



**České vysoké učení technické v Praze**

**Fakulta strojní**

# **Technologie odstranění tenkých vrstev Al**

**Diplomová práce**

Autor: Bc. Tomáš Homola

Vedoucí práce: Ing. Jan Kudláček, Ph.D.

Praha 2015

## **Prohlášení:**

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci vypracoval samostatně pouze s použitím podkladů, které jsem uvedl v příloženém seznamu a poskytnutých konzultací.

V Jihlavě dne 13. 6. 2015

Tomáš Homola

## **Poděkování :**

Zde bych velmi rád poděkoval svému vedoucímu diplomové práce panu Ing. Janu Kudláčkovi, Ph.D. za vedení, pomoc a poskytnutí cenných informací při zpracování této práce. Dále bych rád poděkoval za ochotu paní Ing. Marii Kolaříkové při zhotovení metalografických snímků. A v neposlední řadě panu Ivo Konířovi za poskytnutí potřebných informací při spolupráci ve firmě Automotive lighting s.r.o.

## **Anotace**

Diplomová práce pojednává o problematice pokovování ve vysokém podtlaku. Experimentální část práce je zaměřena na odstraňování vzniklých tenkých vrstev hliníku z planetových držáků a zákrytových plechů pokovovacího zařízení.

## **Annotation**

This master's thesis deals with problems of plating in high vacuum. The experimental part of this thesis is aimed at removing technology of thin aluminium layers from planetary holders and from metal covering sheet of plating equipment.

## Obsah

1. Úvod.....	8
2. Firma Automotive lighting s.r.o.....	9
3. Pokovování ve vysokém podtlaku.....	12
4. Terminologie vakuového pokovování.....	13
4.1. Tlak .....	13
4.2. Podtlak .....	13
4.3. Mezní tlak (PU) .....	13
5. Charakteristiky a použití podtlakově pokovených předmětů.	15
5.1. Pokovení předmětů pro dekorační účely .....	15
5.2. Pokovení předmětů s technickou funkcí .....	15
6. Technologie pokovování ve vysokém podtlaku.....	16
6.1. Výhody použití vakua .....	16
6.2. Množství použitého kovu .....	17
6.3. Základní metody vakuového pokovování .....	17
6.3.1. Vypařování Joulovým efektem .....	17
6.3.2. Vypařování pomocí vyzařovače elektronových paprsků	19
6.3.3. Naprašování .....	20
6.3.4. Iontové pokovování .....	23
6.4. Procesy související s vakuovým pokovováním .....	23
6.4.1. Doutnavý výboj .....	23
6.4.2. Plasmová polymerace .....	24
7. Aktuálně používaná pokovovací zařízení ve firmě AUTOMOTIVE LIGHTING s.r.o.....	24
7.1. Naprašovací zařízení typu VXL: .....	24
7.2. Naprašovací zařízení typu D3H: .....	25
7.3. Naprašovací zařízení typu P1V: .....	26
7.4. Naprašovací zařízení typu D4V: .....	27

7.5. Naprašovací zařízení typu D2H: .....	28
7.6. Napařovací zařízení typu GALILEO: .....	29
8. Tenké vrstvy kovu.....	29
8.1. Měření tloušťky vrstvy během depozice .....	30
8.1.1. Odporová sonda .....	30
8.1.2. Krystalový měřič tloušťky .....	31
8.2. Měření tloušťky po vyjmutí z aparatury .....	31
8.2.1. Snímání povrchu hrotem .....	31
8.2.2. Měření pomocí magnetických vlastností vrstvy .....	32
9. Technologie odstraňování tenkých vrstev.....	32
9.1. Tryskání .....	32
9.1.1. Tryskání suchým ledem .....	32
9.2. Laser .....	35
9.3. Stripping .....	36
9.3.1. Chemický stripping .....	37
9.3.2. Elektrochemický stripping .....	37
9.4. Elektrochemická pasivace .....	39
9.5. Moření .....	39
11. Praktická část.....	40
11.1. Charakteristika použitých vzorků .....	40
11.2. Důvody odstraňování tenkých vrstev Al .....	41
11.3. Hodnocení experimentu .....	42
11.3.1. Tryskání .....	43
11.3.2. Laser .....	44
11.3.3. Louhování v roztoku NaOH .....	46
11.4. Stanovení parametrů procesu odstraňování tenkých vrstev Al .....	53
11.5. Technicko - ekonomické zhodnocení.....	54

12. Závěr.....	56
13. Použitá literatura.....	57

## 1. Úvod

Diplomová práce je zaměřena na problematiku vakuového pokovování automobilových světlometů. Experimentální část práce se zabývá odstraňováním vrstev pokovení z předem nachystaných a pokovených vzorků, které mají simulovat planetové držáky a zákrytové plechy uvnitř pokovovacího zařízení. Problematika odstraňování tenkých vrstev je podstatou této práce a byla zadána po dohodě s firmou Automotive lighting s.r.o. Cílem této diplomové práce bude porovnat tři technologie, pomocí kterých by tyto vrstvy mohly být odstraněny, konkrétně se jedná o technologii tryskání, louhování v roztoku NaOH a odstranění pokovení pomocí laseru. Jako výstup a závěr této práce je výběr té nejvhodnější varianty s příslušným technicko - ekonomickým zhodnocením.



## 2. Firma Automotive lighting s.r.o.

- Společnost Automotive Lighting s.r.o. v Jihlavě je součástí jednoho z největších nadnárodních holdingů vyrábějících automobilovou světelnou techniku.

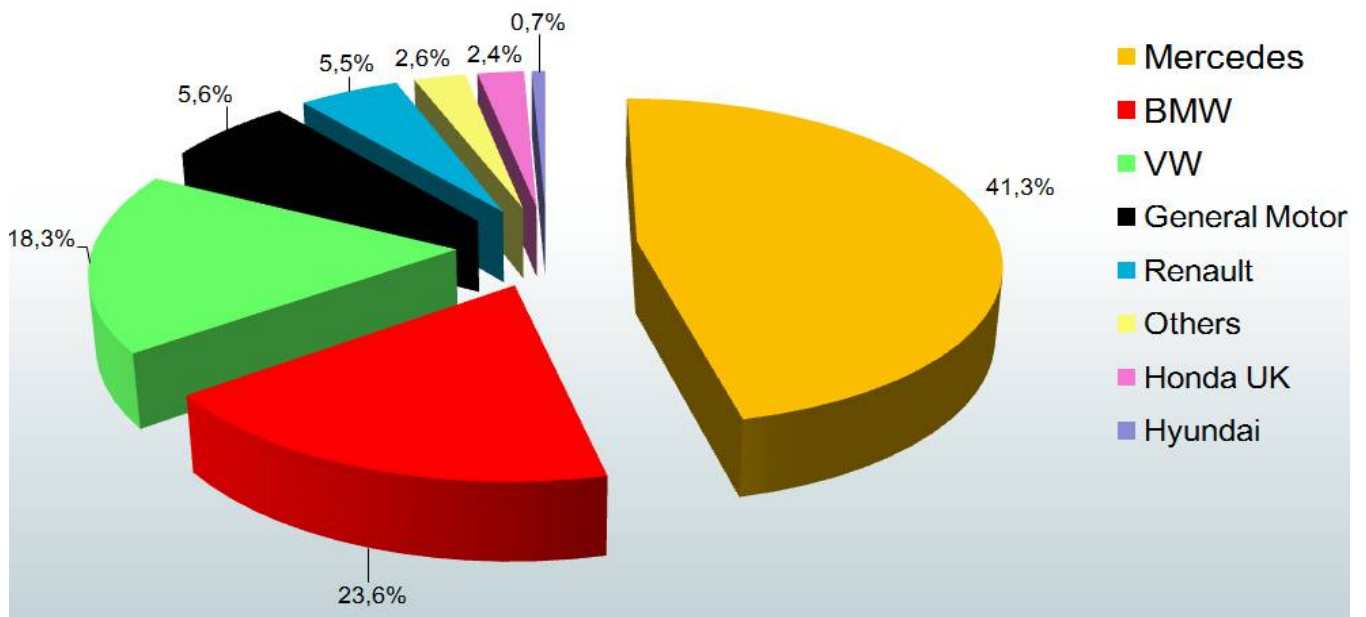
- **PORTFOLIO VÝROBY:**

- PŘEDNÍ SVĚTLOMETY
- MLHOVKY
- UKAZATELE SMĚRU

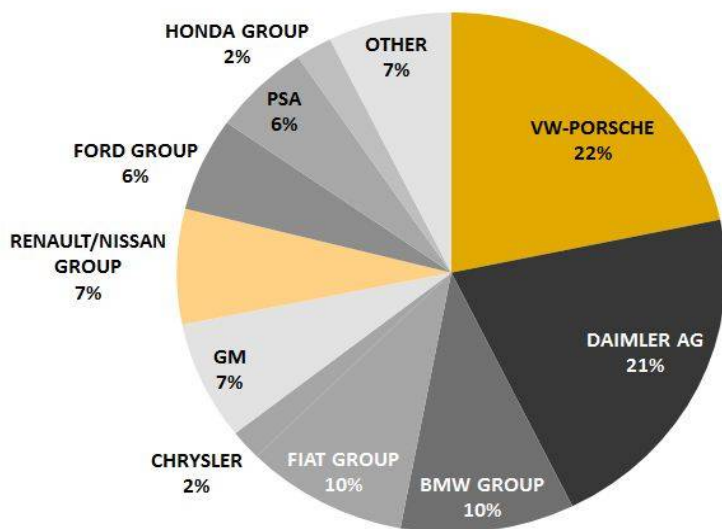


- Firma Automotive Lighting s.r.o. disponuje vlastním vývojem výroby od A-Z, činnost je rozdělena na sériovou výrobu (závod na Pávově), na výrobu náhradních dílů (závod na Stříteži, hala D) a na výrobu LED modulů (závod na Stříteži, hala F).
- V současné době společnost zaměstnává cca 2163 zaměstnanců.
- První světlomety byly vyrobeny roku 1997 ještě pod firmou BOSCH.
- V České republice působí firma Automotive lighting s.r.o. od 1. května 1999, kdy vznikla jako joint venture německé firmy Robert Bosch GmbH a italské společnosti Magneti Marelli.
- V roce 2000 se firma přestěhovala do nových prostor v jihlavské průmyslové zóně Pávov. Od roku 2003 je jediným vlastníkem Automotive Lighting s.r.o. italská společnost Magneti Marelli.
- Samotná výrobní část společnosti je rozdělena na výrobu (montáž světlometů včetně náhradních dílců), předvýrobu (výroba plastových dílců a povrchové úpravy) a výrobu LED modulů.

