



VILNIAUS GEDIMINO TECHNIKOS UNIVERSITETAS

MECHANIKOS FAKULTETAS

MEDŽIAGOTYROS IR SUVIRINIMO KATEDRA

Gerda Vaitkūnaitė

**DEIMANTINIŲ DANGŲ, SUFORMUOTŲ PLAZMINIU CHEMINIU GARŲ
NUSODINIMO (PECVD) BŪDU, TYRIMAS**

**THE RESEARCH OF DIAMOND LIKE CARBON (DLC) FILMS
DEPOSITED BY PECVD SYSTEMS**

Baigiamasis magistro darbas

Medžiagų ir suvirinimo inžinerijos studijų programa, valstybinis kodas 621H70005

Gamybos inžinerijos studijų kryptis

Vilnius, 2017

Vilniaus Gedimino technikos universitetas Mechanikos fakultetas Medžiagotyros ir suvirinimo katedra	ISBN ISSN Egz. sk. Data-.....-.....
Antrosios pakopos studijų Medžiagų ir suvirinimo inžinerijos programos magistro baigiamasis darbas 4 Pavadinimas Deimantinių dangų, suformuotų plazminių cheminių garų nusodinimo (PECVD) būdu, tyrimas Autorius Gerda Vaitkūnaitė Vadovas Olegas Černašėjus	
Kalba: lietuvių	
Anotacija Mokslinių tyrimų metu Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universitete suformuotos deimantinės dangos (VDI 2840) ant 1.7225 (ISO 10083-1:2006) ir 1.3343 (ISO 4957:2003) substratų plienų. Amorfinės deimantinės dangos nusodintos plazminių cheminių garų nusodinimo metodu (PECVD) su MICROPULS® sistema ir integruotu HMDSO silicio prekursoriumi. Amorfinės deimantinės dangos padengtos taikant industrines inovacines idėjas „Ruebig“ GmbH & Co KG įmonėje (Velsas, Austrija). Tiriamos deimantinės dangos skirtos automobilių pramonės dalių ir turbinų menčių gamybai. Amorfinės dangos nusodintos skirtinguose dengimo režimuose – keičiant dujų kompoziciją, temperatūrą ir dangos sluoksnio architektūrą. Po dangų suformavimo atlikti sferiniai abrazyviniai, tribologiniai, adheziniai, nusidėvėjimo, indentizacijos ir Vikerso mikrokietumo (HV mikroindentizacija) testai. Po testų, dangų paviršius analizuojamas kontaktine konfokaline skenuojančia lazerine mikroskopija (CLSM) ir optine mikroskopija. Tribologiniai, nusidėvėjimo ir dengimo parametrų analitiniai skaičiavimai atlikti MATLAB programine įranga. Vizualinė informacija pateikiama 3D profilometrijos nuotraukose, dangos paviršiaus profilio diagramose ir dangos paviršiaus nuotraukose. Priėmus išvadas, pateiktas inovacinis pasiūlymas „Ruebig“ GmbH & Co KG Medžiagotyros skyriui. Magistrinį darbą sudaro 99 psl. Darbe yra 6 dalys: įvadas, literatūros apžvalga, metodika, rezultatai (atskirai: automobilių pramonei ir turbinų gamybos pramonei), išvados ir literatūros šaltinių sąrašas. Darbe pateikiamos 89 iliustracijos, 10 lentelių, 50 literatūros šaltinių ir priedai (atskirai).	
Prasminiai žodžiai: Deimantinės dangos, cheminis garų nusodinimas, plazmos technologijos, tribologiniai tyrimai, 3D profilometrija	

Vilnius Gediminas Technical University
Faculty of Mechanics
Department of Materials Science and Welding

ISBN ISSN
Copies No.
Date-.....-.....

Master Degree Studies **Materials and Welding Engineering** study programme Master Graduation Thesis 4
Title **The Research of Diamond Like Carbon (DLC) Films deposited by PECVD Systems**
Author **Gerda Vaitkūnaitė**
Academic supervisor **Olegas Černašėjus**

Thesis language: Lithuanian

Annotation

Diamond-Like Carbon Coatings research was performed in University of Applied Sciences Upper Austria. DLC (VDI 2840) were deposited on two different steel substrates: 1.7225 (ISO 10083-1:2006) and 1.3343 (ISO 4957:2003). Amorphous carbon was deposited by plasma assisted chemical vapor deposition (PECVD) with MICROPULS® system and integrated HMDSO silicone precursor. Coatings were designed according to industrially based innovative ideas in „Ruebig“ GmbH & Co KG (Wels, Austria). Films were researched for automotive and turbine manufacturing companies interests. Coatings were deposited in different gas compositions, temperatures and coating layer architecture. Spherical-abrasive, tribological, wear, local contact damage and Vickers microhardness (HV microindentation) tests were carried out. Afterwards, analysis with contact Confocal Scanning Laser Microscopy (CLSM) and optical microscopy were performed. Tribological, wear and deposition parameters were processed in MATLAB software. The visual information consists of 3D profilometer images, profile diagrams and coatings surface images. After conclusions, the innovative industrial offer was drafted for „Ruebig“ GmbH & Co KG. There are 6 parts: Introduction, Literature Review, Experimental, Results (separately for automotive industry and turbine industry), Conclusions and References. Thesis consists of 89 p., 89 images, 10 tables, 50 references and appendixes (given separately).

Keywords: Diamond-Like Carbon, plasma nitriding, plasma technology, amorphous carbon, chemical vapor deposition, tribological testing

TURINYS

TURINYS.....	2
LENTELIŲ SĄRAŠAS.....	6
PAVEIKSLŲ SĄRAŠAS.....	7
ŽYMENYS.....	11
SANTRUMPOS	11
ĮVADAS	12
1. LITERATŪROS APŽVALGA	15
1.1. Deimantinių dangų pramonė	15
1.1.1. Deimantų rinka	15
1.1.2. Dirbtinių deimantų gamyba	16
1.1.3. Deimantinių dangų klasifikacija.....	17
1.1.4. Amorfinių deimantinių dangų savybės.....	20
1.2. Deimantinių dangų sintezavimo technologija	24
1.2.1. Garų nusodinimo metodai	24
1.2.2. Cheminio garų nusodinimo plazma technologija	30
1.3. Deimantinių dangų praktinė vertė	32
1.3.1. Deimantinių dangų pritaikymas pramonėje.....	32
1.3.2. Deimantinių dangų perspektyvos ir tyrimų tendencijos	36
2. TIRIAMOJO DARBO METODIKA	38
2.1. Amorfinių deimantinių dangų suformavimo metodika	38
2.1.1. Substrato medžiagos	38
2.1.2. Dangų formavimo procesas	40
2.1.3. Tyrimų planas	45
2.2. Tyrimų metodika	49
2.2.1. Sferinis abrazyvinis bandymas	49
2.2.2. Adhezijos bandymas.....	50
2.2.3. Kiečio ir Jungo modulio bandymas	53
2.2.4. Indentizacijos eksperimentas	54
2.2.5. Dangų tribologiniai tyrimai	56
2.3. Tyrimų analizės metodika	58
2.3. 1. Konfokalinė lazerinė skenuojanti mikroskopija (CLSM)	58
2.3. 2. Optinė mikroskopija	59
3. TIRIAMOJO DARBO REZULTATAI.....	60

3.1.	Automobilių dalims skirtų dangų tyrimų rezultatai.....	60
3.1.1.	Dangų storio matavimai	60
3.1.2.	DLC dangų dengimo greičio skaičiavimas.....	64
3.1.3.	Dangų įbrėžimo bandymo vidutinės kritinės apkrovos nustatymas	65
3.1.4.	DLC dangų kiečio ir Jungo modulio matavimas	70
3.1.5.	Dangų trinties koeficiento ir slystančiojo kūno nusidėvėjimo tyrimas	72
3.2.	Turbinų gamybai skirtų DLC dangų tyrimų rezultatai	76
3.2.1.	Dangos storio matavimas	76
3.2.2.	Dengimo greičio skaičiavimas	78
3.2.3.	DLC dangų nusidėvėjimo koeficiento ir antrojo kūno nusidėvėjimo tyrimas.....	80
3.2.4.	Dangų indentizacijos tyrimas	85
IŠVADOS		92
LITERATŪROS SĄRAŠAS.....		94
1 priedas.....		97
2 priedas.....		99
3 priedas.....		100

LENTELIŲ SĄRAŠAS

1.1 lentelė. Amorfinių anglies formų charakteristikos (Donnet 2008).....	19
1.2 lentelė. DLC trinties molekuliniai mechanizmai.....	22
1.3 lentelė. DLC savybių priklausomybė nuo dengimo metodo (Donnet 2008).....	29
2.1 lentelė. Plieno 42CrMo4 (1.7225) cheminė sudėtis (%).	39
2.2 lentelė. Plieno HS6–5–2C (1.3343) cheminė sudėtis (%).	39
2.3 lentelė. Bandinių šlifavimo ir poliravimo režimai ir lubrikantai.	41
2.4 lentelė. Tiriamų bandinių serijos.	47
2.6 lentelė. Bandinių serijos dangos formavimo parametrai.	48
2.7 lentelė. Tyrimų grupės.	48
2.8 lentelė. Tribologinės sistemos bendrieji parametrai.....	56
2.9 lentelė. Kintantys bandymo parametrai.....	57
3.1 lentelė. Tribologinio bandymo rezultatai.....	100

PAVEIKSLŲ SĄRAŠAS

1.1 pav. a) HPHT presas; b) dirbtiniai deimantai prieš apdirbimą („Deluxe Diamonds“, Didžioji Britanija).....	16
1.2 pav. Jacobo ir Möllerio anglies būvio diagrama (Donnet 2008).	18
1.3 pav. Atominės DLC struktūros molekulinė dinaminė simuliacija (Donnet 2008).	20
1.4 pav. Atomų išsidėstymas grafito, deimante ir amorfinėse deimantinėse dangose (Donnet 2008).	21
1.5 pav. DLC bandinių pjūvio SEM mikrografos: a) DLC be papildomo adhezinio sluoksnio; b) su papildomu adheziniu sluoksniu (Dalibon <i>et al.</i> 2015).....	23
1.6 pav. DLC nuotrauka po Rokvelo bandymo: a) padengtas DLC; b) padengtas DLC ir įžiotintas (Chicot <i>et al.</i> 2011).....	24
1.7 pav. Paviršiaus inžinerijos metodų hierarchija (Donnet 2008).....	25
1.8 pav. DLC dengimo skirtingų metodikų schemas (Donnet 2008).	26
1.9 pav. Cheminio ir fizinio garų nusodinimo skirtumai.....	27
1.10 pav. Pagrindiniai PVD ir CVD privalumai ir trūkumai.....	27
1.11 pav. Cheminio garų nusodinimo mechanizmas („Plasma Electronic GmbH“).....	28
1.12 pav. Cheminio garų nusodinimo (CVD) klasifikacija (Donnet 2006).	28
1.13 pav. Cheminio garų nusodinimo plazma sistemos schema (Forsich 2008).....	31
1.14 pav. PECVD proceso schema („Plasma Electronic GmbH“).....	31
1.15 pav. Cheminio garų nusodinimo plazma privalumai.....	33
1.16 pav. Deimantinių dangų pritaikymo sritys.	33
1.17 pav. Paviršiaus inžinerijos ir plonų dangų Fraunhoferio institute dengiamų DLC dangų pavyzdžiai („Fraunhofer IST“).	34
1.18 pav. „Reynard Corporation“ gaminamos deimantinės dangos. Kairėje – permatoma DLC, dešinėje – tradicinė DLC („Reynard Corporation“).	35
1.19 pav. Deimantine danga padengtos optinės sistemos („Reynard Corporation“).	35
1.20 pav. Pjovimo įrankiai, padengti deimantine danga („Tondeo“ kuriamos dangos).	36
1.21 pav. Rokvelo adhezijos bandymas a–C:H:Si dangos (su HMDSO prekursoriumi).....	37
1.23 pav. Deimantinių dangų tobulinimas.....	38
1.22 pav. Kelio sąnario implantas (Braceras <i>et al.</i> 2002).....	38
2.1 pav. „Boehler“ strypinis pusgaminis, iš kurio išpjauti bandiniai.	40
2.2 pav. „Stuer tegraforce 5“ automatinė šlifavimo mašina.	41
2.3 pav. Nupoliruoti bandiniai, plienas 1.7225.....	41
2.4 pav. „Ruebig“ GmbH & Co KG pramoninis-mokslinis reaktorius.	42
2.5 pav. „Ruebig“ padengtos detalės. Deimantine pasta apsaugotos sukamosios dalys.	43
2.6 pav. „Ruebig“ reaktoriaus kameros vidaus vaizdas: a) reaktoriaus kameros vidus ir izoliuotas pagrindas; b) bandinių išdėstymas prieš dengimo procesą.....	44

2.7 pav. Įzotinimas prieš pradedant dengti DLC. Vaizdas iš reaktoriaus viršaus pro stebėjimo ertmę	44
2.8 pav. Deimantinės DLC dangos, padengtos Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto laboratorijoje.....	45
2.9 pav. Dangų tyrimų modeliavimas pagal tyrimų schemą	45
2.10 pav. „Calotest“ dangos storio matavimo prietaisas	49
2.11 pav. DLC dangos storio bandymas: dengimo temperatūra – 550 °C, dujų kompozicija – C ₂ H ₂ +Ar, substratas – 1.7225 plienas, dangos storis – 26 μm.....	50
2.12 pav. Įbrėžimo bandymo įrenginys „CSM Revetest Xpress Macro Scratch Tester“	51
2.13 pav. DLC dangos įbrėžimo bandymas: dengimo temperatūra – 400 °C, dujų kompozicija – C ₂ H ₂ , substratas – 1.7225 plienas, kritinė jėga 73 N.....	51
2.14 pav. Deimantinė DLC danga po adhezijos, dangos storio ir tribologinių bandymų.	53
2.15 pav. Vikerso mikrokietumo matavimo prietaisas „EMCO-Test DuraScan“	53
2.16 pav. Vikerso mikrokietumo matavimo schema.	54
2.17 pav. DLC dangų smūgio bandymo stendas	55
2.18 pav. Indentizacijos eksperimento schema.	55
2.19 pav. Trinties bandymas: a – „ball-on-disc“ bandymo stendas; b – bandinio tvirtinimas.	56
2.20 pav. „Leica DCM3D“ konfokalinis mikroskopas optiniams ir interferometriniais paviršiams matuoti.....	58
2.21 pav. a) CLSM mikroskopijos schema; b) CLSM mikroskopijos sukuriamas bandinio paviršiaus 3D vaizdas	59
2.22 pav. „OLYMPUS GX51M“ optinis metalografinis mikroskopas.	59
3.1 pav. Dangos, suformuotos C ₂ H ₂ +N ₂ dujų aplinkoje, storio matavimo rezultatai	60
3.2 pav. Deimantinės dangos, suformuotos C ₂ H ₂ dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros.	61
3.3 pav. Deimantinės dangos, suformuotos C ₂ H ₂ +H ₂ dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros.....	59
3.4 pav. Deimantinės dangos, suformuotos C ₂ H ₂ +N ₂ dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros.	63
3.5 pav. C ₂ H ₂ +H ₂ dujų aplinkoje, 575 °C suformuoti paviršiai (grafito dulkės).	63
3.6 pav. Deimantinės dangos, suformuotos ant 1.7225 substrato, nusodinimo greitis.....	64
3.7 pav. Deimantinės dangos, suformuotos ant 1.3343 substrato, nusodinimo greitis.....	65
3.8 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas	66
3.9 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas	66
3.10 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas, didžiausia jėga – 18 N.	66
3.11 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas.	66

3.12 pav. C_2H_2 dujų aplinkoje suformuotų dangų ant 1.7225 ir 1.3343 substratų adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės.....	67
3.13 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas, kritinė apkrova 17 N.....	67
3.14 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas.	68
3.15 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas, kritinė apkrova 51 N.....	68
3.16 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.3343 substratas, kritinė apkrova 54 N.....	65
3.17 pav. Deimantinių dangų, suformuotų $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės.	69
3.18 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas	70
3.19 pav. Deimantinių dangų, suformuotų C_2H_2 dujų aplinkoje, kiečio ir Jungo modulio palyginimas.....	71
3.20 pav. Deimantinių dangų, suformuotų $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, kiečio ir Jungo modulio matavimo rezultatai	71
3.21 pav. Deimantinės dangos, padengtos C_2H_2 dujų aplinkoje, tribologinis bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas	72
3.22 pav. DLC dangos, suformuotos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, trinties koeficiento ir antrojo kūno nusidėvėjimo matavimai, esant 4 N normalinei jėgai tribologijos bandymo metu.	73
3.23 pav. Deimantinių dangų trinties koeficientų palyginimas	74
3.24 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos: 1) DLC C_2H_2 , apkrova 12 N; 2) DLC C_2H_2 , apkrova 4 N; 3) DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 12 N; 4) DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 4 N.....	75
3.25 pav. CLSM mikroskopijos būdu matuojami dangos trinties bandymo nusidėvėjimo gyliai: 1 – DLC C_2H_2 , apkrova 12 N, nusidėvėjimo gylis 0,25 μm ; 2 – DLC C_2H_2 , apkrova 4 N, nusidėvėjimo gylis 0,5 μm ; 3 – DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 12 N, nusidėvėjimo gylis 0,2 μm ; 4 – DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 4 N, nusidėvėjimo gylis 0,1 μm	75
3.26 pav. DLC dangų trinties bandymo antrojo kūno (1.3505 plienas) nusidėvėjimo skersmuo: 1) DLC C_2H_2 , apkrova 12 N; 2) DLC C_2H_2 , apkrova 4 N; 3) DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 12 N; 4) DLC $C_2H_2+N_2$, apkrova 4 N.....	76
3.27 pav. Deimantinių dangų storio priklausomybė nuo dengimo temperatūros ir substrato	77
3.28 pav. Dangos, suformuotos $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje, storio bandymo nuotraukos	78
3.29 pav. Deimantinių dangų dengimo greičio priklausomybė nuo dengimo temperatūros.	79
3.30 pav. Deimantinių dangų dengimo greičio priklausomybė nuo dengimo temperatūros.	79
3.31 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos	80
3.32 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos	81
3.33 pav. Deimantinių dangų slydimo takelio nusidėvėjimo gylis po 22 km, 55 km, 100 km tribologinių testų.....	82
3.34 pav. Antrojo kūno nusidėvėjimo skersmuo po trinties bandymo	83

3.35 pav. Tribologijos bandymo antrojo kūno nusidėvėjimo parametrai.....	84
3.36 pav. Deimantinės dangos indentizacijos bandymas	86
3.37 pav. DLC dangos indentizacijos bandymas.....	87
3.38 pav. DLC dangos indentizacijos bandymas.....	88
3.40 pav. DLC dangos indentizacijos eksperimentas	88
3.41 pav. DLC daugiasluoksnės dangos indentizacijos tyrimas: 450 °C proceso temperatūra, 1.7225 poliruotas substratas, atlikta su 6 mm skersmens rutuliuku (0,024 J)	89
3.42 pav. a) plonos DLC dangos indentizacijos bandymas	89
3.43 pav. a) plonos DLC dangos indentizacijos bandymas	90
3.44 pav. DLC deimantinės dangos žymių gylio priklausomybė nuo rutuliuko kontaktinės energijos bandymo metu: padengta 450 °C temperatūroje, C ₂ H ₂ +Ar+Si dujų aplinkoje, 1.7225 substratas. ...	90
3.45 pav. DLC deimantinės dangos žymių gylio priklausomybė nuo substrato medžiagos esant 0,24 J kontakto energijai: padengta 450 °C temperatūroje, C ₂ H ₂ +Ar+Si dujų aplinkoje, 1.7225 substratas.	91

ŽYMENYS

HV – kietis pagal Vikersą;

l – slydimo kelias, m;

n – imties dydis;

S – specialaus bandinio, priklijuoto prie dangos, plotas;

Sp² – tarpatominis ryšys, būdingas grafito atomams;

Sp³ – tarpatominis ryšys, būdingas deimanto atomams;

t, h – dangos storis, μm;

x – suformuotos duobės išorinio ir vidinio spindulio skirtumas, μm;

Lc – kritinė jėga, N;

r – indentoriaus kontakto spindulys, μm;

E – dangos Jungo modulis, MPa;

W – indentoriaus įbrėžimo ilgis substrato paviršiuje, μm;

K – specialusis nusidėvėjimo koeficientas, mm³/Nm.

SANTRUMPOS

MEMS – mikroelektroninės mechaninės sistemos;

CVD – cheminis garų nusodinimas;

PECVD – cheminis garų nusodinimas plazma;

PVD – fizinis garų nusodinimas;

DLC – deimantinės dangos (angl. *Diamon-Like Carbon*);

FCC – gardelės tipas (angl. *face centured cubic*);

APF – gardelės tankio santykis;

3D – trijų dimensijų vaizdas;

CLSM – konfokalinė lazerinė skenuojanti mikroskopija;

NEMS – nanoelektroninės mechaninės sistemos;

HPHT – aukšto slėgio aukštos temperatūros deimantų auginimo procesas (angl. *High Pressure High Temperature*).

IVADAS

Problemos formulavimas

Šių dienų gamybos technologijoms keliami aukšti reikalavimai ne tik kokybės, ekonomiškumo ir saugumo klausimais, bet ir inovatyvumo aspektu. Viena iš pagrindinių pramonės įrenginių problemų – technologinių įrenginių ir jų konstrukcinių dalių susidėvėjimas. Augant įmonių veiklai, atsiranda naujas poreikis susidėvėjusius įrankius ir įrangą tobulinti, naudojant pažangiąsias paviršiaus inžinerijos technologijas, taip padidinant paviršiaus kietumą ir prailginant dengiamo objekto eksploatacijos trukmę.

Darbo aktualumas ir praktinė vertė

Vokietijoje, Austrijoje ir Jungtinėse Amerikos Valstijose plačiai taikomas deimantinių dangų nusodinimas ant metalinių paviršių, nepakeičiant pagrindinės medžiagos savybių. Dažniausiai deimantinės dangos padengiamos ant liejimo, pjovimo, formavimo įrankių, kurių darbo pobūdis reikalauja didesnio įrankių paviršiaus kietumo ir atsparumo dilimui. Deimantinės dangos padengimas ant naujo ar jau panaudoto įrankio gali eksploatacijos laiką padidinti iki 30 % (Michler *et al.* 2003), todėl šios technologijos dažniau taikomos medicinos, gamybos, naftos, elektronikos srityse.

Vokietijoje ir Austrijoje šios technologijos dėl įvairialypio jų panaudojimo tiriamos jau daugiau kaip dvidešimt metų, tačiau Lietuvoje tai nėra populiari gamybos tobulinimo technologija. Baigiamajame darbe sprendžiamos problemos, kurios iškilo atliekant tarptautinę tyrimų praktiką Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universitete (vok. *FH Oberösterreich*, angl. *University of Applied Sciences Upper Austria*) įgyvendinant projektą „Deimantinių dangų nusodinimas plazma cheminiuose garuose“ („*Deposition of Diamond Like Coatings by Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*“). Projekto metu buvo vykdomi deimantinių dangų dengimo moksliniai tyrimai ir technologijos tobulinimas pagal įmonėje „Rübig GmbH“ iškeliamas gamybos problemas. Deimantinės dangos, suformuotos projekto metu, skirtos automobilių dalių ir turbinų pramonės gamintojams.

Tyrimo objektas

Amorfinės deimantinės dangos padengtos ant 1.7225 ir 1.3343 plienų substratų paviršiaus cheminio garų nusodinimo plazma būdu, keičiant dengimo režimų parametrus.

Darbo tikslas

Darbo tikslas – ištirti plazminio cheminio garų nusodinimo (PECVD), dengimo dujų kompozicijos ir proceso temperatūros įtaką deimantinių dangų (DLC) savybėms, padengiant skirtingus substratus.

Darbo uždaviniai

1. Kokybiškai nusodinti amorfinės deimantinės dangas ant 1.7225 (LST EN ISO 10083–1:2006) ir 1.3343 (LST EN ISO 4957:2003) plienų substratų.
2. Palyginti adhezinės savybės, įazotinant ir neįazotinant substratų paviršių, su adheziniu sluoksniu ar be papildomo adhezinio sluoksnio.
3. Nustatyti dangų storius ir dengimo greičius „MATLAB“ programa.
4. Atlikti adhezijos testus ir nustatyti, kokioms jėgoms veikiant danga įtrūksta.
5. Charakterizuoti amorfinių deimantinių dangų dilimą CLSM mikroskopija.
6. Analizuoti tribologines dangos savybes.
7. Ištirti amorfinių deimantinių dangų mikrokietumo kitimą priklausomai nuo dengimo aukščio reaktoriuje.
8. Sukurti indentizacijos tyrimų stendą, imituojant turbinų sparnų eksploatacijos aplinką.

Tyrimų metodika

Baigiamojo darbo tyrime analizuojama skirtingos cheminės kompozicijos dujų (C_2H_2 , $C_2H_2+N_2$, $C_2H_2+H_2$, C_2H_2+Ar , $C_2H_2+Ar+Si$) ir nusodinimo temperatūros (400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C, 575 °C) įtaka amorfinių deimantinių dangų savybėms. Deimantinės dangos padengtos cheminio garų nusodinimo plazma metodu, sukuriant daigiasluoksnių ir vienasluoksnių dangų struktūrą. Dangu substratai – 1.7225 (LST EN ISO 10083–1:2006) ir 1.3343 (LST EN ISO 4957:2003) plienai. Suformavus dangas tiriamos kietumo, dilimo, adhezinės ir tribologinės savybės.

Baigiamojo darbo tyrimų metodiką galima suskirstyti į tris pagrindinius etapus:

1. bandinių paviršiaus paruošimas (šlifavimas, poliravimas, valymas);

2. deimantinės dangos suformavimas plazminių cheminių garų nusodinimo (PECVD) metodu;
3. deimantinių dangų tyrimas (dangos storis, kietis, adhezinės savybės, tribologinės charakteristikos, dilimo savybės).

Atlikus šiuos etapus tyrimų rezultatai buvo analizuojami optine mikroskopija, CLSM mikroskopija su integruotu 3D profilometru Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto Tribologijos padalinyje. Atliekant tyrimus remtasi Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto prof. Danieliaus Heimo ir „Ruebig“ GmbH & Co KG sukaupta informacine baze.

Darbo mokslinis naujumas

Apibendrinus rezultatus, gautos naujos deimantinių dangų savybių tendencijos. Jos toliau tiriamos, naudojamos ir tobulinamos įgyvendinant „Ruebig“ GmbH & Co KG ir Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto Tribologijos projektus. Toliau šios dangos bus naudojamos turbinų sparnams apsaugoti ir automobilių mechanizmų produktyvumui tobulinti, nes baigiamojo darbo metu buvo gauti tokie rezultatai:

- acetileno dujas privaloma legiruoti, nes dengiant DLC aukštos temperatūros sąlygomis sp^3 atominiai ryšiai nesiformuoja;
- dangų indentizacija yra nauja tyrimų sritis DLC tyrimuose, todėl šiems tyrimams trūksta literatūros šaltinių. Šis magistro darbas yra vienas iš pirmųjų bandymų sukurti indentizacijos tyrimų standą ir ištirti DLC reakciją į kietojo kūno prasiskverbimą.

1. LITERATŪROS APŽVALGA

1.1. Deimantinių dangų pramonė

1.1.1. Deimantų rinka

Deimanto pavadinimas kilęs iš graikiško žodžio „*adamas*“, kuris reiškia „nesulaužomas, nenugalimas“. Deimanto pavadinimas apibūdina vieną iš svarbiausių jo savybių – didelį kietumą. Deimantas yra kietiausias mineralas, kurio pagrindinė sudedamoji dalis yra anglis. Sudėtyje gali pasitaikyti ir priemaišų – silicio, geležies, titano, magnio, kalcio ir azoto (Robertson 2002). Tikras deimantas, susiformavęs žemės mantijoje, yra permatomas, tačiau, didėjant priemaišų skaičiui, keičiasi kristalo atspalviai. Mineralo išvaizdą ir pagrindines savybes lemia jo išskirtinė struktūra ir kovalentinis ryšys tarp atomų. Natūraliai deimantas susiformuoja 140–190 km gylyje, žemės mantijoje. O jų susidarymo trukmė gali trukti nuo 1,1–3,3 bilijonų metų, tai sudaro nuo 25 % iki 75 % planetos egzistavimo periodo (Janse 2007).

Deimantas yra kietiausia natūraliai susiformavusi medžiaga pagal Vikerso ir Moso skales (Mukherjee 2012). Jo kietumas priklauso nuo tyrumo, kristalografinės tvarkos ir kristalų orientacijos. Deimanto kristalinė struktūra susidaro iš klasikinės FCC gardelės ir dviejų tetraedru susijungusių atomų.

Deimanto gardelės atominis tankis (angl. *atomic packing factor*, $APF = \frac{\pi\sqrt{3}}{16} \approx 0,34$) (Askeland *et al.* 2006). Tai yra du kartus mažesnis gardelės tankis nei klasikinės plieno FCC gardelės tankis ($APF=0,74$). Deimanto tankis yra nuo 3,15 iki 3,53 g/cm³. Išskirtinė deimanto kristalografija ir gardelių orientacija leidžia juos pritaikyti įvairiose gamybos srityse.

Labiausiai paplitusi nuomonė, kad deimantas naudojamas tik juvelyrikoje, tačiau 80 % iškasamų deimantų yra netinkami juvelyrikos dirbiniams. Kiekvienais metais 27 000 kg iškastų deimantų panaudojami gamybos pramonės įrankiams. Didžiausi deimantų platintojai pasaulyje yra „De Beers of Anglo American“ ir „Alrosa“ (Rusija). 2016 metais pasaulinė deimantų rinka vertinama 1,1–1,3 bi/mėn. Amerikos doleriais. Planuojama, kad artimiausius 10 metų rinka stabiliai augs 3–5 % per metus.

Panaudojimo pramonė skirstoma į dvi pagrindines grupes. Juvelyriniai deimantai

branginami ir vertinami dėl grožio, tyrumo, ilgaamžiško papuošalų dėvėjimo, o pramoniniai deimantai naudojami dėl išskirtinio kietumo ir šilumos laidumo. Technologiniai deimantai naudojami kompiuterių mikroschemų, konstrukcijų, mechanizmų gamyboje, kasybos (mineralų gavybos, natūralių dujų ir naftos žvalgybos), akmens pjaustymo ir poliravimo, transporto pramonėse.

1.1.2. Dirbtinių deimantų gamyba

Išskirtinės deimanto savybės, plataus pritaikymo galimybės ir ribotas mineralo gavimo būdas skatina dirbtinių deimantų kūrimo poreikį. Nobelio premijos komiteto duomenimis, Nobelio premiją 1946 metais fizikos srityje laimėjo amerikiečių mokslininkas Percy Wiliamas Bridgmanas, kuris pirmasis sukūrė dirbtinį deimantą ir yra pripažintas slėginių indų technologijos pradininku. Jo bandymo metu dirbtiniam deimantui sukurti buvo naudojamas slėginis indas ir elektros energija. Jo išradimas: „Nobelio premija skiriama už aukšto slėgio prietaiso išradimą ir už išradimus, kurie buvo sukurti naudojant aukšto slėgio fiziką.“ Po šio išradimo prasidėjo pramoninis slėginių indų pritaikymas dirbtinių deimantų gamyboje. 1950 metais šią technologiją pradėjo taikyti „General Electric“. Toliau plėtojant technologiją, dirbtinių deimantų kūrimas tapo atskira pasauline pramonės sritimi. Dirbtinius deimantus galima sukurti dviem būdais: HPHT ir CVD technikomis. HPHT (angl. *High Pressure High Temperature*) metodas imituoja žemės gelmėse esančias sąlygas. Pritaikius reikiamą slėgį (5 GPa) ir temperatūrą (1500 °C) specialiuose presuose pasodinama „deimanto sėkla“. Deimanto sėkla auga anglimi prisotintoje aplinkoje ir formuoja deimantinius sluoksnius iki tol, kol susiformuoja norimų karatų dirbtinis deimantas. Didžiosios Britanijos dirbtinių deimantų gamybos įmonės „Deluxe Diamonds“ naudojamas HPHT presas ir jame sukurti deimantai (prieš apdirbimą) pateikiami 1.1 pav.



1.1 pav. a) HPHT presas; b) dirbtiniai deimantai prieš apdirbimą („Deluxe Diamonds“, Didžioji Britanija)

Kitas metodas, dažniau naudojamas pramonėje, yra garų nusodinimas. Garų nusodinimas pagal vykstančias reakcijas skirstomas į fizinį garų nusodinimą (angl. *Physical Vapour Deposition, PVD*) ir cheminį garų nusodinimą (angl. *Chemical Vapour Deposition, CVD*). Garų nusodinimas yra pranašesnis technologinis procesas nei HPHT metodas, nes CVD ir PVD metodai leidžia sukurti deimantinį sluoksnį ant medžiagų paviršių, nepakeičiant pagrindinės medžiagos savybių. Cheminis garų nusodinimas yra reguliuojamas procesas, nes jo metu kontroliuojami dujų tiekimo, temperatūros ir slėgio parametrai, kurie leidžia sukurti norimų parametrų deimantinę struktūrą. Taip pat garų nusodiniame naudojamas mažesnis slėgis ir temperatūra nei HPHT proceso metu (Donnet 2008). Dėl šių privalumų garų nusodinimo technologija naudojama gamybinėms problemoms spręsti ir deimantinėms dangoms kurti, o HPHT technika dažniausiai naudojama juvelyrikoje.

1.1.3. Deimantinių dangų klasifikacija

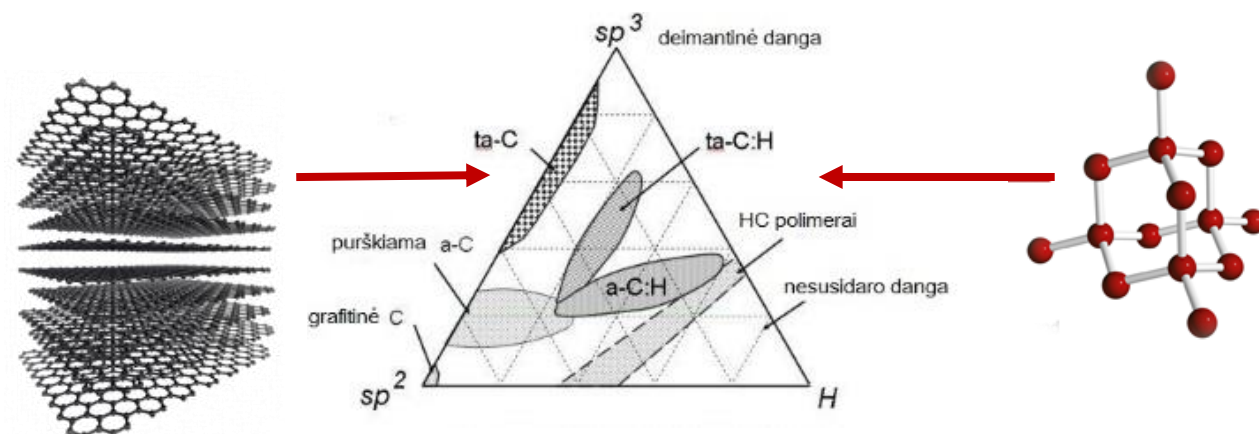
Pirmosios deimantinės dangos buvo išrastos 1950 metais (Donnet 2008), tačiau nesulaukė didelio mokslinio intereso. Po dviejų dešimtmečių Eisenbergo ir Chaboto darbas (Eisenberg *et al.* 1971) sulaukė didesnio pasisekimo, tačiau tik 1990 metais ši technologija iš tikrųjų pradėjo įsitvirtinti pasaulinėje dangų pramonėje. Pagal 2006 metais atliktus C. Donnet tyrimus, Europos Sąjungoje deimantinių dangų rinka sudarė 30 milijonų eurų (Donnet 2008). Suskaičiuota, kad 2015 metais deimantinių dangų ir deimanto savybes turinčių medžiagų rinka siekė 1,7 bilijonų Amerikos dolerių per metus, ir tikimasi, kad ši rinka augs 14,1 % kiekvienais metais.

Deimantinės dangos (DLC – *diamond like carbon*) – tai terminas, vartojamas apibūdinti amorfinės anglies formą. Dvi pagrindinės amorfinės anglies alotropinės formos: deimantas ir grafitas. Pagrindinis skirtumas tarp deimanto ir grafito yra jų atomus jungiantys ryšiai. Weissental'is ir jo kolegos yra pirmoji mokslininkų grupė, ištyrusi ir aprašiusi deimantinių dangų cheminę ir kristalinę sudėtį. Svarbiausia jų darbo išvada – deimantinės dangos neturi deimanto kristalinės struktūros, nes deimantą sudaro amorfinė anglis (Jacob *et al.* 1993).

Deimantinės dangos – tai garų nusodinimo metodu padengta amorfinė anglis (a-C) arba vandeniliu prisotinta amorfinė anglis (a-C:H). Deimantinės dangos susiformuoja dengimo proceso metu, kai iš nusodinimo dujų (arba anglies šaltinio – kietojo kūno arba skystuoju pavidalu) yra pasisavinami anglies atomai. Deimantinę dangą sieja didelio kiekio sp^3 tarpmolekuliniai ryšiai.

Pagal tribologijos teoriją deimantinės dangos (DLC) priskiriamos terminėms tribotechninėms dangoms. Jacobo ir Möllerio diagramoje galima pamatyti skirtingus sukietintos anglies tipus (1.2 pav.). Suformuotos anglies tipas priklauso nuo anglies atomų ryšių, kurie gali būti: sp^1 , sp^2 , sp^3 . Deimantinės dangos elektros laidumo, mechaninės, optinės ir tribologinės

savybės nulemia sp^3 / sp^2 struktūrų santykis ir vandenilio kiekis suformuotoje anglyje (Jacob *et al.* 1993).



