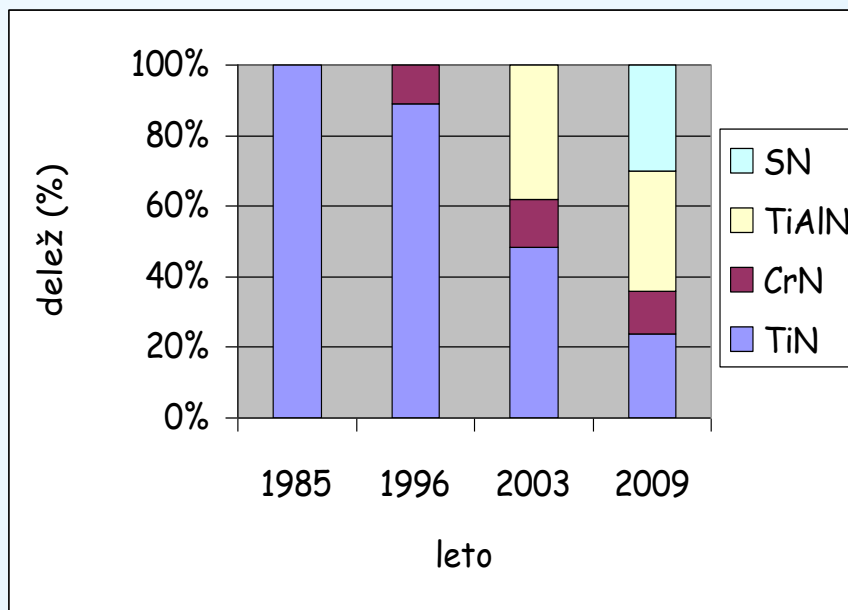
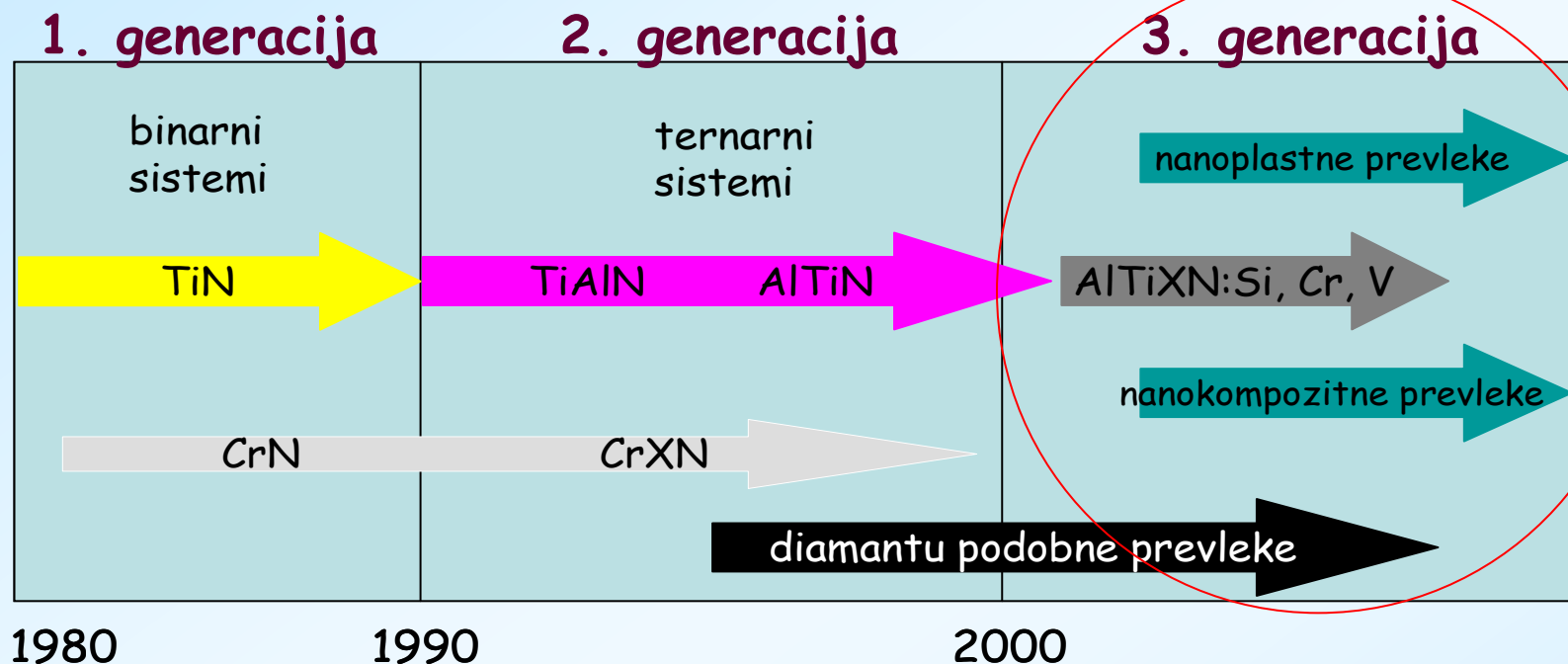




Razvoj in uporaba nanoplastnih in nanokompozitnih prevlek za zaščito orodij in strojnih delov
Peter Panjan, Institut "Jožef Stefan", Ljubljana



Razvoj trdih PVD-prevlek na IJS



Kratka zgodovina orodjarstva



- **Orodja in orodni materiali** imajo velik pomen v človeški civilizaciji. Po vrsti orodnega materiala se celo imenujejo arheološka obdobja (kamena doba, železna doba).
- Danes celotna industrijska proizvodnja temelji na uporabi najrazličnejših orodij s katerimi obdelujemo zelo širok spekter materialov. Pri tem je ključnega pomena na samo njegova obstojnost, ampak tudi produktivnost, ki jo omogoča.
- Potreba po obstojnejših orodnih materialih se je pojavila šele konec 18 stoletja, ko so se pojavili prvi obdelovalni stroji na parni pogon.



Zgodovina orodnih materialov in postopkov zaščite

okrog 1800 - prva ogljikova orodna jekla

1855 - odkritje postopka za masovno proizvodnjo jekla

1868 - prvo legirano jeklo, podobno HSS (2%C, 2,5%Mn, 7%W)

1898 - toplotna obdelava jekel

1900 - termični sprej postopek

1920 - plinsko nitriranje

1925 - trdo kromanje

1927 - karbidna trdina - *widia* (Krupp, patent Schroter - 1923)

1930 - plazemsko nitriranje

1946 - breztokovno nikljanje

1955 - plazemski sprej postopek

1962 - kubični bornitrid (c-BN)

1965 - boriranje

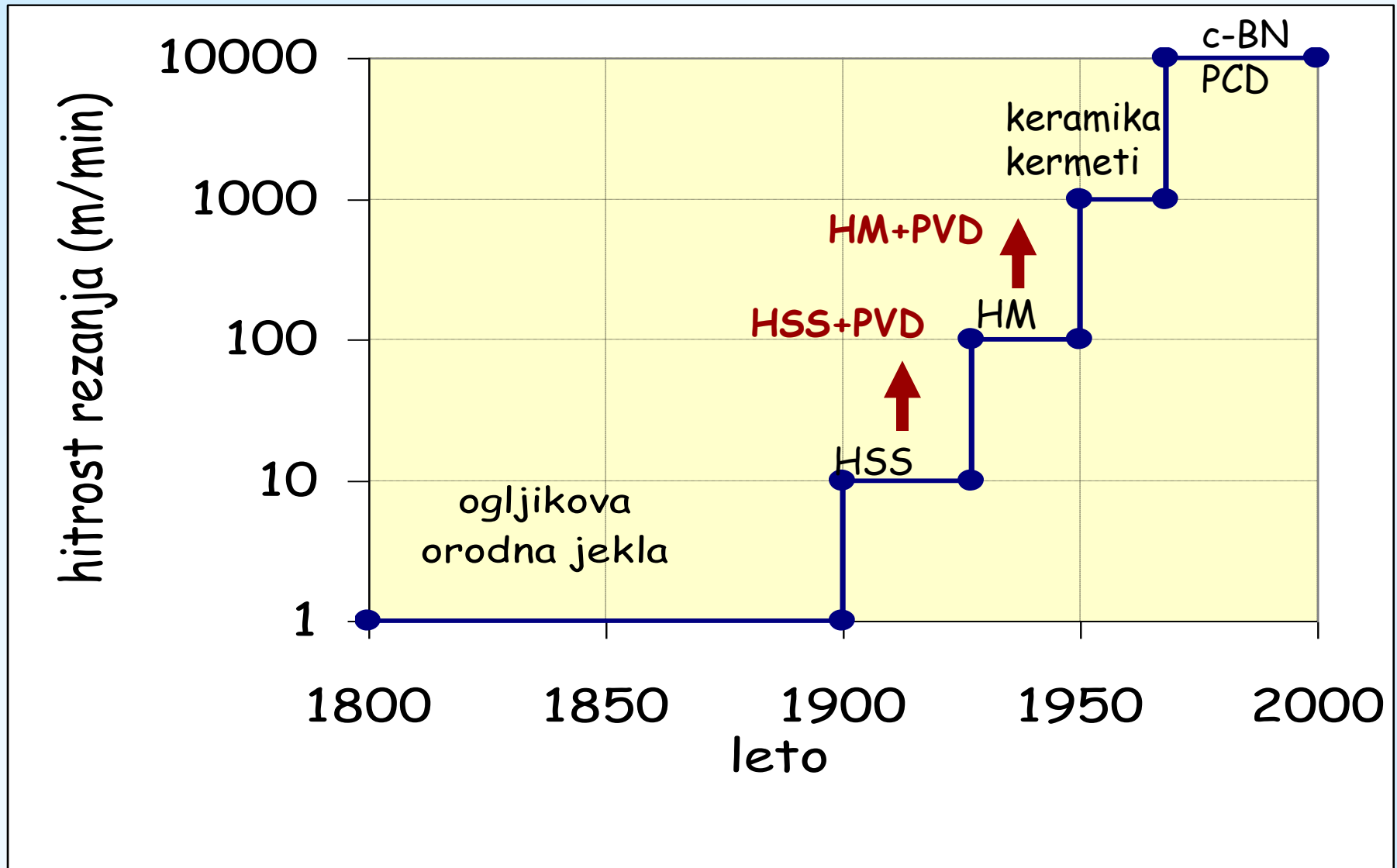
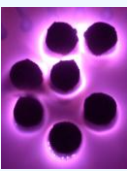
1968 - prva rezalna orodja iz kermetov, oksidne (Al_2O_3) in neoksidne (Si_3N_4) keramike ter PCD

1969 - prve CVD trde prevleke

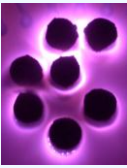
1970 - prva sintrana HSS jekla (ASP 30)

1980 - prve PVD trde prevleke

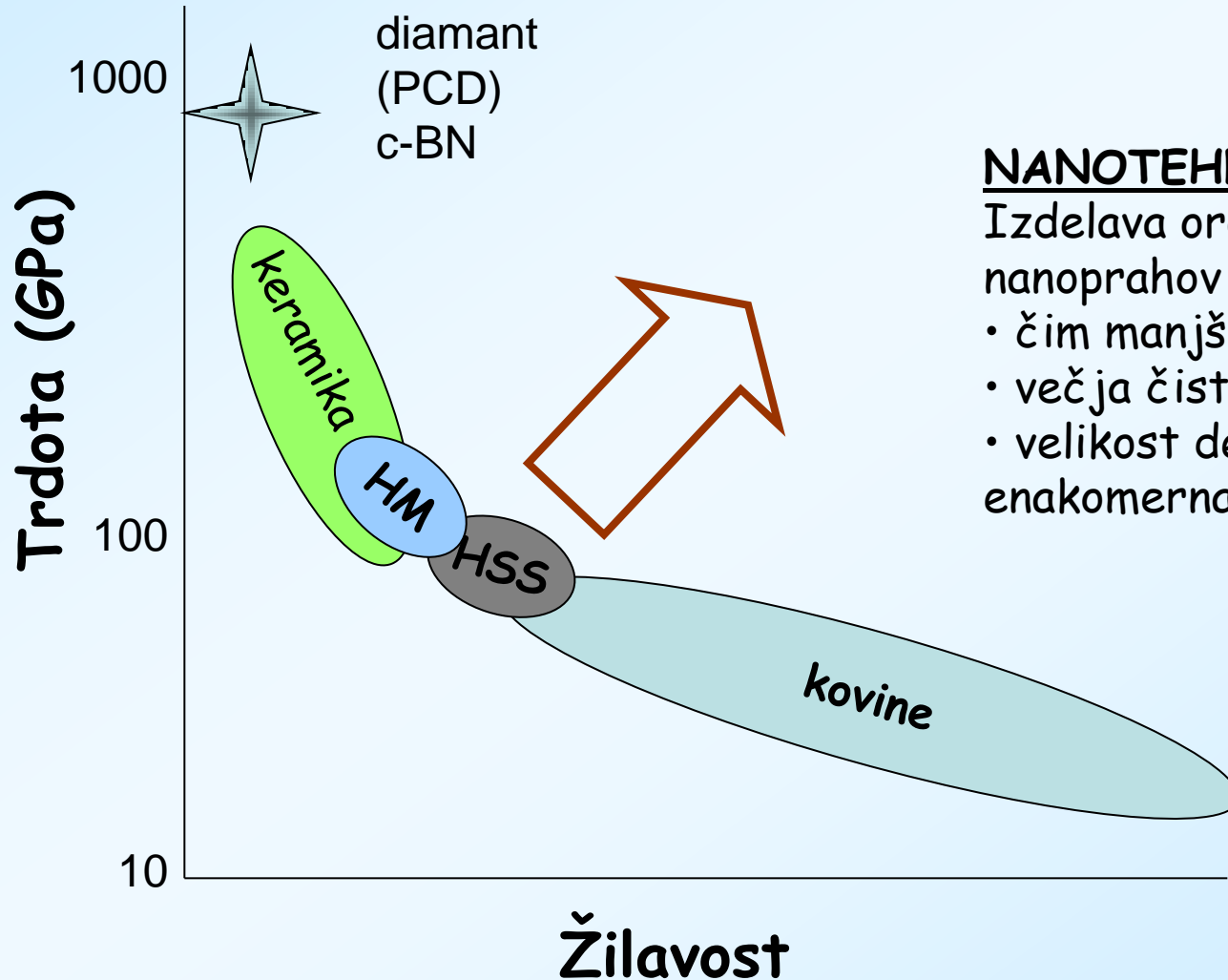
Kratka zgodovina orodnih materialov



Bistvena karakteristika orodnih materialov sta velika trdota in žilavost



Kako hkrati povečati trdoto in žilavost orodnih materialov?



NANOTEHNOLOGIJA:

Izdelava orodnih materialov iz nanoprahov

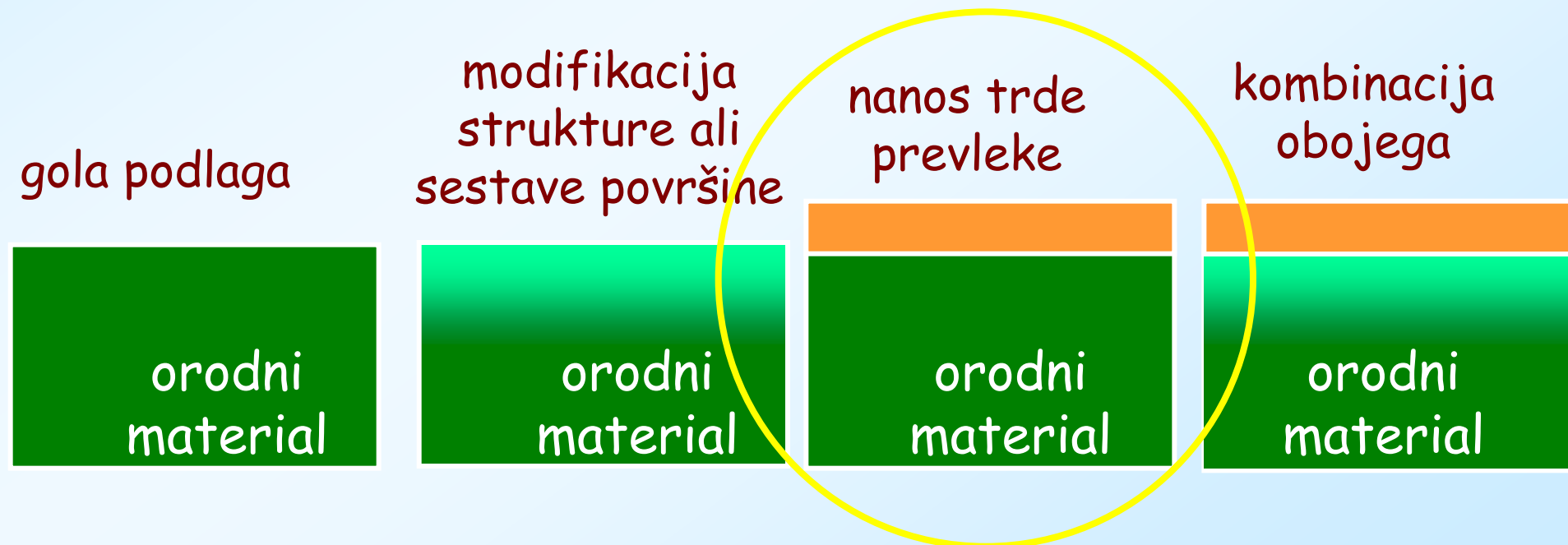
- čim manjši delci
- večja čistota
- velikost delcev mora biti enakomerna

(Plazemsko) inženirstvo površin



Bistveni sestavni del vsakega tribološkega sistema je **površina** orodja. Le-ta določa obrabno obstojnost orodja, koeficient trenja, sprijemanje, ter korozijsko in oksidacijsko obstojnost.

Da bi dosegli določeno lastnost izdelka ni potrebno spreminjati lastnosti masivnega materiala, ampak samo lastnosti njegove površine.

