

Ispitivanje zaostalih naprezanja u prevlakama TiN i TiCN na kaljenom i popuštenom alatnom čeliku X153CrMoV12

Čižmek, Leon

Master's thesis / Diplomski rad

2024

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

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:410835>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2025-01-23**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Leon Čížmek

Zagreb, 2024.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

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

Student:

Leon Čižmek

Zagreb, 2024.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu. Zahvaljujem se mentoru prof. dr. sc. Darku Landeku na savjetima i vremenu odvojenom tijekom izrade diplomskog rada.

Također se zahvaljujem svim ostalim djelatnicima fakulteta koji su svojim radom u laboratorijima pomogli u izradi ovog rada.

Leon Čižmek

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

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



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

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Leon Čižmek** JMBAG: 0035224149

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje zaostalih naprezanja u prevlakama TiN i TiCN na kaljenom i popuštenom alatnom čeliku X153CrMoV12**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing of residual stresses in TiN and TiCN coatings on hardened and tempered tool steel X153CrMoV12**

Opis zadatka:

Prevlake titanij nitrida (TiN) i titanij karbonitruda (TiCN) uobičajeno se primjenjuju na konstrukcijskim i alatnim čelicima za povećanje otpornosti na trošenje. Ove prevlake je moguće nanositi fizikalnim taloženjem ili plazmom potpomognutim kemijskim taloženjem iz parne faze. U teorijskom dijelu rada treba opisati mikrostrukturu, mehanička i tribološka svojstva prevlaka TiN i TiCN proizvedenih postupcima PVD i PACVD na alatnim čelicima za hladni rad te metodu rendgenske difrakcije za određivanje zaostalih naprezanja u prevlakama.

U eksperimentalnom djelu rada treba provesti ispitivanja: debljine prevlake, hrapavosti površine i zaostalih naprezanja rendgenskom difrakcijom na prevlakama TiN i TiCN na kaljenom i popuštenom alatnom čeliku X153CrMoV12, nakon taloženja prevlaka postupcima PVD i PACVD. Na temelju rezultata ispitivanja preporučiti postupak nanošenja ispitivanih prevlaka s povoljnijom raspodjelom zaostalih naprezanja.

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

Zadatak zadan:

26. rujna 2024.

Datum predaje rada:

28. studeni 2024.

Predviđeni datumi obrane:

5., 6. i 9. prosinca 2024.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Ivica Garašić

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	V
POPIS OZNAKA	VI
SAŽETAK.....	VII
SUMMARY	VIII
1. UVOD.....	1
2. ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD	2
2.1 Visokolegirani alatni čelici za hladni rad.....	3
2.1 Čelik EN DIN X153CrMoV12	3
2.1.1 Kemijski sastav čelika EN DIN X153CrMoV12	4
2.1.2 Toplinska obrada čelika EN DIN X153CrMoV12.....	4
3. POSTUPCI PREVLAČENJA IZ PARNE FAZE	6
3.1 PVD postupak prevlačenja	7
3.2 PACVD postupak prevlačenja	10
4. PREVLAKE TiN i TiCN	12
5. ZAOSTALA NAPREZNJA	14
6. ISPITIVANJE PREVLAKA	16
6.1 Ispitivanje hrapavosti površine	16
6.2 Ispitivanje debljine prevlake kalotestom	17
6.3 Ispitivanje prionjivosti prevlake	17
6.4 Ispitivanje zaostalih napreznja	18
7. PRIPREMA I PROVEDBA POKUSA.....	20
7.1 Prevlačenje PVD postupkom	20
7.2 Prevlačenje PACVD postupkom	22

8. REZULTATI ISPITIVANJA	26
8.1 Ispitivanje hrapavosti površine	26
8.1.1 Rezultati ispitivanja hrapavosti površine	27
8.2 Ispitivanje debljine prevlake i prionjivosti	34
8.2.1 Rezultati ispitivanja debljine prevlake i adhezivnosti	36
8.3 Ispitivanje zaostalih naprezanja	42
9. ZAKLJUČAK	48
10. LITERATURA	49

POPIS SLIKA

Slika 1. Podjela alata prema namjeni i temperaturi[4]	3
Slika 2. Dijagram toplinske obrade čelika EN DIN X153CrMoV12 [9]	5
Slika 3. Moguće prevlake dobivene PVD postupkom prevlačenja [13]	8
Slika 4. Shema PVD postupka prevlačenja[14]	9
Slika 5. Industrijska izvedba uređaja za PVD postupak prevlačenja [15].....	9
Slika 6. Shema PACVD postupka prevlačenja [14]	11
Slika 7. Uređaj za PACVD prevlačenje na FSB-u u Zagrebu.....	11
Slika 8. Svrdlo prevučeno TiN prevlakom [19]	12
Slika 9. Svrdlo prevučeno TiCN prevlakom [20].....	13
Slika 10. Shematski prikaz sumiranja zaostalih naprezanja [21].....	14
Slika 11. Elektromehanički uređaj s ticalom TR 3202 za ispitivanje hrapavosti površine	16
Slika 12. Calotester Tribotehnic na FSB-u u Zagrebu.....	17
Slika 13. Dijagram PVD postupka prevlačenja uzorka X153CrMoV12 TiN-om i TiCN-om..	21
Slika 14. Dijagram PACVD postupka prevlačenja uzorka X153CrMoV12 TiN-om.....	22
Slika 15. Ispitni uzorci s prevlakom TiN na katodi vakuumske peći za nitriranje u plazmi i PACVD prevlačenje Rübige PN 70/90 u Laboratoriju za inženjerstvo površina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje	24
Slika 16. Uzorci čelika X153CrMoV12 na kojima su provedena ispitivanja; a) Uzorak prevučen TiN-om PVD postupkom, b) uzorak prevučen TiCN-om PVD postupkom, c) uzorak prevučen TiN-om PACVD postupkom, d) uzorak prevučen TiCN-om PACVD postupkom...	25
Slika 17. Ispitivanje hrapavosti površine na uzorcima prevučenim TiN-om i TiCN-om PACVD postupkom	26
Slika 18. Ispitivanje hrapavosti površine na uzorcima prevučenim TiN-om i TiCN-om PVD postupkom.....	27
Slika 19. Profil hrapavosti površine neprevučenog čelika X153CrMoV12	28
Slika 20. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiN-om PVD postupkom.....	29
Slika 21. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiCN-om PVD postupkom.....	30
Slika 22. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiN-om PACVD postupkom.....	31

Slika 23. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiCN-om PACVD postupkom.....	32
Slika 24. Dijagram usporedbe hrapavosti površine na ispitanim uzorcima.....	33
Slika 25. Kalotest: a) položaj kuglice u odnosu na ispitni uzorak i oblik utisnuća kalote, b) ispitivanje prevlake PACVD TiCN kalotestom.....	34
Slika 26. Razine oštećenja i delaminacije prevlaka svrstani u razrede [22].....	35
Slika 27. Ispitivanje kalotestom na TiCN prevlaci nastalom PVD postupkom.....	36
Slika 28. Slika 27. Ispitivanje kalotestom na TiN prevlaci nastalom PACVD postupkom.....	36
Slika 29. Računanje debljine prevlake [21].....	38
Slika 30. Dijagram prikaza debljina prevlaka za različite uzorke.....	38
Slika 31. Utiskivanje Rockwell C indentora u uzorak prevučen prevlakom TiN PVD postupkom.....	39
Slika 32. Ilustracija Braggovog zakona [24].....	43
Slika 33. Mjerenje zaostalih naprezanja na uređaju PULSTEC μ -X360 na FSB-u u Zagrebu	44
Slika 34. Dijagram iznosa zaostalih naprezanja u svim uzorcima.....	47

POPIS TABLICA

Tablica 1. Kemijski sastav čelika EN DIN X153CrMoV12 [5].....	4
Tablica 2. Svojstva čelika EN DIN X153CrMoV12 nakon toplinske obrade [7], [8]	5
Tablica 3. Usporedba PVC, CVD i PACVD postupaka prevlačenja [11]	6
Tablica 4. Zahtjevi na prevlake prevučene PVD postupkom [13]	7
Tablica 5. Usporedba svojstava prevlake TiN i TiCN [18].....	12
Tablica 6. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PVD TiN	21
Tablica 7. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PVD TiCN.....	21
Tablica 8. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PACVD TiN	23
Tablica 9. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PACVD TiCN.....	23
Tablica 10. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za neprevučeni čelik X153CrMoV12	28
Tablica 11. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiN-om PVD postupkom	29
Tablica 12. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiCN-om PVD postupkom	30
Tablica 13. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiN-om PACVD postupkom	31
Tablica 14. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiCN-om PACVD postupkom	32
Tablica 15. Parametri pri ispitivanju kalotestom.....	35
Tablica 16. Promjeri kalote TiN prevlake nastale PVD postupkom.....	37
Tablica 17. Promjeri kalote TiCN prevlake nastale PVD postupkom.....	37
Tablica 18. Promjeri kalote TiN prevlake nastale PACVD postupkom.....	37
Tablica 19. Promjeri kalote TiCN prevlake nastale PCVD postupkom	37
Tablica 20. Izračunate vrijednosti debljina prevlaka	38
Tablica 21. Stupanj prionjivosti i izgled otisaka indentora na prevučenim uzorcima.....	40
Tablica 22. Iznosi zaostalih naprezanja na uzorcima koji su prevlaćeni PVD postupkom	45
Tablica 23. Iznos zaostalih naprezanja na uzorcima koji su prevučeni PACVD postupkom ...	46

POPIS OZNAKA

Oznaka	Veličina	Značenje
R_a	μm	Srednje aritmetičko odstupanje profila
R_z	μm	Srednja visina neravnina
R_{max}	μm	Najveća visina neravnina
E	MPa	Youngov modul elastičnosti
n	-	red difrakcije
λ	m	Valna duljina
ν	-	Poissonov omjer
θ	°	Upadni kut zrake

SAŽETAK

U ovom radu istražuju se svojstva prevlaka TiN i TiCN nanesenih na alatni čelik X153CrMoV12 pomoću PVD i PACVD postupaka. Cilj rada je analizirati hrapavost, debljinu, prionjivost i zaostala naprezanja prevlaka kako bi se ocijenila njihova kvaliteta i prikladnost za primjenu na alatnim čelicima.

Teorijski dio rada obuhvaća pregled alatnih čelika, s naglaskom na visokolegirane alatne čelike za hladni rad, te opis postupaka PVD i PACVD prevlačenja, svojstava prevlaka TiN i TiCN, kao i metode ispitivanja prevlaka, uključujući mjerenje hrapavosti, debljine, prionjivosti i zaostalih naprezanja.

Eksperimentalni dio rada uključuje pripremu četiri uzorka čelika X153CrMoV12, od kojih su dva prevučena TiN, a dva TiCN prevlakama, korištenjem PVD i PACVD postupaka. Na uzorcima su provedena ispitivanja hrapavosti površine, debljine prevlake kalotestom, prionjivosti prema normi VDI 3198 i zaostalih naprezanja metodom rendgenske difrakcije (XRD).

Rezultati istraživanja poslužit će za ocjenu učinkovitosti različitih postupaka prevlačenja i svojstava prevlaka u industrijskim primjenama.

Ključne riječi: TiN, TiCN, PVD, PACVD, alatni čelici, prevlačenje, zaostala naprezanja, površinska hrapavost, kalotest, prionjivost, XRD

SUMMARY

This thesis investigates the properties of TiN and TiCN coatings applied to X153CrMoV12 tool steel using PVD and PACVD methods. The aim of the study is to analyze surface roughness, coating thickness, adhesion, and residual stresses to evaluate the quality and suitability of the coatings for application on tool steels.

The theoretical part of the thesis includes a review of tool steels, focusing on high-alloy tool steels for cold working, as well as a description of PVD and PACVD coating processes, the properties of TiN and TiCN coatings, and the methods for evaluating coatings, including measurements of surface roughness, thickness, adhesion, and residual stresses.

The experimental part involves the preparation of four X153CrMoV12 tool steel samples, two of which were coated with TiN and two with TiCN coatings using PVD and PACVD methods. The samples were tested for surface roughness, coating thickness via calotest, adhesion according to the VDI 3198 standard, and residual stresses using X-ray diffraction (XRD).

The results of the study will be used to evaluate the effectiveness of different coating methods and the properties of the coatings in industrial applications.

Keywords: TiN, TiCN, PVD, PACVD, tool steel, coating, residual stresses, surface roughness, calotest, adhesion, XRD

TEORIJSKI DIO

1. UVOD

Alatni čelici ubrajaju se u skupinu visokougličnih ili legiranih čelika, gdje ugljični čelici sadrže visok udio ugljika od 0,6 do 2,06 %. Ovi čelici se dijele prema svom sastavu i namjeni, pa tako mogu biti nelegirani, niskolegirani ili visokolegirani. Ovisno o vrsti primjene, razlikuju se ugljični alatni čelici, alatni čelici za hladni rad, alatni čelici za topli rad, brzorezni čelici i alatni MARAGING čelici i čelici za alate za preradu polimera..

Nanošenjem prevlaka postupcima PVD (Physical Vapor Deposition) i PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition), moguće je dobiti vrlo tanke prevlake koje ne prodiru u osnovni materijal i ne utječu na njegovu mikrostrukturu. Ove metode prevlačenja omogućuju stvaranje zaštitnog sloja bez difuzije u osnovni materijal, čime se osigurava očuvanje mehaničkih svojstava osnovnog materijala.

Zaostala naprezanja su unutarnja naprezanja koja ostaju u materijalu ili prevlaci najčešće nakon toplinske obrade. Zaostala naprezanja na površini obratka nastaju kao rezultat razlika u toplinskim i mehaničkim svojstvima između prevlake i podloge te zbog procesa nanošenja prevlake, poput PVD-a ili PACVD-a. Prevlake korištene u ispitivanjima su titanij nitrid (TiN) i titanij karbo-nitrid (TiCN), a tijekom ispitivanja provest će se mjerenje zaostalih naprezanja u prevlakama metodom rendgenske difrakcije.

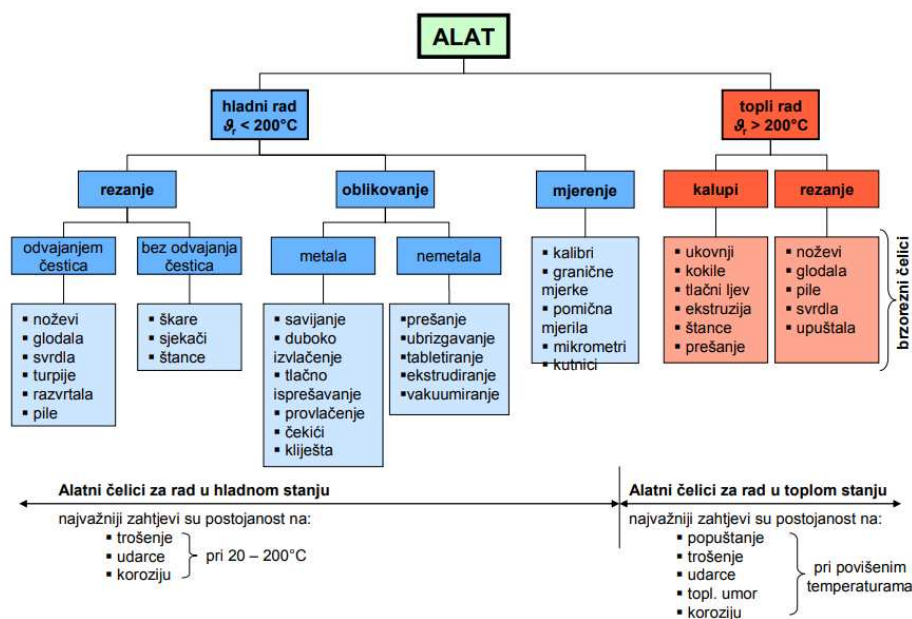
2. ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD

Zbog visokih opterećenja tijekom rada te specifičnih funkcija koje alat mora ispunjavati, na izbor alatnih čelika se postavljaju strogi zahtjevi. Oni primarno, obuhvaćaju otpornost na trošenje i dobru žilavost. Sekundarni zahtjevi obuhvaćaju niz svojstava, od kojih se ističe postojanost tvrdoće pri visokim temperaturama, otpornost na popuštanje, visoka zakaljivost i prokaljivost, dimenzijska stabilnost pri kaljenju i u eksploataciji, što manje deformacije pri kaljenju i sl.. Otpornost na popuštanje se postavlja kao zahtjev za izbora čelika koji su podvrgnuti povišenim temperaturama u radu (iznad 200 °C) . Za alatne čelike također postoje i proizvodni (tercijarni) zahtjevi i svojstva kao što su [1]:

- Mogućnost obrade odvajanjem čestica
- Što manja sklonost pogrubljenju zrna prilikom austenitizacije
- Što manja sklonost razugljičenju prilikom toplinske obrade
- Mogućnost nabave
- Što manja cijena

Alatni čelici se primjenjuju u toplinski obrađenom stanju, odnosno nakon kaljenja i popuštanja, a dodatno se mogu provesti i postupci za oplemenjivanje površine [1]. Ovisno o radnoj temperaturi i uvjetima primjene, alatni čelici se prema konvencionalnoj podjeli, dijele na čelike za hladni rad (do 200 °C), za topli rad (iznad 200 °C) i brzorezne čelike (slika 1.), koji su optimirani za rad pri vrlo visokim brzinama rezanja i temperaturama rezne oštrice [2].

