

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Progresivní tenké vrstvy v aplikaci na řezné nástroje

Autor: **Bc. Jakub Železný**
Vedoucí práce: **Doc.Dr.Ing. Antonín Kříž**

Akademický rok 2012/2013

zadání

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské/diplomové práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Poděkování

Tato diplomová práce vznikla za podpory projektů ESF OP VpK. Realizace projektu „Systém vzdělávání pro personální zabezpečení výzkumu a vývoje v oblasti moderního trendu povrchového inženýrství - integrity povrchu - CZ.1.07/2.3.00/20.0037“ umožnila konzultace s předními odborníky z oblasti povrchového inženýrství. Projekt „Posílení spolupráce mezi vysokými školami, výzkumnými ústavy a průmyslovými partnery v Plzeňském kraji -

CZ.1.07/2.4.00/17.0052“ napomohl při propojení výstupů diplomové práce s aplikačním a akademickým prostředím. Diplomová práce byla realizována na základě řešeného studentského projektu SGS – 2012-044 „Aplikace progresivních vrstev na řezné nástroje s důrazem na integritu obrobeneho povrchu a řezné hrany“

Dále bych rád poděkoval Doc.Dr.Ing. Antonín Křížovi a Ing. Petru Benešovi, Ph.D., za vstřícnost a pomoc při řešení této Diplomové práce. Děkuji své rodině za finanční a morální podporu během mého vysokoškolského studia.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ (BAKALÁŘSKÉ) PRÁCE

AUTOR	Příjmení Železný	Jméno Jakub	
STUDIJNÍ OBOR	Katedra materiálu a strojírenské metalurgie		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc.Dr.Ing. Kříž	Jméno Antonín	
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	PROGRESIVNÍ TENKÉ VRSTVY V APLIKACI NA ŘEZNÉ NÁSTROJE		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2013
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	80	TEXTOVÁ ČÁST	46	GRAFICKÁ ČÁST	34
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Současná doba se vyznačuje v oblasti tenkých vrstev tím, že jsou již samozřejmou součástí průmyslových aplikací a to především u řezných nástrojů. Na druhou stranu je tato doba poznamenána jejich nepřehledností a to jak z hlediska výrobců, aplikací, tak i užitných vlastností. Cílem této Diplomové práce je dokumentace druhů vrstev a jejich současného používání pro obrábění austenitických ocelí monolitním vrtákem ze slinutých karbidů.
KLÍČOVÁ SLOVA	PVD, CVD, TripleCoatings³® , nACo, nACo ³ , AlTiN – G

SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

AUTHOR	Surname Železný	Name Jakub
FIELD OF STUDY	Department of Materials and Metallurgy Engineering	
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc.Dr.Ing.Kříž	Name Antonín
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM	
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	PROGRESSIVE THIN LAYER IN THE APPLICATION OF CUTTING TOOLS	

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2013
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	80	TEXT PART	46	GRAPHICAL PART	34
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This article describes the innovative approach during the machining hard- machinable austenitic steel using the new type of layers so-called TripleCoatings®. The article briefly discusses about the characteristics internal structure and the specificity this relatively new type of PVD layer, which represents its unique properties represents one of the options in an increasing the life of cutting tools for difficult to machine materials.
KEY WORDS	PVD, CVD, TripleCoatings ³ ®, nACo, nACo ³ , AlTiN – G

Obsah

1. ÚVOD	5
2. OBROBITELNOST AUSTENITICKÝCH OCELÍ	6
3. TEPLO PŘI OBRÁBĚNÍ AUSTENITICKÝCH OCELÍ	7
3.1. TECHNOLOGIE NANÁŠENÍ TENKÝCH TVRDÝCH VRSTEV	8
3.1.1. FYZIKÁLNÍ METODY PŘÍPRAVY TENKÝCH VRSTEV (PVD)	8
3.1.1.1. Napařování	9
3.1.1.2. Naprašování	9
3.1.1.3. Transport rozprášených částic	10
3.1.1.4. Magnetronové naprašování	10
4. DEPOZICE NA SLINUTÝCH KARBIDECH	11
5. MĚŘENÍ TVRDOSTI VRSTEV	15
5.1. NANOINDENTACE	15
6. ZKOUŠKY ADHEZE	16
6.1. TRIBOLOGIE - PIN ON DISC	18
7. MĚŘENÍ TLOUŠŤKY VRSTEV	18
7.1. PROFILOMETR	19
7.2. KALOTEST	19
8. VYBRANÉ VRSTVY, JEJICH VLASTNOSTI, CHARAKTERISTIKA, POROVNÁNÍ A VÝBĚR	20
8.1. TiN	20
VLASTNOSTI POVLAKU	21
8.2. VRSTVA ALTiN	21
8.2.1. SHRnutí VLASTNOSTÍ ALTiN	23
8.3. POVLAKY CrN	23
8.4. VRSTVA ALTiCN	24
8.5. AlCrSiN	25
8.6. VRSTVA ALTiCrN / TiSiCN	26
8.7. CrAlSiN	29
8.8. NANOKOMPOZITNÍ VRSTVY NC-ALTiN/Si ₃ N ₄ (OZNAČENÉ NACO)	30
8.9. TRIPLECOATINGS®	33
8.10. NACO ³	34
9. ZÁVĚR – HODNOCENÍ	36

10. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	38
11. EXPERIMENT - MERCEDES TEST	39
11.1. EXPERIMENT – VRSTVA NaCO – MERCEDES TEST	39
11.2. EXPERIMENT – VRSTVA NaCO^3 – MERCEDES TEST	40
11.3. EXPERIMENT – VRSTVA AlTiN-G – MERCEDES TEST	41
11.4. ZÁVĚR EXPERIMENTU MERCEDES TEST	42
12. EXPERIMENT – SCRATCH TEST	43
12.1. EXPERIMENT – SCRATCH TEST VRSTVA NaCO	44
12.2. EXPERIMENT – SCRATCH TEST VRSTVA NaCO^3	45
12.3. EXPERIMENT – SCRATCH TEST VRSTVA AlTiN-G	46
12.4. ZÁVĚR EXPERIMENTU – SCRATCH TEST	48
13. EXPERIMENT BALL-ON-DISC – TRIBOLOGIE, PROFILOMETR	49
13.1. EXPERIMENT BALL-ON-DISC – VRSTVA NaCO	51
13.2. EXPERIMENT BALL-ON-DISC – VRSTVA NaCO^3	53
13.3. EXPERIMENT BALL-ON-DISC – VRSTVA AlTiN-G	55
13.3.1. VYHODNOCENÍ TRIBOLOGICKÉ STOPY A OPOTŘEBENÍ PIN TĚLÍSKA	56
13.4. ZÁVĚR EXPERIMENTU BALL-ON-DISC, VYHODNOCENÍ TRIBOLOGIE	59
14. EXPERIMENT MĚŘENÍ NANOTVRDOSTI	63
14.1. TVRDOST VRSTVY NaCO	64
14.2. TVRDOST VRSTVY NaCO^3	65
14.3. TVRDOST VRSTVY AlTiN-G	66
14.4. ZÁVĚR EXPERIMENTU NANOTVRDOST	67
15. EXPERIMENT – MĚŘENÍ TLOUŠŤKY VRSTEV KALOTEST	69
15.1. ZÁVĚR EXPERIMENTU MĚŘENÍ TLOUŠŤKY VRSTEV	70
16. EXPERIMENT – MĚŘENÍ TLOUŠŤKY POMOCÍ ŘEM	71
16.1. POROVNÁNÍ JEDNOTLIVÝCH MĚŘENÍ TLOUŠŤEK VRSTEV	73
17. SHRUTÍ VÝSLEDKŮ EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI	74
18. ZÁVĚR	76
19. LITERATURA	77
PŘÍLOHOVÁ ČÁST	80

Přehled použitých zkratk a symbolů

Zkratka/Symbol	Jednotka []	Popis
PVD		Physical vapour deposition - vrstava nadeponována fyzikálním principem
PACVD		Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition - vrstva nadeponovaná chemickým principem, při nižší teplotě
CVD		Chemical vapour deposition – vrstva nadeponovaná chemickým způsobem
TripelCoatings ®		Technologie depozice tenkých vrstev
ŘEM		Řádkovací elektronový mikroskop
TEM		Transmisní elektronový mikroskop
TiN		Vrstva
AlTiN		Vrstva
CrN		Vrstva
AlTiCN		Vrstva
AlCrSiN		Vrstva
AlTiCrN/TiSiCN		Vrstva
nACo		Vrstva
nACo ³		Vrstva
nACro ³		Vrstva
LARC		Lateral Rotating ARC-Cathodes - boční rotující oblouková katoda
BALL-on-DISC		Tribologická analýza
GDOES		Glow Discharge Optical Emission Spectrometry
ŘEM		Řádkovací elektronová mikroskopie

I. Teoretická část

1. Úvod

Systém tenká vrstva-substrát prodělal za dobu, kdy se začal průmyslově aplikovat na nástroje významný vývoj. Od původních jednoduchých vrstev na bázi TiC a TiN jsou v dnešní době téměř dvě stovky různých systémů, které jsou určeny na celou řadu nejen průmyslových aplikací, ale i v oblasti medicíny, energetiky a designu. To s sebou přináší i úskalí. V současnosti je hlavním problémem nepřehlednost tenkých vrstev a to jak z hlediska výrobců, aplikací, tak i užitných vlastností. Cílem této Diplomové práce je dokumentace druhů vrstev a jejich současného používání pro obrábění austenitických ocelí monolitním vrtákem ze slinutých karbidů.

Diplomová práce by měla určit na základě experimentů nejvhodnější vrstvu pro obrábění austenitických korozivzdorných ocelí. Dále bude tato Diplomová práce porovnávat vrstvy deponované moderní technologií **TripleCoatings³**[®] a běžně deponované vrstvy. Od nejnovějších vrstev deponovaných technologií **TripleCoatings³**[®], se očekává, že svými vlastnostmi budou dalece přesahovat vlastnosti konvenčních vrstev. Cílem této práce je na základě provedených analýz a experimentů nezávisle posoudit, zda tyto nové vrstvy mohou nahradit současné.

Teoretická část pojedná o vrstvách, které byly dříve nebo v současnosti použity pro depozici nástrojů určených k obrábění austenitických korozivzdorných ocelí. Na základě informací z teoretické části Diplomové práce o těchto vrstvách, budou vtipovány tři vrstvy pro experimentální část. Vrstvy budou podrobeny řadě analýz a experimentů. Ty budou voleny tak, aby na základě jejich vyhodnocení bylo možné určit vrstvu vhodnou pro praktické aplikace. Jednotlivé výsledky dílčích experimentů budou bodovány dle jasných kritérií a následně vyhodnoceny. Na základě tohoto hodnocení bude vybrána vrstva, která dosahovala nejlepších výsledků. Vrstva, která dosáhne nejlepších výsledků, bude považována jako vhodná pro praktické aplikace, konkrétně tedy pro depozici nástrojů určených k obrábění austenitické korozivzdorné oceli.

2. Obrobitelnost austenitických ocelí

Austenitická ocel je v dnešní době velmi žádaným materiálem. Tento zájem pramení z výborných mechanických vlastností této oceli. Její čtenější aplikace jsou ovlivněny její špatnou obrobitelností.

Obrobitelnost těchto ocelí je nepříznivě ovlivňována relativně vysokou pevností R_m 500 až 720 MPa a velkým sklonem ke zpevňování za studena až do hodnoty 1600 MPa. Tyto oceli mají také nízkou tepelnou vodivost a vysokou houževnatost. Těmito činiteli lze vysvětlit sklon materiálu tvořit nárůstky na nástroji při běžném obrábění, přičemž třísky odřezaného materiálu působí silou na špičku nástroje. Tyto tlaky 10^3 až 10^4 MPa v kombinaci s vysokou teplotou 300 až 1200°C na styčné ploše materiálu a nástroje vyvolávají podmínky podobné svařování tlakem. Nízká tepelná vodivost korozivzdorných ocelí vede k trvalému nárůstu teploty. Dochází ke značnému ohřevu, vznikající teplo nemůže snadno přejít do obrobku a hromadí se v blízkosti obráběcího nástroje a tím snižuje jeho životnost. Uvedené hodnoty tepelné vodivosti jsou v porovnání s ocelí C45. Tepelná vodivost oceli C45 je 47 W/m.K a u austenitické oceli AISI 304 je to pouze 15 W/m.K. [2]

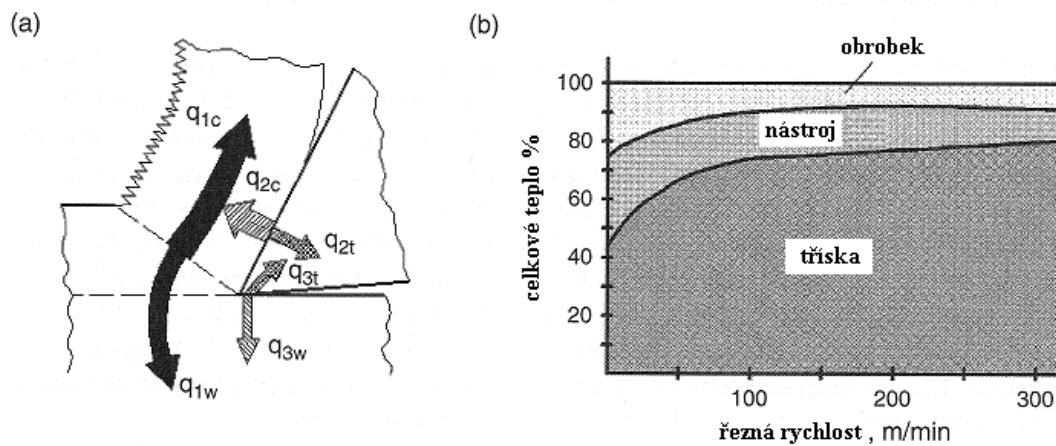
Nástroje pro obrábění austenitické oceli musí být ze slinutých karbidů nebo alespoň z výkonné rychlořezné oceli [1]. Rovněž na straně obráběné oceli lze změnou obsahu některých prvků zlepšit její obrobitelnost. Nejdůležitější prvkem, který přispívá ke zlepšení obrobitelnosti korozivzdorných ocelí, je síra. Přísada síry (0,16 až 0,18 hm. % S) významně usnadňuje obrábění snížením rezného odporu, zlepšením lámavosti třísky, avšak na druhé straně zhoršuje integritu povrchu při soustružení za sucha, kdy se zhorší drsnost. Je známo, že korozní odolnost austenitické oceli zlepšuje přísada mědi [3]. Přídavky až 4 % Cu se aplikují do austenitických nerez ocelí, čímž se dosahuje zlepšení austenitické stability, odolnosti proti korozi i obrobitelnosti. Naskýtá se možnost kompenzace vlivu síry přísadou mědi. Měď je vysoce rozpustná v austenitické fázi. Váže se přísadou niklu, který s ní tvoří tuhý roztok s vyšší teplotou tavení. Co se týče tvárnosti, bylo již v mnoha pracích dokumentováno, že u austenitických korozivzdorných ocelí obsahy Cu do 4 % neovlivňují podstatně tvárnost. Při obsazích nad 4 % se však již tyto oceli, zejména v litém stavu, stávají velmi obtížně zpracovatelné tvářením [4,5].

3. Teplo při obrábění austenitických ocelí

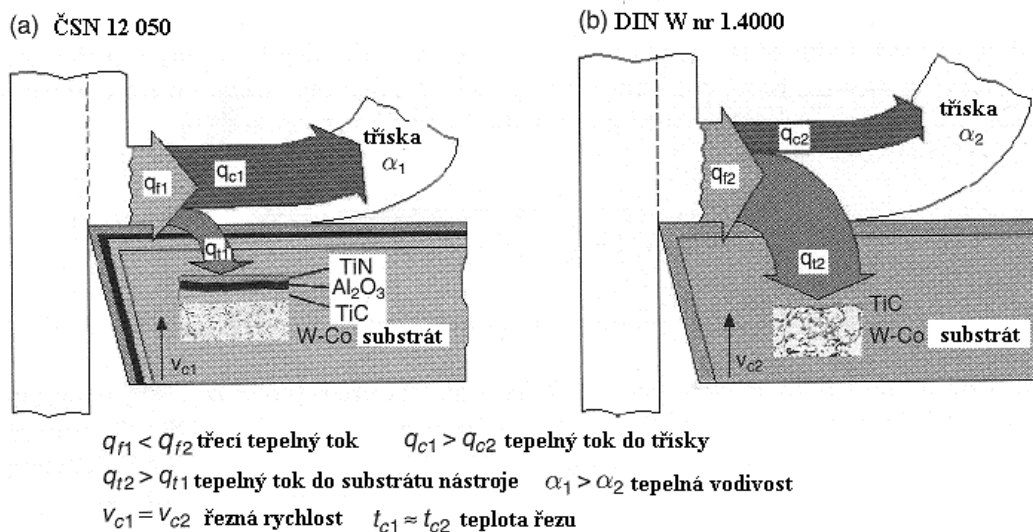
Tato kapitola je zahrnuta do Diplomové práce z hlediska pochopení, proč dochází k tak značnému tepelnému namáhání nástroje. Teplo vzniklé při obrábění austenitických ocelí neodchází třískou kvůli špatné tepelné vodivosti těchto ocelí. Velké množství tepla vzniklé při procesu obrábění tedy vstupuje do nástroje. Tím dochází k velkému tepelnému namáhání nástroje a k jeho následné degradaci. Teploty a tlaky, které vznikají při procesu obrábění těchto ocelí, jsou popsány v kapitole o **Obrobiteľnost austenitických ocelí**.

DIN	1.1191	1.4541
Tepelná vodivost [W/m.K]	47	15

Tepelná vodivost austenitické oceli je jen přibližně 30 % oproti uhlíkové oceli tepelná vodivost je tedy velmi malá. Obrázek 3. 1 a) místa vzniku a tepelné toky při řezném procesu. Teplo vzniká v místě primární, sekundární a terciální plastické deformace. Obrázek 2 b) ukazuje procentuální velikost tepla, kterou musí pojmout soustava stroj – nástroj – obrobek.



Obrázek 3.-1 a) Distribuce tepla při řezání, b) vyjádřeno v procentech [6]



Obrázek 3.-2 Tepelná distribuce pro a) uhlíkovou ocel, b) austenitickou ocel [7]

Obrázek 3. - 2 ukazuje tepelné toky při obrábění uhlíkové a austenitické oceli. Protože má austenitická ocel menší tepelnou vodivost, odchází více tepla do nástroje, což má negativní vliv na trvanlivost břitu.

Podstatným rozdílem při obrábění — v porovnání s nelegovanou ocelí — je skutečnost, že austenitická ocel vykazuje menší tepelnou vodivost než ocel uhlíková. Při obrábění uhlíkové oceli je největší část vzniklého tepla odváděna třískami. Austenitická ocel se svojí malou tepelnou vodivostí a malou schopností pohlcovat teplo má za následek vyšší teplotu na břitu. Proto je u těchto ocelí nezbytné přiměřené chlazení a vhodná tenká vrstva, která zvýší životnost břitu a tím zvýší produktivitu nástroje.

3.1. Technologie nanášení tenkých tvrdých vrstev

Na začátku dvacátého století ještě převládal proces napařování. Hlavní nevýhodou napařování je nízká energie odpařovaných částic a s tím související poréznost vrstev a nízká adheze. Další technologií, která z velké části nahradila napařování je naprašování, které nyní s kombinací s magnetickým polem (tzv. magnetronové naprašování) pokrývá vysoké procento způsobu přípravy tenkých vrstev. Díky vyšší energii odprášených částic vznikají vrstvy s lepší adhezí a homogenitou než u napařování.

Dalším podnětem k vývoji oboru tenkých vrstev byla mikroelektronika, která vyžaduje stále dokonalejší (homogenní, ultra tenké,...) vrstvy. V tomto oboru se nejvíce používají metody PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) k přípravě dielektrických a pasivačních vrstev, epitaxe k růstu monokrystalických vrstev křemíku, CVD (Chemical Vapor Deposition) a jeho modifikace LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) na výrobu nitridových, pasivačních vrstev a další. Velký vývoj a použití si vybuodovalo také leptání pomocí plazmatu jak vertikálních, tak horizontálních struktur (tzv. via a trench) v integrovaných obvodech. Metody příprav můžeme rozdělit do dvou základních skupin: fyzikální a chemické metody. [8]

3.1.1. Fyzikální metody přípravy tenkých vrstev (PVD)

Tyto metody jsou založeny na fyzikálních principech, jako je napařování, či naprašování materiálů z katody na substráty. Pro přípravu tenkých vrstev pomocí PVD není využíváno žádných nebezpečných vysoce reaktivních chemikálií = metody ekologicky přijatelné. Tyto metody nepotřebují vysokou teplotu (150 °C – 500 °C) a lze použít i materiály substrátu s nízkou tolerancí vůči teplotnímu zatížení. Také nízká teplota snižuje pnutí ve vrstvě, které vzniká jak rozdílnými teplotními součiniteli systému vrstva – substrát, tak i samotným procesem. Další výhodou je relativně velmi dobrá schopnost ovládat proces, a proto lze vytvořit velkou řadu vrstev různých vlastností o přesných tloušťkách.

Vrstvy připravené fyzikálními metodami se často vyznačují dobrou adhezí a odolností proti opotřebení.

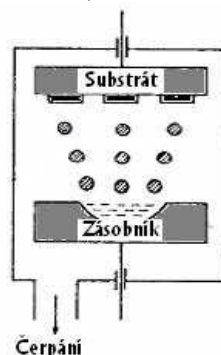
Pomocí fyzikálních metod se deponují vrstvy na různé nástroje z oceli, hliníku, či dokonce plasty (díky nízké pracovní teplotě). Podstatou fyzikální depozice je vypařování materiálu ve vakuu nebo rozprašování materiálů z terčů ve výbojích buzených za nízkých tlaků. Procesy probíhají ve třech fázích:

- 1) Převodění materiálů do plynného skupenství.
- 2) Transport par ze zdroje k substrátu.
- 3) Vytváření (růst, kondenzace) vrstvy na substrátu.

Nejčastěji se lze setkat s PVD metodami jako je napařování, či napařování (převážně s kombinací s magnetickým polem = tzv. magnetronové napařování). [8]

3.1.1.1. Napařování

Tato metoda je založena na principu odpařování materiálu ve vakuu a na kondenzaci jeho par na substrátu. Pro odpařování kovů jako Al, Cu, Ag se používá ohřevu průchodem elektrického proudu wolframovým drátem nebo molybdenovou lodičkou. Limitující je v tomto případě teplota tavení wolframu či molybdenu a jejich rozpustnost v napařovaných kovech. Řízení takového procesu napařování je možné pomocí krystalového oscilátoru měnícího rezonanční kmitočet podle hmotnosti napařené vrstvy. Odpařováním pomocí elektronového svazku, obloukového výboje, či laserem můžeme napařovat i těžko tavitelné materiály. Vzhledem k roztavení materiálu se zásobník nachází ve spodní části zařízení (viz. obrázek 3.1.1.1 - 1). [8]



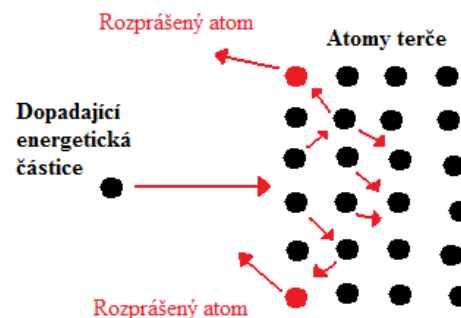
Obrázek 3.1.1.1 - 1 Schématické znázornění napařovací aparatury [8]

3.1.1.2. Napařování

Napařování je založeno na rozprašování materiálu terče (katody) energetickými ionty a následnou kondenzací rozprašeného materiálu na substrátu. Ionty pracovního plynu (obvykle argonu) jsou urychlovány elektrickým polem a dopadají na terč, kde vyrazí částici (či částice) a následně se usazují na substrát. Vyražené částice mají vyšší energii než při napařování, a proto mohou tvořit homogennější vrstvy s lepší adhezí, než je tomu u napařování. Rozprašování terče probíhá v plazmatu v inertním plynu argonu nebo pro zvýšení účinnosti směsi argonu a xenonu.

Modifikací tohoto procesu přidáním reaktivního plynu (dusík, kyslík,...) je získána možnost napařovat materiály, jako jsou nitridy oxidy a další. V tomto případě se jedná o reaktivní napařování. Složením této směsi plynů je pak možné modifikovat vlastnosti deponovaných vrstev.

Další modifikací napařování s využitím magnetického pole vznikla metoda zvaná magnetronové napařování. [8]



Obrázek 3.1.1.2 - 1: Schéma vzniku kolizní kaskády. [8]

Může být definována tzv. *výtěžnost rozprašování*. Jde o podíl mezi počtem dopadajících částic na terč a počtem rozprašených částic z terče. Hodnota výtěžnosti bývá ovlivněna následujícími faktory (detailněji se touto problematikou zabývá [9]):

- 1) Energií dopadajících částic
- 2) Materiálem terče
- 3) Úhlem dopadu dopadajících částic
- 4) Krystalografickou strukturou povrchu terče

3.1.1.3. Transport rozprašených částic

Při bombardování terče ionty majícími energii několik set elektron voltů se rozprašují z terče jednotlivé neutrální atomy. Pokud však rozprašujeme pomocí iontů s vyššími energiemi (energie vyšší než 10 keV), začínají mezi rozprašenými částicemi dominovat shluky (clustery) atomů terče [9].

Tyto rozprašené částice potom musí urazit jistou dráhu (obvykle řádově centimetry) než dopadnou na substrát. Pracovní tlak pro většinu aplikací naprašování se pohybuje v rozmezí 10⁻³ až 101 Pa, což znamená, že se střední volná dráha atomů plynu pohybuje mezi 5 mm až 500 cm [10]. To trochu komplikuje transport rozprašených částic k substrátu. Při nízkých tlacích (menších než 0,1 Pa) částice na své cestě prodělá zanedbatelný počet srážek, takže tyto srážky ve výsledku neovlivňují kinetickou energii dopadajících částic. Tento jev je nazýván jako *balistický* nebo-li *bezsrážkový transport*. Průměrná kinetická energie může být i desetkrát vyšší než kinetická energie tepelného pohybu částic. Částice se často zabudují do horní vrstvy substrátu. Získáváme takto husté vrstvy složené z malých zrn s relativně dobrou adhezí.

S rostoucím tlakem v komoře roste i pravděpodobnost srážky putující částice s částicemi okolního plynu. Tento jev začíná být významný od tlaku řádově desetin pascalů. Rozprašené částice srážkami předávají kinetickou energii okolnímu plynu. Tím jej zahřívají a sami se ochlazují. Na konci procesu je teplota okolního plynu i rozprašených částic stejná. Tomuto transportu říkáme *difúzní* nebo-li *tepelný transport*. Při poklesu rychlosti částic zároveň roste jejich efektivní průřez, čímž i roste pravděpodobnost dalších srážek. Po 5 až 10 srážkách předávají rozprašené částice většinu své kinetické energie okolnímu plynu. Tento jev se nazývá *termalizace*. Zahřátý plyn se ale vyznačuje sníženou lokální hustotou (až o 15% [10]). Zahřáté částice okolního plynu opouštějí oblast poblíž terče rychleji, než kdyby byly nezahřáté. Tomuto jevu říkáme *gas rarefaction*. Protože částice dopadající na substrát nemají prakticky žádnou kinetickou energii, jsou vzniklé vrstvy podobné jako při naparovacích procesech. Vyznačují se většími zry a velkým napětím v tlaku.

3.1.1.4. Magnetronové naprašování

Metoda magnetronového naprašování je založena na rozprašování pevného terče, který je katodou, ionty pracovního plynu. Zdrojem iontů je doutnavý výboj mezi katodou (terčem) a anodou (komorou) lokalizovaným pomocí silného magnetického pole v blízkosti terče. K nejvíce ionizacím dochází v místech, kde se kolmo protíná elektrické pole s magnetickým polem magnetronu.

Magnetické pole je vytvářeno silnými permanentními magnety nebo elektromagnetem, umístěným za terčem. Záporně nabitě částice se v tomto poli zachycují a následně se pohybují po kruhových drahách, což prodlužuje jejich dráhu a zvyšuje pravděpodobnost srážky s atomy argonu. Vzniká tak hustší plazma.

Kladné ionty pracovního plynu jsou urychlovány elektrickým polem s terčí. Částice vzniklé rozprášením se pohybují k protilehlému substrátu.

Magnetronovým napařováním můžeme připravovat vrstvy nejrůznějšího složení. Můžeme rozprašovat terče z elementárních prvků, sloučenin, slitin, nebo sintrovaných materiálů. Přivedením reaktivních plynů jako je dusík nebo kyslík, je možno vytvářet nitridové nebo oxidové vrstvy. Průtokem reaktivních plynů a přivedeným výkonem na magnetron můžeme řídit stechiometrii deponovaných vrstev. Zdrojem pro doutnavý výboj může být stejnosměrný vysokonapěťový zdroj, nebo vysokofrekvenční generátor pracující obvykle na průmyslové frekvenci 13,56 MHz. Výhodou použití RF generátoru je možnost napařovat materiály z nevodivých terčů. Regulací iontového bombardu rostoucích vrstev lze řídit některé vlastnosti a strukturu povlaků. [8]

4. Depozice na slinutých karbidech

Jedním z vývojových stupňů v průmyslu slinutých karbidů během 20. století lze zařadit zavedení výroby vyměnitelných břitových destiček s tenkými povrchovými vrstvami TiC (1969). Technika výroby těžkotavitelných karbidů současným vyloučením obou komponentů z plynné fáze je známá již od roku 1890, kdy byly v USA dělány pokusy ve výrobě zářivek, jejichž účelem byla ochrana žhavicího vlákna těžkotavitelnou sloučeninou (smyslem deponování bylo zvýšení svítivosti). Ačkoli byl výzkum v oblasti deponování ve dvacátých a třicátých letech minulého století velmi intenzivní, nepodařilo se připravit deponované vrstvy s technickou využitelností. První deponované břitové destičky ze slinutého karbidu pro obrábění se na trhu objevily koncem 60. let 20. století (materiál GC125 firmy Sandvik Coromant, deponované vrstvy TiC, tloušťka vrstvy 4÷5 μm). Brzy nato byly vyvinuty vrstvy typu TiN a TiCN, vrstvy Al₂O₃ přišly na trh v polovině 70. let. Vrstvy byly vytvářeny metodou CVD (Chemical Vapour Deposition - chemické napařování - patentovanou Hintermannem, Rupertem a Swedlerem, pracovníky laboratoře LSRH ve Švýcarsku) jako jedno i vícevrstvé, vrstva Al₂O₃ vyžadoval vytvoření mezivrstev (např. TiC), aby byla zlepšena adhezní pevnost mezi deponovanou vrstvou a podkladem. Vrstvy PVD (Physical Vapour Deposition - fyzikální napařování) se objevily na začátku 80. let. Nejužívanější deponovanou vrstvou PVD byl jednovrstvý TiN.

Původně postačovalo několik typů vrstev jako konkurence jiným nástrojovým materiálům, v současnosti je z hlediska uspokojování rostoucích požadavků každoročně vyvíjeno a zdokonalováno mnoho nových druhů deponovaných slinutých karbidů pro různé řezné aplikace. Jednotlivé materiály se navzájem liší druhem vrstvy, kombinací vytvořeného systému, tloušťkou, metodou deponování, substrátem, atd. Pro konkrétní aplikaci řezného nástroje s deponovanou břitovou destičkou (obráběný materiál, řezné podmínky) je velmi důležitá správná kombinace všech uvedených faktorů, protože zejména na této skutečnosti závisí efektivnost jeho užití. [11] [12]

Obvykle se uvádějí tyto vývojové stupně deponovaných slinitých karbidů:

• **1. generace:**

Jednovrstvý systém (téměř výhradně TiC) s tloušťkou asi 6 μm a špatnou soudržností podkladu a povlaku (tato nepříznivá vlastnost byla způsobena nedokonalou technologií výroby, kdy mezi podkladem a povlakem docházelo k tvorbě křehkého etakarbidu). Při obrábění takovými nástroji proto rychle docházelo k odlupování povlaku, což vedlo k znehodnocování nástroje.

• **2. generace:**

Jednovrstvý systém (TiC, TiCN, TiN) bez *eta*-karbidu na přechodu podklad - vrstva. Zdokonalení technologie výroby umožnilo vytvořit vrstvy povlaků o větší tloušťce (7 až 10 μm), bez nebezpečí jejich odlupování při funkci nástroje. K této generaci patřily např. deponované slinité karbidy Pramet, typ 015 P, 020 P nebo jeden z prvních deponovaných SK firmy Sandvik Coromant (broušený a leštěný řez břitovou destičkou - podklad P35, povlak TiC, ERM, základní obrázek „a“ v režimu SEI, obrázky plošného rozložení charakteristického rentgenového záření:

b-WL α , c-TiK α , d-CoK α). Do druhé generace lze zařadit i slinitý karbid P20 s povlakem TiC. [11] [12]

• **3. generace:**

Vícevrstvý systém (dvě až tři, případně i více vrstev) s ostře ohraničenými přechody mezi jednotlivými vrstvami. Řazení vrstev odpovídá jejich vlastnostem tak, že jako první jsou na podklad obvykle nanášeny vrstvy s lepší přilnavostí k podkladu, které mají relativně nižší odolnost proti opotřebení a jako poslední jsou nanášeny vrstvy, které nemusí mít dobrou přilnavost k podkladu (dobrá přilnavost k předchozí vrstvě vyplývá z procesu výroby), ale požaduje se od nich zejména vysoká tvrdost a odolnost proti opotřebení a oxidaci za zvýšených teplot. Nejčastěji bývají jednotlivé vrstvy řazeny v tomto pořadí (od podkladu k povrchu): TiC-Al₂O₃, TiC-TiN, TiC-TiCN-TiN, TiC-Al₂O₃-TiN. [11] [12]

• **4. generace:**

Speciální vícevrstvý systém (velmi často i více než 10 vrstev a mezivrstev), s méně či více výraznými přechody mezi jednotlivými vrstvami (užívají se stejné materiály povlaků jako u 3. generace). Multivrstvé povlaky jsou vyráběny jen pomocí cíleného řízení atmosféry v deponovacím zařízení, podle potřeb technologického postupu deponování. K jejich velkým výhodám lze přiřadit i schopnost odklánět a zpomalovat šíření trhlin od povrchu povlaku k substrátu. Tuto schopnost mají i povlaky s nanokrystalickou strukturou a s vysokým zbytkovým tlakovým napětím.

Za systém 4. generace jsou považovány též **diamantové**, **nanokompozitní** (povlak tvořený dvěma nebo více složkami, které jsou vzájemně nerozpustné, přitom alespoň jedna složka musí být krystalická [13], **gradientní**, **supermřížkové** (povlaky, u kterých je základní vrstva opakována s tak krátkou periodou, aby výsledná vrstva byla vytvořena jako jednotná mřížka, která difraktuje při rentgenovém nebo elektronovém záření, jednotlivé složky povlaku nesmí být krystalické, a „**inteligentní**“ povlaky (např. pro vyhodnocování opotřebení nástroje [14]).

Do této generace patří např. deponované slinuté karbidy Ceratizit CTC1135 [15] a Sandvik Coromant GC2025 [15] nebo vrstvy Marwin MT, Marwin SI (nanokrystalický kompozit TiAlSiN) firmy SHM, s.r.o. Šumperk a vrstva ZX japonské firmy Sumitomo Electric. Tento systém (celkem 2000 vrstev) obsahuje střídající se vrstvy TiN (kubická struktura, tvrdost 2000 HV) a AlN (supermřížková kubická struktura). AlN vytvořený při nízkých teplotách má hexagonální strukturu s tvrdostí pouze 1200 HV, ale ve vrstvě ZX jej „supermřížkový“ efekt nutí přijmout vysokoteplotní kubickou strukturu. Při periodě střídání vrstev 1,25 nm dosahuje efektivní tvrdost multivrstvého povlaku hodnotu až 4000 HV. Mimo vysoké tvrdosti má vrstva ZX i výjimečně hladký povrch (při obrábění zlepšuje drsnost povrchu obrobené plochy). [15]

Důležité mezníky ve vývoji tvrdých vrstev jsou shrnuty v Tabulce 3.1 – 1, která dokumentuje zcela zřejmé úsilí snížit teplotu, při které jsou tvrdé vrstvy deponovány a zároveň zlepšit jejich vlastnosti, zejména zvýšit tvrdost a odolnost proti oxidaci. Odolnost proti oxidaci by měla být zvýšena až na hodnotu přibližně 1000°C, s ohledem na teploty ohřevu rezného nástroje při obrábění vysokými reznými rychlostmi.

Povlak	Materiál	Tvrdost [GPa]	Charakteristika
Jednovrstvý	TiN, TiC, Al ₂ O ₃	21, 28, 21	CVD při teplotě kolem 1000 °C na substrátech SK
	TiN, TiC	21, 28	PVD při teplotě ≤ 550 °C na ocelových substrátech
Multivrstvý	TiC/TiB ₂		Kolem 10 ³ mezifázových hranic TiC/TiB ₂
Jednovrstvý	c-BN	50	Chemická rozpustnost boru v železe
	diamant	90	Vysoká chemická aktivita k železu
	TiAlN		Odolnost proti oxidaci až do 800 °C
	DLC	65	Amorfni fáze
	CN _x	50+60	Substechiometrická struktura (x=0,20÷0,35)
Supermřížkový	TiN/VN, TiN/NbN, atd.		Supermřížková perioda 5÷10 nm
Jednovrstvý	nc-MN/α-nitrid	~50	Nanokompozit, M=kov
	nc-MN/M		
	Ti _{0,4} Al _{0,6} N	~32	Nanokompozit, odolnost proti oxidaci až do 950 °C

Tabulka 3.1 – 1 Mezníky ve vývoji tvrdých vrstvy [16]

Podle tvrdosti jsou vrstvy obvykle děleny do dvou skupin: [16] tvrdé vrstvy s tvrdostí <40 GPa a supertvrde vrstvy s tvrdostí >40 GPa. Ve srovnání s velkým počtem tvrdých vrstev lze do skupiny supertvrde vrstev zahrnout pouze několik materiálů - kubický nitrid boru, DLC (**D**iamond **L**ike **C**arbon - „uhlík jako diamant“, uhlík podobný diamantu, diamantový uhlík, uhlík s vlastnostmi diamantu - amorfni uhlík, který nevykazuje signál rentgenové difrakce, který by bylo možné připsat diamantu, ale má fyzikální vlastnosti jako diamant), amorfni nitrid uhlíku (α-CN_x) a polykrystalický diamant. Do této skupiny patří i nanokompozitní vrstvy typu TiAlSiN popř. další, kde je po hranicích zrn Si₃N₄

Supermřížkové vrstvy jsou nanometrické multivrstvy, složené ze dvou různých materiálů, které se střídají se supermřížkovou periodou (např. celková tloušťka vrstvy dvou materiálů se pohybuje v rozsahu 5÷10 nm). Jednotlivé dvojvrstvy těchto vrstev mohou být tvořeny kovy, nitridy, karbidy nebo oxidy různých materiálů, nebo kombinací jedné vrstvy kovu, nitridu, karbidu nebo oxidu a druhé vrstvy jiného kovu. Podle složení dvojvrstvy mohou být supermřížkové povlaky rozděleny do pěti skupin: [16]

1. kovové supermřížky,
2. nitridové supermřížky,
3. karbidové supermřížky,
4. oxidové supermřížky,
5. nitridové, karbidové nebo oxidové supermřížky / kovové supermřížky.

Experimentálně bylo prokázáno, že kovové supermřížky vykazují relativně nízkou tvrdost. Naproti tomu jedнокrystalové nitridové supermřížky¹ lze zařadit do skupiny supertvrdých materiálů s tvrdostí 45 až 55 GPa, např. TiN/VN, 56 GPa; TiN/(V_{0.6}Nb_{0.4})N, 41 GPa; TiN/NbN, 51 GPa; TiN/Nb, 52 GPa; TiN/CN_x, 45÷55 GPa; ZrN/CN_x, 40÷45 GPa; TiN_x/C-N, 20÷50 GPa. Celková tvrdost supermřížkového povlaku je tedy vyšší než je tvrdost materiálu jednotlivých složek (např. H_{TiN/NbN}≈52 GPa, H_{TiN}=21 GPa, H_{NbN}=14 GPa). Toto zvýšení tvrdosti je velmi složitým jevem.

Nehledě k tomu existuje několik modelů, které vysvětlují multivrstvé zpevnění. Shinnův model uvádí, že pro zvýšení tvrdosti supermřížkové deponované vrstvy je nezbytné, aby se hodnoty modulů pružnosti materiálů dvou vrstev navzájem lišily a že koherentní napětí na fázovém rozhraní dvou vrstev má minimální účinek. [16] Nejvyšší tvrdosti je podle modelu Chua a Barnetta dosaženo v případech, kdy materiály dvou vrstev mají rozdílné hodnoty modulu pružnosti ve smyku a hranice mezi vrstvami jsou ostré. [16]

Zcela nové vlastnosti vykazují nanokrystalické materiály s velikostí zrna ≤10 nm. Chování těchto materiálů je určeno zejména procesy probíhajícími v hraničních oblastech, protože počet atomů v zrnech je srovnatelný nebo menší než počet atomů v těchto oblastech. To znamená, že zrna jsou tak malá, že jejich plocha se rovná ploše okolo hranic samotného zrna. Tím je docíleno stejného nebo menšího počtu atomů v zrnu jako v okolí hranic zrna.

Za těchto podmínek neexistují dislokace, protože hranice zrn brání jejich tvorbě a hraniční oblasti hrají rozhodující roli při deformaci materiálu. Nový mechanismus deformace, označovaný jako kluz po hranicích zrn, nahrazuje dislokační aktivitu, která je převládajícím procesem deformace konvenčních materiálů. Všechny tyto skutečnosti vedou k novým, unikátním vlastnostem nanokrystalických materiálů. V případech, kdy velikost zrna klesne pod 5 nm lze vzít v úvahu atomární síly v materiálu a očekávat tvorbu nanokrystalických subatomárních struktur. Nanokrystalické materiály lze připravit pouze pomocí takových metod, které současně zajistí vysokou rychlost nukleace a nízkou rychlost růstu zrn. Toho lze snadno dosáhnout, pokud budou tyto materiály vyráběny ve formě povlaků. Nejvhodnější metodou pro nanášení nanokrystalických povlaků je magnetronové naprašování. [16]

¹ **Supermřížka**, uměle vytvořená pevná látka (krystal), jejíž složení se s periodou zhruba 1-10 nm skokem mění. Např. se pravidelně střídají vrstvy (s přibližně shodnou strukturou avzdáleností atomů)

V současné době se aplikují jak jednovrstvé, tak i vícevrstvé vrstvy, podle různých způsobů a podmínek obrábění. Různé materiály povlaků mají různé fyzikální i mechanické vlastnosti (tvrdost, koeficient tření), které významně ovlivňují jejich odolnost proti opotřebení při aplikacích pro řezné nástroje. Nejvyšší tvrdost karbidu titanu a karbidu hafnia je důvodem jejich výborné odolnosti proti opotřebení na hřbetě. Co se týče odolnosti proti opotřebení na čele, mají TiN a HfN vyšší entalpii tvorby než TiC a HfC a tedy i vyšší odolnost proti opotřebení na čele (např. $\Delta G_{\text{TiN}} = -336,6 \text{ kJ mol}^{-1}$, $\Delta G_{\text{TiC}} = -183,8 \text{ kJ mol}^{-1}$) [17]. Dvousložkové kombinace HfN a HfC mají podobné vlastnosti jako TiN a TiC, ale jejich tepelná stabilita je lepší. [17]

5. Měření tvrdosti vrstev

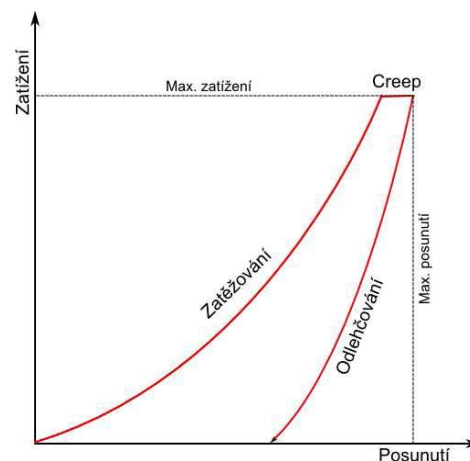
Tvrdost vrstvy je jednou z nejčastěji uváděných hodnot při výběru vrstvy od výrobce. Samotná tvrdost však není příliš vypovídající údaj. Vrstva může dosahovat obrovské tvrdosti, ale nízké elasticity. Při absenci elastické-plastických vlastností bude docházet ke křehkému porušování vrstvy během řezného procesu. Křehké porušení má za následek, ve většině případů, vylomení vrstvy i se substrátem a tím dojde k naprosté degradaci nástroje. Nástroj je mnohonásobně dražší než samotná vrstva, proto je důležité při výběru vrstvy porovnávat tvrdost tak i elasticko-plastické vlastnosti. Při výběru vhodné vrstvy by měly být uvedeny obě tyto hodnoty.

Testy k určení tvrdosti materiálů lze dělit do dvou základních skupin podle způsobu zatěžování vzorku (statické a dynamické), či podle deformace zkoumaného povrchu (elastické a plastické). [8]

5.1. Nanoindentace

Diagnostická metoda spočívající v řízeném zatěžování diamantového hrotu o přesně definovaném tvaru a rozměrech, který proniká do vrstvy (hloubka řádově nanometry), se nazývá nanoindentace. Pomocí tohoto testu lze určit tvrdost nanosených vrstev a jejich modul pružnosti, tedy elastické vlastnosti materiálu. Tyto veličiny určíme z indentační křivky, která vzniká kontinuálním monitoringem zátěžové síly a polohy indentoru (metoda DSI „Depth Sensing Indentation“).

Nanoindentace se obvykle skládá ze tří fází. Nejdříve probíhá tzv. zátěžová část testu, kde je monitorováno řízené pronikání hrotu do vrstvy. Poté následuje tzv. „creep“, tedy maximální zatížení povlaku po určitou dobu. Poslední fází je řízené odlehčování zátěže až na nulovou hodnotu. Charakteristický tvar indentační křivky je ilustrován na obrázku 5.1 - 1. [8]



Obrázek 5.1 - 1 Indentační křivka [8]

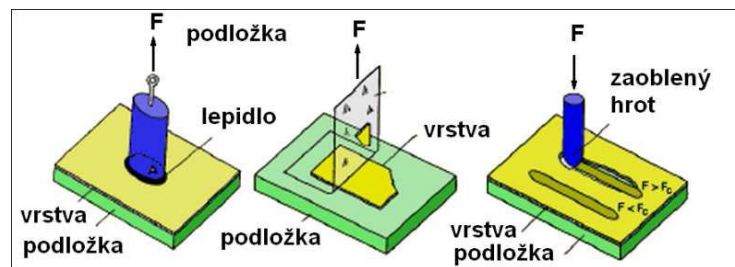
Aby byly naměřené hodnoty vypovídající, musíme zajistit homogenitu fáze (alespoň v určitém objemu) a rovinný povrch vrstvy. Hroty, které pronikají do objemu zkoumaného materiálu, mohou mít různý tvar. Nejčastěji je používán sférický, pyramidálním (trojboká pyramida - Berkovich) či jehlanový (čtyřboký jehlan - Vickers) tvar.

Tvrdość materiálu H je definována jako odpor, který materiál klade proti vnikajícímu tělísku, tedy indentoru. Obecně lze tvrdość popsat následující rovnicí:

$$H = \frac{F_{\text{max}}}{A}$$

6. Zkoušky adheze

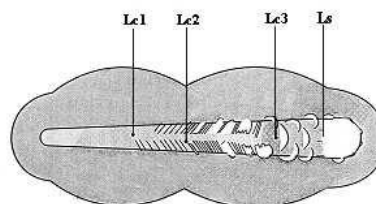
Jednou z hlavních vlastností tenkých vrstev je jejich adheze, tedy přilnavost vrstvy k substrátu. Základní a nejrozšířenější testování adheze je vrypová zkouška, tzv. „Scratch test“. V praxi se používá několik dalších testů adheze, jedním z nich je test adheze pomocí lepicí pásky. Dalším je pomocí válečku přilepeného epoxidovým lepidlem. Oproti Scratch testu jsou vhodné převážně pro vrstvy s adhezí nižší než je adheze lepidla na pásce nebo válečku. V tomto ohledu je vrypová zkouška vhodnější pro testování adheze vrstev než zkoušky s lepicí páskou a přilepeným válečkem. [8]



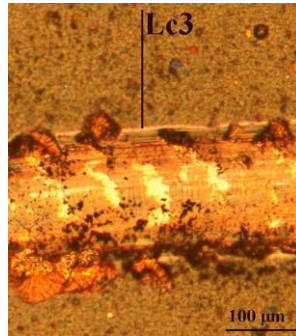
Obrázek 6. - 1 Metody zkoušek adheze vrstvy k podložce [8]

Vrypová zkouška probíhá plynulým zatěžováním indentoru, který se pohybuje rovnoběžně s rozhraním vrstva – substrát. Indentor proniká do vzorku a vytváří vryp. Tímto se na rozhraní vrstvy se substrátem generuje pnutí a při určité hodnotě zatížení dojde k odtržení vrstvy od substrátu. Tato kritická hodnota udává míry adheze dané vrstvy.

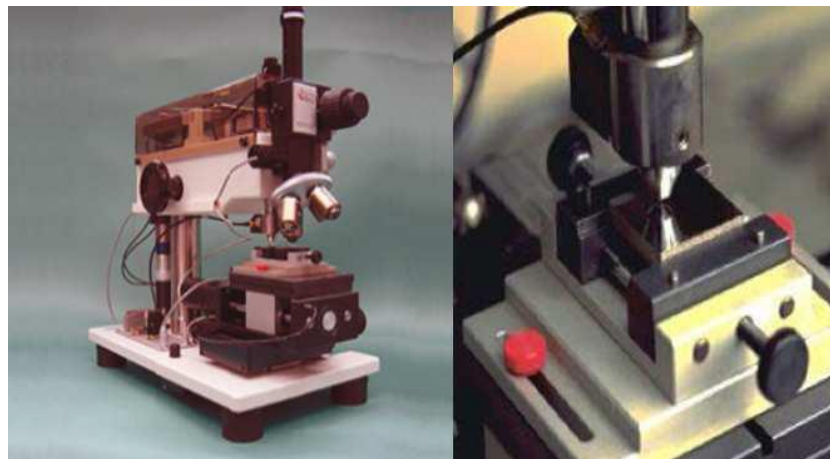
Často je adheze vrstev popisována kromě kritické hodnoty zatížení L_s i dalšími hodnotami, při kterých nedochází ještě k odštěpení vrstvy od substrátu. Z praktického hlediska je výhodné znát i míru zatížení, při které došlo k prvnímu porušení vrstvy $Lc1$, k porušení vrstvy většího rozsahu $Lc2$ a k prvnímu odhalení substrátu $Lc3$. [8]



Obrázek 6. - 2 Kvalitativní popis stupňů zatížení materiálu [9]



Obrázek 6. - 3 Ukázka vzorku po vrypové zkoušce [18]

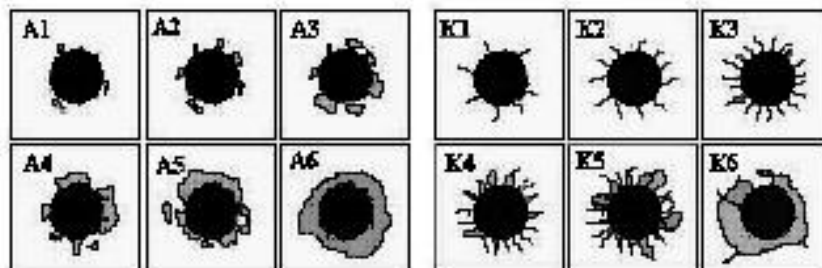


Obrázek 6. - 4 Zařízení na provádění vrypové zkoušky [19]

Přístroj zaznamenává průběh normálové F_n a tangenciální síly F_t působící na indentor, hodnoty koeficientu tření $\mu = F_t / F_n$ a signál akustické emise (AE elastické vlny generované uvolněním energie vnitřně vázané ve struktuře materiálu).

Hodnotu kritického zatížení L_c , při níž dojde k porušení vrstvy, lze zjišťovat několika způsoby: pomocí připojeného optického mikroskopu, popř. pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu, doplněné o zpracování zaznamenaných závislostí koeficientu tření a signálu akustické emise na normálovém zatížení.

Dalším testem adheze vrstev je „Mercedes test“ – jedná se o statickou zkoušku, kdy se do vzorku s vrstvou vtlačuje indentor (Rockwell) silou 1500N. Na rozhraní po vtisku vzniká pnutí, kde se tvoří drobné trhliny. Pro vyhodnocení testu se používá mikroskop a tabulka rozdělující vzniklé poškození do šesti tříd. První třída popisuje jen drobné prasklinky, další pak vzrůstající stupeň poškození a poslední pak selhání adheze. Jako vyhovující se považují vzorky ve třídě HF 1 až HF 3. [8]



Obrázek 6. - 5 Přehled porušení, která mohou nastat po Mercedes testu, tabulka je rozdělena na adhezivní a kohezivní porušení tenkých vrstev [8]

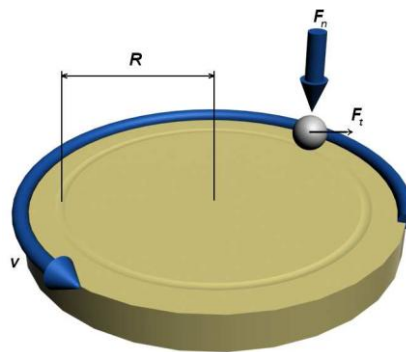
6.1. Tribologie - PIN on DISC

Tato kvalitativní zkouška slouží k určení hodnoty koeficientu tření určité materiálové dvojice. Tato metoda je důležitá z hlediska popisu zkoumaného materiálu a určuje oblast jeho použití. Tření je definováno jako odpor proti vzájemnému pohybu dvou těles v oblasti styku jejich povrchů v tangenciálním směru. Koeficient tření μ je určen podle Coulombova vztahu [19]

$$\mu = \frac{F_t}{F_n}$$

Kde F_t je třecí síla působící proti směru pohybu
 F_n je normálové ztížení působící kolmo k směru pohybu.

Měřicí metoda spočívá ve vtlačování pevně uchyceného tělíska (označováno jako PIN, různých tvarů i materiálů) definovanou silou do zkoumaného vzorku, který se otáčí určitou rychlostí viz. obrázek 6.1 - 1 Po ukončení testu se analyzuje míra opotřebení PIN tělíska, rozsah poškození materiálu a průběh koeficientu tření v závislosti na počtu cyklů. [8]



Obrázek 6.1 - 1 Test PIN-on-DISC [8]

7. Měření tloušťky vrstev

Jedním z důležitých parametrů vrstev je jejich tloušťka. Pokud se jedná o tenké vrstvy, tak je předpokladem, že tyto vrstvy mají celkovou tloušťku v rozmezí od desítek nanometrů do jednotek mikrometrů. Je nutné aby bylo na ochrannou tenkou vrstvu nahlíženo jako na systém, který spolu se substrátem tvoří jeden funkční celek. Tento vrstevový systém se skládá z několika jednotlivých vrstev, které jsou z různých materiálů a mají různou funkci. Od substrátu je očekávána určitou pevnost a tuhost, následují obvykle mezivrstvy zabraňující šíření trhlin a zlepšující adhezi funkčních vrstev, které mají vysokou odolnost vůči opotřebení, nízký koeficient tření, popřípadě korozní odolnost. Je patrné, že měření tloušťky takových systémů není zcela triviální. Dále bude popsáno několika způsoby měření na jednotlivých přístrojích. [8]

7.1. Profilometr

Jedná se o zařízení pro kontaktní, nebo bezkontaktní měření profilů, popřípadě trojrozměrných map povrchu. V případě kontaktního profilometru je sondou měřící diamantový hrot kuželového tvaru a poloměru křivosti, například 0,0125 mm, kterým se pohybuje po povrchu. Poloha tohoto hrotu je snímána induktivním, případně kapacitním snímačem. Tento hrot je přitlačován ke vzorku nastavitelnou malou silou (10 až 30 μN).

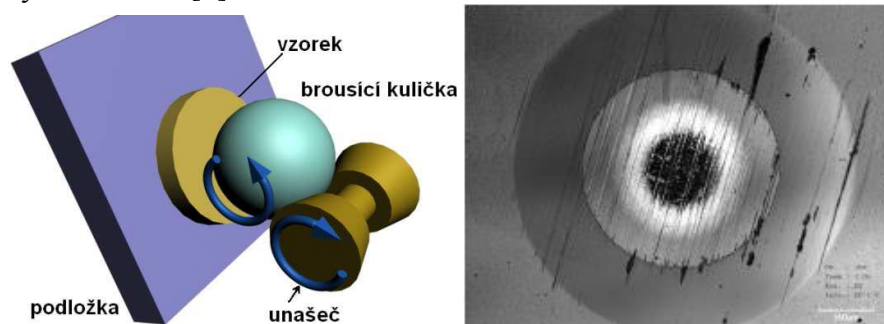
Bezkontaktní profilometry používají laseru nebo bílého světla a pracují většinou na interferenčním nebo konfokálním principu. V některých přístrojích je možné použití jak kontaktního tak bezkontaktního měření.

Pro měření tloušťky vrstvy je nutné na vzorku vytvořit schod, popřípadě mít nějaké místo, kde je ostré rozhraní mezi podložkou a vrstvou. V některých případech můžeme takový schod vytvořit pomocí vhodného maskování vzorku před depozicí. V případě již hotového vzorku, bez připraveného schodu, lze vytvořit měřící místo vrypem, případně selektivním leptáním. Pro měření tloušťky tenkých vrstev (v řádu desítek nanometrů) je důležité, aby podložka měla dostatečně malou drsnost. Velká drsnost povrchu by působila velkou nepřesností měření nebo by měření tímto způsobem zcela znemožnila. [8]

7.2. Kalotest

Princip této metody spočívá v tom, že se do vzorku vybrousí kulový vrchlík, který se na průmětu jeví jako mezikružší, obvykle se používá otáčející se ocelová kulička o průměru 10, 15, 20, 25,4 mm nebo 30 mm potřená, brusnou diamantovou pastou o velikosti zrn mezi 0,5 – 1,0 μm nebo jemnější <0,2 μm , nebo suspenzí SiC. Mikroskopickým proměřením průmětu důlku (kaloty) lze získat příslušné rozměry umožňující vypočítat tloušťku posuzované vrstvy. Oblast použití je široká od 1 až 100 μm s přesností 2 – 4 %.

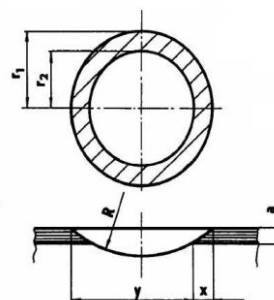
Tuto metodu lze použít i pro měření tloušťek jednotlivých složek sendvičových vrstevnatých struktur. [8]



Obrázek 7.2 - 1 Ilustrace Kalotestu a následného výbrusu kaloty [8]

Výpočet tloušťky vrstvy:

$$a = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2}$$
$$a \approx \frac{x \cdot y}{2R}$$



Obrázek 7.2 - 2 Ilustrace k výpočtu tloušťky vrstvy metodou Kalotest [8]

8. Vybrané vrstvy, jejich vlastnosti, charakteristika, porovnání a výběr

Následující část se zabývá konvenčními i nekonvenčními vrstvami, které se běžně deponují na řezné nástroje. Vrstev je dnes opravdu veliká škála a dnešní uživatel se v tomto množství druhů snadno ztratí. K nalezení vhodných vrstev pro obrábění austenitických ocelí bylo vytipováno několik druhů vrstev, které budou popsány níže. Následující vrstvy byly vybrány na základě toho, že se s nimi dříve nebo v současnosti obrábějí těžkoobrobitelné materiály.

Pro současné obrábění austenitických nerezových ocelí se jen zřídka používají monovrstvy. Dnešní doba se ubírá směrem nanokompozitních systémů vrstev, nanovrstvami, gradientními vrstvami a multivrstvami. Jedním z inovačních způsobů depozice tenkých vrstev na řezné nástroje je depozice technologií **TripleCoatings³**[®]

Dnešní nejmodernější technologie deponování **TripleCoatings³**[®] umožňuje vytvoření vrstvy, která je složená ze třech rozdílných vrstev. Tato technologie kombinuje vlastnosti jednotlivých použitých vrstev a tím vytváří systém využívající nejlepší vlastnosti jednotlivých vrstev. Technologii **TripleCoatings³**[®] je věnována kapitola 8.9, kde je podrobný popis jaké má tato technologie přednosti oproti konvenčním technologiím depozice a popis samotné technologie.

8.1. TiN

TiN - Nitrid titanu – patří vzhledem ke svým vyrovnaným vlastnostem k nejběžněji používaným a nejrozšířenější vrstvy, aplikované na nástroje. Jedná se o optimální povlak pro HSS (rychlořezné oceli) a HSS + Co, při běžném použití. Dosahovaná mikrotvrdost až 28 GPa a jejich max. pracovní teplota je 600 °C (tato hodnota se liší u různých výrobců od 500 do 650 °C). TiN vrstva je základní a nejdéle používaná vrstva. Používá se zvláště na řezných a střížných nástrojích, kde dochází až k trojnásobnému prodloužení životnosti a používá se pro obrábění nízkými řeznými rychlostmi a obrábění ocelí s nízkou pevností. TiN vrstva vykazuje nízkou reakci s kovovými materiály a tak zabraňuje opotřebením nástroje zapříčiněné nalepováním. I v současnosti je TiN stále jedním z nejpoužívanějších vrstev pro řezné nástroje. Atraktivní zlatá barva vrstvy v kombinaci s vysokoabrazivní odolností umožňuje využití tohoto povlaku i pro účely deponování forem, střížných nástrojů a dekorativního deponování. Je použitelný téměř ve všech aplikacích.

Pokud uživatel není schopen přesněji popsat, pro jaké procesy hodlá tenké PVD vrstvy nasadit, i z ekonomických důvodů to bývá právě tato vrstva, z něhož se vychází. Ve srovnání s nadeponovanými nástroji vykazuje o 30-40% větší trvanlivost ostří. Vysoká chemická stabilita povlaků na bázi TiN je totiž vhodná pro využití v potravinářském a chemickém průmyslu. Vzhledem na svojí versatilitu je TiN vrstva dobrá univerzální vrstva s vysokým výkonem a širokým uplatněním.

Aplikace TiN vrstev

Obrábění materiálů na bázi železa, běžně používané pro odvalovací frézy, vrtání a výroba závitů při nízkých a středních rychlostech.

Vlastnosti povlaku

<ul style="list-style-type: none">• Vysoká tvrdost• Dobrá adheze• Dobrá chemická stabilita• Zvýšená houževnatost• Biokompatibilita• Relativně nízká termální konduktivita• Bod tání 2930°C• Oxidace začíná při 600°C na vzduchu; depoziční teplota – rozmezí 200-450°C• Chemické vlastnosti: odolnost – vysoce inertní vůči kyselinám, rozpouštědlům, leptadlům	Tvrdost	2300 +/-200HV
	Max. pracovní teplota	500°C / 900°F
	Koeficient tření vůči oceli	0,6
	Tloušťka povlaku	1 - 4 μm
	barva	zlatá

8.2. Vrstva AlTiN

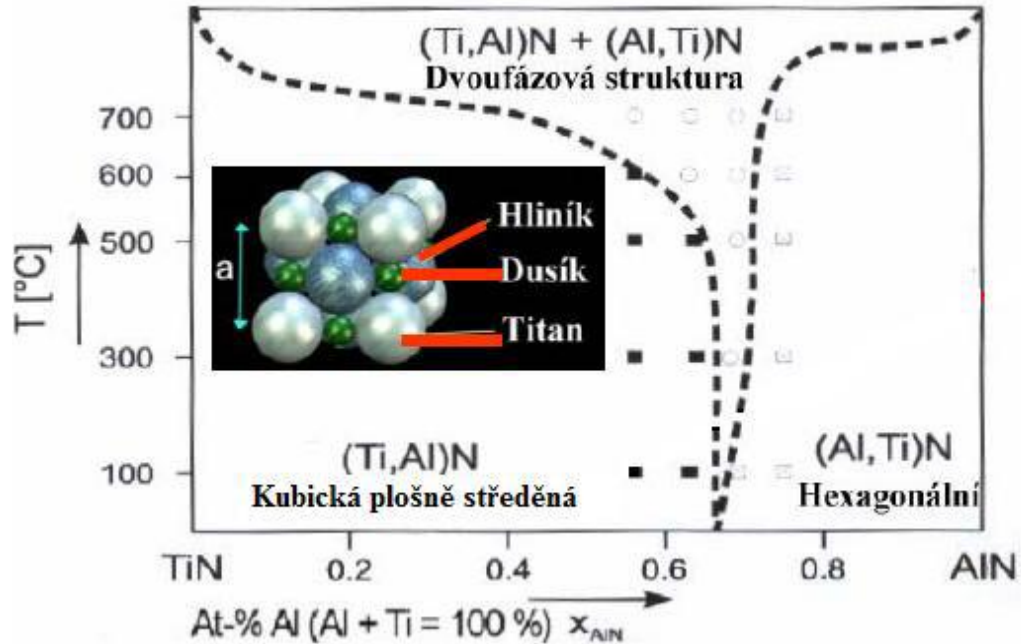
Další vývojovou skupinou vrstev jsou vrstvy na bázi AlTiN, které dosahují vysoké tvrdosti - až 33 GPa a mají vysokou max. pracovní teplotu přesahující někdy 900 °C. Vysoká abrazivní pevnost a tepelná odolnost (chemická stabilita) při vysokých teplotách. Ve většině testech, které byly provedeny vrtáním, potvrdila tato vrstva svojí vysokoteplotní oxidační odolnost vůči jiným vrstvám. AlTiN vrstva působí pravděpodobně také jako inhibitor difúze kyslíku do spodních vrstev, a přestože má obecně nižší adhezi než TiN, pro obrábění vrtáním je velmi vhodná. Lépe odolává vysokým teplotám. Tvrdost je vyšší, než je u TiN. Nízká tepelná vodivost, odolnost proti oxidaci a zvýšená tvrdost za tepla předurčuje použití tohoto povlaku pro obrábění při vysokých rychlostech a bez použití chlazení. Při použití chladicí kapaliny se na povrchu vrstvy nevytvoří oxidický film Al_2O_3 a vrstva samotná nedosahuje takových kvalit. AlTiN Vrstva je vhodná pro tepelně zatěžované břity. [20, 21]

Pro vrtání do austenitické oceli je tato vrstva vhodná. Problém nastává při vrtání s chlazením. Při chlazení vrstva AlTiN není nebo je jen obtížně schopná vytvořit si oxidický film Al_2O_3 . Tento film jí dodává vysokou tepelnou stabilitu a chemickou odolnost vůči prostředí.

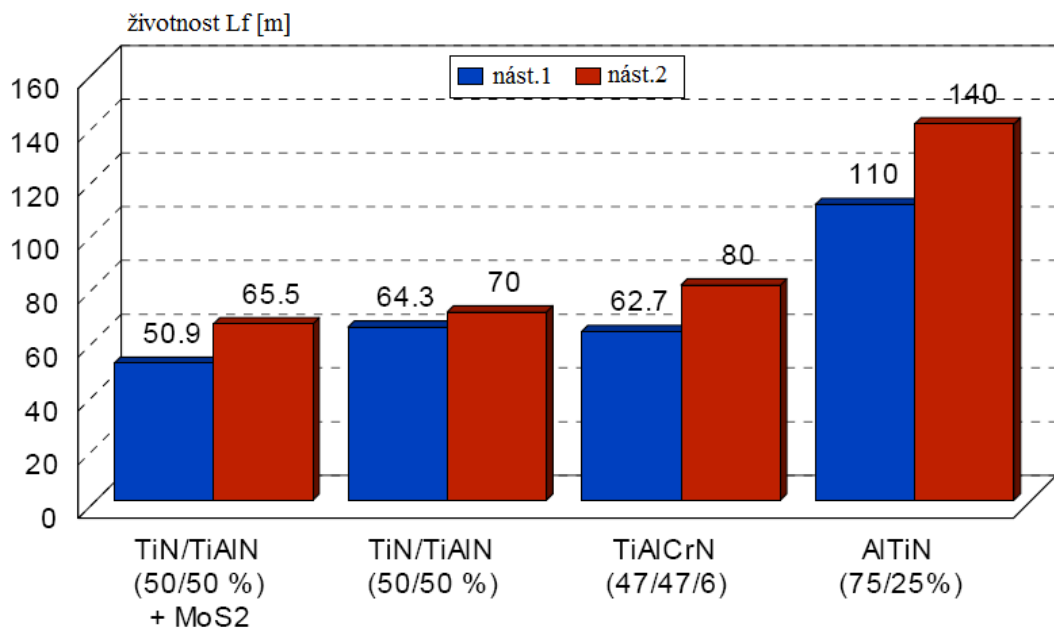
Typy těchto vrstev jsou monovrstvy, multivrstvy, gradientní a jinak strukturované vrstvy AlTiN s vysokou tvrdostí a tepelnou odolností. V kombinaci s přísadami Hf, Cr, Nb, Si atd. se dosahují velmi jemnozrné a stabilní struktury. Různý poměr Ti:Al ve vrstvách je využíván pro konkrétní aplikace. Např. zvýšený obsah Al (kolem 60 %) přináší vrstvě vyšší odolnost vůči oxidaci. Nad obsah 65% vzniká pouze hcp krystalografická mřížka, což vede k zhoršení tepelné odolnosti. Při teplotním zatížení se zlepšují mechanické vlastnosti.

V poslední době je vrstva AlTiN středem zájmů. Výzkum za poslední roky udělal veliký pokrok a díky tomu se možnosti vrstvy AlTiN rozšířili. Dnešní technologie opracování povrchu před samotnou depozičí i po ní zlepšuje vlastnosti vrstvy. Došlo k výraznému snížení koeficientu tření a zlepšení adheze.

Například firma BLOESH AG se sídlem ve Švýcarsku doporučuje vrstvu AlTiN pro obrábění austenitických ocelí. Z těchto důvodů bude vrstva AlTiN zvolena pro experimentální část diplomové práce, kde bude oponovat vrstvám deponovaných technologií **TripleCoatings³**®.



Graf 4.2. – 1 Vliv množství hliníku na vznik hexagonální struktury mřížky [21]



Graf 4.2 – 2 Životnost nástroje při vrtání vrstvou s odlišným obsahem Al materiál 42CrMo4V – R_m=1000 N/mm², vrták d=6,8mm, vc=110m/min, f=mm/ot, ap=34 mm, emulze 8l/min [22]²**Komentář ke kapitole 4.2.**

² Z grafu 4.2 – 2 je vidět, že při zvýšení obsahu Al na 75% vede ke zvýšení životnosti nástroje a tím pádem i ke zlepšení jeho obecných vlastností. Nicméně z odstavce věnovaný vrstvě AlTiN vyplývá opak. V literatuře je uváděno, že zvýšení obsahu Al nad 60% zhoršuje vlastnosti vrstvy tím, že se tvoří hexagonální struktura mřížky. V dnešní době se testují vrstvy AlTiN s obsahem Al do 68,5%. Z tohoto důvodu by bylo zajímavé věnovat vrstvě AlTiN větší pozornost a více se zaměřit na účinky obsahu Al ve vrstvě

8.2.1. Shrnutí vlastností AlTiN

Univerzální vrstva pro obrábění celé škály materiálů středních a vyšších pevností, středními a vyššími řeznými rychlostmi. Mikrotvrдость 25 až 33 GPa, barva od růžovofialové po černošedou. V oblasti řezných nástrojů stále zvyšuje podíl na trhu na úkor ostatních vrstev, především TiN, i přes vyšší výrobní náklady. Má výbornou odolnost vůči vysokým teplotám, poměr tvrdosti a houževnatosti díky multivrstvé struktuře. Díky vyšší oxidační odolnosti a tvrdosti za vysokých teplot, nevyžaduje dokonalé chlazení. V současné době ideální pro vysokorychlostní obrábění. Jeho zajímavou vlastností je vytváření povrchové vrstvy Al_2O_3 , jež při řezu přispívá ke snížení tření, zvýšení difúzní odolnosti a zlepšení řezných vlastností. [20, 21]

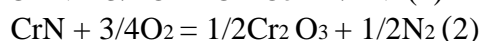
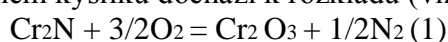
Obrovskou výhodou těchto vrstev je hlavně tvorba oxidického filmu Al_2O_3 v, ale ještě větší výhodou je, že tato vrstva se na nástroji vytvoří jen tam, kde došlo ke zvýšení teploty, čili nedochází k pokrytí celého nástroje, ale jen místa, které je v bezprostřední blízkosti místa řezu.

8.3. Povlaky CrN

Vrstvy na bázi CrN jsou v posledním čtvrt století podrobně zkoumány a v moderních aplikacích jsou velmi populární díky své odolnosti vůči opotřebením a korozní odolnosti při vysokých teplotách. Výhoda oproti např. TiN je, že CrN vrstvy je možné připravit ve větší škále tloušťek povlaků, až několik desítek μm . Rychlost depozice CrN je totiž 2-3 rychlejší než u TiN [23].

Ve skutečnosti, ale není velká tloušťka vrstvy výhodná, pokud opomineme ekonomické hledisko tak především z důvodu vzniku velkého pnutí ve vrstvě. Jako neoptimalnější se jeví tloušťka 2,5 - 3 μm pro obráběcí procesy [23]. Základními fázemi jsou hexagonální Cr_2N a kubický CrN s plošně centrovanou mřížkou. Fázové složení vrstvy určují parametry depozice a to především: parciální tlaky argonu a dusíku, teplota substrátu, napětí na substrátu, rychlost růstu vrstvy a proud na targetu. Regulací těchto parametrů lze připravovat právě výše zmíněné fáze, přičemž fáze Cr_2N je tvrdší a má lepší korozní odolnost za studena, naproti tomu má fáze CrN lepší otěruvzdornost [24]. Mikrotvrдость vrstev se pohybuje 15 – 29 GPa, ale lze dosáhnout tvrdosti větší než 30 GPa. Existuje předpoklad, že tvrdost vrstvy je závislá na velikosti zrn nitridu chrómu, a že existuje optimální velikost zrna, při níž je možné dosáhnout maximální tvrdosti. Velkou výhodou vrstev typu CrN je, že je možné vytvořit povlak, jehož modul pružnosti se nebude příliš lišit od modulu pružnosti substrátu. Je nutné, ale brát v potaz, rozdílné vlastnosti vrstvy v závislosti na daném substrátu.

Adheze CrN povlaků dosahuje dobrých výsledků, je-li aplikována na slinuté karbidy nebo ledeburitické oceli, případně i kalené oceli (např. 100Cr6). Již zmíněné žíhání má příznivý vliv i na adhezni chování vrstvy, jako pravděpodobná příčina se jeví zhoršením přilnavosti vrstvy na substrát právě díky vysokým tlakovým napětím. Zároveň lze říci, že adheze roste s ubývajícím podílem tvrdší fáze CrN a s rostoucím podílem Cr_2N (případně samotného Cr). Vrstvy na bázi CrN si zachovávají vysokou korozní odolnost v čistém kyslíku i do velmi vysokých teplot. Po podrobné analýze bylo zjištěno, že během nanášení vrstev za vysokých teplot v oxidačním prostředí s vysokým obsahem kyslíku dochází k rozkladu (viz rovnice. 1,2)



A v případě vytvoření povlaku pouze z Cr_2N dochází k rozkladu na CrN (rovnice.3)



Lze říci, že vysoká korozní odolnost je způsobena vytvořením oxidické vrstvy Cr_2O_3 na povrchu vrstvy. Jak bylo zjištěno, mají příznivý vliv na korozní odolnost tahová napětí v povlaku. Až při $750\text{ }^\circ\text{C}$ ztrácí vrstva CrN ochranný účinek, dochází totiž k praskání oxidického filmu. Ten totiž podléhá růstu tloušťky a vnitřním napětím. Kyslík pak může difúzní cestou pronikat dále do materiálu vrstvy. Navíc se mohou objevit v povrchu mikropóry, které zhoršují adhezi materiálu.

8.4. Vrstva AlTiCN

Představuje další generaci vrstev. Tato vrstva disponuje všemi výhodami. Byla vyvinuta jako varianta vrstvy AlTiN , přičemž má ještě další významnou vlastnost a tím je nízký koeficient tření. Snížený koeficient tření oproti vrstvám na bázi TiAlN a to na hodnotu cca 0,3.

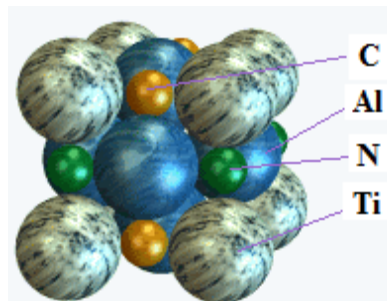
Za mokra nebo sucha bude tato vrstva vykazovat vysoké výkony. Tyto vlastnosti, vrstvu AlTiCN předurčují pro všestranné použití pro nástroje na obrábění, tváření, tažení apod.

Některé žáruvzdorné oxidy a karbidy jsou při odpařování elektronovým paprskem roztříštěny, což má za následek rozdílnou stechiometrii, která se liší od výchozího materiálu. Například když je oxid hlinitý odpařován elektronovým svazkem tak disociuje do hliníku a vytváří sloučeniny AlO_3 a Al_2O . V reakčním prostoru se kov odpařuje z ingotu elektronovým paprskem. Vzniklé páry jsou vytvářeny reakčním plynem, kterým je kyslík v případě oxidů kovů. V případě kovových karbidů je tímto plynem acetylen. Pokud jsou splněny termodynamické podmínky pak, vzniklé páry reagují s plynem a vytvoří tenkou vrstvu na podkladu.

Od této vrstvy se očekávalo, že bude mít vyšší tepelnou stabilitu, nižší koeficient tření a hlavně větší odolnost proti opotřebení a odolnost proti dynamickému zatížení. Odolnost proti šíření trhlin při dynamickém namáhání jak teplotním tak mechanickým.

Tím, že u této vícefázové vrstvy co-existují nitridy tří různých kovových prvků, dosahuje tato vrstva očekávaných požadavků.

Testy a praxe prokázaly, že s atomy může být manipulováno a zároveň můžeme kontrolovat jejich skladbu a tím dosáhnout struktury, která je na obr 5.4 - 1. Jak je vidět na obrázku kovové atomy jsou o něco větší než atomy dusíku a hliníku. Proto jsou substituční pevné roztoky používány při depozici tenkých vrstev této skupiny. [25]



Obrázek 8.4 – 1 Atomární složení AlTiCN [25]

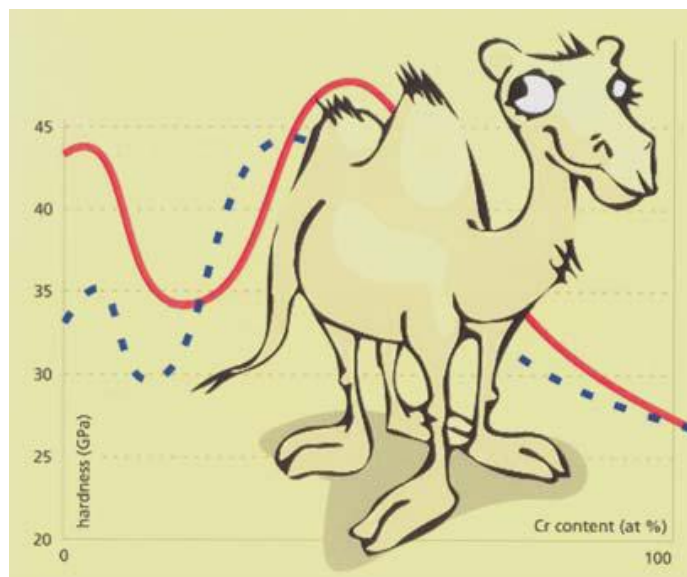
8.5. AlCrSiN

Tyto vrstvy jsou převážně deponovány pomocí ARC technologie. Hlavním důvodem pro přidání Cr bylo dosažení vyšší stability za vysokých teplot. Vrstva AlCrSiN je využívána i pro suché obrábění, což umožní snížit náklady na výrobu a je šetrné pro životní prostředí.

Při porovnání adhezivních vlastností s dalšími vrstvami (TiAlSiN a CrAlSiN) vykazovala nejlepší adhezivní vlastnosti vrstva AlCrSiN. Její limitní hodnota byla 47N při zkoušce přilnavosti k substrátu. Zbylé dvě vrstvy měly cca 10N zatížení.

Plazmová nitridace vytvoří intersticiální přesycený, tvrdý a metastabilní vícefázové vrstvy sloučenin různých nitridů feritu. Tato vrstva má velmi vysokou tvrdost až 40Gpa čímž je řazena mezi supertvrdé vrstvy a velmi dobrou odolnost proti opotřebení [26, 27, 28]. Tenké supertvrdé tvrdé vrstvy AlCrSiN byly vyvinuty, aby ochránily různé substráty proti korozi a opotřebení během provozních podmínek.

K dosažení optimálních výsledků systému je nutno volit kombinaci jednotlivých vrstev klasických binárních nitridů TiN modernějšími vrstvami, které jsou v současné době především na bázi kovů titanu a hliníku. Tyto vrstvy jsou řešeny formou sendvičových systémů [27], nebo multivrstevnými systémy, kdy se jednotlivé vrstvy periodicky opakují. Obohacením vrstev o křemík, se výrazně zlepšila kompaktnost vrstvy (sníží se zrnitost struktury), což se projeví na zvýšení tvrdosti a tepelné stability, podobné účinky má i chrom[29]. Tyto vrstvy se často nazývají nanovrstvami, neboť jednotlivé rozměry krystalitů TiAlN jsou řádově několik desítek nanometrů [29]. Okolí těchto krystalitů je tvořeno amorfní fází. Tato skladba vrstvy zajišťuje nejen vyšší hodnoty mikrotvrdosti [26; 27] a další lepší mechanické vlastnosti, ale i vyšší tepelnou (900°C) a chemickou odolnost. Velmi aktuální progresivní tenkou nanokrystalickou vrstvou, u níž lze dokumentovat směr vývoje nových vrstev, je AlCrSiN. U této vrstvy, jejíž podstata je shodná s výše uvedenou nanokrystalickou vrstvou TiAlSiN, je opět využito přítomnosti fáze Si₃N₄ obklopující krystality AlCrN. Tato strukturální skladba způsobuje zvýšení mikrotvrdosti vrstvy i při poměrně nízkém obsahu chromu obr. 5.4. – 1 [30]. Tato situace dovoluje deponovat vrstvy o požadované vysoké mikrotvrdosti s podstatně menším obsahem deficitního chromu oproti dnes již „klasickým“ vrstvám AlCrN.



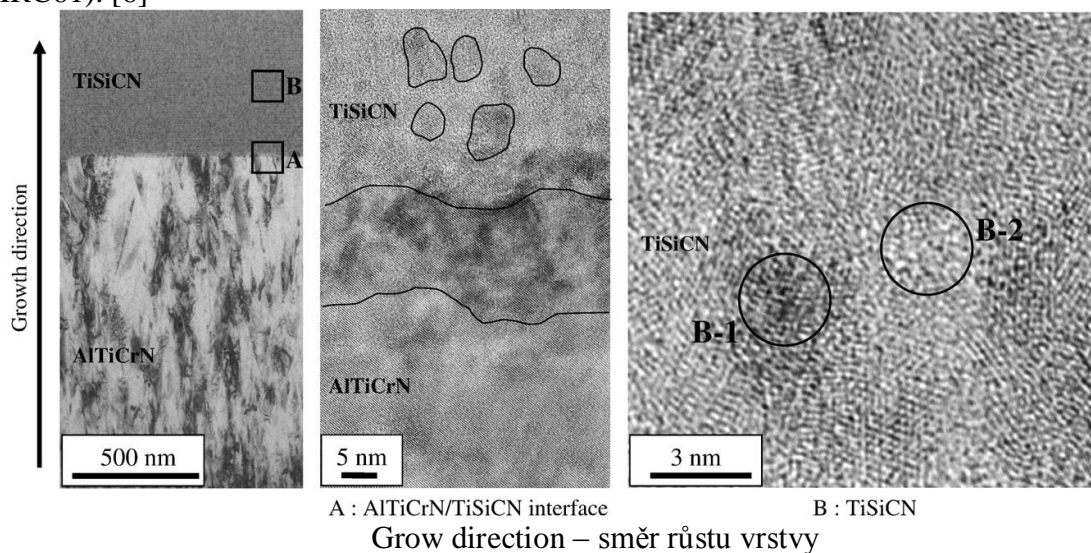
Obrázek 8.5 – 1 Rozdíl vlivu obsahu chromu na mikrotvrdost u klasické vrstvy AlCrN a nanokrystalické vrstvy (nc-AlCrN)/(a-Si₃N₄) označované jako AlCrSiN[30].

8.6. Vrstva AlTiCrN / TiSiCN

Základem pro vrstvu AlTiCrN je TiAlN. V poslední době se z hlediska životního prostředí, prosazuje spíše suché obrábění bez použití procesních kapalin a také řezné rychlosti byly zvýšeny pro zlepšení řezné účinnosti, což vede ke zvýšenému teplotnímu namáhání ostří. Proto je nutné hledat systémy, které mohou nahradit TiAlN. Jak již bylo uvedeno, má TiAlN vrstva odlišné vlastnosti v závislosti na obsahu Al a vykazuje vynikající řezný výkon při obsahu Al asi 60 v.%. [6] Kromě toho, byla navržena myšlenka o přidání Cr [21], nebo Si. Při pokusu o přidání Cr, výzkum prokázal, že přidání Cr do TiAlN mělo vynikající výsledky, došlo ke zvýšení řezného výkonu při řezání zakalených ocelí [33].

Testy vrstvy TiSiCN prokázaly, že má vynikající tvrdost a tepelnou odolnost, ale má značně vysoká tlaková pnutí a následkem toho špatnou adhezi k substrátu. Z tohoto důvodu je možné ji použít pouze jako mono vrstvu. Vrstva AlTiCrN / TiSiCN byla nedeponována na slinutý karbid. Do vrchní vrstvy TiSiCN byl přidán uhlík C. Po přidání uhlíku vznikne vrstva TiSiCN, ve které uhlík zvyšuje adhezivní vlastnosti TiSiCN, a mikrostrukturu, mechanické vlastnosti a také zvyšuje řezný výkon.

Vrstva AlTiCrN / TiSiCN byla otestována při vrtní do kalené oceli (AISI D2, HRC61). [6]



Obrázek 8.6. – 1 Struktura vrstvy AlTiCrN a TiSiCN

Obrázek 8.6 - 1 zobrazuje strukturu vrstvy AlTiCrN a TiSiCN. Vrstva byla zobrazena pomocí TEM³. Vrstva AlTiCrN má vynikající krystalické vlastnosti a má mikroskopickou sloupcovitou strukturu. Sloupce měří max. 50 nm nebo méně. U vrstvy TiSiCN, jsou krystalické struktury o rozměrech max. 5 nm nebo méně rozptýleny v amorfni matrici. Krystalická struktura B-1, která je v označená čtverečkem v pravé části snímku se skládá hlavně z TiCN. Obsah Ti je snížen a obsah Si se zvyšuje, amorfni vrstva se tedy především skládá z Si-C-N. [6]

Nanotvrdost konvenční vrstvy AlTiN je udávána hodnotou až 31,9 GPa. Nanotvrdost AlTiCrN vrstvy je 40,7 GPa a tvrdost vrstvy TiSiCN je 51,1 GPa. To znamená výrazné zvýšení tvrdosti oproti TiAlN po přidání uhlíku nebo chromu.

Dále bylo zjištěno, že kolísání tvrdosti s ohledem na jednotlivé vrstvy AlTiCrN, TiSiCN jsou výrazně menší než ve srovnání s kolísáním tvrdosti konvenční TiAlN vrstvy.

³ TEM – Transmisní elektronový mikroskop

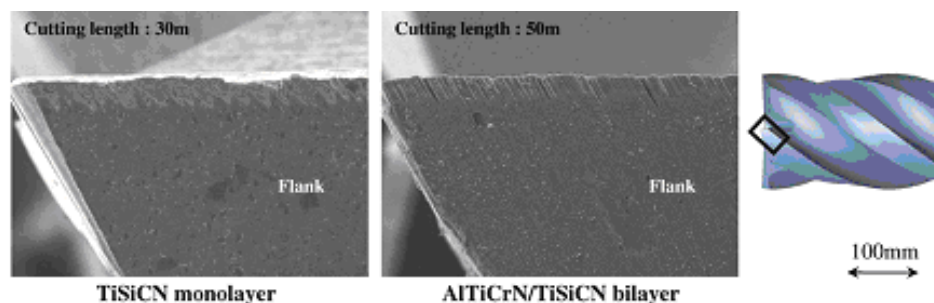
Výsledky zbytkového napětí měřené XRD ukazují, že vrstva AlTiCrN má -2,8 GPa a vrstva TiSiCN má -5,3 GPa. Jedná se tedy o tlaková zbytková napětí. Nicméně zbytkové napětí ve výši -5,3 GPa se podle dnešních norem ukazuje jako značně vysoké. [33] Při velkém tlakovém zbytkovém napětí dochází k porušování kohezních sil mezi vrstvami. Mono vrstva TiSiN, která je tvořena, Ti80-Si20% byla nedeponována na materiál za stejných podmínek jako vrstva TiAlN. Koeficient tření vrstvy TiSiCN je $\mu = 0,18$, to je relativně malá hodnota. Nejmodernější vrstva se srovnatelnou tvrdostí a tepelnou stabilitou od společnosti PLATIT AG nACo3 má koeficient tření $\mu = 0,45$. Ve srovnání s hodnotami koeficientu tření u vrstev TiAlN ($\mu = 0,51$) a TiSiN ($\mu = 0,55$) je TiSiCN jasným favoritem. Navíc kontrola po vrtání vrstvou TiSiCN, ukázala velmi malé opotřebenění nástroje. [6,33]

Obrázek 8.6 -2 a Obrázek 8.6. - 3 ukazuje SEM mikrofotografii poškozeného ostří po řezání oceli (AISI D2, HRC61). Na obrázku je vidět, že mono vrstva TiSiCN se začíná odlupovat v rané fázi na řezané hraně a rychle se opotřebovává. Testování bylo přerušeno po délce řezu 30 m. Ve srovnání s výsledky z obrábění mono vrstvou TiAlN a vrstvou AlTiCrN / TiSiCN se ukázalo, že tyto vrstvy mají větší odolnost vůči opotřebenění než samotná vrstva TiSiCN.

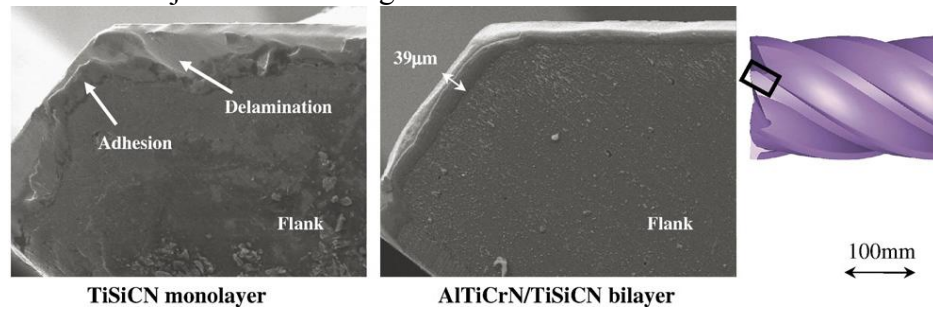
Lepší výsledky vrstvy AlTiCrN / TiSiCN oproti samotné vrstvě TiSiCN dokazují, že samotná tvrdost a tepelná odolnost nestačí pro dosažení optimálních výsledků při obrábění těžko obrobitelných slitin. Pro dosažení potřebných výsledků je zapotřebí také velmi dobrých kohezivních a hlavně abrazivních vlastností systému vrstev. Skvělé abrazivní a kohezivní vlastnosti dodává systému vrstev právě podkladová vrstva, která je nadeponovaná přímo na substrát. V tomto případě to je vrstva AlTiCrN. [19]

Má se za to, že na hranicích zrn dochází k tzv. prokluzu mezi nano-kompozitem mikroskopické krystalické struktury a amorfni strukturou, což má za následek značně vysokou tvrdost a odolnost proti šíření trhliny. Výsledkem je miniaturizace krystalické struktury, mikroskopická struktura v podobě sloupovitých útvarů AlTiCrN a nano - kompozitní struktura TiSiCN. Ačkoli TiSiCN je výrazně tvrdší, ale má špatnou přilnavost k substrátu díky svému vysokému zbytkovému napětí. [19]

Při zkoušce vrtáním kalené oceli AISI D2, HRC61 jednotlivými vrstvami bylo zjištěno, že v případě mono vrstvy TiSiCN, se systém zpočátku „roztahuje“ v závislosti na tepelném zatížení vrstvy, čímž se zvýší míra opotřebenění, zatímco v případě, systému vrstev AlTiCrN / TiSiCN, je dilatace rozměrů vrstvy potlačena a opět se potvrzuje dobrá odolnost proti opotřebenění. (obrázek 8.6 -2 a 8.6 - 3). [21,33]



Obrázek 8.6 – 2 Míra opotřebenění ostří nástroje
Cutting length – délka řezu, vrtu



Obrázek 8.6 – 3 Dokumentace ostří nástroje

Při obrábění oceli AISI D2, HRC61 se ukázala ještě další důležitá vlastnost svrchní vrstvy TiSiCN. Vytvoření oxidycké vrstvy při řezném procesu se ještě zlepšila dosavadní vlastnosti a lépe se ochránil břit před nárůstem tepla při řezném procesu.

Svrchní vrstva TiSiCN byla testována na materiálech, které se naopak na nástroj „lepí“, zde je velkou výhodou nízký koeficient tření a „kluzný film“, který znesnadňuje ulpívání obráběného materiálu na nástroji. [33]

Souhrn informací

1. Tvrdost vrstvy AlTiCrN je (40,7GPa) a tvrdost vrstvy je TiSiCN (51,1 GPa) obě značně převyšují konvenční TiAlN s tvrdostí (36,9 GPa).
2. AlTiCrN je vrstva tvořená mikroskopickými sloupcovitými útvary max. do 50 nm nebo méně. TiSiCN vrstva je nano-kompozitního charakteru, ve kterém je mikroskopická krystalická struktura skládající se z TiCN částic s rozměrem max. do 5 nm nebo méně, a amorfní vrstvy sestávající s převáženě z Si-C-N částic.
3. ve srovnání s nitridy povlaků, jako jsou TiAlN nebo TiSiN, TiSiCN ukázal vynikající tribologické vlastnosti dalece přesahující jednotlivé vrstvy použité jako monovrstvy
4. Vzhledem k tomu, že adheze k podkladu samotné mono vrstvy TiSiCN je nízká, je nutné pro snížení pnutí a zvýšení adheze TiSiCN použít jako adhezivní vrstvu AlTiCrN.

8.7. CrAlSiN

Tyto vrstvy jsou řazeny mezi nové nanokompozitní vrstvy. Jejich unikátní složení způsobuje to, co jejich předchůdci neměli. Zejména tedy kombinují výbornou adhezivní účinnost na substrátu, tepelnou odolnost a stabilitu, vysoká tvrdost až 40GPa a odolnost proti opotřebením. Nejčastěji se tyto vrstvy deponují pomocí plazmy asistované chemickou depozicí v parní (PACVD) nebo PVD vakuovém odpařování oblouku. Deponovaná tloušťka vrstvy je v rozmezí od 2 do 3,5 μm . [31]

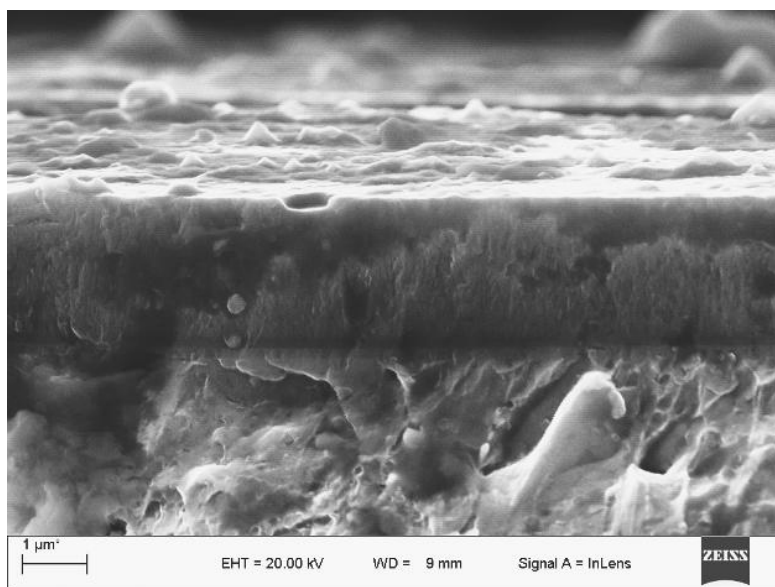
Výhodou depozice vrstev pomocí vakuového oblouku je vysoký výkon odtavení a plně ionizovaná plazma. Samotné depozici této vrstvy předchází mnoho úprav.

Pro zajištění správné kvality a funkčnosti dané vrstvy musí být povrch substrátu správně připraven.

V konečné fázi příprav, byly vzorky čištěny naprašováním v argonové plazmě a v neposlední řadě je nadeponována tenká kovová Ti vrstva na substrátu před samotnou depozicí.

Vrstva	Napětí na substrátu[V]	ARC zdroj proudu[A]	Tlak[Pa]	Teplota[°C]
CrAlSiN	-60	Cr – 70 AlSi – 120	3.0	450

Tabulka 8.7 - 1 podmínky depozice [31]



Obrázek 8.7 – 1 Lom vrstvy CrAlSiN [31]

Lom vrstvy dokumentuje drsnost nedeponované vrstvy. Částice na povrchu jsou tvořeny převážně čistým kovem a rozměry píků jsou až 2 μm . Tyto píky mohou značně zvyšovat koeficient tření a během řezného procesu tak zvyšovat teplo. Hlavním problémem při obrábění austenitických ocelí je jejich špatná tepelná vodivost. Pro obrábění těchto slitin bude potřeba snížit koeficient tření vrstvy na minimum, aby bylo generované teplo při styku vrstva – obrobek co nejmenší.

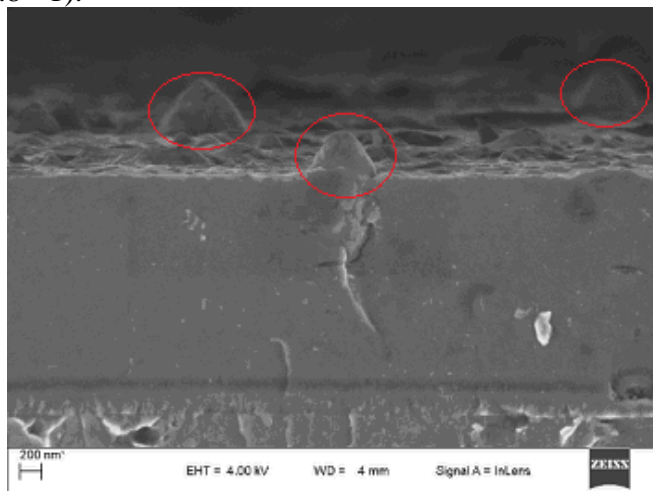
8.8. Nanokompozitní vrstvy nc-AlTiN/Si₃N₄ (označené nACo)

Tyto vrstvy se nejčastěji deponují LARC technologií. Drsnosti těchto vrstev jsou nejčastěji ovlivněny poruchami na substrátu. Porušený nebo jakkoliv nevhodně připravený substrát může způsobit poruchu nadeponované vrstvy nACo a to v podobě, prasklinek, drážek apod.. Drsnost základního materiálu je obvykle nižší než drsnost nedeponované vrstvy. Příčinou tohoto zvýšení drsnosti jsou vnesené makročástice během technologického procesu depozice. To má za následek zvýšení teploty a mechanického namáhání nástroje při řezání. Tomuto může být zabráněno perfektní úpravou substrátu před depozicí. Drsnost těchto vrstev byla většinou pozorována AFM technologií. (nevím co to je) mikroskopie atomárních sil.

Unikátní výhodou vyspělých vrstev [Ti, Al_{1-x}-CRX] N a nc-AlTiN/Si₃N₄ typu je v jejich výjimečných vlastnostech, jako jsou: velmi vysoká oxidační odolnost (nad 900 °C) s vysokou tvrdostí 38-50 GPa [28, 6]. Jsou to termodynamicky stabilní materiály, také z hlediska zrnitosti – k růstu zrna nedochází ani při teplotách nad 1000 °C. Hranice zrn působí jako účinná bariéra proti šíření defektu, a tímto způsobem je dosahovaná vysoká tvrdost těchto materiálů. Vrstvy (Ti, Al, Si) N, které tvoří (Ti, Al) N nanokrystaly o velikosti asi 5nm, jsou zasazeny v amorfni matrici Si₃N₄ [32]. Další pozitivní vlastností jsou nízké koeficienty tření, vysoká tepelná odolnost a nízká chemická afinita k obráběnému materiálu [6]. Použití těchto povlaků je realizovatelné díky novým PVD technologiím využívajících boční rotační elektrody, tzv. LARC®-technologie (boční rotační ARC Cathodes).

Jak je obecně známo deponovaná vrstva má horší drsnost povrchu než samotný substrát. Tato zvýšená drsnost je způsobena makročásticemi uvolněnými z katody během samotné depozice viz obrázek 8.8 - 1. Tato zvýšená drsnost má vliv na řezné podmínky a generované teplo, které je snaha při obrábění austenitu co nejvíce snižovat. Byl proveden test PIN-on-DISC za pokojové a zvýšené teploty 400°C.

Tento test je založen na sledování průběhu součinitele tření při současném opotřebování vrstvy. Hlavní proměnné parametry ovlivňující tření a opotřebení jsou rychlost otáčení a použité zatížení. Byly porovnávány dvě vrstvy: nACo a AlTiCrN. Vrstva nACo byla deponovaná LARC metodou a AlTiCrN běžnou PVD metodou. Bylo prokázáno, že depozice LARC metodou dosáhla snížení tření o 30% oproti monovrstvě AlTiCrN. Výsledky tribologické zkoušky ukázaly, že zvýšená teplota nijak podstatně neovlivnila drsnost a tvrdost v porovnání s výsledky získanými při pokojové teplotě (viz tabulka 8.8 - 1).



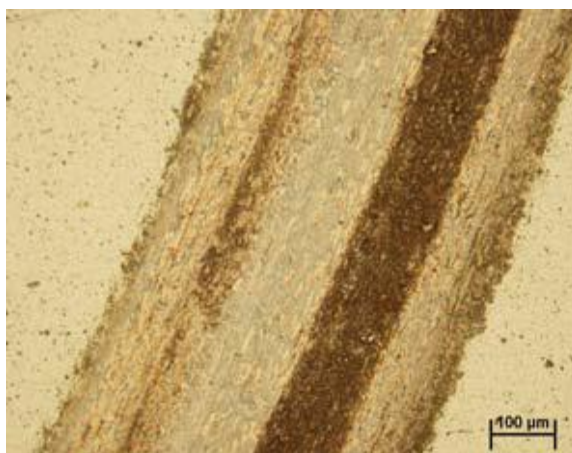
Obrázek 8.8 - 1 Mikročastic na povrchu nedeponované vrstvy. [33]

Investigated system	Ra [nm]	Rq [nm]	HV0.5 [GPa]	μ_{aver}
S 390	4.0	5.69	11.8 ± 1.4	-
S 390 + AlTiCrN	28.7	56.1	23.5 ± 4.1	0.736 ± 0.068
S 390 + AlTiCrN (400)	28.0	59.0	22.1 ± 0.5	1.274 ± 0.141
VA 30	4.6	6.3	12.4 ± 0.6	-
VA 30 + nACo	20.4	37.9	25.9 ± 0.7	0.728 ± 0.081
VA 30 + nACo (400)	18.5	23.5	21.6 ± 0.3	0.987 ± 0.099

Tabulka 8.8 – 1 Pozorované hodnoty vrstvy

Tab.8.8 – 1 Pozorované hodnoty pro vrstvy dosažené u testů provedených při pokojové teplotě (před zkouškou) a při teplotě 400 ° C (po zkoušce). Ra - aritmetický průměr odchýlení profilu, Rq - kvadratická hodnota profilu drsnosti, HV-tvrдость při zatížení 0,5 N, μ_{aver} - průměrný koeficient tření.

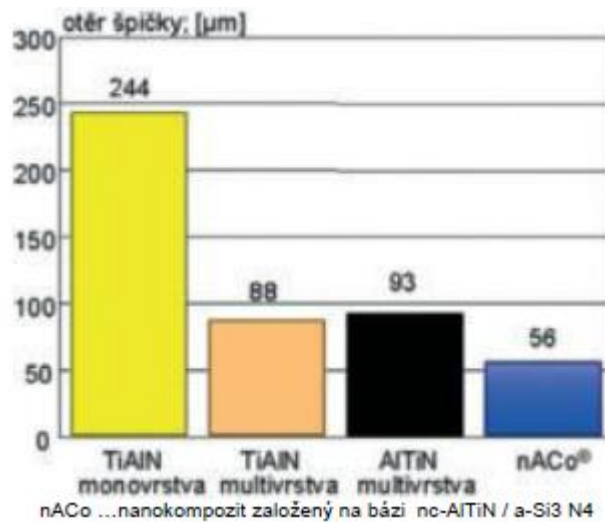
Kromě koeficientu tření, je také důležitým kritériem, hodnocení schopnosti povlaku odolnosti proti opotřebení. Z charakteru stop je možno konstatovat, že poté, co byl uskutečněn PIN-on-DISC test a to i při zvýšené teplotě (400°C), se nevyskytuje žádné významné odkrytí substrátu, jinými slovy bez adhezivního selhání systému vrstva-substrát.



Obrázek 8.8 - 2 Vzhled tribologické stopy ve vrstvě nACo po PIN-on-DISC, při 400 ° C.

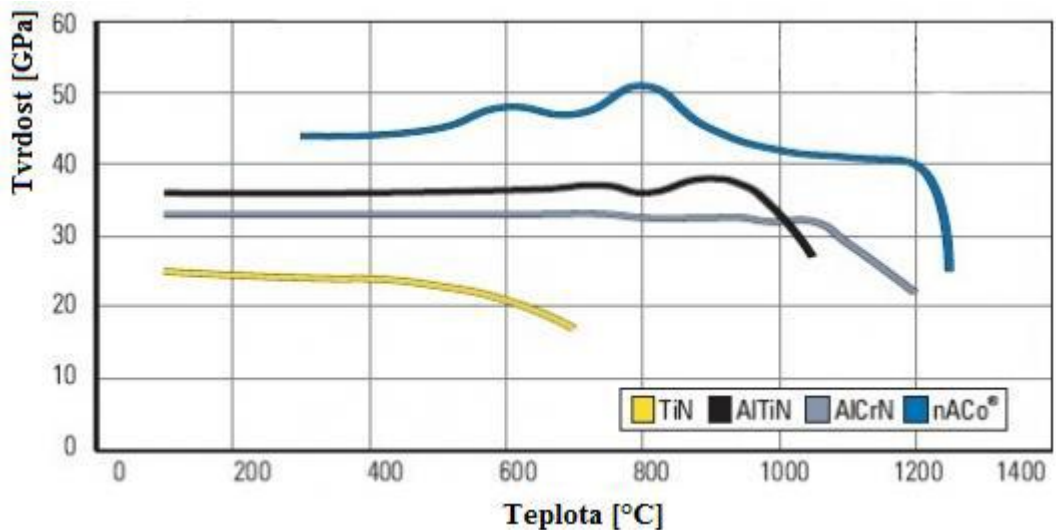
Pro ilustraci, byly vybrány některá místa na deponovaných vrstvách, které představují zhoršení drsnosti z důvodu výskytu rozměrných mikročástic. Velmi malé částice byly detekovány na vrstvě nACo, max. 80 nm po testování při teplotě 20°C a výška částic po testování při teplotě 400°C byla Max. 105 nm. Přibližně třikrát menší rozměry částic byly naměřeny u nACo než u monovrstvy AlTiCrN.

Níže na grafu 8.8 - 1 je vyobrazen výsledek testu, kdy byly porovnány jednotlivé vrstvy (některé z nich jsou popsány výše). Nejmenší opotřebení na špičce nástroje při vrtání vykazovala vrstva nACo.



Graf 8.8 – 1 Závislost otěru špičky nástroje po odvrtání 150m [19]

Graf 8.8 - 1 Vrtání kalené oceli – porovnání otěru špičky po odvrtání 150 m; materiál obrobku 42CrMo4; nástroj HM vrták průměru 12 mm; $a_p = 5 \times d$, $v_c = 120$ m.min⁻¹, $f_z = 0,35$ mm/zub; vnitřní chlazení: tlak $p = 40$ bar, emulze 5% [18]



Graf 8.8 – 2 Tvrdość jednotlivých vrstev v závislosti na teplotě [19]

Graf 8.8 - 2 nACo - nanokompozit založený na bázi nc-AlTiN / a-Si₃N₄ Graf

8.9. TripleCoatings®

TripleCoatings vrstvy jsou navrženy jako kompaktní systém vrstev pro úpravu vlastností povrchu základního materiálu. TripleCoatings vrstvy komplexně řeší rozdílné požadavky na systém s tenkými vrstvami. Základním rysem těchto systémů vrstev je rozdílné chemické složení, depoziční podmínky a struktury jednotlivých částí. Tento systém tenkých vrstev se skládá ze tří základních částí. Na povrchu substrátu (deponovaný materiál) je ukotvená adhezivní vrstva a na ní je nanášena jádrová vrstva systému. Na této vrstvě, vytvářející rozhraní s okolním prostředím je vrchní, obvykle kluzná vrstva. Tloušťka TripleCoatings vrstev je mezi 1 a 7 μm , přičemž tloušťka jednotlivých mezivrstev se pohybuje od desetin mikrometru až po jednotky mikronů.

Na rozhraní matrice – vrstva je hlavním požadavkem na vrstvu schopnost dokonalé adheze k základnímu materiálu. Povrch vrstvy tvoří hlavní funkční část chránící matrici, nejčastěji se jedná o bariérový efekt proti tepelným šokům, difúzním procesům, agresivnímu prostředí a šíření povrchových trhlin. Dále se využívají pro značné zvýšení mikrotvrdosti povrchu a zlepšení kluzných vlastností za celkové vysoké odolnosti proti abrazivnímu i adhezivnímu opotřebení. Vrchní vrstva na rozhraní s okolním prostředím výrazně zvyšuje ořezuvzdornost a má vysokou tvrdost za vysokých teplot a chrání tak vrstvy pod ní. Struktura vrstvy je následujícího charakteru. Na rozhraní matrice je tzv. adhezivní vrstva. Jak již název napovídá jejím hlavním požadavkem kladeným na vrstvu je dokonalá adheze k základnímu materiálu.

Jádrová vrstva tvoří hlavní funkční část chránící matrici. Nejčastěji se jedná o multivrstvu či nanovrstvenou strukturu. V jednodušších variantách je použita „klasická“ monovrstva či gradientní vrstva. Jádrová vrstva má obvykle největší tloušťku z celého systému TripleCoating. Jádrová vrstva chrání proti tepelným šokům, difúzním procesům, šíření povrchových trhlin. Má vysokou mikrotvrdost a celkové přispívá k odolnosti proti abrazivnímu i adhezivnímu opotřebení. Vrchní vrstva na rozhraní s okolním prostředím je obvykle nanokompozitního charakteru alternativně nanovrstvená. Je značně ořezuvzdorná a má vysokou tvrdost za vysokých teplot (až 1100°C). Tvrdost těchto vrstev je v rozmezí od 32 až 45 GPa. Díky tepelně výborně odolné vrchní vrstvě dobře snášejí vysoké teploty i méně odolné vrstvy pod ní. [19][21].

Souhrn informací

1. Základním rysem těchto systémů vrstev je rozdílné chemické složení, depoziční podmínky a struktury jednotlivých částí
2. Tloušťka TripleCoatings vrstev je mezi 1 a 7 μm , přičemž tloušťka jednotlivých mezivrstev se pohybuje od desetin mikrometru až po jednotky mikronů
3. Vrchní vrstva na rozhraní s okolním prostředím výrazně zvyšuje ořezuvzdornost a má vysokou tvrdost za vysokých teplot a chrání tak vrstvy pod ní, zvyšuje mikrotvrdost povrchu, zlepšuje kluzné vlastnosti za celkové vysoké odolnosti proti abrazivnímu i adhezivnímu opotřebení.
4. Vrchní vrstva je obvykle nanokompozitního nebo nanovrstvená. Je ořezuvzdorná a má vysokou tvrdost za vysokých teplot (až 1100°C). Tvrdost těchto vrstev je v rozmezí od 32 až 45 GPa.

Firma PLATIT AG disponuje velmi širokou škálou vrstev. Pro experimentální část této Diplomové práce, byly vytypovány 2 vrstvy. Tyto vrstvy jsou deponovány pomocí nejmodernější technologie TripelCoatings. Vytipované vrstvy jsou:

1. $n\text{ACo}^3$
2. $n\text{ACo}$

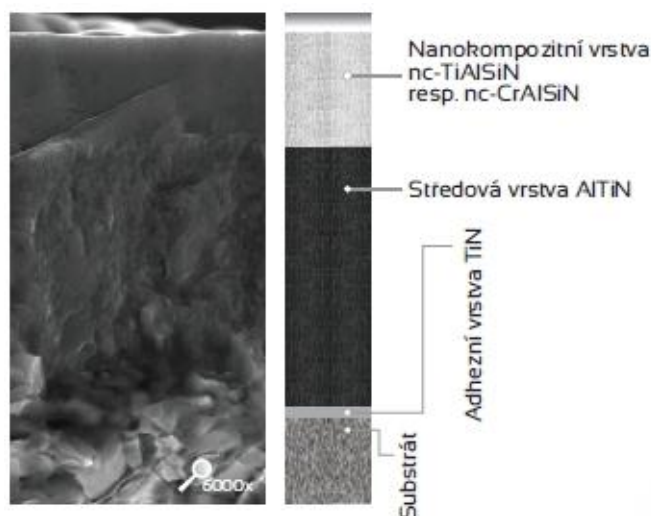
Číslovka 3 nad názvem vrstvy symbolizuje, že se jedná o depoziční technologii TripelCoatings. Vrstva $n\text{ACo}$ je deponována jako nanokompozit. Vrstvy budou porovnávány společně s vrstvou $\text{AlTiN} - \text{G}$. Pozorování bude založeno na porovnání nejmodernějších vrstev $n\text{ACo}$ a $n\text{ACo}^3$ s vrstvou $\text{AlTiN} - \text{G}$, která je vývojově mnohem starší.

8.10. $n\text{ACo}^3$

Vrstva $n\text{ACo}^3$ kombinuje vlastnosti jednotlivých vrstev tak, aby celá struktura měla skvělou přilnavost, pevné a tepelně stabilní jádro a velice odolný povrch. Skladby vrstvy je následující $n\text{ACo}^3 = \text{TiN} + \text{AlTiN} + n\text{ACo}$. Vrstva $n\text{ACo}^3$ je firmou PLATIT AG doporučována pro obrábění těžkoobrobitelných skupin ocelí, kam patří i austenitické oceli. Tato vrstva má navíc lepší procesní výsledky při vrtání s chlazením. Předchůdce vrstvy $n\text{ACo}^3$ neměla přesvědčivé výsledky při vrtání s chlazením, jednalo se o vrstvu $n\text{ACo}$, tedy o vrstvu tvořenou jako nanokompizit nc-AlTiN/Si3N4 .

Technologie TripleCoatings umožnila zakomponovat tvrdý a teplotně velice odolný povrch v podobě $n\text{ACo}$ do struktury $\text{TiN} + \text{AlTiN}$. Vrstva TiN má všeobecně známe skvělé adhezivní účinky a vrstva AlTiN má výbornou odolnost vůči vysokým teplotním šokům. Samotná vrstva $n\text{ACo}$ měla velice dobrou adhezi a velice odolný a tepelně stabilní povrch. Tím, že se vrstva $n\text{ACo}$ nedeponovala pomocí TripleCoatings na vrstvy $\text{TiN} + \text{AlTiN}$ jsou její vlastnosti ještě umocněny.

- Vlastnosti vrstvy $n\text{ACo}^3$** - vynikající přilnavost
- tvrdé jádro s vysokou odolností proti opotřebení a teplotní stabilitou
 - horní vrstva s extrémně vysokou nanohardness a teplotní odolností
 - pro výrobu s minimální odchylkou



Obrázek 8.10 – 1 Struktura jednotlivých vrstev TripleCoating, 6000x zvětšeno [22]

Název	Barva	Nanotvrdost [GPa]	Tloušťka [μm]	Koeficient tření	Max. teplota použitelnosti [$^{\circ}\text{C}$]
nACo3®	violet-blue	45 / 38	1-4	0,45	1200 / 900

Tabulka 8.10 – 1 Vlastnosti vrstvy nACo³® = TiN + AlTiN + nACo® (depozice technologií TripleCoatings®) [22, 34]

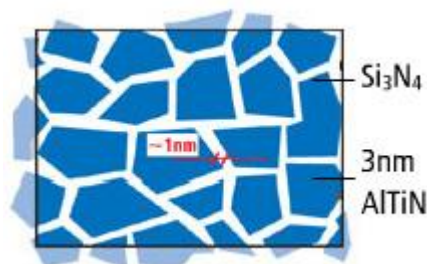
Název	Barva	Nanotvrdost [GPa]	Tloušťka [μm]	Koeficient tření	Max. teplota použitelnosti [$^{\circ}\text{C}$]
nACo®	violet-blue	45 / 40	1-4	0,45	1200 / 1100

Tabulka 8.10 – 2 Vlastnosti vrstvy nACo® = (nc-AlTiN)/(a-Si₃N₄) - nanokompozitní vrstva [22,34]

Z uvedených hodnot v tabulkách 8.10 - 1 a 2 je možné rychle zhodnotit, že vlastnosti vrstev se téměř neliší. Tato skutečnost jen potvrzuje, že záleží i na způsobu samotné depozice. Vždy nezáleží jen na tvrdosti vrstvy, adhezi a teplotní i chemické odolnosti, ale hlavně na způsobu depozice. Vrstva nACo³® je nástupcem nACo®.

Vrstva nACo® byla vytvořena jako nanokompozitní vrstva kde jsou nanokrystalická zrna zapuštěna do amorfni matrice Obrázek 8.10 – 2. Matrice je tvořena krystaly Si₃N₄ kde je křemík vyloučen po hranicích jednotlivých zrn. Křemík je velice stabilní za vysokých teplot a tím matrici dodává vysokou teplotní stabilitu. Tím, že je křemík vyloučen po hranicích zrn zabraňuje také teplotní dilataci matrice a tím způsobuje její vysokou tvrdost.

Funkční vlastnosti vrstvy nACo® technologie **TripleCoatings³®** nezlepší. **TripleCoatings³®** technologie umožní nedeponovat vrstvu spolu s dalšími dvěma vrstvami. Tímto propojením jednotlivých vrstev dochází ke zlepšení celkových vlastností vrstvy jako celku a ne jenom samotné funkční vrstvy nACo®. Technologie depozice umožňuje, aby si zákazník sám řekl složení vrstev. Tato možnost zatím není příliš využívána. Jedním z hlavních úskalí této možnosti je v neznalosti spotřebitele jednotlivých druhů vrstev nabízených na trhu.



Obrázek 8.10 – 2 Amorfni matrice Si₃N₄ [34]

- Vlastnosti vrstvy nACo®** - extrémně vysoká nanotvrdost
- extrémně vysoká tepelná odolnost
 - vhodná pro vysoký řezný výkon
 - možnost dekorativní modré barvy horní vrstvy

9. Závěr – hodnocení

Austenitické korozivzdorné oceli se z důvodu jejich specifických fyzikálních vlastností řadí mezi obtížné obrobitelné materiály. Ke zlepšení celkové obrobitelnosti je nutné se věnovat stavu povrchu nástroje. Proto se nástroje obrábějící austenitické oceli ve většině případech deponují PVD vrstvami. Pro tyto aplikace se v této souvislosti jako velmi perspektivní jeví použití vrstev na bázi tzv. TripleCoatings. U těchto vrstev existuje předpoklad, že budou nejen významně zvyšovat životnost nástrojů, ale umožní i zvýšení produktivity obráběcího procesu. Pro potvrzení tohoto předpokladu bude nutné provést řadu ověřovacích experimentálních měření, která jednoznačně potvrdí správnost použití těchto vrstev pro tyto aplikace.

Vrstvy deponované technologií **TripleCoatings³**® dosahují vysokých hodnot tvrdosti, tepelné stability a chemické odolnosti. Výborná adheze těchto vrstev je samozřejmostí. Díky této technologii depozice tenkých vrstev je možné obrábět i těžkoobrobitelné materiály jako jsou austenitické nerezové oceli, jak uvádí výrobce. Pro následné experimenty, byly vybrány na základě informací získaných při práci na rešerši tři vrstvy. Dvě ze tří vytipovaných vrstev byly vyvinuty firmou PLATIT AG, jedná se o vrstvy nACo³ a nACo. Firma tyto vrstvy doporučuje pro těžkoobrobitelné materiály. Třetí vrstvou byla zvolena vrstva AlTiN-G (G označuje gradientní strukturu vrstvy). Skvělé vlastnosti této vrstvy velmi ovlivňuje obsah Al. Vrstva AlTiN bude deponována s 67,5% Al. Tato koncentrace způsobí neoptimálnější poměr mezi tvrdostí a houževnatostí vrstvy AlTiN – G. Pro ověření obsahu Al bude použita GDOES analýza.

Tyto vytipované vrstvy budou podrobeny řadě experimentů. Od výsledků experimentů je očekáváno, že jednoznačně určí, která ze tří vytipovaných vrstev je nevhodnější pro tento druh praktické aplikace, a to pro vrtání austenitické nerez oceli.

Z důvodu použití vrstev pro tento druh materiálu budou na vrstvy kladeny vysoké nároky jak z hlediska pevnosti celého systému, adheze, abraze a schopnosti plasticko-elastické deformace. Experimenty budou nastaveny tak aby podaly jednoznačný výsledek, která vrstva dosáhla nejlepších výsledků a zda může vrstva AlTiN – G konkurovat progresivním tenkým vrstvám.

Experimentální část bude zaměřena na porovnání jednotlivých vrstev při stejných podmínkách. Stejnými podmínkami se rozumí stejné teploty experimentů a stejná testovací zatížení.

Velká nevýhoda těchto experimentů spočívá ve způsobu testování. Většina testů je prováděna v laboratorních podmínkách. Laboratorní podmínky experimentů umožní simulovat situace podobné při obrábění, ale nikdy se samotnému procesu obrábění nevyrovnají. Proto bude velice obtížné určit na základě experimentů nejvhodnější vrstvu.

II. Experimentální část

10. Experimentální část

V experimentální části budou tři vytipované vrstvy podrobeny laboratorním experimentům. Tyto experimenty by měly jednoznačně potvrdit nebo vyvrátit správnost použití těchto vrstev pro obrábění austenitických ocelí. V závěru budou zpracované laboratorní experimenty porovnávány a bude určena vrstva s nejlepšími výsledky.

Experiment bude nastaven tak, že vrstva s nejlepšími výsledky z laboratorních experimentů bude považována za vhodnou pro praktickou aplikaci vrtání do austenitické nerez oceli. Dále bude ověřeno, zda je vrstva AlTiN – G konkurence schopná oproti novým progresivním tenkým vrstvám. Vrstva byla doporučena⁴ odborníky pro depozici tenkých nástrojů.

První část experimentu Diplomové práce bude věnována laboratorním zkouškám vytipovaných vrstev. Dále se experiment zaměří na porovnání rozdílů vrstvy nACo. Tyto rozdíly jsou způsobeny různými možnostmi depozice. Vrstvu nACo může být deponována jako nanokompozit v celém jejím průřezu a nebo jako součást systému vrstev označovaném jako **TripleCoatings**³®. Tato část experimentu bude zaměřena na porovnání vlastností nanokompozitní a Triplecoating struktury vrstvy nACo. Současně budou výsledky těchto vrstev porovnávány s výsledky vrstvy AlTiN – G. Každý dílčí experiment bude vyhodnocen a bude určeno pořadí vrstev jak v daném experimentu obstály.

Pro experiment je nezbytné, aby byla vrstva deponována současně na plaketkách a nástrojích. Tloušťka deponované vrstvy u všech plaketek i nástrojů bude 2,5μm. Na plaketkách budou pro zjištění komplexních vlastností prováděny tyto následující testy:

1. Mercedes test
2. Scratch test
3. Tvrdost
4. BALL-on-DISC (materiál kuličky – Al₂O₃)
5. Měření tloušťky vrstev pomocí Řádkovacího elektronového mikroskopu

⁴ Vrstva byla doporučena firmou, která tuto vrstvu deponuje pro Mitsubishi motors. Mitsubishi motors tuto vrstvu používá pro obrábění austenitických nerez ocelí.

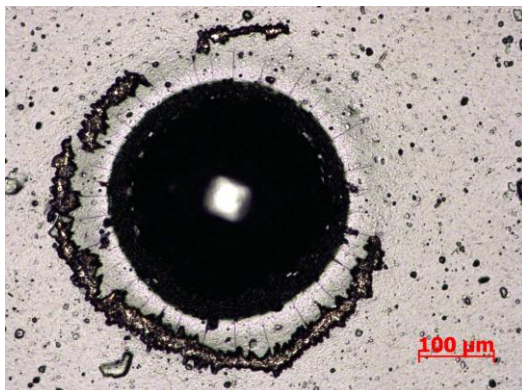
11. Experiment - Mercedes test

Principem tohoto testu je zatlačování diamantového kužele do testovaného povrchu, respektive do vrstvy. Kužel je zatlačován zatížením 1500N po dobu asi 12s do vrstvy. Kužel v průběhu testu proniká skrze vrstvu až na substrát a vtahuje vrstvu do vtisku. Následně se vyhodnocuje poškození vrstvy v okolí vtisku. Poškození v okolí vtisku je hlavním ukazatelem adhezivně-kohezivního chování vrstvy. Pro vyhodnocení poškození byla použita tabulka znázorňující možnosti poškození vrstvy.

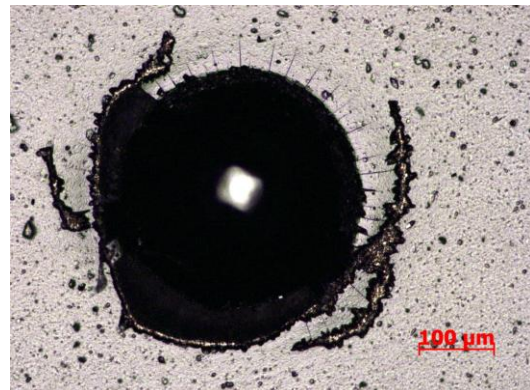
Při depozici je možné, že vrstva není po celém povrchu plaketky stejná. Z tohoto důvodu byly provedeny 2 vtisky na různých místech povrchu, aby byla zvýšená věrohodnost výsledku.

11.1. Experiment – vrstva nACo – Mercedes test

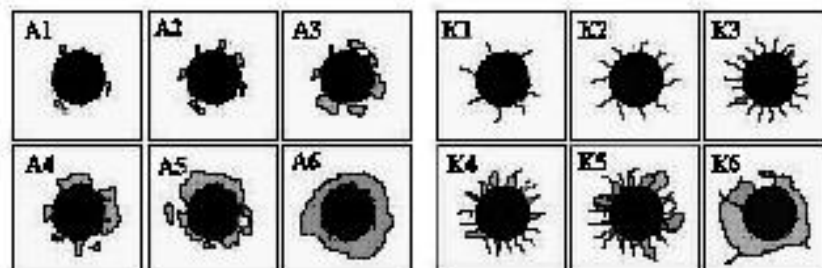
Hlavní předností těchto vrstev je jejich vynikající adheze a koheze, které způsobují dokonalou přilnavost k substrátu. Vrstva dosahuje vysokých hodnot tvrdosti, literatura uvádí až 40GPa to je cca 4000HV. Vrstva nACo si zachovává své vlastnosti až do 900°C, jak uvádí její výrobce. Těchto vlastností je dosaženo depozičními technologiemi a strukturou vrstvy. Struktura vrstvy je tvořena amorfni matricí Si_3N_4 , do které jsou zasazeny krystaly AlTiN. Experimenty této vrstvy budou zaměřeny na zjištění adhezivně-kohezivní vlastnosti vrstvy.



Obrázek 11.1 – 1 První vtisk



Obrázek 11.1 – 2 Druhý vtisk



Tabulka 11.1 – 1 hodnocení porušení okolí vtisku vytvořeného Rockwellovým indentorem při zatížení 1500N [35]

Dle tabulky 10.1 – 1 bylo poškození vrstvy po Mercedes testu vyhodnoceno takto: **A4/K3**. Výsledek Mercedes testu byl překvapivě špatný. Adhezivní chování vrstvy byly zhodnoceny jako velice špatné. Kohozevní chování vrstvy je podle tabulky v půlce hodnocení tedy K3, tzn. na hranici použitelnosti vrstvy v praxi. Na základě výsledků Mercedes testu byla vrstva vyhodnocena jako nedostatečná, pro vrtačí experiment.

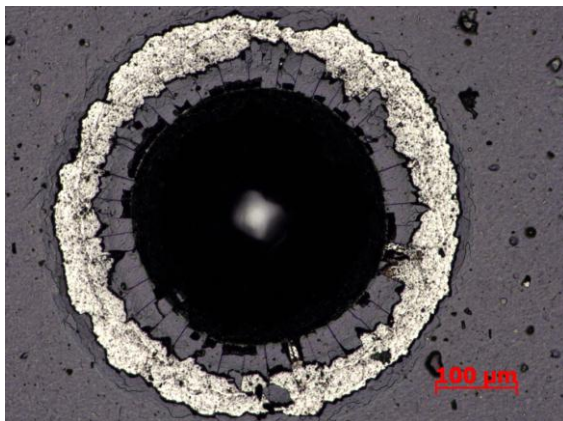
Hodnocení Mercedes testu bude vycházet z tabulky 10.1 – 1. Na základě hodnot A/K, kterých vrstva dosáhne, bude obodována. Například pro výsledek A1/K1 bude bodové hodnocení 6/6, pro výsledek A4/K3 bude hodnocení 3/4. Hodnoty se budou zapisovat do tabulky jednotlivě pro adhezi a kohezi. Na základě hodnocení bude vyhodnoceno, která vrstva měla nejlepší výsledky v rámci Mercedes testu. (nejlepší hodnocení = nejvyšší součet hodnot A a K)

- Bodové hodnocení vrstvy nACo: Adheze = 3
Koheze = 4

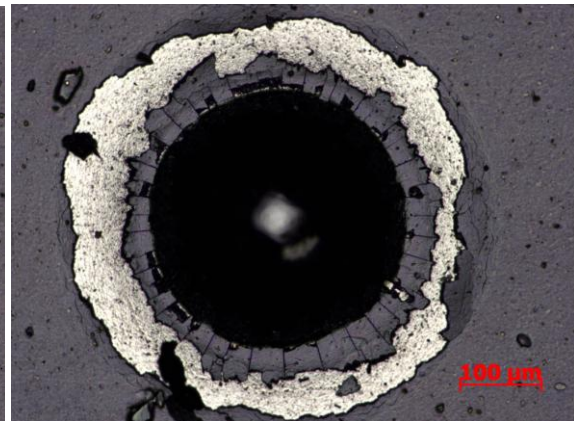
11.2. Experiment – vrstva nACo³ – Mercedes test

Číslo 3 nad názvem vrstvy symbolizuje, že se jedná o systém tří vrstev zakomponovaných do jednoho celku. Tato technologie depozice se nazývá **TripleCoatings³**⁵. Tato depoziční technologie ještě umocňuje vlastnosti vrstvy nACo. Vrstva nACo je nedeponována v podobě nanokompozitu jako vrchní vrstva. Pod vrchní vrstvou nACo je „jádrová vrstva“ AlTiN s multivrstvenou nebo gradientní strukturou. Tato „jádrová vrstva“ chrání proti tepelným šokům, difúzním procesům a šíření povrchových trhlin. Na rozhraní vrstva substrát je kladen hlavní požadavek a to na dokonalou adhezi vrstvy k substrátu. Pro experiment byla jako adhezivní vrstva vybrána osvědčená vrstva TiN.⁶

Od této vrstvy bylo očekáváno, že dosáhne mnohem lepších výsledků Mercedes testu než vrstva nACo. Opět byly provedeny dva vtisky na různých místech vrstvy.



Obrázek 11.2 – 1 První vtisk



Obrázek 11.2 – 2 Druhý vtisk

⁵ Tato technologie byla popsána v kapitole 8.9

⁶ TiN je ověřenou adhezivní vrstvou technologie **TripelCoatings³** je možné použít i TiC vrstvu

Ahezivně-kohezivní vlastnosti vrstvy nebyly v tomto experimentu potvrzeny. Vrstva byla po Mercedes testu ohodnocena jako podprůměrná nebo spíše jako nevyhovující. Adhezivní vlastnosti vrstvy byly horší než u vrstvy nACo. Od vrstvy nACo³ bylo očekáváno, že bude dosahovat lepších výsledků adhezivně-kohezivního chování.

Vyhodnocení Mercedes testu vrstvy nACo dle **tabulky 11.1 – 1** bylo ohodnoceno **A6/K3**.

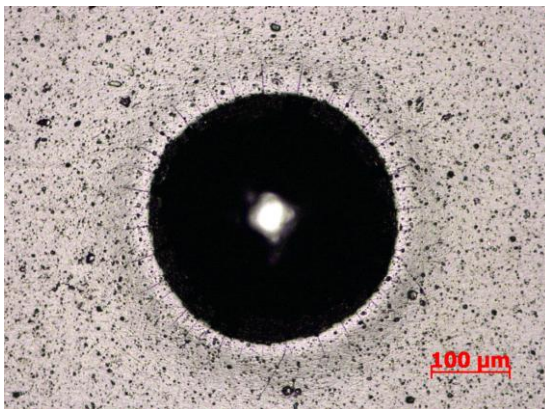
- Bodové hodnocení vrstvy nACo³: Adheze = 1
Koheze = 3

11.3. Experiment – vrstva AlTiN-G – Mercedes test

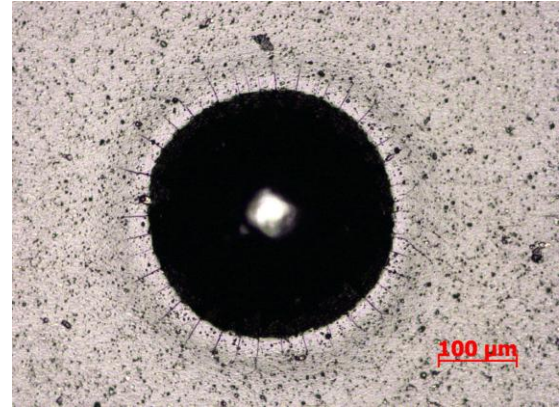
Gradientní systém tenkých vrstev byl další vývojový stupeň v evoluci tenkých vrstev. Tento systém vrstvy již nebyl tvořen pouze binárními nitridy, ale obsahoval alespoň dva kovy nitridů, jejichž koncentrace se plynule směrem od substrátu na povrch vrstvy měnila.

Tento systém je starší než předchozí vrstvy nACo a nACo³. Gradientní systém vrstev je dnes používán pro vrstvu na bázi AlTiN - G. Tato vrstva deponovaná jako gradientní struktura je dnes používána společností Mitsubishi motors. Společnost Mitsubishi motors používá tuto vrstvu pro zvýšení životnosti nástrojů pro obrábění austenitických ocelí. Na základě těchto informací a předchozí rešeršní části týkající se vrstvy AlTiN - G, byla tato vrstva vybrána pro experiment.

Během získávání informací o této vrstvě bylo zjištěno, že povrch musí být před i po depozici upraven. Povrch se upravuje z důvodu snížení koeficientu tření vrstvy i substrátu. Vrstva AlTiN - G vykazuje koeficient tření cca 0,70. Vrstva AlTiN deponovaná pro Mitsubishi motors dosahuje koeficientu tření cca 0,35 – 0,40. Snížení koeficientu drsnosti je dosaženo leštěním před depozicí i po depozici. Pro obrábění austenitických ocelí je vhodné co největší snížení koeficientu tření vrstvy. Následujícími experimenty bude ověřeno zda vrstva, AlTiN –G (která je z hlediska vývoje daleko starší než vrstvy nACo a nACo³), bude dosahovat lepších výsledků.



Obrázek 11.3 – 1 První vtisk



Obrázek 11.3 – 2 Druhý vtisk

Výsledky z Mercedes testu byly značně lepší než u vrstev nACo a nACo³. Vrstva AlTiN-G vykazovala mnohem lepší adhezivně-kohezivní vlastnosti než nové progresivní vrstvy.

Vyhodnocení Mercedes testu vrstvy AlTiN-G dle **tabulky 11.1 – 1** bylo ohodnoceno **A1/K2**.

- Bodové hodnocení vrstvy AlTiN-G: Adheze = 6
Koheze = 5

11.4. Závěr experimentu Mercedes test

Na základě informací obsažených v rešeršní části Diplomové práce bylo usuzováno, že progresivní tenké vrstvy nACo a nACo³ budou dosahovat skvělých výsledků. Vyhodnocení experimentu však ukázalo, že vrstvy nACo a nACo³ vykazují známky selhání adhezivně-kohezivního chování.

Při vnikání tělíska dojde k zatížení na určitou mez a následnému porušení soudržných sil systému a vrstva se poruší. Následně dojde k vtažení vrstvy vnikacím tělískem do vtisku a tím se vytvoří charakteristický obrazec v okolí vtisku.

Obrázky jednotlivých vtisků vrstev nACo a nACo³ dokazují, že vrstvy nejsou dostatečně pružné. Je usuzováno, že absence pružnosti vrstvy nACo, která je deponovaná jako vrchní část celého systému **TripleCoatings³**[®], je způsobena vysokou tvrdostí vrstvy. Tvrdost této vrstvy dosahuje až 40GPa (to je cca 4000HV0,1). Této tvrdosti je dosažena díky křemíkové matici Si₃N₄. V této matici jsou uložena zrna AlTiN. Křemíková matrice zabraňuje pohybu zrn AlTiN i za zvýšených teplot. Matrice Si₃N₄ je schopna vydržet vysoké zatížení, ale není schopna plastické deformace a uvolnění napětí v podobě kluzu mezi jednotlivými zrny. Tímto kluzem mezi jednotlivými zrny dojde k uvolnění napětí ve vrstvě. Uložení zrn ve vrstvě AlTiN – G umožňuje pohyb zrn neboli kluzu mezi zrny a vrstva dosahuje větší hodnoty plasticity. Z tohoto důvodu je zřejmě u vrstvy AlTiN – G dosahováno lepších výsledků adhezivně-kohezivního chování.

Závěrem tohoto experimentu tedy je, že vrstvy nACo a nACo³ dosahují extrémní tvrdosti, ale minimální pružnosti. Je usuzováno, že pro obrábění austenitických ocelí je vhodné, aby vrstva byla zároveň pružná a značně otěruvzdorná. Tyto vlastnosti jsou požadovány kvůli fyzikálním a mechanickým vlastnostem austenitické oceli, do které mají být tyto vrstvy nasazeny. Tabulka s výsledky experimentů je níže.

Typ Vrstvy	nACo	nACo ³	AlTiN-G
Adhezivně-kohezivní vlastnosti (bodové hodnocení)	Adheze = 3 Koheze = 4	Adheze = 1 Koheze = 3	Adheze = 6 Koheze = 5
Suma bodového hodnocení	7	4	11
Pořadí vrstev po testu	2	3	1

Tabulka 11.4 – 1 Shrnutí a bodové hodnocení Mercedes vtisku, pořadí vrstev po testu od nejlepší po nejhorší, 1 = nejlepší, 3 = nejhorší

12. Experiment – Scratch test

V praxi kde dochází ke kontaktu nástroje s obráběným materiálem je požadována značná adheze deponované vrstvy na nástroji. Při styku ploch nástroje s vrstvou a obráběného materiálu dochází k vyvinutí značných tlaků a teplot. Tyto faktory značně namáhají samotnou vrstvu a dochází k jejímu postupnému odlupování. Tento experiment podá přibližné představy, jak se vrstva chová při vnikání indentoru s narůstajícím zatížením. Z ekonomických důvodů nejsou experimenty prováděny na samotných nástrojích, ale na zkušebních plaketkách.

Scratch test je základní a nejrozšířenější zkouškou pro sledování adheze systému tenká vrstva substrát. Tato metoda našla své uplatnění jako efektivní metoda kvalitativní kontroly.

Principem metody je plynulé zatěžování indentoru rychlostí horizontálně a indentor, který je zatěžován konstantní nebo plynule se zvyšující silou, proniká do povrchu vzorku při současném pohybu plaketky a vytváří tak vryp. Tím se na rozhraní vrstva - substrát generuje pnutí, které při dosažení kritické hodnoty způsobí odtržení vrstvy od substrátu. Hodnota, při níž dojde k poškození vrstvy, se nazývá kritické zatížení L_c a je používána jako míra adheze dané vrstvy.

Přístroj zaznamenává průběh normálové F_n a tangenciální síly F_t působící na indentor, hodnoty koeficientu tření $\mu = F_t / F_n$ a signál akustické emise (AE - elastické vlny generované uvolněním energie vnitřně vázané ve struktuře materiálu).

Hodnotu kritického zatížení L_c , při níž dojde k porušení vrstvy, lze zjišťovat několika způsoby: pomocí připojeného optického mikroskopu, popř. pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu doplněného o zpracování zaznamenaných závislostí koeficientu tření a signálu akustické emise na normálovém zatížení [38]

Tento experiment považoval za hodnotu kritického zatížení L_c místo, kde se skokově zvýšil koeficient tření COF.

Pro získání správných výsledků Scratch testu je nezbytné nastavit několik faktorů.

- rychlost zatěžování
- rychlost posuvu stolku
- rozsah zatěžovací síly

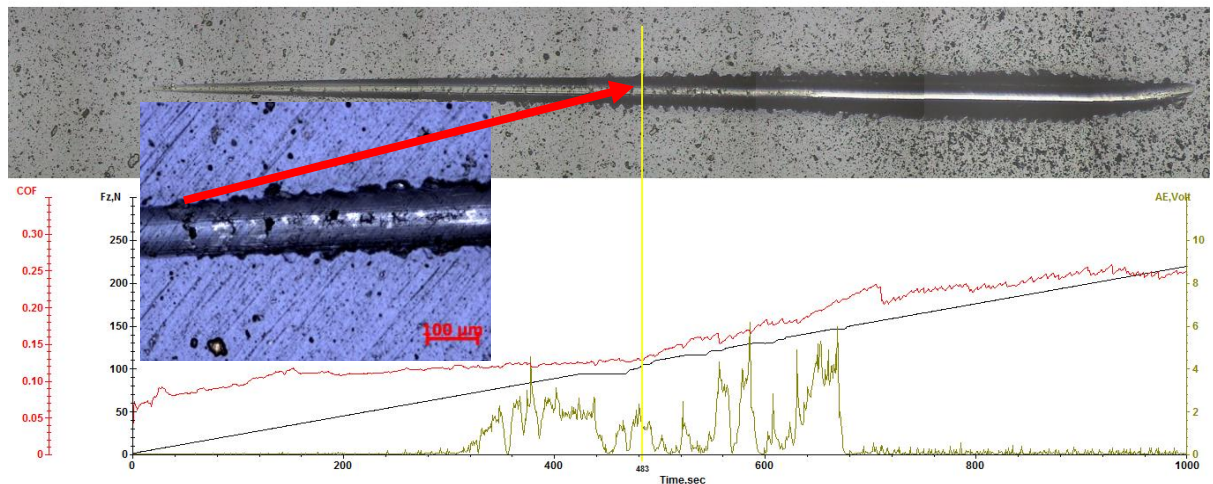
První nastavení zatěžovací síly bylo provedeno od 2 do 80N. Při zatížení 80N nedošlo k odhalení substrátu ani k výraznému poškození vrstvy v okolí vrypu. Toto zatížení se ukázalo jako nedostatečné pro všechny tři testované vrstvy. Následovalo navýšení zatěžující síly na 150N a následně až na 220N. Zatěžující síla 220N je mezní zatížení indentoru pro scratch test. Mezní zatížení bylo nezbytné pro odhalení substrátu. Toto vysoké zatížení dokazuje skvělé adhezivní vlastnosti vrstev.

Záznam akustické emise je součástí měření během experimentu. Zařízení snímá akustické signály a vyhodnocuje jejich intenzitu. Všechny Naměřené hodnoty jsou vyhodnoceny do jednoho grafu. Záznam akustické emise není vždy shodný s místem porušení vrstvy. Akustická emise je velmi citlivý přístroj a je schopen zaznamenat porušení vrstvy, které je obtížně viditelné i za použití světelného mikroskopu.

Parametry experimentu - Scratch test vrstev nACo, nACo³ a AlTiN – G

- Diamantový indentor Rockwell 120°, poloměr 200 μm
- Zatěžovací síla 2 až 220 N
- Délka vrypu 5 mm
- Rychlost průniku indentoru do povlaku 0,005 mm/s
- Rychlost posuvu stolku 0,005 mm/s

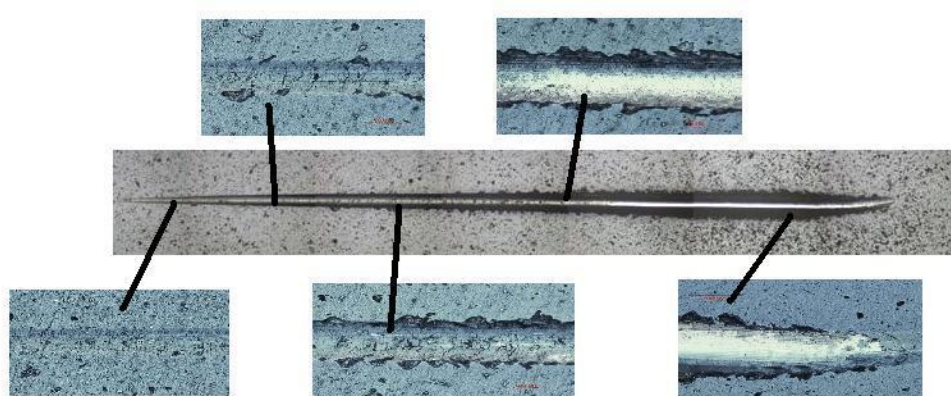
12.1. Experiment – Scratch test vrstva nACo



Obrázek 12.1 – 1 Vyhodnocení Scratch testu vrstvy nACo se záznamem akustické emise - AE, koeficientu tření COF a zatěžující síly F_z [N]

Obrázek 12.1 – 1 zobrazuje vyhodnocení Scratch testu. Záznam výsledku obsahuje záznam koeficientu tření, akustickou emisi, zatěžující sílu a označení místa porušení vrstvy. Toto místo kde došlo k porušení vrstvy je označeno žlutou čarou. Z této žluté čáry byly následně odečteny hodnoty F_z odpovídající okamžiku, kdy došlo k porušení vrstvy. V místě kritického zatížení L_c bylo odečteno zatížení $F_z = 105$ [N]

Záznam akustické emise AE se v tomto případě neshodoval s koeficientem tření COF v místě porušení vrstvy.



Obrázek 12.1 – 2 Dokumentace jednotlivých míst vrypu scratch testu

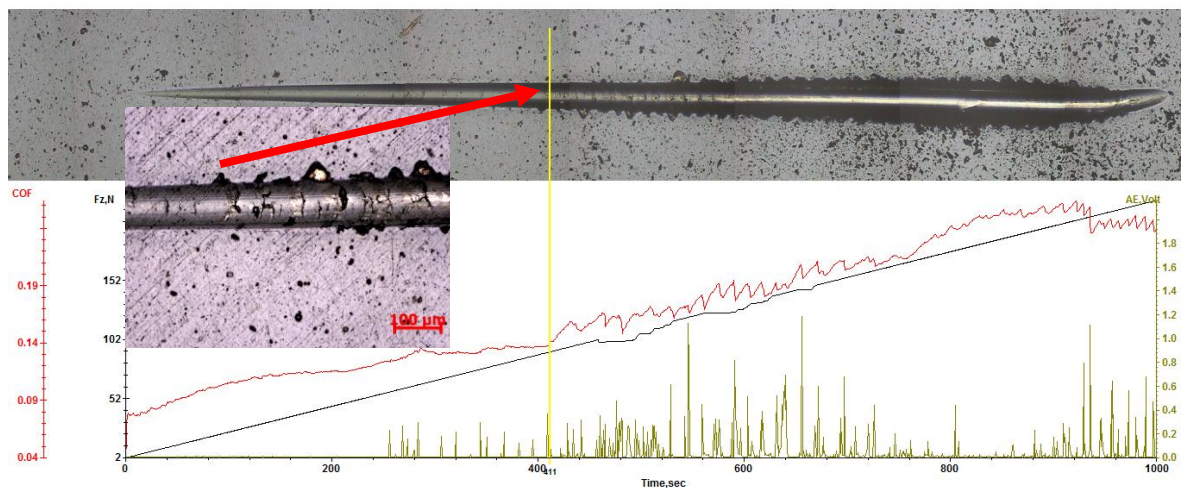
Obrázek 12.1 – 2 dokumentuje průběh poškození vrstvy v průběhu vrypu. Z obrázku je viditelné, že k porušení vrstvy skutečně docházelo již v počátku vrypu, jak ukazovala akustická emise. V místech, kde akustická emise vykazovala nárůst docházelo již k prvnímu praskání vrstvy. V tomto případě se záznam akustické emise neshodoval s místem prvního porušení vrstvy, dle koeficientu tření.

V průběhu vrypu docházelo ke zvýšení zatížením až na maximální hodnotu 220N, kdy došlo k proniknutí indentoru na substrát.

12.2. Experiment – Scratch test vrstva $n\text{Co}^3$

U této vrstvy muselo být upravováno nastavení Scratch testu. Důvodem pro úpravu parametrů nastavení Scratch testu byla strukturní stavba vrstvy. Musel být upraven průběh zatěžovací rychlosti a rychlost posuvu stolku se vzorkem.

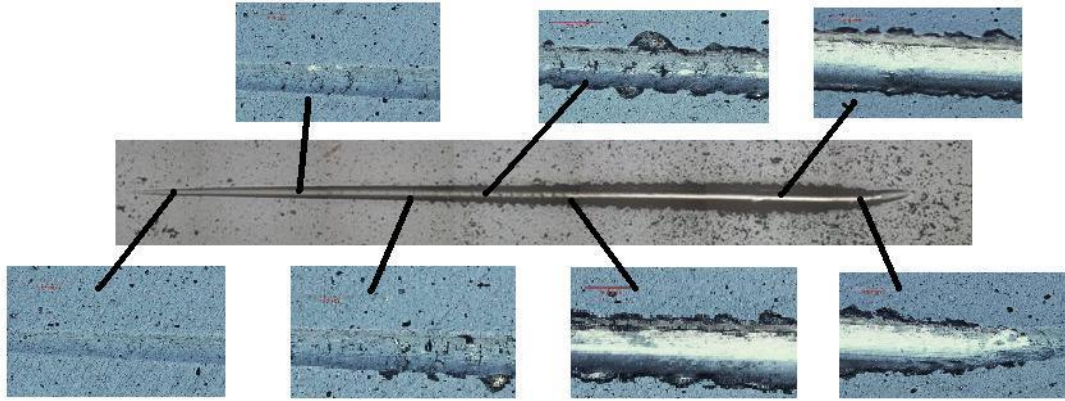
Přístroj nebyl schopen vystihnout plynulé zatěžování. Stalo se tak proto, že vrstva je sendvičová a má měkké jádro. Měkké jádro zapříčinilo nelineární průběh zatěžující síly. Tento jev je při Scratch testu nežádoucí. Pro dosažení lineárního zatěžování síly F_z musely být upraveny samotné parametry experimentu. Upravované parametry nijak neovlivnily výsledky testu. Nastavení parametrů bylo zaměřeno pouze na rychlost zatěžování silou F_n a rychlost posuvu stolku se vzorkem. Celková zatěžující síla nebyla upravena, zůstala nastavena na 220N



. **Obrázek 12.2 – 1** Vyhodnocení Scratch testu $n\text{Co}^3$ se záznamem akustické emise - AE, koeficientu tření COF a zatěžující síly F_z [N]

Obrázek 12.2 – 1 zobrazuje vyhodnocení scratch testu vrstvy $n\text{Co}^3$. Od této vrstvy bylo očekáváno, že dosáhne lepších výsledků než vrstva $n\text{Co}$. Vrstva $n\text{Co}^3$ je vylepšena adhezivní vrstvou TiN , která zvyšuje adhezivní vlastnosti vrstvy. Výsledky experimentu nepotvrdily lepší adhezivní vlastnosti vrstvy.

Vrstva $n\text{Co}^3$ je velmi tvrdá, ale nedosahuje potřebné plasticity. Absence dostatečné plasticity způsobila křehké porušení vrstvy v okolí vrypu. Záznam akustické emise ukazuje, že k praskání ve vrstvě docházelo již při zatížení cca $F_z = 52$ [N]. Vrstva $n\text{Co}^3$ dosáhla hodnoty kritického zatížení L_c $F_z = 90$ [N]. Záznam akustické emise se zde opět neshodoval s koeficientem tření COF při dosažení kritické hodnoty zatížení, označené žlutou čarou.



Obrázek 12.2 – 2 Dokumentace jednotlivých míst vrypu scratch testu

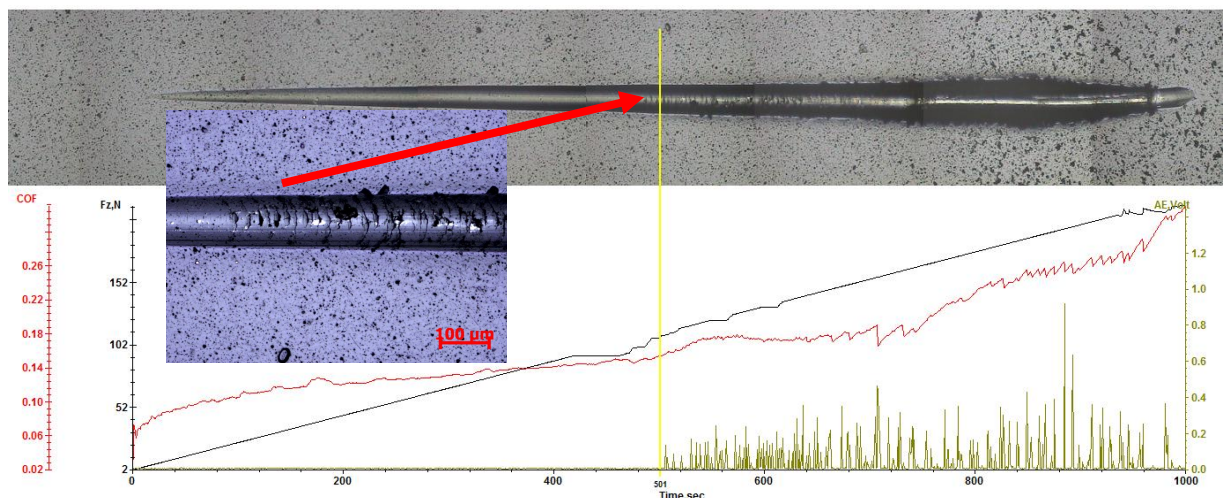
Obrázek 11.2 – 2 dokumentuje průběh deformace vrstvy $nACo^3$ v průběhu vrypu. K porušení vrstvy docházelo ještě dříve než u vrstvy $nACo$. Toto místo prvního porušení vrstvy je opět shodné se záznamem akustické emise. Ani v tomto případě se však záznam akustické emise neshodoval s místem porušení vrstvy, označeném žlutou čarou. Vrstva vykazovala známky křehkého porušení v okolí vrypu. Pro odhalení substrátu byla opět nutná síla až 220N.

12.3. Experiment – Scratch test vrstva AlTiN – G

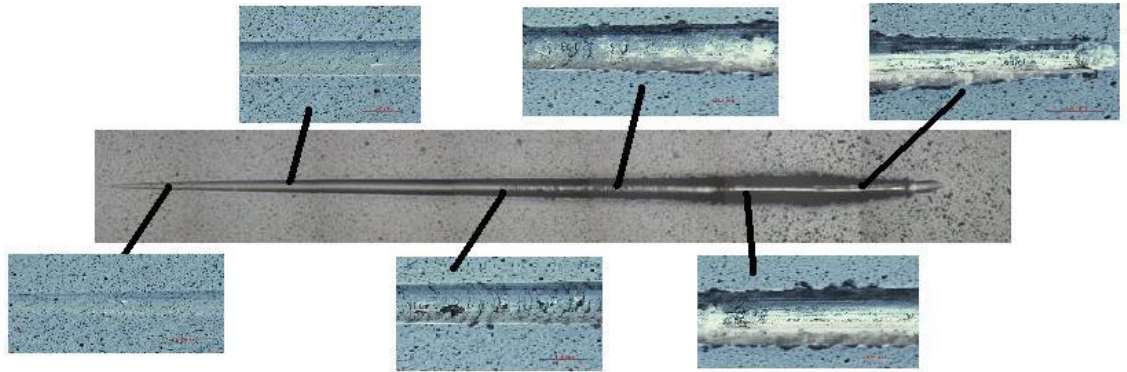
Vrstva AlTiN – G je ze tří porovnávaných vrstev nejstarším typem tenké vrstvy. Od této vrstvy nebylo očekáváno dosažení lepších výsledků v laboratorních experimentech než u vrstev $nACo$ a $nACo^3$. Tato vrstva však vykazovala lepší výsledky Mercedes testu než vrstvy $nACo$ a $nACo^3$. Na základě tohoto výsledku bylo usuzováno, že bude dosahovat uspokojivých výsledků Scratch testu.

Vrstva AlTiN – G opět dosáhla nejlepších výsledků ze tří otestovaných vrstev Scratch testem. Zatěžující síla, při které došlo k porušení vrstvy a tedy dosažení kritické hodnoty L_c , byla $F_z = 110$ [N]. Tato hodnota byla potvrzena i dalšími vrypy provedených na vrstvě AlTiN – G.

Výborná adheze vrstvy byla potvrzena i v případě Scratch testu.



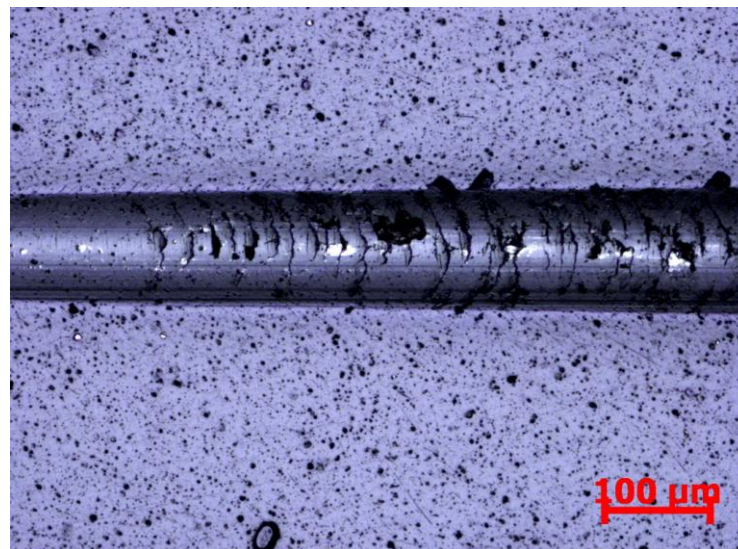
Obrázek 12.3 – 1 Vyhodnocení Scratch testu vrstvy AlTiN - G se záznamem akustické emise - AE, koeficientu tření COF a zatěžující síly F_z [N]



Obrázek 12.3 – 2 Dokumentace jednotlivých míst vrypu scratch testu

Obrázek 12.3 – 2 dokumentuje porušení vrstvy AlTiN - G v průběhu vrypu. Tato vrstva nevykazovala známky křehkého porušení ani po překročení kritické hodnoty zatížení, která je na obrázku 12.3 - 1 vyznačena žlutou čarou. Pouze u této vrstvy došlo ke shodě akustické emise a koeficientu tření při dosažení kritické hodnoty zatížení L_c a porušení vrstvy. Pro odhalení substrátu byla opět nutná síla až 220N.

Vrstva během vrypu opět vykazovala značnou míru elasticity, stejně jako u Mercedes testu. Na okrajích vrypu se netvořily žádné výrazné odštěpy vrstvy jako u vrstev $n\text{Co}$ a $n\text{Co}^3$. Tento jev zdokumentován na obrázku 11.3 – 3. Vrstva AlTiN - G je tedy mnohem houževnatější než vrstvy $n\text{Co}$ a $n\text{Co}^3$. Schopnost elasticko-plastického chování vrstvy během vnikání cizího tělesa by mohlo být jednou z hlavních vlastností pro nasazení této vrstvy pro praktické aplikace.



Obrázek 12.3 – 3 Fotodokumentace místa prvního porušení vrstvy při zatížení 110N

12.4. Závěr experimentu – Scratch test

Tento experiment zjišťoval adhezi jednotlivých typů vrstev. Progresivní tenké vrstvy nACo a nACo³ nedosahovaly očekávaných výsledků adhezivních vlastností. V tomto experimentu opět nebyla potvrzena dobrá adheze systému **TripleCoatings³**[®]. Systém **TripleCoatings³**[®] v tomto experimentu vykazoval nejnižší zatížení F_z ze tří testovaných vrstev a tím i nejslabší adhezi.

Hypotézou tedy je, že vrstvy s křemíkovou amorfní maticí dosahují extrémní tvrdosti až 45GPa (to je cca 4500HV), ale mají nedostatečnou plasticitu systému. Tato nízká plasticita je zřejmě zapříčiněna křemíkovou amorfní maticí, která brání v jakémkoliv pohybu zrn i za vyšších teplot. Vrstva tedy zřejmě absorbuje určité zatížení, ale po překročení určité meze dojde k utržení vrstvy křehkým charakterem. Při tomto porušení dojde k delaminaci vrstvy a k odhalení substrátu. Tato skutečnost potvrzuje absenci plasticity vrstvy.

Velmi dobrých výsledků adheze dosahovala vrstva AlTiN – G. Vrstva AlTiN – G vykazovala i lepší elastické vlastnosti. Tato elasticita umožňuje vrstvě AlTiN – G relaxaci vneseného napětí kluzem mezi jednotlivými zrny. Tato vrstva nedosahuje takových hodnot tvrdosti jako vrstvy s křemíkovou amorfní maticí Si₃N₄, ale je schopna absorbovat vnesené napětí. Tato vlastnost je považována za důležitější než samotná tvrdost. Pro praktické aplikace vrstev je vhodné, aby tenká vrstva byla schopna relaxace vneseného napětí. Pořadí vrstev po experimentu Scratch test je uvedeno v tabulce 12.4 – 1

Typ Vrstvy	nACo	nACo ³	AlTiN-G
Zatěžující síla pro dosažení kritické hodnoty porušení vrstvy Lc	105	90	110
Pořadí vrstev po experimentu Scratch test	2	3	1

Tab. 12.4 – 1 Pořadí vrstev po experimentu Scratch test od nejlepší po nejhorší, 1 = nejlepší, 3 = nejhorší

13. Experiment BALL-on-DISC – Tribologie, profilometr

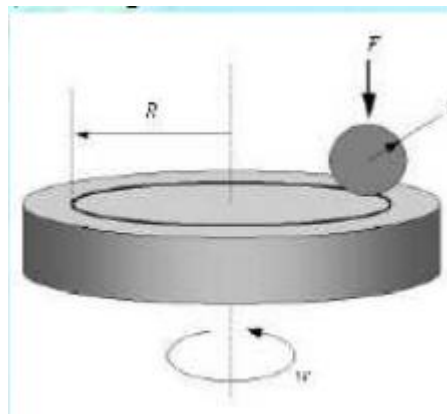
Ve vztahu nástroj obrobek dochází během řezného procesu ke značnému abrazivnímu opotřebení kontaktních ploch. Plocha nástroje je opatřena tenkou vrstvou za účelem zvýšení životnosti nástroje. Během řezného procesu dochází k opotřebování vrstvy. Tento experiment by mohl naznačit, k jakému abrazivnímu opotřebení dochází při styku dvou ploch, podobně jako při řezném procesu.

Každá z testovaných vrstev má koeficient tření udávaný výrobcem. Tento experiment bude porovnávat, zda se naměřené hodnoty shodují nebo blíží hodnotám koeficientu tření uváděných výrobcem pro jednotlivé vrstvy.

Nakonec každého dílčího experimentu byl profilometrem změřen profil a hloubka tribologické stopy. Z naměřených hodnot byl vytvořen graf a spočten úběr materiálu vrstvy po 45 516 cyklech. Tato hodnota cyklů byla nastavena jako konečná pro experiment BALL-on-DISC.

Experiment BALL-on-DISC spočívá ve vtláčování pevně uchyceného tělíska (pinu) ve tvaru kuličky nebo hrotu z libovolného materiálu do analyzovaného systému tenká vrstva-substrát. Toto tělísko je vtláčováno předem definovanou silou do zkušebního tělíska, které se otáčí danou rychlostí. Po každém provedeném testu se analyzuje rozsah a poškození tenké vrstvy (tribologická stopa) a průběh koeficientu tření v závislosti na počtu cyklů.

Pro získání přesných výsledků je třeba určit koeficient tření na referenčním vzorku. Tento experiment použil jako referenční vzorek substrát, na kterém jsou vrstvy nadeponovány. Povrch referenčního vzorku byl vybroušen a vyleštěn diamantovou pastou.



Obrázek 13 – 1 Ilustrace principu experimentu Ball-on-Disc [37]

K určení součinitele tření byla použita technika „BALL-on-DISC“, jejíž princip spočívá v umístění tělíška ve formě nerotující kuličky na povrchu vzorku (ve tvaru disku). V určité zvolené vzdálenosti od středu vzorku je kulička zatížena předem definovanou silou. Disk se začne otáčet definovanou rychlostí a vykoná předem stanovený počet otáček. Příмым výsledkem měření je graf závislosti koeficientu tření na vzdálenosti. Zkoušky byly provedeny přístrojem BRUKER znázorněným na obrázku 13 - 2 při následujících podmínkách:

- zatížení: $F = 10 \text{ N}$
- materiál kuličky: Al_2O_3
- teplota: $23 \text{ }^\circ\text{C}$
- lineární rychlost: $0,1 \text{ m/s}$
- poloměr, po kterém se pin tělíško pohybovalo: $R = 7 \text{ mm}$
- délka kluzné dráhy: 1 km to je $45\,516$ cyklů

Komentář:

Součinitel tření je možné stanovit až po ustálení hodnoty na grafu. U referenčního vzorku, tj. vzorek bez vrstvy (na grafech červeně) došlo k ustálení zhruba $29\,558$ cyklech. Součinitel tření byl vypočítán z hodnot zaznamenaných měřícím přístrojem BRUKER. Naměřený Koeficient tření pro referenční vzorek byl **$\text{COF} = 0,44 \pm 0,12$** .

Poznámka:

Koeficient tření = COF



Obrázek 13 - 2 Tribotester UMT-3 značky BRUKER

13.1. Experiment BALL-on-DISC – vrstva nACo

Systém nACo je výrobcem vrstev doporučován pro obrábění těžkoobrobitelných materiálů. Do této kategorie patří i austenitická nerez ocel. Pro obrábění těchto materiálů je nezbytné, aby vrstva měla následující vlastnosti:

- Značná otěruvzdornost
- Dobrá adheze
- Vhodný poměr plastické a elastické deformace
- Nízký koeficient tření

Vrstva nACo by měla dle výrobce všechny tyto požadavky splňovat. Jedním z velmi důležitých faktorů je nízký koeficient tření. Z důvodu ulpívání třísky na nástroji je snaha tento koeficient tření co nejvíce snížit, aby nedocházelo k ulpívání třísky na nástroji. Při obrábění, hlavně pak, u vrtání je požadavek na vrstvu, aby tříska hladce odcházela z místa řezu. Udávaný koeficient tření vrstvy dle výrobce je **COF = 0,45**.

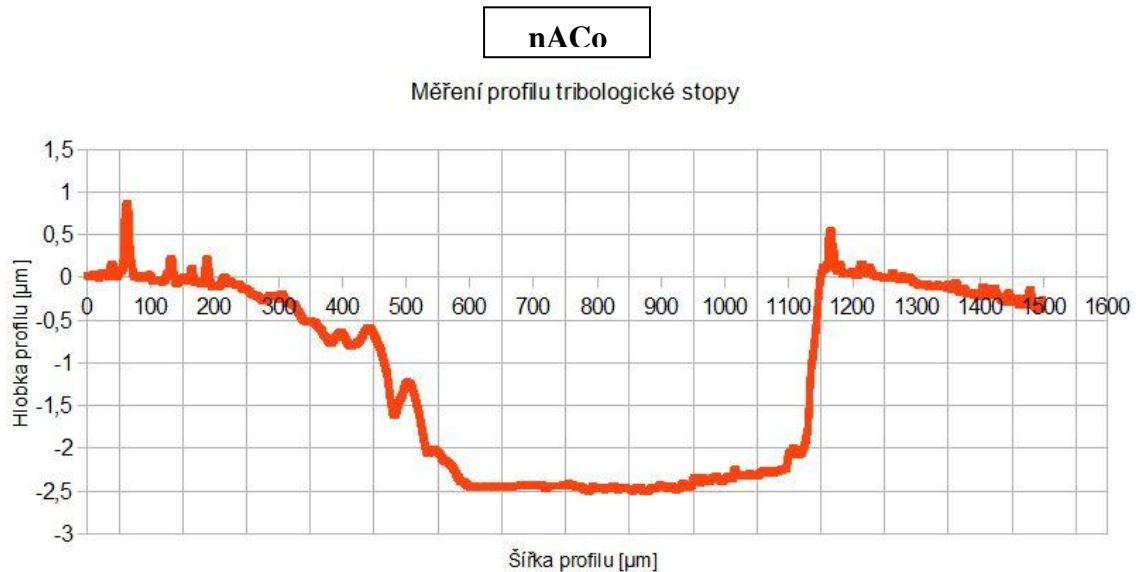


Graf 13.1 – 1 Porovnání koeficientů tření referenčního vzorku a testovaného vzorku s vrstvou nACo

- Koeficient tření udávaný výrobcem této vrstvy je **COF = 0.45**
- Koeficient tření z hodnot experimentu **COF = 0,77±0,17**

Vrstva nACo vykazuje sice vysoký součinitel tření, ale nedošlo k prodření vrstvy až do oblasti substrátu a to ani po 45 516 cyklech. Vrstva nACo by měla vykazovat stejný nebo velmi podobný koeficient tření jako referenční vzorek. Z grafu je patrné, že vrstva nACo zdatelně zvyšuje koeficient tření oproti referenčnímu vzorku. V tomto experimentu nedošlo k potvrzení hodnoty COF udávané výrobcem.

Rozptyl hodnot koeficientu tření u vrstvy nACo byl nejspíše zaviněn ulpíváním částic na povrchu kuličky. Během samotného procesu měření dochází k odlupování částic vrstvy a jejich následného ulpívání na povrchu kuličky. Tyto částičky vrstvy na kuličce většinou nevydrží a dojde k jejich odloupení z povrchu kuličky. Tím dojde ke skokové změně v hodnotě koeficientu tření, které je zaznamenáno na grafu. Pokud dojde k opětovnému nalepení odtržené vrstvy na kuličku, koeficient tření naopak naroste. Tímto způsobem je možné vysvětlit jev na grafu a jeho značného rozptylu v hodnotách koeficientu tření.

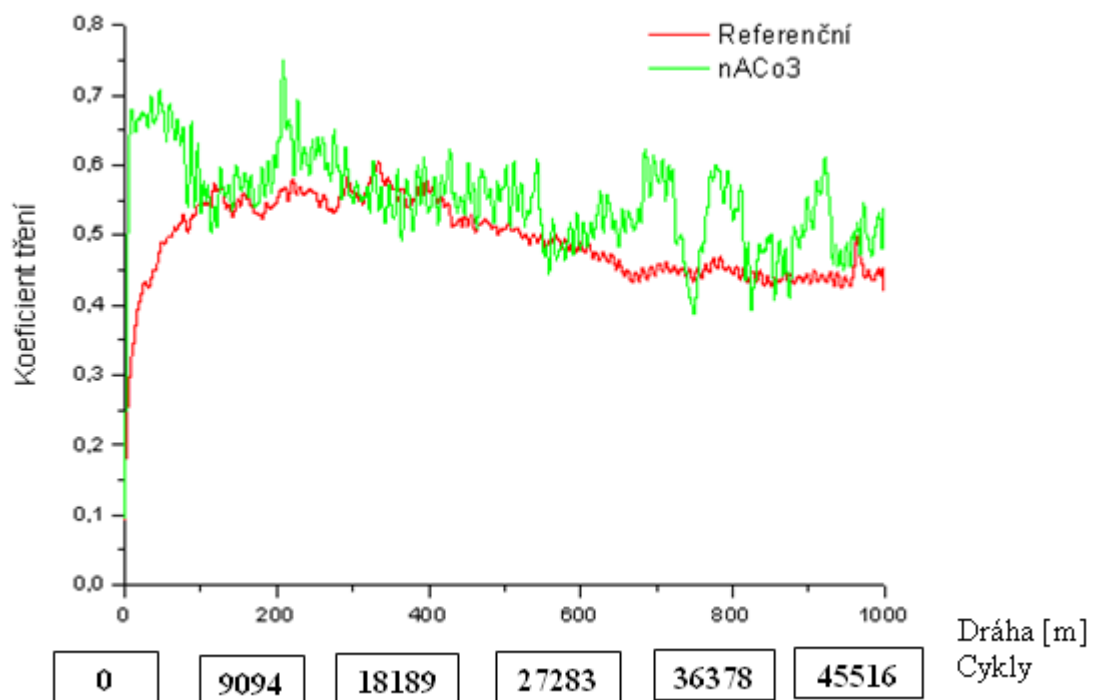


Obrázek 13.1 – 2 Záznam profilu stopy po kuličce Al_2O_3 ve vrstvě

Profil stopy nevykazuje typický kráterový průběh. Na levé straně profilu je možné pozorovat oblý přechod na dno profilu. Na pravé straně je naopak přechod velice strmý. Tento jev mohl být způsoben odloupením vrstvy v levé části profilu tribologické stopy při pohybu kuličky.

13.2. Experiment BALL-on-DISC – vrstva $n\text{ACo}^3$

Tato vrstva je tvořena třemi vrstvami, které mají rozdílné vlastnosti. Na povrchu je značně tvrdá a otěruvzdorná vrstva $n\text{ACo}$. Jako jádrová vrstva, která je pod vrstvou $n\text{ACo}$, je vrstva AlTiN a na povrchu substrátu je nadeponovaná vrstva TiN , která zvyšuje adhezivní přilnavost celého systému vrstvy $n\text{ACo}^3$. Tento systém tří vrstev, které tvoří jeden celek, by měl dosahovat velmi dobrých výsledků díky propojení jednotlivých vlastností tří rozdílných vrstev. Hodnota koeficientu tření je u této vrstvy udávána výrobcem $\text{COF} = 0,45$ stejně jako u $n\text{ACo}$ vrstvy. Na tuto vrstvu jsou kladeny stejné požadavky jako na vrstvu $n\text{ACo}$, protože mají stejnou oblast použitelnosti. Vrstva $n\text{ACo}^3$ by měla vykazovat lepší adhezi oproti $n\text{ACo}$.



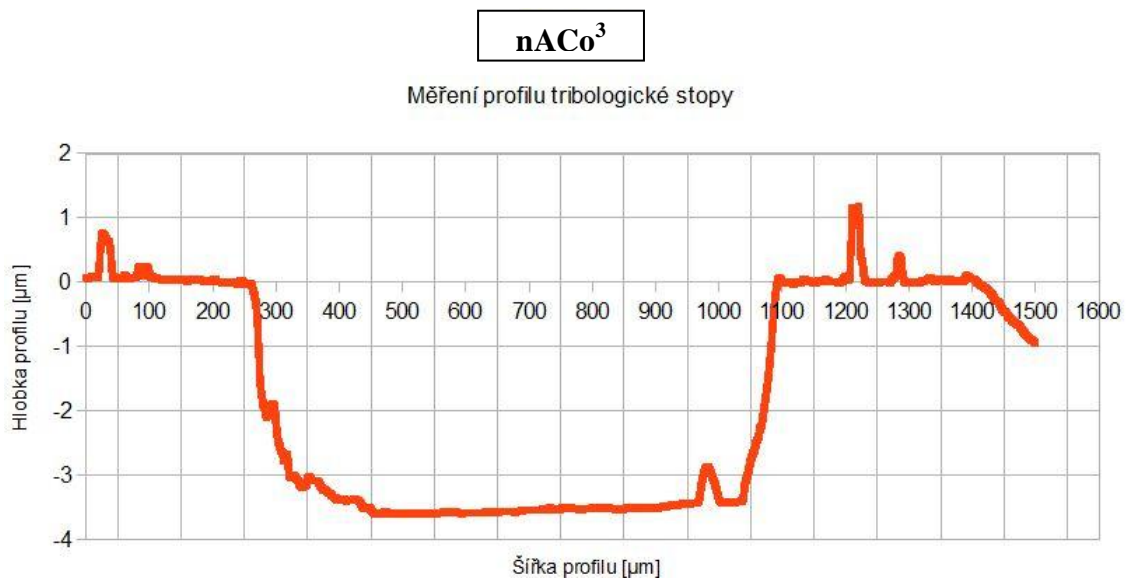
Graf 13.2 – 1 Porovnání koeficientů tření referenčního a testovaného vzorku s vrstvou $n\text{ACo}^3$

- Koeficient tření udávaný výrobcem této vrstvy je **COF = 0.45**
- Koeficient tření z hodnot experimentu **COF = 0,61±0,33**

Tato vrstva vykazovala v průměru nižší koeficient tření oproti ostatním testovaným vrstvám. Výsledky experimentu vykazují značné skokové změny koeficientu tření. Tyto rozptyly hodnot koeficientu tření jsou zaznamenány na grafu 13.2 – 1. Skokové změny zde dosahují větších hodnot než u vrstvy $n\text{ACo}$. Bylo usouzeno, že v tomto případě takto značné skokové změny koeficientu tření nebyly způsobeny ulpíváním částic vrstvy na kuličce.

Vrstva je sendvičového typu a každá její část vykazuje jiný koeficient tření. Tento rozdíl koeficientu tření jednotlivých vrstev, způsobil značné rouptyly hodnot koeficientu tření v průběhu měření. Pokud kulička pronikla do jádrové oblasti systému tří vrstev, kde se nachází vrstva AlTiN, tribometr zaznamenal jiný koeficient tření oproti svrchní vrstvě, která je tvořena vrstvou nACo. Stejně tomu bylo pokud kulička pronikla z jádrové vrstvy do vrstvy adhezivní TiN. Přístroj pak opět zaznamenal rozdíly v hodnotě koeficientu tření.

První oblast kdy přístroj zaznamenal rozdíl koeficientu tření je na úrovni 9100 cyklů. V této oblasti došlo zřejmě k prodření vrchní části systému **TripleCoatings³**® na jeho jádrovou část. Jádrová část má největší tloušťku z celého systému vrstev. To dokazuje i oblast mezi 10 000 až 35000 cyklů. Koeficient tření v této oblasti nevykazoval žádné výrazné nebo skokové hodnoty. Po překročení hranice 35000 došlo k zaznamenání skokové změny koeficientu tření. Je usuzováno že v této oblasti došlo k odhalení adhezivní části celého systému vrstev. Tato oblast vykazuje velice výrazné skokové změny hodnot koeficientu tření. Adhezivní část celého systému je tvořena vrstvou TiN. Tato vrstva nemá příliš dobrou otěruvzdornost a tvrdost. Na základě těchto faktů je usuzováno že docházelo k vylamování částí adhezivní vrstvy a ty ulpívaly na kuličce. Pokud došlo k odtržení těchto částí mohlo to vyvolat skokové změny hodnot koeficientu tření.

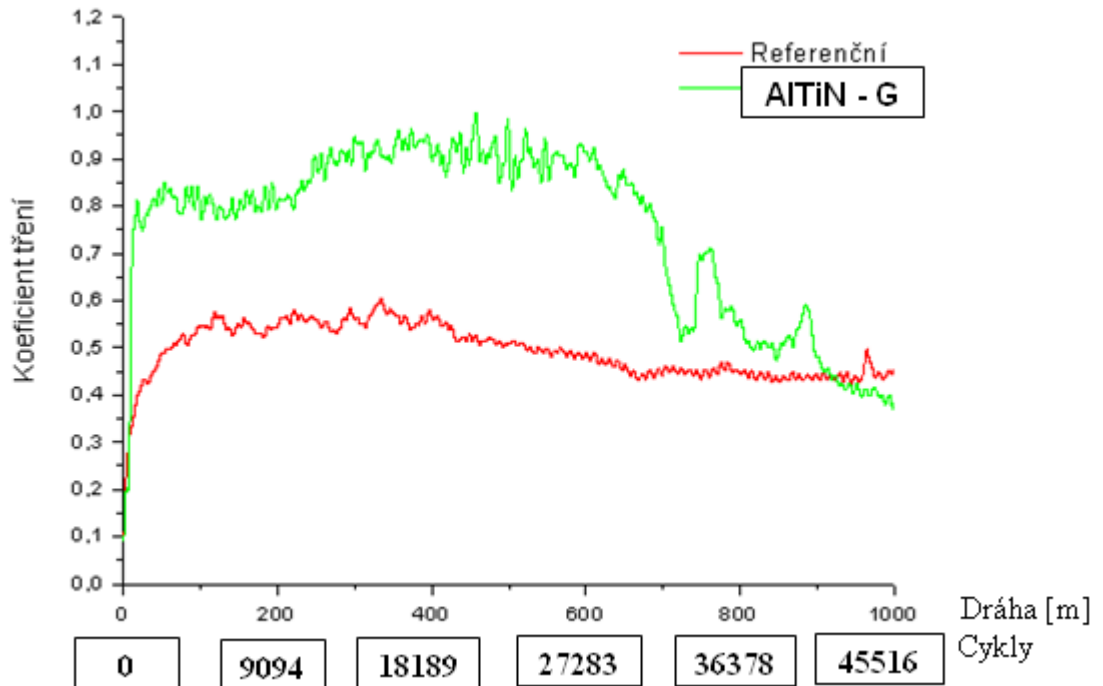


Obrázek 13.1 – 2 Záznam profilu stopy po kuličce ve vrstvě

Profil stopy po kuličce ve vrstvě nACo³ vykazuje klasický průběh úběru materiálu při pohybu kuličky po vrstvě. Obě strany vzniklého profilu mají pozvolný sklon. V tomto měřeném místě nedošlo k žádnému odloupení vrstvy, a tudíž jsou na profilu viditelné ostré přechody povrch – profil stopy po kuličce ve vrstvě nACo³.

13.3. Experiment BALL-on-DISC – vrstva AlTiN – G

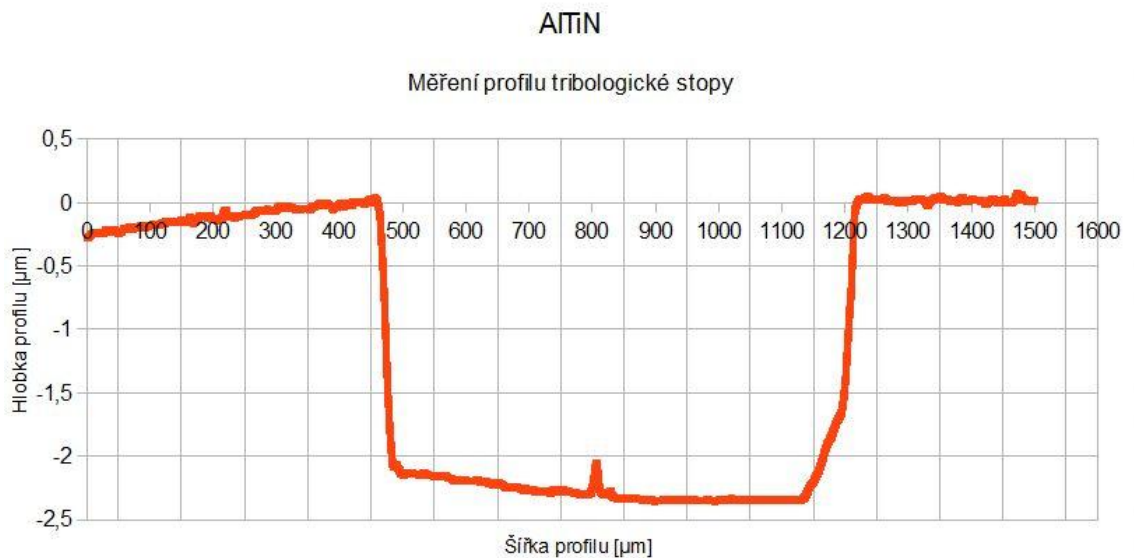
Vrstva AlTiN – G nevykazuje za pokojové teploty příliš dobrou otěruvzdornost. Otěruvzdornost vrstvy je zvýšena oxidickým filmem Al_2O_3 . Tento film je značně tvrdý a otěruvzdorný a jeho teplota tavení dosahuje až $2050^\circ C$. K vytvoření tohoto filmu na povrchu vrstvy AlTiN – G je zapotřebí zvýšené teploty. Zvýšené teploty je dosaženo řezným procesem při kontaktu nástroje s obráběným materiálem. Je tedy očekáváno, že vrstva nebude dosahovat tak vysoké otěruvzdornosti za pokojové teploty jako vrstvy nACo a nACo³. Experiment BALL-on-DISC proběhl za teploty $23^\circ C$ jak je uvedeno v úvodu tohoto experimentu.



Graf 13.3 – 1 Porovnání koeficientů tření referenčního a testovaného vzorku s vrstvou AlTiN – G

- Koeficient tření udávaný výrobcem této vrstvy je **COF = 0.70**
- Koeficient tření z hodnot experimentu **COF = 0,75±0,24**

Tato vrstva se nejvíce přiblížila své tabulkové hodnotě koeficientu tření, kterou uvádí výrobce. Z grafu 13.3 - 1 je usuzováno, že došlo k proniknutí kuličky na substrát. Koeficient tření vrstvy totiž vykazoval na konci cyklu téměř shodné hodnoty jako referenční vzorek. Tato hodnota koeficientu tření je považována jako důkaz o prodření vrstvy až na substrát.



Obrázek 13.3 – 2 Záznam profilu stopy po kuličce ve vrstvě

Levá strana profilu vykazuje nárůst výšky směrem k přechodu do profilu tribologické stopy. Tento jev mohl být způsoben nerovností povrchu substrátu. Vrstva při depozici kopíruje povrch na který je deponována. Pokud je nerovný povrch substrátu výsledná vrstva bude rovněž nerovná.

13.3.1. Vyhodnocení tribologické stopy a opotřebení PIN tělíška

Profilometr

Pro vyhodnocení tribologické stopy a úběru vrstvy byl použit profilometr. Tribologická stopa byla měřena na čtyřech místech. Jednotlivá místa byla označena písmeny A, B, C a D. Z každého měřeného místa byla získána hodnota o ploše vytvořeného profilu po opotřebení protikusem při BALL-on-DISCU.

Z těchto čtyř hodnot byla vypočtena průměrná hodnota. Z průměrné hodnoty byl vypočten úběr vrstvy po určitých cyklech. Měření probíhalo od místa s označením A a následovalo místo s označením C. Takto koncipované měření bylo zapříčiněno z důvodu pootočení vzorku vždy o 90°. Pootočení vzorku si vyžaduje samotné měření. Z tohoto důvodu jsou v tabulce 13.4 -1 uvedeny místa měření takto A – C, B - D.

K měření byl využit profilometr Dektak 8 od firmy Veeco. Jedná se o počítačem řízené zařízení, které je schopné s vysokou přesností (řádově μm) zaznamenat profil povrchu. Měřícím prvkem je diamantový hrot, který se při dané přítlačné síle pohybuje po povrchu vzorku. Změny ve vertikální poloze jsou převáděny na digitální signál. Celý systém je chráněn proti ořesům pomocí plovoucího stolu naplněného plynem.

Pro omezení náhodné chyby bylo měření provedeno na 4 místech a výsledné hodnoty jsou dány aritmetickým průměrem těchto hodnot.

Tribologická stopa

Při vyhodnocování tribologické stopy je třeba věnovat pozornost i velikosti a charakteru opotřebení kuličky, tj. "PIN" tělísku. Z hlediska charakteru opotřebení je třeba sledovat, jak docházelo k jejímu poškození. Zda se jedná o adhezní otěr, popř. abrazivní otěr. V některých případech může docházet i ke vzniku adhezně pevně uchycených částic, které se podobají nárůstku u nástroje a při jejich odtržení dojde i k odtržení materiálu kuličky. Nejčastěji se při správně zvoleném PIN tělísku jedná o otěr adhezní otěr. Tento otěr je charakteristický i pro celý proces analýzy "PIN - on - DISC".

Vedle charakteru opotřebení "PIN" tělísku je nutné věnovat pozornost i jeho velikosti a tu porovnat s velikostí (šířkou) vytvořené stopy.

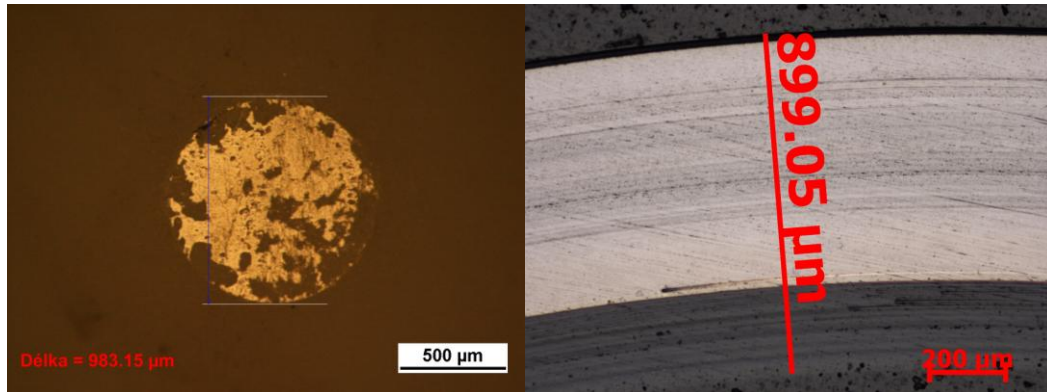
Jestliže je opotřebení kuličky menší než je vytvořená šířka stopy na tělísku "DISC", pak mohlo dojít k uvolnění "PIN" tělísku z držáku (zvětšil se poloměr), popř. mohly být na kuličce adhezně upevněné částice. Tyto částice, které by měly být ve stopě i po ukončení testu lze vyhodnotit přímo na tělísku DISC. Další co může být příčinou, že stopa na DISC tělísku je větší, než opotřebení kuličky je vysoká tvrdost kuličky a nízká tvrdost popř. špatná adheze povrchové vrstvy.

V případě, že je opotřebení kuličky větší, než je šířka stopy na "DISC" tělísku, pak je to dáno tím, že "PIN" tělísko bylo nevhodně zvoleno a docházelo k jeho výraznému otěru, zatímco odolná vrstva zůstala zachována. Další možností je, že na povrchu "DISC" tělísku došlo k vytvoření tzv. ochranné vrstvy s tvrdých oxidů, které mají abrazivní účinek na "PIN" tělísko. Tento případ by byl zachycen charakterem opotřebení.

Jestliže byla správně zvolena kulička (PIN tělísko), nedocházelo k žádnému jejímu axiálnímu pohybu, popř. projevu dalších jevů, pak je šířka opotřebení kuličky zhruba stejné jako je šířka stopy. Při hodnocení šířky opotřebení PINů tělísku a tribologické stopy na "DISC" tělísku je třeba porovnávat správný rozměr na "PIN" tělísku, neboť se zde nevytvoří rovnoměrná ploška, ale má vždy elipsovitý charakter.

Vrstva nACo – vyhodnocení opotřebení

Rozměry kuličky a tribologické stopy se v tomto případě neshodovaly. Opotřebovaná oblast na kuličce dosahovala větších rozměrů než byly rozměry tribologické stopy.



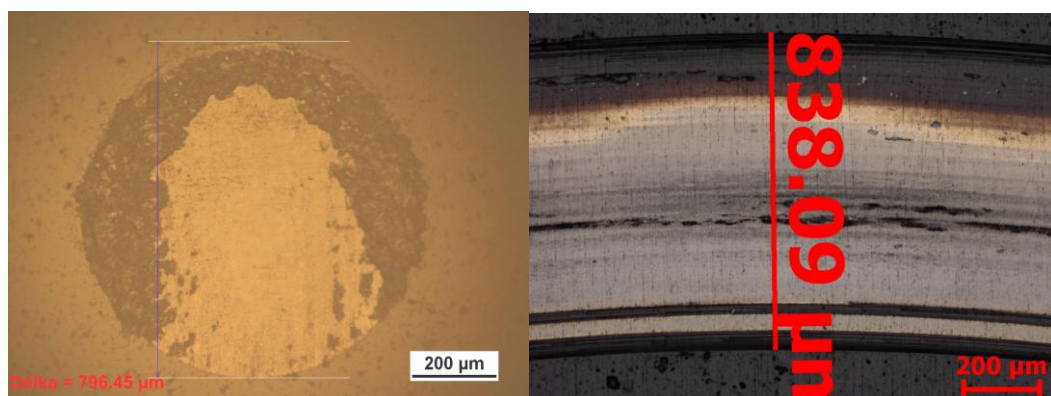
Obrázek 13.3.1 – 1 Fotodokumentace rozměru opotřebení kuličky Al_2O_3 v levé části obrázku, fotodokumentace velikosti tribologické stopy ve vrstvě nACo po kuličce Al_2O_3 , rozdíl rozměrů mezi kuličkou a stopou je $84\mu\text{m}$

Z obrázku 12.3.1 – 1 je zřejmé, že kulička vykazuje větší oblast opotřebení než je rozměr tribologické stopy. Je usuzováno, že v tomto případě došlo k nevhodnému zvolení materiálu kuličky, jak je popsáno v kapitole 12.3.1.

Vrstva nACo dosahuje dle výrobce vysoké tvrdosti až $40\text{GPa} = \text{cca } 4000\text{HV}$ a skvělé otěruvzdornosti. Vrstva zřejmě dosahuje větší tvrdosti a otěruvzdornosti než materiál, ze kterého byla kulička Al_2O_3 . Tyto vlastnosti vrstvy mohly zapříčinit rozdílné hodnoty rozměrů tribologické stopy a kuličky.

Vrstva nACo³ – vyhodnocení opotřebení

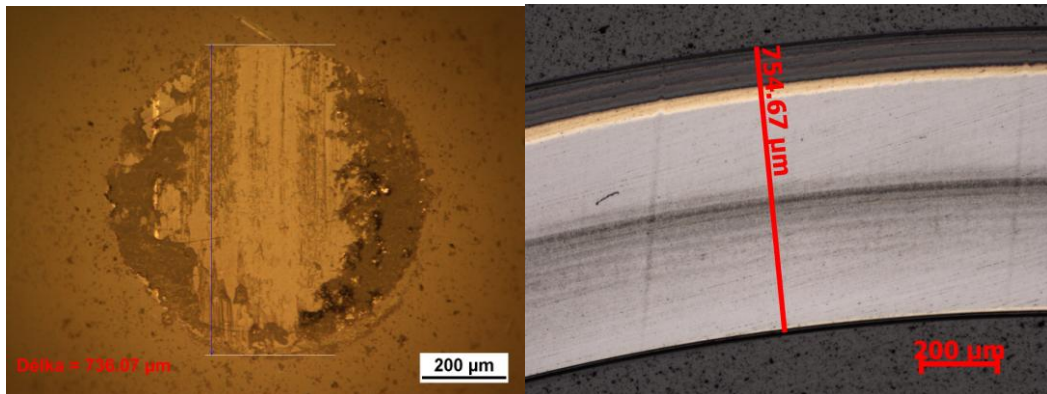
V tomto případě byl rozměr opotřebení kuličky menší než rozměr tribologické stopy. Vrstva nACo³ dosahuje také vysoké tvrdosti a otěruvzdornosti stejně jako nACo vrstva. V tomto případě je usuzováno, že rozdílnost rozměrů opotřebení na kuličce a stopy byla zapříčiněna adhezně zachycenými částicemi. Tato vykazovala v experimentech posuzující adhezi podprůměrné výsledky. Na základě těchto výsledků byla vytvořena hypotéza o příčině vzniku rozdílnosti rozměrů.



Obrázek 13.3.1 – 2 Fotodokumentace rozměru opotřebení kuličky Al_2O_3 v levé části obrázku, fotodokumentace velikosti tribologické stopy ve vrstvy nACo³ po kuličce Al_2O_3 , rozdíl rozměrů mezi kuličkou a stopou je $42\mu\text{m}$

Vrstva AlTiN - G – vyhodnocení opotřebení

V tomto případě došlo k nepatrným rozdílům mezi rozměry opotřebení kuličky a rozměry tribologické stopy ve vrstvě. Z měření je patrný jak malý rozdíl je mezi rozměry opotřebení kuličky a rozměry tribologické stopy. Na základě těchto nepatrných rozměrů v rozměrech mezi kuličkou a stopou bylo usouzeno, že pro tuto vrstvu je kulička z Al_2O_3 vhodná. Obrys opotřebení na kuličce je téměř kruhovitý. Tato skutečnost dále potvrzuje vhodnost této kuličky pro vrstvu AlTiN - G.



Obrázek 13.3.1 – 3 Fotodokumentace rozměru opotřebení kuličky Al_2O_3 v levé části obrázku, fotodokumentace velikosti tribologické stopy ve vrstvě AlTiN - G po kuličce Al_2O_3 , rozdíl rozměrů mezi kuličkou a stopou je $18\mu\text{m}$

13.4. Závěr experimentu BALL-on-DISC, vyhodnocení tribologie

Tato kapitola vyžaduje komplexnější závěr. Experiment BALL-on-DISC zahrnoval další přidružené testy a experimenty. Přidružené testy pomáhaly s vyhodnocením stopy po kuličce a opotřebení samotné kuličky. Pro vyhodnocení profilu stopy ve vrstvě po kuličce byl použit kontaktní profilometr. Vyhodnocení opotřebení kuličky bylo provedeno na světelném mikroskopu.

První část experimentu byla zaměřena na měření koeficientu tření jednotlivých vrstev v závislosti na jejich opotřebování v průběhu experimentu. Koeficienty tření u jednotlivých vrstev byly porovnány s hodnotami koeficientu tření, který uvádí výrobce. Vrstvy vykazovaly značné rozptyly, mezi hodnotami koeficientu tření naměřeného a uváděného výrobcem. Protože nebyla nalezena příčina, proč k takovým výkyvům hodnot dochází, bylo provedeno vyhodnocení opotřebení kuličky. Opotřebené kuličky bylo měřeno pro každou vrstvu po skončení dílčího experimentu. Opotřebení bylo zdokumentováno a změřeno. Následně byla změřena stopa na vrstvě, kterou vytvořila kulička během experimentu BALL-on-DISC. Na základě těchto měření byl vytvořen závěr pro jednotlivé vrstvy.

Vrstvy nACo a nACo³ vykazovaly značné rozdíly hodnot koeficientu tření mezi naměřenými hodnotami během experimentu a uváděnými výrobcem. Řádově se tyto hodnoty lišili o desítky μm . Bylo usouzeno, že tyto značné rozptyly hodnot koeficientu tření byly způsobeny nevhodně zvolenou kuličkou. Materiál kuličky Al₂O₃ má zřejmě menší otěruvzdornost a tvrdost než samotné vrstvy nACo a nACo³. Rozdíly rozměrů opotřebení kuličky a šířky stopy po kuličce byly u vrstvy nACo 84 μm a u vrstvy nACo³ 42 μm . Tyto rozdíly hodnot mohly být zapříčiněny špatnou adhezí vrstev, kterou vrstvy vykazovaly v předchozích experimentech. Profilometr zaznamenal u vrstvy nACo neobvyklý profil stopy po kuličce. Tento klesající tvar kraje stopy mohl být zapříčiněn křehkým vylamováním vrstvy na okraji stopy v průběhu tvorby tribologické stopy. Vrstvy nACo a nACo³ vykazovaly křehké porušení i u experimentu Mercedes test a u Scratch testu. Profil naměřený profilometr zřejmě zaznamenal další křehké porušení v průběhu experimentu, tedy v průběhu opotřebovávání vrstvy.

Vrstva AlTiN – G vykazovala v tomto experimentu nejmenší rozdíl mezi uváděnou a naměřenou hodnotou koeficientu tření. Naměřené hodnoty koeficientu tření se téměř shodovaly s uváděnými výrobcem. Hodnoty koeficientu tření se neshodovaly o pět setin mikrometru. Rozměr opotřebení kuličky a rozměr vytvořené stopy se také téměř shodovaly. Rozdíl hodnot opotřebení kuličky a rozměru tribologické stopy ve vrstvě byl pouze 18 μm . Takto malá odchylka mohla být způsobena nepřesným měřením. Na základě těchto výsledků bylo usouzeno, že kulička byla vhodně zvolena a vrstva tím dosáhla korektních výsledků.

Profilometr u vrstvy AlTiN - G zaznamenal vzrůstající charakter směrem k hraně stopy. Tento jev byl zřejmě způsoben nerovností povrchu substrátu. Vrstva při depozici kopíruje povrch substrátu a tím mohou vzniknout nerovnosti povrchu vrstvy tohoto charakteru, který zaznamenal profilometr na obrázku 12.3 – 2.

Vyhodnocení vrstev nebylo snadné. Vrstva nACo³ vykazovala nejnižší koeficient tření. Koeficient tření je velmi důležitý parametr při obrábění austenitických korozivzdorných ocelí. Výrobce však udává koeficient nižší, než jaký byl naměřen. Vrstva nACo vykazovala známky křehkého porušení vrstvy během experimentu, jak bylo zaznamenáno profilometrem na obrázku 12.3 – 2. Vrstva AlTiN – G se nejméně lišila od hodnot koeficientu tření udávaných výrobcem a naměřenými během experimentu. Při hodnocení pořadí vrstev v tomto experimentu bylo za určující faktor považováno jak se uváděné hodnoty liší od naměřených. Je důležité aby zvolená vrstva nevykazovala horší parametry, než které jsou uváděny výrobcem.

Na základě těchto parametrů je pak uživatelem volena aplikace dané vrstvy. Pokud uváděné hodnoty neodpovídají skutečnosti, vznikají u zákazníka problémy, které stojí obě strany jak zákazníka tak výrobce peníze.

Z tohoto důvodu byla vrstva AlTiN – G zvolena jako nejlepší v tomto experimentu ze tří testovaných vrstev, protože vykazovala nejmenší odchylky mezi naměřenými a udávanými hodnotami. Dále vrstva AlTiN – G vykazovala nejmenší úběr materiálu po vyhodnocení tribologické stopy. Jednotlivé hodnoty všech testovaných vrstev jsou uvedeny v tabulce 12.4 – 1. Pořadí jakého vrstvy dosáhly v experimentu BALL-on-DISC je následující:

1. AlTiN – G
2. nACo³
3. nACo

Poznámka:

Referenční vzorek vykazoval náběh na hodnoty konstantního koeficientu tření COF. Tento jev by mohl být způsoben nečistotami na povrchu referenčního vzorku po úpravě povrchu. Je možné, že se na povrchu vyskytovaly oxidy, nečistoty nebo tenký film vrstvy po leštění diamantovou pastou. Tyto oxidy zřejmě zapříčinily plynulý náběh koeficientu tření než došlo k proniknutí kuličky na samotný povrch. Koeficient tření pro referenční vzorek byl vyhodnocen takto **COF = 0,44±0,12**.

Vrstva	A (001)		C (002)		B (003)		D (004)		Průměrná plocha [μm ²]	Průměrná hloubka [μm]
	Plocha [μm ²]	Hloubka [μm]	Plocha [μm ²]	Hloubka [μm]	Plocha [μm ²]	Hloubka [μm]	Plocha [μm ²]	Hloubka [μm]		
nACo	1640	2,45	2517	3,20	1717	2,85	1817	2,65	1922,77	2,79±0,28
nACo ³	2705	3,60	420	0,88	2327	3,10	1427	2,10	1719,75	2,42±1,04
AlTiN - G	1646	2,35	1917	2,80	1554	2,40	1952	2,80	1767,25	2,59±0,21
Vrstva	nACo	nACo ³	AlTiN - G	Komentář: Úběr vrstvy v tribologické stopě byl počítán následovně. Z jednotlivých naměřených ploch v daných místech byla vypočtena průměrná hodnota plochy. Tato hodnota byla vynásobena obvodem střední části tribologické stopy a tím byla získána krychlová hodnota μm ³ jednotlivých stop.						
Úběr vrstvy v tribologické stopě [μm ³]	42281,71	43220,76	38861,82							

Tabulka 13.4 – 1 Souhrn všech naměřených a vypočítaných hodnot

Vrstva	Koeficient tření COF	
	Udávaný výrobcem COF	Experimentálně naměřený COF
nACo	0,45	0,77 ± 0,17
nACo ³	0,45	0,61 ± 0,33
AlTiN - G	0,70	0,75 ± 0,24

Tabulka 13.4 – 2 Rozdíl hodnot koeficientů tření udávaných výrobcem a
naměřených experimentem BALL-on-DISC

14. Experiment měření nanotvrlosti

Jak již bylo zmíněno v této Diplomové práci, tyto vrstvy se používají pro praktické aplikace obrábění austenitické korozivzdorné oceli. Jednou z vlastností, která je po vrstvách požadována je značná tvrdost. Samotná tvrdost není hlavním určujícím faktorem pro vhodnost použití vrstvy pro praktické aplikace. Daleko více vypovídajícím faktorem je poměr elastické ku plastické práci, potažmo ku celkové práci.

Tvrdost vrstev byla měřena na přístroji CSM indentation tester obrázku 14 – 1. Tímto experimentem mělo být potvrzeno nebo naopak vyvráceno, zda se hodnoty tvrdosti uváděné výrobcem vrstev shodují s naměřenými hodnotami.

Bylo provedeno vždy 24 vtisků na každé plaketce. Prvních 12 vtisků bylo provedeno pro kalibraci přístroje a pro zvolení vhodné zatěžovací síly. Prvních 12 vtisků jsou přístrojem provedeny automaticky a zatížení není konstantní. Zatížení se obvykle pohybuje v rozmezí **od 25 do 38mN**. Přístroji je pouze zadána maximální hloubka vtisku. Po skončení prvních 12 vtisků je vyhodnocena průměrná hodnota zatěžování a s touto hodnotou zatěžování je provedeno dalších 12 vtisků. Těchto následujících 12 vtisků, které byly provedeny po kalibraci zatížení, byly považovány za určující pro vyhodnocení nanotvrlosti dané vrstvy. U všech testovaných vrstev byla průměrná hodnota zatěžující síly v rozmezí **od 31 do 34mN**. Z důvodu stejných podmínek měření byla zvolena hodnota zatěžující síly **30mN**.

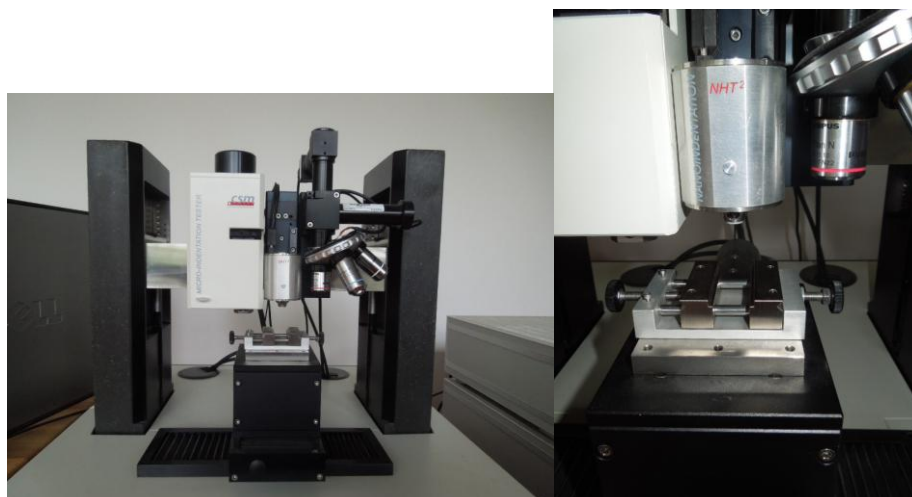
Počet 12 vtisků byl zvolen z důvodu dosažení přesnější chyby měření a dosažení výsledku experimentu s dostatečnou vypovídající schopností.

Výsledky měření byly zpracovány do jednotlivých tabulek. Měření neprokázalo tvrdost udávanou výrobcem. Jednotlivé výsledky měření jsou zaznamenány v tabulkách této kapitoly.

Parametry v tabulce 14.1 -1 byly nastaveny pro všechny vrstvy stejně.

Rychlost přiblížení	2000.00	[nm/min]
Max hloubka vtisku	250.00	[nm]
Rychlost zatěžování	1000.00	[nm/min]
Rychlost odtěžování	1000.00	[nm/min]
Indentor/materiál hrotu	Berkovich / Diamant	[---]

Tabulka 14.1 - 1 Parametry experimentu měření nanotvrlosti



Obrázek 14 - 1 CSM indentation tester

14.1. Tvrdość vrstvy nACo

U této vrstvy je výrobcem udávaná hodnota tvrdosti až 40 GPa (cca 4000HV). Tato vysoká tvrdost by měla vrstvě zajistit dostatečnou ořezuvzdornost. Ořezuvzdornost je jednou z hlavních vlastností, které jsou vyžadovány od vrstev určených pro obrábění austenitických korozivzdorných ocelí. Vrstva nACo je doporučována výrobcem pro tyto aplikace. Experimentem se nepodařilo potvrdit hodnotu nanotvrdosti udávanou výrobcem.

Naměřené a výsledné hodnoty měření nanotvrdosti jsou v tabulce 14.1 – 2.

Tvrdość dle Vickerse [Hv]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zatížení 30mN</i>
Průměrná hodnota z 12 vtisků	2527.880	3350.458
Chyba měření	162.414	1835.917
Youngův modul E [GPa]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zatížení 30mN</i>
Průměrná hodnota z 12 vtisků	308.555	404.897
Chyba měření	18.568	134.377

Tabulka 14.1 – 1 Naměřené hodnoty experimentem měření nanotvrdosti

Práce W [pJ]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zatížení 30mN</i>
Plastická práce W_{plast}	1180	836
Chyba měření	69	247
Elastická práce W_{elast}	1524	1591
Chyba měření	120	142
Poměr elastická/plastická	1,29	1,90

Tabulka 14.1 – 2 Přehled elastické, plastické práce a jejich poměru

Z tabulky 14.1 – 2 je možno pozorovat, že převládá hodnota elastické práce nad prací plastickou. Převaha elastické práce vypovídá o sklonu ke křehkému porušení vrstvy. Křehké porušení této vrstvy a absence plasticity byly pozorovány u experimentů s scratch test, mercedes test a BALL-on-DISC.

Experiment nanotvrdost potvrdil hypotézy ohledně křehkého charakteru vrstvy, který byl pozorován u předchozích experimentů.

14.2. Tvrdość vrstvy nACo³

Tato vrstva dosahuje dle výrobce tvrdosti až 45GPa (cca 4500HV). Vrstva je určena pro stejné aplikace jako vrstva nACo. Systém vrstvy nACo³ je vylepšen jednotlivými vrstvami zakomponovaných do jednoho celku, jak je popsáno v teoretické části Diplomové práce.

Měřením se opět nepotvrdila hodnota nanotvrdosti udávanou výrobcem.

Tvrdość dle Vickerse [Hv]	1. měření	2. měření zatížení 30mN
Průměrná hodnota z 12 vtisků	3568.185	3243.968
Chyba měření	250.513	283.601
Youngův modul E [GPa]	1. měření	2. měření zatížení 30mN
Průměrná hodnota z 12 vtisků	461.710	441.490
Chyba měření	38.662	42.061

Tabulka 14.2 – 1 Naměřené hodnoty experimentem měření nanotvrdosti

Práce W [pJ]	1. měření	2. měření zatížení 30mN
Plastická práce W _{plast}	1775	1579
Chyba měření	211	129
Elastická práce W _{elast}	2025	2197
Chyba měření	148	48
Poměr elastická/ plastická	1,14	1,39

Tabulka 14.2 – 2 Přehled elastické, plastické práce a jejich poměru

U této vrstvy bylo opět v průběhu experimentů pozorováno křehké porušení a absence plasticity. Experiment nanotvrdost opět potvrdil předchozí hypotézy o absenci plasticity vrstvy. Měření prokázalo převahu hodnot elastické práce nad plastickou stejně jako u vrstvy nACo.

14.3. Tvrdost vrstvy AlTiN – G

Tvrdost této vrstvy je výrobcem udávána až 34GPa (cca 3400HV). Ani u této vrstvy nebyla měřením prokázána nanotvrdost udávána výrobcem. Vrstva AlTiN – G se nejméně odchylovala v hodnotě nanotvrdosti udávané a naměřené experimentem. Z tohoto důvodu byla vrstva opět vyhodnocena nejlépe v oblasti experiment nanotvrdost.

Tvrdost dle Vickerse [Hv]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zátížení 30mN</i>
Průměrná hodnota z 12 vtisků	2636.629	2431.536
Chyba měření	157.386	169.102
Youngův modul E [GPa]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zátížení 30mN</i>
Průměrná hodnota z 12 vtisků	411.259	383.554
Chyba měření	46.711	23.048

Tabulka 14.3 – 1 Naměřené hodnoty experimentem měření nanotvrdosti

Práce W [pJ]	<i>1. měření</i>	<i>2. měření zátížení 30mN</i>
Plastická práce W_{plast}	1640	1313
Chyba měření	126	113
Elastická práce W_{elast}	1446	1364
Chyba měření	103	22
Poměr elastická/ plastická	0,94	1,03

Tabulka 14.3 – 2 Přehled elastické, plastické práce a jejich poměru

Vrstva AlTiN – G vykazovala v průběhu experimentů spíše plastické porušení než křehké. Experiment nanotvrdost dokazuje převahu plastické práce nad elastickou. Tyto hodnoty jen potvrzují hypotézu že vrstva má skvělé plastické vlastnosti a má tedy sklon k plastickému porušení.

14.4. Závěr experimentu nanotvrdot

Měřením nanotvrdoti bylo zaměřeno na porovnání hodnot nanotvrdoti udávané výrobcem a naměřené experimentem. Vrstvy byly obodovány dle toho, jak velká byla odchylka hodnot nanotvrdoti mezi naměřenými a udávanými hodnotami nanotvrdoti. Čím větší byla odchylka, tím horší hodnocení vrstvy dostala. Jednotlivé hodnoty získané měřením a uváděné výrobcem jsou uvedeny v tabulkách 14.4 - 3. Tvrdot jednotlivých vrstev udávána výrobcem je

Následující tabulka obsahuje rozdíly nanotvrdoti mezi hodnotami udávaných výrobcem a naměřených experimentem. Vrstvy jsou opět hodnoceny pořadím 1 až 3, 1 označuje nejlepší výsledek v podobě nejmenší odchylky hodnot nanotvrdoti mezi udávanou a naměřenou nanotvrdotí.

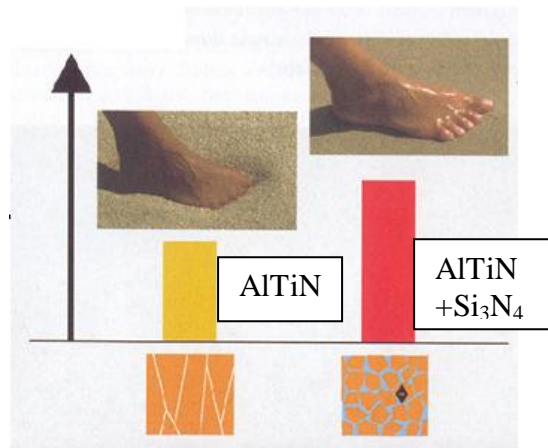
Vrstva	nACo	nACo ³	AlTiN - G
Tvrdot udávaná výrobcem [HV]	až 4000	až 4500	až 3400
Naměřená tvrdot (průměrná hodnota) [HV]	2534	3406	2938
Rozdíl naměřených a udávaných tvrdotí [HV]	1466	1094	462
Hodnocení	3	2	1

Tabulka 14.4 – 3 Pořadí vrstev po experimentu měření tvrdoti

Z hodnot v tabulce 14.4 – 3 je možné vypořovat, že udávaným hodnotám nanotvrdoti se nejvíce blížila vrstva AlTiN – G. Největšího rozdílu tvrdotí bylo zaznamenáno u vrstvy nACo. Tato vrstva vykazovala v průběhu experimentu také největší směrodatnou odchylku hodnot nanotvrdoti. Podobně docházelo k výkyvům hodnot i u vrstvy nACo³.

Experiment nanotvrdot potvrdil předchozí hypotézi o nedostatečné plasticitě vrstev nACo a nACo³. Během měření byly získány hodnoty elastické a plastické práce. Z těchto hodnot bylo následně vyhodnoceno, že vrstvy nACo a nACo³ mají skutečně sklon ke křehkému porušení vrstvy. U vrstvy AlTiN – G bylo potvrzeno že převládají plastické vlastnosti vrstvy.

Závěrem tohoto experimentu tedy je, že vrstvy nACo a nACo³ dosahují extrémní tvrdoti, ale minimální pružnosti. Je usuzováno, že pro obrábění austenitických ocelí je vhodné, aby vrstva byla zároveň pružná a značně otěruvzdorná. Tyto vlastnosti jsou požadovány kvůli fyzikálním a mechanickým vlastnostem austenitické oceli, do které mají být tyto vrstvy nasazeny. Tabulka s výsledky experimentů je níže.



Obrázek 14.4 – 1 Zobrazení zrn ve vrstvě TiAlN a v křemíkové amorfní matici Si_3N_4 [36]

Obrázek 14.4 – 1 demonstruje jakým principem je dosaženo tvrdosti díky křemíkové amorfní matici. Princip spočívá v pevném zafixování zrn v amorfní křemíkové matici Si_3N_4 .

Pokud noha vyvolá tlakovou sílu na povrch suchého písku, noha se proboří do určité hloubky. Příčinou proboření nohy do písku jsou volná místa mezi zrnky písku vyplněná vzduchem. Vzduch je z fyzikálního hlediska stlačitelný a proto dojde k propadu nohy do suchého písku.

Pokud noha zatíží mokré písek k žádnému proboření nedojde. Důvodem je voda, která vyplňuje volná místa mezi zrnky písku. Voda je z fyzikálního hlediska nestlačitelná a proto nedojde k proboření nohy do mokrého písku.

Princip křemíkové amorfní matrice je stejný. Volná místa mezi zrny jsou vyplněna právě touto amorfní maticí, která brání pohybu zrn a tím tento systém dosahuje tak obrovské tvrdosti, ale nízké plasticity.

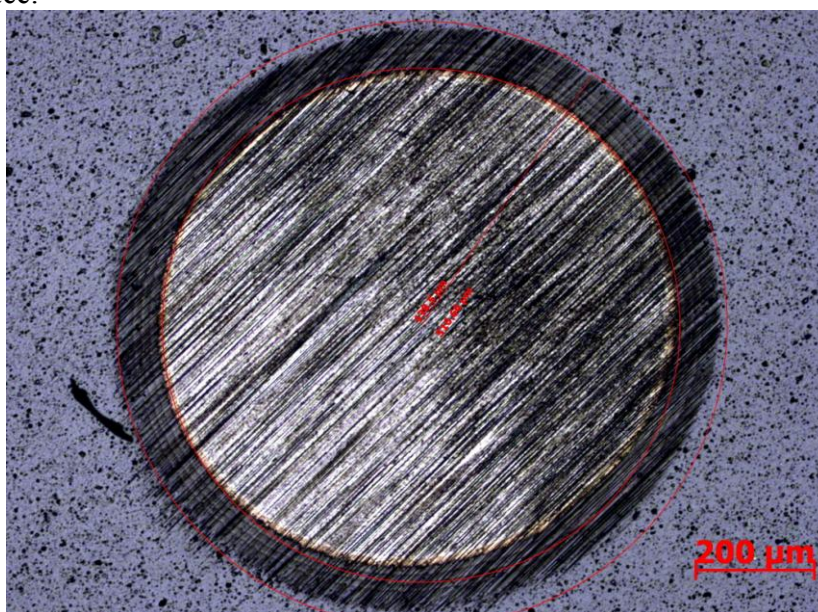
15. Experiment – měření tloušťky vrstev Kalotest

Principem kalotestu je ověření deponované tloušťky vrstvy a její struktury. Kulička vybrousí kráter, na němž je možné za použití správné zobrazovací techniky pozorovat charakter vrstvy. Je možné například pozorovat multivrstvý systém vrstev. Je možné pozorovat pravidelnost jednotlivých pater vrstev. V případě **TripleCoatings³**® je možné pozorovat jednotlivá patra tří aplikovaných vrstev. Požadovaná tloušťka deponovaných vrstev byla 2,5 μm.

Chyba měření tloušťky pomocí kalotestu činí až 10%. Jednotlivé vybroušené krátery nebyly pravidelně kruhové, proto nebylo možné přesně určit tloušťku vrstvy. Špatná kruhovitost byla způsobena vibracemi, které přístroj kalotest generuje při spuštění. Tyto jemné vibrace rozvibrují i kuličku a ta následně vybrousí spíše elipsovité než kruhový tvar. Z tohoto vzniklého elipsovitého tvaru nelze přesně určit tloušťku vrstvy.

Kalotest byl v této Diplomové práci vyhodnocen jako nepřesný a nebyl brán ohled na naměřené hodnoty získané tímto experimentem. Dokumentující foto je přiloženo k posouzení špatné kvality vybroušeného kráteru. Ostatní obrázky kalot jsou v přílohách. Hodnoty tloušťky vrstev nACo a nACo³ jsou uvedeny bez fotodokumentace.

Výpočet tloušťky vrstvy byl proveden podle vzorce uvedeného v teoretické části Diplomové práce.



Obrázek 15 -1 Fotodokumentace kaloty vrstvy AlTiN – G

Vyhodnocená tloušťka vrstvy AlTiN - G byla cca **3,17 ± 0,317 μm**. Požadovaná tloušťka vrstvy byla 2,5 μm. Hodnoty tloušťky vrstvy ostatních vrstev nACo a nACo³ se značně lišily od požadované tloušťky, řádově až o 2 μm.

Vrstva	Tloušťka vrstvy [μm]
nACo	4.91 ± 0.32
nACo3	3.31 ± 0.33
AlTiN - G	3.17 ± 0.49

15.1. Závěr experimentu měření tloušťky vrstev

Z hodnot uvedených v tabulce vyplývá, že vyhodnocená tloušťka vrstev metodou Kalotest se značně liší od požadované tloušťky. Je usuzováno, že za tento rozdíl hodnot tloušťky vrstev není odpovědný výrobce, ale nepřesnost metody Kalotest. Měření bylo prováděno na přístroji sestaveném v rámci experimentu v dílnách KMM. Je možné že vibrace, které jsou generovány v průběhu samotného procesu vybroušení kráteru kaloty ovlivňují její tvar. Tento tvar je pak velmi obtížné aproximovat na tvar kružnice. Aproximací tvaru vznikají další chyby měření a tím je výsledek ještě více znehodnocen.

Jiná tloušťka vrstev mohla být také zapříčiněna špatným odhadem počátku adhezivní části vrstev. Metoda kalotest je vyhodnocována subjektivním názorem pozorovatele. U některých vytvořených kalot nebylo možné odhadnout, kde začíná adhezivní část vrstvy a kde je substrát. Oblast vrstvy byla měřena podle subjektivního rozhodnutí pozorovatele a je možné, že jiný hodnotitel by počátek rozhraní substrát vrstva odhadl po svém. Toto je další faktor, který z metody Kalotest dělá nepřesnou metodu měření tloušťky vrstvy. Fakt, že je tato metoda masově používána ve všech provozech k měření tloušťky vrstev ještě neznamená, že je správná.

Metoda kalotest byla sice zařazena do experimentální části této Diplomové práce, ale nebude na ní brán ohled ve vyhodnocování výsledků. Z těchto důvodů bylo ještě zařazeno měření tloušťky vrstvy za pomoci řádkovacího elektronového mikroskopu, aby byla jednoznačně určena tloušťka deponovaných vrstev. Výsledky měření tloušťky pomocí ŘEM⁷ jsou uvedeny v kapitole 16.

Další obrázky kalot vrstev jsou v přílohách této Diplomové práce.

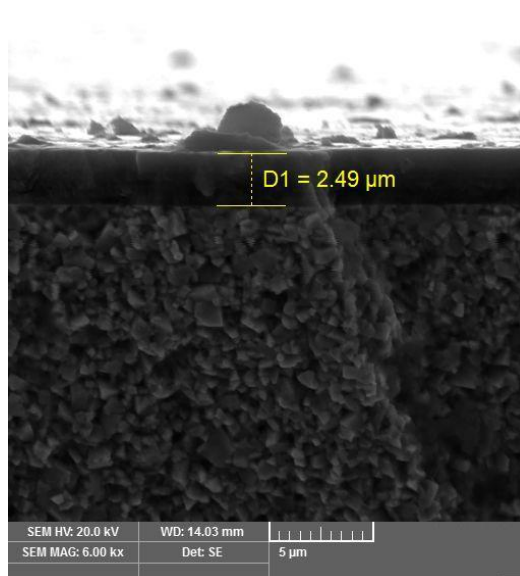
⁷ ŘEM – řádkovací elektronový mikroskop

16. Experiment – měření tloušťky pomocí ŘEM

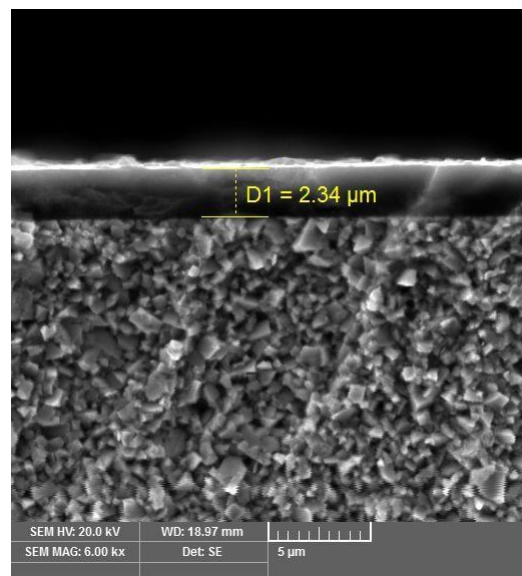
V průběhu řešení experimentální části Diplomové práce se vyskytly problémy s určením tloušťky jednotlivých vrstev. Bylo usouzeno, že jednou z možností jak co nejpřesněji změřit tloušťku deponované vrstvy je pomocí lomu plaketky a následné změření tloušťky deponované vrstvy. Během experimentu Mercedes test byla snaha umístit vtisky do přímky, kde bude proveden lom. Bohužel se nepodařilo u všech plaketek umístit lom tak, aby procházel skrze vtisk. Fotodokumentace lomu skrze vtisk po Mercedes testu jsou v přílohové části

Plaketky byly uchyceny do speciálních kleští, které jsou vyrobeny z nízkouhlíkové oceli. V těchto kleštích byly plaketky ponořeny do kapalného dusíku a následně zlomeny. Po ustálení varu dusíkové lázně byly teploty vyrovnány a plaketka byla tedy zchlazena na teplotu kapalného dusíku -192°C . Materiál, ze kterého byly kleště vyrobeny, je nízko uhlíková ocel 11373. Tato ocel má nízký obsah uhlíku. Čím nižší je obsah uhlíku tím je tranzitní teplota posunuta hlouběji pod bod mrazu. Z tohoto důvodu mohly být plaketky ponořeny spolu s kleštěmi. Kleště nejsou na křehký lom, díky nízkému obsahu uhlíku, náchylné na porušení křehkým lomem.

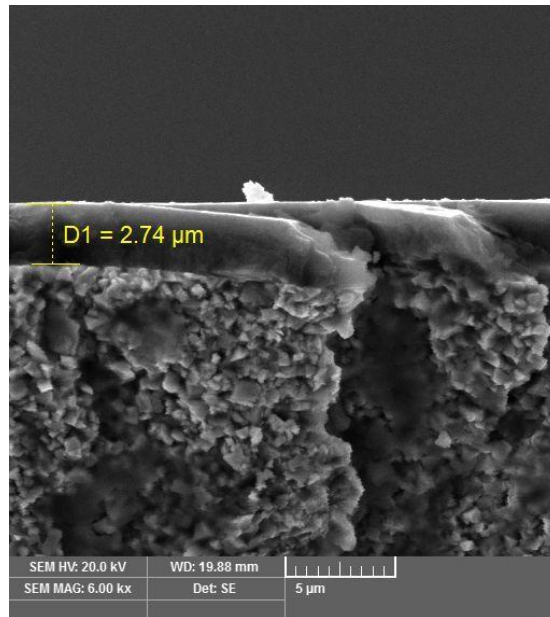
Následující fotodokumentace zachycuje lom jednotlivých vrstev a ukázkou jak bylo prováděno měření tloušťky. Tloušťka byla měřena na 10 místech a následně vyhodnocena.



Obrázek 15 – 1 Lom vrstvy AlTiN – G



Obrázek 15 – 2 Lom vrstvy nACo



Obrázek 15 – 3 Lom vrstvy nACo^3

Obrázky 15 – 1 až 3 dokumentují lom plaketky s vrstvou a následné změření její tloušťky. Měření bylo provedeno na 10 místech plochy lomu. Další snímky lomů jsou uvedeny v přílohách.

Vrstva	Tloušťka vrstvy a směrodatná odchylka [μm]
nACo	$2,45 \pm 0,01$
nACo ₃	$2,99 \pm 0,18$
AlTiN - G	$2,56 \pm 0,02$

Tabulka 15 – 1 Tloušťky vrstev

Pro vyhodnocení morfologie lomu vrstvy a samotného šíření lomu vrstvou by bylo zapotřebí větší užitečné zvětšení. Použitý řádkovací elektronový mikroskop takto značného zvětšení nedosahuje a tak není možné vyhodnotit morfologii lomu vrstvy.

16.1. Porovnání jednotlivých měření tloušťek vrstev

Bylo usuzováno, že nejpřesnějšího výsledku tloušťky vrstvy bude dosaženo pomocí Řádkovacího elektronového mikroskopu. Z tohoto důvodu je tloušťka vrstvy naměřená pomocí ŘEM analýzy považována za korektní a určující. V rámci vyhodnocení experimentu měření tloušťky vrstev, byly jednotlivé metodami měření porovnány v tabulce 15.1 – 1.

Vrstva	Tloušťka vrstvy měřená metodou [μm]		
	Profilometr	Kalotest	ŘEM
nACo	2,79 ± 0,28	4,91 ± 0,32	2,45 ± 0,01
nACo ³	2,42 ± 1,04	3,31 ± 0,33	2,99 ± 0,18
AlTiN - G	2,59 ± 0,21	3,17 ± 0,49	2,56 ± 0,02

Tabulka 15.1 – 1 Porovnání výsledků naměřených tloušťek vrstev jednotlivými metodami

Z tabulky 15. 1 – 1 je možné vypořadovat, že nejbliže se skutečné tloušťky vrstvy přiblížila metoda profilometr. Kalotest je značně nepřesná metoda, jak bylo popsáno v kapitole 14. Navíc je to velmi subjektivně hodnocená metoda. Metoda ŘEM je sice taky subjektivně hodnocená metoda, ale nesrovnatelně přesnější než Kalotest. Tloušťka vrstvy naměřené profilometrem je vyhodnocena přístrojem. U této metody nemůže vzniknout chyba v měření zapříčiněna subjektivním hodnocením. Samotné vyhodnocení profilometru je získáno z dat zaznamenaných pomocí softwaru. Získaná data jsou vložena například do programu Microsoft Excel a vytvořený graf podá přibližnou tloušťku vrstvy.

Metoda měření tloušťky vrstvy Řádkovacím elektronovým mikroskopem, byla považována za směrodatnou. Podle výsledků získaných metodou ŘEM se tloušťka deponované vrstvy příliš nelišila od požadované tloušťky. Požadovaná tloušťka byla 2,5 μm.

Tloušťka vrstvy ovlivňuje její vlastnosti a 2,5 μm tenká vrstva byla po rozpravě s odborníky považována za nejvhodnější pro praktické aplikace. Závěrem je tedy možné potvrdit, že výrobce je schopen nadeponovat požadovaný rozměr tenké vrstvy se zanedbatelnou nepřesností.

17. Shrnutí výsledků experimentální části

Od vrstev nACo a nACo³ byly očekávány ty nejlepší výsledky. Je to proto, že byly uplatněny nejmodernější depoziční technologie. Vrstva nACo³ je deponována progresivní technologií **TripleCoatings³**®. Provedené analýzy a experimenty toto očekávání nepotvrdily.

Vrstvy nACo a nACo³ vykazovaly nízkou adhezi i kohezi. Dále vykazovaly porušení v podobě praskání a delaminaci vrstvy při Scratch testu, ještě dříve než zatížení indentoru dosáhlo považované kritické hodnoty 50N. Dále byla měřením nanotvrdosti potvrzena hypotéza o sklonu vrstev nACo a nACo³ ke křehkému porušování a to následkem nedostatečné plastické deformace. Delaminace vrstev nACo a nACo³ a malá schopnost plastické deformace jsou vlastnosti, které by neměly být prokázány u aplikací na řezné nástroje (vrtáky) určené k obrábění austenitických korozivzdorných ocelí. Obě vrstvy nACo a nACo³ vykazovaly poměrně vysokou hodnotu nanotvrdosti. Výrobce však uvádí katalogové hodnoty, které jsou ještě vyšší. Provedené experimenty potvrdily, že hodnota nanotvrdosti není i v aplikacích na řezné nástroje jak rozhodující, jako jsou adhezivně-kohezivní vlastnosti vycházející z možnosti dostatečné plastické deformace.

Vrstva AlTiN – G byla zvolena, ačkoliv nepatřila do kategorie tzv. super progresivních vrstev. Dosažené výsledky jsou však překvapující. Adhezivně-kohezivního chování vrstvy v experimentu Mercedes testu, bylo hodnoceno jako výborné. Výsledky Scratch testu byly opět výrazně lepší než u vrstev nACo a nACo³. Vrstva AlTiN - G dosáhla hodnoty kritického zatížení **F_z = 110N**. Toto zatížení bylo mnohem větší než vrstev nACo a nACo³. Vrstva vykazovala značnou plasticitu a schopnost relaxace vneseného napětí. Tato vlastnost byla potvrzena měřením nanotvrdosti a elasticko-plastických deformací vyplývajících z indexační křivky. Touto analýzou byl zjištěn větší podíl plastické energie oproti elastické. Dále vrstva dosáhla oproti nejnovějším vrstvám nACo a nACo³ nejmenšího opotřebení v experimentu BALL-on-DISC.

V souhrnu lze tedy konstatovat, že vrstva AlTiN – G dosahovala v průběhu testování lepších výsledků než progresivní tenké vrstvy nACo a nACo³. Vrstva AlTiN – G má zřejmě vhodný poměr tvrdosti (pevnosti) a houževnatosti. Rovněž má velmi dobré adhezivní vlastnosti. Tohoto vhodného poměru je možno dosáhnout při obsahu cca 67,5%Al ve vrstvě AlTiN – G. Obsah Al ve vrstvě AlTiN - G byl ověřen GDOES analýzou. Naměřená hodnota Al byla sice nižší, ale je dostačující pro vhodný poměr pevnosti a houževnatosti vrstvy AlTiN – G.

Experimenty	Hodnocení vrstev v jednotlivých experimentech		
	nACo	nACo ₃	AlTiN - G
Mercedes test	2	3	1
Scratch test	2	3	1
BALL-on-DISC	3	2	1
Nanotvrdost	3	2	1

Tabulka 17 - 1 Souhrn pořadí vrstev v dílčích experimentech
hodnocení je následující 1 = nejlepší výsledek, 3 = nejhorší výsledek

Z tabulky 17 je patrné, že vrstva AlTiN – G dosáhla jednoznačně nejlepších výsledků ve všech TESTECH. Vrstvy nACo a nACo³ mají VZÁJEMNĚ nerozhodné hodnocení. Ve dvou ze čtyř experimentů mají shodná hodnocení. Je možné tedy usuzovat, že vrstvy nACo a nACo³ jsou téměř shodné dosaženými vlastnosti, ačkoliv je každá zcela jiného charakteru (strukturní hledisko). K vytvoření celkového obrazu všech testovaných systémů by bylo zapotřebí udělat teplotní testy, kde by se projevil vliv teplotní bariéry a výsledky by mohly být zcela změněny. Tyto testy nebyly provedeny, neboť nebyly cílem diplomové práce.

18. Závěr

Teoretická část této Diplomové práce byla zaměřena na zmapování tenkých vrstev, které se používají nebo se mají v budoucnosti používat v aplikaci na řezné nástroje k obrábění austenitických nerezových ocelí. Z široké nabídky možných vrstev byly pro experimentální část vytypovány tři systémy. Experimentální část měla přinést základní informace o vlastnostech těchto vrstev, provést jejich porovnání na základě testů, které se v daných rozhodovacích procesech v praxi stále sledují.

Experimentální část této Diplomové práce, byla zaměřena na porovnání vytypovaných tenkých vrstev. Byly porovnávány progresivní tenké vrstvy nACo a nACo³ s běžnou vrstvou AlTiN – G. V průběhu experimentů mělo být potvrzeno nebo vyvráceno zda je vrstva AlTiN – G, která je generačně starší než vrstvy nACo a nACo³, schopná konkurence progresivním tenkým vrstvám nACo a nACo³. Dále mělo být zjištěno, zda nová technologie depozice tenkých vrstev **TripleCoatings³**® dosahuje očekávaných výsledků, které by umožnily jejich budoucí široké využití.

Od vrstev nACo a nACo³ bylo očekáváno, že dosáhnou lepších výsledků, oproti generačně starší vrstvě AlTiN – G. Vynikající výsledky byly očekávány na základě nové technologie depozice **TripleCoatings³**®. Touto technologií byla deponována vrstva nACo³. Vrstva nACo byla deponována jako nanokompozitní systém tenké vrstvy. Technologie depozice **TripleCoatings³**® u vrstvy nACo³ a nanokompozitní systém vrstvy nACo, by měl u těchto vrstev zaručit skvělou adhezi a optimální poměr pevnosti a houževnatosti vrstvy.

V průběhu experimentů bylo zjištěno, že vrstvy nACo a nACo³ vykazují nižší plasticitu a horší adhezi, než vrstva AlTiN – G. U vrstev nACo a nACo³ se projevilo, že tvrdost není rozhodujícím kritériem k výběru pro řezné aplikace. Adheze vrstev nACo a nACo³ byla v porovnání s vrstvou AlTiN – G horší. Vrstvy nACo a nACo³ vykazovaly křehký charakter porušení. Experiment měření nanotvrdosti, prokázal, že u vrstev nACo a nACo³ převládá elastická práce nad plastickou. Větší poměr elastické práce způsobuje u vrstev nACo a nACo³ sklon ke křehkému porušení. Na základě provedených testů za normálních teplot nelze progresivní tenké vrstvy nACo a nACo³ prozatím doporučit pro depozici nástrojů určených k obrábění austenitických nerezových ocelí.

Experimentální část vyhodnotila vrstvu AlTiN – G jako nejvhodnější pro depozici nástrojů určených k obrábění austenitických nerezových ocelí. Vrstva má optimální poměr pevnosti - pružnosti a velmi dobré adhezivní chování. U této vrstvy se měřením potvrdily hodnoty udávané výrobcem.

Závěrem lze označit již postarší vrstvu AlTiN – G za výbornou, která může konkurovat dnešním progresivním tenkým vrstvám. Technologie depozice **TripleCoatings³**® **prozatím** nedosahuje očekávaných výsledků. Tato technologie zřejmě potřebuje více času vývoje, než bude schopna konkurovat současným vrstvám, nebo čeká na modernější využití v řezném procesu, který je doprovázen vysokou teplotou, nízkým chvěním nástroje (obrobku). Mezi takové procesy patří například vysokorychlostní obrábění.

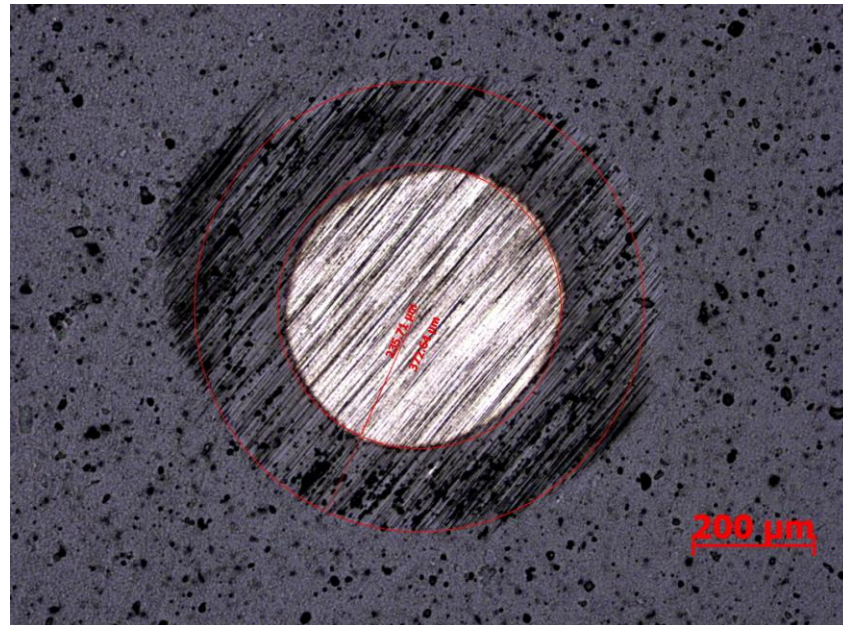
19. LITERATURA

- [1] http://www.euro-inox.org/pdf/map/StainlessSteelProperties_CZ.pdf
- [2] Sandvik Coromat. Sandviken, Švédsko: Příručka obrábění : kniha pro praktiky. 1997. XIII-39 s.
- [3] Condylis, A. et al.: Révue de Métallurgie-CIT, Dec. 1976, s.787-799
- [4] Žídek, M. Metalurgická tvařitelnost ocelí za tepla a za studena. Praha, 1995
- [5] Llewellyn, M.E. et al. Copper in steel. Ironmaking and Steelmaking, 1995, č.1
- [6] MUSIL, J. Hard and superhard nanocomposite coatings. Surface and Coatings Technology. 125 (2000). pp. 322-330. ISSN 0257-8972.
- [7] ZHANG, S., SUN, D., FU, Y., DU, H. Recent advances of superhard nanocomposite coatings: a review. *Surface and Coatings Technology*. 167 (2003). pp. 113-119. ISSN 0257-8972.
- [8] Ing. TOMÁŠ FOŘT, CHARAKTERIZACE NANOSTRUKTUR DEPONOVANÝCH PVD A CVD TECHNOLOGIEMI, VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ, FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY
- [9] WASA, Kiyotaka, HAYAKAWA, Shigeru. (1992). *Handbook of sputter deposition technology*. Osaka, Japan: NOYES PUBLICATIONS
- [10] POWELL, Ronald A., ROSSNAGEL, Stephen M. (1999). *Thin films: PVD for microelectronics*. San Diego, California: ACADEMIC PRESS.
- [11] HUMÁR, A. Slinuté karbidy a řezná keramika pro obrábění. 1. vydání. Brno: CCB spol. s r.o., 1995. 265 s. ISBN 80-85825-10-4.
- [12] KŘÍŽ, A. Nové trendy vývoje tenkých vrstev vytvořených PVD a CVD technologií v aplikaci na řezné nástroje. Habilitační přednáška. Západočeská univerzita v Plzni, ATeam - materiálový výzkum. [online]. Dostupné na World Wide Web:
<http://www.benjamin.ic.cz/Habilitacni_prednaska.pdf>.
- [13] JÍLEK, M., HOLUBÁŘ, P., CSELLE, T., MORSTEIN, M. Nová průmyslová technologie povlakování. *MM - Průmyslové spektrum*. 4/2003. s. 48-49. ISSN 1212-2572.

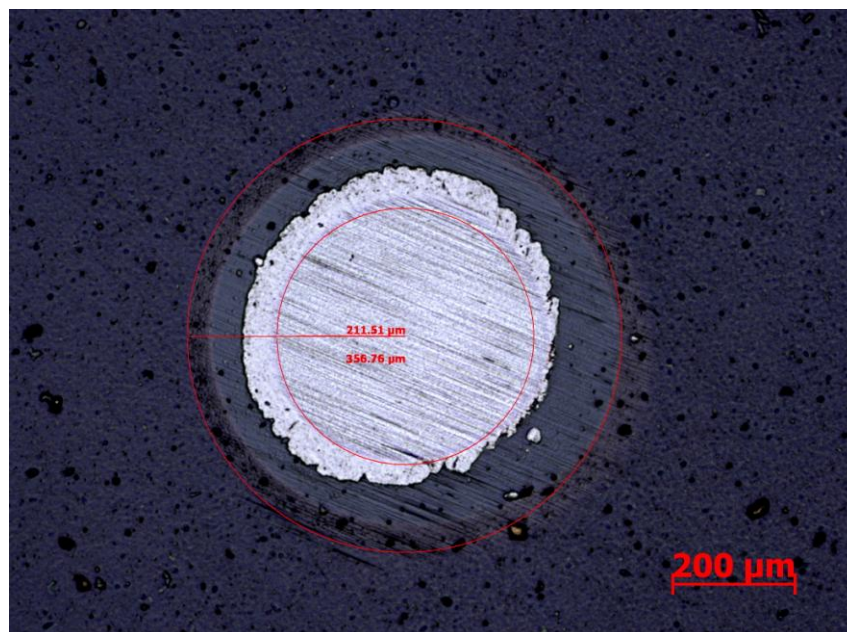
- [14] HUMÁR, A., SEDLÁČEK, J. Materiály pro řezné nástroje. In *Proceedings of the 5th International Tools Conference, ITC 2006*. UTB Zlín, Fakulta technologická, Ústav výrobního inženýrství, 5.-6.9.2006, ISBN 80-7318-448-56.
- [15] HUMÁR, A., PÍŠKA, M. Materiály pro řezné nástroje. MM Průmyslové spektrum – Speciální vydání. Zář 2004. ISSN 1212-2572., s. 84-96.
- [16] LUGSCHEIDER, E., KNOTEK, O., ZIMMERMANN, H., HELLMANN, S. Investigation of the mechanical and structural properties of Ti-Hf-C-N arc PVD coatings. *Surfaře and Coatings Technology*. 116-119 (1999). pp. 239-243. ISSN 0257- 8972.
- [17] SOSNOVÁ, M., HÁJEK, J., KŘÍŽ, A.: *Adhezivně kohezivní charakteristiky tenkých vrstev určených pro nástroje na obrábění plastů*. Vrstvy a povlaky 2006 – zborník přednášek. Rožnov pod Radhoštěm : Liss a.s, 2006., ISBN 80- 969310-2-4.
- [18] Atem, Západočeská univerzita v Plzni,
http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf
- [19] HOLMERC, K., MATTHEWS, A.: *Coatings tribology - properties, techniques and applications in surface engineering*, Amsterdam, Elsevier, 1998.
- [20] Veprek, S., Argon, AS, Zhang, RF.: *Phil. Mag. Lett.*, vol. 87, 2007, p. 955
- [21] CEME NOC. Kunden Magazin fur Beschichtungstechnologie. Tools. Nr. 17. September 2004. [online]
Dostupné na www: <http://www.toolingonline.com/storefronts/cemecon.html>
- [22] Reiter, AE., Mitterer, CH., Sartory, B.: *J. Vac. Sci. Technol., A, Vac. Surf. Films*, vol. 25, 2007, p. 711
- [23] Veprek, S., Männling, HD., Karvankova, P., Prochazka, J.: *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, 2006, p. 3876 AlTiCrN citace
- [24] CHENG, Z., LI, X., DONG, H., Bell, T. Low temperature plasma Nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2005, Vol. 191, Issues 2-3, p. 195-200
- [25] CSELLE TIBOR A KOL., “TripleCoatings3® –New Generation of PVD-Coatings for Cutting Tools“, Libertyville, 2008
- [26] Cselle, T., Morstein, M., Holubar, P. et. al. *Nanostructured coatings and processes on an industrial scale*. Gorham Conference. Atlanta. November 2002. [online]. Dostupné na
www: <http://shm-cz.cz/cs/technicke-informace/literatura>

- [27] Jurčí, P. *Nástrojové oceli ledeburitického typu*. Praha : České vysoké učení technické v Praze , 2009. 360 s
- [28] HUMÁR, A., PÍŠKA, M. Materiály pro řezné nástroje. MM Průmyslové spektrum – Speciální vydání. Září 2004. ISSN 1212-2572., s. 84-96.
- [39] POKORNÝ, Z., HRUBÝ, V., Plasma nitriding of deep narrow cavities. *Key Engineering of Materials*, 2011, vol. 465, p. 267-270
- [30] JOSKA, Z., et al. Mechanical Properties of Duplex System: ZrN Coating on Plasma Nitrided Stainless Steel. *Chemické listy*, 2010, vol. 104, no. 15, p. 322- 325
- [31] VODIČKA, Miloš. *Současnost a trendy povlakování technologií PVD*. MM Průmyslové spektrum. Duben 2003, č. 4, s. 52-53, ISSN 1212-2572
- [32] Kawate, M., Hashimoto, AK., Suzuki, T.: *Surf. Coat. Technol.*, vol. 165, 2003, p.163
- [34] PLATIT AG. Advanced Coating Systems. Grenchen. Switzerland. [online]. Dostupné na www: <http://www.platit.com/nanostructures?page=0%2C0>
- [35] dostupné na <http://www.ateam.zcu.cz/adheze.html> dne 6.4.13
- [36] dostupné na <http://platit.com/nanostructures> dne 11.5.2013
- [37] dostupné na http://www.benjamin.ic.cz/M_Sosnova_rigo.pdf dne 11.5.2013
- [38] dostupné na http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf dne 5.4.2013

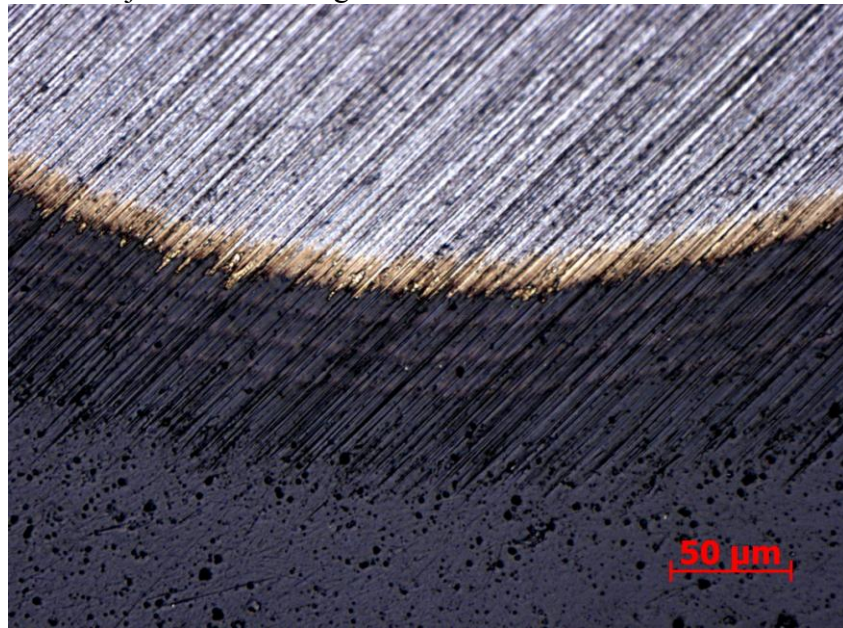
Přílohová část



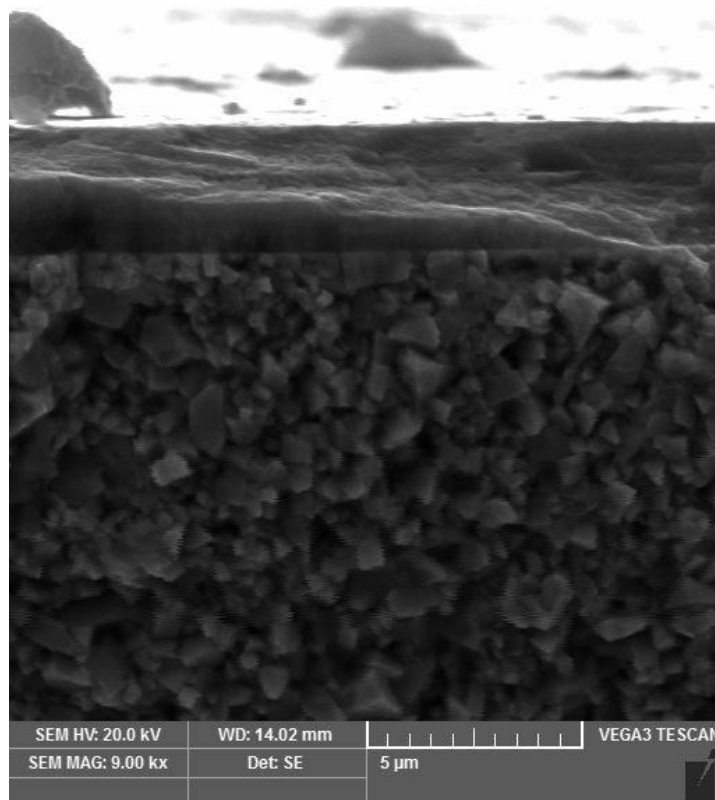
Obrázek 1 – Kalota vrstvy $n\text{ACo}_3$



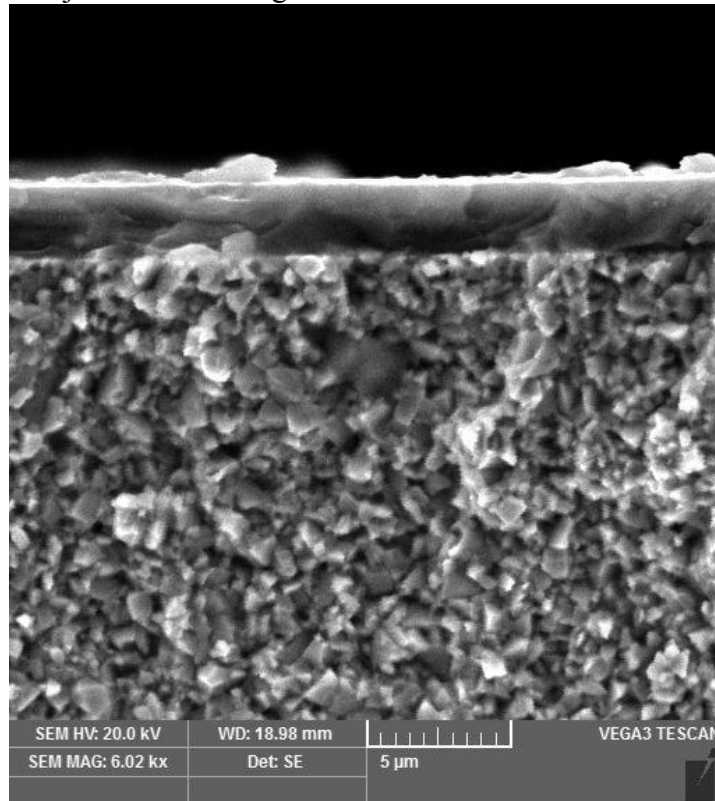
Obrázek 2 – Kalota vrstvy $n\text{ACo}$



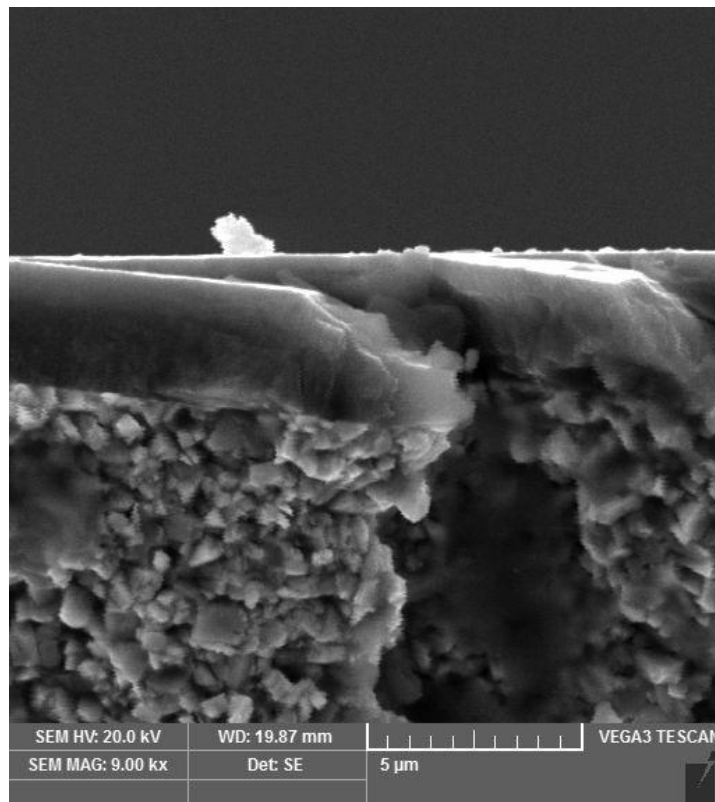
Obrázek 3 – Detail struktury vrstvy AlTiN – G



Obrázek 4 – lom vrstvou AlTiN – G, lom prochází vtiskem vytvořený Mercedes testem, 9000x zvětšeno



Obrázek 5 – Lom vrstvou nACo, 6000x zvětšeno



Obrázek 6 – Lom vrstvou nACo³, 9000x zvětšeno