

## Vytváření otěruvzdorných povlaků na nástrojích technologií PVD

M.Šíma, M.Jílek

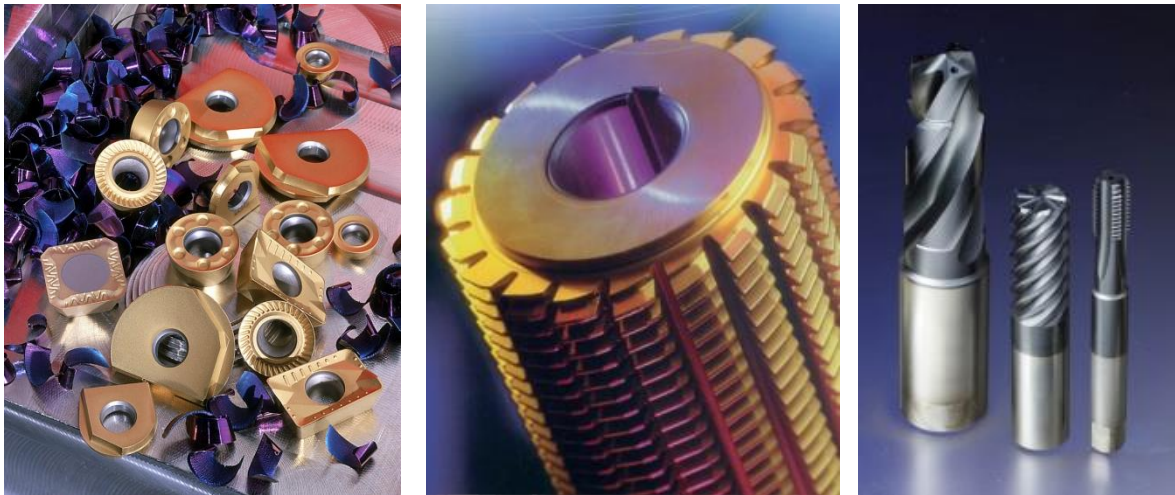
Povlaky se v průběhu několika posledních let staly běžnou součástí našeho života. Jsou vytvářeny různými technologiemi a jejich použití se postupně stále rozšiřuje. Dá se konstatovat, že neexistuje obor, kde by moderní povlaky nebyly používány. Tento rozmach souvisí i s různými vlastnostmi, kterých je možné pomocí povlaků docílit. Dokonce i v běžném automobilu je spousta dílů, které jsou povlakované za účelem snížení tření, spotřeby paliva a tím i produkce CO<sub>2</sub>. Svět povlaků se v současnosti stále rozšiřuje a trh přichází s dalšími oblastmi jejich širokého použití. Tento stručný přehled se zabývá povlaky připravovanými za sníženého tlaku a většinou i zvýšené teploty. Takto označované metody přípravy se označují jako PVD.

Název metody PVD pochází z anglického pojmenování „Physical Vapour Deposition“. V případě PVD technologie je materiál pro přípravu povlaku umístěn v depoziční komoře ve formě pevného materiálu (terče). Účinkem různých technik dochází k převedení pevného materiálu do [plazmatu](#). Většina plazmových výbojů hoří za sníženého tlaku a to v atmosféře buď jen [inertních plynů](#) (např. Ar) nebo ve směsi s různými [reaktivními plyny](#) jako např. N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> apod. V oblasti plazmového výboje dochází k intenzivní [ionizaci](#) odpařeného materiálu. Vzniklé [ionty](#) jsou pak účinkem elektrického pole přiloženého k povlakovaným předmětům urychlovány směrem k nim. Vzhledem k tomu, že při depozici se ionty podílející se na růstu vrstvy dopadají na předměty z jednoho či několika směrů, je třeba s povlakovanými předměty rotovat. Otáčení povlakovaných předmětů, často kolem několika os, vede k co nejlepší rovnoměrnosti nanášení povlaků.

