

Karakterizacija PVD TiN prevlake na Ti leguri

Vukes, Tomislav

Undergraduate thesis / Završni rad

2021

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://um.nsk.hr/um:nbn:hr:235:829731>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-11-23**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Tomislav Vukes

Zagreb, 2021.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Karakterizacija PVD TiN prevlaka na Ti leguri

Mentor:

Izv. prof. dr. sc. Suzana Jakovljević

Student:

Tomislav Vukes

Zagreb, 2021.

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

Zahvaljujem se mentorici izv. prof. dr. sc. Suzani Jakovljević na stručnoj pomoći i savjetima tokom izrade rada.

Zahvaljujem se asistentu Draženu Mezdiću, mag. ing. mech. na savjetima i pruženoj pomoći u eksperimentalnom dijelu rada.

Na kraju bih se zahvalio svojoj cijeloj obitelji, na omogućenom bezbrižnom studiranju, pruženoj podršci i povjerenju tokom studiranja.

Tomislav Vukes



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



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

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 - 04 / 21 - 6 / 1	
Ur.broj: 15 - 1703 - 21 -	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Tomislav Vukes** Mat. br.: 0035209565

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Karakterizacija PVD TiN prevlake na Ti leguri**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Characterization of PVD TiN coating on Ti alloy**

Opis zadatka:

Titanijeve legure pronalaze sve širu primjenu u industriji zbog visoke otpornosti na koroziju i odličnih mehaničkih svojstava. Najveći nedostatak ovih legura je njihova mala otpornost na trošenje pa se iz tog razloga Ti legure prevlače tankim tvrdim prevlakama postupkom fizikalnog prevlačenja iz parne faze. Priprema površine osnovnog materijala ima značajan utjecaj na prionjivost prevlake. Novi postupci poput laserske obrade površina pokazuju odlične rezultate u svrhu poboljšanja topografije i hrapavosti površine.

U ovom je radu potrebno:

- 1) prema dostupnoj literaturi napisati dosadašnja istraživanja za Ti legure i prevlake dobivene PVD postupkom
- 2) ispitati hrapavost
- 3) odrediti debljinu prevlake kalotestom
- 4) ispitati tvrdoću osnovnog materijala i prevlake
- 5) komentirati dobivene rezultate te dati zaključak.

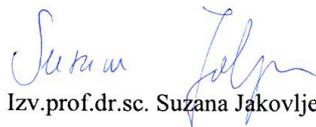
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

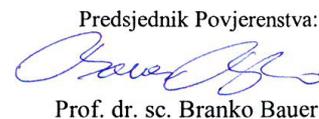
Zadatak zadan:
30. studenoga 2020.

Datum predaje rada:
1. rok: 18. veljače 2021.
2. rok (izvanredni): 5. srpnja 2021.
3. rok: 23. rujna 2021.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 22.2. – 26.2.2021.
2. rok (izvanredni): 9.7.2021.
3. rok: 27.9. – 1.10.2021.

Zadatak zadao:


Izv.prof.dr.sc. Suzana Jakovljević

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	II
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA	V
SAŽETAK.....	VI
SUMMARY	VII
1. UVOD.....	1
2. Inženjerstvo površina.....	2
2.1. Podjela postupaka površinske obrade	3
2.2. Svojstva prevlaka	9
3. PVD postupci.....	10
4. CVD Postupci	16
5. PACVD postupci	21
6. Obrada površine laserskim snopom.....	25
7. Pregled dosadašnjih istraživanja TiN prevlaka na Ti legurama	27
8. Pregled dosadašnjih istraživanja o obradi površine Ti legura laserskim snopom	34
9. Eksperimentalni dio	37
10. Zaključak	48
LITERATURA.....	49
PRILOZI.....	51

POPIS SLIKA

Slika 1. Podjela postupaka oplemenjivanja površina [4]	3
Slika 2. Podjela triboloških prevlaka prema sastavu i obliku [5].....	9
Slika 3. Shematski prikaz fizikalnog taloženja iz parne faze [1]	12
Slika 4. Shematski prikaz uređaja za PVD postupak [12].....	13
Slika 5. Shematski prikaz kemijskog taloženja iz parne faze [1].....	18
Slika 6. Shematski prikaz uređaja za CVD postupak [1]	19
Slika 7. Utjecaj plazme u PACVD postupku [11].....	21
Slika 8. Shematski prikaz uređaja za PACVD postupak [12]	23
Slika 9. SEM morfologija presjeka uzoraka prevučenih TiN na a)650V i b)750V [13].....	24
Slika 10. Utjecaj impulсне frekvencije na prionjivost prevlake i zaostala naprezanja TiN prevlaka [13].....	24
Slika 11. Shematski prikaz obrade površine laserskim snopom [15].....	26
Slika 12. Ovisnost faktora trenja o debljini prevlake i hrapavosti površine [17].....	28
Slika 13. Ovisnost brzine trošenja o debljini prevlake i hrapavosti površine [17].....	29
Slika 14. Eksperimentalni dio rada [18].....	30
Slika 15. Usporedba faktora trošenja materijala bez prevlake i s TiN prevlakom[18]	30
Slika 16. Ovisnost volumena potrošenog materijala o primijenjenom opterećenju [19].....	32
Slika 17. Parametri plazmatskog nitriranja i PACVD postupka [20]	33
Slika 18. Linearni uzorci dobiveni laserskim teksturiranjem površine Ti legure [21].....	35
Slika 19. Jamičasti uzorci dobiveni laserskim teksturiranjem površine Ti legure [21]	35
Slika 20. SEM slika laserskih kanala sa vidljivim rastopljenim ispupčenjima na obje strane kanala [22]	36
Slika 21. Oblik i dimenzije uzoraka	37
Slika 22. R_a po uzorcima prije nanošenja prevlake	39
Slika 23. Uzorci prevučeni TiN prevlakom	40
Slika 24. R_a po uzorcima nakon nanošenja prevlake.....	40
Slika 25. Kategorije oštećenja prevlake [24]	41
Slika 26. Rockwell tvrdomjer.....	42
Slika 27. Oblik indentora kod Vickers metode mjerenja tvrdoće [26].....	44
Slika 28. Prikaz ispravnog i neispravnog položaja kuglice i uzorka pri kalotestu [25]	45
Slika 29. Princip određivanja debljine prevlake [25]	46

POPIS TABLICA

Tablica 1. Tijek provođenja eksperimentalnog dijela rada	37
Tablica 2. Parametri laserske obrade.....	38
Tablica 3. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti prije nanošenja prevlake.....	39
Tablica 4. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti nakon nanošenja prevlake	40
Tablica 5. Otisci na uzorcima uslijed ispitivanja prionjivosti prevlake	42
Tablica 6. Tvrdće uzoraka.....	44
Tablica 7. Otisci kalotesta sa izračunatim debljinama TiN prevlaka.....	47

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
<i>F</i>	N	Sila
<i>HRC</i>	-	Tvrdoća po Rockwellu
<i>HV</i>	-	Tvrdoća po Vickersu
<i>p</i>	Pa	Tlak
<i>P</i>	W	Snaga
<i>R_a</i>	μm	Srednje aritmetičko odstupanje profila
<i>R_{max}</i>	μm	Najveća visina neravnina
<i>R_z</i>	μm	Prosječna visina neravnina
<i>t</i>	°C	Temperatura
<i>v</i>	m/s	Brzina
<i>λ</i>	m	Srednji slobodni put čestica

SAŽETAK

S današnjim razvitkom tehnologije rastu mogućnosti modificiranja površina metala i njihovih legura primjenom inženjerstva površine kojim se uz prihvatljive troškove na površini materijala stvara specifičan sloj koji zadovoljava određene eksploatacijske karakteristike. U radu su ispitana svojstva TiN prevlake nanosene na Ti leguru. Ispitni uzorci su bili dimenzija 17 x 17 x 7 mm. Površine dvaju uzoraka su prije nanošenja prevlake obrađene femtosekundnim laserom u svrhu pripreme površine za bolje prijanjanje prevlake dok je treći uzorak samo poliran. Ispitana je hrapavost površine prije i poslije nanošenja prevlake, tvrdoća, prionjivost prevlake i debljina prevlake.

Ključne riječi: Ti legure, TiN, PVD, obrada površine laserskim snopom

SUMMARY

With today's development of technology, a large number of possibilities modifying the surface of metals and their alloys by applying surface engineering are being discovered. It allows the material to meet certain conditions during exploitation by creating a specific layer on top, all at an acceptable price. This paper specifically examines the quality of TiN coatings applied to Ti alloys. The test specimens in the experiment were blocks made of the Ti6Al4V alloy measuring 17x17x7 mm each. Two samples were laser surface treated with a femtosecond laser before applying the coating for better adhesion of the coating, while the third sample was only polished. Surface roughness before and after the coating, surface hardness and coating adhesiveness were examined in order to conclude if PVD TiN coatings are appropriate to apply on Ti alloys.

Keywords: Ti alloys, TiN, PVD, laser surface treatment

1. UVOD

Najveći utjecaj na vrijednost strojnih dijelova i alata veoma često imaju svojstva njihovih površinskih slojeva jer on određuje krajnju trajnost u eksploataciji te ekonomičnost primjene. Iz navedenog razloga se sve veća pozornost posvećuje razvitku inženjerstva površina i tehnologijama površina. Tehnologije površina se u industrijski razvijenijim zemljama opisuju kao ključne tehnologije jer kvaliteta proizvoda uvelike ovisi o njima [1,2]

Na temelju fizikalnih i kemijskih zakonitosti procesa podijeljeni su i klasificirani postupci obrade površine. Osnovna je podjela na postupke modificiranja i postupke prevlačenja. Kod modificiranja površina površinski sloj nastaje od početne površine prema unutrašnjosti metala dok se kod postupaka prevlačenja površinski sloj stvara na početnoj površini. Razlike površinskog sloja u odnosu na osnovni obrađivani materijal očituju se u pogledu kemijskog sastava, mikrostrukture, kristalne rešetke i ostalih fizikalnih kemijskih svojstava koja rezultiraju različitim eksploatacijskim svojstvima. Modificiranja i prevlačenja površina mogu se provesti mehaničkim, toplinskim, kemijskim i elektrokemijskim procesima ili kombinacijom dvaju ili više procesa [1,2].

U ovom radu ispitana su 3 uzorka Ti6Al4V legure prevučena titanij-nitridnom prevlakom postupkom prevlačenja u parnoj fazi (PVD). Svrha provođenja ispitivanja bila je utvrđivanje svojstava i prikladnosti TiN prevlaka na titanijevim legurama. Za postupak prevlačenja površine veoma je bitno stanje površine prije samog prevlačenja budući da je cilj dobra prionjivost prevlake koja se nanosi. Priprema površine uzoraka izvedena je obradom površine femtosekundnim laserom s dvostruki prolazom.

Za određivanje svojstava TiN prevlake na postojećim Ti legurama provedena su ispitivanja kao što su: ispitivanje osnovnih parametara hrapavosti, debljine prevlake (kalotest), mikrotvrdoće, prionjivosti prevlake.

2. Inženjerstvo površina

Gospodarstveno vrlo značajna tema u današnje vrijeme je smanjenje trenja i trošenja materijala. Procjene godišnjih gubitaka izazvanih trenjem i trošenjem su u znatnom porastu. Istraživanja u zemljama poput Velik Britanije, Njemačke i Japana pokazala su da bi uštede u navedenom području mogle iznositi 1 do 2 % bruto nacionalnog dohotka. Trošenje se dugo vremena pokušavalo smanjiti primjenjivanjem svojstava osnovnih materijala, dok se u zadnje vrijeme najveća pozornost pridaje razvoju i primjeni postupaka modificiranja i prevlačenja površina. Znanstvena i tehnička disciplina „Inženjerstvo površina“ se bavi upravo istraživanjem postupaka za stvaranje materijala koji pružaju učinkovitu zaštitu od različitih tipova trošenja, te njihovom primjenom. Mnogi opisani postupci, osim za stvaranje prevlaka i slojeva otpornih na trošenje, služe istovremeno i za stvaranje slojeva otpornih na koroziju ili površina atraktivnog izgleda. [5]

Razvoj funkcionalnih slojeva i pripadajućih postupaka je sve intenzivniji tako da ga je u praksi vrlo teško pratiti, kako bi se u specifičnom slučaju odabrao prikladan postupak i materijal. [1]

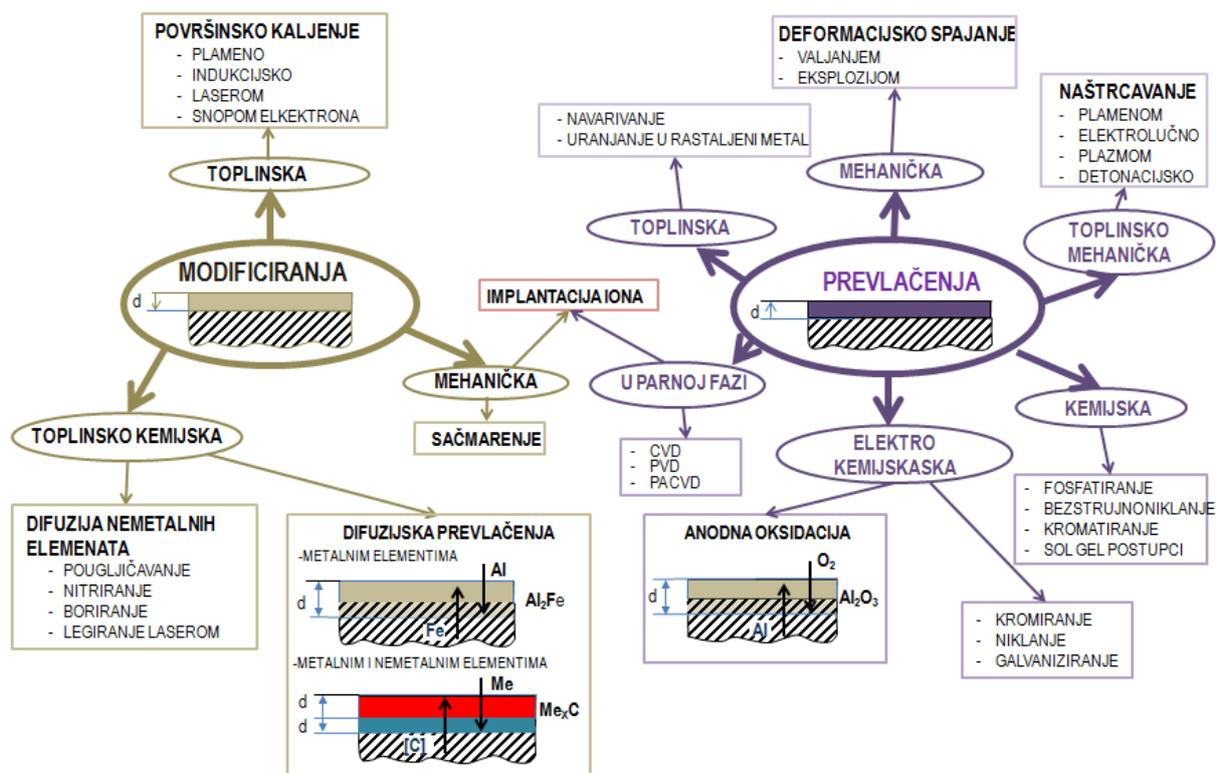
Inženjerstvo površina kao disciplina koja primjenjuje tradicionalne i moderne površinske tehnologije u svrhu stvaranja takvog sustava površinski sloj-osnovni materijal sa svojstvima koja ne može pružiti niti sam površinski sloj niti sam osnovni materijal. Ono je ujedno i znanstveno stručna disciplina koja proučava oplemenjivanje površina u svrhu njene zaštite od trošenja i korozije. Inženjerstvo površina kao najistraživanije područje tribologije konstantno se razvija, što potvrđuje velik broj postupaka oplemenjivanja površina ali isto tako i velik broj varijanti tih istih postupaka čiji broj konstantno raste. Neki od najvažnijih preduvjeta za razvoj inženjerstva površina bili su [3]:

- Postupna degradacija (stradavanje, dotrajavanje) strojnih dijelova koja uvijek ili najčešće počinje od površine, bila ona uzrokovana trošenjem, dinamičkim napreznjima ili korozijom
- Razvitak velikog broja novih tehnoloških postupaka spremnih za primjenu (vrlo sofisticirani uređaji)
- Razvoj suvremenih metoda ispitivanja površinskih slojeva
- Održavanje velikog broja međunarodnih konferencija i seminara na temu navedene problematike

- Povećan broj znanstveno istraživačkih institucija
- Porast broja malih tvrtki specijaliziranih u primjeni novih postupaka površinske obrade.[3]

2.1. Podjela postupaka površinske obrade

Klasifikacija postupaka obrade površine napravljena je na temelju fizikalnih i kemijskih zakonitosti procesa. Osnovna podjela postupaka je na postupke modificiranja i na postupke prevlačenja površina. Razlika između te dvije skupine je da se kod postupaka prevlačenja površinski sloj stvara na polaznoj površini dok kod modificiranja površinski sloj nastaje od polazne površine prema unutrašnjosti metala. Površinski se slojevi razlikuju od osnovnog obrađivanog materijala na temelju kemijskog sastava, mikrostrukture, kristalne rešetke i ostalih fizikalnih i kemijskih svojstava koja rezultiraju različitim eksploatacijskim svojstvima. Osnovnu podjelu postupaka nije moguće primijeniti kod graničnih slučajeva gdje su prisutni elementi karakteristični za obje skupine. Podjela postupaka modificiranja i prevlačenja površina prikazana je na slici 1. [2]



Slika 1. Podjela postupaka oplemenjivanja površina [4]

Postupci modificiranja površina mogu se podijeliti na [2]:

- mehaničke,
- toplinske,
- toplinsko-kemijske.

Postupci prevlačenja površina mogu se podijeliti na [2]:

- toplinske,
- mehaničke,
- toplinsko-mehaničke,
- kemijske,
- elektrokemijske,
- prevlačenje u parnoj fazi.

Uz ove dvije skupine postupaka, ima i postupaka koji se nalaze između tih dvaju skupina jer sadrže elemente procesa obaju skupina.

To su sljedeći postupci [5]:

- implantacija iona,
- anodna oksidacija,
- postupci difuzijskog prevlačenja.

