

Ispitivanje otpornosti na trošenje PACVD prevlaka na različitim materijalima podloga

Smrkulj, Viktor

Undergraduate thesis / Završni rad

2017

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:235:735302>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-09-15**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Viktor Smrkulj

Zagreb, 2017.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Izv. prof. dr. sc. Suzana Jakovljević

Student:

Viktor Smrkulj

Zagreb, 2017.

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

Zahvaljujem se svojoj mentorici, izv. prof. dr.sc. Suzani Jakovljević na stručnoj pomoći tijekom izrade završnog rada i ukazanom povjerenju.

Također se želim zahvaliti asistentu mag.ing. Ivanu Primorcu na strpljenju i pomoći prilikom provedbe eksperimentalnog dijela rada.

I na kraju, hvala mojoj obitelji i mojim prijateljima koji su mi bili podrška tijekom cijelog studija.

Viktor Smrkulj



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



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

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

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Viktor Smrkulj**

Mat. br.: 0035198354

Naslov rada na
hrvatskom jeziku:

**Ispitivanje otpornosti na trošenje PACVD prevlaka na različitim
materijalima podloga**

Naslov rada na
engleskom jeziku:

Wear testing of PACVD coatings on different substrates

Opis zadatka:

Tribologija je znanost i tehnika o površinama u dodiru i relativnom gibanju i o pratećim aktivnostima. Danas postoji velik broj postupaka prevlačenja površina kako bi se poboljšala svojstva materijala, poput korozijske otpornosti i otpornosti na trošenje.

U ovom je radu potrebno:

- 1) opisati mehanizame erozije i abrazije česticama,
- 2) opisati PACVD postupke prevlačenja,
- 3) odrediti otpornost na erozijsko trošenje uzoraka,
- 4) odrediti otpornost na abrazijsko trošenje uzoraka,
- 5) komentirati dobivene rezultate te dati zaključak.

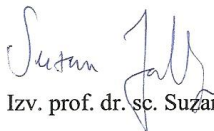
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
30. studenog 2016.


Rok predaje rada:
1. rok: 24. veljače 2017.
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2017.
3. rok: 22. rujna 2017.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 27.2. - 03.03. 2017.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2017.
3. rok: 25.9. - 29. 09. 2017.

Zadatak zadao:


Izv. prof. dr. sc. Suzana Jakovljević

v.d. predsjednik Povjerenstva:


Izv. prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY	VI
1. UVOD.....	1
2. OSNOVNA PODJELA POSTUPAKA.....	2
2.1. Postupci modificiranja površina.....	2
2.1.1. Mehaničko modificiranje	2
2.1.2. Toplinsko modificiranje.....	2
2.1.3. Toplinsko-kemijsko modificiranje.....	3
2.1.3.1. Nitriranje	3
2.2. Postupci prevlačenja	4
2.2.1. Toplinska prevlačenja	4
2.2.2. Mehanička prevlačenja	4
2.2.3. Toplinsko-mehaničko prevlačenje	4
2.2.4. Kemijsko prevlačenje.....	5
2.2.5. Elektrokemijsko prevlačenje.....	5
2.2.6. Prevlačenja u parnoj fazi.....	5
3. PREVLAČENJA U PARNOJ FAZI	6
3.1. Kemijsko taloženje iz parne faze	6
3.2. Fizikalno taloženje iz parne faze.....	6
3.3. Plazmom potpomognuto kemijsko taloženje iz parne faze.....	8
3.4. Tvrde prevlake	10
4. TROŠENJE.....	11
4.1. Abrazija.....	12
4.2. Adhezijsko trošenje.....	13
4.3. Umor površine.....	14
4.4. Tribokorozija.....	15
5. PROCESI TROŠENJA.....	16
5.1. Abrazijsko trošenje	17
5.1.1. Eksperimentalno određivanje otpornosti na abrazijsko trošenje	18
5.2. Erozijsko trošenje	19
5.2.1. Eksperimentalno određivanje otpornosti na eroziju česticama.....	23
EKSPERIMENTALNI DIO.....	24
6. IZRADA ISPITNIH UZORAKA	25
6.1. Ispitni uzorci	25
6.2. Toplinska obrada čelika X37CrMoV5 – 1	26
6.2.1. Provedena osnovna toplinska obrada.....	26
6.2.2. Plazmatsko nitriranje	27

6.3. Parametri PACVD postupka	28
7. PROVEDBA ISPITIVANJA.....	31
7.1. Ispitivanje trošenja na uređaju „suhi pijesak/gumeni kotač“	31
7.2. Ispitivanje na erozijsko trošenje suhim pijeskom	33
8. REZULTATI ISPITIVANJA	35
8.1. Gubitak mase abrazivskim trošenjem	35
8.2. Gubitak mase erozijskim trošenjem	37
8.3. Analiza trošenih površina.....	38
9. ZAKLJUČAK.....	43
LITERATURA.....	44
PRILOZI.....	45

POPIS SLIKA

Slika 3.1.	Fizikalno taloženje iz parne faze (PVD).....	7
Slika 3.2.	Shematski prikaz PACVD uređaja.....	8
Slika 4.1.	Jedinični događaj abrazije.....	12
Slika 4.2.	Jedinični događaj adhezije.....	13
Slika 4.3.	Jedinični događaj umora površine.....	14
Slika 4.4.	Jedinični događaj tribokorozije.....	15
Slika 5.1.	Opći oblik procesa trošenja.....	16
Slika 5.2.	Shema tribosustava abrazijskog trošenja.....	17
Slika 5.3.	Procesi trošenja abrazijskih tribosustava.....	17
Slika 5.4.	Skica uređaja „suhi pijesak/gumeni kotač“	18
Slika 5.5.	Uređaj „suhi pijesak/gumeni kotač“	19
Slika 5.6.	Shema tribosustava erozije česticama.....	19
Slika 5.7.	Jedinični sudar krute čestice s trošenom površinom.....	20
Slika 5.8.	Procesi trošenja erozijom česticama.....	21
Slika 5.9.	Brzina erozije u funkciji kuta udara čestice za duktilne i krhke materijale.....	21
Slika 5.10.	Utjecaj kuta udara na erozijsko trošenje krutim česticama.....	22
Slika 5.11.	Utjecaj veličine krutih čestica na erozijsko trošenje kod kuta upada čestice 90°.....	22
Slika 5.12.	Shema ispitivanja otpornosti na eroziju česticama.....	23
Slika 5.13.	Uređaj za ispitivanje erozijskog trošenja.....	23
Slika 6.1.	Cjelokupna toplinska obrada čelika X37CrMoV5 – 1.....	26
Slika 6.2.	Osnovna toplinska obrada čelika X37CrMoV5 – 1.....	26
Slika 6.3.	Postupak nitriranja u plazmi.....	27
Slika 7.1.	Ispitni uzorci za abrazijsko trošenje.....	31
Slika 7.2.	Kvarcni pijesak (prizmastičnog oblika), zrnatosti 0,063 - 0,315 mm.....	32
Slika 7.3.	Ultrazvučna kupka.....	32
Slika 7.4.	Mjerna vaga „Mettler“ Zurich.....	32
Slika 7.5.	Ispitni uzorci za erozijsko trošenje.....	33
Slika 7.6.	Držać uzorka u uređaju za erozijsko trošenje.....	34
Slika 8.1.	Međusobna ovisnost promjene masa uzoraka i broja okretaja.....	36
Slika 8.2.	Međusobna ovisnost promjene masa uzoraka i trajanja izloženosti erozivnom djelovanju čestica.....	38

POPIS TABLICA

Tablica 3.1.	Usporedba postupaka prevlačenja iz parne faze.....	9
Tablica 6.1.	Popis ispitnih uzoraka.....	25
Tablica 6.2.	Kemijski sastav čelika X37CrMoV5 – 1.....	25
Tablica 6.3.	Kemijski sastav čelika X22CrMoV12 - 1.....	25
Tablica 6.4.	Parametri nitriranja u plazmi.....	27
Tablica 6.5.	Parametri PACVD postupka TiCN prevlake 2 μm	28
Tablica 6.6.	Parametri PACVD postupka TiCN prevlake 3 μm	29
Tablica 6.7.	Parametri PACVD postupka TiN prevlake 2 μm	30
Tablica 8.1.	Rezultati mjerenja mase ispitnih uzoraka (abrazija).....	35
Tablica 8.2.	Prikaz promjene mase uzoraka ovisno o broju okretaja.....	35
Tablica 8.3.	Rezultati mjerenja mase ispitnih uzoraka (erozija česticama).....	37
Tablica 8.4.	Prikaz promjene masa ovisno o trajanju izloženosti erozivnom djelovanju.....	37
Tablica 8.5.	Abrazijom trošene površine snimljene na stereomikroskopu.....	39
Tablica 8.6.	Erozijom trošene površine snimljene na stereomikroskopu.....	41

SAŽETAK

U radu je opisano ispitivanje otpornosti prevlaka na abrazijsko i erozijsko trošenje česticama suhog kvarcnog pijeska. Od šest ispitnih uzoraka, četiri uzorka imaju TiCN i jedan TiN prevlaku proizvedenu plazmatski potpomognutim kemijskim prevlačenjem iz parne faze (PACVD), a jedan je uzorak prevučen fizikalnim postupkom prevlačenja iz parne faze (PVD). Ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje provedeno je određivanjem gubitka mase nakon 15 i 30 minuta u mlazu suhog pijeska. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje provedeno je metodom „suhi pijesk/gumeni kotač“ praćenjem gubitka mase uzorka nakon 20, 50 i 70 okretaja.

Ispitivanja su pokazala manji gubitak mase, te manje trošenje površine kod uzorka s PVD prevlakom u odnosu na uzorke s PACVD prevlakom.

Ključne riječi: trošenje, abrazijska, erozija, prevlačenje, PACVD, PVD

SUMMARY

The text deals with testing coatings on abrasion and erosion wear resistance under the influence of dry quartz sand particles. Of all six samples, four of them have TiCN and one have TiN coating produced by the plazma-asisted chemical vapour deposition (PACVD), while one sample is coated with physical vapour deposition (PVD). Erosion resistance test were carried out, and the mass loss after 15, and 30 minutes of wear in the dry sand stream is determined. Abrasion wear resistance were carried out using the test method „dry sand/rubber wheel“ and tracking mass loss of each sample after 20, 50 and 70 revolutions.

Tests showed less mass loss and less wear of coating by the sample coated with PVD process than the samples coated with PACVD process.

Key words: wear, abrasion, erosion, coating, PACVD, PVD

1. UVOD

Problemi trenja i trošenja u praksi su vrlo kompleksni zbog odvijanja mnogostrukih triboloških procesa. Stoga je nužna brižljiva neposredna i posredna analiza svih komponenta i utjecaja u tribosustavu. Iz iskustva proizlazi da je trenje i trošenje materijala svojstvo sustava, jer na procese osim materijala elemenata tribosustava utječe konstrukcijska izvedba tribosustava, vrste i način opterećenja te naprezanja, način podmazivanja i drugi čimbenici. Stoga se svaki problem mora rješavati individualno, ali uzimajući u obzir temeljne parametre i utjecajne veličine u tribosustavu. Analiza nekog tribološkog sustava obuhvaća razmatranje:

- tehničke funkcije,
- kolektiva naprezanja,
- strukture tribosustava,
- značajki trenja i trošenja

Iz mnogobrojnosti mogućih međudjelovanja proizlaze različiti mehanizmi trošenja, koji su povezani s karakterističnim tipovima i oblicima trošenja. Budući da u praksi trošenja često nastupa istovremeno i nekoliko mehanizama, to teško je samo na osnovi izgleda istrošene površine zaključiti o uzrocima oštećenja. Pri razvoju novih konstrukcija i dijelova za tribološke primjene uputno je koristiti analizu tribosustava za izbor tribološki prikladnih materijala. Informacije koje proizlaze iz takve analize mogu upućivati na pojavu najvjerojatnijih tipova i mehanizma trošenja. Iz njih slijede i mogući načini rješavanja i smanjenja trošenja:

- konstrukcijske izmjene dijela,
- primjena novih materijala,
- primjena međuslojeva,
- primjena slojeva otpornih na trošenje.

Konstrukcijske izmjene ili promjena materijala često nisu moguće ili pak opravdane s tehničkog ili ekonomskog stajališta. Zato se kao racionalno rješenje nude različiti slojevi za zaštitu od trošenja. Iz ponude raznovrsnih postupaka za nanošenje slojeva ili modificiranje površina sve je teže odabrati najprikladniji u konkretnoj situaciji trošenja [1].