1.2 pav. Jacobo ir Möllerio anglies būvio diagrama (Donnet 2008)

Trinarėje diagramoje matomos pagrindinės trys zonos: anglis ($C\ sp^3$), anglis ($C\ sp^2$) ir vandenilis (H). Būvio diagramoje galima išskirti a-C anglį (sp^2), kuri dažniausiai padengiama purškimu ir dar vadinama stikliškąja anglimi (angl. *glassy carbon*). a-C nėra priskiriama deimantinių dangų kategorijai, bet patobulintais purškimo būdais, pvz., magnetroniniu būdu, galima sukurti deimantinės dangos sluoksnį su pakankamu sp^3 / sp^2 struktūrų santykiu. a-C anglis savo sudėtyje turi mažiau nei 1 % vandenilio.

Ta-C anglies danga formuojama vakuuminėje aplinkoje, sintezuojant iš grafito. Ši danga yra tetraedrinė, amorfinė anglis, kurią sudaro didelis sp^3 atominių ryšių kiekis ir labai mažas vandenilio kiekis. Ta-C struktūra artimiausia deimanto kristalografijai. Dešiniajame kampe yra vandenilis (H), kurio kiekis yra per didelis vientiso dangos sluoksnio suformavimui, todėl susiformuoja tik dujų molekulių ryšiai.

Riba, nuo kurios galima suformuoti danga, prasideda nuo acetileno kiekio padidėjimo procese, šie regionai žymimi a-C:H. a-C:H dangos yra vandeniliu prisotinta amorfinė anglis, turinti skirtingą sp^3/sp^2 santykį ir vandenilio kiekį, nuo kurio priklauso dangos savybės. Dažniausiai jos padengiamos cheminiu garų nusodinimu plazma arba cheminiu garų nusodinimu jonų bombardavimu.

Cheminio garų nusodinimo plazma procesu padengiamos a-C:H anglies dangos, kuriose yra apie 20–25 % vandenilio, kituose regionuose vandenilio kiekis gali siekti apie 60 % viso bendro atomų skaičiaus. Anglies būvio diagramoje pateiktos anglies dangos gali būti padengiamos įvairiomis technikomis, tačiau našiausios ir dažniausiai naudojamos yra fizinis garų nusodinimas, cheminis garų nusodinimas plazma, nusodinimas pulsuojančio lazerio galia, magnetroninė purškimo technika.

Vokietijos inžinierių bendrija (vok. *Verein Deutscher Ingenieure (VDI)*, angl. *Society of German Engineers*) 2005 metų lapkritį išleido direktyvą VDI2840 „Carbon Coatings“, kuri nurodo deimantinių dangų (DLC) klasifikavimą ir vartotinus terminus. Išskiriamos pagrindinės septynios amorfinės anglies rūšys:

1. a-C amorfinė anglis;
2. ta-C tetraedrinė amorfinė anglis;
3. a-C:Me metalu legiruota amorfinė anglis (Me = W, Ti, Cr);
4. a-C:X legiruota amorfinė anglis (X = Si, O, N, F, B);
5. a-C:H amorfinė anglis su vandeniliu;
6. ta-C:H tetraedrinė amorfinė danga su vandeniliu;
7. a-C:H:Me metalu legiruota amorfinė anglis su vandeniliu (Me = W, Ti, Cr);
8. a-C:H:X legiruota amorfinė anglis su vandeniliu (X = Si, O, N, F, B).

Direktyvoje taip pat nurodomas skirtumas tarp sp^3 ir sp^2 struktūros dangų:

„Šie sp^3 gali susidaryti ne tik tarp kristalų, bet ir amorfiniuose kietuosiuose kūnuose, kurių molekulės išsidėsčiusios atsitiktinai. Šiuo atveju cheminis ryšys atsiranda tarp kelių atomų ir jų struktūra nulemia amorfinės anglies dangos savybes. sp^2 struktūros dangos yra minkštesnės dangos, o sp^3 tipo struktūros dangos kietesnės.“

Kiečiausia ir stipriausia yra tetraedrinė anglis (ta-C). Pavyzdžiui, ta-C 2 μm storio danga gali pagerinti nerūdijančio plieno atsparumo nusidėvėjimui nuo vienos savaitės iki 85 metų. Tokia danga vadinama „tyra“, nes ją sudaro tik sp^3 tarpkristaliniai ryšiai (Kržan *et al.* 2009). Skirtingų amorfinės anglies būvių parametrai pateikiami 1.1 lentelėje.

1.1 lentelė. Amorfinių anglies formų charakteristikos (Donnet 2008)

Anglies forma	Kovalentinis ryšys sp^3 , (%)	Vandenilio kiekis, (%)	Tankis, g/cm^3	Jungo modulis, GPa	Kietis, GPa
Deimantas	100	0	3,5	1,7	100
Grafitas	0	0	2,3	10	–
Purškiama anglis (a-C)	5	0	2,2	150	–
ta-C	88	0	3,1	338	80
ta-C:H	70	30	2,4	300	50
a-C:H kieta anglis	40	30–40	1,6–2,2	90–220	10–20
a-C:H minkšta anglis	60	40–60	1,2–1,6	30–160	<10

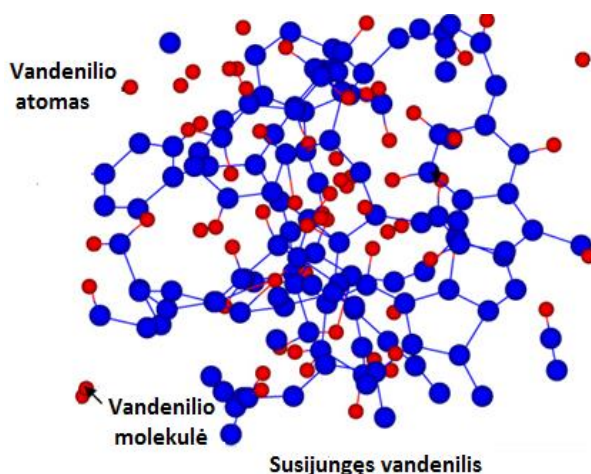
Magistro darbe tribologiniu atžvilgiu nagrinėjamos a-C:H kietos anglies ir a-C:H minkštos anglies klasių dangos. Deimantinės dangos suformuotos plazminiu cheminiu garų nusodinimo metodu, sukuriant sp^3/sp^2 atominių ryšių santykį dangos struktūroje.

1.1.4. Amorfinių deimantinių dangų savybės

Pagrindinės DLC savybės: didelis kietumas, žemas trinties koeficientas, elektrinis izoliavimas, geras atsparumas korozijai, cheminis inertiškumas, optinis permatomumas, galimybė selektyviai absorbuoti fotonus, tolygus paviršius ir atsparumas nudilimui. Tokių savybių dangos pritaikomos pjovimo įrankių ašmenų padengimui, kompiuterių kietiesiems diskams, silicio saulės elementams, MEMS, ortopediniams implantams, optiniams lęšiams, vidinio degimo variklio dalims.

Tiriant deimantinę dangą išaiškėja, kad viena iš pagrindinių savybių, lemiančių dangos kokybę – tribologinės deimantinės dangos savybės ir tribologinio mechanizmo aplinka. DLC dangos pasižymi dideliu kietumu ir žemu trinties koeficientu. Tačiau technologijos trūkumas – dideli vidiniai įtempiai ir mažas adhezijos stipris, dėl kurio suprastėja dangos savybės dirbant su didelėmis apkrovomis (Beake *et al.* 2015).

Baigiamojo darbo objektas yra cheminiu garų nusodinimu plazma padengtos DLC dangos. Jų atomų išsidėstymą galima matyti 1.3 pav. CVD proceso metu reaktoriuje metano arba acetileno dujos yra anglies šaltinis, reikalingas padengti DLC dangas. Esant tokioms proceso dujoms DLC struktūrą sudaro ne tik anglis, bet ir vandenilio atomai.

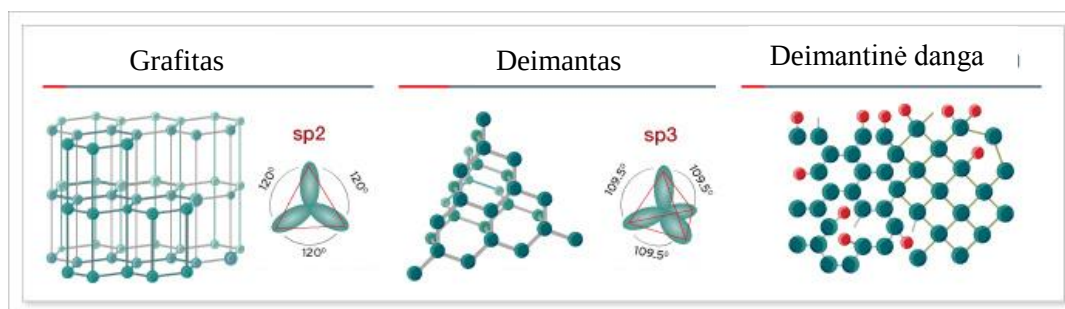


1.3 pav. Atominės DLC struktūros molekulinė dinaminė simuliacija (Donnet 2008)

Jeigu amorfinė anglis formuojama naudojant plazmą, galima padengti dangas, kuriose yra daugiau nei 40 % vandenilio, priklausomai nuo proceso dujų sudėties. Vieną iš išsamiausių amorfinės anglies studijų atliko Ferraris ir Robertsonas (Ferrari *et al.* 2000).

Amorfinėje anglyje esančių sp^2/sp^3 dalelių kiekį nulemia plazmos parametrai. Svarbiausi parametrai – elektros įtampa ir dujų slėgis. Elektros įtampa reguliuojama RF arba pulsuojančiu DC energijos šaltiniu. Norimas dujų slėgis reaktoriuje priklauso nuo dujų debito proceso metu. Stengiamasi, kad nusodinimo metu jonai turėtų pakankamai energijos sudaryti sp^3 ryšiams tarp anglies atomų, kuris leidžia suformuotą struktūrą vadinti DLC („Diamond-like Carbon“). Bet jeigu jonų energija yra pernelyg didelė – susidaro sp^2 grafitą atitinkantys ryšiai. sp^2 ryšiai sukuria minkštesnes dangas tribologiniu atžvilgiu. O sp^3 ryšiais sukurta danga turi deimanto kietumo savybių, todėl taip nusodintos dangos tribologiniu atžvilgiu yra kietesnės.

Grafitas ir deimantas turi skirtingas tribologines savybes. Deimante atomai yra susijungę tetraedriniais ryšiais, nes anglies atomai susijungia su jiems artimiausiu atomu, sudarydami sp^3 ryšius. Dėl to susidaro didelė jungiamoji atominė energija viename tūrio vienetė (visomis trim kryptimis). Detalus atomų išsidėstymas matomas 1.4 pav.



1.4 pav. Atomų išsidėstymas grafitė, deimante ir amorfinėse deimantinėse dangose (Donnet 2008)

Tribologijos srityje suteikia vieną iš žemiausių trinties koeficientų ir nusidėvėjimo koeficientų (Erdemir *et al.* 2006). Dėl cheminio inertiškumo DLC dangos yra atsparios korozijai ir oksidų atakoms rūgštinėse ir šarminėse aplinkose. Padengus sp^3 struktūros deimantinę dangą, ji pasižymi labai geromis tribologinėmis savybėmis (Forsich *et al.* 2013):

- trinties koeficientas 0,05–0,2 (Koizumi *et al.* 2008);
- didelis kietis;
- geros adhezinės savybės;
- atsparumas rūgščių poveikiui;
- atsparumas nudilimui (Pauschitz 2013).

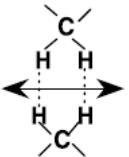
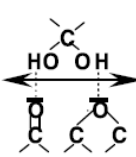
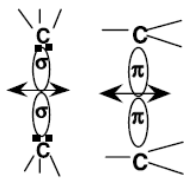
Visos šios savybės gali būti modeliuojamos pagal nusodinimo proceso parametrus, parinktas pagrindo medžiagas ir reakcinių dujų grynumą. Pramonės ir mokslo srityse deimantinės dangos yra naudojamos dėl jų didelio kietumo (Patscheider *et al.* 2004), paviršiaus stabilumo

veikiant aukštai temperatūrai (~500–600 °C ore ir 1400–1700 °C inertinėje atmosferoje) (Dean *et al.* 1999), aukšto šilumos laidumo (~20 W/cm).

Deimantinė danga pasižymi dideliu kietumu ir tuo pat metu turi žemą trinties koeficientą. Toks savybių santykis leidžia naudoti DLC tribologiniuose mechanizmuose, kurie reikalauja didelio paviršiaus kietumo, o mažas trinties koeficientas leidžia taupyti energijos sąnaudas.

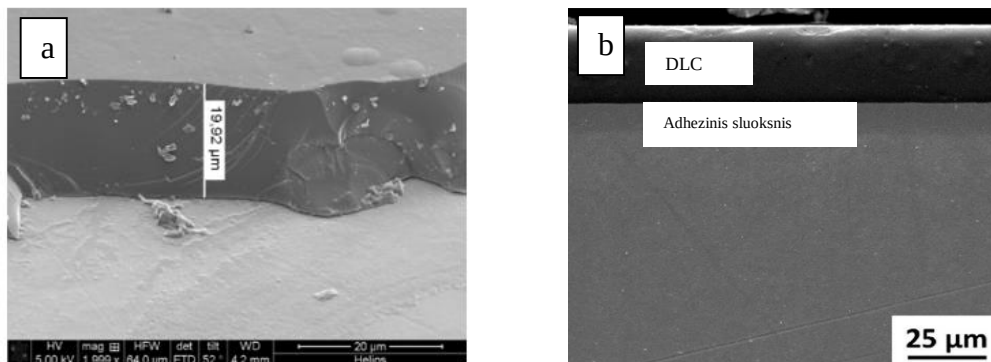
Sauso bandymo aplinkoje grafito trinties koeficientas viršija 0,3, tačiau drėgname ore trinties koeficientas sumažėja iki 0,15 (Podgornik *et al.* 2001). a-C dangos turi panašias tribologines savybes kaip grafitas. Kietos ta-C arba DLC dangos be vandenilio turi mažesnę trinties koeficientą drėgname ore. Jų parametrai pateikti 1.2 lentelėje.

1.2 lentelė. DLC trinties molekuliniai mechanizmai

Deimantinės dangos tipas	a-C:H	a-C:H arba a-C	Deimantinės dangos be vandenilio (ta-C ir a-C)
Trinties koeficientas	<0,2	0,1–0,2	>0,5
Sąveikos tipas	Van der Valso	Vandenilis	π arba σ
Energija (eV/bond)	0,08	0,2	0,4–0,8
Sąveikos schema			
Bandymo aplinka	Lanksti (inertiškoje aplinkoje)	Drėgnoje aplinkoje	UHV

Jeigu danga nusodinime naudojamas azotas, tai sumažina vidinius įtempius dangoje ir suformuoja santykinai minkštą dangą. Papildomų elementų įterpimas leidžia nusodinti storesnes dangas su mažesniais vidiniais įtempiais, tačiau dangos kietumas taip pat gali sumažėti (Kato *et al.* 2003).

DLC tribologinės savybės tobulinamos gerinant adhezinį ryšį su substratu. Jeigu tarp dangos ir substrato yra mažas adhezinis ryšys, danga gali sutrūkti ir nusilupti nuo substrato paviršiaus dėl esančių aukštų normalinių apkrovų ir kirpimo jėgų, kurių atsiranda susidarius slidimo kontaktui. 1.5 a pav. DLC (storis 20 μm) padengta ant AISI 316L plieno, be papildomo adhezinio sluoksnio. Dalibon straipsnyje teigiama, kad adhezijos sluoksnis (1.5 b pav.) sukuria papildomą sukibimą tarp substrato ir dangos (Dalibon *et al.* 2015). Abu bandiniai padengti ant to paties substrato – AISI 316L.

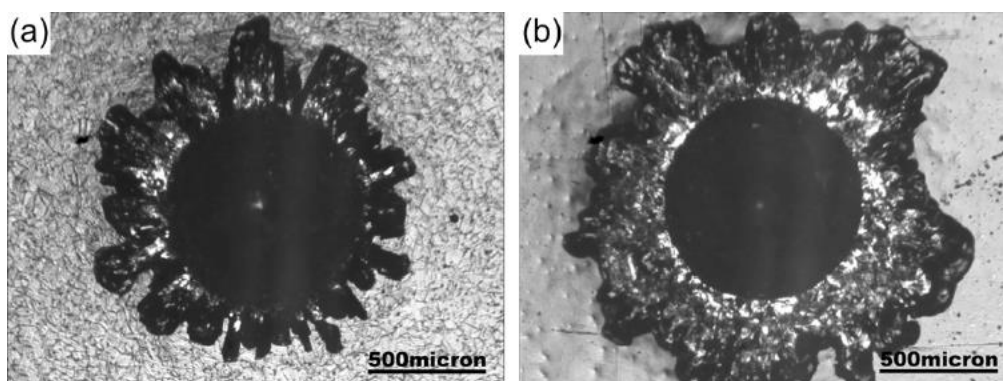


1.5 pav. DLC bandinių pjūvio SEM mikrografos: a) DLC be papildomo adhezinio sluoksnio; b) su papildomu adhezinio sluoksniu (Dalibon *et al.* 2015)

DLC ir substrato, kuris linkęs suformuoti karbidus ir silicidus. Jų formavimąsi dažniausiai gali sukelti Si, Ti, Cr, W ir Nb įterpimas. Iš azoto sukurtas adhezinis sluoksnis turi įtakos mechaninėms dangos savybėms (Dalibon *et al.* 2016). Šis sluoksnis pagerina paviršiaus pasipriešinimą kietesnio kūno prasiskverbimui ir deformacijoms dėl padidėjusio kietumo ir dangos standumo. DLC savybės keičiamos manipuliuojant įterpiamaisiais elementais. Įterpiant Si, Ti, W į DLC filmus buvo pastebimos geresnės trinties ir nusidėvėjimo savybės ir didelis atsparumas įbrėžimams esant didelėms kontaktinėms apkrovoms.

Svarbiausias įterpiamasis elementas yra azotas. Įžotintos deimantinės dangos (angl. *carbon nitride films*) pasižymi didesnėmis kietumo reikšmėmis, geresnėmis tribologinėmis savybėmis. Todėl azoto dengimo aplinkoje mažai pastebėta, kad dangos trinties koeficientas nestabilus ir aukštas, jeigu azotas įvedamas į dengimo sistemą, trinties koeficientas tolygus ir žemas.

Pagal tolimesnius Dalibon tyrimus matoma, kad įžotintas sluoksnis sumažina įtempius tarp dangos ir substrato ir pagerina adhezijos savybes (Chicot *et al.* 2011). Adhezijos bandymas buvo atliktas tiriant kietumą Rokvelo metodu naudojant C skalę su 1500 N apkrova. Dangos įtrūkio regionas palei indentoriaus įspaudą pateikiamas 1.6 pav. Įtrūkiai palei įžotintą bandinį mažesni 1.6 b pav., negu palei neįžotintą bandinį 1.6 a pav. Daugiausia išsidėvi danga, kurios kietumas didžiausias (Liskiewicz *et al.* 2013).



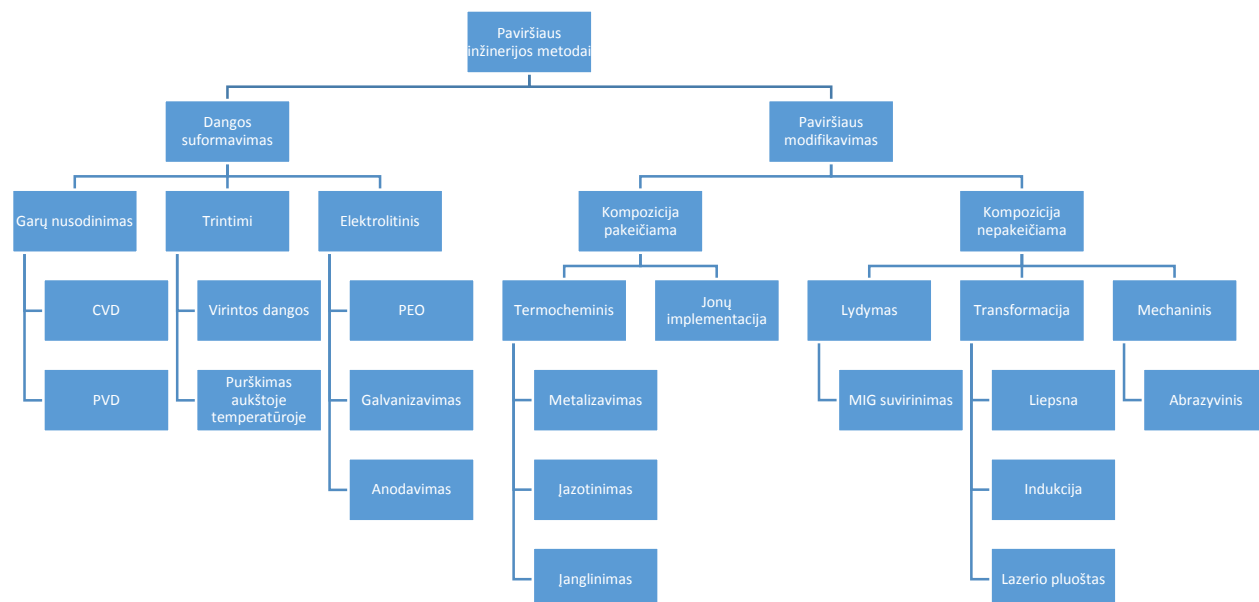
1.6 pav. DLC nuotrauka po Rokvelo bandymo: a) padengtas DLC; b) padengtas DLC ir įzotintas (Chicot *et al.* 2011)

Tačiau viena iš neigiamų deimantinių amorfinių dangų savybių yra sistemos termodinamikos nestabilumas, nes esant per didelei išorinei terminei energijai anglies atomai gali pradėti persigrupuoti ir sukurti naujus ryšius, tokius kaip grafitas. Tokiu atveju vietoj kietos dangos susiformuoja grafito dulkės.

1.2. Deimantinių dangų sintezavimo technologija

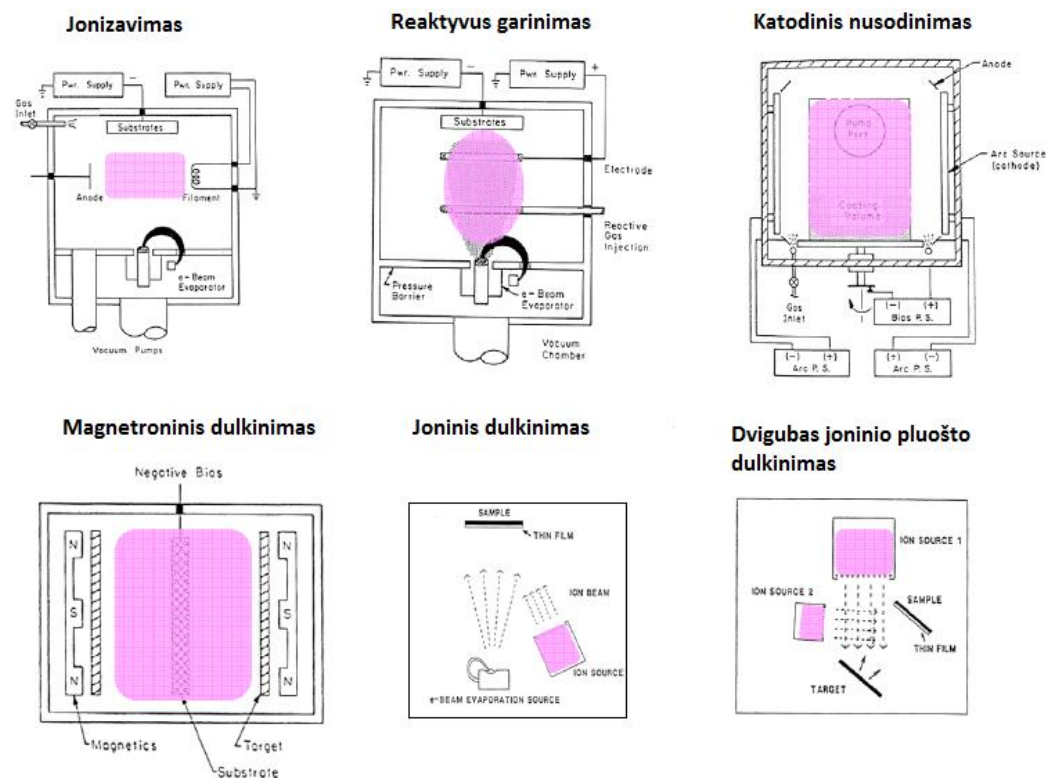
1.2.1. Garų nusodinimo metodai

Deimantų kūrimas priskiriamas paviršiaus inžinerijos kryptčiai. Pagal 1.7 pav. paviršiaus inžinerijos hierarchiją galima pamatyti, kad deimantui suformuoti naudojamos dvi pagrindinės cheminio garų nusodinimo technologijos: CVD ir PVD metodai (Donnet *et al.* 2008).



1.7 pav. Paviršiaus inžinerijos metodų hierarchija (Donnet 2008)

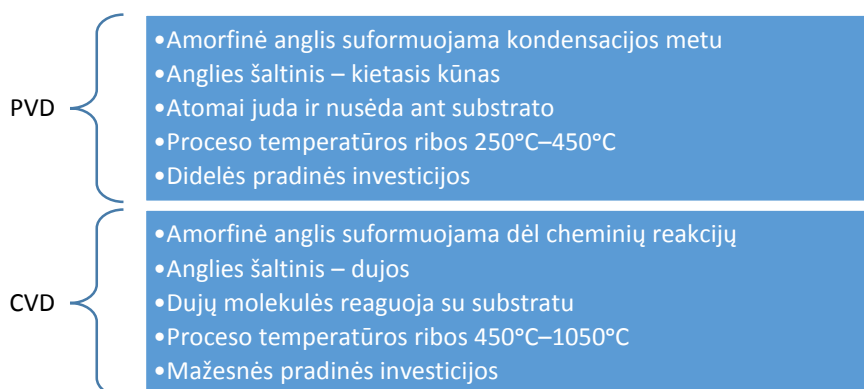
Deimantinės dangos efektyviausiai sukuriama cheminio garų nusodinimo būdu. Garų nusodinimas vyksta vakuuminiame reaktoriuje, kuriame garinamos medžiagos, kondensuodamosi jos nusėda ant pagrindo paviršiaus. Ši technologija dažniausiai naudojama deimantinėms dangoms užauginti ant dengiamo paviršiaus. Tačiau tobulėjant technologijoms amorfinę anglį galima susintetinti ir kitais metodais. 1.8 pav. parodyti kiti populiarius metodus, naudojami amorfinės anglies formavimui.



1.8 pav. DLC dengimo skirtingų metodikų schemas (Donnet 2008)

Garų nusodinimas turi daug atmainų ir patobulinimų, tačiau pagrindinės šios technologijos šakos yra fizinis garų nusodinimas ir cheminis garų nusodinimas. Šie procesai skiriasi tuo, kad fizinio garų nusodinimo metu garų šaltinis yra skystis arba kieta medžiaga, o cheminio garų nusodinimo – reaktyviosios dujos.

Išskiriami pagrindiniai PVD ir CVD metodai, kuriais galima nusodinti deimantines dangas, kurių proceso temperatūra siekia nuo minusinės temperatūros iki 400 °C (Donnet *et al.* 2006). Dengimo parametrai (proceso temperatūra, slėgis, elektros srovės stipris) priklauso nuo pasirinkto nusodinimo metodo (1.9 pav.)



1.9 pav. Cheminio ir fizinio garų nusodinimo skirtumai

Dengiant deimantines dangas maksimalios ir minimalios parametrų reikšmės gali smarkiai kisti. DLC dengimo parametrai laikomi gana lanksčiais, tai nebūdinga kitoms anglies atmainoms – kristalinio deimanto, anglies dangoms, kurios turi labai siaurą dengimo parametrų ruožą (1.10 pav.).

PVD privalumai	CVD privalumai	CVD trūkumai	PVD trūkumai
☐ Žema proceso temperatūra ☐ Ekologiškas procesas	☐ Didelis nusodinimo greitis ☐ Gerai padengia sudėtingos geometrijos gaminius	☐ Sudėtingas cheminis procesas ☐ Prekursoriaus medžiagos toksiškos ☐ Išmetamos medžiagos – koroduojančios ir toksiškos ☐ Aukšta proceso temperatūra (virš 600 °C) padidina substrato metastabilumą ☐ Didelė temperatūra padidina terminių įtempių ir klaidų kiekį	☐ Aukštos klavifikacijos personalas

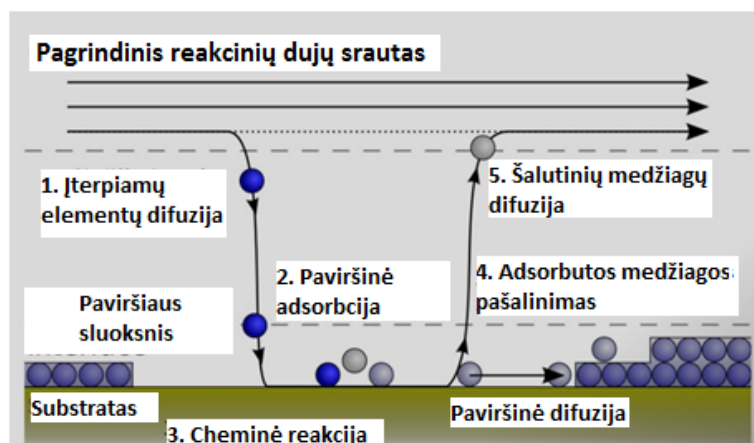
1.10 pav. Pagrindiniai PVD ir CVD privalumai ir trūkumai

PVD proceso metu reaktoriaus dugne kaitinama medžiaga – kietos arba skystos būsenos, tuomet kylantys garai kondensuojasi ant dengiamo paviršiaus. Tokiu būdu galima padengti mažus plotus ypač plonais atominiais sluoksniais. Šį procesą galima skatinti su specialiomis dujomis, didinant elektrinio lauko įtampą, arba naudoti plazminį dengiamos medžiagos bombardavimą dujų jonais. Šiuo metodu sukuriama labai plonos deimantinės dangos semikonduktorių prietaisams ir mažų matmenų pjovimo įrankiams.

PVD ir CVD procesuose angliavandenilio dujos (metanas, acetilenas) naudojamos kaip anglies šaltinis dengimui. Taip pat kristalinės anglies medžiagos (grafitas, anglies kompozitinės medžiagos) gali būti naudojamos kaip anglies šaltinis PVD dengimo metu. Dažniausiai tokie anglies šaltiniai naudojami lankiniame PVD, lazerinio abliavimo (pulsuojančio lazerinio pluošto, PLD), joninio nusodinimo, magnetroninio dulkinimo metu.

Baigiamojo darbo bandiniams padengti naudojamas „Ruebig“ pramoninis-mokslinis cheminio garų nusodinimo reaktorius, kuriame vyksta medžiagos išgarinimo ir garų kondensacijos

ant pagrindo skatinimas, papildomai tiekiant reakcines dujas. Cheminio garų nusodinimo reakcijos, vykstančios ant substrato paviršiaus, pavaizduotos 1.11 pav.



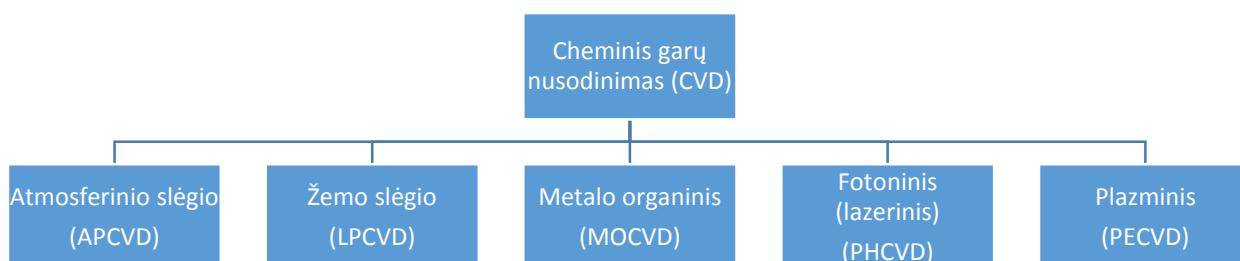
1.11 pav. Cheminio garų nusodinimo mechanizmas („Plasma Electronic GmbH“)

Ši technologija yra našesnė, ekonomiškesnė deimantinių dangų dengimo atžvilgiu, nei fizinio garų nusodinimo technologija. Šiuo būdu dažniausiai padengiamos santykinai storos dangos, taip pat itin grynos sintetinės medžiagos (pvz., sintetinis deimantas).

Cheminis garų nusodinimas skirstomas pagal šiuos kriterijus (Dwivedi *et al.* 2012):

1. pritaikymą,
2. procesą arba reaktoriaus tipą,
3. garų šaltinį arba cheminę reakciją.

Pagal šiuos pagrindinius kriterijus cheminio garų nusodinimo procesai gali vykti karštų arba šaltų sienelių reaktoriuose, subtoriniuose ir viršatmosferiniuose slėgiuose, su reakciją aktyvinančiomis dujomis arba be jų. Procesų temperatūra svyruoja nuo 200–1600 °C. Taip pat paplitusi tendencija yra cheminio garų nusodinimo procesą sujungti su papildomais procesais, tokiais kaip plazmos, jonų ar fotonų bombardavimu, lazerio energija, degimo reakcijomis, siekiant padidinti dengimo greitį ir/arba sumažinti dengimo temperatūrą. Kadangi cheminių garų nusodinimų yra daug atmainų, šiame darbe aptariamos tik pagrindinės jų rūšys. Pagrindinės ir dažniausiai naudojamos cheminio garų nusodinimo reakcijos (Danny 2006) pavaizduotos 1.12 pav.



1.12 pav. Cheminio garų nusodinimo (CVD) klasifikacija (Donnet 2006)

Iš šių pagrindinių ir dažniausiai naudojamų nusodinimo būdų tolesnei analizei pasirinktas cheminis garų nusodinimas plazma (PECVD). PECVD procesas yra pranašesnis, nei kiti cheminiai garų nusodinimo procesai, nes deimantinė danga auga greičiau, t. y. dangos nusodinimo greitis yra didesnis. Todėl PECVD metu galima auginti labai storus deimantinių dangų sluoksnius ir padengti geometriškai sudėtingas detales. Tinkamai parenkant proceso parametrus lengvai reguliuojamos išlaidos, nereikia judinti detalės ar keisti jos padėties. Aplinkai nekenksmingas PECVD procesas leidžia sukurti storesnes deimantines dangas ant metalo paviršiaus, kurios gerina korozines, atsparumo dilimui savybes, turi žemą trinties koeficientą, taip sudaromos galimybės naudoti dangas daugelyje sričių. Šiame magistro darbe kuriama DC plazmos sistema, kurios pagrindas yra magnetinio lauko sukūrimas tarp dviejų skirtingų potencialų. Šios technikos privalumas – esant plazmos arkai galima padengti didelį paviršių bandinių ir išlaikyti aukštą dengimo greitį (dujų nusodinimo greitis yra nuo 1 iki 10 nm/s).

Cheminio garų nusodinimo plazma energijos sąnaudos yra mažesnės nei kitų metodų dėl:

- mažesnės temperatūros, todėl katodu ir anodu teka mažesnė elektros energija (Owensa *et al.* 2015);
- pulsuojančios srovės režimo sumažėja proceso temperatūros energijos sąnaudos.

Jeigu naudojamas CVD metodas, nusodinimo greitis didesnis, deimanto sukūrimo greitis didesnis, tolygesnis paviršius ir kartu pagerinamos metalo savybės. Turi trinties koeficientą, panašų į teflono.

Deimantinių dangų mechaninės savybės priklauso nuo nusodinimo metodo. Mechaninių savybių kitimas priklausomai nuo dengimo metodo vaizduojamas 1.3 lentelėje. Taip pat galima pastebėti, kad masinėje gamyboje populiariausi nusodinimo metodai yra PECVD ir PVD (Donnet 2008).

1.3 lentelė. DLC savybių priklausomybė nuo dengimo metodo (Donnet 2008)

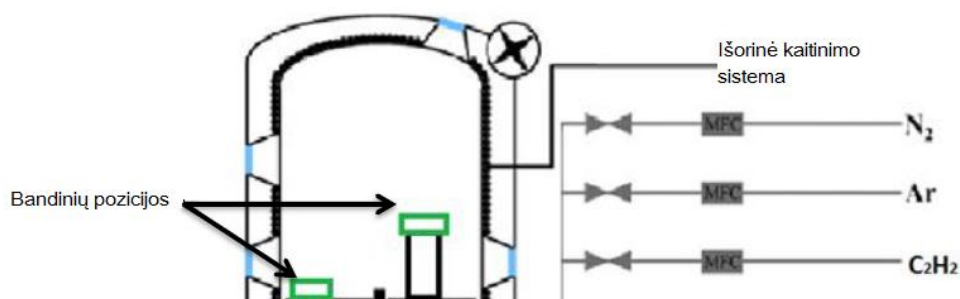
	Metalu legiruota DLC	Amorfinė įangliavandenilinta DLC	Siliciu legiruota DLC	Purškiama DLC	DLC be angliavandenilio
Tipas	WC–C:H	a:C:H	a:C:H–Si	a–C	ta–C
Metodas	PVD/PECVD	PECVD	PECVD	PVD	PVD

Kietumas (HV _{0,05})	800–2200	1500–3500	1500–2500	2000–4000	3000–7000
Trinties koeficientas	0,1–0,2	0,05–0,015	0,05–0,1	0,05–0,1	0,02–0,1
Vidiniai įtempiai (GPa/μm)	0,1–1,5	1–3	1–3	2–6	1–3
Storis (μm)	1–10	1–10	1–10	1–3	1–3
Pramoninis panaudojimas	+	+	+	+	+
Masinė gamyba	+++	+++	++	+++	++

Tačiau cheminis garų nusodinimas plazma turi trūkumų. Jei šiuo metodu yra nusodinamas storesnis dangos sluoksnis, yra tikimybė, kad nusodintoje dangoje atsiras įtrūkių, klupdymų, raukšlių, dėl elektrodų erozijos gali atsirasti nešvarumo intarpų.

