

# Hodnocení užitečných vlastností tenkých vrstev a jejich aplikace v průmyslu

Anna Kavánová <Anna.Kavanova@tul.cz>, Ing. Totka Bakalova Ph. D.

Pro diplomovou práci byly vybrány tenké vrstvy s označením TiC/C, ta-C, WC/C na dvou typech substrátu oceli ČSN 14220.3 a oceli ČSN 19573, nitridovaný povrch a vrstva TiAlN/WC/C na substrátu oceli ČSN 14220.3. Hodnocena byla drsnost povrchu, adheze, tvrdost nanesených povlaků, tribologické chování, odolnost vůči opotřebení, tloušťka a homogenita vrstev, smáčivost povrchu s vodou i olejem PARAMO CLP 320. Další částí této práce bylo hodnocení vlastností daného oleje, který byl použit při tribologickém testování. Tento olej byl následně modifikován nanočásticemi SiO<sub>2</sub> a kombinací nanočástic SiO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a porovnáván rozdíl v tribologickém chování s olejem bez přídavku nanočástic. Hodnocena byla viskozita oleje, sedimentace.

**Klíčová slova:** Tenké vrstvy, TiC/C, ta-C, WC/C, TiAlN/WC/C, tribologie, opotřebení, nanočástice SiO<sub>2</sub> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## Úvod

V rámci pracovního procesu součástek může dojít vlivem různých okolností i k suchému tření, ať už kvůli nedostatku maziva či jeho vytlačení z prostoru mezi třecími plochami. Z tohoto důvodu je zapotřebí zkoumat nejen vliv maziva, ale i tribologické vlastnosti povrchů v případě, kdy dojde k tření na sucho. Pro tyto případy lze na povrch dílu nanést vrstvu, která je schopna zajistit dobré kluzné vlastnosti, aby nedošlo k opotřebení součástky či jejímu poškození. Nanesené tenké vrstvy musí vykazovat vysokou tvrdost, chemickou inertnost, odolnost a při tribologickém testování dosahovat nízkého koeficientu tření [1, 2]. Povlaky by měly také disponovat vysokou adhezí k substrátu, aby nedošlo k odtržení vrstvy od základního materiálu. Všechny tyto vlastnosti jsou nedílnou součástí využití vrstev v daných průmyslových aplikacích.

## Metodika

**Použité vzorky:** Testovanými vzorky byly dva typy substrátu, ocel ČSN 14220.3 a ocel ČSN 19573, tyto základní substráty s nanesenými vrstvami ta-C, WC/C, TiC/C, vrstva TiAlN/WC/C a nitridovaný povrch.

**Měření drsnosti povrchů:** Na konfokálním mikroskopu SENSO FAR S Neox byla hodnocena drsnost povrchu, plošná průměrná drsnost Sa [μm] a výška nerovností profilu z deseti bodů Sz [μm] povrchu.

**Sedimentace olejů:** Vhodnost jedné z koncentrací (0,5 g/L, 1 g/L a 1,5 g/L) olejů s SiO<sub>2</sub> a SiO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs byla vyhodnocena pomocí sedimentace. Dále byla

zkoumána změna viskozity po přídavku NPs do olejů [3, 4, 5].

**Měření kontaktního úhlu:** Přístroj Surface Energy Evaluation byl použit pro změření kontaktního úhlu. Hodnocení bylo provedeno s destilovanou vodou a posléze, pro přiblížení se reálným podmínkám, s testovaným olejem PARAMO CLP 320. Při měření kontaktního úhlu byla použita kapka s objemem 5 μL.

**Hodnocení kluzných vlastností:** Pomocí tribometru TRB metodou „Ball-on-Disc“, firmy Anton Paar, bylo provedeno tribologické měření. Protikusem byla kulička z materiálu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nejprve byly povrchy zkoumány při suchém tření, dále při kapalném tření s použitím oleje PARAMO CLP 320 a následně s olejem po aditivaci nanočásticemi SiO<sub>2</sub> a kombinací nanočástic SiO<sub>2</sub> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s poměrem 1:1. V případě použití oleje bylo mazivo zahříváno na teplotu 45 °C pro přiblížení se reálným podmínkám.

**Morfologie a chemické složení:** Vzorky byly testovány pomocí mikroskopu Zeiss Ultra Plus. Bylo provedeno hodnocení morfologie povrchu a analýza chemického složení vrstev. Tloušťka a homogenita vrstev byla vyhodnocena na připravených výbrusech. Hodnocení bylo provedeno pomocí lineární a plošné analýzy chemického složení. Dále byl pomocí mikroskopu změřen profil opotřebení vrstev po tribologii.

**Hodnocení adheze tenkých vrstev k substrátu:** Pro měření adheze testovaných vrstev byl použit přístroj CETR UMT Multi-Specimen Test System s hrotem typu Rockwell C. Použité zatížení dosahovalo hodnot od 2 do 80 N s rychlostí zatěžování 60 N/min.

Na každém povrchu byly provedeny čtyři vrypy. Byly vyhodnoceny dva druhy kritického zatížení  $L_{c1}$  a  $L_{c3}$  pomocí změny akustické emise, použitím zatížení, koeficientu tření a optické revize vrypu.

**Měření tvrdosti:** Nanotvrdost vrstev byla testována na přístroji CSM Instruments Indentation s indentorem Berkovich. Na každém vzorku bylo provedeno celkem 10 vpichů.

