



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

STRUKTURA A VLASTNOSTI POVLAKŮ PŘIPRAVOVANÝCH PVD
TECHNOLOGIÍ
STRUCTURE AND PROPERTIES OF COATINGS PRODUCED BY PVD
TECHNOLOGY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Marek Doubrava

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Marek Doubrava**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **doc. Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.**
Akademický rok: 2016/17

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Struktura a vlastnosti povlaků připravovaných PVD technologií

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Zpracování přehledné, ucelené a aktuální literární rešerše sestávající z historie vývoje a současného trendu výzkumu a vývoje PVD technologie a tímto způsobem deponovaných materiálů. Základní část literární rešerše bude obsahovat pro tyto účely využívané materiály, standardní a modifikované procesy PVD technologie a metodiky zkoušení vlastností takto připravovaných povlaků. Bude realizován prováděcí experiment obsahující hodnocení mikrostruktury takto připravovaných povlaků a stanovení jejich vlastností.

Cíle bakalářské práce:

Zpracování přehledné literární rešerše v oblasti historie vývoje a současného trendu výzkumu a vývoje PVD technologie a tímto způsobem deponovaných materiálů. Realizace průvodního experimentu a diskuze výsledků s využitím znalostí oboru materiálových věd a inženýrství a dostupných literárních pramenů.

Seznam literatury:

MATTOX, D. M. Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2010. ISBN 978-0-81-552037-5.

EL-AWADI, G., RASSOUL, E. A., WAHEED, A. A. Recent trends in surface modification for materials protection: Surface modification of engineering materials by PVD coatings and ion implantation. New York: Lambert Academic Publishing, 2014. ISBN 978-3-659-26743-7.

Microstructure evolution of thin films and nanostructures. New York, NY: Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN 9789401776141.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne 9.11.2016

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Předkládaná práce je zaměřena na studium DLC vrstev 3. generace vyráběné firmou Platit a.s. Vrstvy jsou deponovány během nereaktivního filtrovaného PVD obloukového procesu. Cílem je zjistit vliv záměny držáku substrátu s různým odvodem tepla na výsledné vlastnosti vrstev. Záměna je motivována čistě ekonomickou snahou o zvýšení produktivity procesu.

Teoretická část pojednává o principech procesu PVD depozice, charakteristice tenkých vrstev, DLC vrstvách a materiálech pro řezné nástroje. Experimentální část práce zahrnuje popis přístrojů a metod použitých pro analýzu vzorků. Její součástí je také stručný popis průběhu a podmínek každého experimentu. Získané výsledky ať už z hlediska tloušťky vrstev, adheze nebo podílu sp^3 vazeb odpovídají předpokládaným výsledkům.

KLÍČOVÁ SLOVA

PVD, DLC, ta-C, tenká vrstva, katodový oblouk

ABSTRACT

The submitted work is focused on study of 3rd generation DLC films produced by Platit a.s. company. Thin films are deposited utilizing filtered cathodic vacuum arc process (FCVA). The main goal of thesis was to find out the influence on film properties, caused by change of the substrate holders with different heat dissipation. The change of the substrate holders is motivated purely by economical effort to increase productivity of the deposition process.

Teoretical part of the thesis is about the principles of PVD deposition process, characterization of the thin films, DLC thin films and materials used for cutting tools. Experimental part includes description of devices used for specimens analyses, including also the description of measuring process and used conditions. Acquired results, not only the thin film thickness, adhesion or amount of sp^3 bonds, match with expected results.

KEYWORDS

PVD, DLC, ta-C, thin film, cathodic arc

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

DOUBRAVA, Marek. *STRUKTURA A VLASTNOSTI POVLAKŮ PŘIPRAVOVANÝCH PVD TECHNOLOGIÍ*. Brno, 2017, 61 s. Bakalářská práce. Vysoké Učení Technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma **Struktura a vlastnosti povlaků připravovaných PVD technologií** jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych rád poděkoval vedoucímu své bakalářské práce, doc. Ing. Ladislavu Čelkovi, Ph.D. za trpělivost, cenné připomínky, rady a pomoc při realizaci experimentů.

Dále bych rád poděkoval svým konzultantům, Mgr. Radku Žemličkovi, Ph.D. a Mgr. Janu Klusoňovi, Ph.D. za dohled, asistenci, rady a získané zkušenosti při provádění experimentů nebo tvorbě samotné práce. Mé díky patří také společnosti Platit a.s., a to nejen za umožnění spolupráce se skvělým týmem lidí, bez kterého by tato práce nemohla vzniknout, ale také za ochotu řešit, a hlavně vyřešit jakýkoliv problém.

OBSAH

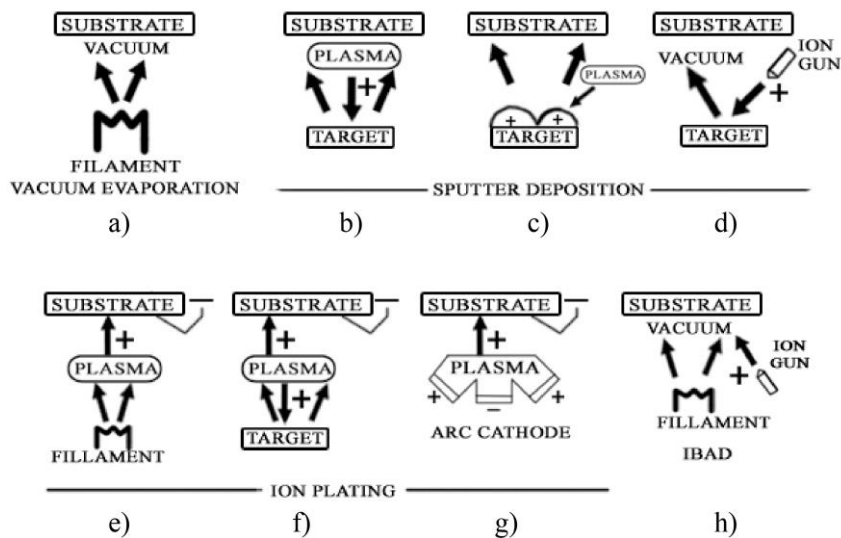
Úvod	10
1 Teoretická část	12
1.1 Tenké vrstvy	12
1.2 Obloukové napařování (katodový oblouk).....	12
1.2.1 Vývoj obloukového napařování	16
1.3 DLC povlaky	17
1.3.1 Vývoj DLC vrstev	20
1.4 Materiály pro řezné nástroje.....	20
2 Experimentální část	26
2.1 Charakteristika experimentálního vybavení.....	26
2.1.1 Povlakovací jednotka	26
2.1.2 Mikroskopie atomárních sil.....	28
2.1.3 Konfokální mikroskopie.....	29
2.1.4 Dotykový drsnoměr.....	29
2.1.5 Mercedes Test	30
2.1.6 Calotest.....	31
2.1.7 Ramanova spektroskopie.....	31
2.1.8 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM).....	32
2.1.9 Nanotvrdost	33
3 Výsledky a diskuze	35
3.1 Drsnost povrchu vrstev.....	36
3.2 Adheze vrstev	40
3.3 Tloušťka vrstev.....	42
3.4 Podíl diamantu podobných vazeb	47
3.5 Nanotvrdost	49
4 Závěr	52

5 Bibliografie	53
Seznam použitých symbolů a zkratk	58
Seznam obrázků a tabulek	59

ÚVOD

Vědní disciplína zabývající se změnou vlastností povrchu a oblastí s povrchem spojených je nazývána povrchové inženýrství. Požadovaná změna vlastností může být dosažena přidáním materiálu na povrchu substrátu tak, že substrát je na novém povrchu nedetekovatelný. Nebo pouze modifikací povrchu původního, kdy je materiál substrátu na povrchu i nadále přítomný. Pojem substrát označuje základní materiál určený k modifikaci. Každý proces má své výhody, nevýhody a aplikace, při kterých výhody převažují. Tato práce se bude zabývat případy, kdy je na povrch substrátu deponován povlak. V některých případech je vhodné i výsledný povlak dále modifikovat, a to například jeho pískováním, tryskáním nebo dalšími druhy leštění [1].

