

Loopgedrag van CVD- en PVD-oppervlaktelagen : een tribologische evaluatie van titaancarbide en titaannitride-oppervlaktelagen

Citation for published version (APA):

Meesters, C. J. M., & Damen, A. A. J. M. (1991). Loopgedrag van CVD- en PVD-oppervlaktelagen : een tribologische evaluatie van titaancarbide en titaannitride-oppervlaktelagen. *Constructeur*, (12), 20-23.

Document status and date:

Gepubliceerd: 01/01/1991

Document Version:

Uitgevers PDF, ook bekend als Version of Record

Please check the document version of this publication:

- A submitted manuscript is the version of the article upon submission and before peer-review. There can be important differences between the submitted version and the official published version of record. People interested in the research are advised to contact the author for the final version of the publication, or visit the DOI to the publisher's website.
- The final author version and the galley proof are versions of the publication after peer review.
- The final published version features the final layout of the paper including the volume, issue and page numbers.

[Link to publication](#)

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal.

If the publication is distributed under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license above, please follow below link for the End User Agreement:

www.tue.nl/taverne

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us at:

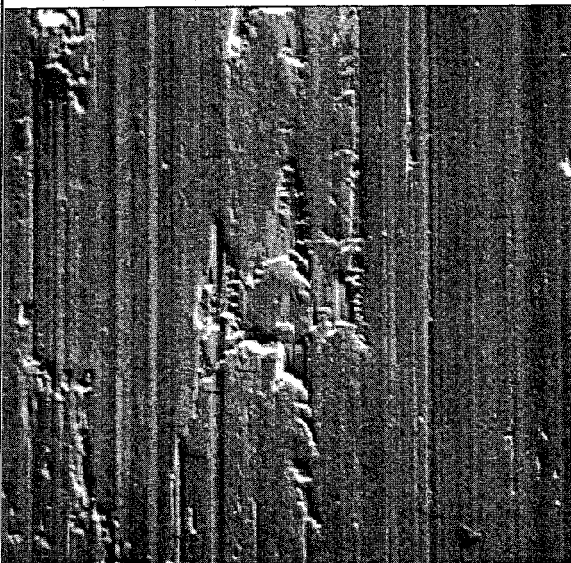
openaccess@tue.nl

providing details and we will investigate your claim.

Loopgedrag van CVD- en PVD-oppervlaktelagen

Een tribologische evaluatie van titaan-carbide- en titaan-nitride-oppervlaktelagen

C.J.M. Meesters¹⁾, A.A.J.M. Damen²⁾



Wrijving en slijtage spelen zich af aan het oppervlak van machinedelen, gereedschappen, en dergelijke. Verandering (modificatie) van de oppervlaktetoestand kan daarom sterke invloed op het loopgedrag van niet volledig gesmeerde delen hebben.

PVD- en CVD-technieken, waarbij via de gasfase dunne oppervlaktelagen worden aangebracht, vinden steeds meer toepassing voor oppervlaktemodificatie.

Helpen dergelijke lagen nu echt?

Met behulp van modelproeven werd het effect van titaannitride en titaan carbide lagen op gehard stalen ondergrond onderzocht. De experimenten simuleren partieel gesmeerd glijdende contraforme contacten, zoals bijvoorbeeld tussen tandflanken en in nok-stoter/volger mechanismen optreden. Onder alle beschouwde omstandigheden blijkt door het aanbrengen van de coating de belastbaarheid tot aan het optreden van ernstige slijtage (vreten) aanmerkelijk verhoogd te worden (CVD-behandeling, speciaal die voor titaannitride, levert het beste resultaat). Bovendien vallen in het 'veilige gebied' de inloopwrijving en proces-oppervlakteruwheid lager uit.

CVD en PVD

Het bedekken van gereedschappen met een keramische laag om de standtijd te verbeteren wordt in de praktijk reeds veel toegepast.