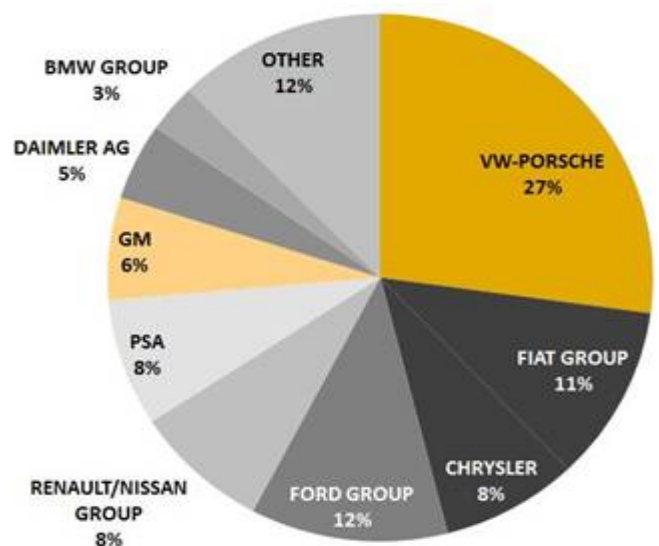
## Zákazníci ALCZ



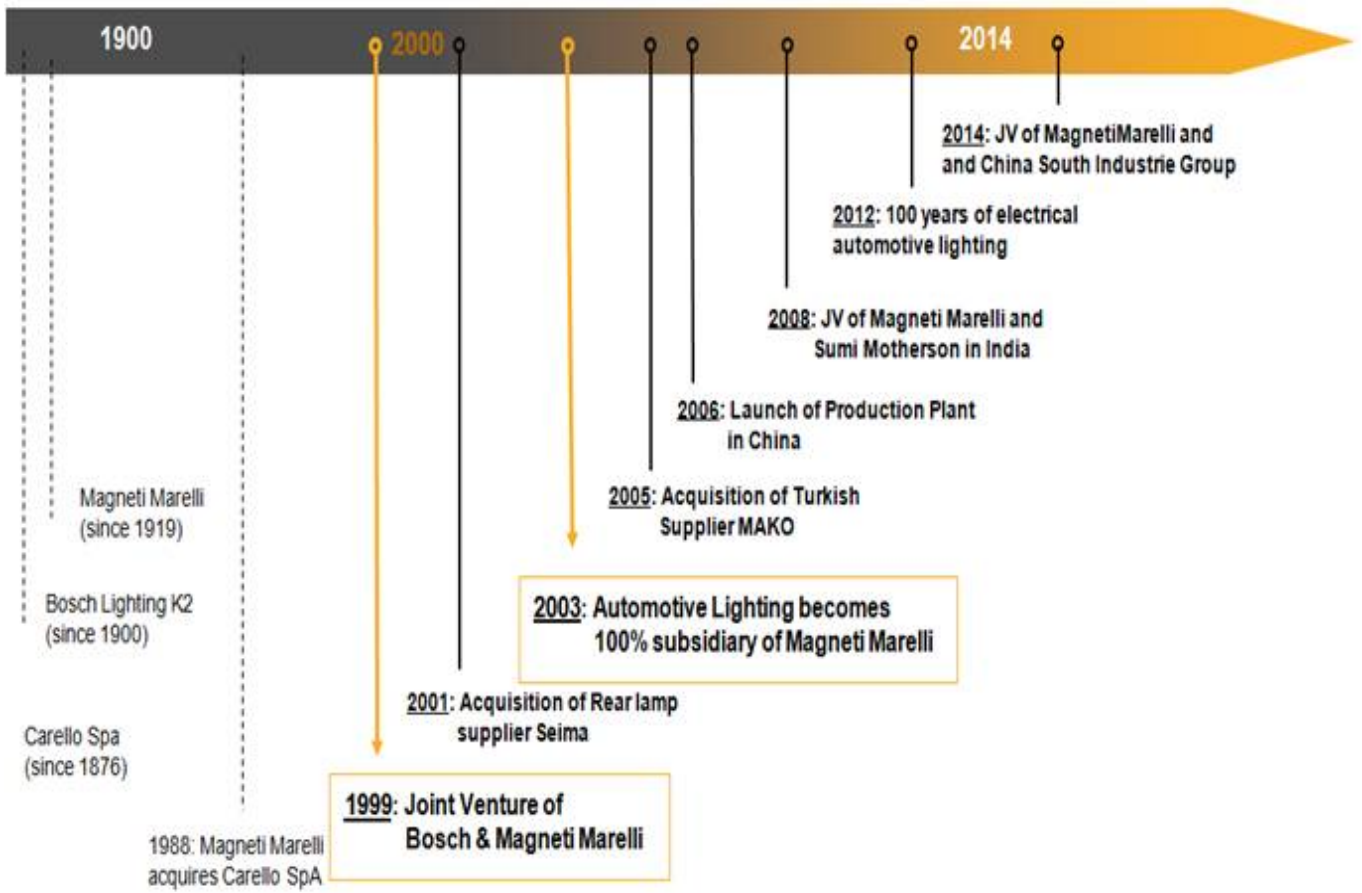
## Přední světlo - celosvětově



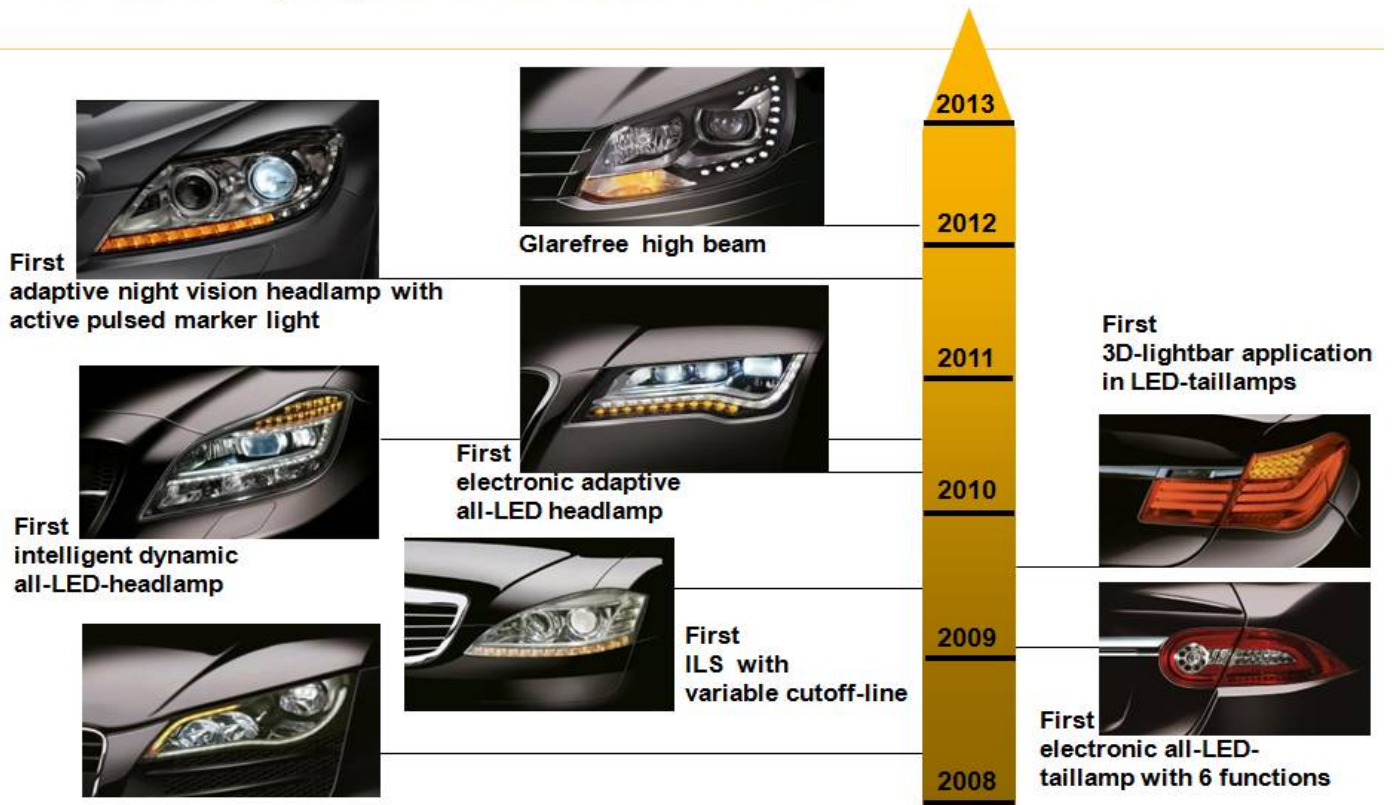
## Koncová světla - celosvětově



# Vývoj



## Automotive Lighting's World Innovations 2008-2013...



### **3. Pokovování ve vysokém podtlaku**

Pokovování je proces, při kterém je na povrch materiálu aplikována velmi tenká kovová vrstva, či vrstva oxidů nebo směsi materiálů. Obvykle tento proces probíhá ve velmi silných podtlakových podmínkách. Hlavním důvodem použití silného podtlaku je zajištění relativně nízké teploty celého procesu a dobré přilnavosti materiálu k podkladu. Funkcí této kovové či nekovové povrchové úpravy materiálu je poskytnutí lepšího vzhledu povrchu nebo zlepšení jeho konkrétních technických vlastností. I v dnešní době patří mezi nejpoužívanější způsob pokovování pomocí hliníku. Je to především z důvodu jeho chemicko - fyzikálních vlastností, mezi které patří zejména nízká teplota tání a vypařování. Dále je také nutné vyzdvihnout jeho perfektně lesklý, až zrcadlový vzhled na pokovované součásti. Toto jsou pak faktory, díky kterým je použití hliníku jako pokovovacího kovu tou nejjednodušší i nejvhodnější alternativou. V dřívějších dobách bylo hlavní funkcí této povrchové úpravy materiálu zajištění požadovaných estetických vlastností nebo získání reflexního povrchu. Dnes je však třeba chápat význam pokovení v poněkud širším smyslu, protože se používají procesy, ve kterých už jsou využity i jiné kovy než hliník, nebo dokonce nekovové materiály. Aplikace pokovovaných produktů se tak dostaly i do oblastí, kde hlavním požadavkem vedoucím k provedení této povrchové úpravy materiálu už nejsou pouze estetické vlastnosti. V technické praxi je tento způsob úpravy povrchu využíván například k zajištění odolnosti potravinových obalů vůči klimatickým vlivům, k vytvoření ochranné vrstvy pro zpevnění povrchů materiálů, nebo třeba ke zlepšení optických vlastností povrchu součástí automobilových světlometů a v mnoha dalších oblastech průmyslové výroby. Tato práce je zaměřena na pokovování umělých hmot, ze kterých je dnes vyráběna naprostá většina reflexních částí automobilových světlometů. [1]

## **4. Terminologie vakuového pokovování**

### **4.1. Tlak**

Tlak je základní veličinou a je definován jako síla na jednotkovou plochu. V praxi to znamená, že představuje sílu, kterou působí kapalně, pevně nebo plynné medium na povrch, se kterým je právě ve styku. Hodnoty je pak dobré uvádět s ohledem na nejběžněji používaný standardní atmosférický tlak, který se definuje jako tlak generovaný rtuťovým sloupcem o výšce 760 mm při teplotě 0 °C. V následující tabulce jsou uvedeny převodové poměry mezi jednotkami používanými pro měření tlaku. [1]

### **4.2. Podtlak**

Základní podmínkou podtlaku je, aby naměřený tlak byl nižší než tlak atmosférický. [1]

### **4.3. Mezní tlak (PU)**

Při vyčerpávání plynů a par dochází ke snižování tlaku. Toto snížení je zpočátku nízké a poté se bez dalších příznaků přiblíží až k minimální hodnotě, tedy meznímu tlaku neboli vakuu. V praxi se takových hodnot tlaku dosahuje po několika hodinách čerpání. Tato doba nezávisí pouze na rychlosti čerpadla, ale také na tlaku výparů z maziva, těsnícího materiálu a kapalin, které jsou použity v čerpadle. Když je například pouzdro vyčerpáváno pouze jedním rotačním pístovým čerpadlem, bude dosažitelný mezní tlak záviset především na tlaku výparů oleje použitého v čerpadle, a v závislosti na čistotě nádoby, také na výparech vycházejících ze stěn nádoby. [1]

	<b>N.mm<sup>-2</sup></b> <b>(Pascal)</b>	<b>Torr</b>	<b>mTorr</b>	<b>Mikron</b>	<b>Palec rtuti</b>	<b>bar</b>	<b>mbar</b>	<b>Psi</b>
<b>N.mm<sup>-2</sup></b> <b>(Pascal)</b>	1	$7,5 \cdot 10^{-3}$	7,5	7,5	$2,95 \cdot 10^{-2}$	$10^{-5}$	$10^{-2}$	$1,45 \cdot 10^{-4}$
<b>Torr</b>	133,3	1	1000	1000	$3,94 \cdot 10^{-2}$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	1,333	$1,93 \cdot 10^{-2}$
<b>mTorr</b>	0,133	0,001	1	1	$3,94 \cdot 10^{-5}$	$1,33 \cdot 10^{-6}$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	$1,93 \cdot 10^{-5}$
<b>Mikron</b>	0,133	0,001	1	1	$3,94 \cdot 10^{-5}$	$1,33 \cdot 10^{-6}$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	$1,93 \cdot 10^{-5}$
<b>Palec rtuti</b>	3386	25,4	$2,54 \cdot 10^{-4}$	$2,54 \cdot 10^{-4}$	1	$3,38 \cdot 10^{-2}$	33,86	0,49
<b>bar</b>	$10^5$	750	$7,5 \cdot 10^5$	$7,5 \cdot 10^5$	29,5	1	1000	14,5
<b>mbar</b>	100	0,75	$7,5 \cdot 10^2$	$7,5 \cdot 10^2$	$2,95 \cdot 10^{-2}$	0,001	1	$1,45 \cdot 10^{-2}$
<b>Psi</b>	6890	51,71	$5,17 \cdot 10^4$	$5,17 \cdot 10^4$	2,036	$6,89 \cdot 10^{-2}$	68,9	1

Tab. č. 1. Převodová tabulka jednotek tlaku [1]

## **5. Charakteristiky a použití podtlakově pokovených předmětů**

Z důvodu extrémně tenké povrchové vrstvy a v případě hliníku i kvůli vlastnostem tohoto kovu (nízká tvrdost, vysoká reaktivita s atmosférickým kyslíkem), není tato varianta povrchové úpravy vhodná pro součásti, u kterých je vyžadovaná odolnost proti otěru nebo agresivním rozpouštědlům, či vysoká tvrdost povrchu. Tato odolnost se nějak výrazně nezvýší ani při aplikaci ochranného průhledného nátěru na povrchu součásti. [1]

### **5.1. Pokovení předmětů pro dekorační účely**

**Podklad:** - umělé hmoty, sklo, kovové předměty

**Povrchová vrstva:** - hliník

**Funkce úpravy:** - hladký a lesklý povrch

**Použití:** - výlisky pro automobilový průmysl, odznaky, typové štítky, hračky, vánoční ozdoby, domácí spotřebiče, bižuterie

### **5.2. Pokovení předmětů s technickou funkcí**

**Podklad:** - umělé hmoty, sklo, kovové předměty

**Povrchová vrstva:** - hliník, chrom

**Funkce úpravy:** - kvalitní odraz světla

**Použití:** - odrazové plochy automobilových světlometů, tělesa reflektorů, zrcadla pro dopravní účely, zpětná zrcátka, elektromagnetická ochrana umělohmotných skříní elektronických přístrojů

## **6. Technologie pokovování ve vysokém podtlaku**

K samotnému pokovení dochází v důsledku vypařování kovů a jejich slitin (Al, Cr, Ni, Ti, Ag, Au, Pt, Pd, Hf, Ni-Cr, Al-Cu), sloučenin (oxidy, nitridy, karbidy, fluoridy) nebo nekovových materiálů a jejich oxidů (SiO, SiO<sub>2</sub>) pomocí speciálních odpařovačů, které jsou obvykle odporově zahřívány za podmínek vysokého vakua tak, aby páry odpařeného kovu mohly dosáhnout na podklad a po jejich kondenzaci na podklad správně přilnout. Pokovované předměty se obvykle umísťují do upínacích pouzder, které umožňují pohyb ve vztahu ke zdrojům odpařovaného materiálu. [3,4,5]

### **6.1. Výhody použití vakua**

Hlavní výhodou pokovování v podtlaku je výrazná eliminace oxidace nanášeného kovu, protože je ze systému odčerpán téměř veškerý kyslík. Tato oxidace by bez odčerpání kyslíku probíhala velmi rychle z důvodu požití vysokých teplot a měla by pak negativní vliv na vznikající povrchovou úpravu. Další pozitivní vlastností vakua je, že zabrání odpařeným částicím kovu v odchylování z jejich trasy od zdroje vypařování k podkladu. Je to z důvodu srážek těchto částic s molekulami zbytkového plynu, protože střední volná dráha (definovaná jako průměrná vzdálenost), kterou molekula prochází před tím, než do další molekuly narazí, je při tlaku 10<sup>-4</sup> mbar přibližně jeden metr. Při atmosférickém tlaku je tato vzdálenost ve zlomcích mikrometrů. Ve vysokých podtlacích je také teplota samotného odpařování daného kovu výrazně nižší oproti vypařování při atmosférickém tlaku. Například u hliníku je teplota vypařování při 10<sup>-4</sup> mbar přibližně 1450 °C oproti 2500 °C při atmosférickém tlaku. [1]



## **6.2. Množství použitého kovu**

Při vakuovém pokovování je vznikající povrchová vrstva extrémně tenká a skutečná hodnota tloušťky aplikovaného kovu je jedním z nejdůležitějších aspektů v technologii pokovování. Zavedení měřicího systému, který by umožnil přímé měření během procesu je však velmi drahé. Proto se ve výrobě běžně stanovuje tloušťka pokovení předmětů pomocí quartzových oscilačních mikrovah. Samotné množství naneseného kovu pak závisí na použitém typu aplikace. Průměrná tloušťka vzniklé povrchové vrstvy se pak pohybuje v hodnotách mezi 3 - 10  $\mu\text{m}$ . [1]

## **6.3. Základní metody vakuového pokovování**

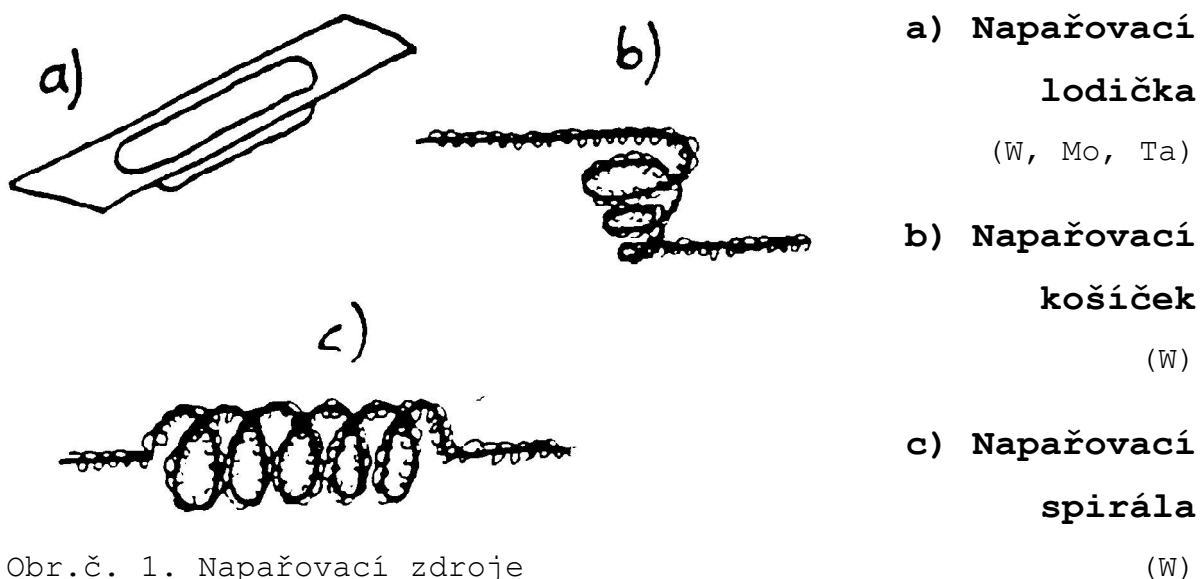
Mezi nejčastější používané techniky pokovování patří vypařování pomocí Joulova efektu s tepelnými zdroji, vypařování pomocí elektronového paprsku a naprašování. Velmi malou část výroby pak zaujímá proces iontového pokovování, který je zaměřen především na malovýrobu. Samotné naprašování našlo své využití až v posledních letech, protože až nyní bylo dosaženo větší variability a ve většině případů i lepší kvality pokovení oproti dříve hojně používanému způsobu pokovení pomocí napařování. [1,3,4]

### **6.3.1. Vypařování Joulovým efektem**

Tento způsob pokovení je nejvíce používaným jak v technické praxi, tak v laboratorních podmínkách. Podstatou procesu je odporový ohřev wolframové spirály nebo kelímku vyrobeného z tantalu, molybdenu nebo wolframu. Následuje přímý přenos tepla na aplikovaný materiál až na teplotu vypařování. Běžně používaným materiálem pro vypařování Joulovým efektem je hliník, měď, chrom nebo oxid křemíku, které se vypařují (nebo sublimují v případě chromu a oxidu křemíku) při relativně nízké teplotě. Jelikož je teplo pro vypařování předáváno vedením prostřednictvím kovového kelímku tak je zřejmé, že horní limit teploty tání (či sublimace) látek, které chceme

vypařovat tímto způsobem je bezpodmínečně určen teplotou tání daného kelímku. Poměrně zásadní nevýhodou tohoto procesu je, že se vypařovaný materiál rozpouští přímo v kovovém kelímku, tím dochází k degradaci a následné erozi samotného kelímku.