Alatni čelici za hladni rad su posebna vrsta čelika koji se koriste za izradu alata koji se koriste pri temperaturama do 200 °C, bez značajnijeg zagrijavanja tijekom rada. Ovi čelici moraju izdržati velike sile, trenje i abrazivno trošenje u primjenama kao što su rezanje, savijanje, štancanje i probijanje. Visoka tvrdoća, koja se postiže procesima kaljenja i popuštanja, otpornost na trošenje i dimenzijska stabilnost su bitna svojstva alatnih čelika za hladni rad koja osiguravaju dugotrajnost alata [3]. Obzirom na uvjete rada u hladnom stanju, alatni čelici za hladni rad obično sadrže viši postotak ugljika i legirajućih elemenata poput kroma, molibdena i vanadija, koji pomažu u stvaranju tvrdih karbida, što dodatno povećava otpornost na trošenje. Primjena alatnih čelika za hladni rad je najčešća u proizvodnji alata za oblikovanje metala te drugih materijala u uvjetima gdje nisu prisutne visoke temperature. [3]



Slika 1. Podjela alata prema namjeni i temperaturi[4]

2.1 Visokolegirani alatni čelici za hladni rad

Visokolegirani alatni čelici za hladni rad su čelici koji sadrže više od 5 % kroma (Cr) kao glavnog legirajućeg elementa, a često se dodaju i vanadij (V), molibden (Mo) te volfram (W), koji dodatno poboljšavaju njihova svojstva. Legiranje kromom dovodi do stvaranja karbida $(\text{Fe,Cr})_3\text{C}$, Cr_7C_3 ili Cr_{23}C_6 ovisno o udjelima ugljika i kroma. Maseni udio kroma utječe na eutektoidnu koncentraciju i temperature feritno/austenitne pretvorbe, pa tako povišenjem masenog udjela kroma snižava se eutektoidna koncentracija i povisuju se temperature pretvorbe, što znači da raste temperatura austenitizacije. Tako se povećava i količina neotopljenih karbida u austenitu, te nakon kaljenja postoji veći udio slobodnih karbida koji povećavaju otpornost na trošenje [1]. Ovisno o sastavu i mikrostrukтури, visokolegirani alatni čelici dijele se na čelike s oko 5% kroma (primjer: X100CrMoV5-1), visokougljične ledeburitne čelike s 12% kroma (primjer X210Cr12) i martenzitne nehrđajuće čelike (primjer X42Cr13). [1], [2]

2.1 Čelik EN DIN X153CrMoV12

Čelik EN DIN 1.2379 (X153CrMoV12), također oznake AISI D2 u američkoj literaturi (American Iron and Steel Institute), pripada skupini visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad

na temperaturi do 200 °C. Ubraja se u skupinu visokougličnih alatnih čelika legiran kromom, molibdenom i vanadijem. Ovaj čelik se ističe svojom visokom otpornošću na trošenje što je ključno svojstvo alatnog čelika, dobrom dimenzijskom postojanošću, dobrom žilavošću i mogućnošću prokaljenja velikih dimenzija presjeka.

2.1.1 Kemijski sastav čelika EN DIN X153CrMoV12

Visok sadržaj kroma povećava otpornost na trošenje i žilavost te omogućuje odličnu korozivnu postojanost. Vanadij poboljšava strukturu zrna čelika i sprječava prekomjerni rast zrna, dok molibden povećava toplinsku otpornost, doprinosi korozivnoj postojanošću, te otpornosti na trošenje. Čelik X153CrMoV12 se koristi u izradi alata za hladni rad, kao što su valjci za navoje, noževi za rezanje i alati za štancanje, gdje je potrebna visoka otpornost na trošenje i dugotrajnost. Dobra mehanička svojstva kao što su dobra tvrdoća, visoka vlačna čvrstoća i visoka granica razvlačenja, neophodna su kako bi se zadovoljili zahtjevi na svojstva alatnih čelika. Kemijski sastav čelika EN DIN X153CrMoV12 sastoji se od sljedećih elemenata (tablica 1.):

Tablica 1. Kemijski sastav čelika EN DIN X153CrMoV12 [5]

Element	C	Si	P	S	Cr	Mo	V
Udio, %	1,45 – 1,6	0,1 – 0,6	<0,03	<0,03	11-13	0,7 – 1,0	0,7 – 1,0

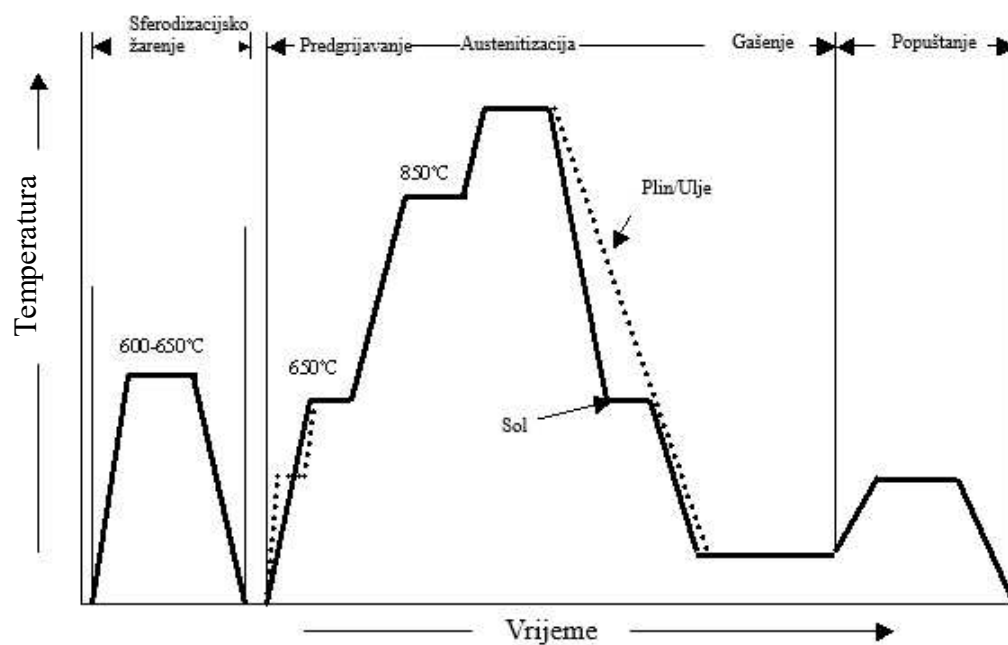
2.1.2 Toplinska obrada čelika EN DIN X153CrMoV12

Toplinska obrada čelika X153CrMoV12 se sastoji od žarenja za redukciju zaostalih naprezanja na temperaturi 600 °C - 650 °C te hlađenja na zraku. Slijedi vrlo sporo predgrijavanje, prvo do temperature 650 °C na kojoj se drži kratko vrijeme, zatim slijedi zagrijavanje do temperature 850 °C te se ponovno drži kratko vrijeme i konačno zagrijavanje do temperature austenitizacije 950°C – 1050 °C na kojoj se drži, od 15 minuta za manje dijelove do 45 minuta za teže dijelove. Slijedi hlađenje u ulju temperature između 65 °C do 90 °C te se nakon toga čelik vadi iz ulja i odmah slijedi popuštanje na temperaturi između 205 °C do 540 °C, ovisno o željenoj tvrdoći. Na temperaturi popuštanja se uobičajeno drži 2 sata, nakon čega se do sobne temperature ohlađuje na zraku (slika 2.). [6]

Mehanička svojstva dobivena nakon toplinske obrade navedena su u donjoj tablici.

Tablica 2. Svojstva čelika EN DIN X153CrMoV12 nakon toplinske obrade [7], [8]

Gustoća [kg/m ³]	Tvrdoća [HRC]	Granica razvlačenja [MPa]	Modul elastičnosti [MPa]	Poissonov omjer	Udarni rad loma po Izodu [J]
7670	62	2200	210000	0,27 – 0,30	77



Slika 2. Dijagram toplinske obrade čelika EN DIN X153CrMoV12 [9]

3. POSTUPCI PREVLAČENJA IZ PARNE FAZE

Primjena prevlaka na alatne čelike postala je ključna tehnologija za dobivanje boljih svojstava alata koji se koriste u zahtjevnim industrijskim procesima. Iako visokolegirani alatni čelici već sami po sebi imaju odlična svojstva kao što su otpornost na trošenje, visoke temperature i korozijska postojanost, dodavanje prevlaka omogućuje dodatnu zaštitu alata te produljuje vijek trajanja alata. Alati koji se koriste u rezanju, probijanju ili deformiranju metala izloženi su velikim silama i intenzivnom trošenju, pa prevlake poput TiN, TiCN, TiO₂, TiB₂, TiC značajno povećavaju tvrdoću površine, što omogućava duži vijek trajanja alata i manju potrebu za njegovom zamjenom ili oštrenjem. Postupci prevlačenja poput PVD-a i PACVD-a omogućuju nanošenje tankih slojeva koji ne prodiru u osnovni materijal, čime se zadržavaju njegova mehanička svojstva, poput žilavosti i otpornosti na lom, dok je zadaća prevlake poboljšanje površinskih karakteristika, pa tako alatni čelici prevučeni prevlakom mogu raditi pod većim opterećenjima, izdržati više ciklusa rada i osigurati bolju završnu kvalitetu obrađenih dijelova. [10]

Postupci prevlačenja iz parne faze se dijele na slijedeće tri skupine:

- PVD (eng. Physical Vapour Deposition)
- CVD (eng. Chemical Vapour Deposition)
- PACVD (eng. Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition)

U donjoj tablici uspoređena su svojstva prevlaka proizvedenih navedenim postupcima prevlačenja iz parne faze.

Tablica 3. Usporedba PVC, CVD i PACVD postupaka prevlačenja [11]

	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

3.1 PVD postupak prevlačenja

PVD (eng. Physical Vapour Deposition) je postupak fizikalnog prevlačenja u parnoj fazi koji se počeo koristiti 1980-ih godina za prevlačenje brzoreznih čelika i alatnih čelika za topli rad jer temperatura postupka uglavnom ne prelazi 500 °C, što je ispod temperature kaljenja ovih čelika. Zbog niskog tlaka prevlačenja i potrebe za optičkom vidljivošću mete iz koje isparava metal prevlake i prevlaćene površine, obratke treba stalno zakretati tijekom prevlačenja. PVD postupkom prevlačenja se nanose tanke, čvrste prevlake na površinu materijala, koje ne prodiru u osnovni materijal, poput alatnih čelika, s ciljem poboljšanja njihovih površinskih svojstava.[12]

Postupak se sastoji od tri faze:

1. Pretvorba prevlake iz čvrste u parnu fazu u vakuumu pri visokim temperaturama
2. Prijenos prevlake u parnoj fazi u područje niskog tlaka od izvora do površine materijala koji se prevlači
3. Kondenzacija pare prevlake na površinu materijala koji se prevlači, stvarajući tanku prevlaku.

Postoje određeni zahtjevi za prevlake prevučene PVD postupkom prevlačenja, a oni se dijele na primarne i sekundarne (tablica 4.). [13]

Tablica 4. Zahtjevi na prevlake prevučene PVD postupkom [13]

Primarni zahtjevi	Sekundarni zahtjevi
Dobra adhezija na podlogu materijala	Sitno zrnata mikrostruktura
Visoka mikro tvrdoća na radnoj temperaturi	Tlačna zaostala naprežanja
Visoka žilavost	Površina mora biti glatka i bez pukotina
Kemijska inertnost prema materijalu	Nizak koeficijent prijenosa topline

PVD postupak prevlačenja se provodi na temperaturama od 200°C do 500°C pri kojima ne dolazi do promjena u mikrostrukturi materijala koji prevlačimo jer materijal prevlake koja se nanosi ne prodire u osnovni materijal. Prevlake dobivene PVD postupkom mogu biti jednoslojne, dvoslojne, višeslojne, gradijentne, kompozitne (slika 3.), a karakteriziraju ih izuzetna tvrdoća, visoka otpornost na trošenje, nisko trenje i dobra korozivna postojanost. Zahvaljujući ovoj tehnologiji, debljina jednoslojne prevlake može se precizno kontrolirati i obično se kreće u rasponu od 2 µm do 5 µm, dok višeslojne prevlake mogu imati debljine i do 15 µm. Mala debljina prevlaka omogućuje postizanje izvanrednih površinskih svojstava bez značajnog utjecaja na dimenzije ili mikrostrukturu osnovnog materijala. Temperatura PVD

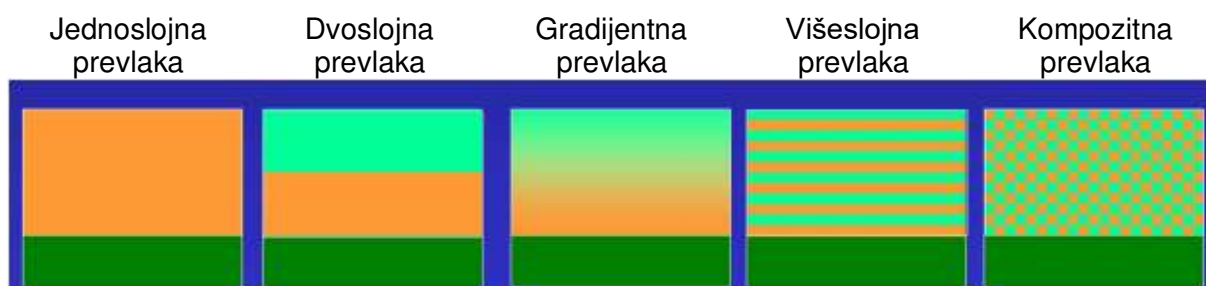
postupka prevlačenja je niža u odnosu na druge postupke prevlačenja što omogućava dobivanje prevlaka na gotovo svim materijalima. Tako dobivene prevlake dobivene povećavaju radni vijek alata, smanjuju potrebu za čestim održavanjem te poboljšavaju svojstva u uvjetima visoke temperature i trenja. Osim navedenih karakteristika PVD postupak prevlačenja ima slijedeće prednosti i nedostatke[13]:

Prednosti:

- Niža temperatura postupka
- Mogućnost postizanja složenih i tankih prevlaka
- Čistoća površine i mala količina nusproizvoda

Nedostaci:

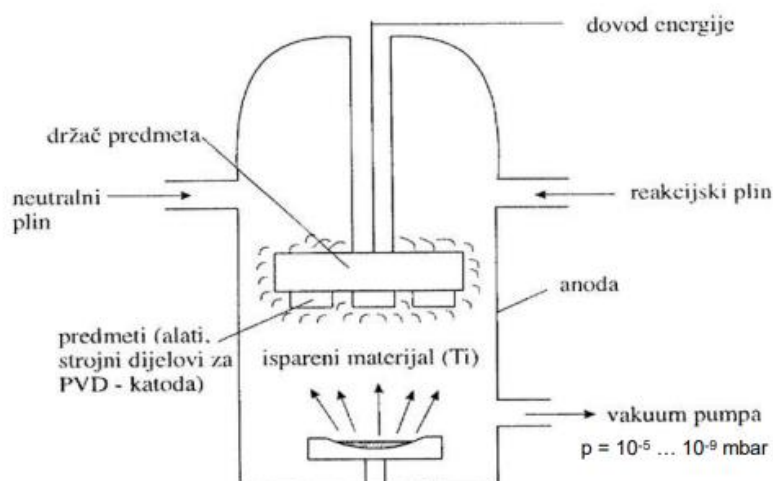
- Visoki troškovi postupka
- Teže postizanje dobre adhezivnosti



Slika 3. Moguće prevlake dobivene PVD postupkom prevlačenja [13]

PVD postupak prevlačenja se odvija u specijalno dizajniranim vakuumskim komorama za prevlačenje. Prvi korak je čišćenje površine uzorka koji se prevlači kako bi omogućili bolje prijanjanje prevlake na uzorak. Uzorak se potom stavlja u komoru koja pomoću vakuumske pumpe stvara vakuum u komori kako bi se uklonile druge čestice koje bi mogle utjecati na prevlaku. Slijedi pretvaranje metala prevlake iz čvrste faze u parnu fazu u vakuumu (tzv. sublimacija), te se para prenosi u područje niskog tlaka od izvora do uzorka gdje se para taloži na površini uzorka. Istovremeno s isparivanjem para metala, u vakuumsku komoru PVD peći se dodaje reakcijski plin koji se spaja s metalom prevlake i potom se kapljice novonastalih kristala talože na površinu predmeta.

