

# Ispitivanje zaostalih naprezanja u prevlaci TiN na kaljenom čeliku 100Cr6

---

Čižmek, Leon

Undergraduate thesis / Završni rad

2023

*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:235:296166>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-12-04**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

**Leon Čížmek**

Zagreb, 2023.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Darko Landek, dipl. ing.

Student:

Leon Čižmek

Zagreb, 2023.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru izv. prof. dr. sc. Darku Landeku na savjetima i vremenu odvojenom tijekom izrade završnog rada.

Leon Čižmek



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
**FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite  
 Povjerenstvo za završne i diplomske 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: 602 – 04 / 23 – 6 / 1	
Ur.broj: 15 - 1703 - 23 -	

## ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Leon Čižmek** JMBAG: **0035224149**

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje zaostalih naprezanja u prevlaci TiN na kaljenom čeliku 100Cr6**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Examination of residual stresses in TiN coating on hardened steel 100Cr6**

Opis zadatka:

Postupcima prevlačenja tvrdim prevlakama moguće je dodatno povećati otpornost na trošenje kaljenih čelika. Prevlaka titanij nitrida (TiN) uobičajeno se primjenjuje kao podloga za nanošenje višeslojnih tvrdih prevlaka na konstrukcijske dijelove i alate ili kao monoslojna prevlaka. Prevlačenje prevlakom TiN moguće je provesti fizikalnim ili kemijskim taloženjem iz pame faze pri čemu se uz sličan kemijski sastav postižu različita mikrostruktura i svojstva. U teorijskom dijelu rada treba opisati postupak prevlačenja iz parne faze, fizikalnim taloženjem (PVD) i plazmom potpomognutim kemijskim taloženjem (PACVD), utjecaj postupka prevlačenja na nastanak zaostalih naprezanja u prevlaci i metodu za određivanje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom.

U eksperimentalnom djelu rada treba provesti ispitivanje debljine prevlake kalotestom i određivanje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom na prevlakama titanij nitrida (TiN) na kaljenom čeliku 100Cr6 koje su nanosene postupcima PVD i PACVD. Na temelju rezultata ispitivanja preporučiti postupak nanošenja prevlake TiN s povoljnijom raspodjelom zaostalih naprezanja u prevlaci.

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

Zadatak zadan:

30. 11. 2022.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Datum predaje rada:

1. rok: 20. 2. 2023.  
 2. rok (izvanredni): 10. 7. 2023.  
 3. rok: 18. 9. 2023.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 27. 2. – 3. 3. 2023.  
 2. rok (izvanredni): 14. 7. 2023.  
 3. rok: 25. 9. – 29. 9. 2023.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Branko Bauer

## SADRŽAJ

SADRŽAJ .....	I
POPIS SLIKA .....	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA .....	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY .....	VI
1. Uvod.....	1
2. Kemijski sastav i obrada čelika 100Cr6.....	2
2.1. Općenito o čeliku DIN 100Cr6.....	2
2.2. Svojstva i primjena čelika 100Cr6.....	2
2.3. Toplinska obrada čelika 100Cr6.....	3
3. Postupci prevlačenja čelika 100Cr6 iz parne faze .....	9
3.1. Postupak prevlačenja PVD .....	9
3.2. Postupak prevlačenja CVD.....	11
3.2.1. Postupak prevlačenja PACVD .....	12
4. Prevlaka titan nitrida .....	14
5. Zaostala naprezanja.....	15
5.1 Mjerenje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom .....	16
6. Priprema i provedba pokusa.....	19
6.1 PVD prevlačenje.....	20
6.2 PACVD prevlačenje .....	21
7. Rezultati ispitivanja .....	24
7.1 Ispitivanje debljine prevlake kalotestom .....	24
7.2 Rezultati ispitivanja kalotestom .....	26
7.3 Ispitivanje prionjivosti prevlake prema normi VDI 3198 .....	28
7.3.1 Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlake .....	29
7.4 Ispitivanje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom.....	30
8. Zaključak.....	35
9. Prilozi.....	38

**POPIS SLIKA**

Slika 1. Ležaj od čelika 100Cr6 .....	3
Slika 2. Toplinska obrada čelika 100Cr6 [5].....	3
Slika 3. Raspon temperatura žarenja u Fe-C dijagramu .....	4
Slika 4. Dijagram postupka sferodizacijskog žarenja [10].....	4
Slika 5. Mikrostruktura perlitnog nelegiranog čelika [9]: a) nakon toplog oblikovanja, b) nakon sferodizacije .....	5
Slika 6. Kontinuirani TTT dijagram čelika DIN 100Cr6 [2] .....	6
Slika 7. Izotermički TTT dijagram čelika DIN 100Cr6 .....	6
Slika 8. Mikrostrukture čelika 100Cr6 povezane s odgovarajućim linijama na kontinuiranom TTT dijagramu [30].....	7
Slika 9. Promjena tvrdoće čelika 100Cr6 ovisno o temperaturi popuštanja [4].....	8
Slika 10. Dijagram popuštanja čelika DIN 100Cr6 [2].....	8
Slika 11. Shema PVD postupka prevlačenja [11] .....	10
Slika 12. Shema CVD postupka prevlačenja [11].....	12
Slika 13. Shema PACVD postupka prevlačenja [11].....	13
Slika 14. Vakuumska peć za PACVD postupak[29].....	13
Slika 15. Konstrukcijski dijelovi prevučeni prevlakom titan nitrida .....	14
Slika 16. Svrdlo za bušenje metala prevučeno prevlakom titan nitrida .....	15
Slika 17. Shematski prikaz sumiranja zaostalih naprezanja[18] .....	15
Slika 18. Interakcija valne fronte X-zraka i kristalne rešetke[22].....	16
Slika 19. Uređaj PULSTEC $\mu$ -X360s instaliran u Laboratoriju za zavarivanje na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb .....	17
Slika 20. Dijagram toplinske obrade čelika DIN 100Cr6 .....	19
Slika 21. Dijagram PVD postupka za nanoštenje prevlake TiN .....	20
Slika 22. Uređaj za prevlačenje Rübige 70/90 na FSB-u Zagreb .....	21
Slika 23. Dijagram prevlačenja TiN PACVD postupkom .....	22
Slika 24. Položaj uzoraka u komori tijekom PACVD prevlačenja .....	23
Slika 25. Prikaz uzoraka: a) neprevučeni čelik DIN 100Cr6, b) čelik prevučeni PACVD postupkom, c) čelik prevučeni PVD postupkom.....	23
Slika 26. Kalotester Tribotest na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb.....	24
Slika 27. Uvećana slika procesa ispitivanja kalotestom.....	25
Slika 28. Pravilno postavljanje kuglice u odnosu na površinu uzorka.....	25
Slika 29. Prikaz ispitivanja kalotestom na TiN prevlaci nastalom PVD postupkom.....	26
Slika 30. Prikaz ispitivanja kalotestom na TiN prevlaci nastalom PACVD postupkom .....	26
Slika 31. Način izračunavanja debljine prevlake [18].....	27
Slika 32. Utiskivanje Rockwell C indentora u prevlaku TiN.....	28
Slika 33. Razine oštećenja i delaminacije tankih prevlaka [20].....	28
Slika 34. Smjerovi u kojima se mjere zaostala naprezanja .....	30
Slika 35. Uzorci s ucrtanim x,y-osima .....	30
Slika 36. Dijagram usporedbe iznosa zaostalih naprezanja .....	34

**POPIS TABLICA**

Tablica 1. Mehanička svojstva čelika 100Cr6 nakon toplinske obrade .....	2
Tablica 2. Usporedba karakteristika postupaka PVD, CVD i PACVD .....	9
Tablica 3. Karakteristike TiN prevlake [17] .....	14
Tablica 4. Osnovni parametri prevlačenja TiN PVD postupkom .....	20
Tablica 5. Parametri prevlačenja TiN postupkom PACVD .....	22
Tablica 6. Parametri ispitivanja debljine prevlake kalotestom .....	25
Tablica 7. Izmjereni promjeri prevlake za PVD postupak .....	26
Tablica 8. Izmjereni promjeri prevlake za PACVD postupak.....	27
Tablica 9. Izračun debljine prevlake .....	27
Tablica 10. Otisci indentora na uzorcima.....	29
Tablica 11. Iznos zaostalih naprezanja na neprevučenom čeliku.....	31
Tablica 12. Iznos zaostalih naprezanja u TiN prevlaci nastalom PVD metodom.....	32
Tablica 13. Iznos zaostalih naprezanja u TiN prevlaci nastalom PACVD metodom .....	33



## POPIS OZNAKA

Oznaka	Veličina	Značenje
T	°C	temperatura
t	h	vrijeme
$\lambda$	m	valna duljina
$\theta$	°	upadni kut x-zrake

## SAŽETAK

U radu su ispitana zaostala naprezanja koja se javljaju u TiN prevlaci na čeliku DIN 100Cr6. Rad se sastoji od teorijskog i eksperimentalnog dijela.

U teorijskom dijelu detaljno je obrađena toplinska obrada čelika DIN 100Cr6, te njegova mikrostruktura. Obzirom da su uzorci prevlaćeni TiN prevlakom opisana su svojstva i primjena prevlake, kao i metode prevlaćenja u parnoj fazi kojima su uzorci i prevučeni. Detaljno su obrazloženi ciljevi i parametri PVD i PACVD metoda prevlaćenja koje su korištene za prevlaćenje ispitnih uzoraka. Ispitivanje zaostalih naprezanja je glavna tema ovog završnog rada stoga su obrazložena zaostala naprezanja kao i metoda mjerenja zaostalih naprezanja rendgenske difrakcije kojom su ispitana zaostala naprezanja.

U eksperimentalnom dijelu prvo je obrađena toplinska obrada čelika koji smo koristili u pokusu. Dani su parametri pri kojima je obrađeno prevlaćenje PVD i PACVD metodom. Izmjerena je debljina prevlake kalotestom, te prionjivost prevlake na podlogu prema normi VDI 3198. Konačno izmjerena su zaostala naprezanja rendgenskom difrakcijom u neprevučenom čeliku, TiN prevlaci nastalom PVD metodom, te TiN prevlaci nastalom PACVD metodom.

Ključne riječi: PVD, PACVD, TiN prevlaka, čelik DIN 100Cr6, zaostala naprezanja

## **SUMMARY**

In this thesis, residual stresses that occur in TiN coatings on DIN 100Cr6 steel were examined. The final thesis consists of a theoretical and experimental part.

In the theoretical part, the thermal treatment of DIN 100Cr6 steel and its microstructure are thoroughly discussed. Given that the samples were coated with TiN coatings, the properties and applications of coatings, as well as the vapor-phase coating methods used, are described. The goals and parameters of the PVD and PACVD coating methods used to coat the test samples are thoroughly explained. Residual stresses are the main topic of this thesis, so residual stresses and the method of measuring residual stresses by X-ray diffraction are explained.

In the experimental part, the thermal treatment of the steel used in the experiment was first dealt with. The parameters for PVD and PACVD coating were given. The thickness of the coating was measured by calotest method, and the adhesion of the coating to the substrate was measured according to norm VDI 3198. Finally, residual stresses were measured by X-ray diffraction in uncoated steel, TiN coatings produced by PVD method, and TiN coatings produced by PACVD method.

Keywords: PVD, PACVD, TiN coating, steel DIN 100Cr6, residual stresses

# **TEORIJSKI DIO**

## 1. Uvod

Čelik EN DIN 100Cr6 uobičajeno se primjenjuje u valjnim i kliznim ležajima, alatima za rezanje metala, alatima za obradu drveta, mramora i slično. Svoja uporabna svojstva čelik 100Cr6 postiže nakon toplinske obrade, kaljenja i popuštanja. Dodatno poboljšanje otpornosti na trošenje postiže se primjenom.

Prevlačenja u parnoj fazi postupcima PVD (Physical Vapour Deposition) i PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition).

Navedeni postupci prevlačenja na površini materijala stvaraju tanku prevlaku bez difuzije u osnovni materijal i bez promjena u mikrostrukturi osnovnog materijala.

U radu će se ispitivati uzorci od čelika 100Cr6 prevučeni TiN prevlakom koja je odličan izbor za zaštitu površine od trošenja i korozije. Osim zaštite površine prevlaka TiN predmetu daje lijepu zlatno-žutu boju što se ponekad koristit u dekorativne svrhe.

S obzirom da se uzorak tijekom prevlačenja u parnoj fazi zagrijava na visoku temperaturu, u PVD postupku na 200 °C do 500 °C te u PACVD postupku na 470 °C do 580 °C, tijekom prevlačenja i kasnije hlađenja do temperature okoline u prevlaci nastaju zaostala naprezanja, koja će u radu biti izmjerena rendgenskom difrakcijom.

## 2. Kemijski sastav i obrada čelika 100Cr6

### 2.1. Općenito o čeliku DIN 100Cr6

Čelik EN DIN 100Cr6 (označen prema europskim normama), odnosno čelik AISI 52100 koju oznaku nosi u američkoj literaturi (American Iron and Steel Institute), svrstava se u skupinu čelika za ležajeve i pripada skupini niskolegiranih čelika.

U skupini niskolegiranih čelika, čelik DIN 100Cr6 svrstavamo u skupinu alatnih čelika za hladni rad do 200 °C. Kemijski sastav čelika 100Cr6 se sastoji od sljedećih elemenata:

- 0,95 - 1,10 % C,
- 0,2 - 0,5 % Mn,
- ≤ 0,35 % Si
- 1,3 - 1,6 % Cr
- ≤ 0,025 % Cu
- ≤ 0,025 % S

### 2.2. Svojstva i primjena čelika 100Cr6

Čelik 100Cr6 nadeutektoidnog je sastava, a mikrostruktura nakon kaljenja se sastoji od martenzita (M') + legirarnog cementita (Fe, Cr)<sub>3</sub>C i zaostalog austenit (A<sub>z</sub>). Karbid (Fe - Cr)<sub>3</sub>C ima dobar utjecaj na mehanička i tribološka svojstva. Zaostali austenit smanjuje dinamičku izdržljivost i čvrstoću. Udio zaostalog austenita može biti minimiziran pothlađivanjem ili dubokim hlađenjem prije niskotemperaturnog popuštanja.