2.1.1. Postupci modificiranja površine

2.1.1.1. Mehaničko modificiranje površine

Primarna zadaća mehaničkog modificiranja površine je povećanje otpornosti na trošenje. Postupak se temelji na mehaničkom unošenju tlačnih napetosti u površinski sloj osnovnog metala, te time dolazi do pomicanja i umnožavanja dislokacija u kristalnoj rešetki, što je jedan od mehanizama očvrnuća metala. Mehaničko modificiranje se provodi postupcima kontroliranog sačmarenja površina konstrukcijskih dijelova, kao što su zupčanici, u svrhu povećanja nosivosti boka zuba te postizanja većih vrijednosti dinamičke izdržljivosti [5,6].

2.1.1.2. Toplinsko modificiranje površine

Toplinsko modificiranje se provodi unošenjem toplinske energije u površinski sloj strojnog dijela čime se omogućava površinsko kaljenje. Postupci površinskog kaljenja se mogu podijeliti na [2,5].:

- plameno kaljenje,
- indukcijsko kaljenje,
- kaljenje elektronskim snopom,
- kaljenje laserom.

U slučaju visoke gustoće unesene energije i kratkim trajanjima, ugrijavanje se ograničuje samo na površinski sloj materijala. Kod navedenih postupaka toplinskog modificiranja površine dubina ugrijavanja i zakaljivanja može biti puno manja, pa u tim slučajevima postoji mogućnost samozakaljivanja, to jest odvođenja topline iz tankog austenitiziranog sloja u unutrašnjost ispod sloja, bez potrebe za primjenom vanjskog sredstva za hlađenje (gašenjem). Najpogodniji materijali za površinsko kaljenje su konstrukcijski čelici za poboljšavanje i željezni ljevovi (sivi i nodularni) s perlitnom osnovom u kojoj se nalazi dovoljno vezanog ugljika. [1]

2.1.1.3. Toplinsko-kemijsko modificiranje površine

U površinske slojeve, u ovim postupcima, osim toplinske energije, unose i drugi kemijski elementi čime se mijenja kemijski sastav a time i mikrostruktura i svojstva površinskih slojeva. Difuzijom se nemetalni elementi unose u površinske slojeve metalnih materijala. U strojogradnji se često primjenjuju postupci pougljičavanja, nitriranja te kombinirani postupci istovremene difuzije ugljika i dušika (karbonitriranje i nitrokarburiranje), ali i varijante sa sumporom ili kisikom. Neki od najvažnijih postupaka toplinsko-kemijskoga modificiranja su [2,4]:

- Difuzija nemetalnih elemenata
 - Pougljičavanje
 - Nitriranje
 - Boriranje
- Površinsko legiranje primjenom lasera

2.1.2. Postupci prevlačenja površine

2.1.2.1. Toplinska prevlačenja

Površinski sloj kod toplinskog prevlačenja nastaje primjenom topline za rastaljivanje metalnog materijala koji tada kristalizira na površini obrađivanog osnovnog materijala. U ovoj skupini postupaka, za nanošenje metalnih slojeva, razlikujemo postupke navarivanja i postupke uranjanja u rastaljeni metal. Postupci navarivanja se provode u svrhu povećanja otpornosti na trošenje, te za povećanje korozijske otpornosti. Navarivanjem se postižu deblji slojevi širokog polja tolerancija dimenzija koji se nakon istrošenja mogu obnoviti regeneracijom. Uranjanjem se postižu povećanja otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju. Obradci se uranjaju u rastaljeni metal koji je nižeg tališta od čelika (Zn, Pb) [2,5].

2.1.2.2. Mehanička prevlačenja

U sklopu procesa mehaničkog prevlačenja dolazi do deformacijskog spajanja različitih materijala sa bitno različitim svojstvima (najčešće otpornost prema kemijskom djelovanju) mehaničkim djelovanjem [2].

Postupke mehaničkog prevlačenja dijelimo na [2]:

- valjanja
- eksplozijska spajanja

Valjanja se uglavnom primjenjuju u svrhu povećanja korozijske otpornosti čeličnih limova prevlačenjem prevlakama od bakra, aluminija ili nehrđajućeg čelika. U tom postupku se materijal prevlake i lim valjaju između valjaka za prevlačenje gdje dolazi do vezanja prevlake za podlogu zbog velikog pritiska [5].

2.1.2.3. Toplinsko-mehanička prevlačenja

Dodatni materijal se rastaljuje toplinskom energijom, te se potom rastaljene čestice mehaničkim udarom usmjeravaju na površinu obradka te tamo kristaliziraju. Različiti se metali, legure i mješavine s keramičkim materijalima različitim postupcima naštrcavanja

(plamenom, plazmom, detonacijski ili elektrolučno) nanose se na površine obrađivanog predmeta u cilju povećanja otpornosti na trošenje i u svrhu povećanja otpornosti prema kemijskom djelovanju. Toplinsko-mehanička prevlačenja razlikuju se od postupaka navarivanja u tome što se naštrcavanjem nanose tanji slojevi jednolike debljine koje je moguće obnavljati [2].

2.1.2.4. Kemijska prevlačenja

Glavni cilj primjene postupaka kemijskog prevlačenja je povećanje otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju. U ove postupke su uključeni [2]:

- bestrujno niklanje
- fosfatiranje
- kromatiranje
- sol-gel postupci

Pojedine vrste prevlaka dobivenih kemijskim prevlačenjem osim povišene otpornosti na koroziju, imaju i povišenu otpornost trošenju. Primjer toga je postizanje tvrdoće od 500 HV, koja se javlja zbog otopljenog fosfora u niklu, primjenom postupka bestrujnog niklanja. Daljnjom toplinskom obradom (dozrijevanjem) moguće je postizanje tvrdoće do oko 1000 HV uslijed izlučivanja precipitata niklova fosfida koji otežavaju gibanje dislokacija [2,5].

2.1.2.5. Elektrokemijska prevlačenja

Ovi postupci se uglavnom primjenjuju s ciljem povećanja korozijske i kemijske otpornosti [2]:

- kromiranje
- niklanje
- galvaniziranje.

Kromiranjem se stvaraju površinski slojevi koji pored svoje visoke otpornosti prema koroziji imaju i povišenu tvrdoću i otpornost na trošenje. Lokalno nanoseni slojevi se mogu obnavljati nakon istrošenja [2].

2.1.2.6. Prevlačenje u parnoj fazi

U novije vrijeme velika se pažnja posvećuje razvoju i primjeni postupaka prevlačenja u parnoj fazi na području izrade strojnih elemenata i alata u svrhu povećanja njihove otpornosti i trajnosti. Prevlake na konstrukcijskim elementima i na alatima imaju niži koeficijent trenja i višestruko duži vijek trajanja nego ne prevučeni dijelovi. Ovim postupcima se nanose stabilni i tvrdi spojevi koji spadaju u podskupine neoksidne keramike (TiC, TiN, TiCN, TiAlN, SiC,...), oksidne keramike (Al_2O_3 , TiO_2 ,...), metaloorganskih spojeva Me:CH ($W_{97}C_3$,...) te dijamantu sličnog ugljika (DLC- Diamond Like Carbon). Razlikujemo postupke kemijskog prevlačenja u parnoj fazi (CVD), fizikalnog prevlačenja u parnoj fazi (PVD) te plazmom potpomognute postupke kemijskog prevlačenja u parnoj fazi (PACVD) [2, 5].

CVD postupci (engl. *Chemical Vapour Deposition*) se provode pri temperaturama od oko 1000 °C, te se često primjenjuju za prevlačenje sinteriranih tvrdih metala. Provođenjem postupka ne dolazi do promjene mikrostrukture i dimenzija jer je sinteriranje prethodno provedeno pri nižim temperaturama. Prevlačenja obradaka ovim postupkom često se povezuje uz problematiku vezanu uz potrebu naknadnog kaljenja osnovnog materijala ispod materijala prevlake pri čemu dolazi do promjene dimenzija. Kod CVD postupaka nužna je primjena vakuumskih peći [2,5].

PVD postupci (engl. *Physical Vapour Deposition*) se provode pri zamjetno nižim temperaturama (oko 500 °C) . Takva temperatura provođenja postupka omogućuje prevlačenje alata napravljenih od brzoreznih čelika i alatnih čelika za topli rad koji su prethodno kaljeni i popušteni (iznad 500 °C) te obrađeni na konačne dimenzije [2,5].

PACVD postupci (engl. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) sadrže elemente osnovnih procesa karakterističnih za PVD i CVD postupke, čime je omogućeno sniženje temperature provođenja do oko 200 °C. Snižanjem temperature provođenja postupaka primjena se proširuje na alatne čelike za hladni rad koji imaju malu otpornost prema popuštanju [2,5].

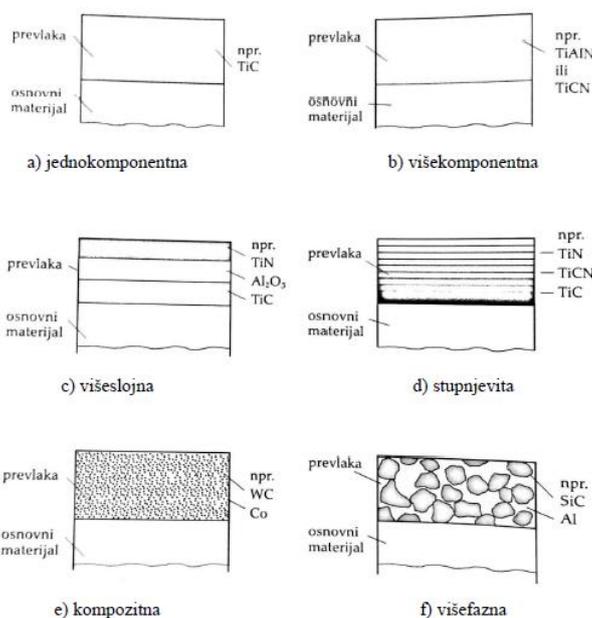
U novijim vremenima počinju se primjenjivati i duplex postupci kojima se postižu kombinacije svojstava. Očekivano je da će se u budućnosti još više razvijati kombinirani postupci jer se njima ciljano postižu najbolja svojstva. [2]

2.2. Svojstva prevlaka

Dobra tribološka prevlaka trebala bi imati sljedeća svojstva[5]:

- Dobru prionjivost na osnovni materijal,
- Dovoljnu tvrdoću radi otpornosti na abraziju,
- Dovoljnu žilavost radi sprječavanja ljuštenja,
- Dobru kemijsku postojanost,
- Aktivnost pri stvaranju tribološkog filma,
- Prilagođenost podlozi [5].

Prema obliku kemijskih veza prevlake dijelimo na prevlake s metalnom vezom, prevlake s ionskom vezom i prevlake s kovalentnom vezom. Prevlake se također mogu podijeliti i prema sastavu i obliku na jednokomponentne, višekomponentne, višeslojne, stupnjevite, kompozitne i višefazne. Na idućoj slici prikazana je navedena podjela [5].



Slika 2. Podjela triboloških prevlaka prema sastavu i obliku [5].

Prema tvrdoći prevlake dijelimo na meke i tvrde. Meke tribološke prevlake služe za smanjenje trenja klizanja dok tvrde prevlake povećavaju otpornost na prodiranje stranih čestica i koriste se u slučaju potrebne otpornosti na abrazijsko ili erozijsko trošenje [5].

3. PVD postupci

PVD postupci razlikuju se od CVD postupaka jer se stvaranje slojeva provodi transportom čestica, tj. atoma, molekula i iona u vakuumu, tako da se čestice na izvoru iz čvrste u parnu fazu prevode fizikalnim načinom. Osnovni materijal se prilikom provođenja postupka može držati na niskoj temperaturi da prevučeni PVD sloj ne zahtjeva naknadnu toplinsku obradu, tj. PVD postupak uvijek se provodi kao posljednji korak obrade materijala. Reaktivnim vođenjem procesa se mogu izlučiti različiti kemijski spojevi (metalni karbidi, nitridi ili oksidi) koji su danas u tehničkoj primjeni od velikog značenja [1].

3.1. Primjena

Alati prevučeni PVD postupcima za tribološke primjene, poznati su od početka 1980-ih godina. U današnje vrijeme alati za obradu odvajanjem čestica od brzoreznog čelika zauzimaju velik udio na tržištu. Za razliku od CVD postupaka, ovim postupcima mogu se prevlačiti i alati koji su inače skloni deformacijama, kao što su svrdla i glodala, zbog toga što PVD prevučeni dijelovi ne moraju biti naknadno obrađeni [1].

PVD prevlake, kao i CVD prevlake tvrdih spojeva, smanjuju trošenje na osnovi sniženja utjecaja abrazije i adhezije (smanjuju faktor trenja). U usporedbi s neprevučanim dijelovima, dijelovi prevučeni PVD-om postižu višu trajnost, tj. uz jednaku trajnost moguće je postići prikladnije parametre pojedinih strojnih obrada alatima, a samim time im povećati i iskoristivost [1].

3.2. Osnovni materijali kod PVD postupaka

Prilikom stvaranja prevlake za vrijeme PVD procesa moguće je prevlačiti sve materijale, pri nekoj optimalnoj temperaturi. Osim svih čelika moguće je prevlačiti tvrde metale i cermete, kao i neželjezne legure. Držanjem temperature prevlačenja dovoljno niskom mogu se prevlačiti i polimeri, te uz odgovarajuće vođenje procesa i neki električki nevodljivi keramički materijali [1].

Budući da je PVD prevlačenje uvijek posljednji korak u proizvodnji, kod prevlačenja čelika treba voditi brigu da se ne prekorači prijašnja temperatura popuštanja [1].

Površinska hrapavost dijelova prije prevlačenja treba biti samo onoliko dobra koliko je to zahtijevano za primjenu, tj. za kvalitetno prijanjanje prevlake za podlogu, jer se PVD postupkom stvara tek neznatno daljnje ohrapavljenje površine [1].

3.3. Materijali prevlake

U tribološke svrhe se najviše koriste nitridi i karbonitridi četvrte do šeste sporedne skupine periodnog sustava. Danas najzastupljeniji spojevi su titanij-nitrid (TiN), krom-nitrid (CrN, odnosno Cr₂N), ternarni spojevi titanij-karbonitrid (Ti[C,N]), a također i titanij-aluminij-nitrid ([Ti,Al]N) [1].

3.4. Principi vođenja postupka

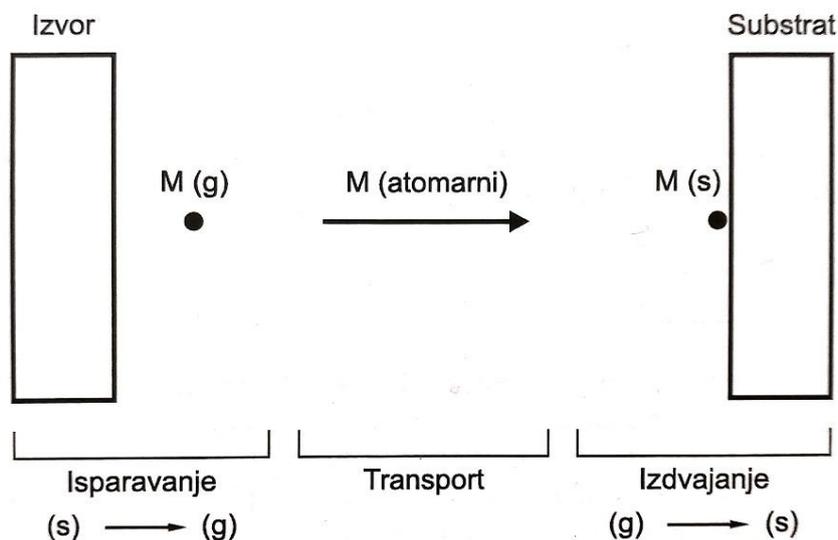
Danas postoji čitav niz varijanti PVD postupaka, ali svi počivaju na jednakim načelima, te je njima moguće taloženje svih sustava tvrdih spojeva. PVD proces se uglavnom sastoji od tri koraka od kojih prvi korak čini prevođenje pojedinih čestica iz nekog izvora iz čvrstog u plinovito stanje. Taj prijelaz iz čvrstog u plinovito stanje provodi se jednom od sljedećih pet metoda [1]:

- Toplinsko isparavanje
- Isparivanje snopom elektrona
- Isparivanje elektronskim lukom
- Isparivanje laserskim zrakama
- Katodno otprašivanje

Sljedeći korak procesa je transport čestica pravocrtnom linijom od izvora prema osnovnom materijalu uz dovoljno niski tlak. Pretpostavka o pravocrtnom kretanju podrazumijeva da je srednji slobodni put čestica λ dovoljno velik. λ je obrnuto proporcionalan tlaku procesa, te se može procijeniti da će pri tlakovima ispod 10^{-3} Pa biti toliko velik da više neće dolaziti do sudara s ostalim djelićima prilikom transporta. Iz toga zaključujemo da je za PVD procese karakteristično da se ne odvijaju pri normalnom tlaku, nego da su to vakuumski procesi [1].

Još jedan od razloga pojave vakuuma u procesu jest da ispareni djelići općenito predstavljaju visoko reaktivnu vrstu koja bi brzo reagirala s kisikom ili vodom, te je zbog toga

potrebno potisnuti udio kisika i vodene pare u preostaloj atmosferi ispod kritične vrijednost [1].



Slika 3. Shematski prikaz fizikalnog taloženja iz parne faze [1]

Nedostatak pravocrtnog gibanja čestica u procesu je što će kod kompleksnih oblika osnovnog materijala biti prevučene samo pravocrtne dostizive površine od izvora. Zbog tog obilježja, PVD proces nazivamo i procesom vidne linije. Taj nedostatak se može otkloniti primjenom nekoliko izvora i rotacijom osnovnog materijala [1].

