

# Ispitivanje adhezivnosti PACVD TiN/TiCN prevlake na alatnim čelicima za hladni rad

---

**Radiković, Marsel**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2016**

*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:235:804852>

*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

# ZAVRŠNI RAD

*Marsel Radiković*

Zagreb, 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

Mentor:

dr.sc.Darko Landek, izv.prof.

Student:

Marsel Radiković

Zagreb, 2016.

Izjavljujem da sam ovaj završni rad izradio samostalno uz stručnu pomoć mentora izv.prof.dr.sc Darka Landeka te koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se svim profesorima, asistentima i stručnom osoblju Fakulteta strojarstva i brodogradnje na prenesenom znanju tijekom studija. Posebno se zahvaljujem mentoru izv.prof.dr.sc. Darku Landeku te mag.ing. Saši Kovačiću na pruženoj stručnoj pomoći u izradi ovog rada.

Također, zahvaljujem se svojoj obitelji, djevojci, prijateljima i kolegama na pruženoj podršci i razumijevanju iskazanom tijekom studiranja.

Marsel Radiković



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite  
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:  
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo  
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

## ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Marsel Radiković** Mat. br.: 0035191860

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje adhezivnosti PACVD TiN/TiCN prevlake na alatnim čelicima za hladni rad**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Adhesivity testing of hard PACVD TiN/TiCN coating deposited on cold work tool steels**

Opis zadatka:

Postupkom plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (PACVD) proizvode se površinski slojevi specifičnih svojstava na konstrukcijskim dijelovima i alatima. Prema dostupnoj literaturi i izvorima informacija u radu treba opisati provedbu postupka PACVD i međusobno usporediti adhezivnost tvrdih prevlaka TiN i TiN/TiCN dobivenih ovim postupkom na podlogama alatnih čelika.

U eksperimentalnom dijelu rada provesti nanošenje višeslojnih prevlaka TiN/TiCN različite debljine na podlogu od kaljenih i popuštenih alatnih čelika za hladni rad K390MC i X155CrVMo12-1. Dobivenim prevlakama odrediti debljinu i tvrdoću te ispitati njihovu adhezivnost prema metodi VDI 3198.

Na osnovi rezultata ispitivanja procijeniti utjecaj vrste i svojstava podloge na adhezivnost prevlake TiN/TiCN te predložiti optimalnu debljinu prevlake za ispitivane čelike.

Zadatak zadan:

25. studenog 2015.

Rok predaje rada:

1. rok: 25. veljače 2016.
2. rok (izvanredni): 20. lipnja 2016.
3. rok: 17. rujna 2016.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 29. 2., 02. i 03.03. 2016.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2016.
3. rok: 19., 20. i 21. 09. 2016.

Zadatak zadao:

Izv.prof. dr.sc. Darko Landek

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Zoran Kunica

# SADRŽAJ

<b>SADRŽAJ</b> .....	I
<b>POPIS SLIKA</b> .....	II
<b>POPIS TABLICA</b> .....	III
<b>POPIS OZNAKA</b> .....	IV
<b>SAŽETAK</b> .....	V
<b>SUMMARY</b> .....	VI
<b>1. UVOD</b> .....	1
<b>TEORIJSKI DIO</b> .....	2
<b>2. SVOJSTVA I PRIMJENA VISOKOLEGIRANIH ALATNIH ČELIKA</b> .....	3
2.1 Podjela visokolegiranih alatnih čelika .....	3
2.2. Alatni čelik X155CrVMo12-1 .....	4
2.2. Alatni čelik K390MC .....	8
<b>3. PRIMJENA I SVOJSTVA PACVD PREVLAKA</b> .....	12
3.1. Uređaj za PACVD postupak.....	12
3.2. Svojstva tvrdih PACVD prevlaka.....	15
3.2.1 Utjecaj klora na faktor trenja .....	16
3.2.2 Utjecaj omjera plinske mješavine dušika i vodika na stupanj adhezivnosti prevlake .	17
3.2.3 Utjecaj napona .....	18
<b>4. ISPITIVANJE DEBLJINE I ADHEZIVNOSTI PREVLAKA</b> .....	20
4.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom .....	20
4.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema metodi VDI 3198 .....	22
<b>EKSPERIMENTALNI DIO</b> .....	25
<b>5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA</b> .....	26
5.1. Plan ispitivanja .....	26
5.2. Provedba ispitivanja .....	28
<b>6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA</b> .....	32
<b>7.ZAKLJUČAK</b> .....	37
<b>LITERATURA</b> .....	38
<b>PRILOZI</b> .....	39

# POPIS SLIKA

<b>Slika 1.</b> TTT-dijagram za čelik X155CrVMo12-1 [2].....	5
<b>Slika 2.</b> Dijagram popuštanja za čelik X155CrVMo12-1 [2].....	6
<b>Slika 3.</b> Cjelokupni postupak toplinske obrade čelika X155CrVMo12-1 [2].....	7
<b>Slika 4.</b> Tijek proizvodnje dijelova metalurgijom praha [4].....	8
<b>Slika 5.</b> Usporedba mikrostrukture čelika izrađenih [5].....	9
<b>Slika 6.</b> TTT – dijagram čelika K390 MC [6].....	10
<b>Slika 7.</b> Uređaj RUBIG PC 70/90 instaliran na FSB-u [7].....	12
<b>Slika 8.</b> Shematski prikaz PACVD uređaja [9].....	14
<b>Slika 9.</b> Krivulje faktora trenja za kliznu udaljenost od 1000m za TiN prevlake za različite koncentracije klora [11].....	16
<b>Slika 10.</b> Utjecaj sadržaja klora na tvrdoću i Youngov modul [11].....	17
<b>Slika 11.</b> Stupanj adhezivnosti TiN prevlake na alatnom čeliku za hladni u ovisnosti o omjeru $N_2/H_2$ [12].....	17
<b>Slika 12.</b> Debljina difuzijske zone u ovisnosti o udjelu $N_2$ [12].....	18
<b>Slika 13.</b> Brzina prevlačenja u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme [13].....	19
<b>Slika 14.</b> Adhezivnost TiN prevlaka na različitim pulsirajućim naponima plazme [13].....	19
<b>Slika 15.</b> Zaostala naprezanja u prevlaci u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme [13].....	19
<b>Slika 16.</b> Uređaj CALOTESTER.....	20
<b>Slika 17.</b> Princip kalotesta.....	21
<b>Slika 18.</b> Princip određivanja promjera otiska kalote.....	21
<b>Slika 19.</b> Četiri vrste granica između podloge i prevlake [14].....	22
<b>Slika 20.</b> Rockwell-ov tvrdomjer.....	23
<b>Slika 21.</b> Ocjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 metodi [15].....	24
<b>Slika 22.</b> Oblik i dimenzije uzoraka za ispitivanje [16].....	26
<b>Slika 23.</b> Toplinska obrada ispitnih uzoraka izrađenih od alatnih čelika [16].....	27
<b>Slika 24.</b> Izgled kvadratičnih ispitnih uzoraka.....	28
<b>Slika 25.</b> Izgled ispitnih uzoraka u obliku diska:.....	29
<b>Slika 26.</b> Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C2-1-1.....	29
<b>Slika 27.</b> Mjerno mjesto C2-1-1 sa očitanim promjerima istrošene prevlake u kalotestu.....	30
<b>Slika 28.</b> Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku C2.....	32
<b>Slika 29.</b> Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake za uzorak C2.....	33
<b>Slika 30.</b> Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku D2.....	34
<b>Slika 31.</b> Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake za uzorak D2.....	35

# POPIS TABLICA

<b>Tablica 1.</b> <i>Kemijski sastav čelika X155CrVMo12-1 [2]</i> .....	4
<b>Tablica 2.</b> <i>Kemijski sastav čelika K390MC [5]</i> .....	9
<b>Tablica 3.</b> <i>Svojstva TiN i TiCN prevlaka</i> .....	15
<b>Tablica 4.</b> <i>Parametri PACVD postupka za nanošenje prevlake TiN/TiCN [17]</i> .....	27
<b>Tablica 5.</b> <i>Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku K390MC</i>	33
<b>Tablica 6.</b> <i>Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X155CrVMo12-1</i> .....	35



## POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
D	$\mu\text{m}$	vanjski promjer otiska
D <sub>1</sub>	$\mu\text{m}$	vanjski promjer u horizontalnom smjeru
D <sub>2</sub>	$\mu\text{m}$	vanjski promjer u vertikalnom smjeru
D <sub>sr</sub>	$\mu\text{m}$	srednja vrijednost vanjskog promjera otiska
d	$\mu\text{m}$	unutarnji promjer otiska
d <sub>1</sub>	$\mu\text{m}$	unutarnji promjer otiska u horizontalnom smjeru
d <sub>2</sub>	$\mu\text{m}$	unutarnji promjer otiska u vertikalnom smjeru
d <sub>sr</sub>	$\mu\text{m}$	srednja vrijednost unutarnjeg promjera otiska
e	$\mu\text{m}$	debljina prevlake
H	mm	udaljenost mjernog mjesta od donje površine obratka
R	$\mu\text{m}$	polumjer kugle
x	$\mu\text{m}$	mjerna udaljenost
y	$\mu\text{m}$	mjerna udaljenost

## **SAŽETAK**

U ovom radu analizirana su svojstva adhezivnosti i debljine prevlake TiN/TiCN dobivene postupkom PACVD (plazmom potpomognuto kemijsko taloženje iz parne faze) na alatnim čelicima za hladni rad K390MC i X155CrVMo12-1. Provedena su ispitivanja kalotestom za određivanje debljine prevlake i ispitivanje utiskivanjem indentorom prema normi VDI 3198. Iz rezultata ispitivanja utvrđena je ovisnost adhezivnosti prevlake TiN/TiCN o vrsti podloge i debljini prevlake.

Ključne riječi: PACVD, TiN/TiCN prevlaka, adhezivnost, kalotest, alatni čelici za hladni rad

## **SUMMARY**

In this work, the properties of adhesion and thickness of TiN/TiCN coating were analyzed, obtained in PACVD (plasma assisted chemical vapour deposition) on cold work tool steels K390MC and X155CrVMo12-1. Test were carried with calotest for coating thickness determination and indentation test with indenter according to VDI 3198. From the results, the dependence of adhesive coating TiN/TiCN on the type of the substrate and the thickness of the coating was determined.

Key words: PACVD, TiN/TiCN, adhesion, calotest, cold work tool steels

## **1. UVOD**

Visokolegirani alatni čelici za hladni rad nalaze svoju primjenu u izradi visokopterećenih alata izloženih abrazijskom, adhezijskom i tribokemijskom trošenju. U cilju povišenja otpornosti trošenju preporučljiva je dodatna provedba postupaka prevlačenja površina fizikalnim ili kemijskim neparivanjem. Pri tome proizvedena prevlaka na visokolegiranom alatnom čeliku za hladni rad mora izdržati visoka mehanička opterećenja i pokazati visoku otpornost trošenju bez pojave mikropukotina i delaminacija.

U radu će se pripremiti ispitni uzorci od visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad K390MC i X155CrVMo12-1 prevučeni PACVD prevlakom TiN/TiCN. Na prevučenim uzorcima provest će se ispitivanje kalotestom za određivanje debljine i ispitivanje utiskivanjem indentora prema normi VDI 3198 u cilju indentifikacije utjecajnih čimbenika na adhezivnost TiN/TiCN prevlaka.

# **TEORIJSKI DIO**

## **2. SVOJSTVA I PRIMJENA VISOKOLEGIRANIH ALATNIH ČELIKA**

### **2.1 Podjela visokolegiranih alatnih čelika**

Alati su od pamtivyjeka osnovna pomagala čovjeku u izradi uporabnih predmeta, no današnji industrijski alati služe za oblikovanje različitih složenih uređaja. Alatni čelici služe za izradu alata kojima se obrađuju i oblikuju metalni i nemetalni materijali.

Zbog visokih opterećenja u radu i specifičnih funkcija alata, od čelika se zahtijevaju i posebna svojstva kao npr. visoka tvrdoća i otpornost na trošenje, postojanost na tvrdoće pri povišenim temperaturama, dobro ponašanje pri toplinskoj obradi i druga svojstva.

Ovi čelici u pravila imaju više maseni udio ugljika od konstrukcijskih čelika. Uz to, legiraju se takvim elementima koji omogućuju postizanje željenih svojstava u uporabi.

Prema radnoj temperaturi i uvjetima primjene alatni čelici se dijele na sljedeće podskupine:

- alatni čelici za hladni rad ( $v_r < 200^\circ\text{C}$ );
- alatni čelici za topli rad ( $v_r > 200^\circ\text{C}$ );
- brzorezni čelici

U ovom radu se kao osnovni materijal za nanošenje višeslojnih prevlaka TiN/TiCN različitih debljina koriste visokolegirani alatni čelik za hladni rad X155CrVMo12-1 (Böhler K110) i visokolegirani alatni čelik K390MC proizveden metalurgijom praha.

Kao i svi visokolegirani čelici, i alatni će sadržavati više od 5 % ukupnih legirajućih elemenata. Također ovi će čelici sadržavati i više od 5 % Cr, a osim kroma sadržavat će još i V, Mo, i/ili W. Legiranje kromom dovodi do stvaranja karbida  $(\text{Fe,Cr})_3\text{C}$ ,  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  ili  $\text{Cr}_{26}\text{C}_6$ , ovisno o tome koliki je udio ugljika i kroma. S povišenjem masenog udjela kroma smanjuje se eutektoidna koncentracija i povisuju se temperature pretvorbe, što znači da raste potrebna temperatura austenitizacije. Također, povećava se količina neotopljenih karbida u austenitu koji znatno povisuju otpornost na trošenje [1].