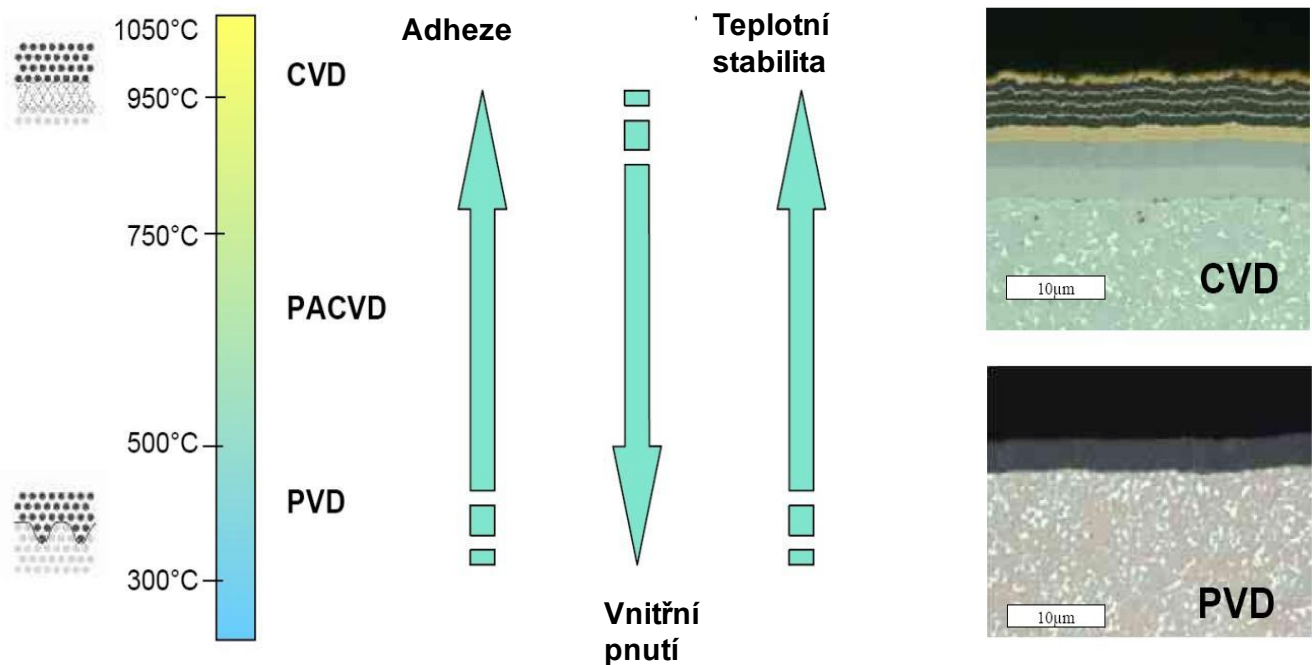
Vedle PVD technologie se pro přípravu povlaků používá i technologie CVD (chemical vapor deposition). Teploty depozice při této technologii se pohybují okolo 1000C a je proto vhodná pouze pro některé typy povlakovaných materiálů.

Před vlastním nanášením povlaků je ovšem předměty určené k povlakování důkladně očistit. Většinou se jedná o proces, který se provádí v několika krocích. Technologický postup předpřípravy povrchu nástrojů před vlastním povlakováním může být následující:

1. Vytvoření technologického postupu - vytvoří technolog, popíše celý výrobní postup
2. Odmaštění nástroje – odstranění povrchové konzervační vrstvy. Ta je nanášena na povrch [ocelových](#) nástrojů. Její hlavní funkcí je zamezení vzniku koroze.
3. Úprava břitů fréz či vrtáků či leštění povrchu nástrojů – tyto úkony zahrnují velmi rozsáhlou řadu technik od běžného pískování či kartáčování přes leštění až po techniky omílání ve vhodných směsích. Jedná se o oblast, která se zejména v posledním období široce rozvíjí.
4. Mytí – vhodná technologie mytí má za účel odstranit z povrchu veškeré nečistoty. Tyto nečistoty mohou být mastnota či zbytky brusiva, leštícího materiálu apod. Většinou se ke vhodnému očištění povrchu používá vhodný čisticí prostředek v nádobě opatřené ultrazvukovými zářiči ([UZV](#)). Vhodná mycí linka kombinuje několik nádob opatřených jak čisticími prostředky, tak i oplachovými lázněmi. V oplachových lázních se používá [demineralizovaná voda](#). Čisticí linka je většinou vybavena i sušicí komorou.
5. Nakládání do vhodných držáků – po skončení mycího cyklu je povrch předmětů již tak očištěn, že není možné s nástroji manipulovat v rukách. Používají se rukavice, které zabraňují kontaminaci povrchu očištěných nástrojů. Přitom musí být očištěné nástroje umístěny do vhodných držáků, které zabezpečí jejich vhodné umístění vzhledem ke směru nanášení povlaku.
6. Vlastní povlakování
7. Kontrola, balení, expedice



Obr.1 Příklady nástrojů opatřené povlakem PVD



Obr.2: Základní srovnání technologií přípravy ořezavzdorných povlaků pomocí CVD a PVD

V oblasti **PVD** povlakování jsou nejrozšířenější dvě metody nanášení povlaků:

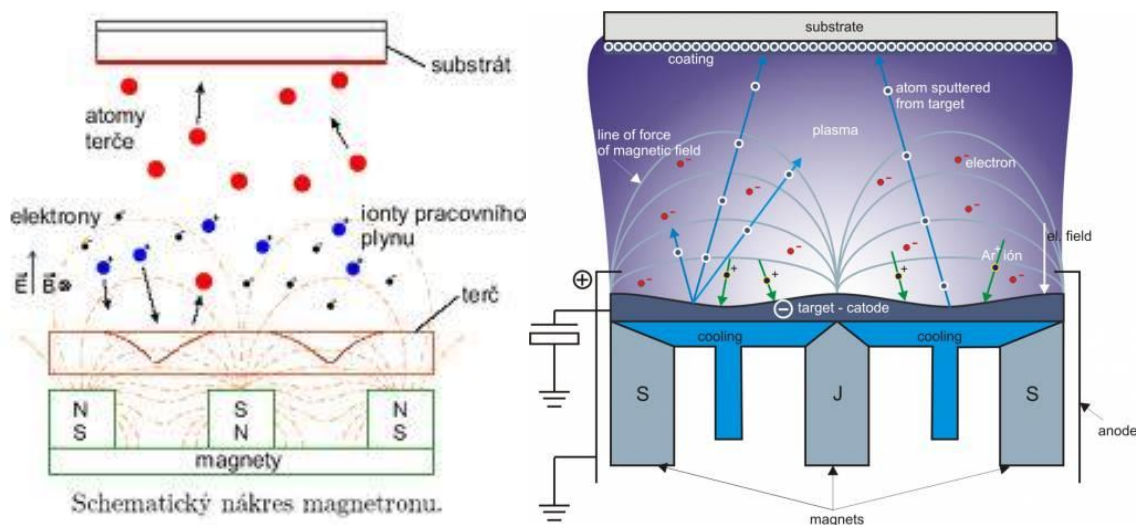
- a) Magnetronové napařování
- b) Obloukové napařování

**Magnetronové napařování** – základním principem je rozprašování pevného terče účinkem dopadu iontů inertního plynu (většinou Ar) vznikajících v oblasti doutnavého výboje. Prakticky se dá říci, že odprašování materiálu terče probíhá následujícím způsobem:

- Volné elektrony se pohybují ve zkříženém elektromagnetickém poli a dochází ke srážkám s neutrálními atomy Ar
- Jestliže je energie elektronů dostatečná, dojde k ionizaci atomů Ar
- Kladně nabití ionty Ar se urychlují při dráze k záporně nabitému terči (katodě)