2. OSNOVNA PODJELA POSTUPAKA

Na osnovi temeljnih fizikalnih i kemijskih zakonitosti procesa izvršena je podjela i klasifikacija postupaka obradbe površina. Osnovna je podjela na postupke modificiranja i na postupke prevlačenja. Kod postupaka modificiranja površinski sloj nastaje od polazne površine prema unutrašnjosti metala dok se kod postupaka prevlačenja površinski sloj stvara na polaznoj površini. Površinski slojevi se razlikuju od osnovnog obrađivanog materijala u pogledu kemijskog sastava, mikrostrukture, kristalne rešetke i drugih fizikalnih i kemijskih svojstava koji daju različita eksploatacijska svojstva. Modificiranje i prevlačenje površina može se provesti mehaničkim, toplinskim, kemijskim i elektrokemijskim procesima kao i kombinacijom dva ili više procesa. Osim toga, niti osnovnu podjelu postupaka nije moguće primijeniti kod graničnih slučajeva kod kojih su prisutni elementi karakteristični za obje skupine [2].

2.1. Postupci modificiranja površina

Modificiranje površinskih slojeva metalnih materijala može se provesti primjenom postupaka koji se u osnovi razlikuju prema vanjskom djelovanju koje može biti mehaničko, toplinsko ili toplinsko-kemijsko:

2.1.1. Mehaničko modificiranje

Mehaničkim unošenjem tlačnih napetosti u površinski sloj metalnog materijala provode se promjene u kristalnoj rešetci (pomicanje i umnožavanje dislokacija) što pridonosi povećanju otpornosti površine. To se provodi postupcima kontroliranog sačmarenja površina konstrukcijskih dijelova, najčešće zupčanika, u cilju dodatnog povećanja nosivosti boka zuba i povišenja dinamičke izdržljivosti zupčanika [2].

2.1.2. Toplinsko modificiranje

Unošenjem toplinske energije u površinski sloj strojnih dijelova izrađenih od čelika i željeznih ljevova omogućava se površinsko kaljenje. Pri visokoj gustoći toplinske energije i kratkim trajanjima, ugrijavanje je ograničeno samo na površinski sloj. Postupci površinskog kaljenja su već dugi niz godina vrlo zastupljeni u industrijskoj praksi. Osim plamenog i

indukcijskog zagrijavanja, u novije se vrijeme primjenjuju i noviji postupci ugrijavanja primjenom elektronskog snopa ili primjenom lasera [12,13,14,]. Kod ovih postupaka dubina ugrijavanja i zakaljivanja može biti znatno manja. U tim je slučajevima moguće i “samozakaljivanje” odvođenjem topline iz tankog austenitiziranog sloja u unutrašnjost ispod sloja a bez potrebe vanjskog ohlađivanja (gašenja). U pogledu odabira materijala i njihove primjenjivosti za površinsko kaljenje, jasno je izdvojena prikladna skupina konstrukcijskih čelika za poboljšavanje te željeznih ljevova (sivi i nodularni) s perlitnom osnovom u kojoj je dovoljno vezanog ugljika [15,16].

2.1.3. Toplinsko-kemijsko modificiranje

U ovoj podskupini su postupci u kojima se, osim unošenja toplinske energije, unošenjem drugih kemijskih elemenata mijenja kemijski sastav a time i mikrostruktura i svojstva površinskih slojeva. Nemetalni se elementi mehanizmom difuzije unose u površinski sloj metalnog materijala. U industriji strojogradnje mnogo se primjenjuju postupci pougljičavanja, nitriranja te kombinirani postupci istovremene difuzije ugljika i dušika (karbonitriranje i nitrokarburiranje) kao i varijante sa sumporom ili s kisikom [2].

2.1.3.1. Nitriranje

Prema DIN-u 10052, nitriranje je definirano kao obogaćivanje površinskog sloja obratka dušikom toplinsko kemijskom obradom. Toplinsko-kemijska obrada sastoji se od izlaganja obradaka iz željeznih materijala, čelika, željeznog lijeva, na temperaturama koje su obično između 500°C i 600°C, u sredstvu koje otpušta dušik. Obrade se provode u tekućim rastaljenim solima, plinu ili plazmi [1].

Nitriranje u plazmi

Postupci ionizacije prvi puta su primjenjeni 60-ih godina 20. stoljeća. Ionitriranje je poboljšana verzija poznatih postupaka nitriranja koristeći se mehanizmom izbijanja iona. U vakuumu, električna energija visokog napona koristi za stvaranje ionizirane atmosfere za stvaranje plazme preko koje ubrzavaju dušikovi ioni prema dijelovima obradka.

„Bombardiranjem“ ionima se zagrijava obradak, čisti površina i unosi dušik. Iako ionitriranje nudi mnogobrojne prednost u pogledu brzine trajanja postupka, dobivene kvalitete površine i slojeva, veće iskoristivosti energije, itd. ograničavajući faktor je vrlo visoka cijena opreme [18].

2.2. Postupci prevlačenja

I kod prevlačenja se primjenjuju različiti postupci koji se prema temeljnom mehanizmu (toplinski, mehanički, kemijski ili u kombinaciji) mogu svrstati u sljedeće podskupine:

2.2.1. Toplinska prevlačenja

Površinski sloj nastaje primjenom topline za rastaljivanje metalnog materijala koji potom kristalizira na površini obrađivanog osnovnog metalnog materijala. Tako se nanose metalni slojevi postupcima navarivanja i postupcima uranjanja u rastaljeni metal. Navarivanja se provode u cilju povećanja otpornosti na trošenje kao i za povećanje otpornosti prema kemijskom utjecaju. Obično su to deblji slojevi širokog polja tolerancija dimenzija i koji se nakon istrošenja mogu regeneracijom obnoviti. Uranjanje u rastaljeni metal (nižeg tališta od čelika, na primjer Zn, Pb) primjenjuje se uglavnom za povećanje otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju [2].

2.2.2. Mehanička prevlačenja

Mehaničkim djelovanjem ostvaruje se deformacijsko spajanje različitih metalnih materijala koji imaju bitno različita svojstva, najčešće otpornost prema kemijskom djelovanju. Pored ranijih postupaka spajanja primjenom toplog valjanja (platiranje limova), sve više se primjenjuje eksplozijsko spajanje [2].

2.2.3. Toplinsko-mehaničko prevlačenje

Toplinskom energijom se rastali dodatni materijal a rastaljene čestice mehaničkim udarom usmjeravaju na površinu obrađivanog predmeta te tamo kristaliziraju. Različitim postupcima naštrcavanja (plamenom, plazmom, detonacijski, elektrolyučno) nanose se različiti metali i legure i mješavine s keramičkim materijalima u cilju povećanja otpornosti na trošenje ali u cilju povećanja otpornosti prema kemijskom djelovanju. Za razliku od navarivanja, naštrcavanjem se nanose tanji slojevi jednolike debljine a moguće ih je također naknadno obnavljati [2].

2.2.4. Kemijsko prevlačenje

Postupci kemijskog prevlačenja primjenjuju se uglavnom radi povećanja otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju. To su postupci fosfatiranja, bezstrujnog niklanja, kromatiranja i sol-gel postupci. Neke vrste tako dobivenih površinskih slojeva imaju, osim povišene otpornosti prema koroziji, i povišenu otpornost na trošenje. Tako se na primjer postupkom bezstrujnog niklanja postižu tvrdoće oko 500 HV radi otopljenog fosfora u niklu. Dodatnom toplinskom obradbom dozrijevanja (starenja) pri temperaturama oko 400 °C postiže se povećanje tvrdoće do oko 1000 HV radi povoljnog djelovanja izlučenih precipitata niklova fosfida na otežavanje gibanja dislokacija [2].

2.2.5. Elektrokemijsko prevlačenje

Ovi se postupci uglavnom primjenjuju u cilju povećanja otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju. Kromirani površinski slojevi imaju pored visoke otpornosti prema koroziji i povišenu tvrdoću i otpornost na trošenje ("tvrdi krom"). Lokalno naneseni slojevi mogu se obnavljati nakon istrošenja [2].

2.2.6. Prevlačenja u parnoj fazi

U posljednje je vrijeme posebno intenzivan razvoj i primjena postupaka prevlačenja u parnoj fazi na području izradbe konstrukcijskih elemenata i alata u cilju povećanja njihove otpornosti i trajnosti. Osim na području izradbe elemenata mikroelektronike i optike, posebno je intenzivan razvoj na području tvrdih "triboloških" slojeva. Prevučeni slojevi na konstrukcijskim elementima i napose na alatima imaju niži koeficijent trenja i višestruko dužu trajnost nego ne prevučeni dijelovi. Postupcima prevlačenja u parnoj fazi nanose se stabilni i tvrdi spojevi koji spadaju u podskupine neoksidne keramike (TiC, TiN, TiCN, TiAlN, TiAlCN, B₄C, SiC,..), oksidne keramike (Al₂O₃, TiO₂,...), metaloorganskih spojeva Me:CH (W₉₇C₃,...) te dijamantu sličnog ugljika (DLC- Diamond Like Carbon). Postoje postupci kemijskog taloženja iz parne faze (CVD) i fizikalnog taloženja iz parne faze (PVD) te plazmom potpomognuti postupci kemijskog taloženja iz parne faze (PACVD) [2]. Detaljnije opisani u 3. poglavlju.

3. PREVLAČENJA U PARNOJ FAZI

3.1. Kemijsko taloženje iz parne faze

Kemijska taloženja iz parne faze (engl. *Chemical Vapour Deposition – CVD*) provode se pri temperaturama oko 1000 °C i primjenjuju se najčešće za sinterirane tvrde metale. Budući da je prethodno sinteriranje provedeno pri višim temperaturama, pri postupku CVD nastaju promjene mikrostrukture i dimenzija. Prevlačenje alatnih čelika po ovom postupku povezano je s tehnološkim poteškoćama koje su vezane uz potrebu naknadnog kaljenja osnovnog materijala ispod prevlake pri čemu se dešavaju promjene dimenzija a nužna je i primjena vakuumskih peći. [2]

3.2. Fizikalno taloženje iz parne faze

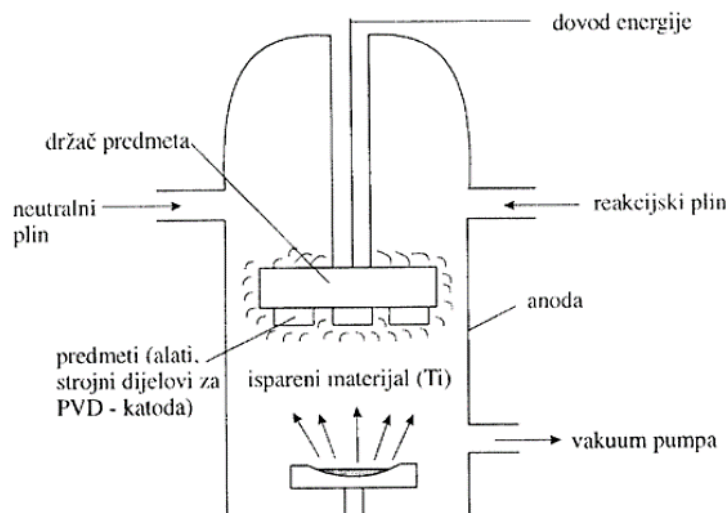
Kod fizikalnog taloženja iz parne faze (engl. *Physical Vapour Deposition – PVD*) temperature procesa su u rasponu od 200 do 500°C. Razlikuje se od CVD postupaka time što se stvaranje slojeva provodi transportom čestica, tj. atoma, molekula i iona u vakuumu, a da se čestice na izvoru prevode fizikalnim načinom iz čvrste u parnu fazu. Pomoću PVD mogu se postići tanke prevlake praktički od svih elemenata. Temperatura osnovnog materijala može se pritom načelno držati toliko niskom da prevučeni PVD sloj ne traži naknadnu toplinsku obradu, tj. da se izvodi uvijek kao posljednji korak obrade. Dobre kvalitete prevlaka zahtijevaju izvjesnu minimalnu temperaturu osnovnog materijala za vrijeme prevlačenja. Kemijski spojevi, kao što su metalni karbidi, nitridi ili oksidi, mogu se također izlučiti reaktivnim vođenjem procesa i danas su u tehničkoj primjeni od velikog značenja.

