

NOVICE

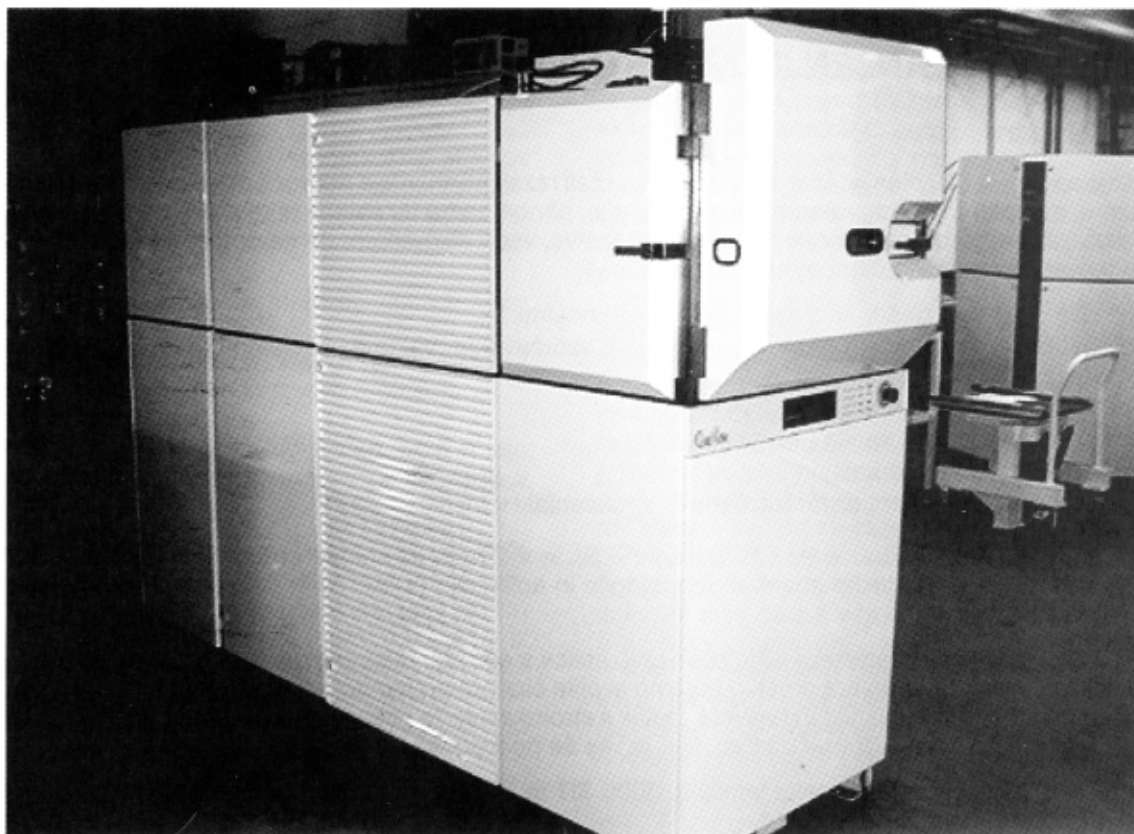
Nova naprava za nanos keramičnih trdih prevlek

V začetku decembra smo v Odseku za tanke plasti in površine na Institutu »Jožef Stefan« po velikih naporih dobili novo napravo za nanos trdih keramičnih prevlek. Naprava je velika pridobitev iz več razlogov. Omogočila nam bo razvoj nove generacije trdih prevlek, ki jih bomo lahko pripravili na podlagah oz. orodjih poljubne geometrije. Nanos prevlek bo možen tudi pri nizki temperaturi podlag in na podlage večjih dimenzij (največji premer 400 mm, največja višina 400 mm). Napravo bomo lahko uporabili tudi za nanos zaščitnih prevlek za potrebe industrijskih partnerjev. V njej bomo lahko pripravili različne večkomponentne prevleke (npr. TiAlN), večplastne strukture (npr. TiN/TiAlN), prevleke TiB₂ in prevleke na osnovi ogljika.