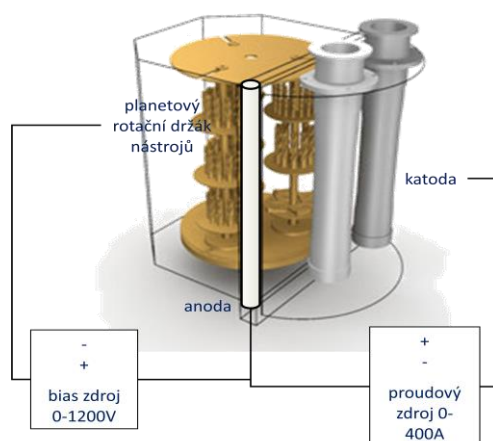
- Při dopadu dostatečně urychlených iontů Ar dochází k odprašování atomů terče, v oblasti [plazmového výboje](#) jsou atomy ionizovány
- Vzniklé kladně nabitě ionty Ar jsou přitahovány směrem k povlakovaným substrátům, na které je přivedeno záporné předpětí
- Dopadem iontů terče na povrch povlakovaných substrátů dochází k růstu povlaku vhodného složení

Nedílnou součástí takového zařízení je vytvořené magnetické pole vhodného tvaru vytvořené permanentními magnety nebo elektromagnetem. Elektronů, sloužících k ionizaci pracovního plynu, se ve zkříženém elektromagnetickém poli pohybují po šroubovici (přímý důsledek Lorentzovy síly). Tím se velmi prodlužuje jejich dráha v oblasti plazmatu a tím pádem roste i jejich pravděpodobnost, že dojde k ionizaci atomů plynu. Snížený tlak má pozitivní vliv mj. i na čistotu vytvářených povlaků. V případě, kdy se kromě inertního plynu zavede do komory i reaktivní plyn např.  $N_2$ ,  $O_2$ ,  $C_2H_2$  apod. mluvíme o reaktivním magnetonovém napařování. Magnetronové napařování je poměrně rozšířenou technologií přípravy vrstev. Mezi jeho hlavní výhody je možné uvést jak vytváření homogenního povlaku bez defektů na velkých plochách, příprava povlaků se stejným složením jako je složení terče a možnost vytváření elektricky nevodivých vrstev.



Obr. 3 Schéma magnetronu

**Obloukové napařování** je technologií, která je pro svoji relativní jednoduchost velmi rozšířena. Způsob přípravy povlaků nízkonapěťovým obloukem názorně ukazuje následující video: [Povlakování-C.mpg](#) Základním principem je odpařování materiálu v oblasti kontaktu oblouku s povrchem terče v tzv. katodové skvrně. V ní je dosaženo velmi vysoké teploty, takže dochází k odpaření všech materiálů a výrazné emisi elektronů. Tím dojde současně i k ionizaci odpařeného materiálu. Katodová skvrna se náhodně pohybuje po povrchu terče, v takovém případě se hovoří o tzv. random arc. Naprostá většina technologií obloukového napařování využívá metodu tzv. řízeného oblouku neboli steered arc. V takovém případě je pohyb katodové skvrny urychlován magnetickým polem vytvořeným permanentními magnety nebo elektromagnety případně jejich kombinací. Výhodou steered arc oproti random arc je jak kontrola pohybu katodové skvrny což vede k lepšímu využití materiálu terče, tak i omezení vzniku tzv. makročástic. Mezi hlavní nevýhody je možné označit právě vznik makročástic, které zvyšují drsnost povlaku a působí jako nehomogenity ve vznikající vrstvě. Tyto částice odpařeného materiálu katody vznikají zejména při pomalejším pohybu katodové skvrny po povrchu terče. Naopak velkou výhodou technologií obloukového napařování je vysoký stupeň ionizace odpařeného materiálu a relativní dostupnost technologie.