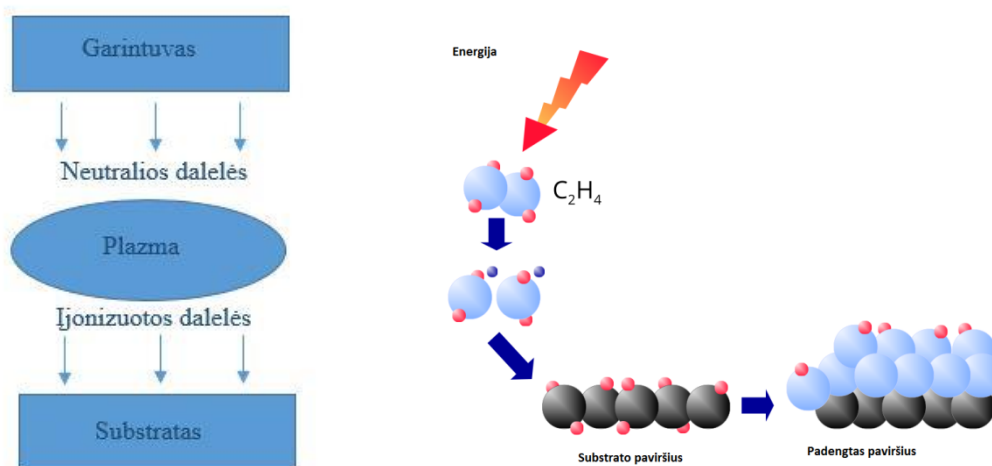
1.2.2. Cheminio garų nusodinimo plazma technologija

Tipinė cheminio garų nusodinimo plazma sistema (1.13 pav.) (Forsich *et al.* 2008) susidaro iš išorinės kaitinimo sistemos, dujų tiekimo ir paskirstymo sistemos ir oro pumpavimo sistemos su slėgio kontroliavimu vožtuvais. Energija palaikoma pulsuojančia DC srovės maitinimo sistema, kurios darbinė eiga 20 % ir pulsavimo dažnis 1 kHz, įtampa 450 V. Reaktorius pagamintas iš nerūdijančio plieno slėginio indo, kuris veikia kaip anodas, o jo viduje esantys elektrodai – katodas. Apžvalgos langelis leidžia apžiūrėti reaktoriaus įkrovimą ir patikrinti, ar dengiami bandiniai nelielia įkaitusių sienelių. Silicis turi atskirą tiekimo ir šildymo sistemą tam, kad būtų išvengta garų kondensacijos, dujoms besimaišant bendrame vamzdyne. Proceso metu naudojamos acetileno (C₂H₂), vandenilio (H₂), argono (Ar) ir silicio (Si) dujos, kurių tiekimas reguliuojamas masės srauto jutikliais. Šių jutiklių nustatymas reguliuojamas iš centrinio kompiuterio per gamintojo programinę įrangą. Vakuumas ir slėgis reaktoriuje pasiekiamas vakuuminio siurbliu ir kontroliuojamas vožtuvais, slėgis 50–400 kPa (0,5–4 bar). Temperatūra proceso metu 623 ir 823 K (350 °C ir 550 °C).



1.13 pav. Cheminio garų nusodinimo plazma sistemos schema (Forsich 2008)

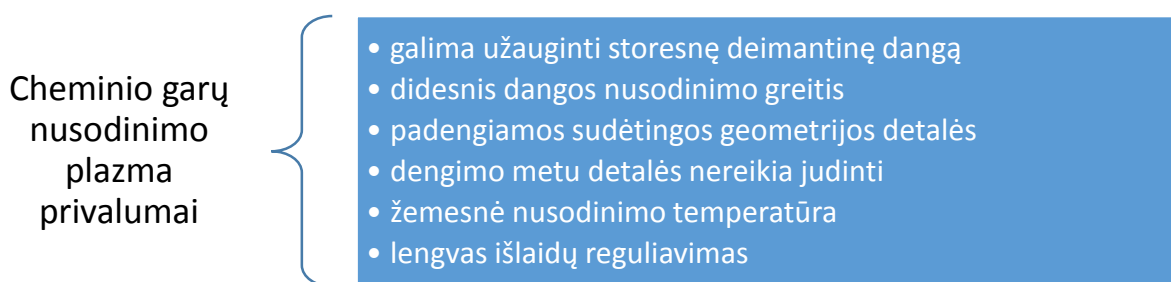
Plazma cheminio garų nusodinimo metu gali būti sugeneruota keliais būdais ir pagal tai yra skirstomos skirtingos plazmos rūšys: mikrobangų plazma (2,45 GHz), nuolatinio dažnio (RF) (13,56 MHz), nuolatinės srovės (DC) plazma, kuri gali būti šaltoji plazma, reikalaujanti mažesnės elektros energijos, arba daug elektros energijos reikalaujanti plazma, kuri sukuria arką arba terminę plazmą. Plazminis cheminis garų nusodinimas formuojamas vakuuminėje aplinkoje, naudojant aukštos įtampos elektros energiją, siekiant išjudinti azoto jonus, kurie bombarduotų metalo paviršių. Toks plazmos poveikis gali sukurti temperatūros netikslumus ir perkaitinimo tikimybę. PECVD proceso schema pateikta 1.14 pav.



1.14 pav. PECVD proceso schema („Plasma Electronic GmbH“)

Esant tokiai sistemos konstrukcijai, reikia priimti projektavimo sprendimus, kurie turės tolimesnės įtakos dangos nusodinimo kokybei. Visų pirma reikia nustatyti reaktoriaus tipą. Galimi du tipai: karštų sienelių ir šaltų sienelių. Karštų sienelių reaktoriai gali padengti didelius dangų plotus, t. y. jie gali dengti daugiau bandinių vienu metu. Tačiau tokio reaktoriaus trūkumas yra tai, kad jo sienelės užsiteršia ir jas reikia periodiškai valyti. Šaltų sienelių reaktoriuose yra įkaitinami

bandiniai, bet paties reaktoriaus sienelės lieka neįkaitusios (jos yra aušinamos). Šaltų sienelių reaktorius reikia rečiau valyti, mažesnės energijos sąnaudos temperatūrai palaikyti, nes reaktorius yra greitai įkaitinamas ir greitai ataušinamas. Šaltų sienelių reaktoriams nereikalinga vakuumo sistema. Tokio reaktoriaus trūkumai: galimi dideli temperatūros svyravimai, kurie nulemia dangos storio netolygų pasiskirstymą, mažesnį galimų padengti bandinių kiekį ir didesnius terminius įtempius ant pagrindo medžiagos, jei įkaitinimas ar aušinimas atlikti per greitai. Šio reaktoriaus kūrimui pasirenkamas karštų sienelių reaktorius, nes tokia reaktoriuje galima padengti daugiau bandinių ir darbas vyksta našiau. Galima sukurti daugiau bandinių su tokiais pat parametrais ir dujų kompozicija, vienodomis dangos savybėmis.



1.15 pav. Cheminių garų nusodinimo plazma privalumai

Cheminių garų nusodinimo plazma vienas iš technologinių privalumų yra tai, kad dengimo procesas gali būti optimizuojamas įvedant papildomus technologinius veiksmus (1.15 pav.). Pavyzdžiui, tam, kad deimantinė danga gerai sukibtų su pagrindo metalu, patartina suaktyvinti medžiagos paviršių, sukuriant papildomą adhezinį sluoksnį naudojant įžotinimą. Procesas, kurio metu paviršius įžotinamas plazma arba įžotinamas jonais, buvo išrastas Wehnheldt'o ir Berghause'o 1932 metais, bet pramonėje pradėtas naudoti tik 1970 metais. Jei atliekamas įžotinimas, pagerinamas dangos atsparumas nuovargiui. Azotas įsiskverbia į plieno paviršių. Komerciniams tikslams dažniausiai naudojamas įsiskverbimo sluoksnis 200–300 μm, labai retais atvejais 600 μm. Tokio sluoksnio sudarymas padidina paviršiaus kietumą ir lemia tolygesnį paskirstymą, dangos įsiskverbimo gylį. Taip pat galima taikyti legiravimą su įvairiomis medžiagomis, pvz., siliciu, siekiant pagerinti elastines dangos savybes. Cheminių garų nusodinimo plazma metu, uždedant papildomą sluoksnį prieš dengimą, pagerinamos konstruktyvumo savybės, bet sumažėja kietumas (Bernoulli *et al.* 2015).

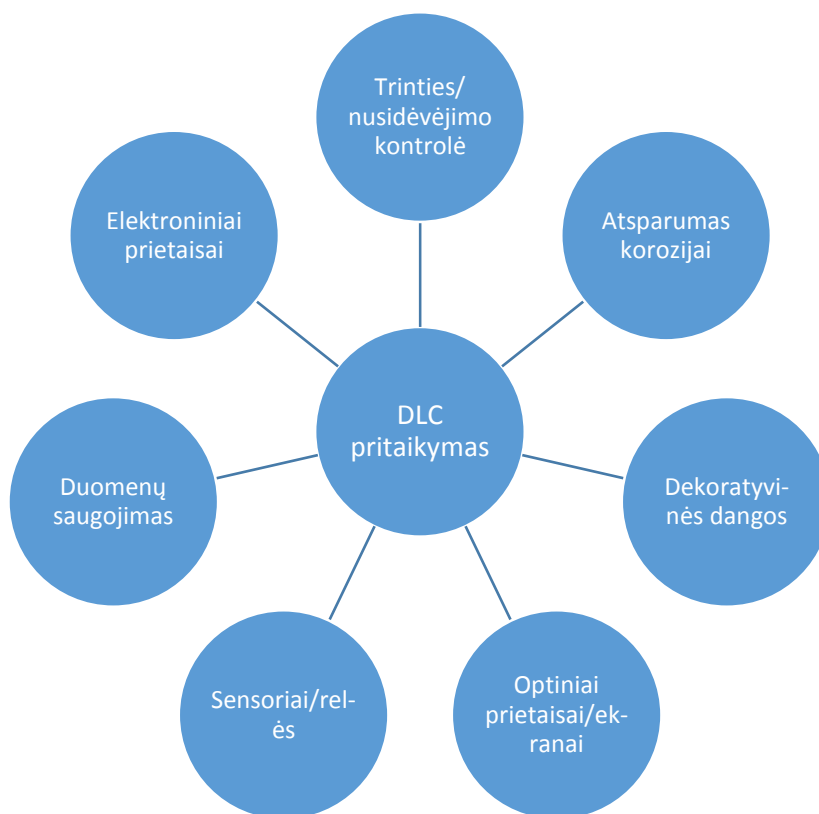
1.3. Deimantinių dangų praktinė vertė

1.3.1. Deimantinių dangų pritaikymas pramonėje

DLC yra amorfinės anglies forma, kuri turi sp^3 ir sp^2 ryšius, ir mechaninės dangos savybės kinta priklausomai nuo sp^3 / sp^2 santykio. Deimantinės dangos architektūra gali būti suformuojama įvairiais metodais, todėl pakoregavus nusodinimo proceso (CVD) parametrus galima išgauti įvairias dangos paviršiaus savybes. DLC pritaikymas mechaninėse sistemose gali būti skirstomas į dvi sritis:

- nano/mikro (MEMS, NEMS) (Beake *et al.* 2015);
- makrodydžio objektai (guoliai, pavaros, stūmokliai, kuro injektoriai) (Gahlin *et al.* 2001).

Pagrindinės deimantinių dangų pritaikymo sritys pateiktos 1.16 pav.



1.16 pav. Deimantinių dangų pritaikymo sritys

PECVD metodas taikomas mechanizmų paviršiams restauruoti (Kalin *et al.* 2005). Plieno paviršiaus kietinimas plačiai tiriamas Paviršiaus inžinerijos ir plonų dangų Fraunhoferio institute (*Fraunhofer Institut Schicht- und Oberflächentechnik*), Vokietijoje. Fraunhoferio institute DLC dangos nusodinamos ant medžio pjovimo įrankių, mikroabrazyvinių pieštukų, besisukančių pjovimo įrankių, pramoninių mechanizmų dalių ir automobilių variklių dalių. Fraunhoferio institute daugiausia dengiama ant austenitinio plieno pagrindo detalių, nes jis neturi feromagnetinių savybių, atsparus pittinginei ir jūrinei korozijai. Todėl deimantinės dangos ir austenitinio plieno kombinacija yra efektyviai naudojama agresyviose terpėse ir esant sudėtingoms gamybos sąlygoms. Kadangi

austenitiniai plienai dažniausiai turi mažesnę paviršinę kietumą, tokiu atveju geriausia naudoti apdirbimą prieš dengiant dangą, pvz., įazotinimą, siekiant sukurti papildomą adhezinį sluoksnį ir sustiprinti paviršinius detalės sluoksnius. 1.17 pav. pateiktos Fraunhoferio institute padengtos automobilio dalys.



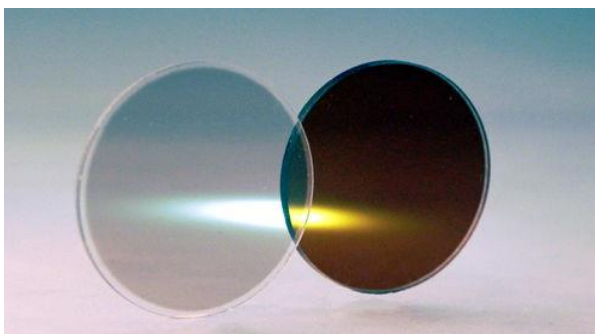
1.17 pav. Paviršiaus inžinerijos ir plonų dangų Fraunhoferio institute dengiamų DLC dangų pavyzdžiai („Fraunhofer IST“)

Pagerintų paviršių įrenginiai naudojami naftos ir dujų pramonės šakose (Johnston *et al.* 2005). Pratekėjimo kontrolės prietaisams deimantinės dangos naudojamos, nes:

- apsaugo paviršius nuo korozijos ir chemiškai neinertiškos agresyvioje aplinkoje;
- pagerina tribologines savybes, pasižymi mažu trinties koeficientu, apsaugo paviršius nuo susivirinimo trintimi;
- mažina užterštumą, užsikišimą;

- pagerina mechanines savybes esant abrazyviniam ir adheziniam nusidėvėjimui.

Deimantinės dangos naudojamos kaip apsauginės dangos biomediciniuose implantuose, magnetinių laikmenų prietaisuose, apsauginiams stiklams, mikroelektromechaninių sistemų (MEMS) prietaisams, automatinėms sistemoms. Optikoje DLC naudojama kaip priemonė apsisaugoti nuo pašalinio spinduliuotės poveikio. Amerikos kompanija „Reynard Corporation“ gamina dviejų rūšių DLC dangas – tradicinę DLC ir permatomą DLC (1.18 pav.). Deimantinė danga padidina lęšių atsparumą įbrėžimams.



1.18 pav. „Reynard Corporation“ gaminamos deimantinės dangos. Kairėje – permatoma DLC, dešinėje – tradicinė DLC („Reynard Corporation“)

Tokias dangas galima nusodinti ant Ge, Si, ZnSe, stiklo, keramikos, kristalų ir plastikų. Tokie stiklai gali būti naudojami parduotuvėse kodų skeneriams, nakties regėjimo akinams, karinėje pramonėje naudojamiems stiklams, apsaugai nuo lazerio spinduliuotės (nuo CO₂ lazerių), jūrinėje pramonėje naudojamiems stiklams (1.19 pav.).



1.19 pav. Deimantine danga padengtos optinės sistemos („Reynard Corporation“)

Deimantinės dangos naudojamos odontologijoje ir biomechanikoje dėl savo žemo trinties koeficiento ir atsparumo dilimui, taip pat pradėti tyrimai apie deimantinių dangų žalingą poveikį žmogaus organizmui. Pavyzdžiui, vis dažniau naudojamos deimantine danga dengtos dantų kabės, nes įrodyta, kad odontologinės vielos, padengtos deimantine danga, yra atsparesnės korozijai ir pasižymi geresnėmis tribologinėmis savybėmis (Muguruma *et al.* 2011). Populiariausia DLC dangos pritaikymo sritis yra pjovimo įrankiai (Bouzakis *et al.* 2013), pagal pateikiamą statistiką yra

didelis skirtumas tarp pjovimo įrankio, kuris padengtas DLC danga (1.20 pav.) ir kuris neturi papildomos apsauginės dangos.



1.20 pav. Pjovimo įrankiai, padengti deimantine danga („Tondeo“ kuriamos dangos)

Jeigu įrankis padengtas deimantinės dangos sluoksniu, bendras jo eksploatacinis laikas padidėja apie 15 kartų. Pagal B. Kržano tyrimus, 2 μm storio ta–c danga padidina atsparumą dilimui ir padidina jo eksploatacijos laiką nuo vienos savaitės iki 85 metų (Weissmantel *et al.* 1979).

1.3.2. Deimantinių dangų perspektyvos ir tyrimų tendencijos

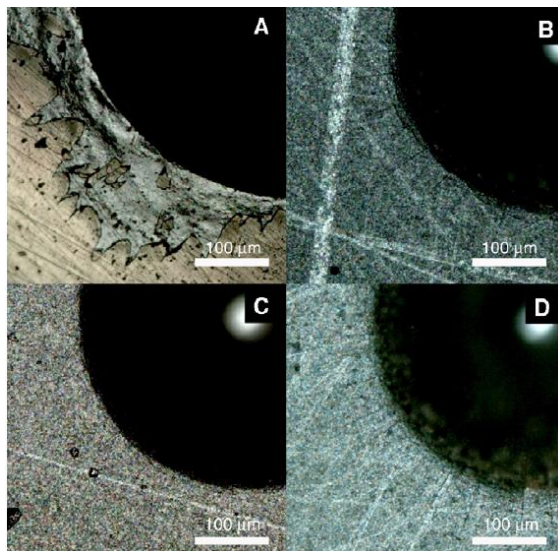
Tribologiniai tyrimai padeda praplėsti ir patobulinti deimantinių dangų savybes ir padidinti jų panaudojimo sritį automatikoje, pjovimo įrankių, MEMS ir dujų bei naftos pramonės šakose. Pirmieji tribologijos tyrimai naudojant kamuoliuko ir disko testą buvo atlikti prieš 20 metų, kai Jiangas ir Arnellis tyrė DLC tribologijos parametrus (Jiang *et al.* 1998).

DLC dangų tobulinimas koncentruojamas į optimalaus funkcinio paviršiaus sukūrimą (Beake 2015). Tokiam paviršiui sukurti reikalingi tribologijos tyrimai. Taip pat sp^2 ir sp^3 ryšių santykis dangoje ir vandenilio kiekis nulemia dangų paviršiaus savybes, kurios turi įtakos slydimo bandymo atlikimui, trinties jėgų ir dilimo mechanizmo susidarymui. Dangos šiurkštumas priklauso nuo dangos nusodinimo metodo.

Gahlinas tyrė me:C:H dangų panaudojimą motoriniuose varikliuose (Gahlin *et al.* 2003). Zhangas palygino trijų tipų dangas, kurios turi didelį atsparumą nudilimui įvertinant dengimo procesą (Zhang *et al.* 2002). Bandymai parodė, kad procesas ir dangų funkcijos gali būti pagerintos naudojant argoną, taip pagerinamos apkrovų išlaikymo ir tribologinės savybės. Tam, kad pramonėje būtų galima kuo optimaliau pritaikyti deimantines dangas ir parinkti tinkamas jų savybes – būtini tribologiniai dangos tyrimai.

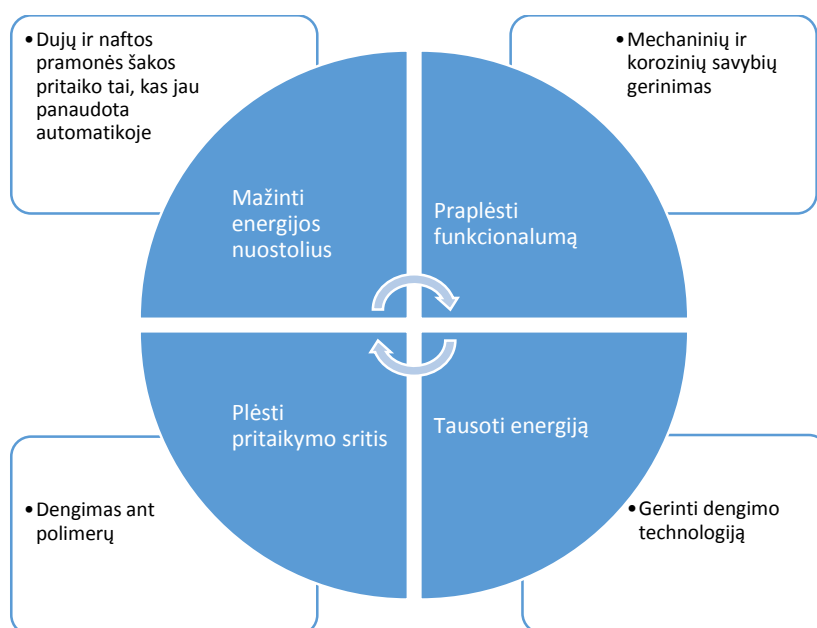
Iki šių dienų galima padengti tik plonas deimantines dangas iki 10 μm storio dėl didelių įtempių dangos struktūroje. Pagal C. Forsich tyrimus (1.21 pav.) a–C:H:Si dangos, padengtos DC

pulsuojančiame įkaitintų sienelių plazmos reaktoriuje, gali būti užaugintos iki 58 μm storio (Forsich *et al.* 2013). Šios dangos gali būti padengtos ant minkštesnių metalų, todėl tokia technologija gali būti naudojama pramoniniams įrenginiams restauruoti ir eksploatacijos laiko pailginti.



1.21 pav. Rokvelo adhezijos bandymas a-C:H:Si dangos (su HMDSO prekursoriumi): A – be papildomo apdirbimo; B – su adheziniu sluoksniu; C – su difuzijos zona; D – adhezinio sluoksnio ir oksidų sluoksnio kombinacija

Pagrindinės tyrimų sritys sprendžiant DLC dangų funkcionalumą (Forsich *et al.* 2008) – gerinamos adhezinio sluoksnio savybės. Įterpiamieji elementai labai svarbūs DLC tolimesniems tyrimams, nes jie gali pagerinti adhezinės dangos savybes. Silicio įvedimas į dangą tampa vis populiariesnis, taip pat populiariu įterpti Ti, B, Si, S, Cr, F, W ir N elementus. Įterpiant Si danga turi geresnes trinties ir nusidėvėjimo savybes esant dideliems slėgiams. Deimantinių dangų tyrimų tendencijos pateiktos 1.23 pav.



1.23 pav. Deimantinių dangų tobulinimas

Braceras tyrė DLC padengtų implantų masės netekimą juos eksploatuojant (1.22 pav.). Tyrimų metu buvo išmatuoti 5 milijonai ciklų, kurie atitinka 3 metų implanto eksploatacijos trukmę (Braceras *et al.* 2002). Biodegradacijos bandymas parodė, kad iš tiriamųjų dangų DLC danga prarado mažiausią masės kiekį.



1.22 pav. Kelio sąnario implantas (Braceras *et al.* 2002)

Viena iš naujų mokslinių tyrimų tendencijų yra DLC superlubrikumo savybės. DLC turi labai lygų paviršių, kurį nulemia DLC amorfinė struktūra. Superlubrikumas pasireiškia esant bent 2–5 nm DLC dangos storiui.

2. TIRIAMOJO DARBO METODIKA

2.1. Amorfinių deimantinių dangų suformavimo metodika

2.1.1. Substrato medžiagos

Substratai buvo išpjauti iš plienų 1.7225 ir 1.3343 pusgaminių. Dviejų skirtingų substratų bandiniai buvo pasirinkti siekiant nustatyti, kaip dangų savybės kinta, kai jos suformuojamos ant minkštesnio ir kietesnio plieno.

Pirmasis dengiamasis substratas pagamintas iš 1.7225 plieno. 1.7225 substrato cheminė sudėtis pateikta 3 lentelėje, remiantis LST EN 10083–1:2006 „Grūdinamieji ir atleidžiamieji plienai“ standartu. Tokios cheminės sudėties plienas naudojamas šiose srityse:

- transporto dalių (pavarų, stūmoklių, gembių) gamyba;
- dujų ir naftos pramonės įrenginių (gręžimo įrankių ir vamzdžių jungimams) gamyba.

Svarbiausia plieno savybė, lemianti dangos mechanines savybes, yra plieno kietumas. 1.7225 plieno kietumo reikšmės buvo išmatuotos „Bohler“ laboratorijoje prieš padengiant substratą danga. Vidutinės kietumo reikšmės, gautos eksperimento metu, buvo 30 HRC. Cheminė plieno sudėtis pateikiama 2.1 lentelėje pagal LST EN 10083–1:2006 „Grūdinamieji ir atleidžiamieji plienai“ standartą.

2.1 lentelė. Plieno 42CrMo4 (1.7225) cheminė sudėtis (%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Fe
0,38–0,45	0,4	0,6–0,9	0,025	0,035	0,9–1,2	0,15 – 0,3	likusi dalis

Antrasis dengiamasis substratas pagamintas iš 1.3343 plieno. 1.3343 substrato cheminė sudėtis pateikta 2.2 lentelėje, remiantis LST EN ISO 4957:2003 „Įrankių plienas“ standartu. Plieno kietumas 64 HRC, jis yra du kartus didesnis nei pirmojo dengiamojo substrato.

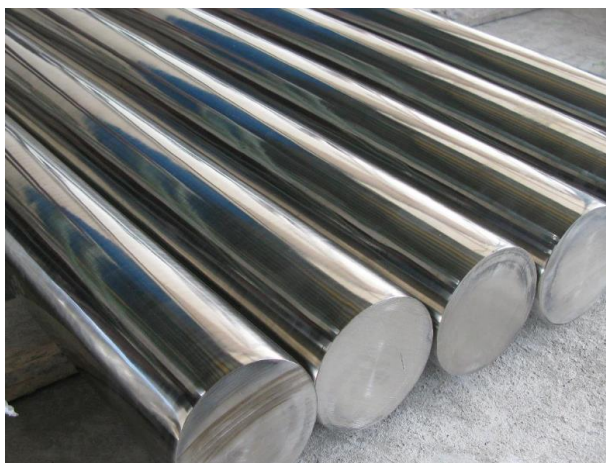
2.2 lentelė. Plieno HS6–5–2C (1.3343) cheminė sudėtis (%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V	Fe
0.86 – 0.94	0.45	0.4	0.03	0.03	3.8 – 4.5	4.7 – 5.2	5.9 – 6.7	1.7 – 2.1	likusi dalis

HS6–5–2C plienas naudojamas gaminant:

- bendrosios paskirties įrankius;
- karšto metalo formavimo (kalimo, presavimo, valcavimo) įrankius;
- šalto metalo formavimo įrankius, kurie reikalauja aukšto atsparumo nusidėvėjimui (presavimo forma).

Substratai pagaminti iš strypinio pusgaminio. Strypai supjaustyti į 10 mm storio bandinius „Boehler“ įmonėje (2.1 pav.) ir pateikti Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto Tribologijos laboratorijai.



2.1 pav. „Boehler“ strypinis pusgaminis, iš kurio išpjauti bandiniai

Paruošus substratą, bandinių matmenys yra:

- skersmuo – $d = 40 \text{ mm}$;
- storis – $t = 10 \text{ mm}$;
- dengiamo paviršiaus plotas – $S = \pi r^2 = \pi \cdot 40^2 = 5024 \text{ (mm}^2\text{)} = 0,5024 \text{ (cm}^2\text{)}$.

Prieš pradedant dangos formavimo procesą, svarbu žinoti dengiamų paviršių plotą, nes pagal bendrąjį dengiamąjį plotą apskaičiuojami plazmos parametrai ir sukuriamas PECVD dengimo režimas.

2.1.2. Dangų formavimo procesas

Dengimo procesas pradedamas nuo bandinių valymo ir paruošimo. Plieno bandiniai iš pradžių nuvalomi kvarciniu smėliu, tuomet šlifuojami ir poliruojami. Priklausomai nuo bandinio paviršiaus šiurkštumo ir paviršinių defektų paviršius poliruojamas trimis skirtingais režimais. Šlifavimas ir poliravimas atliekamas automatinėje šlifavimo mašinoje „Stuer tegraforce 5“ (2.2 pav.). Kiekvienam šlifavimo režimui parenkamas šlifavimo diskas, laikas ir lubrikantas. Bandinių paruošimo operacijų parametrai pateikiami 2.3 lentelėje.



2.2 pav. „Stuer tegraforce 5“ automatinė šlifavimo mašina

2.3 lentelė. Bandinių šlifavimo ir poliravimo režimai ir lubrikantai

Šlifavimo ir poliravimo režimas	Šlifavimo ir poliravimo diskas	Šlifavimo/poliravimo disko šiurkštumas, μm	Lubrikantas	Trukmė
1. žingsnis	Piano 80	80	Vanduo	10 min.
2. žingsnis	Piano 1200	1200	Vanduo	10 min.
3. žingsnis	DAC	2400	Polikristalinė deimantinė suspensija, grūdelių dydis $3\mu\text{m}$	4 min.

Tarp kiekvieno šlifavimo žingsnio bandiniai nuplaunami vandeniu ir nuvalomi spiritu. Vanduo, likęs ant nupoliruotų paviršių, nupučiamas suslėgto oro srove, kad nevyktų substrato korozijos procesai. 2.3 pav. pavaizduoti paruošti dengimui bandiniai po poliravimo/šlifavimo operacijų. Bandiniai laikomi paruoštais dengimui, kai jų paviršius turi „veidrodinį atvaizdą“ ir neturi akimi matomų įbrėžimų.



2.3 pav. Nupoliruoti bandiniai, plienas 1.7225

Toks efektas pasiekiamas poliruojant deimantine pasta. Deimantinė pasta naudojama metalo ir keramikos paviršiui paruošti, nes gerai pašalina paviršiaus nelygumus dėl suspensijoje esančių polikristalinių deimanto grūdelių. Deimantinės pastos gali būti:

- monokristalinės;
- polikristalinės.

Polikristalinėse pastose grūdėliai turi daugiau briaunų, kurios dažniau liečia poliruojamą paviršių ir kokybiškiau jį poliruoja. Polikristalinės deimantinės pastos pranašumai:

- geresnis dalelių dydžio paskirstymas substrato paviršiuje;
- greičiau pašalinami nelygumai substrato paviršiuje;
- tolygesnis paviršiaus valymas;
- sudaryta iš šešiakampių mikrokristalitų, kurie yra vienodo kietumo visomis kryptimis;
- pastos grūdelių paviršiaus plotas 300 % didesnis nei monokristalinės pastos grūdelių.

Po poliravimo bandiniai buvo dengiami PACVD reaktoriuje. 2.4 pav. pateiktas „Ruebig“ GmbH & Co KG pramoninis-mokslinis reaktorius. „Ruebig“ PECVD reaktorius sukurtas pagal tos pačios įmonės patentuotą „MICROPULS“ technologiją. Plazmos įvedimas į dengimo technologiją leidžia sumažinti proceso temperatūrą ir nesukelti fazinių transformacijų substratuose. Šis reaktorius turi integruotą įžotinio plazma sistemą, kuri suaktyvinama dengimo pradžioje, kuriant adhezinį DLC sluoksnį. PACVD reaktoriaus karštų sienelių aukštis 600 mm, o skersmuo 400 mm. Ši technologinė sistema gali būti naudojama dviem paviršių tobulinimo technologijoms:

- kietų dangų nusodinimui;
- paviršių įžotinimui plazma.



2.4 pav. „Ruebig“ GmbH & Co KG pramoninis-mokslinis reaktorius

Dangų formavimo procesui pasirinkta integruota įžotinio ir CVD dengimo sistema. Pagal „Ruebig“ sukurtą technologiją, ji yra pranašesnė negu druskų vonios ar dujų įžotinio sistemos. Įžotinimas plazma vyksta žemesnėse temperatūrose, apsaugant plieną nuo

aukštatemperatūrų deformacijų. PECVD reaktorius su integruota įžotinio plazma pasižymi šiais pranašumais:

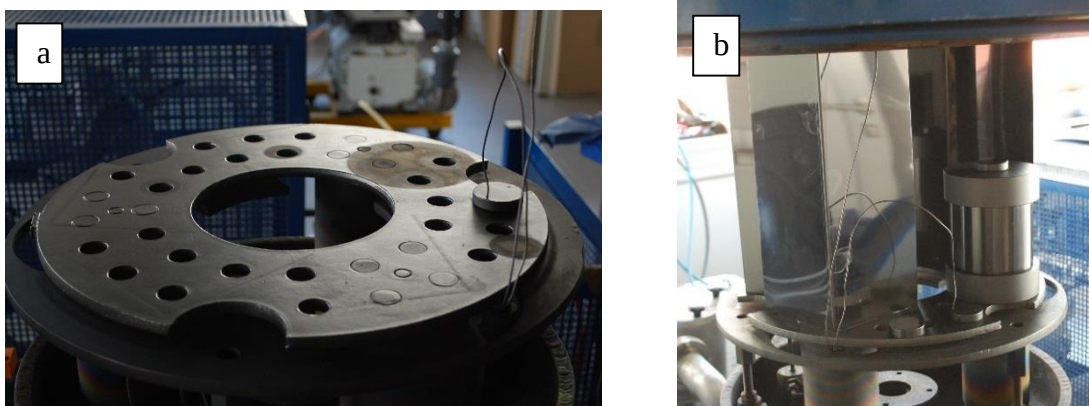
- tankesnė dangos struktūra;
- mažesnės substrato deformacijos;
- galimybė apsaugoti paviršių nuo dangos suformavimo paviršių sutepant deimantine pasta (2.5 pav.);
- mažesnis paviršiaus šiurkštumas ir švaresnis paviršius negu bandinių paviršių, apdirbamų druskų voniose ar dujų aplinkoje;
- geresnės antikorozinės savybės.



2.5 pav. „Ruebig“ padengtos detalės. Deimantine pasta apsaugotos sukamosios dalys

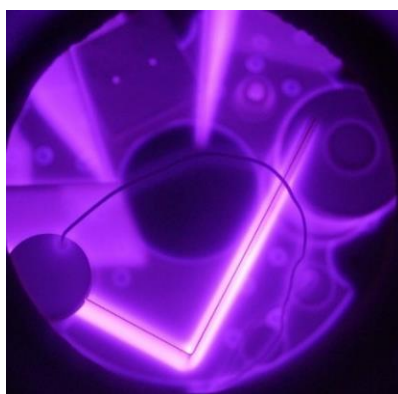
Toliau pateikiama dengimo proceso metodika, suformuluota pagal „Ruebig“ GmbH & Co KG patento technologiją. Reaktoriaus sistema susideda iš izoliuoto disko formos pagrindo, kuris dengimo procese naudojamas kaip katodas, o reaktoriaus kapsulė – kaip anodas (2.6 pav.).

Cheminio garų nusodinimo procesas pradedamas nuo reaktoriaus išvalymo. Prieš atidarant reaktorių, jis prapučiamas azoto dujomis. Panaudojant valdymo programą iš pradžių laipsniškai yra uždaromi vožtuvai, o tuomet atkeliamas reaktoriaus korpusas. Kai reaktorius yra išvalytas, į jį įkraunami bandiniai taip, kad dengiami paviršiai su niekuo nesiliestų, prie jų prijungiamos termoporos.



2.6 pav. „Ruebig“ reaktoriaus kameros vidaus vaizdas: a) reaktoriaus kameros vidus ir izoliuotas pagrindas; b) bandinių išdėstymas prieš dengimo procesą

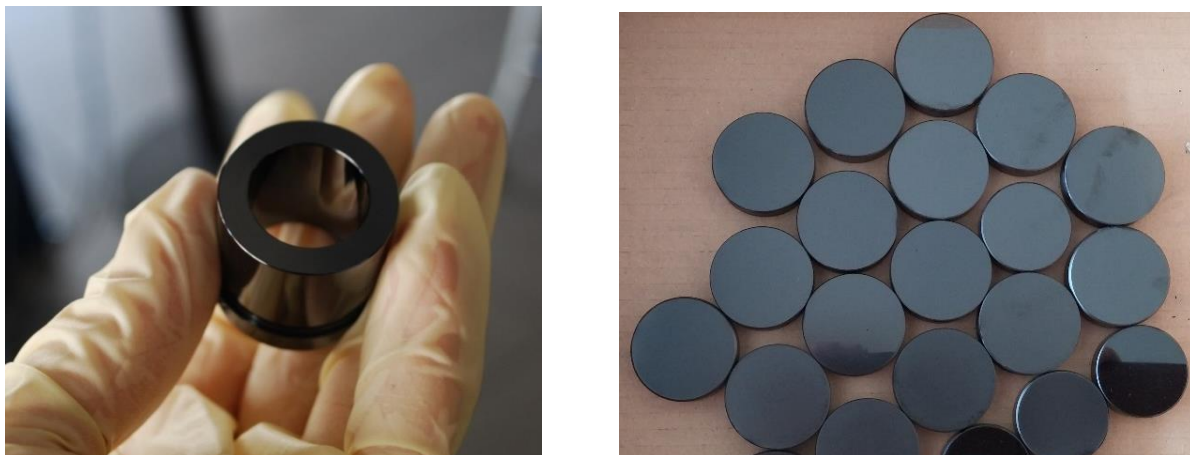
Dangų formavimo procesui galima naudoti specialiai paruoštus metalo bandinius arba gamyboje naudojamas sudėtingos geometrijos metalines dalis (2.7 pav.). Uždarius reaktorių, įjungiamas vakuuminis siurblys, kuris reaktoriuje sukuria vakuumą ir palaiko atitinkamą išretinimo slėgį. Argono srautas tiekiamas į kamerą ir matuojamas masės jutikliais, esančiais vamzdynuose. Reaktorius ir jame esantys bandiniai įkaitinami iki reikiamos temperatūros. Dengimo proceso metu acetileno (C_2H_2) dujos naudojamos kaip anglies šaltinis deimanto dangai suformuoti.