Ostala bitna svojstva čelika 100Cr6 su osrednja otpornost na trošenje u odnosu na visokolegirane alatne čelike za hladni rad, niska otpornost popuštanju, osrednja otpornost na udarna opterećenja, bolja prokaljivost u odnosu na visokolegirane čelike za hladni rad, snižena deformacija oblika i opasnost od nastanka pukotina, visoka tvrdoća nakon niskotemperaturnog popuštanja, osrednja otpornost na koroziju, te dobra dimenzijska stabilnost.

*Tablica 1. Mehanička svojstva čelika 100Cr6 nakon toplinske obrade*

Vlačna čvrstoća nakon sferodizacijskog žarenja	Tvrdoća u žarenom stanju pri ograničenoj tvrdoći	Tvrdoća u sferodizacijsko žarenom stanju	Poissonov omjer	Modul smicanja
570-720 MPa	<22 HRC	7-17 HRC	0,27-0,3	80 GPa

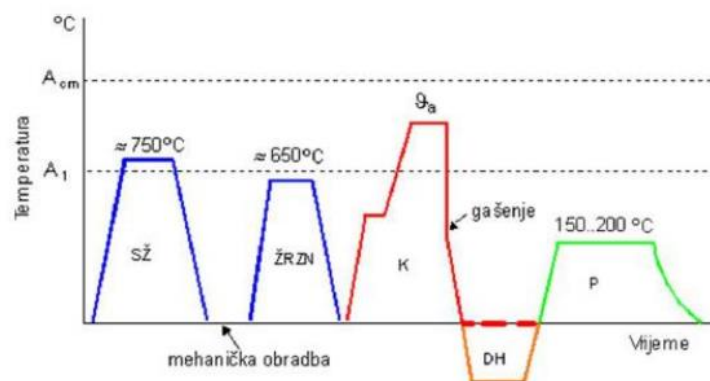
Čelik DIN 100Cr6 ima široku primjenu zbog svojih dobrih svojstava i radnoj temperaturi do 200 °C. Glavna primjena je za izradu dijelova kotrljajućih ležajeva, prsteni, kuglice, valjci, po čemu je i poznat. Također se koristi se kao alat za obradu drveta, nareznice, noževi za papir i kožu, manja svrdla, razvrtala, zubarska svrdla, upuštala, britve, te alat za obradu mramora.



Slika 1. Ležaj od čelika 100Cr6

### 2.3 Toplinska obrada čelika 100Cr6

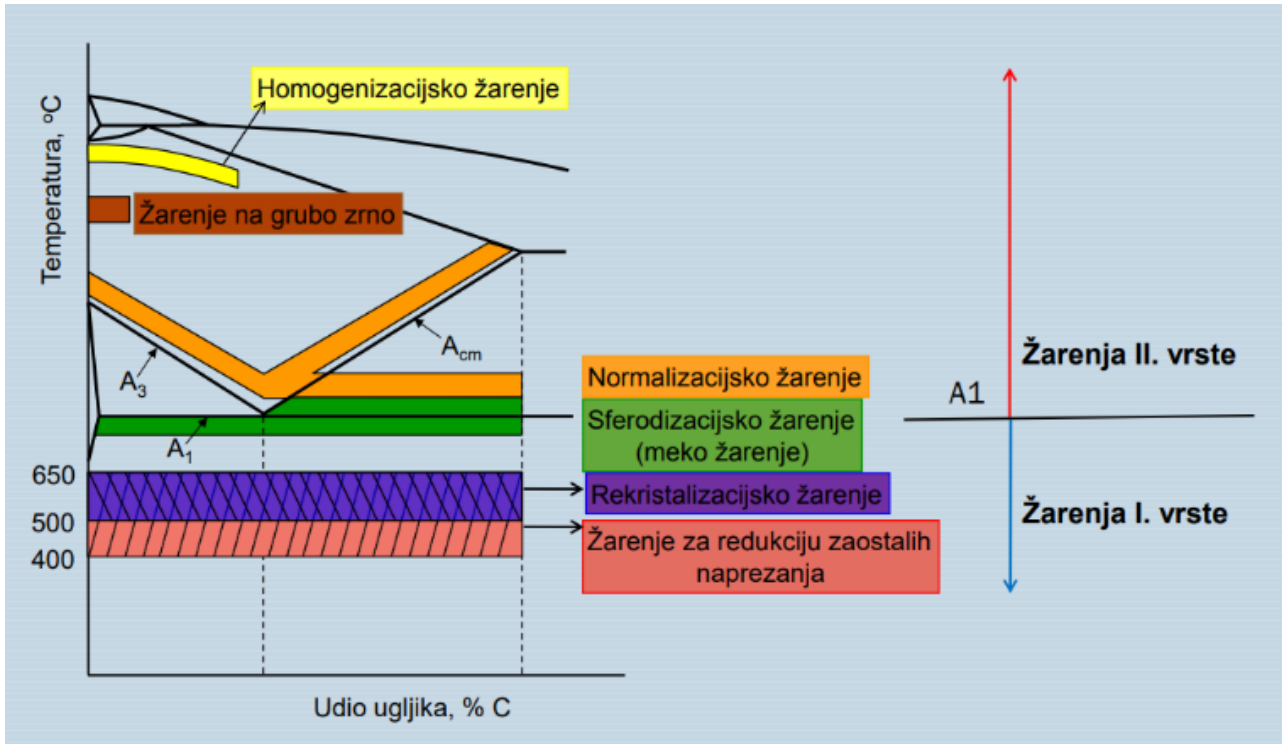
Potpuna toplinska obrada čelika 100Cr6 se sastoji od sferodizacijskog žarenja, žarenja za redukciju zaostalih naprezanja, austenitizacije, kaljenja, dubokog hlađenja i popuštanja.



Slika 2. Toplinska obrada čelika 100Cr6 [5]

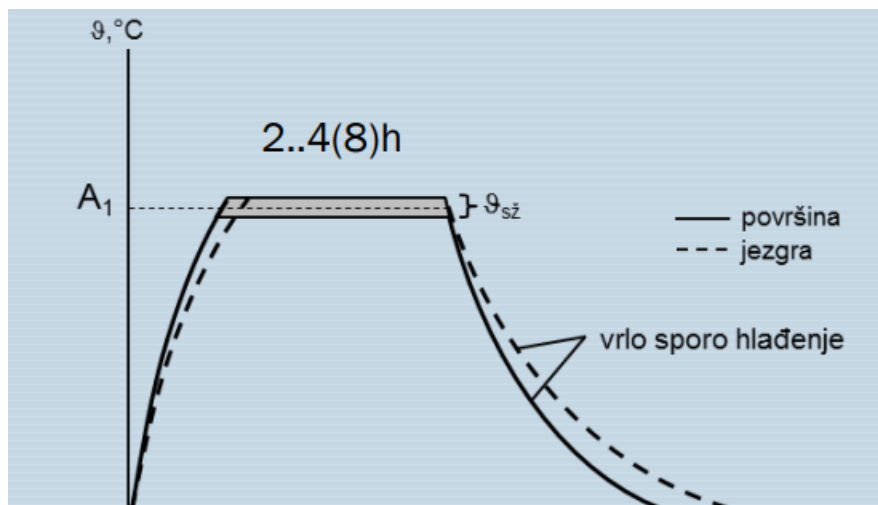
Čelik se iz čeličane isporučuje u toplo valjanom stanju sa perlitno – karbidnom (normalizacijski žarenom) ili feritno – karbidnom (sferodizacijski žarenom) mikrostrukturuom.

Žarenje čelika koje se provodi na temperaturi ispod  $A_1$  je žarenje za redukciju zaostalih napreznja, a žarenje na temperaturi oko ili iznad  $A_1$  je sferodizacijsko žarenje (slika 4.).



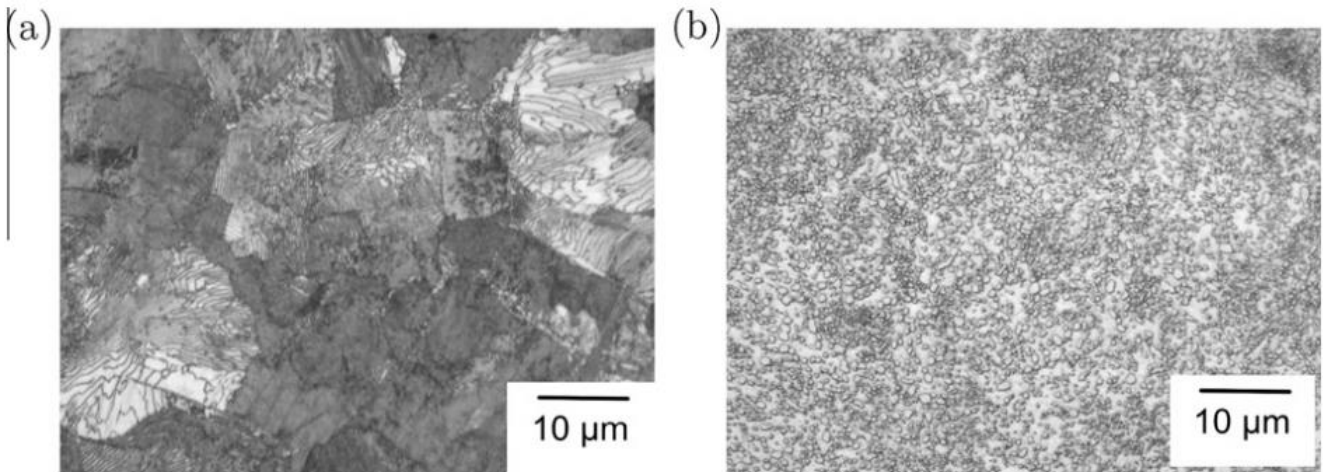
Slika 3. Raspon temperatura žarenja u Fe-C dijagramu

U postupku sferodizacijskog žarenja čelik 100Cr6 se ugrijava na temperaturu oko  $A_1$  (oko  $750^{\circ}\text{C}$ ), drži na toj temperaturi od 2 h do 8 h i zatim sporo hladi do temperature okoline (slika 5.) Mikrostrukturna promjena koja se izaziva sferodizacijskim žarenjem je prevođenje lamelarnih (eutektoidnih) i mrežastih (sekundarnih) karbida u kuglasti oblik u feritnoj matrici. Cilj ove toplinske obrade je olakšati strojnu obradu; te hladno i toplo oblikovanje Čelik nakon sferodizacijskog žarenja ima najmanju tvrdoću uz maksimalnu žilavost, najbolju plastičnost i najbolju rezljivost.



Slika 4. Dijagram postupka sferodizacijskog žarenja [10]



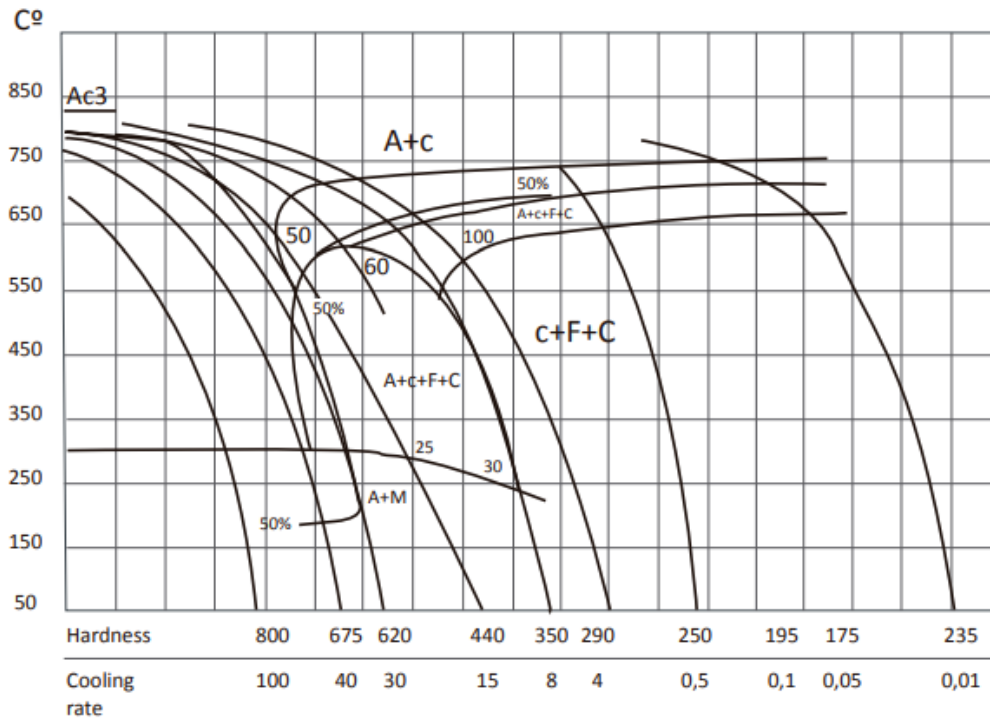


Slika 5. Mikrostruktura perlitnog nelegiranog čelika [9]: a) nakon toplog oblikovanja, b) nakon sferodizacije

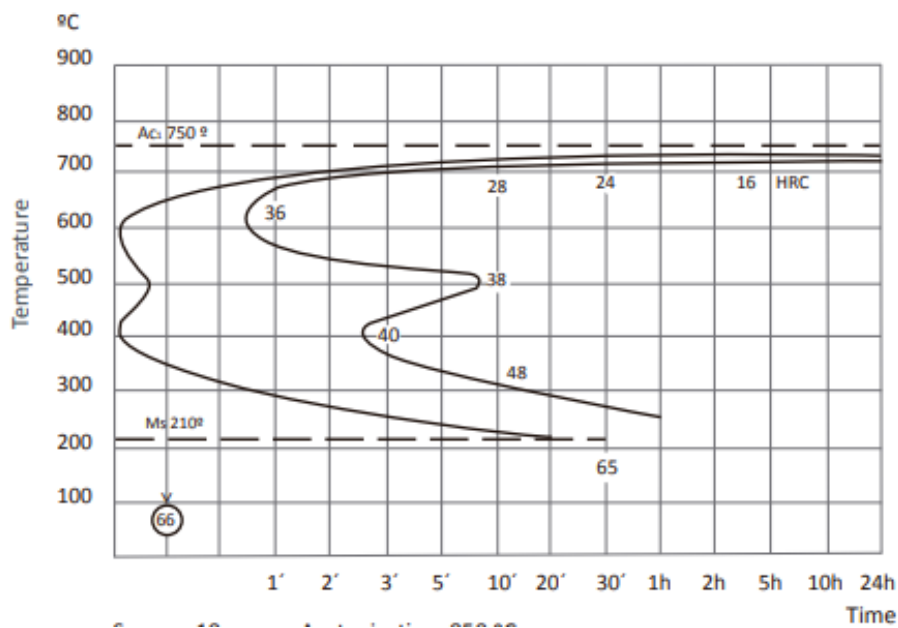
U postupku žarenja za redukciju zaostalih naprezanja nastalih prilikom obrade odvajanjem čestica ili deformiranja čelik se polagano zagrijava na temperaturu oko 650 °C, drži na njoj 2 h do 4 h te potom polagano hladi do temperature okoline. Brzina zagrijavanja i brzina ohlađivanja na temperaturi iznad 300 °C preporučuje se manjom od 50 K/h. Pri ovom postupku nema bitnih promjena u mikrostrukturi.