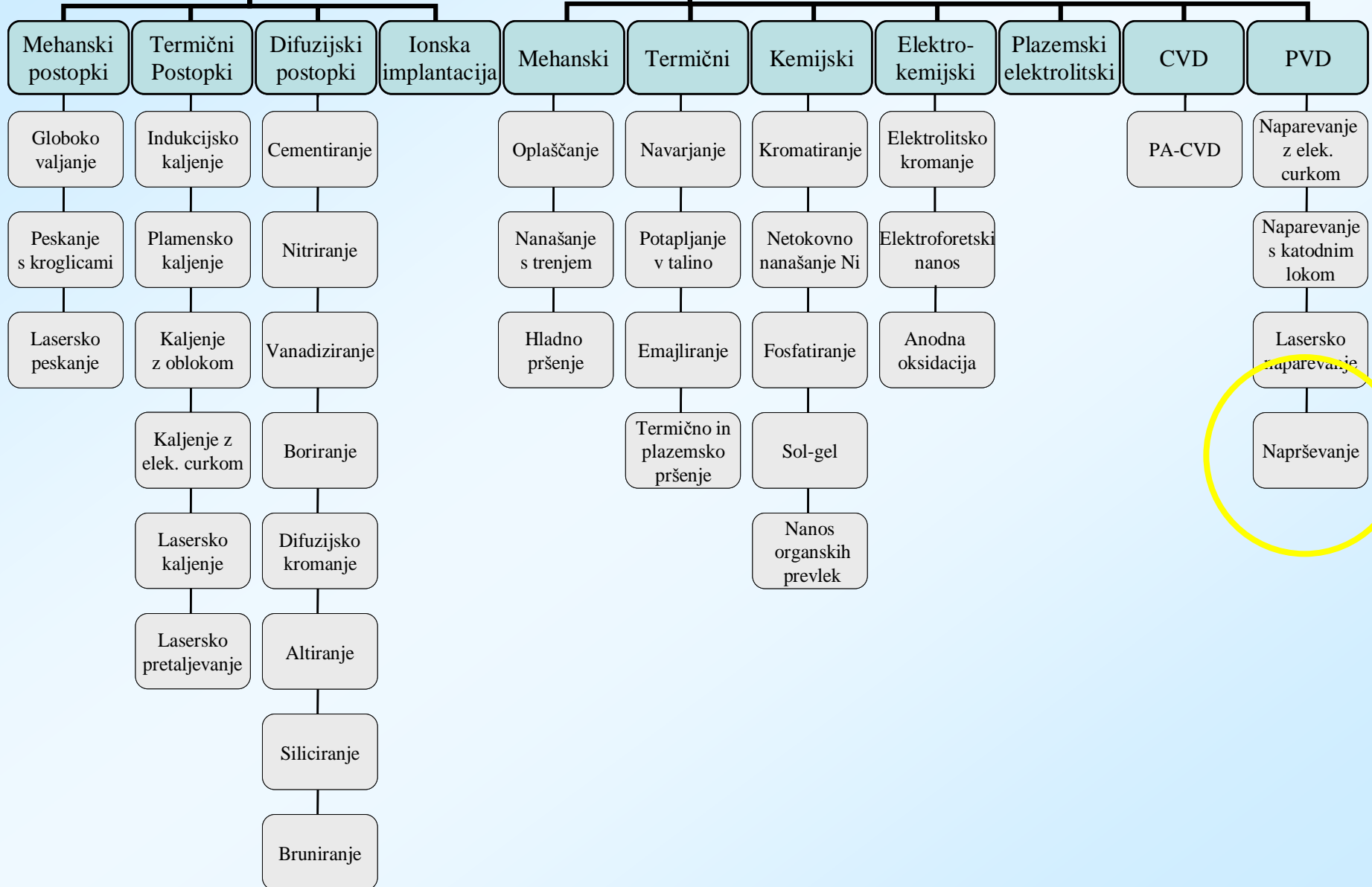


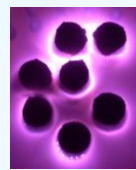
INŽENIRSTVO POVRŠIN

MODIFIKACIJA POVRŠIN

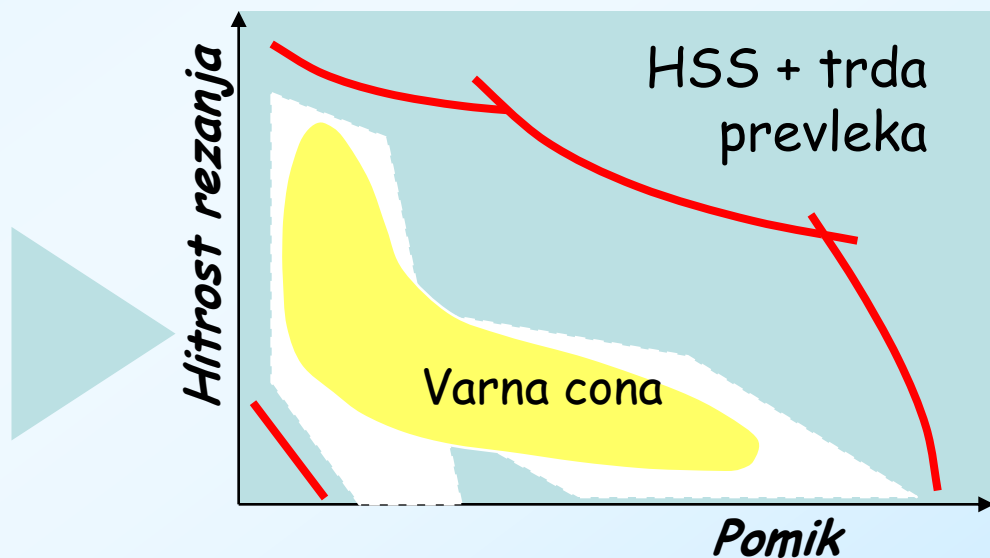
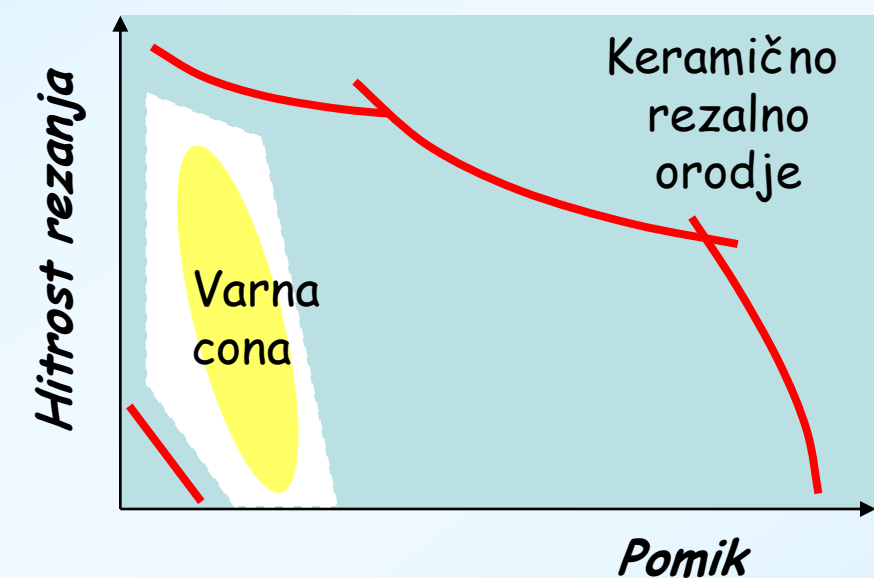
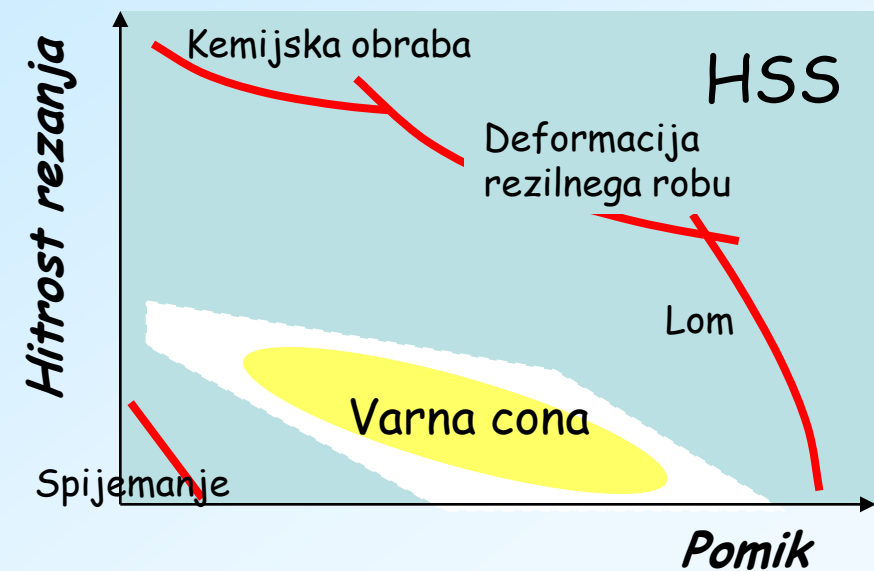
NANOS PREVLEK

HIBRIDNI POSTOPKI



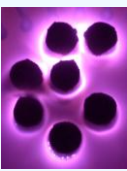


Bistvena karakteristika orodij zaščitениh s PVD-prevleko je razširitev varne cone delovanja



SINERGIJA lastnosti jekla (velika žilavost) in keramike (velika trdota, kemijska inertnost)

Zakaj zaščita orodij s trdimi PVD-prevlekami?



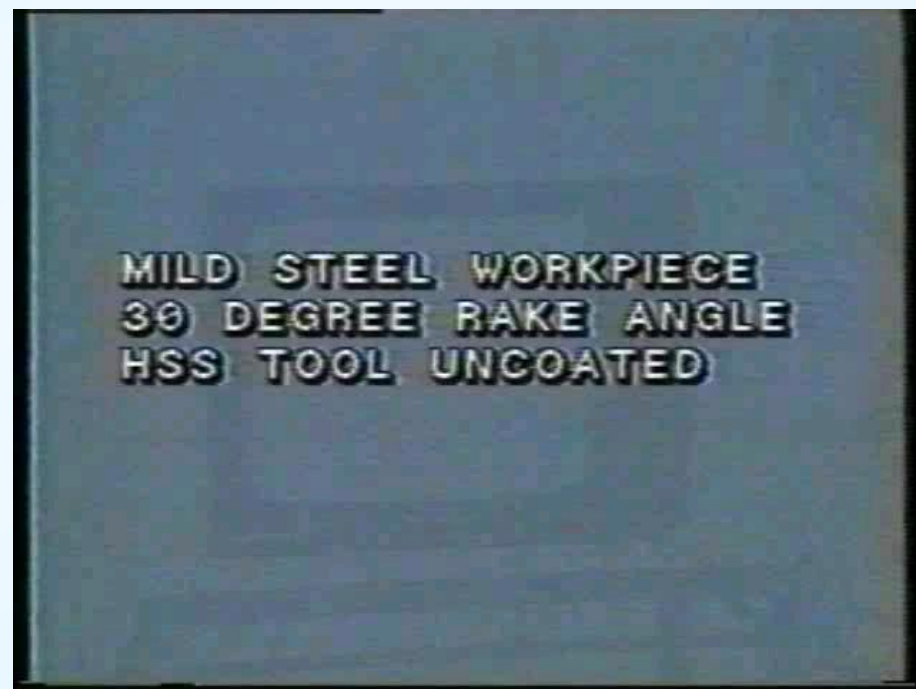
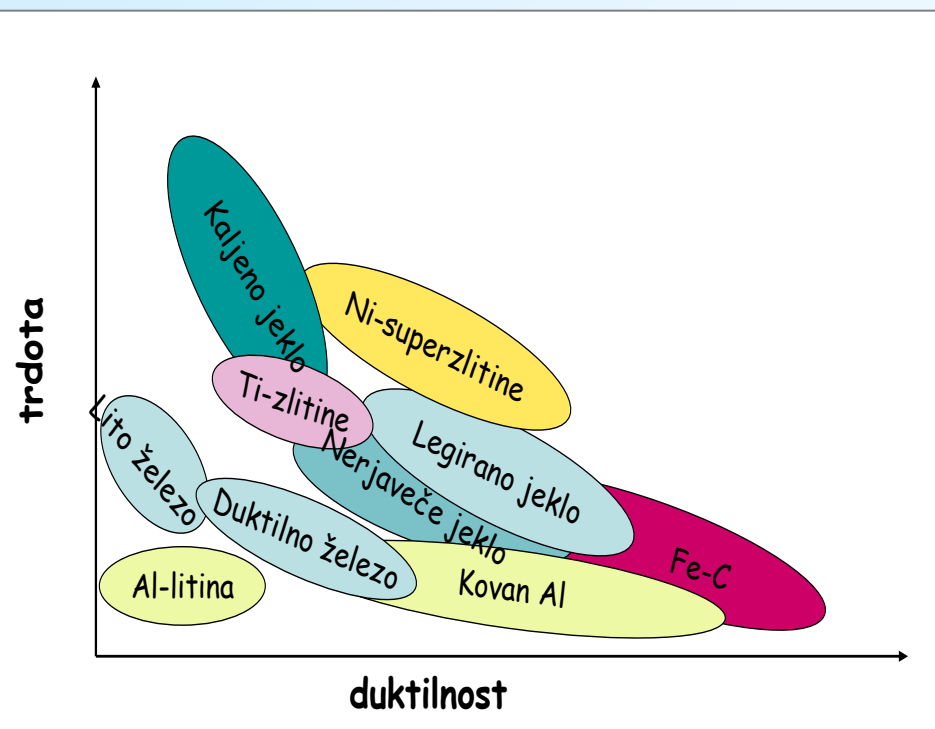
Prednosti orodij zaščitenih s trdimi PVD-prevlekami so naslednje:

- manjša poraba orodij (nekatera orodja so zelo draga, npr. odvalna frezala iz HM)
- manj pogosto menjavanje orodij - manj zastojev
- večja hitrost rezanja, večji pomiki - večja PRODUKTIVNOST!
- možnost obdelave zelo trdih materialov (do 70 HRC)
- manjše sprijemanje materiala obdelovanca na orodje
- manjše trenje (tanke plasti trdih maziv npr. na osnovi ogljika)
- boljša kakovost obdelave - draga končna obdelava izdelkov pogosto ni potrebna
- manjša poraba hladilno-mazalnih tekočin - suha obdelava





SEM posnetek rezanja različnih vrst jekel (mehko železo, jeklo izdelano z elektropretaljevanjem pod žlindro (ESR) in nerjaveče jeklo)



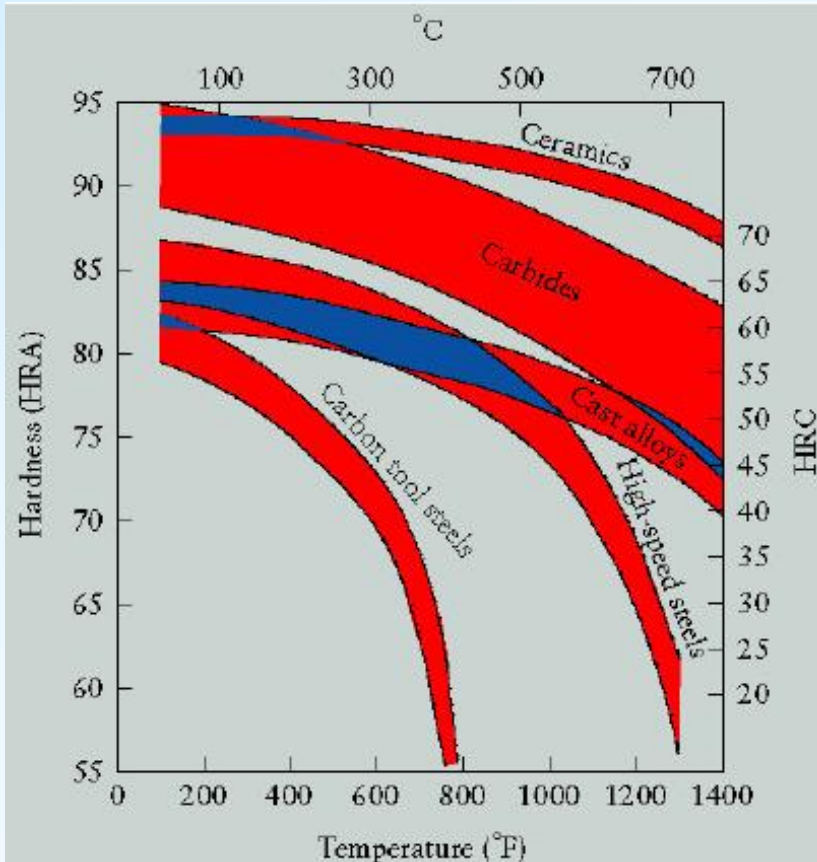
Trdota in žilavost materialov določata njihovo obdelovalnost - glede na te lastnosti izberemo vrsto prevleke

vir: Balzers

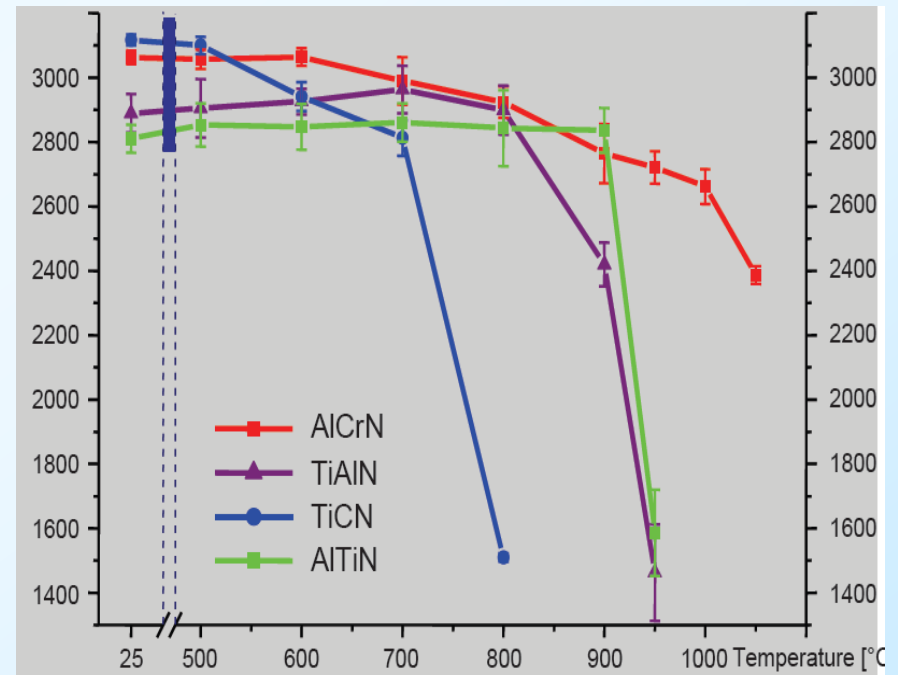
zahteva 1: visoka trdota pri povišani temperaturi

Trdota je odpornost materiala na elastično in plastično deformacijo. To ni elementarna fizikalna količina.

