

DVAJSETLETNICA CENTRA ZA TRDE PREVLEKE

Peter Panjan

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

1 UVOD

Orodja so temelj vsakršne industrijske proizvodnje. Z njimi obdelujemo najrazličnejše materiale, kot so konstrukcijska in druga jekla, zlitine na osnovi bakra, aluminija, magnezija, niklja in titana, kompozite, les, plastiko itd. Postopki obdelave pa so tudi zelo različni: rezanje (npr. struženje in rezkanje kovin), preoblikovanje (hladno in vroče kovanje, valjanje, globoki vlek in krivljenje pločevine ter profilov, hladna in vroča ekstruzija profilov), stiskanje prahov (npr. izdelava magnetov in nekaterih strojnih delov, tablet), tlačno litje izdelkov iz aluminijevih in magnezijevih zlitin, brizganje izdelkov iz plastike. Za vse našteje postopke obdelave potrebujemo ustrezna orodja.

Orodja so med obratovanjem izpostavljena velikim mehanskim, toplotnim in korozijskim obremenitvam, zato pride do različnih procesov njihove obrabe, kot so abrazijska, adhezijska in termokemična obraba. Ker je strošek orodja v večini primerov pomembna postavka v strukturi cene izdelka, je zelo pomembno vprašanje, kako povečati obstojnost in produktivnost orodja. Njegovo obstojnost lahko povečamo z različnimi postopki inženirstva površin, tako da spremenimo strukturo in sestavo površinske plasti (npr. plazemsko nitriranje ali cementiranje, ionska implantacija), ali pa tako, da na površino nanese tanko plast nekega drugega materiala, ki ima želene mehanske in druge fizikalno-kemijske lastnosti. Za zaščito orodij pred obrabo so najprimernejše zelo trde prevleke na osnovi keramičnih materialov (nitridi, karbidi in oksidi prehodnih kovin). Za ta namen zadostuje že nekaj mikrometrov debela trda PVD-prevleka.

Orodjarstvo je primarna dejavnost več kot 130 podjetij v Sloveniji. To je tudi ena od najbolj zdravih in konkurenčnih gospodarskih panog pri nas. V orodjarstvu je zaposlenih več kot pet tisoč delavcev, ki so lani ustvarili 47 milijard tolarjev prihodkov od prodaje, od katerih je bilo 65 odstotkov ustvarjenih na tujih trgih. V kovinskopredelovalni panogi orodjarne dosejajo eno od najvišjih bruto dodanih vrednosti na zaposlenega (približno 30.000 evrov).

Na Institutu "Jožef Stefan" PVD-postopke zaščite orodij uporabljamo že več kot 23 let. Pred natančno dvajsetimi leti pa smo skupaj s podjetjem Smelt ustanovili Center za trde prevleke, kjer se ukvarjamo z razvojem novih prevlek in z zaščito orodij za potrebe industrijskih partnerjev.

2 KRATKA ZGODOVINA RAZVOJA ORODNIH MATERIALOV IN POSTOPKOV NJIHOVE ZAŠČITE

Prva rezalna orodja so bila narejena iz ogljikovega jekla okrog leta 1800. Dovoljene hitrosti rezanja so bile približno 1 m/min. Desetkrat večjo hitrost rezanja so omogočila visokolegirana hitrorezna volframova jekla, ki so se pojavila okrog leta 1868. Lastnosti teh jekel so kasneje bistveno izboljšali s toplotno obdelavo (kaljenje), ki sta jo predložila Američana F. Taylor in J. White. Postopek toplotne obdelave sta predstavila na pariškem sejmu tehnike leta 1898 (ko je bil postavljen Eifflov stolp). Leta 1930 je Nemeč Bernard Berhaus patentiral postopek plazemskega nitriranja, ki je omogočil utrditev vrhnje plasti (okrog 100 mikrometrov) orodnega jekla. Istega leta se je pojavil nov orodni material – karbidna trdina. Izdelana je bila iz mikrometrovskih zrn volframovega karbida in kovinskega veziva (kobalta), takšno karbidno trdino poznamo pod komercialnim imenom Widia. Rezalna orodja iz karbidne trdine so omogočila hitrosti rezanja okrog 100 m/min.