Kaljenje čelika 100Cr6 provodi se uz obavezno predgrijavanje na temperaturu između 400 °C do 500 °C te potom nastavak ugrijavanja do temperature austenitizacije. Austenit se počinje stvarati na temperaturi 756 °C, a ferit se eliminira kada se postigne 790 °C. Homogenizacija kemijskog sastava i sitno austenitno zrno s neotopljenim cementitom postižu se na temperaturi austenitizacije oko 840 °C. Zagrijavanjem na 1040 °C u trajanju od 20 minuta u potpunosti otapa cementit, ali se ovako visoke temperature ne primjenjuju zbog opasnosti od pogrubljenog austenitnog zrna. Austenitizacija čelika 100Cr6 obavezno se provodi u zaštitnoj atmosferi (inertnoj ili aktivnoj).

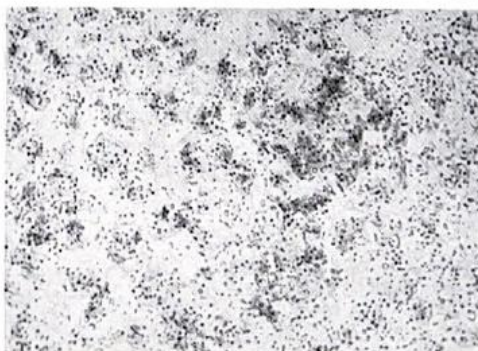
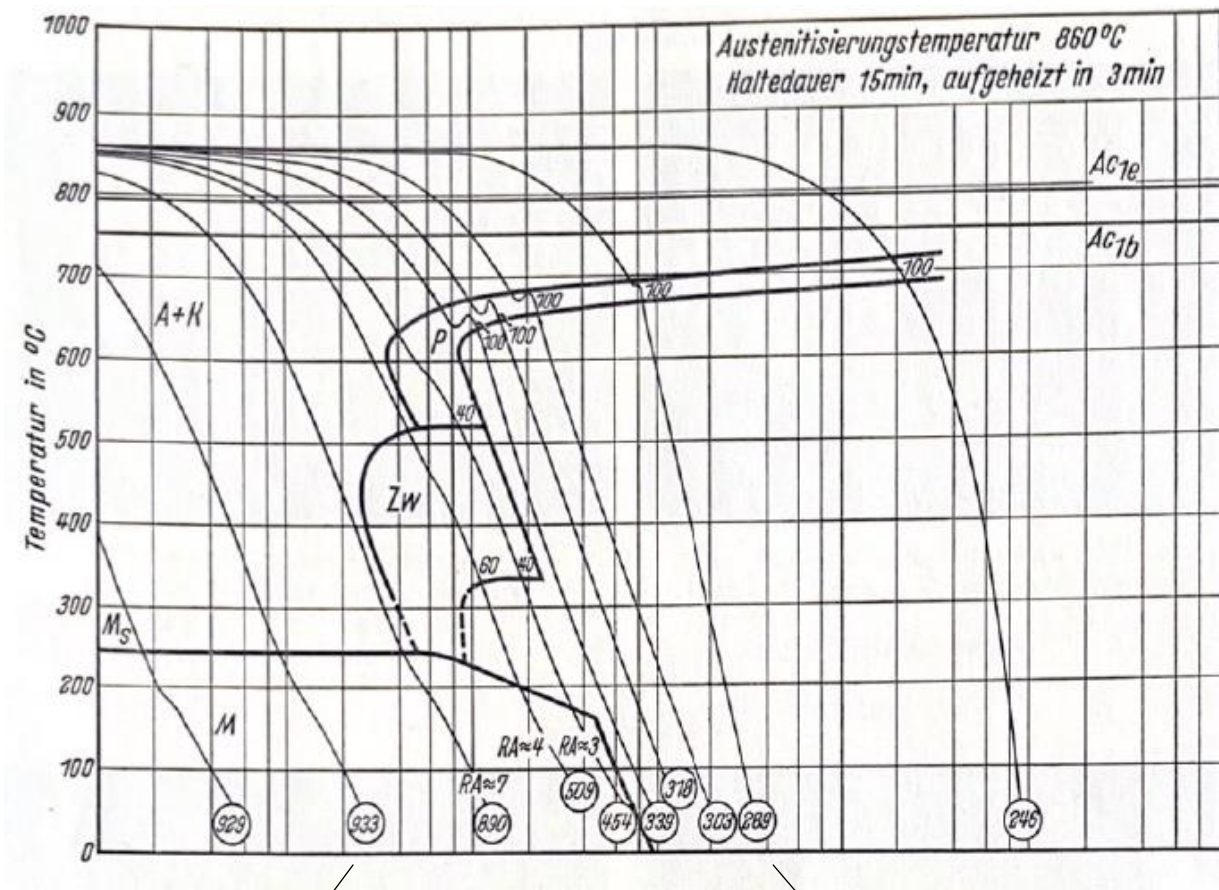
Nakon zagrijavanja čelika na temperaturu austenitizacije slijedi gašenje. Gašenje čelika 100Cr6 se provodi u s vodi, ulju za kaljenje i vodenim otopinama polimera. Procesom gašenja dolazi do stvaranja martenzita iz austenita, te je mikrostruktura čelika nakon kaljenja sastavljena od martenzita, zaostalog austenita i karbida. Mikrostrukturne pretvorbe i tvrdoća kaljenog čelika 100Cr6 mogu se predvidjeti iz kontinuiranog TTT dijagrama (slika 7.). Gornja kritična brzina gašenja izračunata iz kontinuiranog TTT dijagrama (slika 7.) za čelik 100Cr6 iznosi 14,7 °C/s. Ako se hlađenje provodi u solnoj kupci ili u vrućoj uljnoj kupci za predviđanje mikrostrukturnih pretvorbi i tvrdoće primjenjuje se izotermički TTT dijagram (slika 8.). Oba TTT dijagrama ograničena su na kemijski sastav i temperaturu austenitizacije čelika s kojim su snimljeni, a za slične kemijske sastave i varijacije temperature austenitizacije vrijede približno.



Slika 6. Kontinuirani TTT dijagram čelika DIN 100Cr6 [2]

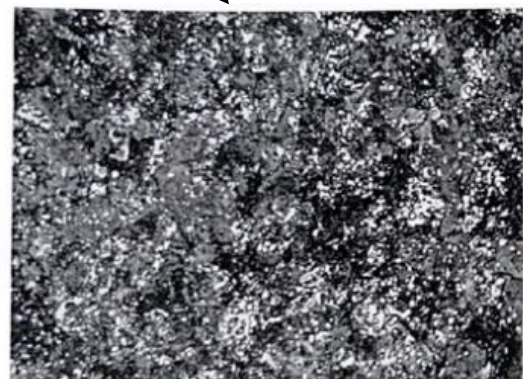


Slika 7. Izotermički TTT dijagram čelika DIN 100Cr6



Ungelöste Karbide, Martensit und Restaustenit

Härte 933 HV



Ungelöste Karbide, Perlit

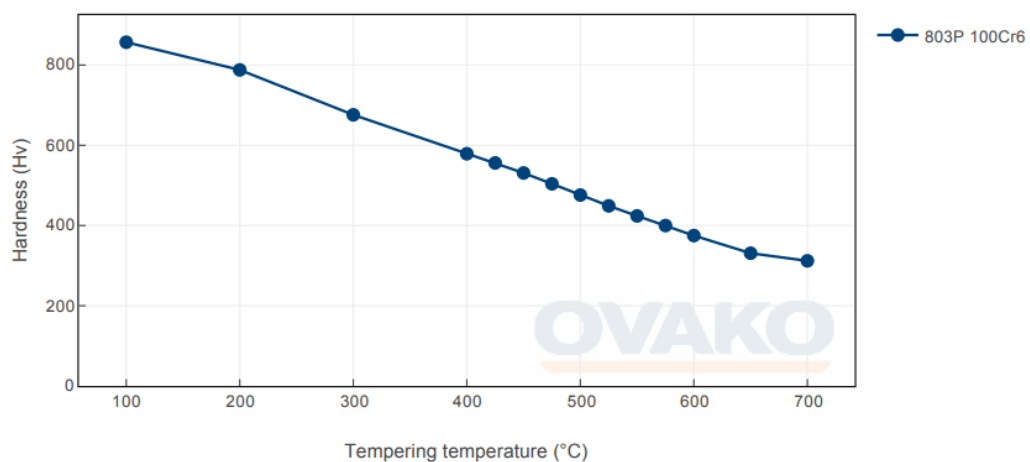
Härte 289 HV

Slika 8. Mikrostrukture čelika 100Cr6 povezane s odgovarajućim linijama na kontinuiranom TTT dijagramu [30]

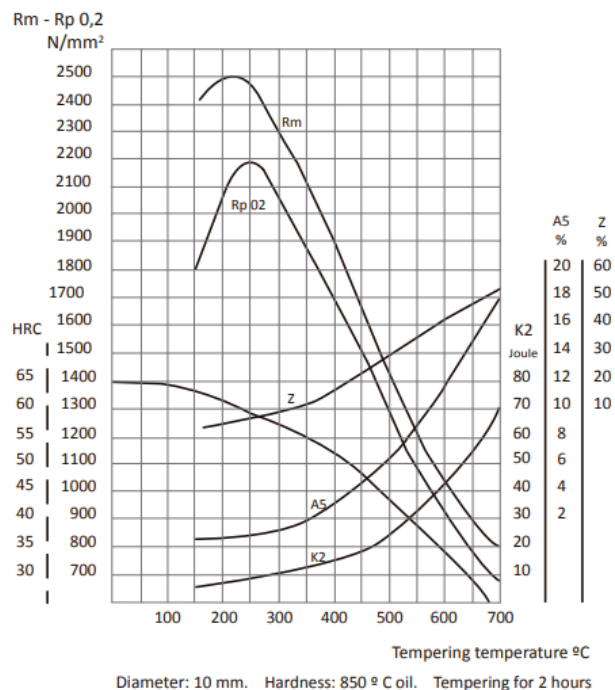
Duboko hlađenje kaljenog čelika 100Cr6 uzrokuje završetak austenitno martenzitne pretvorbe. Postupak se odvija uranjanjem u smjesu suhog leda i tekućeg dušika na temperaturi oko  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$  ili u pare tekućeg dušika na temperaturi od  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Nakon kaljenja ili kaljenja i dubokog hlađenja čelik 100Cr6 treba obavezno popuštati čime se postiže povišenje žilavosti martenzita, sniženje zaostalih naprezanja i dimenzijska stabilnost. Dodatna nepovoljan posljedica popuštanja je sniženje tvrdoće (slika 9.), čvrstoće i granice elastičnosti (slika 10.).

Popuštanje čelika DIN 100 Cr6 se provodi kao nisko temperaturno popuštanje na temperaturi između  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  u trajanju od 2 h do 4 h. Izbor temperature popuštanja provodi se prema dijagramu popuštanja (slika 10.).



Slika 9. Promjena tvrdoće čelika 100Cr6 ovisno o temperaturi popuštanja [4]



Slika 10. Dijagram popuštanja čelika DIN 100Cr6 [2]

### 3. Postupci prevlačenja čelika 100Cr6 iz parne faze

Postupci prevlačenja se primjenjuju s primarnim ciljem povećanja otpornosti na trošenje. Uobičajeno se dijele na toplinska, mehanička, toplinsko–mehanička, kemijska, elektrokemijska prevlačenja i prevlačenja u parnoj fazi. Postupci prevlačenja u parnoj fazi jesu sljedeći:

- PVD (eng. Physical Vapour Deposition) – fizikalno prevlačenje u parnoj fazi,
- CVD (eng. Chemical Vapour Deposition) – kemijsko prevlačenje u parnoj fazi,
- PACVD (eng. Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) – plazmom aktivirano prevlačenje u kemijskoj fazi.

Usporedba karakteristika ovih postupaka navedena je u donjoj tablici.

Tablica 2. Usporedba karakteristika postupaka PVD, CVD i PACVD

	PVD	CVD	PACVD
Temperatura °C	200 – 500	800 – 1000	470 - 580
Kaljenje poslije prevlačenja	Ne	Potrebno	Ne
Površina	Glatka	Gruba	Vrlo glatka
Poliranje poslije prevlačenja	ovisno	potrebno	Ne
Prionjivost na tvrde metale	Vrlo dobra	Vrlo dobra	Osrednja
Primjena	Rezni alati	Dijelovi gdje su prihvatljive deformacije	Veliki alati i kalupi
Troškovi pogona	Visoki	Niski	Niski
Troškovi ulaganja	Visoki	Niski	Prosječni
Troškovi održavanja	Vrlo niski	Niski	Niski

Učinci prevlačenja jesu sljedeći:

- veća otpornost na trošenje
- sprječavanje direktnog kontakta između alata i materijala
- niža adhezija na površini sloja
- veća otpornost koroziji

#### 3.1. Postupak prevlačenja PVD

Fizikalno prevlačenje u parnoj fazi je postupak u kojem se materijal prevlake iz čvrste faze prenosi u parnu fazu u vakuumu i taloži se (kondenzira) na površinu materijala obratka (supstrata). PVD postupak prevlačenja sastoji se od 3 faze [15]:

- 1. faza – pretvaranje čvrste prevlake iz čvrste faze u parnu fazu u vakuumu pri visokim temperaturama,
- 2. faza – para se prenosi u područje niskog tlaka od izvora do podloge,
- 3. faza – kondenziranje pare na površinu materijala koji prevlačimo te stvaranje tankog filma.