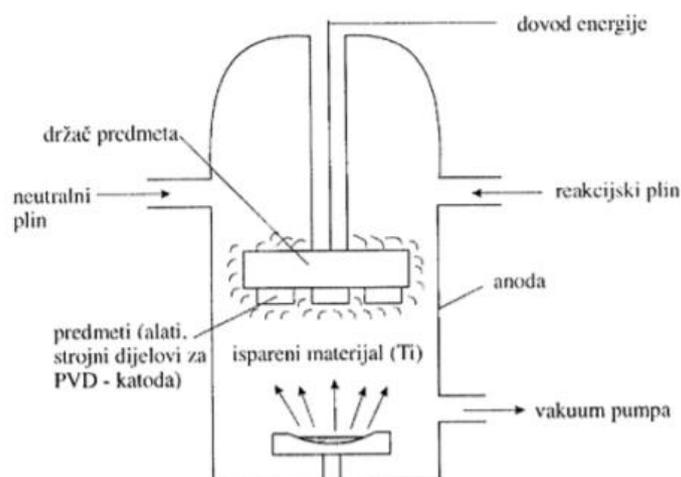
Posljednji korak procesa je taloženje djelića na osnovnom materijalu promjenom agregatnog stanja iz plinovitog u čvrsto. S obzirom da je prijelaz plinovito-čvrsto uvijek povezan s padom unutarnje energije, jedina pretpostavka koja se javlja pri taloženju je da temperatura osnovnog materijala nije previsoka. Iz toga se može zaključiti jedna velika prednost PVD postupaka, a to je da za osnovne materijale tijekom prevlačenja nema neke najniže temperature, te je tako omogućeno prevlačenje hlađenjem osnovnog materijala pri sobnoj temperaturi ili pri bitno nižim temperaturama. Pri niskim temperaturama osnovnog materijala pogoršavaju se svojstva prevlaka (prionjivost između prevlake i osnovnog materijala), pa je zbog toga optimalna temperatura osnovnog materijala često maksimalna temperatura kod koje još ne dolazi do promjene svojstava čvrstoće osnovnog materijala [1].

3.5. Funkcionalni slojevi i uređaji za provođenje PVD postupaka

Od funkcionalnih tvrdih prevlaka se ponajviše zahtijevaju dobra prionjivost između prevlake i osnovnog materijala, te kompaktna morfologija. Do pretpostavke dobrog prianjanja dolazi dobrim pretčišćenjem osnovnog materijala i uspostavljanjem optimalne temperature osnovnog materijala pri početku prevlačenja, dok se kompaktna morfologija rastuće prevlake postiže uspostavljanjem optimalne temperature osnovnog materijala za vrijeme prevlačenja i istodobno dovoljnim bombardiranjem iona na rastuću prevlaku [1].

Uređaji za provođenje PVD postupaka najčešće se sastoje od [1]:

- Vakuumske komore,
- Opreme za depoziciju,
- Sustava za stvaranje i održavanje vakuuma,
- Sustava za dopremu reaktivnih plinova,
- Električnog ili magnetnog sustava,
- Pomoćnih komponenti uređaja,
- Sustava za fiksiranje i pomak,
- Kontrolnog sustava.



Slika 4. Shematski prikaz uređaja za PVD postupak [12]

3.6. Varijante PVD postupaka

PVD postupke dijele se prema metodi isparavanja u tri varijante [1]:

- Postupci koji prevode metalnu komponentu u parnu fazu pomoću elektronskog isparivača. Materijal isparava iz jedne posude u kojoj se stvara tekuća faza zbog visokog površinskog unosa energije i iz tog razloga posuda mora biti horizontalno položena ispod osnovnog materijala. Udio nastalih elektrona u ovom postupku je mali pa je potrebno posegnuti za mjerama povišenja stupnja ionizacije, od kojih ističemo postavljanje pozitivne elektrode između izvora i osnovnog materijala (aktivno reaktivno isparavanje) sa mogućim dodavanjem negativnog pomoćnog napona (biazirano aktivno reaktivno isparavanje). Stupanj ionizacije moguće je povisiti i primjenom negativno uključene žarne katode ili niskonaponskim elektronskim snopom koji radi s elektronskim energijama između 50 i 100 V. Kod elektronskih energija izmjenično djelovanje između neutralnih čestica elektrona daje maksimalnu ionizacijsku vjerojatnost [1].
- Druga skupina postupaka radi s isparivačem na osnovi električnog luka. Prednost im je ta što im je gustoća iona vrlo visoka, pa nema potrebe provoditi daljnje postupke povišenja stupnja ionizacije. Današnje uobičajene varijante ovog postupka razlikuju se po tome što upaljeni električni luk nesmetano teče oko katodne površine ili se magnetnim poljem dovodi po određenim prugama na katodu. Prednost je da je izvor jednostavno izveden, a nedostatak je nastanak malih kapljica koje ometaju rast prevlake [1].
- Treća skupina postupaka su postupci otprašivanja. Kod ovih postupaka ne nužno magnetska podrška radi pojačanja djelovanja otprašivanja. Udio iona prilikom tog postupka najviši je direktno pred izvorom, te se u dodatku tome na osnovni materijal dodatno priključi negativni „bias“ napon koji uzrokuje nastanak guste morfologije sloja i prihvatljivih svojstava prevlaka. Materijal izvora u postupku mora, kao i kod ispraivanja lukom, ostati čvrst tako da se mete bez problema mogu postaviti i okomito, a moguća je i primjena na legurama. Nedostatak postupka je visoka cijena [1].

3.7. TiN prevlake nanese PVD postupkom

Za materijal prevlake u obzir dolazi isključivo čisti Ti (99,5 % ili tip 2), dok se kao reaktivni plin dodaje molekularni dušik. Učinak otprašivanja, tj. isparavanja titanija (ovisno o varijanti PVD postupka) mora biti podešen na parcijalni tlak dušika u cilju postizanja karakteristične žutozlatne boje [1].

Kod prevlačenja konstrukcijskih dijelova treba uzeti u obzir pravocrtno kretanje materijala prevlake od izvora do osnovnog materijala (engl. *line of sight*), a kao osnovni materijal moguće je koristiti gotovo sve čelike, tvrde metale, legure na osnovi neželjeznih metala, te pojedini polimeri. Kod prevlačenja alata prikladni su brzorezni čelici i ostali visokolegirani alatni čelici [1].

Temperatura osnovnog materijala se pri prevlačenju titanij-nitridom može držati niskom, pa se tako prevlačenje često ostavlja kao zadnji korak u postupku obrade, što znači da se toplinska obrada kod čelika vrši prije prevlačenja, tj. da se zahtjevana obrada površine provodi prije prevlačenja [1].

Uobičajene debljine slojeva iznose između 1 i 5 μm . Za vrijeme prevlačenja temperatura osnovnog materijala može narasti na 350-450 $^{\circ}\text{C}$, dok je za prevlačenje visokolegiranih alatnih čelika s temperaturom popuštanja oko 550 $^{\circ}\text{C}$ uobičajeno i predgrijavanje osnovnog materijala [1].

Promjenu dimenzija prilikom prevlačenja valja očekivati samo u granicama debljine prevlake i to samo ako je temperatura prevlačenja na izloženim mjestima osnovnog materijala iznad temperature popuštanja [1].

Čvrstoća prijanjanja između prevlake i osnovnog materijala je u pravilu odlična, a konačna tvrdoća dostiže vrijednosti od 2100 do 2600 HV. Oksidacijska postojanost obradaka na zraku je do oko 450 $^{\circ}\text{C}$ [1].

Prevlačenje alata TiN prevlakama doprinosi povišenju trajnosti za faktor 3 do 10, te se također produljuje i vrijeme do zatupljenja alata budući da prevučeni alat postiže veće brzine posmaka koje bi kod neprevučenog alata dovele do trenutnog zatupljenja. Gledano sa ekonomske strane, PVD postupak je u usporedbi sa klasičnim postupcima prevlačenja veoma skup i preporuka ga je koristiti kada se problem ne uspijeva riješiti nekim jeftinijim načinom [1].

4. CVD Postupci

Kratica CVD označava „*Chemical Vapour Deposition*“-„kemijsko taloženje iz parne faze“. Proces se naziva kemijskim jer se sve komponente gibaju pomoću „kemijskog transporta“. CVD postupcima moguće je postići razne metalne, nemetalne (C i B) i prevlake od kemijskih spojeva (boridi, nitridi, karbidi, oksidi). Uz materijale prevlake, u proces se dovode još elementi nužni za stvaranje prevlake u obliku isparivih spojeva pomoću kojih se kemijskim reakcijama stvara materijal prevlake [1].

4.1. Primjena

Svoju primjenu CVD postupak nalazi u području elektrotehnike (za taloženje metalnih i oksidnih slojeva na siliciju), tribologiji (kao postupak prevlačenja alata za obradu odvajanjem čestica), te u područjima svemirske i vojne tehnologije. CVD postupcima prevlačenja se smanjuje trošenje na osnovi sniženja abrazije i adhezije. Smanjenje adhezije uzrokuje sniženje trenja i opasnosti od hladnog navarivanja, koje kod obrade čelika s neprevučanim alatima predstavlja velik problem. Alati prevučeni CVD prevlakama pokazuju veću trajnost ili jednaku trajnost u uvjetima većeg opterećenja (više brzine rezanja ili većeg stupnja deformacije pri oblikovanju) [1].

Područje primjene CVD prevlačenja proširuje se na područja gdje su najkvalitetniji osnovni materijali dostigli svoja granična svojstva npr. kod prevlačenja alata za odvajanje čestica od tvrdog metala ili kod alata za oblikovanje od visokolegiranih alatnih čelika [1].

4.2. Osnovni materijali kod CVD postupaka

CVD postupkom moguće je prevlačenje svih vrsta čelika. Kod čelika sa niskim udjelima ugljika dolazi do smanjivanja brzine rasta slojeva, dok kod čelika sa visokim udjelom slobodnog ugljika za vrijeme rasta sloja dolazi do difuzije ugljika u sloj što uzrokuje razugljičenje u površinskoj zoni podloge koje se može negativno odraziti na svojstva obratka.[1]

Za CVD postupke prevlačenja prikladni su svi visokolegirani alatni čelici – uz brzorezne čelike i čelici za hladni rad, ali također i tvrdi metali i cermeti [1].

Nakon CVD postupka slijedi hlađenje u peći ili na zraku. U slučaju hlađenja u peći često intenzivnost hlađenja nije dovoljno visoka kako bi se postigla optimalna struktura kaljenja visokolegiranih čelika. Česta je i situacija da temperatura prevlačenja nije usklađena s optimalnom temperaturom austenitizacije pojedinih čelika, pa je nužna naknadna toplinska obrada. Naknadna toplinska obrada mora biti provedena u vakuumu, zbog moguće oksidacije karbidnih i nitridnih tvrdih faza, te zbog toga što svakom toplinskom obradom dolazi do neizbježnih promjena dimenzija proizvoda. Imajući to u vidu, potrebno je od slučaja do slučaja ispitati jesu li pogonske proizvodne tolerancije održive nakon prevlačenja i toplinske obrade [1].

Promjena površinske hrapavosti uslijed CVD prevlačenja nije velika, te je korekcija od slučaja do slučaja moguća poliranjem, budući da je količina materijala odnesena poliranjem neznatna u odnosu na ukupnu debljinu sloja [1].

4.3. Materijali prevlake

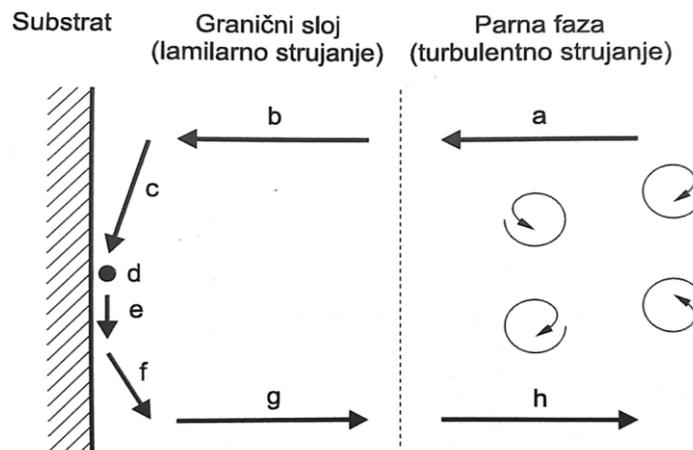
Kao materijali prevlake se za tribološke svrhe danas pretežno primjenjuju karbidi i nitridi četvrte do šeste skupine, gdje su pri tome najvažnije prevlake titanij-nitrid (TiN), titanij-karbid (TiC) i titanij-karbonitrid (Ti[C, N]). Uz navedene pojavljuju se i prevlake od cirkonij-nitrida (ZrN), hafnij-nitrida (HfN), vanadij-karbida (VC) i volfram karbida (W_{2C}) [1].

4.4. Principi vođenja postupka i uređaj za provođenje CVD postupaka

CVD proces temelji se na kemijskoj reakciji i proces je moguće gledati sa termodinamičkog položaja. Reakcija je termodinamički dopustiva ako je slobodna entalpija kemijske reakcije (ΔG_r) za tvrde faze- TiC ili TiN negativna [1].

Cijeli proces sačinjen je od dva događaja koji vremenski slijede jedan iza drugoga, gdje sporiji od ta dva procesa određuju ukupnu brzinu taloženja. Pri niskim temperaturama je reakcija na površini određena brzinom, što uzrokuje sporiji rast prevlake, ali ga čini jednolikim. Na višim temperaturama je difuzija plinova određena graničnim laminarnim slojem koji postaje faktor koji određuje brzinu. Obzirom da taj granični sloj prevlake nije

jednoliko debeo kod kompleksno formiranih dijelova na osnovi različitog strujanja i pristupačnosti, u tom slučaju dolazi do jednolikog rasta prevlake pri čemu na nepovoljno pozicioniranim mjestima sloj sporije raste i ostaje ukupno tanji nego na slobodno pristupačnim plohama. Na još višim temperaturama homogena reakcija reaktanata u plinskoj fazi može izazvati znatne učinke, kod kojih se stvara prašina koja nepovoljno utječe na rast sloja. Uzevši sve u obzir, kao optimalnu temperaturu za CVD prevlačenje treba birati područje u kojem je ukupna reakcija još uvijek reakcijski kontrolirana, a nejednolikost debljine slojeva još prihvatljiva [1].



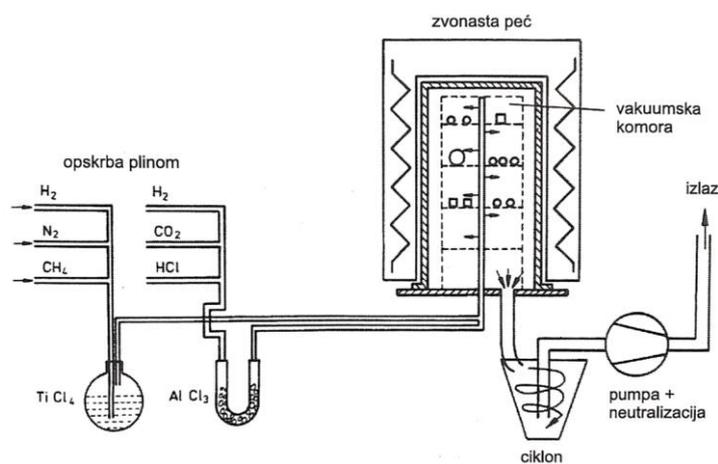
Slika 5. Shematski prikaz kemijskog taloženja iz parne faze [1]

- a) i h) transport plinovitih reaktanata u plinskoj fazi kroz prisilnu konvekciju;
- b) i g) transport reaktanata odnosno nusprodukata u laminarnom graničnom sloju zbog difuzije;
- c) adsorpcija reaktanata na površini osnovnog materijala;
- d) reakcija adsorbiranih reaktanata uz stvaranje tvrdog sloja;
- e) površinska difuzija djelića koji stvaraju tvrdi spoj i ugradnja u kristale rastućeg tvrdog sloja;
- f) desorpcija plinskih nusprodukata od strane površine osnovnog materijala. [1]

Prije prevlačenja dijelova vrši se njihova predobrada koja se sastoji od temeljitog čišćenja pri čemu se otklanjaju slobodne čestice i ostaci masti. Idući korak je stavljanje dijelova u komoru, evakuiranje komore, te ugrijavanje na optimalnu temperaturu obrade (između 900 °C i 1000 °C) u reducirajućoj atmosferi, kako bi se površina osnovnog materijala depasivirala. Ugrijavanje recipijenta odvija se izvana ili direktnim grijanjem obradaka unutar reaktorskog prostora [1].

U trenutku kada se dostigne temperatura obrade, struja plina se prespaja na reaktivne plinove. Za taloženje tvrdih spojeva na osnovi titanija (TiN, TiC i Ti[C, N]) kao nosač metala općenito se pri sobnoj temperaturi primjenjuje tekući titanij-tetraklorid (TiCl₄), a za taloženje Al₂O₃ čvrsti aluminijski triklorid [1].

Nusprodukti i reakcijski plinovi se stalno isisavaju, pri čemu je tlak u komori namješten između nekoliko desetina milibara i normalnog tlaka. Sve komponente uređaja koje pri niskim temperaturama dolaze u kontakt sa klornom kiselinom (HCl), moraju biti izvedene od korozivno postojanog materijala. Odvodni plinovi se neutraliziraju pumpama za tekućinu koje se pogone nekim alkalnim medijima. Brzina rasta sloja u procesu iznosi do nekoliko μm/h, ovisno o temperaturi i parcijalnim tlakovima polaznih slojeva. Nakon završetka prevlačenja se isključuje ugrijavanje (uklanja se zvonasta peć), a recipijent se hladi strujom inertnog plina [1].



Slika 6. Shematski prikaz uređaja za CVD postupak [1]

4.5. TiN prevlake nanosene CVD postupkom

Taloženje materijala počinje kod oko 1000 °C uz prisutnost laganog podtlaka. Kao nosioc Ti se vrlo često pojavljuje kapljeviti Ti-tetraklorid koji se u prikladnom obliku općenito uz prisutnost vodika kao plina nosača isparuje. Nosači metaloida su plinovi, dušik i metan, koji se preko uređaja za doziranje dodaju u uređaj [1].

Prevlačenje čelika može za posljedicu imati normalizaciju zbog vrlo sporog hlađenja s radne temperature, čak i kod visokolegiranih na zraku kaljivih čelika, te je za ponovno uspostavljanje optimalnih svojstava primjene nužna naknadna toplinska obrada. Nju je nužno provesti u vakuumu zbog nedovoljne oksidacijske postojanosti tvrdih metala. Ovaj postupak se ne primjenjuje za dijelove kod kojih se zahtjeva visoka preciznost jer se svakom toplinskom obradom javlja opasnost od pojave deformacija [1].

Optimalna debljina prevlake, sa ciljem zaštite od trošenja, iznosi između 2 i 10 μm, dok je brzina taloženja materijala, ovisno o parcijalnim tlakovima reaktanata, između 1 i 4 μm po satu. Proces ukupno traje između 4 i 8 sati [1].