Za tribološke primjene PVD prevučeni alati poznati su od početka 1980-ih godina. Danas alati za obradu odvajanjem čestica od brzoreznog čelika zauzimaju znatan udio na tržištu. Nasuprot CVD postupcima, na ovaj način mogu se prevlačiti i alati koji su inače skloni deformacijama, kao što su svrdla i glodala, budući da PVD prevučeni dijelovi ne moraju biti naknadno obrađeni. Slično kao CVD prevlake, i PVD prevlake tvrdih spojeva smanjuju trošenje na osnovi sniženja abrazije i adhezije. Nadalje smanjuju i faktor trenja pri adheziji. Time se u usporedbi s neprevučenim dijelovima postiže viša trajnost, odnosno uz jednaku trajnost može se postići npr. viša brzina rezanja. Analogno CVD prevlačenju, i PVD prevlačenje predstavlja općenito skuplje rješenje u usporedbi s izborom visokovrijednog

osnovnog materijala. Ono se zato do danas proširilo na područja gdje su već i najbolji osnovni materijali na granici opteretivosti.

Budući da se pri stvaranju sloja za vrijeme PVD procesa ne radi o kondenzaciji, moguće je u načelu prevlačiti sve materijale, pri nekoj optimalnoj temperaturi. Uz sve čelike mogu se prevlačiti i tvrdi metali i cermeti, kao i neželjezne legure. Ako se temperatura osnovnog materijala drži dovoljno niskom, mogu se prevlačiti i polimeri, i kod odgovarajućeg vođenja procesa i električki nevodljivi keramički materijali. Budući da PVD prevlačenje predstavlja uvijek posljednji korak u proizvodnji, treba kod prevlačenja čelika znati da se za vrijeme prevlačenja ne smije prekoračiti ranije odabrana temperatura popuštanja. Površinska hrapavost dijelova prije prevlačenja treba biti toliko dobra koliko se traži za primjenu, jer PVD prevlačenjem dolazi do samo neznatnog daljnjeg ohrapavljenja površine.

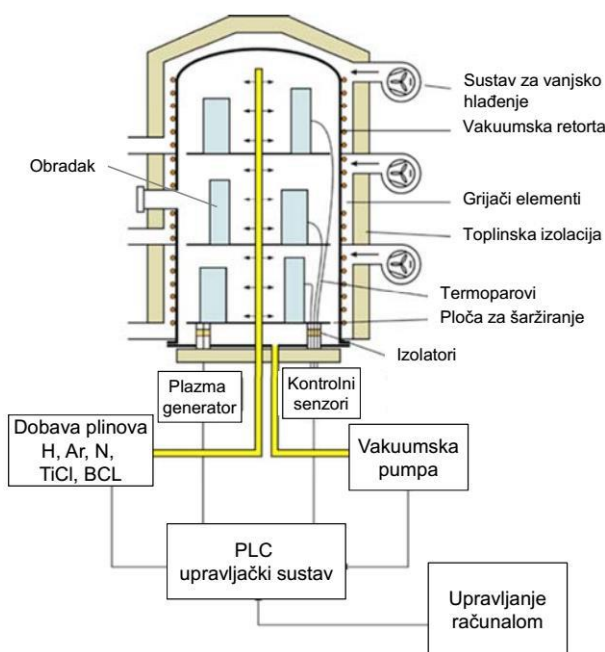
Za tribološke svrhe primjenjivi su nitridi i karbonitridi četvrte do šeste sporedne skupine periodnog sustava. Danas su najvažniji titan-nitrid (TiN), krom-nitrid (CrN, odnosno Cr₂N), ternarni spojevi titan-karbonitrid (Ti[C,N]), a također titan-aluminij-nitrid ([Ti,Al]N). Uz to su poznati brojni daljnji sustavi slojeva [1].



Slika 3.1. Fizikalno taloženje iz parne faze (PVD) [6].

3.3. Plazmom potpomognuto kemijsko taloženje iz parne faze

Kod plazmom potpomognutog kemijskog taloženja iz parne faze (engl. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition – PACVD*) plazma se koristi za ionizaciju i disocijaciju plinova kao i za zagrijavanja osnovnog materijala i aktivaciju kemijskih procesa što omogućuje sniženje temperature nanošenja. Postoji više načina aktiviranja plazme: pulsiranje istosmjerne struje (DC) ili izmjenične struje (AC), izboji radio frekvencije (RF), primjena mikrovalne (MW) pobude i dr. Pulsirajući DC (engl. *direct current*) plazma CVD postupak istosmjerni napon dijeli na kontrolirane pulsirajuće intervale i intervale pauze. Pulsirajući intervali stvaraju plazmu koja omogućuje prevlačenje te je podešavanjem trajanja pulsirajućih intervala i intervala pauze moguće koristiti dovoljno visok napon bez pregrijavanja supstrata. Sastavni dijelovi uređaja za PACVD postupak su vakuumska komora s grijačima, vakuumske crpke, sustav za dobavu plinova (N_2 , Ar, H_2 , CH_4) i prekursora ($TiCl_4$, BCl_3), generator plazme, sustav za neutralizaciju nusprodukata prevlačenja i PLC regulacijski sustav. Na slici 3.2. prikazan je shematski prikaz PACVD uređaja.



Slika 3.2. Shematski prikaz PACVD uređaja [3].

Glavni nedostatak CVD postupka je već spomenuta visoka temperatura procesa ($800-1000^{\circ}C$). PVD postupak provodi se na nižim temperatura od CVD postupka, ali uz nužnost pomicanja i zakretanja alata tijekom procesa zbog ostvarenja tzv. linije vidljivosti (eng. *line of*

sight). U PVD postupku isparivanje metala prevlake i njeno taloženje na površinu obrađivanog predmeta provodi se najkraćim putem, tj. linijom vidljivosti prijenosa atoma između izvora materijala prevlake i površine obradaka u šarži. Ovaj problem djelomično se može riješiti rotiranjem obradaka tijekom prevlačenja, ali prevlačenje dijelova većih masa i/ili složene geometrije, s utorima, rupama i sl. ponekad nije izvedivo. Kako bi se prevladali neki od ovih nedostataka, PACVD postupkom nastoje se objediniti prednosti CVD i PVD tehnologije. Poboljšanje postupka CVD u smjeru sniženje radne temperature obrade na 450 do 600°C ostvareno je ionizacijom plinova (N_2 , Ar, H_2) u vakuumskoj komori peći i ubrzavanjem kemijskih reakcija upotrebom plazme [3].

Tablica 3.1. Usporedba postupaka prevlačenja iz parne faze [6].

Postupak Karakteristika	PVD	CVD	PACVD
Temperatura procesa (°C)	200 - 500	800 - 1000	470 - 580
Kaljenje poslije prevlačenja	ne	potrebno	ne
Potreba za „linijom vidljivosti“	da	ne	ne
Pomicanje šarže	potrebno	ne	ne
Kvaliteta površine obratka	glatka	gruba	vrlo glatka
Poliranje poslije prevlačenja	ovisno	potrebno	ne
Dupleks proces	ne	ne	moгуće
Prionjivost na tvrde metale	vrlo dobra	vrlo dobra	prosječna
Troškovi održavanja	vrlo visoki	niski	niski
Troškovi procesa	visoki	niski	niski
Troškovi ulaganja	visoki	niski	prosječni
Primjena postupka prevlačenja	- tvrdi metali, brzorezni, niskolegirani čelici, - mali dijelovi - masovna proizvodnja - rezni alati	- dijelovi s nižim zahtjevima na postojanost mjera, - alati za duboko vučenje - tvrdi metali	- poboljšani čelik, - potrebna određena otpornost na popuštanje, - veliki alati - složene geometrije

PACVD postupak omogućuje obradu velikih i teških alata bez rotacije i nanošenje jednolične prevlake na alate složene geometrije i oblika te prevlačenje provrta. Mogućnost prethodnog **plazmatskog nitriranja** omogućuje stvaranje potpornog sloja i bolje prionjivosti prevlake u slučajevima niže tvrdoće osnovnog materijala, što je čest slučaj kod alatnih čelika za topli rad. Stoga je navedeni PACVD postupak pogodan za obradu velikih i kompleksno oblikovanih alata izrađenih i od alatnih čelika za topli rad [3].

U ovom radu četiri ispitivana uzorka su bili prethodno nitrirani u plazmi, a zatim je na jednom proveden PVD, a na preostala tri PACVD postupak.

3.4. Tvrde prevlake

Tvrde prevlake (engl. *hard coatings*) najčešće se koriste za tribološku zaštitu reznih alata te su uobičajeno sastavljene od nitrida, borida i karbida prijelaznih metala (TiN, CrN, TiAlN, TiBN, TiCN, itd.). Izbor odgovarajuće tvrde prevlake ovisi o specifičnom tribološkom sustavu (materijal obratka, parametri obrade i materijal alata). Glavna uloga tvrdih prevlaka je poboljšanje svojstava alata i produljenje njegovog vijeka trajanja te unaprjeđenje produktivnosti. Osim zaštite površine alata od trošenja, prevlake se koriste radi poboljšanja podmazivanja, povećanja kemijske postojanosti i otpornosti na koroziju. Prevlake uglavnom nemaju utjecaja na svojstva osnovnog materijala (podloge), ali mogu značajno promijeniti mehanička, toplinska, optička i električna svojstva površine podloge (osnovnog materijala) [7].

Za tribološku primjenu od primarne je važnosti tvrdoća. Povećanje tvrdoće utječe na smanjene žilavosti za gotovo sve vrste materijala. Tvrdoću i žilavost treba uzeti u obzir kada se raspravlja o otpornosti na trošenje. Tvrdoća modernih prevlaka koje se danas koriste kod alata više je nego dovoljna, odnosno tvrdoća prevlaka je veća od gotovo svih abrazivnih čestica. Današnji trend u razvoju triboloških prevlaka usmjeren je prema povećanju žilavosti prevlaka (npr. primjenom višeslojnih prevlaka ili gradijentnih prevlaka sa slojevima različitih tvrdoća i žilavosti), prema poboljšanju kemijske i toplinske otpornosti. Tvrdoća prevlake ovisi o debljini, strukturi, kemijskom sastavu prevlake i tvrdoći podloge [7]. Na tvrdoću, ali i vlačnu čvrstoću prevlake utječe i veličina zrna. Smanjenjem veličine zrne dolazi do povećanja tvrdoće i vlačne čvrstoće [8].

4. TROŠENJE

Tribologija je znanost i tehnika o površinama u dodiru i relativnom gibanju i o pratećim aktivnostima. Jednostavnije i razumljivije bi se moglo reći da je tribologija znanstveno-stručna disciplina koja se sveobuhvatno bavi problemima trenja i trošenja.

Tribološke mjere, tj. postupci i metode koje imaju za cilj postizanje prihvatljivih vrijednosti trenja i trošenja u realnim tribosustavima, mogu se podijeliti na:

- izbor materijala triboelemenata
- zaštita površina od trošenja
- uhadavanje
- podmazivanje

U industrijskoj i drugoj primjeni sve više raste potreba za smanjenjem trenja i trošenja iz nekoliko razloga: produžetak vijeka trajanja radnih sustava , povećanje efikasnosti radnih sustava, smanjenje troškova održavanja, smanjenje troškova zastoja, poboljšanje pouzdanosti , povećanje sigurnosti, očuvanje oskudnih izvora materijala , očuvanje energije , smanjenje otpada.

Trenje je sila ili otpor koja se suprotavlja relativnom kretanju krutih tijela u dodiru. Djeluje paralelno s dodirnim površinama, a smjer joj je suprotan smjeru relativnog kretanja.