Temperaturna odvisnost trdote orodnih materialov

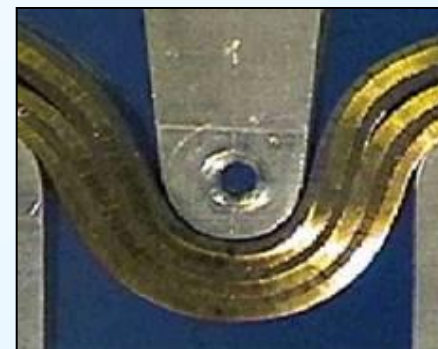
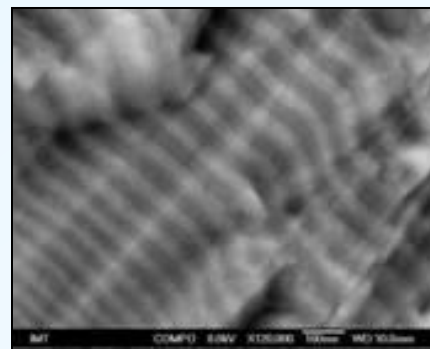


Temperaturna odvisnost trdote trdih prevlek

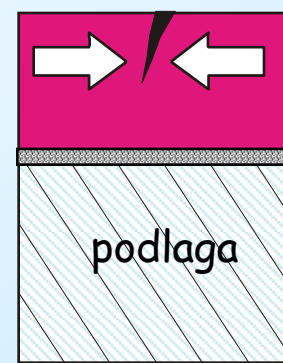
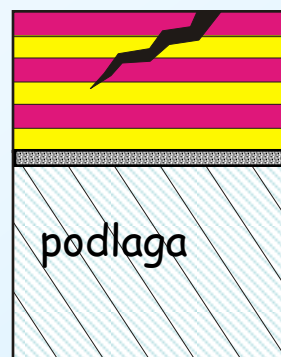
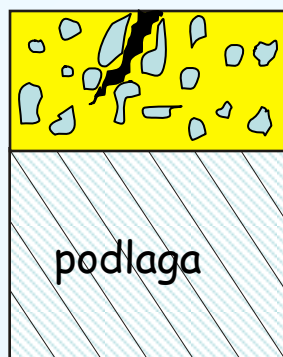
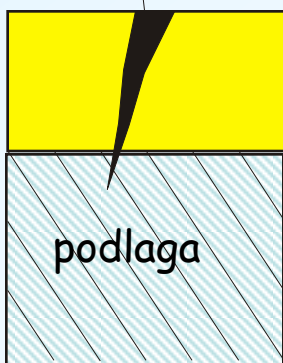


zahteva 2: čim večja žilavost

Žilavost je lastnost materialov, da se težko zlomijo, ko nanje delujejo zunanje sile. Največkrat je povezana z odpornostjo materiala proti napredovanju razpok (lomna žilavost).



razpoka



enojna plast z majhnimi napetostmi

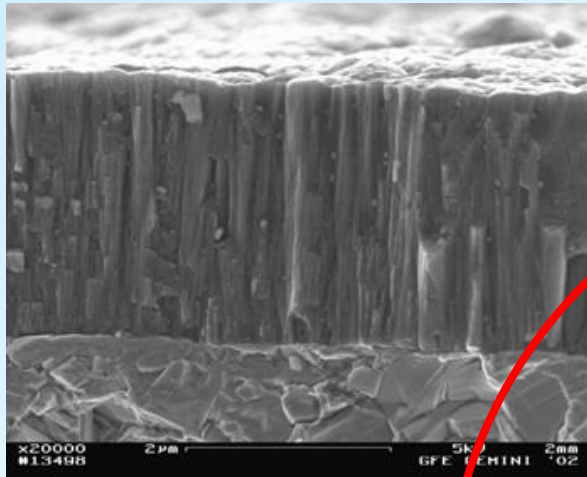
nanokompozitna prevleka

nanoplastna struktura

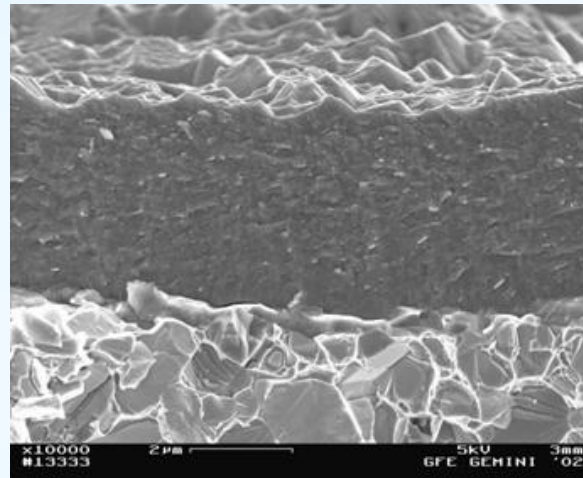
plast z velikimi tlačnimi napetostmi

zahteva 3: finozrnata mikrostruktura

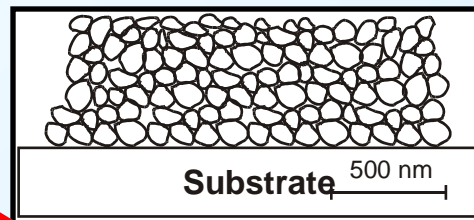
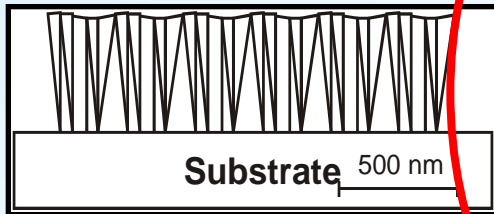
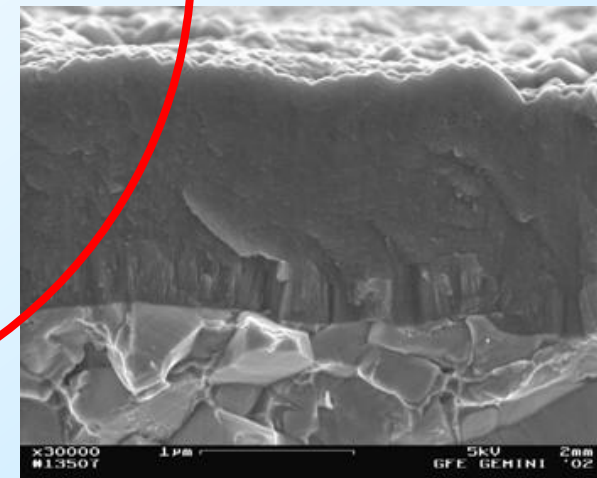
stebričasta
mikrostruktura



nanokristalinična
mikrostruktura

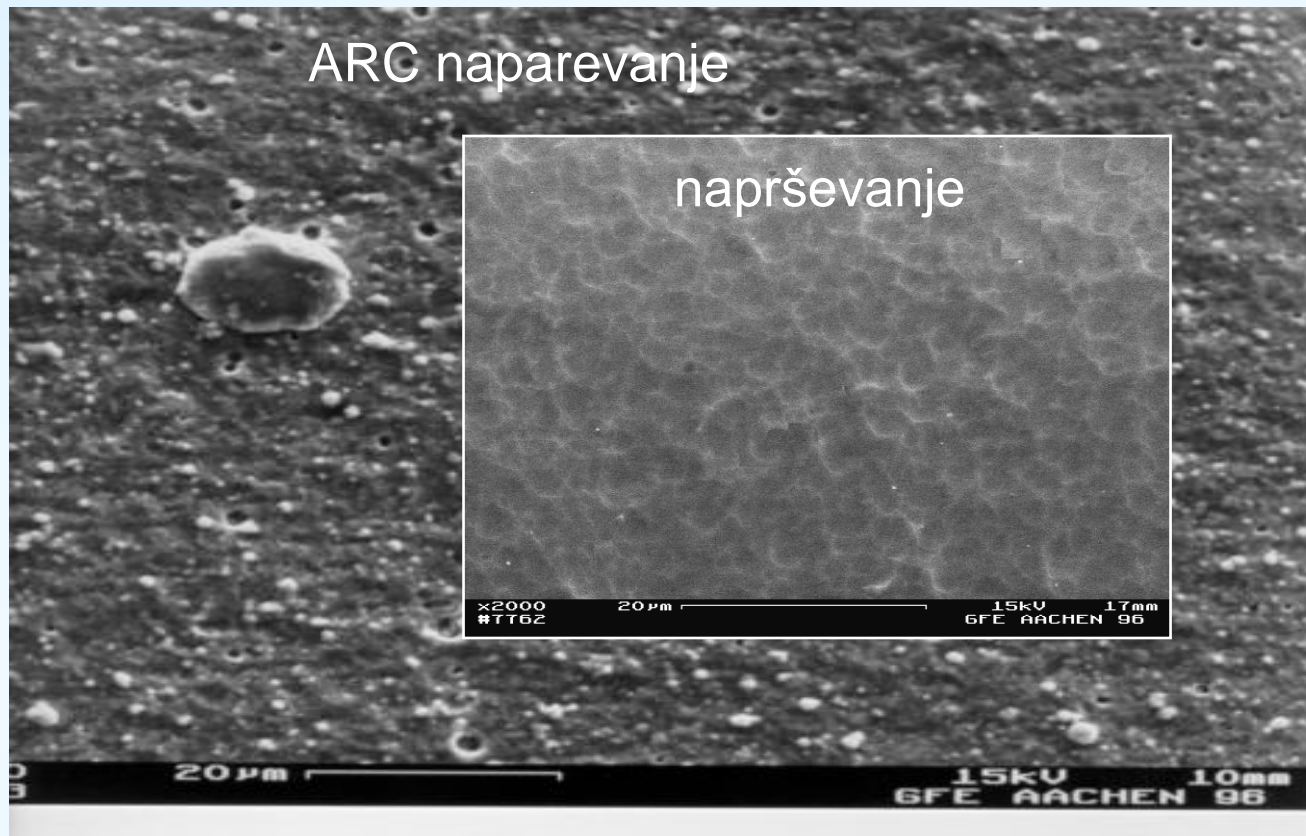


amorfna
mikrostruktura



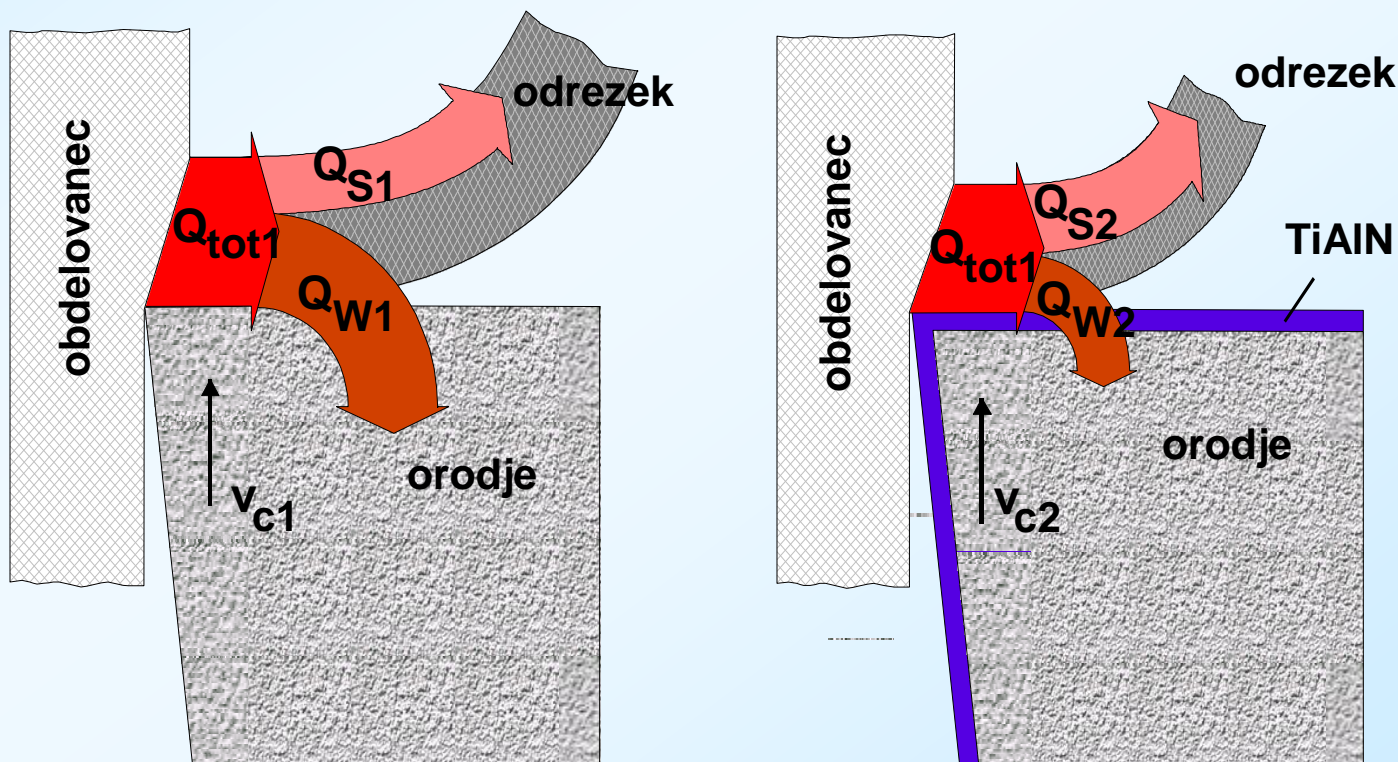
zahteva 4: čimbolj gladka površina

Od hrapavosti površine je odvisno trenje, sprejemanje materiala obdelovancana orodje ter korozijska in oksidacijska obstojnost

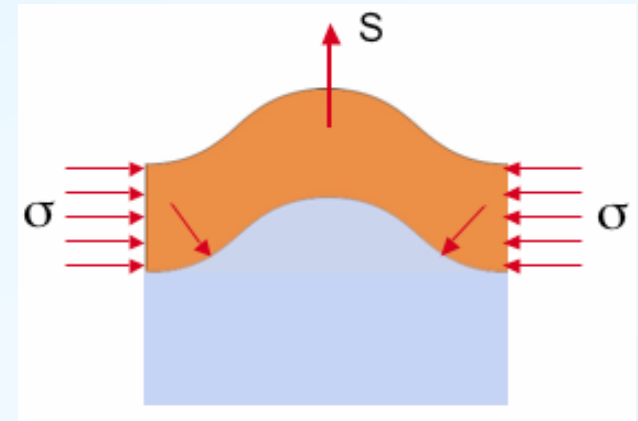
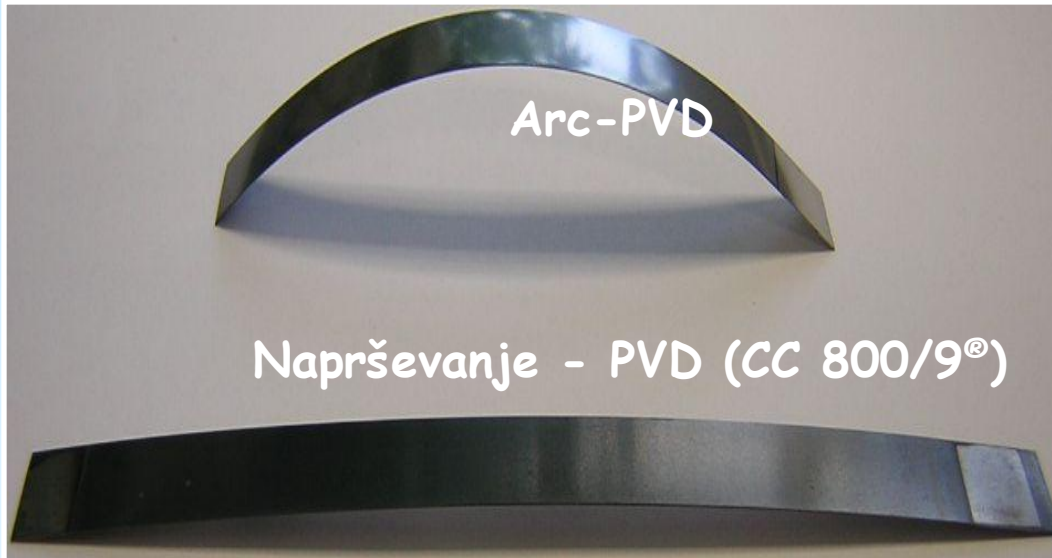


zahteva 5: čim manjši koeficient toplotne prevodnosti

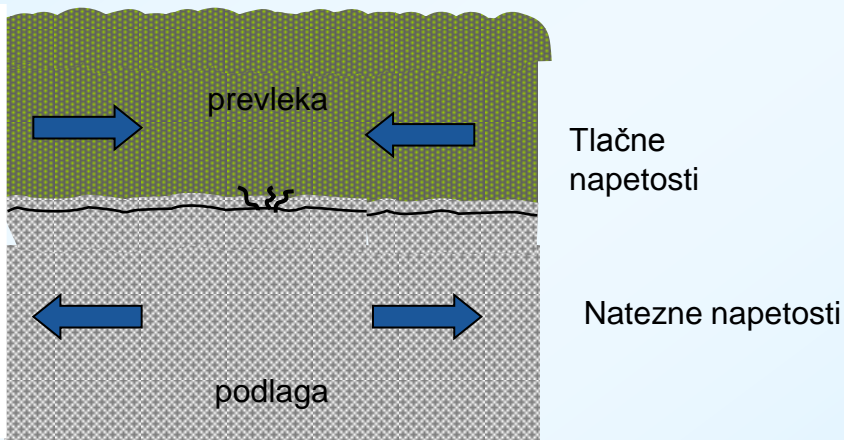
Zaželjeno je, da se čimveč toplote, ki se generira na rezalnem robu, odvede v odrezek in čimmanj v orodje!



zahteva 6: optimalne notranje napetosti



Hrapavost mora biti čim manjša!