De tot nu toe bekendste laag is het goudkleurige titaannitride (TiN), maar ook ijzerboride (Fe_2B), titaancarbide (TiC), chroomcarbide (Cr_3C_2) en amorfe koolstof worden gebruikt. Er bestaan verschillende technieken om keramische coatings aan te brengen o.a. Chemical Vapour Deposition (CVD) en Physical Vapour Deposition (PVD), [1]. Chemical Vapour Deposition is een chemische techniek, waarbij materiaal vanuit een reactief gasmengsel op een substraat wordt neergeslagen. Het proces voor de vorming van deze lagen vindt plaats in een reactorsysteem bij temperaturen tussen 850 en 1000°C. Dit houdt in dat gereedschapstalen na een CVD-behandeling nog warmtebehandeld moeten worden om in de ondergrond de gewenste structuur en hardheid te bereiken.

De benaming Physical Vapour Deposition staat voor alle processen waarbij in vacuüm deklagen op een werkstuk gevormd worden door verdamping van in vaste vorm aanwezig materiaal. Voorbeelden hiervan zijn: ion-plating, arc-evaporation, reactief sputteren etc.

Omdat het PVD-proces, vergeleken met het CVD-proces, bij relatief lage temperaturen plaats vindt (max. 500 °C), kunnen uiterst nauwkeurige gereedschapstalen matrijzen zonder bezwaar van een PVD-laag worden voorzien. Bij de zogenaamde secundair geharde gereedschappen wordt de ontlaattoemperatuur van ± 550 °C niet bereikt; er treden dus geen blijvende maat- en vormveranderingen of aantasting van de mechanische eigenschappen op.

Er is ook geen sprake van ruwheidsverhoging ten gevolge van het proces.

¹⁾ TU Eindhoven, faculteit W

²⁾ Philips PMF

In het algemeen wordt vastgesteld, dat met een aangepaste coating de totale prestatie zowel van snijidend en verspanend als van vervormend gereedschap uit snelstaal verhoogd kan worden met een faktor 2 tot 20.

Deze coatings hebben zich dan ook op verschillende gebieden bewezen: ze blijken zowel kostenbesparend als grensverleggend.

Ook buiten het gebied van de gereedschappen kunnen met het PVD- en CVD-proces aangebrachte slijtvaste lagen toegepast worden. Te denken is bijvoorbeeld aan contraforme contacten, zoals die zich voordoen tussen stoter/volger in nokmechanismen en in kogellagers. Dergelijke contacten worden bedreigd door oppervlaktevermoeding – welke zich manifesteert door uitbrokkeling of afschilfering – wegens de vele overrollingen van het loopvlak, [2].

Bovendien dreigen 'oppervlakteslijtagevormen' – o.a. van het adhesieve type – indien geen zuiver rollen, en dus wel slip, optreedt, [2]. Op theoretische gronden mag juist op dit laatste slijtagetype een sterke invloed van de bedoelde coatings verwacht worden.

Deze publikatie beschrijft een experimenteel modelonderzoek ter beoordeling van de geschiktheid van enkele PVD- en CVD-coatings voor toepassing in glijdend contraform contact. Als methode is gekozen voor de uitvoering van kogel-ringproeven (kogel staat stil) en weergave van de resultaten in zogenaamde OECD-transitiediagrammen, [3].

Deze methode is in het algemeen heel geschikt voor dergelijk verkennend onderzoek, [4], en blijkt ook nu duidelijk onderscheid in de kwaliteit van de verschillende lagen, resp. al of niet behandelde oppervlakken te kunnen aangeven.

Er zijn nu transitiediagrammen opgesteld voor drie coatings t.w.:

Titaannitride (PVD)

Titaannitride (CVD)

Titaancarbide (CVD).

Als referentie is een transitiediagram opgesteld voor onbehandelde kogels.

Ook is een transitiediagram opgesteld voor kogels die eenzelfde thermische cyclus ondergaan als de kogels die voorzien zijn van een CVD-coating, echter zonder opzettelijke chemische modificatie.