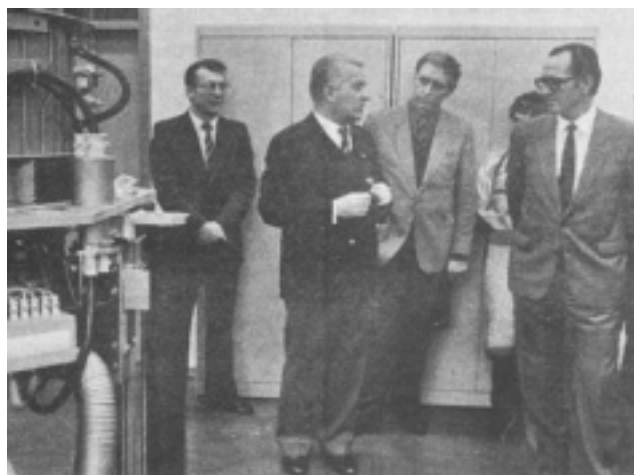
Slika 1: Balzersova eksperimentalna naprava Sputron (v ozadju), v kateri smo leta 1982 naredili prve TiN-prevleke na ploščate rezalne ploščice, in doma konstruirana naprava (v ospredju), v kateri smo lahko nanašali TiN-prevleke na orodja s komplicirano geometrijo (npr. svedri). Preizkusi orodij v industrijski proizvodnji so bili zelo spodbudni.

Pred drugo svetovno vojno in po njej so metalurgi z dodajanjem legirnih elementov izdelali celo vrsto novih orodnih jekel za izdelavo orodij za posebne primere uporabe. Istočasno se je nadaljeval razvoj orodnih materialov iz karbidne trdine, ki je pripeljal do odkritja najrazličnejših kermetov (to je kompozit keramike in kovine – metal) in orodnih materialov na osnovi keramike (npr. Si_3N_4). Ti orodni materiali so zelo trdi, kemijsko stabilni, vendar krhki, zato se uporabljajo pri velikih hitrostih rezanja in majhnih pomikih (fina končna obdelava). Dovoljene hitrosti rezanja so se povečale na okrog 1000 m/min. Naslednji revolucionarni korak na področju rezalnih orodij je bil narejen okrog leta 1968, ko so se pojavile rezilne ploščice, izdelane iz polikristaliničnega diamanta in kubičnega bornitrida. Oba materiala sta sicer zelo trda, vendar krhka in draga, zato se še danes uporabljata samo za končno obdelavo v izbranih primerih. Dovoljene hitrosti rezanja so okrog 10 000 m/min. Orodja iz polikristaliničnega diamanta so primerna za obdelavo zelo abrazivnih kompozitov (npr. mešanica bakelita in steklenih vlaken), ne pa tudi za obdelavo feritnih materialov, ker pride pri povišanih temperaturah zaradi tvorbe karbidov do razgradnje orodnega materiala.

Prve zaščitne (keramične) prevleke na osnovi TiN so bile narejene konec šestdesetih let s kemijskim postopkom nanašanja iz parne faze (CVD – Chemical Vapour Deposition). Osnova tega postopka je termična piroliza par kovinskih halogenidov v atmosferi



Slika 2: Prva naprava za nanos trdih prevlek (BAI 730) v Centru za trde prevleke, ki jo je kupilo podjetje Smelt. Ob napravi stoji Damjan Matelič, ki v Centru že dvajset let nanaša trde prevleke na orodja in strojne dele.