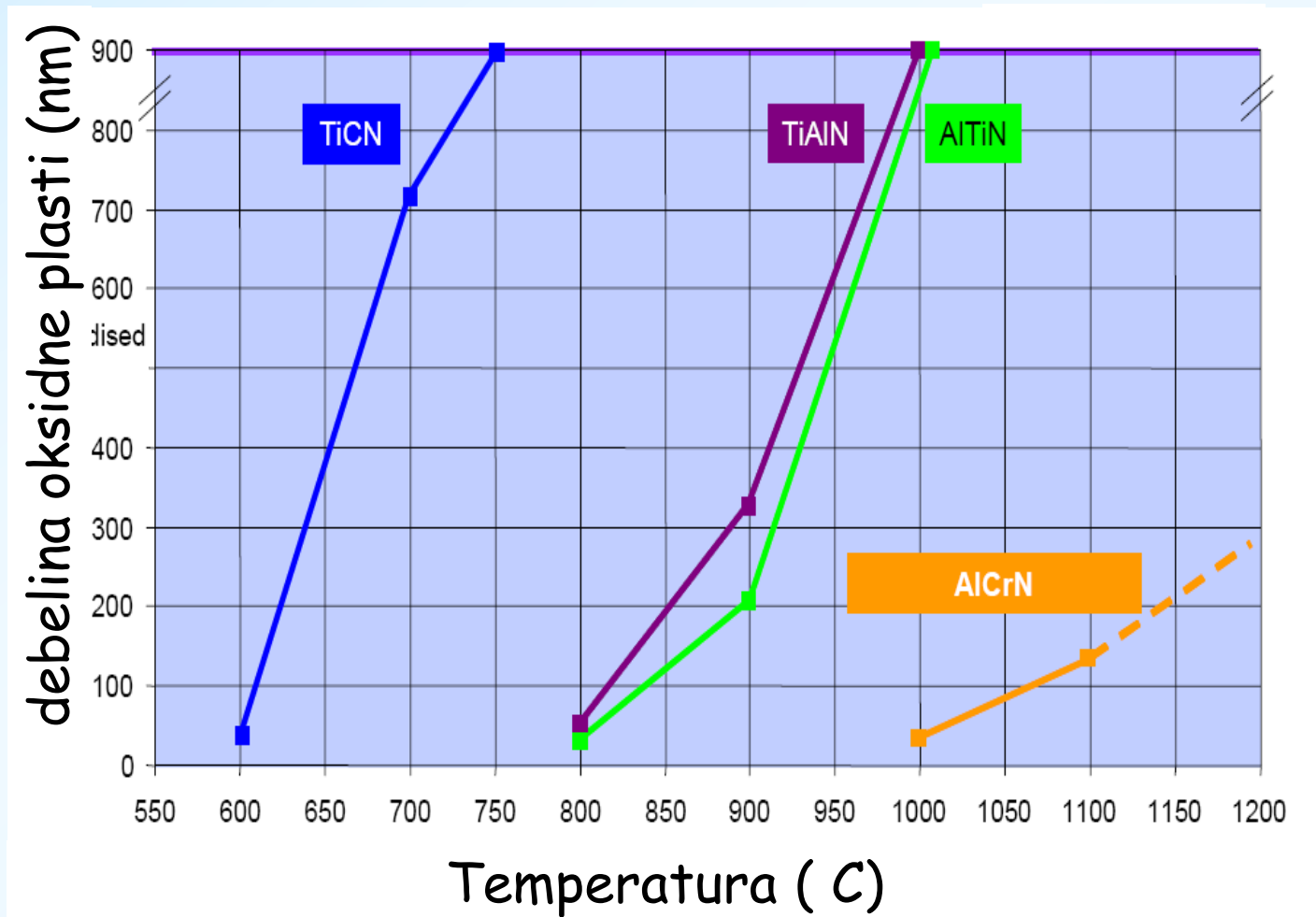


Tlačne notranje napetosti preprečujejo nastanek mikrorazpok na površini prevleke med postopkom rezanja s prekinitvami

Če so notranje napetosti prevelike obstaja nevarnost za nastanek mikrorazpok na meji med podlago in prevleko

zahteva 7: čim večja oksidacijska obstojnost

Pri obdelavi zelo trdih in žilavih materialov, pri visokohitrostni in suhi obdelavi, lahko temperatura rezalnega robu preseže 1000 C, zato morajo biti prevleke oksidacijsko obstojne do te temperature.



zahteva 8: kemijska inertnost do materiala obdelovanca

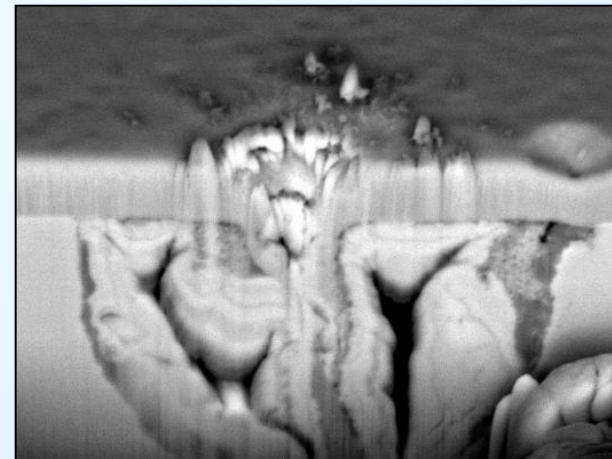
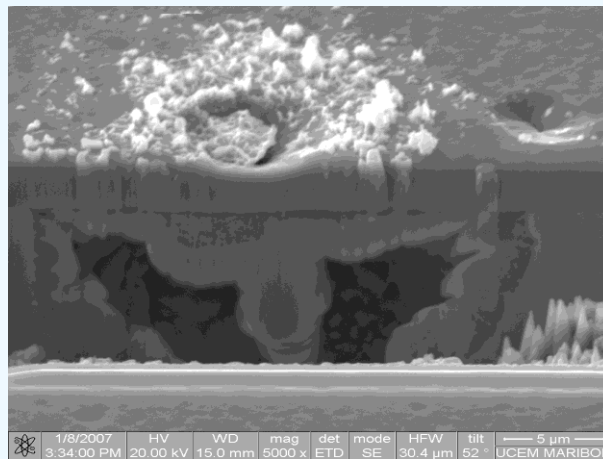
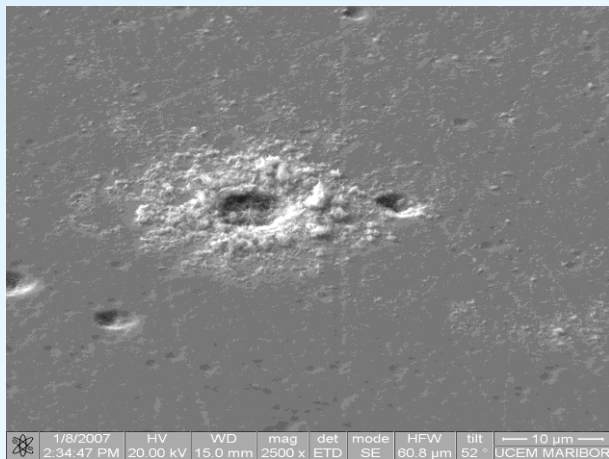
Pri visoki delovni temperaturi prihaja do difuzije materiala obdelovanca v orodni material, kar povzroči sprijemanje. Zato mora biti topnost materiala obdelovanca v orodnem materialu tdui pri visokih temperaturah čimmanjša.

Topnost TiC, TiN in Al_2O_3 prevlek v železu

	Relativana topnost pri $500^{\circ}C$	Relativana topnost pri $1100^{\circ}C$
TiC	1	1
TiN	1.8×10^{-3}	2.1×10^{-1}
Al_2O_3	8.9×10^{-11}	4.1×10^{-5}

zahteva 9: korozijska obstojnost

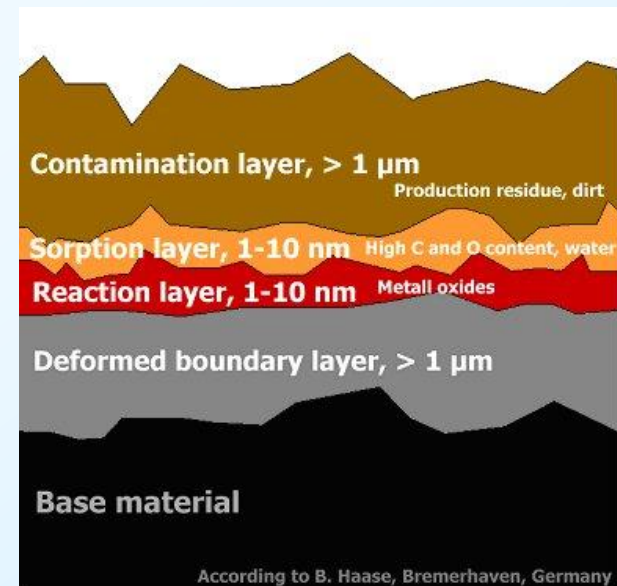
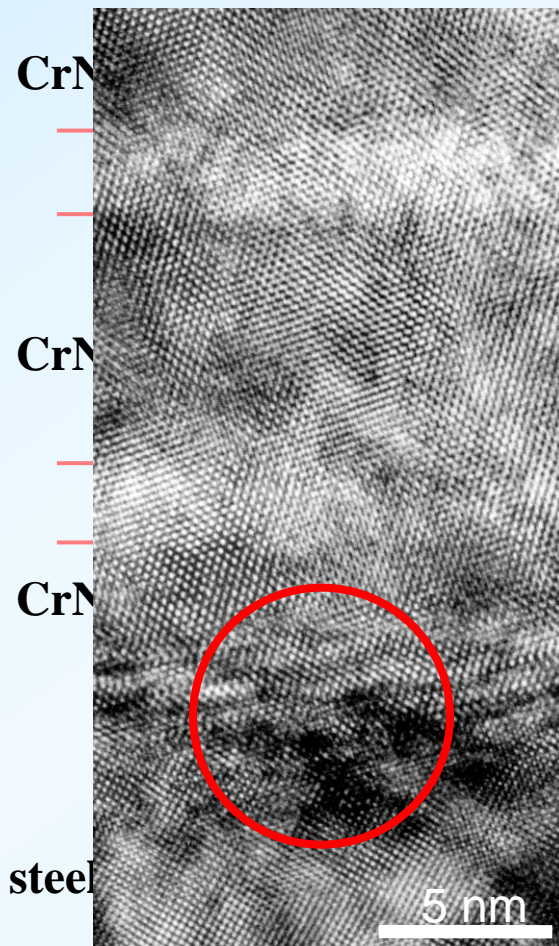
Trde PVD prevleke so sicer korozijsko obstojne. Ker pa so v plasteh mikroskopsko majhni defekti (prekriti delci nečistoč, prašni in drugi delci), pride na teh mestih do **jamičaste korozije**. Jamičasta **korozija** se navadno pojavlja, ko je kovina izpostavljen agresivnim ionom (halogenskim, sulfatnim).



SEM posnetki jamičaste korozije, ki se je pojavila na mestu defekta v prevleki

zahteva 10: dobra oprijemljivost

Še tako dobra trda prevleka nam nič ne pomaga, če se slabo oprijema podlage. Predpogoj dobre adhezije je čista površina orodij! Oprijemljivost izboljšamo, če nanesemo vmesno plast in če prevleko med nanašanjem obstrejujemo z ioni.

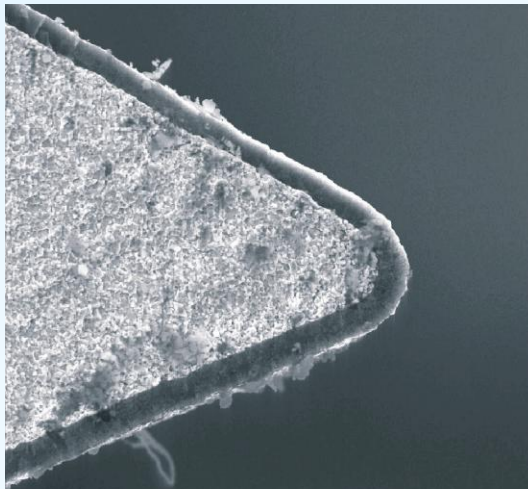


zahteva 11: čim večja debelina prevleke

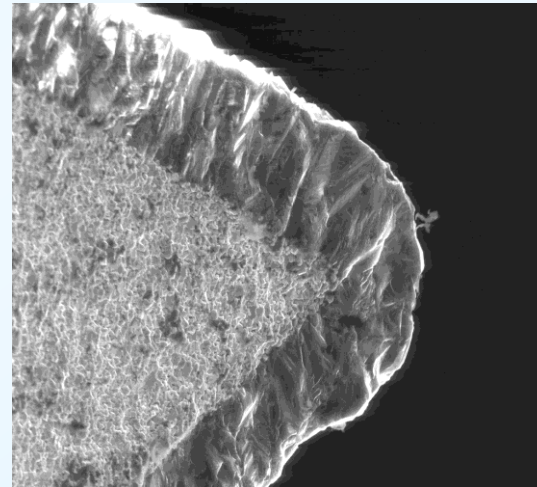
Z vidika uporabe je pomembna tudi debelina prevleke. Tanjše prevleke se uporabljajo za zaščito orodij za fino obdelavo (oster rezilni rob), debelejšše za zaščito orodij za grobo obdelavo.