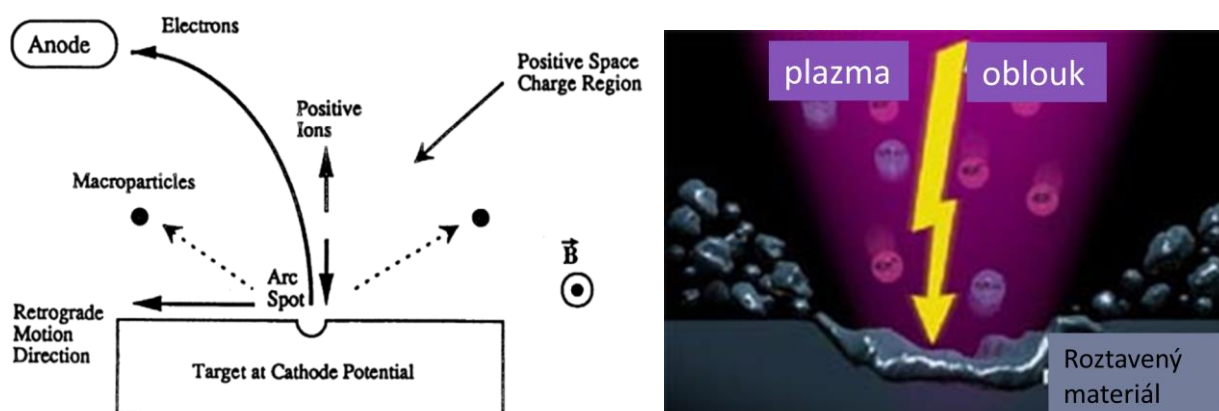
Obr.4: Schéma základního zapojení zdrojů při přípravě povlaků nízkonapěťovým obloukem

Typické parametry procesu využívající technologii obloukového napařování povlaků shrnuje následující tabulka:

Parametr	Hodnoty
Tlak dusíku	0,5 – 5 Pa
Teplota	350 – 600 C
Proud v oblouku	30 – 350 A
Napětí řízeného oblouku	25 – 40 V
Předpětí přiložené na vzorky	-50 až – 1200V
Doba depozice	60 – 240 min
Rychlost růstu povlaku	1 – 2 $\mu\text{m/hod}$

Zajímavá je teorie pohybu katodové skvrny po povrchu terčů. Podle jedné z hypotéz zabývající se tímto jevem je možné pohyb shrnout do několika bodů popisujících sled velmi rychlých dějů následujících bezprostředně po sobě či současně:

- Intenzivní emise elektronů z mikrošpiček vznikajících na povrchu terče působením elektrostatického pole
- Prudké odpaření mikrošpiček
- Intenzivní zpětný bombard terče ionty odpařenými z terče ( sekundární elektronová emise)
- Roztavení materiálu terče v malé oblasti
- Vytvoření krátera v roztavené oblasti a následným tlakem dopadajících iontů je materiál tlačěn k hraně krátera = katodová skvrna
- Vytvoření nových mikrošpiček na hraně krátera = vznik nových center pro emisi elektronů → pohyb katodové skvrny



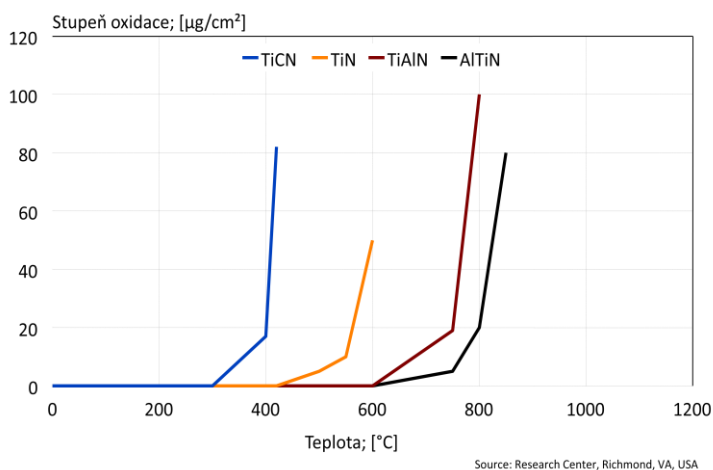
Obr. 5: Schéma hoření katodové skvrny při přípravě PVD povlaků obloukovým napařováním



Parametry katodové skvrny jsou pozoruhodné proudovými hustotami i teplotou, které je dosaženo v jejím místě:

- Typický průměr katodové skvrny: 1 – 10  $\mu\text{m}$
- Proudová hustota:  $10^6 - 10^7 \text{ A/cm}^2$
- Hustota výkonu:  $10^7 \text{ W/cm}^2$
- Teplota: 10 000 – 20 000°C
- Složení proudu: 90% elektronů; 10% iontů

Mezi v současnosti nejčastěji vytvářené otěruvzdorné povlaky je možné označit vrstvy na bázi AlTiN. Zejména v posledních několika letech se vedle TiAlN vrstev prosazují na trhu povlaky na bázi CrAlN. Povlaky TiAlN byly vyvinuty při potřebě zvýšení oxidační odolnosti vrstev TiN. Vrstvy nitridu titanu charakteristické „zlatou“ barvou se staly populárními již velmi krátce po jejich uvedení na trh. Naproti tomu, povlaky na bázi AlTiN, jejichž barva bývá označována jako šedá či šedo-fialová, byly vyvinuty již v 80.letech, ale na jejich široké komerční využití se čekalo téměř 10 let. Přitom vrstvy AlTiN oproti TiN mají nejen vyšší oxidační odolnost, ale i vyšší tvrdost. Nyní je na trhu celá řada komerčně nabízených povlaků na bázi TiAlN či AlTiN, které jsou připravovány v celé řadě modifikací. Jedním ze způsobů dosažení zlepšení jiných vlastností jako např.ještě vyšší tvrdosti, snížení vnitřního pnutí či koeficientu tření, je přidavek dalšího prvku do struktury TiAlN.



Graf 1: Závislost stupně oxidace základních typů PVD povlaků na teplotě

Následující příklady ukazují způsoby ovlivnění vlastností povlaku TiAlN přidavkem dalšího prvku:

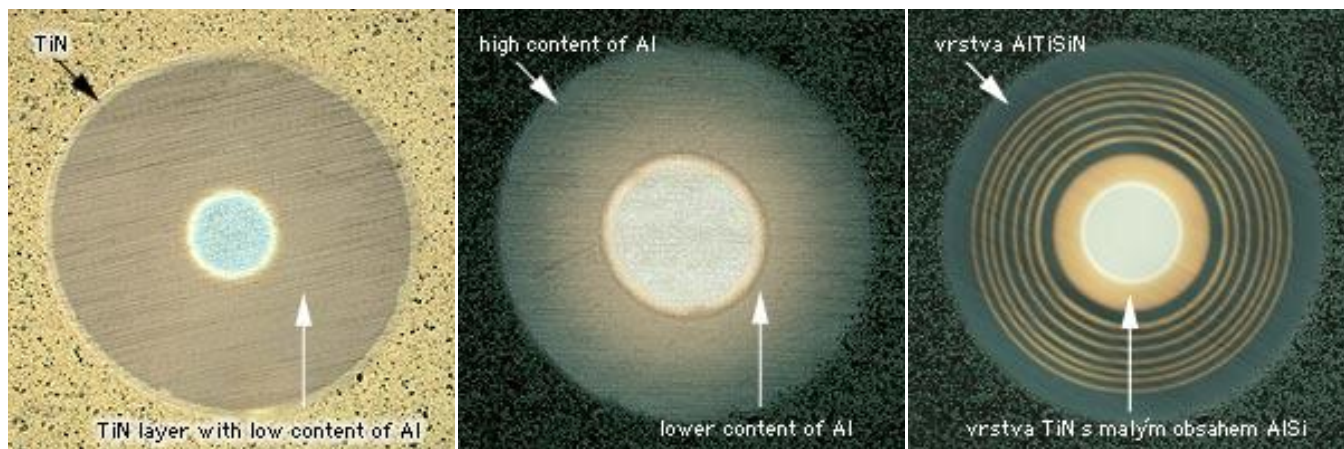
- TiAlSiN – přidavek Si způsobuje zvýšení tvrdosti i oxidační odolnosti
- TiAlCN – přidavek C způsobuje snížení koeficientu tření při relativně vysoké tvrdosti
- TiAlVN – přidavek V vede při použití za zvýšené teploty k vytváření kluzné vrstvy
- TiAlYn – přidavek Y způsobuje stabilizace kubické fáze

Je možné třídit povlaky i hlediska vnitřní struktury. Mezi nejjednodušší systémy je možné uvést monovrstevné povlaky. Jejím typickým příkladem jsou jednoduché povlaky typu TiN, CrN či ZrN.

