

Ispitivanje otpornosti na mikroabraziju titanij nitridne PVD prevlake na kaljenom čeliku EN DIN 100Cr6

Štefan, Marko

Undergraduate thesis / Završni rad

2023

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

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:236841>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-08-04**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Marko Štefan

Zagreb, 2023.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

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

Student:

Marko Štefan

Zagreb, 2023.

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

Zahvaljujem se mentoru prof. dr.sc. Darku Landeku za svu pomoć i pristupačnost tijekom pisanja ovoga rada.

Marko Štefan



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



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

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 - 04 / 23 - 6 / 1	
Ur.broj: 15 - 1703 - 23 -	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Marko Štefan** JMBAG: **0035228629**

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje otpornosti na mikroabraziju titanij nitridne PVD prevlake na kaljenom čeliku EN DIN 100Cr6**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Microabrasion resistance test of titanium nitride PVD coating on hardened steel EN DIN 100Cr6**

Opis zadatka:

Postupcima prevlačenja tankim tvrdim prevlakama moguće je dodatno povećati otpornost na abrazijsko trošenje kaljenih čelika. Prevlaka titanij nitrida (TiN) uobičajeno se primjenjuje kao podloga za nanošenje višeslojnih tvrdih prevlaka na površinu konstrukcijskih dijelova i alata ili kao monoslojna prevlaka. Prevlačenje prevlakom TiN moguće je provesti fizikalnim ili kemijskim taloženjem iz parne faze pri čemu se uz sličan kemijski sastav postiže različita mikrostruktura i svojstva. U teorijskom dijelu rada treba opisati svojstva i postupak toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6 prilagođen za nanošenje prevlake TiN fizikalnim taloženjem iz parne faze (PVD) te metode ispitivanja otpornosti prevlaka na mikroabraziju.

U eksperimentalnom djelu rada treba provesti slijedeća ispitivanja na prevlaci PVD TiN na kaljenom čeliku EN DIN 100Cr6: ispitivanje hrapavosti površine, određivanje debljine prevlake kalometrom, usporedbu prionjivosti prevlake prema metodi VDI 3198 te određivanje otpornosti na mikroabraziju trošenjem prevučenog i ne prevučenog uzorka slobodno rotirajućom kuglicom. Na temelju rezultata ispitivanja odrediti brzinu mikro abrazijskog trošenja prevlake.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć

Zadatok zadan:

30. 11. 2022.

Zadatok zadan:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Datum predaje rada:

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

Predvideni datumi obrane:

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

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY	VI
1. UVOD.....	1
2. SVOJSTVA I PRIMJENA ČELIKA EN DIN 100Cr6	2
2.1. Čelik EN DIN 100Cr6.....	2
2.2. Toplinska obrada EN DIN 100Cr6	2
3. POSTUPAK FIZIKALNOG TALOŽENJA IZ PARNE FAZE ZA NANOŠENJE PREVLAKE TiN	7
3.1. Postupak prevlačenja PVD.....	7
3.2. Postupak prevlačenja CVD	9
3.3. Postupak prevlačenja PACVD	11
4. METODE KARAKTERIZACIJE TANKIH TVRDIH PREVLAKA	13
4.1. Ispitivanje hrapavosti površine	13
4.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake.....	15
4.3. Određivanje debljine prevlake kalotestom.....	16
4.4. Kemijski sastav prevlake	18
5. PLAN ISPITIVANJA	19
5.1. Materijal i toplinska obrada uzorka	19
6. PROVEDBA I REZULTATI ISPITIVANJA	21
6.1. Ispitivanje hrapavosti površine	21
6.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake.....	22
6.3. Određivanje debljine prevlake kalotestom.....	24
6.4. Kemijski sastav prevlake	27
6.5. Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake	28
7. ZAKLJUČAK.....	33
LITERATURA.....	34
PRILOZI.....	36

POPIS SLIKA

Slika 1.	Postupak toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6[4]	3
Slika 2.	Cjelokupni postupak toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6 [4].....	3
Slika 3.	Kontinuirani TTT dijagram za čelik EN DIN 100Cr[10].....	5
Slika 4.	Dijagram popuštanja čelika EN DIN 100Cr6[9]	6
Slika 5.	Titan nitridna prevlaka na čeliku EN DIN 100Cr6	7
Slika 6.	Shema uređaja za PVD prevlačenje[11].....	8
Slika 7.	Shema uređaja za CVD prevlačenje[12]	10
Slika 8.	Shema uređaja za PACVD prevlačenje[12]	12
Slika 9.	Procjenjivanje hrapavosti površine koristeći srednju aritmetičku sredinu R_a [13] 13	
Slika 10.	Procjenjivanje hrapavosti površine određivanjem maksimalne visine profila R_z [13]	14
Slika 11.	Postupak ispitivanja prionjivosti prevlake[14].....	15
Slika 12.	Vrste oštećenja kod ispitivanja prionjivosti prevlake[14].....	16
Slika 13.	Uređaj kalotester.....	17
Slika 14.	Mjerne veličine za izračun debljine prevlake[15]	17
Slika 15.	Pravilno postavljanje uzorka i rotirajuće kuglice u ispitivanjima kalotestom[15] 18	
Slika 16.	Uređaj za PVD prevlačenje	19
Slika 17.	Ispitni uzorci od čelika EN DIN 100Cr6: a) neprevučeno stanje, b) prevlaka PVD TiN.....	20
Slika 18.	Parametri hrapavosti za uzorke A i B.....	21
Slika 19.	Ispitivanje prionjivosti prevlake TiN dijamantnim indenterom prema normi VDI 3198:1991	22
Slika 20.	Svjetlosni mikroskop.....	23
Slika 21.	Otisak Rockwell-ovog C indentora na uzorku B.....	23
Slika 22.	Uređaj kalotester.....	24
Slika 23.	Dijamantna suspenzija.....	25
Slika 24.	Kalota nastala trošenjem prevlake TiN kuglicom promjera 15 mm tijekom 60 s. 25	
Slika 25.	Difraktogram elemenata u prevlaci PVD TiN.....	27
Slika 26.	Prikaz ispitivanja mikroabrazije kalotesterom	28
Slika 27.	Uzorak A niz 1 otisak 6 nakon 60 sekundi.....	29
Slika 28.	Uzorak B niz 1 otisak 6 nakon 60 sekundi	29
Slika 29.	Povećanje vanjskog promjera kalote ovisno o trajanju mikroabrazijskog trošenja za neprevučeni uzorak(Uzorak A).....	30
Slika 30.	Povećanje vanjskog promjera kalote ovisno o trajanju mikroabrazijskog trošenja za uzorak s prevlakom PVD TiN(Uzorak B)	30

POPIS TABLICA

Tablica 1. Prednosti i nedostaci PVD prevlačenja	9
Tablica 2. Prednosti i nedostaci CVD prevlačenja.....	10
Tablica 3. Prednosti i nedostaci PACVD prevlačenja.....	12
Tablica 4. Vrijednosti parametara hrapavosti za uzorke A i B	21
Tablica 5. Rezultati ispitivanja debljine kalotestom	26
Tablica 6. Udio elemenata u prevlaci TiN određen EDS metodom.....	27
Tablica 7. Brzina trošenja uzoraka	31

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna Jedinica	Opis oznake
D	μm	vanjski promjer udubljenja
d	μm	unutarnji promjer udubljenja
e	μm	debljina prevlake
l_r	μm	referentna duljina
R	μm	polumjer kuglice
R_a	μm	srednje aritmetičko odstupanje profila
R_t (R_{max})	μm	ukupna visina profila
R_z	μm	maksimalna visina profila
n	μm	broj točaka za procjenjivanje visine profila uzduž l
t	s, min, h	vrijeme
v	$\mu\text{m/s}$	Brzina trošenja uzorka
$y(x), y_i$	μm	visina profila hrapavosti s obzirom na srednju referentnu crtu
y_{pi}	μm	visina i -tog najvišeg vrha
y_{vi}	μm	udubina i -te najniže udoline
ϑ	$^{\circ}\text{C}$	temperatura

SAŽETAK

U teorijskom dijelu rada je opisana toplinska obrada i primjena čelika EN DIN 100Cr6. Opisani su postupci prevlačenja površine PVD, CVD i PACVD te su za svaki postupak navedene prednosti i nedostaci. Objasnjene su metode karakterizacije površine ispitivanjem: hrapavosti površine, prionjivosti prevlake, debljine prevlake i kemijskog sastava prevlake.

U eksperimentalnom dijelu rada ispitana su dva uzorka od kaljenog i popuštenog čelika EN DIN 100Cr6 s i bez prevlake PVD TiN. Na uzorcima je provedena karakterizacija površine i ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje. Na temelju rezultata mikroabrazijskog trošenja određena je i brzina trošenja PVD prevlake TiN i brzina trošenja neprevučenog čelika.

Ključne riječi: čelik EN DIN 100Cr6, PVD, TiN, kalotest, trošenje mikroabrazijom

SUMMARY

In the theoretical part of the paper, the heat treatment and application of EN DIN 100Cr6 steel are described. The processes of surface coating PVD, CVD and PACVD are described, and the advantages and disadvantages of each process are listed. The methods of surface characterization by testing surface roughness, adhesion of the coating, thickness of the coating and chemical composition of coating are explained.

In the experimental part of the study, two samples of quenched and tempered EN DIN 100Cr6 steel were tested with and without PVD TiN coating. The surface characterization and resistance of microabrasive wear were tested on the samples. Based on the results of microabrasive wear, the wear rate of the PVD TiN coating and the wear rate of the uncoated steel were determined.

Key words: steel EN DIN 100Cr6, PVD, TiN, calotest, microabrasion wear

1. UVOD

Niskolegirani alatni čelici za hladni rad s dodatkom kroma primjenjuju se za izradu reznih alata, alata za oblikovanje u hladnom stanju i za izradu ležaja zbog dobre otpornosti na trošenje, žilavosti, čvrstoće, dinamičke izdržljivosti i otpornosti na kontaktne pritiske. Ova povoljna svojstva postižu se u kaljenom i popuštenom stanju i značajno određuju trajnost alata i ležajeva. Dodatno produljenje trajnosti i moguća primjena čelika EN DIN 100Cr6 u uvjetima intenzivnijeg trošenja postiže se primjenom modificiranja ili prevlačenja površine.

Kod modificiranja površine debljina osnovnog materijala ostaje ista dok se mijenjaju svojstva površine. Za razliku od modificiranja, prevlačenjem se na osnovni materijal nanosi prevlaka određene debljine koja mu mijenja dimenzije, djelujući u većini slučajeva kao zaštitni sloj.

Razvijeni su mnogi načini nanošenja prevlaka na osnovni materijal, a najzastupljeniji među njima su kemijsko prevlačenje iz parne faze odnosno CVD postupak, fizikalno prevlačenje iz parne faze odnosno PVD postupak te jedna od novijih metoda, plazmom potpomognuto kemijsko prevlačenje iz parne faze odnosno PACVD postupak.

U radu će se provesti prevlačenje čelika EN DIN 100Cr6 TiN prevlakom primjenom PVD postupka. Svojstva prevlake TiN će se odrediti ispitivanjem hrapavosti površine prije i poslije prevlačenja, ispitivanjem prionjivosti i debljine prevlake, analizom kemijskog sastava prevlake i ispitivanjem otpornosti na mikroabrazijsko trošenje.

2. SVOJSTVA I PRIMJENA ČELIKA EN DIN 100Cr6

2.1 Čelik EN DIN 100Cr6

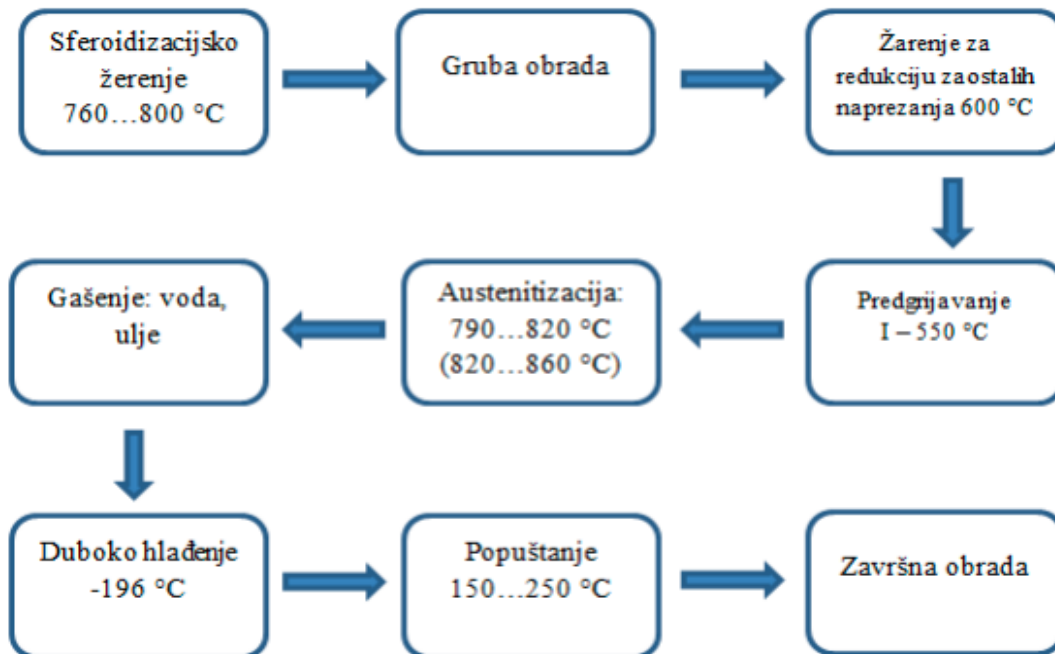
Čelik EN DIN 100Cr6 (EN 1.3505) pripada skupini niskolegiranih Cr čelika za hladni rad. Ovi čelici se uglavnom primjenjuju za izradu alata i dijelova ležaja zbog svoje otpornosti na trošenje i otpornosti na visoke specifične pritiske. Navedeni čelici sadrže od 1,0 do 1,5 %C i oko 0,5 do 1,5 %Cr. U konstrukcijskoj primjeni čelik EN DIN 100Cr6 se uglavnom koristi za male i srednje ležajeve te se ujedno koristi za proizvodnju vijaka, klinova, matica i postolja za strojeve kao što su tokarilice, glodalice, i dr.. [4]. Kemijski sastav i svojstva čelika EN DIN 100Cr6 propisani su normom EN ISO 683-17:2015, odnosno normama DIN EN ISO 683-17:2014, ISO 683-17:2014, ASTM A295/A295M:2014, JIS G 4805:2019, GB/T 18254: 2016 i dr. Osim oznake EN DIN 100Cr6 koja je uobičajena u zemljama Europske unije, ovaj čelik se nalazi pod oznakom 52100 u USA i Kanadi, pod oznakom SUJ2 u Japanu i oznakom GCr15 u Kini.