Jednou z metod povrchového inženýrství je technologie PVD. Zkratka v angličtině znamená Physical Vapor Deposition (dále jen PVD) a do češtiny se překládá jako fyzikální depozice par. Principiálně se jedná o atomární depozici materiálu terče, který je ze stavu pevného nebo kapalného převeden do stavu plynného. Jako terč se označuje zdroj materiálu k tvorbě povlaku. Plynného stavu se dosahuje několika charakteristickými způsoby zobrazenými na obrázku 1.1.



Obrázek 1.1: Přehled metod PVD procesů. a) vakuové napařování, b) napařování v prostředí plazmatu, c) magnetronové napařování v prostředí plazmatu, d) napařování ve vakuu v kombinaci s iontovým dělem, e) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s napařováním, f) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s napařováním, g) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s obloukovým napařováním, h) vakuové napařování v kombinaci s iontovým dělem (IBAD). Převzato a upraveno z [1, 2].

Atomy nebo molekuly v podobě plynu jsou transportovány na substrát dvěma způsoby. Prvním je tzv. *balistický transport* uplatňující se při procesech, kde střední volná dráha atomu je větší než vzdálenost mezi terčem a substrátem (řádově centimetry). Střední volná dráha závisí na tlaku uvnitř pracovní vakuové komory a jedná se o dráhu, kterou teoreticky částice urazí beze srážky s částicí přítomného plynu. Procesy využívající tohoto transportu probíhají při tlaku nižším než 10^{-1} Pa. Druhou možností je tzv. *difúzní transport*. Využívá se v procesech pracujících za vyšších tlaků a je charakteristický srážkami částic terče s přítomnými částicemi plynů. Při těchto srážkách předává částice terče část své kinetické energie, ztrácí svou hybnost a rychlost. Oba způsoby transportu však mohou v krajních případech probíhat současně. Je také možné ovlivňovat kinetickou energii částic, a to například zavedením předpětí na substrát. Transportované částice na substrátu kondenzují a vytváří povlak.

PVD je technologie fungující díky kombinaci několika vědních oborů. Povlakovací procesy probíhají ve vakuové komoře s různým tlakem, který je však nižší než 1 Pa, tudíž je nutné používat vakuové vývěvy. U většiny procesů v blízkosti katody vzniká plazma, kterým se zabývá samostatný vědní obor zvaný fyzika plazmatu. Obor zabývající se pevnými látkami je fyzika pevných látek. Dalším vědním oborem je plazmochemie, ta se zabývá reakcemi v plazmatu, a právě jeho interakcí s látkami v pevném stavu (substrát).

Tato bakalářská práce je zaměřena na metodu obloukového napařování (katodový oblouk), její modifikace a studium takto nanášených DLC „Diamond-Like Carbon“ tenkých filmů. Cílem práce je zjistit vliv záměny držáku substrátu s různým odvodem tepla na výsledné vlastnosti vrstev.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Tenké vrstvy

Tenká vrstva je ve své podstatě jakýkoliv materiál s tloušťkou od několika desítek nanometrů až po několik mikrometrů, který byl deponován na substrát [1]. Vrstvy s tloušťkou vyšší se již označují jako povlaky. V dnešní době již existuje velká škála použití tenkých vrstev v průmyslových odvětvích jako elektrotechnika, energetika, strojírenství nebo zdravotnictví.

Tenké vrstvy deponované na substrát tvoří systém charakteristický specifickým chováním a vlastnostmi. Je důležité uvědomit si, že samotné tenké vrstvy mají na rozdíl od kompaktního materiálu různé vlastnosti. Souvisí to s faktem, že metody depozice tenkých vrstev jsou v podstatě nerovnovážné děje. Tenká vrstva tak často nemá krystalovou strukturu shodnou se stejným materiálem v objemové formě a téměř všechny fyzikální vlastnosti materiálů jsou právě s krystalovou strukturou látky úzce spojeny.

Kluzné vrstvy jsou jednou z podskupin tenkých vrstev a jejich cílem je vytvoření kluzného povrchu. Mají často nižší tvrdost než otěruvzdorné vrstvy. Takové vrstvy jsou často deponovány na tvrdé vrstvy na bázi TiN, TiAlN nebo TiCN. Charakteristickou kluznou vrstvou je DLC, které kombinuje vynikající kluzné vlastnosti s tvrdostí HV okolo 20 GPa [3].

1.2 Obloukové napařování (katodový oblouk)

Obloukový výboj

Základní premisou této metody je schopnost obloukového výboje (arc discharge) změnit pevné skupenství materiálu katody (terče, obr. 1.2) na plazma. Obloukový výboj je vyvolán dotykem tzv. zapalovače a katody. Výboj je dále reprezentován katodovou skvrnou pohybující se po katodě. Právě jejím působením na povrchu katody se pevné skupenství mění na plazma. Hustota proudu v místě hoření katodové skvrny může dosahovat hodnot vyšších než 10^8 A/cm^{-2} . Takto vysoká hustota proudu dokáže katodu v závislosti na jejím materiálu změnit na vysoce ionizované plazma za 10 – 100 ns. Velikost jejího průměru je přibližně 10 μm a rychlost pohybu je v řádu jednotek až desítek cm/s. Její pohyb je pro zvýšení výnosnosti procesu a většího využití materiálu katody možno řídit. Efektivní metodou řízení je křížení elektrického a magnetického pole v blízkosti katody známé jako fyzikální jev zvaný E×B drift. Pro další zvýšení výnosnosti procesu se používají rotační, vodou chlazené katody. Katodové skvrny neřízené se pohybují čistě náhodně [3].



Obrázek 1.2: Fotografie grafitové katody instalované ve dveřích povlakovací komory.

Plazma

Působením obloukového výboje vzniká vysoce ionizované plazma. To je udržováno ve vakuové komoře o tlaku menším než $1 Pa$, který je před začátkem každého procesu získán pomocí vakuových vývěv. Při tomto procesu je používán pracovní nebo reaktivní plyn (argon nebo dusík). Pokud tlak v komoře přesáhne hodnotu vyšší než $0,1 Pa$, můžeme očekávat jeho vliv na proces. Vliv je způsoben snížením volné dráhy částic na vzdálenost menší, než je samotná komora. Velikost vlivu je závislá na vzdálenosti substrátu od katody a typu probíhajícího procesu. Pracovní plyn je díky výboji také vysoce ionizován a je součástí plazmatu. Součástí plazmatu jsou také částice terče a jejich podíl v objemu klesá se zvyšující se vzdáleností. Tím se snižuje rychlost depozice, ale zároveň je možné povlakovat větší plochu poměrně rovnoměrnou vrstvou. Je však možné použít magnetické pole pro vedení plazmatu i směrem k substrátu. Rychlost částic vybuzených katodovou skvrnou je závislá na proudu obloukového výboje ($40 - 100 A$) a může dosahovat velikosti až $10^4 m/s$ [3, 4].

