

Měření vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií

Jan Hanzlík

Bakalářská práce
2018



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2017/2018

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jan Hanzlík**
Osobní číslo: **T15780**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření vlastností povlaků vytvořených PA-CVD technologií**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování literární studie na dané téma.
2. Příprava zkušebních vzorků pro experimentální část.
3. Provedení experimentu.
4. Vyhodnocení naměřených výsledků.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího BP.

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Martin Ovsík, Ph.D.

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání bakalářské práce:

2. ledna 2018

Termín odevzdání bakalářské práce:

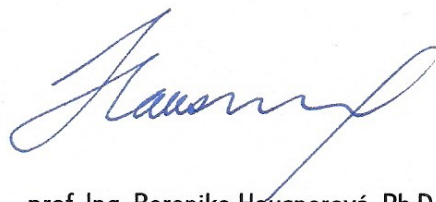
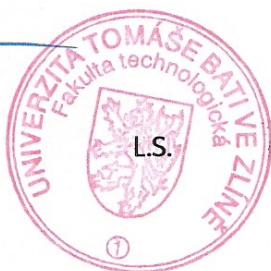
18. května 2018

Ve Zlíně dne 28. února 2018



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.

děkan



prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.

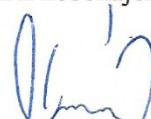
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 26.4.2018



¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpirá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tématem bakalářské práce je měření mechanických vlastností povlaků nanesených technologií PA-CVD. Práce je rozdělena do dvou částí. Teoretická část shrnuje základní rozdělení materiálu, zejména ocelí, dále se věnuje metodám, kterými se dají povlakovat materiály a způsobům měření tvrdosti. Úkolem praktické části je měření vlastností instrumentovanou zkouškou tvrdosti DSI, vyhodnocení výsledků měření, porovnání změřených vlastností s vlastnostmi udávanými výrobcem a také problematika zkušebního zatížení.

Klíčová slova: Povlaky, povlakování, PA-CVD, PVD, instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI.

ABSTRACT

The topic of this bachelor thesis is properties measurement of coatings made by PA-CVD technology. Thesis consists of two parts. Theoretical part summarizes the basic division of materials, especially steels, also deals with methods of coating and with methods of hardness testing. The task of the practical part is measuring of properties by depth sensing indentation (DSI), evaluating results from measuring, properties comparison and the problematics of the test load.

Keywords: Coats, coating, PA-CVD, PVD, depth sensing indentation DSI.

Poděkování:

Chtěl bych velmi poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Martinu Ovsíkovi, Ph.D. za odborné rady a čas, který mi věnoval po celou dobu tvorby mé práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

ÚVOD	11
I TEORETICKÁ ČÁST	12
1 ROZDĚLENÍ MATERIÁLŮ	13
1.1 ŽELEZO A SLITINY ŽELEZA S UHLÍKEM.....	13
1.1.1 Vlastnosti čistého železa	13
1.1.2 Soustava železo-uhlík.....	14
1.2 ZNAČENÍ A ROZDĚLENÍ OCELÍ.....	16
1.2.1 Nelegované oceli obvyklých jakostí	16
1.2.2 Jakostní a ušlechtilé oceli.....	16
Oceli válcované za studena z hlubokotažných ocelí k tváření za studena.....	17
Oceli pro ocelové konstrukce	17
Oceli pro tlakové nádoby.....	17
1.2.3 Oceli pro výztuž do betonu	17
1.2.4 Oceli pro kolejnice	18
1.2.5 Oceli automatové	18
1.2.6 Oceli k cementování.....	18
1.2.7 Oceli k nitridaci.....	18
1.2.8 Oceli pružinové	18
1.2.9 Oceli k zušlechťování.....	19
1.2.10 Oceli nerezavějící, žárovzdorné a žárovevné.....	19
Nerezavějící oceli	19
Žárovzdorné oceli	19
1.2.11 Nástrojové oceli	20
Nelegované nástrojové oceli.....	20
Legované nástrojové oceli	20
Rychlořezné oceli	21
2 METODY POVLAKOVÁNÍ	22
2.1 METODA POVLAKOVÁNÍ PVD.....	23
2.2 METODA POVLAKOVÁNÍ CVD.....	24
2.2.1 Metoda MTCVD (Middle Temperature CVD).....	26
2.3 METODA POVLAKOVÁNÍ PACVD	26
2.3.1 Typy PA-CVD povlaků.....	27
TiB ₂ povlak	27
TiCN povlak	27
TiBN povlak	28
DLC COMP povlak	28
3 MĚŘENÍ TVRDOSTI	30
3.1 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	30
3.1.1 Vrypová zkouška podle Martense.....	30
3.1.2 Vnikací zkouška podle Brinella	31
3.1.3 Vnikací zkouška podle Vickerse.....	31
3.1.4 Vnikací zkouška podle Rockwella	33
4 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI, NANOTVRDOSTI	35

4.1	ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	35
4.1.1	Hanemannův mikrotvrdoměr	35
4.2	ZKOUŠKY NANOTVRDOSTI.....	36
4.3	INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI	36
4.3.1	Princip zkoušky	37
4.3.2	Vtiskový modul E_{IT}	38
4.3.3	Vtisková tvrdost H_{IT}	38
4.3.4	Vtiskové tečení C_{IT}	38
4.3.5	Pružná a plastická část práce při vnikacím procesu	39
II	PRAKTICKÁ ČÁST	40
5	CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	41
6	POUŽITÉ PŘÍSTROJE A POPIS VZORKŮ	42
6.1	MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ - INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI	42
6.1.1	Mikro-indetační test	42
6.1.2	Nano-indetační test.....	43
6.1.3	Ultra nano-indetační test	43
6.2	POPIS VZORKŮ PRO EXPERIMENT	43
6.2.1	Základní materiál	43
6.2.2	Povlaky.....	43
7	NAMĚŘENÉ VÝSLEDKY	46
7.1	VTISKOVÁ TVRDOST.....	46
7.1.1	Výsledky mikro-indetační zkoušky.....	46
7.1.2	Výsledky nano-indetační zkoušky	47
7.1.3	Výsledky ultra nano-indetační zkoušky	48
7.2	VTISKOVÝ MODUL.....	50
7.2.1	Výsledky mikro-indetační zkoušky.....	50
7.2.2	Výsledky nano-indetační zkoušky	50
7.2.3	Výsledky ultra nano-indetační zkoušky	51
7.3	VICKERSOVA TVRDOST	52
7.3.1	Výsledky mikro-indetační zkoušky.....	52
7.3.2	Výsledky nano-indetační zkoušky	53
7.3.3	Výsledky ultra nano-indetační zkoušky	54
7.4	HLOUBKA VTISKU	55
7.4.1	Výsledky mikro-indetační zkoušky.....	55
7.4.2	Výsledky nano-indetační zkoušky	56
7.4.3	Výsledky ultra nano-indetační zkoušky	57
7.5	DEFORMAČNÍ PRÁCE	59
7.5.1	Výsledky mikro-indetační zkoušky.....	59
7.5.2	Výsledky nano-indetační zkoušky	60
7.5.3	Výsledky ultra nano-indetační zkoušky	61
8	DISKUZE VÝSLEDKŮ	63
	ZÁVĚR	68
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	69
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	71

SEZNAM OBRÁZKŮ	73
SEZNAM TABULEK.....	75
SEZNAM PŘÍLOH.....	76

ÚVOD

V dnešním světě se čím dál více zpracovávají plastové materiály a to např. vstřikováním, kde jedna z hlavních věcí potřebná k úspěšnému vystříknutí výrobku je vstřikovací forma. Tyto formy jsou velmi drahé, a aby se náklady vrátily, je potřeba vyrobit velké množství výrobků. S jejich stoupajícím počtem se tvarová dutina formy opotřebovává a to způsobí nestálost rozměrů výrobku. Aby se prodloužila životnost formy, nanášejí se na tvarové dutiny forem povlaky, které jsou několikanásobně tvrdší než nástrojová ocel.

Tato bakalářská práce se zabývá měřením mechanických vlastností, právě těchto povlaků vytvořených technologií PA-CVD. Je rozdělena na dvě hlavní části, těmi jsou teoretická část a část praktická.

V teoretické části je uvedeno základní rozdělení kovových materiálů, hlavně pak rozdělení slitin železa s uhlíkem. Dále jsou zde uvedeny jednotlivé metody, kterými lze nanášet povlaky a také jsou v této části uvedeny metody měření tvrdosti.

Praktická část se zabývá popisem vzorků a měřících přístrojů, dále samotným měřením vlastností vzorků metodou instrumentované zkoušky tvrdosti DSI, kdy povlaky jsou testovány třemi různými zkušebními zatíženími. Data z měření jsou zde vyhodnocovány a porovnány mezi sebou a také mezi vlastnostmi udávanými výrobcem povlaků.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 ROZDĚLENÍ MATERIÁLŮ

Kovové materiály se rozdělují podle kovu, který je ve slitině obsažen hlavním podílem. K základním kovům se přidávají prvky, které nazýváme legující nebo-li přídavné. Mohou se vyskytovat i prvky ve formě nečistoty, vznikající při výrobě nebo rafinaci základního kovu. Některé z těchto prvků zhoršují vlastnosti technických kovů, naopak jiné jsou prospěšné a nezávadné. V současné době existuje asi 20 000 slitin technických kovů. Z toho největší podíl asi 12 000 mají slitiny železa s legujícími prvky jako je C, Mn, Cr, Mo, Si, Ni, Ta, Ti aj. a nečistotami P, S aj. Víme, že slitin hliníku je přibližně 2 000 s přídavnými kovy zejména Cu, Mn, Sn, Fe aj. a škodlivými nečistotami H, O. [1]

1.1 Železo a slitiny železa s uhlíkem

V průmyslu nejrozšířenější technickou slitinou je slitina železa s uhlíkem, kde hlavní složku zastává železo. Mimo jiné jsou zde obsaženy i jiné legující prvky. Slitiny železa s uhlíkem dělíme na dvě velké skupiny:

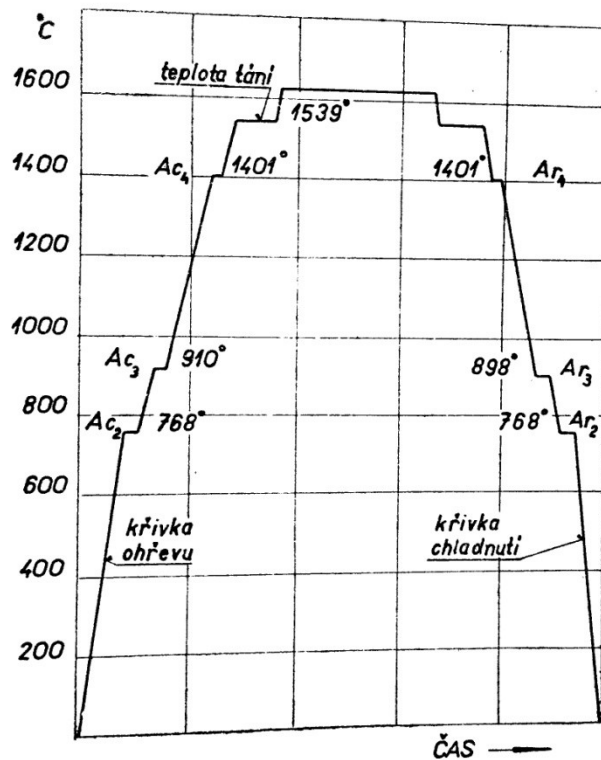
- **železa kujná** nebo-li oceli, kde obsah uhlíku je do 2,14% a je zde vyloučen ve formě karbidu železa.
- **železa nekujná**, zde patří litiny, ty mají obsah uhlíku nad 2,14% a vylučuje se ve formě grafitu, ten se pak vyskytuje v různých modifikacích, podle toho o jaký druh litiny se jedná. [2]

Většina slitin železa se vyrábí ve velkých hutních závodech s produkcí v milionech až desítkách milionů tun ročně. Výroba oceli není např. oproti hliníku tak energeticky náročná. Na jednu tunu oceli se spotřebuje 19 GJ a na jednu tunu hliníku asi 160 GJ.

1.1.1 Vlastnosti čistého železa

Železo se v závislosti na teplotě vyskytuje ve dvou krystalografických modifikacích. Na obr. 1 je znázorněno, při kterých teplotách nastávají změny v jednotlivých modifikacích. Čisté železo bylo pomalu zahříváno až na teplotu přesahující 1600 °C, a pomalu ochlazováno. Následně byla stanovena křivka ohřevu a křivka chladnutí. Tyto křivky pak udávají teploty, při nichž nastávají přeměny. Až po teplotu 768 °C je železo beze změny. Při teplotě 768 °C se ferromagnetické železo α mění na modifikaci železo β a nad touto teplotou, která se také označuje jako Curieův bod, přestává mít železo magnetické vlast-

nosti, ale krystalová mřížka se v železe nemění. Změna magnetického stavu je zapříčiněna přeměnami uvnitř atomů. [3]



Obr. 1. křivka ohřevu a chladnutí čistého železa [3]

1.1.2 Soustava železo-uhlík

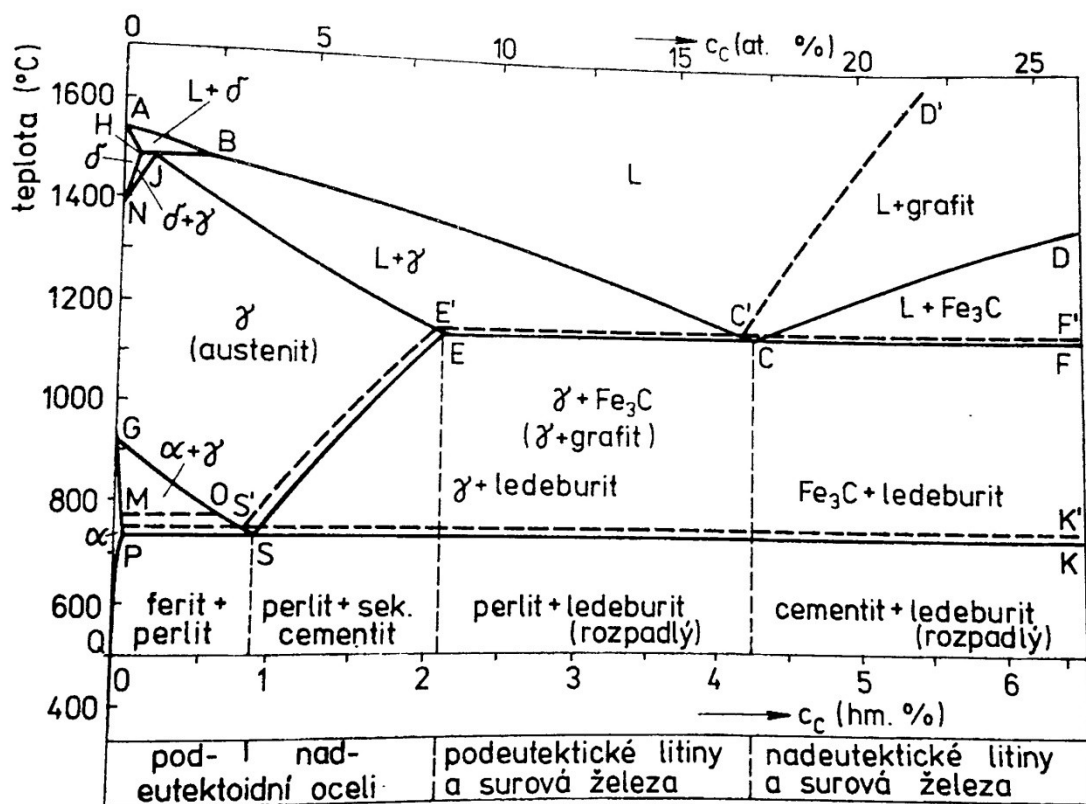
U technických slitin železa má uhlík na jejich vlastnosti významný vliv, kdy především ovlivní důležité vlastnosti těchto slitin. Při orientačním určování vlastností technických slitin železa můžeme vycházet z rovnovážného diagramu železa s uhlíkem. Železo s uhlíkem tvoří intersticiální tuhé roztoky s omezenou rozpustností uhlíku. Uhlík se může vylučovat i jako samostatná fáze, v případě, kdy překročíme rozpustnost uhlíku. Při nízkých obsazích uhlík tvoří sloučeninu Fe_3C . Sloučenina Fe_3C není stabilní a může se rozkládat na grafit a železo. Soustava Fe- Fe_3C je označována jako metastabilní a podle této soustavy tuhnou a chladnou hlavně oceli. Pokud je uhlík vyloučen ve formě grafitu, pak se jedná o soustavu stabilní a ta má zejména význam při posuzování změn při tuhnutí a chladnutí litin.

Na obr. 2. je zobrazen rovnovážný diagram železo-uhlík stabilní (železo-grafit) i metastabilní (železo-karbid železa) soustavy. Významné teploty a koncentrace jsou v dia-

gramu označeny velkými písmeny. V případě soustavy stabilní jsou tato písmena opatřena apostrofem, např. E'.

V diagramu se vyskytují tyto fáze:

- **ferit** - intersticiální tuhý roztok uhlíku v Fe α ;
- **austenit** - intersticiální tuhý roztok uhlíku v Fe γ ;
- **delta ferit** - intersticiální tuhý roztok uhlíku v Fe δ ;
- **Cementit** - intersticiální chemická sloučenina železa a uhlíku;
- **ledeburit** - eutektikum v metastabilní soustavě (skládá se z krystalů austenitu a cementitu, při eutektické teplotě);
- **grafitické eutektikum** - eutektikum ve stabilní soustavě (skládá se z austenitu a grafitu, při eutektické teplotě);
- **perlit** - eutektoid v metastabilní soustavě, který se skládá z feritu a cementitu. Může být perlit lamelární (lamely feritu a cementitu) i perlit zrnitý (ferit s globulárním cementitem). [1]

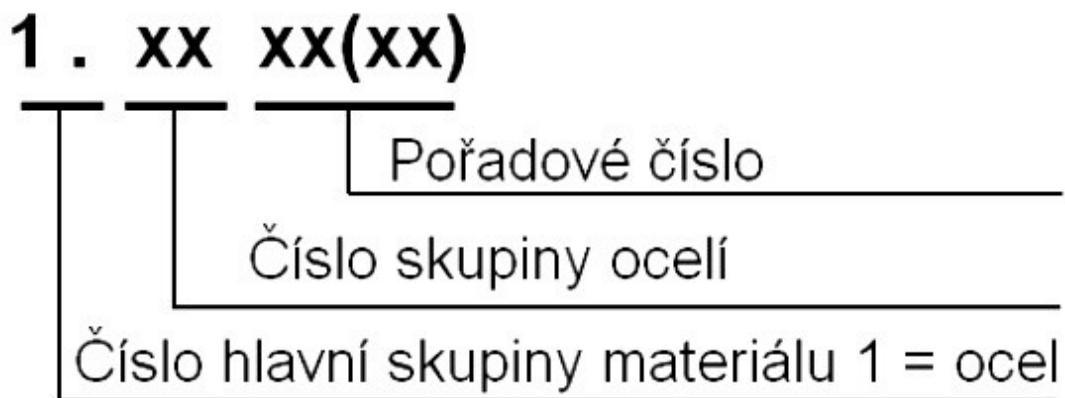


Obr. 2. rovnovážný diagram železo-uhlík [1]

1.2 Značení a rozdělení ocelí

Podle evropské normy ČSN EN 10020 je ocel slitinou železa s uhlíkem o obsahu uhlíku menším než 2%. Slitina dále obsahuje i jiné prvky, kdy hmotnostní podíl železa ve slitině je větší než obsah kteréhokoliv jiného prvku. [4]

Na obr. 3 je znázorněn způsob značení ocelí dle ČSN EN 10027-2. V našem případě bude vždy první číslice 1, protože ta udává, že se jedná o ocel.



Obr. 3. způsob značení ocelí [5]

1.2.1 Nelegované oceli obvyklých jakostí

Tyto oceli jsou určeny k výrobě plochých výrobků, které budeme ohýbat za studena. Mohou být také využity na strojní součásti s nízkými nároky na mechanické vlastnosti bez zaručené houževnatosti a svažitelnosti.