Glavni dijelovi PVD uređaja za prevlačenje (slika 4.) su vakuumska komora, vakuumska pumpa, držač predmeta koji se prevlači, dovod energije, dovod za reakcijski plin te izvor materijala prevlake. Industrijska izvedba PVD uređaja prikazana je na slici 5.



Slika 4. Shema PVD postupka prevlačenja[14]



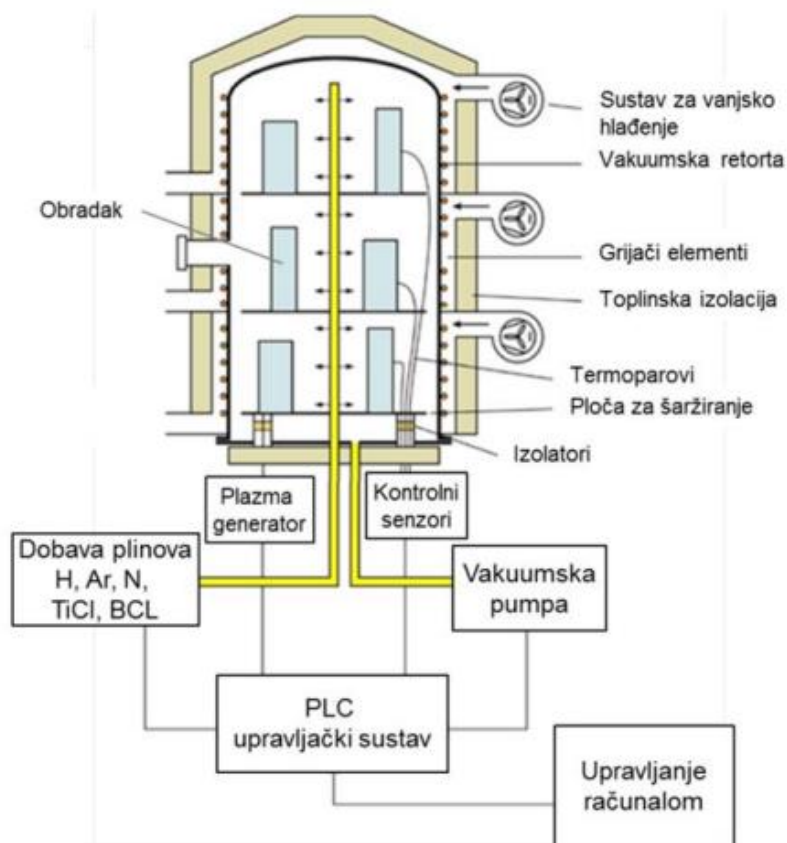
Slika 5. Industrijska izvedba uređaja za PVD postupak prevlačenja [15]

3.2 PACVD postupak prevlačenja

PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition) je plazmom potpomognuti postupak prevlačenja postupak koji nastoji iskoristiti prednosti PVD i CVD postupaka prevlačenja. Tlak pri kojem se izvodi prevlačenje je viši nego kod PVD postupka što omogućava prevlačenje većih i težih uzoraka bez zakretanja. PACVD postupak prevlačenja koristi prednosti kemijskog taloženja iz parne faze (CVD) s primjenom plazme, koja se koristi za aktivaciju kemijskih reakcija. Do kemijskih reakcija dolazi dovođenjem napona u vakuumsku komoru u kojoj se nalazi plin pod pritiskom te se energija elektrona koristi kao metoda aktivacije [12] Dovođenje električne energije s dovoljno visokim naponom u plin pri tlaku nižem od 1,3 kPa uzrokuje ionizaciju plina, što dovodi do stvaranja plazme sastavljene od elektrona, iona i elektronski pobuđenih čestica. U odnosu na običan CVD postupak, PACVD postupak se odvija na znatno nižim temperaturama u rasponu od 200°C do 600°C, a najbolja svojstva prevlaka se dobivaju pri temperaturama od 470°C do 580°C. Prevlačenje pri nižim temperaturama omogućava prevlačenje materijala koje nije moguće prevlačiti CVD postupkom jer pri nižim temperaturama ne dolazi do štetnog utjecaja na materijal koji se prevlači, čime se omogućava prevlačenje alatnih čelika za hladni rad koji imaju malu otpornost na popuštanje te se popuštaju pri niskim temperaturama. Ova tehnologija omogućuje nanošenje tankih, izuzetno tvrdih prevlaka visoke kvalitete i homogene strukture, poput titanijevog nitrida (TiN) i titanijevog karbo-nitrída (TiCN), na različite metalne podloge, uključujući visokolegirane alatne čelike.[16]

Ključne karakteristike PACVD prevlaka je njihova izvanredna tvrdoća, otpornost na trošenje i koroziju, te sposobnost da podnesu visoke temperature, sve uz zadržavanje precizne kontrole debljine prevlake. Debljina PACVD prevlaka iznosi od 1 μm do 10 μm. PACVD postupak prevlačenja omogućuje bolju čistoću prevlake i prionjivost prevlake, manja zaostala naprezanja, te vrlo dobru adheziju prevlake uz očuvanje osnovnih mehaničkih svojstava materijala, budući da proces ne dovodi do promjene mikrostrukture osnovnog materijala. PACVD postupak je izuzetno pogodan za zahtjevne industrijske primjene gdje su potrebne prevlake s visokom otpornošću na trošenje i trenje. Neki od nedostataka PACVD procesa su složenost procesa, visoki troškovi potrebne opreme te potreba za preciznom kontrolom kako bi se mogla osigurati dobra kvaliteta prevlake.[16]

Glavni dijelovi PACVD uređaja (slika 6.) za prevlačenje su vakuumska komora, vakuumska pumpa, izvor prekursora, upravljački sustav, generator plazme te sustav za dovod plinova. Industrijska izvedba PACVD uređaja prikazana je na slici 7.



Slika 6. Shema PACVD postupka prevlačenja [14]



Slika 7. Uređaj za PACVD prevlačenje na FSB-u u Zagrebu

4. PREVLAKE TiN i TiCN

Prevlake titanijevog nitrida TiN i titanijevog karbo-nitrída TiCN pripadaju skupini tvrde neoksidne keramike, u koju također pripadaju prevlake poput TiC, TiAlN i SiC.. Prevlake TiN su među najčešće korištenim zbog svoje odlične otpornosti na trošenje, niskog koeficijenta trenja te stabilnosti na visokim temperaturama. Uz ta funkcionalna svojstva, prevlaka TiN je karakteristična po svojoj zlatno žutoj boji, zbog čega se, osim u industrijske svrhe, često koristi i za estetsko prevlačenje nakita, te dekorativne i zaštitne svrhe na različitim proizvodima. Visoka kemijska stabilnost TiN prevlake također doprinosi njezinoj otpornosti na koroziju, što produžuje vijek trajanja alata. TiCN prevlaka pruža višu tvrdoću u usporedbi s TiN zahvaljujući dodatku ugljika, što je čini otpornijom na trošenje u uvjetima visokog opterećenja, a također se odlikuje i odličnom prionjivošću na površinu. Zbog ovih svojstava, TiCN se češće koristi u alatima koji zahtijevaju veću tvrdoću i izdržljivost, kao što su alati za hladni rad i alatni čelici izloženi visokim silama i trenju. [17]. U donjoj tablici uspoređena su svojstva prevlaka TiN i TiCN.

Tablica 5. Usporedba svojstava prevlake TiN i TiCN [18]

	TiN	TiCN
Tvrdoća [HV]	2300	3000
Temperatura oksidacije [°C]	550	400
Faktor trenja	0,65	0,45
Debljina prevlake [μm]	1-5	2-4

Na slikama 8 i 9 prikazani su rezni alata s prevlakama TiN (slika 8) i TiCN (slika 9).



Slika 8. Svrđlo prevučeno TiN prevlakom [19]



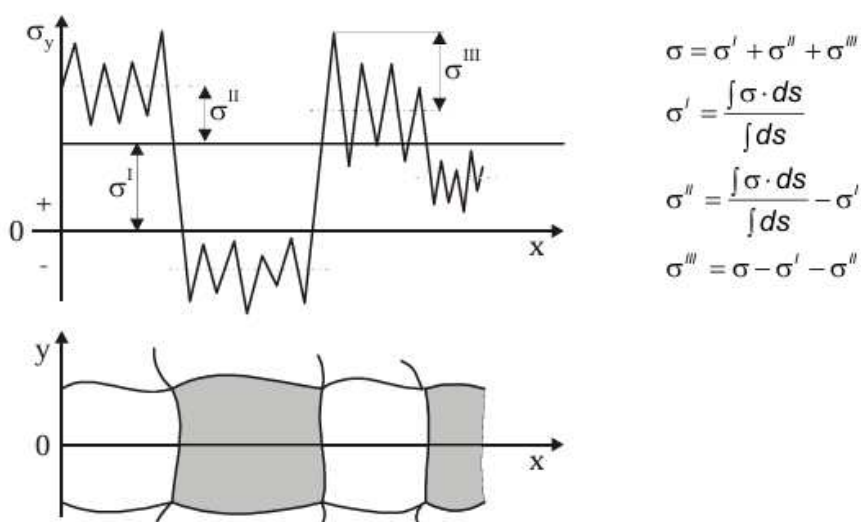
Slika 9. Svrđlo prevučeno TiCN prevlakom [20]

5. ZAOSTALA NAPREZNJA

Zaostala napreznja su unutarnja mikro i makro napreznja prisutna u predmetu bez djelovanja vanjskih sila i momenata u tom trenutku, u mehaničkoj ravnoteži na presjeku predmeta. Veličinu zaostalih napreznja u materijalu je bitno poznavati jer se u izradi, a posebno tijekom uporabe zaostala napreznja superponiraju s napreznjima izazvanima vanjskim silama ili momentima što može uzrokovati plastičnu deformaciju ili lom predmeta.

Zaostala napreznja se osim podjele na mikro i makro zaostala napreznja dijele i na zaostala napreznja prvog, drugog i trećeg reda. Tako su zaostala napreznja u nekom predmetu rezultat superponiranja zaostalih napreznja prvog, drugog i trećeg reda (slika 10.) [21]

$$\sigma = \sigma^I + \sigma^{II} + \sigma^{III} \quad (1)$$



Slika 10. Shematski prikaz sumiranja zaostalih napreznja [21]

Zaostala napreznja prvog reda pripadaju makro zaostalim napreznjima jer su prisutna u većim područjima predmeta i protežu se preko većeg broja kristalnih zrna. Sile i momenti su u ravnoteži kroz cijeli predmet, ali poremećaj te ravnoteže može uzrokovati makroskopske primjene dimenzija, poput izvitoperenja. Zaostala napreznja prvog reda su najčešće toplinska zaostala napreznja. Za razliku od njih, zaostala napreznja drugog reda prisutna su unutar jednog ili nekoliko kristalnih zrna, pri čemu su sile i momenti u ravnoteži samo među manjim brojem susjednih zrna. Kod poremećaja ravnoteže može doći do promjena na makroskopskoj razini, a ova se napreznja stoga ubrajaju u skupinu mikro zaostalih napreznja. Zaostala napreznja drugog reda nastaju kod višefaznih materijala koji imaju strukturne faze s različitim

koeficijentima toplinske dilatacije. Zaostala naprezanja trećeg reda prisutna su na razini nekoliko atomskih razmaka u kristalnoj rešetki, gdje su sile i momenti u ravnoteži unutar vrlo malih dijelova kristalnog zrna. Ona su prisutna u svakom realnom materijalu koji nema idealnu mikrostrukturu. Narušavanjem ravnoteže u ovom slučaju ne dolazi do promjena dimenzija na makroskopskoj razini, te pripadaju mikro zaostalim naprezanjima.[21]

6. ISPITIVANJE PREVLAKA

Ispitivanje prevlaka na ispitnim uzorcima u radu obuhvatit će nekoliko svojstava: hrapavost površine, debljinu prevlake, prionjivost prevlake i zaostala naprezanja. Hrapavost površine utječe na trenje, otpornost na trošenje i učinkovitost alata, kako bi se osigurala odgovarajuća hrapavost koja omogućuje nesmetan rad prevučenih alata. Debljina prevlake presudna je za zaštitna svojstva prevlake i njen radni vijek, ispituje se metodom kalotesta. Prionjivost prevlake pokazuje sposobnost prevlake da se čvrsto poveže s osnovnim materijalom. Konačno, zaostala naprezanja u prevlaci igraju važnu ulogu u mehaničkoj otpornosti i dugotrajnosti alata. Mjerenje zaostalih naprezanja najčešće se provodi rendgenskom difrakcijom (XRD) kako bi se analizirala unutarnja naprezanja koja utječu na ponašanje prevlake u radnim uvjetima.

6.1 Ispitivanje hrapavosti površine

Ispitivanje hrapavosti provedeno je korištenjem prijenosnog mjerača površinske hrapavosti TR 3202. Ovaj uređaj omogućuje precizno mjerenje profila površine kako bi se dobile vrijednosti parametara hrapavosti, što je važno za analizu kvalitete prevlake i njezinu prikladnost za specifične primjene. Mjerač TR 3202 koristi osjetljivu sondu koja prolazi preko površine uzorka, bilježeći promjene u visini koje se koriste za izračunavanje ključnih parametara hrapavosti, poput aritmetičke srednje hrapavosti (Ra).



Slika 11. Elektromehanički uređaj s ticalom TR 3202 za ispitivanje hrapavosti površine

6.2 Ispitivanje debljine prevlake kalotestom

Kalotest je jedna od najčešće korištenih metoda za ispitivanje debljine prevlake na alatnim čelicima i drugim materijalima. Ovaj postupak koristi rotirajuću čeličnu kuglicu određenog promjera koja se, uz pomoć abrazivnog sredstva, pritisne na površinu prevučenog materijala pod kontroliranim uvjetima. Tijekom procesa, kuglica stvara udubljenje u sloju prevlake i osnovnog materijala, a promjer tog udubljenja mjeri se mikroskopom. Na temelju geometrije nastale kalote, moguće je točno izračunati debljinu prevlake koristeći poznate parametre kao što su promjer kugle i dubina udubljenja. Kalotest je jednostavan, brz i precizan postupak koji omogućuje mjerenje debljine tankih prevlaka u mikrometarskom rasponu, što ga čini idealnim za karakterizaciju prevlaka dobivenih metodama poput PVD-a i PACVD-a. Prednost ove metode je što daje pouzdane rezultate bez potrebe za složenom opremom.