Depozice vrstev

Ionty terče v plazmatu mají vysokou kinetickou energii. Tato skutečnost je úzce spojena s jejich rychlostí, která může být dále ovlivněna předpětím substrátu. Obloukové napařování využívá k depozici vrstev dva mechanismy. Oba vedou k získání husté vrstvy, ale ani jeden se neblíží rovnovážnému ději. Vrstvy tak mohou obsahovat velká tlaková pnutí omezující její maximální tloušťku z důvodu možné delaminace. Pnutí také ovlivňují výsledné vlastnosti jako například tvrdost, modul pružnosti, adheze, koheze a další. Výsledné vnitřní pnutí lze regulovat změnou depozičních parametrů, zejména energií iontů dopadajících na substrát ($20 - 150 eV$) nebo teplotou substrátu, která může vést

k relaxaci těchto pnutí. Částice dopadající na substrát s sebou nesou jak energii kinetickou, odpovídající jejich hybnosti, tak energii potenciální, odpovídající jejich ionizačnímu stavu. Suma těchto energií je zodpovědná za ohřívání substrátu [1, 4, 5].

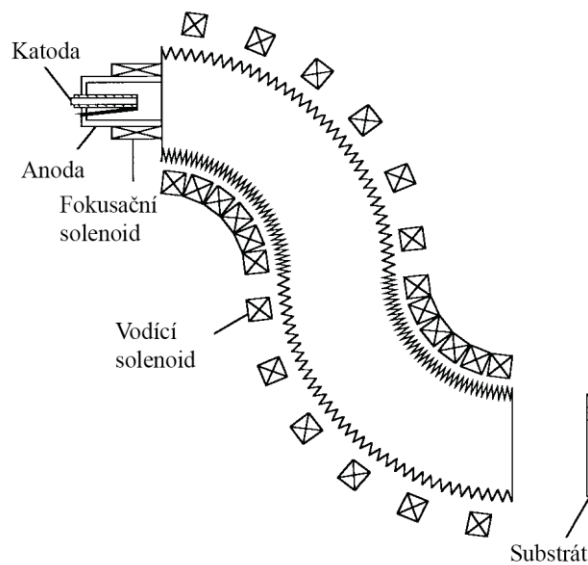
Méně energeticky náročným mechanismem je kondenzace částic na povrchu substrátu. Částice mají malou kinetickou energii a ta jim nedovolí proniknout pod povrch substrátu. Zůstávají tedy na povrchu, kde při dopadu interagují s přítomnými atomy. Vazebné energie přítomných atomů jsou často nižší než energie dopadajících částic, proto dochází k tzv. kolizním kaskádám, kdy dopadající částice převezme místo původního atomu a ten přesune díky získané energii atom další. Energie přinášená dopadajícími částicemi je spotřebována také na aktivaci difuzních pochodů na povrchu substrátu. To má významný vliv na tvorbu vrstvy a její výsledné vlastnosti [5, 6].

Více energeticky náročným mechanismem je subplantace. Energie částic dopadajících na substrát je často umocňována předpětím substrátu. Částice díky tomu mají dostatečnou energii, aby dokázaly penetrovat pod povrch součásti. Subplantace vede ke vzniku vrstev s unikátními vlastnostmi, a to zejména díky možnosti hybridizace vazeb [5, 6]. Tímto mechanismem byly pro účely této práce deponovány DLC vrstvy, a to pomocí nereaktivního filtrovaného PVD obloukového procesu. Nereaktivní proces je charakteristický použitím pouze pracovního plynu (Ar), tudíž vrstva je složena jen z materiálu katody. Příkladem vrstvy z reaktivního procesu je například tvrdá, ořezuvzdorná TiN vrstva. Při její depozici je do komory vpouštěn dusík, který je ionizován, transportován na substrát a tam tvoří nitridy daného materiálu katody.

Filtry

Největší nevýhodou obloukového napařování je tvorba tzv. makročástic. Jedná se o částice mnohonásobně větší než elektrony nebo ionty, které vznikají při působení katodové skvrny nebo v kráterech, jenž po ní zůstaly a chladnou. Jejich množství a velikost (průměr až desítky μm) jsou závislé na teplotě tavení materiálu katody, jejím parciálním výparném tlaku, proudu v oblouku a pohybu katodové skvrny. Bez použití filtru ulpívají makročástice na povrchu substrátu, kde narušují celistvost vrstev, zvyšují koeficient tření a působí abrazivně při obrábění nástroji [7]. Mohly by také tvořit při depozici na povrchu stín, tedy místo, které by nemuselo být povlakováno.

Existují dva druhy filtrů, oba fungují na principu křížení magnetického pole pro vedení elektronů a elektrického pole pro vedení iontů. Odstraňují tak makročástice, neutrální atomy (nečistoty) a v plazmatu zůstávají pouze ionty a elektrony. Prvním typem jsou filtry zahnuté, ve kterých při působení cívek po spirálové trajektorii prochází elektrony. Ty jsou doprovázeny ionty drženými v potenciálové jámě v blízkosti vnitřních stěn filtru. Plazma tak zůstává kvazineutrální. Tyto filtry brání přímému výhledu z katody na substrát a díky jejich zahnutí efektivně separují makročástice. Efektivita vedení plazmatu však s rostoucí délkou a zahnutím filtru exponenciálně klesá a tím klesá i rychlost a efektivita depozice. Jedním z nich je tzv. S-filtr viz. obrázek 1.3.



Obrázek 1.3: Schéma konfigurace S-filtru. Převzato a upraveno z [8].

Filtry přímé jsou charakteristické malými ztrátami plazmatu a zachováním přímého výhledu z katody na substrát. Neeliminují přítomnost makročásteček na substrátu jako filtry zahnuté, pouze jejich množství redukuje na přijatelnou hodnotu [1, 5].

Zdroje

Nejvíce komerčně používané konfigurace s katodovým obloukem operují v módu s kontinuálním stejnosměrným proudem. Proud obloukového výboje se většinou pohybuje v rozmezí desítek až stovek ampér, což zaručuje vysokou rychlost depozice. Při používání zdrojů se stejnosměrným proudem může docházet ke hromadění přebytečného náboje na substrátu. Kvůli tomu mohou v jeho blízkosti vznikat tzv. mikrooblouky (obr. 1.4). Ve většině povlakovacích systémů jsou proto zabudovány mimo substrát anody, které odvádějí přebytek náboje a zároveň působí jako tepelné jímky. Efektivnějším řešením je však použití jiného zdroje [5].



Obrázek 1.4: Důsledek působení mikrooblouku na tepelné jímce (světlé mapy na tepelné jímce).

Systemy s pulsními oblouky mají jednu zásadní výhodu. Jejich pracovní cyklus lze v průběhu depozice vypnout s tím, že mají určitou opakovací frekvenci, díky které je zapnut cyklus nový. Například při pracovním cyklu 80 % je 20 % času oblouk vypnutý. Výhodou je šetření energie, snižování teploty v komoře nebo předcházení tvorbě mikrooblouků [5].