V Odseku za tanke plasti in površine na Institutu »Jožef Stefan« smo se začeli že leta 1982 ukvarjati s keramičnimi trdimi prevlekami, ki se uporabljajo za zaščito orodij in strojnih delov pred obrabo. Zaščita orodij pred obrabo je predmet intenzivnih raziskav že od samega začetka njihove uporabe. Prva orodja so bila narejena

iz ogljikovih jekel na začetku devetnajstega stoletja. Konec devetnajstega stoletja so bila narejena prva orodja iz hitroreznega jekla. To so visokolegirana molibdenova ali volframova jekla, ki se odlikujejo po zelo veliki trdoti (okrog 68 HRC ali 860 HV).

Za utrditev površine teh jekel se že več kot sto let uporablja po-stopek plinskega nitiranja in cementiranja oz. nitiranja v soleh. Bistvo teh difuzijskih postopkov je modifikacija sestave površine jekla. Nitridi oz. karbidi, ki nastanejo v površinski coni, le-to utrdijo do trdote okrog 1100 HV. Za utrditev površine strojnih delov pa tudi nekaterih orodij se že več kot sto let uporablja elektrokemijski postopek nanašanja trdega kroma. Trdo kromanje in nitiranje v soleh sta ekološko zelo problematična postopka, zato je njihova uporaba omejena. Na začetku tridesetih let prejšnjega stoletja so se pojavila prva orodja na osnovi karbidne trdine (WC s kobaltovim vezivom). Nekako v istem času je bil razvit postopek plazemskega nitiranja, ki je tudi difuzijski postopek, podoben plinskemu nitiranju. Difuzijski



Slika 1: Nova naprava za nanos keramičnih trdih prevlek CC 800

postopki modifikacije površine orodnih in drugih jekel ter postopki elektrokemijskega nanašanja funkcionalnih prevlek so osnovni postopki inženirstva površin. Površina orodja in strojnih delov je najpomembnejši del tribološkega sistema, saj je v neposrednem stiku z obdelovancem. Plazemski difuzijski postopki so nasprotno od plinskih in solnih hitrejši in omogočajo bolj natančno kontrolo rasti difuzijske in spojinske plasti.

Na začetku sedemdesetih let prejšnjega stoletja so v švedskem podjetju Sandvik s kemijskim postopkom nanašanja iz parne faze (CVD) naredili prve keramične prevleke. Ker je temperatura nanašanja pri konvencionalnih CVD-postopkih visoka (okrog 1000 °C), se uporabljajo samo za nanos trdih prevlek na orodja iz karbidne trdine. Kasneje so bili razviti plazemsko spodbujeni CVD-postopki, ki so omogočili nanos keramičnih plasti pri precej nižjih temperaturah podlag. CVD-keramične prevleke je tako možno nanesti tudi na hitrorezna in druga orodna jekla.

Na začetku osemdesetih let prejšnjega stoletja so v podjetju Balzers naredili prve keramične prevleke s PVD-postopkom, bolj natančno povedano, z reaktivnim naprevanjem z nizkoenergijskim elektronskim curkom. Osnova tega postopka je nizkotlačna plazma, ki so jo naredili s termoionskim izvirom. Nizkonapetostni plazemski lok je izvir elektronov za segrevanje podlag, izvir argonovih ionov za ionsko čiščenje podlag in izvir elektronov, s katerimi segrevamo material v lončku za izparevanje. Nizkoenergijski elektroni zelo učinkovito ionizirajo atome inertnega in reaktivnega plina in izparjene kovinske atome, zato je stopnja ionizacije v takšnem sistemu v primerjavi z nekaterimi drugimi PVD-postopki relativno visoka. Po tem principu delujeta tudi dve naši napravi, ki smo ju doslej uporabljali za nanos trdih keramičnih prevlek.