Slika 12. Calotester Tribotehnic na FSB-u u Zagrebu

6.3 Ispitivanje prionjivosti prevlake

Ispitivanje prionjivosti provodi se kako bi se ocijenila sposobnost prevlake da ostane čvrsto vezana za osnovni materijal pod različitim opterećenjima. Prionjivost se procjenjuje prema otpornosti prevlake na ljuštenje, pucanje ili odvajanje od podloge dok se povećava sila opterećenja. Na ovaj način dobiveni podaci omogućuju uvid u otpornost prevlake na mehaničke udarce i trošenje, a rezultati testa pomažu u procjeni prikladnosti prevlake za alatne čelike koji

rade pod visokim opterećenjem. Uobičajena metoda ispitivanja prionjivosti je probijanje prevlake Rockwell C indentorom prema metodi VDI 3198.

6.4 Ispitivanje zaostalih naprezanja

Ispitivanje zaostalih naprezanja provodi se kako bi se analizirala naprezanja unutar prevlake, koja mogu značajno utjecati na njezinu otpornost i dugotrajnost. Za određivanje zaostalih naprezanja koristi se metoda rendgenske difrakcije (XRD), koja omogućuje mjerenje naprezanja na mikroskopskoj razini bez oštećivanja uzorka. XRD metoda temelji se na analizi promjena u kristalnoj strukturi prevlake, pri čemu se promjenom međuatomskih udaljenosti dobivaju podaci o prisutnosti tlačnih ili vlačnih naprezanja. Tlačna naprezanja mogu doprinijeti povećanoj otpornosti na pucanje i habanje, dok vlačna naprezanja mogu smanjiti trajnost i stabilnost prevlake.

EKSPERIMENTALNI DIO

7. PRIPREMA I PROVEDBA POKUSA

Priprema pokusa započela je odabirom alatnog čelika X153CrMoV12, koji je podvrgnut toplinskoj obradi kaljenja i popuštanja radi postizanja optimalnih mehaničkih svojstava. Nakon obrade, izrađeni su uzorci i podijeljeni u četiri skupine, pri čemu su dva uzorka prevučena TiN prevlakom, a druga dva TiCN prevlakom.

Od uzoraka prevučenih TiN-om, jedan je prevučen PVD postupkom, a drugi PACVD postupkom. Na isti način, uzorci s TiCN prevlakom podvrgnuti su PVD i PACVD postupcima, čime je omogućeno usporedno ispitivanje prevlaka i tehnologija taloženja. Svaki je uzorak potom podvrgnut testovima koji su uključivali mjerenje hrapavosti, debljine prevlake, prionjivosti i zaostalih napreznja kako bi se dobio cjelovit uvid u mehanička svojstva prevučenih uzoraka. Za svaku metodu ispitivanja svojstava korištena je odgovarajuća oprema s provjerenom preciznošću. Svaki uzorak je prije postupka prevlačenja detaljno očišćen 70% -tnim alkoholom kako bi se uklonile sve nečistoće, masnoće i oksidi s površine. Ova priprema osigurala je optimalnu čistoću podloge, što je ključno za postizanje dobre prionjivosti prevlake i ravnomjernog nanošenja tijekom PVD i PACVD postupaka.

7.1 Prevlačenje PVD postupkom

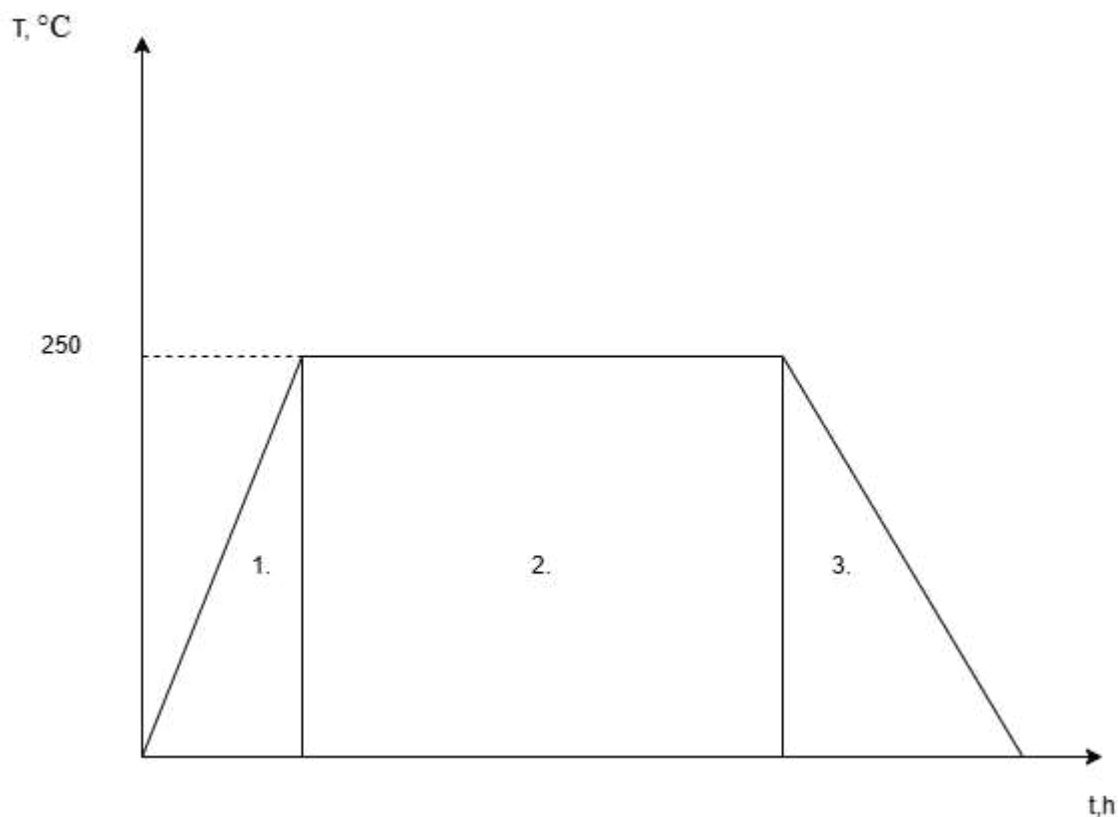
Postupak PVD prevlačenja sastoji se od tri ključne faze (slika 13.):

Ionsko čišćenje – U prvoj fazi površina uzorka podvrgnuta je ionskom čišćenju kako bi se uklonile sve preostale nečistoće i poboljšala prionjivost prevlake.

Prevlačenje – Druga faza uključuje nanošenje prevlake pri kontroliranoj temperaturi od 250 °C. Proces prevlačenja traje približno 2 sata, pri čemu se održava konstantna temperatura kako bi se osigurala ravnomjernost sloja i postigla optimalna svojstva prevlake.

Hlađenje – Nakon završetka prevlačenja, uzorci se postupno hlade na sobnu temperaturu kako bi se izbjegle termičke deformacije i napreznja unutar prevlake.

Dijagram PVD postupka prikazan je na slici 13. Parametri PVD postupka navedeni su u tablicama 6 i 7.



Slika 13. Dijagram PVD postupka prevlačenja uzorka X153CrMoV12 TiN-om i TiCN-om

Tablica 6. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PVD TiN

Parametri postupka	Vrijednost parametra
Temperatura prevlačenja	250 °C
Trajanje prevlačenja	2 h
Napon električnog luka	100 V

Tablica 7. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PVD TiCN

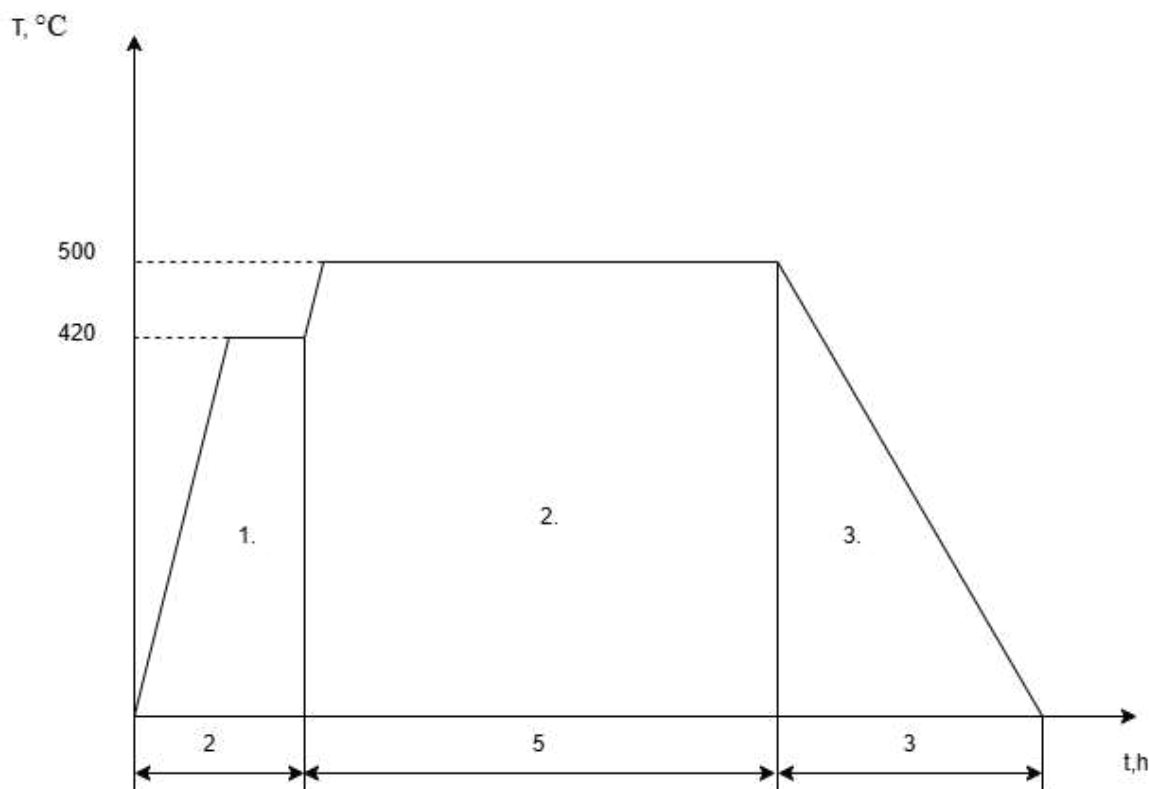
Parametri postupka	Vrijednost parametra
Temperatura prevlačenja	250 °C
Trajanje prevlačenja	2 h
Napon električnog luka	90 V

7.2 Prevlačenje PACVD postupkom

Postupak PACVD prevlačenja sastoji se od četiri glavne faze (slika 14.):

1. Zagrijavanje – U ovoj fazi uzorci se zagrijavaju na odgovarajuću temperaturu potrebnu za prevlačenje
2. Ionsko čišćenje – Nakon zagrijavanja, površina uzorka se podvrgava ionskom čišćenju u kontroliranom plinskom okruženju, što uklanja sve preostale nečistoće i omogućava dobru adhezivnost prevlake.
3. Prevlačenje – Kada su postignuti potrebni uvjeti, započinje faza prevlačenja. U postupku PACVD-a koristi se plazma koja pomaže u taloženju prevlake na podlogu
4. Hlađenje – Nakon prevlačenja, uzorci se postupno hlade na sobnu temperaturu kako bi se spriječila termička oštećenja i smanjila mogućnost pojave zaostalih naprezanja u prevlaci.

Dijagram PACVD postupka prevlačenja prikazan je na slici 14. Parametri PACVD prevlačenja navedeni su tablicama 8 i 9. Vakuumska peć za PACVD prevlačenje već je ranije navedena na slici 7. Na slici 15 prikazani su uzorci nakon završenog prevlačenja prevlakom PACVD TiN.



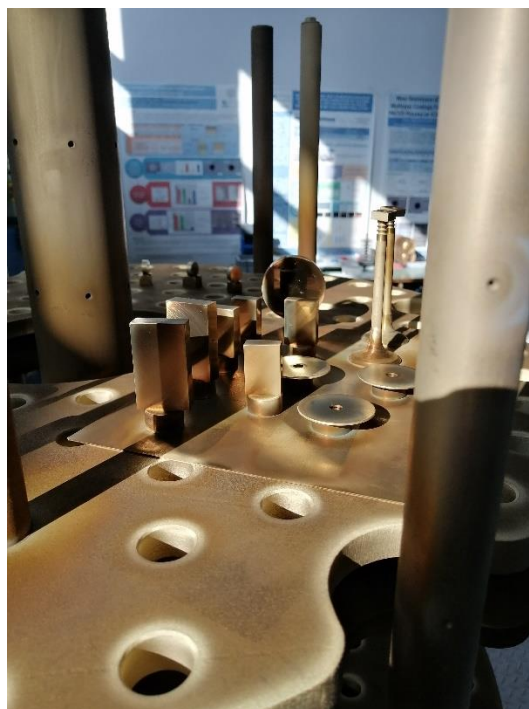
Slika 14. Dijagram PACVD postupka prevlačenja uzorka X153CrMoV12 TiN-om

Tablica 8. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PACVD TiN

Parametri postupka	Vrijednost parametra
Temperatura čišćenja površine otprašivanjem iona	420 °C
Vrijeme čišćenja površine otprašivanjem iona	2 h
Temperatura prevlačenja	500 °C
Trajanje prevlačenja	5 h
Sastav plinske smjese	140 l/h H ₂ , 15 l/h N ₂ , 7 l/h Ar; 3 l/h TiCl ₄
Tlak u vakuumskoj komori	2 mbar
Napon plazme	490 V
Snaga izvora plazme	1650 W

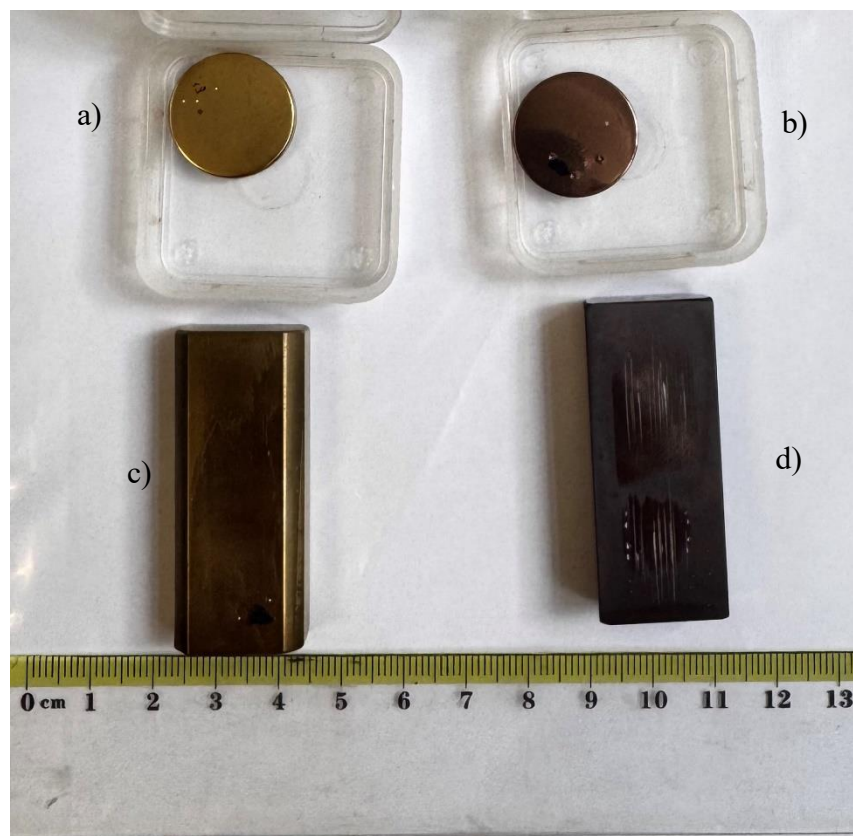
Tablica 9. Parametri prevlačenja uzorka X153CrMoV12 prevlakom PACVD TiCN

Parametri postupka	Vrijednost parametra
Temperatura čišćenja površine otprašivanjem iona	420 °C
Vrijeme čišćenja površine otprašivanjem iona	1 h
Temperatura prevlačenja	500 °C
Trajanje prevlačenja	6 h
Sastav plinske smjese	140 l/h H ₂ , 13 l/h N ₂ , 10 l/h Ar; 3 l/h TiCl ₄ , 4,5 l/h CH ₄
Tlak u vakuumskoj komori	2 mbar
Napon plazme	490 V
Snaga izvora plazme	1400 W



Slika 15. Ispitni uzorci s prevlakom TiN na katodi vakuumske peći za nitriranje u plazmi i PACVD prevlačenje Rübigen PN 70/90 u Laboratoriju za inženjerstvo površina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje

U istraživanju su korištena četiri uzorka čelika X153CrMoV12, koja su podvrgnuta različitim postupcima prevlačenja kako bi se analizirala svojstva nanesenih slojeva. Prvi uzorak prevučen je TiN prevlakom korištenjem PVD postupka, drugi TiN prevlakom primjenom PACVD postupka, treći uzorak prevučen je TiCN prevlakom PVD postupkom, dok je četvrti uzorak prevučen TiCN prevlakom PACVD postupkom. Na svakom od uzoraka provedena su ispitivanja koja uključuju mjerenje hrapavosti površine, prionjivosti prevlake, debljine prevlake i zaostalih naprezanja, kako bi se dobio uvid u karakteristike prevlaka i njihovu prikladnost za primjenu na alatnim čelicima.