## 2.2. Alatni čelik X155CrVMo12-1

Alatni čelik X155CrVMo12-1 je dimenzijski stabilan visokouglični čelik za hladni rad s visokim udjelom kroma (12% Cr) posebno pogodan za kaljenje na zraku i izvrsne tvrdoće. U tablici 1 prikazan je propisan kemijski sastav navedenog čelika. Prednosti alatnog čelika X155CrVMo12-1 jesu sljedeće:

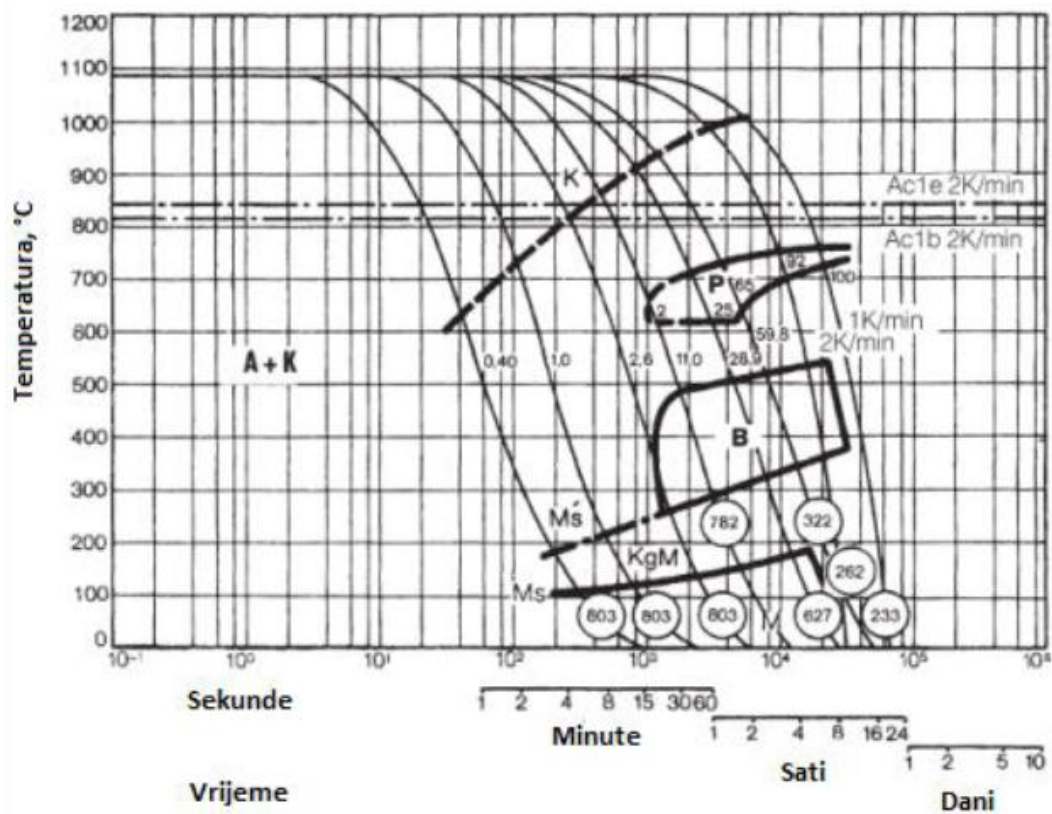
- dobra obradljivost,
- dobra žilavost,
- vrlo male deformacije tijekom toplinske obrade pa je prikaladan za precizne kalupe,
- vrlo dobra otpornost na trošenje,
- izrazita čistoća koju postiže zahvaljujući vakuumskom otplinjavanju.

**Tablica 1.** *Kemijski sastav čelika X155CrVMo12-1 [2]*

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
1,55	0,30	0,30	11,30	0,75	0,75

Cjelokupni postupak toplinske obrade alatnog čelika X155CrVMo12-1 se sastoji od sljedećih faza [2,3]:

- 1) Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja sa sljedećim parametrima:
  - temperatura žarenja: 650...700 °C,
  - sporo hlađenje u peći,
  - namjena za uklanjanje napetosti uzrokovanim pretjeranom obradom, ili u kompliciranim oblicima ,
  - nakon dobrog ugrijavanja, potrebno držati u neutralnoj atmosferi 1...2 sata.
- 2) Kaljenje sa sljedećim parametrima:
  - temperatura austenitizacije: 1020...1040 °C ,
  - vrijeme održavanja na temperaturi austenitizacije: 15...30 minuta ,
  - jednostavniji oblici se hlade u ulju ili solnoj kupki (220...250°C ili 500...550°C) ,
  - postižu se sljedeće tvrdoće: 58...61 HRC .
  - određivanje brzine gašenja prema kontinuiranom TTT dijagramu (slika 1).

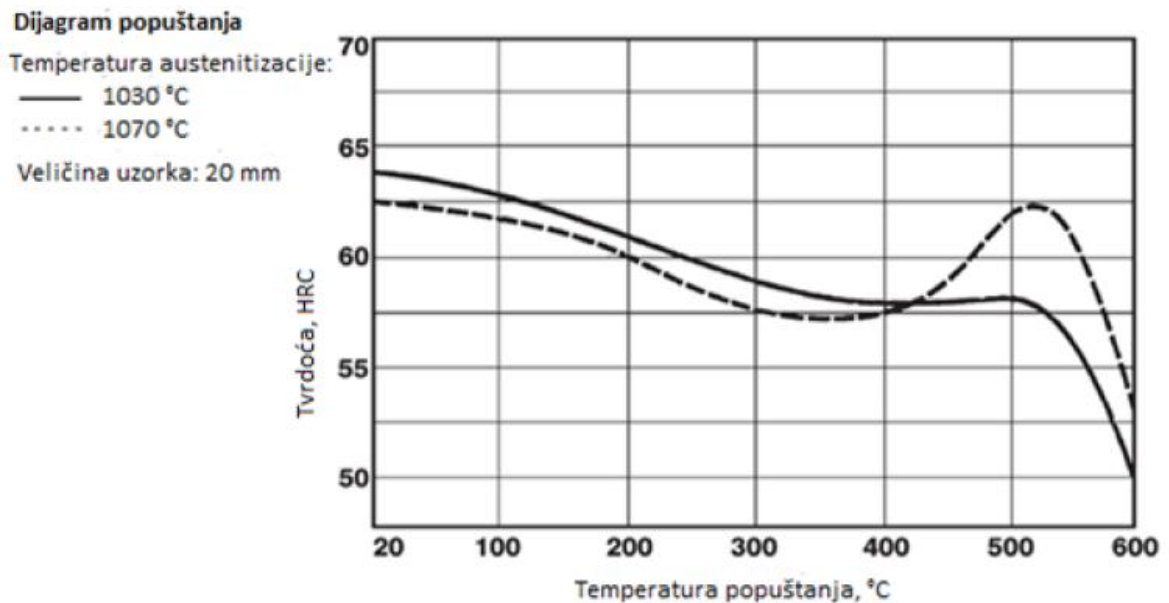


Slika 1. TTT-dijagram za čelik X155CrVMo12-1 [2]

3) Popuštanje sa slijedećim parametrima:

- sporo ugrijavanje do temperature popuštanja odmah nakon kaljenja u trajanju od 1 sata u peći za svakih 20mm debljine, ali uz obavezno hlađenje na zraku u trajanju od najmanje 2 sata,
- za specifične slučajeve smanjiti temperaturu popuštanja i povećati vrijeme držanja,
- za određene situacije koje zahtijevaju znatno bolje zadržavanje tvrdoće preporuča se nitriranje,
- temperaturu popuštanja potrebno je odabrati prema dijagramu popuštanja prikazanog na slici 2.

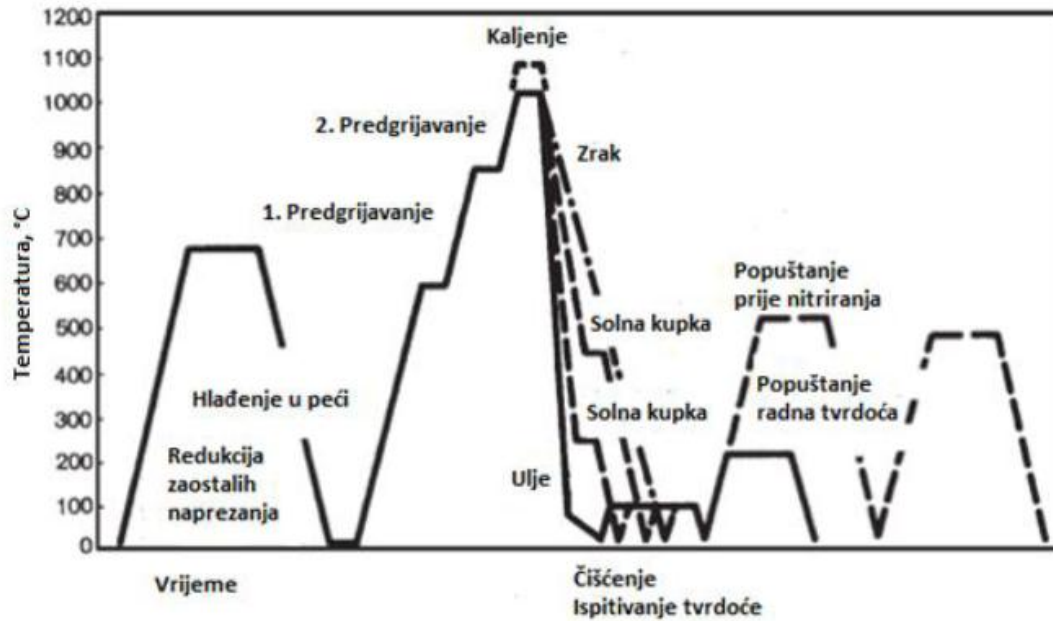




**Slika 2.** Dijagram popuštanja za čelik X155CrVMo12-1 [2]

Na slici 3 prikazan je cjelokupan dijagram postupka toplinske obrade čelika X155CrVMo12-1 s mogućim varijantama faze gašenja i dvije varijante postupka popuštanja. Za primjenu navedenog čelika u izradi alata za hladni rad uobičajeno se provodi niskotemperaturno popuštanje. Površinski sloj navedenog čelika moguće je dodatno modificirati postupkom nitriranja ili prevući tvrdim prevlakama (postupcima PVD ili PACVD). Za provedbu postupaka nitriranja ili prevlačenja navedeni čelik se visokotemperaturno popušta, pri tome se postižu sljedeća svojstva:

- minimalna tvrdoća jezgre će iznositi otprilike 60HRC,
- ako se zahtjeva maksimalna dimenzijska stabilnost, temperatura popuštanja bi trebala biti barem jednaka temperaturi nitriranja,
- nakon nitriranja, preporuča se žarenje na temperaturi oko 300 °C.



Slika 3. Cjelokupni postupak toplinske obrade čelika X155CrVMo12-1 [2]

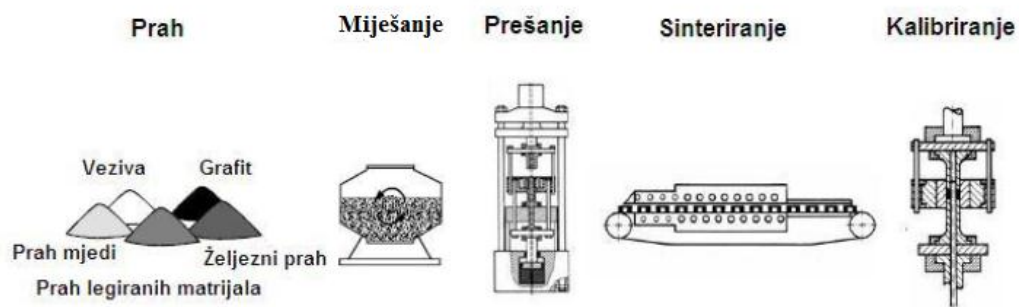
Primjena alatnih čelika X155CrVMo12-1 uobičajena je u izradi slijedećih alata:

- visoko opterećenih reznih alata,
- alata za obradu drva,
- alata za duboko vučenje i hladno provlačenje,
- malih kalupa za plastičnu industriju gdje se zahtjeva izvrsna otpornost na trošenje,
- alata za prešanje za keramičku i farmaceutsku industriju,
- instrumenata za mjerenje.

## 2.2. Alatni čelik K390MC

Alatni čelik za hladni rad K390MC proizveden je postupkom metalurgije praha. Razvijen je kako bi zadovoljio zahtjeve kao što su otpornost na trošenje i tlačna čvrstoća, tj. kako bi zadovoljio zahtjeve koje traži primjena u rezanju, provlačenju, hladnom oblikovanju i sličnom. Eksploatacijski vijek alata može se povećati nekoliko puta zahvaljujući izvrsnoj otpornosti na trošenje, visokoj tlačnoj čvrstoći i žilavosti. Takva svojstva materijala omogućuju povećanje ekonomičnosti proizvodnog procesa, a samim time i smanjenje proizvodnih troškova.

Kao što je prethodno navedeno, K390MC je proizveden metalurgijom praha. Metalurgija praha je tehnološki postupak pomoću kojeg se proizvode obradci sjedinjavanjem čestica praška jednog ili više metala odnosno nemetala. Na slici 4 prikazan je tijek proizvodnje dijelova metalurgijom praha.



