



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI  
Fakulta strojní ■

# POVRCHOVÉ ÚPRAVY OCELI PRO VÝROBU SLÉVÁRENSKÝCH FOREM

## Diplomová práce

*Studijní*

*program:* N2301 – Strojní inženýrství

*Studijní obor:* 2303T002 – Strojírenská technologie

*Autor práce:* **Bc. Marek Tůma**

*Vedoucí práce:* prof. Ing. Petr Louda, CSc.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC  
Faculty of Mechanical Engineering ■

# SURFACE MODIFICATION OF STEEL FOR CASTING MOLDS PRODUCTION

## Diploma thesis

*Study*

*programme:* N2301 – Mechanical Engineering

*Study branch:* 2303T002 – Engineering Technology

*Author:* **Bc. Marek Tůma**

*Supervisor:* prof. Ing. Petr Louda, CSc.



## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení	<b>Bc. Marek T Ů M A</b>
studijní program	<b>N2301 Strojní inženýrství</b>
obor	<b>2303T002 Strojírenská technologie</b>
zaměření	<b>Materiálové inženýrství</b>

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

### **Povrchové úpravy oceli pro výrobu slévárenských forem**

#### **Zásady pro vypracování:**

(hlavní cíle diplomové práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se s problematikou modifikací povrchu plazmovými metodami.
2. Navrhněte vhodný typ povrchové úpravy pro vysokoteplotní (600°C), otěruvzdorné a chemicky stabilní povrchy slévárenských forem.
3. Experimentálně ověřte vlastnosti navržených vrstev.
4. Diskutujte dosažené výsledky a formulujte závěry.



Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 40 - 50 stran
- přílohy

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

- [1] Musil J., Vlček J., Baroch P., *Magnetron discharges for thin films plasma processing* (2006) Oxford ISBN 0-08-044496-2.
- [2] Musil J., *Physical and mechanical properties of hard nanocomposite films prepared by reactive magnetron sputtering* (2006) New York ISBN 0-387-25642-3.
- [3] Sedláček V., *Povrchy a povlaky kovů*, Ediční středisko ČVUT, Praha 6, Ziková 4, 1992.
- [4] Daďourek K., *Vybrané technologie povrchových úprav*, Liberec 2007.
- [5] Musil J., *Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness*, *Surface & Coatings Technology* 207(2012), pp. 50-65.

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.  
Konzultant diplomové práce: Ing. Totka Bakalová, Ph.D.  
Ing. Zbigniew Rozek, Ph.D.



  
prof. Ing. Petr LOUDA, CSc.  
vedoucí katedry

  
doc. Ing. Miroslav MALÝ, CSc.  
děkan

V Liberci dne 18.10.2013

Platnost zadání diplomové práce je 15 měsíců od výše uvedeného data (v uvedené lhůtě je třeba podat přihlášku ke SZZ). Termíny odevzdání diplomové práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

## Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vzta-huje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tom-to případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elek-tronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

## **Poděkování**

V této části bych chtěl poděkovat prof. Ing. Petru Loudovi, CSc. za odborné vedení mé diplomové práce a Ing. Zbygnewu Rožkovi, Ph.D. a Ing. Totce Bakalové, Ph.D. za cenné rady, trpělivost a čas, který mi věnovali. Dále bych poděkoval Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ing. Lukáši Voleskému, Ing. Adamu Hotařovi, Ph.D., Ing. Davidovi Pospíšilovi, prof. Ing. Ivě Nové, CSc. a Ing. Jiřímu Machutovi, Ph.D. za jejich ochotu, rady a spolupráci při prováděných pokusech.

Poděkovat bych také chtěl celé mé rodině a nejbližším přátelům za jejich trpělivost a neutuchající podporu v průběhu studia a psaní diplomové práce.

## **ANOTACE:**

Diplomová práce se zaměřuje na porovnání a vhodnost zvolených vysokoteplotních povlaků spojenou s aplikací na formy pro tlakové lití hliníku. Cílem této práce je najít vhodný typ povrchové úpravy slévárenské formy. Rešeršní část práce se zabývá volbou vhodného materiálu pro substrát a výběrem tenké vrstvy, která má zaručit odolnost vysokým teplotám, chemickou stálost a ošřuvzdornost povrchu forem. V experimentální části pak probíhá testování jednotlivých povlaků a ověření jejich vlastností. Výsledkem práce je vzájemné porovnání tenkých vrstev a jejich následné vyhodnocení.

## **KLÍČOVÁ SLOVA:**

tlakové lití, depozice povlaku, vysokoteplotní vrstva

## **ABSTRACT:**

This thesis goal with the comparison and suitability of selected high-temperature coatings associated with the application of the die casting aluminium. The aim of this work is to find out a suitable type of finished casting mold. The search part deals with the selection of a suitable material for the substrate and choosing a thin layer, which is to guarantee resistance to high temperatures, chemical resistance and frictional resistance of the surface forms. In the experimental part is testing of individual coatings and verification of their properties. In the end of this work is mutual comparison of thin coatings and their subsequent evaluation.

## **KEY WORDS:**

die casting, deposition coating, high-temperature coatings

## Obsah:

Seznam použitých symbolů a zkratek .....	10
1 Úvod .....	11
2 Teoretické část .....	12
2.1 Lití do kovových forem .....	12
2.1.1 Gravitační lití .....	12
2.1.2 Nízkotlaké lití .....	12
2.1.3 Tlakové lití .....	13
2.1.4 Lití s krystalizací pod tlakem .....	15
2.1.5 Metoda lití polotuhého kovu .....	15
2.1.6 Volba materiálu formy .....	17
2.2 Poškození povrchu .....	19
2.2.1 Mechanické opotřebení .....	19
2.2.2 Koroze .....	26
2.3 Předběžné úpravy povrchu .....	28
2.3.1 Broušení .....	29
2.3.2 Leštění .....	29
2.3.3 Kartáčování .....	29
2.3.4 Odjehlování .....	30
2.3.5 Otryskávání .....	30
2.3.6 Odmašťování .....	31
2.3.7 Moření .....	32
2.3.8 Mokrý čištění .....	33



2.3.9 Iontové čištění .....	33
2.4 Druhy povlaků a vrstev .....	34
2.4.1 Organické povlaky .....	34
2.4.2 Anorganické nekovové povlaky .....	35
2.4.2.1 Konverzní vrstvy .....	35
2.4.2.2 Keramické smaltování .....	36
2.4.2.3 Žárově stříkané povlaky .....	36
2.4.3 Kovové povlaky .....	37
2.4.3.1 Plátování kovy .....	37
2.4.3.2 Pokovování v roztavených kovech .....	37
2.4.3.3 Chemické pokovování .....	37
2.4.3.4 Elektrochemické pokovování .....	38
2.4.4 Vysokoteplotní vrstvy .....	38
2.4.4.1 Povlak SiN .....	38
2.4.4.2 Povlak SiC .....	39
2.4.4.3 Povlak CrAlSiN .....	39
2.5 Vakuové metody nanášení vrstev .....	40
2.5.1 Metoda CVD .....	40
2.5.2 Metoda PACVD .....	41
2.5.3 Metoda RF PACVD/MS .....	41
2.5.4 Metoda PVD .....	42
2.5.4.1 Napařování .....	43
2.5.4.2 Naprašování .....	44

2.5.4.3 Iontová implantace .....	46
2.6 Hodnocení vrstev .....	47
2.6.1 Mikrotvrdost .....	47
2.6.2 Tloušťka povlaku .....	47
2.6.3 Adheze a koheze povlaku .....	48
2.6.4 Tribologická zkouška .....	50
2.6.5 Chemická analýza .....	51
3 Experimentální část .....	52
3.1 Příprava vzorků .....	52
3.2 Povrchová struktura tenkých vrstev .....	53
3.3 Analýza vnitřní struktury, chemického složení a tloušťky tenké vrstvy ... .....	56
3.4 Ověření chemické stability povrchu .....	62
3.5 Teplotní stabilita .....	67
3.6 Měření nanotvrdosti .....	71
3.7 Testování adheze vrstvy .....	73
3.8 Tribologická analýza povlaků .....	74
4 Diskuse a shrnutí výsledků .....	76
5 Závěr .....	79
Použitá literatura .....	81
Přílohy	

## Seznam použitých symbolů a zkratek

AsB	<i>ang. Angle selective Backscatter</i>	Úhel selektivního zpětného rozptylu
CH <sub>4</sub>		Metan
CVD	<i>ang. Chemical Vapor Deposition</i>	Chemická depozice z par
ČSN		Československá státní norma
DIN	<i>ang. Deutsche Industrie-Norm</i>	Německá národní norma
EN		Evropská norma
ESR	<i>ang. Electroslag Remelting</i>	Elektrostuskové přetavování
HRC	<i>ang. Hardness Rockwell C</i>	Jednotka tvrdosti Rockwell metoda C
LPE	<i>ang. Liquid particle erosion</i>	Opotřebení proudem kapalných částic
MS	<i>ang. Magnetron Sputtering</i>	Magnetronové naprašování
PACVD	<i>ang. Plasma Assisted CVD</i>	Chemická depozice z par podporovaná plazmou
PVD	<i>ang. Physical Vapor Deposition</i>	Fyzikální depozice z par
Ra		Drsnost povrchu - Střední aritmetická úchylka profilu
RF	<i>ang. Radio Frequency</i>	Rádiová frekvence
SEM	<i>ang. Scanning Electron Microscope</i>	Skenovací elektronový mikroskop
SPE	<i>ang. Solid particle erosion</i>	Opotřebení proudem pevných částic

# 1 Úvod

V dnešní době je tlakové lití hliníku spojeno především s výrobou odlitků pro průmysl. Volba materiálu a kvalita tepelného zpracování, konstrukce slévárenské formy a definování vhodných technologických podmínek pro lití pod tlakem. To všechno jsou aspekty, které mají nezanedbatelný vliv nejen na životnost formy, ale i na kvalitu a jakost odlévaných výrobků. Snaha navyšování životnosti forem je tedy úzce spjata se zdokonalováním kvality povrchu slévárenské formy, který je z hlediska výsledné životnosti zcela zásadní.

Z tohoto důvodu se v současné době pro formy a jádra již běžně aplikují nátěry a postřiky mající za úkol vytvořit vysoce odolnou žáruvzdornou vrstvu, která musí být schopna ochránit slévárenskou formu a zaručit tak tím možnost dosažení požadované vysoké kvality odlitku.

Velmi dynamický rozvoj v posledních letech zaznamenaly technologie využívané pro depozici tenkých vrstev. Jejich využití spadá nejen do strojírenského průmyslu, ale zasahuje i do mnoha dalších oborů, jimiž jsou např. elektrotechnika či medicína. Ačkoli tyto technologie mají za sebou již mnoho přínosů a úspěchů, jejich možnosti nejsou zdaleka vyčerpány. Depoziční procesy si sebou do blízké budoucnosti stále nesou veliký potenciál a široké možnosti spojené s dalším vývojem.

Z tohoto hlediska je logickým vyústěním propojení požadavků na dosažení maximální životnosti slévárenské formy s možnostmi depozice ochranných tenkých vrstev. Tyto ochranné povlaky přispívají ke zvyšování životnosti svou výhodnější chemickou stálostí a také tím, že lépe snáší změny teplot, které jsou ve slévárenství spojené především s cyklicky se opakujícím zahříváním formy během plnění roztaveným kovem a jejím následným chlazením.

Cíle této diplomové práce jsou spojeny se seznámením se s problematikou modifikací povrchu pomocí plazmových metod. Na tomto základě navrhnout vhodný materiál pro formy na tlakové lití hliníku a zároveň zvolit takové typy povrchové úpravy, aby byl zajištěn především vysokoteplotní, otěruvzdorný a chemicky stabilní povrch slévárenských forem. V praktické části je zahrnuto experimentální ověření a porovnání vlastností těchto navržených tenkých vrstev.

## **2 Teoretická část**

### **2.1 Lití do kovových forem**

#### **2.1.1 Gravitační lití**

Metoda odlévání do kovových trvalých forem, tzv. kokil, je vhodná především pro slévání hliníku, mosazi a hořčíku. K jejich výrobě bývá zpravidla využito litiny nebo oceli. Vysoká tepelná vodivost kokily umožňuje rychlejší tuhnutí odlitku. Díky tomu je docíleno jemné struktury, která vykazuje i lepší mechanické vlastnosti oproti odlitku litého do písku z téhož materiálu. Pro vytvoření dutin se používá kovových jader nebo pískových, která jsou pak po odlití zničena. Kovové formy bývají předehřívány na 200 – 300°C a líc formy je před samotným litím, z hlediska zvýšení životnosti formy, ošetřeno speciálním dělicím nátěrem z kaolinu nebo podobného materiálu, který slouží i jako tepelná izolace.

Výhodou gravitačního lití do trvalých forem je uplatnění pro velkosériovou výrobu a tvarová i rozměrová přesnost odlitku. Nevýhodou zůstávají vysoké investice spojené s výrobou formy a nutnost tepelného zpracování odlitku za účelem dosažení lepší obrobitelnosti a snížení vnitřního napětí. Typická pro tuto metodu je výroba armatur, pístů a bloků spalovacích motorů. [1, 2]

#### **2.1.2 Nízkotlaké lití**

Metoda nízkotlakého lití je hojně využívána pro odlitky slitin lehkých kovů. Uplatnění nachází především v automobilovém průmyslu, kdy slouží pro výrobu např. disků kol, hlav válců, nebo součástí brzdných systémů. Nízkotlakým litím je možno dosáhnout vysoké kvality povrchu i vnitřního objemu odlitku.

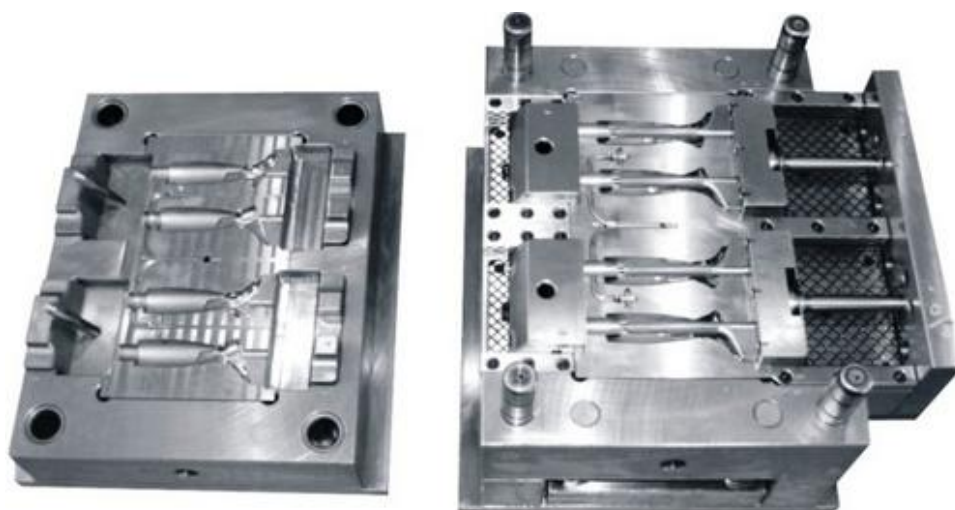
Princip lití spočívá v tom, že tavenina je během pracovního postupu za pomoci podtlaku vytlačována z udržovací pece keramickou trubicí vzhůru do dutiny formy. Naopak na hladinu taveniny působí přetlak, čímž je docíleno plynulého natlačování taveniny do prostoru líc formy. Jelikož se forma nachází prakticky nad kelímkem, dutina formy se tak může zaplňovat postupně od svého dna, čímž je docíleno klidného plnění a tím i vyšší kvality odlitků. Ústí stoupací trubice musí být ponořeno až pod vrstvu oxidů a nečistot na hladině pece. Tím dosáhneme plnění formy pouze čistým kovem. Udržovací pec neslouží k roztavení kovu, ale pouze pro udržení požadované teploty taveniny.

Velikost pracovního tlaku musí být dostatečně velká, aby bylo umožněno překonat rostoucí viskozitu taveniny při poklesu její teploty, odpory způsobené tlakem plynu ve formě a místní ztráty při plnění. Pracovní tlak musí rovněž zabezpečit optimální rychlost plnění formy. Ta musí být volena tak, aby nedošlo k ztuhnutí slitiny ještě před zaplněním celé dutiny formy. [1, 2]

### 2.1.3 Tlakové lití

Jedná se o technologii, kdy jedinou operací je tekutý kov během pár sekund přeměněn v tvarově komplikovaný odlitek. Principem tlakového lití je vstřikování taveniny slitiny do dutiny pevné formy pod vysokým tlakem (až 250 MPa). Při těchto podmínkách lze sériově vyrábět tenkostěnné, ale i tvarově velmi komplikované odlitky. Tlakové odlitky jsou velmi přesné a je pro ně typický hladký a čistý povrch. Z tohoto důvodu není třeba odlitky dále povrchově upravovat nebo dodatečně obrábět. Slévárenská forma může být tvořena jednou nebo z více částmi (vločkami). Tvar odlitku však musí být volen tak, aby bylo umožněno rozebrání formy a vytažení volných částí a jader. Pro formy na tlakové lití se výhradně používají kovová jádra.

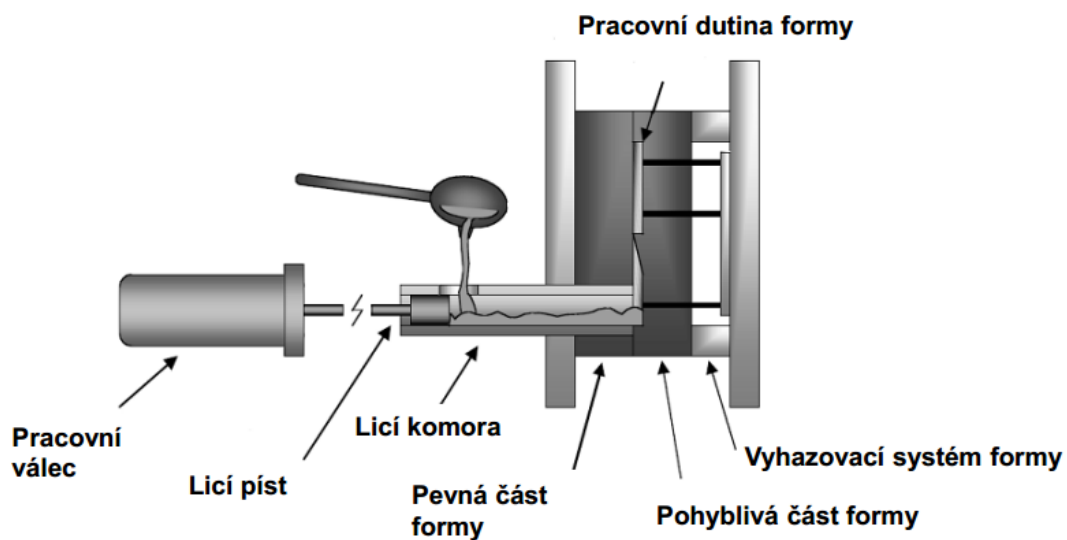
Odlévaný kov je nejprve v průběhu plnění dutiny formy jen pod okolním tlakem. Ten však díky realizaci odvodu vzduchu postupně narůstá. Po naplnění formy je pak odlitek zatížen vysokým statickým tlakem. Díky tlaku na konci plnění formy je umožněno zatečení ještě tekutého licího kovu do nejtenčích průřezů a tím je zlepšena reprodukce tvaru formy. [1, 2]



*Obr. 1 Rozevřená forma na tlakové lití hliníku [3]*

Podle druhu odlévacího stroje můžeme rozdělit technologii tlakového lití na odlévání se studenou komorou a na lití s teplou komorou. U teplé lící komory má zařízení komoru umístěnu pod hladinou kovu a tedy přímo v udržovací peci. Výhodou této metody je fakt, že se kov nepřelévá z udržovací do plnicí komory a nemůže tak docházet k jeho oxidaci. Použitelnost procesu lze však uplatnit pouze pro materiály, které ve formě taveniny nenapadají součásti lící komory. Tento typ pecí slouží především pro odlévání slitin hořčíku a zinku.

Nejčastěji používanou technologií pro výrobu vysokotlakých dílů je však varianta lícího stroje se studenou komorou. Velkou výhodou těchto zařízení je poloha plnicí komory, která se nenachází pod hladinou taveniny, jak tomu bylo v předchozím případě. Díky tomu máme možnost pracovat s menším objemem roztaveného kovu. Metoda lití se studenou komorou se nejčastěji využívá pro materiály jako je měď nebo hliník. Tyto materiály by v kapalně podobě napadaly válec a těleso lící komory. Proto je pro ně praktikováno lití se studenou komorou, kde se samotná lící komora nachází mimo nádobu s taveninou kovu. [1, 2]



Obr. 2 Tlakový lící stroj se studenou komorou [4]

### 2.1.4 Lití s krystalizací pod tlakem

Méně rozšířená metoda lití do kovových forem, která propojuje výhody pomalého zaplnění formy a vysokého tlaku v průběhu tuhnutí, je metoda *squeeze casting*. V principu se jedná o metodu lití s krystalizací pod tlakem, která byla vyvinuta za účelem výroby přesných odlitků s velmi nízkou pórovitostí a vysokou strukturní integritou. Odlitky mají dobré mechanické vlastnosti, neobsahují plynové bubliny, je u nich téměř zamezeno vzniku mikrostaženin a díky vysoké rychlosti tuhnutí je možné u nich dosáhnout jemnozrnné struktury. Tento proces je vhodný při výrobě odlitků s rozdílnou tloušťkou stěn. [4, 5]

- Přímý *squeeze casting* spočívá v nalití přesně stanoveného množství kovu do spodní poloviny předehřáté formy. Plnění formy tak probíhá bez turbulence. Poté je využito horní poloviny pro uzavření dutiny formy, v níž následně dochází k aktivaci tlaku. Rozvedení tekutého kovu probíhá velmi rychle, aby bylo docíleno krystalizace roztaveného kovu pod tlakem. Tlak působí po celou dobu tuhnutí, což má za následek eliminaci mikropórovitosti. [2, 4, 6]
- Nepřímá metoda lití s krystalizací pod tlakem je podobná tlakovému lití se studenou komorou. V tomto procesu dochází k laminárnímu plnění dutiny, kdy kov pomalu proudí do formy v přesně dávkovaném množství. Jedná se o velmi výhodnou, avšak v současné době nepříliš rozšířenou metodu lití, která je velmi náročná především z hlediska konstrukce formy. Uložení a rozmístění pohyblivých částí formy totiž může způsobovat lokální zpevnění odlitku. Navíc je v těchto místech omezeno i jeho chlazení. Uložení pohyblivých dílů totiž znemožňuje přívod chladicí kapaliny, která proudí kanálky uvnitř nástroje. Díky tomu může docházet ke vzniku nepříznivých jevů, mezi které patří vznik bublinek, mikroporozity apod. [6, 7]

### 2.1.5 Metoda lití polotuhého kovu

Dalším novým směrem technologie tlakového lití je metoda odlévání kovů a jejich slitin vyskytujících se v částečně tuhém tzv. thixotropním stavu. Proces je složen z charakteristických kroků, během nichž dochází nejprve k úpravě taveniny základního materiálu a rozdělení polotovaru na válečky potřebné velikosti. Poté nastává ohřev válečku a jeho vložení do studené komory.



Přednosti procesu jsou spojeny s nižším obsahem rozpuštěných plynů a nižšími pracovními teplotami. Odlité součásti mají globulární strukturu a vykazují výborné mechanické vlastnosti. Nevýhodou zůstávají značné náklady spojené s nástrojem a vysoká náročnost na dodržování pracovních postupů. Pro výrobu slouží následující metody: [7, 8]

### **1. Rheocasting (Reolití)**

Tato modifikovaná metoda využívá kašovitého stavu materiálu, kdy pro kontinuální výrobu polotovaru je využito zákonitosti reologie. Základem pro další zpracování je příprava polotovaru, která zahrnuje proces tavení, odlévání a chladnutí. K úpravě kašovité hmoty je využito speciálního zařízení, tzv. reocasteru, v němž je požadované teploty taveniny dosaženo indukčním ohřevem. Přímou součástí zařízení je i chlazení, díky němuž je na výstupu z reocasteru docíleno přesného podílu tekuté a tuhé fáze. [4, 8]

### **2. Thixocasting (Thixolití)**

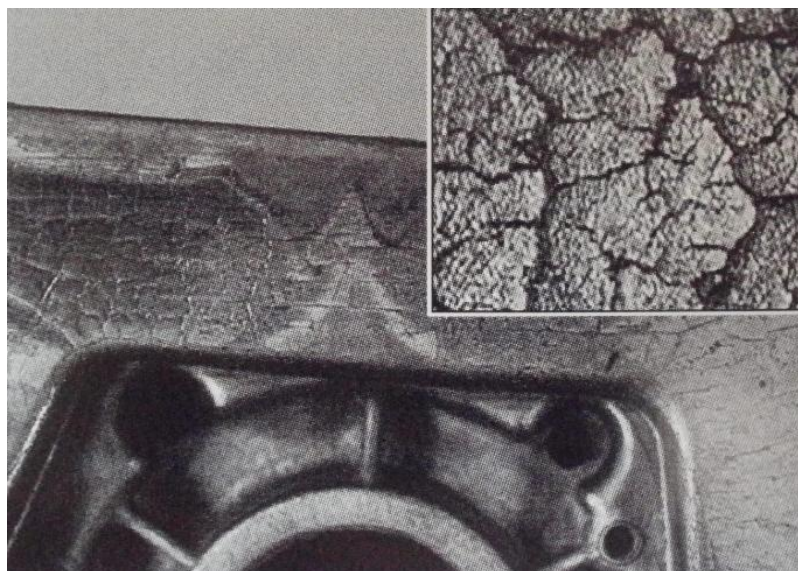
Polotovary pro thixolití jsou nejčastěji vyráběny pomocí kontinuálního lití. Následným dělením je pak materiál připraven ve formě tablet, které jsou základem pro další zpracování. Indukčním ohřevem jsou tyto tablety přivedeny na takovou teplotu, kdy jejich podíl tuhé fáze tvoří cca 60 až 65 % objemu. Ve finální fázi celého procesu jsou tablety ohřátého polotovaru založeny do horizontální komory tlakového stroje a následuje jejich vtlačení do dutiny formy. [4, 8]

### **3. Thixoforming (Thixolisování)**

Jemné granule nebo kovový prášek jsou ve studeném stavu doplňovány do zásobníku. Z něj se pomocí vlastní tíže přesunují do dávkovače, odkud je dopravuje speciální šnek do prostoru vytápěné zóny. Ve vstřikovací hlavici se prášek ohřívá, měkne a dochází tak ke vzniku plastické hmoty, která obsahuje cca 60 % tuhé fáze. Tato hmota je pak prostřednictvím vstřikovací hlavičky vtlačována do dutiny slévárenské formy. [4, 8]

## 2.1.6 Volba materiálu formy

Během tlakového lití kovů a jejich slitin dochází ke vstřikování roztaveného kovu pod tlakem do formy, v níž získává odlitek po vychladnutí svůj konečný tvar. Výběr vhodného materiálu pro formu je spojen s řadou požadavků. Vyžadují se především mechanické a plastické vlastnosti materiálu formy za normální i zvýšené teploty. Pevnost nejčastěji aplikovaných ocelí se pohybuje mezi 1300 až 1600 MPa. Tvrdost forem pak mezi 42 až 50 HRC. Nižší míra tvrdosti je určena pro větší formy, aby byla zajištěna vyšší houževnatost. Ocel nesmí mít nízkou odolnost proti popouštění, neboť by tím docházelo ke snižování mechanických vlastností přímo za provozu. Navíc by probíhala plastická deformace funkčních částí formy, která by zapříčinila změnu rozměrů odlitků. Na styčné ploše formy a odlitku probíhají reakce ovlivňující následnou korozi forem. Při těchto reakcích nastává rozpouštění fází tvořících základní matici a naopak mohou difundovat i prvky z taveniny do materiálu formy. Rychlost koroze je spjata s teplotou, dobou a velikostí styčné plochy. Litím slitin hliníku dochází k tvorbě křehkých intermetalických fází  $\text{FeAl}_2$ ,  $\text{FeAl}_3$  a  $\text{Fe}_2\text{Al}_3$ , které souvisí se vznikem trhlinek tepelné únavy a umožňují lepení odlitků po stěně formy. Korozi se tak často předchází vhodnou povrchovou úpravou formy. Nejčastěji pak nitridací nebo galvanickým chromováním. U formy se rovněž vyžaduje dostatečně vysoká prokalitelnost a zároveň po tepelném zpracování musí docházet pouze k minimálním objemovým změnám.



*Obr. 3 Znárodnění tepelné únavy trhlinami na povrchu formy [9]*

Jelikož se u odlitků očekává zpravidla i hladký povrch, je vyžadována dobrá leštitelnost oceli. Formy na tlakové lití jsou často komplikovaných tvarů a vzniká u nich díky střídavému ohřevu a ochlazování nežádoucí pnutí. Aby se předešlo nadměrnému popraskání, nechávají se formy po delší době činnosti žíhat na snížení pnutí. [9, 10]

Hlavní legurou nástrojových ocelí pro formy pro tlakové lití je chrom. Jeho podíl v oceli je převážně mezi 5 až 12%. Pro zlepšení vlastností za tepla slouží přísady molybdenu, vanadu a wolframu. S vyšším obsahem těchto prvků roste odolnost proti popouštění i proti opotřebením. Mezi nejužívanější materiály na formy pro tlakové lití hliníku a jeho slitin patří ocel 19 552. [10]

V experimentální části bylo pro zastoupení materiálu slévárenské formy zvoleno jako substrát nástrojové oceli ČSN 19552 - DIN 1.2343 X38CrMoV5.1 / 1.2343 ESR. Jedná se o ocel vyznačující se vysokou prokalitelností a houževnatostí, jejíž hlavními legujícími prvky jsou chrom, molybden a vanad (viz. Tab. 1). Ocel má dobrou tepelnou vodivost, pevnostní vlastnosti za tepla, je odolná vůči tvorbě trhlin a málo citlivá na prudké změny teplot. Vykazuje dobrou leštitelnost, rovnoměrnou a dobrou obrobitelnost a je vhodná k nitridaci. Její předností je značná pevnost 750 MPa a dosažitelná tvrdost po kalení pohybující se na hranici 54 HRC. Používá se též na nástroje pro lisování za tepla, ale především je typickým zástupcem, který je hojně využíván v průmyslu pro slévárenské formy k tlakovému lití hliníku. [11]

*Tabulka 1 Chemická analýza nástrojové oceli ČSN 19552 - DIN 1.2343 X38CrMoV5.1 vyjádřená pomocí hmotnostních procent.*

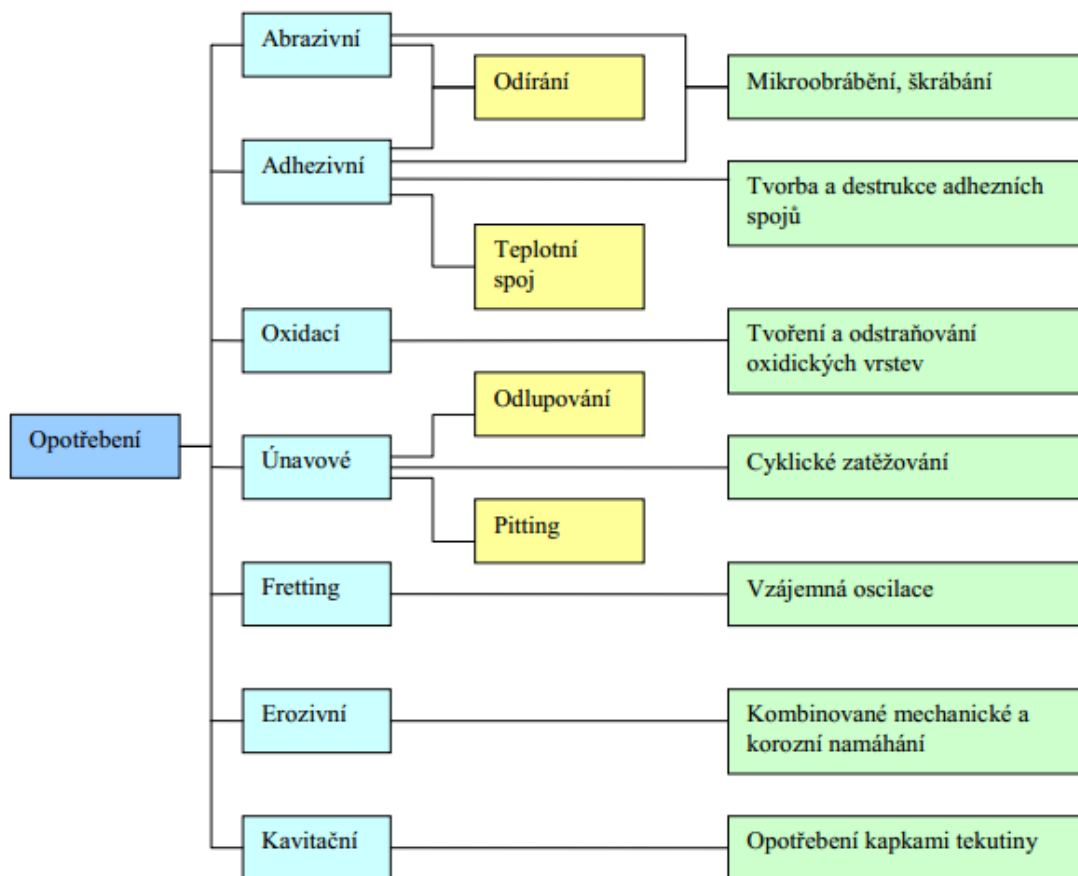
C	Si	Mn	P max.	S max.	Cr	Mo	V
0,36 - 0,42	0,9 - 1,2	0,3 - 0,5	0,03	0,03	4,8 - 5,5	1,1 - 1,4	0,25 - 0,5

## 2.2 Poškození povrchu

### 2.2.1 Mechanické opotřebení

Opotřebení povrchu je nežádoucí jak z hlediska změny rozměrů, tak přeměn vlastností součástí. Ty jsou dány vzájemným působením více funkčních povrchů nebo povrchu a média, které opotřebení vyvolává. V technické praxi se vyskytuje velmi často kombinace více druhů opotřebení, např. únavové opotřebení ozubených kol při současném působení abrazivních částic. [12]

Úbytek materiálu lze stanovit pomocí velikosti zatížení a typu vzájemného pohybu, který vede k danému mechanismu opotřebení. Kvalifikace jednotlivých mechanismů je však v literárních pramenech rozdílná. U rozdělení dle ČSN 015050 se rozlišuje šest základních druhů opotřebení a to adhezivní, abrazivní, erozivní, kavitační, únavové a vibrační. Pawlowski se ve své klasifikaci zase zmiňuje o korozivním mechanismu a frettingu.