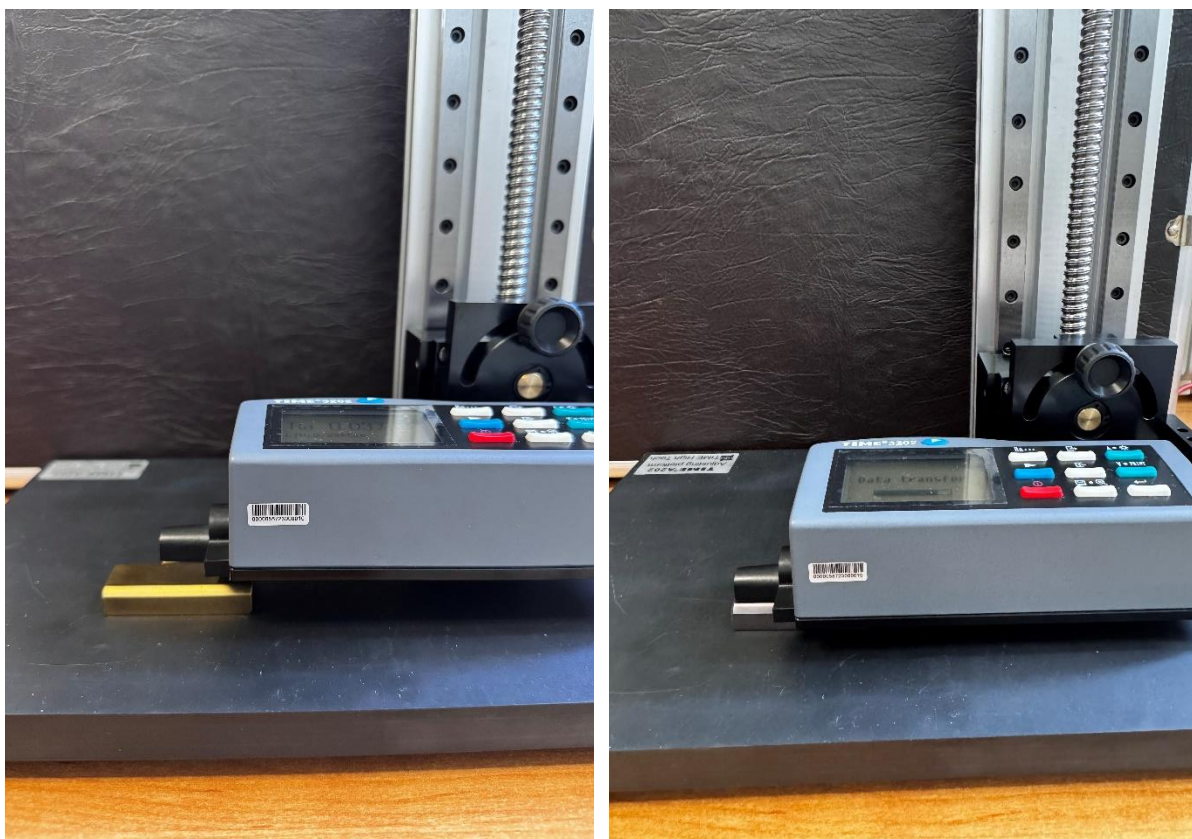


Slika 16. Uzorci čelika X153CrMoV12 na kojima su provedena ispitivanja; a) Uzorak prevučen TiN-om PVD postupkom, b) uzorak prevučen TiCN-om PVD postupkom, c) uzorak prevučen TiN-om PACVD postupkom, d) uzorak prevučen TiCN-om PACVD postupkom

8. REZULTATI ISPITIVANJA

8.1 Ispitivanje hrapavosti površine

Za ispitivanje hrapavosti površine korišten je prijenosni mjerač površinske hrapavosti, model TR 3202, proizvođača Time High Technology Ltd. Postupak ispitivanja započinje pričvršćivanjem uređaja na ravnu površinu, a zatim se ticalo uređaja pažljivo spušta na uzorak. Nakon što se ticalo postavi na površinu, uređaj započinje pomicanje ticala po površini uzorka. Tijekom ovog procesa mjerač bilježi promjene u visini koje odgovaraju profilu hrapavosti. Podaci prikupljeni tijekom ovog postupka obrađuju se u pripadajućem softveru, koji zatim generira razne vrijednosti parametara hrapavosti, kao i dijagram koji grafički prikazuje profil hrapavosti površine. Na slici 17 je prikazano ispitivanje hrapavosti na uzorcima s prevlakama iz postupka PACVD, dok je na slici 18 prikazano ispitivanje hrapavosti na uzorcima s prevlakama iz postupka PVD.



Slika 17. Ispitivanje hrapavosti površine na uzorcima prevučeni TiN-om i TiCN-om PACVD postupkom

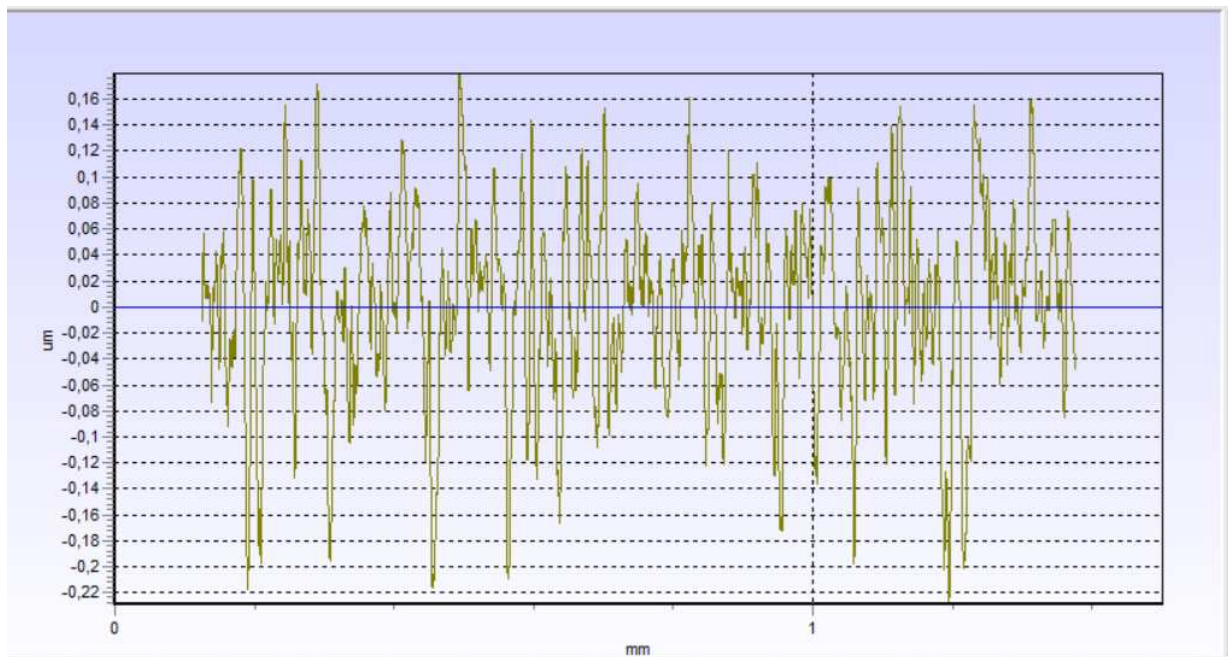


Slika 18. Ispitivanje hrapavosti površine na uzorcima prevučeni TiN-om i TiCN-om PVD postupkom

8.1.1 Rezultati ispitivanja hrapavosti površine

Prvo je izmjerena hrapavost na neprevučenom čeliku kako bi se dobila referentna vrijednost koja će poslužiti kao osnova za usporedbu s hrapavošću prevučениh uzoraka. Ova referentna vrijednost omogućuje preciznije ocjenjivanje utjecaja prevlaka na promjene u hrapavosti površine te pomaže u analizi učinkovitosti pojedinih postupaka prevlačenja.

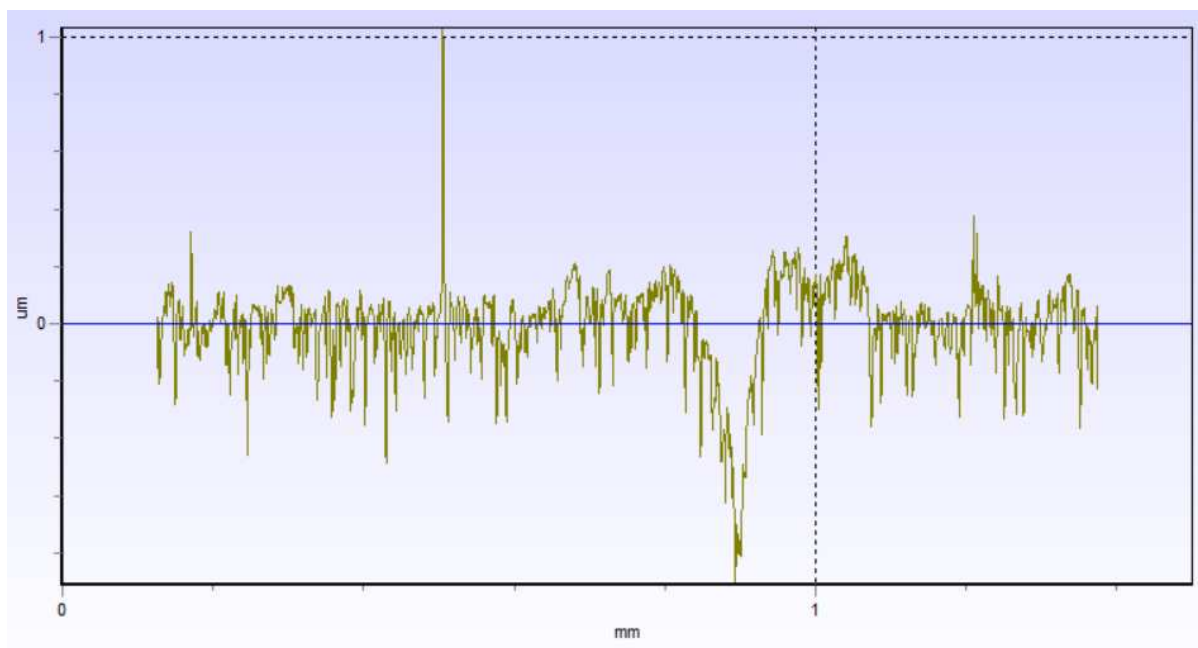
Na slikama 19 do 23 prikazani su profili hrapavosti ispitnih uzoraka. U tablicama 10 do 14 navedene su srednje vrijednosti parametara hrapavosti izmjerene na ispitnim uzorcima.



Slika 19. Profil hrapavosti površine neprevučenog čelika X153CrMoV12

Tablica 10. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za neprevučeni čelik X153CrMoV12

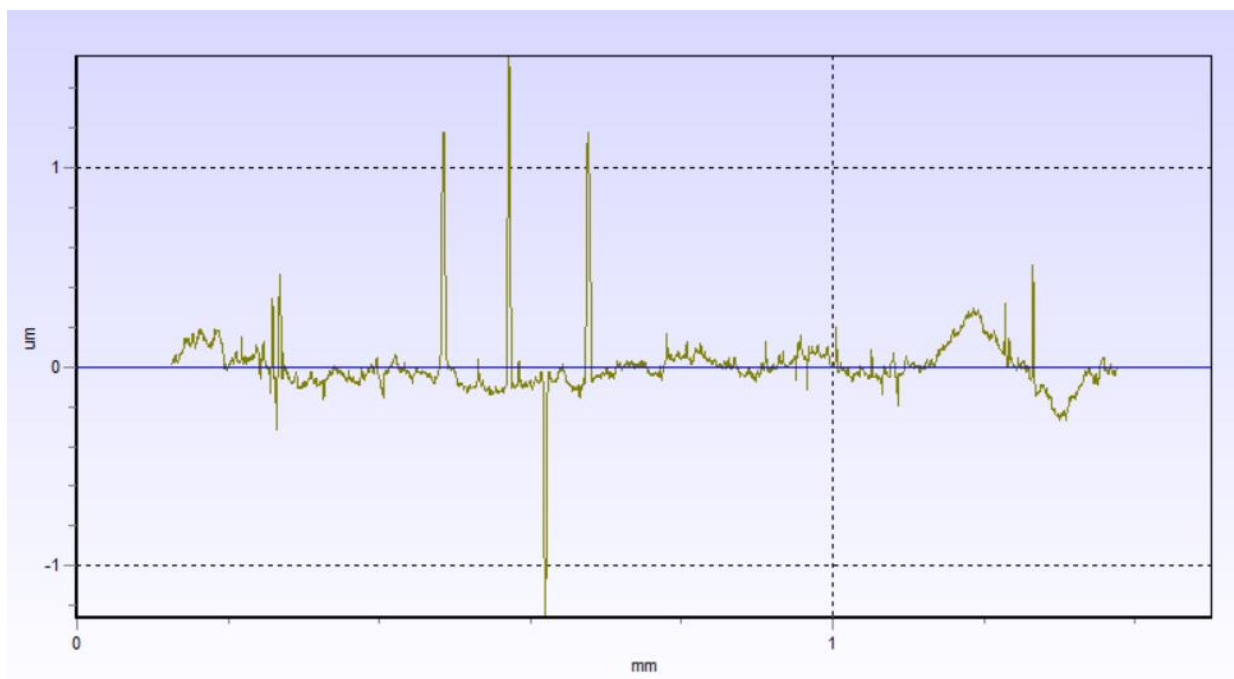
Parametar	Vrijednost parametra
R_a	0,055 μm
R_z	0,371 μm
R_{max}	0,410 μm



Slika 20. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiN-om PVD postupkom

Tablica 11. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiN-om PVD postupkom