**Slika 4.** Tijek proizvodnje dijelova metalurgijom praha [4]

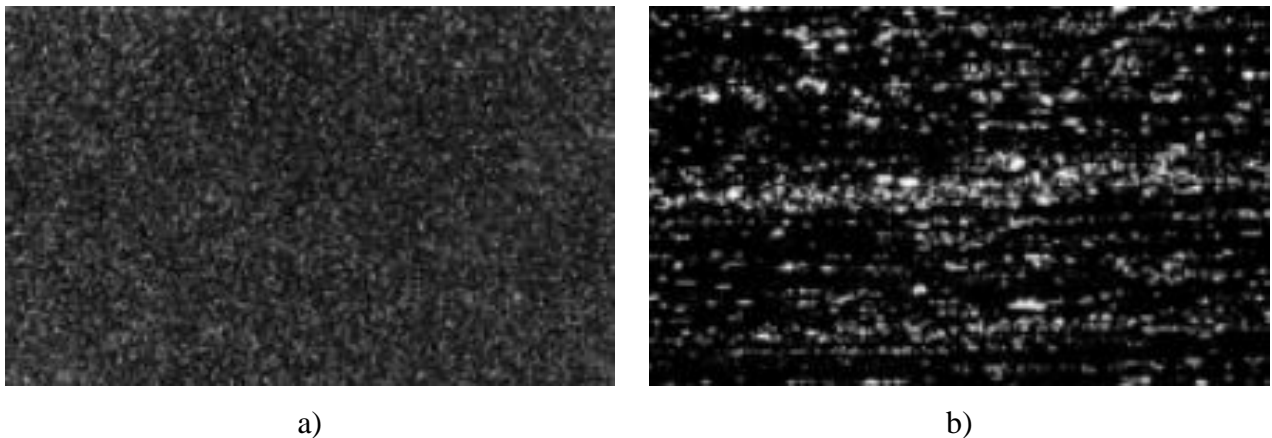
Glavne prednosti čelika proizvedenih praškastom metalurgijom u odnosu na konvencionalne postupke jesu sljedeće:

- ravnomjerna raspodjela karbida,
- male veličine karbida,
- ravnomjeran kemijski sastav preko cijelog presjeka i po dužini,
- potpuna izotropna svojstva,
- homogena mikrostruktura i odsustvo segregacija,
- male deformacije tijekom toplinske obrade,
- otpornost na predgrijavanje ili predugo držanje na temperaturi austenizacije tijekom kaljenja.

Sva navedena svojstva osiguravaju i sljedeće prednosti za korisnika alata:

- duži vijek uporabe alata,
- manja vjerojatnost da dođe do loma ili ljuštenja reznih oštrica,
- smanjenja cijena alata,
- sniženje troškova proizvodnje,
- poboljšanje kvalitete obradaka.

Na slici 5 prikazana je usporedba mikrostrukture čelika proizvedenim metalurgijom praha i proizvedenog konvencionalnim postupkom. Može se vidjeti kako su kod čelika proizvedenog metalurgijom praha karbidi sitnozrnati i ravnomjerno raspoređeni.



**Slika 5.** Usporedba mikrostrukture čelika izrađenih [5] : a) metalurgijom praha i b) konvencionalnim postupkom

**Tablica 2.** Kemijski sastav čelika K390MC [5]

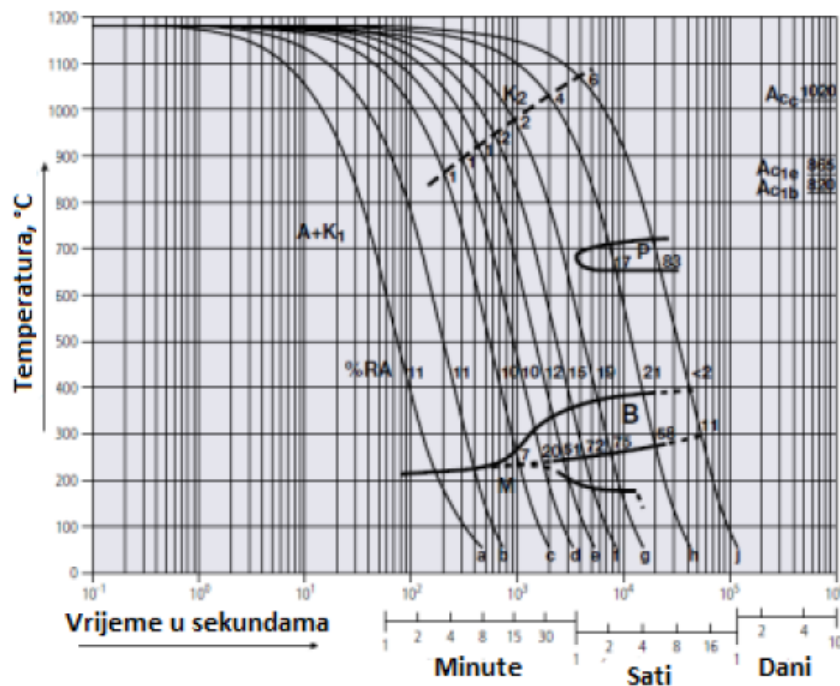
C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Co
2,47	0,55	0,40	4,20	3,80	9,00	1,00	2,00

Cjelokupna toplinska obrada alatnog čelika K390MC se sastoji od sljedećih faza [3,6]:

- 1) Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja sa sljedećim parametrima:
  - temperatura žarenja: 650...700 °C ,
  - nakon ugrijavanja, drži se u neutralnoj atmosferi 1...2 sata ,
  - polagano hlađenje u peći.

2) Kaljenje sa slijedećim parametrima:

- temperatura austenitizacije: 1030...1080°C,
- nakon ugrijavanja drži se 20...30 minuta na temperaturi austenitizacije,
- ako se traži veća žilavost, odabiru se niže temperature austenitizacije,
- ako se traži veća otpornost na trošenje, odabiru se više temperature austenitizacije,
- brzine gašenja se određuju prema kontinuiranom TTT dijagramu (slika 6).



Slika 6. TTT – dijagram čelika K390 MC [6]

3) Popuštanje sa slijedećim parametrima:

- sporo ugrijavanje na temperaturu popuštanja odmah nakon kaljenja
- nakon postizanja temperature popuštanja, drži se u peći 1 sat za svakih 20mm debljine u trajanju od najmanje 1 sata
- preporučaju se 3 popuštanja
- postizive vrijednosti tvrdoće iznose: 58...64HRC.

Izrazite prednosti čelika proizvedenih metalurgijom praha mogu se vidjeti u mnogim primjenama kao što su:

- izrada alata za obradu odvajanjem,
- izrada alata za hladno oblikovanje,
- izrada alata za proizvodnju i preradbu polimera,
- izrada noževa.

### **3. PRIMJENA I SVOJSTVA PACVD PREVLAKA**

Pojam PACVD označuje kraticu Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition, što u prijevodu znači plazmom potpomognuto kemijsko taloženje iz parne faze. Ovaj postupak koristi plazmu za aktiviranje CVD postupka, a temperatura nanošenja je znatno niža od temperature nanošenja CVD postupka (ispod 500 °C).

#### **3.1. Uređaj za PACVD postupak**

PACVD uređaj (prikazan na slici 7) omogućuje proizvodnju različitih vrlo tankih jednoslojnih, višeslojnih (nanodimenzionalnih) slojeva kao što su : TiN, TiCN, TiAlN, TiBN, TiB<sub>2</sub>,... Osim toga, u uređaju se može proizvoditi najmoderniji postupak nitriranja u plazmi i to u integriranom procesu s nanošenjem završnog sloja. Alatima se ovim postupkom znatno mogu poboljšati svojstva: tvrdoće, otpornosti na trošenje, otpornosti na visoke temperature, otpornosti na koroziju te produljiti vijek trajanja u eksploataciji [7].



**Slika 7.** Uređaj RUBIG PC 70/90 instaliran na FSB-u [7]

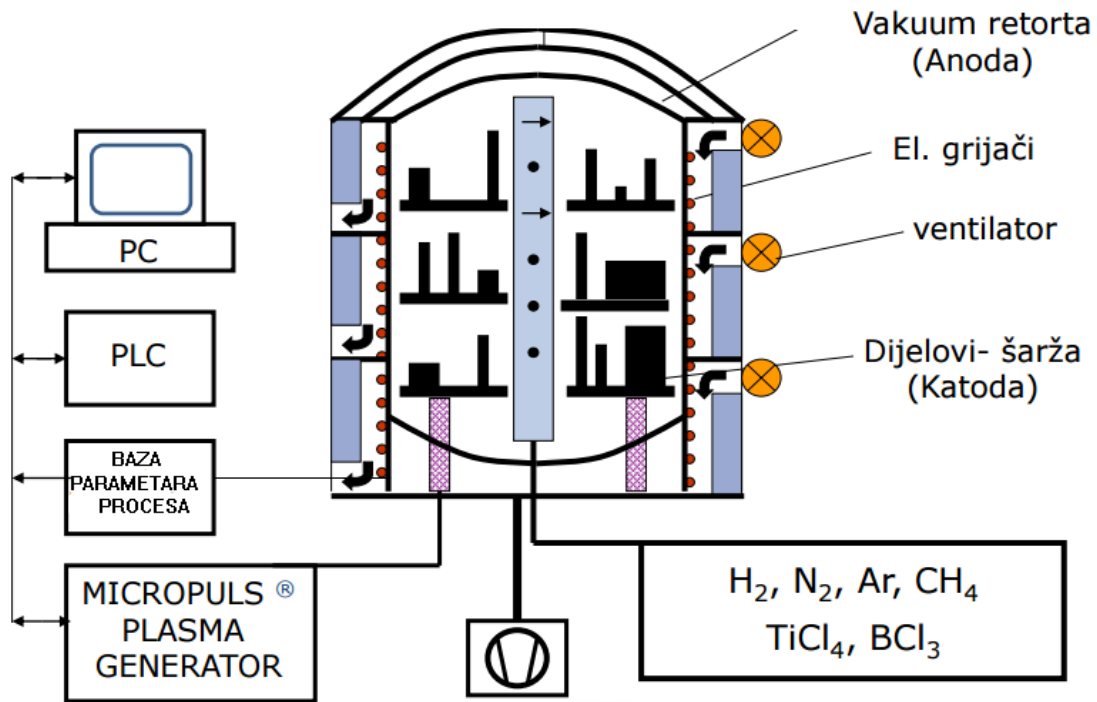
Prednosti primjene PACVD postupka jesu sljedeće [7]:

- nitiranje u plazmi + prevlačenje postupkom PACVD,
- nitiranje i prevlačenje moguće je provesti u jednom procesu – kontinuirano,
- niska temperatura procesa (ispod 500°C),
- nema promjena dimenzija obratka,
- prikladnost za masivne predmete kompliciranog oblika,
- nema emisija štetnih plinova,
- ekonomičnost postupka,
- efekt samočišćenja površine,
- velika pouzdanost (ponovljivost) postupka.

PACVD uređaj se sastoji od vakuumske komore s grijačima, vakuumske pumpe, generatora plazma, sustava za dobavu plinova ( $N_2$ , Ar,  $H_2$ ,  $CH_4$ ), sustava za dobavu prekursora ( $TiCl_4$ ,  $AlCl_3$ ,  $BCl_3$ ) te PLC regulacijskog sustava. PACVD postupak prevlačenja koristi energiju elektrona kao metodu aktivacije za odvijanje taloženja na niskim temperatura. Dovođenje električne energije dovoljno visokog napona pri određenom tlaku rezultira dijeljenjem plina i na taj način se proizvodi plazma koja se sastoji od elektrona, iona i elektronski pobuđenih vrsta. Plinski reaktanti se ioniziraju i razgrađuju prilikom sudaranja s elektronima i tako proizvode kemijski aktivne ione koji se podvrgavaju kemijskoj reakciji na ili neposredno uz zagrijanu površinu podloge (supstrata) gdje se taloži tanki sloj. Kemijska reakcija taloženja se odvija na temperaturi približno u iznosu od 500°C. Relativno niska temperatura prevlačenja štiti podlogu i omogućuje stvaranje kvalitetne podloge. Cijeli sustav vođen je PLC uređajima i upravljačkim sustavom PACVD uređaja preko kojeg se zadaju parametri prevlačenja. Shematski prikaz PACVD uređaja prikaz na slici 8 [7]. Za kvalitetnu provedbu PACVD postupka treba zadati sljedeće parametre [8]:

- napon,
- napajanje generatora plazme,
- trajanje impulsa,
- pauza impulsa,
- tlak,
- temperatura prevlačenja,
- vrijeme prevlačenja,
- udio inertnih plinova (Ar,  $N_2$ ,  $H_2$ ),
- udio prekursora ( $TiCl_4$ ,  $AlCl_3$ ,  $BCl_3$ ).





Slika 8. Shematski prikaz PACVD uređaja [9]

### 3.2. Svojstva tvrdih PACVD prevlaka

Prevlake danas imaju brojnu primjenu u svim dijelovima industrije. Mnogi se zahtjevi mogu postavljati na prevlake, a idealne prevlake morale bi ispuniti sljedeće zahtjeve [10]:

- dobra prionjivost na osnovni materijal,
- dovoljna tvrdoća zbog otpornosti na trošenje,
- dovoljna žilavost radi sprečavanja ljuštenja,
- dobra kemijska postojanost,
- prilagođenost podlozi.

Prevlake se mogu podijeliti prema tipu kemijskih veza, prema sastavu i obliku prema tvrdoći. Prema tipu kemijskih veza mogu biti prevlake s metalnom vezom, ionskom vezom i kovalentnom vezom. Prema sastavu i obliku mogu se podijeliti na jednokomponentne, višekomponentne, višeslojne, stupnjevite, kompozitne i višefazne, dok se prema tvrdoći mogu podijeliti na meke i tvrde [10].

U radu su korištene višeslojne TiN/TiCN prevlake. Svojstva koja karakteriziraju TiN i TiCN prevlake nanešena PACVD postupkom su visoka tvrdoća, visoka otpornost trošenju, nizak faktor trenja, dobra korozivna postojanost, tanke debljine, visoka i dobra adhezija. U tablici 3 uspoređena su mehanička svojstva ovih prevlaka.