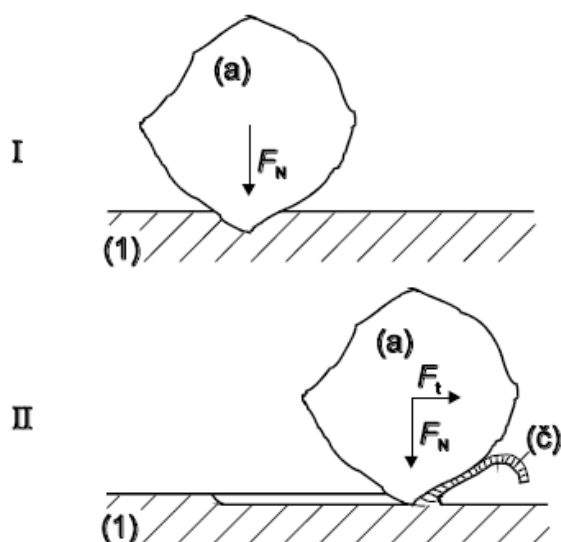
Trošenje je postupni gubitak materijala s površine krutog tijela uslijed dinamičkog dodira s drugim krutim tijelom, fluidom i/ili česticama. Premda postoji neizbrojno veliki broj slučajeva trošenja, većina je autora suglasna da su samo četiri osnovna mehanizma trošenja:

- abrazija
- adhezija
- umor površine
- tribokorozija

Mehanizmi trošenja opisuju se jediničnim događajima. Jedinični događaj je slijed zbivanja koji dovodi do odvajanja jedne čestice trošenja s trošene površine. On uvijek uključuje proces nastajanja pukotina i proces napredovanja pukotina. [4]

4.1. Abrazija

Abrazija je trošenje istiskivanjem materijala, uzrokovano tvrdim česticama ili tvrdim izbočinama. Može se opisati kao mikrorezanje abrazivom nedefinirane geometrije oštrice, s dvije faze jediničnog događaja, slika 4.1.



Slika 4.1. Jedinični događaj abrazije [4].

Jedinični događaj abrazije sastoji se od dvije faze:

I faza - prodiranje abraziva (a) u površinu materijala (1) pod utjecajem normalne komponente opterećenja F_N .

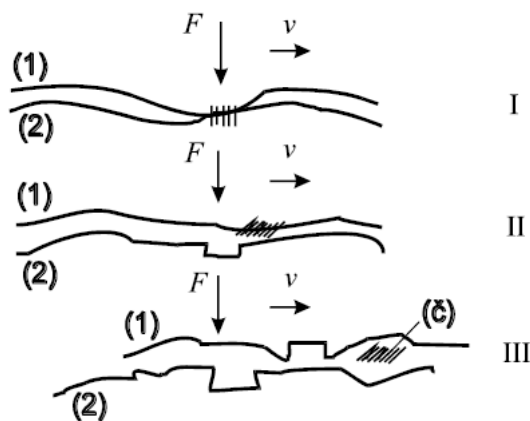
II faza - istiskivanje materijala u obliku čestica trošenja (č) pod utjecajem tangencijalne komponente opterećenja F_t .

Otpornost na I fazu mehanizma abrazije (prodiranje abraziva u površinu materijala) određena je s više utjecajnih čimbenika, a najznačajniji je međusobni omjer mikrotvrdoće abraziva i materijala trošene površine.

Na otpornost na II fazu mehanizma abrazije (istiskivanje materijala u obliku čestica trošenja) najutjecajniji čimbenik je način napredovanja pukotine koji općenito može biti: duktilni, krhki, umor (površine) [4].

4.2. Adhezijsko trošenje

Adhezijsko trošenje karakterizira prijelaz materijala s jedne klizne plohe na drugu pri relativnom gibanju, a zbog procesa zavarivanja krutih faza. Jedinični događaj adhezije može se opisati u tri faze, slika 4.2.



Slika 4.2. Jedinični događaj adhezije [4].

Faza I - Nastajanje adhezijskog spoja različitog stupnja jakosti na mjestu dodira izbočina

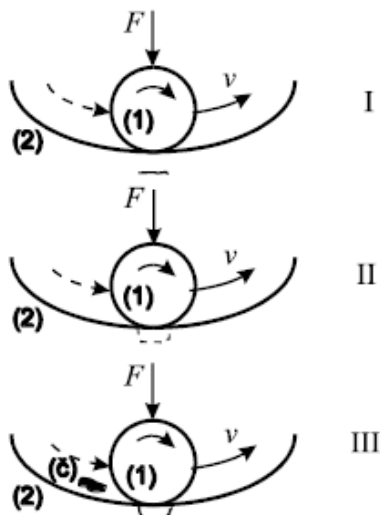
Faza II - Raskidanje adhezijskog spoja. Čestica trošenja ostaje spontano “nalijepljena” na jednom članu kliznog para.

Faza III - Otkidanje čestice (eventualno). Oblik čestica trošenja ovisi o uvjetima, a uglavnom je listićast.

Čestice iščupane s jedne površine ostaju privremeno ili trajno “nalijepljene” odnosno navarene na drugu kliznu površinu [5].

4.3. Umor površine

Umor površine je odvajanje čestica s površine uslijed cikličkih promjena naprežanja. Jedinični događaj umora površine prikazan je na slici 4.3. s tri faze.



Slika 4.3. Jedinični događaj umora površine [4].

Faza I - Stvaranje mikropukotine, redovito ispod površine

Faza II - Napredovanje mikropukotine

Faza III - Ispadanje čestice trošenja, obično oblika pločice ili iverka

U prvoj fazi nastaje podpovršinska pukotina jer je najveće smično naprežanje kod koncentriranog dodira (tzv. Hertz-ovo naprežanje) uvijek ispod same površine. Ovo je tzv. faza inkubacije jer praktički nema nikakvog odvajanja čestica.

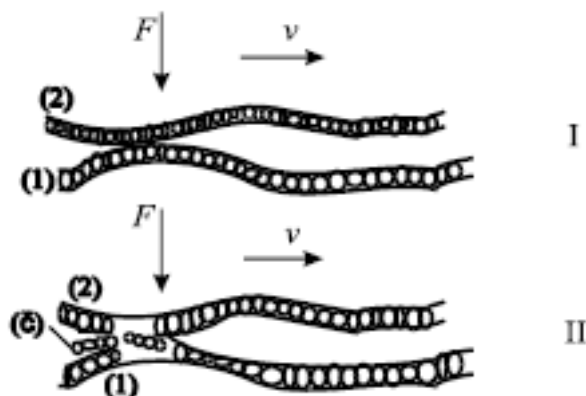
U drugoj fazi podpovršinska pukotina izbija na površinu. Od toga trenutka iz pukotine redovito izlaze sitne kuglaste čestice.

U trećoj fazi jediničnog događaja umora površine dolazi do ispadanja krupne čestice oblika ivera, što na površini ostavlja oštećenje oblika rupice. Zato se ovaj oblik trošenja uobičajeno naziva pitting (rupičenje) [5].

4.4. Tribokorozija

Tribokorozija ili tribokemijsko trošenje je mehanizam trošenja pri kojem prevladavaju kemijske ili elektrokemijske reakcije materijala s okolišem [9].

Jedinični događaj tribokorozije s dvije faze prikazuje slika 4.4.



Slika 4.4. Jedinični događaj tribokorozije [4].

I - stvaranje (ili obnavljanje) sloja produkata korozije

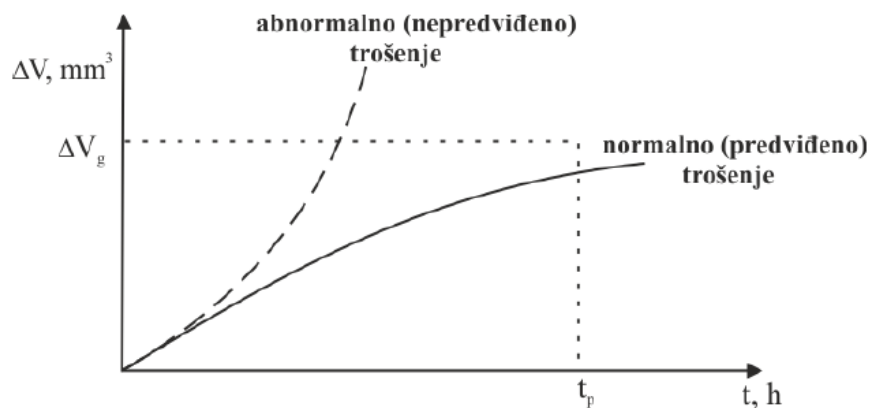
II - mjestimično razaranje sloja produkata korozije

Izgled površina izloženih tribokoroziji ovisi o intenzivnosti odnošenja stvorenih čestica trošenja. Pri maloj intenzivnosti na površini se pojavljuju proizvodi korozije a kod veće intenzivnosti odnošenja površina je naizgled polirana. Čestice trošenja su praškastog oblika, uglavnom oksidne.

Važno je da se čestice trošenja kod tribokorozije stvaraju unutar vanjskog površinskog sloja. Budući da se radi o vrlo tankim slojevima, tribokorozija je redovito slabo intenzivan mehanizam trošenja. Premda se tribokorozija ubraja u osnovne mehanizme trošenja to je ipak kombinacija između kemijskih reakcija na površini triboelementa i jednog od prethodno opisanih osnovnih mehanizama trošenja tj. abrazije, adhezije ili umora površine [5].

5. PROCESI TROŠENJA

Svaki proces trošenja sastoji se od dva mehanizma trošenja ili više njih, koji djeluju istodobno ili u vremenskom slijedu, ovisno o vrsti tribosustava, relativnom gibanju i radnim uvjetima. Cilj tribologije: primjenom odgovarajućih triboloških mjera postići da određeni tribosustav funkcioniра pretežno u režimu tzv. **normalnog trošenja**, slika 5.1.



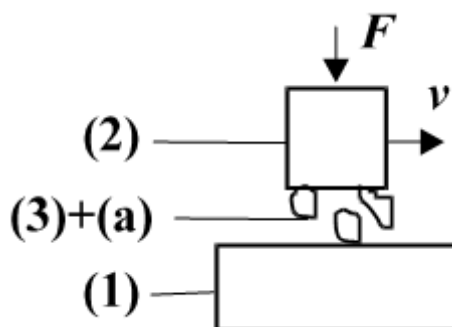
Slika 5.1. Opći oblik procesa trošenja [4].

Prema vrsti elemenata tribosustava, vrsti dodira, načinu opterećenja i obliku relativnog gibanja razlikuju se sljedeći slučajevi trošenja [4] :

- klizno trošenje
- kotrljajuće trošenje
- udarno trošenje
- izjedanje (engl. *fretting*)
- abrazija
- erozija česticama
- erozija kapljevnom
- kavitacija

5.1. Abrazijsko trošenje

Abrazijsko trošenje je istiskivanje materijala izazvano tvrdim česticama ili tvrdim izbočinama. Karakteristika ove vrste trošenja je prisutnost tvrdih abrazivnih čestica uglavnom mineralnog podrijetla, pa se ponekad naziva i mineralno trošenje. Shema tribosustava abrazijskog trošenja prikazana je na slici 5.2.

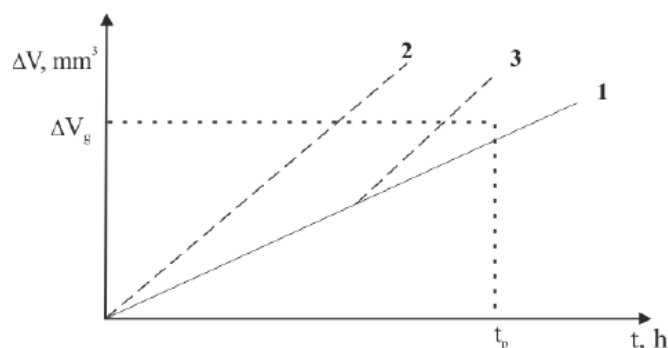


Slika 5.2. Shema tribosustava abrazijskog trošenja; gdje je: (1) - funkcionalni dio, (2) funkcionalni dio, (3) - međusredstvo (mazivo), (a) – abraziv, F – sila, v – brzina [4].

Relativno gibanje se može opisati kao klizanje. Stupanj opasnosti od pojedinih mehanizma trošenja:

- abrazijsko – jako visoki,
- umor površine – niski,
- tribokorozija – najniži.

Moguće promjene iznosa trošenja tijekom abrazijskog trošenja prikazane su na slici 5.3.



Slika 5.3. Proces trošenja abrazijskih tribosustava [4].

