

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská
metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Měření zbytkových napětí povrchů ve vazbě na technologii přípravy

Autor: **Bc. Jan PALÁN**

Vedoucí práce: **Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž**

Akademický rok 2014/2015

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta strojní
Akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE
(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan PALÁN**
Osobní číslo: **S13N0078P**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Měření zbytkových napětí povrchů ve vazbě na technologii přípravy**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Charakteristika slinutých karbidů
2. Broušení slinutých karbidů
3. Zbytková napětí, princip, měření, dopady
4. Experimentální část
5. Diskuse výsledků
6. Závěr

Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**

Rozsah pracovní zprávy: **50-70 stran**

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

- Neckář, F., Kvasnička, I.: **Vybrané statě z úběru materiálu. 1 vyd., Praha, ČVUT, 1991. 88 s. ISBN 80-01-00696-4**
- Kraus, I., Ganev, N.: **Difrakční analýza mechanických napětí. 1 vyd., Praha. ČVUT, 1995. 274 s. ISBN 80-01-01366-9**
- Humár, A.: **Materiály pro řezné nástroje. MM publishing s. r.o., 2008. 235 s. ISBN 978-80-254-2250**
- Štajnochr, L.: **Broušení nástrojů. 2. vyd., Profi a Hobby - GRADA, 2004, 120 str., 80-247-0742-X**

Vedoucí diplomové práce:

Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant diplomové práce:

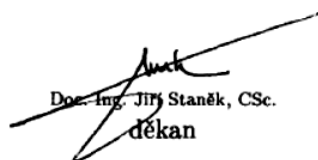
Ing. Kamil Kolařík, Ph.D.

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání diplomové práce: **22. září 2014**

Termín odevzdání diplomové práce: **22. května 2015**




Doc. Ing. Jitka Staněk, CSc.
děkan


Prof. Ing. Václav Menšík, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 22. září 2014

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Palán	Jméno Jan	
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Dr. Ing. Kříž	Jméno Antonín	
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Měření zbytkových napětí povrchů ve vazbě na technologii přípravy		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2015
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	70	TEXTOVÁ ČÁST	70	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	<p>V rámci diplomové práce je provedena sumarizace výsledků týkající se výzkumu zbytkové napjatosti slinutých karbidů. Cílem bylo monitorovat výrobní proces, stanovit optimální podmínky předdepozičních procesů a zdůvodnit kohezní porušení substrátu. Experimentální část je koncipována pro slinuté karbidy na bázi WC – Co deponovaných metodou PVD. Měření zbytkového napětí bylo uskutečněno pomocí rentgenové difrakce, která umožňuje měřit zbytkové napětí v malých hloubkách pod povrchem.</p>
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	<p>Slinuté karbidy, zbytkové napětí, broušení, porušení, tepelné zpracování, žhání, PVD.</p>

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Palán	Name Jan	
FIELD OF STUDY	3911T016 “ Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Dr. Ing. Kříž	Name Antonín	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Measuring of residual stress in relation to the technology of preparation		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Science and Technology	SUBMITTED IN	2015
----------------	------------------------	-------------------	---------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	70	TEXT PART	70	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The diploma thesis discusses about the residual stress of cemented carbides. The aim was to monitor the manufacturing process and determine the cause of damage of deposited cutting tools. Residual stress was measured by using the X-ray diffraction.
KEY WORDS	Cemented carbides, residual stress, grinding, damage, heat treatment, annealing, PVD.

Obsah

1. Úvod.....	5
2. Charakteristika slinutých karbidů	6
2.1. Základní rozdělení slinutých karbidů	6
2.2. Vybrané vlastnosti slinutých karbidů	7
2.2.1. Mechanické vlastnosti SK typu WC-Co	7
2.3. Deponované slinuté karbidy metodou PVD	10
2.3.1. Vlastnosti PVD povlaků.....	10
3. Broušení slinutých karbidů	11
3.1. Tepelné jevy při broušení	13
3.2. Podmínky při broušení slinutých karbidů.....	14
3.3. Vliv broušení na mikrostrukturu slinutých karbidů.....	16
3.4. Faktory ovlivňující drsnost broušeného povrchu slinutých karbidů	18
3.5. Vznik zbytkových napětí při broušení.....	19
3.5.1. Technologické příčiny vzniku zbytkových pnutí	20
4. Zbytková napětí, princip, měření, dopady	21
4.1. Pojem zbytková napětí.....	21
4.2. Mechanismus vzniku zbytkových napětí	22
4.3. Metody stanovení zbytkových napětí	22
4.3.1. Destruktivní metody	22
4.3.2. Nedestruktivní metody	22
4.4. Rentgenová difrakční tenzometrie.....	23
4.4.1. Princip určení makroskopických zbytkových napětí	23
4.4.2. Metoda „ $\sin^2\psi$ “ (studium makroskopických napětí).....	24
4.4.3. Metoda multi hkl	25
4.4.4. Rentgenografická elastická konstanta	25
4.4.5. Specifické rysy rentgenové difrakční tenzometrie	26
4.5. Vliv vnitřních napětí na životnost a degradaci deponovaných slinutých karbidů.....	26
4.5.1. Význam zbytkových napětí ve slinutých karbidech.....	27
4.5.2. Empirický model rozvoje zbytkového napětí ve slinutém karbidu.....	29
4.5.3. Vliv předdepozičních a depozičních procesů na zbytkovou napjatost ve SK....	30
4.5.4. Teorie porušení deponovaného slinutého karbidu	35
5. Koncepce experimentálního programu	37
6. Vzorčky pro hodnocení, parametry technologických procesů a podmínky měření	39
6.1. Vzorčky kruhového průřezu TSM 33.....	39
6.2. Vzorčky GF04 s definovanou geometrií	40

6.3.	Parametry technologických procesů	42
6.3.1.	Vakuové žíhání vzorků TSM 33	42
6.3.2.	Parametry PVD depozice	42
6.4.	Experimentální podmínky rentgenové difrakce	43
6.4.1.	Experimentální uspořádání pro měření vnitřního napětí u slinutého karbidu WC - Co 43	
6.4.2.	Experimentální podmínky pro měření tenké vrstvy metodou multi hkl	44
7.	Měření zbytkových napětí ve vazbě na technologii přípravy	46
7.1.	Vliv řezání na zbytkovou napjatost slinutého karbidu	46
7.2.	Vliv broušení na zbytkovou napjatost slinutého karbidu	46
7.2.1.	Vliv geometrie a tvaru nástroje na zbytkovou napjatost substrátu pro vzorky GF04 47	
7.3.	Vliv žíhání na zbytkovou napjatost	49
7.3.1.	Vliv režimu tepelného zpracování na pokles zbytkového napětí	50
7.3.2.	Oxidace za vyšších teplot	51
7.4.	Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti v substrátu	52
7.4.1.	Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti pro TSM 33	52
7.4.2.	Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti pro GF04	53
7.5.	Zbytková napětí v tenké vrstvě	54
7.6.	Vývoj zbytkového napětí	56
8.	Hodnocení systému tenká vrstva - substrát	57
8.1.	Vliv předzpracování povrchu na lomovou houževnatost SK	57
8.2.	Analýza povrchu a chemického složení tenkých vrstev	58
8.2.1.	Analýza vrstev TiN a TiCN	58
8.3.	Měření tloušťky tenkých vrstev	60
8.4.	Adhezivně kohezivní chování systémů tenká vrstva – substrát	61
8.4.1.	Vyhodnocení zkoušky „Mercedes test“	61
8.4.2.	Vyhodnocení zkoušky „Scratch test“	63
8.5.	Vyhodnocení zkoušky „Impact test“	67
9.	Diskuze výsledků	70
9.1.	Měření zbytkových napětí ve vazbě na technologii přípravy	70
9.2.	Hodnocení adhezivně-kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát	72
10.	Závěr	74
11.	Použitá literatura	75
12.	Přílohy	78

Přehled použitých zkratk a symbolů

SK – Slinutý Karbid

WC – Karbid wolframu

Co - Kobalt

PVD - Physical Vapour Deposition- fyzikální depozice z plynné fáze

σ_T [MPa] – Zbytkové napětí kolmo na směr broušení [MPa]

σ_L [MPa] - Zbytkové napětí ve směru broušení

ŘEM – Řádkovací elektronový mikroskop

K_{IC} – Lomová houževnatost

HV – Tvrdost dle Vickerse

EDX – Energiově disperzní analýza (analýza chemického složení pro malý objem)

TZ – Tepelné zpracování

L_c – Kritické zatížení [N], míra adheze tenké vrstvy

a – Tloušťka tenké vrstvy [μm]

ARC – PVD depozice – metoda obloukového odpařování

DP – Diplomová práce

Poděkování

Chtěl bych poděkovat především panu docentovi Antonínovi Křížovi a panu doktorovi Kamilovi Kolaříkovi za pomoc při zpracování diplomové práce. Poskytli mi spoustu cenných rad, bez kterých by práce nemohla vzniknout.

1. Úvod

Doba a požadavky zákazníků neustále zvyšují své nároky na vlastnosti řezných nástrojů. Tato tendence samozřejmě podněcuje výzkum a snahu zlepšit vlastnosti řezných nástrojů. Jedním ze způsobů, který vede ke zlepšení užitných vlastností řezného nástroje, je depozice tenkých vrstev. V rámci diplomové práce je věnována pozornost PVD depozici slinutých karbidů na bázi WC - Co.

V rámci mnohaletého výzkumu v oblasti problematiky depozice došlo k výraznému posunu. Nanesením tenké vrstvy na nástroj dochází k výraznému zvýšení životnosti a k zefektivnění řezného procesu. V současné době je v nabídce celá škála povlaků pro různé aplikace. U některých řezných procesů je dokonce možno u deponovaných SK zcela vyřadit procesní kapalinu, a snížit tak nemalé náklady. Povlakem je rovněž SK výrazně chráněn před procesy degradace, jako je například oxidace za vyšších teplot. [1]

Přes veškerý pokrok v deponování SK dochází v některých případech k předčasnému poškození nástroje, což značně snižuje bezpečnost výrobního procesu. Jednou s forem poškození je adhezní selhání deponovaného nástroje, to znamená, že k poškození dojde na rozhraní mezi substrátem a vrstvou. To může být zapříčiněno například nekvalitní přípravou povrchu substrátu a projevuje se to odlupováním tenké vrstvy. Druhou formou selhání nástroje je kohezní poškození, které není výsledkem špatné přilnavosti povlaku, nýbrž k poškození dojde buď v substrátu, anebo ve vrstvě. K poškození v tomto případě dochází v substrátu. To vede k náhlému poškození nástroje a je nutné zastavit proces obrábění, aby nedošlo k poškození obrobku. Poškození obrobku vede k finančním ztrátám. Předpokládá se, že příčinou kohezního poškození substrátu je způsobeno rozložením zbytkové napjatosti v deponovaném nástroji, respektive v jeho koncentraci v oblasti břítu nástroje. Problematikou se zabývalo již několik prací, avšak žádná nenabízí exaktní řešení, které by poškození eliminovalo a nástroje jsou povětšinou konstruovány a deponovány na základě empirických poznatků v jednotlivých provozech.

V rámci mé diplomové práce je provedena sumarizace výsledků týkající se výzkumu zbytkové napjatosti SK a získané poznatky sloužily jako odrazový můstek k řešení dané problematiky. Naším cílem bylo monitorovat výrobní proces deponovaných slinutých karbidů a stanovit optimální podmínky předdepozičních procesů a zdůvodnit porušení substrátu. Experimentální část je koncipována pro slinuté karbidy na bázi WC – Co deponovaných metodou PVD. Měření zbytkového napětí bylo realizováno pomocí rentgenové difrakční tenzometrie, která umožňuje měřit zbytkové napětí v malých hloubkách po povrchem.

Teoretická část

2. Charakteristika slinutých karbidů

Slinutý karbid je velice tvrdý materiál, který je používán při obrábění velice tvrdých materiálů a při přerušovaném řezu. Ve své podstatě se jedná o kompozitní materiál, kde synergickým účinkem plastického pojiva a tvrdého karbidu wolframu získáváme materiál s neobyčejnými vlastnostmi jako vysoká pevnost v tlaku, vysoká lomová houževnatost, či malá teplotní roztažnost. Tyto vlastnosti předznamenávají SK pro použití jako nástrojový materiál. SK je v současné době používán nejvíce jako nástrojový materiál a jeho zastoupení v celkové produkci činí 45%. Složením a strukturou SK se dají výrazným způsobem ovlivňovat užité vlastnosti komplexu a SK tak mohou plnit různorodé požadavky při obrábění. Jednotlivé SK se liší:

- typem a velikostí tvrdých částic;
- druhem kovového pojiva a jeho podílem;
- kvalitou vstupních surovin a výroby;
- výrobní technologií.

Zatížení slinutých karbidů tahem nebo ohybem má za následek jejich porušení téměř bez plastické deformace. Při zatížení pouze normálovým tlakovým napětím však mohou SK vydržet i značné plastické deformace. U SK pro řezné aplikace je obsah karbidických částic minimálně 80% a jejich zrnitost je přibližně 0,5 až 5,0 μm . S rostoucím podílem tvrdých částic s vyšší tvrdostí a pevností v tlaku roste i odolnost SK proti opotřebení. Velká zrna zajišťují houževnatost, malá zrna pak udělují SK poměrně vysokou tvrdost. Tvrdost a pevnost v tlaku s narůstající teplotou klesají, přesto si SK zachovávají vynikající odolnost proti opotřebení i při vysokých řezných rychlostech. [2] [3] [4]

Tvrdost a pevnost v tlaku jsou u slinutých karbidů vyšší než u ocelí, SK jsou však citlivější na namáhání tahem. Modul pružnosti je u slinutých karbidů dvakrát až třikrát vyšší než u ocelí a jejich hustota je přibližně dvojnásobná. Součinitel tepelné roztažnosti je oproti ocelím poloviční, což ztěžuje jejich pájení na tělesa nástrojů vyrobených z oceli. [2]

Na mechanické vlastnosti slinutých karbidů mají vliv také defekty (např. póry, velké tvrdé částice apod.), na kterých dochází většinou k iniciaci trhliny. Snížení počtu a velikosti defektů má za následek růst pevnosti bez poklesu tvrdosti. [3]

2.1. Základní rozdělení slinutých karbidů

SK se dělí do šesti základních skupin (Tabulka 2.1) v závislosti na aplikaci a jsou zařazeny dle normy ČSN ISO 513. Každá skupina se pak liší složením SK a množstvím použitých legujících prvků. Jednotlivé skupiny se v závislosti na složení a struktuře liší svými vlastnostmi a jsou vhodné pro různé aplikace, tyto skupiny se liší dle barevného označení.

Samotné skupiny jsou dále děleny do podskupin, kdy při zvyšujícím se čísle třídy dochází ke zvyšování obsahu pojiva v materiálu (většinou kobalt), dále roste houževnatost a pevnost v ohybu, ale poklesává tvrdost a otěruvzdornost. Při posouzení obráběného materiálu a samotného procesu obrábění je důležité zvolit vhodnou třídu, aby bylo docíleno vhodných řezných podmínek. [5]

Skupina	Podskupiny	Základní chemické složení	Efektivní aplikace pro obráběný materiál
P	P01, P05, P10, P15, P20, P25, P30, P35, P40, P45, P50	WC (30÷82)% +TiC (8÷64)% +Co (5÷17)% + (TaC.NbC)	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající dlouhou, plynulou třísku: Nelegovaná, nízkolegovaná a vysoce legovaná ocel, litá ocel, automotová ocel, nástrojová ocel, feritická a martenzitická korozivzdorná ocel.
M	M01, M05, M10, M15, M20, M25, M30, M35, M40	WC (79÷84)% +TiC (5÷10)% +TaC.NbC (4÷7)% +Co (6÷15)%	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající dlouhou a střední třísku: Austenitická a feriticko austenitická ocel, korozivzdorná, žáruvzdorná, žárovevná, nemagnetická a otěruvzdorná ocel.
K	K01, K05, K10, K15, K20, K25, K30, K35, K40	WC (87÷92)% +Co (4÷12)% + (TaC.NbC)	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající krátkou, drobnou třísku: Nelegovaná i legovaná šedá litina, tvárná litina, temperovaná litina.
N	N01, N05, N10, N15, N20, N25, N30		Slinuté karbidy pro obrábění neželezných materiálů: Slitiny mědi a hliníku, duroplasty, fibry, plasty s vlákninou, tvrdá guma.
S	S01, S05, S10, S15, S20, S25, S30		Slinuté karbidy pro obrábění: Žáruvzdorné slitiny na bázi Fe, superslitiny na bázi Ni nebo Co, Titanu, Ti slitiny.
H	H01, H05, H10, H15, H20, H25, H30		Slinuté karbidy pro obrábění: Zušlechťené oceli s pevností nad 1500 MPa, kalené oceli HRC 48÷60, tvrdé kokilové litiny HSh 55÷58

Tabulka 2.1: Základní rozdělení SK. [5]

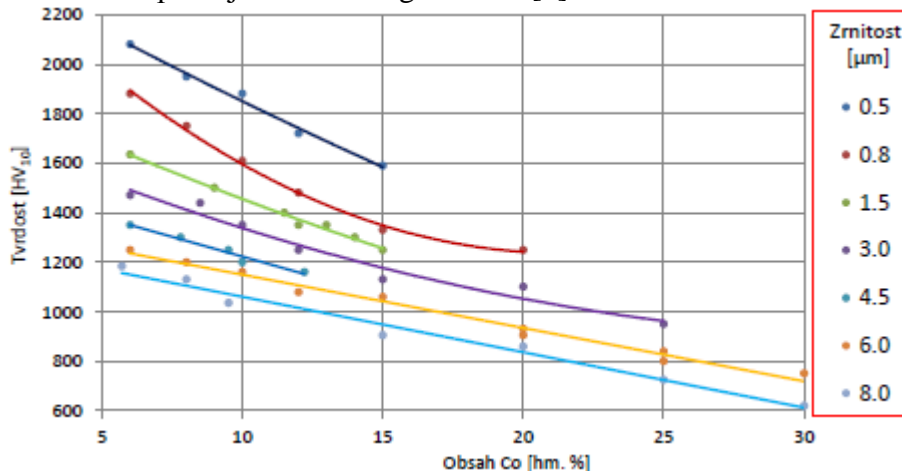
2.2. Vybrané vlastnosti slinutých karbidů

Z hlediska zbytkových napětí jsou především důležité mechanické vlastnosti slinutých karbidů. Aby došlo k porušení slinutého karbidu, musí být překročena určitá limitní hodnota mechanických vlastností (mez pevnosti). Pokud se budeme zabývat především zbytkovou napjatostí SK, musíme brát v potaz, že každá fáze technologického procesu výroby nástroje ze slinutého karbidu různým způsobem napjatost ovlivní a je nutné sledovat jak, aby bylo možné porušení eliminovat. K ovlivnění dochází především v povrchové vrstvě substrátu, kdy se technologickým zpracováním vytvářejí zbytková napětí. Tlaková napětí vznikají především mechanickým účinkem broušení a například pískováním, přičemž literatura uvádí, že tato napětí mohou dosáhnout až -2GPa. Nelze však opomenout ani tepelný účinek, který má vliv především na zbytková tahová napětí. Při zátěži (proces obrábění) mohou zbytková napětí superponovat s napětími, která vznikají při procesu obrábění (superpozice napětí) a při překročení mezní hodnoty dojde k porušení řezného nástroje. Vliv jednotlivých fází na vnitřní napjatost je dále detailněji popsán, avšak je potřeba zmínit hodnoty mechanických vlastností, aby bylo možné provést určitou korelaci s naměřenými hodnotami.

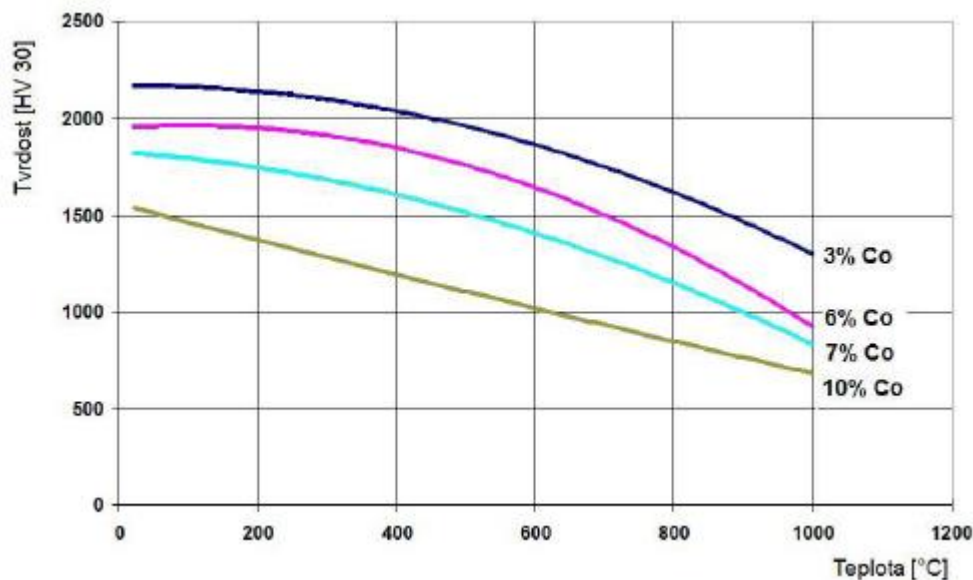
2.2.1. Mechanické vlastnosti SK typu WC-Co

Tvrdoost je odpor materiálu vůči průniku cizího tělesa. Pomocí Rockwellovy stupnice se tvrdost SK měří v USA a dle Vickerse (HV10 nebo HV30) se měří v Evropě a jinde. Tvrdoost je především funkcí složení a velikosti zrna SK.

Tvrdość SK typu WC-Co je v porovnání s rychlořeznými oceli mnohem vyšší (780-1850 HV) a je především závislá na obsahu kobaltového pojiva a na velikosti zrn karbidické fáze. S klesajícím množstvím kobaltu se tvrdość zvyšuje, ovšem s narůstající teplotou poměrně rychle klesá. Závislost tvrdości na obsahu Co a velikosti zrn WC je uvedena v grafu 2.1. Závislost tvrdości WC – Co na teplotě je uvedena v grafu 2.2. [6]



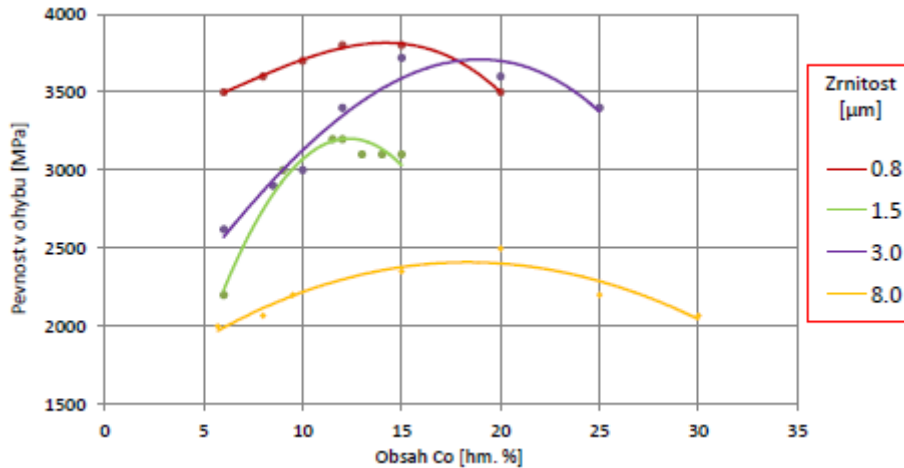
Graf 2.1: Závislost tvrdości WC - Co na obsahu Co a velikosti zrn WC. [6]



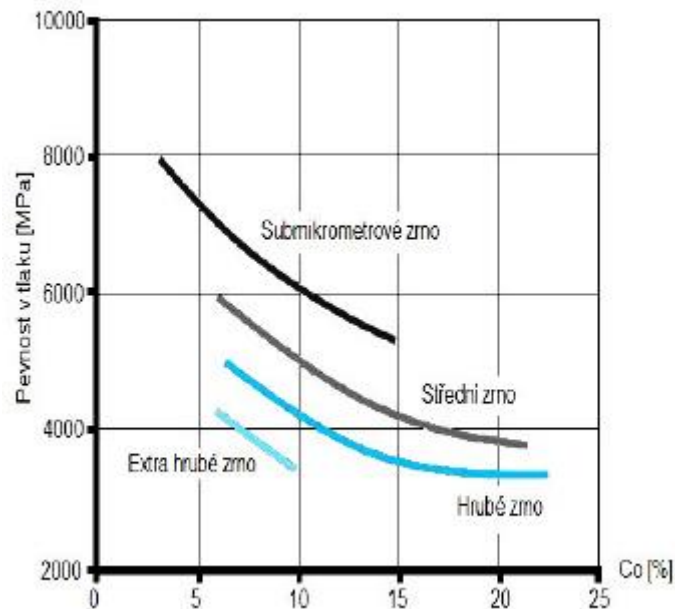
Graf 2.2: Závislost tvrdości WC - Co na teplotě a obsahu Co. [6]

Pevnost v ohybu u SK typu WC-Co s zvětšujícím se obsahem Co roste a při dosažení maximální hodnoty, závislé na velikosti zrn WC, s dalším růstem obsahu Co klesá. Pevnost v ohybu také značně klesá se zvyšující se teplotou. Závislost pevnosti v ohybu na obsahu Co a velikosti zrn WC je uvedena v grafu 2.3. [6]

Pevnost v tlaku je u slinutých karbidů typu WC-Co vysoká, závisí na velikosti zrn karbidické fáze a na obsahu pojiva. S rostoucím obsahem kobaltu pevnost v tlaku klesá, k poklesu dochází také s rostoucí teplotou. Závislost pevnosti v tlaku na obsahu Co a velikosti zrn WC je v grafu 2.4. [6]



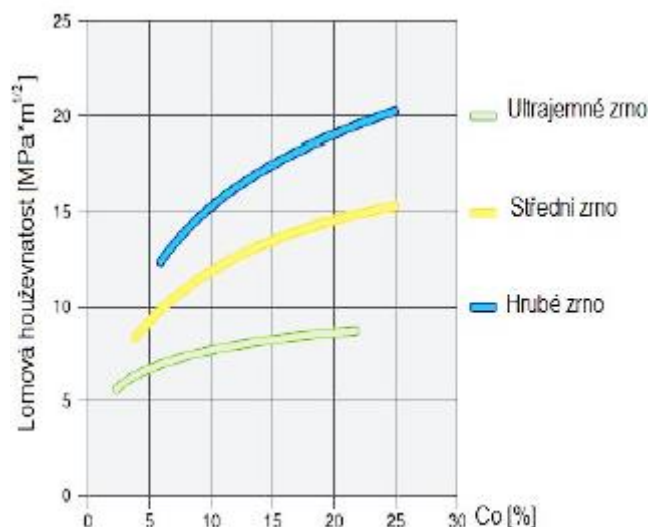
Graf 2.3: Závislost pevnosti v ohybu na obsahu Co a velikosti zrn WC. [6]



Graf 2.4: Závislost pevnosti v tlaku na obsahu Co a velikosti zrn WC. [6]

Slinuté karbidy typu WC-Co mají vysoký modul pružnosti v tahu. Jeho hodnota klesá s rostoucím obsahem kobaltu, k mírnému poklesu dochází také s rostoucí teplotou. Vyšší hodnoty modulu jsou u materiálů s jemnozrnnou strukturou. Modul pružnosti v tahu se u tohoto typu SK pohybuje v rozmezí přibližně 440-670 GPa. Modul pružnosti ve smyku dosahuje hodnot přibližně 170-270 GPa. [6]

Lomová houževnatost SK typu WC-Co roste s rostoucím obsahem kobaltu a nabývá vyšších hodnot u materiálů s hrubším zrnem karbidické fáze. Do teploty 500-700 °C zůstává konstantní a při vyšších teplotách prudce narůstá, to je dáno především nárůstem plasticity systému. Lomová houževnatost je mírou odolnosti tělesa s definovanou trhlinou proti křehkému porušení. Závislost lomové houževnatosti na obsahu Co a velikosti zrn WC je uvedena v grafu 2.5. [6]



Graf 2.5: Závislost lomové houževnatosti na obsahu Co a velikosti zrn WC. [6]

2.3. Deponované slinuté karbidy metodou PVD

Metoda PVD je charakteristická poměrně nízkými pracovními teplotami (pod 600 °C). Původně metoda sloužila pro deponování nástrojů z rychlořezných ocelí, nyní je metoda především používána i u břitových destiček ze SK, které jsou určeny pro přerušovaný řez a obrábění tvrdých materiálů (frézování). Tenká vrstva značně zlepšuje užité vlastnosti deponovaného materiálu. Uvnitř vrstvy vznikají značná tlaková zbytková napětí (dáno nemožností relaxace) a deponovány mohou být i ostré hrany. Vnitřní tlaková napětí jsou také důvodem nárůstu houževnatosti břitu a odolnosti proti tepelným hřebenovým trhlinám. Na druhé straně metoda vyžaduje mnohem důkladnější přípravu povrchu vzorku před depozicí a má směrový účinek (plochy, které jsou odvrácené od místa odpařování povlakového kovu, by bez neustálého pohybu vzorku zůstaly zcela bez povlaku). K dalším nevýhodám patří tenčí vrstva povlaku (kolem 5 μm). [7]

Technická specifikace PVD:

- Teplota: 250 až 550 °C
- Tloušťka vrstvy 2-8 μm
- Pnutí: tlaková 0 až -8 GPa
- Frézování a přerušované řezy

2.3.1. Vlastnosti PVD povlaků

Povlaky na slinutých karbidech mají vyšší tvrdost než běžné slinuté karbidy. Snižují řezné síly, teploty, koeficient tření a brání difúznímu mechanismu opotřebení. I když dojde k porušení tenké vrstvy a k odkrytí podkladového slinutého karbidu (jak na hřbetě, tak na čele), udržují si deponované břitové destičky obvykle ještě po určitou dobu svoji vyšší odolnost proti opotřebení ve srovnání s nedeponovanými destičkami. [3]

Zbytková napětí v povlaku CVD jsou tahová, kdežto v povlaku PVD tlaková, proto mají SK deponované metodou PVD vyšší pevnost v ohybu, a tedy i vyšší odolnost proti vydrolování než SK deponované metodou CVD. Vnitřní napjatost v PVD povlaku se pohybuje v řádech jednotek GPa v tlaku. Z našeho pohledu je především zajímavé sledovat rozdíly zbytkového napětí v tenké vrstvě, které jsou uvedeny v tabulce 2.2.

Povlak BALINIT®	Materiál	Struktura	Tloušťka [μm]	Mikrotvrdość [HV]	Součinitel tření 1)	2) [GPa]	3) [°C]	Barva
A	TiN	monovrstva	1 ÷ 4	2300	0,40	-2,5	600	zlatožlutá
ALCRONA	AlCrN			3200	0,35	-3,0	1100	modrošedá
HELICA	AlCr	multivrstvý	1 ÷ 4	3000	0,25	-4,0	400	měděná
B	TiCN	multivrstvý gradientní			0,40			modrošedá
C	WC/C	lamelární			1000/2000			0,10÷0,20
D	CrN	monovrstva	1 ÷ 6/10	1750	0,50	-1,5/-2,0	700	stříbrošedá
DIAMOND	PKD		6 ÷ 20	8000÷10000	0,15÷0,20		800	světlešedá
FUTURA NANO	TiAlN	nanostruk- turovaný	1 ÷ 5	3300	0,30÷0,35	-1,3/-1,5	900	fialovošedá
FUTURA TOP					0,25			
G	TiCN+TiN	multivrstvý gradientní		3000	0,40	-4,0	400	zlatožlutá
HARDLUBE	TiAlN + WC/C	multivrstvý lamelární	2 ÷ 6		0,15÷0,20	-1,7/-2,0	800	tmavošedá
TRITON	DLC (a-C:H)		1 ÷ 2	> 2500	0,10÷0,20		350	černošedá
X.CEED	TiAlN	monovrstva	1 ÷ 4	3300	0,40	-3,0/-3,5	900	modrošedá
X.TREME			1 ÷ 3	3500				800

Pozn.: 1) proti oceli za sucha, 2) vnitřní napětí povlaku, 3) maximální pracovní teplota

Tabulka 2.2: Vlastnosti povlaků BALINIT® firmy Balzers. [3]

3. Broušení slinutých karbidů

V současné době jsou kladeny značné požadavky na dodržení geometrické přesnosti, rozměrové přesnosti a na jakost obrobené plochy. Na základě těchto požadavků si broušení udržuje svou nezastupitelnou pozici. Například u SK je důležitá tato výrobní operace při výrobě monolitních vrtáků, kde jiným způsobem lze jen těžko docílit předepsaných požadavků.

Broušení lze charakterizovat jako hromadné rychlostní mikrořezání povrchových vrstev těles s velmi jemnými zrny brusiva. Tento proces probíhá nejčastěji při rychlostech do 35 m.s⁻¹. Řadí se do abrazivních metod obrábění, které jsou typické použitím nástrojů s nedefinovanou geometrií břitu. Zrna brusného kotouče musí splňovat podmínku vysoké tvrdosti. Řeznými elementy broušícího nástroje jsou zrna abrazivních materiálů. Vzhledem k tomu, že jednotlivá zrna jsou různě vysoká, je jejich zatížení nerovnoměrné. Nejvíce zatíženými jsou zrna vystupující nad ideální válcovitý tvar broušícího kotouče. Snížená zrna dočasně nepracují, začínají brousit až po přirozeném opotřebení zrn vyšších. [8]

Typické znaky broušení

- Nestejnoměrné rozmístění zrn brusiva na pracovní ploše kotouče - dochází k nerovnoměrnému úběru třísky z obrobku.
- Broušící kotouč nemá souvislý břit.
- Zrna brusiva mají různé geometrické tvary a obvykle záporný úhel čela.
- Každé zrno brusiva působí na broušenou povrchovou vrstvu dynamicky, což zvyšuje okamžitou teplotu broušení.
- V průběhu broušení se ostří brusných zrn otupují, póry nástroje se zanášejí třískami - ztráta řezivosti - lze obnovit použitím orovnávačů.
- Krátká doba záběru zrna brusiva s obrobkem vlivem vysokých řezných rychlostí

Základní použití broušení

a. Požadavek vysoké přesnosti

Broušení je používáno při požadavku vysoké přesnosti a geometrické tolerance, a proto je využíváno při dokončovacích operacích

b. Požadavek velkého úběru materiálu

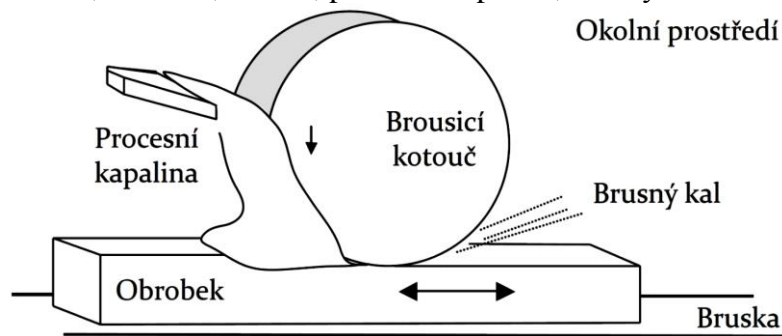
Například mohou být vyráběny drážky pro odvod třísky u šroubovitého vrtáku, které jsou vybroušeny z tyčových polotovarů na jeden záběr s plnou hloubkou drážky. Šroubovitě vrtáky tak lze tímto způsobem vyrábět ve velkém množství, vysoké kvalitě a efektivně. [8]

c. Obrábění tvrdých materiálů

Je velice významný faktor, neboť broušením mohou být vyráběny nástroje slinutého karbidu, jenž dosahuje vysokých tvrdostí.

Základní prvky procesu broušení

Na obrázku 3.1 jsou znázorněny základní informace o procesu broušení. Mezi základní prvky se řadí: brousící kotouč, obrobek, bruska, procesní kapalina, brusný kal a okolní prostředí. [8]



Obrázek 3.1: Proces broušení. [8]

Brusný kal je tvořen třískami, procesní kapalinou a zrny kotouče.

Procesní kapalina slouží k mazání, snižuje opotřebení brusného kotouče a tření mezi obrobkem a nástrojem. Další její funkcí je chlazení celého procesu, čímž se zlepšuje dosahovaná přesnost a povrch součásti po broušení. Kapalina slouží také k odvodu třísek a opotřebovaných zrn z brusného kotouče.

Bruska musí být dostatečně vyvážená a stabilní, protože zajišťuje tuhost soustavy stroj - nástroj - obrobek. Tuhost této soustavy je důležitá k dosažení předepsané geometrické tolerance, rozměrové přesnosti, drsnosti a jakosti povrchu. Vibrace mohou způsobit poškození kotouče a také negativně ovlivnit jeho opotřebení. [8]

Rozdělení broušení

Podle typu brousícího nástroje se rozlišuje broušení:

- vázaným brusivem - zrna brusného materiálu jsou spojena pojivem do určitého tvaru kotouče nebo segmentu
- volným brusivem - zrna nejsou stmelena pojivem, vyskytují se ve formě prášku a používají se pro broušení kapalinou, lapování a jiné způsoby.

Podle tvaru broušené plochy a způsobu jeho vytváření se rozeznává broušení:

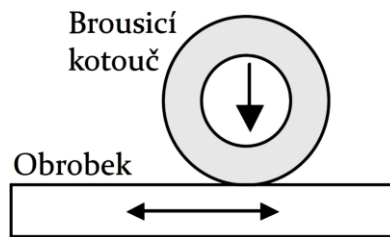
- rovinných ploch (Obrázek 3.2)
- válcových ploch - tzv. broušení do kulata (Obrázek 3.3),
- tvarových ploch - např. závity, ozubená kola apod.