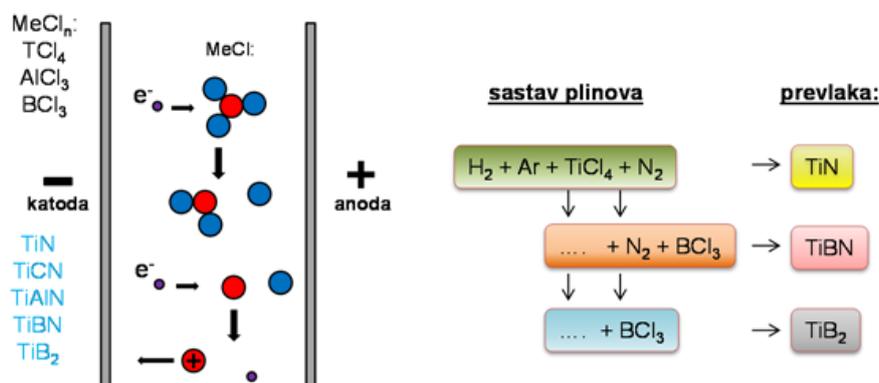
Kod čelika na osnovi nužnih temperaturnih režima za vrijeme prevlačenja može doći do normalizacije, što može dovesti do razgradnje eventualnih zaostalih naprezanja i do promjena oblika i mjera. Oksidacijska postojanost TiN prevlaka je zadovoljavajuća do malo iznad 450 °C, dok se pri višim temperaturama tvrda prevlaka u oksidirajućim uvjetima pretvara u Ti-oksidi [1].

Čvrstoća prijanjanja prevlake i osnovnog materijala vrlo je dobra, te se za kontrolu kvalitete primjenjuju indirektno metode ispitivanja brazdanjem. Debljina prevlake je općenito jednoliko raspoređena, pa se pritom mora pretpostaviti da je kemijska reakcija na svim plohama osnovnog materijala tekla jednoliko brzo. Iduća pretpostavka je i da u cijeloj šarži vlada konstantna temperatura i da niti u jednom mjestu nije došlo do osiromašenja reaktanata [1].

5. PACVD postupci

Kratica PACVD označava „*Plasma activated chemical vapour deposition*“-, „plazmom potpomognute postupke kemijskog prevlačenja u parnoj fazi“. Postoje brojne hibridne tehnike koje proizlaze iz CVD postupaka, te se neprestano razvijaju u svrhu razvijanja i unaprjeđenja svojstava tankih filmova. Među njima se ističe PACVD, tehnika koja proširuje područje primjenjivosti metode na različite prekursore, reaktivne organske i anorganske materijale, kao i inertne materijale. Organski ili anorganski monomeri koji se koriste kao prekursori u PACVD postupku, podvrgavaju se raspadanju i radikalnoj polimerizaciji dok su izloženi visokoenergetskom toku plazme, nakon čega slijedi taloženje tankog filma [7].

Plazma se u PACVD postupku koristi za ugrijavanje osnovnog materijala, ionizaciju i disocijaciju plinova te aktivaciju kemijskih reakcija u procesu čime je omogućeno provođenje postupka pri nižim temperaturama [8].



Slika 7. Utjecaj plazme u PACVD postupku [11]

Aktiviranje plazme u procesu moguće je postići na više načina: pulsiranjem istosmjerne ili izmjenične struje, primjenom mikrovalne pobude, izbojima radio frekvencije i dr. [7].

5.1. Prednosti i nedostaci PACVD postupaka

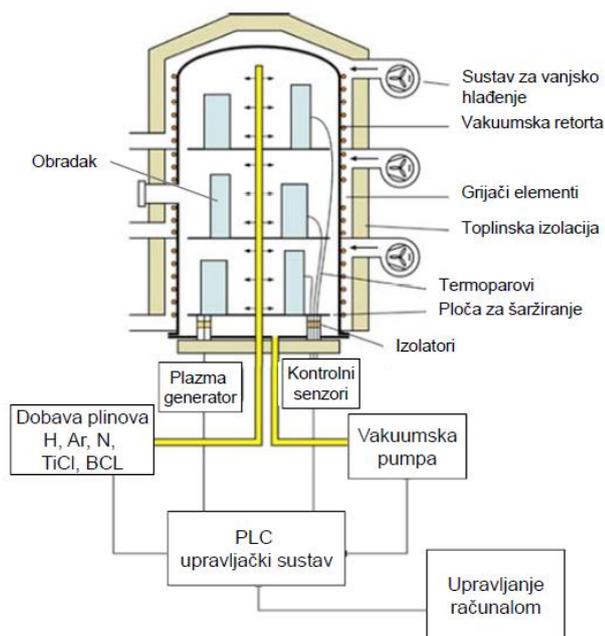
PACVD postupak osmišljen je u cilju uklanjanja pojedinih nedostataka PVD i CVD postupaka prevlačenja. Nedostatak koji se javlja kod CVD postupka je visoka temperatura procesa (800-1000 °C). Kod PACVD postupaka je radna temperatura snižena na 450 do 600 °C primjenom već spomenute ionizacije plinova u vakuumskoj peći, te primjenom plazme u svrhu ubrzavanja kemijskih reakcija. Kod PVD postupaka javlja se nemogućnost prevlačenja većih dijelova ili dijelova kompleksnije geometrije zbog toga što se taloženje metala prevlake odvija na površinu obrađivanog predmeta odvija najkraćim putem, tj. linijom vidljivosti prijenosa materijala između izvora materijala prevlake i osnovnog materijala. PACVD postupak ne nailazi na probleme pri obradi velikih i teških obradaka bez rotacije i omogućuje lako prevlačenje obradaka složenije geometrije [9,10].

Neki od glavnih nedostataka PACVD postupaka su otežano nanošenje visoko čistih slojeva, te to što postupak zahtjeva korištenje vakuum sistema pri proizvodnji plazme, ali i nužnost upotrebe naprednog reaktora za održavanje plazme. Još jedan bitni nedostatak postupka je cijena provođenja, koja je znatno veća od klasičnog CVD postupka [9,10].

5.2. Uređaj za provođenje PACVD postupaka

Uređaj za provođenje PACVD postupaka sastoji se od [12]:

- Vakuumske komore s grijačima,
- Vakuumske crpke,
- Sustava za dobavu plina i prekursora,
- Generatora plazme,
- Sustava za neutralizaciju nusprodukata prevlačenja,
- PLC regulacijskog sustava.



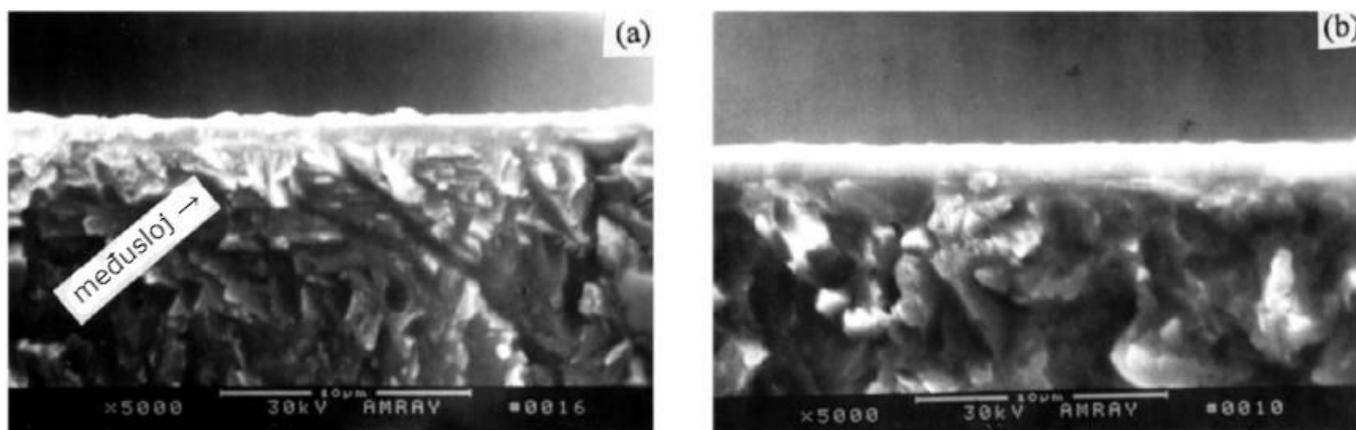
Slika 8. Shematski prikaz uređaja za PACVD postupak [12]

5.3. TiN prevlake nanese PACVD postupkom

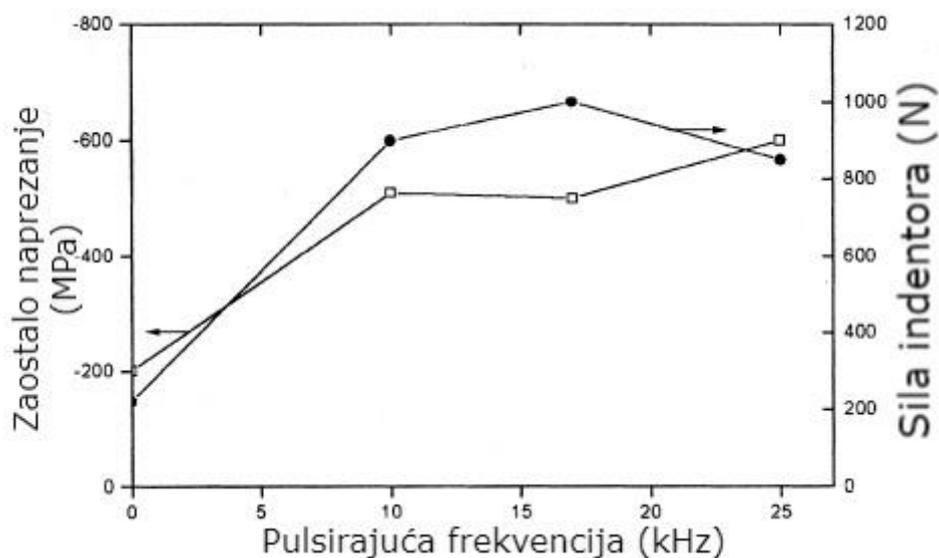
Za taloženje čvrstog filma, u proteklim desetljećima, razvijene su različite metode njihova stvaranja. PACVD je među njima jedna od prespektivnijih metoda nanošenja tvrdih prevlaka na razne materijalne prevlake. Pulsirajući istosmjerni napon za generaciju plazme tijekom PACVD procesa ima prednost suzbijanja nenormalnih lukova koji mogu oštetiti obratke, te je omogućeno i ravnomjerno taloženje premaza na unutarnju površinu provrta. Primjenjivost PACVD-TiN postupaka sa pulsirajućom istosmjernom strujom je istraživana u mnogim radovima, ali još nije naišla na veliku rasprostranjenost u industrijskim odjelima. Postoji velika razlika u intenzitetu i raspodjeli plazme između industrijske i laboratorijske opreme, te postoji značajno vremensko kašnjenje u evoluciji plazme koje je u korelaciji sa opskrbom industrijskih postrojenja sa TiCl_4 . To je kašnjenje vrlo osjetljivo na geometriju elektrode za taloženje i vrijeme impulsne stanke. Osim toga, intenzitet plazme na različitim mjestima unutar komore je varirao, stoga je kontrola impulsnih parametara procesa, kao što su impulsni napon, gustoća katodne struje i impulsni ciklički omjer, presudna za proizvodnju homogenih prevlaka na velikim alatima [13].

TiN prevlake nastale pri višim impulsnim naponima pokazuju primjetno veću veličinu zrna i nižu tvrdoću unatoč tome što se stopa taloženja povećava u odnosu na niski impulsni napon. Prionjivost prevlake i zaostala naprezanja su se smanjuju se sa povećanjem impulsnog

napona. Postojanje međusloja između prevlake i osnovnog materijala ispod 650 V poboljšava prionjivost. Impulsna frekvencija ima samo blagi utjecaj na zaostala naprezanja i prionjanje, te je još bitno reći da postotak taloženja opada s porastom frekvencije. PACVD postupcima omogućeno je jednostavno prevlačenje različitih provrta TiN prevlakama [13].



Slika 9. SEM morfologija presjeka uzoraka prevučeni TiN na a)650V i b)750V [13]



Slika 10. Utjecaj impulsne frekvencije na prionjivost prevlake i zaostala naprezanja TiN prevlaka [13]

6. Obrada površine laserskim snopom

Laser (engl. *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) je optička naprava koja emitira koherentni snop fotona. Laserska svjetlost nastaje u slučaju kada stimulirana emisija dominira nad spontanom emisijom i apsorpcijom. Glavne karakteristike laserske zrake su usmjerenost, koherentnost i monokromatičnost, te se na temelju tih karakteristika razlikuje od svjetlosti obične žarulje [14].

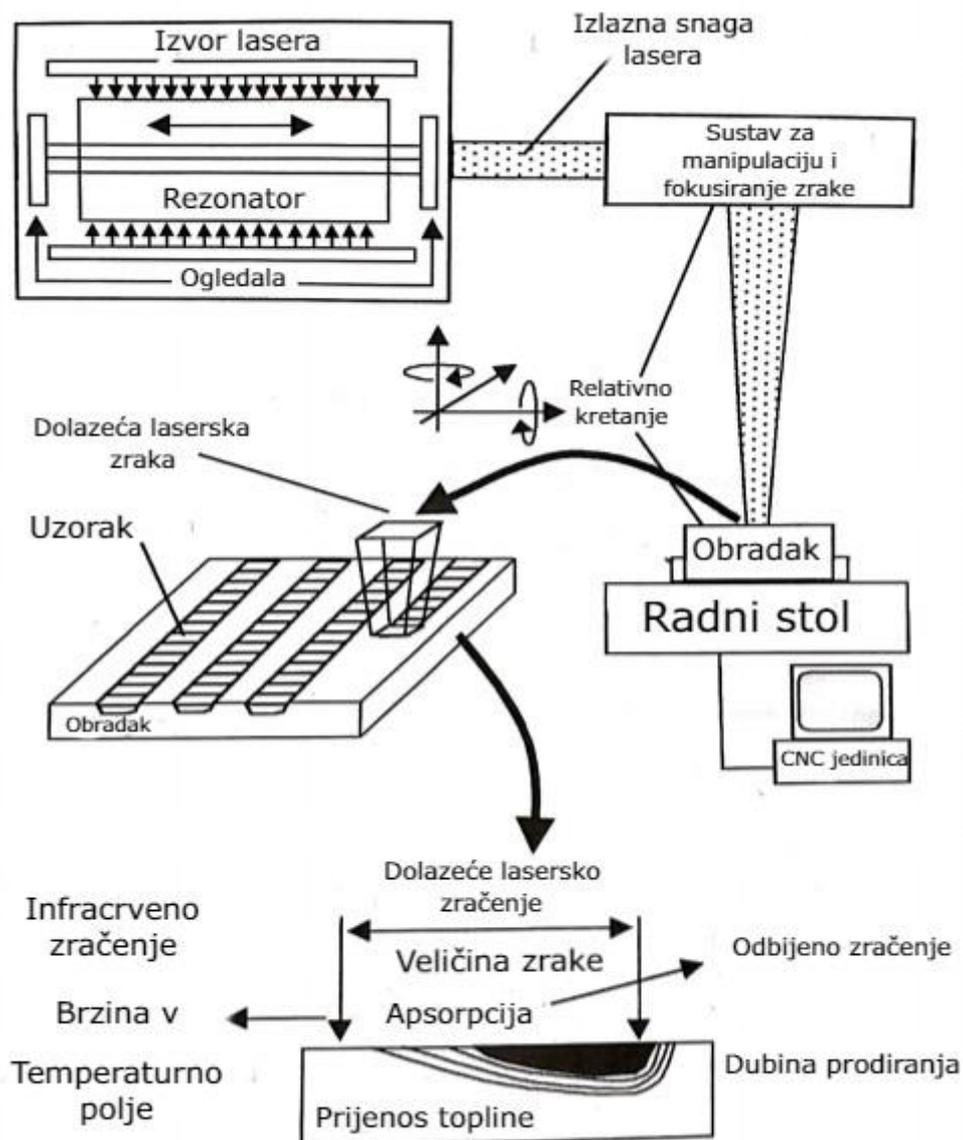
Svoju najčešću upotrebu laser nalazi u industriji na području rezanja materijala (85%), zavarivanja (oko 14%), površinske obrade (oko 1%), itd. U području rezanja se primjena lasera još smatra konvencionalno metodom. U području zavarivanja, laserska tehnologija je noviji pojam. Prema principa djelovanja, postupke obrade laserskim snopom djelimo na [15]:

1. Postupke zagrijavanja dijela volumena obradaka, gdje dolazi do mikrostrukturnih promjena (površinska obrada)
2. Taljenje određenog volumena obradaka (prevlačenje, zavarivanje, rezanje)
3. Isparavanje (rezanje, graviranje) [15]

Prema ovoj klasifikaciji, intenzitet laserske zrake se povećava, a vrijeme interakcije se smanjuje idući od prve do treće skupine procesa [15].

6.1. Princip vođenja postupaka površinske obrade laserskim snopom

Princip obrade površine laserskim snopom je modifikacija površine kao rezultat interakcije zrake koherentne svjetlosti i površine unutar određene atmosfere (vakuum, zaštitni ili aktivni plinovi). Svjetlo generirano u rezonatoru je usmjereno na površinu uzorka optičkim prijenosnim sustavom (sustavom zrcala ili optičkih vlakana). Počevši od zadane optičke izlazne snage, do potrebne gustoće snage i intenziteta dolazi se modificiranjem zrake fokusiranjem ili njenim oblikovanjem pomoću leća, zrcala, skenera ili integratora snopa. Na slici 11. prikazan je shema obrade površine laserskim snopom [15].



