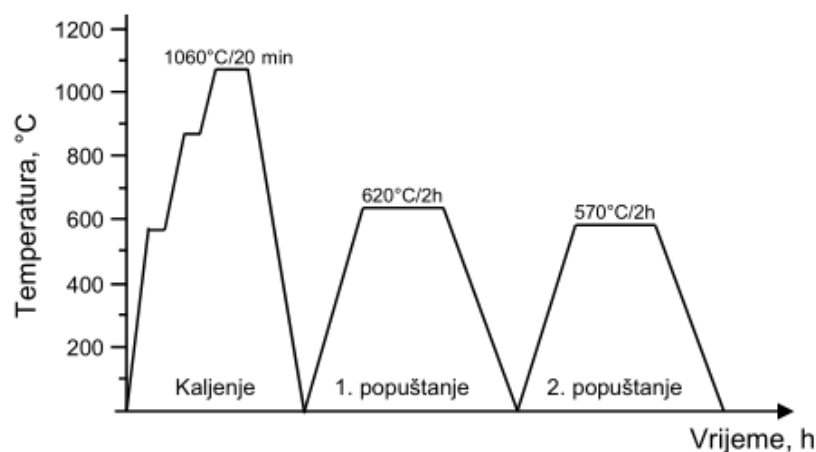
Parametri toplinske obrade, kao što su temperatura austenitizacije i temperatura popuštanja, ključni su za postizanje optimalne ravnoteže između tvrdoće i lomne žilavosti

čelika što je bitno zbog specifičnih zahtjeva i primjene alatnih čelika za topli rad. Povišenjem temperature austenitizacije povećava se tvrdoća čelika, ali se smanjuje lomna žilavost dok se povećanjem temperature popuštanja postiže upravo suprotno. Lomna žilavost je jako bitna posebno za kalupe za tlačni lijev. Važno je napomenuti da tvrdoća povećava otpornost na trošenje, ali samo uz dovoljnu razinu lomne žilavosti. Toplinska obrada znatno utječe i na svojstva prevlaka koje se nanose na obrađeni dio, čak i kada je dio prije prevlačenja nitriran. Kako bi se postigla optimalna svojstva prevlake, osnovni materijal mora posjedovati određenu tvrdoću i nosivost. Toplinska obrada kaljenjem i popuštanjem provedena je na sva četiri uzorka u Laboratoriju za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Postupci kaljenja i popuštanja provedeni su u vakuumskoj peći VFC25 proizvođača Ipsen GmbH. Kao zaštitni plin korišten je tehnički čist dušik 5.0. Parametri postupaka kaljenja i popuštanja navedeni su u tablici 4 [23].

Tablica 4. Parametri postupaka osnovne toplinske obrade

Postupak	Parametri
Predgrijavanje	580 °C (30 min); 850 °C (20 min) u atmosferi dušika
Austenitizacija	1060 °C (20 min) u atmosferi dušika
Gašenje	U struji dušika pri tlaku od 1050 mbar
1. popuštanje	620 °C (2 h) u atmosferi dušika
2. popuštanje	570 °C (2 h) u atmosferi dušika

Austenitizacija je provedena na gornjoj graničnoj temperaturi (1040 °C – 1060 °C) prema specifikaciji proizvođača. Odabrana temperatura austenitizacije povoljno utječe na čvrstoću na visokim temperaturama i otpornost na popuštanje, no postoji opasnost od smanjenja žilavosti i duktilnosti materijala. Nakon gašenja u struji dušika, uzorci su odmah popušteni prvi put na 620 °C (2 h), a zatim na temperaturi od 570 °C (2 h). Na slici 19 prikazan je postupak kaljenja i popuštanja čelika.



Slika 19. Postupak kaljenja i popuštanja [23]

Nakon kaljenja i oba popuštanja, mjerena je tvrdoća po Rockwellu. Nakon kaljenja tvrdoća je iznosila 57 HRC, a nakon prvog i drugog popuštanja 45 HRC. Nakon toplinske obrade uzorci su strojno brušeni, pa mokro brušeni brusnim papirima redom P320, P600 i P1000, a zatim završno polirani dijamantnom pastom Struers DP 9. U sljedećem podpoglavlju opisan je postupak plazmatskog nitriranja koji je proveden na uzorcima B1, B2 i B3.

5.2. Nitriranje u plazmi

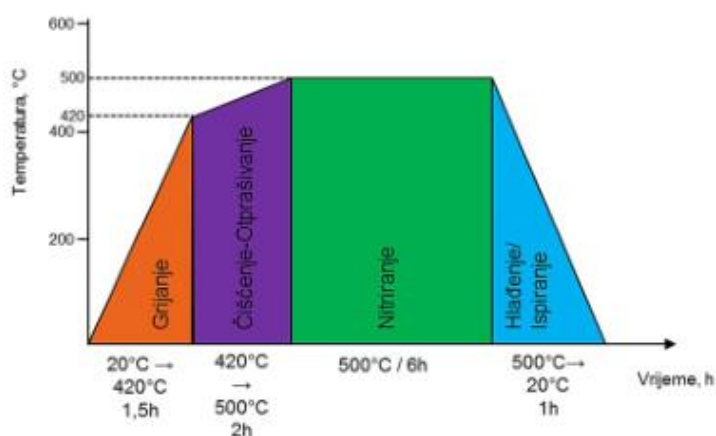
Postupak nitriranja u plazmi proveden je na uzorcima B1, B2 i B3 kako bi se stvorio nitrirani sloj bez zone spojeva, što bi rezultiralo poboljšanjem mehaničkih svojstava osnovnog materijala, ali i prionjivosti prevlaka koje će se kasnije na njega nanijeti. Postupak je proveden u uređaju za plazmatsko nitriranje i prevlačenje Rübiger PC 70/90 u Laboratoriju za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Prije nitriranja, uzorci su očišćeni 96 %-tnim alkoholom kako bi se uklonile površinske nečistoće, a za potpuno čišćenje proveden je postupak ionskog čišćenja, tzv. otprašivanja (eng. *Sputtering*) u uređaju za nitriranje i prevlačenje. Ovaj postupak uključuje bombardiranje površine ionima vodika, dušika i argona kako bi se očistila površina uzorka od nečistoća što je ključno za dobru prionjivost prevlaka, no ukoliko se zadaju krivi parametri procesa, ovaj postupak može negativno utjecati na hrapavost površine i raspodjelu nitriranog sloja. Postupak nitriranja proveden je u ionizirajućoj atmosferi, pri čemu se u podlogu unose zaostala tlačna naprezanja koja, uz povećanje tvrdoće, pogoduju poboljšanju prionjivosti prevlaka. Glavni cilj nitriranja površine je

postizanje zaostalih naprezanja u podlozi sličnih kao što su u prevlaci i zato se ovaj postupak najčešće provodi prije samog prevlačenja površine. U tablici 5 prikazani su parametri postupka plazmatskog nitriranja i prethodnog ionskog čišćenja kojima se željelo postići karakterističan nitrirani sloj [23].

Tablica 5. Parametri plazmatskog nitriranja i otprašivanja

Parametri	Otprašivanje	Nitriranje
Temperatura	420 – 500 °C	500 °C
Vrijeme	2 h	6 h
Protok H ₂	200 L/h	190 L/h
Protok N ₂	20 L/h	10 L/h
Protok Ar	10 L/h	10 L/h
Sastav plinova	87 % H ₂ ; 9 % N ₂ ; 4 % Ar	90 % H ₂ ; 5 % N ₂ ; 5 % Ar
Snaga plazme	1000 W	1000 W
Napon	540 V	560 V
Tlak	2 mbar	2 mbar

Na slici 20 prikazan je tijek postupka.



Slika 20. Postupak plazmatskog nitriranja [23]

5.3. Nanošenje prevlaka postupkom PACVD

Kako je ovaj rad usmjeren na ispitivanje svojstava prevlaka nanosenih na alatni čelik za topli rad, u ovom podpoglavlju opisani su postupci prevlačenja uzoraka

postupkom PACVD s postavljenim parametrima postupaka. Ovim postupkom su prevučeni uzorci B1, B2 i B3. Sva prevlačenja su provedena u Laboratoriju za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu pomoću uređaja Rübige PC 70/90 [23].

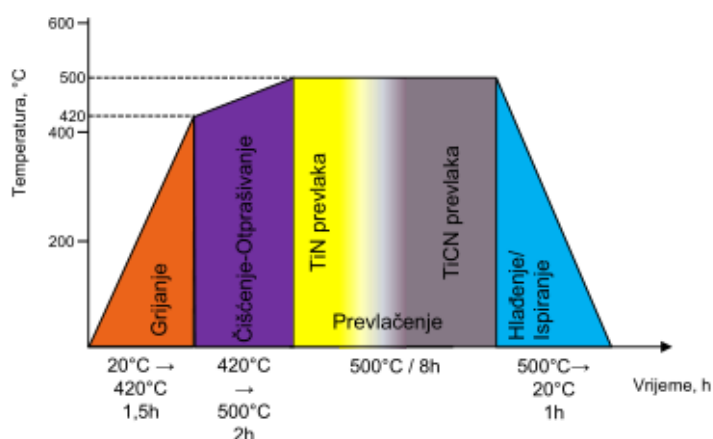
5.3.1. Prevlačenje uzorka prevlakama TiN i TiCN

Uzorak B2 prevučen je prevlakom TiCN postupkom PACVD sa parametrima postupka prevlačenja prikazanim u tablici 6. Parametri prevlačenja slojem TiN također su navedeni u prva tri stupca tablice 6.