Podle funkční (brousící) části kotouče se rozlišuje:

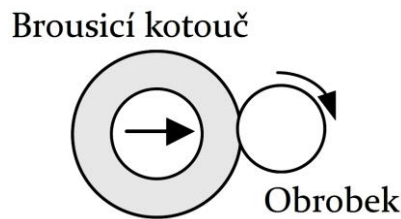
- obvodové broušení - obvodem kotouče,
- čelní broušení - čelem kotouče (Obrázek 3.4).

Podle polohy obrobku vzhledem k brusnému kotouči lze rozlišit:

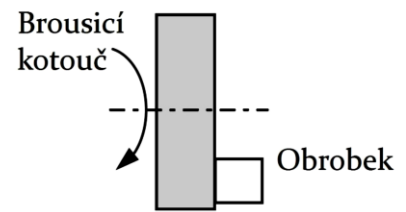
- vnější broušení - brousí se vnější plocha součásti,
- vnitřní broušení - brousí se vnitřní plocha součásti.



Obrázek 3.2: Rovinné broušení. [8]



Obrázek 3.3: Broušení do kulata. [8]



Obrázek 3.4: Čelní broušení. [8]

3.1. Tepelné jevy při broušení

Během procesu broušení vzniká v oblasti povrchu obrobku značný počet lokací s vysokými teplotami, díky těmto místům se povrchová vrstva intenzivně zahřívá. Teplo vzniká v těch oblastech, ve kterých se spotřebovává mechanická energie (přeměňuje se na teplo). Přeměna mechanické energie na teplo vzniká především vlivem tření mezi brusnými zrna a povrchem obrobku, dále vzniká vlivem značné plastické deformace odebírané vrstvy. Od těchto zdrojů se teplo odvádí ve všech směrech. Odvedené teplo lze popsat rovnicí:

$$Q_e = Q_o + Q_k + Q_t + Q_{ch} + Q_v \text{ [J]},$$

kde

Q_o - teplo odvedené do obrobku,

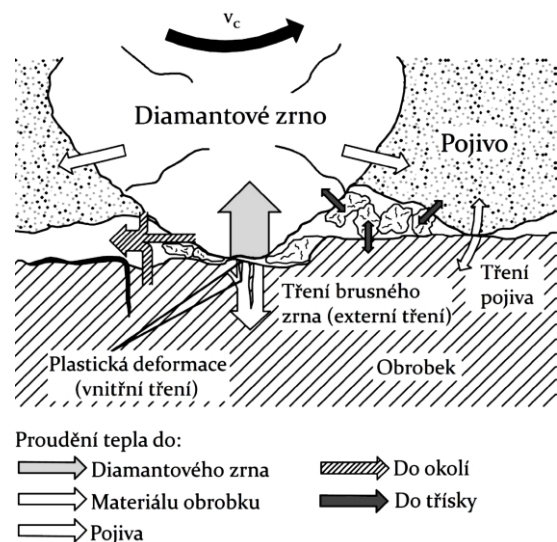
Q_k - teplo přestupující do kotouče,

Q_t - teplo odcházející třískami,

Q_{ch} - teplo odebírané řeznou kapalinou,

Q_v - teplo vyzářené do okolí

Značná část vzniklého tepla (až 80%) přechází během procesu broušení do obráběné součásti, menší množství je pak odváděno do okolí. Odvod tepla je značně jiný při obrábění velice tvrdých materiálů (např. slinuté karbidy, keramika). Díky nízké tepelné vodivosti zmíněných materiálů přestupuje do nástroje větší množství tepla než do obráběné součásti (Obrázek 3.5). [8]



Obrázek 3.5: Přestup tepla při broušení tvrdých a křehkých materiálů. [8]

U broušení se rozeznává:

1. Okamžitá teplota - v místě záběru zrna brusiva, dosahuje vysokých hodnot po krátkou dobu;
2. Styková teplota - v oblasti kontaktu kotouče s obrobkem;
3. Střední teplota - ustálená teplota na obrobeném povrchu.

Styková teplota je v místě broušení značně nižší v porovnání s teplotou okamžitou (především při použití procesní kapaliny), jelikož teplo v místě obrábění přestupuje do obráběné součásti. Teplo je dále závislé i na opotřebování kotouče, při jeho zvětšení roste. [8]

3.2. Podmínky při broušení slinutých karbidů

K broušení SK je používáno diamantových brusných kotoučů k dosažení požadované geometrie a tolerancí. Jedná se o abrazivní způsob úběru materiálu, kdy ostré konce zrn brusného kotouče odebírají povrchovou vrstvu. V následující kapitole jsou uvedeny podmínky, které je třeba respektovat při broušení SK. Uvedeno z důvodu volby řezných podmínek v experimentální část diplomové práce.

Používané brusné kotouče pro obrábění slinutých karbidů

K broušení SK je především používáno diamantových brusných kotoučů, ty jsou určeny i pro broušení keramiky, skla, kamene a dalších velice tvrdých materiálů. Nejsou vhodné pro broušení měkkých materiálů, neboť dochází k zanášení brusné vrstvy a k degradaci kotouče. Diamantové brusné kotouče mohou obsahovat různá pojiva, jedná se především o pryskyřičná a kovová pojiva. Kotouče s pryskyřičnými pojivy se používají především k polohrubovacímu a dokončovacímu broušení s chlazením i bez chlazení. Kotouče s kovovými vazbami se především používají pro hrubovací broušení a všude tam, kde je požadovaná vysoká stálost tvaru diamantové vrstvy. Tyto kotouče je nutno chladit nemastnou kapalinou (např. 1,5 - 2% roztokem diolu ve vodě). [9]

Stav stroje

Veškeré druhy diamantových kotoučů je zapotřebí používat na tuhých strojích bez vibrací s uložením vřetena zaručujícím minimální chvění při broušení. Nedodržením dochází k degradaci kotouče a ke zvýšení drsnosti broušené plochy. [9]

Upínání brusného kotouče

Radiální a axiální házivost diamantových kotoučů by neměla přesáhnout hodnotu 0,02 mm. Z tohoto důvodu se doporučuje, aby každý kotouč měl vlastní upínací trn nebo přírubu a nebyl po celou dobu životnosti z těchto upínacích přípravků snímán. [9]

Řezné podmínky pro opracování SK

V tabulce 3.1 jsou uvedeny řezné podmínky pro broušení SK v závislosti na druhu operace.

Druh broušení	Vazba kotouče	Řezná rychlost [m/s]	Rychlost otáčení obrobku [m/min]	Podélný posuv [m/min]	Příčný posuv [mm/průchod]	Přísuv [mm]
Ostření nástrojů	Pryskyřičná	20 - 25		1 - 1,5		0,01 - 0,03
	Kovová	15 - 20		1 - 1,5		0,02 - 0,05
Rovinné broušení	Pryskyřičná	25 - 30		4 - 5	0,5 - 1	0,01 - 0,03
	Kovová	15 - 25		1 - 3	0,5 - 1	0,02 - 0,05
Vnitřní broušení	Pryskyřičná	10 - 25	20 - 30			0,005 - 0,01
	Kovová	10 - 20	20 - 30			0,01 - 0,02
Broušení na kulato	Pryskyřičná	25 - 30				0,005 - 0,02
	Kovová	20 - 30				0,01 - 0,03

Tabulka 3.1: Řezné podmínky pro opracování SK. [9]

Hloubkové broušení

Používá se vždy kovové vazby a chlazení. Řezná rychlost se volí v rozmezí 15 - 20 m/s; podélný posuv v rozmezí 0,1 - 0,3 m/min a přísuv 0,1 - 1,5 mm. [9]

Zrnitost diamantového prachu v brousících kotoučích - obdržená drsnost opracovaného povrchu

V tabulce 3.2 jsou uvedeny dosahované drsnosti v závislosti na zrnitosti diamantového prachu.

Zrnitost [μm]	Použití	Orientační drsnost Ra [μm]	Zrnitost [μm]	Použití	Orientační drsnost Ra [μm]
200/160	hrubovací broušení	1,2	20/14	jemné lapování	0,08
160/125	hrubovací broušení	1	14.X		
125/100	polohrubovací broušení	0,8	10.VII	leštění	0,05
100/80	univerzální broušení	0,5	7.V		
80/63	běžné dokončovací broušení	0,4	5.III	jemné leštění	0,03
63/50	dokončovací broušení	0,3	3.II		
50/40	jemné dokončovací broušení	0,2	2.I	velmi jemné leštění -	0,015
40/28	běžné lapování	0,1	1/0	pouze jako pasta	
28/20					

Tabulka 3.2: Zrnitost diamantového zrn v brousících kotoučích, obdržená drsnost opracovaného povrchu. [9]

Koncentrace

Jedná se o váhový obsah brusiva (brusného prachu) v 1cm³ brousící vrstvy (crt/cm³). Základní koncentrací je 100, kde 1cm³ brousící vrstvy obsahuje 0,88g brusiva, tj. 25% objemu brousící vrstvy. V závislosti na operaci lze volit koncentrace 25, 50, 75, 125 a 150. Pro diamant je nejčastěji používána koncentrace 100. [9]

Vazby (pojiva) brousících kotoučů

Vazba je velice důležitým faktorem, neboť ovlivňuje výkon broušení, tvarovou stálost, životnost kotouče, samoostřící vlastnosti a jiné. Volba závisí na broušeném materiálu, druhu brusiva, na druhu operace a také na způsobu broušení (Tabulka 3.3). [9]

Hlavní oblasti použití vazeb diamantových nástrojů

Označení vazby	Tvar nástroje	Oblast použití
Pryskyřičné vazby		
V48	všechny tvary	polohrubovací broušení s chlazením i bez chlazení
V2 - 01	všechny tvary	univerzální broušení s chlazením i bez chlazení
V1 - 11P	všechny tvary	polohrubovací broušení s chlazením
V1 - 13	všechny tvary	univerzální broušení s chlazením i bez chlazení, pro brusky s ručním ovládním
Kovové vazby		
M2 - 01	všechny tvary	broušení SK s chlazením broušení a řezání keramiky s chlazením
M2 - 02	1A1R	řezání skla, keramiky a SK s chlazením
M1 - 05	12A2 - 45° ; 6A2	hrubovací a hloubkové broušení SK s ocelovým držákem a chlazením přísuv do 1,5mm
M1 - 10	1A1 ; 12A2 - 45° 1FF1X	broušení SK s ocelovým držákem a chlazením
M1 - 01	6A2 ; 1A1	broušení SK elektrolytické broušení SK s ocelovým držákem
M2 - 09	všechny tvary	hrubovací broušení SK a keramiky s chlazením

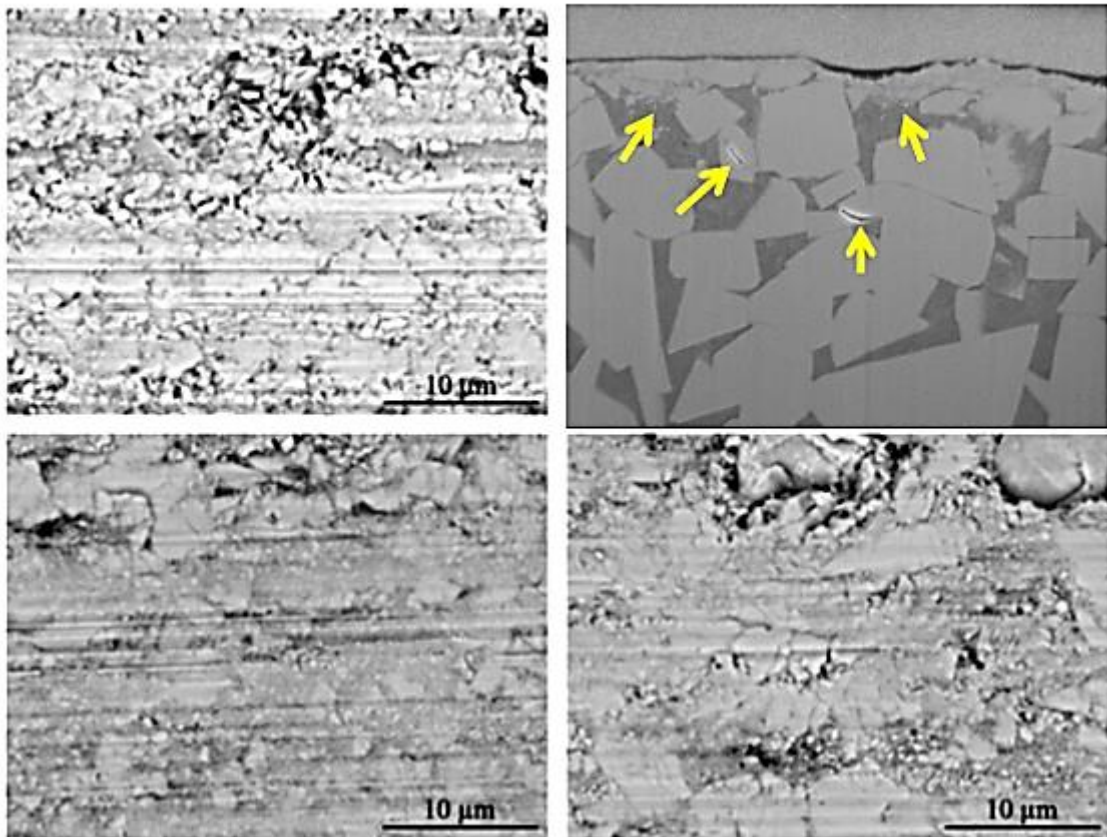
Tabulka 3.3: Hlavní oblasti použití vazeb diamantových nástrojů. [9]

3.3. Vliv broušení na mikrostrukturu slinutých karbidů

Při detailní studii je patrné, že při procesu broušení zrna WC praskají a jsou rozdrčené vlivem vysokých tahových napětí, která jsou během broušení aplikována diamantovými zrny brusného kotouče. Rovněž je patrné jak jsou karbidické částice vytahovány pryč z broušeného materiálu. Tvárné kobaltové pojivo s úlomky WC je během procesu broušení rozmazáváno po povrchu a odváděno pryč s procesní kapalinou. Na povrchu vzniká deformační vrstva, která je tvořena fragmenty karbidu wolframu a rozmazaným kobaltovým pojivem.

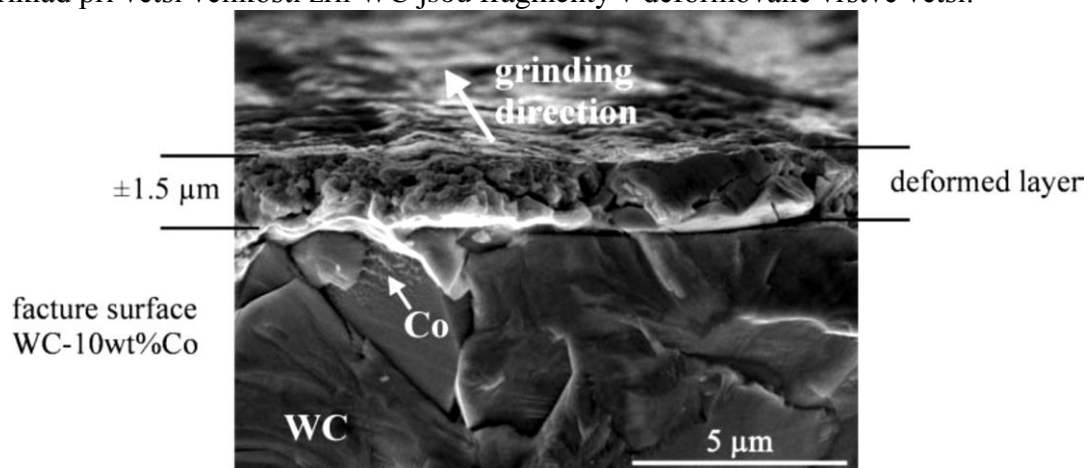
Na obrázku 3.6 lze pozorovat povrchy slinutých karbidů po broušení diamantovými kotouči. Vztah mezi velikostí wolfram karbidových zrn slinutých karbidů a velikostí zrn brousícího kotouče ovlivňuje chování při broušení a výslednou drsnost povrchu obráběného materiálu. Obrázek 3.6 vpravo dole znázorňuje vytržení kobaltu, coby pojiva, mezi wolfram karbidovými zrny. [10]

Směr broušení →



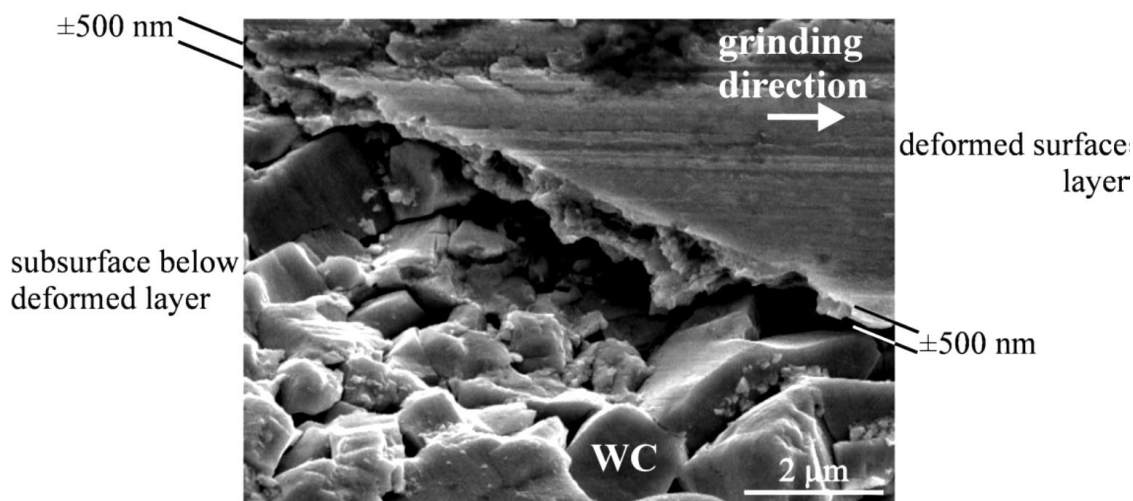
Obrázek 3.6: Struktura povrchu slinutých karbidů typu WC – 10 hm. % Co po broušení. [10]

Na povrchu SK vzniká po broušení deformační vrstva (deformed layer), která je složena z rozmávaného kobaltového pojiva a fragmentů WC (Obrázek 3.7). Velikost této vrstvy se mění v závislosti na velikosti zrna WC a obsahu Co, přičemž průměrná hodnota je 1,5µm. Například při větší velikosti zrn WC jsou fragmenty v deformované vrstvě větší.



Obrázek 3.7: Deformační vrstva po broušení WC-Co. [10]

Při leptání této deformační vrstvy na kobalt bylo rovněž zjištěno, že přednostně ubývá mezivrstva mezi deformační vrstvou a podpovrchovou vrstvou, tedy obsah kobaltu v deformační vrstvě je menší než v mezivrstvě (Obrázek 3.8). [10]



Obrázek 3.8: Vzorek WC-Co po broušení a leptání. Leptáno na Co. Přednostně ubývá mezivrstva mezi deformovanou vrstvou a substrátem. Grinding direction – směr broušení, deformed surface layer – deformační vrstva, subsurface – podpovrchová vrstva (mezivrstva). [10]

3.4. Faktory ovlivňující drsnost broušeného povrchu slinitých karbidů

Použitím diamantových kotoučů se efektivita procesu broušení značně zlepšuje, neboť tloušťky třísek odebíraných zrnem brusiva, síly a teploty jsou v porovnání s běžným broušením nižší. Na dosaženou drsnost broušeného povrchu mají dále vliv fyzikální, mechanické a chemické vlastnosti obráběného materiálu. Pokud platí, že obráběný materiál je tvrdší, brusná zrna se dostávají do menší hloubky materiálu a drsnost se tak výrazně snižuje. Topografie, či mikronerovnost je značně ovlivněna pojivem brousícího kotouče a v závislosti na tom se používá různé pojivo při jednotlivých fázích broušení SK. Například kotouče s pryskyřičným pojivem mají velice dobré samoostřicí schopnosti a při broušení mají jakýsi hladící účinek, který zároveň snižuje drsnost obrobku. Vyznačují se tedy vysokou kvalitou broušeného povrchu v porovnání s kotouči s kovovým nebo galvanickým pojivem. Kvalita povrchu je dále značně ovlivněna zrnitostí a koncentrací diamantových zrn. Větší zrna společně s nižší koncentrací zvětšují při broušení průřez jednotlivých třísek, čímž zvětšují drsnost povrchu. Zvětšením koncentrace u hrubozrnných kotoučů se drsnost snižuje, protože se na jejich pracovní ploše zvýší počet řezných elementů a mikronerovnost se tím snižuje.

Dále je také zajímavé sledovat závislost drsnosti povrchu na velikosti karbidických částic při stejných řezných podmínkách. Lze vidět, že drsnost klesá s rostoucím karbidickým zrnem (Tabulka 3.4). [10]

WC-10 wt.%10 Co		Velikost karbidického zrna [μm]			
	Hloubka úběru [μm]	3	5	10	20
Ra [μm]	4	0,77±0,11	0,78±0,09	0,28±0,3	0,30±0,03
	10	0,69±0,06	0,72±0,06	0,28±0,3	0,33±0,04
Rz [μm]	4	3,5±0,3	3,5±0,3	1,6±0,1	1,7±0,1
	10	3,3±0,1	3,4±0,4	1,6±0,1	1,8±0,2

Tabulka 3.4: Závislost velikosti zrna WC na drsnosti povrchu. Drsnosti pořázeny konfokální skenovací mikroskopií. Řezné podmínky: rychlost otáčení brusného kotouče $V_s=30\text{m/s}$, rychlost posuvu $V_w=12,2\text{m/min}$. [10]

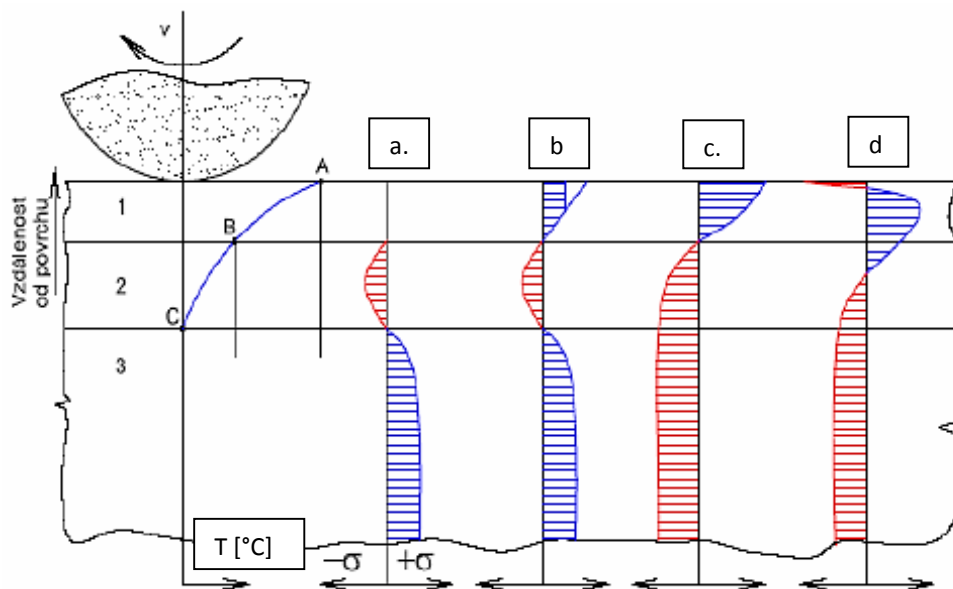
3.5. Vznik zbytkových napětí při broušení

U technologických procesů, při nichž působí silový účinek na povrchovou vrstvu, má vrstva tendenci se roztáhnout (je plasticky prodloužena), proti čemuž působí jádro. V povrchové vrstvě vzniknou tedy napětí tlaková, uvnitř vzorku vyrovnávající napětí tahové. Je patrné, že při vzniku zbytkových napětí v určité soustavě musí docházet k vyrušování jednotlivých účinků, aby výsledný silový účinek dosáhl rovnováhy. Velikost a rozložení zbytkových napětí v materiálu jsou značně závislé na stupni a hloubce přetvoření povrchové vrstvy, na poměru meze kluzu k pevnosti materiálu, na sklonu materiálu ke zpevnění a dalších faktorech. Obrázek 3.9 popisuje mechanismus vzniku zbytkových napětí po broušení. Podle tohoto modelu vznikají zbytková napětí tím, že specifická práce, potřebná k oddělování třísek, se téměř celá přemění v teplo, které v místě styku kotouče s obrobkem z velké části přechází do povrchové vrstvy. [11]

Empirický model vzniku zbytkových napětí při broušení

Při teplotě větší než B je vrstva 1 v dokonale plastickém stavu, odpor proti plastické deformaci je minimální a nedochází tak k ovlivnění vrstvy 2, která má teplotu C až B. Vrstva 2 se v důsledku rozměrových změn deformuje jen pružně a vrstva 3 zůstává neohřátá. Při tomto rozložení teplot je dán stav napjatosti dle obrázku 3.9 a. Vrstva 1 je bez napětí, neboť je dokonale plastická. Vrstva 2 se snaží roztáhnout (tlakové napětí), avšak brání jí v tom vrstva 3 (tahové napětí).

Po přejetí kotouče dochází k intenzivnímu chladnutí a vrstva 1 má snahu se zkrátit, čemuž brání vrstvy 2 a 3. Jelikož vrstva 1 přešla při teplotě B z plastického stavu do stavu pružně plastického, vzniknou v ní tahová pnutí, která se vyrovnávají postupně ve vrstvách 2 a 3 (b.c) napětími tlakovými. Na obrázku 3.9 d. je zobrazen skutečný průběh zbytkového napětí po broušení. Je patrné, že oproti ideálnímu případu c je zde malá odchylka pod povrchem, kterou lze nejspíše přisoudit vlivu superpozice pnutí tepelných se strukturálními. Je patrné, že mechanismus vzniku zbytkových napětí po broušení je velice složitý a stále není teoreticky zcela objasněn.



Obrázek 3.9: Schéma vzniku zbytkových napětí při broušení. [12]

Zbytková napětí po broušení SK jsou tlaková a pozitivně zlepšují užité vlastnosti, neboť zvyšují životnost nástroje. Po vzniku zbytkových tlakových napětí na povrchu součásti dochází k efektu uzavírání tvořících se trhlin. Naopak při vzniku zbytkových tahových napětí dochází ke zvětšování trhlin. Samotný vznik zbytkových tlakových napětí je především

ovlivněn mechanickým účinkem technologické operace. Při broušení je tepelný účinek značně potlačen procesní kapalinou a působí zde především účinek mechanický. Například pískování rovněž indukuje značná zbytková tlaková napětí v oblasti povrchu součásti, neboť zde působí především mechanický účinek.

3.5.1. Technologické příčiny vzniku zbytkových pnutí

- a. *Intenzivní plastická deformace při oddělování třísky. Deformace zasahuje pod broušený povrch, dochází k přechování materiálu vlivem otupení ostří a vlivem poloměru ostří. [12]*
- b. *Při vzniku elementární třísky se narušuje spojení mezi třískou a obráběným materiálem. Tření na hřbetě broušících zrn se snaží prodloužit zrna mikrostruktury broušeného materiálu v povrchové vrstvě obrobku a tím zvětšit povrch obrobku. Tomu však brání nižší vrstvy obrobku za vzniku tlakového zbytkového napětí. [12]*
- c. *Při broušení houževnatých a plastických materiálů dochází k plastické deformaci zrn základního materiálu v důsledku vazby s materiálem třísky. Zrna broušeného povrchu se deformují přibližně do směru odchodu třísky. Povrchová vrstva změnou orientace zrn zmenší svoji plochu a v nižších vrstvách obrobku vzniká tahové napětí. [12]*
- d. *Vzhledem k tepelnému zatížení povrchu dochází ke změnám struktury obráběného materiálu. Tak může dojít ke změně krystalové mřížky a související objemové změně, která vyvolá napětí v další vrstvě materiálu. [12]*

4. Zbytková napětí, princip, měření, dopady

Vlastnosti každého povrchu jsou dány složkami integrity povrchu. Jednou z významných složek integrity povrchu je zbytková napjatost. Zbytková napjatost povrchu je dána superpozicí předcházejících způsobů zpracování. Během zpracování jsou napětí vyvolána mechanickým a tepelným zatížením povrchu. [12]

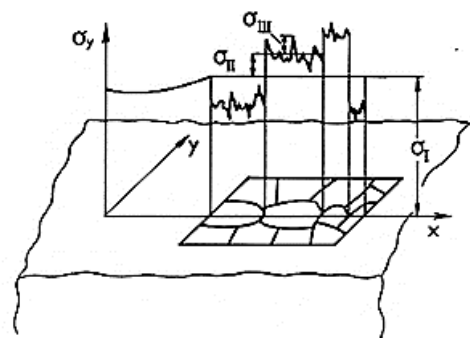
Jak již bylo zmíněno, zbytková napětí významným způsobem ovlivňují užité vlastnosti součásti. Zbytková napětí působí na dynamickou únosnost, kdy mohou být zdrojem tzv. technologických vrubů, dále ovlivňují životnost a jakost konstrukčních celků, ovlivňují korozivzdornost, odolnost proti opotřebení a například rozměrovou stálost. Tyto napětí rovněž mohou během provozního zatěžování superponovat s napětími vzniklými provozem, to může vést k porušení.

Hodnota zbytkového napětí je především ovlivněna množstvím vneseného tepla, způsobem mechanického zatěžování a strukturními změnami. Při broušení je ovlivněna plocha přibližně 0,3 až 0,4 mm, není nutné uvažovat o statickém ovlivnění pevnosti součásti. Významně jsou ovlivněny vlastnosti jako dynamická pevnost a únavová pevnost. Zbytková tahová napětí snižují únavovou pevnost, kdežto napětí tlaková mají vliv pozitivní. Míra ovlivnění je dále závislá na velikosti, smyslu a gradientu zbytkových napětí.

4.1. Pojem zbytková napětí

Jedná se o napětí, která v materiálu existují bez vnějšího působení sil a momentů. Vnitřní síly a momenty musejí mezi sebou v rovnováze. Zbytková napětí jsou zapříčiněna v důsledku nehomogenní elastické nebo elasto-plastické deformace. Dle objemu, ve kterém zbytková napětí působí, se dělí na:

- a. **Zbytková napětí I. druhu** jsou přibližně homogenní ve velké oblasti (v mnoha krystalcích – zrnech) materiálu. Při zásahu do silové a momentové rovnováhy tělesa, v němž existuje zbytková napjatost I. druhu, dochází vždy ke změnám jeho makroskopických rozměrů. [13]
- b. **Zbytková napětí II druhu** jsou přibližně homogenní oblastech srovnatelných s velikostí jednotlivých krystalků. Silová a momentová rovnováha se předpokládá již u objemů tvořených větším počtem krystalků. Porušení rovnováhy nemusí vést ke změnám tvaru uvažovaného tělesa. [13]
- c. **Zbytková napětí III. druhu** jsou nehomogenní i v oblastech srovnatelných s meziatomovými vzdálenostmi. Silové a momentové rovnováhy může být dosaženo i v dostatečně velkých částech jednoho krystalku. Zásahem do rovnováhy k žádným tvarovým změnám tělesa nedojde. Zbytkové napětí v určitém bodě je vždy superpozicí všech tří druhů. [13]



Obrázek 4.1: Schématické znázornění zbytkových napětí I., II. a III. druhu u jednofázového polykrystalického materiálu. [16]

Výše zmíněné druhy se většinou v případech vzájemně překrývají, tudíž výsledné napětí je dáno superpozicí všech tří druhů.

4.2. Mechanismus vzniku zbytkových napětí

- a. Nerovnoměrná plastická deformace. Například při obráběcích procesech, kdy dochází k přetváření povrchu.
- b. Nerovnoměrný ohřev. Oblasti jsou různě zahřáty a vlivem nerovnoměrného ochlazení a tepelných gradientů vznikají zbytková napětí.
- c. Strukturální napětí. Vznikají vlivem nerovnoměrné strukturální transformace. Změny mohou být vyvolány i během procesu obrábění, kdy dochází k rychlému ohřevu a ochlazení.
- d. Absorpce látek (plynů) do povrchové vrstvy.

Zbytková napětí vzniklá nerovnoměrnou plastickou deformací jsou charakteristická pro takové technologické procesy, kdy dochází k plastickému přetvoření povrchové vrstvy (např. při tváření za studena, třením hřbetu nástroje o povrch ap.), zatímco materiál jádra zůstává (přibližně) beze změny a je namáhán pouze elasticky. Při tomto procesu zpravidla nedochází k výraznému zvýšení teploty. [11]

4.3. Metody stanovení zbytkových napětí

Při volbě metody je důležité třeba brát v potaz distribuci a rozložení napětí. Pro SK je oblast zájmu v tomto případě u povrchu. To samozřejmě klade určitá omezení, neboť musí docházet k měření v dosti omezeném objemu. Při měření je třeba brát v potaz, že slinutý karbid je kompozitním materiálem a skládá se dvou základních složek, tyto složky se z hlediska stavu napjatosti chovají odlišným způsobem a musí být měřeny separovaně.

Na základě těchto poznatků budou v aktuální kapitole detailněji uvedeny a popsány pouze metody, které umožňují změřit napětí u SK v povrchové vrstvě. V rámci DP bylo měření provedeno pomocí rentgenové difrakční tenzometrie, která je schopná měřit zbytková napětí v malých hloubkách od povrchu.

4.3.1. Destruktivní metody

Během měření je odstraňována vrstva materiálu a měří se pohyb uvolňovaných vrstev.

a. Odleptávání povrchu

Při této metodě dochází k plynulému chemickému nebo elektrolytickému rozpouštění povrchové vrstvy vzorku, u něhož je napětí zjišťováno. Vzniklá deformace uvolněné vrstvy se registruje. Podle tvaru vzorku a modulu pružnosti se určí velikost napětí v určité hloubce pod povrchem. Přesnost této metody je dána přesností určení odleptané vrstvy a přesností stanovení velikosti deformace. V současné době lze metodu považovat za seriózní v oblasti laboratorních měření. Vzhledem k omezení velikosti a tvaru vzorku nelze v jiných případech použít. [14]

b. Vrtání povrchové vrstvy

Při odvrtávání tenkých povrchových vrstev dochází k relaxaci napětí v oblasti otvoru. Toto je snímáno a registrováno pomocí tenzometrické růžice. [14]

c. Rozpouštění povrchu

Po odleptání povrchové vrstvy se projeví trhlinkami na povrchu pouze tahová napětí, velikost napětí se hodnotí vizuálně. [14]

4.3.2. Nedestruktivní metody

Nedochází k poškození zkoumaného materiálu.

a. Rentgenová tenzometrie

Zbytkové napětí je stanoveno na základě změny mezi rovinné vzdálenosti, která se stanoví ze změny difrakčního braggova úhlu.

b. Neutronová tenzometrie

Metoda je v principu podobná rentgenové tenzometrii. Je založena na analýze difraktovaného záření z náhodně orientovaných systémů meziatomových rovin. Je zde možno identifikovat napětí z větších objemů a hloubek.

c. Barkhausenův šum

Analýza zbytkového napětí ve feromagnetických materiálech založena na dobře známé skutečnosti, že změnou magnetizace dochází v materiálu ke vzniku Barkhausenova šumu, ten se identifikuje a stanoví se zbytkové napětí. Vhodné pro identifikaci spálenin vzniklých při broušení.