2.2 Toplinska obrada EN DIN 100Cr6

Kako bi se postigla potrebna uporabna svojstva za čelik EN DIN 100Cr6 se podvrgava sljedećim postupcima toplinske obrade:

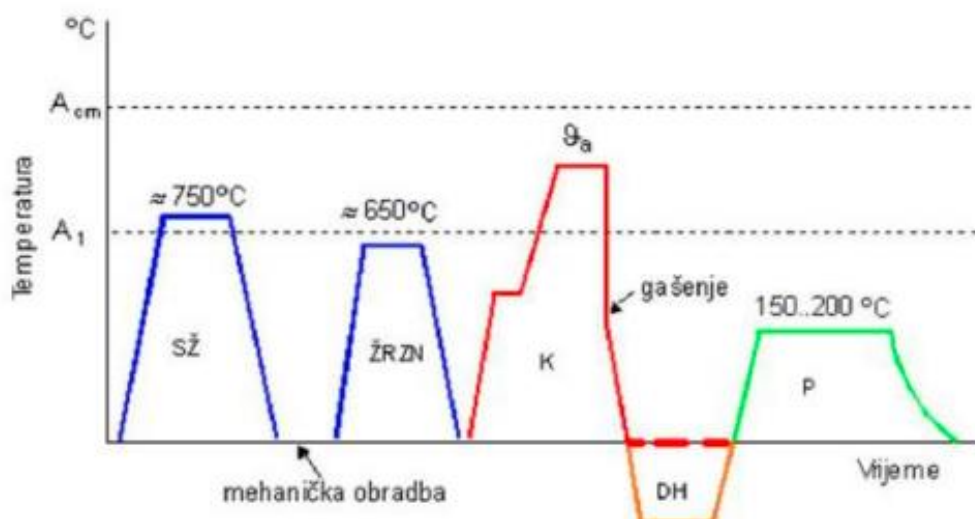
- žarenjima (sferodizacijskom, za smanjenje zaostalih naprezanja)
- kaljenju
- dubokom hlađenju
- popuštanju

Redoslijed postupaka toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6 prikazan je na slici 1.



Slika 1. Postupak toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6[4]

Na slici 1. prikazane su faze toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6, no cjelokupni postupak toplinske obrade može se prikazati u dijagramu temperatura – vrijeme (dijagram postupka) na slici 2.

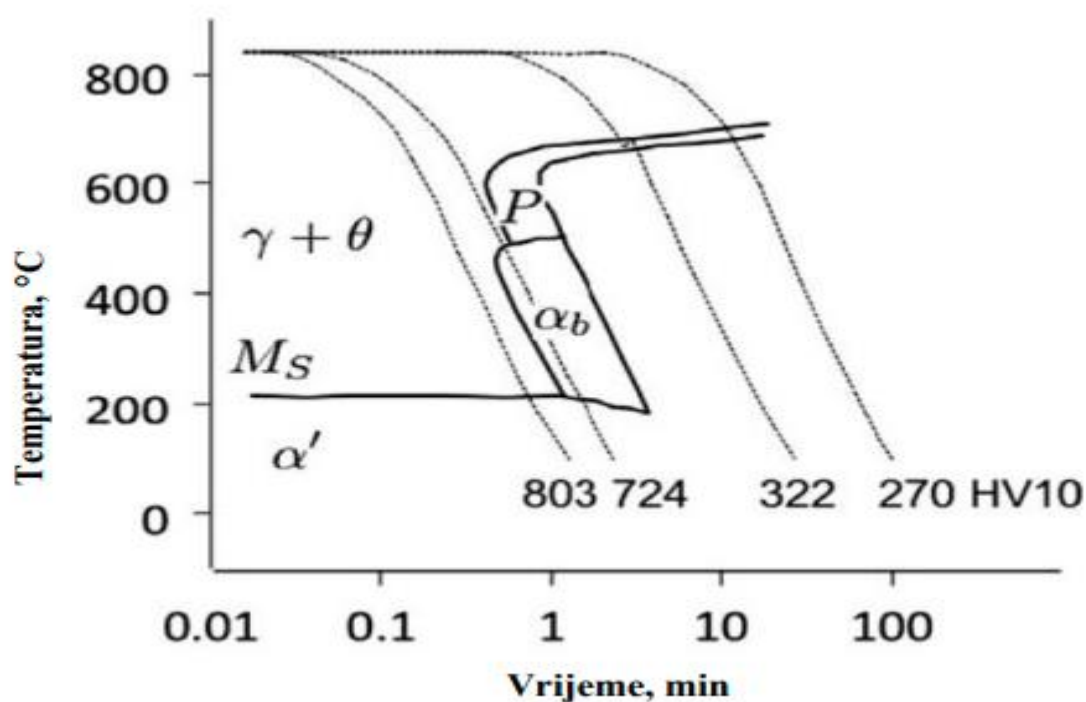


Slika 2. Cjelokupni postupak toplinske obrade čelika EN DIN 100Cr6[4]

Iz dijagrama postupka je vidljivo da se čelik prvo podvrgava sferodizacijskom žarenju koje se provodi na temperaturi oko 750 °C. Sferodizacijsko žarenje provodi se u svrhu postizanja dobre obradljivosti rezanjem i deformacijom. Nakon izrade predmeta u mekožarenom stanju provodi se postupak žarenja na smanjenje zaostalih naprezanja na temperaturi od 600 °C do 650 °C. Cilj ovog postupka je smanjenje zaostalih naprezanja nastalih kao posljedica obrade odvajanjem čestica, obrade deformiranjem i drugih obrada, bez promjene ostalih svojstva.

Prije austenitizacije u postupku kaljenja provodi se predgrijavanje jer zbog velikog udjela ugljika može doći do puknuća čelika tijekom zagrijavanja. Predgrijavanje se provodi u pećima ili solnim kupkama na temperaturi između 450 °C do 500 °C. Parametri austenitizacije čelika EN DIN 100Cr6 odabiru se u intervalu temperatura od 830 °C do 870°C uz vrijeme homogenizacije austenita od 10 min do 60 min. Preporučljivo sredstvo za gašenje čelika EN DIN 100Cr6 je ulje za kaljenje. Osim konvencionalnog kaljenja nakon kojeg se dobiva mikrostruktura martenzita sa manjim udjelom zaostalog austenita i sekundarnih karbida, čelik EN DIN 100Cr6 moguće je izotremički poboljšavati na bainitnumikrostrukturu. Tada je preporučena temperatura austenitizacije u intervalu vrijednosti od 850 °C do 875 °C. Parametri izotermičkog držanja se odabiru u rasponu temperature od 220°C do 250 °C, uz vrijeme izotermičkog držanja od 3 h do 7 h .

Na dijagramu 3. prikazana je promjena mikrostrukture pri hlađenju čelika EN DIN 100Cr6 u kontinuiranom TTT dijagramu .

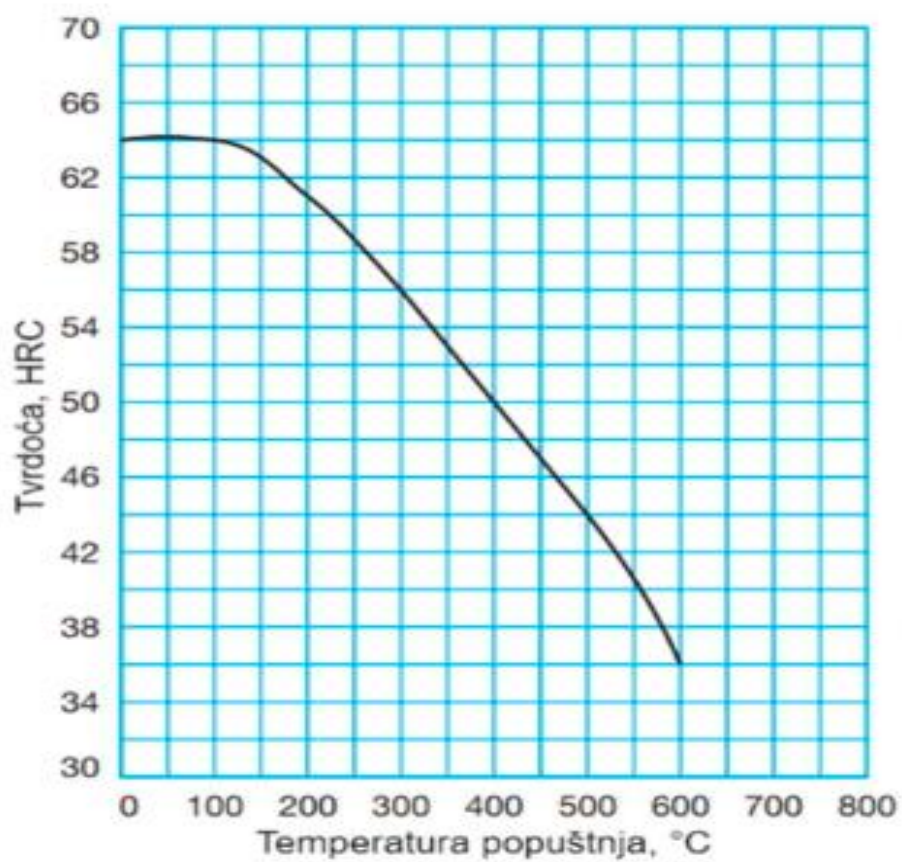


Slika 3. Kontinuirani TTT dijagram za čelik EN DIN 100Cr6[10]

Poslije kaljenja moguće je provoditi postupak dubokog hlađenja na temperaturama ispod -70 °C u svrhu smanjenja zaostalog austenita. Duboko hlađenje se provodi u smjesi tekućeg dušika i suhog leda ili u parama tekućeg dušika. Dubokim hlađenjem dobivaju se slijedeća svojstva:

- povećanje otpornosti na trošenje
- povećanje tvrdoće
- povećanje čvrstoće
- povećanje radnog vijeka materijala

Na kraju se provodi postupak popuštanja u svrhu smanjenja zaostalih naprezanja, smanjenja krhkosti (povećanja žilavosti) te dobivanja dimenzijske stabilnosti. Čelik EN DIN 100Cr6 se uobičajeno nisko temperaturno popušta na 150 °C do 250 °C i potom sporo hladi na zraku. Pošto je čelik EN DIN 100Cr6 niskolegirani čelik za hladni rad, njegova radna temperatura iznosi do 200 °C što se može vidjeti iz dijagrama popuštanja prikazanog na slici 4. [4]



Slika 4. Dijagram popuštanja čelika EN DIN 100Cr6[9]

3. POSTUPAK FIZIKALNOG TALOŽENJA IZ PARNE FAZE ZA NANOŠENJE PREVLAKE TiN

Titan nitridna (TiN) prevlaka prikazana na donjoj slici koristi se za prevlačenje raznih čelika još od sredine šezdesetih godina dvadesetog stoljeća. Razlog za prevlačenje reznih alata je povećanje otpornosti na trošenje, poboljšati kvalitetu površine i poboljšati proizvodnu trajnost. Prednosti titan nitridne (TiN) prevlake su velika tvrdoća i dobra adhezivnost, dobra duktilnost, izvrsna mazivost, visoko-kemijska stabilnost i dobra otpornost na trošenje, koroziju i temperaturu.