Kogel-ringproef

Methode (algemeen)

Afhankelijk van de bedrijfsomstandigheden stelt zich in een gesmeerd glijdend en stationair belast contraform contact in een betrekkelijk korte looptijd een van de volgende 'smeringstoestanden' in:

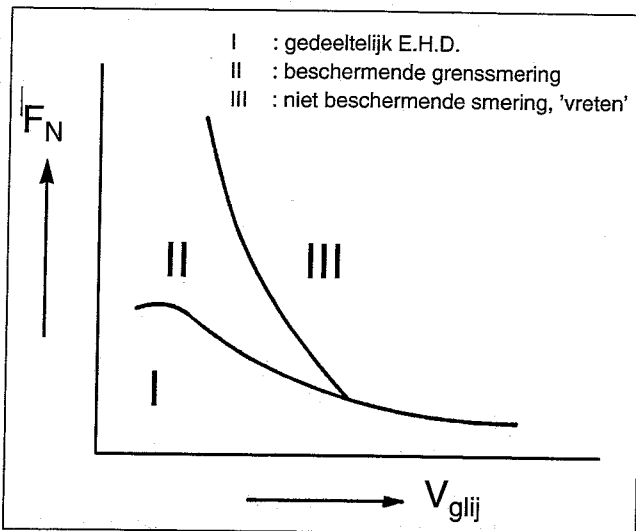
I partiële elasto-hydrodynamische smering: de belasting wordt grotendeels door een e.h.d.-smeerfilm gedragen en de lokale doorbrekingen van de film leiden niet tot wezenlijke opruwing van de loopvlakken,

II grenssmering: de belasting wordt overwegend door grensgesmeerd vaste stofcontact doorgeleid, de loopvlakken tonen enige opruwing,

III onbeschermd contact: hoewel de loopvlakken bevochtigd zijn door het smeermiddel, levert dit in de optredende vaste stofcontacten geen tribologische bescherming, waardoor de loopvlakken sterk aangetast worden en de wrijving hoog is ('vreten').

Door in een reeks modelglijproeven met vaste geometrie, (hier: kogel \varnothing 10 mm en ring \varnothing 80 mm), loopvlakmaterialen en smeermiddel, telkens met verse proefstukken, als functie van de glijnsnelheid de transitiebelastingen vast

te stellen, waarbeneden het ene en waarboven het volgende smeringstype I, II of III optreedt, wordt een 'vingerafdruk' van het smeermiddel-loopvlakstelsel verkregen (transitiediagram, fig. 1).



Figuur 1. Schematische voorstelling van het transitiediagram voor puntcontacten bij constante temperatuur van de olie

Naarmate de transitiebelastingen bij zekere snelheid hoger liggen, is het glijstelsel hoger belastbaar. Als deze verhoogde belastbaarheid verkregen wordt door het aanbrengen van een coating op de kogel dan heeft deze behandeling dus een goede werking in het beschouwde systeem. Door op goed gedefinieerde wijze de invloed van de coating op de transitiebelastingen te bepalen, wordt dus een indruk van de doelmatigheid van een coating verkregen.

Aangezien tribologisch gedrag sterk systeemafhankelijk is, gelden de gemeten invloeden van de coatings alleen met zekerheid voor het beproefde materialensysteem en beproevings temperatuur, inclusief het smeermiddel; bij ander ringmateriaal, olie of proeftemperatuur zou het getalmatig en eventueel zelfs kwalitatief anders uit kunnen pakken.

Desondanks is 'goed gedrag' in één systeem natuurlijk wel een indicatie van kwaliteit. Door vaker dergelijke testen uit te voeren kunnen we in de toekomst beter de relatie tussen proef en praktijk vaststellen.

Bepaling smeringstoestand

Voor het bepalen welk type smeringstoestand, bij een bepaalde aandrukkracht-snelheids combinatie, zich voordoet tijdens de proef (proefduur = 60 s), maken we o.a. gebruik van de wrijvingskracht-tijdregistratie (fig. 2a, 2b en 2c).