2.7 pav. Įžotininimas prieš pradedant dengti DLC. Vaizdas iš reaktoriaus viršaus pro stebėjimo ertmę

Dengimo proceso technologiją sudaro devyni etapai, kurių perėjimas nuo vieno prie kito reguliuojamas temperatūros rodmenimis arba laiko periodais. Pavyzdžiui, įžotininimas įjungiamas tuomet, kai temperatūra reaktoriuje pasiekia $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, o išjungiamas po 3 val. ir pereinama prie legiravimo siliciu. Po papildomų paviršiaus gerinimo procesų pradedama dengti deimantinė danga.

Po dangos nusodinimo procesas baigiamas, ir paskutinis etapas – reaktoriaus aušinimas apie 3 val. Kokybiškų dangų pavyzdžiai, pagaminti Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto laboratorijoje, pateikiami 2.8 pav.

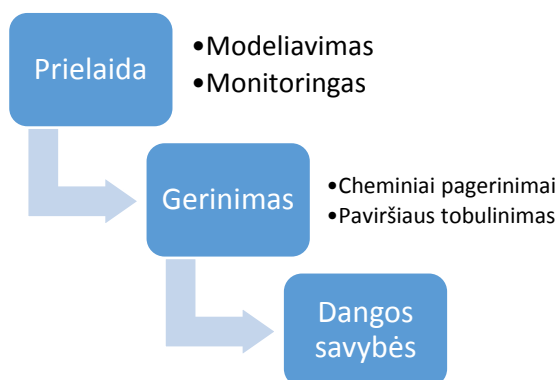


2.8 pav. Deimantinės DLC dangos, padengtos Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto laboratorijoje

Vidutinė dangos formavimo trukmė yra nuo 12 iki 35 valandų, priklausomai, kokio storio dangos formuojamos. Dengimo proceso metu naudojama DC nuolatinė elektros srovė, kuri yra tiekiamą iš generatoriaus. Jei dengimo parametrai ir dujų debitas apskaičiuoti teisingai, gaunamos kokybiškos tribotechninės dangos.

2.1.3. Tyrimų planas

Norint užtikrinti tyrimų efektyvumą ir tikslų pasiekimą buvo sudaryta PECVD dangų formavimo ir tyrimo schema (2.9 pav.). Pagal šią schemą buvo modeliuojami dangų tyrimai ir tyrimų grupės išteklių paskirstymas. Tyrimai atlikti Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universitete Tribologijos laboratorijoje.



2.9 pav. Dangų tyrimų modeliavimas pagal tyrimų schemą

Tyrimų planas sudarytas remiantis logiškumo seka. Kiekvienas dengimo procesas prasideda nuo prognozavimo ir hipotezės iškėlimo. Padengus dangą ir atlikus bandymus, apibendrinti rezultatai padeda kurti technologinius patobulinimus. Baigus tobulinimo stadiją – sukuriamą dangą su planuotomis mechaninėmis savybėmis. Suformavus tokią dangą – klientams pateikiami verslo pasiūlymai ir technologiniai patobulinimai.

Plazminio cheminio garų nusodinimo metodu (PECVD) gaminamos storesnės sp^3 tipo dangos, todėl šios deimantinės dangos naudojamos gamybinių (pjovimo, gręžimo ir kasybos) įrankių paviršiui sustiprinti ir transporto priemonių dalių tribologinėms savybėms gerinti. Tyrimuose analizuojamų deimantinių dangų savybės buvo keičiamos, keičiant nusodinimo proceso parametrus:

- nusodinimo dujų kompoziciją;
- proceso temperatūrą;
- substrato medžiagą;
- substrato nusodinimo aukštį;
- norimo suformuoti adhezinio sluoksnio cheminę sudėtį;
- dangos tipą (vienasluoksnė/daugiasluoksnė);
- legiruojamą elementą.

Šie dengimo proceso kintamieji pasirinkti, remiantis analogiškų tyrimų bei literatūros apžvalgos analize ir „Ruebig“ praktine patirtimi. Kuriant tyrimų matricą svarbu žinoti šias sąlygas:

- substrato medžiagos žymėjimą pagal ISO;
- prieš dangos formavimą taikytus paviršiaus apdirbimo metodus ir jų režimus;
- norimą pasiekti įžotinio gylį, mm;
- norimą sukurti dangos paviršiaus kietumą pagal Vickerso skalę;
- norimą suformuoti dangos storį;
- nurodyti paviršiaus plotus, kurie pagal techninius reikalavimus neturėtų būti padengti.

Viena iš svarbių pramonės problemų yra deimantinių dangų taikymas besisukančioms mechanizmų dalims. Viena iš užduočių – suformuoti kokybišką, dilimui atsparią deimantinę dangą mechanizmų dalių paviršiuje, kuri dilimo metu leistų išvengti judančių mechanizmo elementų susivirinimo (dėl veikiančių didelių trinties jėgų) proceso. Taip pat, suformavus dangą ant detalių besitrinančių paviršių, sumažėja tribologinės poros trinties koeficientas ir padidėja sukimosi greitis bei apsisukimų skaičius.

Įvertinant pramonėje iškeltas užduotis ir realių mechanizmų darbo sąlygas buvo sudarytas tyrimų planas. Įvertinant DLC dangų taikymo sritis ir specifiką, baigiamojo darbo metu buvo pagamintos dvi bandinių serijos. Išsamesnė informacija pateikta 2.4 lentelėje.

2.4 lentelė. Tiriamų bandinių serijos

Bandinių serija	Taikymo sritis	Taikymo specifika	Pagrindinis tyrimo uždavinys
1	Automobilių dalių gamyba	Didelės trinties jėgos variklio dilimo porose	Ištirti dujų kompozicijos įtaką trinties koeficientui
2	Turbinų sparnų gamyba	Kietųjų kūnų atsitrengimas į turbinų sparnus	Ištirti storų dangų atsparumo smūgiui ir nudilimui charakteristiką

Tyrimo metu buvo sudaryta bandymų matrica ir tyrimų planas. Bandymų matrica pateikiama 1 priede. Sferinio abrazyvinio bandymo metu matuojamas dangos storis, pagal kurį skaičiuojamas dengimo greitis. Dangos adhezija įvertinta atlikus įbrėžimo testą su kintančia apkrova. Trinties koeficientas apskaičiuotas atlikus tribologijos „ball-on-disk“ testą. Dangos nudilimas smūgiu tirtas metant metalinį kamuoliuką ant bandinio paviršiaus. Po atliktų eksperimentų dangos paviršius tirtas naudojant kontaktinę CLSM mikroskopiją (su integruotu 3D profilometru) ir optinę mikroskopiją. Parinkti moksliniai tyrimai leidžia įvertinti tiriamų DLC dangų kokybinius ir kiekybinius parametrus, suformuluoti argumentuotus siūlymus dengimo problemoms spręsti.

Pirmosios bandinių serijos dangos naudojamos automobilių variklių detalėms dengti. Dėl rinkos konkurencijos principų magistro darbe galima paminėti tik proceso metu naudojamų dujų kiekį procentais. Dangos buvo nusodinamos dviejuose aukščiuose – 45 ir 0 mm aukštyje (t. y. ant katodinės plokštės reaktoriaus pagrinde). Toks bandinių išdėstymas reaktoriuje leidžia ištirti reaktoriaus homogeniškumą ir dangų savybių kitimą, keičiantis dengimo aukščiui. Vienasluoksnės klasikinės DLC dangos buvo suformuotos ant plienų 1.7225 ir 1.3343 substratų, taikant tris skirtingas dujų kompozicijas: C_2H_2 , $C_2H_2+N_2$, $C_2H_2+H_2$ ir tris skirtingas proceso temperatūras (400 °C, 500 °C, 575 °C). PECVD proceso dujų sudėties santykis pateiktas 2.5 lentelėje.

2.5 lentelė. Bandinių serijos dangos formavimo procese naudojamų dujų santykis (%)

Procesas	Naudojamų dujų santykis, %		Dengimo trukmė, val.
C_2H_2	C_2H_2 100 %	–	35
$C_2H_2+N_2$	C_2H_2 15 %	N_2 85 %	35

$C_2H_2+H_2$	C_2H_2 15 %	H_2 85 %	35
--------------	---------------	------------	----

Antrojoje serijoje nusodintos trijų tipų dangos: minkštesnė, kietesnė ir daugiasluoksnė. Dujų kompozicija, proceso temperatūra, įtampa ir proceso trukmė pateikiama 2.6 lentelėje. Formuojant šias dangas buvo naudojamas vienodas acetileno (C_2H_2) ir argono (Ar) dujų kiekis, keičiant silicio (Si) kiekį. Minkštesnės dangos padengtos be silicio, kietesnės dangos padengtos su pastoviu silicio kiekiu, o daugiasluoksnės dangos pagamintos su siliciu, kuris tiekiamas į dengimo kamerą pulsuojančiu ciklu. Tris minutes silicis leidžiamas į kamerą, tuomet tris minutes daroma technologinė pertrauka. Šešių minučių ciklas kartojamas 120 kartų.

2.6 lentelė. Bandinių serijos dangos formavimo parametrai

Danga	Temperatūra, °C	Dujų debetas, l/h			Energijos tankis, W/m ²	Proceso trukmė, val.
		C_2H_2	Ar	Si		
Minkšta	450 °C	60	12	–	900	12
	550 °C	60	12	–	900	12
Kieta	450 °C	60	12	0,5	150	35
	550 °C	60	12	1	150	35
Daugiasluoksnė	450 °C	60	12	0–0,5	900	12
	550 °C	60	12	0–1	900	12

Apibendrinant atliktus tyrimus ir jų kintamuosius parametrus, tyrimų matrica gali būti suskirstoma į dvi pagrindines grupes. Tyrimų grupės pateikiamos 2.7 lentelėje.

2.7 lentelė. Tyrimų grupės

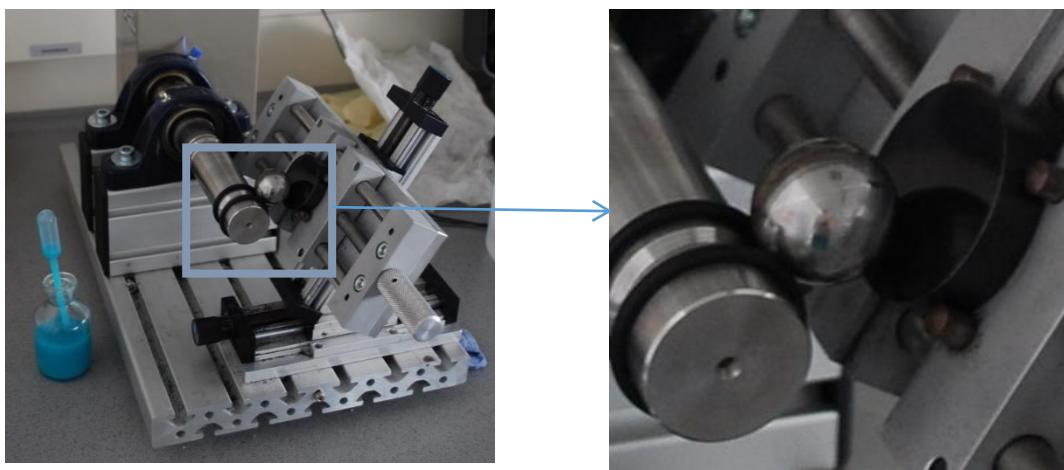
Dujų kompozicijos	Substratai	Atlikti testai
C_2H_2 , $C_2H_2+N_2$, $C_2H_2+H_2$	1.7225, 1.7225 (dengimo padėtis – 45 mm nuo katodo plokštės), 1.3343 plienai	Dangos storio Adhezijos Kietumo Tribologinis bandymas (nuotolis – 3 km)
C_2H_2+Ar , $C_2H_2+Ar+Si$ (vienasluoksnė), $C_2H_2+Ar+Si$ (daugiasluoksnė danga)	1.7225, 1.7225 įžotintu paviršiumi, 1.3343 plienai	Dangos storio tribologinis bandymas (nuotolis – 22, 55, 100 km) Smūgio

Didesnis silicio kiekis padidina dangos kietumą, todėl kietesnės dangos suformuotos su didesniu silicio kiekiu dangoje. Antrosios serijos bandinių taikymo sritis yra turbinų gamyba, todėl dangos kietumas ir storis yra svarbios tyrimų charakteristikos.

2.2. Tyrimų metodika

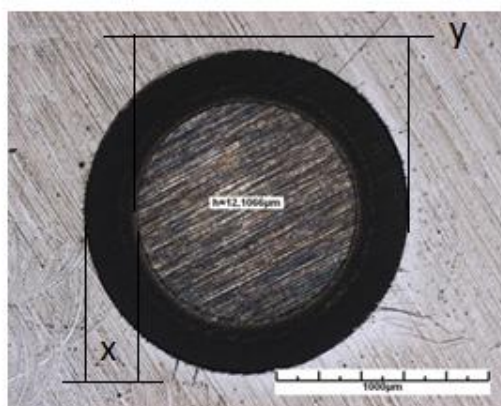
2.2.1. Sferinis abrazyvinis bandymas

Dangos nusodinimo greitis matuotas atliekant dangos storio testą, kamuoliuko–kraterio metodu (angl. *ball-cratering*). Kamuoliuko–kraterio bandymas atliktas su „Calotest“ dangos storio matavimo sferiniu abrazyviniu prietaisu (2.11 pav.). Pirmiausia bandinys tvirtinamas ant matavimo prietaiso. Prie tiriamo bandinio paviršiaus yra prispaudžiamas metalinis kamuoliukas, pagamintas iš 1.3505 plieno (LST EN ISO 683-17:2015), kurio skersmuo yra 20 mm. Metalinis kamuoliukas sukasi (greitis nuo 10 iki 2990 m⁻¹) ir formuoja įdubą (kraterį) dangos paviršiuje.



2.10 pav. „Calotest“ dangos storio matavimo prietaisas

Kamuoliukui besisukant kontakto zona tarp kamuoliuko ir dangos nuolat sutepama deimantine suspensija (3 μm). Bandymas baigiamas, kai indentorius pasiekia substrato paviršių (2.11 pav.).



2.11 pav. DLC dangos storio bandymas: dengimo temperatūra – 550 °C, dujų kompozicija – C₂H₂+Ar, substratas – 1.7225 plienas, dangos storis – 26 μm

Dangos storio bandymo trukmė 15–20 sekundžių, priklausomai nuo dangos storio. Dangos storis skaičiuojamas taikant „OLYMPUS“ optinę mikroskopiją ir „Jomesa PicEd Cora“ programinę įrangą, matuojant vidinį ir išorinį įdubos skersmenis. Įvertinus išmatuotus įdubos parametrus, programine įranga skaičiuojamas dangos storis.

Dangos storio formulė:

$$t = \frac{x \cdot y}{D}, \quad (2.1)$$

šioje formulėje:

t – dangos storis, μm;

x – suformuotos duobės išorinio ir vidinio spindulio skirtumas, μm;

y – matuojamas atstumas, μm;

D – kamuoliuko skersmuo, μm.

Dangos dengimo greitis apskaičiuojamas gautą dangos storio reikšmę dalijant iš dengimo laiko eksperimento metu (35 val. arba 12 val.):

$$\text{Dengimo greitis} = \frac{\text{dangos storis}}{\text{dengimo laikas}} \left(\frac{\mu\text{m}}{\text{val}} \right) \quad (2.2)$$

Dengimo greitis yra svarbus dengimo parametras, nes pagal jį vertinamas ekonominis projekto ir tyrimų aspektas, atsižvelgiant į energijos sąnaudas, laboratorijos užimtumą ir žmogiškuosius resursus.

2.2.2. Adhezijos bandymas

Siekiant įvertinti suformuotų dangų patikimumą, svarbu žinoti, koku būdu – tampriu ar plastiniu, kietesnis kūnas prasiskverbia pro dangą. Dangos adhezija matuojama įbrėžimo testu. Įbrėžimo bandymas atliktas su „CSM Revetest Xpress Macro Scratch Tester“ įrenginiu (2.12 pav.).



2.12 pav. Įbrėžimo bandymo įrenginys „CSM Revetest Xpress Macro Scratch Tester“

Pagal Bleake atliktus tyrimus ir padarytas išvadas, deimantinės dangos suyra, nes (Bleake, 2015):

- plastinė deformacija DLC dangose įvyksta tada, kai dangoje susidarę įtempiai peržengia Von Misses įtempių ribą;
- augant apkrovai, didėja įtempių paveiktas dangos tūris (plastinė zona) iki tol, kol pasiekia dangos adhezinį sluoksnį arba substrato ir dangos kontakto zoną, taip susilpnindamas visą DLC dangos sistemą;
- jeigu dangos paviršiuje atsiranda papildomų tempimo įtempių, kurie veikia jau plastiškai besideformuojančią dangos zoną, tuomet įvyksta dangos lokalinis suirimas, kuris gali išsiplėsti iki viso dangos suirimo.

Bandymo metu nustatomos kritinės jėgos reikšmės, kai į tiriamo bandinio paviršių buvo įspaudžiamas paviršiumi slenkantis indentorius su tam tikro dydžio jėga (kintanti jėga nuo 1 N iki 101 N). Indentorius pagamintas iš techninio deimanto, kurio spindulys 200 μm . Indentoriaus apkrovimo greitis 1–5 N/mm, slinkimo kelias apie 10 mm. Kritinė jėgos reikšmė skaičiuojama optiniu mikroskopu, matuojamas įbrėžimo ilgis ir atliekami algebriniai skaičiavimai. 2.13 pav. nuotraukoje esanti geltona žymė parodo įbrėžimo ir matavimo pradžią.



2.13 pav. DLC dangos įbrėžimo bandymas: dengimo temperatūra – 400°C, dujų kompozicija – C_2H_2 , substratas – 1.7225 plienas, kritinė jėga 73 N

Ant kiekvieno bandinio įbrėžimo bandymas atliekamas tris kartus. Kritinė apkrova skaičiuota optiniu mikroskopu išmatavus įbrėžimo ilgį. Įbrėžimo ilgis matuojamas nuo taško, kuriame pasirodo substrato paviršius, iki įbrėžimo pabaigos, kai naudojama didžiausia 101 N jėga.

Kritinė jėga skaičiuojama pagal formulę:

$$L_c = \frac{\pi r^2}{2} \left(\frac{2EW}{h} \right)^{\sqrt{2}}, \quad (2.3)$$

šioje formulėje:

L_c – kritinė jėga, N;

r – indentoriaus kontakto spindulys, μm ;

h – dangos storis, μm ;

E – dangos Jungo modulis, MPa;

W – indentoriaus įbrėžimo ilgis substrato paviršiuje, μm .

Adhezijos bandymo metu programinė įranga stebi svarbiausias reikšmes: normalinę jėgą ir poslinkius, trinties koeficientą, įbrėžimo gylį, akustinę emisiją, dangos atitrūkimą nuo substrato. Prieš pradėdant adhezijos bandymą (įbrėžimo testą), buvo priimtos tokios prielaidos:

- tangentinės jėgos neturi įtakos slėgio pasiskirstymo pokyčiui ir trinties koeficiento reikšmės (COF) yra mažesnės nei 0,3 ($\text{COF} < 0,3$);
- indentoriaus spindulys pastovus;
- apkrova pridedama ant indentoriaus galo, užtikrinamas mažas indentoriaus slydimo greitis ir kontaktas tarp paviršių yra artimas tampriam;
- indentorius pasiekia įbrėžimo bandymo trajektorijos pabaigą įbrėžimo bandymo metu.

DLC adhezijos tyrimų metu buvo išmatuotos normalinės jėgos reikšmės, kurias pasiekus danga atitrūksta nuo substrato paviršiaus. Tai pastebima diagramose, kai tangentinė jėga sumažėja, o indentoriaus įsiskverbimo gylis padidėja. Ši reikšmė vadinama kritine apkrova arba jėga (L_c). Po adhezijos dangos storio ir tribologijos tyrimų bandinio vaizdas pateiktas 2.14 pav.

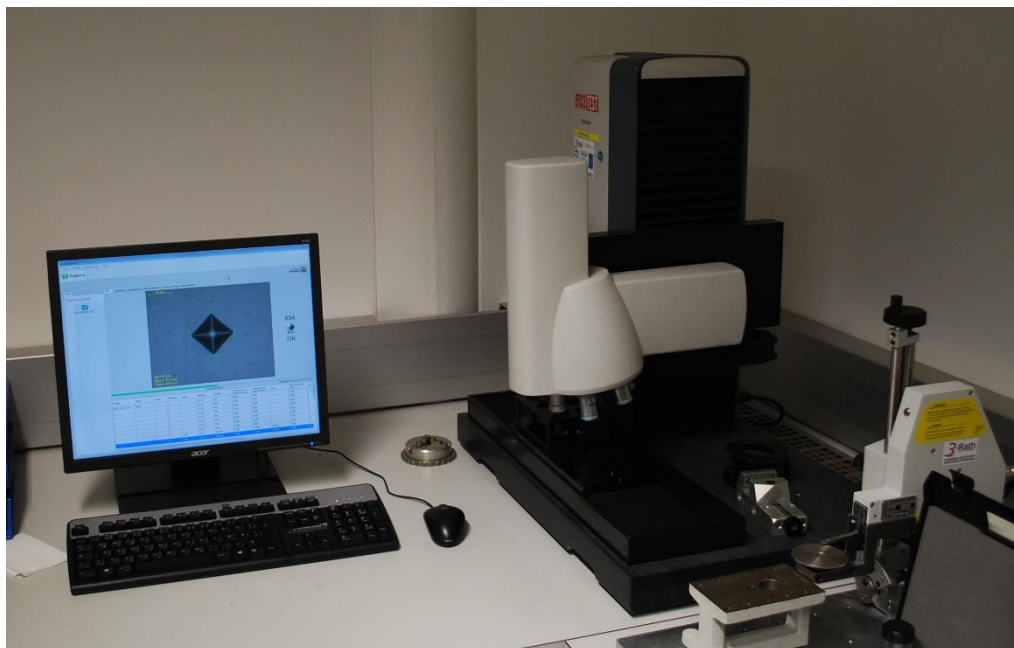


2.14 pav. Deimantinė DLC danga po adhezijos, dangos storio ir tribologinių bandymų

Kritinės apkrovos reikšmė parodo, kokia didžiausia normalinė jėga gali veikti dangos paviršių iki jos suirimo. Daugiasluoksniams dangoms galima apskaičiuoti kelias kritinės jėgos reikšmes. Šios reikšmės charakterizuoja adhezinius ryšius tarp dangos ir substrato. Didesnės jėgos reikšmės charakterizuoja didesnius adhezinius ryšius. Kritinės jėgos reikšmės skaičiavimas yra tik vienas iš metodų, galintis nustatyti adhezinius ryšius dangoje, tačiau šie ryšiai priklauso ir nuo substrato kietumo, stiprumo ir dangos storio.

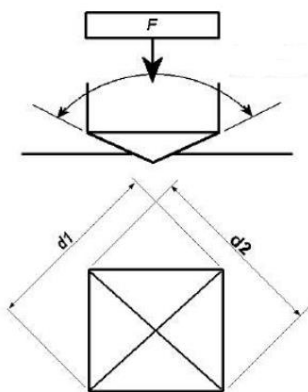
2.2.3. Kiečio ir Jungo modulio bandymas

1.7225 plieno bandinių, padengtų DLC dangomis 0 mm aukštyje (ant reaktoriaus katodinės plokštės) ir 45 mm aukštyje, buvo matuojamas Vikerso mikrokietumas. Vikerso kietumo matavimas atliktas „EMCO-Test DuraScan“ prietaisu partnerių įmonėje „Fischer“, o gauta informacija susisteminta Aukštutinės Austrijos taikomųjų mokslų universiteto Tribologijos laboratorijoje. „EMCO-Test DuraScan“ prietaiso nuotrauka matoma 2.15 pav.



2.15 pav. Vikerso mikrokietumo matavimo prietaisas „EMCO-Test DuraScan“

Vikerso mikroindentorius yra piramidės formos ir jis buvo įspaudžiamas į dangų paviršių tris kartus. Iš bandymų rezultatų buvo apskaičiuotas dangų kiečio vidurkis. Matavimo indentorius įspaudžiamas į dangos paviršių 30 mN apkrova, kuri išlaikoma 20 s. Matavimo schema pateikiama 2.16 pav.



2.16 pav. Vikerso mikrokietaumo matavimo schema

Dangos mikrokietaumo skaičiavimo formulė:

$$HV = \frac{2F \sin \frac{\theta}{2}}{D^2} \quad (2.4)$$

šioje formulėje:

F – indentoriaus apkrova, kgf;

D – žymės įžambinė, mm;

θ – kampas tarp dviejų deimanto briaunų, kuris yra 136 °C.

Mikrokietaumo matavimams atlikti naudojamos dangos, padengtos skirtinguose aukščiuose. Šių dangų kietaumo reikšmės palyginimas ir gautos išvados leidžia įvertinti reaktoriaus homogeniškumą ir dangų kietaumo kitimą, kintant dengimo padėčiai.

2.2.4. Indentizacijos eksperimentas

Vis svarbesnė ir dažniau pasitaikanti problema paviršių inžinerijoje – lokalaus kontakto tarp dangos ir abrazyvinės dalelės padarytas įspaudas. Problemų gali kilti kietosioms dalelėms atsitrenkus į dengtų įrankių paviršių. Ši problema yra aktuali turbinų eksploatacijos metu ir gali nulemti našumą. Indentizacijos eksperimentas buvo atliktas įvertinant turbinos darbo sąlygas.

Atlikus indentizacijos bandymus, svarbiausia išanalizuoti kietojo kūno prasiskverbimo gylį, įspaudos plotą, kietaumą ir trūkių pobūdį. Remiantis kitų mokslininkų atliktais tyrimais ir moksliniais straipsniais, rašomais šia tema (Bernoulli 2015 *et al.*) – dažnai dangos matuojamos naudojant „nano-impact“ bandymą tam, kad dangoje būtų sužadinti vietiniai įtempiai.

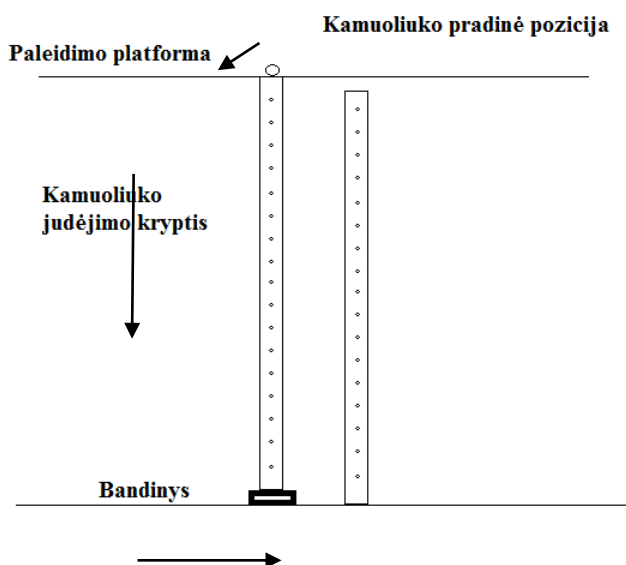
Tyrimo metu bandinių dangos paviršiai pažeidžiami plieniniais indentoriais (skersmuo 6 mm, 12,5 mm ir 25,7 mm). Rutuliukai buvo metami iš trijų metrų aukščio per plastikinį vamzdelį.

Tam, kad oras laisvai cirkuliuotų bandymo metu, plastikiniuose vamzdeliuose buvo pragręžtos kiaurymės (2.17 pav.).



2.17 pav. DLC dangų smūgio bandymo stendas

Antrosios bandinių serijos bandiniai tikrinami indentizacijos bandymu. Naudoti bandiniai: nupoliruoto 1.7225 plieno, įzotinto 1.7225 plieno ir nupoliruoto 1.3343 plieno. Bandymo schema pateikiama 2.18 pav.



2.18 pav. Indentizacijos eksperimento schema

Atlikus indentizacijos eksperimentą, dangos paviršius analizuojamas optiniu mikroskopu. Priklausomai nuo rutuliuko energijos, dangos cheminės sudėties, dengimo temperatūros ir substrato medžiagos, tiriamos dangos paviršiai turėjo skirtingus pažeidimus smūgio metu. Daugumai dangų būdingos plastinės deformacijos, kurių gautas rezultatas – dangos radialiniai įtrūkiai. Tyrimo metu bandinių paviršiuje buvo nustatyti šie pažeidimai: viso apskritimo įtrūkiai, pusės apskritimo įtrūkiai, krateriai, dangos delaminacija.

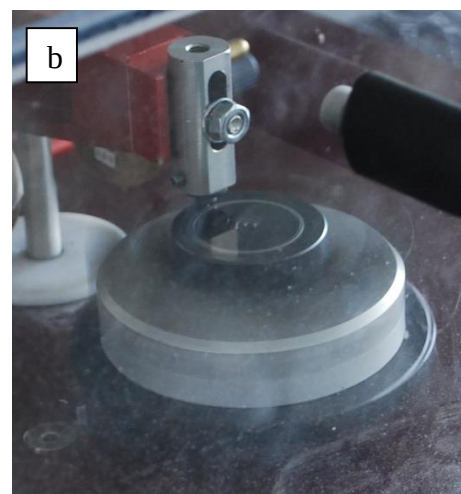
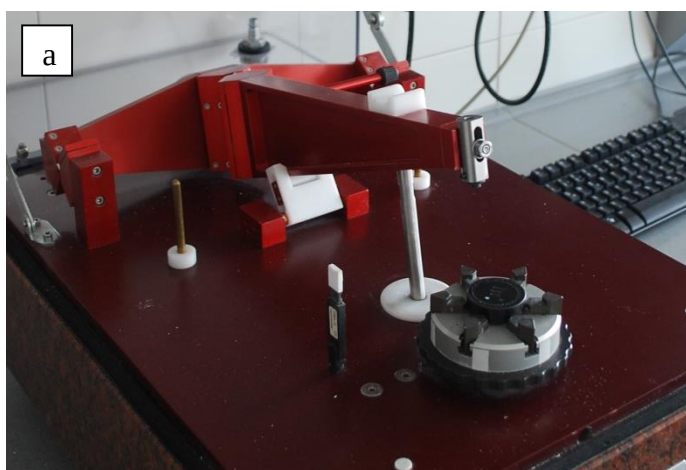
2.2.5. Dangų tribologiniai tyrimai

Tribologiniai tyrimai parodo DLC dangų trinties savybes ir atsparumą nudilimui. Tribologijos bandymas buvo atliekamas su „TRIBOtester“ prietaisu. Prietaiso charakteristikos pateiktos 2.8 lentelėje.

2.8 lentelė. Tribologinio stendo parametrai

Prietaisas	„Pin-on-Disc and Oscillating TRIBOtester“
Gamintojas	„Tribotechnic“
Rutuliuko medžiaga	1.3505 plienas (LST EN ISO 683-17:2015)
Rutuliuko skersmuo	1,5 mm
Vidutinė drėgmė, (RH)	≈ 45–50 %
Sukimosi greitis	400 mm/s
Slydimo kelias	3 km, 22 km, 55 km, 100 km
Slydimo spindulys	14 mm
Bandymo trukmė	2 val.
Vidutinė drėgmė, (RH)	≈ 45–50 %
Apkrova	4 N, 12 N

„Tribotechnic“ tribologinis bandymas pritaikytas „ball-on-disc“ metodo tyrimams. „Ball-on-disc“ metodo principas ir bandinio tvirtinimo schema pateikta 2.19 pav. Bandinys yra tvirtinamas ant besisukančios platformos ir prispaudžiamas metaliniu rutuliuku. Rutuliuko prispaudimo jėga reguliuojama svoriais, kurie uždedami ant specialaus laikiklio – prispaudiklio. Įvertinus tiriamosios dangos charakteristikas buvo pasirinktos apkrovos – 4 N arba 12 N.



2.19 pav. Trinties bandymas: a – „ball-on-disc“ bandymo stendas; b – bandinio tvirtinimas

Parinkus tinkamus tribologinio bandymo parametrus (jėgos dydį, slydimo greitį, slydimo spindulį, bandymo kelią) ir įtvirtinus tiriamą bandinį, pradedamas dangos dilimo

bandymas. Kai tvirtinimo platforma kartu su bandiniu pradeda sukstis, metalinis rutuliukas braižo dangos paviršių. Rutuliukas juda dangos paviršiumi, kol pasiekiamas 3 km, 22 km, 55 km ar 100 km nuotolis. Tribologijos bandymo parametrai pateikti 2.9 lentelėje.

2.9 lentelė. Kintantys bandymo parametrai

Parametrai	3 km	22 km	55 km	100 km
Ciklų skaičius	36734	194550	486267	884233
Slydimo spindulys	14 mm	18 mm	18 mm	18 mm
Bandymo trukmė	2 val.	16 val.	39 val.	70 val.

Rutuliuko slydimo greitis nustatomas keičiant slydimo spindulį (14 mm arba 18 mm) ir naudojantis gamintojo „Tribotechnic“ programine įranga. Bandymo metu nustatomos šios charakteristikos:

- trinties koeficientas;
- rutuliuko nusidėvėjimo pėdsako skersmuo;
- dangos paviršiaus išdilusio takelio gylis.

Išdilusios dangos takelio gylis ir rutuliuko nusidėvėjimo skersmuo matuojami naudojant konfokalinę mikroskopiją (CJSM). Po tribologinio bandymo skaičiuojamos dangos ir antrojo slystančiojo kūno dilimo reikšmės. Trinties koeficientas skaičiuojamas pagal „Tribotest“ įrenginio gautas skaitines reikšmes. Dangos slydimo takelio nusidėvėjimas analizuotas CLSM kontaktiniu mikroskopu. Antrojo slystančiojo kūno (metalinio rutuliuko) nusidėvėjimas analizuotas optiniu mikroskopu, matuojant rutuliuko nusidėvėjimo skersmenį. Nusidėvėjusio metalinio rutuliuko skersmens reikšmės analizuojamos naudojant „MATLAB“ programinį paketą, vėliau skaičiuojamas specifinis nusidėvėjimo koeficientas. Specialusis nusidėvėjimo koeficientas nustatomas pagal rutuliuko nusidėvėjimo tūrį ir apskaičiuojamas pagal formulę:

$$K = \frac{V_m}{F \cdot l}, \quad (2.5)$$

šioje formulėje:

K – specialusis nusidėvėjimo koeficientas, mm³/Nm;

V_m – rutuliuko prarastas tūris bandymo metu, mm³;

F – normalinė apkrova, N;

l – slydimo kelias, m.

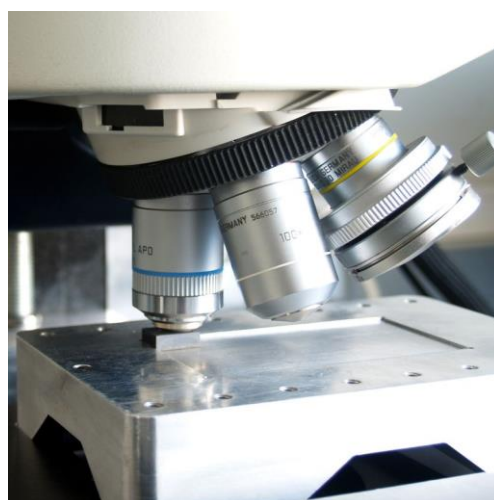
Atlikus skaičiavimus, surinkti duomenys analizuojami „MATLAB“ programa. Pateikiama bandymo parametrų ir trinties kūnų nusidėvėjimo matematinės priklausomybės.

2.3. Tyrimų analizės metodika

2.3. 1. Konfokalinė lazerinė skenuojanti mikroskopija (CLSM)

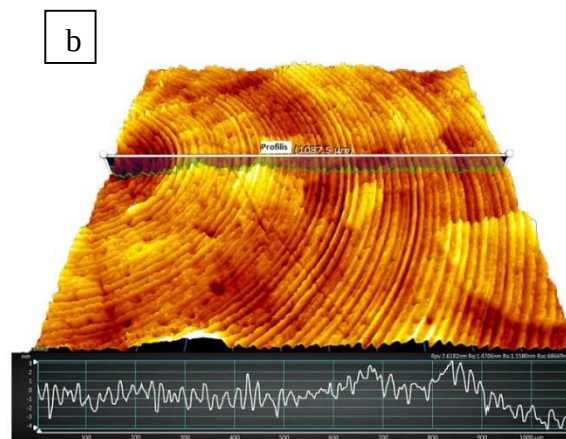
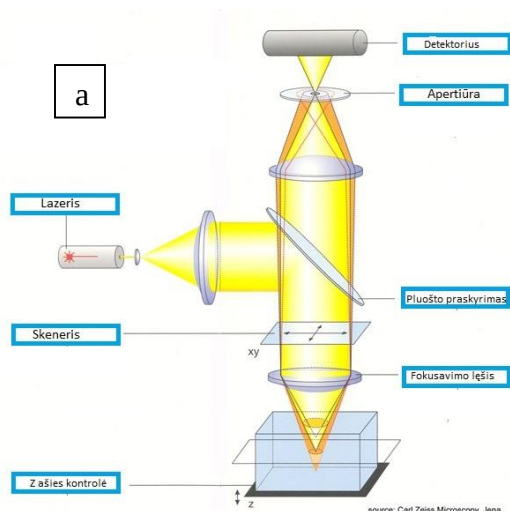
Konfokalinė lazerinė skenuojanti mikroskopija (CLSM) yra specialus optinės tiriamosios mikroskopijos būdas, leidžiantis padidinti bandinio paviršiaus vaizdo optinę rezoliuciją ir kontrastą tyrimo metu.