radij rezalnega robu

oster rezalni rob



velik obrabni volumen



debelina prevleke

1,5-3 μm

2-4 μm

2,5-5 μm

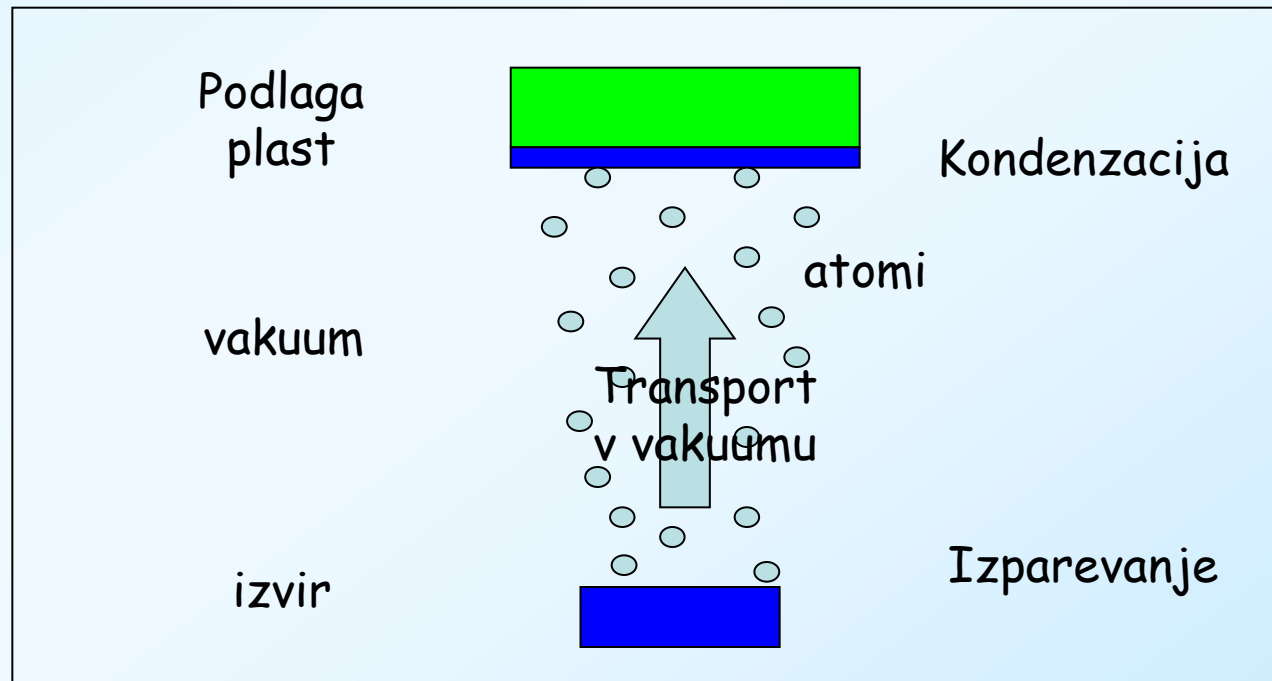
4-8 μm

6-12 μm

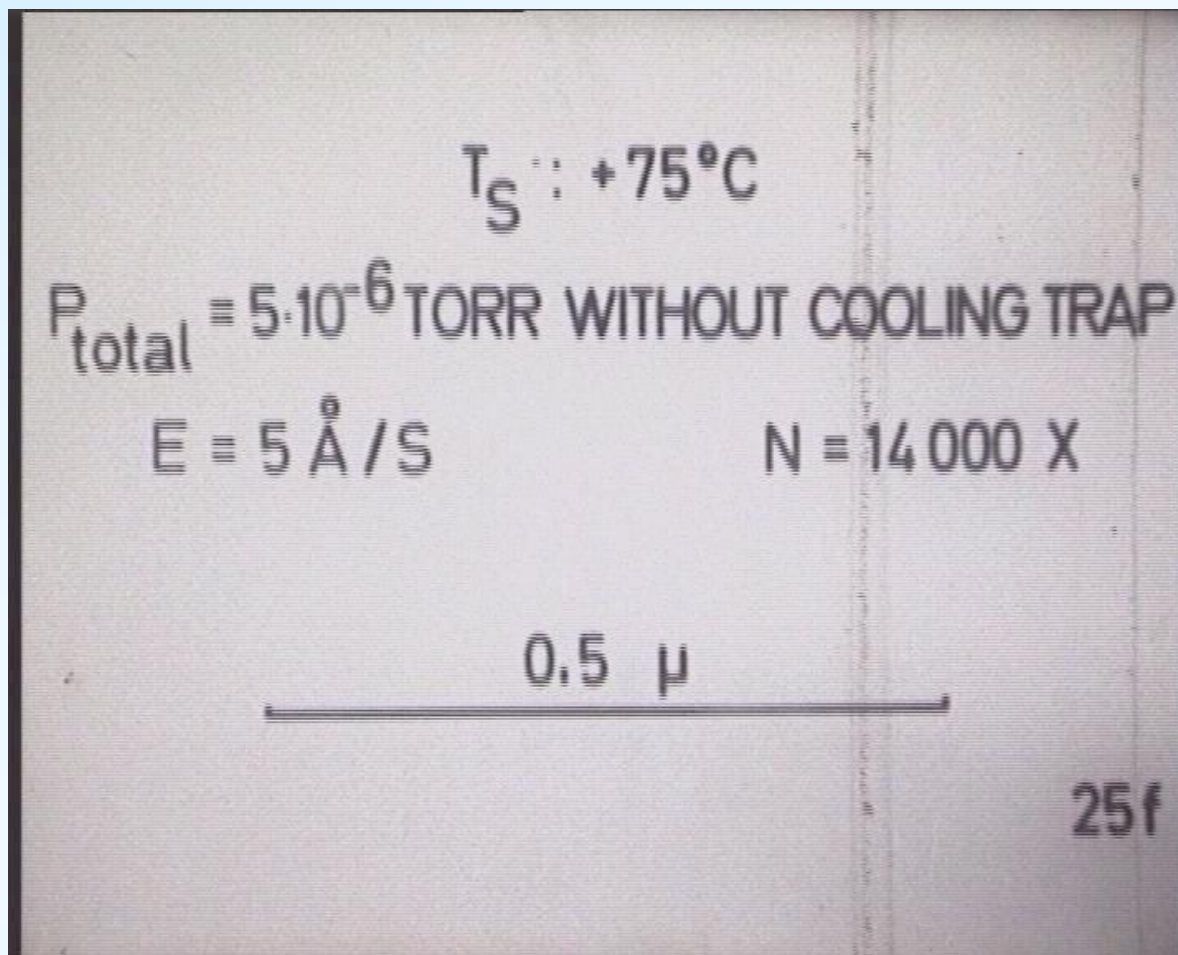
Vakuumski postopki nanašanja tankih PVD-plasti

Vsem PVD-postopkom je skupno, da poteka nanašanje tankih plasti v treh korakih:

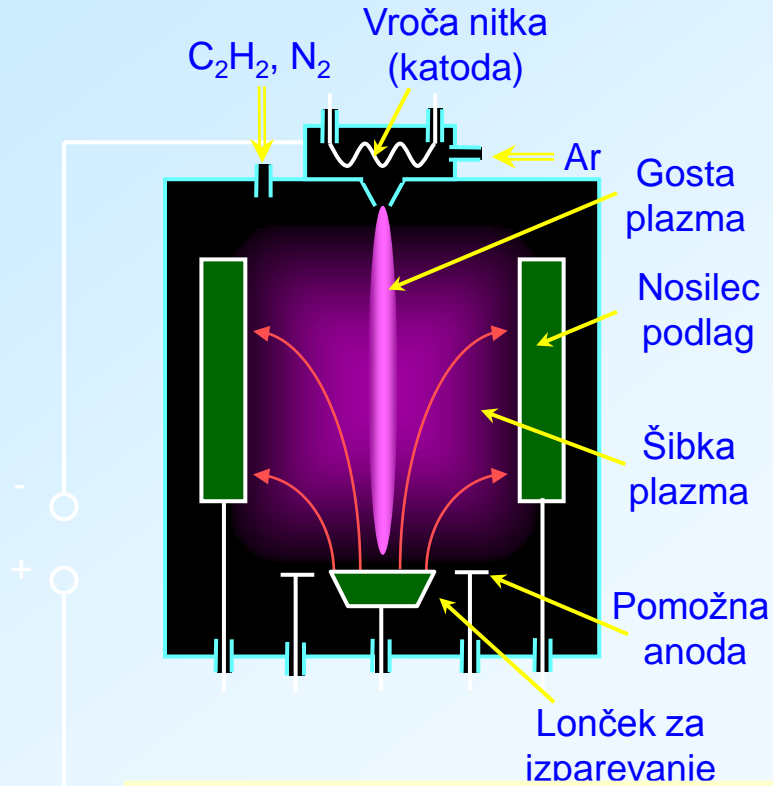
- v izviru **razgradimo** masivni material na atome ali molekule;
- v obliki atomskih ali molekulskih curkov jih **prenesemo** skozi vakuum;
- **kondenziramo** jih na podlagi v obliki tanke plasti



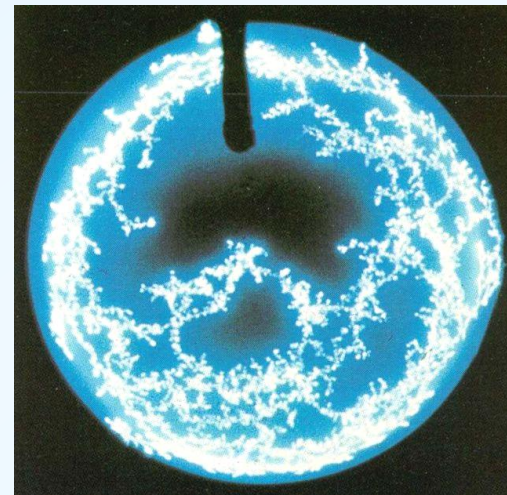
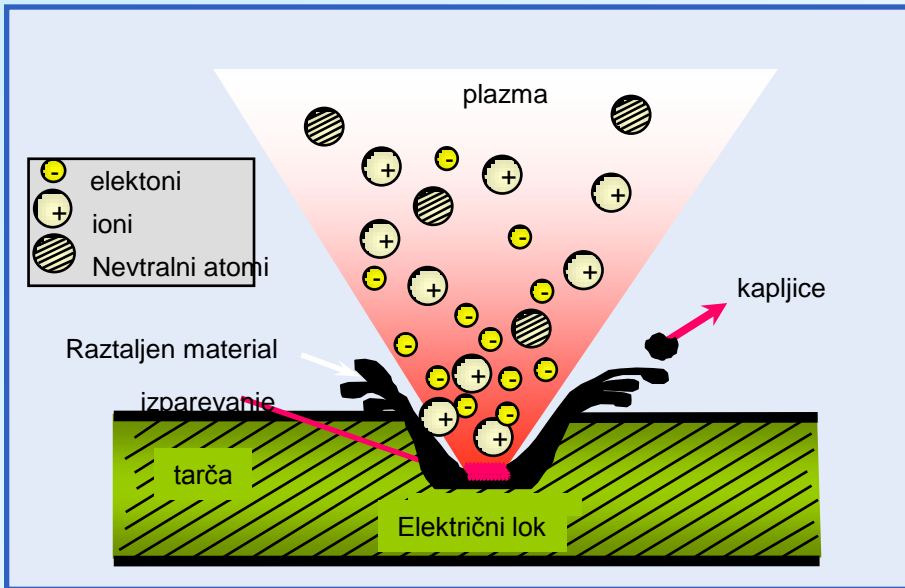
Vakuumski postopki nanašanja tankih PVD-plasti



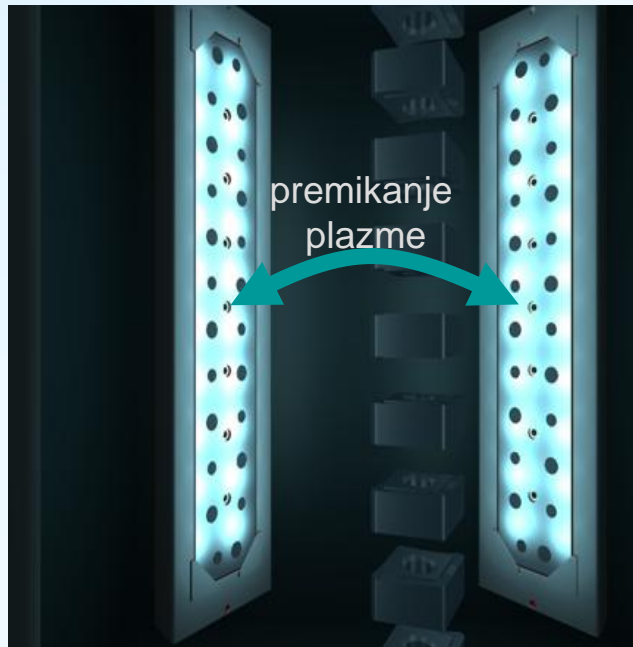
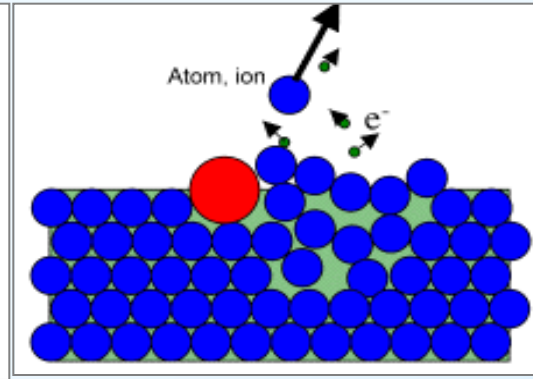
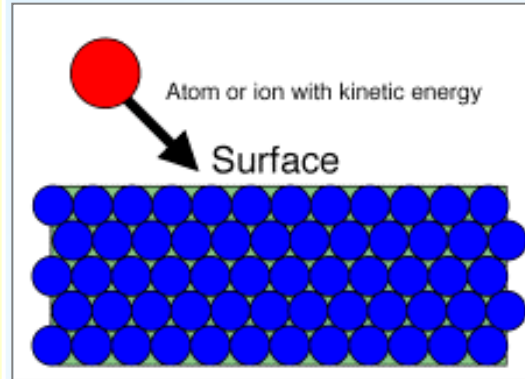
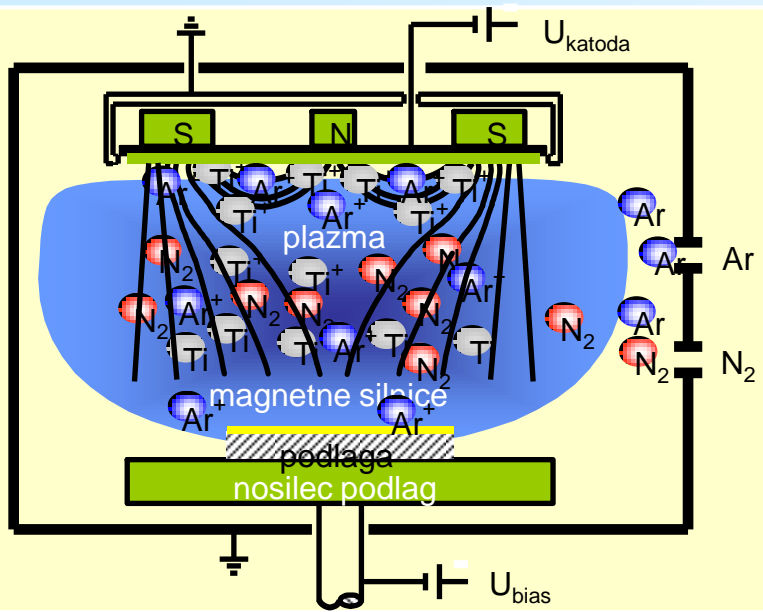
Naparevanje v napravi z termoionskim lokom



Nanašanje s katodnim lokom



Naprševalnik z magnetronskimi izviri

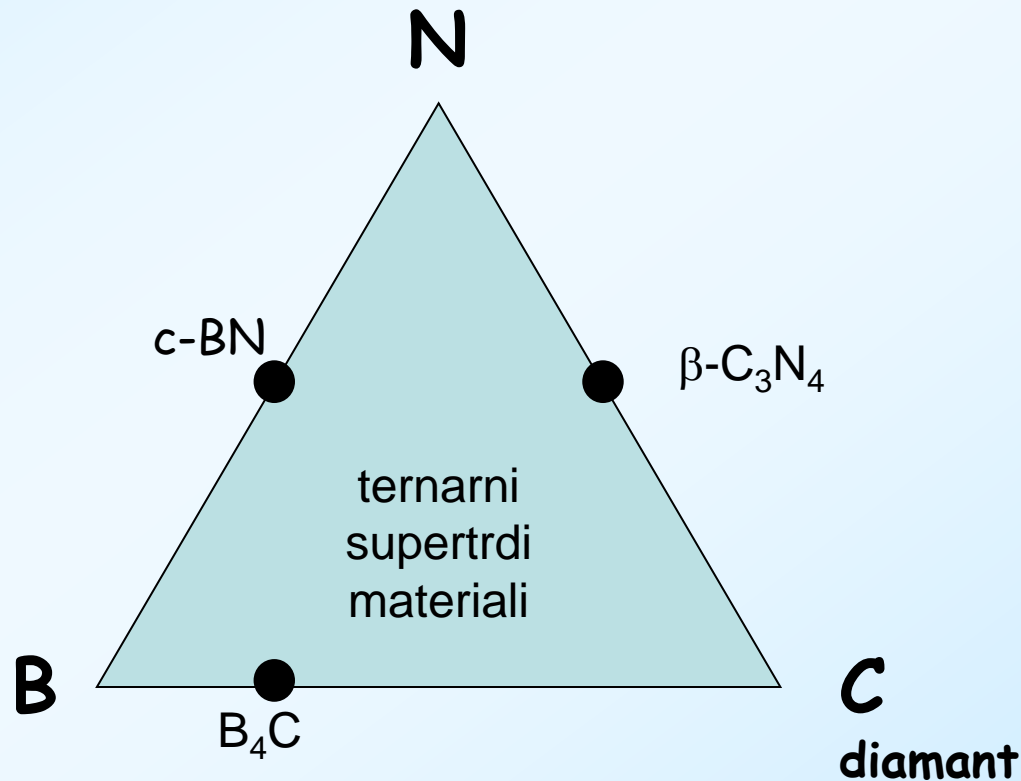


Bistvena karakteristika trdih prevlek je visoka trdota - kako doseči visoko trdoto?



1. Uporabimo material z visoko lastno (intrinzično) trdoto

- spojine na osnovi ogljika, dušika in bora
- binarni nitridi, karbidi, boridi prehodnih kovin

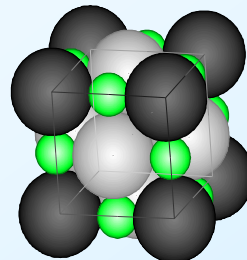
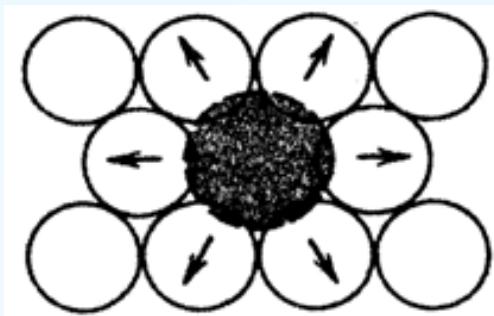


Kako doseči visoko trdoto?

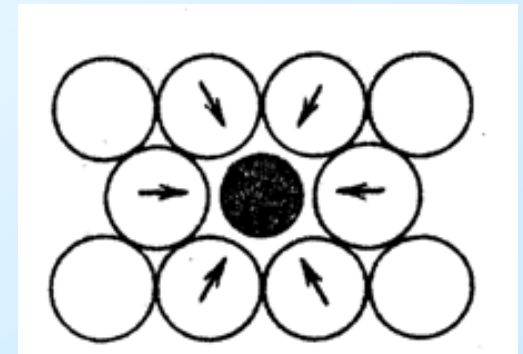
2. Dodamo tretji element - primesni atomi (utrjevanje z formiranjem trdih raztopin): Atomi topljenca imajo praviloma različno velikost kot atomi topila, zato povzročajo v svoji okolici elastične napetosti. Če so manjši, natezne, če pa so večji pa tlačne (učinek utrjevanja je sorazmeren razliki v velikosti atomov).

Primer: Trdoto TiN povečamo, če del N atomov zamenjamo z večjimi ogljikovimi - Ti(C,N) ali pa tako, da del Ti atomov zamenjamo z manjšimi aluminijevimi -(Ti,Al)N.