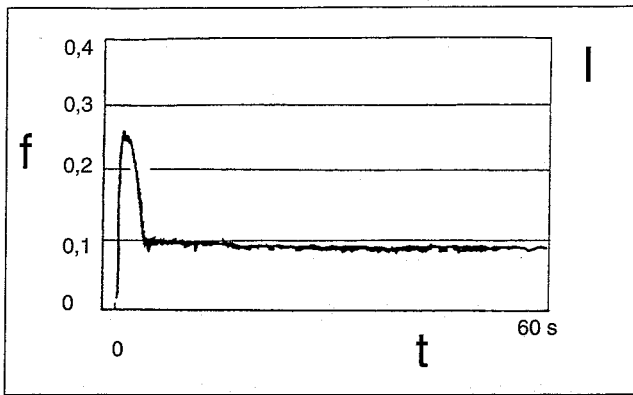
In twijfelgevallen kan de berekening van de slijtagefactor, aan de hand van opmeting van het slijtvak van de kogel, uitkomst bieden.

Proefmaterialen, smeermiddel en testcondities

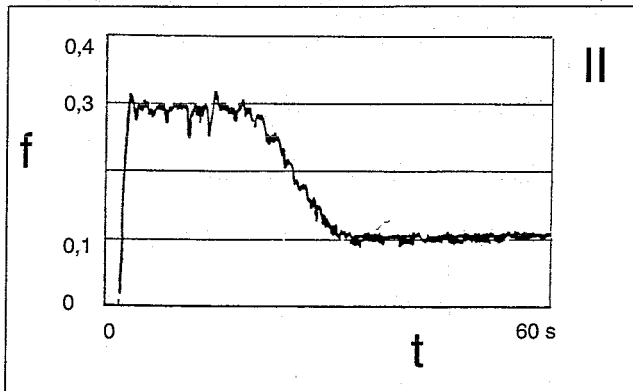
De kogels voor het opstellen van het transitiediagram zijn gehard stalen kogels \varnothing 10 mm (100Cr6), gewoonlijk toegepast in kogellagers. Een aantal daarvan zijn voorzien van een coating, te weten:

- | | |
|-----------------------|-------------------|
| - titaannitride (PVD) | - proevenreeks C |
| - titaannitride (CVD) | - proevenreeks D |
| - titaancarbide (CVD) | - proevenreeks E. |

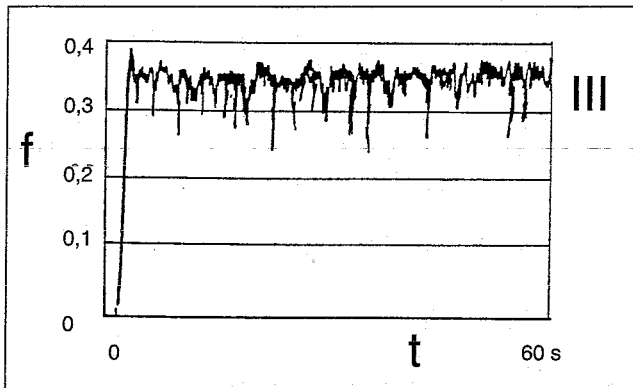
Om de invloed van de coatings aan te tonen, zijn er twee referentieseries toegevoegd nl.:



Figuur 2a. Verloop van de wrijvingscoëfficiënt f met de tijd t karakteristiek voor gebied I



Figuur 2b. Verloop van de wrijvingscoëfficiënt f met de tijd t gegend voor gebied II



Figuur 2c. Verloop van de wrijvingscoëfficiënt f met de tijd t voor gebied III

- onbehandelde kogels - proevenreeks A
- kogels die een zelfde thermische cyclus ondergaan hebben als de kogels die voorzien zijn van een CVD-coating, echter zonder opzettelijke chemische modificatie - proevenreeks B.