Tablica 6. Parametri prevlačenja uzorka B2 prevlakom TiCN-a

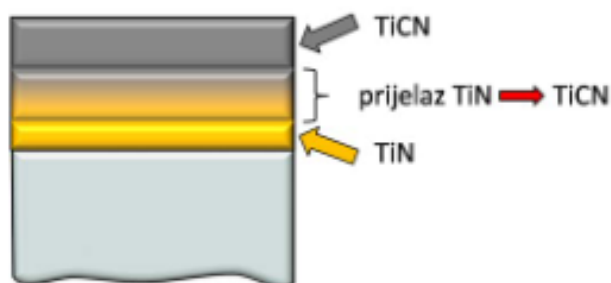
Parametar	Koraci					
	Grijanje	Čišćenje	TiN	TiN – TiCN prijelaz	TiCN	Hlađenje
Temperatura, °C	420	420 ↑ 500	500	500	500	500 ↓ 20
Tlak, mbar	2	2	2	2	2	2
Trajanje, h	1,5	2	1,5	0,5	6	1
Napon, V	-	540	490	490	490	-
Snaga plazme, W	-	1800	2200	1950	1950	-

Na slici 21 prikazan je slijed koraka u postupku prevlačenja.



Slika 21. Postupak prevlačenja uzorka B2 prevlakom TiCN [23]

Prevlaka TiCN dobivena zadanim parametrima procesa je gradijentna prevlaka, a njezina struktura je prikazana na slici 22.



Slika 22. Struktura gradijentne prevlake TiCN-a [23]

Kao što je vidljivo sa slika, prevlačenje je započelo nanošenjem tankog sloja TiN, nakon čega je kreiran gradijentni prijelaz između TiN i TiCN sloja postupnim smanjivanjem količine N_2 i dovođenjem CH_4 za samo pola sata, a nakon toga je nanosena čista prevlaka TiCN. Gradijentni prijelaz između TiN i TiCN se uvodi kako bi se izbjegla nagla promjena mehaničkih svojstava različitih slojeva prevlake, čime se smanjuju i zaostala naprezanja u prevlaci.

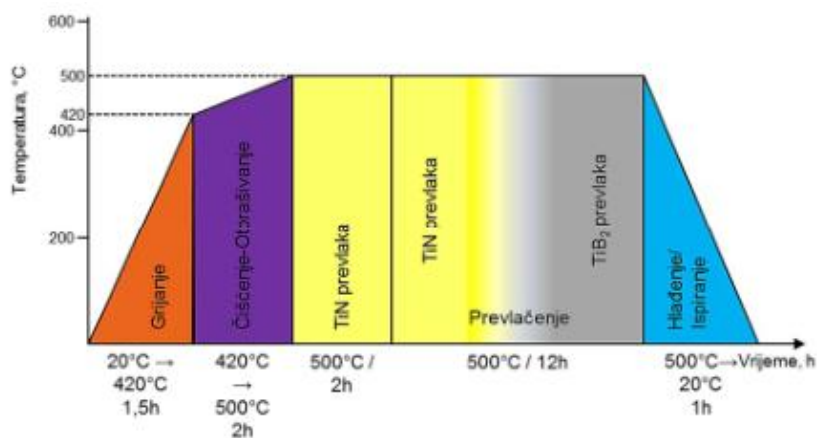
5.3.2. *Prevlačenje uzorka prevlakom TiBN*

Uzorak B3 prevučen je prevlakom TiBN postupkom PACVD sa parametrima prevlačenja navedenim u tablici 7.

Tablica 7. Parametri prevlačenja uzorka B3 prevlakom TiBN

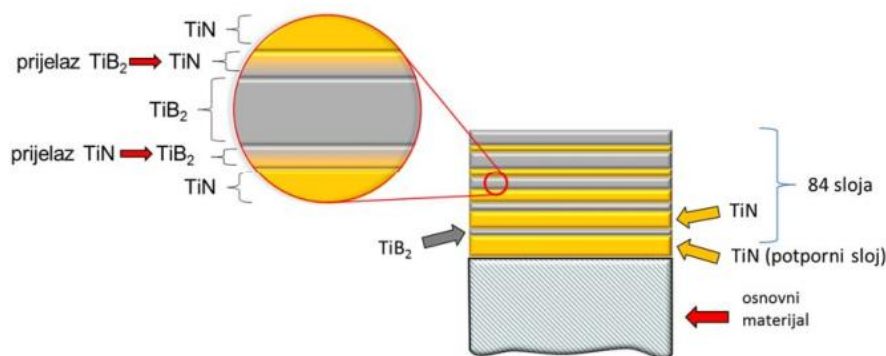
Parametar	Koraci									
	Grijanje	Čišćenje	TiN	TiN	41 x TiN – TiB ₂ prijelaz		TiB ₂	TiN	TiB ₂	Hlađenje / Ispiranje
Temperatura, °C	420	500 420↑	500	500	500	500	500	500	500	500↓20
Tlak, mbar	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Trajanje	1,5 h	2 h	2 h	480 s	120 s	120 s	240 s	300 s	300 s	1 h
Napon, V	-	540	500	500	560	560	500	560	560	-
Snaga plazme, W	-	1800	1650	1650	1650	1650	1650	1650	1650	-

Na slici 23 prikazan je slijed provođenja postupka prevlačenja.



Slika 23. Postupak prevlačenja uzorka prevlakom TiBN-a [23]

Dobivena prevlaka TiBN postavljenim parametrima je višeslojna gradijentna, a struktura prevlake je prikazana na slici 24.



Slika 24. Struktura višeslojne gradijentne prevlake TiBN-a [23]

Kako je vidljivo sa slika, prevlačenje započinje nanošenjem prevlake TiN kao potpornog sloja, a zatim se naizmjenično nanosilo 41 sloj TiN i TiB₂ gdje se sloj TiN nanosio 480 s, a sloj TiB₂ 120 s. Nakon nanosenih 82 sloja TiN-a i TiB₂, nanose se završni slojevi TiN i TiB₂ što znači da se ova prevlaka sastoji od ukupno 85 slojeva. Gradijentni prijelazi TiN – TiB₂ dobivni su kombiniranjem udjela N₂ i plina prekursora BCl₃. U sljedećem poglavlju prikazani su rezultati ispitivanja provedenih na prevlakama TiN, TiCN i TiBN.

6. REZULTATI ISPITIVANJA

U sljedećim podpoglavljima prikazani su rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka, hrapavosti površina, određivanja debljine prevlaka i otpornosti na mikro abraziju.

6.1. Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlaka

Ukoliko prevlaka ne prione kvalitetno na površinu osnovnog materijala, može doći do loma prevlake jer je sama prevlaka krhka ili čak do otpadanja prevlake s površine. U radu je ispitana prionjivost prevlaka TiN, TiCN i TiBN na alatnom čeliku za topli rad X37CrMoV5-1 primjenom Rockwell C metode utiskivanja indentora (dijamantni stožac s vršnim kutom od 120°) prema normi VDI3198. Na uzorcima prevučenim prevlakama TiCN i TiBN otisnuta su po tri otiska, a na uzorku prevučenom prevlakom TiN dva otiska. Na slici 25 je prikazan tvrdomjer za metodu Rockwell Cv na kojem su provedena ispitivanja.



Slika 25. Tvrdomjer Rockwell C

Otisci nastali na površinama uzoraka snimljeni su digitalnim mikroskopom Toolcraft s povećanjem od 50x koji je prikazan na slici 26.



Slika 26. Digitalni mikroskop Toolcraft

Na slikama u nastavku prikazani su otisci snimljeni mikroskopom. Na slici 27 prikazan je otisak na uzorku B1.



Slika 27. Otisak indentora na uzorku B1

Na slici 28 prikazan je otisak na uzorku B2.



Slika 28. Otisak indentora na uzorku B2

Na slici 29 prikazan je otisak otisnut na uzorku B3.



Slika 29. Otisak indentora na uzorku B3

S dobivenih slika otisaka, vizualnom procjenom rezultata može se pojedinoj prevlaci pridodati razred oštećenja, a dodijeljeni razredi prikazani su u tablici 8.

Tablica 8. Razredi oštećenja prevlaka

Prevlaka	Razred oštećenja
TiN	HF 1- HF2
TiCN	HF 2- HF3
TiBN	HF 3- HF4

Prema procjeni, prevlaka TiN je postigla najbolju prionjivost sa minimalnom delaminacijom, dok su prevlake TiCN i TiBN postigle prihvatljivu prionjivost uz nešto veću količinu delaminacije. Ukratko, sve prevlake su postigle zadovoljavajuću prionjivost što se može pripisati pravilno odabranim parametrima prevlačenja i prethodnom nitriranju uzoraka.