TiCN



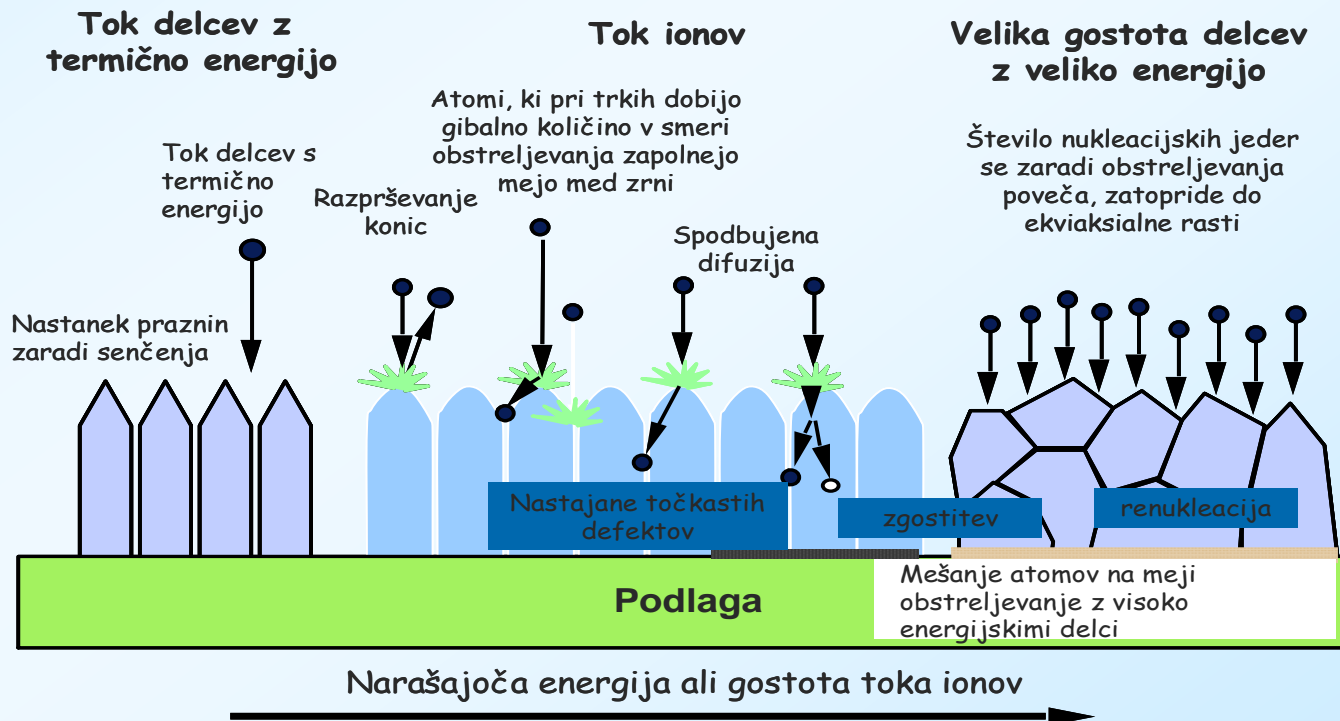
TiAlN



Kako doseči visoko trdoto?

3. PVD-prevleko med rastjo obstreljujemo z ioni (spremeni se morfolologija, trdota, tvorijo se nanostrukture)

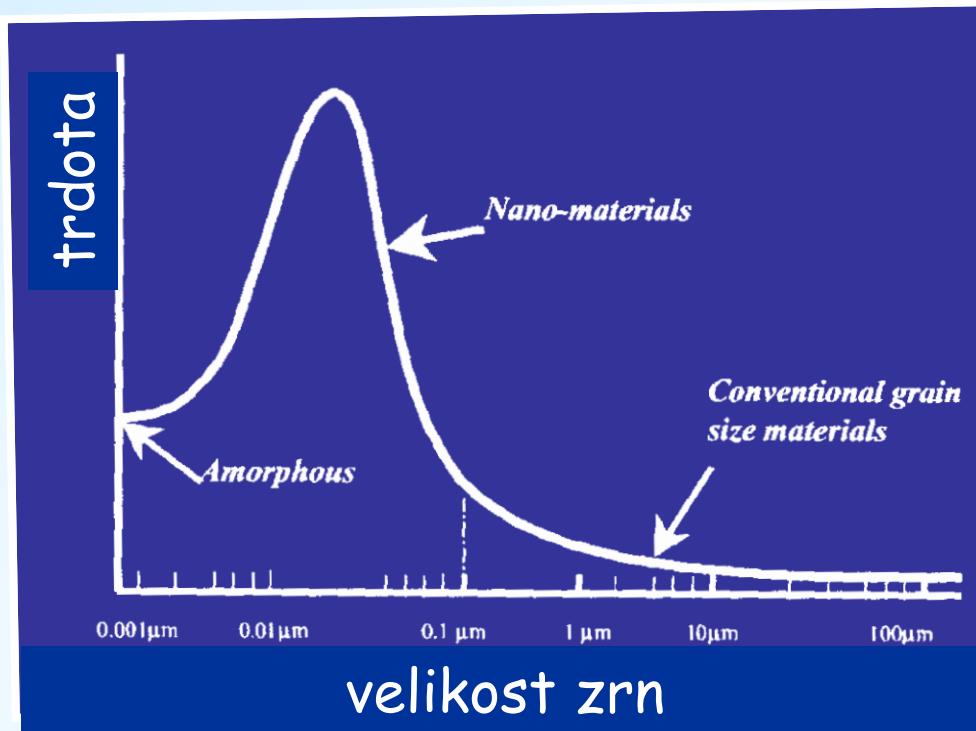
- raste prevleka z bolj fino zrnato mikrostrukturo
- gostota prevleke je večja
- obstreljevanje povzroči nastajanje defektov
- atomi zasedejo prepovedana mesta v kristalni strukturi
- pojavijo se notranje napetosti



Kako doseči visoko trdoto?

4. Zmanjšamo velikost kristalnih zrn

To je eden od mehanizmov utrjevanja, ki ga metalurgi že dolgo časa uporabljajo. Ugotovili so, da se trdota, žilavost in upogibna trdnost polikristaliničnih materialov povečajo, če se velikost kristalnih zrna zmanjša. TA POJAV VELJA TUDI ZA TANKE PLASTI VSE DO NANOMETERSKEGA PODROČJA

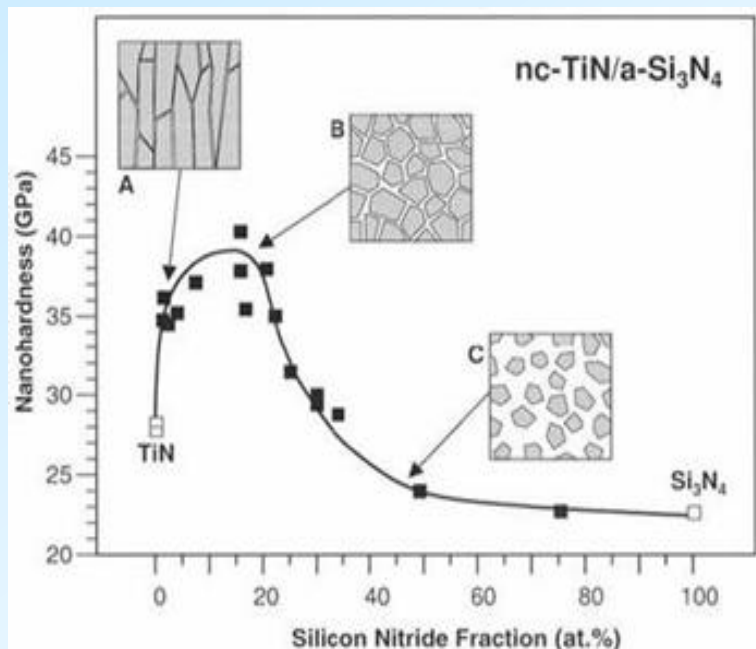


- **$d > 20 \text{ nm}$** : utrjevanje - Hall-Petcheva zveza:
$$H = H_0 + A/\sqrt{d}$$
- **$d \approx 10 \text{ nm}$** : dislokacije se ne morejo širiti; deformacija pretežno z drsenjem po mejah zrn znatno povečanje trdote
- **$d < 5 \text{ nm}$** : zmehčanje (večji delež materiala na mejah med zrni)
- **$d \sim 0$** : amorfno

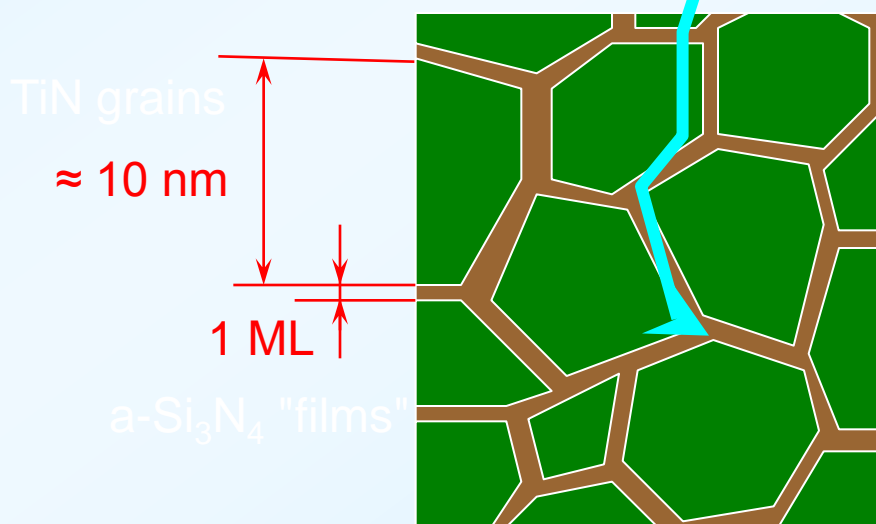
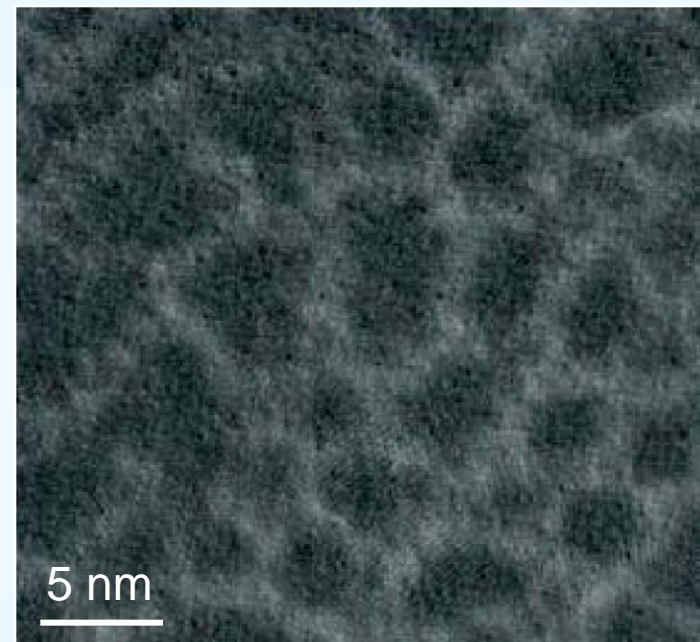
Kako doseči visoko trdoto?



5. Pripravimo nanokompozitno prevleko



širjenje mikrorazpok je ovirano

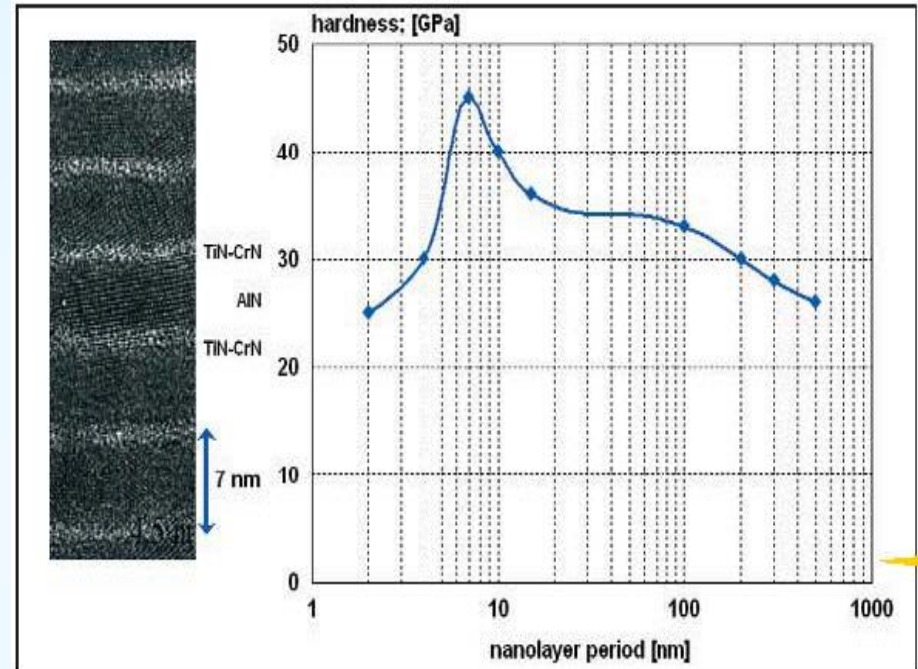
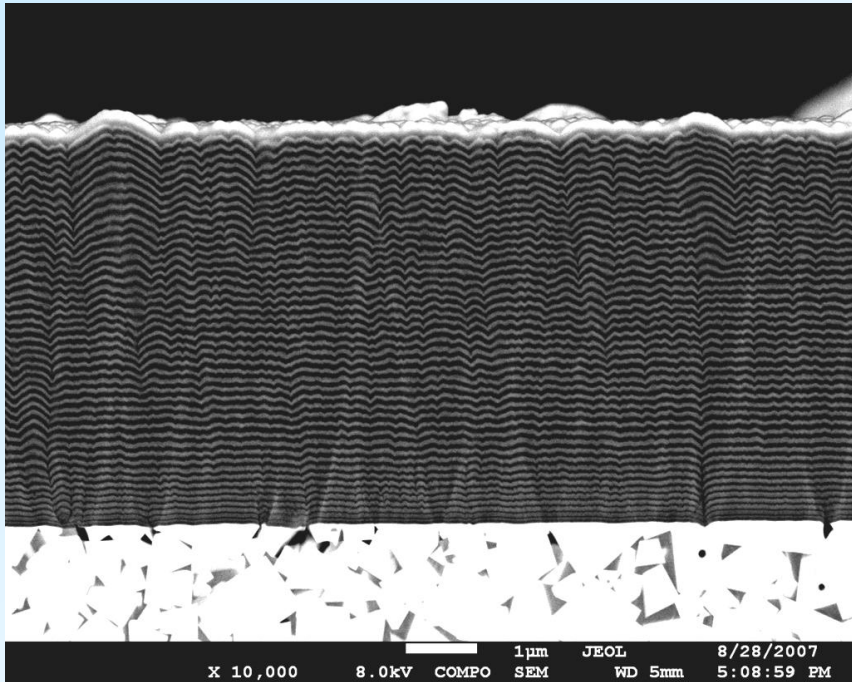


(vir: J. Patscheider, MRS Bulletin, March 2003)

Kako doseči visoko trdoto?



6. Pripravimo nanoplastno prevleko



(vir: Southwestern University, Chicago)