Metoda	Odvrtávací	Magnetoelastická	Rentgenová	Neutronová
Aplikovatelnost	rovinná homogenní napjatost na povrchu	feromagnetický materiál, rovinná napjatost	izotropní homog. materiál, polykrystalický, rovinná napjatost	izotropní homog. materiál, polykrystalický, prostorová napjatost
Druh analyzované zbytkové napjatosti	I. druhu	I.+II.+III. druhu	I. a II. nebo III. druhu	I. a II. nebo III. druhu
Měřený parametr	povrchové deformace	amplituda Barkhausenova šumu	změna meziatomových vzdáleností	změna meziatomových vzdáleností
Hloubka vyšetřování	0,02 - 15 mm	0,1 - 1 mm	1 - 50 μm	do 100 mm

Tabulka 4.1: Metody pro měření zbytkových napětí. [18]

4.4. Rentgenová difrakční tenzometrie

Jedná se o metodu nedestruktivního měření zbytkových napětí. Má tu výhodu, že během měření nedochází k poškození součásti, ale vyžaduje náročné technické vybavení a vysoce kvalifikovanou obsluhu. Rentgenovou tenzometrií můžou být měřeny jen malé objemy do hloubky několika mikrometrů. Metoda využívá k detekci zbytkových napětí změnu vzdáleností atomových rovin krystalů, ke kterým dochází v důsledku plastické deformace. Na změnu vzdáleností atomových rovin působí všechny druhy napjatosti, takže rentgenografickou metodou se zjišťuje celkové napětí, včetně napětí 2. a 3. druhu, zatímco mechanické metody určují pouze napětí 1. druhu. [15]

4.4.1. Princip určení makroskopických zbytkových napětí

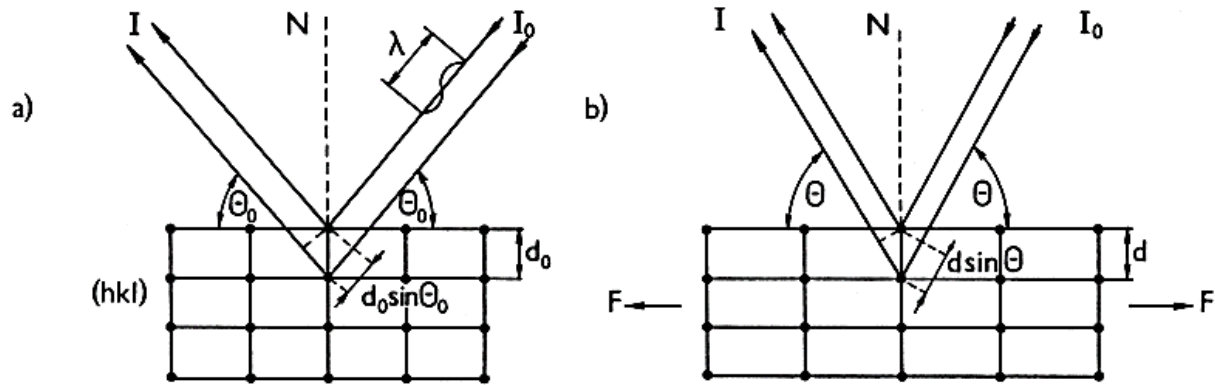
Je zřejmé, že při existenci zbytkových napětí bude materiál deformovaný (roztážený nebo smrštěný). Budou se tedy měnit mezirovinné vzdálenosti jednotlivých rovin. Výchozím vzorcem pro odvození vztahu pro složky tenzoru zbytkových napětí je Braggova rovnice

$$n\lambda = 2d^{hkl} \sin \theta^{hkl}, \quad (1)$$

kde n je řád reflexe, λ je vlnová délka záření, d^{hkl} je mezirovinná vzdálenost rovin $\{hkl\}$ a θ^{hkl} je difrakční úhel pro tyto roviny. Pokud se rovnice (1) diferencuje, dostane se výraz

$$\varepsilon^{hkl} = \frac{\delta d^{hkl}}{d_0^{hkl}} = \frac{d^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}} = -\delta \theta^{hkl} \cot \theta_0^{hkl} = -(\theta^{hkl} - \theta_0^{hkl}) \cot \theta_0^{hkl}, \quad (2)$$

kde ε^{hkl} je mřížková deformace, d_0^{hkl} je mezirovinná vzdálenost rovin $\{hkl\}$ v nenapjatém tělese, d^{hkl} je mezirovinná vzdálenost rovin $\{hkl\}$ v napjatém tělese; obdobné značení platí i pro difrakční úhel θ^{hkl} (Obrázek 4.2). [16]



Obrázek 4.2: Deformace vzdáleností mřížkových rovin (hkl) a změny úhlové polohy interferenčního maxima. a) nenapjatý stav, b) změny vyvolané silou F. [21]

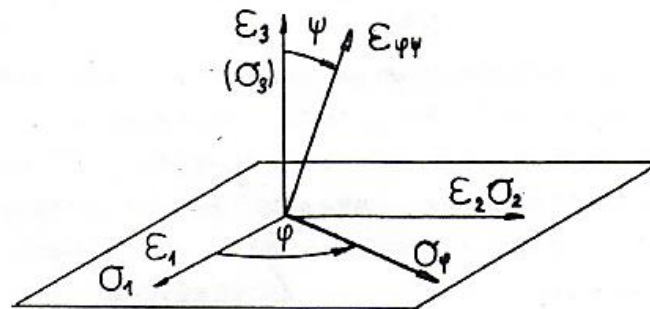
Rovnici (2) lze chápat buď jako výraz pro deformaci (ϵ^{hkl}), která je učena posunem difrakčních maxim, nebo jako výraz velikosti chyby měření. Lze tedy pozorovat, že pokud v tělese existují zbytková napětí, je těleso deformováno a mění se meziorovinné vzdálenosti rovin {hkl}. To má za následek změnu difrakčního úhlu o $\delta\theta^{hkl}$ (tzn., že polohy difrakčních maxim napjatého materiálu se budou lišit od poloh difrakčních maxim nenapjatého materiálu). Z rovnice (2) lze vypočítat, že pokud se budou zkoumat difrakční maxima s vysokými difrakčními úhly ($\theta^{hkl} > 75^\circ$), bude chyba určení difrakčních úhlů malá. Z tohoto důvodu je třeba brát zřetel na výběr záření s vhodnou vlnovou délkou. Ovšem musí se vybírat taková difrakční maxima, která mají dostatečnou intenzitu, a jejichž profil není ovlivněn jinými difrakčními maximy. [16]

Zbytkové napětí je dále přepočítáno z Hookova zákona pomocí zjištěné poměrné deformace.

Pozn.: Je vhodné využívat difrakční maxima s vysokými difrakčními úhly, aby se vyhnulo případným systematickým a experimentálním chybám, ačkoli jsou difrakční maxima s nižšími difrakčními úhly intenzivnější. Tento nedostatek lze částečně kompenzovat zvýšením měřicího času. [16]

4.4.2. Metoda „ $\sin^2\psi$ “ (studium makroskopických napětí)

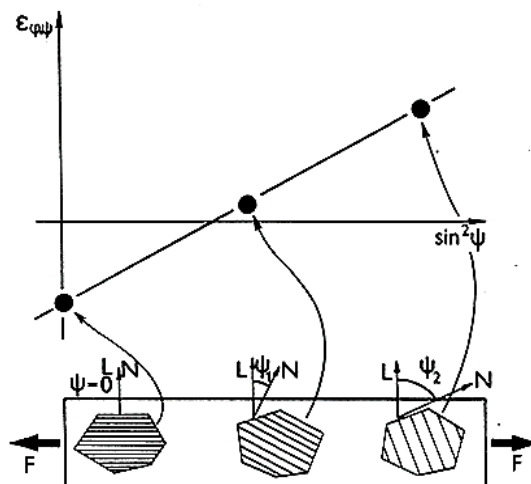
Stav napětí, určený pomocí metod rentgenového záření se považuje za dvouosý, přičemž deformace zůstává trojosou. Jak je uvedeno na obrázku 4.3, při uplatňování této metody se předpokládá, že napětí σ_1, σ_2 působí ve směru rovnoběžném s povrchem a napětí σ_3 působí kolmo na něj. Při předpokladu, že je hloubka napětí použitého záření nekonečně malá, můžeme σ_3 zanedbat. [17]



Obrázek 4.3: Schéma směru deformací. [22]

Princip této metody je nastíněn na obrázku 4.4. Reflektuje se určitá osnova rovin, která je různě orientována vůči povrchu pod úhlem ψ . V závislosti na zatížení F a úhlu ψ se

mění mezivětrinná vzdálenost. Dostáváme tedy závislost poměrné deformace ε a $\sin^2\psi$ pro zkoumaný objem. Z této závislosti se stanoví makroskopické napětí pro měřený objem.



Obrázek 4.4: Závislost deformace krystalografické mřížky na orientaci daného systému rovin. [21]

Tato metoda používá Braggovu-Brentanovu geometrii. Z toho důvodu je hloubka vnikání záření do materiálu na bázi železa pro záření $\text{CoK}\alpha$ značná (řádově desítky mikrometrů). Problém se vyskytne, pokud se zamýšlí touto metodou určit zbytková napětí ve vrstvě, jejíž tloušťka je menší než zmiňovaná hloubka vnikání. V tom případě se doporučuje použití metody multi hkl. [16]

4.4.3. Metoda multi hkl

Napětí v tenkých vrstvách se měří metodou *multi hkl*. Tato metoda je, oproti standardní metodě $\sin^2\psi$ na určení zbytkových napětí, založena na měření více jak jednoho difrakčního maxima. Měří se pomocí metody tečného svazku (grazing incidence diffraction - GID), což znamená, že malý úhel dopadu α rtg záření je konstantní a pohybuje se pouze detektor. Metoda se využívá na měření tenkých vrstev, jelikož je zaručena konstantní hloubka vnikání rtg záření do materiálu dle úhlu dopadu. K určení zbytkových napětí se používá metoda Winholtze a Cohena, jež je založena na metodě nejmenších čtverců, což znamená upřesňování neznámých parametrů (hodnoty zbytkových napětí).

4.4.4. Rentgenografická elastická konstanta

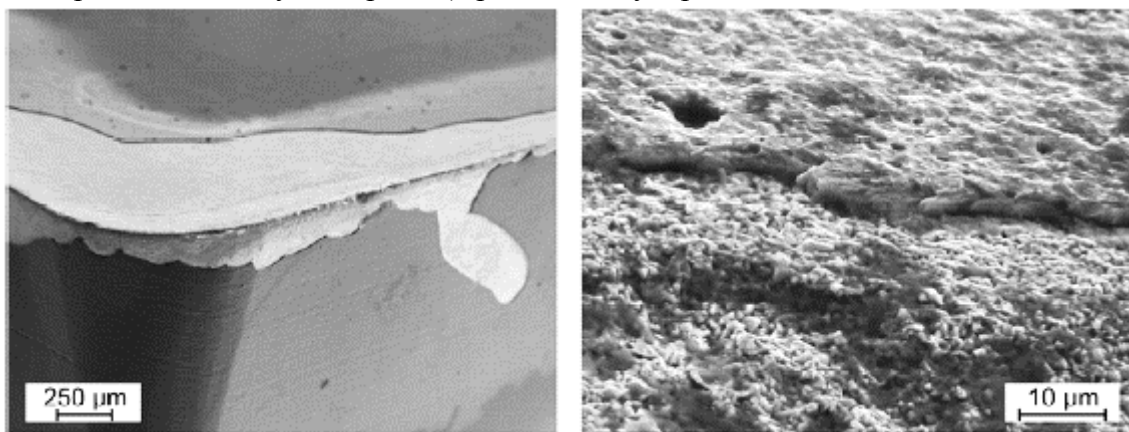
Elastická anizotropie, projevující se v různých krystalografických směrech různými elastickými vlastnostmi, bude naměřené výsledky bezpochyby určitým způsobem ovlivňovat. U mechanických měření deformace, kde se jedná zpravidla o objemy s velkým počtem náhodně orientovaných krystalků, je efekt anizotropie „zprůměrován“ a chování objektu lze považovat za kvaziizotropní, dostatečně dobře popsatelné Youngovým modulem E a Poissonovým číslem ν lineární teorie elasticity izotropních látek. Při rentgenografickém měření zbytkových napětí je elastická anizotropie respektována pomocí tzv. rentgenografických elastických konstant. Jejich hodnoty lze buď vypočítat teoreticky, nebo určit experimentálně na základě měření mřížkových deformací ve vzorcích vystavených známému jednoosému namáhání. [13]

4.4.5. Specifické rysy rentgenové difrakční tenzometrie

1. Možné měřit krystalické a částečně amorfni fáze materiálů
2. Nedestruktivní stanovení zbytkového napětí v oblasti povrchu. Hloubkový profil možné měřit pomocí postupného odleptávání, pak se jedná o metodu semidestruktivní.
3. Mezirovinné vzdálenosti slouží jako měřky
4. U jednofázových materiálů je měření deformace omezeno jen na vhodně orientované krystalky uvnitř objemu “ozářeného” svazkem rentgenových paprsků, u vícefázových soustav se informace získá pouze od jednotlivých krystalků jedné fáze. Získané výsledky budou proto ovlivněny elastickou anizotropií krystalků zkoumaného objektu.
5. U vícefázových soustav lze využít selektivní vlastnosti difrakční metody a stanovit mřížkové deformace na krystalcích každé fáze zvlášť. Rentgenová tenzometrie tedy umožňuje principiálně měřit zbytková napětí I. i II. druhu ve vícefázových polykrystalických materiálech. [13]

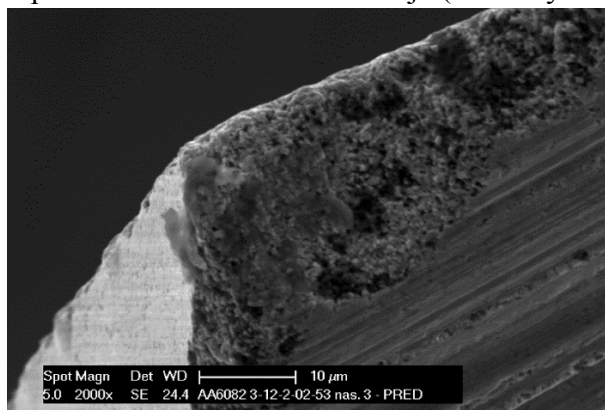
4.5. Vliv vnitřních napětí na životnost a degradaci deponovaných slinitých karbidů

Deponované slinité karbidy jsou charakterizovány lepší životností. Přes veškerý pokrok v této oblasti dochází k předčasnému porušování nástrojů, což značně snižuje bezpečnost a efektivnost deponovaných nástrojů. Jednou z možností je adhezní poškození povlaku, kdy dojde k porušení na rozhraní mezi povlakem a substrátem (Obrázek 4.5 vlevo). Druhá forma předčasného selhání je kohezivní poškození, ke kterému dochází v substrátu (Obrázek 4.5 vpravo). To vede k náhlému kolapsu a je nutné proces obrábění zastavit, aby nedošlo k poškození obráběné součásti. Poškození souvisí se stavem napjatosti v substrátu, přičemž je hledán optimální stav (výrobní proces), při kterém by k poškození nedocházelo. [18]

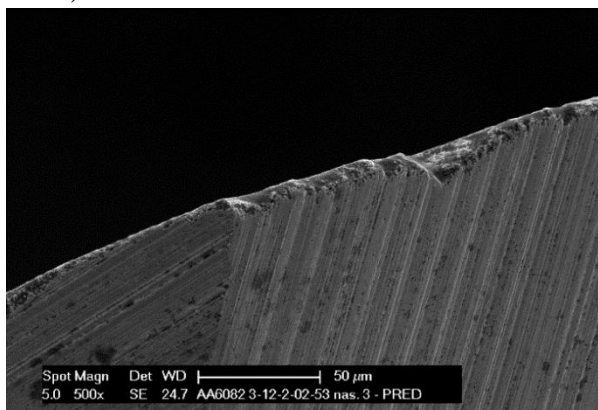


Obrázek 4.5: Adhezní (vlevo) a kohezivní (vpravo) poškození deponovaných SK. [23]

V současné době existují různé pohledy, které do jisté míry definují poškození deponovaných slinutých karbidů. Nelze však říci, že se navzájem vylučují a každý z nich může přispívat k poškození nástroje. Podstata všech mechanismů porušení je založena na vnitřním napětí v materiálu. Po výrobě slinutého karbidu je materiál „neutrální“, co se zbytkových napětí týče. Tato napětí se však během předzpracování mění a výsledné zbytkové napětí je dáno superpozicí jednotlivých výrobních operací (vliv operací na zbytkovou napjatost je popsán v následujících kapitolách), přičemž v kritických místech (především břit nástroje) dochází k porušení v oblasti ostří nástroje (Obrázky 4.6 a 4.7).



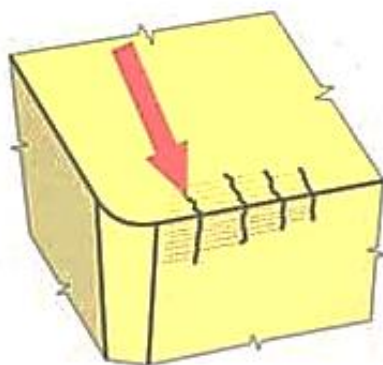
Obrázek 4.6: Porušení v oblasti ostří nástroje ze SK.



Obrázek 4.7: Porušení v oblasti břitu nástroje ze SK.

4.5.1. Význam zbytkových napětí ve slinutých karbidech

Při pohledu na zbytkové napětí v podpovrchové a povrchové vrstvě je třeba zohlednit veškeré aspekty, které s napětím souvisí. Velikost a rozložení zbytkového napětí se může různým způsobem projevovat na životnosti nástroje. Tlaková zbytková napětí v substrátu a ve vrstvě významně zvyšují životnost nástroje, neboť tlakový účinek má pozitivní vliv na uzavírání trhlin. Jsou to především hřebenové trhliny, které vznikají za tepla (Obrázek 4.8). Tento jev je samozřejmě pozitivní, avšak po depozici je ostří nástroje vystaveno značnému tlaku PVD vrstvy (Tabulka 2.2), což reálně vede k porušení nástroje v oblasti ostří. Z výše zmíněného příkladu plyne, že určité jevy mohou jít proti sobě a je třeba hledat optimální způsob výroby, který zajistí maximální životnost nástroje, což v praxi není jednoduché.



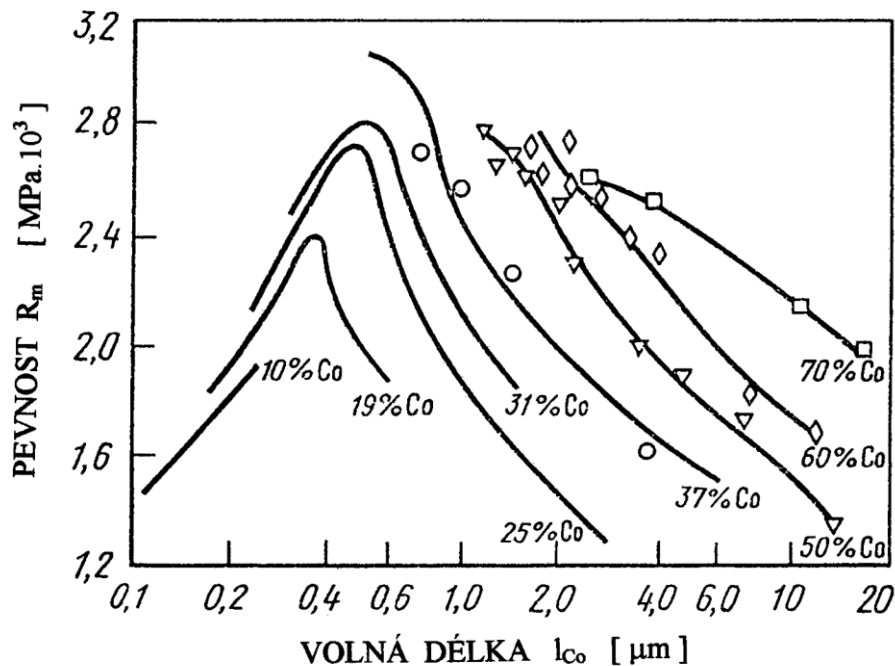
Obrázek 4.8: Hřebenové trhliny – důsledkem kolísavého tepelného zatížení při přerušovaném řezu. [24]

Zbytkové napětí (jeho absolutní hodnota) ve SK může ovlivňovat i korozní odolnost, neboť obecně platí, že materiál má snahu zaujímat co nejnižší energetický stav. Tedy vysoké hodnoty zbytkového napětí mohou vyústit v korozi, což je nežádoucí. Tato teorie není však podložena pro SK.

Další faktor, který do značné míry ovlivňuje zbytková napětí a jejich rozložení, je mikrostruktura substrátu. V současné době je na trhu k dispozici celá řada SK, které se liší

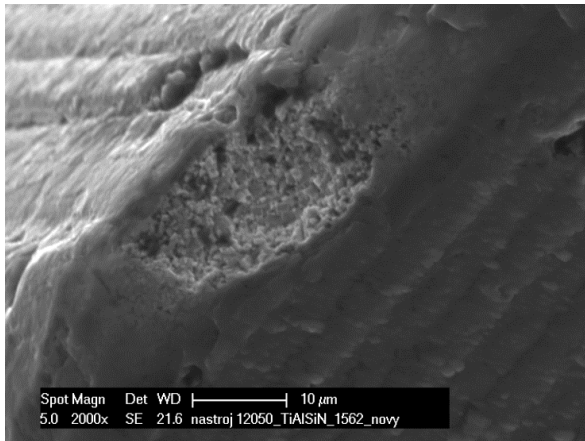
druhem pojiva, podílem pojiva a velikostí tvrdé složky. Tyto vlivy nejde zanedbat a volba složení závisí na oblasti použití. Samotný proces a mechanismus poškození může být různorodý. V určitých případech lze však předpokládat, že se porušení šíří z hranic mezi pojivem a karbidem, pokud zanedbáme nedokonalosti výroby. Tento proces porušení se předpokládá u SK s velice jemným karbidickým zrnem. U většího karbidického zrna se může trhlinka iniciovat přímo v karbidu po vyčerpání jeho plastické schopnosti.

Dále nelze zanedbat ani volnou délku (l_{Co}) mezi zrny karbidu. To je možné pozorovat podvojného kompozitu WC-Co, kde lze sledovat závislost jednotlivých složení SK na volné délce kobaltu l_{Co} (Obrázek 4.9). Kritérium volné délky kobaltu se používá místo velikosti zrn karbidu. S vysokým obsahem kobaltu narůstá plastická schopnost kompozitu, přičemž se plastický materiál deformuje a zpevňuje. Trhliny se v takto plastickém systému zastavují, neboť komplex je plastický a k šíření trhliny je zapotřebí dodávat energii. Pokud však dojde k vyčerpání plastických schopností kobaltu (zvyšujícím se napětím), pak může dojít k makroskopickému porušení. Naopak se snižujícím se obsahem kobaltu se zvětšuje kontakt mezi zrny karbidu wolframu (zmenšuje se volná délka), jež následně mohou působit jako potencionální zdroje mikrotrhlin. Velmi tenká kobaltová vrstva (100 až 300 nm) křehne, jelikož dislokace v ni mají omezený pohyb a nedochází tedy k zastavování růstu mikrotrhlin. Rozvoj mikrotrhliny vede k makroskopickému porušení. Uvedená maxima pevnosti jsou tedy spojena se dvěma mechanismy porušování (levá větev porušení křehké, pravá porušení plastické) a závisí na složení a velikosti zrna. [19]

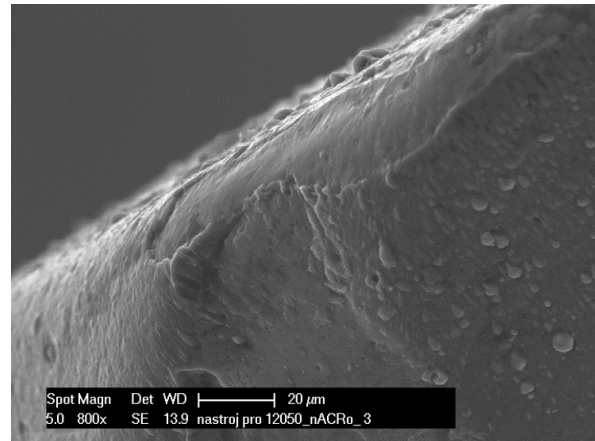


Obrázek 4.9: Mez pevnosti v ohybu podvojného kompozitu WC-Co v závislosti na volné délce l_{Co} . [19]

Poškození vlivem vyčerpání plastických vlastností je zachyceno na obrázku 4.10. Z detailního snímku vyplývá, že k poškození došlo právě v důsledku vyčerpání plastických schopností kobaltu, o čemž svědčí ostrohranný charakter karbidů wolframu (snímek vlevo). V případě, kdy překročí napětí pevnost v tlaku přímo ve vrstvě, dojde k jejímu koheznímu poškození (Obrázek 4.11). [19]



Obrázek 4.10: Kohezní poškození substrátu.[26]

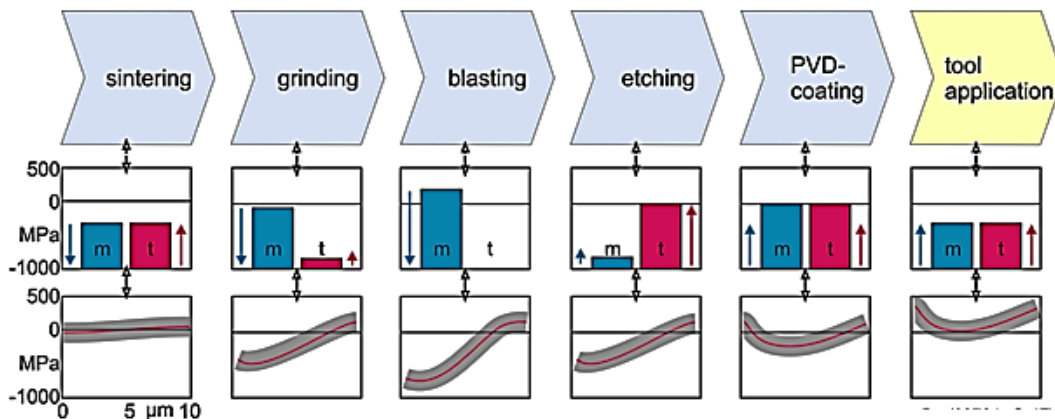


Obrázek 4.11: Kohezní poškození tenké vrstvy.[26]

4.5.2. Empirický model rozvoje zbytkového napětí ve slinutém karbidu

Pro pochopení procesu porušování je důležité sledovat především povrchovou a podpovrchovou oblast, neboť po slinutí je napětí v substrátu takřka homogenní. Následné technologické zpracování u SK ovlivňuje především oblast povrchu a podpovrchu. K těmto účelům je ke stanovení vnitřního napětí používána RTG difrakce, neboť lze sledovat napětí v malých hloubkách. Vnitřní napětí může být způsobeno tepelným, mechanickým nebo strukturním účinkem, přičemž tyto procesy se ve většině případů vzájemně prolínají a výsledné zbytkové napětí je dáno superpozicí výše zmíněných mechanismů. Různé výrobní operace mají v tomto ohledu rozlišný vliv a výsledné zbytkové napětí v materiálu je na nich závislé. Tedy vhodným zvolením pořadí operací a optimálními podmínkami můžeme měnit charakter a velikost těchto napětí.

U slinutých karbidů má vliv na napjatost především tepelný a mechanický účinek. Na základě tohoto předpokladu je sestaven empirický model vývoje napětí na deponovaném slinutém karbidu. Tento model je definován pro určitou posloupnost výrobních operací, avšak předdepoziční příprava se může lišit v závislosti na použití nástroje. Na obrázku 4.12 je popsán empirický model mechanického (modrý sloupec) a tepelného účinku (červený sloupec) jednotlivých operací při výrobě deponovaného slinutého karbidu. Výška modrého a červeného sloupce charakterizuje významnost účinku při dané operaci, tedy čím je sloupec vyšší, tím je daný účinek intenzivnější. Křivka v grafech charakterizuje průběh napětí směrem do hloubky 10µm. Je patrné, jakým způsobem daná operace ovlivňuje residuální napětí v substrátu.



Obrázek 4.12: Vliv mechanického a tepelného účinku jednotlivých operací při výrobě deponovaného slinutého karbidu. Posloupnost operací: Sintering - slinování, grinding - broušení, blasting - pískování, etching - leptání, PVD coating - PVD depozice, tool application - aplikace nástroje. [20]

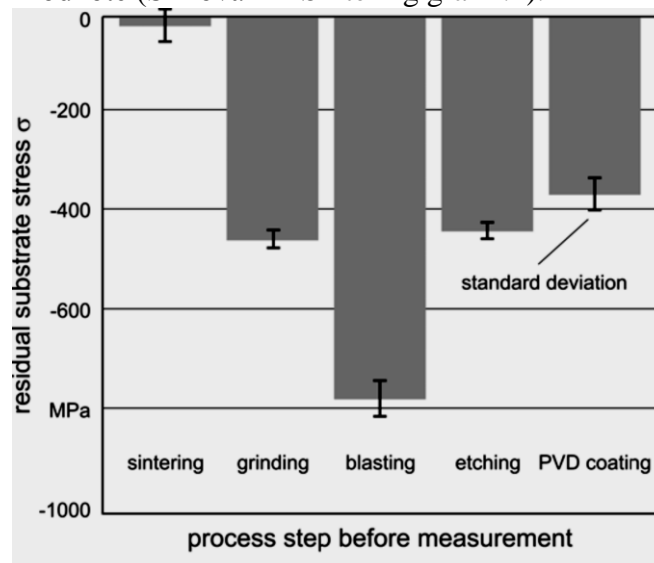
Během slinování dochází ke značnému tepelnému a mechanickému zatížení. Tyto dva účinky se však vzájemně eliminují, tudíž v povrchové vrstvě mohou existovat jen malá residuální napětí. Během broušení nástroje je povrchová vrstva rovněž namáhána mechanicky a tepelně jako v předchozím případě, avšak mechanický účinek v tomto případě převyšuje ten tepelný, neboť tepelný účinek je potlačen procesní kapalinou. Mechanické napětí v povrchové vrstvě způsobuje změnu zbytkové napjatosti na tlakovou. V dalším kroku je prováděno pískování, kde působí pouze mechanický účinek a tlaková napětí zde dosahují svého maxima. Během leptání dominuje tepelný účinek a zároveň je odstraňována ovlivněná vrstva, což vede k poklesu napětí. Hodnoty residuálního napětí jsou po leptání téměř totožné jako po broušení. Během PVD deponování rovněž převládá tepelný efekt ($T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$), což vede k dalšímu posunu ve směru tahových napětí. [20] Vrstva dále obsahuje značné tlakové napětí, které je vykompenzováno v substrátu posunem směrem k tahovým hodnotám. Při samotné aplikaci nástroje dochází k superpozici tahových napětí v podpovrchové vrstvě s napětími vznikajícími během aplikace, to vede k náhlému poškození. Tento model nezohledňuje veškeré aspekty jako geometrii nástroje, tloušťku vrstvy, jiné možnosti předdepozičního zpracování, vliv složení SK, typ tenké vrstvy a další, avšak má své fyzikální opodstatnění, které je třeba zohledňovat.

4.5.3. Vliv předdepozičních a depozičních procesů na zbytkovou napjatost ve SK

Výroba nástroje ze slinutého karbidu se skládá z posloupnosti operací a tyto operace mají různý vliv na vnitřní napětí. Předúprava nástroje se může lišit v závislosti na budoucím použití nástroje. Při průzkumu pramenů jsou především publikovány výsledky po broušení SK, je však třeba brát zřetel na všechny předpřípravné operace, které jsou nutné k pochopení dané problematiky. V předchozí kapitole bylo již prezentováno, že vliv operací jako omílání, honování, iontového bombardu není z hlediska vnitřních napětí stále popsán. Předúprava břitu je dále závislá na typu, charakteristice PVD vrstvy a použití nástroje.

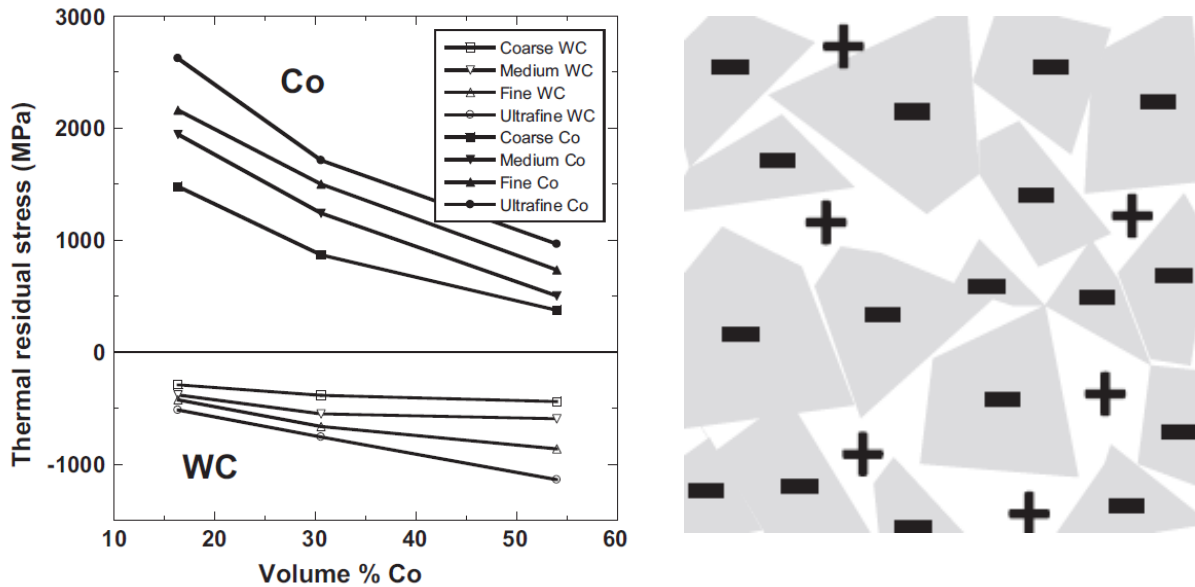
4.5.3.1. Vliv slinování na zbytkovou napjatost

Při pohledu na obrázek 4.12 je zřetelné, že tepelný a mechanický účinek operace slinování se vzájemně potlačí, neboť při slinování dochází k zahřátí na homoligickou teplotu, čímž se naakumulované zbytkové napětí v materiálu vyrelaxuje. Zbytkové napětí se po této operaci blíží neutrální hodnotě (Slinování – Sintering graf 4.1).



Graf 4.1: Vliv operací (proces step before measurement) na zbytkovou napjatost (residual substrate stress) ve SK. Sintering – slinování, grinding – broušení, blasting – pískování, etching – leptání, PVD coating – PVD depozice. Výsledky jsou pořízeny RTG diffrakcí. [23]

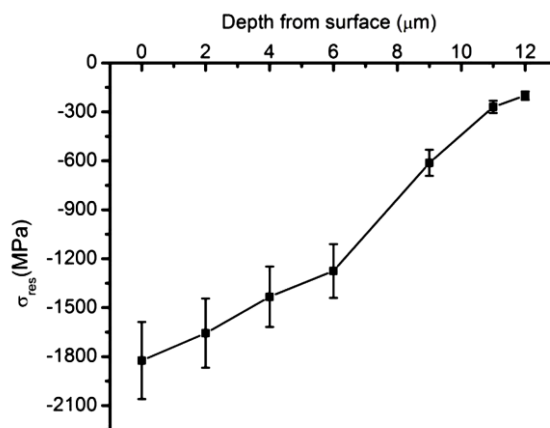
V tomto ohledu je dále zajímavé zmínit výsledky, které byly prezentovány profesorem Krawitzem. [21] V této práci je napětí určováno pomocí neutronové difrakce. Výsledky jsou pořizovány z větší hloubky a z větších objemů. V grafu 4.2 je zmíněna závislost mezi tepelným residuálním napětím v jednotlivých složkách slinutého karbidu v závislosti na velikosti WC karbidu a obsahu pojiva. Je zřejmé, že dochází k nastolování silové rovnováhy mezi WC a kobaltem. Tato tendence narůstá se zvětšujícím se podílem pojiva, neboť narůstá plastická schopnost systému.



Graf 4.2: Závislost teplotního zbytkového napětí (thermal residual stress) na obsahu (volume) kobaltu a velikosti karbidického zrna. [21]

4.5.3.2. Vliv broušení na zbytkovou napjatost

Broušení významným způsobem ovlivňuje zbytkovou napjatost slinutého karbidu. Je známo, že během broušení se v oblasti povrchu SK indukují značná residuální tlaková napětí. Literatura a dostupné zdroje se shodují, že zbytkové napětí po broušení dosahuje hodnoty až -2000 MPa (Graf 4.3). K broušení se používají diamantové brusné kotouče (viz kapitola broušení SK), díky kterým se dosahuje předepsané geometrie a předepsaných tolerancí. Samotné řezné podmínky mohou ovlivňovat zbytkové napětí v substrátu. Vliv úběru při broušení je znázorněn v tabulce 4.2.



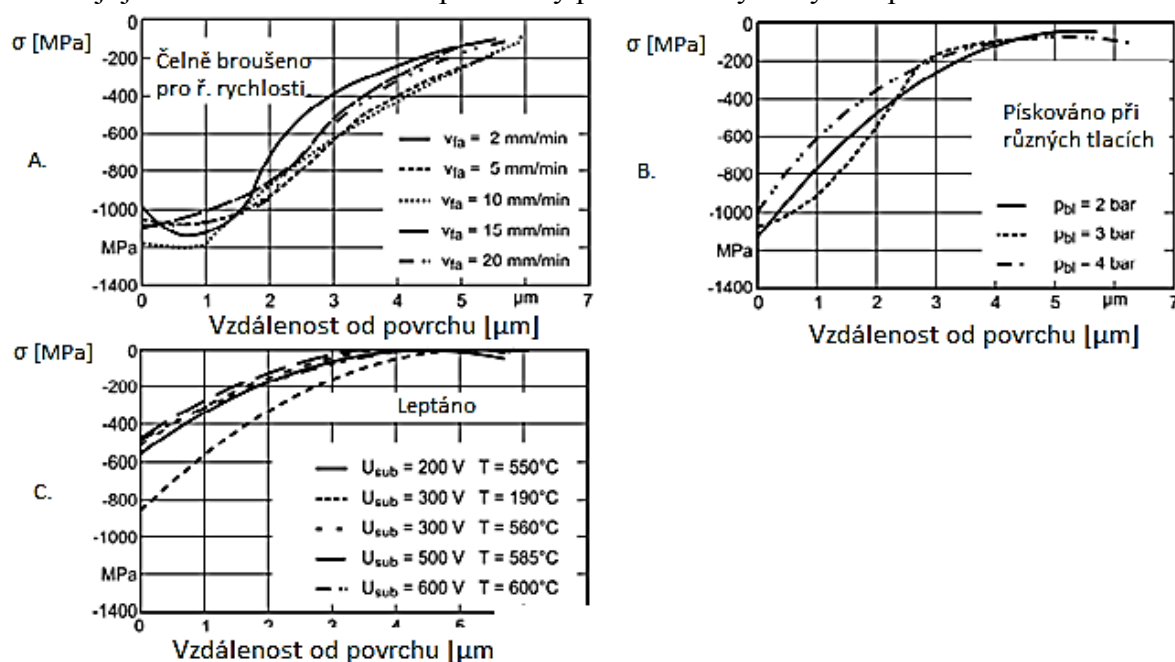
Graf 4.3: Zbytkové napětí (σ) po broušení v závislosti na hloubce od povrchu (depth from surface). [22]

V tabulce 4.2, je dále vidět jakým, způsobem se mění residuální napětí v závislosti na velikosti zrna při odlišných způsobech zpracování. Se snižující se velikostí zrna zbytkové napětí v tlaku roste, přičemž operace leštění a tepelné zpracování napětí značně snižují. Při leštění dochází k úběru silně ovlivněné oblasti a při tepelném zpracování dochází k relaxaci napětí vlivem zvýšené teploty.