6.2. Rezultati određivanja debljine prevlaka kalotestom

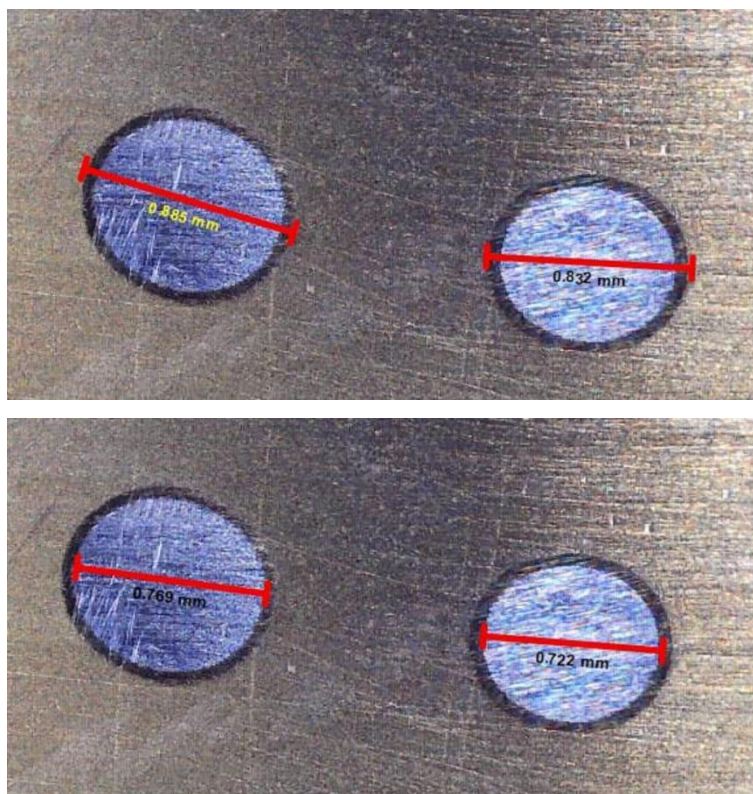
Debljina prevlake igra važnu ulogu u vidu otpornosti materijala na trošenje. Ako je prevlaka deblja i homogena pružat će bolju otpornost na trošenje od tanje prevlake. U radu su provedena ispitivanja kalotestom na sva tri prevučena uzorka. Ispitivanja su provedena na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu na uređaju TRIBOtechnic kalotester.

Za postupak trošenja prevlake kuglicom od kaljenog čelika EN DIN 100Cr6 zadani su sljedeći parametri:

- brzina vrtnje osovine: 300 okr/min.
- promjer kuglice: 20 mm
- vrijeme ispitivanja: 50, 60 s

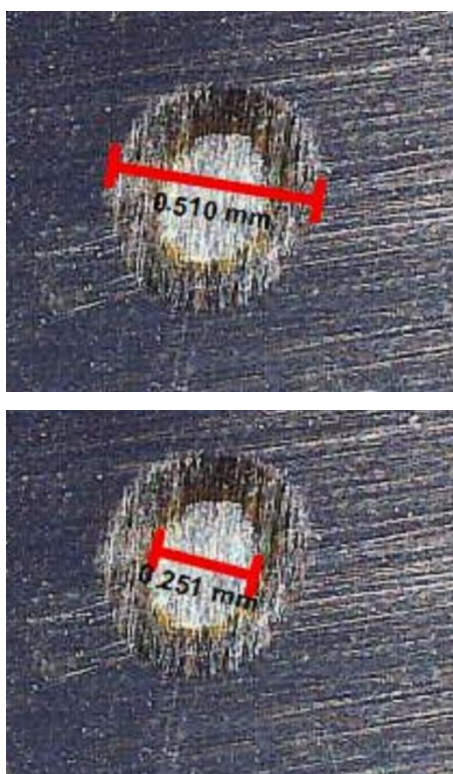
Za trošenje prevlake korištena je abrazivna suspenzija Struers DP 3 tj. dijamantna pasta sa česticama veličine 3 μ m. Dobiveni otisci nakon kalotesta snimljeni su digitalnim mikroskopom. Slike otisaka dobivenih na uzorcima prikazan su u nastavku.

Slika 30 prikazuje otiske kalote dobivene na uzorku B1.



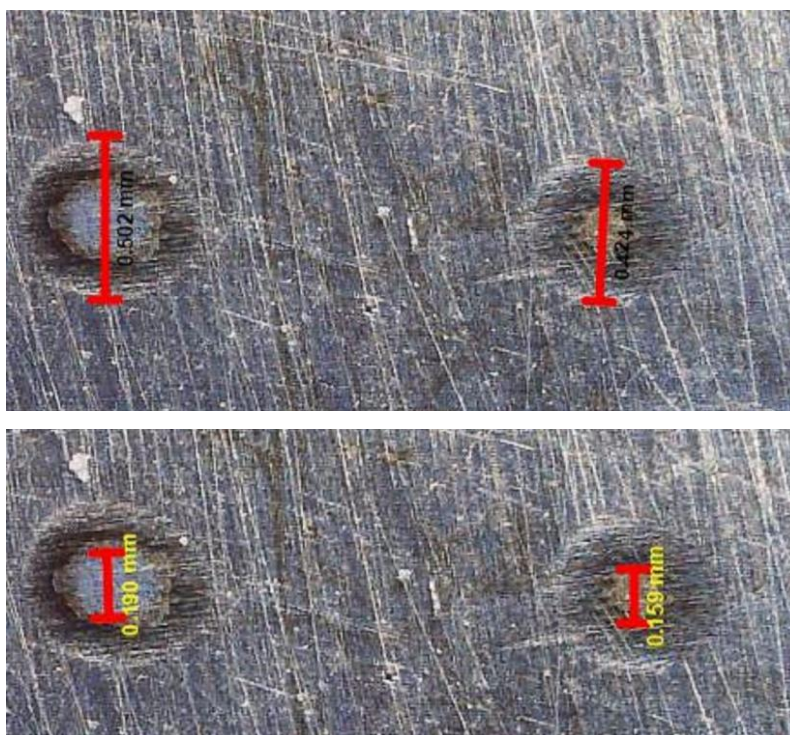
Slika 30. Otisci kalote na uzorku B1 nakon 50 i 60 s

Slika 31 prikazuje otiske dobivene na uzorku B2.



Slika 31. Otisci kalote na uzorku B2 nakon 60 s

Slika 32 prikazuje otiske dobivene na uzorku B3.



Slika 32. Otisci kalote na uzorku B3 nakon 50 i 60 s

Na slikama otisaka kalotesta, pomoću računalnog programa, izmjerene su dimenzije potrebne za proračun debljine prevlaka. U tablici 9 su navedene dimenzije potrebne za izračun debljine prevlaka za svaki uzorak.

Tablica 9. Parametri za izračun debljine prevlaka

Uzorak	t , s	R , mm	D_V , mm	d , mm
B1	50	10	0,832	0,722
	50	10	0,717	0,629
	60	10	0,885	0,769
	60	10	0,804	0,689
B2	60	10	0,510	0,251
	60	10	0,570	0,290
B3	50	10	0,424	0,159
	50	10	0,481	0,166
	60	10	0,502	0,190
	60	10	0,583	0,284

Na uzorku prevučenom prevlakom TiCN nakon 50 sekundi nije nastao otisak na kojem je moguće izmjeriti sve potrebne dimenzije pa je uzet u obzir samo otisak nakon 60 sekundi trošenja. U tablici 10 prikazane su izračunate vrijednosti debljine prevlaka za svaku prevlaku dobivene pomoću formule (4).

Tablica 10. Izračunate vrijednosti debljine prevlaka po otiscima

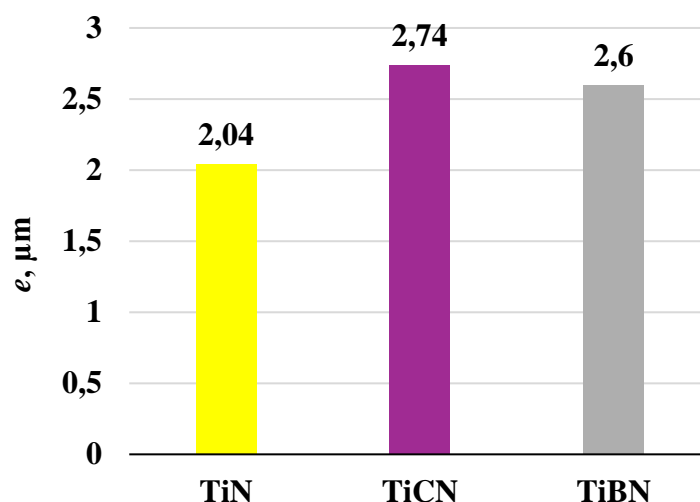
Uzorak	t, s	$e_s, \mu m$	$e_{sr}, \mu m$
B1	50	2,137	1,809
	50	1,481	
	60	2,398	2,272
	60	2,146	
B2	60	2,464	2,464
	60	3,010	3,010
B3	50	1,931	2,239
	50	2,548	
	60	2,699	2,970
	60	3,240	

Izračunata vrijednost e_s predstavlja debljinu prevlake dobivene pomoću formule (4) uvrštavanjem mjera iz tablice 9 u jednadžbu (4). Vrijednost e_{sr} je aritmetička sredina dobivenih vrijednosti e_s za svaki otisak. Srednje vrijednosti debljine prevlaka prikazane su u donjoj tablici 11.