Slika 3: Odprtju centra so prisotvovali najvišji predstavniki takratne oblasti. Od desne proti levi stojijo: predsednik izvršnega sveta Andrej Marinc, dipl. ing., minister za znanost v takratni vladi dr. Erik Vrenko, prof. Boris Navinšek (IJS) in dr. Mirko Opara (Smelt).

dušika in vodika. Na vročih podlagah (okrog 1000 °C) se iz karbidne trdine izloči tanka plast TiN, medtem ko se druge plinske reakcijske produkte odčrpa iz reakcijske posode. Zaradi visoke delovne temperature postopek ni primeren za nanos prevlek na podlage iz orodnih jekel, ki so popuščana na temperaturi pod 500 °C, saj se med postopkom zaščite razkaliijo. Nadaljnji razvoj trdih zaščitnih prevlek je zato šel v smeri zmanjševanja temperature nanašanja, da bi jih lahko nanašali na čim širši spekter orodnih materialov. Leta 1979 je bil narejen prvi uspešen poizkus nanosa titannitridne trde prevleke na podlage iz hitroreznega jekla s fizikalnimi oz. vakuumskimi postopki nanašanja (PVD – Physical Vapour Deposition) pri temperaturi okrog 450 °C. Nekoliko kasneje so se pojavili CVD-postopki, ki so potekali v plazmi (PACVD – Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition). Prisotnost plazme je omogočila kemijske reakcije pri bistveno nižjih temperaturah kot pri konvencionalnih CVD-postopkih. Vendar je spekter prevlek, ki jih lahko pripravimo s CVD- in PACVD-postopki, bistveno manjši od tistih, ki jih lahko pripravimo s PVD-postopki. Za razliko od PVD sta prva dva postopka ekološko oporečna, delo z vhodnimi plini na osnovi halogenidov prehodnih kovin pa zahteva posebne varnostne ukrepe.

Titannitridnim so kmalu sledile titankarbonitridne (TiCN) PVD-prevleke. Na začetku devetdesetih let so prišle v komercialno uporabo CrN- in TiAlN-prevleke, sredi devetdesetih let pa večplastne strukture TiN/TiAlN. Na začetku tega desetletja pa je bil narejen revolucionaren korak naprej s pripravo trdih prevlek v obliki nanorešetak in nanokompozitov. Šele pred nekaj leti so bile narejene tudi aluminijoksidne PVD-prevleke, ki so zanimive predvsem zato, ker



Slika 4: Odprtje Centra za trde prevleke leta 1985 sta se udeležila tudi predstavnika Balzersa iz Liechtensteina Rudolf Brink, dipl. ing., takratni direktor Balzersovega sektorja za proizvodnjo trdih prevlek (prvi z desne) in Pierre Burdet ing. (drugi z leve). Drugi z desne je prof. Boris Navinšek, prvi z leve pa Anton Žabkar, dipl. ing.

ostanejo zelo trde tudi pri visokih temperaturah. Omeniti moramo tudi diamantne prevleke, ki so prišle v industrijsko proizvodnjo sredi devetdesetih let. Na podlage iz karbidne trdine se jih lahko nanese samo s CVD-postopkom. Že dalj časa so v ospredju zanimanja raziskovalcev tudi tanke plasti trdih maziv, ki so zanimive za suho obdelavo (tj. brez uporabe zdravju in okolju škodljivih hladilno-mazalnih tekočin) in kot mazivo v avtomobilski industriji, kjer se uporabljajo za zmanjšanje trenja gibljivih delov motorjev z notranjim izgorevanjem. Takšne prevleke so diamantu podobne (DLC) ter na osnovi WC/C in molibdenovega disulfida.

3 TRDE ZAŠČITNE PREVLEKE NA INSTITUTE "JOŽEF STEFAN" – DVAJSET LET CENTRA ZA TRDE PREVLEKE

Če v ta časovni okvir umestimo dogajanje pri nas, potem moramo poudariti naslednje pomembne dosežke. Pod vodstvom zdaj že upokojenega profesorja dr. Borisa Navinška, ki je bil dolgoletni vodja Odseka za tanke plasti in površine, smo na Institutu "Jožef Stefan" na osnovi lastnega znanja v eksperimentalni napravi SPUTRON in v doma konstruirani napravi leta 1982 naredili prve titannitridne keramične trde prevleke, ki smo jih nanegli na različna rezalna orodja in orodja za preoblikovanje. Leta 1984 smo jih zaščitili z blagovno znamko JOSTiN® v 23 evropskih državah. Resen prodor tehnologije trdih zaščitnih prevlek v industrijo ni bil mogoč z razpoložljivimi eksperimentalnimi napravami.

Pred natanko dvajsetimi leti sta se zato Institut "Jožef Stefan" in Smelt odločila za nakup profesionalne naprave ter ustanovila Center za trde

prevleke, ki je bil v tistem času eden prvih v Evropi. Zasluge za postavitev tega centra ima poleg že omenjenega prof. Navinška tudi pokojni profesor Osredkar, ki mu je uspelo prepričati ključne ljudi v podjetju Smelt, da so investirali skoraj milijon in pol švicarskih frankov v nakup naprave za nanos keramičnih prevlek in ultrazvočne naprave za čiščenje orodij. Institut je prispeval denar za nakup poslovnih prostorov v Domžalah in ureditev zahtevne infrastrukture. Dosežki naše raziskovalne skupine in dobro znanstveno sodelovanje s podjetjem Balzers so nam omogočili, da smo kupili najsodobnejšo Balzersovo napravo BAI 730 brez "know-howa", ki je bil ocenjen na 760.000 švicarskih frankov. V napravi enakega tipa so leta 1979 Balzersovi raziskovalci naredili prve trde prevleke na svetu. Balzers je na področju trdih zaščitnih prevlek še danes vodilno podjetje na svetu. Do danes so po celem svetu postavili več kot šestdeset centrov.

Brez pretirane samohvale lahko rečemo, da v tistem času na tem področju nismo veliko zaostajali za najboljšimi na svetu. Pionirsko delo pri razvoju naših trdih prevlek in pri uvajanju "zlatih" orodij v industrijsko proizvodnjo je naredil prof. Boris Navinšek. Ta naloga pa je bila vse prej kot lahka. Pod njegovim vodstvom je bilo v prvih letih uporabe trdih prevlek organiziranih pet posvetovanj za uporabnike iz industrije. Prispevke s teh posvetovanj je uredil v treh zbornikih. Napisal je dve knjigi o trdih zaščitnih prevlekah in več kot petdeset strokovnih člankov. Obiskal je vsa večja podjetja s področja kovinsko-predelovalne industrije v takratni Jugoslaviji, kjer je imel strokovna predavanja za njihove orodjarje. Veliko dela pri promociji trdih prevlek sta naredila tudi takratni vodja centra g. Tone Volk in zdaj že pokojni fizik Anton Žabkar, sodelavec našega odseka. Za uspešen prodor za tiste čase zelo sodobne tehnologije v domačo industrijo, so zaslužni tudi mnogi tehnologi (zanesenjaki) iz slovenske (in jugoslo-



Slika 5: Eden od seminarjev za uporabnike iz industrije, ki smo ga leta 1993 organizirali v Smeltu

vanske) industrije ki so ob začetnih težavah uvajanja novih "zlatih" orodij pokazali veliko stopnjo zaupanja in odprtosti za tehnološke novosti.

Kapacitete centra so bile prilagojene potrebam celotne jugoslovanske industrije. Izguba jugoslovanskega trga in kriza slovenske kovinskopredelovalne industrije v začetku devetdesetih let sta zamajali njegove temelje. Obstoj centra je bil nekaj časa negotov, vendar so se sredi devetdesetih let zanj spet začeli boljši časi. Še posebej pa to velja za zadnja leta, ko se podjetja pomena in prednosti kakovostnih orodij vedno bolj zavedajo.

Med prvimi na svetu smo na začetku devetdesetih let v industrijsko proizvodnjo vpeljali CrN-prevleke. Plod lastnega znanja so tudi nizkotemperaturne kromnitridne prevleke ter visokotemperaturne kromkarbidne in kromkarbonitridne prevleke. Razvoj sodobnih večkomponentnih, večplastnih in nanokompozitnih trdih prevlek ter tankih plasti trdih maziv nam je omogočila nova naprava CC800, ki smo jo kupili leta 2002 od nemškega podjetja CemeCon. Nasprotno od starejše naprave BAI 730, kjer prevleke naperimo s curkom nizkoenergijskih elektronov, deluje nova naprava po principu naprševanja. V njej lahko pripravimo zelo širok spekter trdih prevlek na relativno velike površine podlag. Najnovejši dosežek naše raziskovalne skupine so trde prevleke TiN/TiAlN z modulacijsko periodo v nanometrskem področju. Dva mikrometra debela prevleka je sestavljena iz približno 120 plasti. Večplastna struktura zagotavlja prevleki večjo trdoto in žilavost, česar doslej ni bilo mogoče doseči.

V vseh teh letih je bilo v našem odseku na temo trdih prevlek narejenih 12 diplomskih del, tri magistrska in pet doktorskih del. V organizaciji Razvojnega centra orodjarstva Slovenije (TECOS) smo v zadnjih letih izvedli pet celodnevih seminarjev za uporabnike



Slika 6: Center za trde prevleke danes. V ospredju je nova naprava CC800.

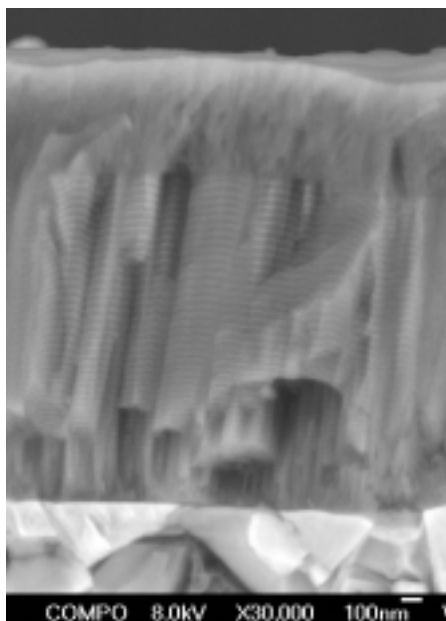
iz industrije na temo zaščite orodij in strojnih delov. V uglednih mednarodnih časopisih pa smo na temo trdih zaščitnih prevlek objavili več kot trideset znanstvenih člankov. S področja trdih prevlek smo pridobili tudi pet patentov. Sodelovali smo tudi pri več mednarodnih projektih (COST 515, projekt z Balzersom). V okviru 5-letnega razvojno-raziskovalnega projekta s podjetjem Balzers iz Liechtensteina smo leta 1993 od njih dobili še eno (sicer rabljeno) napravo BAI 730. To napravo uporabljamo v raziskovalne namene. Za študij procesov v nizkotlačni plazmi smo jo opremili z masnim in energijskim spektrometrom.

4 PREDNOSTI ORODIJ IN STROJNIH DELOV, ZAŠČITENIH S TRDIMI PVD-PREVLEKAMI

Kombinacija trde keramične prevleke ter žilave podlage (npr. hitrorežno jeklo) je s tribološkega vidika izjemno ugodna. Nanos nekaj mikrometrov debelih keramičnih trdih PVD-prevlek na orodja je še danes najuspešnejši način njihove zaščite pred abrazijsko, adhezijsko in kemotermično obrabo. Obstojnost prekritega orodja je zato veliko večja od neprekritega. Trde prevleke pa morajo biti ne samo zelo trde, ampak tudi oksidacijsko odporne in kemijsko stabilne pri visoki temperaturi. Hkrati morajo biti slab toplotni prevodnik in imeti majhen koeficient trenja. Z vidika uporabe so bistvenega pomena tudi dobra oprijemljivost na podlage, kristalinična mikrostruktura, fino zrnatost, tlačne notranje napetosti, odsotnost mikrorazpok in gladka površina.