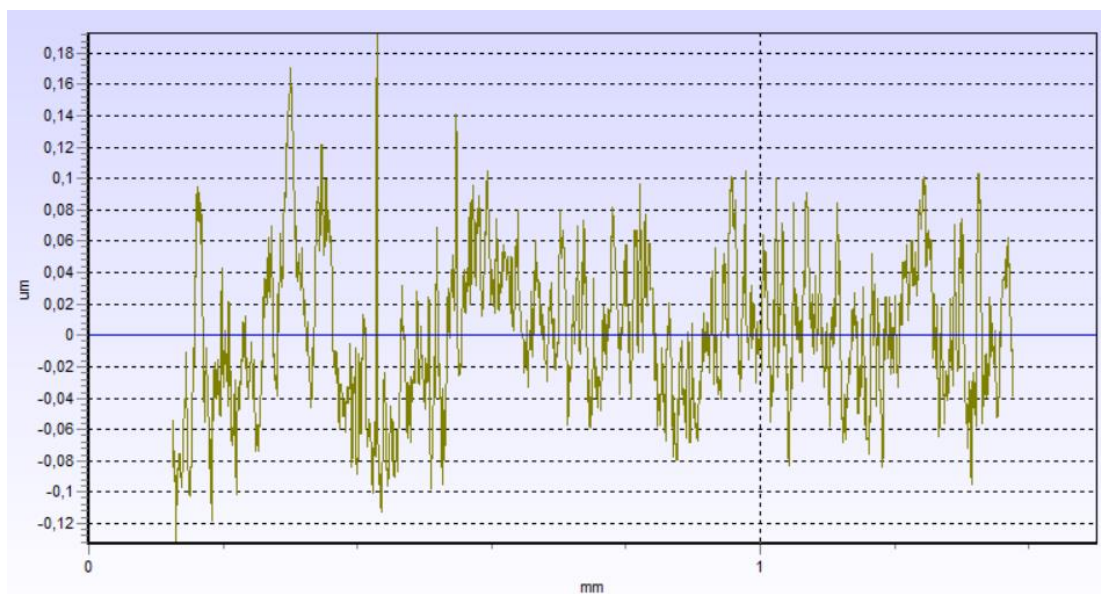
Parametar	Vrijednost parametra
R_a	0,103 μm
R_z	0,849 μm
R_{max}	1,933 μm



Slika 21. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiCN-om PVD postupkom

Tablica 12. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiCN-om PVD postupkom

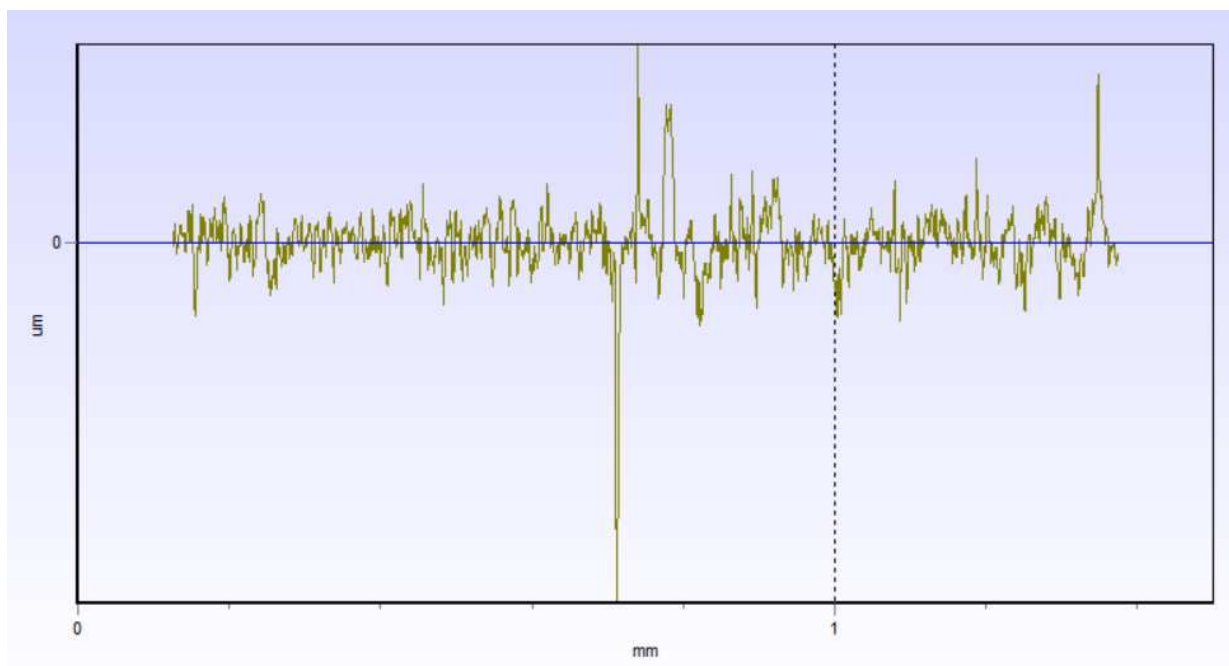
Parametar	Vrijednost parametra
R_a	0,085 μm
R_z	1,001 μm
R_{max}	2,832 μm



Slika 22. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiN-om PACVD postupkom

Tablica 13. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiN-om PACVD postupkom

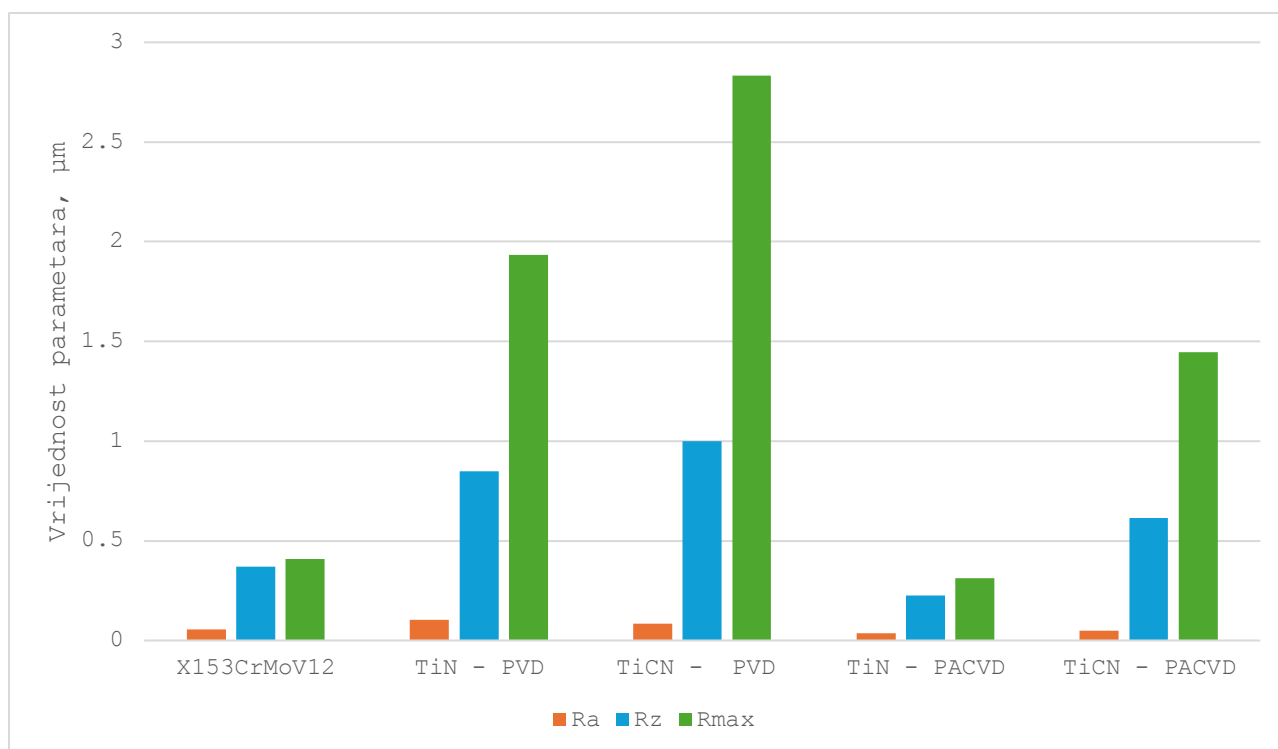
Parametar	Vrijednost parametra
R_a	0,037 μm
R_z	0,226 μm
R_{max}	0,312 μm



Slika 23. Profil hrapavosti površine čelika X153CrMoV12 prevučenog TiCN-om PACVD postupkom

Tablica 14. Vrijednosti parametara hrapavosti površine za čelik X153CrMoV12 prevučen TiCN-om PACVD postupkom

Parametar	Vrijednost parametra
R_a	0,050 μm
R_z	0,613 μm
R_{max}	1,445 μm

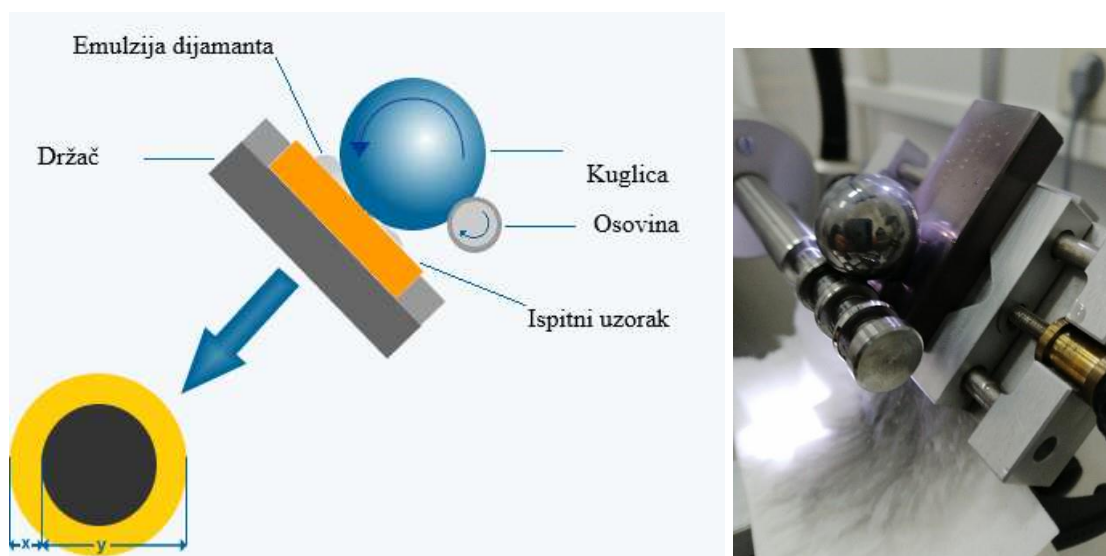


Slika 24. Dijagram usporedbe hrapavosti površine na ispitanim uzorcima

Na temelju dobivenih rezultata, uočava se da su vrijednosti hrapavosti (Ra) najviše kod uzoraka prevučenih PVD postupkom, s izmjerenih $0,103 \mu\text{m}$ za TiN prevlaku i $0,085 \mu\text{m}$ za TiCN prevlaku. Nasuprot tome, neprevučeni uzorak ima referentnu vrijednost hrapavosti od $0,055 \mu\text{m}$, dok uzorci prevučeni PACVD postupkom pokazuju niže vrijednosti hrapavosti, s $0,037 \mu\text{m}$ za TiN i $0,050 \mu\text{m}$ za TiCN prevlaku. Iz ovoga se može zaključiti da PACVD postupak rezultira glađim površinama u usporedbi s PVD postupkom, što ukazuje na potencijalnu prednost PACVD prevlaka u primjenama gdje je potrebna niža hrapavost za smanjenje trenja i poboljšanje otpornosti na trošenje.

8.2 Ispitivanje debljine prevlake i prionjivosti

Za ispitivanje debljine prevlake korišten je uređaj Calotester Tribotechnic. Prvi korak u postupku je postavljanje kuglice određenog promjera u kontakt s površinom uzorka. Na mjesto kontakta dodaje se dijamantna emulzija koja omogućuje abrazivno trošenje prevlake tijekom ispitivanja. Nakon što je emulzija nanescena, uređaj se uključuje i kuglica započinje rotaciju, pri čemu abrazivno djeluje na površinu uzorka i stvara udubljenje. Ključni parametri u ovom ispitivanju uključuju brzinu vrtnje kuglice, njezin promjer, kao i vrijeme ispitivanja. Ovi parametri omogućuju kontrolu dubine i promjera udubljenja koje nastaje trošenjem prevlake, što je kasnije potrebno za precizno određivanje debljine prevlake. Na temelju promjera udubljenja, dobivene vrijednosti koriste se za izračunavanje debljine prevlake, čime se procjenjuje ujednačenost i kvaliteta prevučениh slojeva na uzorcima. Na donjoj slici (slika 25) prikazan je princip ispitivanja kalotestom i detalj s ispitivanja uzorka s prevlakom PACVD TiCN).

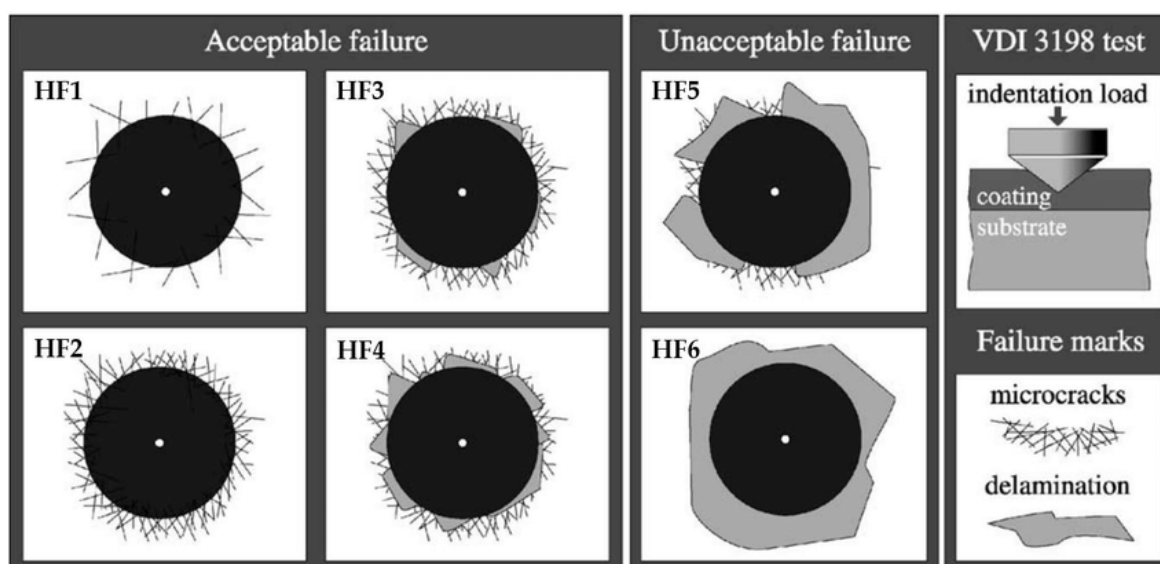


Slika 25. Kalotest: a) položaj kuglice u odnosu na ispitni uzorak i oblik utisnuća kalote, b) ispitivanje prevlake PACVD TiCN kalotestom

Tablica 15. Parametri pri ispitivanju kalotestom

Parametar	Vrijednost parametra
Promjer kuglice	20 mm
Materijal kuglice	100Cr6
Brzina vrtnje	300 o/min
Kut nagiba uzorka prema horizontalnoj ravnini	60 °
Vrijeme trošenja	60 s
Abrazivna suspenzija	Struers DP-suspension P

Ispitivanje prionjivosti prevlake provedeno je prema normi VDI 3198, koja određuje postupak i kriterije za ocjenjivanje kvalitete prionjivosti prevlaka na alatne čelike. U ovom postupku koristi se dijamantni indenter za metodu Rockwell C, koji se utiskuje u površinu uzorka. Tijekom utiskivanja dolazi do naprezanja prevlake, što može rezultirati njenim pucanjem ili djelomičnom delaminacijom. Važno pravilo kod ovog ispitivanja je tzv. "pravilo 1/10," prema kojem debljina uzorka mora biti najmanje deset puta veća od dubine utiskivanja, kako bi se izbjegle neželjene deformacije osnovnog materijala. Nakon utiskivanja indentora, uzorak se promatra pod svjetlosnim mikroskopom radi analize nastalih oštećenja. Na temelju veličine i tipa oštećenja, rezultati se klasificiraju u jedan od šest razreda (HF1 do HF6), gdje niži razredi označavaju bolju prionjivost prevlake (slika 26.). Mikropukotine se smatraju prihvatljivim oštećenjima, dok značajna delaminacija prevlake ukazuje na neprihvatljivu prionjivost.