**Z hlediska struktury je možné vrstvy dělit na tyto základní typy:**

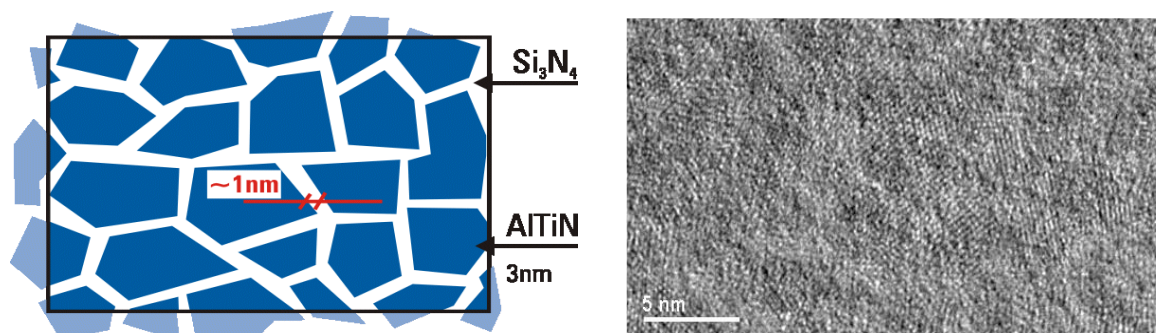
- **Monovrstevné** – např. jednoduché povlaky typu TiN, CrN, TiC... V takových povlacích se nemění složení od substrátu k povrchu
- **Gradientní** – v průřezu vrstvou se obsah jednoho prvku postupně mění. Jako příklad je možné uvést povlak TiAlN s postupným růstem obsahu Al od 0% u substrátu ( tam se pak jedná o vrstvu TiN) až po cca 66at.% na povrchu, tam je vrstva již označována jako AlTiN
- **Multivrstevné** – v tomto případě se jedná o pravidelné střídání dvou vrstev různého složení v řádu stovek nm. Výsledný povlak pak svými užitkovými vlastnostmi překonává obě jednoduché vrstvy. Jako příklad může sloužit např. povlak typu AlTiN/TiN .

- **Nanostrukturované** – takové nazýváme vrstvy, které jsou definovány způsobem uspořádání na úrovni nanometrů. Může se jednat např. o nanovrstevné systémy, kdy perioda střídaní jednotlivých vrstev je na úrovni jednotek nm. Přitom velikost periody může výrazně ovlivnit celkovou mikrotvrdotu připravovaného povlaku. Může se jednat např. o povlaky typu TiN/AlN. Dalším příkladem nanostrukturovaných vrstev mohou být tzv. nanokrytalické kompozitní povlaky typu např. TiAlSiN.



Obr.6: Příklady vyleštěných kulových vrchlíků (tzv. kalot) strukturovaných povlaků – monovrstva – gradientní vrstva – multivrstevný systém

Vrstvy TiAlSiN byly poprvé laboratorně připraveny profesory Li Shizi a Vepřkem. Uvedeny na trh byly poprvé firmou SHM, s.r.o.. Jsou velmi zajímavé strukturou, které vytváří. Povlak díky unikátnímu uspořádání byl nazván tzv. nanokrytalickým kompozitem díky výskytu jemnozrné nanokrytalické struktury a amorfni fázi. Tyto dvě struktury v připravovaném povlaku významně zvyšují jak odolnost vůči oxidaci, tak i mikrotvrdotu.