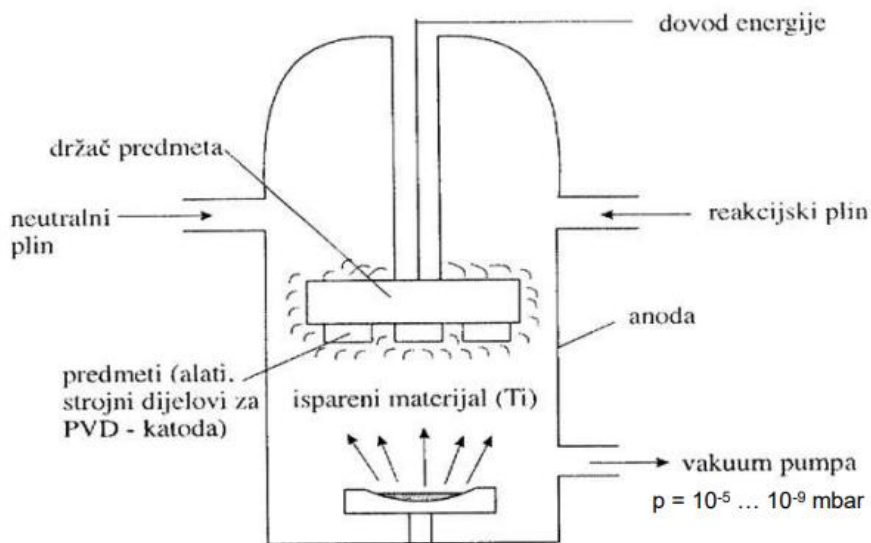


Debljina jednoslojne prevlake je od 2  $\mu\text{m}$  do 5  $\mu\text{m}$ , ali postoje i višeslojne prevlake čija debljina može biti do 15  $\mu\text{m}$ . PVD postupak se provodi pri nižim temperaturama kod kojih nema promjena u mikrostrukturi, odnosno pri temperaturama pri kojim ne dolazi do smanjenja čvrstoće materijala. Temperatura prevlačenja je niža od ostalih postupaka prevlačenja u parnoj fazi te iznosi oko 500 °C. Zbog niže temperature prevlačenja PVD postupak se može primijeniti na brzorezne čelike i alatne čelike za topli rad, koji su prethodno kaljeni i visokotemperaturno popušteni. Za uspješno prevlačenje bitna je prionjivost prevlake uz materijal koji se prevlači. Utjecaj PVD prevlaka na materijal je povećana otpornost trošenju i koroziji, smanjeni faktor trenja te bolja toplinska otpornost.

PVD postupak se uglavnom primjenjuje za prevlačenje tvrdih metala, brzo reznih čelika i nisko legiranih poboljšanih čelika.

Na donjoj slici (slika 11.) shematski je prikazana shema PVD uređaja.

Glavni dijelovi PVD uređaja za prevlačenje su držač na kojem stoje predmeti koji se prevlače, dovod isparenog materijala prevlake, vakuum pumpa, dovodi plinova, te dovod energije. Prvo se pri visokim temperaturama materijal prevlake iz čvrste faze prenosi u parnu fazu u vakuumu, nakon čega se para prenosi u područje niskog tlaka od izvora do podloge materijala gdje para kondenzira na površinu materijala koji prevlačimo.



Slika 11. Shema PVD postupka prevlačenja [11]

### 3.2. Postupak prevlačenja CVD

Kemijsko prevlačenje u parnoj fazi je proces koji se koristi za stvaranje tankih slojeva na površini materijala korištenjem kemijskih reakcija između plinova i površine materijala. Materijal prevlake prelazi iz čvrstog ili tekućeg stanja u parnu fazu, a potom kemijski konstituenti pare reagiraju s površinom supstrata stvarajući tanku prevlaku na površini materijala.

Dvije osnovne vrste CVD postupaka su:

1. Toplinski aktivirani CVD postupak – temelji se na toplinskoj energiji koja se koristi za aktiviranje kemijskih reakcija, plinovi se zagrijevaju do visokih temperatura što dovodi do reakcije između plinova i površine materijala.

2. Plazmom aktivirani CVD postupak – koristi se plazma za aktivaciju kemijskih reakcija. U ovom procesu plinovi se ioniziraju pomoću plazme što omogućuje brže i efikasnije stvaranje prevlake.

CVD postupke također možemo podijeliti po temperaturi na kojoj se odvija proces prevlačenja, pa tako postoje visoko temperaturni, srednje temperaturni i nisko temperaturni.

Prevlačenjem pri visokim temperaturama dobivamo deblje prevlake, ali i krupnije zrno što smanjuje žilavost materijala, a odvijaju se na temperaturi od 900 °C do 1000 °C.

Srednje temperaturno prevlačenje se odvija na temperaturama od 700 °C do 900 °C, a omogućuje nam bolju prionjivost prevlake na materijal, te veću otpornost toplinskim pukotinama.

Vrste zaštitnih prevlaka koje se proizvode CVD postupkom mogu biti različitih vrsta s različitim ciljem. TiC, TiN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> su prevlake koje se koriste za povećanu otpornost na trošenje, a primjerice prevlaka BN se koristi za povećanje otpornosti na koroziju.

Temperature CVD postupka prevlačenja su puno veće od ostalih postupaka prevlačenja u parnoj fazi, stoga je postupak ograničen na materijale kao što su tvrdi metali i keramika. Kako bi se osigurala optimalna učinkovitost i kvaliteta prevlake bitno je prilagoditi temperaturu procesa prema materijalu koji se prevlači.

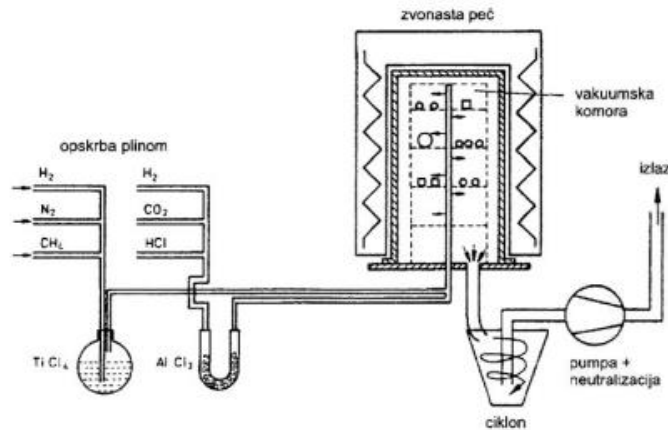
Prednosti CVD postupka jesu [13]:

- kontrolirana debljina prevlake
- širok spektar primjene
- niži troškovi
- velika čistoća prevlake

Glavni nedostaci CVD postupka jesu [13]:

- potrebna je naknadna toplinska obrada prevučenog čelika
- visoka temperatura prevlačenja
- velik utrošak energije u odnosu na PVD postupak

Na donjoj slici (slika 12.) shematski je prikazan uređaj za CVD postupak. Uređaj se sastoji od vakuumske peći u kojoj se nalaze uzorci za prevlačenje, dovod plinova te dovod materijala prevlake. Materijal prevlake se iz čvrste ili tekuće faze pretvara u paru, te para reagira s površinom supstrata stvarajući tanku prevlaku na uzorku.



Slika 12. Shema CVD postupka prevlačenja [11]

### 3.2.1. Postupak prevlačenja PACVD

Postupak prevlačenja PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) je metoda koja se temelji na korištenju plazme za aktiviranje plinova koji se koriste za stvaranje prevlake. Kemijska reakcija se pokreće dovođenjem napona u komoru s plinom pod pritiskom. Pritisak u komori ovisi o plinu koji se koristi i mora biti precizno kontroliran zbog učinkovitosti procesa, a iznosi oko 1 Pa.

Temperature na kojima se odvija proces su znatno niže od temperatura klasičnog CVD procesa a one su od 200°C do 600°C. Zbog nižih temperatura moguće je prevlačiti materijale koje nije moguće prevlačiti klasičnim CVD postupkom te neće imati štetnog utjecaja na materijal koji se prevlači kao što je slučaj kod CVD-a.

PACVD postupkom osigurana su bolja mehanička svojstva zbog homogenosti strukture, viša čistoća prevlake, bolja prionjivost prevlake, te smanjena zaostala naprezanja.

Vrste nanesenih slojeva PACVD postupkom mogu biti: TiN, TiC, TiBN, TiCN, TiAlN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, DLC [7]

Prednosti PACVD postupka jesu sljedeći:

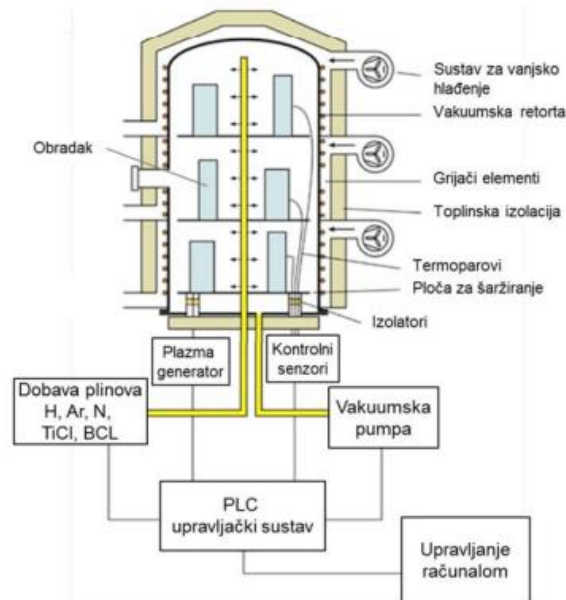
- niska temperatura potrebna za stvaranje prevlake, što smanjuje rizik od oštećenja podloge
- visoka kvaliteta prevlake sa jednolikom debljinom i homogenom strukturom
- mogućnost prevlačenja materijala koji su osjetljivi na visoke temperature
- mogućnost prevlačenja uzoraka komplicirane geometrije

Nedostatci PACVD postupka jesu sljedeći:

- veća složenost procesa i potreba za skupom opremom
- potreba za preciznom kontrolom kako bi se osigurala optimalna kvaliteta prevlake



PACVD postupak se danas primjenjuje i u mnogim granama industrije kao što su elektronika, aeronautika, katodna zaštita i mnoge druge. Na donjoj slici (slika 13.) shematski je prikazana vakuumska peć za PACVD postupak. Glavni dijelovi ovog postrojenja su plazma generator, vakuumska pumpa, dovod plinova i upravljački sustav. Na slici 14. prikazan je izvedba vakuumske peći za PACVD postupak.



Slika 13. Shema PACVD postupka prevlačenja [11]



Slika 14. Vakuumska peć za PACVD postupak[29]

#### 4. Prevlaka titan nitrida

Prevlake titan nitrida (TiN) pripadaju skupini neoksidne keramike u koju spadaju i TiC, TiCN, TiAlN, SiC. Titan nitrid prevlake stvaraju se CVD postupkom u kojem se Titan i Dušik kombiniraju u komori u plinovitoj fazi, te tako stvaraju tvrde tanke prevlake. Prevlake su poznate po svojim odličnim svojstvima visoke tvrdoće, povećanoj otpornosti na trošenje, otpornosti na koroziju i dobroj električnoj provodljivosti (tablica 3.) [17].

Jedne su od najčešće korištenih prevlaka zbog svojih izuzetnih svojstava i mogućnosti prevlačenja u svim postupcima prevlačenja u parnoj fazi. Mogućnost prevlačenja PACVD postupkom je bitna zbog mogućnosti prevlačenja na nižim temperaturama pa se mogu prevlačiti i materijali koji imaju svoja ograničenja prema visokim temperaturama te ih nije moguće prevlačiti CVD postupkom koji se odvija na vrlo visokim temperaturama.

TiN prevlaka je primjenjiva u mnogim granama industrije, a najčešća je primjena na alatnim strojevima. Koristi se za prevlačenje svrdla za bušenje (slika 16.) i glodanje što im povećava dugotrajnost i do 3 puta. Zbog svoje neotrovnosti koristi se i u prehrambenoj industriji, te u medicinskoj i stomatološkoj industriji. (slika 15.) [17]

Karakterizira ih zlatno-žuta boja pa se također može koristiti i za dekorativno prevlačenje nakita.

Tablica 3. Karakteristike TiN prevlake [17]

Tvrdoća, HV	Radna temperatura, °C	Faktor trenja	Debljina prevlake, μm
2300	600	0,65	1-5



Slika 15. Konstrukcijski dijelovi prevučeni prevlakom titan nitrida



Slika 16. Svrđlo za bušenje metala prevučeno prevlakom titan nitrída

## 5. Zaostala naprezanja

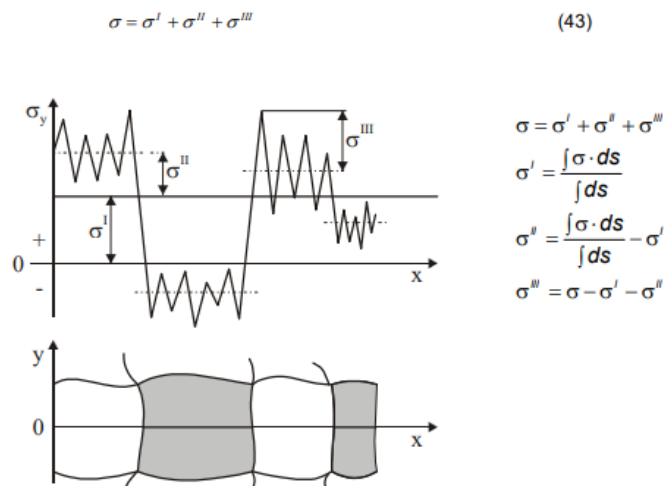
Mikro i makro zaostala naprezanja prisutna u izratku bez djelovanja vanjskih i unutarnjih sila i momenata, a nalaze se u mehaničkoj ravnoteži [18]. Zaostala naprezanja u izratku se kasnije zbrajaju s vanjskim naprezanjima nastalima uslijed vanjskih sila i momenata. Ako je ukupno naprezanje veće od granice razvlačenja dolazi do plastične deformacije ili čak do pojave loma.