1.2.2 Jakostní a ušlechtilé oceli

Jedná se o oceli nelegované jakostní a oceli nelegované ušlechtilé řazené podle účelu použití dle ČSN EN 10020. V souladu s tímto rozdělením ocelí jsou v jednotlivých skupinách ocelí uvedeny také oceli nízkolegované, v případě niklových ocelí pro záporné teploty i oceli s obsahem Ni až do 10%.

Oceli válcované za studena z hlubokotažných ocelí k tváření za studena

Tato skupina ocelí se řídí normou ČSN EN 10130. Nejčastěji se dodávají jako plechy nebo pásy. Aby nedošlo ke vzniku deformačních čar, výrobky se po žíhání lehce za studena převálcují. Doporučuje se výrobky zpracovávat v co nejkratším čase, protože sklon ke vzniku deformačních čar se může při pozdějším zpracování obnovit. Oceli jsou vhodné pro svařování běžnými postupy.

Oceli pro ocelové konstrukce

Nelegované jakostní oceli ČSN EN 10025 jsou určeny k výrobě dlouhých a plochých výrobků. Pro tyto oceli norma předepisuje minimální hodnoty R_e , R_m , A a KV. Oceli se hodí k tváření za studena (profilování, tažení a ohýbání), případně i za tepla. Ke svařování jsou vhodné pouze pokud jsou vyrobeny v jakostním stupni JR, J2, J0, K2.

Oceli pro tlakové nádoby

Oceli ČSN EN 10028 jsou určeny pro výrobu dlouhých a plochých výrobků používaných pro konstrukci tlakových nádob. Oceli pro svařované plynové láhve zde můžeme zařadit také. U těchto ocelí jsou předepsané zkoušky chemického složení, zkoušky mechanických vlastností a zkouška vnitřní jakosti.

Dále se dělí na:

- svařitelné nelegované a legované oceli pro vyšší teploty podle ČSN EN 10028-2;
- normalizačně žíhané jemnozrnné konstrukční oceli vhodné ke svařování dle ČSN EN 10028-3;
- oceli legované niklem s vlastnostmi zaručenými při nízkých teplotách dle ČSN EN 10028-4.

1.2.3 Oceli pro výztuž do betonu

Vyrábí se jako oceli jakostní podle ČSN EN 10080. Normovány jsou dvě oceli B500A a B500B, které mají stejné chemické složení. Zaručená svařitelnost těchto ocelí je jen v případě splnění určitých podmínek. Předepsaná mez únavy je 180 MPa.

1.2.4 Oceli pro kolejnice

Pro výrobu kolejnic se používají nelegované perlitické oceli nebo oceli legované manganem nebo chrómem. Je požadována dobrá odolnost proti kontaktní únavě. Všechny jakosti mají předepsanou maximální hodnotu obsahu vodíku.

1.2.5 Oceli automatové

Automatové oceli podle normy ČSN EN 10087 obsahují více než 0,10% síry. Vzhledem k vysokému obsahu P a S se svařování těchto ocelí nedoporučuje.

Automatové oceli můžeme rozdělit do 3 skupin:

- tepelně nezpracované oceli;
- oceli určené k cementování;
- oceli určené k zušlechťování.

1.2.6 Oceli k cementování

Podle ČSN EN 10084 se oceli k cementování vyznačují poměrně nízkým obsahem uhlíku a jsou určeny k povrchovému nauhličení a následným kalením.

1.2.7 Oceli k nitridaci

Tyto oceli se řídí normou ČSN EN 10085 a mají kontrolovaný obsah dvou a více nitridotvorných prvků Al, V, Cr, proto jsou vhodné k nitridování. Oceli bývají legovány molybdenem. Nejčastěji se dodávají v tepelně nezpracovaném stavu po válcování za tepla.

1.2.8 Oceli pružinové

Pružinové oceli ČSN EN 10132-4 jsou dodávány vyžíhané na měkko, válcované za studena nebo zušlechtěné.

Podle chemického složení je můžeme rozdělit do tří skupin:

- ušlechtilé nelegované oceli;
- oceli legované křemíkem;
- oceli legované chrómem, případně chrómem a vanadem, nebo niklem.

1.2.9 Oceli k zušlechťování

Oceli dle normy ČSN EN 10083 jsou převážně určeny k výrobě strojních součástí, které se dále tepelně zpracovávají zušlechťováním, případně se používají ve stavu normalizovaném. Dodávají se tepelně nezpracované, pokud není vyžádáno jinak. Pro lepší obrobitelnost se doporučují oceli, u kterých je stanoveno rozmezí koncentrace síry.

1.2.10 Oceli nerezavějící, žárovzodorné a žárovevné

Nerezavějící oceli

Základním prvkem ocelí vysokolegovaných nerezavějících dle ČSN EN 10088 je Cr. Tyto oceli jsou schopné pasivace, ta dává ocelím odolnost vůči elektrochemické korozi v oxidačním prostředí. Podmínkou pasivace je obsah Cr v oceli vyšší než 11,5%. Pro nerezavějící oceli je charakteristické, že mají nízký obsah uhlíku. Obvykle obsah uhlíku není vyšší než 0,08%. Některé typy nerezavějících ocelí můžeme použít jako žárovevné.

Korozivzodorné oceli se dělí podle normy výše uvedené na:

- feritické, zde je charakteristický nízký obsah uhlíku a dusíku;
- martenzitické a vytvrditelné;
- austenitické;
- austeniticko - feritické označované také jako duplexní oceli.

Žárovzodorné oceli

Tento druh ocelí předepisuje norma ČSN EN 10095. Vyznačují se vysokou odolností vůči oxidaci, korozi a má dlouhodobě stále vlastnosti v horkých plynech. Legováním Cr, Si, Al a Ni získávají oceli odolnost proti oxidaci za vysokých teplot. Mají podobné složení jako nerezavějící oceli.

Dle struktury se dělí na:

- feritické;
- austenitické;
- feriticko - austenitické.

Mimo výjimky mají tyto oceli obsah uhlíku pod 0,12% a mohou být svařitelné.[1]

1.2.11 Nástrojové oceli

Z pohledu chemického složení a vlastností jsou tyto oceli velmi různorodé. Nástrojová ocel musí splňovat požadavky různých druhů nástrojů jako jsou např. soustružnické nože, formy pro vstřikování plastů a jiné.

Nástrojové oceli musí splňovat následující požadavky:

- **tvrdost a pevnost** - je nejvíce závislá na obsahu uhlíku a na druhu tepelného zpracování. Tvrdost zakalené uhlíkové oceli je až 65 HRC,
- **houževnatost** - houževnatost vyžadují především nástroje pro tváření, protože zde dochází k rázům,
- **odolnost proti popouštění** - závisí na chemickém složení nástrojových ocelí a je důležitá hlavně pro řezné nástroje a pro nástroje pracující za vyšších teplot,
- **řezivost** - požaduje se zejména u řezných nástrojů a je výrazně ovlivněna rozložením karbidů ve struktuře,
- **tepelná únava** - projevuje se u nástrojů, které jsou vystaveny střídání teploty, vznikem trhlinek. Tepelné únavě nejlépe odolávají oceli s vyšším obsahem Cr a přísadou Mo,
- **prokalitelnost** - tzn. schopnost získat požadovanou tvrdost kalením do určité hloubky a je závislá na složení oceli a velikosti nástroje,
- **rozměrová stálost** - vysokou rozměrovou stálost vyžadujeme především u měřidel a u tvarových nástrojů. Rozměrové změny jsou způsobeny změnou struktury, ke kterým dochází při změnách teploty, [6]

Nelegované nástrojové oceli

Nástrojové oceli nelegované se liší hlavně obsahem uhlíku. Nevýhodou u nelegovaných nástrojových ocelí je malá prokalitelnost. Tyto oceli se využívají na výrobu ručního nářadí a na nástroje používaných v zemědělství. Dále můžeme vyrábět např. nástroje na opracování dřeva, pilky na kov a jiné. Tvrdost nelegovaných nástrojových ocelí je v rozmezí 52-60 HRC.

Legované nástrojové oceli

Hlavními legujícími prvky jsou Mo, Cr, W, V. Tyto legující prvky vytváří stálé a tvrdé karbidy i při vysokých teplotách. Obsah legujících prvků zvyšuje prokalitelnost.

Vyšší obsahy legujících prvků zvyšují odolnost proti opotřebení a také celkovou tvrdost nástroje.

Tyto materiály se používají pro výrobu zápustek, výhrubníků, výstružníků a také pro tvarové dutiny formy pro vstřikování plastů.

Pro tvarovou vložku vstřikovací formy můžeme použít nástrojovou ocel s označením 1.2343. [1]

Ocel 1.2343 má následující vlastnosti:

- houževnatá;
- odolná proti tepelnému zatěžování, dobře snáší tepelné rázy;
- nástroje je možné chladit vodou;
- má dobrou prokalitelnost i při větších rozměrech nástroje;
- má dobrou tepelnou vodivost;
- má dobrou odolnost proti opotřebení za tepla;
- tvrdost po zakalení 55 HRC. [7]

Tab. 1. chemické složení oceli 1.2343 [8]

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
%	0,33-0,41	0,80-1,20	0,25-0,50	4,80-5,50	1,10-1,50	-	0,30-0,50

Rychlořezné oceli

Rychlořezné oceli řadíme do skupiny vysokolegovaných nástrojových ocelí. Vyšší obsah legujících prvků má za následek zlepšení řezných vlastností nástroje.

Hlavní legující prvky:

- wolfram - jeho přítomnost v rychlořezné oceli zlepšuje řezivost nástroje;
- Chrom - Zlepšuje kalitelnost nástroje;
- nejvýkonnější oceli obsahují i 5-10% kobaltu;

Rychlořezné oceli se označují jako HSS (high speed steel). [9]

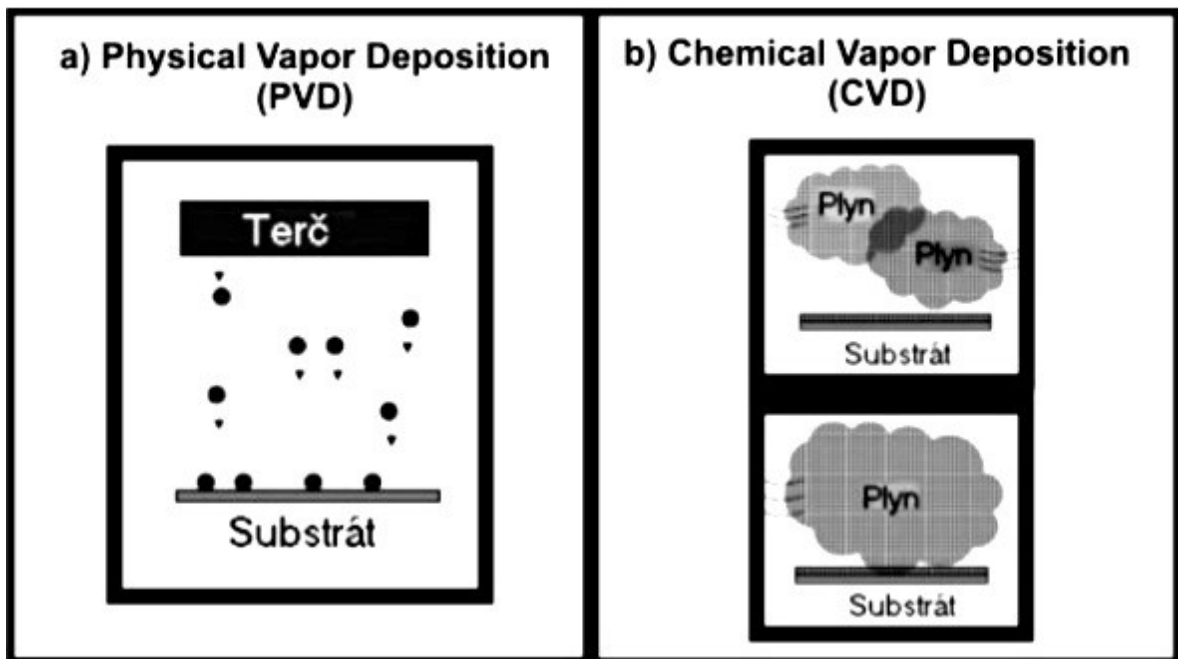
2 METODY POVLA KOVÁNÍ

Povlakováním nástrojových materiálů se dosáhne lepších mechanických vlastností. Princip povlakování je, že se nanese tenká vrstva povlaku s vysokou tvrdostí a odolností proti opotřebení. Nanášený povlak neobsahuje pojivo, jeho zrnitost je jemnější než podklad a obsahuje méně strukturních defektů.

Metody povlakování se dělí na dvě základní skupiny:

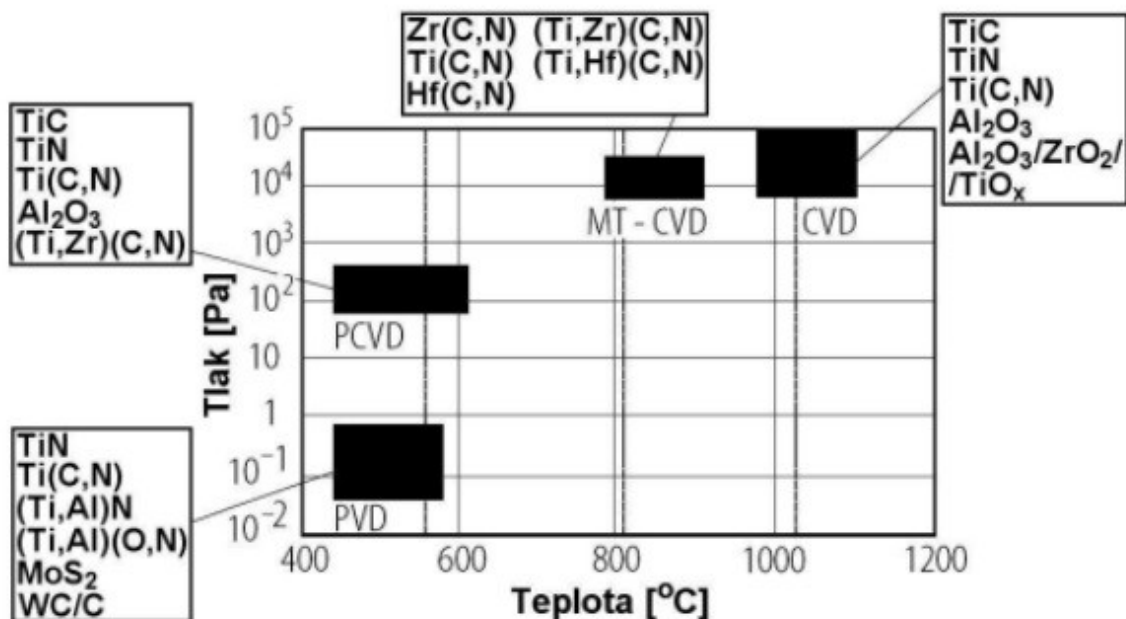
- PVD (fyzikální proces povlakování, physical vapour deposition);
- CVD (chemický proces povlakování, chemical vapour deposition);

Rozdíl mezi CVD a PVD technologií je způsob přípravy vrstvy



Obr. 4. způsob tvorby povlaků a) PVD b) CVD [10, 11, 12]

Způsob technologie povlakování se dále dělí podle potřebné teploty a potřebného tlaku pro nanesení povlaku. Na obr. 5. jsou zobrazeny technologie povlakování společně s druhy povlaků, které můžeme danou technologií zhotovit.



Obr. 5. porovnání povlakovacích technologií a druhy povlaků [13]

2.1 Metoda povlakování PVD

Fyzikální depozice vrstev se používá pro výrobu tvrdých povlaků na bázi kovů prostřednictvím částečně ionizovaných par kovů a jejich reakcí s některými plyny. Na základním materiálu se tudíž vytváří vrstva se složením přesně definovaným. Naprašování a obloukové napařování jsou nejčastěji používané metody. Princip napařování je, že se částečně ionizovaná pára vytváří bombardováním kovových terčů energetickými ionty pracovního plynu. Opakující se obloukový výboj, který se používá u obloukového napařování, odpařuje materiál z kovového terče. Veškeré procesy PVD probíhají za přítomnosti vysokého vakua.

PVD procesy se využívají k povlakování vrstvami karbidů, nitridů nebo karbonitridů kovů jako Ti, Cr, Zr, nebo slitin jako AlCr, AlTi a další. Typické použití těchto povlaků je na tvářecí a obráběcí nástroje, zdravotnické nástroje a jiné.

Povlaky mohou být připraveny jako multi vrstva, mono vrstva nebo gradientní vrstva. Nejnovější typy povlaků jsou pak nanostrukturní a supermřížkové variace vícevrstevných povlaků. Struktura povlaků může být dle požadovaných vlastností optimalizována.

Depoziční teplota procesu se pohybuje v rozmezí 250-450 °C. V některých případech je depoziční teplota až 600 °C. Tloušťka vrstvy se pohybuje mezi 2 až 5 μm, ale může být tenká i v řádu stovek nm.

Základním materiálem k povlakování jsou oceli, neželezné kovy, galvanicky pokovené plasty a také karbidy wolframu. Omezení je pouze ve stabilitě základního materiálu při depoziční teplotě a elektrickou vodivostí základního materiálu. [14]



Obr. 6. ukázka použití PVD povlaku [15]

2.2 Metoda povlakování CVD

Pomocí chemického povlakovacího procesu se vytváří vrstvy vykazující nízké pnutí. Na substrátu dochází k reakci chemických sloučenin, které jsou v plynném stavu přiváděny k substrátu. Páry se buď rozkládají nebo reagují s dalšími pracovními plyny a tím se vytváří povlak na substrátu. Pracovní plyny se průběžně přivádějí do reakční zóny a vedlejší produkty jsou odváděny pryč. Procesy CVD lze provádět za atmosférického tlaku nebo ve vakuu.

Tloušťka vrstvy povlaků je v rozmezí 5-12 μm, někdy až 20 μm. Nanášejí se povlaky např. TiC, TiN, TiCN a další. Povlaky jsou nanášeny jako jednoduchá vrstva nebo multi vrstva.

Tyto typy povlaků se používají na zápustky, vytlačovací nebo ostříhovací nástroje a obráběcí břitové destičky a na mechanické díly v korozivním prostředí.

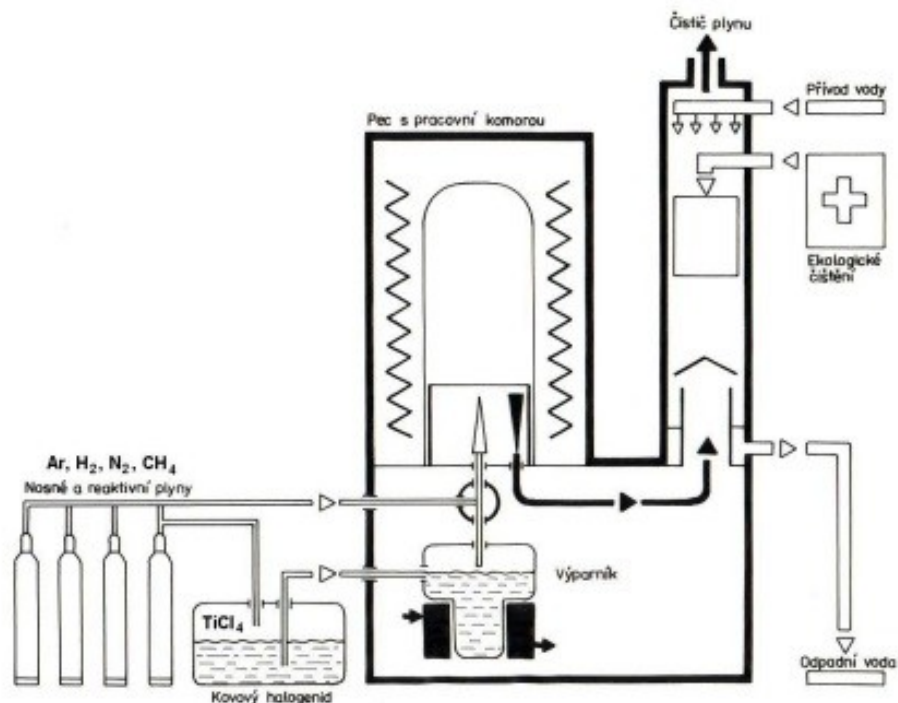
Depoziční teploty pro CVD se pohybují v rozmezí 900-1050 °C. Základním materiálem k povlakování jsou nástrojové oceli, karbidy wolframu, grafit, keramika a také vysoko teplotní slitiny niklu. Zušlechtnuté nástrojové oceli po procesu vyžadují opětovné tepelné zpracování, kvůli dosažení požadované tvrdosti.

Výhody povlaků vytvořených metodou CVD:

- nízké pnutí;
- vysoká nosnost;
- výborná adheze povlaku v důsledku vzniku difuzní vazby;
- jednodušnost povlaku nezávisle na geometrii substrátu;
- možnost povlakovat složité díly i některé vnitřní průměry.

Nevýhody povlaků vytvořených metodou CVD:

- dlouhý pracovní cyklus 8-10 hodin;
- nutnost tepelného zpracování ocelí po povlakování;
- ekologicky nevyhovující pracovní plyny. [14]



Obr. 7. schéma CVD procesu [16]

2.2.1 Metoda MTCVD (Middle Temperature CVD)

Je to relativně mladá metoda, která částečně odstraňuje nedostatky CVD metody, a to vysoké depoziční teploty. Za vznik MTCVD se považuje rok 1980. Tento typ povlakování umožňuje nanášet povlaky za depoziční teploty v rozmezí 700-850 °C. Zatímco metoda CVD používá plynný metan CH₄ jako zdroj uhlíku a dusík, tak metoda MTCVD používá jako vstupní sloučeninu acetonitril CH₃CN nebo také hořlavý a vysoce toxický metylkyanid.

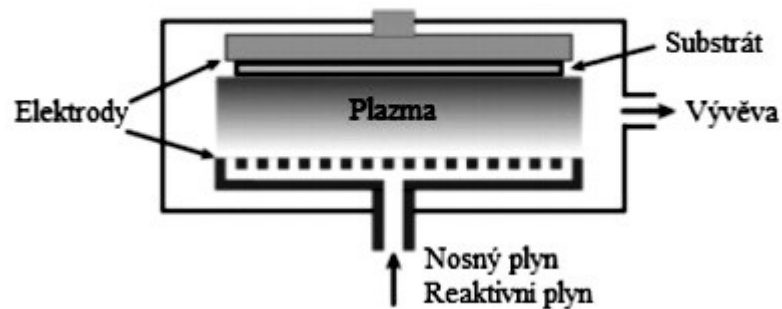
U obou metod je zdrojem titanu chlorid titaničitý TiCl₄. Rychlost růstu TiCN vrstvy je u MTCVD přibližně třikrát vyšší než u CVD. Rychlejší nanášení a snížení teploty u metody MTCVD se projeví snížením lomu ve struktuře nanášeného povlaku a vyšší houževnatostí základního materiálu. Vyrobený povlak je houževnatější a základní materiál je odolnější proti mechanickým rázům než u metody CVD. [17]

2.3 Metoda povlakování PACVD

Chemická depozice vrstev za asistence plazmatu je vakuový proces k nanášení hlavně povlaků DLC (diamantu podobný uhlík). Plazmou aktivovaný proces CVD umožňuje snížit depoziční teplotu na 470-530 °C. Nástroje jsou povlakovány až po tepelném zpracování a v průběhu procesu nedochází k rozměrovým změnám. Proces PACVD je vhodný k rovnoměrnému povlakování 3D dílců bez nutnosti otáčení dílce oproti metodě PVD. Touto metodou lze povlakovat i dutiny. PACVD povlaky se vyznačují velmi nízkým koeficientem tření a to je až 0,1.

Zařízení pro povlakování PACVD metodou umožňuje jak povlakování, tak i nitraci a iontové čištění povrchů.

Vrstvy PACVD splňují vysoké požadavky na kvalitu, zejména životnost, ořezuvzdornost, tvrdost a jiné. Podle druhu materiálu a pracovních podmínek nástroje se volí optimální povlak. Metoda PACVD se používá také tam, kde není možné aplikovat metodu CVD z důvodu vysokých depozičních teplot. Používá se zejména tam, kde je požadavek na vysokou přesnost nástroje např. tvarová dutina formy na vstřikování plastu.



Obr. 8. schéma metody PACVD

Výhody metody PACVD:

- Nitridace a povlakování v jednom procesu.
- Několikanásobné zvýšení životnosti nástroje.
- PACVD nepotřebuje vysoké vakuu, takže odplynění zařízení je snazší a rychlejší.
- Zařízení nepotřebuje rotaci substrátu, důsledkem nucené cirkulace plynu v povlakovací komoře se vylučuje homogenní povlak i na velmi složitých dílech s dutinami.
- Technologie umožňuje povlakování velmi rozměrných a těžkých nástrojů až do hmotnosti 1 250 kg. [18]

2.3.1 Typy PA-CVD povlaků

TiB₂ povlak

Tvrдость povlaku je 2500-3200 HV, koeficient tření 0,4-0,5, pracovní teplota 800 °C. Barva povlaku je žlutošedá. Tento typ povlaku se používá např. na formy pro tlakové lití barevných kovů, na formy pro vstřikování plastů nebo na tvarově složité dílce s úzkými zářezy. [23]

TiCN povlak

Tvrдость povlaku je 3000 HV, koeficient tření 0,3, pracovní teplota 500 °C, barva leskle žlutá. Povlak se využívá na nástroje s vysokým mechanickým zatížením (stříhání, lisování, tváření, ohýbání). [23]

TiBN povlak

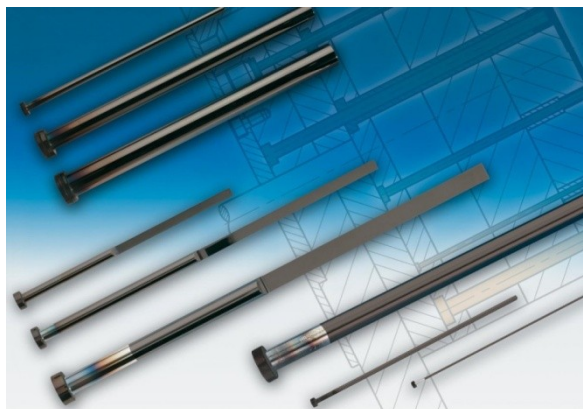
Tvrdotost povlaku 3500 HV, koeficient tření 0,5, pracovní teplota je 800 °C a barva je šedá. Tento povlak se využívá pro nástroje s vysokým mechanickým zatížením a na nástroje pro tlakové lití barevných kovů. [23]

DLC COMP povlak

Tvrdotost povlaku je 2000-4000 HV, koeficient tření je 0,1 a pracovní teplota 350 °C. Povlak je černé barvy. Používá se v potravinářském průmyslu, také pro povlakování hliníkových forem na lisování gumy, a nebo tam kde je potřeba velmi dobrých kluzných vlastností.[23]



Obr. 9. ukázka povlaku TiB2 [23]



Obr. 10. ukázka DLC povlaku [24]



Obr. 11. ukázka TiCN povlaku [23]



Obr. 12. ukázka TiBN povlaku [25]

3 MĚŘENÍ TVRDOSTI

Tvrdot materiálu je mechanická vlastnost definována jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa. Princip metod měření tvrdosti se tudíž zakládá na vtlačování indentoru (malého tělíska) do povrchu zkoušeného materiálu určitou silou za přesně definovaných podmínek. Velikost stopy, je měřítkem tvrdosti, která vznikla vtlačováním vhodného tvaru tělesa např. kužel, jehlan, kulička. Zkušební tělísko musí být dostatečně tvrdé a proto se vyrábí např. z kalené oceli, slinutého karbidu nebo diamantu. Měření tvrdosti je jednoduché a rychlé v porovnání s ostatními mechanickými zkouškami. Výhodou je možnost zkoušení hotových výrobků bez jejich znehodnocení nebo destrukce. Zkoušky tvrdosti se tedy řadí mezi laboratorně i provozně nejvíce používané mechanické zkoušky. Naměřená hodnota je pouze relativní, to znamená, že je sama o sobě nedostačující pro charakteristiku materiálu, proto musí být doplněna další mechanickou zkouškou např. statickou zkouškou v tahu.

Zkoušky tvrdosti se dělí na:

Statické - zatížení se pozvolna zvyšuje až do maximální hodnoty.

- Vrypové - tvrdost posuzujeme podle šířky vrypu.
- Vnikací - nejpoužívanější druh zkoušek, princip spočívá v zatlačování velmi tvrdého tělesa do povrchu zkoušeného materiálu. Zkoušky se od sebe liší typem použitého zkušebního tělíska a stylem vyhodnocování zkoušky.
- podle charakteru zátěžné síly na statické a dynamické.

Dynamické - vnikací těleso působí na zkoušený materiál rázem.

- Vnikací - jsou buď přímé nebo porovnávací.
- Odrazové - fungují na principu měření odrazu zkušebního tělíska spuštěného z určité výšky.

3.1 Statické zkoušky tvrdosti

3.1.1 Vrypová zkouška podle Martense

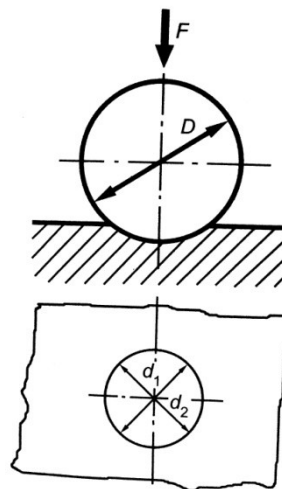
Vychází z metody používané v mineralogii. U materiálů kovových se k vytvoření vrypu používá diamantový kužel s vrcholovým úhlem 90°. Měřítkem tvrdosti je zatížení kužele nutné k dosažení vrypu určité šířky.

3.1.2 Vnikací zkouška podle Brinella

Provádí se podle normy ČSN EN ISO 6506. Měření se provádí na Brinellově tvrdoměru.

Při zkoušce se ocelová kalená kulička o průměru D zatlačuje silou F do zkoušeného materiálu (*obr. 13.*). Průměr vtisku d se měří vhodným měřicím přístrojem ve dvou na sebe kolmých směrech. Tvrdost se vyjadřuje poměrem zatížení k ploše kulovitého vtisku a stanoví se ze vztahu $HB = \frac{0,102 \cdot F}{A}$, kdy A je povrch vtisku vytačeného vrchlíku, který je považován za kulový. Tvrdost má rozměr napětí, ale vyjadřuje se v jednotkách tvrdosti. Průměry kuliček jsou $D = 1; 2; 2,5; 5; \text{ a } 10$ mm, doba zatížení podle druhu materiálu 10-180 s. Zatížení se volí jako násobek čtverce průměru kuličky $F = K \cdot D^2$, kde hodnota K se volí v závislosti na druhu materiálu 1; 1,25; 2,5; 5; 10; 15; a 30.

Měření musí být provedené na hladkém a rovném povrchu bez mazadel, okují a nečistot. Tloušťka předmětu nesmí být menší než osminásobek hloubky vtisku a vzdálenost středu vtisku od kraje vzorku musí být nejméně 2,5 d .



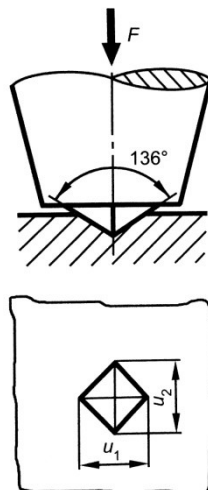
Obr. 13. zkouška tvrdosti podle Brinella [19]

3.1.3 Vnikací zkouška podle Vickerse

Provádí se dle normy ČSN EN ISO 6507. Při této zkoušce se zatlačuje diamantový jehlan se čtvercovou podstavou s vrcholovým úhlem 136° (*obr. 14*) do lesklé rovné plochy zkušební vzorku. Tvrdost se určuje mikroskopem, a to změřením středních délek obou úhlopříček vtisku.

Charakteristika zkoušky:

- Zátěžná síla je v rozmezí 10-100 N.
- Doba maximálního zatížení je 10-180 s a volí se podle druhu zkoušeného materiálu (čím je materiál tvrdší, tím kratší doba a naopak).
- Tvrdost je vyjádřena bezrozměrně a je určena, poměrem vtláčovací cíly F a povrchu vtisku(plášť jehlanu), podle vztahu: $HV = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2}$, kdy d je aritmetický průměr úhlopříček vtisku (mm) a F je zvolené zatížení (N).
- Označení tvrdosti se skládá ze značky HV a k ní připojených údajů o podmínkách zkoušky v pořadí zatížení v desítkách Newtonů a doba působení např. 450 HV 50/30. Pro běžné zatížení 300 N se používá jen HV např. 230 HV.
- Zkouška je velmi přesná, vyžaduje pečlivě upravený povrch a přesné měření úhlopříček.
- Tato metoda se používá především pro tvrdé materiály (kalené oceli) a pro měření tvrdosti tenkých vrstev, ale dá se s ní měřit tvrdost u všech materiálů.



Obr. 14. zkouška tvrdosti podle Vickerse [19]

3.1.4 Vnikací zkouška podle Rockwella

Zkouška se provádí dle normy ČSN EN ISO 6508 na Rockwellově tvrdoměru. Oproti předchozím zkouškám se měří hloubka vtisku mezi dvěma stupni zatížení (celkové a předběžné). Předběžné zatížení vylučuje nepřesnosti povrchové vrstvy.

Postup:

- Nejprve se zkoušený materiál zatíží předběžným zatížením 100 N, což je výchozí poloha pro měření.
- Vynuluje se stupnice.
- Následuje plné zatížení, které se liší podle druhu zkoušky, tak aby bylo dosaženo během 3-6 s.
- Po odlehčení na původní zatížení 100 N se přímo odečte na úchytkoměru hodnota tvrdosti.

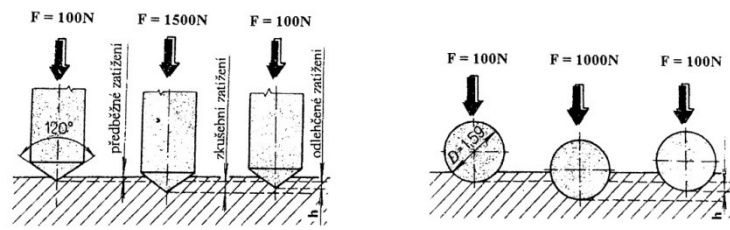
Zkouška je přesná a rychlá a umožňuje měřit v širokém rozsahu tvrdosti.

Druhy zkoušek:

- *HRA* - zkušebním tělískem je diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120°, celkové zatížení 600 N (100 + 500 N). Zkouška je vhodná pro křehké materiály a pro tenké vrstvy.
- *HRB* - zkušebním tělískem je kalená ocelová kulička o průměru 1/16", celkové zatížení 1000 N (100 + 900 N). Zkouška vhodná pro materiály se střední a nižší tvrdostí.
- *HRC* - zkušebním tělískem je diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120°, celkové zatížení 1500 N (100 + 1400 N). Zkouška vhodná pro měření tvrdších materiálů (doporučovaný rozsah 20-67 HRC).

Zápis zkoušky např. 65 HRC - tvrdost se uvádí ve stupních Rockwella s označením druhu zkoušky.

Zkoušený materiál musí ležet na nepoddajné podložce a jeho tloušťka musí být minimálně osminásobkem hloubky trvalého vtisku. [19]



Obr. 15. zkouška tvrdosti HRC a HRB [19]

4 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI, NANOTVRDOSTI

4.1 Zkoušky mikrotvrdomosti

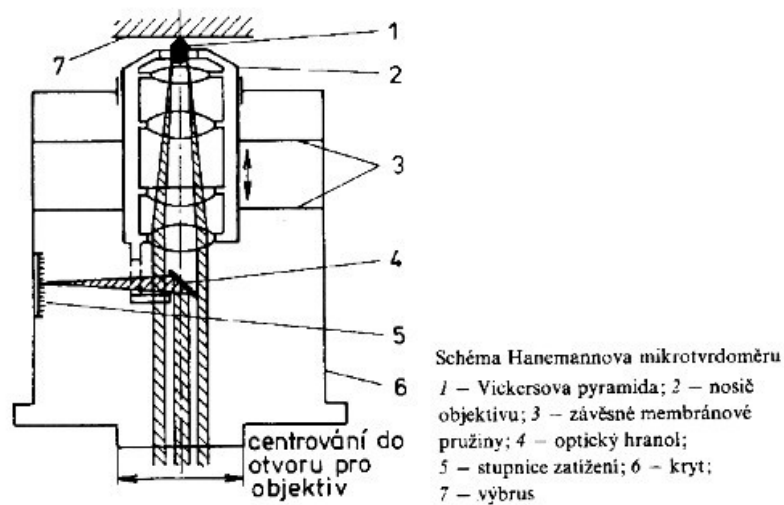
U těchto zkoušek se používá velmi malé zatížení, tak aby vznikly vtisky nepatrné velikosti. Hranice mezi makro a mikrotvrdomostí se často udává hodnota 19,8 N. Zkoušky mikrotvrdomosti nelze provádět na klasických tvrdoměrech, protože tyto zkoušky vyžadují nesrovnatelně větší přesnost jak při proměřování vtisku, tak i při zatěžování. Nejvíce přesné je zatěžování přímé závažím nebo zatěžování přesně cejchovanou pružinkou. K měření vtisku se používá přesná optika.

Pro zkoušky mikrotvrdomosti jsou použitelné jen vnikací metody s diamantovým zkušebním tělískem, tudíž přichází v úvahu pouze metoda Vickersova, Knoopova nebo Berkovichova.

4.1.1 Hanemannův mikrotvrdoměr

Tento tvrdoměr má jednu z nejpřesnějších konstrukcí a vznikl v roce 1940 (*obr. 13*). Jako vnikací tělísko se používá Vickersův jehlan. Toto tělísko je přímo usazeno do speciálního objektivu, který se vloží místo normálního objektivu do metalografického mikroskopu. Objektiv je zavěšen na pružných membránách, ty dovolují pohyb ve směru optické osy. Prohnutí membránových pružin, které se rovná zatížení působící na diamant, se měří na obrazu zatěžovací stupnice uvnitř objektivu. Po odlehčení a následném zaostření na strukturu se za pomoci měřicího okuláru změří velikost vtisku. Výsledná mikrotvrdomost se vypočítá ze vztahu stejného jako je u metody Vickersovy.

Značení je např. HV 0,04 (0,49 N-50g). Hodnoty mikrotvrdomosti jsou vždy vyšší než hodnoty makrotvrdomosti. To je způsobeno zmenšením vtisku po odlehčení o elastickou deformaci, jejíž podíl na celkové velikosti vtisku se zvětšuje s klesající jeho velikostí. [20]



Obr. 16. Hanemannův mikrotvrdoměr [20]

4.2 Zkoušky nanotvrdosti

U měření nanotvrdosti jsou postupy měření stejné jako u mikrotvrdosti, ale zatížení jsou v nižších hodnotách, a to až 1 nN. Jako nanoindentor se nejčastěji používá Berkovichův jehlan, který se dá poměrně snadno vybrousit do bodové špičky. Při zkoušce prováděné Berkovichovým jehlanem dochází u vzorku současně k elastické i plastické deformaci. Je výhodnější, aby k deformacím docházelo postupně, kvůli vyhodnocování výsledku. Toho lze dosáhnout použitím zkušebního tělíska ve tvaru kuličky, při jehož použití dochází k elastické a plastické deformaci postupně. Výroba kuličky z materiálu jako je diamant je velmi obtížné, proto se v praxi upřednostňuje Berkovichův jehlan. Po odlehčení zůstává v materiálu vlivem plastické deformace vtisk. [21]

4.3 Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI

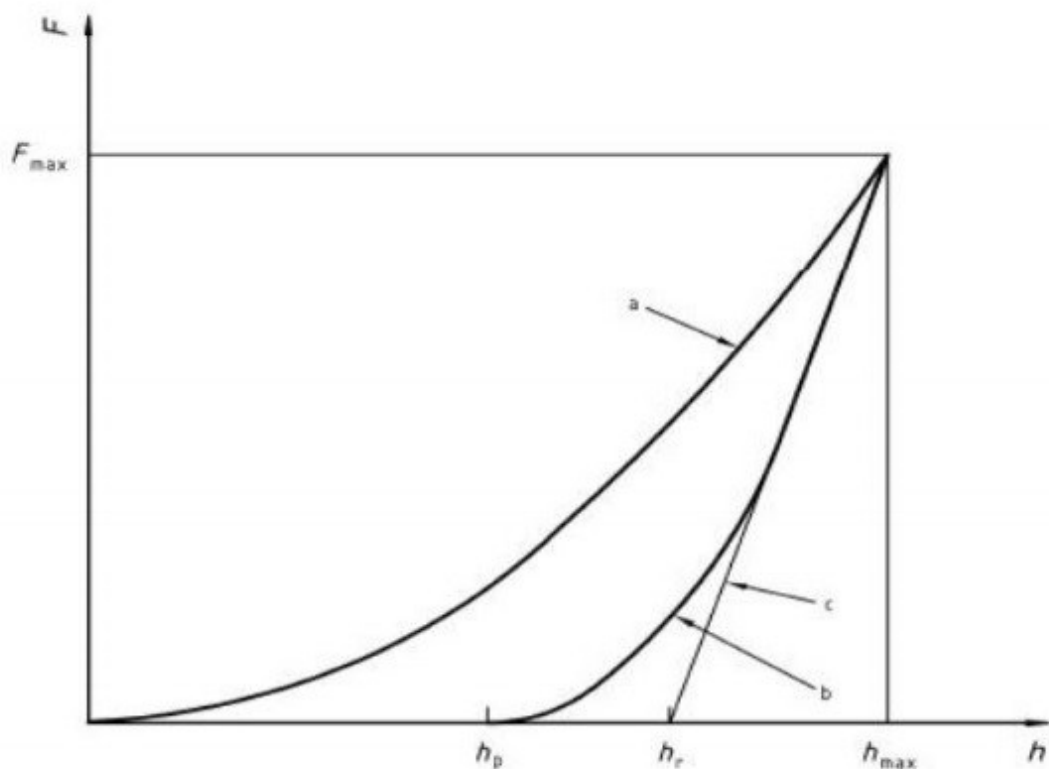
DSI zkouška je vypracována a normována tak, aby měl možnost uživatel vyhodnotit vtisky do materiálu s ohledem na posun vnikajícího tělesa a zatížení v průběhu pružné i plastické deformace. Monitorováním úplného cyklu odlehčování a zatěžování zkušebního materiálu se mohou stanovit stejné hodnoty tvrdosti jako u metody konvekční. Důležitější je však to, že mohou být také stanoveny i další vlastnosti materiálu např. vtiskový modul nebo pružně plastická tvrdost. Tyto všechny metody mohou být vypočteny bez optického proměrování vtisku.

4.3.1 Princip zkoušky

Nepřetržitým monitorováním zatížení a hloubky vtisku je umožněno stanovení tvrdosti a materiálových zkoušek jednotlivých materiálů. Použité materiály a tvary vnikacího tělesa, které musí být tvrdší než zkoušený materiál, mohou být následující:

- diamantový jehlan s trojúhelníkovou základnou (Berkovichův jehlan),
- diamantové těleso se čtvercovou základnou o vrcholovém úhlu 136° (Vickersův jehlan).

Postup může být proveden na základě zatížení nebo posunu. V průběhu celého procesu jsou zaznamenávány hodnoty jako je hloubka vtisku h a k ní odpovídající zkušební zatížení F . Jako výsledek zkoušky se zaznamená soubor údajů hloubky vtisku a odpovídající zkušební zatížení jako funkce času. Na obr. 14 je vidět znázornění zkušebního postupu.



Obr. 17. zkušební postup zkoušky DSI [22]

- **a** - aplikace zkušebního zatížení
- **b** - odlehčení

- c - tečna ke křivce odlehčení v F_{\max}

4.3.2 Vtiskový modul E_{IT}

K výpočtu vtiskového modulu se používá směrnice tečny, která také slouží k výpočtu tvrdosti H_{IT} . Vtiskový modul je srovnatelný s Youngovým modulem materiálu.

Pro výpočet vtiskového modulu E_{IT} se používá následující vztah:

$$E_{IT} = \frac{1 - (v_s)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - (v_i)^2}{E_i}} \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad (1)$$

- v_i - Poissonův poměr vnikacího tělesa
- v_s - Poissonův poměr zkušební tělesa
- E_r - redukovaný modul vtiskového kontaktu
- E_i - modul vnikacího tělesa.

4.3.3 Vtisková tvrdost H_{IT}

Vtisková tvrdost je míra odporu k trvalé deformaci nebo poškození zkoušeného materiálu a je dána vztahem:

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad (2)$$

- F_{\max} - maximální zkušební zatížení
- A_p - příčný řez kontaktní plochy zkušebního a vnikacího tělesa určený z křivky zatížení.

4.3.4 Vtiskové tečení C_{IT}

Je to hodnota tečení materiálu. Při konstantním zatížení, kdy se měří změna hloubky vtisku, se může vypočítat relativní změna hloubky vtisku ze vztahu:

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100[\%] \quad (3)$$

- h_2 - hloubka vtisku v milimetrech v čase t_2 , výdrž na konstantní úrovni zkušební tělesa
- h_1 - hloubka vtisku v milimetrech v čase t_1 , kdy je dosaženo zkušební zátížení.

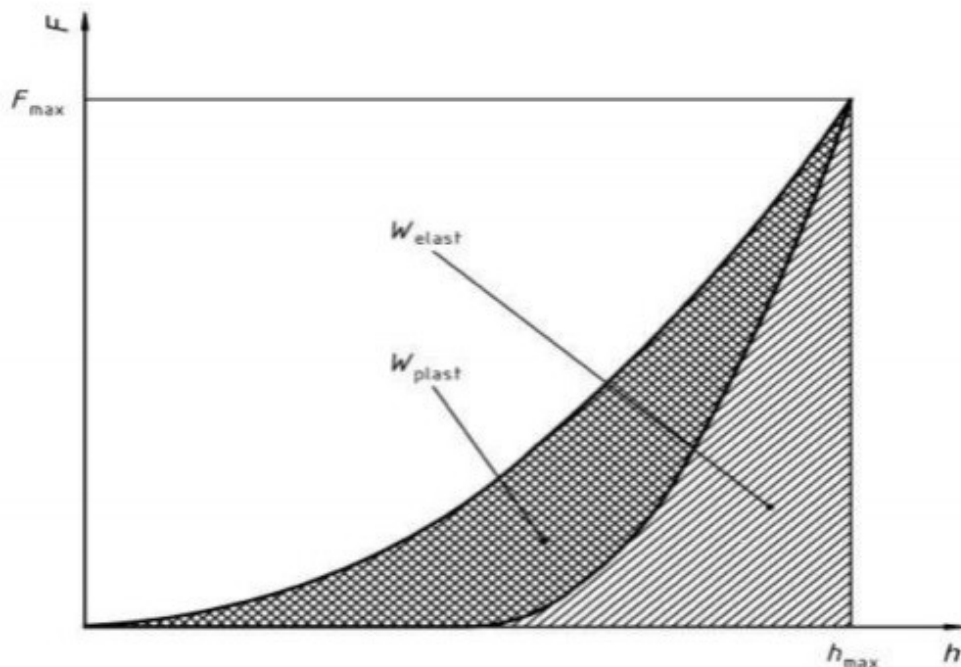
4.3.5 Pružná a plastická část práce při vnikacím procesu

Celková práce W_{total} je spotřebována na deformační práci elasticou W_{elast} a na deformační práci plastickou W_{plast} . Při zatížení se určuje W_{plast} a při odlehčování W_{elast} . Jejich podíl vyjádřený v procentech se značí η_{IT} a nazývá se koeficient zpětné deformace.[22]

Pro výpočet platí následující vztahy:

$$W_{total} = W_{plast} + W_{elast} \quad (4)$$

$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total}} \cdot 100[\%] \quad (5)$$



Obr. 18. znázornění dílčích prací při vnikacím procesu[22]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce bylo měření mechanických vlastností povlaků, kdy bylo změřeno instrumentovanou zkouškou tvrdosti DSI celkem pět vybraných povlaků nanesených na základní materiál technologií PA-CVD a technologií PVD. Následné výsledky byly vyhodnoceny a porovnány mezi sebou. Technologií PA-CVD byly nanесeny povlaky typu DLC comp, TiCN, TiB₂, TiBN a technologií PVD byl nanесen povlak typu TiN.

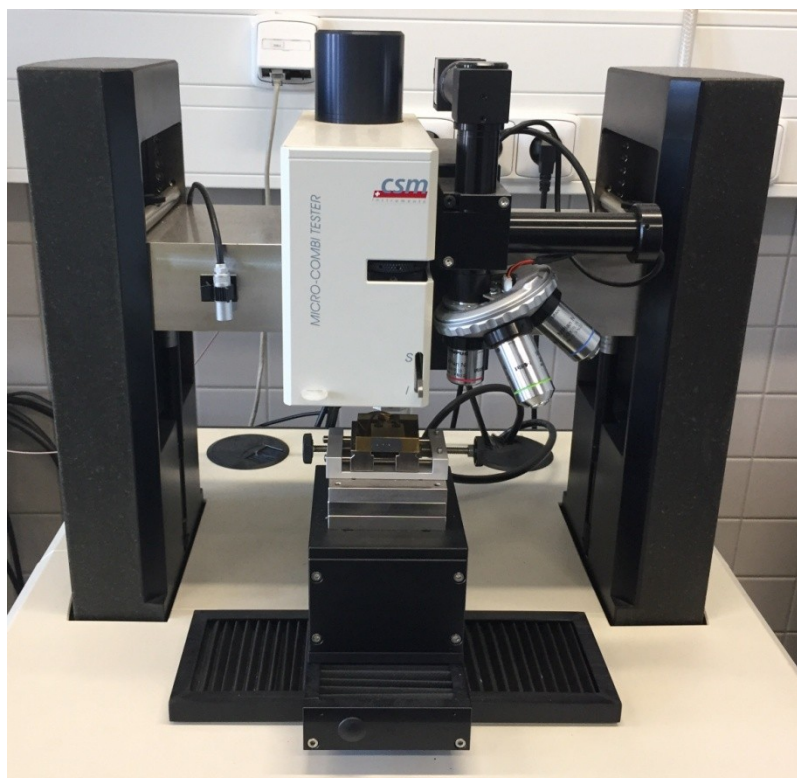
Bakalářská práce se zabývá následujícími úkoly:

- Vypracování literární studie na dané téma.
- Příprava zkušebních vzorků pro experimentální část.
- Provedení experimentu.
- Vyhodnocení naměřených výsledků.

6 POUŽITÉ PŘÍSTROJE A POPIS VZORKŮ

6.1 Měření mechanických vlastností - instrumentovaná zkouška tvrdosti

Měření se provádělo na zařízení určeném k měření tvrdosti metodou DSI od firmy Anton-Paar, které je zobrazeno na obr. 19. Podle velikosti aplikovaného zatížení se pak test dělí na mikro-indetační, nano-indetační a ultra nano-indetační. Podrobnější informace o tomto typu zkoušky jsou uvedeny výše v kapitole 4.3.



Obr. 19. indetační tester od firmy Anton-Paar

6.1.1 Mikro-indetační test

Měření bylo provedeno na mikro-indetačním testeru (MHT³) od firmy Anton-Paar. Na každém vzorku bylo měření provedeno 10 krát. Vnikacím tělískem byl čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136°.

Podmínky zkoušky byly následující:

- Aplikované zatížení při zkoušce - 5 N.
- Výdrž při maximálním zatížení - 90 s.
- Zatěžující a odtěžující rychlost - 10 N/min.

6.1.2 Nano-indetační test

Měření bylo provedeno na nano-indetačním testeru (NHT³) od firmy Anton-Paar. Měření bylo provedeno na každém vzorku 10 krát. Vnikacím tělískem byl čtyřboký diamantový jehlan o vrcholovém úhlu 136°.

Podmínky zkoušky byly následující:

- Aplikované zatížení při zkoušce - 0,25 N.
- Výdrž při maximálním zatížení - 90 s.
- Zatěžující a odtěžující rychlost - 0,5 N/min.

6.1.3 Ultra nano-indetační test

Měření bylo provedeno na ultra nano-indetačním testeru (UNHT³) od firmy Anton-Paar. Měření bylo provedeno na každém vzorku 10 krát. Vnikacím tělískem byl čtyřboký diamantový jehlan o vrcholovém úhlu 136°.

Podmínky zkoušky byly následující:

- Aplikované zatížení při zkoušce - 0,01 N.
- Výdrž při maximálním zatížení - 90 s.
- Zatěžující a odtěžující rychlost - 0,02 N/min.

6.2 Popis Vzorků pro experiment

Pro experiment bylo použito celkem pět zkušebních vzorků, kdy na základní materiál bylo nanášeno pět různých povlaků, a to 4 technologií PACVD a 1 technologií PVD.

6.2.1 Základní materiál

Jako zkušební vzorek byla použita destička o rozměrech 40x40x10 mm vyrobená z nástrojové oceli 1.2343 (dle ČSN 19 552). Stručná charakteristika tohoto základního materiálu je uvedena výše v kapitole 1.2.11.

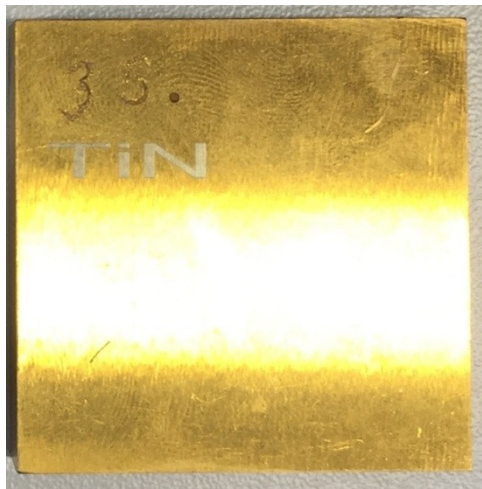
6.2.2 Povlaky

Všechny povlaky byly nanášeny na zkušební vzorky ve firmě VUHŽ. Na jeden vzorek byl nanášen povlak TiN (obr. 20) technologií PVD. Tento povlak má zlatou barvu, pracovní teplota je 600 °C a tvrdost povlaku výrobce udává 2500 HV. Tento povlak se používá zejména k povlakování vrtáků a závitníků.

Povlaky nanesené technologií PA-CVD:

- Ocel 1.2343 s povlakem TiBN (obr. 21).
- Ocel 1.2343 s povlakem TiB₂ (obr. 22).
- Ocel 1.2343 s povlakem TiCN (obr. 23).
- Ocel 1.2343 s povlakem DLC comp (obr. 24).

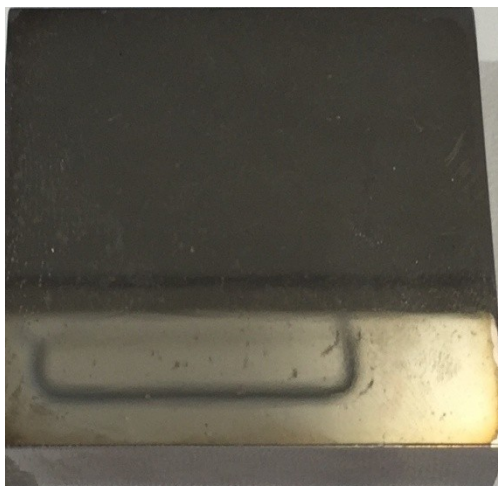
Obecné charakteristiky všech těchto povlaků nanesené technologií PA-CVD jsou k nahlédnutí v kapitole 2.3.1.



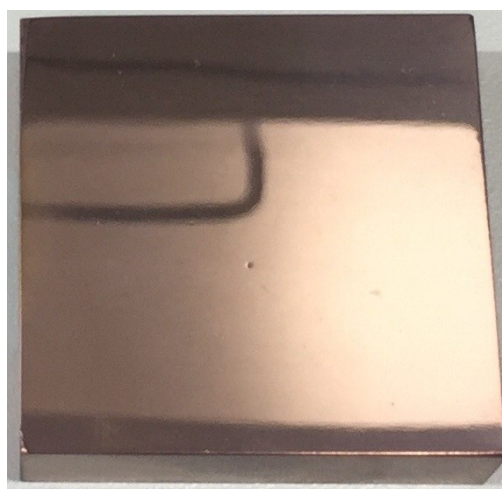
Obr. 20. povlak TiN



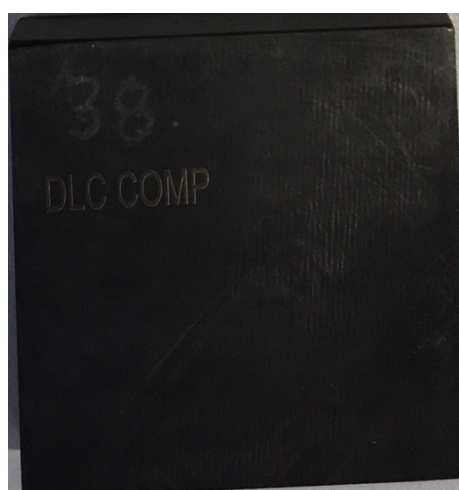
Obr. 21. povlak TiBN



Obr. 22. povlak TiB_2



Obr. 23. povlak TiCN



Obr. 24. povlak DLC comp

7 NAMĚŘENÉ VÝSLEDKY

Měření mechanických vlastností daných vzorků metodou DSI nám poskytuje řadu výsledků, ze kterých se vyhodnocovala jen část.

Po dokončení měření metodou DSI byly statisticky vyhodnoceny a graficky znázorněny tyto parametry:

- Vtisková tvrdost H_{IT} [MPa].
- Vtiskový modul E_{IT} [GPa].
- Vickersova tvrdost H_{VIT} [HV].
- Hloubka h_{max} [nm].
- Deformační práce W_{EL} , W_{PL} , W_{TOTAL} [pJ].

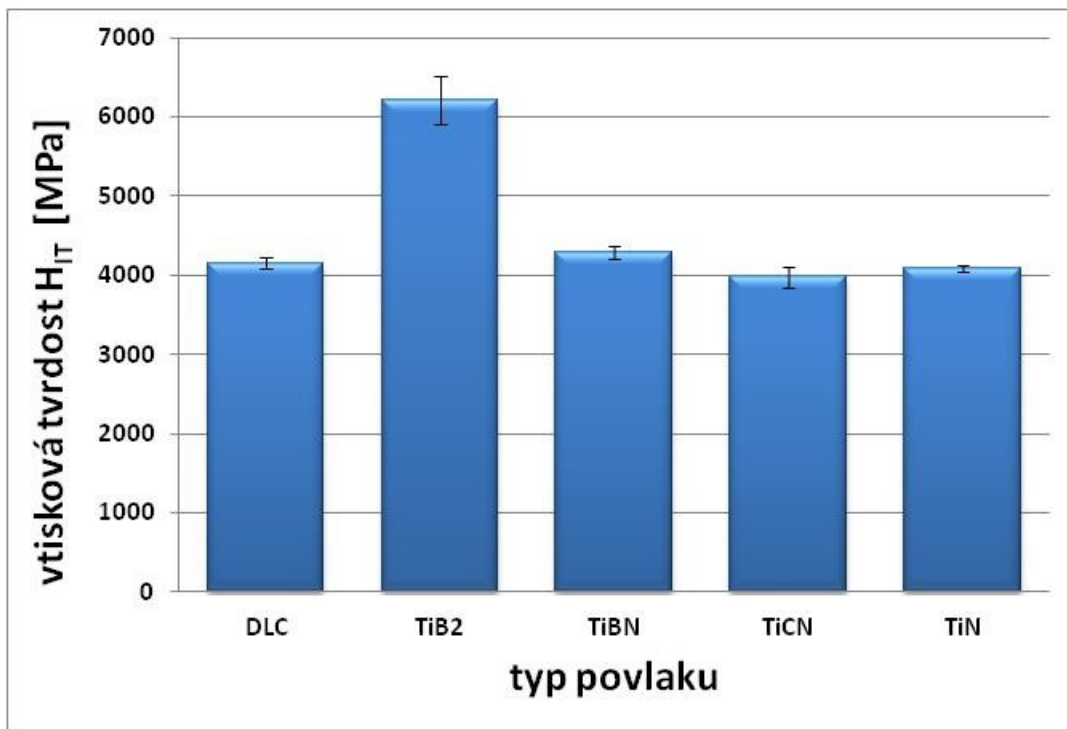
7.1 Vtisková tvrdost

7.1.1 Výsledky mikro-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty jsou uvedeny v tab. 2, směrodatná odchylka je pak znázorněna graficky na obr. 25.

Tab. 2. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H_{IT} [MPa]	4 156,24	6 210,42	4 287,78	3 977,16	4 086,80



Obr. 25. vtisková tvrdost testovaných povlaků mikro-indetační zkouškou

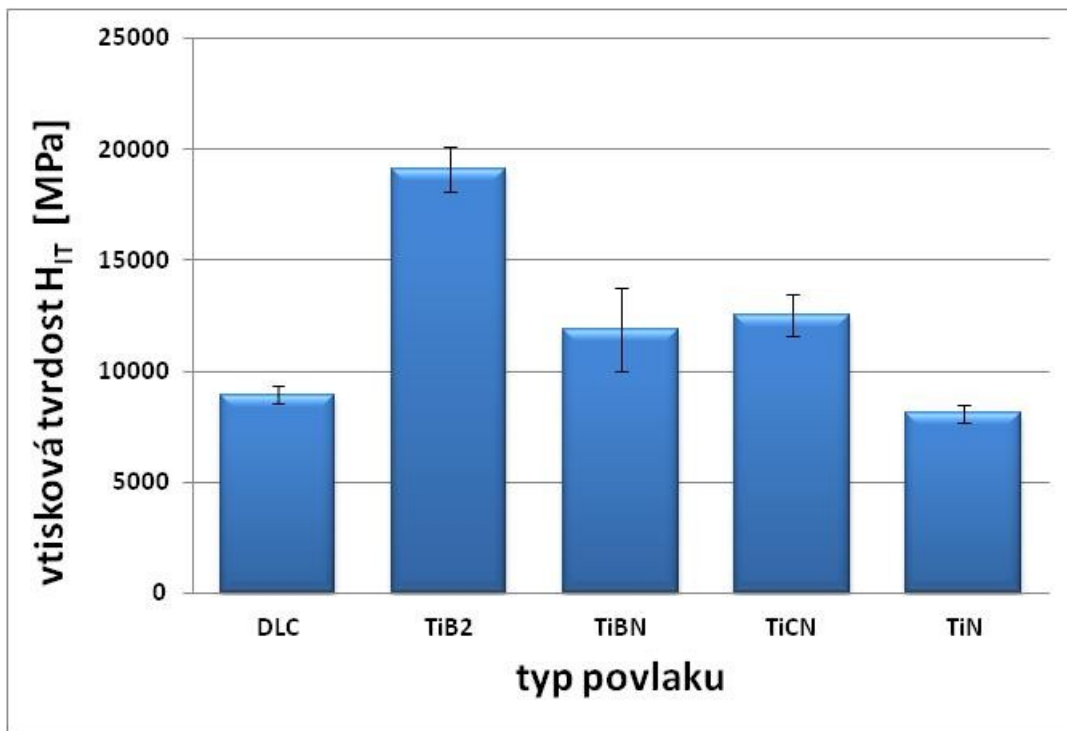
Z výsledků měření je patrné, že nejvyšší vtiskovou tvrdost H_{IT} vykazuje povlak TiB_2 s průměrnou hodnotou 6 210,42 MPa. Hodnoty ostatních povlaků jsou si velmi blízké a proto byla mikro-intedační zkouška nedostačující a bylo potřeba vyhodnotit výsledky nižších zkušebních zatížení.

7.1.2 Výsledky nano-indetační zkoušky

Průměrné výsledky měření vtiskové tvrdosti tímto typem zkoušky jsou uvedeny v tab. 3. a směrodatná odchylka je znázorněna graficky na obr. 26.

Tab. 3. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti pro nano-indetační test

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H _{IT} [MPa]	8 957,16	19 115,60	11 886,00	12 516,60	8 099,61



Obr. 26. vtisková tvrdost testovaných povlaků nano-indentací

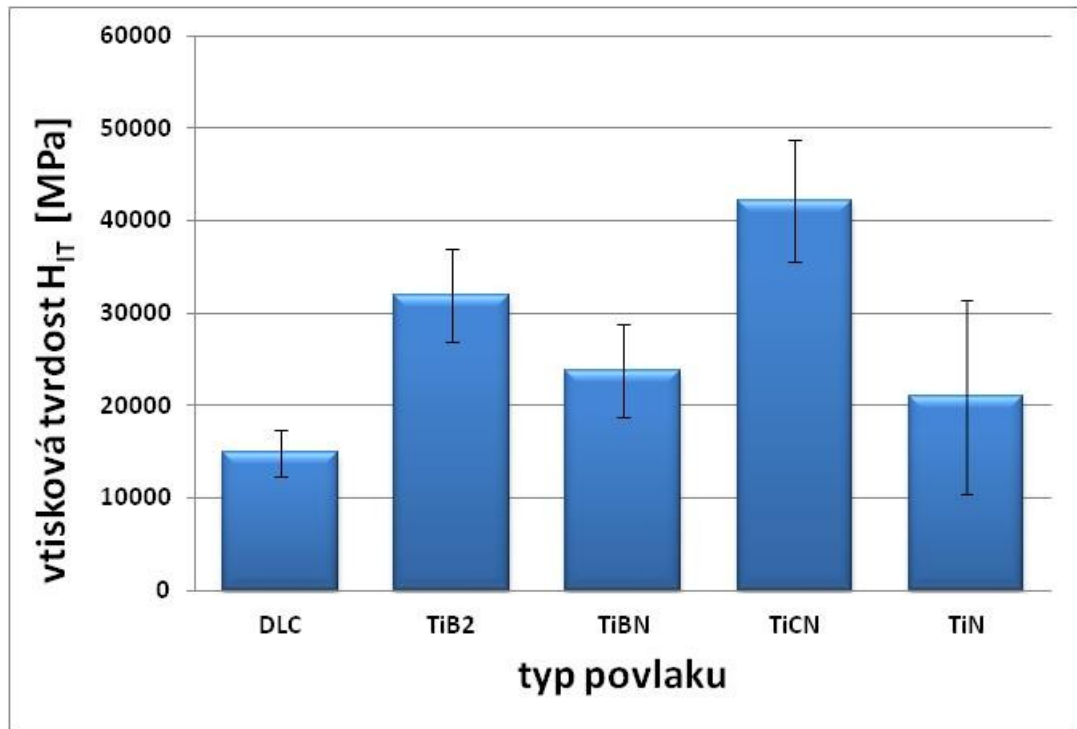
Z výsledků měření je rozdíl vtiskové tvrdosti H_{IT} mezi povlaky více znatelný. Nejvyšší hodnoty dosahuje povlak TiB_2 , průměrně je to 19 115,60 MPa. Naopak nejnižší vtiskovou tvrdost vykazuje povlak TiN , vytvořený technologií PVD, s průměrnou hodnotou 8099,61 MPa.

7.1.3 Výsledky ultra nano-indetační zkoušky

Průměrné výsledky měření ultra nano-indetačním testerem jsou uvedeny v tab. 4, směrodatná odchylka je znázorněna graficky na obr. 27.

Tab. 4. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti pro ultra nano-indetační test

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H _{IT} [MPa]	14 870,39	31 996,30	23 818,00	42 223,20	20 934,79



Obr. 27. vtisková tvrdost testovaných povlaků ultra nano-indentací

Z naměřených výsledků vyplývá, že nejvyšší vtiskové tvrdosti H_{IT} dosahuje povlak TiCN, a to průměrně 42 223,20 MPa. Nejnížší hodnoty vtiskové tvrdosti nabývá povlak DLC comp s průměrnou hodnotou 14 870,39 MPa.

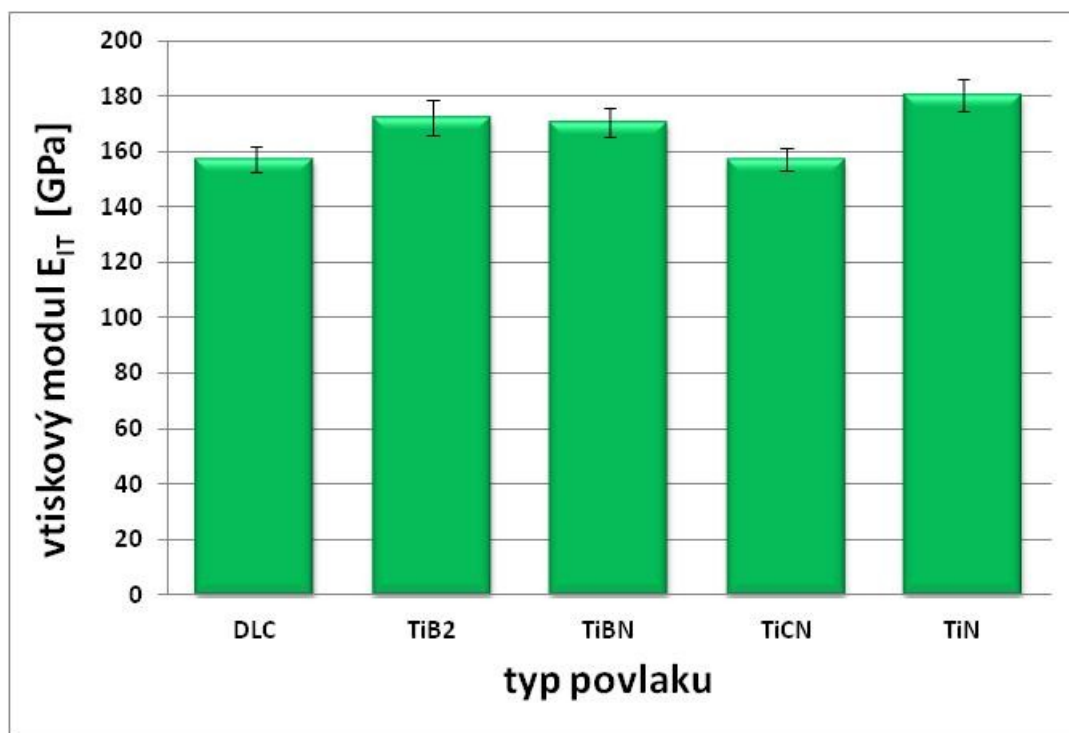
7.2 Vtiskový modul

7.2.1 Výsledky mikro-indetační zkoušky

Průměrné výsledky měření vtiskového modulu E_{IT} mikro-indetačním testerem jsou uvedeny v tab. 5. a směrodatná odchylka je znázorněna graficky.

Tab. 5. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro mikro-indetační test

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
E_{IT} [GPa]	157,26	172,26	170,72	157,18	180,46



Obr. 28. vtiskový modul testovaných povlaků mikro-indetační zkouškou

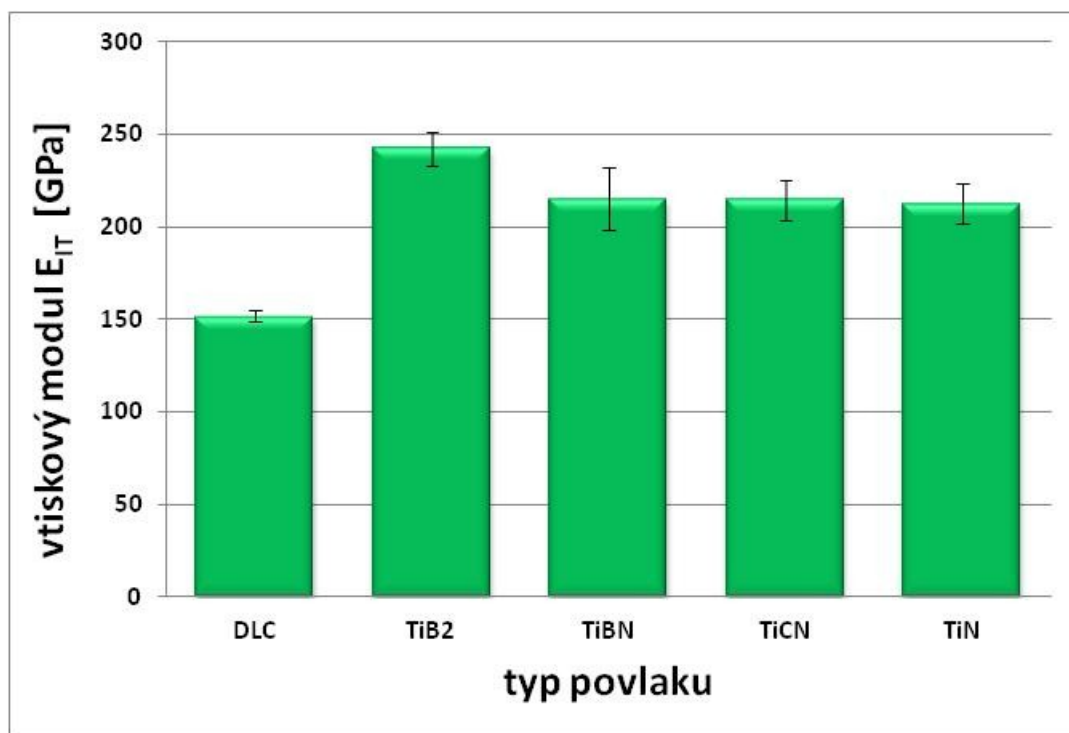
Z výsledků zkoušky lze vyčíst, že nejvyšší vtiskový modul E_{IT} má povlak TiN s průměrnou hodnotou 180,46 GPa. Hodnoty ostatních povlaků se nijak zvlášť od sebe neliší, např. povlak DLC comp a povlak TiCN se od sebe liší průměrně pouze o 0,08 GPa.

7.2.2 Výsledky nano-indetační zkoušky

V tab. 6. jsou uvedeny průměrné hodnoty vtiskového modulu získané měřením pomocí nano-indetačního testeru. Směrodatná odchylka je pak zobrazena graficky v obr. 29.

Tab. 6. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
E _{IT} [GPa]	151,96	242,38	214,99	214,60	212,42



Obr. 29. vtiskový modul testovaných povlaků nano-indetací

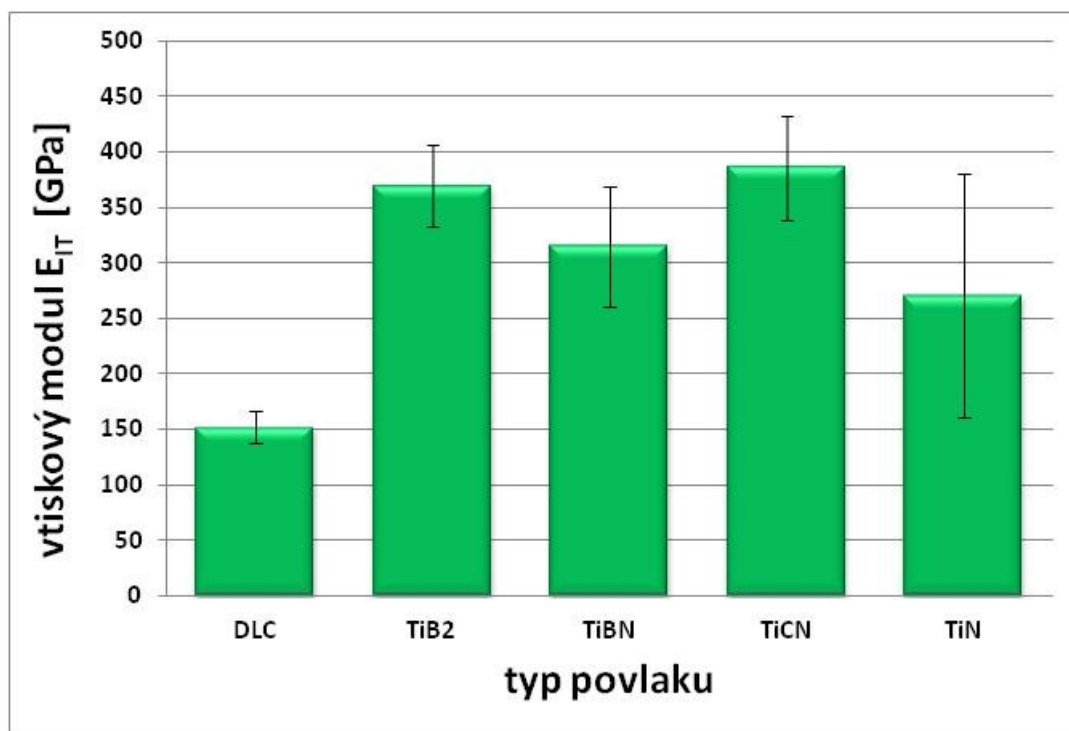
Z naměřených výsledků bylo zjištěno, že nejvyšší vtiskový modul má povlak TiB₂, průměrně je to 242,38 GPa. Povlak DLC comp má hodnotu průměrně 151,96 GPa, a to je ze všech testovaných povlaků nejmenší hodnota vtiskového modulu. Povlaky TiBN, TiCN a TiN se od sebe nijak výrazně neliší.

7.2.3 Výsledky ultra nano-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty z naměřených dat jsou uvedeny v tab. 7. a směrodatná odchylka je uvedena graficky v obr. 30.

Tab. 7. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro ultra nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
E _{IT} [GPa]	152,38	369,04	315,13	385,16	270,49



Obr. 30. vtiskový modul testovaných povlaků ultra nano-indetací

Z naměřených výsledků bylo zjištěno, že nejmenší vtiskový modul má opět povlak DLC comp, tak jako u nano-indetačního testu, a to průměrně 152,38 GPa. Oproti tomu povlak TiCN vykazuje nejvyšší hodnotu vtiskového modulu, průměrně je to 385,16 GPa. Z výsledků lze také pozorovat, že je zde více patrný rozdíl mezi povlaky TiBN, TiCN a TiN oproti nano-indetační zkoušce. U povlaku TiN vyšla poměrně velká směrodatná odchylka než u ostatních testovaných povlaků.

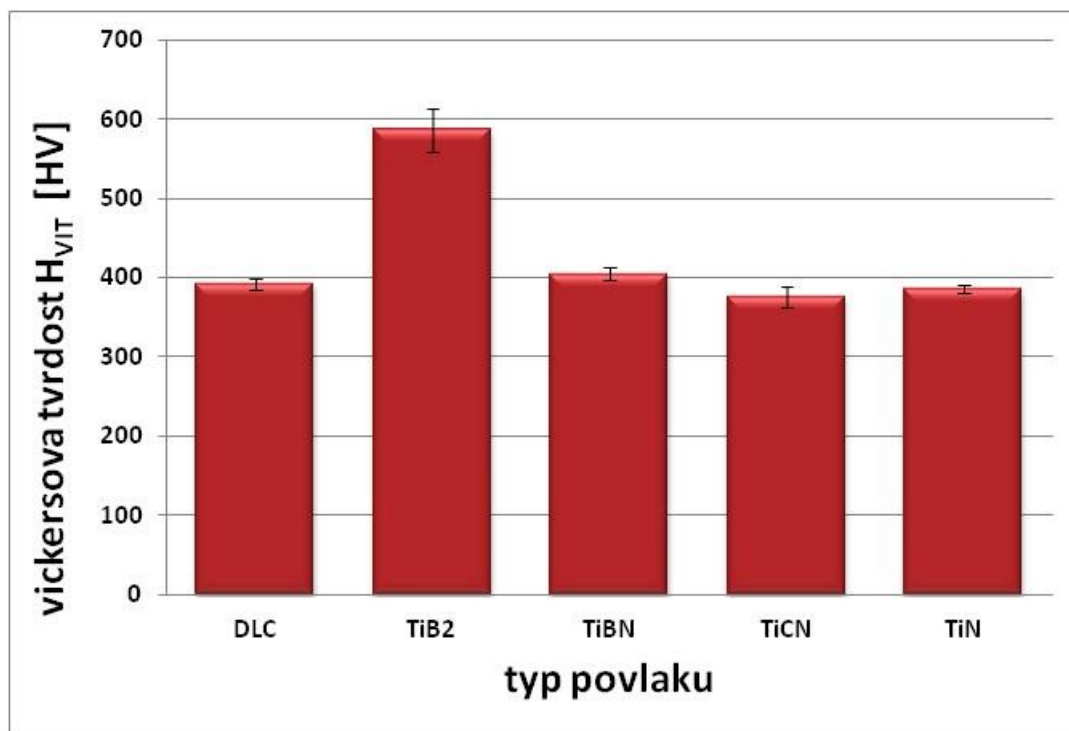
7.3 Vickersova tvrdost

7.3.1 Výsledky mikro-indetační zkoušky

Průměrné výsledky z měření jsou uvedeny v tab. 8. a směrodatné odchylky jsou znázorněny graficky v obr. 31.

Tab. 8. průměrné hodnoty viskersovy tvrdosti pro mikro-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H _{VIT} [HV]	392,29	586,18	404,71	375,39	385,74



Obr. 31. vickersova tvrdost testovaných povlaků mikro-indetací

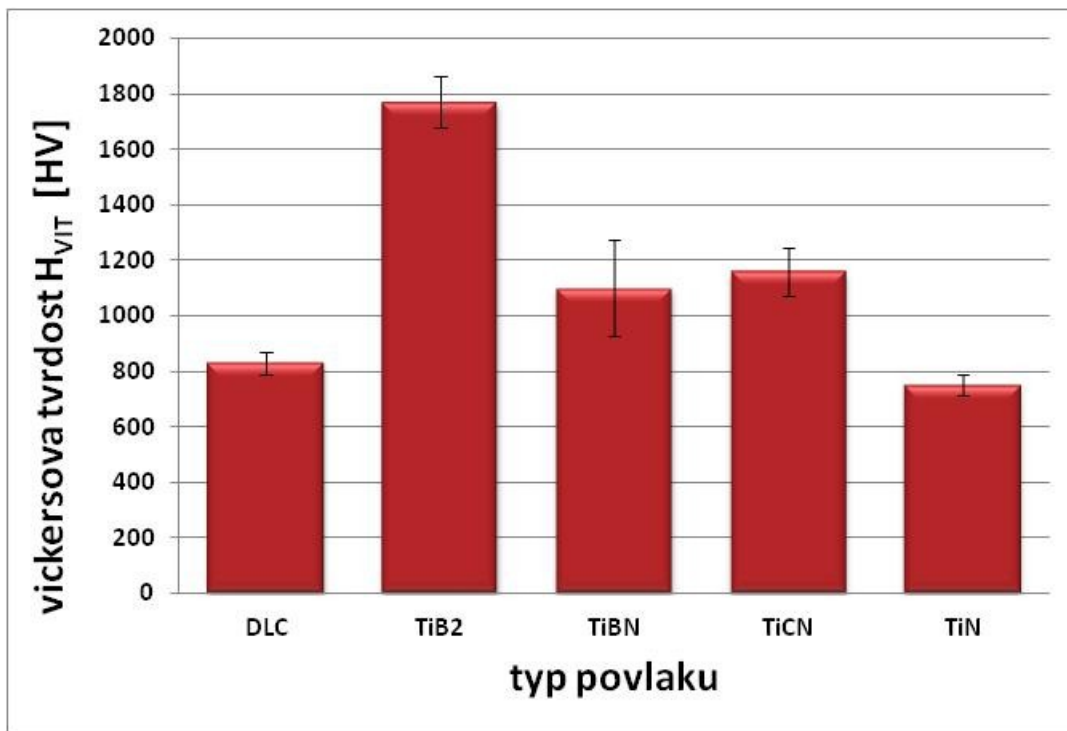
Z naměřených výsledků bylo zjištěno, že největší vickersovu tvrdost H_{VT} vykazuje povlak TiB_2 s průměrnou hodnotou 586,18 HV. Ostatní testované povlaky tímto typem zkoušky se od sebe nijak výrazně neliší.

7.3.2 Výsledky nano-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty vyhodnocené z naměřených dat touto zkouškou jsou uvedeny v tab. 9. a příslušné směrodatné odchylky jsou znázorněny přímo v grafu.

Tab. 9. průměrné hodnoty vickerovy tvrdosti pro nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H_{VT} [HV]	829,53	1 770,32	1 100,77	1 159,17	750,11



Obr. 32. vickersova tvrdost testovaných povlaků pro nano-indetaci

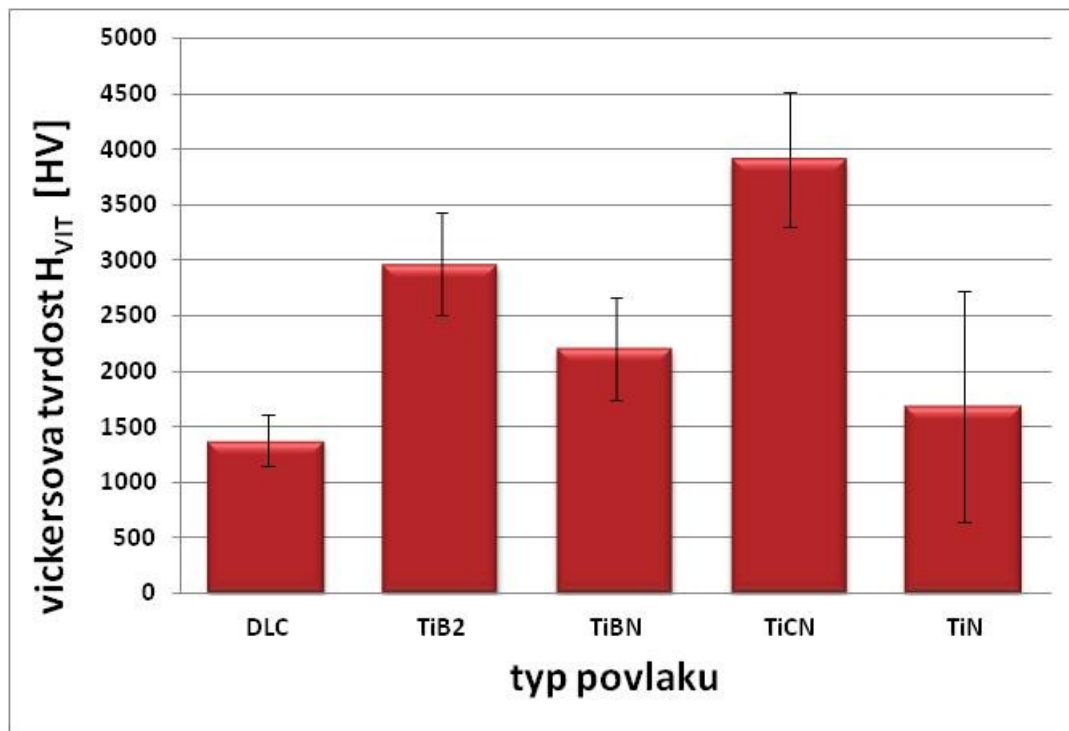
Z naměřených výsledků bylo zjištěno, že největší vickersovu tvrdost má povlak TiB₂, a to průměrně 1 770,32 HV. U ostatních testovaných povlaků je již rozdíl znatelnější, kdy povlak TiBN a povlak TiCN jsou si svou hodnotou vickersovy tvrdosti blízké. Nejmenší hodnotu H_{VIT} má povlak TiN, průměrně je to 750,11 HV.

7.3.3 Výsledky ultra nano-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty získané z naměřených dat této zkoušky jsou uvedené v tab. 10. a směrodatná odchylka je uvedena graficky v obr. 33.

Tab. 10. průměrné hodnoty vickersovy tvrdosti pro ultra nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H_{VIT} [HV]	1 377,15	2 963,21	2 205,83	3 910,35	1 688,74



Obr. 33. vickersova tvrdost testovaných povlaků pro ultra nano-indetaci

Z výsledků ultra nano-indetačního testu bylo zjištěno, že rozdíly mezi vickersovou tvrdostí jednotlivých povlaků jsou výrazné. Největší hodnoty H_{VT} dosáhl povlak TiCN, a to průměrně 3 910,35 HV. Naopak povlak DLC comp dosahuje nejmenší hodnoty vickersovy tvrdosti, průměrně je to 1 377,15 HV. Povlak TiB₂, který v předchozích zkouškách vykazoval nejvyšší vickersovu tvrdost má o 947,14 HV menší hodnotu než povlak TiCN.

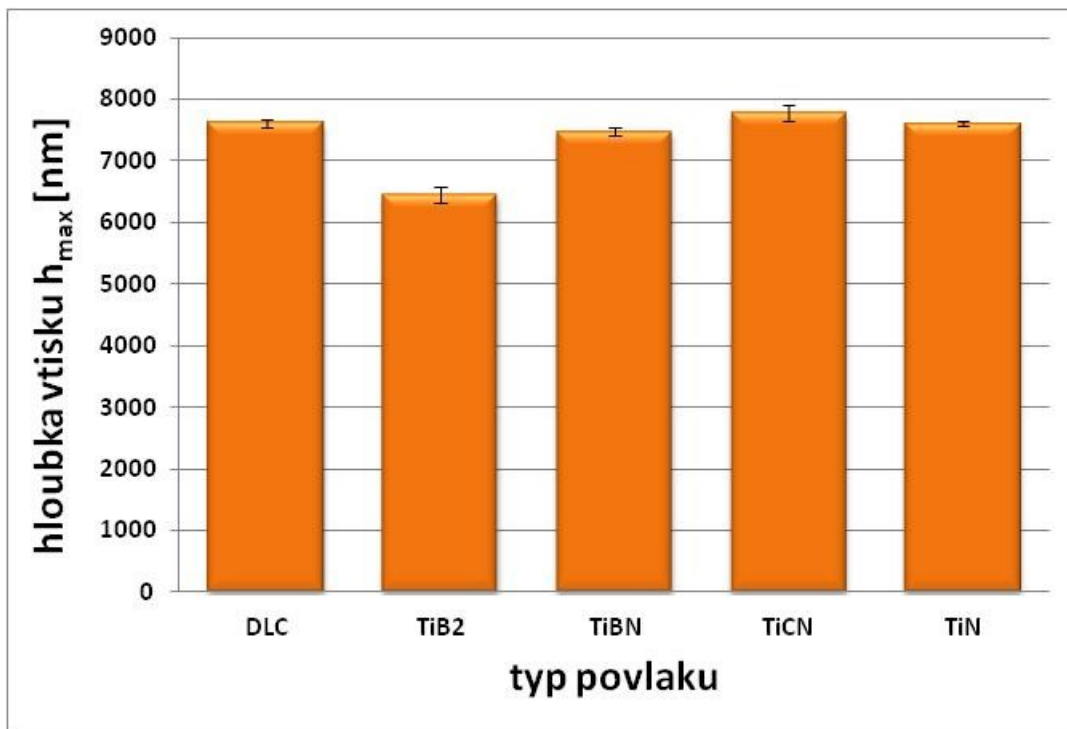
7.4 Hloubka vtisku

7.4.1 Výsledky mikro-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty hloubky vtisku jsou uvedené v tab. 11. Směrodatné odchylky jsou uvedeny graficky.

Tab. 11. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro mikro-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
h_{max} [nm]	7 612,96	6 440,58	7 470,41	7 773,24	7 602,53



Obr. 34. hloubka vtisku do testovaných povlaků mikro-indetací

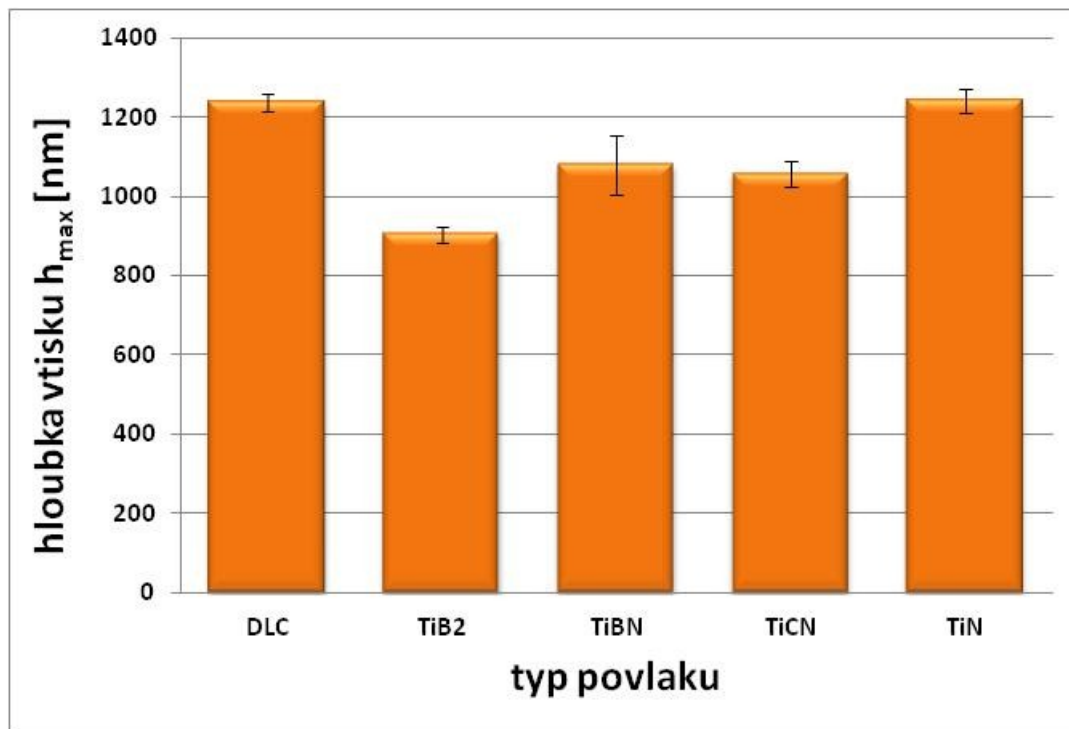
Z naměřených výsledků mikro-indetační zkouškou, bylo zjištěno, že největší hloubka vtisku byla u povlaků DLC comp, TiBN, TiCN a TiN velmi podobná. U povlaku TiB₂ byla hloubka vtisku h_{\max} nejnižší, průměrně to je 6 440,58 nm.

7.4.2 Výsledky nano-indetační zkoušky

Průměrné hodnoty, vyhodnocené z naměřených dat nano-indetační zkoušky jsou uvedeny v tab. 12. a směrodatné odchylky jsou uvedeny u každého povlaku graficky.

Tab. 12. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
h_{\max} [nm]	1 236,99	904,49	1 079,74	1 057,38	1 240,35



Obr. 35. hloubka vtisku do testovaných povlaků nano-indetací

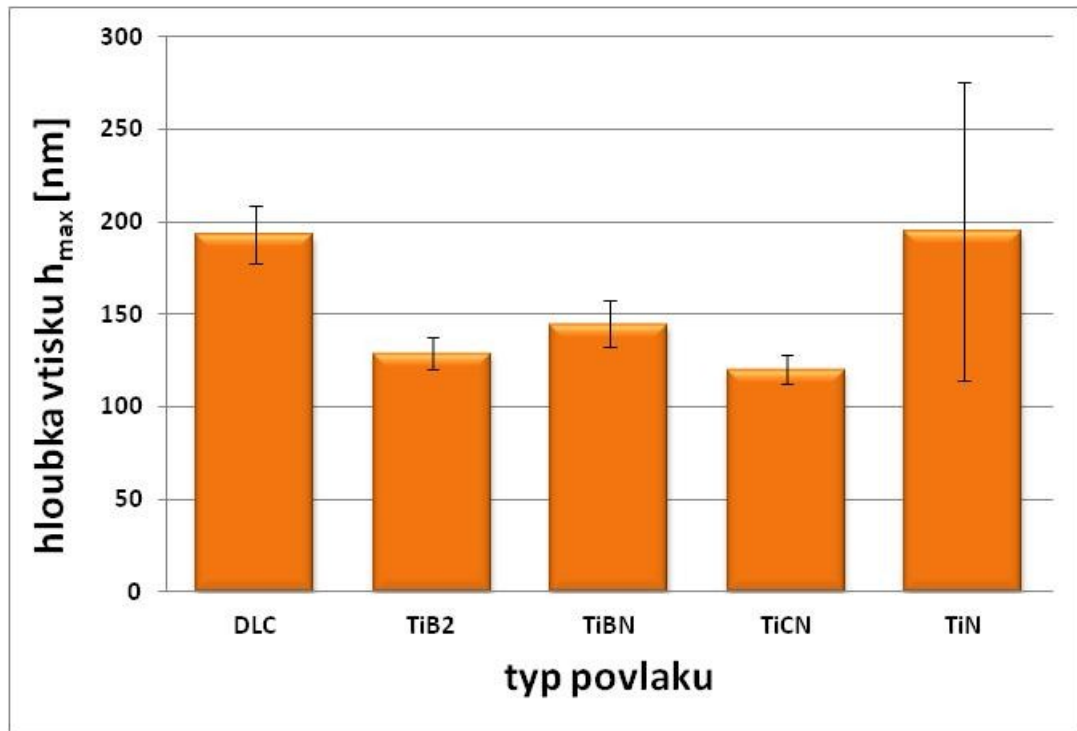
Z výsledků, které byly vyhodnoceny z dat naměřených nano-indetačním testem, bylo zjištěno, že největší hloubky vtisku bylo dosaženo u povlaků TiN a DLC comp, kdy se hloubka vtisku lišila pouze o 3,36 nm. Nejmenší hloubky vtisku bylo dosaženo u povlaku TiB₂, a to průměrně 904,49 nm. Povlak TiBN a TiCN se v hloubce vtisku od sebe liší o 22,36 nm.

7.4.3 Výsledky ultra nano-indetační zkoušky

Průměrné výsledky hloubky vtisku při tomto druhu zkoušky jsou uvedeny v tab. 13. a příslušné směrodatné odchylky jsou uvedené graficky v obr. 36.

Tab. 13. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro ultra nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
h_{\max} [nm]	193,13	129,07	144,92	120,22	194,82



Obr. 36. hloubka vtisku do testovaných povlaků ultra nano-indentací

Z výsledků této zkoušky, bylo zjištěno, že nejnižší hodnoty h_{max} dosáhl povlak TiCN, průměrně je to 120,22 nm. Povlak TiB₂ se od povlaku TiCN liší pouze o 8,85 nm vyšší hloubkou vtisku. Povlaky DLC comp a TiN mají hloubku vtisku ze všech povlaků největší, kdy jejich hodnota je mezi sebou rozdílná jen minimálně, ovšem u povlaku TiN se vyskytuje oproti ostatním povlakům poměrně velká směrodatná odchylka.

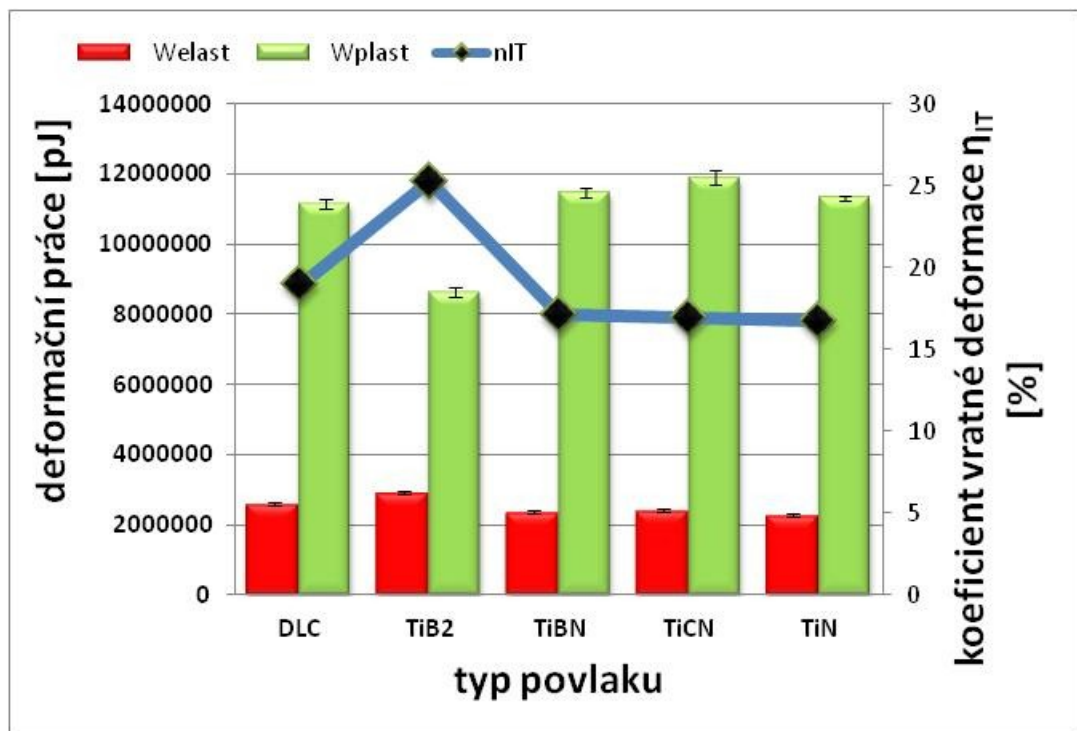
7.5 Deformační práce

Průměrné výsledky všech složek deformační práce a koeficientu vratné deformace jsou uvedeny v tabulkách.

7.5.1 Výsledky mikro-indetační zkoušky

Tab. 14. průměrné hodnoty deformační práce pro mikro-indetaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
W_{elast} [pJ]	2 609 630	2 917 958	2 371 418	2 423 443	2 273 904
W_{plast} [pJ]	11 172 386	8 636 278	11 483 302	11 895 932	11 323 672
W_{total} [pJ]	13 782 016	11 554 236	13 854 720	14 319 375	13 597 576
η_{IT} [%]	18,935	25,257	17,118	16,927	16,723



Obr. 37. deformační práce testovaných povlaků mikro-indetací

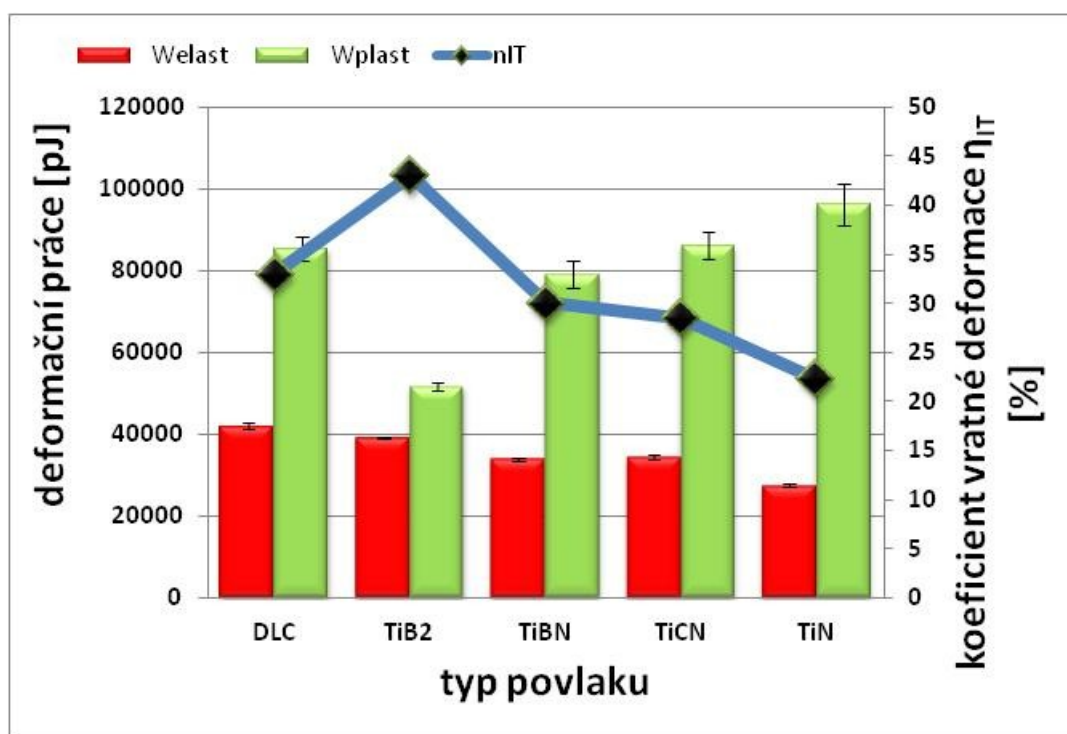
Při měření deformační práce bylo zjištěno, že u všech zkušebních povlaků je složka elastické deformační práce podobná, kdy největší hodnotu této složky má povlak TiB₂, a to průměrně 2 917 958 pJ. Nejmenší hodnotu plastické složky deformační práce W_{plast} má

povlak TiB_2 , průměrně je to 8 636 278 pJ. U ostatních povlaků je tato složka s minimálním rozdílem hodnot. Největší koeficient vratné deformace má povlak TiB_2 , a to je 25,257 %.

7.5.2 Výsledky nano-indetační zkoušky

Tab. 15. průměrné hodnoty deformační práce pro nano-indetaci

Povlak	DLC	TiB_2	TiBN	TiCN	TiN
W_{elast} [pJ]	42 031,13	39 121,98	33 898,38	34 374,73	27 573,97
W_{plast} [pJ]	85 423,91	51 767,3	79 053,58	86 126,07	96 384
W_{total} [pJ]	127 455	90 889,28	112 952	120 500,8	123 958
η_{IT} [%]	32,997	43,048	30,036	28,542	22,276



Obr. 38. deformační práce testovaných povlaků nano-indetací

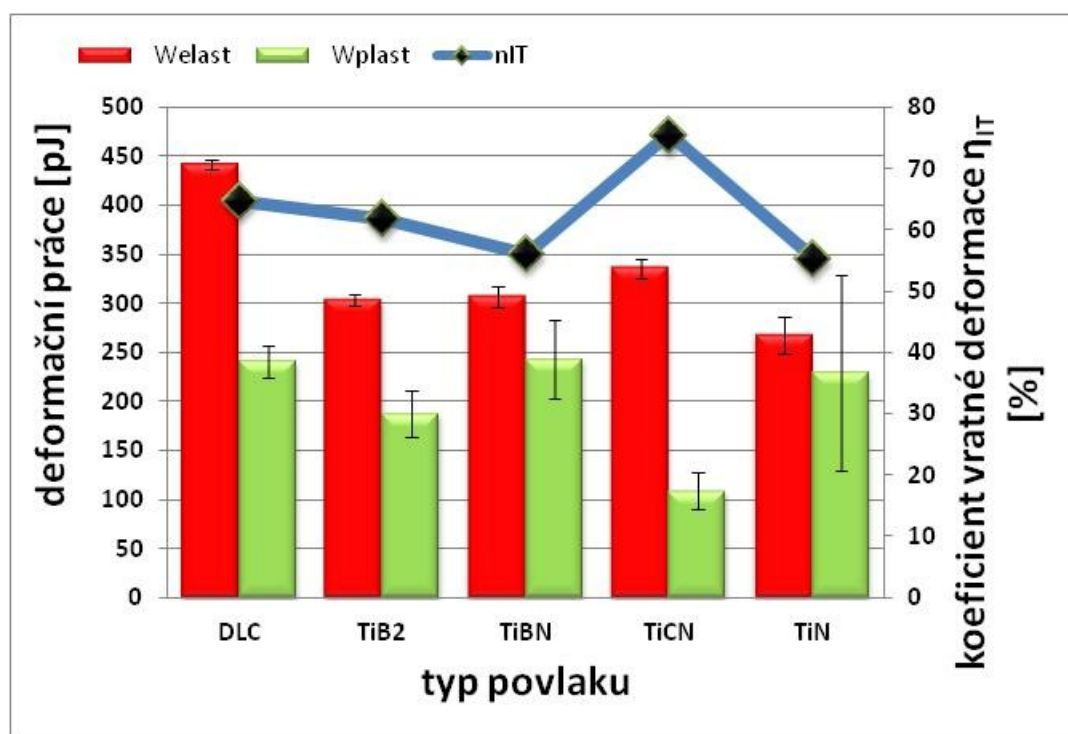
Z výsledků je patrné, že největší hodnotu elastické složky deformační práce W_{elast} má povlak DLC comp, průměrně je to 42 031,13 pJ. Nejmenší hodnotu W_{elast} má povlak TiN , a to je 27 573,97 pJ. Nejvyšší hodnotu plastické složky deformační práce W_{plast} má povlak TiN , průměrně je to 96 384 pJ a nejnižší hodnotu W_{plast} vykazuje povlak TiB_2 o

velikosti 51 767,3 pJ. Povlak TiB₂ má nejvyšší koeficient vratné deformace, a to 43,05 %. Nejnižší koeficient vratné deformace s hodnotou 22,28 % má povlak TiN.

7.5.3 Výsledky ultra nano-indetační zkoušky

Tab. 16. průměrné hodnoty deformační práce pro ultra nano-indentaci

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
W_{elast} [pJ]	441,068	303,643	307,403	335,977	267,663
W_{plast} [pJ]	240,956	188,056	243,369	109,234	229,527
W_{total} [pJ]	682,025	491,699	550,771	445,212	497,189
η_{IT} [%]	64,701	61,886	56,038	75,571	55,386



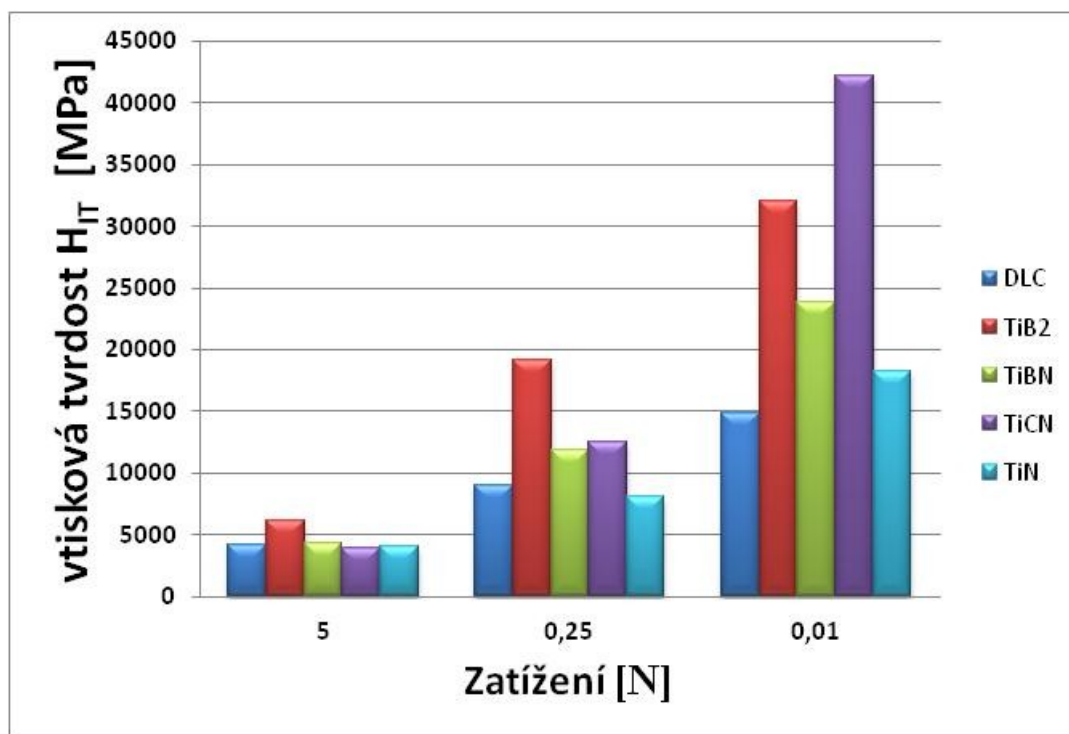
Obr. 39. deformační práce testovaných povlaků ultra nano-indentací

Z měření deformační práce tímto způsobem měření vyplývá, že elastická složka deformační práce je větší u všech testovaných povlaků, než plastická složka deformační práce. Největší hodnotu W_{elast} má povlak DLC comp, a to 441,07 pJ. Naopak nejmenší hodnotu této složky má povlak TiN, průměrně je to 267,66 pJ. U plastické složky deformační práce pak vykazuje nejmenší hodnotu povlak TiCN, průměrně je to 109,23 pJ. Největší

Hodnotu složky W_{plast} má povlak TiBN, a to 243,37 pJ. Koeficient vratné deformace je nejvyšší u povlaku TiCN, jeho průměrná hodnota je pro tento povlak 75,57 % a nejmenší hodnotu 55,37 % má povlak TiN.

8 DISKUZE VÝSLEDKŮ

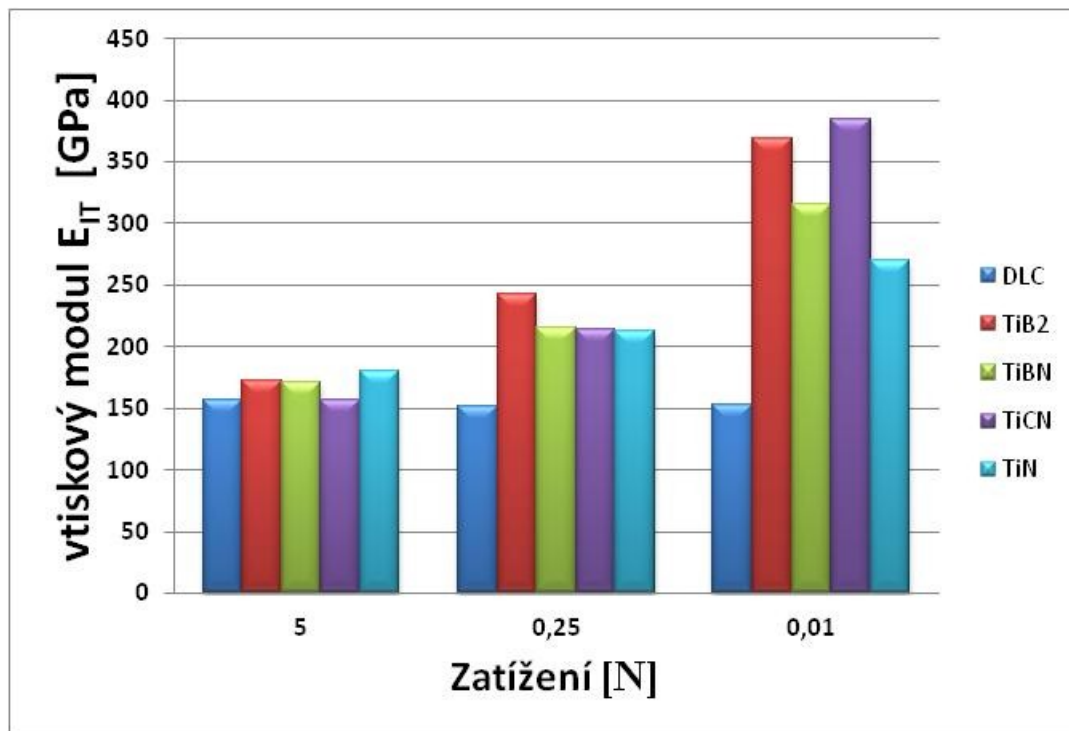
Protože výsledky vtiskové tvrdosti jednotlivých povlaků se v závislosti na zatížení liší, byl vytvořen graf znázorňující daný typ povlaku v závislosti na velikosti zatížení. Graf je znázorněn na obr. 40. Testované povlaky jsou od sebe odlišené barevně.



Obr. 40. vtisková tvrdost povlaků v závislosti na druhu zkoušky

Při zkušebním zatížení 5 N se vtisková tvrdost u zkoušených povlaků lišila minimálně, pouze povlak TiB₂ měl větší hodnotu vtiskové tvrdosti oproti ostatním. Při zkušebním zatížení 0,25 N nejvyšší vtiskovou tvrdost vykazoval opět povlak TiB₂, ale rozdíly mezi testovanými povlaky jsou znatelnější. Zajímavých výsledků bylo dosaženo při zkušebním zatížení 0,01 N, kdy nejvyšší vtiskové tvrdosti dosahoval povlak TiCN a nejmenší vtiskové tvrdosti dosahoval povlak DLC comp. Z grafu je také možné vyčíst, že se zmenšujícím se zkušebním zatížením vtisková tvrdost roste.

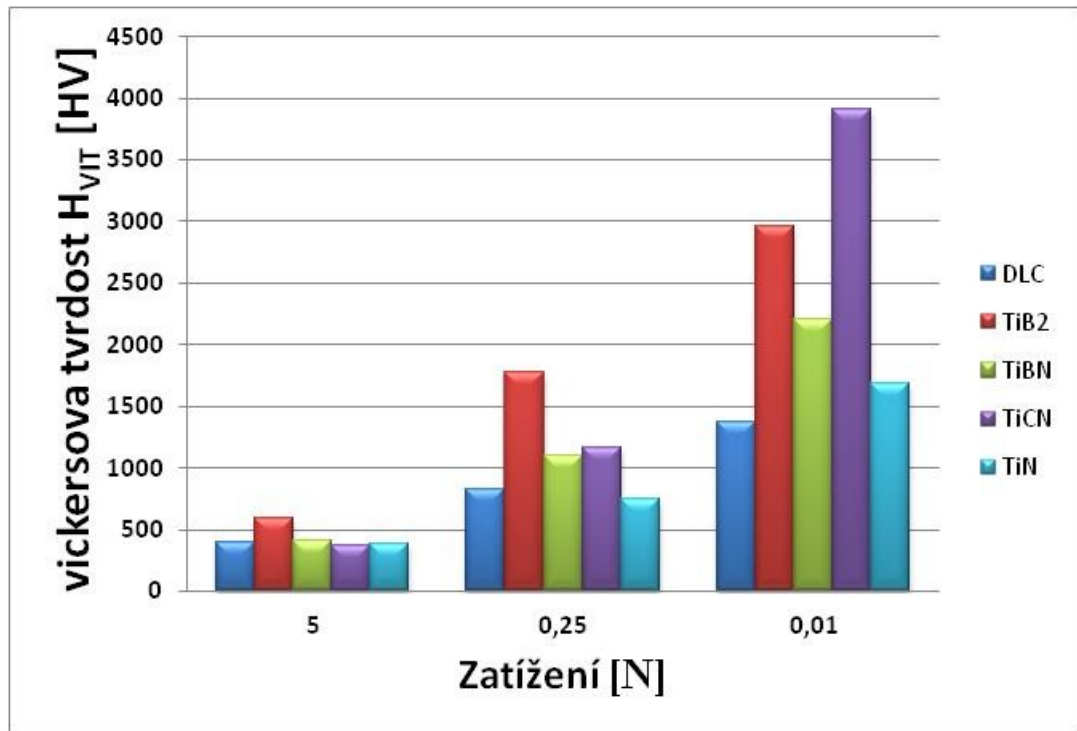
Tak jako u výsledků vtiskové tvrdosti je na obr. 41. znázorněn graf, kde jsou vynešeny jednotlivé povlaky v závislosti na zatížení. Jednotlivé povlaky jsou od sebe odlišeny barevně.



Obr. 41. vtiskový modul v závislosti na druhu zkoušky

Z výsledků bylo zjištěno, že u povlaku DLC comp se vtiskový modul při různých zkušebních zatíženích výrazně nemění a jeho hodnota ze zmenšujícím se zatížením minimálně klesá. Naopak u ostatních povlaků se hodnota vtiskového modulu poměrně výrazně zvyšuje s klesajícím zkušebním zatížením. Nejvyšší hodnoty vtiskového modulu ze všech povlaků, dosáhl povlak TiCN při zkušebním zatížení 0,01 N.

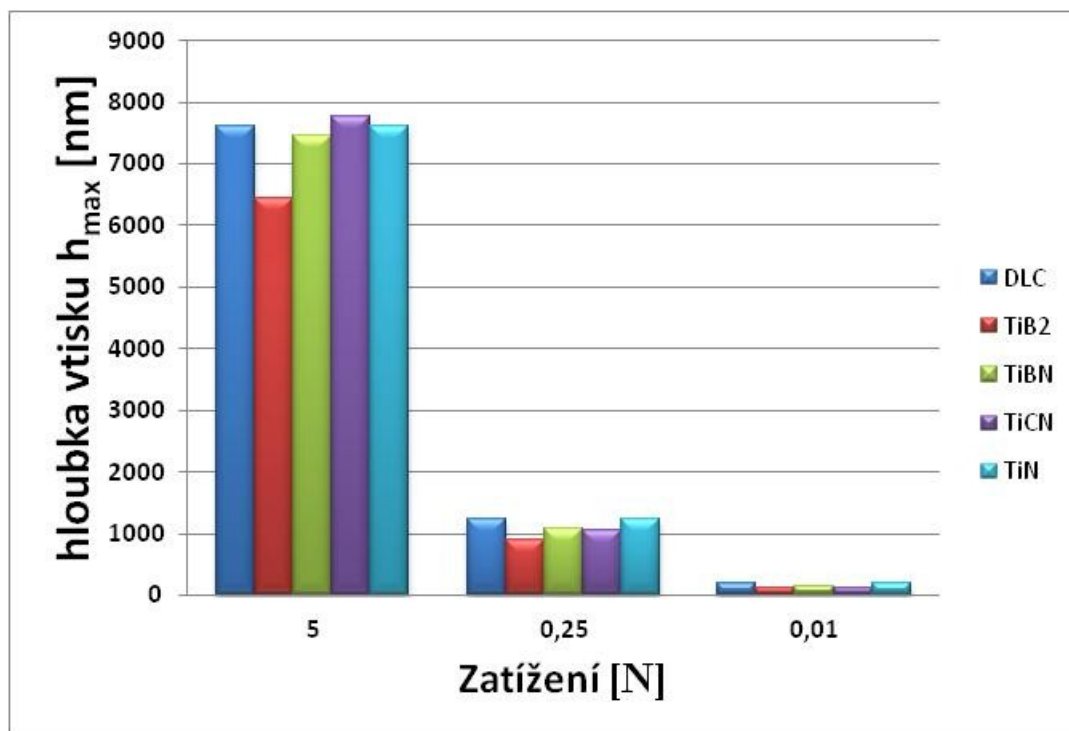
Na obr. 42. je znázorněn graf, ve kterém jsou vyneseny vikersovy tvrdosti jednotlivých povlaků v závislosti na druhu zkoušky. Jednotlivé povlaky jsou od sebe odlišeny barevně viz. legenda v obrázku.



Obr. 42. vickersova tvrdost v závislosti na druhu zkoušky

Z výsledku bylo zjištěno, že při zkušebním zatížení 5 N lze těžce rozeznat vickersovu tvrdost testovaných povlaků, protože povlaky (kromě povlaku TiB₂) mají velmi podobné hodnoty H_{VIT} . Tak jako u vtiskové tvrdosti je vidět i zde, že s klesajícím zkušebním zatížením vickersova tvrdost povlaků roste. Největší hodnoty H_{VIT} dosáhl povlak TiCN, a to při ultra nano-indentačním testu se zkušebním zatížením 0,01 N.

Na grafu, který je zobrazen na obr. 43., je vynesena hloubka vtisku testovaných povlaků v závislosti na zkušebním zatížení, podle druhu zkoušky. Jednotlivé povlaky jsou od sebe odlišeny barevně viz. legenda vedle grafu.



Obr. 43. hloubka vtisku v závislosti na druhu zkoušky

Z výsledků bylo zjištěno, že při zkušebním zatížení 5 N má největší hloubku vtisku povlak TiCN a naopak nejmenší h_{max} má povlak TiB₂. Při zkušebním zatížení 0,25 N měly největší hloubku vtisku povlaky DLC comp a TiN. Dále bylo zjištěno, že se zmenšujícím se zatížením, klesá také hloubka vtisku do testovaných povlaků.

Pro porovnání vyhodnocených výsledků je zde uvedena tabulka vlastností základního materiálu, tj. nástrojová ocel 1.2343 (19 552), získaná z měření ultra nano-indetační metodou. V tab. 18. jsou uvedeny hodnoty vickersovy tvrdosti a velikost vrstvy testovaných povlaků, které udává výrobce.

Tab. 17. mechanické vlastnosti základního materiálu

Základní materiál	Ocel 1.2343
H_{IT} [MPa]	5 299,72
E_{IT} [GPa]	189,88
H_{VIT} [HV]	490,81
h_{max} [nm]	273,89

Tab. 18. vlastnosti testovaných povlaků udávané výrobcem

Povlak	DLC	TiB ₂	TiBN	TiCN	TiN
H _{VIT} [HV]	2 000-4 000	2 500-3 200	3 000-3 400	3 000-4 000	2 500
Vrstva [μm]	1-3	2-3	2-4	1-20	1-6

Je patrné, že mikro-indentční test je nedostačující pro měření vlastností povlaků. Například u hodnot vickersovy tvrdosti testovaných povlaků je vidět, že se velmi blíží hodnotě vickersovy tvrdosti základního materiálu. Další věcí, která to dokazuje, je maximální hloubka vtisku při zkoušce. Ta se pohybovala u všech testovaných povlaků tímto typem zkoušky nad 7 μm. Velikost vrstvy všech nanesených povlaků, kterou udává výrobce, se pohybuje v rozmezí 1-6 μm. Proto se nejedná jen o měření vlastností povlaků, ale byly změřeny vlastnosti základního materiálu v kombinaci s daným typem povlaku, protože povlak byl zkušebním tělískem probourán a dostalo se až na základní materiál.

Při měření nano-indentční metodou mohly být výsledky ovlivněny elastickou částí deformace zkušebních vzorků. Změřené vlastnosti jsou oproti výsledkům mikro-indentční metody opravdu jen vlastnostmi testovaných povlaků. To je opět vidět z maximální hloubky vtisku při zkoušce, která se pohybovala okolo 1 μm.

U testování vzorků ultra nano-indentční metodou nemohly být výsledky ovlivněny elastickou deformací, protože je zde velmi malé zkušební zatížení. Při porovnání výsledků získaných touto metodou je vidět, že u povlaků DLC comp, TiBN a TiN vyšly hodnoty vickersovy tvrdosti menší než udává výrobce a u povlaků TiB₂, TiCN jsou hodnoty H_{VIT} v rozmezí, které udává výrobce. Tyto odlišnosti mohly být způsobené tím, že výrobce udává hodnoty vickersovy tvrdosti změřené zkušebním zatížením 0,025 N.

Při porovnání povlaku TiCN s vlastnostmi základního materiálu je vidět, že vtisková a vickersova tvrdost povlaku je skoro 8 krát větší než hodnoty základního materiálu. U vtiskového modulu je to pak 2 krát větší hodnota než u základního materiálu. Vzorek s DLC comp povlakem v porovnání se základním materiálem má hodnoty H_{IT} a H_{VIT} asi 3 krát větší než základní materiál. Vtiskový modul má však tento povlak oproti základnímu materiálu nepatrně nižší. TiCN povlak má tedy ze všech testovaných povlaků nejvyšší hodnoty těchto tří veličin a povlak DLC comp je vlastnostmi nejbližší základnímu materiálu.

ZÁVĚR

Tato bakalářská práce se věnuje měření mechanických vlastností povlaků, které byly nanесeny technologií PA-CVD. Jako zkušební vzorky byly použity destičky z nástrojové oceli 1.2343, na které bylo nanесeno celkem 5 různých povlaků, a to DLC comp, TiB₂, TiBN, TiCN a TiN. Vlastnosti povrchové vrstvy pěti vzorků byly měřeny na zařízení určené k měření instrumentované zkoušky tvrdosti DSI od firmy Anton-Paar. Vzorky byly testovány mikro-indetační metodou (5 N), nano-indetační metodou (0,25 N) a ultra nano-indetační metodou (0,01 N). Každé měření probíhalo 10 krát a výsledky těchto měření byly následně statisticky vyhodnoceny a graficky znázorněny.

Bylo zjištěno, že nejlepší mechanické vlastnosti má povlak TiCN a naopak nejhůře si vedl povlak DLC comp, avšak pořád má několikrát větší tvrdost než základní materiál. Významnou roli na ovlivnění výsledků mělo zkušební zatížení, kdy v případě mikro-indetační metody nešlo pouze o zkoušku povrchové vrstvy, ale spíše o zkoušku základního materiálu v kombinaci s povlakem. Tato skutečnost byla dokázána maximální hloubkou vtisku při zkoušce, která přesahovala velikost nanесené vrstvy daného povlaku.

V poslední části této práce je porovnání vlastností povlaků v závislosti na druhu zatížení, porovnání s vlastnostmi základního materiálu a také porovnání s vlastnostmi, které udává výrobce povlaků.

Výsledky potvrzují to, proč se v dnešním světě nejen tyto druhy povlaků ve strojírenském průmyslu tolik využívají.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] PTÁČEK, Luděk, 2002. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM. ISBN 80-720-4248-3.
- [2] *Www.strojnylyceum.wz.cz* [online], [cit. 2017-10-30]. Dostupné z: <http://www.strojnylyceum.wz.cz/maturita/tep/tep3.pdf>
- [3] BENEŠ, Antonín, 1958. *Technické kovy: jejich výroba, vlastnosti a zkoušení : Vysokošk. učebnice*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 265 s. Řada hutnické literatury. ISBN (Váz.):.
- [4] MACHEK, Václav a Jaromír SODOMKA, 2008. *[Nauka o materiálu*. V Praze: České vysoké učení technické. ISBN 978-80-01-04212-0.
- [5] *Oddělení povrchového inženýrství* [online], [cit. 2017-11-22]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/evropske_normy.pdf
- [6] HLUCHÝ, Miroslav, Rudolf PAŇÁK a Oldřich MODRÁČEK, 2002. *Strojírenská technologie I*. 3. přeprac. vyd. Praha: Scientia. ISBN 80-7183-265-0.
- [7] *Specialisté na nástrojovou ocel*, <Http://toolsteel.cz/> [online]. [cit. 2017-12-04]. Dostupné z: <http://toolsteel.cz/1-2343-x37crmo5-1-x38crmov5-1-19552/>
- [8] *Ocel v pohybu*, <Http://www.bolzano.cz/> [online]. [cit. 2017-12-04]. Dostupné z: http://www.bolzano.cz/assets/files/TP/Nastrojove_oceli/MOP_X37CrMoV5-1.pdf
- [9] *Technologie strojního obrábění kovů a broušení nástrojů*, <Http://www.tumlikovo.cz/> [online]. [cit. 2017-12-04]. Dostupné z: <http://www.tumlikovo.cz/druhy-rychloreznych-oceli-hss/>
- [10] *Cutting with coated tools*[online]. Řecko, 2012 [cit. 2018-01-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0007850612002053>
- [11] VASILKO, Karol, 2006. Top trendy v obrábění: [průručka]. Žilina: Media/St. Stroje, materiály, technológie. ISBN isbn80-968954-2-7.
- [12] KŘIŽ, A. Tenké vrstvy [online]. Západočeská univerzita v Plzni, ATeam - materiálový výzkum. [2005] [cit. 2018-01-08]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf
- [13] HUMAR, A. Materiály pro řezné nástroje [online]. Studijní opory. VUT-FSIv Brně, UST, Odbor technologie obrábění. 2006 [cit. 2018-01-08]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf
- [14] Ionbond, *Www.ionbond.cz* [online]. [cit. 2018-01-30]. Dostupné z: <http://www.ionbond.cz/cz/technologie/pvd/>
- [15] *Pvd* [online], In: . [cit. 2018-01-30]. Dostupné z: <http://www.harshitsinghal.com/wp-content/uploads/2014/04/Pvd.jpg>

- [16] *Vysoké učení technické v Brně* [online], In: . [cit. 2018-01-30]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=29100
- [17] NĚNIČKA, Jakub. *Odstraňování původních povlaků řezných nástrojů před novým povlakováním*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2007. s. 78, příloh 6. Doc. Ing. Anton Humár, CSc.
- [18] Metoda PACVD (*Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) [online]. [cit. 2018-01-24]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/povlakovani-nastroju-metodou-pacvd.html>
- [19] BUMBÁLEK, Leoš, 2009. *Kontrola a měření: pro SPŠ strojní*. Praha: Informativum. ISBN 978-80-7333-072-9.
- [20] *Oddělení povrchového inženýrství* [online]. [cit. 2018-01-30]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf
- [21] BLÁHOVÁ, O., SAVKOVÁ, J. *Nanoindentačné merania tenkých vrstiev- princípy, metódy, vplyvy* [online]. 2006 [cit. 2018-01-30]. Dostupné z WWW: http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova_nanoindentace_25_10_2006.pdf
- [22] ČSN EN ISO 14577. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů*. Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [23] *Advanced metal technologies*, www.vuhz.cz [online]. [cit. 2018-03-19]. Dostupné z: <http://www.vuhz.cz/povlaky-pvd-pacvd-a-cvd/druhy-povlaku>
- [24] *Portál pro plasty a gumu*, In: www.plasticportal.cz [online]. [cit. 2018-03-29]. Dostupné z: <http://www.plasticportal.cz/cs/hasco-vyhazovace-s-dlc-povlakem/c/2115/>
- [25] *Časopis o tření, opotřebení a mazání*, In: www.tribotechnika.sk/ [online]. [cit. 2018-03-29]. Dostupné z: <http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-22012/povlaky-reseni-pro-snizovani-nakladu-a-zvysovani-produktivity.html>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

A [%]	Tažnost.
C	Uhlík.
C_{IT} [%]	Vtiskové tečení.
Cr	Chróm.
Cu	Měď
CVD	Chemical Vapour Deposition.
ČSN	Česká státní norma.
DLC	Diamantu podobné vrstvy.
DSI	Instrumentovaná zkouška tvrdosti.
E_{IT} [GPa]	Vtiskový modul.
EN	Evropská norma.
F [N]	Zkušební zatížení.
Fe	Železo.
Fe_3C	Karbid železa.
HB	Tvrlost podle Brinella
H_{IT} [MPa]	Vtisková tvrdost.
HRC	Tvrlost podle Rockwella.
HV	Tvrlost podle Vickerse.
H_{VIT} [HV]	Vickersova tvrdost
ISO	Mezinárodní norma.
KV [J]	Vrubová houževnatost
Mn	Mangan.
Mo	Molybden.
MTCVD	Middle Temperature Chemical Vapour Deposition.

Ni	Nikl.
P	Fosfor.
PA-CVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition.
PVD	Physical Vapour Deposition.
R_e [MPa]	Mez kluzu.
R_m [MPa]	Pevnost v tahu.
S	Síra.
Si	Křemík.
Ta	Tantal.
Ti	Titan.
TiB ₂	Diborid Titanu.
TiBN	Borid-Nitrid Titanu.
TiCN	Karbid-Nitrid Titanu.
TiN	Nitrid Titanu.
W_{elast} [pJ]	Elastická část deformační práce.
W_{plast} [pJ]	Plastická část deformační práce.
W_{total} [pJ]	Celková deformační práce.
η_{IT} [%]	Koeficient zpětné deformace.

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. křivka ohřevu a chladnutí čistého železa [3]</i>	14
<i>Obr. 2. rovnovážný diagram železo-uhlík [1]</i>	15
<i>Obr. 3. způsob značení ocelí [5]</i>	16
<i>Obr. 4. způsob tvorby povlaků a) PVD b) CVD [10, 11, 12]</i>	22
<i>Obr. 5. porovnání povlakovacích technologií a druhy povlaků [13]</i>	23
<i>Obr. 6. ukázka použití PVD povlaku [15]</i>	24
<i>Obr. 7. schéma CVD procesu [16]</i>	25
<i>Obr. 8. schéma metody PACVD</i>	27
<i>Obr. 9. ukázka povlaku TiB₂ [23]</i>	28
<i>Obr. 10. ukázka DLC povlaku [24]</i>	28
<i>Obr. 11. ukázka TiCN povlaku [23]</i>	29
<i>Obr. 12. ukázka TiBN povlaku [25]</i>	29
<i>Obr. 13. zkouška tvrdosti podle Brinella [19]</i>	31
<i>Obr. 14. zkouška tvrdosti podle Vickerse [19]</i>	32
<i>Obr. 15. zkouška tvrdosti HRC a HRB [19]</i>	34
<i>Obr. 16. Hanemannův mikrotvrdoměr [20]</i>	36
<i>Obr. 17. zkušební postup zkoušky DSI [22]</i>	37
<i>Obr. 18. znázornění dílčích prací při vnikacím procesu [22]</i>	39
<i>Obr. 19. indetační tester od firmy Anton-Paar</i>	42
<i>Obr. 20. povlak TiN</i>	44
<i>Obr. 21. povlak TiBN</i>	44
<i>Obr. 22. povlak TiB₂</i>	45
<i>Obr. 23. povlak TiCN</i>	45
<i>Obr. 24. povlak DLC comp</i>	45
<i>Obr. 25. vtisková tvrdost testovaných povlaků mikro-indetační zkouškou</i>	47
<i>Obr. 26. vtisková tvrdost testovaných povlaků nano-indetací</i>	48
<i>Obr. 27. vtisková tvrdost testovaných povlaků ultra nano-indetací</i>	49
<i>Obr. 28. vtiskový modul testovaných povlaků mikro-indetační zkouškou</i>	50
<i>Obr. 29. vtiskový modul testovaných povlaků nano-indetací</i>	51
<i>Obr. 30. vtiskový modul testovaných povlaků ultra nano-indetací</i>	52
<i>Obr. 31. vickersova tvrdost testovaných povlaků mikro-indetací</i>	53
<i>Obr. 32. vickersova tvrdost testovaných povlaků pro nano-indetaci</i>	54

<i>Obr. 33. vickersova tvrdost testovaných povlaků pro ultra nano-indetaci.....</i>	<i>55</i>
<i>Obr. 34. hloubka vtisku do testovaných povlaků mikro-indetací.....</i>	<i>56</i>
<i>Obr. 35. hloubka vtisku do testovaných povlaků nano-indetací.....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 36. hloubka vtisku do testovaných povlaků ultra nano-indetací.....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 37. deformační práce testovaných povlaků mikro-indetací.....</i>	<i>59</i>
<i>Obr. 38. deformační práce testovaných povlaků nano-indetací.....</i>	<i>60</i>
<i>Obr. 39. deformační práce testovaných povlaků ultra nano-indetací.....</i>	<i>61</i>
<i>Obr. 40. vtisková tvrdost povlaků v závislosti na druhu zkoušky.....</i>	<i>63</i>
<i>Obr. 41. vtiskový modul v závislosti na druhu zkoušky.....</i>	<i>64</i>
<i>Obr. 42. vickersova tvrdost v závislosti na druhu zkoušky.....</i>	<i>65</i>
<i>Obr. 43. hloubka vtisku v závislosti na druhu zkoušky.....</i>	<i>66</i>

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1. chemické složení oceli 1.2343 [8]</i>	21
<i>Tab. 2. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti</i>	46
<i>Tab. 3. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti pro nano-indetační test</i>	47
<i>Tab. 4. průměrné hodnoty vtiskové tvrdosti pro ultra nano-indetační test</i>	48
<i>Tab. 5. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro mikro-indetační test</i>	50
<i>Tab. 6. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro nano-indetaci</i>	51
<i>Tab. 7. průměrné hodnoty vtiskového modulu pro ultra nano-indetaci</i>	51
<i>Tab. 8. průměrné hodnoty viskersovy tvrdosti pro mikro-indetaci</i>	52
<i>Tab. 9. průměrné hodnoty vickersovy tvrdosti pro nano-indetaci</i>	53
<i>Tab. 10. průměrné hodnoty vickersovy tvrdosti pro ultra nano-indetaci</i>	54
<i>Tab. 11. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro mikro-indetaci</i>	55
<i>Tab. 12. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro nano-indetaci</i>	56
<i>Tab. 13. průměrné hodnoty hloubky vtisku pro ultra nano-indetaci</i>	57
<i>Tab. 14. průměrné hodnoty deformační práce pro mikro-indetaci</i>	59
<i>Tab. 15. průměrné hodnoty deformační práce pro nano-indetaci</i>	60
<i>Tab. 16. průměrné hodnoty deformační práce pro ultra nano-indetaci</i>	61
<i>Tab. 17. mechanické vlastnosti základního materiálu</i>	66
<i>Tab. 18. vlastnosti testovaných povlaků udávané výrobcem</i>	67

SEZNAM PŘÍLOH

P I CD Disk