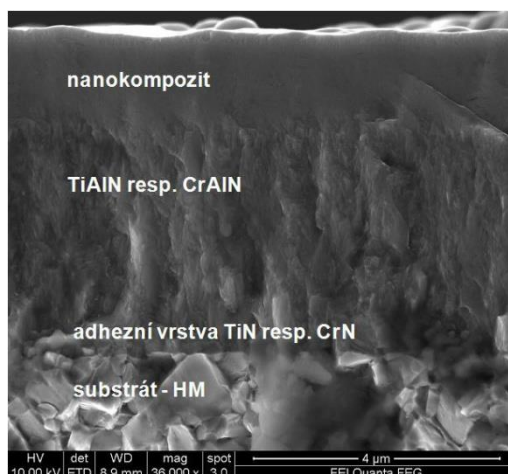
Obr. 7: Model nanokrytalického kompozitu a reálná struktura pořízená [TEM](#) s vysokým rozlišením (zvětšení cca 5 000 000 x)

Podobně jako u vrstev TiN, i vrstvy CrN byly známy velmi dlouho. Povlaky CrN jsou charakteristické zejména velmi nízkým pnutím, které umožňuje jejich přípravu ve vyšších tloušťkách bez nebezpečí jejich loupání z povrchu povlakovaných předmětů. Přídavek Al či AlSi vede ke zvýšení jak jejich tvrdosti, tak i oxidační odolnosti.

Obě rodiny povlaků – tedy TiAlN i CrAlN výhodně kombinují svoje vlastnosti s vrstvami na bázi nanokrytalických kompozitů. Před několika lety byly vyvinuty tzv. **Triple ( neboli trojitě ) povlaky**, které výrazně překonávají výhody obou typů vrstev. Struktura TiAlN či CrAlN má střední tvrdost a je v porovnání s TiAlSiN či CrAlSiN relativně houževnatá. Naproti tomu nanokrytalické povlaky mají vysokou tvrdost a tím i relativní křehkost. Byly vyvinuty a optimalizovány struktury, které výhodně kombinují vlastnosti obou povlaků. Triple povlaky se skládají ze tří vrstev výhodně zkombinovaných:

1. Vrstva TiN či CrN – adhezni vrstva, zlepšuje soudržnost povlaku se substrátem
2. Vrstva/ multivrstva na bázi TiAlN/AlTiN či CrAlN/AlCrN – houževnatý, základní povlak
3. Vrstva TiAlSiN či CrAlSiN – povrchová vysoce tvrdá a oxidačně odolná vrstva

Využití Triple povlaku je zejména v oblasti frézování kalených materiálů za zvýšených rychlostí či posuvů.



Obr.8: Struktura Triple povlaku při zobrazení v [SEMu](#) (zvětšení 36 000 x)

Jeden z příkladů využití Triple povlaku při frézování nástrojové oceli ukazuje následující obrázek:

### FRÉZOVÁNÍ - TripleCoating<sup>3</sup>® MARWIN



Aplikace: suché frézování  
 Nástroj: VBD typ ADMX 160608SR-M  
 Povlak: TripleCoating®, konkurenční oblouk a magnetron, etalon (původní)  
 Obrobek: DIN 19552  
 Operace: frézování, vc = 62 m/min; fz = 0,18 mm; ap = 1,5 mm; ae = 50 mm



Obr. 9: . Porovnání povlaků při testech frézování nástrojové oceli

### Závěr

Oblast otěruvzdorných PVD, ale i CVD povlaků je stále se rozvíjejícím oborem, který na rozdíl od mnoha jiných minimálně zatěžuje životní prostředí a přináší spoustu nových možností. Je možné vyvíjet a optimalizovat povlaky, které budou nejlepší s ohledem na potřeby zákazníka. Neexistuje jeden nejlepší, univerzální povlak pro vše, ale je řada vrstev, které mají pro danou aplikaci naprosto výjimečné vlastnosti. Ty je možné ovlivňovat nejen složením, ale i jinými parametry, které jsou řízené při jeho přípravě jako např. strukturou, vnitřním pnutí, tloušťkou apod.

Zdroje:

Prezentace firmy Pramet Tools, s.r.o.

Prezentace firmy SHM, s.r.o.

Přednášky z KEVF MFF UK Praha