De proefringen zijn binnenringen van een naaldlager (100Cr6, \varnothing 80 mm); hierop werd géén oppervlakte modificatie toegepast.

Het gebruikte smeermiddel is een Shell Tellus R68 olie, waarvan de kinematische viscositeit bij 40°C 68 mm²s⁻¹ bedraagt. Om een voldoende gedetailleerd beeld van het transitiediagram te verkrijgen, is gekozen voor de bepaling van de transitiebelastingen bij 5 verschillende glij-snelheden: 0,25, 0,5, 0,75, 1 en 1,25 m/s.

Resultaten

Zowel voor kogels met coating als voor referentiekogels

zijn de transitiebelastingen in de kogel-ring glijproef bepaald bij de 5 gekozen glij-snelheden, zoals hiervoor uitgelegd.

Om het transitiediagram op te stellen, worden de meetpunten in het aandrukkraft-snelheidsdiagram ingetekend.

Door verbindinglijnen te trekken tussen de uiterste belastingen per glij-snelheid in aangrenzende 'smeringstoestandgebieden' ontstaat het transitiediagram.

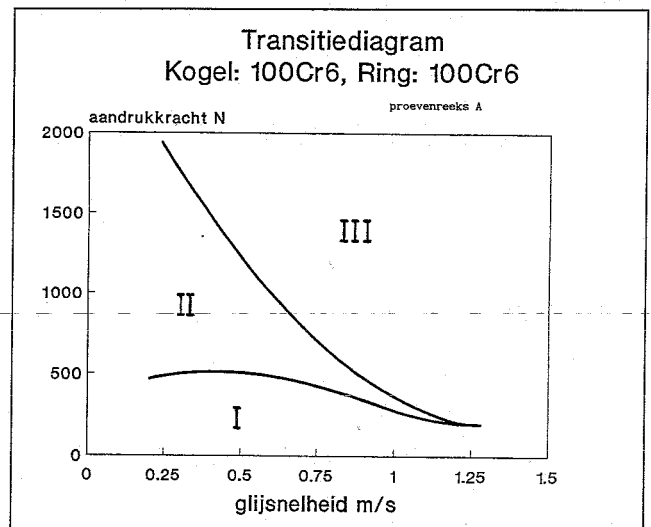
De figuren 3 t/m 7 geven daarvan het resultaat. De curven geven dus het verloop van de verschillende transitiebelastingen met de glij-snelheid aan.

Bespreking resultaten

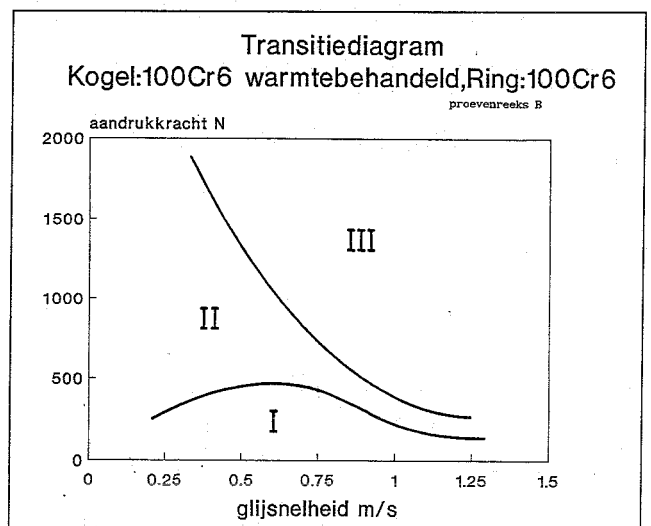
De transitiediagrammen van de onbehandelde en de 'CVD-warmtebehandelde' kogels geven het beeld zoals besproken in de inleiding (fig. 3 en fig. 4, reeksen A en B). Deze transitiediagrammen vertonen ook onderling een grote overeenkomst.