Baigiamajame darbe CLSM mikroskopija buvo naudojama tiriamų bandinių nusidėvėjusių takelių ir indentizacijos plotų matmenims nustatyti. „LEICA DCM 3D“ konfokalinis mikroskopas naudotas interferometriniais paviršiams matuoti ir yra pateiktas 2.20 pav.



2.20 pav. „Leica DCM3D“ konfokalinis mikroskopas optiniams ir interferometriniais paviršiams matuoti

CLSM mikroskopijos sistemoje lazerio spindulys, perėjęs per apertūrą, paskui per objektyvo lęšį, apšviečia tiriamą paviršių, nuo kurio atspindėta šviesa grįžta į optinę sistemą, pereina per apertūrą ir patenka į detektorį (2.21 pav.). Šviesa, atspindėta iš šalia tiriamojo taško esančių gretimų taškų, nepereina per apertūrą, todėl negali patekti į detektorį. Užfiksavus signalą, gautą iš vieno taško, lazerio spindulys pasislenka per keletą mikrometrų ir apšviečia greta esantį tašką, nuo kurio atspindėta šviesa taip pat patenka į detektorį. Taip skenuojamas visas bandinio paviršius pagal x ir y ašis, sukuriamas tiriamojo paviršiaus horizontalus optinis pjūvis.

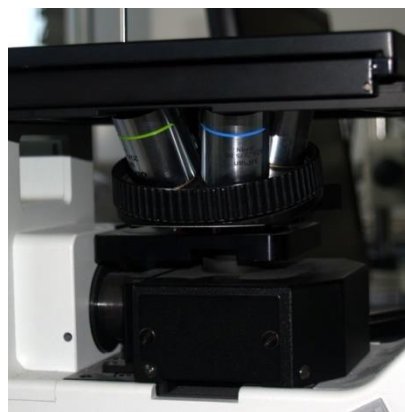


2.21 pav. a) CLSM mikroskopijos schema; b) CLSM mikroskopijos sukuriamas bandinio paviršiaus 3D vaizdas

Tolesnio tyrimo metu bandinio paviršiaus skenavimas atliekamas keliuose sluoksniuose pagal z ašį, o vėliau optiniai paviršiaus pjūviai yra sujungiami į vieną 3D vaizdą. CLSM mikroskopo skenavimo rezoliucija bandymo metu siekė 0,1 nm.

2.3. 2. Optinė mikroskopija

Tiriamų bandinių optinė mikroskopija buvo atlikta su metalografiniu optiniu mikroskopu „OLYMPUS GX51M“ (2.22 pav.). Mikroskopu tiriamųjų bandinių paviršius analizuotas naudojant didinimą: 50, 100, 200, 500 ir 1000 kartų.



2.22 pav. „OLYMPUS GX51M“ optinis metalografinis mikroskopas

Baigiamajame darbe optinė mikroskopija buvo naudojama adhezijos, dangos storio ir tribologijos bandinių optiniam tyrimui. Tyrimo metu sufokusavus bandinio paviršiaus vaizdą ir panaudojus skaitmeninę „IDS“ kamerą buvo daromos bandinių nuotraukos, kurios vėliau analizuojamos su „Jomesa PicEd Cora“ programine įranga.

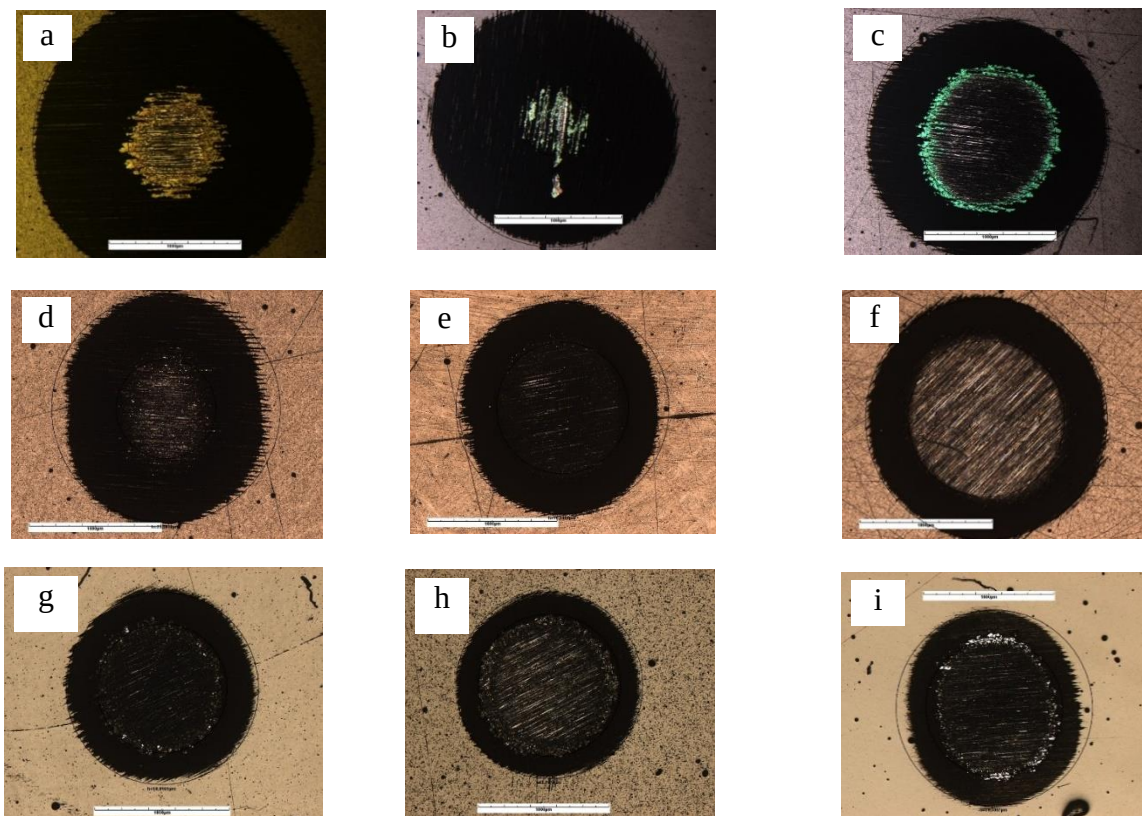
3. TIRIAMOJO DARBO REZULTATAI

3.1. Automobilių dalims skirtų dangų tyrimų rezultatai

3.1.1. Dangų storio matavimai

Dangų storio tyrimas atliktas taikant optinę mikroskopiją (3.1 pav.). Dangos buvo suformuotos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje. Šioje bandinių serijoje azotas buvo naudojamas kaip įterpiamasis elementas dangos ir substrato adhezinio ryšio stiprumui ir dangos eksploatacinėms savybėms pagerinti. Dangos storis priklauso nuo cheminės dujų sudėties, dengimo laiko ir dengimo temperatūros, taip pat priklauso nuo substrato cheminės sudėties ir savybių. Atlikus dangos storio testą su „Calotest“ prietaisu, bandymo rezultatai buvo analizuojami optiniu mikroskopu, o dangos storis buvo apskaičiuojamas naudojant programinę įrangą.

Pateikiamuose paveiksluose matoma, kad dangos storio bandymo metu indentorius (rutuliukas) pasiekė dangos adhezinį sluoksnį. Dangos adhezijos sluoksnio storis siekia apie 2–3 μm . Automobilių dalims skirtų dangų bendras storis yra nuo 4 μm iki 133 μm .



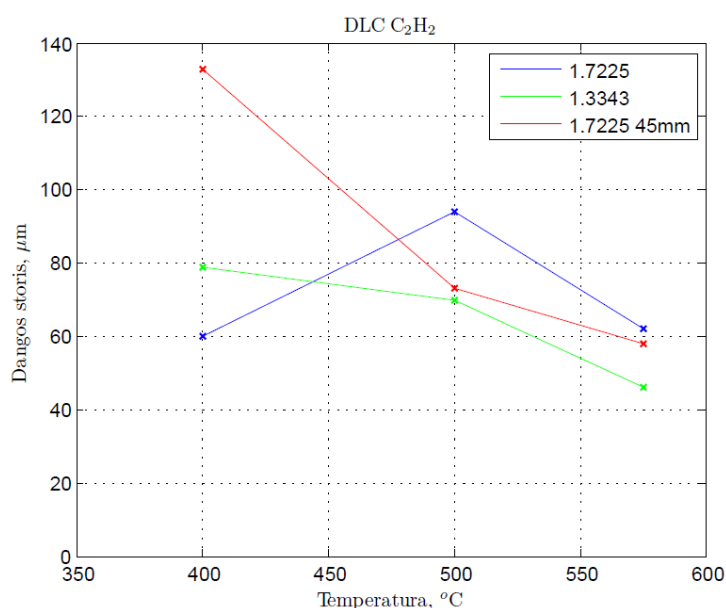
3.1 pav. Dangos, suformuotos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, storio matavimo rezultatai

a – proceso dengimo temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas; b – proceso dengimo temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas; c – proceso dengimo temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas padengtas 45 mm aukštyje; d – proceso dengimo temperatūra 500 °C, 1.7225 substratas; e – proceso dengimo temperatūra 500 °C, 1.3343 substratas; f – proceso dengimo temperatūra 500 °C, 1.7225 substratas

padengtas 45 mm aukštyje; g – proceso dengimo temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas; h – proceso dengimo temperatūra 575 °C, 1.3343 substratas; i – proceso dengimo temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas padengtas 45 mm aukštyje

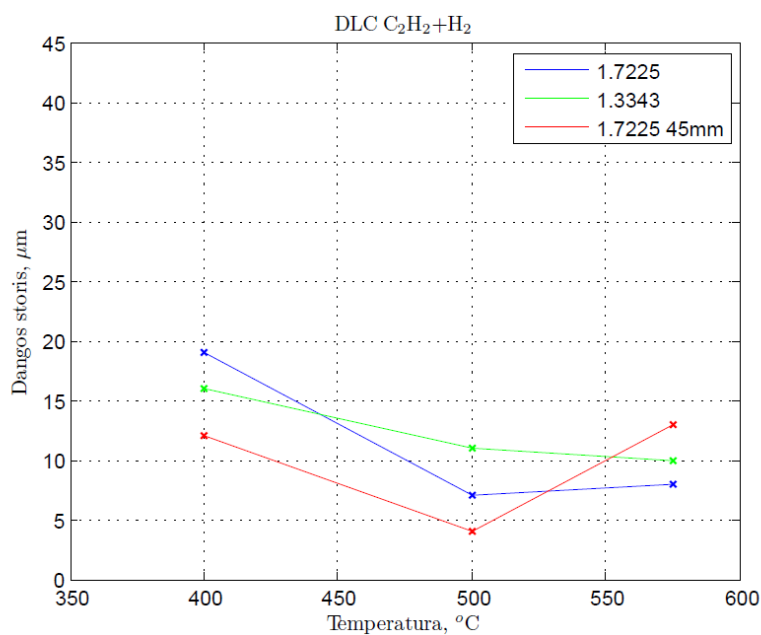
Diagramoje (3.2 pav.) pateikiami dangų storių tyrimų rezultatai. Nustatytos dangų, suformuotų naudojant skirtingas dujų kompozicijas (C_2H_2 , $C_2H_2+H_2$, $C_2H_2+N_2$, C_2H_2+Ar), storio priklausomybės nuo proceso dengimo temperatūros ir substrato medžiagos.

Storiausios dangos buvo padengtos C_2H_2 dujų aplinkoje (3.2 pav.), nes joje nebuvo tokių legiruojamųjų elementų, kaip azotas, silicis ar argonas. Tokia dujų aplinka yra geresnė sp^3 atominių ryšių formavimuisi proceso metu, nes dengimo proceso metu susidaro didesnis anglies kiekis.



3.2 pav. Deimantinės dangos, suformuotos C_2H_2 dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros

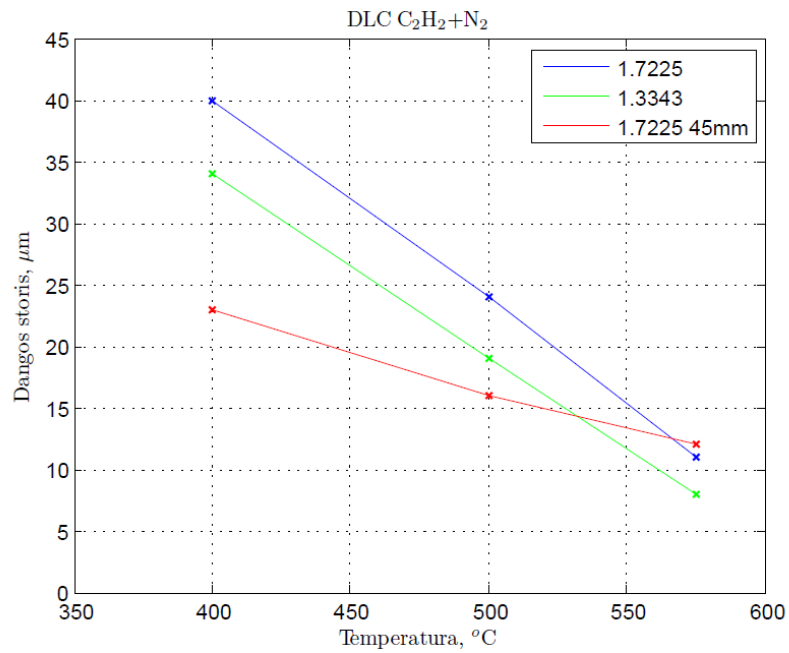
$C_2H_2+H_2$ dujų aplinkoje padengtos ploniausios dangos, nes legiruojamasis elementas šioje dujų kompozicijoje yra vandenilis. Kylant dengimo temperatūrai daugėja sp^3 struktūros ryšių proceso metu ir danga netenka vandenilio. Todėl bendrasis suformuotos dangos storis yra mažesnis (3.3 pav.) palyginus su kitokios dujų kompozicijos deimantinėmis dangomis.



3.3 pav. Deimantinės dangos, suformuotos $C_2H_2+H_2$ dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros

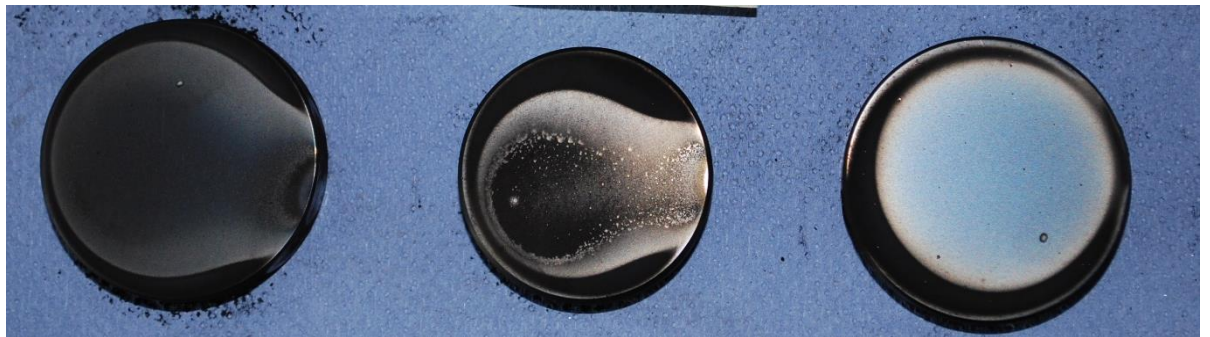
Nustatyta, kad $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje padengtų dangų storis mažėja didėjant dengimo temperatūrai. Taip yra todėl, kad kylant temperatūrai danga netenka vandenilio ir daugėja sp^3 struktūros ryšių proceso metu. Todėl bendrasis dangos storis yra mažesnis (3.3 pav.). Dangos, padengtos ant 1.7225 substrato, yra storesnės, negu padengtos ant 1.3343 substrato. Tai galima paaiškinti tuo, kad dangos formavimosi ypatybės priklauso nuo substrato cheminės sudėties (Donnet *et al.* 2006).

Tyrimų metu buvo nustatyta, kad suformuotos dangos storis priklauso nuo bandinio dengimo padėties reaktoriuje. Bandiniui esant ant reaktoriaus pagrindo formuojamos dangos yra storesnės, negu bandinio, padengto 45 mm aukštyje. Reaktoriaus pagrindo plokštė yra tuo pačiu metu ir katodas, kuris kartu su anodu sukuria plazmos lauką reaktoriuje.



3.4 pav. Deimantinės dangos, suformuotos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, storio priklausomybė nuo substrato ir proceso dengimo temperatūros

Kai dengimo dujos susideda iš $C_2H_2+H_2$, sp^3 tarpatominiai anglies ryšiai suyra ir lieka grafito dulkės (sp^2 tarpatominiai ryšiai). Todėl bendrasis sp^3/sp^2 tarpatominių ryšių santykis mažėja. Nusodintų grafito dulkių pavyzdys matomas 3.5 pav.

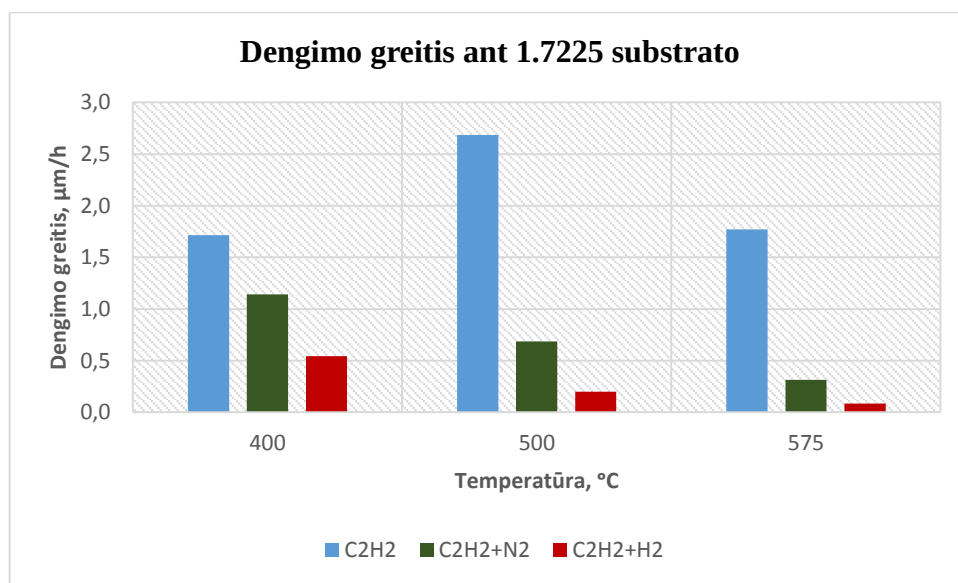


3.5 pav. $C_2H_2+H_2$ dujų aplinkoje, 575 °C suformuoti paviršiai (grafito dulkės)

Tyrimų metu acetileno ir vandenilio aplinkoje ($C_2H_2+H_2$), 575 °C temperatūroje nenusodintos tinkamos amorfinės struktūros deimantinės dangos. Šis režimas pasiekė dengimo technologijos apribojimus, nes atrasta, kad kieta amorfinė anglis nesusiformuoja aukštoje temperatūroje, nes vandenilis suyra dengimo metu.

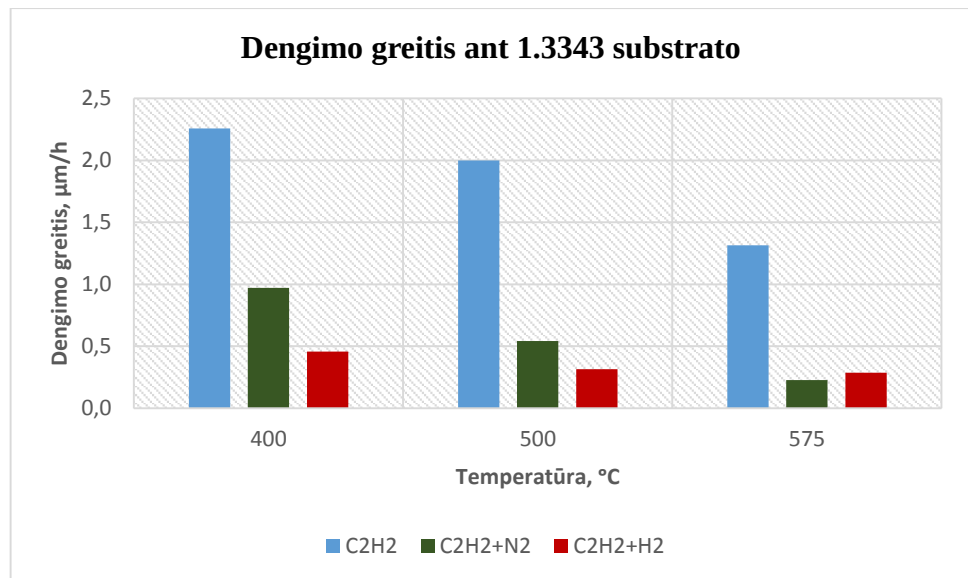
3.1.2. DLC dangų dengimo greičio skaičiavimas

Dangos nusodinimo greitis buvo apskaičiuotas pagal dengimo proceso trukmę. Į skaičiavimus neįtrauktos dangos, kurios padengtos 45 mm aukštyje nuo reaktoriaus pagrindo. 3.6 pav. pateiktas dengimo greičio kitimas priklausomai nuo dengimo proceso temperatūros. Dengimo greitis svyruoja nuo 0,1 $\mu\text{m/h}$ iki 2,7 $\mu\text{m/h}$, kai proceso temperatūra kinta nuo 400 $^{\circ}\text{C}$ iki 575 $^{\circ}\text{C}$. Diagramoje matomi dangų nusodinimo greičiai ant 1.7225 substrato. Didžiausias dengimo greitis pasiektas C_2H_2 dujų aplinkoje, nes ši dujų aplinka neturi įterpiamųjų elementų, kurie suirtų kylant proceso temperatūrai. Todėl dangą sudarantys anglies atomai greičiau formuoja tarpatominius sp^3 ryšius.



3.6 pav. Deimantinės dangos, suformuotos ant 1.7225 substrato, nusodinimo greitis

Dengiant dangą ant abiejų (1.7225 ir 1.3343) substratų, pastebima, kad dengimo greitis mažėja didėjant proceso temperatūrai. Taip yra todėl, kad amorfinėje dangoje susidaro tarpatominiai ryšiai tarp anglies ir vandenilio atomų, tačiau, kylant proceso temperatūrai nuo 400 $^{\circ}\text{C}$ iki 575 $^{\circ}\text{C}$, danga netenka vandenilio ir bendrasis dangos storis mažėja (3.7 pav.).



3.7 pav. Deimantinės dangos, suformuotos ant 1.3343 substrato, nusodinimo greitis

Deimantinių dangų storio bandymo matuojamos duobutės pateikiamos 2 priede. Pagal atliktą tyrimą matoma, kad dangos storis ir dengimo greitis priklauso nuo cheminės proceso dujų sudėties, dengimo laiko ir dengimo temperatūros. Taip pat priklauso nuo substrato cheminės sudėties ir savybių.

3.1.3. Dangų įbrėžimo bandymo vidutinės kritinės apkrovos nustatymas

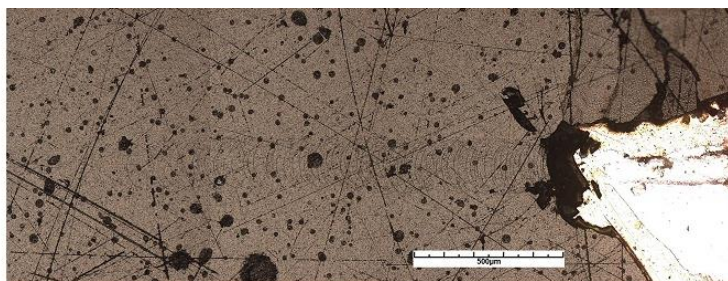
Tyrimų metu suformuotų dangų adhezija buvo nustatoma pagal ASTM standartą C1624 ir remiantis Dalibono (Dalibon *et al.* 2015) tyrimų rekomendacijomis. Adhezijos bandymo metu nustatytos dangos tamprumo ir pasipriešinimo didėjančiai jėgai savybės. Optiniu mikroskopu buvo nustatomas dangos atitrūkimo pobūdis ir matuojamas atidengto substrato ilgis.

C₂H₂ dujų kompozicijos dangos įbrėžimo bandymas pateiktas 3.8 pav. Indentorius pasiekė substratą esant 73 N apkrovai. Įbrėžimo bandymas prasideda nuo dangos paviršiaus įrėžimo, o indentoriaus jėga nuolat didinama. Kai indentoriaus jėga pasiekia kritinę reikšmę, dangoje susidaro įtempiai, todėl ji atitrūksta nuo substrato. Bandymo takelio pabaigoje indentorius pasiekia dangos adhezinių sluoksnių ir substrato paviršių. Adhezijos bandymo pradžią paveiksle žymi geltona vertikali linija.



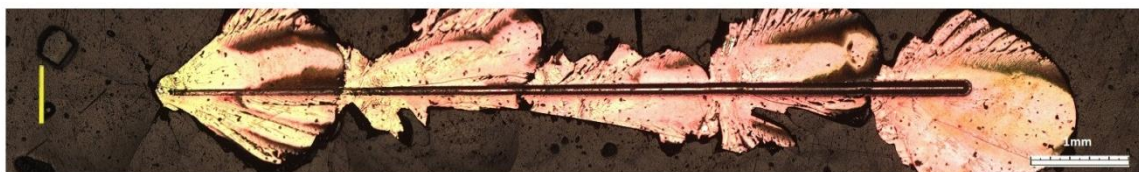
3.8 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas

3.9 pav. pateikta optiniu mikroskopu padidinta dangos įtrūkio zona. Pastebima, kad deimantinei dangai būdinga plastinė tampri būseną. Matomi įtrūkiai dangos paviršiuje, tačiau danga yra iki tol, kol apkrova bandymo metu pasiekia kritinę reikšmę.



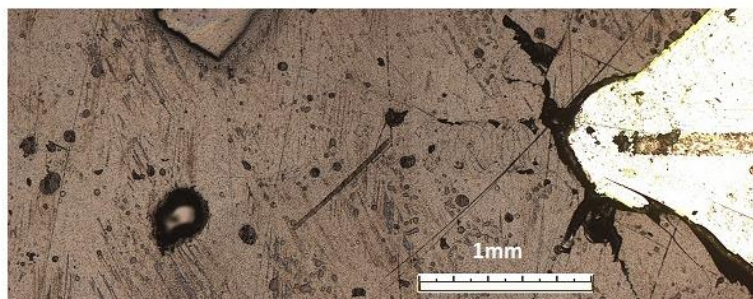
3.9 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.7225 substratas

Storesnės dangos gali atlaikyti didesnes apkrovas įbrėžimo bandymo metu, nes papildomi dangos sluoksniai kompensuoja didėjančią jėgą. Plonesnės dangos įtrūksta esant mažesnėms jėgoms (3.10 pav.).



3.10 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas, didžiausia jėga – 18 N

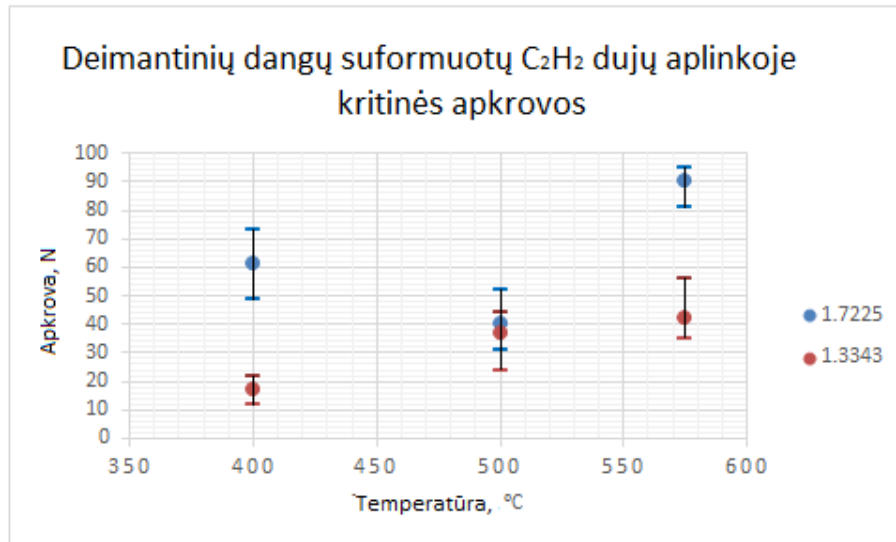
Padidinus įtrūkio vietos vaizdą, matomas homogeniškas įtempių pasiskirstymas dangos paviršiuje (3.11 pav.).



3.11 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas

Diagramoje (3.12 pav.) matoma tiriamų dangų adhezinių savybių priklausomybė nuo dengimo temperatūros ir dujų kompozicijos. Deimantinės dangos, padengtos C₂H₂ dujų aplinkoje,

yra storiausios dangos, todėl adhezijos tyrimo metu parodė geriausius rezultatus. Adhezijos bandymo metu dangos, padengtos aukštesnės temperatūros sąlygomis, įtrūko pasiekus didesnės jėgos reikšmes. Ant 1.7225 substrato padengtos dangos įtrūksta esant didesnėms jėgoms, o kai dengimo proceso temperatūra pasiekia 500 °C, dangų, suformuotų ant 1.7225 ir 1.3343 substratų, adhezijos bandymo apkrovos kritinės reikšmės sutampa.

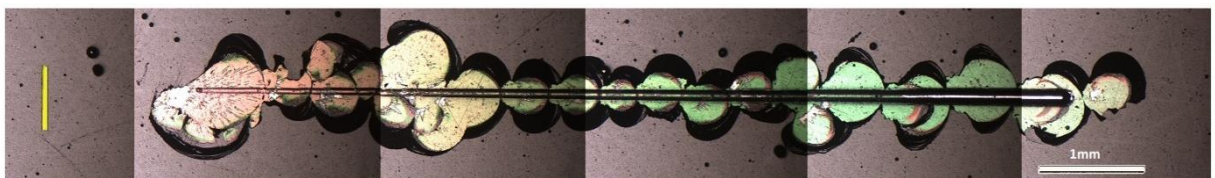


3.12 pav. C_2H_2 dujų aplinkoje suformuotų dangų ant 1.7225 ir 1.3343 substratų adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės

Iš literatūros apžvalgos žinomi keli parametrai, nulemiantys DLC dangų adheziją. Kai DLC danga suformuojama ant adhezinio sluoksnio, yra pagerinamas dangos sukibimas su substratu (Jacob *et al.* 1993). Šis sluoksnis suteikia galimybę pagerinti DLC dangos eksploatacines savybes.

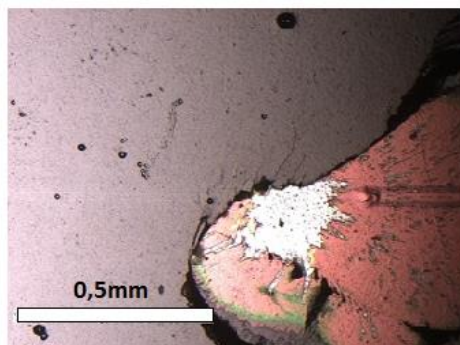
Dangos adhezinės savybės taip pat priklauso nuo dangos ir substrato kietumo. Todėl dangos, padengtos ant kieto substrato, sutrūksta pasiekus aukštesnes apkrovas. Taip pat dangose, padengtose aukštesnėje temperatūroje, susiformuoja didesnis sp^3 struktūrinių ryšių kiekis. Tai leidžia pasiekti „kietą“ dangos struktūrą.

3.13 pav. pateiktos kriauklės formos įtrūkiai. Kaip ir įprasta deimantinėms dangoms – įbrėžimas pasiekia adhezinį sluoksnį ir substrato paviršių



3.13 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas, kritinė apkrova 17 N

Toks dangos elgesys laikomas tampriu, nes prieš pasirodant pirmiesiems kriauklės formos įtrūkiams (angl. *shell cracks*) dangoje nepastebima plastinė deformacija (3.14 pav.).



3.14 pav. Deimantinės dangos adhezijos bandymo įtrūkio zona: proceso temperatūra 400 °C, 1.3343 substratas

Deimantinė danga, padengta 575 °C temperatūroje, $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, turi išskirtinį įtrūkio pobūdį. Danga įtrūko tokiu pat būdu kaip siliciu legiruota danga.



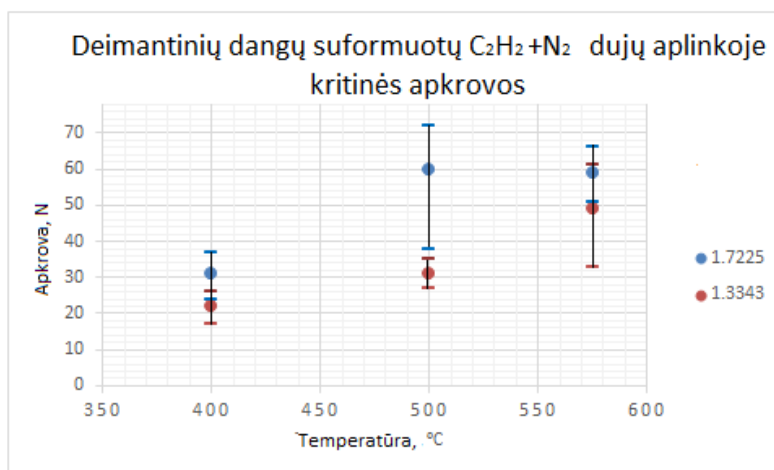
3.15 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas, kritinė apkrova 51 N

3.16 pav. matyti, kad dangos deformacija yra tampri, tai yra nematomi radialiniai ar kriaukliniai įtrūkliai bandymo metu. Didinant apkrovą bandymo metu, substrato paviršiuje atsiranda įbrėžimas ir danga atitrūksta. Dangos įtrūkio plotas didėja kylant indentoriaus apkrovai, o adhezinis sluoksnis nematomas optiniu mikroskopu padarytose nuotraukose. Galima teigti, kad adhezinis sluoksnis sudarė stiprų ryšį tarp dangos ir substrato.



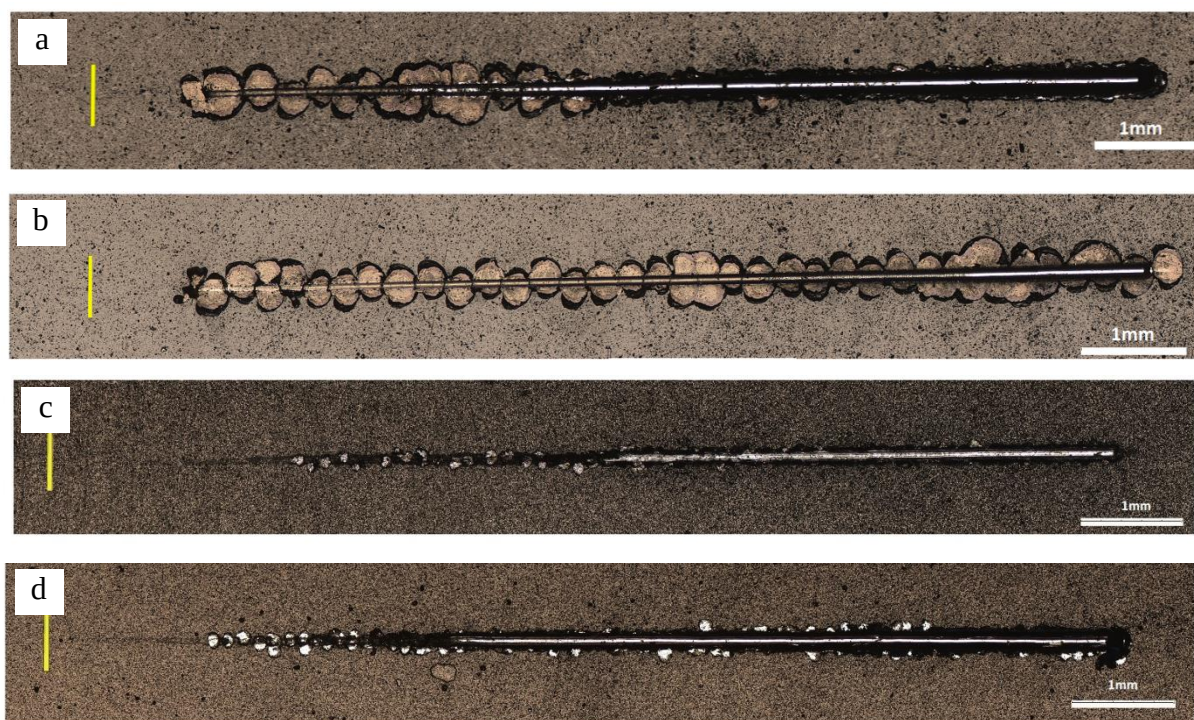
3.16 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.3343 substratas, kritinė apkrova 54 N

Deimantinių dangų, suformuotų acetileno ir azoto dujų aplinkoje ($C_2H_2+N_2$), adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės žemesnės negu tik acetileno aplinkoje suformuotų dangų. Šių dangų adhezinės savybės skiriasi, nes acetileno aplinkoje suformuotos dangos yra kietesnės, negu acetileno ir azoto aplinkoje suformuotos dangos. Dangų kietumas turi tiesioginę priklausomybę dangos adhezijos savybėms. Dangos, suformuotos acetileno ir azoto dujų aplinkoje, adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės didėja, didėjant dengimo temperatūrai, nes dangos kietumas padidėja (3.17 pav.).