1.2.1 Vývoj obloukového napařování

Vývoj této metody začal za druhé světové války a později pokračoval zejména v tehdejší Sovětském svazu. I.G.Kasaev v 50. letech experimentoval s obloukovým výbojem na vodou chlazených katodách. Později potvrdil existenci tzv. *katodové skvrny*, která je charakteristická vysokou lokální hustotou proudu a výkonu. Její pohyb byl původně náhodný, ale pomocí křížení magnetického a elektrického pole mohl být řízen. Domníval se, že budoucí vývoj technologií zvýší lokální hustotu elektrického proudu katodových skvrn, a to povede k dalším možnostem použití. V 70. letech došlo k vylepšení použitelných vakuových technologií, což vedlo k vypracování prvních publikací popisujících plazma katodického obloukového výboje, jako energetické s několika ionizačními stavy. Publikovali je vědci Lunev *et.al.* [9] a Plyutto *et.al.* [10]. Již v roce 1974 ruští vědci vyvinuli obloukový systém zvaný *Bulat-2*, který byl součástí prvního průmyslově používaného stroje určeného k depozici povlaků zejména na bázi TiN. Během několika dalších let byly vyvinuty systémy na řízení katodové skvrny, což několikanásobně zvýšilo výtěžnost terčů. Byl vylepšen způsob transportu plazmatu na substrát a také byla umožněna syntéza super tvrdých materiálů jako například tetraedrického amorfního uhlíku (ta-C). Tyto poznatky a nové systémy byly zakomponovány v systému *Bulat-3*. Jeho nástupce, *Bulat-4* již obsahoval filtr na makročástice. V této době již nebyl vývoj centralizován pouze v Sovětském svazu. Amerika měla komerční firmy jako například Hauzer, Multi-Arc či Vac-Tec Systems, které také posouvaly tehdejší hranice možností dále. Dělo se tomu tak po boku vědců z oboru, známých jako SVC (Society of Vacuum Coaters). Tato komunita působí na území USA doteď [11].

Výhody obloukové napařování

- Vysoká rychlost odpařování materiálu katody
- Vysoká ionizace plazmatu
- Nízké energetické nároky (bezpečnost)
- Možnost spojení s jinými metodami pro specifické aplikace (magnetronové nebo iontové napařování)
- Deponované povlaky mají vysokou hustotu částic

Nevýhody obloukového napařování

- Tvorba makročástic

Aplikace

- Tvrdé a otěruvzdorné povlaky nástrojů (TiN, ZrN, TiAlN, CrN, AlTiN, CrTiN, AlCrN, AlTiCrN,)
- Dekorativní otěruvzdorné povlaky (TiN, Zr(CN))
- Depozice DLC povlaků

1.3 DLC povlaky

Diamond-like carbon, neboli diamantu podobný uhlík je metastabilní formou uhlíku obsahující až 90 % podíl sp^3 vazeb (ta-C). Záleží na metodě a podmínkách depozice, ale obecně je charakteristický vysokou tvrdostí (40 GPa a vyšší), velice nízkým koeficientem tření, chemickou stálostí, optickou transparentností a širokým zakázaným pásem. V dnešní době jsou DLC povlaky používány zejména v oborech jako IT (plotny pevných disků), obrábění (frézy, vrtáky), injekční vstřikování (formy), fotovoltaika nebo v automobilovém průmyslu, kde pokrývají funkční plochy pístních kroužků nebo ventilů ve spalovacích motorech [1, 12, 13].

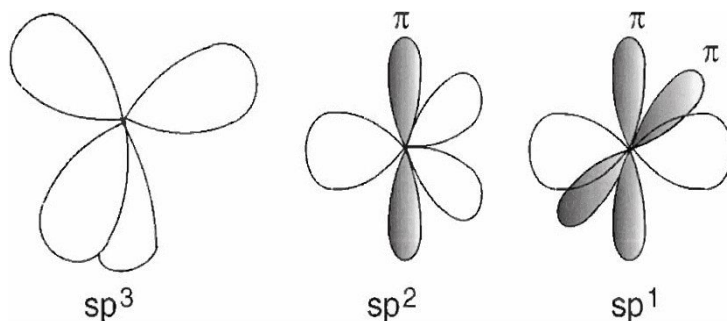
Charakteristika sp^2 a sp^3 hybridizace

Uhlík může tvořit velké množství krystalických nebo amorfních struktur (alotropie). Děje se to díky možnosti hybridizace jeho orbitalů. Hybridizaci je možné definovat jako sjednocení energeticky různých orbitalů daného atomu, a to změnou prostorové konfigurace vytvářené molekuly. Vznikají tak nové, degenerované, hybridní orbitály. Vlastnosti výsledných alotropických modifikací jsou silně závislé na druhu vazeb atomů a molekul.

V sp^3 konfiguraci všechny čtyři valenční elektrony uhlíku tvoří orbitály, které dávají výsledný tvar pravidelného tetraedru (čtyřstěnu). Ten je silnými σ vazbami spojen s dalšími atomy uhlíku. Tato konfigurace je přítomná v diamantu. Jeho charakteristickými vlastnostmi jsou vysoká atomová hustota, tepelná vodivost při pokojové teplotě nebo nejmenší koeficient tepelné roztažnosti.

Konfigurací sp^2 je charakteristický grafit. Tři ze čtyř valenčních elektronů tvoří orbitály ve tvaru rovnostranného trojúhelníku. V tomto případě jsou σ vazby tvořeny v rovině, ne v prostoru, jak tomu bylo u sp^3 konfigurace. Poslední valenční elektron leží v orbitalu π kolmém na rovinu vazeb σ .

Konfigurace sp^1 je tvořena dvěma orbitaly σ , ležícími v ose x naproti sobě. Zbylé dva valenční elektrony tvoří π orbitály. Jeden v ose y a druhý v ose z . Viz obrázek 1.5.



Obrázek 1.5: Hybridizované orbitály valenčních elektronů pro konfigurace sp^1 , sp^2 a sp^3 .
Převzato z [12].

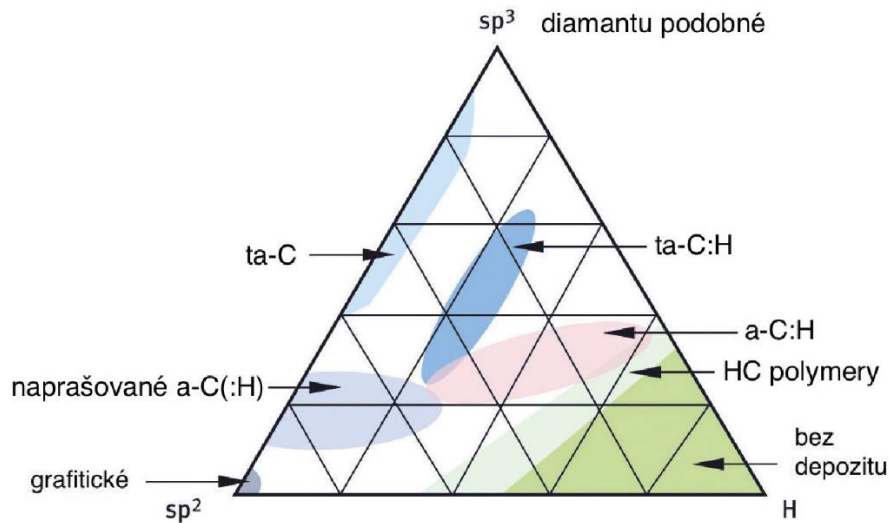
Dělení DLC vrstev

Pojem DLC charakterizuje v dnešní době velké množství materiálů, povlaků či vrstev. Ty se od sebe navzájem liší metodou výroby, a tudíž výslednými vlastnostmi (viz. Tabulka 1.1).