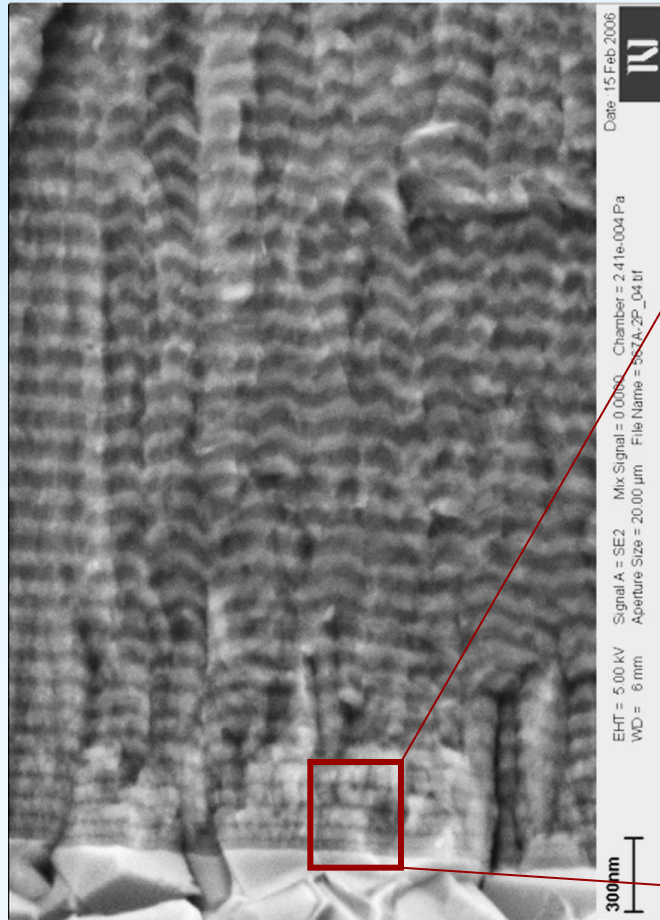


samurajski
meč

Nanoplastne prevleke



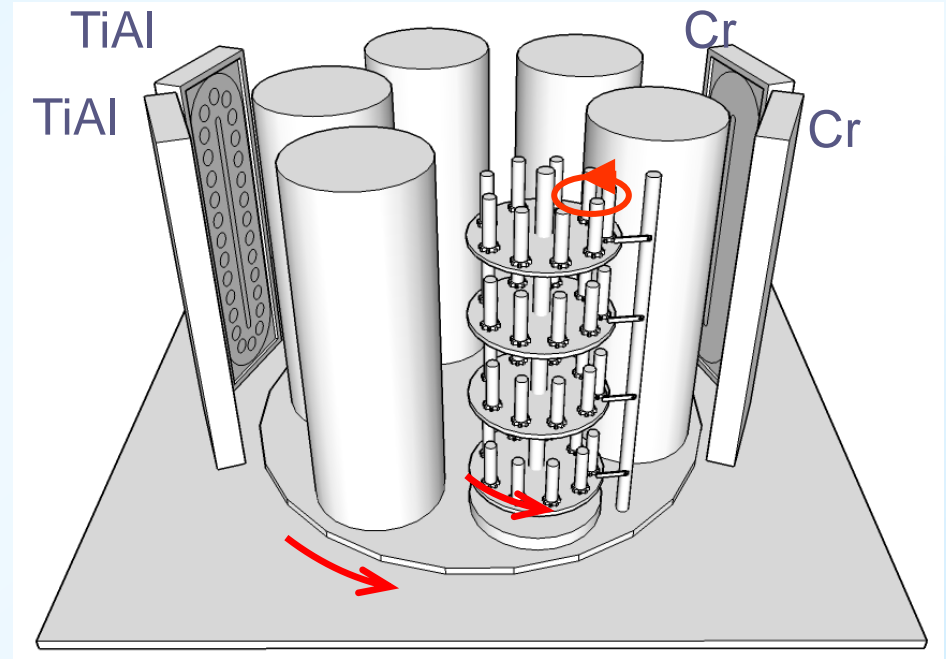
SEM-posnetek



HRTEM-posnetek

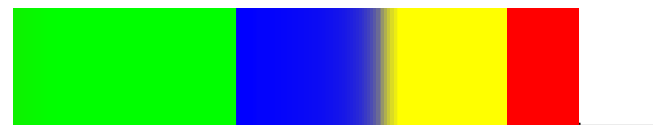
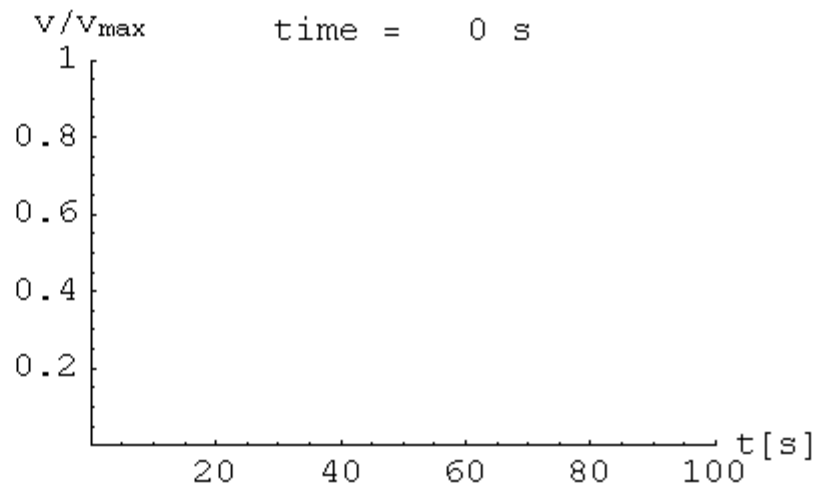
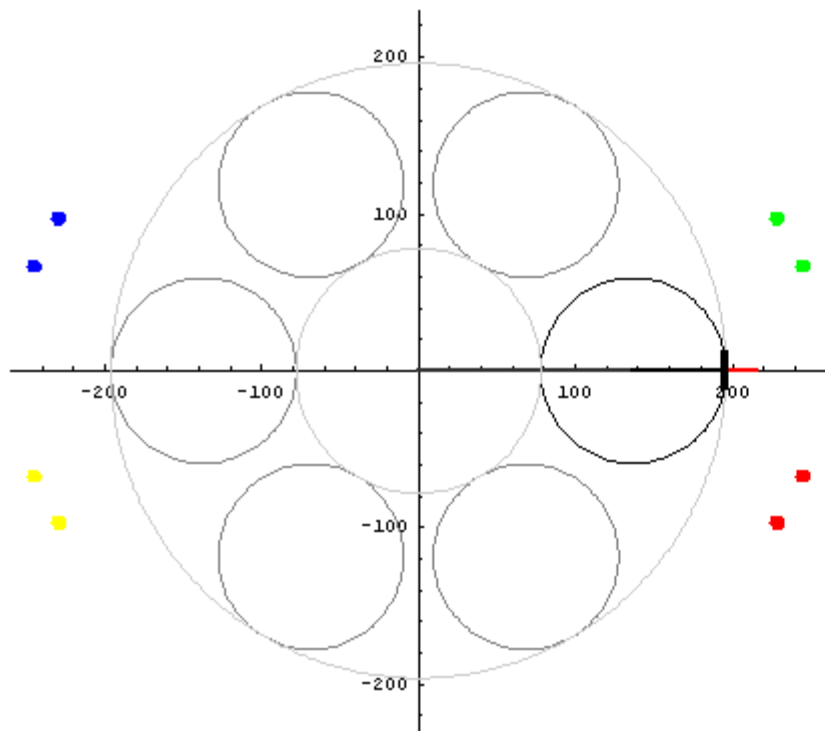


CrN
TiAlN
CrN
TiAlN
CrN
jeklo



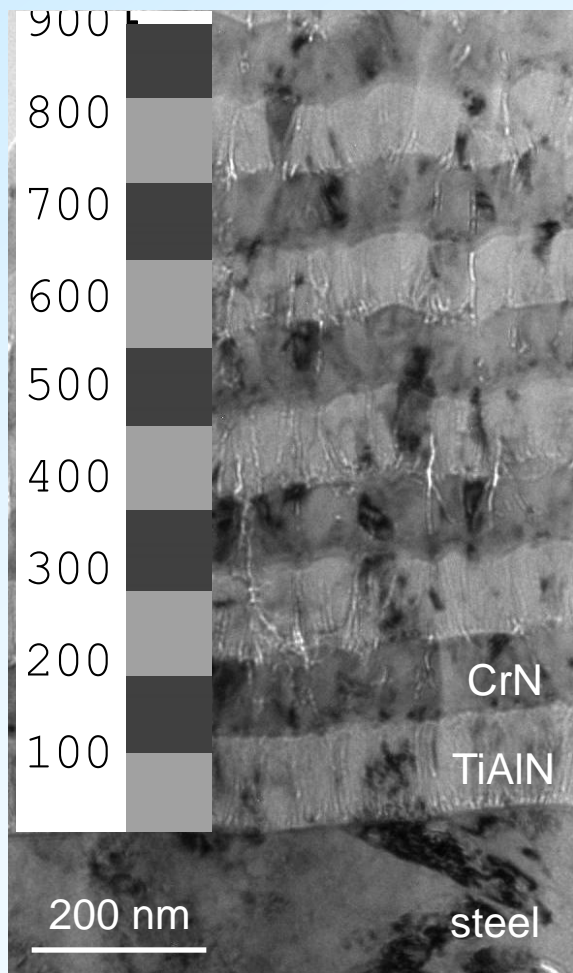
Simulacija procesa nanašanja nanoplastnih prevlek - primer dvojne rotacije

hitrost nanašanja plasti
na podlago



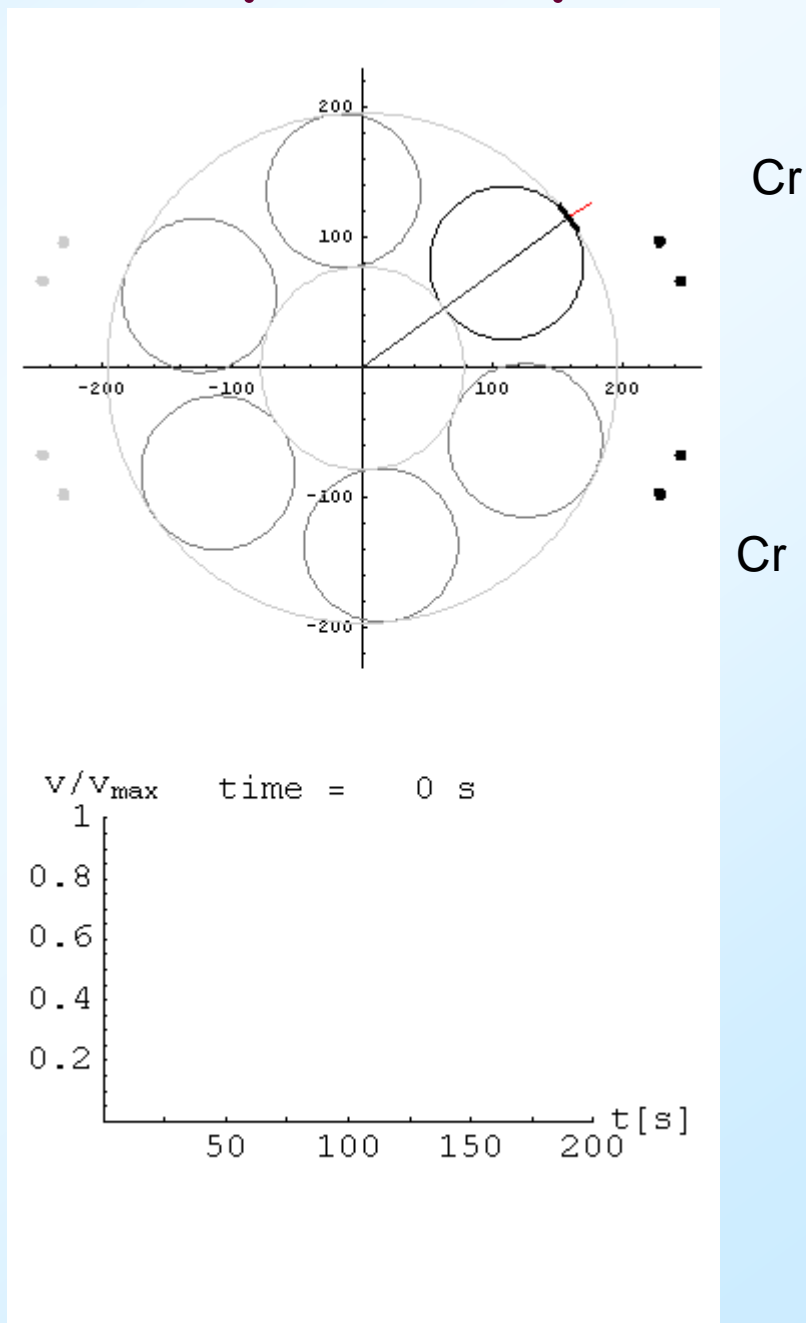
Simulacija procesa nanašanja nanoplastnih prevlek

enojna rotacija



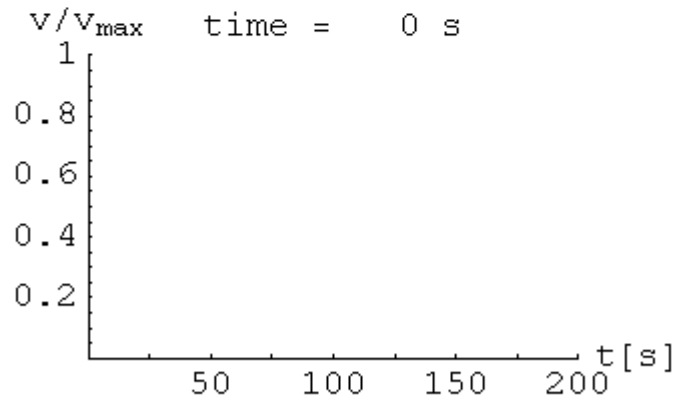
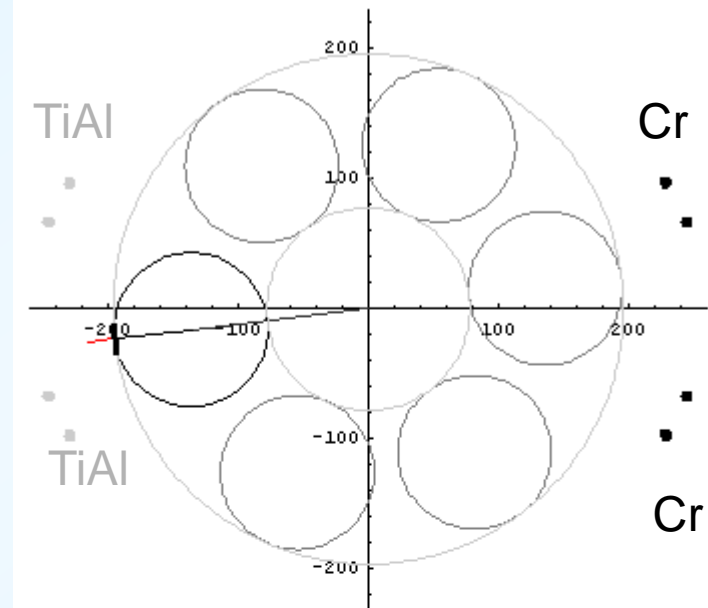
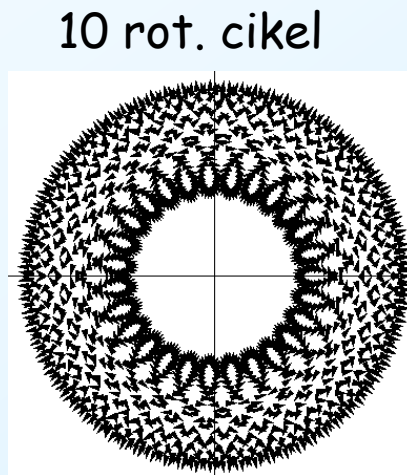
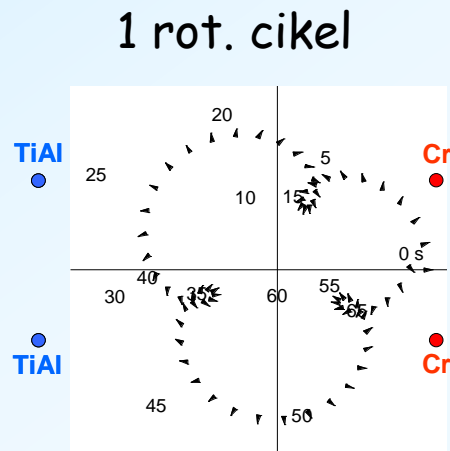
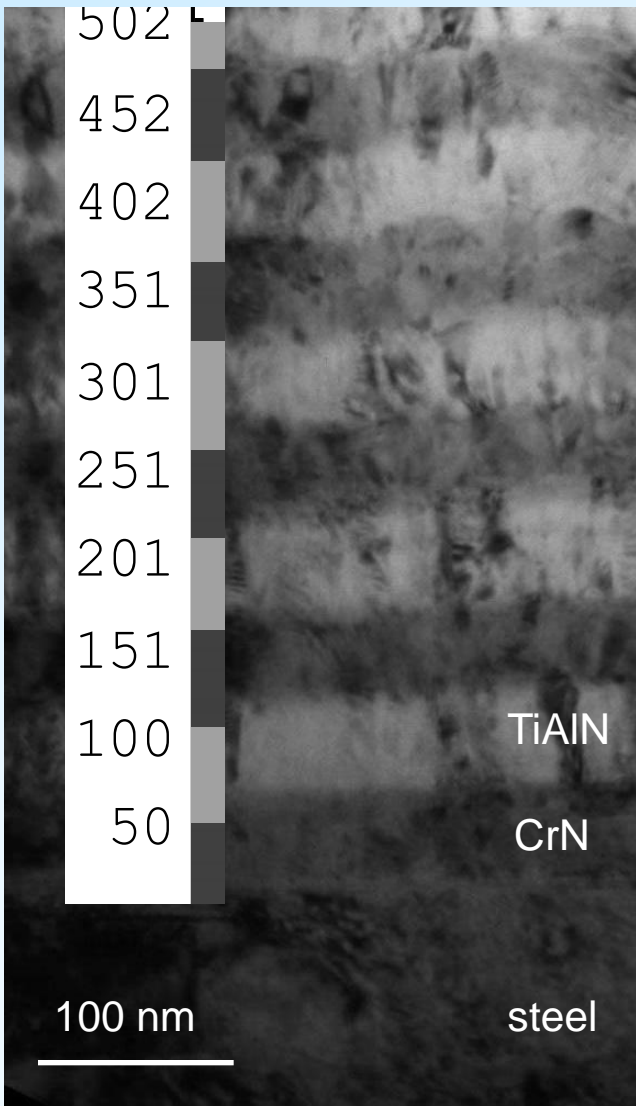
TiAl

TiAl



Simulacija procesa nanašanja nanoplastnih prevlek

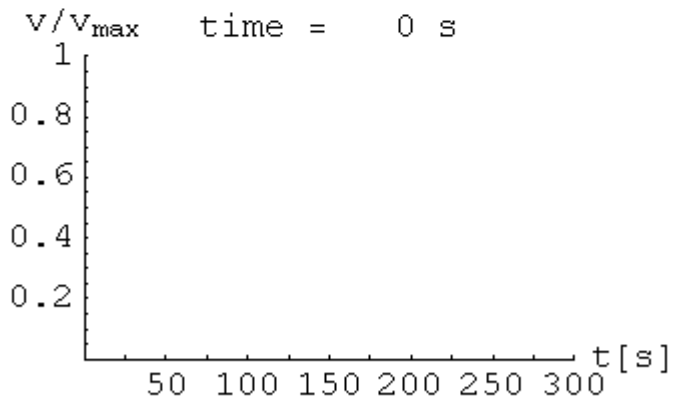
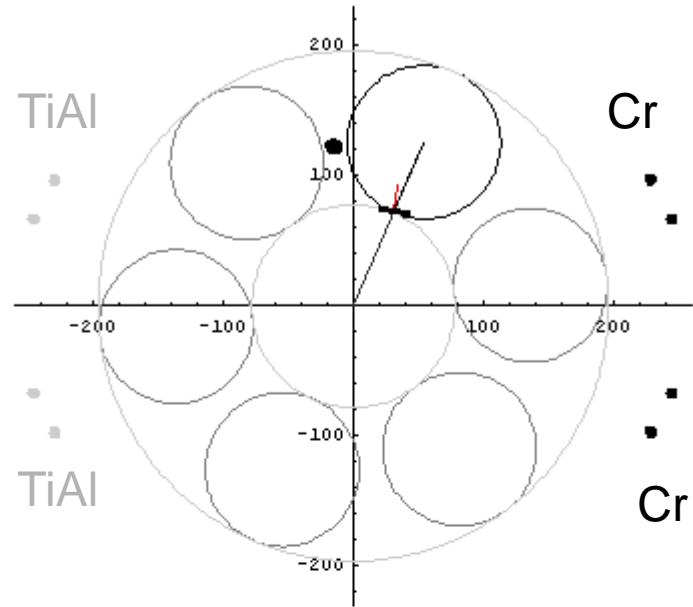
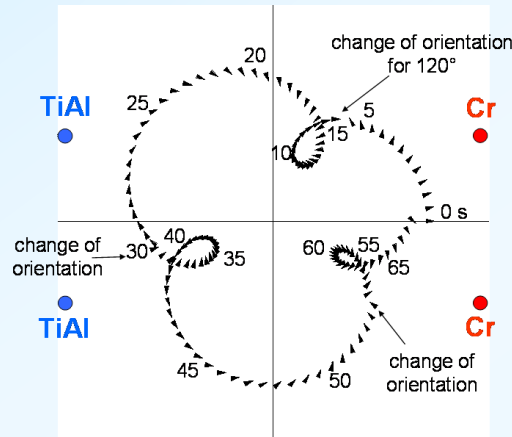
dvojna rotacija



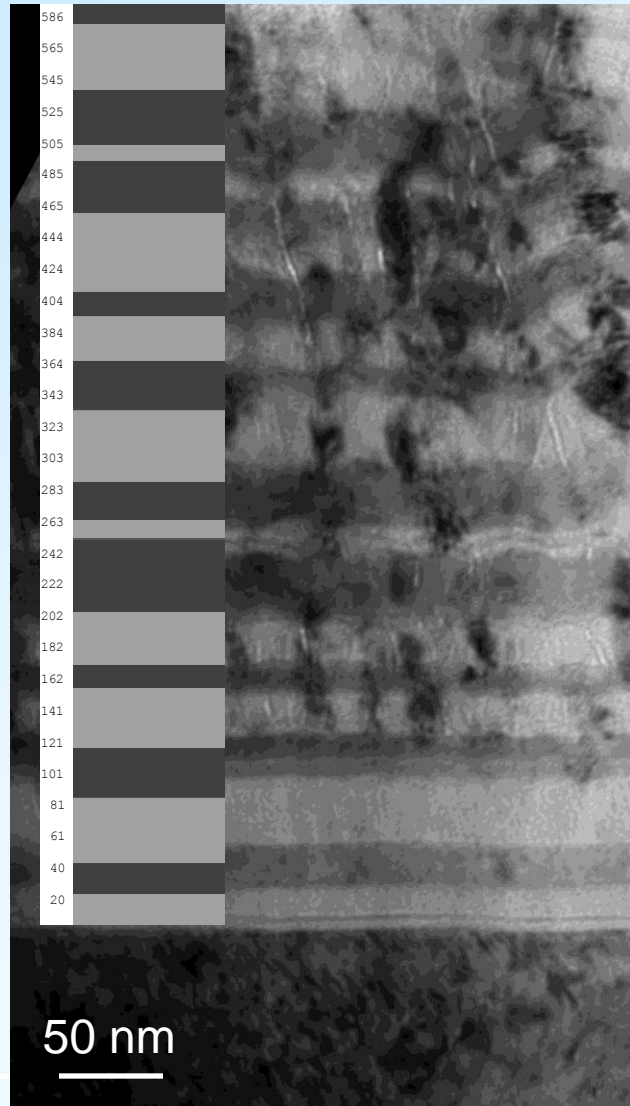
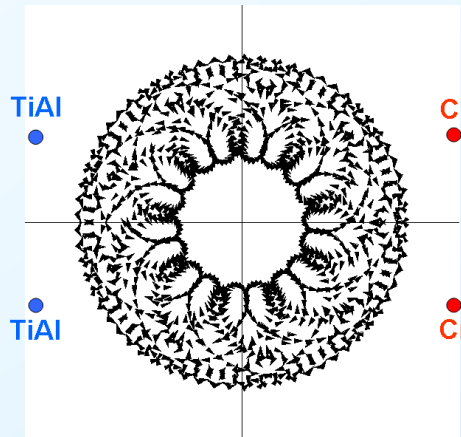
Simulacija procesa nanašanja nanoplastnih prevlek

trojna rotacija

1 rot. cikel



10 rot. cikel

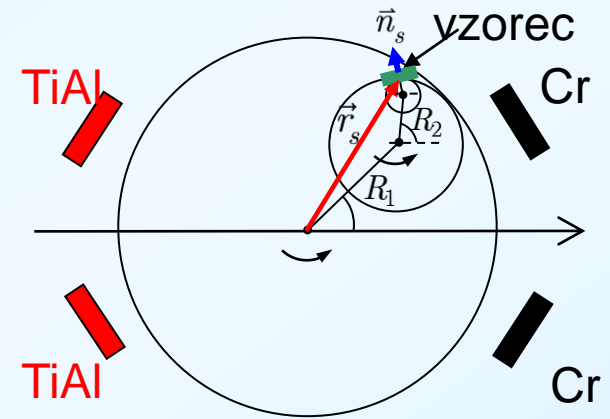
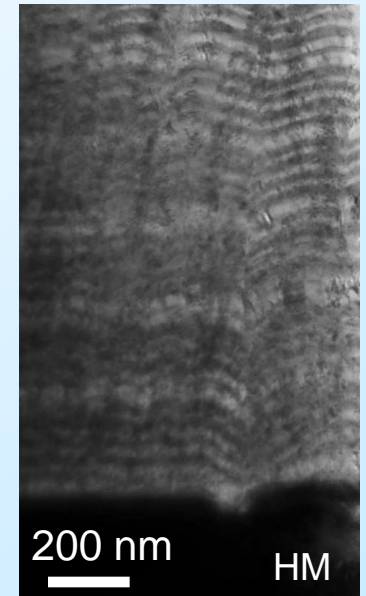
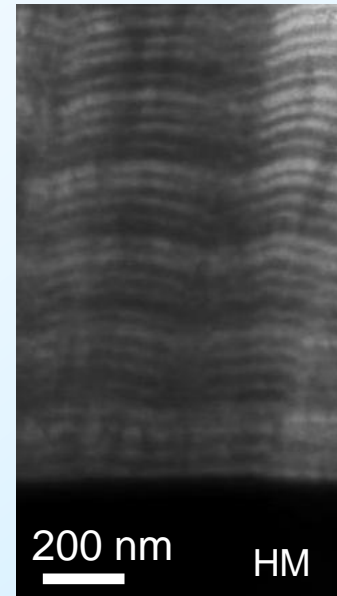
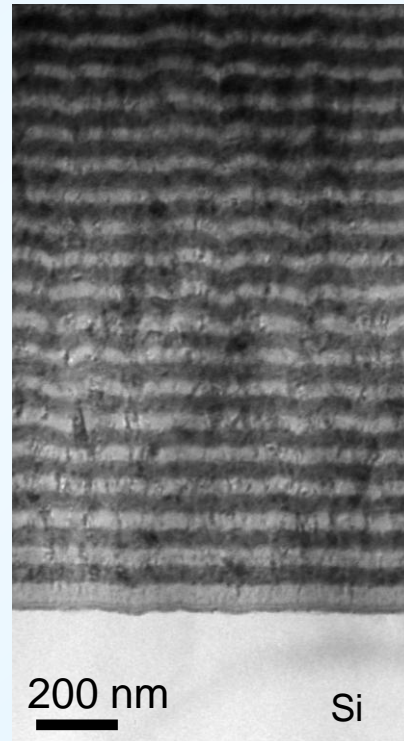
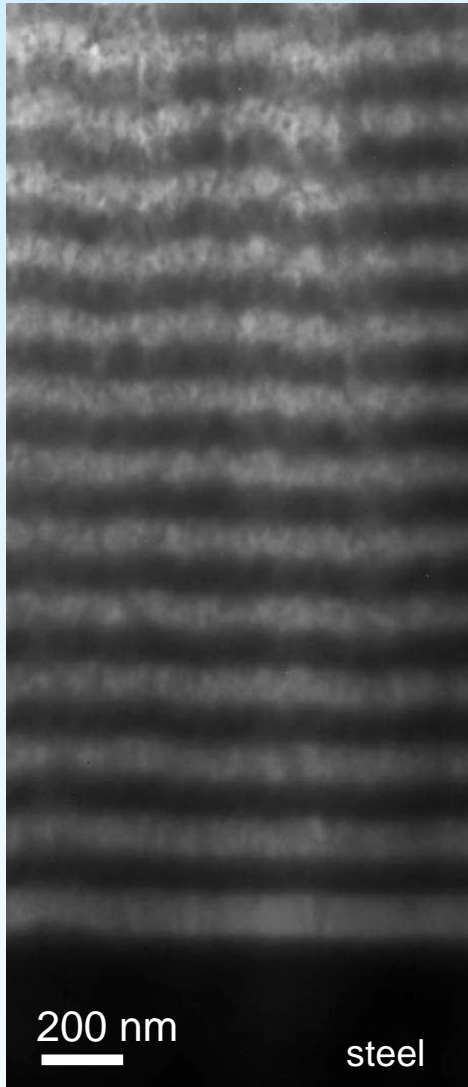


Vpliv rotacije na debelino posameznih plasti

enojna rotacija

dvojna rotacija

trojna rotacija



Nanoplastne prevleke

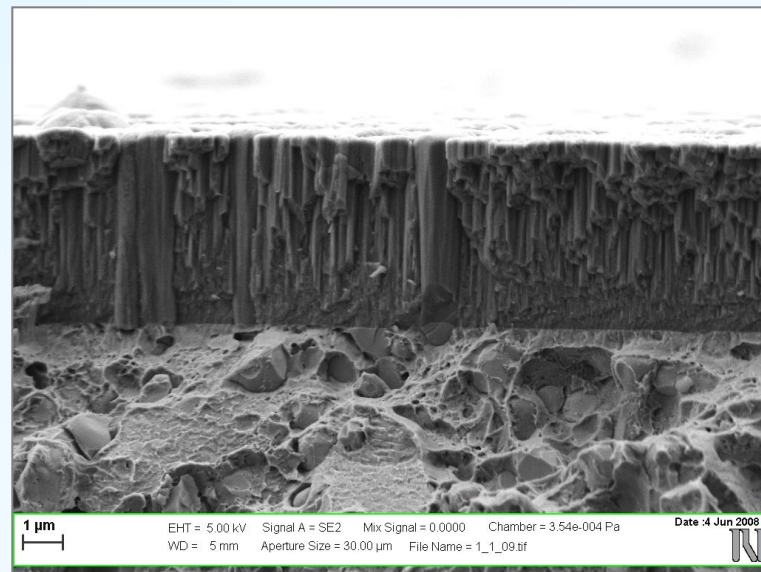
SN TiAlN

Osnovne lastnosti

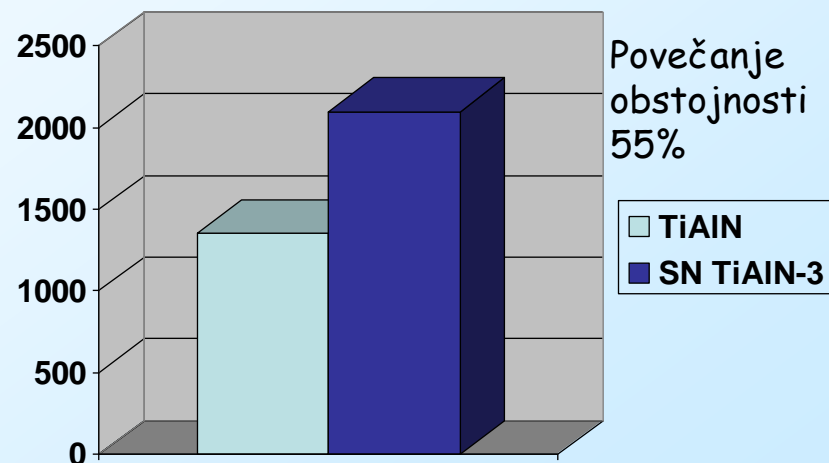
- nanoplastna in nanokompozitna prevleka na osnovi TiN in TiAlN debeline okrog $2.5\mu\text{m}$
- mikrotrdota: 3500 HV
- max. del. tem.: 1000°C
- odlikuje se z veliko trdoto in žilavostjo
- majhne tlačne napetosti
- majhnim trenjem (izjemno gladka površina za odvajanje odrezka po žlebu skoraj brez trenja).

Področje uporabe

- zaščita rezalnih orodij za fino obdelavo jekla, litega železa, nerjavnega jekla in temperaturno obstojnih zlitin
- zaščita orodij za preoblikovanje



Struženje Inconela HM ploščica (vc=100 m/min, f=0.2 mm, ap=0.3 mm)



Nanoplastne prevleke

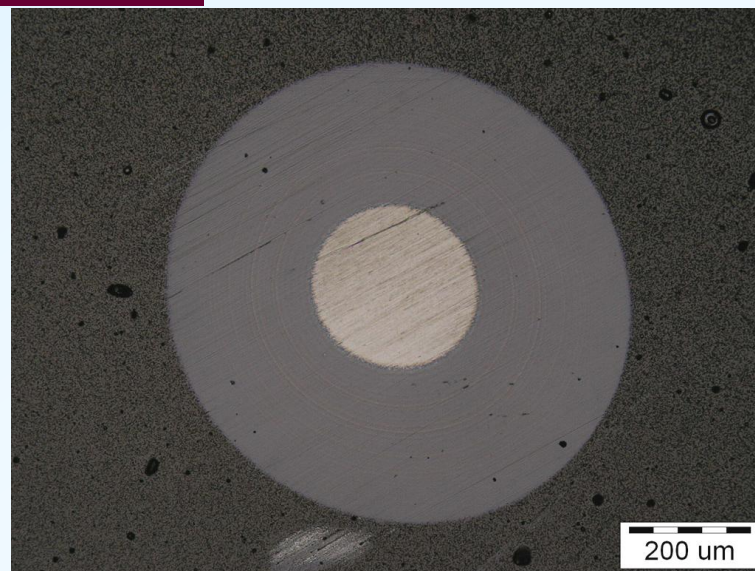
SN AlTiN

Osnovne lastnosti

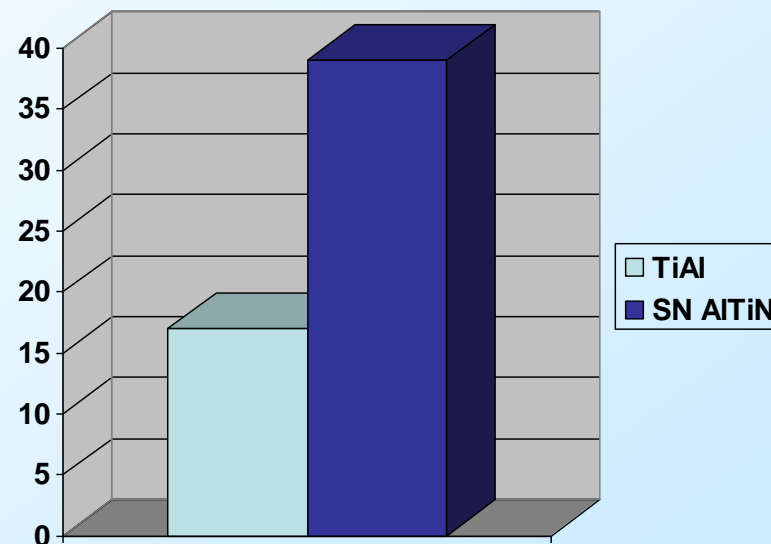
- nanoplastna in nanokompozitna prevleka na osnovi AlTiN in TiN
- mikrotrdota: 3700 HV
- max. del. tem.: 1100°C

Področja uporabe

- zelo primerna za obdelavo kaljenjega jekla in materialov z visoko trdnostjo



Odvalno frezanje jekla 17CrNiMo6 (1050-1350 N/mm²) - odvalno frezalo (vc=155 mm/min, fz=0,2 mm, z=8)



Nanoplastne prevleke

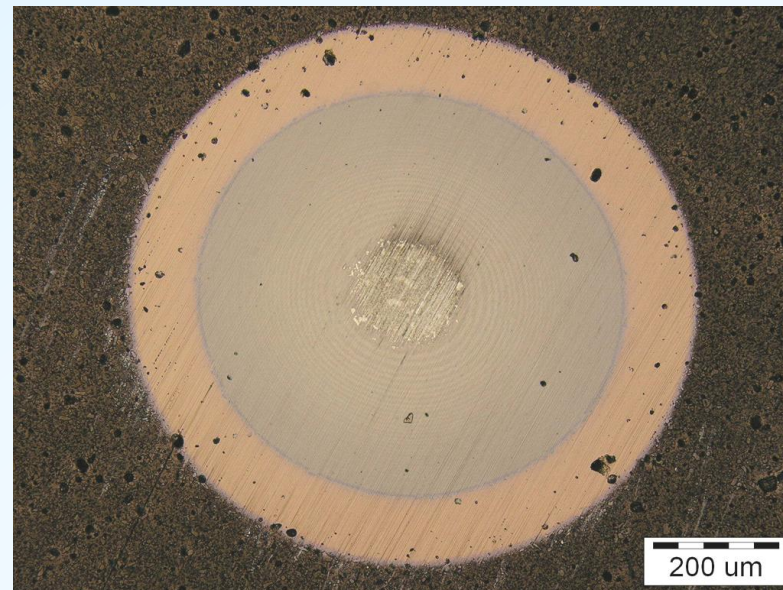
SN TiAlSiN

Osnovne lastnosti

zelo trda in kemijsko inertna prevleka.

Področje uporabe

Primerna je za suho obdelavo in obdelavo v trdo (do 70 HRC).



Suho frezanje 1.2379 (60 HRC, frezalo z radiusom 2 mm), $vc=80$ mm/min, $ap=0,15$ mm, $ae=0.3$ mm)

Z dodajanjem drugih elementov, kot so npr. Cr, B, Si, Y, Hf in V, lahko bistveno izboljšamo oksidacijsko in termično stabilnost TiAlN!!