3.17 pav. Deimantinių dangų, suformuotų $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, adhezijos bandymo vidutinės kritinės apkrovos reikšmės

$C_2H_2+H_2$ dujų aplinkoje padengtos dangos yra ploniausios, todėl įbrėžimo bandymo metu vidutinė kritinė apkrova yra nuo 9 N iki 52 N. Prieš dangai įtrūkstant, plonos dangos turi tamprų deformavimosi pobūdį. Bandymo metu indentorius pasiekia adhezinį sluoksnį, kuris matomas tik trūkio pradžioje, toliau adhezinis sluoksnis nepastebimas, o matomas tik substrato paviršius (3.18 pav.).



3.18 pav. Deimantinės dangos įbrėžimo bandymas

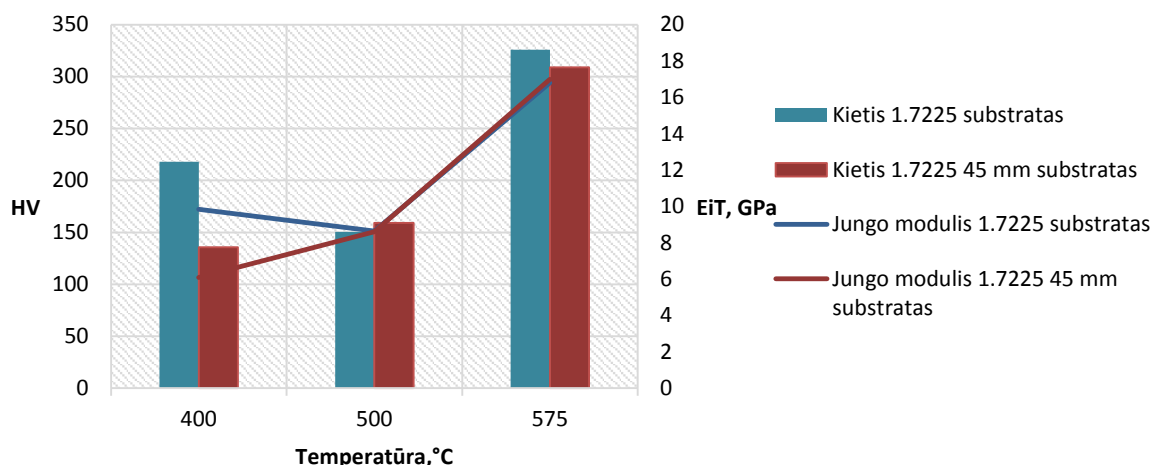
a) 400 °C, 1.7225 substratas, didžiausia kritinė jėga – 10 N; b) 400 °C, 1.3343 substratas, didžiausia kritinė jėga 9 N; c) 500 °C, 1.7225 substratas, didžiausia kritinė jėga 36 N; d) 500 °C, 1.3343 substratas, didžiausia jėga 52 N

Dangų adhezijos bandymai parodė, kad dangos, padengtos aukštesnėse temperatūrose, turi didesnes vidutines kritinės apkrovos reikšmes. C₂H₂ dujų aplinkoje nusodintos dangos sutrūko aukštesnės jėgos sąlygomis, nes turi daugiausia anglies atomų atominiams ryšiams sukurti. Pagal Jacobo ir Möllerio teoriją, adhezinės savybės gerėja didėjant sp³ atominių ryšių kiekiui dangoje. Ant 1.7225 substrato padengtos dangos sutrūko aukštesnių jėgų sąlygomis, palyginus su 1.3343 substrato dangomis.

3.1.4. DLC dangų kietumo ir Jungo modulio matavimas

Tiriamų dangų kietumo matavimai atlikti su Vickerso mikrokietmačiu naudojant 30 mN apkrovą, tinkamą deimantinių dangų paviršiui tirti. Tyrimo parametrai nustatyti pagal VDI standarto kriterijus. Bandymams pasirinktas 1.7225 substratas, padengtas 0 mm aukštyje (ant reaktoriaus pagrindo) ir 45 mm aukštyje. 3.19 pav. pateikiamos kietumo ir Jungo modulio priklausomybės nuo dengimo proceso temperatūros.

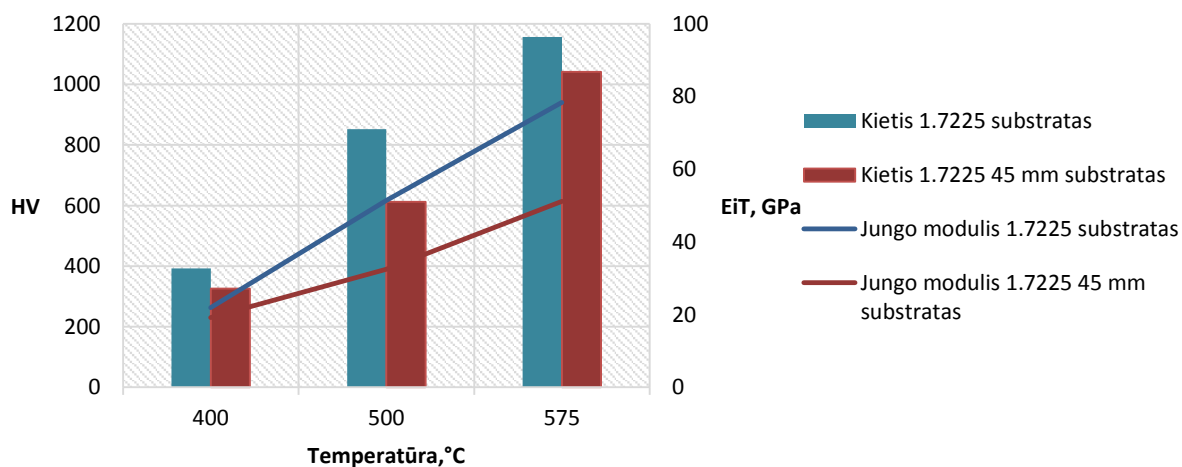
Deimantinių dangų suformuotų C_2H_2 dujų aplinkoje, kietio ir Jungo modulio reikšmės



3.19 pav. Deimantinių dangų, suformuotų C_2H_2 dujų aplinkoje, kietio ir Jungo modulio palyginimas

Nustatyta, kad tiriamų deimantinių dangų kietumas ir Jungo modulis didėja, didėjant dengimo proceso temperatūrai, nes didėjant proceso temperatūrai dangoje susiformuoja daugiau tankesnės struktūros sp^3 ryšių. Bandinių padėtis reaktoriuje yra svarbus parametras, nes bandiniai, padengti 45 mm aukštyje, turi mažesnes kietio reikšmes. Tai įvyksta dėl to, kad reaktoriaus pagrindas tuo pačiu metu yra ir plazmos sudarymui reikalingas katodas. Todėl dangos, padengtos ant katodo (reaktoriaus pagrindo), yra storesnės.

Deimantinių dangų suformuotų $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, kietio ir Jungo modulio reikšmės



3.20 pav. Deimantinių dangų, suformuotų $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, kietio ir Jungo modulio matavimo rezultatai

Tyrimų metu nustatyta, kad deimantinės dangos, padengtos azoto ir acetileno aplinkoje, yra tris kartus kietesnės negu dangos, padengtos tik acetileno aplinkoje. Tai patvirtina teoriją, kad azoto įterpimas į dengimo dujas (dangų legiravimu) pagerina kietumo savybes. Būtent šiuose bandiniuose nustatyta, kad kietumas padidėja net tris kartus. Dangos, padengtos azotu, yra kietesnės, nes jos turi geresnį adhezinį sluoksnį. Kai kontaktinis slėgis didėja kietumo bandymo metu, įtempių pasiskirstymas dangoje kinta. Didžiausi įtempiai yra dangos pagrinde, kuriame yra sukuriamas papildomas azoto sluoksnis, padedantis atlaikyti padidėjusias jėgas (Erdemir *et al.* 2006; Koizumi *et al.* 2008). Kietumo bandymai parodė, kad adhezinis sluoksnis atlaikė kontaktinius įtempius, todėl kietumo bandymo reikšmės didesnės. Jungo modulis deimantinėse dangose yra tiesiogiai proporcingas kiečio reikšmėms ir didėja kylant proceso dengimo temperatūrai.

3.1.5. Dangų trinties koeficiento ir slystančiojo kūno nusidėvėjimo tyrimas

Tiriamų dangų tribologinis bandymas atliktas su 12 N ir 4 N apkrovomis. Tačiau kai kurios dangos įtrūko dėl per didelės apkrovos (12 N). Palyginimas tarp kokybiškai ir nekokybiškai atlikto bandymo matomas 3.21 pav.

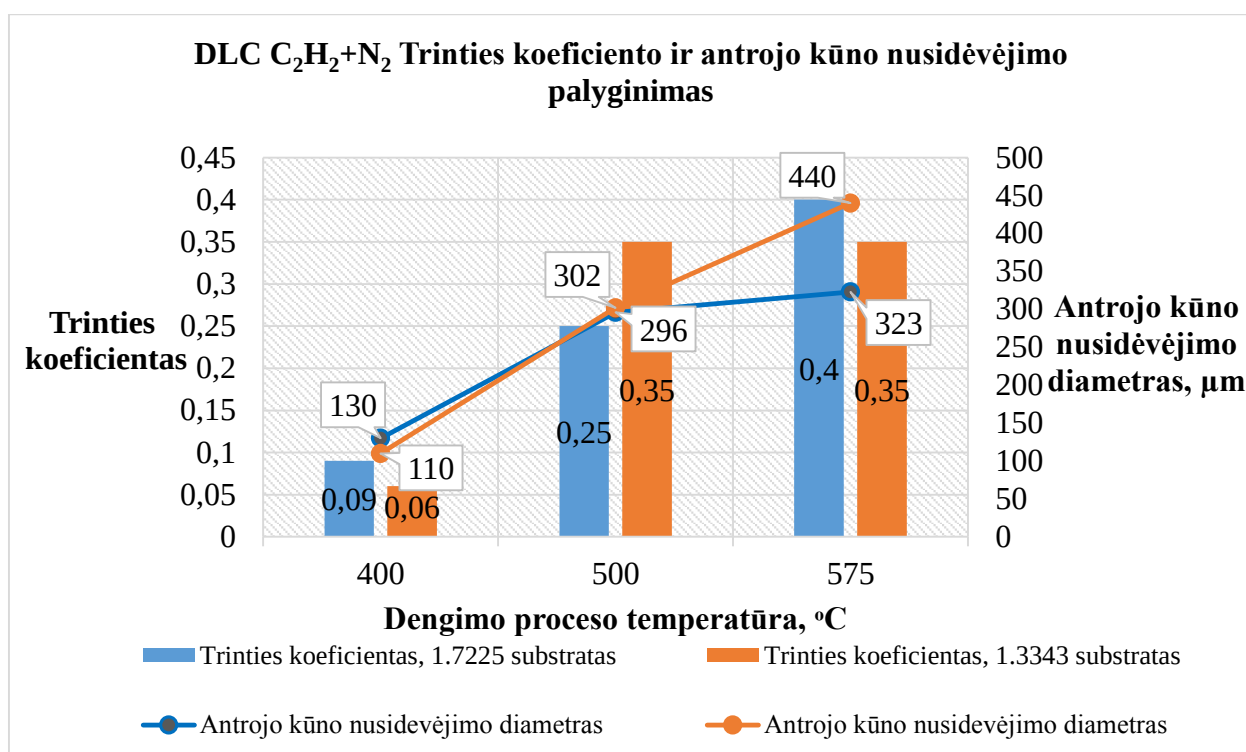


3.21 pav. Deimantinės dangos, padengtos C_2H_2 dujų aplinkoje, tribologinis bandymas: proceso temperatūra 575 °C, 1.7225 substratas

Mažesnio spindulio slydimo takelyje matoma, kad bandymo jėga per didelė šiam bandiniui, nes antrasis kūnas įbrėžė dangą ir pasiekė substratą. Tokio tyrimo rezultatai nėra analizuojami, nes bandymo metu surinkta informacija neatspindi dangos savybių. Nes kai antrasis kūnas pasiekia substrato paviršių – programinė įranga registruoja substrato, o ne dangos trinties koeficiento reikšmę. Tribologinių bandymų rezultatai buvo vertinami tik tų bandinių, kurie neįtrūko.

Tribologinių testų rezultatai atlikti su deimantinėmis dangomis, padengtomis C_2H_2 dujų aplinkoje, pateikiami 3 priede. Atlikus bandymus nustatyta, kad dangos, padengtos žemesnėse temperatūrose (400 °C ir 500 °C), suiro bandymo metu dėl mažo sp^3 atominių ryšių kiekio dangoje.

Dangos, padengtos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, nesuiri tribologinio bandymo metu, todėl rezultatų koreliacija pateikiama 3.22 pav. Diagramoje matoma, kad 1.3343 substrato dangos pasižymi dideliu trinties koeficientu esant aukštai dengimo temperatūrai (500 °C ir 575 °C). Dangos, padengtos 400 °C temperatūroje, turi žemesnį trinties koeficientą. Tai galima paaiškinti tuo, kad slydimo metu atitrūkusios dangos dalelės lieka ant slydimo takelio, taip padidindamos trintį tribologinėje sistemoje. Todėl bandymo metu trinties koeficientas didėja. Kietesnių dangų dalelės sukelia didesnę nusidėvėjimą ir didina trinties koeficientą. Todėl didėjant proceso temperatūrai – didėja nusidėvėjimo ir trinties koeficiento reikšmės.



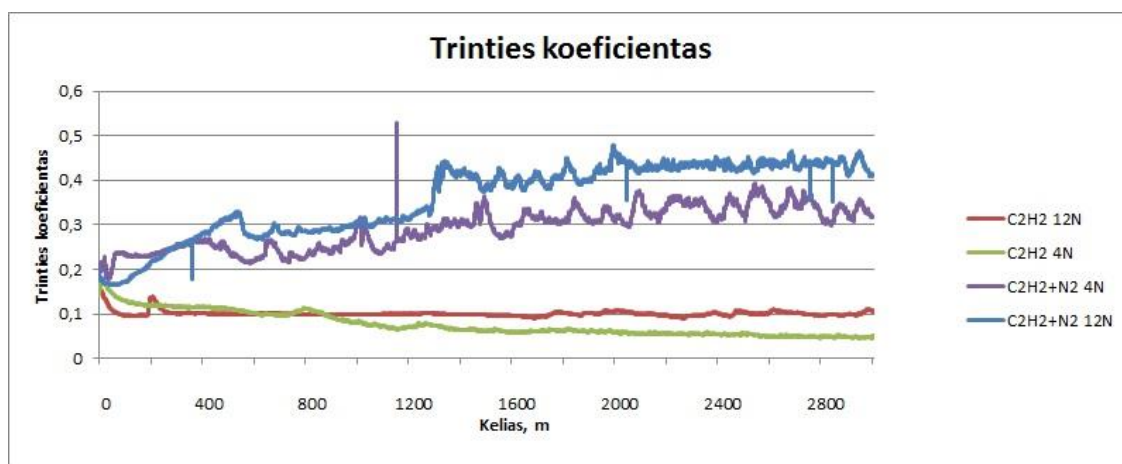
3.22 pav. DLC dangos, suformuotos $C_2H_2+N_2$ dujų aplinkoje, trinties koeficiento ir antrojo kūno nusidėvėjimo matavimai, esant 4 N normalinei jėgai tribologijos bandymo metu

DLC $C_2H_2+H_2$ dangos nusodintos grafito pavidalu, todėl tribologiniai bandymai su jomis neatlikti. Siekiant geriau suprasti DLC nusidėvėjimo dėsnius atlikta CLSM mikroskopija. CLSM mikroskopu nuskenuotas dangos nusidėvėjimo kelias ir gylis. Skenavimui pasirinktos dvi dangos: DLC C_2H_2 ir DLC $C_2H_2+N_2$. Dangų dengimo temperatūra 575 °C.

3.23 pav. palyginami keturi tiriamų DLC dangų trinties koeficientai: DLC C_2H_2 (12 N), DLC C_2H_2 (4 N), DLC $C_2H_2+N_2$ (12 N), DLC $C_2H_2+N_2$ (4 N). Tribologinio bandymo slydimo kelias 3 km. DLC dangos buvo suformuotos ant to paties 1.7225 substrato. Šio bandymo metu didžiausias užregistruotas trinties koeficientas – 0,4. Tai atitinka ir kieto bandymo rezultatus, nes kietesnės dangos turi aukštesnes trinties koeficiento reikšmes. Taip pat dangos, tirtos esant 12 N trinties

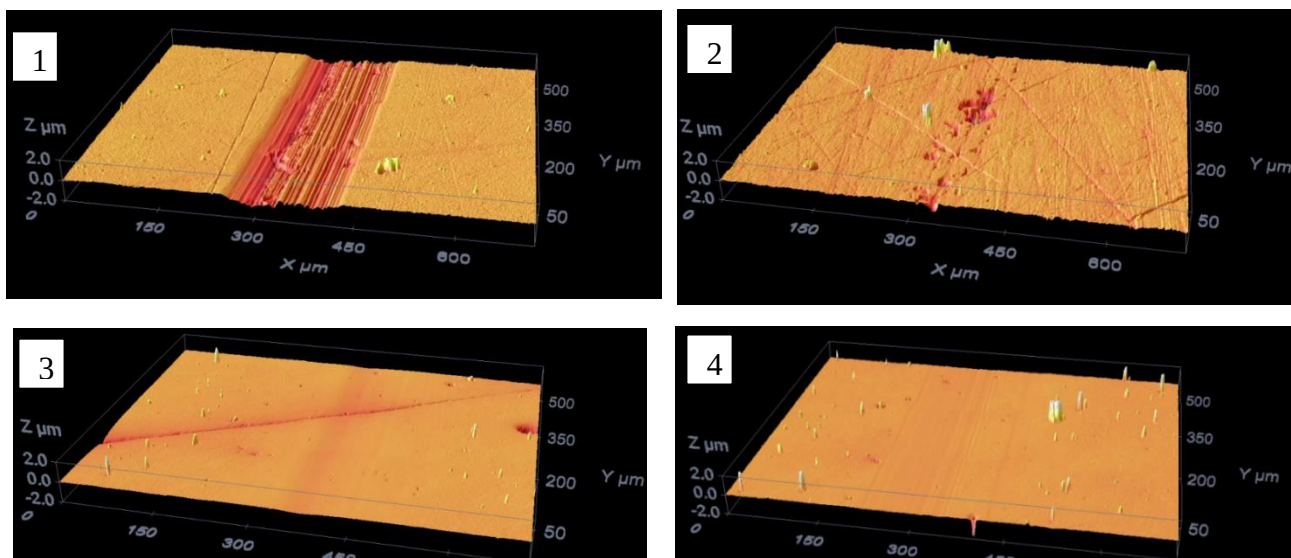
bandymo apkrovai, turi aukštesnius trinties koeficientus. Nes kylant normalinei jėgai, kyla dangų trinties koeficiento reikšmės.

Trinties bandymo metu kuo aukštesnė normalinė jėga naudojama, tuo didesnis dangos trinties koeficientas. Didėjant normalinei jėgai, danga irsta greičiau ir atsiranda nusidėvėjimo dalelių, kurios padidina trinties jėgą ir koeficientą (Dalibon, 2015). Pagal tribologinių dangų teoriją, žemas trinties koeficientas gali susidaryti dėl tarpinio sluoksnio susiformavimo dėl trinties jėgų, veikiančių paviršiuje. Dėl trinties paviršiuje susidarancio tarpinio sluoksnio, trinties koeficiento reikšmės yra mažos, nes naujai susidaręs sluoksnis turi savitepių savybių dėl mažo atsparumo šlyties jėgoms (Dalibon 2015).



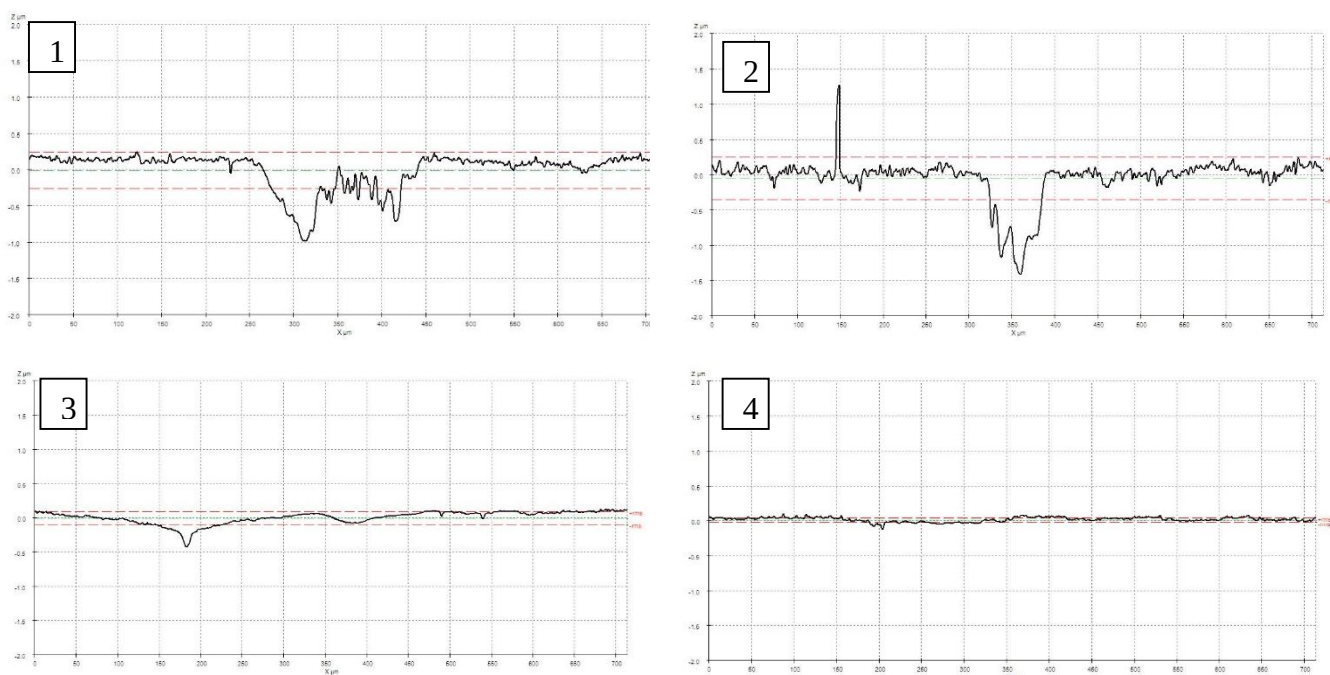
3.23 pav. Deimantinių dangų trinties koeficientų palyginimas

3.24 pav. pateikiamos CLSM mikroskopijos būdu padarytos nuotraukos ir profilio matavimai. Nuotraukose matomas dangos nusidėvėjimas ir slydimo takelis. Pagal dangų trinties koeficiento rezultatus, didžiausias nusidėvėjimas pastebimas minkštesnėse dangose esant didžiausioms apkrovoms (3.24 pav.). DLC dangos, padengtos su azotu, turi geresnes abrazyvines savybes, nes pagal CLSM nuotraukas galima spręsti, kad tik C_2H_2 turi žymų dangos masės netekimą. Dangos, padengtos azoto aplinkoje, beveik neturi masės netekimo dėl azoto savybės pagerinti deimantinių dangų adhezinės savybes ir kietumą.



3.24 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos: 1) DLC C₂H₂, apkrova 12 N; 2) DLC C₂H₂, apkrova 4 N; 3) DLC C₂H₂+N₂, apkrova 12 N; 4) DLC C₂H₂+N₂, apkrova 4 N

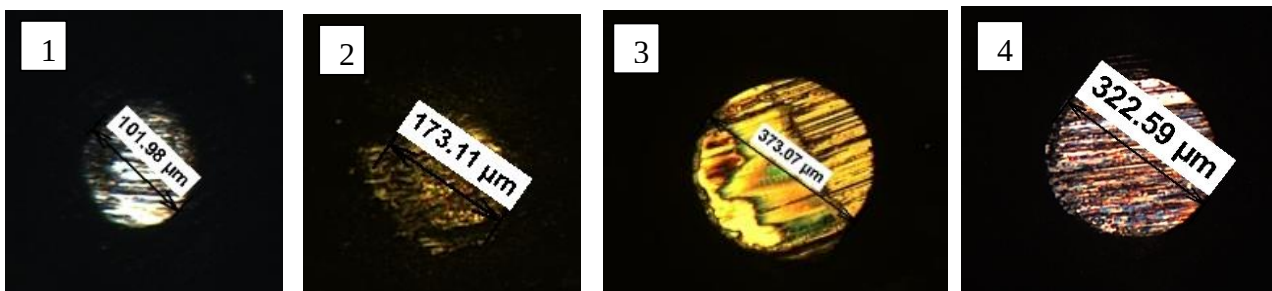
Analizuojant DLC dangų slydimo takelio profilį, galima matyti, kad abrazyvinio nusidėvėjimo kryptis atitinka kamuoliuko slydimo kryptį. Bandymo metu abrazyvinis nusidėvėjimas yra sukeliamas dėl kietų dalelių trynimosi į dangos paviršių, tai sukelia plastinę deformaciją arba įtrūkį. Matoma, kad dangos, padengtos C₂H₂ dujų aplinkoje, turi didžiausią nusidėvėjimą – 0,5 μm. Dangos abrazyvinis nusidėvėjimas susijęs su dangos kietumu ir Jungo moduliu. Mažesnes kietumo ir Jungo modulio reikšmes turinčios dangos turi tasiai plastišką suirimo pobūdį (angl. *viscoplastic*), kurio metu plastiški įbrėžimai gali pasikartoti (Dalibon *et al.* 2015). Todėl kietesnėms dangoms, padengtoms C₂H₂+N₂ dujų aplinkoje, būdingas mažesnis nusidėvėjimas – 0,1 μm (3.25 pav.).



3.25 pav. CLSM mikroskopijos būdu matuojami dangos trinties bandymo nusidėvėjimo gyliai: 1 – DLC C₂H₂, apkrova 12 N, nusidėvėjimo gylis 0,25 μm; 2 – DLC C₂H₂, apkrova 4 N, nusidėvėjimo gylis 0,5 μm; 3 – DLC C₂H₂+N₂, apkrova 12 N, nusidėvėjimo gylis 0,2 μm; 4 – DLC C₂H₂+N₂, apkrova 4 N, nusidėvėjimo gylis 0,1 μm

3.26 pav. matoma, kad antrojo kūno nusidėvėjimas priklauso nuo deimantinės dangos kietumo. Antrasis kūnas nusidėvėjo mažiau esant minkštesnėms dangoms, o bandymo metu su

kietesnėmis dangomis – nusidėvėjimo skersmuo siekė net 373 μm . Palyginus surinktus duomenis, DLC C_2H_2 dangos trinties bandymas parodė didžiausias dangos nusidėvėjimo reikšmes.



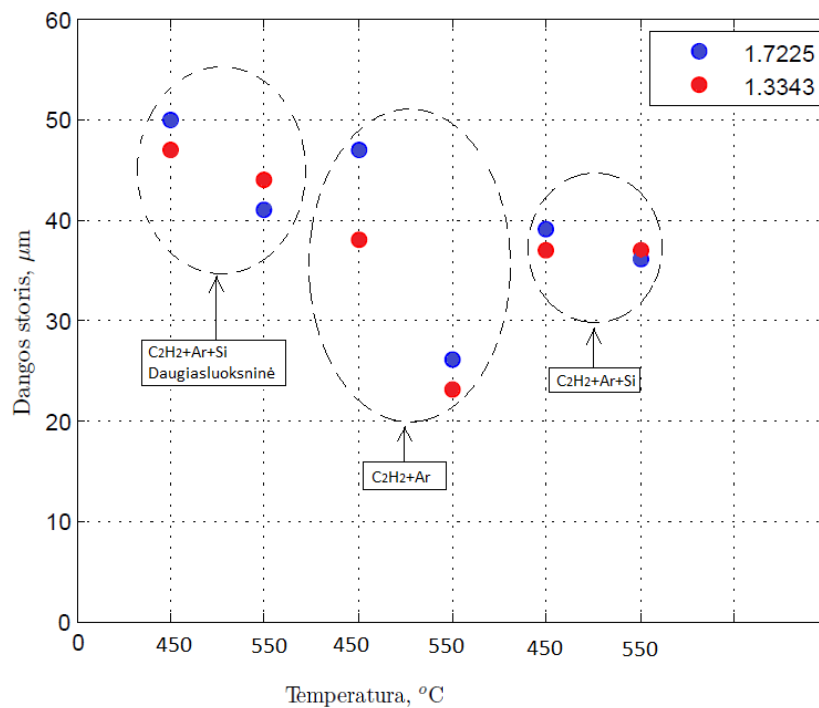
3.26 pav. DLC dangų trinties bandymo antrojo kūno (1.3505 plienas) nusidėvėjimo skersmuo: 1) DLC C_2H_2 , apkrova 12 N; 2) DLC C_2H_2 , apkrova 4 N; 3) DLC $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$, apkrova 12 N; 4) DLC $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$, apkrova 4 N

Tribologinio bandymo metu 12 N normalinė jėga galėjo atlaikyti tik dangos, padengtos aukštoje temperatūroje (575 $^{\circ}\text{C}$). Nes dengiant šioje temperatūroje padidėja dangos tankis dėl padaugėjusių atominių anglies ryšių dangoje. Tyrimo metu nustatyta, kad DLC $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$ danga turi didžiausias trinties koeficiento reikšmes ir antrojo kūno nusidėvėjimo skersmenį. Šios reikšmės didėja didėjant dangos dengimo temperatūrai.

3.2. Turbinų gamybai skirtų DLC dangų tyrimų rezultatai

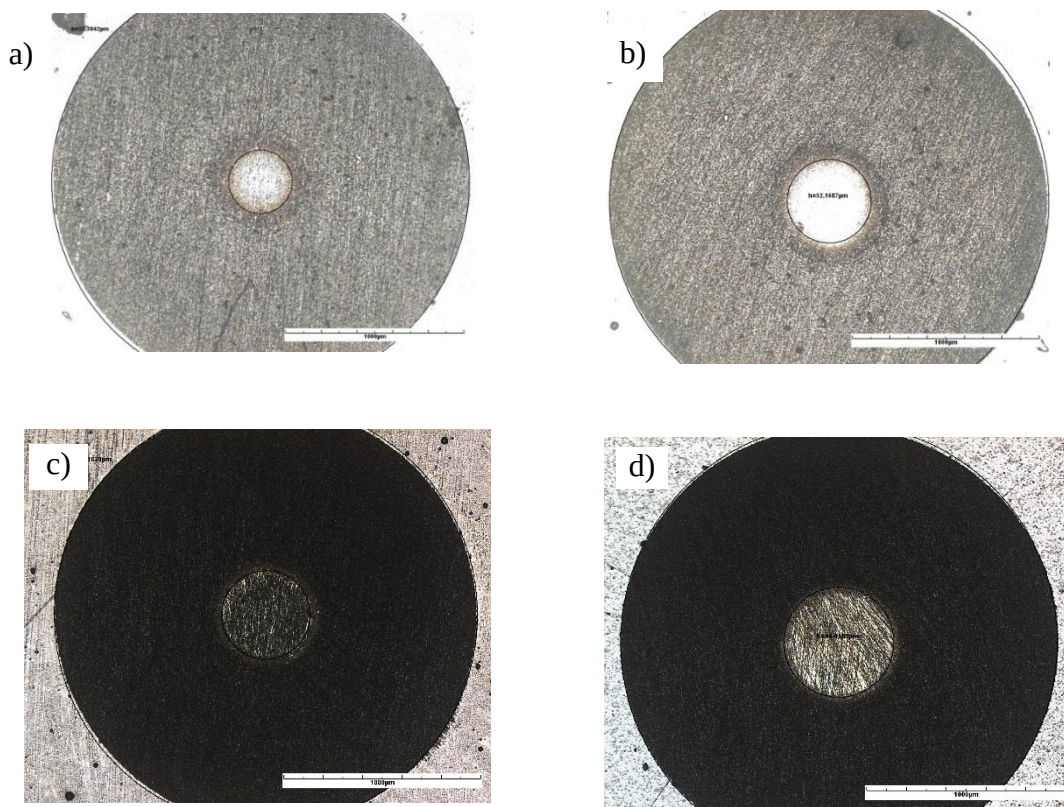
3.2.1. Dangos storio matavimas

Tiriamų deimantinių dangų storio reikšmės varijuoja nuo 22 iki 50 μm . Daugiasluoksnės dangos yra storiausios dangos šioje bandinių serijoje dėl pasikartojančio silicio įpurškimo į dengimo sistemą. Todėl bendras dangos storis varijuoja 41–50 μm . 3.27 pav. pateikiamos dangų storių priklausomybės nuo dengimo proceso temperatūros (450 $^{\circ}\text{C}$ ir 550 $^{\circ}\text{C}$) ir substrato medžiagos.



3.27 pav. Deimantinių dangų storio priklausomybė nuo dengimo temperatūros ir substrato

3.28 pav. pateikiamos deimantinių dangų, nusodintų $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje, optinės mikroskopijos nuotraukos po sferinio abrazyvinio bandymo. Iš nuotraukų matyti, kad po sferinio abrazyvinio bandymo dangos neturėjo didesnių įtrūkių ir adhezinis sluoksnis nepasiektas.



3.28 pav. Dangos, suformuotos $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje, storio bandymo nuotraukos:
a – proceso dengimo temperatūra 450 °C, 1.7225 substratas; b – proceso dengimo temperatūra 450 °C, 1.3343 substratas; c – proceso dengimo temperatūra 550 °C, 1.7225 substratas; d – proceso dengimo temperatūra 550 °C, 1.3343 substratas

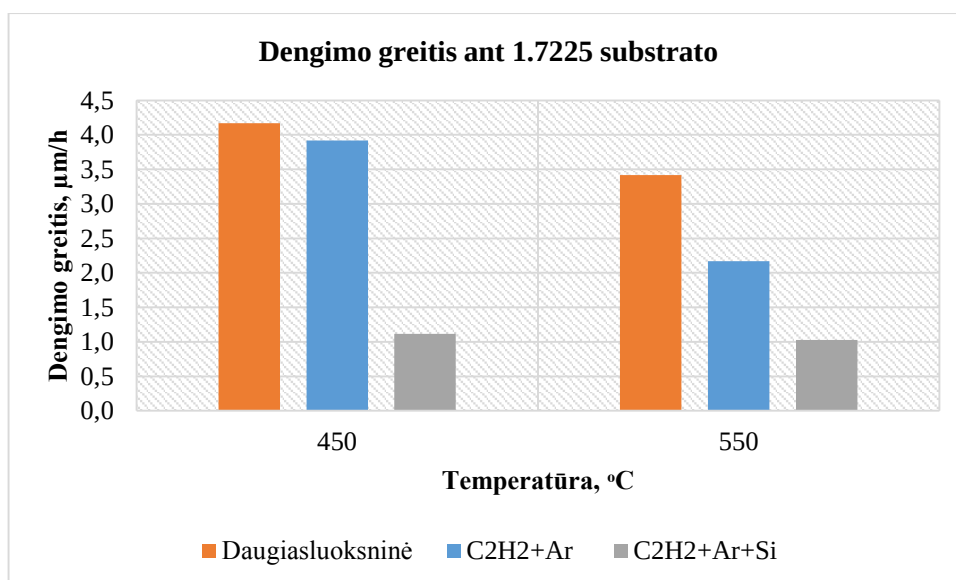
Atlikus sferinį abrazyvinį bandymą pastebėta, kad dangos suformuotos su geru adheziniu ryšiu tarp substrato ir dangos, nes bandymo metu dangos nesuiro.

3.2.2. Dengimo greičio skaičiavimas

DLC dangų dengimo greitis skiriasi priklausomai nuo dangos struktūros klasės. Žinoma, kad dangos gali būti 3 skirtingų klasių:

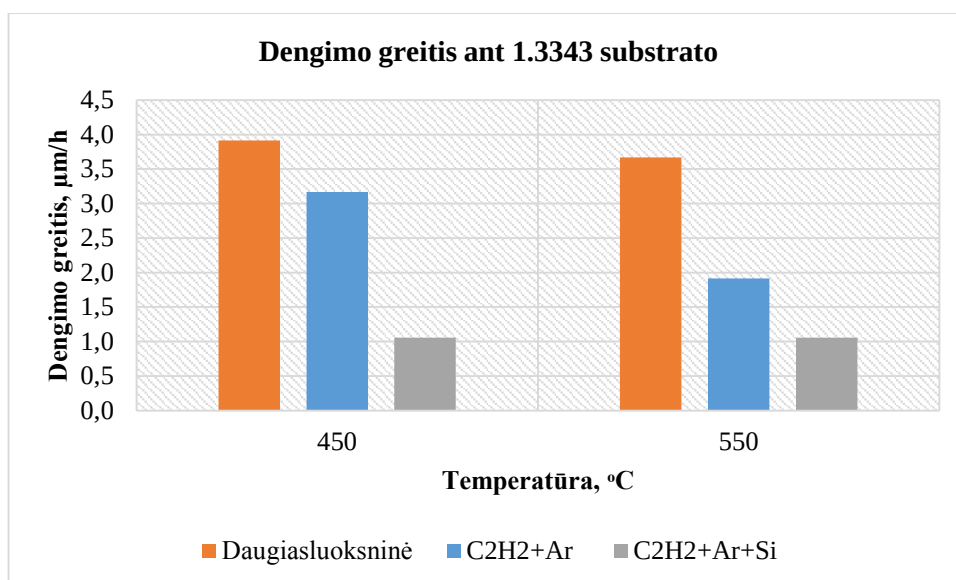
- paprastoji (vienasluoksnė);
- gradiento;
- daugiasluoksnė.