## Výsledky a diskuze

Po povlakování došlo u všech druhů povlaků ke zvýšení drsnosti povrchu oproti základnímu substrátu. Největší průměrná drsnost byla naměřena u TiC/C na oceli ČSN 14220.3 s hodnotou 0,3  $\mu\text{m}$ . Nejnížší naměřená hodnota průměrné drsnosti byla zaznamenána na vrstvě WC/C na oceli ČSN 14220.3 s hodnotou 0,2  $\mu\text{m}$ .

Povrchy vykazovaly hydrofilní chování při kontaktu s kapkou vody (úhel menší než 90°). A při použití kapky oleje došlo k snížení úhlu smáčení až k hodnotám 50°.

Dle výsledků sedimentace byly vybrány oleje s aditivací NPs o koncentraci 0,5 g/L.

Oproti základnímu substrátu došlo u všech vrstev k výraznému snížení koeficientu tření, s výjimkou nitridovaného povrchu. Nejmenší opotřebení bylo změřeno na vrstvě ta-C na substrátu oceli ČSN 19573 s hodnotou 89  $\mu\text{m}$ . Největší míra opotřebení byla zaznamenána na nitridovaném povrchu s šířkou profilu 543  $\mu\text{m}$ . Koeficient tření se u vrstvy ta-C při suchém a kapalném tření svými hodnotami téměř nelišil. Vrstva TiAlN/WC/C prokázala blízkou hodnotu koeficientu tření na sucho a při kapalném tření.

Oproti koeficientu tření v případě čistého oleje a oleje s aditivem NPs s koncentrací 0,5 g/L nedošlo k patrným rozdílům.

Z detailních snímků (pomocí SEM) při porovnání vzhledu drážky i její šířky je patrné, že v případě vrstvy ta-C (ČSN 14220.3) došlo při použití  $\text{SiO}_2$  NPs ke snížení opotřebení oproti čistému oleji. Při použití oleje s  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  NPs se opotřebení vrstvy vzhledem k čistému oleji mírně zvýšilo.

Tloušťka vrstvy ta-C ve zkoumané oblasti je 1,76  $\mu\text{m}$ . Celková tloušťka vrstvy TiAlN/WC/C ve zkoumané oblasti je zhruba 6  $\mu\text{m}$ . Nejvyšší míra homogenity byla prokázána u vrstvy ta-C a nejmenší míra homogenity byla naměřena na vrstvě TiC/C.

Nejvyšší hodnota adheze byla změřena na vrstvě ta-C. Nejnížší adheze byla změřena na WC/C na oceli ČSN 19573 ( $L_{c3} = 20 \text{ N}$ ). Špatná adheze vrstvy je pravděpodobně zapříčiněna nesprávnou přípravou vzorku (čištění) před nanášením vrstvy. Ostatní

zkoumané vrstvy prokázaly velmi dobrou adhezi k základním materiálům.

Tvrdost u základních materiálů byla 652 (ČSN 14220.3) a 731 (ČSN 19573). Nejvyšší tvrdost byla zaznamenána na vrstvách ta-C (3029 HV) a TiC/C (2751 HV).

## Závěr

Nanesení povrchových úprav vedlo k zvýšení drsnosti povrchu. Při sledování adheze nejlepší vlastnosti prokázala vrstva ta-C na obou typech substrátu. Po nanesení tenkých vrstev bylo zaznamenáno zvýšení tvrdosti povrchu testovaných vzorků ve srovnání se základními materiály až čtyřnásobně. Nanesené tenké vrstvy snížily koeficient tření až o 85 % ve srovnání se základními materiály při tření na sucho. Nejlepší třecí vlastnosti prokázaly vrstvy TiAlN/WC/C, WC/C a ta-C. Nejmenší opotřebení u modifikovaných povrchů prokázaly vrstvy ta-C a vrstva WC/C. Nejlepší vlastnosti pro použití v průmyslu vykazovaly vrstvy WC/C, TiAlN/WC/C a ta-C.

## Poděkování

Děkuji projektu Studentské grantové soutěže (SGS) na Technické univerzitě v Liberci v roce 2019, své vedoucí diplomové práce paní Ing. Totce Bakalové Ph. D. a katedře materiálu za poskytnutí prostorů a prostředků k realizaci mé práce.

## Reference

- [1] WIKLUND, U, M NORDIN, O WÄNSTRAND a Mats LARSSON. Evaluation of a flexible physical vapor deposited TiC-C coating system [online]. 2000. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(99)00627-1
- [2] STÜBER, M. Microstructure and properties of low friction TiC-C nanocomposite coatings deposited by magnetron sputtering [online]. nedatováno, 150 (2–3), 218–226. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(01)01493-1
- [3] AKBULUT, M. Nanoparticle-Based Lubrication Systems [online]. 2019, 2012 (1). ISSN 2168-9806. Dostupné z: doi:10.4172/2168-9806.1000e101
- [4] JIANG, B., J. J. HE, X. S. XIA, Z. T. JIANG, J. H. DAI a F. S. PAN. Effect of  $\text{SiO}_2$  nanoparticles as lubricating oil additives on the cold-rolling of AZ31 magnesium alloy sheet AU - Xie, H. M. Materials Research Innovations [online]. 2015, 19 (sup4), S127–S132. ISSN 1432-8917. Dostupné z: doi:10.1179/1432891715Z.0000000001531
- [5] X. PENG, D, Yuan KANG, R M. HWANG, S S. SHYR a Yeon CHANG. Tribological properties of diamond and  $\text{SiO}_2$  nanoparticles added in paraffin [online]. 2009. Dostupné z: doi:10.1016/j.triboint.2008.12.015