Tablica 11. Srednje vrijednosti debljine prevlaka

Prevlaka	$e, \mu m$
TiN	2,04
TiCN	2,74
TiBN	2,60

Na histogramu na slika 33 prikazana je usporedba dobivenih debljina prevlaka.

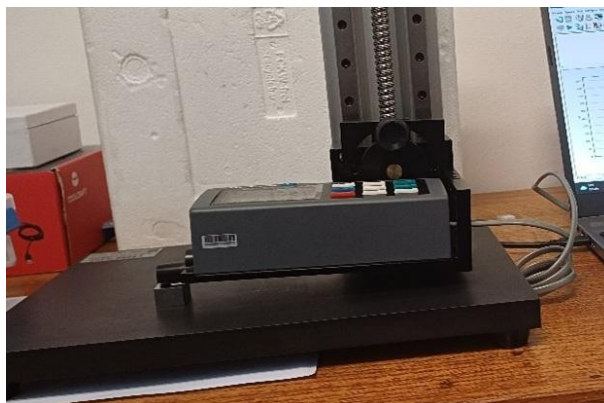


Slika 33. Usporedba debljina prevlaka

Iz proračuna debljina prevlaka dobiveni su podaci debljina prevlaka na uzorcima od kojih je prevlaka na uzorku B2 najdeblja i iznosi 2,74 μm , druga najdeblja je prevlaka na uzorku B3 iznosi 2,6 μm , a najtanja prevlaka je na uzorku B1 i iznosi 2,04 μm .

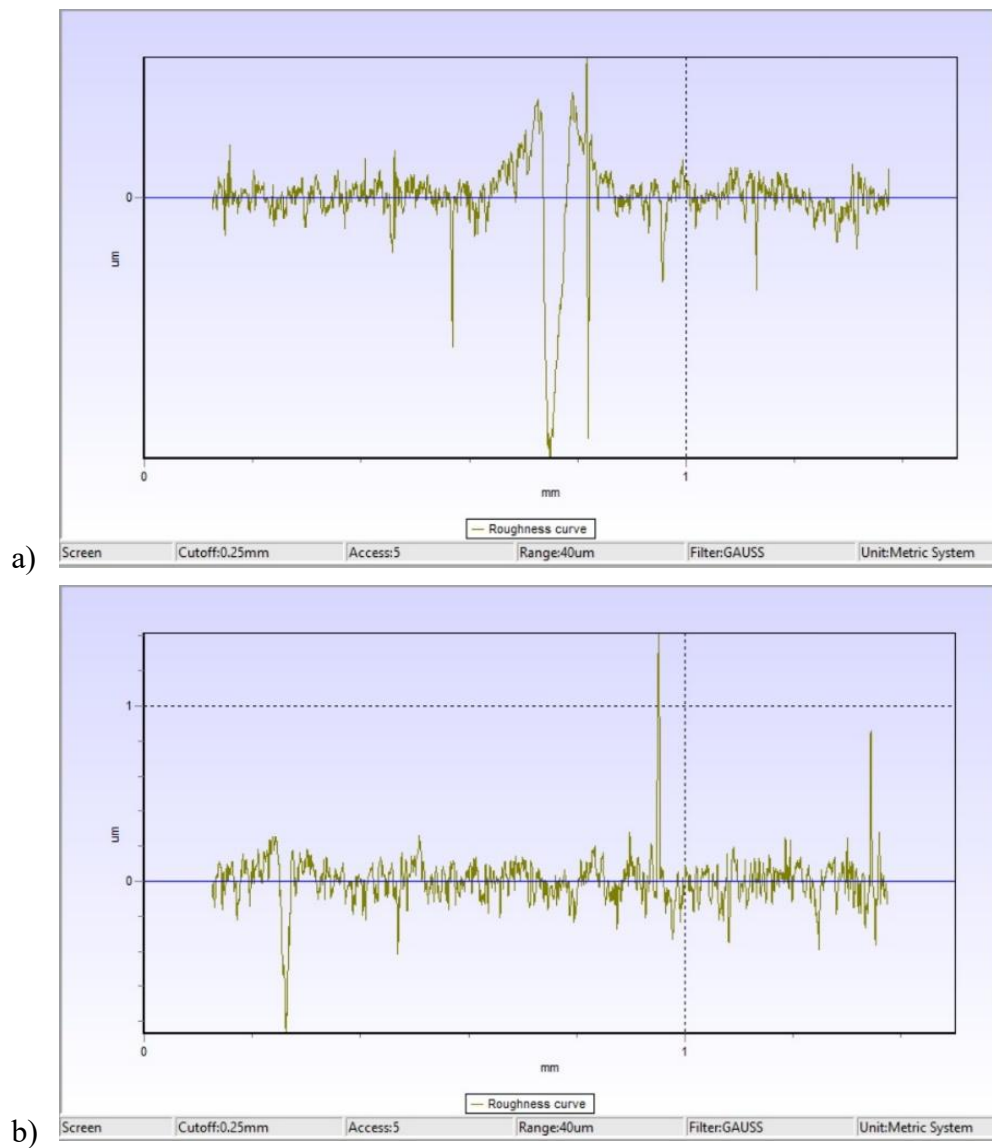
6.3. Rezultati ispitivanja hrapavosti površine

Ispitivanje hrapavosti površine provedeno je na sva četiri uzorka pomoću mjerača površinske hrapavosti TR 3202 koji je prikazan na Slika 34.

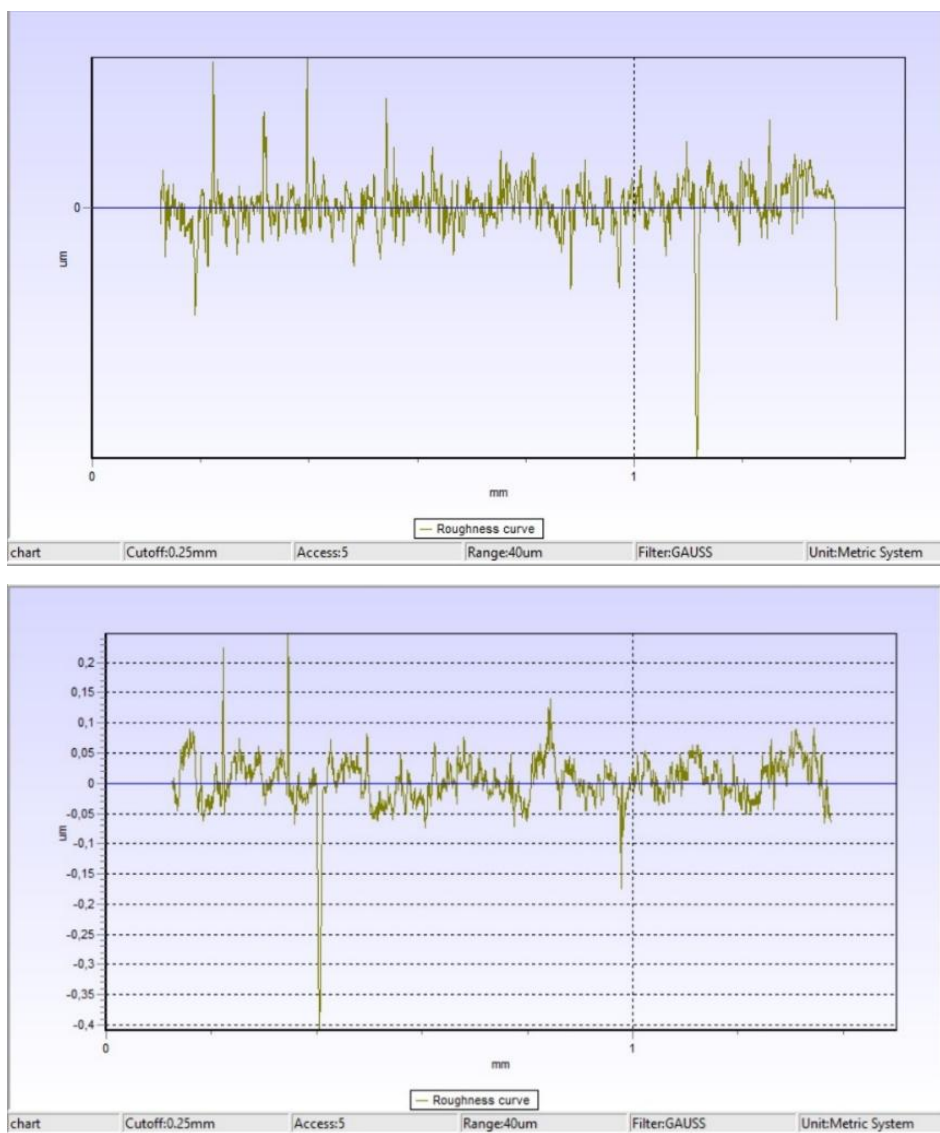


Slika 34. Prijenosni uređaj za mjerenje hrapavosti TR 3202

Postupak je proveden s 5 dužina vrednovanja od 0,25 mm na referentnoj dužini od 1,25 mm mm. Na slikama 35 i 36 prikazani su profili hrapavosti površine za sva četiri uzorka.