In deze diagrammen zijn de 3 gebieden I, II en III, die met het optreden van de drie gelijknamige smeringstoestanden overeenkomen, duidelijk herkenbaar.

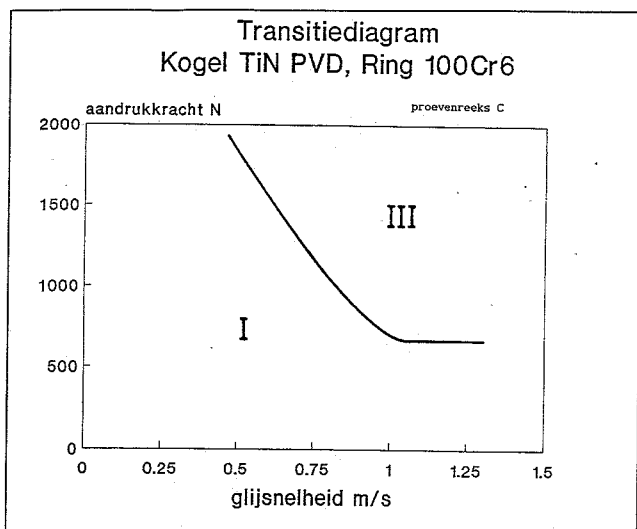
De transitiediagrammen van de PVD-TiN-, CVD-TiN- en de CVD-TiCgecoate kogels (reeksen C, D en E) wijken sterk af van die van de onbehandelde en de 'CVD-warmtebehandelde' referentie-kogels (fig. 5, 6 en 7).