Obr. 4 Rozdělení opotřebení dle Burakowskeho [13]

## **Abrazivní opotřebení**

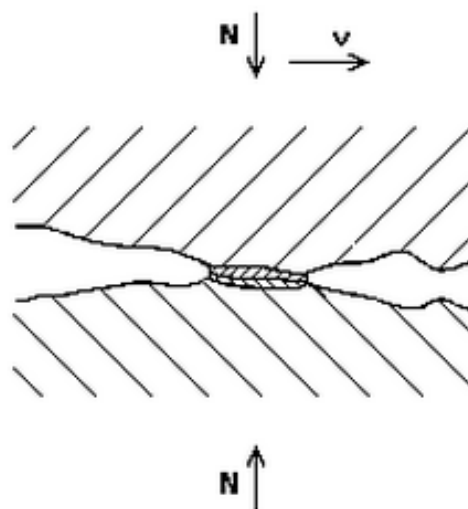
Jedná se o nejrozšířenější mechanismus opotřebení, který je zodpovědný za 80-90% veškerého opotřebení. Abrazie je charakteristická oddělováním částic z funkčního povrchu, k němuž dochází v případě přímého kontaktu materiálů, z nichž je jeden výrazně tvrdší než druhý nebo vyskytují-li se mezi pohybujícími se povrchy cizí tvrdé částice. Princip abrazivního opotřebení je tedy v zásadě shodný s principem obrábění či broušení materiálu. V závislosti na geometrii nerovností povrchu a tvaru abrazivních částic dochází při vzájemném pohybu k plastické deformaci (ploughing) či odřezávání (cutting) měkčího povrchu. Míra opotřebení je závislá na řada faktorů souvisejících s vlastnostmi opotřebovávaného materiálu (tvrdost), s vlastnostmi abrazivních částic (tvrdost, křehkost, velikost) a s podmínkami opotřebení (zatížení, relativní rychlost pohybu povrchů). Čím jsou abrazivní částice tvrdší než funkční plocha, tím snáze do ní vnikají a tím je intenzita opotřebení větší. A naopak. Právě díky tomu se pro dopravu písku, který patří mezi velmi silné abrazivo, osvědčilo použití měkčích plastů jako ochranného povlaku potrubí. Dále se abrazie projevuje například vznikem rýh na pístu a pouzdru válce spalovacího motoru (viz Obr. 5). Cílem konstruktérů a technologů proto nadále zůstává snaha dosáhnout co možná nejtvrdsích povrchových vrstev u těch součástí, kde lze očekávat abrazivní opotřebení. [12 - 14]



*Obr. 5 Abrazivní opotřebení pístu spalovacího motoru [12]*

## Adhezivní opotřebení

Tento druh opotřebení je charakteristický pro smýkání dvou tuhých těles, jež jsou k sobě přitlačovány normálovou silou. Díky tomu dochází mezi dvěma stykovými plochami k jejich vzájemnému dotyku, oddělování a přemísťování částic kovu, porušování povrchových adsorpčních a oxidových vrstev a vzniku adhezivních mikrospojů, které jsou vzápětí rozrušovány. Při mírném průběhu opotřebení vzniká porušování adhezivních mikrospojů v místě původního rozhraní mezi povrchy, čímž dochází především k mikrodeformaci a tím pouze k jejich vyhlazení. Mírné adhezivní opotřebení nastává také v případě materiálů s nízkými adhezivními charakteristikami, jako jsou např. kalená ocel, nekovové materiály nebo chemicko-tepelně zpracované povrchy. Při vyšších rychlostech a zatíženích nastává intenzivní případ opotřebení. Oproti předchozímu mírnému průběhu deformace, dochází k porušování adhezivních mikrospojů už mimo původní rozhraní mezi povrchy. Díky tomu je realizován přenos materiálu nebo vznik volných otěrových částic, které působí jako abrazivo, čímž opotřebení přechází z čistě adhezivního na kombinaci adheze a abraze. Oba aspekty napomáhají stálému růstu intenzity opotřebení, který může vést až k těžkému poškození povrchu nebo zadření součásti. Vhodnou volbou materiálů třených součástí, příznivou kombinací faktorů ovlivňující průběh opotřebení a především mazáním funkčních povrchů lze docílit značného snížení opotřebení. Mazivo odděluje kontaktní plochy a snižuje lokální napěťové špičky. Působí tak současně jako chemická ochrana povrchů. V praxi se adhezivní opotřebení vyskytuje u kluzných ložisek a čepů. [12 - 14]



Obr. 6 Schéma mechanismu adhezivního opotřebení [14]

## Únavové opotřebení

Únava nastává, je-li povrch střídavě zatěžován a odlehčován. S intenzitou namáhání, jenž nepřesahuje mez kluzu materiálu, vzniká vysokocyklová únava, zatímco při namáhání nad mezí kluzu vzniká nízkocyklová únava. Na vznik únavového opotřebení mají hlavní vliv zejména provozní podmínky. Nejen však na nich je závislá únava. Nečistoty a vměstky mají nepříznivý vliv, který se zvětšuje s jejich velikostí. Oproti tomu odolnost roste lineárně se zvyšující se tvrdostí povrchu. Drsnost povrchu má také značný dopad na odolnost proti únavovému opotřebení. Vysvětlit to lze vrubovými účinky drsnějších povrchů. Zvláště u povrchově tvrzených materiálů má drsnost povrchu výrazný efekt na jejich odolnost. Často se objevuje poškození tvořením pitingu, který je typický pro ozubená kola, během něž vznikají jamky oblého tvaru na povrchu funkční plochy. Únava musí být odhalena v počáteční fázi. Dospěje-li poškození až do takového stadia, rozvíjí se dál zpravidla velmi progresivně, což je kritické z hlediska zajištění bezpečnosti a vede k rychlé havárii součásti. Odhalení prvních náznaků únavy by mělo být vždy důvodem pro výměnu postižených součástí. Další možností je vznik spalingu. Vysoké, opakující se kontaktní tlaky vyvozují podpovrchová smyková napětí, díky kterým dochází ke vzniku podpovrchových trhlin a následně k prolamování povrchové vrstvy a k jejímu odlupování. Pro včasnou detekci vznikajících trhlin se využívá nedestruktivních metod. Únavové opotřebení je charakteristické pro valivá ložiska, boky ozubených kol, železniční kola nebo zdvihátka ventilů spalovacích motorů. [12 - 14]



*Obr. 7 Únavové opotřebení boků ozubeného kola [16]*

## Vibrační opotřebení

Vibrační opotřebení je někdy mylně považováno pouze za následek korozního působení okolního prostředí. Jedná se však o cyklické zatěžování s poměrně malou amplitudou vibračního pohybu, která je v kombinaci s korozí příčinou frettingu. K vibračnímu opotřebení dochází kontaktem nerovností stykových povrchů, kdy se vytváří a porušují mikrospoje. V počátečním stádiu procesu vzniká působením normálních sil elastická a plastická mikrodeformace povrchových vrstev, které se díky tomu zpevňují. Po vyčerpání jejich plasticity se následně začínají vytvářet drobné částice otěru. Dochází k tvorbě důlků na povrchu a k přenosu materiálu z jednoho na protější povrch. Na vzduchu dochází ke vzniku oxidů železa s typicky hnědočervenou nebo hnědočernou barvou. Zásadní roli má přítomnost kyslíku, protože nevzniká kovový ořez, ale převážně oxidické částice, jimiž je způsobena abrazivita obou povrchů. Malá amplituda pohybu neumožňuje odstraňování částic z oblasti styčných ploch, a proto dochází pouze k lokální abrazi. Velikost vibračního otěru roste s růstem velikosti amplitudy. Překračuje-li amplituda vibračního pohybu stanovenou mezní hodnotu 100  $\mu\text{m}$ , pak se částice otěru odstraňují z míst dotyku stykových povrchů a opotřebení je tak v oblasti kontaktů nahrazeno adhezivním opotřebením. Obecně jsou tvrdé materiály méně citlivější na vibrace, než materiály měkké. Ve spoustě příkladů však mají měkké kovy a jejich slitiny malé vibrační opotřebení, neboť jejich zoxidované částice otěru vnikají vlivem působícího zatížení přímo do povrchových vrstev kovových materiálů. V praxi jej můžeme nalézt jak v uložení lopatek parních a plynových turbín, tak v uložení ozubených kol, čepů a valivých ložisek na hřídelích. [12 - 15]



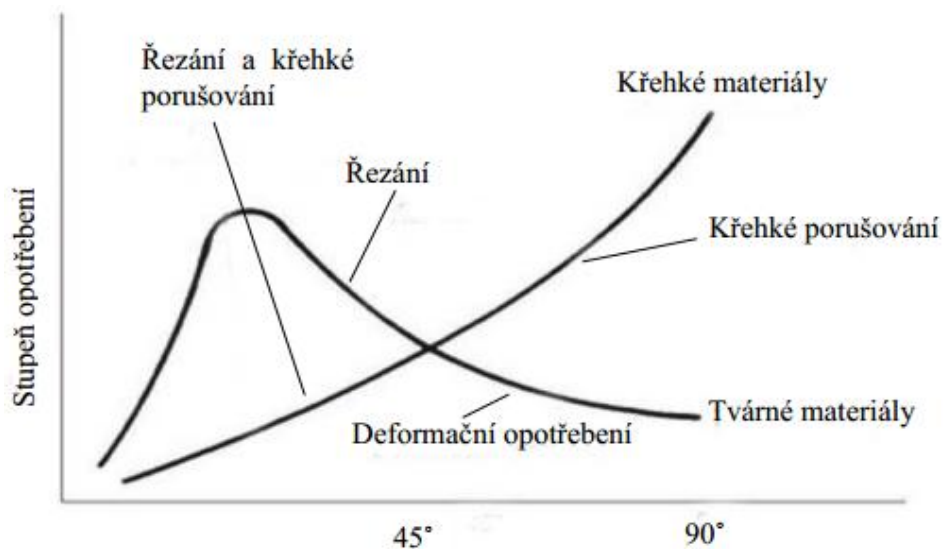
*Obr. 8 Vibrační opotřebení valivého ložiska [12]*



## Erozivní opotřebení

Mechanismus erozivního opotřebení je podobný jako u opotřebení abrazivního, neboť dochází k rýhování a seřezávání materiálu. Tento druh opotřebení je charakteristický vysokou kinetickou energií dopadajícího proudu pevných nebo kapalných částic. Erozivní opotřebení může rozdělit podle typu dopadajících částic na proud s pevnými částicemi (SPE), s kapalnými částicemi (LPE) a na proud kapaliny, který obsahuje pevné částice (slurry erosion).

Intenzita opotřebení je závislá na kinetické energii, úhlu dopadu částice, chemickém složení proudícího média, vlastnostech opotřebovávaného materiálu a v neposlední řadě na velikosti, tvaru a tvrdosti částice. Pokud je úhel dopadu erodentu nízký, potom je mechanismus opotřebení obdobný abrazivnímu. Tím pádem je pro odolnost rozhodujícím faktorem tvrdost povrchu materiálu. Mohou být použity i vysoce křehké tvrdé materiály, jako jsou např. keramické materiály. Naopak je-li úhel dopadu vysoký a blíží se tak kolmému dopadu, pak nastává v materiálu plastická deformace povrchu, díky níž dochází ke křehkému porušení. Vysokého úhlu dopadu se např. využívá pro otryskávání kovovými broky.



Obr. 9 Vliv úhlu dopadu erodentu na míru opotřebení [13]

Intenzita opotřebení lze snížit vhodným konstrukčním řešením, které vede k rovnoměrnému rozložení rychlosti proudícího média. Z praxe už víme, že kalené, tvrdé povrchy dobře vzdorují dopadajícím částicím pod malým úhlem. Oproti tomu

měkký povrch materiálu je značně odolnější při dopadu částic pod velkým (kolmým) úhlem.

Mechanismus porušení může být různý. U zatížení vyššího, než je mez pevnosti erodovaného materiálu, dochází k praskání a odlupování. Zatímco zatížení vyšší než mez kluzu způsobuje, výskyt plastické deformace, kterou po vyčerpání schopnosti materiálu se plasticky deformovat, doprovází vznik trhlin. Pokud je vnesené zatížení nižší než mez kluzu, potom je únavové porušení hlavním mechanismem opotřebení. [12 - 14]



*Obr. 10 Erozivní opotřebení koule uzávěru [12]*

### **Kavitační opotřebení**

Vzájemným působením povrchu a plynu obsaženého v proudící kapalině můžeme dosáhnout speciálního typu eroze. Tím je jeden z nejsložitějších a velmi intenzivních degradačních procesů, tzv. kavitace. Dojde-li k zániku bublinky plynu v blízkosti erodované součásti, dochází k implozi a vzniká šoková vlna, která může způsobit deformaci a porušení povrchu.

Kavitační dutiny vznikají v místech, kde se z důvodů, nejčastěji zúžením průtočného průřezu, sníží tlak pod hodnotu tlaku nasycených par kapaliny při dané teplotě. Díky tomu se v kapalině začínají tvořit dutiny tzv. kaverny. V oblasti vyššího tlaku pak tyto dutiny implozivně zanikají. To je doprovázeno hydrodynamickými rázy, které poškozují povrch materiálu. Jsou-li tato rázová napětí větší, než je mez pevnosti materiálu, pak

dochází k porušování, jež lze srovnávat s křehkým lomem. Značně ovšem závisí na povrchových vlastnostech materiálu. Typický vzhled povrchu poškozeného kavitací je drsný, jakoby vytrhaný.

Značná část součástí pracuje v různých kapalinách, velmi často ve vodě. Ta je velmi agresivním prostředím, které způsobuje provozní potíže a poruchy v důsledku koroze, eroze a kavitace. Výrazný vliv na velikost kavitačních dutin má povrchové napětí kapaliny. S vyšším povrchovým napětím vznikají větší dutiny, které jsou rovněž spojeny s vyšší intenzitou opotřebení.

Kavitace se vyskytuje např. ve vodních turbínách, čerpadlech, u součástí hydraulických systémů, v redukčních ventilech, v chladicích systémech pracujících s kapalinou, v pračkách, v tlakově mazaných ložiskách atd. Důležitá je proto volba materiálu, který je dostatečně odolný opotřebení. Na základě kombinace kavitace a koroze se používají korozivzdorné oceli, mosazi, bronzы, plasty nebo povrchové úpravy. Nejlepší řešení však zůstává vyloučení kavitace již v počátku vhodně zvoleným konstrukčním řešením a dodržení předepsaných pracovních podmínek stroje. [12 - 14]



*Obr. 11 Kavitační opotřebení lopatkového kola [17]*

### **2.2.2 Koroze**

Koroze je chápána jako interakce mezi prostředím a materiálem, jejíž následkem je postupné narušování a znehodnocování materiálu, které může vést od nežádoucí změny vzhledu, přes ztrátu vlastností, především pevnosti, až po úplný rozpad. Podléhají jí téměř všechny materiály, nejen kovy a jejich slitiny. Vyskytuje se jak u anorganických

materiálů (sklo, beton) tak u materiálů organických (plasty, pryž). Míra poškození povrchu je dána reaktivitou a kinetikou chemické reakce

### **Mechanismy vzniku koroze**

Z tohoto hlediska můžeme rozdělit korozi na chemickou a elektrochemickou. Chemická probíhá v elektricky nevodivém prostředí a dochází během ní jen k chemickým reakcím mezi okolím a materiálem. Nejčastěji se jedná o oxidaci kovu. U elektrochemické nastává rozrušování povrchu za pomoci elektrického proudu. Kromě chemického působení dochází navíc ještě ke vzniku elektrických článků. Reakce tak probíhá v elektricky vodivém prostředí, v elektrolytu. Během elektrochemické koroze musí vždy docházet minimálně k jedné katodické a jedné anodické reakci. Obě reakce jsou na sebe vázány. Pokud korodujícím kovem neprochází žádný vnější elektrický proud, nemohou probíhat samostatně. Oxidace kovu je dána anodovou reakcí. Katodová, též depolarizační reakce, odpovídá současné redukci oxidující složky roztoku. Tou může být koroze s vodíkovou depolarizací, během níž dochází k vybíjení iontu vodíku, nebo koroze s kyslíkovou depolarizací, s níž souvisí redukce kyslíku, který je rozpuštěný v elektrolytu. Anodovou, katodovou nebo oběma dílčími reakcemi současně lze řídit rychlost koroze.

### **Korozní prostředí**

Prostředí způsobující korozi jsou velmi rozmanitá. Prakticky může probíhat v kapalinách, plynech i v půdě. Převážná část výrobků je však vytavena bezesporu nejrozšířenějšímu koroznímu prostředí, jímž je zemská atmosféra.

Elektrochemický charakter atmosférické koroze je dán klimatickými podmínkami, teplotou vzduchu a jeho znečištěním. Vliv teploty je důležitý, neboť s vyšší teplotou roste i rychlost koroze. Naopak při nízkých teplotách lze tuto korozi zastavit zamrznutím elektrolytu. Atmosférická koroze se realizuje pod velmi tenkou vrstvou vodního filmu, která je nasycena rozpustnými složkami atmosféry, převážně pak oxidem siřičitým, oxidem uhelnatým, amoniakem, chlorovodíkem a aerosoly. Tato vrstva vodního filmu vzniká pomocí kondenzace vodních par, jež jsou obsaženy ve vzduchu a její vznik je tak závislý na hodnotě relativní vlhkosti vzduchu.

V průmyslu se setkáváme s více typy kapalných prostředí a jejich vysokou korozní agresivitou. Jde o různé zásady, kyseliny, soli či chemikálie, jejichž koroze je však speciální záležitostí. Především se však jedná o korozi ve vodě, která je nejčastějším korozním kapalným prostředím. Do kontaktu s vodou se dostávají vodní stroje, zařízení na výrobu páry, chladicí systémy motorů, kompresorů a jiných strojů, rozvodná potrubí a armatury pitných a průmyslových vod. Důvodem vzniku koroze je především znečištění vody agresivními látkami, tvrdost vody, hodnota pH, množství obsažených plynů, teplota a typ proudění. Ve vodách je korozní rychlost dána zejména množstvím rozpuštěného kyslíku, který se účastní katodické reakce jako depolarizátor a urychluje tak korozi. Proto se vody využívané pro průmyslové účely změkčují, chemicky upravují a odplyňují.

U plynů je rozhodující jejich složení a obsahu kyslíku. Interakce plynů s kovovým materiálem je doprovázena vznikem chemických sloučenin. Vzhledem k tomu, že jde o korozi v nevodivých prostředích, jedná se tedy převážně o chemické děje. Pro praxi má největší význam koroze probíhající v plynech za vyšších teplot, kdy plyny neobsahují vlhkost.

Mezi zvláštní případy patří koroze v půdách. Samotná půda je tvořena pevnou, plynnou i kapalnou fází. Plynná fáze půdy je tvořena kyslíkem, dusíkem a oxidem uhličitým. Hlavní a rozhodující částí je ale kapalná fáze půdy, která zajišťuje elektrickou vodivost. Jedná se o vodný roztok elektrolytů s různým množstvím rozpuštěných plynů. [18 - 21]

### **2.3 Předběžné úpravy povrchu**

Povrchové úpravy se provádí za účelem dosažení požadované mikrostruktury a dostatečné čistoty, jakosti a kvality povrchu. Tu můžeme získat mechanickým způsobem nebo chemickou úpravou povrchu. Právě kvalita příprav často rozhoduje o budoucím úspěchu či nezdaru. Proto je třeba zvolit vhodné předběžné ošetření, aby bylo dosaženo dostatečné adheze deponovaných povlaků s podkladem, odpovídajících vzhledových požadavků, zároveň lepších mechanických vlastností a tím i dobré odolnosti korozi a opotřebení povrchu. Rozeznáváme několik možností čištění povrchu, přičemž každá z uvedených metod má své opodstatnění a hodí se pro jiný účel. [21]

### **2.3.1 Broušení**

Mezi nejrozšířenější mechanické úpravy patří technologie broušení, leštění a kartáčování používané jako úpravy před vytvářením povlaku. Hlavním cílem broušení je odstranění hrubých nerovností a sjednocení kvality povrchu postupným úběrem materiálu. Při hrubém broušení se používá brusiva o zrnitosti 24 až 100 a provádí se za sucha. Naopak pro jemné broušení, kdy se zrnitost pohybuje mezi 120 až 240, se z důvodů snížení tření brusné kotouče přimazávají. To má za následek nižší zahřívání broušených předmětů a dosahujeme tak i jemnějšího povrchu. Pro povlakování je kvalita broušených ploch velmi důležitá a to zejména z hlediska adheze. V místech, kde má povrch ostré nerovnosti, totiž dochází k odlupování povlaku. Tomuto negativnímu jevu lze předejít právě mechanickou úpravou. Volba vhodného brusiva a jeho nosiče je velmi důležitým faktorem pro přilnavost povlaku, neboť některá abraziva mohou tuto vlastnost výrazně snižovat. Například plasty jako nosiče abraziva ulpívají v mikroskopických částech na nástroji a nelze je následnými běžnými čisticími metodami odstranit. [21, 22]

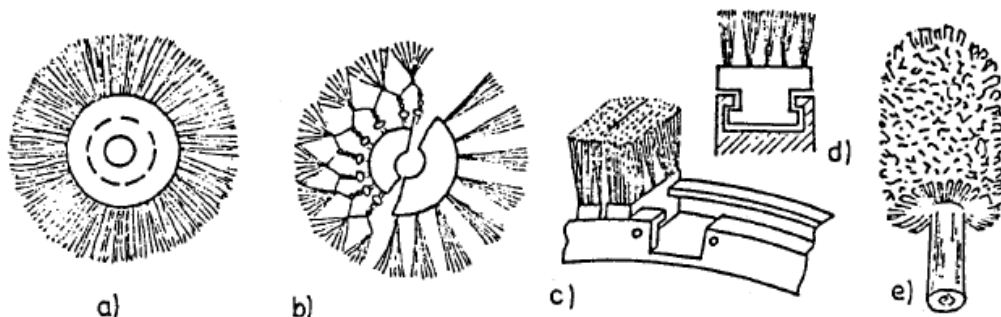
### **2.3.2 Leštění**

Hranice přechodu mezi broušením a leštěním není přesně definována. Při tomto druhu úpravy dochází k úběru materiálu, kdy odstraňujeme i nejjemnější stopy po předešlých operacích, aby jsme docílili snížení drsnosti povrchu a jeho vysokého lesku. Během leštění rovněž dochází k plastické deformaci v povrchové vrstvě. Na výši lesku má kromě leštící pasty vliv i samotný leštící nástroj a jeho obvodová rychlost. Pro předlešťování se používají tvrdší látky, plstěné nebo kožené kotouče a jejich vyšší obvodové rychlosti. Na dolešťování naopak měkké kotouče a nižší obvodové rychlosti. Pasty se aplikují postupně od nejhrubších až po nejjemnější a pokud možno vždy kolmo na směr předchozího broušení nebo leštění, aby nedocházelo k prohlubování případných rýh. Pasty obsahují různé abrazivní látky jako leštící zeleň (oxid chromitý), leštící červeň (oxid železitý), umělý korund (oxid hlinitý), vídeňské vápno (oxid vápenatý), jemnou křemelinu nebo pemzu. Tato metoda se používá jak pro úpravu základního materiálu, tak k odstranění makročásteček po samotném povlakování. [21 - 23]

### **2.3.3 Kartáčování**

Úprava povrchu kartáčováním se provádí v první řadě k odstranění rzi, laků, starých nátěrů a jiných hrubých nečistot. Pro čištění oceli jsou vhodné kartáče z ocelových

rovných nebo vlnitých drátů. K úpravě neželezných kovů se používají dráty z jiných materiálů jako je mosaz nebo nylon. Ve většině případů však kartáčováním nelze dosáhnout odstranění všech nečistot. Druhou možností je zařazení kartáčování jako operace za účelem zjemnění povrchu po broušení, nebo před leštěním k odstranění oxidické vrstvy vzniklé po předchozím broušení. K tomu se využívají kartáče z měkkých a pružných přírodních nebo umělých vláken. Ke kartáčování po galvanickém pokovení se využívá téměř výhradně kartáčů z přírodních sisalových vláken mazaných brusnou pastou. [21, 23]



Obr. 12 Druhy kartáčů: a- fibrilový, b- drátěný s polétavými svazečky, c- s dlouhými svazečky, d- s vyměnitelnými svazečky, e- drátěné stěrky

### 2.3.4 Odjehlování

Tato metoda se používá především u nástrojů z rychlořezných ocelí a je standardně aplikována u výrobců nástrojů. Používá se ruční odjehlování nebo kartáčování. Pokud je nástroj určen pro povlakování, neměly by se kartáče s plastovým vlasem, případně některé mosazné kartáče vůbec používat. Ruční odjehlování pomocí pilníků nebo různých tkanin s abrazivou má individuální charakter, čímž je negativně ovlivněna jeho reprodukovatelnost. [22]

### 2.3.5 Otryskávání

Pískování je metoda vhodná pro sériovou přípravu substrátů, používá se i ve speciálních případech. Pískováním lze odstranit nečistoty, které pevně ulpívají na povrchu, i nečistoty uchycené v mírně pórovitém povrchu. [22]

Účelem otryskávání je čištění od korozních produktů, dodání vhodné drsnosti povrchu upravovaného výrobku a jeho zpevnění. Při tryskání dopadají abrazivní částice na povrch velkou rychlostí, kde se kinetická energie přemění na teplo a odvede se povrchem součástí. Zbývá část energie se mění na práci spotřebovanou pro plastickou

deformaci a část zůstává po odražení částic. Ostrá a tvrdá zrna působí podle úhlu dopadu a vysekávají z povrchu částice kovu, přičemž předmět zbaví nečistot, rzi, okují a výsledný povrch je podle velikosti a druhu otryskávaného materiálu příslušně zdrsňen. Při dopadu tupých a tvrdých zrn naproti tomu nedochází k úběru materiálu, ale povrch se otlokáním očistí, zpevní a upravený povrch je pokryt malými důlky. Jako tryskací hmota se používá litinová drť, broky, křemičitý písek nebo umělé a speciální materiály či brusiva. Výsledek tryskání je ovlivňován především typem materiálu použitého pro tryskání, rychlostí a množstvím dopadajících částic, úhlem dopadu a dobou tryskání. Otryskávání se užívá jako velmi produktivní způsob čištění a přípravy povrchu pod nátěry, smalty, žárové nástřiky kovů a keramických materiálů. Naproti tomu nevýhodou tryskání může být zhoršení povrchové drsnosti. [21]

### **2.3.6 Odmašťování**

Povrch kovových dílů bývá často záměrně opatřen olejovým filmem, který má za úkol chránit povrch dílů před vlivy prostředí, korozi. Takto ochráněný povrch pak vydrží velmi dlouhou dobu v původním stavu, což je samozřejmě žádoucí. Pro zajištění dostatečné adheze vrstev jsou ovšem mastné a jinak znečištěné povrchy kovových předmětů vyloženě nevhodné. [24]

Odmašťování slouží pro odstraňování všech druhů ulpělých nečistot z povrchu, které jsou vázány buď fyzikální adsorpcí v podobě látek tukového charakteru nebo adhezními silami u anorganických nečistot, prachu či kovových třísek. Úkolem odmašťovacích prostředků je uvolnění nečistot z povrchu, převedení do roztoku nebo emulze a zabránění jejich zpětnému vyloučení na kovovém povrchu.

Zřejmě nejjednoduššího způsobu odmašťování se docílí za pomoci organických rozpouštědel s vysokou čistící mohutností při poměrně jednoduchosti procesu. Nevýhodou je ovšem nepoužitelnost těchto rozpouštědel na vlhké povrchy a neschopnost odstraňovat heteropolární nečistoty. Navíc likvidace použitých rozpouštědel je rovněž velmi problematická.

Odmašťování ve vodných alkalických prostředcích spočívá hlavně v koloidně chemických pochodech tj. emulgaci a dispergaci nečistot. Přitom dochází k rozpouštění heteropolárních sloučenin, které jsou ve vodě nerozpustné. Alkalické odmašťovací roztoky působí na mastné látky ulpělé na kovovém povrchu různým způsobem. Rostlinné a živočišné tuky i oleje se při odmašťování chemicky mění - zmýdelňují.



Mastné látky minerálního původu jsou chemicky odolnější a nedají se tímto způsobem odstranit. Tyto mastnoty se působením některých přísad v odmašťovací lázni rozptylují ve formě jemných kapiček do roztoku, emulgují a tím se odstraňují z povrchu. Další přísady podporují schopnost rozptylu tuhých látek v roztoku a zabraňují jejich zpětnému usazování na čištěný předmět. Ve srovnání s organickými rozpouštědly mají řadu výhod. Nejenže jsou nehořlavé a cenově přijatelnější, ale odmašťovací proces je hygienicky méně závadný a dokonalejší.

Třetím základním čistícím pochodem je emulzní odmašťování. To využívá organického rozpouštědla, jímž je obvykle úzká destilační ropná frakce s vyšším bodem vzplanutí, která obsahuje určité množství organických emulgátorů a alkálií udržujících mírnou alkalitu. Aplikace se může provádět ponorem nebo postřikem. Rozpouštědlo rozpouští mastnoty a snižuje jejich viskozitu, přičemž penetraci rozpouštědla do vrstvy nečistot podporuje přítomný emulgátor. Nečistoty i použité rozpouštědlo se odstraní z povrchu po opláchnutí vodou ve formě emulze. Proces je velmi účinný a vhodný pro odstraňování velkých množství mastných nečistot. Emulzní odmašťovače pracují obvykle při normální teplotě a je možno je aplikovat i ručním způsobem, natíráním. Velkému rozšíření emulzního odmašťování však brání nevýhoda vzniku někdy velmi stabilních emulzí, které způsobují potíže při zneškodňování odpadních vod. [21]

### **2.3.7 Moření**

Pro moření kovů se využívá anorganických kyselin a jejich směsí. Výsledkem je odstranění okují, korozních produktů, naleptání a zdrsnění povrchu kovů, k aktivaci povrchu před dalšími technologickými operacemi a odstranění zmetkových povrchových úprav (např. povlaky Zn a Cr). Krátkodobé moření se v galvanotechnice používá k aktivaci povrchu kovů před pokovením a nazývá se dekapování. K moření se běžně používá kyselina sírová, chlorovodíková, méně rozšířené je moření v kyselině fosforečné. Kyselina dusičná a fluorovodíková se používají obvykle ve směsích s dalšími kyselinami pro moření austenitických nerezavějících ocelí, slitin hliníku a titanu. Kromě kyselin se do mořicích lázní přidávají inhibitory a pěnivé povrchově aktivní látky, které zrovnoměňují moření, zabraňují přemoření základního kovu a mohou velmi významně snížit množství emisí z mořicích lázní. [25]

### 2.3.8 Mokr e  ištění

Provádí se pomocí kombinovaných metod s využitím oplachů (bez tlaku i tlakových), ultrazvuku, elektrochemických metod, vakuového sušení nebo odstředění, vyhrátí či odpaření t ekavých kapalin. Technologické zařzení tvoří mycí linky s několika samostatnými mycími a oplachovými vanami, případně jednovanové systémy s automatickou výměnou jednotlivých technologických lázní. Pracovním médiem jsou většinou kapalné  isticí prostředky, které se dávkovacím  erpadlem dodávají přímo do mycí lázně.  ištění probíhá v alkalickém prostředí - nejb ežnější je  ištění v roztocích obsahujících KOH  i NaOH. Pro zvyšení odmašťovacího  inku mohou roztoky obsahovat malá množství tenzidů (smá edel) nebo kyseliny citronov e  i fosfore né. V n ekterých případech  isticí linky kombinují v oddělených nádobách zásadité a kyselé prostředí, čímž se m uže dosahovat zvyšeného  isticího  inku. Vešker e  isticí lázně se provádějí v roztocích s demineralizovanou vodou. Po  ištění následují oplachy, které musí nejen odstranit zbytky  isticích lázní, ale i chránit o ištěn y povrch proti korozi prostřednictvím pasivátorů. Pro  cely  ištění p ed povlakováním nejl epě vyhovují pasivátory s krátkou dobou p sobení (do dvou dnů). Pasivátory se kombinují s oplachovými lázněmi, u nichž je naprosto nezbytn e minimalizovat obsah solí a jiných látek, rozpuštěných ve vodě (proto je nutné pou ívat velmi  istou vodu). Vodivost pou ívaných demineralizovaných vod by se m ela pohybovat v řadu desetin  $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Takto zvolen e prostředky krátkodob e ochrany nesmí negativn e p sobit na adhezi p ipravovaných vrstev. Pasivátory mohou obsahovat neionogenní tenzidy, organické soli a alkoholy. Pro zajištění kvalitního povrchu, bez zbytkov ych map, je pot eba smá ené povrchy rychle osušit. K tomu jsou pou ívány r zné metody, založené na odstředění zbytkov e kapaliny, nebo odpaření na vzduchu  i ve vakuu. [22]

### 2.3.9 Iontov e  ištění

Těsně p ed nanesením tenk e vrstvy nastává přímo v depoziční komoře poslední etapa  ištění substrátu a to iontov e bombardování, které se skládá ze dvou fází. Tu první tvoří  ištění doutnav ym výbojem, b ehem kterého dochází k ionizaci atomů plynu vpuštěného do depoziční komory. Tímto plynem nej astěji b ývá argon. P ivedením záporného p edpětí na substrát lze dosáhnout urychlení iontů, p i jejichž dopadu pak dochází k vyrážen i mikrone istot z povrchu. V druhé fázi nastává  ištění nízkonapěťov ym elektrick ym obloukem. Nejprve je vypuštěna komora a p iložen nízkonapěťov y zdroj elektrického oblouku na depoziční katody. P ávě na katodě dochází ke vzniku katodov e

skvrny, která je zdrojem dopadajících iontů urychlených záporným předpětím. Dopadem těchto iontů je substrát dočištěn. Delším časem působení a větší energií dochází k intenzivnímu očištění substrátu a rovněž k částečnému odprašení povrchu. Nejvíce odprašovány jsou fáze s nejmenší kohezní pevností a nižší tvrdostí. [26]

## **2.4 Druhy povlaků a vrstev**

Pro přípravu existuje spousta vhodných technologií. Jednou metodou můžeme docílit různých druhů povlaků. Zároveň lze zhotovit jeden typ různými metodami nebo případně jejich kombinací. Jejich vlastnosti jsou silně závislé nejen na použité metodě přípravy povlaku, ale i na celém technologickém postupu a jeho parametrech.

Povlaky se neomezují pouze na kovy a slitiny. Mohou být tvořeny nejrůznějšími materiály, a tudíž povlakem chápeme každou látku, která vznikne nebo je nanesena na povrchu základního materiálu. Charakteristickou vlastností, kterou lze použít pro rozdělení, je tloušťka. Tenké povlaky mají tloušťku zpravidla v mikrometrech nebo ještě slabší. Naopak mezi tlusté zahrnujeme ty, jejichž tloušťka bývá udávána v desetinách milimetru až milimetrech. Důležitějším hlediskem je však homogenita povlaku. Homogenní povlaky jsou tvořeny pouze látkou jednoho typu, zatímco heterogenní se skládají ze dvou či více fází rozdílného složení i vlastností. Pokud různé fáze nebo proměnná složení jedné fáze jsou uspořádány ve vrstvách, pak se jedná o povlak multivrstvý. S přihlédnutím k účelu použití bývají aplikovány povlaky pro lepší odolnost korozi. Tyto povlaky jsou zpravidla tvořeny z čistých kovů (Zn, Sn, Al, Cr, Bi a Cu) nebo jejich slitin či sloučenin. Především pak z kysličníků, které zlepšují odolnost proti oxidaci. Mnohem častěji používané jsou povlaky pro zvýšení odolnosti vůči opotřebení. Mezi jejich typické vlastnosti patří velká tvrdost a malá houževnatost. Skládají se především z karbidů a nitridů kovů a rovněž mohou být tvořeny i z keramických materiálů. [27]

### **2.4.1 Organické povlaky**

Tyto druhy povlaků využívají ochranného účinku, který je založen především na bariérovém způsobu. V některých případech je tento účinek doplňován inhibičním působením látek v nich obsažených. Organické nátěry jsou ekonomicky výhodné a pro svoji snadnost, dostupnost a poměrně vysoký ochranný účinek se staly velmi častým

způsobem ochrany. Další nespornou výhodou z hlediska jejich aplikace je potlačení složitých a komplikovaných zařízení. Nátěry jsou navíc poměrně dobře opravitelné. Kromě zvýšení odolnosti vnějším vlivům mohou plnit funkce dekorativní, signální, maskovací, svítící a jiné.

V posledních letech se vedle klasických nátěrových hmot začaly využívat povlaky z plastů, kterými jsou např. polyvinylchlorid, polyetylén, polyamid atd. Jejich využití je spojeno nejen s protikorozní ochranou, ale i jako prevence proti opotřebení, lepivosti atd. Vlastnosti a odolnost vůči různým prostředím, v nichž se tyto povlaky vyskytují, jsou dány především charakterem použitého plastu. Jejich odolnost je v podstatě obdobná plastům použitým jako samostatné materiály, pouze kinetika znehodnocení může být ovlivněna technologií zpracování, která např. zapříčiní změnu struktury povlaku (krystalinity, zesíťování), což pak usměrňuje zejména sorpční a difúzní procesy. Difuze korozního prostředí do povlaku má rozhodující vliv na výslednou životnost povlaku. Snaha navýšení životnosti tloušťkou je možná jen do té míry, pokud nedochází k nepříznivému ovlivnění kvality vrstvy, homogenity a její vazby k podkladu. Při volbě těchto povlaků je třeba uvažovat hlediska technologická, specifické vlastnosti použitých hmot i hledisko hospodárnosti. [21]

## **2.4.2 Anorganické nekovové povlaky**

Způsob ochrany nekovovými anorganickými povlaky vychází z charakteru materiálů a způsobu jejich vytváření, od něž se odvíjí i vlastnosti povlaků a jejich vazby. Obdobně jako u organických povlaků je ochrana realizována především bariérovým způsobem, případně změnou korozní odolnosti materiálu.

### **2.4.2.1 Konverzní vrstvy**

Vznik těchto vrstev je doprovázen chemickou, případně elektrochemickou reakcí kovového povrchu s prostředím, do kterého je daný kov vystaven během povrchové úpravy. Na vytváření anorganické konverzní vrstvy se tedy podílí jak kov, tak i prostředí, přičemž směr vytváření vrstev je od povrchu do materiálu. Konverzní vrstvy se využívají pro různé účely. Kromě využití v protikorozní ochraně jsou některé vrstvy aplikovány jako určitý druh mazadla při tváření. Jiné se uplatňují svými elektroizolačními vlastnostmi, tvrdostí, odolností proti otěru i dekorativním účinkem. Mezi nejběžnější patří vrstvy oxidů, fosforečnanů a chromátů kovů. [21]

#### **2.4.2.2 Keramické smaltování**

Typickým představitelem nekovových anorganických povlaků jsou smalty. Jejich ochranná funkce je spojena s vytvořením nerozpustné, celistvé vrstvy, která je natavena na podkladový kov a tím jej izoluje od působení agresivních podmínek prostředí. Hlavní podmínkou správné funkce smaltu, který je tvořen v podstatě skly modifikovaných vlastností, je vyhovující přilnavost k povrchu kovu a neporéznost povlaku. Jelikož smalt patří mezi bariérové způsoby ochrany, je třeba kvůli pórovitosti aplikovat dostatečné tloušťky povlaku. Zároveň musí být zaručena dostatečná korozní odolnost, aby nedocházelo k jeho ztenčování. Je podstatné brát ohled na vlastnosti základního kovu, neboť během smaltování dochází k pevnému spojení dvou různých materiálů o různých chemických i fyzikálních vlastnostech. Přednosti sklovitých smaltů jsou spojeny s vysokou odolností proti otěru a izolační schopností při současném ozdobném efektu. Výhodou je i poměrně dlouhá životnost za teplot okolo 700°C. Na poměr krystalické fáze a velikosti pórovitosti pak závisí mechanické vlastnosti. Obvykle pevnost v tlaku bývá 700 – 1300 MPa a pevnost v tahu 70 – 90 MPa. Jejich nevýhodou je jejich křehkost a tím možnost poškození povlaku nárazem. Technické smaltování se poměrně často používá především pro chemický a potravinářský průmysl. Vrstvy smaltu jsou nanášeny na povrch ve formě břečky pomocí polévání, máčení nebo stříkání a po vysušení se vypalují při 800°C až 950°C. [21]

#### **2.4.2.3 Žárově stříkané povlaky**

Složení takto nanášených povlaků je výrazně odlišné od základního materiálu, aby mohlo splnit požadované mechanické, fyzikální a chemické požadavky. Princip výroby spočívá v rychlém natavení prášku, který je přiváděn nosným plynem do plazmy a rychle vržen na povrch materiálu. Vysoké výtokové rychlosti (80 až 500 m.s<sup>-1</sup>) udělují prášku kinetickou energii, která se při nárazu na substrát přemění na tepelnou a deformační. Dopadem se kapkovitá částice mění na čočku, způsobí tlakovou vlnu a rozstříknutí materiálu. Žárově stříkané povlaky jsou charakteristické svojí velkou tvrdostí, malým součinitelem tepelné i elektrické vodivosti, výbornou odolností žáru a často odolávají jak kyselinám, tak roztaveným kovům. Nástříků se používá především pro prvotní technologie, ale často i k renovaci opotřebovaných dílů. Obdobně lze nanášet rovněž povlaky kovu a slitin. [21]

### **2.4.3 Kovové povlaky**

Životnost a vlastnosti kovových vrstev a povlaků jsou dány kromě tloušťky i jejich porézností. Optimální je ten stav, kdy povlak je neporézní. Jelikož se ovšem korodující povlak postupem času stává poréznějším, je třeba brát ohled i na vliv podkladového materiálu a jeho zpracování. [21]

#### **2.4.3.1 Plátování kovy**

Slouží především pro vytvoření povlaku na hutních výrobcích. Princip této metody je spojen s uložením plátovaného, ochranného materiálu na povrch nosného, základního materiálu. Po společném ohřevu obou materiálů, dochází ke zpracování především pomocí válcování. Po tváření za tepla je tak tedy dosaženo požadovaných rozměrů. Spojení vrstvy s podkladovým kovem bývá převážně mechanické, avšak dodatečným tepelným zpracováním lze dosáhnout difuzního spojení povlaku se základem. Tloušťka povlaku bývá volena s ohledem na požadované vlastnosti a konečný rozměr výrobku. Pro dokonalejší spoj je třeba zabránit příslušnému znečištění obou materiálů na styčné ploše a zajistit dostatečnou deformaci při zpracování. Použití plátování je typické pro výstelky kluzných ložisek. Využívá ale i pro kombinace korozivzdorných a konstrukčních ocelí nebo čistého hliníku na duralu. [21, 27]

#### **2.4.3.2 Pokovování v roztavených kovech**

Další klasická metoda přípravy povlaků, jejíž principem je ponoření očištěné součásti přes tavidlo do roztaveného kovu. Vrstva roztaveného kovu, která ulpí na předmětu, je po ztuhnutí hlavní ochrannou částí povlaku. Podmínkou dobré soudržnosti povlaku na základním materiálu je vznik tuhých roztoků nebo vhodných intermetalických fází v místě styku. Nevýhodou této technologie je omezený počet kovů pro tvorbu povlaků. Základní kov totiž musí mít vyšší tavicí teplotu, než kov nanášený. Proto lze aplikovat pouze kovy s nízkou teplotou tání, jako jsou např. Zn, Sn, Pb, Al. Nejpoužívanějšími technologiemi je však žárové zinkování. [21, 27]

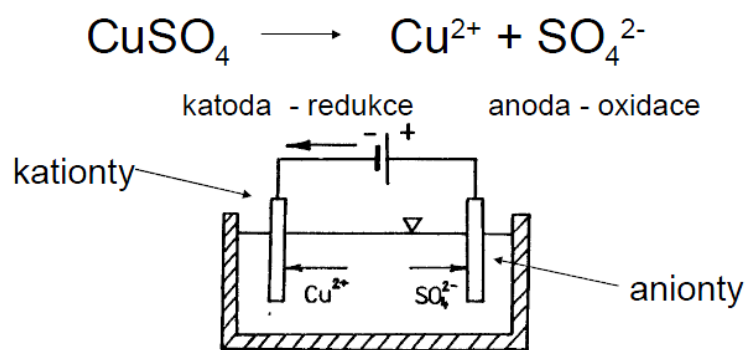
#### **2.4.3.3 Chemické pokovování**

U bezproudého pokovování dochází díky rozdílu potenciálů v roztoku k vylučování ušlechtilějšího kovu na povrch méně ušlechtilého kovu. Pokovovací lázeň se nejčastěji skládá ze soli kovu, který má být vyloučen na povrch a dále pak z redukčního činidla,

kteří slouží k redukci kovové soli na kov. Chemicky lze vylučovat téměř všechny typy kovů. Výhodou této technologie je možnost povlakování členitých součástí v dutinách. Nevýhodou je naopak menší vylučovací rychlost a fakt, že při provozu dochází k vyčerpávání lázně, kterou je poté nutno regenerovat, což bývá obtížné. [21]

#### 2.4.3.4 Elektrochemické pokovování

Technologie galvanicky vylučovaných kovů je vhodná jak pro povlaky u složitých tvarů součástí, tak i tenkých povlaků za účelem ochrany povrchu zejména proti korozi. Metoda pokovování je založena na elektrochemických dějích, zvláště pak na elektrolýze a pochodech probíhajících v galvanických člancích.



Obr. 13 Princip elektrolytické disociace  $\text{CuSO}_4$  [28]

Elektrolytická disociace nastává rozpuštěním anorganické soli ve vodě. Zatímco záporné ionty nesou nadbytečné elektrony, kladně nabitě ionty mají elektronů nedostatek. Přivedením stejnosměrného proudu do roztoku dochází k vylučování záporně nabitých iontů na kladné elektrodě a naopak kladně nabitě ionty na elektrodě záporné. Při vylučování záporně nabitých aniontů dochází na elektrodě k jejich oxidaci a tedy k navyšování kladného mocenství. Oproti tomu kladně nabitě kationty se vylučují na záporné elektrodě a nastává jejich redukce. Galvanickým pokováním se vyrábí mědění, mosazení, zinkování, cínování, stříbření, zlacení niklování, chromování [21].

#### 2.4.4 Vysokoteplotní vrstvy

##### 2.4.4.1 Povlak SiN

Nitrid křemíku je keramický řezný materiál, jehož předností je chemická nereaktivnost s materiálem obrobku. SiN se vyznačuje především vysokou tvrdostí za tepla. Jeho

povlaky zaručují dlouhou trvanlivost bříty nástrojů a mohou být tak používány i při vysokých řezných rychlostech. [29]

#### 2.4.4.2 Povlak SiC

Karbid křemíku je nejrozšířenější typ neoxidové keramiky. Může se pochlubit velmi dobrými mechanickými vlastnostmi, např. vysokoteplotní pevností nebo odolností proti tepelným šokům. Zároveň se jedná o vysoce otěruvzdorný materiál s vyšší chemickou korozní odolností, než mají ostatní keramiky. SiC se rozkládá při vysokých teplotách a je velmi tvrdý. Tento materiál je schopen zachovat své mechanické vlastnosti až do teploty 1400°C.

SiC se může vyskytovat ve dvou krystalografických modifikacích. První je nízkoteplotní, kubická  $\beta$ -SiC a druhá vysokoteplotní  $\alpha$ -SiC. Vysokoteplotní forma je specifická svým typem polymorfie, tzv. polytypismem. Obvykle se vysokoteplotní modifikace získává karbotermickou redukcí křemene pomocí tzv. Achesonova procesu. Oproti tomu nízkoteplotní forma  $\beta$ -SiC se tvoří přímou reakcí Si a C v plynné fázi za použití plazmatu nebo laseru. [30, 31]

#### 2.4.4.3 Povlak CrAlSiN

Jedná se o nanokompozitní povlak s vysokým obsahem chromu. CrAlSiN má dobrou odolnost jak proti oxidaci, tak vůči nalepování obráběného materiálu na nástroj. Z tohoto důvodu se hojně využívá pro povlakování řezných nástrojů, ale i slévárenských forem pro tlakové lití hliníku. [46]

Tabulka 2 Základní vlastnosti PVD povlaku CrAlSiN [32]

Mikrotvrdość (GPa)	Tloušťka (um)	Drsnost Ra (um)	Tepelná stabilita (C)
35	2 - 4,5	0,15 - 0,20	> 1000



## 2.5 Vakuové metody nanášení vrstev

Povlaky vytvářené z plynné fáze jsou charakteristické svojí malou tloušťkou pohybující se v řádu pouze několika  $\mu\text{m}$ . Samotná depozice tenkých vrstev je pak považována za finální operaci, neboť se provádí na hotovém, již tepelně zpracovaném substrátu. Před povlakováním je však důležitá především technologie přípravy procesu, která zásadním způsobem ovlivňuje výsledné vlastnosti deponovaných vrstev. Úpravou řezných hran, chemickým a iontovým čištěním substrátu, je pak dosaženo navýšení výsledné adheze vrstvy. Aplikace tenkých vrstev je díky jejich výborným vlastnostem spojena s nejrůznějšími odvětvími průmyslu, jako je elektrotechnika, strojírenství, optika a lékařství. [27, 33]

### 2.5.1 Metoda CVD

V případě povlakování metodou CVD (Chemical Vapor Deposition) jsou tenké vrstvy vytvářeny chemicky z plynné fáze na povrchu podkladového materiálu při teplotách 950 - 1050°C. Depozice je založena na reakci plynných chemických sloučenin v bezprostřední blízkosti podkladu s následným uložením produktů reakce na substrát v podobě tenké vrstvy. Hlavní podmínkou vzniku této vrstvy je přítomnost stabilní, ale přitom prchavé sloučeniny v plynu. Ta se pak pomocí přívodu energie realizované ohřevem, plazmovým obloukem či laserem, chemicky rozkládá. Vedlejší produkty CVD procesů jsou odsávány vakuem, nebo odstraněny proudem plynu. Pro realizaci požadované reakce, musí být v plynné směsi obsažen nekovový reaktivní plyn ( $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ) a rovněž podíl nosného plynu ( $\text{Ar}$ ,  $\text{H}_2$ ), který zajišťuje přenos dané směsi plynů k povrchu povlakovaného materiálu. Nosný plyn výrazně ovlivňuje rychlost růstu povlaku a umožňuje řízení celého procesu. Rovněž je důležitý pro redukci oxidů na povrchu substrátu a tím napomáhá vzniku povlaku s dobrou adhezí. Chemickými procesy lze dosáhnout tloušťky vrstvy od 5 do 20  $\mu\text{m}$  a rychlosti růstu vrstvy okolo 5  $\mu\text{m}/\text{hod}$ . [33 -35]

Mezi výhody chemické metody patří vysoká hustota povlaku, odolnost vůči opotřebením, vynikající adheze k podkladu a dosažení homogenní a rovnoměrné vrstvy i u tvarově složitých nástrojů a součástí. Povlaky deponované CVD metodou jsou ekonomicky výhodné pro tvorbu silných vrstev a jejich aplikace je vhodná i pro povlakování nepřístupných dutin a drážek. Vzhledem k vysokým teplotám deponování a dlouhým pracovním cyklům (8 až 10 hodin) je tento proces značně energeticky náročný.

Povlakování je v důsledku rozdílných koeficientů tepelné roztažnosti doprovázeno vznikem tahových napětí. Další nevýhodou je použití ekologicky nevyhovujících plynných směsí a zaoblování hran vrstvy, které je způsobeno větší tloušťkou vrstvy. [33 -35]

Vysoké teploty mají nepříznivý vliv na vlastnosti substrátu a omezují tak šíři použitelnosti této metody. Jako podkladový materiál se využívá převážně keramika, slinité karbidy anebo nástroje z řezných ocelí. Deponované vrstvy jsou tvořeny především z vysokotavitelných sloučenin karbidů, nitridů a oxidů. Mezi nejčastěji používané patří TiC, TiN, TiCN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a další. [33 -35]

### **2.5.2 Metoda PACVD**

Jedná se o depozici s chemicky aktivovaným plazma PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition). Princip této metody je založen na zvýšení energie plynné atmosféry pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Díky tomu je umožněno použití nižší pracovní teploty, která se pohybuje mezi 300 - 600°C a tak lze pro vysokoteplotní reakce využívat i teplotně citlivých substrátů.

Kromě značného snížení teploty procesu patří k hlavním výhodám možnost tvorby multivrstev, které pak brání šíření trhliny vrstvou. Deponováním metodou PACVD můžeme vytvářet vrstvy se značně nižším koeficientem tření, což má za důsledek několikanásobné zvýšení životnosti součástí. Nevýhodou je horší selektivita produktů a obtížnější řízení reakce. [33, 34]

### **2.5.3 Metoda RF PACVD/MS**

Zde je pro nanášení povlaku využito systému magnetronového naprašování MS a metody depozice s chemicky aktivovaným plazma PACVD. Výboj je realizován pomocí generátoru radiových frekvencí RF (13,56 MHz). Propojení těchto technik tvoří dohromady modifikaci zvanou RF PACVD/MS (Radio Frequency Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition / Magnetron Sputtering).

V počáteční fázi celého procesu dochází k odprašování terče pomocí magnetronů. Poté jsou díky generátoru rádiových frekvencí rozkmitány atomy plazmatického plynu. Zároveň dochází účinkem plazmy k rozštěpení molekul pracovního plynu a získání tak kladných iontů. V závěrečné fázi depozice reagují právě tyto kladné ionty s odprašenými atomy terče a je tak dosaženo vzniku požadované tenké vrstvy.

Touto metodou lze vytvářet systém vrstev, které obsahují mezivrstvy. Nanášecí zařízení umožňuje vytvářet multivrstvy a gradientní vrstvy na povrchu substrátu bez nutnosti přerušování procesu a otevírání reakční komory. Další výhodou je možnost přesného řízení procesu a ovlivnění tak chemického složení a výsledných vlastností deponovaných vrstev. Tato metoda lze aplikovat pro širokou škálu deponovaných materiálů, jako jsou např. Ti, W, Cr, Al, Si, Ag. Na depozici vrstev má vliv kromě teploty substrátu i druh plynu, pracovní tlak, proud i napětí doutnavého výboje a poloha substrátů vůči elektrodám a proudu plynů. [36, 37]

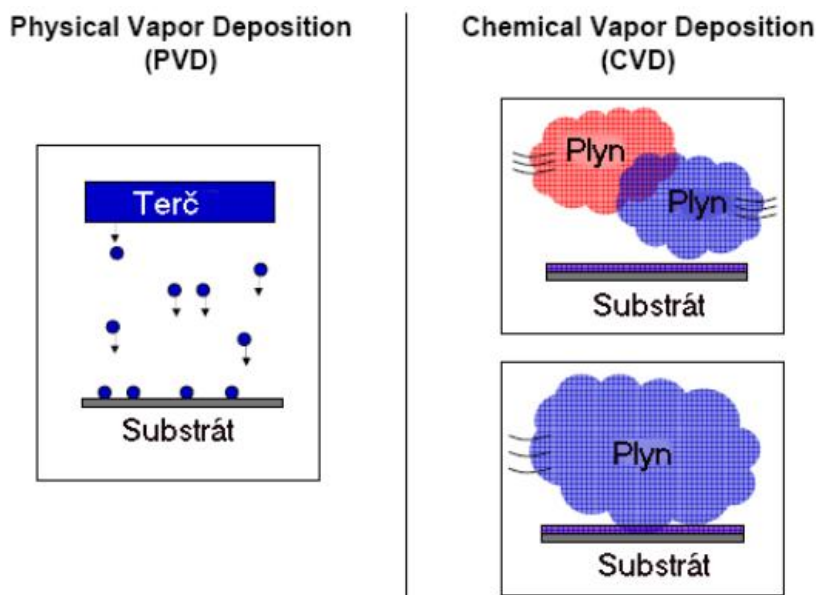


*Obr. 14 Zařízení pro depozici vrstev metodou RF PACVD/MS*

### **2.5.4 Metoda PVD**

Způsob povlakování metodou PVD (Physical Vapor Deposition) je založen na principu fyzikální depozice tenkých vrstev, kdy je zapotřebí převést deponovanou látku do plynné fáze, transportovat páry do těsné blízkosti substrátu a pomocí kondenzace par materiálu vytvořit přilnavou tenkou vrstvu na jeho povrchu. Povlak se nejčastěji vytváří iontovou implantací (ion-plating), napařováním (evaporation) nebo napařováním (sputtering) terče nanášeného materiálu. Celý proces probíhá v prostředí vysokého vakua při teplotách mezi 150 – 500°C. Díky značně nižším teplotám, než u chemické depozice par, je možno tuto metodu aplikovat pro více podkladových materiálů, aniž by docházelo k jejich tepelné degradaci. Nejčastěji se jako substrát používají rychlořezné oceli, hliník a jeho slitiny a také plasty.

Mezi další výhody fyzikální depozice patří schopnost vytvořit přesné tloušťky vrstev, které mají nízký koeficient tření a možnost tvorby velkého množství různých druhů a kombinací vrstev. Během depozice navíc není použito žádného nebezpečného materiálu a nedochází tak k uvolňování žádných toxických látek, jako tomu je v případě CVD metody. Pro docílení rovnoměrného rozložení vrstvy však zůstává nevýhodou nutnost pohybu deponovaným předmětem. Vrstva má rovněž v porovnání s chemickou depozicí horší teplotní stabilitu a horší adhezi k substrátu. [33 - 35, 38, 39]



Obr. 15 Způsob přípravy vrstvy u PVD z pevného terče, u CVD z plynu [33]

#### 2.5.4.1 Napařování

Během procesu dochází nejprve k odpařování materiálu z nanášecího terče. Uvnitř pak dochází k reakci emitovaných atomárních částic s vnitřní atmosférou komory, kterou tvoří inertní a reaktivní plyn, nejčastěji Ar a N<sub>2</sub>. Poté následuje kondenzace par na chladnějším povrchu substrátu. Jelikož je většinou deponován materiál, který má za atmosférického tlaku vysokou teplotou varu, využívá se tak při napařování vysokého vakua (10<sup>-3</sup> až 10<sup>-8</sup> Pa), čímž je docíleno značného snížení teploty varu nanášeného kovu. [34, 35]

#### 4. Napařování odporovým ohřevem

Převedení terče do plynné fáze bývá způsobeno různými zdroji tepla. Nejjednodušší je odporový ohřev, při němž je odpařovaný materiál umístěn v žáruvzdorné nádobce. Při odporovém ohřevu však docílujeme pouze poměrně nízké teploty, a tak je často

využíváno jiných zdrojů tepla. Mezi ně patří odpařování elektrickým obloukem, elektronovým paprskem nebo laserem. [38, 40]

### **5. Napařování obloukovým výbojem**

Napařování elektrickým obloukem je založeno na principu výboje elektrického proudu, který vznikne mezi elektrodami. Anoda je tvořena vakuovou komorou a katoda odpařovaným targetem. U katody hoří oblouk v drobné oblasti známé jako katodová skvrna, jejíž velikost je pouze několik mikrometrů. Pohyb této skvrny po povrchu katody lze usměrnit pomocí magnetického pole, zatímco u anody hoří oblouk po celé její ploše. Nevýhodou této metody je ovšem možnost odpařovat pouze elektricky vodivé materiály. [38, 41]

### **6. Napařování svazkem elektronů**

Zdrojem energie může být i svazek elektronů o vysokém výkonu, který je produkován pomocí elektronového děla. Právě tento paprsek ve vakuové komoře natavuje a následně i odpařuje terč nanášené látky. Svazek elektronů může být nasměrován pouze do jednoho místa nebo skenovat celý povrch deponovaného materiálu. Jelikož se odpařovaný terč během procesu nachází v roztaveném stavu, musí být umístěn do spodní části povlakovací komory. [33, 39]

### **7. Napařování laserem**

Další možností je odpařování kovového targetu z katody za pomoci paprsku laseru. Důležitou předností je vznik vysokoenergetických složek, díky nimž je dosaženo lepší kvality deponované vrstvy. Další výhodou je vynikající přesnost stechiometrie mezi terčem a povlakem. [33, 39]

#### **2.5.4.2 Naprašování**

Při tomto způsobu depozice je využito elektrického výboje v plynné atmosféře komory, při němž dochází ke vzniku kationtů, které bombardují katodu tvořenou čistým kovem. Díky vysoké kinetické energii iontů dochází k uvolnění částic z bombardovaného terče s následným usazením na povrchu substrátu a vytvořením požadovaného povlaku. Rozlišujeme čtyři základní druhy naprašování. Patří mezi ně depozice iontovým paprskem, doutnavým výbojem rovinné diody nebo magnetronové a radiofrekvenční naprašování. [34, 35]

## **8. Naprašování doutnavým výbojem rovinné diody**

V tomto případě se jedná o velmi jednoduchý proces naprašování, kdy se systém skládá z katody tvořené terčem a z anody na níž je připevněný substrát. Terč a držák jsou od sebe ve vzdálenosti 50 až 100 mm. Terč bývá zpravidla chlazený vodou, jež plní dvě funkce. Je zdrojem jak povlakovacího materiálu, tak sekundárních elektronů, které udržují doutnavý výboj. Nevýhodou je poměrně nízká rychlost depozice a tepelné ovlivnění struktury substrátu, které bývá důsledkem bombardování odprášenými částicemi. [38, 40]

## **9. Magnetronové naprašování**

Pro magnetronové naprašování je využito vakuové komory za nízkého tlaku, která je zapojena jako anoda. Katodu tvoří pevný terč, u kterého dochází k jeho rozprašování. Nejdříve se uskutečňuje ionizace plynu. Tu následuje urychlení kationtů dopadajících na katodu a odprášení částic deponovaného materiálu. S prodloužením nosné dráhy elektronů, které je docíleno za pomoci magnetického pole, dochází v plazmatu ke zvýšenému množství srážek neutrálních atomů pracovního plynu s ionty. Právě větší počet kolizí má za důsledek husté plazma a získá tak více kladných iontů dopadajících z plazmatu na terč. Částice rozprášeného terče potom prochází plazmatem směrem k substrátu, na kterém je záporné předpětí. Touto metodou můžeme nanášet vrstvy libovolného materiálu o různém chemickém složení. Další výhodou je kompaktnost vrstev a vysoká hustota nanesených částic.[34, 38]

## **10. Radiofrekvenční naprašování**

Specifikum této metody je, že umožňuje depozici z nevodivého terče, ze kterého nelze získávat materiál pomocí stejnosměrného proudu, v důsledku akumulace elektrického náboje na jejich povrchu. Pro vybuzení elektronů a plazmy je tak využito vysokofrekvenčního signálu, obvykle 13,56 MHz. Celý proces probíhá za poměrně nízkého tlaku okolo 0,7 až 2 Pa, neboť elektrony kmitají s vysokou frekvencí a mohou tak získat dostatečné množství energie pro ionizující srážky. Tím může být počet elektronů nezpůsobujících kolize snížen. Radiofrekvenčním naprašováním můžeme i přes složitost napájecího RF zdroje vytvářet různé druhy vodivých i nevodivých povlaků. Navíc metoda může být použita i pro magnetronové naprašování. [38]

## 11. Naprašování iontovým paprskem

Externím zdrojem dochází k vytvoření iontového paprsku o vysoké energii, který je namířen na terč a odprášený materiál se tak ukládá na substrát. Zdrojem bývá inertní nebo reaktivní plyn. Způsob depozice umožňuje nanášet vrstvy s vysokou adhezí k substrátu a využívá se především k tvorbě multivrstev. [38]

### 2.5.4.3 Iontová implantace

Smíšeným PVD procesem je iontové plátování, při němž dochází k převedení deponované látky do plynného skupenství pomocí napařování nebo naprašování. Povrch substrátu nebo deponovaný povlak je tak bombardován svazkem částic s vysokou energií. Průběh depozice se uskutečňuje ve vakuové komoře při nízkém tlaku (0,01 až 10 Pa).

V první fázi dochází uvnitř komory za přítomnosti inertního plynu (Ar) k procesu čištění. Během druhé fáze je přiveden reaktivní plyn ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $CH_4$ ), který je schopný vytvořit s materiálem terče potřebné chemické sloučeniny pro vznik tenké vrstvy. V tomto případě plní podkladový materiál funkci katody a anodou je terč materiálu. Jelikož povrch substrátu nebombardují jenom atomy, ale i kladné ionty odprášeného terče, je možné tyto ionty urychlit. Toto zrychlení se provádí přídatným napětím mezi terčem a substrátem se záporným pólem na substrátu. Ionty pak bombardují vzniklou vrstvu a dokonce ji částečně odprašují. Tím sice rychlost depozice klesá, ale zároveň stoupá kvalita povlaku. Při iontové implantaci je materiál bombardován ionty o velikosti energie  $10^3$  až  $10^6$  eV po definovanou dobu. Bombardování ovšem způsobuje ohřev substrátu, který je proto potřeba na povrchu materiálu ochlazovat.

Iontovou reakcí dochází k vytvoření vrstvy nejen na povrchu substrátu, ale také pod povrchem součástí. Nejčastěji se iontovou implantací vytváří tenké vrstvy TiN, TiCN, TiAlN, CrN, CrAlN, ale v podstatě je umožněno zavádět libovolný prvek do libovolného materiálu. Vytvořený povlak má vysokou hustotu a výbornou adhezi k povrchu substrátu. Technologie je velmi dobře říditelná a ekologická. [34, 40, 41]

## 2.6 Hodnocení vrstev

Po nanesení vrstvy na substrát je nutné provedení kontroly vlastností povlaků, jelikož mechanické vlastnosti tenkých vrstev ovlivňují řadou faktorů výsledný konečný stav součásti. Pro jejich určení je třeba aplikovat různá laboratorní měření a analýzy. Mezi ty nejdůležitější patří stanovení mikrotvrdomosti a hodnocení adhezně-kohezního chování povlaku vůči podkladovému materiálu. Velká pozornost je zaměřena i na stanovení tribologických vlastností sledovaného systému a rovněž na mechanismy opotřebení vyvolané během analýzy. [42]

### 2.6.1 Mikrotvrdomost

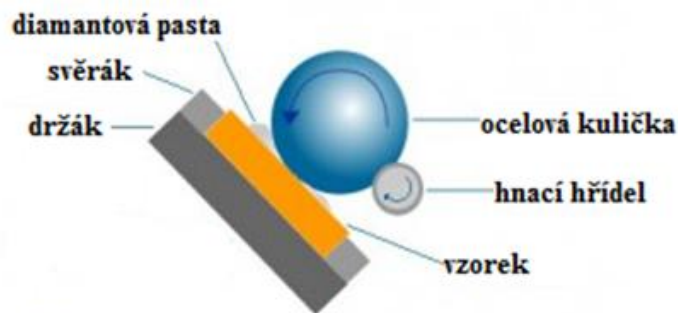
Jedná se o jednu ze základních charakteristik mechanických vlastností systému. Mikrotvrdomost je definována jako odolnost materiálu proti lokální plastické deformaci, která je vyvolána zatěžováním zkušebního indentoru. U mikrotvrdomosti se zatížení indentoru pohybuje maximálně do 2N. Po stanovenou dobu se jeho působením v kolmém směru vytvoří vtisk. Po následném odlehčení musí být vtisk zachován. Z hlediska zatížení je důležité volit takové hodnoty, aby měření nebylo ovlivněno substrátem. Právě proto měřící hrot, jímž je zpravidla Vickers, popř. Berkowitch, smí pronikat maximálně do desetiny tloušťky vrstvy. Splněním této podmínky je zabráněno negativnímu ovlivnění naměřených hodnot podkladovým materiálem. Vyhodnocení vzniklých stop pomocí mikroskopu je velmi obtížné. Proto se využívá speciálních mikrotvrdoměrů, které se zatěžováním hrotu měří zároveň hloubku jeho pronikání do vrstvy s přesností na nanometry. [42 - 44]

### 2.6.2 Tloušťka povlaku

Pro rychlé a jednoduché stanovení tloušťky tenkých vrstev se využívá metody označované jako kalotest. Princip této metody je spojen s vybroušením kulového vrchlíku do povlaku až na substrát zkoušeného vzorku, který se pak na průmětu jeví jako mezikruží. K tomu je využito otáčející se ocelové kuličky o průměru 25 mm, která je potřená brusnou diamantovou pastou. Z vytvořeného vrchlíku je možné následně vypočítat tloušťku jednotlivých vrstev. Příslušné rozměry umožňující výpočet tloušťky posuzované vrstvy, lze získat mikroskopickým proměřením průmětu důlku. Pro stanovení vrstev je oblast použití poměrně široká. Pohybuje se od 1 - 100  $\mu\text{m}$  s přesností 2 – 4 %. K mikrostrukturnímu vyhodnocení kaloty je vyžadováno maximální drsnosti



povrchu povlaku  $R_a < 0,4 \mu\text{m}$  nebo záměrné vyleštění vhodné plošky na substrátu před depozicí. [42, 43]



Obr. 16 Stanovení tloušťky kalotestem [45]

Měření tloušťky tenké vrstvy lze rovněž provádět prostřednictvím mikroskopických metod přímo na metalografickém příčném výbrusu. Z tohoto hlediska lze použít optického, elektronového rastrovacího či transmisního elektronového mikroskopu. Vzhledem k velkému zvětšení umožňují mikroskopické metody i velmi podrobnou analýzu jednotlivých vrstev povlaku [43, 44]

### 2.6.3 Adheze a koheze povlaku

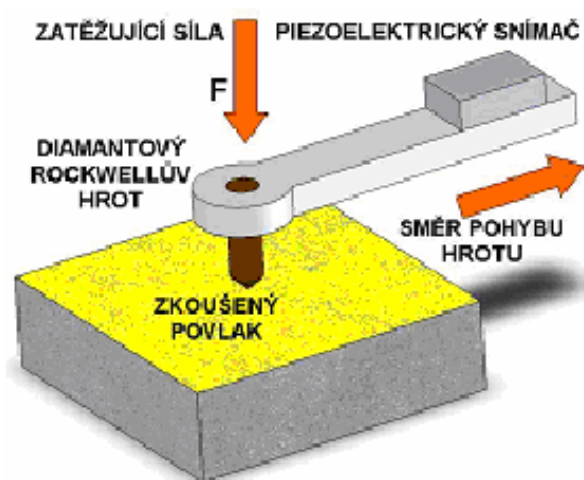
Jedním z nejdůležitějších parametrů vrstvy charakterizující vlastnosti celého systému je dobrá adheze vrstvy k substrátu. Vznik kvalitního spoje mezi vrstvou a substrátem je spojen s vytvořením vazebních sil daného charakteru a velikosti. Velikost těchto sil je závislá na kinetické energii dopadajících atomů a iontů na povrch, změnou depozičních parametrů, strukturou substrátu nebo čistotou a stavem povrchu v okamžiku počátku tvorby vrstvy.

V současné době jsou nejčastěji používané metody pro odhalení a charakteristiku adhezně-kohezních vlastností založeny na vytvoření napětí pro překonání vazebních sil na rozhraní tenké vrstvy a substrátu a odtržení části vrstvy. Jedná se především zejména o metody vnikací (Mercedes test) nebo vrypové (Scratch test). [42]

#### Scratch test

Jedná se o běžně používanou vrypovou metodu, která slouží k vyhodnocování přílnavosti povlaku. Pro měření je využito postupně navyšující se zátěžné síly na diamantový Rockwellův hrot při jeho současném posuvu po měřené vrstvě. Zatěžující

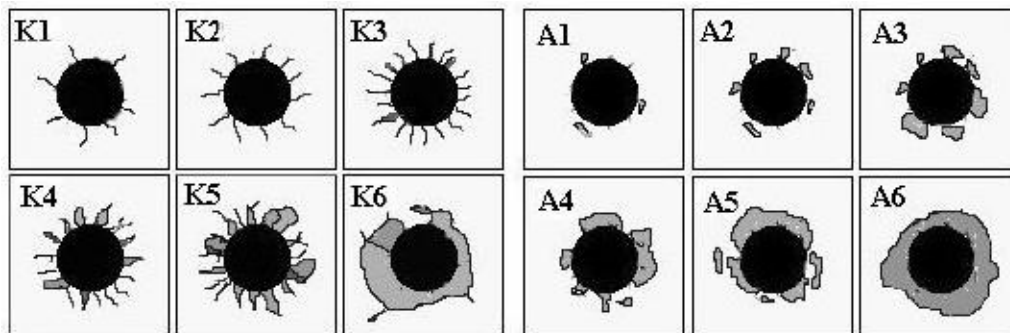
síla zůstává konstantní nebo se její hodnota plynule zvyšuje. Vytvořením vrypu se na rozhraní tenké vrstvy a substrátu generuje pnutí, které při dosažení kritické hodnoty způsobí odtržení vrstvy od substrátu. Vyhodnocení se provádí na základě poškození vrstvy povlaku podél stopy vrypu i na jeho dně. Kritické zatížení, při němž nastává poškození povlaku, nám udává výslednou míru adheze sledovaného povlaku. Míru kritického zatížení, při níž nastává porušení vrstvy, lze stanovit pomocí připojeného optického nebo rastrovacího elektronového mikroskopu doplněného o zpracování zaznamenaných závislostí koeficientu tření a signálu akustické emise na normálovém zatížení. [42 - 44]



Obr. 17 Princip Scratch testu [43]

### Mercedes test

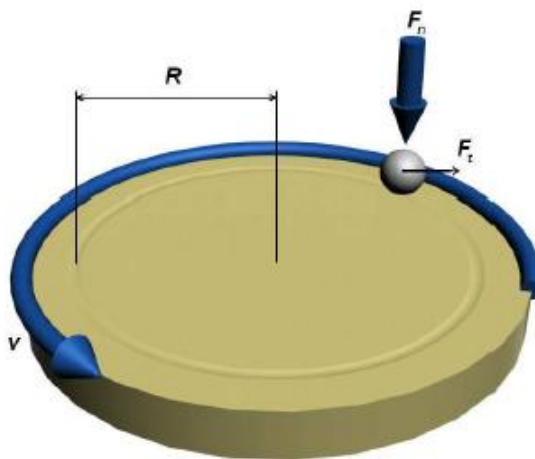
Další velmi rozšířenou, tentokrát vnikací zkouškou, která nám zprostředkovává informace o adhezních a kohezních vlastnostech je metoda Mercedes test. U této metody je statickým vtlačováním indentoru vytvořeno pnutí na rozhraní tenké vrstvy a substrátu. Indentorem je podobně jako u Rockwella použito buď ocelové kuličky, nebo diamantového kuželu. Účinkem vtisku dochází k vytvoření napětí, které vyvolává vznik trhlinek a jejich šíření k povrchu. Díky morfologii porušení, jsou pak vtisky rozdělovány do jednotlivých tříd a je jim přiřazeno adhezní a kohezní číslo, které charakterizuje stupeň popraskání či odloupení vrstvy. Předností vnikací metody jsou minimální náklady, rychlost provedení a také možnost sledovat jak rozměry a charakter vzniklých trhlin, tak dále zjišťovat jejich rozvoj v závislosti na zatížení. [42, 43]



Obr. 18 Tabulka pro vyhodnocení porušení okolí vtisku Rockwellovým identorem při zatížení 1500N [42]

## 2.6.4 Tribologická zkouška

K měření třecích vlastností se nejčastěji využívá metoda pin-on-disk, kdy zkušebním tělískem je válcový kolík, popř. „Ball-on-disk“, kde je kolík nahrazen kuličkou. Principem zkoušky je statické vtlačování tělíska, tzv. pinu, předem definovaným zatížením do zkoušeného vzorku, disku, který se otáčí danou rychlostí. Zařízení je tvořeno elastickým ramenem sloužícím pro uchycení přípravku, do kterého se vkládá pin. Další podstatnou součástí je třecí snímač. Koeficient tření mezi tělískem a diskem tak může být určen měřením odchylky elastického ramene v průběhu testu.

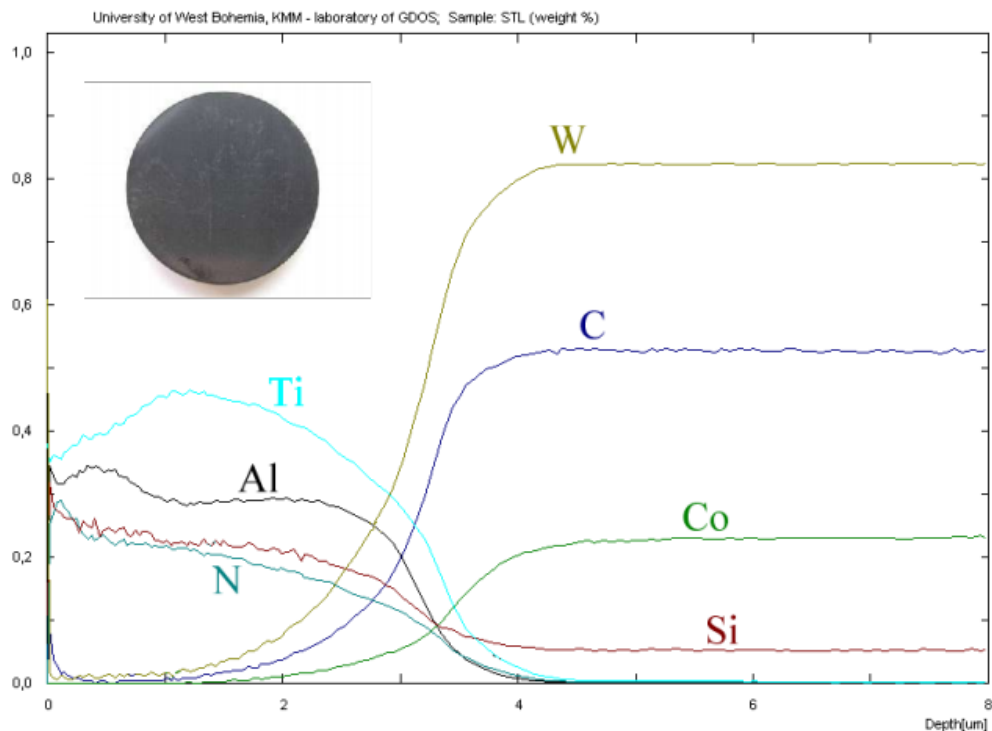


Obr. 19 Ball on disk test [43]

Měřením lze stanovit průběh koeficientu tření v závislosti na počtu cyklů, adhezivní či abrazivní charakter a velikost opotřebení tělíska a zároveň charakter a velikost vytvořené tribologické stopy na vzorku. [43]

## 2.6.5 Chemická analýza

Pro stanovení chemického složení elektricky vodivých prvků ve struktuře povlaku slouží GD-OES analýza. Tato metoda je modifikací optické emisní spektroskopie. Jako budící zdroj je použita tzv. Grimmova lampa. Ta pracuje v režimu doutnavého výboje. Prostor uvnitř lampy je odčerpáván a napouštěn plynem (Ar) o tlaku 300 až 1300 Pa. Přivedením napětí nastává zažehnutí doutnavého výboje a díky tomu mohou elektrony proudit s vysokou energií od povrchu vzorku k anodě. V prostoru katody se vlivem srážek atomů argonu a elektronů tvoří plazma a dochází k ionizaci. Srážkovým efektem dochází k excitaci atomů, pomocí níž je získáno záření o vlnové délce charakteristické pro daný prvek, které je analyzováno optickým spektrometrem. Výstupem mohou být tabulkové hodnoty, ale i hloubkové koncentrační profily graficky znázorňující změny v obsahu do hloubky až 0,1 mm. [46, 47]



Obr. 20 Hloubkový koncentrační profil vrstvy TiAlSiN na substrátu ze SK [33]

### 3 Experimentální část

Za účelem zlepšení vlastností byly na povrch substrátu deponovány tři různé vysokoteplotní povlaky, které měly za cíl navýšení především otěruvzdornosti a chemické a teplotní stability. Tato práce se zabývá ve své experimentální části ověřením jejich vlastností a stanovením vhodnosti jejich aplikace na formy pro tlakové lití hliníku. Pro depozici byly vybrány povlaky SiC, SiN a CrAlSiN. Jako substrát byla zvolena nástrojová ocel normy ČSN 19552 - DIN 1.2343 X38CrMoV5.1.

#### 3.1 Příprava vzorků

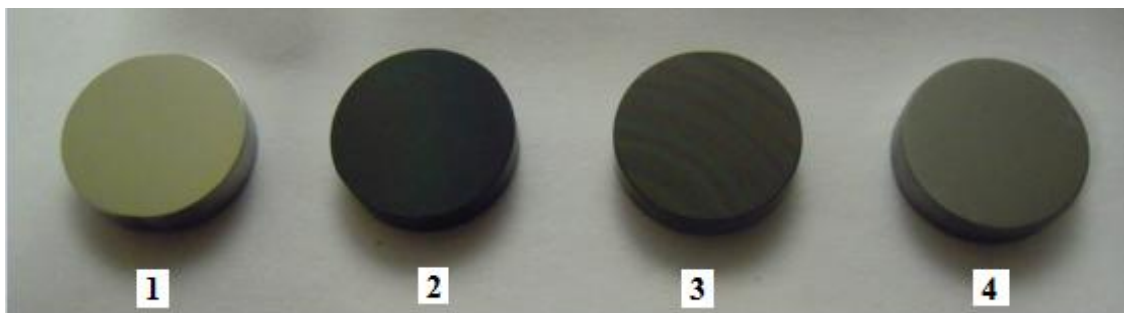
Pro přípravu základního materiálu bylo využito automatického leštícího přístroje Struers Tegramin-25 (viz Obr. 21). Pomocí diamantových kotoučů se zrnitostí 500, 1200, 2000 a 4000 byly vzorky substrátu o rozměrech  $\varnothing 20 \times 5$  mm upraveny až do podoby zrcadlového lesku a připraveny tak pro samotnou depozici.



*Obr. 21 Leštička Struers Tegramin-25*

První dvě vrstvy, SiC a SiN, byly na vzorky nanесeny na Technické universitě v Lodži pomocí technologie RF PACVD/MS. Parametry depozice jsou uvedeny v příloze 13.

Třetí vrstvu CrAlSiN obstarala firma SHM s.r.o. z Šumperku. Jedná se o nanokompozitní povlak deponovaný PVD metodou s napařováním za pomoci nízkonapěťového oblouku.



Obr. 22 Vzorky v základním stavu: 1 - substrát; povlaky: 2 - SiC; 3 - SiN; 4 - CrAlSiN.

### 3.2 Povrchová struktura tenkých vrstev

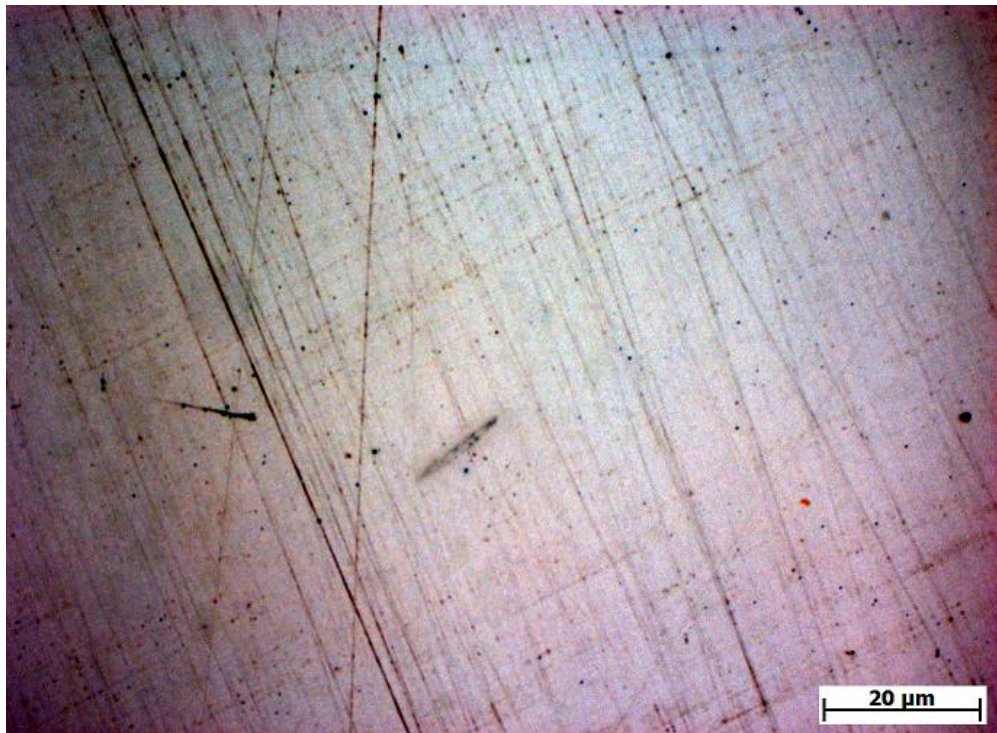
Na optickém mikroskopu Carl Zeiss Axio Imager.M2 (viz Obr. 23) docházelo ke sledování struktury povrchu vzorků u všech třech povlaků a substrátu při zvětšeních 500x a 1000x. Analýza povrchu struktury byla realizována po odzkoušení tepelné stability při teplotách 200°C a 650°C (viz kapitola 3.6) a po procesu ověřující chemickou stabilitu (viz kapitola 3.5).



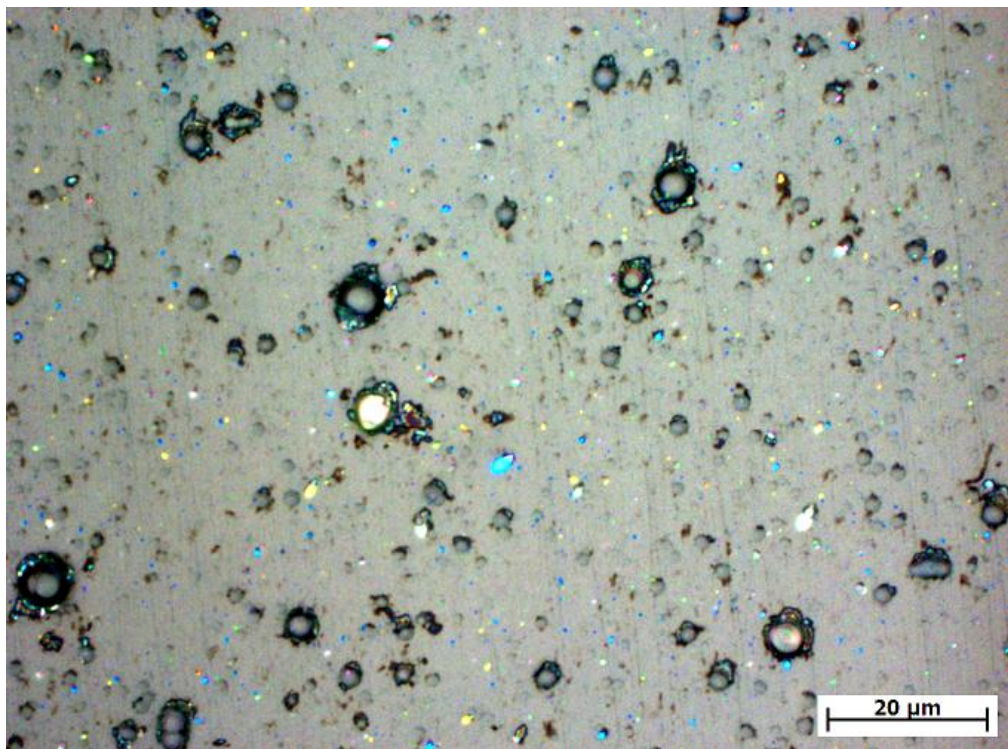
Obr. 23 Optický mikroskop Carl Zeiss Axio Imager M2



**Snímky povrchových struktur v základním stavu:**

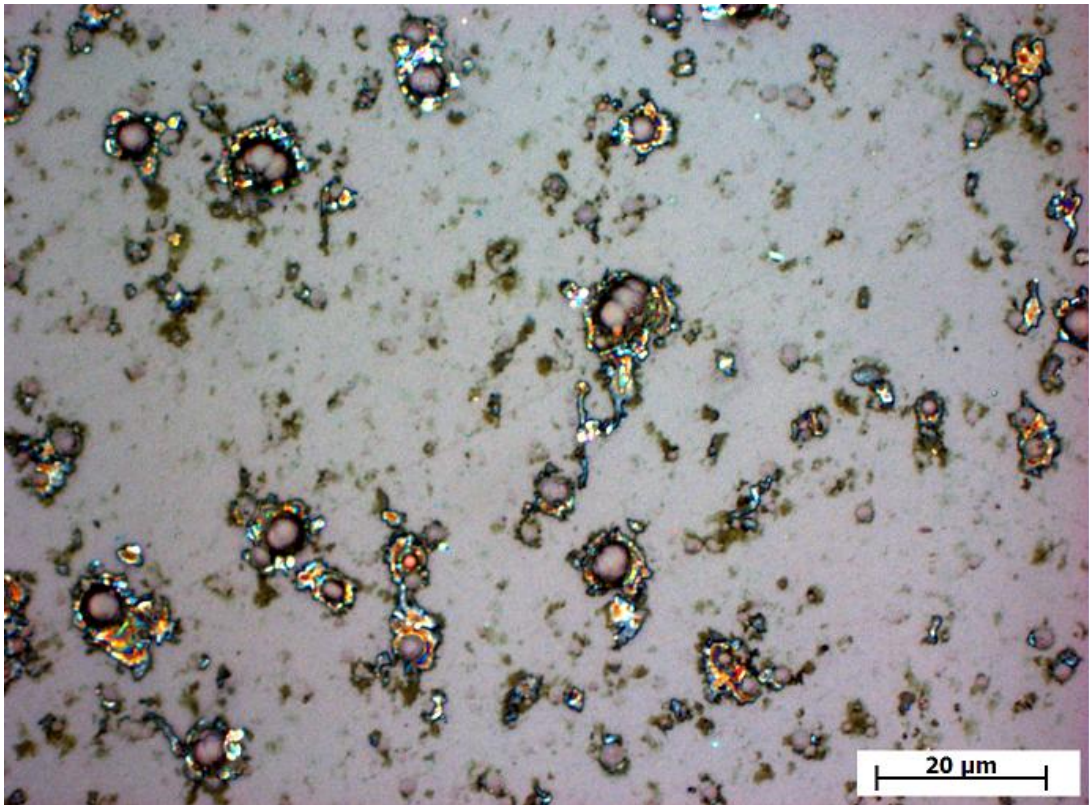


*Obr. 24 Vzorek substrátu při zvětšení 1000x v základním stavu*

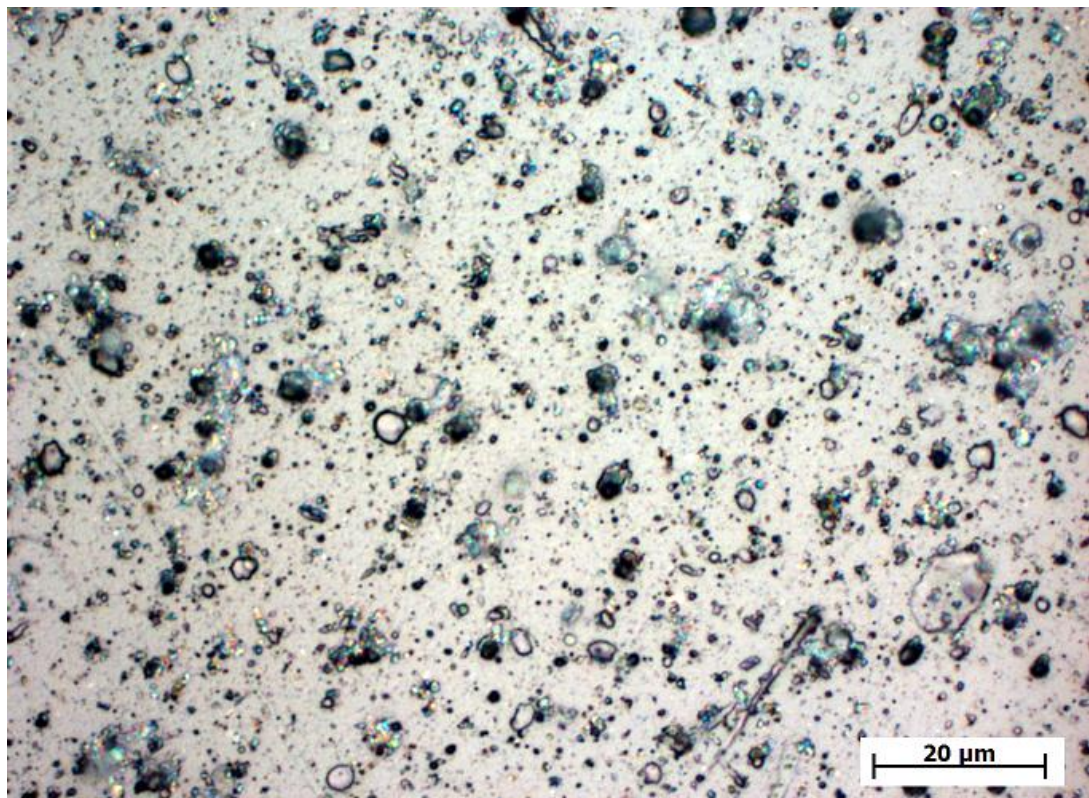


*Obr. 25 Vrstva SiN při zvětšení 1000x v základním stavu*





*Obr. 26 Vrstva SiC při zvětšení 1000x v základním stavu*



*Obr. 27 Vrstva CrAlSiN při zvětšení 1000x v základním stavu*



### 3.3 Analýza vnitřní struktury, chemického složení a tloušťky tenké vrstvy

Stejně jako povrchová analýza byla prováděna u každého vzorku i analýza vnitřní struktury. K ní bylo využito skenovacího elektronového mikroskopu Carl Zeiss Ultra Plus (viz Obr. 28) s mikroanalytickým systémem OXFORD Instruments a softwarem AZtec.



Obr. 28 Rastrovací elektronový mikroskop Carl Zeiss ULTRA Plus

Chemické složení bylo stanoveno vždy ve třech různých místech vzorku a následně dopočítáno aritmetickým průměrem výsledné složení, které je vyjádřeno pomocí atomárních procent.

Tabulka 3 Chemické složení povrchu substrátu v základním stavu

Prvky	C	O	Si	V	Cr	Mn	Fe	Mo	Celkem
substrát v zákl. stavu	23,2%	0,4%	1,9%	0,3%	4,3%	0,3%	69,1%	0,5%	100,0%

Tabulka 4 Chemické složení povrchu vrstvy SiN v základním stavu

Prvky	N	O	Si	Cr	Fe	Ni	Celkem
SiN v zákl. stavu	40,1%	22,9%	35,3%	0,3%	1,3%	0,1%	100,0%

Tabulka 5 Chemické složení povrchu vrstvy SiC v základním stavu.

Prvky	C	O	Si	Fe	Celkem
SiC v zákl. stavu	92,2%	7,1%	0,6%	0,1%	100,0%

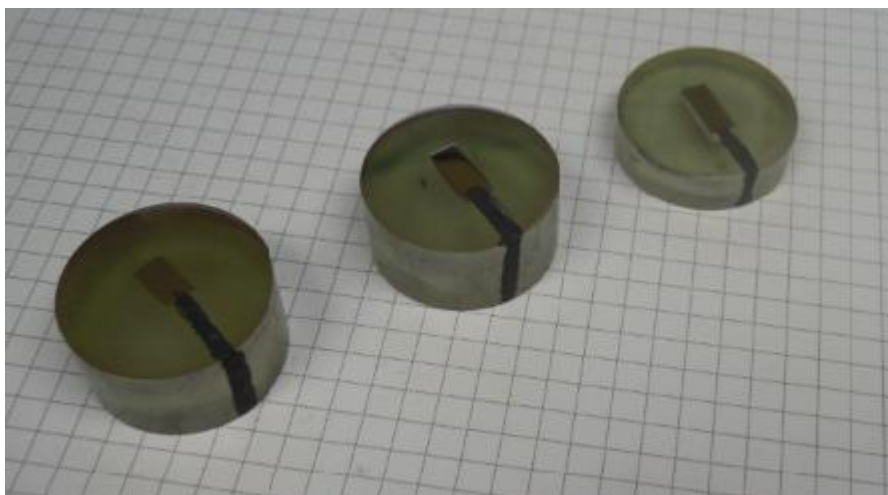
Tabulka 6 Chemické složení povrchu vrstvy CrAlSiN v základním stavu.

Prvky	N	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Celkem
CrAlSiN v zákl. stavu	52,0%	1,5%	0,2%	19,7%	2,4%	23,9%	0,3%	100,0%

Za účelem změření tloušťky jednotlivých povlaků, byly připraveny metalografické výbrusy jednotlivých vzorků. Kusy pro zalisování byly nejprve odděleny pomocí stolní rozbrušovací pily (viz Obr. 29) a zabroušením bylo provedeno odstranění otřepů. Takto připravené díly byly vloženy do elektrohydraulického lisu (viz Obr. 30), označeny a zasypány dentakrylem. Po zatavení a zalisování byly vzorky vyleštěny do zrcadlového lesku na automatické leštičce Struers Tegramin-25 (viz Obr. 21). Před zkoumáním na SEM byly vzorky pro získání vodivosti pozlaceny (viz Obr. 31).

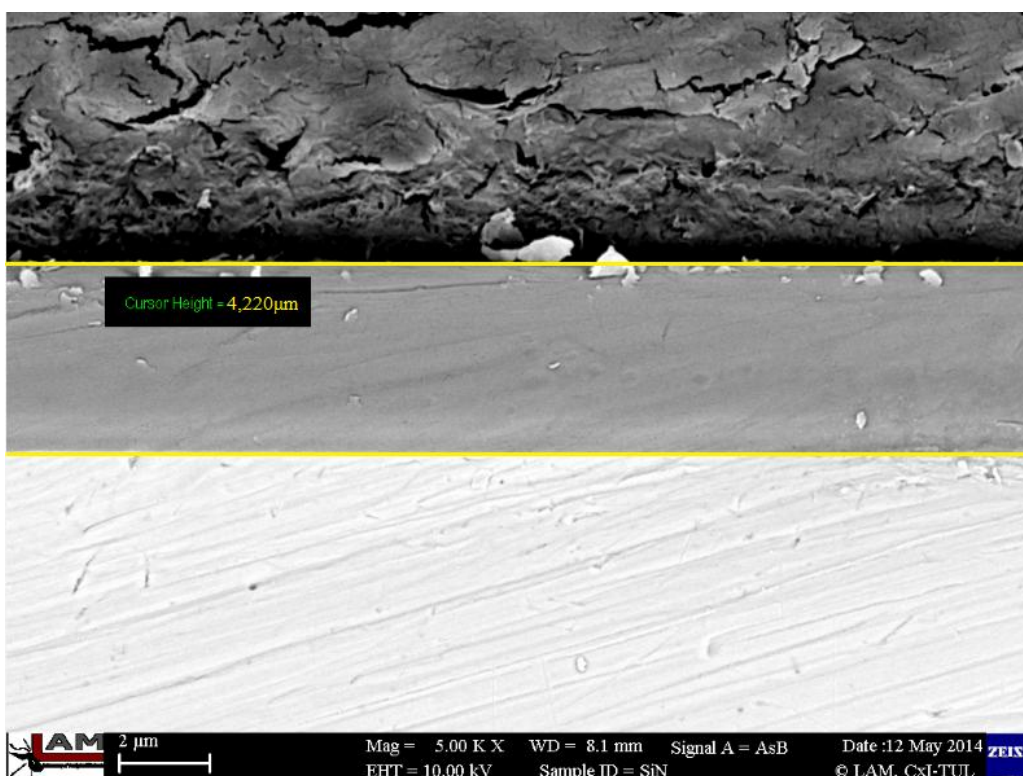


Obr. 29 Rozbrušovací pila Delta - AbrasiMet Obr. 30 Elektrohydraulický lis Simplymet



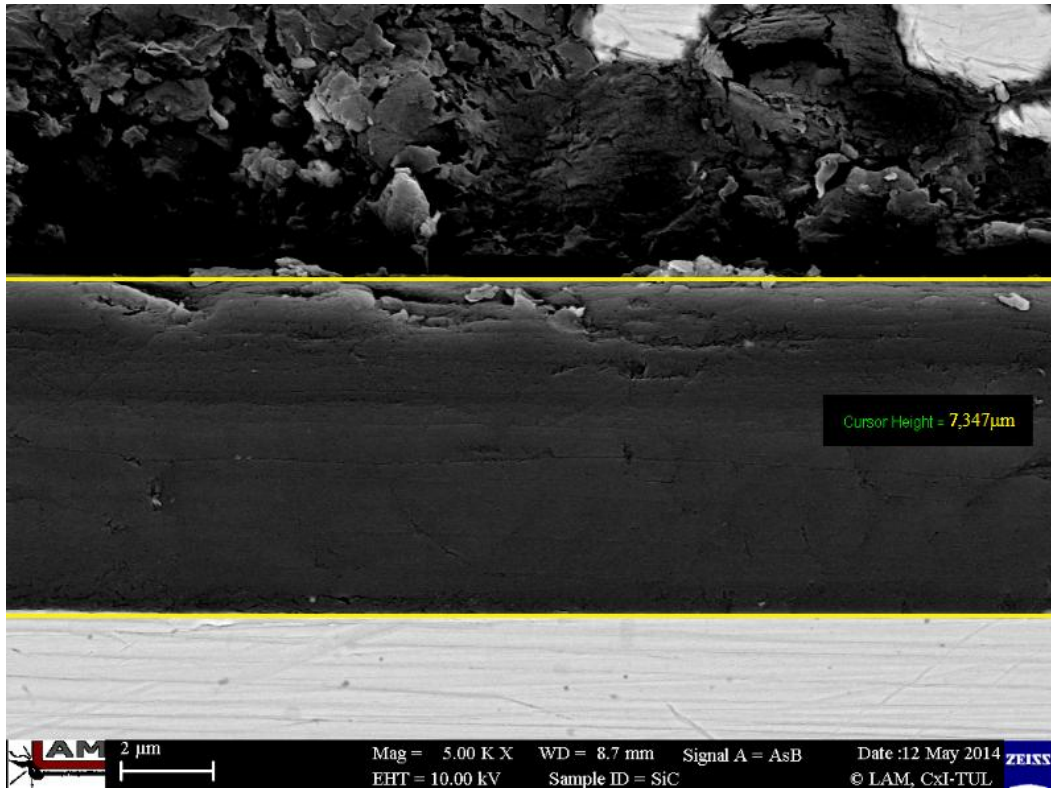
*Obr. 31 Zvodivostněné vzorky pozlacením*

U takto připravených vzorků byly v chemickém kontrastu za pomoci zpětně odražených sekundárních elektronů díky detektoru AsB pořízeny snímky, sloužící ke stanovení tloušťky tenkých vrstev při nastaveném urychlovacím napětí 10 kV.

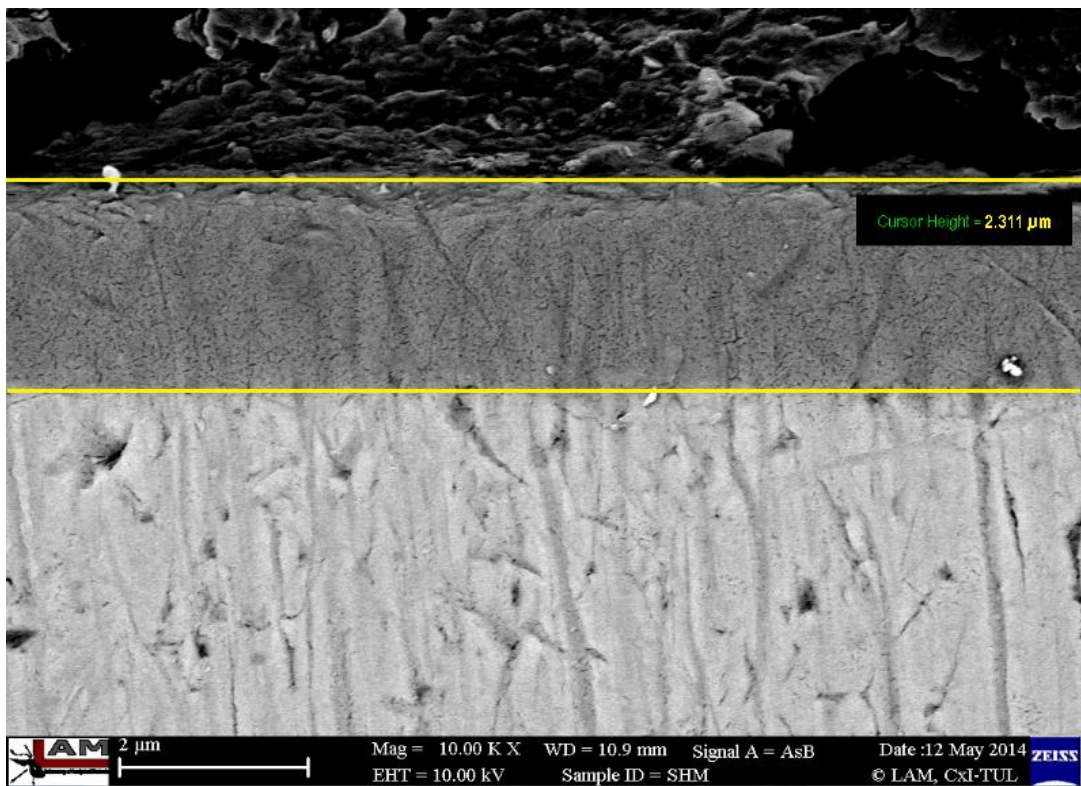


*Obr. 32 Stanovení tloušťky vrstvy SiN pomocí SEM*





Obr. 33 Stanovení tloušťky vrstvy SiC pomocí SEM

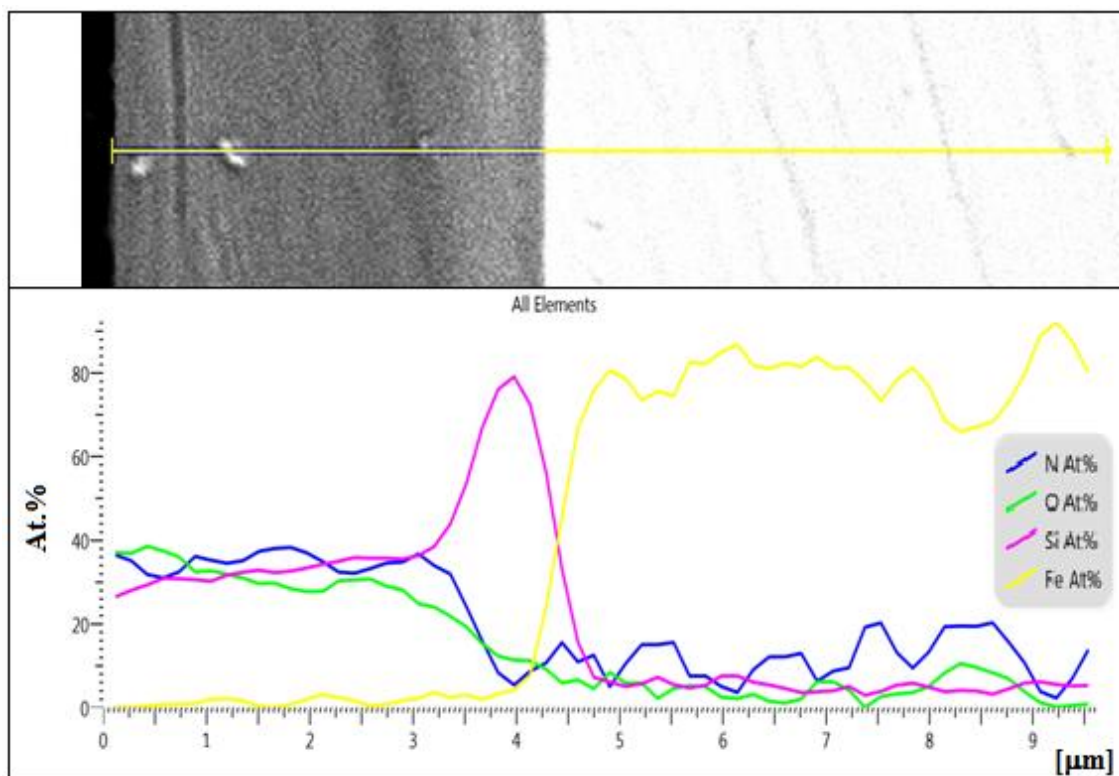


Obr. 34 Stanovení tloušťky vrstvy CrAlSiN pomocí SEM

Tabulka 7 Tloušťky tenkých vrstev

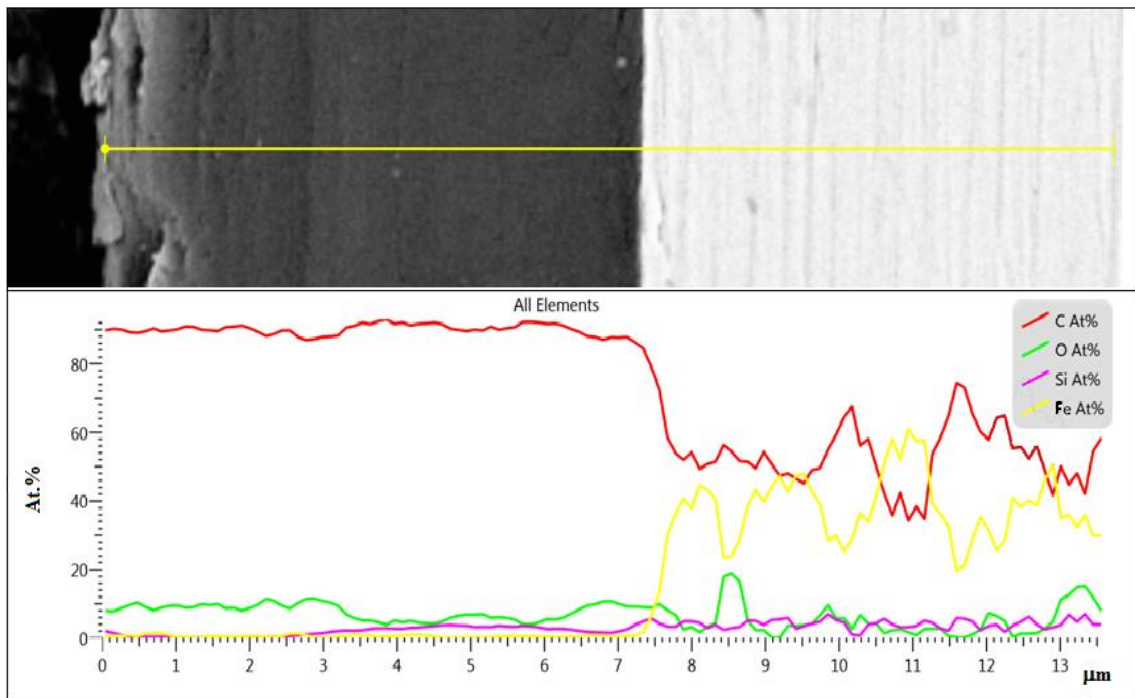
Vzorek	tloušťka tenké vrstvy
SiN	4,2 $\mu\text{m}$
SiC	7,3 $\mu\text{m}$
CrAlSiN	2,3 $\mu\text{m}$

Dále byla pro deponované vrstvy na vzorkách v základním stavu provedena liniová mikroanalýza, která slouží k zaznamenávání změn koncentrace jednotlivých prvků podél předem zvolené linie. Ta je volena tak, aby procházela nejen tenkou vrstvou, ale i substrátem.



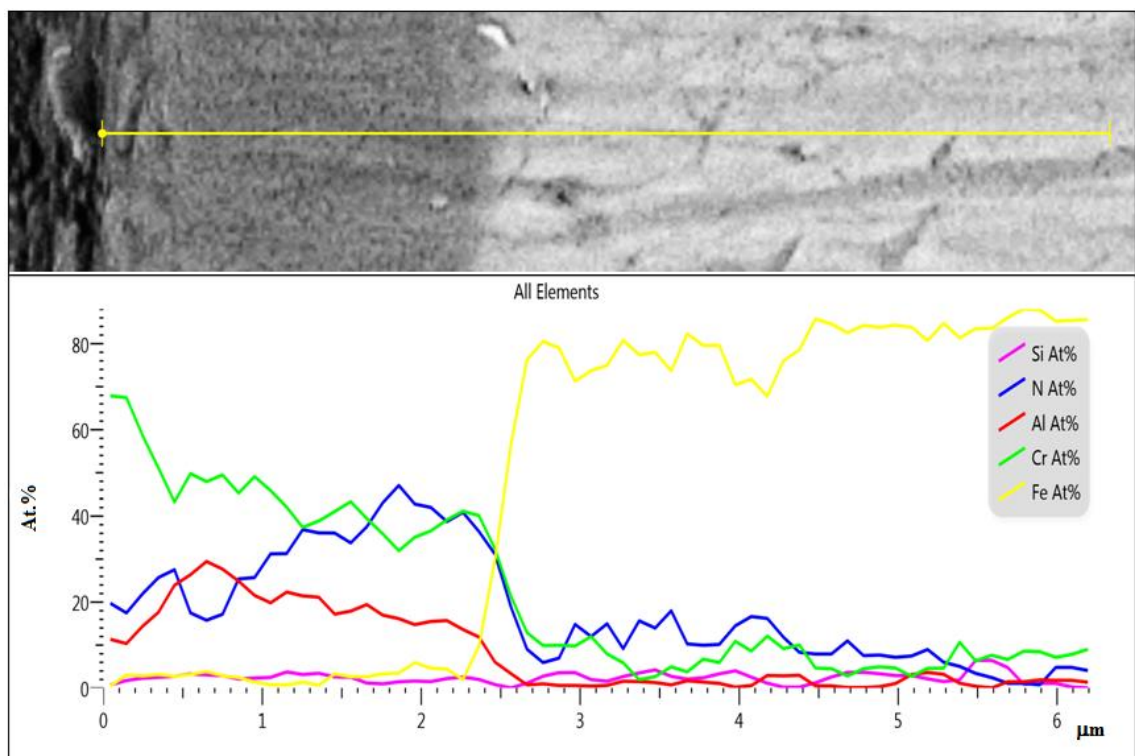
Obr. 35 Liniová analýza vrstvy SiN na vzorku v základním stavu

Na vzorku povlaku SiN je z jeho liniové analýzy (viz Obr. 35) patrný především značný nárůst křemíku v oblasti mezivrstvy. To je pravděpodobně spojeno se snahou docílit vysoké adheze vrstvy.



Obr. 36 Liniová analýza vrstvy SiC na vzorku v základním stavu

Povlaku SiC je charakteristický velmi vysokým obsahem uhlíku ve vrstvě a zároveň překvapivě jen malým procentem křemíku (viz Tab. 5).



Obr. 37 Liniová analýza vrstvou CrAlSiN na vzorku v základním stavu

### 3.4 Ověření chemické stability povrchu

Jelikož se jednalo o zkoušku, během níž budou vzorky vystaveny kontaktu s roztavenou slitinou hliníku, bylo nutné vyřešit jejich upevnění, které umožní snadnou manipulaci během celého procesu. Příprava vzorků tak spočívala ve vyfrézování díry Ø3 mm skrz vzorek, aby jej bylo možné upevnit na ocelový drát Ø 2 mm.

Takto připravené vzorky byly založeny do pece (viz Obr. 38) a zahřívány na teplotu 200°C, která měla za účel simulovat přehřev formy. V druhé peci byla mezitím do liciho kelímku natavena slitina hliníku EN-AC 44300 - EN AC-ALSi12 (Fe) a ohřívána až na teplotu 655°C. Po odstranění strusky byly vzorky máčeny po dobu 10 sekund pod hladinou této slitiny.



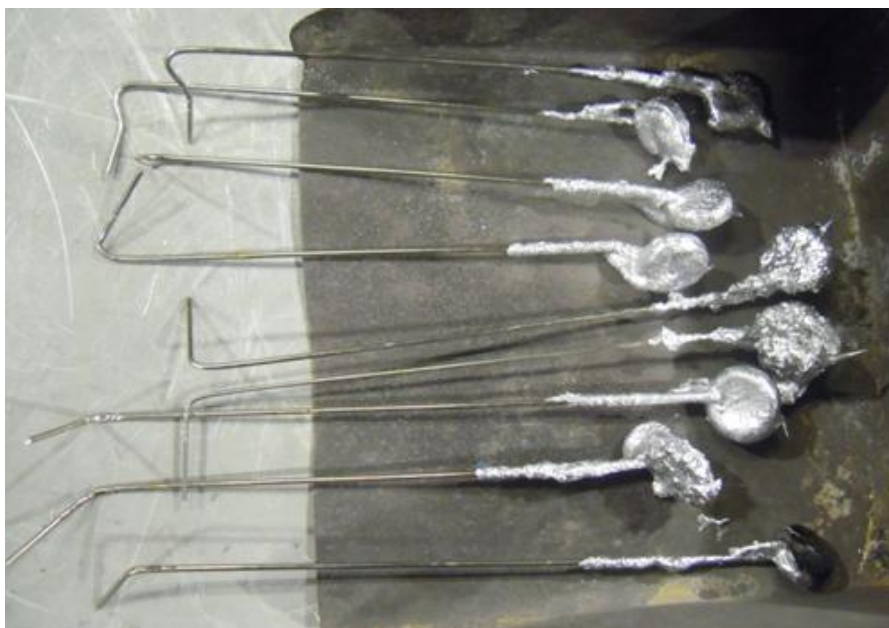
*Obr. 38 Laboratorní elektrická pec s regulátorem Classic clare 4.0*



*Obr. 39 Vzhled vzorků po prvním máčení.*

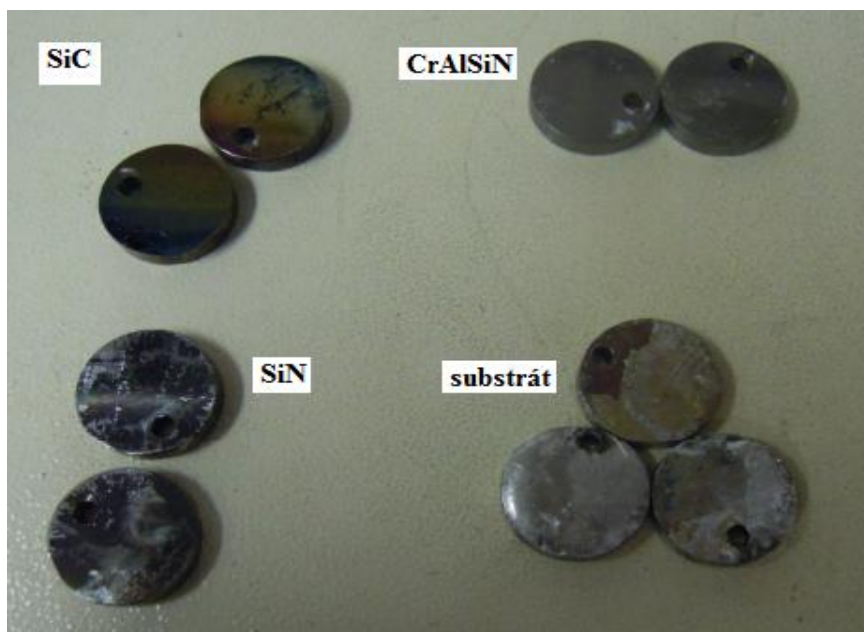
Po prvním máčení došlo k lehkému nabalení slitiny na samotný substrát. U povlaků však nedocházelo k výraznému hromadění natavené slitiny na povrchu, a tak se celý proces opakoval. Teprve při druhém ponoření vzorků, které trvalo opět 10 sekund, došlo k výraznější interakci slitiny a povlaku.





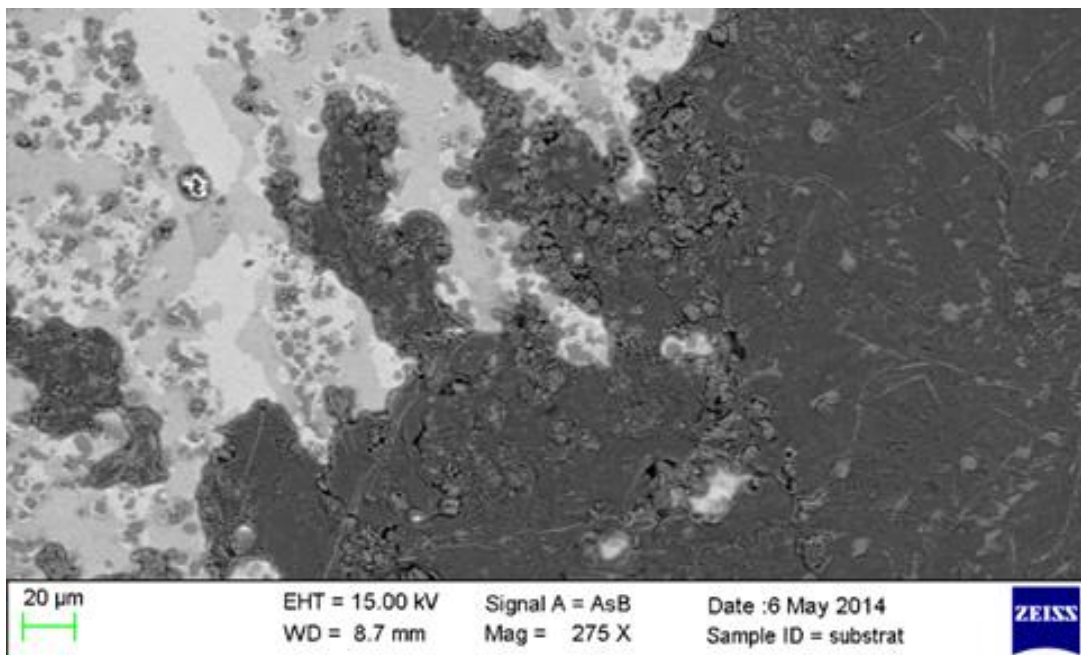
*Obr. 40 Množství slitiny ulpělé na vzorkách po druhém máčení*

Nabalené množství slitiny hliníku poté muselo být mechanicky odstraněno ze vzorků, aby mohla být následně provedena plošná mikroanalýza chemického složení (viz Příloha 1 – 4) a umožněno studium povrchové struktury (viz Příloha 5 – 8). Pro vyhodnocení chemického složení byla využita plošná mikroanalýza, která skenováním plochy stanovuje rozložení a koncentraci jednotlivých prvků ve zvolené oblasti.



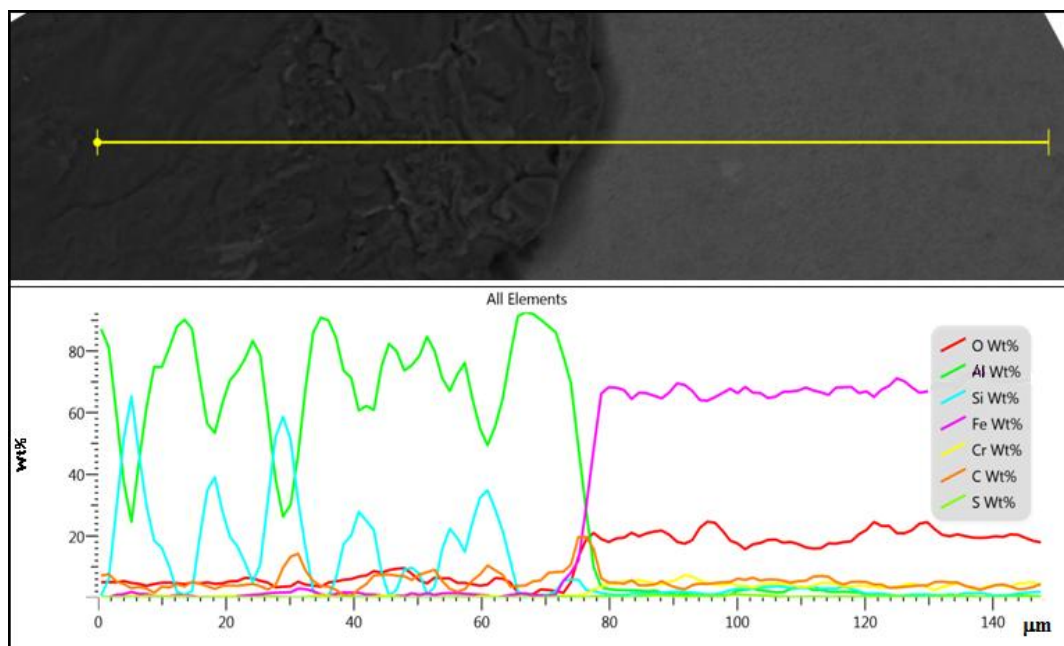
*Obr. 41 Vzhled vzorků po odstranění vrstvy slitiny hliníku vzniklé máčením*



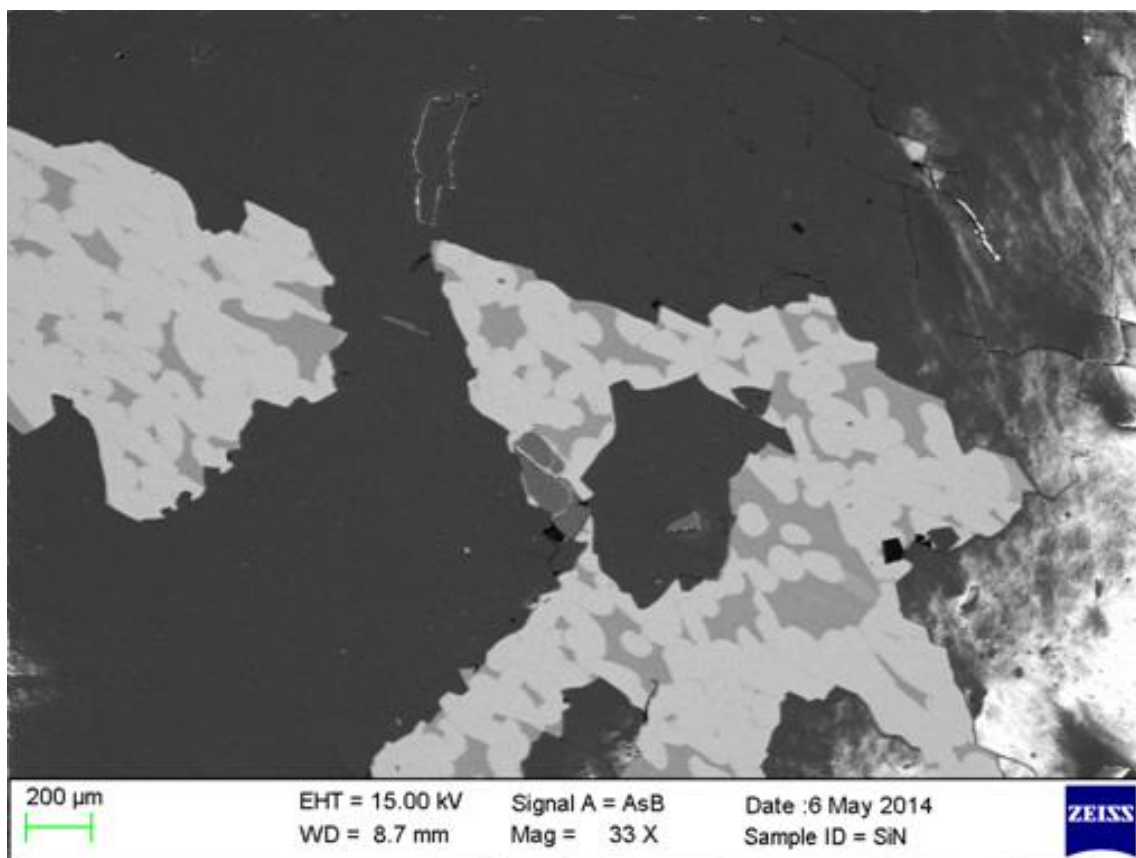


Obr. 42 Povrchová struktura substrátu po máčení v roztavené slitině hliníku

Po máčení na povrchu nepovlakovaného substrátu ulpívá značné množství testovací slitiny (viz Obr. 42). Ovšem v místech, kde se na nástrojové oceli slitina neuchytila, dochází k částečné oxidaci povrchu. Jelikož k výraznému nalepení siluminu na povrch vzorku došlo pouze v případě samotného substrátu, byla provedena liniová mikroanalýza pouze pro tento případ (viz Obr. 43).



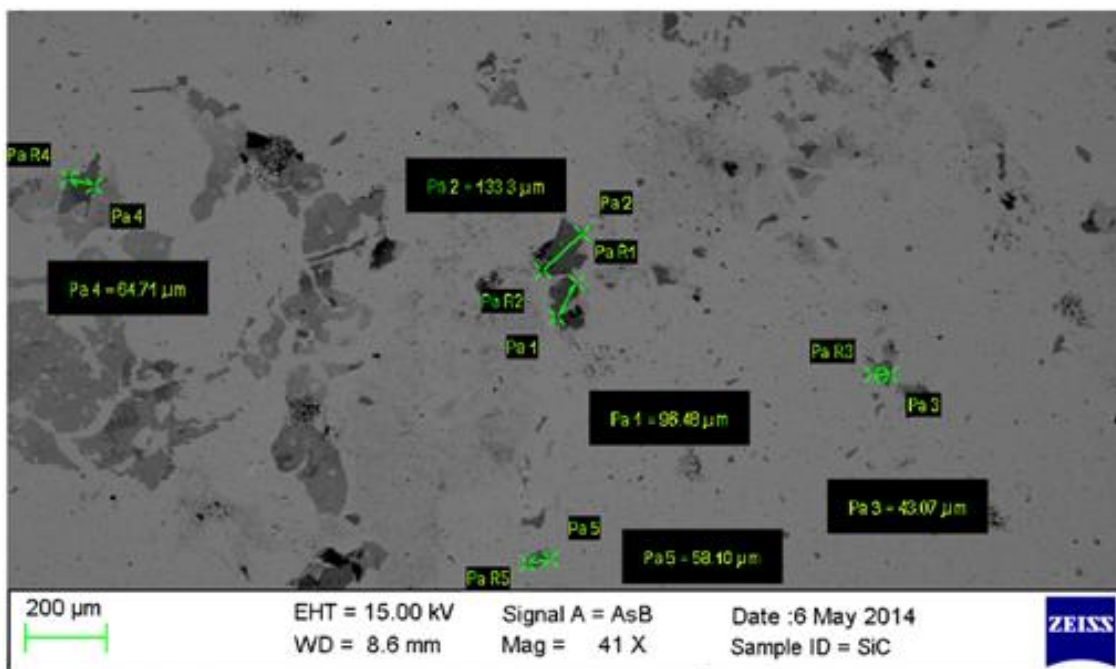
Obr. 43 Liniová mikroanalýza substrátu po máčení v roztavené slitině hliníku



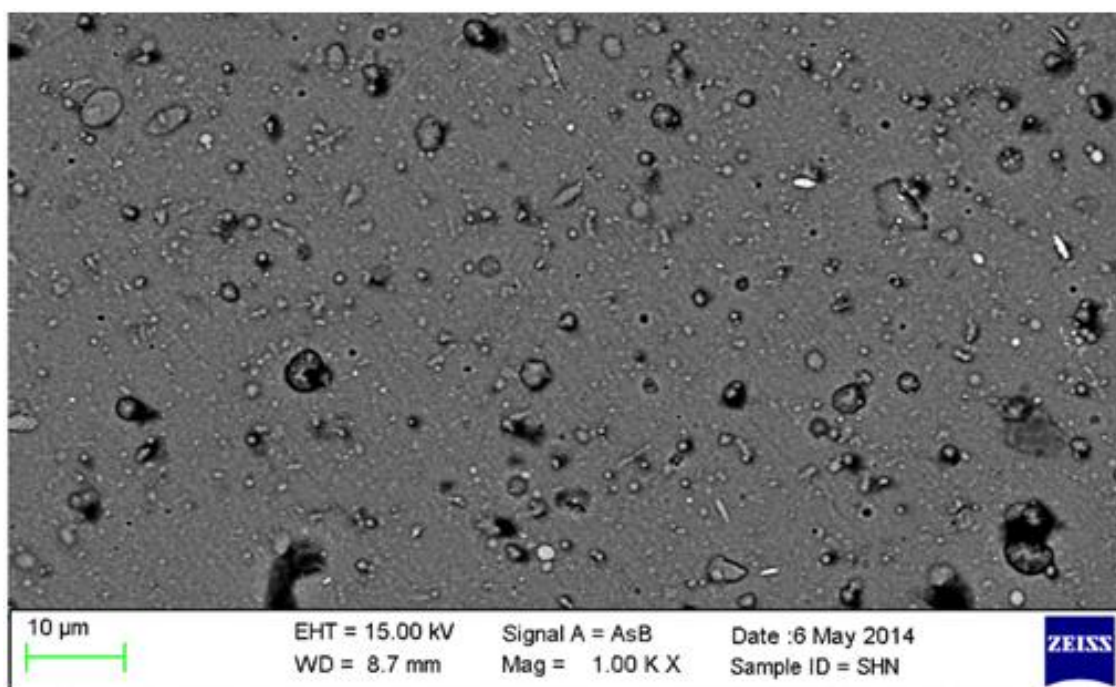
*Obr. 44 Povrchová struktura SiN po máčení v roztavené slitině hliníku*

Ačkoli vrstva SiN (viz Obr. 44) dokázala částečně odolávat, projevil se u ní známky porušení. Na povrchu povlaku probíhala mírná oxidace. Díky tendenci k praskání však došlo až k následnému odlupování vrstvy. Ta je pravděpodobně způsobena rozdílnou tepelnou roztažností povlaku a substrátu, čímž vzniká dostatečně velké vnitřní pnutí na porušení a dekohezi vrstvy. Porušení či odstranění povlaku mohlo být rovněž způsobeno během mechanického odstraňování slitiny hliníku ze vzorku.

Největším překvapením však byla tenká vrstva SiC, u které došlo k vymizení celého 7,3  $\mu\text{m}$  tlustého povlaku až na samotný substrát (viz Obr. 45). Na povrchu nástrojové oceli tak bylo možno zpozorovat pouze zbytky spalin na bázi prvků O, C a Si o velikosti max. 100  $\mu\text{m}$  (viz Příloha 3). Povlak byl charakteristický především svým vysokým obsahem uhlíku, který ovšem během zvýšené teploty procesu neměl v povlaku dostatek křemíku, na který by se dokázal vázat, a proto došlo po interakci s natavenou slitinou hliníku k jeho kompletnímu vymizení z povrchu vzorku.



Obr. 45 Povrchová struktura SiC po máčení v roztavené slitině hliníku



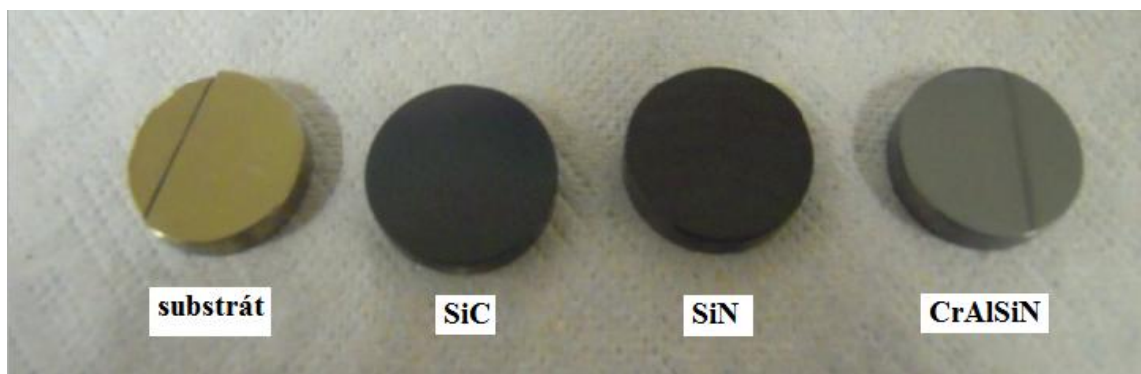
Obr. 46 Povrchová struktura CrAlSiN po máčení v roztavené slitině hliníku

Oproti tomu tenká vrstva CrAlSiN (viz Obr. 46) dokázala odolat procesu máčení bez znatelného porušení. Jedná se o kompaktní vrstvu, která je stabilní, nevykazuje tendence k praskání a ani známky oxidace. Rozložení prvků v celém povlaku tak zůstává i nadále rovnoměrné (viz Příloha 4).

### 3.5 Teplotní stabilita

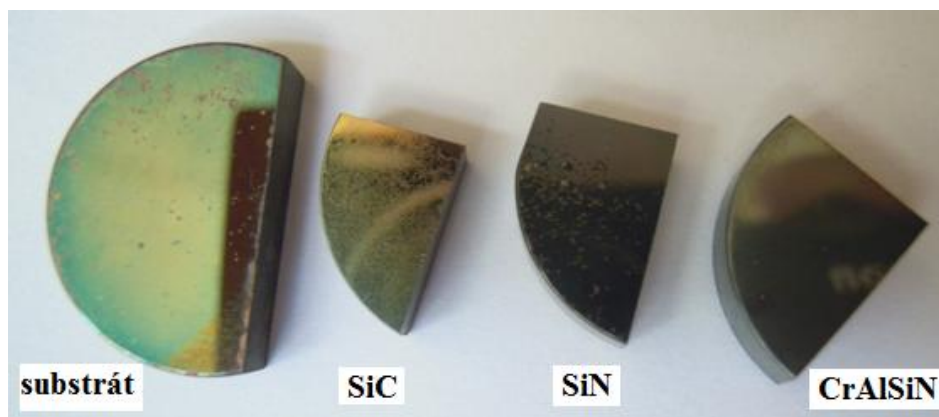
Pro porovnání chování vzorků během testování teplotní stability, byly zvoleny stejné hodnoty teplot jako při procesu, kdy docházelo k interakci povlaku se siluminem. Hodnocení teplotní odolnosti bylo provedeno v laboratorní peci MP4 s programovatelným regulátorem Ht Ceramic.

Vzorky byly nejprve vloženy do pece a poté postupně zahřívány až na teplotu 200°C. Výdrž na této teplotě pak probíhala po dobu 40 minut. Poté došlo k ochlazení v peci až na pokojovou teplotu.



*Obr. 47 Vzorky po vystavení teplotě 200°C*

Velmi podobným způsobem se postupovalo i v následujícím případě. Ty samé vzorky byly vloženy do nepřehřáté pece a po dobu 45 minut ohřívány až na teplotu 650°C. Na té pak probíhala po dobu 20 minut výdrž, kterou následovalo ochlazení v peci až na pokojovou teplotu, které bylo dosaženo po 3 hodinách.



*Obr. 48 Vzorky po vystavení teplotě 650°C*



Tabulka 8 Chemické složení povrchu substrátu

Prvky	C	O	Si	V	Cr	Mn	Fe	Mo	Celkem
substrát v zákl. stavu	23,2%	0,4%	1,9%	0,3%	4,3%	0,3%	69,1%	0,5%	100,0%
substrát po 200°C	24,6%	3,2%	1,8%	0,3%	4,1%	0,3%	65,2%	0,5%	100,0%
substrát po 650°C	17,6%	15,6%	1,7%	0,3%	3,9%	0,3%	60,1%	0,5%	100,0%

Tabulka 9 Chemické složení povrchu vrstvy SiN

Prvky	N	O	Si	Cr	Fe	Ni	Celkem
SiN v zákl. stavu	40,1%	22,9%	35,3%	0,3%	1,3%	0,1%	100,0%
SiN po 200°C	33,5%	31,8%	33,1%	0,3%	1,2%	0,1%	100,0%
SiN po 650°C	30,3%	34,9%	33,2%	0,3%	1,2%	0,1%	100,0%

Tabulka 10 Chemické složení povrchu vrstvy SiC.

Prvky	C	O	Si	Fe	V	Cr	Mn	Mo	Celkem
SiC v zákl. stavu	92,2%	7,1%	0,6%	0,1%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	100,0%
SiC po 200°C	87,6%	10,9%	1,4%	0,1%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	100,0%
SiC po 650°C	4,1%	42,2%	21,0%	29,9%	0,2%	2,1%	0,2%	0,3%	100,0%

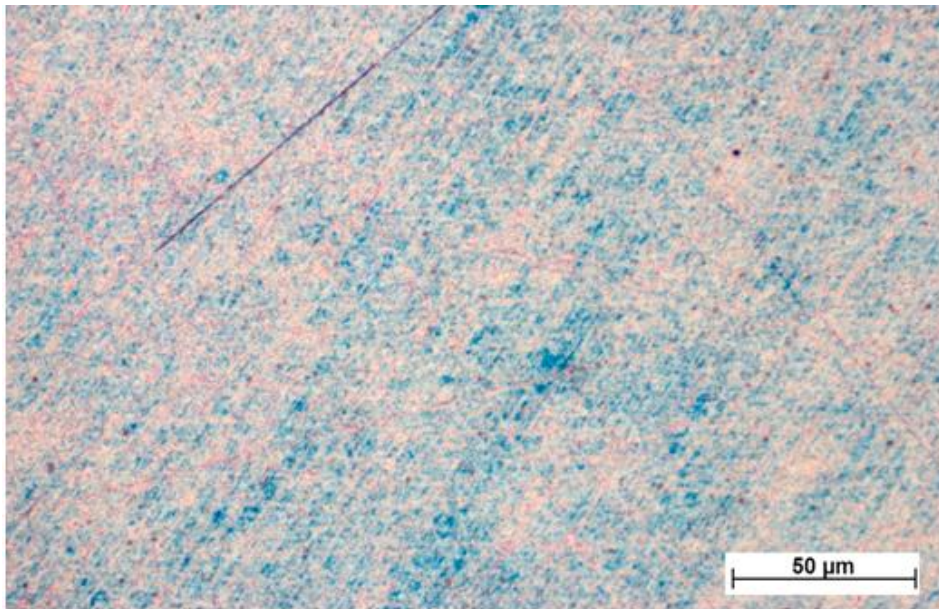
Tabulka 11 Chemické složení povrchu vrstvy CrAlSiN

Prvky	N	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Celkem
CrAlSiN v zákl. stavu	52,0%	1,5%	0,2%	19,7%	2,4%	23,9%	0,3%	100,0%
CrAlSiN po 200°C	48,9%	3,4%	0,2%	19,6%	2,4%	25,2%	0,3%	100,0%
CrAlSiN po 650°C	50,3%	2,6%	0,2%	19,4%	2,4%	24,8%	0,3%	100,0%

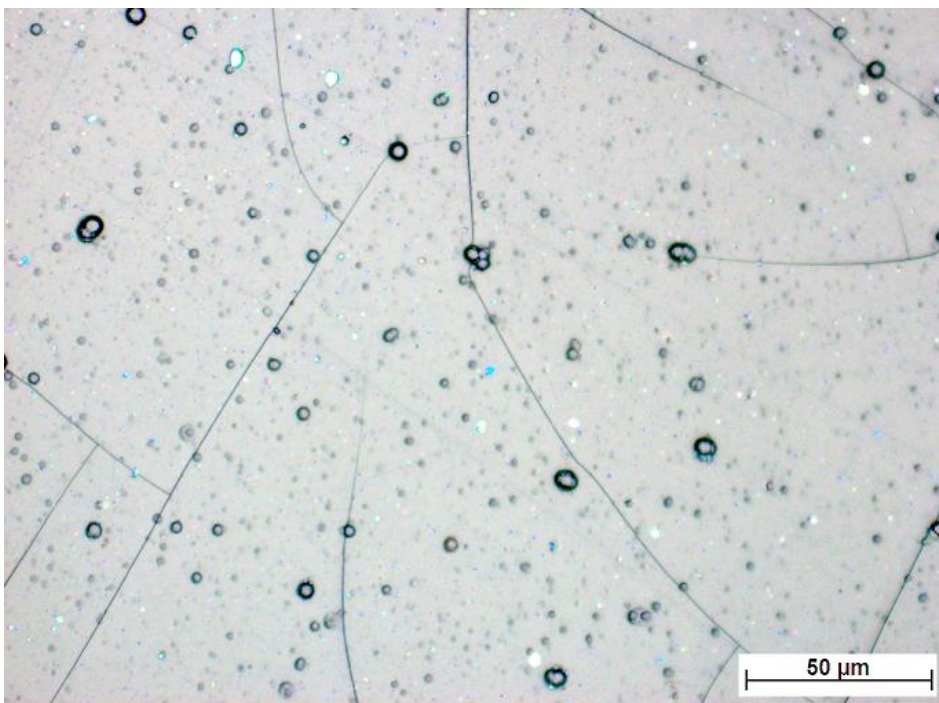
U substrátu a vrstev SiC a CrAlSiN dochází při zahřátí vzorku na teplotu 200°C pouze k nepatrné oxidaci. Oproti tomu tenká vrstva SiN je mnohem více reaktivní, než samotná nástrojová ocel. Snímky povrchových struktur po vystavení teplotě 200°C jsou k dispozici v přílohách 9 – 12. Po vystavení vzorků teplotě 650°C bylo dosaženo obdobných výsledků, jako u procesu máčení v siluminu. Povrch substrátu částečně oxiduje, zatímco vrstva CrAlSiN vykazuje oxidaci pouze nepatrnou. Povlak SiN má sklony ke značné oxidaci a rovněž u něj došlo díky rozdílné tepelné roztažnosti povlaku a substrátu k popraskání vrstvy, jako v případě vystavení do kontaktu s roztavenou

slitinou hliníku. Pro vrstvu SiC je z chemického složení (viz Tab. 5) jasně patrný extrémní úbytek uhlíku, který opět vypovídá o vymizení tohoto povlaku z povrchu.

**Snímky povrchových struktur po 650°C:**

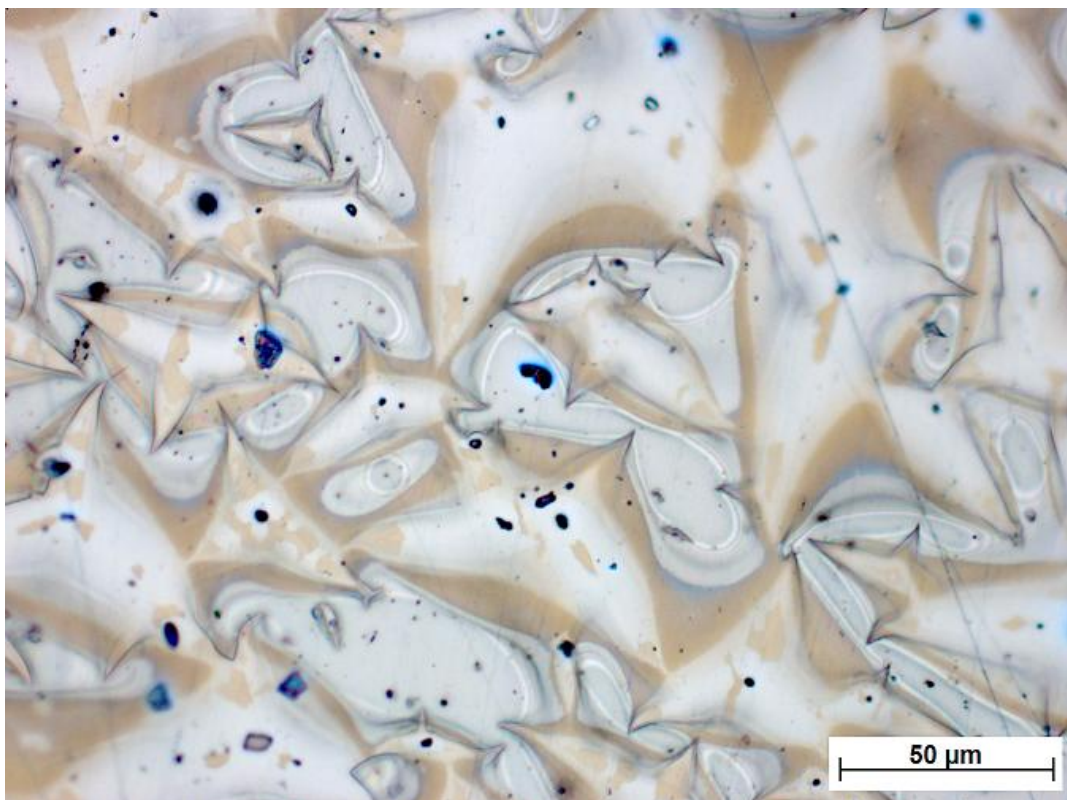


*Obr. 49 Povrchová struktura substrátu po 650°C při zvětšení 500x*

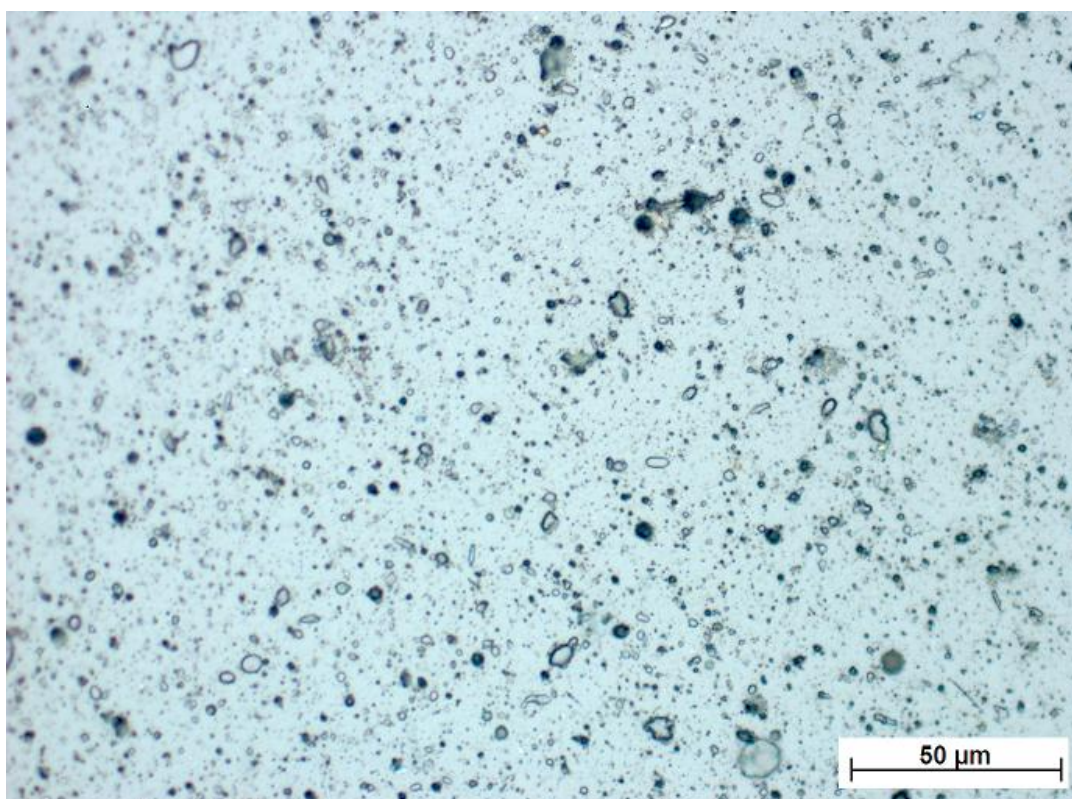


*Obr. 50 Povrchová struktura vrstvy SiN po 650°C při zvětšení 500x*





*Obr. 51 Povrchová struktura vrstvy SiC po 650°C při zvětšení 500x*



*Obr. 52 Povrchová struktura vrstvy CrAlSiN po 650°C při zvětšení 500x*

### 3.6 Měření nanotvrdosti

Při měření dochází zatěžujícím nanoindentorem k vyvolání lokální plastické deformace při velmi nízkých zatíženích (0,1 - 10g). Po odlehčení pak zůstává vtisk, který se následně vyhodnocuje. Pro měření byl použit identor typu Berkovich, jímž je diamantový pravidelný trojboký jehlan. Hodnocení tenkých vrstev probíhalo na nanotvrdoměru CSM (viz Obr. 53), který pro nanomodul umožňuje měřit tvrdost při maximálním zatížení až 500 mN. Pomocí měřicího zařízení CSM lze dále určit Youngův modul a stanovit hloubku vtisku indentoru během zatěžování i odlehčování.



Obr. 53 Mikro a nanotvrdoměr CSM

Každý vzorek byl proměřen identorem pomocí dvanácti vpichů, u nichž pak došlo k statistickému vyhodnocení. Měření hloubky vtisku bylo realizováno vždy na 10% maximální tloušťky jednotlivých vrstev, které jsou uvedeny (viz Tab. 7).

Tabulka 12 Přehled naměřených veličin vzorku substrátu

Substrát:	základní stav	po 200°C	po 650°C
Nanotvrdost [HV]	698 ± 21	687 ± 20	662 ± 30
Youngův modul [GPa]	222 ± 3	249 ± 3	231 ± 6
Hloubka vtisku [nm]	1912 ± 24	1905 ± 23	1948 ± 35
Míra zatížení [mN]	502 ± 1	502 ± 1	502 ± 1



Tabulka 13 Přehled naměřených veličin vrstvy SiC

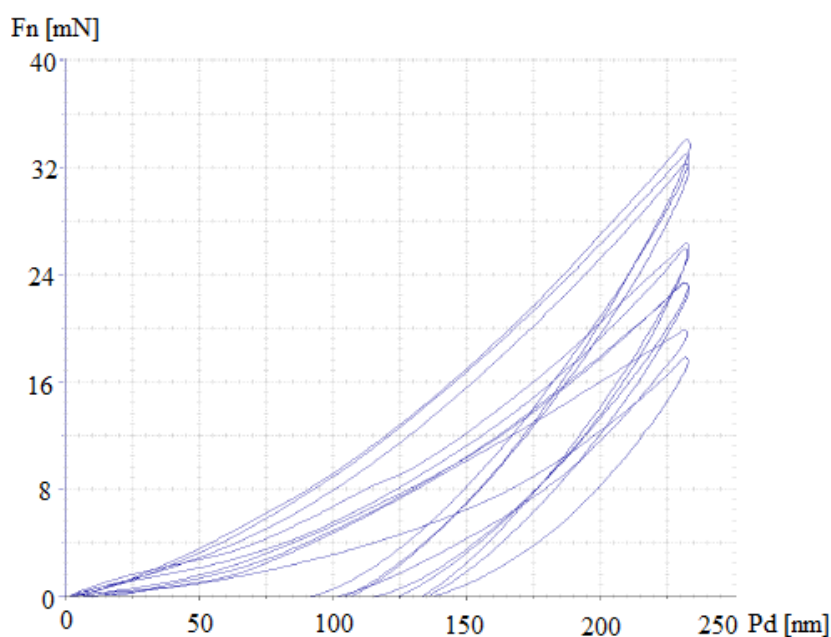
SiC:	základní stav	po 200°C	po 650°C
Nanotvrdost [HV]	620 ± 73	521 ± 34	712 ± 193
Youngův modul [GPa]	42 ± 3	35 ± 1	257 ± 81
Hloubka vtisku [nm]	701 ± 0	701 ± 0	701 ± 1
Míra zatížení [mN]	37 ± 3	31 ± 1	73 ± 19

Tabulka 14 Přehled naměřených veličin vrstvy SiN

SiN:	základní stav	po 200°C	po 650°C
Nanotvrdost [HV]	905 ± 141	1005 ± 90	1095 ± 175
Youngův modul [GPa]	113 ± 12	121 ± 9	101 ± 38
Hloubka vtisku [nm]	401 ± 1	401 ± 1	401 ± 1
Míra zatížení [mN]	24 ± 3	27 ± 2	25 ± 7

Tabulka 15 Přehled naměřených veličin vrstvy CrAlSiN

CrAlSiN:	základní stav	po 200°C	po 650°C
Nanotvrdost [HV]	2973 ± 882	2967 ± 847	3326 ± 1027
Youngův modul [GPa]	360 ± 64	372 ± 80	441 ± 180
Hloubka vtisku [nm]	231 ± 1	231 ± 1	231 ± 1
Míra zatížení [mN]	25 ± 5	26 ± 5	29 ± 7



Graf 1 Závislost míry zatížení na hloubce vtisku vrstvy CrAlSiN po 200°C

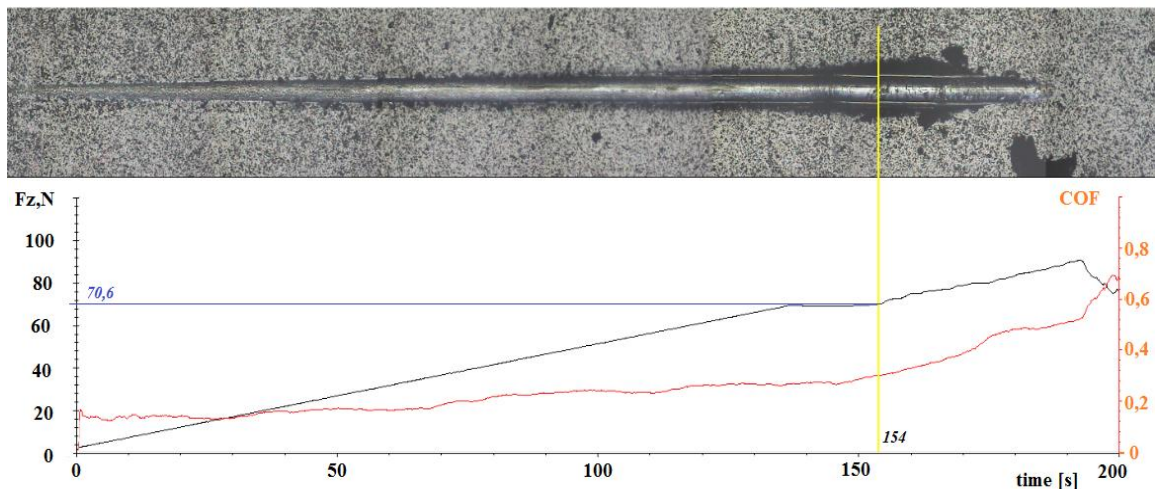
### 3.7 Testování adheze vrstvy

Pro stanovení adheze vrstvy bylo využito metody zvané Scratch test. Tato vrypová zkouška byla realizována pomocí přístroje Bruker (viz Obr. 54), kdy zkušebním tělískem je Rockwellův kužel, který je zatěžován lineárně rostoucí silou, kolmou vůči rovnoměrně se pohybujícímu vzorku.



Obr. 54 CETR UMI Multi-Specimen Test System - Scratch Tester, Bruker

K vyhodnocení bylo využito skenovacího elektronového mikroskopu, díky němuž lze stanovit kritickou hodnotu pro odtržení vrstvy. Míra kritického zatížení tak definuje výslednou adhezi povlaku (viz Graf 2).



Graf 2 Průběh koeficientu tření vrstvy CrAlSiN a zatěžující síly v závislosti a na čase

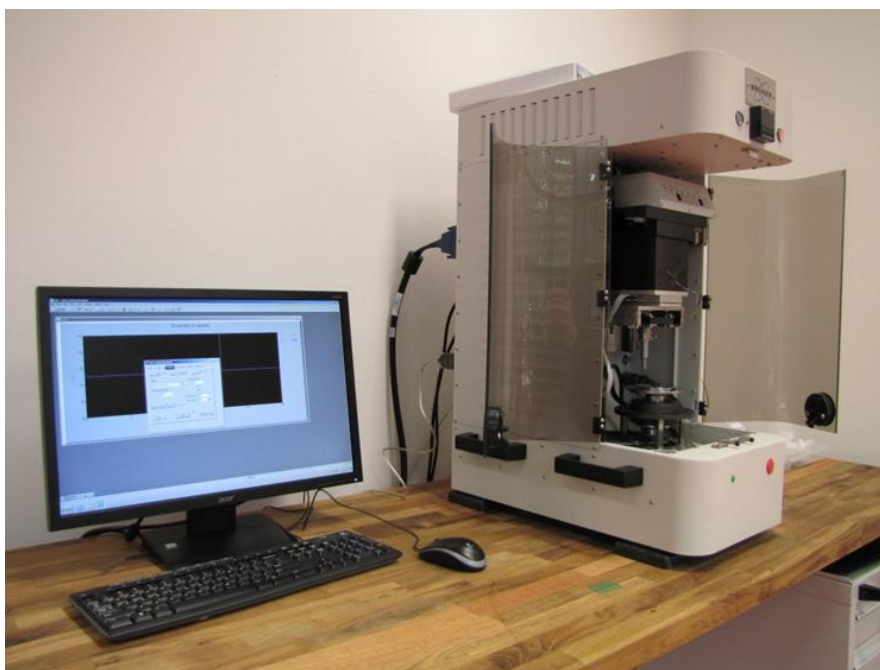
Na každém z druhů povlaků byly provedeny tři měření, na jejichž základě byla dopočítána výsledná adheze vrstvy (viz Tab. 12).

Tab. 12 Výsledné hodnoty adheze vrstev

Vzorek	CrAlSiN	SiC	SiN
výsledná adheze	69,4 N	33,5 N	39,2 N

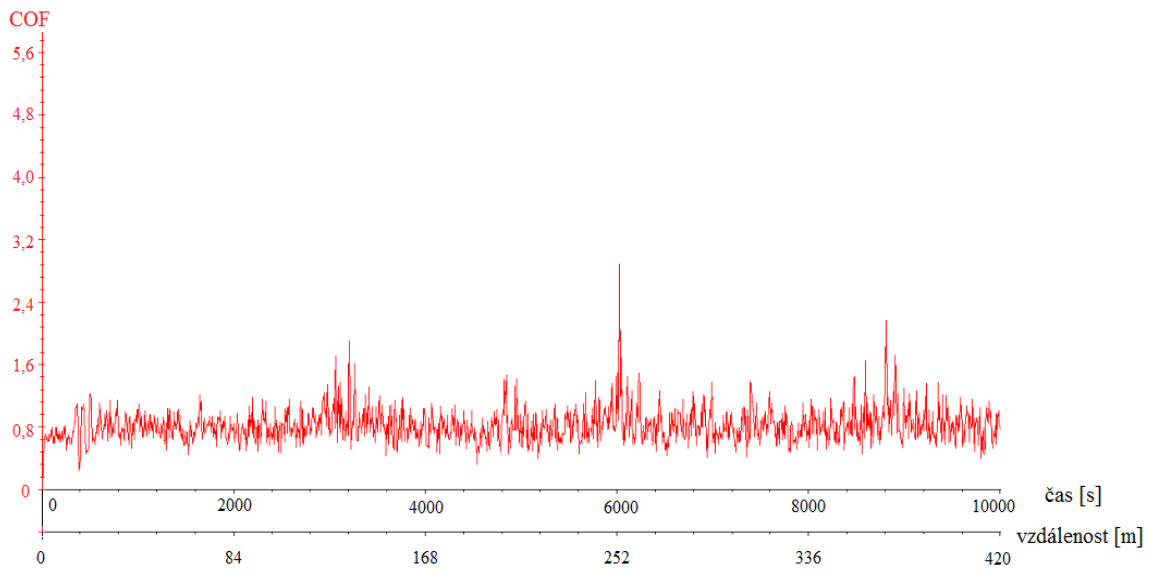
### 3.8 Tribologická analýza povlaků

Měření třecích vlastností probíhalo pomocí metody Ball-on-disk na přístroji Bruker (viz Obr. 55). Pro pin bylo využito kuličky z  $\text{Si}_3\text{N}_4$  vtačované zatížením 6N do zkoušeného vzorku. Ten se otáčel rychlostí 40 otáček/min. Měřeními byly stanoveny průběhy koeficientu tření v závislosti na době experimentu, který probíhal  $10^4$  sekund a pin na měřeném vzorku za tu dobu urazil vzdálenost 420 metrů.

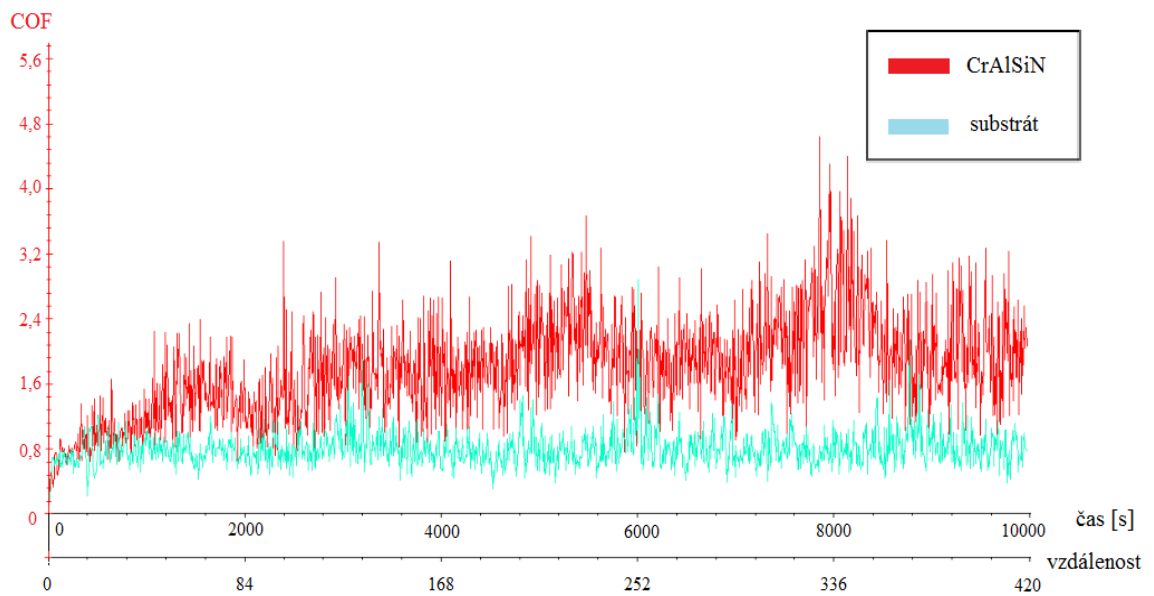


Obr. 55 CETR UMI Multi-Specimen Test System, Bruker

Průměrná hodnota koeficientu samotného substrátu činí 0,82. Pro testovanou vrstvu CrAlSiN byla tato hodnota 1,8. Průběhy velikosti koeficientu tření v závislosti na čase jsou uvedeny pro substrát (viz Graf 3) a porovnání CrAlSiN se substrátem (viz Graf 4).



*Graf 3 Velikost koeficientu tření substrátu v závislosti na době experimentu a uražené vzdálenosti*



*Graf 4 Porovnání koeficientu tření substrátu a vrstvy CrAlSiN v závislosti na době experimentu a uražené vzdálenosti*

## 4 Diskuse a shrnutí výsledků

Ve své teoretické části se tato práce zabývá druhy technologií lití do slévárenských forem, kvalitou a možnostmi přípravy povrchu, seznámením se s používanými druhy povlaků a širokými možnostmi depozice tenkých vrstev. Do této části rovněž zapadá volba vhodného materiálu pro slévárenské formy na tlakové lití hliníku a zároveň volba deponovaných povlaku. V experimentální části dochází ke zkoušení zvolených povlaků z hlediska chemické a tepelné stálosti, nanotvrdosti, velikosti adheze a ořezuvzdornosti vrstev. Rovněž také dochází ke sledování povrchové struktury a stanovení chemického složení.

Na vzorky substrátu byly deponovány tři různé povlaky, které měly za účel zaručit vysokoteplotní odolnost, chemickou stálost a ořezuvzdornost. Pro experiment byly vybrány povlaky SiC, SiN a CrAlSiN a pro substrát zvolena nástrojová ocel normy ČSN 19552. V praktické části diplomové práce byly tyto tenké vrstvy vyhodnocovány a vzájemně porovnávány.

Během testování chemické stability povrchu vrstev byly vzorky předehřívány na teplotu 200°C a poté máčeny do roztavené slitiny hliníku o teplotě 655°C. Po prvním procesu máčení došlo k viditelnému přilnutí slitiny pouze na povrchu samotného substrátu. Na vzorcích všech třech povlaků se slitina neusazovala. Po druhém desetivteřinovém máčení už nastalo obalení vzorků slitinou a tak po odstranění byly vzorky zkoumány pomocí skenovacího elektronového mikroskopu. Z plošné mikroanalýzy je patrné, že na substrátu dochází k přilnutí slitiny Al a v místech, kde tomu tak není, nastává značná oxidace, především s Fe.

Tenká vrstva SiN projevila viditelné sklony k praskání a odlupování. V místech, kde však zůstal povlak zachován, začalo na jejím povrchu docházet k mírné oxidaci. Po máčení vzorku s povlakem SiC naznačuje rostoucí obsah železa a křemíku, že se na vzorku jedná už jen o podkladový materiál. Došlo tudíž k vymizení celé vrstvy C, až na samotný povrch substrátu, na němž jsou patrné pouze malé zbytky C v podobě spalin. Především právě v těchto místech je zvýšená koncentrace kyslíku. Povlak CrAlSiN projevuje po tomto procesu pouze minimální sklony k oxidaci a jeho rozložení prvku v povlaku se jeví být rovnoměrným.

Hodnocení tepelné stability probíhalo během teplot, které byly voleny záměrně tak, aby byly srovnatelné s procesem máčení. Při 200°C dochází u vzorků SiN k větší oxidaci než u samotného substrátu. Ostatní povlaky zatím téměř neoxidují. Při vystavení teplotě 650°C se projevují největší sklony k oxidaci u vrstvy SiC. Samotný substrát i povlak SiN dosahují srovnatelné oxidace. U SiN díky rozdílné tepelné roztažnosti povlaku a substrátu opět nastává popraskání vrstvy. Nejlepší teplotní odolnost prokazuje vrstva CrAlSiN. Ta odolává zvýšené teplotě a nevykazuje znatelnější známky oxidace.

Díky skenovacímu elektronovému mikroskopu byla provedena lineární analýza vrstvou a naměřena její tloušťka. Nejsilnější vrstvou byla SiC se 7,3  $\mu\text{m}$ . Tento povlak obsahoval v základním stavu 92,2 % C a pouze 0,6 % Si a proto při tepelné zátěži došlo ke ztrátě povlaku, který zreagoval v okolní atmosféře. U povlaku SiN byla naměřena tloušťka 4,2  $\mu\text{m}$ . Z liniové analýzy je pro SiN vidět na přechodu v prostoru mezivrstvy, že v ní dochází k poklesu obsahu N a O na hodnoty srovnatelné se substrátem, avšak přítomnost Si se v mezivrstvě rapidně zvyšuje až k hodnotě 80 %.

Nejtenčím povlakem je CrAlSiN se 2,3  $\mu\text{m}$ , pro který je charakteristický vyšší obsah Cr. U substrátu došlo pouze k mírnému poklesu tvrdosti jak po ohřevu na 200°C tak na 650°C (Tab. 13). Vrstva SiC vykazovala nižší tvrdost než samotný substrát a s následným ohřevem docházelo i nadále k dalším ztrátám tvrdosti. Díky absenci povrchové vrstvy souvisí vyšší hodnota získaná po 650°C spíše s měřením lehce popouštěného základního materiálu. U povlaku SiN docházelo s vyšší teplotou k nárůstu hodnoty tvrdosti. Stejně tak CrAlSiN, který projevil jednoznačně nejvyšší hodnoty tvrdosti ze zkoušených povlaků, dosáhl nejlepších hodnot tvrdosti po teplotě 650°C. Fakt poukazující na lepší hodnoty při takto vysoké teplotě zřejmě souvisí s tím, že se projevil nárůst díky sekundární tvrdosti.

*Tabulka 13 Shrnutí nanotvrdosti všech vzorků*

Nanotvrdost [HV]	základní stav	po 200°C	po 650°C
Substrát	698 $\pm$ 21	687 $\pm$ 20	662 $\pm$ 30
SiC	620 $\pm$ 73	521 $\pm$ 34	712 $\pm$ 193
SiN	905 $\pm$ 141	1005 $\pm$ 90	1095 $\pm$ 175
CrAlSiN	2973 $\pm$ 882	2967 $\pm$ 847	3326 $\pm$ 1027

Scratch testem byla stanovena adheze vrstev v základním stavu vzorku. Povlak SiC dosáhl poměrně dobré adheze vrstvy o hodnotě 33,5 N a vzorky SiN prokazovaly dokonce ještě lehce vyšší adhezi vrstvy 39,2 N. Jednoznačně nejvyšší adhezi má ovšem vrstva CrAlSiN, která dosáhla velmi vysoké hodnoty 69,4 N.

Metodou ball-on-disk byly stanoveny průběhy koeficientu tření substrátu a vrstvy CrAlSiN v závislosti na čase. Průměrná hodnota koeficientu tření substrátu je 0,82. Pro vrstvu CrAlSiN byla tato hodnota koeficientu tření znatelně vyšší 1,8.

## 5 Závěr

Hlavní cíle diplomové práce:

1. V rešeršní části diplomové práce bylo provedeno seznámení se s problematikou modifikací povrchu pomocí plazmových metod.
2. Byl zvolen materiál substrátu a navrženy tři druhy tenkých vrstev, které mají za úkol zvýšit vysokoteplotní a chemickou stabilitu a ošeruvzdornost povrchu forem na tlakové lití hliníku.
3. V praktické části diplomové práce byly navrženy tenké vrstvy, experimentálně vyhodnoceny a bylo provedeno ověření vlastností jednotlivých povlaků.
4. Naměřené výsledky z experimentální části práce byly diskutovány, vzájemně porovnány a na jejich základě byly konstatovány závěry.
5. Vrstvy SiC a SiN během testování neprokázaly dostatečně kvalitní vlastnosti. Oproti tomu tenká vrstva CrAlSiN obstála během všech měření a jeví se jako vhodná pro aplikaci na slévárenské formy pro tlakové lití. Jde o kompaktní vrstvu, která je vysoce teplotně i chemicky stabilní a nevykazuje tendence k praskání ani k oxidaci. Rozložení prvků ve vrstvě je velmi rovnoměrné.



## **Poděkování**

Poděkování projektu v rámci kterého byla realizována diplomová práce:

Výsledky tohoto projektu LO1201 byly získány za finančního přispění Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy v rámci účelové podpory programu "Národní program udržitelnosti I" a projektu OP VaVpI Centrum pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace CZ.1.05/2.1.00/01.0005.

## Použitá literatura:

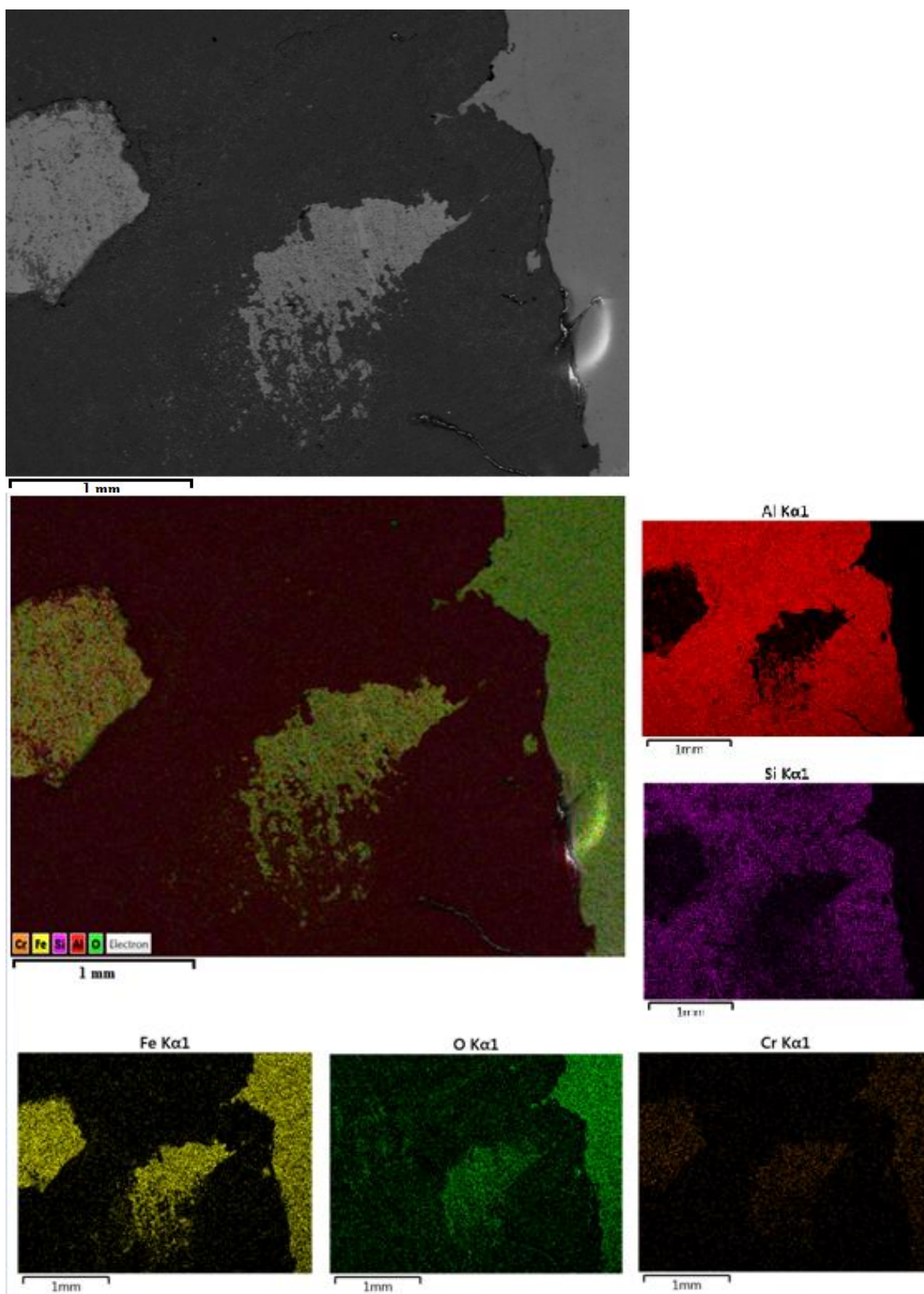
- [1] SILESIA-TECH s.r.o., *Tlakové a názkotlaké lití*, Opava, 2013  
Dostupné na internetu: <http://www.silesia-tech.cz/tlakove-liti> [2014-21-04]
- [2] HAVEL, J.: *Tlakové lití odlitků z Al slitin pro automobilový průmysl*, VUT Brno, 2010, Dostupné na internetu: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/17173/BPHavel.pdf?sequence=1> [2014-21-04]
- [3] HS MOULD COMPANY, *Die casting dies*, Dostupné na internetu: [http://hsmolds.com/product.asp?id\\_code=00020002](http://hsmolds.com/product.asp?id_code=00020002) [2014-21-04]
- [4] *Výroba odlitků ze slitin hliníku*, (podklady pro předmět: Metalurgická výroba), katedra strojírenské technologie, Liberec, Dostupné na internetu: [http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/MV-cv\\_3.pdf](http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/MV-cv_3.pdf) [2014-23-04]
- [5] CHEM-TREND, *Lubricant Solutions for the Unique Challenges of Squeeze Casting*, Dostupné na internetu: [http://www.chemtrend.com/process/squeeze\\_casting](http://www.chemtrend.com/process/squeeze_casting) [2014-23-04]
- [6] ALUMINIUMINDUSTRY.ORG, *Casting: Squeeze-casting*, Dostupné na internetu: <http://www.aluminiumindustry.org/en/casting-squeeze-casting.html> [2014-26-04]
- [7] HERMAN A.: *Squeeze casting*, ČVUT Praha, 2003, Dostupné na internetu: [http://www.metal2014.com/files/proceedings/metal\\_03/papers/38.pdf](http://www.metal2014.com/files/proceedings/metal_03/papers/38.pdf) [2014-27-04]
- [8] NOVÁ I., MACHUTA J.: *Speciální technologie*, TU v Liberci, 2013 Dostupné na internetu: [http://www.techno-mat.cz/data/katedry/ksp/KSP\\_SPT\\_PR\\_04\\_CZE\\_Nova\\_Machuta\\_Progresivni\\_slevarenske\\_technologie.pdf](http://www.techno-mat.cz/data/katedry/ksp/KSP_SPT_PR_04_CZE_Nova_Machuta_Progresivni_slevarenske_technologie.pdf) [2014-05-03]
- [9] TŮMA, M.: *Porovnání ocelí na formy pro tlakové lití hliníku s využitím zkoušek vrubové houževnatosti. [Bakalářská práce]*, TU v Liberci, 2011
- [10] FREMUNT, P., KREJČÍK, J., PODRÁBSKÝ, T.: *Nástrojové oceli*, Brno, 1994

- [11] PRECIZ s.r.o., *Převodník materiálů*, 2012 Dostupné na:  
<http://www.preciz.cz/sluzby-hlavni/material-normal/1.2343> [2014-05-09]
- [12] FAMFULÍK J.; MÍKOVÁ J.; KRYŽANEK R.: *Opotřebení strojních soustav a vznik poruch*, VŠB Ostrava, 2007  
Dostupné na internetu:  
<http://www.elearn.vsb.cz/archivcd/FS/TU/TU/4kapitola.pdf> [2013-12-23]
- [13] HOUDKOVÁ ŠIMŮNKOVÁ, Š.; ENŽL, R.; BLÁHOVÁ, O.:  
*Interakce povrchu s okolím*,  
Dostupné na internetu: <http://www.kmm.zcu.cz/CD/content/2.html> [2013-12-23]
- [14] POŠTA J.: *Opotřebení*, ČZU Praha, 2000,  
Dostupné na internetu: <http://www.gsxr.wz.cz/opotreb.htm> [2013-12-23]
- [15] SUCHÁNEK, J.: *Vibrační opotřebení*, 2008,  
Dostupné na internetu:  
<http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-22011/vibracni-opotrebeni-.html>  
[2013-12-24]
- [16] *Opotřebení únavové*, Dostupné na internetu:  
[http://degradace.tf.czu.cz/AP/page\\_01.htm](http://degradace.tf.czu.cz/AP/page_01.htm) [2013-12-25]
- [17] *Opotřebení kavitační*, Dostupné na internetu:  
[http://degradace.tf.czu.cz/AK/page\\_02.htm](http://degradace.tf.czu.cz/AK/page_02.htm) [2013-12-26]
- [18] HAMERNÍK, J.: České Budějovice, 2008, *Koroze a ochrana před korozi*,  
Dostupné na internetu: <http://jhamernik.sweb.cz/Koroze.htm> [2013-12-27]
- [19] PILOUS, V.: *Technologie kovových materiálů*, ZČU Plzeň 2008
- [20] BARTONÍČEK, R.: *Koroze a protikorozi ochrana kovů*, Praha 1966
- [21] KRAUS, V.: *Povrchy a jejich úpravy*, ZCU v Plzni 2000.
- [22] HOLUBÁŘ, P., ŠÍMA, M., ZINDULKA, O. *Technologie úprav nástrojů před a po povlakování*, *MM - Průmyslové spektrum*. 9/2005. s. 70-72. ISSN 1212-2572.
- [23] BROLLE v.o.s., *Technologie - sled operací*,  
Dostupné na internetu: <http://www.brolle.cz/technologie.html> [2013-12-15]

- [24] ČERMÁK P.: *Průmyslové odmašťování kovů*, Nová Paka, 2010  
Dostupné na internetu: <http://www.praskova-lakovna.com/odmasteni-kovu>  
[2013-12-18]
- [25] HÁJEK J.: *Moření kovů*, Plzeň, 2008,  
Dostupné na internetu: <http://www.galvanovna.cz/moreni-kovu.html>  
[2013-12-20]
- [26] PODANÝ, P., KŘÍŽ, A.: *Predeposition process of thin layers*, Plzeň, 2006,  
Dostupné na internetu: [http://www.ateam.zcu.cz/podany\\_metal06.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/podany_metal06.pdf)  
[2014-05-12]
- [27] SEDLÁČEK, V.: *Povrchy a povlaky kovů*, Ediční středisko ČVUT, Praha, 1992.
- [28] FELD, M.: *Kovové povlaky*, Dostupné na internetu:  
[http://martin.feld.cvut.cz/~kudlacek/ETP/10\\_kovpovlaky.pdf](http://martin.feld.cvut.cz/~kudlacek/ETP/10_kovpovlaky.pdf) [2013-02-15]
- [29] TAEGUTEC s.r.o.: *Výroba VBD a druhy povlaků*, Dostupné na internetu:  
[http://www.taegutec.cz/innotool/prirucka\\_obrabeni\\_331.pdf](http://www.taegutec.cz/innotool/prirucka_obrabeni_331.pdf) [2014-05-12]
- [30] ČERNÝ, M.: *Ochrana proti korozi, opotřebení i reflexi*, Dostupné na internetu:  
[http://www.noze-uz.com/cerneni\\_cepeli/ochrana\\_nozu.php](http://www.noze-uz.com/cerneni_cepeli/ochrana_nozu.php) [2014-05-12]
- [31] PABST, W., GREGOROVA, E.: *Neoxidová keramika*, Praha, 2007,  
Dostupné na internetu:  
[http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic\\_Technology/SM-Lect-9-C.pdf](http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-9-C.pdf)  
[2014-5-12]
- [32] SHM s.r.o.: *PVD povlaky - Alwin*, Dostupné na internetu:  
<http://www.shm-cz.cz/pvd-povlaky-a-sluzby/pvd-povlaky/alwin/> [2014-05-12]
- [33] Katedra materiálů a strojírenské metalurgie: *Tenké vrstvy*. ZCU v Plzni.  
Dostupné na internetu:  
[http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf) [2014-04-08]
- [34] EKRT, O.: *Technologie a vlastnosti tenkých vrstev, tenkovrstvé senzory*.  
VSCHT v Praze, Dostupné na internetu:  
[http://fchi.vscht.cz/uploads/pedagogika/nano/predmety/senzory/05\\_Technologie\\_CVD\\_%20PVD\\_PECVD\\_MOVPE\\_MBE.pdf](http://fchi.vscht.cz/uploads/pedagogika/nano/predmety/senzory/05_Technologie_CVD_%20PVD_PECVD_MOVPE_MBE.pdf) [2014-04-19]
- [35] HUMÁR, A.: *Slinuté karbidy a řezná keramika pro obrábění*. Brno, 1995

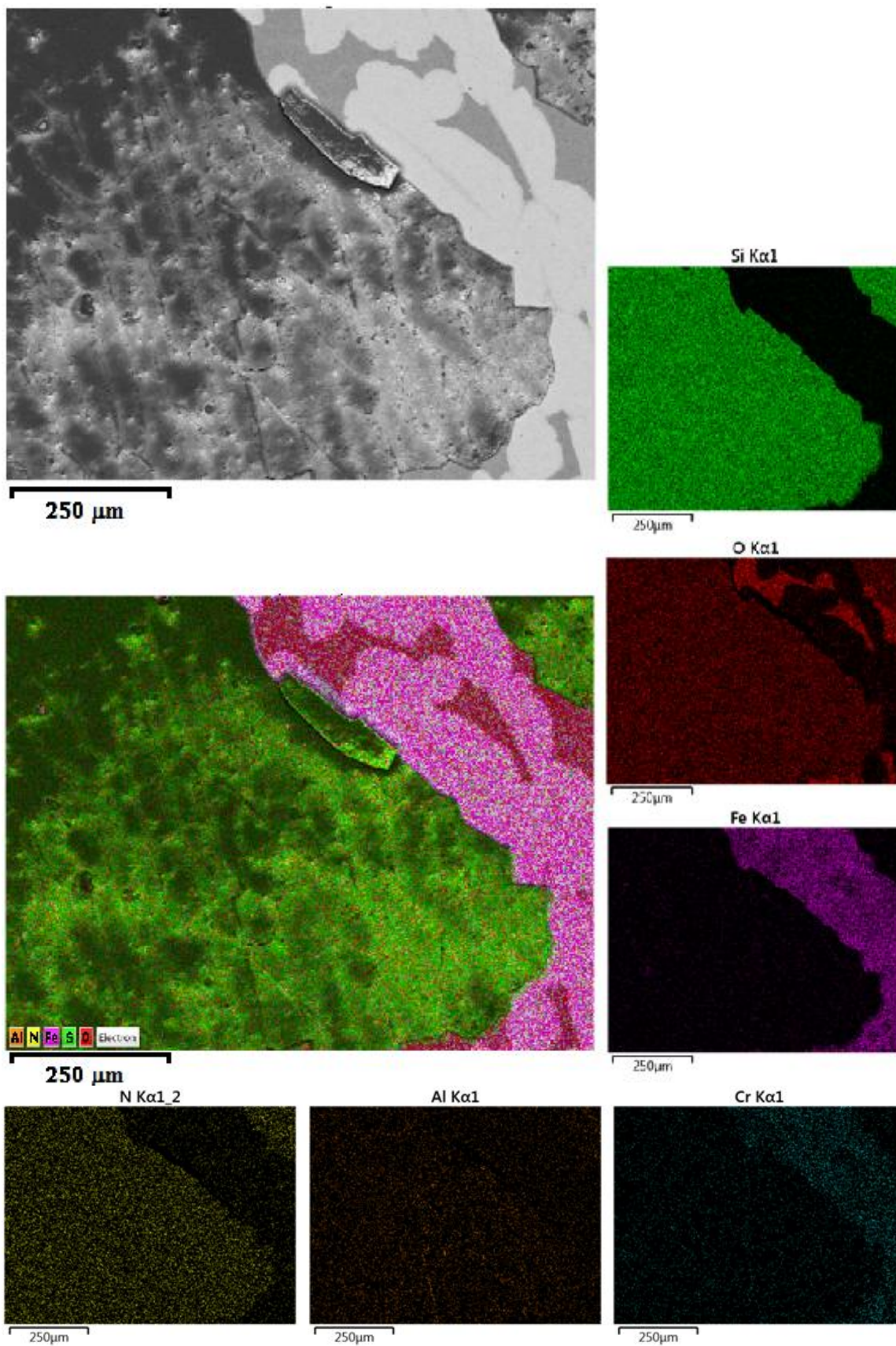
- [36] TROJAN, T.: *Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro technické použití*. TU v Liberci 2008.
- [37] KARCZOROWSKI, W., BATORY, D., KARCZEMSKA, A.: *Carbon coatings for bio-micro-reactores*, Lodz University of Technology 2011
- [38] HUMÁR, A.: *Materiály pro řezné nástroje*, VUT Brno, 2006,  
Dostupné na internetu: [http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat\\_pro\\_rez\\_nastroje/materialy\\_pro\\_rezne\\_nastroje\\_v2.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf) [2014-04-21]
- [39] MUSIL, J., VYSKOČIL, J.: *Tenké vrstvy nitridu titanu*. ČSAV Praha 1989.
- [40] DAĐOUREK, K., *Vybrané technologie povrchových úprav*, Liberec 2007.
- [41] DRAŠNAR, P., *Otěruvzdorné PVD a CVD povlaky*,  
Dostupné na internetu:  
[http://povrchari.cz/kestazeni/200802\\_povrchari.pdf](http://povrchari.cz/kestazeni/200802_povrchari.pdf) [2014-04-19]
- [42] KŘÍŽ, A.: *Hodnocení vlastností tenkých vrstev nitridu kovu*, ZČU Plzeň  
Dostupné na internetu: [http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI\\_VLASTNOSTI\\_TENKYCH\\_VRSTEV\\_%20NITRIDU\\_KOVU.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI_VLASTNOSTI_TENKYCH_VRSTEV_%20NITRIDU_KOVU.pdf) [2014-02-15]
- [43] HOLUBÁŘ, P., ZINDULKA, O., JÍLEK, M.: *Měření vlastností povlaků na nástrojích.*, MM Průmyslové spektrum. ISSN 1212-2572.
- [44] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha : MM publishing, s. r. o.,2008. 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [45] PVD Coating, *Coating thickness tester*,  
Dostupné na internetu: <http://www.pvd-coatings.co.uk/pvd-coating-technology/testing-equipment/coating-thickness-tester/> [2013-03-10]
- [46] Katedra materiálů a strojírenské metalurgie: *Chemická analýza*, ZCU v Plzni.  
Dostupné na internetu: <http://www.ateam.zcu.cz/chemie.html> [2014-04-08]
- [47] RINGELHÁN, K. KŘÍŽ, A.: *Zlepšení trvanlivosti ostří řezných nástrojů progresivními tenkými vrstvami*, ZČU Plzeň, 2002.

**Příloha 1 - Plošná analýza substrátu po máčení v siluminu.**



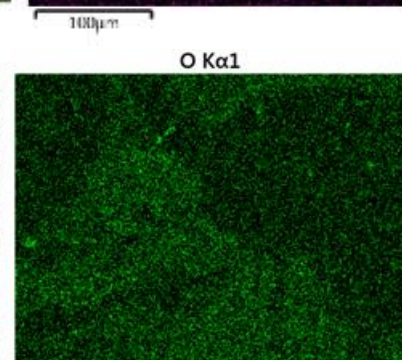
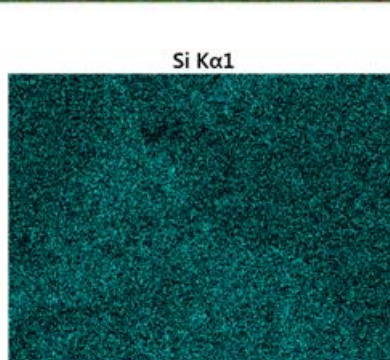
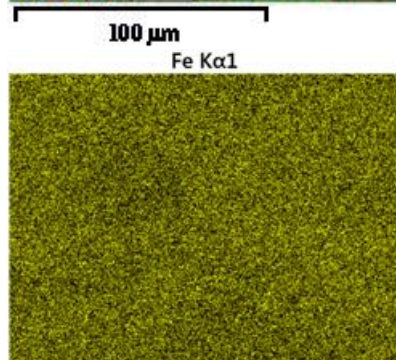
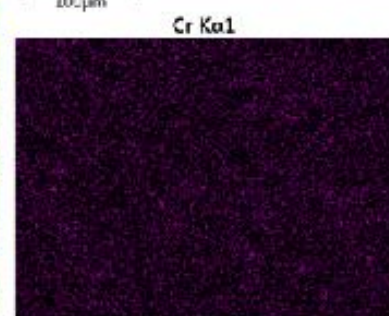
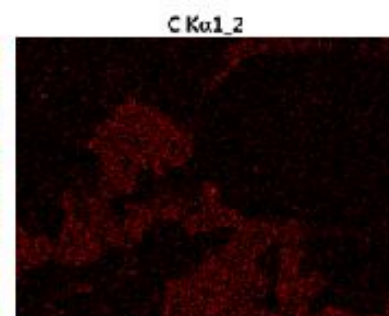
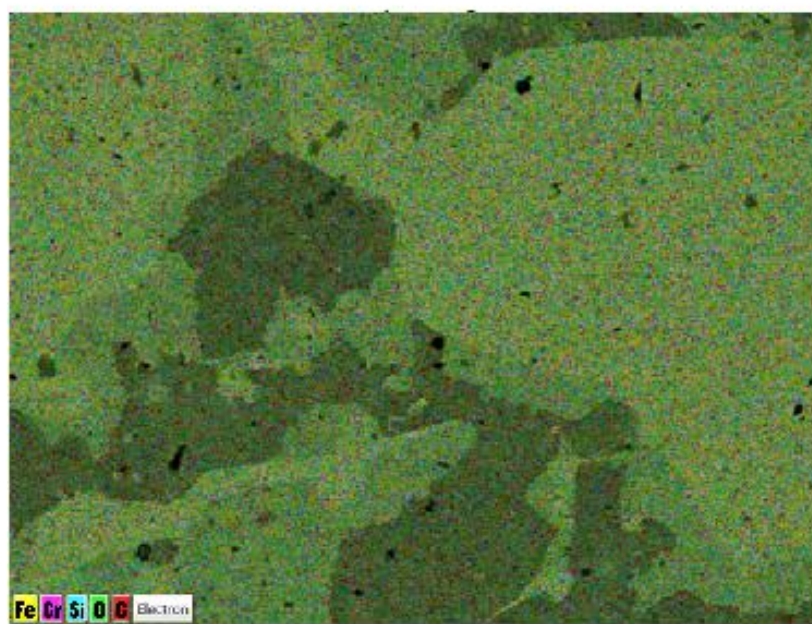
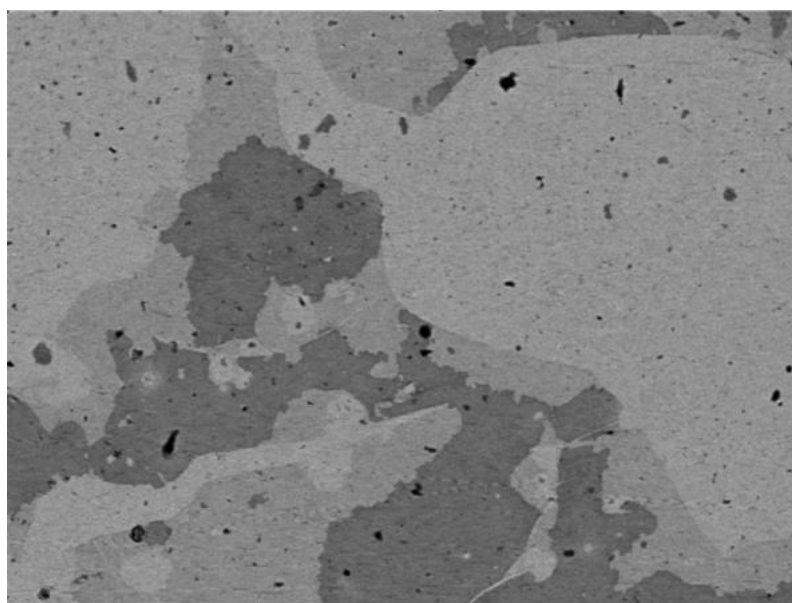


Příloha 2 - Plošná analýza vrstvy SiN po máčení v siluminu.



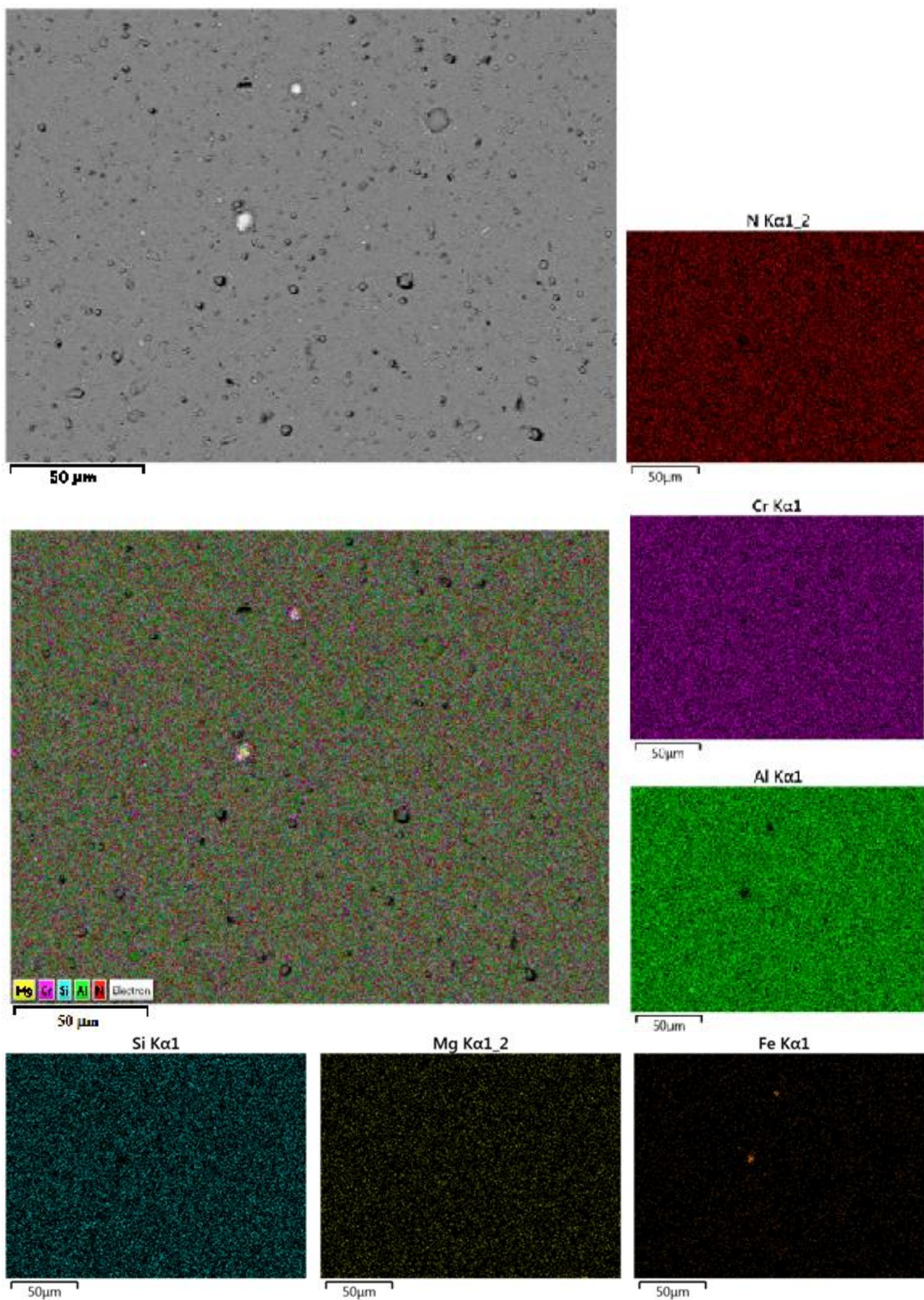


**Příloha 3 - Plošná analýza vrstvy SiC po máčení v siluminu.**





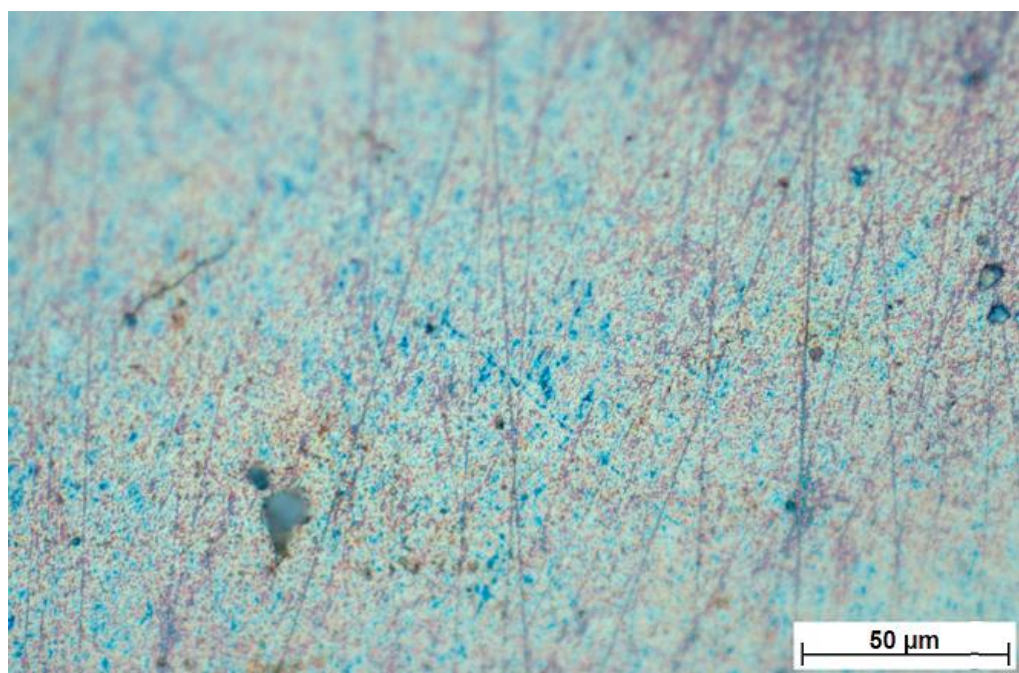
**Příloha 4 - Plošná analýza vrstvy CrAlSiN po máčení v siluminu.**



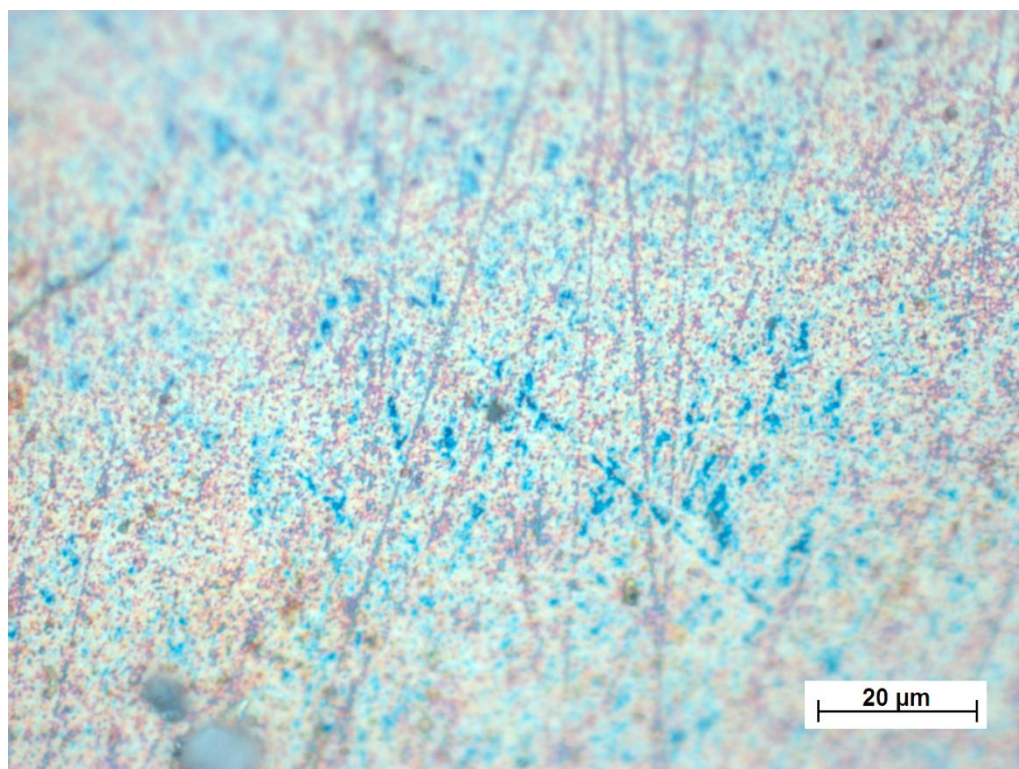


**Příloha 5 - Povrchová struktura substrátu po máčení při zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



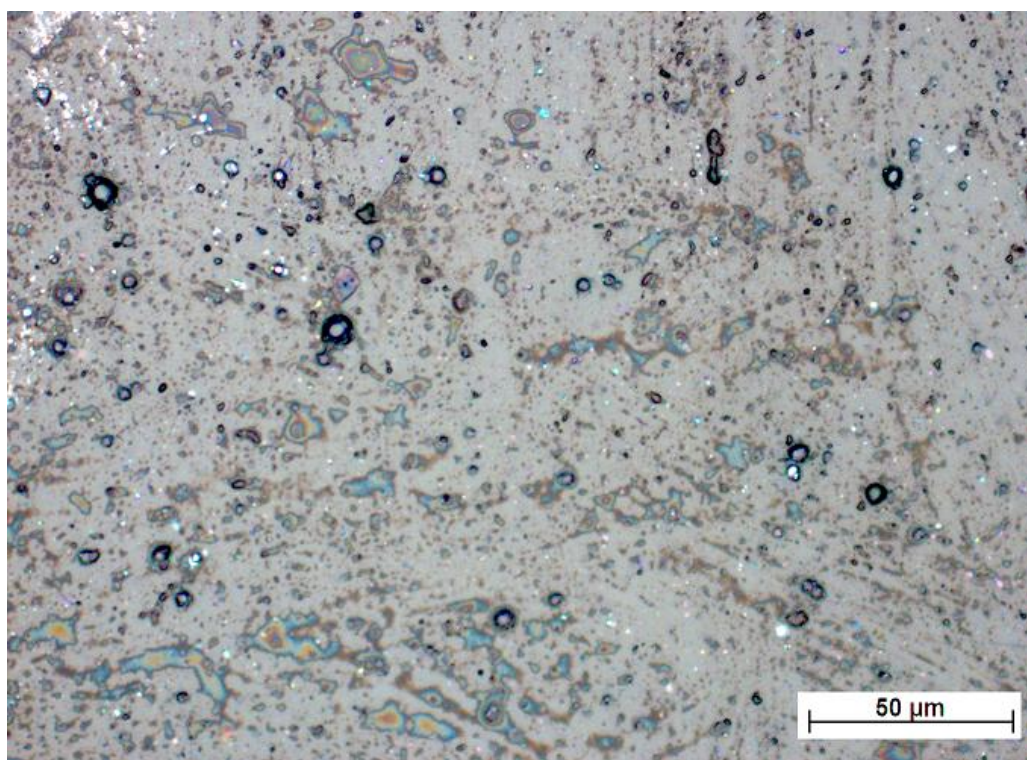
**1000x:**



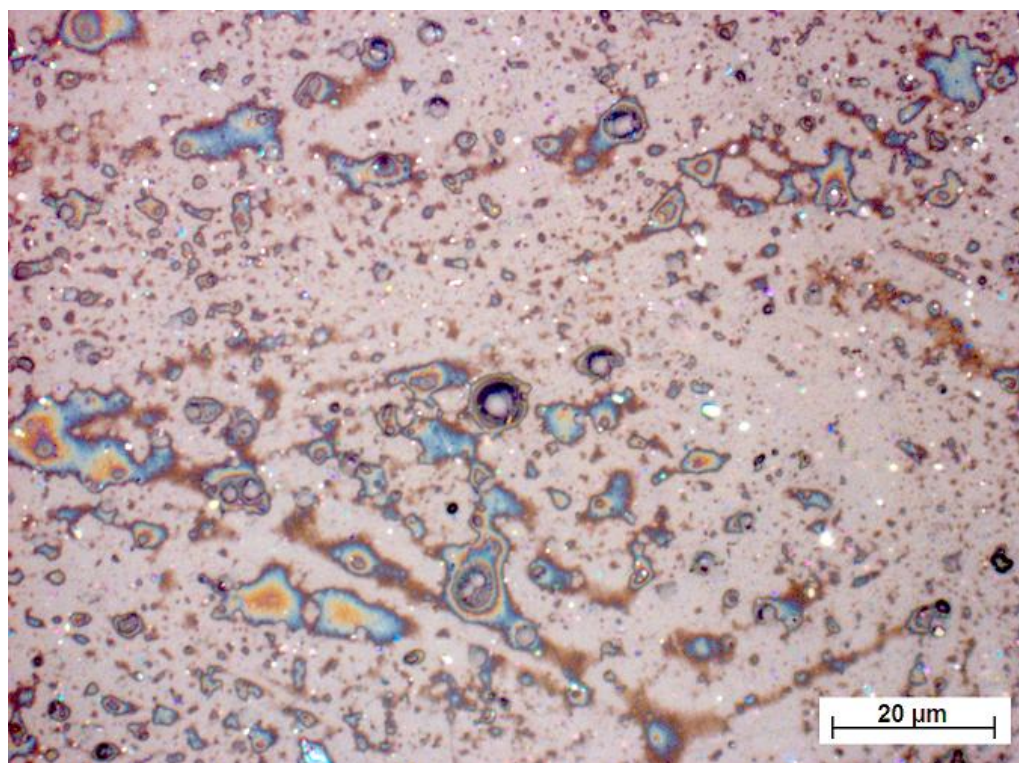


**Příloha 6 - Povrchová struktura vrstvy SiN po máčení při zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



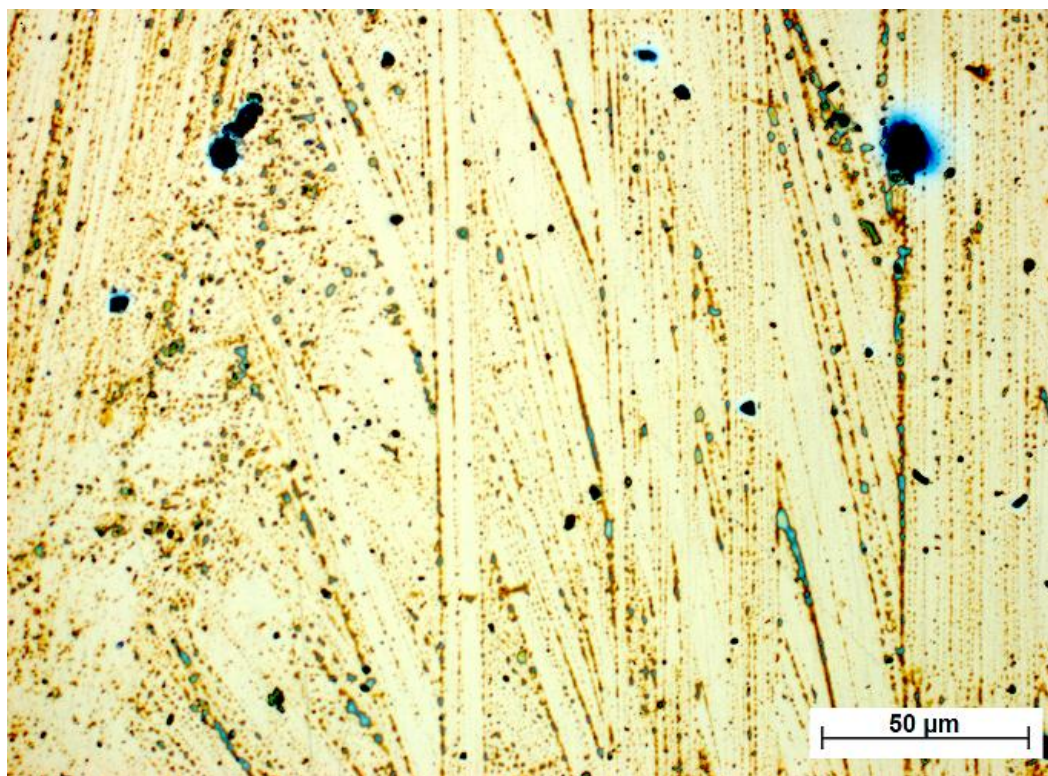
**1000x:**



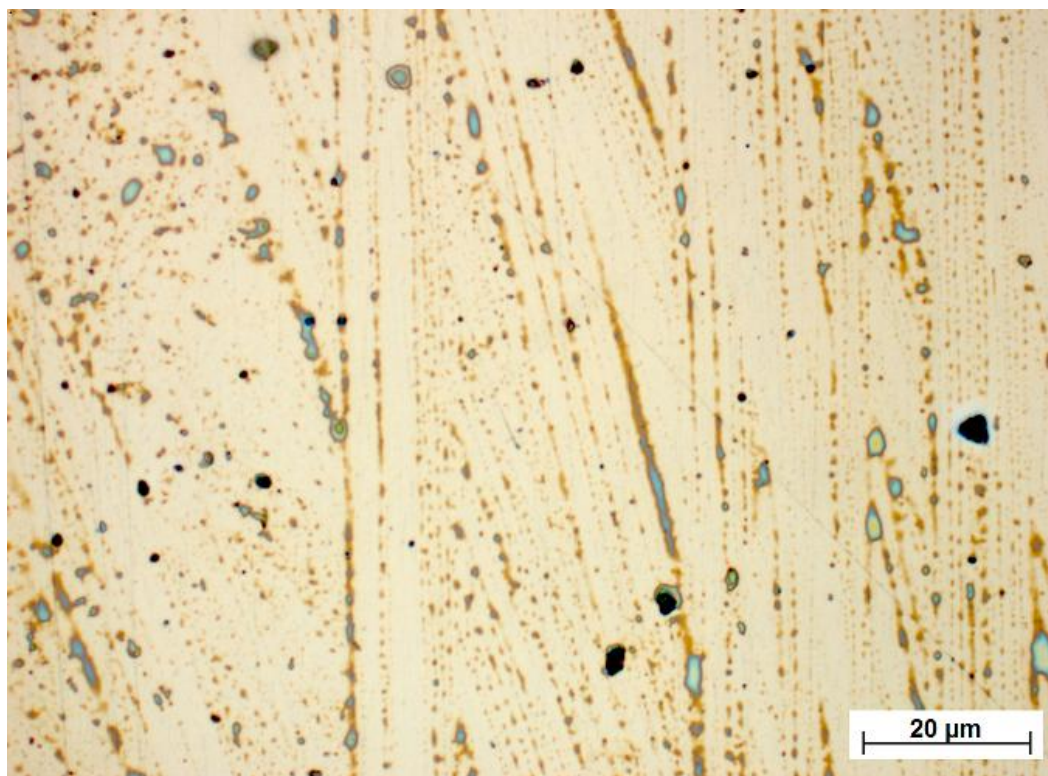


**Příloha 7 - Povrchová struktura vrstev SiC po máčení při zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



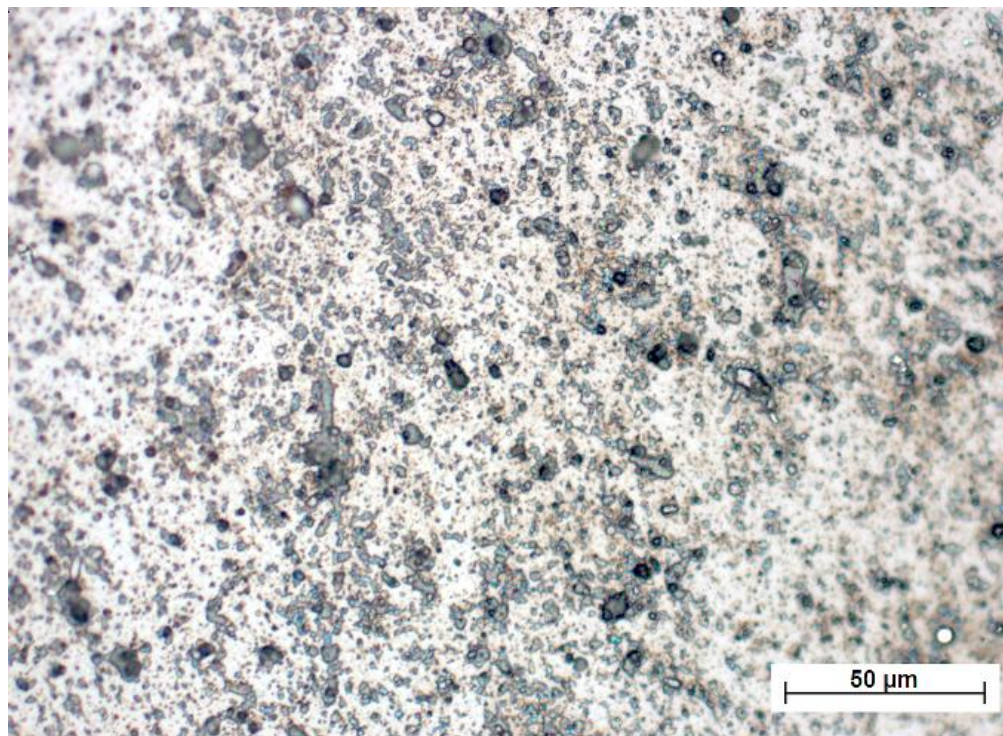
**1000x:**



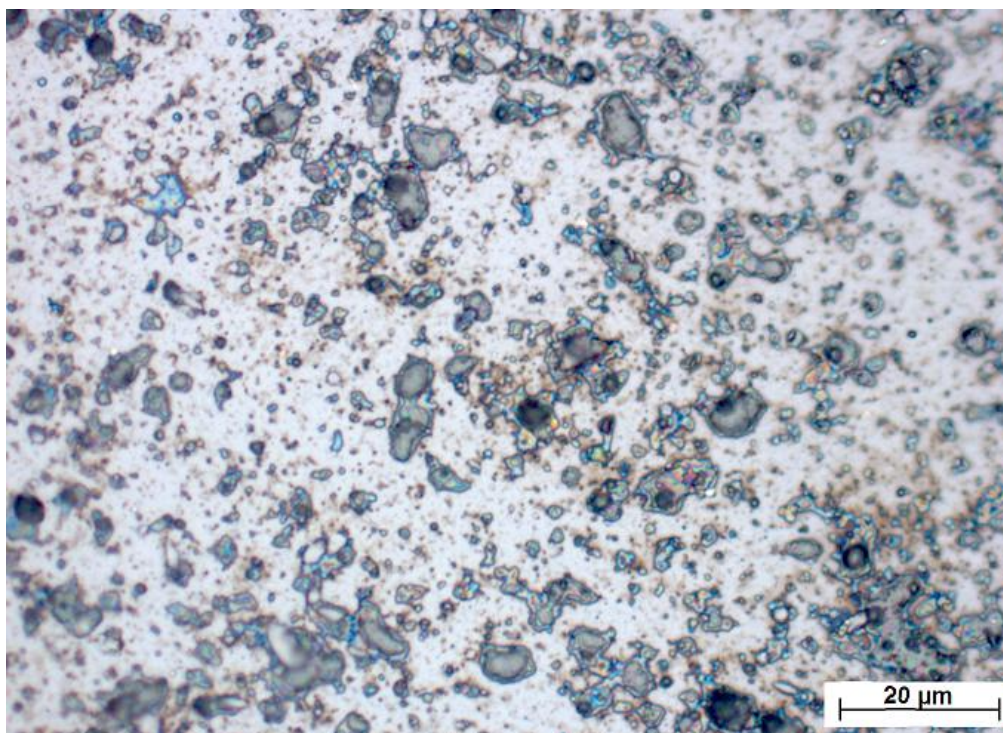


**Příloha 8 - Povrchová struktura vrstev CrAlSiN po máčení při zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**

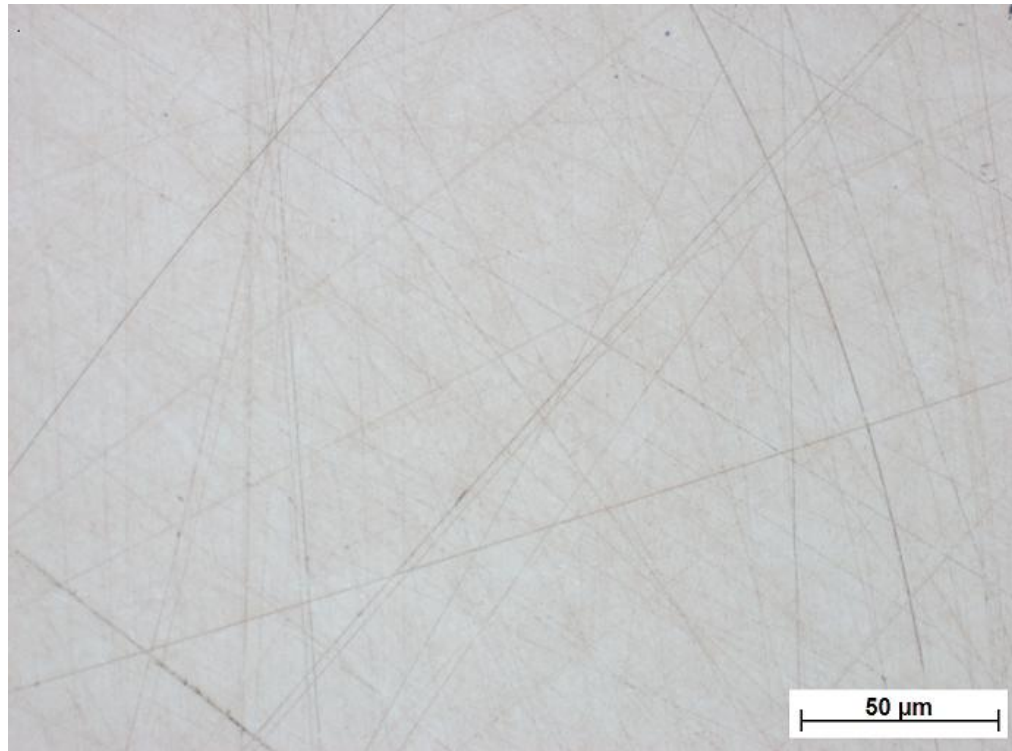


**1000x:**

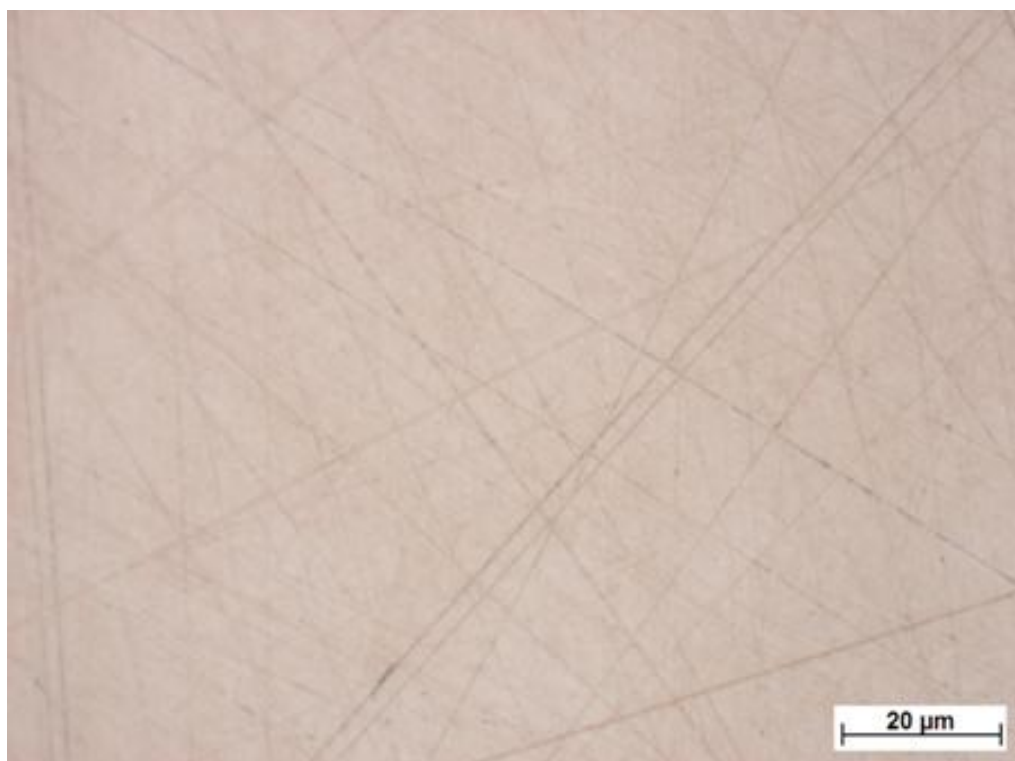


**Příloha 9 - Povrchová struktura substrátu po vystavení teplotě 200°C při  
zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



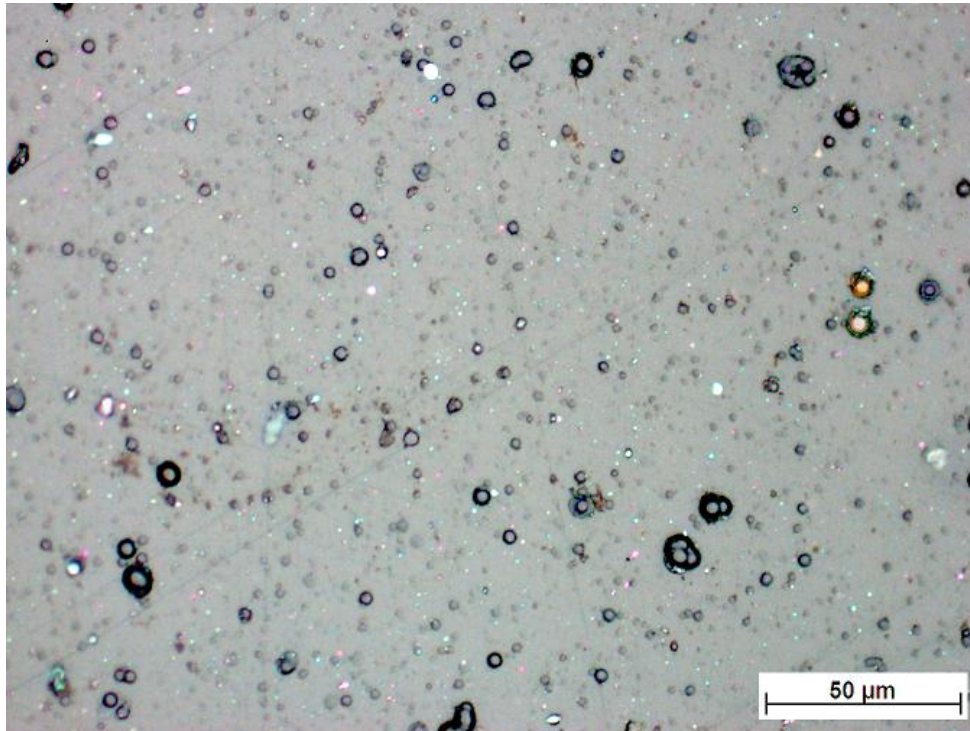
**1000x:**



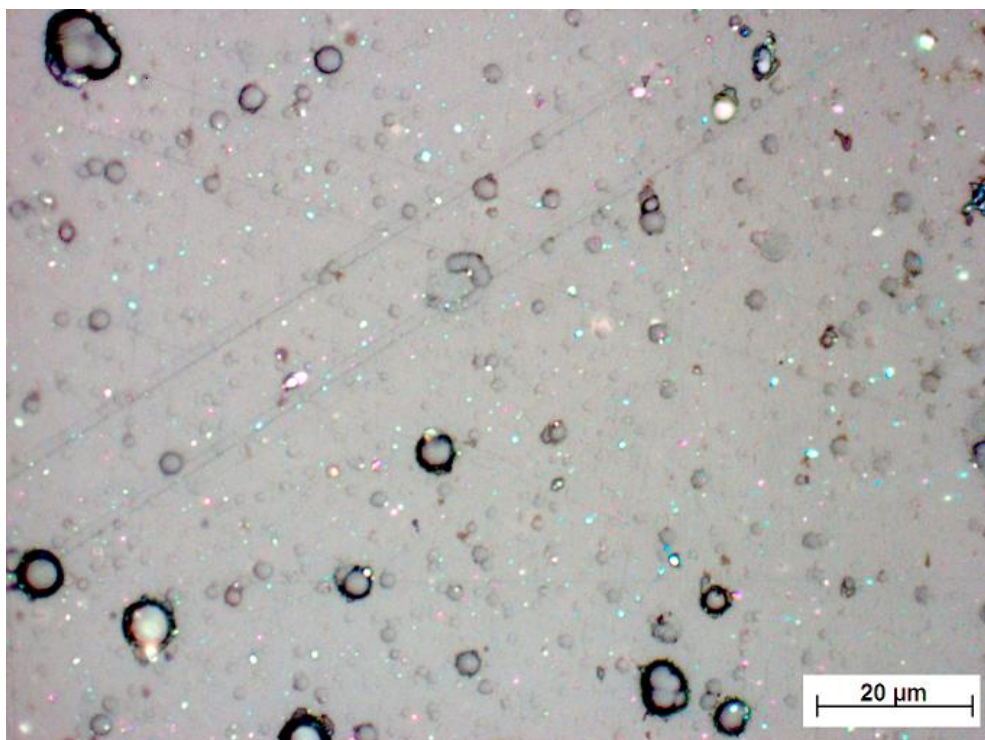


**Příloha 10 - Povrchová struktura vrstvy SiN po vystavení teplotě 200°C při  
zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**

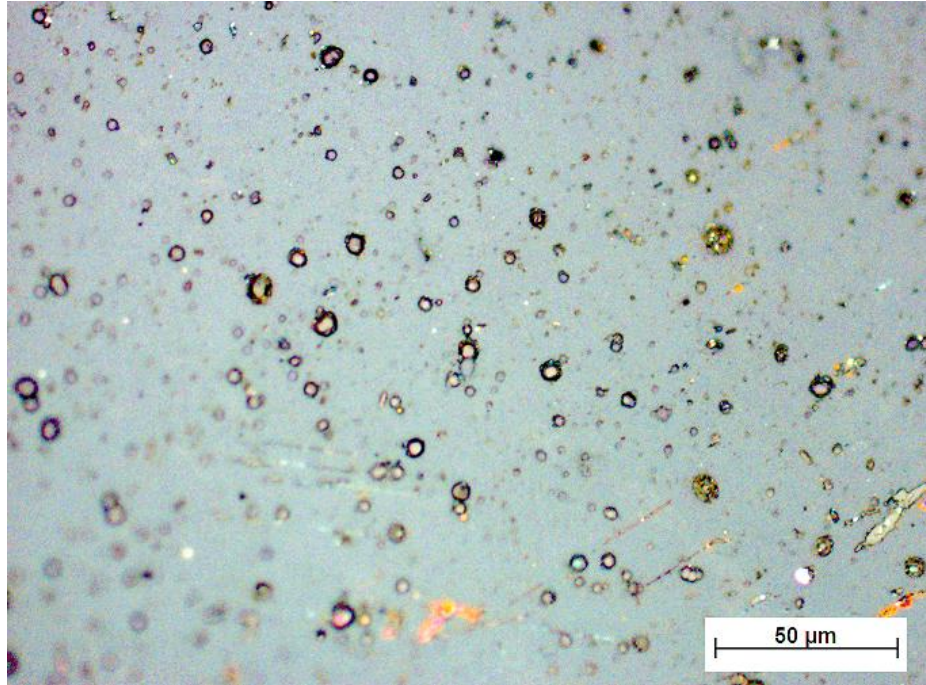


**1000x:**

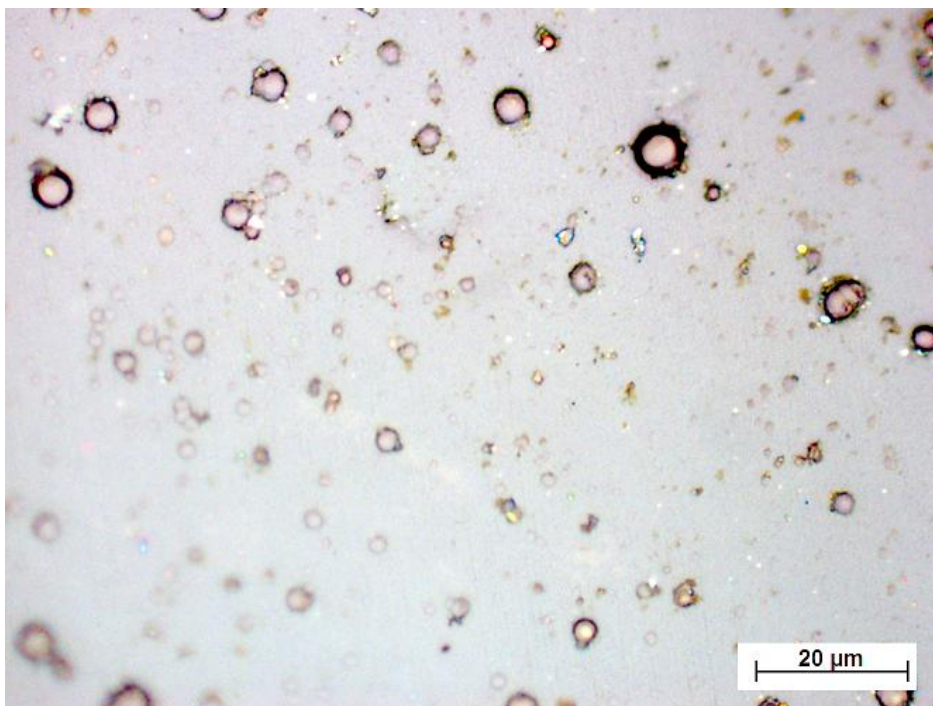


**Příloha 11 - Povrchová struktura vrstvy SiC po vystavení teplotě 200°C při  
zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



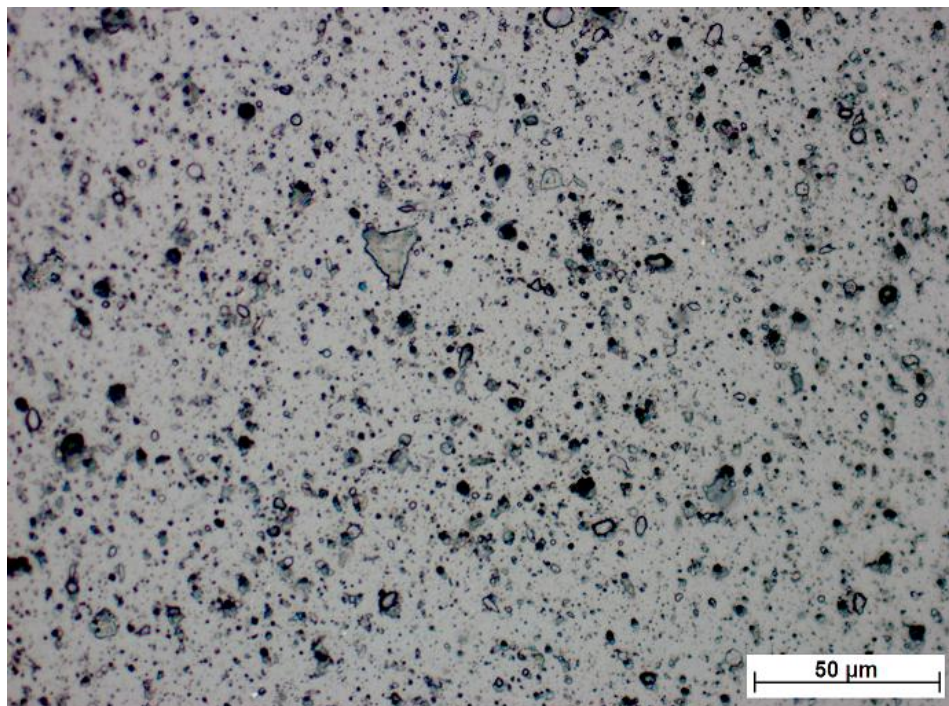
**1000x:**



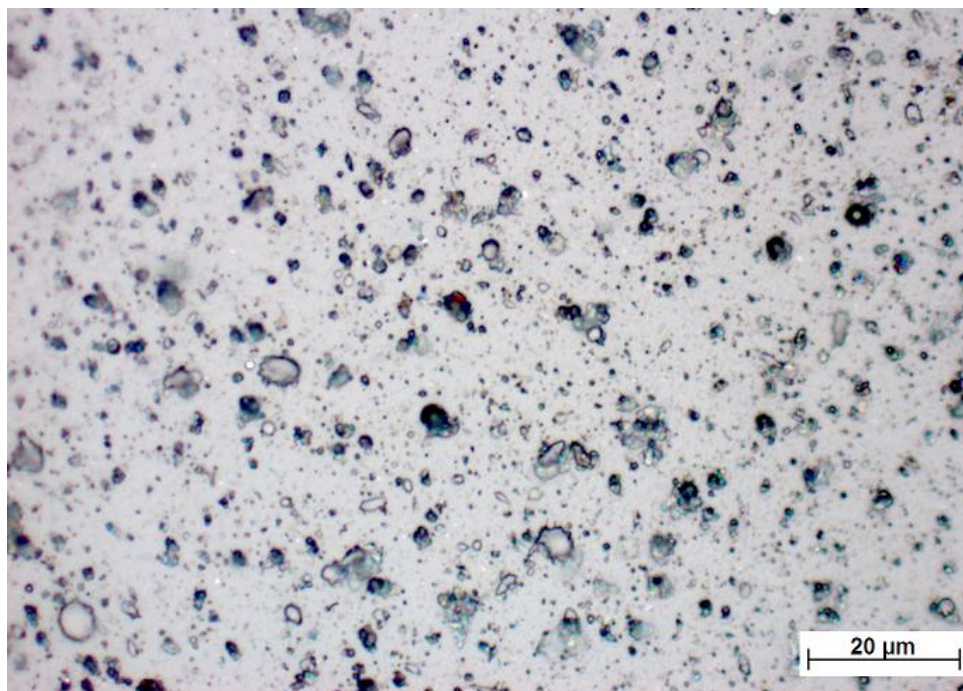


**Příloha 12 - Povrchová struktura vrstvy CrAlSiN po vystavení teplotě 200°C při  
zvětšení 500x a 1000x**

**500x:**



**1000x:**



**Příloha 13 - Parametry depozice vrstev SiC a SiN**

Povlak:	SiN	SiC
číslo procesu	MC-147	MC-148
metoda	RF PACVD MS	RF PACVD MS
magnetron	WMK-50	WMK-51
target	Si	Si
pracovní tlak	2-3 Pa	2-3 Pa
iontové leptání	Argon 1200V/20mA	Argon 1200V/20mA
doba leptání	doba 30 min.	doba 30 min.
Parametry depozice:	SiN	SiC
tlak Ar	1,75 Pa	1,75 Pa
plyn (tlak)	Ar+N <sub>2</sub> (2,2 Pa)	Ar+C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (2,3 Pa)
doba depozice	2,5 hod.	2,5 hod.
výkon magnetronu	200 W	200 W
záporné napětí autopolarizace	50 V	50 V
teplota na konci procesu	70°C	70°C