Keramične prevleke so se sprva uporabljale samo za površinsko zaščito rezalnih orodij, kasneje pa tudi za zaščito orodij za preoblikovanje, brizganje plastike, tlačno litje aluminijevih in magnezijevih zlitin, orodij za vroče preoblikovanje (kovanje), orodij za ekstruzijo in orodij za vlečenje. Poleg tega se trde prevleke vedno bolj uporabljajo tudi za zaščito strojnih delov. Čeprav je glavni pomen zaščitnih prevlek povečanje obstojnosti orodja oz. strojnega dela, imajo še nekatere druge pozitivne učinke. Tako omogočijo večje rezalne hitrosti in večje pomike in posledično večjo produktivnost, ki je pogosto pomembnejša od večje obstojnosti orodja. Tudi kvaliteta obdelave površine izdelka je večja. Nekatere vrste trdih prevlek se odlikujejo z majhnim koeficientom trenja, zato je poraba energije med postopkom obdelave manjša. V nekaterih primerih se lahko celo odpovemo mazanju orodja z okolju in zdravju škodljivimi tekočinami. Doslej so namreč stroji vseh vrst porabili veliko hladilno-mazalnih tekočin, ki so zaradi vsebnosti klora okolju in zdravju ljudi zelo škodljive.

Ker so keramične trde prevleke kemijsko dokaj inertne, se material obdelovanca praktično ne lepi na



Slika 7: Posnetek preloma večplastne strukture TiN/TiAlN, napršene na podlago iz karbidne trdine. TiN/TiAlN-prevleka z modulacijsko periodo v nanometriškem področju je najnovejši dosežek naše raziskovalne skupine.

površino orodja. Adhezijska obraba in trenje sta zato pri prekritih orodjih manjša. Pomembna prednost orodij, zaščiteneh s PVD-prevlekami, je tudi v tem, da v splošnem povečujejo obstojnost pri visokih temperaturah (ki navadno spremljajo obdelavo). Z zaščitno prevleko lahko izboljšamo tribološke lastnosti nerjavčega jekla ter aluminijevih, magnezijevih in titanovih zlitin, s katerimi vse pogosteje nadomeščamo konvencionalne materiale (npr. konstrukcijsko jeklo). Ti materiali se odlikujejo z majhno specifično maso (z izjemo nerjavčega jekla) in veliko trdnostjo (natezno, upogibno), vendar pa so relativno mehki in zato slabo odporni proti abrazijski obrabi. Brez zaščitnih prevlek ni možna obdelava zelo trdih kaljenih jekel ter

nikljevih in titanovih zlitin, ki sicer niso zelo trde, vendar pa so zelo žilave.

Vse to so razlogi, zakaj se danes v industriji orodij brez prevlek praktično ne uporablja več, saj so zastoji zaradi slabih orodij veliko dražji od dobrega orodja.

5 SKLEP

V zadnjih dveh desetletjih, odkar so se pojavile, so PVD trde prevleke postale nepogrešljive pri zaščiti orodij. Njihovo število in primeri njihove uporabe za izboljšanje triboloških lastnosti orodij in strojnih delov v zadnjih letih eksponentno narašča. PVD-postopki omogočajo pripravo zelo širokega spektra trdih prevlek, od katerih največ obetajo nanostrukturne (nanorešetke, nanokompozitne, nanogradientne) in druge supertrde prevleke (diamantne, c-BN, CN_x). Pričakujemo lahko, da bodo morale biti v prihodnosti vse mehanske komponente zaščitene s PVD-prevlekami, bodisi pred obrabo bodisi zato, da se zmanjša trenje gibljivih delov. Tako se nekatere od njih že uporabljajo kot suha maziva pri različnih sestavnih delih avtomobilskega motorja.

Sodobni plazemski postopki inženirstva površin, ki so na voljo v našem Centru za trde prevleke, omogočajo našim orodjarnam večjo konkurenčnost na svetovnem trgu. Gospodarski pomen trdih prevlek je zato eden ključnih razlogov, da naše raziskovalno-razvojno delo na tem področju nadaljujemo tudi v prihodnosti. Naša naloga je, da razširimo spekter trdih zaščitnih prevlek in orodij ter strojnih delov, pri katerih lahko izboljšamo tribološke lastnosti. Pomembno pa je tudi, da industrijskim partnerjem pomagamo pri reševanju triboloških problemov, ki se pojavljajo pri njihovi proizvodnji. Za ta namen imamo na voljo najsodobnejšo opremo, kot so nanoindenter, merilnik adhezije, profilometer itd.