Turbinų gamybai skirtų dangų tyrimams pasirinktos paprastosios ir daugiasluoksnės architektūros dangos. DLC dangų dengimo greičio tyrimas rodo, kad paprastųjų dangų dengimo greitis skiriasi nuo daugiasluoksnių dangų dengimo greičio. Paprastųjų dangų didžiausias dengimo greitis yra 3,9 $\mu\text{m/h}$, o dengiant daugiasluoksnę dangą – 4,2 $\mu\text{m/h}$ (3.29 pav.).



3.29 pav. Deimantinių dangų dengimo greičio priklausomybė nuo dengimo temperatūros

Daugiasluoksnės dangos pasižymi didesniu dengimo greičiu dėl dangos struktūros architektūros ir proceso technologijos ypatybių. Tokios dangos nedengiamos naudojant aukštas proceso temperatūras siekiant neprarasti vandenilio atomų. Taip pat, formuojant daugiasluoksnę deimantinę dangą, tarp deimantinės dangos sluoksnių įterpiamas silicio sluoksnis. Todėl bendrasis dangos storis ir dengimo greitis didesni nei vienasluoksnių deimantinių dangų (3.30 pav.).



3.30 pav. Deimantinių dangų dengimo greičio priklausomybė nuo dengimo temperatūros

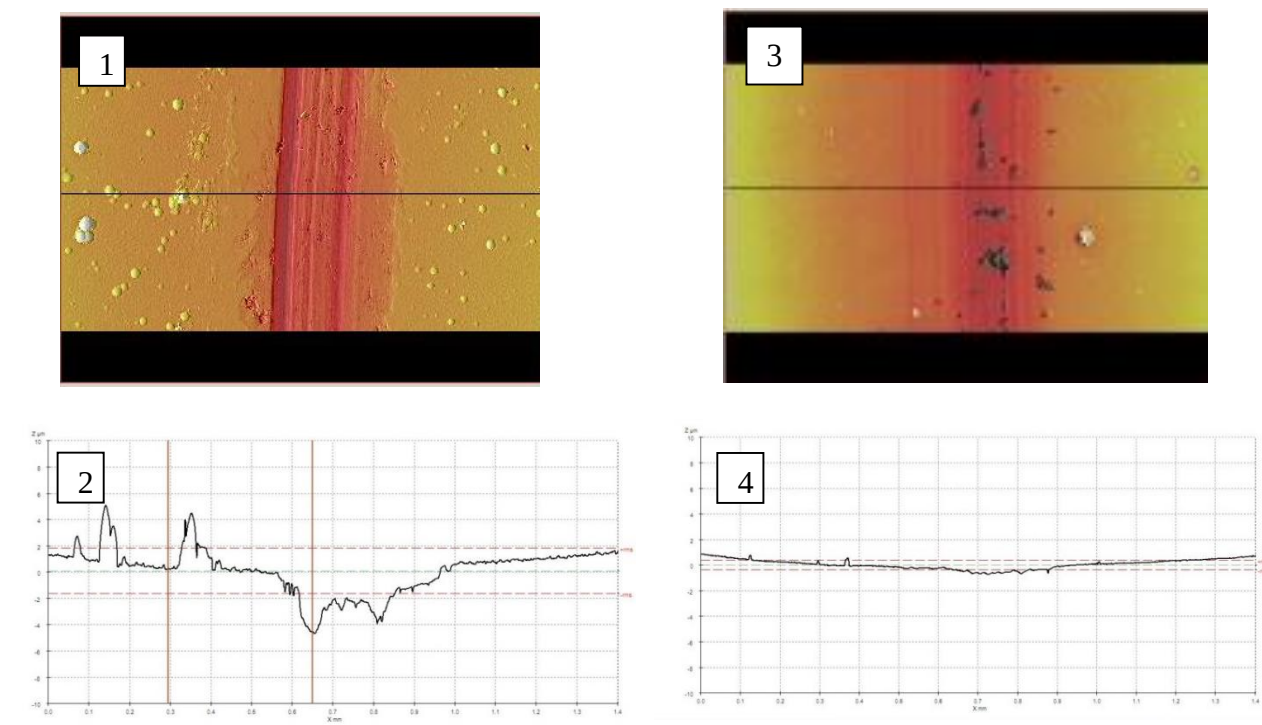
Mažiausias dengimo greitis būdingas C₂H₂+Ar+Si dangoms, nusodintoms 550 °C temperatūroje. Šios dangos turi mažiausią dengimo greitį dėl mažo proceso energijos tankio (150 W/m²), palyginus su kitomis dangomis (900 W/m²). Bendroji tendencija – dangos dengimo greitis mažėja, didėjant proceso temperatūrai, nes danga netenka vandenilio. Dangoms,

nusodintoms ant 1.7225 substrato, būdingas didesnis dengimo greitis, nei ant 1.3343 substrato. Todėl šio substrato dangos yra storesnės.

3.2.3. DLC dangų nusidėvėjimo koeficiento ir antrojo kūno nusidėvėjimo tyrimas

Turbinų gamybai naudojamų dangų nusidėvėjimo savybėms nustatyti buvo skaičiuojamas nusidėvėjimo tūris po „ball-on-disk“ tribologinio bandymo. Po bandymo analizuojamas slydimo takelio nusidėvėjimo gylis ir antrojo kūno nusidėvėjimo skersmuo. Takelio nusidėvėjimo gylis buvo matuojamas taikant CLSM mikroskopiją, o antrojo kūno nusidėvėjimo skersmuo – optiniu mikroskopu.

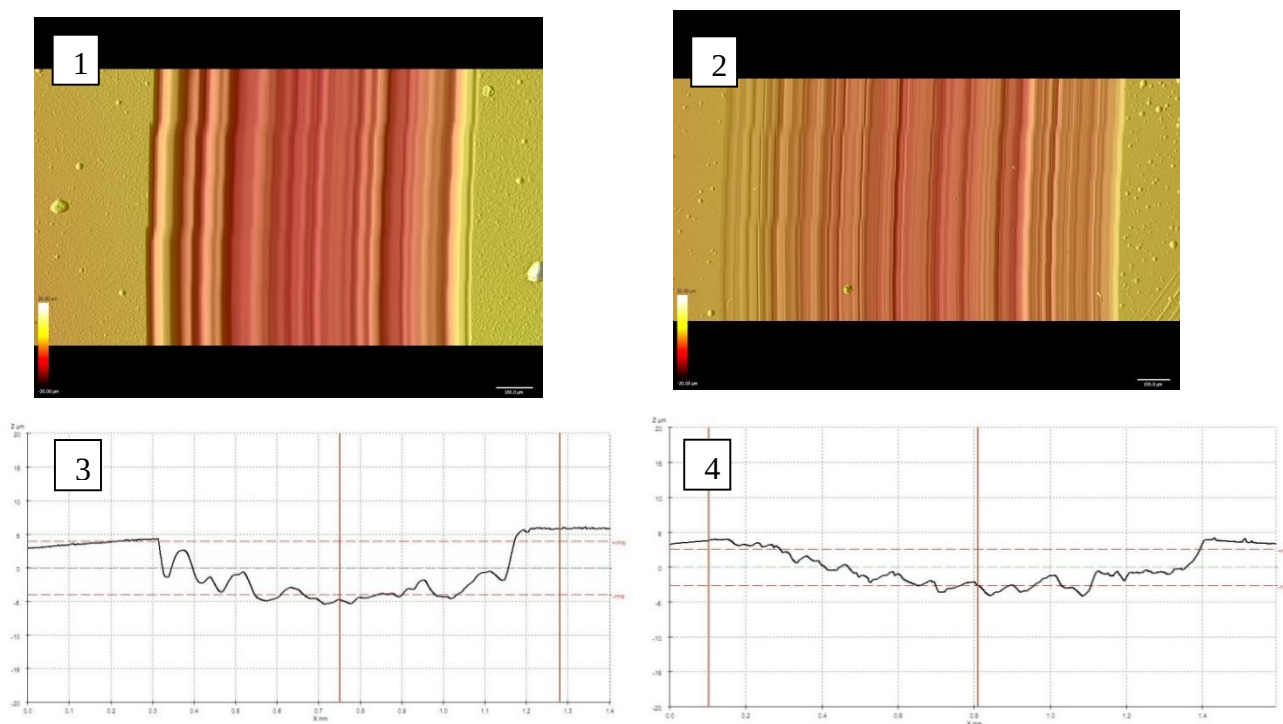
Atlikus bandymą nustatyta, kad po 22 km nueito kelio bandymo metu dauguma dangų nusidėvėjimo takelio gylių yra 4–6 μm , kai dangų nusodinimo temperatūra – 450 $^{\circ}\text{C}$ (3.31 pav.). Kai dangų dengimo temperatūra yra 550 $^{\circ}\text{C}$, vidutinis nusidėvėjimas – 1 μm . Atlikus bandymus (bandymo nuotolis 55 km) dauguma nusidėvėjimo takelio gylių yra apie 6 μm , kai dangų nusodinimo temperatūra yra 450 $^{\circ}\text{C}$, o kai dangų dengimo temperatūra 550 $^{\circ}\text{C}$, nusidėvėjimo takelio gylis – 1–4 μm . Pagal gautus duomenis galima teigti, kad dangos, padengtos žemesnėse temperatūrose, turi mažesnę atsparumą nusidėvėjimui.



3.31 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos:

- 1), 2) proceso temperatūra 450 $^{\circ}\text{C}$, dujų kompozicija $\text{C}_2\text{H}_2 + \text{Ar}$, 1.7225 substratas, slydimo kelias 55 km, 6 mm skersmens rutuliukas, slydimo spindulys $r = 18$, nusidėvėjimo gylis 5 μm ; 3), 4) proceso temperatūra 550 $^{\circ}\text{C}$, dujų kompozicija $\text{C}_2\text{H}_2 + \text{Ar}$, 1.7225 substratas, slydimo kelias 55 km, 6 mm skersmens rutuliukas, slydimo spindulys $r = 18$, nusidėvėjimo gylis 1 μm

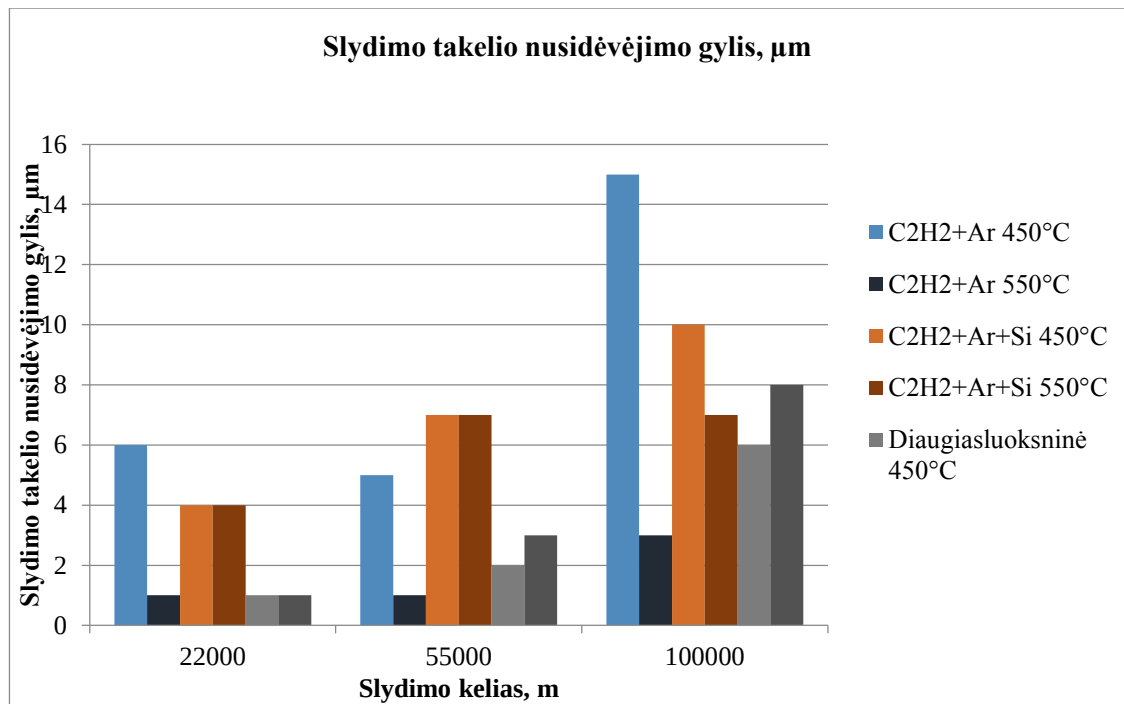
Atstumas, naudotas tribologinių bandymų metu, buvo 100 km, kuris parodė, kad visos dangos turi tą patį abrazyvinį nusidėvėjimo pobūdį. Aukštesnėse temperatūrose padengtos dangos turi mažesnį takelio nusidėvėjimo gylį. Vienintelė išimtis – daugiasluoksnės dangos (3.32 pav.).



3.32 pav. DLC dangų po trinties bandymo CLSM mikroskopijos nuotraukos:

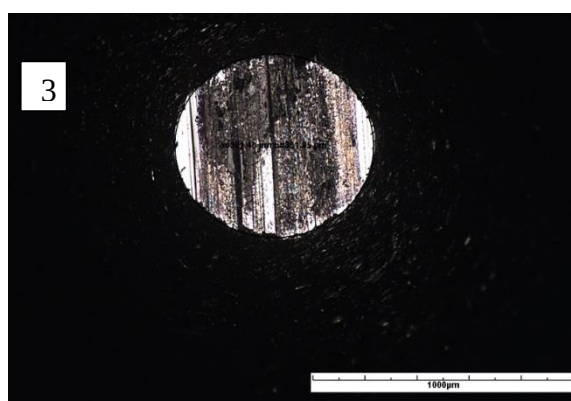
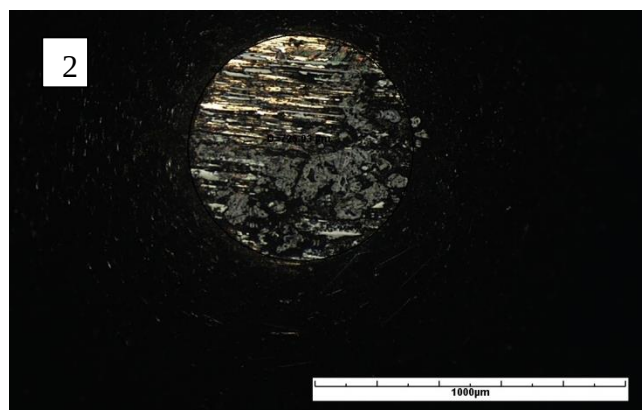
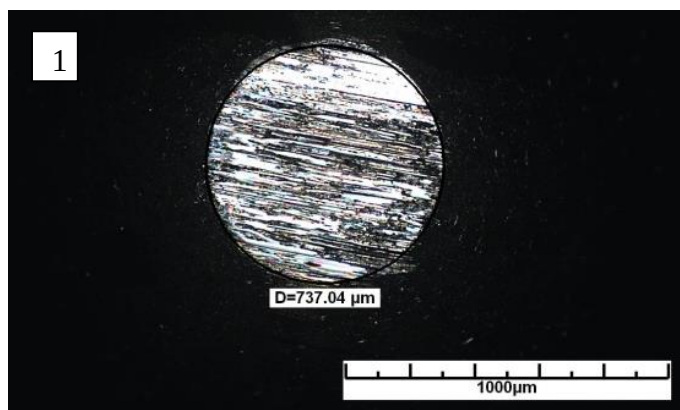
- 1), 2) – proceso temperatūra 450 °C, dujų kompozicija $C_2H_2+Ar+Si$, 1.7225 substratas, slydimo kelias 55 km, 6 mm skersmens rutuliukas, $r = 18$, nusidėvėjimo gylis 10 μm ; 3), 4) – proceso temperatūra 550 °C, dujų kompozicija $C_2H_2+Ar+Si$, 1.7225 substratas, slydimo kelias 55 km, 6 mm skersmens rutuliukas, $r = 18$. Nusidėvėjimo gylis 7 μm .

Palyginus dengimo dujų įtaką dangų nusidėvėjimo savybėms (3.33 pav.), nustatyta, kad DLC C_2H_2+Ar dangos, padengtos esant 550 °C temperatūrai, pasižymi mažiausiu nusidėvėjimu (1 μm). Didžiausias nusidėvėjimas (5–15 μm) būdingas C_2H_2+Ar dangoms. Remiantis tribologiniais dangų bandymais nustatyta, kad dangos, padengtos aukštesnėse temperatūrose, turėjo didesnį nusidėvėjimo gylį, negu dangos, padengtos žemesnėse temperatūrose. Tai atitinka Jacobo ir Möllerio teoriją, kad didėjant dengimo temperatūrai sukuriamas daugiau tankesnių sp^3 atominių ryšių medžiagoje. Todėl bandymo metu kietesnės dangos dalelės atsiskiria nuo paviršiaus ir padidina trintį tribologinėje poroje.



3.33 pav. Deimantinių dangų slydimo takelio nusidėvėjimo gylis po 22 km, 55 km, 100 km tribologinių testų

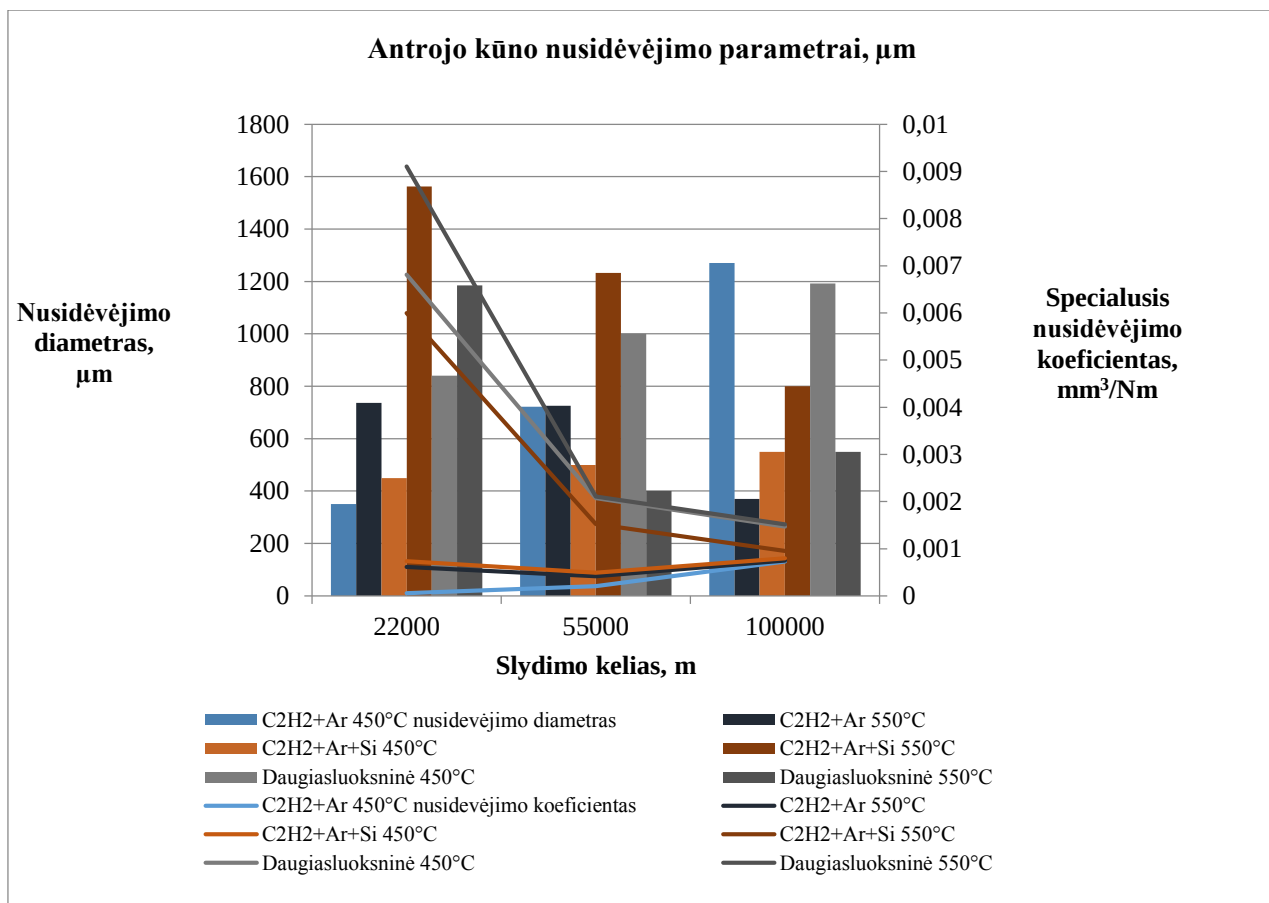
Analizuojant antrojo slydimo kūno nusidėvėjimą, buvo padarytos optinės mikroskopijos nuotraukos, matuojamas rutuliuko nusidėvėjimo skersmuo ir apskaičiuotas nusidėvėjimo tūris. Antrasis kūnas nusidėvi dviem skirtingomis formomis: elipse ir apskritimu. Apskritimo formos nusidėvėjimas pastebėtas 55 % , o elipsės – 45 %. Dažniausiai elipsės formos nusidėvėjimas pasirodydavo atliekant ilgus tribologinius bandymus (100 km). 3.34 pav. matomas 1.3505 plieninio rutuliuko nusidėvėjimas tribologinio bandymo metu su DLC, padengta 550 °C temperatūroje C₂H₂+Ar dujų aplinkoje. Tribologiniai bandymai atlikti su deimantinėmis dangomis, padengtomis ant 1.7225 substrato. Kai tribologijos bandymo kelias buvo 22 km ir 55 km, antrojo kūno nusidėvėjimas – apskritimo formos, o 100 km – elipsės. Nusidėvėjimo forma kinta ilgėjant bandymo metu naudojamam atstumui, nes aplink rutuliuką susikaupia daugiau atplyšusių dangos dalelių (nusidėvėjimo produktų).



3.34 pav. Antrojo kūno nusidėvėjimo skersmuo po trinties bandymo:

rutuliuko medžiaga – 1.3505 plienas, skersmuo 6 mm, slydimo spindulys $r = 18$; 1) slydimo kelias 22 km, nusidėvėjimo skersmuo 737 μm ; 2) slydimo kelias 55 km, nusidėvėjimo skersmuo 726 μm ; 3) slydimo kelias 100 km, nusidėvėjimo skersmuo a – 391 μm , b – 351 μm

Šių dangų tribologinėms savybėms ištirti buvo naudojamas nusidėvėjimo koeficientas ir nusidėvėjimo parametrai vietoj trinties koeficiento. Todėl, aptariant tribologinių tyrimų rezultatus, 3.34 pav. pateikiami antrojo kūno nusidėvėjimo koeficiento ir antrojo kūno nusidėvėjimo skersmens duomenys. Antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas apskaičiuotas pagal nusidėvėjimo tūrį. Bendroji tendencija rodo, kad po tribologinio bandymo su dangomis, padengtomis aukštesnėse temperatūrose (550 °C) – antriesiems kūnams būdingas didesnis nusidėvėjimas, negu su dangomis, padengtomis žemesnėse temperatūrose (450 °C). Didžiausi nusidėvėjimo skersmenys (nuo 800 μm iki 1562 μm) nustatyti tribologinių testų metu su dangomis, padengtomis 550 °C temperatūroje ir $\text{C}_2\text{H}_2 + \text{Ar} + \text{Si}$ dujų aplinkoje, naudojant visas trinties apkrovas. Mažiausi nusidėvėjimai (antrojo kūno skersmuo nuo 450 μm iki 550 μm) pastebėti su tomis pačiomis dangomis, tačiau nusodintomis žemesnėje temperatūroje 450 °C.



3.35 pav. Tribologijos bandymo antrojo kūno nusidėvėjimo parametrai

Iš 3.35 pav. matyti, kad antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas turi dvi pagrindines nusidėvėjimo tendencijas. Tribologinių bandymų su deimantinėmis dangomis, padengtomis C₂H₂+Ar ir C₂H₂+Ar+Si dujų aplinkose ir esant 450 °C proceso temperatūrai, antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas didėja, didėjant bandymo trukmei. Bet bandymuose su daugiasluoksnėmis dangomis ir dangomis, padengtomis C₂H₂+Ar+Si dujų aplinkoje ir 550 °C temperatūroje, antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas mažėja, kai bandymo trukmė didėja.

Apibendrinus galima teigti, kad kuo didesnė tribologinio eksperimento trukmė – tuo didesnis nusidėvėjimas dangoje. Slydimo takelio gylis dangoje bandymo metu esant 22 km slydimo keliui svyravo tarp 1 ir 6 μm , 55 km slydimo keliui – 1 ir 7 μm , 100 km slydimo keliui – 3 ir 15 μm . Mažesnis trinties bandymo slydimo takelio nusidėvėjimas pastebimas aukštesnėje proceso temperatūroje (550 °C) nusodintose dangose.

Deimantinės dangos, nusodintos 550 °C temperatūroje, C₂H₂+Ar dujų aplinkoje, buvo pačios atspariausios, kurių nusidėvėjimas nesiekė daugiau kaip 3 μm . Deimantinės dangos, nusodintos 450 °C temperatūroje, C₂H₂+Ar aplinkoje, turėjo didžiausią slydimo takelio gylį nusidėvėjimą – nuo 4 iki 10 μm .

Apibendrinant antrojo kūno nusidėvėjimo rezultatus, nustatyta, kad slydimo rutuliuko nusidėvėjimas būna dviejų formų – elipsės ir apskritimo. Elipsės formos nusidėvėjimas būdingas

ilgesnės trukmės tribologijos bandymuose (100 km). Atlikus tribologinius bandymus su 100 km nuotoliu pastebėta bendroji tyrimo rezultatų tendencija – antriesiems kūnams, slystantiems ant dangų, nusodintų aukštesnėje temperatūroje (550 °C), būdingas didesnis nusidėvėjimas, negu antriesiems kūnams, slystantiems ant dangų, nusodintų žemesnėje temperatūroje (450 °C).

DLC dangų tyrimo metu buvo nustatyta, kad antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas turi dvi pagrindines tendencijas. Šių bandymų metu buvo pastebėta, kad su dangomis, padengtomis C_2H_2+Ar dujų aplinkoje ir $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje ir esant 450 °C proceso temperatūrai, antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas didėja, didėjant bandymo trukmei. Bet testuose su daugiasluoksnėmis dangomis ir dangomis, padengtomis $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje ir 550 °C temperatūroje, antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas mažėja, kai bandymo trukmė didėja.

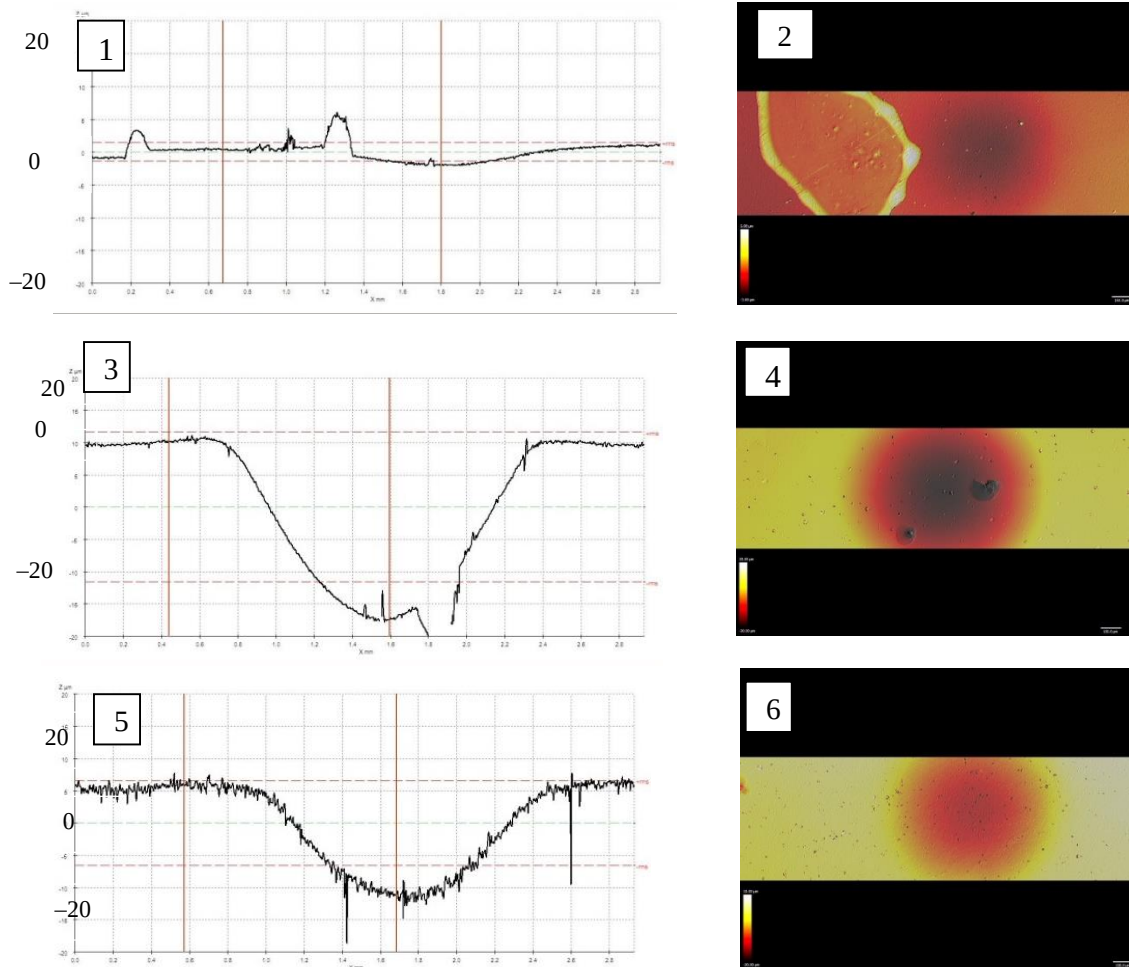
3.2.4. Dangų indentizacijos tyrimas

Atlikus indentizacijos bandymus pastebėta, kad deimantinės dangos įtrūksta skirtingais būdais, kurie sugrupuojami į penkias pagrindines grupes:

1. nėra deformacijos, t. y. jos nėra arba ji tokia maža, jog nepastebima per mikroskopą;
2. plastinė deformacija, matomas rutuliuko įspaudas dangos paviršiuje;
3. plastinė deformacija, matomas rutuliuko įspaudas dangos paviršiuje ir įtrūkiai;
4. plastinė deformacija, matomas rutuliuko įspaudas dangos paviršiuje, didesnės duobės ir įtrūkių koncentracijos plotai;
5. dangos suirimas.

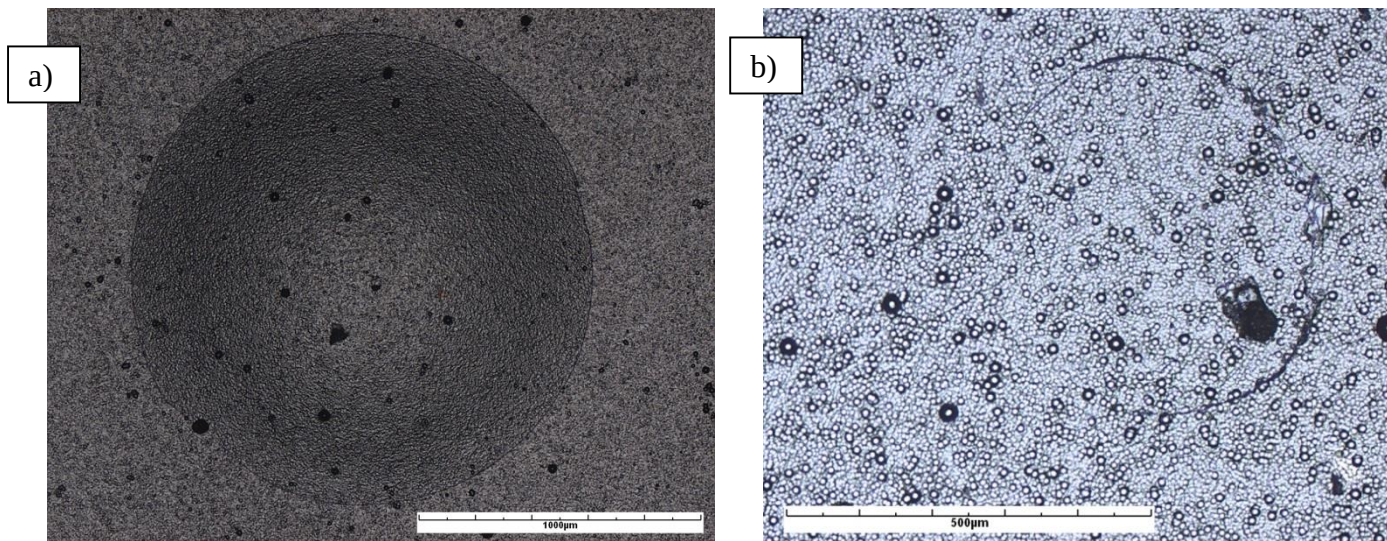
Bandymai, atlikti su mažiausios energijos smūgiu (0,024 J), nesukėlė deformacijų dangų paviršiuje, ypač ant dangų, nusodintų ant kietesnio substrato (1.3343 plieno) ir ant įžotintų (1.7225 plieno) bandinių.

Deimantinių dangų paviršiaus plastinė deformacija gali pasižymėti keliomis skirtingomis formomis. Minkštesnio substrato įžotinti (1.7225) bandiniai ir kietesnio substrato (1.3343) bandiniai turėjo tik išliekamąsias rutuliuko žymes. Po eksperimento buvo sunku išmatuoti žymes, atliktas ant dangos su kietesniu substratu (1.3343), nes dangoje nebuvo matomos deformacijos. 3.36 pav. matomas CLSM mikroskopu nustatytas dangoje esančių įdubimų gylis. Kadangi dangoms būdingas veidrodinis efektas, duobutes surasti sunku, todėl joms aptikti naudojamas markerio žymėjimas. Visų matavimų DLC dangų duobučių gylis buvo 1–2 μm.



3.36 pav. Deimantinės dangos indentizacijos bandymas:
450 °C proceso temperatūra, $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinka, indentizacijos žymės su 12,5 mm
skersmens rutuliuku (1.3505 plienas), smūgio energija 0,24 J, 1) dangos profilis, 1.3343
substratas; 2) bandymo žymė; 3) dangos profilis, 17225 substratas; 4) bandymo žymė; 5) dangos

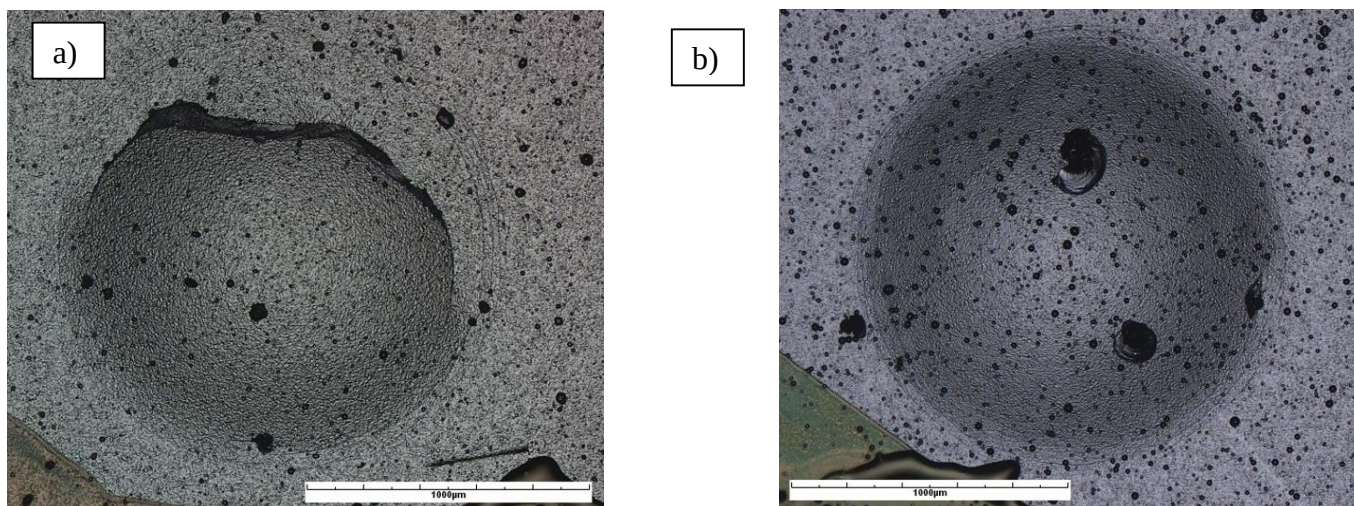
Deimantinių dangų įtrūkio pobūdis buvo stebimas optiniu mikroskopu (3.37 pav.). Plastinė deformacija su apskritimo formos įtrūkiais pasirodė ant minkštesnio 1.7225 substrato visų bandymų metu, metant skirtingo svorio rutuliukus. Apskritimo formos įtrūkių nebuvo rasta ant dangų, suformuotų ant kietesnio 1.3343 plieno, paviršiaus. Pilno apskritimo įtrūkiai dangoje matomi 3.37 (a) pav., o pusės apskritimo įtrūkiai matomi 3.37 (b) pav. Pusės apskritimo dangos įtrūkiai būdingi tik dangoms, suformuotoms ant įžotintų bandinių. Bandinių įžotinimo metu sukūrimas papildomas adhezinis sluoksnis, kuris sumažina didžiausius įtempius ties dangos pagrindu.



