

Povlakování forem CrN

Vladimír Pospíšil

Bakalářská práce
2016

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Vladimír Pospíšil**
Osobní číslo: **T13179**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Povlakování forem CrN**

Zásady pro vypracování:

1. teoretická studie na dané téma
2. příprava formy a nanesení povlaku CrN
3. měření tloušťky a tvrdosti povlaku
4. zpracování dat a vyhodnocení

Příjmení a jméno: POSPIŠIL VLADIMÍR

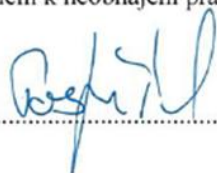
Obor: KPI

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 10.5.2016



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

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

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

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

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

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

³¹ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

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

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

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

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá rozbořem technologie povlakování lisovacích forem metodou PVD a vzniku vrstvy chrom-nitridu pro zvýšení tvrdosti a životnosti ve výrobě. V několika kapitolách budou diskutovány technické i technologické specifikace této průmyslové metody pro úpravu povrchů. Pojednání bude obsahovat i metody pro následné vyhodnocení výsledků, pořízených na skutečných vzorcích, které se v produkci běžně používají.

Klíčová slova: povlakování, chrom-nitrid, PVD technologie, lisovací forma, měření tloušťky vrstvy

ABSTRACT

This thesis deals with the analysis of coating technology PVD for press-moulds and creation of layer CrN to increase the hardness and durability in the production. Within few chapters there will be discussed technical and technological specifications of the industrial methods for surface treatment . Treatise will include methods for subsequent evaluation of results, taken from actual samples , which are commonly used in the production.

Keywords: coating, chromium – nitrid, PVD technology, press – mould, measurement of layer thickness

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Ondřeji Bílkovi, Ph.D., za odborné vedení, poskytnuté rady a připomínky k této práci. Také bych rád poděkoval Ing. Liborovi Novákovi ve společnosti Continental Barum s.r.o., za poskytnuté materiály. V neposlední řadě děkuji své manželce, která pro mě vytvářela prostředí umožňující tvorbu této práce.

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

OBSAH

ÚVOD.....	8
I TEORETICKÁ ČÁST.....	10
1 POVLAKOVÁNÍ.....	11
1.1 CHARAKTERU VYTVOŘENÉHO POVLAKU	11
1.2 ZPŮSOBU VYTVOŘENÍ POVLAKU	11
1.3 DUPLEXNÍ POVLAKY.....	11
2 ZÁKLADNÍ POVLAKOVACÍ METODY	13
2.1 METODA CVD (CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION)	13
2.2 METODA PACVD (PLASMA ASSISTED CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION)	15
2.3 METODA PVD (PHYSICAL VAPOUR DEPOSITION)	16
2.3.1 Reaktivní napařování	17
2.3.2 Reaktivní naprašování	18
2.3.3 Iontová implantace	18
3 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY VRSTEV A JEJÍ ROZDĚLENÍ.....	20
3.1 MĚŘENÍ TLOUŠŤEK ORGANICKÝCH POVLAKŮ.....	20
3.2 MĚŘENÍ TLOUŠŤEK KOVOVÝCH A JINÝCH ANORGANICKÝCH POVLAKŮ	20
3.3 NEDESTRUKTIVNÍ METODY.....	21
3.4 DESTRUKTIVNÍ METODY	21
3.4.1 Kalotest	21
4 METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI.....	23
4.1 DEFINICE TVRDOSTI	23
4.2 ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	23
4.2.1 Tvrdost podle Brinella.....	23
4.2.2 Tvrdost podle Rockwella	24
4.2.3 Tvrdost podle Vickerse	26
4.2.4 Tvrdost podle Shore	27
5 LISOVACÍ FORMA	29
5.1 DEZÉNOVÉ SEGMENTY	29
5.2 BOČNICE	30
5.3 PATKOVÉ KROUŽKY	30
6 SHRUTÍ A CÍLE PRAKTICKÉ ČÁSTI PRÁCE.....	32
II PRAKTICKÁ ČÁST	33
7 CHARAKTERISTIKA SPOLEČNOSTI.....	34
8 SPECIFIKACE PROCESU POVLAKOVÁNÍ	35
8.1 POPIS ZAŘÍZENÍ	35
8.2 CRN POVLAK.....	36
8.2.1 Vlastnosti povlaku.....	36
8.2.2 Využití v praxi.....	37
8.2.3 Využití interní	37
9 POVLAKOVACÍ CYKLUS.....	38

9.1	PŘEDPŘÍPRAVA.....	38
9.2	ČIŠTĚNÍ	38
9.2.1	Hrubé čištění	38
9.2.2	Hlubkové čištění.....	40
9.3	PROCES POVLAKOVÁNÍ.....	42
10	METODY ANALÝZY POVRCHU	45
10.1	ANALÝZA TLOUŠTKY POVRCHU.....	45
10.1.1	Provedení analýzy na kalotestu	45
10.1.2	Provedení analýzy pomocí elcometeru	48
10.2	ANALÝZA MIKROTVRDOMOSTI POVRCHU	49
11	VÝSLEDKY MĚŘENÍ	52
11.1	APLIKOVANÉ MATEMATICKÉ VZORCE	52
11.2	NAMĚŘENÉ HODNOTY NA KALOTESTU	52
11.3	NAMĚŘENÉ HODNOTY NA ELCOMETERU	54
11.4	NAMĚŘENÉ HODNOTY NA MIKROTVRDOMĚRU	55
12	ZÁVĚR.....	57
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	58
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	60
	SEZNAM OBRÁZKŮ	62
	SEZNAM TABULEK.....	64
	SEZNAM PŘÍLOH.....	CHYBA! ZÁLOŽKA NENÍ DEFINOVÁNA.

ÚVOD

V dnešní technologické době je kladen vysoký důraz na kvalitu procesů, výrobků a požadavků na materiál, respektive jejich povrchů a to i v oblasti automotive. Obecně rozumíme povrchem rozhraní mezi kovem v pevné fázi a okolním prostředím. Povrch a povrchová struktura materiálu má výraznou úlohu v předurčení vlastností výrobku. Proto jedním z perspektivních směrů úpravy materiálů je i hledání optimální modifikace funkčních vlastností povrchu vytvářením povlaků. K dispozici je celá řada moderních postupů přepracování povrchové vrstvy, které zlepšují odolnost proti opotřebení, korozi, únavové a valivé vlastnosti povrchu výrobku.

Kvalita povrchu je výsledkem řady technologických operací. Tímto trendem prochází i hliníkové vulkanizační formy, kde se často využívají nejnovější technologie při tepelném zpracování pryže. K dosažení vulkanizace je zapotřebí naplnit dutinu formy surovou směsí a udržet ji při konstantní teplotě určenou dobu. Velmi důležitým jevem je interakce mezi povrchem formy a tvářeným materiálem, tedy pryží. Tato interakce často vede k vysoké adhezi materiálu k formě, která se následně musí čistit. Důvodem pro povrchovou úpravu forem je proto vytvoření takové povrchové vrstvy, která bude co možná nejvíce inertní k tvářenému materiálu, s vysokou otěruvzdorností, nízkou adhezí a koeficientem tření. Snahou tedy je, aby bylo plnění formy kvalitnější a vyjmutí dílce z formy snazší, čímž se zvýší kvalita a sníží náklady na výrobu dílce.

Nejfrekventovanější moderní technologií povlakování je metoda PVD – Physical Vapour Desition. Proces povrchové úpravy metodou PVD - Physical Vapour Deposition, pomocí chrom-nitridu (CrN), při kterém se ve vysokém vakuu převádí kov do stavu páry a přidáním reakčního plynu se na povrchu povlakovaného dílu vytvoří tenký, tvrdý a mimořádně přílnavý povrch. Pro povlakování forem se jako nanášený kov používá chrom (Cr), který je vhodný zejména pro své mechanické a fyzikální vlastnosti umožňující dosažení požadované kvality povrchu forem. Výhodou depozice PVD je vysoká odolnost vrstev, nízký koeficient tření, možnost vytvořit velké množství různých druhů vrstev i možnost tvorby přesných tloušťek vrstev. Jedná se o ekologicky nejšetrnější metodu depozice vrstev, protože se při procesu depozice neuvolňují žádné toxické látky.

Mezi základní parametry kvality povlaku patří měření. Z technického pohledu je zaměřeni zájmu o povrch materiálu především na ověřování mechanických, fyzikálních, chemických a technologických vlastností povrchové vrstvy a na možné úpravy povrchu. Z hlediska

technologických vlastností je to tření, odolnost proti korozi, erozi a opotřebením. Fyzikální hledisko vychází z pohledu na monokrystal a hodnotí povrch jako způsob uspořádání atomů na rozhraní mezi pevnou fází a plynnou fází nebo vakuem.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POVLAKOVÁNÍ

Povlakování je proces, kdy se na hotový, tepelně zpracovaný a kovově čistý podklad nanese velice tenká vrstva povlaku, která může mít vysokou tvrdost, přilnavost k povrchu, odolnost proti opotřebení, únavovému porušení a navíc představuje velmi účinnou bariéru tepelnou či korozní. Povlaky obvykle mají odlišné chemické složení i strukturu než základní materiál. Existuje mnoho druhů povlaků. Rozdělují se podle: charakteru vytvořeného povlaku, způsobu vytvoření povlaku, duplexní povlaky

1.1 Charakter vytvořeného povlaku

- organické povlaky - akrylátové, alkydové, asfaltové, epoxidové, chlor-kaučukové, nitrocelulózoové, olejové, polyesterové, silikonové, vinylové atd.
- anorganické povlaky
 - nekovové - oxidace kovů, cementování, fosfátování, nitridování, boridování, smaltování atd.
 - kovové – chromování, chemické bezproudové pokovování, elektrolytické vylučování, pokovování v roztavených kovech, difúzní, ve vakuu, žárové stříkání, plátování

1.2 Způsob vytvoření povlaku

- chemickými reakcemi
- galvanickými procesy
- pomocí difúze
- ve vakuu (PVD, CVD)

1.3 Duplexní povlaky

Tyto povlaky stavíme na špici výrobního cyklu ve výrobě povlaků, protože duplexní povlaky kombinují modifikaci povrchových vrstev s nanesením povlaku. Zabrání se tím náhlé změně fyzikálně - mechanických i chemických vlastností směrem od povrchu do jádra a zároveň se docílí požadované vlastnosti povrchu. Duplexní procesy vyžadují kombinaci dvou i více technologických postupů, což komplikuje a zdržuje výrobu. [2]

Povlakem tedy nazýváme každou látku, která se vytvoří na povrchu nebo se na povrch nějakým způsobem nanese.

Při výběru optimálního povlaku pro určitou aplikaci je nutné brát v úvahu:

- fyzikální vlastnosti povlaku (tvrdost, křehkost, teplotu tání, stabilitu, koeficient teplotní roztažnosti, atd.)
- fyzikální a chemické vlastnosti rozhraní substrátu a vrstvy

Bez ohledu na zvolenou metodu povlakování, se proces depozice povlaku skládá z šesti základních kroků:

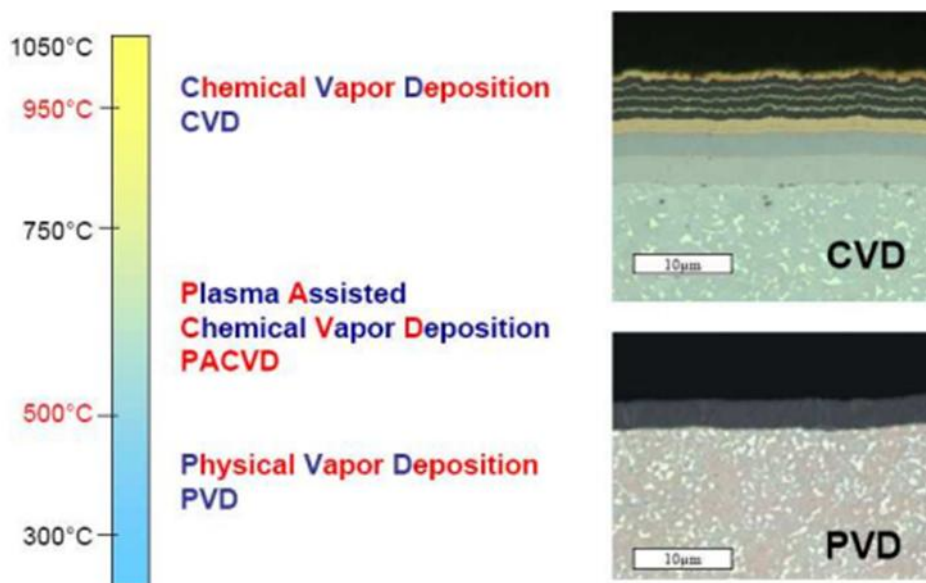
- Atomy povlakujícího materiálu se přesouvají směrem k substrátu, kde probíhá chemická (fyzikální) interakce a usazené atomy jsou slabě připojeny k substrátu.
- Atomy na substrátu difundují. V závislosti na afinitě mezi atomy a substrátem, vzniká chemická vazba, která je vytvořena mezi nimi.
- Nyní se začínají shlukovat atomy na několika místech.
- Tyto shluky se vzájemně zvětšují, což vede k srůstání povlaku. Tento proces probíhá, pokud dva nebo více zárodků (jader) přichází vzájemně do kontaktu.
- Ostrůvky přijímají nově příchozí atomy, dokud není pokryt celý substrát. Ostatní zárodky (jádra) vymezují hranice zrn a tvoří tak mikrostrukturu povlaku.
- Vzniká souvislá vrstva povlaku, která dále roste a zvětšuje svojí tloušťku.



Obr. 1 Schéma postupného vzniku povlaku [3]

2 ZÁKLADNÍ POVLAKOVACÍ METODY

Nejzákladnější povlakovací metody jsou chemická depozice z plynné fáze CVD (Chemical Vapour Deposition), PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) a fyzikální depozice PVD (Physical Vapour Deposition).



Obr. 2 Teploty při povlakování [15]

2.1 Metoda CVD (Chemical Vapour Deposition)

Využívá pro nanášení směs chemicky reaktivních plynů (například CH_4 , C_2H_3 , $AlCl_3$ atd.), která se zahřívá na teplotu v rozmezí 900°C až 1100° C. Proces je založen na reakci plynných chemických sloučenin v plazmě, která se tvoří v bezprostřední blízkosti substrátů a následném uložení produktů heterogenní reakce na tomto povrchu, čímž vzniká a roste vrstva požadovaného materiálu.

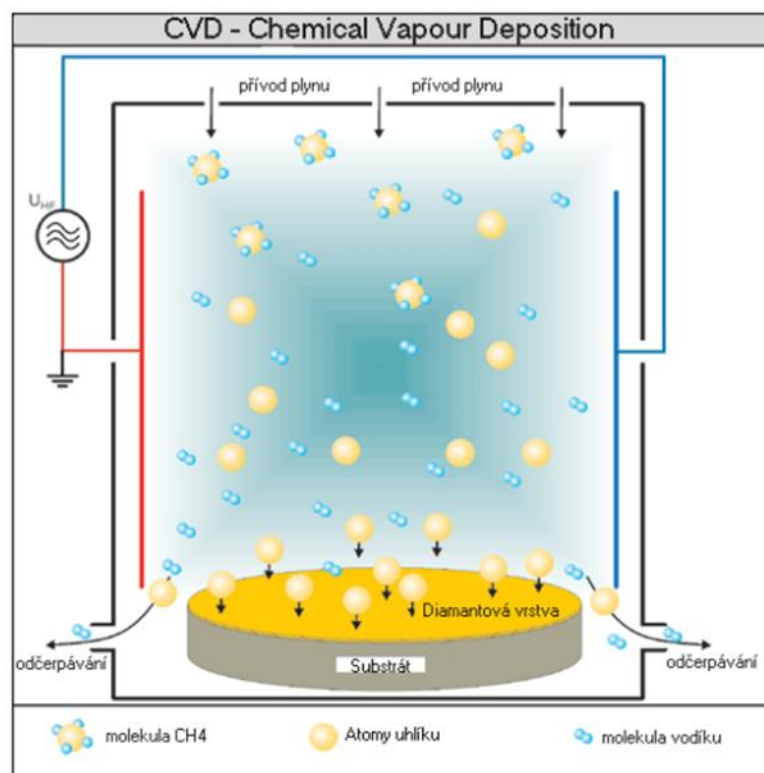
Metoda CVD se používá při vytváření ochranných, dekorativních a optických povrchových vrstev a pro mikroelektronická zařízení [16].

Výhody metody CVD:

- vysoká reprodukovatelnost a adheze
- tloušťka povlaků je stejná i u složitých tvarů podložek
- možnost kontroly a usměrňování rychlosti růstu povlaků
- použití různých druhů prekurzorů
- příprava povlaků se zvýšenou rychlostí nanášení, čistotou a hustotou

Nevýhody metody CVD:

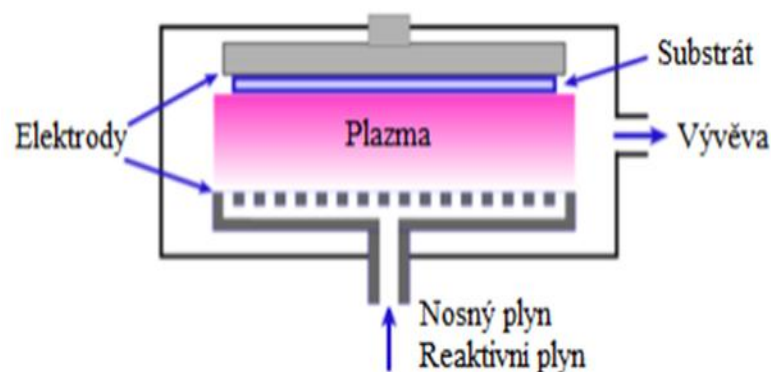
- jedovatost, hořlavost a výbušnost prekurzorů a zplodin reakcí
- požadovaná vysoká teplota
- vznik zaoblených hran, jelikož se jedná o tlustou vrstvu



Obr. 3 Schéma metody CVD [15]

2.2 Metoda PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition)

PA-CVD pracuje na principu zvýšené energie plynné atmosféry v povlakovací komoře pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Ve výboji vznikají ionty a radikály, které vytvářejí na nástroji kompaktní vrstvu povlakovaného materiálu. Vlastnosti vrstvy se dají ovlivňovat změnou přivedeného napětí ve výboji. Od metody CVD se liší nižší pracovní teplotou (470÷530) °C, což umožňuje povlakovat i ocelové nástroje. [18]



Obr. 4 Schéma metody PACVD [18]

Výhody metody PACVD

- několikanásobné vrstvy
- výborné tribologické vlastnosti
- není zapotřebí vysoké vakuum
- nejsou zapotřebí rotační části s rotujícími substráty
- nedochází k žádným změnám v mikrostruktuře a rozměrech
- dají se povlakovat substráty s dutinami a rozměrné substráty do hmotnosti 1250 kg

Nevýhody metody PACVD

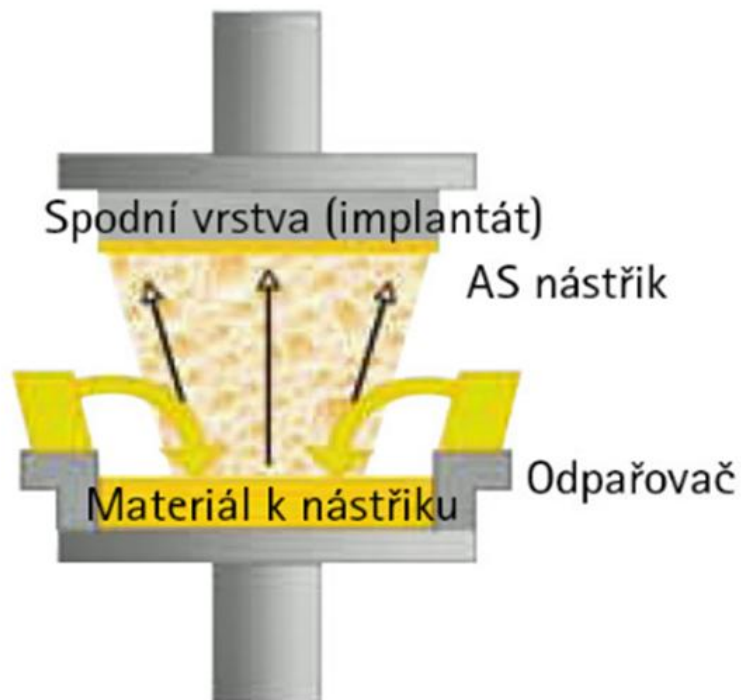
- vysoká náročnost na vybavení a technologii ji činí značně dražší než CVD metodu povlakování

2.3 Metoda PVD (Physical Vapour Deposition)

Metoda se vyznačuje nízkou pracovní teplotou (500 °C), při této teplotě nedojde k tepelnému ovlivnění nástroje. Uvolněné částice jsou ionizovány, reagují s atmosférou komory, kterou tvoří inertní a reaktivní plyn (např. Ar a N₂) a působením záporného napětí se vylučují na povrchu substrátu. Zde začínají tvořit tenkou vrstvu homogenního povlaku o tloušťce 1 - 5 μm. [2], [12], [16],

Povlak je nejčastěji vytvářen:

- napařováním – přímé, reaktivní, aktivované reaktivní, s asistencí iontového paprsku
- naprašováním – doutnavý výboj (stejnoseměrná nebo RF dioda, trioda, magnetron), iontový paprsek (jediný, dvojitý)
- iontová implantace – doutnavý výboj (stejnoseměrná nebo RF dioda, trioda, výboj v duté katodě, naprašování), iontový paprsek (přímý iontový paprsek, iontový paprsek, skupinový iontový paprsek)



Obr. 5 Schéma metody PVD [15]

Výhody metody PVD:

- nanášení povlaků na téměř všechny kovy, které jsou chemicky nerozložitelné
- používáno pro získání lesklých kovových vrstev, a to nejen na povrchu polymerních výrobků, fólií, ale i při vytváření povlaku pro sklo, keramiku a kovy
- použití při výrobě polovodičových součástek, hliníkových povlaků na PET fóliích
- vytváření tvrdých povlaků vhodných pro obráběcí nástroje a výroba dekoračních kovových povlaků; povlakování ostrých hran

Nevýhody metody PVD:

- relativně složitý vakuový systém
- požadavek pohybovat povlakovanými substráty, které jsou uloženy na otáčejících se podstavcích rovnoměrnou rychlostí

2.3.1 Reaktivní napařování

Napařování je způsob povlakování, založený na odpařování materiálu z terče a kondenzaci par na substrátu. K odpařování materiálu se využívá skutečnosti, že bod varu látek klesá s tlakem, neboli že tlak nasycených par látky roste s teplotou.

Pro získání par pevných látek jsou proto za nižších tlaků třeba podstatně nižší teploty než za atmosférického tlaku. K přeměně hmoty terče na plynné skupenství se nejčastěji používá obloukové napařování, ale může být použit i elektronový paprsek, laser nebo odporový ohřev. [13], [15]



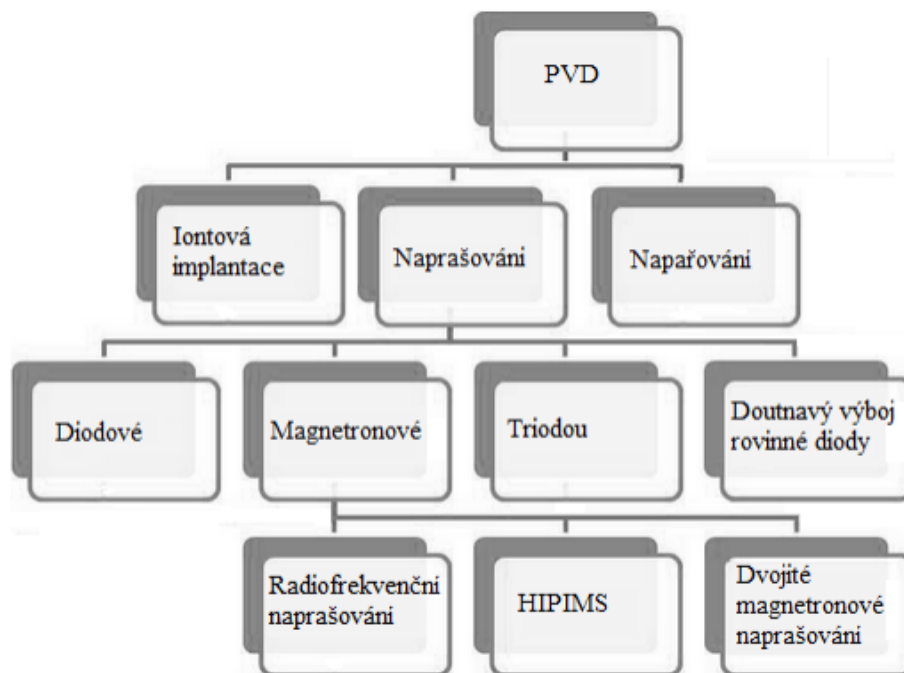
Obr. 6 Rozdělení PVD – napařování [8]

2.3.2 Reaktivní naprašování

Při naprašování vrstev je terč z vodivého materiálu umístěn ve vakuové komoře a je přiveden na vysoký záporný potenciál řádově tisíce voltů. Do komory se přivádí pracovní plyn (Argon) a tlak se udržuje na hodnotě řádově jednotky pascalu. Před terčem se zapálí doutnavý výboj, přičemž kladné ionty bombardují záporný terč a záporné elektrony dopadají na uzemněnou kostru komory. Těžké ionty svým dopadem rozprašují terč a rozprášené atomy se usazují na vnitřních površích. Substráty se umísťují před terč. [13], [15]

Výhody naprašování oproti napařování jsou:

- Homogenní depozice vrstev
- Přesné přenesení složení slinutého terče do naprášené vstvy
- Nepřítomnost makročástic deponovaného kovu



Obr. 7 Rozdělení PVD – naprašování [8]

2.3.3 Iontová implantace

Látka určená k vytváření povlaku se do plynného skupenství převádí fyzikálním procesem (odpařování či odprašování). Proces deponování se odehrává ve vakuové komoře při tlacích atmosféry 0,01 až 10 Pa. Po procesu čištění inertním argonem jsou do komory přivedeny reaktivní plyny (N₂, O₂, CH₄) určené k vytváření chemických sloučenin s

materiálem terče. Substrát je zapojen jako katoda a terč jako anoda. Povrch substrátu je bombardován urychlenými ionty, jejichž energie je úměrná zápornému předpětí, které je přiloženo na substrát.

Iontovou implantací je možno nanášet povlaky rozmanitého složení s vynikajícími mechanickými vlastnostmi. Díky nízkým teplotám substrátu (200 až 450 °C) v průběhu depozičního procesu je možné povlakovat i tepelně zpracované materiály. [16]

Výhody iontové implantace:

- přivedení velkého množství energie do povrchu rostoucího povlaku,
- odstranění kontaminované vrstvy na povrchu substrátu bombardováním částicemi s vysokou energií,
- přesně definované chemické složení povlaku,
- rovnoměrný průběh procesu a s ním spojený dokonalý růst vrstvy povlaku,
- pro zlepšení vlastností povlaku (chemické složení, adheze, hustota, zbytková napětí) lze použít řízené bombardování,
- vlastnosti povlaku jsou méně závislé na úhlu dopadu toku deponovaného materiálu než čistě u metod napařování a napařování,
- vynikající adheze povlaku k podkladu; vysoká hustota povlaku,
- možnost snížení teploty substrátu pod 160 °C,
- široký rozsah podkladových i deponovaných materiálů (nejčastěji se jedná o povlak TiN dále lze vytvořit povlaky TiCN, TiAlN, TiAlVN, CrN, CrAlN, TiZrN, TiN/NbN)

Nevýhody iontové implantace:

- je třeba řídit mnoho procesních parametrů,
- často je obtížné docílit rovnoměrné bombardování celého povrchu substrátu (nutné pro vytvoření požadovaných vlastností povlaku po celé ploše),
- může dojít k nadměrnému ohřevu substrátu,
- za určitých podmínek mohou bombardující atomy plynu zůstat zachyceny v rostoucím povlaku,
- za určitých podmínek mohou být v povlaku vytvořena nadměrná tlaková zbytková napětí

3 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY VRSTEV A JEJÍ ROZDĚLENÍ

Tloušťka povlaku naneseného na podklad je vzdálenost mezi povrchem povlaku a povrchem podkladu. Metody měření tloušťky povlaků jsou dané typem podkladového materiálu, typem povlaku a jeho předpokládanou tloušťkou (resp. požadovanou přesností a rozsahem měřicích přístrojů).

3.1 Měření tloušťek organických povlaků

Organické povlaky jsou především nátěrové systémy a další typy povlaků (plasty, práškové nátěrové hmoty apod.), které jsou nanášeny na řadu podkladových kovů u různých typů výrobků. Tloušťky nátěrů se pohybují od cca 20 μm (např. kontinuálně lakované kovové pásy), 100 - 250 μm nátěry běžných konstrukcí až více než 2000 μm (např. speciální nátěry nanášené na horka na vysoce mechanicky i korozně namáhané stavební prvky - jezové klapky, konstrukce uložené v zemi atd.).

Pro měření tloušťek organických povlaků se používá řada metod, které jsou zavedeny v ČSN EN ISO 2808 *Nátěrové hmoty - Stanovení tloušťky nátěru*. Detailní popisy metod jsou uvedeny v řadě norem pro měření kovových a anorganických povlaků. Pokud není pro danou metodu zavedena samostatná technická norma, je metoda detailně popsána v normě ČSN EN ISO 2808. [9]

3.2 Měření tloušťek kovových a jiných anorganických povlaků

Kovové a anorganické povlaky představují řadu povlaků, které se nanášejí různými technologiemi a podle toho se liší dosahované tloušťky povlaků:

- žárové stříkání - tloušťky povlaků od 100 do 250 μm
- žárové nanášení ponorem - tloušťky od 80 do 150 μm
- žárově kontinuální nanášení ponorem - tloušťky od 10 do 30 μm
- elektrolytické procesy - tloušťky od 5 do 20 μm
- konverzní povlaky - tloušťky od 5 do 10 μm

Metody měření tloušťky povlaku jsou normalizované v ČSN EN ISO 3882 *Kovové a jiné anorganické povlaky - Přehled metod měření tloušťky*.

Jakým způsobem budeme postupovat při zjišťování tloušťky s ohledem na měřený objekt a jeho povrch, nám pomáhá rozdělení metod do dvou základních skupin:

- nedestruktivní
- destruktivní

3.3 Nedestruktivní metody

jsou takové metody, u kterých nedochází k poškození měřeného povrchu ani jeho podkladu. Do této skupiny patří senzory dotykové, protože pokaždé dojde ke kontaktu mezi měřidlem a měřenou vrstvou. Přesnost a technická vyspělost těchto senzorů je úzce spjata s jejich cenou.

Nabídka na trhu je široká a rozdílnými fyzikálními principy se dělí na metody:

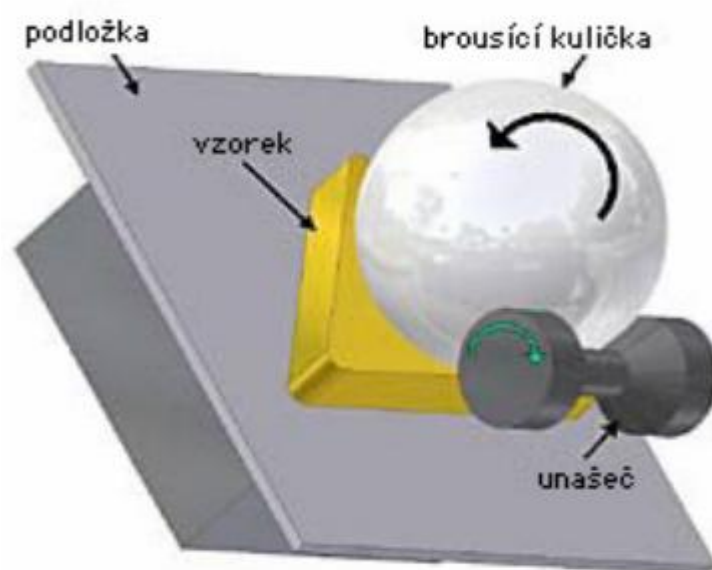
- magneticko – indukční
- metody s vířivými proudy
- ultrazvukové
- magnetické

3.4 Destruktivní metody

Metody destruktivní jsou metody, kdy dochází k trvalému poškození povrchu měřeného materiálu. Využívají se ať už pro přesnost v daném oboru nebo pro nemožnost použití jiných nedestruktivních metod. Do destruktivních metod patří především mikroskopické metody. Mikroskopické metody měření tloušťky tenkých vrstev mají majoritní místo v nedestruktivních metodách. I když se jedná o metodu, při které dojde ke zničení měřeného vzorku, najde v praxi hojně využití, především pro její přesnost.

3.4.1 Kalotest

Tloušťku tenké vrstvy lze měřit pomocí mikroskopu na metalografickém příčném výbrusu nebo pomocí metody označované „kalotest“, která je používána pro rychlé a jednoduché stanovení tloušťky (více se budu zabývat v praktické části).



Obr. 8 Schéma zařízení – Kalotest [15]

4 METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI

4.1 Definice tvrdosti

Tvrdot definujeme jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa. Na této definici je založena většina přístrojů k měření tvrdosti. Hodnota tvrdosti je uvedena buď bez rozměru, nebo jednotkou N.mm⁻² kde takové použití jednotek nás může mást a vést k záměně za pevnost. Proto je lépe uvádět tvrdost bezrozměrně s udáním způsobu měření nebo stupnice.

Zkoušky tvrdosti rozdělujeme do tří skupin:

- vnikací (Brinell, Rockfella, Vickerse)
- vrypové (Martens, Stockova, Mohse,)
- odrazové (Shore)

4.2 Zkoušky tvrdosti

Pro měření tvrdosti používáme různé metody zkoušek, které jsou velmi důležité v technické praxi především pro kovové materiály. Používané metody měření tvrdosti prakticky neporušují měřenou součást. [17]

4.2.1 Tvrdot podle Brinella

(ČSN 42 0371) HB zjišťujeme vtláčováním ocelové kuličky z kalené oceli průměru D rovnoměrným zatížením F do vyleštěné plochy zkušební vzorku.

HB se vypočítá:

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1)$$

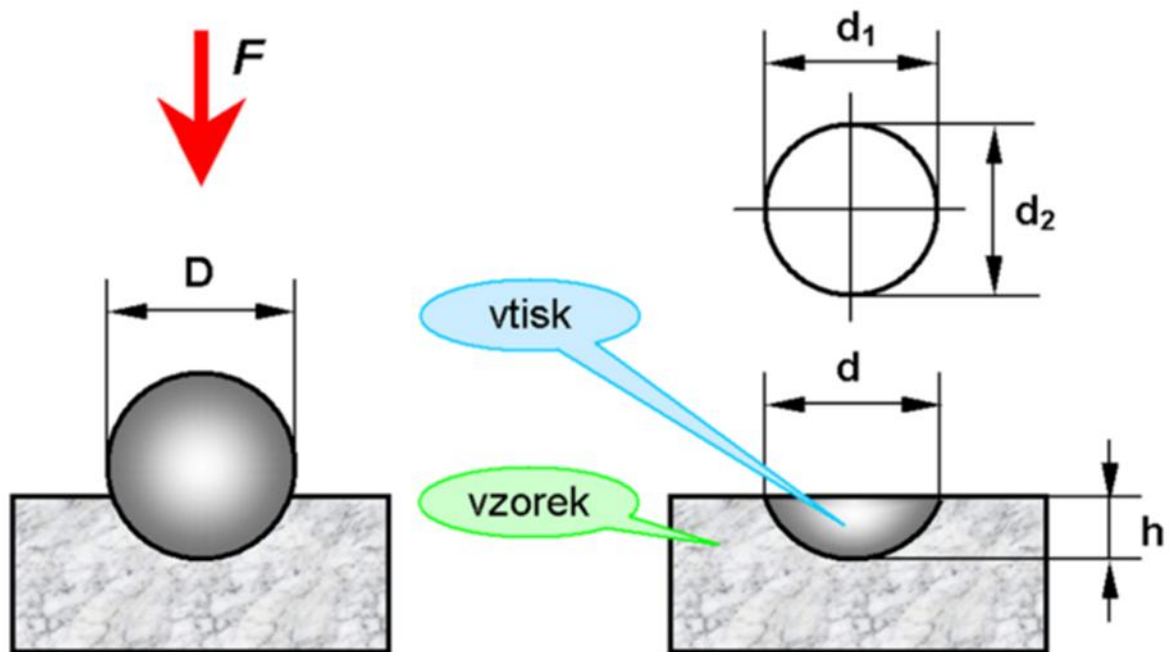
Kde:

$$d - \text{aritmetický průměr vtisku } d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

D - průměr kuličky - indikátor [mm]

F-síla [N]

Označení tvrdosti značky HB podle Brinella se skládá z připojení údajů podmínek zkoušky, tj. průměr kuličky D , zatížení F , a doby zatížení t . Volený průměr kuličky závisí na velikosti síly, která na ni působí a druhu zkoušeného materiálu.



Obr. 9 Brinellova zkouška [1]

4.2.2 Tvrdost podle Rockwella

HR se zjišťuje na Rockwellově tvrdoměru, jako rozdíl hloubky vtisku ocelové kuličky nebo diamantového kuželu mezi dvěma stupni zatížení a to předběžného a celkového. Tato zkouška je rychlá, snadná a vtisky jsou malé.

Podstata metody:

diamantový kužel nebo ocelovou kuličku dotýkající se povrchu zkušebního předmětu nejprve předběžně zatížíme 10 N, což je pak výchozí poloha pro měření hloubky v tisku. Potom zvolna zvětšujeme zatížení tak, aby se za 3-6 vteřin dosáhlo velikosti předepsané normou. Pak zatížení opět zmenšujeme, až na předběžné zatížení 10 N. V tomto stavu zjistíme přírůstek hloubky vtisku, který nastal, proti výchozí poloze při zatížení 10 N. Základní stupnice tvrdosti jsou A, B, C, D, E, F, G, H, K.

Tvrdotost podle Rockwella pro stupnici A a C se vypočítá:

Tvrdotost podle Rockwella pro stupnici A se vypočítá:

$$HR = 100 - \frac{h}{S} \quad (2)$$

HR - hodnota tvrdosti podle Rockwella

H - hloubka vtisku [mm]

S - jednotková stupnice, jeden dílek na stupnici [mm]

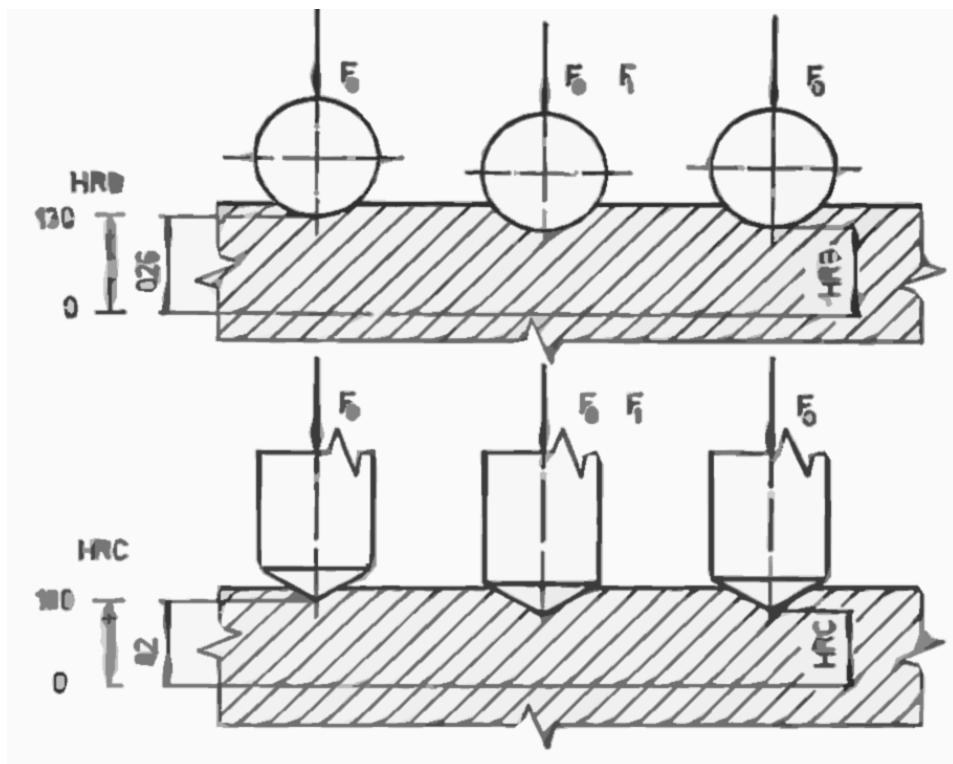
Tvrdotost podle Rockwella pro stupnici B se vypočítá:

$$HR = 130 - \frac{h}{S} \quad (3)$$

HR - hodnota tvrdosti podle Rockwella

H - hloubka vtisku [mm]

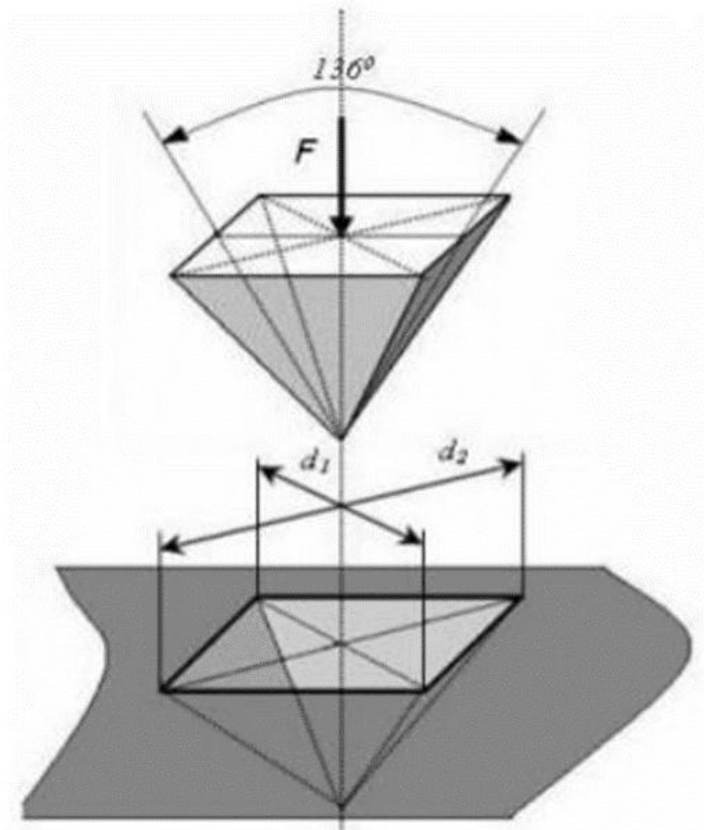
S - jednotková stupnice, jeden dílek na stupnici [mm]



Obr. 10 Průběh Rockwellovy zkoušky tvrdosti [4]

4.2.3 Tvrdost podle Vickerse

Indentorem je čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem stěn 136° vznikají pravidelné čtyřhranné vtisky. Výhodou metody je, že při použití různých zatížení se nemění hodnota tvrdosti. Velikost zkušebního zatížení je od 10 N až do 1000 N. Teplota při zkoušce by měla být v rozmezí 10 až 35°C . [15]



Obr. 11 Měření tvrdosti metodou Vickers [5]

Vztah pro výpočet tvrdosti:

$$HV = \frac{1}{g} * \frac{2 * F * \frac{\sin \varphi}{2}}{d^2} \quad (4)$$

HV - hodnota tvrdosti dle Vickerse

F - zatěžující síla [N]

D - aritmetický průměr délek obou změřených úhlopříček [mm]

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

d1 - délka jedné úhlopříčky [mm]

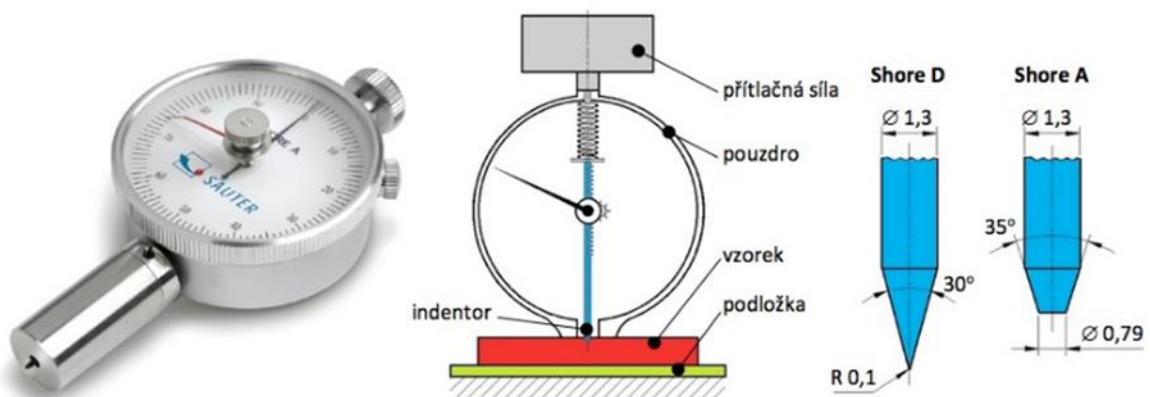
d2 - délka jedné úhlopříčky [mm]

g - tíhové zrychlení 9,81 m*s⁻²

α - vrcholový úhel jehlanu 136°

4.2.4 Tvrdoměr Shore

Tyto tvrdoměry jsou založeny na zatěžování pomocí pružin, které je nutné před měřením kontrolovat a cejchovat.



Obr. 12 Tvrdoměr Shore a jeho geometrie[10]

Měření tvrdosti Shore D se podle normy ISO ČSN používá v případech, kdy tvrdost daného materiálu překračuje 85 jednotek stupnice Shore A.

Podstatou zkoušky u metody typu D je měření odporu proti vlačování hrotu předepsaného tvaru do zkoušeného materiálu. Odpor, který pryž klade, se zajišťuje pomocí pružiny. Tvrdoměr je nepřímo úměrná vniknutí ocelového hrotu do zkoušeného materiálu a závisí na modulu pružnosti a viskoelastickém stavu vulkanizátu. Vyjadřuje se v jednotkách Shore D.

Zkušební těleso musí být hladké, rovné a bez viditelných defektů. Velikost se musí volit tak, aby jednotlivá měření byla v místech vzdálených nejméně 12 mm od okraje a od sebe vzdálených nejméně 5 mm. Tloušťka musí být nejméně 6 mm, při tvrdosti nad 50 Shore D může být 3 mm. Zkušební těleso je možné složit z několika tenčích vrstev, aby se požadované tloušťky dosáhlo. Vzhledem k tomu, že nelze vždy dosáhnout dokonalého kontaktu mezi jednotlivými vrstvami, nemusí se výsledky měření na vícevrstvých zkušebních tělesech shodovat s výsledky na zkušebních tělesech z jednoho kusu.

Přítlačná síla tvrdoměru je vyvozována ocelovou pružinou, která se unavuje a považuje se v měřicí technice za nespolehlivý prvek. Při častém používání dochází také k obrušování hrany čidla a k jeho poškození při manipulaci. Výhoda tvaru čidla spočívá v tom, že vztah mezi hloubkou deformace h a $\log E$ je lineární. [6]

5 LISOVACÍ FORMA

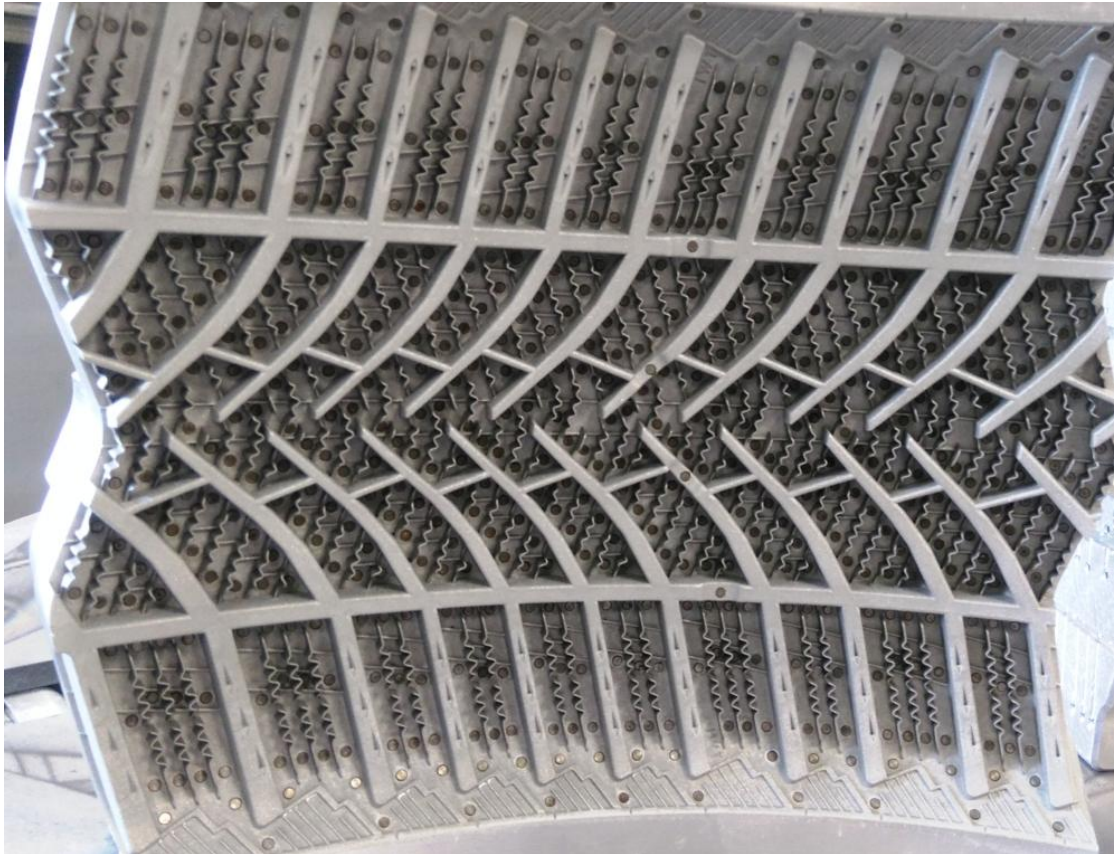
Každá segmentová forma pro osobní pneu sestává z těchto hlavních dílů:

- dezénové segmenty
- bočnice
- patkové kroužky

Tyto jednotlivé díly se vkládají do kontejneru, který zajišťuje jak vytápění formy tak i pohyb formy při vkládání a vyjímání pneu při lisování.

5.1 Dezénové segmenty

Dezénové segmenty se vyrábí z hliníkových odlitků z materiálu $AlMg_3Si_1$. V oddělení slévárny se na pětiosých frézkách dle výkresů vyrábí modely, které mají skoro stoprocentní vzhled budoucího dezénu pneu. Pomocí elastosilu s vysokou rozměrovou pamětí a po vložení ocelových lamel se přenesou dezény do sádry. Sádrové jádro se změní, aby se předcházelo rozměrově i tvarově nestandardním odlitkům. Ze zkontrolovaných sádrových jader je odlita hliníková segmentová forma. Jednotlivé segmenty prochází opracováním až na finální stav.



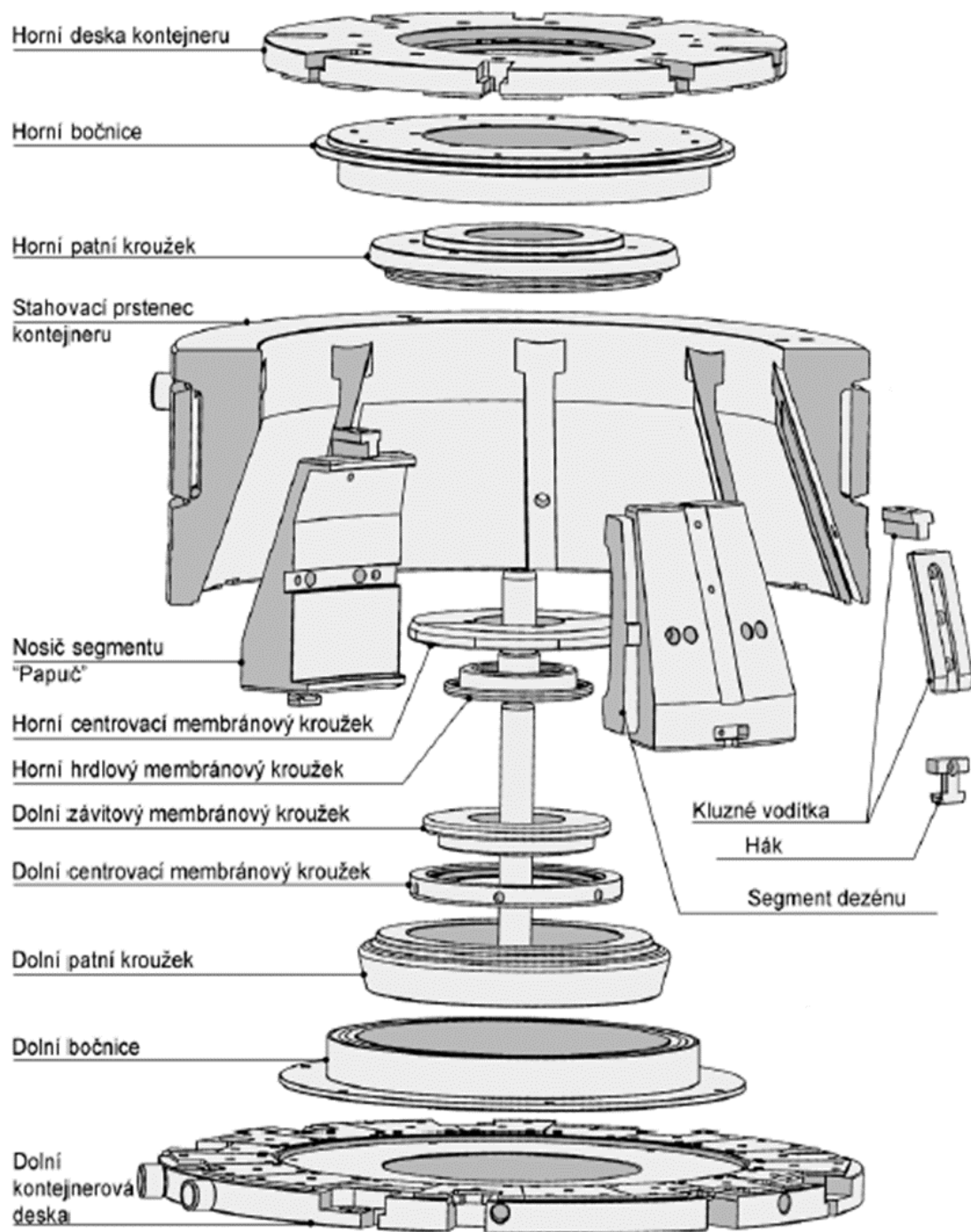
Obr. 13 Segment lisovací formy

5.2 Bočnice

Bočnice se soustruží na obráběcích centrech z ocelových vypálených polotovarů. Po žíhání a vysoustružení základního tvaru bočnice se na do profilu pneu frézují drážky pro výměnné štítky popisu. Po vsazení a dopasování výměnných štítků se na lisovací části bočnice na gravírovacích strojích vyfrézuje popis, který se při lisování pneu otiskne na finální výrobek – plášť pneu.

5.3 Patkové kroužky

Patkové kroužky se po tepelném zpracování soustruží z ocelových vypálených polotovarů. Po soustružení základního tvaru se na lisovací části kroužků vrtá a frézuje odvětrávací systém, který zaručí správné odvětrání formy při lisování pneu a zabrání zatékání gumy do formy.



Obr. 14 Pohled na sestavu formy na lisování pneumatik [7]

6 SHRUTÍ A CÍLE PRAKTICKÉ ČÁSTI PRÁCE

Cílem této práce je ověřit, zda povlakováním CrN metodou PVD dosáhne bezpečnou vrstvu povlaku pro splnění podmínek při vulkanizaci. Požadovaná hodnota se pohybuje v rozmezí 2,5 – 3,5 μm . Snahou je zajištění snížení adheze kaučukových směsí k povrchu formy pneumatik a zlepšení povrchových vlastností forem.

V praktické části budou řešeny tyto úkoly:

- specifikace procesu povlakování
- analýza tloušťky povlaku
- analýza tvrdosti povlaku
- zhodnocení výsledných dat

II. PRAKTICKÁ ČÁST

7 CHARAKTERISTIKA SPOLEČNOSTI

Continental Barum spol. s r.o. patří mezi jednu z největších výrobních společností ve Zlínském regionu. Byla založena v roce 1931 panem Tomášem Bařou a začala se zabývat výrobou pneumatik pro osobní vozy. Od roku 1932 začala také vyrábět formy na výrobu těchto pneumatik ve své vlastní divizi výroby forem. V roce 1993 se původní Barum a.s. stala součástí koncernu Continental AG a působí na mezinárodním trhu a stala se tak jedním z největších dodavatelů osobních pneumatik na světě.

Organizační struktura společnosti je rozdělena do jednotlivých divizí. Jednou z nich je divize výroby forem Continental (VFC) na osobní pneumatiky, která se stala strojírenskou součástí jinak plně gumárenské společnosti Continental Barum s.r.o.

Divize VFC vyrábí své výrobky výhradně pro koncernové zákazníky a to formy pro pláště na osobní automobily. Jako součást společnosti Continental Barum je držitelem certifikátů ISO 9001 a je hodnocena podle systému řízení jakosti pro automobilový průmysl. Má i své interní směrnice řízení jakosti se svou vlastní politikou jakosti. [7]

8 SPECIFIKACE PROCESU POVLAKOVÁNÍ

Zajistit větší životnost forem, snížit adhezi kaučukových směsí k povrchu formy pneumatik a celkově zlepšit povrchové vlastnosti forem pro lisování pneumatik. To umožňuje technologie nanášení tenké vrstvy kovového materiálu.

Technologie využívá princip povlakování metodou PVD (Physical Vapour Deposition), při které se ve vysokém vakuu převádí kov do stavu páry a přidáním reakčního plynu se na povrchu povlakovaného dílu vytvoří tenký, tvrdý a mimořádně přílnavý povrch. Pro povlakování forem se jako nanášený kov používá chrom (Cr), který je vhodný zejména pro své mechanické a fyzikální vlastnosti umožňující dosažení požadované kvality povrchu forem.

8.1 Popis zařízení

Základní konfigurace (nastavení) systému, který provádí povlakování pomocí PVD procesu:

Katoda (záporná elektroda) vybavená terčem a anodou (kladnou elektrodou), jsou umístěny v pracovní komoře ve stavu vakua. Na tyto dvě elektrody je z externího zdroje přiveden elektrický proud, tj. zdroj napájení oblouku.

Na třípatrový stolek v pracovní komoře se umístí segmenty lisovací formy. Ten je následně vystaven plazmě z kovových iontů a elektronů vyrážených z povrchu terče. Stolek je připojen ke zdroji předpětí, na povrch lisovací formy je tak přivedeno záporné předpětí a kladně nabitě kovové ionty jsou urychleny a nasměrovány k povrchu lisovací formy.

K pracovní komoře je přiveden pracovní plyn, aby bylo možné provést reaktivní depozici povlak chrom nitridu.



Obr. 15 PVD zařízení

8.2 CrN povlak

Typ povlaku CrN představuje jednu z nejlepších voleb u aplikací, kde se požaduje odolnost vůči korozi, otěru a odolnost vůči oxidaci. Velmi nízká křehkost spolu s vysokou tvrdostí umožňují vytváření i silnějších vrstev povlaku CrN s velmi dobrou přilnavostí. To přináší široké uplatnění a zvýšenou ochranu před opotřebením.

8.2.1 Vlastnosti povlaku

- nízké pnutí
- nízký koeficient tření vůči oceli
- korozní odolnost
- vysoká tvrdost a přilnavost k substrátu
- vysoká tepelná odolnost na vzduchu

8.2.2 Využití v praxi

- frézování, soustružení, vrtání a řezné nástroje pro obrábění neželezných materiálů
- nástroje pod vlivem adhezního a korozního opotřebení
- formy pro tváření za studena a lisování
- potravinářský průmysl
- formy a trysky pro vstřikování plastů (zejména s obsahem Cl, F apod.)
- strojní díly
- antikorozi povlak – vysoká odolnost proti korozi

8.2.3 Využití interní

Ve výrobě je třeba zajistit větší životnost forem, snížit adhezi kaučukových směsí k povrchu formy pneumatik a celkově zlepšit povrchové vlastnosti forem pro lisování pneumatik. Zlepšit vysouvání formy z pláště, aby nedocházelo k vytrhnutí dezénu.

Na obrázku je znázorněno vytrhnutí dezénu (v oblasti CCB komínu) z formy, kde není použitý povlak.



Obr. 16 Vytrhnutý dezén na pneumatice

9 POVLAKOVACÍ CYKLUS

Při povlakování probíhá proces těmito body:

- čištění a příprava
- proces povlakování
- analýza tloušťky a tvrdosti povlaku

9.1 Předpříprava

Úspěch povlakování je podmíněn dokonalou čistotou povrchu segmentů formy. Nedílnou součástí úpravy povrchů forem je příprava čistícího procesu, kde je potřeba provést celkovou vizuální kontrolu všech potřebných zařízení.

Kontroluje se:

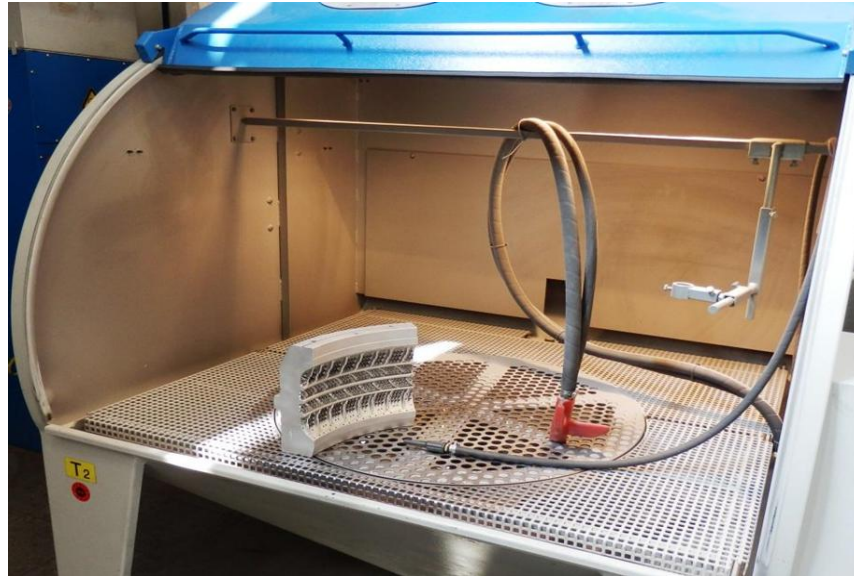
- počet a stav segmentů formy/forem připravených k procesu
- čistota kapalin čistících lázní pomocí optické metody i za použití nástrojů, které jsou k tomuto účelu určeny
- vyhřátí čistící kapaliny na požadovanou teplotu
- potřebné množství čistící vody a chemie v požadované koncentraci

9.2 Čištění

Pro úspěch povlakování má velký význam čistota povrchu.

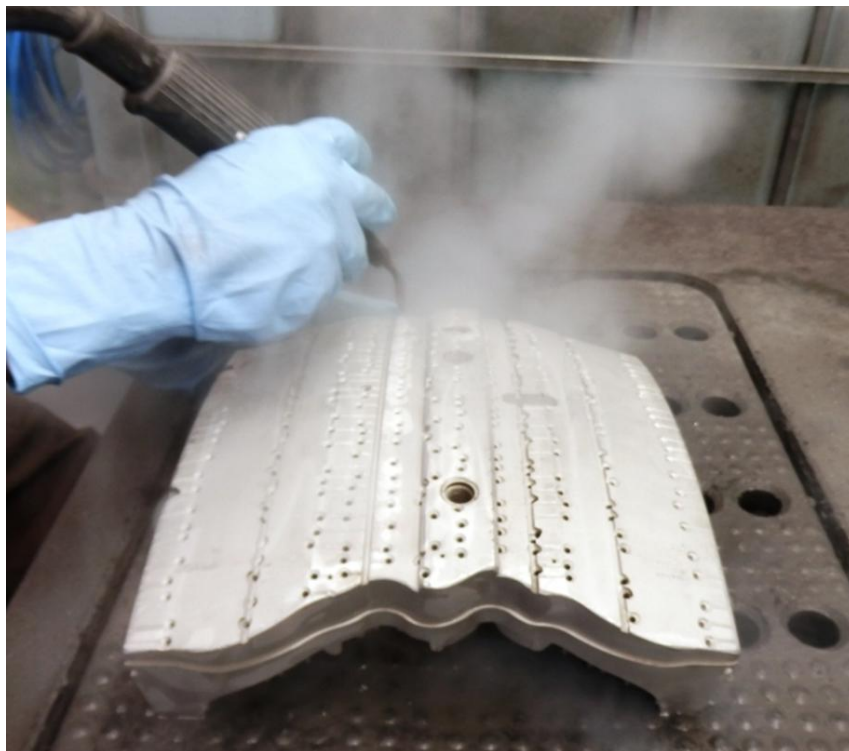
9.2.1 Hrubé čištění

V první fázi čištění se v pískovací komoře pomocí pistole odstraňují hrubé nečistoty. Jako abrazivo se používá křemičitý písek o hrubosti 70/110 μm .



Obr. 17 Pískovací stanice

Druhá fáze dočištění probíhá na pracovním stole osazeném parními čističi. Zde se pečlivě pročistí veškeré části segmentu, včetně rohů a odvzdušňovacích kanálek od zbytků média z předchozího pískování.



Obr. 18 Hrubé čištění parou

Párou očištěný segment se vloží do první ultrazvukové lázně s chemickým čistícím roztokem o koncentraci 4 obj. % koncentrátu + 1 obj. % doplňujícího přípravku a teplotě 70°C. Činidlo se nechá působit po dobu 10 minut, s občasným manuálním mácháním.

V dalším kroku se vloží tento segment do druhé ultrazvukové oplachové lázně s obsahem velmi čisté demi-vody. Přednastavená teplota působení je po dobu 3 minut, s občasným manuálním mácháním.



Obr. 19 Ultrazvuková lázeň

9.2.2 Hlubkové čištění

Pro hlubkové čištění forem bylo vyvinuto automatické čistící a sušící zařízení, které pracuje na principu čištění v otevřené vodní lázni s použitím ekologicky nezávadných

rozpouštědel. Segmenty jsou umístěny do transportních košů a postupně posouvány do jednotlivých van, kde následuje důkladné opláchnutí ve dvou vanách s destilovanou vodou. Poté přechází do sušící komory s cirkulujícím teplým vzduchem a následně jsou dosušeny ve vakuové sušící komoře s infračerveným ohřevem.



Obr. 20 Automatické čistící a sušící zařízení

Takto očištěné segmenty se vyjmou z čistící linky a vyskládají na předpřipravený stůl se savými papírovými pláty. Těmi se pokryjí segmenty, aby se předešlo kontaminaci případnými nečistotami ze vzduchu a okolí. Na tomto stole jsou segmenty nachystány k vyzvednutí pro obsluhu povlakovacího zařízení.



Obr. 21 Připravené segmenty k povlakování

9.3 Proces povlakování

Po kontrole povlakovací komory (čistota komory, těsnění dveří, zkouška funkčnosti otáčení stolu o rychlosti 1,5ot./min. a elektrod reagujících s kapslemi CrN) se očištěné a vysušené segmenty umístí na pojízdný pracovní stůl povlakovacího zařízení - max. 3 patra x 5 kusů, v závislosti na š x v segmentů (Obr. 22). Pracovní komora se uzavře a spustí se proces povlakování.



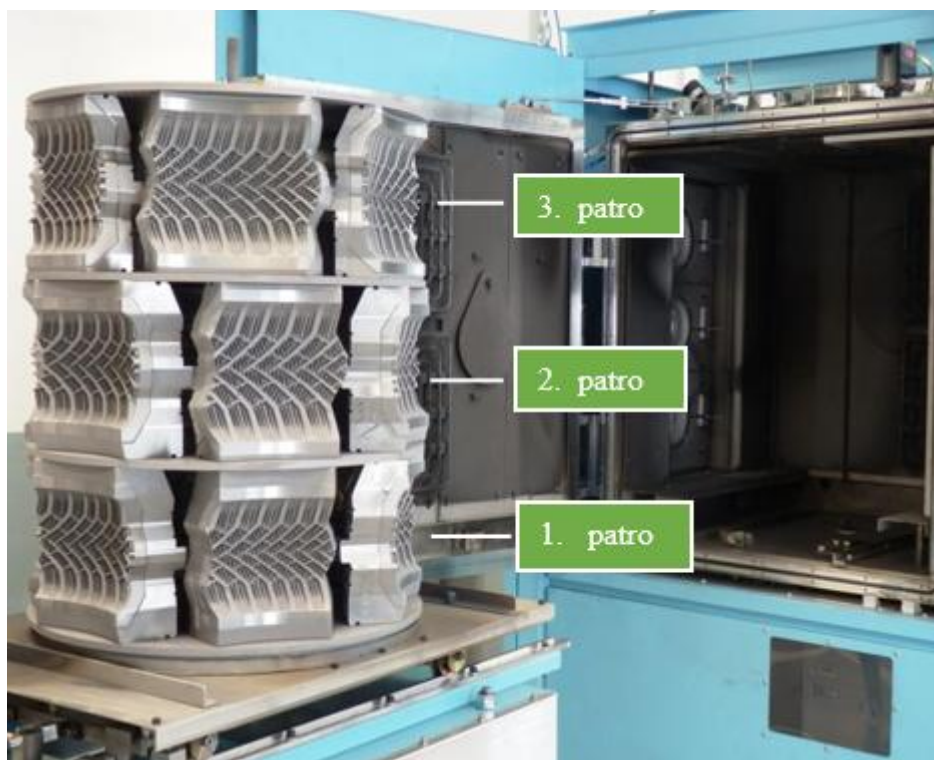
Obr. 22 Připravené segmenty k povlakování v komoře

Postup procesu povlakování:

- V prvním kroku 15 – 20 min. standardní vakuová pumpa odsává vzduch v komoře, po dosažení určitého podtlaku se spustí kryogenní molekulární pumpa (vymrznutí na -160°C) na bázi helia (He), jenž je vybavena kryopanelem, který efektivně odvádí molekuly vody. Molekuly vody jsou zde plyny vzniklé desorpcí ze stěn komory nebo substrátu. Po cca 30 min. při dosažení požadované hodnoty ultravakua se spustí vyhřívání pracovní komory na 400°C . Segmenty se vyhřejí na cca 250°C .

- V druhém kroku se pracovní komora naplní Argonem a vlivem rozežhřátí wolframových (W) drátů (400°C) se vytvoří plazma, vlivem které je povrch segmentů dodatečně očištěn a předpřipraven na adhezi povlaku.
- Ve třetím kroku se spustí samotný proces povlakování. Ze zásobníků chromových terčů jsou vlivem vysokého napětí uvolňovány chromové ionty, které jsou v blízkosti povrchu segmentu urychlovány a ve vysoké hustotě nanášeny. Současně se do pracovní komory přivede plynný dusík (N), který v reakci s Cr ionty vytváří na povrchu segmentu povlakovou vrstvu (nitridu chromu – CrN) o celkové tloušťce 3-4 μm . (cca 60 min.).
- Po ukončení povlakování začíná proces chlazení, kde musí nejprve teplota v pracovní komoře klesnout pod 180°C , aby bylo možné segmenty vyjmout. Toto trvá asi 30 min. a poté se pojízdný otočný stůl se segmenty nechá dochládit ve vyhrazeném prostoru (cca 30-45 min.).

Celkový čas jednoho cyklu povlakování je 3,5 hod.



Obr. 23 Napovlakované segmenty

10 METODY ANALÝZY POVRCHU

Pro zabezpečení očekávané kvality povlakovaných forem a reprodukovatelnosti procesů, jsou do každé šarže přidávány zkušební vzorky z nerezového materiálu o rozměrech 30x30mm (Obr. 24), které umožňují průběžnou kontrolu kvality, sledování tloušťky, kontrolu tvrdosti a míru adheze vrstvy.



Obr. 24 Zkušební vzorek

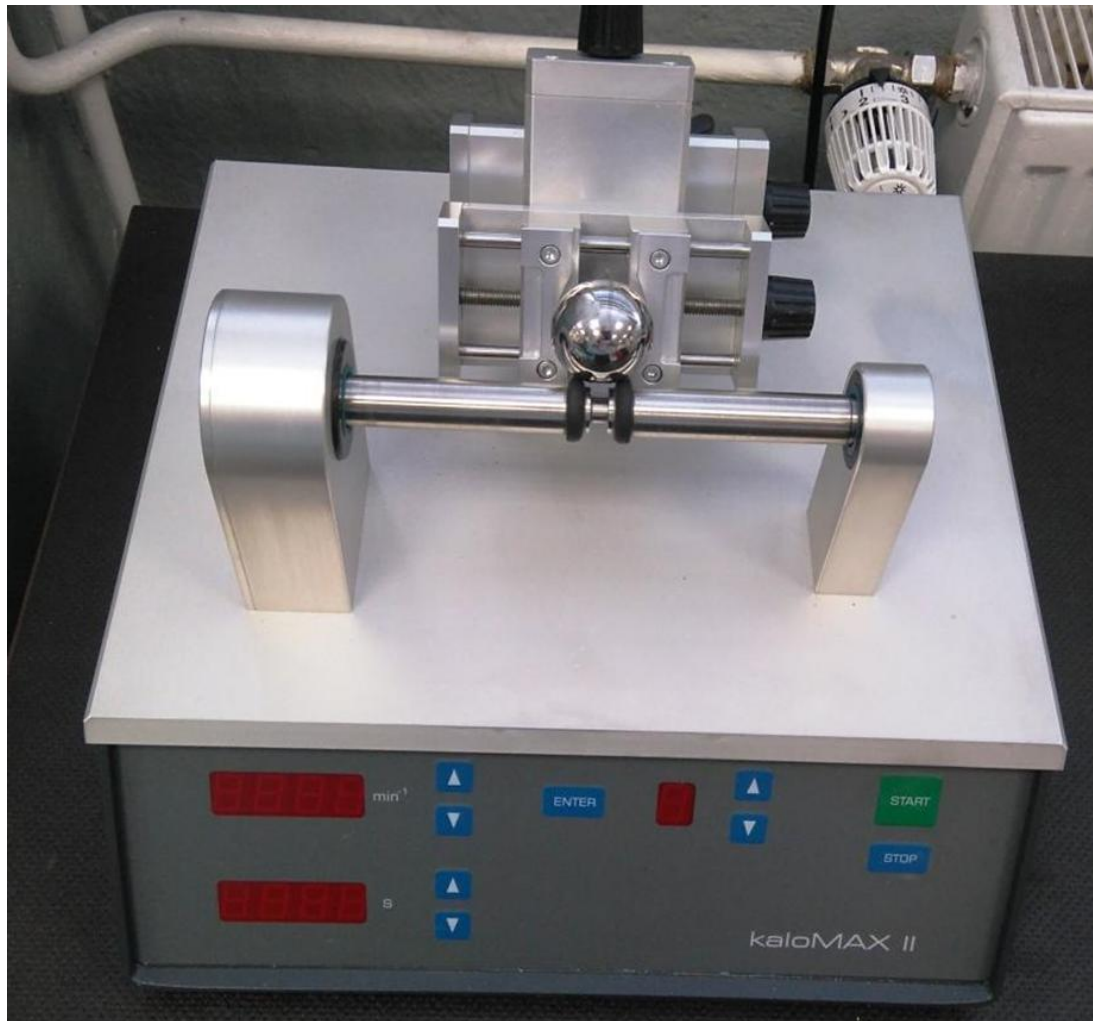
10.1 Analýza tloušťky povrchu

Pro přesné vyhodnocování těchto parametrů se využívá speciální optický měřicí systém.

Pomocí zařízení Kalotestu a Elcometeru se určí koncentrační hloubkový profil v povrchové vrstvě.

10.1.1 Provedení analýzy na kalotestu

Analýza byla provedena na zařízení kaloMAX II, kde se do čelistí testovacího zařízení umístil vzorek povrstveného výrobku. Na přiloženou kuličku, která se dotýkala upevněného vzorku (ne však příliš blízko okrajů), bylo nanášeno malé množství abrazivní pasty, která je součástí výbavy testovacího zařízení (Obr. 25). Po spuštění testu v jednom z přednastavených režimů, se během chodu zařízení na vzorku vybrousí kulový vrchlík. Vzorek je připraven k zaměření.

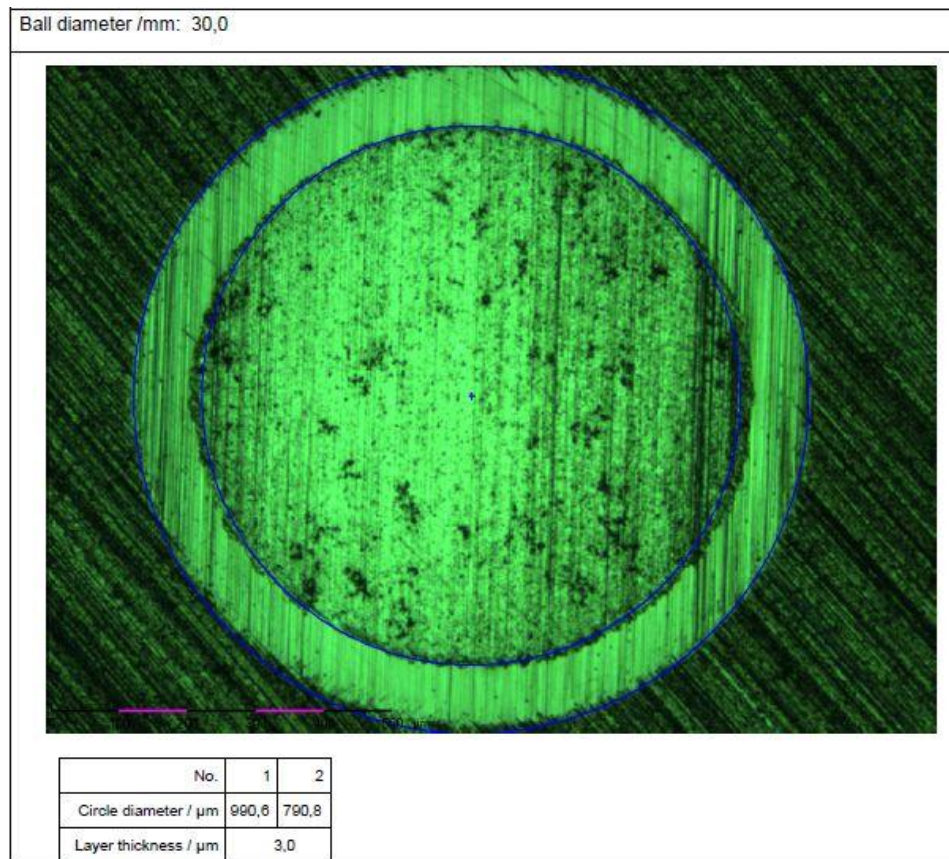


Obr. 25 Kalotest – kaloMAX II

Hodnoty byly měřeny pomocí optického mikroskopu a vyhodnoceny softwarem. Nejprve byl mikroskop pomocí srovnávací stupnice zaostřen na potřebné zvětšení (Obr. 26). Takto zaostřený objektiv mikroskopu se zaměřil na vybroušený kulový vrchlík z předchozích kroků. Pomocí softwaru byla vyhodnocena tloušťka nanesené vrstvy (Obr. 27), která byla zaznamenána do protokolu o výrobě a měření dané vsázky.



Obr. 26 Optický mikroskop



Obr. 27 Vybroušený kulový vrchlík pod mikroskopem

10.1.2 Provedení analýzy pomocí elcometeru

Digitální tloušťkoměr (Obr. 28) je malý přenosný přístroj s jednoduchým použitím pro měření tloušťky povlaku. Sondy jsou z různými možnostmi měření na feromagnetické, neferomagnetické nebo kombinované materiály.

Po přiložení sondy na povrch vzorku se ukázala měřená hodnota povlaku. Tato hodnota se uložila do paměti zařízení a zaznamenala do protokolu o výrobě a měření dané vsázky.

Měření mělo potvrdit, zda síla povlaku opravdu odpovídá hodnotám, které byly dosaženy kalotestem.



Obr. 28 Elcometer

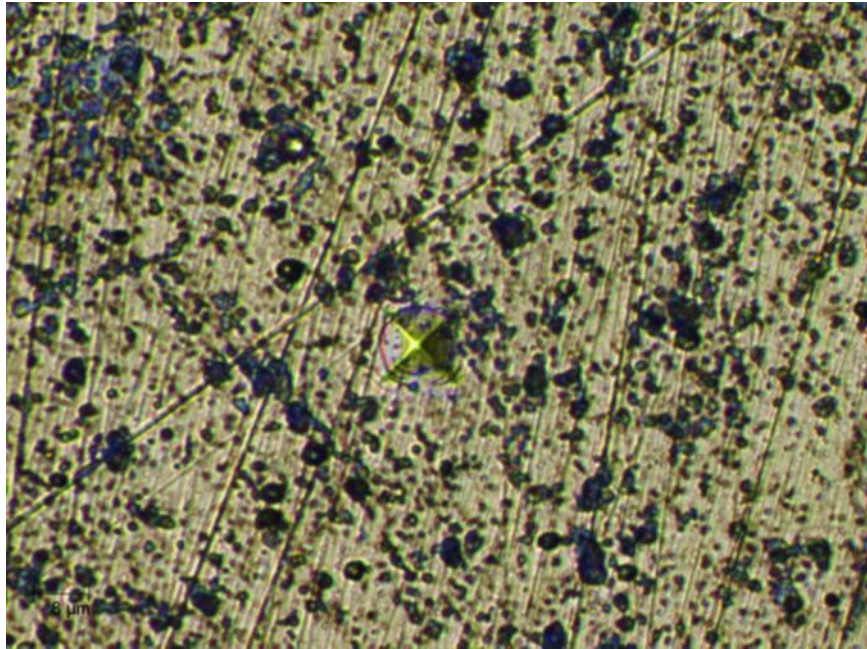
10.2 Analýza mikrotvrdosti povrchu

Tvrdost byla měřena na mikrotvrdoměru švýcarské firmy CSM instruments (Obr. 30). Měřené vzorky byly umístěny na tvrdoměr tak, aby byly jejich povrchy kolmé k ose vnikající sondy tak, aby nedošlo k posunutí vzorku během měření.

Bylo provedeno první kontrolní měření k zajištění offsetu působící síly a požadované ostrosti. Z důvodů měření mikrotvrdosti byl použit objektiv se zvětšením 40x, který umožnil zobrazit optimální velikost vpichu.

Pro stanovení mikrotvrdosti HV u testovaných vzorků bylo použito hlavní zatížení 0,5 N (odpovídající doba hlavního zatížení 10 sec). Vpichy v oblasti přechodové vrstvy u povrchu měřeného materiálu byly provedeny tak, aby při tomto zatížení vnikajícího tělesa nezasáhly do povrchové vrstvy povlakovaného tělesa, lišící se od oblastí pod touto vrstvou ve struktuře. Na vytvořeném vpichu ve tvaru kosočtverce byly označeny vrcholy a

vypočteny velikosti obou úhlopříček. Pro každé zatížení byl uvedený postup opakován 10x, přitom následující místa pro vpich byly vybrány tak, aby byl tento umístěn alespoň o pětinasobek délky úhlopříčky od předcházejícího a nedošlo ke vpichu do oblasti ovlivněné předcházejícím vpichem (Obr. 29).



Obr. 29 Mikrovpich pod mikroskopem

Ze získaných průměrů délek obou úhlopříček pro každé zatížení byla vypočtena průměrná hodnota délky úhlopříčky vpichu z deseti měření. [11]



Obr. 30 Mikrotvrdoměr

11 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

11.1 Aplikované matematické vzorce

Dosažené výsledky z měření byly zpracovány v programu Microsoft Excel za použití těchto vzorců:

Aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} (x_1 + x_2 + \dots + x_n) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (5)$$

Kde:

\bar{x} ...aritmetický průměr

n...počet měření

x...i-tá hodnota měřené veličiny

Směrodatná odchylka:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (6)$$

Kde:

σ ...směrodatná odchylka

\bar{x} ...aritmetický průměr

n...počet měření

x...i-tá hodnota měřené veličiny

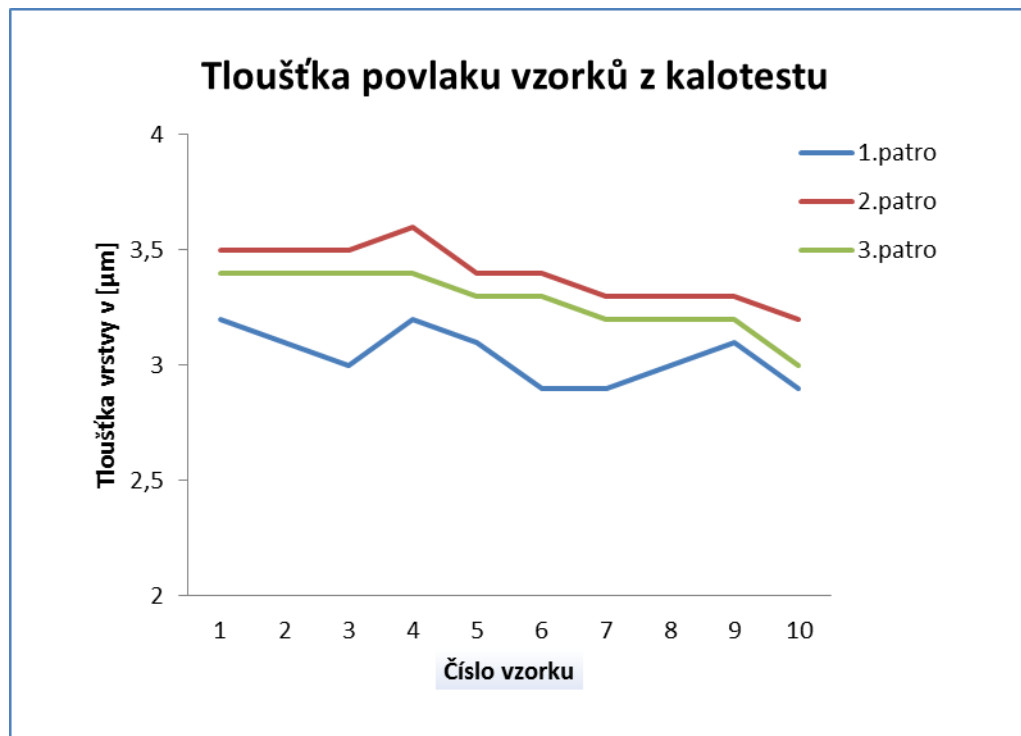
11.2 Naměřené hodnoty na kalotestu

Pro jednotlivé měřené parametry byla sestavena tabulka (Tab. 1) s naměřenými hodnotami. Tyto hodnoty byly začleněny do řad a sloupců. Řada značí jeden cyklus povlakování, sloupce značí jednotlivé patra, kde jsou umístěny zkušební vzorky. Ty byly v jednom cyklu tři. V tabulce jsou uvedeny také jednotky, ve kterých se dané parametry měří.

Tab. 1 Hodnoty z kalotestu

Tloušťka vrstvy (μm) CrN na vzorku z patra			
Vzorek č.	1. patro μm	2. patro μm	3. patro μm
1	3,20	3,50	3,40
2	3,10	3,50	3,40
3	3,00	3,50	3,40
4	3,20	3,60	3,40
5	3,10	3,40	3,30
6	2,90	3,40	3,30
7	2,90	3,30	3,20
8	3,00	3,30	3,20
9	3,10	3,30	3,20
10	2,90	3,20	3,00
\bar{x}	3,04	3,40	3,28
σ	0,12	0,12	0,13

Z naměřených hodnot je čitelné, že povlak je nejtenčí v prvním patře 3,04 μm a nejsilnější ve druhém patře 3,4 μm .



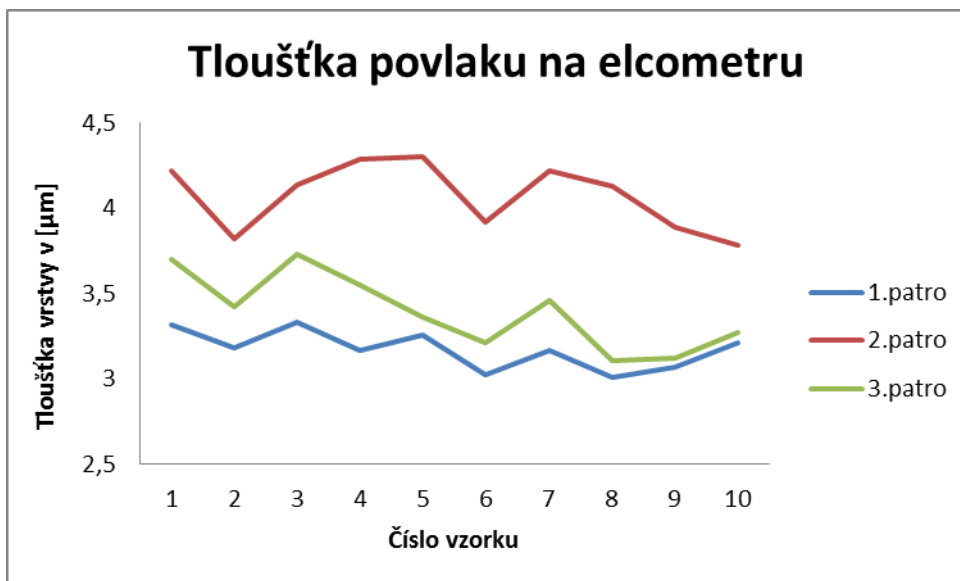
Obr. 31 Graf znázorňující sílu povlaku v jednotlivých patrech

11.3 Naměřené hodnoty na elcometeru

Měření elcometerem proběhlo na třech zkušebních vzorcích, které byly k dispozici i v případě měření pomocí metody kalotestu. Stejně metodice byly podrobeny vzorky i v tomto případě. Výsledky lze pozorovat v následující tabulce (Tab. 2). Na každém vzorku bylo provedeno deset měření. Hodnoty byly aritmeticky zprůměrovány a u hodnot byla též vypočítána odchylka σ .

Tab. 2 Hodnoty z elcometru

Tloušťka povlaku [μm] CrN na vzorku z patra			
Vzorek č.	1.patro μm	2.patro μm	3.patro μm
1	3,32	4,22	3,70
2	3,18	3,82	3,42
3	3,33	4,14	3,73
4	3,17	4,29	3,55
5	3,26	4,30	3,36
6	3,02	3,92	3,21
7	3,17	4,22	3,46
8	3,01	4,13	3,11
9	3,07	3,89	3,12
10	3,21	3,78	3,27
\bar{x}	3,17	4,07	3,39
σ	0,11	0,20	0,22



Obr. 32 Graf znázorňující vrstvu CrN

Z grafu lze vyčíst, že nejtenčí povlak je opět v prvním patře a nejsilnější je ve druhém patře, takže se nám potvrdila naměřená data z kalotestu.

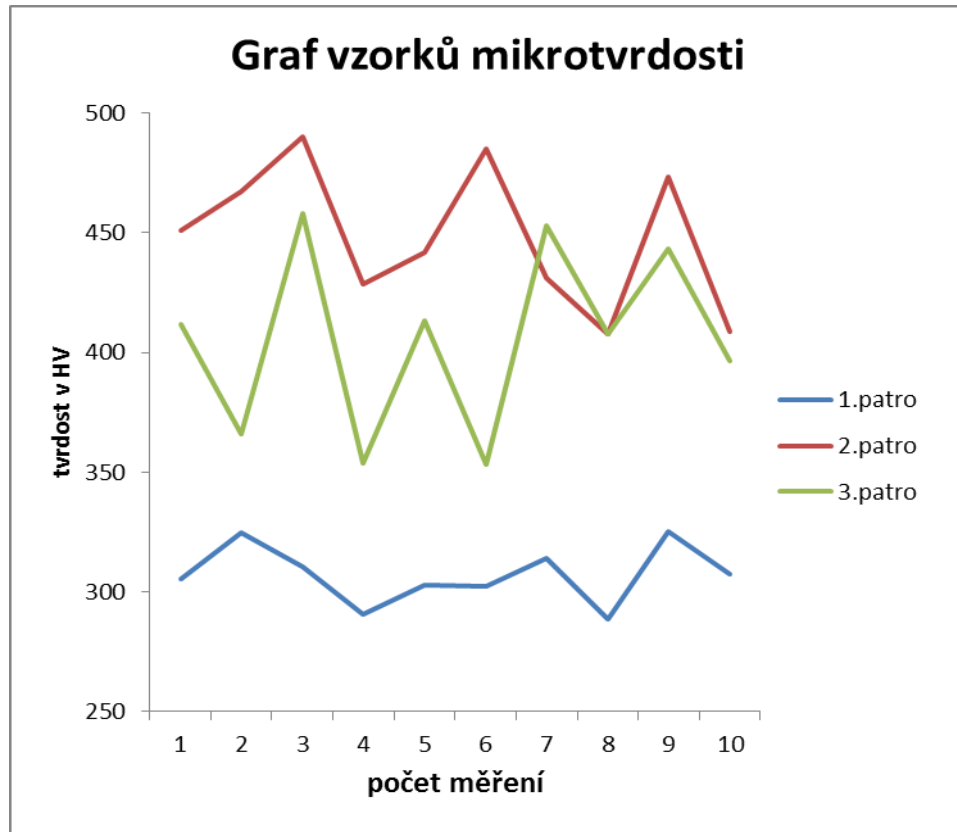
11.4 Naměřené hodnoty na mikrotvrdoměru

Měření na mikrotvrdoměru proběhlo na třech zkušebních vzorcích, které byly k dispozici i v případě měření pomocí metody kalotestu i elcometeru. Vzorky byly podrobeny testu na mikrotvrdost, kde výsledky lze pozorovat v následující tabulce (Tab. 3).

Tab. 3 Hodnoty tvrdosti dle Vickerse HV, zatížení 0,5 N

Tvrdost povlaku [HV] CrN na vzorku z patra			
Vzorek č.	1. patro HV	2. patro HV	3. patro HV
1	305,42	451,05	411,76
2	324,80	467,46	366,16
3	310,46	489,99	458,31
4	290,84	428,70	353,92
5	302,93	442,00	413,27
6	302,53	484,89	353,11
7	314,03	431,22	453,23
8	288,73	407,77	407,90
9	325,25	473,46	443,48
10	307,36	408,66	396,45
\bar{x}	307,24	448,52	405,76
σ	12,22	29,84	38,94

Nejvyšší hodnota tvrdosti dle Vickerse byla naměřena 489,99 HV u vzorku č. 3 ve druhém patře. Naproti tomu nejnižší hodnota 288,73 HV patří vzorku č. 8 z prvního patra.



Obr. 33 Graf znázorňující tvrdost povlaku v HV

Z grafu lze vyčíst, že nejměkčí povlak je v prvním patře což nám jasně ukazuje, že síla povlaku má vliv i na tvrdost povlaku

12 ZÁVĚR

Předmětem této bakalářské práce bylo seznámení s moderními technologiemi povlakování, především pak povlakování CrN metodou PVD. Technologie PVD je založena na fyzikálních principech odpařování materiálu, jenž je použit k povlakování. Z kovů jsou to např. hliník, chrom, titan apod.) Současně je vpuštěn aktivní plyn, který reaguje s kovovými parami, čímž se vytvoří chemická sloučenina, která se následně deponuje na substrát v podobě tenké, vysoce přilnavé vrstvy.

V praktické části této práce byla podrobena této technologii povlakování CrN metodou PVD dezénová segmentová forma na lisování pláštěů pro osobní automobily. Pro hodnocení vlastností vytvořené vrstvy na dezénové segmentové formě mě zajímala tloušťka povlaku a vliv této vrstvy na tvrdost povlaku. Cílem bylo dále potvrdit, že povlakováním CrN metodou PVD dosáhne hliníková forma na lisování pláštěů pro osobní automobily požadovanou hodnotu vrstvy povlaku pohybující se v rozmezí 2,5 – 3,5 μm .

Použitou metodou stanovení tloušťky byl kalotest, při kterém byla hodnocena vybroušená kulová jamka procházející přes povlak do substrátu. Dalším zařízením pro stanovení tloušťky byl přístroj elcometer, který měl pomocí sondy potvrdit, zda síla povlaku odpovídá hodnotám, které byly dosaženy měřením na kalotestu.

K charakterizaci mechanických vlastností - mikrotvrdosti - byla využita instrumentovaná vnikací zkouška. Na vytvořeném vpichu ve tvaru kosočtverce byly označeny vrcholy a vypočteny velikosti obou úhlopříček.

Naměřené hodnoty nám u obou metod pro určení tloušťky ukázaly, že ze tří pater je povlak nejtenčí v prvním patře a nejsilnější ve druhém patře. Podle tloušťky povlaků se rozlišují povlaky velmi tenké ($1 - 10^4\text{nm}$), tenké ($1 - 10 \mu\text{m}$) a hrubé (až mm). Sílu povlaku tak můžeme zařadit jako povlak tenký, neboť naměřené hodnoty se vešly do rozmezí $1 - 10 \mu\text{m}$. Z provedené analýzy tloušťky povlaku vyplývá, že velikost vrstvy povlaku má vliv i na jeho tvrdost. Největší tvrdost byla u vzorku ve druhém patře a nejnižší v patře prvním.

Potvrdilo se, že povlakováním CrN metodou PVD, dosáhne hliníková forma na lisování pláštěů pro osobní automobily požadovanou hodnotu vrstvy povlaku. Jako vyhovující hodnota pro požadovanou tloušťku ochranného povlaku je v rozmezí 2,5 – 3,5 μm .

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MOLLIKOVÁ, Eva. *Zkoušení materiálů a výrobků* [online]. Vysoké učení technické Brno, [cit. 2016-04-24]. Dostupný z WWW:
<<http://ime.fme.vutbr.cz/>>.
- [2] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje*. 1.vyd. Praha: MM publishing, s.r.o., 2008, 235 s., ISBN 978-80-254-2250-2.
- [3] SINGULANI, Anderson Pires. *Growth of Metal Films* [online]. Technischen Universität Wien, Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, [cit. 2016-04-07]. Dostupný z WWW:
<<http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/singulani/dissse20.html>>.
- [4] GRUBER, J. *Průběh Rockwellovy zkoušky* [online]. [cit. 2016-04-15]. Dostupný z WWW:
<http://www.spstr.pilsedu.cz/osobnistranky/josef_gruber/kom/tvrdost/rock1>
- [5] IŽDINSKÁ Z. *Skúšky tvrdosti* [online]. Strojnícka fakulta STU, Katedra materiálů a technológií, [cit. 2016-04-21]. Dostupné z WWW:
<<http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531>>.
- [6] JAROUŠEK, Jaroslav. *Metody zkoumání polymerů*. VŠCHT Pardubice 1984, s. 125-140.
- [7] MECHL, Viktor a Martin MUŠINSKÝ. *Gumárenská technologie v Barum Continental, spol. s.r.o.: Učebnice pro žáky zpracovatelského oboru SPŠ polytechnické - COP Zlín*. 1. vyd. Zlín: Střední průmyslová škola polytechnická - COP Zlín, 2011, 94 s. ISBN 978-80-905002-2-8.
- [8] HAUZER TECHNO COATING. *PVD Coating Technology* [online]. [cit. 2016-04-12]. Dostupný z WWW:
<<http://www.hauzertechnocoating.com/en/plasma-coatingexplained/pvd-coating-technology/>>.
- [9] Tribotechnika – *Měření tloušťky povlaků* [online]. [cit. 2016-04-07]. Dostupný z WWW:
<<http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-22014/mereni-tloustky-povlaku.html>>

- [10] Publi - *Mechanické vlastnosti polymerů – statické namáhání* [online]. [cit. 2016– 04-07]. Dostupný z WWW:
<<https://publi.cz/books/180/09.html>>.
- [11] MORAVEC, Jaromír. *Stanovení mikrotvrdosti tenkých ochranných povrchových vrstev* [online]. Technická univerzita TUL, Katedra strojírenské technologie, [cit. 2016– 04-07]. Dostupný z WWW:
<<http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/projekty/frvs139/T3.pdf>>.
- [12] KOTTFER, Daniel – FERDINANDY, Milan: *Tenké vrstvy*. Košice: Strojnícka fakulta technickej univerzity, 2010. 100 s. ISBN 978-80-553-0359-8.
- [13] KŘÍŽ, A. *Tenké vrstvy* [online]. Západočeská univerzita v Plzni, ATeam - materiálový výzkum. [2005] [cit. 2016-04-12]. Dostupný z WWW:
<http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf>.
- [14] HUŠEKOVÁ, K. *Chemické nanášanie z pár - CVD* [online]. Elektrotechnický ústav SAV. [cit. 2016-04-28]. Dostupné z WWW:
<<http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=256>>.
- [15] ČVUT PRAHA - Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, Katedra fyzikální elektroniky. *Plazma a nové materiály* [online]. [cit. 2016-04-19]. Dostupný z WWW:
<<http://vega.fjfi.cvut.cz/docs/sfbe/plazma/plazma.htm>>.
- [16] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje* [online]. Studijní opory. VUT-FSI v Brně, ÚST, Odbor technologie obrábění. 2006 [cit. 2016-04-09]. Dostupný z WWW:
<http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/oporysave/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf>.
- [17] Měření tvrdosti - *Metody měření tvrdosti* [online]. [cit. 2016-04-15]. Dostupný z WWW:
< <http://www.merenitvrdosti.cz/tvrdost.html>>.
- [18] HOŘEJŠ, S. MM Průmyslové spektrum: *Trendy/Povrchové úpravy. Povlakování nástrojů metodou PACVD*, [online]. [cit. 2016-04-16]. Dostupný z WWW:
<<http://www.mmspektrum.com/clanek/povlakovani-nastroju/metodoupacvd.html>>.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PVD	Fyzikální depozice z plynné fáze
CrN	Chrom-nitrid
CVD	Chemická depozice z plynné fáze
PACVD	Chemická depozice z plynné fáze pomocí plazmy
μm	Mikrometr
HB	Tvrdost podle Brinella
D	Průměr
F	Síla
S	Plocha
π	Ludolfovo číslo
d	aritmetický průměr vtisku
HR	Tvrdost podle Rockwella
C°	Stupeň Celsia
HV	Tvrdost podle Vickerse
ISO	Normy
ČSN	Česká státní norma
mm	Milimetr
N	Newton
VFC	Výroba forem Continental
He	Helium
W	Wolfram
N	Dusík
Cr	Chrom
\bar{x}	Aritmetický průměr

n	Počet měření
H	Hloubka vtisku
g	Tíhové zrychlení
α	Vrcholový úhel
x	i-tá hodnota měřené veličiny
σ	Směrodatná odchylka

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1 Schéma postupného vzniku povlaku [3]</i>	12
<i>Obr. 2 Teploty při povlakování [15]</i>	13
<i>Obr. 3 Schéma metody CVD [15]</i>	14
<i>Obr. 4 Schéma metody PACVD [18]</i>	15
<i>Obr. 5 Schéma metody PVD [15]</i>	16
<i>Obr. 6 Rozdělení PVD – napařování [8]</i>	17
<i>Obr. 7 Rozdělení PVD – naprašování [8]</i>	18
<i>Obr. 8 Schéma zařízení – Kalotest [15]</i>	22
<i>Obr. 9 Brinellova zkouška [1]</i>	24
<i>Obr. 10 Průběh Rockwellovy zkoušky tvrdosti [4]</i>	25
<i>Obr. 11 Měření tvrdosti metodou Vickers [5]</i>	26
<i>Obr. 12 Tvrdoměr Shore a jeho geometrie [10]</i>	27
<i>Obr. 13 Segment lisovací formy</i>	30
<i>Obr. 14 Pohled na sestavu formy na lisování pneumatik [7]</i>	31
<i>Obr. 15 PVD zařízení</i>	36
<i>Obr. 16 Vytrhnutý dezén na pneumatice</i>	37
<i>Obr. 17 Pískovací stanice</i>	39
<i>Obr. 18 Hrubé čištění parou</i>	39
<i>Obr. 19 Ultrazvuková lázeň</i>	40
<i>Obr. 20 Automatické čistící a sušící zařízení</i>	41
<i>Obr. 21 Připravené segmenty k povlakování</i>	42
<i>Obr. 22 Připravené segmenty k povlakování v komoře</i>	43
<i>Obr. 23 Napovlakované segmenty</i>	44
<i>Obr. 24 Zkušební vzorek</i>	45
<i>Obr. 25 Kalotest – kaloMAX II</i>	46
<i>Obr. 26 Optický mikroskop</i>	47
<i>Obr. 27 Vybroušený kulový vrchlík pod mikroskopem</i>	48
<i>Obr. 28 Elcometer</i>	49
<i>Obr. 29 Mikrovpich pod mikroskopem</i>	50
<i>Obr. 30 Mikrotvrdoměr</i>	51
<i>Obr. 31 Graf znázorňující sílu povlaku v jednotlivých patrech</i>	53
<i>Obr. 32 Graf znázorňující vrstvu CrN</i>	55

Obr. 33 Graf znázorňující tvrdost povlaku v HV 56

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1</i> Hodnoty z kalotestu	53
<i>Tab. 2</i> Hodnoty z elcometru	54
<i>Tab. 3</i> Hodnoty tvrdosti dle Vickerse HV, zatížení 0,5 N	55