Osim podjele na mikro i makro naprezanja koristi se i podjela zaostalih naprezanja na naprezanja prvog  $\sigma^I$ , drugog  $\sigma^{II}$  i trećeg reda  $\sigma^{III}$ .

Zaostala naprezanja prisutna u nekom predmetu rezultat su superponiranja zaostalih naprezanja prvo, drugo i trećeg reda [18].

Nakon što je predmet podvrgnut deformaciji ili toplinskoj obradi, te kada se predmet vrati u prvotno stanje zadržava zaostala naprezanja koja imaju nepovoljan utjecaj na svojstva materijala.

Osim što povećavaju ukupno naprezanje, zaostala naprezanja mogu dovesti do smanjene čvrstoće i dinamičke izdržljivosti materijala te pojave napetonosne korozije. Na donjoj slici prikazan je način sumiranja zaostalih naprezanja.



Slika 17. Shematski prikaz sumiranja zaostalih naprezanja [18]

### 5.1 Mjerenje zaostalih napreznja rendgenskom difrakcijom

Metoda XRD (X-ray diffraction) se koristi za mjerenje napreznja na sitnozrnatim kristalnim materijalima koji proizvode difrakcijski maksimum, te spada u nerazorne metode ispitivanja. Pri mjerenju zaostalih napreznja XRD metodom mjeri se deformacija u kristalnim rešetkama materijala. Određivanje zaostalih napreznja provodi se iz elastičnih konstanti s pretpostavkom linearno-elastičnog ponašanja određenih ravnina kristalne rešetke, uređaj također ima i laserski pokazivač koji omogućuje odrediti mjernu površinu na uzorku, te udaljenost između uređaja i uzorka [22].

Osnove mjerenja rendgenskom difrakcijom temelje se na osnovi Braggovog zakona (slika 18.) koji je opisan jednažbom:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

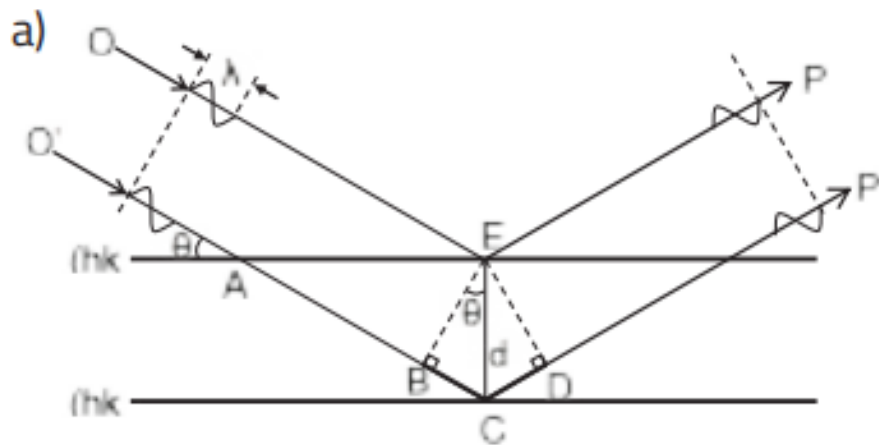
Jednažba (1) gdje je:

$n$  – cijeli broj „red“ odbijanja

$\lambda$  – valna duljina x-zraka

$d$  – među ravninski prostor u kristalnoj rešetki

$\theta$  – upadni kut



Slika 18. Interakcija valne fronte X-zraka i kristalne rešetke[22]

Na donjoj slici prikaza je uređaj za mjerenje zaostalih naprezanja XRD metodom nontiran na ruku robota.



*Slika 19. Uređaj PULSTEC  $\mu$ -X360s instaliran u Laboratoriju za zavarivanje na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb*

# **EKSPERIMENTALNI DIO**

## 6. Priprema i provedba pokusa

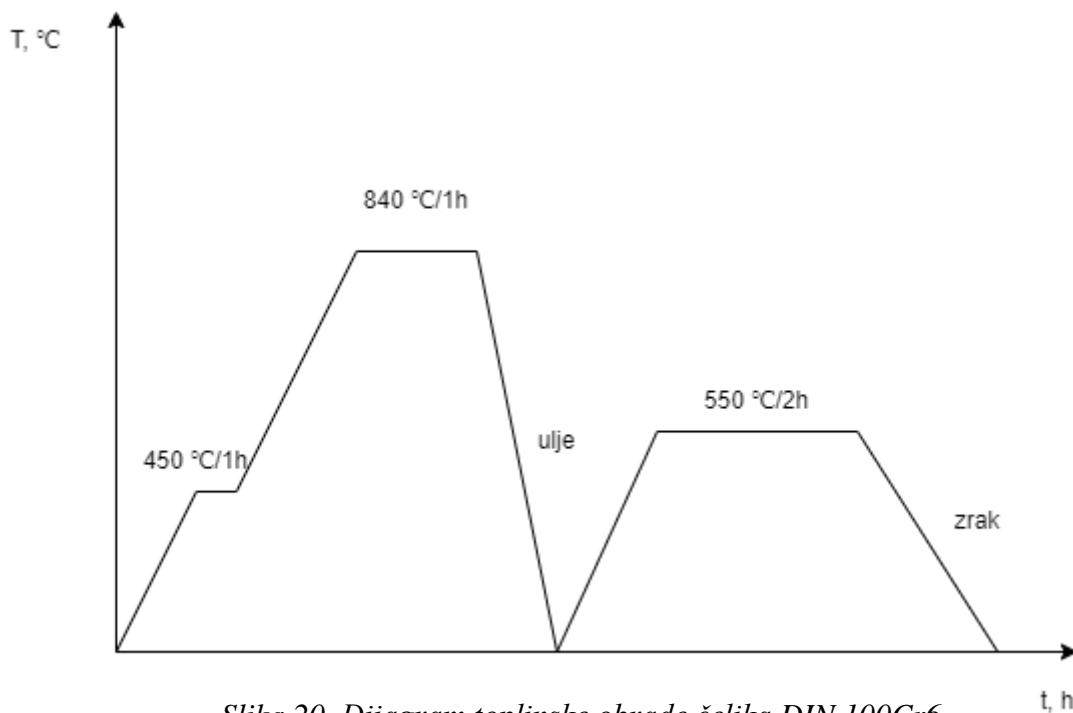
Plan i provedba ispitivanja jedan je od ključnih aspekata u istraživanju. Proces podrazumijeva precizno definiranje svih parametara bitnih u ispitivanju.

Postupak prevlačenja čelika, ispitivanje debljine prevlake kalotestom, te ispitivanje zaostalih naprezanja provedena su na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb.

Ispitivanja su provedena na dva uzorka izrađena od čelika 100Cr6 promjera 50 mm te debljine  $10 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ .

Tri diska izrađena od čelika 100Cr6 kaljeni su i popušteni prema dijagramu postupka prikazanom na slici. Predgrijavanje je provedeno na  $450^\circ\text{C}$  u trajanju od 1h sa zaštitnom atmosferom argona. Nakon predgrijavanja uzorci su zagrijani na temperaturu austenitizacije na  $840^\circ\text{C}$  i držani na toj temperaturi 1 h, nakon čega je uslijedilo gašenje u ulju za kaljenje INA Kalenol 22 kako bi postigli martenzitnu strukturu.

Potom su uzorci visokotemperatuno popušteni na temperaturi  $550^\circ\text{C}$  2h i ohlađeni u zraku.



Slika 20. Dijagram toplinske obrade čelika DIN 100Cr6

Prije prevlačenja uzorci su očišćeni 70 %-tnim alkoholom u ultrazvučnoj kupci. Prevlačenje prvog uzorka provedeno je PVD postupkom, a prevlačenje drugog uzorka PACVD postupkom. U oba postupka na kaljeni i popušteni disk od čelika 100Cr6 nanescena je tanka prevlaka TiN.

## 6.1 PVD prevlačenje

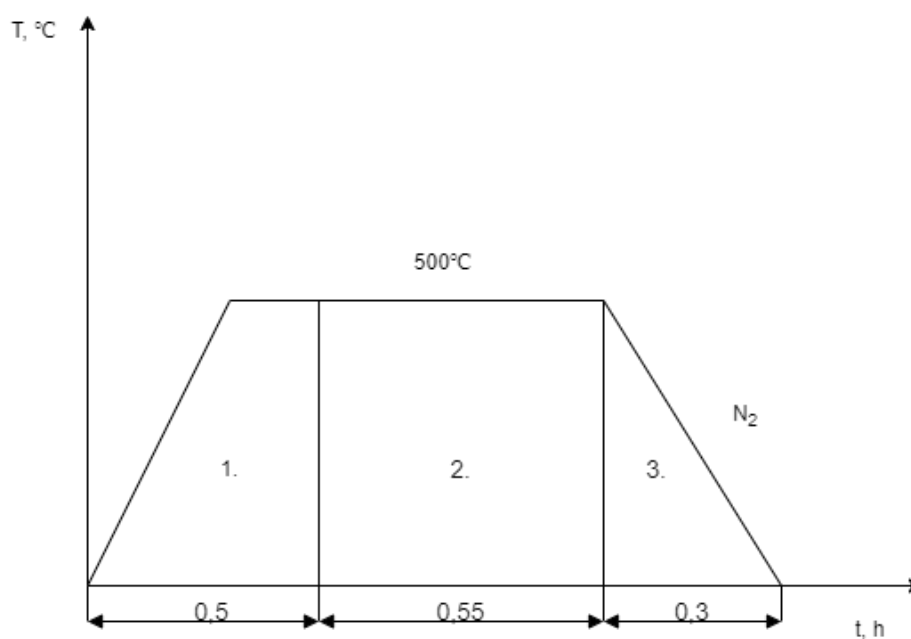
PVD postupak prevlačenja sastoji se od 3 faze (slika 21.):

- 1. Ionsko otprašivanje (čišćenje)
- 2. TiN prevlačenje
- 3. Hlađenje

Parametri PVD postupka navedeni su u donjoj tablici.

Tablica 4. Osnovni parametri prevlačenja TiN PVD postupkom

Parametri postupka	Vrijednost parametara
Temperatura ionskog otprašivanja	500 °C
Vrijeme ionskog otprašivanja	0,5 h
Jakost struje ionskog otprašivanja	80 A
Napon pri ionskom otprašivanju	280 V
Tlak pri ionskom otprašivanju	3 mbar
Temperatura prevlačenje	500 °C
Vrijeme prevlačenja	0,55 h
Napon prevlačenja	100 V
Jakost struje prevlačenja	90 A



Slika 21. Dijagram PVD postupka za nanošenje prevlake TiN



## 6.2 PACVD prevlačenje

Postupak prevlačenja postupkom PACVD proveden je na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb na uređaju Rübige 70/90 (slika 22.)



Slika 22. Uređaj za prevlačenje Rübige 70/90 na FSB-u Zagreb

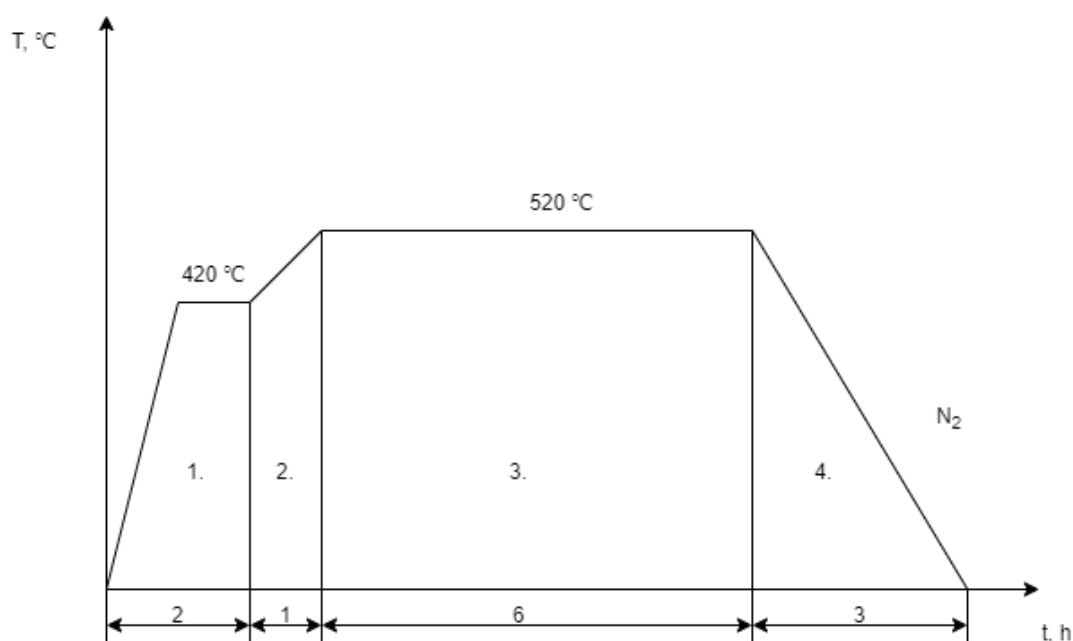
PACVD postupak prevlačenja sastoji se od četiri faze (slika 23.):

- 1. Grijanje
- 2. Ionsko otprašivanje (čišćenje)
- 3. Prevlačenje TiN
- 4. Hlađenje

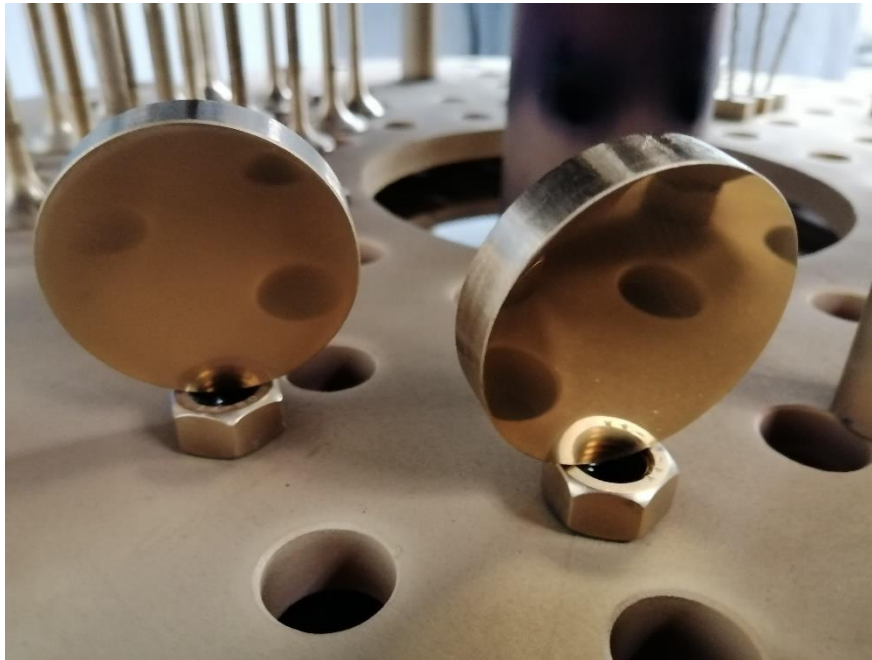
Parametri postupka PACVD za nanošenje prevlake TiN navedeni su donjoj tablici. Izgled uzoraka nakon prevlačenja PACVD postupkom prikazan je na slici . U PACVD postupku, kao i PVD postupku diskovi za nanošenje prevlake (ispitni uzorci) bili su postavljeni vertikalno kako bi se provelo nanošenje prevlake s obje strane diska.