Kasneje je bil razvit postopek naprevanja trdih prevlek s katodnim lokom. Zanimivo je, da so ta postopek najprej patentirali v bivši Sovjetski zvezi. Patent je nato odkupilo ameriško podjetje Multi-Arc, ki je na njegovi osnovi razvilo vrhunske profesionalne naprave, ki se v industrijski proizvodnji zelo pogosto uporabljajo. Nekoliko kasneje so bile razvite naprave za nanašanje keramičnih prevlek z naprevanjem. V ta namen se uporabljajo t. i. »unbalanced« magnetroni. Vsak od teh postopkov ima svoje prednosti in slabosti.

Postopek naprevanja z nizkoenergijskim elektronskim curkom se uporablja samo za nanos binarnih nitridov, karbidov in karbonitridov prehodnih kovin. Pri tem pa smo zelo omejeni z velikostjo orodij, na katera lahko nanesemo prevleke, saj je z enim bolj ali manj točkastim izvirom nemogoče doseči nanos enakomerno debele in po sestavi homogene prevleke. Ker je material v lončku staljen, mora biti le-ta v horizontalnem položaju, da talina ne steče iz njega. Sodobnih prevlek na osnovi večkomponentnih in večplastnih struktur s takšnim postopkom ni mogoče pripraviti. Pač pa se ta postopek odlikuje po učinkovitem in enostavnem čiščenju površine orodij z nizkotlačno plazmo, ki je izvir argonovih ionov za jedkanje.

Pri naprevanju s katodnim lokom se material v izviru stali samo na mikropodročju površine tarče, kjer se prižge lok. Lok se vsakič prižge v drugi točki površine in naključno potuje po njej. Stopnja ionizacije izparjenih atomov in skupkov atomov je zelo visoka, tudi 100 odstotkov. Izviri, ki jih je lahko tudi več kot dvajset, so

nameščeni na steni vakuumske posode. Izviri so v splošnem krožne oblike z značilnim premerom okrog 60 mm. Izjemoma imajo lahko tudi obliko pravokotnika z značilno površino 100 mm x 400 mm.

Pri naprevanju večkomponentnih prevlek in prevlek v obliki večplastnih struktur uporabljamo manjše izvire različnih materialov čistih kovin in zlitin. Če jih izmenično vklaplamo in izklaplamo, lahko pripravimo večplastne strukture. Če so izviri na nasprotnih stenah vakuumske posode in stalno delujejo, lahko z regulacijo hitrosti vrtenja določimo modulacijsko periodo t. i. superrešetke, tj. večplastne strukture z nekaj sto plastmi različnih materialov. Če je debelina posameznih plasti manj kot 10 nm, sta trdota in elastični modul takšnih struktur popolnoma drugačni od plasti, iz katerih je sestavljena. Takšne prevleke so bistveno bolj žilave, trdota pa je lahko tudi za faktor dva večja od trdote posameznih plasti. Trdota plasti je odpornost materiala proti plastični deformaciji. Če hočemo trdoto povečati, moramo zmanjšati gibljivost in gostoto dislokacij. V t. i. superrešetkah so meje med plastmi ovira za gibanje dislokacij in mikrorazpok, zato se trdota in žilavost le-teh poveča. Velika trdota prevlek, ki jih nanesemo na mehkejšo in žilavo podlago iz jekla ali karbidne trdine, zmanjšuje obrabo orodij. Vendar pa s tribološkega vidika trdota ni edina lastnost, ki jo morajo imeti prevleke, da zmanjšajo obrabo orodja. V neka-terih primerih (npr. ko prevleke nanesemo na podlage iz jekla za delo v vročem, ki so nekoliko manj trda) morajo biti prevleke tudi žilave. Velika trdota in velika žilavost se izključujeta. Hkratno povečanje obeh je mogoče doseči samo v prej omenjenih superrešetkah.

Večplastne strukture in večkomponentne prevleke lahko pripravimo tudi z naprevanjem s t. i. »unbalanced« magnetronskim izvirom. Prednost takšnih izvirov je v tem, da lahko njihovo geometrijo in velikost bolj ali manj poljubno prilagodimo svojim potrebam. V večini primerov imajo pravokotno obliko z značilno površino 100 mm x 600 mm. Pri magnetronskih izviri z močnimi samarij-kobaltovimi magneti zgostimo plazmo pred tarčo. Plazma je izvir argonovih in kriptonovih ionov, s katerimi razpršujemo tarčo. Z vidika komercialne uporabe naprav z magnetronskimi izviri je pomembna do-



Slika 2: Transport naprave z avtodvigalom v prvo nadstropje poslovno-stanovanjskega centra v Domžalah, kjer je Center za trde prevleke



Slika 3: Center za trde prevleke Instituta »Jožef Stefan«

volj velika hitrost nanašanja prevleke, ki mora biti več kot 1 mikrometer na uro. Značilna debelina trdih prevlek je namreč 3 do 4 mikrometre. Hitrost naprševanja je odvisna od atomske mase ionov, gostote toka ionov na tarčo in v manjši meri od njihove energije.

Praviloma se uporablja argonova plazma, ker je argon relativno poceni. Pogosto uporabljamo tudi mešanico argona in kriptonu. Ksenona zaradi visoke cene ne uporabljamo, čeprav je koeficient razprševanja za te ione zaradi njihove velike atomske mase največji med žlatnimi plini. Da bi dosegli kompaktno prevleko z ustrezno mikrostrukturo, moramo plast keramične prevleke, ki raste na podlagi, obstreljevati z ioni žlahtnega in reaktivnega plina ter kovinskimi ioni. Zato mora biti plazma prisotna ne samo pred tarčami, ampak tudi pred podlagami. To lahko dosežemo s posebno konstrukcijo magnetronskih izvirov, ki jo poznamo pod imenom »unbalanced«.

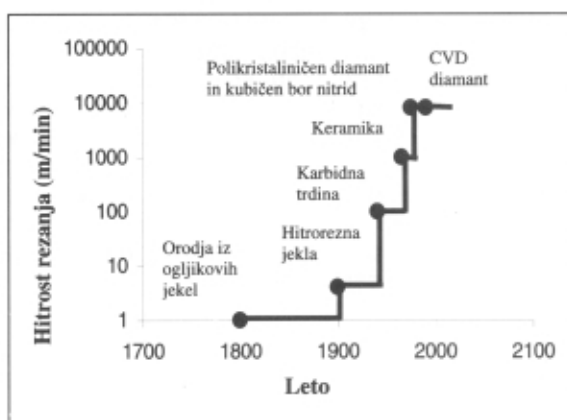
Za nanos vakuumskih (PVD) trdih keramičnih prevlek imamo na Institutu »Jožef Stefan« več naprav. Prve prevleke smo naredili v doma narejeni manjši napravi, ki deluje po principu reaktivnega naprševanja, in v eksperimentalni napravi Sputron. To napravo kljub častitljivi starosti 23 let še danes uporabljamo v raziskovalne namene.

Leta 1985 smo ustanovili Center za trde prevleke, kjer že sedemnajsto leto nanašamo TiN- in CrN-prevleke za potrebe slovenske industrije. Center je bil sprva opremljen z eno profesionalno napravo za nanos keramičnih trdih prevlek BAI 730 (Balzers). Nakup naprave je omogočilo podjetje SMELT, medtem ko je Institut »Jožef Stefan« poskrbel za prostore in drugo infrastrukturo. Leta 1991 smo v okviru bilateralnega projekta dobili od podjetja Balzers še eno napravo BAI 730, ki pa jo uporabljamo izključno v raziskovalne namene. Napravo smo opremili z energijskim in masnim spektrometrom za analizo nizekotlačne plazme. Začetki delovanja centra so bili zelo obetavni. V prostoru bivše Jugoslavije smo imeli več kot 600 industrijskih partnerjev. Zato je po razpadu bivše države imel naš center veliko težav, tudi zato, ker je bila po letu 1990 slovenska strojna in druga industrija v hudi krizi. Razmere so se po letu 1995 bolj ali manj normalizirale.

Danes posluje center zelo uspešno. Ves čas obstoja centra daje Odsek za tanke plasti in površine tehnološko podporo. Že pred leti je postalo jasno, da potrebujemo za razvoj nove generacije prevlek sodobnejšo napravo. Prve aktivnosti v tej smeri so se začele pred dobrima dvema letoma. Žal finančne razmere na Institutu »Jožef Stefan« niso omogočale takojšnje nabave nove naprave. »Zeleno luč« za nakup le-te smo

dobili sredi letošnjega leta, ko nam je Ministrstvo za šolstvo, znanost in šport v okviru 11. paketa raziskovalne opreme odobrilo sofinanciranje v višini 25 %. Na razpisu smo se odločili za nekoliko dopolnjeno napravo CC 800/7 nemškega podjetja CemeCon iz Würselena pri Aachnu. Podjetje CemeCon je leta 1985 ustanovil dr. Leyendecker, ki je pred tem delal na aachenski tehniški univerzi. Danes v podjetju dela več kot 150 ljudi. CemeCon je vodilno podjetje v svetu na področju diamantnih prevlek, ki jih pripravijo s kemijskim postopkom iz parne faze. Prvi na svetu so razvili postopek priprave gladkih diamantnih prevlek, ki se uporabljajo za zaščito rezalnih orodij za obdelavo kompozitnih materialov in aluminijevih zlitin.

Delovanje CemeConovih naprav za nanos PVD-prevlek temelji na rekativnem naprševanju z že omenjenimi »unbalanced« magnetronskimi izviri. Naša naprava ima štiri takšne izvire z velikostjo 88 mm x 200 mm. Delovni volumen je 400 mm v premeru in 400 mm v višino. To je tudi največji dovoljen volumen podlage oz. orodja, na katerega lahko naneseemo keramično trdo prevleko. V profesionalni napravi BAI 730 je navečja dopustna dimenzija orodja 150 mm v premeru in 300 mm v višino. Nova naprava je v tem pogledu velika pridobitev. Z električno močjo na tarčah je možno regulirati tudi temperaturo podlag, ki je lahko med 200 in 450 °C. To pomeni, da lahko naneseemo keramične prevleke tudi na podlage iz tistih orodnih jekel, ki so bila popuščana



Slika 4: Hitrosti rezanja v odvisnosti od orodnega materiala

pri temperaturi pod 200 °C. V napravi BAI 730 je delovna temperatura okrog 450 °C, zato lahko v njej nanašamo prevleke samo na orodna jekla, ki so popuščana pri temperaturi nad 500 °C in na orodja iz karbidne trdine. Kot je bilo že opisano, je v novi napravi možno pripraviti trde prevleke nove generacije (večkomponentne in nanokompozitne prevleke ter prevleke na osnovi večplastnih struktur in t. i. superrešetk).

Konvencionalne prevleke na osnovi TiN se še vedno uporabljajo za zaščito rezalnih orodij, ki delajo pri majhnih hitrostih rezanja. Takšna orodja so narejena iz hitroreznega jekla. Rezalna orodja za visokohitrostno obdelavo so narejena iz karbidne trdine, zaščitimo pa jih z TiAlN-prevleko ali z različnimi večplastnimi in nanokompozitnimi prevlekami. Z istimi prevlekami se zaščitijo tudi rezalna orodja za obdelavo titanovih in nikljevih zlitin. Za obdelavo bakrovih in aluminijevih zlitin pa so najbolj primerne CrN-prevleke. Diamantne