Krivulja 1 – normalni process trošenja mehanizmom tribokorozije i selektivne abrazije

Krivulja 2 – abrazija intenzivnija nego se predviđalo pri projektiranju trajnosti

Krivulja 3 – prerano probijanje zaštitnog sloja

Tribološke mjere za izbjegavanje krivulja 2 i 3:

- eliminacija abraziva iz tribosustava (ako je to moguće)
- izbor odgovarajućeg materijala odnosno primjena postupka zaštite površine

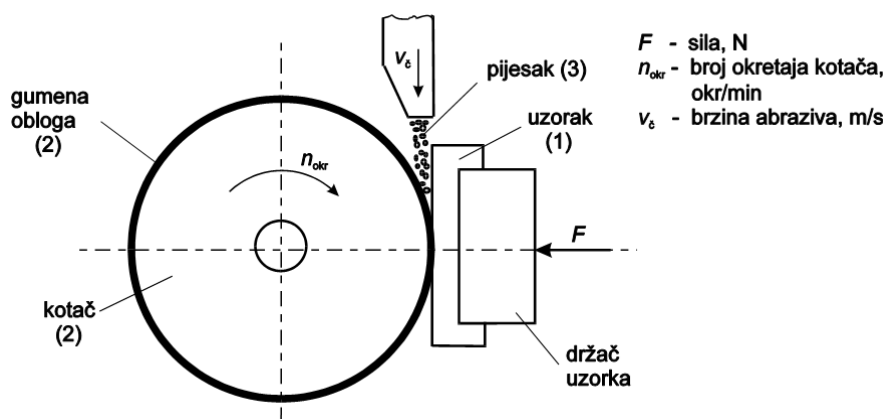
Primjeri abrazijskog trošenja su: radni dijelovi poljoprivredne, građevinske i rudarske mehanizacije, stapne muljne pumpe, alati za obradbu odvajanjem čestica. [4]

5.1.1. Eksperimentalno određivanje otpornosti na abrazijsko trošenje

Za eksperimentalno određivanje otpornosti na abrazijsko trošenje postoji velik broj uređaja i metoda od kojih se ovdje navodi samo test „suhi pijesak/gumeni kotač“.

Ispitivanje „suhi pijesak/gumeni kotač“ (ASTMG G 65 – suhi uvjeti ispitivanja)

Na slikama 5.4. i 5.5. prikazan je uređaj „suhi pijesak/gumeni kotač“.



Slika 5.4. Skica uređaja „suhi pijesak/gumeni kotač“ [5].

Ispitivanje se sastoji od abradiranja uzorka (1) standardnim zaobljenim kvarcnim pijeskom Ottawa AFS 50/70 (3), slika 5.4. Epruveta se naslanja na kotač (2) obložen gumom tvrdoće oko 60 Shore A, a opterećena je utezima preko koljenaste poluge. Sila F iznosi 130 N ili 45 N ovisno o varijanti postupka, a još je promjenljiv i ukupni broj okretaja kotača koji se registrira brojačem [5].



Slika 5.5. Uređaj „suhi pijesak/gumeni kotač“

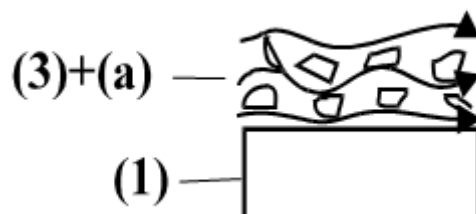
Vaganjem uzorka prije i poslije ispitivanja utvrđuje se gubitak mase koji se preračunava u gubitak volumena. Ova metoda omogućuje relativno rangiranje otpornosti na abrazijsko trošenje različitih materijala ako je prevladavajući mehanizam trošenja abrazija.

Mjerenje [4]:

- gubitak mase,
- dubina traga trošenja analizom profila.

5.2. Erozijska česticama

Erozijska česticama je gubitak materijala s površine krutog tijela zbog relativnog gibanja (strujanja) fluida u kojem se nalaze krute čestice. Shema tribosustava erozijske česticama prikazana je na slici 5.6.



Slika 5.6. Shema tribosustava erozijske česticama; gdje je: (1) – funkcionalni dio, (3) – fluid, (a) - čestica [4].

Relativno gibanje se može opisati kao strujanje. Opasnosti od pojedinih mehanizma trošenja:

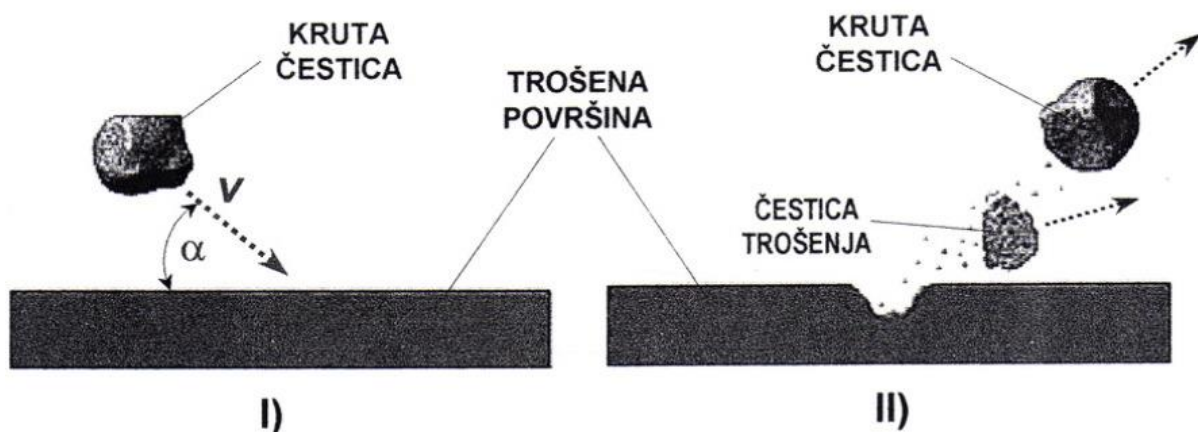
- abrazija – vrlo visoki,
- umor površine – visoki,
- tribokorozija- najniži.

Budući da je osim mehanizma abrazije u procesima erozije česticama značajan i mehanizam umora površine, njihovi učinci i utjecaji različitih čimbenika opisuju se na razini jediničnog sudara čestice s trošenom površinom, prikazanog na slici 5.7.

Jedinični sudar sastoji se od dvije faze:

I. „Upad“ krute čestice određenom brzinom gibanja i pod određenim kutom, te njezin trenutni sudar s trošenom površinom materijala;

II. Odbijanje krute čestice od trošene površine uz prateće razaranje površine otkidanjem djelića materijala u obliku čestice trošenja.



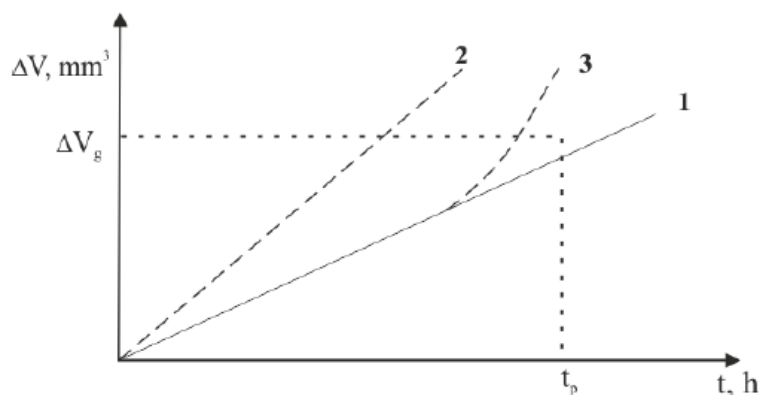
Slika 5.7. Jedinični sudar krute čestice s trošenom površinom [4].

Pokazatelj otpornosti na trošenje je udio i tvrdoća tvrde faze odnosno dinamička izdržljivost površine, ovisno o kutu upada čestica.

Erozija kod koje je strujanje pod malim kutom u odnosu na površinu naziva se **abrazivna erozija**, a kad čestice udaraju o površinu gotovo okomito to je **udarna erozija**.

Karakteristični primjeri erozije česticama su: pumpe za mulj, pjeskarilice, cjevovodi za transport zrnate ili praškaste robe [4].

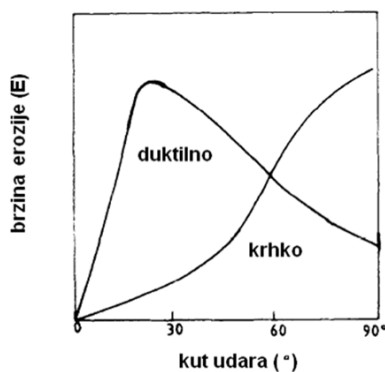
Ovisno o kutu sudara čestica, podjednako opasni mehanizmi trošenja mogu biti abrazija i umor površine. Moguće promjene iznosa trošenja pri eroziji česticama prikazane su slikom 5.8.



Slika 5.8. Proces trošenja erozijom česticama [4]

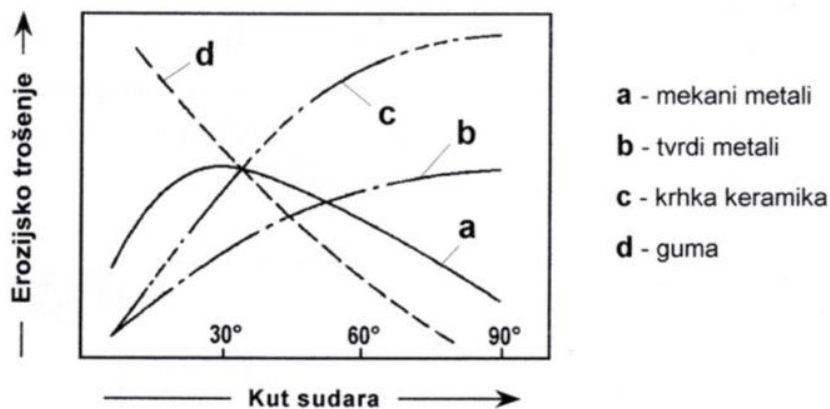
pravac 1 – normalni proces trošenja (abrazijski i mehanizam umora površine),
 krivulja 2 – abrazija intenzivnija nego je predviđeno,
 krivulja 3 – prerani umor površine.

Kut udara (kut upada čestica) α je definiran kao kut između erodiranog materijala i trajektorije erodivnih čestica. Ovisnost brzine erozije o kutu udara je značajno određeno vrstom erodiranog materijala. Na slici 5.9. i slici 5.10. prikazano je da duktilni materijali, kao metali i legure, postižu najveći stupanj erodivnosti za manje kuteve, npr. 15° , 30° . Za razliku od njih, krhki materijali kao npr. Staklo i keramika, najveće vrijednosti postižu za normalni kut, tj. oko 90° . [4]



Slika 5.9. Brzina erozije u funkciji kuta udara čestica za duktilne i krhke materijala [4].

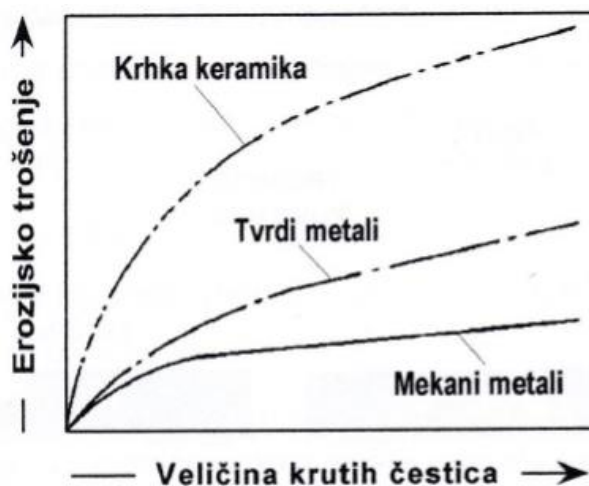
Na slici 5.10. prikazan je utjecaj kuta udara krutih čestica na erozijsko trošenje različitih materijala.



Slika 5.10. Utjecaj kuta udara na erozijsko trošenje krutim česticama [4].