Slika 5. Titan nitridna prevlaka na čeliku EN DIN 100Cr6

3.1. Postupak prevlačenja PVD

PVD postupak prevlačenja odnosno fizikalno prevlačenje iz parne faze (*eng. Physical Vapour Deposition*) jedan je od postupaka nanošenja prevlaka na osnovni materijal. Postupak zahtjeva isparavanje materijala prevlake u vakuumu te zatim kondenzaciju metalnih para na površini obratka. Postupak je pogodan za prevlačenje većine metalnih materijala koji imaju stabilnu mikrostrukturu te se provodi na temperaturama između 200°C i 500°C. Navedenim postupkom mogu se postići tanke tvrde prevlake debljine između 2 μm do 5 μm za

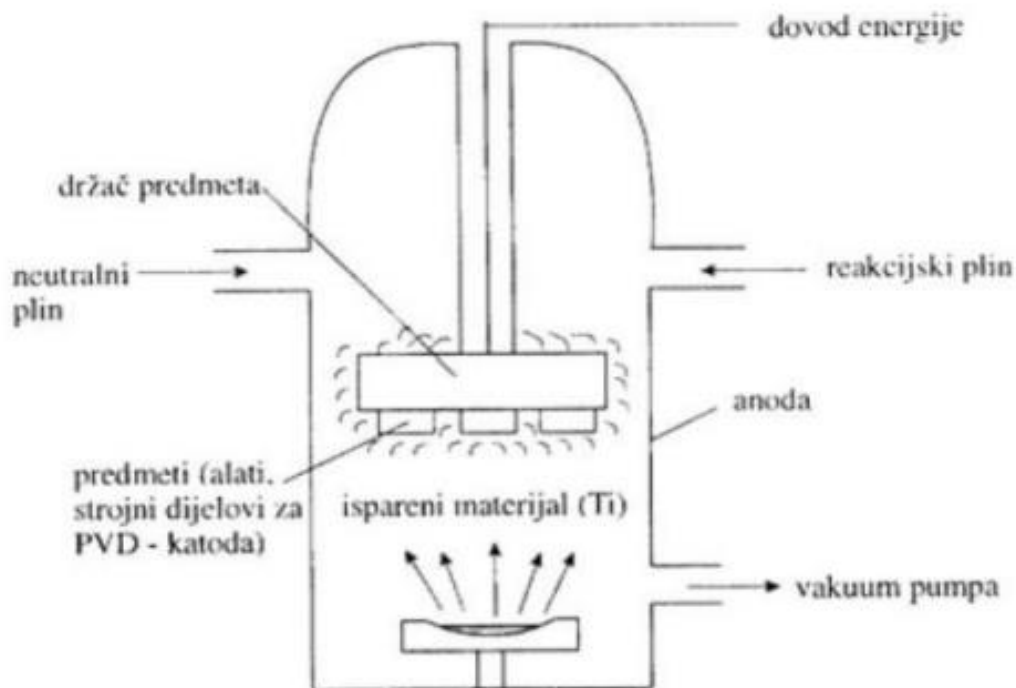
jednoslojne prevlake te do 15 μ m za višeslojne prevlake. Postupak nanošenja PVD prevlake može se opisati u sljedeća 3 koraka:

Faza 1. Dolazi do isparavanja materijala prevlake iz radne elektrode u vakuumu zagrijavanjem električnim lukom, snopom elektrona ili laserskim snopom.

Faza 2. Dolazi do prijenosa para prevlake od radne elektrode do površine obratka i ono može biti popraćeno sa usmjeravanjem pomoću magnetskog polja ili bez usmjeravanja. Za vrijeme prijenosa para mogu se provoditi i kemijske reakcije između plinova i metala u kojima mogu nastati kristali kemijskog spoja ili intermetalni kristali prevlake.

Faza 3. Dolazi do kondenzacije i taloženja metalnih para, odnosno kristala prevlake na površinu obratka.

Postupak PVD prevlačenja prikazan je na slici 6. Treba još napomenuti da za ravnomjerno nanošenje prevlake između površine obratka i radne elektrode treba postojati optički vidljiva linija.



Slika 6. Shema uređaja za PVD prevlačenje[11]

Tablica 1. Prednosti i nedostaci PVD prevlačenja

PREDNOSTI	NEDOSTACI
Otpornost na trošenje	Visoka cijena
Otpornost na koroziju	Složenost procesa
Estetska vrijednost (izrađeni od plemenitih metala zlata, srebra ili titana)	Ograničena primjena

3.2. Postupak prevlačenja CVD

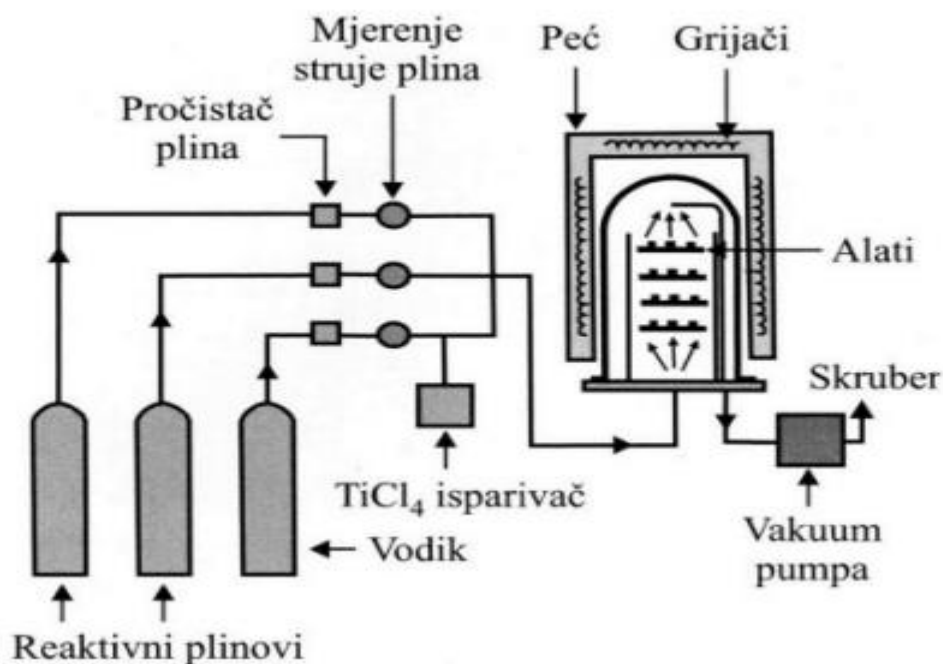
CVD postupak prevlačenja odnosno kemijsko prevlačenje iz parne faze (*Chemical vapor deposition*) je proces korištenja kemijskih supstanci u obliku plinova da se stvori prevlaka na površini materijala. Ovaj postupak provodi se na temperaturama od 800°C do 1000°C te se često koristi za prevlačenje metalnih i polimernih materijala. Kao rezultat korištenja visokih temperatura kod prevlačenja dobijemo potrebu za naknadnom toplinskom obradom.

Tijekom CVD postupka mogu se pojaviti razne kemijske reakcije poput redukcije, pirolize i stvaranja spojeva. Postupak CVD prevlačenja provodi se kroz sljedeće korake:

- 1) Dovod prekursora u vakumsku komoru
- 2) Zbog visokih temperatura dolazi do raspada prekursora kemijskim reakcijama te dolazi do oslobađanja metalnih para prevlake
- 3) Nastajanje kapljica intermetalnih spojeva i ionskih kristala prevlake
- 4) U četvrtom koraku dolazi do difuzije kapljica prevlake i metalnih para
- 5) Zatim dolazi do kemijske i fizikalne apsorpcije para prevlake na površinu obratka
- 6) Nukleacija i rast kristalnih zrna prevlake
- 7) Na kraju dolazi do otklanjanja plinovitih produkata iz reaktora

Neki od parametara koji značajno utječu na kvalitetu prevlake kod CVD prevlačenja jesu temperatura substrata, tlak u komori reaktora i kemijska svojstva substrata. Temperatura substrata je najvažniji parametar, dok je tlak u komori ispod atmosferskog kako bi dobili što bolju kvalitetu prevlake.

Na slici 7. prikazana je shema uređaja za CVD prevlačenje. Za ovaj postupak nije potrebna direktna vidljivost prevučene površine te zbog toga omogućuje prevlačenje dubokih rupa, provrta itd.



Slika 7. Shema uređaja za CVD prevlačenje[12]

Tablica 2. Prednosti i nedostaci CVD prevlačenja

PREDNOSTI	NEDOSTACI
Visoka kvaliteta prevlake	Prevlačenje na visokoj temperaturi
Nepropusna za vodu i druge tekućine	Složen proces
Širok spektar primjene	Skup proces
Veća produktivnost	Ograničenje veličine

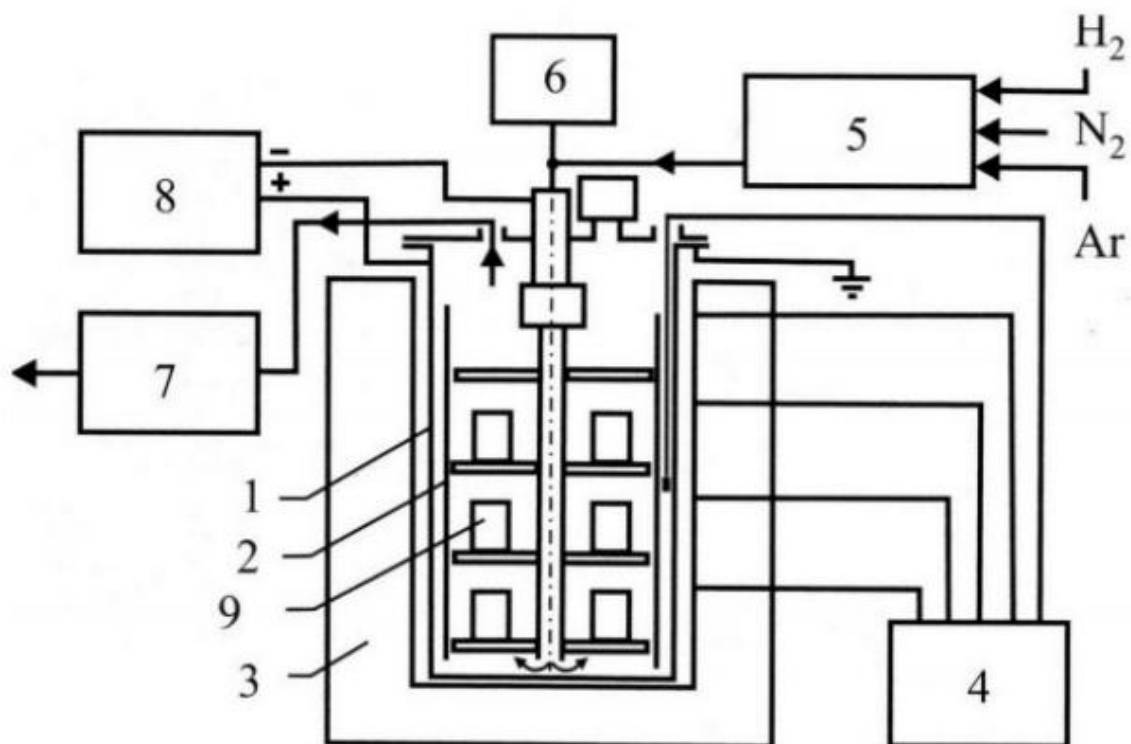
3.3. Postupak prevlačenja PACVD

PACVD (*Plasma-assisted chemical vapor deposition*) odnosno plazmom potpomognuto prevlačenje iz parne faze je postupak prevlačenja površine materijala pomoću plazme i kemijskih para. Plazma se stvara uz pomoć visokonaponskog električnog polja, a kemijske pare se koriste za stvaranje sloja na površini materijala. Ova tehnika se najčešće koristi u industriji za stvaranje slojeva s visokim sjajem, tvrdoćom i otpornošću na trošenje. U zrakoplovnoj industriji, PACVD tehnika koristi se za stvaranje prevlaka na površinama aviona kako bi se povećala otpornost na trošenje i koroziju. U elektronici, PACVD se koristi za stvaranje prevlake na čipovima kako bi se povećala njihova električna izolacija.

Navedeni postupak provodi se na temperaturama između 450°C i 650°C pa je time moguće prevlačiti i alatne čelike za hladni rad koji većinom imaju slabu otpornost na popuštanje. PACVD proces sastoji se od nekoliko koraka, uključujući pripremu površine, čišćenje, sušenje, plasmansku aktivaciju i dodavanje kemijskih para. Plazma se stvara izmjenjivanjem električnog polja između elektroda, a nastalo plinsko stanje omogućuje kemijsku reakciju između para i površine materijala.