Tablica 5. Parametri prevlačenja TiN postupkom PACVD

Parametri postupka	Vrijednost parametara
Grijanje uzorka	420 °C / 2h
Temperatura ionskog otprašivanja	520 °C h
Vrijeme ionskog otprašivanja	1 h
Tlak u komori pri ionskom otprašivanju	2 mbar
Protok H <sub>2</sub> pri ionskom otprašivanju	250 l/h
Protok Ar pri ionskom otprašivanju	10 l/h
Protok N <sub>2</sub> pri ionskom otprašivanju	10 l/h
Snaga plazme pri ionskom otprašivanju	2000 W
Temperatura prevlačenja TiN	520 °C
Vrijeme prevlačenja TiN	6 h
Tlak u komori tijekom prevlačenja TiN	2 mbar
Protok H <sub>2</sub> pri prevlačenju TiN	250 l/h
Protok Ar pri prevlačenju TiN	10 l/h
Protok N <sub>2</sub> pri prevlačenju TiN	10 l/h
Protok TiCl <sub>4</sub> pri prevlačenju TiN	7,5 l/h
Snaga plazme pri prevlačenju TiN	4000 W
Vrijeme ohlađivanja	3h

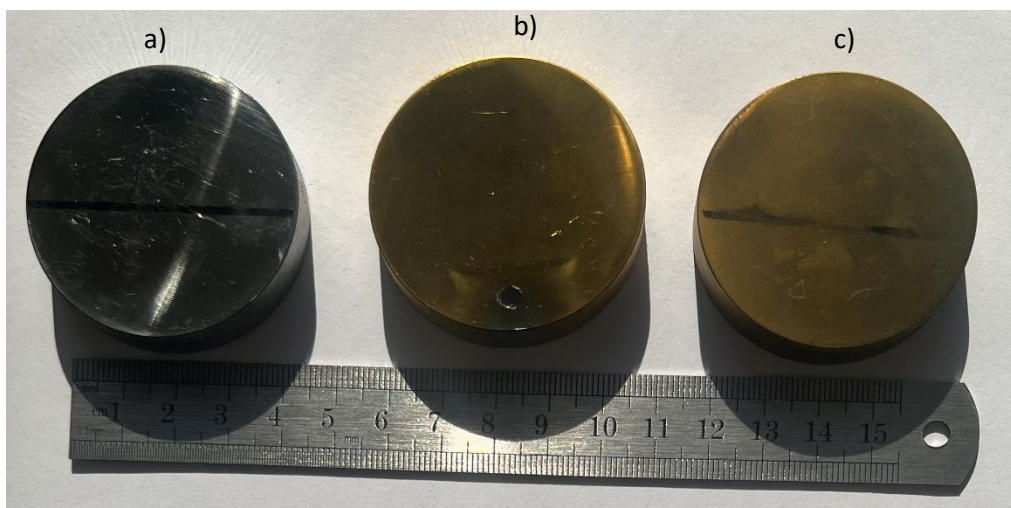


Slika 23. Dijagram prevlačenja TiN PACVD postupkom



Slika 24. Položaj uzoraka u komori tijekom PACVD prevlačenja

Skup ispitnih uzoraka za određivanje zaostalih naprežanja (slika 25.) sastoji se od ne prevučenog diska (u kaljenom i popuštenom stanju), kaljenog i popušenog diska s prevlakom PVD TiN te kaljenog i popušenog diska s prevlakom PACVD TiN. Debljina prevlake ispitana je kalotestom. Prionjivost prevlake ispitana je prema normi VDI 3198.



Slika 25. Prikaz uzoraka: a) neprevučeni čelik DIN 100Cr6, b) čelik prevučen PACVD postupkom, c) čelik prevučen PVD postupkom

## 7. Rezultati ispitivanja

### 7.1 Ispitivanje debljine prevlake kalotestom

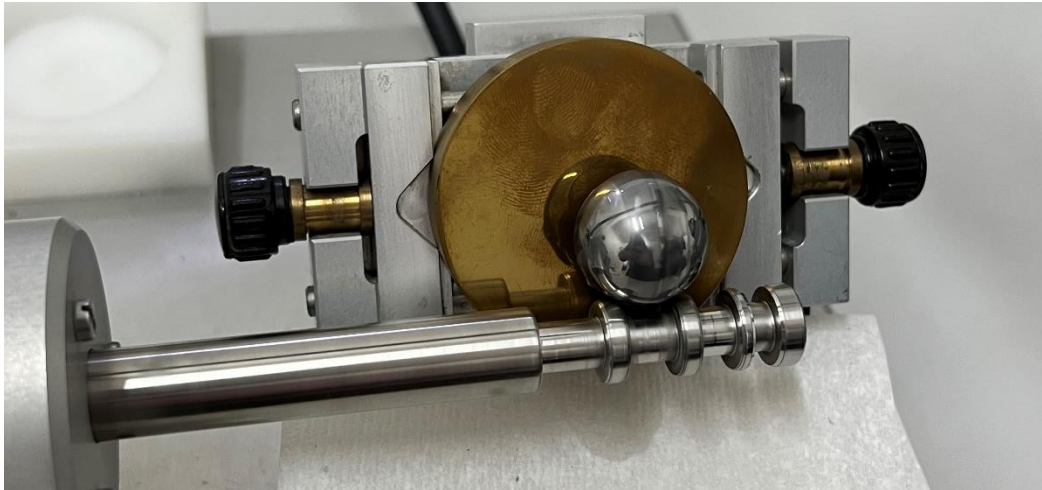
Ispitivanje debljine prevlake ispitano je na uređaju Calotester Tribotehnic u Laboratoriju za inženjerstvo površina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Ispitivanje kalotestom se sastoji od postavljanja kuglice određenog promjera u kontakt s uzorkom (slika 26.), te se dodaje emulzija dijamanta na mjesto kontakta kuglice i uzorka kako bi se postiglo abrazivno trošenje uzorka (slika 27.). Postavljaju se parametri brzine vrtnje kuglice i trajanja ispitivanja (tablica 6) .

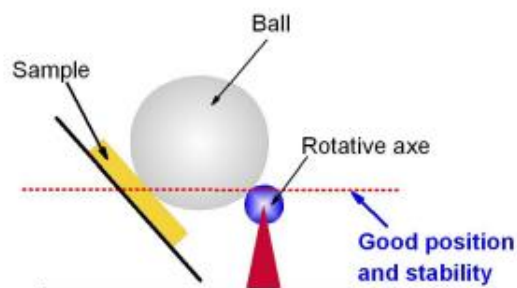
Ispitivanje je provedeno dva puta na svakom uzorku. Prikaz pravilne provedbe ispitivanja dan je donjoj slici.



Slika 26. Calotester Tribotehnic na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Zagreb



Slika 27. Uvećana slika procesa ispitivanja kalotestom



Slika 28. Pravilno postavljanje kuglice u odnosu na površinu uzorka

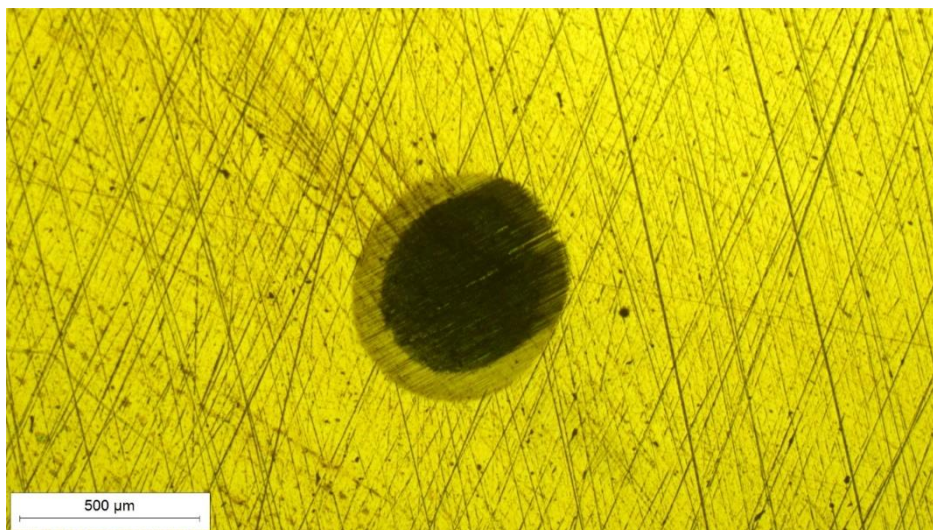
Tablica 6. Parametri ispitivanja debljine prevlake kalotestom

Parametri	Vrijednost parametara
Materijal kuglice	100Cr6
Promjer kuglice	20 mm
Brzina vrtnje kuglice	300 o/min
Vrijeme ispitivanja	60 s



## 7.2 Rezultati ispitivanja kalotestom

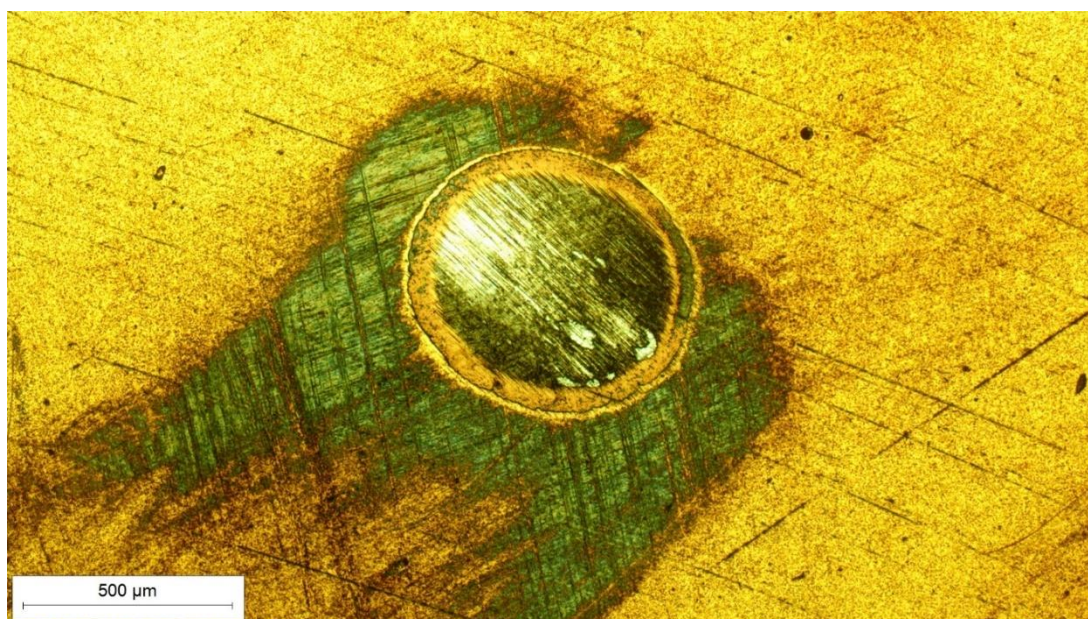
Izgled kalote na mjestu trošenja prevlake i izmjereni promjeri kalote prikazani su na donjim slikama za prevlaku PVD TiN (slika 29.) i PACVD TiN (slika 30.). Srednje vrijednosti vanjskog i unutrašnjeg promjera kalote izmjereni su na svjetlosnom mikroskopu i navedeni u tablici 7 za PVD TiN prevlaku i tablici 8 za PACVD TiN prevlaku.