Utjecaj veličine erozijskih čestica

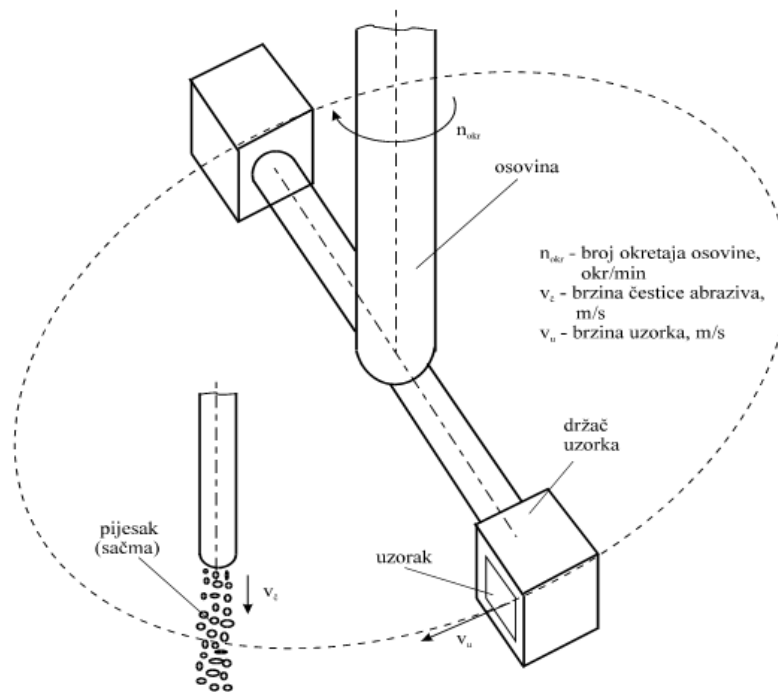
Erozijsko trošenje raste s porastom veličine krutih čestica, što je i razumljivo, budući da veće čestice znače i veću udarnu energiju koja se prenosi na trošenu površinu u trenutku sudara, stoga je također razumljiva i povećana erozijska osjetljivost krhkih materijala na porast veličine erozijskih čestica [4].



Slika 5.11. Utjecaj veličine krutih čestica na erozijsko trošenje kod kuta udara čestica 90° [4].

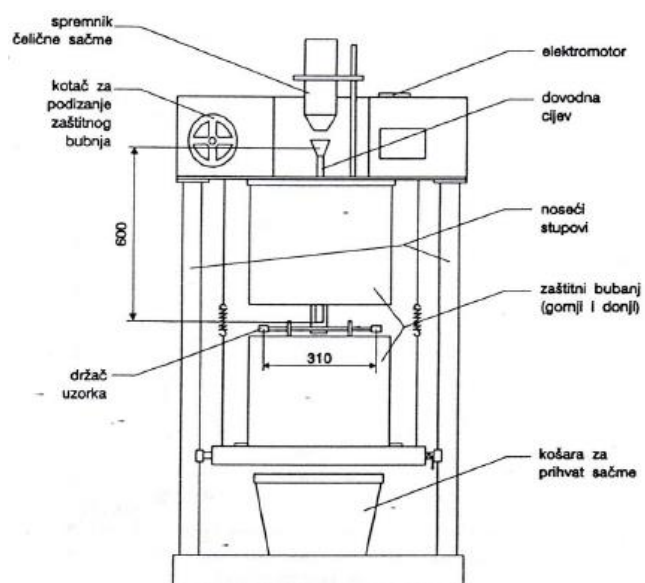
5.2.1. Eksperimentalno određivanje otpornosti na eroziju česticama

Postoji mnogo metoda i načina ispitivanja otpornosti na eroziju česticama. Jedan od uređaja za ispitivanje erozije suhim pijeskom prikazan je na slici 5.13. [5].



Slika 5.12. Shema ispitivanja otpornosti na eroziju česticama [5].

Uzorci se postavljaju u držače koji se nalaze na osovini koja ima konstantan broj okretaja u minuti. Abraziv (pijesak ili sačma) izlazi iz cjevčice i udara u uzorak. Vaganjem uzorka prije i poslije ispitivanja utvrđuje se gubitak mase koji se preračunava u gubitak volumena.



Slika 5.13. Uređaj za ispitivanje erozijskog trošenja a) izgled uređaja, b) shematski prikaz [10].

EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu provedeno je ispitivanje na abrazijsko i erozijsko trošenje. Ispitni uzorci su iz dvije skupine čelika, jedna je alatni čelici za topli rad, a druga su nehrđajući martenzitni čelici. Ovisno o postupku prevlačenja na sebi imaju PVD ili PACVD prevlaku, detaljnije o tome u nastavku.

6. IZRADA ISPITNIH UZORAKA

6.1. Ispitni uzorci

Popis ispitnih uzoraka prikazan je u tablici 6.1., gdje su navedene: njihove oznake, osnovni materijal te prevlaka uzorka.

Tablica 6.1. Popis ispitnih uzoraka

Oznaka	Materijal/Prevlaka
B21	X37CrMoV5-1 + PN+PVD
B00	X37CrMoV5-1 + PN+TiCN 2 μ m
B01	X37CrMoV5-1 + PN+TiCN 3 μ m
B20	X37CrMoV5-1 + PN+TiN 2 μ m
2TiCN	X22CrMoV12-1 + TiCN 2 μ m
3TiCN	X22CrMoV12-1 + TiCN 3 μ m

Tablica 6.2. Kemijski sastav čelika X37CrMoV5-1.

%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Fe
0,37	0,1	0,4	5,2	1,2	0,4	Ostalo

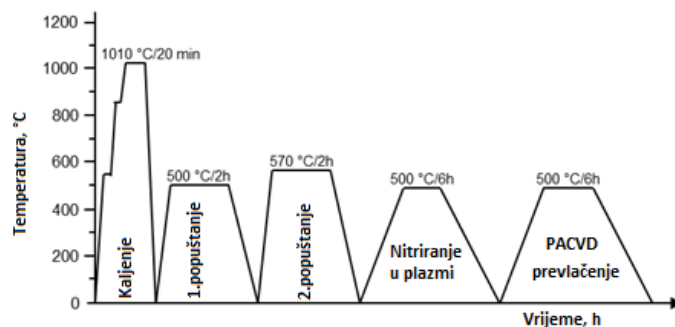
Tablica 6.3. Kemijski sastav čelika X22CrMoV12-1.

%C	%P	%S	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Fe
0,25	0,017	0,008	0,4	0,65	12,08	0,64	0,95	0,63	Ostalo

Čelik **X37CrMoV5-1** pripada skupini alatnih čelika za topli rad, dok čelik **X22CrMoV12-1** pripada skupini martenzitnih nehrđajućih čelika. Ispitni uzorci čelika **X37CrMoV5-1**, prije nanašanja prevlake bili su nitrirani u plazmi. Dok podaci o postupku toplinske obrade martenzitnog nehrđajućeg čelika **X22CrMoV12-1**, kao i parametri PVD postupka, nisu dostupni. Jedino uzorak **B21** ima PVD prevlaku, dok svi ostali imaju PACVD prevlake.

6.2. Toplinska obrada čelika X37CrMoV5 – 1

Na slici 6.1. prikazan je opis kompletne toplinske obrade čelika X37CrMoV5–1 .

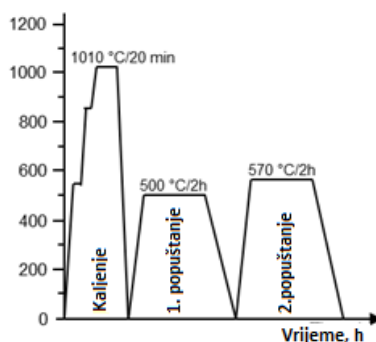


Slika 6.1. Cjelokupna toplinska obrada čelika X37CrMoV5–1.

6.2.1. Provedena osnovna toplinska obrada

Kaljenje i popuštanje provedeno je u vakuumskoj peći VFC25 proizvođača Ipsen GmbH, Njemačka, uz primjenu tehnički super čistog dušika kvalitete 5.0.

- Predgrijavanje: 550°C / 30 min, 850°C / 20 min / dušik
- Austenitizacija: 1010°C / 20 min / dušik
- Gašenje: struja dušika $p = 1050$ mbar
- 1. popuštanje: 500°C / 2 h / dušik
- 2. popuštanje: 570°C / 2 h / dušik

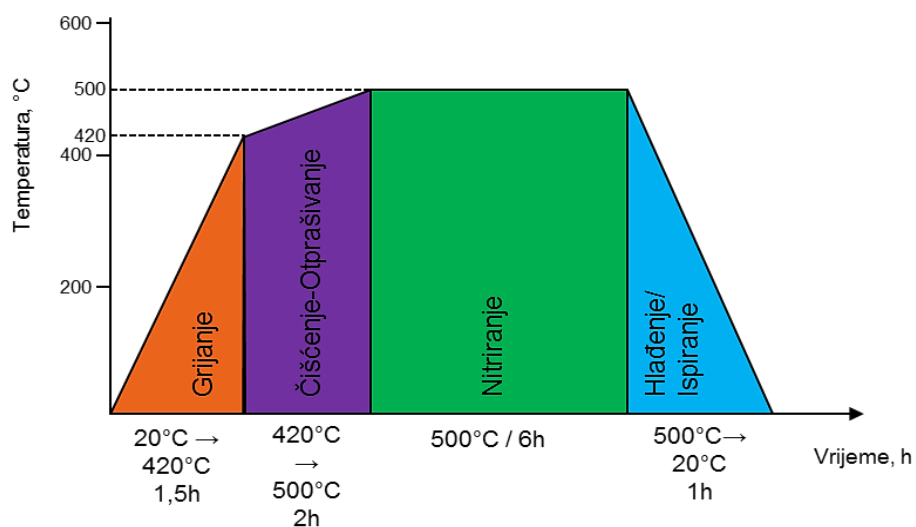


Slika 6.2. Osnovna toplinska obrada čelika X37CrMoV5-1.

Tvrdoća nakon toplinske obrade: 51 HRC

Nakon toplinske obrade svi uzroci najprije su strojno brušeni nakon čega je slijedilo mokro brušenje brusnim papirom redoslijedom zrnatosti P320, P600, P1000 te poliranje dijamantnom pastom Struers DP 9.

6.2.2. Plazmatsko nitiranje



Slika 6.3. Postupak nitiranja u plazmi [11].

U tablici 6.3. prikazani su parametri nitiranja u plazmi ispitnih uzoraka: **B21, B00, B01, B20**.

Tablica 6.4. Parametri nitiranja u plazmi

Parametri procesa	Otprašivanje	Plazmatsko nitiranje
Temperatura	420 - 500°C	500 °C
Vrijeme	2 h	6 h
Protok H₂	200 l/h	190 l/h
Protok N₂	20 l/h	10 l/h
Protok Ar	10 l/h	10 l/h
Sastav plinova	4% Ar, 9% N ₂ , 87% H ₂	5% Ar, 5% N ₂ , 90% H ₂
Snaga plazme	1000 W	1000 W
Napon	540 V	560 V
Tlak	2 mbar	2 mbar

6.3. Parametri PACVD postupka

U tablici 6.5. prikazani su parametri nanašanja TiCN prevlake debljine 2 μ m na uzorke **B00** i **2TiCN**, PACVD postupkom.

TiCN prevlaka - 2 μ m

Tablica 6.5. Parametri PACVD postupka TiCN prevlake 2 μ m.

Br. koraka	1	2	3	4	5	6	
Opis koraka	Grijanje	Čišćenje	TiN	prijelaz TiN→Ti CN	TiCN	Hladenje/ Ispiranje	
Trajanje [h]	1,5	2	1,5	0,5	3	1	
Tlak [mbar]	2	2	2	2	2	2	
Temperatura [°C]	420	420→500	500	500	500	500→20	
Protok	H ₂ [l/h]	140	140	140	140	140	100
	Ar [l/h]	0	10	10	10	10	-
	CH ₄ [l/h]	-	-	-	0→4,5	4,5	-
	TiCl ₄ [l/h]	-	-	3	3	3	-
	N ₂ [l/h]	-	23	15	15→13	13	-
	BCl ₃ [l/h]	-	-	-	-	-	-
Pulsiranje N ₂	-	-	12s/12s	12s/12s	12s/12s	-	
Napon [V]	-	520→540	490	490	490	-	
Snaga plazme [W]	-	900→180 0	1650	1400	1400	-	

U tablici 6.6. prikazani su parametri nanašanja TiCN prevlake debljine 3 μ m na uzorke **B01** i **3TiCN**, PACVD postupkom.

TiCN prevlaka – 3 μ m

Tablica 6.6. Parametri PACVD postupka TiCN prevlake 3 μ m.