Neki od parametara PACVD prevlačenja su napon, pritisak te pojedinačni tokovi plinova i temperatura prevlačenja. Kako bi dobili optimalni rast prevlake na supstratu napon je potrebno uskladiti s materijalom koji prevlačimo. Tlak ima bitan utjecaj na udio klora u prevlaci te isto tako ima utjecaj na naprezanja, tvrdoću i brzinu prevlačenja veličine supstrata. Shema uređaja za PACVD prevlačenje prikazana je na slici 8. Postrojenje za PACVD postupak se sastoji od sljedećih dijelova:

- (1) Reakcijska komora
- (2) Unutarnja kontrolna jedinica
- (3) Elektrootporno zagrijavana peć
- (4) Sustav za mjerenje i stabilizaciju temperature
- (5) Sustav za kontrolu plina
- (6) Mjerne jedinice za kontrolu nastalog spoja
- (7) Vakuumski sustav
- (8) Napajanje naponskom jedinicom
- (9) Osnovni materijal



Slika 8. Shema uređaja za PACVD prevlačenje[12]

Tablica 3. Prednosti i nedostaci PACVD prevlačenja

PREDNOSTI	NEDOSTACI
Korištenje metalnih materijala za alatne i konstrukcijske primjena	Visoki operativni troškovi
Niska temperatura rada	Zahtjeva visoko kontrolirane uvjete
Vrhunska adhezivnost	
Stvaranje multi-slojnih prevlaka	
Visoka brzina prevlačenja	

4. METODE KARAKTERIZACIJE TANKIH TVRDIH PREVLAKA

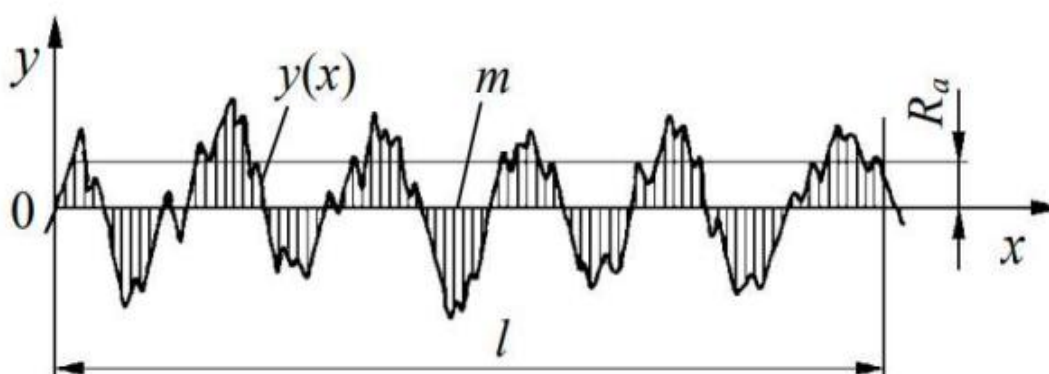
Zadatak rada je ispitivanje kvalitete prevlake TiN na čeliku EN DIN 100Cr6 i poboljšanja otpornosti na trošenje u odnosu na neprevučeni čelik slijedećim metodama:

- ispitivanje hrapavosti površine
- ispitivanje prionjivosti prevlake
- određivanje debljina prevlake kalotestom
- ispitivanje kemijskog sastava prevlake TiN
- ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje

4.1. Ispitivanje hrapavosti površine

Hrapavost površine označava neravnomjernost površine uzrokovanu mikro udubljenjima i izbočinama. Hrapavost površine može utjecati na funkcionalnost, trajnost i estetiku proizvoda. Hrapavost bitno utječe na svojstva materijala, posebno na mjestima međusobnih spojeva pojedinih elementa gdje se javljaju trenje, zračnost, podmazivanje i slično. Ispitivanje hrapavosti površine obavlja se različitim tehnikama, a najčešće su mjerenje profila površine, mjerenje visine i valne duljine profila hrapavosti.

Na slici 9. prikazano je procjenjivanje hrapavosti površine koristeći srednje aritmetičko odstupanje profila R_a .



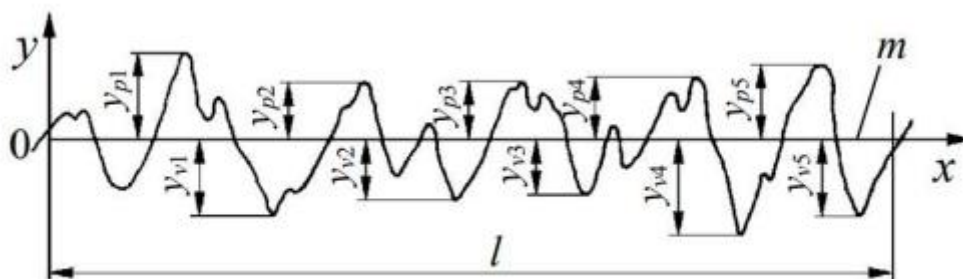
Slika 9. Procjenjivanje hrapavosti površine koristeći srednju aritmetičku sredinu R_a [13]

R_a je „jednak srednjoj aritmetičkoj vrijednosti apsolutnih vrijednosti visine profila neravnina na referentnoj duljini l_r “.-

$$R_a = \frac{1}{l_r} \int_0^l |y(x)| dx \approx \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i| \quad (1)$$

- R_a - srednje aritmetičko odstupanje profila, μm
- l_r - referentna duljina (duljina uzorka), μm
- $y(x)$, y_i – visina profila hrapavosti s obzirom na srednju referentnu crtu, μm
- x - dužina uzduž mjerne duljine, μm
- n – broj točaka za procjenjivanje visine profila uzduž l

Osim R_a također se koristi i maksimalna visina profila R_z koja je „jednaka zbroju duljine najveće visine vrha profila i najveće dubine udolina na referentnoj duljini l_r . Na slici 10. prikazano je procjenjivanje hrapavosti površine određivanjem srednje visine neravnine R_z . [13]



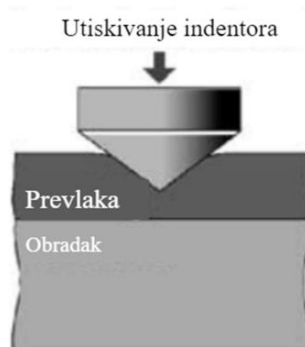
Slika 10. Procjenjivanje hrapavosti površine određivanjem maksimalne visine profila R_z [13]

$$R_z = y_{pi} + y_{vi} \quad (2)$$

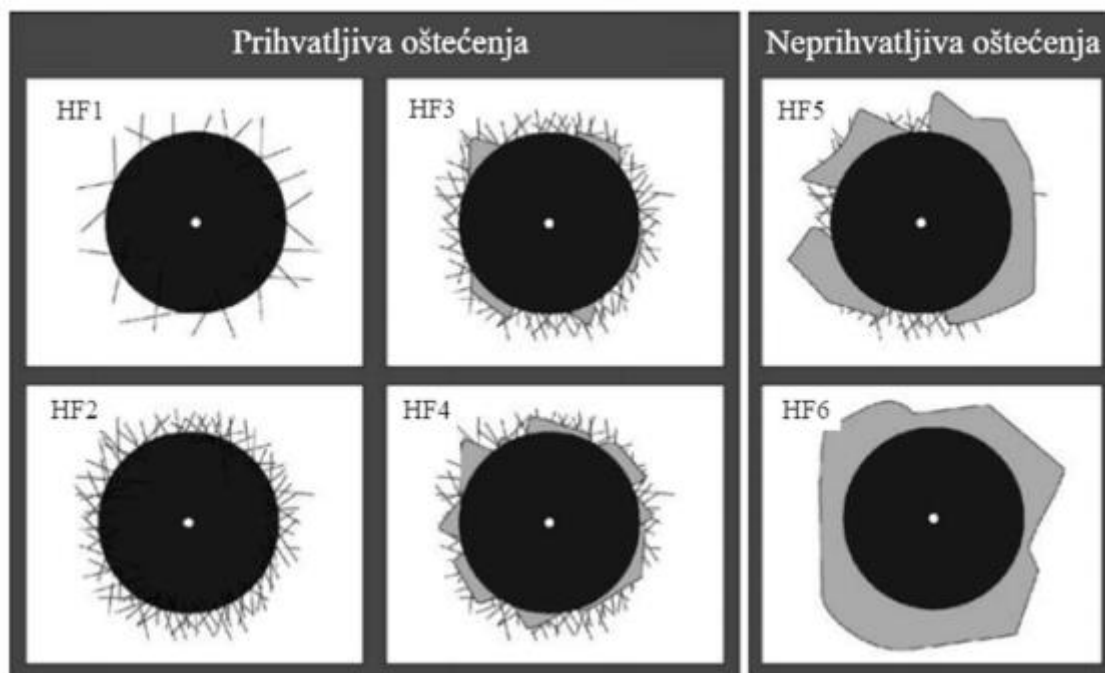
- R_z – maksimalna visina profila, μm
- y_{pi} – visina i-tog najvišeg vrha, μm
- y_{vi} – udubina i-te najviše udubine, μm

4.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake

Prionjivost označava snagu veze između prevlake i podloge na kojoj se primjenjuje, a ispitivanje prionjivosti omogućuje procjenu kvalitete i trajnosti prevlake. Ispitivanje se provodi uz pomoć razornog Rockwell C ispitivanja utiskivanjem, prema normi VDI 3198. Dijamantni indentor utiskuje se u površinu prevlake kao što je prikazano na slici 11. Njime se stvara plastična deformacija u prevlaci te eventualno puknuće prevlake. Pravilo koje se primjenjuje za ovo ispitivanje je da debljina prevlake mora biti barem deset puta veća od debljine utiskivanja indentora. Utiskivanjem indentora nastaju oštećenja prevlake prikazana na slici 12. Prihvatljiva oštećenja ocjenjena su kategorijama od HF1 do HF4 te one predstavljaju jake veze između podloge i prevlake što znači da mogu podnijeti veliku količinu smičnog naprezanja za vrijeme ispitivanja. Neprihvatljiva oštećenja ocjenjena su kategorijama HF5 i HF6 te ona predstavljaju nastanak mikropukotina i raslojavanje prevlake oko mjesta utiskivanja. [14]



Slika 11. Postupak ispitivanja prionjivosti prevlake[14]



Slika 12. Vrste oštećenja kod ispitivanja prionjivosti prevlake[14]

4.3. Određivanje debljine prevlake kalotestom

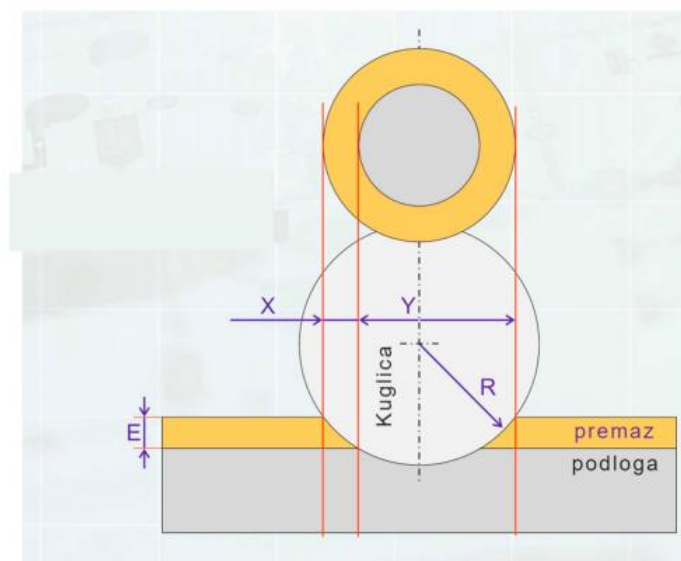
Debljina prevlake se odnosi na visinu prevlake koja je nanesena na materijal fizikalnim ili kemijskim putem. U radu je ispitivanje debljine prevlake provedeno kalotestom koji je prikazan na slici 13. Kalotester se sastoji od sljedećih dijelova:

- (1) Elektromotora
- (2) Stezne naprave za pridržavanje uzorka
- (3) Kuglice od kaljenog čelika
- (4) Upravljačke jedinice



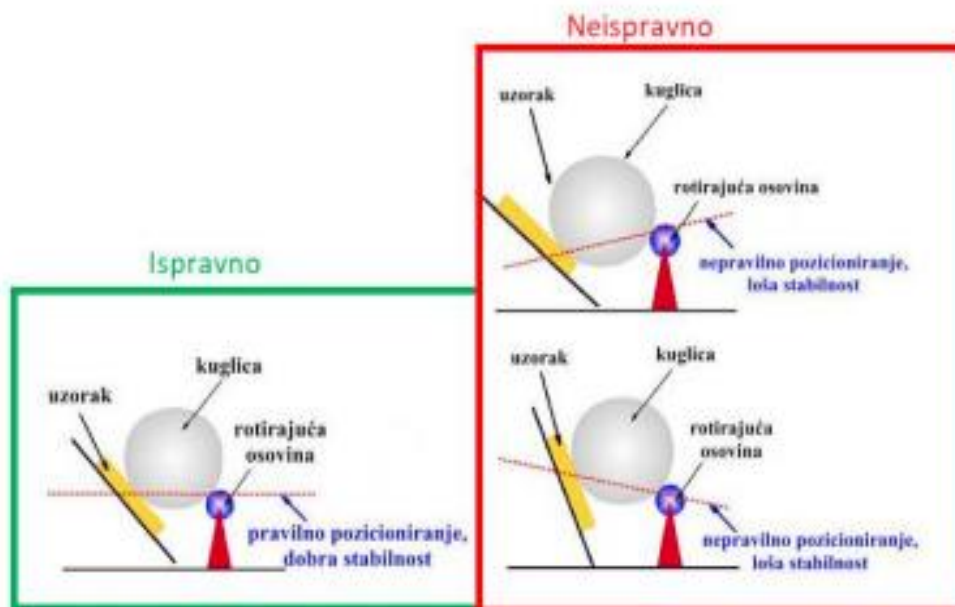
Slika 13. Uređaj kalotester

Za postupak ispitivanja koristi se čelična kuglica premazana abrazivnom pastom, koja se postavlja na uzorak i rotira određeno vrijeme, što je prikazano na slici 14.