Slika 11. Shematski prikaz obrade površine laserskim snopom [15]

7. Pregled dosadašnjih istraživanja TiN prevlaka na Ti legurama

7.1. Ispitivanje umora površine biomedicinskih titanijevih legura prevučenih titanij nitridom [16]

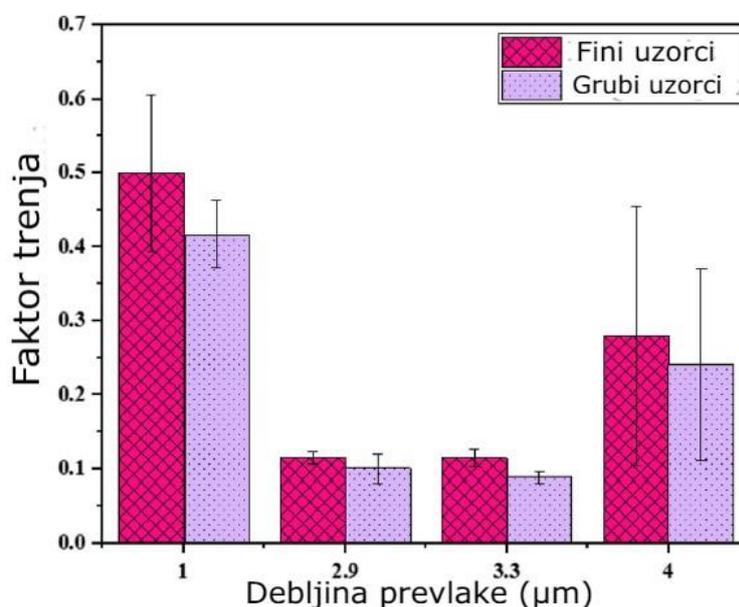
(engl. *Fretting Fatigue Studies of Titanium Nitride-Coated Biomedical Titanium alloys*)

U radu je provedena karakterizacija oštećenja izjedanja površine titanijevih legura, izloženih cikličkim napreznjima, korištenih u medicini (TiAl6V4 i Ti6Al7Nb) prevučenih titanij nitridom PVD postupkom. Uzorci, koji su bili u obliku šipki, izrađeni su postupcima vrućeg valjanja i žarenja, te su potom polirani emulzijom gline (3 μm) i dijamantnom pastom (0,5 μm), očišćeni ultrazvukom i prevučeni titanij-nitridom PVD postupkom. Prosječna hrapavost površine sa prevlakom je 0,3 μm , izmjerena tvrdoća 40 GPa, a modul elastičnosti 332 GPa. Ispitivanje izjedanja površine provedeno je „*flat on flat*“ postupkom, te rezultati pokazuju da se smanjenjem sile povećava razlika izdržljivosti prevučenih i neprevučenih obradaka. Manje razlike otpornosti pri većim primjenjenim silama pripisuju se ograničenosti prevlake da podnese velika napreznja u usporedbi sa onima koja podnosi osnovni materijal. Rezultati ispitivanja izjedanjem prevučenih i neprevučenih dijelova prikazuju da je na neprevučenim dijelovima došlo do znatnijih oštećenja površine. Kod prevučenog dijela došlo je do delaminacije prevlake nakon čega čestice TiN abradiraju površinu. Kod neprevučene legure je također došlo do odvajanja čestica koje su također abradirale površinu, ali je ta pojava brže nastupila [16].

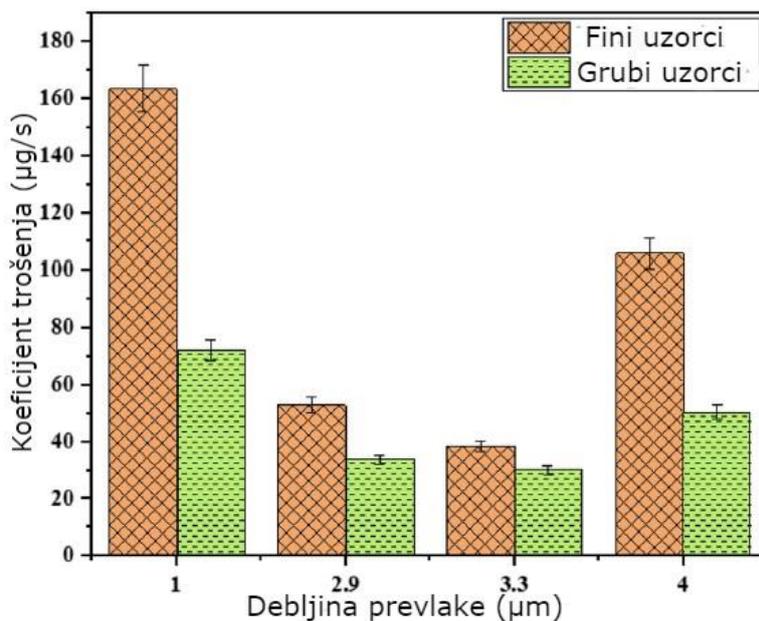
7.2. Eksperimentalna analiza triboloških i kemijskih svojstava TiN prevlaka nanesenih na titanijevu leguru PVD postupkom [17]

(engl. *Experimental investigation of tribo-mechanical and chemical properties of TiN PVD coating on titanium substrate for biomedical implants manufacturing*)

U ovom radu su dvije vrste CP Ti-70-A uzoraka prevučene TiN prevlakom PVD postupkom. Uzorci su se razlikovali po veličini srednjeg profila hrapavosti. Grublji uzorak je imao hrapavost $R_a=0,4 \mu\text{m}$, a finiji uzorak $R_a=0,1 \mu\text{m}$. Debljine prevlake i kemijski sastav prevlake izmjereni su pomoću SEM i EDS. Debljine prevlaka u vremenima 7 min, 15 min, 30 min i 60 min, izmjerene su redom: $1,0 \mu\text{m}$, $2,9 \mu\text{m}$, $3,3 \mu\text{m}$ i $4,0 \mu\text{m}$. Prevlačenjem uzoraka dobivena je bolja korozijska postojanost, te ne dolazi do otpuštanja iona s implantata u ljudsko tijelo, pa su shodno tome implantati prevučeni TiN biokompatibilniji od onih neprevučениh. Uzorak hrapavije površine s debljinom prevlake $3,3 \mu\text{m}$ pokazao je najveće iznose tvrdoće i modula elastičnosti. Prionjivost TiN prevlake povećava se sa debljinom prevlake i za fine i za grublje površine do debljine od $3,3 \mu\text{m}$, nakon čega slijedi pad prionjivosti. Prevlake debljine $3,3 \mu\text{m}$ na hrapavijim površinama pokazuju bolja tribološka svojstva (faktor trenja i brzina trošenja), te imaju relativno bolju prionjivost na uzorak [17].



Slika 12. Ovisnost faktora trenja o debljini prevlake i hrapavosti površine [17]

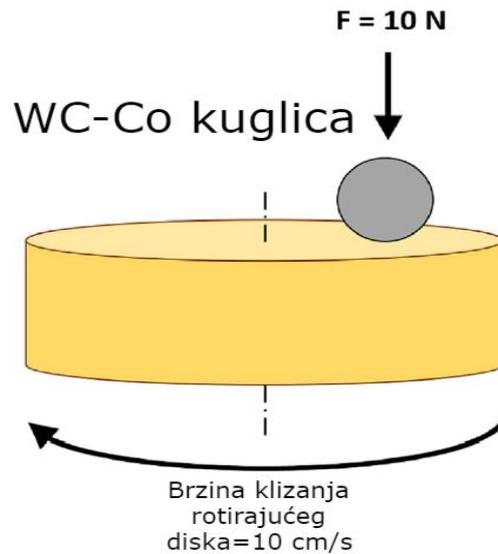


Slika 13. Ovisnost brzine trošenja o debljini prevlake i hrapavosti površine [17]

7.3. Tribološke karakteristike TiN prevlaka: Usporedba TiN prevlake na nehrđajućem čeliku i Ti leguri [18]

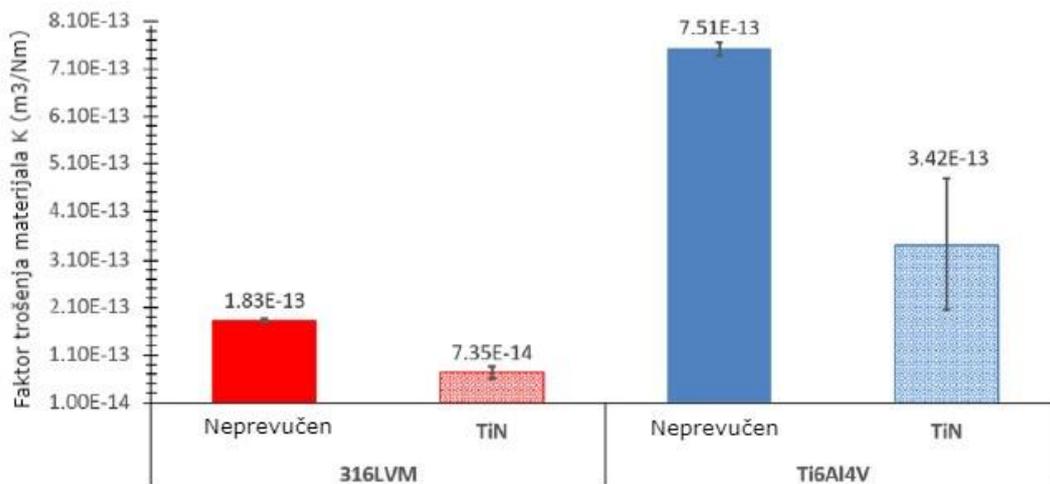
(engl. *Tribological performance of titanium nitride coatings: A comparative study of TiN-coated stainless steel and titanium alloy*)

U radu su proučavana svojstva TiN prevlake nanešene PVD postupkom na površine nehrđajućeg čelika 316LVM i titanijeve legure Ti6Al4V. Prije prevlačenja, uzorci su pažljivo očišćeni, odmašćeni u alkalijskoj ultrazvučnoj kupci, isprani destiliranom vodom i osušeni vakuumskim sustavom za sušenje. TiN prevlake nanese su isparivanjem katodnim električnim lukom (CAE-PVD), koristeći titanij kao metu i argon i dušik kao plinsku smjesu. Prije taloženja, tlak u komori je bio 10^{-3} Pa, a postupak je proveden pri temperaturi od 350 °C, pod radnim tlakom od 0,1 do 0,2 Pa. Ispitivanje je provedeno stavljanjem prevučениh i neprevučениh uzoraka u tribološki par sa 6-milimetarskom WC-Co kuglicom. Ispitana je tvrdoća površine, mehanička svojstva, prionjivost prevlake, te otpornost na trošenje [18].



Slika 14. Eksperimentalni dio rada [18]

Zaključeno je da otpornost na trošenje TiN prevlaka nanesenih CAE-PVD postupkom uvelike ovisi o mehaničkim svojstvima osnovnog materijala (substrata). Razlika u modulu elastičnosti osnovnog materijala i materijala prevlake također utječe na tribološka svojstva TiN prevlake. U oba slučaja, kod nehrđajućeg čelika i kod titanijeve legure je primjenom prevlake došlo do smanjenja faktora trošenja materijala K i do smanjenja faktora trenja [18].

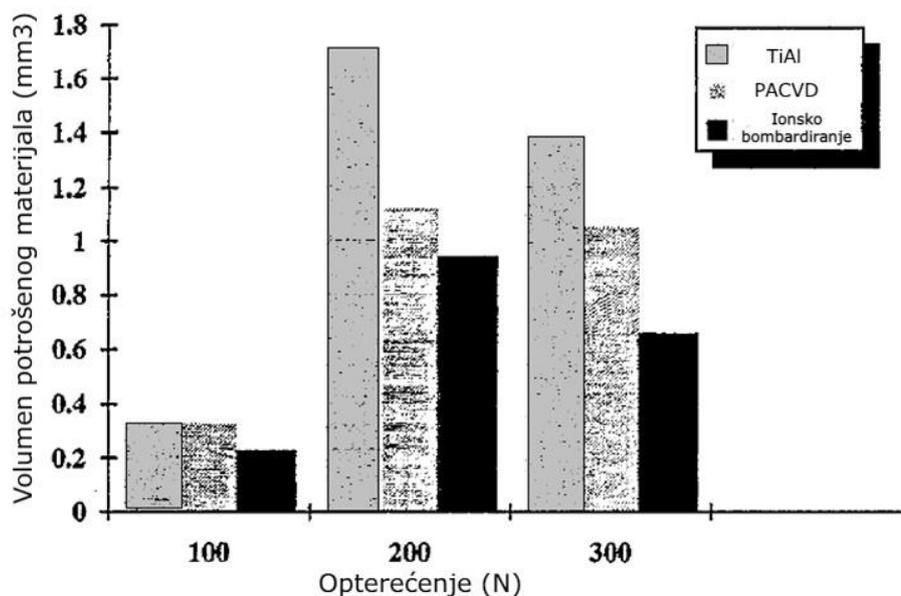


Slika 15. Usporedba faktora trošenja materijala bez prevlake i s TiN prevlakom [18]

7.4. Svojstva kliznog trošenja TiAl legura sa/bez TiN prevlakama [19]

(engl. *Sliding wear properties of TiAl alloys with/without TiN coatings*)

U radu je ispitivano suho klizno trošenje TiAl legura s i bez TiN prevlake. Korištena je TiAl50 legura, koja je nakon lijevanja podvrgnuta odgovarajućoj toplinskoj obradi. Iz odljevka su potom izrezani uzorci u obliku kvadara dimenzija 10x13x7,5 mm, koji su potom ispolirani. Dio uzoraka prevučen je višeslojnom prevlakom (TiN+TiCN+TiN+TiCN+TiN) PACVD postupkom. Plazma u procesu je aktivirana primjenom izvora izboja radio frekvencija. Uzorci su inicijalno očišćeni u komori koristeći H₂-Ar mješavinu plinova u trajanju 5 minuta kako bi se postigla bolja prionjivost između prevlake i osnovnog materijala. Nakon čišćenja je u vakuumsku komoru dodana smjesa TiCl₄, C₆H₆ i N₂, regulirajući pritom protok svakog od tih plinova. Radni tlak je iznosio 1,1 Torr (146, 65 Pa), a temperatura uzoraka je tokom prevlačenja iznosila 530 °C. Druga skupina uzoraka prevučena je jednoslojnom TiN prevlakom ionskim bombardiranjem. U procesu ionskog bombardiranja, prvotni sloj Ti nanesen je na površinu TiAl uzoraka na 400 V u trajanju od 5 minuta, te je potom reaktivni plin (dušik) zajedno sa argonom dodan u vakuumsku komoru, stvarajući pritom TiN na 200 V u trajanju od 10 minuta i naknadno na 100 V u trajanju od 30 minuta, na radnom tlaku od $8,4 \times 10^{-3}$ Torr (1,12 Pa). Mikrotvrdoće PACVD TiN prevlaka iznosile su 800-1200 HV, a ionski bombardirane TiN prevlake imale su tvrdoću 1200-1500 HV. Ispitivanje je provedeno na spravi Amsler koristeći block-on-ring postupak. Prsten korišten u ispitivanju je bio od čelika za ležajeve AISI 52100 tvrdoće 60 HRC. Opterećenja na ispitivanju su bila 100, 200 i 300 N, s brzinom klizanja 0,8 m/s u podmazanim uvjetima i putem klizanja od 1000 m. Volumen potrošenog materijala i faktor trošenja materijala izračunati su na temelju izmjerenog gubitka mase i širine traga trošenja na bloku. Nakon trošenja je pomoću rendgenskih zraka i SEM mikroskopa analizirana površina Ti legura s i bez TiN prevlake, te prije i poslije provođenja ispitivanja trošenja, u svrhu promatranja mikrostrukturnih i morfoloških promjena na uzorcima. Zaključeno je da prisutnost TiN prevlaka na Ti leguri znatno poboljšala otpornost na trošenje. S povećanjem primijenjenog opterećenja, faktor trošenja se suprotno očekivanjima, smanjivao, pa je u svrhu donošenja zaključaka potrebno daljnje proučavanje teme [19].



Slika 16. Ovisnost volumena potrošenog materijala o primijenjenom opterećenju [19]

7.5. Plazmatsko tretiranje površine i PACVD prevlačenje Ti legura za kirurške implantate [20]

(engl. *Plasma surface treatment and PACVD on Ti alloys for surgical implants*)

U radu je opisano poboljšanje svojstava (površinske tvrdoće i otpornosti na trošenje) dviju Ti legura, Ti6Al4V i TiAl5Fe2.5, koje se često koriste kao kirurški implantati. Legure su plazmatski nitrirane i tako je na površini nastao sloj TiN. Kako bi se povećala debljina sloja, odmah nakon plazmatskog nitriranja, dodatno je proveden PACVD postupak, te je promatrana mikrostruktura površine, sastav i tvrdoća slojeva, promjena u otpornosti na koroziju i biokompatibilnost. Plazmatsko nitriranje i PACVD postupak provedeni su u istoj peći bez izlaganja uzoraka zraku. Difrakcijom rendgenskih zraka nakon plazmatskog nitriranja utvrđeno je postojanje dvaju faza: δ -TiN i ϵ -Ti₂N. Na slici 18. prikazani su parametri plazmatskog nitriranja i PACVD postupka [20].

Postupak	Trajanje (h)	Temperatura (°C)	Napon (V)	Tlak (Pa)	Protok TiCl ₄ (g h ⁻¹)
PN	14	700	500	600	
	14	800	500	600	
	14	900	500	600	
	14	800	350	600	
	14	800	500	600	
	14	800	650	600	
	14	800	650	100	
	14	800	650	350	
	14	800	650	600	
	PN + PACVD	14	800	650	600
PACVD	2	785	600	200	13
	2	785	600	200	29
	2	785	600	200	37

Slika 17. Parametri plazmatskog nitriranja i PACVD postupka [20]

Zaključeno je da je plazmatsko nitriranje legura rezultiralo stvaranjem tvrdog višefaznog sloja (TiN, Ti₂N, Ti₂AlN i dušikom stabilizirane α -faze) sa površinskom tvrdoćom od 2200 HK0.05 i kontinuiranim profilom tvrdoće od površine do osnovnog materijala. Primjenom PACVD postupka je debljina vanjskog TiN sloja narasla na 2,1 μ m. Prethodno plazmatsko nitriranje pružilo je odličnu podlogu i prionjivost TiN sloju nanesenim PACVD postupkom. Korozijska otpornost prevučениh Ti legura usporediva je s neprevučениm legurama. Kod neprevučениh Ti legura otpornost na koroziju pruža tanki pasivni oksidni sloj, spontano formiran uz prisutnost kisika, ali je taj sloj sklon nastanku oštećenja uslijed mikrokretanja između implantata i tkiva. TiN uz visoku otpornost na koroziju smanjuje mogućnost nastanka štete sa istovremeno prisutnom visokom otpornošću na trošenje. Parametri općenite biokompatibilnosti pokazuju prihvatljivo ponašanje stanica u dodiru sa tretiranim Ti legurama, unatoč prisutnosti cca 0,3 % klora u TiN sloju nanesenom PACVD postupkom[20].