Br. koraka	1	2	3	4	5	6	
Opis koraka	Grijanje	Čišćenje	TiN	prijelaz TiN→Ti CN	TiCN	Hlađenje/ Ispiranje	
Trajanje [h]	1,5	2	1,5	0,5	5,5	1	
Tlak [mbar]	2	2	2	2	2	2	
Temperatura [°C]	420	420→500	500	500	500	500→20	
Protok	H ₂ [l/h]	140	140	140	140	140	100
	Ar [l/h]	0	10	10	10	10	-
	CH ₄ [l/h]	-	-	-	0→4,5	4,5	-
	TiCl ₄ [l/h]	-	-	3	3	3	-
	N ₂ [l/h]	-	23	15	15→13	13	-
	BCl ₃ [l/h]	-	-	-	-	-	-
Pulsiranje N ₂	-	-	12s/12s	12s/12s	12s/12s	-	
Napon [V]	-	520→540	490	490	490	-	
Snaga plazme [W]	-	900→180 0	1650	1400	1400	-	

Parametri TiN prevlake, debljine 2 μm , karakteristične zlatne boje, nanese PACVD postupkom na uzorak **B20** prikazani su u tablici 6.7.

TiN prevlaka - 2 μm

Tablica 6.7. Parametri PACVD postupka TiN prevlake 2 μm .

Br. koraka		1	2	3	4
Opis koraka		Grijanje	Čišćenje	TiN	Hladenje/Is piranje
Trajanje [h]		1,5	2	4,5	1
Tlak [mbar]		2	2	2	2
Temperatura [°C]		420	420→500	500	500→20
Protok	H ₂ [l/h]	140	140	140	100
	Ar [l/h]	0	10	10	-
	CH ₄ [l/h]	-	-	-	-
	TiCl ₄ [l/h]	-	-	3	-
	N ₂ [l/h]	-	23	15	-
	BCl ₃ [l/h]	-	-	-	-
Pulsiranje N ₂		-	-	12s/12s	-
Napon [V]		-	520→540	490	-
Snaga plazme [W]		-	900→1800	1650	-

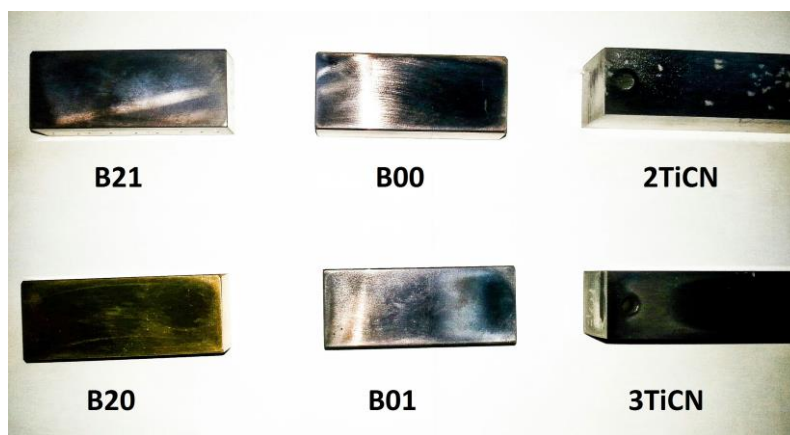
7. PROVEDBA ISPITIVANJA

7.1. Ispitivanje trošenja na uređaju „suhi pijesak/gumeni kotač“

Ispitivanje otpornosti abrazivskom trošenju metodom “suhi pijesak/gumeni kotač” prema normi ASTM G 65 provedeno je na ukupno 6 uzoraka u idućim koracima:

1. čišćenje ispitnog uzorka pomoću ultrazvučne kupke i vaganje početne mase,
2. postavljanje ispitnog uzorka u uređaj za ispitivanje metodom “suhi pijesak/gumeni kotač”,
3. trošenje ispitnog uzorka definiranim brojem okretaja,
4. vađenje ispitnog uzorka iz uređaja,
5. ponovno čišćenje uzorka u ultrazvučnoj kupki,
6. sušenje ispitnog uzorka,
7. vaganje ispitnog uzorka na mjernoj vagi,
8. računanje promjene mase ispitnog uzorka,
9. analiziranje traga trošenja pod stereo mikroskopom.

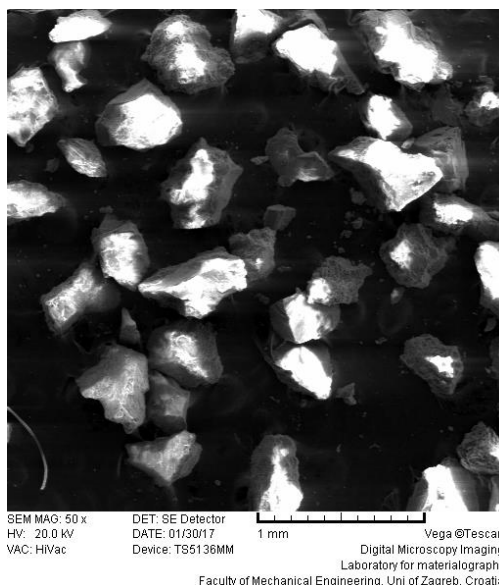
Postupak se ponavljao nakon **20, 50 i 70** okretaja, uvijek na istom tragu trošenja.



Slika 7.1. Ispitni uzorci za abrazivsko trošenje

Parametri ispitivanja:

- brzina rotacije kotača: 200 ± 10 okr/min
- opterećenje 45 N
- protok abraziva: 250-400 g/min
- abraziv: kvarcni pijesak, granulacije 0,063-0,315 mm, slika 7.2.



Slika 7.2. Kvarcni pijesak (prizmatičnog oblika), zrnatosti 0,063 – 0,315 mm.

Provedeno prvotno čišćenje ispitnog uzorka u ultrazvučnoj kupki prikazanoj na slici 7.3. služi da se odstrane slojevi prašine i prljavštine koji su se mogli zadržati na površini ispitnog uzorka, kako bi se precizno znala početna masa.

Proces čišćenja ispitnih uzoraka u ultrazvučnoj kupki se sastoji od punjenja čaše alkoholom dovoljnom količinom koja će prekriti cijeli ispitni uzorak, te zatim stavljanja čaše, u kojoj se nalazi ispitni uzorak uronjen u alkohol, u prostor ultrazvučne kupke napunjene vodom i podešavanje trajanja čišćenja na 90 sekundi. Nakon čišćenja, uzorak se vadi iz čaše te potom suši kako bi bio spreman za mjerenje na vagi (slika 7.4.) ili provedbu abrazijskog ispitivanja.



Slika 7.3. Ultrazvučna kupka.



Slika 7.4. Mjerna vaga „Mettler“ Zurich.

7.2. Ispitivanje na erozijsko trošenje suhim pijeskom

Ispitivanje je provedeno na uređaju za ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje u Laboratoriju za tribologiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje, prikazanom na slici 5.13.. Sami postupak se zasniva na ispitivanju materijala kroz određeni vremenski period i mjerenju gubitka mase nakon ispitivanja. Cjelokupni postupak se može prikazati u nekoliko koraka:

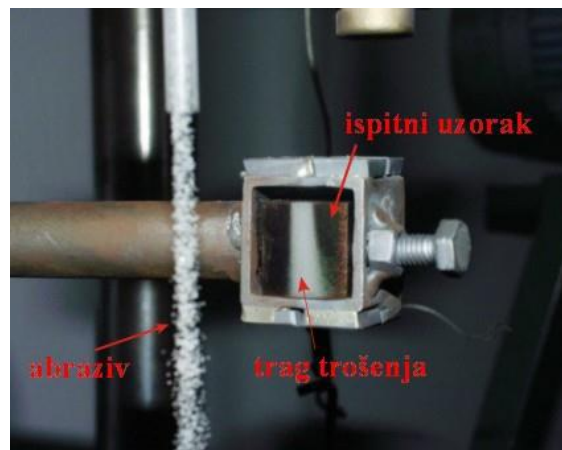
1. čišćenje ispitnog uzorka pomoću ultrazvučne kupke i vaganje početne mase,
2. stavljanje istovremeno dva uzorka u držače uzoraka za ispitivanje,
3. trošenje uzoraka u definiranom vremenskom periodu,
4. vađenje ispitnog uzorka iz uređaja,
5. ponovno čišćenje uzorka u ultrazvučnoj kupki,
6. sušenje ispitnog uzorka,
7. vaganje ispitnog uzorka na mjernoj vagi,
8. računanje promjene mase ispitnog uzorka,
9. analiziranje traga trošenja pod stereo mikroskopom.

Ispitivana su dva traga trošenja, jedan trag u vremenskom periodu od 15 min, a drugi od 30 min. Postupak ultrazvučnog čišćenja i vaganja isti je kao i kod ispitivanja na abrazijsko trošenje, opisano u poglavlju 7.1.



Slika 7.5. Ispitni uzorci za erozijsko trošenje

Uzorci se postavljaju u držače koji se nalaze na osovini koja ima konstantan broj okretaja u minuti. Abraziv (pijesak ili sačma) izlazi iz cjevčice i udara u uzorak. Vaganjem uzorka prije i poslije ispitivanja utvrdili smo gubitak mase za svaki uzorak.



Slika 7.6. Držač uzorka u uređaju za erozijsko trošenje [4].

Parametri ispitivanja:

- broj okretaj uzoraka: 1440 okr/min
- kut udaranja abraziva: 90°
- vrijeme ispitivanja: 15 i 30 minuta
- protok čestica abraziva: 3,0 g/s
- brzina vrtnje uzorka: 24,265 m/s
- abraziv: kvarcni pijesak, granulacije 0,063-0,315 mm, slika 7.2.

8. REZULTATI ISPITIVANJA

8.1. Gubitak mase abrazijskim trošenjem

U tablici 8.1. prikazana je masa uzoraka nakon 20, 50 i 70 okretaja prilikom abrazijskog trošenja.

Tablica 8.1. Rezultati mjerenja mase ispitnih uzoraka (abrazija).

Masa [g]				
uzorak	početna masa	20	50	70
B21	75,8337	75,8336	75,8325	75,8323
B00	74,7269	74,7265	74,7253	74,7249
B01	76,0569	76,0550	76,0540	76,0533
B20	75,3533	75,3533	75,3527	75,3517
2TiCN	165,8789	165,8780	165,8770	165,8762
3TiCN	164,9572	164,9548	164,9535	164,9533

Nakon ispitivanja abrazijskog trošenja i vaganja uzoraka dobije se podatak o gubitku mase pojedinog uzorka koji se određuje prema izrazu:

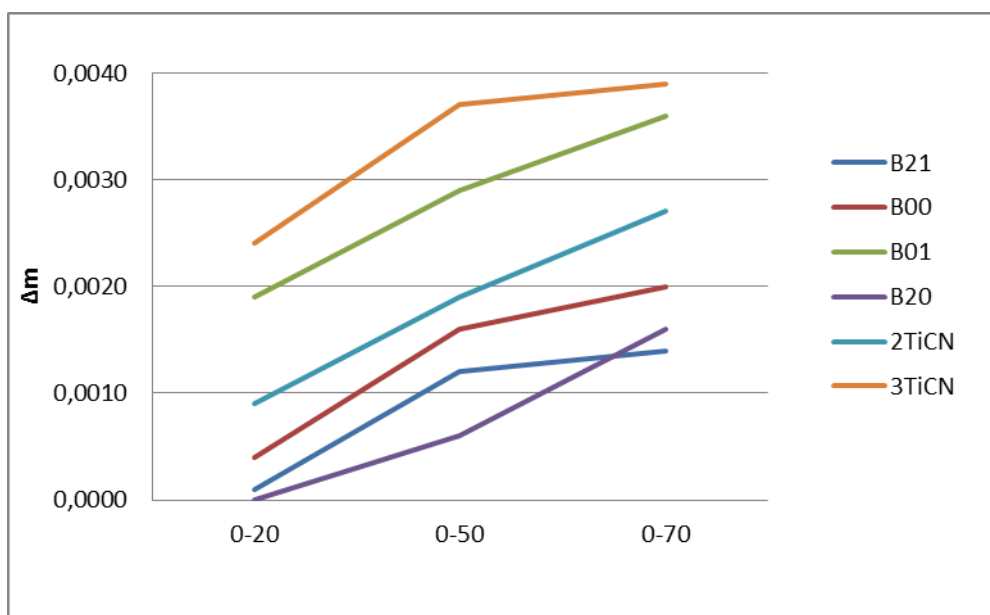
$$\Delta m = m_1 - m_2$$

pri čemu je:

- m_1 - masa uzorka prije ispitivanja, [g],
- m_2 - masa uzorka nakon ispitivanja, [g].

Tablica 8.2. Prikaz promjene mase uzoraka ovisno o broju okretaja.