Tabulka 1.1: Základní parametry alotropií uhlíku a DLC vrstev. Převzato a upraveno z [12].

	sp^3 (%)	H (%)	Hustota (g cm^{-3})	Gap (eV)	Tvrдость (GPa)
Diamant	100	0	3.515	5,5	100
Grafit	0	0	2.267	0	
C_{60}	0	0		1.6	
Skelný uhlík	0	0	1.3–1.55	0.01	3
Napařený uhlík	0	0	1.9	0.4–0.7	3
Naprášený uhlík	5	0	2.2	0.5	
ta-C	80–88	0	3.1	2.5	80
a-C:H tvrdý	40	30–40	1.6–2.2	1.1–1.7	10–20
a-C:H měkký	60	40–50	1.2–1.6	1.7–4	<10
ta-C:H	70	30	2.4	2.0–2.5	50
Polyethylen	100	67	0.92	6	0.01

Některé metody přípravy DLC vrstev používají jako zdroj uhlíku uhlovodíky, například acetylen. To způsobuje přítomnost vodíku ve výsledné vrstvě. Charakter samotné vrstvy je však nejvíce ovlivňován podílem sp^3 vazeb. Rozdělení vrstev dle množství vazeb je vidět na ternárním fázovém diagramu (obr. 1.6).



Obrázek 1.6: Ternární fázový diagram vazeb DLC vrstev. Převzato a upraveno z [12, 14].

Základní druhy DLC vrstev:

a-C:H	Hydrogenované amorfnní vrstvy
ta-C:H	Hydrogenované tetraedrické amorfnní vrstvy (vyšší podíl sp^3 vazeb)
a-C:H:X	Hydrogenované amorfnní vrstvy s aditivními atomy (Si, N, O, a další)
a-C:X	Nehydrogenované amorfnní vrstvy s aditivními atomy
a-C:Me	Nehydrogenované amorfnní vrstvy dopované kovem (W, Ti)
a-C	Nehydrogenované amorfnní vrstvy
ta-C	Nehydrogenované tetraedrické amorfnní vrstvy s vysokým podílem sp^3 vazeb

ta-C vrstvy

Depozice katodovým obloukem je jednou z metod, jak vytvořit nehydrogenovanou DLC vrstvu s vysokým podílem sp^3 vazeb. Tetraedrický amorfnní uhlík má ze všech deponovaných vrstev největší podobnost se samotným diamantem. Je to způsobeno až 90 % podílem sp^3 vazeb. Podobně jako diamant má tudíž vysokou tvrdost, modul pružnosti, chemickou stálost, transparentnost a poměrně široký zakázaný pás. Tyto vlastnosti jsou silně ovlivňovány skutečným poměrem sp^2 a sp^3 vazeb přítomných v dané vrstvě.

Při většině deponičních procesů ta-C vrstev je nutné použít přímé nebo zahnuté filtry makročásteček. Tyto vrstvy jsou na vzduchu stabilní až do teplot kolem 600 °C a oproti ostatním PVD povlakům mají jednu zásadní odlišnost. Většina povlaků může být deponována za teplot vyšších než 200 °C, pokud to substrát dovolí. Dokonce je to

doporučováno z hlediska rovnoměrnosti povlaku. Při vyšších teplotách dochází k vyšší difuzivitě, vedoucí ke zvýšení pohyblivosti deponovaných částic za účelem přesunu do nejvíce energeticky výhodných poloh. Pro DLC vrstvy je 200 °C již hraniční teplotou, při které dochází k relaxaci struktury, tzv. grafitizaci. To má za následek tvorbu převážně sp^2 vazeb na úkor vazeb sp^3 , zaručujících požadované vlastnosti [15].

Dalším důležitým faktorem je tloušťka vrstvy. Tetraedrický amorfní uhlík deponovaný katodovým obloukem za působení předpětí substrátu má ve vrstvě velká tlaková pnutí. Pnutí jsou způsobena subplantací iontů uhlíku do podpovrchových vrstev substrátu a vysokou hustotou částic v takto deponovaných vrstvách [5, 12, 15].

1.3.1 Vývoj DLC vrstev

První pokusy o přípravu tenkých DLC vrstev byly provedeny v roce 1953. Zasloužil se o ně Heinz Schmellenmeier, který publikoval zprávu o uhlíkovém filmu černé barvy, zhotoveného z acetylenového plynu za pomoci plazmatu vytvořeného doutnavým výbojem. Film se vyznačoval vysokou tvrdostí, ale ve výsledku nebudil zvláštní pozornost a na jeho výzkum se téměř na pár desítek let pozapomnělo. V sedmdesátých letech téhož století se k DLC vrstvám vrátili Eisenberg a Chabot. Ti, díky zápornému předpětí substrátu a pomoci iontového paprsku, vytvořili velice tvrdý, transparentní film, který byl zároveň vysoce korozně odolný i v silně kyselých prostředích [16]. Tato skutečnost vzbudila zájem dalších vědců, kteří se snažili dále vylepšit vlastnosti těchto filmů změnou parametrů výroby. V roce 1981 demonstroval King možnost použití DLC filmů na plotny pevných disků (a-C). Z jeho výsledků bylo patrné, že tato technologie má velký potenciál v oblasti magnetických úložných zařízení (disky, čtecí hlavy) [17]. Ke komplexnímu popisu tribologických, užitných a dalších vlastností DLC vrstev došlo až na přelomu 19. a 20. století. Přelom století přinesl také nové metody, vrstvy a možnosti jejich strukturního uspořádání (multivrstvé, gradientní, nanokompozitní). To mělo za následek zlepšení užitných vlastností jako tvrdost, ořezuvzdornost, korozivzdornost nebo koeficient tření [18].

1.4 Materiály pro řezné nástroje

Fyzikální depozice par je metoda schopná vytvořit povlak na téměř jakémkoliv druhu materiálu. Prakticky jedinou podmínkou je, aby vydržel teplotu procesu, která se v pohybuje v rozmezí 80 – 600 °C. Nízké teploty jsou užívány zejména při depozici povlaků dekorativních či DLC [19].

Všechny materiály uvedené v této kapitole jsou používány k náročným operacím jako obrábění, řezání, broušení atd. Proto se povlakuji primárně funkčními povlaky, které zvyšují nejen jejich životnost, ale i samotnou řezivost či další užitné vlastnosti.

Syntetický diamant

Diamant je obecně alotropickou modifikací uhlíku, zároveň nejtvrdší přírodní látkou na Zemi a má teplotu tavení vyšší než 4000 °C. Má vysokou chemickou odolnost a nejvyšší známou tepelnou vodivost a společně s kubickým nitridem boru patří do skupiny supertvrdých řezných materiálů, jejichž tvrdost je vyšší než 40 *GPa*.