Tímto jevem je samozřejmě životnost takového kelímku omezená a je nutné ho po překročení předepsaného počtu cyklů bezpodmínečně vyměnit. Natavení kelímku pak způsobí i znečištění daného kovu nebo slitiny, která se v něm rozpouští a to je ve vybraných případech nepřipustné. Z výše zmíněných používaných kovů je nejrozšířenější hliník. Je to díky jeho velmi dobré odrazivosti a schopnosti poskytnutí jasného a zrcadlově lesklého vzhledu. Jediné stříbro má pak ještě vyšší a kvalitnější odrazivost než hliník, je však velmi drahé a snadno reaguje s atmosférickou sírou, což má za následek nevzhledné ztmavnutí. [1,5,6]



Obr.č. 1. Napařovací zdroje

Technologický postup zmiňovaného procesu spočívá v zavěšení hliníkových drátů na wolframové spirály a následném přívodu dvou hodnot elektrického proudu přímo do napařovacích zdrojů. Odstupňování přívodu proudu má své opodstatnění, kdy při prvním stupni dochází k odplynění hliníku, poté dojde k natavení a rozlití po celém povrchu spirály a následně se kov rychle vypaří. [1,3]

Identický postup však není možné použít pro kovy, kterými jsou například měď, chrom nebo zlato. Tyto kovy mají v kapalném stavu nižší povrchové napětí a nedokážou tak smočít povrch spirály a proto se pro jejich vypařování používají lodičkové zdroje a je zároveň vhodné při celém procesu tavení i vypařování postupovat pomaleji. Průměrná doba samotného vypařování je pro hliník asi 30 sekund, pro ostatní zmiňované kovy se čas pohybuje okolo 3 - 4 minut. Celý tento proces probíhá za přítomnosti silných proudů, v tyčích ve kterých jsou umístěny zdroje napětí, prochází proud 3500 - 4000 A. Hodnoty napětí jsou ale poměrně nízké, okolo 10 V. Proto je vhodné zavést chlazení pomocí oběhu vody. Průměrné hodnoty tlaků pro vypařování jsou u hliníku  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar a u chromu, mědi či zlata okolo  $5 \cdot 10^{-4}$  mbar. [5,6,7]

### **6.3.2. Vypařování pomocí vyzařovače elektronových paprsků**

Vypařování pomocí vyzařovače elektronových paprsků umožňuje používat širší spektrum materiálů, než je tomu v případě tepelných zdrojů. Použití této metody také nabízí vyšší energetickou účinnost a lepší reprodukovatelnost parametrů vypařování. Zásadní rozdíl oproti předchozím metodám je v tom, že zde nejsou v kontaktu s vypařujícím se materiálem přítomny žádné kovy odolné vůči vysokým teplotám. Tento materiál je zde umístěn ve vodou chlazeném měděném kelímku, který je navíc obložený žáruvzdorným materiálem a díky tomu je eliminováno nebezpečí vzniku a vypařování intermetalických sloučenin. Zmíněné aspekty pak mají za následek, že vysoká teplota vypařování již není přímo omezena teplotou tání materiálu kelímku, a tak je možno provádět vypařování látek s vysokou teplotou tání, jako jsou například oxidy nebo jiné soli kovů. Poměrně podstatnou nevýhodou použití elektronového děla, jak je v praxi metoda vypařování vyzařovačem elektronových paprsků nazývána, je jeho cena. Vždy jsou totiž náklady na tento způsob pokovování vyšší než při použití běžných vypařovacích jednotek zmíněných výše.

Běžná tloušťka nanesené vrstvy může v případech vypařování dosahovat hodnot přes 10  $\mu\text{m}$ , v praxi je však kladen důraz na to, aby tloušťka vzniklé vrstvy nepřesahovala 3  $\mu\text{m}$ , protože nad tuto hodnotu je pak vrstva křehká, s vysokým napětím a poměrně špatně přilnavá. [1,2,5]

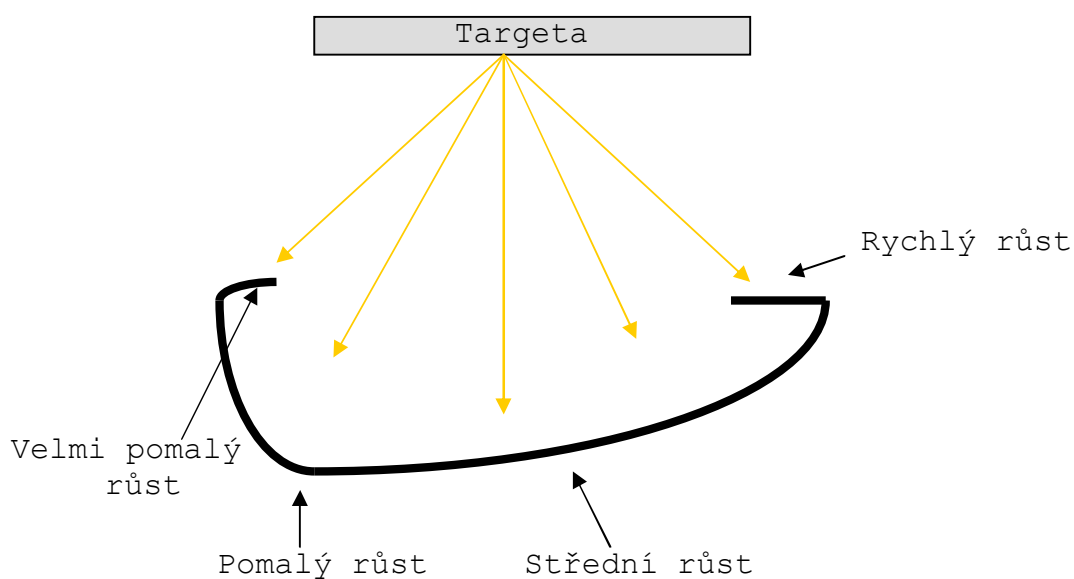
### **6.3.3. Naprašování**

Základním rozdílem oproti metodám vypařování je, že v případech naprašování se tepelná energie nevyužívá k rozrušení mezimolekulárních vazeb, ale je zde využito kinetické energie ionizovaných atomů k urychlení elektromagnetického pole proti materiálu, na kterém se má pokovení provádět. Celý proces pak probíhá při tlacích okolo  $10^{-1} - 10^{-3}$  mbar za použití (spojitého nebo přerušovaného) potenciálového rozdílu mezi upravovaným materiálem, který je zapojen jako anoda a materiálem, který se má aplikovat, ten je zapojen jako katoda. Díky různé pohyblivosti kladných a záporných iontů ve vakuu jsou kladné ionty procesního plynu, kterým je obvykle argon, urychlovány elektromagnetickým polem dokud nezasáhnou katodu, která má větší energii. Dochází k naprašování na povrch a k odstranění některých částic, které naopak naráží na upravovaný podklad. Celý tento cyklus probíhá při teplotě prostředí, protože cíl, který by se zahřál při bombardování ionty, je ochlazován vodou. Z důvodu nízké teploty je pak vyloučeno veškeré znečištění aplikovaného materiálu a vznikající jakost povrchové vrstvy je tedy závislá pouze na pokovovaném materiálu a na stupni vakua dosaženého před aplikací. Další výhodou nízké teploty je možnost aplikace binárních slitin, jako jsou mosazi nebo chrom-niklové slitiny i přesto, že dvě složky v těchto slitinách mají různé tlaky nasycené páry, což je v případě použití systému vypařování nemožné. [1,8,9]

Mezi další klady použití tohoto způsobu pokovování je vhodné zmínit samotnou velikost zdroje aplikovaného materiálu, který je umístěn v targetách a svými rozměry je srovnatelný s povrchem podkladu, na který se bude nanášet. Díky tomu je velmi pozitivně ovlivněna i životnost aplikovaného materiálu, která může dosahovat i stovek hodin. Ve srovnání se systémem vypařování probíhá tato metoda při nižších rychlostech a vyžaduje pečlivější procesní kontrolu. Na druhé straně je při použití systému naprašování dosahováno vyšší kvality a především čistoty aplikované povrchové vrstvy. V porovnání investičních nákladů je tato metoda v nevýhodě oproti metodám vypařovacím, protože jsou zde tyto náklady zaručeně vyšší. [1,8,9]

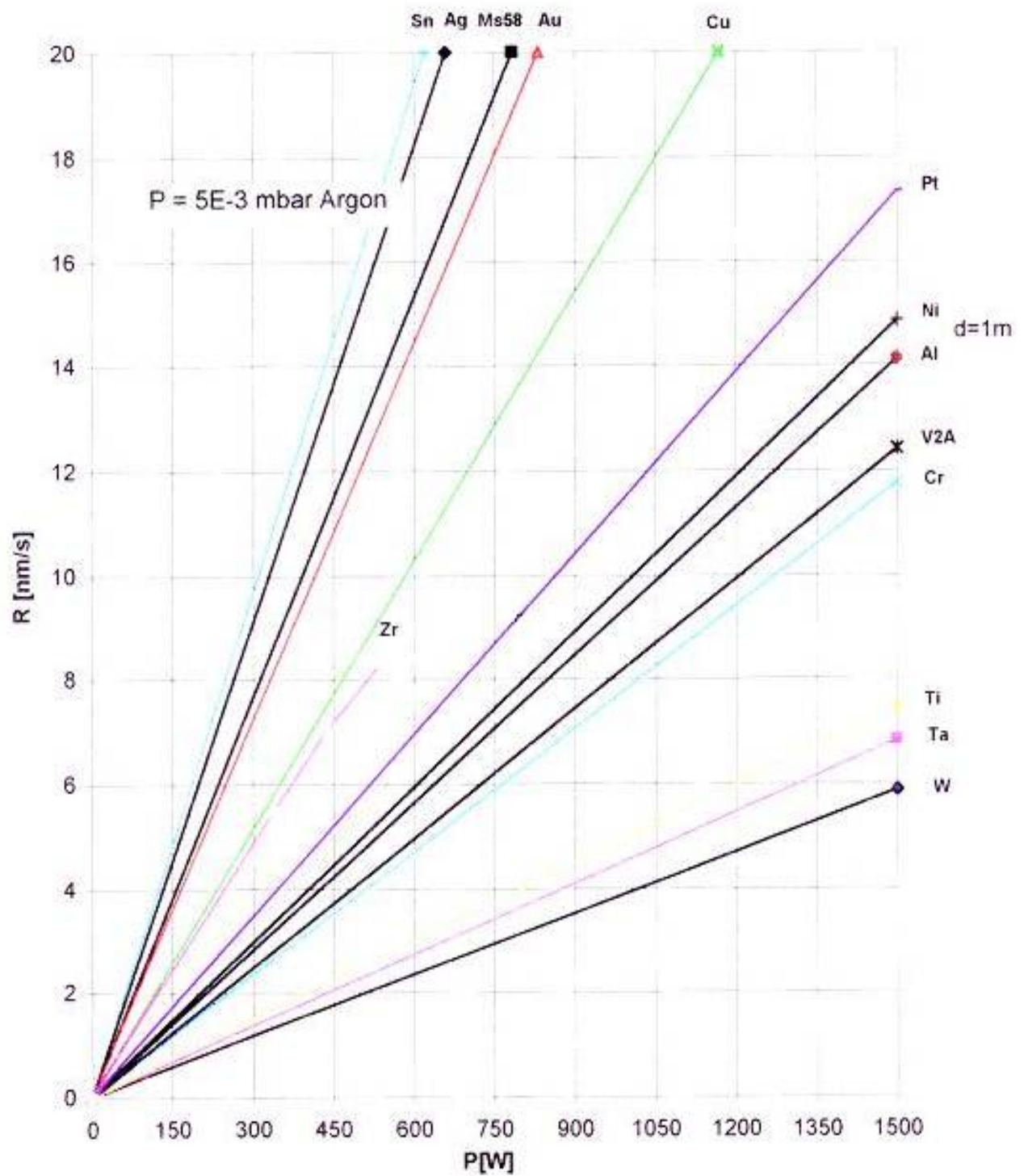
#### 6.3.3.1. Aspekty naprašování

Rychlost růstu vrstvy na výrobku závisí na následujících faktorech: počtu naprašovaných atomů, vzdáleností mezi targetou a výrobkem, orientaci povrchu výrobku oproti targetě. [1]



Obr. č. 2. Aspekty naprašování [1]

### 6.3.3.2. Rychlost naprašování pro vybrané materiály



Obr. č. 3. Rychlost naprašování vybraných materiálů [1]

#### **6.3.4. Iontové pokovování**

Podstatou procesu iontového pokovování je bombardování upravovaného povrchu ionty argonu, které tak odstraní znečišťující prvky. K naprášení dojde hned během první fáze aplikace, dokud není dosaženo oblasti rozhraní mezi základnou a filmem. Za těchto podmínek se vzniklá povrchová vrstva vyznačuje velmi dobrou přilnavostí, kterou je možné zařadit mezi zásadní výhodu této metody. V praxi je pak iontové pokovování využíváno k nanášení povrchových vrstev, které jsou odolné proti opotřebení, protože se tímto způsobem dají aplikovat dokonce i velmi tvrdé karbidy, oxidy a nitridy. Zdrojem pro vypařování může být elektronové dělo nebo klasický způsob tepelného typu. Růst povrchové vrstvy kovu je definován rychlostí 50  $\mu\text{m}$  za minutu. Jediným, ale poměrně zásadním omezením použití umělohmotných materiálů u této metody je zahřívání podkladu na poměrně vysoké teploty dopadajícími ionty. Nejedná se o příliš průmyslově rozšířenou metodu, je určena spíše menším výrobám ke kusové produkci. [1,3,4]

#### **6.4. Procesy související s vakuovým pokovováním**

##### **6.4.1. Doutnavý výboj**

Jedná se o elektrický výboj za sníženého tlaku, který využíváme k čištění podkladu. Právě čistý podklad je základní podmínkou pro realizaci správného podtlakového pokovení. Čištění samotného provozního prostředí je však také důležité, protože po jakémkoliv cyklu oplachu je nutné přesunout čisté součásti z oplachového zařízení do instalace pro následující fázi cyklu, kterou může být aplikace plniva nebo již první pokovení povrchu. Jako znečištění je možné považovat již stopy prachu na povrchu součásti i případnou vznikající vlhkost. U zmíněné vlhkosti je nutné brát v úvahu vlhkost povrchu a v případě termoplastů i navlhavost materiálu jako takového. [1]

#### **6.4.2. Plasmová polymerace**

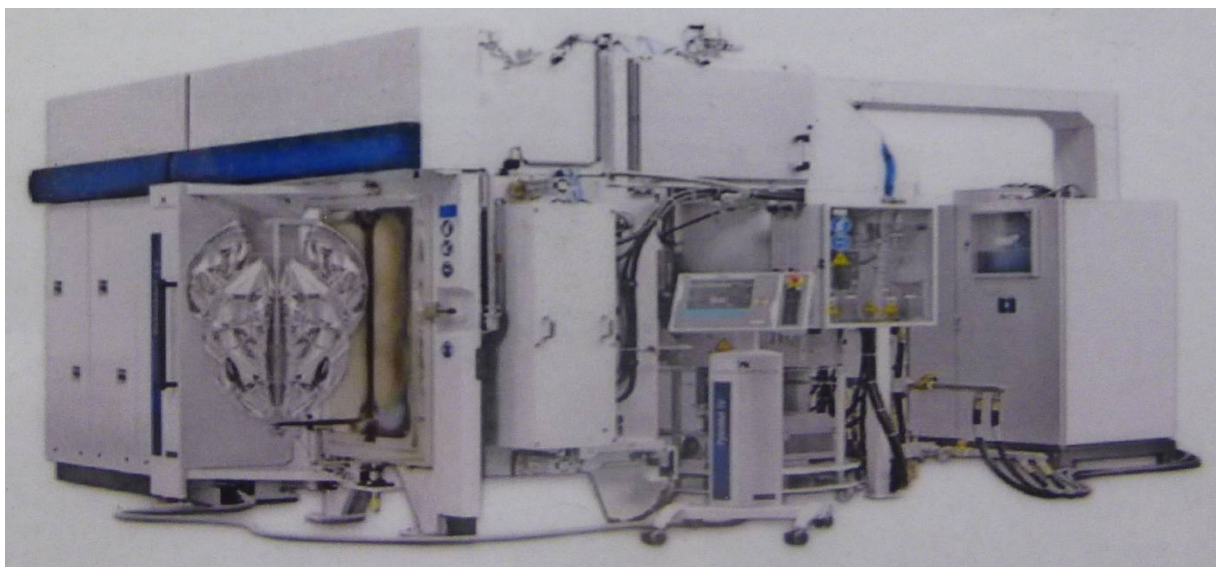
Cílem tohoto procesu je v našem případě nanosení křemičito - dioxidové vrstvy, která má za úkol chránit hliníkovou reflexní plochu proti okolním vlivům. Ideou je pak použití silikonového oleje jako monomeru a vytvoření ochranné vrstvy, neboli plazmaticky způsobit polymeraci monomeru na povrchu substrátu. Tato technika aplikace nachází své použití v různých oblastech. Kromě ochrany povrchu svítidel je možné ji použít i pro úpravu optických čoček vyrobených z polykarbonátu, které se touto metodou vytvrzují. [1]

### **7. Aktuálně používaná pokovovací zařízení ve firmě AUTOMOTIVE LIGHTING s.r.o.**

#### **7.1. Naprašovací zařízení typu VXL:**

- **1. krok** - Žhavení - Ohřev dílce.
- **2. krok** - Naprašení - Na dílec je nanesen hliník.
- **3. krok** - Ochranná vrstva (polymer).

**VXL4 colour:** - Speciální typ zařízení, na kterém je možné pokovovat dílce hliníkem, titanem a chromem.

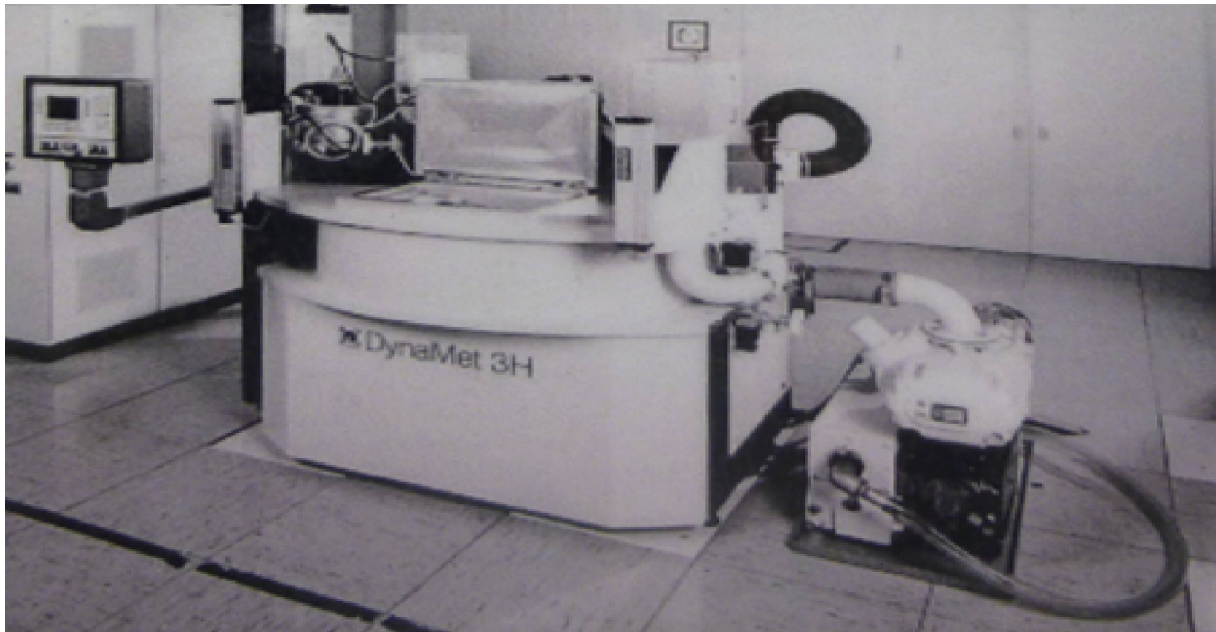


Obr. č. 4. Naprašovací zařízení VXL [1]



## 7.2. Naprašovací zařízení typu D3H:

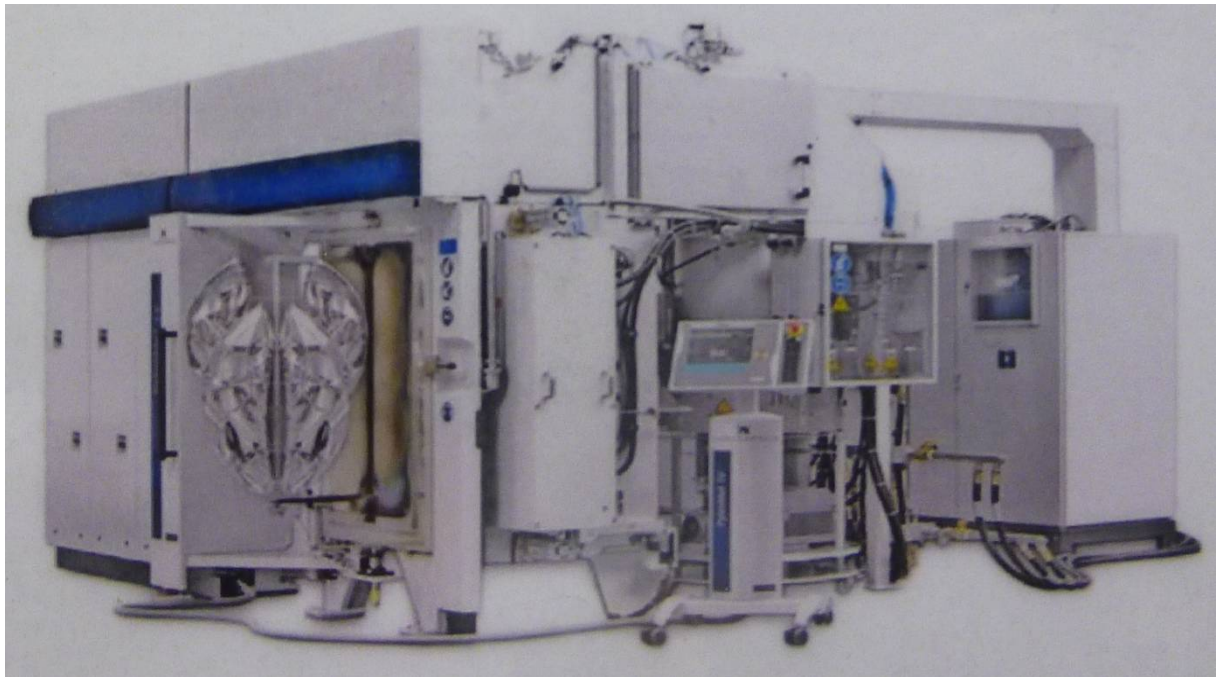
- 3 komory - Dílce jsou umístěny horizontálně.
- **1. komora** - Ohřev dílce pro lepší přilnavost hliníku na termoplast.
- **2. komora** - Proces naprašování hliníku.
- **3. komora** - Vytvoření ochranné polymerické vrstvy.



Obr. č. 5. Naprašovací zařízení D3H [1]

### 7.3. Naprašovací zařízení typu P1V:

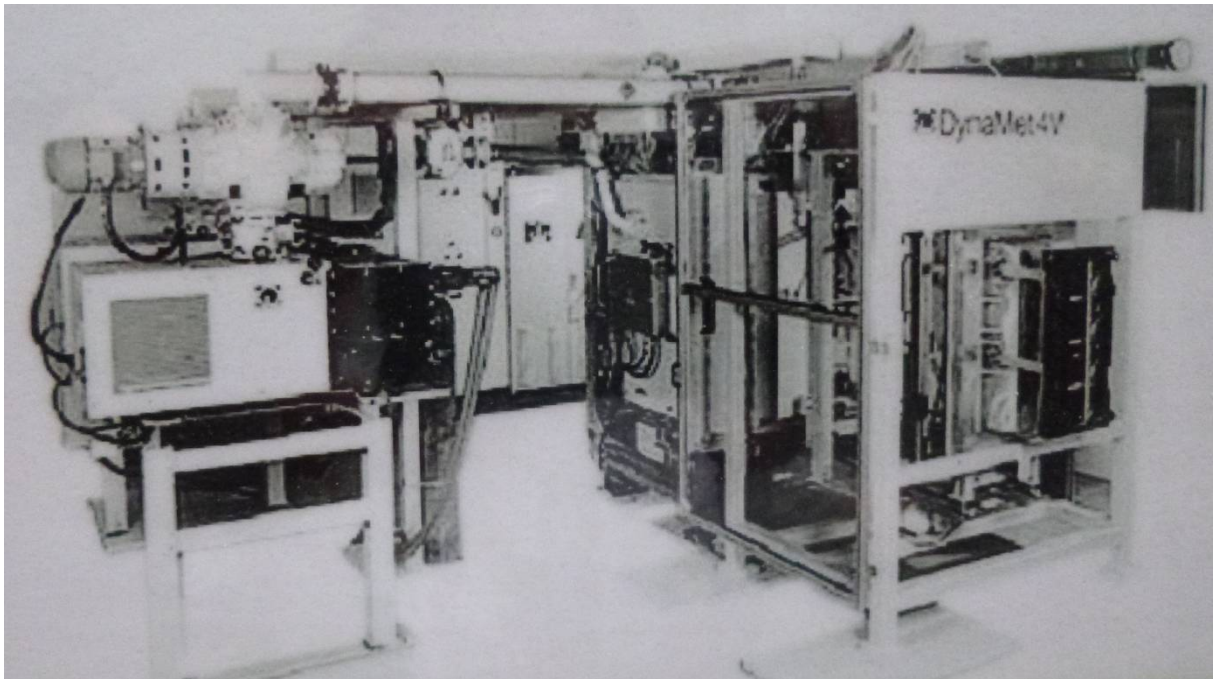
- Předchůdce strojů typu VXL
- **1. krok** - Žhavení - Ohřev dílce.
- **2. krok** - Naprašování - Na dílec je nanášen hliník.
- **3. krok** - Ochranná vrstva (polymer).



Obr. č. 6. Naprašovací zařízení P1V [1]

#### 7.4. Naprašovací zařízení typu D4V:

- 4 komory - Dílce jsou umístěny vertikálně.
- **1. komora** - Transportní (nepokovené dílce vstupují do stroje, pokovené vystupují ze stroje).
- **2. komora** - Ohřev dílce.
- **3. komora** - Proces naprašování hliníku.
- **4. Komora** - Vytvoření ochranné polymerické vrstvy.



Obr. č. 7. Naprašovací zařízení D4V [1]

### 7.5. Naprašovací zařízení typu D2H:

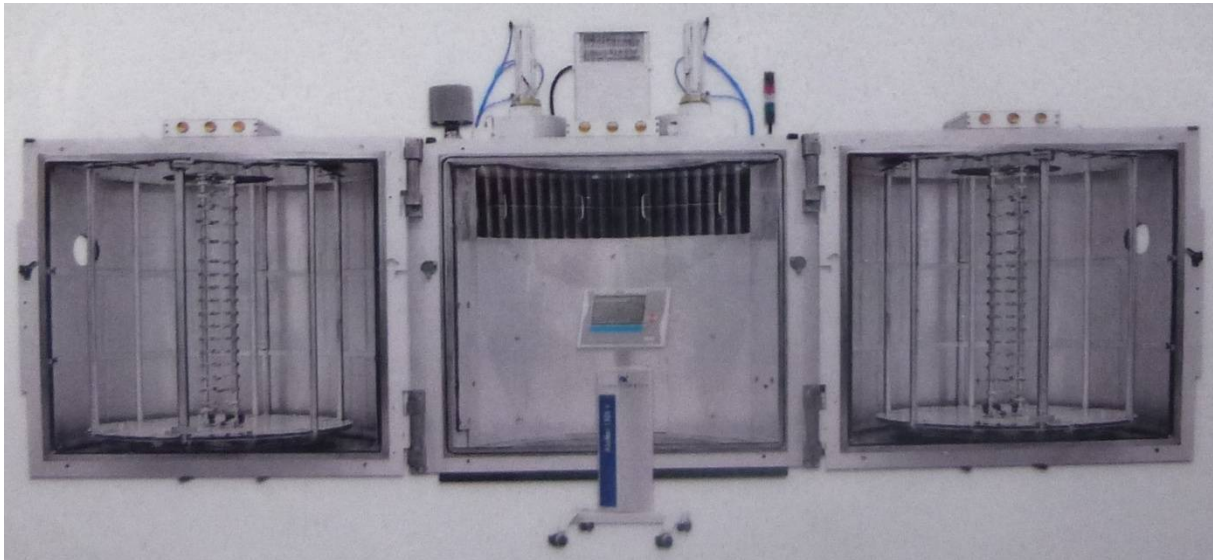
- 2 komory - Dílce jsou umístěny horizontálně.
- Toto zařízení pouze napráší vrstvu hliníku, popř. nerezů a dále zde již neprobíhá tvorba ochranné vrstvy.



Obr. č. 8. Naprašovací zařízení D2H [1]

## 7.6. Napařovací zařízení typu GALILEO:

- **1. krok** - Žhavení - Ohřev dílce.
- **2. krok** - Napařování - Pokovení pomocí odpaření hliníkové spirály z wolframového drátu.
- **3. krok** - Vytvoření ochranné polymerické vrstvy.



Obr. č. 9. Napařovací zařízení GALILEO [1]

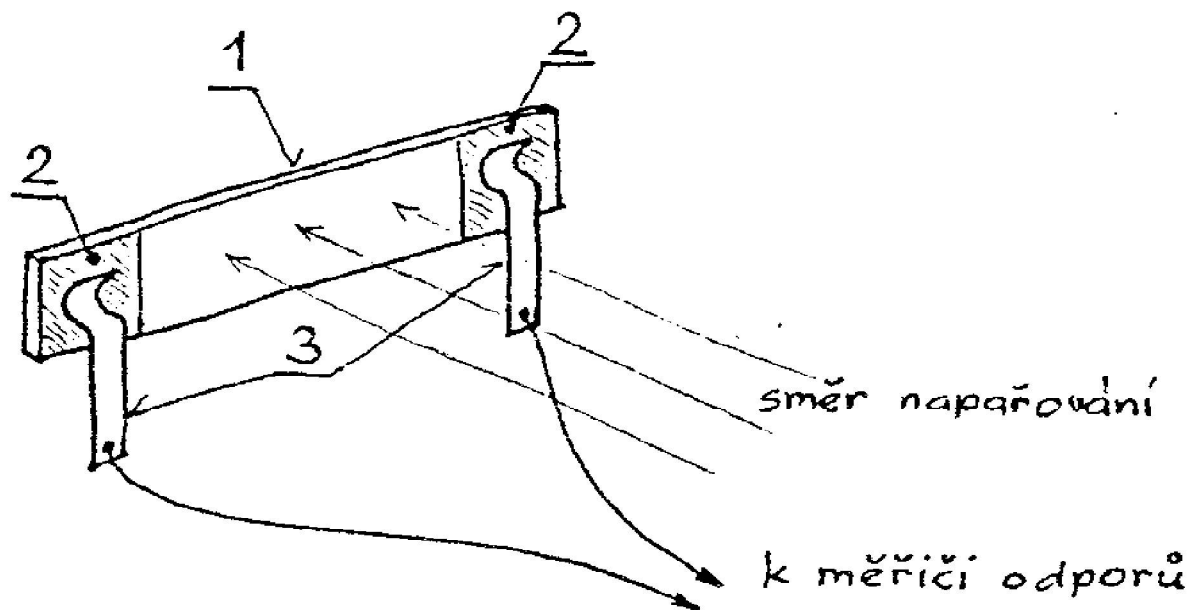
## 8. Tenké vrstvy kovu

Tenké vrstvy hrají velmi významnou roli v mnoha současných technologiích. Tenkovrstvé systémy jsou základem mikroelektronických součástek, uplatňují se v optice, optoelektronice, ochraně povrchů proti vnějším vlivům, úpravě povrchových mechanických vlastností apod. Tenkou vrstvu lze definovat jako útvar, jehož jeden rozměr, kterým je tloušťka, je zanedbatelný vůči zbylým dvěma rozměrům. Za tenké vrstvy je možné považovat povlaky o tloušťkách do několika  $\mu\text{m}$ . Vrstva připravená na povrchu nějakého substrátu je omezena dvěma rozhraními, přičemž rozhraní s vnějším prostředím je možné nazývat povrchem. Povrchy a rozhraní mají obecně jiné fyzikální vlastnosti než objemové materiály. Je to dáno jiným okolím povrchových atomů, které mají menší počet nejbližších sousedních atomů. [1,2]

Povrchové vlastnosti jsou citlivé na mnoho parametrů. Jedním z nejvýznamnějších je chemické složení povrchu a krystalografické uspořádání povrchových atomů. Jak již bylo řečeno, tenká vrstva je ohraničena dvěma, co do vzdálenosti velmi blízkými rozhraními, což vysvětluje často specifické, a od objemových materiálů odlišné vlastnosti tenkých vrstev. Vlastnosti těchto povlaků závisejí na mnoha parametrech, z nichž vedle chemických a strukturních parametrů je potřeba zmínit také interakci se substrátem (zde dochází k vytváření vazeb a přenosu náboje) a okolním prostředím, kde může docházet ke kontaminaci nebo adsorpci plynů na povrchu, což může hrát významnou roli. [1,2]

## 8.1. Měření tloušťky vrstvy během depozice

### 8.1.1. Odporová sonda

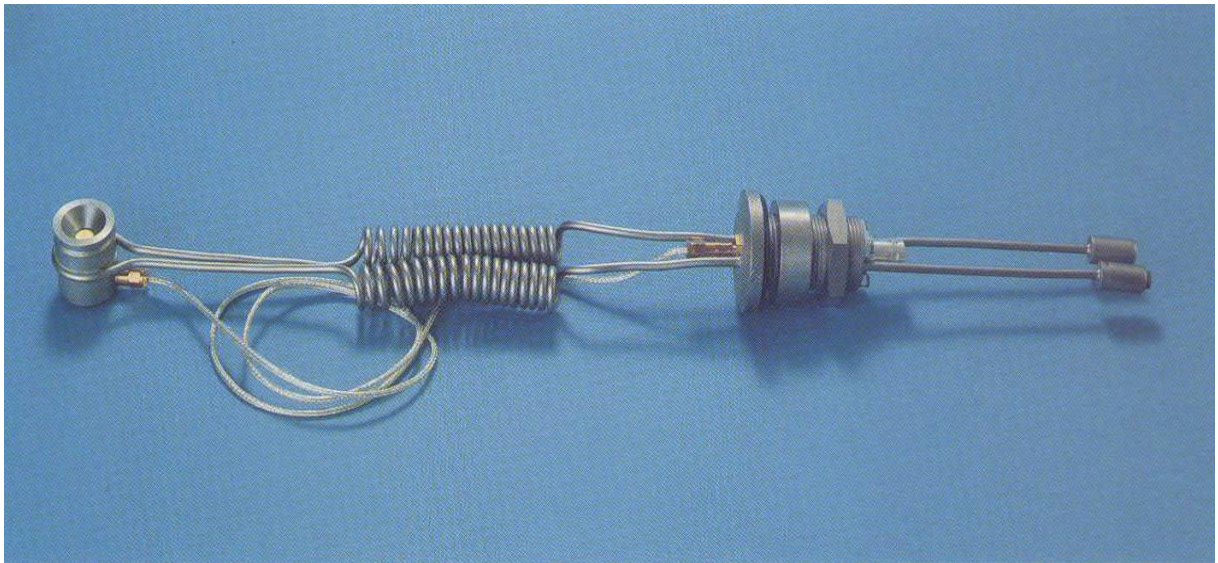


Obr. č. 10. Odporová sonda [1]

**Princip:** Sklo s elektrodami napařenými na krajích.  
- jednoduché a levné řešení

**Vlastnosti:** Měření odporu přesné, horší je vztah mezi odporem a tloušťkou. Možnost vícenásobného použití  
- odleptání starých a napaření nových elektrod.

### 8.1.2. Krystalový měřič tloušťky



Obr. č. 11. Krystalový měřič tloušťky [1]

**Princip:** Porovnání frekvence fixně naladěného oscilátoru s měnící se frekvencí křemenného výbrusu.

**Vlastnosti:** Přesné měření tloušťky i depoziční rychlosti, vysoká citlivost, možnost vícenásobného použití.

**Rizika:** Nebezpečí výpadku měření - včas vyměnit výbrus. Je nutné zavést chlazení vodou z důvodu možného zkreslení informací vysokou teplotou.

## 8.2. Měření tloušťky po vyjmutí z aparatury

### 8.2.1. Snímání povrchu hrotem

**Princip:** Po povrchu vzorku se pohybuje diamantový hrot s poloměrem zaoblení 0,7 - 2 $\mu$ m. Hrot spojen s piezoměničem, který přeměňuje pohyb hrotu ve svislém směru na elektrický signál.

**Vlastnosti:** Díky přítlaku pouhých 0,5g je s ním možno měřit i na povrchu fotolaku. Měří tloušťky od jednotek nm až do několika  $\mu$ m. S jeho použitím lze měřit i drsnost povrchu vzniklé vrstvy.

### **8.2.2. Měření pomocí magnetických vlastností vrstvy**

**Princip:** Nad povrch vzorku se přiloží magnetická sonda, v níž se vlivem ztrát vířivými proudy v měřeném materiálu mění odpor cívky.

**Vlastnosti:** Měření probíhá při frekvenci proudu v řádech stovek MHz. Touto metodou lze měřit tloušťky vrstev v rozmezí od desetin  $\mu\text{m}$  do 10  $\mu\text{m}$ .

## **9. Technologie odstraňování tenkých vrstev**

V této kapitole jsou uvedeny technologie odstraňování různých tenkých povlaků. Rozbor konkrétních metod odstraňování tenkých vrstev Al při procesu vakuového pokovení je uveden v kapitole 11.

### **9.1. Tryskání**

Při technologii tryskání je tryskací médium dodáváno pomocí stlačeného vzduchu přes výstupní trysku. Při nárazu částice na pevné těleso ulpívající na povrchu je toto těleso odstraněno. Principem tryskání je náraz jednotlivých částic pod určitým úhlem na povrch čištěné součásti. Vznikající úběr materiálu značně závisí na druhu, zrnitosti, rychlosti a úhlu nárazu částic abraziva.

#### **9.1.1. Tryskání suchým ledem**

Otryskávání pomocí suchého ledu lze označit za revoluční metodu tryskání. Tryskacím médiem jsou v případě této technologie pelety suchého ledu. Vlastní čisticí metoda je velmi efektivní, rychlá a především ekologicky nezávadná. Jde tak o vhodnou alternativu mechanických i chemických způsobů čištění průmyslových zařízení a technologií. Jak již název sám napovídá, jde o technologii čištění, která je velmi podobná klasické metodě tryskání s použitím pevných částic. Tryskacím médiem ovšem není písek nebo podobné materiály, nýbrž pelety suchého ledu. Ty jsou v zařízení unášeny stlačeným vzduchem do aplikační pistole, odkud již přímo působí na čištěné povrchy.

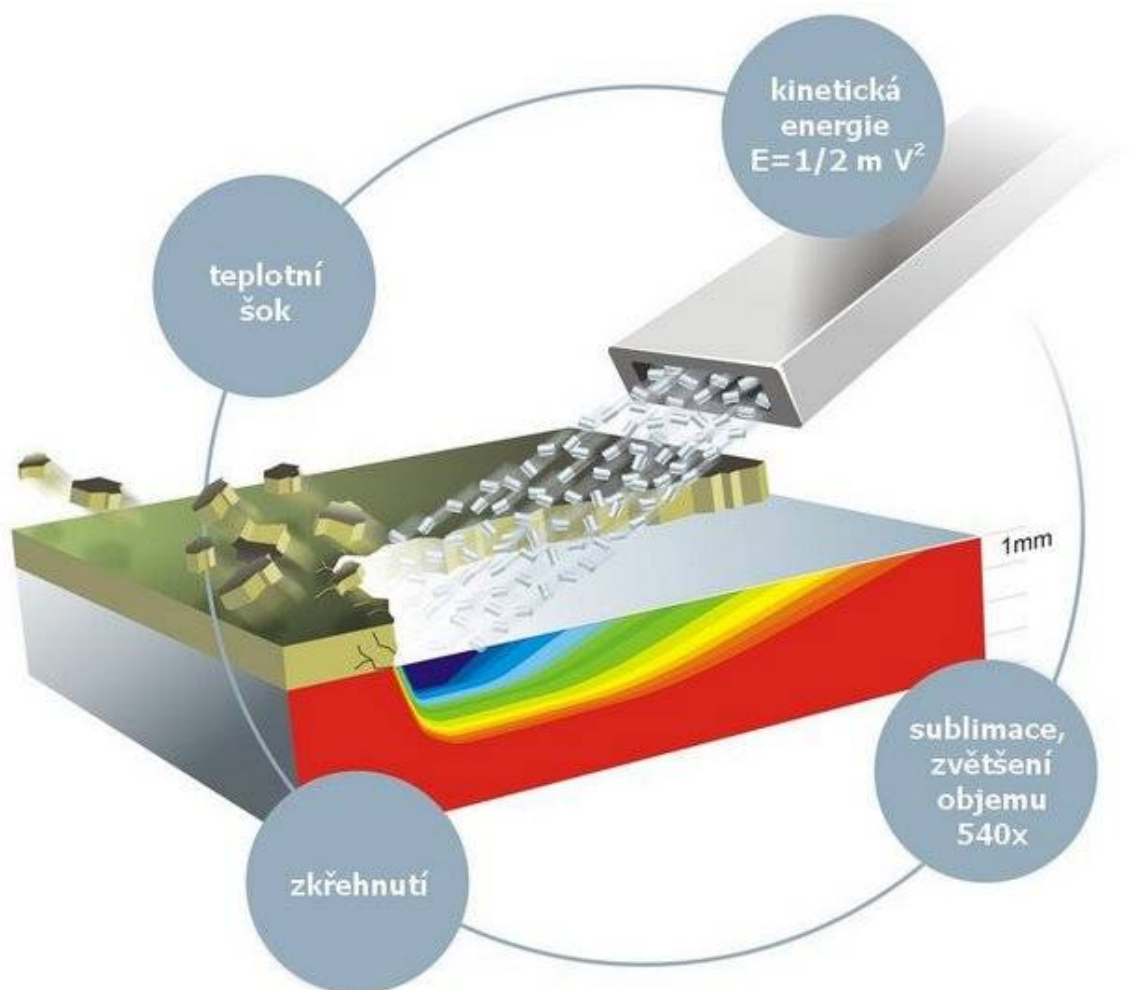


Suchý led je pevné skupenství  $\text{CO}_2$ . Jedná se o přírodní chladivo s vysokým chladicím výkonem, je bez zápachu a není hygienicky závadný. Neobsahuje choroboplodné zárodky, je bakteriostatický a vytlačuje vzdušný kyslík. Netaje, nezanechává mokré stopy a nepoškozuje tak ani zboží nebo jeho obal. Vlastní princip tryskání je stejný jako v ostatních technologiích využívajících jiná média. V zařízení jsou pelety ze zásobníku dávkovány do proudu stlačeného a vysušeného vzduchu, kterým jsou unášeny přes tlakovou hadici k aplikační pistoli. Na usazeniny čištěného povrchu přitom pelety působí v jednom okamžiku třífázově. První fází je působení pomocí kinetické energie, kdy pelety suchého ledu unášené proudem stlačeného vzduchu dopadají rychlostí zvuku na povrch. Tím nalomí a uvolní vrstvu kontaminantu z povrchu. V druhé fázi - termické - nízká teplota granulí suchého ledu způsobí ochlazení usazených nečistot tak, že se stávají křehkými a lehce oddělitelnými od čištěného povrchu. Třetí fází je sublimace pelety. Během tohoto procesu pronikají granule suchého ledu kontaminátem a okamžitě sublimují. Důsledkem sublimace dochází až k 540 násobnému zvětšení jejich objemu a explozivnímu efektu, který nežádoucí usazeniny oddělí od čištěného povrchu. [10]

Proces tryskání suchým ledem je suchým procesem, granule suchého ledu při kontaktu s čištěným povrchem okamžitě sublimují a na povrchu součástí nezanechávají žádné stopy. Čištění pomocí této technologie neprodukuje žádný sekundární odpad. Díky použitému médiu je tryskání suchým ledem šetrnou a ekologickou technologií čištění. Při práci nedochází k úniku toxických látek ani použití žádných podpurných chemikálií. Suchý led navíc díky své sublimaci šetří náklady spojené s dodatečným odstraněním tryskacího média z povrchu a okolí čištěné součásti. [10]

Vlastní tryskání pomocí pelet suchého ledu je neabrazivní, čištěné povrchy zůstávají nepoškozené, čehož nelze dosáhnout při čištění pomocí jiných způsobů tlakového čištění (tryskání pískem, struskou nebo kovovým abrazivem). [10]

Otryskávání suchým ledem umožňuje udržovat v čistotě nástroje i celá výrobní zařízení po dobu kompletního výrobního procesu bez složité demontáže a nákladné odstávky stroje. Tím poskytuje prokazatelné snížení vlastních nákladů na údržbu výrobního zařízení. Díky vlastnostem suchého ledu lze tuto technologii využít i pro čištění elektrotechnických zařízení. Proces tryskání suchým ledem má i odmašťovací účinky a lze jej použít jako přípravou operaci před lakováním. [10]



Obr. č. 12 Technologie tryskání suchým ledem [11]

## 9.2. Laser

Čištění povrchu materiálů laserem (obvykle pulzním) se jeví jako vhodná náhrada čisticích metod založených na použití rozpouštědel, mechanických metod, jako je například kartáčování a tryskání. Na rozdíl od mechanických metod nedochází při čištění laserem k poškození povrchu čištěného materiálu a výhodou laserového čištění je také absence nepříznivého působení na životní prostředí (nejsou nutné další chemikálie, nevznikají kapalně nebo plynné odpady). Nedochází k přímému kontaktu s povrchem materiálu, což vylučuje možnost dalšího znečištění. [12]

Při interakci laserového svazku vhodné intenzity a vlnové délky dochází k odpaření materiálu. K dosažení optimálního čisticího efektu je důležité použití takové intenzity laseru, při které dochází k odpaření znečišťujícího materiálu, ale zároveň nedochází k poškození povrchu čištěného materiálu. Laserové záření způsobuje zahřátí materiálu a lokální zvýšení teploty vede k oddělení a odpuzení adsorbovaných částic. Výběr vlnové délky použitého laseru nebo kombinace použitých laserů v závislosti na vlastnostech odstraňovaných nečistot je důležitý k dosažení co nejvyššího čisticího efektu. [12]

Jak již bylo uvedeno, čištění povrchu materiálů za použití laserů má několik výhod, a proto jsou lasery v současnosti používány například při čištění povrchů v mikroelektronice, restaurování uměleckých děl, čištění forem při výrobě skla, odstraňování nátěrů z letadel nebo izolace na drátech. [12]

Jistou nevýhodou laserového čištění zůstává prozatím pořizovací cena vhodného laseru. Lze ale předpokládat, že s masovým rozšířením poklesnou i pořizovací náklady, a zvýší se tak dostupnost této technologie. [12]



Obr. č. 13 Technologie čištění laserem [13]

### **9.3. Stripping**

Jedná se o technologii využívanou převážně při stahování starých povlaků u přebrušování obráběcích nástrojů. Stripping je prováděn chemickou nebo elektrochemickou cestou a využívá silných oxidačních činidel, popřípadě účinku elektrického proudu. Pro odstraňování povlaků se nejčastěji používá roztok peroxidu vodíku, vody a tetranatriumdifosfátu. Provádí se za teploty kolem 70 °C. Z průmyslového pohledu je důležitý fakt, že jde o reakci s horkým peroxidem. Bezprostředně po provedeném strippingu je nutné povrch jak opláchnout, tak i krátkodobě pasivovat vhodným činidlem. Nevhodně zvolená technologie může způsobit narušení struktury materiálu vyleptáním. [2,14]

### 9.3.1. Chemický stripping

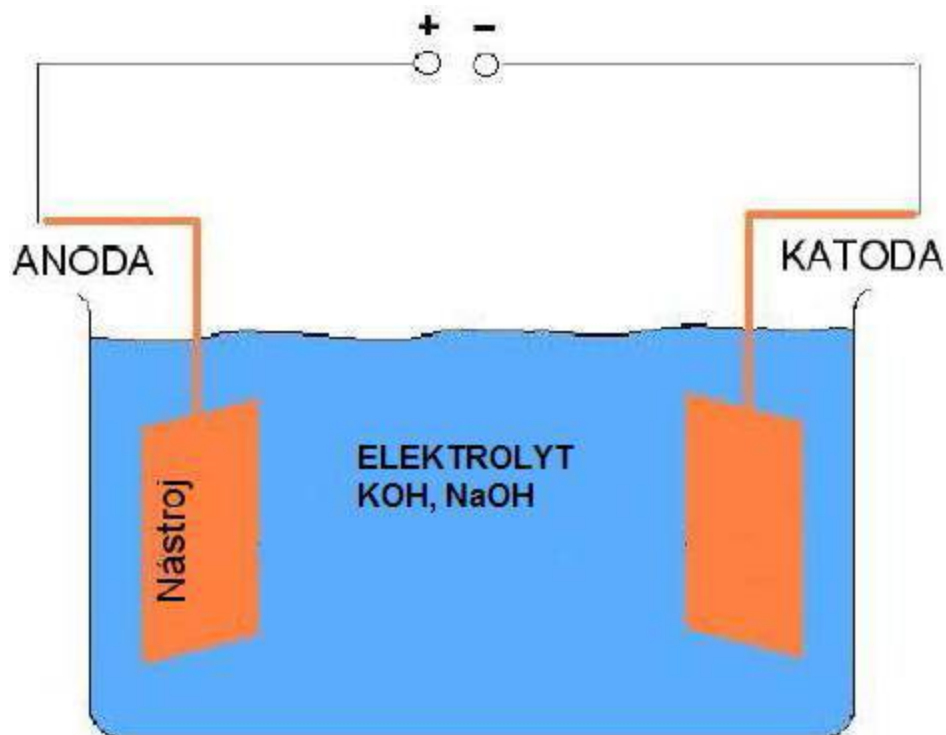
Alternativou k mechanickému čištění je chemické a odpovlakování. Chemickou cestou mohou být odstraněny různé tvrdé povlaky. U této technologie je použita kyselina dinatriumethyldiamintetraoctová ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ ) jako komplexní látka a peroxid vodíku ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) jako oxidační činidlo v koncentraci 30 - 50 %. S těmito chemikáliemi je dosaženo kompletního odpovlakování. Avšak čas celého procesu je pro hospodárné využití příliš dlouhý. Také skladování a likvidace použité komplexní látky je velmi problematické. Dalším způsobem je odpovlakování Kalium-Natrium-Tartrat-Tetrahydrátem a peroxidem vodíku. Z německého patentu DE 40 10 595 C1 je známo, že použití Kalium-Natrium-Tartrat-Tetrahydrátu ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) jako komplexní látky a peroxidu vodíku jako oxidačního činidla o koncentraci 30 % nebo vyšší, mohou odstraňovat TiN, TiCN a TiAlCN povlaky v relativně krátkém čase. Rychlost a kvalita odpovlakování závisí na mnoha vlivech, jako je teplota za jaké reakce probíhá, koncentrace komplexních a oxidačních činidel, nebo množství nástrojů v jedné dávce. [15,16]

### 9.3.2. Elektrochemický stripping

Elektrochemický stripping (anodický stripping, galvanostatický stripping) je metoda určena pro odpovlakování elektricky vodivých povlaků z řezných nástrojů a z různých napovlakovaných komponentů. Pomocí elektrochemického strippingu je možno odstranit jakékoliv vodivé povlaky, zejména povlaky které se doposud nedaří odstranit chemickou cestou. Mezi takové patří hlavně Cr, CrN, AlCrN, tedy povlaky na bázi chrómu. V principu je elektrochemický stripping opačný proces než galvanické pokovování. Napovlakovaný předmět připojený na anodu je vložen společně s katodou do elektrolytu a připojen na zdroj stejnosměrného proudu. Elektrolytem bývá nejčastěji roztok NaOH, ale používají se rovněž hydroxidy, KOH,  $\text{HNO}_3$ , HF. [15,16]

Po připojení proudu se začnou z povlaku nástroje uvolňovat kladné ionty směrem k záporné elektrodě. Povlak se začne v elektrolytu rozpouštět. [15,16]

Na rozdíl od chemického odpovlakování se reakce nezastaví samovolně, ale je třeba vystihnout správný okamžik kdy je povlak zcela odstraněn, a zdroj napětí odpojit. Tento okamžik se projeví změnou potenciálu vzhledem k referenční elektrodě v závislosti na době strippingu, kterou je možno měřit a sledovat. Důležitým faktorem u elektrochemického odpovlakování je použitá proudová hustota, která je dána podílem přivedeného proudu a ponořené plochy nástroje nebo jiného komponentu, jenž je čištěn. Obecně platí, že čím vyšší je proudová hustota, tím rychlejší je reakce odpovlakování, ale rovněž potenciálový skok, který nám ukazuje konec reakce je nižší a hůře rozlišitelný. Tato horší rozlišitelnost konce procesu zároveň s vysokým tokem proudu může udělat metodu méně šetrnější a zvyšuje se tím i pravděpodobnost napadení a poškození substrátu. [15,16]



Obr. č. 14. Technologie elektrochemického odpovlakování [2]

#### **9.4. Elektrochemická pasivace**

V dubnu roku 1996 byla zveřejněna metoda elektrolytické pasivace pod označením No. 38447 pro odstraňování povlaků aplikovaných na nástroje. U této metody se tvoří oxidy wolframu na rozmezí mezi substrátem a povlakem. Tato pasivace karbidu wolframu je umožněna za pomoci anodické polarizace nástroje ve vhodném elektrolytu. Díky transformaci karbidu wolframu na oxid wolframu, ztratí tvrdý povlak adhezi k substrátu a odpadne. Jako elektrolyt je nejčastěji zvoleno kyselé médium, které má pH stupeň v rozmezí 2 až 5. Elektrolytický roztok, který je cenově příznivý a bezpečný s ohledem na životní prostředí se skládá z acetických kyselin a vodivé nitrátové soli. Jak je v současné době známo, navržená metoda je použitelná pro odstranění všech elektricky vodivých tvrdých materiálů, které jsou v praxi běžně používány. Jsou to nitridové povlaky, karbidové povlaky, karbonitridy kovů, kovové slitiny jako TiAlN, TiAlNC, WC, WCN, rovněž chromové povlaky jako Cr, CrN, CrC, CrNC, kombinace těchto tvrdých vrstev nebo multivrstvé povlaky. Pokud jsou nastaveny špatné parametry procesu, nemusí být vlastní vrstva povlaku odstraněna, nebo se nástroj může nenávratně poškodit. [17]

#### **9.5. Moření**

Tato technologie se používá pro odstranění okují, koroze, naleptání a zdrsňení povrchu kovů, k aktivaci povrchu před dalšími technologickými operacemi a odstranění nežádoucích povrchových vrstev. Celý proces probíhá pomocí kyselin v případě ocelí, či hydroxidů pokud je potřeba upravit hliník. Kromě nečistot se technologií moření rozpouští i samotný kov. S rostoucí teplotou roste i rychlost a účinnost této metody. V praxi se používají teploty až mezi 50 - 90 °C a koncentrace hydroxidu sodného kolem 10 - 30 %. [18]

## **11. Praktická část**

V praktické části mé diplomové práce jsem se věnoval experimentu, který má ukázat nejvhodnější technologii odstraňování tenkých vrstev hliníku z planetových držáků pokovovaných světlometů a zákrytových plechů pokovovacího zařízení. Konkrétně pak šlo o volbu mezi technologiemi tryskání, kde byl jako abrazivo použit umělý hnědý korund F60, technologií louhování v roztoku NaOH a odstraněním pokovení pomocí laseru CL 1000. Přípustná hodnota tloušťky těchto vrstev se na závěsech v praxi pohybuje do 1 mm, pak je nutné díl vyměnit za čistý, zbavený pokovení. Takto silná vrstva vzniká až po několika dnech používání, což řádově představuje desítky pracovních cyklů. Vzhledem k časovému vytížení pokovovacích zařízení byly moje vzorky v procesu po dobu tří směn, tedy 24 hodin. Z tohoto důvodu je nutné brát v úvahu, že vrstva pokovení testovaných vzorků nedosáhla kritické tloušťky povlakové vrstvy, ale je již plně dostačující k provedení zadaného experimentu. Z testovaných vzorků byly pro lepší vizualizaci dané problematiky vyhotoveny metalografické snímky přechodu mezi vrstvou pokovení a základním materiálem po použití každé varianty zvoleného způsobu odstranění této povlakové vrstvy hliníku.

### **11.1. Charakteristika použitých vzorků**

K provedení experimentu bylo nutné vyhotovit osm identických vzorků z oceli S 235, které mají simulovat materiál planetových držáků pokovovaných světlometů a zákrytových plechů. Ocelový pás byl nadělen na dílce o rozměrech 20 x 5 x 100 mm a následně do nich vyvrtán otvor o průměru 5 mm z důvodu snadnějšího umístění do povlakovacího zařízení D3H. V tomto zařízení byly vzorky pokovovány po dobu 24 hodin.



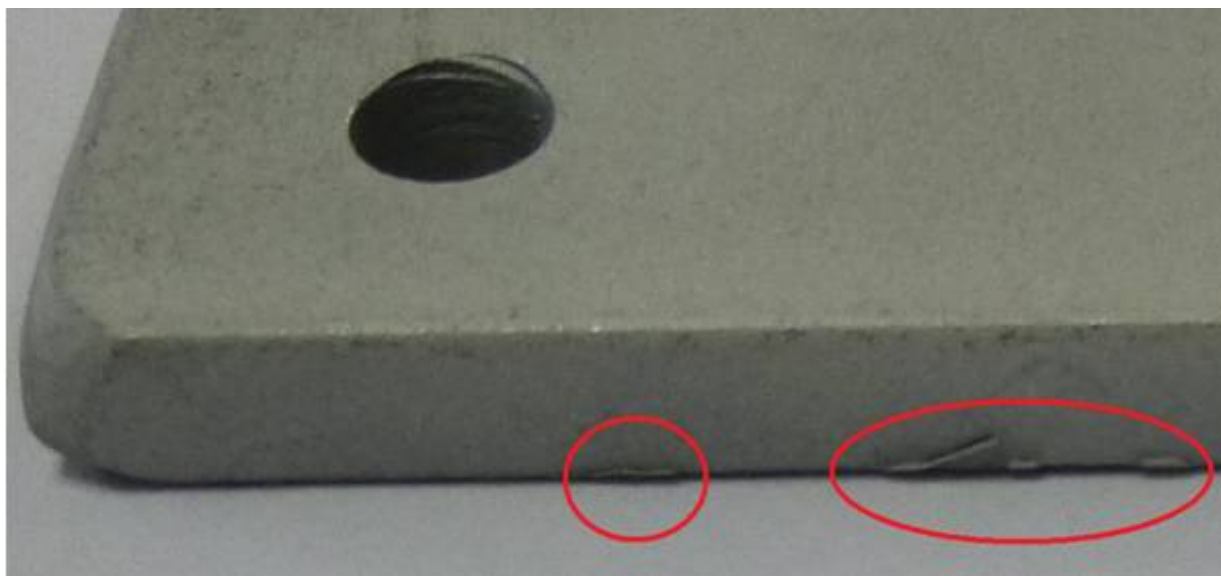


Obr. č. 15. Pokovený vzorek

### **11.2. Důvody odstraňování tenkých vrstev Al**

Existují dva zcela zásadní aspekty k odstraňování tenkých vrstev hliníku z přípravků, držáků a veškerých zákrytových plechů pokovovacích zařízení.

Prvním problémem, který se vyskytuje po dosažení kritické tloušťky pokovené vrstvy, je možnost vzniku odlupujících se částí, tzv. "šupin". Tyto částice pak v případě delaminace od základního materiálu a dopadu na pokovovaný dílec znehodnotí odrazovou plochu světlometu a tento dílec je nutné vyřadit.



Obr. č. 16. Odlupující se šupiny

Další komplikací, která je spojená s tloušťkou nově vznikající vrstvy je skutečnost, že čím silnější je tato vrstva, tím více dokáže absorbovat vzdušnou vlhkost ve fázi otevření stroje. Problematika vlhkosti jakéhokoliv materiálu uvnitř pokovovacího zařízení značně prodlužuje proces vytvoření potřebného vakua. Tím je samozřejmě prodloužena celková doba pokovení součásti řádově i o minuty, což je nepřijatelné. Kromě odstraňování přebytečných vrstev je ještě vliv působení vzdušné vlhkosti eliminován umístěním pokovovacích zařízení do tzv. "klimazonů", která má za úkol udržovat zmíněnou vlhkost na minimální hodnotě a současně zajistit stabilní podmínky v případě okolní teploty.

### **11.3. Hodnocení experimentu**

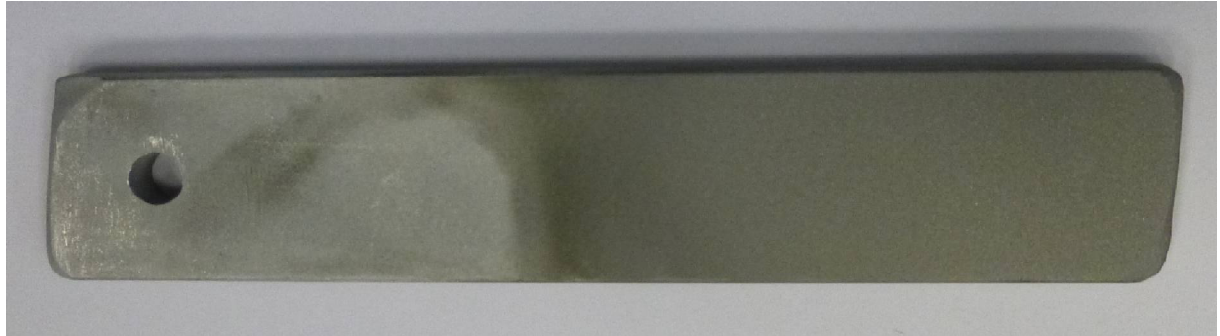
Vyhodnocování všech variant experimentu bylo zaměřeno na kvalitu odstranění hliníkové vrstvy, dále pak na možnosti použití dané varianty v praxi a v neposlední řadě na ekonomické zhodnocení při použití přímo ve výrobě. První hodnocení kvality odstranění vrstvy proběhlo vizuálně, následně pak pro získání prokazatelných výsledků ještě pomocí mikroskopu Axio Observer 1Dm od firmy Zeiss, kde byly vzorky vyhodnocovány při padesátinásobném a stonásobném zvětšení.



Obr. č. 17. Mikroskop Axio Observer 1Dm [19]

### 11.3.1. Tryskání

Pro tento experiment byly vzorky otryskány na stacionárním tryskacím zařízení, kde byl jako abrazivo použit umělý hnědý korund F 60 s velikostí zrna do 300  $\mu\text{m}$ .



Obr. č. 18. Vzorek po tryskání



Obr. č. 19. Metalografický snímek přechodové oblasti u technologie tryskání

V případě tryskání dochází k dokonalému a rychlému odstranění pokovené vrstvy. Doba tryskání jednoho vzorku trvala cca 60 s.

#### **Závěr:**

Tuto metodu je nutné vyloučit z důvodu rizika výskytu zbytkových částic abraziva ukrytých ve složitých tvarech některých planetových držáků. V případě uvolnění těchto částic při procesu pokovení by byla vznikající odrazová plocha světlometu zcela znehodnocena.

Dalším rizikem použití metody tryskání je příliš výrazný úběr materiálu samotným abrazivem. Většina zákrytových plechů i planetových držáků je vyrobena z poměrně tenkého plechu, které by byly při použití této metody nenávratně poškozeny.

### 11.3.2. Laser

Další variantou bylo odstranění pokovené vrstvy pomocí laseru CL 1000 s 2D skenovací hlavou a laserovým bodem o šířce 1 mm. Celý proces spočívá v lokálním ohřevu podkladu a tím dojde narušení vazby mezi základním materiálem a samotnou vrstvou pokovení, která je následně z povrchu odsávána.

#### Nastavení laseru při čištění vzorků:

- výkon 1000 W, vlnová délka 1064 nm, pulzní frekvence 24 kHz

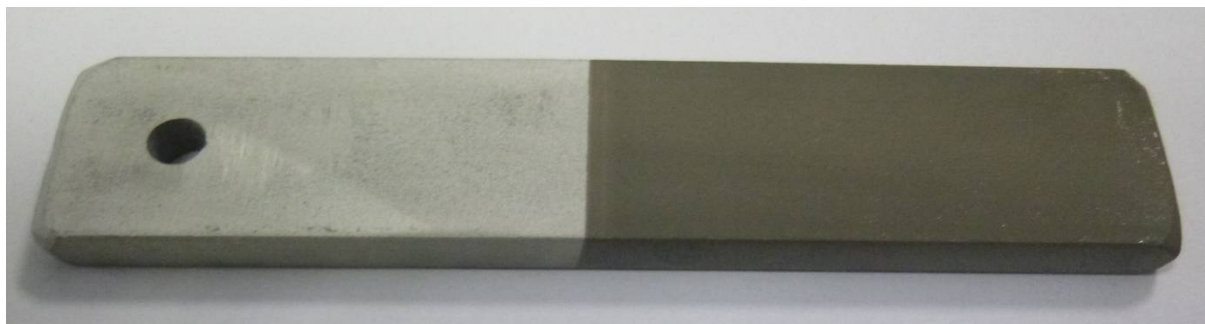
#### Parametry laseru CL 1000:

Model/ Type	
Type of system	CL 1000
Laser data	
Laser type	YAG
Wave lenght	1064±4 nm
Laser class	4
Source 's/ max. power	1000W/1000W
Laser pulse frequency	24-40 kHz
Max. pulse energy	42 mJ
Fiber lenght	20 m
Diode module life	10000 hours
Electrical supply	
Electrical power intake	3x16 A,N,PE
Power supply	400 V
Power frequency	50/60 Hz
Max. power consumption	7 kVA
Cooling system	
Type	Water
Coolant temperature	< 18 °C

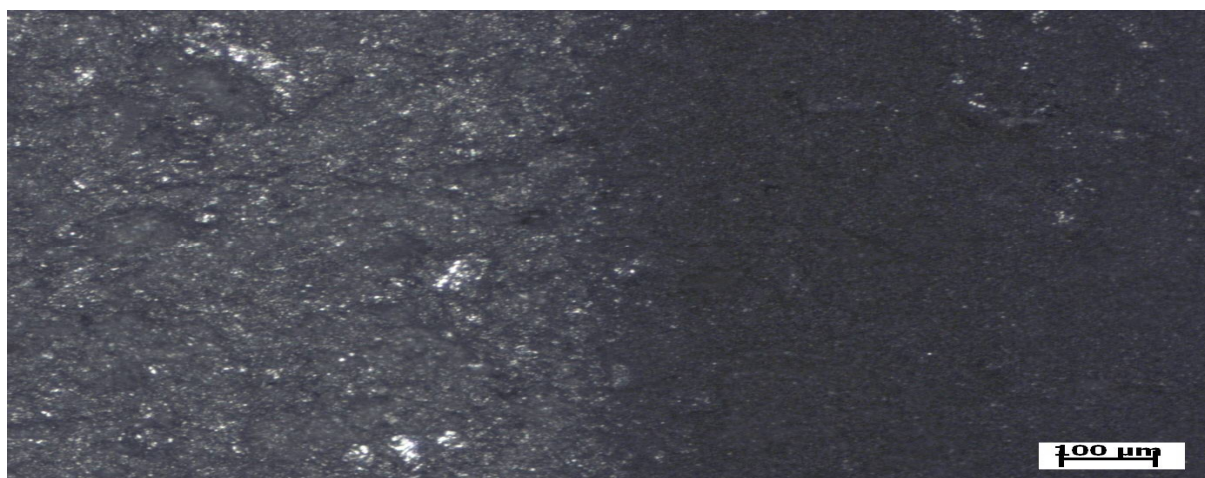
Tab. č. 20. Parametry laseru



Obr. č. 21. Laser CL 1000



Obr. č. 22. Vzorek po odstranění pokovení laserem CL 1000



Obr. č. 23. Metalografický snímek přechodové oblasti při použití laseru CL 1000

**Závěr:**

Odstranění povrchové vrstvy hliníku laserem lze považovat za přesné, levné i velmi rychlé. Doba čištění testovaného vzorku za pomoci laseru byla cca 30 s. Nákladům na provoz laseru se věnuje kapitola 11.5. Technicko - ekonomické zhodnocení.

Použití laseru však skýtá i některá omezení a nevýhody. V první řadě se jedná o omezení v oblasti tloušťky hliníkové vrstvy. Zařízení CL 1000 používané ve firmě Automotive lighting s.r.o. má limit pro odstranění tloušťky povrchové vrstvy do 0,5 mm. Silnější vrstva tímto zařízením nejde prakticky odstranit.

Další nevýhodou při použití jakéhokoliv laseru je přímočarost jeho paprsku. Při odstraňování pokovení z rovných ploch se toto omezení nijak neprojeví, pokud je však nutné odstranit povrchovou vrstvu z členitého, kulového nebo jinak složitěho přípravku, nastává poměrně výrazný problém.

Takto složitý přípravek nelze očistit na jeden průchod a nastává tak komplikace s manipulací, natáčením, převrácením a opakovaným ozařováním. Paradoxně je větší část planetových držáků, přípravků a zákrytů vyrobena právě v podobě složitých a poměrně členitých tvarů.

### 11.3.3. Louhování v roztoku NaOH

Experiment louhování byl rozdělen podle doby působení a podle koncentrace louhovací lázně. Vzorky byly exponovány v lázni o teplotě 24 °C s koncentrací 15% NaOH a v lázni s koncentrací 30% NaOH. V každé lázni byl exponovaný vzorek testován v rozsahu 1-3 hodiny. Po každé hodině byl vzorek vyjmut, osušen a podroben vizuální kontrole a kontrole mikroskopem.

#### Výsledné konfigurace vzorků:

- |                        |                        |
|------------------------|------------------------|
| - 60 minut v 15% NaOH  | - 60 minut v 30% NaOH  |
| - 180 minut v 15% NaOH | - 180 minut v 30% NaOH |
| - 240 minut v 15% NaOH | - 240 minut v 30% NaOH |



Obr. č. 24. Louhovací lázně s 30% NaOH a 15% NaOH

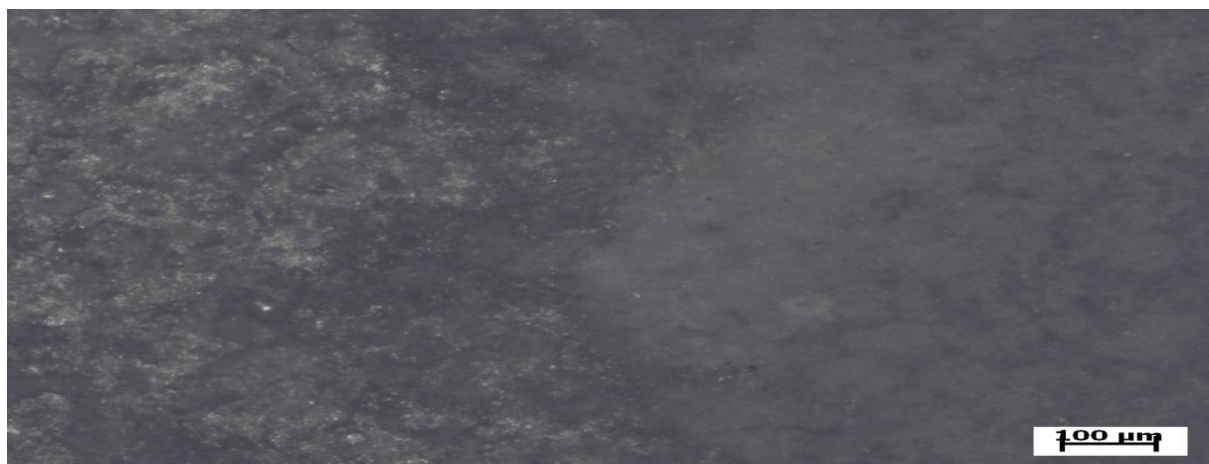


Obr. č. 25. Jednotlivé vzorky po procesu louhování

### Louhování 60 minut v 15% NaOH



Obr. č. 26. Vzorek po louhování 60 minut v 15% NaOH



Obr. č. 27. Přechodová oblast louhování 60 minut v 15% NaOH

### Závěr:

V případě použití 15% roztoku NaOH a doby působení 60 minut je možné pozorovat, jak dochází pouze k naleptání hliníkového povlaku.

Během takto krátké doby ještě nedojde k jeho úplnému odstranění. Tyto nastavené parametry procesu čištění jsou nedostatečné.

### **Louhování 120 minut v 15% NaOH**



Obr. č. 28. Vzorek po louhování 120 minut v 15% NaOH



Obr. č. 29. Přechodová oblast louhování 120 minut v 15% NaOH

#### **Závěr:**

V případě zachování koncentrace roztoku a prodloužení doby působení na 120 minut lze pozorovat poměrně výrazné zlepšení ve schopnosti odstranění hliníkové vrstvy. I když vzniká poněkud široká přechodová oblast, tak v části vzorku, která byla po dobu 120 minut exponovaná, dochází již ke stoprocentnímu odstranění veškeré hliníkové vrstvy.



## Louhování 180 minut v 15% NaOH



Obr. č. 30. Vzorek po louhování 180 minut v 15% NaOH



Obr. č. 31. Přejímová oblast louhování 180 minut v 15% NaOH

### **Závěr:**

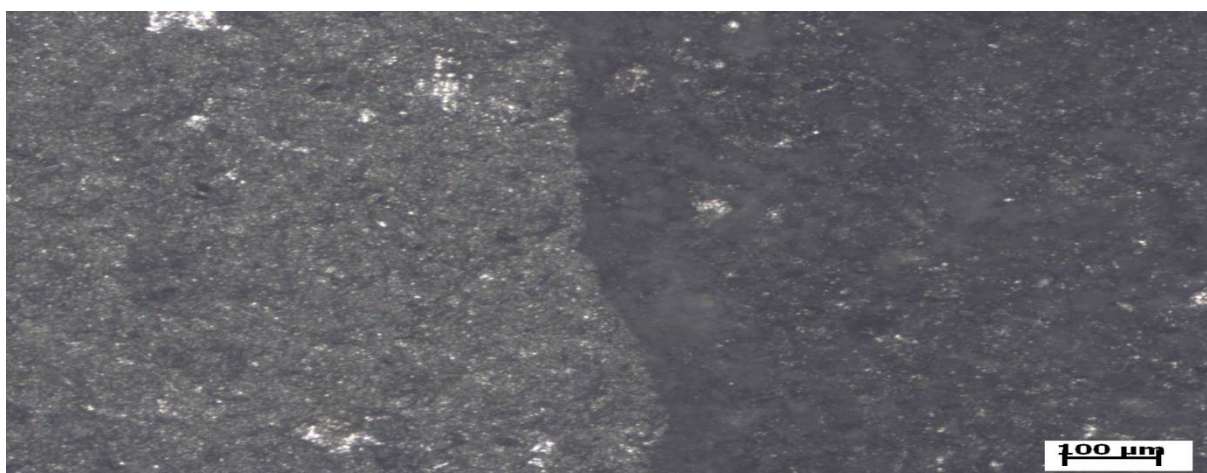
Při dalším prodloužení doby louhování a zachování původní 15% lázně NaOH dochází ke změnám v přechodové oblasti, ta je zde poměrně kratší a více výrazná. Tento jev je logicky způsoben silnějším odleptáním hliníkové vrstvy i z částí vzorku, které nebyly zcela ponořeny po celou dobu 180 minut. Tyto odchylky v kompletním a neúplném ponoření dané části vzorku jsou převážně způsobeny manipulací s ostatními vzorky a tím narušením rovnoměrné hladiny lázně, dále pak samotným ponorem konkrétního vzorku.

Z experimentu je patrné, že k odstranění pokovené vrstvy skutečně dochází. S postupným zvyšováním doby působení by bylo možné odstranit i silnější vrstvy.

## Louhování 60 minut ve 30% NaOH



Obr. č. 32. Vzorek po louhování 60 minut ve 30% NaOH

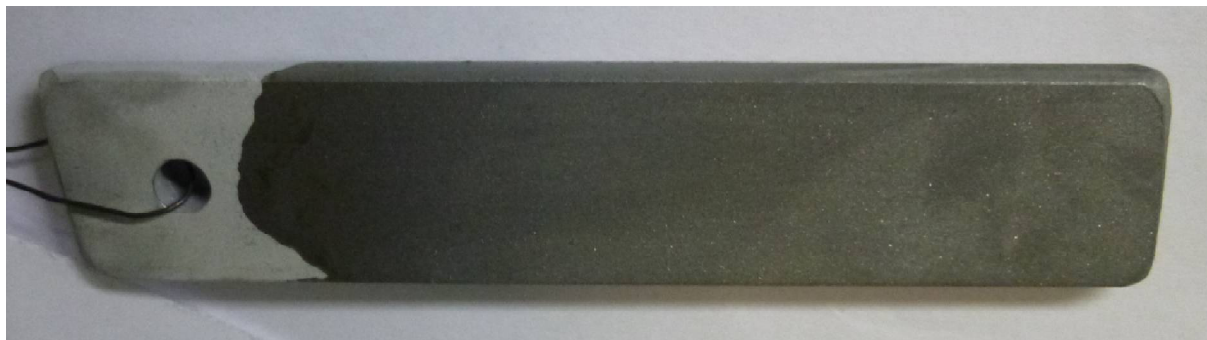


Obr. č. 33. Přechodová oblast louhování 60 minut ve 30% NaOH

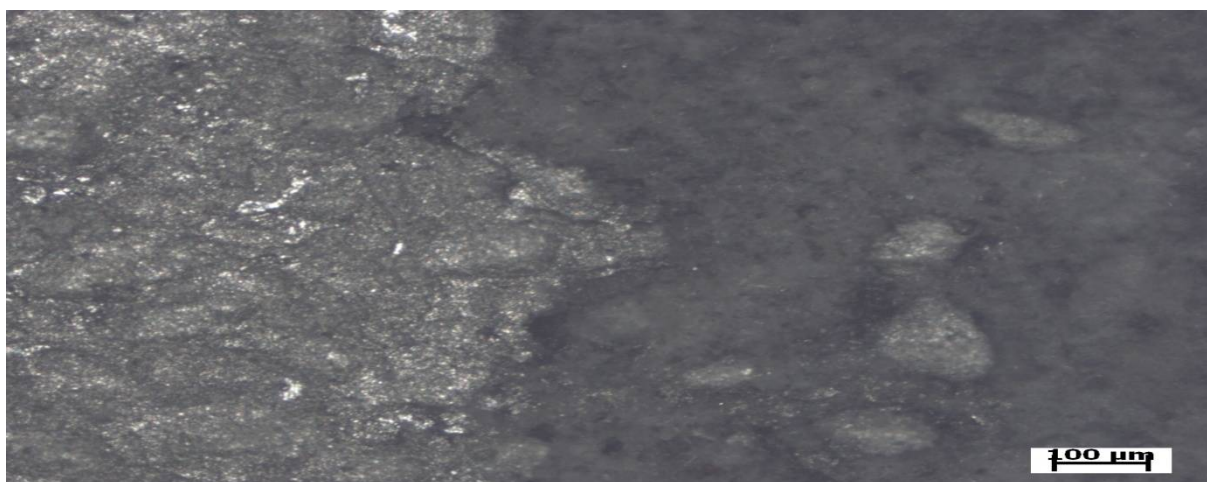
### **Závěr:**

Zvýšení koncentrace z 15% na 30% přináší výrazné změny. Již při 60 minutách louhování dochází ke stoprocentnímu odstranění hliníkové vrstvy. Také přechodová část mezi pokovením a základním materiálem vzorku je jasně ohraničená bez jakýchkoliv částečně naleptaných oblastí. Tuto variantu možné hodnotit kladně, protože zvýšením koncentrace roztoku NaOH na 30% došlo k výraznému snížení potřebné doby louhování, a zároveň nedochází k nějak zásadnímu zvýšení nákladů celého procesu.