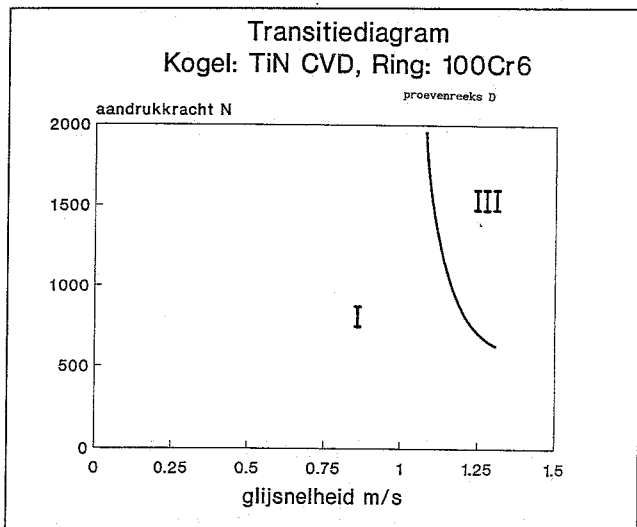
Figuur 3



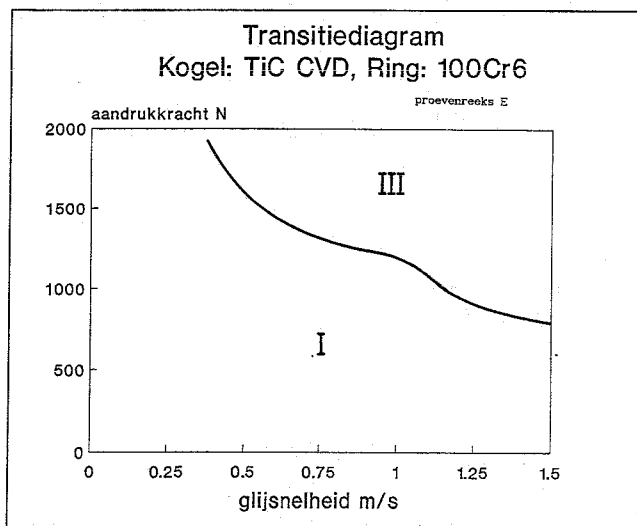
Figuur 4



Figuur 5

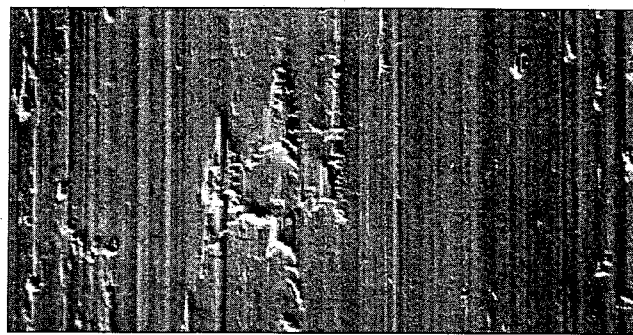


Figuur 6



Figuur 7

Als we de transitie van de gecoate kogels vergelijken met de transitie van de onbehandelde en de CVD-warmtebehandelde, dan valt direct op dat de transitiebelastingen I-III bij de CVD-TiN- PVD-TiN- en de CVD-TiC-gecoate kogels minimaal een factor drie hoger liggen dan de belastingen van zowel I-II en II-III transitie van de onbehandelde



Opname 1. Loopvlak van onbehandelde ring in smeringstoestand II

delde en de CVD-warmtebehandelde' kogels, bij dezelfde glijnsnelheid.

Verder kunnen we vaststellen dat transitie I-III van de CVD-TiN-gecoate kogels met een diameter van 10 mm op de onderhavige opstelling beneden een glijnsnelheid $V_{glij} = 1,25$ m/s, niet bepaald kunnen worden, omdat de transitiebelasting meer dan de beschikbare $F = 2000$ N bedraagt.

Bij de gecoate kogels blijkt de smeringstoestand II in 'klassieke zin' niet meer op te treden; wrijvingspiek bij de start doet zich niet voor.

Smeringstoestand II kenmerkt zich door het feit dat de wrijvingscoëfficiënt direct na de start stijgt tot een waarde van $f = 0,3-0,4$. Na een bepaalde 'inlooptijd'-tijd daalt de wrijvingscoëfficiënt naar $f_{min} \approx 0,1$.

Tijdens die 'inloop' worden de loopvlakken opgeruwd. Opname 1 geeft daarvan een beeld.

In de gevallen dat smeringstoestand II niet optreedt, en het gebied I sterk wordt uitgebreid, wordt er geen opruwing waargenomen.

Conclusies

Door het aanbrengen van de genoemde titaannitride en titaancarbidet coatings blijken in alle gevallen en bij alle onderzochte glijnsnelheden de transitiebelastingen naar hogere waarden te verschuiven. Er kan dus een hogere contactbelasting toegepast worden, voordat aanmerkelijke beschadiging optreedt.

Derhalve is aangetoond, dat bij toepassing van deze coatings in technisch glijdend contraform contact uit slijtage oogpunt een hogere belastbaarheid verwacht mag worden dan met conventionele, onbehandelde oppervlakken mogelijk is. Zeer waarschijnlijk zal bij gelijke belasting een grotere standtijd optreden.

Deze bevindingen zijn in overeenstemming met eerdere resultaten van Boving/Hintermann/Begelinger/de Gee, [5]. ■

Literatuur

- [1] L.M. Stals, *Physical vapor depositions-technieken voor coating van oppervlakken*, Het Ingenieursblad 55 (1986) Nr 11
- [2] D. Landheer, *Karakterisering en aanzet tot kwantificering van slijtage*, de Constructeur (1981), nr. 9, 10, 11, 12
- [3] A.W.J. de Gee, *Slijtage in gesmeerde werktuigonderdelen*, de Constructeur, september 1989, nr. 9
- [4] C.J.M. Meesters, *Invloed van vier coatings op het transitiedigram*, Technische Universiteit Eindhoven, rapportnummer TeM-R68, augustus 1989
- [5] H. Boving, H.E. Hintermann, A. Begelinger en A.W.J. de Gee, *Lubricated wear of CVD-coated steel point contacts*, Wear 88, 1983, 13-22