Slika 14. Mjerne veličine za izračun debljine prevlake [15]

Kod nepravilnog postavljanja kuglice, dolazi do klizanja kuglice odnosno do nepotpunog prijenosa momenta s vratila na kuglicu. Zato je potrebno pripaziti na pozicioniranje sustava kao što je prikazano na slici 15.



Slika 15. Pravilno postavljanje uzorka i rotirajuće kuglice u ispitivanjima kalotestom [15]

4.4. Kemijski sastav prevlake

Analiza kemijskog sastava prevlake je proces ispitivanja prevlake u cilju utvrđivanja njene kemijske formule i određivanja komponenata u njoj. Utvrđivanje točnog kemijskog sastava prevlake omogućuje kontrolu kvalitete i osigurava da proizvodi zadovoljavaju zahtjeve kvalitete i sigurnosti. Kemijska analiza prevlake također može pomoći u istraživanju njene strukture i funkcionalnosti. Metoda kojom se ispituje kemijski sastav prevlake naziva se EDS metoda. EDS (*Energy dispersive Spectrometry*) sonda služi za nerazornu kemijsku karakterizaciju materijala i dodatna je oprema skenirajućeg elektronskog mikroskopa. Detektiranje kemijskih elemenata u uzorku se provodi na način da se elektroni u snopu ubrzavaju prema uzorku te kada udare u uzorak izbijaju elektron iz unutarnje ljuske. Tada elektron iz više orbitale zauzima njegovo mjesto. Te zrake tada dolaze na senzor zvan spektrometar X-zraka koji ih na temelju njihove energije prikuplja, broji i sortira. Pomoću računalnog programa spektrometar na okomitu os stavlja broj X zraka pristiglih na spektrometar što odgovara udjelima elemenata, dok na vodoravnu os stavlja energiju odnosno vrstu elemenata pristiglih na spektrometar. [16]

5. PLAN ISPITIVANJA

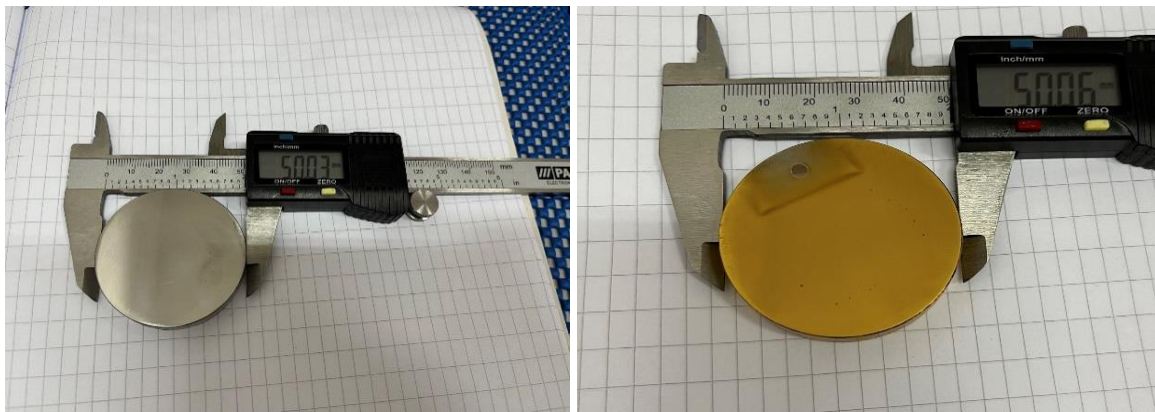
U eksperimentalnom dijelu ispituje se otpornost na mikro abrazijsko trošenje čelika EN DIN 100Cr6 sa i bez prevlake te na temelju rezultata ispitivanja određuje brzina mikro abrazijskog trošenja. Prije ispitivanja otpornosti na mikro abrazijsko trošenje provest će se ispitivanje hrapavosti površine, ispitivanje prionjivosti prevlake, ispitivanje debljine prevlake kalotestom te analizu kemijskog sastava površine EDS metodom.

5.1. Materijal i toplinska obrada uzorka

Ispitivanja će se provesti na diskovima od čelika EN DIN 100Cr6 od kojih je jedan u kaljenom i popuštenom stanju, a drugi je prevučen titan nitridnom prevlakom (TiN) PVD postupkom (slika 17). Oznakom A označen je uzorak od neprevučenog čelika EN DIN 100Cr6, dok je oznakom B označen uzorak prevučen prevlakom PVD TiN. Prvi uzorak (A) je obrađenim klasičnom toplinskom obradom kaljenjem i niskotemperaturnim popuštanjem dok je drugi uzorak (B) kaljen i niskotemperaturno popušten te potom prevučen u institutu National Research Center (NRC) u Otavi u Kanadi. Uređaj za prevlačenje postupkom PVD prikazan je na slici 16. Na slici 17. prikazan je uzorak A i uzorak B.



Slika 16. Uređaj za PVD prevlačenje



a)

b)

Slika 17. Ispitni uzorci od čelika EN DIN 100Cr6: a) neprevučeno stanje, b) prevlaka PVD TiN

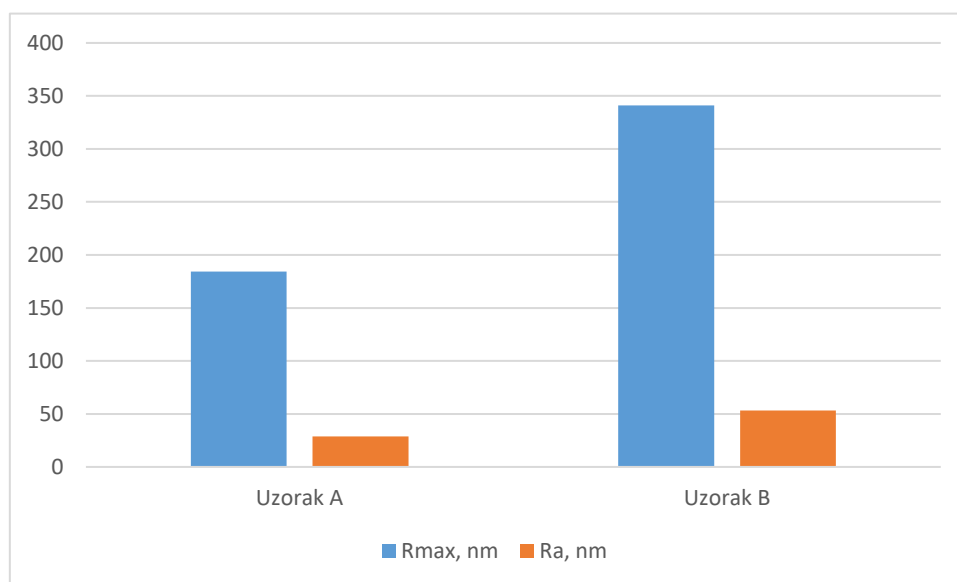
6. REZULTATI ISPITIVANJA

6.1. Ispitivanje hrapavosti površine

Ispitivanje hrapavosti površine provedeno se u laboratoriju za precizna mjerenja dužina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Provedeno je 4 ispitivanja i izračunata je srednja vrijednost. Koristile su se metode ispitivanja koja su opisana u poglavlju 4.1. Ispitivanje je provedeno na uzorku A i B. Podaci o hrapavosti prikazani su u tablici 4.

Tablica 4. Vrijednosti parametara hrapavosti za uzorke A i B

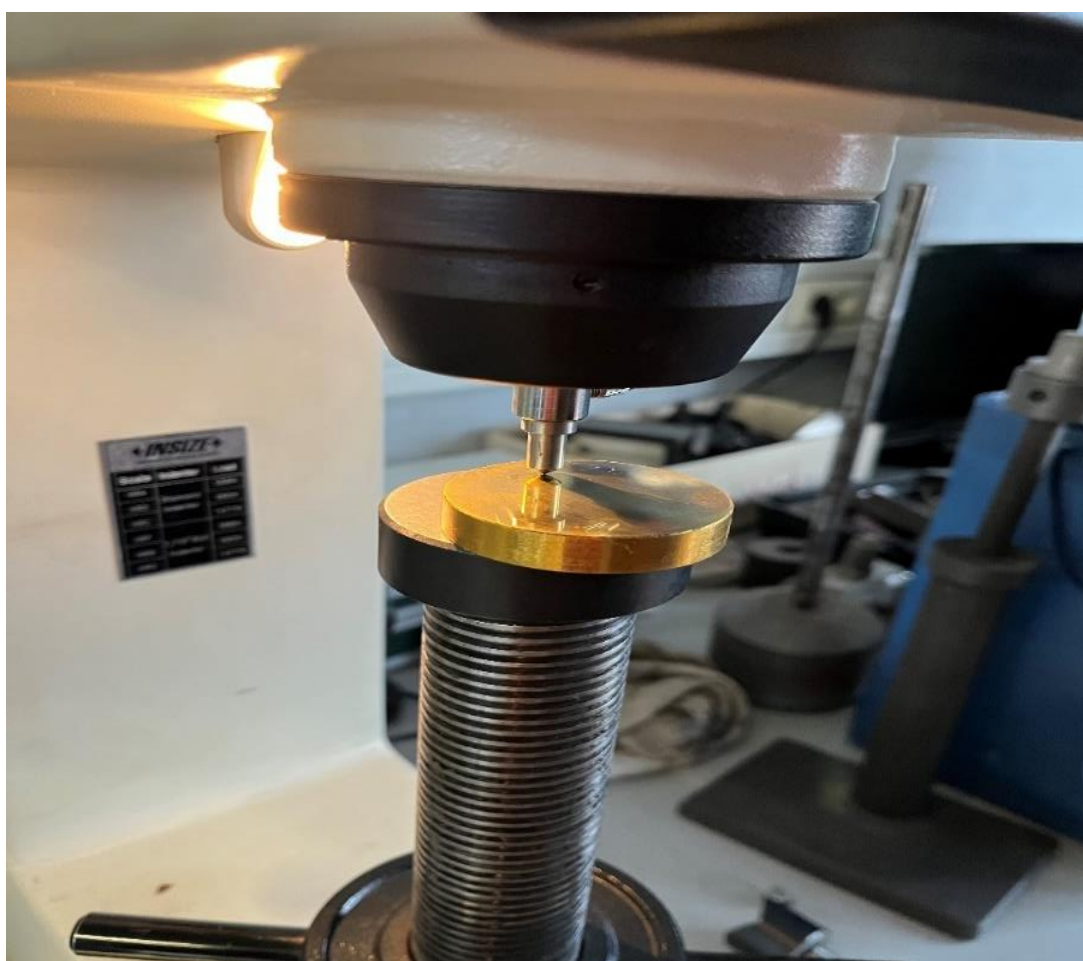
Naziv	Uzorak A (neprevučeno)	Uzorak B (PVD TiN)
R_{max} , nm	184,32	341,12
R_a , nm	28,8	53,3



Slika 18. Parametri hrapavosti za uzorke A i B

6.2. Ispitivanje prionjivosti prevlake

Ispitivanje prionjivosti prevlake provedeno je na tvrdomjeru Insize, koji se nalazi u Laboratoriju za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Postupak ispitivanja je proveden na uzorku B sa tri otiska dijamantnog indentora uobičajeno primjenjivog za metodu ispitivanja tvrdoće Rockwell C, što je prikazano na slici 19. Sila opterećenja indentora iznosila je 1471 N. Mjesto probijanja TiN prevlake analizirano je na svjetlosnom mikroskopu prikazanom na slici 20.

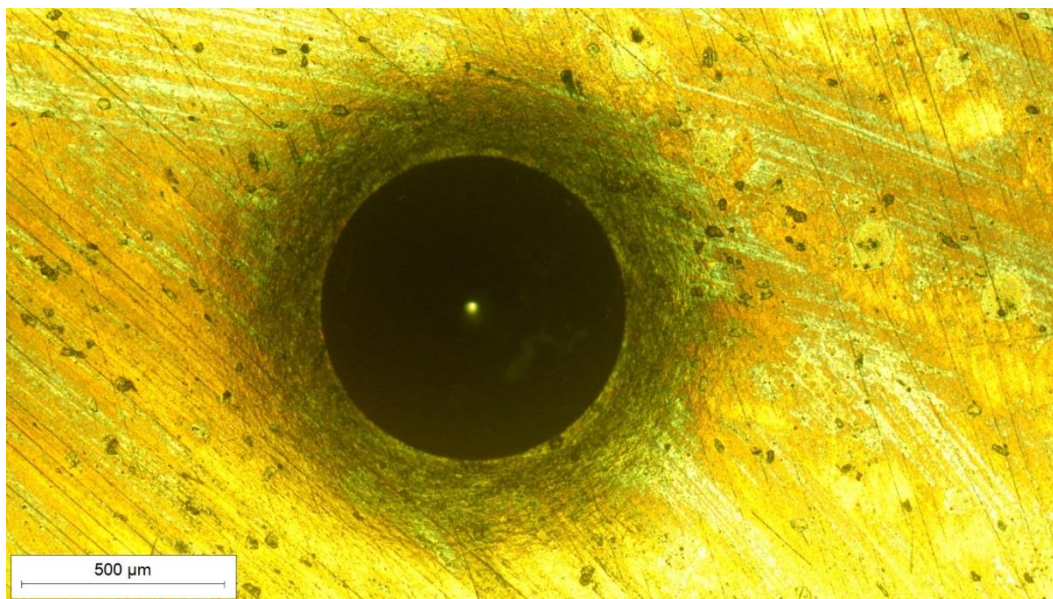


Slika 19. Ispitivanje prionjivosti prevlake TiN dijamantnim indentorom prema normi VDI 3198:1991



Slika 20. Svjetlosni mikroskop

Na slici 21. prikazano je mjesto ispitivanja prionjivosti prevlake TiN prema metodi VDI 3198.