Slika 35. Profili hrapavosti ispitnih uzoraka: a) B0, b) B1



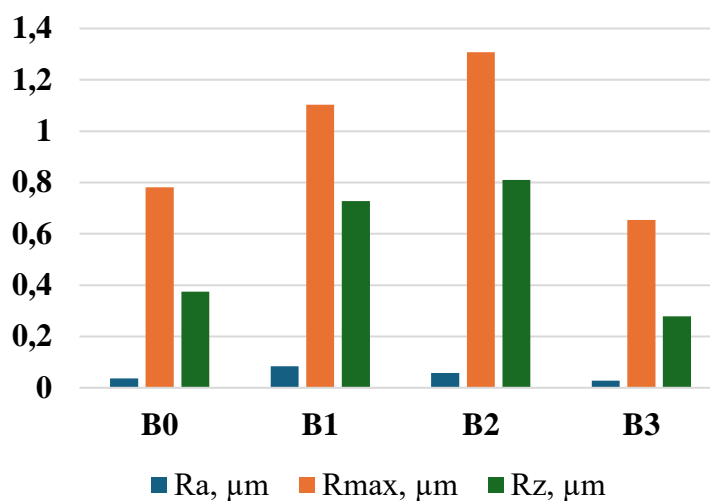
Slika 36. Profili hrapavosti ispitnih uzoraka: a) B2, b) B3

U tablici 12 su prikazani rezultati dobiveni analizom prikazanih profila hrapavosti pomoću računalnog programa.

Tablica 12. Izmjerene vrijednosti parametara hrapavosti

Uzorak	$R_a, \mu\text{m}$	$R_{\text{max}}, \mu\text{m}$	$R_z, \mu\text{m}$
B0	0,036	0,781	0,375
B1	0,084	1,103	0,728
B2	0,058	1,308	0,81
B3	0,028	0,654	0,279

Na slici 37 prikazan je histogram usporedbe hrapavosti površine uzoraka.



Slika 37. Usporedba parametara hrapavosti po uzorcima

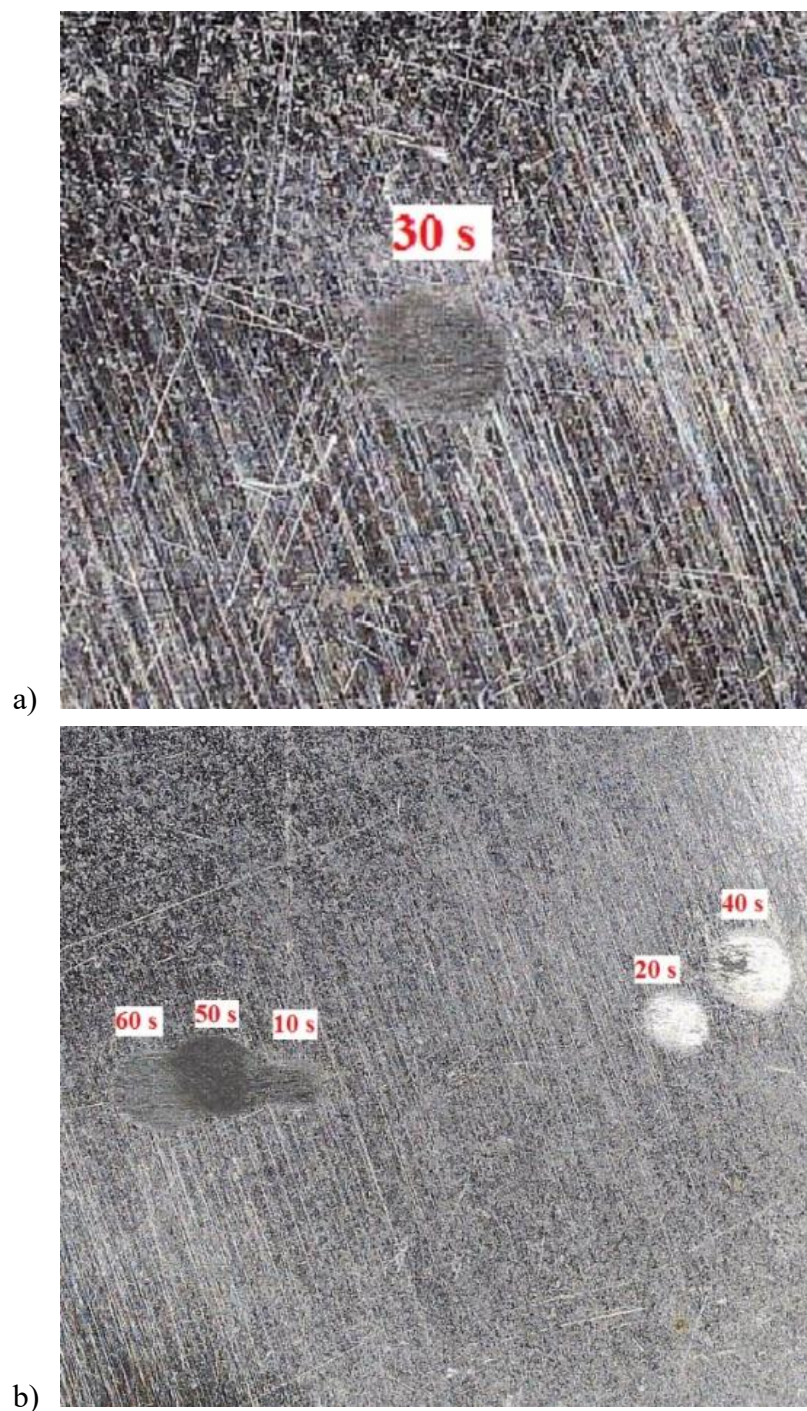
Iz dobivenih rezultata ispitivanja hrapavosti površine, vidljivo je da je najmanja hrapavost površine postignuta na uzorku B3, zatim na uzorku B0, dok najveću hrapavost ima uzorak B2. Pretpostavlja se da je na uzorcima B1 i B2 povećana hrapavost prilikom procesa čišćenja površine postupkom otprašivanja te su se na pojedinim mjestima (vrhovi profila hrapavosti) nataložile čestice prevlake u većoj mjeri. Niska hrapavost uzorka B0 je rezultat poliranja površine koje je provedeno nakon toplinske obrade, prije prevlačenja. Na uzorku B3 prevlaka je nanosena kvalitetnije te je zato njena hrapavost najmanja.

6.4. Ispitivanje otpornosti na mikro abrazivsko trošenje

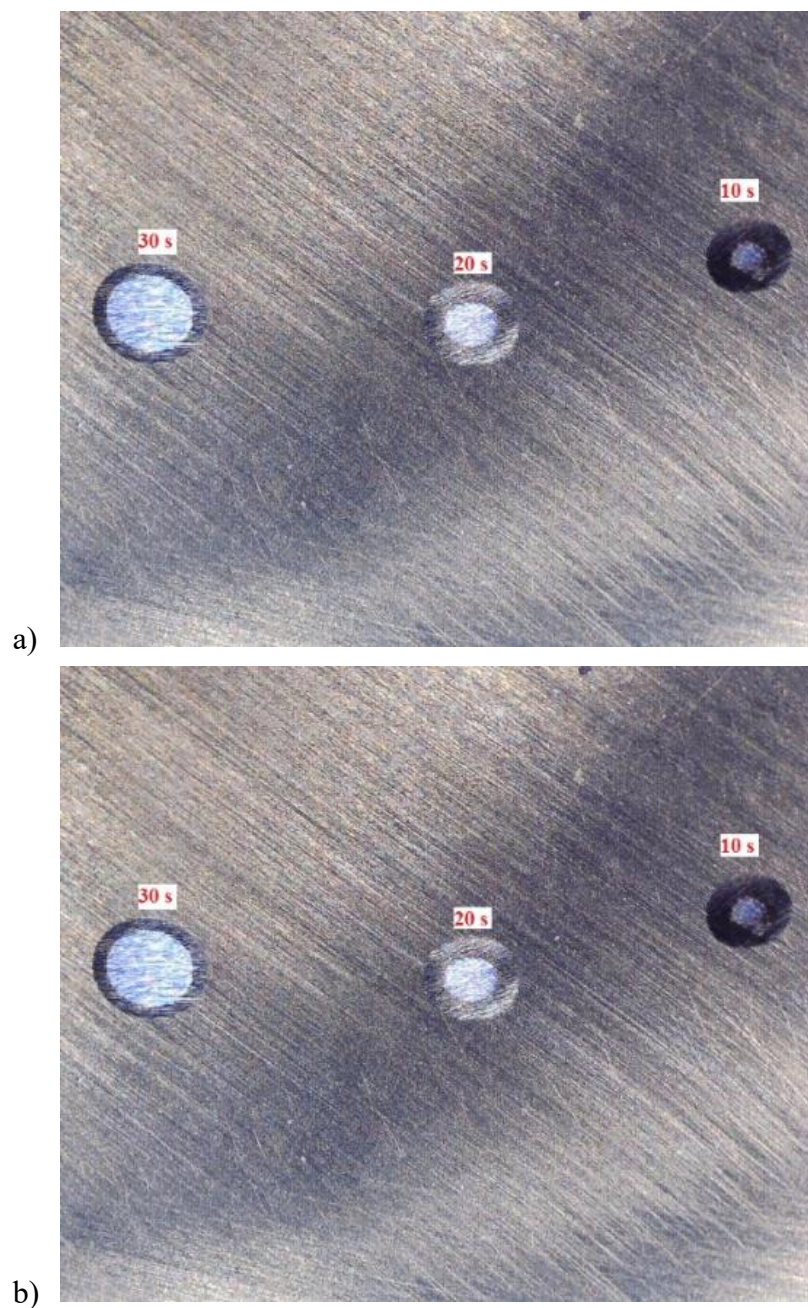
Ovo ispitivanje provedeno je na sva četiri uzorka. Ispitivanja su provedena na kalotesteru sa sljedećim parametrima:

- promjer kuglice: 20 mm
- brzina vrtnje osovine: 300 okr/min
- vrijeme trošenja: 10, 20, 30, 40, 50 i 60 s

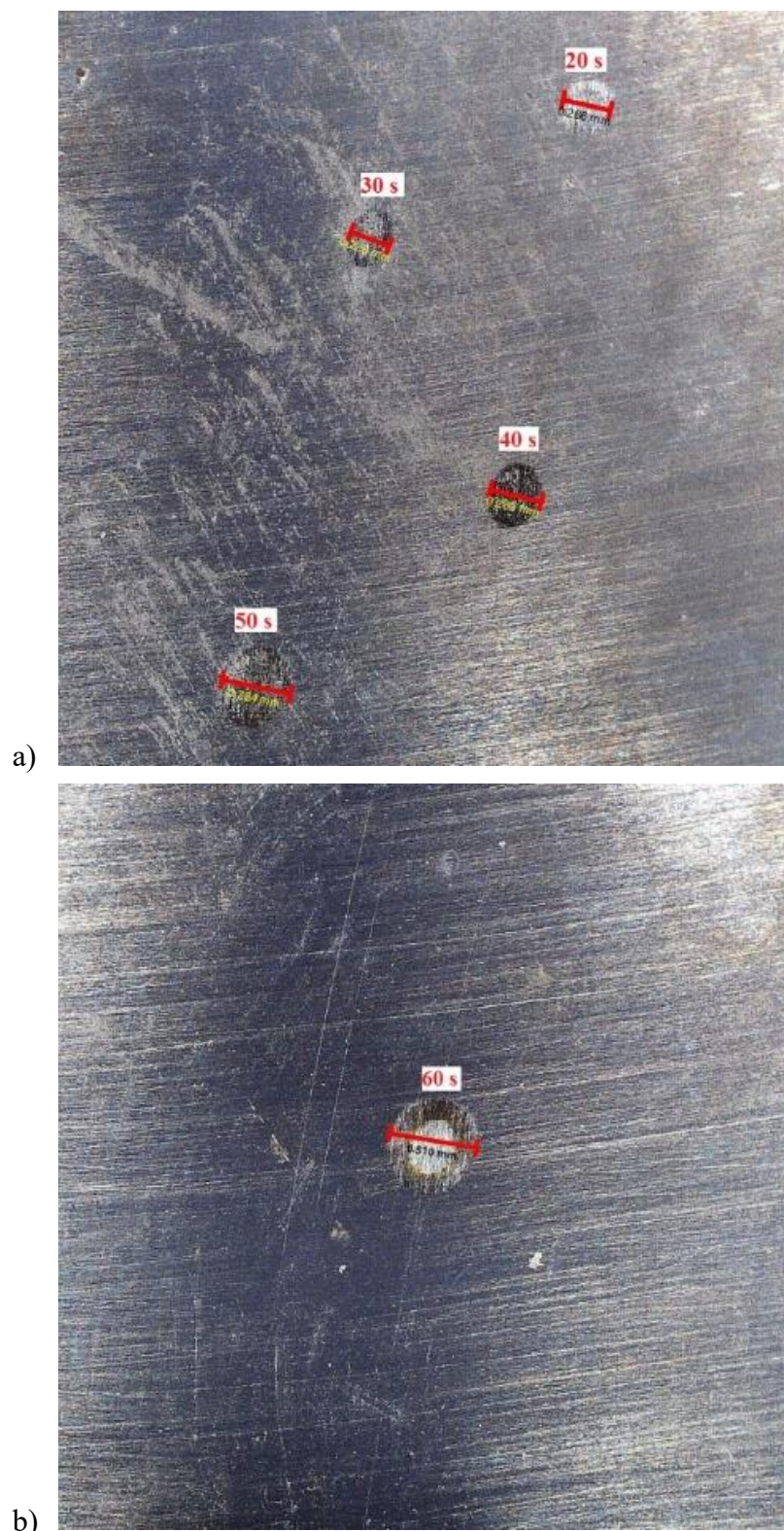
Za trošenje površine korištena je abrazivna pasta sa dijamantnim česticama veličine 3 μm . Dobiveni otisci snimljeni su digitalnim mikroskopom. Na slikama 38, 39, 40 i 41 prikazani su dobiveni otisci.



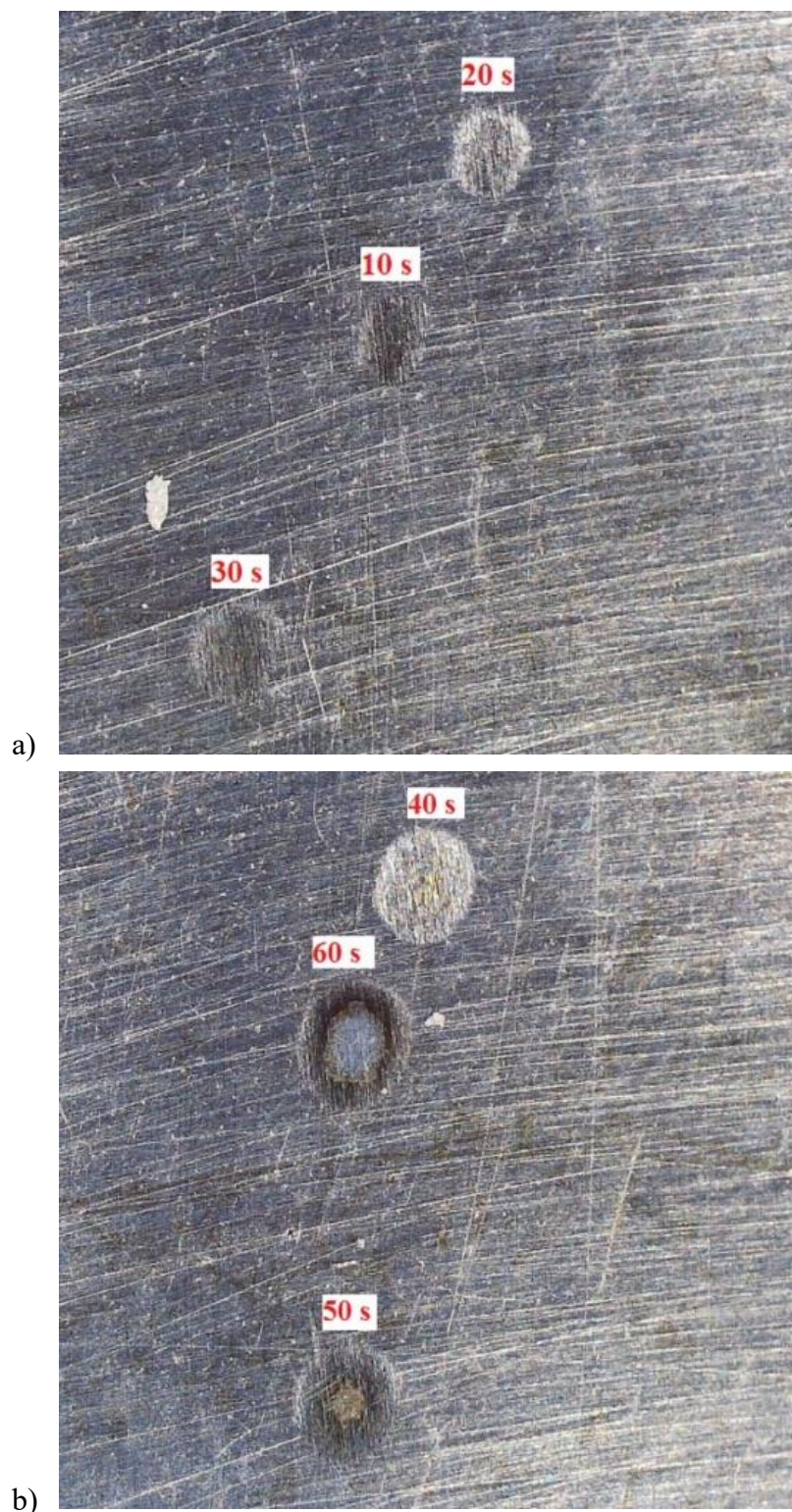
Slika 38. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B0 nakon: a) 30 s, b) 10, 20, 40, 50, i 60s



Slika 39. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B1 nakon: a) 10, 20 i 30 s, b) 40, 50 i 60 s



Slika 40. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B2 nakon: a) 10 do 50 s, b) 60 s



Slika 41. Otisci dobiveni kalotestom na uzorku B3 nakon: a) 10 do 30s, b) 40 do 60 s

Sa slika dobivenih mikroskopom, korištenjem računalnog programa za analizu slike ToupView, izmjerene su dimenzije za izračun volumena pojedine prevlake koji je potrošen. U tablici 13 prikazane su veličine potrebne za izračun volumena prema formuli

(5) i dubinu prodiranja kuglice prema formuli (6), a u tablici 14 se nalaze izračunate vrijednosti volumena i dubine prodiranja.