**Tablica 3.** Svojstva TiN i TiCN prevlaka

Prevlaka	Tvrdoća, HVO,010	Faktor trenja prema čeliku	Uobičajena debljina, $\mu\text{m}$	Najviša radna temperatura, $^{\circ}\text{C}$	Boja prevlake	Svojstva prevlaka
TiN	2500	0,55	1-7	600	zlatna	2-4x dulji vijek uporabe alata u odnosu na neprevučeni alate
TiCN	3200	0,20	1-4	400	siva	viša tvrdoće u odnosu na prevlaku TiN

PACVD prevlake TiN i TiCN nalaze svoju široku primjenu u industriji gdje se zahtjevaju prethodno navedena svojstva u cilju povećanja dugotrajnosti i primjene alata u izradi:

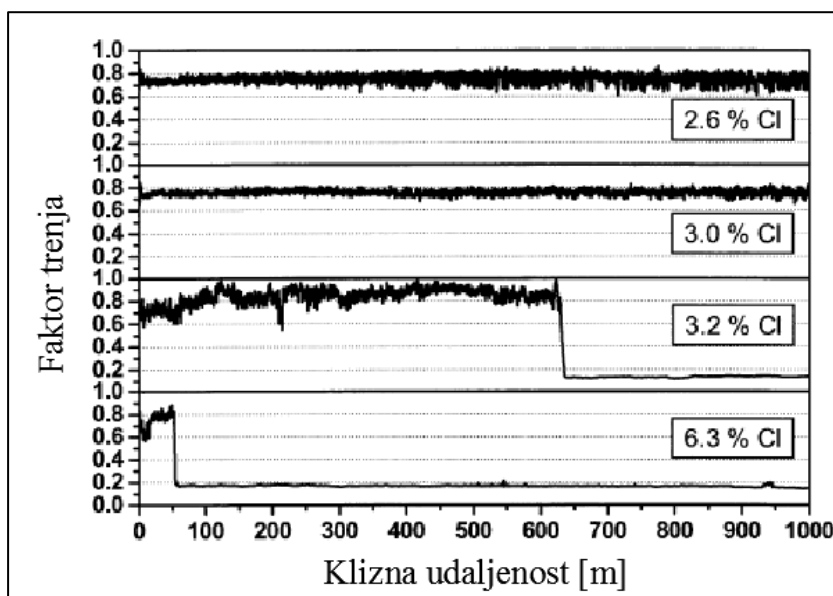
- reznih alata,

- alata za hladno oblikovanje,
- alata za injekcijsko prešanje kalupa,
- kalupa za aluminijski tlačni lijev,
- ukovnja za toplo kovanje.

Svojstva PACVD prevlaka ovise o parametrima postupka PACVD te prethodnoj toplinskoj obradi substrata (podloge) i pripremi površine. U literaturi [ 11, 12 ,13] je istražen utjecaj omjera plinske mješavine (dušika i vodika) i napona plazme u postupku prevlačenja na sadržaj klora u prevlaci te mikrostrukturna, mehanička i tribološka svojstva prevlake.

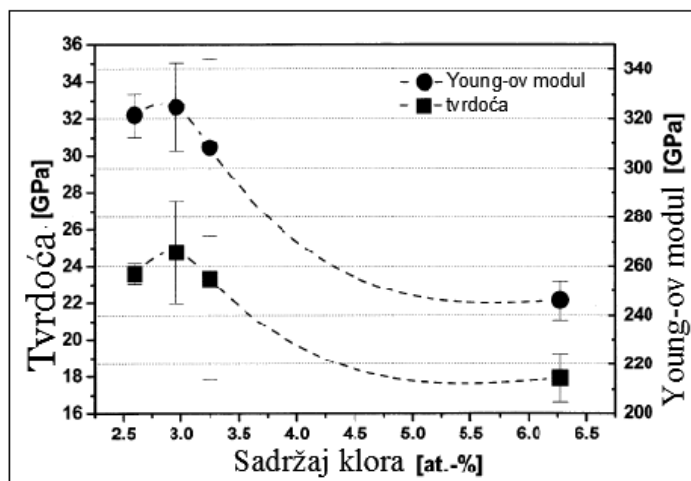
### 3.2.1 Utjecaj klora na faktor trenja

Koristeći PACVD i, npr.  $TiC_4$  kao prekursor, sadržaj klora se može lako prilagoditi u rasponu od 2 do 7 %. Razina nečistoće klora od 3.2% se pokazala pogodnom za smanjenje faktora trenja TiN ili TiCN prevlaka u dodiru s kugličnim ležajem od čelika ispod 0,2 bez značajnijih dekorativnih ili ostalih mehaničkih svojstava kao što su tvrdoća ili otpornost na trošenje što se može vidjeti na slici 9.



**Slika 9.** Krivulje faktora trenja za kliznu udaljenost od 1000m za TiN prevlake za različite koncentracije klora [11]

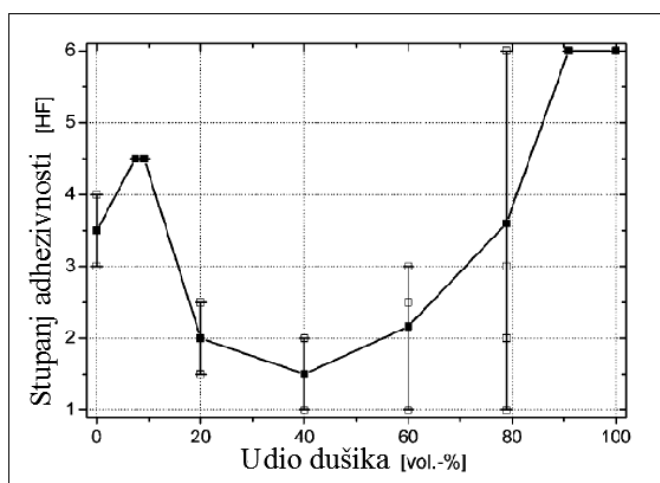
Također, udio klora od 3,2 % ne pogoršava mehanička svojstva kao što su tvrdoća i Youngov modul elastičnosti što se može vidjeti na slici 10. Za više udio klora može se uočiti smanjenje tvrdoće i modula elastičnosti.



Slika 10. Utjecaj sadržaja klora na tvrdoću i Youngov modul [11]

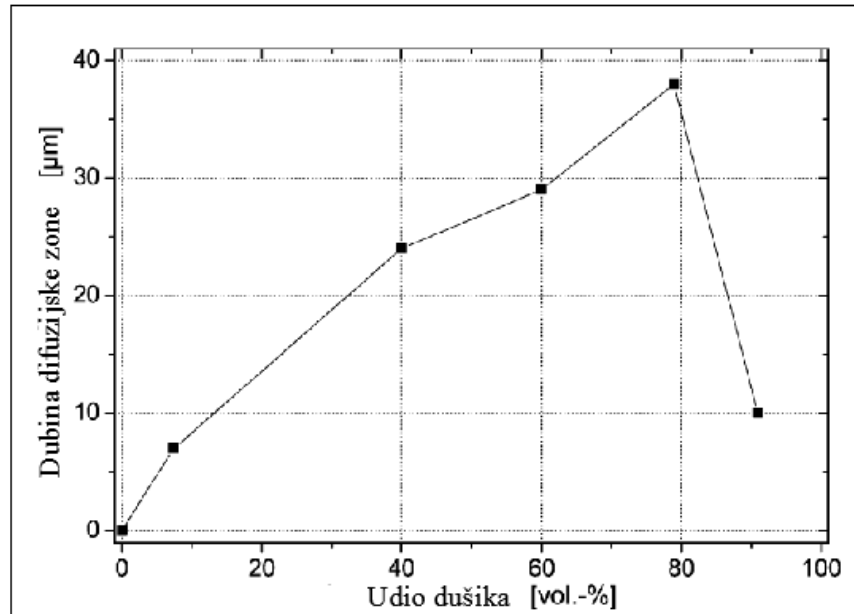
### 3.2.2 Utjecaj omjera plinske mješavine dušika i vodika na stupanj adhezivnosti prevlake

Različite plinske mješavine se mogu koristiti za prevlačenje PACVD TiN prevlake za alatne čelike. Na slici 11 se može vidjeti kako prionjivost prevlake (adhezivnost) ovisi o udjelu dušika. Najbolji stupanj adhezivnosti (HF 1–2) je postignut za plinsku mješavinu u omjeru udjela od 40% N<sub>2</sub> naprema 60 % udjela H<sub>2</sub>, dok je najgori stupanj adhezivnosti (HF 6) postignut za više od 80 % N<sub>2</sub>.



Slika 11. Stupanj adhezivnosti TiN prevlake na alatnom čeliku za hladni u ovisnosti o omjeru N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> [12]

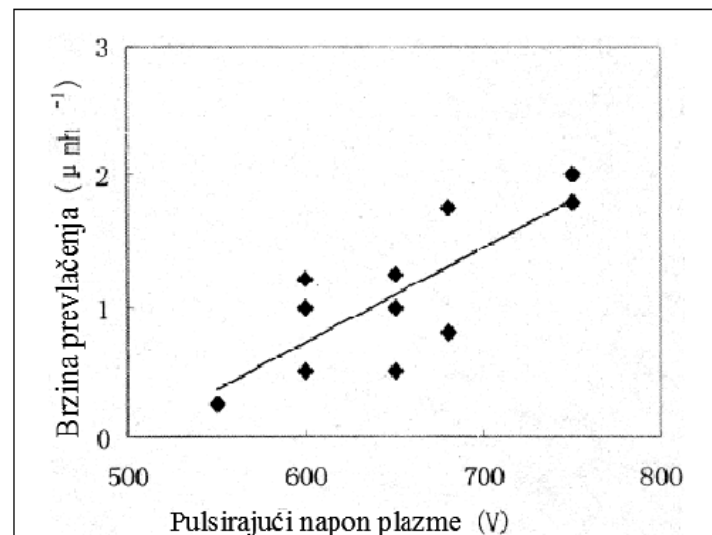
Također, za različitu plinsku mješavinu (udio  $N_2$ ) dobiju se različite dubine difuzijske zone. Na slici 12 može se vidjeti kako se za omjer 40%  $N_2$  / 60 %  $H_2$  dobije difuzijska zona u iznosu od  $24\mu m$  koja mehanički podržava podlogu.



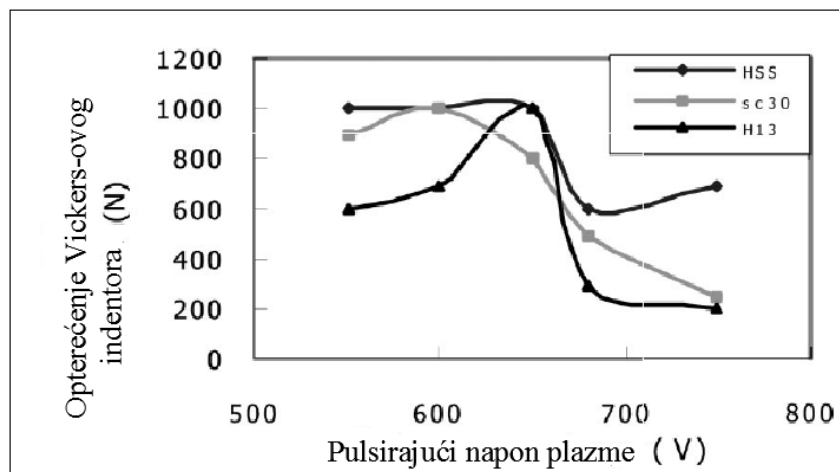
Slika 12. Debljina difuzijske zone u ovisnosti o udjelu  $N_2$  [12]

### 3.2.3 Utjecaj napona

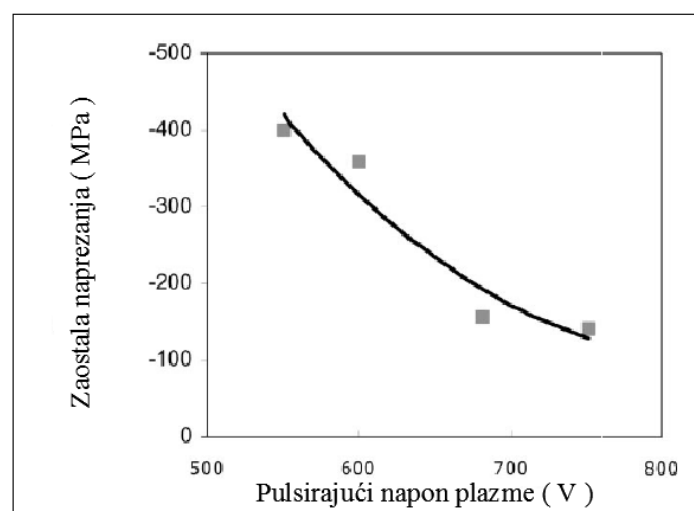
U cilju dobivanja homogene prevlake, važnu ulogu ima utjecaj korištenog pulsirajućeg napona. Na raznim prevlačenim čelicima (brzorezni čelik, alatni čelik za topli rad AISI H13 i sinterirani karbid SC30), TiN prevlake na većim pulsirajućem naponu imaju veće veličine zrna i manju tvrdoću iako se brzina prevlačenja povećava u odnosu na manji pulsirajući napon (slika 13). Adhezivnost (slika 14) i zaostala naprezanja (slika 15) se smanjuju sa povećanjem pulsirajućeg napona. Postojanost međusloja između podloge i prevlake povećava adhezivnost prevlake uz primjenu napona plazme nižeg od 650V. Treba napomenuti da je adhezivnost prevlake na slici 15 određena utiskivanjem Vickers-ovog indentora uz promjenljivo opterećenje. Pri tome je kao kriterij adhezivnosti pretpostavljena sila utiskivanja indentora koja dovodi do pojave prvih pukotina ili delaminacije prevlake.