in diamantu podobne prevleke se uporabljajo za obdelavo neferitnih materialov, predvsem pa za obdelavo kompozitnih materialov. Diamantu podobne prevleke (DLC) so tiste na osnovi ogljika, pri čemer je del ogljika vezan z grafitnimi (sp^2), del pa z diamantnimi kemijskimi vezmi (sp^3). Ker je razmerje med deležem obeh vezi lahko poljubno, je tudi spekter različnih DLC-prevlek zelo širok. Trdota DLC-prevlek je nad 1000 HV. Njihova trdota z rastočim deležem diamantnih kemijskih vezi narašča. Če za pripravo takšnih prevlek uporabimo acetilen kot izvir ogljikovih atomov, se v prevleko vgradi tudi nekaj vodika. Takšne prevleke označujemo z a-C:H. Slabo oprijemljivost DLC prevlek na podlage iz orodnega jekla ali karbidne trdine izboljšamo, če najprej naneseemo vmesno kovinsko plast, nato pa delež kovinske komponente po-stopno zmanjšamo. Takšne prevleke poznamo pod oznako Me-C:H. V splošnem se DLC-prevleke odlikujejo po zelo majhnem koeficientu trenja (0,01), zato se jih uporablja kot trdo mazivo. Lansko leto so raziskovalci ameriškega Argonne National Instituta poročali o prevlekah na osnovi ogljika, ki so imele koeficient trenja 0,001 (NFC – nearly frictionless coatings), torej precej manj od teflona. Zanimivo je, da so jih pripravili v CemeConovi napravi CC 800. Prevleke na osnovi ogljika se pogosto uporabljajo tudi v kombinaciji s trdo keramično prevleko (npr. TiAlN). Orodja, zaščitena s takšno kombinacijo prevlek, lahko uporabimo za obdelavo na suho, tj. brez hladilno-mazalnih tekočin, ki so zdravju in okolju škodljive. Rezalno orodje se v tem primeru hladi le s komprimiranim zrakom. Napredek na področju razvoja orodnih materialov in postopkov njihove zaščite se lepo vidi v hitrostih rezanja, ki jih omogočajo. S prvimi rezalnimi orodji na osnovi ogljikovih jekel so bile največje hitrosti rezanja okrog 1 m/min. S hitroreznimi jekli se je hitrost rezanja povečala na skoraj 10 m/min. Rezalna orodja iz karbidne trdine omogočajo hitrosti rezanja do 100 m/min. Če orodja iz karbidne trdine in hitroreznega jekla prekrijemo s PVD-prevleko, se rezalna hitrost v primerjavi z neprekriniti poveča za nekajkrat. Z rezalnimi orodji iz keramike se da doseči rezalne hitrosti okrog 1000 m/min. Največje hitrosti rezanja (okrog 10.000 m/min) omogočajo orodja iz polikristaliničnega diamanta in kubičnega borovega nitrida. Podobne hitrosti rezanja dosežemo z rezalnimi orodji iz karbidne trdine, če jih prekrijemo z diamantnimi ali kubičnimi bornitridnimi CVD-prevlekami.

V zvezi z novo napravo je vredno omeniti tudi podvig, ki je uspel našim prizadevnim sodelavcem iz delavnic IJS. Napravo, veliko 2900 mm x 1000 mm x 2200 mm in težko 2000 kg, je bilo treba spraviti v prvo nadstropje poslovno-stanovanjske zgradbe v središču Domžal. Problem smo rešili tako, da smo odprli steno zgradbe, postavili 5,5 m visok oder in nato z avtodvigalom napravo dvignili na oder. V prostore Centra smo jo nato potegnili z dvema ročnima viličarjema. Ves transport je potekal varno in hitro, za kar se moram posebej zahvaliti sodelavcem iz delavnic IJS. To seveda ni njihov prvi podvig te vrste. Žal njihovo delo te vrste, ki je zelo nevarno in odgovorno, pogosto ostane neopaženo, nenagrajeno in necenjeno. Zato se jim na tem mestu lepo zahvaljujem za res profesionalno opravljeno delo.

dr. Peter Panjan
Institut »Jožef Stefan«,
Jamova 39, 1000 Ljubljana