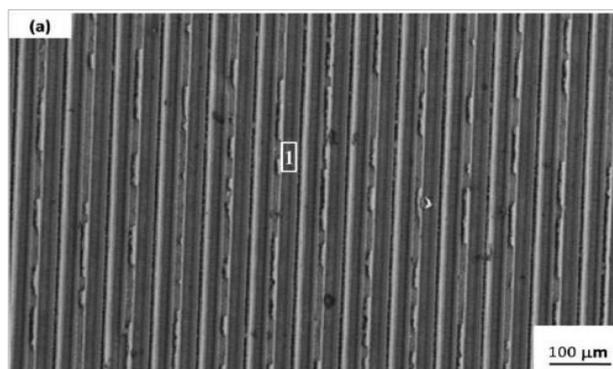
8. Pregled dosadašnjih istraživanja o obradi površine Ti legura laserskim snopom

Budući da je posebno intenzivan razvoj i primjena postupaka prevlačenja u parnoj fazi na području izrade konstrukcijskih elemenata i alata u cilju povećanja njihove otpornosti i trajnosti, sve se više pažnje posvećuje stanju površine prije nanošenja prevlake. Prionjivost prevlake na podlogu ovisna je o nizu parametara od kojih je vrlo važna tekstura podloge. U posljednjih nekoliko godina došlo je do otkrića pogodnosti primjene laserske tehnike u teksturiranju površine titanijeve legure.

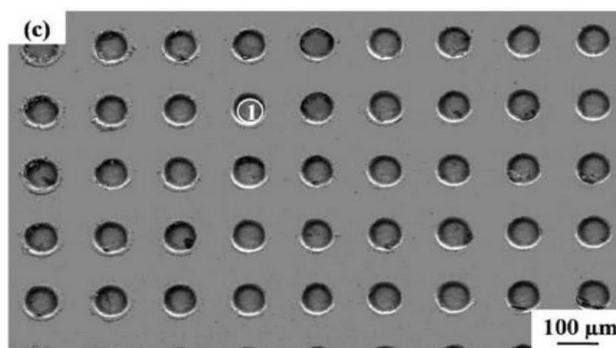
8.1. Lasersko teksturiranje površine titanijevih legura [21]

(engl. *Laser Surface Textured Titanium Alloy (Ti-6Al-4V)*)

U ovom radu su uzorci od Ti-6Al-4V dimenzija 10 x 10 x 5 mm mehanički polirani do određene hrapavosti ($R_z=3\mu\text{m}$) i potom laserski teksturirani koristeći ArF ekscimer laser na valnoj duljini od 193 nm (duljina pulsa 5 ns). Lasersko uzorkovanje provedeno je koristeći „mask imaging“ tehniku, gdje je čelična maska obasjana ravnim profilom intenziteta laserske zrake ekscimer lasera. Objektivna leća sa faktorom umanjenja od 14:1 omogućuje lasersku fluenciju iznosa do 10 J/cm^2 . Koristeći različite dizajne maski i motorizirani izmjenjivač istih omogućeno je stvaranje linearnih i jamičastih geometrija na površini uzoraka. Linearno teksturiranje površine zahtjeva lasersku fluenciju od $2,4\text{ J/cm}^2$, frekvenciju laserskog pulsa od 200 Hz i 50 laserskih pulseva, dok jamičasto teksturiranje zahtjeva fluenciju od $3,2\text{ J/cm}^2$, frekvenciju pulsa 200 Hz i 100 laserskih pulseva. Dobivena tekstura površine mjerena je laserskim skenirajućim profilometrom koji koristi He-Ne laser snage 10 nW. Mikrostruktura površine analizirana je skenirajućim elektronskim mikroskopom. Linearni uzorci su širine 25 μm sa intervalom od 20 μm , a jamičasti uzorci su svi jednako razmaknuti i promjera su 60 μm . Rezultati ispitivanja upućuju na zaključke da su linearne i jamičaste geometrije uspješno razvijene na površini uzoraka koristeći UV lasersko zračenje valne duljine 193 nm. Jasno su vidljive periodički ponavljane geometrije bez nedostataka. Ukupna površinska energija laserski tretiranih površina varira od 29 do 67 mN/m. Veća površinska energija primijećena je kod jamičaste geometrije (67 mN/m), nego kod linearne geometrije (29 mN/m) [21].



Slika 18. Linearni uzorci dobiveni laserskim teksturiranjem površine Ti legure [21]



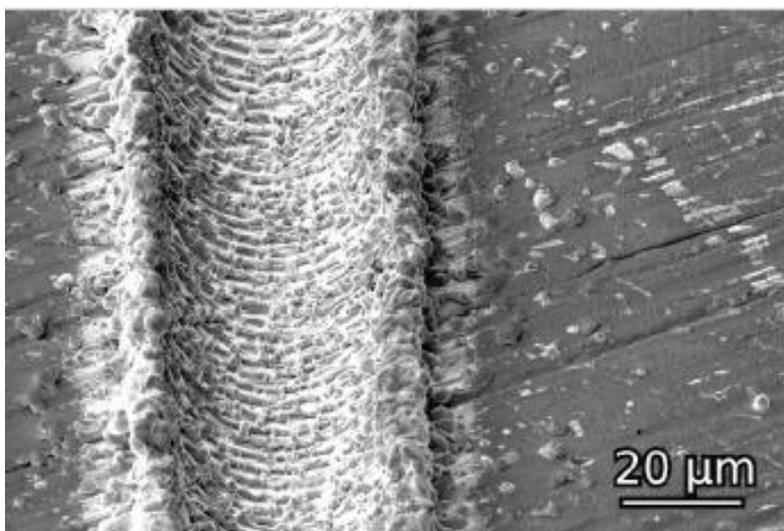
Slika 19. Jamičasti uzorci dobiveni laserskim teksturiranjem površine Ti legure [21]

8.2. Tribološke karakteristike površine Ti6Al4V legure teksturirane nanosekundnim laserom [22]

(engl. *Tribological behavior of nanosecond-laser surface textured Ti6Al4V*)

U ovom radu izrađeni su uzorci navedene titanijeve legure promjera 25 mm i visine 8 mm izmjerene površinske tvrdoće 325 HV3. Uzorci su brušeni sa SiC brusnim papirom granulacije 240 uz konstantan dovod vode do hrapavosti površine $R_a=0,25 \mu\text{m}$. Kao protutijelo u tribološkom ispitivanju uzorcima korišteni su valjci cilindra promjera 10 mm i visine 10 mm od 100Cr6 čelika. Površina valjaka nije dodatno pripremana, a površinska hrapavost im je iznosila $R_a=0,15 \mu\text{m}$. Tvrdoća površine valjaka iznosila je 750 HV3. Prije provođenja eksperimenta, oba uzorka su očišćena u ultrazvučnoj kupci koristeći petrolejski spirit i etanol u trajanju od 10 minuta. Kao lubrikant korištena je mast Aeroshell Grease 33 sa viskoznošću baznog ulja $14,2 \text{ mm}^2/\text{s}$, te $3,4 \text{ mm}^2/\text{s}$ pri 40 i 100 °C. Mast je samo jednom obilno nanosena prije početka eksperimenta kako bi se osiguralo kvalitetno podmazivanje kroz cijeli proces. Lasersko teksturiranje površine je provedeno koristeći sustav Piranha II sa maksimalnom snagom 20 W. Kao izvor lasera korišten je Yb laser sa staklenim vlaknima SPI G4 Z-Series EP valne duljine 1060 nm sa pomicanjem laserske točke duž površine uzorka

pomoću Scanlab SCANcube 10 galvanometarskog skenera. Laser se koristio u impulsnom načinu rada radeći jamicu sa svakim impulsom. Kontinuirani kanali nastali su uslijed preklapanja impulsa za 90 %. Linearni kanali sa polukružnim presjekom širine 30 μm i dubine 10 μm nastali su laserskim teksturiranjem površine. Kanali su popraćeni pojavom rastopljenih ispupčenja, nastalih uslijed upotrebe nanosekundnog lasera, prosječne visine 13 μm i prosječne širine 14 μm na svakoj strani kanala. Promatrajući rezultate eksperimenta zaključeno je da je laserski teksturirana površina u odnosu na netretirane površine pokazala znatno manji koeficijent trenja i koeficijent trošenja materijala. Lasersko teksturiranje površine pokazalo se korisnim samo pri gustoći slaganja nastalih kanala većoj od 5 %, pod uvjetom da je teksturiranje provedeno u zraku i da rastopljena ispupčenja nisu uklonjena prije početka eksperimenta [22].



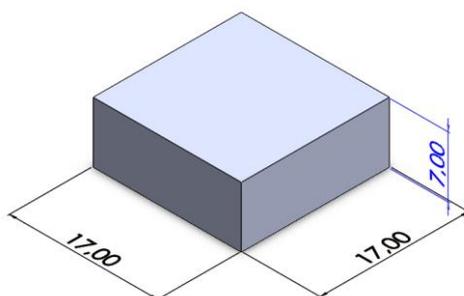
Slika 20. SEM slika laserskih kanala sa vidljivim rastopljenim ispupčenjima na obje strane kanala [22]

9. Eksperimentalni dio

U završnom radu istraživanje je provedeno na 3 uzorka Ti6Al4V legure prevučene TiN prevlakom.

Ti6Al4V jedna je od najvažnijih titanijevih legura iz skupine $\alpha+\beta$ titanijevih legura, koja posjeduje najbolju kombinaciju mehaničkih svojstava i područje primjene od 315 do 400 °C. Navedena legura razvijena je 50-ih godina prošlog stoljeća i ima odlična mehanička svojstva ali je slabije otporna na trošenje. Često se koristi u izradi diska i lopatica plinske turbine mlaznog motora te elemenata okvira zrakoplova i kod izrade medicinskih implantata [23].

Ispitivani uzorci su dimenzija 17x17x7 mm kao što je prikazano na slici 21.



Slika 21. Oblik i dimenzije uzoraka

Tablica 1. Tijek provođenja eksperimentalnog dijela rada

Korak ispitivanja	
1.	Mehanička predobrada uzoraka
2.	Mjerenje hrapavosti
3.	Prevlačenje uzoraka PVD postupkom
4.	Mjerenje hrapavosti
5.	Ispitivanje prionjivosti prevlake prema normi VDI 3198
6.	Mjerenje tvrdoće
7.	Mjerenje debljine prevlake kalotestom

9.1. Mehanička predobrada uzoraka

Prije provođenja PVD postupka i nanošenja TiN prevlake potrebno je provesti odgovarajuću pripremu površine uzoraka. Svi uzorci su mehanički predobrađeni brušenjem i poliranjem s brusnim papirom granulacije 4000 te dijamantnom pastom 0,3 μm . Uzorci 2 i 3 su prije nanošenja prevlake podvrgnuti postupku laserske obrade na femtosekundnom laseru na Institutu za fiziku u Zagrebu. Korišteni su sljedeći parametri laserske obrade: snaga od 16 mW, brzina pomicanja laserskog snopa od 5 mm/s i 10 mm/s, te dvostruki prolaz laserskog snopa. Parametri obrade za svaki uzorak prikazani su u tablici 2.

Tablica 2. Parametri laserske obrade

Broj uzorka	$P, [\text{Mw}]$	$v, [\text{mm/s}]$	Broj prolaza
1	-	-	-
2	16	5	2
3	16	10	2

9.2. Mjerenje hrapavosti površine nakon obrade uzoraka

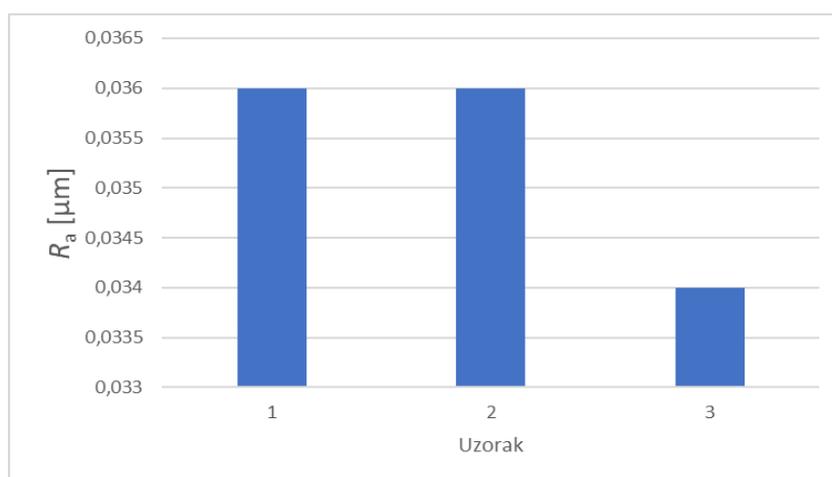
Nakon mehaničke predobrade i obrade površine laserskim snopom, na uzorcima su izmjereni parametri hrapavosti. Mjerenje je provedeno na uređaju *Perthometer S8P* u Laboratoriju za precizna mjerenja dužina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Parametri mjerenja iz Laboratorija za precizna mjerenja duljina za uređaj *Perthometer S8P* su:

- Gaussov filter, granična vrijednost $lc = 0,25 \text{ mm}$
- Vođenje nožicom
- Radijus ticala $r = 5 \mu\text{m}$
- Duljina ocjenjivanja $ln = 1,25 \text{ mm}$
- Mjerna sila: $F = 1,3 \text{ mN}$

Vrijednosti parametara hrapavosti nakon mehaničke predobrade i obrade površina laserskim snopom prikazani su u tablici 3.

Tablica 3. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti prije nanošenja prevlake

Parametri hrapavosti [μm]	Uzorak		
	1	2	3
R_{max}	0,315 \pm 0,033	0,315 \pm 0,059	0,408 \pm 0,07
R_z	0,273 \pm 0,019	0,249 \pm 0,024	0,289 \pm 0,016
R_a	0,036 \pm 0,003	0,036 \pm 0,001	0,034 \pm 0,002
R_p	0,180 \pm 0,023	0,167 \pm 0,065	0,132 \pm 0,073

Slika 22. R_a po uzorcima prije nanošenja prevlake

Najnižu vrijednost parametara hrapavosti (promatrajući srednje aritmetičko odstupanje profila R_a [μm]) prije nanošenja TiN prevlake postiže uzorak 3 (0,034 μm) čija je površina obrađena laserskim snopom snage 16 mW i brzinom 10 mm/s, dok uzorci 1 i 2 postižu približno jednake vrijednosti R_a (0,036 μm).

9.3. Prevlačenje uzoraka PVD postupkom

Na sva tri uzorka nanese su TiN prevlake PVD postupkom u cilju poboljšanja eksploatacijskih svojstava Ti legura, tj. povećanja otpornosti na trošenje, povišenja trajnosti alata, povećanje površinske tvrdoće ili oksidacijske postojanosti.



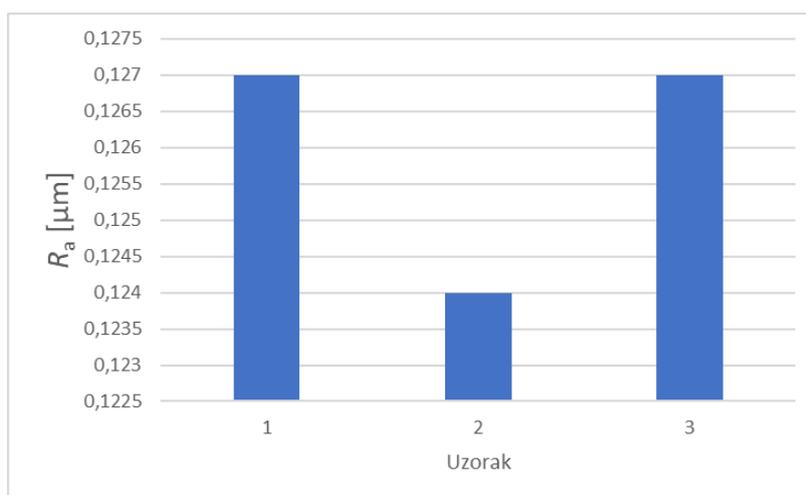
Slika 23. Uzorci prevučeni TiN prevlakom

9.4. Mjerenje hrapavosti površine nakon nanošenja prevlake

Nakon prevlačenja Ti6Al4V uzoraka TiN prevlakom izmjereni su parametri hrapavosti. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti prikazani su u tablici 4 (i prilogu 2).

Tablica 4. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti nakon nanošenja prevlake

Parametri hrapavosti [μm]	Uzorak		
	1	2	3
R_{max}	2,351 \pm 0,278	2,372 \pm 0,186	2,348 \pm 0,709
R_z	1,907 \pm 0,286	1,854 \pm 0,121	1,756 \pm 0,475
R_a	0,127 \pm 0,020	0,124 \pm 0,014	0,127 \pm 0,018

Slika 24. R_a po uzorcima nakon nanošenja prevlake

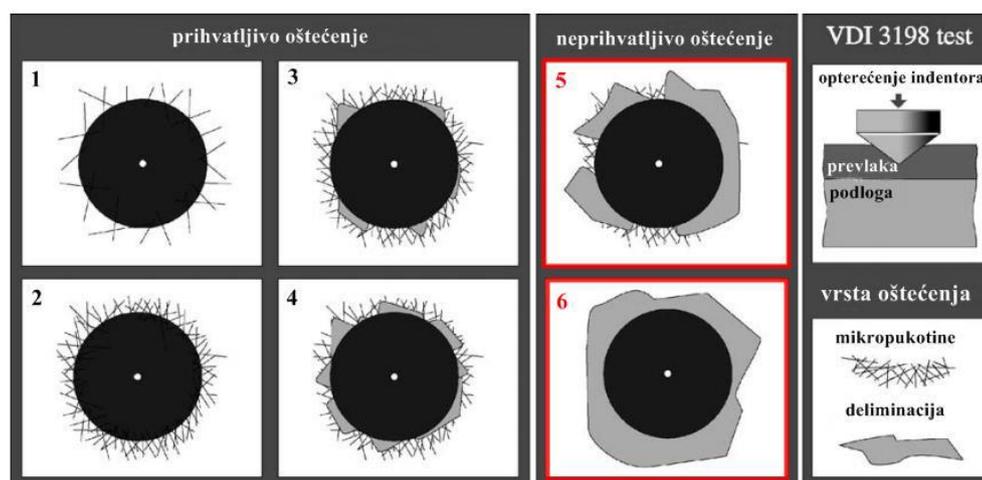
Najnižu vrijednost parametara hrapavosti (promatrajući srednje aritmetičko odstupanje profila R_a) nakon nanošenja TiN prevlake postiže uzorak 2 (0,124 μm), dok uzorci 1 i 3 postižu približno jednake vrijednosti R_a . Usporedivši rezultate prije i poslije nanošenja

prevlake vidljivo je da se R_a povećao otprilike 3,5 puta kod uzoraka 1 i 2, a kod uzorka 3 se vrijednost R_a povećala 3,7 puta.