Tablica 13. Parametri za izračun volumena trošenja i dubine prodiranja kuglice

		B0		B1		B2		B3	
t, s	R, mm	d_K, mm	S, mm^2	d_K, mm	S, mm^2	d_K, mm	S, mm^2	d_K, mm	S, mm^2
10	10	0,28	0,062	0,51	0,204	0	0	0,334	0,088
20	10	0,366	0,105	0,587	0,271	0,275	0,059	0,339	0,09
30	10	0,375	0,11	0,673	0,356	0,3	0,071	0,418	0,137
40	10	0,438	0,151	0,678	0,361	0,335	0,088	0,464	0,169
50	10	0,463	0,168	0,784	0,483	0,426	0,143	0,464	0,169
60	10	0,464	0,169	0,857	0,577	0,546	0,234	0,529	0,220

Vrijednost S je površina kalote izračunata prema (7)

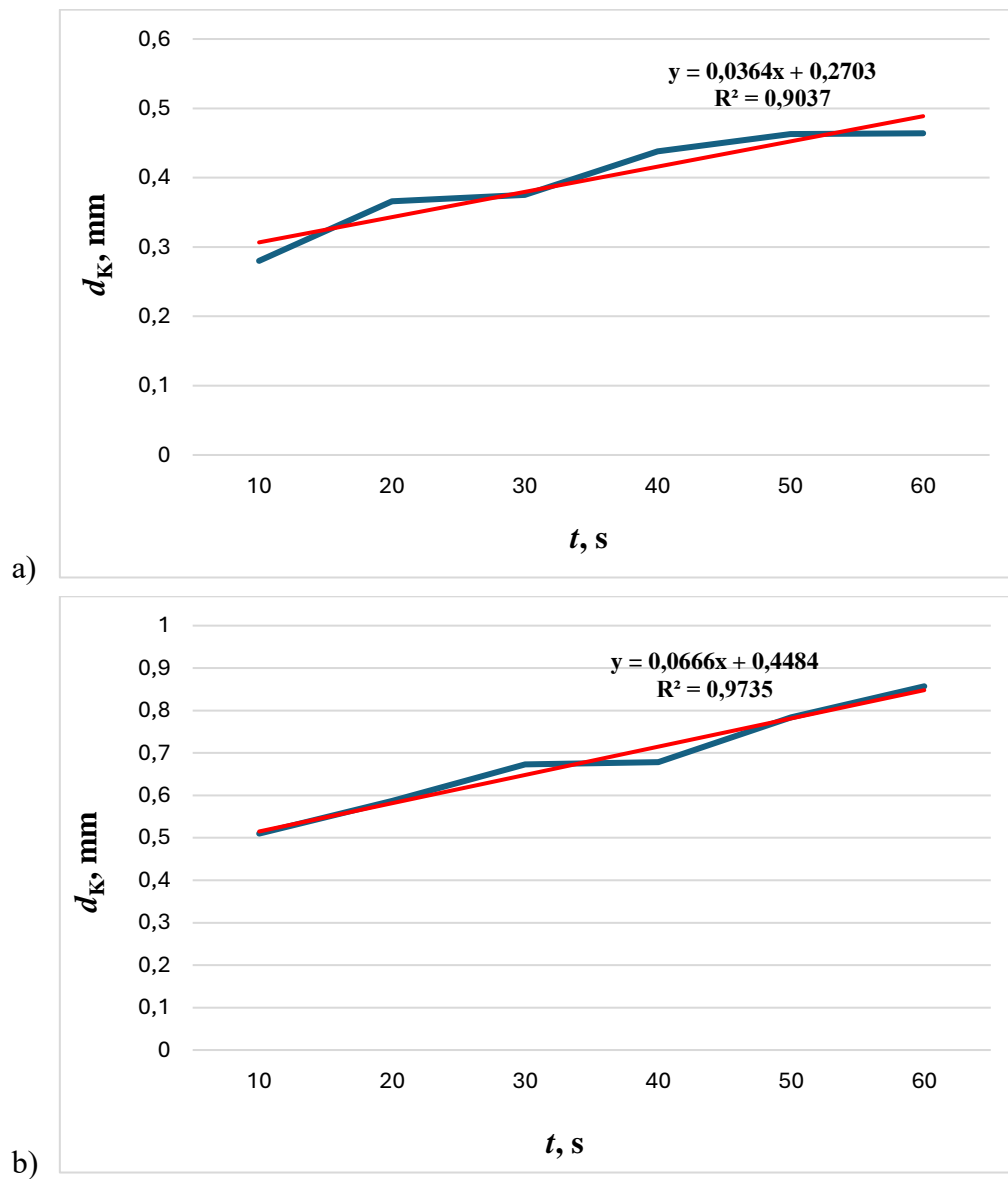
$$S = \frac{d_K^2 * \pi}{4} \quad (7)$$

Tablica 14. Izračunate vrijednosti volumena trošenja i dubine prodiranja kuglice

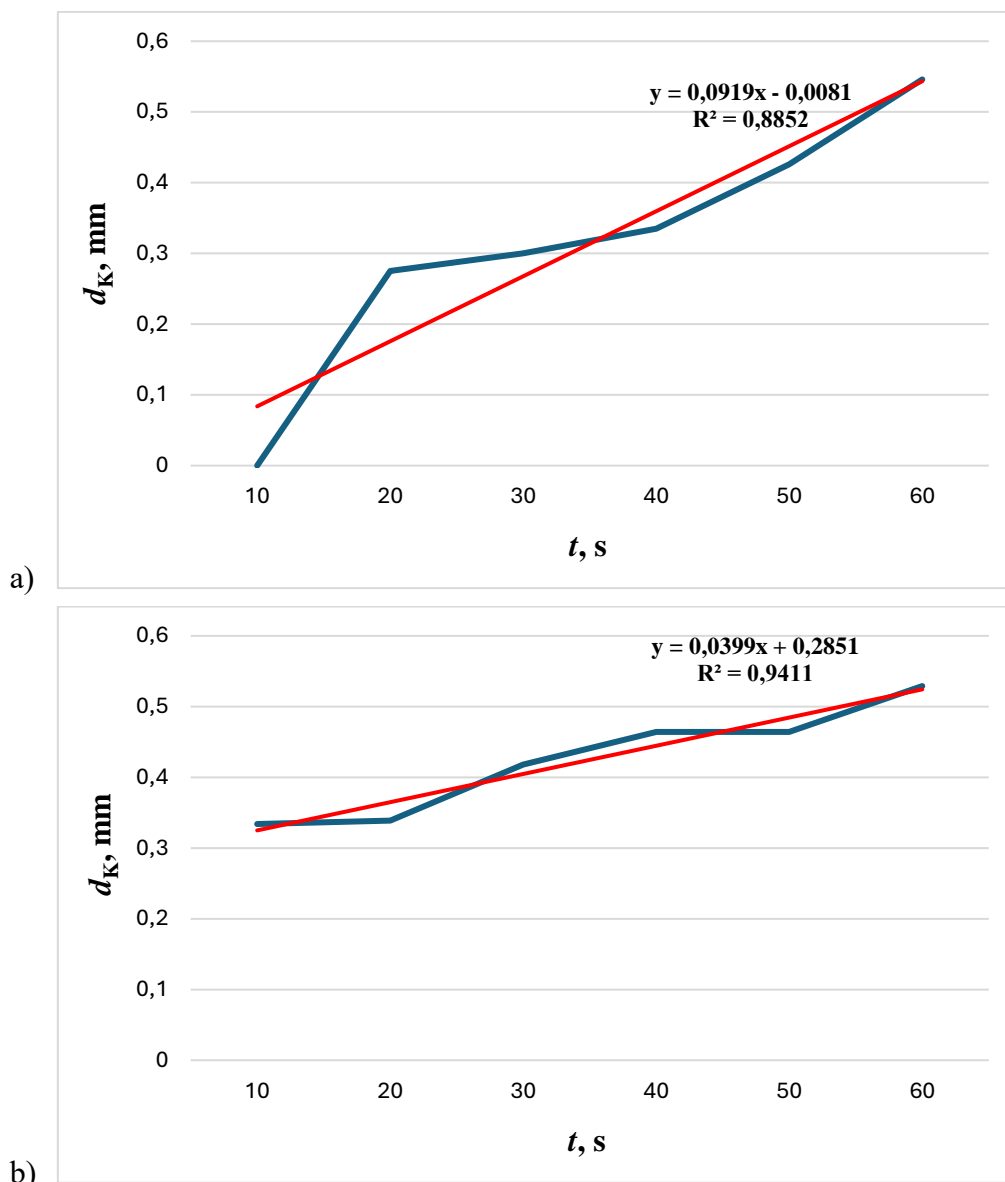
	B0		B1		B2		B3	
t, s	V, mm^3	$h, \mu m$	V, mm^3	$h, \mu m$	V, mm^3	$h, \mu m$	V, mm^3	$h, \mu m$
10	$3,02 \cdot 10^{-5}$	0,98	$3,32 \cdot 10^{-4}$	3,251	0	0	$6,11 \cdot 10^{-5}$	1,394
20	$8,81 \cdot 10^{-5}$	1,674	$5,83 \cdot 10^{-4}$	4,307	$2,8 \cdot 10^{-5}$	0,945	$6,48 \cdot 10^{-5}$	1,437
30	$9,71 \cdot 10^{-5}$	1,758	$1 \cdot 10^{-3}$	5,662	$3,98 \cdot 10^{-5}$	1,125	$1,5 \cdot 10^{-4}$	2,184
40	$1,81 \cdot 10^{-4}$	2,398	$1,04 \cdot 10^{-3}$	5,746	$6,18 \cdot 10^{-5}$	1,403	$2,28 \cdot 10^{-4}$	2,691
50	$2,26 \cdot 10^{-4}$	2,680	$1,86 \cdot 10^{-3}$	7,683	$1,62 \cdot 10^{-4}$	2,268	$2,28 \cdot 10^{-4}$	2,691
60	$2,28 \cdot 10^{-4}$	2,691	$2,65 \cdot 10^{-3}$	9,181	$4,36 \cdot 10^{-4}$	3,723	$3,84 \cdot 10^{-4}$	3,498