Slika 29. Prikaz ispitivanja kalotestom na TiN prevlaci nastalom PVD postupkom

Tablica 7. Izmjereni promjeri prevlake za PVD postupak

Ispitivanje	Vanjski promjer kalote, $\mu\text{m}$	Unutarnji promjer kalote, $\mu\text{m}$
1.	596,63	428,015
2.	604,9	543,1
Srednja vrijednost promjera	600,77	485,56



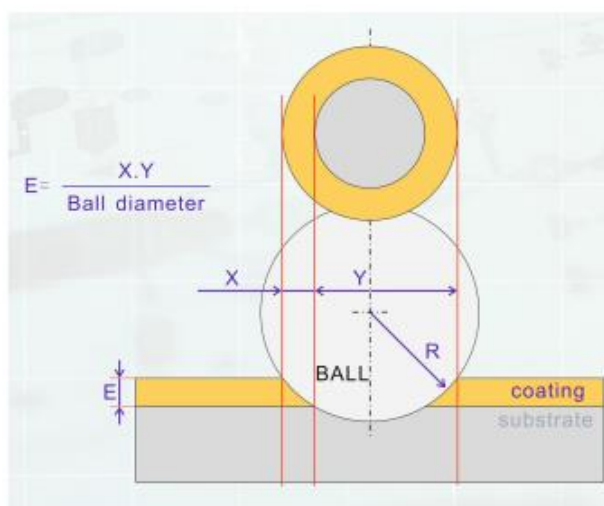
Slika 30. Prikaz ispitivanja kalotestom na TiN prevlaci nastalom PACVD postupkom

Tablica 8. Izmjereni promjeri prevlake za PACVD postupak

Ispitivanje	Vanjski promjer kalote, $\mu\text{m}$	Unutarnji promjer kalote, $\mu\text{m}$
1.	665,7	528,27
2.	641,7	495,015
Srednja vrijednost promjera	653,7	511,6

Određivanje debljine prevlake na temelju izmjerenih promjera kalote (slika 31.) nakon trošenja prevlake provodi se prema jednadžbi:

$$e = \frac{X \cdot Y}{\text{promjer kuglice}} \quad (2)$$



Slika 31. Način izračunavanja debljine prevlake [18]

Tablica 9. Izračun debljine prevlake

Prevlaka	X, $\mu\text{m}$	Y, $\mu\text{m}$	e, $\mu\text{m}$
PVD TiN	57,605	543,165	1,56
PACVD TiN	71,05	582,65	2,07

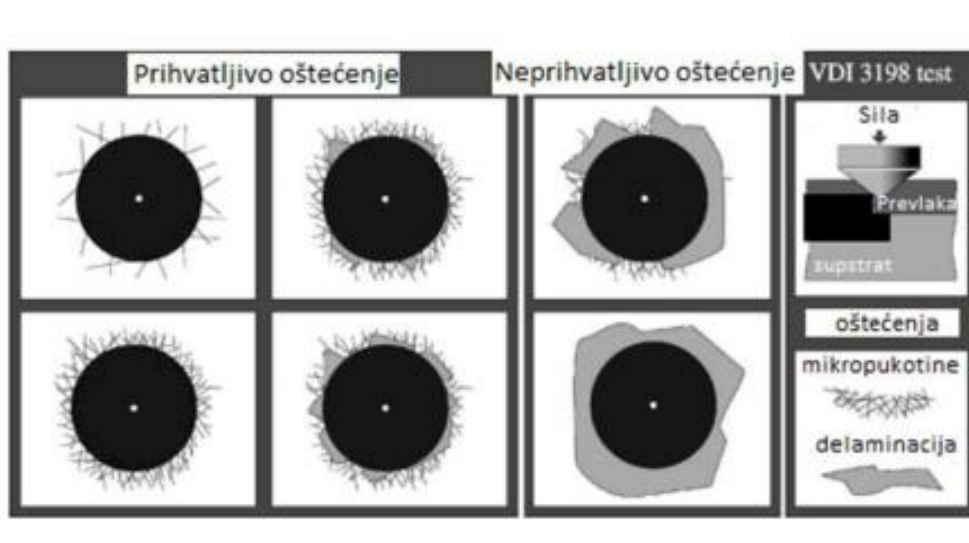
Iz izračuna debljine prevlake možemo vidjeti da je prevlaka TiN-a deblja za 0,51  $\mu\text{m}$  na uzorku koji je prevlačen PACVD postupkom u odnosu na prevlaku naneseu PVD postupkom.

### 7.3 Ispitivanje prionjivosti prevlake prema normi VDI 3198

Prionjivost prevlake TiN na uzorke od čelika DIN 100Cr6 ispitana je utiskivanjem Rockwell C indentora u uzorak. Utiskivanje koničnog dijamantnog indentora u materijal uzrokuje plastičnu deformaciju supstrata i pucanje prevlake. Kao u svakom testu utiskivanja postoji pravilo 1/10 što znači da debljina uzorka mora biti 10 puta veća od dubine utiskivanja. [21]. Oštećenja se promatraju na svjetlosnom mikroskopu, te se dijele u 6 razreda (HF) prema stupnju oštećenja i delaminacije. Pojava mikropukotina smatra se prihvatljivom, ali neprihvatljiva je značajna pojava delaminacije.



Slika 32. Utiskivanje Rockwell C indentora u prevlaku TiN



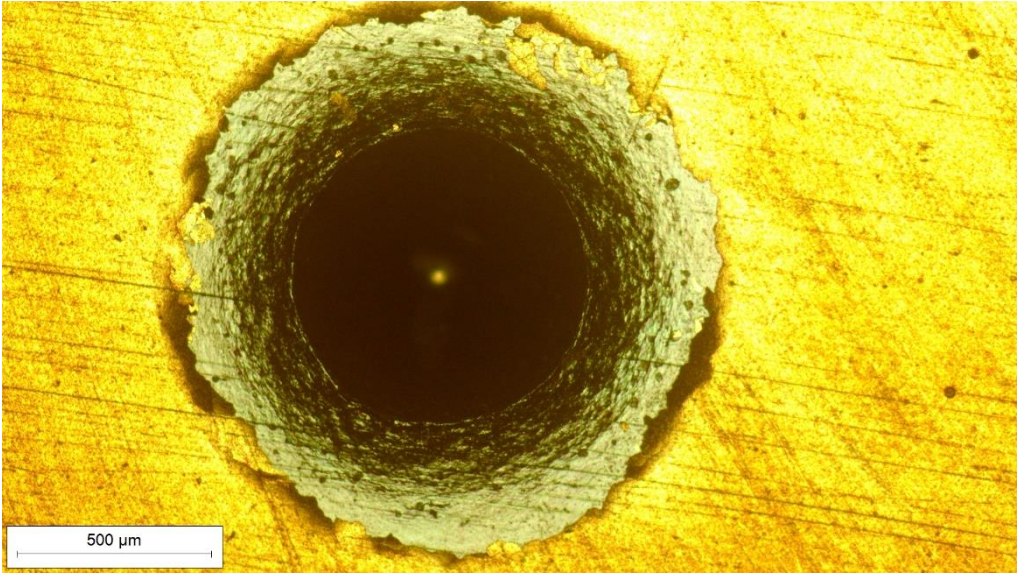
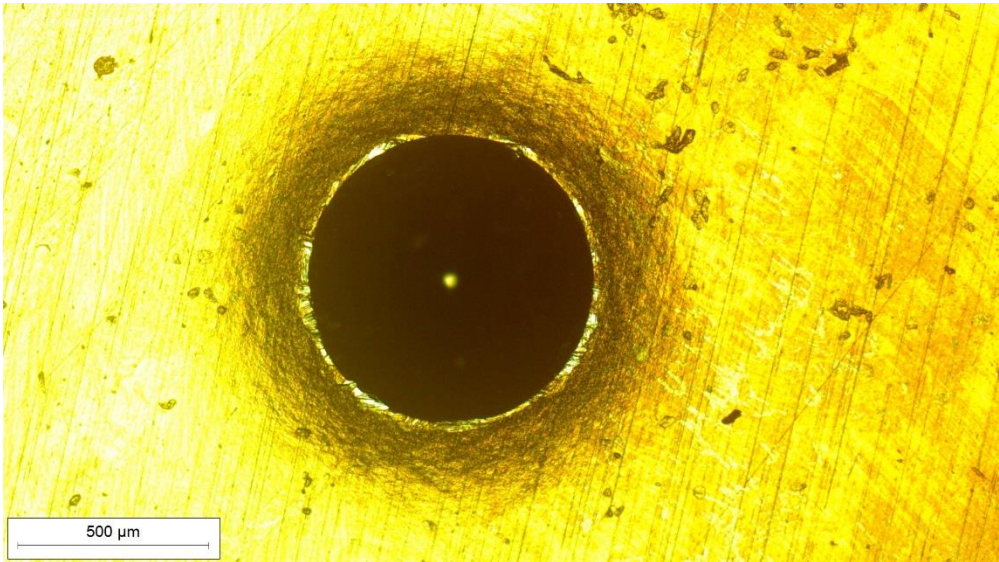
Slika 33. Razine oštećenja i delaminacije tankih prevlaka [20]



### 7.3.1 Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlake

U donjoj tablici prikazana su mjesta utiskivanja indentora u prevlake PVD TiN i PACVD TiN.

Tablica 10. Otisci indentora na uzorcima

Uzorak prevučen PACVD metodom	
Uzorak prevučen PVD metodom	

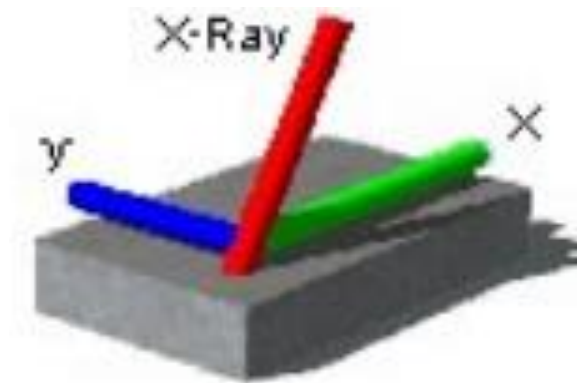
Na uzorku koji je prevučen PVD postupkom vidi se da je došlo do pojave mikropukotina u prihvatljivoj količini, te nema pojave delaminacije prevlake. Uzorak prevučen PVD postupkom je stoga zadovoljio test prionjivosti prevlake i svrstan je u razred HF3.

Kod uzorka koji je prevučen PACVD metodom došlo je značajne pojave delaminacije prevlake što je neprihvatljivo oštećenje stoga je test prionjivosti nezadovoljen i svrstan u razred HF6.

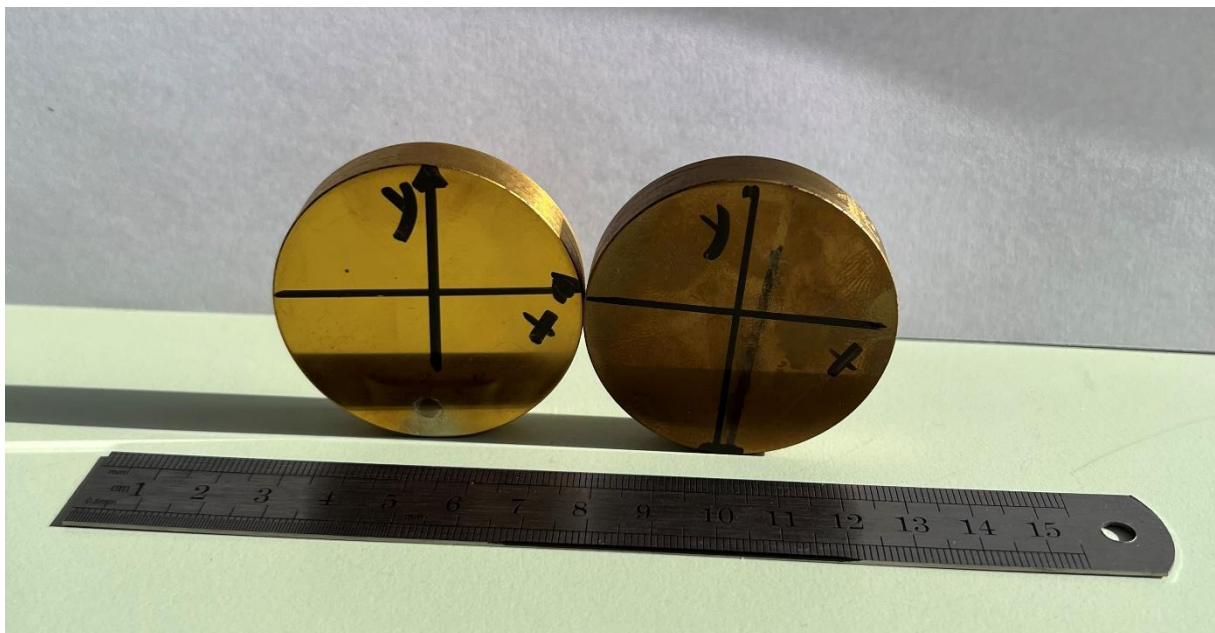
#### 7.4 Ispitivanje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom

Zaostala naprezanja u prevlaci izmjerena su XRD metodom rendgenske difrakcije na Fakultetu strojarstva i brodogradnje na uređaju PULSTEC  $\mu$ -X360s.

Na uzorcima za ispitivanje ucrtana je linija vodoravno u odnosu na položaj uzorka u komori za prevlačenje jer je zaostala naprezanja potrebno izmjeriti pod kutovima  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ , te  $90^\circ$  u odnosu na ucrtanu liniju.



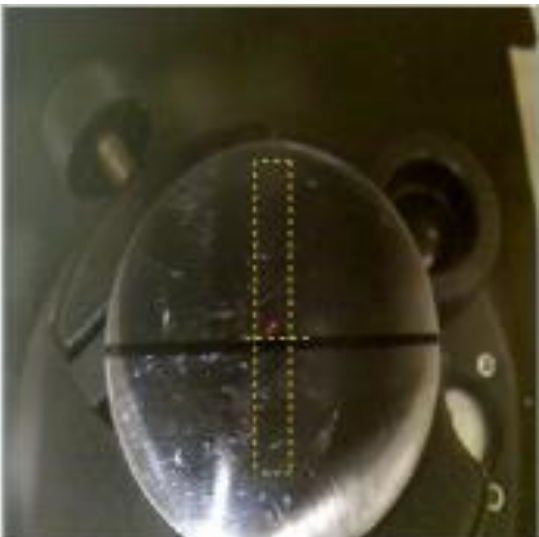
Slika 34. Smjerovi u kojima se mjere zaostala naprezanja



Slika 35. Uzorci s ucrtanim x,y-osima

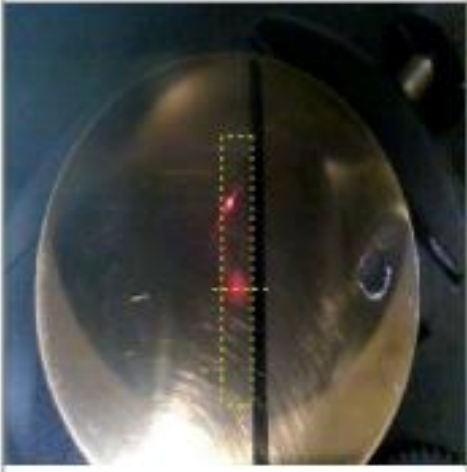

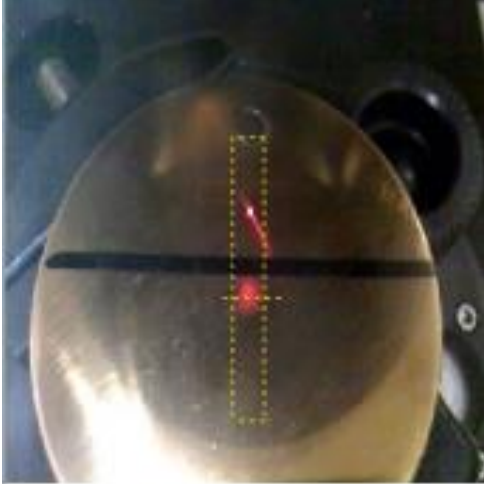
Izmjereni iznosi zaostalih naprezanja u tri smjera na površini TiN prevlaka navedeni su u donjoj tablici.

Tablica 11. Iznos zaostalih naprezanja na neprevučenom čeliku

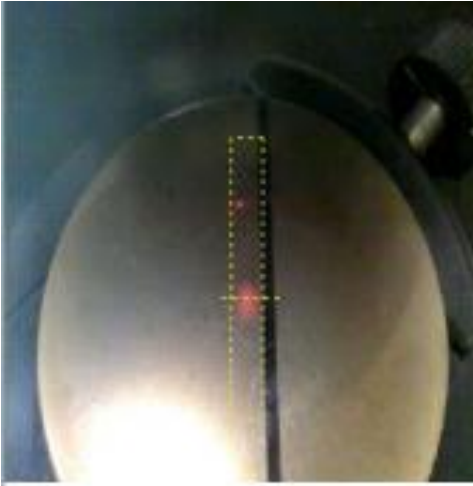
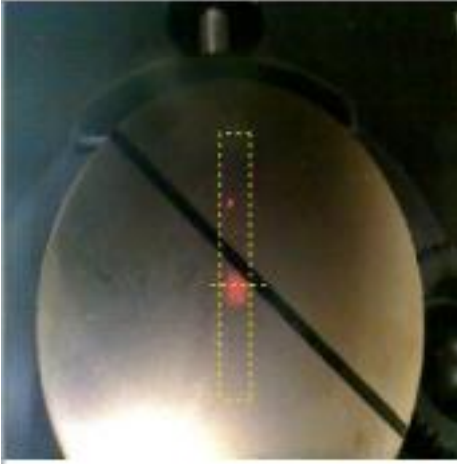
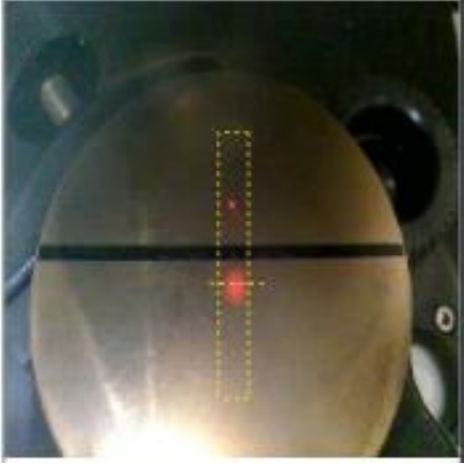
<b>Kut</b>	<b>Iznos zaostalih naprezanja</b>
<p data-bbox="523 297 563 331">0°</p> 	<p data-bbox="1002 517 1182 566">189 MPa</p>
<p data-bbox="523 817 563 851">45°</p> 	<p data-bbox="1002 1077 1182 1126">154 MPa</p>
<p data-bbox="523 1417 563 1451">90°</p> 	<p data-bbox="1002 1682 1182 1731">187 MPa</p>



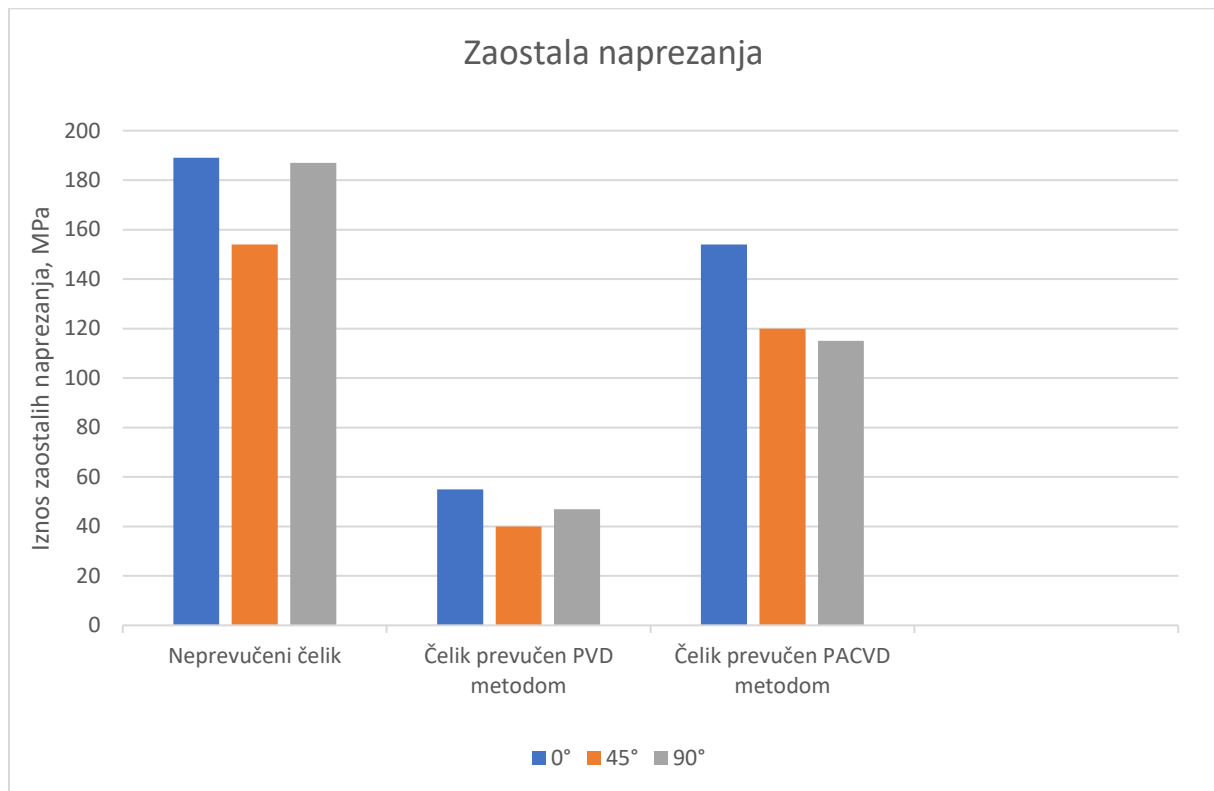
Tablica 12. Iznos zaostalih naprezanja u TiN prevlaci nastalom PVD metodom

Kut	Iznos zaostalih naprezanja
<p data-bbox="475 293 512 322">0°</p> 	<p data-bbox="1023 517 1177 562">55 MPa</p>
<p data-bbox="475 808 512 837">45°</p> 	<p data-bbox="1023 1032 1177 1077">40 MPa</p>
<p data-bbox="475 1368 512 1397">90°</p> 	<p data-bbox="1023 1630 1177 1675">47 MPa</p>

Tablica 13. Iznos zaostalih naprezanja u TiN prevlaci nastalom PACVD metodom

Kut	Iznos zaostalih naprezanja
<p data-bbox="501 302 533 338">0°</p> 	<p data-bbox="1086 488 1262 533">154 MPa</p>
<p data-bbox="501 833 533 869">45°</p> 	<p data-bbox="1086 1019 1262 1064">120 MPa</p>
<p data-bbox="501 1370 533 1406">90°</p> 	<p data-bbox="1086 1556 1262 1601">115 MPa</p>

Iz dobivenih podataka iznosa zaostalih napreznja na neprevučenom čeliku, u TiN prevlaci nastalom PVD metodom i u TiN prevlaci nastalom PACVD metodom možemo vidjeti da su zaostala napreznja u TiN prevlaci manja nego na neprevučenom čeliku. Zaključno se može reći da se prevlačenjem čelika smanjuju zaostala napreznja.



Slika 36. Dijagram usporedbe iznosa zaostalih napreznja

## 8. Zaključak

U teorijskom dijelu rada obrađena je toplinska obrada čelika 100Cr6 od kojih su izrađeni uzorci na kojima su provedena ispitivanja, PVD i PACVD postupci prevlačenja, prevlaka titan nitrida, obrazložena su zaostala naprezanja i metoda mjerenja istih rendgenskom difrakcijom.

Prvo ispitivanje koje je provedeno na uzorcima je ispitivanje debljine prevlake kalotestom. Na temelju rezultata ispitivanja utvrđena je debljina prevlake titan nitrida na uzorku koji je prevlačen postupkom PVD i ona iznosi 1,56  $\mu\text{m}$ , a na uzorku koji je prevlačen PACVD postupkom ona iznosi 2,07  $\mu\text{m}$ .

Potom je uslijedilo ispitivanje prionjivosti prevlake koja je ispitana prema normi VDI 3198. Dobiveni rezultati ukazuju na pojavu mikropukotina, ali ne i delaminacije prevlake na uzorku koje je prevlačen PVD postupkom. Na uzorku koji je prevlačen PACVD postupkom test prionjivosti prevlake nije zadovoljen jer je došlo do značajne pojave delaminacije te je potrebna optimizacija vremena prevlačenja i temperature prevlačenja kako bi test prionjivosti prevlake bio zadovoljen.

Krajnje ispitivanje zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom dalo je rezultate smanjenja zaostalih naprezanja na prevučenim uzorcima u odnosu na neprevučeni uzorak. Iz podataka je vidljivo da su zaostala naprezanja, u svakom od slučajeva, najveća u ravnini usporednoj sa položajem uzorka tijekom prevlačenja, odnosno pod kutom od 0°. Pod kutom od 45° iznos naprezanja je najmanji u slučaju neprevučenog čelika i kod čelika koji je prevučen PVD postupkom, dok je kod čelika koji je prevučen PACVD postupkom iznos nešto veći od iznosa pod kutom od 90°. U metodi prevlačenja PVD-om dolazi do smanjenja zaostalih naprezanja od 73% što je značajna razlika, dok u metodi prevlačenja PACVD-om dolazi do smanjenja zaostalih naprezanja od tek 26%.

## LITERATURA

- [1] <https://www.otaisteel.com/products/bearing-steel-and-gear-steel/100cr6-steel/>
- [2] <https://www.ausasteel.com/fichas/Bearing-Steel-100Cr6-AUSA.pdf>
- [3] <https://virgamet.com/tubes-100cr6-1-3505-102cr6-1-2067-aisi-52100-lh15-bearing-steel>
- [4] <https://steelnavigator.ovako.com/steel-grades/100cr6/>
- [5] Darko Landek, Posebni metalni materijali – predavanje – 2020./2021.
- [6] Ivan Mrkvića, Miroslav Neslušić, Robert Čep, Vojtěch Sléha, „PROPERTIES AND COMPARISON OF PVD COATINGS“
- [7] M. Stupnišek, B. Matijević, „PREGLED POSTUPAKA MODIFICIRANJA I PREVLACENJA METALA“
- [8] Titan Sisak, „PRIMJENA PREVLAKA U INDUSTRIJI“
- [9] H.K.D.H. Bhadeshia / Progress in Materials Science 57, 2012.
- [10] Božidar Matijević, Toplinska obrada – predavanje 2015./2016.
- [11] Darko Landek, Tribologija i inženjerstvo površina – vježbe 2020/2021.
- [12] Bojan Kraut, „Strojarski priručnik“ 2009
- [13] Božidar Matijević, primjena novih inovativnih postupaka inženjerstva površina „ISKUSTVA U PRIMJENI PA CVD TEHNOLOGIJE U PRAKSI“, 2016.
- [14] Franjo Cajner, primjena novih inovativnih postupaka inženjerstva površina „NAPREDNA ISTRAŽIVANJA, INOVACIJE I TRANSFER TEHNOLOGIJE U INŽENJERSTVU POVRŠINA“, 2016.
- [15] <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/physical-vapour-deposition>
- [16] <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/chemical-vapor-deposition>
- [17] <https://www.hannibalscarbide.com/technical-support/titanium-coatings.php>
- [18] Danko Ćorić i Željko Alar, „ODABRANA POGLAVLJA IZ MEHANIČKIH SVOJSTAVA MATERIJALA“ -predavanja 2016./2017.
- [19] Calotester user guide, Tribotehnic
- [20] Darko Landek, Inženjerstvo površina – podloge za vježbe 2021
- [21] N. Vidakis a, A. Antoniadis a,\*, N. Bilalis b, „The VDI 3198 indentation test evaluation of reliable qualitative control for layered compounds“
- [22] Marijana Milković, Nenad Gubelj, Tomaž Vuherer, „Usporedba dviju metoda za mjerenje zaostalih naprezanja u zavarima“
- [23] Darko Landek<sup>1</sup>, Linruo Zhao<sup>2</sup>, Qi Yang<sup>2</sup>, Azzedine Dadouche<sup>2</sup>, „INCREASING WEAR RESISTANCE OF STEEL RINGS FOR SLIDING BEARINGS BY SURFACE ENGINEERING PROCEDURES“



[24] Paul S. Prevéy, „CURRENT APPLICATIONS OF X-RAY DIFFRACTION RESIDUAL STRESS MEASUREMENT“

[25] E. Badisch, G.A. Fontalvo , C. Mitterer, „The response of PACVD TiN coatings to tribological tests with different counterparts“

[26] C. Mitterer, F. Holler , D. Reitberger , E. Badisch , M. Stoiber , C. Lugmair , R. Nobauer, Th. Muller, R. Kullmer, „Industrial applications of PACVD hard coatings“

[27] Duk-Jae Kim, Young-Rae Cho, Myoung-Jae Lee, Jung-Mi Hong, Yoon-Kee Kim, Keun-Ho Lee, „Properties of TiN–TiC multilayer coatings using plasma-assisted chemical vapor deposition“

[28] A. Śliwa, L.A. Dobrzański, W. Kwaśny, W. Sitek, „The computer simulation of internal stresses on the PVD coatings“

[29] <https://www.hcvacuum.com>

[30] Franz Wever und Adolf Rose, „ATLAS ZUR WÄRMEBEHANDLUNG DER STÄHLE“, 1954/56/58

## 9. Prilozi