WC - 10 %Co	Velikost WC [μm]				
	ds[μm]	3	5	10	20
Zbytkové napětí po žihání	10	-178 \pm 59	-124 \pm 46	-256 \pm 64	-321 \pm 06
	4	-199 \pm 70	-128 \pm 52	-281 \pm 83	-601 \pm 98
Zbytkové napětí po broušení	10	-1458 \pm 230	-1308 \pm 149	-1392 \pm 450	-1078 \pm 476
	4	-1319 \pm 163	-1472 \pm 182	-1456 \pm 509	-796 \pm 388
Měřeno pro řezné podmínky					
Řezná rychlost Vs[m/s]	30				
Rychlost posuvu Vv[m/min]	12,2				
Úběr ds[μm]	4 a 10				

Tabulka 4.2: Závislost velikosti zbytkového napětí na velikosti karbidického zrna po broušení a žihání. ds – velikost úběru při broušení. [10]

Na dalším grafu 4.4 je uvedena závislost zbytkového napětí na vzdálenosti od povrchu pro operace broušení, pískování a leptání. Jednotlivé průběhy jsou dále závislé na parametrech procesu, které jsou uvedeny v grafu. Během pískování je povrch intenzivně mechanicky zatěžován, přičemž se v materiálu indukují zbytková tlaková napětí. Z grafů je patrné, že existují jen malé závislosti mezi parametry procesu a zbytkovým napětím.

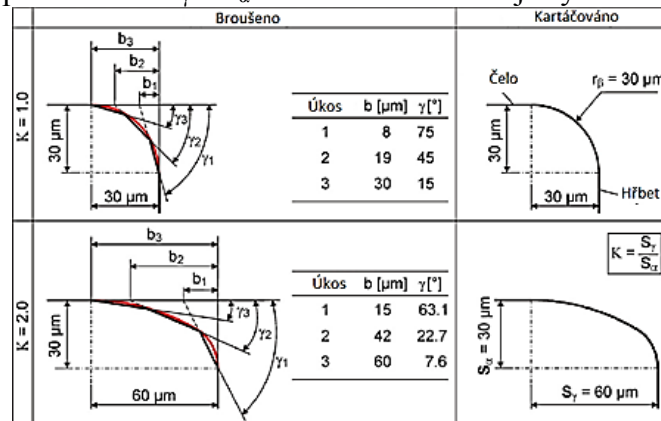


Graf 4.4: Průběhy zbytkového napětí σ v závislosti na vzdálenosti od a povrchu. A. Čelně broušeno, B. Pískováno, C. Elektrolyticky leptáno. [18]

4.5.3.3. Vliv předúpravy a geometrie ostří na stav zbytkové napjatosti

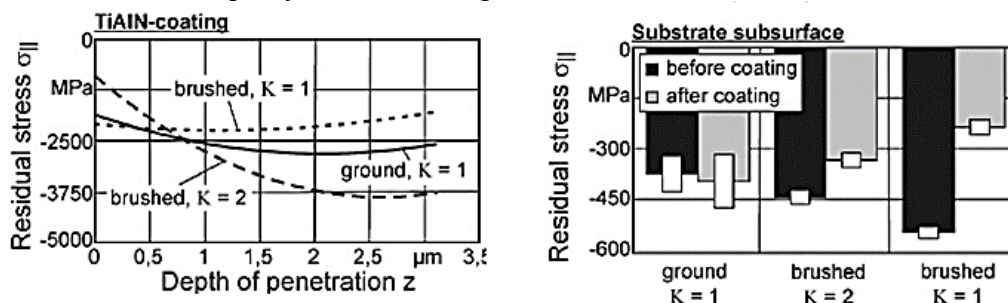
Residuální napětí je do značné míry závislé na geometrii a druhu úpravy ostří před depozicí. Měření napětí v závislosti na geometrii probíhají jen sporadicky, avšak lze zde hledat spojitost s poškozováním. Měření na toto téma bylo prováděno profesorem Denkenou, kdy byl porovnáván vliv kartáčování a broušení na SK WC - Co při různé geometrii ostří před a po PVD depozici vrstvou TiAlN obloukovým odpařováním.

Na obrázku 4.13 jsou zobrazeny jednotlivé geometrie, pro které byly prováděny měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce. Jedná se o geometrie $K=1.0$ a $K=2.0$ pro kartáčování a broušení, kde K je poměr mezi S_γ a S_α . Součinitel K definuje symetrii ostří. [23]



Obrázek 4.13: Geometrie ostří $K=1.0$ a $K=2.0$. [23]

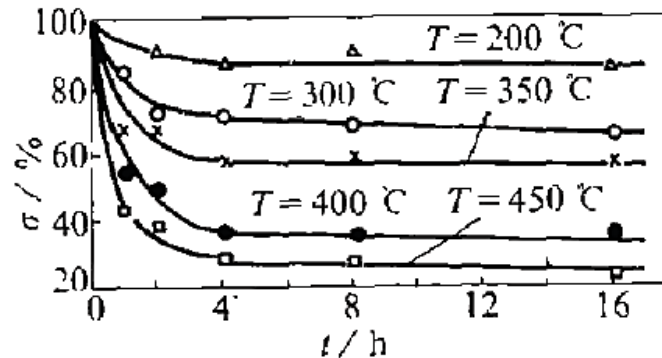
Výsledky měření residuálního napětí jsou pak uvedeny na obrázku 4.14. Samotný mechanismus úběru materiálu se u kartáčování a broušení liší. U kartáčování jsou částice karbidu a kobaltu jakoby vytahovány pohybem kartáčovacího kotouče, kdežto u broušení jsou fragmenty karbidických zrn rozmazávány s kobaltem po povrchu a odváděny pryč s procesní kapalinou. Tyto rozdílné mechanismy odlišným způsobem ovlivňují napěťový stav substrátu, morfologii povrchu a adhezní schopnost vrstvy. Z obrázku 4.14 (tmavší sloupec charakterizuje napětí před depozicí a světlý po depozici) je patrné, že zbytkové napětí po kartáčování dosahuje větších hodnot v tlaku, a to především u geometrie $K=1.0$, kde napětí má přibližně konstantní průběh směrem do hloubky oproti asymetrické geometrii $K=2.0$. Tedy lze zde sledovat závislost zbytkového napětí na geometrii ostří. Samotné PVD deponování vrstvou TiAlN způsobuje u kartáčovaného ostří pokles napětí v substrátu, kdežto u broušeného povrchu dochází k mírnému nárůstu směrem k záporným hodnotám (nárůst je v oblasti chyby měření, tedy výsledek má nízkou vypovídající hodnotu). Je zde patrný vliv tenké vrstvy na substrát, kdy dochází ke kompenzaci residuálního napětí v substrátu z důvodu značného napěťového rozdílu mezi vrstvou a substrátem a tepelným účinkem depozice. [23]



Obrázek 4.14: Vliv geometrie ($K=1, K=2$) a způsobu úpravy ostří (ground – broušeno, brushed - kartáčováno) na zbytkovou napjatost před a po depozici. Řezné podmínky při čelním broušení: Brusný kotouč: D46, resinoid, Obvodová rychlost kotouče: $v_c=20$ m/s, Rychlost posuvu obrobku: $v_{fa}=6$ mm/min, Chlazení: Minerální olej. Řezné podmínky při kartáčování: Kartáčovací kotouč: Polyamidové štětiny s brusivem SiC, Otáčky kotouče: $ot=1500$ min⁻¹. [23]

4.5.3.4. Vliv tepelného zpracování na pokles zbytkového napětí po broušení

Vliv tepelného zpracování na stav zbytkové napjatosti je zkoumán v současné době jen sporadicky. Obecně vzato tento technologický proces není standardně zařazován. V grafu 4.5 je uvedena závislost mezi poklesem zbytkového napětí a teplotou a časem pro SK WC – Co s obsahem 10% Co. Je zde uveden pokles zbytkového napětí v procentech. Žihání sice působí na pokles zbytkového napětí, ale lze předpokládat potlačení užitečných vlastností.



Graf 4.5: Vliv žihání na pokles zbytkového tlakového napětí [%] ve slinutém karbidu. [22]

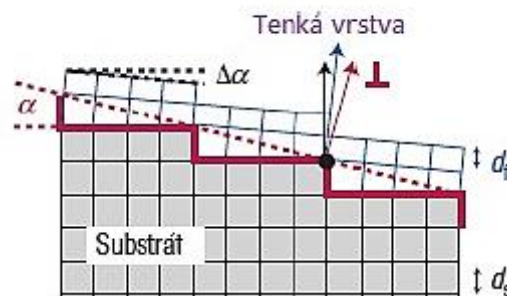
4.5.3.5. Vznik zbytkového napětí v tenké vrstvě

Obecně je známo, že při růstu PVD vrstvy vzniká v tenké vrstvě značné residuální tlakové napětí. To je způsobeno tím, že tenká vrstva přebírá přednostní orientaci od procesu nanášení, ale pokud je navíc substrát texturovaný, tenká vrstva se mu přizpůsobuje. V tenkých vrstvách nemá zásadní vliv na materiálové vlastnosti jenom textura, ale i dimenze vrstvy. Odchylna směru růstu tenké vrstvy od substrátu ($\Delta\alpha$) je závislá na velikosti mřížkových parametrů:

$$\Delta\alpha = \arctg\left(\frac{d_s - d_f}{d_f} \operatorname{tg}\alpha\right),$$

Kde d_s (resp. d_f) je mezivířinná vzdálenost rovin v substrátu (resp. v tenké vrstvě) (Obrázek 4.15).

Růst tenkých vrstev na kovových substrátech zvyšuje deformaci (a tedy i napětí) mezi materiály s jinými mřížkovými parametry a elastickými konstantami. Zbytková napětí v tenkých vrstvách Ti/TiN na substrátu jsou dle literatury velmi vysoká, pravděpodobně kvůli rozdílné rychlosti růstu textury a absenci relaxace napětí. [16]

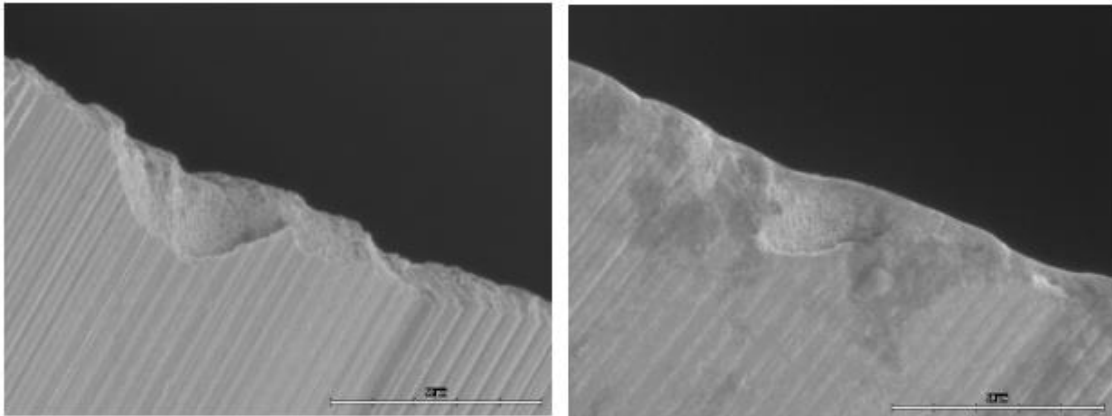


Obrázek 4.15: Růst tenké vrstvy na substrátu. [16]

4.5.4. Teorie porušení deponovaného slinutého karbidu

4.5.4.1. Porušení slinutého karbidu vlivem koncentrace residuálního zbytkového napětí v oblasti ostří nástroje

Hrany nástrojů ze slinutého karbidu jsou po broušení různě „otřepené“ a plné defektů. Lokality s těmito defekty jsou velmi náchylné na porušení tenké vrstvy po jejich napovlakování (Obrázek 4.16). Na ostrých hranách dochází k adhezivně-kohezivnímu porušení tenké vrstvy při řzném procesu. Ostré hrany mohou být u deponovaných nástrojů často koncentrátorem napětí a mohou způsobit porušení z důvodu koncentrace zbytkových napětí. Tato koncentrace vede k překročení pevnostní hodnoty komplexu a k porušení.



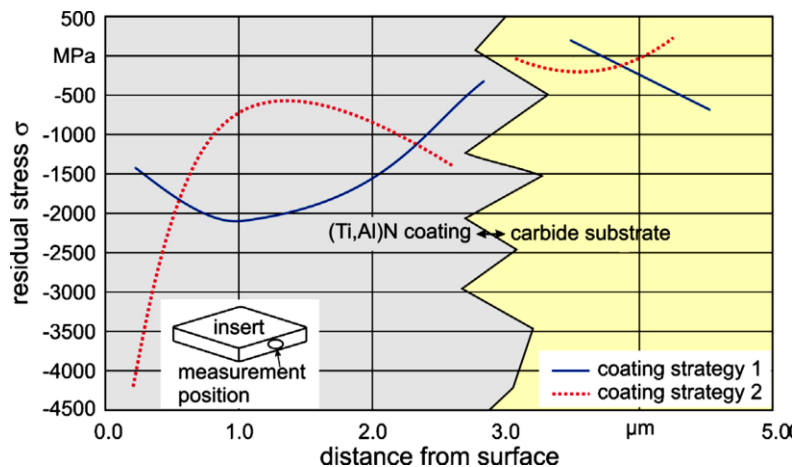
Obrázek 4.16: Řzná hrana nástroje – vlevo před a vpravo po úpravě (zvětšeno 1600x). [24]

K poznání dané problematiky je nutné sledovat vliv předdepozičního procesu, který významným způsobem ovlivňuje stav zbytkové napjatosti v substrátu.

Výzkumné práce zabývající se touto problematikou zkoumají především vliv broušení na zbytkovou napjatost ve slinutých karbidech. Je však patrné, že samotná předpříprava není založena pouze na této operaci, tudíž výsledky nejsou dostatečně komplexní. Hodnoty zbytkového napětí po jiných předpřípravných operacích nejsou dostatečně publikovány, tudíž je vhodné vliv těchto operací zkoumat, neboť zde může být nalezena odpověď, která povede ke zlepšení životnosti SK. Různé předdepoziční zpracování vytváří rozličné podmínky pro chování systému tenká vrstva – substrát. Dalším významným faktorem je geometrie nástroje, která může významným způsobem ovlivňovat stav napjatosti v oblasti ostří.

4.5.4.2. Teorie porušení deponovaného slinutého karbidu vlivem značného rozdílu reziduálního napětí mezi vrstvou a substrátem

Při pohledu na rozložení zbytkových napětí na deponovaném slinutém karbidu (Obrázek 4.17) lze rozlišit zóny, které vykazují rozdílná zbytková napětí. Maximální zbytková tlaková napětí jsou v tenké vrstvě, přičemž směrem k rozhraní tato napětí klesají. V podpovrchové vrstvě substrátu se dokonce mohou nacházet napětí tahová, která přešla z tlakových napětí. Impuls pro takovýto posun je vyvolán značným reziduálním tlakovým napětím v tenké vrstvě, která způsobí posun napětí v substrátu za účelem dosažení silové rovnováhy. Podpovrchovou oblast lze považovat za kritickou zónu, neboť zde dochází k porušení. Jedná se o pravou část obrázku 4.17, kde zbytková napětí v substrátu přecházejí z tlakových na tahová. Při externím zatížení (řezný proces) vzniká nebezpečí porušení v podpovrchové části substrátu (dochází zde k superpozici tahových napětí). [18]



Obrázek 4.17: Rozložení zbytkového napětí v závislosti na metodě PVD deponování pro vrstvu TiAlN. Coating strategy 1 - první strategie deponování, Coating strategy 2 - druhá strategie deponování. [20]

Ke konečnému porušení může dojít během procesu obrábění, kdy dochází k tzv. tepelným rázům, které působí na vznik tahových napětí v substrátu. Při externím zatížení tedy dojde k superpozici tahových napětí v oblasti podpovrchu a k následnému porušení nástroje. K eliminaci poškození je v tomto případě doporučeno dosáhnout podobné napjatosti na rozhraní tenká vrstva – substrát, aby bylo zamezeno silovým posunům v substrátu. Autor poukazuje na pozitivní vliv zbytkových tlakových napětí v tenké vrstvě a v substrátu na životnost nástroje. Proto doporučuje, aby do povrchu slinutých karbidů bylo vneseno takové tlakové zbytkové napětí, které ještě materiál bezpečně snese. Díky vysokému tlakovému napětí bude rozdíl mezi tlakovým napětím ve vrstvě a ve slinutém karbidu minimální, čímž se bude snižovat nebezpečí kohezního poškození. Když toto napětí mezi vrstvou a slinutým karbidem bude v rovnováze, pak podle jeho úvah nehrozí „překlopení“ do nebezpečných tahových napětí a jsou eliminována nebezpečí kohezních poškození. [18]


Experimentální část

5. Koncepce experimentálního programu

Experimentální část je koncipována pro dva typy vzorků, jež se liší geometrií a složením slinutého karbidu. V rámci experimentu byl zvolen slinutý karbid na bázi WC-Co, neboť nachází široké uplatnění v praxi. První část vzorků je vyrobena z TSM 33. Tyto vzorky jsou kruhového průřezu. Druhá část vzorků byla vyrobena z GF04, tyto vzorky mají specifickou geometrii a bylo zde měřeno především rozložení zbytkového napětí. Slinuté karbidy byly deponovány metodou PVD tenkými vrstvami TiN a TiCN. Cílem experimentu bylo zjistit: chování substrátu v závislosti na technologii přípravy substrátu z hlediska zbytkové napjatosti, sledovat chování substrátu v závislosti na PVD depozici a pokusit se stanovit příčinu porušování deponovaných slinutých karbidů. V následující stati je podrobně popsán návrh experimentu pro jednotlivé série vzorků.

Koncepce pro vzorky kruhového průřezu TSM 33


První typ vzorku je kruhového tvaru ze slinutého karbidu TSM 33, který je na bázi WC – Co. V rámci experimentu byl sledován vliv zbytkové napjatosti substrátu na vlastnosti tenkých vrstev TiN a TiCN deponovaných metodou PVD. Vrstvy byly zvoleny s ohledem na značnou rozdílnost jejich zbytkového napětí. Rozdíl je patrný s tabulky 2.2, dosahuje až 2GPa a lze předpokládat rozdílnou reakci substrátu na tenkou vrstvu. První část vzorků byla před depozicí broušena, přičemž zbytková napjatost se liší v závislosti na průběhu broušení. Druhá část vzorků byla před depozicí vakuově vyžihána na odstranění vnitřního pnutí. Cílem tohoto experimentu bylo zjistit, jakým způsobem ovlivňuje tenká vrstva substrát z hlediska zbytkového napětí, vliv zbytkové napjatosti na systém tenká vrstva - substrát a definovat optimální stav zbytkové napjatosti v substrátu před depozicí. Ústřední myšlenkou dále je, možnost realizovat broušení nástrojů pro slinuté karbidy horšími podmínkami (méně kvalitní brusný kotouč, horší řezné parametry), přičemž před vznikem nežádoucích defektů v oblasti ostří v důsledku překročení mezních hodnot by bylo zařazeno žihání na odstranění vnitřního pnutí. Tím by došlo k obnově původních stavů, aniž by došlo k iniciaci nežádoucích poškození. Koncepce experimentu je popsána v tabulce 5.1.

Plán experimentu pro kruhové vzorky TSM 33						
Výchozí materiál: TSM 33	7 vzorků broušeno	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce v substrátu	PVD depozice vrstvami TiN a TiCN	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce v substrátu	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce ve vrstvě	Hodnocení systému tenká vrstva – rozhraní – substrát (Scratch test, Kalotest, Mercedes test, Impact test)
	7 vzorků žiháno					
						
Výstupy						
Vliv broušení a žihání na stav zbytkové napjatosti v substrátu						
Vliv tenké vrstvy na napěťový stav v substrátu						
Residuální napětí v tenké vrstvě						
Hodnocení systému tenká vrstva – substrát						

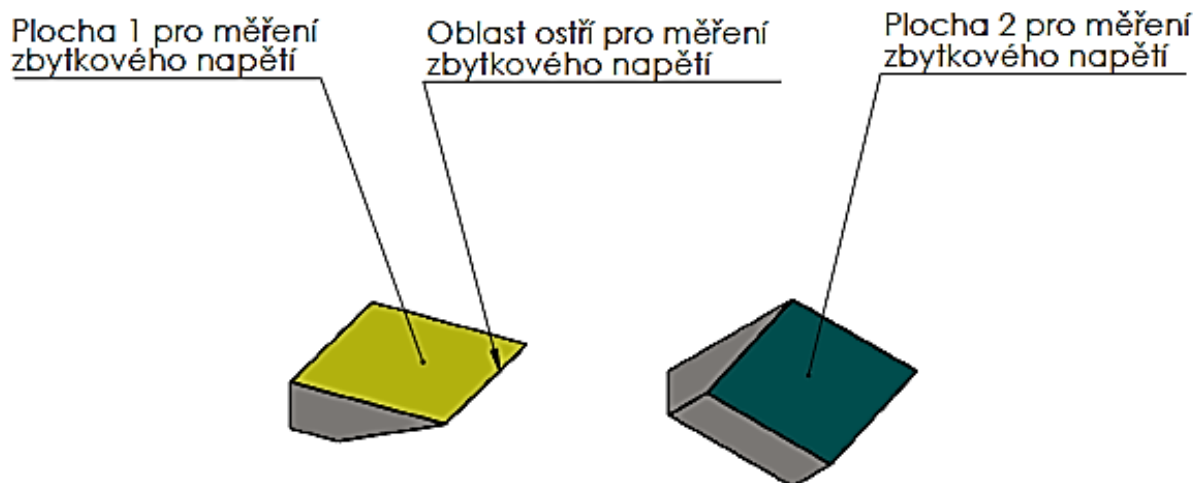
Tabulka 5.1: Koncept experimentu pro TSM 33.

Koncepce experimentu pro vzorky s vytvořeným ostřím

V tomto případě se jedná především o vzorky GF04, které vykazují specifickou geometrii (Obrázek 5.1). Vzorky byly navrženy s ostřím, přičemž zde byl sledován vliv geometrie a rozložení materiálu u vzorku na zbytkovou napjatost v substrátu. Byl zde uvažován předpoklad, že oblast ostří vykazuje rozdílné hodnoty zbytkové napjatosti oproti homogenní (rovná plocha) oblasti, a proto je náchylnější na porušení. Tenká vrstva (TiN) v oblasti ostří rovněž působí rozdílným účinkem v porovnání s homogenní oblastí (Plocha 1 a 2). Vzorek s touto geometrií byl definovaně broušen ve firmě Hofmeister a jednotlivé plochy jsou broušeny za různých řezných podmínek. Cílem tohoto experimentu je přiblížit se reálnému případu v oblasti ostří a pokusit se popsat příčinu poškození u deponovaných nástrojů ze slinutého karbidu. Názorná koncepce experimentu je zobrazena v tabulce 5.2.

Plán experimentu pro vzorky s definovanou geometrií				
Vzorek definovaně broušen	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce v substrátu	PVD depozice tenkou vrstvou TiN	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce v substrátu.	Měření residuálního napětí pomocí RTG difrakce ve vrtvě
				
Výstupy				
Sledovat rozložení zbytkového napětí v substrátu				
Vliv tenké vrstvy na napěťový stav v substrátu				
Hodnocení chování z hlediska vnitřních napětí v oblasti ostří nástroje				

Tabulka 5.2: Koncepce experimentu pro vzorky s definovanou geometrií GF04.



Obrázek 5.1: Oblasti měření zbytkového napětí pro vzorek GF04 s ostřím.

6. Vzorky pro hodnocení, parametry technologických procesů a podmínky měření

Experiment byl koncipován pro dva typy vzorků, jež se liší geometrií a složením. V následující stati je popsána příprava kruhových vzorků TSM 33 a vzorků s ostřím („nosy“) GF04. Dále jsou zde uvedeny parametry výrobních procesů.

6.1. Vzorky kruhového průřezu TSM 33

Vlastnosti slinutého karbidu

Pro kruhové vzorky byl volen slinutý karbid TSM 33. TSM 33 je vyráběn firmou Ceratizit spadající dle ISO klasifikace do třídy K20 - K40. Velikost zrn karbidu wolframu (WC) je submikronová (0,5 - 0,8 μm). Tato třída je určena pro monolitní rotační nástroje, kterými lze obrábět nerezové oceli, žárovečné oceli, legované ocele Cr, Ni, Co, titanové slitiny, nezelezné kovy a plasty. Informace o vlastnostech slinutého karbidu TSM 33 jsou uvedeny v tabulce 6.1.

Složení		Vlastnosti					
WC [%]	Co [%]	ρ [g/mm ³]	HRA	HV30	K _{IC} [MN/m ^{3/2}]	Vel. Zrna [μm]	Karbidická třída
89,5	10	14,5	91,9	1590	9,4	0,5 - 0,8	K20 - K40

Tabulka 6.1: Specifikace TSM 33.

Podmínky broušení

Vzorky byly rovinně broušeny diamantovým kotoučem s organickým pojivem, chlazení bylo prováděno minerálním olejem. Broušení bylo provedeno „agresivně“ (vzorky značeny A) a „mírně“ (vzorky značeny M), přičemž při agresivním broušení byl použit větší úběr materiálu. Parametr úběru materiálu neovlivnil významně charakteristiku broušené plochy. Broušení v daných podmínkách neumožnilo bližší specifikaci řezných podmínek. V tabulce 6.2 jsou uvedeny dosažené hodnoty geometrie povrchu.

Hodnocení geometrie broušeného povrchu:

Hodnocení geometrie povrchu			
Profil drsnosti		Profil vlnitosti	
Rt	2,79 μm	Wt	1,05 μm
Rz	2,38 μm	Wz	0,45 μm
Ra	0,31 μm	Wa	0,18 μm
RSm	0,0462 mm	WSm	3,4890 mm

Tabulka 6.2: Hodnocení geometrie povrchu pro TSM 33 po broušení.

Hodnocení geometrie žíhaného povrchu:

Po žíhání je zřetelné, že vzorek vykazuje větší drsnost oproti broušenému stavu (tabulka 6.3), to je dáno vlivem oxidace, která ovlivňuje topografii povrchu.

Hodnocení geometrie povrchu			
Profil drsnosti		Profil vlnitosti	
Rt	3,49 μm	Wt	1,54 μm
Rz	2,90 μm	Wz	0,68 μm
Ra	0,41 μm	Wa	0,30 μm
RSm	0,0657 mm	WSm	1,3190 mm

Tabulka 6.3: Hodnocení geometrie povrchu pro TSM 33 po žíhání.

6.2. Vzorčky GF04 s definovanou geometrií

Vlastnosti slinutého karbidu

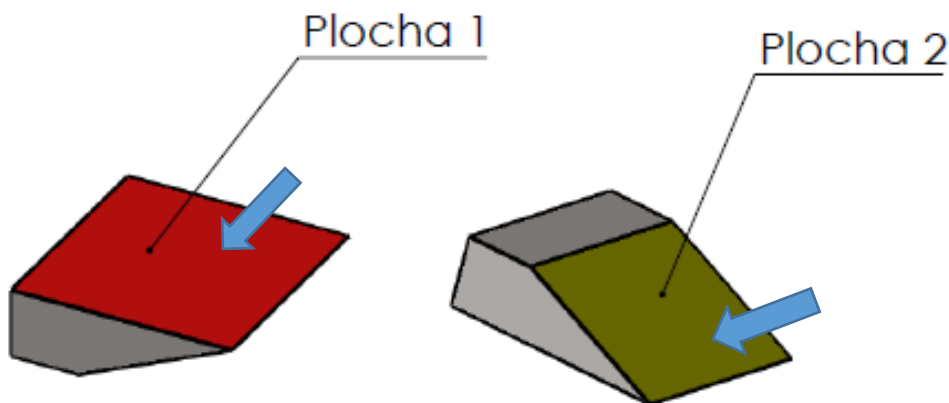
Výkres vzorku je v příloze. Plochy 1 a 2 se liší, neboť byly připraveny za odlišných řezných podmínek. GF04 je například využíván pro výrobu forem. Jedná se o SK s nízkým obsahem Co (4%).

Složení		Vlastnosti			
WC [%]	Co [%]	ρ [g/mm ³]	HRA	HV30	Vel. Zrna [μ m]
96	4	15,1	93	1590	0,8 - 1

Tabulka 6.4: Specifikace GF04.

Podmínky broušení

Vzorčky byly definovaně broušeny. Plochy 1 a 2 (Obrázek 6.1) byly broušeny za odlišných řezných podmínek, které jsou popsány v tabulce 6.5 a v tabulce 6.8. Výkres vzorku je uveden v příloze.



Obrázek 6.1: Vzorek s definovanou geometrií. Modré šipky vyznačují směr broušení.

a. Postup výroby plochy 1

V první fázi výroby vzorku byla zarovnána plocha 1 miskovým kotoučem. Na této ploše bylo dosaženo drsnosti Ra 0,04 μ m. Směr broušení je vyznačen na obrázku 6.1 modrou šipkou. Řezné podmínky:

Řezné podmínky pro plochu 1 a dosažená drsnost				
Obvodová rychlost kotouče [m/s]	Posuv [mm/min]	Úběr d_s [mm]	Chladicí médium	Dosažená drsnost povrchu Ra [μ m]
18,33	40	0,4	Nízko - viskózní olej	0.04

Tabulka 6.5: Řezné podmínky pro plochu 1 a dosažená drsnost.

Použitý brusný nástroj:

Specifikace použitého brusného nástroje				
Typ nástroje	Průměr kotouče [mm]	Zrnitost [μ m]	Vazba	Koncentrace
11V9	100	76	Pryskyřičná	100

Tabulka 6.6: Použitý brusný nástroj pro plochu 1.

Hodnocení geometrie povrchu:

V porovnání se vzorky TSM 33 je dosaženo prokazatelně nižší drsnosti u vzorků GF04 (Tabulka 6.7), to je dáno kvalitnějším výrobním strojem. Samotná drsnost je ovlivňována geometrií broušicích zrn, způsobem a podmínkami ovrtnání kotouče, druhy kotoučů, řeznými podmínkami, chlazením, vyniklými vibracemi.

Hodnocení geometrie povrchu			
Profil drsnosti		Profil vlnitosti	
Rt	0,43 μm	Wt	0,69 μm
Rz	0,33 μm	Wz	0,33 μm
Ra	0,04 μm	Wa	0,17 μm
RSm	0,0228 mm	WSm	x

Tabulka 6.7: Hodnocení geometrie povrchu GF04-3.

Způsob výroby:



Obrázek 6.2: Způsob broušení plochy 1.



Obrázek 6.3: Způsob broušení plochy 2

b. Postup výroby plochy 2

Zkosená plocha byla vyrobena ve druhé fázi procesu čelním broušením, kdy byl vzorek upnut v přípravku pod daným úhlem. Samotný úběr materiálu probíhal ve čtyřech fázích: První úběr 1,1 mm a zbývající úběry 0,4mm. Oproti rovné ploše 1 bylo dosaženo větší hodnoty drsnosti Ra 0,72 μm . Směr broušení je opět zobrazen na obrázku 6.1.

Řezné podmínky pro plochu 1:

Řezné podmínky pro plochu 2 a dosažená drsnost broušení				
Obvodová rychlost kotouče [m/s]	Posuv [mm/min]	Úběr ds [mm]	Chladicí médium	Dosažená drsnost povrchu Ra [μm]
21,47	50	0,4	Nízko - viskózní olej	0.72

Tabulka 6.8: Řezné podmínky pro plochu 2 a dosažená drsnost broušení.

Použitý brusný nástroj:

Specifikace použitého brusného nástroje				
Typ nástroje	Průměr kotouče [mm]	Zrnitost [μm]	Vazba	Koncentrace
1A1	100	76	Pryskyřičná	100

Tabulka 6.9: Použitý brusný nástroj pro plochu 2.

Hodnocení geometrie povrchu:

U zkosené plochy 2 je patrný rozdíl v drsnosti povrchu v porovnání s plochou jedna (větší drsnot), to je dáno rozdílnými řeznými podmínkami a způsobem broušení.

Hodnocení geometrie povrchu			
Profil drsnosti		Profil vlnitosti	
Rt	9,66 μm	Wt	2,31 μm
Rz	5,94 μm	Wz	1,01 μm
Ra	0,72 μm	Wa	0,48 μm
RSm	0,0555 mm	WSm	x

Tabulka 6.10: Hodnocení geometrie povrchu pro GF04-3 u zkosené plochy.

6.3. Parametry technologických procesů

6.3.1. Vakuové žíhání vzorků TSM 33

Část vzorků TSM 33 byla vakuově žíhána na odstranění vnitřního pnutí. Parametry procesu jsou uvedeny v tabulce 6.11. Norma pro měření lomové houževnatosti dle Palmqvista ISO 28079 uvádí, že stačí žíhat jednu hodinu při teplotě 800°C, kdy tepelným zpracováním dochází k výraznému snížení vnitřních napětí vzniklých u povrchu. V rámci experimentu byl zvolen čas výdrže na dvě hodiny, i přes toto zvýšení byla v povrchu stále přítomna zbytková tlaková napětí, avšak s výrazným poklesem. Vzorky byly také okujeny, nejspíše z důvodu neudržení vakua v peci.

Parametry tepelného zpracování	
Teplota	800 °C
Výdrž	2 hodiny
Rychlost ohřevu	5 °C/min
Průběh ochlazování	Volně v peci
Stupeň vakua	10 ⁻¹ Pa

Tabulka 6.11: Parametry tepelného zpracování vzorků TSM 33.

6.3.2. Parametry PVD depozice

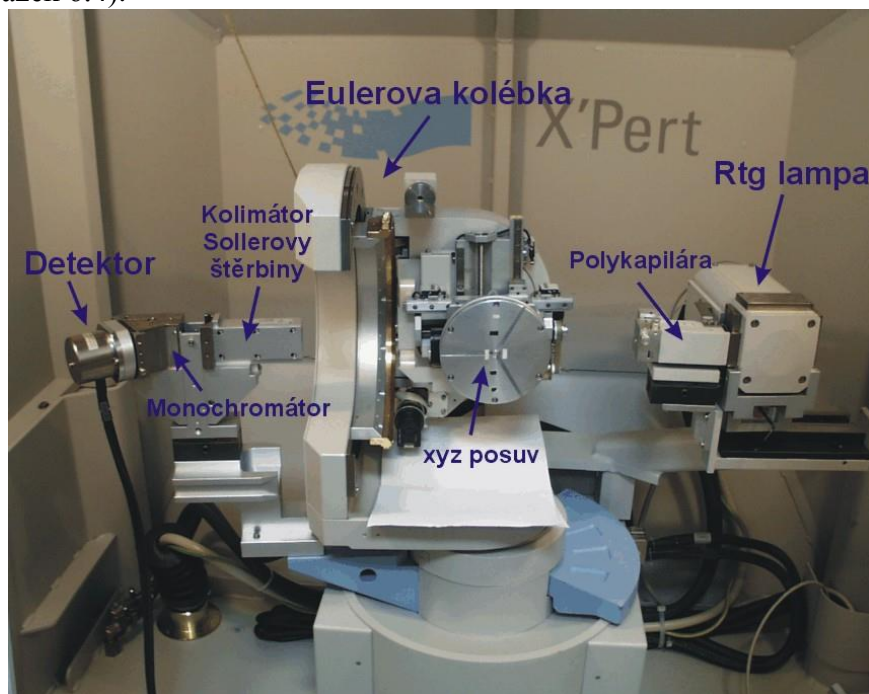
Depozice kruhových vzorků TSM 33 a vzorků GF04 – 1, GF04 - 5 proběhla u první společnosti. U druhé společnosti proběhla pouze depozice vzorku GF04 – 4. Všechny vzorky byly deponovány metodou obloukového odpařování (ARC). Při této metodě je zdrojový terč nataven elektrickým obloukem. Natavený materiál je odpařen a zionizován a vlivem záporného předpětí je usměrněn na deponovaný materiál (substrát). Nevýhodou této metody je tvorba kapének, které snižují kvalitu vrstvy. Parametry depozice byly zveřejněny pouze první společností a jsou uvedeny v tabulce 6.12.

Parametry PVD depozice				
Vsrtva	Teplota [°C]	Bias [A]	ARC [A]	Tlak [mbar]
TiN	450	100	150	0,0045
TiCN	450	90	150	0,0035

Tabulka 6.12: Parametry PVD depozice pro první společnost.

6.4. Experimentální podmínky rentgenové difrakce

Měřeno pomocí difraktometru X'Pert PRO MPD (PANalytical) s vysoce účinným pozičně citlivým detektorem X'Cellerator doplněným rovněž příslušenstvím pro studium tenkých vrstev a textur (Obrázek 6.4).



Obrázek 6.4: X'Pert PRO MPD.

6.4.1. Experimentální uspořádání pro měření vnitřního napětí u slinutého karbidu WC - Co

Při rentgenografickém určení makroskopických zbytkových napětí metodou „ $\sin^2\psi$ “ byly zkoumány roviny $\{201\}$ WC, kterým při použitém záření $\text{CoK}\alpha$ odpovídá difrakční maximum $2\theta \approx 124^\circ$. Difrakční profily byly změřeny ve směru broušení L, tak rovněž ve směru na něj kolmém T při devíti náklonech vzorku odpovídajících hodnotám $\sin^2\psi = 0; 0,1; \dots; 0,5$ pro kladné i záporné hodnoty úhlu ψ . Parametry měření vzorků jsou uvedeny v následující tabulce 6.13.

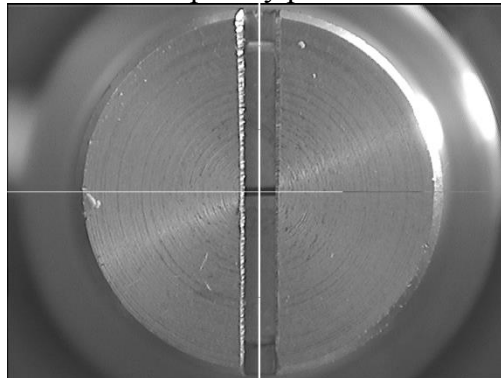
Vzorek	Tangenciální směr	Axiální směr
Měřený interval	120 - 127° 2θ	
Krok měření	0,25° 2θ	
Čítací čas	10 s	
Velikost ozářené oblasti	1 x 1 mm ²	
Hloubka vniku	1,2 μm	

Tabulka 6.13: Experimentální podmínky RTG difrakce.