3.37 pav. DLC dangos indentizacijos bandymas:

- a) nusodinta 450 °C temperatūroje, C_2H_2+Ar dujų aplinkoje, 1.7225 substratas, atlikta su 12,5 mm skersmens rutuliuku (0,24 J), išpaudo skersmuo 1637 μm; b) DLC nusodinta 450 °C temperatūroje, $C_2H_2+Ar+Si$ dujų aplinkoje, 1.7225 įzotintas substratas, atlikta su 6 mm skersmens rutuliuku (0,024 J)

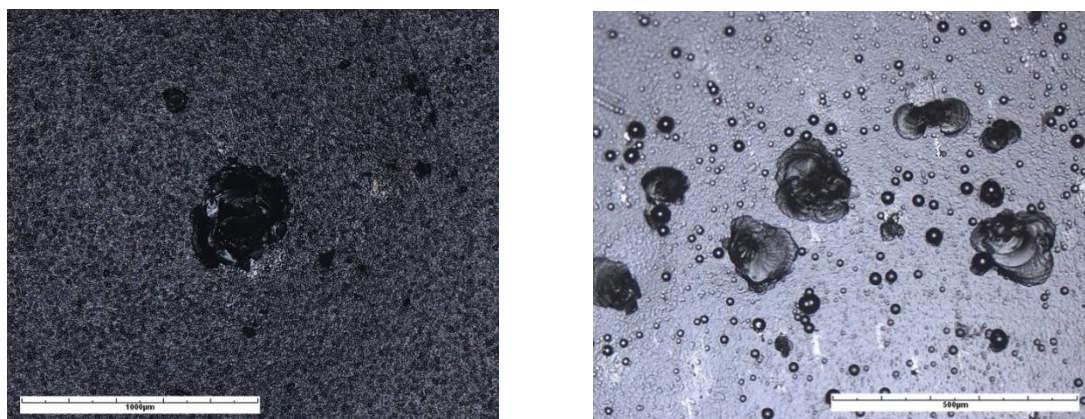
Bandymų metu dangų plastinė deformacija taip pat pasireiškė kraterių, įbrėžimų, duobučių ir įtrūkių koncentracijos susidarymu. Tokia deformacija būdinga atliekant bandymą su didesniais rutuliukais (12,5 mm ir 25,7 mm skersmuo), gaunant didesnę kontakto energiją 0,24 J ir 2,4 J. Didesnės įtrūkių zonos matomos dangose (3.38 pav.), kurios nusodintos žemesnėje temperatūroje (450 °C) ir ant minkštesnio 1.7225 substrato. Dangos įtrūkiai nepasiekė substrato ir deformacija panaši į poliruotų ir įzotintų substratų.



3.38 pav. DLC dangos indentizacijos bandymas:

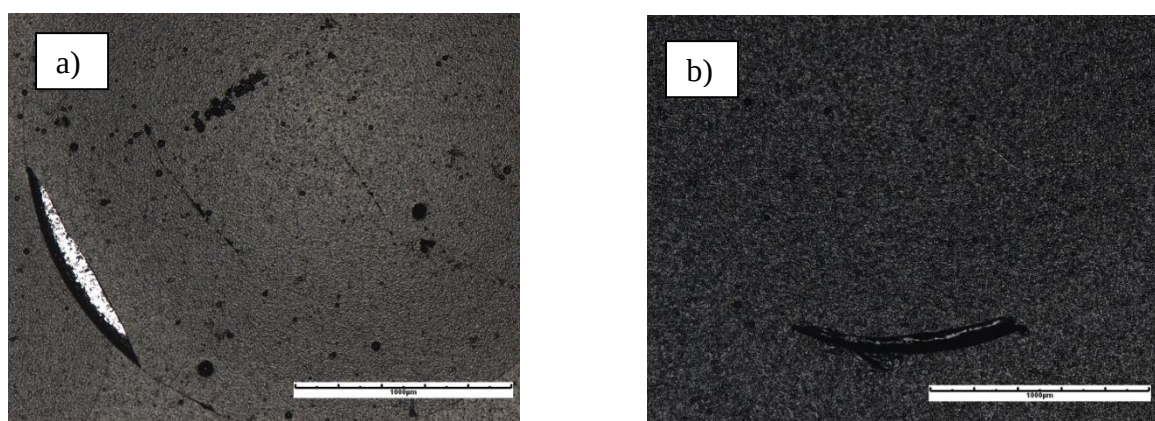
- a) 450 °C proceso temperatūra, daugiasluoksnė, 1.7225 substratas, atlikta su 12,5 mm skersmens rutuliuku (0,24 J); b) 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar+Si dujų aplinka, 1.7225 substratas, atlikta su 12,5 mm skersmens rutuliuku (0,24 J)

Bandymo metu pastebėta, kad kai rutuliukas pasiekia paviršines poras, kontakto energija sukelia lokalius įtempius ir dangos sutrūkinėjimą (3.39 pav.).



3.39 pav. DLC dangos indentizacijos eksperimentas: 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar+Si dujų aplinka, 1.7225 įžiotintas substratas, atlikta su 25,7 mm skersmens rutuliuku (2,4 J)

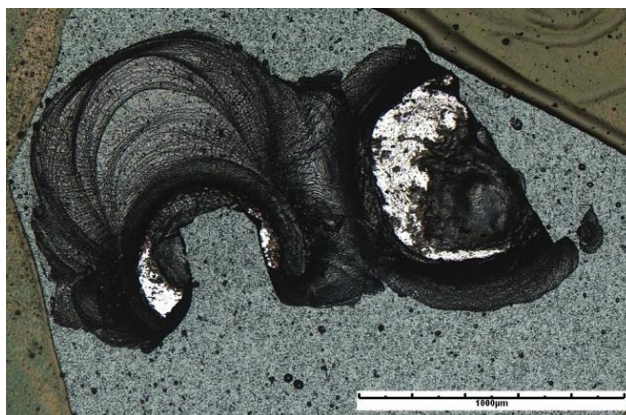
Keturių bandinių dangos sutrūko, atidengdamos substrato paviršių. Du bandiniai sutrūko atsitrenkus didžiausiam kamuoliukui (2,4 J). Danga įtrūko pusės apskritimo forma (3.40 pav.).



3.40 pav. DLC dangos indentizacijos eksperimentas:

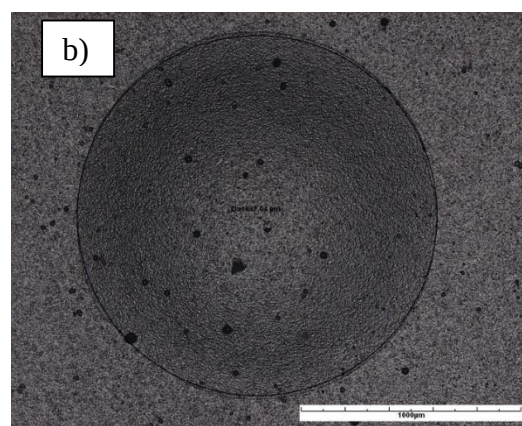
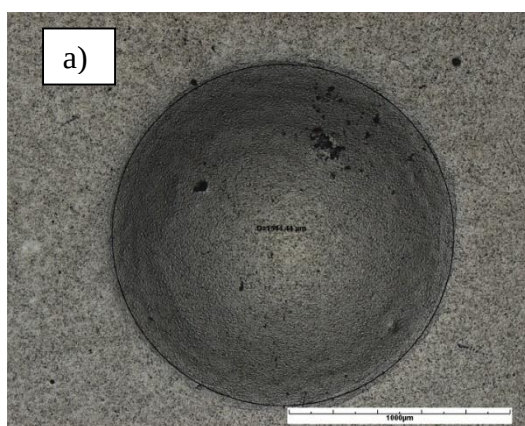
- a) 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar dujų aplinka, 1.7225 poliruotas substratas, atlikta su 25,7 mm skersmens rutuliuku (2,4 J), įtrūkio ilgis 803 μm; b) 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar+Si dujų aplinka, 1.7225 įžiotintas substratas, atlikta su 25,7 mm skersmens rutuliuku (2,4 J)

DLC dangų indentizacijos tyrimus atlikus su mažesniais rutuliukais (energetinė vertė 0,024 J ir 0,24 J, skersmenys 6 mm ir 12,5 mm) pastebėta, kad daugiasluoksnės dangos, padengtos ant minkštesnio 1.7225 substrato, suiro (3.41 pav.).



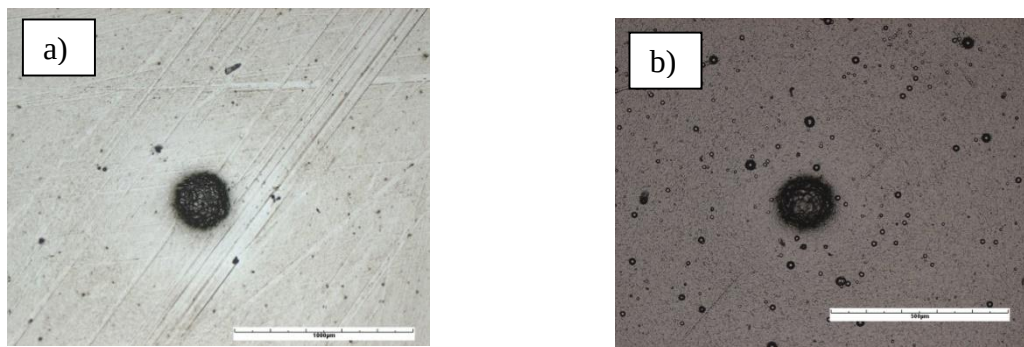
3.41 pav. DLC daugiasluoksnės dangos indentizacijos tyrimas: 450 °C proceso temperatūra, 1.7225 poliruotas substratas, atlikta su 6 mm skersmens rutuliuku (0,024 J)

Siekiant palyginti dangos storio įtaką dangos indentizacijos pobūdžiui, taip pat buvo tiriamos plonos dangos (storis 9–12 μm). Plonos dangos yra tris kartus plonesnės negu storos ir bandymo metu jos nesuiro. Kietesnio substrato dangos neturėjo įtrūkių, tik mažesnių duobučių. Dangos, suformuotos ant 1.7225 poliruoto substrato ir įžotinto substrato, turėjo apskritimo formos ir pusės apskritimo formos įtrūkių. 3.42 pav. (a) matomos plonos deimantinės dangos, padengtos C₂H₂+Ar dujų aplinkoje ir 450 °C proceso temperatūroje, ir 3.42 pav. (b) matomos tos pačios kompozicijos dangos, tik padengtos storesniu sluoksniu.



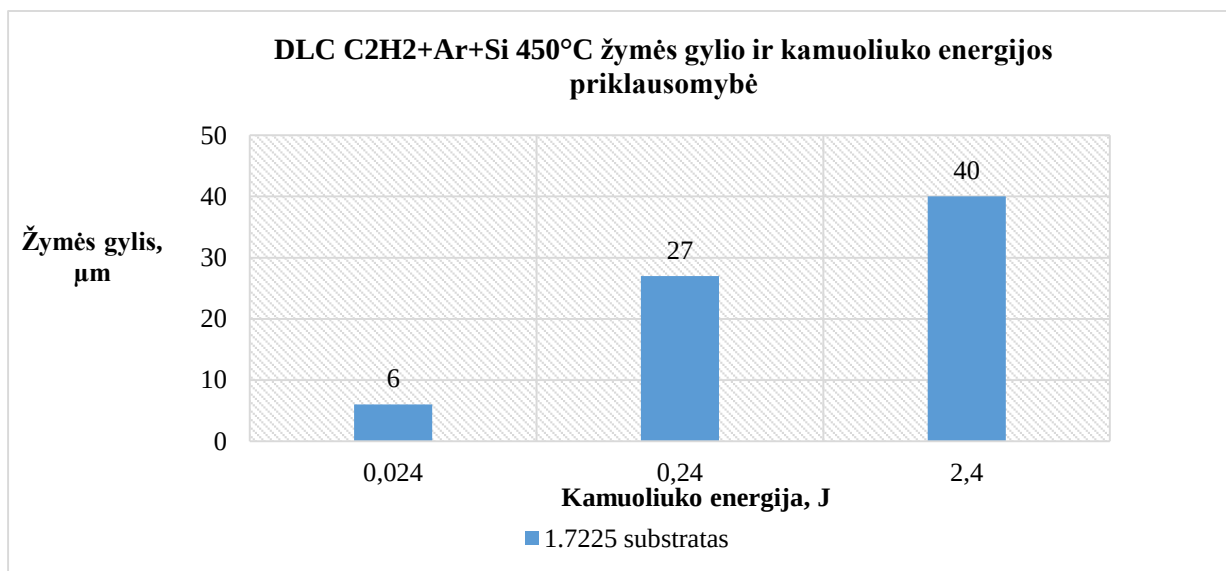
3.42 pav. a) plonos DLC dangos indentizacijos bandymas: 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar dujų aplinka, 1.7225 substratas, atlikta su 12 mm skersmens rutuliuku (0,24 J), duobutės skersmuo 1544 μm; b) storos DLC dangos indentizacijos bandymas: 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar dujų aplinka, 1.7225 substratas, atlikta su 12 mm skersmens rutuliuku (0,24 J), duobutės skersmuo 1637 μm

Plonų dangų duobutės buvo mažesnio gylio, negu storų dangų duobutės. Toks skirtumas atitinka dangų storių skirtumus.



3.43 pav. a) plonos DLC dangos indentizacijos bandymas: 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar dujų aplinka, 1.3343 substratas, atlikta su 6 mm skersmens rutuliuku (0,024 J); b) storos DLC dangos indentizacijos bandymas: 450 °C proceso temperatūra, C₂H₂+Ar dujų aplinka, 1.3343 substratas, atlikta su 6 mm skersmens rutuliuku (0,024 J)

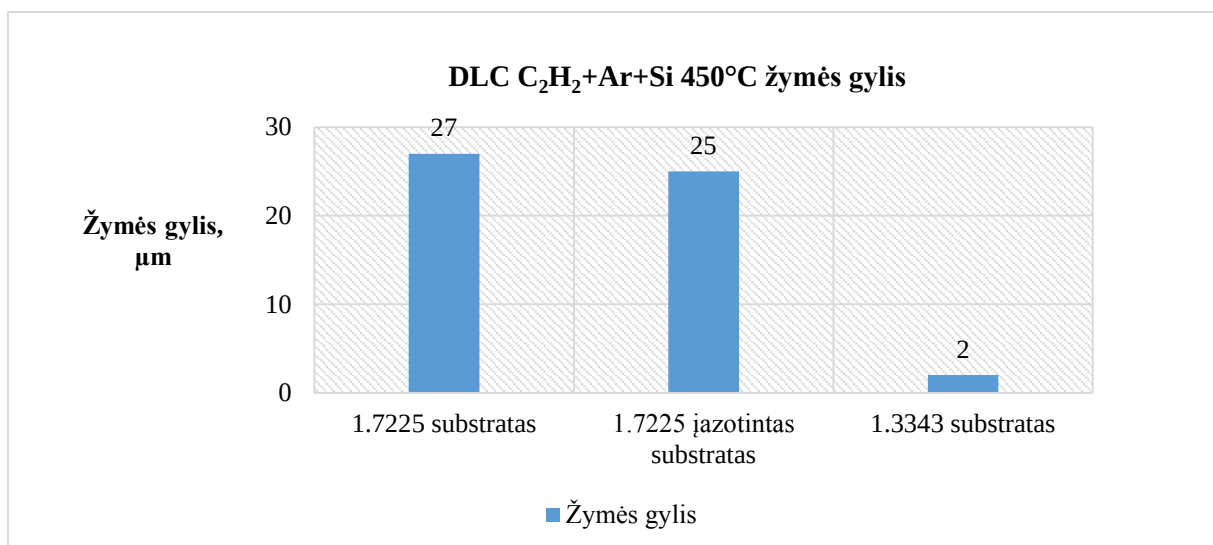
Po DLC dangų optinės mikroskopijos tyrimų dangų paviršiuje padarytų duobučių gyliai buvo matuojami taikant CLSM mikroskopiją. 3.44 pav. pateikiama žymės gylio priklausomybė nuo kamuoliuko energijos.



3.44 pav. DLC deimantinės dangos žymių gylio priklausomybė nuo rutuliuko kontaktinės energijos bandymo metu: padengta 450 °C temperatūroje, C₂H₂+Ar+Si dujų aplinkoje, 1.7225 substratas

Substrato medžiaga ne tik turi įtakos dangų deformacijos pobūdžiui, bet ir deformacijos gyliui. DLC dangos ant minkštesnio plieno (1.7225 substrato) bandinių turėjo gilesnes žymes, taip pat šio substrato dangų įtrūkiai buvo geriausiai matomi optinės mikroskopijos metu. Dangos ant

įžiotintų 1.7225 bandinių yra atsparesnės kietesnio kūno prasiskverbimui (indentizacijai) (3.45 pav.). Mažiausios įdubos pastebėtos ant DLC dangų, padengtų ant 1.3343 substrato. Šių dangų žymių gylis siekė tik 2 μm .



3.45 pav. DLC deimantinės dangos žymių gylis priklausomybė nuo substrato medžiagos esant 0,24 J kontakto energijai: padengta 450 °C temperatūroje, $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}+\text{Si}$ dujų aplinkoje, 1.7225 substratas

Apibendrinus bandymų rezultatus galima teigti, kad visi tiriami dangų paviršiai turėjo plastinę deformaciją, išskyrus šias dangas:

- 1.3343 substratas, daugiasluoksnės dangos ir $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}+\text{Si}$ dangos, padengtos 450 °C temperatūroje;
- daugiasluoksnės dangos, padengtos 550 °C temperatūroje, ant įžotinto substrato.

Indentizacijos metu DLC dangų plastinė deformacija pasireiškė įvairiomis formomis, priklausomai nuo substrato kietumo. Plastinei deformacijai labiausiai atsparios DLC dangos suformuotos ant kietesnio substrato (1.3343 plienas), ant kurio padengtų dangų žymių gylis buvo apie 2 μm . Daugiausia deformacijų patyrė DLC dangos ant poliruoto 1.7225 substrato. Dangų žymių gylis buvo 6–40 μm , priklausomai nuo rutuliuko kontakto energijos lygio. Kai rutuliuko kontaktinės energijos lygis didėja – žymės gylis taip pat didėja. Dangos ant įžotintų bandinių buvo atsparesnės plastinei deformacijai, negu dangos ant tik poliruotų bandinių. Dangų suirimas nustatytas, kai dangų indentizacija atlikta su 25,7 mm skersmens kamuoliuku.

Analizuojant tyrimų rezultatus nustatyta, kad kuo aukštesnėje temperatūroje buvo suformuotos dangos – tuo mažesnė plastinė deformacija buvo suformuotos dangų paviršiuje po indentizacijos bandymo. Atspariausia danga buvo daugiasluoksnė danga, padengta 550 °C temperatūroje.

IŠVADOS

Išvados, susijusios su automobilių dalims skirtų dangų tyrimų rezultatais:

1. Dangų storis yra nuo 4 μm iki 133 μm , iš kurių storiausios dangos padengtos su C_2H_2 dujomis, ploniausios DLC dangos padengtos $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$ dujomis.
2. Dengimo greitis yra nuo 0,1 $\mu\text{m/h}$ iki 2,7 $\mu\text{m/h}$. Dengiant dangą ant abiejų (1.7225 ir 1.3343) substratų, pastebėta, kad dengimo greitis mažėja, didėjant proceso temperatūrai.
3. $\text{C}_2\text{H}_2+\text{H}_2$ dujų aplinkoje dengiamas dangas reikia nusodinti su legiruojamaisiais elementais, nes 575 $^\circ\text{C}$ temperatūroje nesusiformuoja pakankamas kiekis sp^3 ryšių.
4. Dangos kietis didėja, kylant dengimo proceso temperatūrai, nes daugėja sp^3 atominių ryšių. Dangos, suformuotos 45 mm aukštyje, turi mažesnes kietumo reikšmes, negu dangos, padengtos ant reaktoriaus pagrindo (katodo).
5. Dangos, padengtos $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$ dujose, yra tris kartus kietesnės negu dangos, padengtos tik acetileno aplinkoje C_2H_2 . Tai patvirtina teoriją, kad azoto įterpimas į dengimą (legiravimas) pagerina kietumo savybes.
6. Įbrėžimo bandymas parodė, kad dangos, padengtos aukštesnės temperatūros sąlygomis, yra atsparesnės aukštesnėms kritinėms apkrovoms. Atspariausios C_2H_2 dujose padengtos dangos dėl didesnio sp^3 ryšių kiekio dangos struktūroje.
7. Nustatyta, kad DLC $\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$ danga turi didžiausias trinties koeficiento reikšmes (0,06–0,4) ir antrojo kūno nusidėvėjimo skersmenį (322–373 μm). Šios reikšmės didėja, didėjant dangos dengimo temperatūrai. Dangos nusidėvėjimo gylis 0,1 μm .

Išvados, susijusios su turbinų gamybai skirtų dangų tyrimų rezultatais:

1. Daugiasluoksnės dangos buvo storiausios suformuotos dangos. Dangų dengimo greitis yra 3,9 $\mu\text{m/h}$, o dengiant daugiasluoksnę dangą – 4,2 $\mu\text{m/h}$. Nusodinimo greitis mažėja, kylant proceso temperatūrai. Taip atsitinka todėl, kad aukštos temperatūros sąlygomis sp^3/sp^2 struktūros dangos netenka vandenilio atomų. 1.7225 substrato dangos turi didesnę nusodinimo greitį nei 1.3343 substrato dangos.
2. Kuo didesnis tribologinio bandymo nuotolis (22–100 km) – tuo didesnis dangos nusidėvėjimo takelio gylis. Minkštesnės DLC, padengtos $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}$ dujų aplinkoje, esant 500 $^\circ\text{C}$ temperatūrai, buvo atspariausios nusidėvėjimui dangos, nusidėvėjimo

gylis 3 μm . Kietos DLC, padengtos $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}$ dujų aplinkoje 450 $^{\circ}\text{C}$ temperatūroje, turėjo didžiausią nusidėvėjimo gylį 4–10 μm .

3. Minkštų dangų, padengtų $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}$, ir kietų dangų, padengtų $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}+\text{Si}$ dujų aplinkose, esant 450 $^{\circ}\text{C}$ temperatūrai, antrojo kūno nusidėvėjimo koeficientas didėja, ilgėjant bandymo trukmei. Bet daugiasluoksnėse dangose ir kietose dangose, padengtose $\text{C}_2\text{H}_2+\text{Ar}+\text{Si}$ dujų aplinkoje, esant 550 $^{\circ}\text{C}$ temperatūrai, nusidėvėjimo koeficientas mažėja ilgėjant bandymo nuotoliui. Priežastis – šios dangos suformuoja savilubrikuojantį sluoksnį, kuris sumažina nusidėvėjimo reikšmes.
4. Indentizacijai atspariausios dangos, padengtos ant kietesnio 1.3343 substrato. Dangos, padengtos ant įžotintų substratų, yra atsparesnės kieto kūno prasiskverbimui (indentizacijai).
5. Kuo didesnės temperatūros sąlygomis padengtos dangos, tuo mažesnė dangos plastinė deformacija. Kylant energijos kiekiui smūgio metu, didėja plastinė deformacija.

LITERATŪROS SĄRAŠAS

1. Askeland, D.; Pradeep Prabhakar, P. 2006. *The Science and Engineering of Materials* [interaktyvus]. Canada: Cernagie Learning [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą:
<https://books.google.lt/books/about/The_Science_and_Engineering_of_Materials.html?id=fJanis-q6GkC&redir_esc=y>. ISBN-13: 978-0495296027.
2. *BCC research duomenų bazė* [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.bccresearch.com/market-research/advanced-materials/diamond-cbn-films-coatings-avm025g.html>>.
3. Beake, B.; Liskiewicz, T.; Vishnyakov, T.; Davies, M. 2015. Development of DLC coating architectures for demanding functional surface applications through nano- and micro-mechanical testing in *Surface and Coatings Technology* Vol (284): 334–343 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897215005034>>.
4. Bernoulli, D.; Rico, A. 2015. Improved contact damage resistance of hydrogenated diamond-like carbon (DLC) with a ductile α -Ta interlayer. *Diamond & Related Materials* Vol (58): 78–83 [interaktyvus], [2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925963515001119>>.
5. „Botswana Diamonds“ įmonės produktų katalogas [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.botswanadiamonds.co.uk/diamonds/diamond-market>>.
6. Bouzakis, K.; Michailidis, N.; Skordaris, G.; Bouzakis, E.; Biermann, D.; Saoubi, R. 2013. Cutting with coated tools: Coating technologies, characterization methods and performance optimization in *CIRP Annals – Manufacturing Technology* Vol (61): 703–730 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0007850612002053>>.
7. Braceras, I.; Alava, J., I.; Oñate, I. 2002. Improved osseointegration in ion implantation-treated dental implant in *Surface and Coatings Technology* Vol (158-195): 28–32 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 birželio 1 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897202002037>>.
8. C. Forsich *et al.* 2013. Potential of thick a-C:H:Si films as substitute for chromium plating in *Surfaces & Coatings Technology*: 86–92 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 birželio 1 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897213010414>>.
9. Chicot, D.; Puchi-Cabrerab, E.; Decoopman, X. 2011. Diamond-like carbon film deposited on nitrided 316L stainless steel substrate: A hardness depth-profile modeling in *Diamond and Related Materials*: 1344–1352 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 birželio 1 d.]. Prieiga per internetą: <<https://doi.org/10.1016/j.diamond.2011.10.004>>.
10. Dalibón, E.; Brühl, S. 2016. Mechanical and corrosion behavior of thick and soft DLC coatings in *Surface and Coating Technology*: 102–110 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.10.006>>.
11. Dalibón, E.; Heim, D.; Forsich, C.; Rosenkranz, T.; Guitar, A.; Brühl, S. 2015. Characterization of thick and soft DLC coatings deposited on plasma nitrided austenitic stainless steel in *Diamond and Related materials*: 73–79 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<https://doi.org/10.1016/j.diamond.2015.09.010>>.
12. Danny B. 2006. *Microengineering, MEMS, and Interfacing Practical Guide*. USA: CRC Press [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. ISBN 9780824723057.

13. Dean, K.A, Chalamala, B.R. 1999. Three behavioral states observed in field emission from single-walled carbon nanotubes. *J.Vac.Sci.Technol.*: 17–24. [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1116/1.590856>>.
14. „Deluxe Diamonds“ produktų katalogas [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.deluxediamonds.co.uk/>>.
15. Donnet C., Erdemir A. 2008. *Tribology of Diamond-Like Carbon Films. Fundamentals and Applications*. USA: Link Springer. ISBN: 978-0-387-30264-5.
16. Dwivedi N. et al. 2012. Effect of Metallic Interfacial Layers on the Properties of Diamond-Like Carbon Thin Films in *Met. Mater. Int.*, Vol. 18, No. 2: 231–236 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <231–236. <https://link.springer.com/article/10.1007/s12540-012-2005-7>>.
17. Eisenberg, S., Chabot, R., 1971. Ion- Beam Deposition of Thin Films of Diamond like Carbon in *Journal of Applied Physics*: 23–59 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1063/1.1660654>>.
18. EN 10083–3: 2007. *Steels for quenching and tempering*. Berlynas, Vokietija. 14 p.
19. Erdemir, A., Donnet, C. 2006. Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future prospects in *Journal of Physics D Applied Physics*: 39(18): R311–R327 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 29 d.]. Prieiga per internetą: <<http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/39/18/R01/meta>>.
20. Ferrari, A., Robertson, J. 2000. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon in *Physics Review*: 14095–14101 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 birželio 1 d.]. Prieiga per internetą: < DOI: 10.1103/PhysRevB.61.14095>.
21. Forsich, C., Muller, T., Heim, D. 2008. Influence of the deposition temperature on mechanical and tribological properties of a:C:H:Si coatings on nitrided and postoxidized steel deposited by DC–PACVD in *Surface and Coatings Technology*: 521–525 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 birželio 1 d.]. Prieiga per internetą: <[https://doi.org/10.1016/S0167-8922\(08\)70754-5](https://doi.org/10.1016/S0167-8922(08)70754-5)>.
22. *Fraunhofer Institut Schicht und Oberflächentechnik produktų katalogas* [interaktyvus], [žiūrėta 2017-05-28]. Prieiga per internetą: <<http://www.ist.fraunhofer.de/>>.
23. Gahlin, M.; Larsson, P. 2001. Me–C:H coatings in motor vehicles in *Wear* Vol (28): 125–256 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <DOI: 10.1016/S0043-1648(01)00565-8>.
24. Jacob, W.; Moller, W. 1993. On the structure of thin hydrocarbon films in *App. Phys. Lett*: 1771–1773 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1063/1.110683>>.
25. Janse, A.J.A. .2007. Global Rough Diamond Production Since 1870 in *Gems & Gemology*: 43 (2): 98–119 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <https://www.researchgate.net/publication/285940768_Global_Rough_Diamond_Production_Since_1870>.
26. Jiang, R., Arnell. 1998. On the running-in behaviour of diamond-like carbon coatings under the ball-on disk contact geometry in *Wear*: 190–199 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <[https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(98\)00178-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(98)00178-1)>.
27. Johnston, S.V., Hainsworth, S. 2005. Effect of DLC coatings on wear in automotive applications in *Surface Engineering*: 67–71 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://dx.doi.org/10.1179/174329405X30039>>.
28. *Jungtinių Amerikos valstijų Geologijos tarnyba* [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/diamond/>>.
29. Kalin, M., Novak, S., Vižintin, J. 2005. Surface charge as a new concept for boundary lubrication of ceramics with water in *Wear*: 3121–3128 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą:

- <https://www.researchgate.net/publication/228352731_Surface_charge_as_a_new_concept_for_boundary_lubrication_of_ceramics_with_water>.
30. Kato, T., Matsunaga, Y. 2003. Evaluation of improved efficiency with a diamond coating for a plasma display panel electrode in *Journal of Applied Physics*: 733–737 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą:
 31. Koizumi, S., Nebel, C., Nesladek, M. 2008. *Physics and Applications of CVD Diamond*. Wiley VCH: 200–240 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą:
 32. Kržan, B., Novotny–Farkas, F., Vizintin, J. 2009. *Tribological behavior of tungsten–doped DLC coating under oil lubrication*. *Tribology International*: 42 (2): 229–235 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą:
 33. LST EN ISO 4957:2003. *Įrankių plienas*. Vilnius. 10 p.
 34. LST EN ISO 683-17:2015. *Termiškai apdoroti plienai, legiruotieji plienai ir automatų plienai. 17 dalis. Rutulinių ir ritinių guolių plienai*. Vilnius.
 35. Michler, C., Siebert, C. 2003. Abrasive wear testing of DLC coatings deposited on plane and cylindrical parts in *Surface Coatings Technology*: 163–164 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00620-5](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00620-5)>.
 36. Muguruma, T., et al. 2011. Frictional and mechanical properties of diamond–like carbon–coated orthodontic brackets in *The European Journal of Orthodontics*: 150–163 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<https://doi.org/10.1093/ejo/cjr113>>.
 37. Mukherjee, S. 2012. Applied Mineralogy: Applications in Industry and Environment in *Springer Science & Business Media*: 373–378 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.springer.com/gp/book/9789400711617>>.
 38. *Nobelio premijos komitetas* [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.nobelprize.org/>>.
 39. Owens, A., Brühl, S., Simisona, S., Forsich, C., Heim, D. 2015. Comparison of Tribological Properties of Stainless Steel with Hard and Soft DLC Coatings in *Procedia Materials Science*: 246–253 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.04.031>>.
 40. Patscheider J., Zehnder, T. 2004. Nanostructured Thin Films and Nanodispersion Strengthened in *Coatings*: 35–42 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 30 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.springer.com/us/book/9781402022203>>.
 41. Pauschitz, A. 2013. Nanoindentation and AFM studies of PECVD DLC and reactively sputtered Ti containing carbon films in *Bull. Mater. Sci.*: 585–591 [interaktyvus], [žiūrėta 2017-05-28]. Prieiga per internetą: <<https://link.springer.com/article/10.1007/BF02704320>>.
 42. *Plasma Electronics GmbH* [interaktyvus], žiūrėta [2017 gegužės 29 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.plasma-electronics.com/about-us1.html>>.
 43. Podgornik, J., Vižintin, O., Wänstrand, M., Larsson, S., Hogmark, H., Ronkainen, K. 2001. Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 Steel in *Wear*: 254–259 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 28 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043164801005646>>.
 44. „Reynard Corp“ *produktų katalogas* [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 29 d.]. Prieiga per internetą: <<http://www.reynardcorp.com/>>.
 45. VDI 2840. *Carbon films - Basic knowledge, film types and properties*. Vokietija, 2012. 43 p.
 46. Weissmantel, C., Bewilogua, K., Schurer, C., Breuer, K., Zscheile, H. 1979. Characterization of hard carbon films by electron energy loss spectrometry in *Thin Solid Films*: 19–15 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 29 d.]. Prieiga per internetą: <<https://journals.aps.org/prb/abstract/10.1103/PhysRevB.62.12628>>.
 47. Zeng, X., Zhang, S., Ding, X., Teer, D. 2002. Comparison of three types of carbon composite coatings with exceptional load–bearing capacity and high wear resistance in *Thin Solid Films*: 366–370 [interaktyvus], [žiūrėta 2017 gegužės 29 d.]. Prieiga per internetą: <[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(02\)00840-4](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)00840-4)>.

1 priedas

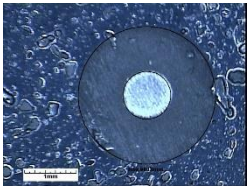
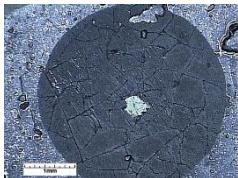
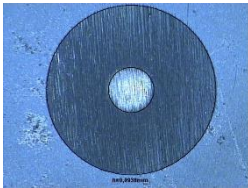
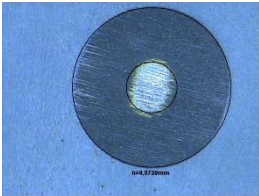
Bandymų matrica.

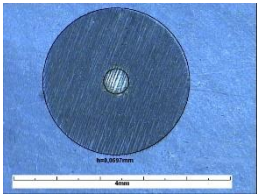
	Dengimo parametrai			Tyrimai (+ atliktas bandymas, – neatliktas bandymas)								
	Dujų kompozicija	Temperatūra, °C	Substrato medžiaga	Dangos storio bandymas	Adhezijos bandymas	Kietumo bandymas	Smūgio bandymas	Tribologiniai testai				
								3 km		22 km	55 km	100 km
								12 N	4 N	12 N	12 N	12 N
1 Bandinių serija	C ₂ H ₂	400	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		500	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		575	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
	C ₂ H ₂ +N ₂	400	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		500	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		575	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
	C ₂ H ₂ +H ₂	400	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		500	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
		575	1.7225	+	+	+	–	+	+	–	–	–
			1.3343	+	+	–	–	+	+	–	–	–
			1.7225 45mm	–	–	+	–	–	–	–	–	–
Bandinių	C ₂ H ₂ +Ar	450	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–

			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+
		550	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–
			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+
	Vienasluoks –nē C ₂ H ₂ +Ar+Si	450	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–
			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+
		550	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–
			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+
	Daugia– sluoksnē C ₂ H ₂ +Ar+Si	450	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–
			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+
		450	1.7225	+	–	–	+	–	–	+	+	+
			1.3343	+	–	–	+	–	–	–	–	–
			1.7225 jazotinta	–	–	–	+	–	–	+	+	+

2 priedas

Dangos storio bandymo nuotraukos

Dengimo režimas	Dangos storis, μm	Nuotrauka
DLC 400 °C C_2H_2 35h, 1.7225 substratas	60	
DLC 400 °C C_2H_2 35h, 1.7225 substratas (45 mm)	133	
DLC 400 °C C_2H_2 35h, 1.3343 substratas	79	
DLC 500 °C C_2H_2 35h 1.7225 substratas	94	
DLC 500 °C C_2H_2 35h, 1.7225 substratas (45 mm)	73	

DLC 400 °C C ₂ H ₂ 35h, 1.3343 substratas	70	
--	----	---

3 priedas

Tribologinio bandymo rezultatai

Dujų kompozicija	Substratas	Dengimo temperatūra, °C	Normalinė jėga, N	Antrojo kūno nusidėvėjimo skersmuo, μm	Trinties koeficientas
C ₂ H ₂	1.7225	400	12	Danga suiro	
C ₂ H ₂	1.3343	400	12	Danga suiro	
C ₂ H ₂	1.7225	400	4	323	0,25
C ₂ H ₂	1.3343	400	4	Danga suiro	
C ₂ H ₂	1.7225	500	12	Danga suiro	
C ₂ H ₂	1. 3343	500	12	Danga suiro	
C ₂ H ₂	1.7225	500	4	229	0,2
C ₂ H ₂	1. 3343	500	4	195	0,18
C ₂ H ₂	1.7225	575	12	102	0,1
C ₂ H ₂	1. 3343	575	12	151	0,05
C ₂ H ₂	1.7225	575	4	173	0,07
C ₂ H ₂	1. 3343	575	4	140	0,09