Slika 21. Otisak Rockwell-ovog C indentora na uzorku B

Kao što je vidljivo na slici, uspoređujući otisak sa slikom 12. gdje su prikazana oštećenja prevlake u šest različitih kategorija, može se zaključiti da je prionjivost prevlake uglavnom dobra iako postoje tragovi raslojavanja i mikropukotina. Subjektivnom procjenom prionjivost prevlake na ispitnom uzorku B može se svrstati između kategorije HF3 i HF4.

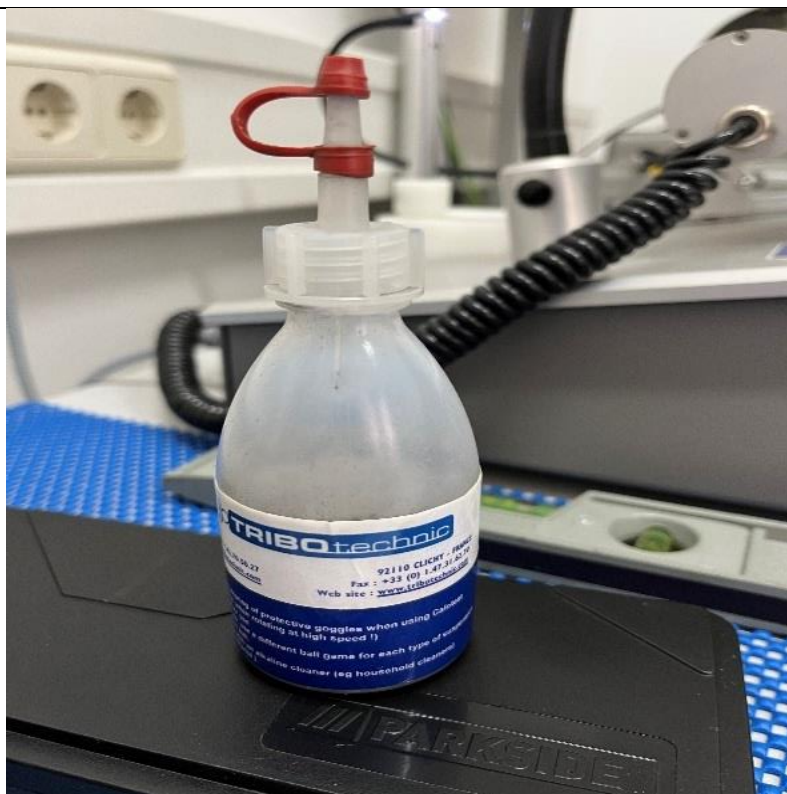
6.3. Ispitivanje debljine prevlake kalotestom

Ispitivanje debljine prevlake PVD TiN kalotestom, a isto tako i ispitivanje otpornosti na mikroabraziju provedeno je na kalotester-u prikazanom na slici 22.



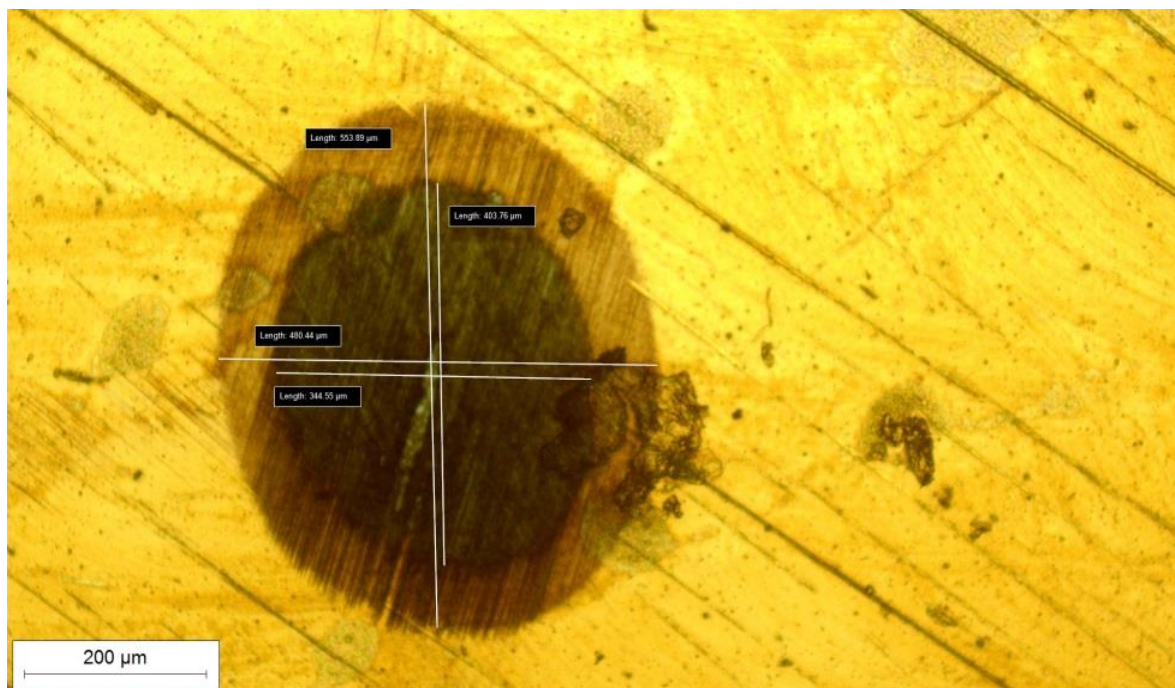
Slika 22. Uređaj kalotester

U ispitivanju debljine prevlake kalotestom se primjenjuje kuglica promjera 15 mm tj. ($R=7,5$ mm) od kaljenog i popuštenog čelika EN DIN 100Cr6. Tijekom ispitivanja na kuglicu se dodaje suspenzija dijamantnim zrcima koja kao nosioc tvrdih čestica, preko čelične kuglice troši prevlaku.



Slika 23. Dijamantna suspenzija

Na donjoj slici prikazan je otisak s izmjerenim vanjskim i unutrašnjim promjerom kalote na temelju kojih se određuje debljina prevlake PVD TiN.



Slika 24. Kalota nastala trošenjem prevlake TiN kuglicom promjera 15 mm tijekom 60 s

Debljina prevlake određena je prema jednadžbi:

$$e = \frac{D^2 - d^2}{2R} \quad (3)$$

- e – debljina prevlake, μm
- D – promjer vanjskog prstena, μm
- d – promjer unutarnjeg prstena, μm
- R – polumjer čelične kuglice, μm

U tablici 5. prikazane su vrijednosti debljine prevlake za svaki otisak prvog i drugog niza, te je nakraju određena srednja vrijednost debljine prevlake.

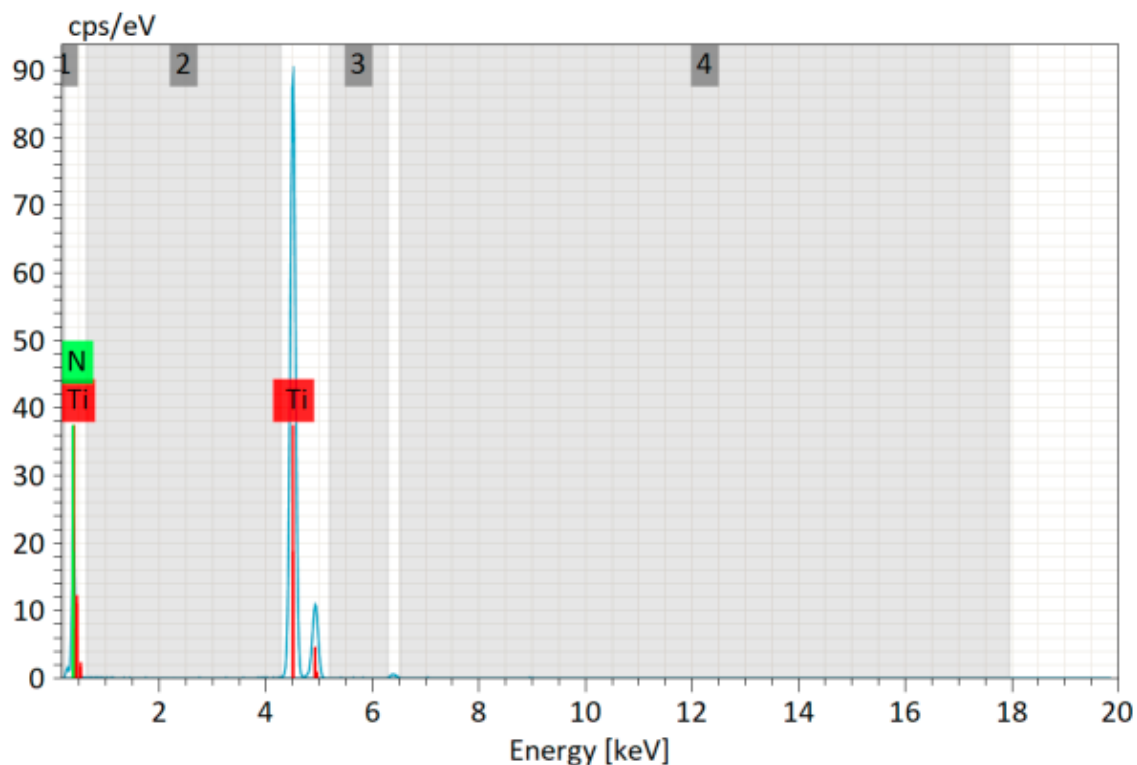
Tablica 5. Rezultati ispitivanja debljine kalotestom

	Otisak 1	Otisak 2
Niz 1	9,58 μm	8,78 μm
Niz 2	7,47 μm	8,31 μm
Srednja vrijednost debljine prevlake	8,54 μm	

Iz tablice 5. vidljiva je razlika u debljini prevlake, određena u ponovljenim mjerenjima, ali ta razlika je jako mala s obzirom da se radi o mikrometarskoj veličini. Srednja debljina prevlake iznosi 8,54 μm .

6.4. Kemijski sastav prevlake

Ispitivanje kemijskog sastava prevlake provedeno je na skenirajućem elektronskom mikroskopu metodom EDS. Difraktogram određen na površini prevlake TiN prikazan na donjoj slici i pripadni maseni udjeli elemenata navedeni u tablici 6. ispod slike potvrdili su da se prevlaka sastoji od 77,32 % Ti i 22,68 % N.



Slika 25. Difraktogram elemenata u prevlaci PVD TiN

Tablica 6. Udio elemenata u prevlaci TiN određen EDS metodom

Spectrum 1

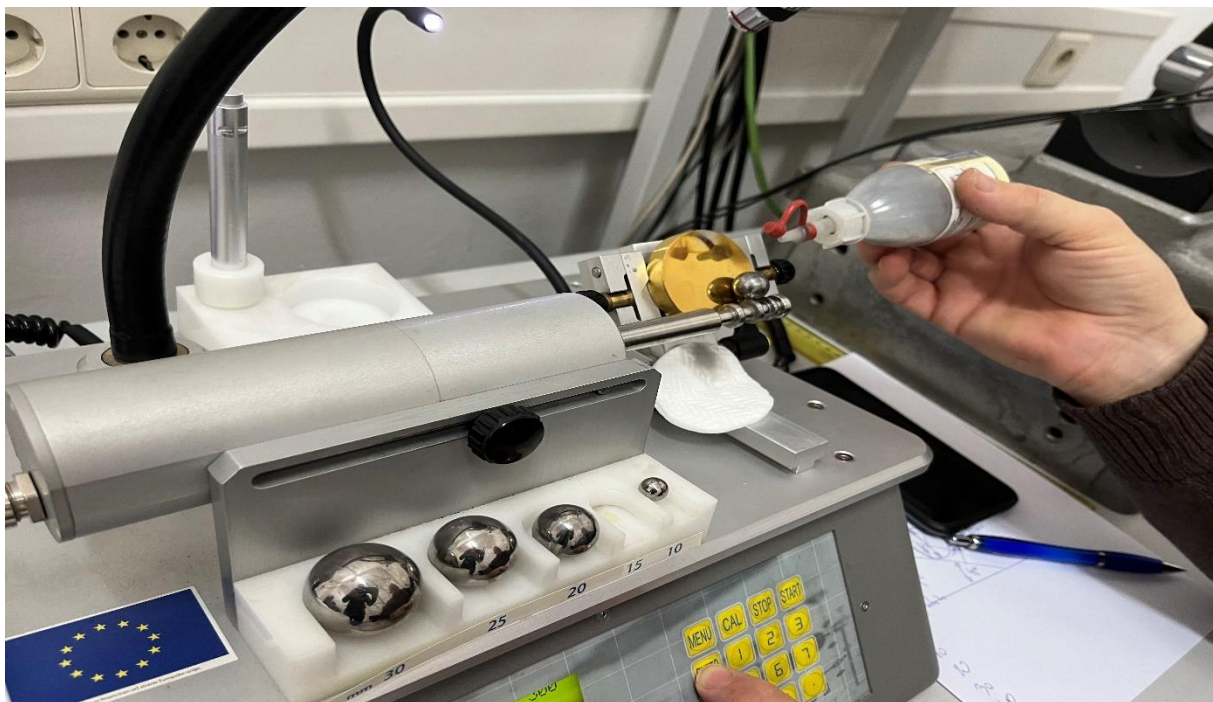
Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Ti	22	280420	85.21	77.32	49.93	2.01	2.36
N	7	24341	25.00	22.68	50.07	1.17	4.67
		Sum	110.20	100.00	100.00		

6.5. Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake

Za ispitivanje otpornosti na mikroabraziju koristi se isti kalotester kao i za ispitivanje debljine prevlake, ali uz različita vremena trošenja, odnosno utiskivanja kuglice. Kuglicom promjera 15 mm uz dodavanje dijamantne suspenzije provedeno je trošenje u nizu od šest otisaka na površini oba ispitna uzorka, pri čemu je za svako utiskivanje zadano različito trajanje trošenja. Niz otisaka proizveden je okretanjem čelične kuglice oslonjene na površinu uzorka u trajanju od 10, 20, 30, 40, 50 i 60 sekundi pri čemu je svakih deset sekundi dodana dijamantna suspenzija (Slika 26.).