9.5. Ispitivanje prionjivosti prevlake

Prionjivost TiN prevlake ispitana je Rockwell C testom utiskivanja prema normi VDI 3198. Radi se o destruktivnoj metodi kontrole kvalitete gdje se konični dijamanтни indentor utiskuje u površinu prevučenog uzorka, uzrokujući pritom veliku plastičnu deformaciju substrata i pucanje prevlake. Pravilo 1/10 mora biti ispoštovano, što znači da ukupna debljina uzorka mora biti barem 10 puta veća od dubine prodiranja. Nakon utiskivanja ponašanje prevlake oko otiska promatrano je na svjetlosnom mikroskopu. Prionjivost prevlaka prema oštećenjima dijeli se u 6 razreda [24]:

- HF1 - malo pukotina,
- HF2 - više pukotina, ali bez delaminacije,
- HF3 - pukotine uz slabu delaminaciju,
- HF4 - pukotine uz djelomičnu delaminaciju,
- HF5 – pukotine uz prevladavajuću delaminaciju,
- HF6 – potpuna delaminacija prevlake.



Slika 25. Kategorije oštećenja prevlake [24]

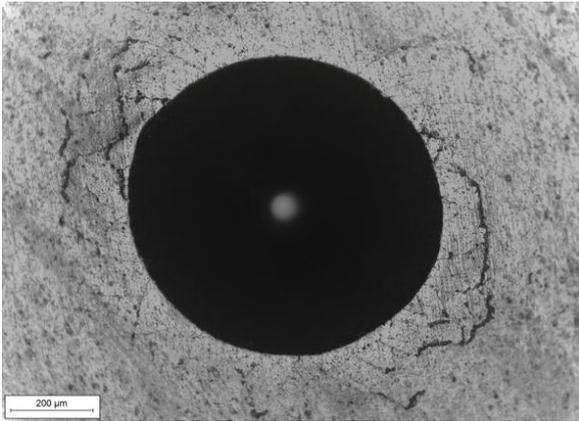
Ispitivanje je provedeno na Rockwellovom tvrdomjeru u Laboratoriju za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Na slici 26. prikazan je Rockwell tvrdomjer.

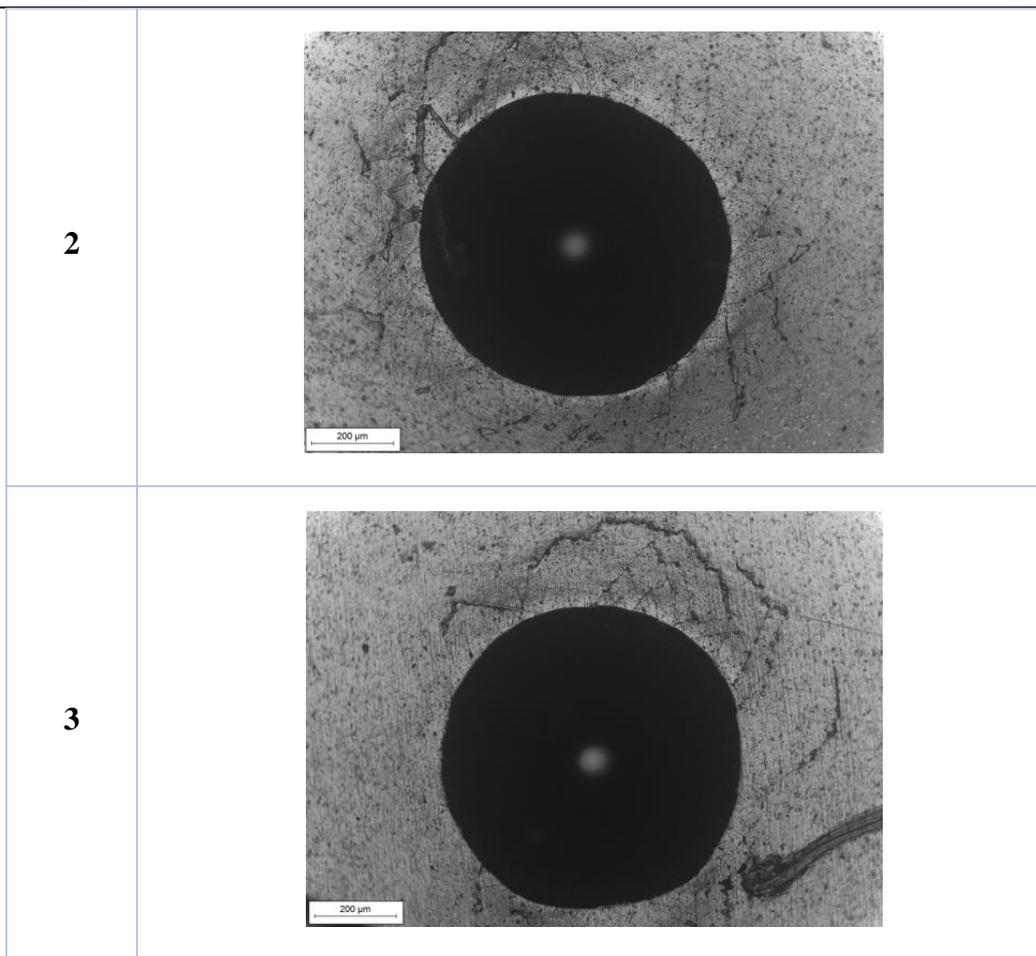


Slika 26. Rockwell tvrdomjer

U tablici 5 su prikazan je dio rezultata ispitivanja prionjivosti prevlake, dok je ostatak rezultata prikazan u prilogu 3.

Tablica 5. Otisci na uzorcima uslijed ispitivanja prionjivosti prevlake

Uzorak broj	Otisak
1	 A micrograph showing a circular indentation on a grey, textured surface. The indentation is dark and circular. A scale bar in the bottom left corner indicates 200 μm.



HRC metoda se temelji na analizi količine i teksture oštećenja prevlake oko otiska. Prihvatljiva je pojava mikropukotina, a neprihvatljiva je pojava značajne delaminacije.

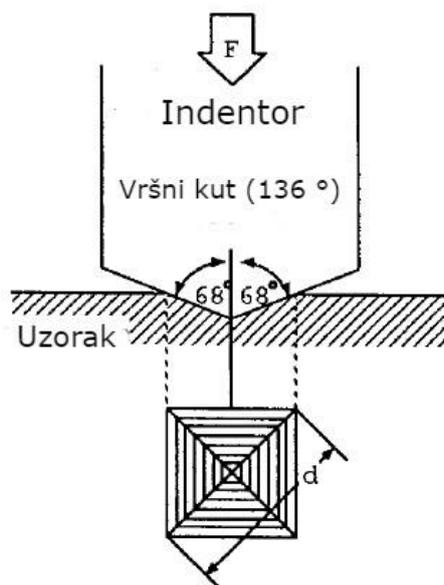
Kod uzorka 1 vidljiva je pojava radijalnih pukotina uz rub otiska, bez primjetne pojave delaminacije, pa je zaključeno da će uzorak broj 1 sa TiN prevlakom koji je samo obrađen poliranjem i nanošenjem prevlake zadovoljio test prionjivosti, te je smješten u razred HF2.

Kod uzorka 2 je također vidljiva pojava poprečnih pukotina, ali je došlo i do odvajanja prevlake, pa je uzorak 2 čija je površina prije nanošenja prevlake obrađena laserom brzinom $v=5$ mm/s smješten u razred HF3, tj. u prihvatljivo područje.

Kod uzorka 3 vidljiva je, kao i kod uzorka 1, vidljiva pojava radijalnih pukotina uz rub otiska, ali nema primjetne delaminacije, te je zbog toga uzorak 3 čija je površina prije nanošenja prevlake obrađena laserom brzinom $v=10$ mm/s, također smješten u razred HF2, u prihvatljivo područje.

9.6. Mjerenje tvrdoće

U konvencionalnom ispitivanju tvrdoće, tvrdoća je definirana kao omjer primijenjenog opterećenja P i kontaktne površine između indentora i materijala. Kontaktno područje ovisi o obliku indentora i o definiciji kontaktnog područja korištenog u izračunu. Za ispitivanje tvrdoće prema Vickersu, koristi se piramidalni indentor sa kvadratnom bazom i vršnim kutom 68° [26].



Slika 27. Oblik indentora kod Vickers metode mjerenja tvrdoće [26]

Korišteno opterećenje pri mjerenju iznosilo je 0,25 N. Mjerenje tvrdoće provedeno je prema normi HRN EN ISO 6507-1 i dobiveni rezultati prikazani su u tablici 6 (i prilogu 4).

Tablica 6. Tvrdoće uzoraka

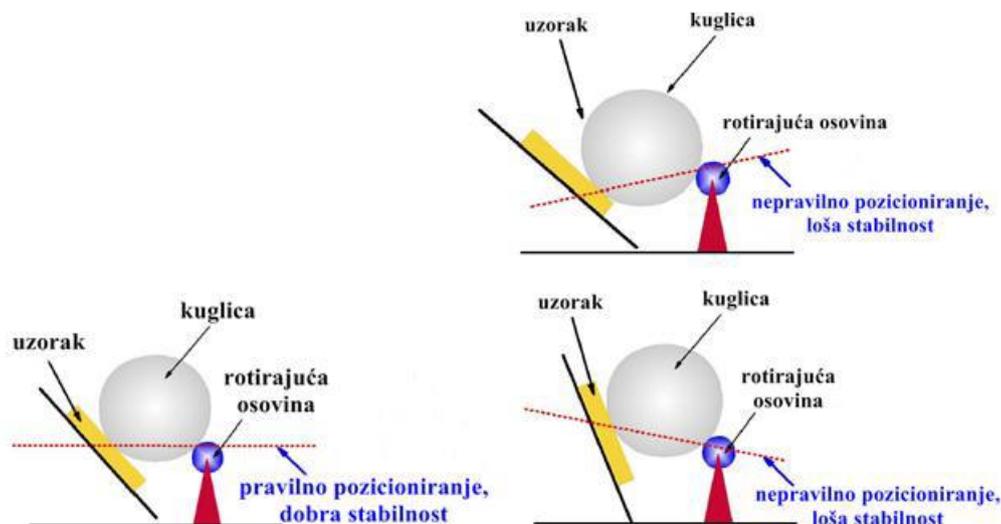
Uzorak broj	Tvrdoća [HV 0,025]
1	1126±46
2	1048±65
3	1100±108

Najveća vrijednost tvrdoće izmjerena je na uzorku 1, čija površina prije nanošenja TiN prevlake nije obrađena laserskim snopom, nego samo polirana, i iznosi 1126 HV 0,025, a najniža vrijednost tvrdoće izmjerena je na uzorku 2 čija je površina prije nanošenja TiN prevlake obrađena laserskim snopom snage 16 mW i brzinom 5 mm/s i iznosi 1048 HV 0,025.

9.7. Mjerenje debljine prevlake kalotestom

Debljina prevlake utvrđena je postupkom utiskivanja kalote. Metoda se temelji na odnošenju materijala, primjenom čelične kuglice određene mase i promjera, koja pritiskom na uzorak uz određeni broj okretaja rotira i tako troši prevlaku.

Za ispravno provođenje ispitivanja bitan je položaj uzorka i kuglice, jer u slučaju nepovoljnog položaja može doći do nepravilne raspodjele mase, što će izazvati prestanak rotacije kuglice i prestanak trošenja materijala. [27]

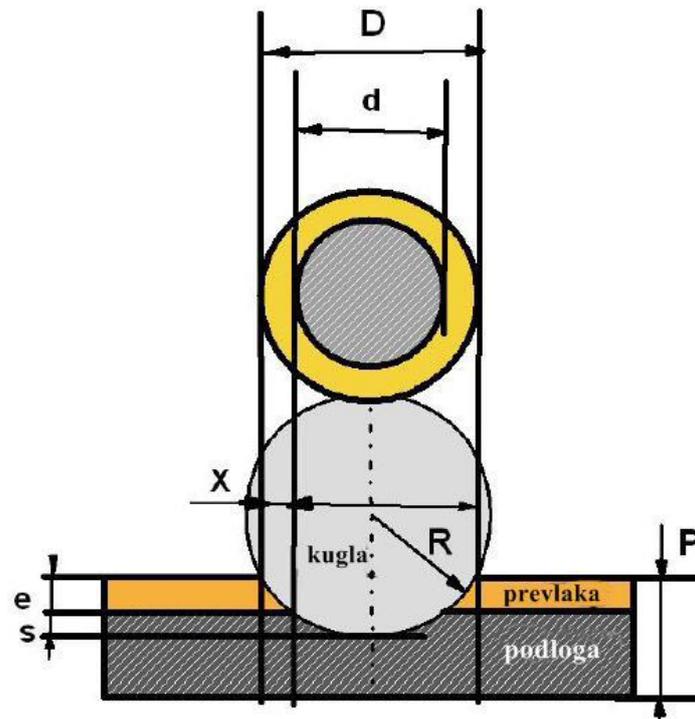


Slika 28. Prikaz ispravnog i neispravnog položaja kuglice i uzorka pri kalotestu [25]

Ispitivanje je provedeno na kalotesteru proizvođača TRIBOtechnic u Laboratoriju za toplinsku obradu Zavoda za materijale na Fakultetu strojarstva i brodogradnje.

Prije početka ispitivanja potrebno je dodati abraziv uz čiju pomoć kalota troši površinu uzorka. Sustav se pušta u pogon, te se zaustavlja nakon određenog vremena. Na uzorku ostaje trag trošenja u obliku kalote čiji se promjer mjeri i ubacuje u formulu za izračunavanje debljine prevlake. Za izračun su potrebni promjer kuglice R , izmjereni vanjski promjer prstena D i izmjereni unutarnji promjer prstena d , koji se ubacuju u sljedeći izraz.[25]

$$e_d = \frac{D^2 - d^2}{8R} \quad [\mu\text{m}]$$



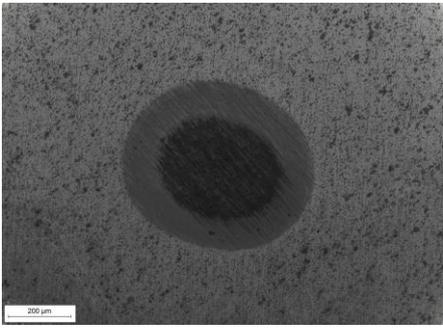
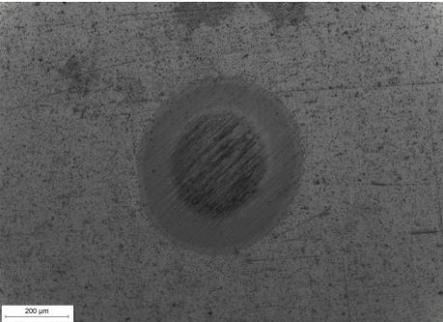
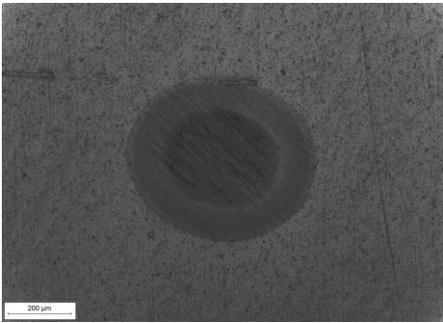
Slika 29. Princip određivanja debljine prevlake [25]

Parametri provođenja ispitivanja bili su sljedeći:

- Promjer kuglice: 20 mm
- Brzina okretanja: 900 okr/min
- Trajanje ispitivanja: 35 s

Rezultati kalotesta sa izračunatim debljinama prevlaka nalaze se u tablici 7.

Tablica 7. Otisci kalotesta sa izračunatim debljinama TiN prevlaka

Uzorak broj	Slika otiska	Izračunata debljina prevlake
1		$e_d=2,75$ μm
2		$e_d=2,70$ μm
3		$e_d=2,53$ μm

Najveća debljina prevlake izmjerena je na uzorku 1 ($2,75 \mu\text{m}$) koji je prije nanošenja prevlake samo obrađen poliranjem, a najmanja debljina je izmjerena na uzorku 3 ($2,53 \mu\text{m}$) koji je prije nanošenja prevlake obrađen laserskim snopom snage 16 mW i brzinom 10 mm/s.

10. Zaključak

Iz provedenih ispitivanja zaključuje se sljedeće:

- Najveći porast u iznosu parametara hrapavosti (R_a) ima uzorak 3, ali on je samo neznatno veći nego u ostala 2 slučaja. Nanošenjem TiN prevlake je došlo do povećanja vrijednosti R_a 3,5 puta kod uzoraka 1 i 2, dok je kod uzorka došlo do povećanja vrijednosti R_a 3,7 puta.
- Prionjivost prevlake je zadovoljavajuća kod sva 3 uzorka. Uzorci 1 i 3 smješteni su u razred HF2, a uzorak 2 u razred HF3.
- Najveću tvrdoću ima uzorak 1 (1126 HV 0,025) čija je površina prije nanošenja prevlake samo polirana, a najnižu tvrdoću ima uzorak 2 (1048 HV 0,025) čija je površina prije nanošenja prevlake polirana i obrađena dvostrukim prolazom laserskog snopa snage 16 mW i brzinom prolaza 5 mm/s.
- Najveća debljina prevlake izmjerena je na uzorku 1 (2,75 μm), a najmanja debljina na uzorku 3 (2,53 μm).

