

Teplotní degradace PVD vrstev v důsledku kontaktního a objemového ohřevu

Beneš, Petr, Ph.D., Ing., Katedra materiálu a strojírenské metalurgie, Fakulta strojní, Západočeská univerzita v Plzni, pbenes@kmm.zcu.cz

Kříž, Antonín, Doc., Dr., Ing., Katedra materiálu a strojírenské metalurgie, Fakulta strojní, Západočeská univerzita v Plzni, kriz@kmm.zcu.cz

Vnouček, Milan, Ph.D., Ing., Katedra materiálu a strojírenské metalurgie, Fakulta strojní, Západočeská univerzita v Plzni, vnoucek@kmm.zcu.cz

Při zkoumání teplotní odolnosti PVD vrstev je rozhodujícím faktorem způsob provedeného ohřevu. Aby výsledky získané z experimentálních měření byly relevantní, je nutné u experimentálních vzorků zachovat stejné podmínky ohřevu jako u praktických aplikací. Pokud je cílem zkoumání teplotní degradace PVD vrstev deponovaných na rezných nástrojích, je zřejmé, že ohřev vzorků na sledovanou teplotu by měl proběhnout v co nejkratší době a přestup tepla do vzorku by měl být veden „jednosměrově“, tj. přes funkční povrch dovnitř nástroje. Podmínka „jednosměrového“ toku teplotního gradientu je často opomíjena. To má za následek, že většina experimentů mající za cíl zjistit teplotní degradaci nástrojů je ohřívána všesměrově – objemově. V takovém případě pak ale dochází k odlišným difúzním tokům. V rámci experimentu bylo provedeno porovnání různých typů ohřevů systémů tenká otěruvzdorná PVD vrstva – substrát.

→ Klíčová slova : PVD vrstvy, teplotní degradace, adhezivně-kohezivní vlastnosti

1 Úvod

Za účelem pochopení chování tenkých otěruvzdorných vrstev v reálných situacích, kdy jsou tyto vrstvy zatěžovány teplotními účinky, je třeba zvolit vhodný způsob ohřevu. Je nutné zvolit takový způsob ohřevu, který bude nejméně simulovat teplotní podmínky, jaké vznikají ve skutečných aplikacích, např. při obrábění. Z tohoto požadavku vyplývá, že ohřev povrchu vrstvy musí proběhnout ve velmi krátkém čase. U obrábění je rychlost ohřevu rovna řádově $10^6 - 10^9 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Z tohoto důvodu je např. nevhodný ohřev v peci, neboť tímto ohřevem nelze nikdy zajistit tak vysokou rychlost ohřevu. Navíc při obrábění přestupuje vzniklé teplo do nástroje pouze skrz vrstvu do substrátu, nikoliv opačně, tzn. neexistuje teplotní tok ze substrátu do vrstvy. Ani tento požadavek jednosměrného přestupu tepla do nástroje nelze u ohřevu v peci dodržet. V peci je vzorek zahříván prostorově, takže zde existují difúzní toky, které se prakticky u reálného teplotně namáhaného obráběcího nástroje nevyskytují. U ohřevu v peci lze tedy simulovat teplotní degradace, které vznikají u nástrojů a součástí vystavených objemovému teplotnímu namáhání.

Aby byla zaručena podobnost s teplotními toky přítomnými u deponovaných nástrojů, je nutné zvolit kontaktní způsob ohřevu vzorků. Kontaktní způsob ohřevu lze jednoduše realizovat přiložením vzorku s deponovanou vrstvou na protikus, který je vhodným způsobem ohřát na požadovanou teplotu. Z důvodu zamezení kontaminace povrchu testované vrstvy, musí být povrch protikusu, prostřednictvím kterého je teplo odváděno do vrstvy, resp. do substrátu chemicky stálý a oxidačně odolný. V opačném případě by mohlo dojít k ovlivnění vlastností vrstev v důsledku difúze některých prvků z materiálu protikusu. Povrch protikusu musí být dokonale rovný a hladký, aby byl zaručen co nejlepší přestup tepla. Ohřev protikusu lze zajistit elektrickým způsobem, nebo pomocí plynového hořáku. U plynového ohřevu je nutné zajistit, aby produkty ze spalování plynu nedifundovaly skrz protikus do vrstvy. K dosažení tlaků přítomných na povrchu vrstvy při obrábění, lze tento způsob kontaktního ohřevu doplnit o přítlačné zařízení, které bude potřebný tlak vyvozovat na vzorek během jeho ohřevu. Tím je dosaženo prakticky stejných podmínek, které na povrchu reálného nástroje vznikají.

Další možností ohřevu povrchu vzorků s deponovanou vrstvou je laserový ohřev. Laser je znám jako univerzální nástroj pro tepelné zpracování různých kovových a nekovových materiálů. Nespornou výhodou tohoto způsobu ohřevu, je rychlost ohřevu místa, které je ohříváno laserovým paprskem. Laserovým paprskem je možné docílit stejných rychlostí ohřevu jaké jsou v místě kontaktu břitu nástroje a třísky. Jak však bylo zjištěno, tento způsob ohřevu není svou fyzikální podstatou pro povrchový ohřev zcela vhodný. Je totiž nutné si uvědomit, že při laserového ohřevu závisí i na těch fyzikálních veličinách, které se při kontaktním ohřevu prakticky neuplatňují (např. absorpce záření). Navíc laserový ohřev není ohřevem čistě povrchovým, neboť vždy část laserového záření proniká, v závislosti na typu vrstvy, do různé hloubky systému tenká vrstva – substrát. V důsledku toho dochází k odlišným teplotním tokům, než jaké mohou nastat právě u povrchového ohřevu. Navíc interakcí laserového záření s materiálem se uvolňují páry. Při vysokých energiích laserového záření dochází k částečné ionizaci těchto par a

k absorpci značné části laserové energie. Pokud páry přejdou do ionizovaného stavu a zároveň absorbují část nebo celé dopadající záření, dojde k přeměně na plasmu. Vzniklá plazma je uzavřena ve vypařujícím se povrchu, přičemž teplota a stupeň její ionizace závisí na dopadajícím záření. Rozdíl tlaků Δp mezi tlakem uvnitř plasmy a okolním tlakem představuje „píst“, který dynamicky přesouvá roztavený materiál ze středu laserového spotu na jeho okraj. Tlak plasmy může být příčinou rychlého odpaření nitridových vrstev z povrchu vzorků a jamkovité morfologie laserového spotu na povrchu vzorku. Jelikož laserový spot je lokálně ohraničen, lze laserovým ohřevem zkoumat odolnost vrstev vůči teplotním dilatacím, teplotním pnutí a teplotním rázům.

2 Cíle experimentu

Hlavním cílem tohoto měření bylo zjistit vliv různých způsobů ohřevu na komplexní vlastnosti vrstev. Aby byla zaručena komplexnost testování, bylo posouzení vlivu jednotlivých způsobů ohřevů na systémy tenká vrstva - substrát vyhodnocováno na základě výsledků z několika typů měření. Pro zjišťování adhezivně-kohezivních vlastností systémů tenká vrstva-substrát a dále pro vyhodnocení jejich odolnosti proti třecímu opotřebení bylo použito metody „PIN-on-DISC“. Při testování metodou „PIN-on-DISC“ bylo použito nejen běžně používaných „PIN“ tělísek, ale také diamantový Rockwellův hrot. Proto bylo možné touto modifikovanou metodou zjišťovat adhezivně-kohezivní vlastnosti, které byly také vyhodnocovány na základě indentační (vnikací) zkoušky, tzv. Mercedes testu.

3 Experiment

Podkladovým materiálem byla nástrojová ocel ČSN 19 191 (EN C105U). Tato ocel je charakteristická svým zvýšeným obsahem uhlíku. Jeho vysoký obsah byl zvolen záměrně, neboť umožňoval zjišťovat vliv teplotně podmíněné difuze na celkové vlastnosti systému tenká - vrstva substrát. Bylo předpokládáno, že hromadění uhlíku v oblasti pod vrstvou v důsledku jeho difuze, by mohlo vyvolat oslabení adhezivní soudržnosti mezi vrstvou a substrátem. Toto oslabení by mohlo způsobit významné snížení celkových užitných vlastností i těch systémů, u kterých se předpokládá vysoká odolnost vůči teplotnímu působení (např. vrstvy CrAlSiN, TiAlSiN apod.).

Z důvodu posouzení vlivu stavu substrátu na celkové vlastnosti tenká vrstva - substrát, byly experimenty provedeny na dvou typech substrátů. V první sérii vzorků bylo použito substrátu ve výrobce dodaném stavu. V druhé sérii bylo provedeno zvýšení tvrdosti substrátové oceli zakalením. Tímto zpracováním bylo dosaženo tvrdosti 67 HRC. Tvrdost původních vzorků byla 58 HRC.

Pro experiment bylo použito 4 typů vrstev. Jejich tloušťka (zjištěno kalotestem) a typ vrstvy je uveden v tab.1.

Vrstva	TiN	TiAlN	TiAlSiN	CrAlSiN
Tloušťka [μm]	1,7	3,3	2,1	2,1
Typ vrstvy	Monovrstva	Multivrstevná	Gradientní	Kompozitní

Tab. 1 Použité typy vrstev.

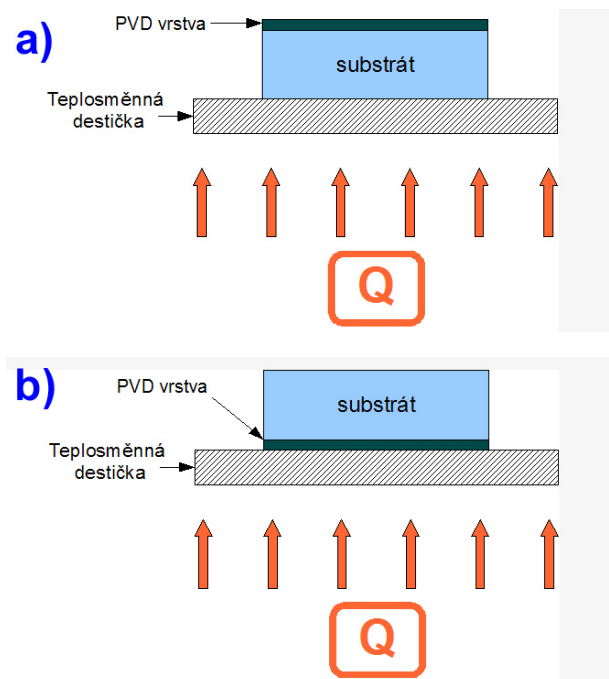
Tab. 1 Type of PVD coatings

V rámci experimentu bylo dále provedeno tribologické měření na substrátu bez přítomnosti vrstvy. Tato měření sloužila k posouzení vlivu volného uhlíku vyloučeného na povrchu vzorku na tribologické vlastnosti – především na koeficient tření. Během ohřevu část uhlíku difunduje skrz vrstvu na její povrch, kde ovlivňuje charakteristiku třecího kontaktu, neboť výrazně snižuje koeficient tření. Pokud dojde k difuzi uhlíku na povrch, vzniká systém uhlíková vrstva – tenká PVD vrstva – substrát. Je zřejmé, že vlastnosti takového systému jsou odlišné od původní systému.

Celkem bylo použito třech odlišných způsobů ohřevu. Různé způsoby ohřevu měly za cíl objasnit vliv lokalizace zdroje tepla a směru jeho působení (vzhledem k vrstvě) na orientaci difuzních toků u systémů tenká vrstva – substrát. Při prvním způsobu ohřevu (obr.1a) byl vzorek teplotně zatěžován přes substrát, tj. vzorek byl v kontaktu s destičkou přes nadeponovanou stranu vzorku. Při druhém způsobu (obr.1b) byl vzorek zahříván přes vrstvu, tj. byl položen na teplosměnnou destičku plochou s nadeponovanou vrstvou. Tento způsob ohřevu simuluje teplotní namáhání většiny obráběcích nástrojů. Poslední způsob ohřevu představoval objemový ohřev v peci. Všechny výše uvedené způsoby ohřevu pobíhaly bez ochranné atmosféry.

Pro kontaktní ohřev přes „čelo vzorku“ (obr.1b) bylo použito dvou teplot; 400 a 750°C. V ostatních případech byly vzorky zahřívány teplotou 750°C. Volba dvou teplot byla navržena za účelem zjištění závislosti rychlosti tvorby oxidického filmu na čase.

Jelikož difúzní jevy jsou silně závislé na čase teplotního působení, bylo použito logaritmické časové řady ohřevu. Vzorky byly zahřívány v intervalech 10, 100 a 1000 sekund. U ohřevu realizovaného přes substrát (obr.1a) byly vzorky zahřívány pouze po dobu 1000 s, neboť kratší doby ohřevu by vzhledem k vedení tepla celou tloušťkou vzorku nebyly relevantní. Taktéž u ohřevu v peci byly, s ohledem na přestup tepla sáláním, jednotlivé vzorky zahřívány pouze po dobu 100 a 1000 sekund.



Kontaktní ohřev byl realizován prostřednictvím teplosměnné destičky, která byla zahřívána hořákem spalující směs propan - butanu. Materiál teplosměnné destičky byl zvolen tak, aby nedocházelo k chemickému ovlivnění ohřivaného vzorku, tj. nesmělo docházet ke kontaminaci vzorku prvky přítomnými v destičce. Z tohoto důvodu byla destička vyrobena z žáruvzdorné austenitické oceli ČSN 17 255 (EN X8CrNi25-21). Tato ocel odolává v oxidující atmosféře až do teploty 1100°C. V oxidačním prostředí s obsahem síry je teplota její použitelnosti 1000°C. To je s ohledem na použité teploty dostatečné.

Obr. 1 Použité způsoby ohřevu vzorku.

Fig.1 Type of contact heating.

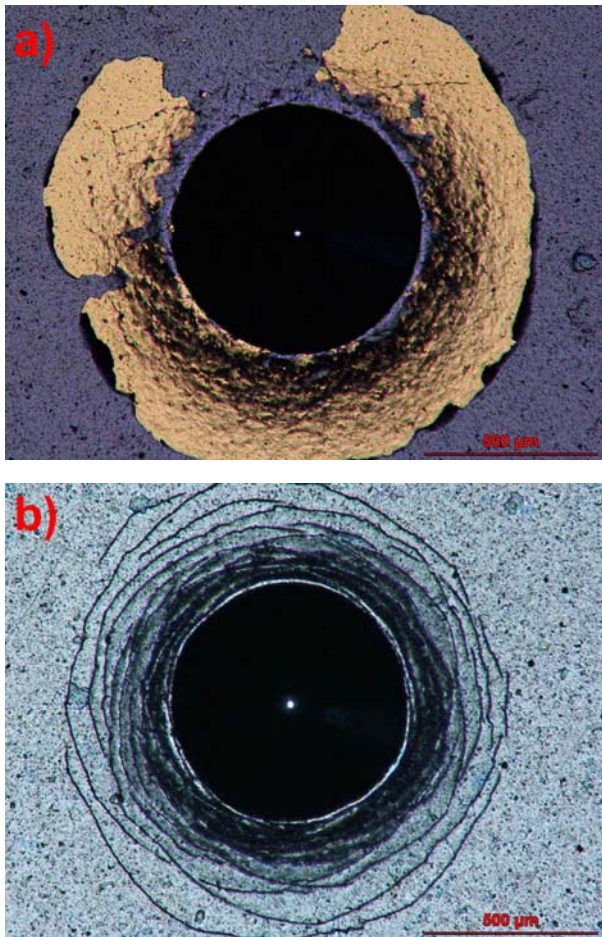
3.1 Indentační (vnikací) zkouška (Mercedes test)

Tento test umožňuje zkoumat adhezivně – kohezivní vlastnosti systémů tenká vrstva – substrát. Mercedes test patří mezi rozšířené metody ke zjišťování kvality spojení mezi tenkou vrstvou a substrátem. Jedná se o nenáročnou metodu, při které je pnutí na rozhraní systému tenká vrstva-substrát způsobeno vtiskem. Podstata tohoto testu spočívá ve statickém vtláčování diamantového Rockwellova hrotu (indentoru). Iniciované napětí vyvolá na rozhraní vrstva-substrát vznik trhlinek, které se šíří k povrchu. Pomocí této metody lze sledovat jednak rozměry a charakter vzniklých trhlin a dále zjišťovat v závislosti na zatížení rozvoj trhlin. Vyhodnocení vtisků se provádí přiřazením vtisků do jednotlivých kategorií (tříd) s adhezivním číslem HF, které charakterizuje stupeň popraskání či odloupenutí vrstvy.

Na povrchu zoxidované vrstvy TiN došlo ke kohezivnímu porušení oxidického filmu, vzniklého na povrchu vrstvy TiN v důsledku dlouhodobé (1110 sekund) teplotní expozice. Jelikož nedošlo k poškození samotného vrstvy, lze tímto dokládat rozdílnost elasticko – plastických vlastností oxidického filmu a tenké vrstvy. Lze se domnívat, že oxidický film (zde patrně TiO_2) vykazuje oproti tenké vrstvě TiN menší podíl elastické deformace. Z tohoto důvodu bude její odolnost vůči aplikovanému statickému zatížení proti podkladové vrstvě TiN snížena. Poškození systému oxidický film – tenká vrstva - substrát vzniká určitou měrou také na základě diference mezi elasticko – plastickými vlastnostmi oxidického filmu a tenké vrstvy. U žádné jiné vrstvy nebylo zjevné porušení oxidického filmu zjištěno. To je patrně způsobeno relativně velkou tloušťkou oxidického filmu TiO_2 .

Byl potvrzen pozitivní vliv multivrstevného způsobu uspořádání vrstvy (vrstva TiAlN – obr.2a) vůči šíření porušení. Přítomná vrstva TiN zamezila dalšímu šíření porušení.

U všech měřených vzorků bylo zjištěno kohezivní způsob poškození vrstev. Nejmenší poškození nastalo u systému s tenkou vrstvou TiN deponovanou na zakaleném substrátu. Naopak největší poškození bylo zjištěno u systému s vrstvou TiAlN, kde rozsah poškození (u systémů teplotně exponované po dobu 10 a 110 sekund) bylo možné klasifikovat nejvyšším stupněm kohezivního poškození. Se zvýšením doby teplotní expozice na 1110 sekund došlo ke zvýšení kohezivní soudržnosti této vrstvy. To se projevilo na snížení klasifikace rozsahu poškození. Toto zvýšení kohezivní soudržnosti vrstvy bylo potvrzeno nanoindentačními měřeními, kdy bylo zjištěno, že teplotní expozice vrstvy TiAlN při teplotě 800°C dochází k nárůstu její houževnatosti. U ostatních typů vrstev nebylo



Obr. 2 Vtisky vytvořené mercedes testem: a) vrstva TiAlN deponovaná na zakaleném substrátu, ohřev 10 sekund, b) vrstva TiAlSiN deponována na zakaleném substrátu, ohřev 110 sekund.

Fig. 2 Indentings made by mercedes test: a) TiAlN coating deposits on quenched substrate, heating for 10 seconds, TiAlSiN coating deposits on quenched substrate, heating for 110 seconds.

tření. V tomto případě bylo použito „PIN“ tělíška z Al_2O_3 a malé normálové zatížení ($F = 2\text{N}$).

Tribologický test s použitím stejného „PIN“ tělíška, s normálovým zatížením $F = 10\text{N}$ umožňoval zkoumat odolnost systémů tenká vrstva – substrát vůči třecímu opotřebení.

Z průběhů koeficientů tření u vrstvy TiN vyplynulo, že různé způsoby ohřevu mají různý vliv na chování této vrstvy. Z grafu průběhů koeficientů tření dále vyplynulo, že pro tvorbu oxidického filmu u vrstvy TiN je nutná vyšší teplota (tj. obecně nad 400°C). Se zvyšující se tloušťkou oxidického filmu docházelo ke zvyšování odporu, který klade oxidický film pohybu „PIN“ tělíška. Toto se projevilo na zvýšení koeficientu tření. U této vrstvy byl prokázán příznivý vliv oxidického filmu indukovaného na jejím povrchu.

Vrstva TiAlN deponovaná na kalený substrát vykazovala na konci testu ve všech případech doby ohřevu nejnižší koeficienty tření. To je pravděpodobně způsobeno nižší „nosností“ oxidického filmu Al_2O_3 , oproti oxidickému filmu TiO_2 , vzniklého na vrstvě TiN. Tribologické vlastnosti oxidického filmu Al_2O_3 jsou oproti TiO_2 více závislé na tvrdosti podkladového substrátu. Pokud vznikne oxidický film Al_2O_3 na měkčím substrátu, dochází k jeho prolamování. To má za následek zvýšení koeficientu tření. Z tohoto důvodu jsou koeficienty tření u nezakalených vzorků vyšší. Se zvyšující se dobou teplotní zátěže docházelo u vrstvy TiAlN ke zvyšování tloušťky oxidického filmu. Při nižších dobách expozice

zaznamenáno výrazné zhoršení, či zlepšení kohezivních vlastností v závislosti na době teplotní expozice. Z toho plyne, že teplotně indukované jevy nejsou, s výjimkou vrstvy TiAlN, v tomto případě detekovatelné aplikovanou indentační zkouškou. Pro posouzení vlivu teplotní expozice na vlastnosti vrstev by patrně bylo nutné využít menších zatěžovacích sil indentoru. Zatěžovací síly by měly odpovídat rozsahu používaných pro měření mikro, či nanotvrdosti (tj. řádově v mN a nižších).

Dále byl experimentem prokázán vliv tvrdosti substrátu na celkové kohezivní chování vrstev. Vrstvy TiN a TiAlSiN deponované na zakalený substrát vykazovaly obecně lepší odolnost vůči aplikovanému zatížení, než v případě kdy byly deponovány na měkčím substrátu. Výrazná závislost mezi tvrdostí substrátu a odolností nebyla pozorována v případě vrstvy CrAlSiN.

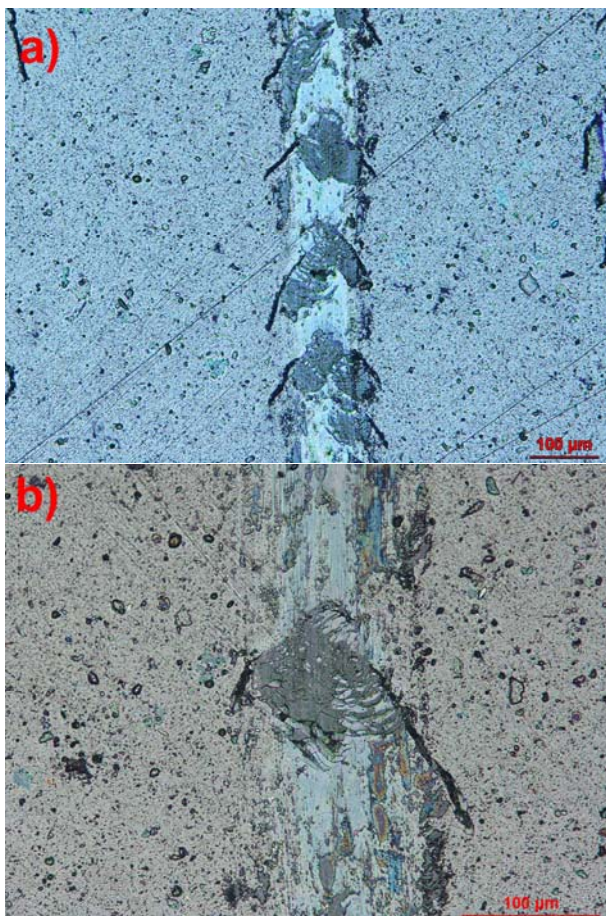
Důležitým poznatkem je, že u žádného systému tenká vrstva – substrát nedošlo k předpokládanému ovlivnění adhezni soudržnosti mezi tenkou vrstvou a substrátem vlivem difundujícího uhlíku. Předpokládá se, že uhlík difunduje na rozhraní tenká vrstva – substrát, kde dochází k jeho hromadění. Tento předpoklad se na základě indentačních testů nepotvrdil.

3.2 Tribologický experiment „PIN-on-Disc“ test

Tribologický experiment „PIN – on – Disc“ byl zaměřen na zjišťování vlivu teplotního ohřevu na některé tribologické aspekty systémů tenká vrstva – substrát. Mezi zjišťované veličiny patřil koeficient tření a velikost opotřebení (určováno na základě šířek tribologických stop). Pro citlivé zachycení měřených charakteristik, bylo nutné provést tři různé typy tribologických měření. První způsob měření byl nastaven tak, aby bylo možné stanovit přesné hodnoty koeficientů

byla nedostatečná tloušťka oxidického filmu kompenzována jeho postupným „roztíráním“ po povrchu stopy opotřebení.

Vrstva TiAlSiN vykazovala oproti ostatním vrstvám nejvyšší rozdíly mezi koeficienty tření ve fázi záběhu a ustálenými hodnotami koeficientů tření na konci testu. Z toho vyplývá, že v průběhu testu docházelo k významným změnám v tribologickém chování vrstvy. U všech nezakalených vzorků s vrstvou TiAlSiN byl zjištěn specifický druh poškození vrstvy (viz obr.3a,b). Tento typ poškození nastává často při zkoušení vrstev scratch testem. Jedná se o tzv. vrásnění. Tento druh porušení vzniká v reakci na tlaková pnutí, která jsou vytvářena před pohybujícím se „PIN“ tělískem. Lokalizované oblasti obsahující defekty na rozhraní umožní vrstvě se vrásnit v reakci na napětí. Jednotlivá vrásnění se potom šíří příčně růstem mezipovrchových trhlin. Jak je patrné z obr.3b, došlo v oblasti vrásnění k odhalení substrátu. U zakalených vzorků nebyl tento způsob poškození zjištěn. Vznik těchto



Obr 3 Tribologické stopy na vzorku s vrstvou TiAlSiN: a) kontaktní ohřev, 110s, 750°C, b) kontaktní ohřev, 110s, 750°C, detail vrásnění.

Fig.3 Tribological wear on TiAlSiN coating: a) contact heating, 110s, 750°C, b) contact heating, 110s, 750°C, detail of buckling.

vzniklého oxidického filmu vůči aplikovanému zatížení, nebo k vysoké odolnosti (resp.necitlivosti) samotné vrstvy CrAlSiN vůči použitému teplotnímu zatížení. Je navíc možné, že teplotní zátěží nebylo dosaženo podmínek nutných pro tvorbu dostatečně silného ochranného oxidického filmu na bázi Cr₂O₃. Tyto hypotézy jsou potvrzeny i z měření šířek vzniklých tribologických stop - vrstva CrAlSiN vykazovala nejnižší hodnoty šířek stop.

Jak bylo zjištěno z průběhů koeficientů tření, nejnižší hodnoty vykazují na konci testů vzorky s krátkou dobou teplotní expozice a vzorky zahříváné kontaktně při teplotě 400°C. Zvyšováním doby expozice, nebo zvýšením teploty se koeficienty tření zvyšují. To vede, za předpokladu vysoké odolnosti vrstvy CrAlSiN vůči teplotnímu zatížení (zjištěno z literárních zdrojů), k domněnce, že oxidické filmy na bázi Cr₂O₃ se vytváří při vyšších teplotách. Růst tohoto typu oxidického filmu je, oproti ostatním typům oxidických filmů, pomalejší. Navíc je pravděpodobné, že oxidický film Cr₂O₃ zvyšuje koeficient tření (narozdíl např. od oxidického filmu vzniklého na vrstvě TiAlN).

3.3 Modifikovaný „PIN-on-Disc“ test

Experiment s použitím diamantového hrotu sledoval adhezivně – kohezivní chování systémů. Tento experiment využívá podobného principu zatěžování jako tzv. Scratch test. Protikusem je v tomto případě diamantový Rockwellův kužel s vrcholovým úhlem 120° a s poloměrem zaoblení špičky hrotu 200 µm.

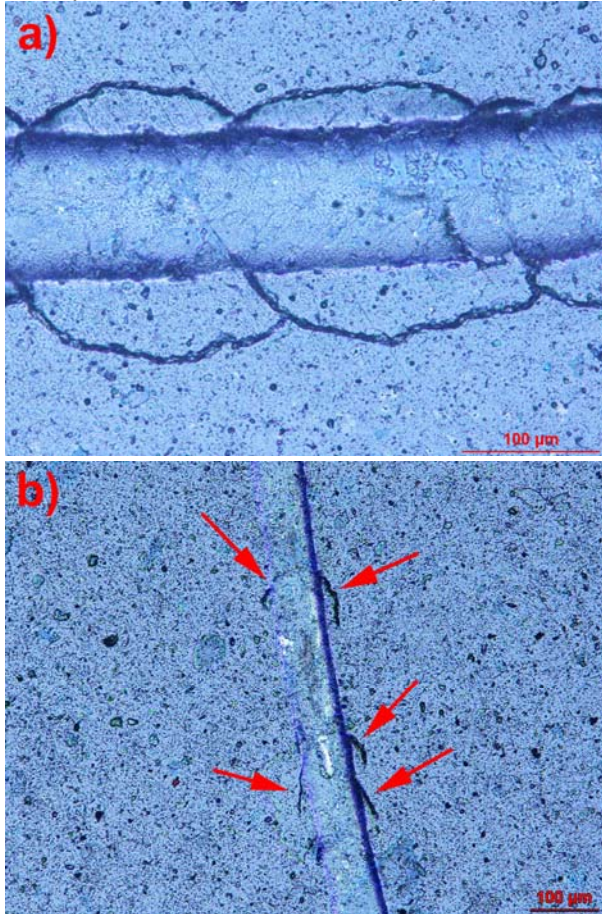
porušení neměl vliv na hodnoty koeficientů tření. Z těchto zjištění je zřejmé, že tribologické vlastnosti vrstvy TiAlSiN (resp. adhezivně – kohezivní chování) jsou silně závislé na hodnotě tvrdosti podkladového substrátu.

Z grafu průběhů koeficientů tření bylo zjištěno, že v poměrně krátkém čase došlo k ustálení hodnot (po cca 100 cyklech). Navíc změřené koeficienty tření nevykazují v ustáleném stavu velký rozptyl hodnot. To je pravděpodobně způsobeno rychlým odstraněním oxidického filmu v důsledku tření. V důsledku toho odpovídá změřený koeficient tření tomu, jaký vykazuje samotná vrstva TiAlSiN. Možnost odstranění oxidického filmu pravděpodobně dokládají i výrazně vysoké rozdíly hodnot koeficientů tření mezi nejnižší hodnotou (pokles po fázi záběhu) a nejvyšší hodnotou (hodnota v okamžiku ukončení experimentu). Prudký nárůst po dosažení lokálního minima patrně odpovídá okamžiku porušení oxidického filmu.

U vrstvy CrAlSiN nedošlo v průběhu celého experimentu k ustálení hodnot koeficientů tření. Toto lze přisuzovat buď k velké odolnosti

U vrstvy CrAlSiN nedošlo v průběhu celého experimentu k ustálení hodnot koeficientů tření. Toto lze přisuzovat buď k velké odolnosti

Diamantový kužel vnikal do vzorku konstantní silou $F=5\text{N}$ a vlivem rotace vzorku na něm vytvářel vryp. Během toho procesu se v oblasti blízké vrypu generuje velké množství deformační energie. V této oblasti dochází k překryvu tří různých druhů složek napětí: elasticko-plastické vnikací napětí, napětí způsobené tangenciální třecí silou a vnitřní pnutí. Tím se na rozhraní vrstva - substrát vytváří pnutí, která při dosažení kritické hodnoty způsobí odtržení vrstvy od substrátu .



Bylo zjištěno porušení vrstev ve formě radiálních trhlin. Tyto trhliny byly zjištěny u všech vzorků s vrstvou TiAlSiN nadeponovanou na nezakalených substrátech při všech způsobech ohřevu (obr.4a). To znamená, že vznik těchto trhlin není u tohoto typu vrstvy podmíněn teplotními degradačními procesy, ale jedná se typickou odezvu systému vrstva TiAlSiN – substrát vyplývající elasticko – plastických vlastností systému. Při určité velikosti trhlin docházelo k jejich propojování. Nebylo ale zjištěno, že by vlivem jejich propojování docházelo k odlupování (ke ztrátě koheze) vrstvy. To vede k domněnce, že tyto trhliny zasahují jen do malé hloubky vrstvy. Pravděpodobně hloubka těchto trhlin neodpovídá tloušťce vrstvy. Snížení počtu trhlin bylo zaznamenáno u vrstvy TiAlSiN deponovaných na zakalených substrátech (obr.4b). Navíc v tomto případě docházelo se zvyšující se dobou teplotní expozice k úplnému vymizení vzniku těchto trhlin, tj. u vzorků zahřátých po dobu 1110°C už tyto trhliny nebyly přítomny. V malém rozsahu byly tyto trhliny zjištěny i u vrstvy CrAlSiN a to především při ohřevu v peci. V tomto případě však nedocházelo k jejich propojování jako u vrstvy TiAlSiN .

Obr.4 Tribologická stopa vytvořená diamantovým hrotem: a) vrstva TiAlSiN, kontaktní ohřev, 10 sekund, 750°C , b) vrstva TiAlSiN na zakaleném substrátu, kontaktní ohřev, 10 sekund.

Fig. 4 Tribological wear created by diamond tip: a) TiAlSiN coating, contact heating, 10s, 750°C , b) TiAlSiN coating on quenched substrate, contact heating, 10s.

4 Závěr

Z provedených experimentů byly zjištěny následující poznatky:

- Volný uhlík přítomný v substrátu se nepodílí na snížení adhezní soudržnosti mezi vrstvou a substrátem. Teplotním zatížením nedošlo následkem difuzní migrace k hromadění uhlíku na tomto rozhraní. Uvnitř vrstev TiN, TiAlN, CrAlSiN byla zjištěna oblast vykazující zvýšený lokální obsah uhlíku. Nebyl zaznamenán žádný významný vliv této oblasti na vlastnosti systémů.
- Chování systému tenká vrstva – substrát závisí na způsobu ohřevu. Rozdíl je nejvíce patrný v odolnosti systémů vůči tribologickému opotřebením méně pak u adhezivně – kohezivního chování. Nejvíce citlivá na způsob ohřevu je vrstva TiAlSiN.
- Chování systému tenká vrstva – substrát závisí na vlastnostech podkladového substrátu. Největší závislost byla zjištěna u vrstev, které jsou charakteristické svou vysokou hodnotou nanotvrdosti, tj. u vrstev CrAlSiN a TiAlSiN. Nejmenší závislost byla zjištěna u vrstvy TiN.

- U vrstvy TiAlN došlo ohřevem k iniciaci jevů, které vedly ke zvýšení odolnosti vůči porušení vyvolaného vnikáním tělesa. Nebyl zjištěn zvýšený podíl zpevňujícího účinku svrchního oxidického filmu.
- U vrstvy CrAlSiN nebyl ohřevem, při teplotě 750°C, vyvolán vznik oxidického filmu. Vysoká odolnost této vrstvy vůči tribologickému opotřebení je dána její vlastní teplotní odolností, nikoliv ochrannou funkcí případného oxidického filmu.
- Nedostatečná tloušťka oxidického filmu u vrstvy TiAlSiN je příčinou malé odolnosti této vrstvy vůči třecímu opotřebení.
- Oxidický film TiO_2 má významný vliv na snížení koeficientu tření u vrstvy TiN. Byla zjištěna souvislost mezi tloušťkou oxidického filmu a hodnotou celkového koeficientu tření.

Tento článek vznikl na základě řešení projektu SGS-2010-083 „Progresivní metody obrábění a integrita povrchu těžkoobrobitelných materiálů v energetice“ a projektu MPO FI-IM4/226 „Vývoj vrtacích multifunkčních nástrojů pro vysoce produktivní a přesnou výrobu kruhových otvorů.“

Abstrakt

Thermal degradation of PVD coatings by contact and dimensional heating

Beneš, Petr, Ing., Ph.D., Department of materials science and metallurgy, Faculty of Mechanical Engineering, University of West Bohemia, pbenes@kmm.zcu.cz

Kříž, Antonín, Doc., Dr., Ing., Department of materials science and metallurgy, Faculty of Mechanical Engineering, University of West Bohemia, kriz@kmm.zcu.cz

Vnouček, Milan, Ph.D., Ing., Department of materials science and metallurgy, Faculty of Mechanical Engineering, University of West Bohemia, vnoucek@kmm.zcu.cz

Keywords: PVD coatings, thermal degradation, adhesive-cohesive behaviours

The most decisive element during thermal resistivity research of PDV levels is the kind of the made heating. In order to get the results from experimental measurement relevant, it is necessary to keep the same heating conditions by experimental samples as by practical applications. If there is the aim on the deposited cutting machining to search the thermal degradation of PDV levels, it is clear that the samples heating on the followed temperature should pass during the shortest period and the heating transfer into the sample should be led unidirectional, it means through the functional surface inside the tool. The condition of unidirectional flow of thermal gradient is very often forgotten. That is the result why most of experiments, that have to find out the thermal degradation of tools, is heated frequency – volumetricly. In this case it leads to the different diffusive flows. The various comparing of different system heating types was made within the experiment with thin wear resistant PVD coating - substrate).