Difraktovaný dublet $\text{CoK}\alpha_1\text{K}\alpha_2$ byl Rachingerovou metodou separován na příspěvky od $\text{CoK}\alpha_1$ a $\text{CoK}\alpha_2$. Profil odpovídající difraktovanému záření $\text{CoK}\alpha_1$ byl aproximován funkcí Pearson VII a z polohy maxima byly vypočteny mezirovinné vzdálenosti rovin $\{201\}$ WC. Pro přepočítání deformací na napětí pomocí zobecněného Hookova zákona byly použity rentgenografické elastické konstanty $s_1 = -0,29 \text{ TPa}^{-1}$ a $\frac{1}{2}s_2 = 1,77 \text{ TPa}^{-1}$.

K nastavení kolimátoru s křížovými clonami bylo využito optické kamery. Správné nastavení kolimátoru a záměrného kříže kamery je znázorněno na snímku v poloze $\theta = 0^\circ$

(Obrázek 6.5). Pro polohování vzorků při měření na difraktometru bylo využito triangulačního laserového zaměřování s přesností určení polohy povrchu vůči zdroji laserového svazku 5 μm .



Obrázek 6.5: Snímek z optické kamery umístěné na rameni detektoru při $\theta = 0^\circ$; správné nastavení křížových clon a bílého záměrného kříže je dosaženo při poloze kříže uprostřed $1 \times 1 \text{ mm}^2$ otvoru kolimátoru s křížovými clonami.

Hodnoty zbytkových napětí byly zjišťovány jak ve směru transversálním (σ_T – kolmo na směr broušení), tak ve směru longitudinálním (σ_L – ve směru broušení).

6.4.2. Experimentální podmínky pro měření tenké vrstvy metodou multi hkl

S ohledem na podmínku, aby byla ozářena celá tloušťka vrstvy. Úhly dopadu byly voleny tak, aby na difrakčním záznamu byla, kromě vrstvy TiN, patrná i podložka WC, tedy $\alpha = 8^\circ$ pro 2-3 μm a $\alpha = 25^\circ$ pro 4-5 μm vrstvy. Konkrétně pro TiN a kobaltové záření ($\mu = 1227 \text{ cm}^{-1}$) jsou hloubky vnikání: cca 2,5 μm pro úhel dopadu 8° a cca 6,5 μm pro úhel dopadu 25° . Udaná hloubka je tloušťka vrstvy, v níž difraktuje 95 % záření.

Použitím metody multi hkl se ovšem musí počítat s vyšší výslednou chybou. Chyba výpočtu narůstá, pokud je v ozářeném objemu přítomen gradient napětí nebo textura, což je v tenkých vrstvách velmi častý jev. Navíc chyba určení difrakčního úhlu je pro roviny s relativně velikou mezivzrostnou vzdáleností (malým difrakčním úhlem) několikanásobně vyšší.

Difrakční maxima byla proložena Pseudo-Voigtovou funkcí, z jejíhož maxima byly určeny difrakční úhly. K výpočtu zbytkových napětí byly použity rentgenografické elastické konstanty vypočtené dle Hillova modelu z monokrystalických elastických konstant $c_{11} = 497,8 \text{ TPa}^{-1}$, $c_{12} = 105,7 \text{ TPa}^{-1}$, $c_{11} = 168,1 \text{ TPa}^{-1}$, dle Zhang, Ming, Jiang Shen, and Jiawen He. "Elastic constants of Al and TiN calculated by ab initio method." *TRANSACTIONS-NONFERROUS METALS SOCIETY OF CHINA-ENGLISH EDITION*- 11.2 (2001): 244-248.

Parametry měření:

- Range: 35-150° 2θ
- Step: 0,2° 2θ
- Time: 10 s

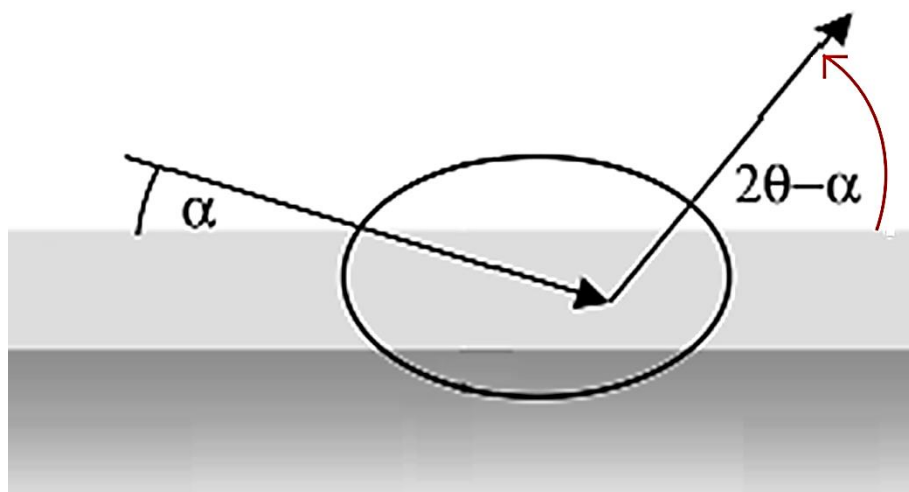
Experimentální uspořádání

- Difraktometr X'Pert PRO MPD
- Parabolické Göbelovo zrcadlo pro kobaltové záření (tvorba paralelního svazku a separace β -reflexí), clona 4 mm \times 0,25°
- Paralel plate collimator 0,27°, bodový Xe detektor

V tabulce 6.14 jsou uvedena difrakční maxima a relativní chyba určení difrakčního úhlu. Na obrázku 6.6 je uvedeno schéma difraktovaného paprsku v tenké vrstvě.

{hkl} TiN (CoK α)	Difrakční úhel, 2θ	Relativní chyba určení difrakčního úhlu	Pozn.
{111}	42,7	7,3	Nepoužito – velká chyba
{200}	49,9	6,1	
{220}	73,1	3,8	
{311}	88,7	2,9	
{400}	115,5	1,8	
{331}	134,2	1,2	
{420}	141,3	1	Nepoužito - překryv s difr. max. WC

Tabulka 6.14: Použitá difrakční maxima a relativní chyba určení difrakčního úhlu.



Obrázek 6.6: Difrakce paprsku na tenké vrstvě.

7. Měření zbytkových napětí ve vazbě na technologii přípravy

V této stati jsou uvedeny výsledky měření vnitřního napětí pro dva typy vzorků, jež se liší svou geometrií. Vzorky byly postupně proměřovány v závislosti na použité technologické přípravě, přičemž byl sledován vliv technologie přípravy na stav napjatosti substrátu. Dále byl sledován vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti v substrátu. Dále bylo měřeno zbytkové napětí v tenké vrstvě TiN.

7.1. Vliv řezání na zbytkovou napjatost slinutého karbidu

Tato operace nemusí vždy předcházet předpřípravě rezného nástroje. Například u břitových destiček je tvar dán lisováním. Vzorky pro experiment byly všechny řezány a hodnota vnitřního napětí je zde uvedena (Tabulka 7.1).

Řezaný vzorek TSM33		
Vzorek	Residuální napětí po řezání	
	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa
1R	-1307±54	-1799±44

Tabulka 7.1: Vliv řezání na zbytkovou napjatost SK – TSM 33..

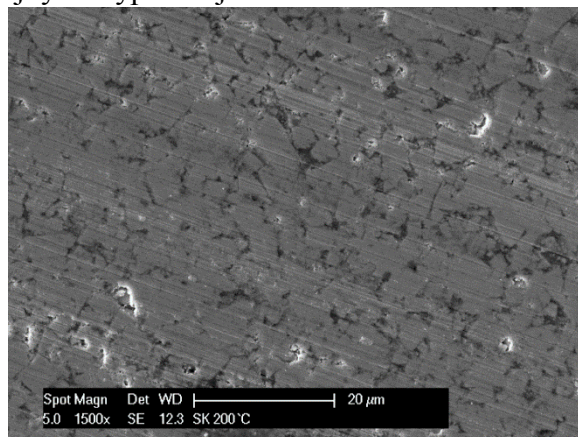
Z měření vyplývá, že hodnoty zbytkového napětí po broušení u SK jsou tlakové a dosahují hodnot až -1800 MPa. Je zde patrná podobnost s broušením. To je dáno podobným mechanismem a silovým účinkem během procesu. U výrobních způsobů, kde se uplatňuje silový účinek, se působí na povrchovou vrstvu, která má tendenci zaujmout větší rozměr (je plasticky prodloužena), čemuž brání jádro vzorku. V povrchové vrstvě budou tedy napětí tlaková, uvnitř vzorku vyrovnávající napětí tahová. Tento mechanismus je platný pro křehké a tvrdé materiály.

7.2. Vliv broušení na zbytkovou napjatost slinutého karbidu

Vzorky byly broušeny dvojím způsobem. První část vzorků (značeny M) je broušena při menším úběru materiálu, tento faktor však významným způsobem neovlivnil stav napjatosti v substrátu a není dále brán v potaz. Závislost rezných podmínek na stav napjatosti substrátu po broušení byl rovněž zkoumán Hagemanem, přičemž zde nebyly nalezeny výrazné závislosti. Samotné výsledky byly změřeny z deformační vrstvy (Obrázek 3.7), tloušťka této vrstvy je přibližně 1,5 μm dle Hagemana. V této vrstvě dochází k výrazné absorpci RTG záření směrem do hloubky. Je třeba poznamenat, že v této vrstvě dochází k největší interakci během broušení a měření z této vrstvy má pro proces broušení nejvyšší vypovídající hodnotu.

Broušené vzorky TSM 33		
Vzorek	Residuální napětí po broušení	
	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa
3M	-1411±96	-1607±31
4M	-1691±75	-1974±65
5M	-1496±67	-1817±36
7M	-1478±68	
2A	-1511±48	-1866±56
5A	-1476±51	-1882±65
7A	-1379±67	-1711±68

Tabulka 7.2: Vliv broušení na zbytkovou napjatost SK - TSM 33.



Obrázek 7.1: Stav povrchu SK po broušení.

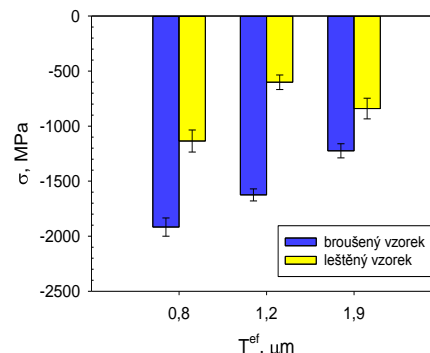
Na obrázku 7.1 je uveden snímek z elektronového řádkovacího mikroskopu. Jsou zde patrná karbidická zrna a tmavé části představují kobalt.

Z tabulky 7.2 je patrné, že hodnoty residuálního napětí se po broušení značně liší, ačkoli vzorky byly broušeny za obdobných řezných podmínek. V tomto ohledu je třeba brát v potaz značnou závislost na lokaci měření a podmínkách v měřené oblasti (odvod tepla, způsob úběru, geometrie, strukturní aspekty). Na základě měření je možné konstatovat, že u vzorků při totožných řezných podmínkách bylo naměřené residuální napětí v rozsahu od -1100 MPa do -2000 MPa. Tyto výsledky korelují již s dříve prováděnými výzkumy, kde je dosahováno ekvivalentních hodnot. Dále je patrná značná rozdílnost napětí při měření ve dvou směrech, a to ve stejné oblasti. Napětí ve směru kolmém na pohyb brusného kotouče dosahuje v některých případech výrazně vyšších hodnot. To je dáno především řezným pohybem brusného kotouče.

V rámci pilotních měření byla měřena efektivní hloubka vnikání, přičemž je patrný gradient zbytkového napětí směrem do hloubky po broušení a leštění. V závislosti na použitém záření bylo měřeno napětí postupně ve třech hloubkách. U broušení napětí vykazuje pokles směrem do hloubky, viz tabulka 7.3. U leštění dochází v hloubce 1,2 μm k výraznému poklesu a v hloubce 1,9 μm nárůstu, vzhledem k fyzikální podstatě lze spekulovat nad správností tohoto výsledku. Obecně leštěním dochází ke snížení zbytkových napětí, neboť dochází k odstranění ovlivněné vrstvy.

$\psi > 0^\circ$; tj. bez smyku	Použitá záření		
	MnKa	CoKa	CuKa
Hloubka vnikání; $\psi=0^\circ$	0,8 μm	1,2 μm	1,9 μm
Broušený [MPa]	-1917 \pm 83	-1625 \pm 55	-1224 \pm 64
Leštěný [MPa]	-1135 \pm 100	-601 \pm 66	-840 \pm 94

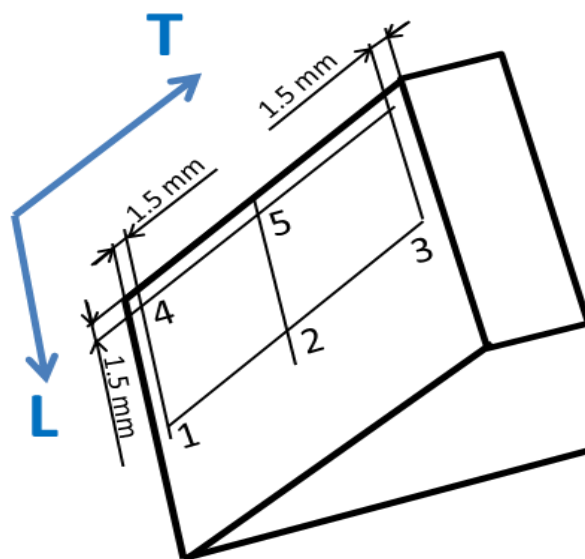
Tabulka 7.3: Měření zb. napětí při různé hloubce vnikání RTG záření.



Graf 7.1: Měření zb. napětí při různé hloubce vnikání RTG záření.

7.2.1. Vliv geometrie a tvaru nástroje na zbytkovou napjatost substrátu pro vzorky GF04

Obecně vzato se v člancích vyskytují hodnoty zbytkových napětí po broušení, avšak často se zanedbává vliv směru broušení a geometrie. Tyto výsledky mohou být často neprůkazné a těžko lze z těchto výsledků odvodit chování materiálu z hlediska jeho chování a porušení. Už u výše zmíněného měření (Tabulka 7.2) lze vidět značně rozlišné výsledky pro vzorky stejného typu při stejných řezných podmínkách. RTG difrakcí získáváme značně lokalizovanou hodnotu, na kterou je nutné pohlížet v širším kontextu. Pokud bychom chtěli znát průměrnou hodnotu zbytkového napětí, je zapotřebí provést měření na více místech a dle statických propočtů stanovit průměrné napětí. Na značnou lokalizaci lze v tomto kontextu pohlížet jako nevýhodu, neboť z měření průměrné hodnoty lze těžko odvodit chování materiálu z hlediska jeho porušení. Samotné chování nástroje lze spíše pochopit na základě změny hodnoty zbytkového napětí v závislosti na jeho pozici a následně na identifikování kritických míst (místa kde dochází k porušení). Jak již bylo dříve zmíněno, pro tuto potřebu byl vyroben vzorek s ostřím (GF04) a byly zde měřeny hodnoty v závislosti na poloze měření. Místa pro měření jsou uvedeny na obrázku 7.2. Tenzometrická analýza byla provedena na povrchu u dvou vybraných vzorků označených GF04-1 a GF04-5. Rentgenografická měření byla vždy realizována na pěti místech na přední straně (Obrázek 7.2). Vzorek GF 04-1 byl navíc podroben měření na 2 místech na jeho zadní straně. Hodnoty zbytkových napětí byly zjišťovány jak ve směru transverzálním (σ_T), tak ve směru longitudinálním (σ_L).



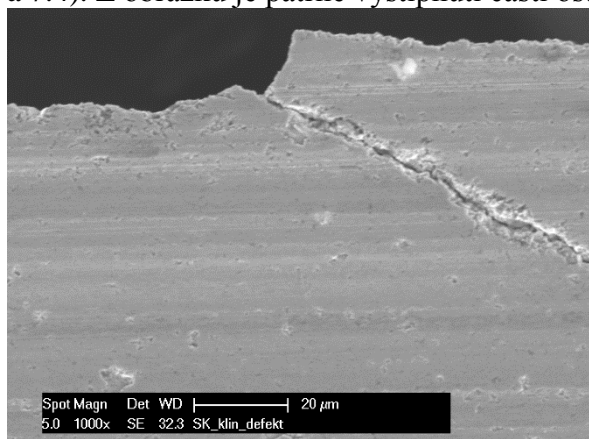
Obrázek 7.2: Vzorek GF04 pro měření zbytkových napětí – PŘEDNÍ STRANA.

Vzorek GF 04-1			Vzorek GF 04-5		
Místo	Směr L	Směr T	Místo	Směr L	Směr T
Přední strana	$\sigma_L \pm \Delta\sigma$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma$, MPa	Přední strana	$\sigma_L \pm \Delta\sigma$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma$, MPa
1	-1427 ± 100	-1714 ± 69	1	-1003 ± 112	-1774 ± 40
2	-1747 ± 125	-1905 ± 83	2	-1124 ± 99	-1981 ± 139
3	-1658 ± 70	-2285 ± 181	3	-1349 ± 100	-2237 ± 115
4	-1460 ± 40	-1906 ± 89	4	-980 ± 96	-1816 ± 92
5	-1668 ± 72	-2085 ± 134	5	-1288 ± 91	-2003 ± 67
Zadní strana	$\sigma_A \pm \Delta\sigma$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma$, MPa	Zadní strana	$\sigma_A \pm \Delta\sigma$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma$, MPa
1	-1794 ± 118	-1279 ± 48	Neměřeno		
2	-1265 ± 92	-1501 ± 112			

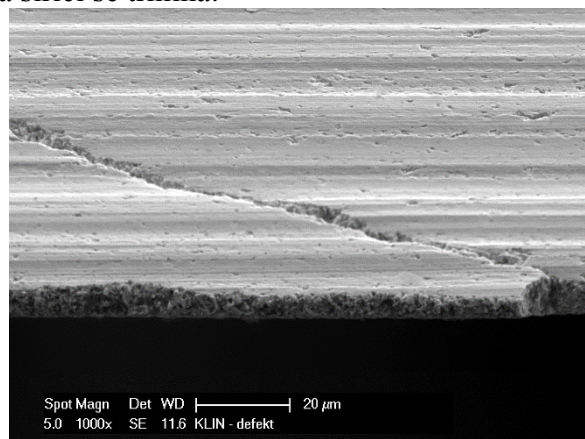
Tabulka 7.4: Rozložení zbytkového napětí u vzorku GF04 s definovanou geometrií po broušení.

Už na první pohled je patrný rozdíl zbytkových napětí v závislosti na jejich lokaci (Tabulka 7.4). Obecně jsme přepokládali vyšší hodnotu napjatosti v oblasti ostří, které je intenzivněji vystavováno procesu broušení. Oproti předpokladu jsou však napětí v oblasti ostří nižší. Například při porovnání místa 1 a 3 lze sledovat rozdíly až 500 MPa. Naším předpokladem je, že v oblasti ostří je menší masa materiálu (rozdílná geometrie) a teplo je zde odváděno rozlišně, tedy je zde umožněna relaxace materiálu a napětí zde poklesává. Dále zde dochází k intenzivnější plastické deformaci, to může vést k deformačnímu zpevnění, a tím i ke změně mechanických vlastností. Lze tedy předpokládat, že se zde může materiál zpevnit a zároveň se může stát křehčím, to může vést ke křehkému porušení při překročení jeho mezního stavu. V tomto ohledu byl popisován pouze WC, při pohledu na Co může docházet při broušení ke značné plastické deformaci, přičemž při plastickém vyčerpání Co může dojít k jeho porušení a k iniciaci trhliny. Významným faktorem v tomto ohledu je volná délka kobaltu (délka mezi zrnky karbidů), kdy při jejím zvyšování roste plastická schopnost komplexu WC – Co. GF04 obsahuje pouze 4% kobaltu a volná délka je zde relativně malá, tedy lze předpokládat, že zde může dojít k porušení plastickým vyčerpáním Co. Teze vyčerpání plastické schopnosti Co se

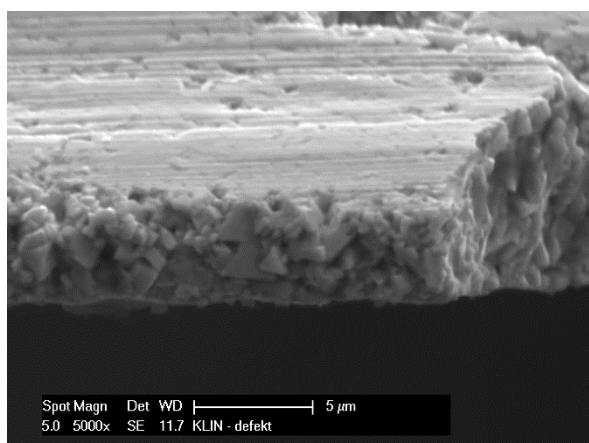
částečně potvrdila u vzorku GF04-1, u kterého došlo k porušení v oblasti břitu (Obrázek 7.3 a 7.4). Z obrázků je patrné vyštípnutí části ostří a šířící se trhlinka.



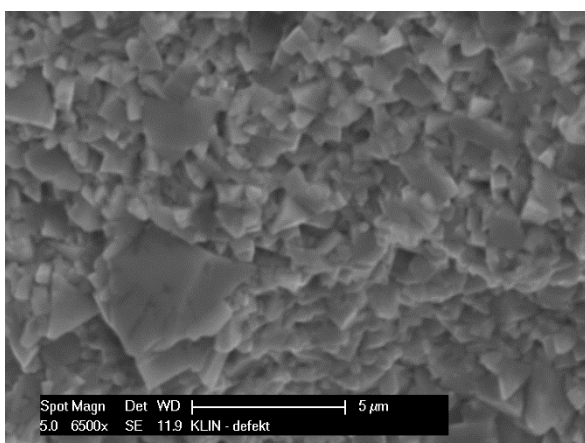
Obrázek 7.3: Vyštípnutí břitu u GF04.



Obrázek 7.4: Vyštípnutí břitu u GF04.



Obrázek 7.5: Lomová plocha.



Obrázek 7.6: Obnažená zrna WC.

Z obrázků 7.5 a 7.6 jsou při vyšším zvětšení patrná obnažená zrna WC, tedy lze usuzovat, že porušení bylo iniciováno ze strany kobaltu. Jak již bylo výše zmíněno, lze předpokládat, že kobalt byl během broušení plasticky vyčerpáván, až došlo k jeho úplnému vyčerpání a porušení. Pokud by se takto kobalt vyčerpával, lze dále usuzovat, že po broušení může být kobaltové pojivo v oblasti ostří deformačně ovlivněno a mohou se zde nacházet kritická místa. K eliminaci tohoto jevu by se dalo docílit žíháním na odstranění vnitřního pnutí, kdy by se obnovila plastická schopnost kobaltu. Tato teze je dále objektem výzkumu.

7.3. Vliv žíhání na zbytkovou napjatost

Žíháním dochází k významnému snížení zbytkových napětí v substrátu, přičemž se obnovují plastické vlastnosti systému WC – Co v oblasti povrchu a podpovrchu. Předpokládá se, že plastické vlastnosti se po broušení v oblasti povrchu značně mění, neboť zde může docházet k plastickému vyčerpávání a k deformačnímu zpevnění WC i Co především v oblasti ostří. Toto chování je značně závislé na zrnitosti WC a množství Co. Množství Co především ovlivňuje volnou délku mezi zrna WC. Při vyčerpání plastických vlastností Co, zde může dojít k iniciaci trhliny a k porušení systému. Žíháním by mělo dojít k obnovení plastických vlastností a teoreticky by mělo dojít k eliminaci tohoto druhu poškození. Tato teorie (definována doc. Křížem) je v kontradikci s teorií prof. Denkeny, neboť ten tvrdí, že substrát by měl vykazovat co nejvyšší tlakovou napjatost (kterou substrát bezpečně snese) před depozicí.

Samotné žíhání bylo provedeno na teplotu 800°C a doba výdrže byla stanovena na dvě hodiny. Tímto způsobem došlo k výraznému snížení tlakových napětí (Tabulka 7.5). Hodnoty

zbytkového napětí po žíhání jsou v intervalu -150 MPa až -380 MPa v tlaku. Dále je patrné, že žíháním není dosaženo úplně ekvivalentních hodnot a hodnota napětí zbytkového po žíhání je odrazem od předchozího stavu napjatosti. Například u vzorku 6M bylo tlakové napětí po broušení nejvyšší a po žíhání si přes značný pokles udržuje stále nejvyšší hodnotu. Napětí rovněž vykazuje větší hodnoty ve směru kolmém na pohyb brusného kotouče a zachová se zde částečně vliv směru broušení. K úplnému odstranění by bylo potřeba prodloužit čas prodlevy.

Žíhané vzorky TSM 33					
Vzorek	Residuální napětí po broušení		Žíháno	Residuální napětí po žíhání	
	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa		$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa
1M	-1153±48	-1873±96		-214±37	-280±67
2M	-1175±55	-1645±69		-222±47	-309±64
6M	-1399±54	-1807±80		-384±78	-381±67
1A	-1118±45	-1852±60		-168±34	-209±70
3A	-1210±43	-1550±46		-154±51	-369±42
4A	-1352±108	-663±114		-178±37	-312±54
6A	-1374±66	-1641±57		Neměřeno	

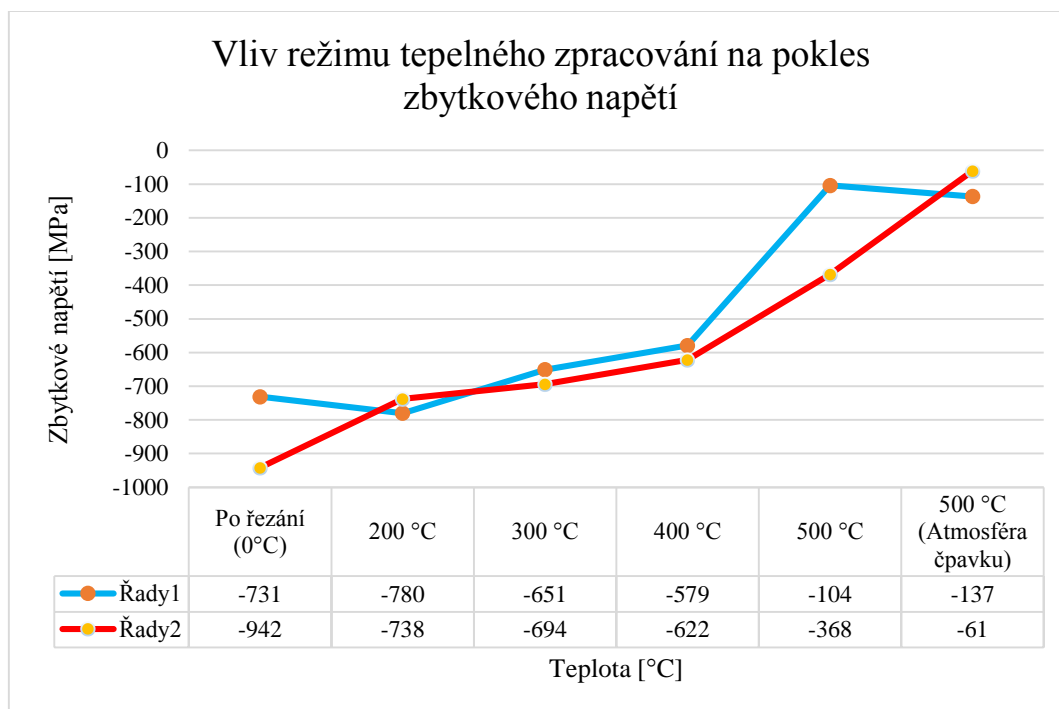
Tabulka 7.5: Vliv žíhání na zbytkovou napjatost SK - TSM 33.

7.3.1. Vliv režimu tepelného zpracování na pokles zbytkového napětí

U další série vzorků byl proveden experiment, při němž byl sledován pokles zbytkového napětí ve vazbě na režimu tepelného zpracování. Tepelné zpracování probíhalo v klasické komorové peci. Vzorky byly před tepelným zpracováním natřeny ochranným proti-oxidačním nátěrem, který se používá pro žíhání ocelí. Výsledky byly uspokojivé přibližně do 400°C, přičemž následně docházelo k výraznější oxidaci vzorků. Měřené vzorky byly před tepelným zpracováním pouze řezány. Vzorky byly žíhány vždy po dobu jedné hodiny pro každou teplotu a následné dochlazení probíhalo volně na vzduchu. Samotné režimy jsou patrné z grafu 7.2. U těchto vzorků byl požadavek na měření zbytkového napětí kobaltové fáze, avšak z důvodu obtížné realizovatelnosti nebylo měření provedeno. Docházelo k intenzivnímu překryvu peaků a kobalt vykazoval jen minimální počet difrakčních maxim. V rámci měření byl zkoušen i režim tepelného zpracování v ochranné atmosféře čpavku, přičemž povrch vykazoval jen minimální množství oxidačních produktů.

Vliv TZ na zbytkové napětí		
Vzorek	Residuální napětí	
	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa
Řezaný	-731±58	-942±79
200 °C	-780±118	-738±122
300 °C	-651±75	-694±117
400 °C	-104±64	-368±75
500 °C	-579±42	-622±59
500 °C (NH ₃)	-137±106	-61±124

Tabulka 7.6: Vliv TZ na zbytkové napětí pro WC - Co(10%).



Graf 7.2: Vliv TZ na pokles zbytkového napětí.

Z tabulky 7.6 a z grafu 7.2 je patrné, že žíháním dochází ke snížení zbytkového napětí. Napětí bylo měřeno postupně po 100°C pro teploty od 200°C až do 500°C. Výdrž na každé teplotě byla 60 minut. Z grafu plyne, že se zvyšující se teplotou dochází k výraznějšímu snížení zb. napětí. Největšího snížení zbytkového napětí bylo pak docíleno při žíhání v ochranné atmosféře čpavku (Vzorek zpracovaný v ochranné atmosféře vykazoval jen minimální oxidaci). To je dáno režimem ohřevu, neboť zde probíhal ohřev z pokojové teploty. U vzorků z komorové pece probíhal ohřev vždy s předchozí teploty, například pro teplotu 300°C začal ohřev z teploty 200°C.

7.3.2. Oxidace za vyšších teplot

Po vyžhání vzorků povrch vykazoval poměrně značné okujení i přesto, že žíhání probíhalo ve vakuu. Při vyšších teplotách proces oxidace probíhá rychleji, neboť systém přechází do energeticky výhodnějšího stavu. Dle výzkumu Liyong Chen roste při oxidaci obsah O přednostně v kobaltu, přičemž se vytváří porézní vrstva s mikrotrhlinami, která snižuje odolnost proti opotřebení. Při studiu literatury lze v podstatě rozlišit tři stadia oxidace WC-Co. Přibližně do 600°C je napadán přednostně kobalt za vzniku oxidů kobaltu. Tímto mechanismem je napadán WC – Co i během procesu obrábění, kdy dochází k postupnému úbytku kobaltového pojiva a vzniká skelet tvořený karbidy wolframu. Tím samozřejmě dochází k degradaci mechanických vlastností komplexu. Při vyšších teplotách (nad 600°C) se začínají tvořit oxidy wolframu WO_3 , které při zvyšování teploty a prodlev vedou k následnému vzniku fáze $CoWO_4$. Tyto změny souvisí s energetickým valem, který musí být překonán, aby došlo ke vzniku dané stabilní fáze. Fáze $CoWO_4$ znamená největší energetický pokles, avšak musí být dodáno velké množství energie.

Dále se mění topografie povrchu, kdy po žíhání plocha vykazuje větší drsnost povrchu vlivem nárůstu oxidické vrstvy. V našem případě nelze očekávat tak významnou oxidaci, neboť žíhání probíhalo ve vakuu, avšak při EDX analýze na povrchu byly přítomny oxidy. Tyto oxidy bylo třeba před depozicí odstranit odleštěním.

Při zařazení technologie tepelného zpracování do procesu předzpracování povrchu před depozicí je nutné eliminovat oxidaci, aby se zajistila dobrá adheze vrstvy.

7.4. Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti v substrátu

Jedná se o fyzikální způsob vytváření tenké vrstvy na povrchu substrátu. Tato vrstva vykazuje značná tlaková zbytková napětí od -2000 MPa až do -8000 MPa dle literatury. Tyto napětí jsou výhodná z hlediska celistvosti vrstvy, neboť uzavírají trhliny, které se v povlaku tvoří. Vysoká zbytková napětí však ovlivňují i substrát samotný. V této stati jsou zmíněny výsledky z hlediska chování substrátu v závislosti na tenké vrstvě. Použité tenké vrstvy byly TiN. TiN základní a nejdéle používaná vrstva. Vzhledem k výborné adhezni schopnosti je používána jako vrstva podkladová u multivrstvých povlaků. Mikrotvrdost této vrstvy je od 20 – 25 GPa, barva je zlatá. Její použitelnost je do 600°C, následně se na ní tvoří oxidy titanu. Další vrstvou je vrstva TiCN, která má vysokou abrazivní odolnost, a to díky vysoké tvrdosti až 35 GPa. Tyto vrstvy vykazují dle literatury vysoký rozdíl ve zbytkové napjatosti a lze předpokládat rozdílný účinek na substrát (z hlediska zbytkového napětí).

U vzorků GF04 byla měřena zbytková napětí po depozici tenkou vrstvou TiN (2-3μm). Vzorek GF04 – 1 byl deponován u první společnosti, vzorek GF04 – 4 byl deponován společností druhou. Vzorky GF04 byly před depozicí pouze broušeny.

Pro TSM 33 byla depozice provedena pro vzorky, jež se liší svým předzpracováním. První část byla broušena a druhá byla vyžihána. Depozice byla provedena první společností.

7.4.1. Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti pro TSM 33

V tabulce 7.7 jsou uvedeny hodnoty zbytkového napětí pro jednotlivé technologické operace, je zde patrný vývoj zbytkových napětí v závislosti na výrobní operaci. Část vzorků byla před depozicí vakuově žihána a část broušena.

Broušené vzorky TSM 33								
V	Vrstva	Tloušťka vrstvy [μm]	Residuální napětí po broušení			Residuální napětí po PVD depozici		
			$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa		$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa	
5M	TiN	2 - 3	-1496±67	-1817±36		-564±57	-816±94	
3M	TiN	4 - 5	-1411±96	-1607±31		-308±166	-497±135	
2A	TiCN	2 - 3	-1511±48	-1866±56		-307±75	-384±78	
7A	TiCN	3 - 4	-1379±67	-1711±68		-486±59	-515±56	
Žihané vzorky TSM 33								
V	Vrstva	Tloušťka vrstvy [μm]	Residuální napětí po broušení		Residuální napětí po žihání		Residuální napětí po PVD depozici	
			$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L$, MPa	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T$, MPa
2M	TiN	2 - 3	-1175±55	-1645±69	-222±47	-309±64	247±95	495±37
6M	TiN	4 - 5	-1399±54	-1807±80	-384±78	-381±67	278±146	342±42
3A	TiCN	2 - 3	-1210±43	-1550±46	-154±51	-369±42	39±51	247±55
4A	TiCN	3 - 4	-1352±108	-663±114	-178±37	-312±54	393±70	156±67

Tabulka 7.7: Vývoj zbytkového napětí pro TSM 33. Vliv PVD depozice na zbytkovou napjatost substrátu. V – vzorek.

Jak již bylo výše zmíněno, tenká vrstva obsahuje značná zbytková tlaková napětí. Dalším významnou vlastností vrstvy je, že v ní není prakticky možná relaxace. Nemožnost relaxace se projevuje právě značnými zbytkovými napětími uvnitř vrstvy. Po depozici tedy vzniká systém substrát – tenká vrstva, přičemž vzniká značná diference zbytkových napětí mezi vrstvou a substrátem. Tento rozdíl se kompenzuje v substrátu a dochází zde ke značnému posunu

zbytkových napětí směrem k napětím tahovým. Tento jev je možné pozorovat z tabulky 7.7, kdy po depozici dochází k výraznému poklesu napětí. Tento překmit napětí je patrný jak u vzorků broušených, tak u vzorků žíhaných. Rozdíl je v tom, že vzorky žíhané vykazují po depozici tahová zbytková napětí. To je dáno předchozím zpracováním. Samozřejmě zde působí i tepelný účinek PVD depozice, ale není tak intenzivní jako silový účinek vrstvy. Překmit napětí lze charakterizovat elementárním Newtonovým zákonem akce a reakce, kdy značné tlakové napětí ve vrstvě vyvolá reakci v substrátu, který se snaží působit opačným účinkem, aby nastala silová rovnováha. V substrátu tedy dojde k posunu napětí v opačném smyslu oproti tenké vrstvě. Další významným poznatkem je, že tepelný účinek, který působil během žíhání, docílil podobného poklesu napětí u broušených vzorků jako PVD depozice. Rozdíl v teplotách je zde 400°C. Tedy pokles napětí během depozice nemůže být připsán pouze tepelnému účinku depozice.

Z hlediska účinku tenké vrstvy, nelze zcela určit vliv typu vrstvy na pokles napětí v substrátu. Pokles napětí byl podobný ve všech případech. Významnějším způsobem ovlivňuje pokles napětí tloušťka tenké vrstvy. Zřetelný je rozdíl u broušených vzorků 5M a 3M. Na vzorek 5M byla deponována vrstva TiN o tloušťce 2 – 3 μm, přičemž došlo k poklesu napětí ve směru transversálním z hodnoty -1496±67 MPa na -564±57 MPa a ve směru longitudinálním došlo k poklesu z hodnoty -1817±36 MPa na -816±94. Na vzorek 3M byla rovněž deponována vrstva TiN, avšak tloušťka je zde 4 – 5 μm. Zde došlo k většímu poklesu, ve směru transversálním z hodnoty -1411±96 MPa na -308±166 MPa a ve směru longitudinálním z hodnoty -1607±31 MPa na -497±135 MPa. Je tedy patrné, že tloušťka vrstvy rovněž ovlivňuje pokles napětí v substrátu. Podobný jev je možné pozorovat u vzorků 2M a 6M. U vrstvy TiCN není patrný tento účinek, to je nejspíše dáno podobnou tloušťkou vrstvy u jednotlivých vzorků.

Další faktory, které mohou iniciovat zbytková napětí, jsou rozdílné strukturní a fyzikální vlastnosti substrátu a tenké vrstvy. Při porovnání struktury, tenká vrstva TiN vykazuje kubickou plošně středěnou mřížku, kdežto karbid wolframu a kobalt mají mřížku šesterečnou, tyto strukturní rozdíly ovlivňují vznik zbytkových napětí. V tomto případě se jedná o možný vznik strukturních napětí. Dalším faktorem může být rozdílnost v hodnotách tepelné roztažnosti, ty jsou však pro TiN a WC velice nízké. Zmíněné faktory je značně náročné analyzovat izolovaně a je třeba brát v úvahu, že se výše zmíněné mechanismy působí společně. Hodnota zbytkového napětí je dána superpozicí všech mechanismů.

7.4.2. Vliv PVD depozice na stav zbytkové napjatosti pro GF04

Vzorky GF04 – 1 a GF04 - 4 byly deponovány vrstvou TiN. Požadavek na tloušťku vrstvy byl v obou případech 2-3μm. Vzorek GF04 – 1 byl deponován první společností a vzorek GF04 – 4 druhou společností. První společnost nedodržela požadavek depozice a byla deponována pouze rovná strana vzorku. Na základě této skutečnosti proběhlo měření zbytkového napětí na rovné ploše v místě 1 a 2 (Obrázek 7.2).

Zbytkové napětí po broušení pro vzorky GF04						
V	Vrstva	Tloušťka vrstvy	Residuální napětí po broušení v místě 1		Residuální napětí po broušení v místě 2	
		[μm]	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L, \text{MPa}$	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T, \text{MPa}$	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L, \text{MPa}$	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T, \text{MPa}$
GF04 - 1	TiN	2 - 3	-1794 \pm 118	-1279 \pm 48	-1794 \pm 118	-1279 \pm 48
GF04 - 4	TiN	2 - 3	Neměřeno			
Zbytkové napětí po depozici pro vzorky GF04						
V	Vrstva	Tloušťka vrstvy	Residuální napětí po PVD depozici v místě 1		Residuální napětí po PVD depozici v místě 2	
		[μm]	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L, \text{MPa}$	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T, \text{MPa}$	$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L, \text{MPa}$	$\sigma_T \pm \Delta\sigma_T, \text{MPa}$
GF04 - 1	TiN	2 - 3	-871 \pm 45	-543 \pm 29	-875 \pm 50	-802 \pm 97
GF04 - 4	TiN	2 - 3	-1089 \pm 86	-639 \pm 43	-1167 \pm 61	-1062 \pm 66

Tabulka 7.8: Vliv PVD depozice na zbytkovou napjatost substrátu pro vzorky GF04.

Zbytková napětí po depozici vzorků GF04 jsou uvedena v tabulce 7.8. Vzorek GF04 – 1 byl měřen i před depozicí. Je zde patrné, že napětí pokleslo přibližně o dvojnásobek své původní hodnoty v místě 1 i 2. Je zde patrný značný pokles zbytkového napětí, ale není tak markantní jako u vzorků TSM 33. To je dáno nejspíše složením WC – Co. GF04 obsahuje pouhá 4% Co a chová se rozdílným způsobem. Velikost zrna je u GF04 oproti TSM 33 menší a z tabulky 4.2 je patrné, že zb. napětí se snižující se velikostí zrna roste. Tím lze vysvětlit menší pokles zb. napětí u GF04 oproti TSM 33.

7.5. Zbytková napětí v tenké vrstvě

Zbytkové napětí v tenké vrstvě bylo měřeno metodou multi hkl. Experimentální podmínky jsou uvedeny v kapitole 6.4.2. Zbytkové napětí bylo měřeno ve vrstvě TiN, přičemž dle dostupné literatury dosahuje až -2,5 GPa. Měření je relativně problematické, neboť v tenkých vrstvách jsou značné gradienty zbytkového napětí. Tyto gradienty vnášejí do měření značné chyby, to je patrné z tabulky 7.9.

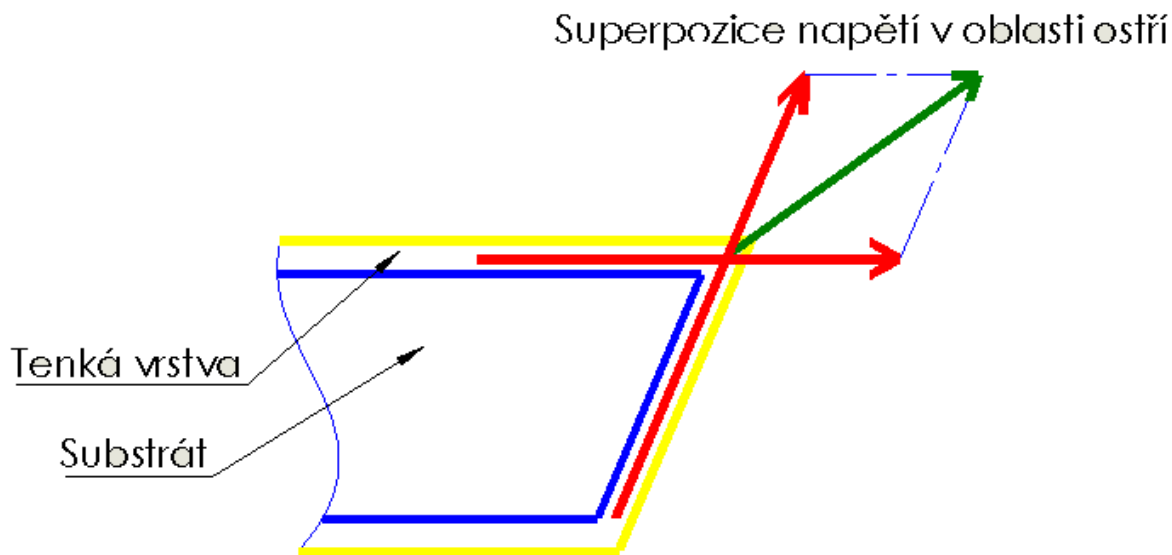
Vzorek	Předzpracování substrátu	Tloušťka vrstvy TiN [μm]	Zbytkové napětí ve vrstvě
			$\sigma_L \pm \Delta\sigma_L, \text{Mpa}$
GF04 - 1	Broušeno	2 - 3	-1473 \pm 735
GF04 - 4	Broušeno	2 - 3	-2369 \pm 829
2M	Žiháno	2 - 3	-2663 \pm 751
3M	Broušeno	4 - 5	-2158 \pm 321
5M	Broušeno	2 - 3	-2025 \pm 435
6M	Žiháno	4 - 5	-3143 \pm 1656

Tabulka 7.9: Zbytkové napětí v tenké vrstvě TiN. GF04 – 4 byl jako jediný vzorek deponován druhou společností.

Z tabulky je patrné, že zbytková napětí ve vrstvě se pohybují v rozsahu – 1500 MPa až – 3000 MPa. Lze značně polemizovat nad přesnou hodnotou, neboť chyby v měření jsou značné. Hodnota má především význam z hlediska působení vrstvy na substrát.

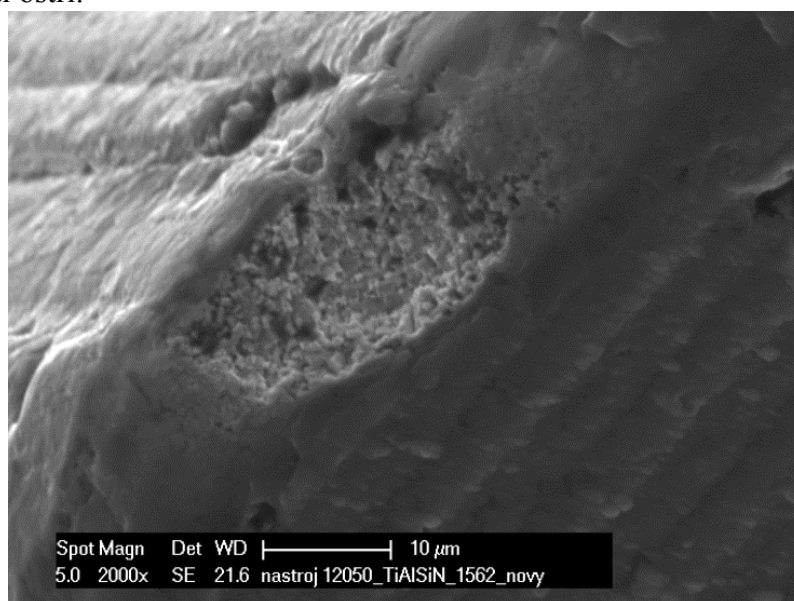
Dalším významným faktorem, který přispívá k porušení deponovaných SK, je stav napjatosti v oblasti ostří nástroje, který vytváří tenká vrstva (PVD). V oblasti ostří dochází

k superpozici zbytkových napětí, která působí v tenké vrstvě. Vzniklé napětí působí intenzivně na ostří, přičemž může dojít ke koheznímu porušení substrátu. Zjednodušené schéma jevu je uvedeno na obrázku 7.7. Jedná se o možný přístup k řešení dané problematiky, který zatím není podložen hlubším výzkumem.



Obrázek 7.7: Superpozice napětí v tenké vrstvě v oblasti ostří nástroje.

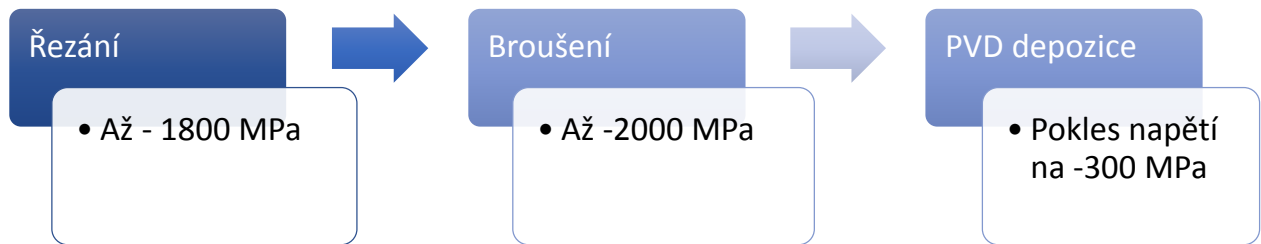
Pokud napětí, koncentrované v oblasti břitu nástroje, překročí mezní hodnotu pevnosti substrátu, dochází k okamžitému vyštípnutí břitu nástroje. Samotné napětí v oblasti břitu nástroje může dále narůst během obráběcího procesu, neboť může superponovat s napětími, které vznikají během procesu. Na obrázku 7.8 je uveden případ vyštípnutí břitu u deponovaného slinutého karbidu. Je patrné, že nedošlo k adheznímu porušení na rozhraní mezi vrstvou a substrátem, ale došlo k porušení koheznímu uvnitř substrátu. Koncentrace napětí, z fyzikálního hlediska, dále závisí na geometrii ostří, neboť ta bude ovlivňovat superpozici napětí v oblasti ostří.



Obrázek 7.8: Kohezní poškození substrátu u deponovaného SK.

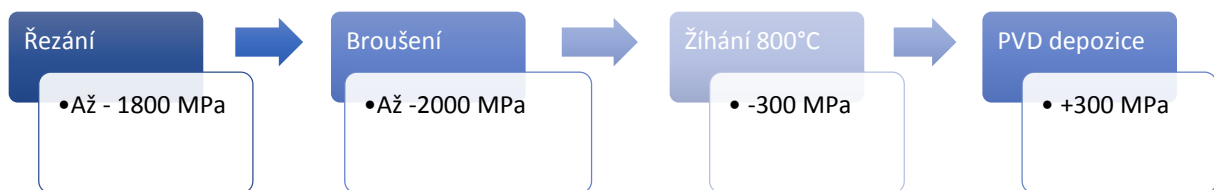
7.6. Vývoj zbytkového napětí

V této kapitole jsou shrnuty výsledky z měření zbytkové napětí. Je zde graficky znázorněn vývoj zbytkových napětí v závislosti na použitých výrobních technologiích.



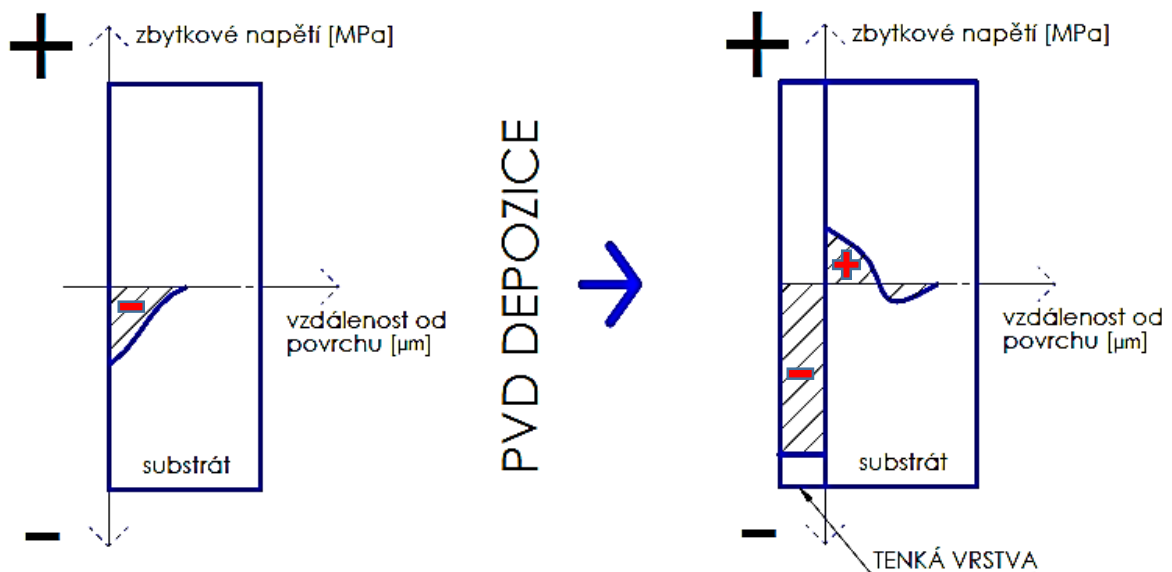
Obrázek 7.9: Vývoj zbytkového napětí pro vzorek před depozicí broušený.

Na schématu 7.9 je patrný vývoj napětí pro vzorek, který byl před depozicí broušený. Při řezání dochází ke vzniku tlakových zbytkových napětí. Během broušení dochází k odebrání vrstvy ovlivněné řezáním a dochází ke vzniku tlakových zbytkových napětí, která dosahují až -2000 MPa v tlaku. Během procesu působí především mechanický účinek, neboť tepelný je potlačený chladicím médiem, to vede ke vzniku zbytkových tlakových napětí v oblasti povrchu. Během depozičního procesu dochází k posunu napětí v tahovém směru, to je dáno tepelným účinkem operace a silovým účinkem tenké vrstvy.



Obrázek 7.10: Vývoj zbytkového napětí pro vzorek před depozicí žíhaný.

Na schématu 7.10 je popsán vývoj pro vzorek, který je před depozicí žíhán. Během žíhání dochází k poklesu zbytkových napětí na hodnotu -300 MPa. Během depozice napětí přechází do napětí tahových vlivem silového účinku tenké vrstvy a tepelného účinku depozice (Obrázek 7.11). Na obrázku je vyobrazen posun zbytkového napětí ve SK vlivem zb. tlakového napětí v tenké vrstvě.



Obrázek 7.11: Schéma překmitu napětí v substrátu po depozici u žíhaného vzorku.

8. Hodnocení systému tenká vrstva - substrát

V této stati jsou uvedeny výsledky hodnocení systému tenká vrstva – substrát. Významný výstupem je dále porovnání hodnot pro broušené a tepelně zpracované vzorky. Tepelné zpracování SK před depozicí je objektem výzkumu pracoviště a výsledky jsou důležité z hlediska budoucího vývoje.

8.1. Vliv předzpracování povrchu na lomovou houževnatost SK

Měření lomové houževnatosti bylo prováděno pro vzorky z TSM 33. Byl zde sledován vliv předzpracování na hodnotu lomové houževnatosti. Porovnán byl broušený a žíhaný vzorek.

Samotné měření je prováděno pomocí Vickersova tvrdoměru, kdy je indentorem vytvořen makrovrtisk při zatížení 30kg. Zaznamenává se naměřená tvrdost a suma délek trhlin, které se vytvoří v rozích vtisku. V závislosti na typu trhliny se zvolí formule pro výpočet lomové houževnatosti. Pro SK byly zvoleny formule dle Palmqvista a Shettyho, které se volí pro mělké (Palmqvistovi) trhliny. Volba formule je odvozena na základě diplomové práce A. Janouška, který zkoumal hloubkový profil vzniklých trhlin. Výsledky měření jsou značně závislé na zpracování povrchu. V rámci práce byl zkoumán povrch broušený, který vykazuje značná tlaková napětí a povrch broušený a následně žíhaný, jenž vykazuje rapidní snížení hodnot zbytkového napětí. Aby byla hodnota lomové houževnatosti relevantní pro celý objem materiálu, bylo provedeno žíhání, kdy norma pro měření houževnatosti dle Palmqvista ISO 28079 uvádí, že stačí žíhat jednu hodinu při teplotě 800°C. Pro měření byla volena prodleva dvě hodiny. Samotné měření probíhalo na třech místech u každého vzorku.

Samotné vtisky byly orientovány tak, aby vždy jedna z uhlopříček vtisku byla rovnoběžná se směrem broušení, a druhá uhlopříčka vtisku je na něj kolmá. Orientace zohledňuje měření zbytkového napětí v těchto směrech.

K_{IC} pro vzorek broušený				
Měření	HV 30	Suma délek [mm]	Wk dle Palmqvista [NM/m^{3/2}]	KIC dle Shettyho [NM/m^{3/2}]
1	1731	0,148	16,59	16,3
2	1742	0,145	16,8	16,5
3	1739	0,144	16,85	16,54
Průměrná hodnota			16,7	16,4
Směrodatná odchylka			0.1126	0.1049
K_{IC} pro vzorek broušený a žíhaný				
1	1661	0,291	11,6	11,4
2	1667	0,323	11	10,8
3	1741	0,325	11,2	11
Průměrná hodnota			11,3	11,07
Směrodatná odchylka			0.2494	0.2494

Tabulka 8.1: Lomová houževnatost pro broušený a žíhaný vzorek TSM 33.

Při měření trhlin broušených vzorků v jednotlivých směrech byl patrný vliv rozdílných hodnot zbytkové napjatosti. Ve směru kolmo na broušení byly trhliny delší, neboť na ně působilo menší zbytkové tlakové napětí. Ve směru podél broušení jsou trhliny kratší (působilo na ně větší tlakové napětí) a je patrné, že hodnota tlakového zbytkového napětí významně ovlivňuje šíření trhlin. Z tohoto pohledu lze sledovat pozitivní vliv tlakové zbytkové napjatosti na šíření trhlin v oblasti povrchu, kdy dochází k jejich uzavírání. Samotné hodnoty lomové

houževnatosti jsou vyšší oproti hodnotě udávané výrobcem, protože reprezentují pouze povrch po broušení, který je značně ovlivněn (Tabulka 8.1). K relevantnímu hodnocení musí být povrch odleštěn a nebo vyžihán, aby nebyly hodnoty zkresleny zbytkovou napjatostí. Z tabulky 8.1 je dále patrné, že výpočty dle Palmqvista a Shettyho vykazují podobné hodnoty.

Při porovnání hodnoty tvrdosti HV30 s hodnotou uvedenou výrobcem je patrná vyšší hodnota tvrdosti u měřených vzorků. To je dáno orientací vtisku, kdy při umístění uhlopříčky vtisku rovnoběžně se směrem broušení jsou hodnoty poněkud zkresleny. Při správném umístění vtisku byla naměřena hodnota tvrdosti HV30 1600, což přibližně koresponduje s hodnotou uvedenou výrobcem, avšak nelze zohlednit vliv směru působících vnitřních napětí na šíření trhlin.

Již na první pohled je z tabulky 8.1 patrné, že po žihání došlo ke značnému snížení hodnot lomové houževnatosti, to je dáno poklesem zbytkových napětí v substrátu. Trhliny po vyžihání vykazovaly nárůst délky, neboť tlakové napětí už je neuzavíralo tak intenzivně jako u broušených vzorků. Po vyžihání sice došlo k rapidnímu snížení napjatosti, avšak stále byly v substrátu přítomna tlaková napětí v rozmezí -100 až -300 MPa v tlaku. Tedy byl zde stále přítomný efekt uzavírání trhlin, což se projevilo v poněkud větší hodnotě lomové houževnatosti oproti hodnotě udávané výrobcem. Výrobce udává hodnotu $9,4 \text{ NM/m}^{3/2}$, což je přibližně o dvě jednotky nižší než mnou naměřená hodnota. Z měření dále vyplynulo, že po vyžihání poklesla tvrdost povrchu oproti broušenému stavu.

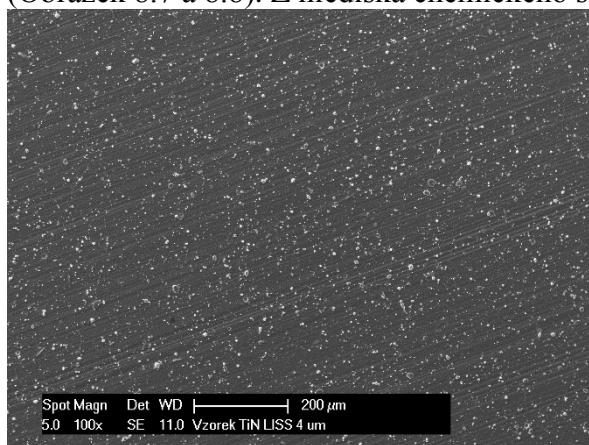
8.2. Analýza povrchu a chemického složení tenkých vrstev

Analýza byla provedena pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Analyzován byl stav povrchu a chemické složení tenkých vrstev. Část vzorků byla deponována v první společnosti. Jednalo se o vrstvy TiN a TiCN. Ve druhé společnosti byla deponována vrstva TiN. Dvě společnosti byly zvoleny, aby došlo k porovnání kvality zpracování.

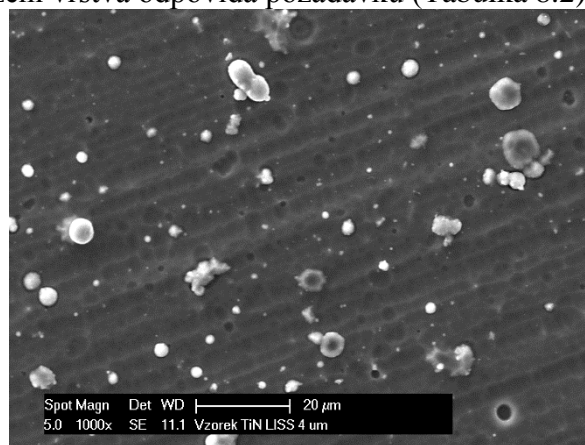
8.2.1. Analýza vrstev TiN a TiCN

Ze snímků 8.1 a 8.2 je patrné, že vrstva TiN vykazuje značné množství makročástic, které mohou zhoršovat užité vlastnosti tenké vrstvy. Přítomnost makročástic značně ovlivňuje morfologii a drsnost povrchu. Mění se kontaktní plocha, to způsobuje změnu tření a zvětšení opotřebení. Dle literatury se snižuje i korozní odolnost povlaku. Jedná se o částice α -Ti s h.c.p mřížkou. Tyto částice jsou jen slabě vázány k vrstvě a po jejich oddělení vzniká díra. Díra je patrná na snímku 8.3. Detailní snímky částic jsou zobrazeny na obrázcích 8.3 a 8.4.

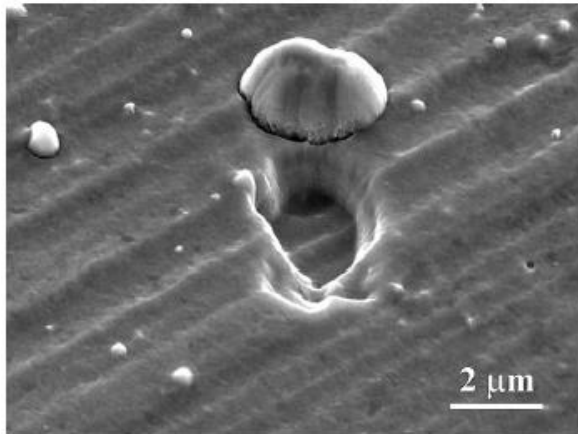
Lepší jakosti tenké vrstvy bylo docíleno u vrstev, které byly deponovány druhou společností. Jedná se o vzorky GF04, kde tenká vrstva nevykazuje výraznější nehomogenity (Obrázek 8.7 a 8.8). Z hlediska chemického složení vrstva odpovídá požadavku (Tabulka 8.2).



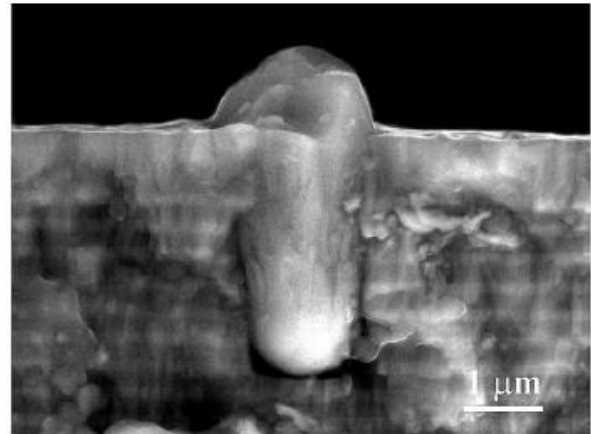
Obrázek 8.1: TiN 100x zvětšeno.



Obrázek 8.2: TiN 1000x zvětšeno.

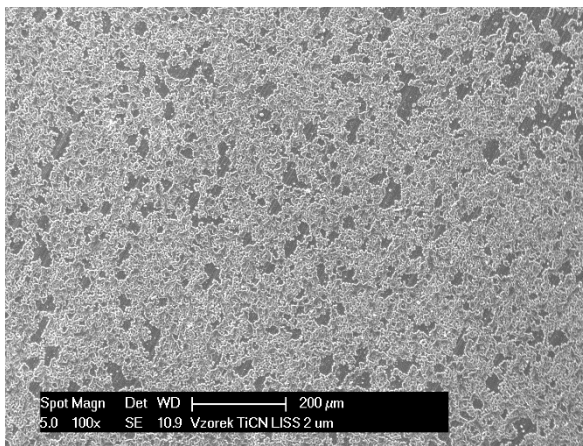


Obrázek 8.3: Detail vrstvy TiN.

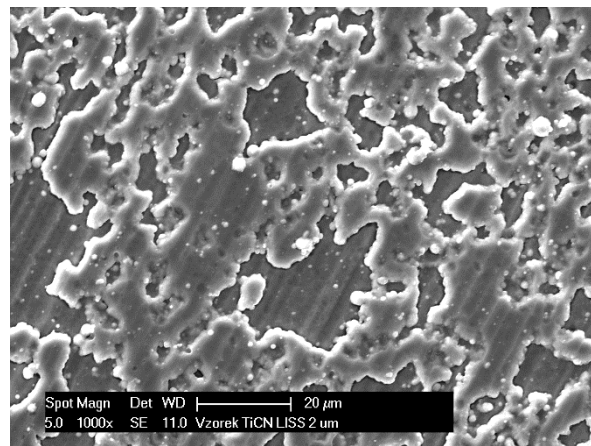


Obrázek 8.4: Makročástice Ti v tenké vrstvě TiN.

Na dalších snímcích 8.5 a 8.6 je uveden snímek z elektronového řádkovacího mikroskopu vrstvy TiCN, která byla rovněž deponována u první společnosti. Vrstva je rovněž nehomogenní a vykazuje mapy na povrchu. Nehomogenní povrch jako u předchozí vrstvy zhoršuje třecí vlastnosti a může zkracovat dobu životnosti. Vrstva splňuje požadavky z hlediska chemického složení. V tabulce 8.2 jsou uvedena chemická složení pro jednotlivé tloušťky tenkých vrstev.



Obrázek 8.5: TiCN 100x.



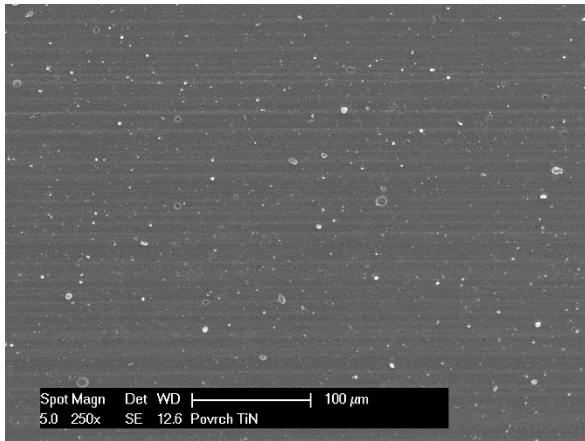
Obrázek 8.6: Mapy na povrchu TiCN.

TiN		
Tloušťka vrstvy [μm]	Ti Wt[%]	N Wt[%]
2 – 3	76.38	23.62
4 – 5	76.27	23.73

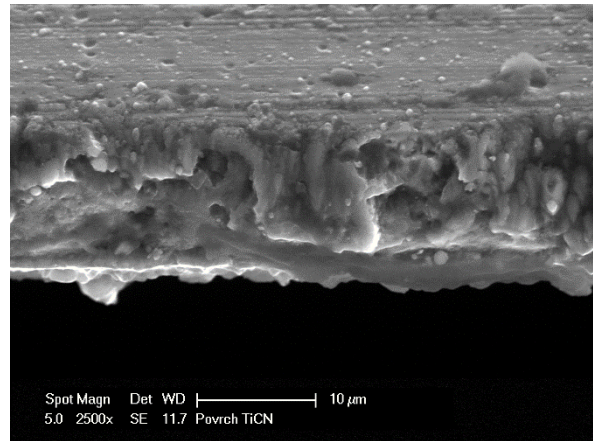
TiCN			
Tloušťka vrstvy [μm]	Ti Wt[%]	C Wt[%]	N Wt[%]
2 - 3	71.51	19.71	8.78
3 - 4	71.77	18.97	9.28

Tabulka 8.2: EDX Analýza chemického složení (EDX) vrstev TiN a TiCN.

Na dalším snímku 8.7 je uvedena vrstva TiN, jenž byla deponována u druhé společnosti na vzorek GF04. Tato vrstva v porovnání s první společností nevykazuje velké množství nehomogenních částic. Na dalším snímku 8.8 je zobrazen stav ostří po depozici.



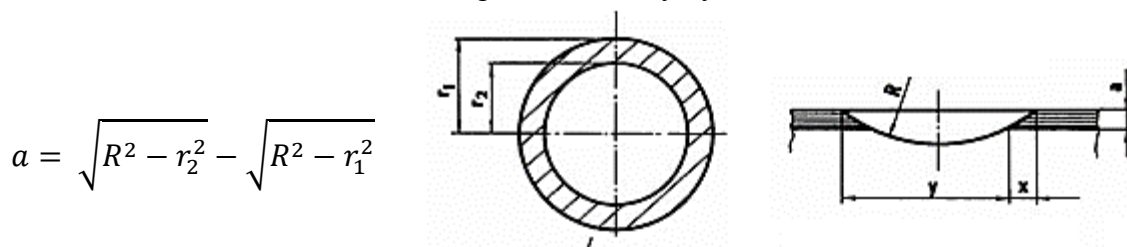
Obrázek 8.7: Stav TiN 100x zvětšeno.



Obrázek 8.8: Stav ostří po depozici TiN.

8.3. Měření tloušťky tenkých vrstev

Měření tloušťky bylo provedeno pomocí kalotestu. Při této metodě se vytvoří na povrchu tenké vrstvy kulový vtisk, který musí zasahovat do substrátu. Po vytvoření je vtisk proměřen a na základě příslušného vztahu se stanoví tloušťka vrstvy. Kontrola tloušťky proběhla u vzorků TSM33 u vrstev TiN a TiCN. Průměr použité kuličky byl 25 mm.



Obrázek 8.9: Schéma kalotestu. [28]

V tabulce 8.3 jsou uvedeny výsledky kalotestu. Ve většině případů bylo dosaženo požadavku. Odchyłky od předpisu jsou jen minimální.

Hodnocení tloušťky vrstev TiN a TiCN			
Vzorek	Vrstva	Požadavek na tloušťku [μm]	Vypočtená tloušťka a [μm]
1M	TiN	2 - 3	1,6
2M	TiN	2 - 3	2,4
4M	TiN	2 - 3	2,4
5M	TiN	2 - 3	1,9
3M	TiN	4 - 5	3,8
6M	TiN	4 - 5	3,8
1A	TiCN	2 - 3	2,7
2A	TiCN	2 - 3	2,6
3A	TiCN	2 - 3	2
5A	TiCN	2 - 3	2,74
7A	TiCN	3 - 4	3,1
4A	TiCN	3 - 4	2,9

Tabulka 8.3: Vypočtené hodnoty tloušťky tenkých vrstev.

8.4. Adhezivně kohezivní chování systémů tenká vrstva – substrát

Adheze je velice důležitým faktorem při hodnocení systému tenká vrstva – substrát. Z hlediska našeho záměru je důležité především sledovat závislost na zpracování povrchu před depozicí. Část vzorků byla broušena a část žíhána, přičemž bylo sledováno předzpracování na adhezivně-kohezivní chování. Při měření adheze je rozhodující energie nutná k porušení vazeb na rozhraní tenká vrstva – substrát. Metody stanovení adheze vrstev jsou proto založeny na vytvoření definovaného napětí na rozhraní a stanovení jeho kritické hodnoty, při níž dochází k porušení rozhraní a odloupení části vrstvy. Adheze je dále značně závislá na vazebných silách mezi vrstvou a substrátem. Tyto síly jsou ovlivněny: hodnotou kinetické energie dopadajících atomů a iontů na povrch, změnou depozičních parametrů, strukturními vlastnostmi substrátu, stavem a čistotou povrchu v okamžiku počátku tvorby vrstvy.

K hodnocení adheze byly v rámci DP aplikovány metody: Mercedes test a Scratch test. Mercedes test je nenáročný a nevyžaduje náročnější úpravu povrchu v porovnání se Scratch testem. Metoda je však méně přesná oproti Scratch testu.

8.4.1. Vyhodnocení zkoušky „Mercedes test“

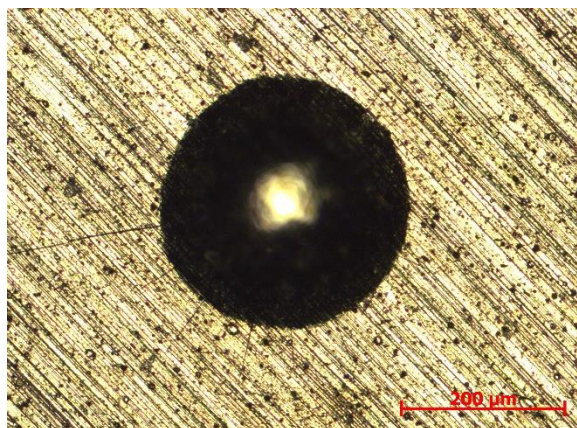
Při Mercedes testu je na povrchu vytvořen vtisk pomocí Rockwellova tvrdoměru. Zatížení 1500 N vytvoří napětí, při kterém dochází k porušení a vytvoření trhlinek, které se šíří k povrchu. Vtisk je dále hodnocen přiřazením vtisků do jednotlivých kategorií s adhezivním a kohezivním číslem, které charakterizují stupeň popraskání či odloupení vrstvy (Obrázek 8.10). Pro každý vzorek byly vytvořeny tři vtisky. Měření bylo provedeno pro vzorky TSM 33.



Obrázek 8.10: Hodnocení porušení okolí vtisku vytvořeného Rockwellovým indentorem při zatížení 1500N. [25]

Hodnocení vrstvy TiN pro SK TSM 33

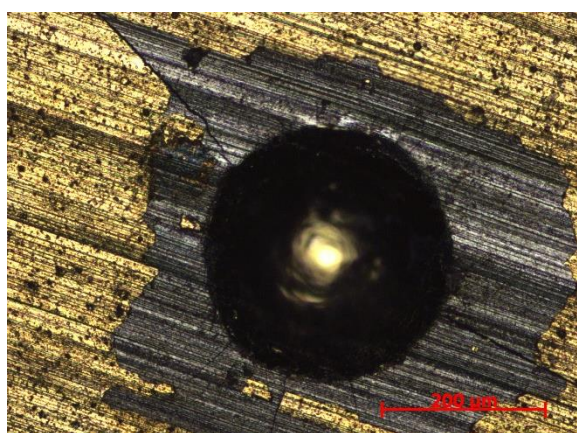
Na obrázku 8.11 je uveden vtisk pro vzorek 4M, který byl deponován vrstvou TiN. Na obrázku 8.12 je uveden vzorek 3M, který byl deponován rovněž vrstvou TiN, avšak tloušťka zde byla 4 – 5 μm . Vzorky 3M a 4M byly před depozicí broušeny. Z těchto obrázků a z tabulky 8.4 lze pozorovat, že SK vykazuje velmi pevné spojení s tenkou vrstvou, neboť vzorky vykazují velice pevnou vazbu mezi vrstvou a substrátem. Neschopností plastické deformace slinutého karbidu a vrstvy TiN bylo vyvoláno vtiskem hrotu indentoru ve vrstvě silné tlakové napětí, které má za následek dlouhé praskliny jdoucí i několik milimetrů od místa iniciace. Vznik takovýchto kohezivních porušení bez téměř žádného adhezivního poškození lze vysvětlit silnými vazbami na rozhraní tenké vrstvy a substrátu. U vzorků žíhaných (Obrázky 8.13 a 8.14) nebylo dosaženo dobré adheze. Lze předpokládat, že po tepelném zpracování na vzorku byly oxidy, které výrazně zhoršily adhezi. Dále byl patrný rozdílný způsob šíření kohezivního poškození okolo vtisku. Vzorky tepelně zpracované vykazují delší trhliny se širším průřezem, to je zřejmě dáno stavem zbytkové napjatosti, kdy trhliny nejsou tak intenzivně uzavírány zbytkovými tlakovými napětími.



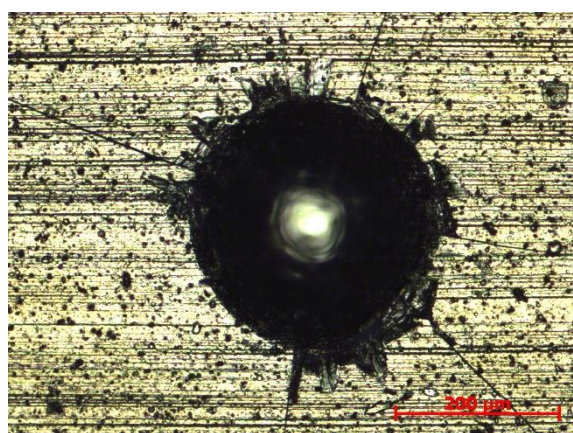
Obrázek 8.11: Vzorek 4M. TiN 4 – 5 μm .



Obrázek 8.12: Vzorek 3M. TiN 4 – 5 μm .



Obrázek 8.13: Vzorek 1M TiN 2 - 3 μm .



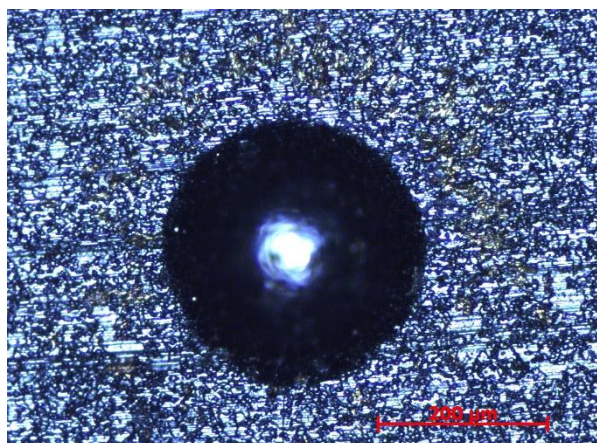
Obrázek 8.14: Vzorek 6M TiN 4 – 5 μm .

Mercedes test pro TSM 33, deponováno TiN				
Vzorek	Předzpracování	Typ vrstvy a tl. vrstvy [μm]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
4M	Broušeno	TiN 2 - 3	A1	K2
5M	Broušeno	TiN 2 - 3	A1	K2
3M	Broušeno	TiN 4 - 5	A2	K2
1M	Žiháno	TiN 2 - 3	A6	K2
2M	Žiháno	TiN 2 - 3	A4	K2
6M	Žiháno	TiN 4 - 5	A2	K2

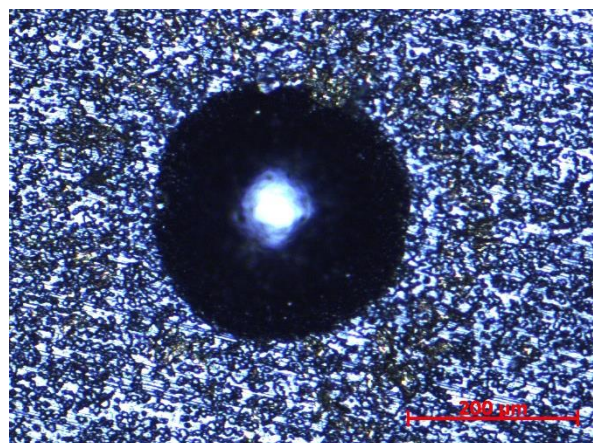
Tabulka 8.4: Adhezivně-kohezivní hodnocení SK TSM 33 deponováno TiN při zkoušce Mercedes test.

Hodnocení vrstvy TiCN pro SK TSM 33

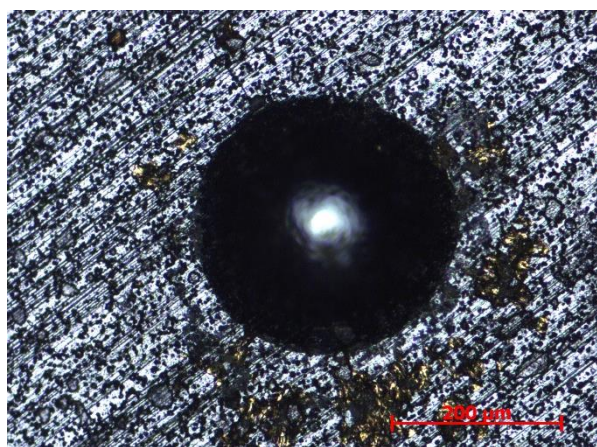
U broušených vzorků bylo docíleno velice dobré adheze, to je patrné z obrázků 8.15 a 8.16 a z tabulky 8.5. Žíhané vzorky vykazovaly horší adhezi (Obrázky 8.17 a 8.18), to bylo zapříčiněno nejspíše oxidy, které se na povrchu po žihání vytvořily. Výsledky vykazují podobné hodnoty, kterých bylo docíleno u vrstvy TiN.



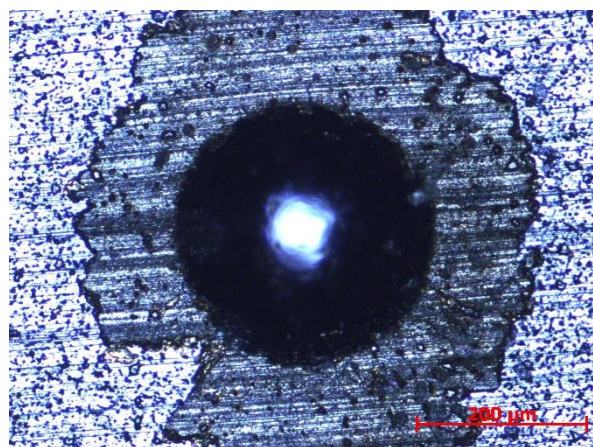
Obrázek 8.15: Vzorek 2A TiCN 2-3 μm.



Obrázek 8.16: Vzorek 7A TiCN 3-4 μm.



Obrázek 8.17: Vzorek 1A TiCN 2-3 μm.



Obrázek 8.18: Vzorek 4A TiCN 3-4 μm

Mercedes test pro TSM 33, deponováno TiCN				
Vzorek	Předzpracování	Typ vrstvy a tl. vrstvy [μm]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
2A	Broušeno	TiCN 2 - 3	A1	K1
5A	Broušeno	TiCN 2 - 3	A1	K1
7A	Broušeno	TiCN 3 - 4	A1	K1
1A	Žiháno	TiCN 2 - 3	A3	K1
3A	Žiháno	TiCN 2 - 3	A3	K1
4A	Žiháno	TiCN 3 - 4	A6	K1

Tabulka 8.5: Adhezivně-kohezivní hodnocení SK TSM 33 deponováno TiCN při zkoušce Mercedes test.

8.4.2. Vyhodnocení zkoušky „Scratch test“

Principem této zkušební metody je plynulé zatěžování indentoru, který vykonává pohyb rovnoběžně s rozhraní vrstva – substrát. Indentor může být zatěžován konstantní nebo plynule se zvyšující silou, přičemž proniká do povrchu vzorku, na němž vytváří vryp. Během zatěžování se překrývají tři různé složky napětí: elasticko-plastické vnikací napětí, napětí způsobené tangenciální třecí silou a vnitřní pnutí. Tato napětí vytváří na rozhraní vrstva – substrát značná pnutí, které při dosažení kritické hodnoty zapříčiní odtržení vrstvy od podkladového materiálu. Hodnota napětí, při níž dojde k odtržení vrstvy, se nazývá kritické napětí L_c a je mírou adheze vrstvy. [25] Hodnota kritického ztížení větší než 60N zajistí dobrou adhezi během provozního zatížení.

Hodnotu kritického zatížení L_c , při níž dojde k porušení vrstvy, lze zjišťovat několika způsoby: pomocí připojeného optického mikroskopu, popř. pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu doplněného o zpracování zaznamenaných závislostí koeficientu tření a signálu akustické emise na normálovém zatížení. [26]

Pro účely této DP je především zásadní porovnání adheze z hlediska předzpracování povrchu. Nebyla zde provedena hlubší analýza vrypů. Všechny vzorky byly zkoušeny za stejných podmínek, aby bylo možné provést srovnání výsledků z hlediska předzpracování povrchu. Nebylo zde provedeno porovnání z hlediska kritického zatížení, neboť povrch vykazoval poměrně značnou drsnost, která značně komplikuje přesné určení L_c . Ze záznamů zkoušky je dále patrný určitý pokles normálové síly F_z , k tomu by dle normy nemělo docházet a síla by měla lineárně narůstat (Lze pochybovat nad správnou funkčností přístroje). Test především sloužil jako porovnání stavu broušeného a tepelně zpracovaného z hlediska adhezivně kohezivního chování systému tenká vrstva - substrát. V grafu je černou čarou vyznačen průběh normálové síly F_z [N], červenou čarou průběh koeficientu tření COF a zeleně signál akustické emise AE [V].

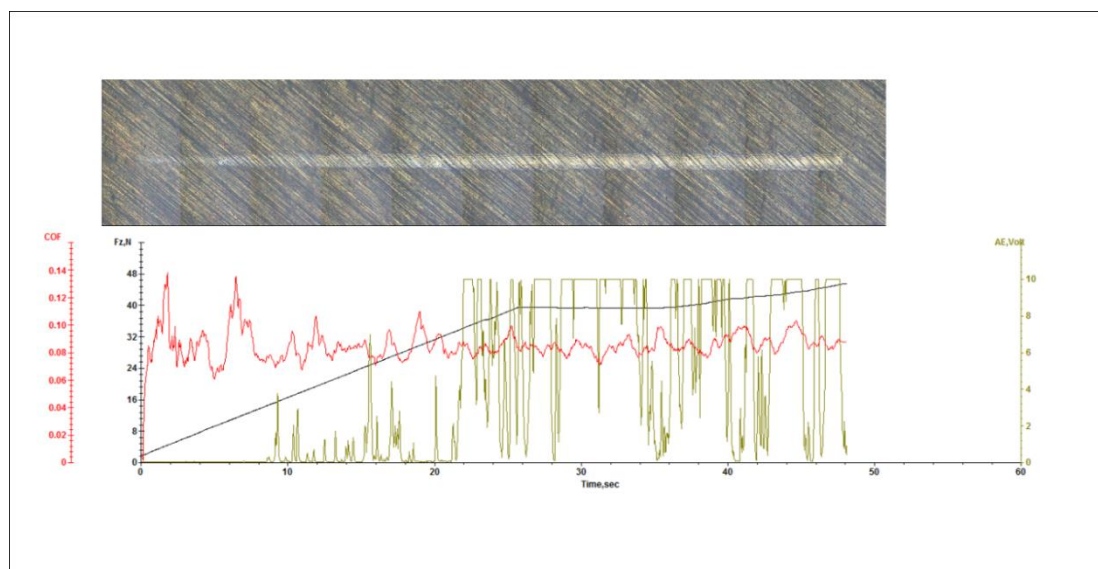
Parametry zkoušky

- Diamantový indentor Rockwell 120°, poloměr 200 μm
- Zatěžovací síla 2 až 82 N
- Délka vrypu 8 mm
- Rychlost posuvu stolku 10 m/min

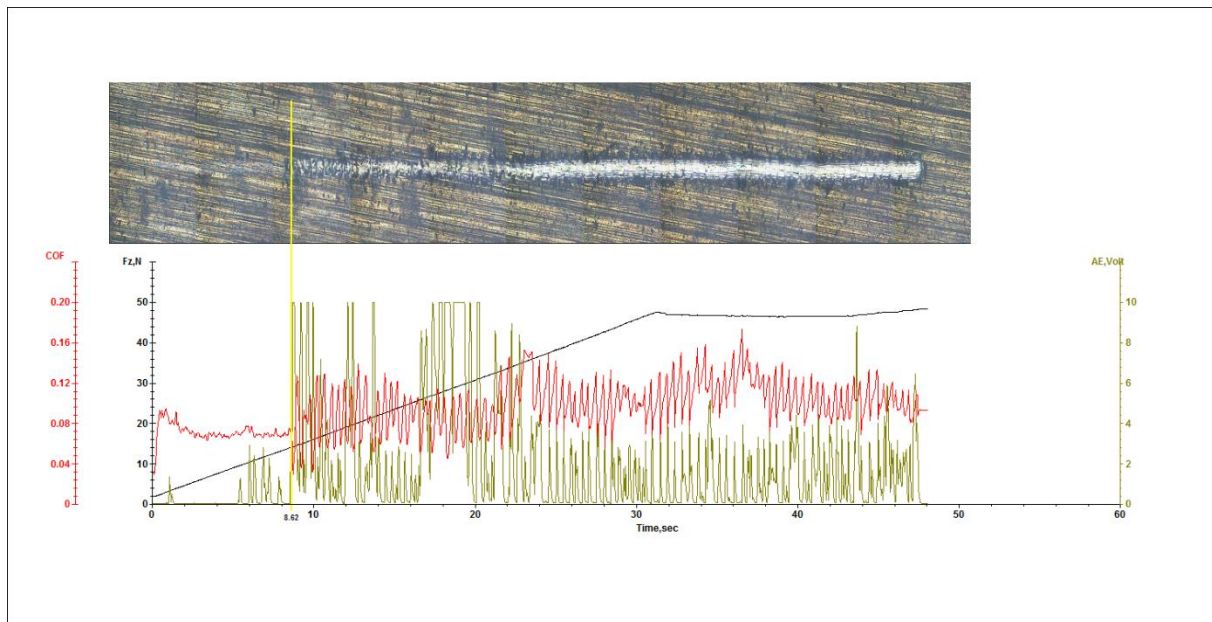
Hodnocení vrstvy TiN pro TSM 33

Ze záznamu 8.19 je patrné, že vrstva TiN na broušeném substrátu vykazuje velice dobré adhezní schopnosti, neboť nedošlo k dosažení k odtržení vrstvy na definované dráze. Vzorky pro hodnocení byly malého průměru a nebylo možné vytvořit delší vryp. Signál akustické emise (AE – zelený signál) poukazuje na tvorbu podpovrchových kohezivních trhlin. Hodnocení v tomto případě koresponduje s výsledkem Mercedes testu, kde bylo dosaženo velice dobré adheze.

Vzorky žíhané dosáhly velice špatné adhezní schopnosti (Obrázek 8.20), což koresponduje s Mercedes testem. Špatná adheze je způsobena nejspíše oxidy, které jsou přítomny na povrchu. Kritické zatížení pro vzorek lze určit, neboť bylo patrné odtržení tenké vrstvy $L_c = 16,7$ N. Jedná se o velice nízkou a nevyhovující hodnotu z hlediska provozního zatížení. Z obrázku 8.20 je patrná skoková změna signálu akustické emise a koeficientu tření.

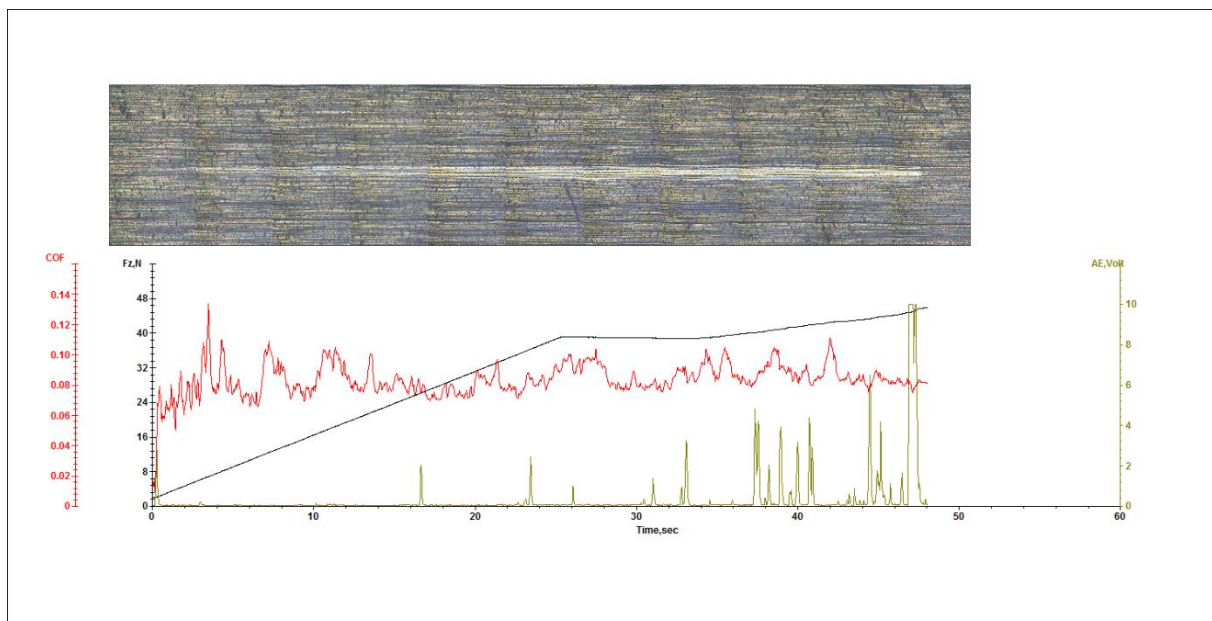


Obrázek 8.19: Vzorek 5M broušený TiN 2 – 3 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“. Červený signál – koeficient tření COF, zelený signál – signál akustické emise AE.



Obrázek 8.20: Vzorek 2M žíhaný TiN 2 – 3 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“.

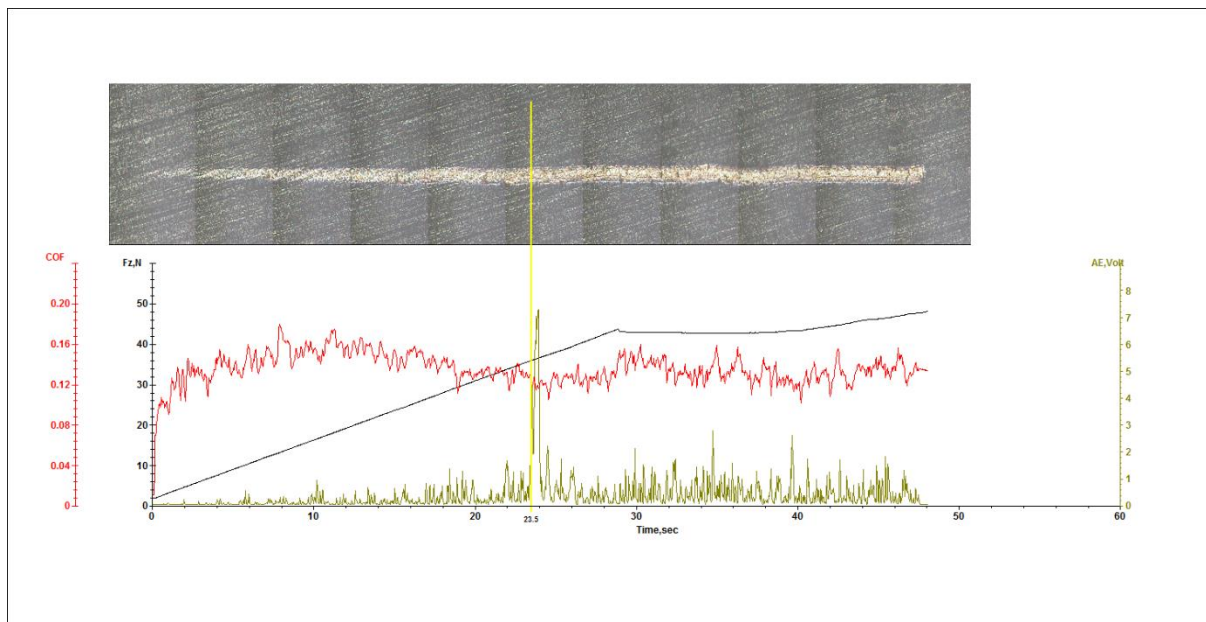
Žíhaný vzorek 6M s tenkou vrstvou TiN 4 – 5 μm vykazuje velice dobré adhezní schopnosti (Obrázek 8.21). Na definované dráze nebylo dosaženo kritického zatížení. V tomto případě lze přisuzovat dobré adhezní vlastnosti stavu povrchu. Žíhaný vzorek pravděpodobně nevykazuje oxidy, které by zhoršovaly adhezi tenké vrstvy. Z toho plyne, že eliminací oxidace během tepelného zpracování lze zajistit dobrou adhezi tenké vrstvy. Z hlediska tepelného zpracování SK je to důležitý poznatek.



Obrázek 8.21: Vzorek 6M žíhaný TiN 4 – 5 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“.

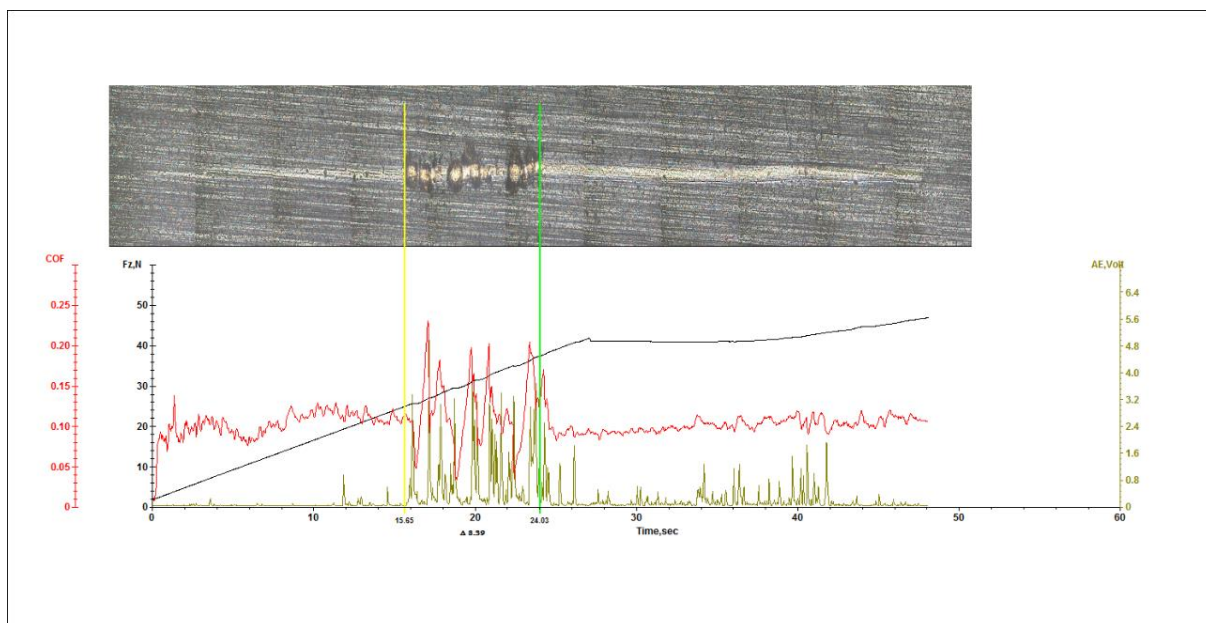
Hodnocení vrstvy TiCN pro TSM 33

Vzorky broušené a deponované vrstvou TiCN dosáhly prokazatelně horší adheze v porovnání se vzorky broušenými, které byly deponovány vrstvou TiN, to je patrné z obrázku 8.22, kdy lze pozorovat výskyt signálu akustické emise. Kritické zatížení potřebné k odtržení vrstvy je $L_c=32N$. Zhoršená adheze může být připsána poněkud větší drsnosti povrchu.



Obrázek 8.22: Vzorek 2A broušený TiCN 2 – 3 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“.

Vzorek žíhaný (Obrázek 8.23) vykazuje horší adhezní schopnost oproti stavu broušenému, to je dáno pravděpodobně vlivem zoxidovaného povrchu. Na obrázku je patrné odkrytí substrátu, to lze pozorovat i ze záznamu akustické emise a koeficientu tření. Hodnota kritického zatížení $L_c=16,7N$.



Obrázek 8.23: Vzorek 3A žíhaný TiCN 2 – 3 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“.

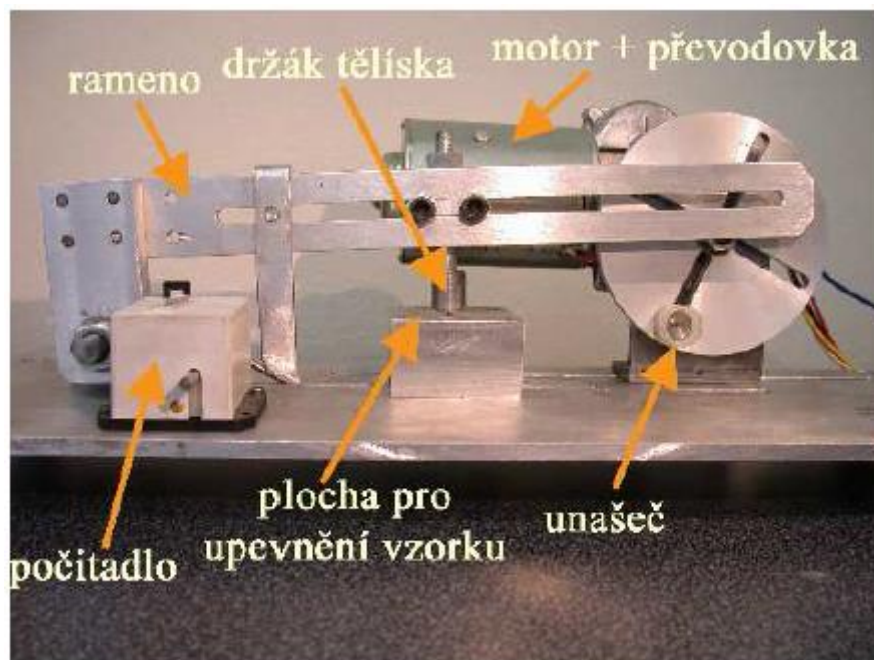
8.5. Vyhodnocení zkoušky „Impact test“

Účelem impact testu je simulovat reálné situace, které vznikají během životnosti materiálu a z těch poté vyvodit odezvu materiálu na dynamické zatížení vyvolané periodickými rázy indentoru. Tento typ testu je velice důležitý zejména z hlediska určení životnosti deponovaných řezných nástrojů, neboť lze relativně přesně simulovat rázy vznikající v povrchu nástroje, které vznikají v důsledku přerušovaného řezu a vibrací vznikajících při obrábění. [26]

Princip testování impact testem spočívá v periodickém dopadu zkušebního tělíska na povrch zkoumaného vzorku s určitou energií dopadu. V závislosti na předpokládaném chování a odolnosti zkoumaného materiálu lze volit jednotlivé parametry testu, kterými jsou především dopadová síla (energie) a dopadová frekvence. Jedná se o dynamické kontaktní opotřebení, které nepatří mezi základní druhy opotřebení, neboť je kombinací základních druhů opotřebení, jako je adhezivní opotřebení, abrazivní opotřebení, únavové opotřebení a vibrační opotřebení. [28]

Zkoumán je charakter impact kráteru pomocí elektronového mikroskopu nebo pomocí mikroskopu světelného. Dále se hodnotí signál akustické emise, který slouží ke sledování podpovrchových šířících se trhlin.

Cílem testu bylo především porovnat broušený a tepelně zpracovaný stav substrátu z hlediska dynamického zatěžování systému tenká vrstva – substrát. Vzorky byly zatíženy 10000 cykly, přičemž byla postupně zvyšována zátěž. Zátěž je definována dynamickým zatížením. U zkoušky jde však především o porovnání kráterů při stejném zatížení. Jedná se o zkoušku porovnávací. Především byl zkoumán charakter impact kráteru pomocí světelného mikroskopu.



Obrázek 8.24: Nízkocyklový Impact tester. [28]

Parametry zkoušky

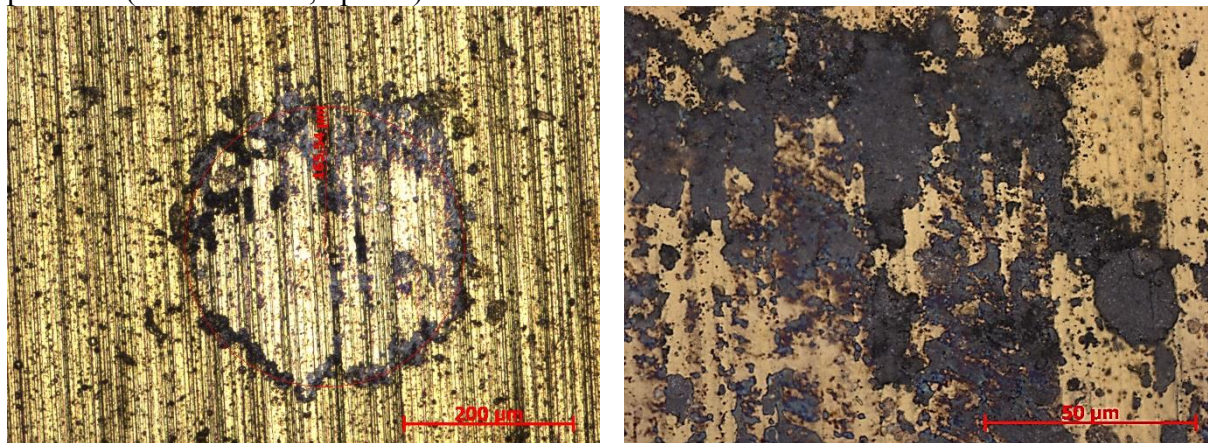
- Nízkocyklový Impact tester (Obrázek 8.24)
- Počet cyklů: 10000

Hodnocení vrstvy TiN pro TSM 33

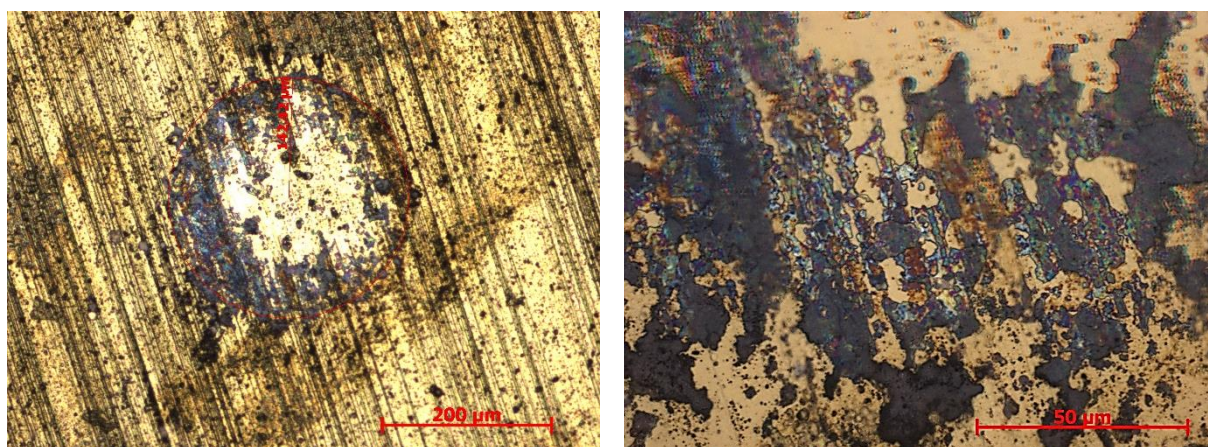
Vzorky deponované vrstvou TiN byly postupně zatěžovány zvyšující se silou. Broušené a následně deponované vzorky vrstvou TiN vykazují velice dobrou adhezní schopnost v porovnání se vzorky, které byly před depozicí tepelně zpracované. Tato skutečnost je patrná z obrázku 8.25, kde je uveden vzorek, který byl před depozicí pouze broušen. K porušení došlo

po okraji kráteru v tzv. přechodové oblasti. V této oblasti dochází ke kombinaci adhezního a kohezního porušení. U vzorků došlo k odstranění vrstvy i s částí substrátu, to je patrné z obrázku 8.25(vpravo), kdy lze pozorovat kohezní porušení uvnitř slinutého karbidu (šedá oblast). Lze předpokládat, že úder kuličky se generují po obvodu tlaková napětí, která následně superponují se zbytkovými napětími v substrátu a dochází k odštípnutí vrstvy i se substrátem. Tento typ porušení svědčí o velice pevné vazbě mezi tenkou vrstvou a substrátem. S dalším zvětšením zátěžné síly již nedošlo ke změně charakteru porušení.

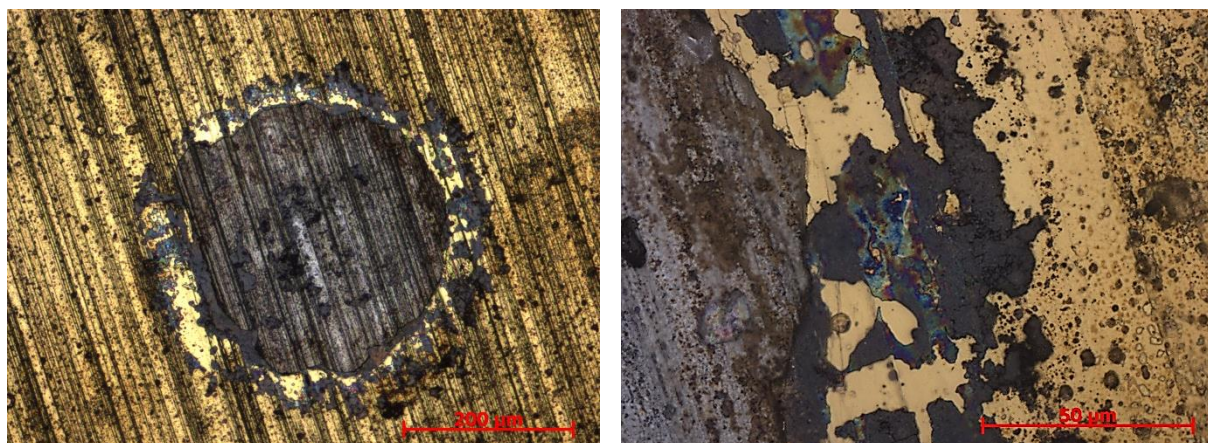
Vzorek žíhaný po zatížení vykazoval po okraji především adhezní porušení, ale i adhezivně-kohezivní porušení, to je patrné z obrázku 8.26. Při dalším zvýšení zátěže však došlo k úplnému porušení adheze (Obrázek 8.27, vlevo), přičemž po okraji kráteru je patrné adhezivně-kohezivní porušení (Obrázek 8.27, vpravo).



Obrázek 8.25: Broušený vzorek, TiN 2 - 3µm, 300 dynamických N. Zvětšeno 100x (vlevo), zvětšeno 500x (vpravo).



Obrázek 8.26: Žíhaný vzorek, TiN 2 - 3µm, 300 dynamických N. Zvětšeno 100x (vlevo), zvětšeno 500x (vpravo).



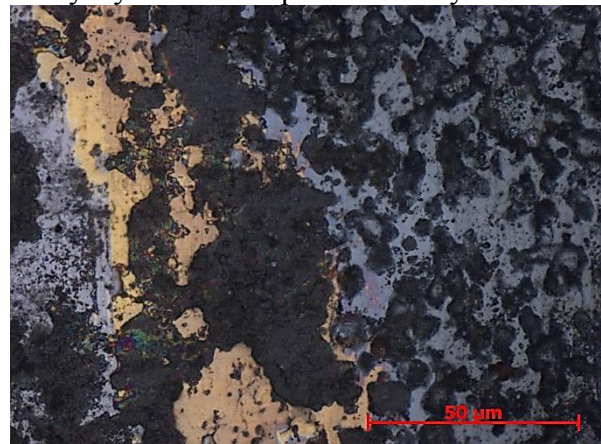
Obrázek 8.27: Žíhaný vzorek, TiN 2 - 3µm, 400 dynamických N. Zvětšeno 100x (vlevo), zvětšeno 500x (vpravo).

Hodnocení vrstvy TiCN pro TSM 33

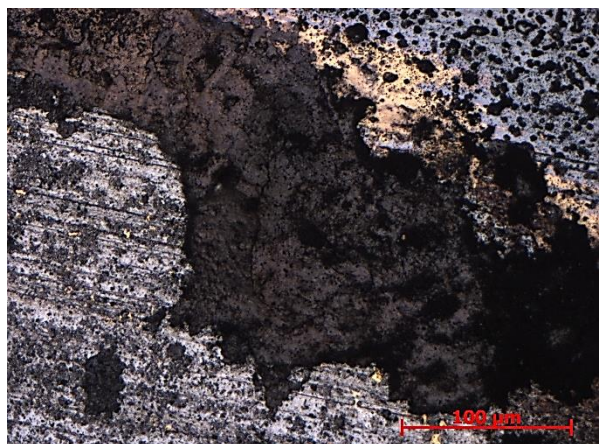
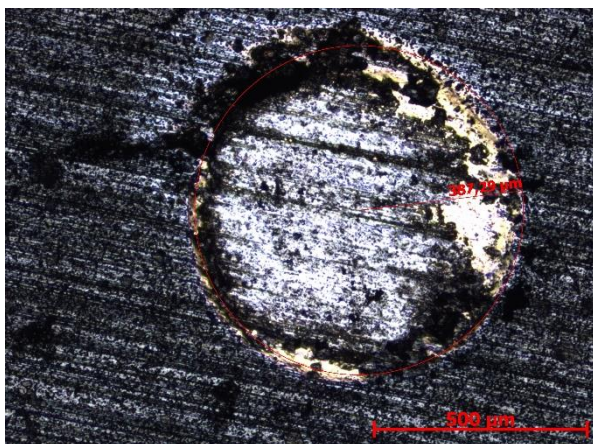
Vzorky deponované vrstvou TiCN vykazovaly větší odolnost proti dynamickému zatížení a k porušení vrstvy muselo být zvýšeno zatížení. Z hlediska předzpracování povrchu dosáhly opět lepší odolnosti vzorky před depozicí broušené. To lze přisuzovat opět stavu povrchu, který nebyl zoxidován. Na obrázku 8.28 je uveden vzorek, který byl před depozicí broušen při maximálním zatížení. Z kráterů je patrné, že ani při vysokém zatížení nedošlo k úplnému adhezivnímu porušení. Sledovat lze především porušení v přechodové oblasti, kde došlo k adhezivně-kohezivnímu porušení (Obrázek 8.28 vpravo). K tomuto porušení docházelo i u vzorků, které byly deponovány vrstvou TiN a lze ho přisuzovat koncentraci tlakového napětí uvnitř substrátu.

U vzorku žíhaného došlo při stejném zatížení k úplné ztrátě adheze ve vnitřní části kráteru, přičemž v přechodové části jsou patrná rozsáhlá adhezivně-kohezivní porušení (Obrázek 8.29). Na detailu obrázku 8.29 vpravo je patrné vyštípnutí substrátu i s vrstvou. Při bližším zkoumání jsou pak patrné trhlinky v substrátu (kohezivní porušení substrátu), které nebyly v takové míře u vzorků před depozicí broušených. Je možné hledat jistou analogii se stavem napjatosti, neboť lze předpokládat, že trhlinky se nešíří u broušeného substrátu tak intenzivně z důvodu pozitivního účinku tlakových zbytkových napětí.

Bohužel zde nelze zcela potvrdit závislost mezi stavem napjatosti substrátu a adhezivní schopností vrstvy, vzhledem k vpravděpodobnému výskytu oxidů na povrchu žíhaných vzorků.



Obrázek 8.28: Broušený vzorek, TiCN 2 - 3 μ m, 100000 dynamických N. Zvětšeno 100x (vlevo), zvětšeno 500x (vpravo).



Obrázek 8.29: Žíhaný vzorek, TiCN 2 - 3 μ m, 100000 dynamických N. Zvětšeno 100x (vlevo), zvětšeno 500x (vpravo).

9. Diskuze výsledků

Experimentální část probíhala ve dvou etapách. V etapě první byl sledován vliv předdepozicičního zpracování na stav zbytkové napjatosti u SK. Především byl sledován vliv broušení na stav zbytkové napjatosti v substrátu a byla provedena analýza poškození. Experiment byl prováděn u vzorků TSM 33 a GF04. Vzorky GF04 byly vytvořeny se specifickou geometrií za účelem přiblížení se skutečnému stavu v oblasti ostří. Tento aspekt je ve většině prací zanedbáván a zbytková napětí jsou měřena pouze na homogenních plochách. Ve druhé etapě experimentu byla měřena lomová houževnatost a bylo provedeno zkoušení adhezivně-kohezivních vlastností systému tenká vrstva – substrát. Experimenty převážně porovnávají tepelně zpracovaný a broušený stav povrchu.

9.1. Měření zbytkových napětí ve vazbě na technologii přípravy

Diskuze výsledků pro vzorky TSM 33

Vliv broušení

U vzorků TSM 33 bylo v první fázi měřeno zbytkové napětí po broušení. Byly zde požadovány dva způsoby broušení, tzv. agresivně broušeno a mírně broušeno. Způsoby broušení se lišily ve velikosti úběru, který byl u agresivně broušených vzorků větší. Předpoklad byl takový, že vzorky agresivně broušené by měly vykazovat vyšší hodnotu zbytkové napjatosti. Tato teze se nepotvrdila, což souhlasí s dříve prováděnými studii. Lze jen těžko sledovat rozdíly zbytkového napětí v závislosti na řezných podmínkách broušení. Hodnota zbytkového napětí po broušení se u všech vzorků pohybovala v rozmezí od -1000 MPa, až -2000 MPa, přičemž hodnoty dosahují poměrně značných rozdílů při ekvivalentní přípravě vzorků. Z pozorování vyplívá, že hodnota zbytkové napětí značně závisí na lokaci měření.

Vliv tepelného zpracování

Dalším krokem bylo zařazení tepelného zpracování, které není standardním předdepozicičním procesem. Zařazeno bylo z důvodu snížení značných hodnot zbytkových napětí po broušení a k obnovení plastických vlastností především v oblasti ostří nástroje za účelem eliminace vylamování ostří. Tepelným zpracováním došlo k výraznému snížení zbytkových napětí. Ačkoli tepelné zpracování bylo provedeno ve vakuu, povrch byl mírně zoxidován. Oxidy před depozicí na substrátu nesmí být, neboť výrazně snižují adhezi tenké vrstvy a je důležité během tepelného zpracování tento jev eliminovat. Za tímto účelem byl navržen postup TZ v ochranné atmosféře čpavku při teplotě 500°C, kde bylo docíleno dobré jakosti povrchu. Dobrých výsledků bylo docíleno i při použití ochranného náteru, a to do 400°C. Výzkum v oblasti TZ slinutých karbidů byl nastartován na pracovišti KMM právě touto diplomovou prací a výsledky budou dále rozvíjeny. Z hlediska poznatků, které byly během práce objeveny, bych doporučil zařadit takový režim TZ, kterým by došlo k obnovení plastické schopnosti v oblasti ostří při minimálním poklesu zbytkových tlakových napětí, které mají prokazatelně pozitivní vliv na funkčnost a životnost nástroje. Tím by mělo teoreticky dojít k eliminaci porušení vlivem plastického vyčerpání kobaltu v oblasti ostří nástroje.

Vliv PVD depozice

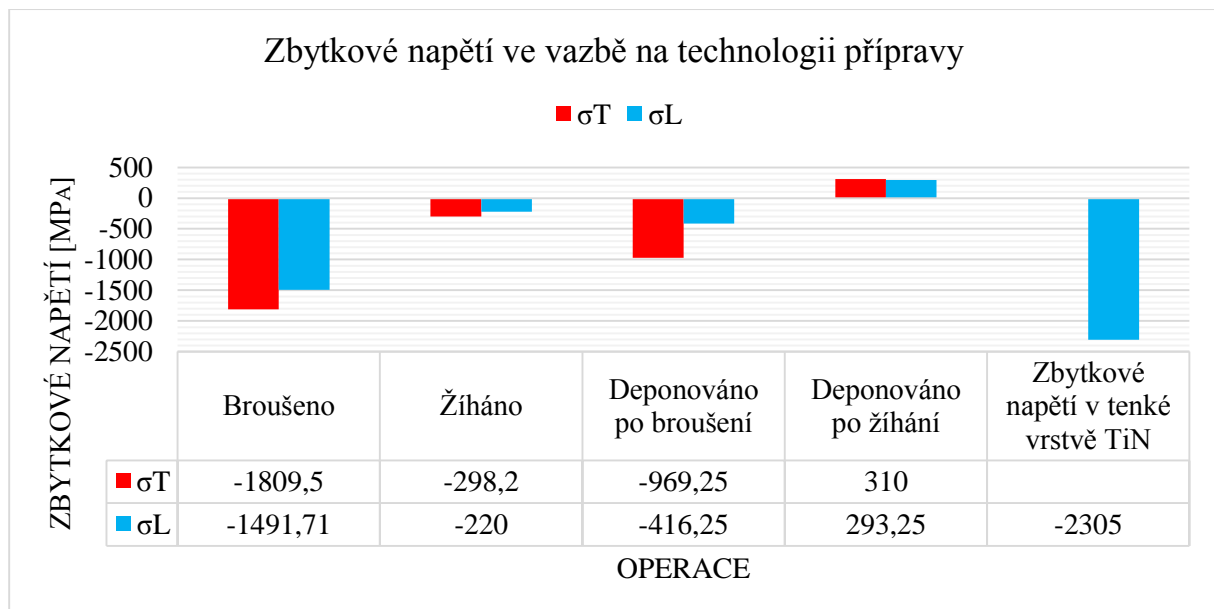
V další fázi bylo provedeno měření zbytkových napětí po PVD depozici. Vzorky byly deponovány vrstvami TiN a TiCN, přičemž substrát se lišil předzpracováním. U vzorků, které byly před depozicí broušeny, došlo k výraznému poklesu zbytkové napjatosti. Pokles lze vysvětlit jednak tepelným účinkem operace a silovým účinkem tenké vrstvy. Tenké vrstvy vykazují značná zbytková tlaková napětí, která dle literatury dosahují až -8GPa. Pokud vznikne velká diference ve zbytkové napjatosti mezi substrátem a tenkou vrstvou, dochází k posunu napětí v substrátu za účelem dosažení rovnováhy. K posunu dochází v substrátu, neboť v tenké

vrstvě není umožněna relaxace. U vzorků žíhaných dokonce došlo k překlopení do zbytkových tahových napětí, neboť výchozí zbytková tlaková napětí byla po žíhání značně snížena v porovnání s broušeným stavem. Nebyla vypořádována závislost mezi poklesem napětím a typem tenké vrstvy. Významným faktorem je spíše tloušťka tenké vrstvy, kdy se zvětšující tloušťkou vrstvy došlo k výraznějšímu poklesu zbytkového napětí v substrátu.

Zbytkové napětí v tenké vrstvě

V poslední fázi proběhlo měření zbytkového napětí v tenké vrstvě TiN. Měření zbytkového napětí v tenkých vrstvách značně složité a výsledky mohou být spekulativní. Samotné výsledky vykazují značné chyby z důvodu gradientů zbytkových napětí, která jsou v tenkých vrstvách běžná. Zbytkové napětí v tenké vrstvě dosahovalo hodnot přibližně -2 GPa v tlaku, avšak se značnou chybou měření.

V grafu 9.1 jsou uvedeny průměrné hodnoty zbytkového napětí v závislosti na technologii přípravy. V posledním sloupci je uvedeno zbytkové napětí v tenké vrstvě TiN. Červený sloupec charakterizuje zbytkové napětí kolmo na směr broušení a modrý ve směru broušení.



Graf 9.1: Vliv technologie přípravy na zbytkové napětí pro TSM 33.

Diskuze výsledků pro vzorky GF04 s definovanou geometrií

Vzorky GF04 byly vytvořeny s ostřím za účelem sledování rozložení zbytkového napětí. Cílem bylo sledovat především diferenci mezi ostřím a homogenními plochami.

Vliv broušení

Vzorky GF04 po broušení rovněž vykazují zbytková tlaková napětí, která dosahují až -2 GPa. Lze však sledovat oblasti, které vykazovaly značné difference ve zbytkové napjatosti. V oblasti ostří byly hodnoty zbytkového napětí nižší oproti našemu předpokladu. Lze usuzovat, že v oblasti ostří působí menší masa materiál, a tudíž zde může docházet k relaxaci zbytkových napětí. To znamená, že dochází ke změně elastické deformace na deformaci plastickou při snížení hodnoty zbytkového napětí. Naším předpokladem je, že v oblasti ostří nástroje tímto mechanismem dochází k plastickému vyčerpávání kobaltu a tím ke změně jeho mechanických vlastností. Pokud dojde k jeho úplnému plastickému vyčerpání, dochází k porušení v oblasti právě ze strany kobaltu. Tento mechanismus se částečně potvrdil, neboť u jednoho ze vzorku došlo k vyštípnutí ostří. Poškození bylo podrobena fraktografickému zkoumání, přičemž v místě poškození byla patrná obnažená zrna karbidu wolframu. Z toho lze usuzovat,

že se porušení šířilo ze strany kobaltu. Na základě tohoto poškození byl zkoumán vliv tepelného zpracování na stav zbytkové napjatosti ve SK. Pokud by se takto plasticky vyčerpané ostří podrobilo tepelnému zpracování před depozicí, mohlo by dojít k eliminaci poškození deponovaného SK.

Vliv PVD depozice na zbytkového napětí v tenké vrstvě

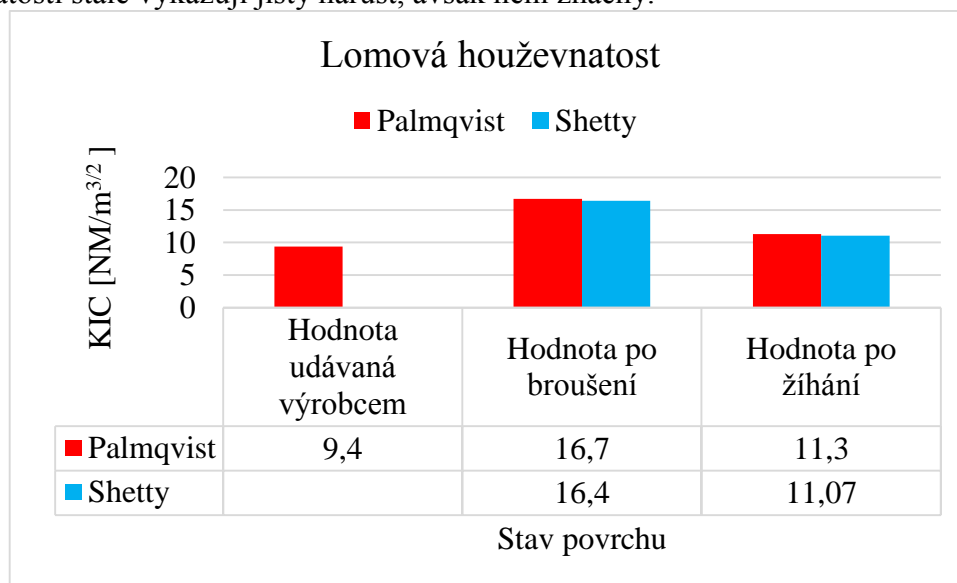
Jako u vzorků TSM 33, došlo po depozici k výraznému poklesu zbytkového napětí. V tenké vrstvě TiN byla rovněž zbytková tlaková napětí.

9.2. Hodnocení adhezivně-kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát

V rámci stati je především uvedeno porovnání výsledků pro žíhaný a broušený substrát. Hned z počátku je třeba konstatovat, že vzorky vakuově žíhané, i přes vysoký stupeň vakua, vykazovaly jistý stupeň oxidace, který se s velkou pravděpodobností projevil na zhoršené adhezni schopnosti tenké vrstvy. Bohužel, nebylo možné objektivně potvrdit závislost mezi stavem napjatosti substrátu a adhezni schopností vrstvy z důvodu pravděpodobného výskytu oxidů na povrchu žíhaných vzorků. K posouzení tohoto faktoru by bylo potřeba před depozicí eliminovat oxidaci během TZ. Testovány byly vzorky TSM 33.

Hodnocení lomové houževnatosti

Vzorky broušené vykazují markantní nárůst lomové houževnatosti u povrchu (Graf 9.2), to je dáno zbytkovými napětími, která uzavírají tvořící se trhliny a zvyšují únavovou pevnost. Vzorky žíhané se i po žíhání udržely jistý stupeň zbytkové napjatosti a hodnoty lomové houževnatosti stále vykazují jistý nárůst, avšak není značný.



Graf 9.2: Zhodnocení lomové houževnatosti pro TSM 33..

Vyhodnocení zkoušky „Mercedes test“

Zkoušeny byly vrstvy TiN a TiCN. U vrstvy TiN na broušeném substrátu bylo dosaženo velice dobré adheze. Neschopností plastické deformace slinutého karbidu a vrstvy TiN bylo vyvoláno vtiskem hrotu indentoru ve vrstvě silné tlakové napětí, které má za následek dlouhé praskliny jdoucí i několik milimetrů od místa iniciace. Vznik takovýchto kohezivních porušení bez téměř žádného adhezivního poškození lze vysvětlit silnými vazbami na rozhraní tenké vrstvy a substrátu. U vzorků žíhaných bylo dosaženo špatné adheze nejspíše z důvodu přítomnosti oxidů na povrchu substrátu. Ekvivalentních výsledků bylo docíleno u vzorků deponovaných TiCN.

Hodnocení zkoušky „Scratch test“

Vzorky broušené vykazují prokazatelně lepší adhezní schopnosti v porovnání se vzorky, které byly před depozicí žíhány. Výsledky korespondují s Mercedes testem a špatná adhezní schopnost byla pravděpodobně způsobena přítomností oxidů na povrchu substrátu. Lepší adhezní schopnosti bylo dosaženo u vrstvy TiN v porovnání s vrstvou TiCN.

Vyhodnocení zkoušky „Impact test“

Vzorky deponované vrstvou TiN vykazují prokazatelně horší odolnost vůči dynamickému zatížení v porovnání se vzorky, které byly deponovány vrstvou TiCN. To je dáno především vyšší tvrdostí TiCN. Z hlediska předzpracování povrchu opět dosáhly lepší odolnosti vzorky, které byly před depozicí broušeny.

10. Závěr

V rámci diplomové práce bylo realizováno měření zbytkových napětí ve vazbě na technologii přípravy u slinutých karbidů na bázi WC-Co. Velká pozornost byla věnována především vlivu broušení. Hodnoty zbytkových napětí v oblasti povrchu dosahovaly hodnot až -2GPa , což odpovídalo již dříve prováděným pracím. Pozornost byla dále především zaměřena na rozložení zbytkového napětí ve slinutém karbidu, neboť tento fakt je ve většině prací na toto téma zanedbáván. Na základě měření bylo zjištěno, že hodnoty zbytkových napětí jsou značně závislé na lokaci měření. Významným výstupem je, že v oblasti ostří v několika případech zbytkové napětí vykazovalo nižší hodnoty. Lze předpokládat, že v oblasti ostří dochází k relaxaci zbytkového napětí a k plastickému vyčerpávání systému WC – Co. Při fraktografickém rozboru porušených nástrojů ze slinutého karbidu, jsou v mnoha případech na lomové ploše patrná obnažená zrna karbidu wolframu a lze usuzovat, že k porušení dochází vlivem vyčerpání plastické schopnosti Co. Na základě této teze byl v rámci diplomové práce zkoumán vliv tepelného zpracování na zbytkovou napjatost slinutých karbidů. Návrhem je obnovit plastickou schopnost systému v oblasti ostří před depozicí za účelem eliminace vylamování ostří deponovaných slinutých karbidů. Tepelné zpracování není standardním před-depozičním procesem a v rámci DP byly provedeny první experimenty na toto téma. Tepelným zpracováním došlo k výraznému snížení zbytkových napětí, avšak nevýhodou tohoto procesu je oxidace za vyšších teplot, která musí být eliminována z důvodu dobré adheze tenké vrstvy a potlačení účinku uzavírání trhlin. Na základě dosažených výsledků bych navrhl takový režim tepelného zpracování, kdy by nedošlo k významnému snížení tlakového zbytkového napětí, ale především by došlo k obnovení plastické schopnosti komplexu v oblasti ostří nástroje (Zvolit nižší teplotu a delší čas, nebo teplotu vysokou a kratší čas prodlevy). PVD depozicí tenkou vrstvou došlo v substrátu ke značnému snížení zbytkové tlakové napjatosti. Pokles lze jednak přisuzovat tepelnému účinku depozice a velký význam má dále silový účinek tenké vrstvy. Tenké vrstvy deponované metodou PVD vykazují značná zbytková tlaková napětí, přičemž ve vrstvě není umožněna relaxace zbytkových napětí. Vlivem značné diference zbytkových napětí mezi vrstvou a substrátem dochází k překmitu zbytkových napětí v substrátu za účelem dosažení silové rovnováhy.

V další části DP byl především porovnán stav adhezivně-kohezivního chování systému tenká vrstva – substrát pro broušený a tepelně zpracovaný vzorek. Vzorky broušené vykazovaly prokazatelný nárůst lomové houževnatosti, který byl zapříčiněn zbytkovými tlakovými napětími, která uzavírají tvořící se trhliny na povrchu. Z hlediska adhezivní schopnosti tenké vrstvy nebylo dosaženo uspokojivých výsledků u žíhaných vzorků. Špatná adheze byla s velkou pravděpodobností způsobena stavem povrchu žíhaných vzorků, který byl mírně zoxidován. K oxidaci došlo vlivem nedodržení podmínek při vakuovém žíhání. Špatná adheze mohla být způsobena i značnou diferencí zbytkových napětí u žíhaných vzorků mezi vrstvou a substrátem, avšak na základě dosažených výsledků to nelze potvrdit.

V rámci práce jsou uvedeny mechanismy poškození deponovaných slinutých karbidů, které je třeba dále studovat v kontextu s dalšími způsoby předdepozičního zpracování.

11. Použitá literatura

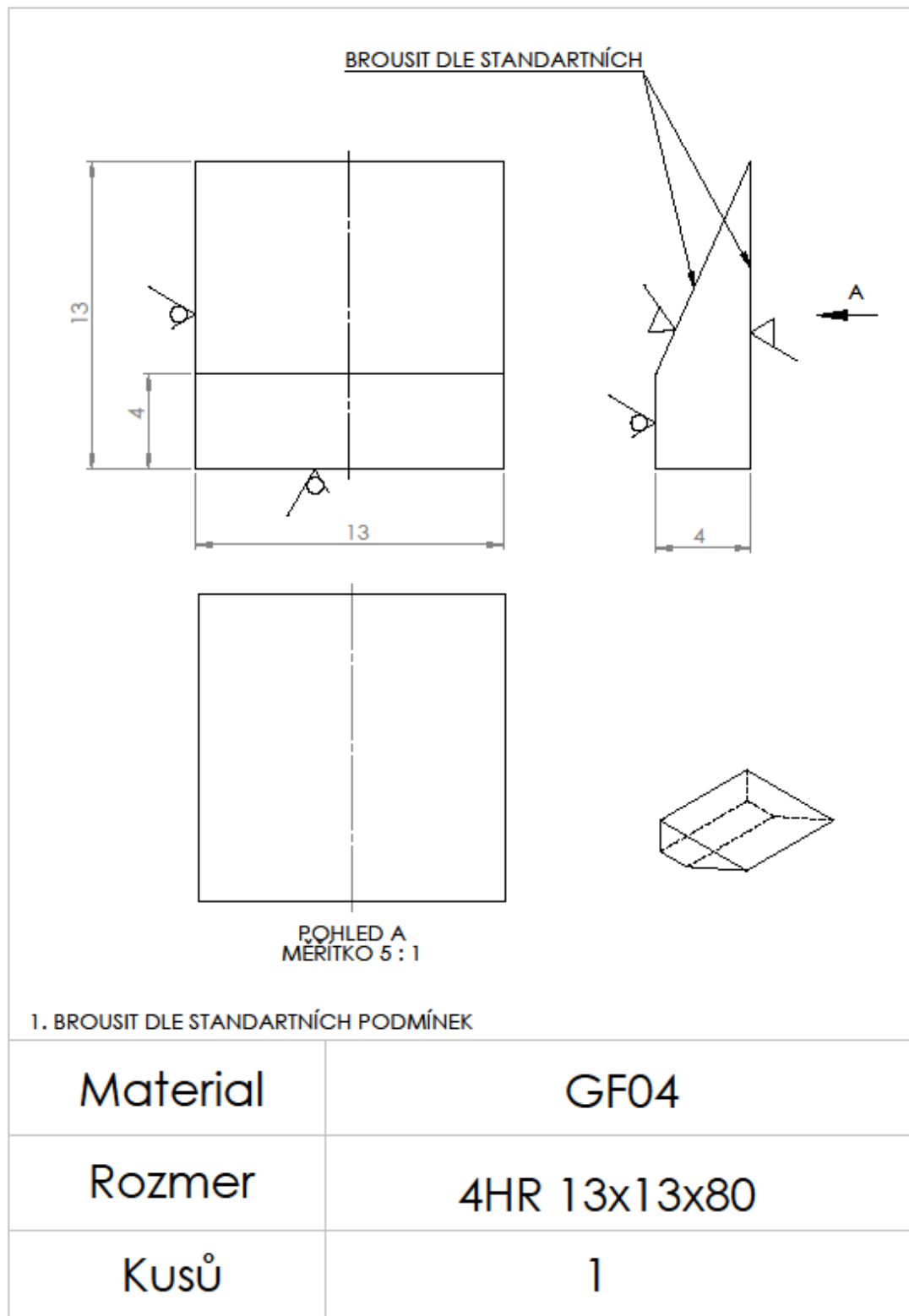
1. FOLTÝN, M. *POVLAKOVANÉ SLINUTÉ KARBIDY*. Brno: 2008. Bakalářská práce. VUT, ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE [cit. 2014-12-07]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=6370
2. KUDELA, P. M. *Příručka obrábění - Kniha pro praktiky*. Praha: Scientia, 1997. ISBN 91-97 22 99-4-6.
3. HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM publishing, s.r.o. 2008, 235 s.. ISBN 978-80-254-2250-2.
4. PÍŠKA, M. a M. PÍŠKA. *Teorie obrábění, tváření a nástroje*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2006, 225 s.. ISBN 80-214-2374-9.
5. PROKEŠ, D. *VÝROBA A OSTŘENÍ NÁSTROJŮ ZE SLINUTÝCH*. Brno: 2011. Bakalářská práce. Vysoké učení echnické v Brně. Dostupné také z: http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=53013
6. PAVLOVSKÝ, B. T. *POVLAKOVANÉ SLINUTÉ KARBIDY A JEJICH EFEKTIVNÍ VYUŽITÍ*. Brno: 2012. Diplomová práce. VUT Brno.
7. Trendy v povlakování slinutých karbidů. *MM Průmyslové spektrum*. MM Průmyslové spektrum, 2001.
8. MANGL, P. *OPTIMALIZACE PARAMETRŮ BROUŠENÍ SLINUTÝCH KARBIDŮ DIAMANTOVÝMI KOTOUČI*. 2009. BRNO. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ, FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE. Dostupné také z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=17851
9. *Diamantové brusné kotouče*. Dostupné také z: <http://www.vtn.cz/brusne-nastroje-diamantove/>
10. HEGEMAN, J. J. HOSSON a G. WITH. *Grinding of WC-Co hardmetals*. University of Groningen, Laboratory of Applied Physics, Materials Science Center and The Netherlands Institute for Metals Research.
11. PUTZOVÁ, I. *Modelování a procesu řezání se zaměřením na broušení a integritu obrobené plochy aplikací NS a FL*. Brno: 2004. Disertační práce v oboru "Strojírenská technologie". VUT-FS, Ústav strojírenské strojírenské technologie.
12. HOLEŠOVSKÝ, F. *Zbytková napětí broušených povrchů*. Technologické inženýrstvo, 2004. ISSN 1336-5967.
13. GANEV, N. a I. KRAUS. *RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ TECHNIKA MĚŘENÍ MAKROSKOPICKÝCH ZBYTKOVÝCH NAPĚTÍ*. Praha: 2002. ČVUT, Fakulta jaderná a fyzikální inženýrská [cit. 2014-27-11]. Dostupné z: <http://www.xray.cz/ms/bul2002-2/ganev.pdf>

14. HOLOEŠOVSKÝ, F. *Stanovení zbytkových napětí v povrchu po obrábění*. Strojírenská technologie, 2006. ISSN 1211-4162.
15. MITÁŠ, R. *Hodnocení jakosti dílů forem v závislosti od podmínek výroby*. Zlín: 2008. Bakalářská práce. Universita Tomáše Bati, Ústav výrobního inženýrství [cit. 2014-11-27]. Dostupné z: https://dspace.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/5125/mit%C3%A1%C5%A1_2008_dp.pdf?sequence=1
16. ČAPEK, J. *Analýza stavu zbytkové napjatosti*. Praha: 2013. Diplomová práce. ČVUT, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská [cit. 2015-02-27].
17. MEJTA, J. *Vliv tvorby povrchových vrstev na korozní odolnost ocelí*. Brno: 2007. Diplomová práce. Mendělevova zemědělská a lesnická universita, Ústav techniky a automobilové dopravy [cit. 2014-11-30]. Dostupné z: Vliv tvorby povrchových vrstev na korozní odolnost ocelí
18. BREIDENSTEIN, a DENKENA. RESIDUAL STRESS DEPTH DISTRIBUTIONS IN UNCOATED, PVD COATED. Institute of Production Engineering and Machine Tools, Leibniz Universität Hannover, Germany: 2008.
19. KRAUS, V. *TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ A SLINOVÁNÍ*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2013.
20. DENKENA, B. a B. BREIDENSTEIN. *Residual Stress Distribution in PVD-Coated Carbide*. Leibniz Universität Hannover, Germany, Institute of Production Engineering and Machine Tools.
21. KRAWITZ, A. *Residual stresses in cemented carbides*. 2014.
22. CHOGLIANG, Q. W. ENXI a L. HAIBO. *Grinding residual stress of cemented carbides*. Changsa: 1993. Central South University of Technology.
23. DENKENA, B. et al. Influence of the cutting edge preparation method on characteristics and performance of PVD coated Institute of Production Engineering and Machine Tools, Leibniz Universität Hannover, An der Universität 2, 30823 Garbsen, Germany.
24. KŘÍŽ, A. *Tenké vrstvy*. Plzeň. Presentace. ZČU, Katedra materiálu a strojírenské metalurgie [cit. 2015-03-12]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf
25. SOSNOVÁ, M. *Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování*. Plzeň: 2006. ZČU, KMM [cit. 2015-05-10]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/FRVS_zprava_dalsi_studium_sosnova.pdf
26. KAREŠ, M. *Hodnocení adhezivně-kohezivního chování systémů tenká vrstva-substrát*. Plzeň: 2014. Bakalářská práce. ZČU, KMM.
27. KŘÍŽ, A. et al. *Integrita povrchu ostří nástroje ze slinutého karbidu*. Plzeň: 2015. ZČU, Katedra materiálu a strojírenské metalurgie [cit. 2015-03-09]. Dostupné z: http://ateam.zcu.cz/download/kriz_str_tech_2015_text.pdf

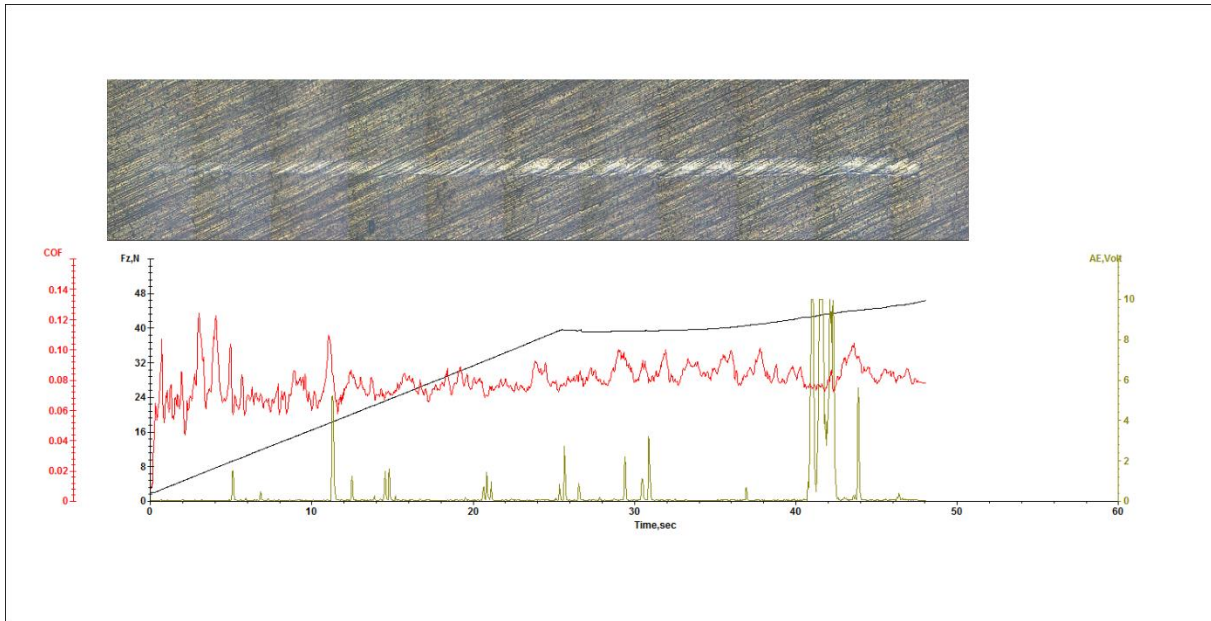
28. SOSNOVÁ, M. a A. KŘÍŽ. *VLIV MECHANICKÝCH VLIV MECHANICKÝCH A ADHEZI TENKÝCH VRSTEV NA ADHEZI TENKÝCH VRSTEV*. Plzeň: 2007. ZČU, KMM [cit. 2015-05-05]. Dostupné z: <http://ateam.zcu.cz/download/sosnova.pdf>

12. Přílohy

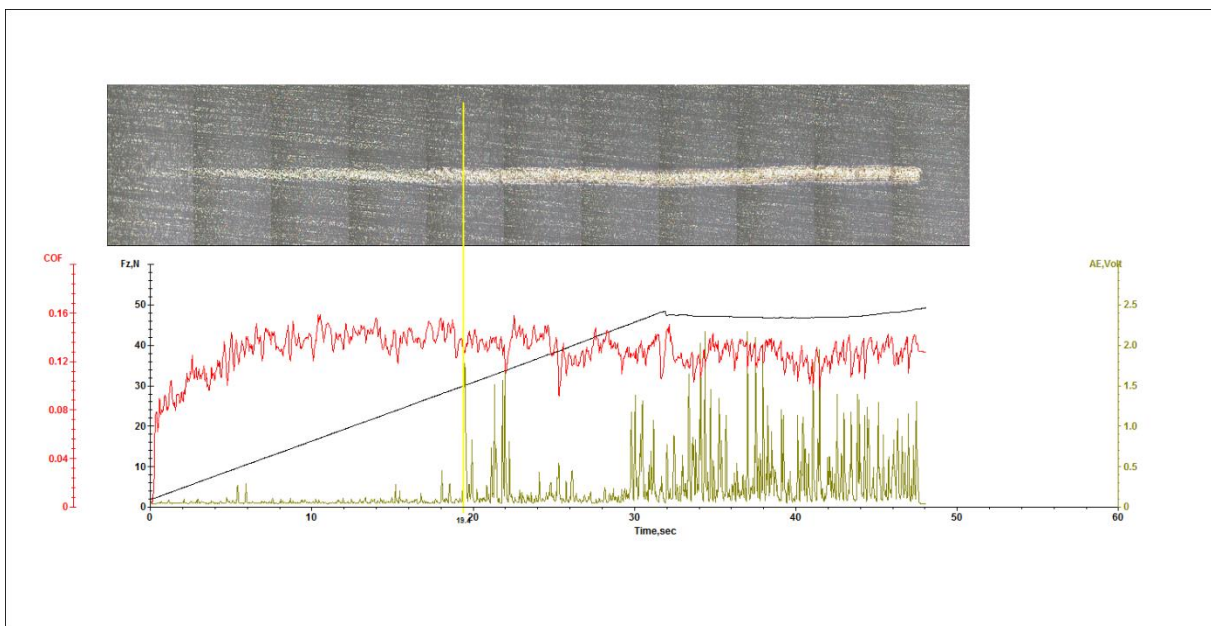
Výkres vzorku pro GF04



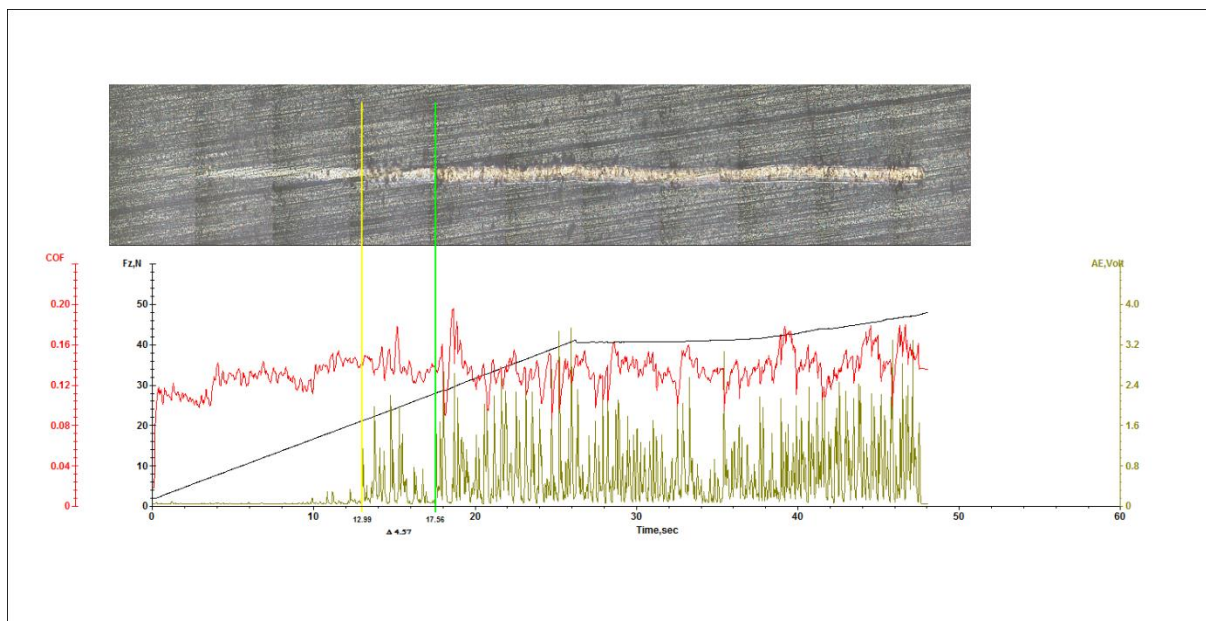
Obrázek 12.1: Výkres vzorku s definovanou geometrií pro GF04.



Obrázek 12.2: Vzorek 3M broušený TiN 4 – 5 μm. Hodnocení zkoušky „Scratch test“.



Obrázek 12.3: Vzorek 7A broušený TiCN 3 – 4 μm. Hodnocení zkoušky „Scratch test“.



Obrázek 12.4: Vzorek 4A žíhaný TiCN 3 – 4 μm . Hodnocení zkoušky „Scratch test“.