## Louhování 120 minut ve 30% NaOH



Obr. č. 34. Vzorek po louhování 120 minut ve 30% NaOH

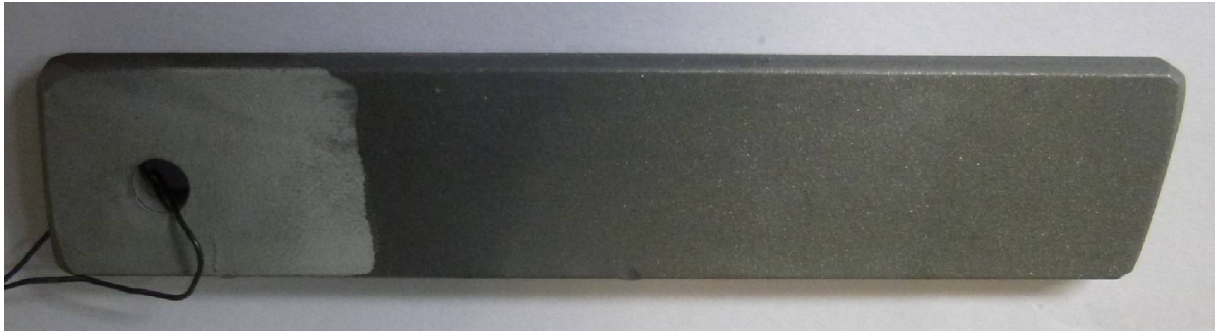


Obr. č. 35. Přechodová oblast louhování 120 minut ve 30% NaOH

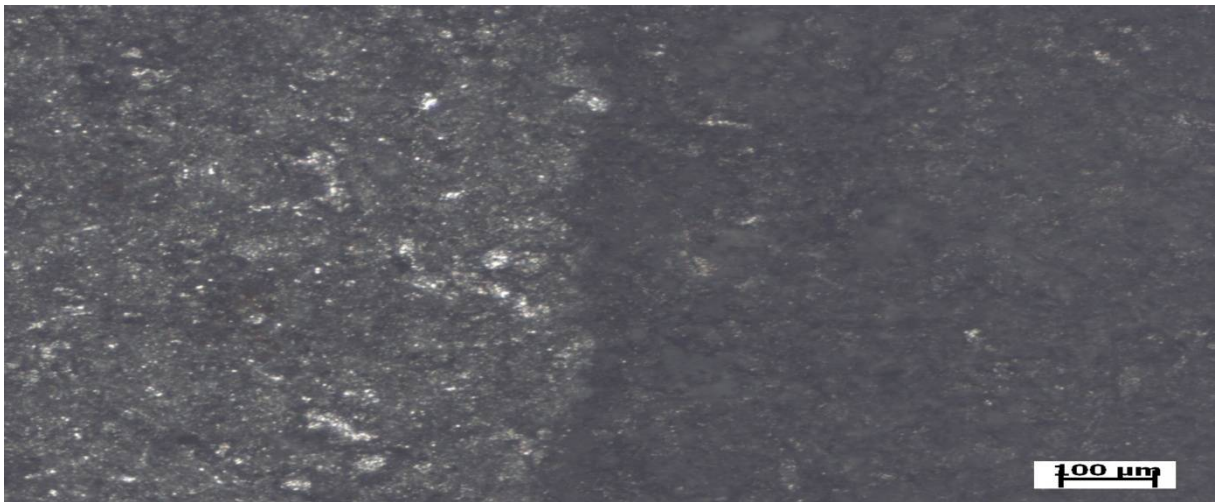
### **Závěr:**

V případě vzorku s dobou louhování 120 minut v roztoku o koncentraci 30% NaOH muselo dojít k výraznému narušení rovnoměrnosti hladiny. Tento jev lze pozorovat na snímku z mikroskopu s padesátinásobným zvětšením, kde jsou jasně patrné skvrny s nedokonale odstraněnou hliníkovou vrstvou. Přechodová oblast, kdy je vrstva hliníku pouze naleptaná a ne zcela odstraněná, je zde tak široká, že na záběru v délce cca 1 mm nebylo možné zachytit pokovený a již čistý základní materiál zároveň. Při posunutí mikroskopu po délce vzorku směrem k louhované části bylo již odstranění hliníkové vrstvy stoprocentní.

## Louhování 180 minut ve 30% NaOH



Obr. č. 36. Vzorek po louhování 180 minut ve 30% NaOH



Obr. č. 37. Přechodová oblast louhování 180 minut ve 30% NaOH

### **Závěr:**

Z důvodu podrobnějšího srovnání jsem zařadil ještě poslední variantu, kterou bylo louhování po dobu 180 minut v roztoku o koncentraci 30% NaOH. Výsledek je v oblasti odstranění hliníkové vrstvy opět stoprocentní a je možné konstatovat, že očištěný povrch je srovnatelný se vzorkem, který byl ve stejném roztoku pouze 60 minut. Takto dlouhá expirační doba je tedy v případě těchto vzorků již zbytečná, ale bylo by zajímavé sledovat, jaký by nastal průběh odstranění v případě silnější vrstvy hliníku na pokovených vzorcích.

#### **11.4. Stanovení parametrů procesu odstraňování tenkých vrstev Al**

V procesu louhování se jako nejefektivnější varianta jevila určitě volba 30% koncentrace roztoku NaOH. Oproti 15% koncentraci je zde obrovský progres v účinnosti odstranění hliníkové vrstvy za téměř zanedbatelné zvýšení nákladů. Již po 60 minutách docházelo na použitých vzorcích ke stoprocentnímu odstranění problematické vrstvy pokovení. Výsledek nastavení těchto parametrů byl tak přesvědčivý, že i v případě silnějších vrstev by neměl být problém s jejich odstraněním. Mezi rozhodující parametry patří při louhování úspora času a účinnost odstranění povrchové vrstvy, kdy byly oba tyto parametry splněny.

Při použití laseru nebylo umožněno jakkoliv ovlivnit nastavení parametrů při odstraňování hliníkové vrstvy. Odstranění na zvolených vzorcích proběhlo také výborně, ostatně jako na všech rovinných součástech, na které se laser využívá. Jak bylo zmíněno, tak značné omezení laseru nastává u tvarově složitějších součástí z důvodu přímočarého paprsku záření. Vzhledem k tomu, že velká část přípravků, ze kterých se musí pokovení odstranit je právě kulových nebo jinak složitých tvarů je použití laseru nereálné.



Obr. č. 38. Příklad členitosti planetových držáků

Další a poměrně výrazný limitující faktor v případě použití laseru je tloušťka odstraňované hliníkové vrstvy. V případě laseru CL 1000 je hraniční tloušťka vrstvy okolo 0,5 mm. Některé zdroje uvádějí při využití výkonnějšího laseru schopnost odstranit i silnější vrstvu, stále pak ale zůstává problém s omezením použití pouze na rovinné plochy.

### **11.5. Technicko – ekonomické zhodnocení**

V úvodu této kapitoly je nutné upozornit na skutečnost, že kvůli ochranné politice firmy nebylo umožněno získat přesné cenové podklady technologie louhování. Následující výpočty jsou tedy pouze orientační, ale rámcově by se neměly nějak zásadně lišit od skutečnosti. Pro porovnání nákladů na technologii čištění pomocí louhování a odstraňováním laserem byl zvolen přepočítaný odstraňování pokovení z plochy 1 m<sup>2</sup>. Od firmy Automotive lighting s.r.o. byly poskytnuty informace, že se roční náklady na technologii louhování externí firmou pohybují ve výši cca 500 000 Kč. Z ceny 35 EUR za louhování jedné planety bylo přibližným výpočtem zjištěno, že se jedná o přibližnou cenu 1700 Kč·m<sup>-2</sup> při potřebě louhování 24 m<sup>2</sup> měsíčně je požadováno odstranění 288 m<sup>2</sup> za rok. V takovém případě jsou pak roční náklady na louhování u externí firmy, která si sama zajišťuje odvoz o svoz zboží rovny částce 489 600 Kč.

Když budu uvažovat pouze samotný provoz laseru, dostávám se s jeho spotřebou elektřiny 11,5 kW·hod<sup>-1</sup> a její cenou 2,02 Kč·hod<sup>-1</sup> na hodinové náklady ve výši 23,23 Kč. Celý segment o rozměrech 300x500 mm<sup>2</sup>, na kterém byly umístěny vzorky, byl exponován za dobu 60 s. Další součástí nákladů na provoz laseru je jeho údržba a odsávací filtry. Tyto náklady by však měly být dle výrobce zanedbatelné. Z uvedených propočtů pak vyplývá, že odstranění pokovení na 1 m<sup>2</sup> vychází na cenu 2,5 Kč.

Z výsledné ceny za 1 m<sup>2</sup> je patrné, že odstranění pokovení pomocí laseru je více než 500x. levnější.

Není zde uveden rozhodující faktor, kterým je investice do pořízení laserového zařízení. Tato částka se pohybuje okolo 16 000 000 Kč. Při pohledu zpět na množství m<sup>2</sup> odstraněných za rok vychází, že by při přesměrování všech čištěných přípravků technologií louhování na laserové čištění došlo ke srovnání nákladů za více než 30 let. Navíc je nutné podotknout, že je opravdu nereálné přesměrovat veškeré pokovené přípravky na laser z důvodu jejich členitosti.

I přes tuto skutečnost byla provedena aspoň přibližná kalkulace, jak výrazně by se musel zvýšit požadavek na odstranění pokovení z přípravků, aby se investice vyplatila.

Pokud by došlo k nárůstu výroby natolik, že by se 2,5x zvýšil počet odstraněných m<sup>2</sup> pokovení ze současných 288 m<sup>2</sup> na 720 m<sup>2</sup> za rok, pak by se ve srovnání s technologií louhování a použití laseru došlo ke zlomovému bodu na hodnotě 8000 m<sup>2</sup>, kterých by bylo v takovém případě dosaženo po jedenácti letech provozu. Následně by bylo vhodné provést investici na 20 let. Po této době by rozdíl v nákladech na louhování a na využívání laseru činil 12 764 000 Kč, tedy roční úsporu 638 000 Kč.

Je však nutné upozornit na to, že by se jednalo o přesun veškerých součástí, u kterých je nutné pokovení odstranit a to v případě použití nelze. Navíc v uvedené kalkulaci nejsou uvedeny náklady na obsluhu laseru, které by v tomto poměrně vysokém časovém horizontu určitě nebyly zanedbatelné.

## 12. Závěr

Cílem této diplomové práce a především její praktické části bylo najít nejvýhodnější a nejefektivnější metodu odstraňování tenkých vrstev hliníku z planetových držáků a zákrytových plechů pokovovacích zařízení. Ze tří výše specifikovaných variant jednoznačně vyšla technologie louhováním. Jako nejefektivnější nastavení parametrů technologie louhování vyšlo použití 30% koncentrace NaOH s dobou expozice 60 minut. Tato metoda dokáže v přijatelném časovém horizontu zaručeně odstranit nanesenou vrstvu pokoveného hliníku ze všech částí čištěných přípravků, které jsou v roztoku ponořeny, nehledě na jejich tvarovou složitost. Navíc celý tento proces technologie louhování provádí externí firma, která si sama zajišťuje odvoz i svoz louhovaných součástí, takže odpadají veškeré další náklady a komplikace spojené s realizací a provozem odstraňování hliníkových vrstev. Tento aspekt je v dnešní době přísných ekologických zákonů, předpisů a limitů také velmi důležitý.

V diplomové práci byla zohledněna většina kladů a záporů každé varianty a tato práce poslouží firmě Automotive lighting s.r.o. jako podklad v případě dalšího vývoje a rozhodování v oblasti odstraňování tenkých vrstev Al.



### 13. Použitá literatura

- [1] Pokovování ve vysokém podtlaku, použití v automobilovém průmyslu. *Galileo vacuum systems* 2005
- [2] ATEAM ZCU. *Tenké vrstvy*. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <[http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)>.
- [3] VYSKOČIL, J., *Příprava nových povlaků metodami PVD*. Praha: Prezentace firmy HVM Plasma, 2005. 51 s. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <<http://www.vakspol.cz/lsvt05/Vyskocil.pdf>>.
- [4] VODIČKA, M. *Současnost a trendy povlakování technologií PVD*. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologie-pvd>>.
- [5] KŘÍŽ, A. *Nové trendy vývoje tenkých vrstev vytvořených PVD a CVD technologií v aplikaci na řezné nástroje: Habilitační přednáška*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni. 44 s. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <[http://www.benjamin.ic.cz/Habilitacni\\_prednaska.pdf](http://www.benjamin.ic.cz/Habilitacni_prednaska.pdf)>.
- [6] JÍLEK, M. *Nová průmyslová technologie povlakování*. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/nova-prumyslova-technologie-povlakovani>>.
- [7] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje (Interaktivní multimediální text pro všechny studijní programy FSI)*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2006. 192 s. [online]. [cit. 17. června 2015]. Dostupné na Word Wide Web: <[http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/mat\\_pro\\_rez\\_nastroje/materialy\\_pro\\_rezne\\_nastroje\\_v2.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf)>.

- [8] ROTREKL, Bedřich, Karel HUDEČEK a Jaroslav KOMÁREK. Povrchové úpravy. 1. vyd. Praha: SNTL, 1971. 252 s. ISBN DT 678.029.7
- [9] ROTREKL B., TAMCHYNA J., a DITRYCH Z.. Zpracování plastických hmot - Pokovování. SNTL, 1966. 212s.
- [10] Čumpelík, J. Tryskání suchým ledem. *MM Průmyslové spektrum* [Online] **2006**.  
<http://www.mmspektrum.com/clanek/tryskani-suchym-ledem.html>  
 (accessed April 12, 2006).
- [11] Tryskání suchým ledem. Suchý led, Alkion service s.r.o. - power of ice. <http://www.alkion.eu/cz/suchy-led.htm> (accessed June 17, 2015).
- [12] Ing. Jedelský, J.; Ing. Němec, P.; Ing. Veselý, D.; Doc. Kalenda, P. Povrchová úprava materiálů pomocí laseru. *MM Průmyslové spektrum* [Online] **2005**.  
<http://www.mmspektrum.com/clanek/povrchova-uprava-materialu-pomoci-laseru.html> (accessed April 13, 2005).
- [13] Laserové robotické systémy. Robotické systémy pro čištění. <http://www.lao.cz/laserove-roboticke-systemy--691k/roboticke-systemy-pro-cisteni-523p> (accessed June 17, 2015).
- [14] KŘÍŽ, Antonín a PODANÝ, Pavel. *Vliv strippingu tenkých vrstev na vlastnosti substrátu*. Západočeská univerzita v Plzni. Katedra materiálu a strojírenské metalurgie. r. 2006. Dostupné na World Wide Web:  
 <<http://www.ateam.zcu.cz/prostudenty.html>>.,
- [15] SEN, Y. URGEN, M. CAKIR, A. *Stripping of CrN from CrN-coated highspeed steels*. Elsevier Science. Surface and Coatings Technology 113 (1999) 31-35

[16] CONDE, A., CRISTOBAL, A. FUENTES, G. *Surface analysis of electrochemically stripped CrN coatings*. Science Direct. Surface & Coatings Technology 201 (2006) 3588-3595.

[17] *Wässrige Reinigung vor der PVD-Beschichtung Entschichtung von Hartmetallen & HSS-Teilen*. Borer Chemie AG . Dostupné na World Wide Web: <[www.borer.ch](http://www.borer.ch)>.

[18] Ing. Kubíček, J. *RENOVACE A POVRCHOVÉ ÚPRAVY*. Vysoké učení technické v Brně, fakulta strojního inženýrství Ústav strojírenské technologie , odbor svařování a PÚ, 11.12.2006.

[19] Micro-Spectroscopy Workstation.  
[https://itg.beckman.illinois.edu/microscopy\\_suite/equipment/micro\\_spectroscopy/](https://itg.beckman.illinois.edu/microscopy_suite/equipment/micro_spectroscopy/) (accessed June 17, 2015)