Slika 26. Razine oštećenja i delaminacije prevlaka svrstani u razrede [22]

8.2.1 Rezultati ispitivanja debljine prevlake i adhezivnosti

Prikazani su izgledi kalote nastale na mjestu ispitivanja debljine prevlake, uz izmjerene vanjske i unutarnje promjere potrebne za izračun debljine prevlake. Također, prikazan je otisak Rockwell C indentora korišten za ispitivanje adhezivnosti prevlake prema normi VDI 3198. U tablicama su navedeni rezultati izmjerenih promjera kalote, na temelju kojih je izračunata debljina prevlake, dok su rezultati ispitivanja adhezivnosti klasificirani prema razredima oštećenja (HF).



Slika 27. Ispitivanje kalotestom na TiCN prevlaci nastalom PVD postupkom



Slika 28. Slika 27. Ispitivanje kalotestom na TiN prevlaci nastalom PACVD postupkom

Tablica 16. Promjeri kalote TiN prevlake nastale PVD postupkom

Ispitivanje	Vanjski promjer kalote	Unutarnji promjer kalote
1.	0,781 mm	0,652 mm
2.	0,634 mm	0,543 mm
Srednja vrijednost	0,7075 mm	0,5975 mm

Tablica 17. Promjeri kalote TiCN prevlake nastale PVD postupkom

Ispitivanje	Vanjski promjer kalote	Unutarnji promjer kalote
1.	0,755 mm	0,553 mm
2.	0,701 mm	0,581 mm
Srednja vrijednost	0,728 mm	0,567 mm

Tablica 18. Promjeri kalote TiN prevlake nastale PACVD postupkom

Ispitivanje	Vanjski promjer kalote	Unutarnji promjer kalote
1.	0,802 mm	0,464 mm
2.	0,886 mm	0,553 mm
Srednja vrijednost	0,844 mm	0,5085 mm

Tablica 19. Promjeri kalote TiCN prevlake nastale PCVD postupkom

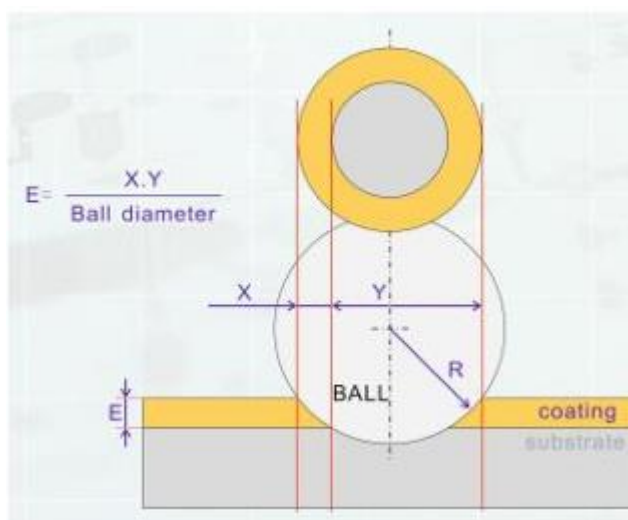
Ispitivanje	Vanjski promjer kalote	Unutarnji promjer kalote
1.	0,549 mm	0,151 mm
Srednja vrijednost	0,549 mm	0,151 mm

Debljina prevlake se računa prema jednadžbi:

$$E = \frac{X \cdot Y}{R} \quad (2)$$

Gdje su:

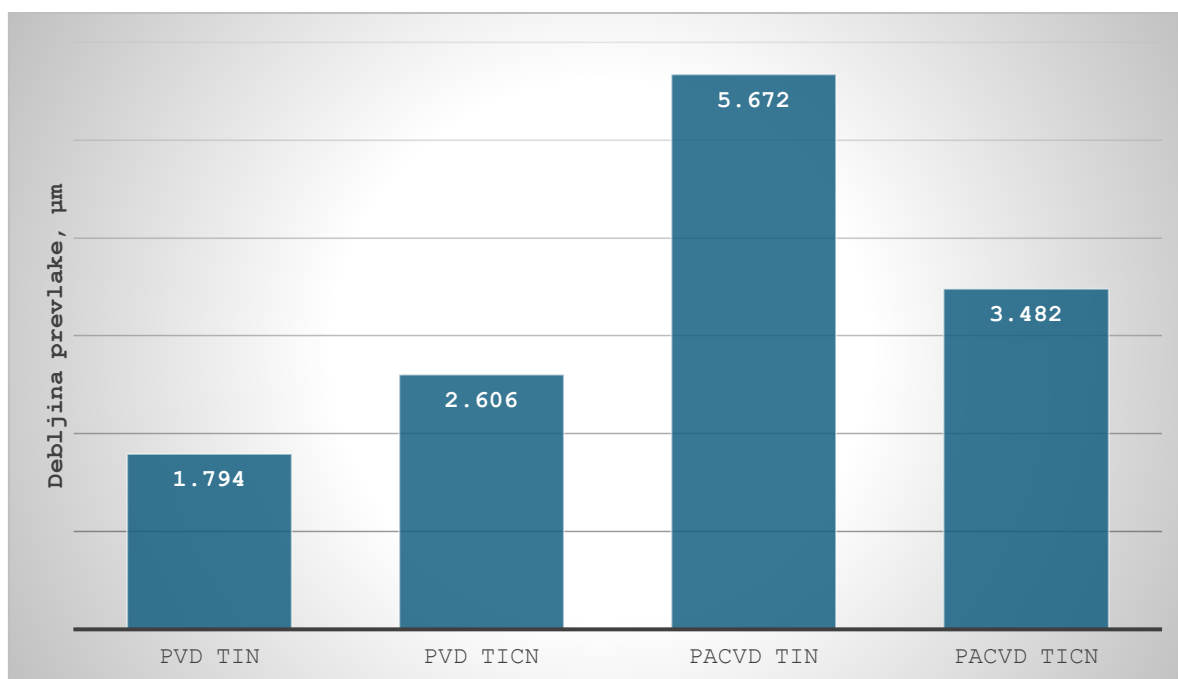
- E – debljina prevlake
- X – vanjski polumjer kalote – unutarnji polumjer kalote
- Y – vanjski promjer kalote - X
- R – promjer kuglice



Slika 29. Računanje debljine prevlake [21]

Tablica 20. Izračunate vrijednosti debljina prevlaka

Prevlaka	X	Y	E	E, μm
PVD TiN	0,055 mm	0,6525 mm	0,001794 mm	1,794
PVD TiCN	0,0805 mm	0,6475 mm	0,002606 mm	2,606
PACVD TiN	0,16775 mm	0,67625 mm	0,005672 mm	5,672
PACVD TiCN	0,199 mm	0,35 mm	0,003482 mm	3,482







Slika 30. Dijagram prikaza debljina prevlaka za različite uzorke

Dobiveni rezultati ukazuju da debljina prevlaka značajno varira ovisno o korištenom postupku i vrsti prevlake. Najtanji sloj zabilježen je kod uzorka prevučenog TiN PVD postupkom, s debljinom od 1,794 μm , dok je najdeblji sloj izmjeren kod TiN PACVD prevlake, s vrijednošću od 5,672 μm . Za TiCN prevlake, debljina je iznosila 2,606 μm za PVD postupak i 3,482 μm za PACVD postupak. Ovi rezultati ukazuju na to da PACVD postupak, bez obzira na vrstu prevlake, rezultira debljim slojevima u usporedbi s PVD postupkom.



Slika 31. Utiskivanje Rockwell C indentora u uzorak prevučen prevlakom TiN PVD postupkom

Tablica 21. Stupanj prionjivosti i izgled otisaka indentora na prevučenim uzorcima

PVD TiN		HF1
PVD TiCN		HF1
PACVD TiN		HF6
PACVD TiCN		HF4

Na temelju rezultata ispitivanja prionjivosti prevlaka, uzorci prevučeni PVD postupkom pokazali su najbolju prionjivost, svrstani u razred HF1 za obje prevlake, TiN i TiCN. S druge strane, PACVD postupak dao je varijabilne rezultate. TiCN prevlaka nanescna PACVD postupkom svrstana je u razred HF4, što ukazuje na prihvatljivu, ali osrednju prionjivost, dok je TiN prevlaka nanescna istim postupkom svrstana u razred HF6, što označava vrlo lošu prionjivost. Kod PACVD TiN prevlake, značajno veća debljina sloja u usporedbi s ostalim uzorcima može se smatrati glavnim uzrokom slabije prionjivosti. Pretpostavlja se da je debljina prevlake dovela do povećanih unutarnjih naprezanja, što je uzrokovalo djelomično odvajanje prevlake od podloge. Ovo je jasno vidljivo na velikim odlamanjima prevlake oko mjesta utiskivanja indentora.

8.3 Ispitivanje zaostalih naprezanja

Ispitivanje zaostalih naprezanja provedeno je kako bi se odredila unutarnja naprezanja unutar prevlake, koja mogu značajno utjecati na njezinu otpornost, trajnost i mehanička svojstva. Za analizu zaostalih naprezanja korištena je nerazorna metoda rendgenske difrakcije (XRD), na uređaju PULSTEC μ -X360 na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, koja omogućuje precizno mjerenje naprezanja na mikroskopskoj razini bez oštećenja uzorka. Ova metoda temelji se na analizi promjena u kristalnoj rešetki prevlake, pri čemu se pomoću difrakcije rendgenskih zraka mjeri promjena međuatomskih udaljenosti. Ta promjena daje podatke o prisutnosti vlačnih ili tlačnih naprezanja unutar prevlake. Zaostala naprezanja tlačne prirode mogu doprinijeti povećanoj otpornosti na pukotine i habanje, što je korisno za prevlake izložene visokim opterećenjima. Nasuprot tome, vlačna naprezanja mogu negativno utjecati na stabilnost i trajnost prevlake, povećavajući rizik od delaminacije i oštećenja pod radnim opterećenjem. Analiza zaostalih naprezanja pomaže u procjeni učinkovitosti primijenjenih prevlaka te omogućuje optimizaciju procesa prevlačenja kako bi se postigla dugotrajnost i pouzdanost alata u industrijskim uvjetima. [23] Sva izmjerena zaostala naprezanja unutar prevlaka pokazala su se kao tlačna. Prisutnost tlačnih naprezanja smatra se poželjnom jer smanjuje rizik od nastanka i širenja mikropukotina, čime se povećava trajnost i pouzdanost prevlaka u stvarnim radnim uvjetima.

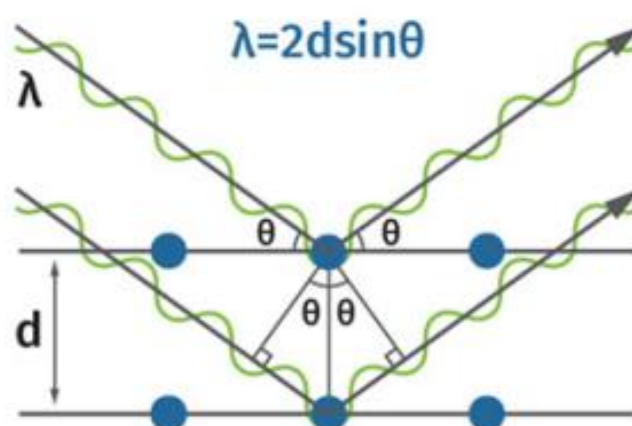
U ispitivanju zaostalih naprezanja metodom rendgenske difrakcije (XRD), koriste se osnovni principi Braggovog zakona za određivanje promjena u kristalnoj strukturi uzorka koje nastaju zbog naprezanja. Braggov zakon opisuje difrakciju rendgenskih zraka na ravninama kristalne rešetke i može se izraziti jednadžbom (2):

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

gdje su:

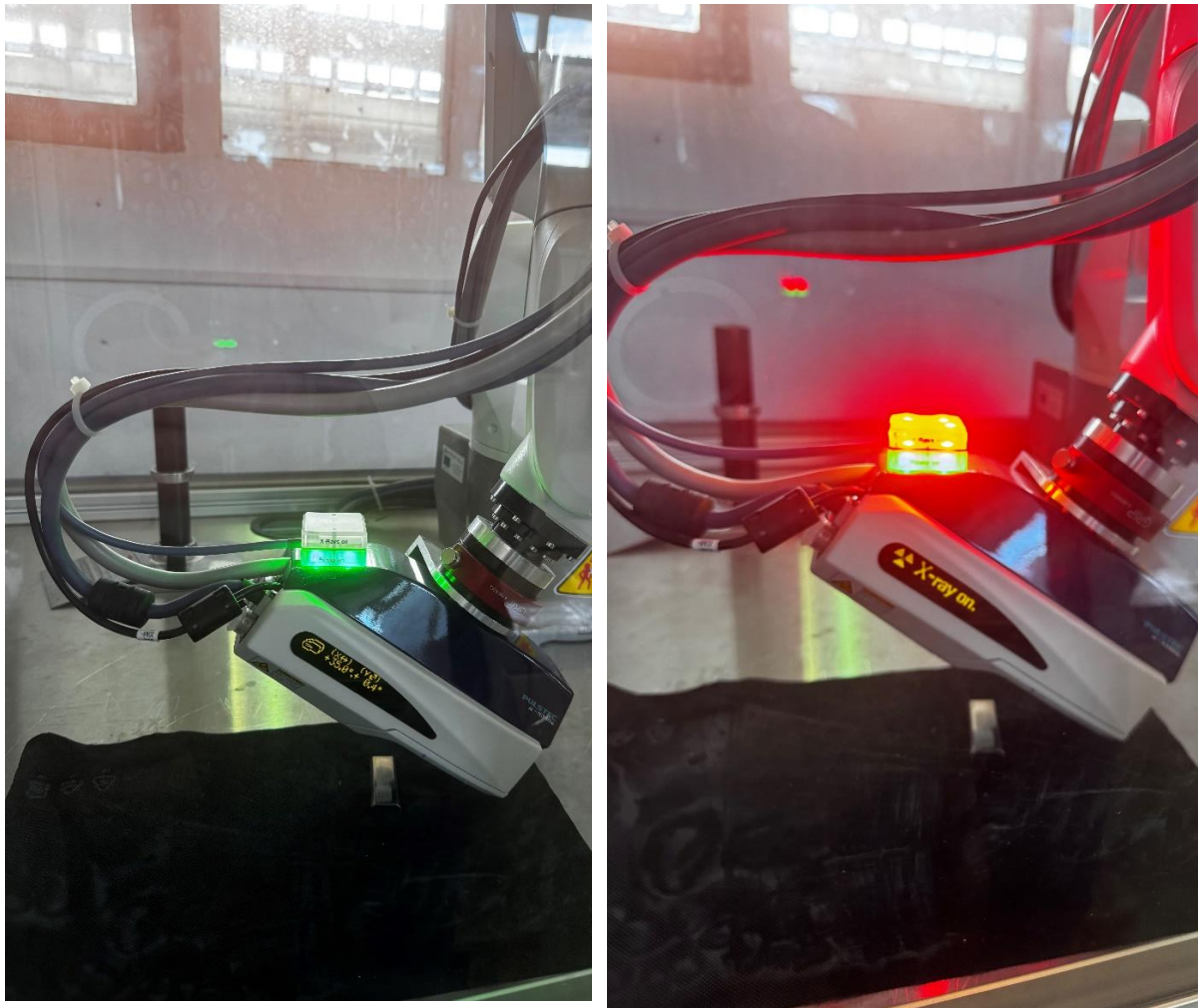
- n – red difrakcije (obično uzima vrijednost 1),
- λ – valna duljina rendgenske zrake,
- d – udaljenost između ravnina kristalne rešetke,
- θ – kut difrakcije

Kod materijala pod naprezanjem dolazi do promjena u međuatomskoj udaljenosti (d), što rezultira promjenom kuta difrakcije (θ). Na temelju pomaka difrakcijskih vrhova, može se odrediti rastezanje ili skupljanje kristalne rešetke uzorka, koje je direktno povezano s naprezanjima. Kako bi se dobila točna mjerenja napreznja, koristi se graf ovisnosti (d) u odnosu na $(\sin^2\chi)$. Nagib dobivenog grafa omogućava izračunavanje zaostalih napreznja, pri čemu Hookeov zakon pomaže u konverziji izmjerenih deformacija u vrijednosti napreznja, uzimajući u obzir modul elastičnosti materijala (E) i Poissonov omjer (ν).[24]