Promjena mase Δm [g]			
uzorak	0-20	0-50	0-70
B21	0,0001	0,0012	0,0014
B00	0,0004	0,0016	0,0020
B01	0,0019	0,0029	0,0036
B20	0,0000	0,0006	0,0016
2TiCN	0,0009	0,0019	0,0027
3TiCN	0,0024	0,0037	0,0039



Slika 8.1. Međusobna ovisnost promjene masa uzoraka i broja okretaja.

Iz rezultata ispitivanja, može se vidjeti da najveći gubitak mase kod abrazijskog trošenja pokazuje uzorak nehrđajućeg martenzitnog čelika **3TiCN** prevučen TiCN prevlakom debljine 3 μm , nanesenu PACVD postupkom. Najmanji gubitak mase pokazao je uzorak **B21**, koji na sebi ima PVD prevlaku.

Na slici 8.1. prikazana je međusobna ovisnost gubitka mase i broja okretaja svih ispitnih uzoraka.

8.2. Gubitak mase erozijskim trošenjem

U tablici 8.3. prikazana je masa uzoraka nakon erozijskog trošenja suhim česticama pijeska u trajanju od 15 i 30 minuta.

Tablica 8.3. Rezultati mjerenja mase ispitnih uzoraka (erozija česticama).

Masa [g]			
uzorak	početna masa	15 min	30 min
B21	21,7835	21,7815	21,7803
B00	21,6905	21,6876	21,6868
B01	21,8497	21,8469	21,8462
B20	21,9253	21,9218	21,9191
2TiCN	39,2458	39,2438	39,2415
3TiCN	40,7825	40,7790	40,7772

Nakon ispitivanja erozijskog trošenja i vaganja uzoraka dobije se podatak o gubitku mase pojedinog uzorka koji se određuje prema izrazu:

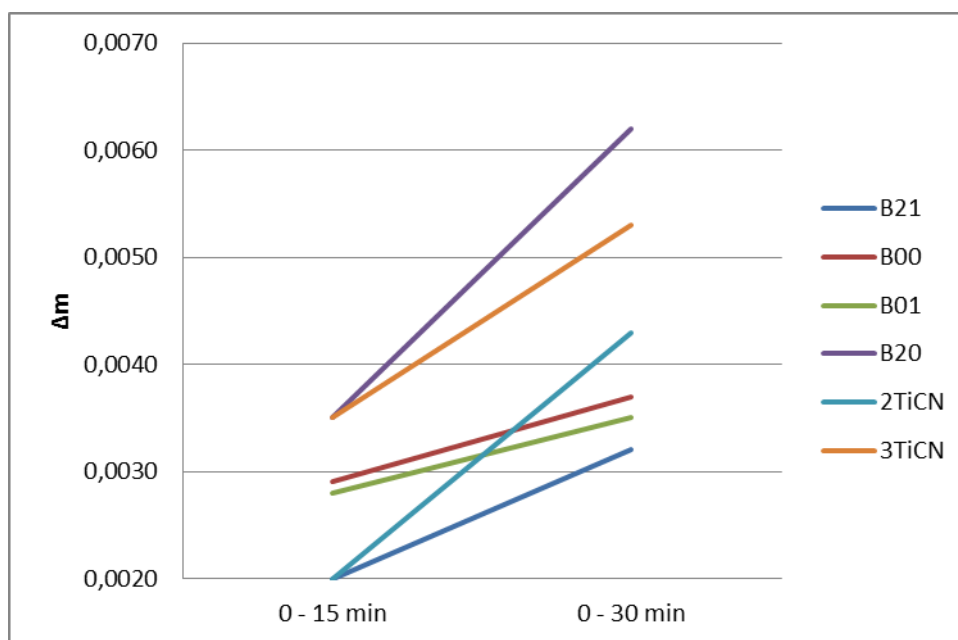
$$\Delta m = m_1 - m_2 \text{ [g]}$$

pri čemu je:

- m_1 - masa uzorka prije ispitivanja, [g],
- m_2 - masa uzorka nakon ispitivanja, [g].

Tablica 8.4. Prikaz promjene mase ovisno o trajanju izloženosti erozivnom djelovanju.

Promjena mase Δm [g]		
uzorak	0 - 15 min	0 – 30 min
B21	0,0020	0,0032
B00	0,0029	0,0037
B01	0,0028	0,0035
B20	0,0035	0,0062
2TiCN	0,0020	0,0043
3TiCN	0,0035	0,0053



Slika 8.2. Međusobna ovisnost promjene masa uzoraka i trajanja izloženosti erozivnom djelovanju čestica.

U tablici 8.4., najveći gubitak mase nakon erozijskog trošenja vidi se kod uzorka **B20**, prevučenog TiN prevlakom debljine 2 μm , nanesenog PACVD postupkom, a odmah iza njega po gubitku mase je uzorak **3TiCN**. Najmanji gubitak mase i ovdje pokazuje uzorak **B21**, prevučen PVD postupkom.

Na slici 8.2. prikazana je ovisnost promjene mase ispitnih uzoraka o trajanju erozivnog djelovanja.

8.3. Analiza trošenih površina

Tragovi trošenja ispitnih uzoraka u tablicama 8.5. i 8.6. snimljeni su stereo mikroskopom „Leica MZ6“, pri povećanju 8 puta.

Na fotografijama u tablicama, naznačeni *tragovi trošenja* predstavljaju mjesta na kojima nije došlo do probijanja prevlake tijekom ispitivanja, dok mjesta *osnovni materijal* označuju područje potpunog „razaranja“ prevlake sve do osnovnog materijala uzorka.

Tablica 8.5. Abrazijom trošene površine snimljene na stereomikroskopu.

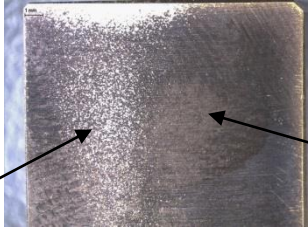

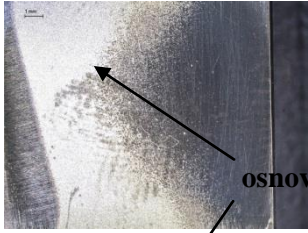

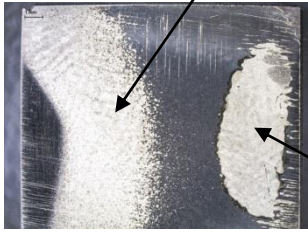
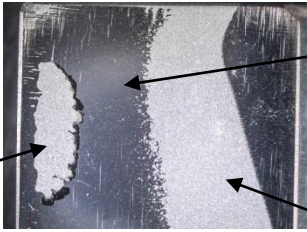

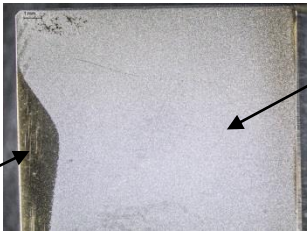

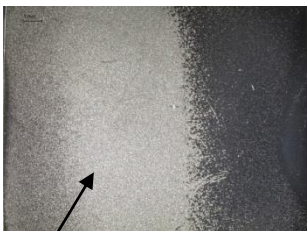


Okretaji/ Uzorak	20	50	70
B21			
B00			
B01			
B20			
2TiCN			
3TiCN			

Nakon svakog seta od 20, 50 i 70 okretaja kod abrazijskog trošenja na fotografijama u tablici 8.5. prikazan je izgled trošene površine.

Vidi se da trag trošenja raste za svaki set okretaja, pa je tako trag nakon 70 okretaja najizraženiji. Kod uzorka **B21** nije došlo do probijanja prevlake ni nakon svih 70 okretaja dok je kod uzoraka **B01**, **B20**, **2TiCN** i **3TiCN** došlo do probijanja prevlake već nakon 20 okretaja, što se može vidjeti na fotografijama u tablici 8.5., po mjestima gdje se vidi osnovni materijal uzorka.

Prevlaka kod uzorka **B00** nije probijena nakon prvog seta od 20 okretaja, već se osnovni materijal nazire tek nakon 50.

Tablica 8.6. Erozijom trošene površine snimljene na stereomikroskopu.

Vrijeme trošenja/ Uzorak	0-15 min	0-30 min
B21		
B00		
B01		
B20		
2TiCN		
3TiCN		

osnovni materijal

U tablici 8.6. prikazane su fotografije tragova trošenja uzoraka nakon izloženosti erozivnom djelovanju čestica suhog pijeska u trajanju od 15 i 30 minuta. Do probijanja prevlake prilikom erozijskog trošenja došlo je već u ispitnom vremenu od 15 minuta kod svih uzoraka, što je vidljivo na fotografijama u tablici 8.6. Tragovi trošenja uzoraka od 30 minuta veći su od onih nakon 15 minuta, što je direktna veza sa gubitkom mase. Proporcionalno rastu veličine traga trošenja, raste i gubitak mase, jer prilikom trošenja površine dolazi do skidanja sloja prevlake što za produkt ima smanjenje mase ispitnog uzorka.

Najotpornijim na erozijsko trošenje pokazao se uzorak **B21**, što se vidi po gubitku mase u tablici 8.4., te na fotografijama iz tablice 8.6. po najmanje izraženom tragu trošenja.

Najviše se potrošila prevlaka uzorka **B20**, koji je pokazao i najveći gubitak mase kod erozijskog trošenja (tablica 8.4.).

9. ZAKLJUČAK

Ispitivanja na abrazijsko i erozijsko trošenje, na uzorcima čelika **X37CrMoV5-1** i **X22CrMoV12-1**, koji na sebi imaju PACVD, odnosno PVD prevlaku dala su slijedeće rezultate:

- kod abrazijskog trošenja najmanji gubitak mase ima uzorak **B21**,
- kod erozijskog trošenja najmanji gubitak mase ima uzorak **B21**,
- kod abrazijskog trošenja najveći gubitak mase ima uzorak **3TiCN**,
- kod erozijskog trošenja najveći gubitak mase ima uzorak **B20**.

Iz rezultata ispitivanja može se zaključiti da je prevlaka nanescna PVD postupkom na čelik **X37CrMoV5-1** pokazala bolju otpornost na abrazijsko i erozijsko trošenje u odnosu na ostale prevlake koje su nanescne PACVD postupkom na isti, odnosno na **X22CrMoV12-1** čelik.

LITERATURA

- [1] Filetin T., Grilec K.: Postupci modificiranja i prevlačenja površina – Priručnik za primjenu, Zagreb, 2004.
- [2] www.feliksmetal.hr/download/literature1.pdf
- [3] Kovačić S.: Diplomski rad: Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad, Zagreb, 2015.
- [4] Grilec K., Jakovljević S.: Tribologija – autorizirana predavanja, Zagreb, 2015.
- [5] Ivušić V.: Tribologija, Zagreb, 1998.
- [6] www.e-ucenje.fsb.hr/pluginfile.php/26052/mod_resource/content/1/Vj_5_prevlacenje%20povrsine%22postupkom%20PACVD%20za%20studente.pdf
- [7] Rointan F. Bunshah: Handbook of Hard Coatings vol. 34, no. 3. William Andrew Publishing, LLC Norwich, New York, U.S.A., 2001.
- [8] P. Martin: Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology, William Andrew, vol. 3rd., pp. 936, 2009.
- [9], Glossary of terms and definitions in the field of friction, wear and lubrication tribology, OECD Publications, Paris 1969.
- [10] I. Kladarić, Ivušić. V.: Otpornost na umor površine poboljšanog nodularnog lijeva, MATRIB, no. 99, pp. 119-127, 1999.
- [11] http://e-ucenje.fsb.hr/pluginfile.php/25613/mod_resource/content/2/Vjezba_4_Plazmatsko_nitriranje.pdf
- [12] M. Stupnišek: Plameno površinsko kaljenje kliznih staza od sivog lijeva u gradnji alatnih strojeva, Strojstvo 13(1971)1-4, 27-33.
- [13] G. Benkowsky: Induktionserwärmung, VEB Verlag Technik, Berlin 1980.
- [14] Lasers in Surface Engineering, ASM International, Materials Park 1998.
- [15] M. Stupnišek: Čelici za poboljšavanje pogodni za plameno i indukcijsko kaljenje, Crna metalurgija, Metalbiro, Zagreb, 1969.
- [16] M. Stupnišek: Kaljivost sivog i nodularnog lijeva, Livarstvo 4(1989)3, 79-83.
- [17] www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=117

PRILOZI

I. CD-R disc