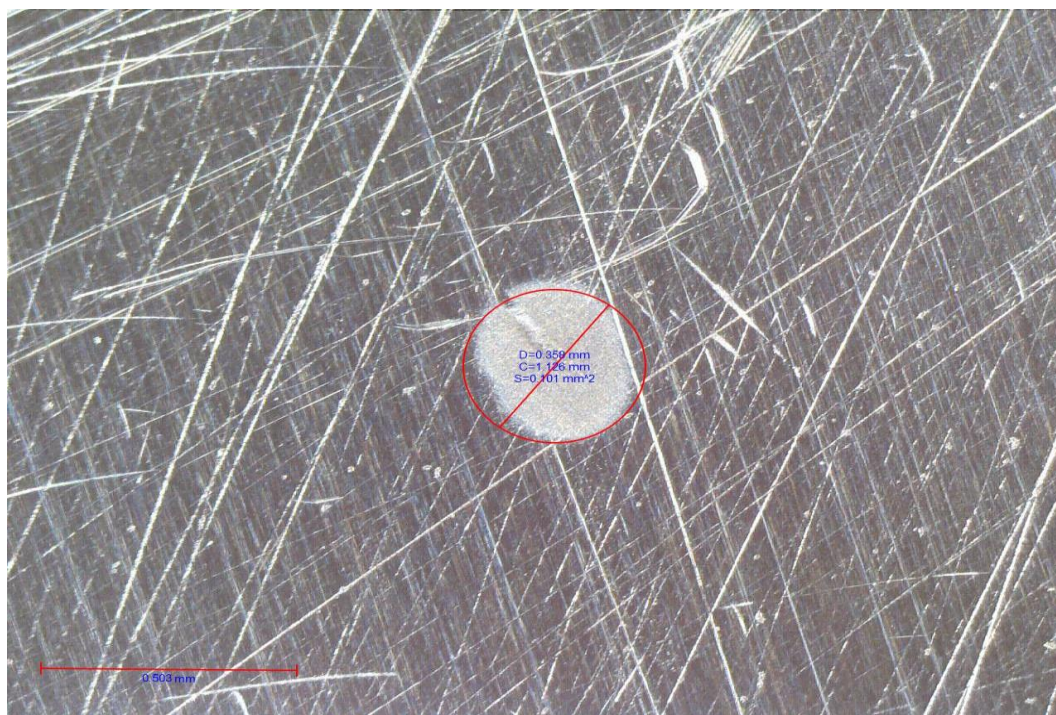
Parametri ispitivanja bili su slijedeći:

- Kuglica, čelik EN DIN 100Cr6, površina fino polirana
- Abraziv: dijamantna emulzija, granulacije 3 μm
- Količina abraziva: 2 kapljice svakih 10 sekundi
- Trajanje ispitivanja: 10, 20, 30, 40, 50 i 60 sekundi
- Brzina okretanja kuglice: 300 okretaja/minuti

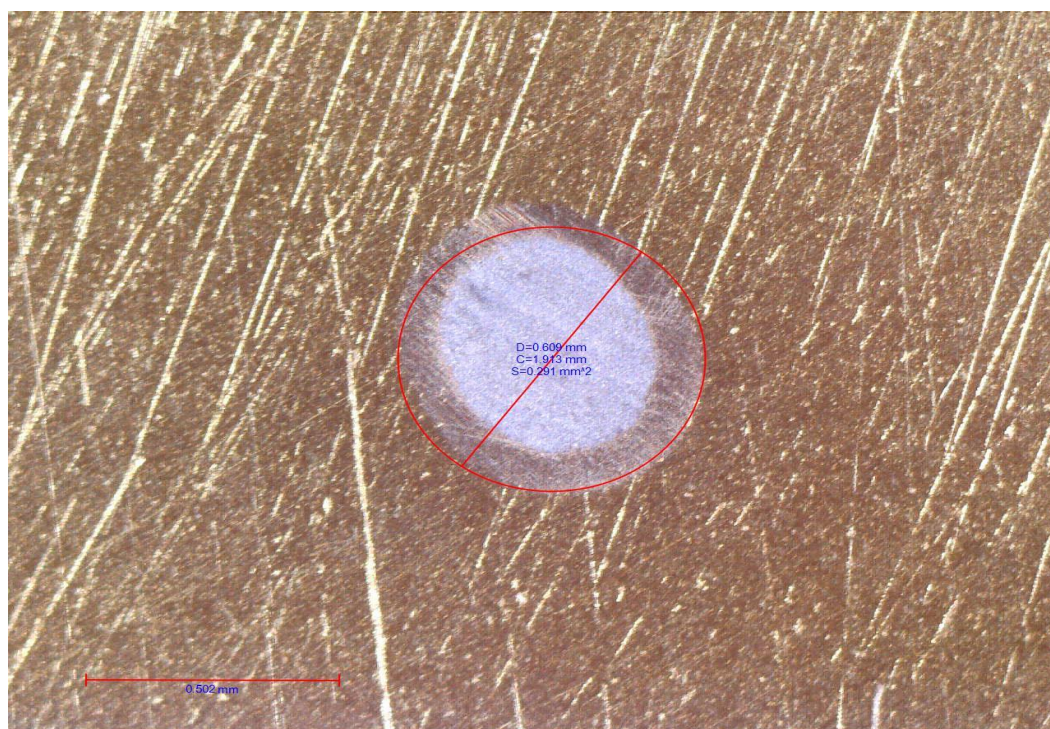


Slika 26. Prikaz ispitivanja mikroabrazije kalotesterom

Nakon abrazijskog trošenja sva mjesta trošenja, odnosno otisci kalote, analizirani su na svjetlosnom mikroskopu. Slike otisaka vidljive su na sljedećim slikama.

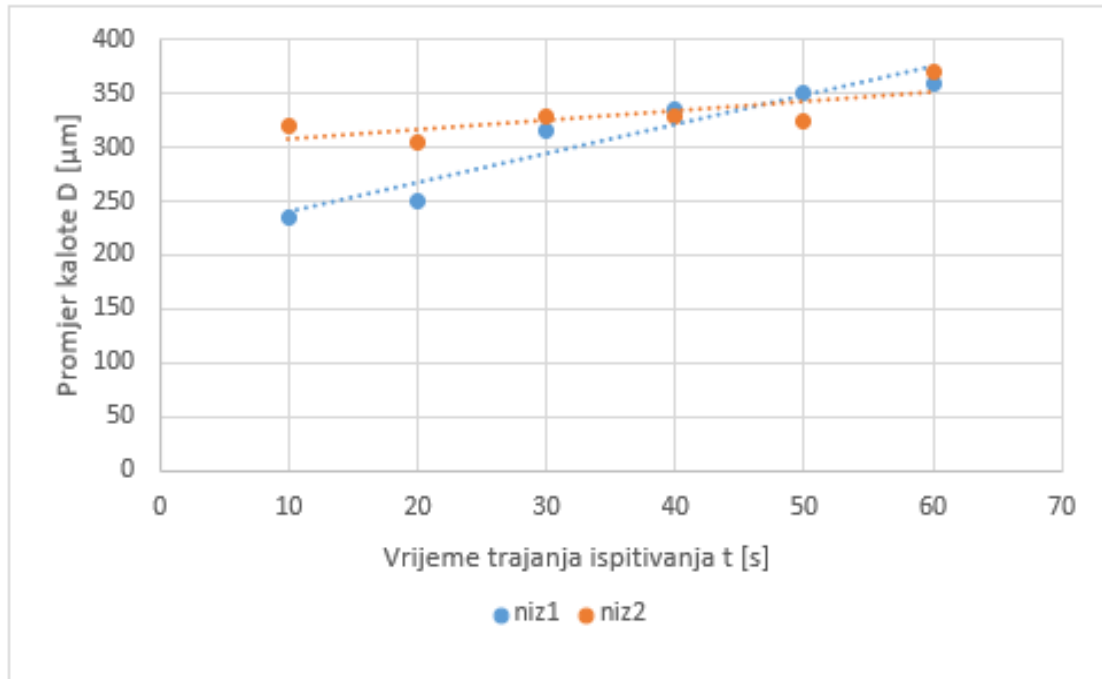


Slika 27. Uzorak A niz 1 otisak 6 nakon 60 sekundi

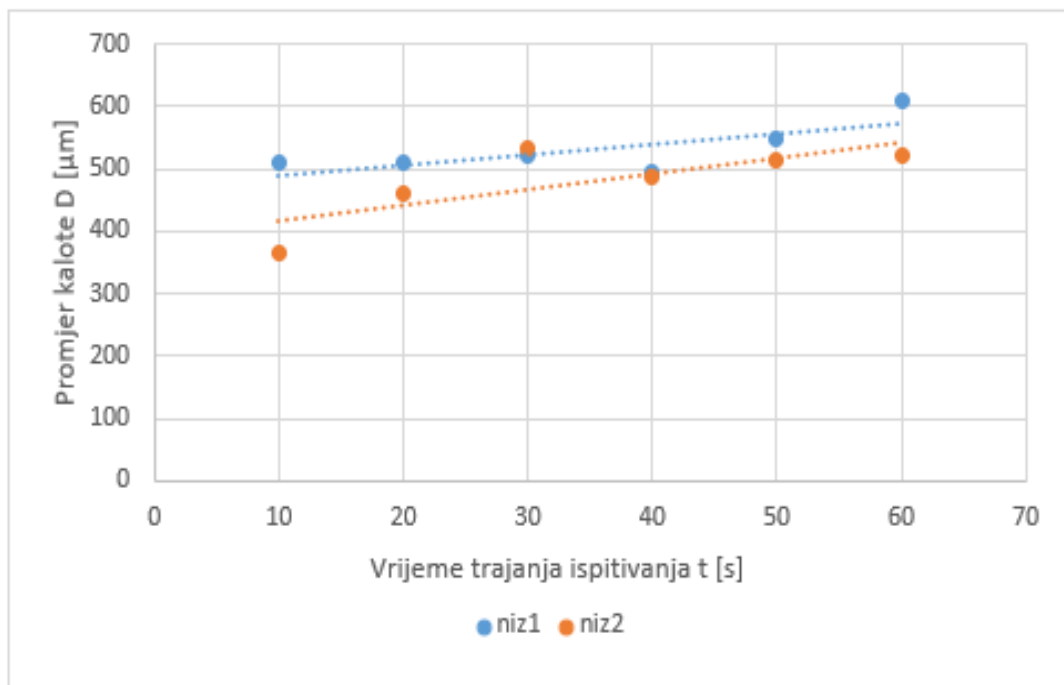


Slika 28. Uzorak B niz 1 otisak 6 nakon 60 sekundi

Ovisnost promjera kalote o vremenu trošenja prikazana je na donjim slikama.



Slika 29. Povećanje vanjskog promjera kalote ovisno o trajanju mikroabrazijskog trošenja za neprevučeni uzorak (Uzorak A)



Slika 30. . Povećanje vanjskog promjera kalote ovisno o trajanju mikroabrazijskog trošenja za uzorak s prevlakom PVD TiN (Uzorak B)

Nagib pravac određenog linearnom regresijom predstavlja brzinu trošenja uzorka. Brzina trošenja uzoraka prikazana je u tablici 7.

Tablica 7. Brzina trošenja uzoraka

	Uzorak A		Uzorak B	
	Niz 1	Niz 2	Niz 1	Niz 2
Brzina trošenja uzorka [$\mu\text{m/s}$]	11,295	13,18	21,21	18,115
Srednja brzina trošenja [$\mu\text{m/s}$]	12,238		19,658	

Iz tablice 7. vidi se da je brzina trošenja uzorka veća na prevučenom čeliku EN DIN 100Cr6 (uzorak B) nego na neprevučenom. Razlog toga je dijamantna suspenzija koja se nanosila na rotirajuću kuglicu od čelika EN DIN 100Cr6 tijekom ispitivanja. Naime dijamantna zrna u suspenziji prijanjaju drugačije na prevlaci TiN u odnosu na prionjivost na neprevučenom čeliku. Suspenzija s dijamantnim zrnima dobro kvasi i oblaže površinu rotirajuće kuglice, a slabije prijanja na površinu TiN prevlake. Stoga površina rotirajuće kuglice s naljepljenim zrnima dijamanta intenzivno troši TiN prevlaku mikrobrušenjem. Kod trošenja neprevučene površine uzorka suspenzija s dijamantnim zrnima dobro prijanja na rotirajuću kuglicu i na trošenu površinu. Zbog toga se između kuglice i trošene površine neprevučenog uzorka uspostavlja pojava mješovitog trenja s tankim međuslojem suspenzije u kojem se dijamantna zrna djelomično kotrljaju i kližu po trošenoj površini, a djelomično ju troše. Ova dva granična slučaja mikroabrazijskog trošenja u radu [17] nazvana su mikroabrazija dubljenjem i mikroabrazija kotrljanjem abrazivnih čestica.

Ovdje treba napomenuti da metoda mjerenja srednjeg promjera kalote svjetlosnom mikroskopijom nije u potpunosti mjerodavna zbog toga što se ovom metodom može izmjeriti površina abrazijom potrošenog materijala. Snimanjem oblika udubljenja otisaka na profilometru dobilo bi se trodimenzionalni profil istrošenog područja iz kojeg bi se primjenom računalnog programa mogao precizno odrediti volumen istrošenog materijala.

Primjenom profilometrije bi se dobio potpuni uvid u mikroabrazijsko trošenje prevlake i brzinu gubitka mase prevlake na mjestu trošenja.

7. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja: hrapavosti površine, prionjivosti prevlake, određivanja debljine prevlake, kemijske analize prevlake te ispitivanja otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake zaključuje se sljedeće:

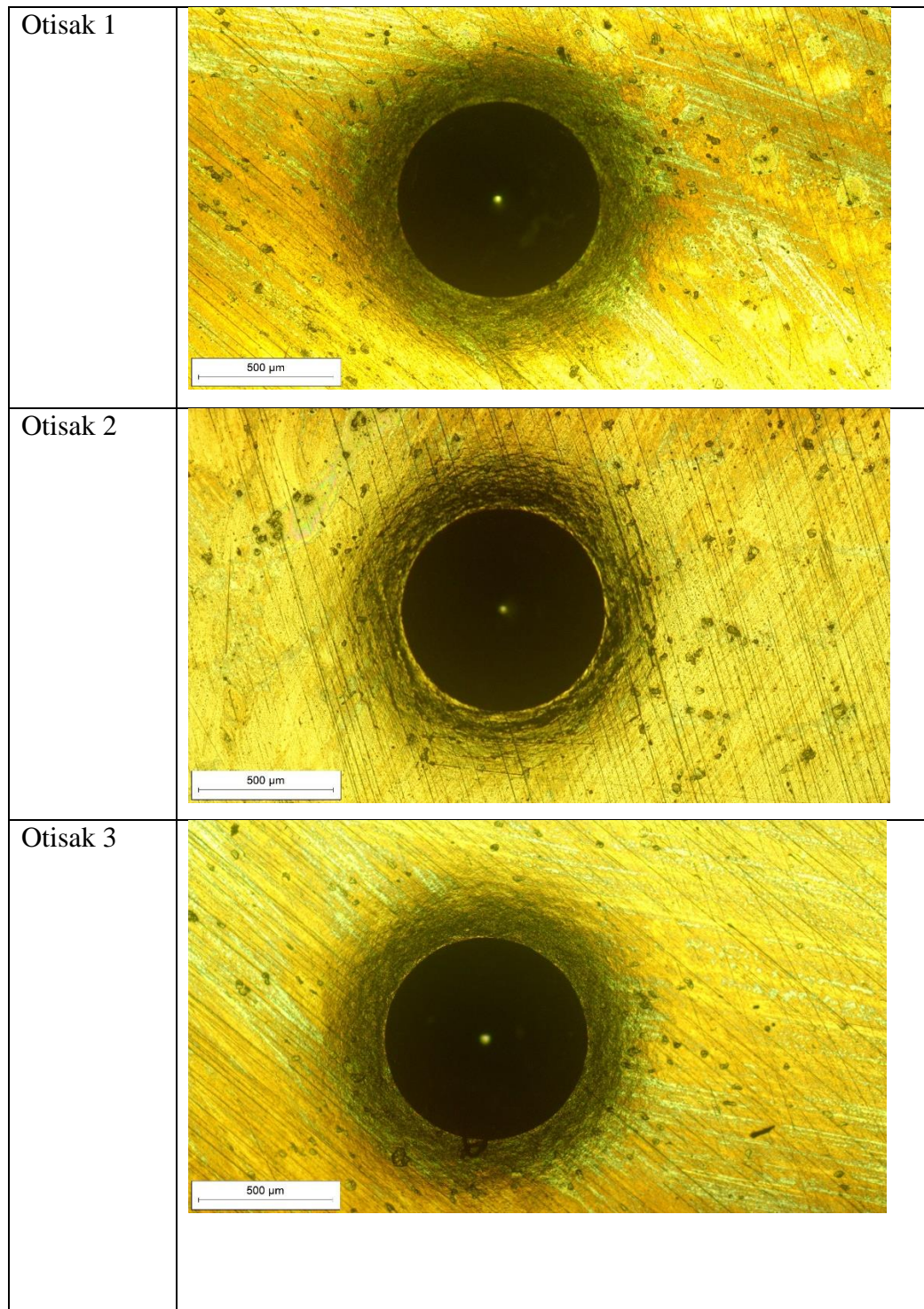
- Prevlačenjem čelika EN DIN 100Cr6 PVD postupkom prevlakom TiN hrapavost površine se udvostručuje u odnosu na polaznu hrapavost neprevučenog uzorka.
- Prevlaka PVD TiN ima dobra svojstva prionjivosti pošto nije došlo do velikih raslojavanja i mikropukotina u ispitivanju prema normi VDI 3198:1991.
- Brzina mikroabrazijskog trošenja prevlake PVD TiN iznosi 19,658 $\mu\text{m/s}$. dok je brzina trošenja ne prevučenog čelika EN DIN 100Cr6 jednaka 12,238 $\mu\text{m/s}$.
- Veća brzina trošenja prevlake u odnosu na trošenje neprevučenog čelika posljedica je različitog kvašenja površine uzorka i rotirajuće kuglice suspenzijom s dijamantnim zrnima. Suspenzija s dijamantnim zrnima dobro kvasi površine čelika EN DIN 100Cr6 (na kuglici i neprevučenom uzorku), a slabije površinu TiN prevlake. Zbog toga pri trošenju neprevučene površine osim mikroabrazije pojavljuje se i mješovito trenje između kuglice i uzorka, koje rezultira manjim gubitkom mase neprevučenog uzorka, odnosno manjim promjerom kalote u odnosu na kalotu na TiN prevlaci. Iz tablice 7. vidi se da je brzina trošenja uzorka veća na prevučenom čeliku EN DIN 100Cr6 (uzorak B). Razlog toga je dijamantna suspenzija koja se nanosila tijekom samog ispitivanja. Naime dijamantna zrna u suspenziji prijanjaju drugačije na prevlaci i na samom čeliku. Na prevlaci zrna dobro prijanjaju uz površinu u odnosu na početni materijal te dolazi do većeg kvašenja površine. No treba napomenuti da ova metoda nije u potpunosti mjerodavna zbog toga što ovom metodom možemo samo izmjeriti površinu potrošenog materijala. Dok bi se slikanjem otisaka na profilometru dobila 3D slika otiska te bi se pomoću softvera lako mogao odrediti volumen materijala koji je potrošen. Tom bi metodom dobili potpuni uvid u mikroabrazijsko trošenje prevlake te bi se imala jasnija slika o samom volumenu koji je potrošen za vrijeme ispitivanja.

U budućim istraživanjima treba istražiti utjecaj brzine i promjera rotirajuće kuglice na otpornost prevlake TiN mikroabraziji, odrediti kut kvašenja kvašenja suspenzije na površini neprevučenog čelika EN DIN 100Cr6 i prevlaci PVD TiN. Također se preporučuje odrediti prostorni oblik kalote nakon mikroabrazijskog trošenja trodimenzionalnom profilometrijom.


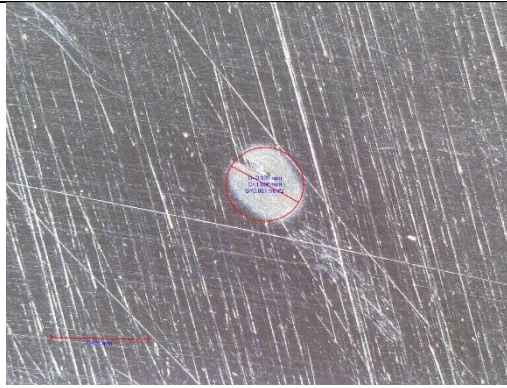


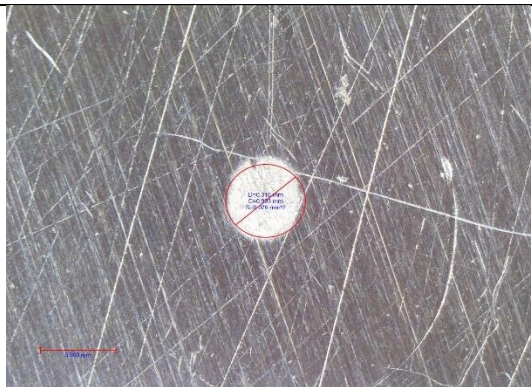

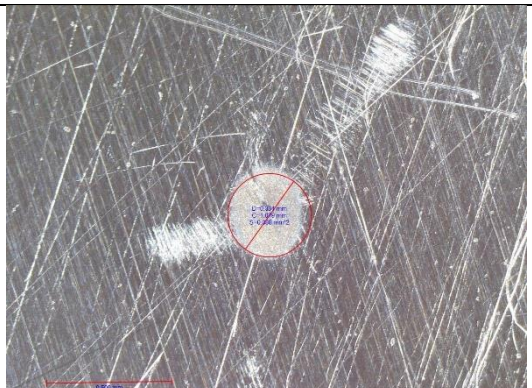

LITERATURA

- [1] Landek D., Predavanje iz kolegija „Posebni metalni materijali“, dio „Alatni materijali“ autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2017
- [2] Filetin T., Kovačiček F., Indof J., Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2013.
- [3] Krumes D., Toplinska obradba, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod 2000.
- [4] Novosel M., Cajner F., Krumes D., Alatni materijali, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 1996.
- [5] Matijević B., Predavanja iz kolegija „Toplinska obrada“, Toplinsko-kemijsko modificiranje površine čelika, karbonitriranje, nitriranje, nitrokarburiranje, autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2016.
- [6] Alar Ž., Predavanja iz kolegija „Materijali I“, treći dio Mehanička svojstva materijala, autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2016.
- [7] J.C.A. Batista, M.C. Joseph, C. Godoy, A. Matthews, Micro-abrasion wear testing of PVD TiN coatings on untreated and plasma nitrided AISI H13 steel.
- [8] Cold-work tool steels. <https://www.dew-stahl.com/en/products/tool-steels/cold-work-steels>, 07.07.2021.,
- [9] Bhadeshia HKDH. Steels for bearings. Prog Mater Sci. 2012 Feb;57(2):268–435. doi: 10.1016/j.pmatsci.2011.06.002.
- [10] Asa Kassman, Staffan Jacobson, Lynn Erickson, Per Hedenqvist and Mikael Olsson, A new test method for the intrinsic abrasion resistance of thin coatings.
- [11] Landek D. Podloge za vježbu iz kolegija “Proizvodne tehnologije”, dio Toplinska obrada. Zagreb, Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2013., 25.06.2021.
- [12] Gojić M. Površinska obradba materijala. Metalurški fakultet Sveučilišta u Zagrebu; 2010., 25.06.2021.
- [13] Jelaska D. Elementi strojeva: skripta za studente Industrijskog inženjerstva. Split: Fakultet elektrotehnike, strojarstva i brodogradnje (FESB), Sveučilište u Splitu; 2005.
- [14] Vidakis N, Antoniadis A, Bilalis N. *The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds*. J Mater Process Technol. 2003 Dec;143–144:481–5. doi: 10.1016/S0924-0136(03)00300-5.

-
- [15] *User's guide - Calotester*. TRIBOtechnic;
- [16] Jenkins, R. and Snyder, R.L. (1996) *Introduction to X-Ray Powder Diffractometry*, John Wiley & Sons, New York.
- [17] R.C. Cozza, ,, D.K. Tanaka,, R.M. Souza: Friction coefficient and wear mode transition in micro-scale abrasion tests,,*Tribology International* 44 (2011) 1878–1889

PRILOZI**Prilog 1. Otisci Rockwel-ovog C indentora**

Prilog 2. Otisci uzorka A na uređaju kalotestr-u

	Niz 1	Niz 2
10 sekundi		
20 sekundi		
30 sekundi		
40 sekundi		

50 sekundi		
60 sekundi		

Prilog 3. Otisci uzorka B na uređaju kalotestr-u

	Niz 1	Niz 2
10 sekundi		
20 sekundi		

30 sekundi		
40 sekundi		
50 sekundi		
60 sekundi		