Slika 13. Brzina prevlačenja u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme [13]



Slika 14. Adhezivnost TiN prevlaka na različitim pulsirajućim naponima plazme [13]



Slika 15. Zaostala naprezanja u prevlaci u ovisnosti o pulsirajućem naponu plazme [13]

## **4. ISPITIVANJE DEBLJINE I ADHEZIVNOSTI PREVLAKA**

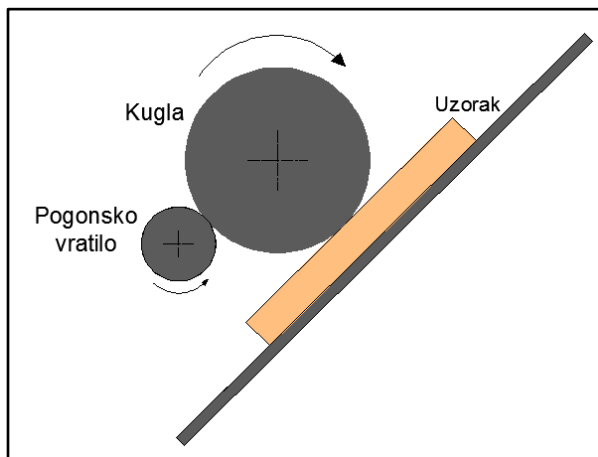
U svrhu dobivanja podataka o adhezivnosti prevlake u radu je primijenjena metoda prema VDI 3198 normi. Za određivanje debljine prevlake primjenjeno je ispitivanje kalotestom uz mjerenje otiska kalote na svjetlosnom mikroskopu.

### **4.1. Određivanje debljine prevlake kalotestom**

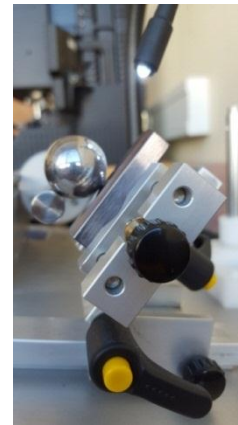
Mjerenje debljine prevlake izvodi se pomoću uređaja koji se zove CALOTESTER. Uređaj je prikazan na slici 16. Samo mjerenje je vrlo jednostavno i izvodi se u relativno kratkom vremenu. Tijekom ispitivanja kugla poznatog promjera rotira se i dovodi u kontakt sa površinom prevlake. Rotiranje kugle izvodi se pomoću pogonskog vratila čija se brzina može podešavati. Dodaje se abrazivno sredstvo u površinu kontakta. Rotirajuća kugla sa konstantnim opterećenjem pritiska djeluje na površinu prevlake, što uslijed abrazije dovodi do stvaranja ulegnuća u obliku kalote. Normalna sila koja se javlja između uzorka i kugle određuje se na osnovu težine kugle. Princip kalotesta prikazan je na slici 17.



**Slika 16. Uređaj CALOTESTER**



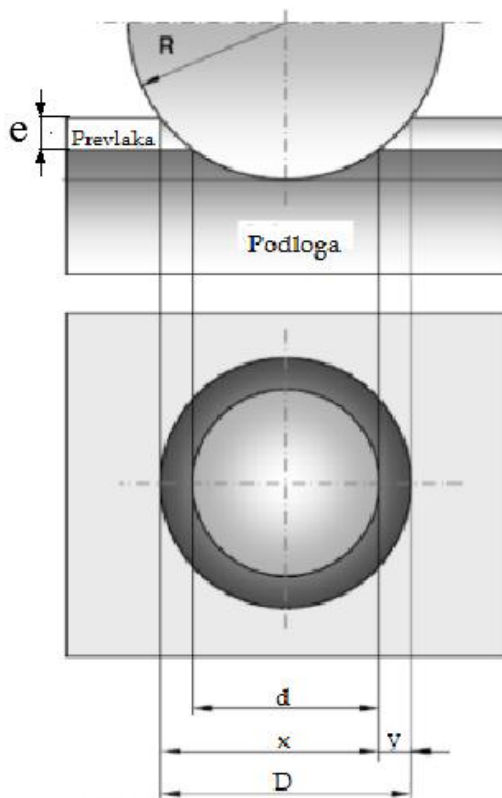
a)



b)

**Slika 17.** Princip kalotesta: a) shematski prikaz kontakta kuglice i uzorka, b) primjer ispitivanja

Na osnovu proizvedenog otiska ispitne kugle debljina prevlake ( $e$ ) određuje prema jednadžbama (1) ili (2) iz izmjerenih dimenzija otiska [14]:



$$a) \quad e = \frac{D^2 - d^2}{8R} \quad (1)$$

D - vanjski promjer otiska,  $\mu\text{m}$

d - unutarnji promjer otiska  $\mu\text{m}$

R - polumjer kugle,  $\mu\text{m}$

$$b) \quad e = \frac{xy}{2R} \quad (2)$$

x,y – mjerne udaljenosti definirane slikom 18,  $\mu\text{m}$

**Slika 18.** Princip određivanja promjera otiska kalote



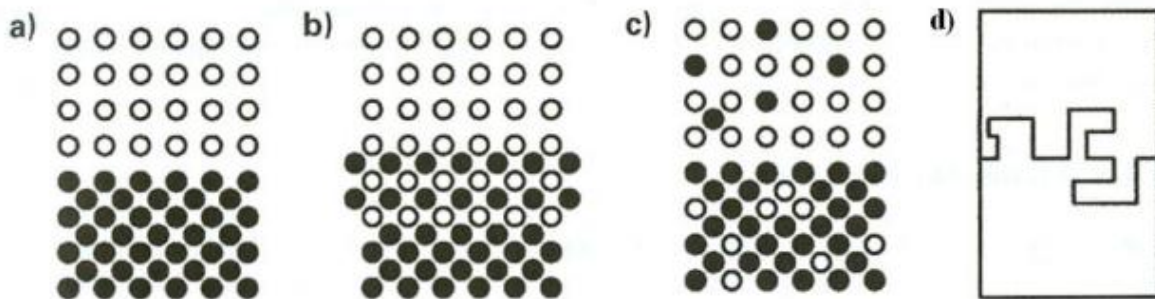
## 4.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake prema metodi VDI 3198

**Adhezivnost ili prionjivost prevlake** definira se kao stanje u kojem se dvije površine (različitih materijala) drže zajedno uslijed kemijskih ili mehaničkih veza [14].

Osnovni oblici adhezijske veze između prevlake i podloge jesu sljedeći [14]:

- **fundamentalna veza** = suma svih molekularnih i atomskih veza između prevlake i osnovnog materijala na njihovoj dodirnoj površini ;
- **termodinamička adhezijska veza** = promjena u slobodnoj energiji pri formiranju ili raskidanju spoja prevlaka / podloga ;
- **praktična adhezijska veza** = sila koja je potrebna za odstranjivanje prevlake s podloge , bez obzira na početak loma – mjeri se eksperimentalnim postupcima

Osnovne vrste granice između prevlake i podloge prikazane su na slici 19.



**Slika 19.** Četiri vrste granice između podloge i prevlake [14]  
 a) oštra granica , b) kemijski spoj , c) difuzijska granica , d) mehanički spoj

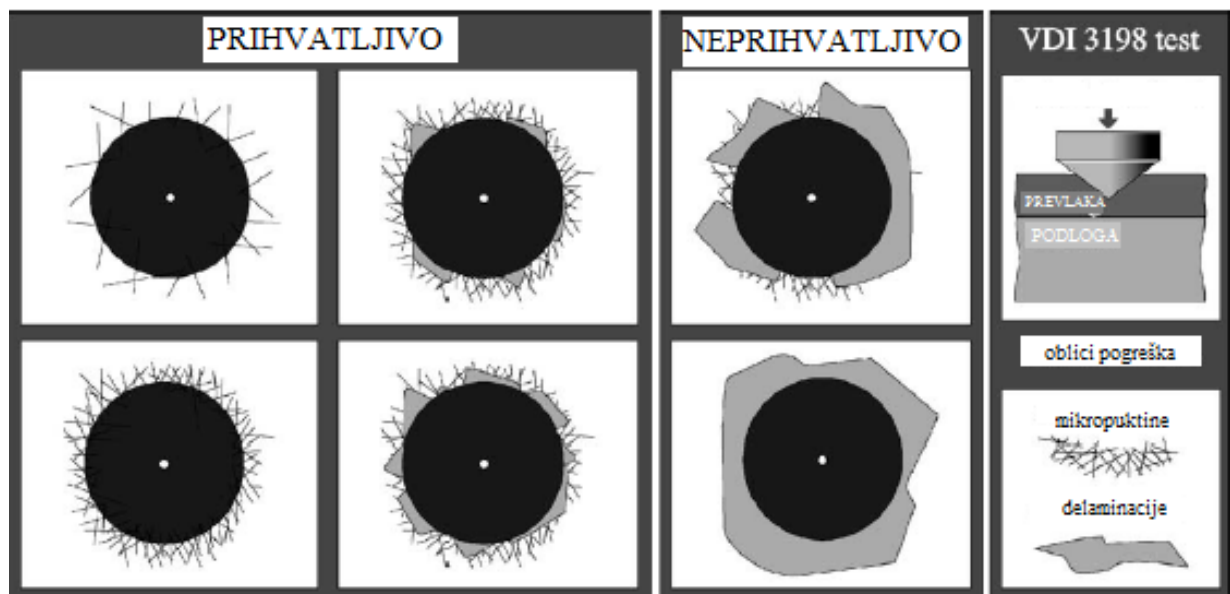
Ispitivanje utiskivanjem prema Rockwellu C je propisano normom VDI 3198. Uređaj za ispitivanje Rockwell-ove metode prikazan je na slici 20. Dijamantni indenter u obliku stošca prodire u površinu prevučениh slojeva, tako da potiče veliku plastičnu deformaciju podloge i prijelom prevučениh slojeva. Parametri Rockwell-ove metode određivanja adhezivnosti jesu sljedeći:

- indenter – dijamantni stožac (vršni kut  $120^\circ$  , radijus zaobljenja 0,2mm),
- predopterećenje iznosi 10kg,
- ukupno opterećenje iznosi 150kg.



**Slika 20.** Rockwell-ov tvrdomjer

Kontaktna površina u kombinaciji sa intenzivnim prijenosom opterećenja potiče velika smična naprezanja u površini. S jedne strane, dobro prionjive prevlake, uspijevaju izdržati ta smična naprezanja i sprječavaju proširenje delaminacije po obodu na otisku. S druge strane, proširenje delaminacije u blizini otiska ukazuje na slabo površinsko prianjanje. Stoga se može zaključiti da radijalne pukotine i slabe delaminacije ukazuju na čvrsto prianjanje prevlake. Na slici 21 prikazane su 4 vrste tekstura izgleda oblika otiska koje garantiraju jake veze između prevlake i podloge (osnovnog materijala).



**Slika 21.** Ocjena adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198 metodi [15]

# **EKSPERIMENTALNI DIO**

## **5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA**

### **5.1. Plan ispitivanja**

Izrada ispitnih uzoraka, njihova toplinska obrada te prevlačenje PACVD postupkom provedeni su u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Osnovi materijali ispitinih uzoraka su visokolegirani alatni čelici za hladni rad:

1. uzorak oznake „C2“ - čelik Böhler K390MC proizveden metalurgijom praha
2. uzorak oznake „D2“ - čelik Böhler K110 (čelik X155CrVMo12-1)

Cilj eksperimentalnih ispitivanja je određivanje debljine višeslojnih prevlaka TiN/TiCN te ispitivanje njihove adhezivnosti prema metodi VDI 3198 na kaljenim i popuštenim alatnim čelicima za hladni rad K390MC i X155CrVMo12-1.

Ispitni uzorci su izrađeni u oblicima dimenzija prikazanim na slici 22, a prije samog prevlačenja, površine ispitinih uzoraka su mehanički očišćene finim brušenjem i poliranjem kako bi se postigla površinska hrapavost  $R_a = 0.133 \pm 0.012 \mu\text{m}$ .

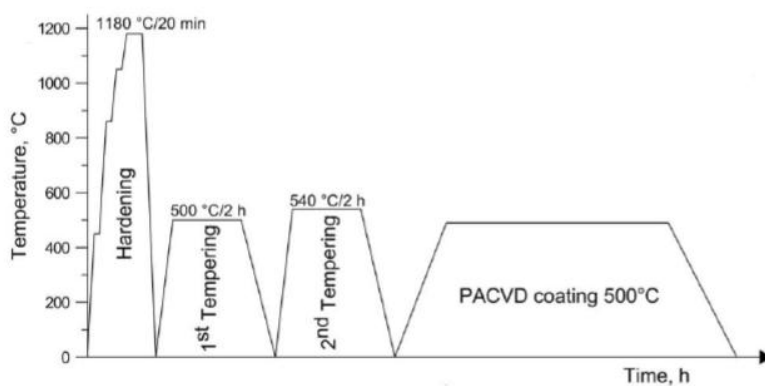


**Slika 22.** Oblik i dimenzije uzoraka za ispitivanje [16]

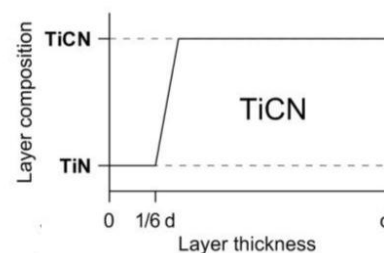
Ispitni uzorci su nakon čišćenja prevučeni tankom prevučeni tankom TiN prevlakom koja predstavlja vezivi sloj između podloge i prevlake TiCN. PACVD prevlačenje je izvršeno pomoću plazme aktivirane pulsirajućom istosmjernom strujom u Rubig GmbH type PC 70/90 industrijskoj vakuumskoj peći. Parametri PACVD sustava su izabrani prema preporukama proizvođača PACVD sustava i prijašnjih istraživanja (tablica 4), dok je cjelokupni postupak toplinske obrade prikazan je na slici 23.

**Tablica 4.** Parametri PACVD postupka za nanošenje prevlake TiN/TiCN [16]

Osnovna toplinska obrada prije modificiranja i prevlačenja	Uzorak za ispitivanje	Uvjeti procesa prevlačenja		
		Proces raspršivanja-čišćenja	Plazmatsko nitiranje	DC PACVD
Kaljenje u vakuumskoj peći (450°C/860°C/1050°C/1180°C/N <sub>2</sub> ) 1.popuštanje (500°C/2h/Ar) 2.popuštanje (540°C/2h/Ar)	C2	500°C/2h	-	500°C/(TiN/2h+TiCN/6h)
	D2	500°C/2h	-	500°C/(TiN/2h+TiCN/6h)



a)



b)

**Slika 23.** Toplinska obrada ispitnih uzoraka izrađenih od alatnih čelika X155CrVMo12-1 i PM K390 MC [16]:

a) dijagram cjelokupnog procesa toplinske obrade čelika

b) PACVD proces prevlačenja za nastanak duplex TiN/TiCN prevlake

Proces nastajanja sloja kod uzoraka C2 i D2 je sljedeći:

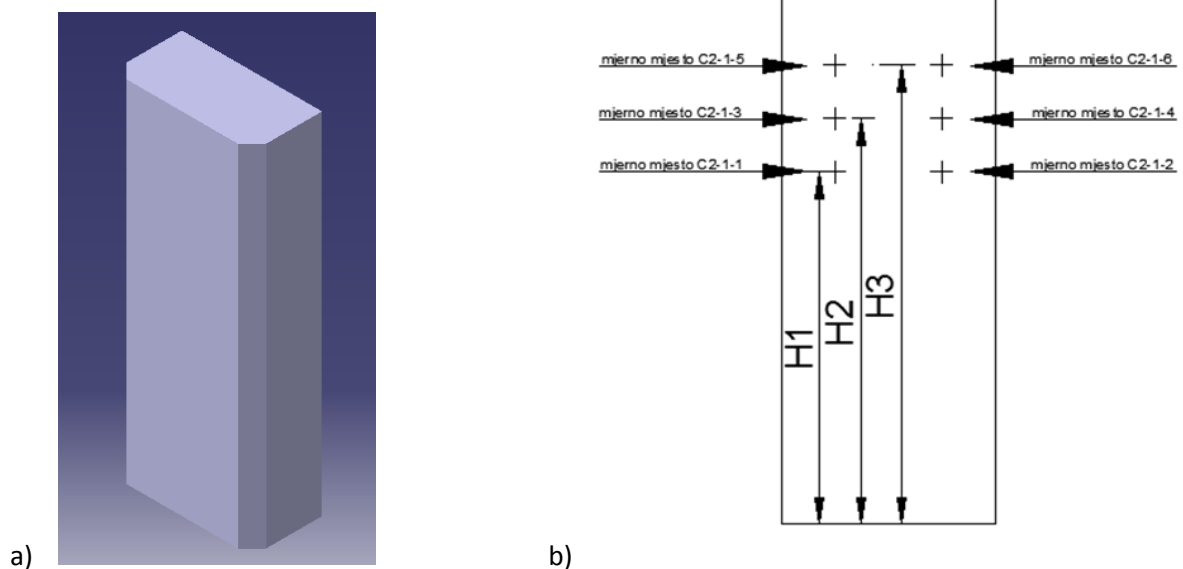
- 1) Nastanak TiN sloja čija debljina iznosi 1/6 debljine prevlake (trajanje 1h),
- 2) Promjena protoka plinova i nastanak prijelaznog sloja iz TiN u TiCN (trajanje 30min),
- 3) Nastanak TiCN sloja (trajanje prevlačenja 6h).

## 5.2. Provedba ispitivanja

Ispitivanje adhezivnosti i debljine prevlaka je provedeno kroz nekoliko koraka koji su u konačnici pokazali rezultate adhezivnosti i debljine PACVD prevlaka na ispitnim uzorcima. Ispitivanje se sastojalo od sljedećih faza:

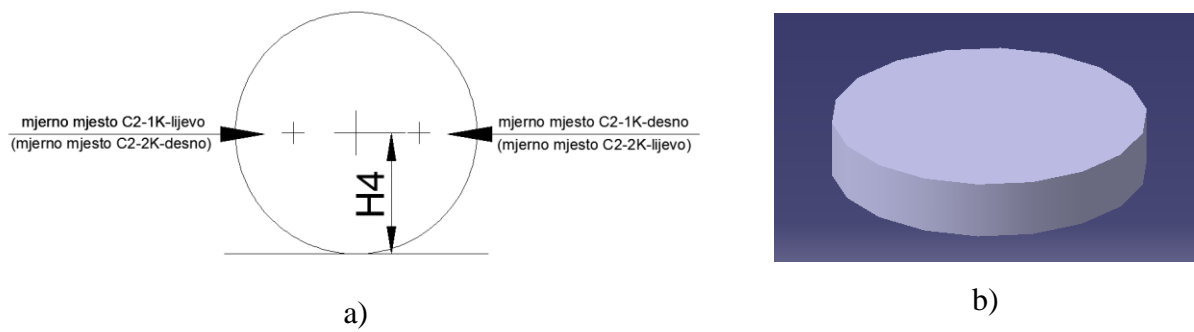
1. Određivanje mjernih područja ispitivanja za svaki uzorak
2. Provedba Rockwell-C testa utiskivanjem za svaki uzorak
3. Provedba kalotesta za svaki uzorak na mjernom uređaju CALOTESTERU
4. Mjerenje debljine i adhezivnosti PACVD prevlaka primjenom svjetlosnog mikroskopa
5. Računanje debljine prevlake pojedinog uzorka i određivanje adhezivnosti

Kako bi se dobili što relevantniji podaci, najprije su određena mjerna mjesta ispitivanja debljine i adhezivnosti PACVD prevlaka na uzorcima koji su navedeni na slici 22. Mjerna mjesta ispitivanja su ista za oba uzorka (C2 i D2). Mjerna mjesta za uzorak u obliku kvadra prikazana su na slici 24, dok su mjerna mjesta za uzorak u obliku diska prikazana na slici 25.



**Slika 24.** Izgled kvadratičnih ispitnih uzoraka

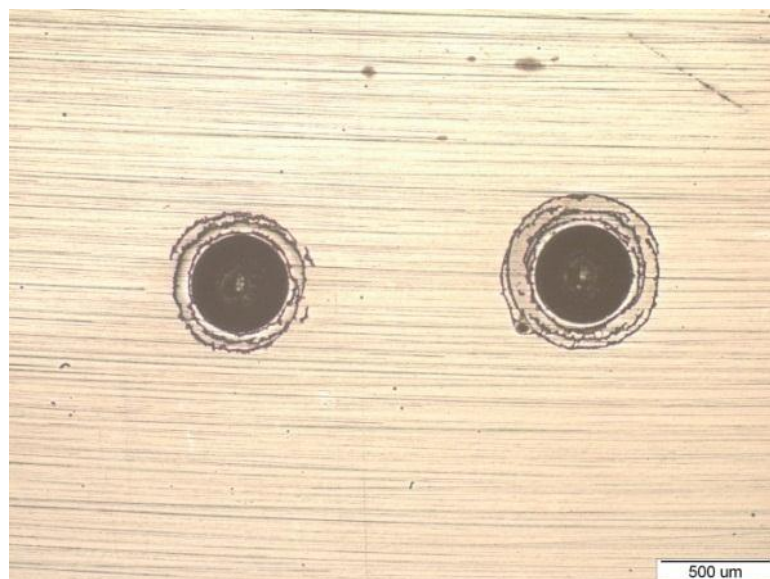
a) 3D-model uzorka, b) Mjerna mjesta na uzorku



**Slika 25.** Izgled ispitnih uzoraka u obliku diska:  
a) Mjerna mjesta na uzorku, b) 3D-model uzorka

Na uzorku u obliku kvadra u ovom radu ispitivale su se debljina i adhezivnost PACVD prevlake samo za jednu stranu (zbog nemogućnosti podešavanja na mjernom uređaju CALOTESTERU), dok su se za oblik u obliku diska debljina i adhezivnost PACVD prevlake ispitivale za oba dvije strane. Gornje navedeno mjerno mjesto na slici 25 je za prvu stranu, dok je donje navedeno mjesto za stražnju stranu na istom tom mjestu.

Nakon određivanja mjernih mjesta, prema Rockwell-C metodi na svakom uzorku su provedana po dva utiskivanja Rockwell-ovim indentorom u blizini zadanog mjernog mjesta. Na slici 26 je prikazan primjer otisaka indentora na jednom mjernom mjestu.



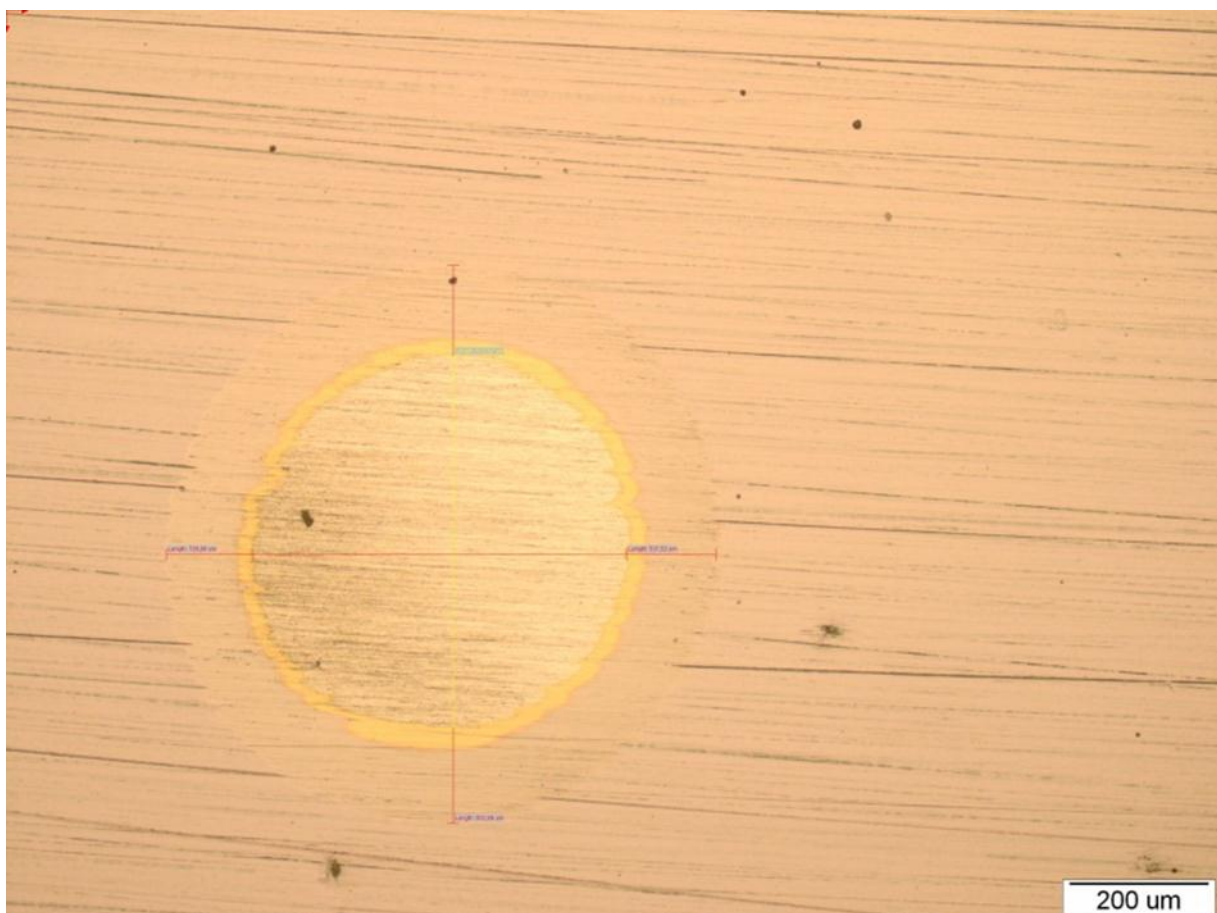
**Slika 26.** Otisci za određivanje adhezivnosti na mjernom mjestu C2-1-1



Nakon toga, također na izabranim mjernim mjestima u blizini otisaka indentora, provedeno je ispitivanje kalotestom kao što je prikazano na slici 27. Parametri ispitivanja:

- brzina vrtnje kuglice: 500 o/min
- trajanje trošenja prevlake kalotestom: 30s
- abrazivna pasta
- promjer kuglice (čelik 100Cr6): 25mm

Nakon provedbe utiskivanja Rockwell-C indentorom i ispitivanja kalotestom mjerna mjesta su snimljena na svjetlosnom mikroskopu te su izmjereni promjeri otisaka kalotesta kao što je prikazano na slici 27.



**Slika 27.** Mjerno mjesto C2-1-1 sa očitanim promjerima istrošene prevlake u kalotestu

Kao što je vidljivo na slici 27 , kako bi se dobile što točnije vrijednosti, uzimaju se po dvije izmjerene vrijednosti promjera otiska (u vertikalnom i horizontalnom smjeru) te se izračunavaju srednje vrijednosti vanjskog i unutrašnjeg promjera otiska kalotesta prema jednadžbama (3) i (4):

$$D_{sr} = \frac{D_1 + D_2}{2}, \quad (3)$$

$D_1$ - vanjski promjer otiska u horizontalnom smjeru,  $\mu\text{m}$

$D_2$ - vanjski promjer otiska u vertikalnom smjeru,  $\mu\text{m}$

$$d_{sr} = \frac{d_1 + d_2}{2}, \quad (4)$$

$d_1$ - unutrašnji promjer otiska u horizontalnom smjeru,  $\mu\text{m}$

$d_2$ - unutrašnji promjer otiska u vertikalnom smjeru,  $\mu\text{m}$

Debljina prevlake prevlaka određuje se računski prema prethodno navedenim jednadžbama (1) ili (2).

## **6. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA**

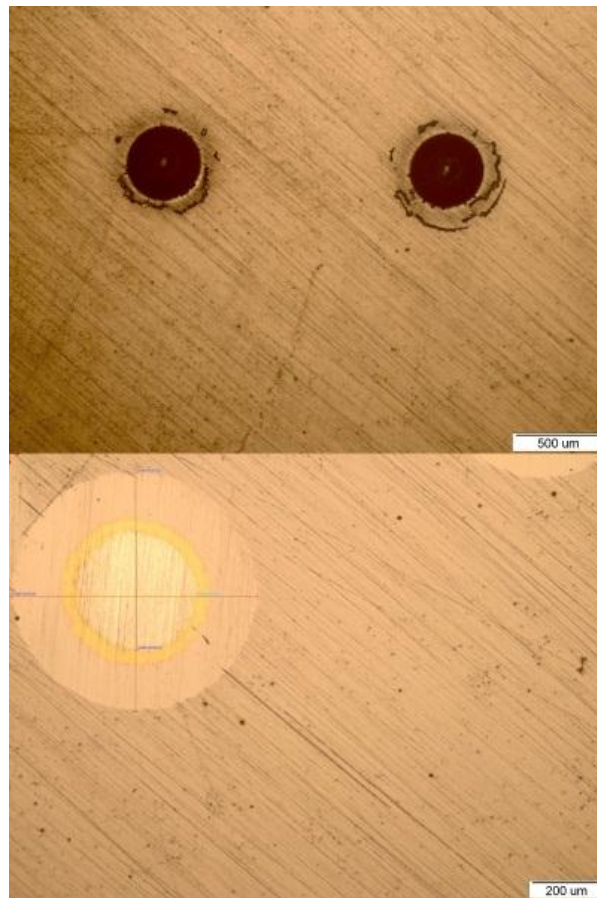
Cjelokupna provedba ispitivanja prema poglavlju 5.2. je u konačnici rezultirala informacijama o debljini i adhezivnosti PACVD prevlaka za uzorak C2 (čelik K390MC) i uzorak D2 (čelik X155CrVMo12-1) čime se otvorila mogućnost za usporedbu debljine i adhezivnosti osnovnih materijala materijala i prevlake. Debljina prevlake ( $e$ ) se izračunala prema sljedećoj jednadžbi (5):

$$e = \frac{D_{sr}^2 - d_{sr}^2}{2} \quad (5)$$

$D_{sr}$  – srednja vrijednost vanjskog promjera otiska,  $\mu\text{m}$

$d_{sr}$  – srednja vrijednost unutrašnjeg promjera otiska,  $\mu\text{m}$

Na slici 28 prikazan je tipičan izgled jednog mjernog mjesta na uzorku C2, dok su ostala ispitana mjerna mjesta prikazana u prilogu rada.

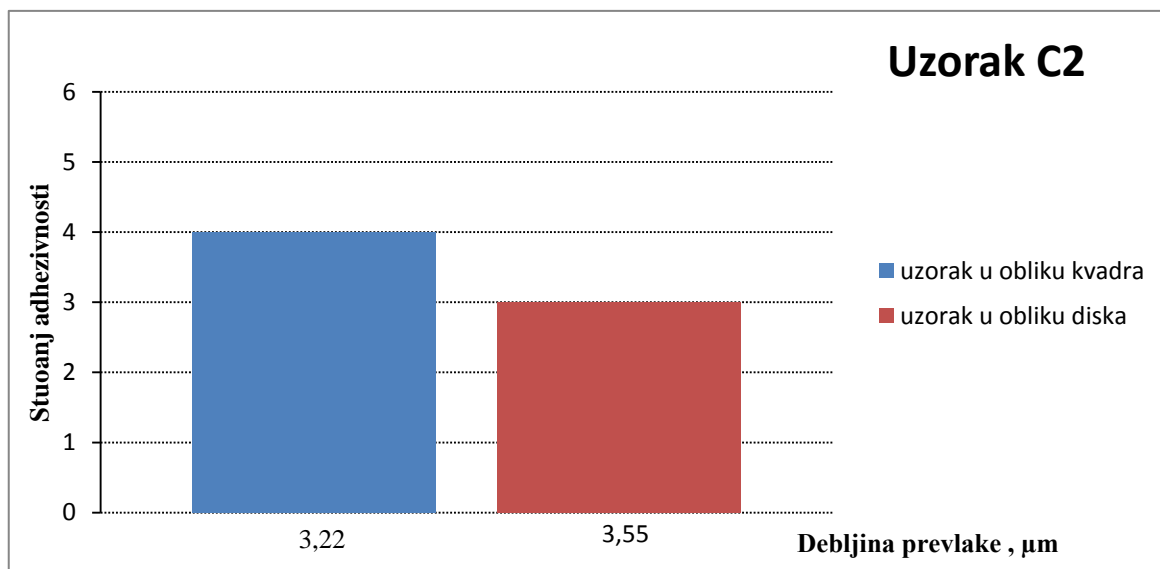


**Slika 28.** Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku C2

Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlake na uzorku C2 (čelik K390MC) navedeni su u tablici 5. i na slici 29.

**Tablica 5.** Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku K390MC

Oznaka mjernog mjesta	H	D <sub>1</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>sr</sub>	d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>sr</sub>	e	Stupanj adhezivnosti
	mm	μm							
C2-1-1	33	789,90	802,86	796,38	537,52	533,42	535,47	3,4749	4
C2-1-2	33	740,79	769,44	755,12	466,58	469,30	467,94	3,5123	4
C2-1-3	38	761,26	766,71	763,99	478,85	480,90	479,88	3,5339	4
C2-1-4	38	770,80	744,20	757,50	474,76	465,21	469,99	3,5292	4
C2-1-5	43	858,12	848,57	853,35	667,80	680,76	674,28	2,7354	4
C2-1-6	43	801,50	796,04	798,77	623,47	620,05	621,76	2,5145	4
C2-1K-L	5	720,33	697,82	709,08	347,20	347,20	347,20	3,8224	3
C2-1K-D	5	734,65	743,52	739,09	463,17	469,30	466,24	3,2887	2
C2-2K-L	5	686,90	719,65	703,28	367,67	390,18	378,93	3,5101	3
C2-2K-D	5	819,81	834,94	827,38	569,46	573,59	571,53	3,5791	2

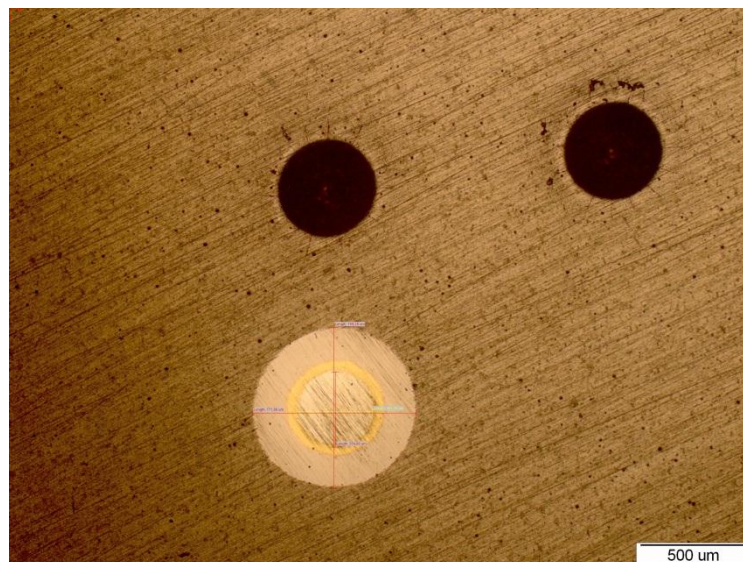


**Slika 29.** Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake za uzorak C2

Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine čelika K390MC prikazanih u tablici 5 i na slici 29 može se zaključiti sljedeće:

- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka iznosi  $3,35 \pm 0,4067 \mu\text{m}$  (srednja vrijednost  $\pm$  standardna devijacija),
- prosječni stupanj adhezivnosti iznosi  $3,4 \pm 0,8433$ , odnosno prema klasifikaciji VDI 3198 na slici 21 prevlaka bi pripadala stupnjevima adhezivnosti 3 do 4,
- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka na uzorku u obliku kvadra iznosi  $3,22 \pm 0,4641 \mu\text{m}$ ,
- prosječni stupanj adhezivnosti prema klasifikaciji VDI 3198 na uzorcima u obliku kvadra iznosi 4,
- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka na uzorku u obliku diska iznosi  $3,55 \pm 0,2198 \mu\text{m}$ ,
- prosječni stupanj adhezivnosti prema klasifikaciji VDI 3198 na uzorcima u obliku diska iznosi 3.

Na slici 30 prikazan je tipičan izgled jednog mjernog mjesta na uzorku D2, dok su ostala ispitana mjerna mjesta prikazana u prilogu rada.

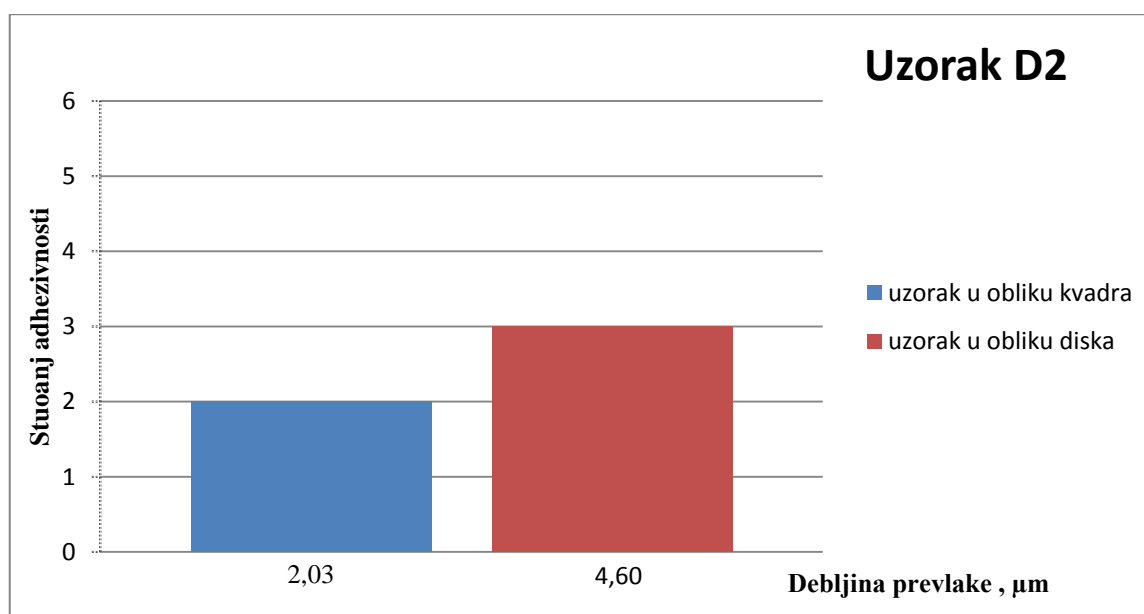


**Slika 30.** Izgled mjernog mjesta na ispitnom uzorku D2

Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlake na uzorku D2 (čelik X155CrVMo12-1) navedeni su u tablici 6 i na slici 31.

**Tablica 6.** Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake na čeliku X155CrVMo12-1

Oznaka mjernog mjesta	H	D <sub>1</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>sr</sub>	d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>sr</sub>	e	Stupanj adhezivnosti
	mm	μm							
D2-1-1	33	673,20	560,33	616,77	383,72	308,13	345,93	2,6073	2
D2-1-2	33	655,92	550,50	603,21	302,37	245,42	273,90	2,8884	2
D2-1-3	38	702,70	596,94	649,82	529,14	438,63	483,89	1,8812	2
D2-1-4	38	761,94	663,71	712,83	511,60	611,87	561,74	1,9257	2
D2-1-5	43	693,88	576,26	635,07	556,26	460,67	508,47	1,4478	2
D2-1-6	43	573,21	488,46	530,84	402,02	339,99	371,01	1,4414	2
D2-1K-L	5	617,61	627,24	622,43	182,94	191,20	187,07	3,5242	4
D2-1K-D	5	785,13	786,49	785,81	336,29	321,96	329,13	5,0917	3
D2-2K-L	5	771,66	759,28	765,47	361,76	354,88	358,32	4,5755	2
D2-2K-D	5	778,99	791,27	785,13	304,23	311,05	307,64	5,2179	2



**Slika 31.** Rezultati ispitivanja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN prevlake za uzorak D2

Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine čelika X155CrVMo12-1 prikazanih u tablici 6 i na slici 31 može se zaključiti sljedeće:

- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka iznosi  $3,06 \pm 1,4692 \mu\text{m}$  (srednja vrijednost  $\pm$  standardna devijacija),
- prosječni stupanj adhezivnosti iznosi  $2,3 \pm 0,6749$ , odnosno prema klasifikaciji VDI 3198 na slici 21 prevlaka bi pripadala stupnjevima adhezivnosti 2 do 3,
- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka na uzorku u obliku kvadra iznosi  $2,03 \pm 0,5981 \mu\text{m}$ ,
- prosječni stupanj adhezivnosti prema klasifikaciji VDI 3198 na uzorcima u obliku kvadra iznosi 2,
- srednja debljina TiN/TiCN prevlaka na uzorku u obliku diska iznosi  $4,60 \pm 0,7706 \mu\text{m}$ ,
- prosječni stupanj adhezivnosti prema klasifikaciji VDI 3198 na uzorcima u obliku diska iznosi 3.

## **7.ZAKLJUČAK**

U radu su opisani utjecajni čimbenici na adhezivnost i svojstva PACVD prevlake TiN/TiCN na visokolegiranim alatnim čelicima za hladni rad K390MC i X155CrVMo12-1. U eksperimentalnom dijelu rada provedeno je PACVD prevlačenje na dva oblika uzorka od navedenih čelika koje je rezultiralo različitim debljinama i adhezivnosti prevlaka. Iz rezultata ispitivanja adhezivnosti i debljine prevlake TiN/TiCN na navedenim čelicima proizlaze slijedeći zaključci:

- Oba čelika su uspješno prevučena sa prevlakom prihvatljive adhezivnosti (stupanj adhezivnosti prema normi VDI 3198 manji od 4).
- Kod čelika K390MC dobivenog metalurgijom praha bolja adhezivnost utvrđena je kod prevlake srednje debljine 3,55 $\mu\text{m}$  te je utvrđen stupanj adhezivnosti 3, dok je na nešto tanjoj prevlaci srednje debljine 3,22 $\mu\text{m}$  utvrđena je adhezivnost stupnja 4.
- Kod čelika X155CrVMo12-1 dobra adhezivnost (stupanj adhezivnosti 2) utvrđena je na tanjoj prevlaci srednje debljine 2,03 $\mu\text{m}$ , dok je slabija adhezivnost (stupanj adhezivnosti 3) utvrđena kod dvostruko deblje prevlake srednje debljine 4,60 $\mu\text{m}$ .
- Iz dobivenih zakonitosti se uočava značajna ovisnost stupnja adhezivnosti o vrsti podloge i debljini prevlake.

U daljnim istraživanjima trebalo bi provesti prevlačnje s različitim ciljanim debljinama prevlake na oba navedena čelika i pokušati utvrditi ovisnost utjecajnih faktora na adhezivnost prevlake.

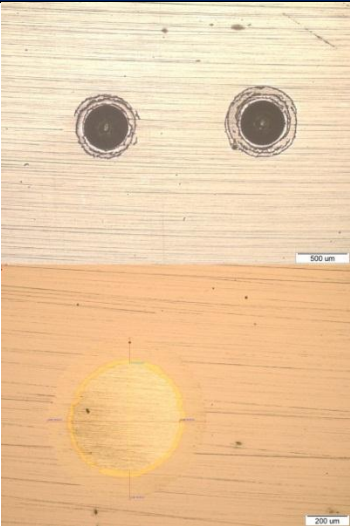
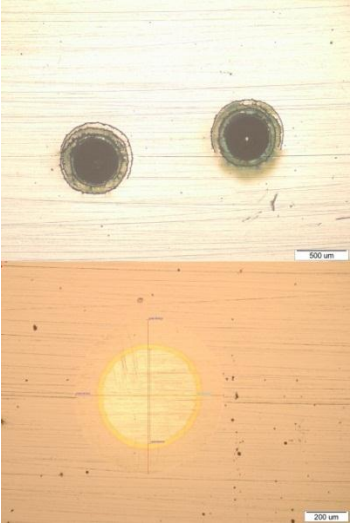
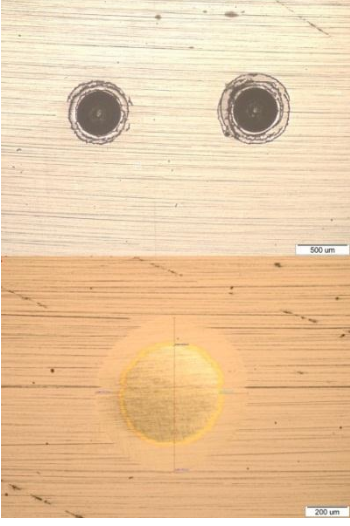


## **LITERATURA**

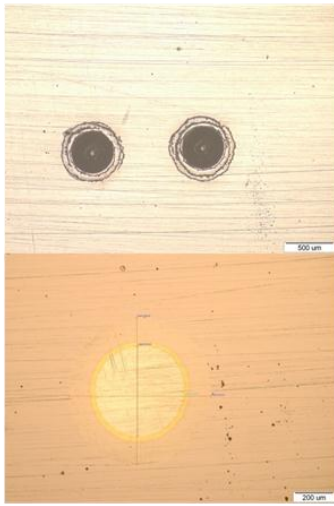
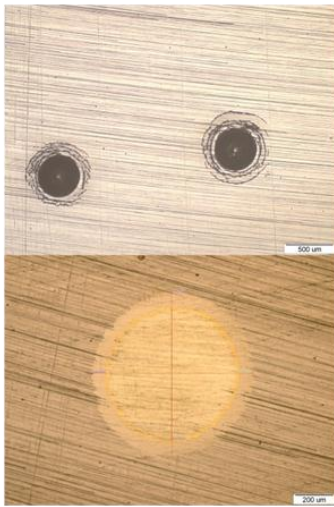
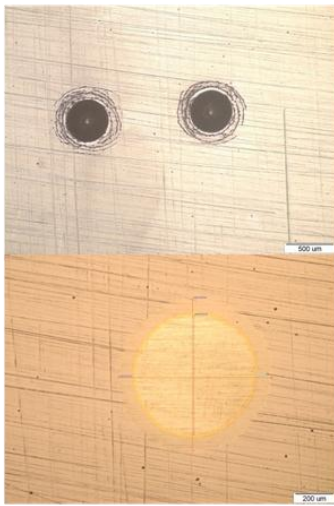
- [1] T. Filetin, F. Kovačiček, J. Indof, Svojstva i primjena materijala, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
- [2] <http://www.bohler-edelstahl.com/files/K110DE.pdf>, (24.02.2016.)
- [3] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes, Alatni materijali, Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 1996.
- [4] B. Matijević, Predavanja i vježbe iz kolegija „Napredne tehnologije materijala“, autorizirana predavanja, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2014.
- [5] F. Cajner, D. Landek., Predavanja i vježbe iz kolegija „Posebni metalni materijali“, autorizirana predavanja, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2015.
- [6] <http://www.bohler-edelstahl.com/files/K390DE.pdf>, (24.02.2016.)
- [7] F. Cajner, B. I. Kumić, S. Kovačić, M. Cingesar, Publikacija ARISE projekta, FSB, Zagreb, 2014.
- [8] D. Heim, F. Holler, C. Mitterer : Hard coatings produced by PACVD applied to aluminium die casting, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung , Montanuniversität, Leoben, Austria
- [9] T. Filetin, K. Grilec, Postupci modificiranja i prevlačenja površina, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2004.
- [10] K. Grilec, V. Ivušić, predavanja iz kolegija „Tribologija“, autorizirana predavanja, Sveučilište u Zagrebu, FSB, Zagreb, 2011.
- [11] M. Stoiber, E. Badisch, C. Lugmair, C. Mitterer : Low-friction TiN coatings deposited by PACVD, Austria, 2002.
- [12] M. Stoiber, J. Wagner, C. Mitterer, K. Gammer, H. Hutter, C. Lugmair, R. Kullmer : Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel, Austria, 2003.
- [13] Shengli Ma, Yanhuai Li, Kewei Xu : Investigation on processing of industrial set-up plasma enhanced chemical vapor deposition with pulsed d.c.power, China, 2000.
- [14] D. Landek, vježbe iz kolegija „Tribologija i inženjerstvo površina“, Sveučilište u Zagrebu , FSB, Zagreb, 2015.
- [15] N. Vidakis, A. Antoniadis, N. Bilalis : The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds, Greece, 2003.
- [16] F. Cajner, D. Landek, H. Rafael, J. Jačan, D. Bogdanić: Wear resistance of TiN/TiCN and TiN/Ti-B-N multilayer coatings fabricated by the pulsed DC PACVD process on K390MC cold work tool steel, Proceeding of the EU Conference on Heat Treatment and 22nd IFHTSE Congress, 20-22.05.2015., Venice, Italy

# **PRILOZI**

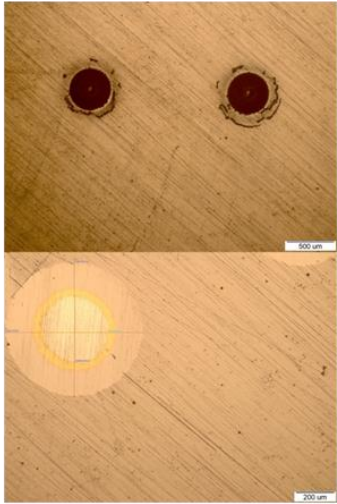
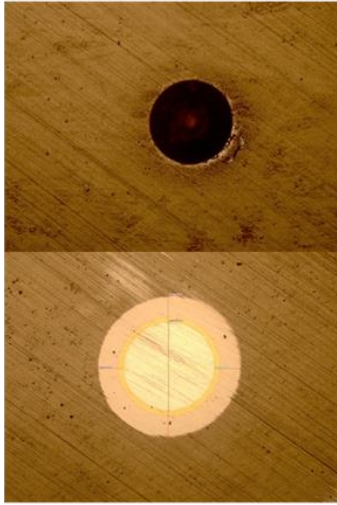
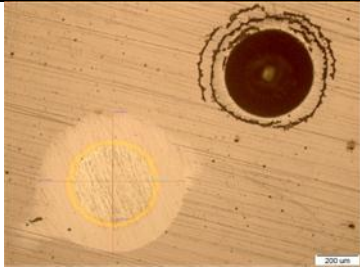
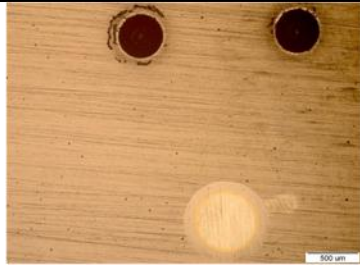
**Prilog 1.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika K390MC

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
33	C2-1-1	3,48	4	
33	C2-1-2	3,51	4	
38	C2-1-3	3,53	4	



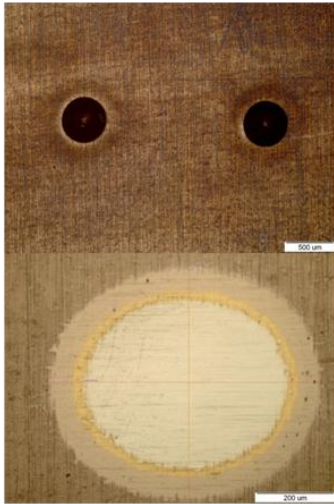
**Prilog 1.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika K390MC

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
38	C2-1-4	3,53	4	
43	C2-1-5	2,75	4	
43	C2-1-6	2,51	4	



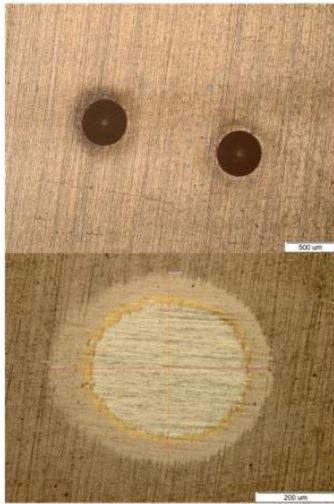
**Prilog 1.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika K390MC

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
5	C2-1K- lijevo	3,82	3	
5	C2-1K- desno	3,29	2	
5	C2-2K- lijevo	3,51	3	
5	C2-2K- desno	3,58	2	

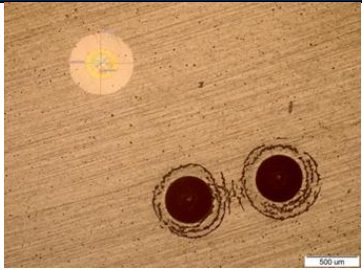
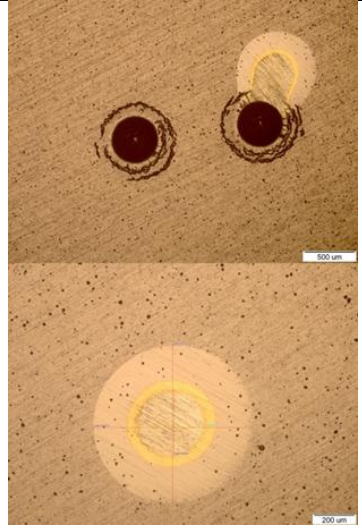
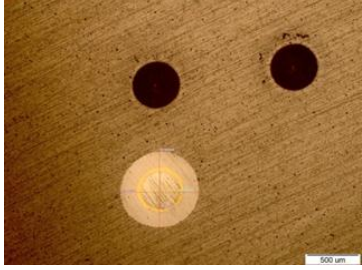
**Prilog 2.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika X155CrVMo12-1

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
33	D2-1-1	2,61	2	
33	D2-1-2	2,89	2	
38	D2-1-3	1,88	2	

**Prilog 2.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika X155CrVMo12-1

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
38	D2-1-4	1,93	2	
43	D2-1-5	1,45	2	
43	D2-1-6	1,44	2	

**Prilog 2.** Rezultati ispitivanja stupnja adhezivnosti i debljine TiN/TiCN PACVD prevlaka na ispitnom uzorku izrađenom od čelika X155CrVMo12-1

H, mm	Oznaka mjernog mjesta	Debljina prevlake TiN/TiCN, $\mu\text{m}$	Stupanj adhezivnosti	Izgled mjernog mjesta
5	D2-1K- lijevo	3,52	4	
5	D2-1K- desno	5,09	3	
5	D2-2K- lijevo	4,58	2	
5	D2-2K- desno	5,22	2	