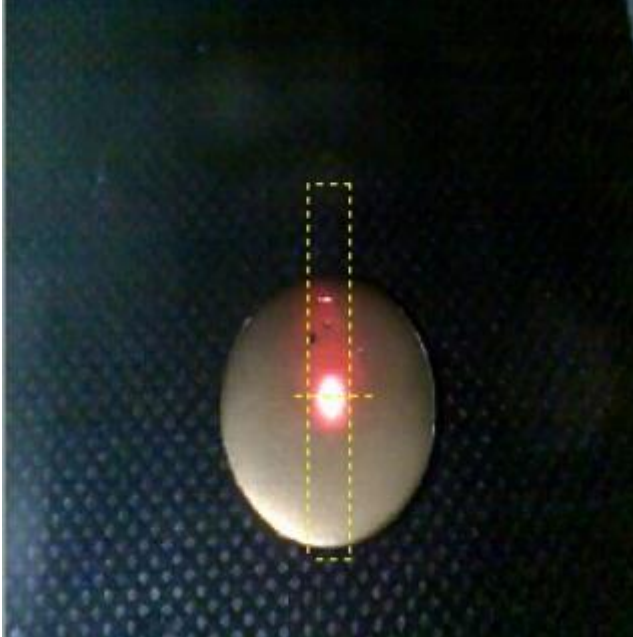
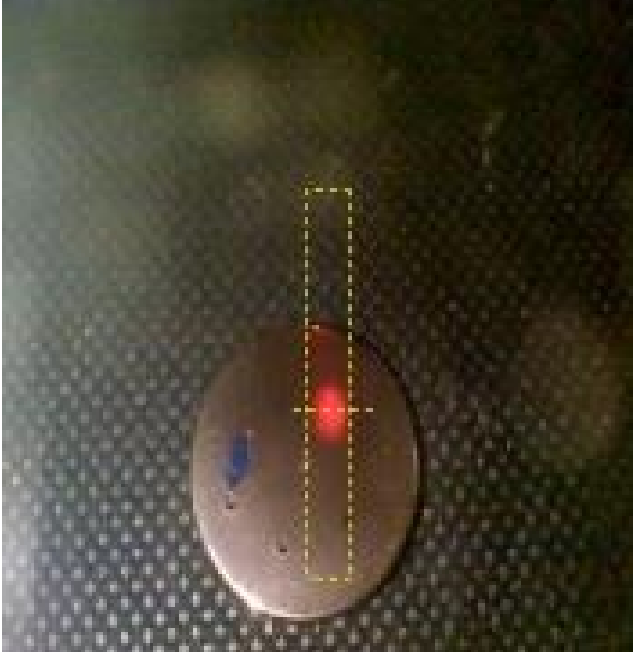
Slika 32. Ilustracija Braggovog zakona [24]

Na slici 33. prikazano je mjerenje zaostalih napreznja na uređaju PULSTEC μ -X360 primjenom robotske ruke za pozicioniranje mjernog uređaja. U tablicama 22 i 23 navedeni su iznosi zaostalih napreznja izmjerenih u ispitanim prevlakama.


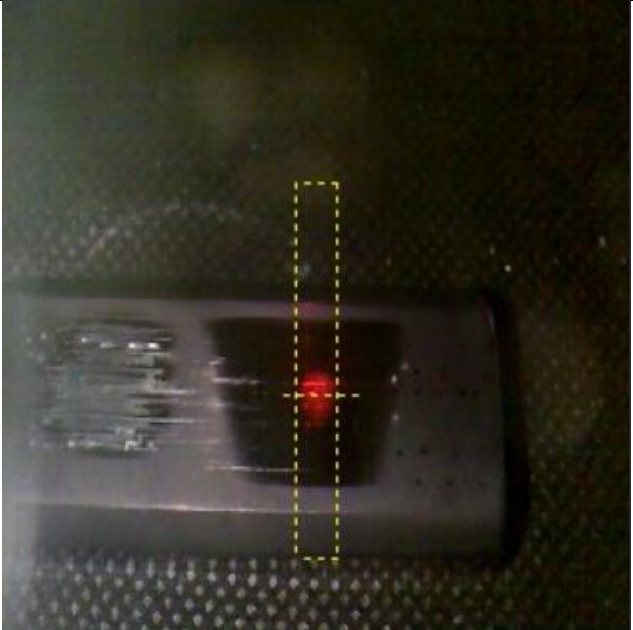


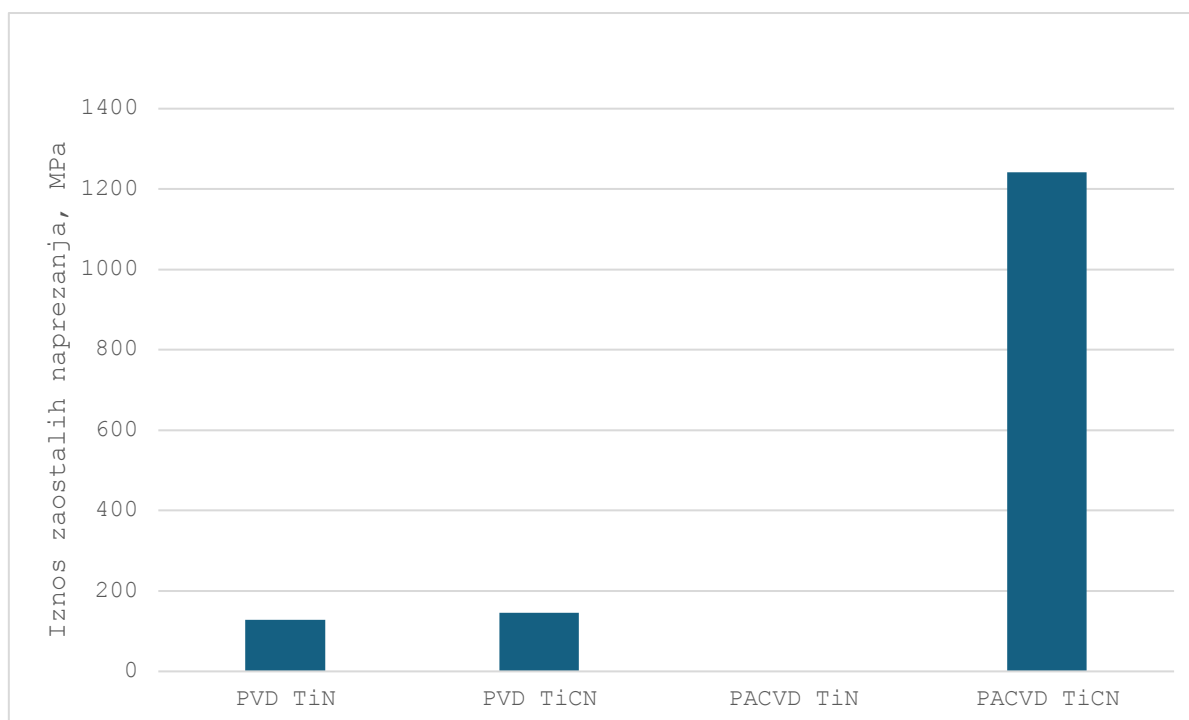
Slika 33. Mjerenje zaostalih naprezanja na uređaju PULSTEC μ -X360 na FSB-u u Zagrebu

Tablica 22. Iznosi zaostalih naprezanja na uzorcima koji su prevlačeni PVD postupkom

Uzorak	Slika	Iznos zaostalih naprezanja
PVD TiN		128 MPa
PVD TiCN		146 MPa

Tablica 23. Iznos zaostalih naprezanja na uzorcima koji su prevučeni PACVD postupkom

Uzorak	Slika	Iznos zaostalih naprezanja
PACVD TiN		-----
PACVD TiCN		1241 MPa



Slika 34. Dijagram iznosa zaostalih naprezanja u svim uzorcima

Rezultati ispitivanja zaostalih naprezanja pokazali su značajan utjecaj vrste prevlake i korištenog postupka prevlačenja na razinu unutarnjih naprezanja. PVD postupci rezultirali su tlačnim zaostalim naprezanjima nižih vrijednosti, s 128 MPa za TiN i 146 MPa za TiCN prevlaku, što ukazuje na ravnomjerno raspoređena i stabilna naprezanja unutar slojeva. PACVD postupci, međutim, pokazali su veću varijabilnost. Kod PACVD TiCN prevlake izmjerena su izrazito visoka tlačna naprezanja od 1241 MPa, što može doprinijeti boljoj otpornosti na pukotine, ali i povećati rizik od delaminacije sloja. S druge strane, kod PACVD TiN prevlake nisu dobiveni rezultati zaostalih naprezanja zbog značajnog odvajanja prevlake od podloge, što je izazvalo velika rasipanja rezultata po opsegu Debye-evog prstena. Ova pojava povezuje se s lošom adhezivnošću ove prevlake, što je potvrđeno i ispitivanjem adhezivnosti prema metodi VDI 3198.

9. ZAKLJUČAK

U ovom radu istraživana su svojstva TiN i TiCN prevlaka nanesenih na alatni čelik X153CrMoV12 pomoću PVD i PACVD postupaka. Provedena su ispitivanja hrapavosti površine, debljine prevlake, prionjivosti i zaostalih naprezanja, kako bi se ocijenila kvaliteta prevlaka i učinkovitost postupaka prevlačenja.

Rezultati ispitivanja hrapavosti pokazali su da je za neprevučeni čelik hrapavost iznosila $R_a = 0,055 \mu\text{m}$, dok su kod prevučenih uzoraka vrijednosti R_a bile veće kod PVD postupaka (TiN $R_a = 0,103 \mu\text{m}$, TiCN $R_a = 0,085 \mu\text{m}$) nego kod PACVD postupaka (TiN $R_a = 0,037 \mu\text{m}$, TiCN $R_a = 0,050 \mu\text{m}$). Ovo ukazuje na to da PACVD postupak rezultira glađim površinama, posebno kod TiN prevlake, u usporedbi s PVD postupkom.

Debljine prevlaka izmjerene kalotestom pokazuju značajne razlike između postupaka prevlačenja i vrsta prevlaka. Kod PVD postupka, debljine prevlaka bile su $1,794 \mu\text{m}$ za TiN i $2,606 \mu\text{m}$ za TiCN, dok su kod PACVD postupaka debljine veće, iznoseći $5,672 \mu\text{m}$ za TiN prevlaku i $3,482 \mu\text{m}$ za TiCN prevlaku.

Prionjivost prevlaka ocijenjena je prema normi VDI 3198, pri čemu su prevlake TiN i TiCN dobivene PVD postupkom svrstane u razred HF1 što ukazuje na odličnu prionjivost prevlake na materijal. Prionjivost prevlake TiCN dobivena postupkom PACVD svrstana je u razred HF4 ukazujući na prihvatljivu prionjivost iako je došlo je pojave mikropukutina oko prevlake. S druge strane kod prevlake TiN dobivene PACVD postupkom došlo je do izrazite pojave delaminacije prevlake stoga test prionjivosti nije zadovoljen.

Zaostala naprezanja, izmjerena rendgenskom difrakcijom, pokazala su tlačne vrijednosti za sve prevlake. Kod PVD postupka, zaostala naprezanja iznosila su 128 MPa za TiN prevlaku i 146 MPa za TiCN prevlaku, dok su kod PACVD postupaka izmjerena samo za TiCN prevlaku i iznosila su 1241 MPa , što predstavlja povećanje od preko 750% u odnosu na PVD TiCN prevlaku. Za PACVD TiN prevlaku naprezanja nisu mogla biti izmjerena zbog delaminacije prevlake.

10. LITERATURA

- [1] Filetin Tomislav, Kovačiček Franjo, Indof Janez: Svojstva i primjena materijala. Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb, Sveučilište u Zagrebu, 2002.
- [2] S. Brajčinović, A. B. Hadžipašić, and J. Medved: TOOL STEELS - CLASSIFICATION AND BASIC PROPERTIES ALATNI ČELICI – PODJELA I OSNOVNA SVOJSTVA, International Foundrymen Conference Hi-tech casting solution and knowledge based engineering 2018.
- [3] Roberts George, Krauss George, Kennedy Richard: *Tool Steels*, ASM International, 1998.
- [4] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes: Alatni materijali, Strojarski fakultet Sveučilišta u Slavonskom Brodu, 1996.
- [5] “X153CrMoV12 / 1.2379 - SteelNumber - Chemical composition, equivalent, properties.”
Pristupljeno: 3.10.2024. Dostupno:
https://www.steelnumber.com/en/steel_composition_eu.php?name_id=979
- [6] ArcelorMittal: W 1.2379 AISI D2, Industeel, 2022.
- [7] Bohler-Uddeholm AISI D2 Cold Work Tool Steel, MatWeb. Pristupljeno: 4.10.2024.
Dostupno:
<https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=bcbf506c860444a08a1ff23635b6815f>
- [8] D2 Tool Steel - High-Carbon, High-Chromium, Cold-Work Steel (UNS T30402), AZoM.
Pristupljeno: 16.10.2024. Dostupno: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6214>
- [9] D2 Process, Pristupljeno: 16.10.2024. Dostupno:
https://www.tppinfo.com/heat_treatment/vacuum_heat_treatment/d2_process.html
- [10] J. Dan, H. Boving, H. Hintermann: Hard coatings, HAL archives, Journal de Physique IV., 1993
- [11] L. Čižmek, Ispitivanje zaostalih naprezanja u prevlaci TiN na kaljenom čeliku 100Cr6., Završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb 2023.
- [12] C. Lugmair, R. Kullmer, R. Nöbuer, TH. Müller, C. Mitterer, M. Stoiber, E. Badisch: PACVD HARD COATING FOR INDUSTRIAL APPLICATIONS, 6TH INTERNATIONAL TOOLINGCONFERENCE, Austrija

- [13] S. Paskvale: Properties of PVD hard coatings: Faculty of mathematics and physics, University of Ljubljana, 2007.
- [14] D. Landek: Postupci modificiranja i prevlačenje površina, podloge za predavanje Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb, Sveučilište u Zagrebu, 2020.
- [15] Rivin Technology Company Ltd, Pristupljeno: 17.10.2024. Dostupno:: http://www.dlrivin.com/product.asp?class_id=270&id=113
- [16] M. Stupnišek, B. Matijević: Pregled postupaka modificiranja i prevlačenja metala, Hrvatsko društvo za toplinsku obradu i inženjerstvo površina, Zagreb, 2000.
- [17] Lyu Yanhong, Zhang Qiaoyu, Liu Yang, Deng Xinrong, Sun Huilian, Mo Min: Effect of Microstructure of TiN /TiCN Layer on the Structural, Mechanical and Tribological Properties of the Ti/TiN/TiCN Films, School of Physical and Chemistry, Hunan First Normal University Kina, 2023.
- [18] Titanium Coatings TiN, TiCN, TiAlN, AlTiN | Hannibal Carbide Tool, Inc, Pristupljeno: 18.10.2024. Dostupno: <https://www.hannibalcarbide.com/technical-support/titanium-coatings/>
- [19] All-Round Refinement Coating TiN |, Eifeler High-Tech Coatings. Pristupljeno: 18.10.2024. Dostupno: https://www.eifeler-austria.com/en/pvd_coating/hard_coating_tin/
- [20] PVD Coating | TiCN Titanium Carbon-Nitride Coating. Pristupljeno: 24.10.2024. Dostupno: https://www.northstarcoating.com/pvd_coating_TiCN.aspx
- [21] Prof.dr.sc Danko Ćorić, Doc.dr.sc. Željko Alar: Odabrana poglavlja iz mehaničkih svojstava materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje Zagreb, Sveučilište u Zagrebu, 2016/2017.
- [22] Angel Fernandez Cuello, Lostale, Claveria, Pere Castell: Enhancement of Tribological Behavior of Rolling Bearings by Applying a Multilayer ZrN/ZrCN Coating, Department of Mechanical Engineering, University of Zaragoza EINA, Španjolska, 2019
- [23] M.T. Hutchings, P.J. Withers, T.M Holden, Torben Lorentzen: Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction, Boca Raton, 2005.
- [24] Murat Deveci: Measurement Methods of Residual Stresses, a Nova Instruments company Stresstech Bulletin 12, 2003