Vrijednost h zapisana je u jedinici μm kako bi se odmah mogla usporediti sa dobivenim debljinama prevlake i provjeriti jesu li dobiveni rezultati realni.

Na slikama 42 i 43 prikazani su grafovi koji pokazuju mikro abrazijsko trošenje prevlaka u vremenu od 60 s za sva četiri uzorka.



Slika 42. Grafički prikaz mikroabrazijskog trošenja uzoraka: a) B0, b) B1



Slika 43. Grafički prikaz mikroabrazijskog trošenja uzoraka: a) B2, b) B3

Iz rezultata dobivenih u ispitivanjima otpornosti na mikroabraziju može se zaključiti da je uzorak B0 najotporniji na mikroabraziju, a uzorak B1 najmanje otporan. Kako je karakteristika triboloških prevlaka visoka tvrdoća i ispitivane prevlake su dobro prionule na prevlaku očekivalo se da će uzorci B1, B2 i B3 biti otporniji od uzorka B0, no pretpostavlja se da je glavni uzrok ovih rezultata visoka hrapavost prevlaka u odnosu na neprevučeni uzorak. Naime, čestice dijamanta u pasti prilikom kalotesta mogu klizati preko glatkih površina te se tako glađa površina sporije troši od one sa većim izbočinama kao što je slučaj s prevlakama.

ZAKLJUČAK

U teorijskom dijelu ovog rada opisan je postupak plazmatskog nitriranja i postupak prevlačenja PACVD kojima su obrađena tri uzorka dok je četvrti uzorak samo kaljen i popušten. U eksperimentalnom dijelu provedena su ispitivanja prionjivosti prevlaka Rockwell C metodom i određivanja debljine prevlaka kalotestom kako bi se karakterizirala svojstva dobivenih prevlaka na uzorcima B1, B2 i B3 koji su nitrirani i prevučeni redom prevlakama TiN, TiCN i TiBN. Iz provedenih ispitivanja hrapavosti površine i otpornosti na mikroabraziju na sva četiri uzorka, zaključuje se sljedeće:

- Sve su prevlake postigle zadovoljavajuću razinu prionjivosti. Uzorak prevučen prevlakom TiN postigao je najveću prionjivost, a uzorak prevučen prevlakom TiBN najlošiju.
- Prevlaka TiCN postigla je najveću debljinu, a prevlaka TiN najmanju. Na uzorku prevučenom prevlakom TiCN izmjerena je najmanja hrapavost površine, a najveća na uzorku prevučenom prevlakom TiN. Pretpostavlja se da hrapavost površine ima bitnu ulogu u procesu mikroabrazijskog trošenja što je vidljivo iz rezultata ispitivanja trošenja, koji pokazuju da se neprevučeni uzorak najmanje potrošio, a nakon njega uzorak prevučen prevlakom TiBN koji je također imao nižu hrapavost.
- Zbog niske hrapavosti površine uzorka moguće je da prilikom trošenja uzorka kalotestom čestice dijamanta u pasti samo djelomično troše uzorak, a djelomično klize zbog glatkoće površine. Stoga se međusobno mogu uspoređivati samo brzine mikroabrazijskog trošenja tvrdih prevlaka, kod kojih je dominantni mehanizam trošenja abrazija, praktički bez klizanja kuglice po istrošenoj kaloti.
- Najmanja brzina mikroabrazijskog trošenja postignuta je na prevlaci PACVD TiBN, dok je brzina trošeja prevlaka PACVD TiN i PACVD TiCN podjednaka.

LITERATURA

- [1] M. Novosel, F. Cajner, and D. Krumes, "Alatni materijali, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 1996."
- [2] Sandra Bajčinović, Anita Begić Hadžipašić, and Jožef Medved, "ALATNI ČELICI – PODJELA I OSNOVNA SVOJSTVA."
- [3] Bojan Podgornik, Marko Sedlaček, Borut Žužek, and Agnieszka Guštin, "Properties of Tool Steels and Their Importance When Used in a Coated System."
- [4] D. Landek, "Mikrostruktura alatnih čelika - vježbe iz kolegija 'Alatni materijali', Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu."
- [5] M. Stupnišek and B. Matijević, "Pregled postupaka modificiranja i prevlačenja materijala."
- [6] B. Liščić, M. Stupnišek, F. Cajner, and T. Filetin, *Toplinska obradba - Praktikum, Sveučilište u Zagrebu 1992.*
- [7] B. Matijević, "Predavanja iz kolegija „Toplinska obrada“, Toplinsko-kemijsko modificiranje površine čelika, karbonitriranje, nitriranje, nitrokarburiranje, autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2016."
- [8] S. Vargek, "Nitriranje nehrđajućih čelika u plazmi ioniziranih plinova, Diplomski rad, FSB, Zagreb, 2021."
- [9] A. Baptista, F. J. G. Silva, J. Porteiro, J. L. Míguez, G. Pinto, and L. Fernandes, "On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications," *Procedia Manuf.*, vol. 17, pp. 746–757, 2018, doi: 10.1016/j.promfg.2018.10.125.
- [10] L. Sun *et al.*, "Chemical vapour deposition."
- [11] C. Mitterer *et al.*, "Industrial applications of PACVD hard coatings."
- [12] S. S. Eskildsen, Claus Mathiasen, and Morten Foss, "Plasma CVD: process capabilities and economic aspects."
- [13] M. Benjak, "Karakterizacija tankih tvrdih prevlaka na bazi titanija, Diplomski rad, FSB, Zagreb, 2017."
- [14] S. Mariappan, N. Radhika, and B. Saleh, "Current Status, Challenges, and Future Prospects of Thin Film Coating Techniques and Coating Structures".
- [15] M. Stoiber, E. Badisch, C. Lugmair, and C. Mitterer, "Low-friction TiN coatings deposited by PACVD."

- [16] D. Heim, F. Holler, and C. Mitterer, "Hard coatings produced by PACVD applied to aluminium die casting."
- [17] M. T. Hernández-Sierra, L. D. Aguilera-Camacho, Arturo Ponce, J. S. García-Miranda, and K. J. Moreno, "Tribological performance of TiN and TiCN coatings on a working tool steel."
- [18] Myung Jin Son, Sung Soo Kang, Eung-Ahn Lee, and Kwang Ho Kim, "Properties of TiBN coating on the tool steels by PECVD and its applications."
- [19] D. Jelaska, "Elementi strojeva : skripta za studente Industrijskog inženjerstva, Fakultet elektrotehnike strojarstva i brodogradnje, Sveučilište u Splitu, 2005."
- [20] N. Vidakis, A. Antoniadis, and N. Bilalis, "The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds."
- [21] "Calotest." Accessed: Nov. 16, 2024. [Online]. Available: <https://www.tribotechnic.com/en/products/calotest>
- [22] K.I. Rutherford and I.M. Hutchings, "A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems."
- [23] S. Kovačić, "Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad, Doktorski rad, FSB, Zagreb, 2015."