LITERATURA

- [1] Filetin, T., Grilec, K.: *Postupci modificiranja i prevlačenja površina*, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2004.
- [2] Filetin T.: *Materijali i tehnološki razvoj*, Akademija tehničkih znanosti Hrvatske, Zagreb, 2002.
- [3] Matijević, B.: Predavanja iz kolegija „Tribologija i inženjerstvo površina“, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2018.
- [4] Stepčić, A.: *Istraživanje mogućnosti boriranja površina tvrdih metala*, Završni rad, FSB, Zagreb, 2019.
- [5] Grilec, K., Jakovljević, S., Marić, G.: *Tribologija u strojarstvu*, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2017.
- [6] N. N.: *Shot Peening Applications*, Metal Improvement Co., 7th Edition, New Jersey.
- [7] https://www.intechopen.com/books/chemical-vapor-deposition-recent-advances-and-applications-in-optical-solar-cells-and-solid-state-devices/plasma-enhanced-chemical-vapor-deposition-where-we-are-and-the-outlook-for-the-future?fbclid=IwAR3vSZ9SshsQdYiRp5jQCqyY1DkY-OenedtGYy7nmsa_xXnlXCDAy36YAv4, 20.1.2021.
- [8] P. Martin: *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology*, William Andrew, vol. 3rd., pp. 936, 2009.
- [9] P. Martin: *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science applications and technology*, William Andrew, vol. 3rd., 2009.
- [10] E. Mittemejer, M. Somers, *Thermochemical surface engineering of steels*, Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, UK., 2014.
- [11] Kovačić, S.: *Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad*, Doktorski rad, FSB., Zagreb, 2015.
- [12] Tadić, J.: *Ispitivanje kemijske postojanosti PACVD slojeva*, Diplomski rad, FSB, Zagreb, 2015.
- [13] Shengli Ma, Yanhua Li, Kewei Xu, *Investigation on processing of industrial set-up plasma enhanced chemical vapor deposition with pulsed d.c. power*, Surface and Coatings Technology 131 (2000) 131-135

- [14] Skenderović, H.: *Lasери, fotonski snopovi*, Zbornik 15. ljetne škole mladih fizičara, lipanj 1999., Institut za fiziku, Zagreb, 1999.
- [15] Schuoeker, D.: *Handbook of the EuroLaser Academy, Volume 2*
- [16] Aravind Vadiraj, M. Kamaraj: *Fretting Fatigue Studies of Titanium Nitride-Coated Biomedical Titanium Alloys*
- [17] Uddin G. M., Jawad M., Ghurfan M., Saleem M. W., Raza M. A., Rehman Z. U., Arafat S. M., Irfan M., Waseem B., *Experimental investigation of tribo-mechanical and chemical properties of titanium substrate for biomedical implants manufacturing*, The international Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2019.
- [18] Lepicka M., Gradzka-Dahlke M., Pieniak D., Pasierbiewicz K., Krynska K., Niewczas A.: *Tribological performance of titanium nitride coatings: A comparative study of TiN-coated stainless steel and titanium alloy*
- [19] Y. Wang, Z. Qian, X. Y. Li, K. N. Tandon : *Sliding wear properties of TiAl alloys with/without TiN coatings*
- [20] K. -T. Rie, T. Stucky, R. A. Silva, E. Leitao, K. Bordji, J.-Y. Jouzeau, D. Mainard: *Plasma surface treatment and PACVD on Ti alloys for surgical implants*
- [21] Pflęging W., Kumari R., Besser H., Scharnweber T., Duta Majumdar J.: *Laser Surface Textured Titanium Alloy (Ti-6Al-4V)-Part 1- Surface Characterization*
- [22] Kummel D., Hamann-Schroer M., Hetzner H., Schneider J.: *Tribological behavior of nanosecond-laser surface textured Ti6Al4V*
- [23] Ćorić D.: *Posebni metalni materijali-III dio*, Nastavna literatura, FSB, Zagreb, 2019.
- [24] Vidakis N., Antoniadis A., Bilalis N.: *The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds*
- [25] Benjak M.: *Karakterizacija tankih tvrdih prevlaka na bazi titanija*, Diplomski rad, FSB, Zagreb, 2017.
- [26] Sugimoto T., Kawaguchi T.: *Development of an Automatic Vickers Hardness Testing System Using Image Processing Technology*
- [27] <https://www.tribotechnic.com/produits/calotest>, TRIBOtechnic Calotester User's guide, 12.2.2021.

PRILOZI

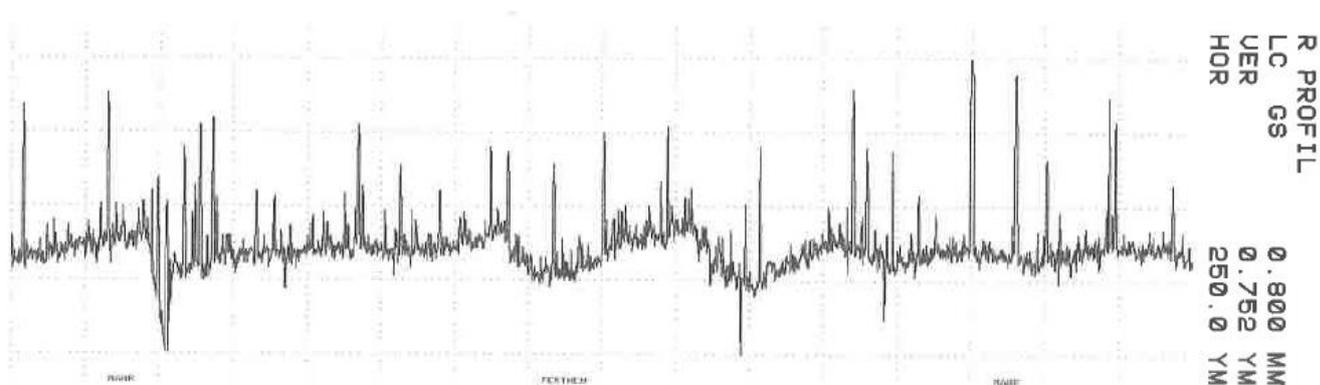
- I. Rezultati mjerenja parametara hrapavosti nakon nanošenja TiN prevlake
- II. Rezultati ispitivanja prionjivosti TiN prevlake
- III. Rezultati mjerenja tvrdoće uzoraka nakon nanošenja TiN prevlake
- IV. CD-R disc

Prilog I – Rezultati mjerenja hrapavosti nakon nanošenja TiN prevlake

Uzorak 1

perthometer S8P 4.5

		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE ZAGREB		OBJEKT:UZORAK 1 NR.:26.11.2020. NAME:G.BARSIC MESS.-NR.: 6 T1 RHT 6-50 50 6					
LT	5.600 MM								
LM	4.000 MM								
UB	12.50 YM								
KENNWERT			STATISTIK N = 6						
LC	GS	0.800 MM	X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM	2.351	0.278	0.735	2.702	1.968		
2	RZ	YM	1.987	0.286	0.689	2.187	1.498		
3	RA	YM	0.127	0.020	0.055	0.164	0.109		
4	RP	YM	1.943	0.191	0.466	2.175	1.709		
5	RPM	YM	1.537	0.229	0.603	1.830	1.227		
6	WT	YM	0.485	0.268	0.711	0.943	0.232		
7	RT	YM	2.467	0.355	0.941	3.010	2.068		
8	PT	YM	2.760	0.514	1.458	3.739	2.281		

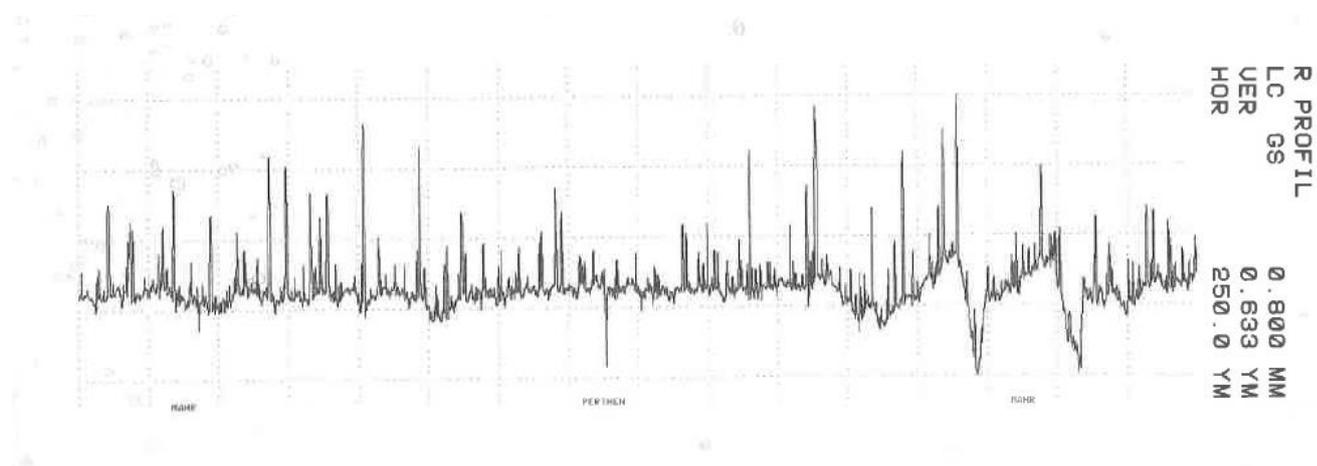


Uzorak 2

perthometer S8P 4.5

		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE ZAGREB	OBJEKT:UZORAK 1A NR.:26.11.2020. NAME:G.BARSIC MESS.-NR.: 6 T1 RHT 6-50 50 6
LT	5.600 MM		
LM	4.000 MM		
UB	12.50 YM		

KENNWERT				STATISTIK N = 6						
LC	GS	0.800 MM		X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM		2.372	0.186	0.491	2.567	2.076		
2	RZ	YM		1.854	0.121	0.341	2.067	1.726		
3	RA	YM		0.124	0.014	0.041	0.145	0.104		
4	RP	YM		1.967	0.234	0.549	2.213	1.664		
5	RPM	YM		1.464	0.136	0.365	1.686	1.321		
6	WT	YM		0.384	0.142	0.385	0.634	0.249		
7	RT	YM		2.522	0.276	0.758	2.834	2.076		
8	PT	YM		2.688	0.312	0.729	2.939	2.209		

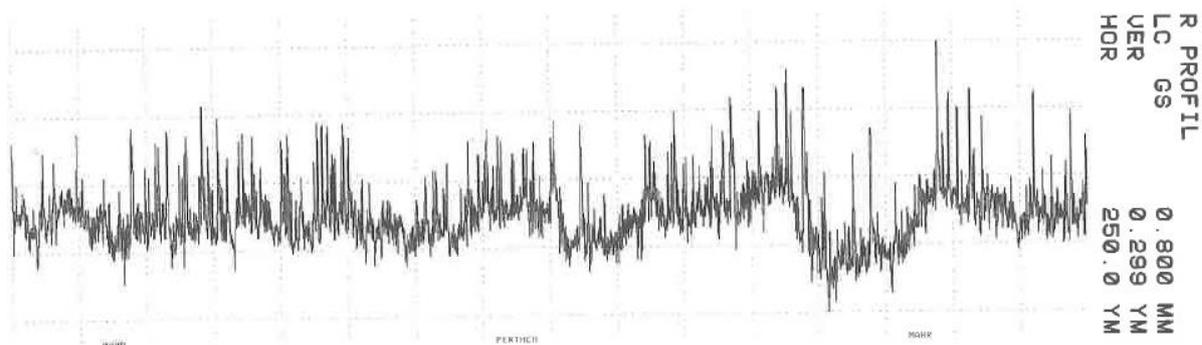


Uzorak 3

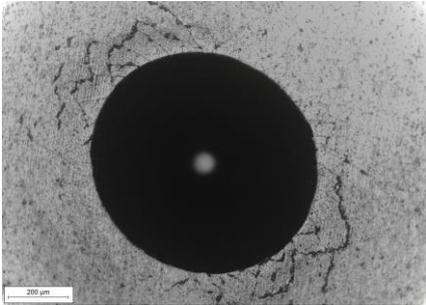
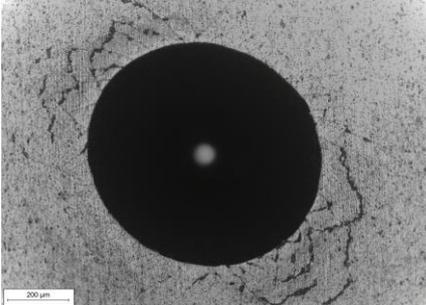
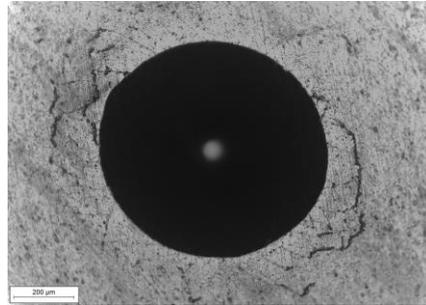
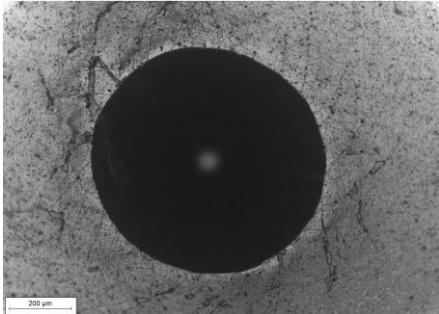
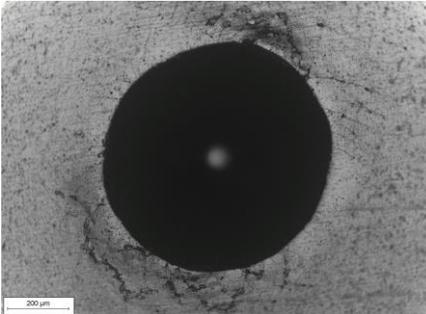
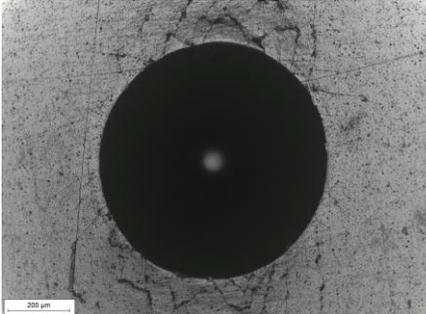
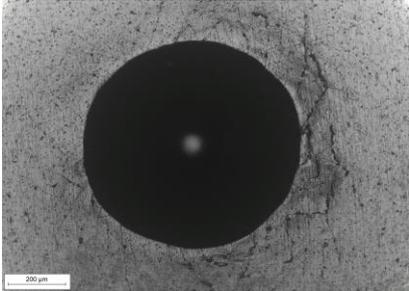
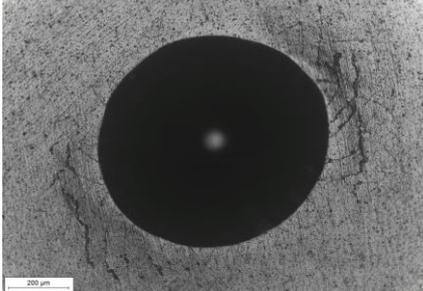
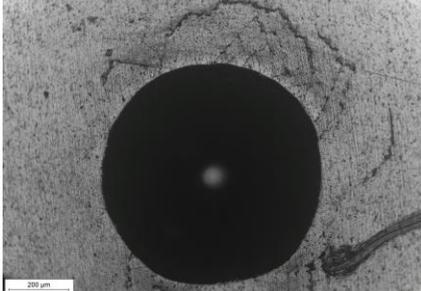
perthometer S8P 4.5

		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE ZAGREB		OBJEKT:UZORAK 3 NR.:26.11.2020. NAME:G.BARSIC MESS.-NR.: 6 T1 RHT 6-50 50 6	
LT	5.600 MM				
LM	4.000 MM				
UB	12.50 YM				

KENNWERT			STATISTIK N = 6						
LC	GS	0.800 MM	X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM	2.348	0.709	2.093	3.204	1.112		
2	RZ	YM	1.756	0.475	1.401	2.257	0.856		
3	RA	YM	0.127	0.018	0.049	0.146	0.098		
4	RP	YM	1.805	0.577	1.673	2.422	0.749		
5	RPM	YM	1.358	0.419	1.142	1.681	0.539		
6	WT	YM	0.523	0.262	0.666	0.939	0.273		
7	RT	YM	2.423	0.676	2.009	3.204	1.196		
8	PT	YM	2.591	0.681	2.036	3.577	1.540		



Prilog II – Rezultati ispitivanja prionjivosti TiN prevlake

	Redni broj mjerenja		
Uzorak	1	2	3
1			
2			
3			

Prilog III - Rezultati mjerenja tvrdoće uzoraka nakon nanošenja TiN prevlake

Naručitelj: **Mezdić**

Materijal: _____

Uzorak - opis: uzorak 1 kom 1
kom _____
kom _____

Napomena: _____

Norma ispitivanja: **HRN EN ISO 6507-1**

Ispitna oprema: Tvrdomjer: **Zwick / Vickers** Predopterećenje: _____ kp Temperatura: _____
Opterećenje: **0,2452** N 23

R.br.	Oznaka	HV	d1	d2	d _{sr} ,mm	d _{sr} .	HV	HVsr.
1		1114	0,0064	0,0065	0,0065		1114	
2		1150	0,0072	0,0055	0,0064		1150	
3		1114	0,0064	0,0065	0,0065	0,0064	1114	1125,9
4		1064	0,0063	0,0069	0,0066		1064	
5		1187	0,0061	0,0064	0,0063		1187	
6								
7								
8								
9								
10								
Aritmetička sredine		1125,9						
Standardna devijacija		45,7						
Ponovljivost, %		10,9						

Mjeritelj: Roman Divjak Datum: 11 01 2021 Potpis: _____

Uzorak - opis: uzorak 11 kom 1
kom _____
kom _____

Napomena: _____

Norma ispitivanja: **HRN EN ISO 6507-1**

Ispitna oprema: Tvrdomjer: **Zwick / Vickers** Predopterećenje: _____ kp Temperatura: _____
Opterećenje: **0,2452** N 23

R.br.	Oznaka	HV	d1	d2	d _{sr} ,mm	d _{sr} .	HV	HVsr.
1		1003	0,0067	0,0069	0,0068		1003	
2		1114	0,0058	0,0071	0,0065		1114	
3		1064	0,0065	0,0067	0,0066	0,0067	1064	1047,7
4		960	0,0069	0,0070	0,0070		960	
5		1097	0,0065	0,0065	0,0065		1097	
Aritmetička sredine		1047,7						
Standardna devijacija		65,1						
Ponovljivost, %		14,8						

Mjeritelj: Roman Divjak Datum: 11.1.2021 Potpis: _____

Uzorak - opis: uzorak 3 kom 1
 _____ kom _____
 _____ kom _____

Napomena:

Norma ispitivanja: **HRN EN ISO 6507-1**

Ispitna oprema: Tvrdomjer: **Zwick / Vickers** Predopterećenje: _____ kp Temperatura: _____
 Opterećenje: **0,2452** N 23

R.br.	Oznaka	HV	d1	d2	dsr,mm	dsr.	HV	HVsr.
1		1206	0,0059	0,0065	0,0062		1206	
2		1226	0,0064	0,0059	0,0062		1226	
3		1033	0,0067	0,0067	0,0067	0,0065	1033	1100,2
4		988	0,0072	0,0065	0,0069		988	
5		1048	0,0065	0,0068	0,0067		1048	
6								
7								
8								
9								
10								
	Aritmetička sredine	1100,2						
	Standardna devijacija	108,2						
	Ponovljivost, %	21,6						

Mjeritelj: Roman Divjak

Datum: 11.1.2021

Potpis: