



UNIVERZITET U NOVOM SADU
FAKULTET TEHNIČKIH NAUKA U
NOVOM SADU



Unapređenje kvaliteta alata za livenje pod pritiskom primenom tehnologija inženjerstva površina

DOKTORSKA DISERTACIJA

Pal Terek

Novi Sad, 2016.



УНИВЕРЗИТЕТ У НОВОМ САДУ • ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА
21000 НОВИ САД, Трг Доситеја Обрадовића 6

КЉУЧНА ДОКУМЕНТАЦИЈСКА ИНФОРМАЦИЈА

Редни број, РБР:	
Идентификациони број, ИБР:	
Тип документације, ТД:	Монографска публикација
Тип записа, ТЗ:	Текстуални штампани материјал
Врста рада, ВР:	Докторска дисертација
Аутор, АУ:	Пал Терек, дипл. инж. – мастер
Ментор, МН:	Проф. др Дамир Какаш, редовни професор у пензији
Наслов рада, НР:	Унапређење квалитета алата за ливење под притиском применом технологија инжењерства површина
Језик публикације, ЈП:	Српски
Језик извода, ЈИ:	Српски/Енглески
Земља публикавања, ЗП:	Р. Србија
Уже географско подручје, УГП:	АП Војводина
Година, ГО:	2016.
Издавач, ИЗ:	Ауторски репринт
Место и адреса, МА:	Нови Сад, Трг Доситеја Обрадовића 6
Физички опис рада, ФО: (поглавља/страна/ цитата/табела/слика/графика/прилога)	11/165/204/14/124/-/
Научна област, НО:	Машинско инжењерство
Научна дисциплина, НД:	Технологије ливења и термичке обраде и инжењерство површина
Предметна одредница/Кључне речи, ПО:	Алат за ливење под притиском, легура алуминијума, лепљење ливене легуре, корозија, хабање, дуплекс третман, топографија површине
УДК	
Чува се, ЧУ:	Библиотека Факултета техничких наука, Нови Сад
Важна напомена, ВН:	
Извод, ИЗ:	<p>Проучаване су корозиона постојаност и тенденција лепљења различитих материјала у контакту са течном Al–Si–Cu легуром. Испитивањем су обухваћени челик за рад на топло, плазма нитрирани челик и дуплекс слојеви са CrN, TiAlN, TiAlSiN и CrAlN превлакама, различитог нивоа површинске храпавости. За испитивања поменутих феномена примењена је метода извлачења, која је унапређена како би се повећале њена тачност и веродостојност симулације процеса ливења. Корозиони ефекти су појачани тако што су узорци осим кратког контакта са одливком задржавани и у дужим периодима у контакту са течном легуром (5 и 20 min). Упркос општим ставовима, за испитиване материјале је установљено да су силе извлачења узорака из Al–Si–Cu одливака независне од њиховог хемијског састава. Утицај храпавости је изражен код узорака са превлакама код којих при смањењу храпавости долази до повећања силе извлачења. Све испитане превлаке су склоне механичком лепљењу Al–Si–Cu легуре за своје површине, али са аспекта корозије у течном металу значајно превазилазе перформансе челика и плазма нитрираног слоја. Дужи контакт ливене легуре са површинама превлака узроковао је ниже вредности сила извлачења, што је последица оксидације површина превлака. Установљено је да су испитиване превлаке инертне ка течной легури алуминијума. Међутим, долази до оксидације и корозије материјала подлоге кроз грешке раста које су присутне у превлакама. Стечена знања о идентификованим механизмима хабања и пропадања заштитних слојева превлака послужиће даљем развоју дуплекс слојева намењених за заштиту алата за ливење под притиском.</p>



УНИВЕРЗИТЕТ У НОВОМ САДУ • ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА
21000 НОВИ САД, Трг Доситеја Обрадовића 6

КЉУЧНА ДОКУМЕНТАЦИЈСКА ИНФОРМАЦИЈА

Датум прихватања теме, ДП :	11.09.2014.		
Датум одбране, ДО :	2016.		
Чланови комисије, КО :	Председник:	Проф. др Бранко Шкорић, редовни професор	
	Члан:	Проф. др Лепосава Шиђанин, проф. емеритус	
	Члан:	Проф. др Драгиша Вилотић, редовни професор	Потпис ментора
	Члан:	Др Петер Пањан, научни саветник	
	Члан, ментор:	Проф. др Дамир Какаш, редовни професор у пензији	

Образац **Q2.НА.06-05**- Издање 1



UNIVERSITY OF NOVI SAD • FACULTY OF TECHNICAL SCIENCES
21000 NOVI SAD, Trg Dositeja Obradovića 6

KEY WORDS DOCUMENTATION

Accession number, ANO :	
Identification number, INO :	
Document type, DT :	Monographic publication
Type of record, TR :	Textual material, printed
Contents code, CC :	Doctoral Thesis
Author, AU :	Pal Terek, MSc
Mentor, MN :	Prof. dr Damir Kakaš, full professor in retirement
Title, TI :	Application of surface engineering technologies for improvement of die casting tools quality
Language of text, LT :	Serbian
Language of abstract, LA :	Serbian/English
Country of publication, CP :	Republic of Serbia
Locality of publication, LP :	AP Vojvodina
Publication year, PY :	2016.
Publisher, PB :	Authors reprint
Publication place, PP :	Novi Sad, Serbia
Physical description, PD : (chapters/pages/ref./tables/pictures/graphs/appendixes)	11/165/204/14/124/-/
Scientific field, SF :	Mechanical engineering
Scientific discipline, SD :	Casting technology and heat treatment and surface engineering
Subject/Key words, S/KW :	Die casting tool, aluminium alloy, cast alloy soldering, corrosion, wear, duplex treatment, surface topography
UC	
Holding data, HD :	Library of the Faculty of Technical Sciences, Novi Sad
Note, N :	
Abstract, AB :	<p>Corrosion resistance and soldering tendency of different materials in molten Al–Si–Cu alloy were studied. Hot-working tool steel, plasma nitrided steel and duplex layers with CrN, TiAlN, TiAlSiN and CrAlN top coatings, which were produced to various degree of surface roughness, were covered by the study. An ejection test was employed for investigation of the concerned phenomena. The ejection test was improved in order to increase its accuracy and the reliability of process simulation. Samples were examined in both short and extended periods of contact (5 and 20 min) with liquid casting. Casting solidification was extended in order to intensify the corrosion effects. Contrary to common findings, it was found that the ejection force of the investigated materials does not depend on their chemical composition. For the coated samples, a pronounced dependence of the ejection force on the surface roughness was found. The ejection force increases with decrease in surface roughness. All investigated coatings are prone to mechanical soldering by Al–Si–Cu alloy. Still, their corrosion resistance substantially exceeds the corrosion resistance of steel and plasma nitrided layer. Longer exposure of coated samples to cast alloy induced lower ejection forces, which is a consequence of coatings oxidation. It was found that the investigated coatings are inert to liquid aluminium. However, the underlying material undergoes oxidation and corrosion through coating growth defects. The findings concerning the wear mechanisms of protective layers support further development of duplex layers intended for die casting tools protection.</p>



UNIVERSITY OF NOVI SAD • FACULTY OF TECHNICAL SCIENCES
21000 NOVI SAD, Trg Dositeja Obradovića 6

KEY WORDS DOCUMENTATION

Accepted by the Scientific Board on, ASB :	11.09.2014.		
Defended on, DE :	2016.		
Defended Board, DB :	President:	Prof. dr Branko Škorić, full professor	
	Member:	Prof. dr Leposava Šiđanin, professor emeritus	
	Member:	Prof. dr Dragiša Vilotić, full professor	Menthor's sign
	Member:	Dr Peter Panjan, research councillor	
	Member, Mentor:	Prof. dr Damir Kakaš, full professor in retirement	

Obrazac Q2.HA.06-05- Izdanje 1

Zahvalnost

Kad se osvrnem na posao koji sam uradio tokom izrade ove disertacije, shvatio sam koliko mi je bilo lakše da ga uspešno izvedem imajući prave ljude uza sebe. Stoga smatram da su svi oni dali veliki doprinos mom radu i time su na neki način učestvovali u izradi ove doktorske disertacije.

Prvenstveno, neizmerno sam zahvalan svojoj porodici koja me je od srca podržavala tokom mog istraživanja i koja je tokom tog perioda imala razumevanja za mene i moj rad. Posebno sam zahvalan svojoj majci, koja me je izvela na pravi put i koja me je tokom celog života a tako i sad, neumorno bodrila, pomagala i bila moj podstrek da stremim dostizanju visoko postavljenih ciljeva u životu.

Neopisivu zahvalnost dugujem mojoj velikoj ljubavi, devojci Veri, koja me je svakodnevno podržavala, bila moj oslonac i nepresušna inspiracija i nadahnuće za rad.

Duboko sam zahvalan svom mentoru prof. dr Damiru Kakašu na znanju koje mi je preneo i na tome što je u meni pobudio interesovanje za nauku i naučno-istraživački rad iz čega je, između ostalog, proistekla i ova doktorska disertacija.

Posebno se zahvaljujem gospodinu dr Peteru Panjanu na znanju koje je srdačno i nesebično podelio samnom kao i na konstruktivnim savetima i na diskusijama koje smo vodili vezano za tematiku disertacije. Takođe se zahvaljujem i svim ostalim članovima Departmana za tanke slojeve i površine, Instituta „Jožef Stefan“ Ljubljana, Slovenija na pomoći tokom ispitivanja uzoraka i izvođenju većeg broja merenja.

Veliku zahvalnost dugujem svojim kolegama Aleksandru Miletiću i Draganu Kukuruzoviću koji su mi pomogli tokom izvođenja većeg broja eksperimenta i sa kojima sam vodio duge diskusije vezano za istraživanje sprovedeno u ovoj disertaciji.

Posebno se zahvaljujem kolegi Lazaru Kovačeviću, na svesrdnoj podršci i pomoći u osmišljavanju i izvođenju nemalo svakog eksperimenta kao i tokom razmatranja rezultata sprovedenog istraživanja.

Veoma sam zahvalan gospodinu Jožefu Mičizu, direktoru firme Termometal doo iz Ade, koji mi je velikodušno omogućio industrijsku izradu uzoraka i alata koji su primenjeni u ovom istraživanju.

Zahvaljujem se firmama MAGMA Gießereitechnologie GmbH, Ahen, Nemačka i Exoterm-it doo, Kranj, Slovenija koje su mi omogućile rad sa programskim paketom MAGMA v.5.2, putem akademske licence Laboratorije za livenje, Fakulteta tehničkih nauka, Novi Sad.

Takođe od se srca zahvaljujem svim svojim prijateljima na podstreku i pomoći koju su mi pružili tokom izrade disertacije.

Pal Terek

Sadržaj

1.	UVOD.....	1
2.	TEORIJSKE OSNOVE I PREGLED DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA	3
2.1.	Faze procesa livenja pod pritiskom i eksploatacioni uslovi alata za livenje pod pritiskom	3
2.2.	Mehanizmi habanja alata za livenje pod pritiskom od čelika pri livenju legura aluminijuma ...	6
2.3.	Zaštitni slojevi na čeliku dobijeni plazma difuzionim procesima i procesima plazma depozicije	11
2.4.	Primena tehnologija inženjerstva površina kod alata za livenje pod pritiskom i mehanizmi habanja PVD prevlaka i slojeva u tim uslovima.....	16
2.4.1.	<i>Adhezija prevlaka na čelicima za rad na toplo</i>	<i>16</i>
2.4.2.	<i>Inertnost prevlaka ka tečnim legurama aluminijuma i oksidaciona postojanost.....</i>	<i>17</i>
2.4.3.	<i>Termociklični zamor prevlaka na alatima za livenje pod pritiskom</i>	<i>19</i>
2.4.4.	<i>Dizajn slojeva PVD prevlaka za alate za livenje pod pritiskom.....</i>	<i>20</i>
2.4.5.	<i>Osobine plazma nitriranih slojeva u okviru dupleks tretamana</i>	<i>22</i>
2.4.6.	<i>Lepljenje livene legure za površine alata sa prevlakom i korozija prevlaka u tečnim legurama aluminijuma.....</i>	<i>23</i>
2.4.7.	<i>Erozija površina sa prevlakama u tečnim legurama aluminijuma.....</i>	<i>31</i>
3.	KRITIČKI OSVRT NA DOSADAŠNJA ISTRAŽIVANJA I POTREBE ZA DALJIM ISTRAŽIVANJIMA.	33
4.	PREDMET, CILJ ISTRAŽIVANJA, HIPOTEZE	36
4.1.	Predmet i cilj istraživanja.....	36
4.2.	Hipoteze.....	36
5.	PLAN I OPIS EKSPERIMENTA	37
5.1.	Ispitivani materijali i procedura izrade uzoraka.....	37
5.1.1.	<i>Mašinska obrada uzoraka i priprema površina</i>	<i>37</i>
5.1.2.	<i>Termička obrada, plazma nitriranje i depozicija prevlaka</i>	<i>38</i>
5.1.2.1.	<i>Termička obrada.....</i>	<i>38</i>
5.1.2.2.	<i>Plazma nitriranje.....</i>	<i>38</i>
5.1.2.3.	<i>Depozicija prevlaka</i>	<i>39</i>
5.2.	Karakterizacija prevlaka i slojeva	40
5.2.1.	<i>Debljina i struktura slojeva i prevlaka.....</i>	<i>40</i>
5.2.2.	<i>Mehaničke osobine slojeva i prevlaka.....</i>	<i>41</i>
5.2.3.	<i>Adhezija prevlaka.....</i>	<i>41</i>
5.2.4.	<i>Merenje hrapavosti i topografije površine (3D profilomerija).....</i>	<i>42</i>
5.3.	Livački eksperimenti, termičke analize i testovi izvlačenja.....	43
5.3.1.	<i>Parametri procesa livenja.....</i>	<i>43</i>
5.3.2.	<i>Metode livenja sklop uzorka.....</i>	<i>44</i>
5.3.2.1.	<i>Metoda uranjanjanja trna u rastop – Metoda 1</i>	<i>44</i>
5.3.2.2.	<i>Metoda ulivanja pored postavljenog trna – Metoda 2</i>	<i>44</i>
5.3.2.3.	<i>Metoda livenja sklopa uzorka postavljanjem trna odozdo – Metoda 3.....</i>	<i>45</i>
5.3.2.4.	<i>Metoda livenja sklopa uzorka postavljanjem trna odozdo sa zadržavanjem očvršćavanja – Metoda 4</i>	<i>46</i>
5.3.3.	<i>Analiza krive hlađenja – termička analiza.....</i>	<i>48</i>
5.3.4.	<i>Test izvlačenja.....</i>	<i>49</i>
5.4.	Numerička simulacija očvršćavanja odlivka (sklopa uzoraka).....	50
5.5.	Oksidacija uzoraka.....	50
5.6.	Makroskopska i mikroskopska ispitivanja uzoraka	50
5.6.1.	<i>Površine trnova pre i posle eksperimenata</i>	<i>50</i>

5.6.2.	<i>Poprečni presek odlivka sa trnovima</i>	51
5.6.3.	<i>Analiza površina fokusiranim jonskim snopom (FIB)</i>	51
6.	REZULTATI ISTRAŽIVANJA	52
6.1.	Osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka	52
6.1.1.	<i>Mikrostruktura ispitivanih materijala i debljina slojeva i prevlaka</i>	52
6.1.2.	<i>Mehaničke karakteristike ispitivanih materijala i prevlaka</i>	55
6.1.3.	<i>Adhezija prevlaka</i>	57
6.1.4.	<i>Hrapavost i topografija površina</i>	59
6.1.4.1.	<i>Hrapavost i topografija uzorka pre i nakon nanošenja prevlaka</i>	60
6.1.4.2.	<i>Hrapavost i topografija trnova</i>	61
6.1.4.3.	<i>Hrapavost, topografija i morfologija površina prevlaka podvrgnutih poliranju</i>	64
6.2.	Poređenje karakteristika eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka i karakteristike ponašanja dobijenih uzoraka u testovima izvlačenja	66
6.2.1.	<i>Numeričke simulacije eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka</i>	66
6.2.2.	<i>Morfološke karakteristike površina uzoraka (odlivaka i trnova sa nalepom) nakon različitih metoda livenja</i>	68
6.2.3.	<i>Rezultati testa izvlačenja trnova iz sklopova izrađenih različitim metodama livenja</i> ..	70
6.3.	Rezultati analize krivih hlađenja – termičke analiza procesa očvršćavanja odlivka	71
6.4.	Rezultati testova izvlačenja trnova	74
6.4.1.	<i>Izvlačenje trnova iz sklopova dobijenih konvecionalnim očvršćavanjem (KO)</i>	74
6.4.1.1.	<i>Krive izvlačenja cilindričnih trnova</i>	74
6.4.1.2.	<i>Krive izvlačenja koničnih trnova</i>	75
6.4.2.	<i>Izvlačenje trnova iz sklopova dobijenih sa zadržavanjem očvršćavanja odlivka</i>	76
6.4.2.1.	<i>Rezultati izvlačenja cilindričnih trnova</i>	76
6.4.2.2.	<i>Rezultati izvlačenja koničnih trnova</i>	77
6.5.	Izgled površine trnova nakon testova izvlačenja	80
6.5.1.	<i>Makroskopski izgled trnova nakon testa izvlačenja</i>	80
6.5.1.1.	<i>Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka sa konvecionalnim očvršćavanjem (KO)</i>	80
6.5.1.2.	<i>Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka livenog sa zadržavanjem očvršćavanja 5 min (ZO5)</i> ..	81
6.5.1.3.	<i>Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka livenog sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min (ZO20)</i> ..	83
6.5.2.	<i>Konfokalna mikroskopija površine trnova nakon testova izvlačenja</i>	84
6.5.2.1.	<i>Konfokalna mikroskopija površina trnova nakon izvlačenja iz odlivka sa konvecionalnim očvršćavanjem (KO)</i>	84
6.5.2.2.	<i>Konfokalna mikroskopija površina trnova nakon izvlačenja iz odlivka sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min (ZO20)</i>	87
6.6.	Rezultati mikroskopske analize poprečnih preseka sklop uzoraka	90
6.7.	Rezultati analize triboloških i korozivnih fenomena na površinama uzoraka i unutar ispitivanih slojeva	92
7.	DISKUSIJA REZULTATA	98
7.1.	Osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka	98
7.1.1.	<i>Debljina i mikrostruktura slojeva i prevlaka</i>	98
7.1.2.	<i>Mehaničke osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka</i>	99
7.1.3.	<i>Adhezija prevlaka</i>	100
7.1.4.	<i>Hrapavost i topografija površine</i>	101
7.1.4.1.	<i>Uticaj površinskih tretmana na promenu hrapavosti i topografije uzoraka</i>	101
7.1.4.2.	<i>Hrapavost, topografija i morfologija površine trnova</i>	102
7.2.	Karakteristike eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka i njihov uticaj na kvalitet rezultata eksperimenta	104

7.2.1.	<i>Karakteristike livačkih procesa primenjenih metoda i njihov uticaj na kvalitet sklop uzorka.....</i>	<i>104</i>
7.2.2.	<i>Uticaj kvaliteta sklop uzorka na rezultate testova izvlačenja.....</i>	<i>106</i>
7.3.	Termička analiza procesa očvršćavanja odlivka	106
7.4.	Kontakt odlivka i trna, makro i mikro izgled površina uzoraka nakon testa izvlačenja	108
7.4.1.	<i>Kontakt odlivka i trna, kvašenje ispitivanih površina sa Al–Si–Cu legurom kod livenja sa konvencionalnim očvršćavanjem.....</i>	<i>108</i>
7.4.2.	<i>Površine uzoraka nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem odlivka</i>	<i>109</i>
7.4.2.1.	<i>Morfologija trnova sa nalepom na makro nivou (KO)</i>	<i>109</i>
7.4.2.2.	<i>Morfologija trnova sa nalepom na mikro nivou (KO)</i>	<i>109</i>
7.4.2.3.	<i>Morfologija nalepa i tendencija lepljenja u zavisnosti od hemijskog sastava površine (KO)</i>	<i>110</i>
7.4.2.4.	<i>Uticaj hrapavosti i grešaka rasta prevlaka na morfologiju nalepa (KO).....</i>	<i>110</i>
7.4.3.	<i>Površine uzoraka nakon eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja odlivka (ZO)</i>	<i>111</i>
7.4.3.1.	<i>Morfologija trnova sa nalepom na makro nivou (ZO).....</i>	<i>111</i>
7.4.3.2.	<i>Morfologija trnova sa nalepom na mikro nivou (ZO).....</i>	<i>112</i>
7.4.3.3.	<i>Morfologija nalepa i tendencija lepljenja u zavisnosti od hemijskog sastava površine (ZO)</i>	<i>112</i>
7.4.3.4.	<i>Uticaj hrapavosti i grešaka rasta prevlaka na morfologiju nalepa (ZO)</i>	<i>114</i>
7.4.4.	<i>Transfer materijala odlivka i promene na površinama trnova.....</i>	<i>115</i>
7.4.4.1.	<i>Nalep na trnovima nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)..</i>	<i>115</i>
7.4.4.2.	<i>Nalep i promene na površinama trnova nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO20).....</i>	<i>116</i>
7.5.	Interakcija Al–Si–Cu legure i površina prevlaka, diskusija FIB ispitivanja.....	116
7.5.1.	<i>Poprečni presek uzoraka nakon eksperimenata sa konvencionalnim očvršćavanjem....</i>	<i>117</i>
7.5.2.	<i>Poprečni presek uzoraka nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja</i>	<i>117</i>
7.6.	Izvlačenje trnova	120
7.6.1.	<i>Proces izvlačenja.....</i>	<i>120</i>
7.6.2.	<i>Maksimalne sile izvlačenja trnova različitog hemijskog sastava.....</i>	<i>123</i>
7.6.3.	<i>Uticaj hrapavosti i morfologije površine na maksimalne sile izvlačenja trnova.....</i>	<i>124</i>
7.6.4.	<i>Uticaj vremena zadržavanja i hrapavosti na maksimalne sile izvlačenja trnova</i>	<i>127</i>
8.	ZAKLJUČCI I PRAVCI BUDUĆIH ISTRAŽIVANJA	131
9.	SPISAK KORIŠĆENIH SKRAĆENICA I SIMBOLA.....	134
10.	LITERATURA.....	136
11.	PRILOG.....	148

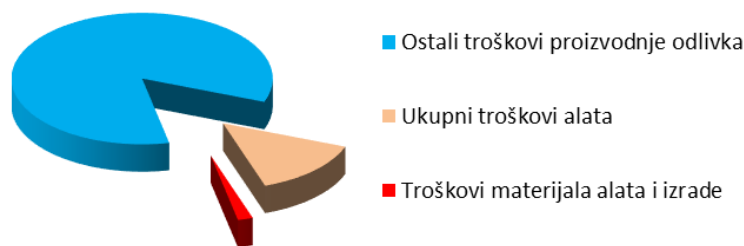
1. Uvod

Pred savremenu metaloprerađivačku industriju postavljaju se vrlo visoki zahtevi u pogledu masovne proizvodnje delova uskog tolerancijskog polja i visokog kvaliteta obrađene površine. Postizanje ovog cilja dodatno je uslovljeno činjenicom da proces treba da se izvede sa utroškom što je moguće manje energije, materijala, alata i sa što manje zastoja u proizvodnji. Ispunjavanje ovih zahteva moguće je ostvariti maksimalnim iskorišćenjem savremenih pristupa u projektovanju procesa, tehnologije i izrade alata. U tehnologijama obrade metala alat je veoma uticajan činioc u kvalitetu proizvoda i ekonomičnosti celokupnog procesa. Aspekt projektovanja i optimizacije procesa rada alata danas se veoma uspešno izvodi primenom računarskog projektovanja i simulacija procesa proizvodnje. Međutim, znatna poboljšanja u pogledu efikasnosti u radu i trajnosti alata postižu se primenom savremenih materijala, termičke obrade i površinskih slojeva na alatima. Iz tih razloga u industriji alata su već tri decenije prisutne tehnologije inženjerstva površina u svojstvu poboljšanja otpornosti na habanje površina koje su izložene teškim eksploatacionim uslovima [1–5]. Tribološko ponašanje alata u sistemu alat-obradak zavisi od velikog broja faktora među koje se ubrajaju: velika kontaktna opterećenja, prisustvo abraziva, visoke temperature i korozione atmosfere [6]. Svrha primene inženjerstva površina na alatima je znatno poboljšanje mehaničkih karakteristika površina u odnosu na osnovni materijal čime se doprinosi povećanju otpornosti na habanje u kontaktu alata sa obratkom. Dodatna pogodnost primene inženjerstva površina se ogleda u tome da se primenom prevlaka otvara mogućnost primene jeftinijeg osnovnog materijala od kojeg se izrađuje celokupan alat. Iako je do sada najmasovnija primena ovih tehnologija zaživela kod reznih alata za obradu metala, danas se one koriste i kod alata za hladno i toplo deformisanje kao i na metalnim kalupima (kokilama) za livenje obojenih metala pod pritiskom [3,6–8].

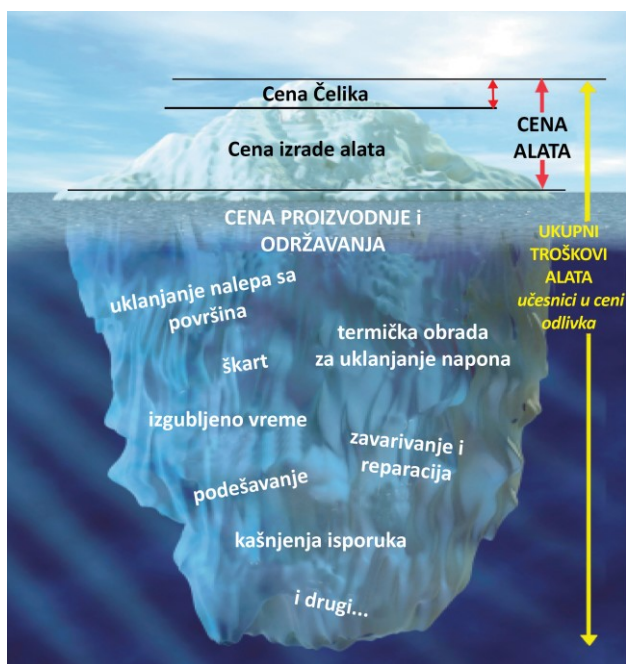
Livenje pod pritiskom spada u visokoproduktivne tehnologije izrade odlivaka legura obojenih metala visoke tačnosti sa dobrim kvalitetom obrađene površine, koji se u veoma malom obimu dodatno obrađuju. Tehnologijom livenja pod pritiskom se sa jednom mašinom može izvoditi i do 100 ciklusa livenja za jedan proizvodni sat. Izrada odlivaka složene geometrije iziskuje primenu složenih alata kompleksne konfiguracije, sastavljenih od velikog broja komponenti. Radne površine alata za livenje pod pritiskom se izrađuju viskopreciznim mašinskim obradama čime je omogućena izrada odlivaka visoke tačnosti i dobrog kvaliteta obrađene površine. Međutim, visoka tačnost odlivaka je zagarantovana samo u slučaju preciznog podešavanja međusobnog položaja svih delova alata što predstavlja posebnu operaciju pripreme proizvodnje odlivaka ovom tehnologijom. U slučaju pohabanosti i otkaza nekog dela alata za livenje pod pritiskom neizbežna je potpuna demontaža alata sa mašine i dalje rastavljanje radi reparacije ili zamene dela koji je otkazao. Ovakve intervencije neretko traju preko dvadeset radnih sati, odnosno nekoliko radnih smena proizvodnje. Alat za livenje pod pritiskom je segmentnog dizajna pa stoga delovi koji često podležu habanju nisu skupi, ali njihova zamena zahteva zaustavljanje proizvodnje. U masovnoj proizvodnji odlivaka ovakvi zastoji predstavljaju znatne ekonomske gubitke koje treba smanjiti. Sa druge strane nastavak proizvodnje odlivaka sa pohabanim alatom rezultuje škartom a svakim sledećim ciklusom ugrožava se integritet alata usled lepljenja livene legure za njegove površine [9].

U proizvodnji odlivaka tehnologijom livenja pod pritiskom ukupni troškovi alata koji učestvuju u konačnoj ceni proizvoda kreću se od 10 do 20 % (slika 1). Međutim, u inženjerskoj praksi neretko vlada stav da cena materijala alata i cena njegove izrade predstavljaju najveći udeo troškova alata koji učestvuju u ceni odlivka. Ovakav stav je uzrokovan prividnim karakterom troškova alata koji se popularno ilustruju santom leda prikazanoj na slici 2. Iz ilustracije je jasno da su troškovi materijala i izrade alata samo vidljiv vrh ledene sante a da znatno veći deo zauzimaju činoci koji su vezani za eksploataciju alata. Veliki broj tih drugih činilaca je posredno i neposredno posledica habanja alata za livenje pod pritiskom. Ovi činoci imaju znatan udeo u ukupnoj ceni odlivka (10 – 20 %) zbog čega je livnicama od izuzetnog interesa da smanji ove troškove alata. Tehnologije inženjerstva površina omogućavaju da se u znatnoj meri poboljša otpornost na habanje alata za livenje pod pritiskom i time

smanje troškovi proizvodnje i održavanja. Uzimajući u obzir da u ukupnoj ceni odlivka materijal alata i njegova izrada učestvuju sa 1 do 2 %, povećanje ukupne cene odlivka usled primene novih materijala ili tehnologija inženjerstva površina je neznatna [10]. Pored toga što habanje alata ima uticaj na cenu proizvoda i profit, ono ima uticaja i na ukupnu trajnost alata čime je dodatno podstaknuta primena plazma tehnologija za povećanje otpornosti na habanje alata.



Slika 1 Učešće troškova alata u ukupnoj ceni odlivka izrađenog livenjem pod pritiskom



Slika 2 Ilustracija učešća pojedinih činilaca u ukupnim troškovima alata za livenje pod pritiskom, [10]

U procesu projektovanja alata, potrebno je unapred voditi računa o eventualnoj doradi elemenata alata nakon habanja, kao i o povećanju otpornosti na habanje površina koje su izložene najtežim eksploatacionim uslovima [11]. Dosadašnji pristup je takav da se za delove alata koji su kritični sa aspekta habanja primenjuju najkvalitetniji specijalni materijali. Međutim, primena najkvalitetnijih i najskupljih materijala za alate za rad na toplo često nije u potpunosti opravdana, budući da se kvalitet alata ne povećava srazmerno sa cenom materijala koji se utroši. Za razliku od skupih materijala koji se mogu primeniti u izradi alata za livenje, tanke prevlake dobijene plazma procesima ipak imaju znatno prihvatljiviju cenu a uglavnom omogućuju bolje ponašanje čak i od najskupljih materijala za alate za rad na toplo kakvi su specijalni čelici, legure volframa (W) i molibdena (Mo) [12]. Nanošenje prevlaka otpornih na habanje, na površine alata za livenje pod pritiskom, donosi višestruka poboljšanja u pogledu trajnosti alata, kvaliteta proizvoda i jednostavnosti održavanja. Pored navedenog, glavni adut ekonomske opravdanosti primene plazma površinskih tretmana je njihov mali udeo u ukupnoj ceni alata.

Iako postoje prevlake i slojevi koji su razvijeni za ove namene postoji potreba za njihovim daljim razvojem i unapređenjem. Poznavanjem mehanizama habanja prevlaka u uslovima livenja pod pritiskom stižu se smernice za njihovo unapređenje. Stoga je kao predmet istraživanja ove disertacije izabrana problematika lepljenja i korozije prevlaka u livenoj leguri aluminijuma.

2. Teorijske osnove i pregled dosadašnjih istraživanja

2.1. Faze procesa livenja pod pritiskom i eksploatacioni uslovi alata za livenje pod pritiskom

Livenje pod pritiskom je tehnologija proizvodnje odlivaka od legura lakih i obojenih metala kojom se rastopljeni metal pod visokim pritiskom uliva u kalupnu šupljinu, nakon čega očvršćava i formira odlivak. Kalupi koji se koriste za livenje pod pritiskom su metalni kalupi koji se najčešće izrađuju od čelika za rad na toplo ili materijala otpornih na visoke temperature, a zbog složenosti konstrukcije nazivaju se alati za livenje pod pritiskom. Mašine za livenje pod pritiskom se prema temperaturi komore za presovanje dele na mašine sa toplom i hladnom komorom presovanja, a izbor vrste mašine zavisi od materijala livene legure. Ovom tehnologijom vrši se livenje svih legura lakih i obojenih metala, a legure aluminijuma su među najzastupljenijim. Imajući u vidu da je danas primena legura aluminijuma u ekspanziji i da se njihovom preradom livenjem pod pritiskom alati najintenzivnije habaju, sva razmatranja u nastavku rada će se usmeriti ka ovim legurama i ka procesima livenja sa hladnom komorom presovanja.

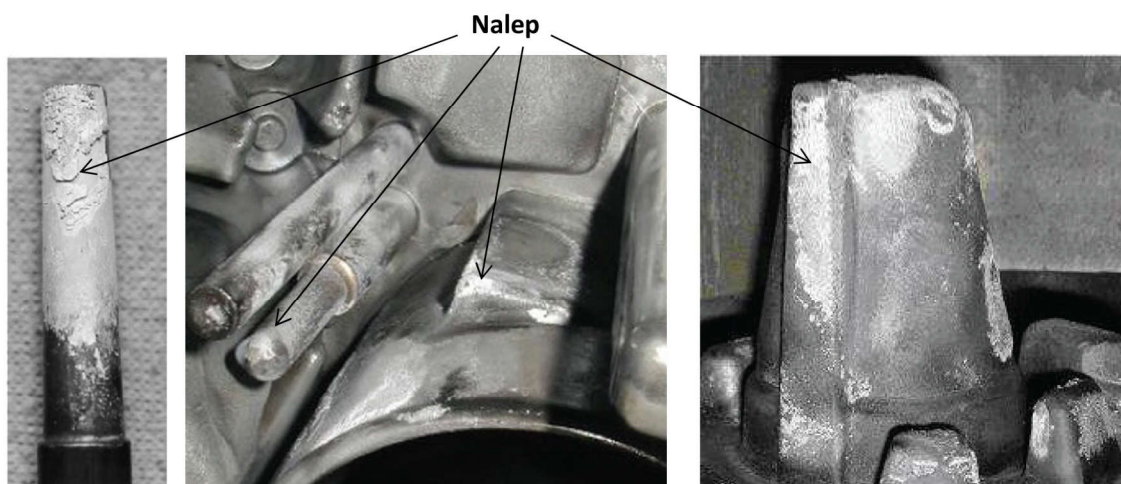
Kako bi se mehanizmi habanja alata za livenje pod pritiskom bolje razumeli i povezali sa uslovima pod kojim nastaju, u nastavku će se faze ciklusa livenja objasniti zajedno sa vezanim negativnim efektima livene legure i konkretnim parametrima procesa.

Proces livenja pod pritiskom može se podeliti na nekoliko karakterističnih faza koje se tokom proizvodnje odlivaka ciklično ponavljaju. Početna faza ciklusa livenja je nanošenje premaza (odvajača) na radne površine alata kako bi se sprečio direktan kontakt liva sa površinom alata i time olakšalo vađenje gotovog komada iz alata. Nakon toga, svi pokretni delovi alata dovode se u takav međusobni položaj da se obrazuje kalupna šupljina u koju će se ulivati tečni metal. Legure aluminijuma prilikom ulivanja u kalup imaju temperature od 650 do 700 °C. Prilikom ulivanja tečnog metala u kalupnu šupljinu pritisci liva se kreću u od 30 do 250 bar, a brzine kretanja liva koje se mestimično postižu su i do 100 m/s. Osim intenzivnijeg zagrevanja površina alata na mestima udara liva sa visokim brzinama, dolazi i do erozivnog habanja materijala [13–15]. U momentu kada je šupljina alata u potpunosti popunjena vrši se dodatni pritisak na tečni metal odnosno dopresovavanje liva i u tom momentu liv dolazi u najveći kontakt sa površinama alata [14,16]. Pritisak dopresovavanja pored mehaničkog dejstva na površinu alata povećava prenos toplote u kalup i uopšte dejstvo rastopljenog metala na površinu alata. U ovoj fazi livenja kroz kanale u zidovima alata pušta se tečnost za hlađenje (voda) čime se pospešuje odvođenje toplote rastopljenog metala usled čega dolazi do očvršćavanja liva i formiranja odlivka. U toku procesa strujanja, očvršćavanja i dopresovavanja liva usled naizmenečne difuzije hemijskih elemenata liva i materijala alata dolazi do površinskog razlaganja materijala alata. U tom procesu dolazi do obrazovanja intermetalnih jedinjenja Fe – Al (korozije) kojim se stvaraju hemijske i mehaničke veze između odlivka i alata [14,15,17]. Nakon očvršćavanja alat se otvara, a gotov odlivak se uz pomoć izbacivača vadi iz njega. U ovoj fazi, usled intenzivnog lepljenja odlivka za alat može doći do fizičkog kidanja delova alata i odlivka i do krivljenja ili loma odlivka i/ili izbacivača alata [18,19]. Kada je odlivak izvađen površina alata je izložena vazduhu na sobnoj temperaturi i to je momenat kada se vrši eventualno čišćenje površina alata od nalepa i nanošenje premaza pre sledećeg ciklusa livenja. Prilikom nanošenja premaza za alate za livenje pod pritiskom obično ima sobnu temperaturu dok je površina alata u momentu nanošenja premaza na radnoj temperaturi, u intervalu od 300 do 350 °C. Kao posledica zagrevanja i hlađenja površina alata dolazi do naizmenečnog širenja i skupljanja materijala alata koje prilikom cikličnog ponavljanja procesa uzrokuju pojavu površinskih pukotina na alatu. Ovaj fenomen nastanka pukotina naziva se termociklični zamor površine alata. Nakon nastanka inicijalnih pukotina svakim sledećim ciklusom livenja one se produbljuju, šire i povezuju na površini alata te se termociklični zamor površine najčešće manifestuje mrežom pukotina koje najčešće nastaju normalno na površinu alata [20–22] a ređe paralelno sa površinom [23]. Prisustvo pukotina na površini alata je izuzetno nepovoljno, jer pri procesu livenja tečni metal pod pritiskom ulazi u njih, hemijski reaguje sa materijalom alata, očvršćava i mehanički se vezuje za njega [22]. U takvim slučajevima u

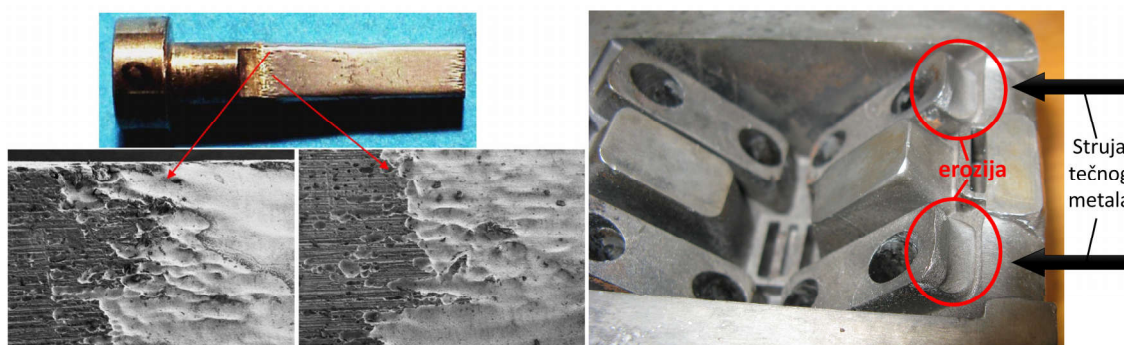
momentu izbacivanja odlivka iz alata dolazi do mehaničkog dejstva na površinu alata i odlamanja njegovih delova a odlivak iz takvog alata ima veoma loš kvalitet obrađene površine, sadrži ispupčenja (negativ pukotina) na svojim površinama. Razvoju termocikličnih pukotina dodatno pogoduje dejstvo pritiska na površinu alata kao i svi prethodno spomenuti hemijsko metalurški procesi [22]. Termociklični zamor površina alata je dosta čest uzrok za isključenje alata iz proizvodnje, njegovu doradu ili zamenu njegovih delova.

Iz prethodnog opisa i opšte analize procesa livenja može se zaključiti da se usled dejstva različitih fizičkih fenomena kojima je izložena površina alata može identifikovati nekoliko mehanizama habanja površina alata za livenje pod pritiskom i to:

- **Korozija i lepljenje** livene legure usled difuzije i hemijske reakcije elemenata na povišenim temperaturama i stvaranja novih intermetalnih jedinjenja koje uzrokuju lepljenje livene legure za površinu alata (slika 3)
- **Erozija** površine usled udara rastopa sa velikim brzinama o površine alata uz prisustvo očvrslih i abrazivnih čestica na visokim temperaturama i dejstvom zahvaćenih gasova (slika 4)
- **Termociklični zamor** površina alata usled naizmenničnog zagrevanja i hlađenja površina alata tokom ciklusa livenja i nanošenja premaza (slika 5), [24]



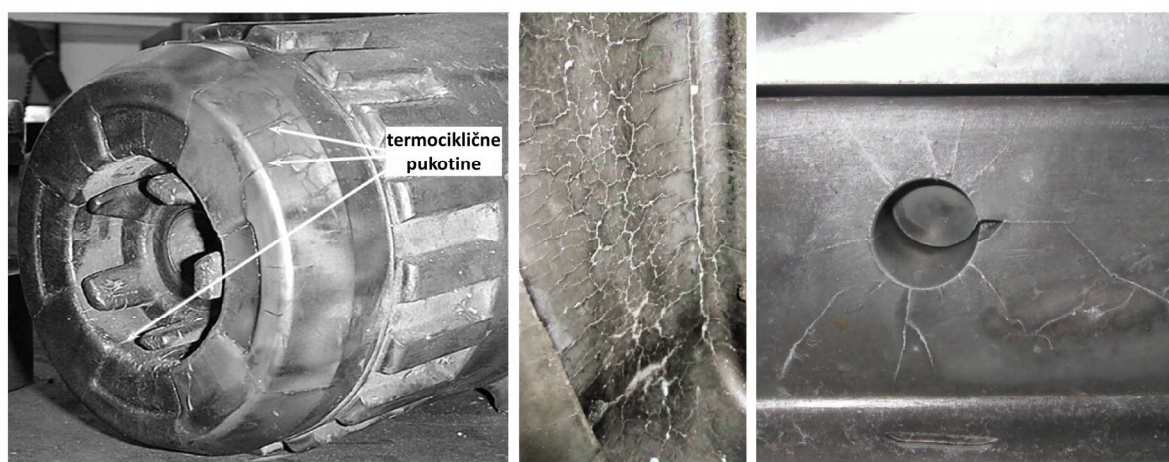
Slika 3 Primeri lepljenja livene legure za površine alata, [14,25]



Slika 4 Primeri erozije površine alata za livenje pod pritiskom [26]; Tehnoliv, Čačak

U praksi livenja pod pritiskom postoje primeri da su površine nekih alata izložene samo habanju usled dejstva jednog mehanizma, međutim opisani mehanizmi habanja alata se uglavnom odvijaju simultano, odnosno imaju kombinovano dejstvo. Tako da je za proučavanje, identifikaciju a kasnije i otklanjanje uzročnika habanja površine alata, od suštinske važnosti detaljno poznavanje ponaosob svih mehanizama habanja površina alata. Mehanizmi habanja određene površine zavise i od lokacije te površine u alatu. Pod pojmom „lokacija“ podrazumeva se položaj površine u odnosu na neke druge elemente u alatu/odlivku kao na primer: njen položaj u odnosu na ulivni sistem odlivka, njen položaj u odnosu na najveću debljinu zida odlivka, neposrednu blizinu jezgara, blizinu sistema za

hlađenje, paralelno ili normalno na podoonu ravan kalupa i slično. Svaka lokacija u alatu ima svojstven termički, hidraulički i tribološko-mehanički režim koji utiče na fenomene koji će se na njoj dešavati.



Slika 5 Primeri pukotina na površinama alata za livenje pod pritiskom usled termocikličnog zamora, [27,28]

Premazi koji se primenjuju na površinama alata prilikom procesa livenja pod pritiskom imaju ulogu da smanje termičko i mehaničko dejstvo tečnog metala na površinu alata, da olakšaju vađenje očvrstlog odlivka iz alata i da izvrše hlađenje površine alata nakon vađenja odlivka [29]. Premazi za kokile su smeše različitih polimernih i keramičkih komponenti koje se najčešće rastvaraju u vodi pre nanošenja na površinu alata. Svaka od komponenti u premazu ima svoju posebnu ulogu u procesu koji odpočinje nanošenjem na alat, nastavlja se kontaktom sa rastopljenim metalom i završava se klizanjem očvrstlog odlivka po površinama alata prilikom njegovog vađenja. Kada se premaz prskanjem nanese na vrelu površinu alata rastvarač isparava i izvrši se njegovo očvršćavanje i vezivanje. Premaz i kokila nemaju jaku fizičku vezu tako da tokom procesa livenja na pojedinim delovima alata dolazi do njegovog uklanjanja pa ovakva mesta postaju podložna habanju. Uklanjanje premaza sa površina alata nastaje usled: erozije tečnim metalom, tribo-kontakta sa gotovim odlivkom tokom vađenja iz alata, blizine masivnog dela odlivka koji se sporije hladi (toplog mesta) i neadekvatnog nanošenja premaza na pojedine površine [29,30]. Kao posledica nepostojanja premaza, već nakon nekoliko ciklusa livenja, dolazi do lepljenja liva za površinu alata i lokalnog zagrevanja, koje može da inicira mikro oštećenja na alatu u vidu korozije i inicijalnih zamornih prslina. Iako do mestimičnog uklanjanja premaza ne dolazi nakon svakog ciklusa livenja na lokacijama koje su sklone oštećenjima, svakim sledećim ciklusom livenja napreduje habanje, proširujući oštećene površine ili produbljujući kraterne i pukotine. Oštećenja alata se preslikavaju na površine odlivka čime nastaje neželjeni škart u proizvodnji.

Osim poteškoća nastalih uklanjanjem premaza sa površina alata postoji još nekoliko uopštenih problema koji nastaju primenom premaza. Poseban problem koji nastaje nanošenjem premaza je njegovo učešće u termocikličnom režimu alata te stvaranju zamornih prslina na površini alata koje narušavaju i integritet alata i kvalitet odlivka [31]. Primenom premaza uvek postoji mogućnost nastanka površinske poroznosti u odlivku ili neposredno ispod njegove površine što se dešava usled prekomernog oslobađanja gasova iz premaza [31]. Takođe, intenzivnim nanošenjem premaza može doći do njegovog neravnomernog nanošenja i lokalnog razlaganja premaza usled čega dolazi do nagomilavanja ugljenika u kalupnoj šupljini. Taj nagomilani ugljenik ima štetne efekte na kvalitet odlivka u pogledu kvaliteta obrađene površine ili nedolivenost odlivka. Štetni efekti premaza se odražavaju takođe i na površinske karakteristike odlivka koji se podvrgavaju farbanju nakon procesa livenja.

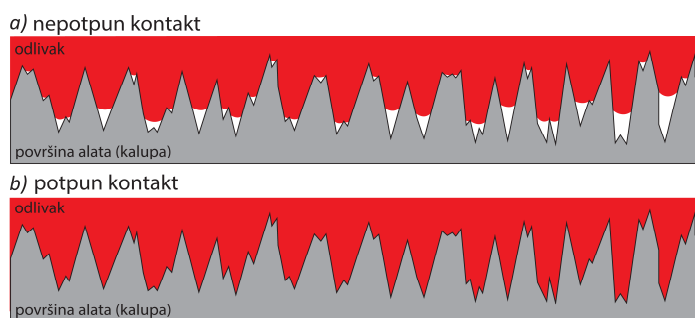
Iako postoje visoko sofisticirani premazi za sprečavanje određenih negativnih efekata liva, iz priloženog se vidi da je obezbeđenje više različitih osobina premaza veoma kompleksno i stoga veoma retko u potpunosti ostvarivo. Zbog toga se pribegava taktici da se delovi alata koji se najčešće habaju, proizvode kao ugradni odvojeni elementi alata te su jeftini i lako zamenljivi. Međutim, izgubljeno vreme usled skidanja, zamene, pozicioniranja i ponovnog pokretanja proizvodnje je u visoko

produktivnoj proizvodnji visoko-kvalitetnih odlivaka potrebno svesti na minimum. Sa druge strane, u pogonima manjih livnica smanjenje udela čišćenja alata od nalepa i pretapanja povrata usled pojave škarta i primena manje količine premaza imaju veoma dobre ekonomske efekte.

2.2. Mehanizmi habanja alata za livenje pod pritiskom od čelika pri livenju legura aluminijuma

Lepljenje livene legure za površine alata za livenje pod pritiskom je problem kojem se danas u livničkoj praksi pridaje veoma velika pažnja [14,17,24,29]. Lepljenje predstavlja formiranje sloja livene legure (nalepa) na površinama alata koji postaje uočljiv nakon vađenja gotovog odlivka iz alata. Ono je rezultat mehaničkih i metalurških interakcija materijala odlivka sa površinama livačkog alata i tako se ova dva procesa i dele na mehaničko i na metalurško lepljenje [14,17,26]. U zavisnosti od eksploatacionih uslova ova dva procesa mogu da se odvijaju i istovremeno. Proces koji se odvijaju tokom kontakta livene legure i materijala alata između ostalog zavise od obe vrste materijala koje obrazuju kontakt. Budući da su alatni čelici najzastupljeniji materijali za izradu alata a legure aluminijuma najzastupljenije legure koje se liju ovim postupkom i da su oni predmet istraživanja u ovoj disertaciji, akcent na teorijskih razmatranja će se dati na habanje koje nastaje u interakciji ovih materijala.

Mehaničke interakcije (mehaničko lepljenje) predstavljaju fenomene u kojima livena legura popunjava mikroneravnine površine alata, očvršćava u njima i na taj način obrazuje fizičku vezu sa alatom [17,26]. Ovaj efekat je praktično posledica fenomena fizičkog kačenja livene legure za površine alata koji se naziva „zaključavanje“ neravnina ili „zaključan“ kontakt [26]. Ovaj mehanizam lepljenja se odvija u toku jednog ciklusa livenja a dalje zadebljanje takvog nalepa može da usledi metalurškim lepljenjem ili naknadnom adhezijom livene legure. Najuticajni parametar na proces mehaničkog lepljenja je hrapavost i morfologija površine, ali ono je takođe zavisno i od temperature alata i liva, hemijskog sastava legure, primenjenog pritiska na livenu leguru, kvašljivosti površine sa livenom legurom itd. U zavisnosti od ovih parametara, lepljenje može da se odvija po celoj razdelnoj površini (slika 6b) ili delimično usled nepopunjenosti svih neravnina (slika 6a). Generalno važi, da što je manja hrapavost površine alata to se manje ispoljava efekat mehaničkog lepljenja livene legure [26]. Kao izolovan proces, mehaničko lepljenje predstavlja čistu interakciju površina bez hemijskih i metalurških procesa u kontaktu [14]. Mehaničko lepljenje nema direktnu uticaj na habanje alata ali njime se značajno smanjuje efikasnost rada alata, kvalitet odlivka a prekomernim ispoljavanjem može dovesti do loma izbacivača i drugih delova alata ili odlivaka. Do smanjenja efikasnosti rada dolazi usled česte potrebe za čišćenjem alata od nalepljenja legure radi nastavka daljeg rada alata.



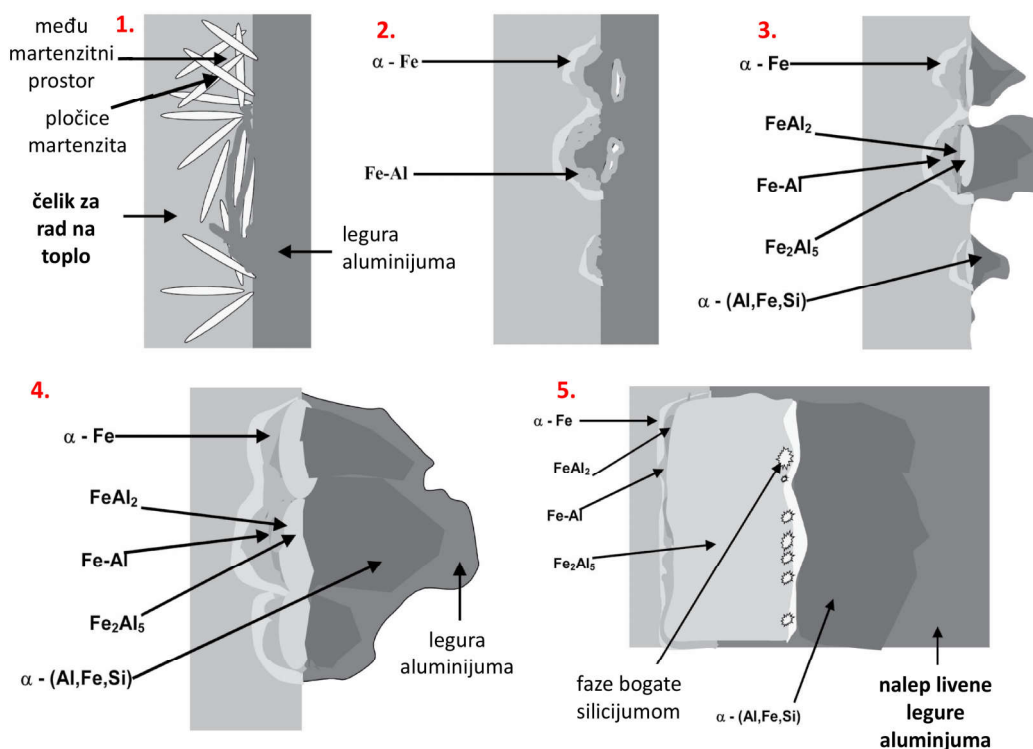
Slika 6 Šematski prikaz mehaničkog lepljenja u slučaju: a) nepotpunog; b) potpunog kontakta odlivka i alata

Metalurško lepljenje je kompleksan proces u kojem se obrazuje hemijska veza između materijala odlivka i alata čijim raskidanjem dolazi do fizičkog oštećenja površine alata ili odlivka, odnosno promene njihove morfologije na makro ili mikro nivou. Proces metalurškog lepljenja je dinamičan proces koji propagira od ciklusa do ciklusa livenja i usko je povezan sa erozijom materijala kalupa [17,32]. Zbog toga će se u nastavku, kada je to potrebno, ova dva fenomena razmatrati zajedno. Prilikom livenja legura aluminijuma, glavni razlog za nastanak metalurškog lepljenja (korozijske) je velika tendencija železa i aluminijuma ka stvaranju zajedničkih intermetalnih jedinjenja [18,26,32,33].

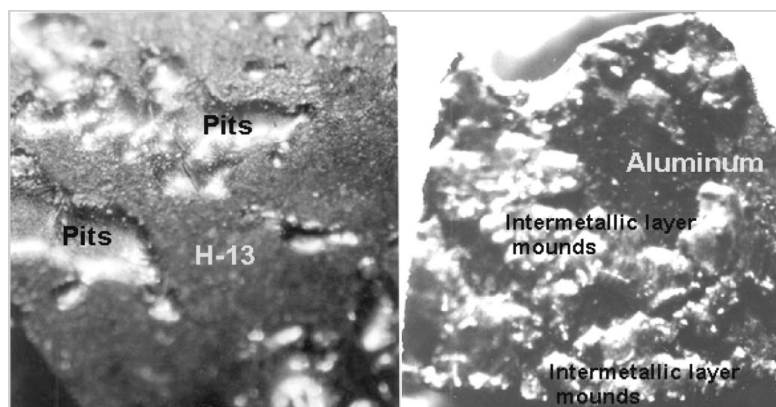
Važno je napomenuti da je proces lepljenja, obrazovanja intermetalnih jedinjenja (Fe – Al), u literaturi razmatran i objašnjen rezultatima iz proizvodnih i ekperimentalnih ispitivanja. Između ove dve vrste istraživanja postoje sličnosti ali i značajne razlike, koje ne treba izgubiti iz vida prilikom razmatranja.

Proces lepljenja započinje tako što se tokom livenja usled erozije izvrši uklanjanje premaza sa neke lokacije i omogući se direktan kontakt legure aluminijuma sa čelikom. U tom trenutku počinje korozioni proces u kojem atomi železa napuštaju čelik i ulaze u rastop legure aluminijuma (slika 7.1.). Tada prvo dolazi do rastvaranja železa iz osnove oko martenzitnih pločica i karbida. Železo sa legurom aluminijuma stvara intermetalne faze (FeAl , FeAl_2 , Fe_2Al_5 , FeAl_3) koje se stvaraju u slojevima prilikom dotoka svežeg aluminijuma u svakom sledećem ciklusu livenja (slika 7.2.). Kada se usled vađenja odlivka dejstvuje silom na ovakav sloj dolazi do raskidanja veza između intermetalnih jedinjenja i čelika pri čemu ostaju oštećenja na površini alata a intemetalna jedinjenja ostaju na površini odlivka (slika 8). U nastavku korozionog procesa počinju da se formiraju i tercijarne faze koje uključuju i silicijum (Si) a one rastu u obliku piramida od površina čelika (slika 7.3.). Radijalnim rastom intermetalnih jedinjenja u obliku piramida dolazi do njihovog spajanja u veće nalepe koji rastu i u unutrašnjost alata i van ka odlivku (slika 7.4.). U ovom stadijumu Fe_2Al_5 faza započinje naglo da raste i obrazuje masivan nalep na koji se livena legura jednostavno vezuje i lepi (slika 7.5. i 9). Usled očvršćavanja u ovakvim uslovima livena legura aluminijuma ostaje zalepljena za intermetalna jedinjenja, koja i u slučaju ponovnog rastapanja odlivka/nalepa, ne mogu ponovo da se pretope [17,18,32].

Ceo proces lepljenja/korozije prilikom livenja legura aluminijuma odnosi se na difuziju hemijskih elemenata iz alata u liv a difuziju hemijskih elemenata livene legure u alat i na taj način formiranje intermetalnih jedinjenja. Stvaranjem nekih od ovih slojeva mogu da se otežaju difuzioni procesi usled čega i proces korozije može da se uspori, te da se uspori napredovanje sloja intermetalnih jedinjenja. Dinamika propadanja sloja čelika u rastopu aluminijuma se znatno menja (ubrzava) u slučajevima kada dolazi do uklanjanja intemetalnih jedinjenja. Tim procesom livena legura se ponovo dovodi u kontakt sa nedirnutom površinom čelika usled čega se opet pokreće stvaranje intermetalnih jedinjenja po prethodno opisanom načinu. Uklanjanje intermetalnih jedinjenja se osim mehaničkim dejstvom prilikom vađenja odlivka mnogo intenzivnije dešava udarom struje liva (erozijom) u fazi popunjavanja kalupa [16,26,34,35].

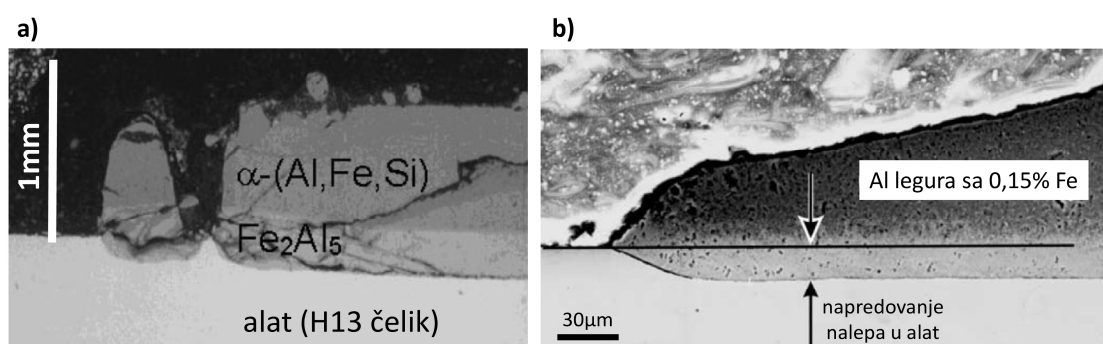


Slika 7 Šematski prikaz mehanizama napredovanja metalurškog lepljenja [18,32]



Napomena: Pits – korozioni krateri; Intermetallic layer mounds – uzvišenja sloja intermetalnih jedinjenja

Slika 8 Primer površine alata nakon uklanjanja odlivka na mestu na kojem je započela korozija alata, površina odlivka sa uzvišenjima intermetalnih jedinjenja nakon odvajanja od alata na začetku korozije, [18,32]



Slika 9 Poprečni presezi zona sa intermetalnim jedinjenjima Fe – Al: a) prikaz vrste jedinjenja [18]; b) prikaz širenja i rasta sloja intermetalnih jedinjenja [36]

Habanje erozijom kod livenja pod pritiskom se dešava kombinovanim dejstvom tečne i čvrste faze rastopljenog metala (suspenzije) koje se kreću velikim brzinama [19,37]. U interakciji površina alata i čestica koje se kreću velikim brzinama do habanja dolazi usled cikličnog ponavljanja dejstva čestica koje izazivaju mikrosečenje ili obrazuju mikropukotine. Pri interakciji tečne faze sa površinama alata dolazi do pojave visokog udarnog pritiska kojim se obrazuju lokalizovane pukotine u površinskom sloju, a čijim napredovanjem dolazi do progresivnog habanja [16,19,37]. Treći vid erozivnog habanja predstavlja kavitacija do koje dolazi usled kolapsa mehurića iz struje liva koja se kreće velikim brzinama. Kolapsom mehurića dolazi do nastanka cikličnih opterećenja sa visokim pritiscima na površini, te habanje napreduje slično kao i kod udarnog dejstva struje liva [16,19,37]. Pokazano je da pritisci koji nastaju prilikom udara struje liva o površine alata nisu dovoljni da u kratkom periodu pohabaju površinu alata, već njihov uticaj dolazi do izražaja kada dejstvuju na površine sa intermetalnim jedinjenjima [16]. Cikličnim ponavljanjem rasta sloja intermetalnih jedinjenja i dejstvom struje liva dobija se dinamičan proces habanja površina koji je kombinacija dva naizgled različita vida habanja [16,19,26,34]. Sagledavanjem ostalih ključnih parametara od kojih je zavisno lepljenje i korozija čelika konstatuje se da su i ti parametri zavisni od strujanja liva po površini alata.

Osnovni parametri od kojih zavisi metalurško lepljenje između čelika i legura aluminijuma su: temperatura liva [17,19,26,34], vremenski period izloženosti tečnom livu [19,34,38], brzina strujanja liva koja dejstvuje na to zonu [33,34], lokacija/orijentacija te zone u odnosu na ulivni sistem [19,26], hemijski sastav livene legure [17,32,33,36,39], hrapavost površine [17,24], u slučaju trnova zakošenje površine [17] itd. Uticaj temperature je takav da se sa njenim povećanjem povećava i metalurško lepljenje, iz razloga što se sa porastom temperature povećava difuzija i rastvorljivost elemenata u aluminijumu, prvenstveno železa [17,19,26,34]. Produženje vremena kontakta linearno povećava koroziju odnosno gubitak mase usled korozije što se objašnjava slabom zaštitom nastalog korozionog sloja u nastavku procesa korozije [19,34,38]. Sa porastom brzine strujanja liva raste i habanje (gubitak

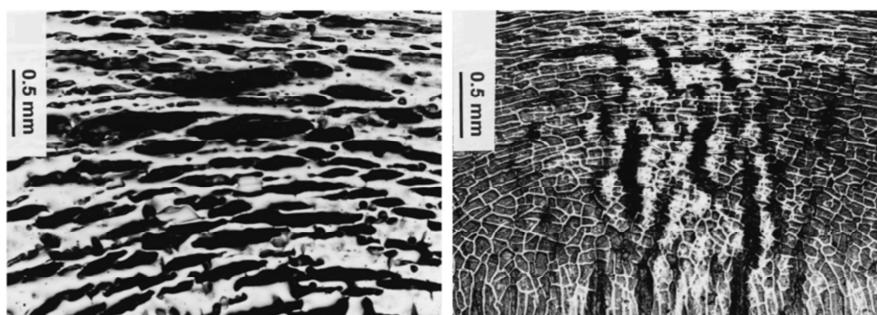
mase) usled metalurškog lepljenja. Uticaj brzine strujanja ima više dimenzija. Povećanom brzinom kretanja liva po nekoj površini pospešuje se konvekcija toplote zbog čega se ti delovi intenzivnije zagrevaju i pospešuje se korozija. Sa druge strane ubrzano kretanje liva u toj zoni uzrokuje neprestani priliv svežeg liva u tu zonu što sa efektima erozije dodatno pospešuje habanje [19,33,34,40]. Zone alata bliske ulivnom sistemu i one koje su izložene direktnim udarima liva su sklonije habanju jer se pospešuju efekti koje ima temperatura i erozija [19,26]. Hemijski elementi poput železa i mangana imaju vrlo intenzivan uticaj na smanjenje habanja površine usled korozije u tečnoj leguri aluminijuma [17,32,33,36,39]. Razlog tome je što njihova koncentracija utiče na nastanak određene morfologije intermetalnih jedinjenja koja imaju drugačije difuzione osobine i to što dolazi do promene zasićenja rastopa sa železom. Povećanjem sadržaja železa i mangana u leguri aluminijuma značajno se smanjuje korozija čelika u rastopu ovih legura. Ovaj efekat se i koristi u slučajevima gde postoji mogućnost da se promenom hemijskog sastava upravlja sa sklonošću ka lepljenju livene legure. Međutim, povećanje sadržaja železa ima izuzetno negativno dejstvo na mehaničke karakteristike odlivaka od legura aluminijuma, zbog čega postoji veoma velika težnja za smanjenje njegove količine u odlivcima vrhunskog kvaliteta [32,33,39]. Povećanjem hrapavosti raste i razvijena površina alata sa čime raste i sposobnost razmene toplote [17,24]. Razmatranjem jedne uzvišene mikroneravnine kao tela koje je sa ostatkom mase materijala spojeno samo preko jednog kraja a da preko druga dva ili tri prima toplotu, onda je jasno da se takav mikroelement intenzivnije zagreva od njegove okoline [17,24]. Usled korozije najviše neravnine prve podležu transformaciji u intermetalna jedinjenja. Iz prethodnog se vidi da su fenomeni lepljenja/korozije i erozije veoma usko povezani i da se habanje uzrokovano njihovim dejstvom teško može rasčlaniti na sastavne komponente.

Pored fenomena koji su uzrokovani čisto livačkim procesima, prilikom livenja pod pritiskom kao posledica interakcije alata sa odlivkom delovi alata se izlažu i adhezivnom i abrazivnom habanju [14,41,42]. Njihovim dejstvom nalep koji nastaje usled prethodnog mehaničkog i metalurškog lepljenja može se dodatno zadebljati ili ukloniti sa alata ostavljajući kraterne na površini [43]. Imajući u vidu da su i materijal alata i intermetalna jedinjenja znatno tvrdi od livene legure aluminijuma i činjenicu da je afinitet između hemijskih elemenata u kontaktu povoljan, vrlo je verovatno da će dolaziti do adhezivnog habanja, odnosno fenomena utrljavanja (*eng. galling*) [42,44,45]. Ovaj fenomen se svakako odvija u direktnom kontaktu čelika i legure aluminijuma, međutim krajnji rezultat njegovog dejstva je zavisn od: geometrije alata i relativnog položaja sa odlivkom, od čvrstoće veze materijala alata sa slojem intermetalnih jedinjenja, temperature na kojoj se odvija proces itd [26,46].

Oblast ispitivanja adhezivnog habanja u kontaktu čelika i legure aluminijuma na visokim temperaturama je oblast u kojoj se danas mnogo istražuje [41,42,46–49]. Međutim i dalje postoji ogroman potencijal za istraživanja na tom polju jer su ti tribološki fenomeni prilično kompleksni, a postoji veoma velika različitost mogućih eksploatacionih uslova alata. Tome je razlog to što se saznanja iz te oblasti mogu primeniti na čitav niz tehnologija za oblikovanje i preradu legura aluminijuma (livenje, deformisanje na toplo/hladno) u kojima postoji takav tribo sistem [41,42,46–49]. Glavni pravac razvoja u ovim istraživanjima je usmeren ka primeni površinskih tretmana i prevlaka za smanjenje adhezivnog transfera materijala na alat [49–52].

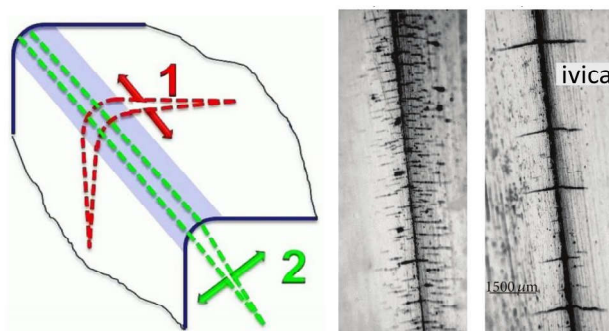
Istraživanja fenomena korozije i lepljenja legure aluminijuma za površine čelika su u poslednje vreme uglavnom bile usmerene ka kinetici ovog procesa, metalurškim procesima stvaranja intermetalnih jedinjenja i ka uticaju hemijskih elemenata livene legure na fenomene korozije i lepljenja za materijal alata [17–19,32–34,36,53–55]. Saznanjima iz ove oblasti postavljaju se smernice razvoja novih materijala ili zaštitnih slojeva za čelike. Razvoj novih vrsta čelika za smanjenje lepljenja zadnjih 15-ak godina ne pruža značajno bolja rešenja koja se ne mogu postići i drugim tehnologijama a veoma često su ti novi čelici i materijali znatno skuplji [56]. Stoga su se istraživanja u ovoj oblasti uglavnom usmerila ka tehnologijama kojima se čelik za rad na toplo podvrgava nekim površinskim tretmanima ili u pravcu razvoja legura nekih drugih metala koji su manje skloni reakcijama sa aluminijumom (W, Mo, Ti) [26,32,38,57]. Takođe, proizvođači premaza za kokile neprestano rade na razvoju novih premaza kojima se postižu znatna poboljšanja. Međutim, u poslednje vreme zbog ekonomskih, ekoloških i negativnih efekata na radnu sredinu u livnici postoji vrlo ozbiljna težnja da se primena premaza svede na minimum.

Usled temperaturnih razlika koje nastaju prilikom nanošenja premaza na alat (25 °C) i ponovnog zagrevanja površine usled ulivanja tečnog metala (450 - 600 °C) dolazi do obrazovanja termičkih naprezanja unutar materijala alata. U takvim uslovima naponi rastu do vrednosti koje mogu da uzrokuju plastične deformacije i inicijaciju pukotina. Budući da cikličnim ponavljanjem procesa zagrevanja i hlađenja tokom livenja, dolazi do zamora materijala odnosno do termocikličnog zamora [20]. Prilikom termocikličnog zamora u najopštijem slučaju smenjuje se dejstvo pritisnih napona tokom zagrevanja i zateznih napona tokom hlađenja alata [27,58]. Kod ove vrste zamora, do obrazovanja pukotina u materijalu dolazi već posle manjeg broja ciklusa (10^3 - 10^4 ciklusa) zbog čega ovaj vid zamora spada u grupu niskocikličnog zamora materijala. Termociklične pukotine imaju tipičan oblik, one se rasprostiru na površini materijala u vidu mreže pukotina a prodiru „plitko“ u dubinu materijala (slika 10) [20,21]. Mreža termocikličnih pukotina narušava hrapavost površine što se direktno odražava i na kvalitet obrađene površine odlivka, a svakim sledećim ciklusom ugrožava se i integritet alata za livenje pod pritiskom.



Slika 10 Tipični izgled površine čelika sa termocikličnim pukotinama [58]

Pored ciklusa zagrevanja i hlađenja, termociklični zamor izuzetno zavisi i od: primenjenog pritiska, oksidacije, puzanja materijala i dejstva livene legure na nastale pukotine [20–22]. Oksidacijom unutrašnje površine pukotine i ulaskom aluminijuma u međuprostor pukotine u fazi hlađenja dovodi do naprezanja, širenja i produbljivanja pukotine [22,59]. Sklonost ka obrazovanju termocikličnih pukotina u mnogome zavisi od karakteristika materijala, primenjene termičke obrade, eksploatacionih uslova ali i od geometrije alata [22,60]. Najskloniji delovi alata su oštre ivice i nagli prelazi elemenata na kojima u zavisnosti od pravaca naprezanja mogu da nastaju poprečne i/ili uzdužne pukotine [27] (slika 11).



Slika 11 Termociklične pukotine na ivici alata [27,61]

Materijali sa povećanom otpornošću na termociklični zamor treba da poseduju visoku žilavost, manji modul elastičnosti, manji koeficijent termičkog širenja i veću toplotnu provodljivost. Ovakvim osobinama se obezbeđuje nastanak manjih napona u materijalu i smanjenje termalnih gradijenata usled boljeg odvođenja toplote [11,21,22]. Osim klasičnih vrsta čelika za rad na toplo (po EN X27CrMoV 51, X40CrMoV 51, X30WCrV 93; po AISI H11, H13, H21) za ovu namenu se primenjuju i posebno se razvijaju čelici sa povećanom količinom nikla (Ni) (10-14 %) [11,22,56,60] i legure na bazi volframa i molibdena [26].

Pored optimalno projektovanog procesa livenja, dizajna odlivka i alata i optimizacije parametara procesa i dalje postoji potreba da se otpornost na termociklični zamor dodatno poveća. U

tu svrhu je razvoj materijala sa povećanom otpornošću na termociklični zamor otišao u dva pravca. Jedan pravac razvoja su čelici i drugi materijali sa poboljšanim mehaničkim osobinama na povišenoj temperaturi, koje se zadržavaju prilikom dužih izlaganja visokim temperaturama i dobrim termičkim karakteristikama. Ovakve vrste čelika npr. „maraging steel“ su specijalne vrste legiranih čelika kod kojih karbidi imaju vrlo visoku termičku postojanost čime se sprečava kretanje dislokacija i smanjuje se sklonost ka omekšavanju na toplo [11,22,62]. Drugi deo razvoja se usmerio u pravcu termičke obrade čelika, difuzionih tretmana i prevlaka za ojačavanje površinskih slojeva alata za livenje pod pritiskom [60,63]. Difuzionim tretmanima kao što je nitriranje, u površinskom sloju se generišu visoki pritiski naponi koji osim povećane tvrdoće daju i povećanu otpornost na zamor [58,60,63]. Cilj je da se primenom ovakvih slojeva poveća otpornost površine na nastanak pukotina, ali i da se uspori napredovanje nastalih pukotina njihovim zatvaranjem [58,63,64].

Tematika termocikličnog zamora površina alata je vrlo kompleksna problematika koja uključuje razmatranje niza različitih parametara i osobina procesa. Ova problematika će se u okviru rada obraditi u obimu u kojem su potrebne informacije za aspekt ciljeva ovog rada. Specifičnosti vezane za otpornost na termociklični zamor dupleks tretiranih čelika će se dodatno obraditi u poglavlju 2.4.3.

Na habanje alata za livenje pod pritiskom može se uticati kako izborom materijala tako i konstrukcijom alata i adekvatnim izborom tehnoloških parametara procesa i premaza za alate. Poboljšanja koja se na taj način postižu mogu se iscrpeti, nakon čega se dalja značajnija povećanja otpornosti na habanje mogu postići samo primenom tehnologija inženjerstva površina [30]. Da bi se odabrao adekvatan tretman površine alata, u cilju povećanja otpornosti na habanje, potrebno je da se otkrije najuticajniji mehanizam habanja koji se odvija u konkretnim uslovima livenja pod pritiskom.

2.3. Zaštitni slojevi na čeliku dobijeni plazma difuzionim procesima i procesima plazma depozicije

Tehnologijama inženjerstva površina vrši se modifikacija površinskih slojeva ili nanošenje prevlaka u cilju povećanja trajnosti i poboljšanja eksploatacionih osobina elementa koji su tretirani. U proizvodnom mašinstvu ove tehnologije se koriste za povećanje otpornosti na: habanje, koroziju, visoke temperature, oksidaciju i za povećanje veka trajanja alata i mašinskih elemenata. Tehnologije kojima se poboljšavaju svojstva površina mašinskih elemenata i alata mogu se podeliti u više grupa. Grupa plazma procesa depozicije i površinskih tretmana danas nudi najbolje mogućnosti sa različitih aspekata i stoga su njihova primena i razvoj trenutno u ekspanziji. U nastavku će se predstaviti neki od najzastupljenijih plazma procesa depozicije i plazma procesa površinskog ojačavanja materijala.

Plazma nitriranje i karbonitriranje su plazma difuzioni procesi kojim se površinski sloj čelika obogaćuje sa azotom, ugljenikom ili sa oba pri čemu dolazi do takve promene mikrostrukture da materijal ojačava u površinskom sloju. Ovim difuzionim procesima dobijaju se slojevi sa povećanom tvrdoćom (do 1300HV) koja opada po dubini materijala do tvrdoće osnovnog čelika. Oni se sastoje od površinskog tankog sloja jedinjenja (1 - 8 μm) i difuzionog debelog sloja koji se prostire u dubinu materijala, pri čemu imaju ukupnu debljinu koja se uobičajeno kreće od 10 do 300 μm . Tvrdoća ovih slojeva je uglavnom 2 - 3 puta veća od tvrdoće poboljšanog alatnog čelika a osim toga slojevi se odlikuju visokom otpornošću na habanje, zamor, koroziju i oksidaciju do temperatura od 520 °C [65,66]. U proizvodnom mašinstvu se ova tehnologija primenjuje za površinsko ojačavanje niza alata za preradu materijala na toplo pre svega alata za kovanje, izvlačenje, istiskivanje, livenje pod pritiskom, alate za brizganje plastike ali i za širok spektar mašinskih elemenata koji se primenjuju na visokim temperaturama [65,66]. Iako se sa difuzionim procesima znatno poboljšavaju karakteristike elemenata i alata dalja poboljšanja se mogu postići jedino primenom tankih keramičkih prevlaka na površinama.

Tehnologije hemijske depozicije prevlaka iz parne faze (CVD) primenjuju se za nanošenje tankih keramičkih prevlaka različitog hemijskog sastava. Nanošenje prevlaka se vrši u reaktorima sa mešavinom gasova u kojima se prevlaka nanosi na zagrejane elemente usled dejstva visoke temperature (900 °C) na konstituente gasova [67,68]. Proces je takav da se prevlake nanose na celokupne površine elemenata i njihove debljine se uglavnom kreću u dijapazonu od 8 do 60 μm a

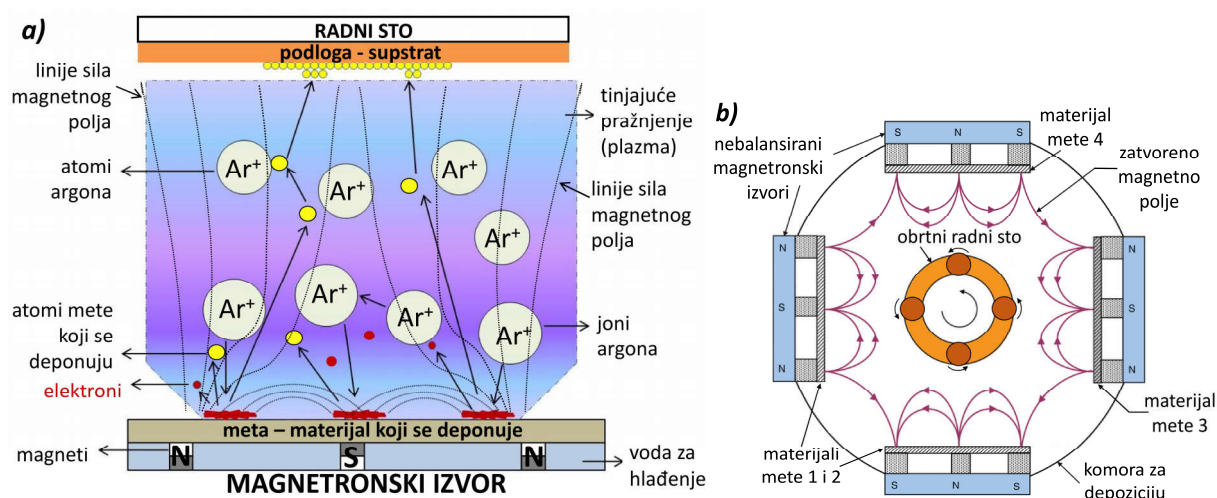
moгу biti jednoslojne ili višeslojne. Prevlake se odlikuju veoma visokom gustinom i uniformnošću, visokom adhezijom a njihove karakteristike zavise od hemijskog sastava prevlake [69]. U mašinstvu se CVD procesi najčešće primenjuju za nanošenje tvrdih nitridnih, karbidnih i oksidnih prevlaka (TiN, TiC, CrC, TiCN, BN, SiN, TiB, Al₂O₃) na rezne alata za obradu metala i na mašinske elemente. One se koriste za pomenute namene jer imaju visoku tvrdoću (1500 do 4000 HV) i otporne su na visoke temperature, oksidaciju, koroziju i habanje. U slučajevima kada je potrebno da se nanošenje prevlaka vrši na nižim temperaturama (< 450 °C) generisanje hemijski aktivnih atoma i radikala u CVD procesu se vrši primenom plazme. Takav proces se naziva hemijski proces depozicije podržan sa plazmom (PA CVD) [67]. U ovom procesu hemijske reakcije na nižoj temperaturi su podstaknute disocijacijom molekula, jonizacijom i pobuđivanjem atoma u viša energetska stanja i dejstvom UV svetlosti. Iako PA CVD proces znatno proširuje spektar materijala na koje mogu da se deponuju prevlake, njegovi nedostaci su dobijanje slojeva sa više grešaka, složena kontrola stehiometrije jedinjenja sloja i to što su instalacije i dalje dosta skupe. Iz tih razloga se najvećim delom za nanošenje prevlaka na alate i dalje primenjuju PVD procesi depozicije [67,68]. Generalno, nedostaci CVD procesa su to što se u postrojenjima primenjuju veoma skupi gasovi koji su zapaljivi, otrovni i štetni za okolinu, zbog čega moraju da se primenjuju visoke bezbednosne mere u radu [67–69]. Takođe, ti gasovi su veoma korozivni zbog čega je njihovo skladištenje veoma kompleksno i skupo [67–69]. Dodatni ograničavajući faktori su: visoke procesne temperature, nemogućnost deponovanja svih vrsta metala, izrada nanoslojnih prevlaka je praktično nemoguća, a i upravljanje sa stehiometrijom sloja je dosta složeno i ograničeno [67–69].

Procesi fizičke depozicije iz parne faze (PVD) su procesi nanošenja tankih prevlaka različite vrste i dizajna slojeva. Proces nanošenja se vrši tako što se čvrsti materijali isparavaju nekim fizičkim procesom (snopovima jona, elektrona, laserom, katodnim lukom) a zatim ispareni materijali u atmosferi gasova reaguju sa drugom komponentom i u vidu jedinjenja nanose se na željene elemente. Ovim procesima se nanose tanke metal-nitridne, metal-karbidne i metal-oksidne prevlake debljine od 1 nm pa do 15 µm, koje mogu da se izrade sa različitim dizajnom slojeva i strukturom. PVD prevlake se proizvode kao: jednoslojne, gradijentne, višeslojne, nanokompozitne i nanoslojne prevlake. Sa aspekta hemijskog sastava mogu biti dvokomponentne (TiN, CrN) i višekomponentne prevlake (TiAlN, CrAlN, TiAlSiN, TiCrAlSiN). Prevlake sa različitim komponentama mogu da se kombinuju i da tako obrazuju jedan sloj prevlake. Iako mehaničke osobine prvenstveno zavise od hemijskog sastava, PVD prevlake se generalno odlikuju veoma visokim mehaničkim i strukturnim osobinama, a nešto slabijom adhezijom u odnosu na CVD prevlake. PVD procesi se izvode na temperaturama od sobnih pa do temperature od 500 °C što predstavlja njihovu veoma važnu prednost, jer se ovom tehnikama prevlake mogu nanositi praktično na sve vrste materijala podloga.

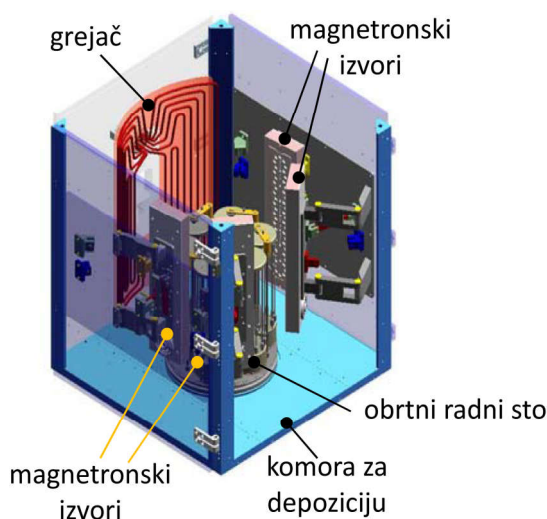
Podela PVD tehnologija je izvršena prema načinu dovođenja materijala u stanje pare i to na tehnologije isparavanja materijala (*eng. evaporation*) i na tehnologije raspršivanja (*eng. sputtering*) materijala. Isparavanje materijala se može vršiti elektronskim snopom, katodnim lukom, laserom, indukcijom ili elektrootpornim zagrevanjem. Raspršivanje materijala se vrši bombardovanjem jonima koji se mogu dobiti iz posebnih izvora ili iz plazme u komori. Plazma u komori se formira u prisustvu inertnog gasa, najčešće argona. U slučaju da je za formiranje materijala prevlake potreban još neki gas poput N₂ ili O₂, oni se takođe primenjuju u komori i proces se tada zove reaktivan proces nanošenja prevlake. Industrijski najzastupljeniji procesi za nanošenje tvrdih prevlaka su uređaji sa: katodnim lukom, magnetronskim raspršivanjem i elektronskim snopom [68,69]. U nastavku će se ukratko objasniti proces magnetronskog raspršivanja kao proces koji je u ovom istraživanju bio primenjen za izradu većine prevlaka.

U komori sa inertnim gasom (argonom) i dve elektrode pod naponom jednosmerne struje dolazi do tinjajućeg pražnjenja u gasu i nastanka plazme iznad katode (mete). Visokoenergetske čestice iz plazme bombarduju metu usled čega dolazi do raspršivanja materijala mete (diodno raspršivanje). Materijal mete predstavlja materijal koji se nakon raspršivanja procesom kondenzacije nanosi na podloge (npr. alate). Kada se na metama primene magneti u takvoj konfiguraciji da se u ravni iznad mete stvori magnetna barijera koja ne dozvoljava sekundarnim elektronima da odu iz te oblasti, već da dalje jonizuju inertan gas (argon), dobijamo magnetronsko raspršivanje (slika 12a). Kod magnetronskog raspršivanja se dobija veoma gusta plazma sa solidnim stepenom jonizacije zbog čega

se povećava količina materijala koji se raspršava. Konfiguracija magnetrona sa slike 12a je nebalansirani magnetron jer linije sila magnetnog polja na ivici magnetrona ne obrazuju zatvoreno polje nego su usmerene ka podlogama (tkz. otvoreno polje). Na taj način se dobijaju struja jona usmerena ka podlogama ali se sa druge strane velika količina energije i materijala gubi i odlazi na zidove komore (vidi linije sila na slici) dok se podloge nalaze samo delimično u plazmi. Postavljajući više magnetrona obrnutih magnetnih polova u rednu konfiguraciju generiše se zatvoreno polje nebalansiranih magnetrona kao na slici 12b. Podloge na koje se deponuju prevlake se postavljaju unutar generisanog polja jer se u njemu u celoj zapremini nalazi plazma. Ovakvim procesom je moguće izvršiti isparavanje (sublimaciju) svih vrsta metala od interesa i iskombinovati ih sa azotom, kiseonikom ili ugljenikom u svrhu generisanja odgovarajuće prevlake. Zbog postojanja većeg broja meta u komori jednostavno se proizvode sve vrste slojeva i po dizajnu, strukturi i hemijskom sastavu (stehiometriji) [70–72]. U ovakvim uređajima primenjuju se radni stolovi koji omogućavaju tri stepena rotacije elemenata (slika 13) na koji se nanosi prevlaka što je jedan od uslova za ostvarivanje nanokompozitne strukture [73].



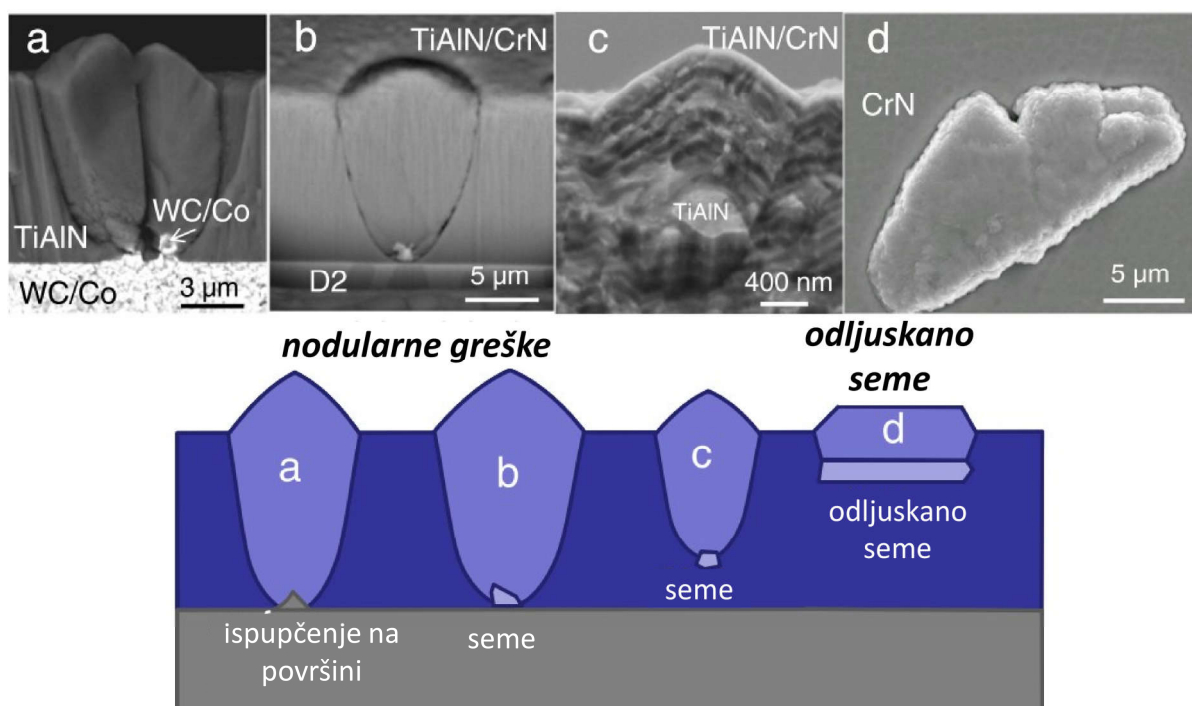
Slika 12 Šematski prikaz raspršivanja materijala sa nebalansiranim magnetronom: a) šema rada nebalansiranog magnetronskog raspršivanja; b) šematski prikaz uređaja za magnetronsko raspršivanje sa zatvorenim poljem sa 4 nebalansirana magnetronska izvora



Slika 13 Izgled komore uređaja za magnetronsko spaterovanje sa zatvorenim poljem sa 4 nebalansirana magnetrona

Primenom prethodno predstavljenih sistema za nanošenje prevlaka (uključujući i uređaje sa katodnim lukom), danas je u industrijskim uslovima moguće nanošenje nanostrukturnih prevlaka različite vrste u serijskoj proizvodnji. Nanokompozitne i nanoslojene prevlake najnovije generacije imaju veoma visoke mehaničke i tribološke osobine zbog čega su neprikosnovene u primeni na

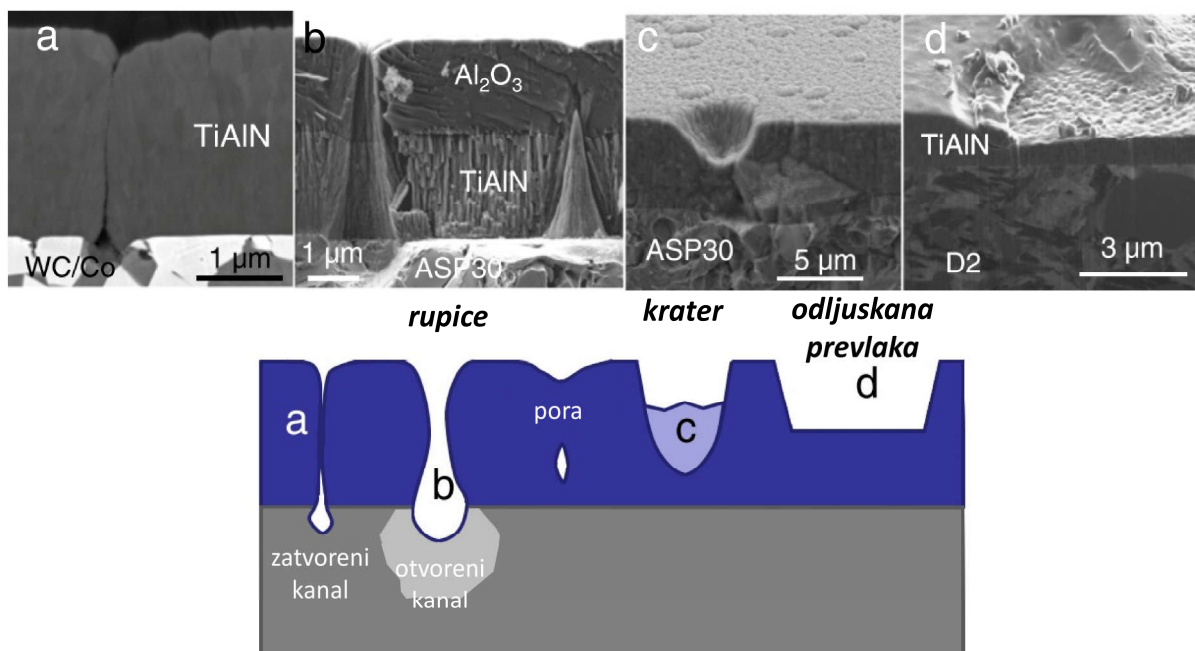
različitim vrstama alata [73]. Njihova visoka otpornost na habanje je posledica visoke tvrdoće. U odnosu na tvrdoću klasičnih prevlaka ($HV_{CrN}=2000$; $HV_{TiAlN}=3200$), kod nanokompozitnih prevlaka (TiSiN, TiAlSiN) mogu se postići znatno više tvrdoće (super tvrdoće) koje se kreću iznad 4000 HV [4,74]. Nanostrukturalne prevlake se odlikuju i visokom žilavošću i visokim odnosom tvrdoće i modula elastičnosti (H/E) a širenje prsline je otežano zbog prisustva nanokristalnih zrna kojima se smanjuje dislokaciona aktivnost. Dodatna prednost nanoslojnih prevlaka je sposobnost skretanja pukotina koje nastaju u materijalu zbog čega se produžava period njihovog širenja do potpunog loma [73,75]. Nanokompozitne prevlake sa silicijumom (TiSiN, TiAlSiN, CrAlSiN) imaju povećanu oksidacionu otpornost u odnosu na klasične prevlake tipa TiN, TiAlN, CrAlN, pri čemu visoke mehaničke karakteristike zadržavaju i na visokim temperaturama, što ih čini dodatno pogodnim za primenu na alatima za preradu metala [76,77]. Prednost PVD postupaka na ovom polju je to što se nanostrukturalne prevlake serijski podjednako jednostavno proizvode kao i klasične prevlake što nije slučaj kod CVD postupaka, kod kojih veliku većinu pomenutih prevlaka nije moguće jednostavno proizvoditi.



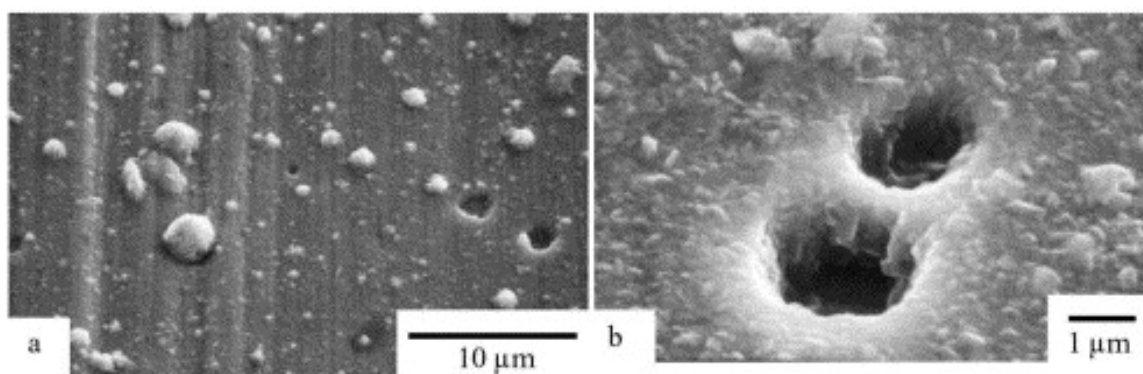
Slika 14 Nodularne greške i greške odljuskavanja, u sloju dobijenom magnetronskim raspršivanjem [78]

PVD procesi depozicije su procesi sa usmerenom strujom čestica (*eng. line-of-sight*) koja se kreće od izvora materijala do podloga na koje se nanosi [79]. Stoga makro i mikro geometrija delova na koje se nanose prevlake ima veoma izražen uticaj na rast prevlake jer je prinos materijala zavisna od geometrijskog odnosa površine i izvora materijala (struje materijala). To je razlog zašto se primenjuje rotacija komada na koje se nanosi prevlaka. Pored toga sve izražene mikro, nano nepravilnosti i čestice na površini imaju uticaja na rast sloja a samim tim i na formiranje grešaka rasta sloja [78,79]. Prisustvo submikronskih čestica („semena“) na površini je posledica: čišćenja površina pre depozicije, odljuskavanja pre i tokom procesa depozicije slojeva prethodno deponovanih na elemente i nosače u uređaju, varničenja na metalima itd [78–80]. Sve ove pomenute pojave uzrokuju nastanak grešaka u sloju prevlake koje se mogu podeliti na nodularne greške i na greške tipa praznina (slike 14 i 15) [78]. Nodularne greške su greške koje imaju jasno oivičenu geometriju i one su zapreminski odvojene od ostatka sloja. Greške odljuskavanja su samo specijalan slučaj nodularnih grešaka koje ne rastu celom debljinom prevlake i ispod kojih postoji odljuskani materijal u sloju „seme“. Greške tipa praznina mogu biti greške kratera ili udubljenja koje se prostiru celom debljinom sloja ili samo do neke njegove vrednosti a rupice su otvoreni ili zatvoreni kanali koji se prostiru celom debljinom prevlake. Greške tipa kratera mogu da nastanu usled topografskih nepravilnosti ili nakon depozicije prevlake, tako što se smicajnim dejstvom na površinu, nodularne greške istrgnu ili polome. Depozicija prevlaka sa katodnim

lukom (CA) je PVD tehnologija koja unosi najviše grešaka u sloj prevlake koja se deponuje [81,82]. Međutim, upravo je ova tehnika i komercijalno najzastupljenija u praksi. Veća količina grešaka koja nastaje u prevlakama deponovanih sa CA uzrokovana je načinom isparavanja mete [80]. Pri isparavanju dolazi do nastanka kapljica veličine od nekoliko stotina nanometara do nekoliko mikrometara. Ovakve kapljice uspevaju da se nanesu na podloge i pospešuju nastanak nodularnih grešaka ili već sa svojom strukturom formiraju grešku, što se može videti na slici 16 [83].



Slika 15 Greške tipa praznina, u sloju dobijenom magnetronskim raspršivanjem [78]



Slika 16 Primeri grešaka u prevlakama dobijenim CA a) površina prevlaka; b) greške tipa rupica kroz celu debljinu prevlake [15]

Prisustvo grešaka rasta u sloju u najvećem broju slučajeva uzrokuje pad performansi prevlake. Njima se uzrokuje povećanje hrapavosti, pad adhezije, veće trenje, veće adhezivno habanje i lepljenje materijala i manja koroziona postojanost usled diskontinuiteta sloja [80,84–86]. Prisustvo grešaka rasta je u industrijskim uređajima neizbežno, njihova koncentracija se može jedino kontrolisati i održavati u prihvatljivim granicama.

Prednosti PVD postupaka u odnosu na CVD postupke su sledeće: postoji mogućnost depozicije šireg spektra metala, mogućnost jednostavne proizvodnje višeslojnih i nanostrukturnih prevlaka, temperatura procesa je niža a može biti i sobna, bombardovanjem rastućeg sloja sa jonima se poboljšavaju njegove karakteristike, u procesu se ne primenjuju kompleksni toksični gasovi, tehnologija je čista i ekološki prihvatljiva. Kao glavni nedostatak PVD tehnologija izdvaja se to da su PVD postupci procesi sa usmerenom strujom čestica kod kojih je nanošenje prevlaka na predmete kompleksne geometrije znatno ograničeno u odnosu na CVD procese.

2.4. Primena tehnologija inženjerstva površina kod alata za livenje pod pritiskom i mehanizmi habanja PVD prevlaka i slojeva u tim uslovima

Suština povećanja otpornosti na habanje alata za livenje pod pritiskom leži u sprečavanju ili umanjivanju dejstva hemijsko-metalurških i termičko-mehaničkih procesa koji vladaju između materijala odlivka i alata a uzrokuju intenzivno habanje alata. To je moguće ostvariti modifikacijom površinskog sloja alata i/ili nanošenjem tanke prevlake sa visokim mehaničkim karakteristikama, postojanim na povišenim temperaturama i sa visokom oksidacionom i korozionom otpornošću na povišenim temperaturama. Postizanje ovakvih osobina površinskih slojeva i prevlaka uspešno se izvodi primenom plazma difuzionih procesa sa i bez kombinacije sa depozicijom tankih PVD prevlaka. Iako trenutno postoji veliki broj površinskih tretmana za predmetnu namenu, fokus razmatranja u ovom radu će biti procesi čiji je razvoj trenutno najaktuelniji u oblasti zaštite površine alata za livenje pod pritiskom legura aluminijuma.

Da bi se prevlakama i zaštitnim slojevima odgovorilo na kompleksne uslove habanja kojima su izloženi alati za livenje pod pritiskom legura aluminijuma, oni moraju da poseduju sledeće osobine:

- da obezbede visoku adheziju sa materijalom alata,
- da ne stupaju u hemijsku reakciju sa aluminijumom do temperature livenja,
- da poseduju što manje kvašenje sa aluminijumom i njegovim legurama,
- da budu otporni na oksidaciju i na različite vidove habanja,
- da imaju visoku žilavost i otpornost na termociklična naprezanja,
- da izdržavaju pritiske koji se javljaju tokom ciklusa livenja i dopresovavanja,
- da imaju koeficijent toplotnog širenja koji je usklađen sa materijalom alata i da odlažu nastanak pukotina usled termocikličnog zamora [23,87].

Ostvarivanje ovakvih osobina predstavlja jedan od najkompleksnijih zadataka u tehnologiji inženjerstva površina alata za preradu metala.

2.4.1. Adhezija prevlaka na čelicima za rad na toplo

Prvi i osnovni preduslov obezbeđenja dobrih eksploatacionih osobina prevlake na nekom alatu jeste adhezija za podlogu. Tvrde PVD prevlake imaju znatno višu tvrdoću od čelika na koji se nanose i stoga se u eksploataciji oštećenje prenosi na podlogu čijim deformisanjem se unose velika naprezanja u sloj prevlake koji podleže opterećenjima i puca [88,89]. Stoga, da ne bi dolazilo do ispoljavanja efekata „ljuske jajeta“, podloge na koje se nanose prevlake moraju da imaju visoku nosivost odnosno visoku tvrdoću. Postizanje visoke tvrdoće kod alatnih čelika nije problematično a ono je svakako i imperativ sa stanovišta njihove primene. Uspešna depozicija prevlaka na alate za rad na toplo uslovljena je parametrima kako samog materijala alata tako i stanjem površine alata na koje se nanose prevlake.

Za izradu alata za livenje pod pritiskom legura aluminijuma najčešće se koriste čelici za rad na toplo koji se nalaze u poboljšanom stanju (otpuštenom nakon kaljenja). Kako bi se zadržala i zadovoljavajuća žilavost ovih čelika, alati za livenje pod pritiskom se obično izrađuju na tvrdoće u dijapazonu od 42 - 48 HRC. Iako je tvrdoća čelika za rad na toplo znatno niža od tvrdoće koje se postižu kod brzoreznih i drugih alatnih čelika, oni obezbeđuju dobru nosivost za prevlake i njihovu prilično visoku adheziju.

Temperatura depozicije prevlaka je veoma važan parametar koji ima uticaj na mehaničke osobine materijala alata koji se prevlači. Stoga se o ovom parametru mora posebno voditi računa prilikom pripreme procesa depozicije alata za livenje pod pritiskom. Nakon termičke obrade čelici za rad na toplo u poboljšanom stanju ne bi trebali da se izlažu temperaturama višim od temperature poslednjeg otpuštanja, što je oko 500 °C [2,31]. U slučaju prekoračenja, doći će do daljeg otpuštanja tvrdoće materijala čime se gube noseća svojstva podloge a sa druge strane, otpuštanje može da

prouzrokuje velike unutrašnje napone u prevlaci što je veoma nepovoljno. Iz tih razloga CVD postupci depozicije koji se izvode na visokim temperaturama (800 - 1000 °C) nisu pogodni za depoziciju prevlaka na čelike za rad na toplo, izuzev primene depozicije podržane plazmom PACVD (510 °C) [2,31,90]. Međutim, PVD postupci omogućavaju depoziciju prevlaka visokih mehaničkih i strukturnih osobina pri čemu se procesi standardno izvode na temperaturama do 450 °C. To je razlog zbog čega se PVD procesi favorizuju u zaštiti livačkih alata.

Adhezija prevlaka za površine čelika za rad na toplo znatno se može poboljšati ako se čelici prethodno podvrgnu plazma nitriranju, što u kombinaciji sa nanošenjem prevlaka predstavlja dupleks tretman kada se dobija dupleks sloj. Razlog za povećanje adhezije je to što nitrirani slojevi imaju veoma visoku nosivost tvrdih prevlaka, jer se po tvrdoći nalaze između čelika i prevlaka. Osim toga adhezija prevlaka zavisi i od kristalografskih parametara materijala podloge, vrste njegovih hemijskih veza i termičkih osobina materijala. Sa tog stanovišta nitrirani slojevi su takođe sličniji nitridnim keramičkim prevlakama što je dodatan razlog povećane adhezije prevlaka izrađenih u vidu dupleks slojeva [91,92].

Obezbeđenje visoke adhezije prevlake za površine čelika je izuzetno zavisno i od hrapavosti i morfologije površine. Površina alata za livenje pod pritiskom pre nanošenja prevlaka treba da bude što je moguće manje hrapavosti ($R_a < 50$ nm) jer se na taj način osigurava visoka adhezija prevlaka i manje adhezivno habanje prilikom eksploatacije alata.

2.4.2. Inertnost prevlaka ka tečnim legurama aluminijuma i oksidaciona postojanost

Osnovni razlog za primenu tankih prevlaka na alatima za livenje pod pritiskom predstavlja njihova visoka oksidaciona postojanost i inertnost ka tečnim legurama aluminijuma. Na taj način, prevlake obrazuju fizičku barijeru između korozione atmosfere (aluminijum, kiseonik) i alata od čelika, čime se produžava njegov radni vek. Za predmetnu primenu inertnost ka obe atmosfere je veoma važna iz razloga što livački alati osim kontakta sa livenom legurom, na visokim temperaturama dolaze u kontakt sa vazduhom i premazom koji sadrže kiseonik. U konkretnom slučaju, inertnost prevlaka predstavlja osobinu da one ne stupaju u reakcije u korozionim atmosferama do procesnih temperatura. Kod livenja pod pritiskom legura aluminijuma, maksimalne procesne temperature se postižu prilikom ulivanja tečnog metala do oko 800 °C [87].

Kako bi proučavale reakcije koje nastaju između materijala i tečnog aluminijuma Tentardini i saradnici su u više istraživanja primenili metode diferencijalne skenirajuće kalorimetrije (DSC) [23,87,93]. Uz pomoć ove metode detektovali su nastanak reakcija između uparenih materijala i temperature na kojima se one odvijaju, a tačnu detekciju nastalih faza su vršili primenom metode difrakcije X-zraka (XRD). U tim istraživanjima došli su do potvrde da se reakcija između aluminijuma i AISI H13 čelika odvija već na 500 °C u čvrstom stanju aluminijuma a kod legure volframa (Anviloy) na ~600 °C. Za TiN prevlaku su utvrdili da na temperaturi iznad ~600 °C dolazi do formiranja intermetalnih jedinjenja sa aluminijumom što je u skladu sa nekim praktičnim industrijskim ispitivanjima [11]. To je potvrda da TiN podleže reakcijama sa aluminijumom ali ne i da ima isto ponašanje u eksploataciji kao i čelični alat bez prevlake. Sa druge strane ovim istraživanjima su pokazali da CrN prevlaka ostaje inertna do ~600 °C kada dolazi do izlučivanja Cr₂N faze i postoji mogućnost da dolazi i do obrazovanja Cr-Al-N faza. Ovakvo ponašanje CrN prevlake je u svakom slučaju dobro jer je detektovana temperatura iznad uobičajenih temperatura alata u uslovima livenja pod pritiskom [87].

Ispitujući Ti_{1-x}Al_xN prevlaku, Tentardini i saradnici su došli do zaključka da se stehiometrijom jedinjenja prevlake može uticati na njenu reaktivnost sa rastopom aluminijuma [93]. Uslovno rečeno, uvođenje Al kao treće komponente u TiN prevlaku donosi poboljšanje u pogledu reakcije sa rastopom aluminijuma. U odnosu na TiN prevlake, kod Ti_{0,7}Al_{0,3}N prisustvo aluminijuma u prevlaci pomera nastanak intermetalnih jedinjenja, a tipa TiAl₃ na više temperature. Kod Ti_{1-x}Al_xN u svim slučajevima do reakcije između prevlake i aluminijuma dolazi u tečnom stanju aluminijuma. Daljim povećanjem količine aluminijuma u Ti_{1-x}Al_xN prevlaci (povećanjem x) reakcija sa tečnim aluminijumom se odlaže na sve više temperature, tabela 1. Za prevlaku sa ovakvim hemijskim sastavom sada se već slobodno može reći da je ona jedna difuziona barijera. Kod Ti_{0,3}Al_{0,7}N prevlake, pri najvećim količinama aluminijuma,

dobija se da se reakcije sa rastopom aluminijuma odlažu i do 1000 °C i više [93]. Ovakvo ponašanje TiAlN prevlaku čini izuzetno pogodnom za primenu u zaštiti livačkih alata. Međutim, treba imati u vidu da stehiometrijski odnos legure (stehiometrija) $Ti_{1-x}Al_xN$ osim na inertnost utiče i na tvrdoću ove prevlake [82,93]. Stoga, optimizacija osobina ove prevlake treba da se izvede u odnosu na konkretne eksploatacione uslove za koje se namenjuje.

Materijal alata	Temperatura reakcije [°C]	Nastanak faze pri reakciji	Referenca
H13	497	$Al_{13}Fe_4$	[87]
Anviloy 1150	594	Al_4W	[87]
TiN	590-660	$TiAl_3$	[87]
$Ti_{1-x}Al_xN$	700	-	[23]
$Ti_{0.7}Al_{0.3}N$	660	TiAl ₃ -u čvrstom	[93]
$Ti_{0.5}Al_{0.5}N$	830	TiAl ₃ -u tečnom	[93]
$Ti_{0.3}Al_{0.7}N$	≥1000	-	[93]
CrN	800	Cr_2N	[87]

Tabela 1 Temperature nastanka reakcija između pojedinih materijala i aluminijuma, faze koje pritom nastaju

CrN i TiAlN prevlake kao jedne od trenutno najzastupljenijih prevlaka za predmetne aplikacije i uopšteno kao konstituenti složenijih sistema prevlaka imaju veoma visoku otpornost na oksidaciju. Naime njihova otpornost na oksidaciju leži u prirodi hemijskih elemenata metala Cr i Al da na svojoj površini formiraju stabilne okside koji i na povišenim temperaturama imaju visoku postojanost. Nakon depozicije veoma tanak sloj oksida se odmah formira na ovim prevlakama a povećanjem temperature iznad kritične oksidacija prodire u dubinu sloja.

U zavisnosti od stehiometrije sloja kod CrN prevlake oksidacija može da se dešava različitom kinetikom. Oksidacijom CrN prevlake u intervalu 700 - 800 °C formira se oksidni sloj Cr_2O_3 koji u zavisnosti od stehiometrije može brže ili sporije da napreduje kroz prevlaku [94]. Ovaj oksidni sloj predstavlja difuzionu barijeru samo za azot (N_2) dok kiseonik i hrom nesmetano difunduju kroz njega [94], što nije baš najpovoljnija osobina jer oksidacija napreduje dalje kroz sloj. Značajno povećanje otpornosti na oksidaciju se dobija inkorporacijom aluminijuma u prevlaku odnosno formiranjem CrAlN prevlake [95]. Kod CrAlN oksidacija započinje na temperaturama od oko 900 °C formiranjem gustog oksidnog sloja koji je mešavina Cr_2O_3 i Al_2O_3 faza [96,97]. Razlog povećane otpornosti na oksidaciju te prevlake je dvokomponentni oksidni sloj koji predstavlja bolju difuzionu barijeru od samog Cr_2O_3 sloja koji se javlja kod CrN prevlake [97].

Oksidacija TiAlN se dešava na temperaturama u dijapazonu od 750 - 900 °C najčešće formiranjem Al_2O_3 oksida koji predstavlja veoma dobru oksidacionu barijeru u oba smera [82,98]. U slučajevima pogodne stehiometrije ($Ti_{0.5}Al_{0.5}N$) dolazi do formiranja dva sloja oksida koji se sastoji od Al_2O_3 i TiO_2 [82]. Oba slučaja oksidacije daju slojeve koji su veoma dobre difuzione barijere za nastavak oksidacije. Kao i u slučaju reaktivnosti sa rastopljenim aluminijumom, tako i u slučaju oksidacije, kod TiAlN se sa količinom aluminijuma u prevlaci upravlja sa oksidacionom otpornošću [82]. Dodatkom silicijuma u TiAlN prevlaku dobija se TiAlSiN prevlaka koja ima sposobnost formiranja nano kompozitnih struktura [73]. TiAlSiN u zavisnosti od hemiskog sastava može da ima oksidacionu postojanost u dijapazonu od 900 do 1100 °C [99,100]. Ova prevlaka kao i TiAlN stvara stabilni dvokomponentni oksidni sloj koji se sastoji od Al_2O_3 i TiO_2 [99]. Njena visoka oksidaciona postojanost pripisuje se Al_2O_3 koji predstavlja veoma jaku difuzionu barijeru [101]. Za razliku od TiAlN kod TiAlSiN dalja oksidacija se usporava najverovatnije zbog nastanka SiO_2 faza ispod oksidnih slojeva Al_2O_3 i TiO_2 [99].

Nastanak oksidnih slojeva kod spomenutih nitridnih prevlaka je veoma povoljana osobina sa aspekta primene na livačkim alatima jer su ti keramički slojevi karakterisani izraženom inertnošću i slabim kvašenjem sa tečnim aluminijumom [23,38,102]. Zbog toga se oksidni slojevi sa hromom i aluminijumom (Cr_2O_3 Al_2O_3) i preporučuju za primenu kao spoljašnji radni slojevi na alatima za livenje pod pritiskom [23,103]. Međutim, veliki nedostatak oksidnih prevlaka predstavlja njihova krtoš i problem sa adhezijom na čeličnim podlogama [104]. Najefikasnije poboljšanje adhezije ovakvih

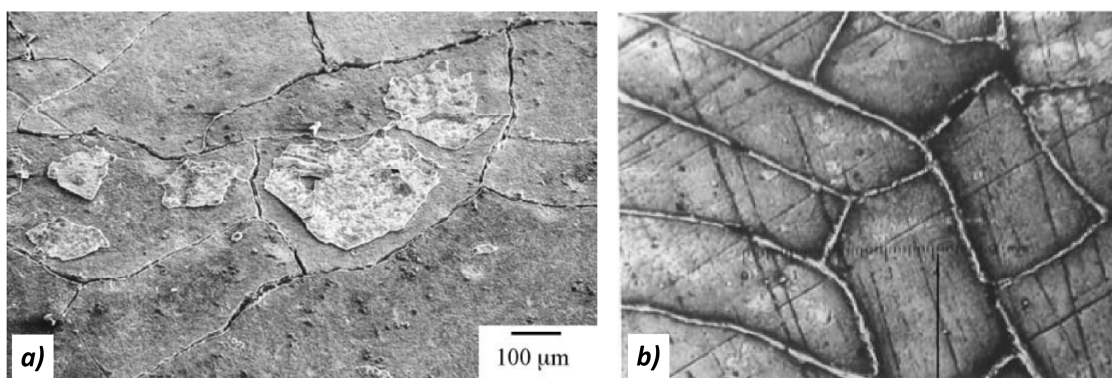
prevlaka može se izvršiti primenom višeslojnog ili gradijentnog dizajna slojeva kod kojih se postepenom promenom sastava (osobina) od podloge, preko međuslojeva pravi prelaz na spoljašnji keramički, radni sloj prevlaka [23,105].

2.4.3. Termociklični zamor prevlaka na alatima za livenje pod pritiskom

Između materijala alata i PVD prevlaka postoji značajna razlika u toplotnom širenju, odnosno u koeficijentu linearnog toplotnog širenja (α) (tabela 2). Ova razlika predstavlja jednu od glavnih prepreka za primenu PVD prevlaka na alatima za livenje pod pritiskom [23,40,104]. Tome je razlog to što prilikom zagrevanja alata sa prevlakom ova dva materijala različito menjaju svoje dimenzije. Usled toga se unose naponi na međusloj podloga/prevlaka a tako i u sloj prevlake [23,40,104]. Povećanje napona u prevlaci može lako uzrokovati njeno pucanje i odljuskavanje, odnosno potpuni gubitak zaštitnog svojstva [104,106]. Kao i kod čelika, posebnu nepogodnost predstavlja činjenica da se opterećenja ciklično ponavljaju usled čega se samo pojačavaju prethodno opisani efekti u razlici širenja. Osim razlike u koeficijentu linearnog toplotnog širenja (KTŠ) između materijala prevlake i alatnih čelika postoji i znatna razlika u tvrdoći, duktilnosti, zaostalim naponima i toplotnoj provodljivosti usled čega takođe može da se indukuje inicijalno pucanje prevlake [40].

Materijal	KTŠ- α [$10^{-6} \times ^\circ C^{-1}$]	Tvrdoća [HV]	Referenca
H11	10-12	500	[58]
PN H11	1	1300	[65]
Ti	8,4	900	[58]
Cr	6,2	1060	[107]
TiN	0,43	2500	[58]
CrN	0,7 (2,4)	2100	[63]
AlN	4	1900	[108]
TiAlN	7	3200	[82]
CrAlN	~3,6	3000	-
AlTiN	9	2500	[12]
Al ₂ O ₃	8,1	2300	-
ZrN	5,9	-	[63]
ZnO	5	-	[108]
YSZ (Zr, YO ₃)	11	-	[109]

Tabela 2 Koeficijent linearnog toplotnog širenja (α) i tvrdoća različitih materijala i prevlaka



Slika 17 Izgled termocikličnih pukotina na površini: a) boriranog čelika [20]; b) dupleks TiAlN [64]

Iako sklonost ka pucanju prevlake usled razlika u termičkim osobinama zavisi i od konkretnih elemenata alata i njegovih opterećenja, mogućnost za njen nastanak se mora svesti na minimum kod svih alata sa prevlakama. Nastankom pukotina u prevlaci liv dolazi u direktan kontakt sa podlogom od čelika gde započinju korozioni procesi koji dovode do odljuskavanja i potpunog razaranja prevlake. Stoga obrazovanje termocikličnih pukotina u prevlaci mora u potpunosti da se spreči [23,104]. Imajući u vidu da se plazma nitrirani slojevi čelika dobro pokazuju u slučaju termocikličnih naprezanja, dizajn

slojeva za predmetnu namenu je usmeren u pravcu kombinacije procesa nitriranja i nanošenja PVD prevlaka, odnosno izvođenja dupleks tretmana [58,64].

2.4.4. Dizajn slojeva PVD prevlaka za alate za livenje pod pritiskom

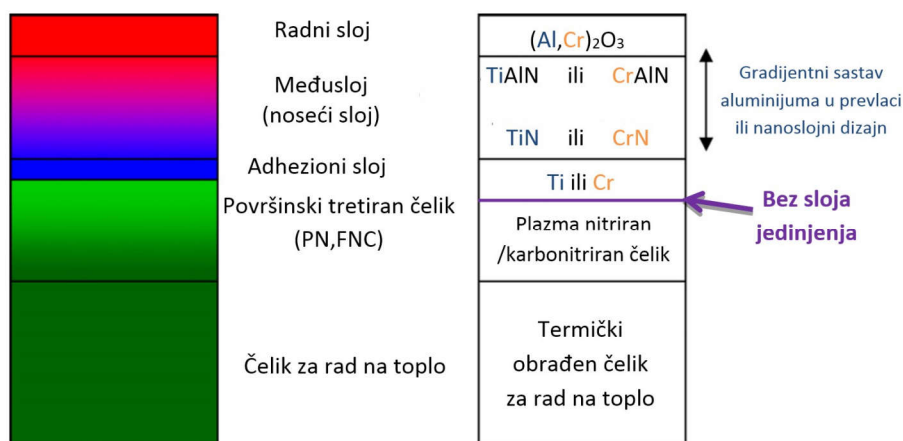
Istraživanja su pokazala da termičkim naprezanjima najlakše podležu jednoslojne klasične nitridne prevlake (CrN, TiN) koje su nanete na čelik [23,58,105]. Tome je razlog to što se ove prevlake u odnosu na čelik 10 - 20 puta manje deformišu (prilagođavaju), zbog čega neminovno dolazi do njihovog pucanja [58]. U ovim istraživanjima postoje znatna razilaženja u rezultatima sprovedenim od strane različitih istraživača. Persson i saradnici su pokazali da se primenom prevlaka ne smanjuje otpornost na nastanak pukotina čelika ali da se kod dupleks tretmana za istu vrstu čelika sa CrN prevlakom postiže smanjenje gustine pukotina [20]. Do sličnih rezultata za TiN prevlaku su došli i Starling i saradnici [58], dok za CrN prevlaku u obliku dupleks tretmana dobijaju najlošije ponašanje. Kulkarni i saradnici ispitujući TiC, TiCN i TiAlN prevlake na alatnom čeliku ne uviđaju poboljšanje otpornosti na nastanak pukotina ali u slučajevima dupleks tretmana sa istim slojevima detektuju formiranje nešto manjeg broja plićih pukotina [58]. Pellizzari i saradnici takođe ukazuju na slabe prednosti primene samih prevlaka na čelicima za rad na toplo a pokazali su da su postigli poboljšanja kod dupleks tretmana [63]. U slučajevima ispitivanja više različitih prevlaka eksplicitno se pokazalo da prevlake koje imaju manju razliku u koeficijentu toplotnog širenja u odnosu na čelik da imaju bolje ponašanje tokom termocikličnih naprezanja [63,105]. Sa aspekta termocikličnih naprezanja u svim ovim istraživanjima postignuta poboljšanja su bila već vidljiva i kod nitriranih slojeva debljine do oko 150 μm . Dalja poboljšanja sa primenom prevlaka nisu znatno usporila proces stvaranja pukotina već su uticala na smanjenje gustine pukotina ili na smanjenje njihove dubine prodiranja [20,58].

Ovakvi rezultati ukazali su na to da primena jednoslojnih prevlaka na površinama alata nije dovoljna da se postigne poboljšanje otpornosti na termociklični zamor. Tek u slučajevima izrade prevlaka u dupleks varijantama mogu da se postignu osetna poboljšanja, koja sa jednoslojnim prevlakama nisu značajna. Glavni problem prevlaka za ove aplikacije je nagla promena osobina od čelične podloge do gornjeg sloja prevlake. Stoga je glavna ideja da se napravi blaži prelaz mehaničkih i termičkih osobina, od materijala alata do spoljašnjeg sloja prevlake i da se na taj način spreči pucanje prevlaka usled termičkih dilatacija [23]. Tako je celokupan razvoj prevlaka za livačke alate usmeren u pravcu dupleks slojeva koji mogu da se izvedu u više različitih varijanti.

Osnova dupleks tretmana je plazma difuzioni sloj u čeliku. Plazma difuzioni procesi poput nitriranja i karbonitriranja stvaraju površinske slojeve koji su po osobinama sličniji prevlakama nego čeliku, a u termocikličnim procesima su pokazali dobro ponašanje. Međutim, da bi se ostvarila kompozitna struktura koja je najotpornija na termička i termociklična naprezanja, predlaže se da se postepena promena osobina postigne slojevitim dizajnom prevlake. Ostvarivanje prvog prelaza između osobina prevlake i podloge može se izvršiti primenom sloja čistog metala (Ti, Cr) koji ima osobine koje se nalaze između čelika i keramičkih prevlaka [23,89,104] (slika 18). Naredni prelaz između osobina se može izvesti na više načina i to: depozicijom višeslojnih prevlaka, depozicijom gradijentnih prevlaka ili depozicijom nanoslojnih prevlaka [23]. Depozicijom više slojeva prevlaka može se izvršiti adekvatno uklapanje slojeva po osobinama od adhezivnog, nosećeg do spoljašnjeg (radnog) sloja na kojem se postižu željene osobine. Kod gradijentnih slojeva hemijski sastav se postepeno menja od nekog osnovnog sloja (Ti ili TiN) na podlozi do spoljašnjeg sloja gde se postiže konačni hemijski sastav (TiAlN) sa eventualnom primenom još jednog dodatnog radnog sloja (Al_2O_3). Nanoslojnim dizajnom više različitih grupa slojeva može se proizvesti kompozitna struktura visoke tvrdoće, žilavosti i otpornosti na prostiranje pukotina sa mogućnošću primene završnog sloja po izboru [23,110]. Tehnologije proizvodnje nanoslojnih prevlaka danas su veoma uhodane u industrijskim uređajima što ih favorizuje za predmetne namene.

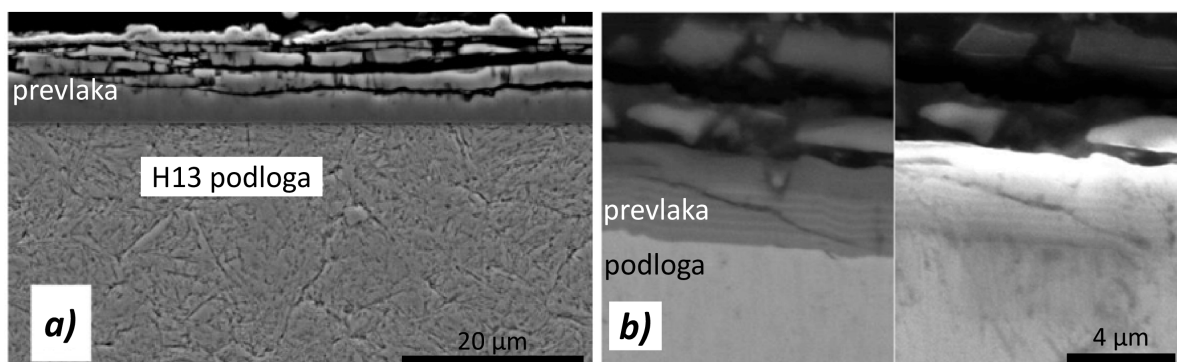
U dva reprezentativna istraživanja ispitivane su dupleks prevlake izrađene kao višeslojni sistem prevlaka (CrN/ZrN) [63] i (Ti/TiAlN/oksidni sloj) [105]. Ustanovljeno je da se takvim dizajnom postižu značajna poboljšanja u odnosu na jednoslojne prevlake izrađene sa i bez dupleks tretmana, čak i u slučajevima primene oksidnih prevlaka kao spoljašnjih radnih slojeva [105]. Međutim, zajedničko za

oba slučaja je bila niska otpornost na širenje pukotina koje su se od gornje površine prevlake do podloge prostirale najkraćim putem, što je vrlo nepovoljna osobina za predmetnu aplikaciju [23,110].



Slika 18 Dizajn optimalne prevlake za alat za livenje pod pritiskom [23]

Gradijente prevlake predstavljaju najadekvatnije slojeve za livačke alate jer obezbeđuju postepeni prelaz osobina podloge na osobinu prevlake što je pogotovo važno sa stanovišta KTŠ [23,110,111]. Pored toga kod njih je prostiranje pukotina znatno otežano za razliku od prevlaka konvencionalnog višeslojnog dizajna. Kod gradijentnih prevlaka postoji veoma velika verovatnoća da će pukotina skrenuti sa trajektorije normalne na površinu prevlake i na taj način produžiti svoj put. Najbolji slučaj je da se sa posebnim dizajnom slojeva natera da se pukotina vrati na površinu, odnosno da se natera da pukotine mahom propagiraju horizontalno. Primeri prevlaka sa takvim osobinama, koje su razvili Lin J. i saradnici [23], su prikazani na slici 19a. Jedan od glavnih nedostataka gradijentnih prevlaka je što one uglavnom nisu univerzalne i pripremaju se od namene do namene, za razliku od nanoslojnih prevlaka koje se u industrijskim uslovima upotrebljavaju za širi spektar elemenata. Sa druge strane postepeno povećanje koncentracije nekog hemijskog elementa, prilikom depozicije, postepeno menja uslove u plazmi, zbog čega se parametri moraju „on-line“ usklađivati i prilagođavati, što znači složenije upravljanje procesom depozicije.



Slika 19 Primeri prostiranja pukotina u a) gradijentnoj CrN prevlaci nakon 12 000 odlivaka [23]; b) nanoslojnoj CrAlSiN prevlaci nakon 14 000 odlivaka [112]

Savremeni uređaji za industrijsku depoziciju prevlaka imaju mogućnost proizvodnje višeslojnih prevlaka kod kojih svaki sloj ponaosob ima nanoslojnu i/ili nanokompozitnu strukturu [74]. U takvim slučajevima je moguće proizvesti više slojeva sa posebnom ulogom (adhezivni, noseći, difuziona barijera) od kojih svaki može da ima strukturni dizajn različite vrste [73]. Smenjivanje krutih i duktilnih slojeva unutar nanoslojne prevlake ima veoma povoljan efekat na njeno deformaciono ponašanje i podnošenje opterećenja [113,114]. Kod nanoslojnih prevlaka dobrom kombinacijom konstituenata slojeva i njihovom modulacijom može se postići velika otpornost na širenje prsline i „cik-cak“ napredovanje čime se prolongira otkaz prevlake [113,115]. Dodatno, nanoslojnim prevlakama se mogu proizvesti i nano kompozitne strukture koje mogu da budu veoma povoljni multifunkcionalni radni slojevi sa visokom otpornošću na oksidaciju i uslove habanja kod livenja pod pritiskom [74,81]. Veoma

visoka oksidaciona postojanost i inertnost nanokompozitnih slojeva može da donese potpunu eliminaciju potrebe za oksidnim radnim slojevima na vrhu prevlake. Torres i saradnici [112], su za nanoslojnu i nanostrukturiranu prevlaku tipa CrAlSiN/AlCrSiN pokazali da poseduje veoma dobro ponašanje u eksploataciji na livačkim alatima. Slika 19b prikazuje poprečni presek ove prevlake na mestu sa pukotinom odakle se može videti da ona napreduje cik-cak putanjom, zbog čega nakon 14.000 odlivaka i nastalih pukotina i dalje može da se eksploatiše.

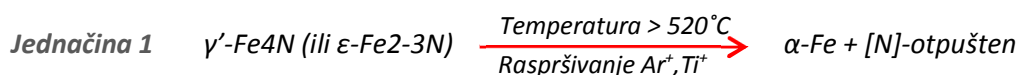
Spoljašnji sloj prevlake koji je u direktnom kontaktu sa odlivkom treba da bude od materijala koji je inertan ka tečnoj leguri aluminijuma i koji poseduje visoku oksidacionu postojanost i otpornost na habanje. U slučajevima kada je moguće treba težiti oksidnim (Cr_2O_3 , Al_2O_3) prevlakama ili nekim drugim prevlakama sa silicijumom (npr. TiAlSiN, CrAlSiN), koje će tokom eksploatacije stvarati stabilne okside inertne na eksploatacionu atmosferu.

Dizajn optimalne prevlake za alate za livenje pod pritiskom, koji su predložili Lin i saradnici [23], postaje opšte prihvaćen od istraživača i proizvođača ovih prevlaka. Iako je ovaj dizajn proizišao iz potrebe za povećanjem otpornosti na termička i termociklična naprezanja kojima nisu izloženi svi elementi alata koji se prevlače, on se najčešće primenjuje jer sveobuhvatno odgovaraju na kompleksna opterećenja kojima su izloženi alati za livenje pod pritiskom.

2.4.5. Osobine plazma nitriranih slojeva u okviru dupleks tretmana

Plazma nitrirani sloj je sastavni deo dupleks tretmana alata za livenje pod pritiskom koji ima veoma važnu ulogu u apsorpciji toplotnih i mehaničkih opterećenja, ali i obezbeđenju nosivosti za prevlaku koja se na njemu nalazi. Budući da plazma nitrirani sloj, sa slojem jedinjenja, poseduje nižu temperaturnu postojanost od PVD prevlaka to je potrebno imati u vidu prilikom izrade dupleks slojeva za livačke alate [63,116].

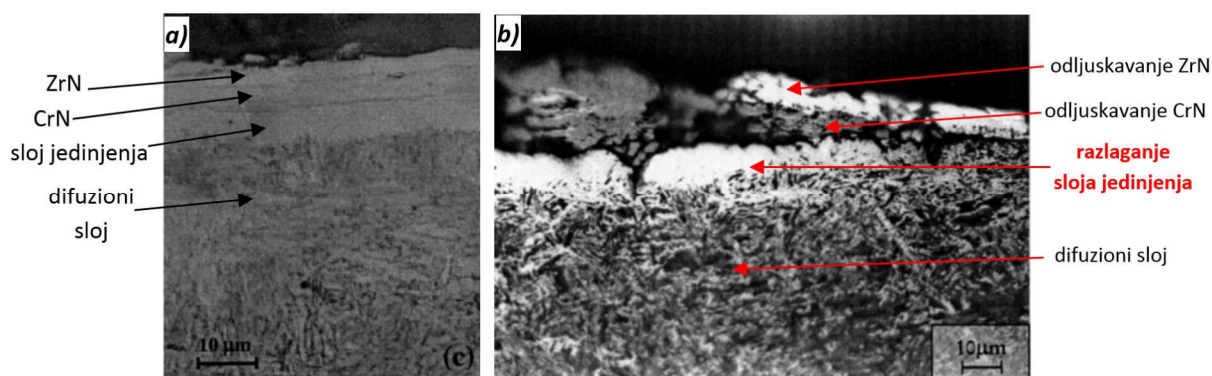
Sloj jedinjenja je porozan sloj, sa malom žilavošću, na koji se pukotine nastale u prevlaci veoma lako nastavljaju [92]. To znatno smanjuje adheziju prevlake u okviru dupleks kompozita ali i otpornost na habanje u eksploataciji na livačkim alatima [63,116]. Sa druge strane, sloj jedinjenja podleže i promenama u procesu depozicije i eksploatacije na visokim temperaturama [117–121]. Prilikom depozicije prevlaka neminovno se vrši raspršivanje površine sa jonima (*eng. sputtering*) u smislu čišćenja i „aktivacije“ površine [117–120]. Tokom raspršivanja plazma nitrirane površine sa slojem jedinjenja, dolazi do smanjenja koncentracije azota u površinskim slojevima i smanjenja tvrdoće (jednačina 1) [117–121]. Smanjenje azota u površinskim slojevima uzrokuje nastanak α -Fe faze koja ima znatno manju tvrdoću. Usled manje tvrdoće podloge sloj slabije nosi opterećenja i daje niže vrednosti sila odvajanja prilikom testa zaparavanja [92,122–125]. Da ne bi do toga dolazilo sloj jedinjenja se može ukloniti mehaničkim putem odnosno poliranjem sa dijamantskom pastom ili se može sprečiti njegov nastanak. Sprečavanje nastanka sloja jedinjenja se vrši tkz. svetlim nitriranjem koje se izvodi primenom posebne atmosfere gasova u komorama za nitriranje ($95\%\text{H}_2$ i $5\%\text{N}_2$) ili nekim drugim postupcima [122,126].



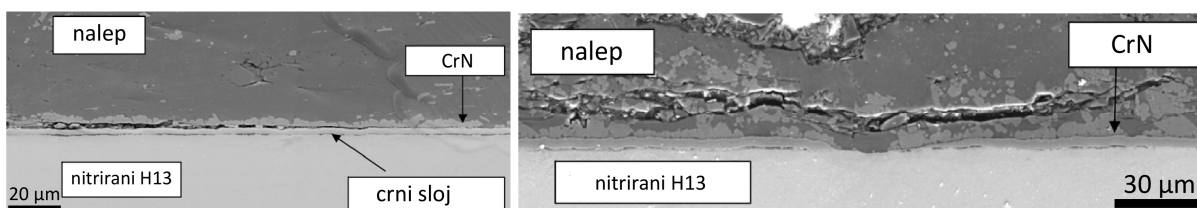
Neke grupe istraživača su utvrdile da osim raspršivanja, temperature više od 520°C imaju identičan efekat na razlaganje sloja jedinjenja, kada takođe dolazi do formiranja α -Fe [117,123,124,127]. Imajući ovo u vidu to znači da se i plazma nitrirani sloj jedinjenja u kontaktu sa rastopljenim aluminijumom takođe razlaže. Yatsushiro i saradnici, su utvrdili da sloj jedinjenja na temperaturi od 450°C počinje da se raspada, a da se sa povećanjem temperature preko 550°C ovaj proces naglo ubrzava [128–130]. Pri ispitivanju termocikličnih naprezanja dupleks sistema, Pellizzari i saradnici [63] su otkrili potpuno razlaganje sloja jedinjenja i odljuskavanje prevlake posle 120 ciklusa, na maksimalnim temperaturama od 700°C (slika 20) [63]. Razlaganjem sloja jedinjenja nastaje sloj crne boje koji Sun.Y i Bell T. tako i nazivaju a Gulizia [121] detektuje njegovo prisustvo na alatu već posle 50 ciklusa livenja (slika 21). Depozicijom dupleks prevlake na površini sa slojem jedinjenja dobija se slabija

kompozitna struktura materijala jer pod dejstvom rastopljenog aluminijuma dolazi do delaminacije prevlake usled razlaganja sloja jedinjenja. Ovime je nedvosmisleno dokazano da je uklanjanje sloja jedinjenja ključno i da se obavezno mora vršiti u procesu dupleks tretmana alata za livenje. Iako su se dupleks prevlake sa crnim slojem pokazale mnogo bolje nego prevlake deponovane na čelicima za rad na toplo, maksimalna poboljšanja otpornosti na habanje postižu se uklanjanjem sloja jedinjenja nakon procesa plazma nitiranja.

Plazma nitirani slojevi poseduju veoma dobru otpornost na termociklična naprezanja i prostiranje pukotina ali ono je prvenstveno zavисno od dubine nitiranja [64,131]. U primeni na alatima za livenje pod pritiskom ili u okviru dupleks tretmana preporučljivo je da se nitirani slojevi izrađuju u dijapazonu debljina od 50 do 150 μm [64,104].



Slika 20 Dupleks CrN/ZrN prevlaka: a) na plazma nitiranoj površini sa slojem jedinjenja pre procesa livenja; b) razlaganje sloja jedinjenja i odluskavanje CrN/ZrN prevlake nakon 120 termociklusa do 700 °C [63]



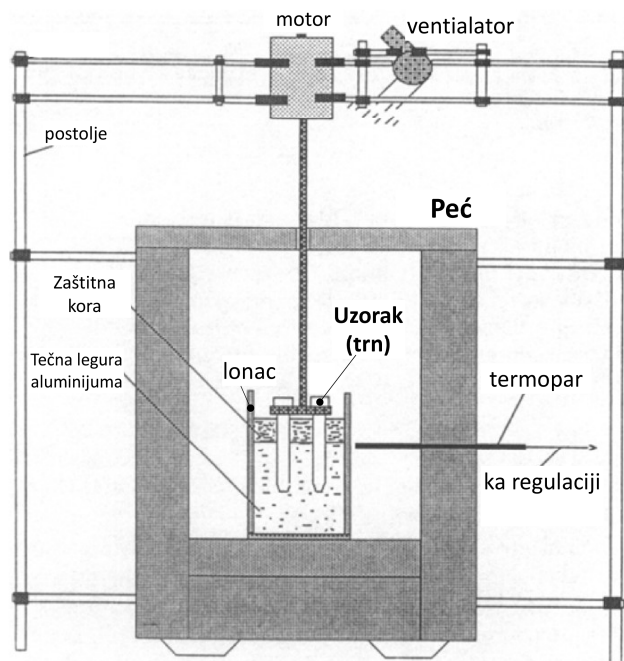
Slika 21 CrN prevlake na: a) nitiranoj podlozi sa slojem jedinjenja – nastanak crnog sloja; b) na podlozi bez nitiranog sloja (obrađena mikropeskiranjem) – nenastanak crnog sloja [121]

2.4.6. Lepljenje livene legure za površine alata sa prevlakom i korozija prevlaka u tečnim legurama aluminijuma

Iako PVD prevlake na procesnim temperaturama livenja pod pritiskom ne stupaju u reakciju sa Al-Si legurama, kod njih ipak dolazi do lepljenja livene legure i do nastanka korozionih procesa. Kao i u slučaju čelika za rad na toplo tako i kod prevlaka, proces lepljenja/korozije površine može da se podeli u dve grupe procesa to su mehaničko i metalurško lepljenje. Međutim, imajući u vidu inertnost PVD prevlaka ka tečnim legurama aluminijuma, metalurško lepljenje/korozija prevlaka podrazumeva drugačiji pojam u odnosu na taj fenomen kod čelika. Budući da tečne legure aluminijuma ne mogu da izvrše rastvaranje materijala keramičkih prevlaka, do nastanka korozije prevučenog elementa može da dođe samo u slučajevima da tečna legura dođe u kontakt sa materijalom podloge ispod sloja prevlake. U takvim slučajevima dolazi do stvaranja intermetalnih jedinjenja sa podlogom (korozije) što će prouzrokovati odluskavanje prevlake. Kako je difuzija aluminijuma kroz većinu prevlaka nemoguća do kontakta aluminijuma sa podlogom može da dođe samo u slučajevima postojanja direktnog prolaza do podloge. Do toga može da dođe u slučaju postojanja pukotina u sloju prevlaka ili kroz greške u prevlakama tipa kratera, rupica ili nodula [5,15].

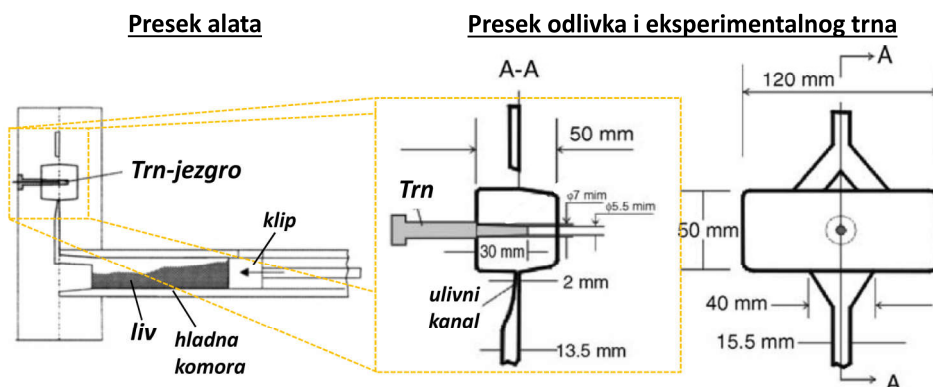
Istraživanja procesa korozije i lepljenja livene legure za livačke alate mogu da se podele na laboratorijska i na ispitivanja u proizvodnim uslovima na delovima alata. Obe vrste ispitivanja imaju neke svoje prednosti i nedostatke. Laboratorijska ispitivanja se uglavnom izvode radi ubrzanja

testova, radi ispitivanja mehanizama korozije i lepljenja i radi međusobnog poređenja ponašanja prevlaka sa aspekta habanja nekim određenim mehanizmom [34,132]. Ispitivanja same korozije i erozije prevlake vrši se sa ubrzanim korozionim testovima (slika 22) koji se uglavnom izvode tako što se željeni materijali potapaju u rastoplenu leguru, gde borave tokom definisanog vremena testiranja. Nakon toga se vrši sveobuhvatna karakterizacija primenom različitih metoda kao što su mikroskopije, ispitivanja hemijskog sastava i drugim analitičkim metodama [5,15,133]. U slučaju da se želi ispitati i kretanje rastopa vrši se rotacija nosača uzoraka koji na taj način simulira kretanje liva preko površina uzoraka. Glavna prednost ove metode je to što može da se unificira, jer međusobna poređenja mogu jednostavno da se izvrše, a sami testovi su relativno brzi [5,133]. U želji da se simulira veći broj mehanizama habanja odjednom (korozija, termociklični zamor, erozija) uređaj se može konstrukcijski relativno jednostavno prilagoditi, kao što je oprema prikazana u referencama [11,22].



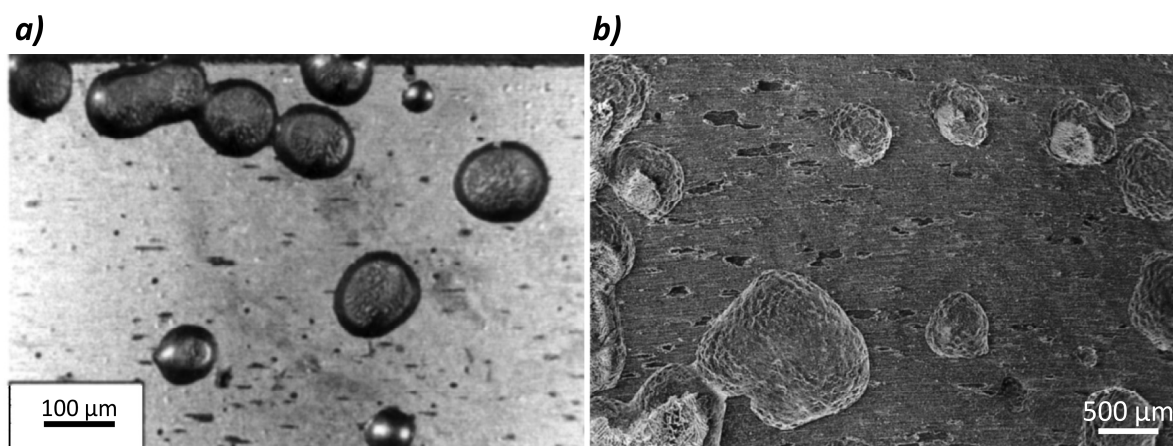
Slika 22 Šema opreme za ispitivanje sa ubrzanim korozionim testovima [34]

Ispitivanja u proizvodnim uslovima mogu da daju odgovor na to koji od ispitivanih tretmana ima bolje ponašanje, odnosno koji je adekvatniji za konkretnu namenu [2,134]. Ovakvim testovima se uzimaju u obzir svi mehanizmi habanja koji su prisutni na određenoj lokaciji u alatu (elementu alata). Rezultate istraživanja treba pažljivo tumačiti, uzimajući u obzir što više parametara samog procesa sa te lokacije u alatu. Poređenje rezultata sa slučajevima iz nekog drugog alata u proizvodnji treba vršiti veoma pažljivo jer je ostvareno stanje alata vezano za konkretne eksploatacione uslove. Sa druge strane, postoje istraživanja koja ukazuju na priličnu razliku između rezultata laboratorijskih i ispitivanja i onih iz proizvodnje [132].

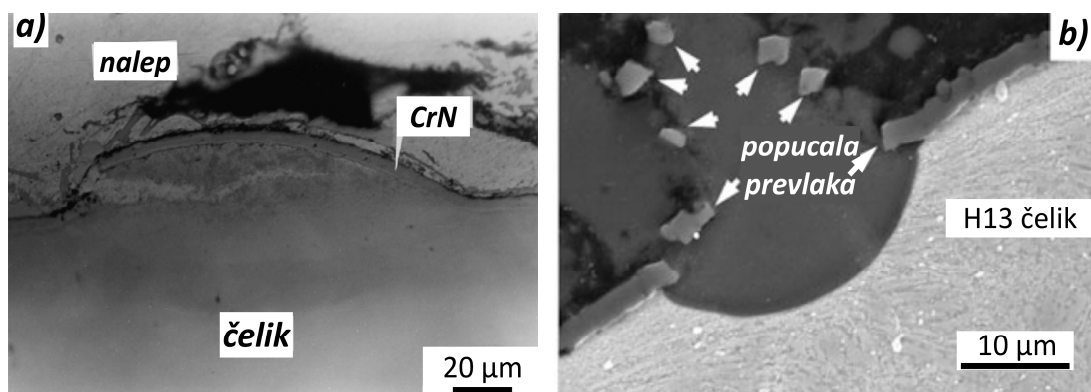


Slika 23 Primer alata za livenje pod pritiskom za eksperimentalna ispitivanja materijala alata za livenje pod pritiskom [14]

Nekoliko istraživača je razvilo različite konfiguracije alata za livenje pod pristikom koji se koriste za eksperimentalna ispitivanja materijala za unapređenje livačkih alata [14,19,35]. Reprezentativan primer takvih alata je prikazan na slici 23. Tipično za te alate je to da se najčešće koriste za ispitivanje ponašanja jezgara odnosno trnova koji predstavljaju uzorke. Trnovi se postavljaju u alat tako da su najizloženiji dejstvu struje liva a nekada se ovi alati i izvode sa više redova trnova koji imaju različitu izloženost struji liva [14,19]. Rezultati takvih ispitivanja su nešto univerzalnijeg karaktera nego rezultati ispitivanja iz nekog konkretnog proizvodnog alata zbog čega su i poželjniji. Posebna pogodnost primene ovakvih eksperimentalnih metoda je veoma efikasna ocena komponente erozivnog habanja kojoj su jezgra (trnovi) najviše izloženi. Međutim, nedostatak metode je što se za promenu brzine ulivanja mora menjati geometrija alata i to što je za eksperimentalna istraživanja potrebna proizvodna mašina za livenje pod pritiskom koju je potrebno upotrebiti tokom većeg broja ciklusa livenja. Ubrzavanje ovakvih ispitivanja se vrši tako što se ne primenjuje premaz na eksperimentalnim uzorcima zbog čega se korozija odvija intenzivnije nego što bi to bio slučaj u pravim proizvodnim uslovima.



Slika 24 Korozija površina prevlaka u leguri aluminijuma: a) H11+CrN/ZrN; b) dupleks CrN/ZrN [135]

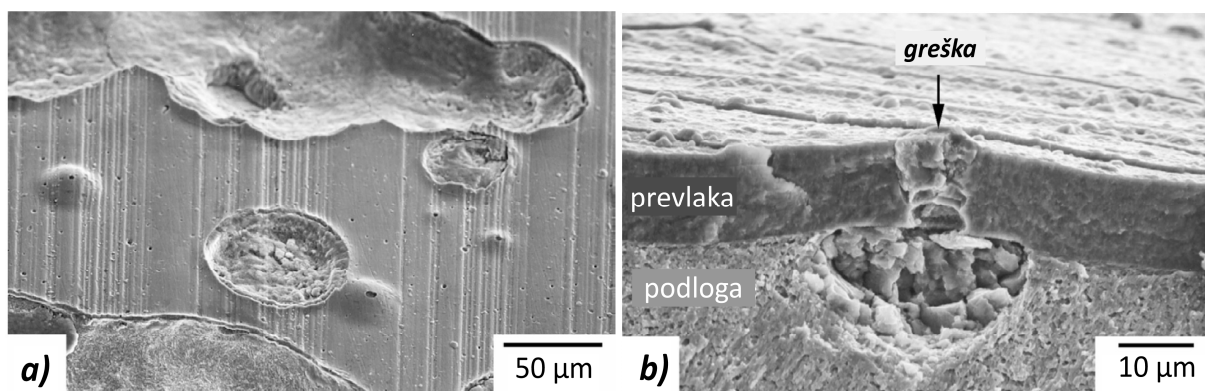


Slika 25 Primeri poprečnih preseka korodiranih prevlaka u legurama aluminijuma: a) inicijalno razaranje CrN prevlake na H11 čeliku usled rasta intermetalnih jedinjenja [83]; b) progresivna korozija i potpuno odljuskavanje CrN prevlake na H11 čeliku [40]

Pregledom površina uzoraka sa prevlakama nakon korozivnih testova u leguri aluminijuma ustanovljeno je da dolazi do lokalnog razaranja prevlaka i odljuskavanja slojeva. Ovo se najčešće dešava na sporadičnim lokacijama i vidljivo je u obliku kružnih promena, ispupčenja ili udubljenja (slika 24) [83,133,135]. Međutim, u uznapređovalom stadijumu korozije kao na primerima sa slike 24, teško je ustanoviti šta je bio pravi razlog njenog nastanka. Ispitivanjima na poprečnim presecima korodiranih površina sa prevlakama ustanovljeno je da je odljuskavanje slojeva prevlaka uzrokovano nastankom intermetalnih jedinjenja ispod sloja prevlake, kao što je to na slici 25 [83,133,135]. To znači da je legura aluminijuma došla u kontakt sa podlogom od čelika (ili plazma nitriranim slojem) i da formira intermetalna jedinjenja. U ovakvim slučajevima intermetalna jedinjenja (FeAl , FeAl_2 , Fe_2Al_5) se ispod površine uglavnom rasprostiru u obliku sfere prodirući sve dublje u podlogu [40,133]. Širenje sfere se

dešava i prema spoljašnjosti iz razloga što je molarna zapremina novonastalih intermetalnih faza Fe-Al veća [40,133,135]. Njihovim širenjem dolazi do ispuččenja prevlake, unose se zatezni naponi u sloj prevlake, usled čega neminovno dolazi do pucanja i otkaza prevlake (slika 25) [40,133,135]. Kada dođe do potpunog odljuskavanja prevlake dalja korozija se lako nastavlja, pogotovo ako se fragmenti prevlake odnesu sa strujom svežeg liva koji dolazi na to mesto [23,40,133,135]. Napredovanjem korozije odljuskane površine i korozioni krateri se šire, spajaju se i zahvataju celu površinu [135].

Prethodno opisani slučaj korozije i razaranje prevlake usled dejstva legure aluminijuma je danas opšteprihvaćeni mehanizam habanja svih PVD vrsta prevlaka. Međutim, daljim istraživanjima se postavilo pitanje, kako to aluminijum dolazi u kontakt sa podlogom ispod prevlake. Prva i vrlo realna mogućnost može biti da prilikom eksploatacije dođe do stvaranja termocikličnih pukotina ili drugih mehaničkih oštećenja sloja koje će stvoriti put za prolazak aluminijuma do podloge i time započeti koroziju. Međutim, neki istraživači su primetili vezu između korozionih oštećenja i grešaka u PVD prevlakama i usmerili su istraživanja u tom pravcu [15,133,135].



Slika 26 SEM snimak korodirane površine CrN prevlake na H13 čeliku, nakon 1 čas u leguri aluminijuma: a) izgled površine; b) poprečni presek mesta sa ispuččenjem, sa greškom tipa rupice u sredini [15]

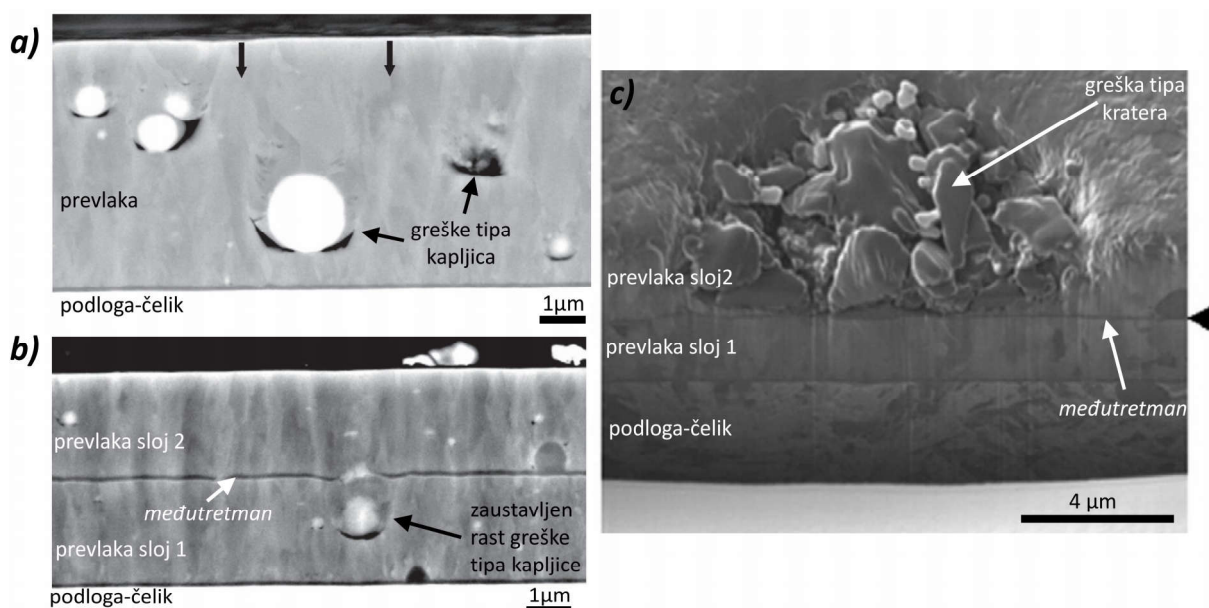
Persson i saradnici [15], među prvima utvrđuju da se korozija osim inicijalnih pukotina, najčešće inicira ispod grešaka rasta u slojevima prevlake. Na slici 26 je prikazan primer površine CrN prevlake nakon korozije u leguri aluminijuma gde je došlo do vrlo intenzivnog odljuskavanja prevlake. Rupice i krateri se na slici 26a mogu jasno videti (crne tačke) a one su u velikom broju slučajeva povezane sa ispuččenjima odnosno lokacijama gde je došlo do korozije ispod sloja prevlake. Analizama na poprečnim presecima mesta sa ispuččenjima potvrdili su da do korozije podloge dolazi na mestima gde postoji neka greška rasta, a u naječešćem broju slučajeva greška tipa rupice (slika 26b). Tečna legura aluminijuma kroz ove greške može da dopre do podloge ili da samom difuzijom inicira koroziju. Sistematskim analizama vrsta grešaka rasta na CrN prevlaci i njihovom količinom Persson i saradnici [15], su napravili korelaciju sa sklonošću površine ka stvaranju korozije ispod sloja prevlake. Pre svega greške su klasifikovali na rupice i dva tipa grešaka kapljica (nodularnih grešaka) standardne i prekrivene. Određivanjem korodirane površine i poređenjem sa količinom grešaka zaključili su da je stepen korozije najviše zavisao od grešaka tipa rupica a manje od grešaka tipa kapljica. Takođe su ustanovili da se sa debljinom prevlake, sa kojom se direktno utiče na koncentraciju broja grešaka tipa rupica, direktno utiče i na sklonost površine ka koroziji u tečnoj leguri [15]. Istraživanje Perssona i saradnika je jedno od retkih koja su se poslužila sa nekim vidom korelacije gustine grešaka i korodirane površine. U još nekoliko istraživanja [83,103,135] napravljene su samo neke kvalitativne korelacije gustine grešaka rasta sa korozionom otpornošću i njima je takođe potvrđen trend koji su utvrdili Persson i saradnici.

Što se tiče difuzije i korozije kroz greške rasta, Lin i saradnici [83], konstatuju na prevlakama dobijenih CA tehnikom da se većom koncentracijom nodularnih grešaka (kapljica) od čistih metala izaziva intenzivnija korozija podloge (slika 27a). Za to su dali objašnjenje da je to posledica toga što su hemijski elementi Cr i Ti u slobodnom stanju rastvorljivi u tečnim legurama aluminijuma [83]. S obzirom

na to što i kod prevlaka dobijenih magnetronskim raspršivanjem često postoje slučajevi da u greškama rasta postoje „semena“ od TiN ili čistih metala, može se primeniti ista analogija i na njih.

U relativno velikom broju savremenih istraživanja iz oblasti, uticaj grešaka rasta na koroziono ponašanje prevlaka uopšte nije uzet u obzir prilikom razmatranja i poređenja ponašanja ispitivanih prevlaka. Iz prethodno predstavljenih istraživanja je jasno da se takvim pristupom značajno može pogrešiti u interpretaciji ponašanja različitih prevlaka, jer je po sadašnjim saznanjima uticaj grešaka mnogo izraženiji od hemijskog sastava prevlaka. Nekoliko istraživača ima tvrdnje, bez dokaza, da kod nitridnih prevlaka aluminijum difuzijom dolazi do podloge, te da se tako započinje korozija podloge. Kako se na površinama nitridnih prevlaka često stvaraju oksidi (Cr_2O_3 , Al_2O_3) koji su snažne difuzione barijere [82,98], pojava ovakvog mehanizma je praktično nemoguća.

Imajući u vidu da su, u uslovima livenja legura aluminijuma, greške rasta glavni uzročnici korozionog razaranja PVD prevlaka, logično je da se pravac razvoja prevlaka za alate usmeri ka smanjenju grešaka rasta ili smanjenju njihovog uticaja. Abusuilik i Inoue [80] predložili su primenu međutretmana prilikom izrade prevlake, sa kojim se prekida rast grešaka u prevlaci. Naime, njihov predlog je da se nekim vidom mehaničkog tretmana ili jonskim nagrivanjem izvrši obrada površine prevlake, a da se nakon toga ponovo nastavi depozicija sloja prevlake. Poprečni presek prevlake izrađene depozicijom bez prekida je prikazana na slici 27a a prevlaka sa međutretmanom je slici 27b i c. Može se videti da se sa primenom međutretmana uspešno može zaustaviti rast greške i tako onemogućiti postojanje potpunog kontakta tečnog metala sa podlogom [80]. Slika 27c prikazuje neregularnu grešku tipa kratera koja se prostire samo do sloja gde je izvršen međutretman, što potvrđuje efikasnost tretmana.

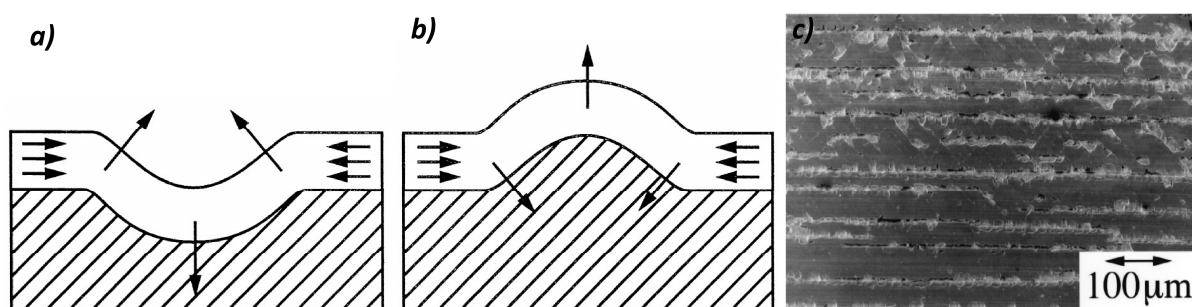


Slika 27 Primer strukture CrN prevlake deponovane sa CA: a) izrađene iscela; b) izrađena sa međutretmanom; c) presek neregularne greške tipa kratera [80]

Abusuilik je nastavkom ovog istraživanja potvrdio za dupleks CrSiBN/CrN prevlake da se koroziona otpornost prevlake u tečnoj leguri aluminijuma sa primenom međutretmana znatno poboljšava [136]. Dodatna prednost ovog istraživanja je što je i dupleks tretman izveden tako da je otklonjen sloj jedinjenja. Ovakva prednost međutretmana za sprečavanje nastanka neželjenih grešaka bi mogla da se uvrsti u tehnološke operacije za pripremu dupleks slojeva za livačke alate koji je predstavljen u okviru dizajna na slici 18 i istraživanju iz reference [23].

Hrapavost površina je veoma važan eksploatacioni parametar alata iz razloga što ona ima uticaj na efikasnost rada alata, kvalitet obrađene površine odlivka i na cenu izrade alata. Stoga je veoma važno poznavati njen uticaj i na korozione procese u legurama aluminijuma. Generalno, za PVD prevlake je poznato da povećana hrapavost ($R_a > \sim 0,3 \mu\text{m}$) ima veoma nepovoljan uticaj na mehaničke

karakteristike prevlaka. Razlog tome je to što se na vrhovima neravnina (ili dnu udubljenja) hrapavih površina javljaju velike koncentracije napona, gde usled dejstva zaostalih napona dolazi do odljuskavanja materijala čak i bez dejstva sile [137] (slike 28a i b). Stoga se uvek teži da elementi sa prevlakama imaju što je moguće glađe površine. Tako je i u slučaju korozije u tečnim legurama aluminijuma i u slučajevima termocikličnih napreznja. Dejstvom liva na površinu dolazi do napreznja u sloju prevlake, ova napreznja na vrhovima i dolinama neravnina imaju svoj maksimum usled čega na njima dolazi do obrazovanja pukotina [40]. Na mestu obrazovanih pukotina legura aluminijuma prodire do podloge što dovodi do korozije usled čega se započinje generalno odljuskavanje prevlake [132,133] (slika 28c). U jednom od retkih istraživanja iz ove oblasti ispitivani su uzorci sa CrN prevlakom sa različitim hrapavošću i to: 1.) mikropeskiranom (zrnima Al_2O_3), pripremljenom sa brusnim papirima granulacije 2.) 60, 3.) 240, 4.) 600 i 5.) polirane sa dijamantskom pastom. Rezultati korozije u rastopu aluminijuma ukazuju na to da u slučajevima 1 i 2 hrapavost ima toliko izražen efekat da zaštitno svojstvo prevlake uopšte ne može da dođe do izražaja. U slučajevima 3 i 4 površina sa plićim risevima, koje su kvaliteta reda veličine grubog brušenja, odljuskane zone prevlake su manje i prostiru se tipično u pravcu riseva [133]. Prema postojećim literaturnim podacima glatke-polirane površine prevlaka su najmanje sklone koroziji i metalurškom lepljenju u tečnim legurama aluminijuma.



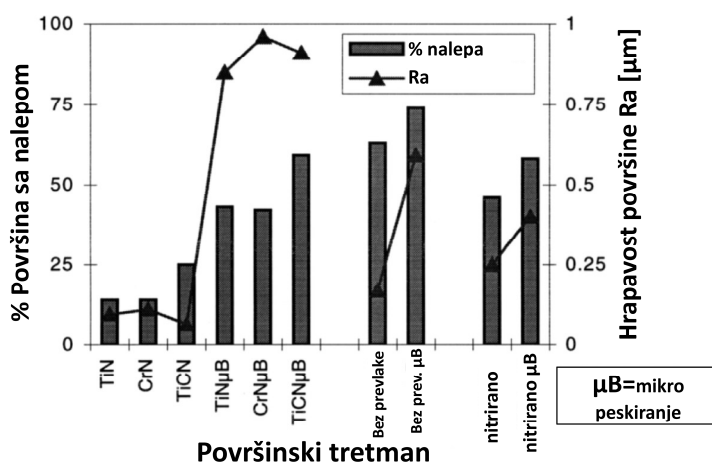
Slika 28 Uticaj površinskih napona i hrapavosti na integritet prevlake: a) unutar risa; b) na vrhu neravnine; c) primer površina sa odkljuskanom prevlakom [137]

Iako se PVD prevlake odlikuju veoma visokom inertnošću ka Al-Si legurama, nakon izvlačenja iz odlivaka u velikom broju slučajeva (nitridnih prevlaka) na njihovim površinama se takođe nalazi nalep livene legure [14,116,138]. S obzirom na to što se između tog nalepa i površine prevlaka ne stvaraju intermetalna jedinjenja formiranje tog nalepa je posledica mehaničkog lepljenja livene legure. Mehaničko lepljenje zapravo predstavlja adhezivan transfer materijala odlivka na površine alata i najviše zavisi od hrapavosti i topografije površine iako i hemijski sastav površine može imati svoj uticaj na međuatomske adhezivne sile [26]. Važno je napomenuti da su i mehaničkom lepljenju livene legure najskloniji delovi alata kojima se formiraju rupe, otvori ili uski kanali u odlivku. Tome je razlog što se ovi elementi najintenzivnije zagrevaju te u kontaktu sa njima tečljivost metala ostaje duže vremena visoka, usled čega može da se ostvari bolje prijanjanje odlivka na površine alata. Do sada nisu sprovedena istraživanja kojima je utvrđen pravi razlog mehaničkog lepljenja livene legure za površine alata sa prevlakama ali se do nekih zaključaka o tom fenomenu može doći iz analiza rezultata ispitivanja adhezivnog habanja. Primeri takvih radova su pod referencama [49,126].

Gulizia i saradnici utvrđuju za trnove sa različitim prevlakama [116,138], koji su korišćeni u eksperimentalnom alatu za livenje pod pritiskom, da nakon 50 ciklusa livenja nije došlo do korozije slojeva ni kod jedne od ispitivanih prevlaka. Međutim, na svim trnovima detektuju nagomilavanje nalepa na površinama kod svih ispitivanih prevlaka. Merenjem površine prekrivene sa nalepom i njenim poređenjem i predstavljanjem sa hrapavošću površina pokazano je da intenzitet detektovanog mehaničkog lepljenja zavisi od hrapavosti površina (slika 29) [116,138]. Detekovana zavisnost je takva da se sa povećanjem hrapavosti povećava i tendencija lepljenja livene legure za površinu. Ovi istraživači su takođe potvrdili da su trnovi sa prevlakama koji se primenjuju u industriji takođe sklorni stvaranju nalepa mehaničkim lepljenjem livene legure koji nakon određenog broja ciklusa gubi na debljini i ponovo progresivno raste [116,121].

Nose i saradnici [81], su sproveli istraživanje u industrijskoj primeni dve vrste prevlaka TiAlN i TiAlN/a-C od kojih je TiAlN proizvedena sa dva različita uređaja (MS i CA). Utvrdili su da se sa aspekta visine nastalog nalepa najveći nalep stvara kod TiAlN prevlake koja je deponovana sa CA uređajem. Konstatovali su da je ova prevlaka ujedno i najhrapavija prevlaka sa najvećim brojem grešaka (nodula) koja predstavljaju geometrijski povoljne lokacije za nakupljanje nalepa. Takođe su utvrdili da je kod TiAlN/a-C prevlake nastajao nalep drastično manjih dimenzija nego kod ostalih prevlaka. To je jedno od retkih istaživanja gde je pokazano da prevlaka na bazi ugljenika ima manju tendenciju formiranja nalepa nego nitridne prevlake [81]. Do sličnih zaključaka su došli i Podgornik i saradnici koji su ispitivali više materijala prevlaka izloženih izraženom adhezivnom habanju [49,126].

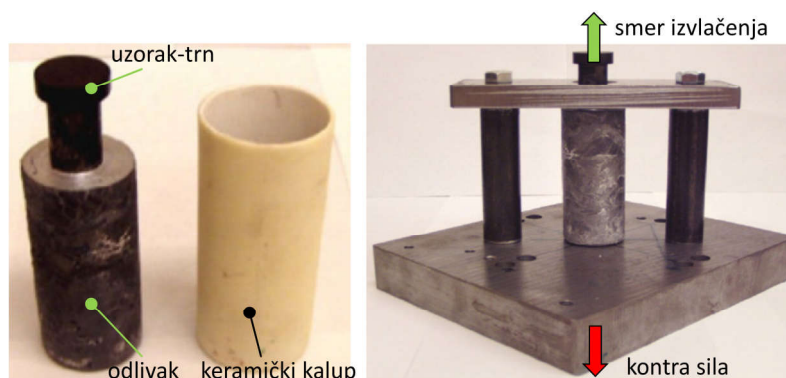
Ocena tendencije lepljenja (mehaničkog lepljenja) livene legure za površine alata sa i bez prevlaka je uglavnom vršena kvalitativnim metodama vizuelnog pregleda ili kvantitativnim metodama (debljina nalepa, razlika u masi) koje unose priličnu grešku, zavise od izbora uzorka ili mesta merenja itd. U čisto industrijskim uslovima ocena tendencije lepljenja je uglavnom kvalitativna ili se vrši praćenjem učestalosti čišćenja određenog dela alata. Poseban eksperimentalni metod je dizajniran u težnji da se tendencija lepljenja što je moguće bolje izrazi kvantitativno, da se ispitivanja uproste i izmeste izvan mašine za livenje pod pritiskom, a da se pritom proces realno simulira. Taj eksperimentalni metod se zove test izvlačenja.



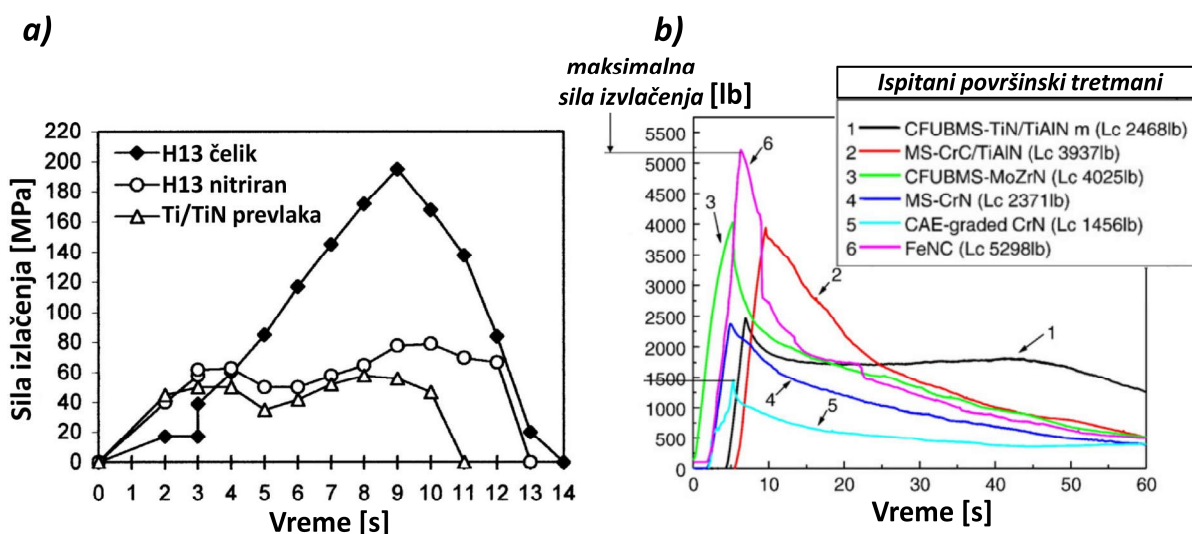
Slika 29 Odnos hrapavosti i procenta površine prekrivene sa nalepom nakon 50 ciklusa livenja pod pritiskom za trnove: H13 čelika, gasno nitrirani i sa dupleks slojevima sa TiN, CrN, TiCN prevlakama [116]

Imajući u vidu činjenicu da se kod livenja pod pritiskom najintenzivnije habaju delovi alata koji formiraju rupe i otvore u odlivcima od posebnog je interesa da se prevlake za livačke alate razvijaju upravo za ovakve elemente. Dakle, u tom slučaju reprezentativan oblik uzorka za ispitivanje je cilindar (trn) koji je i izabran za test izvlačenja. Suština testa izvlačenja je da se uzorak oblika trna upotrebi kao jezgro u kalupu za livenje jednostavnog cilindričnog odlivka sa rupom i da se nakon očvršćavanja na taj način ostvari veza između odlivka i trna. Dobijeni sklop odlivka i trna je zapravo sklop uzorak koji se primenjuje u testu izvlačenja. Izvlačenje trna iz odlivka se vrši na presi ili kidalici prilikom čega se beleži promena sile izvlačenja sa pređenim putem i dobija se dijagram, takozvana kriva izvlačenja. Kriva izvlačenja sadrži informacije o adhezivnoj čvrstoći spoja odnosno o tendenciji lepljenja livene legure za ispitivani trn [45,139–141]. Prilikom eksperimenta za izradu sklop uzoraka potrebno je oponašati što je moguće veći broj parametara iz proizvodnje kao što su vrsta livene legure, temperatura rastopljenog metala, dimenzije uzorka trna itd. U dosadašnjim istraživanjima [23,139,140], samo livenje se vršilo pojednostavljeno u laboratorijskim uslovima na više načina, pri čemu ni jedan od primenjenih načina nije zaista blizu samoj tehnologiji livenja pod pritiskom [45,141]. Do sada se proces izrade sklop uzorka izvodio tako što se u keramički kalup postavi željena količina ispitivane legure, te se ceo kalup smesti u peć u kojoj se izvrši topljenje livene legure. Kada je legura otopljena, vrši se uranjanje trna u liv do određene dubine, nakon čega se sačeka da odlivak zajedno sa uzorkom očvrstne i formira sklop uzorak (slika 30). Ovakav proces u suštini sem očvršćavanja nema mnogo dodirnih tačaka sa procesom livenja pod pritiskom. Nakon hlađenja kalupa, sklop-uzorak se vadi iz kalupa postavlja se u specijalni stezni

pribor na presi ili kidalici, izvrši se izvlačenje trna iz odlivka (sa određenom brzinom) pri čemu se snimi kriva izvlačenja (slika 30).



Slika 30 Aparatura za test izvlačenja primenjen u istraživanjima iz referenci [23,142,143]



Napomena: CFUBMS-magnetronsko raspršivanje sa nebalansiranim magnetronom za zatvorenim poljem, MS-magnetronsko raspršivanje, CAE-depozicija primenom isparavanja sa katodnim lukom; prevlake: TiN/TiAlN, CrC/TiAlN, MoZrN, CrN, graded CrN – gradirani CrN, FeNC – karbonitriranje

Slika 31 Krive izvlačenja različitih materijala ispitivanih u dva odvojena istraživanja: a) Joshi i saradnici [142,143]; b) Lin i saradnici [23]

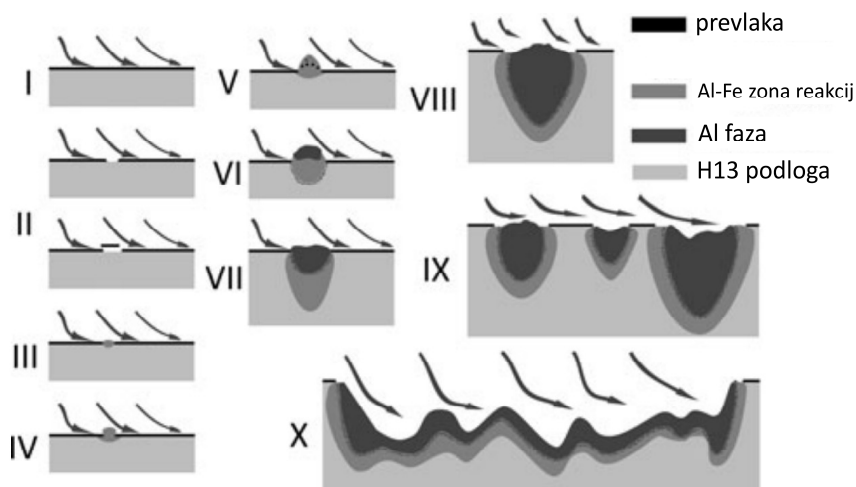
Kvantifikacijom tendencije lepljenja sa krivom izvlačenja, postoji mogućnost da se vrši poređenje različitih materijala koji su testirani na identičan način. U odvojenim istraživanjima Joshi i Lin [23,143] su izvršili poređenje nekoliko materijala koji su ispitani na ovaj način, a krive izvlačenja iz njihovih eksperimenata su prikazane na slici 31. Sa dijagrama na slici 31a se može videti da čelik (H13) ima najviše vrednosti maksimalne sile izvlačenja koje su znatno više od onih izmerenih za plazma nitrirani uzorak i višeslojnu prevlaku [143]. Dijagrami na slici 31b se malo razlikuju, jer su na njima maksimalne sile izvlačenja veoma izražene i bliske početku procesa izvlačenja. To znači da maksimalna sila izvlačenja predstavlja zapravo meru adhezije koja je ostvarena između materijala trna i odlivka, koja kada se savlada započinje proces izvlačenja. Nastavak procesa izvlačenja i pad sile predstavlja proces klizanja trna po odlivku [23,143]. Lin i saradnici [23] su ispitali veći spektar materijala, pri čemu su dobili da čak većina prevlaka ima značajno manje sile izvlačenja od karbonitrirane površine. Predstavljenim rezultatima se zaključuje da trnovi sa prevlakama imaju znatno manju tendenciju lepljenja livene legure od čelika i plazma nitriranih čelika [23,143]. Takav rezultat je u vezi sa inertnošću ovih prevlaka ka legurama aluminjuma i svedoči o slaboj hemijskoj interakciji između ovih materijala.

Iz priloženog se vidi da je test izvlačenja veoma pogodan za ispitivanje tendencije lepljenja livene legure za cilindrične elemente i da se može veoma lako izvoditi u laboratorijskim uslovima bez zauzimanja proizvodnih resursa. Kvantitativno opisivanje vrednosti adhezije sa parametrom kao što je sila je veoma koristan i praktičan parametar koji može da se poveže sa karakteristikama mašine za

livenje pod pritiskom. Međutim, postavlja se pitanje kakav je to korozioni proces i lepljenje koje se odvija u samo jednom ciklusu livenja. Nedostatak predstavljenih rezultata je to što nisu poznati svi geometrijski parametri uzorka i dubina uranjanja zbog čega je nemoguće porediti neka druga istraživanja sa ovim rezultatima. Metoda i primenjena aparatura koja je korišćena u prikazanim istraživanjima zahteva znatna poboljšanja koja bi učinila test tačnijim, jednostavnijim i ponovljivijim. Nedostaci i tačnost predstavljenog metoda će se ispitati u ovom istraživanju i diskutovaće se u poglavljima 6.2 i 7.2 ovog rada.

2.4.7. Erozijska površina sa prevlakama u tečnim legurama aluminijuma

Elementi alata koji su najizloženiji erozivnom habanju su delovi u kalupnoj šupljini koji se nalaze prvi na udaru liva prilikom popunjavanja kalupa tečnim metalom. Veoma često su to cilindrični elementi alata manjih dimenzija, kojima se formira rupa ili otvor u odlivku [19,104]. Imajući u vidu da su to ujedno i elementi koji se najintenzivnije zagrevaju oni se habaju kombinovanim dejstvom erozije i korozije. Primenom PVD prevlaka na elementima alata podložnim erozivnom habanju trajnost alata se višestruko produžava [19,37,134].



Slika 32 Šematski prikaz erozivnog habanja prevlake prilikom livenja pod pritiskom legura aluminijuma [40]

Proces erozije i korozije površine se kod keramičkih prevlaka u početku procesa odvija drugačije nego što je to slučaj kod površina čelika. Tome je razlog to što prevlake imaju vrlo visoku tvrdoću i činjenica da su potpuno inertne na tečne legure aluminijuma [144]. Stoga se oštećenje sloja prevlake može desiti samo usled mehaničkog dejstva struje tečnog metala. Međutim, kao i u slučaju korozije kod prevlaka tako i kod erozije najslabija mesta na prevlaci mogu biti samo greške rasta ili pukotine uzrokovane termičkim napreznjima i mehaničkim dejstvima. Song i saradnici predlažu model kojim se objašnjava erozivno habanje površina prevlaka u uslovima livenja pod pritiskom legura aluminijuma (slika 32) [40]. Početak erozije nastaje tako što se na površini prevlake erozijom ili termičkim napreznjima obrazuje oštećenje (krater ili pukotina) kroz koje livena legura može da dođe u kontakt sa podlogom (slike 32 I i II). U kontaktu liva sa podlogom nastaju intermetalna jedinjenja (slike 32 III do V). Intermetalna jedinjenja rastu u dubinu materijala i unose napreznja u sloj prevlake koja će kasnije dovesti do odljuskavanja prevlake (slike 32 V do VIII). Nastavkom rasta jedinjenja ona se spajaju u veće zapremine i obrazuju čitave oblasti sa korozionim produktima (slika 32 IX). Intenzivnim dejstvom struje liva na prilično slaba intermetalna jedinjenja dolazi do njihove erozije usled čega ostaje korozioni krater na površini alata (slika 32 X) [40]. U stvorenom korozionom krateru livena legura ponovo lako stupa u reakciju sa podlogom zbog čega se napredovanje korozije ubrzava i ona prodire sve više u dubinu materijala. Kao što je prethodno bilo opisano u poglavlju 6 jasno se vidi da je erozivno habanje u uskoj sprezi sa fenomenima korozije i lepljenja.

Kako bi se sprečio nastanak erozivnog habanja, a kasnije i korozija i metalurško lepljenje, potrebno je da se onemogući nastanak inicijalne pukotine prevlake. Da bi se sprečilo erozivno habanje slojeva prevlaka, potrebno je da se one izrade sa: visokom tvrdoćom, visokim odnosom tvrdoće i

modula elastičnosti i visokom duktilnošću [144–146]. Uzevši u obzir da je erozija najvećim delom uzrokovana mehaničkim dejstvom liva na površine alata veoma je važno da pored dobrih osobina prevlake podloga, kao nosioc prevlake, poseduje dobre mehaničke osobine poput tvrdoće i žilavosti [37]. U dosadašnjem razvoju površinskih tretmana najbolje performanse podloge se postižu primenom plazma procesa termičke obrade za izradu površinskih slojeva koje prethode nanošenju prevlake. Imajući u vidu ove zahteve nanoslojne i nanokompozitne prevlake predstavljaju najbolje kandidate koji mogu da ih ispune. Višeslojnim i nanokompozitnim dizajnom prevlaka se znatno poboljšava otpornost na eroziju, jer se takve prevlake odlikuju visokim H/E odnosom koji predstavlja visoku otpornost na plastičnu deformaciju i erozivno habanje [145,146]. Međutim, neka istraživanja ukazuju na to da nanoslojne prevlake sa malom periodom slojeva imaju veće erozivno habanje nego prevlake sa većom debljinom slojeva prevlake (istog hemijskog sastava) [147,148]. Tome može biti razlog to što se kod nanoslojnih prevlaka usled erozivnog habanja pukotine prostiru plitko, do prvih sledećih slojeva, usled čega se generišu fragmenti malih dimenzija koji se učestalo odvajaju. Sa druge strane, kod nanoslojnih prevlaka sa većim periodama (debljim slojevima) fragmenti koji nastaju su većih dimenzija te je za njihov nastanak potrebno duže erozivno dejstvo [148]. Takvo ponašanje ima suprotan trend nego otpornost na prostiranje pukotina kroz sloj i otpornost na plastičnu deformaciju. Stoga, specifičnosti u ponašanju nanostrukturnih prevlaka za ove namene zahtevaju specifična ispitivanja kojima bi se ustanovila pravila o dizajnu slojeva sa aspekta dejstva više mehanizama habanja odjednom.

Problematika erozivnog habanja je kod PVD prevlaka primenjenih na alatima za livenje pod pritiskom najviše proučavana u sklopu analize habanja elementa sa prevlakom na celom konkretnom alatu [19,104,116]. Stoga na polju istraživanja erozivnog habanja PVD prevlaka namenjenih livačkim alatima uglavnom postoji puno prostora i potrebe za sistematskim i laboratorijskim istraživanjima vezanim za ponašanje prevlaka najnovije generacije.

3. Kritički osvrt na dosadašnja istraživanja i potrebe za daljim istraživanjima

Uprkos tome što se razvoj i istraživanje prevlaka za alate za livenje pod pritiskom sprovodi već više od dvadeset godina, u poređenju sa prevlakama namenjenim za druge alate, njihova zastupljenost u proizvodnji je i dalje na dosta niskom nivou. Sa druge strane, poznat je dizajn sistema slojeva koji su najadekvatniji za ovu namenu, a njihova proizvodnja je na visokom tehnološkom nivou spremnosti i ekonomski je prihvatljiva za serijsku proizvodnju. Međutim, problem habanja alata za livenje pod pritiskom je prilično kompleksan i često individualan slučaj. Iz tog razloga primena postojećeg rešenja iz drugog sličnog slučaja ne znači da će da bude adekvatna. Tome je razlog to što se za veoma veliki broj eksploatacionih uslova, a pogotovo njihovih kombinacija, ne poznaje ni približno efikasno rešenje. To sve je zapravo posledica toga što se veliki broj istraživanja iz oblasti nije sprovodio sistematski, izolujući nekoliko parametara od interesa, iz kojih bi se dobile zakonitosti o ponašanju i informacije o mogućoj primeni konkretnih prevlaka.

Pre svega postoji potreba da se istraživanja u ovoj oblasti sprovode sistematski u laboratorijskim uslovima na reprezentativnim epruvetama. Na ovaj način se skraćuje trajanje eksperimenta, povećava se univerzalnost rezultata i dobija se mogućnost za međusobnu uporedivost rezultata dobijenih za različite površinske tretmane. U veoma velikom broju publikacija o dosadašnjim istraživanjima pojedinih fenomena, koja su sprovedena u laboratorijskim uslovima, nije sadržano dovoljno informacija o ispitivanju. Te informacije se odnose na oblik i dimenzije uzoraka, na konstrukciju laboratorijskih uređaja i opreme ili najvažnijim geometrijskim i dinamičkim parametrima uređaja čijim poznavanjem bi se omogućilo efikasno oponašanje i ponavljanje ispitivanja sa drugim materijalima. Dakle, postoji potreba za standardizacijom ispitivanja u nekoliko osnovnih konfiguracija i/ili njihove kombinacije (statična korozija, termociklični zamor, lepljenje itd). Pod standardizacijom se misli na testove kao kod tribotestova tipa trn po disku, trn po ploči, prisustvo abraziva/nepristustvo itd.

Prilikom konkretne realizacije dizajna adekvatnih slojeva za livačke alate potrebno je primeniti i plazma-difuzione procese površinske zaštite [23]. Za slojeve koji se dobijaju ovim procesima, pa čak ni za najzastupljeniji nitrirani, u literaturi ne postoji dovoljno informacija vezano na primer za njegovo koroziono habanje u aluminijumu i kinetiku tih procesa [135]. Takva saznanja imaju veoma veliki značaj za razumevanje kompleksnih fenomena habanja dupleks slojeva alata za livenje pod pritiskom, a sa druge strane poznavanjem individualnog ponašanja svakog konstituenta dupleks sistema bi se doprinelo daljem razvoju dupleks sistema.

Pored toga što saznanja o najadekvatnijem dizajnu slojeva za ove namene (slika 18 [23]) postoje već 10 do 15 godina neka renomirana istraživanja ignorišu sada već „pravila“ o primeni određenih tretmana, te neplanski izrađuju slojeve i na neadekvatan način. Rezultati i zaključci takvih ispitivanja često vode ka tome da primena određene prevlake ne donosi znatna poboljšanja u odnosu na čelik, i slično. Tu je problem što se ignorisanjem proverenih pravila unosi suštinska greška u ispitivanje. Najbolji primeri takvih istraživanja su slučajevi razvoja prevlake za termociklična naprezanja za konkretnu upotrebu u kojoj se ne primenjuje plazma nitrirani sloj [40] ili u slučajevi u kojima se on primenjuje sa slojem jedinjenja na svojoj površini [63,105].

Veoma je redak slučaj da se u alatu za livenje pod pritiskom neki element haba dejstvom samo jednog od tri tipična mehanizma. Uglavnom su uključena najmanje dva mehanizma koji simultano deluju. U slučajevima kada se vrši ispitivanje samo sa stanovišta habanja jednim mehanizmom u najmanju ruku je shodno izvršiti pripremu uzorka tako da on može da zadovolji dizajn optimalne prevlake za ove namene (dupleks tretman). Tako su na primer u istraživanjima [103] razvijene prevlake koje imaju veoma dobro ponašanje sa aspekta korozije u tečnim legurama aluminijuma ali nisu ispitane kao dupleks slojevi. Ispitivanjem istih slojeva u obliku dupleks kopozita ne bi se uticalo na koroziono ponašanje same prevlake a dobila bi se dodatna informacija o podobnosti primene takvog sloja na nitriranoj podlozi, pogotovo za slučaj inicijacije korozije na podlozi.

Tehnologija depozicije prevlaka sa katodnim lukom (CA) je tehnologija koja je u industriji i dosadašnjim istraživanjima u razmatranoj oblasti najviše primenjena za izradu istraživanih prevlaka. Međutim, prema najnovijim saznanjima [15,83], tehnologije depozicije kojima se dobijaju prevlake sa manjom količinom grešaka su otpornije na uslove habanja koji vladaju pri livenju pod pritiskom [81]. Iz tih razloga postoji potreba da se magnetronsko raspršivanje (MS), kao drugi industrijski najzastupljeniji proces nanošenja prevlaka, detaljnije istraži i uporedi sa tehnologijom depozicije CA.

Iako su razvijene prevlake kojima se znatno može poboljšati kvalitet površine livačkih alata, zbog stalnog razvoja tehnologije i opreme za izradu prevlaka i dalje postoji potreba za razvojem novih i unapređenjem postojećih površinskih tretmana. Sa druge strane, neke od najadekvatnijih sistema prevlaka za ove namene zbog svoje složenosti imaju visoku cenu zbog čega se postavlja pitanje o opravdanosti njihove upotrebe. Poslednjih 15-ak godina razvoj nanoslojnih i nanokompozitnih prevlaka predstavlja izuzetno propulzivnu oblast u inženjerstvu površina. Kao i u drugim aplikacijama nanoslojne i nanokompozitne prevlake najnovije generacije trenutno imaju najveći potencijal za primenu na alatima za livenje pod pritiskom jer poseduju veoma pogodnu kombinaciju osobina [74]. Dodatna prednost njihove primene je što se u uređajima najnovije generacije mogu serijski proizvoditi i ekonomski su pristupačnije od nekih dosadašnjih (višeslojnih) sofisticiranih rešenja za predmetne namene. Uprkos navedenom, one su u veoma malom broju slučajeva bile predmet istraživanja u ovoj oblasti.

Važan doprinos u razvoju novih sistema prevlaka ima poznavanje mehanizama nastanka oštećenja prevlaka usled fizičko-hemijsko-metalurških procesa koji se odvijaju u kontaktu livene legure i površine alata za livenje pod pritiskom sa prevlakom. U malom broju naučnih istraživanja se uopšte spominje da su greške rasta u prevlakama uzročnici kontakta rastopa aluminijuma sa podlogom ispod njih. Međutim, postoje rezultati nekoliko istraživanja koja to eksplicitno pokazuju [15,80,133,135,136] i još nekoliko kojima je primećen neosporiv uticaj grešaka [23,40,83]. Sa aspekta korozije, efekat grešaka je toliko izražen da može da prevaziđe i efekte hemijskog sastava i arhitekture slojeva. Uprkos navedenom, veoma veliki broj istraživanja uopšte ne uzima u razmatranje uticaj grešaka rasta na koroziju i razaranje slojeva prevlaka, što njihovu interpretaciju rezultata čini nedovoljno potpunom, a ponekad i netačnom.

U cilju eliminacije ili smanjenja uticaja grešaka na koroziju podloge najnovija istraživanja dala su nova konkretna rešenja koja potencijalno imaju dobre efekte. Princip da se primenom međutretmana prilikom depozicije prevlake spreči rast grešaka do spoljašnje površine ima vrlo visoku učinkovitost i potencijal za praktičnu primenu. Dalji razvoj u ovom pravcu bi trebao da se usmeri ka razvoju ove tehnike koja je jednostavna, ekonomski prihvatljiva i primenljiva u industriji. Predloženi međutretman ima potencijal da se uvrsti u tehnološki sled operacija izrade sloja optimalnog dizajna za zaštitu alata za livenje pod pritiskom.

Usled svoje inertnosti prevlake sprečavaju metalurško lepljenje i obrazovanje intermetalnih jedinjenja između površine sa prevlakom i odlivkom [116]. Međutim, mehaničko lepljenje livene legure za površine sa nitridnim prevlakama i dalje nije sprečeno i ono se uglavnom neminovno odvija. Ovo je veoma važna problematika i predstavlja neki naredni korak u razvoju prevlaka za livačke alate. Potreba za takvim istraživanjima se javlja iz razloga što mehaničko lepljenje ima veoma veliki uticaj na opštu efikasnost rada alata, kvalitet odlivka, integritet alata, potrebne operacije čišćenja alata itd. Problematika koja se tiče mehaničkog lepljenja livene legure za površine alata je veoma slabo istraživana i o njoj postoji niz nepoznanica i pretpostavki. Budući da su efekti „zaključavanja“ u ovom fenomenu ključni, potrebno je utvrditi uticaj hrapavosti i topografije površine na nju. Takođe je potrebno prepoznati ključne parametre i naspram toga definisati optimalne kojima se ovaj vid habanja može smanjiti uz primenu ekonomski prihvatljivih tretmana. Sa druge strane, bez obzira što se mehaničkim lepljenjem ne obrazuju jake hemijske veze sa površinom, neke vrste prevlaka sklonije su mehaničkom lepljenju u odnosu na druge. Tako je na primer utvrđeno da se legure aluminijuma u adhezivnim kontaktima manje vezuju za prevlake na bazi ugljenika (DLC, metal-karbidne prevlake) [49,126], što nagoveštava postojanje sklonosti ka obrazovanju hemijskih veza sa materijalom površine (prevlake). Međutim, prevlake za ovu namenu moraju imati postojanost na visokim temperaturama

što dodatno usložnjava ovu problematiku. Što se tiče lepljenja Al–Si legura, potrebno je ustanoviti koje faze imaju veću tendenciju lepljenja ka površinama prevlaka, odnosno da li su to intermetalna jedinjenja ili čvrsti rastvor aluminijuma. Takva ispitivanja bi trebalo sprovesti za više različitih materijala prevlaka (nitridne, karbidne, oksidne, kombinovane) i utvrditi hemijske sklonosti za obrazovanje nalepa. Od posebnog interesa je da se sa ovog aspekta ispituju nanokompozitne prevlake najnovije generacije koje se industrijski komercijalno mogu serijski proizvoditi.

U istraživanjima vezanim za mehaničko lepljenje legura aluminijuma za površine alata često se zanemaruju tribološki fenomeni ovog procesa, odnosno adhezivni transfer materijala usled klizanja elementa alata po odlivku. Ovo je takođe veoma važna problematika koja utiče na debljinu nalepa koji nastaje na elementima alata, na kvalitet površina odlivka, a isto tako i na efikasnost rada alata [45]. U istraživanjima iz oblasti ona je veoma retko razmatrana i uzimana u obzir kao uticajni faktor zbog čega se tumačenje nekih rezultata dovode u pitanje.

Eksperimentalne metode ispitivanja lepljenja livenih legura za površine alata koje se danas najviše primenjuju nisu dovoljno strogo definisane zbog čega prilikom ispitivanja dolazi do oscilacije nekih procesnih parametara koji imaju direktan uticaj na rezultate testova ispitivanja [23,139,140,142]. Dodatno, u dostupnoj literaturi su primenjene samo metode kod kojih se razdvajanje veze između odlivka i alata vrši relativnim kretanjem u pravcu paralelno sa razdelnom površinom. Međutim, kod alata za livenje pod pritiskom veoma je veliki broj površina alata koji se od odlivaka razdvajaju kretanjem upravno na razdelnu površinu. Stoga je potrebno da se razvije metoda i za takva ispitivanja fenomena lepljenja livene legure. Metode ispitivanja lepljenja livene legure se jednostavno mogu standardizovati sa aspekta međusobnog odnosa površina odlivka i alata, njihovih oblika i dimenzija a da se pritom simulira proces koji je vrlo približan realnom. Rezultatima dobijenih iz standardizovanih ispitivanja bi se mogla napraviti klasifikacija ili baza znanja koja bi bila dodatan zamajac u razvoju sistema prevlaka za smanjenje lepljenja livene legure.

4. Predmet, cilj istraživanja, hipoteze

4.1. Predmet i cilj istraživanja

Predmet istraživanja su slojevi i prevlake dobijene plazma tehnologijama koje se primenjuju na čelicima za rad na toplo u svrhu povećanja otpornosti na habanje alata za livenje pod pritiskom. Ispitivani slojevi i prevlake su proizvedeni u skladu sa najsavremenijim naučnim literaturnim podacima iz oblasti inženjerstva površina. Prvi cilj istraživanja je da se utvrdi koji od ispitivanih površinskih sistema zaštite alata poseduje najoptimalnije osobine sa stanovišta habanja u uslovima koji simuliraju procese pri livenju pod pritiskom. Ispitivanje će se sprovesti sa stanovišta habanja korozijom i lepljenjem ispitivanih površina u kontaktu sa Al–Si–Cu legurom. Drugi cilj je da se dobiju parametri procesa i osobine ispitivanih površina koje imaju najveći uticaj na fenomene lepljenja livene legure. Treći cilj istraživanja je da se odrede konkretni mehanizmi habanja sistema slojeva koji su predmet ispitivanja, čime će se dobiti smernice za dalji razvoj površinskog tretmana alata za livenje pod pritiskom. Četvrti cilj istraživanja je da se izvrši unapređenje metode ispitivanja fenomena korozije i lepljenja i da se time dobiju pouzdaniji rezultati.

4.2. Hipoteze

Efikasno proširenje primene tehnologija inženjerstva površina na polju povećanja trajnosti i kvaliteta alata za livenje pod pritiskom zahteva produbljivanje znanja o ponašanju predmetnih slojeva naročito u konkretnim uslovima habanja. Istraživanjem će se obuhvatiti sistemi slojeva adekvatne arhitekture i mehaničkih karakteristika, koji mogu da obezbede visoku otpornost na habanje pri dejstvu složenih eksploatacionih uslova. Pretpostavlja se da će se primenom plazma površinskih tretmana čelika za rad na toplo povećati otpornost na lepljenje livene Al–Si–Cu legure za površine alata u uslovima livenja pod pritiskom. Analizom ponašanja ispitivanih slojeva treba da se stekne uvid u parametre koji su najuticajniji na ispitivani vid habanja. Stoga se pretpostavlja da će rezultati istraživanja dati smernice za dalji razvoj površinskog tretmana alata za livenje pod pritiskom. U odnosu na dosada korišćene metode, pretpostavlja se da će se unapređenjem eksperimentalne metode ispitivanja fenomena lepljenja povećati kvalitet i univerzalnost dobijenih rezultata, a time i efikasnost primene u savremenoj industrijskoj praksi.

5. Plan i opis eksperimenta

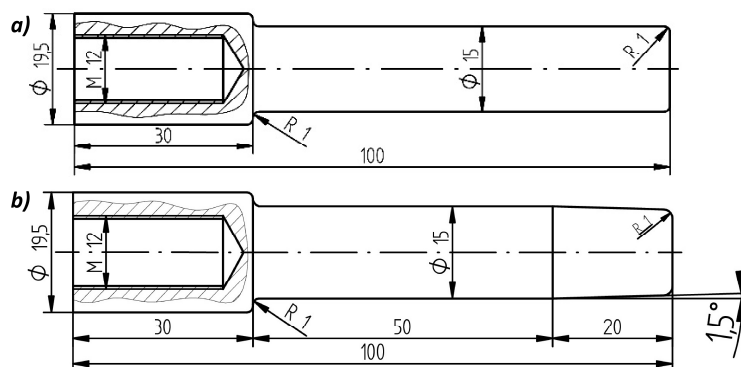
U disertaciji je izvršeno ispitivanje tendencije lepljenja i korozije u Al–Si–Cu leguri čelika za rad na toplo podvrgnutog različitim površinskim tretmanima. Ispitivanjem su obuhvaćeni slojevi dobijeni dupleks tretmanom sa PVD prevlakama u različitim izvedbama koji se primenjuju za poboljšanje alata za livenje pod pritiskom legura aluminijuma. Kako bi se ocenilo ponašanje slojeva dobijenih dupleks tretmanom istraživanjem su obuhvaćeni i konvencionalni materijali kao što su čelik za rad na toplo u poboljšanom i plazma nitriranom stanju. Zbog reprezentativnosti ispitivanja, izrada i priprema uzoraka su izvršeni uz pomoć procedura koje se najčešće primenjuju prilikom izrade alata za livenje pod pritiskom. Nakon pripreme svih vrsta uzoraka izvršena je karakterizacija strukturih, mehaničkih i hemijskih osobina. Izvedeni su livački eksperimenti sa konvencionalnim livenjem i sa zadržavanjem očvršćavanja za izradu sklop uzoraka za testove izvlačenja. Nakon livačkih eksperimenata izvršeni su testovi izvlačenja sa snimanjem krivih izvlačenja za određivanje tendencije lepljenja materijala u kontaktu. Uzorci su nakon testova izvlačenja podvrgnuti različitim vrstama mikroskopskih analiza u cilju ispitivanja morfologije i hemijskog sastava površina sa nalepom Al–Si–Cu legure kao kvaliteta kontakta koji su obrazovali sa odlivkom. Svi eksperimentalni postupci i metode karakterizacije koje su primenjene tokom ispitivanja će se u nastavku poglavlja detaljno objasniti.

5.1. Ispitivani materijali i procedura izrade uzoraka

Svi uzorci korišćeni u ovom istraživanju izrađeni su od čelika za rad na toplo EN X27CrMoV51 (AISI H11) u poboljšanom stanju. Ispitivani površinski slojevi i prevlake, izrađeni na pomenutom čeliku, su dobijeni procesom plazma nitriranja i dupleks tretmanom (plazma nitriranje kombinovano sa naknadnom depozicijom PVD prevlaka). Uzorci su izrađeni po sledećem sledu tehnoloških operacija: 1. izrada uzoraka mašinskom obradom; 2. termička obrada – poboljšavanje; 3. brušenje i poliranje; 4. plazma nitriranje; 5. poliranje i uklanjanje sloja jedinjenja, koji je nastao plazma nitriranjem; 6. depozicija prevlaka i naknadno poliranje ako je primenjeno. Nakon tehnološke operacije 3. i svake naredne operacije izdvojena je posebna grupa uzoraka koja je predstavnik određenog materijala i načina pripreme površine.

5.1.1. Mašinska obrada uzoraka i priprema površina

U ovom radu korišćene su dve vrste uzorka i to: uzorci oblika pločica i uzorci oblika trna. Uzorci oblika pločica dimenzija 20 x 5 mm su korišćeni za karakterizaciju osobina ispitivanih materijala i slojeva. Uzorci oblika trna, dimenzija radnog dela 15 x 70 mm, korišćeni su u testovima izvlačenja sa i bez zadržavanja očvršćavanja. Da bi se ispitaio uticaj geometrijskog oblika na fenomene lepljenja i izvlačenja, trnovi su izrađeni sa cilindričnim i konusnim oblikom dela za kontakt sa odlivkom (slika 33).



Slika 33 Tehnički crteži uzoraka oblika trna: a) cilindrični trn; b) konični trn

Da bi ispitivani uzorci bili dobri reprezentivi delova alata za livenje pod pritiskom oni su proizvedeni primenom procedura koje se uobičajeno primenjuju prilikom izrade tih alata. Obrada uzoraka izvršena je uz pomoć CNC obradnih sistema za struganje i brušenje dok se poliranje obavljalo primenom struga i ručnih alata za poliranje sa pastom granulacije 6 i 3 μm . Da bi se ispitaio uticaj hrapavosti cilindričnih trnova na fenomene lepljenja i korozije oni su izvedeni u tri nivoa hrapavosti

površina i jedan dodatni za ispitivanja metoda izrade skop uzoraka. Različiti nivoi hrapavosti su uključivali primenu mašinske obrade finim brušenjem i obradu poliranjem koja je bila primenjena u različitim fazama pripreme trnova. Prema načinu pripreme trnova izvršena je podela uzoraka u četiri grupe: 1. najhrapaviji trnovi; 2. hrapavi trnovi; 3. glatki trnovi; 4. naknadno polirani trnovi (tabela 3). Najhrapaviji trnovi su dobijeni finim brušenjem čelika režimima druge klase i nisu podvrgavani daljem tretmanu. Hrapavi trnovi su dobijeni finim brušenjem čelika režimima prve klase, koji su dalje podvrgnuti plazma nitriranju. Izradi hrapavih trnova sa dupleks prevlakama prethodilo je i poliranje hrapavih plazma nitriranih trnova sa dijamantskom pastom granulacije 6 µm. Glatki trnovi su dobijeni poliranjem fino brušenih čeličnih trnova primenom dijamantske paste granulacija 6 i 3 µm i naknadnim plazma nitriranjem. Glatki trnovi sa dupleks prevlakama su dobijeni poliranjem glatkih plazma nitriranih trnova sa dijamantskom pastom granulacije 3 µm. Naknado polirani trnovi su proizvedeni od glatkih trnova sa prevlakama koji su podvrgnuti procesu naknadnog poliranja sa dijamantskom pastom (granulacije 3 µm). Površine koničnih uzoraka su poizvedene samo primenom procedura za dobijanje hrapavih trnova.

Oblik		Vrsta materijala uzorka					
	Naziv materijala/tretmana	Čelik za rad na toplo EN X27CrMoV51	Plazma nitriran čelik za rad na toplo	Dupleks tretman sa CrN prevlakom	Dupleks tretman sa TiAlN prevlakom	Dupleks tretman sa TiAlSiN prevlakom	Dupleks tretman sa CrAlN prevlakom
	Označavanje uzorka	H11	PN	CrN	TiAlN	TiAlSiN	CrAlN
Cilindrični trnovi	Najhrapaviji (NH)	H11-NH	-	-	-	-	-
	Hrapavi (H)	H11-H	PN-H	CrN-H	TiAlN-H	-	-
	Glatki (G)	H11-G	PN-G	CrN-G	TiAlN-G	-	-
	Naknadno polirani (NP)	-	-	CrN-NP	TiAlN-NP	-	-
Konični trnovi	Hrapavi (K)	H11-K	PN-K	CrN-K	TiAlN-K	TiAlSiN-K	CrAlN-K

Tabela 3 Ispitivani materijali i označavanje uzoraka različite geometrije i hrapavosti

Spisak ispitivanih materijala i površinskih slojeva koji su izvedeni na uzorcima sa različitom geometrijom i hrapavošću prikazani su u tabeli 3. Svaka grupa uzoraka se sastoji od tri uzorka koji su predstavnici određenog materijala i površinske hrapavosti. Jedino se grupa najhrapavijih uzoraka H11-NH sastoji od sedam uzoraka jer je vršeno testiranje tri metode izrade sklop uzorka, od kojih je za dve metode primenjeno po tri ponavljanja, a jedna je izvedena bez ponavljanja.

5.1.2. Termička obrada, plazma nitriranje i depozicija prevlaka

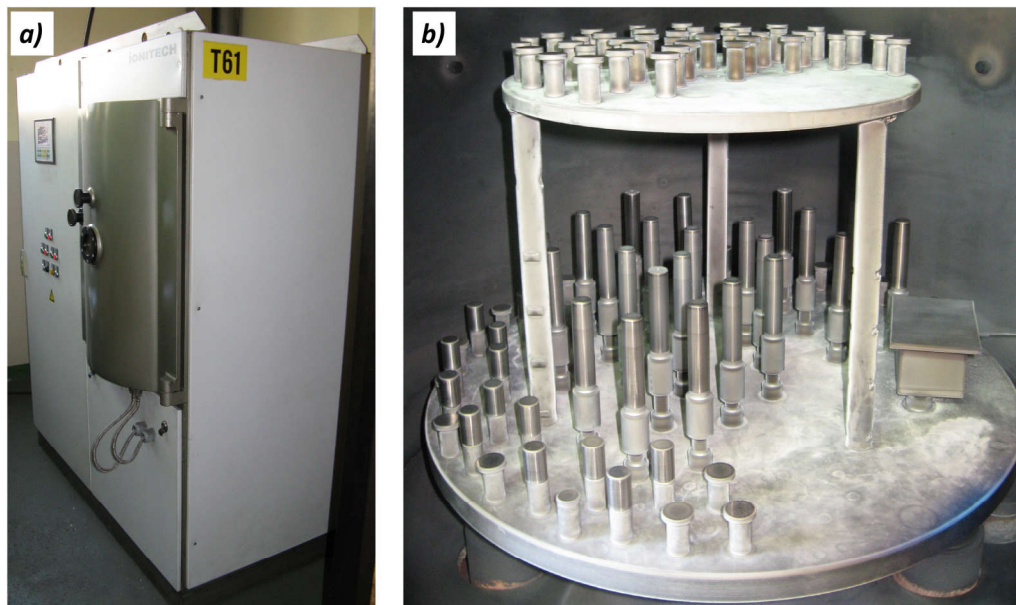
5.1.2.1. Termička obrada

Termička obrada poboljšavanja čelika za rad na toplo EN X27CrMoV51 (AISI H11) izvršena je kaljenjem koje je praćeno sa dva otpuštanja. Zagrevanje zaštićenih uzoraka je izvršeno u komornoj peći na temperaturu austenitizacije od 1000 °C u trajanju od 30 minuta, a nakon toga je izvršeno kaljenje u ulju. Nakon kaljenja usledilo je dvostepeno otpuštanje u komornoj peći i to prvo otpuštanje na temperaturi od 620 °C u trajanju od 60 minuta i drugo otpuštanje na temperaturi od 500 °C u trajanju takođe od 60 minuta. Nakon poboljšavanja izvršeno je brušenje i poliranje komada i temeljno čišćenje uzoraka u ultrazvučnoj kadi sa alkoholom pre procesa plazma nitriranja.

5.1.2.2. Plazma nitriranje

Plazma nitriranje je izvršeno u industrijskom uređaju ION-25 (IonTech) sa toplom komorom i pulsirajućim generatorom plazme (slika 34). Nitriranje je izvršeno u trajanju od 12 časova na temperaturi od 510 °C koršćenjem odnosa gasova H₂:N₂=3:1, i odnosom radnog ciklusa (*eng. duty*

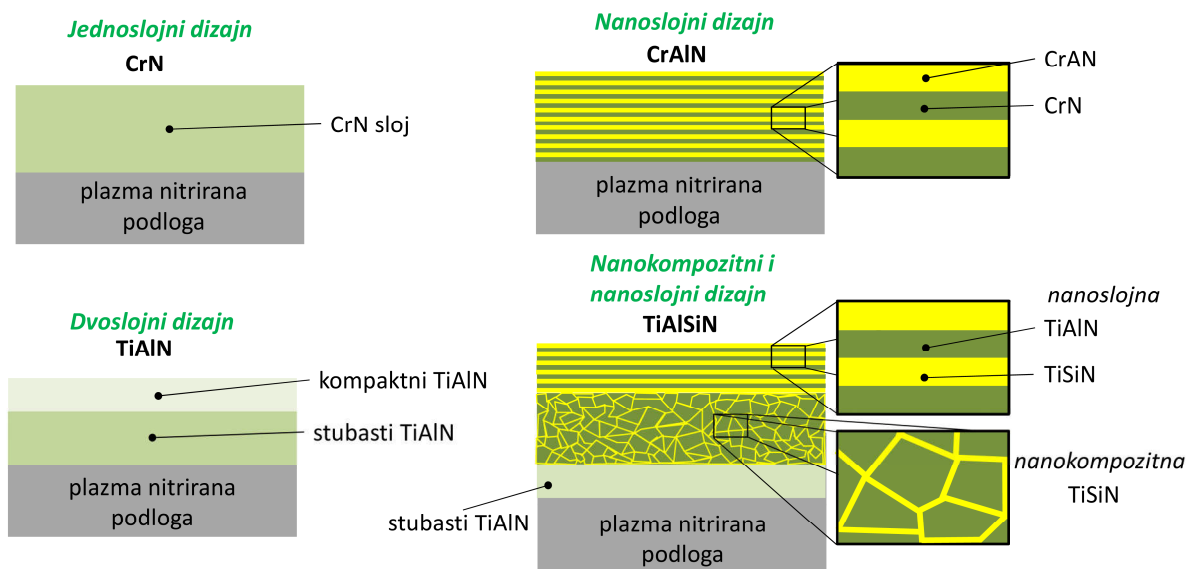
cycle) 0,6. Primenjenim parametrima nitriranja dobijen je površinski sloj jedinjenja na uzorcima koji je nepovoljan kod dupleks slojeva za livačke alate. Pre depozicije prevlaka sloj jedinjenja je uklanjan poliranjem sa dijamantskom pastom prethodno objašnjenim postupkom. Termička obrada i plazma nitriranje uzoraka su izvedeni u proizvodnim pogonima Termometal doo, Ada, Srbija.



Slika 34 Plazma nitriranje uzoraka: a) uređaj za plazma nitriranje ION-25, instalisan u Termometal doo, Ada; b) izgled šarže uzoraka nakon nitriranja

5.1.2.3. Depozicija prevlaka

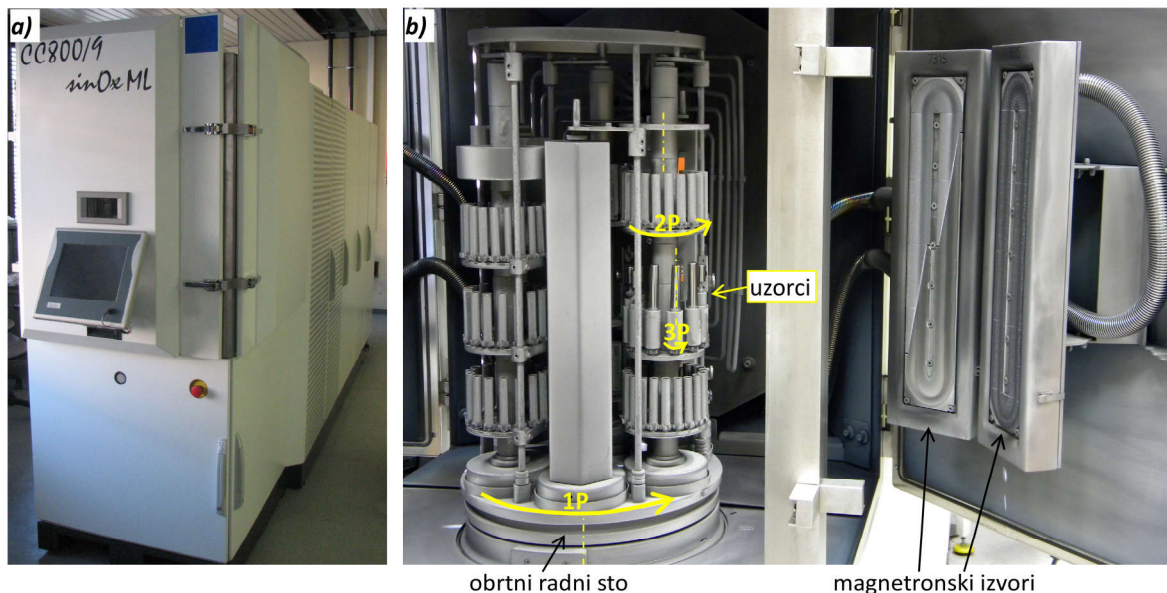
Ispitivanjem su obuhvaćene četiri vrste prevlaka različitog hemijskog sastava koje su ujedno i predstavnici prevlaka različitog dizajna slojeva i to: monoslojna CrN, dvoslojna TiAlN, višeslojna prevlake sa slojevima nanokompozitnog i nanoslojnog dizajna TiAlSiN (TiAlN/TiSiN/TiAlSiN) i nanoslojna prevlaka CrAlN (CrN/CrAlN) (slika 35).



Slika 35 Šematski prikaz dizajna slojeva ispitivanih prevlaka

Sve prevlake su nanešene u industrijskim uređajima za depoziciju prevlaka instalisanim u Centru za tvrde prevlake (CTP) Instituta Jožef Stefan, Ljubljana, Slovenija. CrN prevlaka je proizvedena u uređaju sa termojonskim izvorom za isparavanje materijala BAl730 (Balzers) [84]. TiAlN prevlaka je proizvedena u uređaju sa magnestronskim raspršivanjem sa 4 nebalansirana magnetrona tipa CC800/7 (CemeCon), a TiAlSiN i CrAlN prevlake su proizvedene u uređaju CC800/9 (CemeCon) sa magnetronskim

raspršivanjem sa 4 nebalansirana magnetrona (slika 36a). Svim procesima nanošenja prevlaka prethodilo je intenzivno ultrazvučno čišćenje uzoraka u specijanom sistemu sa deterdžentima alkalnog tipa i dejonizovanom vodom, instalisanom u CTP. Nanošenje prevlaka je izvršeno ustaljenim procedurama i parametrima koji se primenjuju prilikom nanošenja prevlaka na komercijalne industrijske alate. Maksimalna temperatura u procesu depozicije je bila oko 450 °C. Nanošenje TiAlN, TiAlSiN i CrAlN prevlaka je izvršeno trostrukom (3P), a CrN prevlake dvostrukom rotacijom uzoraka prilikom depozicije (slika 36b).



Slika 36 Nanošenje prevlaka: a) uređaj CC800/9 (CemeCon) sa magnetronskim raspršivanjem sa 4 nebalansirana magnetrona; b) izgled šarže sa uzorcima i deo unutrašnjosti uređaja

5.2. Karakterizacija prevlaka i slojeva

Kako bi se ocenio kvalitet prevlaka i slojeva koji su proizvedeni procesom plazma nitriranja i dupleks tretmanom izvršena je opšta karakterizacija slojeva. Osim osnovnih strukturnih i topografskih osobina prevlaka koje je potrebno znati za istraživanja u ovoj tezi, izvršeno je ispitivanje i nekoliko mehaničkih osobina kojima se procenjuje i klasifikuje tribološko ponašanje ispitivanih slojeva i sistema slojeva.

5.2.1. Debljina i struktura slojeva i prevlaka

Uzorci za ispitivanje mikrostrukture i debljine nitriranih slojeva su pripremljeni standardnim metalografskim procedurama za ovakve slojeve. U tom cilju su uzorci nakon sečenja, brušenja i poliranja nagriženi sa 1 % nitalom (alkohol + azotna kiselina). Mikrostruktura nitriranih slojeva je ispitivana na poprečnom preseku uzoraka na svetlosnom mikroskopu Axio CSM700 (Zeiss). Na ovaj način je detektovan površinski sloj jedinjenja (beli sloj) što je iskorišćeno prilikom optimizacije procesa poliranja plazma nitriranih trnova. Plazma nitrirani slojevi su polirani radi uklanjanja sloja jedinjenja, pre procesa depozicije prevlaka.

Debljina nitriranih slojeva, je određena na osnovu promene tvrdoće sloja po poprečnom preseku uzorka, odnosno prema standardu EN ISO 2639:2002. Debljina slojeva nitriranja je određena iz tri merenja za svakog predstavnika šarže uzoraka. Merenje tvrdoće je izvršeno na uređaju H100C (Fischerscope) utiskivanjem sa Vikersovom prizmom. Prilikom utiskivanja primenjena je sila od 100 mN pa je tako određena debljina nitriranog sloja prema standardu označena sa CHD 550 HV 0,01. Ispitivanja debljine i strukture slojeva su izvedena na Departmanu za tanke slojeve i površine, Instituta „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

Analize mikrostrukture i morfologije površine uzoraka sa prevlakom su izvršene na poprečnim presecima koji su izrađeni lomljenjem uzoraka oblika pločica. Analize su izvršene skening elektronskom

mikroskopijom na uređajima: JSM-7600F (Jeol) Centar za elektronsku mikroskopiju i mikroanalizu Insituta „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija; Ultra Plus (Zeiss) Fakultet za hemiju i hemijske tehnologije, Ljubljana, Slovenija. Debljina ispitivanih prevlaka je određena direktnim merenjem debljine na prelomljenim uzorcima na SEM mikroskopima.

5.2.2. Mehaničke osobine slojeva i prevlaka

Za sve slojeve ispitivane u disertaciji određena je tvrdoća (H), modul elastičnosti (E) i otpornost na plastičnu deformaciju kao odnos H^3/E^2 (vidi jednačinu 2).

Mehaničke karakteristike slojeva i prevlaka su određene metodom instrumentisanog utiskivanja, odnosno nanoutiskivanja. Ovaj metod je izabran iz razloga što se u ispitivanjima vršilo određivanje tvrdoće tankih prevlaka za šta se zahteva primena malih sila utiskivanja. Tome je razlog to što se za tvrdoću tankog sloja prevlake smatra merenje kod kojeg je postignuta dubina utiskivanja jednaka 10% debljine prevlake.

Za ispitivanja mehaničkih osobina primenjen je uređaj H100C (Fischerscope) sa Vickersovom prizmom. Utiskivanja u površine prevlaka su izvršena primenom niza maksimalnih sila utiskivanja u dijapazonu od 10 do 1000 mN. Utiskivanja sa silama od 10 do 100 mN su ponavljana 15 do 20 puta, a utiskivanja sa većim silama od 100 mN su izvršena sa ponavljanjima od 3 do 5 puta. Dobijena merenja su organizovana u dijagrame promene tvrdoće sa primenjenom silom, odnosno dubinom utiskivanja. Analize krivih opterećenja-rasterećenja je izvršeno primenom Oliver-Pharr metode [149]. Efektivni modul elastičnosti je proračunat po:

$$\text{Jednačina 2} \quad E = \frac{E}{1-\nu^2}$$

gde je E modul elastičnosti, ν Poasonov broj koji je usvojen da je 0,25.

Za određivanje promene tvrdoće plazma nitriranog sloja, merenja su izvršena na poprečnom preseku plazma nitriranog uzorka po istoj proceduri koja je primenjena i za prevlake. Kako bi se napravio dijagram promene tvrdoće sa udaljenošću od površine, koordinate svakog merenja su tačno određene pregledom na konfokalnom mikroskopu Axio CSM700 (Zeiss). Ispitivanja tvrdoće slojeva su izvedena na Departmanu za tanke slojeve i površine, Insituta „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

5.2.3. Adhezija prevlaka

U ovom radu određivanje „praktične“ adhezije je izvršeno pomoću najzastupljenije metode za određivanje adhezije prevlaka, metode zaparavanja (*eng. Scratch test*) koja je propisana standardima EN 1071-3:2005 i ASTM C1624. Kod metode zaparavanja Rokvelov utiskivač klizi po površini prevlake prilikom čega se linearno povećava sila kojom deluje na površinu. Tokom klizanja utiskivač svojim dejstvom izaziva oštećenja na prevlaci do njenog potpunog uklanjanja sa podloge. Prilikom ispitivanja beleže se normalna i tangencijalna sila, akustična emisija i dubina prodiranja. Opterećenja (sile) na kojima nastaju karakteristična oštećenja zovu se kritične sile (L_c), a njihove vrednosti su pokazatelji adhezije prevlake. Što je potrebno veće kritično opterećenje za obrazovanje nekog oštećenja vrednost adhezije prevlake je veća.

Definicije karakterističnih oštećenja za koje su određivane kritične sile u ovoj disertaciji su:

- L_{c1} – Pojava prvih kohezivnih pukotina prevlake
- L_{c2} – Pojava prvog kohezivnog odvajanja prevlake
- L_{c3} – Pojava prvog adhezivnog odvajanja prevlake od podloge
- L_{c4} – Adhezivno odvajanje unutar traga zaparavanja
- L_{c5} – Potpuno odvajanje prevlake od podloge

Ispitivanje adhezije je izvršeno primenom uređaja Revetest (CSM), koristeći Rokvel C utiskivač sa radijusom vrha 200 μm . Ispitivanje je izvođeno do maksimalne sile od 200 N koja je postignuta na kraju traga zaparavanja koji je bio dužine 4,5 mm. Brizina kretanja utiskivača je bila 4,5

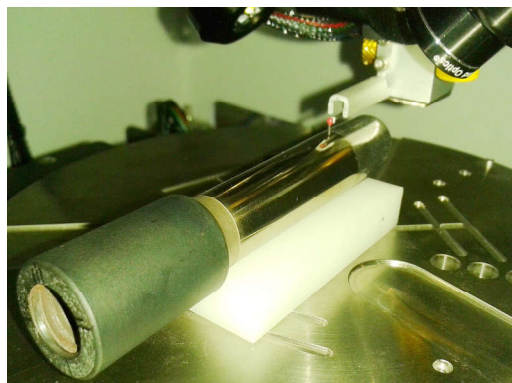
mm/min. Kritične sile su određene optičkim pregledom i koristeći se sa signalom akustične emisije. Sva merenja su izvršena sa po tri ponavljanja iz kojih je određena srednja vrednost kritičnih opterećenja. Ispitivanja adhezije prevlaka su izvedena na Departmanu za tanke slojeve i površine, Insitut „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

5.2.4. Merenje hrapavosti i topografije površine (3D profilomerija)

U cilju praćenja hrapavosti i topografije površina ispitivanih uzoraka izvršena su 3D topografska i linijska merenja profila površina. Sva merenja su izvršena primenom 3D taktilne profilometrije za koju su korišćeni uređaji Talysurf (Taylor Hobson) i Dektak XT (Bruker) instalisani na Departmanu za tanke slojeve i površine, Insitut „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija. Kao rezultati profilometrije dobijeni su 3D topografski snimci površina i/ili linijski profili iz kojih su određeni površinski i linijski parametri hrapavosti koji su bili potrebni za predmetne analize. Za potrebe softverske analize 3D topografskih snimaka i profila primenjeni su softverski paketi MountainsMap 6.0 (Digital Surf) i SPIP 6.2.0. (Image Metrology).

Za sve vrste uzoraka pre i posle nanošenja prevlaka izvršena su merenja uz pomoć profilometra. Merenja koja se odnose na inicijalno stanje površina uzoraka su izvedena na reprezentativnim uzorcima i nisu vršena za svaki uzorak ponaosob. Merenja na uzorcima oblika pločica su izvedena na površinama 1x1 mm ili 1x2 mm (1 ili 2 mm²), a parametri hrapavosti su određeni na površinama od 1 mm². Rezolucija ovih merenja bila je 2 μm u x i y pravcima (lateralno), a 10 nm u z pravcu (visinski).

Na trnovima su izvršena i linijska i površinska merenja hrapavosti površine. Nakon depozicije na trnovima su izvršena linijska merenja hrapavosti po izvodnici cilindra (konusa) (slika 37). Ova merenja su izvršena na svakom uzorku sa po više ponavljanja (3 - 5), zakretanjem trna po osi za oko 90° između dva merenja. Merene vrednosti su usrednjene i predstavljaju karakteristiku određene grupe trnova. Ova linijska merenja su izvedena na dužinama od 19,5 mm i obuhvatala su skoro celu dužinu uranjanja trna u odlivak (od 24 pa do 4,5 mm mereno od čela trna). Površinska merenja na trnovima su izvršena na površinama 1 x 2 mm koja su izvedena na po jednom uzorku reprezentu grupe uzoraka (od 15,5 pa do 13,5 mm mereno od čela trna). Rezolucija prilikom ovih merenja bila je 2 μm u x i y pravcima (lateralno), a 10nm u z pravcu (visinski).



Slika 37 Primer izvođenja 3D profilometrije na trnu CrAlN-K, profilometar Dektak XT (Bruker)

Prilikom optimizacije parametara poliranja uzoraka pre i posle depozicije prevlaka, vršena su merenja na trnovima uz pomoć profilometra, po izvodnicama na istoj radijalnoj lokaciji. Kako bi se ustanovio uticaj poliranja na greške rasta, na isti način je izvršeno i linijsko i površinsko merenje na trnu na tačno određenoj lokaciji pre i posle poliranja. Poređenjem merenja uspešno je izvršena analiza promena koje su nastale na grešakama na površini, usled abrazivnih efekata poliranja.

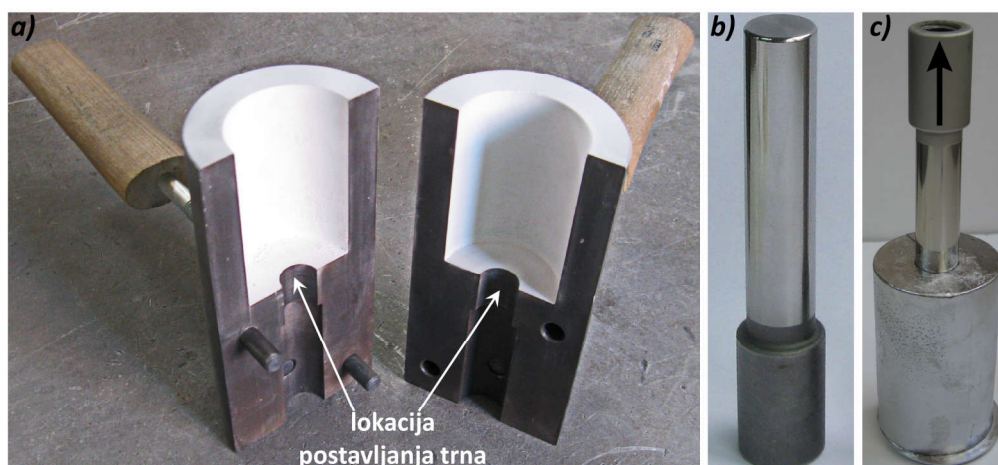
Imajući u vidu da se na površinama sa prevlakama pojavljuju greške rasta u vidu nodula (ispupčenja) i kratera (rupa), iz rezultata profilometrije je moguće izvršiti kvantitativnu karakterizaciju ovih površinskih elemenata. Određivanje gustine grešaka na površini sa prevlakom izvršeno je analizom merenja sa softverskim paketom MountainsMap 6.0. Za uzorke oblika pločica i opštu karakterizaciju prevlake određivanje gustine grešaka je izvršeno na površini od 1 mm². Detekcija

greška je vršena tako što su za ispuččenja-nodularne greške smatrane sve nepravilnosti koje imaju veću visinu od $0,5 \mu\text{m}$, a za udubljenja-greške tipa kratera smatrane sve one koje imaju veću dubinu od $0,5 \mu\text{m}$.

Kako bi se detektovale najmanje promene koje su nastale na uzorcima podvrgnutim poliranju, kod merenja pre i posle poliranja površina kao pragovi detekcije korišćeni su $0,5 \mu\text{m}$ za nodularne i $0,8 \mu\text{m}$ za greške tipa kratera, a evaluacija je izvršena na površini od $1,1 \text{mm}^2$. Rezolucija prilikom ovih merenja je bila $0,3 \times 1 \mu\text{m}$ u x i y pravcu (lateralno), a 10nm u z pravcu (visinski).

5.3. Livački eksperimenti, termičke analize i testovi izvlačenja

Praktično ispitivanje tendencije lepljenja legure aluminijuma za ispitivane materijale i slojeve je izvršeno primenom testa izvlačenja. Test izvlačenja se sastoji iz dve faze: 1. livenje sklopa odlivka-uzorka i 2. izvlačenje uzorka iz odlivka. Trn od ispitivanog materijala se koristi kao jezgro u alatu za kokilno livenje odlivka sa rupom (slike 38a i b). Nakon procesa livenja dobija se sklop odlivka i ispitivanog trna (sklop uzorak) u kojem odlivak i ispitivani trn obrazuju čvrstu vezu (slika 38c). Da bi se ova čvrsta veza rastavila aksijanim izvlačenjem trna potrebno je primeniti silu. Proces rastavljanja veze odlivak-uzorak zapravo predstavlja test izvlačenja tokom kojeg se vrši merenje promene sile sa pređenim putem. Kao izlazna informacija iz ovog testa dobija se kriva izvlačenja koja je karakteristika uparenih materijala, odnosno ona predstavlja meru adhezije (lepljenja) livene legure za površinu ispitivanog materijala. Količina materijala odlivka koja je ostala prisutna na površini uzorka takođe predstavlja karakteristiku lepljenja livene legure i ispitivanog materijala. Ispitivanjima površine uzoraka sa nalepom dobijaju se informacije o fenomenima lepljenja i adhezivnog habanja koji su se odvijali tokom livenja odnosno procesa izvlačenja.



Slika 38 Izgled: a) eksperimentalne kokile; b) uzorka oblika trna; c) sklop uzorka

U ovom istraživanju izvršeno je ispitivanje postojećih metoda za izradu sklopa uzorka i izvršeno je poređenje tih metoda sa novom metodom predloženom u ovom istraživanju. Dodatno, nova metoda je u posebnoj grupi eksperimenata izvedena u još jednoj varijanti kod koje je produženo očvršćavanje odlivka, čime je pojačan korozioni efekat livene legure ka ispitivanim površinama.

5.3.1. Parametri procesa livenja

Sve primenjene metode za izradu sklopa uzorka su procesi gravitacionog livenja u čeličnu kokilu kod kojih se ulivanje tečnog metala vršilo ručno sa livačkom kašikom. Livački parametri i operacije koje su kod svih ispitivanih metoda bili isti, su dati u nastavku. Hemijski sastav ispitivane legure je definisan ingotima legure koji su rastopljeni u elektrootpornoj peći sa loncem od keramike. Za sve eksperimente je primenjena ista legura EN AC-46200 (slovna oznaka AlSi8Cu3) čiji hemijski sastav je prikazan u tabeli 4. Pre procesa livenja nije vršen hemijski tretman rastopa legure već je legura pre procesa livenja zadržavana u tečnom stanju u periodu od 3 do 4 sata. Temperatura liva je održavana na $735 \pm 8 \text{ }^\circ\text{C}$ i kontrolisana je pre svakog procesa livenja. Za sve eksperimente korišćena je specijalno razvijena kokila (slika 38a) u koju je ulivanje tečnog metala vršeno gravitaciono uz pomoć grafitne

livačke kašike. Tehnički crtež jedne polovine eksperimentalne kokile je prikazan na slici P 14, u poglavlju 11 Prilog. Na radne površine kokile nanošen je premaz (Dycote ESS, Foseco) dok se na eksperimentalne trnove nije nanosio premaz kako bi se ispitala samo interakcija liva i materijala trna. Prilikom ulivanja tečnog metala u kokilu težilo se da liv udara u prostor između trna i cilindričnog zida kokile. U slučajevima kada je primenjeno predgrevanje kokile i eksperimentalnih trnova, ono je vršeno sa elektootpornim grejačem postavljenim u keramičku ploču (vidu sliku 42). Kod svih primenjenih metoda livenja korišćena je ista eksperimentalna kokila koja je u određenoj metodi prilagođena tako što je korišćen dodatni pribor i izvođene su dodatne operacije pre i u toku procesa livenja. U svim eksperimentima trn je prodirao 20 mm u unutrašnjost kalupne šupljine. Detalji o operacijama izvedenim kod određenih metoda i njihovi specifični parametri su objašnjeni u nastavku uz svaku metodu ponaosob. Razlike u primenjenim metodama se prvenstveno odnose na međusobni položaj odlivka i ispitivanog trna, manipulaciju trna pre i u toku procesa livenja i na predgrevanje kokile i ispitivanog trna. Svi livački eksperimenti su izvedeni u Laboratoriji za livenje i Laboratoriji za termičku obradu na Fakultetu tehničkih nauka, Novi Sad.

Hemijski element	Si	Cu	Zn	Mg	Fe	Mn	Ni	Ti	Cr	Sn	Pb	P	Al
wt %	8,86	2,52	0,92	0,37	0,67	0,21	0,11	0,05	0,02	0,03	0,07	0,001	Ostatak

Tabela 4 Hemijski sastav livene legure EN AC-46200 (slovna oznaka AISi8Cu3)

Kako bi se potvrdila hipoteza koja je postavljena u ovoj disertaciji, izvršeno je poređenje primenjenih metoda izrade sklop uzorka. Ispitivanja za poređenje metoda su se izvršila na posebnoj grupi uzoraka od čelika (oznake H11-NH) koji su pripremljeni na isti način. U ovim uporednim ispitivanjima metoda 4 nije uključena. Međutim, uzimajući u obzir da su karakteristike procesa metode 4 uporedive sa metodom 3 i činjenica da je kod metode 4 očvršćavanje znatno sporije smatralo se da rezultati metode 3 dovoljno dobro karakterišu i proces metode 4.

5.3.2. Metode livenja sklop uzorka

5.3.2.1. Metoda uranjanja trna u rastop – Metoda 1

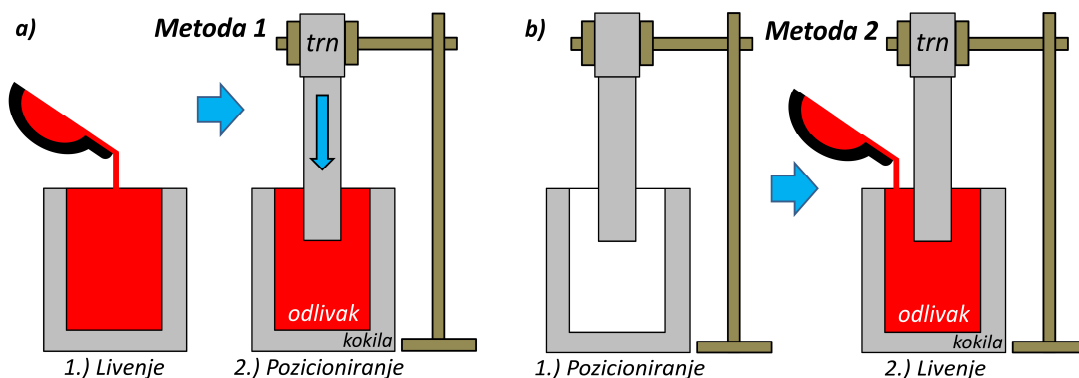
Sklop uzorak se kod ove metode obrazuje tako što se ispitivani trn uroni u rastopljeni metal, od gore, do unapred definisane dubine. Nakon toga dolazi do očvršćavanja i obrazovanja čvrste veze trna i odlivka. Šematski prikaz osnovnih operacija prilikom livenja sa metodom 1 je prikazan na slici 39 a. U ovom istraživanju, eksperiment je izveden tako što je rastopljeni metal uliven u cilindrični deo kokile prikazan na slici 38 u kojoj je donji otvor za postavljanje trna bio začepljen odgovarajućim cilindričnim elementom. Trn je prethodno postavljen na specijalni nosač na kojem se unapred izvršilo tačno podešavanje željene dubine uranjanja (slika 40). Nakon što je kokila popunjena rastopom, trn je momentalno doveden u osu kalupa i aksijalnim pomeranjem je uronjen do željene dubine, nakon čega je sklop ostavljen u tom položaju do kraja očvršćavanja. Kod ove metode temperatura kokile je bila 200 °C, a zagrevanje eksperimentalnih trnova nije vršeno. Da bi se obezbedila tačnost dubine uranjanja trna potrebno je uzeti u obzir podizanje nivoa liva nakon uranjanja trna. Za ispitivani slučaj prilikom uranjanja trna (20 mm od vrha kokile) dolazi do podizanja nivoa liva od 4mm. Stoga je prilikom ulivanja u kokilu potrebno uliti količinu liva čija će slobodna površina biti na 4mm od vrha kokile. U takvom slučaju će se nakon uranjanja trna slobodna površina liva popeti do vrha kokile. Eksperimenti sa ovom metodom su izvedeni sa tri ponavaljnja, livenjem posebne grupe uzoraka H11-NH, a rezultati su poslužili samo za poređenje sa novom predloženom metodom (Metoda 3).

5.3.2.2. Metoda ulivanja pored postavljenog trna – Metoda 2

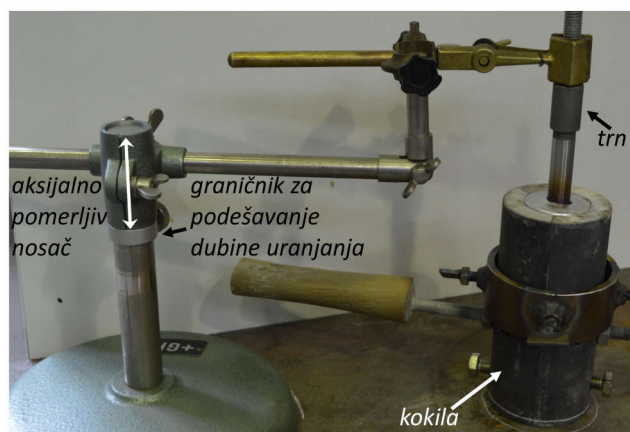
Sklop uzorak se kod ove metode izrađuje tako što se prethodno izvrši postavljanje trna u osu kalupne šupljine od gore, a nakon toga se izvrši ulivanje tečnog metala do slobodne površine kokile. Nakon što odlivak potpuno očvrstne vrši se vađenje gotovog sklop uzorka. Šematski prikaz operacija koje se izvode kod ove metode su prikazane na slici 39 b, a primenjeni pribor i momenat očvršćavanja odlivka se može videti na slici 40. Za izradu sklop uzorka, kod ove metode je korišćen isti pribor kao i u metodi 1. Pre procesa livenja izvršeno je postavljanje trna u osu šupljine kokile i podešena je dubina

njegovog prodiranja u šupljinu (20 mm). Nakon podešavanja izvršeno je ulivanje tečnog liva koje se vršilo u prostor između trna i cilindričnog zida kokile. Metal je uliven u kalup do slobodne površine kokile, što je jednostavnije da se tačno izvede nego u slučaju ulivanja kod prethodne metode. Temperatura kokile je i kod ove metode bila oko 200 °C, a zagrevanje eksperimentalnih trnova nije vršeno.

Ova metoda je takođe izvedena u svrhu poređenja sa novom metodom (metodom 3) pri čemu je izvršeno livenje posebne grupe uzoraka H11-NH sa tri ponavljanja.



Slika 39 Šematski prikaz postojećih metoda za livenje sklopa uzorka za testove izvlačenja: a) metoda 1; b) metoda 2



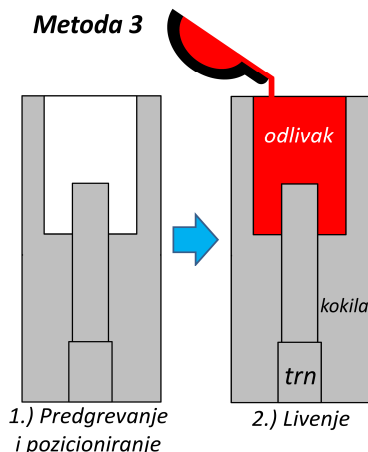
Slika 40 Pribor korišćen za tačno podešavanje trna prilikom livenja metodama 1 i 2

5.3.2.3. Metoda livenja sklopa uzorka postavljanjem trna odozdo – Metoda 3

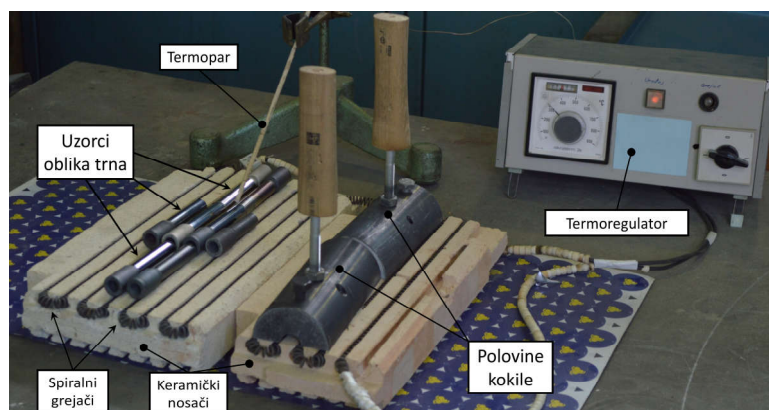
Kako bi se prevazišli nedostaci prethodnih metoda u pogledu praktičnosti izvođenja ispitivanja, geometrijske tačnosti i uslova očvršćavanja, osmišljena je nova metoda za livenje sklopa uzorka. U okviru nove metode posebno je razvijena eksperimentalna kokila koja omogućava: preciznu kontrolu dubine uranjanja trna, stezanje trna, dobru ponovljivost pozicioniranja, jednostavnu manipulaciju tokom celokupnog ciklusa livenja i pogodnije uslove očvršćavanja odlivka oko trna. Dodatno, predgrevanje kokile i eksperimentalnih trnova se veoma efikasno i praktično implementira u tehnološki sled operacija tokom izvođenja ciklusa livenja.

Kod ove metode izvrši se sastavljanje predgrevane kokile sa trnom koji se u nju postavlja tako da u kalupnu šupljinu prodire odozdo (vidi slike 38 i 41). Zatim se izvrši ulivanje tečnog metala, a nakon očvršćavanja vadi se odlivak (sklop uzorak). Proces se ciklično nastavlja livenjem sledećeg trna. Ciklus livenja serije uzoraka započinje zagrevanjem kokile i trnova. Zagrevanje se vrši sa elektrootpornim grejačem, prikaznom na slici 42, u stepenastom režimu rada (po 100 °C) do temperature od 320 °C. Nakon postizanja površinske temperature trnova ili kokile od 320 °C zagrevanje je regulisano preko termopara postavljenog na površinu trna. Pre livenja prve serije uzoraka, nakon predgrevanja kokile, primenjeno je četiri ciklusa livenja odlivaka bez uzorka koji su služili za uravnoteženje temperature kokile. Nakon tog procesa započet je ciklični proces livenja eksperimentalnih uzoraka koji je tekao

sledom: sastavljanje kokile i postavljanje trna u kokilu; merenje temperature; ulivanje tečnog metala; očvršćavanje odlivka; i vađenje sklopa uzorka nakon čega je ciklus ponavljan. Svakom ciklusu livenja prethodila je brza kontrola temperatura: liva, kokile i eksperimentalnog trna. Kako bi se održao isti takt rada i ponovljivost uslova eksperimenta mereno je vreme. Vađenje gotovog sklop uzorka je svaki put vršeno 120 sekundi nakon završetka ulivanja tečnog metala. Celokupno trajanje ciklusa je mereno i kontrolisano, a prosečno trajanje ciklusa je bilo 4 minuta i 30 sekundi sa varijacijama od ± 30 sekundi koje su usledile zbog sastavljanja kokile ili merenja temperatura. U slučajevima privremenog obustavljanja livenja sklopova, kokila se odlaže na grejač radi održavanja temperature, nakon čega se može nastaviti sa sledećom serijom uzoraka.



Slika 41 Šematski prikaz nove metode za livenje sklopa uzorka za testove izvlačenja, Metoda 3



Slika 42 Aparatura za predgrevanje kokile i trnova

Metoda 3 je u ovom istraživanju korišćena kao glavna metoda za ispitivanje lepljenja na seriji različitih grupa uzoraka kod kojih se u svakoj od grupa nalazilo tri trna za ponavljanja eksperimenata. Poređenje rezultata dobijenih metodom 3 sa rezultatima dobijenih metodama 1 i 2 je izvršeno na uzorcima iz grupe H11-NH. U disertaciji će se ova metoda najčešće oslovljavati kao nova ili metoda sa konvecionalnim očvršćavanjem (KO), osim u delu teksta gde se vrši poređenje sa ostalim metodama.

5.3.2.4. Metoda livenja sklopa uzorka postavljanjem trna odozdo sa zadržavanjem očvršćavanja – Metoda 4

Izvođenjem serije testova izvlačenja i analizom površina trnova nakon livenja sa metodom 3 je ustanovljeno da u ovakvim livačkim uslovima, nakon samo jednog ciklusa livenja, ne dolazi do značajnog metalurškog lepljenja livene legure ni kod uzoraka najsklonijih koroziji, od X27CrMoV51 čelika. Sa druge strane, vremenski je krajnje iscrpno i nepraktično izvoditi nizove livačkih eksperimenata od više desetina pa do stotinu ponavljanja sa 16 različitih uzoraka. Stoga ideja je bila da se posebnim dizajnom eksperimenta produži period kontakta uzorka i rastopljenog metala a da se na kraju ipak proizvede sklop uzorak koji će se iskoristiti u testovima izvlačenja. To je relativno jednostavno izvedeno prilagođavanjem postojeće metode 3 koja će se detaljno objasniti u nastavku.

Kod metode 4, nakon postavljanja trna u kokilu odozdo kao na slici 41 izvrši se predgrevanje sklopa kalupa na temperaturu od 600 °C pre ulivanja tečnog metala. Nakon ulivanja, kokila koja je puna liva se postavlja u komornu peć zagrejanu na temperaturu od 700 °C. Kada se kokila sa livom nakon nekog vremenskog perioda izvadi iz peći, liv je još tečan i očvršćavanje odlivka još nije započeto. Ovakvom tehnikom se odgađa očvršćavanje odlivka zbog čega je liv znatno duže u kontaktu sa ispitivanim materijalima trnova usled čega je korozija intenzivnija. Na taj način se ovom metodom praktično ubrzano simulira veći broj ciklusa livenja.

Ekperimentalna kokila koja je razvijena za metodu 3 je u istoj konfiguraciji i sa istim podešavanjima korišćena i u ovoj metodi 4. Zbog potreba za zagrevanjem kokile sa trnom na visoke temperature, ono se vršilo unutar komorne peći. Iako ovako visoka temperatura predgrevanja (600 °C) nije praktična, ona je izabrana kako bi se sprečilo očvršćavanje liva prilikom ulivanja u kalup u periodu dok se kokila ne pozicionira u komornu peć. Površinska temperatura kokile unutar peći je kontrolisana sa infracrvenim meračem temperature (ICM) pri čemu je kokili bilo potrebno prosečno 35 minuta unutar peći da postigne temperaturu od 600 °C. Pre ulivanja tečnog metala temperatura kokile je prekontrolisana sa ICM i van peći, na poziciji za livenje. Tečni metal je u kokilu uliven na isti na način kao i kod metode 3, nakon čega je kokila momentalno postavljena u komornu peć gde je u zavisnosti od eksperimenta zadržavana 5 ili 20 min (ZO5 i ZO20). Nakon vađenja kokile sa livom iz peći, kokila se ostavlja u sklopljenom stanju sve do potpunog očvršćavanja odlivka. U svakih nekoliko ciklusa, nakon vađenja kokile iz peći u centralni deo kokile sa rastopljenim metalom je uranjan termopar kojim je izvršeno visokoprecizno merenje krive hlađenja odlivka. Vađenje odlivka je vršeno nakon prosečnog vremenskog perioda koji je bio potreban da se postigne temperatura odlivka od 420 °C. Posle vađenja sklop uzorka iz kokile, u kokilu je postavljan sledeći trn i operacije su se ciklično ponavljale.

Metoda 4 je korišćena za ispitivanje tendencije lepljenja na svim grupama uzoraka ali su ispitivanja uglavnom izvedena bez ponavljanja. U nastavku disertacije će se najčešće ova metoda oslovljavati kao metoda sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO) osim u delovima rada gde se vrši poređenje sa ostalim metodama.

Specifičnosti i glavne karakteristike svih metoda primenjenih u ovom istraživanju su sumarno prikazane u tabeli 5. Odatle se jasno mogu uvideti razlike između primenjenih metoda.

Metoda	Orijentacija trna u kokili	Temperatura zagrevanja kokile [°C]	Temperatura zagrevanja trna [°C]	Ciklično livenje	Zadržavanje očvršćavanja [min]
Metoda 1	Od gore	200	20	ne	-
Metoda 2	Od gore	200	20	ne	-
Metoda 3	Od dole	320	320	da	-
Metoda 4	Od dole	600	600	da	5 i 20

Tabela 5 Specifičnosti i najvažniji parametri primenjenih metoda livenja sklop uzorka

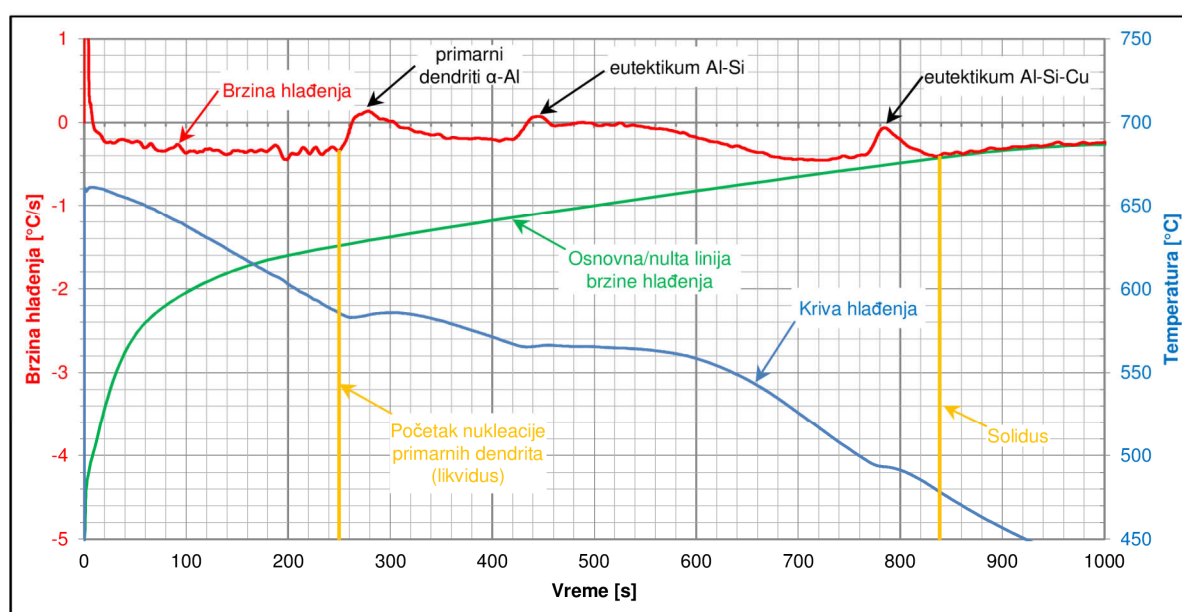
Važno je napomenuti, da iako se ispitivani materijali najviše primenjuju kod alata za livenje pod pritiskom u ovom istraživanju je primenjeno kokilno livenje za izradu sklopa uzorka. Kokilno livenje je primenjeno zbog jednostavnijeg izvođenja ispitivanja i jeftinijeg alata kojim je svesno zanemaren uticaj visokih pritisaka legure na zidove kokile koji se javljaju tokom procesa popunjavanja i očvršćavanja odlivka [45]. Dakle, ovakvim ispitivanjem se uzimaju u obzir samo uticaji hemijsko-metalurških procesa koji se javljaju prilikom kontakta livene legure sa predmetnim materijalom alata.

Istraživanje ponašanja različitih materijala i slojeva koje je sprovedeno u ovoj disertaciji, je izvedeno primenom nove unapređene metode (metode 3) koja je korišćena i u varijanti sa zadržavanjem očvršćavanja (metoda 4). Stoga je celokupno sprovedeno ispitivanje podeljeno prema dve primenjene eksperimentalne metode koje se oslovljavaju: eksperiment (livenje) sa

konvencionalnim očvršćavanjem (KO) i eksperiment (livenje) sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO) kod kojeg prateća broјčana oznaka označava dužinu trajanja 5 ili 20 min.

5.3.3. Analiza krive hlađenja – termička analiza

Livenje sklopa uzorka sa novom metodom i dve varijante te metode sa zadržavanjem očvršćavanja rezultovale su sa tri različita procesa u pogledu vremena očvršćavanja odnosno dužine kontakta trnova sa livenom legurom. Poznavanje ovog parametra je veoma važno s obzirom na to da su fenomeni korozije i lepljenja u uskoj vezi sa vremenom koje određeni materijal provodi u kontaktu sa rastopljenom legurom [19,34,38]. Merenjem promene temperature u odlivku tokom vremena dobijaju se krive hlađenja čijom analizom se stiču značajne informacije o procesu očvršćavanja. U ovom istraživanju izvršeno je snimanje krivih hlađenja koje su poslužile za određivanje trenutka nastanka određenih transformacija prilikom hlađenja odlivka, iz čega je određen i vremenski period očvršćavanja odlivka. Poznavanjem vremena očvršćavanja odlivaka proizvedenih različitim metodama (metoda 3 i 4) moguće je postaviti karakteristične fenomene očvršćavanja na vremensku skalu i izvršiti poređenje metoda, a isto tako i poređenje ponašanja materijala sa nekim drugim eksperimentima.



Slika 43 Primer analize krive hlađenja i određivanja nastanka karakterističnih faznih transformacija, kod eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO5), uzorak PN-K

Krive hlađenja su snimljene tokom livačkih eksperimenata izvedenih u Laboratoriji za livenje Fakulteta tehničkih nauka, Novi Sad, primenom temperaturnog akvizitera (VMT-1). Akviziter je bio povezan sa računarnom, a primenjeni termoparovi su zaštićeni sa keramikom i u odlivke su postavljani na dva načina. Merenje temperature je kod svih metoda livenja izvršeno tako što su na početku ovršćavanja termoparovi uranjeni u osu tečnog odlivka, a kod metode sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO) merenje temperature je izvršeno i sa termoparovima koji su pre livenja postavljani uz eksperimentalni trn. Za ove vrste merenja izabrani su termoparovi K-tipa (proizvođača Omega Engineering Inc, SAD) koji su prečnika 0,25 i 0,08 mm zbog čega je omogućena velika brzina odziva prilikom merenja. Uzimajući u obzir vreme trajanja procesa, primenjena brzina akvizicije od 0,5 Hz je više nego zadovoljavajuća. Krive hlađenja su za novu metodu livenja (metoda 3) snimljene četiri puta, a kod metode sa zadržavanjem očvršćavanja (metoda 4) snimljene su kod svakog trećeg ili četvrtog odlivka pri čemu nisu sva merenja bila uspešna.

U analizama očvršćavanja najčešće se koriste teorijske proračunate vrednosti temperatura na kojima se odvijaju neke fazne transformacije. Međutim, usled varijacija u hemijskom sastavu legure i brzinama hlađenja odlivaka ove vrednosti kod različitih procesa mogu prilično da se razlikuju [150,151]. Kako bi se što je moguće tačnije odredili trenuci nastanka određenih faznih transformacija u odlivku primenjene su metode termičke analize snimljenih krivih hlađenja, odnosno analize vremenskih izvoda

krivih hlađenja (slika 43). Uz pomoć ove tehnike mogu se odrediti trenuci nastanka svih faznih promena u odlivku koje mogu biti od velike važnosti za tumačenje rezultata. Detalji o ovoj tehnici se mogu naći u publikacijama pod referencama [152–154].

U zavisnosti od primenjene metode za izradu odlivka zavisi i početak procesa očvršćavanja odlivka. On je kod konvencionalnog očvršćavanja (KO) momenat završetka ulivanja tečnog metala, a kod metoda sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO) to je momenat vađenja odlivka iz komorne peći, nakon perioda zadžavanja očvršćavanja. Na slici 43 prikazana je tipična kriva hlađenja analiza sa vremenskim izvodima gde su prikazane i najvažnije kritične tačke. Nulta linija je zbog eksperimentalne postavke dobijena fitovanjem Bejzersove krive trećeg stepena [152–154]. Za potrebe ispitivanja u ovoj disertaciji izvršeno je određivanje:

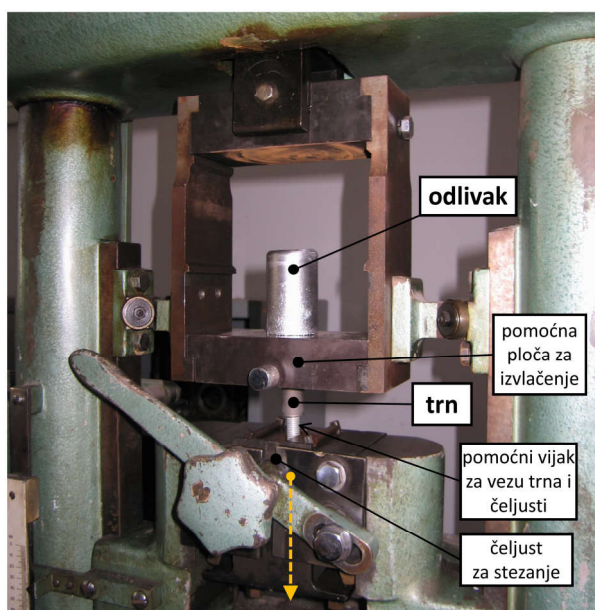
- početka nukleacije primarnih dendrita α -Al na temperaturi T_N^{Al} (likvidus) koja se odvija u vremenskom trenutku τ_N^{Al} . Ono se određuje tako što se prepoznaje prvi nagli skok brzine hlađenja, prvog izvoda krive hlađenja po vremenu, odnosno kada vrednost drugog izvoda bude nula;
- temperatura očvršćavanja (solidus) (T_{SOL}) koja se odvija u vremenskom trenutku τ_{SOL} , a određuje se u trenutku kada se dodirnu brzina hlađenja i nulta linija brzine hlađenja. Vremenski trenutak τ_{SOL} meren u odnosu na trenutak ulivanja tečnog metala u kalup predstavlja ujedno i vreme očvršćavanja odlivka

Naspram ovih parametara određen je interval očvršćavanja $\Delta T_{OČV}$ (likvidus i solidus temperature), a iz analiza krivih hlađenja određene su i maksimalne temperature odlivka T_{MAX} .

Potrebno je imati u vidu da se ispitivanja koja primenjuju termičke analize izvode na odlivcima sa sporim hlađenjem i velikim modulima (livenim uglavnom u keramičkim izolacionim materijalima). Sa druge strane u ovom istraživanju termičke analize su izvedene naspram očvršćavanja odlivka u metalnom kalupu-kokili. Stoga je osetljivost merenja na nižem nivou detekcije nekih (manje važnih) faznih promena.

5.3.4. Test izvlačenja

Nakon što je izvršena izrada sklop uzorka pristupilo se testu izvlačenja. Testovi izvlačenja su izvedeni na presama – kidalicama za ispitivanje mehaničkih karakteristika materijala sa prilagođenim priborom za prihvatanje sklop uzorka (slika 44). Prilikom testa, promena sile izvlačenja sa pređenim putem je zabeležena u obliku dijagrama koji predstavlja karakteristiku uparenih materijala sklop uzorka (trna i odlivka). Dobijeni dijagram promene sile sa pređenim putem zove se kriva izvlačenja.



Slika 44 Izgled mehaničke kidalice i sklop uzorka prilikom testa izvlačenja, isprekidana strelica označava smer izvlačenja trna iz odlivka

Test izvlačenja je u najvećem broju slučajeva izveden na mehaničkoj kidalici ZDM 5/91 (proizvođača VEB) za sile zatezanja do 5 t (50 kN), a u veoma malom broju slučajeva na hidrauličnoj kidalici 282/58 (proizvođača VEB) za maksimalne sile do 40 t (400 kN). Svi testovi izvlačenja su izvedeni sa istom brzinom izvlačenja od 15 mm/min, a tokom izvlačenja sklop uzorci su bili na sobnoj temperaturi. Specifična konstrukcija sklop uzorka zahtevala je specifične pribore za prenošenje zatezne sile na njegove elemente prilikom testa izvlačenja. Stoga, kao što se vidi na slici 44, sklop uzorak je provučen kroz nepokretnu pomoćnu ploču, a u trn je sa donje strane uvrnut vijak koji se mogao čvrsto stegnuti u pokretnim čeljustima kidalice. Na taj način je omogućeno da se pomeranjem čeljusti na dole prenese zatezna sila na trn. Testovi izvlačenja su izvedeni u Laboratoriji za ispitivanje materijala na Fakultetu tehničkih nauka, Novi Sad.

5.4. Numerička simulacija očvršćavanja odlivka (sklopa uzoraka)

Kako bi se dobile informacije o procesu tečenja i očvršćavanja tečnog metala u kalupu za izradu sklop uzorka primenjene su numeričke simulacije procesa livenja. Simulacije su izvršene za dva slučaja koji u potpunosti ili delimično reprezentuju četiri različite metode izrade sklop uzoraka, koji su primenjeni u ovom istraživanju. Dve od korišćenih metoda livenja, metode 1 i 4, nije moguće u potpunosti simulirati pomoću primenjenog softvera. Međutim, metoda 1 je sa aspekta očvršćavanja ista kao i proces kod metode 2 dok je kod metode 4 proces ulivanja tečnog metala isti kao i kod metode 3, a proces očvršćavanja delimično uporediv.

Simulacije procesa livenja su izvršene pomoću softverskog paketa MAGMA5 v.5.2 koji je jedan od najboljih softvera u oblasti modelovanja livačkih procesa. Simulacije su izvedene koristeći akademsku licencu Laboratorije za livenje na Fakultetu tehničkih nauka, Novi Sad. Modeli sistema kalup-odlivak su verno reprezentovani 3-D geometrijskim CAD modelima koji su korišćeni u softveru za simulaciju. Za ukupan sistem odlivak-kokila primenjena je strukturirana mreža sa kojom je ukupna ispitivana zapremina podeljena na 5.000.000 elemenata. Osobine svih primenjenih materijala u sistemu su izabrane iz baze softvera MAGMA5 v.5.2. Svi važni parametri procesa livenja (iz poglavlja 5.3.1 i 5.3.2) koji su kontrolisani tokom livenja sklopa uzorka i oni koji su naknadno određeni, iz video snimaka eksperimenata, su implementirani u numeričke simulacije. Za granične uslove odnosno koeficijente prenosa toplote koji su vezani za međupovršine odlivak/kalup, odlivak/okolina i kalup/okolina izabrani su generički parametri koji odgovaraju uslovima gravitacionog livenja u čelične kokile.

5.5. Oksidacija uzoraka

Tokom istraživanja javila se potreba da se neki uzorci izlože visokim temperaturama (oksidaciji) kako bi se ispitao nastanak slojeva oksida na njihovim površinama. Za tu svrhu, zagrevanje uzoraka je izvršeno u laboratorijskoj komornoj peći sa cevastim grejačem, u atmosferi vazduha. Parametri zagrevanja su izabrani naspram parametara korišćenih u eksperimentima livenja sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min (ZO20). Za ekvivalentan tretman izabrano je držanje uzoraka na temperaturi od 650°C u trajanju od 1 čas i 15 min. Nakon oksidacije uzorci su ispitivani sa fokusiranim jonskim snopom (FIB) i rezultati su poređeni sa polaznim stanjem uzoraka i drugim uzorcima iz eksperimenata. Oksidacija uzoraka je izvedena na Departmanu za tanke slojeve i površine, Insitut „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

5.6. Makroskopska i mikroskopska ispitivanja uzoraka

5.6.1. Površine trnova pre i posle eksperimenata

Pre i posle testova izvlačenja više predstavnika određene grupe trnova je makroskopski snimljeno uz pomoću DSLR digitalnog foto aparata sa uvećanjima do 20 puta. Svi trnovi su snimljeni na 3 - 5 lokacija, a u disertaciji su prikazani samo najreprezentativniji primeri. Poređenjem snimaka trnova pre i posle eksperimenata stiće se uvid u morfologiju nalepa na makro nivou i njena veza sa elementima topografije površine.

Detaljna analiza trnova nakon eksperimenata izvlačenja je izvršena primenom svetlosne i konfokalne mikroskopije sa uređajem Axio CSM700 (Zeiss). Ovaj uređaj je u mogućnosti da vrši snimanje površine u konvencionalnom svetlosnom režimu bez velike dubinske oštine i u konfokalnom režimu rada koji omogućava snimanje površine sa velikom dubinskom oštrinom, odnosno osećajem 3D morfologije površine.

Trnovi su u konfokalnom režimu analizirani na više različitih načina ali osnovni je bio da se, nakon izvlačenja trnova, izradi panoramski snimak po izvodnici uzorka od lokacije koja nije bila uronjena u odlivak pa do čela trna. Ovakvi snimci su se izveli za reprezentu svake grupe uzoraka na lokaciji koja je najbolji predstavnik ponašanja trna. Detaljniji snimci su izrađeni na određenim kotama/dubinama uranjanja trna u odlivak odnosno na 5, 10, 15, 17 ili 18 mm. Povezivanjem takvih snimaka sa panoramskim snimkom dobijen je detaljan uvid u morfologiju nalepa na trnovima.

U želji da se osim morfologije površina sa nalepom dobiju i hemijske karakteristike ispitivanih površina, izvršene su i SEM i EDS analize na trnovima sa nalepom. SEM i EDS analize su izvedene na više mikroskopa i to: JSM-7600F (Jeol); Ultra Plus (Zeiss); JSM-6460 LV (Jeol) Univerzitetski centar za elektronsku mikroskopiju, Novi Sad i na Helios Nanolab 650 (FEI), Nanocentar, Institut „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

5.6.2. Poprečni presek odlivka sa trnovima

Da bi se sa stanovišta lepljenja i tribološkog ponašanja adekvatno tumačio test izvlačenja trna iz odlivka, potrebno je bilo upoznati morfologiju kontakta (kvašenje) koji postoji između trna i odlivka. Te informacije su se mogle dobiti samo iz poprečnih preseka sklop uzorka pre procesa izvlačenja. Stoga je jedna grupa uzoraka podvrgnuta eksperimentima sa konvencionalnim očvršćavanjem, nakon čega je izvršeno sečenje sklop uzorka po osi simetrije, i izvršena je metalografska priprema uzoraka. Na ovaj način je izvršena priprema i ispitivanje najreprezentativnijih uzoraka sa prevlakama sa nekoliko različitih hrapavosti odnosno površinskih tretmana (CrN-H, TiAlN-H, TiAlN-NP, CrAlN-K). Analize poprečnih preseka sklop uzoraka su izvedene primenom konfokalne mikroskopije, SEM i EDS analiza sa prethodno pomenutim uređajima.

5.6.3. Analiza površina fokusiranim jonskim snopom (FIB)

Ispitivanja korozije i razaranja materijala i slojeva u tečnom aluminijumu zahtevaju informacije sa poprečnog preseka lokacija sa korozijom. Priprema poprečnih preseka sa korodiranim slojevima za pregled sa SEM može se vršiti metalografskim postupcima. Međutim, na taj način se gubi mogućnost izrade poprečnog preseka na tačno određenoj mikro lokaciji. Tehnikom fokusiranog jonskog snopa (FIB) može se na željenoj lokaciji jonskim glodanjem izvršiti izrada džepa u površinskom sloju, na čijim stranicama (poprečnom preseku prevlake) se vrše mikroskopske analize jonskim snopom, SEM i EDS tehnikama. Pored toga, obrazovanjem slike sa sekundarnim elektronima koji su indukovani jonskim snopom (FIB-ISE) dobijaju se slike sa jakim faznim (kristalografskim) kontrastom koji je veoma pogodan za ovu primenu. Iz svih navedenih razloga u ovom istraživanju je primenjena FIB tehnika ispitivanja koja je izvršena na uređaju Helios Nanolab 650i (Fei), sa integrisanim SEM i EDS sistemima. Ispitivanja primenom FIB tehnike su izvedena u Nanocentru, Instituta „Jožef Stefan“, Ljubljana, Slovenija.

U konkretnom slučaju ispitivanja FIB-om su vršena tako što su površine uzoraka sa nalepom pregledane uz pomoć SEM ili FIB-ISE režima u potrazi za efektima korozije. Kada je na površini identifikovano koje su to tipične promene koje se dešavaju na površini uzorka na takvim mestima su izađeni džepovi i izvršene su analize. Budući da su istraživanja u ovoj disertaciji najviše usmerena ka fenomenima vezanim za habanje prevlaka u leguri aluminijuma, tako su i FIB analize izvršene samo na uzorcima sa prevlakama. Ispitane su prevlake različitog hemijskog sastava i sa različitim topografijama i to su ispitani samo neki krajnji slučajevi svih eksperimenata u kojima su očekivane veće promene. Uzorci oblika trna su pre FIB analiza odsečeni od 24 - 25 mm od čela trna i prepolovljeni su po osi trna da bi mogli da se postave u mikroskop. Analize su vršene na lokacijama od interesa prilikom čega se težilo da se u analizirani poprečni presek uključe i greške rasta ili risevi što su topografski elementi koji su podložni koroziji u tečnim legurama aluminijuma.

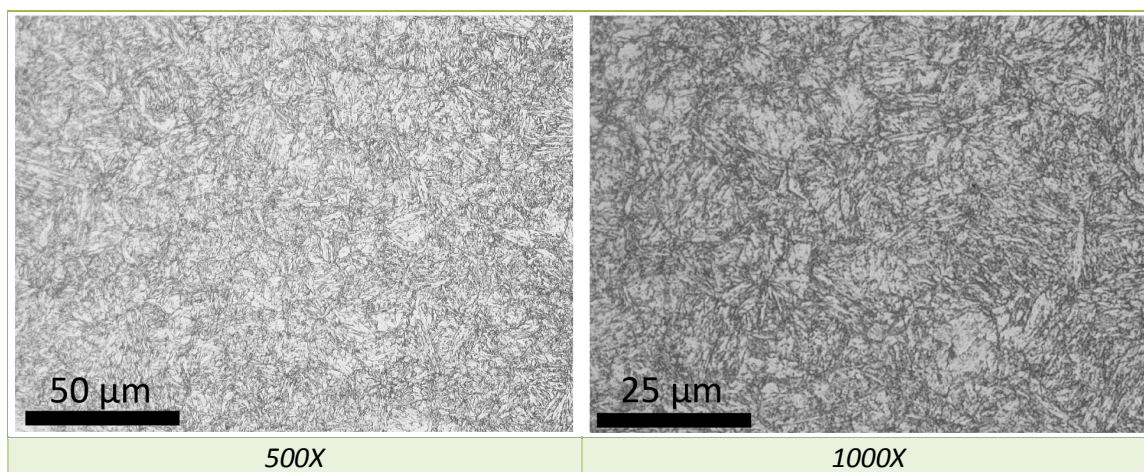
6. Rezultati istraživanja

Rezultati istraživanja su tako organizovani da su prvo predstavljene karakteristike ispitivanih materijala slojeva i prevlaka, nakon čega su predstavljene karakteristike eksperimentalnih metoda i rezultati konkretnih testova izvlačenja i ispitivanja površina uzoraka nakon testova.

6.1. Osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka

6.1.1. Mikrostruktura ispitivanih materijala i debljina slojeva i prevlaka

Mikrostruktura H11 uzoraka je prikazana na slici 45. To je tipična mikrostruktura poboljšanog čelika za rad na toplo EN X27CrMoV51 koja se sastoji od finih zrnatih karbida u osnovi otpuštenog martenzita. Osim H11 uzoraka, ovakva mikrostruktura karakteristična je i za jezgro svih ostalih ispitivanih uzoraka, jer je za njihovu izradu primenjen čelik u istom stanju.



Slika 45 Mikrostruktura H11 uzoraka, i podloga svih ispitivanih uzoraka

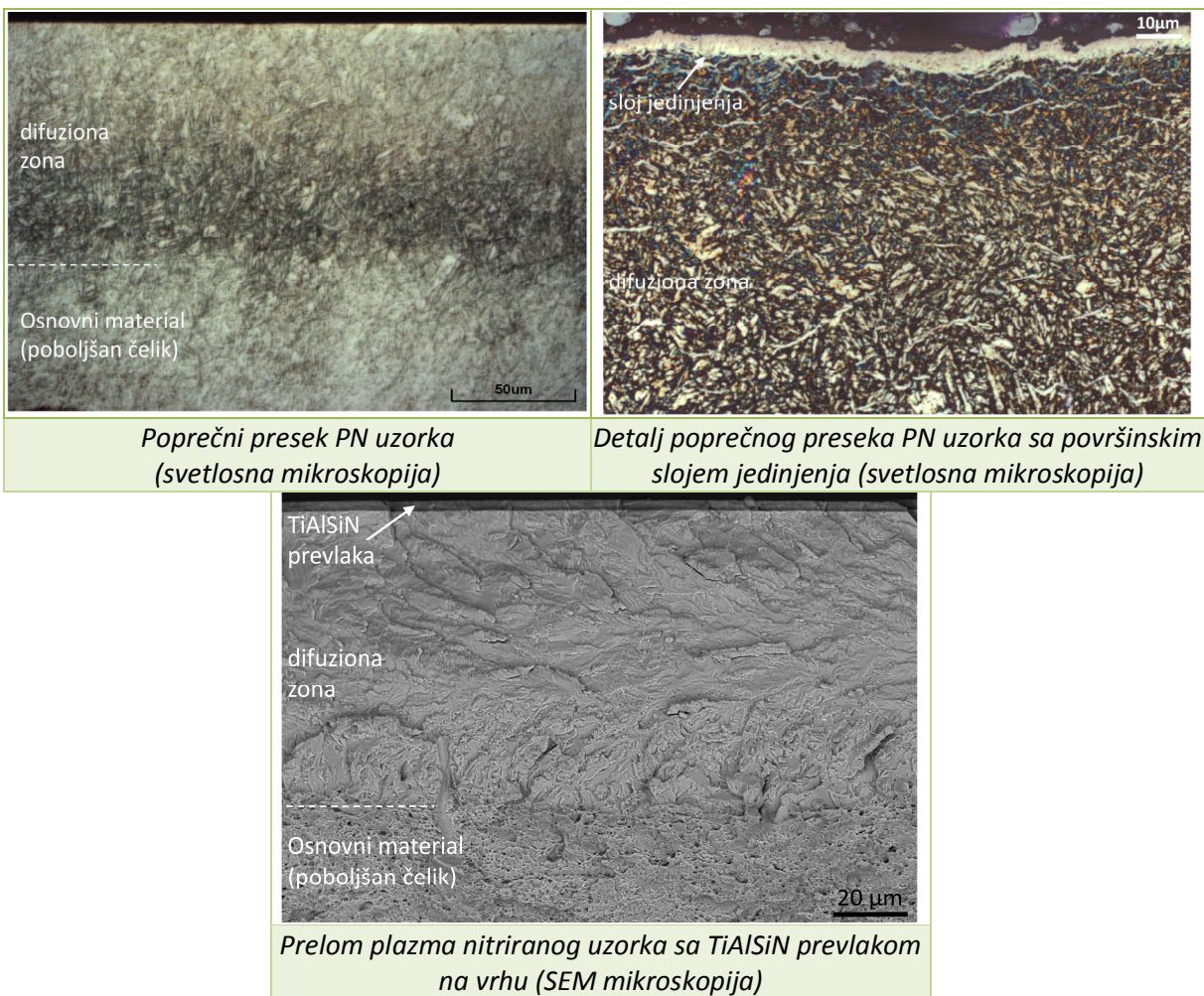
U tabeli 6 prikazane su vrednosti debljine ispitivanih plazma nitriranih slojeva i prevlaka. Procesom plazma nitiranja ispitivanog čelika dobijen je „debeo“ difuzioni sloj i tanak površinski sloj jedinjenja koji se kretao u granicama od 2 do 4 μm (tabela 6). Budući da su se plazma nitrirani uzorci izrađivali u dve odvojene šarže nastale su male razlike u karakteristikama slojeva pa tako i njihovoj debljini. Kod plazma nitriranih uzoraka koji su bili namenjeni za dalji dupleks tretman (PN BSJ) nakon procesa poliranja na poprečnim presecima nije primećeno prisustvo sloja jedinjenja - „beli sloj“ (vidi poglavlje 11 Prilog slika P 1 i 2). Debljina prevlaka koje su deponovane u okviru dupleks tretmana kretala se u dijapazonu od oko 3 μm osim nanoslojne CrAlN prevlake koja je imala manju debljinu.

	PN	PN BSJ*	CrN	TiAlN	TiAlSiN	CrAlN
Debljina [μm]	107 ±3	105 ±3	2,7 ±0,2	3,4 ±0,2	2,8 ±0,2	2,2 ±0,2
	1.šarža 128 ±3	125 ±3				
	2.šarža 85 ±3	82 ±8				

*Uzorci korišćeni kao podloge za depoziciju prevlaka (dupleks tretman)

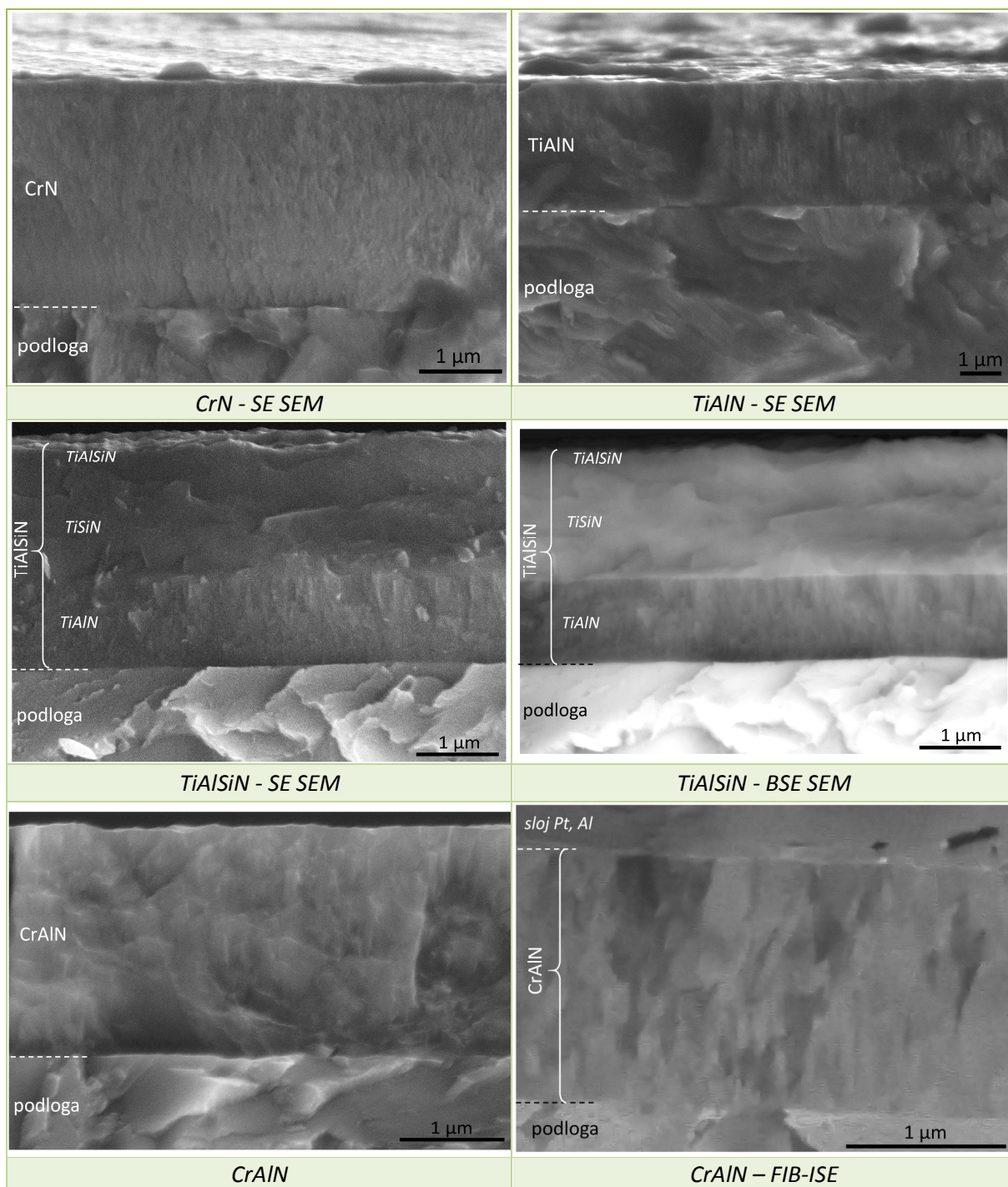
Tabela 6 debljina ispitivanih slojeva i prevlaka

Reprezentativan poprečni presek i izgled prelomljene površine plazma nitiranog uzorka je prikazan na slici 46. Na slici 46 a, sloj tamne boje ispod površine uzorka predstavlja difuzioni sloj azota. U tom sloju azot se smešta u intersticijske rupe u kristalnoj rešetci ili formira jedinjenja sa legirajućim elementima iz čelika. Na slici 46 b, prikazana je površina plazma nitiranog sloja na kojoj se može videti sloj jedinjenja bele boje. Sloj jedinjenja se sastoji od mešavine faza koje nastaju između železa i azota, a to su ϵ (Fe_{2-3}N) i γ' (Fe_4N) faze. Na prelomljenoj površini plazma nitiranog uzorka razlikuju se dve morfologije površine. Morfologija u površinskoj difuzionoj zoni okarakterisana je „rečnim šarama“, a region ispod difuzione zone je jamičaste morfologije.



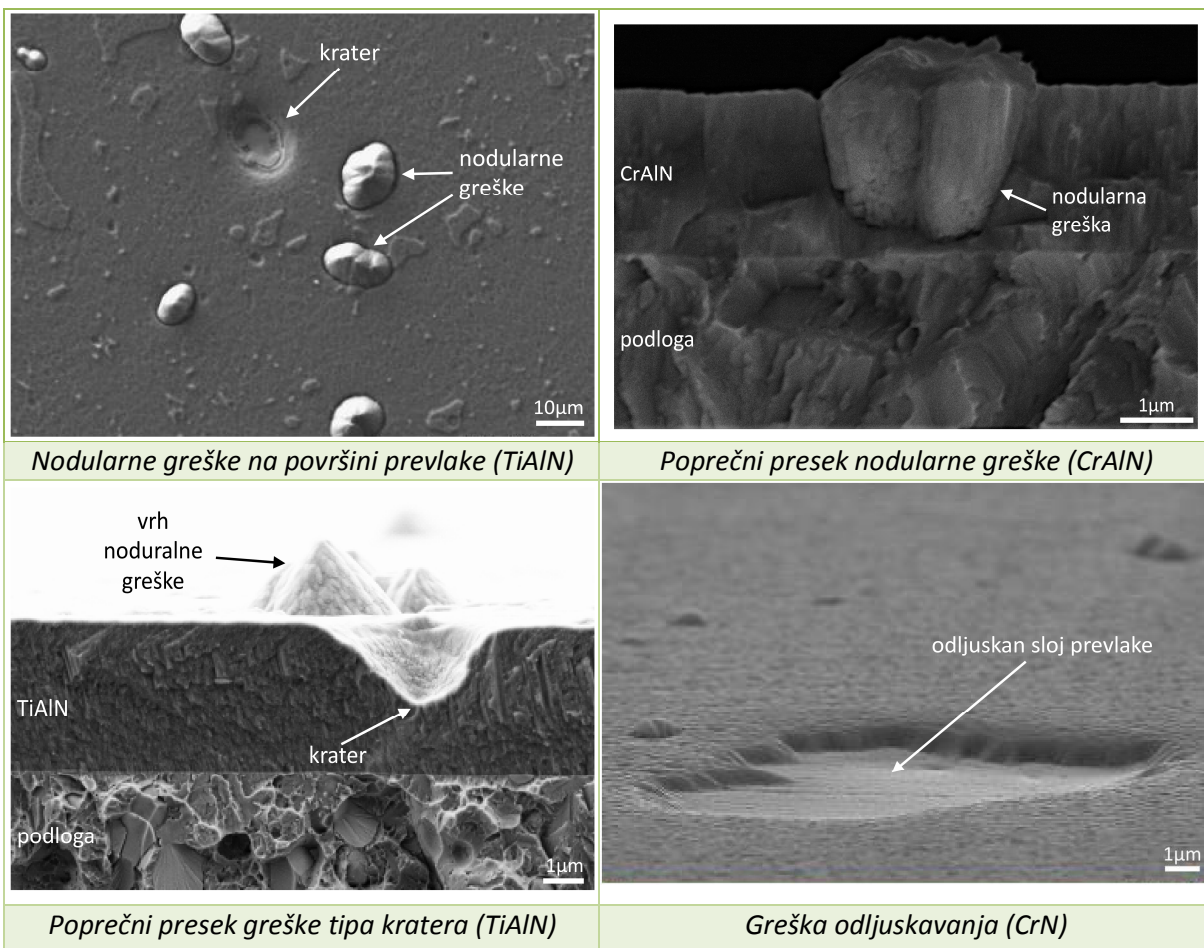
Slika 46 Mikrostruktura plazma nitiranog sloja: mikrostruktura poprečnog preseka nitiranog sloja PN uzorka; detalj površinskog sloja jedinjenja na poprečnom preseku PN uzorka; izgled preloma plazma nitiranog uzorka sa TiAlSiN prevlakom na vrhu

Pregledom morfologije površina prelomljenih uzoraka podvrgnutih dupleks tretmanu određena je morfologija kristalnih zrna slojeva (mikrostruktura) ispitivanih prevlaka. Na slici 47 prikazane su SEM slike površina prelomljenih dupleks tretiranih uzoraka sa različitim prevlakama. Na slikama slojevi prevlaka su vidljivi na gornjim delovima prelomljenih površina. CrN prevlaka ima sitnozrnu kompaktnu strukturu kod koje su zrna ujednačeno raspoređena po celom sloju. Za razliku od CrN prevlake TiAlN prevlaka ima dva sloja različite mikrostrukture. Fina stubasta struktura zrna je karakteristična za sloj od međupovršine podloge i prevlake do oko 2/3 debljine prevlake. U površinskom sloju TiAlN prevlake prisutna je izuzetno fina kompaktna zrnata mikrostruktura. S obzirom na to da je višeslojna nanokompozitna TiAlSiN prevlaka sistem sačinjen od tri različite prevlake, očekivano je da se u njenoj mikrostrukturi identifikuje više različitih slojeva. Sloj prevlake do podloge je TiAlN za koji je, kao i u prethodnom slučaju, karakteristična fina stubasta mikrostruktura. Naredna dva sloja prevlake imaju istu mikrostrukturu, fine morfologije, kod koje se ne razlikuju pojedinačna zrna. Razlika u hemijskom sastavu slojeva TiAlSiN prevlake je evidentna sa slike dobijenom sa povratno rasejanim elektronima (slika 47c). Kod CrAlN prevlake takođe je primećeno prisustvo slabo izražene stubaste strukture koja se ne proteže od podloge do vrha prevlake. Upotrebom jona pri FIB analizama dobijaju se slike kristalnog kontrasta sa kojih se mogu razlučiti različita kristalna zrna. FIB-ISE snimak pokazuje da CrAlN prevlaka ima strukturu sa finim stubastim kristalima koji se ne protežu debljinom celog sloja.

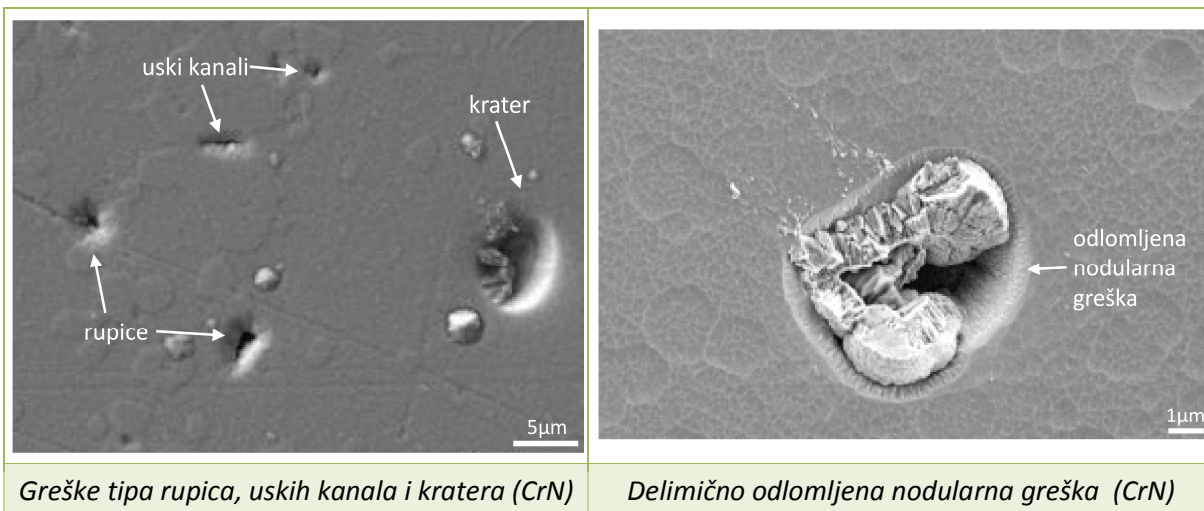


Slika 47 SEM slike površine preloma ispitivanih prevlaka

Zajedničko za sve ispitivane prevlake pripremljene dupleks tretmanima je to da one sve imaju ujednačenu debljinu, dobru adheziju za podloge i nije uočeno prisustvo strukturnih grešaka tipa praznina i pukotina. Međutim, u mikrostrukturi svih prevlaka primećeno je prisustvo više vrsta grešaka uzrokovanih rastom sloja, takozvanih „grešaka rasta“. Greške rasta sloja koje su identifikovane su: nodularne greške, greške usled odljuskanih slojeva, krateri i greške tipa rupica i uskih kanala. Izgledi najtipičnijih predstavnika grešaka rasta prevlaka prikazani su na slikama 48 i 49. U ispitivanim prevlakama najviše su prisutne nodularne greške pa zatim krateri, rupice i ostale vrste grešaka.



Slika 48 Tipični primeri grešaka rasta u ispitivanim prevlakama



Slika 49 Tipični primeri grešaka rasta u CrN prevlaci

6.1.2. Mehaničke karakteristike ispitivanih materijala i prevlaka

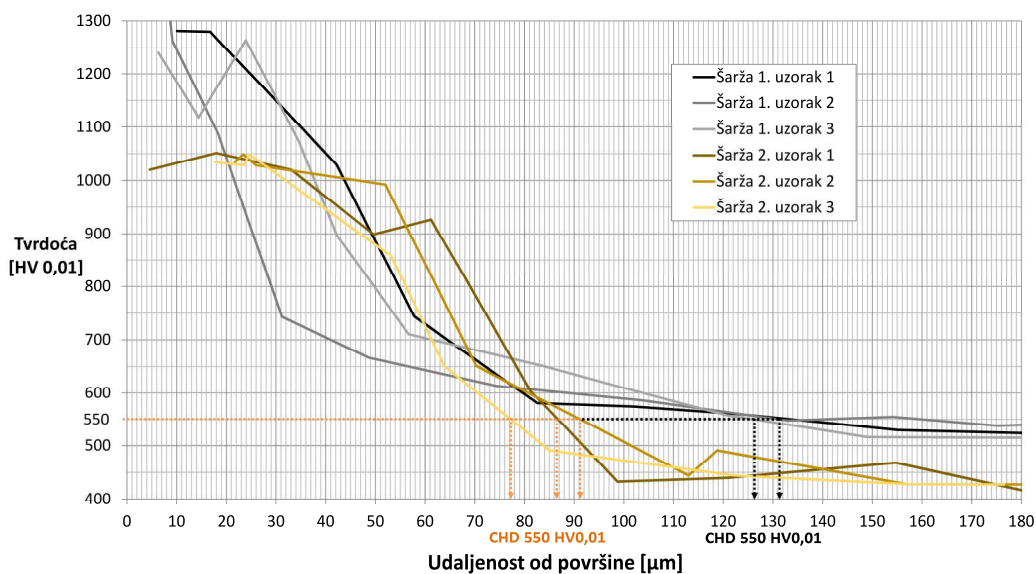
Mehaničke karakteristike ispitivanih materijala i prevlaka objedinjeno su prikazane u tabeli 7. Vrednost tvrdoće ispitivanog čeličnog uzorka (H11) ujedno je i reprezent tvrdoće jezgra svih ispitivanih uzoraka. Iako je tvrdoća slojeva i prevlaka zavisna od načina merenja (sila ili položaj po dubini uzorka) u tabeli su date merodavne vrednosti koje ih karakterišu. Vrednosti tvrdoće prevlaka prikazane u tabeli 7 su određene za utiskivanja kod kojih je dubina prodiranja iznosila 10% debljine prevlake, a za plazma nitrirane slojeve tvrdoću sloja predstavljaju najviše vrednosti koje su izmerene na poprečnom preseku. Ispitivane prevlake su različite tvrdoće, a veoma bliskih vrednosti modula elastičnosti (E).

Vrednosti tvrdoće slojeva i prevlaka koje su date u tabeli 7 služe za opšte rangiranje ispitivanih sistema, dok dijagrami prikazani na slikama 50 i 51 predstavljaju vrednosti tvrdoće u odnosu na uticajan parametar merenja (dubinu ili silu utiskivanja).

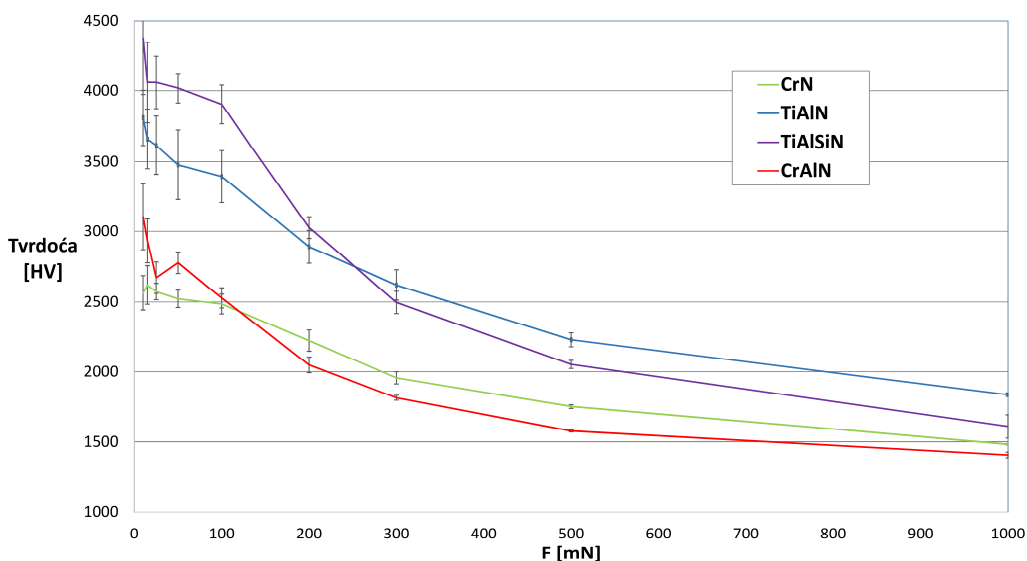
Materijal	H [HV]	St.dev. H [HV]	E* [GPa]	E [GPa]	H ³ /E* ²
H11	410	20	-	-	-
PN i PN BSJ	1149	113	219	205,4	0,031
1. Šarža	1261	17	214	201	0,041
2. Šarža	1038	10	223	209	0,021
CrN	2575	58	297	279	0,182
TiAlN	3476	247	338	317	0,346
TiAlSiN	4019	106	317	297	0,610
CrAlN	2932	156	300	281	0,265

Tabela 7 Mehaničke karakteristike ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka

Profili tvrdoće po dubini plazma nitriranog sloja prikazani su dijagramom na slici 50. Prikazani profili tvrdoće su realni predstavnici kako PN uzoraka tako i PN BSJ uzoraka.



Slika 50 Dijagrami promene tvrdoće plazma nitriranih slojeva po dubini uzoraka iz dve šarže

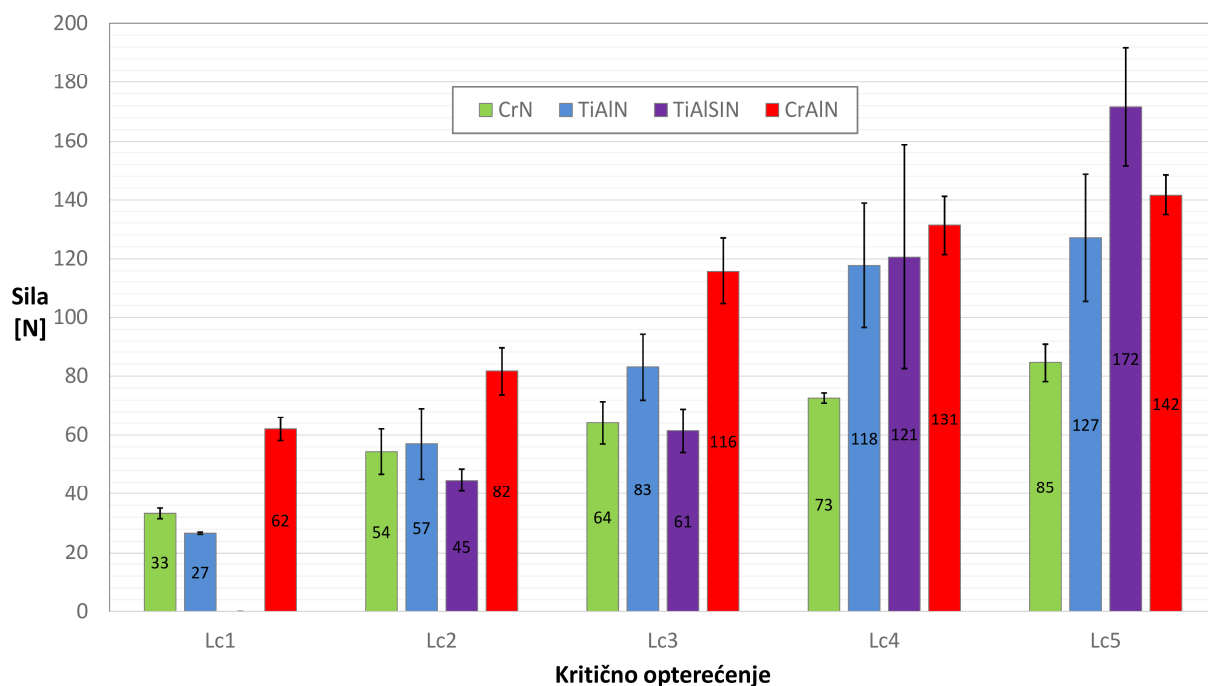


Slika 51 Zavisnost tvrdoće ispitivanih dupleks prevlaka od veličine sile utiskivanja, prikazana rasipanja predstavljaju vrednost ± 1 standardne devijacije (SD)

6.1.3. Adhezija prevlaka

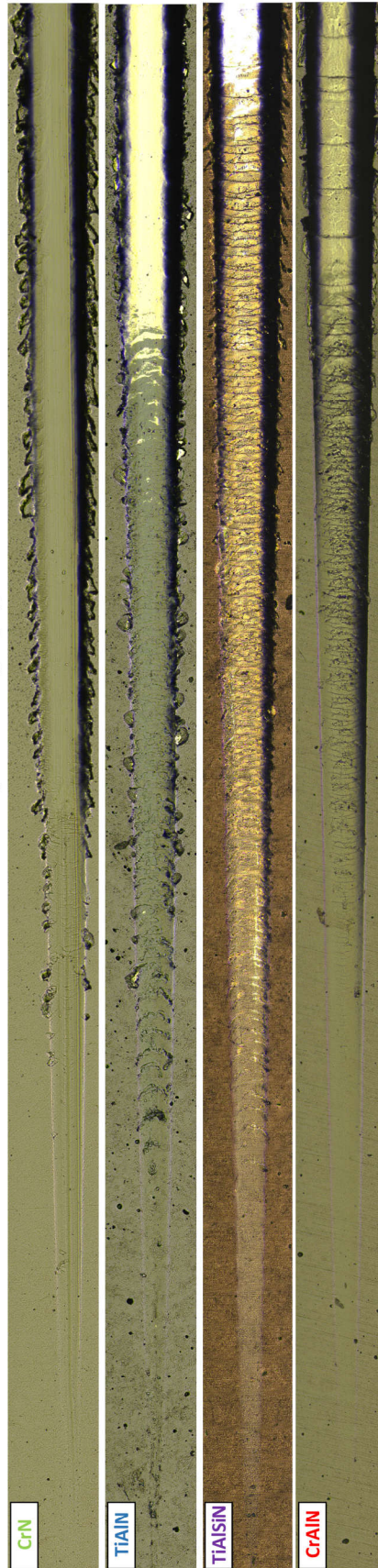
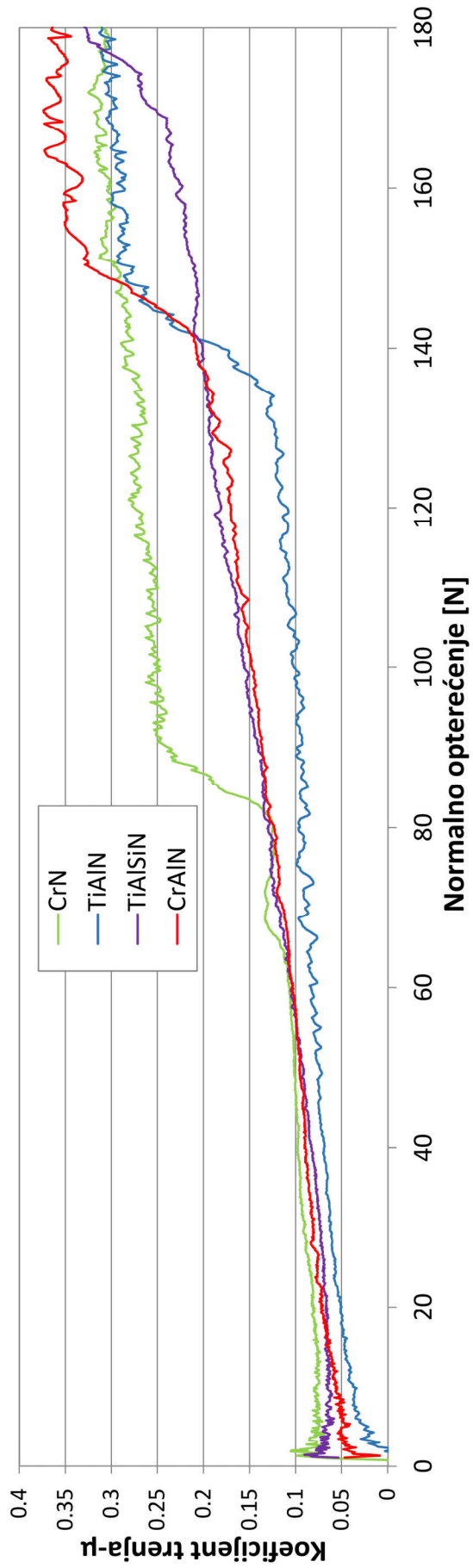
Adhezija prevlaka je određena metodom zaparavanja (*eng. scratch test*), a dobijeni rezultati su u nastavku predstavljeni u vidu kritičnih opterećenja i slika tragova zaparavanja. Srednje vrednosti kritičnih opterećenja koja dovode do karakterističnih oštećenja na prevlakama su određene iz tri merenja i zbirno su prikazane za sve prevlake histogramom na slici 52. Na slici su prikazane i vrednosti standardne devijacije (SD) kritičnih opterećenja dobijenih za sva merenja.

Fenomen nastanka pukotina u početnom stadijumu zaparavanja za TiAlSiN prevlaku nije jako izražen zbog čega nije ni određeno odgovarajuće kritično opterećenje (L_{C1}) za tu prevlaku. Ostale prevlake se odlikuju visokim vrednostima kritičnih opterećenja za pojavu prvih kohezivnih pukotina (L_{C1}). Vrednosti prvog adhezivnog oštećenja prevlaka (L_{C3}) se za većinu prevlaka, osim za CrAlN, kreću u širem opsegu sličnih vrednosti. Za CrAlN prevlaku je tipično da su skoro sva kritična opterećenja (osim L_{C5}) veća od svih ostalih prevlaka. TiAlSiN prevlaka ima najviše vrednosti kritične sile potpunog odvajanja prevlaka (L_{C5}). Dakle, prevlake nanoslojnog i nanokompozitnog dizajna (TiAlSiN i CrAlN) imaju najveće kritične sile potpunog odvajanja prevlaka od podloge (L_{C5}).



Slika 52 Rezultati testa zaparavanja, prikaz srednjih vrednosti kritičnih opterećenja određenih optičkim pregledom tragova zaparavanja, prikazana rasipanja predstavljaju vrednost ± 1 SD

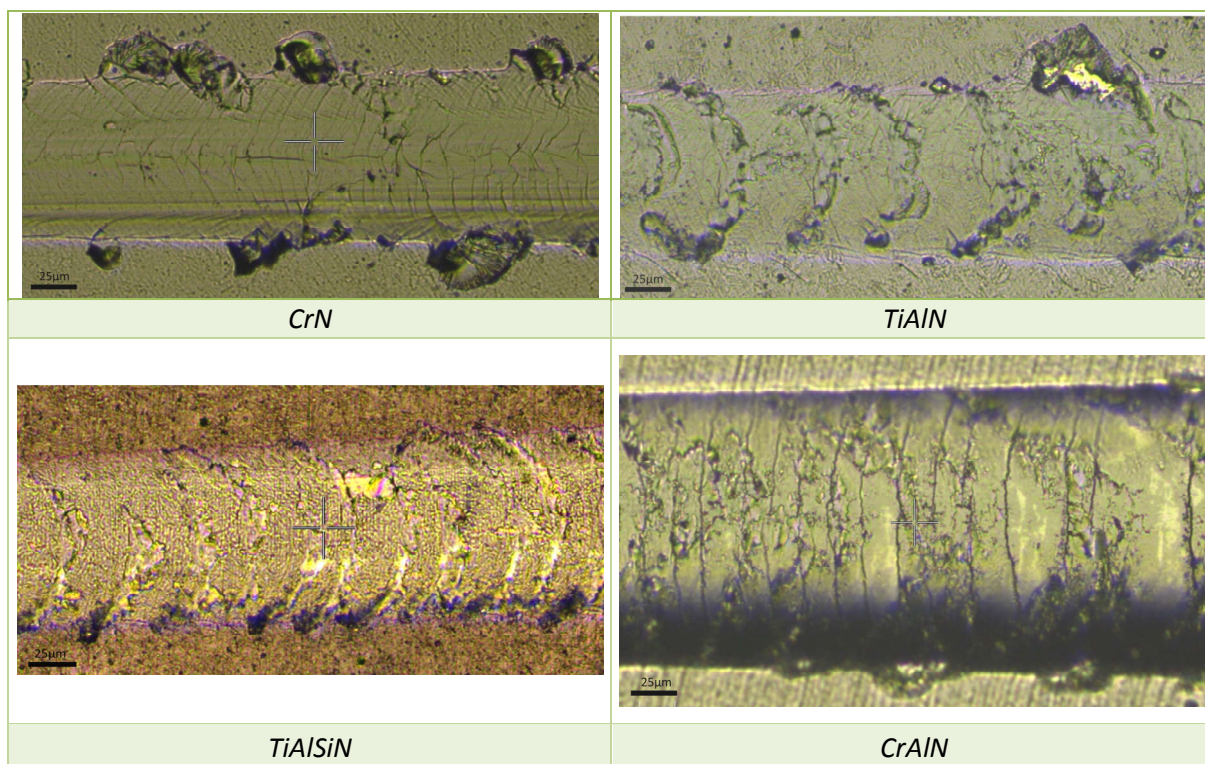
Oštećenja koja su nastala prilikom zaparavanja ispitivanih prevlaka su slična. U prikazanim tragovima, razlikuju se sledeća oštećenja: kohezivne pukotine (tanke linije vidljive unutar i van traga), kohezivno odljuskavanje usled naboravanja (lučne pukotine i nepravilni oblici unutar i van traga), kohezivno odljuskavanje na ivicama traga (odvajanja lepezastog oblika na ivicama traga), adhezivna odvajanja unutar i van traga (najsvetliji regioni), potpuno odvajanje prevlaka (kontinualna svetla polja unutar traga). Reprezentativni tragovi zaparavanja su prikazani na slici 53. Poređani su tako da je promena vrednosti normalne sile po dužini traga zaparavanja identična za sve slike različitih tragova, a uz njih su prikazane i vrednosti koeficijenta trenja koji je snimljen tokom ispitivanja. Tragovi zaparavanja su prikazani samo do delova gde dolazi do potpunog odvajanja prevlaka. Samo kod CrN i TiAlN prevlaka su primećene kohezivne pukotine manjih dimenzija lokalizovane na ivicama traga. Lučne pukotine koje su prisutne unutar traga su najizraženije kod TiAlN i TiAlSiN prevlake, kod njih je tipično da se one prostiru malo i van tragova zaparavanja. Najintenzivnija kohezivna odljuskavanja na ivicama tragova su prisutna kod CrN i TiAlN dok su kod TiAlSiN manje intenzivna, a kod CrAlN uglavnom lokalizovana unutar traga zaparavanja. Kod svih prevlaka prva adhezivna oštećenja su relativno lokalizovana i to je slučaj do momenta potpune delaminacije prevlake.



Slika 53 Izgled tragova zaparavanja i dijagrama koeficijenta trenja snimljenih tokom testa zaparavanja prevlaka CrN, TiAlN, TiAlSiN i CrAlN

Na slici 54 prikazani su tipični detalji iz tragova zaparavanja na mestima gde dolazi do prvog adhezivnog odvajanja prevlake od podloge (L_{C3}). Adhezivno odvajanje se na tim slikama može identifikovati na mestima u tragu sa najsvetlijim, belim i žutim bojama, koje predstavljaju podlogu. Kod CrN prevlake se adhezivno odvajanje teško uočava sa slike zbog slične refleksije svetlosti podloge od plazma nitriranog čelika i prevlake. Adhezivno odvajanje kod CrN i TiAlN se odvija u vidu odljuskavanja u obliku lepeze ili drugih nepravilnih pukotina prisutnih uglavnom na ivicama tragova koja nastaju usled elastičnog vraćanja materijala podloge. Ovakva oštećenja su karakteristična za duktilna ponašanja prevlaka. TiAlSiN i CrAlN ispoljavaju duktilan adhezivni lom koji je u vezi sa lučnim pukotinama nastalim pritiskom ispred Rokvelove prizme za ispitivanje i zateznim dejstvom nakon njenog prolaska. Adhezivna odvajanja kod TiAlSiN i CrAlN prevlaka ostaju lokalizovana u tragu zaparavanja. Tipična oštećenja primećena samo za TiAlSiN i CrAlN prevlake su izražene duboke lučne pukotine unutar traga zaparavanja koja se pojavljuju do momenta potpune delaminacije. Kod ispitivanih prevlaka, ni u jednom slučaju nije došlo do adhezivnog i kohezivnog odljuskavanja na velikim površinama u okolini tragova zaparavanja. CrAlN prevlaka ima najduktilnije ponašanje tokom testa zaparavanja i najveći broj oštećenja ostaje unutar traga zaparavanja.

Koeficijent trenja koji je izmeren tokom testa zaparavanja, u tragu pre nastanka ozbiljnijih oštećenja je tipično niske vrednosti oko 0,1. Nakon potpune delaminacije prevlake vrednosti se kreću u rasponu od 0,25 do 0,35. Više vrednosti koeficijenta trenja odgovaraju klizanju dijamanta po plazma nitriranoj podlozi koja je primenjena kao podloga za depoziciju prevlaka.



Slika 54 Lokacije na tragovima zaparavanja gde je došlo do adhezivnog odvajanja prevlake

6.1.4. Hrapavost i topografija površina

Kako bi se što preciznije okarakterisali ispitivani slojevi i njihovo ponašanje tokom testova izvlačenja, u istraživanju su primenjene kvantitativne i kvalitativne analize topografije i hrapavosti površina. Obe vrste analiza sprovedene su korišćenjem 3-D topografskih snimaka dobijenih taktinom profilometrijom iz kojih su proračunati parametri hrapavosti i druga svojstva površina. Promena hrapavosti koja je uzrokovana dupleks ili drugim površinskim tretmanom je praćena na uzorcima oblika pločica, a dodatno su izvršena i merenja hrapavosti i na uzorcima oblika trna koji su korišćeni u testovima izvlačenja.

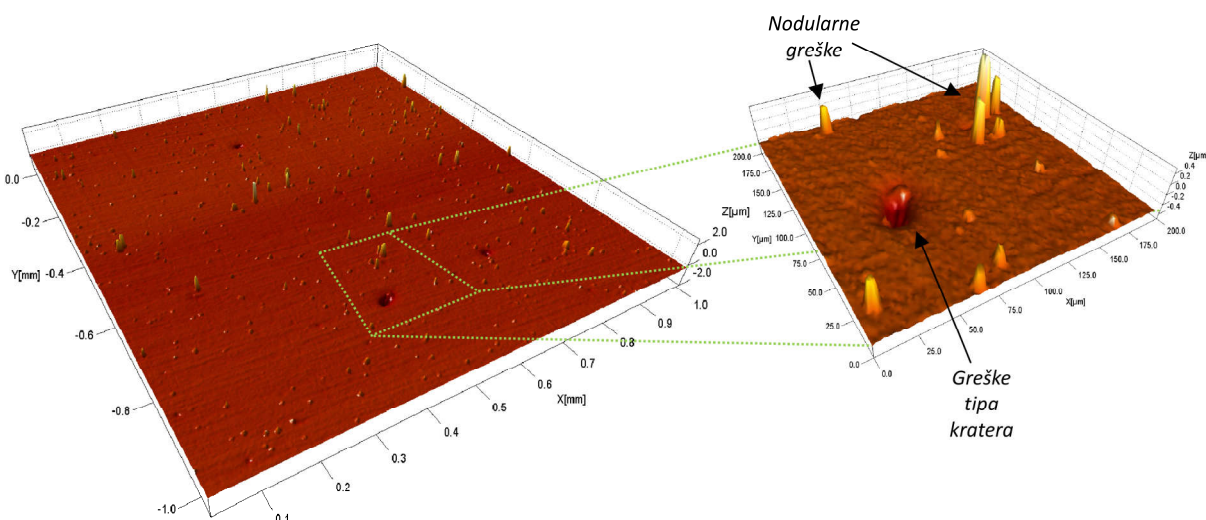
6.1.4.1. Hrapavost i topografija uzorka pre i nakon nanošenja prevlaka

U ovom istraživanju neke od ispitivanih prevlaka su izrađene u više različitih šarži. Međutim, rezultati promene hrapavosti su prikazani samo za po jednu šaržu koja je najreprezentativnija. Površinski parametri hrapavosti uzoraka koji su određeni iz merenja izvedenih pre i posle površinskog tretmana prikazani su u tabeli 8. Uzorci oblika pločica koji su primenjeni kao podloge za nanošenje prevlaka su pre procesa depozicije intenzivno ispolirani što pokazuju i postignute vrednosti parametara hrapavosti za ove uzroke. Poređenjem podloga i uzoraka sa prevlakama primećene su promene u parametrima hrapavosti. Najznačajnije promene uočene su kod parametra srednje aritmetičke hrapavosti (S_a), srednje vrednost kvadratnog odstupanja (S_q) i mere asimetrije profila (S_{sk}). Njihovim poređenjem se može uočiti generalan trend da je nanošenjem svih vrsta prevlaka došlo do povećanja hrapavosti (S_a , S_q , S_{dr}) i do promene polariteta površine iz blago negativnog u izraženo pozitivan (S_{sk}). Povećanje hrapavosti nije u istoj meri izraženo kod svih vrsta prevlaka. Kod TiAlN prevlake uočava se najveći stepen povećanja hrapavosti, a kod CrN prevlake povećanje hrapavosti je veoma malo. Depozicije TiSiN i CrAlN prevlaka uzrokovale su srednje povećanje hrapavosti površina.

Tretman	Oznaka šarže	S_a [μm]	S_q [μm]	S_{sk}	S_{ku}	S_p [μm]	S_v [μm]	S_z [μm]	S_{mr} [%]	S_{mc} [μm]	S_{dr} [%]
Podloga za prevlake	1	0,014	0,019	-0,69	21,0	0,297	0,513	0,810	100	0,022	0,019
PN	1	0,939	1,169	-0,03	2,9	4,880	4,176	9,056	0,047	1,443	2,010
CrN	1	0,017	0,060	-0,61	884,0	3,021	1,965	4,986	0,009	0,025	0,023
TiAlN	1	0,092	0,222	6,33	55,9	3,923	0,995	4,918	0,019	0,044	0,352
TiAlSiN	1	0,060	0,147	7,44	97,4	2,819	3,104	5,923	0,130	0,064	0,153
CrAlN	1	0,028	0,076	12,34	310,3	3,171	1,514	4,685	0,007	0,030	0,061

Tabela 8 Hrapavost uzoraka oblika pločica pre i nakon nanošenja prevlaka ili plazma nitriranja

U odnosu na plazma nitrirane površine, prevlake imaju značajno manju hrapavost i mnogo više izraženih ispupčenja što pokazuju veće vrednosti S_{sk} parametra. Promena hrapavosti do koje je došlo usled procesa plazma nitriranja nije ispitana na uzorcima oblika pločice već samo na uzorcima oblika trna, te rezultati hrapavosti polaznih čeličnih uzoraka pre plazma nitriranja nisu dati u tabeli 8.



Slika 55 Reprezentativna 3-D topografija površina sa ispitivanim prevlakama i osnovni elementi površina prevlaka, primer CrAlN prevlake

Tipična 3-D topografija površina ispitivanih prevlaka prikazana je na slici 55. 3-D topografski snimci svih ispitivanih uzoraka, iz kojih su proračunati predstavljeni parametri hrapavosti, su prikazani na slici P3 u poglavlju 11 Prilog. Sa slike 55 vidi se da je površina prevlaka okarakterisana velikim brojem ispupčenja i mestimičnim udubljenjima. Ispupčenja predstavljaju nodularne greške rasta, a udubljenja su greške tipa kratera ili odljuskih delova prevlake. Greške rasta su prethodno već identifikovane

tokom SEM analiza (vidi slike 48 i 49). Greške rasta su površinske nepravilnosti koje značajno utiču na svojstva tribološkog kontakta alat-odlivak, na lepljenje livene legure i korozione procese. Stoga je veoma važno da se u ispitivanjima prevlaka namenjenim za livačke alate greške rasta uzmu u razmatranje.

U odnosu na polaznu morfologiju površina uzoraka, morfologija površine prevlaka u okolini grešaka se veoma malo promenila. Ovo implicira da je prisustvo grešaka rasta glavni razlog porasta hrapavosti nakon procesa depozicije. Pregledom i poređenjem 3-D topografskih slika različitih prevlaka (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P3) uočeno je da je količina grešaka zavisna od vrste sloja prevlake. Softverskom analizom 3-D topografskih snimaka je to i kvantitativno potvrđeno, a rezultati za više različitih šarži su prikazani u tabeli 9. Iz tabele se vidi da je kod svih prevlaka gustina nodularnih grešaka znatno veća nego gustina kratera. Kod određene vrste prevlake dimenzije grešaka mogu varirati u veoma širokom dijapazonu. Takođe, iz analize se vidi da je gustina nodularnih grešaka kod TiAlN prevlake najveća, kod TiAlSiN i CrAlN srednja, a da je kod CrN najmanja. Analizom tri različite šarže TiAlN i CrN prevlaka potvrđeno je da je identifikovani poredak prevlaka po gustini grešaka ponovljiv, iako je za TiAlN prevlaku primećeno najveće rasipanje po pitanju gustine i dimenzije grešaka u različitim šaržama.

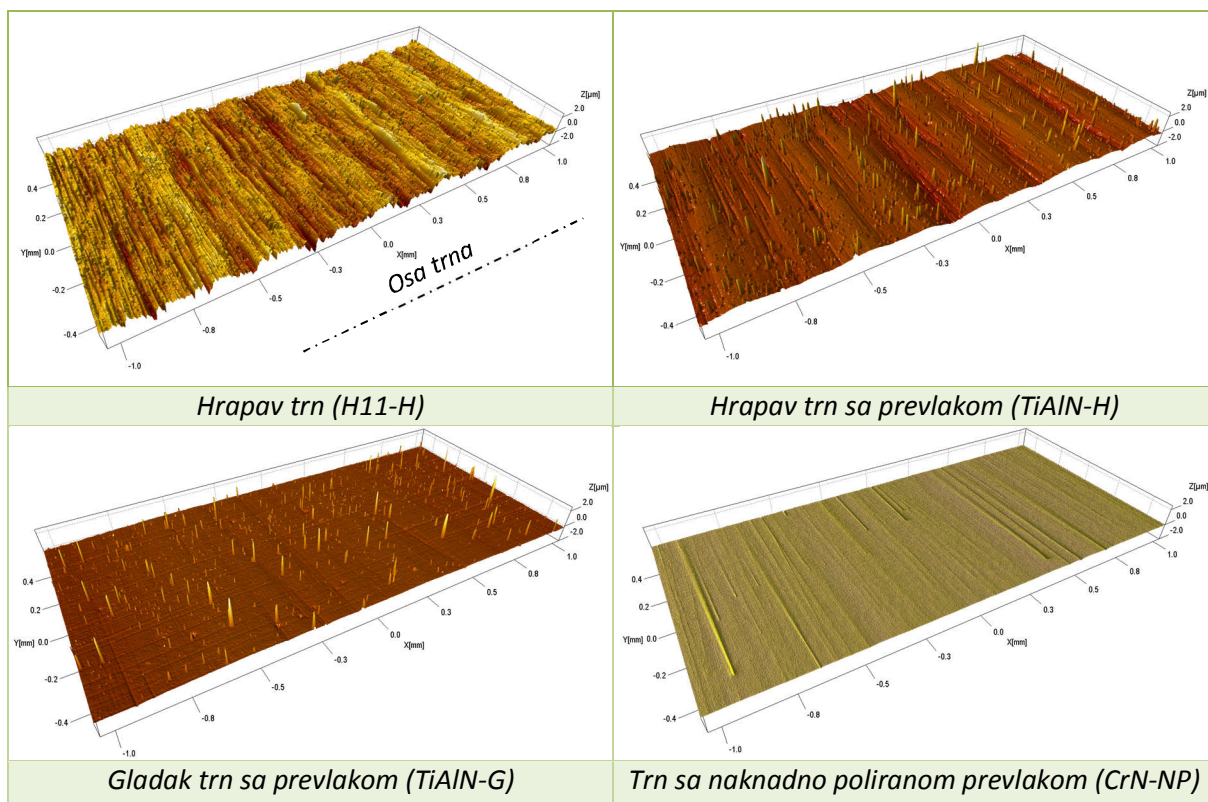
Prevlaka	Oznaka šarže	Greške tipa ispučenja				Greške tipa udubljenja			
		Gustina grešaka [kom/mm ²]	Površina sa greškama [μm ²]	Srednji prečnik greške [μm]	Najveća visina greške [μm]	Gustina grešaka [kom/mm ²]	Površina sa greškama [μm ²]	Srednji prečnik greške [μm]	Najveća dubina greške [μm]
CrN	1	15	35,29	5,23	0,535	1	710,1	31,05	1,466
CrN	2	17	73,34	7,37	0,923	0	0	0	0
CrN	3	15	30,90	5,24	0,465	1	44,0	7,22	0,349
TiAlN	1	409	53,31	6,67	0,476	5	2,2	1,42	0,225
TiAlN	2	353	46,33	5,86	0,320	2	3,1	1,97	0,397
TiAlN	3	199	76,35	8,26	0,585	2	257,7	17,46	2,016
TiAlSiN	1	175	43,30	5,85	0,435	2	137,3	12,29	1,398
CrAlN	1	117	19,55	4,36	0,316	2	54,4	7,09	0,944

Tabela 9 Koncentracija i parametri grešaka rasta na površini (mm²) ispitivanih prevlaka

6.1.4.2. Hrapavost i topografija trnova

Prilikom izrade uzoraka težilo se da se trnovi i pločice izrade na što je moguće istovetniji način. Međutim, razlika u geometriji ovih uzoraka uzrokovala je to da se krajnja morfologija njihovih površina znatno razlikuje. Primenom različitih završnih obrada cilindrični trnovi su izrađeni u tri nivoa (grupe) hrapavosti ali je i primena različitih slojeva i prevlaka dodatno uticala na nastanak razlika u morfologiji površina. Na slici 56 prikazani su tipični predstavnici morfologija površina ispitivanih trnova, a 3-D topografski snimci svih uzoraka su prikazani u poglavlju 11 Prilog (slike P 4, 5, 6 i 7).

Sve površine uzoraka oblika trna karakterišu se izraženom valovitošću i risevima koji su normalni na osu trnova. Čak i kod grupe glatkih i naknadno poliranih trnova može se primetiti prisustvo blage valovitosti koja se periodično ponavlja po površini. Uzorci sa najgrubljom površinom su H11-H i PN-H uzorci dok uzorci sa prevlakama iz grupe hrapavih uzoraka imaju nešto nižu hrapavost. Kod hrapavih uzoraka sa prevlakama (CrN-H, TiAlN-H), uočeno je da najveći broj nodularnih grešaka ima veću visinu od dimenzija valovitosti i riseva koji postoje na površini. Glatke H11-G i PN-G trnove karakterišu površine sa zaglađenim risevima koji su i dalje dosta izraženi. Topografijom glatkih trnova sa prevlakom (CrN-G, TiAlN-G) uglavnom dominiraju nodularne greške jer je površina između grešaka prilično glatka. Na naknadno poliranim površinama prevlaka (CrN-NP, TiAlN-NP) ne postoje ispučene nodularne greške već samo risevi preslikani sa podloge ili risevi nastali usled abrazije istrgnutim nodularnim greškama. Budući da su konični trnovi izrađeni samo režimima primenjenim za izradu hrapavih uzoraka, morfologija njihovih površina je veoma slična i uporediva sa morfologijom grupe hrapavih cilindričnih trnova.



Slika 56 Reprezentativni primeri topografije površina ispitivanih trnova

U tabeli 10 prikazane su srednje vrednosti linijskih i površinskih parametara hrapavosti za uzorke oblika trna koji su inicijalno podeljeni u grupe prema stepenu hrapavosti koji zavisi od primenjene mašinske obrade. Analizom parametara hrapavosti trnova nakon poslednjeg površinskog tretmana uočeno je da se hrapavost uzoraka unutar konkretne grupe znatno razlikuje. Tako je uočeno da cilindrični trnovi sa približnim nivoom hrapavosti spadaju u dve različite grupe hrapavosti i oni su u tabeli 10 zaokruženi sa isprekidanim linijama.

U svakoj od grupa hrapavosti, čelični (H11) i plazma nitrirani uzorci (PN) imaju veću hrapavost od uzoraka sa prevlakama, čemu je razlog dodatno poliranje površina podloga pre nanošenja prevlaka. H11 i PN uzorci se uglavnom karakterišu površinama bez izraženog polariteta ili kao površine sa većim brojem udubljenja (R_{sk} , $S_{sk} \leq 0$). Polazna hrapavost svakog plazma nitriranog uzorka (PN) je hrapavost uzorka od čelika (H11) koji pripada istoj grupi uzoraka po hrapavosti. Iz toga se može konstatovati da je kod PN-H uzorka nakon procesa nitriranja uglavom došlo do porasta hrapavosti.

Glatki uzorci sa prevlakama (CrN-G, TiAlN-G) imaju veoma nisku hrapavost i izražen pozitivan polaritet površine, odnosno visoke i pozitivne vrednosti parametara R_{sk} i S_{sk} koji su posledica prisustva nodularnih grešaka. Glatki TiAlN-G trnovi imaju više vrednosti R_{sk} i S_{sk} parametra od CrN-G trnova.

Trnovi sa najmanjom hrapavošću su trnovi sa naknadno poliranim prevlakama. Iako nemaju mnogo niže vrednosti R_a i S_a parametara za njih su tipične vrlo niske i negativne vrednosti parametra R_{sk} i S_{sk} koje karakterišu površine sa izraženim udubljenjima (kraterima). Površine trnova sa poliranom TiAlN-NP prevlakom imaju mnogo izraženiji negativan polaritet površine (niske vrednosti R_{sk} , S_{sk}), što je obrnut poredak nego kod hrapavih površina sa prevlakama.

Kod koničnih trnova postignute su nešto više vrednosti hrapavosti za H11 i PN uzorke ali je hrapavost svih ispitivanih prevlaka prilično ujednačena i uporediva sa onom iz grupe hrapavih cilindričnih uzoraka.

Osim parametara hrapavosti u analizama topografije i hrapavosti površina trnova je potrebno uzeti u obzir i odgovarajuće parametre gustine i dimenzije grešaka rasta koje su predstavljene u prethodnom poglavlju.

Oblik trna	Stanje površine	Uzorak	Ozn. šar.	R _a [μm]	R _q [μm]	R _{ik}	R _{ku}	R _{Sm} [mm]	R _z [μm]	R _p [μm]	R _v [μm]	S _a [μm]	S _q [μm]	S _{sk}	S _{ku}	S _p [μm]	S _v [μm]	S _z [μm]	S _{ir} [%]	
Cilindrični	Najhrapaviji	H11-NH	1	0,375	0,469	-0,241	2,871	0,056	1,886	0,823	1,063	0,672	0,852	-0,179	3,688	4,592	4,288	8,880	1,473	
		H11-H	1	0,291	0,370	-0,320	3,427	1,378	2,050	0,864	1,186	0,384	0,487	-0,137	3,319	1,946	2,349	4,294	0,261	
	Hrapavi	PN-H	1	0,335	0,427	-0,119	3,584	1,485	2,445	1,128	1,317	0,352	0,452	-0,140	3,821	2,582	2,278	4,861	0,431	
		CrN-H	1	0,145	0,187	-0,179	4,966	1,205	1,078	0,487	0,591	0,231	0,301	-0,863	5,913	1,987	3,066	5,053	0,055	
	Glatki	TiAIN-H	1	0,153	0,220	0,990	10,281	1,210	1,572	0,989	0,583	0,214	0,293	0,878	10,527	3,475	2,410	5,885	0,157	
		H11-G	1	0,198	0,243	-0,889	4,989	1,238	1,275	0,364	0,911	0,189	0,248	-0,984	5,785	1,008	1,920	2,928	0,039	
		PN-G	2	0,183	0,233	-0,026	3,593	1,243	1,307	0,626	0,682	0,212	0,267	-0,076	3,482	2,128	1,536	3,664	0,075	
		CrN-G	2	0,032	0,054	0,491	11,395	4,901	0,389	0,258	0,131	0,066	0,080	0,296	6,066	1,264	0,704	1,968	0,021	
		TiAIN-G	2	0,059	0,134	4,562	37,218	5,609	1,227	1,051	0,177	0,095	0,154	4,816	81,518	3,878	2,861	6,739	0,117	
		CrN-NP	2	0,027	0,039	-1,162	8,071	3,878	0,264	0,079	0,185	0,029	0,039	-1,087	23,660	0,464	1,392	1,856	0,020	
Konični	Podloge za cilindrične trnove sa prevlakama	TiAIN-NP	2	0,059	0,077	-0,947	5,291	1,246	0,420	0,120	0,300	0,078	0,109	-1,750	19,511	0,416	2,064	2,480	0,019	
		*P-H	1	0,066	0,089	-0,174	5,419	1,873	0,548	0,252	0,297	0,165	0,225	1,292	6,749	1,744	0,963	2,707	0,069	
	Hrapavi	*P-G	1	0,009	0,011	-0,035	3,323	0,060	0,053	0,026	0,027	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		H11-K	2	0,504	0,627	-0,135	2,929	0,798	3,308	1,503	1,805	0,867	1,071	-0,191	2,980	5,248	3,856	9,104	1,154	
		PN-K	2	0,530	0,653	-0,110	2,833	1,825	3,246	1,496	1,750	0,334	0,426	-0,326	4,107	3,392	3,808	7,200	0,397	
		CrN-K	3	0,154	0,196	-0,608	5,265	0,988	1,149	0,415	0,734	0,180	0,254	-0,831	9,251	2,144	4,013	6,158	0,104	
		TiAIN-K	3	0,151	0,216	0,607	10,431	1,154	1,617	0,942	0,676	0,160	0,237	-1,891	16,293	3,650	2,806	6,456	0,183	
		TiAlSiN-K	1	0,143	0,195	0,369	8,524	0,911	1,447	0,791	0,655	0,181	0,237	-0,945	7,633	2,968	2,415	5,383	0,093	
		CrAlN-K	1	0,074	0,211	3,945	58,154	1,282	3,947	3,631	0,315	0,207	0,271	1,458	9,485	3,936	1,534	5,469	0,067	
		*P-K	2	0,184	0,236	-0,394	2,776	0,998	1,109	0,388	0,721	0,266	0,323	-0,088	3,863	1,627	4,459	6,086	0,064	

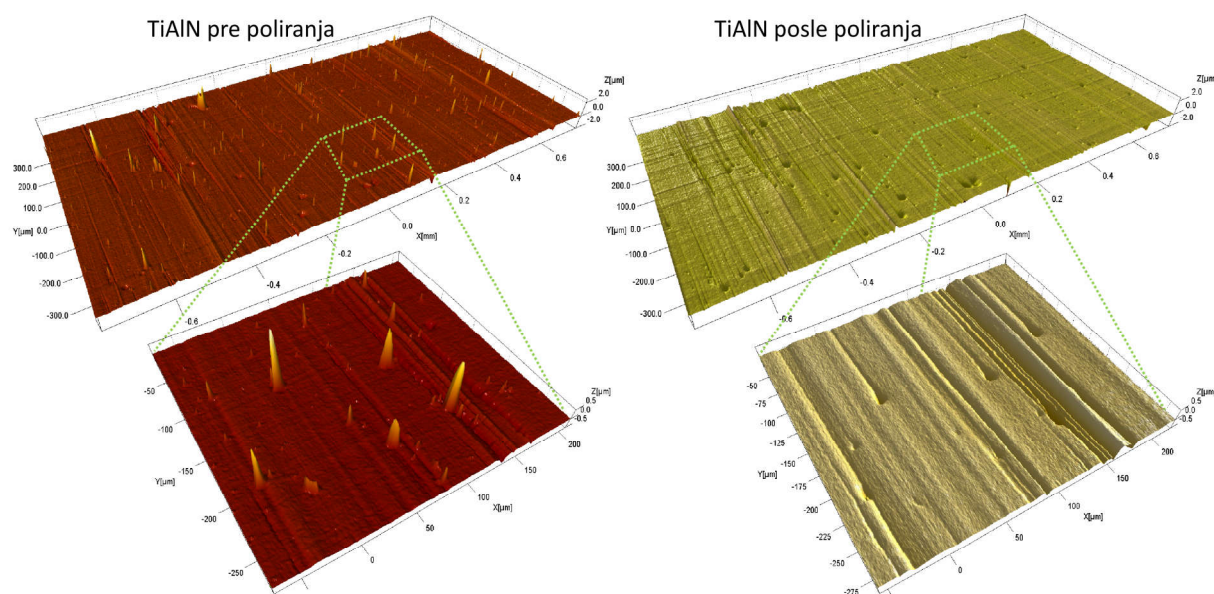
*P-oznaka uzoraka koji su korišćeni kao podloge za nanošenje prevlaka i to: P-H - podloga za hrapave cilindrične trnove; P-G - podloga za glatke cilindrične trnove; P-K - podloga za konične trnove

Tabela 10 Srednje vrednosti linijskih (R) i reprezentativne vrednosti površinskih (S) parametara hrapavosti uzoraka oblika trna

6.1.4.3. Hrapavost, topografija i morfologija površina prevlaka podvrnutih poliranju

Budući da je poliranje površina prevlaka sa dijamantskom pastom specifičan površinski tretman, o kojem postoji malo literaturnih podataka, potrebno je bilo ispitati njegov uticaj na topografiju ispitivanih površina. Promena topografije površina sa prevlakom je ispitana na cilindričnom trnu sa TiAlN prevlakom tako što je određena lokacija na uzorku ispitana pre i posle procesa poliranja. Profilometrom su izvršena topografska merenja površina na istim lokacijama cilindričnog trna i izvršeno je njihovo poređenje (slika 57).

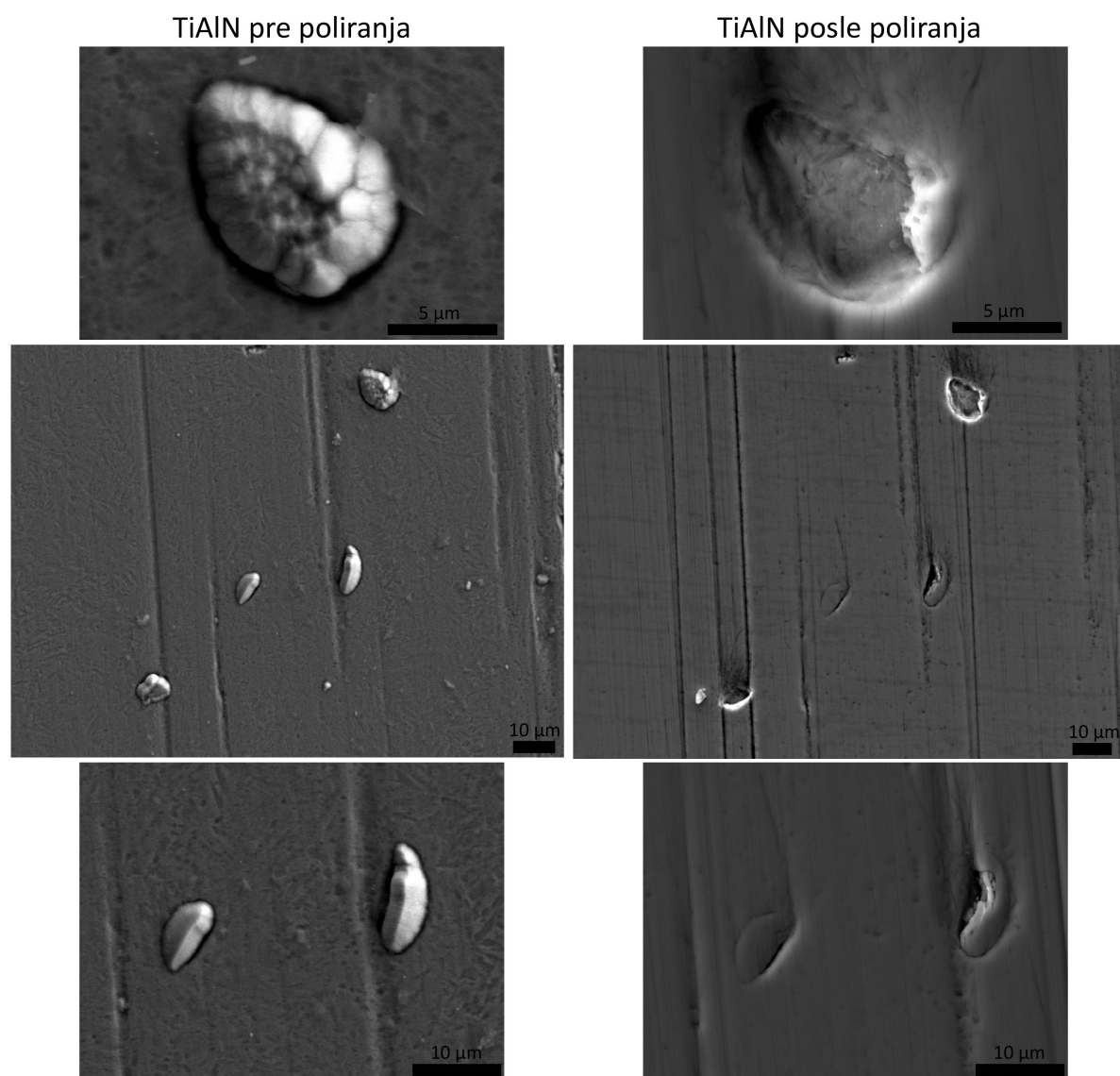
Poređenjem snimaka i detalja nekih lokacija se vidi da su nodularne greške uklonjene sa površine. U velikom broju slučajeva nodule su u potpunosti istrgnute iz sloja prevlake do neke određene dubine, a u manjem broju slučajeva su poravnate sa površinom. Identifikovan je nastanak novih riseva na površini prevlake koji počinju od mesta odakle je izvršeno trganje nodularne greške i nastavljaju se u pravci kretanja čestice tokom obrade poliranjem. Ovakvih riseva se pojavio veoma veliki broj na površini, a njihova dubina je uglavnom manja od debljine prevlake.



Slika 57 Topografija površine cilindričnog uzorka sa TiAlN prevlakom pre i posle procesa poliranja sa dijamantskom pastom

Ispitivanjem iste površine primenom SEM mikroskopije pre i posle poliranja, dodatno se stekao uvid u to šta se tokom poliranja dešavalo sa nodularnim greškama. Na slici 58 prikazani su SEM snimci površine prevlake pre i posle poliranja. Jasno se vidi da je jedan deo grešaka poravnat sa površinom prevlake i da je i dalje prisutan u sloju. Sa druge strane, na mestima gde su istrgnute nodularne greške ostali su krateri u sloju u kojima se vidi da su delovi nodula i dalje prisutni. Ovakav vid modifikacije oblika nodularnih grešaka je najčešći slučaj koji se javlja na ispitivanim površinama prevlaka. Dodatno, SEM analizama se konstatovalo i da je nanotopografija površina promenjena nakon poliranja te da su površine postale glađe.

Promena parametara hrapavosti na ispitivanoj lokaciji je prikazana u tabeli 11. Iz tabele se vidi da se hrapavost (S_a , S_q) nakon poliranja neznatno povećala i da je površina promenila polaritet (S_{sk}) iz pozitivnog u negativan što kvantitativno potvrđuje da greške tipa kratera prevladavaju na ispitivanoj površini. Promene parametara koji karakterišu glatkoću površine (S_{mr} , S_{dr}) ukazuju na smanjenje razvijene površine, odnosno na intenzivno poravnanje površine nakon procesa poliranja. U tabeli 12 prikazane su koncentracije grešaka i njihovi parametri na površini pre i posle poliranja. Podaci iz tabele ukazuju na to da se broj obe vrste grešaka smanjio ali da su se njihove lateralne dimenzije povećale. Primenjenom mernom tehnikom nije detektovano da je neki od kratera na površini veće dubine od debljine prevlake.



Slika 58 Poređenje iste lokacije na površini TiAlN prevlake pre i posle poliranja dijamantskom pastom, SEM snimci

Tretman	Stanje uzorka	S_a [μm]	S_q [μm]	S_{sk}	S_{ku}	S_p [μm]	S_v [μm]	S_z [μm]	S_{mr} [%]	S_{mc} [μm]	S_{dr} [%]
TiAlN	Pre poliranja	0,066	0,125	3,82	117,3	4,233	2,352	6,586	0,003	0,095	0,151
TiAlN	Posle poliranja	0,078	0,130	-5,02	67,5	0,807	3,053	3,861	96,394	0,113	0,103

Tabela 11 Površinski parametri hrapavosti TiAlN uzoraka pre i posle poliranja

Prevlaka	Stanje	Greške tipa ispuččenja				Greške tipa udubljenja			
		Gustina grešaka [kom/mm ²]	Površina sa greškama [μm^2]	Srednji prečnik greške [μm]	Najveća visina greške [μm]	Gustina grešaka [kom/mm ²]	Površina sa greškama [μm^2]	Srednji prečnik greške [μm]	Najveća dubina greške [μm]
TiAlN	Pre poliranja	253	12,73	2,74	0,498	52	22,83	3,405	0,294
TiAlN	Posle poliranja	2	232,15	24,68	0,233	53	51,40	6,901	0,723

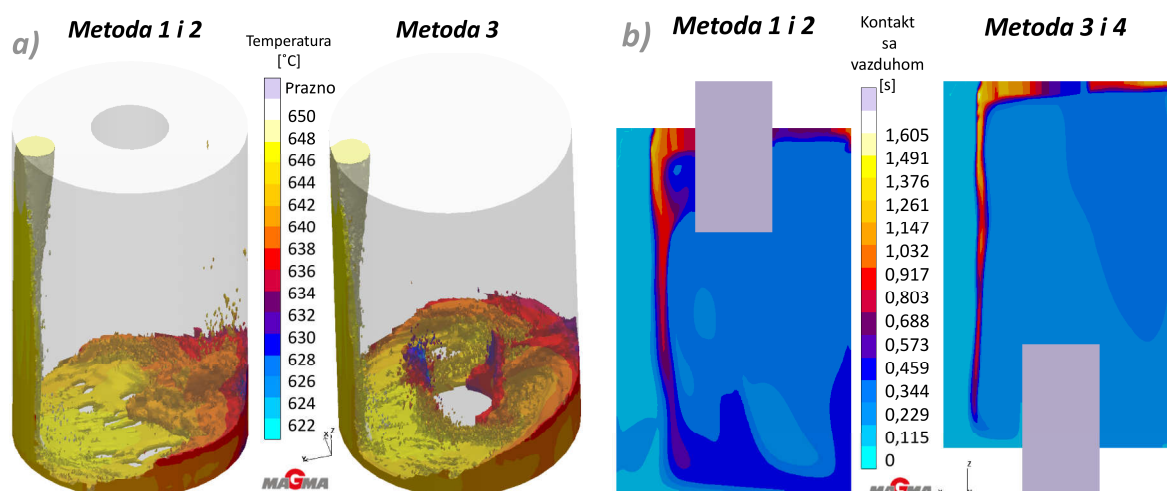
Tabela 12 Koncentracija grešaka rasta na površini (1mm²) TiAlN prevlake pre i posle poliranja

6.2. Poređenje karakteristika eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka i karakteristike ponašanja dobijenih uzoraka u testovima izvlačenja

Sagledavanjem tehnoloških karakteristika metoda za izradu sklop uzoraka konstatovano je da se metode izrade sklop uzoraka mogu modifikovati i unaprediti u cilju dobijanja boljeg kvaliteta rezultata testa izvlačenja. Razvijena je nova metoda koju je bilo potrebno uporediti sa postojećim i utvrditi njene prednosti i kvalitet rezultata testova izvlačenja koji se postižu sa njenom primenom. Utvrđivanje karakteristika i poređenje prethodno korišćenih i novopredložene metode (u dve varijante) je izvršeno sa više aspekata koji se mogu podeliti u tri grupe. U prvu grupu spadaju karakteristike procesa tečenja i očvršćavanja tečnog metala prilikom livenja u kokilu i termičke karakteristike tih procesa. Druga grupa predstavlja karakteristike kontakta odlivka i eksperimentalnog trna odnosno geometrijske i strukturne karakteristike materijala odlivka u toj zoni. Treća grupa predstavlja karakteristike krive izvlačenja koje se koriste za ocenu tendencije lepljenja livenje legure za ispitivane površine trnova.

6.2.1. Numeričke simulacije eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka

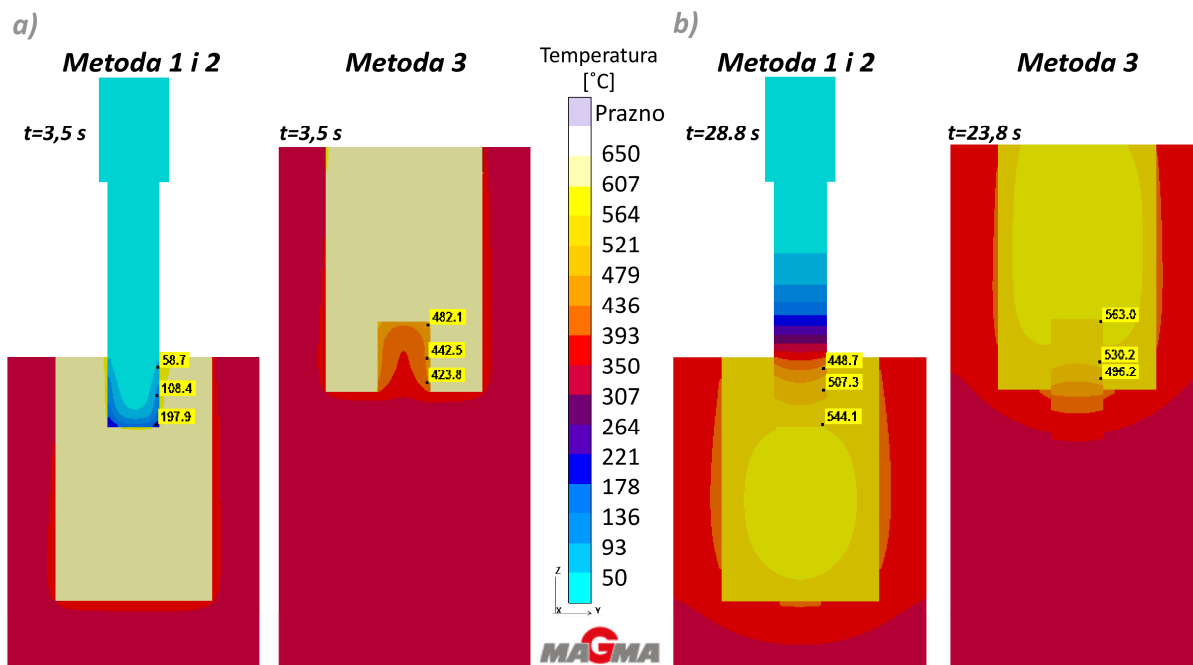
Prilikom analize rezultata numeričkih simulacija razmatrani su parametri i karakteristike procesa od kojih najviše zavisi kvalitet kontakta odlivak-trn kao i parametri kojima se ocenjuje verodostojnost oponašanja ispitivanog procesa. Važno je napomenuti, da rezultati simulacije metode 3 samo delimično opisuju proces koji se odvija kod metode 4 i stoga će se za metodu 4 navoditi samo pojedini rezultati procesa livenja.



Slika 59 Rezultati numeričkih simulacija: a) izgled fronta liva na početku procesa ulivanja (0,28 s); b) raspodela materijala po vremenu kontakta sa vazduhom prilikom ulivanja u kokilu (prikazan je momenat na kraju procesa ulivanja)

Proces tečenja metala koji se odvija prilikom popunjavanja kalupne šupljine može u značajnoj meri da utiče na kvalitet kontakta odlivak-trn. U ovom procesu, turbulencija i zahvatanje površinskih oksida ima najveći uticaj na karakteristike odlivka. Na slici 59a je za sve ispitivane metode, prikazan je jedan momenat na početku popunjavanja kokile sa tečnim metalom. Odatle se može videti da se kod svih metoda na početku procesa ulivanja pojavljuje prilična površinska turbulencija tečnog metala, koja se smanjuje kada se kokila donekle popuni livom. Prilikom popunjavanja kokile kod metode 3 dolazi do izraženije turbulencije jer se eksperimentalni trn nalazi u zoni prvog i povratnog udara struje liva. Na slici 59b prikazani su rezultati numeričkih simulacija rasporeda materijala u odlivku po vremenu provedenom u kontakta sa vazduhom. U slučaju svih primenjenih metoda livenja materijal koji je najduže vreme proveo u kontaktu sa vazduhom (najoksidisaniji liv) uglavnom je lociran u gornjim delovima odlivka. To je u slučaju livenja sa metodama 1 i 2 region u kojem je eksperimentalni trn uronjen u odlivak, a u slučaju livenja sa novim metodama 3 i 4, to je zona odlivka koja je udaljena od

lokacije u kojoj je trn u kontaktu sa odlivkom. Može se primetiti pojas oksidisanog metala koji se proteže skoro do dna odlivka, a posledica je povlačenja strujom liva koji se uliva na toj strani odlivka. Važno je napomenuti da se u slučaju izrade sklop uzorka primenom metode 1 eksperimentalni trn uranja u liv (odlivak) nakon što je izvršeno ulivanje liva u šupljinu oblika cilindra. Shodno prethodno opisanim rezultatima, prilikom uranjanja trna u liv dolaziće do povlačenja sloja oksidisanog liva u dubinu odlivka i do njegovog raspoređivanja oko trna.

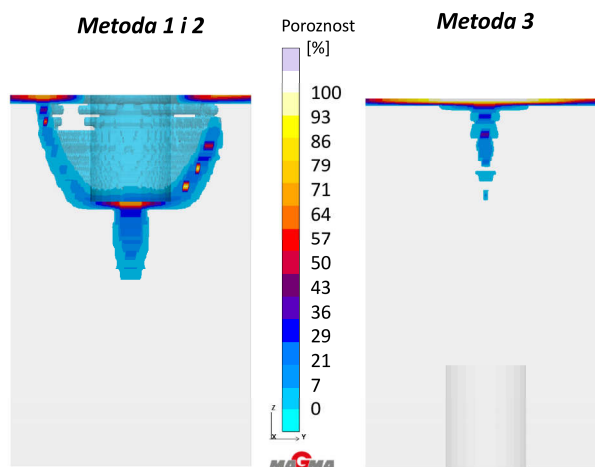


Slika 60 Rezultati numeričkih simulacija, temperaturno polje: a) nakon ulivanja metala u kokilu (3,5 s); b) u momentu dostizanja najviše temperature trna (28,8 s; 23,8 s)

Poznavanjem temperaturnog polja odlivka i alata nakon procesa ulivanja tečnog metala stiče se uvid u mogućnost odvijanja metalurških procesa lepljenja na ispitivanim površinama kontakta. Na slici 60 prikazani su rezultati numeričkih simulacija sa prikazom temperaturnog polja kokile za dva različita momenta prilikom očvršćavanja odlivka. Odnosno, momenta kada je završeno ulivanje tečnog metala (slika 60a) i momenta kada trnovi postižu najviše površinske temperature (slika 60b). Odatle se može videti da su temperaturna polja kokila prilično slična ali da postoji znatna razlika u temperaturnim poljima trnova. U slučajevima primene metoda 1 i 2 najveće temperature kontakta trna i odlivka, u momentu nakon ulivanja, ne prelaze 200 °C, a većina trna je na polaznoj, sobnoj temperaturi (slika 60a). Sa druge strane u slučaju primene metode 3, nakon ulivanja trnovi svojim većim delom imaju temperature preko 320 °C, a u zonama kontaktu sa livom dostižu i do 480 °C (slika 60a). Posledica tolike razlike u temperaturama za različite metode je razlika u njihovoj polaznoj temperaturi. Najviše temperature koje trnovi postižu prilikom livenja sa metodama 1 i 2 su niže (545 °C) nego što je to slučaj kod livenja sa metodom 3 (563 °C) (slika 60b). Takođe, te najviše temperature trnova se kod metoda 1 i 2 postižu nešto kasnije (28,8 s) nego što je to slučaj kod metode 3 (23,8 s). Sa slike 60b se takođe može videti da se trnovi prilikom livenja sa metodom 3 ravnomernije zagrevaju, jer imaju manju promenu temperature po svom preseku.

Da bi se procenio kvalitet odlivka sa aspekta njegovog oblika i kompaktnosti potrebno je analizirati način njegovog očvršćavanja. Analize ovog tipa pored uvida u temperaturna polja obavezno uključuju parametar udela čvrste faze kao i specijalne kriterijume za ocenu sklonosti ka nastanku usahlina i poroznosti. Na slici 61 prikazan je rezultat numeričke simulacije odnosno sklonost ka nastanku poroznosti. Na ovim slikama zone koje nisu svetlo sive boje predstavljaju zone odlivka sa povećanom verovatnoćom nastanka usahlina ili poroznosti usled skupljanja. Sa slika se jasno vidi da je u svakom od ispitivanih slučajeva zona koja je sklona formiranju usahlina i poroznosti zona u vrhu odlivka. U slučaju primene metoda 1 i 2, zona koja je najsklonija formiranju usahlina je ujedno i zona u kojoj trn dolazi u kontakt sa odlivkom. To znači da postoji veoma velika verovatnoća da sklop uzorci

izrađeni sa ovim metodama (1 i 2) neće imati kontinualni kontakt između trna i odlivka. Sa druge strane, odlivci koji se izrađuju primenom metode 3 (čak i 4), očvršćavaju tako da su zone u kojoj nastaju usahline i poroznost daleko od zona u kojima su eksperimentalni trnovi u kontaktu sa odlivkom. Odnosno, zone u kojima je uronjen trn u odlivak poseduju dobro hranjenje tečnim metalom tokom očvršćavanja.



Slika 61 Prikaz sklonosti ka nastanku poroznosti, mogući procenat poroznosti

6.2.2. Morfološke karakteristike površina uzoraka (odlivaka i trnova sa nalepom) nakon različitih metoda livenja

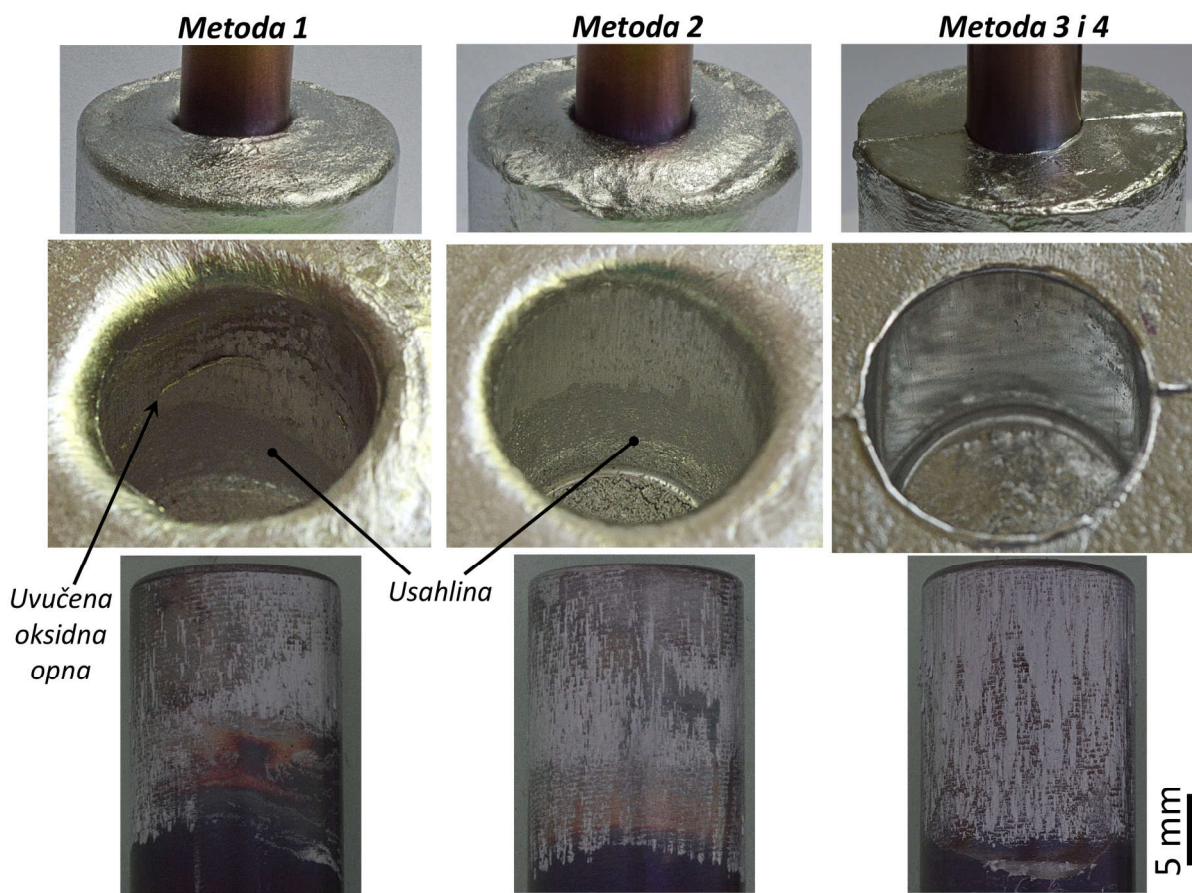
Verodostojnost, tačnost i ponovljivost rezultata testa izvlačenja jako zavisi od kvaliteta sklop uzorka koji je dobijen određenom metodom livenja. Najvažnije osobine sklop uzorka od kojih zavise rezultati i kvalitet testa izvlačenja su: dubina uranjanja trna u odlivak, ravnomernost dubine uranjanja, povlačenje liva na mestu uranjanja trna u odlivak i prisustvo oksida ili usahlina u kontaktu odlivak-trn. Analizom morfologije površine odlivka na mestu uranjanja trna u odlivak, morfologije i kompozicije površine odlivka koji je formiran sa trnom i morfologije nalepa na trnu nakon testa izvlačenja dobijaju se važne informacije o kvalitetu testa izvlačenja. Vizuelnim optičkim pregledom (povećanjima od nekoliko desetina puta) sklop uzorka, odlivka i trnova nakon izvlačenja dobijeni su kvalitativni rezultati koji su predstavljeni u nastavku.

Na slici 62 sumirani su najreprezentativniji rezultati vizuelnih optičkih analiza sklop uzoraka i njihovih elemenata koji su izrađeni različitim metodama livenja. Sklop uzorci dobijeni metodama 1 i 2 karakterišu se upuštenom površinom odlivka (povlačenjem liva) na mestu uranjanja trna (slika 62 gore). Takođe je na ovim lokacijama primećena izrazita naboranost površina u blizini trna što potvrđuje prisustvo debljih površinskih oksida aluminijuma. Razdelna linija odlivak-trn-okolina, koja bi u idealnim slučajevima trebala da bude kružnica, kod sklop uzoraka dobijenih metodama 1 i 2 je nepravilna linija. Iz tih razloga je i dubina uranjanja trna u odlivak neravnomerna. Generalno cela gornja čeona površina uzorka je kod ovih uzoraka (metode 1 i 2) nepravilnog oblika sa udubljenjima i ispupčenjima.

Kod sklop uzoraka dobijenih metodama 3 i 4 izgled površine odlivka i odnosi između trna i odlivka se veoma razlikuju od prethodne dve metode. Gornje čeone površine odlivaka su kod ovih uzoraka veoma ravne i glatke, ne postoji upušten oblik površine na mestu uranjanja trna u odlivak, odnosno čeona površina odlivka je normalna na cilindar trna. Stoga, razdelna linija ima oblik skoro pravilne kružnice što ukazuje na to da je dubina uranjanja kod ovih uzoraka konstantna.

Površine rupa formirane trnom (slika 62 sredina) se kod odlivaka metode 1 sastoje od debelih oksidnih opni i usahlina koje se prostiru u relativno širokom pojasu. Kod uzoraka formiranih metodom 2 površine rupa se u najvećem broju slučajeva karakterišu prisustvom usahlina ali i kod njih se pojavljuju oksidne opne koje se prostiru aksijalno po cilindričnoj površini. Kod odlivaka proizvedenih metodom 1 i 2 primećena je pojava i većih usahlina na dnu rupe, ispod čela trnova. Površine rupa kod odlivaka izrađenih metodom 3 i 4 su glatke i bez prisustva oksidnih opni i makro usahlina koje se pojavljuju kod odlivaka dobijenih metodama 1 i 2. Zbog prisustva oksidnih opni i usahlina na kontaktim

površinama, stvarna površina kontakta odlivak-trn je manja ili ne reprezentuje kontakt materijala koji se izučava.



Slika 62 Izgled reprezentativnih uzoraka i detalji njihovih elemenata dobijenih različitim metodama livenja, od gore ka dole: detalji sklop uzorka na mestu uranjanja trna; detalji kontaktnih površina odlivka sa trnovima; izgled H11-NH trnova nakon izvlačenja

Morfologija nalepa na trnovima (slika 62 dole) samo dodatno potvrđuje karakteristike odlivaka (kontakta odlivak-trn) koje su utvrđene u prethodno predstavljenim analizama. Na ovim slikama najsvetliji materijal (bele boje) predstavlja nalep od legure aluminijuma, a najtamnija polja su netaknute površine trnova. Što je veća neravnomernost pokrivenosti sa nalepom to je stvarna površina kontakta odlivak-trn manja. Trnovi izvučeni iz sklopova odlivenih metodom 1 su najneravnomernije prekriveni sa slojem nalepa što znači da su njihove površine kontakta sa odlivkom zapravo najmanje. Kao posledica prisustva usahlina u kontaktu, gornji levi deo trna (slika 62 metoda 1) nije pokriven sa nalepom, a donji desni deo trna je bio u slabom kontaktu sa odlivkom preko oksidnih opni koje su u tu zonu uvučene prilikom uranjanja trna u rastop. Na ovom trnu može se primetiti i neravnomernost razdelne linije odnosno dubine uranjanja trna u odlivak, što je karakteristično za ovu metodu.

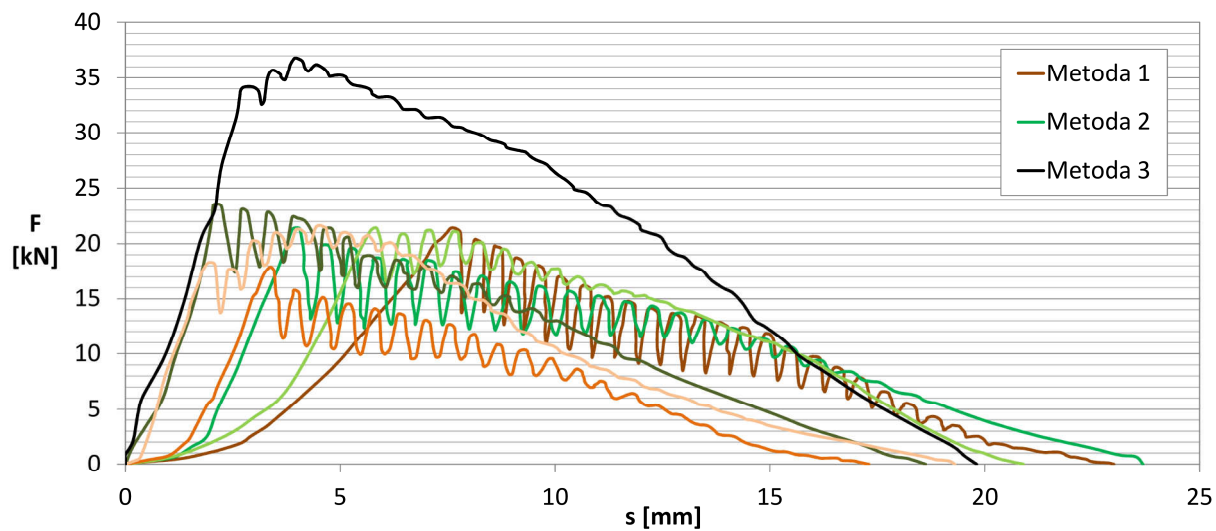
Trnovi izvučeni iz sklopova dobijenih metodom 2 (slika 62 dole sredina) imaju nešto ravnomerniju pokrivenost sa nalepom koja se uglavnom na vrhu trna prekida usled prisustva većih usahlina na dnu rupe odlivka. Pored toga kod ovih trnova usahlina se često javljaju i u pojasu oko sredine uronjenog dela trna u odlivak. Kod metode 2, prisustvo oksidnih opni u kontaktu ima tipičan karakter. One se javljaju u vidu trakastih aksijalnih neravnomernosti nalepa koje se protežu od razdelne linije prema čelu trna (vidi donji desni deo trna na slici 62). Slično kao i kod metode 1 na trnovima metode 2, razdelna linija trna nije pravilna što ukazuje na to da dubina uranjanja nije ravnomerna.

Trnovi iz sklopova dobijenih metodama 3 i 4 (slika 62 dole desno) karakterišu se najravnomernijom raspodelom nalepa po površini. Kod njih je u vrlo malom broju slučajeva došlo do pojave manjih neprekrivenih površina sa nalepom, čemu može biti uzrok nastanak manjih usahlina. Stoga se ovi sklop uzorci karakterišu veoma velikom površinom kontakta odlivak-trn. Kod trnova iz

metoda 3 i 4 dolazilo je do nastanka manjih nepravilnosti na razdelnoj liniji, koja je posledica nastanka tankog srha usled nepreciznosti kokile (većeg zazora) na mestu ulaska trna u kalupnu šupljinu. U pogledu ravnomernosti dubine uranjanja trna u odlivak sklop uzorci proizvedeni metodom 3 i 4 imaju najveću tačnost koja se kreće ispod 0,5 mm.

6.2.3. Rezultati testa izvlačenja trnova iz sklopova izrađenih različitim metodama livenja

Krajnji cilj poređenja različitih metoda za izradu sklop uzoraka je bio da se ustanovi da li postoji razlika u rezultatima testa izvlačenja za istu vrstu uzoraka. Metode 1 i 2 su izvedene sa tri ponavljanja dok je metoda 3 zbog tehničkih poteškoća sa eksperimentalnom opremom uspešno izvedena samo jednom. U nastavku su prikazani rezultati testa izvlačenja u obliku krivih izvlačenja, maksimalnih sila izvlačenja i rada sile izvlačenja.



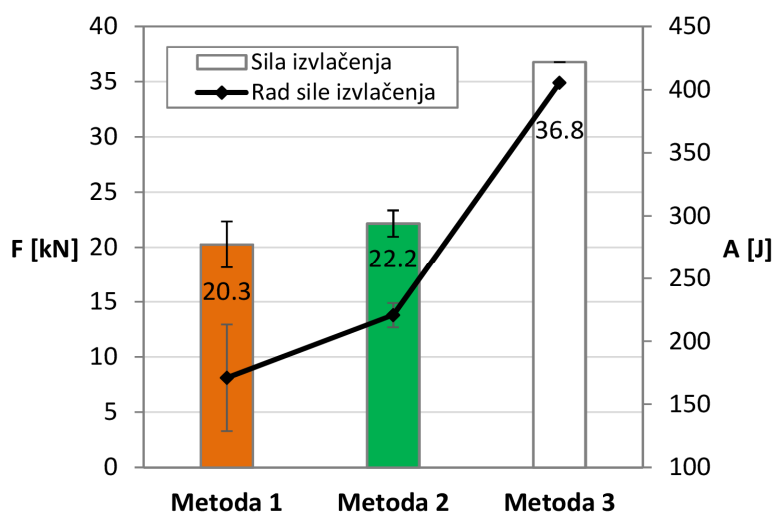
Slika 63 Krive izvlačenja dobijene za različite metode izrade sklop uzorka, F-sila izvlačenja, s-predeni put tokom izvlačenja

Na slici 63 prikazane su sve krive izvlačenja dobijene za različite metode livenja. Analizom krivih izvlačenja došlo se do sledećih saznanja o karakteristikama koje su tipične za sve krive izvlačenja. Na početku testa izvlačenja, sila izvlačenja raste do momenta kada se trn oslobodi čvrste veze sa odlivkom i započne klizanje. Sila koja je potrebna da se započne oslobađanje trna uglavnom je ujedno i najveća sila koja se postigne tokom testa izvlačenja i ona će se u nastavku oslovljavati kao maksimalna sila izvlačenja. Nakon dostizanja maksimalne sile izvlačenja, sila je u konstantnom padu, skoro linearnog karaktera, do momenta potpunog izvlačenja trna iz odlivka. Oblik krive tokom pada sile može da bude različit i to: oblika zuba testere (testerastog oblika) i približno ravna ili blago zakrivljena linija. Ustanovljeno je da oblik krive zavisi od parametara hrapavosti što će se detaljno razmatrati kod narednih rezultata prikazanih u poglavljima 6.4.1.1 i 7.6.1. Kvantitativno izražavanje tendencije lepljenja će se kod testa izvlačenja vršiti naspram maksimalne sile izvlačenja (F) i naspram rada sile izvlačenja (A) (površine obuhvaćene krivom izvlačenja i apscisom dijagrama). Stoga je i poređenje različitih metoda izrade sklop uzoraka izvršeno naspram tih parametara. U klasifikaciji ponašanja uzoraka maksimalna sila izvlačenja predstavlja karakteristiku uparenih materijala i ona se naziva sila izvlačenja.

Analizom dijagrama sa slike 63 uočava se velika razlika u krivama izvlačenja izmerenih za metode 1 i 2 i za metodu 3. Kod metode 3 je postignuta znatno viša maksimalna sila izvlačenja, a očigledna je i veća površina ispod krive izvlačenja u odnosu na metode 1 i 2. Što se tiče oblika krivih izvlačenja, između metoda 1 i 2 ne uočava se značajna razlika dok je u odnosu na njih kod metode 3 izostao izraženi testerasti oblik krive u delu pada sile izvlačenja.

Dijagram na slici 64 sumarno prikazuje srednje vrednosti maksimalne sile izvlačenja i vrednosti rada sile izvlačenja za različite metode izrade sklop uzoraka. Odatle se može videti da su najmanje

vrednosti sila i rada izvlačenja (20,3 kN; 171 J) postignute za metodu 1, a isto tako i da su rasipanja merenih vrednosti najveća. Kod metode 2 vrednosti sila izvlačenja i rada sila su neznatno više (22,3 kN; 220,8 J) pri čemu je rasipanje rezultata ovih ispitivanja primetno manje. Kao što se moglo videti i sa dijagrama krivih izvlačenja, najveća vrednost sile izvlačenja zabeležena je za novopredloženu metodu izrade sklop uzoraka, metodu 3. Kod metode 3 izmerena sila izvlačenja je 36,8 kN, a rad sile izvlačenja je 405 J što znači da je sila za oko 75% viša, a rad sile izvlačenja je za oko 100% veće vrednosti nego kod metoda 1 i 2. Dodatno, poređenjem metoda 1 i 2 sa metodom 3 može se videti da su razlike u izmerenim vrednostima znatno veće od ± 1 standardne devijacije (SD) rezultata merenja koje su utvrđene za metode 1 i 2. Vrednosti SD merenja se kreću ispod 10 % vrednosti za maksimalne sile izvlačenja i rada sile izvlačenja osim kod metode 1 gde se vrednosti SD za rad sile izvlačenja se kreću oko 25 %. Vrednosti rasipanja merenja za metodu 3, mogu se videti u tabeli 14, gde su predstavljeni rezultati merenja za trnove sa različitim slojevima (materijalima) koji su predmet istraživanja disertacije.



Slika 64 Srednje vrednosti maksimalnih sila izvlačenja (F) i rada sile izvlačenja (A) za različite metode izrade sklop uzoraka, prikazana rasipanja predstavljaju vrednost ± 1 SD

6.3. Rezultati analize krivih hlađenja – termičke analiza procesa očvršćavanja odlivka

U tabeli 13 su prikazani parametri koji su određeni iz krivih hlađenja (temperatura, vreme) za različite eksperimentalne metode koje su primenjene za ispitivanje predmetnih materijala u ovom radu. Vrednosti koje su prikazane u toj tabeli su srednje vrednosti više merenja koje su predstavljene sa rasipanjem merenih vrednosti u obliku standardne devijacije (SD). Ukupna vremena očvršćavanja koja su prikazana u tabeli se kod eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja odnose na zbir vremena zadržavanja i vremena očvršćavanja odlivka nakon toga. To je stvarno vreme koje je trn proveo u kontaktu sa tečnom legurom aluminijuma do njenog potpunog očvršćavanja.

Poslednji maksimum na krivama brzine hlađenja (slika 43) predstavlja izlučivanje eutektikuma Al–Si–Cu [151,154]. U svim ispitivanim slučajevima se pokazalo da do potpunog očvršćavanja legure dolazi nakon izlučivanja Al–Si–Cu eutektikuma koji u zavisnosti od uslova očvršćavanja ne mora da se izluči, već se umesto njega izlučuju bakarne faze. Nulta linija brzine hlađenja preseca brzinu hlađenja nakon izlučivanja Al–Si–Cu eutektikuma. Naspram veličine površine koju ove dve linije obrazuju među sobom može se konstatovati da se Al–Si–Cu eutektikum izlučuje u momentu kada postoji do oko 5% tačne faze (slika 43).

Kod eksperimenata sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO) utvrđeno je da postoje znatne razlike u maksimalnim temperaturama i vremenima očvršćavanja kada se merenja izvode u osi odlivka i uz eksperimentalni trn. Kod merenja uz trn je ustanovljeno da su maksimalne temperature odlivka koje se postižu, približne temperaturi nukleacije primarnih dendrita Al ($\sim 585^{\circ}\text{C}$) odnosno početku

očvršćavanja. U takvim slučajevima odlivak uz trn očvršće za 130 s. Sa druge strane, kod merenja u osi odlivka, zabeležene su znatno više maksimalne temperature ($\sim 648^{\circ}\text{C}$), a očvršćavanje traje 217 s. Važno je napomenuti da je usled nepravilnosti u radu termoparova uspešno bilo izvedeno samo jedno merenje kod KO eksperimenata, te vrednosti devijacije nisu mogle biti date u tabeli 13.

Kod oba eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja ZO5 i ZO20 nakon perioda zadržavanja odlivci imaju više maksimalne temperature (621°C i 676°C) i duža vremena očvršćavanja odlivka (848 i 888 s). Iako se među njima javlja razlika u maksimalnim temperaturama, vremena očvršćavanja odlivka su im veoma približna. Kod obe metode maksimalne temperature su znatno iznad temperature početka nukleacije primarnih dendrita Al što znači da očvršćavanje u tom trenutku još nije započeto.

Ukupna vremena očvršćavanja kod ZO5 i ZO20 eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja su znatno duža od KO eksperimenata i to za slučaj ZO5 oko 9 puta duža, a za slučaj ZO20 16 puta duža. Međutim, ovde je važno napomenuti da takođe postoje razlike i u maksimalnim temperaturama odlivka i u kinetici procesa što se vidi iz poređenja intervala očvršćavanja $\Delta t_{\text{očv}}$ i vremena do nukleacije privih dendrita $\tau_{\text{N}}^{\text{Al}}$.

Ekspiriment	Najvišja temperatura odlivka T_{MAX} [°C]	Temperatura nukleacije primarnih dendrita α -Al likvidus, T^{AL}_N [°C]	Vreme do nukleacije primarnih dendrita α -Al, τ^{AL}_N [s]	Solidus temperatura T_{SOL} [°C]	Vreme očvršćavanja odlivka τ_{SOL} [s]	Period zadržavanja očvršćavanja τ_{ZO} [s]	Interval očvršćavanja $\Delta\tau_{očv}$ [s]	Ukupno vreme očvršćavanja odlivka $\tau_{SOL UK}$ [s]
KO (termopar uz trn)	583	-	-	469	130	-	-	130
<i>SD vrednosti</i>	4,4	-	-	10,6	26,4	-	-	26,4
KO	648	595	17,4	475	217	-	200	217
<i>SD vrednosti</i>	-	-	-	-	-	-	-	-
Z05	621	586	553	482	848	300	595	1148
<i>SD vrednosti</i>	49	0,9	17	2,3	28,3	-	12,4	28,3
Z020	676	587	1486	482	888	1200	601	2088
<i>SD vrednosti</i>	6,7	1,3	17	3,0	10,6	-	6,3	10,6

KO-eksperiment sa konvencionalnim očvršćavanjem, Z05-eksperiment sa zadržavanjem očvršćavanja od 5 min, Z020-eksperiment sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min

Tabela 13 Karakteristični parametri očvršćavanja dobijeni iz krivih hlađenja, srednje vrednosti više merenja (SD-standardna devijacija merenja)

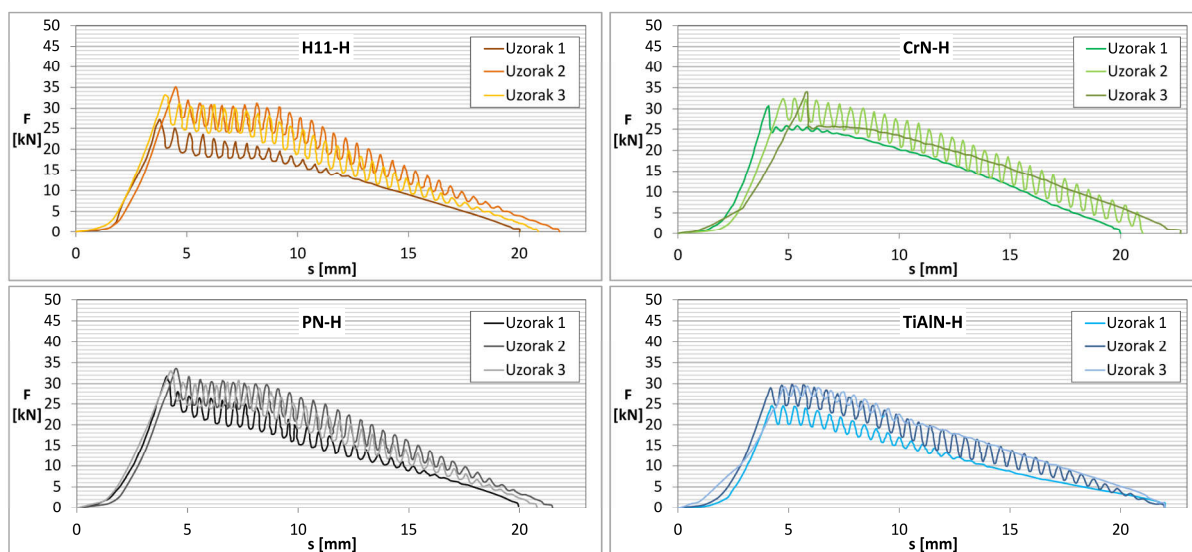
6.4. Rezultati testova izvlačenja trnova

Kvantitativno izražavanje tendencije lepljenja livene legure za ispitivane materijale (slojeve) trnova je izvršeno uz pomoć vrednosti dobijenih iz testova izvlačenja, odnosno iz krivih izvlačenja. Kako se eksperimenti sa konvencionalnim (KO) i zadržavanjem očvršćavanja (ZO) znatno razlikuju u prisutnim hemijsko-metalurškim procesima u nastavku će se ovi rezultati odvojeno prikazati. Pored toga rezultati testova izvlačenja su odvojeno predstavljeni za trnove koji pripadaju različitim grupama po obliku trna i nivou hrapavosti.

6.4.1. Izvlačenje trnova iz sklopova dobijenih konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

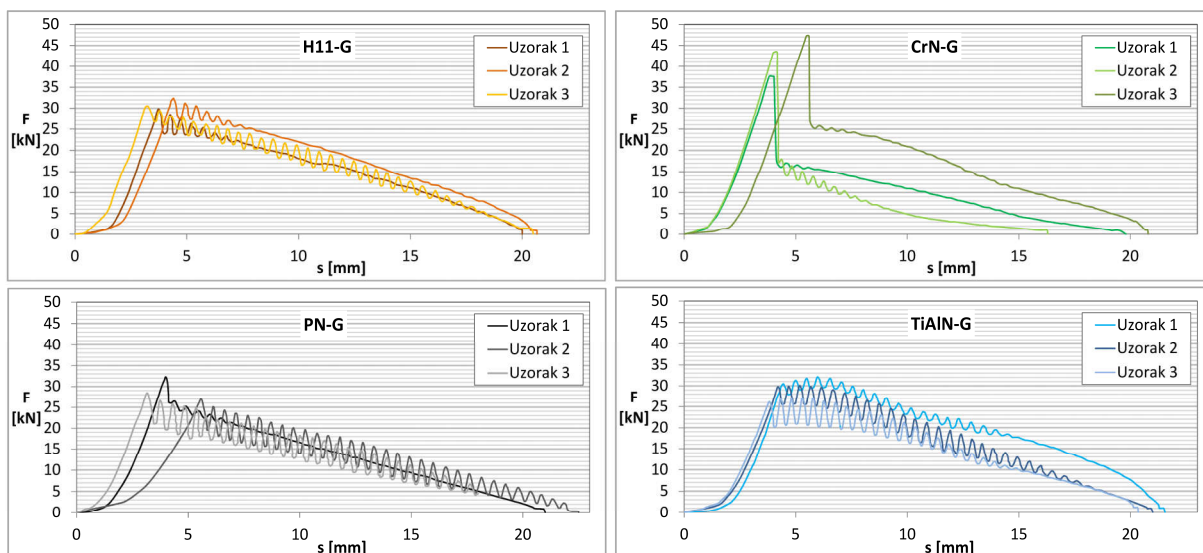
6.4.1.1. Krive izvlačenja cilindričnih trnova

Krive izvlačenja dobijene za hrapavu grupu trnova prikazane su na slici 65. Za grupu hrapavih trnova tipično je da nakon dostizanja maksimuma dolazi do pada vrednosti sile koja je praćena oscilacijom njene vrednosti sa pređenim putem, odnosno veći deo krive izvlačenja ima testerasti oblik. Deo krive u kojem dolazi do oscilacija sile izvlačenja odnosi se na period nakon inicijalnog oslobađanja trna od čvrste veze sa odlivkom kada dolazi do njegovog klizanja po površini odlivka i na kraju do potpunog izvlačenja. Kod određene grupe materijala, krive izvlačenja različitih uzoraka se ne razlikuju mnogo po obliku i vrednostima sile izvlačenja, pa se može smatrati da je ponovljivost rezultata eksperimenata adekvatna. Najveće razlike u krivama izvlačenja i izostanak testerastog oblika krive se javio kod CrN-H grupe uzoraka. Međusobnim poređenjem krivih i vrednosti maksimalnih sile izvlačenja različitih materijala može se videti da ne postoje znatne razlike u ponašanju materijala u ovom testu. Maksimalne sile izvlačenja za sve materijale su okvirno oko 30 kN.



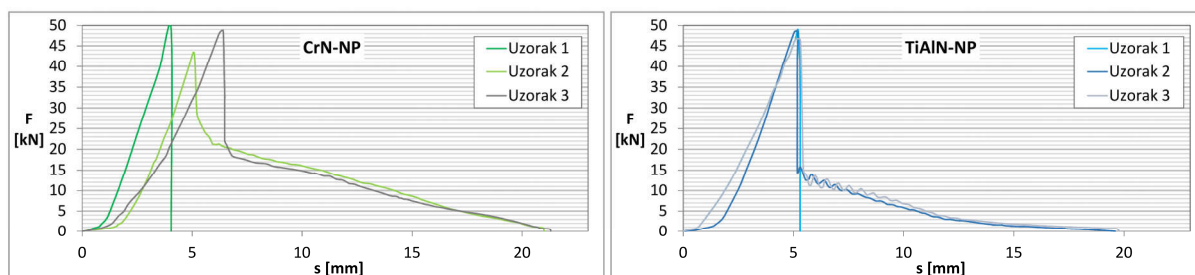
Slika 65 Krive izvlačenja cilindričnih hrapavih (H) trnova livenih sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Na slici 66 prikazane su krive izvlačenja za grupu glatkih cilindričnih trnova. Kod polovine trnova iz ove grupe se nije pojavio testerasti oblik krive. Kod trnova kod kojih se pojavila oscilacija sile, ona je manje izražena nego kod grupe hrapavih uzoraka. Kod glatkih uzoraka nakon dostizanja maksimalne sile izvlačenja dolazi do skoro linearnog pada sile uz eventualnu pojavu blagog testerastog oblika krive. Za određeni materijal (grupu uzoraka), među uzorcima se javljaju veoma male razlike u pogledu oblika krivih izvlačenja i vrednosti sile izvlačenja. Vrednosti maksimalnih sile izvlačenja za H11-G, PN-G i TiAlN-G su približne i kreću se oko 28 kN. Kod glatkih uzoraka za CrN-G su dobijene najviše vrednosti maksimalnih sile izvlačenja (~43 kN) i dobijen je specifičan oblik krive sa izraženim delom maksimuma. Kod njih nakon dostizanja maksimalne sile dolazi do naglog pada vrednosti sile izvlačenja (za više od 20 kN) nakon čega sledi skoro linearni pad sile do potpunog izvlačenja trna.



Slika 66 Krive izvlačenja cilindričnih glatkih (G) trnova livenih sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Krive izvlačenja za naknadno polirane uzorke sa prevlakama su prevlakama su prikazane na slici 67. Kod obe grupe uzoraka javio se oblik krive sa izraženim maksimumom, a usled tehničkih problema prilikom testa izvlačenja u dva slučaja krive izvlačenja nisu snimljene do kraja, već samo do postizanja maksimalne sile izvlačenja. Može se videti da je ponovljivost izgleda krivih i maksimalnih sila izvlačenja prilično dobra kod obe prevlake. Između različitih prevlaka ne pojavljuju se velike razlike u pogledu vrednosti maksimalnih sila izvlačenja i one se kreću oko 48 kN.



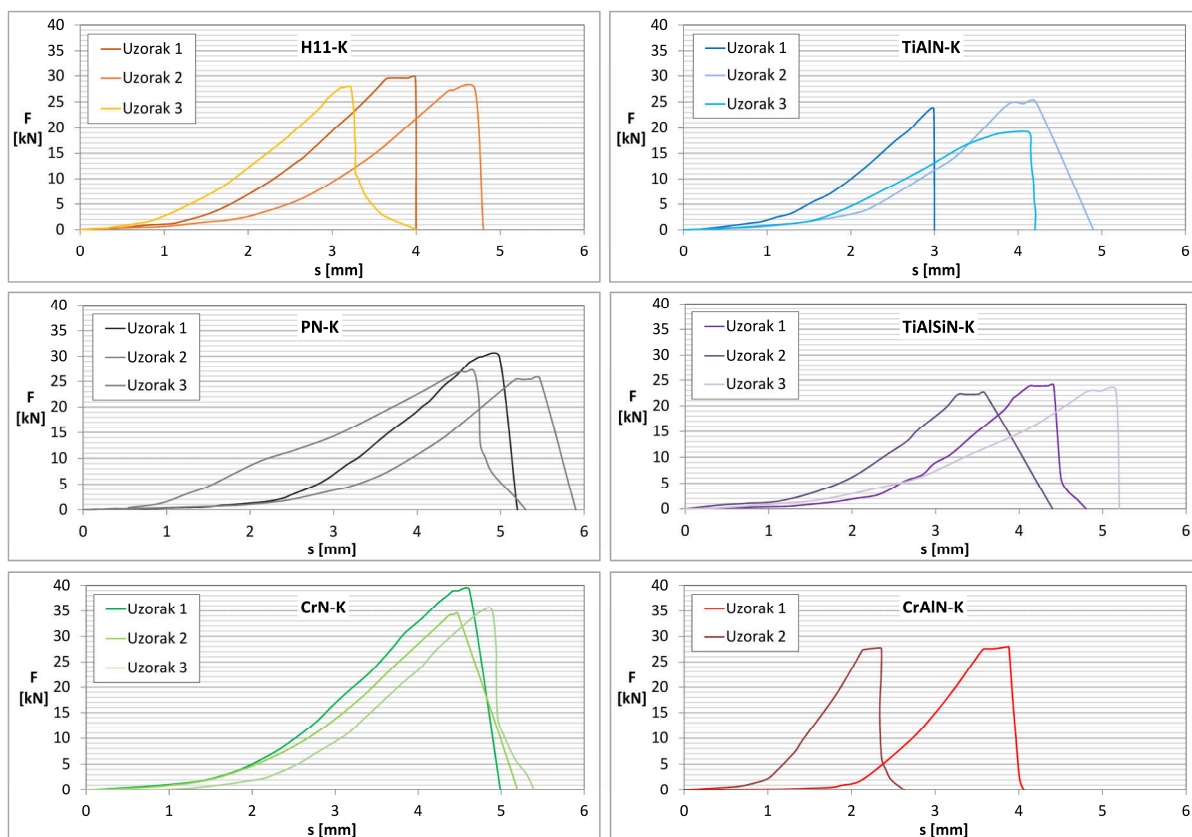
Slika 67 Krive izvlačenja cilindričnih naknadno poliranih (NP) trnova livenih sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

6.4.1.2. Krive izvlačenja koničnih trnova

Krive izvlačenja snimljene za konične trnove od različitih materijala i prevlaka su prikazane na slici 68. Oblik krive izvlačenja se razlikuje od oblika krivih snimljenih za ravne cilindrične trnove. Kod koničnih trnova nakon postizanja maksimalne sile izvlačenja dolazi do naglog pada sile na nulu jer momentalno dolazi do potpunog izvlačenja trna iz odlivka. Razlike u oblicima dijagrama izvlačenja za isti i različite vrste materijala su veoma male i one se pripisuju načinu zapisivanja dijagrama. Poređenjem krivih izvlačenja za određeni materijal vidi se da je ponovljivost testova izvlačenja na visokom nivou. Najviše vrednosti maksimalne sile izvlačenja zabeležene su za CrN-K uzorke (36 kN), a između ostalih uzoraka u pogledu maksimalne sile izvlačenja postoje razlike koje su veoma male, reda veličine nekoliko kN.

Kao najrelevantniji parametar koji karakteriše tendenciju lepljenja uparenih materijala izabrana je maksimalna sila izvlačenja. Pored toga za sve ispitivane uzorke proračunat je rad sile izvlačenja koji predstavlja površinu koju kriva izvlačenja zaklapa sa apscisom koordinatnog sistema dijagrama. U slučajevima eksperimenata sa ponavljanjima merenja, za svaku grupu uzoraka su sile izvlačenja i rad sile izvlačenja određeni kao srednje vrednosti tri merenja. Za srednje vrednosti parametara su proračunate i standardne devijacije vrednosti (SD) i intervali poverenja (IP). Sve ove

vrednosti određene za različite vrste uzoraka iz različitih varijanti ispitivanja su sumarno prikazane u tabeli 14 na kraju poglavlja 6.4. U svrhu poređenja različitih vrsta uzoraka korišćena je srednja vrednost maksimalnih sila izvlačenja.



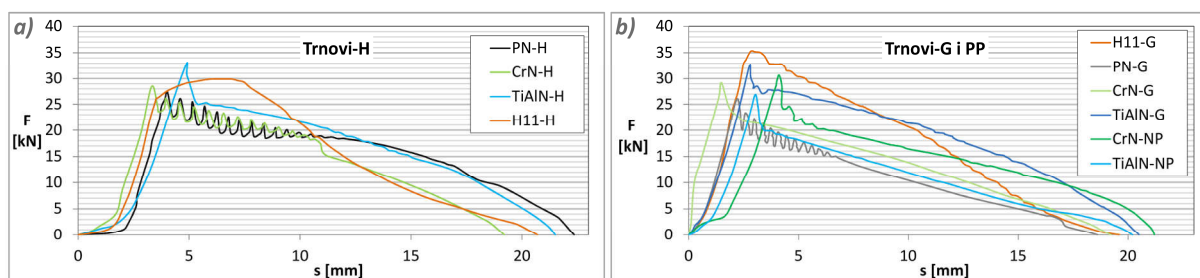
Slika 68 Krive izvlačenja za konične trnove (K) livene sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

6.4.2. Izvlačenje trnova iz sklopova dobijenih sa zadržavanjem očvršćavanja odlivka

Eksperimenti sa zadržavanjem očvršćavanja su izvedeni na celokupnom obimu uzoraka ali bez ponavljanja eksperimenata. Budući da je zadržavanje očvršćavanja izvršeno sa dva različita vremenska intervala (5 i 20 min) tako su i rezultati tih ispitivanja odvojeno predstavljeni.

6.4.2.1. Rezultati izvlačenja cilindričnih trnova

Krive izvlačenja dobijene za cilindrične uzorke livene sa zadržavanjem očvršćavanja od 5 min (ZO5) su za sve ispitivane slučajeve objedinjeno prikazane na slici 69. Za razliku od prethodnih rezultata, zbog preglednosti, rezultati su podeljeni u grupu hrapavih trnova i u grupu glatkih i naknadno poliranih trnova. Kod grupe hrapavih trnova testerasti oblik krive izvlačenja je prisutan samo u dva slučaja (PN-H i CrN-H) i može se primetiti da se maksimalne sile izvlačenja veoma malo razlikuju za različite materijale (29 kN). Za H11-H uzorak je dobijen zaobljen oblik krive izvlačenja koji se nije javljao u

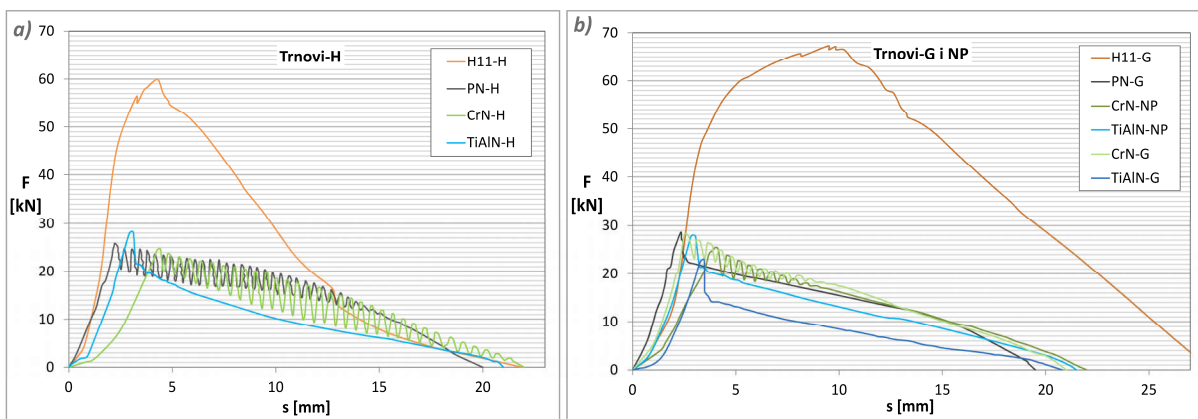


Slika 69 Krive izvlačenja za cilindrične trnove: a) hrapave (H); b) glatke (G) i naknadno polirane (NP), koji su liveni sa zadržavanjem očvršćavanja 5 min (ZO5)

prethodno prikazanim eksperimentima. Kod grupe glatkih i naknadno poliranih uzoraka u pogledu oblika krive izvlačenja postoji veoma mala razlika, a blaži testerasti oblik krive se pojavio samo kod PN-G uzorka. Vrednosti maksimalnih sila izvlačenja kod glatkih i naknadno poliranih uzoraka se kreću u dijapazonu od 25 - 35 kN pri čemu je najviša vrednost sile izvlačenja izmerena za H11-G uzorak 35 kN.

Krive izvlačenja dobijene za cilindrične uzorke livene sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min (ZO20) su za sve ispitivane slučajeve objedinjeno prikazani na slici 70. Kao i u slučaju ZO5 i ovde je u dva slučaja (PN-H i CrN-H) nastao testerasti oblik krive. H11-H uzorak i u ovom ispitivanju ima zaobljeni oblik krive i više od dvostruko više vrednosti maksimalne sile izvlačenja (60 kN) u odnosu na ostale uzorke (PN-H, CrN-H, TiAlN-H) između kojih postoji manja razlika i sila izvlačenja ne premašuje vrednosti od oko 28 kN.

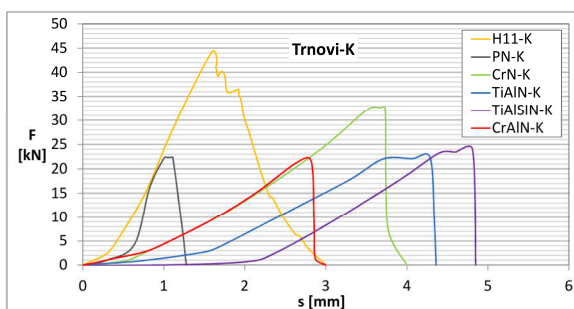
U grupi glatkih i naknadno poliranih trnova krive izvlačenja za većinu uzoraka imaju tipičan oblik. Testerasti oblik krive se pojavljuje samo kod CrN-G i CrN-NP uzoraka. Vrednosti maksimalnih sila izvlačenja se za većinu uzoraka kreću u sličnom dijapazonu (do 29 kN) kao i u slučaju hrapavih uzoraka, dok H11-G uzorak ima znatno drugačije ponašanje. Za H11-G uzorak kriva zaobljenog oblika postaje tipična, a maksimalna sila izvlačenja od 67 kN i u ovom slučaju više nego dvostruko premašuje ostale uzorke iz grupe.



Slika 70 Krive izvlačenja za cilindrične trnove: a) hrapave (H); b) glatke (G) i naknadno polirane (NP), koji su liveni sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min (ZO20)

6.4.2.2. Rezultati izvlačenja koničnih trnova

Krive izvlačenja za konične trnove koji su liveni sa zadržavanjem očvršćavanja postoje samo za eksperiment sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min. Krive izvlačenja za eksperiment sa 5 min zadržavanja očvršćavanja zbog tehničkih poteškoća nisu snimljene već su zabeležene samo vrednosti maksimalnih sila izvlačenja (tabela 14). Na slici 71 prikazane su krive izvlačenja za konične trnove za ZO20 eksperimente. Najviša vrednost maksimalne sile izvlačenja izmerena je za H11-K uzorak (44 kN). Za većinu uzoraka sa prevlakama (TiAlN-K, TiAlSiN-K, CrAlN-K) i plazma nitrirani uzorak (PN-K) su izmerene znatno niže ali približno iste vrednosti sile koje se kreću oko 23 kN. Jedino za CrN-K uzorak vrednost sile izvlačenja (33 kN) leži između vrednosti H11-K uzorka i ostalih uzoraka sa prevlakama.



Slika 71 Krive izvlačenja za konusne trnove (K) livene sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min

U tabeli 14 su prikazane srednje vrednosti maksimalnih sila izvlačenja i rada sile izvlačenja koje su određene za sve ispitivane slučajeve i varijante eksperimenata. Rasipanje vrednosti maksimalnih sila izvlačenja i rada sile izvlačenja su definisane standardnom devijacijom i intervalom poverenja koji su takođe predstavljeni u tabeli 14. Vrednosti standardnih devijacija maksimalnih sila izvlačenja su u najvećem broju slučajeva ispod 10% merene vrednosti dok za slučaj rada sile izvlačenja standardne devijacije znatno variraju i one su prosečno oko 15% izmerene vrednosti. Predstavljanjem rezultata sila i rada sile izvlačenja preko histograma i odgovarajućih vrednosti hrapavosti uzoraka se najefikasnije može izvršiti analiza ponašanja različitih vrsta ispitivanih uzoraka. Takve analize su sprovedene u poglavlju 7.6.

Oblik trna	Stanje površine	Uzorak	Konvencionalno očvršćavanje (KO)										Produženo očvršćavanje 5 min (ZO5)		Produženo očvršćavanje 20 min (ZO20)	
			Maks. sila izvlačenja [kN]	SD Maks. sila izvlačenja [kN]	IP Maks. sila izvlačenja [kN]	Rad sile izvlačenja [J]	SD Rada sile izvlačenja [J]	IP Rada sile izvlačenja [J]	Maks. sila izvlačenja [kN]	Rad sile izvlačenja [J]	Maks. sila izvlačenja [kN]	Rad sile izvlačenja [J]	Maks. sila izvlačenja [kN]	Rad sile izvlačenja [J]		
Cilindrični	Hrapavi	H11-H	31,7	4,15	4,70	296,70	50,3	56,9	29,9	298,7	60	298,7	298,7			
		PN-H	32,8	0,93	1,05	302,60	38,6	43,7	27,5	309,3	25,9	283,7	283,7			
		CrN-H	32,4	1,64	1,86	316,62	27,8	31,5	28,4	264,2	24,6	246,5	246,5			
	TiAIN-H	28,0	2,99	3,38	285,76	46,2	52,2	32,9	321,7	28,3	201,5	201,5				
	H11-G	31,0	1,36	1,54	301,97	20,9	23,7	35,3	324,9	67,2	1055,7	1055,7				
	PN-G	29,0	2,70	3,06	249,09	10,7	12,2	26,1	193,7	28,6	268,3	268,3				
Glatki	CrN-G	42,8	4,93	5,58	213,30	83,0	93,9	29,1	252,2	26,3	288,9	288,9				
	TiAIN-G	29,8	2,52	2,86	312,21	50,8	57,5	31,2	351,8	22,8	150,3	150,3				
	CrN-NP	47	3,10	3,51	194,57	2,2	3,1	30,6	277,5	25,4	265,3	265,3				
Konični	Hrapavi	TiAIN-NP	48	1,24	1,41	164,89	19,3	26,8	26,9	206,0	28,0	206,0	206,0			
		H11-K	28,3	1,11	1,25	40,39	3,1	3,6	29,8	-	44,5	55,8	55,8			
Konični	Hrapavi	PN-K	26,5	3,05	3,45	48,82	7,1	8,0	24,2	-	22,2	9,76	9,76			
		CrN-K	36,3	2,51	2,84	60,75	7,1	8,0	22,7	-	32,7	52,6	52,6			
		TiAIN-K	22,7	3,00	3,40	31,96	9,1	10,4	25,5	-	22,6	41,6	41,6			
		TiAISIN-K	23,2	0,80	0,90	37,19	4,5	5,1	25,6	-	24,0	36,1	36,1			
		CrAIN-K	27,9	0,07	0,10	24,15	2,1	2,9	28,3	-	21,6	26,3	26,3			

Tabela 14 Vrednosti maksimalnih sila izvlačenja i rada sile izvlačenja za konvencionalno i produženo očvršćavanje odlivka, SD-standardna devijacija vrednosti, IP-interval poverenja vrednosti

6.5. Izgled površine trnova nakon testova izvlačenja

Na trnovima nakon izvlačenja ostaje nalep od Al–Si–Cu legure čiji izgled, raspored i morfologija predstavljaju kvalitativne rezultate o ponašanju uzoraka u kontaktu sa Al–Si–Cu legurom. Ove vrste kvalitativnih rezultata su veoma važne jer se koriste za adekvatno tumačenje kvantitativnih rezultata koji su dobijeni iz krivih izvlačenja. Dodatno, izgled i morfologija nalepa na uzorcima daje informacije ne samo o načinu lepljenja Al–Si–Cu legure za površine trnova, već i o njenoj preraspodeli tokom testova izvlačenja.

6.5.1. Makroskopski izgled trnova nakon testa izvlačenja

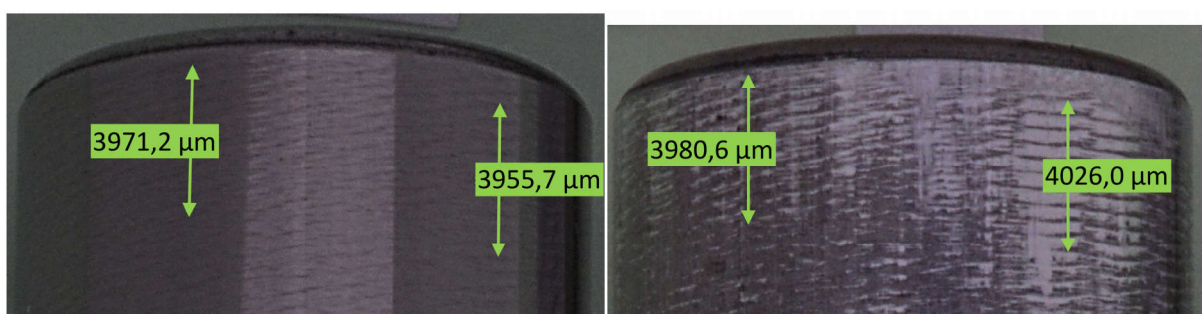
Pod makroskopskim izgledom trnova sa nalepom podrazumeva se vizuelni izgled trnova koji je snimljen optičkim uređajima sa malim uvećanjima od 5 do 10 puta. Na taj način se dobija uvid u globalan raspored nalepa na trnu sa strane uzorka sa koje je izvršeno snimanje. S obzirom na činjenicu da su ispitivani uzorci cilindričnog oblika, oni su snimljeni sa više različitih strana (po celom obimu). Međutim, u nastavku su prikazane slike najreprezentativnijih snimaka svakog uzorka.

6.5.1.1. Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Na slici 73 prikazan je makroskopski izgled reprezentativnih trnova nakon izvlačenja iz odlivka sa konvencionalnim očvršćavanjem. Na svim trnovima nalep se vidi kao najsvetlija belo-srebrna boja, a površine trnova bez nalepa su uvek tamnije boje. Pregledom svih uzoraka može se videti da nalep nije ravnomerno raspoređen kod svih trnova. Postoje mesta na trnovima na kojima se osim razlike u prekrivenosti površine sa nalepom javlja i razlika u debljini sloja nalepa na uzorku.

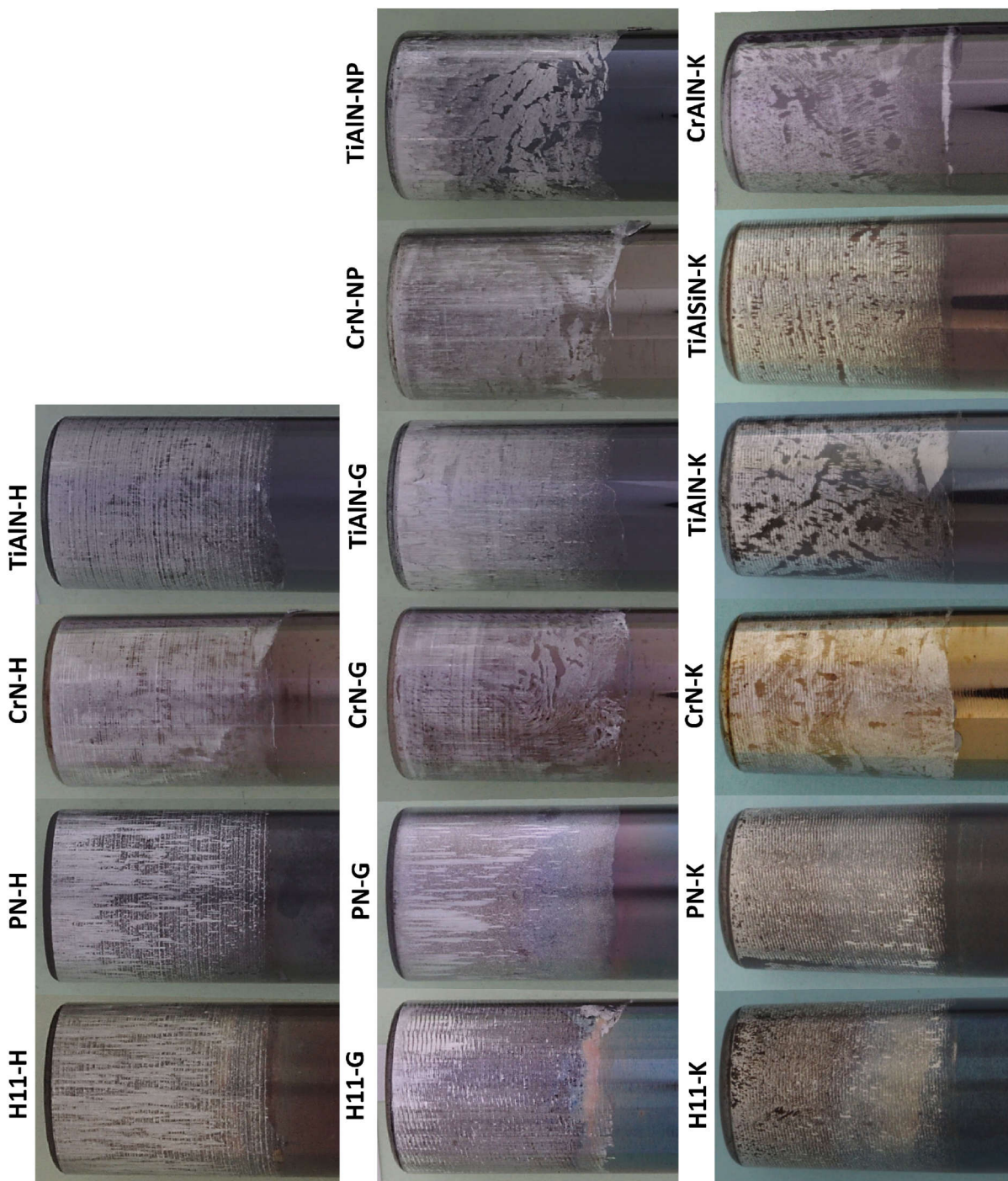
Za hrapavu grupu uzoraka (H) i uzorke sa izraženim risevima od brušenja tipično je da se nalep javlja u pojasevima koji se periodično ponavljaju po površini cilindričnog uzoraka. Za razliku od uzoraka sa prevlakama (CrN-H i TiAlN-H), kod H11-H i PN-H uzoraka nalep se pojavljuje i u vidu traka koje se prostiru u pravcu izvlačenja i koje imaju nešto veću debljinu nego što je nalep sa periodičnim ponavljanjem.

Kod grupe glatkih uzoraka (slika 73) periodično ponavljanje nalepa je najizraženije kod H11-G uzorka, a nešto slabije kod CrN-G i TiAlN-G uzoraka. Kod ostalih glatkih i naknadno poliranih uzoraka prekrivenost nalepom je prilično neravnomerna. Nalep u pravcu izvlačenja se javlja jedino kod PN-G uzorka. Softverskim analizama slika uzoraka sa izraženim risevima od brušenja, pre i posle izvlačenja, je ustanovljeno da je korak ponavljanja pojaseva sa nalepom identičan koraku riseva koji su nastali brušenjem uzoraka (slika 72).



Slika 72 Primer merenja koraka između deset riseva i traka nalepa na H11-H trnovima pre i posle testa izvlačenja sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Nalep na koničnim trnovima kod svih vrsta ispitivanih materijala je tipično raspoređen u vidu traka sa periodičnim ponavljanjem, dok nalep u pravcu izvlačenja nije značajnije zastupljen na ovoj vrsti uzoraka. Kod trnova sa prevlakama netretirane površine uzoraka nemaju promene boje za razliku od H11 i PN trnova. Na površinama trnova posle eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem svetlosnim mikroskopom nije primećeno odvijanje korozivnih procesa i oštećenja površina. Čak ni nakon skidanja nalepa sa rastvorom NaOH i ponovnog pregleda površina nisu detektovana koroziona oštećenja na površini.



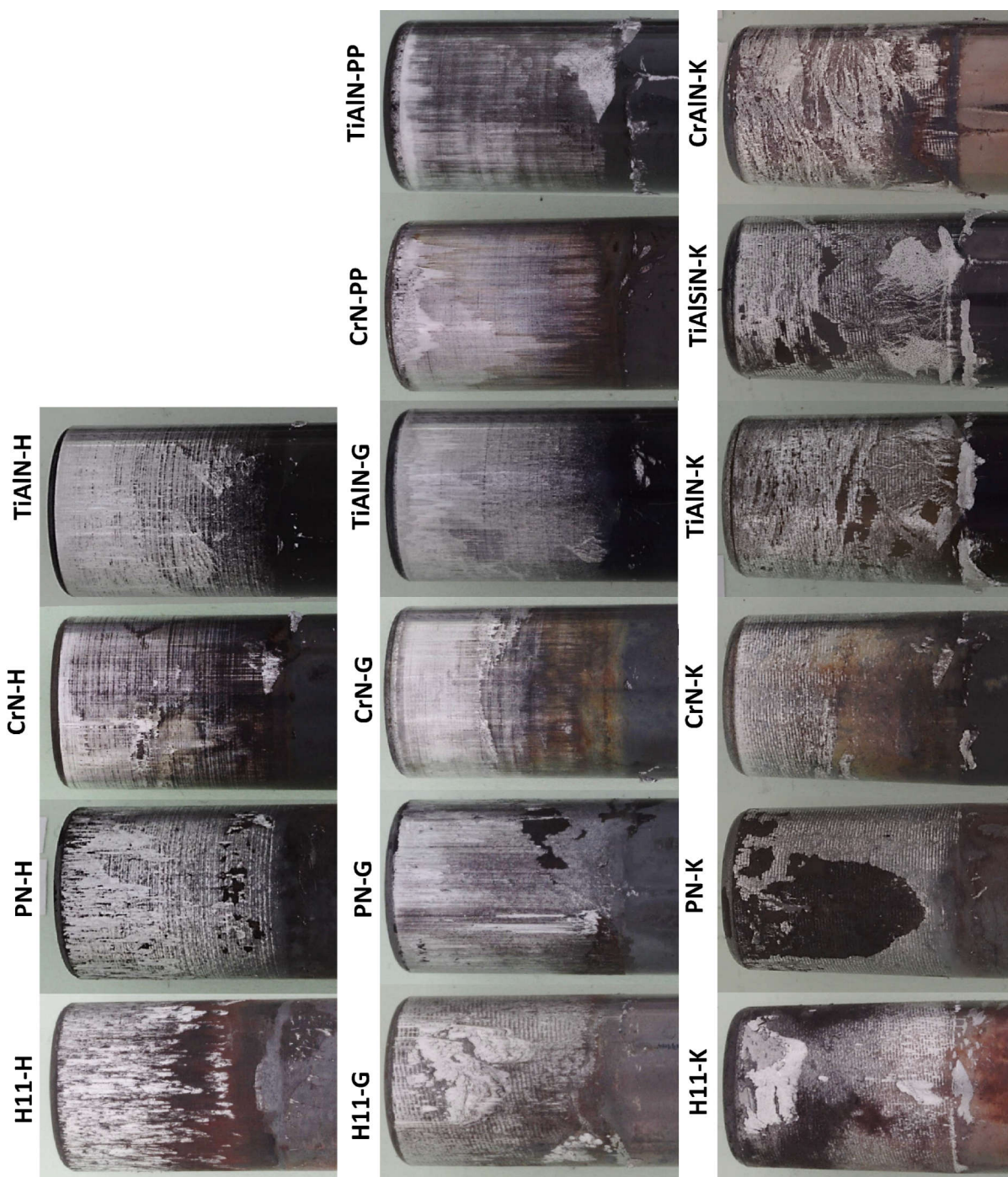
Slika 73 Izgled trnova nakon izvlačenja iz odlivaka sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

6.5.1.2. Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka livenog sa zadržavanjem očvršćavanja 5 min (Z05)

Izgled trnova nakon izvlačenja iz odlivaka sa zadržavanjem očvršćavanja od 5 min je prikazan na slici 74. Uopšteno morfologija nalepa kod ovih uzoraka ima mnogo sličnosti sa uzorcima iz iste grupe podvrgnute konvencionalnom očvršćavanju. Međutim, nakon ovog eksperimenta su se pojavila i neka specifična oštećenja, a oksidacija površina je mnogo izraženija.

Kod H11 trnova dolazi do formiranja nalepa veće debljine koji se rasprostire na većim površinama (H11-H, H11-G). Takav nalep uglavnom nije u vezi sa risevima i pravcem izvlačenja, a u nastavku će se nazivati intenzivan (debeli) nalep. Na H11-K trnu se pored lokacija sa intenzivnim nalepom vide tamniji regioni gde je došlo do uklanjanja intenzivnog nalepa zajedno sa slojem čelika. To su zapravo korozioni krateri na površini uzorka koji znatno prevazilaze dubinu riseva od brušenja.

Na PN-H trnovima se mestimično pojavljuje odluskavanje nalepa koji prerasta u vrlo intenzivno odluskavanje na PN-G i PN-K uzorcima koje se dešava na većim površinama. Na lokacijama sa ovim intenzivnim odluskavanjem može se i dalje primetiti prisustvo riseva od brušenja.

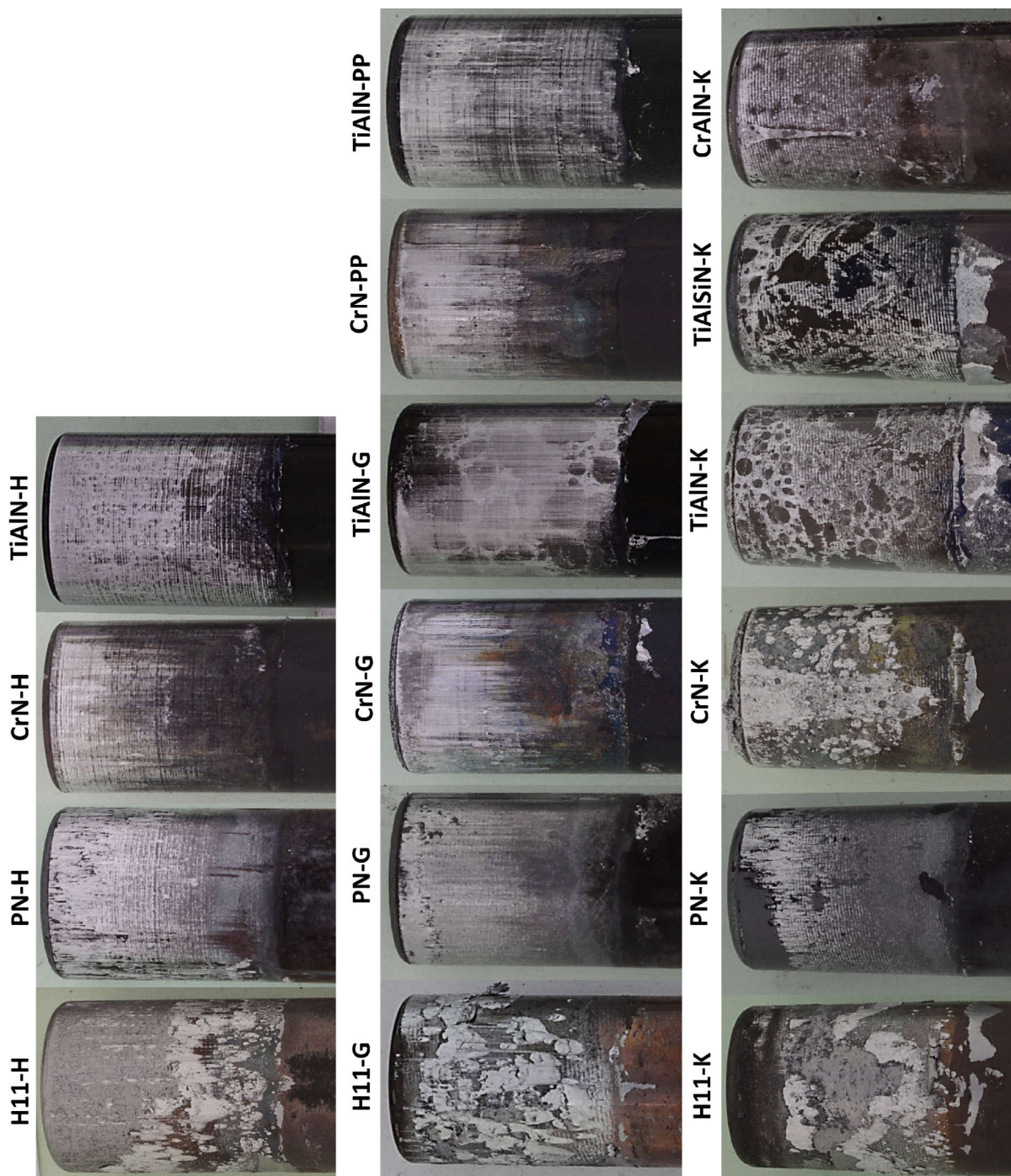


Slika 74 Izgled trnova nakon izvlačenja iz odlivaka livenih sa zadržavanjem očvršćavanja 5 min (ZO5)

Kod trnova sa prevlakama osim intenzivne oksidacije površine nisu vidljive velike razlike u morfologiji nalepa u odnosu na eksperiment sa konvencionalnim očvršćavanjem. Sa slika se vidi da je nalep na uzorcima sa prevlakama dosta ravnomerniji i tanji nego na H11 i PN uzorcima. Na CrN-G i CrN-K trnovima je uočeno da postoje veći regioni koji ili nisu prekriveni nalepom ili su prekriveni sa veoma tankim slojem nalepa. Nalep na koničnim trnovima sa prevlakama ima veoma sličnu morfologiju koja je svojstvena svim vrstama prevlaka. Važno je napomenuti, da je nalep koji se prostire po površinama trnova koje nisu bile uronjene u rastop (uz razdelnu liniju sa odlivkom) posledica nepreciznosti kokile i eksperimentalnih poteškoća i predstavlja srh odlivka.

6.5.1.3. Trnovi nakon izvlačenja iz odlivka livenog sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min (Z020)

Izgled trnova nakon izvlačenja iz odlivaka dobijenih sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min je prikazan na slici 75. Veliki korozioni krater (svetlo sive boje) je uočljiv uz čelo H11-H uzorka. Na H11-H uzorku uočen je korozioni krater (svetlo sive boje), velike dubine, koji se prostire od vrha uzorka pa do polovine dubine njegovog uranjanja. Na svim H11 trnovima se vide velike površine sa intenzivnom korozijom i sa korozionim kraterima nastalim odljuskavanjem nalepa i sloja čelika. Intenzitet ovog fenomena je nezavisan od hrapavosti i oblika H11 trnova. U odnosu na eksperiment ZO5, u ovom eksperimentu intenzivno lepljenje i korozija H11 trnova je mnogo izraženija.



Slika 75 Izgled trnova nakon izvlačenja iz odlivka livenih sa zadržavanjem očvršćavanja 20min (Z020)

Morfologija površina PN trnova sa nalepom se ne razlikuje mnogo od uzoraka izvučenih nakon ZO5. Postoji sličnost u odluskavanju sloja nalepa kao i sličnost u intenzitetu njegove pojave. Ono što je tipično za PN-K trn u ovom eksperimentu je intenzivno odluskavanje odnosno formiranje plićeg korozionog kratera na čijem dnu nisu vidljivi risevi od brušenja kao što je slučaj u eksperimentu ZO5.

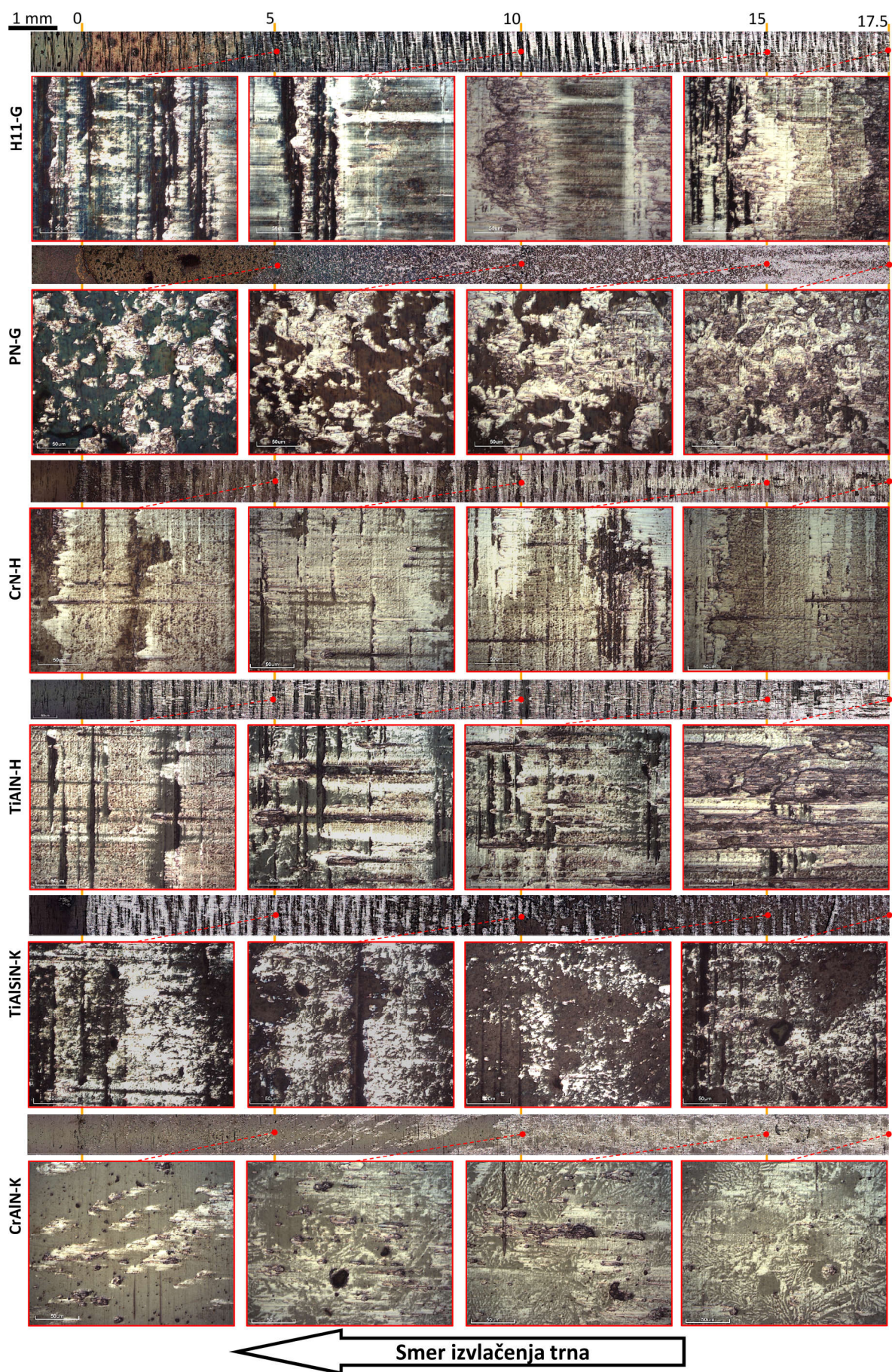
Morfologija nalepa na trnovima sa prevlakama je vrlo slična kao i u eksperimentu ZO5, odnosno nalep se ravnomerno raspoređuje u tanjim slojevima. Jedino se na CrN-K trnu mogu videti veće količine nalepa koji deluje da ima veću debljinu. Važno je napomenuti da se kod CrN-K trna pojavila intenzivna korozija na radijusu čela uzorka sa većom količinom nalepa nego što je to prisutno na drugim trnovima. Kod ovog eksperimenta se u pojedinim odlivcima pojavila poroznost koja je locirana uz kontakt odlivka sa trnom. To je vidljivo na površinama TiAlN-K i TiAlSiN-K trnova u vidu kružnih i nepravilnih regiona koji nisu prekriveni sa nalepom (slika 75).

6.5.2. Konfokalna mikroskopija površine trnova nakon testova izvlačenja

Nalep na trnovima nije ravnomerno raspoređen te na svakoj koti on ima specifičnosti u pogledu oblika koji su posledica njegovog nastanka. Stoga je to važno imati u vidu prilikom razmatranja i poređenja trnova sa različitim površinskim slojevima. Konfokalnom mikroskopijom izrađeni su panoramski snimci celom dužinom dela sa nalepom. Na određenim kotama/dubinama uranjanja trna u odlivak (5, 10, 15, 17 ili 18 mm) izvršeno je detaljno snimanje površina i ti snimci su prikazani uz panoramski snimak trna po dužini. Prikazani su samo rezultati konfokalne mikroskopije najvažnijih predstavnika uzoraka/trnova kojima se realno opisuje celokupan spektar ispitivanih uzoraka. Prikaz mikroskopskih snimaka i ocena ponašanja ispitivanih trnova je izvršena sa aspekta: 1. uticaja hemijskog sastava površine; 2. uticaja hrapavosti; 3. uticaja grešaka u prevlaci ili naknadnog poliranja površina. Stoga su analize pod 1. vršene na trnovima približno iste hrapavosti, analize 2. prikazom najhrapavijih trnova i analize 3. prikazom snimaka trnova sa prevlakama sa i bez grešaka rasta na površini. U analizu 1. uključeni su i konični trnovi sa TiAlSiN i CrAlN prevlakama, jer su to trnovi sa prevlakama najnovije generacije koje nisu ispitivane na ravnim cilindričnim uzorcima.

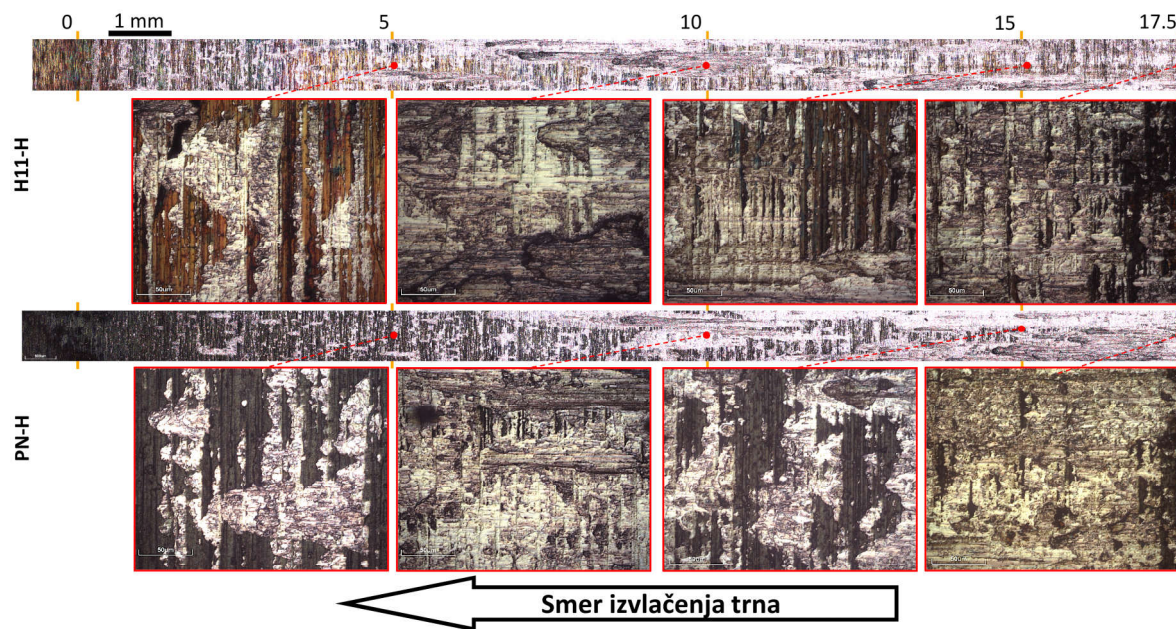
6.5.2.1. Konfokalna mikroskopija površina trnova nakon izvlačenja iz odlivka sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Na slici 76 prikazan je mikroskopski izgled trnova približne hrapavosti nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem. Zajedničko za sve trnove je da se količina nalepa intenzivira i zadebljava idući od dela koji nije bio uronjen u odlivak pa ka čelu trna. Za sve trnove, osim PN-G i CrAlN-K trnova, veoma je karakteristično da se nalep Al-Si-Cu legure raspoređuje unutar riseva od brušenja, u vidu traka koje se ponavljaju. Kod trnova sa prevlakama (CrN-H, TiAlN-H, TiAlSiN-K) uočeni su efekti brazdanja odlivka sa nodularnim greškama što se vidi iz raspodele nalepa po površini. Nalep se kod PN-G trna raspoređuje u vidu manjih nakupina koje nemaju periodično ponavljanje, već se mestimično raspoređuju u pravcu izvlačenja. Nalep kod CrAlN-K trna nije tipično raspoređen u vidu traka i njegova celokupna razmatrana površina je slabije prekrivena sa nalepom koji ima manju debljinu. Međutim, kod CrAlN-K trna dolazi do intenzivnog nakupljanja nalepa na nodularnim greškama prevlake. Kod svih uzoraka sa prevlakama uočava se da i greške tipa kratera imaju specifičnu ulogu u raspoređivanju nalepa tokom izvlačenja. Međutim, taj efekat je teško identifikovati i detaljno ispitati sa ovom tehnikom mikroskopije.

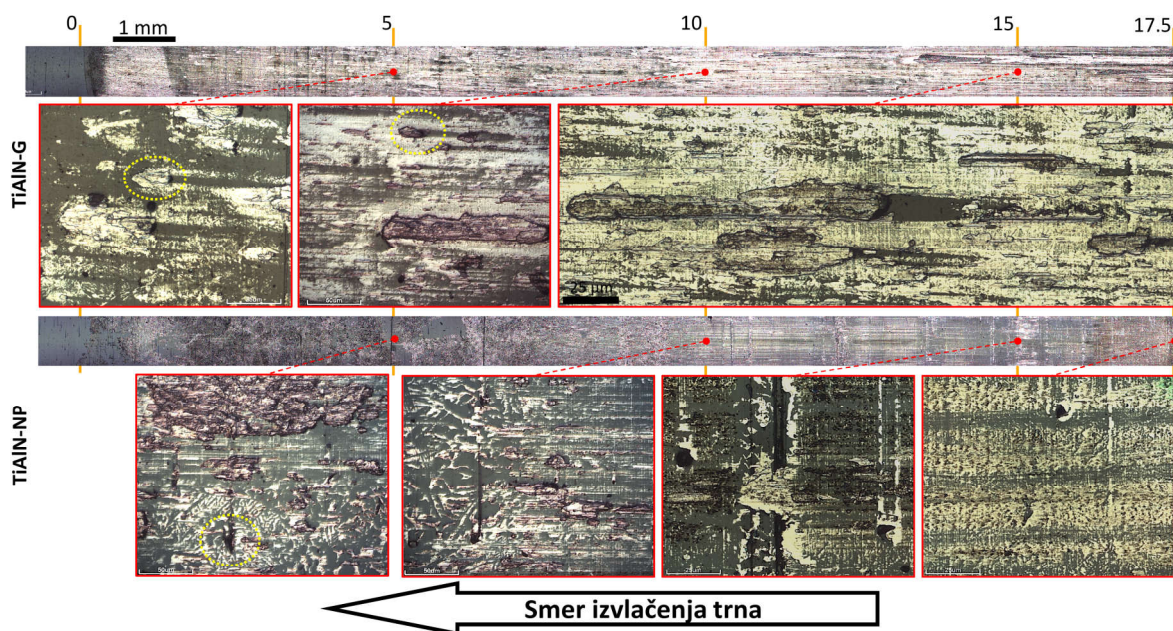


Slika 76 Konfokalni mikroskopski snimci različnih trnova približne hrapavosti nakon izvlečenja iz KO odlivka

Na slici 77 su prikazani snimci konfokalne mikroskopije najhrapavijih trnova (H11-H i PN-H) nakon eksperimenta sa KO. Za dubine uranjanja od 5 mm je tipično da se nalep nalazi unutar riseva brušenja preraspodeljen na stranu suprotno od smera izvlačenja. Za oba trna je tipično da se na lokacijama sa većim dubinama uranjanja (10 i 17 mm) nalep javlja na mnogo većem delu površine i pojavljuju se trakaste nakupine u pravcu izvlačenja koje imaju znatno veće debljine nego nalep na ostalim površinama. U poređenju sa ostalim trnovima nakon KO eksperimenta, na H11-H i PN-H trnovima nalep je najintenzivniji kako u pogledu stepena prekrivanja tako i u pogledu debljine (uporedi slike 76 i 77).



Slika 77 Konfokalni mikroskopski snimci hrapavih trnova (H11-H i PN-H) nakon izvlačenja iz KO odlivka



Slika 78 Konfokalni mikroskopski snimci trnova sa prevlakom (TiAlN-G, TiAlN-NP) nakon izvlačenja iz KO odlivaka

Na slici 78 prikazani su najreprezentativniji uzorci sa prevlakama sa izraženim greškama rasta (TiAlN-G) i naknadno poliranim (TiAlN-NP) prevlakama, izvlačenim iz odlivaka dobijenih sa KO. Za TiAlN-G trn je tipično da je prilično prekriven sa nalepom koji je u vezi sa velikim brojem nodularnih grešaka

na površini uzorka. Na slici 78 nodularne greške sa nalepom su zaokružene žutom isprekidanom linijom. Sa tih detaljnih slika se vidi da je morfologija nalepa ispred nodularnih grešaka (nakupina) drugačija u odnosu na ostale regione po ispitivanim trnovima. Ispred nodularne greške (u pravcu izvlačenja) dolazi do nagomilavanja materijala za razliku od suprotne strane nodule gde se nalep ne nagomilava. Na trnovima sa prevlakama pojavljuju se i trakasti oblici nalepa koji su vezani sa nagomilavanjem legure ispred nodularnih grešaka. Kod naknadno polirane prevlake (TiAlN-NP) nakupljanje nalepa oko nodula ne postoji. Kod tih uzoraka ono se uglavnom dešavalo: oko riseva na površini, kod poliranih nodularnih grešaka, kratera u prevlaci (crne tačke) i na mestima bez posebno izraženih morfoloških elemenata. Intenzivnije nakupljanje nalepa se dešavalo samo mestimično na zonama trna koje su bile uronjene dublje u odlivak.

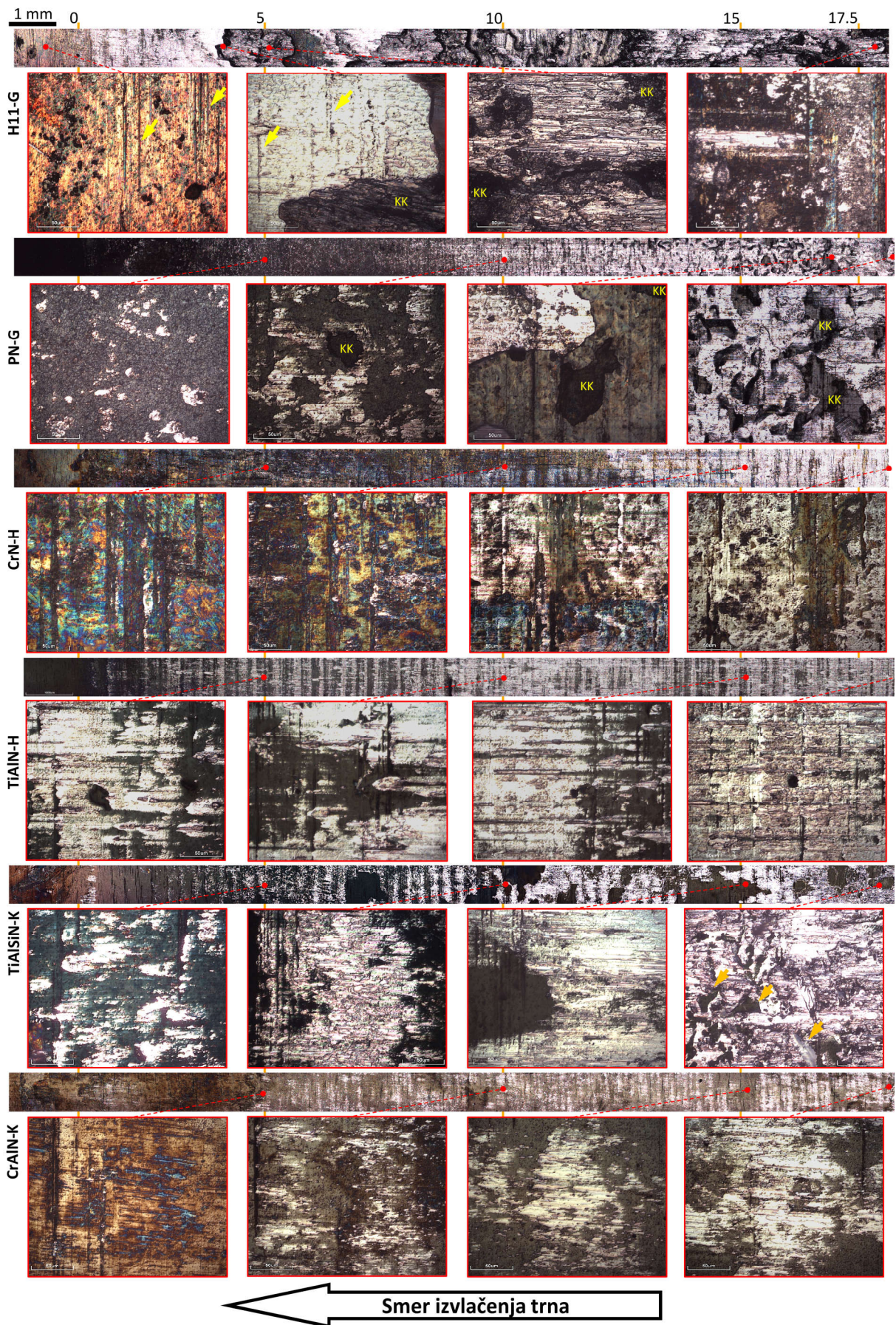
6.5.2.2. Konfokalna mikroskopija površina trnova nakon izvlačenja iz odlivka sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min (ZO20)

U poređenju sa eksperimentima sa konvencionalnim očvršćavanjem, nakon oba eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja (ZO5, ZO20) identifikovano je metalurško lepljenje i korozija H11 i PN uzoraka koja se dešava se na velikim površinama. Morfologija nalepa i korozionih slojeva H11 i PN uzoraka je kod oba eksperimenta ista, a razlike se javljaju jedino u zastupljenosti nalepa i korozije na površini. Što se tiče razlike u morfologiji nalepa kod uzoraka sa prevlakama (na mikro nivou), između eksperimenata KO i ZO5 nisu identifikovane značajne razlike. Iz prethodno navedenih razloga uzorci nakon eksperimenta ZO5 nisu detaljno ispitivani konfokalnom mikroskopijom i smatrano je da su površinske promene kod uzoraka iz ZO20 dovoljno reprezentativne za opis svih fenomena. Na slici 79 prikazan je mikroskopski izgled trnova različitih materijala približne hrapavosti sa nalepom nakon eksperimenta ZO20.

Morfologija H11-G trna je veoma neravnomerna jer se na njemu nalaze uzvišeni nalepi i duboki korozioni krateri (KK). Poređenjem površina H11-G uzoraka na prve dve detaljne slike i praćenjem riseva (žute strelice) može se videti da su na površini prisutni veliki krateri tamne boje koji su zapravo korozioni krateri (KK). Činjenica da u korozionim kraterima nisu vidljivi risevi (koji se inače vide kroz nalep) svedoči o tome da na toj površini čelik nije samo oksidisao i promenio boju. Pomenuti korozioni krateri (3. slika za H11-G uzorak) nastali su na lokacijama na kojima je formirani nalep uklonjen tokom procesa izvlačenja. Sa druge strane, morfologija nalepa PN-G trna se znatno razlikuje od H11-G uzorka. Kod PN-G trna nastali nalep je znatno tanji i ravnomerno prisutniji na površini uzorka, jer je površina bila otpornija na stvaranje kratera (usled odlamanja nalepa). Na mestima na kojima je došlo do odljuskavanja, nastali krateri su plići. Može se videti da se uklanjanjem nalepa uklanja tanak površinski sloj materijala trna pri čemu ostaju korozioni krateri (KK) koji su manjih dimenzija nego kod H11-G trna. Na slikama PN-G trnova najsvetlije površine su nalep, tamno sivo je osnovna površina materijala dok su korozioni krateri najtamnije, skoro crne boje.

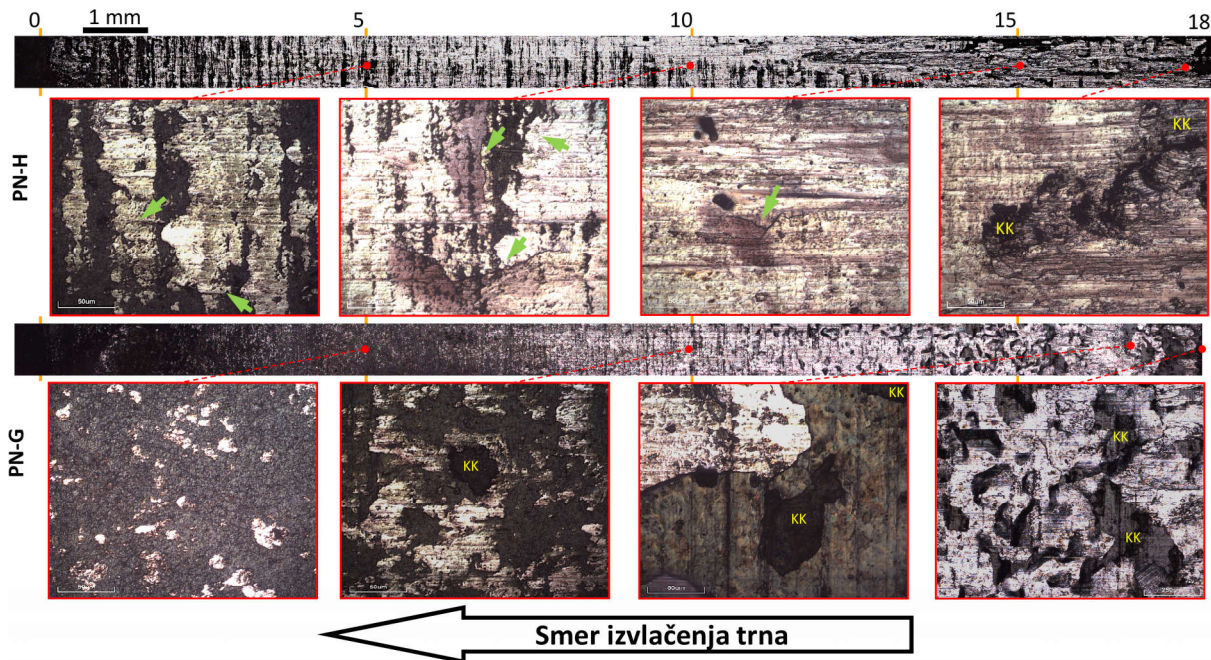
Isto kao u slučajevima eksperimenta sa KO i u ZO20 eksperimentu kod većine uzoraka sa prevlakom nalep je uglavnom smešten u riseve. Površina CrN-H trna doživela je znatne promene boje koje mogu biti posledice intenzivne oksidacije i/ili korozionih efekata legure aluminijuma. Kod ovog trna nalep se morfološki ne razlikuje mnogo od slučajeva iz prethodnih eksperimenata. Površina TiAlN-H uzorka je veoma malo promenjena, a morfologija nalepa je praktično identična onoj iz eksperimenta sa KO. TiAlSiN-K trn ima izraženu promenu boje površine, odlikuje se sličnom količinom nalepa kao i kod KO eksperimenta ali su kod ovog uzorka identifikovani slojevi nalepa koji se odljuskavaju (žute strelice na slici 79). CrAlN-K trn takođe iskazuje značajnu promenu boje površine ali je to trn koji je najmanje prekriven sa debelim nalepom.

Na slici 80 prikazani su PN trnovi sa dve hrapavosti nakon eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min. Na PN-H uzorku morfologija nalepa je veoma slična onoj na istom uzorku u slučaju KO eksperimenta s tim što je prekrivenost nalepom u ovom slučaju još intenzivnija. Na PN-H trnu su primećene pukotine na nalepu (zelene strelice na slici 80) koje se prostiru i kroz površinski sloj materijala, tj. plazma nitriranog sloja. Na dosta lokacija na trnu su primećene ljuskice koje su najverovatnije posledica otpadanja sloja nalepa i korozije nakon čega nastaju krateri u površini. Poređenjem sa PN-G trnom nalep na PN-H trnu prekriva mnogo veću površinu i ima veću debljinu.

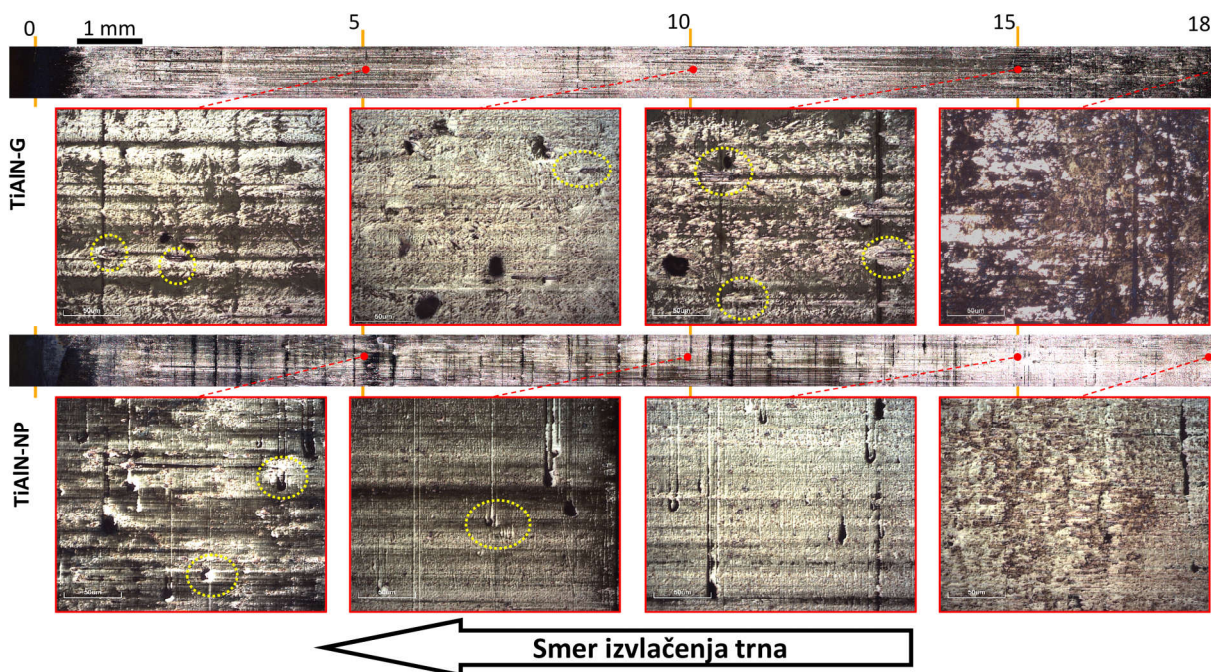


Slika 79 Konfokalni mikroskopski snimki različnih trnova približne hrapavosti nakon izvlačenja iz ZO20 odlivaka

Na slici 81 su prikazani trnovi sa TiAlN prevlakom, sa i bez nodularnih grešaka (TiAlN-G, TiAlN-NP), nakon ZO20 eksperimenta. Na TiAlN-G trnu jasno se vidi tipičan uticaj nodularnih grešaka na distribuciju nalepa po površini (krugovi žute boje) i to je nešto što je takođe tipično i za KO eksperiment. Nalep na površini TiAlN-G uzorka je standardne morfologije i debljine. U odnosu na TiAlN-G kod TiAlN-NP trnova javlja se mnogo intenzivnija popunjenost livom, svih riseva i kratera (označeno žutim krugovima) i intenzivna prekrivenost svih ostalih površina. Međutim, morfologija nalepa je prilično slična morfologiji nalepa na TiAlN-NP trnu nakon istog eksperimenta.



Slika 80 Konfokalni mikroskopski snimci i poređenje PN trnova različite hrapavosti nakon izvlačenja iz ZO20 odlivaka, zelene strelice ukazuju na pukotine u sloju nalepa, KK su korozioni krateri

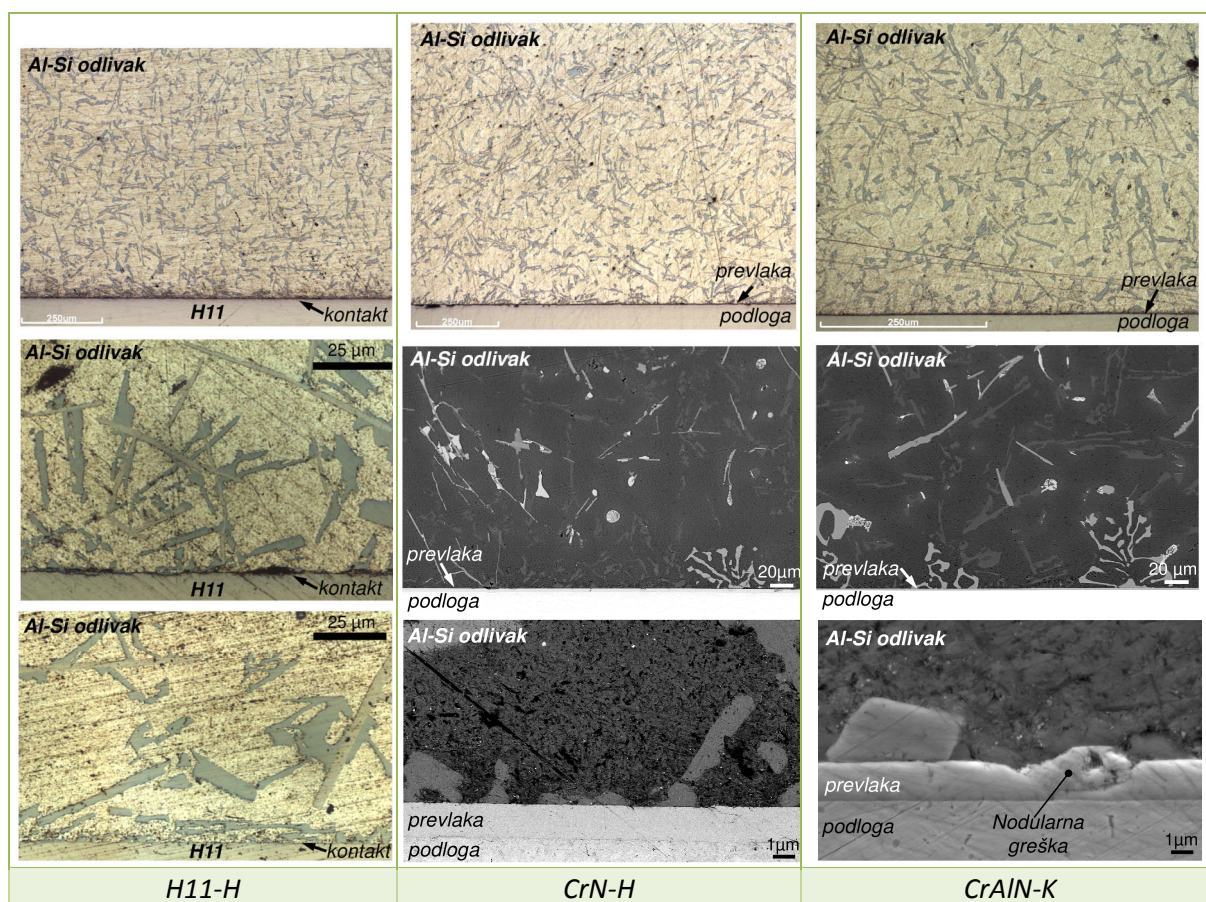


Slika 81 Konfokalni mikroskopski snimci TiAlN trnova sa prevlakom (sa i bez grešaka rasta) nakon izvlačenja iz ZO20 odlivaka sa, žutim isprekidanim krugovima su zaokružene lokacije sa tipičnim greškama

Konfokalnom mikroskopijom dobijena je uvid u morfologiju trnova sa nalepom, informacije o visini uzdizanja nalepa sa površina i informacije o interakciji površinskih elemenata sa Al–Si–Cu legurom. Međutim, da bi se stekao dublji uvid u morfologiju nalepa i površinske fenomene koji postoje na njoj, za ispitivanja je primenjena SEM mikroskopija površina uzoraka. Zbog sledljivosti ispitivanja prikazanih u poglavlju 6.7, SEM analize površina sa nalepom su zajedno prikazane sa rezultatima FIB analiza sprovedenih na istim površinama.

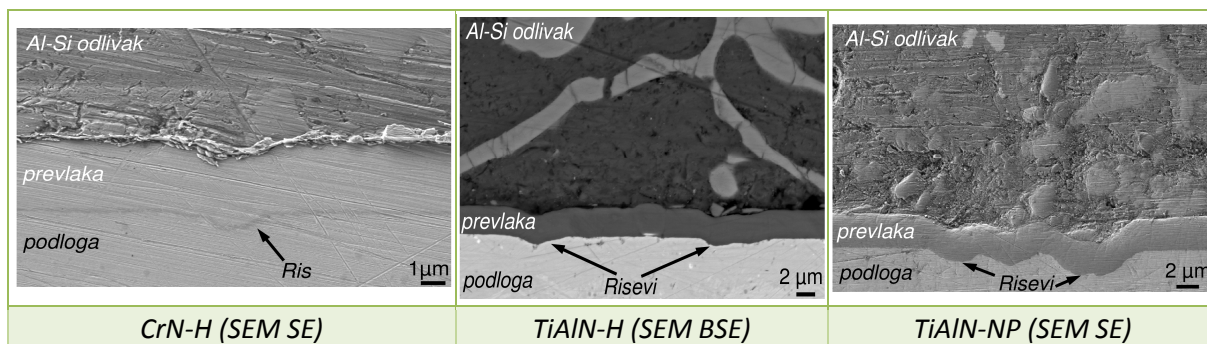
6.6. Rezultati mikroskopske analize poprečnih preseka sklop uzoraka

Uvidom u poprečni presek kontakta odlivka i ispitivanih trnova dobijene su informacije o načinu kvašenja između ispitivanih materijala te o početnom kontaktnom stanju u tribološkom sistemu trn-odlivak. Poprečni preseki su napravljeni za trnove livene sa konvencionalnom metodom očvršćavanja na uzorcima koji su dobri reprezentivi svih ispitivanih materijala i slojeva. Ispitivanja su izvršena primenom svetlosne i SEM mikroskopije sa različitim uvećanjima. Na slici 82 su prikazani snimci poprečnih preseka najreprezentativnijih sklop uzoraka. Na svim slikama trnovi se nalaze na dnu, a iznad njih se vidi odlivak u čijoj mikrostrukтури se vide tipične faze (intermetalna jedinjenja) Al–Si–Cu legure koje su različite boje. Mikrostruktura odlivka je tipična mikrostruktura nemodifikovane podeutektičke legure u kojoj se pojavljuje razdvojeni eutektikum i intermetalne faze između Al, Si, Cu, Mn, Mg i Fe u osnovi čvrstog rastvora. Kao što se može videti sa slika, kontakt između odlivka i svih ispitivanih materijala je potpun jer se ostvaruje preko cele razdelne površine. Kod većine uzoraka morfologija faza livene Al–Si–Cu legure je takva da su one najmanjih dimenzija i najgušće su pakovane uz površine trna, što se menja sa odaljenjem od površine dublje u odlivak (slika 82 H11 sredina i gore). Dodatno, utvrđeno je da se kontakt odlivka i trna u veoma velikoj meri odvija preko različitih faza iz Al–Si–Cu legure, a ne osnove-aluminijuma (slika 82 sredina i dole). SEM mikroskopijom je utvrđeno da se različite faze podjednako raspoređuju na površinama odlivaka uz trnove i da se njihov kontakt sa trnovima odvija po vrlo jasnim konturama.



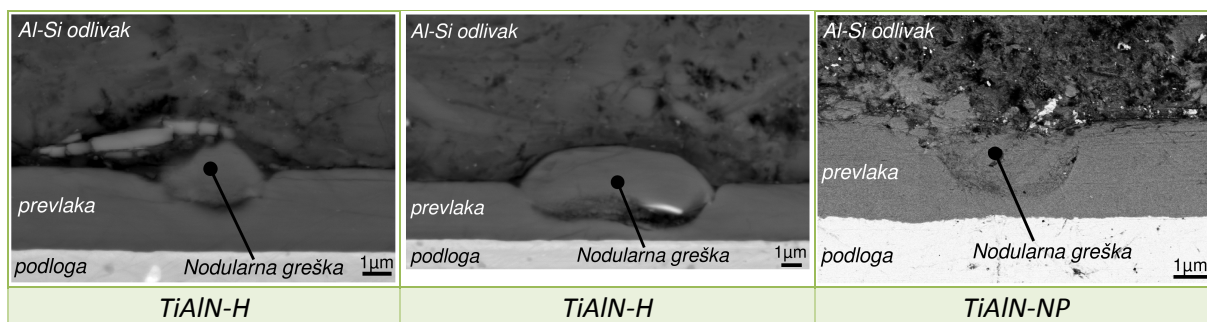
Slika 82 Mikroskopski snimci najreprezentativnijih poprečnih preseka sklop uzoraka livenih sa konvencionalnim očvršćavanjem (konfokalna mikroskopija, SEM SE i BSE)

Karakter kontakta Al–Si–Cu legure kao i koroziono i tribološko ponašanje trna prilikom izvlačenja je veoma zaviso i od mikro-topografskih elemenata i oblika preko kojih se ostvaruje inicijalni kontakt. Topografski elementi površine trnova zavise od tehnologija koje su primenjene za njihovu izradu. Tako u slučaju prevlaka neki topografski elementi nastaju prethodnim površinskim obradama (risevi), a neki su posledica tehnologije nanošenja prevlaka (greške rasta). Stoga su u nastavku prikazani detaljni SEM snimci poprečnih preseka kontakta Al–Si–Cu legure i specifičnih topografskih elemenata prevlaka, koji su tipični i za H11 i PN uzorke. Na slici 83 prikazani su detalji kontakta Al–Si–Cu legure sa više različitih prevlaka na lokacijama gde su prisutni risevi u podlozi. Sa tih slika može se videti da se kontakt odvija ravnomerno preko cele površine gde su prisutni i risevi. Odnosno, u risevima ne dolazi do prekida niti smanjenja kontakta odlivaka sa površinom trna. Ovakvo ponašanje je potvrđeno za sve vrste materijala i slojeve ispitivanih uzoraka.



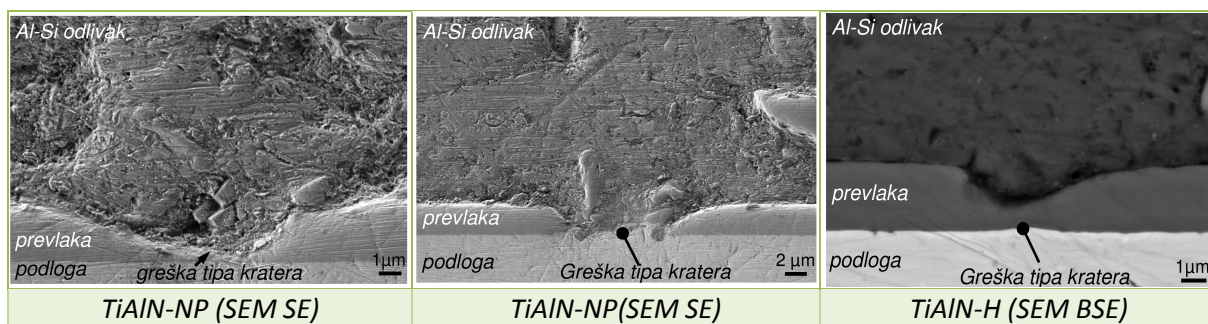
Slika 83 Detalji poprečnih preseka sklop uzoraka u kontaktu odlivka sa površinom različitih prevlaka na mestima gde su prisutni risevi (snimci načinjeni SEM SE i BSE)

Poznavanje kontakta livene legure na mestima gde su prisutne greške rasta je veoma važno za analizu ponašanja tribološkog sistema na samom početku izvlačenja elementa iz odlivka i procesa korozije tokom ciklusa livenja. Stoga su na slici 84 prikazani detalji kontakta gde su prisutne nodularne greške u prevlacima. Ustanovljeno je da se u okolini nodularnih grešaka javlja potpuni kontakt Al–Si–Cu legure sa ispitivanim površinama kao i to da se na takvim kontaktima formiraju i intermetalne faze. Čak i kod nodula koje su podvrgnute poliranju nastaje potpuni kontakt Al–Si–Cu legure sa njihovom površinom (TiAlN-NP trn na slici 84).



Slika 84 Detalji poprečnih preseka sklop uzoraka u kontaktu odlivka sa površinom različitih prevlaka na mestima gde su prisutne nodularne greške u prevlakama (snimci načinjeni SEM BSE)

Na slici 85 su prikazani detalji poprečnih preseka sklop uzoraka na lokacijama gde su prisutne greške tipa kratera. Kao i kod svih prethodnih slučajeva i na lokacijama sa greškama tipa kratera i rupa u slojevima prevlaka dolazi do obrazovanja potpunog kontakta Al–Si–Cu legure sa tim mikro-topografskim elementima.

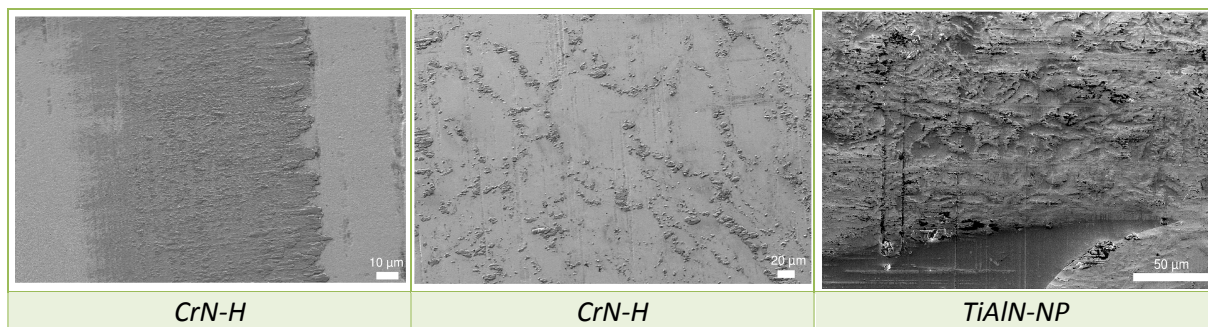


Slika 85 Detalji poprečnih preseka sklop uzoraka u kontaktu odlivka sa površinom različitih prevlaka, na mestima gde su prisutni krateri u sloju prevlaka (snimci načinjeni SEM SE i BSE)

6.7. Rezultati analize triboloških i korozivnih fenomena na površinama uzoraka i unutar ispitivanih slojeva

Sveobuhvatna analiza fenomena lepljenja i korozije površinskih slojeva osim uvida u morfologiju površina zahteva i informacije o hemijskom sastavu iz tankih površinskih slojeva. Stoga je u ovom istraživanju primenjena SEM mikroskopija za ispitivanje morfologije u kombinaciji sa fokusiranim jonskim snopom (FIB) i energetskom disperzivnom spektroskopijom (EDS) za analizu poprečnih preseka ispitivanih slojeva. Primenom SEM, FIB i EDS tehnika izvršeno je detaljno ispitivanje površina trnova sa prevlakama podvrgnutih eksperimentu sa konvencionalnim očvršćavanjem i sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min. Rezultati su u ovom poglavlju tako organizovani da se SEM, FIB i EDS analize površina i poprečnih preseka zajedno prikazuju i razmatraju. Analiza je sprovedena na najzastupljenijim površinskim promenama koje su se pojavile na trnovima tokom eksperimenta. Dobijene informacije se mogu primeniti za objašnjenje triboloških procesa izvlačenja trnova sa različitim slojevima i mehanizama korozivnih procesa koji su se dešavali tokom ovog eksperimenta.

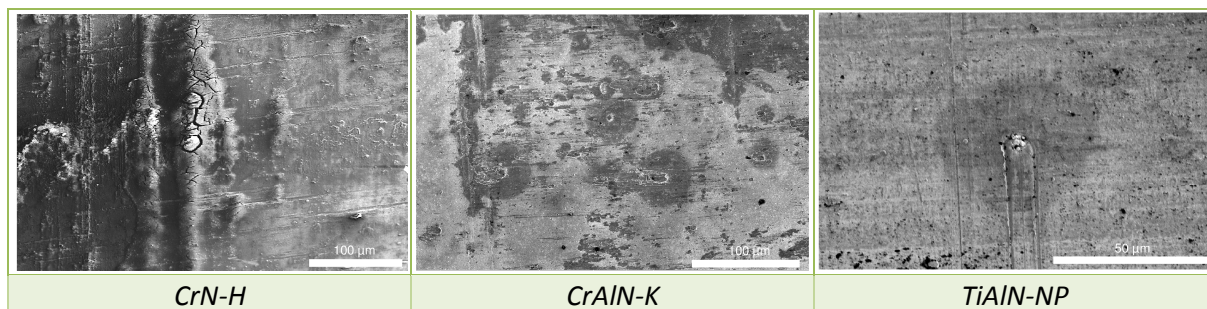
U nastavku su prvo prikazani neki od najzastupljenijih oblika nalepa koji se ponavljaju kod različitih vrsta trnova. Na slici 86 prikazane su tipične površine sa nalepom na trnovima sa prevlakama nakon izvlačenja iz odlivaka dobijenih KO. Na slici 86 levo, vidi se tipičan izgled nalepa Al-Si-Cu legure koji je nakon izvlačenja zaostao u risu od brušenja na uzorku CrN-H. Sa slike se jasno vidi da je površina nalepa u ravni sa celom površinom trna. Na uzorcima sa prevlakama tipično je da se pojavljuju mesta na kojima se nalep raspoređuje u vidu mreže koja se ne formira samo oko nodularnih grešaka već po celoj površini (slika 86 sredina). Na slici 86 za TiAlN-NP prikazana je lokacija koja je prekrivena sa nalepom aluminijuma u veoma tankom sloju. Iako je prekrivenost intenzivna, na površini se nalaze mesta koja su prekrivena nalepom u nepravilnim oblicima (slično kineskim slovima).



Slika 86 SEM snimci detalja na površinama uzoraka nakon testova izvlačenja sa KO (snimci načinjeni SEM SE)

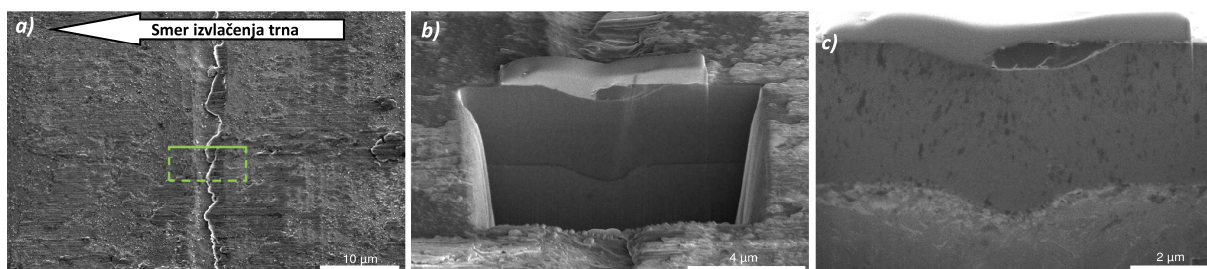
Na slici 87 prikazane su neke od tipičnih površina uzoraka sa nalepom nakon testa izvlačenja sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min. Na slici 87 levo prikazana je lokacija koja je potpuno prekrivena sa nalepom Al-Si-Cu legure koji je na nekim mestima ispucao. Na slici 87 u sredini, prikazna je lokacija sa mestimičnim nalepom koji se pojavljuje uz nodularne greške i promenama na površini u okolini grešaka rasta. Promene u okolini grešaka su vidljive u obliku krugova tamnije boje od okolne površine.

Takve promene su tipične za greške tipa kratera ili naknadno polirane površine prevlaka gde postoji veliki broj kratera od istrgnutih nodula (slika 87 desno).



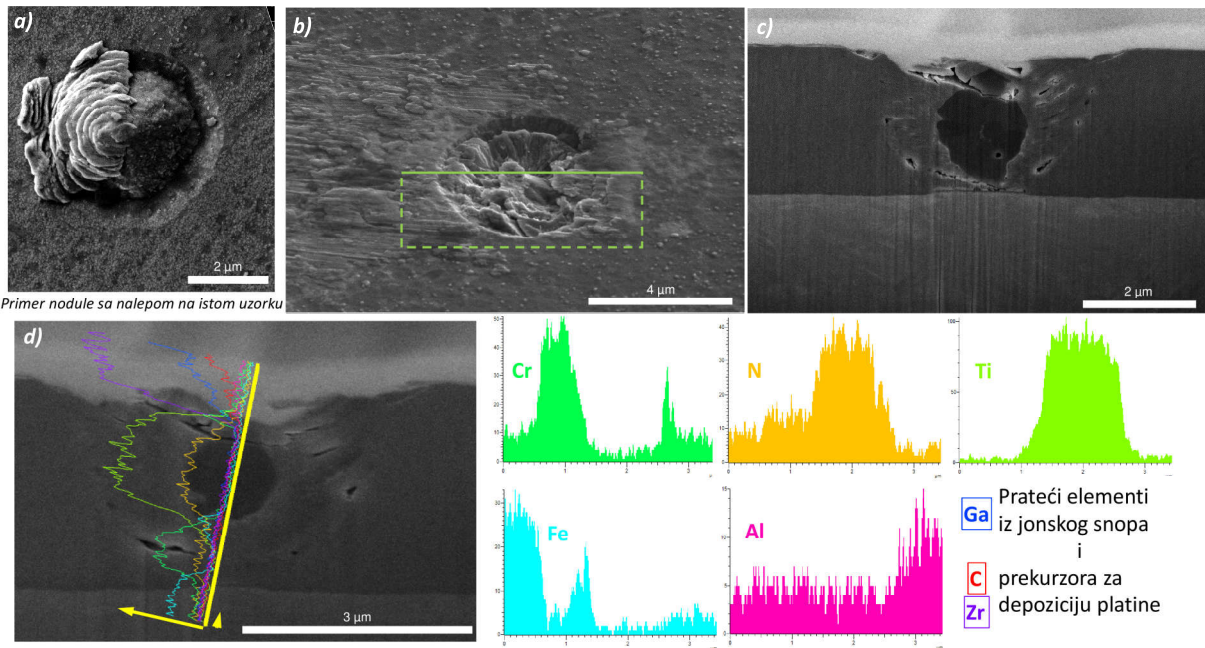
Slika 87 SEM snimci detalja na površinama uzoraka nakon testova izvlačenja sa ZO20

Na slici 88 prikazana je FIB analiza nalepa u risu CrN-H uzorka nakon eksperimenta izvlačenja sa KO. Na njoj je predstavljena analiza nalepa (slika 88a) koji se tipično raspoređuje unutar risa kod svih ispitivanih materijala i uzoraka. Džep koji je izrađen jonskim glodanjem za ispitivanje na poprečnom preseku uzorka je prikazan na slici 88b. Svetli sloj materijala iznad površine uzorka i nalepa (slika 88b) je sloj platine koja se deponuje na mesto gde se vrši jonsko glodanje radi dobijanja kvalitetne površine reza. Na poprečnom preseku se vidi da nalep dobro prijanja uz površinu prevlake i da je preraspodeljen na stranu suprotnu od smera izvlačenja trna. Na slici 88b takođe se može videti da na međupovršini prevlake i podloge postoji tanak tamniji sloj. Obrazovanjem slike uz pomoć sekundarnih elektrona indukovanih jonima (FIB-ISE) prikazanoj na slici 88c, se vidi fina kristalna struktura prevlake. Dodatno, sa ove slike se vidi da u kontaktu nalepa i površine prevlake ne dolazi do hemijskih (kristalnih) promena u sloju prevlake. Linijska EDS analiza je pokazala da nije došlo do reakcije legure aluminijuma sa CrN-H uzorkom ali i da tamniji sloj na međupovršini prevlake sadrži veću količinu azota (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P9).



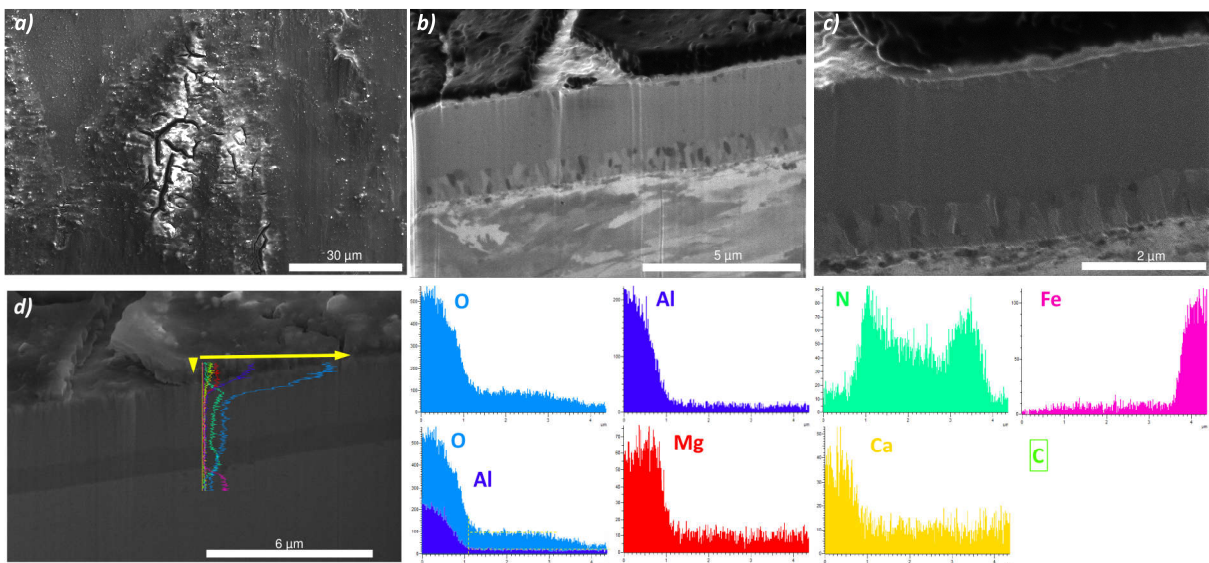
Slika 88 FIB analiza površina CrN-H uzorka nakon eksperimenta sa KO: a) SEM slika nalepa u risu brušenja, zelenim pravougaonikom je označena lokacija izrade džepa sa jonskim glodanjem; b) snimak džepa za analizu na poprečnom preseku; c) FIB-ISE slika poprečnog preseka sa nalepom

Prilikom izvlačenja trnova sa prevlakama usled brazdanja dolazi do nagomilavanja Al-Si-Cu legure ispred nodularnih grešaka, što se može videti na slici 89a. Međutim, usled prevelikih opterećenja u takvim slučajevima može da dođe i do odlamanja nodularne greške kao što se to desilo u slučaju prikazanom na slici 89b. U nastavku je na toj lokaciji izvršeno detaljno FIB i EDS ispitivanje. Sa slike 89b se vidi da ispred nodule postoji mala količina razmazanog nalepa na površini, a isto tako i u njenom krateru nastalom nakon lomljenja (slika 89b). Na slici 89c prikazan je SEM snimak najreprezentativnijeg preseka nodularne greške u kojoj se vidi njena dvojna mikrostruktura. Da bi se razjasnilo šta predstavlja dvojnu strukturu ove nodularne greške izvršena je linijska EDS analiza njenog preseka koja je prikazana na slici 89d. EDS analizom je utvrđeno da se u unutrašnjosti nodularne greške (tamno polje) nalazi TiN čestica sa primesom Fe. Dodatno, ispitivanja EDS-om pokazuju da se aluminijum nalazi samo na površini nodularne greške i da se nije inkorporirao u nodularnu grešku niti je ostvario kontakt sa površinom podloge. Hemijski elementi Ga, C, Zr i Pt se u ispitivanjima sa FIB-om pojavljuju kao pratioci jer se koriste za formiranje snopa jona ili kao prekursori prilikom depozicije sloja Pt.



Slika 89 SEM snimak i FIB analiza površina CrN-H uzorka nakon eksperimenta sa KO, a) SEM slika detalja sa nodularnom greškom i nalepom; b) SEM slika detalja sa otkinutom nodularnom greškom i nalepom; c) SEM slika poprečnog preseka nodularne greške; d) SEM-EDS linijska analiza poprečnog preseka, žute strelice pokazuju orijentaciju odgovarajućih dijagrama EDS

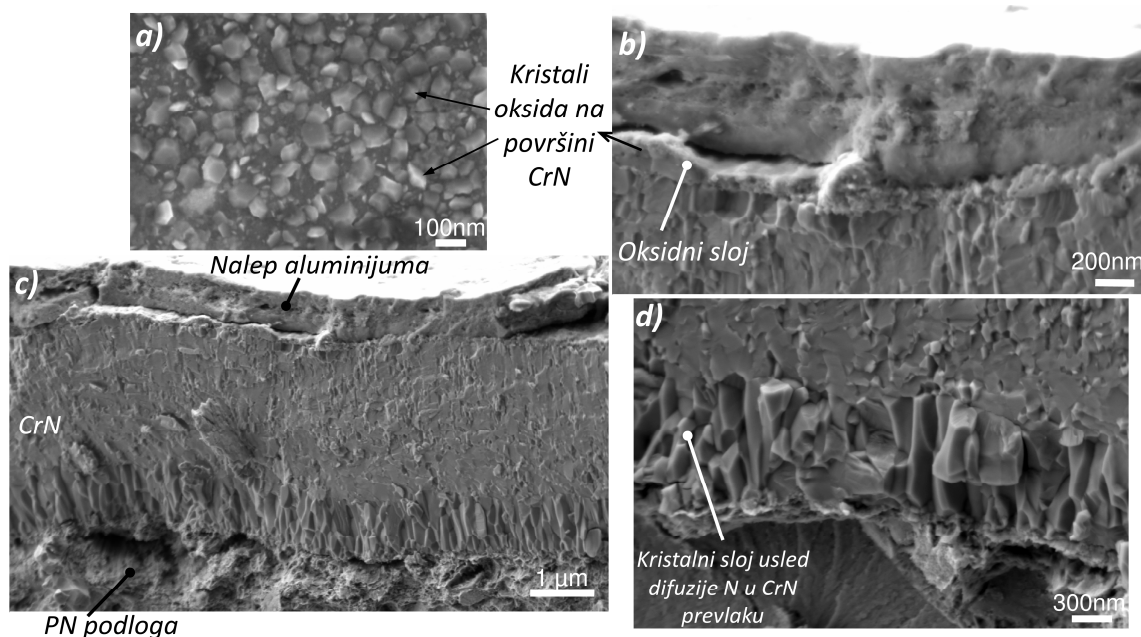
U nastavku će se obraditi rezultati SEM i FIB analize uzoraka sa prevlakama koji su podvrgnuti eksperimentima sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 min.



Slika 90 Površina i presek CrN-H uzorka sa nalepom nakon eksperimenta sa ZO20: a) površina prekrivena sa nalepom; b) FIB-ISE slika poprečnog preseka sa prevlake sa nalepom; c) FIB-ISE slika detalja poprečnog preseka; d) SEM-EDS analiza poprečnog preseka

Na slici 90 prikazana je analiza površine CrN-H uzorka koja je potpuno prekrivena sa nalepom Al-Si-Cu legure nakon ZO20 eksperimenta. Na nalepu su se prilično učestalo nalazile pukotine što je ukazivalo na to da su one nastale kao posledica ispušćenja prevlake usled oštećenja i korozije podloge. Međutim, ispitivanja na poprečnom preseku takve lokacije pokazuju da ne postoje oštećenja sloja CrN prevlake (slika 90b). Na poprečnom preseku je ustanovljeno da se u delu prevlake uz podlogu pojavljuje kristalni sloj koji ima debljinu od oko trećine debljine prevlake. SEM snimak na slici 90d ukazuje na to da ovaj sloj ima isti kontrast kao i tanak sloj na CrN-H uzorku iz eksperimenta sa KO čija analiza je prethodno prikazana na slici 88. Detektovani sloj ima kristalna zrna znatno većih dimenzija nego što su

zrna CrN prevlake. Dodatno, sa FIB-ISE analizama sa većim uvećanjem (slika 90c), detektovano je postojanje nekog površinskog kristalnog sloja (sloj svetle boje) koji se u prethodnim slučajevima nije pojavljivao. Linijska EDS analiza na poprečnom preseku je prikazana na slici 90d. Ova analiza ukazuje na to da kristalni slojevi, na površini prevlake i dole uz podlogu, imaju veću količinu azota. Sa druge strane, linijskom analizom je pokazano da kiseonik u površinskom sloju ima brži porast nego aluminijum što može da ukazuje na to da je površinski kristalni sloj, oksidisani sloj CrN prevlake (vidi dijagrame za Al i O na slici 90d). Rezultatima analize uzorka sa CrN prevlakom koji je izložen visokoj temperaturi (650 °C, 1 čas 15 min) potvrđen je nastanak kristalnih slojeva na podlozi i na površini prevlake (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P10). Takođe su potvrđeni i rezultati EDS analiza da se u oba kristalna sloja nalaze veće količine azota, a da sloj na površini ima povećan sadržaj kiseonika.

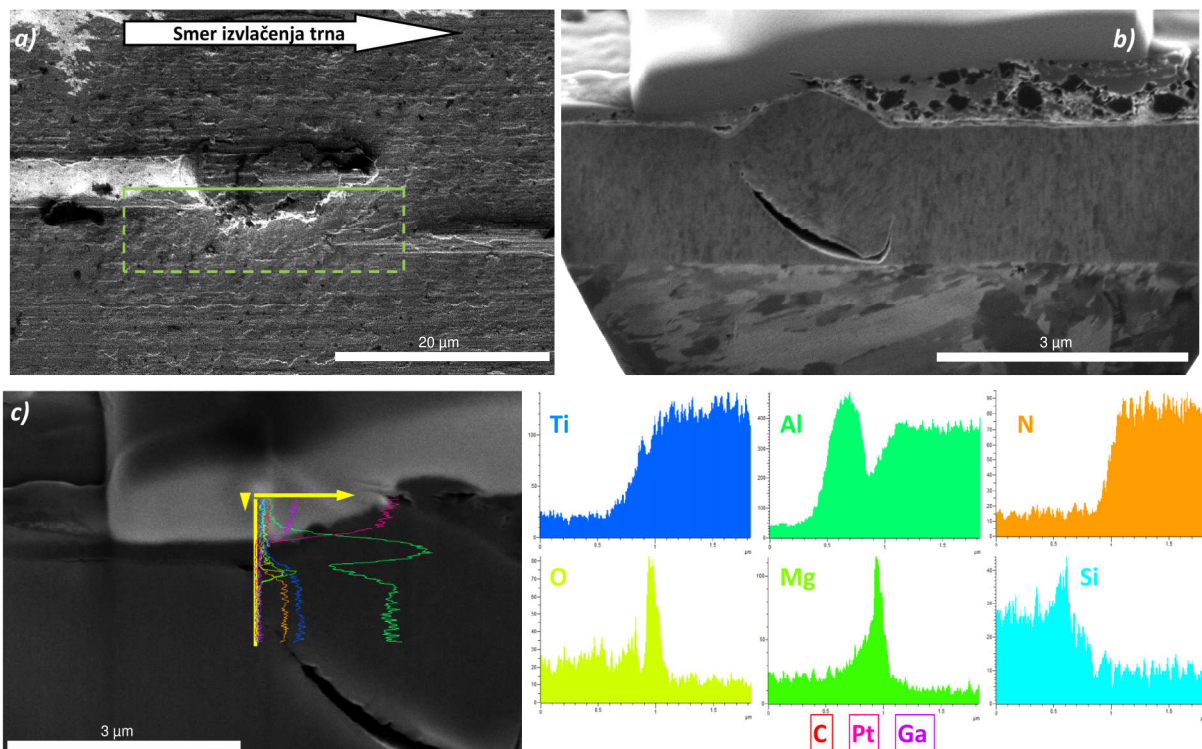


Slika 91 SEM analize površine i preloma CrN-H uzorka nakon eksperimenta sa ZO20: a) kristali Cr_2O_3 na površini uzorka; b) detalj gornjeg sloja CrN sloja sa nalepom aluminijuma; c) ceo sloj CrN prevlake sa nalepom nakon eksperimenta sa ZO20; d) detalj donjeg dela sloja CrN prevlake

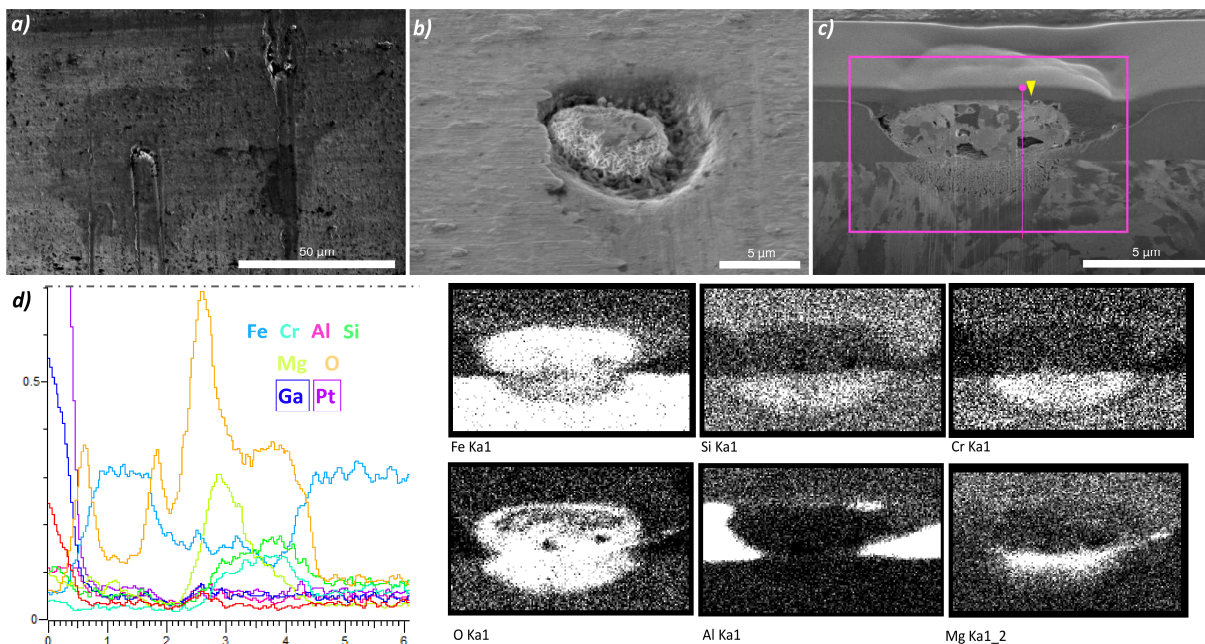
Detaljna morfološka analiza slojeva CrN-H uzorka nakon eksperimenta sa ZO20 je izvedena uz pomoć SEM, a ti rezultati su prikazani na slici 91. Iz tih analiza je očigledno da je CrN prevlaka u toku eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja pretrpela promene u hemijskom sastavu koje se odražavaju na mikrostrukturu slojeva (slika 91c). Na međupovršini prevlake i podloge formira se kristalni sloj sa stubastim kristalima koji su znatno većih dimenzija od kristala CrN prevlake (slika 91c). Oksidni sloj koji se javlja na spoljašnjoj površini CrN, u kontaktu sa Al-Si-Cu nalepom, ima strukturu sa sitnim zrnima (slika 91b). Na delovima CrN-H uzorka koje nisu bile izložene tečnoj leguri aluminijuma takođe je primećen nastanak kristala kao što su oni prikazani na slici 91a. Svi rezultati prikazani na slici 91 su u skladu sa rezultatima oksidisanog uzorka prikazanog na slici P10 u poglavlju 11 ovog rada.

Jedan od najvažnijih i najzastupljenijih triboloških fenomena koji se pojavljuje kod svih vrsta uzoraka sa prevlakama i u svim varijantama eksperimenata je nagomilavanje nalepa ispred nodularnih grešaka. Na slici 92 prikazana je FIB i EDS analiza sprovedena na površini TiAlN-H uzorka nakon eksperimenta sa ZO20, na lokaciji sa tipičnim fenomenom nagomilavanja nalepa kod nodularne greške. Pored toga što je ispred nodule nagomilana livena legura ceo ispitivan region je prekriven sa Al-Si-Cu legurom osim iza nodularne greške, gledano iz smera izvlačenja. Sa FIB-ISE snimka poprečnog preseka (slika 92b) jasno se vidi da se nagomilani nalep sastoji od kristala različite strukture i orijentacije, odnosno intermetalnih faza livene legure i da su njihove dimenzije prilično male. Sa ovog snimka takođe je vidljivo postojanje tankog sloja (svetle boje) na površini prevlake, slično kao i kod CrN-H uzorka analiziranog na slici 90. Spoljašnji svetli sloj je prisutan na celoj analiziranoj površini prevlake, podjednako na delovima koji su prekriveni nalepom Al-Si-Cu legure kao i na onima bez nalepa (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P11). Na slici 90c prikazani su rezultati linijske EDS analize izvedene u blizini

nodularne greške. Odatle se vidi da je prvi sloj, ispod sloja platine, sloj legure aluminijuma ispod kojeg se nalazi tanak sloj sa povećanom količinom kiseonika. Sloj sa povećanom količinom kiseonika je površinski sloj prevlake svetle boje. To je dodatno potvrđeno i na površinama drugih uzoraka sa TiAlN prevlakom (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P12).



Slika 92 FIB i SEM analiza površine i poprečnog preseka TiAlN-H uzorka nakon eksperimenta sa Z020: a) FIB-ISE slika nodularne greške sa nagomilavanjem nalepa; b) FIB-ISE slika poprečnog preseka nodularne greške sa nalepom; c) SEM-EDS linijska analiza hemijskog sastava uz nodularnu grešku



Slika 93 FIB i SEM analiza površine i poprečnog preseka sloja TiAlN-NP nakon eksperimenta sa Z020: a) FIB-ISE snimak površine sa poliranim nodularnim greškama sa okolnim površinskim promenama; b) FIB-ISE snimak kratera sa korozionim produktima; c) FIB-ISE snimak i EDS analiza poprečnog preseka kratera sa korozijom; d) rezultati EDS analiza i mapiranja

Na slici 93, je prikazana analiza tipičnog kratera naknadno polirane prevlake koja je podvrgnuta eksperimentu sa ZO20. Na slici 93a, prikazano je mesto sa intenzivno poliranim nodularnim greškama oko kojih nakon ZO20 eksperimenta dolazi do promena na površini, vidljivih kao tamni krugovi u okolini grešaka. Ovakve pojave su veoma česte kod uzoraka sa naknadno poliranim prevlakama ili na lokacijama sa većim brojem grešaka tipa kratera. Na slici 93b je prikazana FIB-ISE slika kratera sa poroznim korozionim produktom i manjom količinom nalepa legure aluminijuma. Poprečnim presekom ovog kratera i produkta stečen je uvid u njegovu poroznu strukturu i dalje napredovanje korozije na podlogu ispod prevlake (slika 93c). Korozijom podloge je takođe stvorena porozna struktura ispod kratera, a mikrostruktura korozionog produkta unutar kratera je postala veoma slična mikrostrukturi podloge. Da bi se stekao uvid u hemijsko-metalurške procese koji su se odvijali na ovoj lokaciji napravljeno je EDS mapiranje i linijska analiza na lokacijama obeleženim sa ružičastim pravougaonikom i linijom na slici 93c, a rezultati su predstavljeni na slici 93d. Rezultati EDS analize ukazuju na preraspodelu pojedinih hemijskih elemenata iz legure u podlogu i iz podloge u korozioni produkt unutar kratera. U korozionom produktu iznad sloja prevlake je identifikovana veća koncentracija železa i kiseonika. U podlozi ispod kratera je smanjena količina železa, a postoji veća količina silicijuma, magnezijuma, kiseonika i hroma. Ceo korozioni produkt u krateru i zona ispod njega se najvećim delom sastoji od železa i kiseonika. Kako u ovom slučaju tako i u slučaju istog fenomena kod drugih prevlaka, aluminijum se u vrlo tankom sloju nalazi uglavnom na vrhu korozionog produkta. Ovakav vid oksidacije i korozije je identifikovan na sličnim vrstama grešaka (kraterima, nodulama sa nalepom) kod svih ispitivanih prevlaka podvrgnutih eksperimentu sa ZO20 (vidi poglavlje 11 Prilog, slika P13).

7. Diskusija rezultata

7.1. Osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka

7.1.1. Debljina i mikrostruktura slojeva i prevlaka

Iako je cilj ovog istraživanja bio da se ispita ponašanje različitih slojeva sa aspekta lepljenja Al–Si–Cu legure, težilo se da se slojevi izade što je moguće adekvatnije i sa stanovišta dejstva drugih mehanizama habanja koji se javljaju prilikom livenja pod pritiskom Al–Si–Cu legura. Stoga se, između ostalog, posebno vodilo računa prilikom izbora debljine, dizajna i mikrostrukture slojeva i prevlaka.

Primenjenim procesom plazma nitriranja dobijeni su slojevi debljine (~110 μm) sa tankim spoljašnjim slojem jedinjenja (2 - 4 μm). Ovi rezultati su tipični za plazma difuzione procese [155]. Postignuta debljina nitriranih slojeva je veoma pogodna sa više aspekata. Dobijeni slojevi imaju visoku sposobnost nošenja opterećenja nastalih dejstvom spoljašnjih sila i stoga su veoma pogodni za podloge tvrdih prevlaka koje su naknadno deponovane u dupleks tretmanu [91,123]. Dodatno, postignuta debljina nitriranog sloja doprinosi značajnom povećanju otpornosti na termociklični zamor površina [64]. Čak i ukoliko na pojedinim mestima dođe do stvaranja zamornih prslina, one će se pojaviti u osetno manjem broju, biće pliće i teže će napredovati.

Mikrostruktura nitriranih slojeva je uobičajena i nije primećeno značajnije prisustvo dugačkih igličastih karbo-nitrida na granicama zrna, koji mogu da se jave kao posledica prenitiranja. Takva mikrostruktura je povoljna jer se prisustvom igličastih faza osetno povećava krtoost nitriranog sloja [155]. Pregledom poprečnih preseka i prelomljenih površina poliranih plazma nitriranih (PN BSJ) i dupleks tretiranih uzoraka, utvrđeno je da je primenjenom tehnikom poliranja sloj jedinjenja uspešno uklonjen (slika 46). Uklanjanje sloja jedinjenja je povoljno sa aspekta otpornosti na termociklični zamor, jer je na taj način otežan nastanak i rast prslina sa krto i poroznog površinskog sloja [155,156]. Dodatna prednost eliminacije sloja jedinjenja iskazuje se u slučajevima dužeg izlaganja višim temperaturama (oko 520°C), kao što je to kod alata za livenje pod pritiskom. Tada dolazi do razlaganja sloja jedinjenja, pada tvrdoće i žilavosti, te do smanjenja adhezije i/ili narušavanja integriteta prevlake u slučajevima dupleks slojeva [92,117,120,123].

Na prelomu plazma nitriranog uzorka (slika 46) jasno je vidljivo da je difuziona zona krta, a zona materijala ispod nitriranog sloja poseduje duktilna svojstva. Krto ponašanje difuzione zone nitriranog sloja je posledica njegove visoke tvrdoće. Duktilno ponašanje materijala ispod nitriranog sloja je posledica termičke obrade poboljšavanja kojom se postiže visoka granica tečenja materijala uz zadržanu žilavost.

Izmerene vrednosti debljine PVD prevlaka pripremljenih u obliku dupleks tretmana su uobičajene u primeni na različitim vrstama alata. Sa aspekta debljine, ispitivane prevlake poseduju odgovarajuću nosivost spoljašnjih opterećenja koja nastaju dejstvom struje tečnog metala i klizanjem očvrstlog odlivka u toku ciklusa livenja. Treba napomenuti da se, u cilju povećanja trajnosti prevlaka, kod livačkih alata, često predlaže primena debljih PVD prevlaka (> 5 μm). Međutim, kod prevlaka koje su sklone povećanju unutrašnjih napona usled povećanja debljine ovaj predlog treba obazrivo prihvatiti, jer se u tim slučajevima rastom debljine prevlake smanjuje njena trajnost.

Ispitivana CrN prevlaka se odlikuje jednorodnom gustom mikrostrukturom sa kompaktnim zrnima. Odsustvo stubaste strukture kod CrN prevlake predstavlja povoljnu osobinu jer otežava širenje prslina prilikom mehaničkih opterećenja. Kod prevlaka sa stubastom strukturom, prilikom preopterećenja dolazi do smicanja stubića ili do širenje prslina između stubića (po granicama zrna) [144]. Zbog činjenice da je tokom proizvodnje prevlake isparivač hroma uvek bio lociran na istoj, najnižoj poziciji, izrađena CrN prevlaka u celom poprečnom preseku ima podstehiometrijski sastav [104].

Pošto je proces depozicije TiAlN prevlake izveden u dve faze, u njihovoj mikrostrukтури se mogu uočiti dva strukturno različita podsloja. Prvi, tj. donji sloj prevlake, je proizveden korišćenjem

standardnih parametara depozicije, te je njegova mikrostruktura stubasta. Na oko 2/3 ukupnog trajanja procesa, depozicija je prekinuta i izvršeno je raspršivanje dela deponovanog sloja. Nakon ovoga, proces depozicije je nastavljen sa standardnim parametrima. Na ovaj način je prekinut stubasti rast prevlake koji u sledećoj fazi depozicije ne stigne ponovo da se uspostavi i mikrostruktura prevlake u gornjem sloju postaje sa kompaktnim zrnima. Ovakva struktura prevlake se pod opterećenjem bolje suprotstavlja nastanku pukotina na spoljašnjoj površini, jer ima sposobnost da smicanjem stubića, u sloju ispod, izvrši rasterećenje deformacija [114].

U ispitivanoj troslojnoj TiAlSiN prevlaci se po mikrostrukтури razlikuju dva sloja. Ona je slična kao i TiAlN sa tom razlikom što je donji sloj sa stubastom strukturom znatno tanji. Rast stubaste strukture je prekinut nanoslojnim dizajnom slojeva TiSiN i TiAlSiN u kojima je dobijena fino zrna struktura. Detaljne informacije se mogu naći u radovima pod referencama [75,157]. U pomenutim istraživanjima je za te dve prevlake sa nanoslojnim dizajnom identifikovana nanokristalna struktura koja je razlog njihove visoke tvrdoće. Zbog visoke tvrdoće gornjih slojeva spoljašnja opterećenja se dobro prenose na slojeve ispod i na samu podlogu. Stoga je u istraživanjima Miletić A. [73] predvideo stubasti sloj TiAlN kojim se vrši rasterećenje naprezanja nastalih plastičnim deformacijama podloge.

Ispitivana CrAlN prevlaka je nanoslojna prevlaka koja ima jednorodnu mikrostrukturu sastavljenu od finih stubića koji se ne prostiru celom debljinom prevlake. Kao i u slučaju ispitivane TiAlSiN prevlake i ovde je vrlo verovatno da je ovakva struktura posledica nanoslojnog dizajna kojim se sprečava stubasti rast i zbog čega se najverovatnije formiraju nano kristalne strukture, kao u radovima pod referencama [75,112,157]. Takve strukture prevlaka su veoma povoljne za primenu na livačkim alatima jer otežavaju nastanak i širenje prslina koje su uzrokovane mehaničkim i termičkim naprezanjima u eksploataciji [83].

Greške rasta koje su prisutne u ispitivanim prevlakama su tipične za prevlake izrađene u korišćenim industrijskim uređajima za depoziciju. Za prevlake deponovane u ovim uređajima je u prethodnim istraživanjima utvrđeno da nastanak grešaka nije u direktnoj vezi sa hemijskim sastavom materijala prevlake i da se one u manjoj ili većoj meri pojavljuju kod svih vrsta ispitivanih prevlaka [78]. Nodularne greške se uzdižu sa površina prevlake do različitih visina. Imaju relativno slabu vezu sa okolnom prevlakom i često postoji prazan prostor između nodule i prevlake. Dodatno, na međupovršini sa podlogom se javljaju i veće praznine ili kontakt sa podlogom preko neke strane čestice. Ovo je veoma važno sa aspekta korozije i tribološkog ponašanja prevlaka [78]. Nodularne greške koje su se pojavile u ispitivanim prevlakama su tipične za prevlake deponovane magnetronskim raspršivanjem. Detaljna istraživanja koja su se bavila sa ovom vrstom grešaka su prikazana pod referencama [78,158]. Greške tipa udubljenja koje se ne prostiru skroz do podloge, čije dno nije neka strana čestica i ne obrazuju direktan kontakt sa okolnom atmosferom (livenom legurom) mogu biti bezazlene za ispitivanu primenu (slika 48). Sa druge strane, greške krateri koji nastaju kao posledica ispadanja nodularnih defekata iz sloja, najčešće se prostiru skroz do podloge, zbog čega su izuzetno nepovoljne jer direktno izlažu površinu podloge spoljašnjoj korozivnoj atmosferi [78]. Što se tiče grešaka uskih kanala koji nisu zatvoreni i vode skroz do podloge, one takođe imaju loš uticaj na korozivno ponašanje prevlaka i uzročnici su propadanja prevlake [15,159]. Pri depoziciji prevlaka sa katodnim lukom, magnetronskim raspršivanjem i isparavanjem sa elektronskim snopom postoje suštinske razlike u načinu isparavanja i depozicije materijala prevlake. Tako je sa stanovišta grešaka rasta katodni luk najnepovoljnija tehnika depozicije i očekivano je da prevlake dobijene magnetronskim raspršivanjem i isparavanjem sa elektronskim snopom imaju manju veličinu i gustinu grešaka rasta [158,160]. Iz tog razloga su one mnogo pogodnije za depoziciju prevlaka za livačke alate.

7.1.2. Mehaničke osobine ispitivanih materijala, slojeva i prevlaka

Alati za livenje pod pritiskom koji se izrađuju od čelika za rad na toplo (EN X27CrMoV51) podvrgavaju se procesu poboljšavanja kojim se dobijaju niže tvrdoće, od alata za deformisanje, ali i povećana žilavost materijala. U ovom istraživanju predmetni čelik u poboljšanom stanju karakterišu nešto niže vrednosti tvrdoće koje su posledica prvog otpuštanja izvedenog na temperaturama nešto višim od 620 °C [161]. Tvrdoća od 410 HV koja je postignuta kod čeličnih uzoraka je u granici preporuka za ovaj čelik za primenu na alatima za livenje pod pritiskom [161].

Vrednosti tvrdoće nitriranih slojeva se za određen čelik kreću u širokom dijapazonu koji je zavisen od primenjenih parametara nitriranja. Prosečna vrednost maksimalne tvrdoće ispitivanog plazma nitriranog sloja je prilično visoka (1150 HV) i u okviru je maksimalnih vrednosti koje se postižu za ovu grupu čelika [12,63,117,134,162]. Vrednost tvrdoće postignute kod površinskog sloja je veoma pogodna u direktnoj primeni kod livačkih alata, a tako i kao podloga za dalju depoziciju tvrdih prevlaka u okviru dupleks tretmana [23]. U odnosu na osnovni materijal površinska tvrdoća je plazma nitriranjem skoro utrostručena. Budući da je poliranjem uklanjan sloj jedinjenja sa uzoraka namenjenih dupleks tretmanu (PN BSJ), tvrdoća je u tankom površinskom sloju verovatno nešto niža ali se to sa primenjenom tehnikom merenja nije detektovalo. Stoga se smatra se da se poliranjem nije znatno promenila tvrdoća po poprečnom preseku poliranih plazma nitriranih uzoraka (PN BSJ) te da je ostala ista kao i kod inicijalnih uzoraka.

Vrednosti tvrdoće ispitivanih prevlaka nešto su više u odnosu na literaturne podatke [73,163]. Razlog tome je što je podloga visoke tvrdoće, te je njeno plastično deformisanje tokom utiskivanja mnogo manje nego kada se kao podloge primenjuju standardni alatni čelici koji su manje tvrdoće. Tvrdoća spoljašnjeg sloja troslojne TiAlSiN prevlake je vrlo verovatno viša od izmerene vrednosti ali je taj sloj veoma tanak (oko 200 nm) pa je teško izvršiti njegovo tačno merenje. Sa stanovišta tvrdoće, sve ispitivane prevlake su pogodne za primenu na alatima za livenje pod pritiskom. Ispitivane prevlake se u eksploataciji pored izraženog adhezivnog habanja izlažu i erozivnom habanju usled udara struje tečnog metala visokim brzinama. Kod takvih slojeva se pored visoke vrednosti tvrdoće zahteva i zadovoljavajuća elastičnost i žilavost odnosno visok odnos H^3/E^{*2} [145]. Ocenom otpornosti na habanje prevlaka primenom H^3/E^{*2} odnosa, u ovom radu je utvrđeno da je TiAlSiN prevlaka najadekvatnija jer ima znatno višu vrednost ovog odnosa (0,61) što je tipično za nanostrukturne prevlake. Ostale ispitivane prevlake imaju prosečne vrednosti ovog parametra odnosno oko 0,3.

7.1.3. Adhezija prevlaka

Efikasna primena prevlaka na alatima za preradu metala zavisi ne samo od njihovih funkcionalnih karakteristika nego i od adhezije prevlake za podlogu. Adhezija je takva osobina prevlaka da ona ugrožava sve ostale funkcionalne osobine prevlake zbog kojih je prevlaka i izabrana za određenu namenu. Adhezija mora biti takva da se ona u toku eksploatacije prevlake u što je moguće manjoj meri menjaju usled dejstva fizičko-hemijskih procesa okoline.

Kod ispitivanja adhezije prevlaka primenom testa zaparavanja veoma je važno imati na umu da je ovo test sa kojim se određuje „praktična“ adhezija te da su rezultati zavisni od parametara prevlake koji nisu u vezi sa „stvarnom“ veličinom sila koje deluju između prevlake i podloge [164]. Najizraženiji uticaj imaju tvrdoća prevlake, tvrdoća podloge, debljina prevlake, hrapavost površine i zaostali naponi u prevlakama [164–167].

Vrednost adhezije ispitivanih prevlaka je na visokom nivou što je svojstveno prevlakama izrađenim u okviru dupleks tretmana. U poređenju sa rezultatima drugih istraživanja [5,8,162,168–170], opterećenja koja dovode do prvog adhezivnog odvajanja (L_{C3}) i potpunog odvajanja (L_{C5}) prevlake su kod svih ispitivanih prevlaka značajno viša. Za to postoji više razloga među kojima su: visoka tvrdoća nitriranog sloja, odustvo sloja jedinjenja u podlozi i postojanje pogodnih legirajućih elemenata u čeliku za formiranje nitrida. Visoke vrednosti kritičnih sila su posledica visoke tvrdoće PN podloge i činjenice da sa porastom tvrdoće podloge raste i vrednost kritičnih opterećenja [165]. Jedan od razloga za uklanjanje sloja jedinjenja koji nastaje tokom plazma nitriranja, jeste da se spreči njegovo razlaganje prilikom nanošenja prevlake u okviru dupleks tretmana. Do razlaganja može doći usled dejstva jona u fazi nagrizanja podloge pre početka depozicije i usled pregrevanja tokom samog procesa nanošenja prevlake koji se izvodi na temperaturi iznad 500°C [91,117]. Razlaganjem sloja jedinjenja (belog sloja) nastaje sloj α -faze (crni sloj) koji je mnogo mekši od difuzionog sloja i koji ne može da nosi velika opterećenja za koje je predviđen dupleks kompozitni sloj [91,126,162]. Kada u dupleks kompozitu postoji „crni“ sloj, tokom ispitivanja zaparavanjem beleže se niže vrednosti kritičnih sila. To je osim korozione postojanosti bio i glavni razlog tome da se u ovom istraživanju sloj jedinjenja ukloni poliranjem uzoraka nakon procesa plazma nitriranja. Treći razlog povećanja adhezije može biti i to što u difuzionom sloju nitrirane podloge postoje nitridi legirajućih elemenata (CrN čestice) [91]. Prisustvo

ovakvih faza sa prevlakama na nitridnoj bazi mogu da obrazuju jake hemijske veze i koherentan rast prevlake čime se efektivno povećava adhezija prevlake za podlogu.

Ispitivana TiAlSiN prevlaka se sa aspekta adhezije i kritične sile potpunog odvajanja (L_{c5}) pokazala kao najbolja. Međutim ona je ujedno i prevlaka sa najvećom tvrdoćom i najvećim H^3/E^{*2} odnosom. Sa druge strane i CrAlN prevlaka se veoma dobro pokazala, ima veoma visoke vrednosti kritičnih opterećenja, ali treba imati na umu da je njena debljina za oko 30% manja od debljine ostalih razmatranih prevlaka. To znači da i CrAlN prevlaka verovatno poseduje istu ako ne i bolju adheziju nego TiAlSiN prevlaka. Visoke vrednosti kritične sile za obe ove prevlake su posledica finostrukture, nanoslojevitog dizajna slojeva i nanokristalnih struktura kojim se otežava širenje pukotina kroz sloj prevlake do međupovršine se podlogom [73,75,114]. Kod nanostrukturnih prevlaka, zbog otežane aktivnosti dislokacija, pukotina kroz sloj napreduje stepenastom trajektorijom pri čemu se absorbuje veća količina energije deformacije [75,114,157].

Izgled oštećenja prevlaka koja nastaju tokom ispitivanja zaparavanjem svedoči o adheziji prevlake sa osnovnim materijalom kao i o sposobnosti da prevlaka izdrži deformacije podloge pre loma [164,171]. Pregledom tragova zaparavanja na ispitivanim prevlakama je utvrđeno da su najčešći vidovi oštećenja prevlaka lučne pukotine i lučna odljuskavanja. Takva oštećenja su posledica mehanizma izvijanja prevlake ispred utiskivača (*eng. buckling failure*) [167,171]. Ovakva oštećenja su karakteristična za duktilno ponašanje prevlaka sa jakom vezom sa podlogom koja je visoke tvrdoće [171]. Kod svih ispitivanih prevlaka adhezivna oštećenja se javljaju na relativno malim površinama što je posledica i veoma tvrde podloge koja ne dozvoljava deformisanje i nastanak prevelikih napona u prevlaci koji dovode do loma. Međutim, kod CrN i TiAlN prevlake lučne pukotine se značajnije prostiru i izvan traga zaparavanja gde imaju i kohezivan i adezivan karakter. To znači da su ove dve prevlake osetljivije na zatezna opterećenja nastala izvijanjem i savijanjem prevlake na ivicama traga. Sa druge strane, kod TiAlSiN i CrAlN prevlake ovo nije slučaj jer su lučna oštećenja i sva adhezivna odvajanja lokaziovana unutar traga zaparavanja. Ova činjenica je dodatna potvrda visoke adhezije TiAlSiN i CrAlN prevlake i visoke sposobnosti nošenja spoljašnjih opterećenja. CrAlN prevlaka se izdvaja zbog posebnog duktilnog ponašanja i pojave adhezivnog otkaza na veoma malim površinama prilikom zaparavanja.

Osim aspekta adhezije, visoke vrednosti kritičnih opterećenja su dobar pokazatelj otpornosti prevlaka na smicajna opterećenja. Ovo je veoma važna osobina prevlaka koje se koriste kod alata za obradu rezanjem i deformisanjem, ali isto tako i kod prevlaka za livačke alate [167]. Kod alata za livenje pod pritiskom, tokom faze vađenja gotovih odlivaka dolazi do intezivnog klizanja odlivka po površini alata kada se unose smicajna naprezanja u površinske slojeve. Ova naprezanja su posledica kretanja elemenata alata koje je otežano skupljanjem i lepljenjem livene legure, a njihovo dejstvo usmereno je na međupovršinu prevlake i podloge zbog čega mogu da dovedu do odljuskavanja prevlake .

7.1.4. Hrapavost i topografija površine

7.1.4.1. Uticaj površinskih tretmana na promenu hrapavosti i topografije uzoraka

Karakter promene hrapavosti površine usled difuzionog tretmana ili depozicije prevlake je veoma važna tehnološka osobina koju je potrebno poznavati i uzeti u obzir prilikom projektovanja alata i njegove pripreme pre izrade difuzionog sloja ili sloja prevlake. Ovo je posebno važno u slučajevima kada se vrši kombinovanje više različitih tehnika izrade slojeva kao što je to slučaj kod dupleks tretmana koji je primenjen u ovom istraživanju. U takvim slučajevima, ponašanje i trajnost zaštitnog sloja (prevlake) u eksploataciji na alatu za livenje pod pritiskom je zavisno kako od polazne hrapavosti podloge tako i od krajnje hrapavosti površine postignute nakon poslednjeg površinskog tretmana. Posebno je važno napomenuti da je i koroziono ponašanje PVD prevlaka u tečnim legurama aluminijuma izuzetno zavisno od hrapavosti površina prevlaka [116,133,136].

Velika hrapavost plazma nitriranih uzoraka (PN-H) je posledica primene finog brušenja polaznog trna pre plazma nitriranja i odsustva dodatnog poliranja u pripremi uzoraka. Hrapavost je dodatno povećana usled dejstva dva fizička procesa koji se javljaju tokom procesa plazma nitriranja. Prvi je usled zapreminskog širenja materijala uzrokovanog inkorporacijom atoma azota u površinski sloj i formiranjem nitrida [172,173]. Drugi je usled redepozicije materijala koji je prethodno raspršen

sa iste površine usled dejstva jona visoke energije [172–174]. Rezultati SEM mikroskopije, prikazani na slici P8 iz Priloga 11, su pokazali da na plazma nitriranom uzorku (PN-H uzorak) postoje čestice materijala koje su naknadno nanešene u procesu plazma nitriranja. Pretpostavlja se da materijal u obliku tih čestica nema jaku vezu sa površinom materijala te da se u inicijalnim tribo-kontaktima lako uklanja sa površina.

Podloge za depoziciju svih ispitivanih prevlaka su bili PN-H uzorci koji su podvrgnuti poliranju sa dijamantskom pastom radi uklanjanja sloja jedinjenja. Nakon poliranja hrapavost PN podloga je znatno smanjena ($R_a \approx 14$ nm) što je i razlog zbog čega su kod prevlaka postignute značajno manje hrapavosti ($R_a = 16 - 95$ nm) nego što je kod PN uzoraka. Zabeleženi porast hrapavosti usled depozicije svih prevlaka nije drastičan, jer postignuta hrapavost spada u domen finog površinskog kvaliteta.

Analiza rezultata je nedvosmisleno potvrdila da su greške rasta glavni uzrok promene hrapavosti usled depozicije prevlaka. Razlika u promeni hrapavosti koja je nastala između CrN i ostalih ispitivanih prevlaka pripisuje se razlici u uređajima za depoziciju prevlaka koji su primenjeni za njihovu izradu. Znatno manji porast hrapavosti i manja količina grešaka koja se javlja kod CrN je u skladu sa prethodnim istraživanjima istih prevlaka izrađenih u istim uređajima za depoziciju [78]. Razlog tome je što je CrN prevlaka izrađena u uređaju sa termojonskim lukom za isparavanje materijala, kod kojeg su uzorci bili postavljeni na znatno veća rastojanja od mete sa koje se vrši isparavanje hroma. Zbog toga nepovoljne čestice koje nastaju usled varničenja na meti teže dolaze do površine komada u šarži na koje se nanosi prevlaka [78].

Kao i u slučaju CrN prevlake, gustina grešaka i porast hrapavosti ostalih (TiAlN, TiAlSiN, CrAlN) prevlaka je uglavnom u skladu sa rezultatima predstavljenim za ove prevlake u istraživanjima pod referencama [78,79]. Veća količina grešaka kod ovih prevlaka pripisuje se postojanju kompleksnijeg sistema šaržera u uređaju, većim površinama raspršivanja materijala sa meta, manjim razmacima između mete i šarže, intenzivnijim raspršivanjem u toku procesa nagrivanja, itd [78]. Za TiAlN, TiAlSiN i CrAlN prevlake uočene su i više vrednosti parametra S_{sk} što pored veće gustine grešaka ukazuje i na to da su nodularne greške na ovim prevlakama izraženije i većih visina.

Generalno, nastanak grešaka rasta u slojevima nanešenim sa PVD industrijskim uređajima praktično je nemoguće izbeći ali se njihova koncentracija može uspešno kontrolisati [15,78,158]. Prevlake dobijene magnetronskim spaterovanjem i isparavanjem sa elektronskim snopom imaju manju gustinu grešaka nego one dobijene tehnologijama katodnog luka [82]. Iz tog razloga su one pokazale veću otpornost na koroziju u teškim radnim uslovima kakvi se javljaju kod alata za livenje pod pritiskom [81].

7.1.4.2. Hrapavost, topografija i morfologija površine trnova

Potrebna hrapavost alata za livenje pod pritiskom uglavnom se definiše naspram zahtevane hrapavosti površine odlivka i tolerancije segmenta odlivka koji se izrađuje sa tim elementom alata. Postignute hrapavosti površine kod svih ispitivanih trnova kreću se u dijapazonu tipičnih za alate za livenje pod pritiskom sa boljim površinskim kvalitetom. U razmatranja vezana za ponašanje površina u korozionim sredinama i tribo-kontaktima veoma je važno da se pored standardnih parametra hrapavosti (R_a , R_q , R_z) uvrste i ostali parametri (R_{sk} , R_{ku} , R_{Sm} , S_{dr}) kojima se mnogo bolje karakteriše oblik površine [175,176]. Dodatno, uvidom u morfologiju i 3-D topografiju površine dobijaju se opsežne kvalitativne informacije o izgledu površina.

Prisustvo valovitosti i riseva na površinama gotovo svih ispitivanih uzoraka oblika trna je posledica finog brušenja koje je primenjeno kao jedna od završnih obrada prilikom izrade trnova u ovom radu. Risevi su posebno izraženi kod čeličnih uzoraka (H11) koji spadaju među najhrapavije trnove. Glatki H11-G trnovi su bili izrađeni tako što je vršeno poliranje hrapavih čeličnih trnova (H11-H). Tom prilikom su nepravilnosti u obliku riseva samo zaglađene i ostale su prisutne, a polaritet je promenjen iz neutralnog u blago negativan (R_{sk} , $S_{sk} < 0$). Primenjeni sled operacija je izabran u cilju oponašanja realnih površina alata iz proizvodnje, koje uglavnom nisu idealno glatke već imaju određen stepen valovitosti. Stoga je tokom pripreme uzoraka (poliranja) namerno izbegnuta višestepena promena granulacije abrazivne paste za poliranje.

Kod plazma nitriranih trnova, risevi od brušenja gube dominaciju nad topografijom jer se na površini pojavljuju ravnomerno rasprostranjena ispupčenja kojim se dobijaju skoro potpuno nasumične površine (R_{ku} , $S_{ku} \approx 3$). Ovo je naročito izraženo kod glatkih plazma nitriranih trnova (PN-G).

Kao podloge za hrapavu grupu uzoraka sa prevlakama primenjeni su P-H trnovi. To su PN-H trnovi koji su bili podvrgnuti poliranju dijamantskom pastom granulacije 3 μm . Kao što je već objašnjeno, takvim tretmanom, uklanjanje riseva sa podloga na koje su nanošene prevlake nije izvršeno u potpunosti, jer je sa druge strane glavni razlog za njihovo poliranje bilo uklanjanje sloja jedinjenja. Stoga se površine hrapavih cilindričnih i koničnih uzoraka sa prevlakama (CrN-H, TiAlN-H, CrN-K, TiAlN-K itd.) karakterišu kombinovanom morfologijom sa blagim risevima i ispupčenjima usled nodularnih defekata. Manja hrapavost uzoraka sa prevlakom od H11 i PN uzoraka se pripisuje poliranju prilikom pripreme podloga za depoziciju prevlaka.

Osim mestimično manjih riseva, hrapavošću i topografijom glatkih prevlaka (CrN-G, TiAlN-G) u potpunosti dominiraju greške rasta. Utvrđeno povećanje parametra srednjeg koraka elementa profila hrapavosti (R_{sm}), u odnosu na hrapavije trnove sa prevlakama, je pokazatelj velikog stepena smanjenja hrapavosti površina. Takođe i smanjenje parametra odnosa razvijene površine (S_{dr}) svedoči o intenzivnoj ravnosti ovih površina.

Kako je pojava grešaka rasta neizbežna, dalje smanjenje hrapavosti površina prevlaka, ispod nekog minimuma, može se vršiti samo naknadnim poliranjem površina prevlaka. Pretpostavka je bila da će se naknadnim poliranjem prevlaka veći broj nodularnih grešaka abrazijom čestica poravnati sa površinom i da će im se smanjiti visina. Međutim, primenjenim režimima poliranja velika većina nodula je istrgnuta iz sloja prevlake i odlomljena do neke dubine, a tek manji deo je poravnat. Istrgnutim nodulama je izvršena prilična abrazija (mikrobrzdanje) površine prevlaka. O tome kod TiAlN prevlaka svedoče vrlo blago povećanje hrapavosti (S_a) u odnosu na polazno stanje i smanjenje R_{sm} parametara na vrednosti koje karakteriše hrapavije prevlake (vidi tabelu 10). Analizom gustine grešaka i uzimanjem u obzir veličine praga detekcije došlo se do dodatnih zaključaka o površini poliranih prevlaka. Prisustvo ispupčenih nodularnih grešaka koje su veće visine od 0,5 μm je nakon procesa poliranja u potpunosti eliminisano. Dodatno, nakon poliranja nije došlo do povećanja broja grešaka tipa udubljenja (iznad 0,5 μm) što znači da nodule nisu u potpunosti istrgnute iz površine ili se ne prostiru kroz ceo sloj prevlake. Ivce grešaka tipa udubljenja su se zagladile zbog čega je došlo do povećanja njihovih dimenzija i površine. Morfologija naknadno poliranih prevlaka je vrlo slična morfologiji slično tretiranih površina koje su prikazane u istraživanju pod referencom [80].

Važnost uticaja hrapavosti i topografije prevlaka na efekte lepljenja je istaknuta u samo nekoliko istraživanja u kojima je primenjen test izvlačenja [139,142]. Međutim, njen uticaj nije uzet u obzir ni u jednom od relevantnih ispitivanja sa takvom eksperimentalnom postavkom [23,142,143]. Stoga je teško izvršiti poređenje ispitivanih uzoraka sa nekim iz dosadašnjih istraživanja. Međutim, domen hrapavosti uzoraka obuhvaćen u ovom ispitivanju preklapa se sa onim iz drugih vrsta istraživanja iz oblasti (ubrzanih korozionih testova ili industrijskih slučajeva) [116,121,133].

Generalno, površine razmatrane u ovom istraživanju po morfologiji možemo podeliti u nekoliko osnovnih grupa i to: površine sa risevima bez izraženog polariteta ($S_{sk} \approx 0$); površine sa risevima izraženog pozitivnog polariteta ($S_{sk} > 0$); glatke površine izraženog pozitivnog polariteta ($S_{sk} > 0$); i glatke površine izraženog negativnog polariteta ($S_{sk} < 0$).

Prilikom primene parametara hrapavosti u analizama ponašanja trnova iz ovog istraživanja važno je imati na umu sledeće činjenice:

- vrednosti linijskih parametara hrapavosti (R) su relevantnije od površinskih (S), jer su one rezultat većeg broja merenja načinjenih na većim dužinama po izvodnicama trnova
- izolovanje uticaja hrapavosti u analizama ponašanja trnova je najadekvatnije izvršiti na uzorcima približne hrapavosti koji su u tabeli 11 zaokruženi isprekidanim linijama
- ista vrsta prevlake je u različitim grupama trnova izrađena u različitim šaržama, zbog čega se one karakterišu i različitom koncentracijom grešaka

7.2. Karakteristike eksperimentalnih metoda livenja sklop uzorka i njihov uticaj na kvalitet rezultata eksperimenta

7.2.1. Karakteristike livačkih procesa primenjenih metoda i njihov uticaj na kvalitet sklop uzorka

Da bi se testovima izvlačenja realno oponašala ispitivana problematika lepljenja, potrebno je da se primenjenom metodom livenja obezbedi obrazovanje ravnomernog kontakta između uparenih materijala, tj. između materijala odlivka i trna. Rezultati u ovom radu su pokazali da na kvalitet i ravnomernost kontakta najviše utiču prisustvo trećeg materijala u livu (oksida ili šljake), nastanak šupljina u kontaktu kao posledica skupljanja tečnog metala i tačnost dubine uranjanja trna.

Ulivanje tečnog metala se kod svih primenjenih metoda vrši bez primene ulivne čaše i ulivnog sistema zbog čega je u svim slučajevima u početnom stadijumu tečenje metala u kokili bilo prilično turbulentno (slika 59a). Velika površinska turbulencija liva kod livenja legura aluminijuma, izaziva zahvatanje površinskih oksida i gasova i neprekidno formiranje novih oksidnih opni na slobodnim površinama liva zbog čega se povećava mogućnost za nastanak livačkih grešaka [177]. Međutim, u ovom istraživanju je jedino bilo važno da zahvaćeni oksidi na kraju procesa popunjavanja ne završavaju u regionu oko eksperimentalnog trna, a mehaničke karakteristike odlivka su od sekundarnog značaja. Rezultati simulacija su pokazali da najoksidisaniji liv na kraju ulivanja završava na vrhu cilindričnog odlivka (slika 59b), što inače i predstavlja slobodnu površinu liva koja najviše oksidiše.

U slučaju metode 1, oko trna je grupisana najveća količina oksidisanog liva i po tom pitanju ova metoda je najnepovoljnija. Tome je uzrok činjenica da se u ovoj metodi nakon procesa popunjavanja kokile trn uranja u liv, prilikom čega on prolazi kroz područje odlivka sa najvećom količinom oksidisanog liva. Na taj način trn se praktično oblaže sa oksidnim opnama koje su i identifikovane na površinama odlivka koji je bio u kontaktu sa trnom (slika 62 sredina levo). Činjenica da je metoda 1 veoma približno koncipirana metodama primenjenim u istraživanjima iz referenci [23,139,142,143,178], ukazuje na to da i rezultate iz tih istraživanja treba oprezno razmatrati sa aspekta kvaliteta kontakta odlivak-trn.

U cilju prevazilaženja nedostataka metode 1 osmišljena je metoda 2, koja je koncipirana naspram istraživanja iz reference [178] i pretpostavki o primenjenim procedurama prilikom izrade sklop uzorka iz istog istraživanja. Kod metode 2 izbegnuto je uranjanje trna i povlačenje površinskih oksida oko njega ali se trn u sklopu opet nalazi na lokaciji sa velikom količinom oksidisanog liva što je nepovoljno. Dodatna nepovoljnost je činjenica da se ulivanje liva vrši u neposrednoj blizini trna zbog čega se nakon završetka ulivanja neki od površinskih oksida (nastalih oko ulivne struje liva) raspoređuju aksijalno uz trn. Iako je kod ove metode utvrđen nastanak nešto manje količine oksidnih opni uz trnove, njihovo prisustvo nije izbegnuto jer slobodna površina liva tokom popunjavanja ipak prelazi preko čela trna.

Rezultati simulacije su ukazali da, u poređenju sa metodama 1 i 2, prilikom ulivanja metala kod metoda 3 i 4 dolazi do izraženije turbulencije liva (slika 59a). Visoka turbulencija liva u zoni oko trna ne može biti povoljna pojava sa aspekta kompaktnosti odlivka [177] ali se eksperimentima pokazalo da se negativni efekti tog procesa ne ispoljavaju. Tome je razlog činjenica da liv koji je duži vremenski period proveo u kontaktu sa vazduhom završava u regionima dalje od trna.

Generalna konstatacija je, da kod metoda 1 i 2 dolazi do manje turbulencije liva jer ne postoji udar struje liva o trn, ali na kraju popunjavanja kalupa svi nastali oksidi završavaju u zonama oko trnova. Sa druge strane, kod metoda 3 i 4, usled udara struje liva o trn nastaje znatna površinska turbulencija koja obrazuje više oksida. Daljim strujanjem liva tokom popunjavanja kalupa ti oksidi se odvođe daleko od zone trna i nemaju negativan efekat na tačnost eksperimenta.

Kao dodatni nedostatak procesa ulivanja kod metoda 1 i 2 mora se navesti činjenica da je dubina uranjanja trna veoma zavisna od nivoa popunjenosti kokile sa tečnim metalom, a greška u dubini uranjanja ima direktnog uticaja na krivu izvlačenja i maksimalne sile izvlačenja trnova iz odlivaka. Kod metode 1 u kokilu se unapred mora uliti za oko 4 mm manje liva nego što je vrh odlivka, a kod

metode 2 ulivanje se mora prekinuti tačno u momentu kada slobodna površina liva dosegne vrh kokile. Obe ove procedure su tehnički veoma zahtevne i nepraktične zbog čega se veoma lako mogu uneti greške u sklop uzorak. Kod metode 3 i 4 dubina uranjanja je strogo definisana konstrukcijom i prethodnim podešavanjem kokile te je dubina uranjanja u najvećoj meri nezavisna od visine slobodne površine odlivaka. Dodatno, varijacijom u visini slobodne površine kod ovih metoda, neznatno se deluje na metalostatički pritisak na trnu.

Temperaturno polje trnova suštinski nema preveliki uticaj na kvalitet kontakta odlivak-trn već ima uticaja na verodostojnost procesa koji se simulira u ovom ispitivanju i uopšteno na kvalitet rezultata ispitivanja. Veliki nedostatak metoda 1 i 2 je to što se trnovi pre procesa livenja ne predgrevaju na temperature oko 300 °C, što je uobičajeno kod kokilnog livenja i kod livenja pod pritiskom legura aluminijuma. Iz tog razloga se kod metoda 1 i 2 trnovi sporije zagreju do maksimalne temperature koja je niža od likvidusa i niža nego kod metoda 3 i 4, a trnovi provode kraće vremena na tim temperaturama (slika 60). Do metalurškog lepljenja legura aluminijuma za čelike može da dolazi i u čvrstom i poluočvrstom stanju, odnosno na temperaturama nižim od likvidus temperature, a iznad kritične temperature [14,17]. Pored temperatura veoma važan parametar je i vreme provedeno na temperaturi iznad kritične kada dolazi do nastanka lepljenja, jer se produženjem vremena pojačavaju korozioni efekti [17]. Stoga se zaključuje da su kod metoda 1 i 2 metalurški procesi lepljenja manje izraženi u jednom ciklusu livenja nego što je to slučaj kod metode 3. Za metodu 3 je simulacijama procesa i termičkim analizama utvrđeno da su maksimalne temperature trnova reda veličine likvidus i nižih temperatura. To u kombinaciji sa činjenicom da je korozioni proces nakon samo jednog ciklusa livenja već sam po sebi kratak period za izraženiju koroziju [14], nameće metodu 3 kao adekvatniju za primenu u ispitivanjima iz oblasti ove disertacije. Ovo je takođe potvrđeno i sa termičkim analizama procesa očvršćavanja odlivaka.

Iako se za metodu 4 nisu radile numeričke simulacije jer nisu poznati svi granični uslovi, moguće je dati nekoliko komentara tog procesa naspram primenjenih tehnoloških parametara, termičke analize i sličnosti sa metodom 3. U poređenju sa metodom 3, kod metode 4 maksimalne temperature do kojih se zagreju trnovi nakon što je uliven liv u kokilu su sigurno više, jer su inicijalne temperature zagrevanja trna i kokile oko 600 °C (vidi poglavlje 5.3 i sliku 5). Sa druge strane, očvršćavanje se zadržava u peći pri čemu se temperatura kontakta trna i odlivka zadržava u dužem periodu iznad ~600 °C, što potvrđuju analize krivih hlađenja prikazane u poglavlju 6.3 u tabeli 13. Stoga su uslovi za odvijanje korozionih procesa kod metode 4 još oštriji što je ujedno i glavni razlog razvoja i primene te metode u ovom istraživanju.

Posledica nastanka usahlina na površinama odlivka oko trna kod metoda 1 i 2 (slika 62 sredina levo) jeste činjenica da je to zona u kojoj odlivak poslednji očvršćava bez dovoljne količine tečnog liva da kompenzuje skupljanje metala (slika 61). Sa tog aspekta, metode 1 i 2 su apsolutno nepovoljne za ispitivanje fenomena lepljenja. Tome je razlog to što se nastankom usahlina uz trn smanjuje površina kontakta odlivka i trna čime se direktno utiče na vrednosti sila izvlačenja i uopšteno na kvalitet rezultata testa izvlačenja [141]. Sa druge strane, kod metode 3 kontakt odlivka i trna se odvija po celoj kontaktnoj površini jer je to zona odlivka koja ima dobro hranjenje tečnim metalom te ne dolazi do nastanka usahlina prilikom očvršćavanja [141]. Slučaj je isti i kod metode 4 jer se očvršćavanje odlivka odvija mnogo sporije, nego kod metode 3, zbog čega i lokacije oko trna imaju još bolje uslove očvršćavanja i ne dolazi do nastanka usahlina. Kod metoda 3 i 4 povremena pojava srha na razdelnoj liniji uz trn nema značajnog uticaja na test izvlačenja, jer su oni uklanjani mehaničkim putem pre testova izvlačenja. Dakle, metode 3 i 4 su i sa aspekta očvršćavanja metode koje veoma dobro oponašaju procese koji se odvijaju kod elemenata alata najizloženijih habanju lepljenjem i utrljavanjem (*eng. galling*) [45].

Budući da se predmetni slojevi razvijaju za elemente alata za livenje pod pritiskom, može se postaviti pitanje o adekvatnosti primene metoda sa gravitacionim livenjem za izradu sklop uzoraka. Ovo pitanje može se postaviti iz razloga što kod primenjene metode livenja (gravitaciono livenje u kokile) efekat pritiska liva na površine alata ne postoji. Međutim, uzimajući u obzir rezultate poprečnih preseka sklop uzoraka (metode 3) može se reći da je kontakt trnova i odlivka koji je postignut sa

primenjenim metodama livenja veoma dobar (vidi poglavlje 6.6 i sliku 82) te da bi se dodatnom primenom pritiska na kvalitet kontakta tek neznatno uticalo [45]. Tome ide u prilog i činjenica da ostvareni kontakt odlivak-trn ima isti izgled kao i u slučajevima ispitivanja u konkretnim proizvodnim uslovima livenja pod pritiskom, prikazanim u referencama [14,40,116].

7.2.2. Uticaj kvaliteta sklop uzorka na rezultate testova izvlačenja

Velike razlike koje se pojavljuju u kvantitativnim rezultatima testova izvlačenja za različite metode ukazuju na postojanje velikih razlika u tribološkom kontaktu odlivak-trn. Veličina sile izvlačenja je direktno zavisna od površine stvarnog kontakta koji je ostvaren između trna i odlivka jer od toga zavisi površina na kojoj su se odvijali korozioni procesi i/ili trenje tokom procesa izvlačenja trna. Analize i diskusije iz prethodnog poglavlja vezane za procese livenja, kvalitet odlivaka i kontakata odlivak-trn ukazale su na konkretne nepravilnosti koje se pojavljuju kod uzoraka dobijenih određenom metodom.

Najniže vrednosti maksimalnih sila izvlačenja i rada sile izvlačenja koje su zabeležene za metodu 1 su posledica najmanje kontaktne površine između trna i odlivka i najveće količine oksidnih opni koje su inkorporirane u kontakt odlivak-trn. Manja površina kontakta zahteva niže sile da bi se razdvojila veza odlivak-trn, a oksidne opne pored smanjenja efekata metalurškog lepljenja mogu da smanje i trenje između odlivka i trna koje se javlja prilikom izvlačenja [5]. Osim pomenutog, manje sile izvlačenja kod metoda 1 i 2 su posledica nižih temperatura trna u procesu livenja i kraćeg vremena provedenog na tim temperaturama što je uzrokovalo slabije izražene korozione efekte ili slabije popunjavanje mikroneravnina na površinama trnova.

Neznatno veće vrednosti sila izvlačenja i rada sile izvlačenja za metodu 2, pripisuju se manjoj količini oksidnih opni koje su prisutne u kontaktu odlivak-trn. Dodatno, veća preciznost uranjanja trna u odlivak kod metode 2 takođe može da utiče na veće vrednosti sila izvlačenja nego kod metode 1. Najveće razlike između metoda 1 i 2 postoje u radu sile izvlačenja (izgledu krivih izvlačenja) i rasipanju rezultata. Veća rasipanja rezultata kod metode 1 pripisuju se većim fluktuacijama u kvalitetu kontakta odlivak-trn i fluktuacijama u dubini uranjanja trna u odlivak, nego što je to slučaj za metodu 2.

Kod metode 3 su izmerene najviše vrednosti sila izvlačenja (slika 62 i 63). Najviše vrednosti sila pripisuju se većim stvarnim kontaktnim površinama koje su ostvarene između materijala trna i livene legure, neprisustvu oksida u kontaktu i postojanju oštrijih korozivnih režima na površinama trnova. Kod metode 3 postoji veća mogućnost za nastanak metalurškog lepljenja i ostvarivanje hemijske veze između materijala odlivka i trna, iz razloga što su trnovi u nešto dužem vremenskom periodu bili izloženi višim temperaturama, nego kod metoda 1 i 2. Takođe, činjenica da su se ovakve reakcije odvijale na većim površinama, nego kod metoda 1 i 2, je imalo za posledicu postizanje viših vrednosti sila izvlačenja. Iako sa ovim eksperimentima nije pokazano koliko je rasipanje rezultata kod metode 3, iz rezultata za eksperimentalne trnove od različitih materijala može se videti da se rasipanje rezultata (SD) uglavnom kreće u granicama od 10 %, a neretko i niže (vidi poglavlje 6.4 i tabelu 14).

Karakteristike procesa livenja odlivka kao i postignute osobine sklop uzoraka ukazuju na to da je metoda 3 (kao i metoda 4) mnogo tačnija, pouzdanija i praktičnija metoda za izradu sklop uzoraka za ispitivanje fenomena lepljenja, nego što su metode 1 i 2. Dodatno, iz prethodnih analiza se jasno vidi da novopredložena metoda 3 ima i niz prednosti u odnosu na metode primenjene za izradu sklop uzoraka koje su predstavljene u istraživanjima iz referenci [23,139,142,143,178].

7.3. Termička analiza procesa očvršćavanja odlivka

Informacije dobijene iz termičkih analiza, prikazane u tabeli 13, dale su mogućnost poređenja različitih eksperimentalnih procesa (KO, ZO) ne samo po ukupnom trajanju kontakta trna sa odlivkom već i po trajanju pojedinih faza prilikom očvršćavanja odlivka i temperaturama tih faza. To daje mogućnost da se korozivni procesi koji se odvijaju kod različitih eksperimenata adekvatnije izanaliziraju i međusobno uporede [151].

Činjenica da se očvršćavanje odlivka završilo sa izlučivanjem Al-Si-Cu eutektikuma (slika 43) nameće konstataciju u vezi karaktera kraja procesa očvršćavanja. Izlučivanje Al-Si-Cu eutektikuma se

vrši između dendritnih grana u strukturi odlivka [151], što predstavlja poslednju zapreminu neočvrstle legure (~5 % prostora). Na to ukazuje i veličina površine koju, u zoni pika Al–Si–Cu eutektikuma, zaklapaju brzina hlađenja i nulta linija brzine hlađenja odlivka (vidi sliku 43). To znači da je najveći procenat tečne faze odlivka očvrstnuo i pre izlučivanja Al–Si–Cu eutektikuma, što je tipično za ovu grupu legura aluminijuma [151,153].

Očvršćavanje odlivka u blizini trna kod KO eksperimenta veoma brzo započinje i ono se brzo odvija jer je u toj zoni odvođenje toplote intenzivnije za razliku od termičke ose odlivka (debela sekcija iznad trna), koja ima veću masu (modul). Niže vrednosti maksimalne temperature legure kojima je izložen trn ukazuju na to da su u njegovoj okolini korozioni uslovi blaži i da se uopšte ne ostvaruje kontakt sa potpuno tečnom fazom liva, što nije slučaj za termičku osu odlivka. Konstatuje se da se naspram analize krive hlađenja iz termičke ose odlivka, kod KO eksperimenta, može dobiti slika o postojanju nešto oštrijih uslova korozije uz eksperimetalni trn nego što oni zaista jesu. Isti je slučaj i sa dužinom očvršćavanja odlivka, koja u osi traje znatno duže (za oko 90 s) nego što je to uz eksperimetalni trn. To znači da je za analizu procesa korozije adekvatnije koristiti podatke dobijene iz merenja izvršenih pored eksperimentalnog trna jer je to lokacija na kojoj se odvijaju procesi od interesa za ova razmatranja.

Analize procesa očvršćavanja odlivka odlivenog u KO eksperimentu ukazuju na to da je primenjeni trenutak vađenja odlivka iz kalupa od 120 s dovoljan sa aspekta očvršćavanja odlivka u zoni oko trna. Dalje očvršćavanje odlivka je nastavljeno i završeno na mirnom vazduhu van eksperimentalne kokile.

Iako su početni livački parametri kod KO i ZO eksperimenata isti (tabela 5), u fazi očvršćavanja ovih odlivaka javlja se znatna razlika između njih. Osim toga što se sa zadržavanjem očvršćavanja boravak odlivka na maksimalnoj temperaturi znatno produžava i sami procesi očvršćavanja (intervali očvršćavanja - $\Delta\tau_{\text{očv}}$) odlivaka u njihovom centru su kod ZO oko četiri puta duži od onih kod KO eksperimenta. Zbog tehnike ispitivanja kod eksperimenata sa ZO nije postojala mogućnost da se krive hlađenja snime uz eksperimentalne trnove ali pretpostavlja se da se usled zadržavanja očvršćavanja temperatura odlivka u celoj njegovoj zapremini prilično ujednačava pre vađenja iz komorne peći. Vremenski period procesa zadržavanja očvršćavanja nema značajniji uticaj na vreme očvršćavanja odlivaka kod ZO5 i ZO20 eksperimenata. Ovi eksperimenti se međusobno vremenski razlikuju samo u dužini procesa zadržavanja očvršćavanja, odnosno za oko 15 min. Što znači da su eksperimentalni uslovi prilično ujednačeni.

Imajući u vidu da su eksperimenti sa zadržavanjem očvršćavanja uvedeni zbog toga da se pojačaju korozioni uslovi eksperimenta sa KO, značajno je navesti koliko puta su korozioni uslovi kod eksperimenta sa ZO oštrij. Ukupna vremena očvršćavanja ($\tau_{\text{SOL UK}}$) kod eksperimenta ZO5 i ZO20 su 9 i 16 puta duža od procesa koji se odvijaju kod KO eksperimenta. Međutim, treba imati u vidu da kod eksperimenta sa ZO trnovi pre početka očvršćavanja borave na višim temperaturama (627 i 676 °C) u dužem vremenskom periodu (5 i 20 min). Iako se intermetalna jedinjenja Fe – Al formiraju i u čvrstom stanju, ti procesi se na višim temperaturama u tečnom stanju legure aluminijuma brže odvijaju [17,19,26,34], te je zbog toga ovaj period eksperimenta ključan za poređenje intenziteta korozionih procesa. Tako ako se za eksperimente uporede vremena koja proteknu do dostizanja likvidus temperature (nukleacije prvih dendrita - τ^{Al_N}), dobija se da su procesi ZO5 i ZO20 reprezenti 32 i 85 ciklusa livenja primenom KO eksperimenta. Pri čemu je važno napomenuti da se kod KO eksperimenta uz trn javljaju veoma kratki periodi kontakta sa potpuno tečnom fazom livene legure, što znači da su eksperimenti sa zadržavanjem očvršćavanja verovatno reprezenti mnogo većeg broja eksperimenata sa KO.

Ponovljivost ključnih temperatura i vremena očvršćavanja je kod svih eksperimenata na visokom nivou pri čemu bi se eksperimenti sa ZO izdvojili kao eksperimenti sa posebnom tačnošću jer su rasipanja merenja temperature i vremena uglavnom ispod 5% merene vrednosti.

Zbog svojih mogućnosti termičke analize bi se mogle primeniti u svrhu detekcije nastanka intermetalnih jedinjenja između železa i aluminijuma prilikom korozivnih testova. Međutim, za taj slučaj je potrebno primeniti mernu opremu sa većom osetljivošću i frekvencijom merenja.

7.4. Kontakt odlivka i trna, makro i mikro izgled površina uzoraka nakon testa izvlačenja

Ispitivanja poprečnih preseka sklop uzoraka i površina uzoraka sa nalepom nakon eksperimenata dala su kvalitativne informacije kojima se detaljno može objasniti proces koji se odvijao u kontaktu tečnog metala i trna kao i tribološki proces koji se dešavao tokom izvlačenja trna iz odlivka. Uvidom u stanje kontakta odlivka i trna dobijene su informacije o polaznom stanju tribo-sistema odnosno o relaciji između površina odlivka i trna i zbog toga će se ova osobina prvo razmotriti.

7.4.1. Kontakt odlivka i trna, kvašenje ispitivanih površina sa Al-Si-Cu legurom kod livenja sa konvencionalnim očvršćavanjem

Zbog primene gravitacionog kokilnog livenja za izradu sklop uzorka, očekivano je bilo da se u procesu livenja neće ostvariti potpuni kontakt između livene legure i ispitivanih trnova. Tome je razlog to što se tokom procesa popunjavanja kalupa i kasnije tokom procesa ne ostvaruju visoki pritisci tečnog metala na ispitivane trnove. Dodatno, literaturni podaci ukazivali su na slabije kvašenje materijala prevlaka sa legurama aluminijuma [23,102,179,180]. Međutim, analizom poprečnih preseka sklop uzoraka dobijenih livenjem sa konvencionalnim očvršćavanjem utvrđeno je da dolazi do obrazovanja potpunog kontakta između Al-Si-Cu legure i svih ispitivanih materijala (slika 82). Uzimajući u obzir da na mikro nivou na liniji kontakta ne dolazi do nastanka intermetalnih faza ili rastvaranja materijala trna, eksperiment u ovoj konfiguraciji podrazumeva proces bez metalurškog lepljenja poznat kao mehaničko lepljenje odnosno „zaključavanje“ neravnina (*eng. interlocking*) [17,26,41]. Ovaj zaključak je dodatno potvrđen sa činjenicom da se nakon hemijskog skidanja Al-Si-Cu legure sa trnova sa nalepom, posle eksperimenata sa KO, svetlosnim mikroskopom nisu identifikovala površinska oštećenja u vidu korozivnih kratera ili zaostataka nalepa.

U analize i razmatranja kontakta koji se ostvaruju između tečnog metala i materijala kalupa važno je uključiti problematiku površinskih napona i kvašenja koji se javljaju u kontaktu livene legure i čvrstih tela. Fenomen kvašenja (kvašljivost) je zavisao od osobina tečnog metala, hemijskog sastava i hrapavosti površina [24,181]. Usled velikog površinskog napona pri kontaktu rastopljene legure aluminijuma sa čvrstim površinama kalupa mogu da nastanu dva režima kvašenja: površina je delimično kvašljiva (ugao kvašenja $\theta \leq 90^\circ$) i površina nije kvašljiva ($\theta \geq 90 - 180^\circ$). Prema literaturnim podacima H13 čelik za rad na toplo je kvašljiv [24,54] dok plazma nitrirane površine [54] i keramičke prevlake nisu kvašljive sa tečnim legurama aluminijuma [23,102,179,180]. Sa druge strane, kvašljivost veoma zavisi od hrapavosti površine i ima takav efekat da se sa povećanjem hrapavosti pojačava postojeći režim kvašenja/ne kvašenja i obrnuto [24,181,182]. To znači da tečna legura aluminijuma bolje popunjava (kvasi) hrapave površine čelika nego hrapave površine nitriranih slojeva i prevlaka. Takve osobine prevlaka su veoma povoljne sa aspekta primene na livačkim alatima. Dakle, prema predstavljenim teorijskim osnovama, prisustvo nodularnih grešaka na površini prevlaka bi trebalo da izazove efekte koji se javljaju kod hrapavih površina, odnosno izrazitu nekvašljivost površine. Imajući sve ovo u vidu, očekivano je bilo da se kod površina sa prevlakama ispolji nepotpuni kontakt uzoraka sa Al-Si-Cu odlivkom zbog slabe kvašljivosti. Međutim, potpuno suprotno, detaljnim SEM analizama kontakata na mestima sa tipičnim mikro topografskim elementima prevlaka (slika 83, 84 i 85) ustanovljeno je da je kvašenje njihovih površina potpuno. To znači da je kontakt obrazovan između Al-Si-Cu legure i svih ispitivanih uzoraka potpuno „zaključan“ kontakt koji je nezavisan od vrste materijala [45]. Ova celokupna analiza navodi na zaključak da prilikom analize praktičnog slučaja kvašenja, procena režima kvašenja preko ugla kvašenja (θ) može da navede na pogrešne zaključke.

Analiza poprečnih preseka sklop uzoraka (slika 82) ukazala je na neravnomernost u mikrostrukturi odlivka, odnosno na to da se intermetalne faze učestalije izlučuju uz površinu trna nego čvrsti rastvor i da u toj zoni one imaju najmanje dimenzije. Prilikom izvlačenja trna, takva

mikrostruktura može da ima nepovoljan uticaj na zonu po kojoj će se ostvariti razdvajanje veze kao i na integritet odlivka. Imajući u vidu da je kontakt odlivak-trn potpuno „zaključan“ kontakt, prilikom izvlačenja opterećenje se direktno prenosi na zonu odlivka vrlo blisku kontaktnoj površini. Prisustvo većeg broja intermetalnih faza u toj zoni deluje kao koncentrator napona i stoga kao inicijator smicajne pukotine u ravni bliskoj kontaktnoj površini odlivak-trn. U slučaju da je čvrstoća zone u površinskom sloju manja od adhezivne veze odlivak-trn, razdvajanje će se nekim delom dešavati i u toj zoni zbog čega će na površinama trnova ostajati deblji sloj nalepa [14,26].

Iako nije izvršeno detaljno ispitivanje međupovršine kontakta odlivka i ispitivanih trnova, iz predstavljenih rezultata se može konstatovati da se u eksperimentu sa konvencionalnim očvršćavanjem ostvaruju efekti mehaničkog lepljenja livene legure.

7.4.2. Površine uzoraka nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem odlivka

7.4.2.1. Morfologija trnova sa nalepom na makro nivou (KO)

Kod svih vrsta trnova se pojavljuje nekoliko tipičnih morfologija nalepa koje su nezavisne od hemijskog sastava površina. Raspored nalepa u vidu traka koje se periodično ponavljaju po uzorku (slika 73) je sa jedne strane posledica procesa intenzivnog kvašenja trnova sa Al-Si-Cu legurom, a sa druge posledica smicanja materijala i njegov zaostanak u risevima nakon procesa izvlačenja [45]. Stoga je kod svih uzoraka koji su u procesu izrade imali finiju obradu površine ovaj fenomen bio znatno slabije izražen. Formiranje traka nalepa u pravcu izvlačenja trna je karakteristično samo za ravne cilindrične i najhrapavije trnove. Činjenica da se ovakav oblik nalepa nije intenzivno pojavio kod koničnih trnova navodi na zaključak da je on posledica adhezivnog transfera materijala/utrljavanja (*eng. galling*) odlivka koji se javlja kada trn prelazi veće razdaljine (> 5 mm) prilikom klizanja po odlivku u procesu izvlačenja. Pojava nalepa i kod koničnih trnova ukazuje na to da uzrok nastanka nalepa na cilindričnim trnovima nije samo posledica utrljavanja livene legure, što bi se moglo pretpostaviti u analizama ovog tribo-sistema. Prisustvo nalepa na grupi koničnih trnova ukazuje da i pored nepostojanja metalurškog lepljenja ipak postoji tendencija da se Al-Si-Cu legura zalepi za površine prevlaka. Do ovakve konstatacije je došao i istraživač Chen Z. prilikom ispitivanja VC prevlake u radu pod referencom [14].

Opštom analizom morfologije nalepa, na makro snimcima trnova, uočeno je da je ona više zavisna od morfologije i hrapavosti površine nego od materijala trnova. Kod nekih trnova sa prevlakama nalep je neravnomerno ili nehomogeno raspoređen po površini što može da ukazuje na efekte slabog kvašenja površina (slika 73). Međutim, rezultatima i diskusijom iz prethodnog poglavlja 7.4.2 utvrđeno je da ne postoje efekti slabijeg kvašenja površina i stoga se ovakva morfologija nalepa pripisuje postojanju lokalnih oksidnih opni aluminijuma ili prisustvu grešaka u odlivku, koje su mestimično detektovane. Slabija promena boje trnova sa prevlakama, u odnosu na H11 i PN uzorke, je posledica njihove više oksidacione postojanosti.

7.4.2.2. Morfologija trnova sa nalepom na mikro nivou (KO)

Iz rezultata mikroskopije nalepa na trnovima se vidi da morfologija nalepa kod ravnih cilindričnih trnova zavisi od dubine uranjanja trna [45]. Takvo stanje je posledica specifičnog tribo-sistema kod kog različite lokacije na uzorku prelaze različite dužine puteva prilikom izvlačenja iz odlivka. Tako je zona na trnu do dubine uranjanja od oko 5 mm, zona u kojoj može da se proceni kakvo je bilo kvašenje površine i kako se odvijao početni stadijum izvlačenja. Zone na trnovima koje su od prilike 5 mm uronjene u odlivak i dublje, podrazumevaju zone na kojoj prisustvo nalepa nije samo posledica inicijalnog oslobađanja trna od odlivka već je posledica i adhezivnog utrljavanja materijala odlivka tokom procesa izvlačenja trna. Imajući ovo u vidu, za praćenja inicijalnog stadijuma izvlačenja trna potrebno je sagledati morfologiju trna od 0 do 5 mm dubine uranjanja, a u slučajevima ocene tribološkog ponašanja površinskog sloja prilikom procesa izvlačenja je potrebno pratiti mesta (kote) od 5 ili 10 mm dubine uranjanja pa nadalje. Važno je napomenuti da ovakva analiza i konstatacija ne važi za konične trnove, jer se kod njih klizanje odlivka po trnu odvija na vrlo kratkim rastojanjima.

7.4.2.3. Morfologija nalepa i tendencija lepljenja u zavisnosti od hemijskog sastava površine (KO)

Rezultati mikroskopskih analiza ukazuju na to da je kod ispitivanja sa konvencionalnim očvršćavanjem tendencija lepljenja Al–Si–Cu legure ka većini ispitivanih materijala veoma slična (slika 76). Ta konstatacija je proizišla iz činjenice da je prekrivenost površina sa nalepom veoma slična na istim dubinama uranjanja (5 mm) trnova od različitih materijala. Jedino je CrAlN prevlaka ispoljila znatno drugačije ponašanje koje bi se okarakterisalo sa manjom tendencijom lepljenja Al–Si–Cu legure ali ono se delimično može objasniti i njenom manjom hrapavošću u odnosu na ostale poređene uzorke [49,183]. Morfologija nalepa na zonama trnova koje su bile dublje uronjene u odlivak (> 10 mm i više), su među uzorcima veoma slične, iz razloga što kod njih rast i raspored nalepa zavisi od procesa adhezivnog transfera materijala odlivka prilikom relativnog klizanja po trnu [45].

Zbog složenosti problematike, velikog broja uticajnih parametara i razlika u načinu testiranja neprecizno je vršiti poređenje rezultata morfologije nalepa sa rezultatima drugih ispitivanja iz oblasti.

Glavne razlike u morfologiji nalepa koje su konstatovane za trnove od različitih materijala ne mogu da se pripišu samo efektima materijala iz razloga što i morfologija površine ima veoma velik uticaj na njihovo formiranje i raspoređivanje. Tako se za razliku od H11 trna, sa izraženim risevima, kod PN uzoraka nalep formira u vidu nakupina oko velikog broja izbočina koje postoje na površinama ovih PN slojeva (vidi poglavlje 11 Prilog slike P5 i P8). Kod trnova sa prevlakama greške u slojevima imaju veoma izražen uticaj na količinu nalepa koji se formira na površinama.

Sama činjenica da nije uočena razlika između uzoraka sa prevlakama i čelika (H11) ukazuje na to da test u ovoj konfiguraciji ima dosta slabe korozione režime koji ne mogu da izazovu procese metalurškog lepljenja. Očigledno je da je jedan ciklus livenja sam po sebi veoma kratak period da se inicira primetna korozija čeličnih elemenata. Što je slično zaključeno i u istraživanjima iz [14].

7.4.2.4. Uticaj hrapavosti i grešaka rasta prevlaka na morfologiju nalepa (KO)

Kod najhrapavijih cilindričnih uzoraka (H11-H, PN-H) uočeno je formiranje najveće količine nalepa (slika 77). Veća hrapavost površina ima takav uticaj da se u risevima nakon inicijalnog oslobađanja odlivka zadržava veća količina nalepa [48,49,183]. Na taj način je i razmazivanje nalepa izvan riseva mnogo intenzivnije što u nastavku procesa izvlačenja dodatno pospešuje adhezivni transfer materijala/utrljavanje i formiranje traka nalepa u pravcu izvlačenja. To je proces koji je uporediv sa fenomenima intenzivnog utrljavanja legura aluminijuma koji su identifikovani u istraživanjima pod referencama [46,48,183–185]. Veća količina formiranog nalepa se razmazuje i izvan riseva i time se inicira dodatna adhezija materijala odlivka i formiranje debljih traka nalepa koje se prostiru u pravcu izvlačenja.

Osim izraženog uticaja riseva, topografski elementi kao što su greške u prevlakama predstavljaju geometrijske elemente koji veoma intenzivno učestvuju u formiranju i raspodeli nalepa po površinama trnova [51]. Nalep se u njihovoj okolini nakuplja samo zbog toga što one predstavljaju geometrijski povoljna mesta za njegovo nagomilavanje, koje se procesom izvlačenja dodatno intenzivira. Tome je razlog to što je kod prevlaka koje poseduju nodularne greške i kratere efekat „zaključavanja“ jako izražen. Kada se ostvari inicijalno oslobađanje trna od odlivka dolazi do brazdanja materijala odlivka sa nodulama, prilikom čega se taj materijal nagomilava ispred i oko nodule (slika 78). Nastavkom procesa izvlačenja, materijal odlivka dolazi u kontakt sa nagomilanim materijalom oko nodule, adhezivno se lakše vezuje zbog čega se intenzivno povećava debljina nalepa [51]. Ovo posebno dolazi do izražaja u zonama koje prelaze veći put prilikom izvlačenja. Sa druge strane, iako je kod poliranih prevlaka efekat „zaključavanja“ mnogo slabije izražen, na tim trnovima ipak dolazi do blažeg vida nagomilavanja nalepa. Kod ovih uzoraka nagomilavanje se dešava na risevima, kraterima ili slabije ispoliranim nodulama. Druga vrsta nalepa, u oblicima „kineskih slova“ kod naknadno poliranih prevlaka uzrokovana je intenzivnijim lepljenjem neke od faza iz Al–Si–Cu legure ili čvrstog rastvora (slike 78 i 86). Formiranje ovakvog nalepa je u vezi sa onim što je zaključeno na poprečnim presecima, da se intermetalne faze Al–Si–Cu legure intenzivnije izlučuju na površini sa prevlakama. U ovom slučaju ostaje da se proveriti da li se te faze bolje adhezivno vezuju za površine, pa one ostaju na površini i

vidljive su u obliku kineskih slova ili se sve faze podjednako vezuju za površine prevlaka. Što se tiče adhezivne teorije, jedinjenja koja imaju sličniju kristalnu rešetku rešetci prevlake bi trebala da ostvaruju snažniju adheziju ka površinama prevlaka [72].

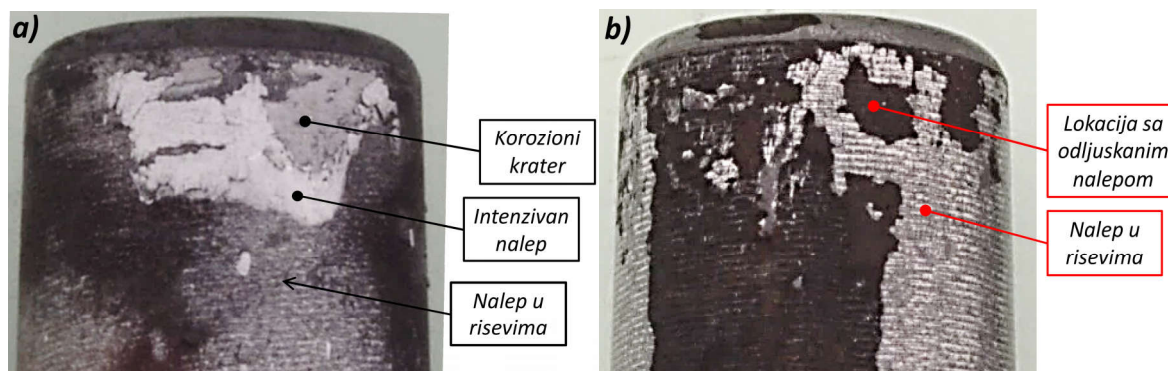
7.4.3. Površine uzoraka nakon eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja odlivka (ZO)

Rezultati eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja 5 minuta (ZO5) su ukazali na intenzivnu koroziju i razaranje površina uzoraka H11 i PN dok su površine prevlaka bile u skoro nepromenjenom stanju. Nakon eksperimenta zadržavanja očvršćavanja 20 minuta (ZO20), korozija H11 i PN uzoraka je uznapredovala, a na površinama trnova sa prevlakama su primećene manje promene u odnosu na eksperiment sa zadržavanjem očvršćavanja od 5 min. Budući da u ovom istraživanju nije praćena kinetika procesa lepljenja i korozije, a da je grupa uzoraka iz eksperimenta sa ZO20 očvršćavanja dobar reprezent svih ispitivanih stanja uzoraka, detaljna mikroskopska analiza i FIB je izvršena na uzorcima iz ZO20. U nastavku će se prodiskutovati osnovne razlike na makro nivou na uzorcima između ZO5 i ZO20.

7.4.3.1. Morfologija trnova sa nalepom na makro nivou (ZO)

Morfologija nalepa je za istu grupu uzoraka nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja imala iste karakteristike kao i kod eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem. Dakle, na uzorcima se javljaju trake nalepa koje se periodično ponavljaju, nakupine oko nodularnih grešaka i nakupine u pravcu izvlačenja. Međutim, u ovom eksperimentu nastala je nova morfološka pojava na H11 uzorcima u vidu intenzivnog lepljenja na većim površinama.

Intenzivno lepljenje predstavlja produkt korozionih procesa usled reakcije aluminijuma sa železom iz čelika (H11 trnovi iz ZO5 i ZO20). Do tog zaključka se došlo tako što se uporedio izgled lokacije gde je uklonjen intenzivan nalep sa izgledom površine gde se vidi nalep u risevima (slika 94a). Činjenica da su lokacije sa uklonjenim intenzivnim nalepom dublje od osnovne površine uzorka i nemaju morfologiju sa risevima znači da je na tom mestu došlo do uklanjanja materijala trna u vidu korozionog produkta (slika 94a). Ovakvo objašnjenje je bazirano na opšte prihvaćenim modelima korozije čelika u legurama aluminijuma koji je predstavljen na slici 96 i objašnjen u referencama [18,32]. Ovaj fenomen se pojavio kod uzoraka različite hrapavosti što znači da je nezavisan od tog parametra.



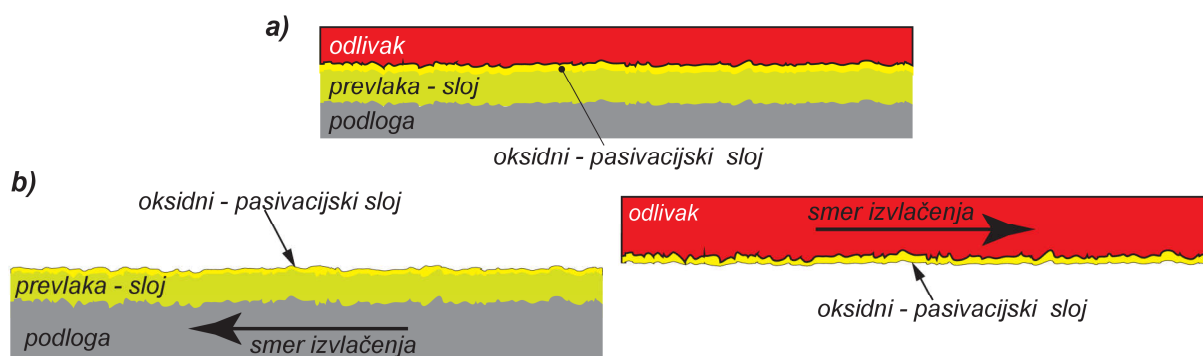
Slika 94 Detalji uzoraka nakon eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja 5 min: a) H11-K uzorak prikaz sa detaljima korodiranih slojeva; b) PN-K uzorak sa detaljima odljuskanoг nalepa

U odnosu na eksperiment sa konvencionalnim očvršćavanjem, u eksperimentu ZO5 pa i ZO20 na PN uzorcima je identifikovan nov fenomen, a to je lokalno odljuskavanje nalepa sa površina (slike 74, 75 i 94b). Prilikom takvih odljuskavanja primećeno je da je na zidovima odlivaka, koji su formirani sa PN trnovima, ostajao taj odljuskani sloj koji je sa unutrašnje strane crne boje. Prilikom odljuskavanja nalepa sa PN uzorka, uklonio se samo tanji sloja materijala jer se ispod njega i dalje vide tragovi riseva nešto izmenjene morfologije (slika 94b). S obzirom na to što se korozija plazma nitriranih slojeva u legurama aluminijuma odvija sporije nego korozija čelika [54], kod njih nastaju tanji slojevi intermetalnih jedinjenja koji se prilikom izvlačenja uklanjaju (odljuskavaju) zajedno sa nalepom livene legure.

Fenomeni korozije H11 i PN uzoraka koji su se pojavili u eksperimentu ZO5 se javljaju i na uzorcima iz ZO20 ali njihova pojava je učestalija, javlja se na većim površinama, a kod H11 uzoraka korozija propagira dublje. Tome je razlog to što je vreme izlaganja korozionoj atmosferi znatno duže u eksperimentu ZO20 nego u ZO5 zbog čega proporcionalno raste i zapremina sa oštećenjima [34,54].

Nakon eksperimenta sa ZO5 na uzorcima sa prevlakama nisu primećene znatne promene, što je u skladu sa dostupnim literaturnim podacima za PVD prevlake i parametre ispitivanja [5,15]. Međutim, kao posledica procesa predgrevanja (600 C°), nakon eksperimenta ZO5 prevlake su veoma intenzivno promenile boju površina, odnosno došlo je do njihove oksidacije koja je dokazana sa SEM i FIB analizama. Nepotpuna prekrivenost trnova sa nalepom kod CrN uzoraka nakon ZO5 i ZO20 se može pripisati upravo intenzivnoj oksidaciji površine prevlake. Tokom izvlačenja takvog uzorka moguće je da dolazi do lakšeg smicanja oksidnog sloja zajedno sa formiranim nalepom aluminijuma, kao što je to šematski predstavljeno na slici 95. Iz tog razloga, nalep ne ostaje na površini uzorka. Razlog lakšeg smicanja oksidnog sloja je njegova manja smicajna čvrstoća ili porozna struktura sastavljena od poligonalnih kristala. Suštinski ovaj mehanizam je sličan onom koji je detektovan kod plazma nitriranih slojeva.

Makroskopski gledano, kod uzoraka sa prevlakom nakon ZO20 jedino je na CrN-K uzorku primećena lokalna korozija (slika 75). Korozija i veći nalep na CrN-K uzorku kod radijusa na čelu trna je posledica slabije pripreme površine ovog dela uzorka pre nanošenja prevlake. Zbog toga je prevlaka na toj lokaciji vrlo neravnomerne debljine i ona nije kontinualna zbog čega je smanjene korozione postojanosti.



Slika 95 Mehanizam smicanja u slučaju postojanja oksidnog-pasivacijskog sloja: a) inicijalno stanje u sklop uzorku; b) stanje nakon izvlačenja trna iz odlivka

7.4.3.2. Morfologija trnova sa nalepom na mikro nivou (ZO)

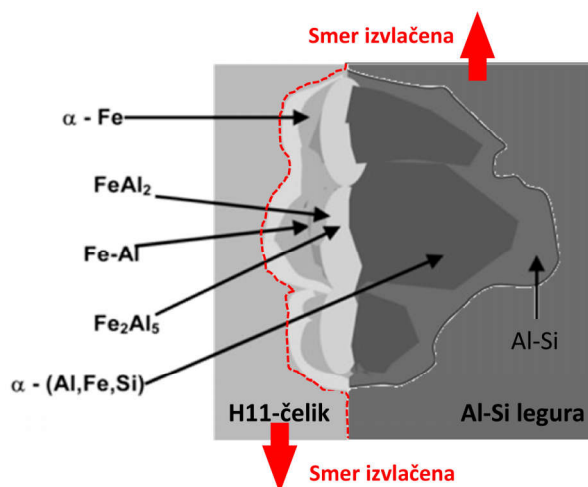
Duž uzoraka izvlačenih i odlivaka livenih sa eksperimentom sa zadržavanjem očvršćavanja primećene su iste morfološke karakteristike nalepa kao i kod eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem. Stoga su prethodno utanačena pravila za analizu morfologije trnova važeća i za slučajeve eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja. Međutim, važno je imati na umu da su kod ovih ispitivanja termički i korozioni procesi mnogo jače izraženi i da je mogućnost za uklanjanje nalepa sa površina mnogo veća.

7.4.3.3. Morfologija nalepa i tendencija lepljenja u zavisnosti od hemijskog sastava površine (ZO)

U odnosu na eksperiment sa konvencionalnim očvršćavanjem, kod eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja razlike između ispitivanih uzoraka dolaze do izražaja. Korozija i lepljenje postaje izuzetno izraženo na čeličnim i plazma nitriranim površinama dok su površine sa prevlakama mahom intenzivno oksidisane ali bez većih oštećenja neke druge vrste.

Promene na H11-G uzorcima koje su uočene nakon eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 minuta su posledica dejstva intenzivnih korozivnih procesa. Debeo nalep je u ovim slučajevima korozioni produkt (intermetalno jedinjenje tipa Fe – Al) koje se usled procesa izvlačenja istrigne iz površine, nakon čega nastaje korozioni krater na površini čelika. Imajući u vidu morfologiju

nalepa i korozionih kratera koji su nastali u ovom procesu konstatuje se da je nastali korozioni produkti- nalepi tipični primjer korozije čelika u legurama aluminijuma. Stoga se smatra da se korozioni proces u leguri aluminijuma odvijao po opšte prihvaćenom modelu iz literature [18,32,36]. U skladu sa tim modelom, na početku korozionog procesa nastaju intermetalna jedinjenja železa sa aluminijumom i silicijumom. Ova jedinjenja rastu u obliku piramida od površine čelika, a u njegovu dubinu urastaju daljim masivnim rastvaranjem železa i stvaranjem intermetalnih jedinjenja (slika 96) [18,32,36]. Vrhovi piramida su u jakoj vezi sa nepromenjenom Al-Si-Cu legurom odlivka i dalje sa celokupnim odlivkom. Prilikom izvlačenja, lateralnim dejstvom odlivka na vrhove intermetalnih jedinjenja došlo je do raskidanja veze intermetalnih jedinjenja sa čelikom te do oslobađanja trna i nastanka korozionih kratera na površini (vidi isprekidanu liniju na slici 96). Prema literaturnim podacima periodi izlaganja leguri tečnog aluminijumu u oba slučaja eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja su znatno iznad vremena početka reakcije stvaranja intermetalnih jedinjenja [54]. Dubina korozionih kratera kod H11 uzoraka, koji su nastali nakon trganja intermetalnih jedinjenja nalepa, su reda veličine nekoliko desetih delova milimetra, što predstavlja vrlo intenzivnu koroziju površine alata.



Slika 96 Model korozije čelika u leguri tečnog aluminijuma [32], crvena isprekidana linija predstavlja liniju smicanja prilikom izvlačenja trna iz odlivka

Površine PN slojeva su u oba slučaja eksperimenata sa ZO intenzivno promenili boju u crnu. Sloj jedinjenja plazma nitriranih slojeva ima postojanost do temperature od oko 520 °C, iznad koje dolazi do njegovog razlaganja, stvaranja tkz. „crnog sloja“ α -Fe [12,117,156,162] i njegove dalje oksidacije [186]. Taj „crni sloj“ ima veoma niske mehaničke osobine i slabu sposobnost nošenja opterećenja [91], a njegovom oksidacijom nastaju Fe_2O_3 ili Fe_3O_4 koji se veoma lako odljuskavaju sa površine [186]. Imajući u vidu da ispitivani PN uzorci poseduju spoljašnji sloj jedinjenja, promena boje tog spoljašnjeg sloja u crnu ukazuje na njegovo razlaganje i transformaciju u „crni sloj“ i okside na bazi Fe – O. Tome je razlog to što su uzorci pre eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja zagrevani na temperaturu od oko 600 °C i to što je liv tokom testa zadržavan na temperaturi od oko 650 °C. Sudeći po dostupnoj literaturi [186], ovakvi eksploatacioni uslovi neminovno dovode do razlaganja sloja jedinjenja i njegove oksidacije. Dokaz o razlaganju površinskog sloja jedinjenja i njegove oksidacije u ovom istraživanju predstavlja odljuskavanje površinskih slojeva i crna boja kratera što je evidentno na PN-G uzorcima (slike 79 i 80).

Na plazma nitriranim slojevima pojavljuje se nalep male debljine ali je u čvrstoj vezi sa promenjenim površinskim (oksidnim) slojem. Mestimično odljuskavanje delova površinskog sloja se desilo usled smicanja sloja nalepa koji je u čvrstoj vezi sa njim. Intenzivna veza sloja nalepa sa površinskim slojem najprimetnija je na lokacijama trna uz čelo uzorka (slika 79, PN-G na 18 mm). Očigledno je da taj promenjeni površinski sloj ima slabiju vezu sa plazma nitriranim slojem u unutrašnjosti i da prilikom izvlačenja mestimično dolazi do njegovog odlamanja. Ovaj mehanizam odljuskavanja usled smicanja nalepa je sličan onom koji se javlja kod netretiranih površina čelika (slika 96) ili kod prevlaka sa oksidnim ili pasivizirajućim slojem šematski prikazanim na slici 95. Debljine nalepa kod PN uzorka kao i dubine kratera koji nastane nakon njegovog uklanjanja, su znatno manje

nego u slučajevima H11 uzoraka. Sudeći po sprovedenim analizama, korozija i razaranja plazma nitriranih slojeva imaju isti mehanizam kao i EN X27CrMoV51 (AISI H11) čelika ali je brzina napredovanja (kinetika) procesa korozije znatno sporija. To je u skladu i sa dosadašnjim istraživanjima iz oblasti prikazanim u referencama [54,135].

Nakon razmatranja fenomena koji su se odigrali kod H11 i PN uzoraka može se slobodno reći da su u eksperimentima sa zadržavanjem očvršćavanja simulirani metalurški korozioni procesi.

Mikroskopskim pregledom površina uzoraka sa CrN prevlakom ustanovljeno je da je došlo do sporadičnih promena po pitanju boje površine (slika 79). Iako se ne može tvrditi, detektovane razlike u boji imaju veze sa promenama u hemijskom sastavu i morfologiji površine uzorka kao što je na primer oksidacija. Osim toga, prekrivenost nalepom je kod ostalih trnova sa prevlakama ostala sličnog karaktera i poretka kao i kod KO eksperimenta i ponovo se na CrAlN prevlaci našla najmanja količina nalepa legure aluminijuma. Ovakav rezultat nameće da CrAlN prevlaka ima zaista manju tendenciju lepljenja legure aluminijuma.

Na TiAlSiN-K trnu je uočen specifičan fenomen na površini nalepa (slika 79). Taj fenomen je nastanak odljuskanih delova nalepa sa potpuno očuvanom prevlakom ispod njih. Uzrok nastanka ovakvog fenomena može biti dvojak. Prvi je zbog veće količine oksida aluminijuma koji je završio u tom regionu odlivka. U takvom slučaju usled malog afiniteta oksida ka površini prevlaka i slabe adhezije dolazi do lakšeg odvajanja od trna sa prevlakom koja se ispoljava u vidu odljuskanih slojeva. Drugi uzrok je da sama livena legura aluminijuma ima slabiji afinitet lepljenja za TiAlSiN pa se stoga lakše uklanja (odljuskava) sa njenih površina.

7.4.3.4. Uticaj hrapavosti i grešaka rasta prevlaka na morfologiju nalepa (ZO)

H11-H uzorak je na veoma velikom delu površine (50 %) usled intenzivne korozije izgubio površinski sloj materijala. To je posledica velike hrapavosti ovog uzorka kod kojeg postoji veliki broj isturenih vrhova neravnina koji su bolje opkruženi tečnim metalom te se intenzivnije zagrevaju i izlažu koroziji [17]. Napredovanje korozije na dnu riseva ubrzava ukupnu koroziju u dubinu uzoraka jer dolazi do potkopavanja neravnina, što uzrokuje da se u procesu izvlačenja smicanje intermetalnih jedinjenja odvija dublje u uzorku nego što je to slučaj kod glatkih površina. Ovakav rezultat je u skladu sa literaturnim podacima iz oblasti [17,24,116,121,138]. Konfokalni snimak za H11-H uzorak nije izveden iz razloga što su na njemu postojale veoma velike neravnine na površini, čije dimenzije prevazilaze dubinsku rezoluciju mikroskopa.

Generalno, uticaj hrapavosti na morfologiju nalepa je i u slučajevima eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja isti kao i kod KO zato što je mehanizam „zaključavanja“ i nagomilavanja materijala u risevima nezavisan od trajanja procesa livenja (slika 80). Veća hrapavost PN-H uzoraka nije uticala na značajnije oštećenje površina. Međutim, kod PN-H uzorka je na velikom broju mesta primećeno da nastaju pukotine u sloju nalepa i da spajanjem tih pukotina dolazi do odljuskavanja nalepa i sloja materijala. Posledica nastanka ovakvih pukotina je verovatno činjenica da na hrapavom uzorku nastaje deblji nalep koji je u procesu izvlačenja izložen velikim pritisnim opterećenjima, a da „crni sloj“ ispod ne može da podnese opterećenje i puca [91].

Osim prethodno utanačenog uticaja, greške rasta u eksperimentima sa ZO nisu ispoljile neki novi specifičan uticaj na morfologiju i raspodelu nalepa po površini uzoraka sa prevlakama. Tome je razlog to što nije došlo do progresivnog razaranja i odljuskavanja sloja prevlaka gde bi greške rasta mogle da imaju svoj specifičan uticaj. Vreme koje su uzorci u ovom ispitivanju bili u kontaktu sa tečnom legurom aluminijuma je oko 35 minuta što u poređenju sa većinom istraživanja iz oblasti uglavnom ne predstavlja period u kojem predmetne prevlake podležu intenzivnoj koroziji [5,83,103,136].

Makroskopskim pregledom i konfokalnom mikroskopijom je utvrđeno da se čelični i plazma nitrirani trnovi nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja toliko intenzivno habaju da oni gube svoje upotrebne karakteristike već nakon eksperimenta ZO5. Dok sa druge strane trnovi sa prevlakama, imaju intenzivan nalep na površinama ali većina njih i nakon eksperimenta ZO20 poseduje

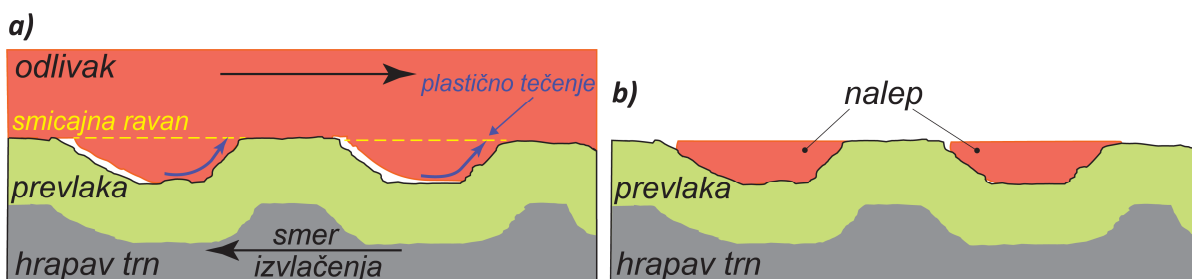
upotrebne karakteristike kao i na početku ispitivanja. Tim rezultatima se potvrđuje hipoteza disertacije, da se dupleks tretmanom povećava otpornost na habanje alata za livenje pod pristikom.

7.4.4. Transfer materijala odlivka i promene na površinama trnova

7.4.4.1. Nalep na trnovima nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO)

Iako PVD nitridne prevlake ne stupaju u reakciju sa legurom aluminijuma poznato je da su sklone da u tribološkim kontaktima, na sobnim i povišenim temperaturama, stvaraju nalep koji može da bude izuzetno intenzivan [49,185]. Detaljne SEM analize površina sa nalepom, ukazuju na to da se legura aluminijuma intenzivno lepi za skoro sve vrste ispitivanih prevlaka (slika 86), čak i u eksperimentu sa konvencionalnim očvršćavanjem. Prikazani SEM snimci ukazuju na to da je nalep na površini prevlake prilično postojan. Formiranje nalepa na površinama sa prevlakama se podjednako ispoljava na risevima i greškama, a i na ravnim površinama. Kao što je to uočeno u analizi rezultata konfokalne mikroskopije, postoji više različitih morfologija nalepa koji zavise od načina njegovog postanka. Stoga je predloženo da se prema načinu postanka nalep podeli u dve osnovne grupe: 1. nalep nastao smicanjem materijala sa odlivka usled jake veze sa trnom i 2. nalep je nastao utrljavanjem (*eng. galling*) materijala prilikom klizanja odlivka po površini trna. Nalep nastao utrljavanjem je uglavnom vezan za lokacije trnova koje su bile dublje uronjene u odlivak (> 10 mm) i manje je interesantan za istraživanje u ovoj disertaciji.

SEM snimak trake nalepa u risu na CrN-H uzorku (slika 86) je jedan od najučestalijih primera transfera materijala sa odlivka na trnove sa prevlakama. Morfologija nalepa unutar risa na površini ukazuje na to da je on zaostao kao posledica smicanja neravnina koje su bile u „zaključanom“ kontaktu sa odlivkom nakon procesa livenja (slika 97a). Usled dejstva visokih smicajnih sila i visoke adhezije materijala, prilikom izvlačenja dolazi do smicanja na ravni koja se poklapa sa vrhovima neravnina. Nakon procesa izvlačenja nalep zaostaje unutar risa brušenja kao što se može videti na SEM slici 86 CrN-H ili šematski na slici 97 b. Kohezivno pucanje odlivka je olakšano činjenicom da su uz trn u veoma velikoj meri izlučena intermetalna jedinjenja (slika 82), koja predstavljaju koncentrator napona u tom tankom površinskom sloju.



Slika 97 Šematski prikaz zaostajanja nalepa unutar risa na površini: a) početak procesa izvlačenja; b) izgled uzroka nakon izvlačenja iz odlivka

Kao što je diskutovano u poglavlju 7.4.2.4, nalep u vidu mreže ili kineskih slova (slika 86 sredina) se vrlo često sreće na površinama trnova sa prevlakama, na lokacijama koje su bile pliće u odlivku (< 5 mm). Takva vrsta nalepa takođe spada u grupu nalepa nastalog smicanjem materijala sa odlivka. Pojedine faze materijala odlivka sa većim afinitetom lepljenja ka površinama trnova tokom izvlačenja se odlamaju od odlivka i zadržavaju se na površini prevlake. EDS analiza ovog nalepa ukazala je na to da se on sastoji od konstituenata intermetalnih jedinjenja Al sa Si, Cu, Fe, Mg, Mn i Zn ali nije dokazano da se samo te faze intenzivno zadržavaju (lepe) za površine. Kod grupe najgladnih uzoraka, na TiAlN-NP trnovima (slika 86), ovakva vrsta nalepa je veoma zastupljena na površinama. Činjenica da je nalep ostao na površini uzorka nakon smicanja materijala, koje se odvija u veoma bliskoj površini uzorka, govori o njegovoj izraženoj adheziji za površinu. Kod oba slučaja pojave nalepa na ravnim površinama, prilikom izvlačenja lako dolazi i do daljeg adhezivnog lepljenja materijala odlivka i rasta debljine nalepa u visinu. Važno je napomenuti da je kod CrAlN prevlake primećeno da se ovakav vid nalepa najmanje pojavljuje, što ukazuje na to da legura aluminijuma ima najmanji afinitet ka lepljenju za ovu vrstu prevlake.

7.4.4.2. Nalep i promene na površinama trnova nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja (Z020)

Osim karakterističnih oblika nalepa koji se javljaju i kod KO uzoraka, nalep na trnovima sa prevlakama koji su podvrgnuti eksperimentu sa zadržavanjem očvršćavanja ima i nekoliko specifičnih oblika (slika 87). Kod nekoliko uzoraka (CrN i CrAlN) nalep se po površinama rasprostire dosta ugađenije zbog čega deluje da su uslovi kvašenja površine sa livenom legurom drugačiji. To može biti samo posledica procesa predgrevanja kada dolazi do oksidacije i preraspodele nitrida u površinskom sloju prevlake i promene uslova kvašenja. U literaturi je poznat taj fenomen da se izlaganjem nitridnih i karbidnih prevlaka visokim temperaturama znatno može promeniti njihova kvašljivost sa tečnim aluminijumom [102,180,181]. Takav fenomen može da bude praćen sa nastankom jedinjenja kojima se povećava kvašljivost i adhezija livene legure [179] za površine alata te formiranje debljeg nalepa. To dovodi do neželjenih efekata jer se usled toga otežava vađenje odlivaka iz alata.

Kod CrN-H uzorka na više mesta je došlo do pojave traka nalepa koji je ispucao. Takav nalep je ukazivao na to da se ispod njega dešavala neka zapreminska promena u sloju prevlake. Međutim, ispitivanjima uz pomoć FIB-a to nije potvrđeno. Ovakva mesta su nakupine nalepa koja intenzivno prekrivaju površine prevlake, a tokom izvlačenja su bile izložene velikim naprezanjima što je umesto odvajanja od podloge dovelo do pucanja nalepa.

Kod svih vrsta prevlaka i ispitivanih hrapavosti, nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min primećene su morfološke i hemijske promene na površini koje su posledica korozionih procesa u leguri aluminijuma (CrAlN-K i TiAlN-NP na slici 87). Promene vidljive u obliku oreola koji se javljaju u okolini grešaka u prevlakama, ukazuju na oksidaciju i koroziju do koje je došlo ispod sloja prevlake. Iako su ispitivanja ovih površina sa FIB-ISE signalom ukazivala na to da kod tih oreola postoji drugačiji kontrast (kristalne stukture i teksture), na poprečnim presecima tih mesta osim produkata korozije nisu potvrđene drugačije promene u hemijskom sastavu. Topografija površine svih ovih grešaka se nije promenila, nije došlo do ispupčenja, što bi bilo očekivano zbog korozije podloge u tipičnim slučajevima, istraživanja iz referenci [15,83,103]. Ispitivanjima ovakvih mesta uz pomoć FIB-a utvrđeno je da se ispod te lokacije nalazi tipičan oksidacioni i korozioni produkt podloge. Interesantna je činjenica da na preseku ovih grešaka veličina spoljašnje promene-oreola dimenziono ne odgovara veličini korozionog produkta u podlozi ispod. Korozioni produkt koji nastaje ispod greške rasta (nodularna greška, krater) je znatno manjih dimenzija od vidljive promene-oreola na površini. Površinske promene u obliku oreola su čisto oksidacioni i korozioni fenomeni koji uglavnom nisu u vezi na nalepom koji se formira na uzorcima.

U nastavku diskusije će se detaljno obraditi tematika tipične morfologije površine nalepa i korozije ispod slojeva prevlaka.

7.5. Interakcija Al–Si–Cu legure i površina prevlaka, diskusija FIB ispitivanja

Rezultati analize najzastupljenijih fenomena interakcije Al–Si–Cu legure sa ispitivanim površinama prevlaka, koje su dobijeni uz pomoću FIB tehnika, su dali veoma važne informacije za objašnjenje i ocenu ponašanja prevlaka u ispitivanim uslovima. Fenomeni koji su se odvijali na površinama uzrokovali su promene usled mehaničkih, hemijsko-metalurških ili kombinovanih interakcija materijala odlivka i ispitivanih trnova. Kod eksperimenata sa konvencionalnim očvršćavanjem uglavnom su se više ispoljile mehaničke interakcije dok su se kod eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja ispoljile kombinovane interakcije. Glavne razlike koje nastaju između primenjenih eksperimenata su uzrokovane razlikama u temperaturi i vremenu kontakta površina uzoraka sa tečnom Al–Si–Cu legurom, odakle proističu i suštinske razlike u ponašanju ovih površina tokom ispitivanja. Međutim, određeni fenomeni se slično ispoljavaju kod oba eksperimenata.

Veoma važna karakteristika ispitivanih prevlaka jeste njihova inertnost ka tečnoj Al–Si–Cu leguri. Ispitivanjima na poprečnim presecima je za sve ispitivane slučajeve potvrđeno da PVD prevlake ne stupaju u reakciju sa aluminijumom što je u skladu sa dosadašnjim istraživanjima prikazanim u

referencama [87,93]. Međutim, detektovane su neke druge hemijske promene, poput oksidacije površina prevlaka i difuzije azota, koje su posledica specifičnih eksperimentalnih uslova (npr. zadržavanja kokile na povišenim temperaturama). Identifikovani fenomeni su interesantni i za industrijsku primenu, jer uslovi koji postoje u industrijskoj primeni mogu da uzrokuju nastanak takvih fenomena.

7.5.1. Poprečni presek uzoraka nakon eksperimenata sa konvencionalnim očvršćavanjem

Analizom poprečnog preseka tipičnog nalepa u risu (slika 88) je utvrđeno da kod konvencionalnog livenja ne dolazi do hemijske interakcije aluminijuma sa materijalom prevlake niti do obrazovanja oksidnog sloja. Interakcije na površini nisu detektovane ni sa FIB-ISE analizama niti EDS ispitivanjima hemijskog sastava na poprečnom preseku. To je u potpunosti u skladu sa visokom oksidacionom postojanošću CrN prevlake do oko 750 °C [187] i do oko 850 °C za TiAlN prevlake [188]. Jedina promena u strukturi koja je detektovana za CrN prevlaku je nastanak tankog kristalnog sloja na međupovršini sa podlogom usled difuzije azota iz podloge (slika 88c i P9), što je otkriveno i u istraživanju pod referencom [104]. Kada se izvrši poređenje sa polaznim stanjem CrN sloja (prikazanog u poglavlju 11 Prilog, slika P10) nedvosmisleno se pokazuje da je nakon ovog ispitivanja došlo do blage promene na međupovršini CrN prevlake. Dodatna diskusija ovog fenomena će se sprovesti kod uzoraka podvrgnutih eksperimentu sa zadržavanjem očvršćavanja, budući da je fenomen difuzije azota u CrN detektovan i u tom slučaju.

Iz predstavljenih analiza nalepa u risevima teško je sa sigurnošću tvrditi poreklo nalepa u risevima na površini trnova. On je slične morfologije nalepu koji se javlja prilikom triboloških testova sa izraženim adhezivnim habanjem i utrljavanjem materijala kontratela [183,189]. Utrljavanje materijala odlivka je očekivano na mestima sa uzvišenim neravninama odnosno povoljnom geometrijom površine. Međutim, u ispitivanim slučajevima sa prevlakama veoma su česti kontakti sa potpuno „zaključanim“ neravninama i stoga je velika verovatnoća da će nalep u risevima zaostati usled direktnog smicanja/sečenja materijala odlivka. Kao što je to šematski prikazano na slici 97.

Fenomen nagomilavanja livene legure ispred nodula u prevlakama je čist tribološki fenomen do kojeg dolazi prilikom izvlačenja različitih trnova iz odlivaka dobijenih na različite načine (KO, ZO). Suština je da nodularna greška vrši rezanje materijala odlivka i tom prilikom ispred nodule dolazi do intenzivnog nagomilavanja materijala (slika 89a). Usled prekomernog nagomilavanja materijala odlivka ispred nodula, otežava se klizanje trna i nastaju velika opterećenja na nodule, koja mogu da dovedu do njihovog loma ili trganja (slika 89b) [190]. Neposredno posle loma nodule, nagomilana legura se preraspodeljuje u novonastali krater. Analizom polomljene nodule (slika 89) došlo se do zaključka o uzroku njenog nastanka pri čemu nisu detektovani korozioni procesi. Uzrok nastanka ove nodule je čestica-„seme“ sa sadržajem Fe, Ti i N koja je ugrađena u njenu sredinu i prouzrokovala je senčenje tokom depozicije. S obzirom na to da je ova prevlaka proizvedena u uređaju u kojem se uobičajeno deponuje i TiN prevlaka, očekivano je da se u njoj pojave ovakve nodularne greške nastale od TiN čestice sa primesom železa [78,79]. Podloga ispod nodule je neoštećena jer nije došlo do reakcije livene legure sa železom iz čelika kroz nodularnu grešku. Očigledno je da period tokom kojeg su površine uzoraka, u ovom eksperimentu, bile izložene polutečnom livu (oko 130 s) nisu dovoljne da se započnu izraženi metalurški korozioni procesi (vidi tabelu 13). Ispitivanjima i na uzorcima sa naknadnim poliranjem (TiAlN-NP), gde je količina grešaka kratera mnogo veća, nisu detektovani korozioni procesi. Iz tih razloga se izvodi generalni zaključak da kod uzoraka sa prevlakama nije došlo do korozije podloge kroz greške rasta. To nemeće zaključak da su kod ispitivanja sprovedenih u eksperimentima sa konvencionalnim očvršćavanjem prisutini samo efekti mehaničkog lepljenja.

7.5.2. Poprečni presek uzoraka nakon eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja

U većini istraživanja korozije PVD prevlaka u legurama tečnog aluminijuma tokom stadijuma razvoja korozije na podlozi dolazi do ispupčenja površina prevlaka usled zapreminskog širenja jedinjenja korozionih produkata [5,15,83,103,135]. Tim procesom se unose znatna naprezanja u sloj

prevlake što će dovesti do pucanja i odluskavanja sloja prevlake kada se gubi njeno zaštitno dejstvo [5,15,83,103,135]. Zbog ovog fenomena prilikom analize nalepa na CrN trnovima nakon eksperimenta sa ZO je posebna pažnja posvećena čestim regionima sa intenzivnim nalepom koji je ispucao. Međutim, u ispitivanim slučajevima ispucali nalep nije posledica korozije podloga, jer ispod takvih mesta nisu detektovani korozioni produkti (slika 90). Analizom ove lokacije utvrđena je oksidacija površinskog sloja CrN prevlake koja je za slučaj eksperimenta sa ZO potvrđena i za sve ispitivane prevlake (TiAlN, TiAlSiN, CrAlN). Pored oksidacije CrN prevlake detektovano je i formiranje dva sloja obogaćena sa azotom i to ispod oksidnog sloja i na međupovršini prevlake i podloge.

Do oksidacije CrN prevlake došlo je usled izlaganja temperaturama od oko 600 °C pre procesa livenja i višim temperaturama (650 - 700 °C) nakon ulivanja tečnog metala. Sa slike 91 se vidi da se oksidni sloj sastoji od kristala poligonalnog oblika koji na površini obrazuju relativno porozan sloj. Formiranje ovakvih kristala tipično je za oksidaciju ove CrN prevlake [94], a nastanak oksida je takođe potvrđen za ovu prevlaku i u istraživanju u referenci [104]. Do oksidacije CrN dolazi usled difuzije Cr van prevlake i difuzije kiseonika u površinski sloj kroz novonastali oksidni sloj [97,103,191]. Ispitivana CrN prevlaka je podstehiometrijskog sastava odnosno sa dominantnom Cr₂N fazom, isto kao donji sloj kod CrN prevlake iz istraživanja pod referencom [104]. Kod slojeva tipa Cr₂N prilikom oksidacije na površini nastaje oksid tipa Cr₂O₃ ispod kojeg dolazi do formiranja sloja sa većom količinom azota odnosno stehiometrijskog CrN [94,97], što je bio slučaj i u ovom istraživanju. Tome je razlog što sloj Cr₂O₃ predstavlja difuzionu barijeru za azot (N₂) pa stoga on ispod oksidnog sloja gradi termodinamički stabilniju fazu CrN [94]. Imajući u vidu da je taj sloj sa stehiometričnom CrN fazom otporniji na oksidaciju od Cr₂N [94,191], ovakva osobina je povoljna za predmetnu aplikaciju. Takvo ponašanje CrN prevlake tokom oksidacije je dodatno potvrđeno sa posebnim eksperimentom za oksidaciju CrN sloja čiji rezultati su prikazani na slici P10 u poglavlju 11 (Prilog). Formiranje donjeg kristalnog sloju u prevlaci na kontaktu sa podlogom je posledica toga što usled povećane temperature dolazi do difuzije azota iz nitrirane podloge u CrN prevlaku, čime se dešava njena promena u stehiometrijski sastav isto kao i u sloju ispod oksidne površine.

Dakle, kod CrN prevlake usled visokih temperatura dolazi do formiranja oksidnog sloja na površini prevlake i dva sloja stehiometričnog CrN (ispod oksidnog sloja i uz podlogu) čije je formiranje potpomognuto difuzijom azota iz nitriranog sloja podloge. Takva promenljiva osobina CrN prevlake je veoma povoljna za livačke alate, jer je površinski oksidni sloj vrlo inertan radni sloj (Cr₂O₃) koji je otporniji na agresivno dejstvo Al-Si-Cu legure [23]. To je povoljno pod uslovom da oksidni sloj ima dobru adheziju i visoke tribološke osobine za eksploatacione uslove. Sa druge strane, budući da u oba sloja kod CrN prevlake, difuzijom azota, nastaju veća kristalna zrna potrebno je ispitati kakav je njihov uticaj na mehaničko ponašanje takvog modifikovanog sloja. Oksidni sloj na CrN prevlaci može da se stvara tokom eksploatacije na livačkom alatu, ali za to treba da prođe neko vreme odnosno određen broj ciklusa livenja. Imajući u vidu da Cr₂O₃ uglavnom ima niži koeficijent trenja [103] njegovim nastankom može da dođe do smanjenja lepljenja odlivaka za alat i olakšavanja procesa rada, uhodavanja. Ovakva uhodavanja rada prevlaka su poznata u praksi jer se tek nakon toga postižu njihove prave eksploatacione karakteristike [90]. Stoga se predlaže da bi tretman oksidacije prevlaka pre njihove upotrebe u livačkom alatu mogao da eliminiše period uhodavanja rada elementa sa prevlakom i time povećao njenu efikasnost u primeni.

Iako se početak oksidacije TiAlN prevlake dešava iznad 700°C u ispitivanim uslovima ipak je došlo formiranja tankog oksidnog sloja [82]. Najintenzivnije zagrevanje površine se dešava prilikom ulivanja livene legure koja je na temperaturi od oko 730 °C, a prilikom zadržavanja očvršćavanja se spusti na oko 650 °C, što je očigledno dovoljno da se obrazuje oksidni sloj. Oksidacija TiAlN sloja je primećena na lokaciji sa nalepom unutar risa i na lokaciji gde je analizirano nagomilavanje nalepa ispred nodularne greške (slika 92 i P11). Ovaj sloj prekriva celu površinu uključujući i vrhove nodularnih grešaka. Prilikom oksidacije TiAlN prevlake uglavnom se stvara gusti Al₂O₃ oksid ali može da dođe i do pojave dvoslojnog oksida koji se sastoji od Al₂O₃ i TiO₂ [82,101]. U ovom istraživanju nije utvrđeno koji se oksidni sloj formirao na TiAlN. Nastanak oksidnog sloja na TiAlN prevlaci je povoljan iz razloga što on predstavlja difuzionu barijeru za hemijske elemente u oba smera i zato što poseduje visoku inertnost ka tečnim legurama aluminijuma [5,23,82]. Kao što je već rečeno i kod CrAlN i kod TiAlSiN

prevlaka je detektovan nastanak tankih površinskih oksidnih slojeva čija prisustva takođe mogu da imaju povoljne uticaje.

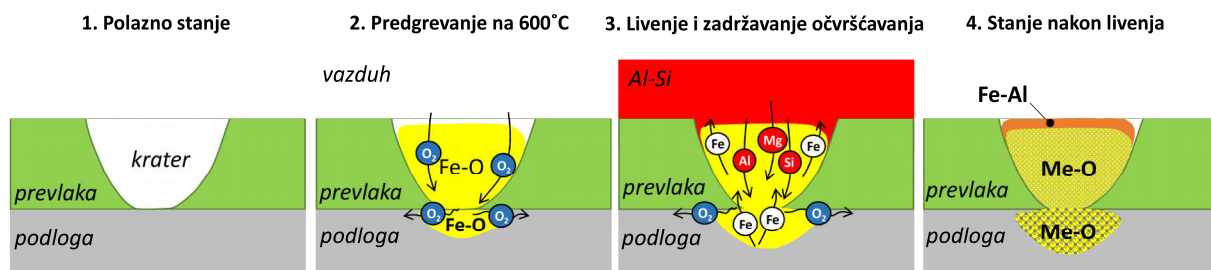
Što se tiče uticaja riseva i nodularnih grešaka i u uslovima eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja detektovani su isti tribološki fenomeni kao i kod uzorka nakon konvencionalnog očvršćavanja. U slučajevima sa nagomilanim materijalom, nalep ispred nodula se sastojao od svih faza koje postoje u Al–Si–Cu leguri ali su one poligonalnog oblika i imaju veoma male dimenzije, neretko i ispod 0,3 μm . Dimenzije tih faza u odlivku nakon livenja su uglavnom veće, što ukazuje na to da je tokom izvlačenja usled smicanja i sečenja sa nodularnim greškama dolazi i do intenzivnog lomljenja intermetalnih faza iz Al–Si–Cu legure.

S obzirom na to da su kod eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja detektovane oksidacija i korozija podloge ispod grešaka tipa kratera to znači da su takvi eksperimentalni uslovi pogodni za njihovu inicijaciju i kasniju delaminaciju prevlaka. Kada su postojali povoljni uslovi za nastanak korozije podloge to se dešavalo i kod nodularnih grešaka. Do toga je dolazilo u slučajevima kada se uz nodulu stvarao fizički prolaz liva do podloge ili ako je preko „semena“ u noduli omogućena međusobna difuzija elemenata livene legure, prevlake i podloge [15,83] (slika P11). Do ovakvog procesa može da dođe u slučaju da se u „semenu“ nalaze čisti metali titanijum i aluminijum [83]. Takođe, slično može da se desi i u slučaju da se radi o čestici TiN, koja na temperaturi livenja može da se razloži [192] ili obrazuje intermetalna jedinjenja sa aluminijumom [87].

Iako je po nekim istraživačima hrapavija površina prevlaka uzročnik intenzivnije korozije u aluminijumu [116,133,136], takvi slučajevi u ovom istraživanju nisu detektovani ni na jednoj od prevlaka. Zbog toga se slobodno može reći da ispitivane prevlake u ispitivanom domenu hrapavosti nisu sklone ovom načinu habanja. Što se tiče uticaja hrapavosti, jedino je kod naknadno poliranih prevlaka primećena izraženija korozija ali taj fenomen nije u vezi sa samom hrapavošću već sa lomljenjem ili trganjem nodularnih grešaka te povećanjem sklonosti ka oksidaciji i koroziji podloge.

Najintenzivniji vid oštećenja podloge (korozija/oksidacija) kod ispitivanih prevlaka dešavao se na greškama tipa kratera koji su nastali procesom depozicije ili lomljenjem i čupanjem nodula prilikom naknadnog poliranja. To su mesta na površinama sa prevlakama gde je dolazilo do fizičkog kontakta spoljašnje atmosfere ili livene legure sa podlogom. Stadijum oštećenja do kojeg je dolazilo u ovakvim slučajevima (kao na primer na slici 93 i P13) predstavlja inicijaciju oksidacionog i korozionog procesa podloge. Proces je inicijalan jer i pored toga što je došlo do razlaganja materijala podloge i obrazovanja porozne strukture, ova promena nije dovela do oštećenja samog sloja prevlake.

Za razliku od slučajeva iz drugih istraživanja korozije prevlaka [5,15,83,103,133,135], u ispitivanom slučaju nije dolazilo do ispušćenja (bubrenja) sloja prevlake usled zapreminskog širenja korozionih produkata podloge. Treba imati u vidu da se tokom ispitivanja korozionih procesa u podlozi većinom nisu formirala intermetalna jedinjenja između Al, Fe i Si već se Fe iz podloge preraspodeljivao u slojeve iznad ili u krater u prevlaci, ostavljajući poroznu strukturu u podlozi. Zbog takvog ponašanja konstatuje se da se u ispitivanim slučajevima javio nešto drugačiji, neuobičajen vid oštećenja ispod kratera u prevlaci.



*Me-O – oksidi metala

Slika 98 Predloženi mehanizam oksidacije i korozije podloge ispod prevlake

Naime, velika količina kiseonika u korozionom produktu u krateru i ispod njega može biti samo posledica procesa predgrevanja trna pre ulivanja tečnog metala. Zagrevanje na temperature iznad 600 °C u trajanju od 35 min može da uzrokuje oksidaciju podloge u kraterima ili ispod nodularnih grešaka [193,194]. Poznato je da u takvim procesima nastaju produkti na bazi Fe – O koji rastu i popunjavaju krateru u prevlakama šireći se ka spoljašnjosti [193,194]. Međutim, činjenica da su u produktima detektovani hemijski elementi iz livene legure znači da je došlo do njihove interakcije sa materijalom liva što ovaj proces korozije čini nešto specifičnijim nego što se to uobičajeno dešava. Pretpostavlja se da se reakcije tokom korozionih procesa odvijaju po sledu koji je šematski prikazan na slici 98. U kontaktu liva sa oksidnim produktom doći će redukcije kiseonika iz njega jer aluminijum, magnezijum i silicijum imaju izraženu tendenciju za vezivanjem kiseonika iz oksida na bazi Fe–O [35,195]. U tom procesu nastaje slobodni Fe i može da dođe do oslobađanja toplotne energije (posledica termit reakcija) [195–197]. Nastali Fe difunduje u livenu leguru i stvara Al–Si–Fe faze, a njegovo mesto zauzimaju elementi iz rastopa poput Al, Si i Mg. Takva raspodela železa je posledica njegove veće difuzije u rastop aluminijuma nego obrnuto [54]. Kao posledica dejstva oslobođene toplote i oksidacije dolazi do nastanka promena u prevlaci i na međupovršini sa podlogom koje se na površini vide kao kružne promene u okolini grešaka (slika 87 sredina i desno). Kako bi se potvrdio sled nastanka oštećenja usled oksidacije i korozije potrebno je izvesti dodatna sistematska ispitivanja koja izlaze iz okvira ove disertacije. Činjenica da na podlozi nije došlo do tipične i intenzivne korozije i nastanka masivnih Al–Si–Fe faza može biti posledica toga što se kod plazma nitriranog sloja stvaranje intermetalnih jedinjenja (Fe – Al) odvija znatno sporije nego kod H13 čelika [54].

Oksidacija i korozija podloge kroz greške u prevlakama je najdestruktivniji vid oštećenja koji je detektovan za sve vrste ispitivanih prevlaka. Međutim, u ovom istraživanju nije ustanovljena kinetika ovog procesa odnosno period do potpunog propadanja sloja prevlake koji dovodi do neupotrebljivosti alata. Ovakva oštećenja su najučestalije primećena kod svih vrsta naknadno poliranih prevlaka. To se pripisuje nastanku većeg broja kratera usled trganja nodularnih grešaka ili slabljenja njihove veze sa podlogom, zbog čega prevlaka postaje sklonija oksidaciji i koroziji u leguri tečnog aluminijuma. Ovakav rezultat je u skladu sa rezultatima istraživanja koje je sproveo Abusuilik na poliranim prevlakama u rastopu legure aluminijuma [136]. Međutim, u slučajevima kada je poliranje primenjeno kao međutretman između depozicije dva sloja prevlake, tada je postignuto značajno poboljšanje u odnosu na osnovnu prevlaku [136]. Tome je razlog to što je smanjen ili sprečen direktan kontakt podloge sa spoljašnjom oksidacionom i korozionom atmosferom. Iz predstavljenih razmatranja i rezultata sila izvlačenja konstatuje se da primena naknadnog poliranja radi obezbeđenja veće korozione otpornosti nije preporučljiv tretman, jer se slabi koroziona otpornost sloja i javljaju se potrebe za visoke sile za izvlačenje takvih trnova iz odlivaka. Stoga, imajući u vidu da su greške glavni uzročnici razaranja prevlaka i da se one neminovno nalaze u svim ispitivanim prevlakama, kao najadekvatniju prevlaku treba izabrati onu sa najmanjom gustinom grešaka i sa najboljom kombinacijom ostalih eksploatacionih osobina.

7.6. Izvlačenje trnova

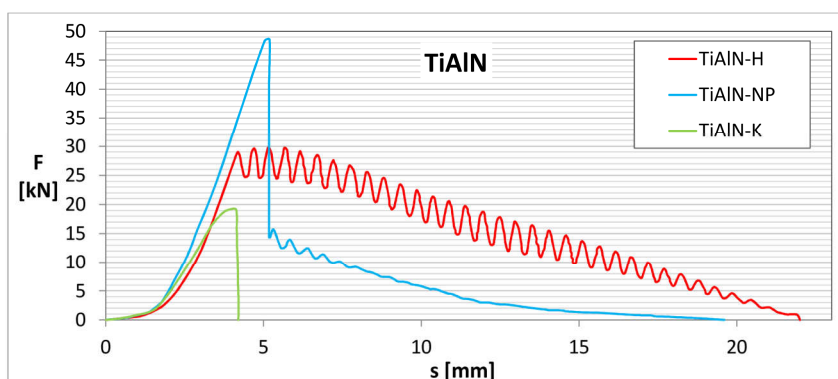
Krive izvlačenja sadrže skup kvantitativnih informacija koje opisuju ponašanje konkretnog trna u uslovima izvlačenja. Da bi se kvantitativne vrednosti iz testova izvlačenja adekvatno protumačile u analize je potrebno uključiti morfologiju površine trnova (hrapavost), kontaktne uslove trn-odlivak i morfologiju nalepa na trnovima nakon procesa izvlačenja.

7.6.1. Proces izvlačenja

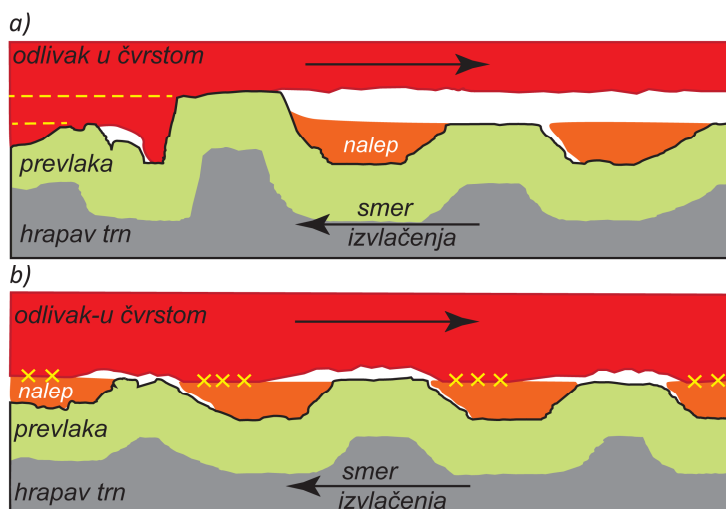
Tribološki gledano, proces izvlačenja se može podeliti u dve faze koje se suštinski razlikuju po fenomenima koji se u njima odvijaju pa tako i prema informacijama koje su sadržane u odgovarajućim delovima krivih izvlačenja. Prva faza predstavlja povećanje sile do momenta inicijalnog oslobađanja trna od veze sa odlivkom i tada se postiže maksimalna vrednost sile izvlačenja. Druga faza predstavlja period klizanja trna po odlivku do momenta potpunog izvlačenja iz odlivka.

Maksimalna sila izvlačenja predstavlja jačinu veze koja je ostvarena između ispitivanog trna i odlivka, odnosno meru tendencije lepljenja odlivka za taj konkretni trn [23,45]. Nakon inicijalnog

oslobađanja trna koje je zavisno od fenomena lepljenja i „zaključavanja“ neravnina, na trnovima ostaje neka količina nalepa. Dakle, na početku druge faze površina odlivka je promenjena i tokom nastavka izvlačenja klizanje se vrši i po trnu i po nalepu na trnu. Ustanovljeno je da je oblik krive u drugoj fazi izvlačenja zavisno od hrapavosti površine ispitivanih trnova. U drugoj fazi izvlačenja, u svim slučajevima, dolazi do pada sile izvlačenja sa pređenim putem ali karakter tog pada zavisi od hrapavosti površine. Kod hrapavih trnova javlja se testerasta kriva, a kod glatkih skoro linearna ili blago zakrivljena (slika 99). Pojava testerastog oblika je posledica „stik-slip“ (eng. *stick-slip*) efekta usled zapinjanja neravnina trna (slika 100a) ili usled povećane adhezije (slika 100b) u kliznom kontaktu [41,45]. Kod koničnih trnova nema pojava ovog tipa zato što druga faza procesa izvlačenja u potpunosti izostaje (TiAlN-K na slici 99).



Slika 99 Repräsentative krive izvlačenja trnova različite hrapavosti i geometrije nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćvanjem

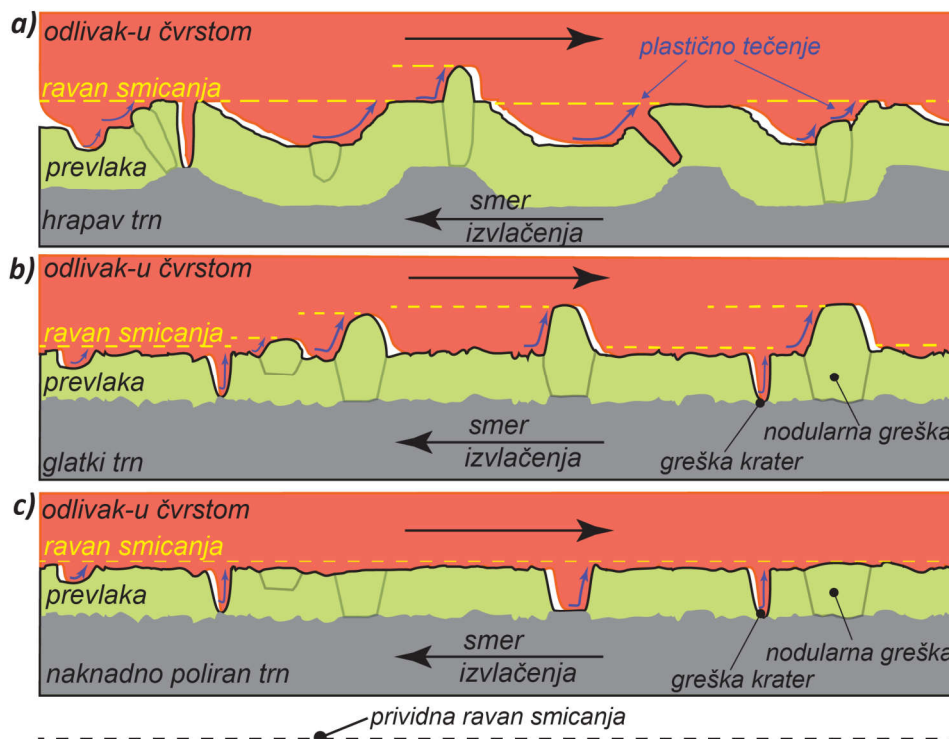


Slika 100 Šematski prikaz fenomena prilikom klizanja trna po odlivku: a) brazdanje sa najvišim neravninama; b) ostvarivanje adhezije između odlivka i nalepa na trnu (žuti krstići-adhezivne veze)

Tokom druge faze izvlačenja cilindričnih trnova otpor kretanju (trenje) je zavisno od deformacije neravnina odlivka, brazdanja tvrdim neravninama trnova i adhezionih fenomena lepljenja livene legure, kao u slučaju istraživanja pod referencama [45,198]. Učešće pojedine komponente u ukupnom trenju zavisi od topografije trnova i novonastale topografije odlivka. Kao što ukazuju i rezultati mikroskopije nalepa, nastavkom klizanja nalep nastao inicijalnim lepljenjem se efektima utrljavanja livene legure dalje samo progresivno zadebljava.

Iz rezultata dobijenih analizom krivih izvlačenja, opsežnih mikroskopskih SEM i FIB analiza nalepa na trnovima predložen je model mehanizama habanja koji dejstvuju prilikom izvlačenja trnova različite hrapavosti (slika 101). Na slici 101 predstavljen je šematski prikaz inicijalnog procesa izvlačenja koji se dešava na nivou neravnina uzoraka različite hrapavosti. U prvoj fazi izvlačenja hrapavog uzorka (slika 101a), Al-Si-Cu legura koja je prisutna u risevima se plastično deformiše, preraspodeljuje se i teži

da izađe napolje. Ovaj proces je ograničen prostorom između odlivka i risa i dejstvom adhezivnih sila između materijala odlivka i površine [14]. Stoga, u većini slučajeva ne postoji mogućnost da materijal iz risa u potpunosti izađe napolje, već se pod dejstvom smicajnih sila ispred i zateznih sila iza neravnina ovaj materijal odseca sa odlivka i ostaje zarobljen unutar risa. U nastavku procesa izvlačenja, u drugoj fazi, najviše neravnine trna ostvaruju novi kontakt sa materijalom odlivka usled čega dolazi do porasta sile izvlačenja. Postizanjem smicajne čvrstoće materijala odlivka ili veličine adhezivne sile, trn proklizava dolazi do pada sile i sled događaja se ciklično ponavlja. Opisani proces predstavlja stik-slip efekat zbog kojeg se pojavljuje testerasti oblik krive (uzorak TiAlN-H na slici 99) [45].



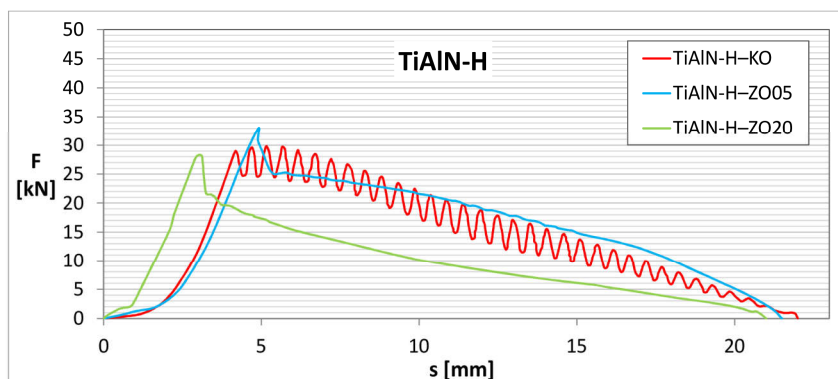
Slika 101 Model mehanizama smicanja na površinama prevlaka sa različitim morfologijom u slučaju: a) hrapavog trna; b) glatkog trna; c) naknadno poliranog trna, Terek i saradnici [45]

Kod glatkih i naknadno poliranih uzoraka u prvoj fazi procesa izvlačenja usled velikih smicajnih napreznja u kontaktu trna i odlivka dolazi do porasta adhezivnih sila između ispitivanih materijala [199]. Činjenica da je nakon testova izvlačenja nalep nađen i na najgladim trnovima znači da je bila prisutna visoka adhezija livene legure za ispitivane površine. Dakle, u ovim slučajevima do raskida veze trna i odlivka je došlo tako što je smicajna čvrstoća odlivka postignuta u površini bliskoj površini uzorka (slika 101c). Nakon raskidanja ove veze proces izvlačenja se nastavlja bez oscilacija sile i „stik-slip“ efekta [45].

Model predstavljen na slici 101 dobro opisuje izvlačenje trnova nakon eksperimenata sa konvencionalnim očvršćavanjem [45]. On se može primeniti i na eksperimente sa zadržavanjem očvršćavanja pod uslovom da se uzmu u obzir efekti oksidacije površina koji menjaju fenomene lepljenja i trenja prilikom klizanja odlivka po trnu.

Poređenjem krivih izvlačenja istih vrsta uzoraka nakon izvlačenja iz odlivka dobijenih različitim eksperimentima (KO, ZO), može se konstatovati da u slučajevima izvlačenja TiAlN i H11 uzoraka nakon eksperimenta ZO izostaje testerasti oblik krive (slika 102). Kod TiAlN uzoraka glavna razlika koja se javlja između uzoraka podvrgnutih različitim eksperimentima jeste nastanak površinskog oksidnog sloja prevlake, što je pokazano SEM i FIB ispitivanjima prikazanim na slikama 90, 91 i 92. Stoga se izostanak testerastog oblika povezuje sa smanjenjem učešća adhezivne komponente u stick-slip efektu usled prisustva površinskog sloja koji smanjuje otpor klizanju po kori Al-Si-Cu odlivka. Međutim, za Al₂O₃ oksid, koji u najčešćim slučajevima nastaje oksidacijom TiAlN prevlake, se ne smatra da ima podmazujuća svojstva [95,200,201]. U slučaju da se oksidacijom TiAlN formira dvoslojna struktura

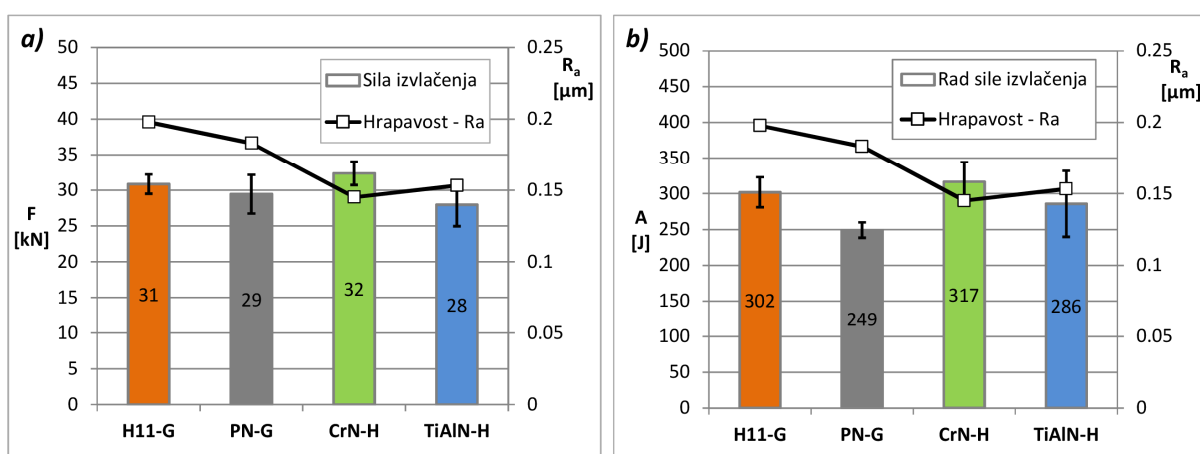
oksida ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}_2\text{O}$) [98,101], moguće je da rutil (Ti_2O), koji ima nižu smicajnu čvrstoću, prilikom izvlačenja trna podlegne smicajnim naprezanjima i smakne se, zbog čega se olakša ukupno klizanje trna po odlivku [77,202,203], po modelu na slici 95. Kod H11 čelika takođe se javlja ova razlika u krivama izvlačenja što je definitivno posledica masivne korozije te smicanja debelog površinskog (korodiranog) sloja uzorka.



Slika 102 Repräsentativne krive izvlačenja cilindričnih trnova nakon različitih eksperimenata (KO i ZO)

7.6.2. Maksimalne sile izvlačenja trnova različitog hemijskog sastava

Kao glavni parametri za poređenje tendencije lepljenja livene legure za različite površine primenjeni su maksimalna sila izvlačenja i rad sile izvlačenja. Na histogramima na slici 103 upoređene su srednje vrednosti maksimalnih sila izvlačenja dobijenih za uzorke ispitivanih materijala sa približnom hrapavošću. Za sve uzorke određena je standardna devijacija (SD) merenja sile, koja je predstavljena uz histograme u obliku odstupanja. Vrednosti SD se kod svih ispitivanih uzoraka u ovom ispitivanju uglavnom kreću ispod 10%. Slobodno se može reći da je ostvareno rasipanje (SD) malo i za konkretnu primenu zadovoljavajuće, jer je manje od svih promena srednjih vrednosti koje je u ispitivanju potrebno razlikovati. U slučajevima kada je vršeno poređenje uzoraka, primenjen je interval poverenja (IP) sa kojim se sa sigurnošću od 95% tvrdi da u slučaju nepreklapanja intervala postoji značajna razlika između poređenih vrednosti. Sa druge strane, grupa eksperimenata sa zadržavanjem očvršćavanja je sprovedena bez ponavljanja. Imajući u vidu da se ova dva eksperimenta suštinski ne razlikuju mnogo, smatra se da je rasipanje vrednosti (SD) i u eksperimentima sa zadržavanjem očvršćavanja isto kao i u slučaju konvencionalnog očvršćavanja.



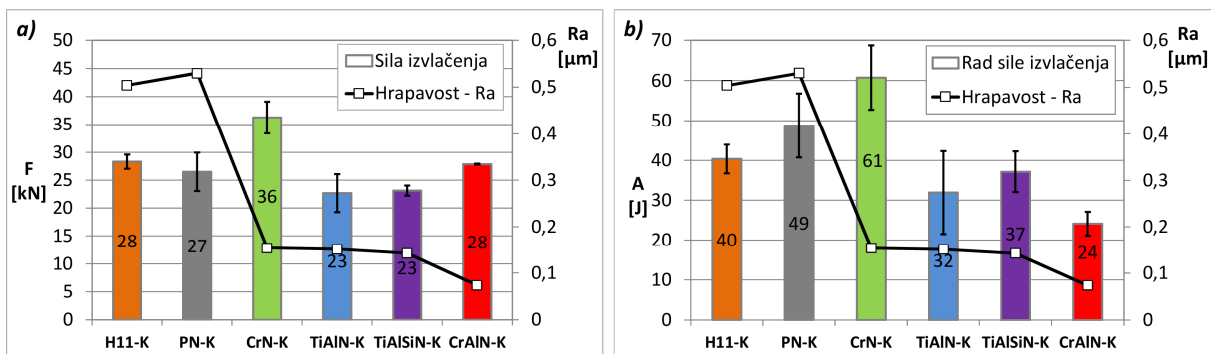
Slika 103 Parametri izvlačenja cilindričnih trnova približne hrapavosti nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem: a) srednja vrednost maksimalne sile izvlačenja; b) srednja vrednost rad sile izvlačenja (rasipanja predstavljaju ± 1 SD)

Iz rezultata na histogramu sa slike 103a, se vidi da između ispitivanih materijala i slojeva postoje neznatne razlike u pogledu sile izvlačenja, koje zapravo padaju u domen devijacija vrednosti

merjenja. Veoma slični trendovi su ostvareni i kod vrednosti rada sile izvlačenja čije su devijacije uglavnom više (prosečno oko 15%). Ovakva zavisnot ukazuje na to da tendencija lepljenja Al–Si–Cu legure za površine ispitivanih uzoraka ne zavisi od hemijskog sastava materiala trnova, što je u suprotnosti sa rezultatima dosadašnjih istraživanja prikazanim u referencama [23,142,143]. U dosadašnjim istraživanjima je pokazano da prevlake i plazma tretirane površine imaju značajno niže tendencije lepljenja legura aluminijuma, odnosno niže vrednosti sila izvlačenja [23,142,143]. Nedostatak ovih istraživanja je u tome što uticaj hrapavosti uopšte nije uzet u obzir niti prilikom ispitivanja niti prilikom razmatranja, a predstavlja veoma uticajan parametar. Stoga direktno poređenje veličina sila izvlačenja sa ostalim istraživanjima nije moguće, a za to postoji još nekoliko razloga. Naime, ispitivanja nisu izvršena sa istim oblicima i dimenzijama uzoraka a u istraživanjima iz referenci [23,142,143] nisu poznate ni dubine uranjanja trnova u odlivak.

Iz rezultata izvlačenja dobijenih za konične trnove, slične hrapavosti, na još širem spektru materijala (prevlaka), potvrđena je prethodna konstatacija da se između različitih materijala ostvaruju veoma male razlike u veličini sile izvlačenja iz odlivka od Al–Si–Cu legure (slika 104). Jedino je za CrN prevlaku izmerena veća vrednost sile što je posledica veoma ravne površine sa veoma niskom (negativnom) vrednošću R_{sk} parametra, koji je veoma važan u tumačenjima tribološkog ponašanja površina [45,175,204]. Ovakva konstatacija je izvedena naspram analiza koje su prikazane u nastavku ovog poglavlja. Poređenjem trendova sile izvlačenja i rada sile izvlačenja zaključuje se da se oni prilično razlikuju što može biti posledica znatno većih devijacija rada sile izvlačenja. U odnosu na rad sile izvlačenja, maksimalna sila izvlačenja ima mnogo veći praktičan značaj, kako za primenu tako i za klasifikaciju ispitivanih materijala, pa će se stoga u nastavku te vrednosti uglavnom i diskutovati. Maksimalna sila izvlačenja je najveća sila u procesu izvlačenja koja u slučaju eksploatacije alata sa ispitivanim materijalom, može da predstavlja ograničavajući faktor na nekoj mašini, npr. sila izbacivanja odlivka. Sa druge strane rad sile izvlačenja daje informacije i o inicijalnoj adheziji i o procesu trenja tokom izvlačenja [23,143].

U poređenju sa cilindričnim uzorcima kod koničnih uzoraka je za isti tretman u svim slučajevima zabeležena niža vrednost sile izvlačenja. Tome može biti razlog to što se prilikom izvlačenja manja tangencijalna sila projektuje na površinu trna čime se manje podstiče adhezija odlivka za njegovu površinu [199].

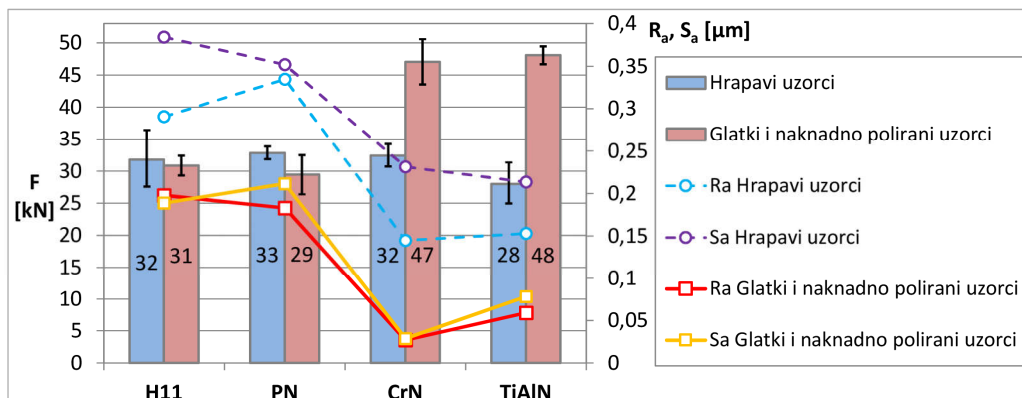


Slika 104 Parametri izvlačenja koničnih trnova nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem: a) srednja vrednost maksimalne sile izvlačenja; b) srednja vrednost rada sile izvlačenja (rasipanja predstavljaju ± 1 SD)

7.6.3. Uticaj hrapavosti i morfologije površine na maksimalne sile izvlačenja trnova

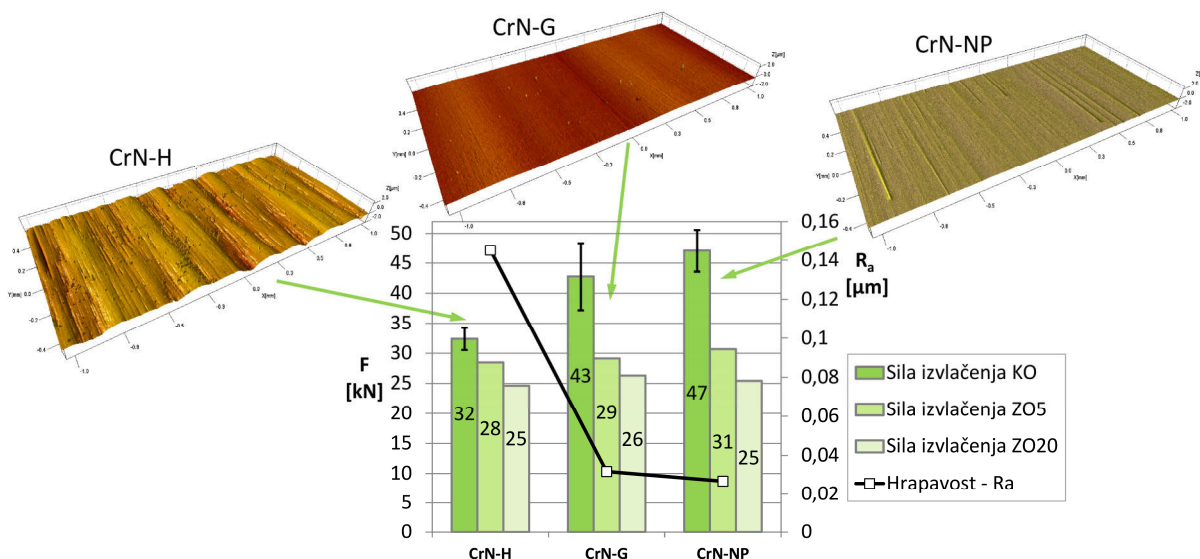
Sumarnim predstavljanjem vrednosti sila izvlačenja za uzorke različitog nivoa hrapavosti se vidi kakva je „osetljivost“ određenog materijala na promenu hrapavosti (slika 105). Kod H11 i PN uzoraka značajnim smanjenjem hrapavosti (R_a za oko 0,12 μm) praktično se dobija neznatno smanjenje sile izvlačenja, sa 32 na 31 kN za H11 uzorke i sa 33 na 29 kN za PN uzorke. Sa druge strane, veoma izražena promena sile izvlačenja je evidentna za trnove sa CrN i TiAlN prevlakom kod kojih za sličnu promenu hrapavosti (R_a za oko 0,12 μm) sila izvlačenja značajno raste sa 32 na 47 kN za CrN i sa 28 na 48 kN za

TiAlN. Imajući u vidu intervale poverenja (IP) koji su izračunati za ova merenja, primećene razlike među uzorcima sa prevlakama su statistički značajne. Ovakva zavisnost nedvosmisleno ukazuje na to da se u slučaju zanemarivanja uticaja hrapavosti prilikom poređenja na primer H11 čelika i CrN-NP uzorka može dobiti potpuno obrnut rezultat od onog predstavljenog u dosadašnjim publikacijama (Joshi S. [64,142] i Lin J. i saradnika [23]). Odnosno, da je za izvlačenje trna sa CrN prevlakom potrebno primeniti silu za oko 50% veću od one koja je potrebna za izvlačenje trna od H11 čelika [45].



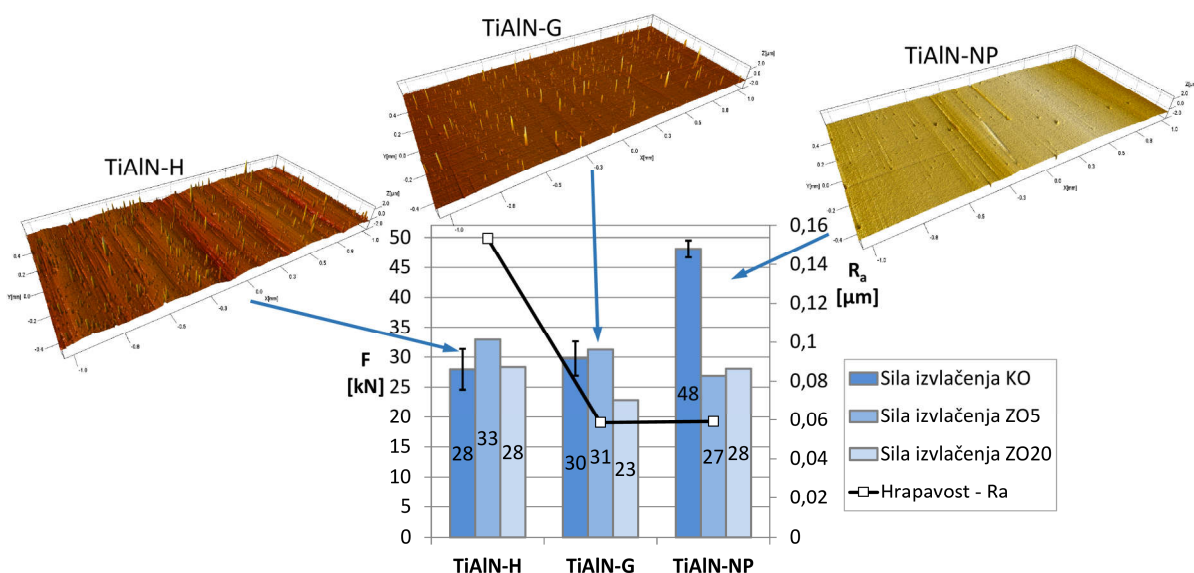
Slika 105 Srednje vrednosti maksimalnih sila izvlačenja cilindričnih trnova od različitih materijala pripremljenih sa različitim nivoom hrapavosti (rasipanja predstavljaju ± 1 IP)

Imajući u vidu da, PVD prevlake imaju veoma veliki potencijal za primenu na livačkim alatima, a da je njihova hrapavost, osim kvaliteta sloja, uslovljena i traženim kvalitetom odlivka i cenom izrade alata, od izuzetne je važnosti poznavati njen uticaj na eksploatacione karakteristike prevlake. Na slikama 106 i 107 su prikazane vrednosti sila izvlačenja za CrN i TiAlN trnove sa različitim hrapavošću/topografijom. Za eksperiment sa konvencionalnim očvršćavanjem (KO), kod prevlaka važi da se sa smanjenjem hrapavosti (R_a) povećava sila izvlačenja. To jedino nije slučaj za TiAlN-G uzorak koji taj trend ne prati u potpunosti.



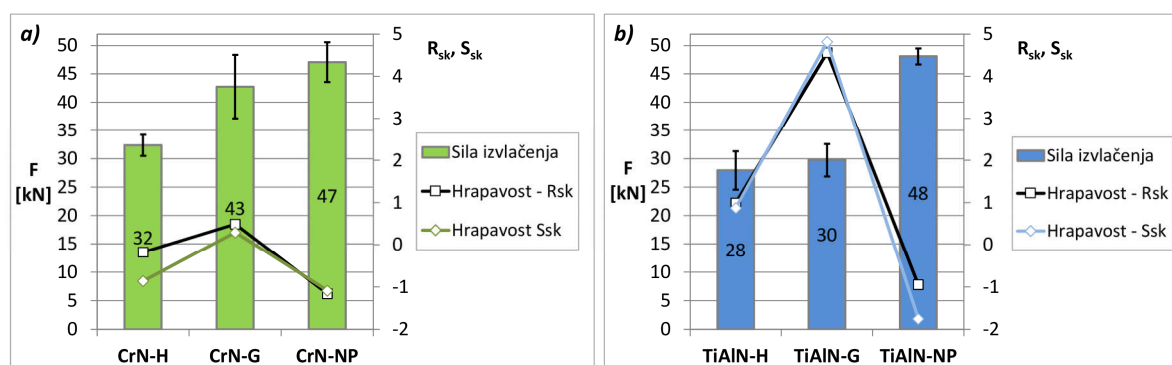
Slika 106 Sile izvlačenja za CrN cilindrične trnove različite hrapavosti (rasipanja predstavljaju ± 1 IP)

Uvidom u 3-D topografiju površina stiče se utisak o znatnoj razlici u topografiji ispitivanih površina koja i nije dovoljno dobro okarakterisana sa parametrom hrapavosti R_a . Tako je za glatke (G) i naknadno polirane (NP) uzorke veoma mala razlika u R_a parametru ($\sim 0,005 \mu\text{m}$) praćena značajnom razlikom u sili izvlačenja (4 kN za CrN; 18 kN za TiAlN). Kao i za druge vrste tribo-sistema tako i u ovom slučaju takva konstatacija nagoveštava da R_a parametar nije dovoljan za opis i objašnjenje ovakvog trenda sile izvlačenja. Stoga je u analize shodno uključiti i druge parametre koji imaju bolju korelaciju sa silom izvlačenja, a istovremeno mogu da se povežu sa nekom fizičkom osobinom površine [45].



Slika 107 Sile izvlačenja za TiAlN cilindrične trnove različite hrapavosti (rasipanja predstavljaju ± 1 IP)

U radu je pokazano da parametar hrapavosti R_{sk} (S_{sk}) ima visok stepen korelacije sa silom izvlačenja, a dobro opisuje i prisustvo topografskih elemenata kao što su nodularne greške i krateri. Stoga su na slici 108 sile izvlačenja predstavljene sa R_{sk} , S_{sk} parametrima hrapavosti. Sa histograma na slici se vidi da se za pozitivne i visoke vrednosti parametara R_{sk} (S_{sk}) dobijaju niže vrednosti sile izvlačenja i obrnuto. To je posebno izraženo kod TiAlN-G uzorka koji ima veoma nisku hrapavost (R_a), pozitivne vrednosti parametra R_{sk} (S_{sk}) i veliku količinu nodularnih grešaka na površini (vidi 3D topografiju na slici 107). Iz tog razloga se konstatuje da prisustvo nodularnih grešaka ima izuzetno izražen uticaj na smanjenje vrednosti sile izvlačenja čak i kod veoma glatkih površina ($R_a \approx 0,05 \mu\text{m}$). Analiza nalepa nakon testova izvlačenja ukazala je na to da nodularne greške najvećim delom ostaju prisutne na površini trnova što znači da oni aktivno učestvuju u procesu izvlačenja od početka do kraja. Njihovim uklanjanjem uz pomoć poliranja dobijaju se površine trnova za koje je potrebno primeniti najviše sile izvlačenja (~ 50 kN).



Slika 108 Sile izvlačenja za cilindrične trnove različite hrapavosti (R_{sk} , S_{sk}) za eksperiment sa KO: a) CrN; b) TiAlN (rasipanja predstavljaju ± 1 IP)

U istoj grupi uzoraka, trnovi sa CrN prevlakama uglavnom imaju veće vrednosti sile izvlačenja od TiAlN trnova. Takva konstatacija bi mogla da navede na zaključak da CrN prevlaka ima veću tendenciju ka lepljenju Al-Si-Cu legure. Međutim, treba imati u vidu da CrN prevlaka u svim slučajevima ima manju hrapavost i gustinu grešaka od TiAlN prevlake što potvrđuju i drugi parametri hrapavosti poput R_{sm} , S_{dr} koji potvrđuju da su površine izuzetno glatke.

Identifikovani trend sile izvlačenja kod prevlaka je posledica dejstva različitih mehanizama smicanja materijala koji deluju u različitim domenima hrapavosti prilikom inicijalnog oslobađanja veze odlivak-trn (u prvoj fazi izvlačenja) [45]. Za objašnjenje ovih razlika primenjen je sopstveni model

mehanizama habanja prethodno predstavljen na slici 101 a. Kod hrapavih trnova (slika 101a), usled inicijalnog povećanja sile, u kontaktu odlivka sa vrhovima neravnina trna nastaju visoki smicajni naponi koji se kroz materijal rasprostiru u smeru izvlačenja, a iza neravnina nastaju zatezni naponi. Ove koncentracije napona izazivaju pucanje materijala na nižim silama i napredovanje pukotina do sledeće neravnine. Do smicanja u materijalu odlivka dolazi i na vrhovima neravnina gde je taj materijal takođe adhezivno vezan. Nastankom inicijalnih pukotina smicajna ravan po kojoj će se izvršiti potpuno smicanje odlivka, u ovom slučaju je znatno manja. Iz tog razloga i ukupna sila koja je potrebna da izvrši potpuno smicanje odlivka i oslobađanje trna je znatno niža.

Kod naknadno poliranih trnova (slika 101c), na površini ne postoje neravnine i nodularne greške zbog čega koncentracija napona potpuno izostaje. Smatrajući da je adhezija materijala odlivka za ispitivanu površinu veoma visoka, trn može da se oslobodi jedino ako dođe do smicanja materijala odlivka neposredno ispod površine kontakta sa trnom. U ovom slučaju ravan smicanja je skoro ista kao i prividna ravan smicanja (slika 101c) i zbog toga je potrebno primeniti veću silu da bi se izazvalo smicanje materijala odlivka, nego za slučaj hrapavih trnova. Kod glatkih uzoraka sa prevlakom (slika 101b) proces izvlačenja uključuje tribološke fenomene oba prethodno opisana mehanizma. Odnosno, ravne površine povećavaju adhezivne efekte (lepljenje) i sile izvlačenja, a nodularne greške izazivaju koncentraciju napona usled kojih nastaju inicijalne pukotine čime se smanjuje sila izvlačnja. Stoga su vrednosti sila izvlačenja glatkih uzoraka sa prevlakom između hrapavih i naknadno poliranih trnova (slika 106 i 107) [45].

U naučnoj i proizvodnoj praksi vladaju stavovi da se smanjenje lepljenja i adhezivnog habanja najefikasnije suzbija primenom glatkih površina alata [26,141,183]. Iz priloženih rezultata i analiza se vidi da bi takva praksa, primenjenja na trnovima sa prevlakama, mogla da oteža funkcionisanje alata i da izazove krivljenje i lom odlivka ili izbacivača alata. Ovakva konstatacija je u skladu i sa ostalim istraživanjima koja su ukazala na slabe koristi primene ultra glatkih površina na alatima za obradu legura aluminijuma [49,183]. Prilikom izbora optimalnog površinskog sistema zaštite alata za livenje pod pritiskom pažljivim izborom morfologije površine se može podjednako efikasno uticati na željene performanse alata kao i samim izborom vrste prevlake.

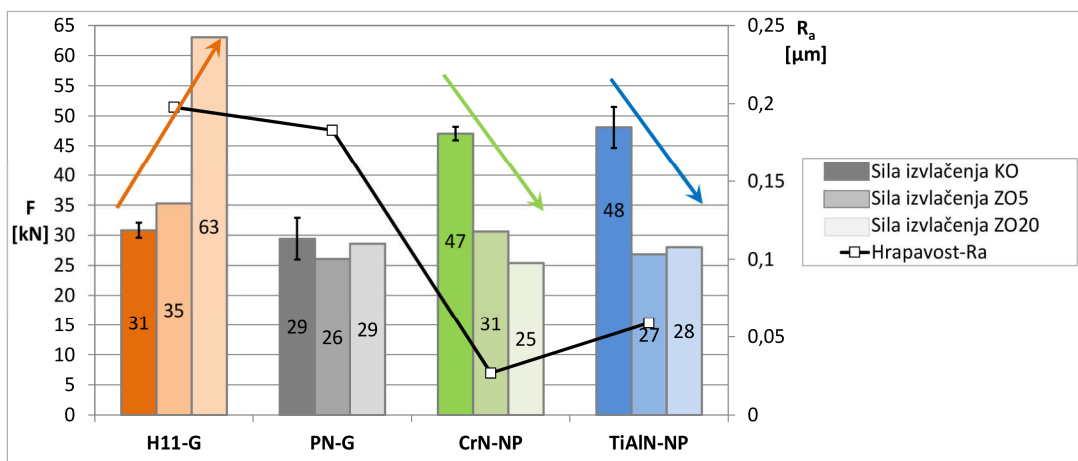
U tumačenju rezultata iz ovog rada treba imati u vidu činjenicu da je oblik površina uzoraka koji se izvlače iz odlivaka cilindričan i da su one paralelne pravcu kretanja odlivka tokom izvlačenja, za razliku od slučaja kada se razdvajanje veze alat-odlivak odvija u pravcu upravno na ravan kontakta. Ovo su dva različita tribološka sistema koji sa aspekta adhezije i lepljenja ne mogu direktno da se porede. Tome je razlog to što se prilikom lateralnog kretanja odlivka i trna, usled smicajnih sila, adhezija između materijala izuzetno pojačava zbog čega se dobijaju veće sile nego u slučaju razdvajanja u pravcu upravno na površine u kontaktu [45,199]. Međutim, ako se uzme u obzir da se prevlake najviše nanose na cilindrične elemente alata koji na odlivcima formiraju rupe i otvore onda jasno da je veoma važno poznavati sposobnost razdvajanja kontakta upravo takvih elemenata.

7.6.4. Uticaj vremena zadržavanja i hrapavosti na maksimalne sile izvlačenja trnova

Imajući u vidu da eksperimenti sa zadržavanjem očvršćavanja nisu izvedeni sa ponavljanjem, potvrđivanje ponovljivosti uočenih trendova je izvedeno poređenjem sa rezultatima iste vrste uzoraka (materijala) iz druge grupe hrapavosti. Na ovaj način je potvrđena dobra podudarnost trendova među uzorcima, čemu ide u prilog i malo rasipanje rezultata ostvareno kod eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem.

Što se tiče kvantitativnih pokazatelja, eksperimenti sa zadržavanjem očvršćavanja su osim uticaja na oblik krive izvlačenja imali veoma značajan uticaj na maksimalnu silu izvlačenja. Na slici 109 sumarno su prikazane vrednosti maksimalnih sila izvlačenja za cilindrične uzorke podvrgnute različitim eksperimentima. Histogram prikazuje grupe glatkih i naknadno poliranih trnova kao predstavnika najtipičnijeg ponašanja uzoraka prilikom dužeg boravka u Al–Si–Cu leguri. Uticaj vremena zadržavanja na vrednost sile izvlačenja je raznolik. Kod H11 uzoraka u svim slučajevima dolazi do porasta sile, kod

PN uzoraka vrednosti sile za sve uslove ispitivanja ostaju iste, a kod prevlaka sa najgladim površinama dolazi do značajnog pada sile izvlačenja sa produženjem vremena zadržavanja (slika 109).



Slika 109 Sumarni prikaz sile izvlačenja za glatke i naknadno polirane uzorke nakon svih eksperimenata primenjenih u istraživanju, strelicama su prikazani trendovi promene sile po eksperimentima (rasipanja predstavljaju ± 1 IP)

Kod H11 uzoraka je za sve grupe hrapavosti uočen vrlo izražen porast sile sa produženjem vremena očvršćavanja, odnosno vremena boravka u tečnoj leguri aluminijuma (slike 109 i 110). To je u potpunosti u skladu i sa mikroskopskim analizama u kojima je utvrđena vrlo intenzivna korozija površine H11 uzoraka i uklanjanje sloja materijala prilikom izvlačenja. Uzrok porasta sile izvlačenja kod H11 trnova je obrazovanje intermetalnih jedinjenja koja ostvaruju čvrstu vezu između trna i odlivka [14,143]. Pri kraćim vremenima (~19 min) boravka u tečnoj leguri formira se tanak sloj jedinjenja koji očigledno ne doprinosi značajnom povećanju sile izvlačenja. Za to može da bude razlog mala smicajna čvrstoća tankog korozionog sloja ili to što u ovim uslovima ne dolazi do progresivnog podsecanja (negativnog zakošenja) usled korozije površine. U poređenju sa ostalim istraživanjima iz oblasti [17,34,54], primenjena vremena izlaganja površine H11 čelika tečnoj leguri aluminijuma su uglavnom dovoljna za nastanak intenzivne-masivne korozije i stoga je ovakav rezultat sile izvlačenja i očekivan.

Pretpostavlja se da je efekat pojave krstog korozionog sloja mnogo izraženiji kod plazma nitriranih trnova kod kojih sa porastom vremena zadržavanja očvršćavanja dolazi do veoma male promene u sili izvlačenja. Vrlo tanak i tipičan korozioni sloj koji je detektovan kod PN uzoraka očigledno da ima veoma malu smicajnu čvrstoću te pod dejstvom spoljašnjih opterećenja veoma lako proklizne i oslobodi trn od veze sa odlivkom. Stoga se smatra da je to uzrok uglavnom niskih sila izvlačenja ove vrste uzoraka. Ovakva ponašanja materijala nameću pitanje o adekvatnosti testova izvlačenja za ispitivanje tendencije lepljenje livene legure. Ocena tendencije lepljenja na osnovu veličine sile izvlačenja ne daje odgovor o korozionom stanju površine što je kod čeličnih i plazma nitriranih uzoraka ključno. Stoga je u ovim ispitivanjima osim krivih izvlačenja neophodna primena i mikroskopskih ispitivanja i analiza površina sa nalepom.

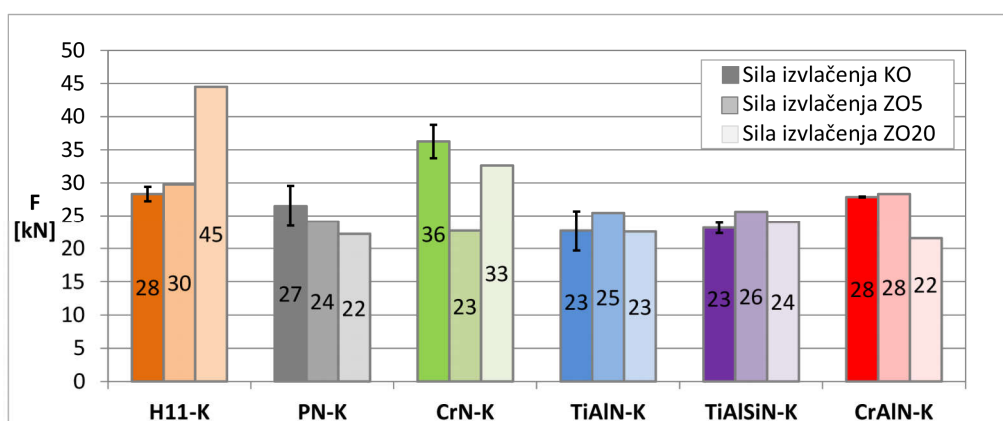
Važno je napomenuti da intenzivan proces zagrevanja sklopa kokile, koji prethodi testu sa zadržavanjem očvršćavanja, može da izazove formiranje površinskih oksida koji takođe mogu da imaju uticaj na vrednosti sile izvlačenja. Sa jedne strane to može da predstavlja nedostak metode ispitivanja, a sa druge uzimanje u obzir i procesa oksidacije do kojeg neminovno dolazi prilikom rada alata tokom većeg broja ciklusa livenja pod pritiskom.

U celokupnom predstavljenom ispitivanju glavni detektovani nedostatak prevlaka jeste njihova osobina da sa smanjenjem hrapavosti dolazi do rasta vrednosti potrebne sile izvlačenja. Međutim, u eksperimentima sa zadržavanjem očvršćavanja slojevi prevlaka su se promenili usled čega je nedostatak glatkih površina otklonjen. Odnosno, kod glatkih i naknadno poliranih prevlaka (CrN-NP i TiAlN-NP) je došlo do pada sile izvlačenja na vrednosti koje su prethodno postizane samo kod hrapavih uzoraka sa prevlakama (slika 109). S obzirom na to što je do značajnog pada sile došlo već u

eksperimentima sa ZO5, konstatuje se da je procesom zagrevanja već u tom eksperimentu uzrokovana promena koja je rezultovala sa smanjenjem sile izvlačenja. Prethodno je već objašnjen uticaj eksperimenta sa zadržavanjem očvršćavanja na oblik krive izvlačenja i smatra se da su uzroci promene obe ove karakteristike isti. Imajući u vidu da se SEM i FIB ispitivanjima trnova, nakon eksperimenta ZO20 osim oksidacije površina prevlaka, nije identifikovala nijedna druga promena na površini uzoraka (slike 90, 91 i 92), smatra se da je ona glavni uzrok smanjenja sile izvlačenja. Sa jedne strane uzrok manje sile može biti činjenica da su svi oksidi (Al_2O_3 , TiO_2 i Cr_2O_3) koji se formiraju na površinama prevlaka hemijski veoma inertni ka leguri aluminijuma, zbog čega sa odlivkom obrazuju slabije adhezivne veze [5,23,102]. Sa druge strane, uzrok smanjenja sile može biti čisto tribološke prirode, a to je da su uslovi za inicijaciju klizanja trna po odlivku nakon oksidacije prevlaka znatno povoljniji (manja smicajna čvrstoća oksida).

Kod koničnih trnova (slika 110), maksimalne sile izvlačenja su uglavnom ostale u sličnom domenu vrednosti koje su postizane i za konvencionalno očvršćavanje, odnosno ponašanje je isto kao i kod hrapavih cilindričnih trnova. Kod CrN-K je primećena anomalija u eksperimentima ZO5 i ZO20 jer dobijeni rezultati nisu potvrdili neke od ustanovljenih trendova. Naspram rezultata bi bilo očekivano da kod ove prevlake (CrN-K) dođe do smanjenja sile izvlačenja nakon ZO20 eksperimenta što se nije desilo. Tome može biti razlog to što je CrN-K trn u ZO20 eksperimentu znatno korodirao na nekim ivicama (vidi poglavlje 7.4.3) što je doprinelo povećanju sile izvlačenja. U poređenju sa hrapavim cilindričnim trnovima, sile izvlačenja su kod koničnih trnova za sve ispitivane slučajeve niže. Kod koničnih trnova može se konstatovati da trnovi sa TiAlSiN i CrAlN prevlakama imaju veoma ustaljeno ponašanje i vrednosti sile izvlačenja tokom različitih livačkih eksperimenata, što je veoma povoljna osobina. Činjenica da se efekat smanjenja sile nije pojavio kod hrapavih cilindričnih i koničnih trnova i da ovaj fenomen nije došao do izražaja, ukazuje na to da efekti „zaključavanja“ neravnina imaju dominantan uticaj koji ne može da se umani efektima oksidacije površine prevlaka.

Prilikom tumačenja rezultata testova izvlačenja, treba imati u vidu da ispitivani sistem u prvoj fazi izvlačenja predstavlja statičan sistem u kojem treba da se započne razdvajanje sklopa uzorka i da se ostvari inicijalno međusobno klizanje materijala u kontaktu [45]. Kod sklop uzoraka dobijenih eksperimentom sa ZO, u tom inicijalnom trenutku materijali koji su u kontaktu su zapravo oksidni sloj prevlake (Al_2O_3 , TiO_2 i Cr_2O_3) i oksidna kora Al-Si-Cu odlivka (Al_2O_3). U nastavku izvlačenja kada dođe do intenzivnijeg smicanja materijala ili napredovanja brazdanja, sa strane odlivka priroda ovog kontakta se menja jer se oksidni sloj sa odlivka uklanja.



Slika 110 Sile izvlačenja koničnih uzoraka nakon različitih eksperimenata (rasipanja predstavljaju $\pm 1 IP$)

Test izvlačenja je vrlo specifičan tribološki sistem zbog čega je veoma teško doći do informacija potrebnih za tumačenje procesa koji se odigravaju u inicijalnoj fazi razdvajanja veze trn-odlivak. Naime, postoji više grupa ispitivanja koja daju informacije o ponašanju materijala u sličnim tribo-sistemima. Prva grupa istraživanja obuhvata tribološka ispitivanja u cikličnim kliznim kontaktima prevlaka sa aluminijumom ili Al_2O_3 kontrateljima, gde ispitivanja podrazumevaju inicijalna (neoksidisana) stanja prevlaka na sobnoj temperaturi [44,185]. Kod takvih istraživanja polazni sastav površina u kontaktu

nije isti kao i sistem iz disertacije, a tvrdoće obe vrste kontratela ne oslikavaju realnu tvrdoću odlivka. Dinamička priroda ovakvih ispitivanja unosi dodatnu promenu u sistem što još više otežava interpretaciju i povlačenje paralele sa ovim istraživanjem. Druga grupa istraživanja obuhvata tribološka ispitivanja sa cikličnim kliznim varijantama na povišenim temperaturama, gde se površine zagrevaju na početku testa i takve se održavaju do kraja ispitivanja [41,42,46]. Dobra strana ovakvog ispitivanja je što se oksidacija prevlake započinje tokom testa ali usled povišenih temperatura dolazi i do intenzivnog zagrevanja i smekšavanja legure aluminijuma [42]. Najadekvatnija laboratorijska ispitivanja koja mogu dobro da se uporede sa ovim ispitivanjem su ona koja u pripremi uzoraka za ispitivanja podrazumevaju prethodni tretman oksidacije (žarenje) uzoraka i primenu kliznog kontakta u samo jednom ciklusu sa legurom aluminijuma ili Al_2O_3 kontratela. Takvih ispitivanja je veoma malo i uglavnom u razmatranje ne uključuju legure aluminijuma [201].

Pregledom površina trnova je ustanovljeno da mestimično postoje lokacije bez nalepa što znači da se na nekim mestima adhezivna veza trn-odlivak ipak uspešno razdvajala procesom izvlačenja ili je posledica prisustva oksida uz trn. Isto tako je primećeno da se na glatkim i poliranim CrN trnovima (na manje uronjenim delovima - 5 mm) vidi mnogo manja količina zaostalog nalepa nego kod hrapavih uzoraka (slike 74 i 75). Takve konstatacije idu u prilog teoriji da se usled stvaranja oksida na površinama uzoraka smanjuje adhezivno vezivanje odlivka za površine trnova. Dok sa druge strane, velike površine ovih uzoraka (G i NP) su i dalje prekrivene sa nalepom. Kvantitativnom karakterizacijom prekrivenosti površina sa nalepom bi se dobile tačne informacije za ovakve tvrdnje [116,121]. Međutim, tačnost ovakvih merenja je uvek upitna jer ona moraju da se sprovedu na velikim površinama uzoraka, vremenski su zahtevna, a neravnomernost raspodele nalepa može da unese prilične greške u rezultate.

Naspram rezultata ovog istraživanja i pregleda literature, objašnjenje smanjenja sile izvlačenja za prevlake u eksperimentima sa ZO je posledica smanjene adhezije koja vlada između livene legure i oksidne površine prevlake. Pri čemu, dodatan pozitivan uticaj može imati i mala smicajna čvrstoća oksida (TiO_2 i Cr_2O_3) [95,202] ili poligonalni oblik kristala oksida kojima se olakšava inicijalno pokretanje klizanja, kotrljanjem na mikro nivou. Potvrda ovakve teorije zahteva dalja istraživanja koja bi trebala da uključe veći broj uzoraka u razmatranja, uprošćen sistem ispitivanja sa kojim bi se lakše izolovao posmatrani fenomen i primenu sofisticiranih tehnika za ispitivanje hemijskog sastava materijala (TEM, XPS, AES). Ta dalja ispitivanja bi trebala da daju odgovor i na pitanja vezana za mehaničke karakteristike i tribološku postojanost tih oksidnih slojeva na površinama prevlaka. Sudeći po ovom istraživanju identifikovani efekat oksidacije nitridnih prevlaka ima veoma povoljan uticaj na performanse elemenata alata. Međutim, sa druge strane oksidacija prevlaka povlači i oksidaciju podloge u kraterima čime se inicira i propadanje podloge ispod prevlake. Stoga, u slučaju uvođenja oksidacije prevlaka u tehnološki sled operacija pripreme zaštitnih dupleks slojeva, za alate za livenje pod pritiskom, potrebno je takođe uvesti i međutretman površine prilikom depozicije prevlake (koje je predložio Abusuilik [80,136]) kako bi se smanjila oksidacija podloge.

8. Zaključci i pravci budućih istraživanja

U okviru disertacije sprovedeno je ispitivanje tendencije lepljenja legure aluminijuma (EN AC-46200, slovne oznake AC- AlSi8Cu3) i korozije čelika za rad na toplo EN X27CrMoV51 (AISI H11), plazma nitriranog čelika i PVD slojeva različitog dizajna dobijenih dupleks tretmanom čelika za rad na toplo kao kandidata za poboljšanje alata za livenje pod pritiskom. Ispitivanja su izvršena primenom specijalnih eksperimentalnih livačkih metoda kojima se simuliraju uslovi koji vladaju kod procesa livenja pod pritiskom legura aluminijuma.

U cilju ispitivanja najadekvatnijih slojeva za zaštitu livačkih alata dupleks tretmanom su proizvedeni slojevi koji kombinuju plazma nitrirani sloj, bez sloja jedinjenja, sa nitridnim prevlakama različitog sastava i arhitekture slojeva. Prevlake izrađene u okviru dupleks tretmana su: CrN monoslojnog dizajna, TiAlN dvoslojnog dizajna, CrAlN nanoslojnog dizajna i TiAlSiN višeslojna prevlaka sa monoslojnim, nanokompozitnim i nanoslojnim dizajnom. Radi poređenja sa konvencionalnim materijalima za alate za livenje pod pritiskom i ocene postignutih poboljšanja, istraživanjem su obuhvaćeni i čelik za rad na toplo (EN X27CrMoV51) i plazma nitrirani čelik za rad na toplo. Ispitivanje uticaja hrapavosti na tendenciju lepljenja i koroziju je za sve ispitivane materijale izvršeno na cilindričnim trnovima pripremljenim sa različitim stepenom hrapavosti. Efekti naknadnog tretmana površina prevlaka su ispitani na CrN i TiAlN prevlakama podvrgnutim poliranju sa dijamantskom pastom. Na koničnim trnovima ispitan je najširi spektar prevlaka i uticaj geometrije trna na efekte lepljenja za jedan nivo hrapavosti. Ispitivanje tendencije lepljenja Al-Si-Cu legure i korozije materijala trnova je izvršeno primenom testa izvlačenja sa različitim vremenom očvršćavanja livene legure oko ispitivanog trna. U istraživanju je izvršeno uporedno ispitivanje i analiza više različitih metoda livenja za izradu sklop uzoraka, a za ispitivanja materijala u ovoj disertaciji primenjena je sopstvena unapređena metoda.

Iz ispitivanja sprovedenih u okviru disertacije izvedeni su sledeći zaključci:

- Izvršeno je unapređenje metode za izradu sklop uzoraka koji se primenjuju za testove izvlačenja. Unapređena metoda je mnogo praktičnija i fleksibilnija, daje sklop uzorke sa veoma visokim kvalitetom željenog kontakta trn-odlivak i daje dobru ponovljivost i tačnost sila izvlačenja. Aparatura je kompaktna te se jednostavno može primeniti za eksperimente sa zadržavanjem očvršćavanja. Pored visoke tačnosti glavna prednost metode je to što se ispitivanje može standardizovati čime može da se postigne univerzalnost rezultata ispitivanja. Metode za izradu sklop uzoraka za testove izvlačenja koje su se do sada primenjivale u istraživanjima odlikuju se nizom nedostataka i nepouzdanosti rezultata koje se odnose na: tačnost i ponovljivost dubine uranjanja trna u odlivak; geometrijski kvalitet kontakta trn-odlivak; hemijski kvalitet i tačnost ispitivanog kontakta-pojava oksidnih opni u kontaktu; nepodudarnost livačkih parametara sa praktičnim slučajevima; mala mogućnost kontrole i nepraktičnost eksperimenta za izvođenje ponavljanja. Navedeni nedostaci uzrokuju netačna merenja sile u testovima izvlačenja, a površine uzoraka sa nalepom daju nedovoljno relevantne informacije.
- Visoke mehaničke i strukturne karakteristike i adhezija koje imaju ispitivane dupleks prevlake, odgovaraju visokim zahtevima postavljenim pred slojeve namenjene zaštiti alata za livenje pod pritiskom legura aluminijuma. Nanostrukturni dizajn, visoka tvrdoća, visok H^3/E^{*2} odnos, i visoka oksidaciona postojanost TiAlSiN i CrAlN prevlaka izdvajaju ih kao najadekvatnije sa stanovišta visoke otpornosti na plastičnu deformaciju, žilavosti i otpornosti na habanje abrazijom i erozijom.
- Sve prevlake ispitivane u ovom radu poseduju greške rasta tipa nodula i kratera. Utvrđeno je da je gustina nodularnih grešaka kod ispitivanih prevlaka ima sledeći rastući poredak CrN, CrAlN, TiAlSiN i TiAlN. Poliranjem površina prevlaka sa dijamantskom pastom najveći deo nodularnih grešaka se obradom poravnava sa površinom, jedan deo njih se delimično, a drugi u potpunosti istrgne iz sloja prevlake. Primenjenim režimima poliranja znatno se poravnava površina i prevodi se iz izrazito pozitivnog polariteta površine ($R_{sk} > 0$) u izrazito negativan polaritet ($R_{sk} < 0$).

- Utvrđeno je da maksimalna sila izvlačenja trnova (približno iste hrapavosti) iz Al–Si–Cu odlivka ne zavisi od površinskog hemijskog sastava trnova, što je potpuno suprotno rezultatima dosadašnjih istraživanja. To je utvrđeno za cilindrične trnove od čelika za rad na toplo (EN X27CrMoV51), za plazma nitrirani sloj, za CrN i TiAlN prevlake. Rezultati dosadašnjih istraživanja se razlikuju jer su kod njih ispitivanja sprovedena na uzorcima neujednačene hrapavosti. Kod koničnih trnova su za sve materijale dobijene 15 – 20 % niže sile izvlačenja i takođe je utvrđeno da sila ne zavisi od hemijskog sastava materijala sa izuzetkom CrN prevlake, koja je karakterisana glatkom površinom sa izraženim negativnim polaritetom ($R_{sk} < 0$).
- Smanjenjem hrapavosti trnova sa prevlakom na vrednosti R_a ispod $0,05 \mu\text{m}$, drastično se povećava sila izvlačenja iz Al–Si–Cu odlivaka dobijenih konvencionalnim očvršćavanjem u kokili. Uticaj hrapavosti na sile izvlačenja je toliko izražen da je u određenim slučajevima dobijeno da su sile izvlačenja trnova sa prevlakom ($\sim 50 \text{ kN}$) znatno veće nego trnova od netretiranog čelika za rad na toplo ($\sim 31 \text{ kN}$). Ovakav rezultat je u potpunoj suprotnosti sa istraživanjima objavljenim do sada, u kojima su prevlake ispoljavale manje sile izvlačenja. Razlika se pripisuje zanemarivanju uticaja hrapavosti na rezultate u dosadašnjim istraživanjima. Identifikovani efekat hrapavosti je objašnjen tribološkim modelom smicanja materijala odlivka u površinskom sloju kojim se uzima u obzir uticaj topografije površina prevlaka.
- Nakon eksperimenta sa konvencionalnim očvršćavanjem za sve ispitivane materijale i prevlake, je utvrđeno da su skloni mehaničkom lepljenju Al–Si–Cu legure za svoje površine, od kojih se CrAlN prevlaka izdvaja sa najmanjom prekrivenosti površina sa nalepom. Sve površine ispitivanih materijala se dobro kvase tečnom Al–Si–Cu legurom zbog čega risevi na površini i nodularne greške predstavljaju geometrijski povoljna mesta za nakupljanje nalepa, kako prilikom inicijalnog razdvajanja veze trn–odlivak, tako i nastavkom izvlačenja usled utrljavanja materijala odlivka o trn. Nalep se intenzivno pojavljuje i na površinama naknadno poliranih prevlaka a nastavkom procesa izvlačenja ima sklonost da se dalje zadebljava.
- U eksperimentima sa zadržavanjem očvršćavanja od 5 minuta ($\sim 19 \text{ min}$ u tečnoj Al–Si–Cu leguri), ispitivane dupleks prevlake su se bolje pokazale od čelika (EN X27CrMoV51) i plazma nitriranog sloja, kod kojih se javlja intenzivna korozija površinskih slojeva. Ustanovljeno je da sve površine prevlaka u eksperimentima livenja sa zadržavanjem očvršćavanja od 20 minuta ($\sim 35 \text{ min}$ u tečnoj Al–Si–Cu leguri) ne stupaju u hemijsku reakciju sa livenom legurom. Međutim, kod svih prevlaka dolazi do formiranja tankog sloja oksida na površini koji nastaje tokom procesa zagrevanja trnova na $600 \text{ }^\circ\text{C}$ neposredno pre ulivanja metala u kokilu. Zaključeno je da oksidni sloj smanjuje efekte adhezije Al–Si–Cu legure za površine trnova, u inicijalnom i kliznom kontaktu, te da zbog toga prilikom izvlačenja trnova iz odlivaka nakon zadržavanja očvršćavanja dolazi do smanjenja sile izvlačenja. Taj efekat je najizraženiji kod naknadno poliranih prevlaka kod kojih dolazi do pada vrednosti sile izvlačenja na vrednosti sile izmerene kod hrapavih uzoraka ($\sim 31 \text{ kN}$). To znači da, prilikom oksidacije CrN i TiAlN prevlaka nestaje efekat povećanja sile izvlačenja koji je uzrokovan smanjenjem hrapavosti površine. Ovaj povoljan efekat oksidacije bi se mogao iskoristiti i primeniti pred eksploataciju nitridnih prevlaka na alatima za livenje pod pritiskom.
- Za ispitivani domen hrapavosti ($R_a < 0,15 \mu\text{m}$), kod prevlaka nije uočen negativan efekat riseva na korozionu otpornost slojeva u Al–Si–Cu leguri. Ustanovljeno je da do oksidacije i korozije svih vrsta ispitivanih dupleks slojeva dolazi na nitriranoj podlozi koja kontakt sa spoljnom atmosferom (vazduhom, livom) ostvaruje kroz kraterne i nodularne greške u slojevima prevlaka. U tom procesu nastaju porozni oksidni i korozioni produkti odakle Fe difunduje u liv i intermetalna jedinjenja u krateru ili na površini prevlake a elementi iz liva (Al, Si, Mg) difunduju u čeličnu podlogu. Za ispitivani vremenski period je utvrđeno da nastankom ovakvih korozionih produkata ne dolazi do zapreminskog širenja podloge i do ispušćenja površine prevlake koja bi mogla dovesti do odljuskavanja prevlake. Identifikovani vid oksidacije i korozije se najučestalije dešava kod naknadno poliranih prevlaka jer su to površine sa velikim brojem grešaka tipa kratera ili istrgnutih nodula i stoga ovakav naknadni tretman nije poželjno primenjivati.

- Sve dupleks prevlake ispitane u ovoj disertaciji su ispoljile veoma dobro ponašanje sa aspekta korozije i lepljenja u tečnoj Al–Si–Cu leguri jer svaka od njih daleko premašuje performanse čelika za rad na toplo (EN X27CrMoV51) i plazma nitrirane površine istog čelika. U stanju u kojem je inicirana oksidacija i korozija podloge, prevlake i dalje mogu dugo da se eksploatišu do potpunog razaranja. Međutim, nanoslojna CrAlN (CrN/CrAlN) prevlaka se može izdvojiti kao prevlaka sa nizom optimalnih osobina koje treba da poseduje prevlaka za zaštitu alata za livenje pod pritiskom.
- Kod ispitivanih PVD prevlaka je utvrđeno da gustina grešaka rasta ima znatno veći uticaj na korozionu postojanost u leguri aluminijuma i trajnost livačkog alata nego njihov hemijski sastav. Ovakav zaključak objašnjava malu ponovljivost rezultata među različitim istraživanjima u literaturi, postojanje velikih razlika u ponašanju prevlaka istog hemijskog sastava i velike razlike u poredku performansi određenih prevlaka sa aspekta trajnosti alata za livenje pod pritiskom.

Predlaže se da se u buduća istraživanja vezana za ispitivanja sklonosti lepljenja osim nitridnih prevlaka uključe i prevlake na bazi ugljenika i kiseonika, da se razvije metodologija ispitivanja i da se izvrše istraživanja fenomena lepljenja na ravnim površinama. Istraživanja bi trebala da se usmere u pravcu identifikacije faza iz Al–Si–Cu legure koje su najsklonije ostvarivanju adhezivne veze sa površinama prevlake. Na taj način bi se stekla saznanja o hemijskom sastavu prevlaka koje su najmanje sklone lepljenju legura sistema Al–Si–Cu na svoje površine, te bi se dobile i smernice za dalji razvoj tih slojeva. Osim razvoja inertnijih prevlaka prema tačnim legurama aluminijuma buduća istraživanja i razvoj treba da se usmere u pravcu smanjenja i sprečavanja negativnog efekta grešaka rasta na korozione procese. Takođe je potrebno ispitati i razviti industrijski prihvatljive metode izrade prevlaka sa međutretmanima kojima bi se sprečavao direktan kontakt livene legure sa podlogom i time povećala njihova koroziona postojanost.

9. Spisak korišćenih skraćenica i simbola

- AES** (Auger electron spectroscopy) – Ožeova elektronska spektroskopija
- BSE SEM** (Backscattered electron scanning electron microscopy) – Skening elektronska mikroskopija povratno rasejanim elektronima
- CA** (Cathodic arc) – Depozicija katodnim lukom
- CHD** (Case Hardness Depth) – Debljina ojačanog sloja; dubina nitriranja
- CVD** (Chemical vapour deposition) – Hemijska depozicija iz parne faze
- DLC** (Diamond like carbon) – Dijamantu sličan ugljenik
- DSC** (Differential scanning calorimetry) – Diferencijalna skenirajuća kalorimetrije
- EB** (Electron Beam) – Elektronski snop
- FIB** (Focused Ion Beam) – Fokusrirajući jonski snop
- FIB-ISE** (Ion-induced secondary electron) – Fokusrirani jonski snop sekundarni elektroni indukovani jonima, jonska slika
- ICM** – Infracrveni merač
- KTŠ** – Koeficijent linearnog toplotnog širenja
- MS** (Magnetron sputtering) – Depozicija magnetronskim raspršivanjem
- PN** – (Plasma nitriding) – Plazma nitriranje
- PVD** (Physical vapour deposition) – Fizička depozicija iz parne faze
- SE SEM** (Secondary electron scanning electron microscopy) – Skening elektronska mikroskopija sekundarnim elektronima
- SEM** (Scanning electron microscopy) – Skenirajuća elektronska mikroskopija
- TEM** (Transmission electron microscopy) – Transimisiona elektronska mikroskopija
- XPS** (X-Ray photoelectron spectroscopy) – Spektroskopija fotoelektrona nastalih rentgenskim zracima
- XRD** (X-ray diffraction) – Metode difrakcije X-zraka
- ZO** – Zadržavanje očvršćavanja, oznaka je praćena sa brojom oznakom jednakom broju minuta zadržavanja 5 ili 20 (ZO5 ili ZO20)
- A** – Rad sile izvlaćenja
- E** – Modul elastičnosti
- E*** – Efektivni modul elastičnosti
- H** – Tvrdoća
- F** – Sila izvlaćenja
- SD** – Standardna devijacija
- IP** – Interval poverenja
- s** – Pređeni put tokom izvlaćenja
- L_c** – Kritično opterećenje
- θ** – Ugao kvašenja

α – Koeficijent linearnog toplotnog širenja
 R_a – Aritmetička srednja hrapavost
 R_q – Srednja vrednost kvadratnog odstupanja
 R_{sk} – Asimetrija profila
 R_{ku} – Zaobljenost profila (Kurtosis)
 R_{sm} – Srednja širina (korak) elementa profila hrapavosti
 R_z – Srednja visina neravnina
 R_p – Maksimalna visina vrha profila
 R_v – Maksimalna dubina dna profila
 S_a – Aritmetička srednja površinska hrapavost
 S_q – Srednja vrednost kvadratnog odstupanja (površinski)
 S_{sk} – Asimetrija profila (površinski)
 S_{ku} – Zaobljenost profila (Kurtosis) (površinski)
 S_p – Maksimalna visina vrha površine
 S_v – Maksimalna dubina dna površine
 S_z – Srednja visina neravnina (površinski)
 S_{mr} – Površinski odnos materijala
 S_{mc} – Inverzni površinski odnos materijala
 S_{dr} – Odnos razvijene površine
 T_{MAX} – Najviša temperatura odlivka
 T_N^{Al} – Temperatura nukleacije primarnih dendrita Al
 T_{SOL} – Solidus temperatura
 τ_N^{Al} – Vreme do nukleacije primarnih dendrita,
 τ_{SOL} – Vreme očvršćavanja odlivka
 τ_{zo} – Period zadržavanja očvršćavanja
 $\Delta\tau_{očv}$ – Interval očvršćavanja
 $\tau_{SOL UK}$ – Ukupno vreme očvršćavanja odlivka

10. Literatura

- [1] R.F. Bunshah, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings - Science, Technology and Applications (2nd Edition), William Andrew Publishing/Noyes, 1994.
- [2] O. Knotek, F. Löffler, B. Bosserhoff, PVD coatings for diecasting moulds, Surf. Coatings Technol. 62 (1993) 630–634. doi:10.1016/0257-8972(93)90310-K.
- [3] K. Bewilogua, G. Bräuer, a. Dietz, J. Gäbler, G. Goch, B. Karpuschewski, et al., Surface technology for automotive engineering, CIRP Ann. - Manuf. Technol. 58 (2009) 608–627. doi:10.1016/j.cirp.2009.09.001.
- [4] S. Veprek, M.J.G. Veprek-Heijman, Industrial applications of superhard nanocomposite coatings, Surf. Coatings Technol. 202 (2008) 5063–5073. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.05.038.
- [5] K. Bobzin, T. Brögelmann, R.H. Brugnara, N.C. Kruppe, CrN/AlN and CrN/AlN/Al₂O₃ coatings deposited by pulsed cathodic arc for aluminum die casting applications, Surf. Coatings Technol. 284 (2015) 222–229. doi:10.1016/j.surfcoat.2015.07.074.
- [6] H.A. Jehn, Multicomponent and multiphase hard coatings for tribological applications, Surf. Coatings Technol. 131 (2000) 433–440. doi:10.1016/S0257-8972(00)00783-0.
- [7] P.H. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, H. Clemens, Microstructural design of hard coatings, Prog. Mater. Sci. 51 (2006) 1032–1114. doi:10.1016/j.pmatsci.2006.02.002.
- [8] L.A. Dobrzanski, M. Polok, P. Panjan, S. Bugliosi, M. Adamiak, Improvement of wear resistance of hot work steels by PVD coatings deposition, J. Mater. Process. Technol. 155-156 (2004) 1995–2001. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.04.405.
- [9] B. Navinšek, P. Panjan, I. Milošev, Industrial applications of CrN (PVD) coatings, deposited at high and low temperatures, Surf. Coatings Technol. 97 (1997) 182–191. doi:10.1016/S0257-8972(97)00393-9.
- [10] Uddeholm, For die casting tooling application, Uddeholm. (2015) 24.
- [11] Y. Wang, A study of PVD coatings and die materials for extended die-casting die life, Surf. Coatings Technol. 94-95 (1997) 60–63. doi:10.1016/S0257-8972(97)00476-3.
- [12] Y. Birol, Response to thermal cycling of duplex-coated hot work tool steels at elevated temperatures, Mater. Sci. Eng. A. 528 (2011) 8402–8409. doi:10.1016/j.msea.2011.08.038.
- [13] ASM, International, ASM Handbook, Volume 15, Casting, 4th ed., ASM International, 1998.
- [14] Z.W. Chen, Formation and progression of die soldering during high pressure die casting, Mater. Sci. Eng. A. 397 (2005) 356–369. doi:10.1016/j.msea.2005.02.057.
- [15] A. Persson, J. Bergström, Influence of deposition temperature and time during PVD coating of CrN on corrosive wear in liquid aluminium, Surf. Coatings Technol. 147 (2001) 42–47. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01366-4.
- [16] Z. Chen, M. Jahedi, Die erosion and its effect on soldering formation in high pressure die casting of aluminium alloys, Mater. Des. 20 (1999) 303–309. doi:10.1016/S0261-3069(99)00035-7.
- [17] Q. Han, S. Viswanathan, Analysis of the mechanism of die soldering in aluminum die casting, Metall. Mater. Trans. A. 34 (2003) 139–146. doi:10.1007/s11661-003-0215-9.
- [18] S. Shankar, D. Apelian, Die soldering: Mechanism of the interface reaction between molten aluminum alloy and tool steel, Metall. Mater. Trans. B. 33 (2002) 465–476. doi:10.1007/s11663-002-0057-7.
- [19] R. Shivpuri, M. Yu, K. Venkatesan, Y.L. Chu, A study of erosion in die casting dies by a multiple pin accelerated erosion test, J. Mater. Eng. Perform. 4 (1995) 145–153.

- doi:10.1007/BF02664107.
- [20] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström, Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels, *Surf. Coatings Technol.* 191 (2005) 216–227. doi:10.1016/j.surfcoat.2004.04.053.
- [21] A. Persson, Strain-based approach to crack growth and thermal fatigue life of hot work tool steels, *Scand. J. Metall.* 33 (2004) 53–64. doi:10.1111/j.1600-0692.2004.00678.x.
- [22] D. Klobčar, L. Kosec, B. Kosec, J. Tušek, Thermo fatigue cracking of die casting dies, *Eng. Fail. Anal.* 20 (2012) 43–53. doi:10.1016/j.engfailanal.2011.10.005.
- [23] J. Lin, S. Carrera, A.O. Kunrath, D. Zhong, S. Myers, B. Mishra, et al., Design methodology for optimized die coatings: The case for aluminum pressure die-casting, *Surf. Coatings Technol.* 201 (2006) 2930–2941. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.06.024.
- [24] H. Zhu, J. Guo, J. Jia, Experimental study and theoretical analysis on die soldering in aluminum die casting, *J. Mater. Process. Technol.* 123 (2002) 229–235. doi:10.1016/S0924-0136(01)01174-8.
- [25] P.A. Hogan, Die Solder Prediction and Reduction, MSc thesis, Worcester polytechnic institute, USA, 2008.
- [26] Y. Zhu, D. Schwam, J.F. Wallace, S. Birceanu, Evaluation of soldering, washout and thermal fatigue resistance of advanced metal materials for aluminum die-casting dies, *Mater. Sci. Eng. A.* 379 (2004) 420–431. doi:10.1016/j.msea.2004.03.020.
- [27] A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, Computer modeling and prediction of thermal fatigue cracking in die-casting tooling, *Wear.* 256 (2004) 38–43. doi:10.1016/S0043-1648(03)00281-3.
- [28] Giessereilexikon, <http://www.giessereilexikon.com>, (2016).
- [29] P. Robbins, The efficient application of die lubricant, *Die Cast. Eng.* 47 (2003) 60–62.
- [30] W. Andresen, *Die Cast Engineering: A Hydraulic, Thermal, and Mechanical Process*, CRC Press, 2004.
- [31] K.S. Klimek, a. Gebauer-Teichmann, P. Kaestner, K.-T. Rie, Duplex-PACVD coating of surfaces for die casting tools, *Surf. Coatings Technol.* 201 (2007) 5628–5632. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.07.163.
- [32] S. Shankar, D. Apelian, Mechanism and preventive measures for die soldering during Al casting in a ferrous mold, *Jom.* 54 (2002) 47–54. doi:10.1007/BF02711867.
- [33] A. Hay, B. Suharno, S. Harjanto, The Effect of Rotational Speed to the Forming of Intermetallic Layer on Tempered H13 Steel Surface in a Die Casting Process of Al-12 % Si Alloy, *Int. J. Eng. Technol. IJET-IJENS.* 12 (2012) 108–112.
- [34] M. Yu, R. Shivpuri, Effects of molten aluminum on H13 dies and coatings, *J. Mater. Eng. Perform.* 4 (1995) 175–181. doi:10.1007/BF02664111.
- [35] C. Tang, Soldering in Magnesium High Pressure Die Casting and its Prevention by Surface Engineering, PhD thesis, Swinburne University of Technology Hawthorn, Victoria, Australia, 2007.
- [36] G.B. Winkelman, Z.W. Chen, D.H.S. John, M.Z. Jahedi, Morphological features of interfacial intermetallics and interfacial reaction rate in Al-11Si-2.5Cu-(0.15/0.60)Fe cast alloy/die steel couples, *J. Mater. Sci.* 39 (2004) 519–528. doi:10.1023/B:JMSC.0000011507.38552.19.
- [37] A. Mohammed, Experimental Simulation of Reduction of Erosion Damage in Dies Used in Aluminium Casting, PhD thesis, The University of Sheffield, United Kingdom, 2012.
- [38] M. Yan, Z. Fan, Durability of materials in molten aluminum alloys, *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 285–295. doi:10.1023/A:1004843621542.
- [39] J.A. Taylor, The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys Formation of intermetallics during

- solidification, in: 35th Aust. Foundry Inst. Natl. Conf., Australian Foundry Institute (AFI), Adelaide, South Australia, 2000: pp. 148–157.
- [40] J. Song, T. DenOuden, Q. Han, Mechanisms of Soldering Formation on Coated Core Pins, *Metall. Mater. Trans. A.* 43 (2011) 415–421. doi:10.1007/s11661-011-0865-y.
- [41] M. Vilaseca, S. Molas, D. Casellas, High temperature tribological behaviour of tool steels during sliding against aluminium, *Wear.* 272 (2011) 105–109. doi:10.1016/j.wear.2011.07.007.
- [42] J. Jerina, M. Kalin, Initiation and evolution of the aluminium-alloy transfer on hot-work tool steel at temperatures from 20??C to 500??C, *Wear.* 319 (2014) 234–244. doi:10.1016/j.wear.2014.07.021.
- [43] G.G. Fuentes, E. Almandoz, R.J. Rodríguez, H. Dong, Y. Qin, S. Mato, et al., Vapour deposition technologies for the fabrication of hot-forming tools: a review, *Manuf. Rev.* 1 (2014) 20. doi:10.1051/mfreview/2014019.
- [44] J. Pujante, M. Vilaseca, D. Casellas, M.D. Riera, The Role of Adhesive Forces and Mechanical Interaction on Material Transfer in Hot Forming of Aluminium, *Tribol. Lett.* 59 (2015) 10. doi:10.1007/s11249-015-0542-1.
- [45] P. Terek, L. Kovačević, A. Miletić, P. Panjan, S. Baloš, B. Škorić, et al., Effects of die core treatments and surface finishes on the sticking and galling tendency of Al–Si alloy casting during ejection, *Wear.* 356–357 (2016) 122–134. doi:10.1016/j.wear.2016.03.016.
- [46] J. Pujante, L. Pelcastre, M. Vilaseca, D. Casellas, B. Prakash, Investigations into wear and galling mechanism of aluminium alloy-tool steel tribopair at different temperatures, *Wear.* 308 (2013) 193–198. doi:10.1016/j.wear.2013.06.015.
- [47] M. Terčelj, A. Smolej, P. Fajfar, R. Turk, Laboratory assessment of wear on nitrided surfaces of dies for hot extrusion of aluminium, *Tribol. Int.* 40 (2007) 374–384. doi:10.1016/j.triboint.2005.09.032.
- [48] J. Heinrichs, S. Jacobson, The influence from shape and size of tool surface defects on the occurrence of galling in cold forming of aluminium, *Wear.* 271 (2011) 2517–2524. doi:10.1016/j.wear.2011.01.077.
- [49] B. Podgornik, S. Hogmark, O. Sandberg, Proper coating selection for improved galling performance of forming tool steel, *Wear.* 261 (2006) 15–21. doi:10.1016/j.wear.2005.09.005.
- [50] M. Kalin, J. Jerina, The effect of temperature and sliding distance on coated (CrN, TiAlN) and uncoated nitrided hot-work tool steels against an aluminium alloy, *Wear.* 330–331 (2015) 371–379. doi:10.1016/j.wear.2015.01.007.
- [51] L. Pelcastre, J. Hardell, B. Prakash, Galling mechanisms during interaction of tool steel and Al-Si coated ultra-high strength steel at elevated temperature, *Tribol. Int.* 67 (2013) 263–271. doi:10.1016/j.triboint.2013.08.007.
- [52] A.E. Reiter, C. Mitterer, M.R. de Figueiredo, R. Franz, Abrasive and Adhesive Wear Behavior of Arc-Evaporated Al_{1-x}Cr_xN Hard Coatings, *Tribol. Lett.* 37 (2010) 605–611. doi:10.1007/s11249-009-9557-9.
- [53] T. Maitra, S.P. Gupta, Intermetallic compound formation in Fe–Al–Si ternary system: Part II, *Mater. Charact.* 49 (2002) 293–311. doi:10.1016/S1044-5803(03)00005-6.
- [54] A. Duarte, F.J. Oliveira, F.M. Costa, Characterisation of interface formed at 650°C between AISI H13 steel and Al–12Si–1Cu aluminium melt, *Int. J. Cast Met. Res.* 23 (2010) 231–239. doi:10.1179/136404610X12665088537455.
- [55] M. Yan, Z. Fan, The erosion of H21 tool steel in molten A380 alloy, *J. Mater. Sci.* 35 (2000) 1661–1667. doi:10.1023/A:1004799713069.
- [56] D. Klobčar, J. Tušek, B. Taljat, L. Kosec, M. Pleterški, Aging of maraging steel welds

- during aluminium alloy die casting, *Comput. Mater. Sci.* 44 (2008) 515–522. doi:10.1016/j.commatsci.2008.04.011.
- [57] A.E. Miller, Investigation of erosive corrosive wear in low pressure die casting of A356, The university of British Columbia, Canada, 2005.
- [58] C.M.. Starling, J.R.. Branco, Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coatings, *Thin Solid Films.* 308-309 (1997) 436–442. doi:10.1016/S0040-6090(97)00600-7.
- [59] J. Sjöström, J. Bergström, Thermal fatigue testing of chromium martensitic hot-work tool steel after different austenitizing treatments, *J. Mater. Process. Technol.* 153-154 (2004) 1089–1096. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.04.158.
- [60] D. Klobčar, J. Tušek, B. Taljat, Thermal fatigue of materials for die-casting tooling, *Mater. Sci. Eng. A.* 472 (2008) 198–207. doi:10.1016/j.msea.2007.03.025.
- [61] S. Naimi, S.M. Hosseini, Tool Steels in Die-Casting Utilization and Increased Mold Life, *Adv. Mech. Eng.* 7 (2015) 286071–286071. doi:10.1155/2014/286071.
- [62] K. Fuchs, Hot-work tool steels with improved properties for die casting applications, *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad.* (2002) 17–26.
- [63] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surf. Coatings Technol.* 142-144 (2001) 1109–1115. doi:10.1016/S0257-8972(01)01223-3.
- [64] K. Kulkarni, A. Srivastava, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, D. Bhat, Thermal cracking behavior of multi-layer LAFAD coatings on nitrided die steels in liquid aluminum processing, in: *Surf. Coatings Technol.*, 2002: pp. 171–178. doi:10.1016/S0257-8972(01)01452-9.
- [65] D. Pye, *ASM Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, 1st ed., ASM International, 2003.
- [66] ASM International, *Plasma (Ion) Nitriding of Steels*, in: *ASM Int. -Handb. Heat Treat.*, 4th ed., ASM International, 1991.
- [67] K. Choy, Chemical vapour deposition of coatings, *Prog. Mater. Sci.* 48 (2003) 57–170. doi:10.1016/S0079-6425(01)00009-3.
- [68] R.F. Bunshah, *Handbook of hard coatings Deposition Technologies, Properties and Applications*, Noyes Publications / William Andrew Publishing, LLC, New York, 2001.
- [69] P.M. Martin, *Handbook for deposition technologies for films and coatings*, 3rd ed., Elsevier Inc, 2010.
- [70] P.. Kelly, R.. Arnell, Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications, *Vacuum.* 56 (2000) 159–172. doi:10.1016/S0042-207X(99)00189-X.
- [71] P. Northwest, *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, 3rd ed., Elsevier, 2010.
- [72] B. Bhushan, *Modern Tribology Handbook*, Two Volume Set, 2000. doi:10.1201/9780849377877.
- [73] A. Miletić, *Razvoj nanoslojnih i nanokompozitnih metal-nitridnih prevlaka*, Doktorska disertacija, Univerzitet u Novom Sadu, Republika Srbija, 2015.
- [74] S. Veprek, Recent search for new superhard materials: Go nano!, *J. Vac. Sci. Technol. A.* 31 (2013) 050822. doi:10.1116/1.4818590.
- [75] M. Stueber, H. Holleck, H. Leiste, K. Seemann, S. Ulrich, C. Ziebert, Concepts for the design of advanced nanoscale PVD multilayer protective thin films, *J. Alloys Compd.* 483 (2009) 321–333. doi:10.1016/j.jallcom.2008.08.133.
- [76] S. Veprek, M.G.J. Veprek-Heijman, P. Karvankova, J. Prochazka, Different approaches to superhard coatings and nanocomposites, *Thin Solid Films.* 476 (2005) 1–29. doi:10.1016/j.tsf.2004.10.053.
- [77] N. He, H. Li, L. Ji, X. Liu, H. Zhou, J. Chen, High temperature tribological properties of

- TiAlSiN coatings produced by hybrid PVD technology, *Tribol. Int.* 98 (2016) 133–143. doi:10.1016/j.triboint.2016.02.034.
- [78] P. Panjan, P. Gselman, D. Kek-Merl, M. Čekada, M. Panjan, G. Dražić, et al., Growth defect density in PVD hard coatings prepared by different deposition techniques, *Surf. Coatings Technol.* 237 (2013) 349–356. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.09.020.
- [79] P. Panjan, M. Čekada, M. Panjan, D. Kek-Merl, F. Zupanič, L. Čurković, et al., Surface density of growth defects in different PVD hard coatings prepared by sputtering, *Vacuum.* 86 (2012) 794–798. doi:10.1016/j.vacuum.2011.07.013.
- [80] S.B. Abusuilik, K. Inoue, Effects of intermediate surface treatments on corrosion resistance of cathodic arc PVD hard coatings, *Surf. Coatings Technol.* 237 (2013) 421–428. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.09.026.
- [81] M. Nose, T. Kawabata, M. Ohi, T. Nagae, S. Masa, Y. Hatano, et al., Development of PVD—TiAlN/a-C Nanocomposite Coating for Pressure Die Casting Applications, *Plasma Process. Polym.* 4 (2007) S681–S686. doi:10.1002/ppap.200731705.
- [82] S. PalDey, S.C. Deevi, Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review, *Mater. Sci. Eng. A.* 342 (2003) 58–79. doi:10.1016/S0921-5093(02)00259-9.
- [83] C.. Lin, C.. Ke, H. Peng, Corrosion of CrN and CrN/TiN coated heat-resistant steels in molten A356 aluminum alloy, *Surf. Coatings Technol.* 146-147 (2001) 168–174. doi:10.1016/S0257-8972(01)01484-0.
- [84] M. Čekada, P. Panjan, D. Kek-Merl, M. Panjan, G. Kapun, SEM study of defects in PVD hard coatings, *Vacuum.* 82 (2007) 252–256. doi:10.1016/j.vacuum.2007.07.005.
- [85] S. Creasey, W.-D. Münz, I.J. Smith, W.-D. Münz, SEM image analysis of droplet formation during metal ion etching by a steered arc discharge, *Surf. Coatings Technol.* 97 (1997) 163–175. doi:10.1016/S0257-8972(97)00137-0.
- [86] H.W. Wang, M.M. Stack, S.B. Lyon, P. Hovsepian, W.D. Münz, The corrosion behaviour of macroparticle defects in arc bond-sputtered CrN/NbN superlattice coatings, *Surf. Coatings Technol.* 126 (2000) 279–287. doi:10.1016/S0257-8972(00)00554-5.
- [87] E.K. Tentardini, A.O. Kunrath, A. Aharanov, R., Chellapilla, S., Shivpuri, R., Lakare, M. Castro, J.J. Moore, I.J.R. Baumvol, Soldering mechanisms in materials and coatings for aluminum die casting, *Surf. Coatings Technol.* 202 (2008) 3764–3771. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.01.019.
- [88] S.J. Bull, Failure modes in scratch adhesion testing, *Surf. Coatings Technol.* 50 (1991) 25–32. doi:10.1016/0257-8972(91)90188-3.
- [89] D. Kakaš, P. Terek, L. Kovačević, A. Miletić, B. Škorić, Influence of interfacial layer thickness and substrate roughness on adhesion of TiN coatings deposited at low temperatures by IBAD, *Surf. Rev. Lett.* 18 (2011) 83–90. doi:10.1142/S0218625X11014497.
- [90] C. Mitterer, F. Holler, D. Reitberger, E. Badisch, M. Stoiber, C. Lugmair, et al., Industrial applications of PACVD hard coatings, *Surf. Coatings Technol.* 163-164 (2003) 716–722. doi:10.1016/S0257-8972(02)00685-0.
- [91] Y. Sun, T. Bell, Plasma surface engineering of low alloy steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 140 (1991) 419–434. doi:10.1016/0921-5093(91)90458-Y.
- [92] H.-J. Spies, K. Hoeck, E. Broszeit, B. Matthes, W. Herr, PVD hard coatings on prenitrided low alloy steel, *Surf. Coatings Technol.* 60 (1993) 441–445. doi:10.1016/0257-8972(93)90128-B.
- [93] E.K. Tentardini, C. Aguzzoli, M. Castro, A.O. Kunrath, J.J. Moore, C. Kwietniewski, et al., Reactivity between aluminum and (Ti,Al)N coatings for casting dies, *Thin Solid Films.* 516 (2008) 3062–3069. doi:10.1016/j.tsf.2007.10.088.
- [94] Z.B. Qi, B. Liu, Z.T. Wu, F.P. Zhu, Z.C. Wang, C.H. Wu, A comparative study of the

- oxidation behavior of Cr₂N and CrN coatings, *Thin Solid Films*. 544 (2013) 515–520. doi:10.1016/j.tsf.2013.01.031.
- [95] J. Lin, B. Mishra, J.J. Moore, W.D. Sproul, Microstructure, mechanical and tribological properties of Cr_{1-x}Al_xN films deposited by pulsed-closed field unbalanced magnetron sputtering (P-CFUBMS), *Surf. Coatings Technol.* 201 (2006) 4329–4334. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.08.090.
- [96] J. Lin, B. Mishra, J.J. Moore, W.D. Sproul, A study of the oxidation behavior of CrN and CrAlN thin films in air using DSC and TGA analyses, *Surf. Coatings Technol.* 202 (2008) 3272–3283. doi:10.1016/j.surfcoat.2007.11.037.
- [97] E. Huber, S. Hofmann, Oxidation behaviour of chromium-based nitride coatings, *Surf. Coatings Technol.* 68-69 (1994) 64–69. doi:10.1016/0257-8972(94)90139-2.
- [98] W.-D. McIntyre, D.; Greene, J. E.; Håkansson, G.; Sundgren, J.-E.; Münz, Oxidation of metastable single-phase polycrystalline Ti_{0.5}Al_{0.5}N films: Kinetics and mechanisms, *J. Appl. Phys.* 67 (1990) 1542.
- [99] Y.-Y. Chang, S.-M. Yang, High temperature oxidation behavior of multicomponent TiAlSiN coatings, *Thin Solid Films*. 518 (2010) S34–S37. doi:10.1016/j.tsf.2010.03.020.
- [100] H.C. Barshilia, M. Ghosh, Shashidhara, R. Ramakrishna, K.S. Rajam, Deposition and characterization of TiAlSiN nanocomposite coatings prepared by reactive pulsed direct current unbalanced magnetron sputtering, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 6420–6426. doi:10.1016/j.apsusc.2010.04.028.
- [101] S.M. Yang, Y.Y. Chang, D.Y. Lin, D.-Y. Wang, W. Wu, Thermal Stability of TiAlN and Nanocomposite TiAlSiN Thin Films, *J. Nanosci. Nanotechnol.* 9 (2009) 1108–1112. doi:10.1166/jnn.2009.C098.
- [102] A.M. Peters, X.M. He, M. Trkula, M. Nastasi, Annealing of chromium oxycarbide coatings deposited by plasma immersion ion processing (PIIP) for aluminum die casting, *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms.* 175-177 (2001) 599–604. doi:10.1016/S0168-583X(00)00598-X.
- [103] W.Y. Ho, D.-H. Huang, L.-T. Huang, C.-H. Hsu, D.-Y. Wang, Study of characteristics of Cr₂O₃/CrN duplex coatings for aluminum die casting applications, *Surf. Coatings Technol.* 177-178 (2004) 172–177. doi:10.1016/j.surfcoat.2003.06.017.
- [104] P. Panjan, M. Čekada, R. Kirn, M. Soković, Improvement of die-casting tools with duplex treatment, *Surf. Coatings Technol.* 180-181 (2004) 561–565. doi:10.1016/j.surfcoat.2003.10.119.
- [105] A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, A multilayer coating architecture to reduce heat checking of die surfaces, *Surf. Coatings Technol.* 163-164 (2003) 631–636. doi:10.1016/S0257-8972(02)00690-4.
- [106] Y. Birol, D. İslar, Response to thermal cycling of CAPVD (Al,Cr)N-coated hot work tool steel, *Surf. Coatings Technol.* 205 (2010) 275–280. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.06.038.
- [107] Wikipedia, Hardnesses of the elements (data page), *Hardnesses Elem. (Data Page)*. (2015).
https://en.wikipedia.org/wiki/Hardnesses_of_the_elements_%28data_page%29.
- [108] J.J. Moore, J. Lin, Development of Surface Engineered Coating Systems for Aluminum Pressure Die Casting Dies: Towards a “Smart” Die Coating, 2012.
- [109] Y. Birol, Thermal Cycling of Ytria-Stabilized Zirconia-Coated Hot Work Tool Steel, *J. Therm. Spray Technol.* 20 (2011) 1110–1117. doi:10.1007/s11666-011-9657-6.
- [110] J.. Hsieh, C. Liang, C.. Yu, W. Wu, Deposition and characterization of TiAlN and multi-layered TiN/TiAlN coatings using unbalanced magnetron sputtering, *Surf. Coatings Technol.* 108-109 (1998) 132–137. doi:10.1016/S0257-8972(98)00684-7.

- [111] X.C. Zhang, B.S. Xu, H.D. Wang, Y. Jiang, Y.X. Wu, Modeling of thermal residual stresses in multilayer coatings with graded properties and compositions, *Thin Solid Films*. 497 (2006) 223–231. doi:10.1016/j.tsf.2005.09.184.
- [112] E. Torres, D. Ugues, Z. Brytan, M. Perucca, Development of multilayer coatings for forming dies and tools of aluminium alloy from liquid state, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 42 (2009) 105306. doi:10.1088/0022-3727/42/10/105306.
- [113] Z.H. Xie, M. Hoffman, P. Munroe, A. Bendavid, P.J. Martin, Deformation mechanisms of TiN multilayer coatings alternated by ductile or stiff interlayers, *Acta Mater.* 56 (2008) 852–861. doi:10.1016/j.actamat.2007.10.047.
- [114] P.C. Wo, P.R. Munroe, Z.F. Zhou, K.Y. Li, Z.H. Xie, Effects of TiN sublayers on the response of TiSiN nanocomposite coatings to nanoindentation and scratching contacts, *Mater. Sci. Eng. A*. 527 (2010) 4447–4457. doi:10.1016/j.msea.2010.03.100.
- [115] J.M. Lackner, W. Waldhauser, B. Major, L. Major, M. Kot, Plastic deformation in nano-scale multilayer materials — A biomimetic approach based on nacre, *Thin Solid Films*. 534 (2013) 417–425. doi:10.1016/j.tsf.2013.03.025.
- [116] S. Gulizia, M.Z. Jahedi, E.D. Doyle, Performance evaluation of PVD coatings for high pressure die casting, *Surf. Coatings Technol.* 140 (2001) 200–205. doi:10.1016/S0257-8972(01)01037-4.
- [117] J. Walkowicz, J. Smolik, J. Tacikowski, Optimization of nitrided case structure in composite layers created by duplex treatment on the basis of PVD coating adhesion measurement, *Surf. Coatings Technol.* 116-119 (1999) 370–379. doi:10.1016/S0257-8972(99)00079-1.
- [118] J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, Investigation of the influence of ion etching parameters on the structure of nitrided case in hot working steel, *Surf. Coatings Technol.* 116-119 (1999) 361–366. doi:10.1016/S0257-8972(99)00081-X.
- [119] J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Influence of the structure of the composite: “nitrided layer/PVD coating” on the durability of forging dies made of steel DIN-1.2367, *Surf. Coatings Technol.* 180-181 (2004) 506–511. doi:10.1016/j.surfcoat.2003.10.152.
- [120] J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, J. Bujak, Duplex surface treatment of moulds for pressure casting of aluminium, *Surf. Coatings Technol.* 97 (1997) 453–464. doi:10.1016/S0257-8972(97)00203-X.
- [121] S. Gulizia, Soldering in high pressure die casting (HPDC); Performance evaluation and characterisation of physical vapour deposition (PVD), MSc thesis, Swinburne University of Technology Hawthorn, Victoria, Australia, 2008.
- [122] H.J. Spies, B. Larisch, K. Hoeck, Optimisation of TiN hard coatings on prenitrided low alloy steels, *Surf. Eng.* 11 (1995) 319–323. doi:10.1179/sur.1995.11.4.319.
- [123] T. Bell, H. Dong, Y. Sun, Realising the potential of duplex surface engineering, *Tribol. Int.* 31 (1998) 127–137. doi:10.1016/S0301-679X(98)00015-2.
- [124] N. Dingremont, A. Pianelli, E. Bergmann, H. Michel, Analysis of the compatibility of plasma-nitrided steels with ceramic coatings deposited by the ion-plating technique, *Surf. Coatings Technol.* 61 (1993) 187–193. doi:10.1016/0257-8972(93)90224-C.
- [125] J. D’Haen, C. Quaeys, L.M. Stals, M. Van Stappen, Interface study of physical vapour deposition TiN coatings on plasma-nitrided steels, *Surf. Coatings Technol.* 61 (1993) 194–200. doi:10.1016/0257-8972(93)90225-D.
- [126] B. Podgornik, S. Hogmark, O. Sandberg, V. Leskovsek, Wear resistance and anti-sticking properties of duplex treated forming tool steel, *Wear*. 254 (2003) 1113–1121. doi:10.1016/S0043-1648(03)00322-3.
- [127] Y. Sun, T. Bell, Combined plasma nitriding and PVD treatments, *Trans. Inst. Met.*

- Finish. 70 (1992) 38–44.
- [128] M.H. and M.K. K. Yatsushiro, Influence of Reheating Temperature on Residual Stress in Nitrided Hot Work Die Steel (H13), in: *Adv. X-Ray Anal. - Proc. Denver X-Ray Conf.*, Denver, 2000: pp. 98–106.
- [129] M.K. Koji Yatsushiro, Masahiko Hihara, Katsushiro Tagawa, Effects of Thermal Fatigue on Nitriding Hot Working Die Steel (H13), in: *Adv. X-Ray Anal. - Proc. Denver X-Ray Conf.*, 1996.
- [130] K. Yatsushiro, Y. Hihara, Masahiko, K. Okada, S. Yabuuchi, M. Kuramoto, Effects of thermal cycles on residual stress for nitrided and sulphonitrided hot work die steel, in: *Adv. X-Ray Anal. - Proc. Denver X-Ray Conf.*, 1998: pp. 439–450.
- [131] Y. Min, L. Xu, X. Wu, Influence of surface heat treatment on thermal fatigue behaviors of hot work steel, in: *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad*, 2002: pp. 63–76.
- [132] S. Gopal, A. Lakare, R. Shivpuri, Evaluation of thin film coatings for erosive–corrosive wear prevention in die casting dies, *Surf. Eng.* 15 (1999) 297–300. doi:10.1179/026708499101516632.
- [133] A. Aharanov, R., Chellapilla, S., Shivpuri, R., Lakare, An investigation of the corrosion of H13 steel coated with CrN in molten aluminum alloys: Effect of steel surface preparation and coating thickness, in: *Trans. 20th Int. Die Cast. Congr. Expo., NADCA*, Cleveland Ohio, 1999: p. 10.
- [134] M. Soković, P. Panjan, R. Kirn, Possibilities of improvement of dies casting tools with duplex treatment, *J. Mater. Process. Technol.* 157-158 (2004) 613–616. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.07.145.
- [135] A. Molinari, M. Pellizzari, G. Straffelini, M. Pirovano, Corrosion behaviour of a surface-treated AISI H11 hot work tool steel in molten aluminium alloy, *Surf. Coatings Technol.* 126 (2000) 31–38. doi:10.1016/S0257-8972(00)00530-2.
- [136] S.B. Abusuilik, Pre-, intermediate, and post-treatment of hard coatings to improve their performance for forming and cutting tools, *Surf. Coatings Technol.* 284 (2015) 384–395. doi:10.1016/j.surfcoat.2015.07.003.
- [137] U. Wiklund, J. Gunnars, S. Hogmark, Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin hard coatings, *Wear.* 232 (1999) 262–269. doi:10.1016/S0043-1648(99)00155-6.
- [138] S. Gulizia, M.Z. Jahedi, E.D. Doyle, Evaluation of pvd coatings for industrial applications, in: *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad*, 2002: pp. 881–892.
- [139] V. Joshi, A. Srivastava, R. Shivpuri, Investigating tribochemical behavior of nitrided die casting die surfaces, *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad.* (2002) 961–977.
- [140] V. Joshi, A. Srivastava, R. Shivpuri, E. Rolinski, Investigating ion nitriding for the reduction of dissolution and soldering in die-casting shot sleeves, *Surf. Coatings Technol.* 163-164 (2003) 668–673. doi:10.1016/S0257-8972(02)00693-X.
- [141] D. Terek, P., Kovačević, L., Miletić, A., Kukuruzović, D., Škorić, B., Kakaš, Improvement of ejection test used for evaluation of soldering tendency between casting and die materials, in: M. Korać (Ed.), *Proc. 2nd Metall. Mater. Eng. Congr. South-East Eur. MME SEE 2015, Association of Metallurgical Engineers Serbia*, Belgrade, 2015: pp. 239–245. <http://www.metalurgija.org.rs/>.
- [142] V. Joshi, A. Srivastava, R. Shivpuri, Intermetallic formation and its relation to interface mass loss and tribology in die casting dies, *Wear.* 256 (2004) 1232–1235. doi:10.1016/j.wear.2003.08.001.
- [143] V. Joshi, K. Kulkarni, R. Shivpuri, R.S. Bhattacharya, S.J. Dikshit, D. Bhat, Dissolution and soldering behavior of nitrided hot working steel with multilayer LAFAD PVD coatings, *Surf. Coatings Technol.* 146-147 (2001) 338–343. doi:10.1016/S0257-

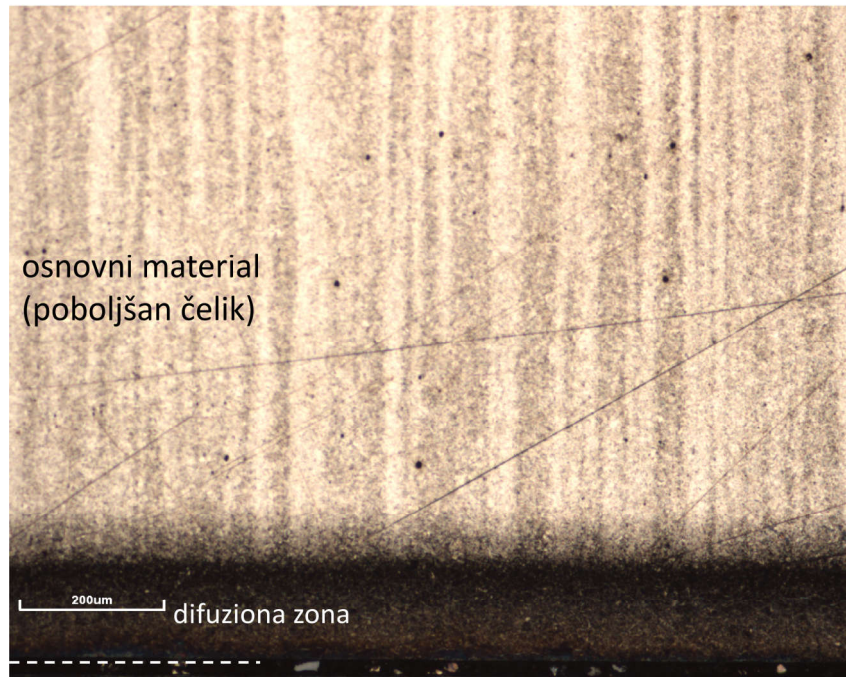
- 8972(01)01426-8.
- [144] K.H. Allan Matthews, *Coatings Tribology*, Elsevier Scuebce, 2009.
- [145] A. Leyland, A. Matthews, On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour, *Wear*. 246 (2000) 1–11. doi:10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
- [146] F. Cai, X. Huang, Q. Yang, Mechanical properties, sliding wear and solid particle erosion behaviors of plasma enhanced magnetron sputtering CrSiCN coating systems, *Wear*. 324-325 (2015) 27–35. doi:10.1016/j.wear.2014.11.008.
- [147] D.E. Wolfe, B.M. Gabriel, M.W. Reedy, Nanolayer (Ti,Cr)N coatings for hard particle erosion resistance, *Surf. Coatings Technol.* 205 (2011) 4569–4576. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.03.121.
- [148] Y. Iwai, T. Honda, H. Yamada, T. Matsubara, M. Larsson, S. Hogmark, Evaluation of wear resistance of thin hard coatings by a new solid particle impact test, *Wear*. 251 (2001) 861–867. doi:10.1016/S0043-1648(01)00743-8.
- [149] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564–1583. doi:10.1557/JMR.1992.1564.
- [150] L. Kovačević, *Primena metoda inverznog inženjerstva u cilju pronalaženja graničnih uslova pri livenju u peščanim kalupima*, Doktorska disertacija, Univerzitet u Novom Sadu, Republika Srbija, 2015.
- [151] Z. Brodarac, N. Dolic, F. Unkic, Influence of copper content on microstructure development of AlSi9Cu3 alloy, *J. Min. Metall. Sect. B Metall.* 50 (2014) 53–60. doi:10.2298/JMMB130125009B.
- [152] M.B. Djurdjevic, I. Vicario, G. Huber, Revisión de las aplicaciones del análisis térmico en las plantas de fundición de aluminio ; Review of thermal analysis applications in aluminium casting plants, *Rev. Metal.* 50 (2014) 1–12.
- [153] A.A. Canales, J. Talamantes-Silva, D. Gloria, S. Valtierra, R. Colás, Thermal analysis during solidification of cast Al–Si alloys, *Thermochim. Acta.* 510 (2010) 82–87. doi:10.1016/j.tca.2010.06.026.
- [154] M. Vončina, S. Kores, P. Mrvar, J. Medved, Solidification and precipitation behaviour in the AlSi9Cu3 alloy with various Ce additions, *Mater. Tehnol.* 45 (2011) 549–554.
- [155] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 352 (2003) 186–194. doi:10.1016/S0921-5093(02)00867-5.
- [156] W. Peng, X. Wu, Y. Min, L. Xu, Comparison of thermal fatigue behavior of plasma nitriding with compound layer and without it of H13 steel, in: *Proc. 6th Int. Tool. Conf. Karlstad, 2002*: pp. 597–609.
- [157] A. Miletić, P. Panjan, B. Škorić, M. Čekada, G. Dražič, J. Kovač, Microstructure and mechanical properties of nanostructured Ti–Al–Si–N coatings deposited by magnetron sputtering, *Surf. Coatings Technol.* 241 (2014) 105–111. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.10.050.
- [158] W.D. Münz, D. Lewis, S. Creasey, T. Hurkmans, T. Trinh, W. Ijzendor, Defects in TiN and TiAlN coatings grown by combined cathodic arc/unbalanced magnetron technology, *Vacuum.* 46 (1995) 323–330. doi:10.1016/0042-207X(94)E0029-X.
- [159] P. Panjan, D. Kek Merl, F. Zupanič, M. Čekada, M. Panjan, SEM study of defects in PVD hard coatings using focused ion beam milling, *Surf. Coatings Technol.* 202 (2008) 2302–2305. doi:10.1016/j.surfcoat.2007.09.033.
- [160] A. Eriksson, *Cathodic Arc Synthesis of Ti-Si-C-N Thin Films Plasma Analysis and Microstructure Formation*, PhD thesis, Linköping University Institute of Technology,

- Sweden, 2012.
- [161] P. Ilija, Tehnologija termičke obrade čelika 1, Radnički univerzitet Radivoj Ćirpanov, Novi Sad, 1974.
- [162] J.D. Kamminga, R. Hoy, G.C.A.M. Janssen, E. Lugscheider, M. Maes, First results on duplex coatings without intermediate mechanical treatment, *Surf. Coatings Technol.* 174-175 (2003) 671–676. doi:10.1016/S0257-8972(03)00578-4.
- [163] A. Drnovšek, P. Panjan, M. Panjan, S. Paskvale, J. Buh, M. Čekada, The influence of surrounding atmosphere on tribological properties of hard protective coatings, *Surf. Coatings Technol.* 267 (2015) 15–20. doi:10.1016/j.surfcoat.2014.11.068.
- [164] S.J. Bull, E.G. Berasetegui, An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing, *Tribol. Int.* 39 (2006) 99–114. doi:10.1016/j.triboint.2005.04.013.
- [165] P.A. Steinmann, Y. Tardy, H.E. Hintermann, Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load, *Thin Solid Films.* 154 (1987) 333–349. doi:10.1016/0040-6090(87)90377-4.
- [166] A.J. Perry, Scratch adhesion testing of hard coatings, *Thin Solid Films.* 107 (1983) 167–180. doi:10.1016/0040-6090(83)90019-6.
- [167] P. Hedenqvist, M. Olsson, S. Jacobson, S. Söderberg, Failure mode analysis of TiN-coated high speed steel: In situ scratch adhesion testing in the scanning electron microscope, *Surf. Coatings Technol.* 41 (1990) 31–49. doi:10.1016/0257-8972(90)90128-Y.
- [168] O. Salas, K. Kearns, S. Carrera, J.J. Moore, Tribological behavior of candidate coatings for Al die casting dies, *Surf. Coatings Technol.* 172 (2003) 117–127. doi:10.1016/S0257-8972(03)00322-0.
- [169] W. Chen, J. Zheng, Y. Lin, S. Kwon, S. Zhang, Comparison of AlCrN and AlCrTiSiN coatings deposited on the surface of plasma nitrocarburized high carbon steels, *Appl. Surf. Sci.* 332 (2015) 525–532. doi:10.1016/j.apsusc.2015.01.212.
- [170] K. Bobzin, E. Lugscheider, R. Nickel, P. Immich, (Cr_{1-x}Al_x)N ein Review über ein vielseitig einsetzbares Schichtsystem, *Materwiss. Werksttech.* 37 (2006) 833–841. doi:10.1002/mawe.200600048.
- [171] S.J. Bull, Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test, *Tribol. Int.* 30 (1997) 491–498. doi:10.1016/S0301-679X(97)00012-1.
- [172] F. Mahboubi, K. Abdolvahabi, The effect of temperature on plasma nitriding behaviour of DIN 1.6959 low alloy steel, *Vacuum.* 81 (2006) 239–243. doi:10.1016/j.vacuum.2006.03.010.
- [173] A. Akbari, R. Mohammadzadeh, C. Templier, J.P. Riviere, Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel, *Surf. Coatings Technol.* 204 (2010) 4114–4120. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.05.042.
- [174] M. Ebrahimi, M.H. Sohi, A.H. Raouf, F. Mahboubi, Effect of plasma nitriding temperature on the corrosion behavior of AISI 4140 steel before and after oxidation, *Surf. Coatings Technol.* 205 (2010) S261–S266. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.07.115.
- [175] M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin, Correlation between standard roughness parameters skewness and kurtosis and tribological behaviour of contact surfaces, *Tribol. Int.* 48 (2012) 102–112. doi:10.1016/j.triboint.2011.11.008.
- [176] C. Liu, A. Leyland, S. Lyon, A. Matthews, An a.c. impedance study on PVD CrN-coated mild steel with different surface roughnesses, *Surf. Coatings Technol.* 76-77 (1995) 623–631. doi:10.1016/0257-8972(95)02544-8.
- [177] J. Campbell, Entrainment defects, *Mater. Sci. Technol.* 22 (2006) 127–145. doi:10.1179/174328406X74248.

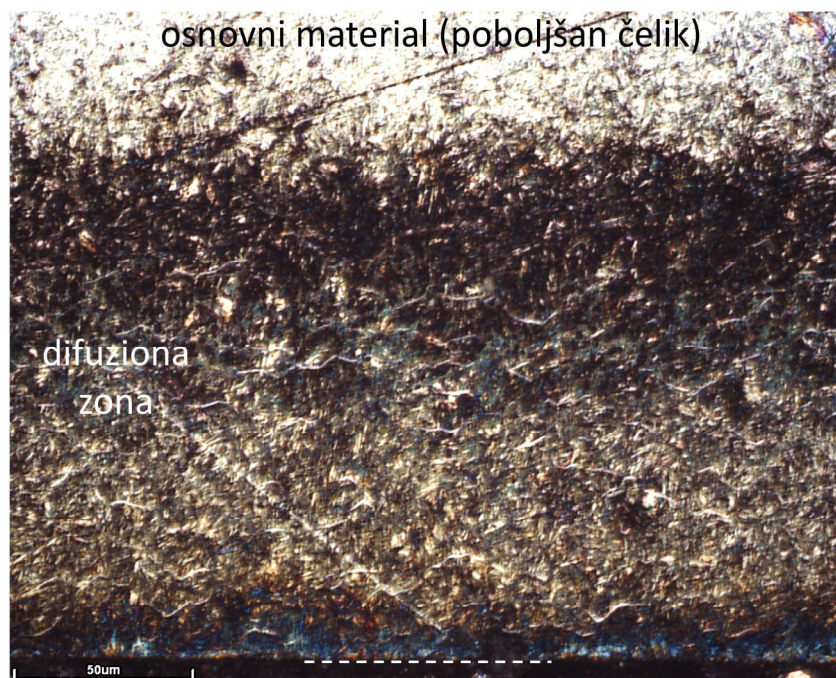
- [178] S. Midson, A.M. Schwam, Mines David, Lube free die casting, Chicago, 2015.
- [179] P. Shen, M. Nose, H. Fujii, K. Nogi, Wettability of TiAlN films by molten aluminum, *Thin Solid Films*. 515 (2006) 2009–2014. doi:10.1016/j.tsf.2006.04.036.
- [180] K. Kearns, Determination of interaction between molten aluminum and selected die coatings for aluminum die casting, Colorado School of Mines, 2002.
- [181] P. Shen, H. Fujii, K. Nogi, Effect of temperature and surface roughness on the wettability of boron nitride by molten Al, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 3564–3568. doi:10.1007/s10853-007-1561-6.
- [182] P.G. De Gennes, Capillarity and wetting phenomena Drops, Bubbles, Pearls, Waves, Springer Berlin Heidelberg, Paris, 2002.
- [183] B. Podgornik, J. Jerina, Surface topography effect on galling resistance of coated and uncoated tool steel, *Surf. Coatings Technol.* 206 (2012) 2792–2800. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.11.041.
- [184] J. Heinrichs, S. Jacobson, Laboratory test simulation of galling in cold forming of aluminium, *Wear*. 267 (2009) 2278–2286. doi:10.1016/j.wear.2009.04.006.
- [185] J. Heinrichs, S. Jacobson, Laboratory test simulation of aluminium cold forming - influence from PVD tool coatings on the tendency to galling, *Surf. Coatings Technol.* 204 (2010) 3606–3613. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.04.025.
- [186] Y. Birol, Investigation of Isothermal and Cyclic Oxidation of Plasma-Nitrided Hot-Work Tool Steel at Elevated Temperatures, *Oxid. Met.* 76 (2011) 399–417. doi:10.1007/s11085-011-9263-5.
- [187] B. Navinšek, P. Panjan, I. Urankar, P. Cvahte, F. Gorenjak, Improvement of hot-working processes with PVD coatings and duplex treatment, *Surf. Coatings Technol.* 142-144 (2001) 1148–1154. doi:10.1016/S0257-8972(01)01098-2.
- [188] V.I. Gorokhovskiy, R. Bhattacharya, D.G. Bhat, Characterization of large area filtered arc deposition technology: part I — plasma processing parameters, *Surf. Coatings Technol.* 140 (2001) 82–92. doi:10.1016/S0257-8972(01)01022-2.
- [189] P.L. Menezes, Kishore, S. V. Kailas, On the effect of surface texture on friction and transfer layer formation—A study using Al and steel pair, *Wear*. 265 (2008) 1655–1669. doi:10.1016/j.wear.2008.04.003.
- [190] A. Drnovšek, P. Panjan, M. Panjan, M. Čekada, The influence of growth defects in sputter-deposited TiAlN hard coatings on their tribological behavior, *Surf. Coatings Technol.* 288 (2016) 171–178. doi:10.1016/j.surfcoat.2016.01.021.
- [191] J. Lin, N. Zhang, W.D. Sproul, J.J. Moore, A comparison of the oxidation behavior of CrN films deposited using continuous dc, pulsed dc and modulated pulsed power magnetron sputtering, *Surf. Coatings Technol.* 206 (2012) 3283–3290. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.01.033.
- [192] J. Musil, H. Hrubý, Superhard nanocomposite Ti_{1-x}Al_xN films prepared by magnetron sputtering, *Thin Solid Films*. 365 (2000) 104–109. doi:10.1016/S0040-6090(00)00653-2.
- [193] M.I. Lembke, W.-D. Münz, W.-D. Münz, Localised oxidation defects in TiAlN/CrN superlattice structured hard coatings grown by cathodic arc/ unbalanced magnetron deposition on various substrate materials, *Surf. Coatings Technol.* 125 (2000) 263–268. doi:10.1016/S0257-8972(99)00571-X.
- [194] J. Peng, D. Su, C. Wang, Combined effect of aluminum content and layer structure on the oxidation performance of Ti_{1-x}Al_xN based coatings, *J. Mater. Sci. Technol.* 30 (2014) 803–807. doi:10.1016/j.jmst.2014.03.020.
- [195] L.L. Wang, Z.A. Munir, Y.M. Maximov, Thermite reactions: their utilization in the synthesis and processing of materials, *J. Mater. Sci.* 28 (1993) 3693–3708.

- doi:10.1007/BF00353167.
- [196] D.J. Reding, Shock Induced Chemical Reactions in Energetic Structural Materials, PhD thesis, Georgia Institute of Technology, USA, 2008.
 - [197] V. Narayanan, Non-equilibrium thermomechanics of multifunctional energetic structural materials, PhD thesis, Georgia Institute of Technology, USA, 2005.
 - [198] N.P. Suh, H.C. Sin, The genesis of friction, *Wear*. 69 (1981) 91–114. doi:10.1016/0043-1648(81)90315-X.
 - [199] B. Bhushan, Adhesion and stiction: Mechanisms, measurement techniques, and methods for reduction, *J. Vac. Sci. Technol. B*. 21 (2003) 2262. doi:10.1116/1.1627336.
 - [200] K. Chu, P.W. Shum, Y.G. Shen, Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering, *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.* 131 (2006) 62–71. doi:10.1016/j.mseb.2006.03.036.
 - [201] L. Wang, X. Nie, Effect of annealing temperature on tribological properties and material transfer phenomena of CrN and CrAlN coatings, *J. Mater. Eng. Perform.* 23 (2014) 560–571. doi:10.1007/s11665-013-0748-z.
 - [202] P.W. Shum, W.C. Tam, K.Y. Li, Z.F. Zhou, Y.G. Shen, Mechanical and tribological properties of titanium–aluminium–nitride films deposited by reactive close-field unbalanced magnetron sputtering, *Wear*. 257 (2004) 1030–1040. doi:10.1016/j.wear.2004.07.014.
 - [203] D. Kakaš, P. Terek, A. Miletić, L. Kovačević, M. Vilotić, Friction and wear of low temperature deposited TiN coating sliding, *Teh. Vjesn. - Tech. Gaz.* 3 (2013) 27–33.
 - [204] M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin, Influence of surface preparation on roughness parameters, friction and wear, *Wear*. 266 (2009) 482–487. doi:10.1016/j.wear.2008.04.017.

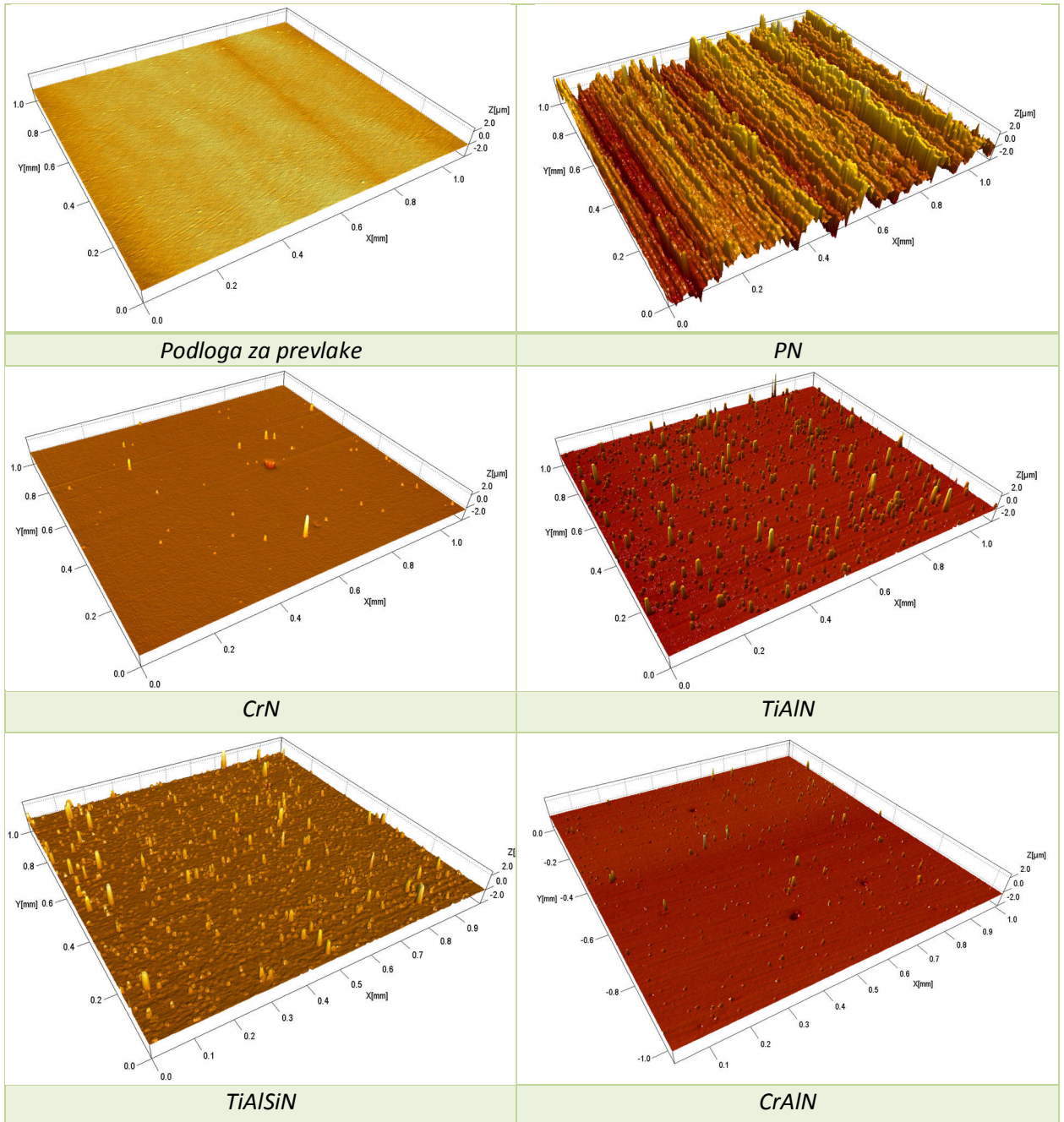
11. Prilog



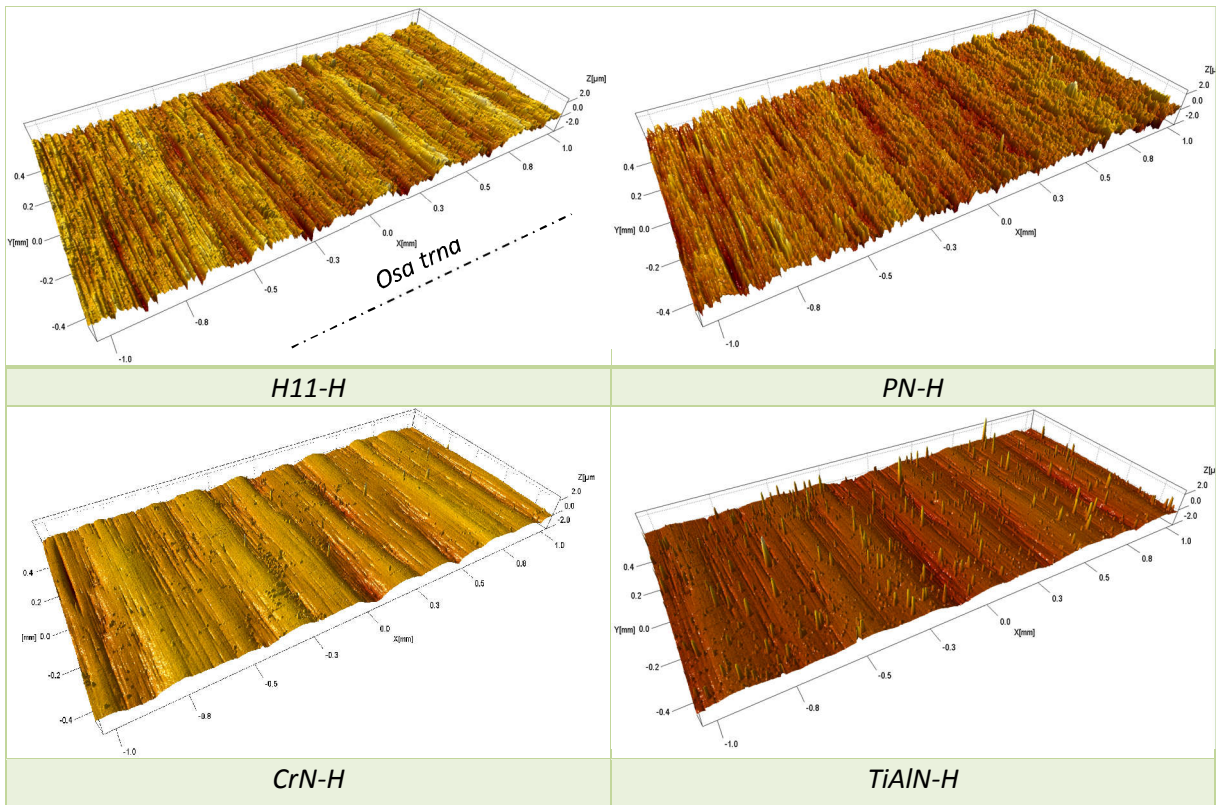
Slika P 1 Plazma nitrirani sloj nakon poliranja sloja jedinjenja, uzorak PN-BSJ



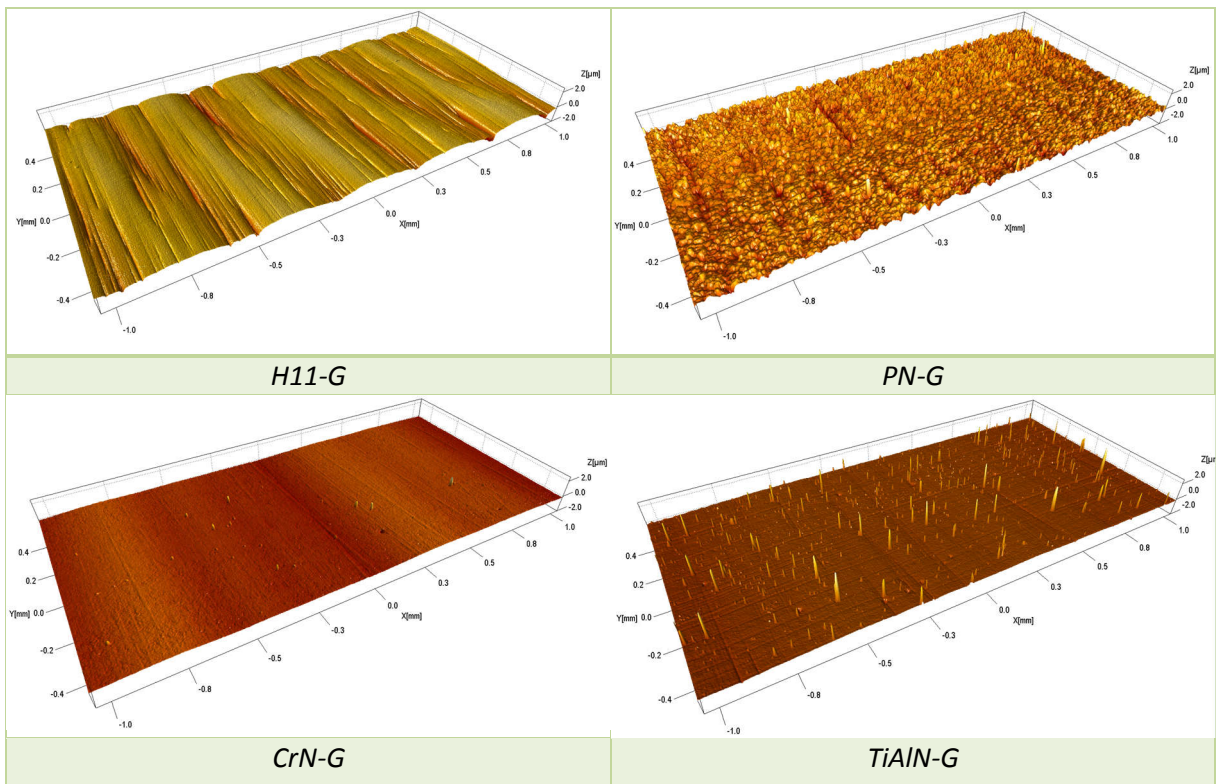
Slika P 2 Detalj plazma nitiranog sloja nakon poliranja sloja jedinjenja, uzorak PN-BSJ



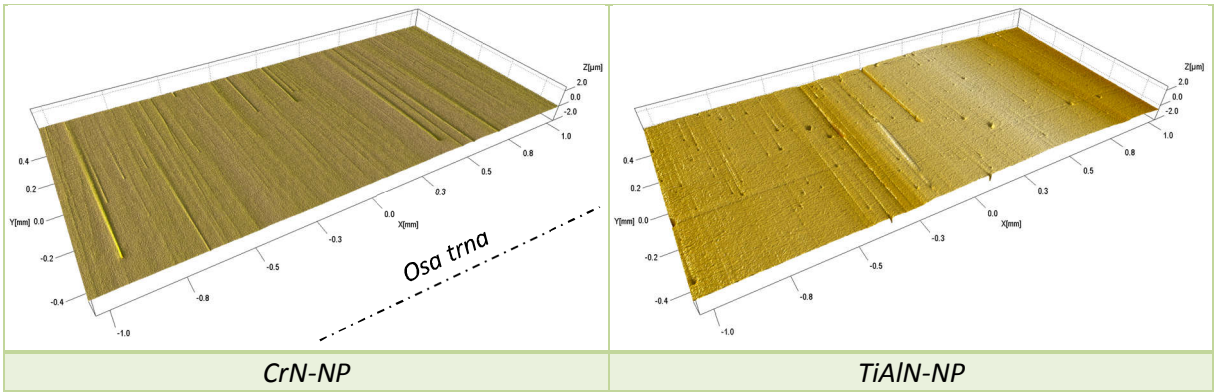
Slika P 3 Topografija površina prevlake na uzorcima oblika pločica



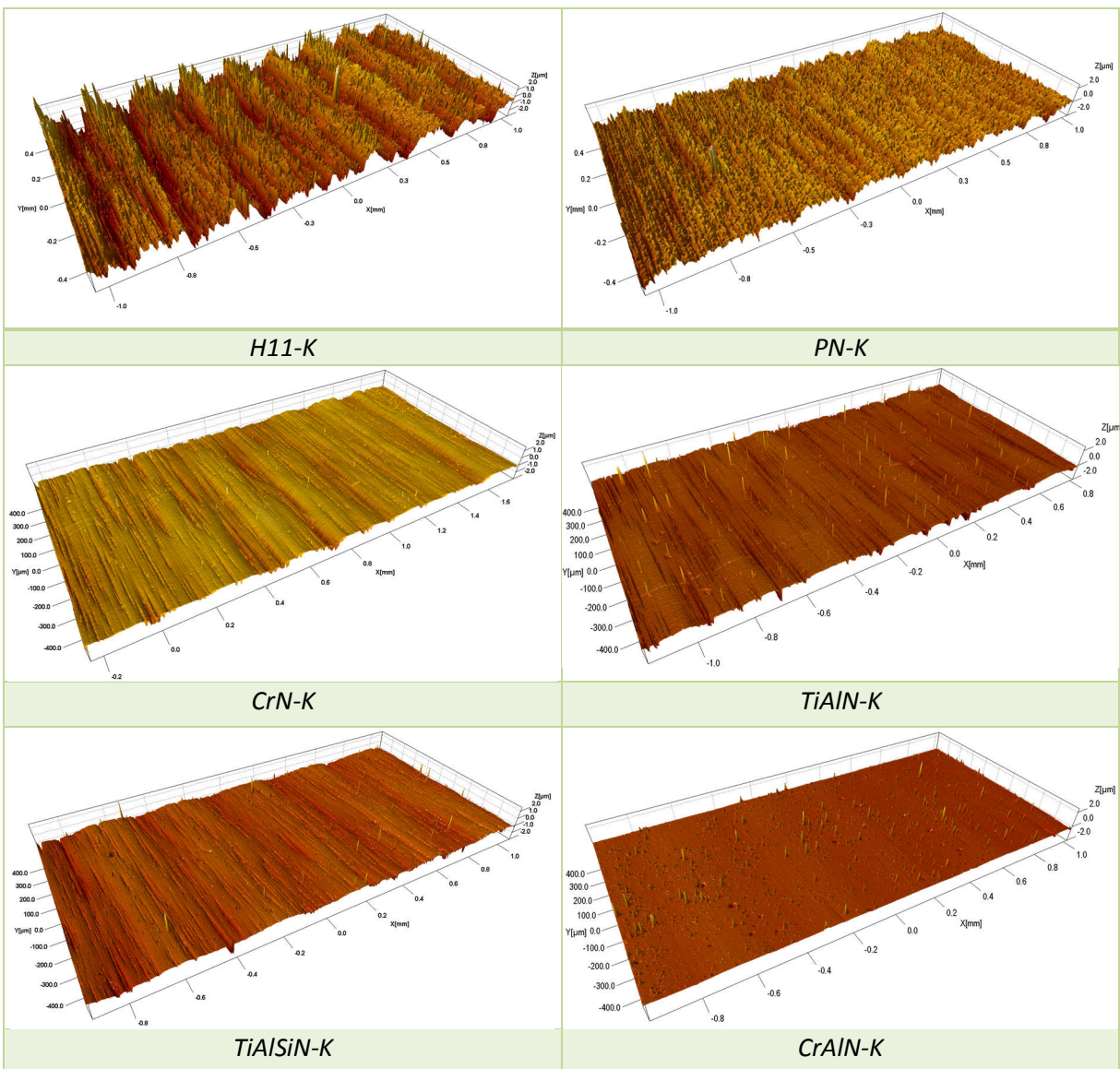
Slika P 4 Topografije površina grupe hrapavih trnova



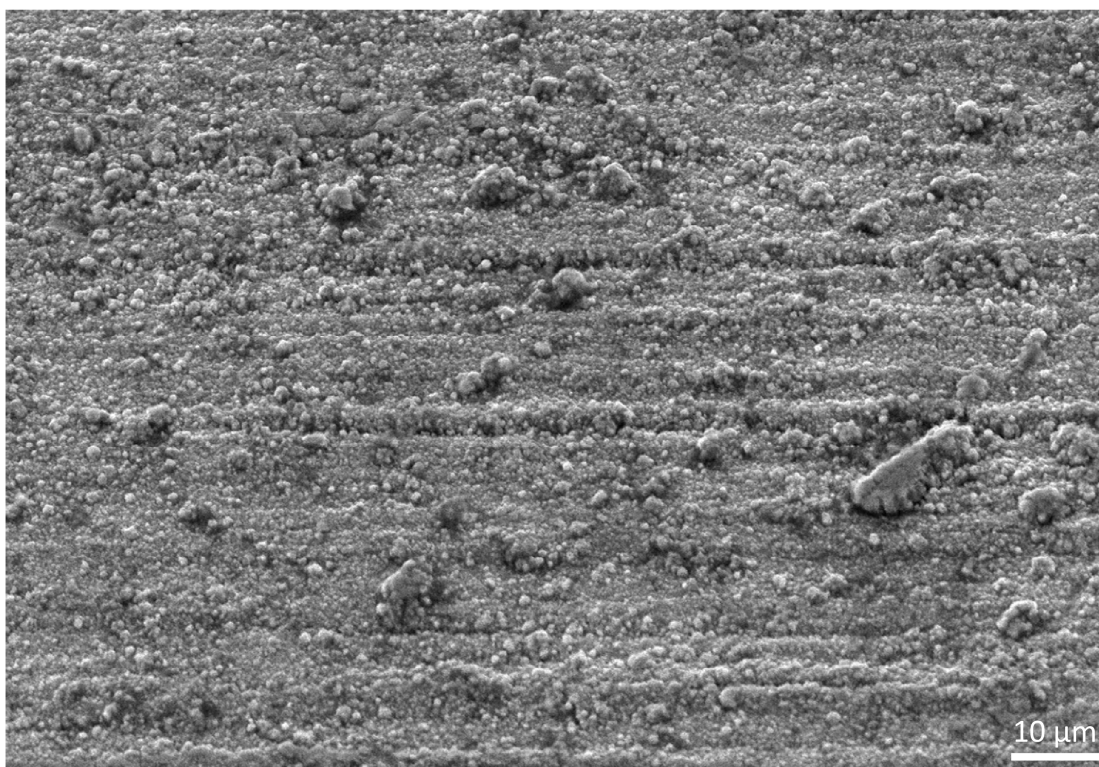
Slika P 5 Topografije površina grupe glatkih trnova



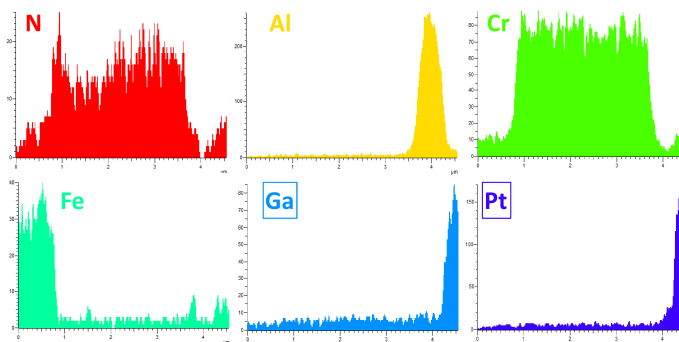
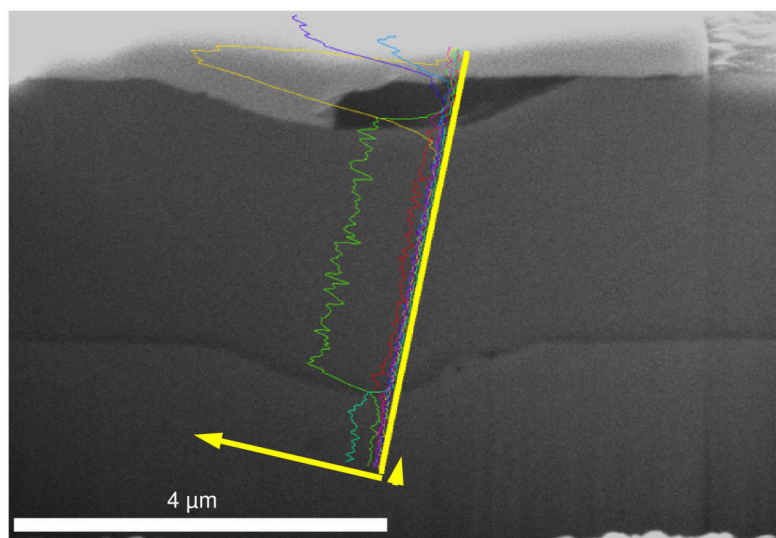
Slika P 6 Topografije površina grupe naknadno poliranih trnova sa prevlakama



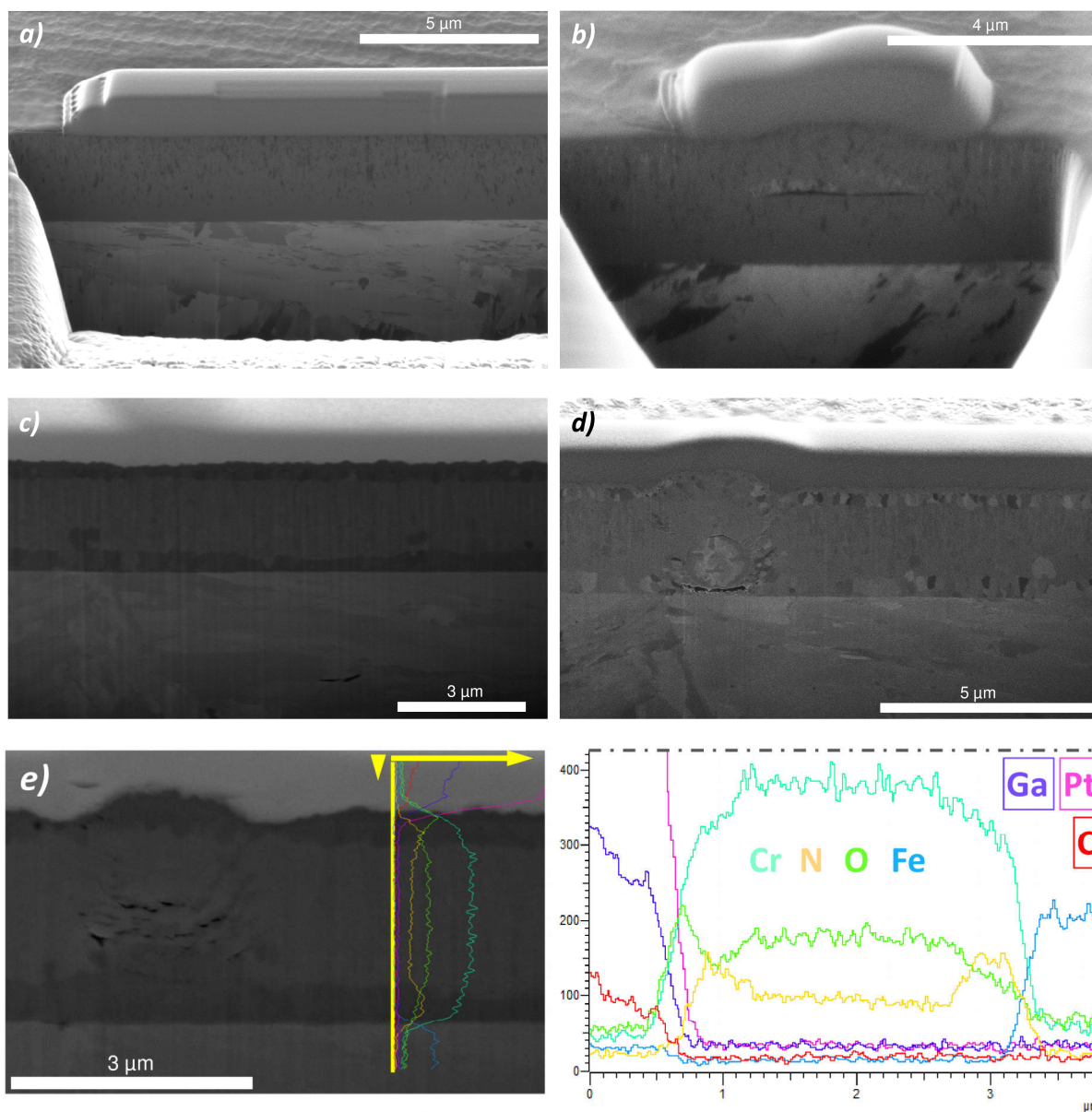
Slika P 7 Topografije površina grupe koničnih trnova



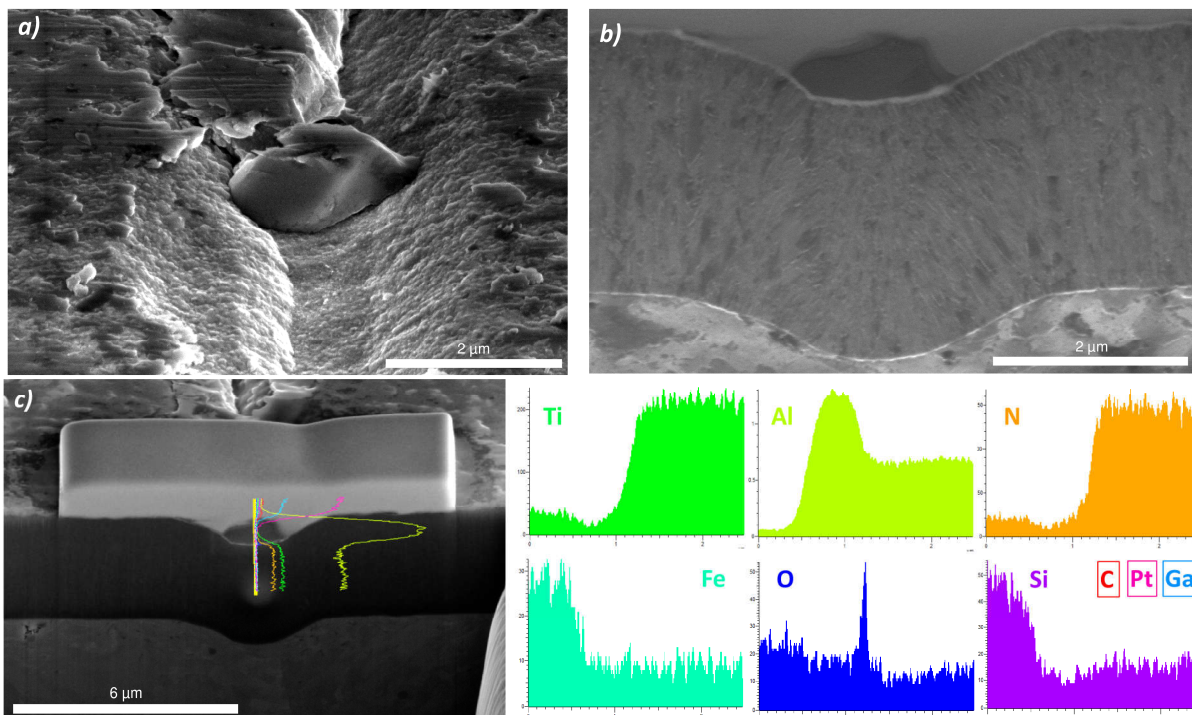
Slika P 8 Površina plazma nitrirane površine, uzorak PN-H



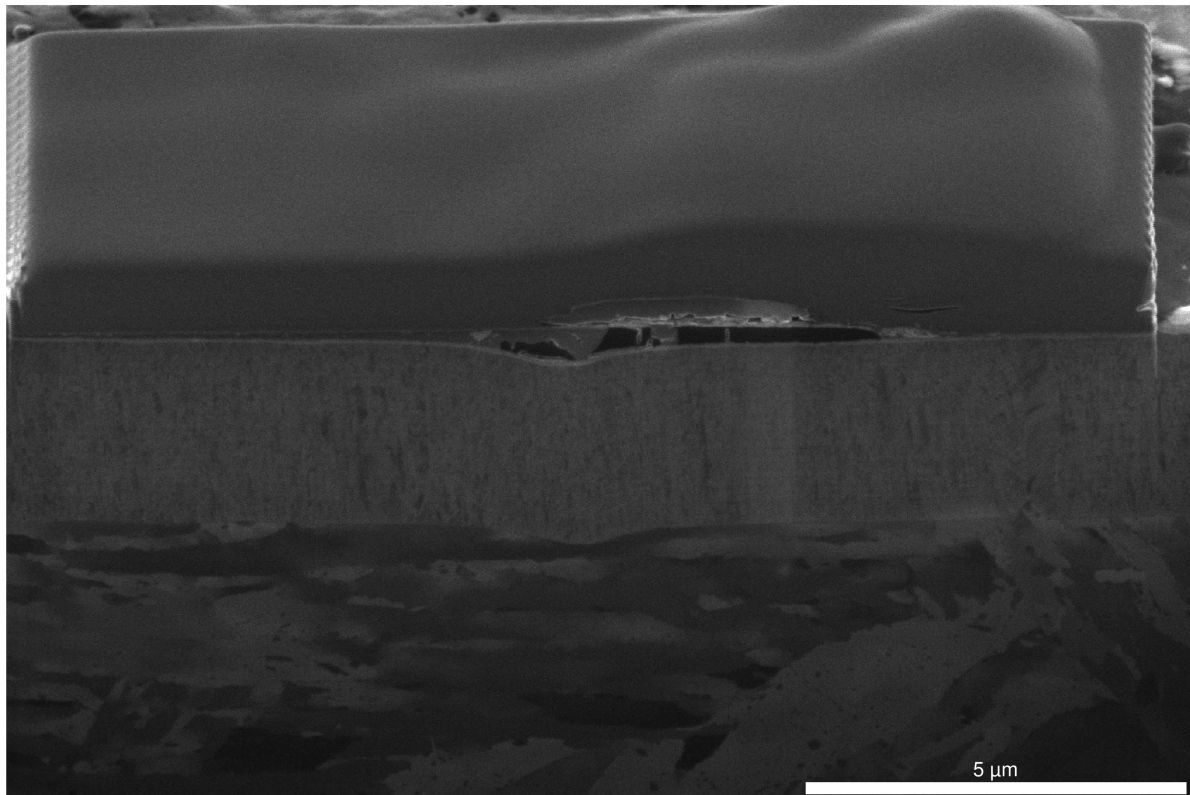
Slika P 9 SEM-EDS analiza poprečnog preseka CrN-H uzorka nakon eksperimenta sa KO na mestu sa nalepom aluminijuma u risu na površini



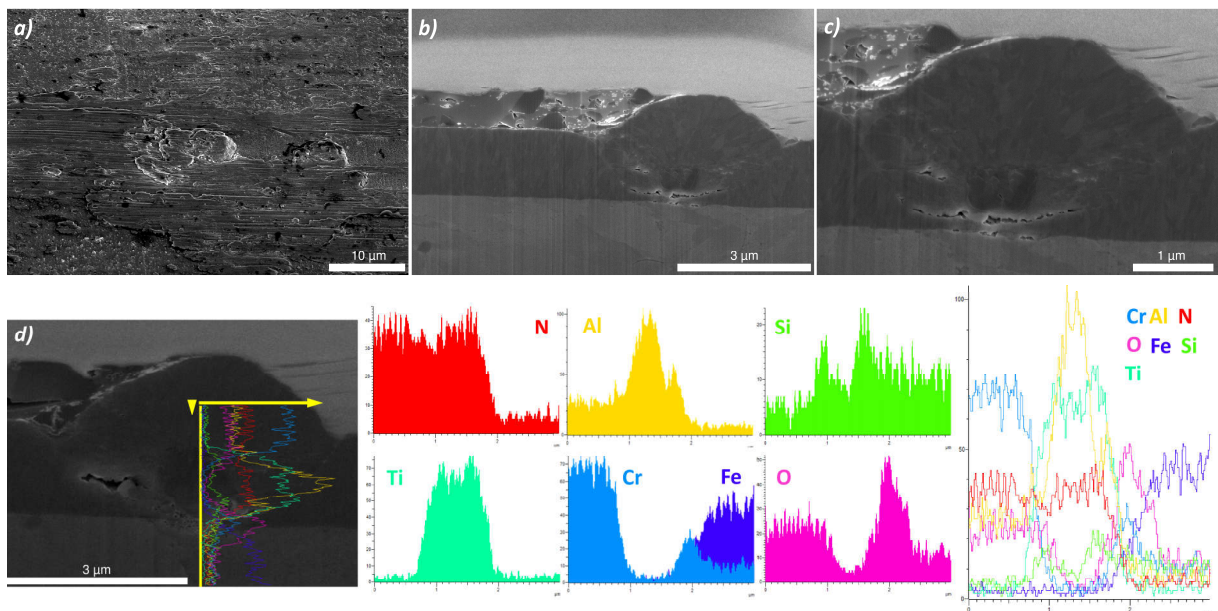
Slika P 10 Analiza polaznog stanja sloja CrN prevlake i nakon oksidacije na 650 °C u trajanju od 1čas i 15min: a) FIB-ISE snimak poprečnog preseka polaznog stanja CrN uzorka; b)) FIB-ISE snimak poprečnog preseka polaznog stanja CrN uzorka na mestu sa nodularnom greškom; c) SEM snimak poprečnog preseka CrN uzorka nakon oksidacije; d) FIB-ISE snimak poprečnog preseka CrN uzorka nakon oksidacije kod nodularne greške; e) SEM-EDS analiza poprečnog preseka CrN uzorka nakon oksidacije



Slika P 11 SEM i FIB analiza sloja TiAlN-H uzorka nakon izvlačenja iz odlivka sa ZO20: a) SEM slika lokacije nalepa unutar risa na površini; b) FIB-ISE snimak poprečnog preseka nalepa u risu; c) SEM-EDS linijska analiza hemijskog sastava preko nalepa i sloja prevlake

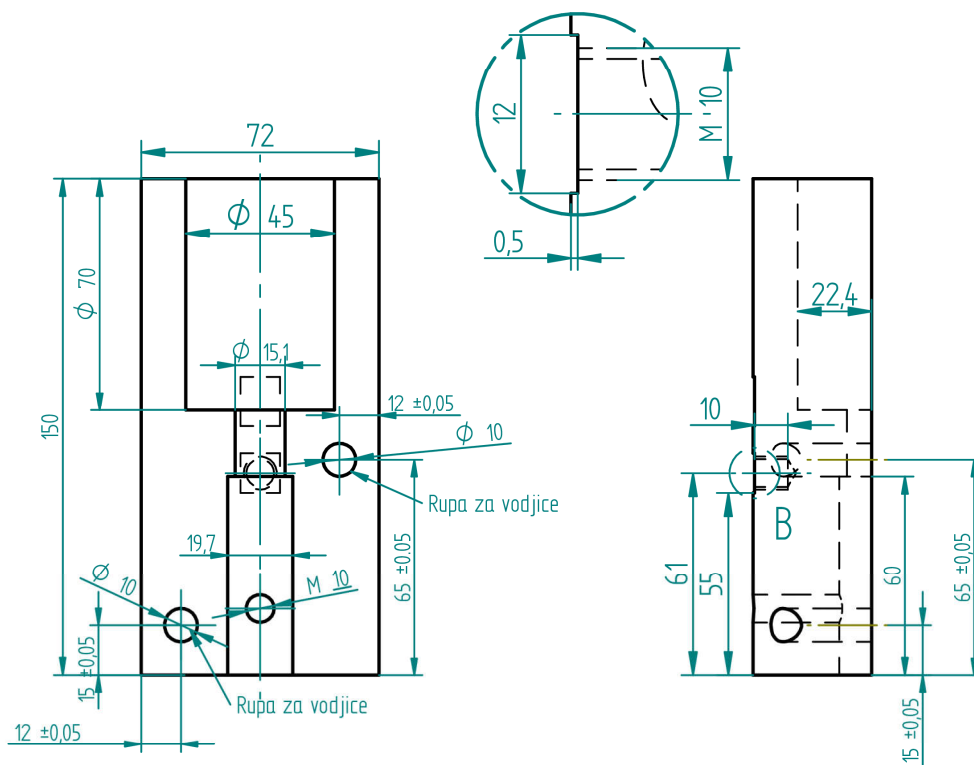


Slika P 12 FIB-ISE snimak preseka TiAlN-NP uzorka nakon izvlačenja iz odlivka sa zadržavanjem očvršćavanja 20 min na lokaciji sa nalepom u risu

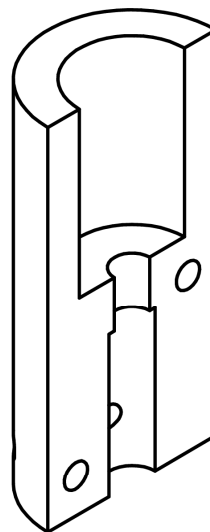
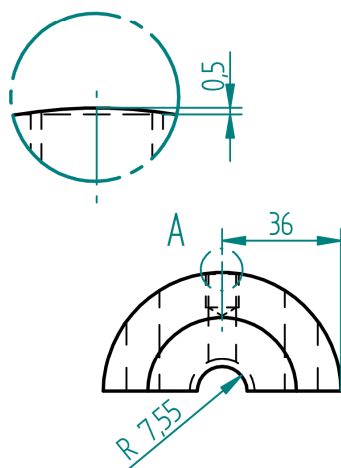


Slika P 13 Analiza površine i poprečnog preseka sloja CrAlN-K uzorka nakon eksperimenta sa ZO20; a) SEM slika površine sa nagomilanim nalepom kod nodularne greške; b) SEM slika poprečnog preseka lokacije sa nagomilanim nalepom kod nodularne greške; c) SEM slika detalja nodularne greške sa korozionim produktima; d) SEM-EDS linijska analiza hemijskog sastava na nodularnoj grešci sa korozionim produktom

Detalj B



Detalj A



Napomena:

Razmera:

Tezina:

Sirovina: X27CrMoV51

St. i.	Izmena	Datum	Ime	Datum	Ime
				Obrad.	5.2016 Pal Terek
				Ispit.	
				Stand.	
				Oznac.	

Naziv:
**Leva strane
eksperimentalne
kokile**



**Fakultet
tehničkih nauka
Novi Sad**

Broj crteža:

4_1

List

Slika P 14 Tehnički crtež leve strane eksperimentalne kokile korišćene za livenje sklop uzoraka