Přírodní a syntetické diamanty mají mezi sebou rozdíly ve tvaru, chemickém složení a zejména fyzikálních vlastnostech. Tyto rozdíly jsou způsobeny rozdílným typem nukleace a růstu v přírodě a v laboratorních podmínkách. Výroba syntetických diamantů z grafitu je realizována na základě změny původní hexagonální mřížky grafitu na kubickou mřížku diamantu, a to za vysokých teplot a tlaků. Přítomno je i malé množství katalyzátoru umožňující krystalizaci, a to v podobě některých kovových přechodných prvků (např. Cr, Fe, Mn, Ni, Co) nebo jejich slitin a sloučenin.

Syntetické diamanty se používají na tvorbu nástrojů pro specifické sofistikované aplikace. Nástroj je tvořen diamantovými zrny a kovovou nebo nekovovou pojivovou matricí (viz. obr. 1.7). Nástroje s kovovou matricí jsou dodávány se stanovenými rozsahy funkční spolehlivosti v závislosti na teplotě a době provozu. Kovová matrice má různou tepelnou roztažnost a není zdaleka tak teplotně stabilní jako matrice nekovová. Nevýhodou syntetického diamantu je degradace jeho zrn, tzv. grafitizace, ke které dochází při teplotách vyšších než 700 °C. S ohledem na to má stále výbornou odolnost vůči abrazivnímu opotřebení a je charakteristický velmi nízkým koeficientem tření [20].



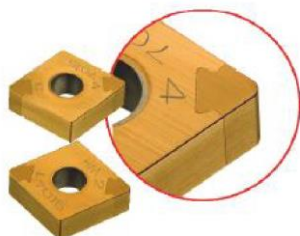
Obrázek 1.7: Břítová destička s diamantovým osazením. Převzato z [21].

Kubický nitrid boru

Tato sloučenina je tvořena atomy boru a dusíku. Právě tyto 2 prvky se nachází v periodické soustavě prvků vedle uhlíku a mají společné některé znaky. Atom uhlíku je přibližně stejně velký jako atom dusíku. Nitrid boru stejně jako uhlík krystalizuje v hexagonální soustavě, a tudíž má podobnou krystalickou strukturu jako grafit. Lze vyrobit téměř stejným způsobem, jako je tomu u syntetického diamantu z grafitu, a to za vysokých teplot a tlaků.

Vyznačují se vysokou tvrdostí (více než 50 HRC), odolností vůči tepelným rázům a excelentní houževnatostí. Hroty břítových destiček s obsahem 40 – 65 % KNB se vyrábí jako keramický kompozit (viz. obr. 1.8). Keramické pojivo především zvyšuje

odolnost vůči chemickému opotřebení při otěru. Druhou skupinou jsou hroty s obsahem KNB dosahujícím až 100 %. V tomto případě se používá kovové pojivo pro zvýšení houževnatosti. Díky stálosti i za vysokých pracovních teplot je KNB využíván zejména pro obrábění tvrzených ocelí s extrémními požadavky na houževnatost nástroje [20].



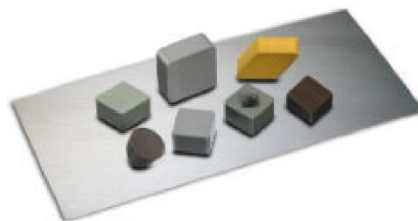
Obrázek 1.8: Břitové destičky osazené KNB. Převzato z [22].

Řezná keramika

Obecně se za řeznou keramiku dle definice považuje převážně krystalický materiál nekovového charakteru, sestávající z kombinace kovalentních a iontových vazeb. Definice charakterizuje nejen keramiky řezné, ale i keramiky tradiční (porcelán, cihly) a mnoho dalších jako například speciální konstrukční keramiky či karbidy.

Základem je oxidová keramika na bázi Al_2O_3 s 3 mol. % ZrO_2 , která zamezuje šíření vzniklých trhlin. Pro její výrobu se používají suroviny s co nejvyšší čistotou. Tento základní materiál však stále disponuje nízkou odolností vůči teplotním šokům, a nejen proto se dále modifikuje. Jednou z metod úprav je vyztužení částicemi kubických karbidů (TiC) nebo karbonitridů (Ti(C,N)). Takto vyztužená keramika se nazývá smíšená a získává vyšší houževnatost a vyšší tepelnou vodivost. Další možností je vyztužení keramiky pomocí tzv. whiskerů. Jedná se o krátká monokrystalická vlákna z karbidu křemíku (SiC), která podstatněji zvyšují houževnatost. Skupinou řezných keramik ležící mimo výše zmíněné skupiny je keramika na bázi nitridu křemíku (Si_3N_4). Oxidová keramika v ní není přítomna. Její použití je limitováno nízkou chemickou stabilitou, je však velice houževnatá a díky podlouhlým krystalům nitridu křemíku má schopnost samovyztužení.

Vzniká procesem slinování a má skvělou odolnost vůči vysokým pracovním teplotám, nízkou tepelnou roztažnost a vysokou schopnost akumulovat teplo. Z mechanického hlediska ji charakterizuje vysoká tvrdost, odolnost vůči opotřebení, poměrně nízká měrná hmotnost a dobré kluzné vlastnosti. Má však nízkou odolnost vůči teplotním šokům projevující se tvorbou trhlin a poměrně nízkou lomovou houževnatost. Používá se pro obrábění tvrzených materiálů, žárovevných slitin, litin nebo při hrubovacích a dokončovacích operacích (viz. obr. 1.9) [20, 23].



Obrázek 1.9: Destičky z řezné keramiky. Převzato z [24].

Cermety

Zkratkové slovo CERMET je složeno z částí dvou anglických slov. Prvním je CERamics (keramika) a druhým je METal (kov). Vznikají slinováním a patří do stejné skupiny materiálů jako slinuté karbidy. Ty jsou však charakteristické přítomností tvrdé fáze WC (karbid wolframu), zatímco cermety obsahují jako primární keramickou vytvrzující fázi zejména TiC, TiN, TiCN či Cr_3C_2 . Jako sekundární fáze jsou používány nitridy a karbonitridy Nb, Ti nebo W. Pojivovou kovovou fází je nejčastěji Co nebo Ni a pro výrobu se úspěšně používá slinování v kombinaci s vysokotlakým lisováním za tepla (Hot Isostatic Pressing). Disponují poměrně vysokou otěruvzdorností, jejímž nositelem je primární fáze obsahující nitridy a karbonitridy Ti. Nositelem houževnatosti je kobalt a sekundární fáze přináší odolnost vůči plastické deformaci. Používají se zejména při dokončovacích procesech u téměř všech typů materiálů na bázi železa. Při nízké úrovni rychlosti posuvu a použitých řezných silách mají vysokou životnost a jimi obrobené plochy jsou velice lesklé, viz. obrázek 1.10 [20].



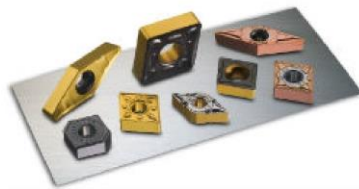
Obrázek 1.10: Příklady břitových destiček z cermetu. Převzato z [25].

Slinuté karbidy

Základním kamenem pro výrobu slinutých karbidů (SK) je karbid wolframu. Jako sekundární fáze jsou zde přítomny karbidy dalších těžkých kovů jako například Ti, Ta, Nb, Cr. Opět jsou vyráběny pomocí slinování, izostatického lisování (prášková metalurgie) a je možné je dělit na základě množství karbidů sekundární fáze a jejich účelu použití. Karbidy uvedené v závorkách pouze zabraňují růstu zrna hlavních karbidických fází a netvoří tak samostatnou strukturní složku.

- Skupina K – jednodřbidovř – WC + Co + (TaC . NbC)
- Skupina P – dvoukřbidovř – WC + Co + TiC + (TaC . NbC)
- Skupina M – vřcekrřbidovř – WC + Co + TiC + TaC . NbC
- Skupina N – WC + Co + TiC
- Skupina H – WC + Co + TiC
- Skupina S – WC + Co + TaC + VC

Pro jednoduchost nřkterř vřrobci sluřujř skupinu N s K, H s P a S se skupinou M. Břřtovř destřřky jsou vyrřbřny prřvř z třchto materiřlř, a to zejmřna pro jejich vysokou houřevnatost, tvrdost, odolnost vřči opotřebenř a mořnost lisovřnř do komplikovřnř tvarř, viz. obrřzek 1.11.



Obrřzek 1.11: Rřznř tvary břřtovřnř destřřek ze slinutřho křbidu. Převzato z [26].

Slinutř křbidy skupiny K se pouřřvřjř zejmřna k obrřbřnř šedř litiny, neřezeznnřch a nekovovřch materiřlř. Tyto materiřly vytvřřejř krřtkř, drobivř třřsky a dřky tomu je třřska v kontaktu s nřstrojem kratřř dobu. To mř za nřsledek menřř zahřřvřnř a niřřř pokles tvrdosti WC. Ten je se zvyřujřcř se teplotou razantnřjřř nřř u vřtřřiny ostatnřch křbidř.

Slinutř křbidy skupiny P mohou břt pouřřvřny k obrřbřnř materiřlř tvořřcřch dlouhou třřsku, a to dřky přřtomnosti dalřřch křbidř (TiC, TaC), kterř kompenzujř nedostatky samotnřho WC. Obrřbřnřmi materiřly jsou pak vřtřřinou uhlřkovř oceli a feritickř korozivzdornř oceli.

Slinutř křbidy skupiny M jsou vyuřřivřny univerzřlnř. Od obrřbřnř tvřrnř litiny, přřs austenitickř korozivzdornř a austeniticko-feritickř oceli ař po jejich hrubovřnř. Materiřly tvořř střřdnř ař dlouhř třřsky, ale tyto SK svřmi mechanickřmi vlastnostmi doplňujř rozsah mezi skupinami K a P a jsou prřvř pro tyto meznř procesy vhodnou volbou.

Slinutř křbidy skupiny N jsou urřeny k obrřbřnř neřezeznnřch kovř, jejich slitin a nekovovřch materiřlř. Nřkterř tyto materiřly, jako napřřklad slitina Al se 13 hm% Si, působř na tyto typy nřstrojř vřsoce abrazivnř.

Slinuté karbidy skupiny H jsou schopny obrábět velice tvrdé, kalené oceli a tvrzené litiny. Nástroje mají vysokou tepelnou odolnost, potřebnou k výdrži v pracovních podmínkách způsobených vysokou tvrdostí obráběného materiálu.

Slinuté karbidy skupiny S doplňují sortiment obrobitelných materiálů slinutými karbidy o žáruvzdorné slitiny na bázi železa, kobaltu, niklu a titanu. Obráběné materiály však vytváří na břitu nástroje nežádoucí nárůstky. V průběhu obrábění dochází k jejich zpevňování, což vede k nežádoucímu nárůstu tepla a nadměrné abrazi [20].

Rychlořezné oceli HSS

Jsou součástí skupiny nástrojových ocelí značených v normách ČSN jako třída 19, skupina 8 (198xx). Tento materiál byl vytvořen ve snaze používat oceli jako nástroje pro obrábění za vysokých teplot. U uhlíkových a nízkouhlíkových ocelí při vyšších řezných a posuvových rychlostech dochází k popouštění nástrojů, otupení a ztrátě efektivity. Díky přísadovým prvkům jako wolfram (zvyšující řezivost), chrom (zvyšující prokalitelnost) a vanad (zvyšující popouštěcí teplotu a snižující opotřebení), jsou nyní HSS na úrovni schopnosti obrábění srovnatelné s ostatními neželeznými materiály. Je tomu tak díky poměrně nízkému obsahu uhlíku, který s legujícími prvky při vysokoteplotním popouštění tvoří jemnou disperzi sekundárních karbidů a dodává tak rychlořezným ocelím požadovanou tvrdost. Některé typy HSS jsou legovány kobaltem pro možnost použití vyšších kalících teplot a tím lepší rozpouštění karbidů a molybdenem pro získání vyšší houževnatosti [23, 27].

Tyto vysokolegované nástrojové oceli jsou po několikanásobném vysokoteplotním popouštění nebo výrobě práškovou metalurgií hojně užívány jako řezné nástroje, protahovací trny, závitníky nebo součásti do lisovacích nástrojů. Disponují poměrně vysokou tvrdostí i za vysokých pracovních teplot, pevností v tlaku a houževnatostí. Jsou sice často nahrazovány slinutými karbidy, ale nižší pořizovací cena a schopnost při některých procesech dosahovat podobných výsledků z nich stále dělá hojně využívaný nástrojový materiál. HSS s funkčním povlakem firmy SHM je zobrazena na obrázku 1.12.



Obrázek 1.12: HSS s povlakem MARWIN G (gradientní ALTiN) od firmy SHM.
Převzato z [28].

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Tato kapitola je věnována popisu všech zařízení, na kterých byly prováděny experimenty či samotná depozice vrstev. Její součástí je také krátké shrnutí podmínek a průběhu těchto experimentů a osvětlení principů měření.

2.1 Charakteristika experimentálního vybavení

2.1.1 Povlakovací jednotka

Vrstvy pro účely této bakalářské práce byly připravovány na průmyslovém depozičním zařízení Platit π 211 vyvinutém firmou Platit a.s. Povlakovací jednotka je na obrázku 2.1.

Ve dveřích depoziční komory jsou umístěny dvě LARC (Lateral Rotating Cathode) katody. Jedna z chromu, pro depozici slabé adhezní vrstvy přímo na substrát. Zatím co druhá z grafitu pro depozici DLC vrstvy. Od substrátu jsou odděleny přímým filtrem makročásteček, obsahujícím elektromagnetické cívky (viz. obrázek 2.2).



Obrázek 2.1: Povlakovací jednotka Platit π 211. Převzato z [29].



Obrázek 2.2: Fotografie filtru makročásteček ve dveřích povlakovací komory.

Pro rovnoměrnou depozici tenké vrstvy na substráty v celém objemu depoziční komory je důležité zkoordinovat pohyb katodové skvrny a otáčení karuselu (kolotoče) se substráty. Katodová skvrna je zapalována každých 25 s u horního konce rotační katody. Cestuje svisle dolů k druhému konci, kde za přibližně 13 sekund zhasíná. Tento časový rozdíl je jedním z nejdůležitějších způsobů, jak udržet v depoziční komoře dostatečně nízkou teplotu pro vznik sp^3 vazeb.

Depozice

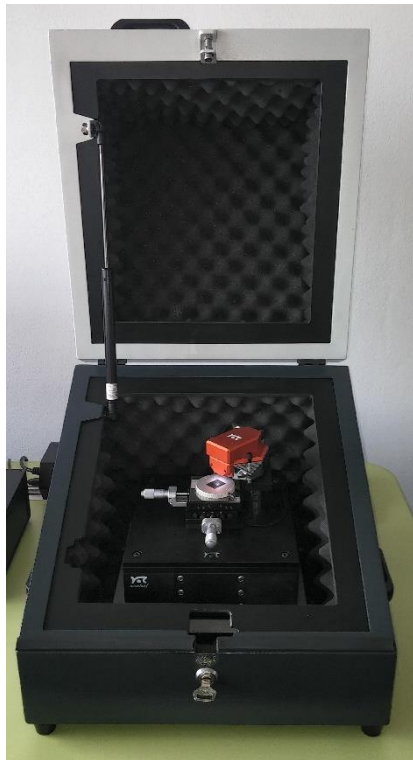
Prvním krokem před samotnou depozicí je mechanické čištění komory a přímého filtru. Čistota komory má vliv nejen na množství makročásteček, což může způsobit vyšší drsnost povrchu vrstev, ale také na adhezi a kohezi. Dalším krokem předcházejícím depozici je předehřev komory na 350 °C, odplynění a iontové leptání (ion etching). Ionty Cr jsou díky vysokému gradientnímu předpětí (600 V až 800 V) urychlovány tak, že dochází k jejich několikanásobným odrazům napříč depoziční komorou. Cílem je zbavit se všech usazených nečistot z posledního prováděného procesu a metalizace komory. Prvním krokem depozice je nanesení adhezivní Cr vrstvy na povrch substrátu (10 min). Zvyšování teploty v komoře se při tomto procesu omezuje nastavením pracovního cyklu předpětí substrátu na 80 %. Následujícím krokem je uhlíkové leptání, při kterém dochází k penetraci iontů pod povrch a tvorbě vazeb mezi uhlíkem nebo uhlíkem a chromem. Tento krok trvá 15 minut a je následován subplantací uhlíku při plovoucím potenciálu 5 V. Zejména při subplantaci dochází k tvorbě sp^3 vazeb ve vrstvě, a to i při nízkém předpětí substrátu. Charakteristickým názvem tohoto procesu je nereaktivní filtrovaný PVD obloukový proces. Cílem této práce je zjistit, zda změna držáků substrátu bude mít zásadní vliv na strukturu a vlastnosti deponovaných vrstev. Při tomto procesu je teplota substrátu kritickou veličinou. O její redukci se částečně starají tepelné jímky nebo právě držáky z hliníkové slitiny. Změna velikosti držáků koresponduje se změnou jejich tepelné kapacity a odvodem tepla. Oba držáky jsou vyfoceny na obrázku 2.3.



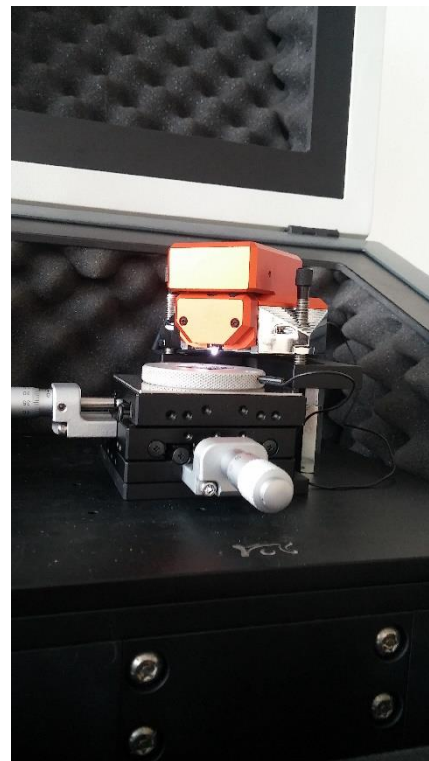
Obrázek 2.3: Fotografie porovnávaných držáků. Vlevo je původní s vyšším objemem a tepelnou kapacitou. Vpravo je nový s nižší tepelnou kapacitou. Oba jsou vyrobeny ze stejného materiálu.

2.1.2 Mikroskopie atomárních sil

Anglický ekvivalent názvu této experimentální metody zní atomic force microscopy (AFM). Pracuje na principu přitažlivých a odpuzivých sil, kterými na sebe navzájem působí diamantový hrot připevněný na ohebném nosníku a zkoumaný povrch. V našem případě bylo na hrot přivedeno napětí 4 V. Působící síly vychylují nosník s hrotem, a právě toto vychylování je následně pomocí softwaru vyhodnocováno. Měření probíhalo na přístroji Nanosurf NaniteAFM a vyhodnocováno softwarem Easy Scan 2 od stejnojmenné firmy. Rozlišovací schopnost tohoto přístroje je menší než 1 nm, a to umožňuje detekci a vizualizaci velice malých povrchových struktur nebo jejich vad. Metoda je v důsledku operování ve velice malých rozměrech náchylná na jakékoliv otřesy. Proto je součástí přístroje také NanoSurf IsoStage Controller, který právě díky své konstrukci tyto nepříznivé vlivy tlumí [30]. Celý přístroj je na obrázcích 2.4 a 2.5.



Obrázek 2.4: Fotografie přístroje NanoSurf NaniteAFM s nádstavbou IsoStage Controller.



Obrázek 2.5: Detail přístroje NanoSurf NaniteAFM.

Metoda má několik módů, ve kterých může pracovat. Může se jednat o mód statický, při kterém je povrch v přímém kontaktu s hrotem nebo o dynamický, kdy hrot kmitá pouze v jeho blízkosti a jeho vychýlení způsobené interakcí s povrchovými silami je

detekováno laserem. Pro naše účely zjištění lineární a plošné povrchové drsnosti byl použit dynamický mód. Hlavním důvodem byly obavy o diamantový hrot, který by nemusel vydržet kontakt s DLC vrstvou nanesenou na substrátu. Měření probíhalo na ploše $70 \times 70 \mu\text{m}$ a na každém vzorku proběhlo 5 měření.

2.1.3 Konfokální mikroskopie

Měření bylo provedeno na optickém konfokálním mikroskopu Alicona InfiniteFocus, který je vidět na obrázku číslo 2.6. Jeho cílem bylo změřit plošnou drsnost povrchu S_a , podobně jako u AFM. Zároveň s tím střední aritmetickou úchylku drsnosti R_a a největší výšku profilu R_z .



Obrázek 2.6: Přístroj Alicona InfiniteFocus. Převzato z [31].

Přístroj je schopen na základě vertikálního posuvu v ose z postupně z nasnímaných 2D obrázků vytvořit topografický 3D model povrchu. Jedná se tedy o bezkontaktní měřicí zařízení kombinující nízkou hloubku ostrosti optického mikroskopu, vertikální skenování, posouvání skenované oblasti vzorku a neustálé zaostřování. S jeho pomocí je možné vytvořit přesné modely jak vysoce drsných, tak i vysoce reflektivních vzorků [32]. Použitelnost této metody je snížena v případě, pokud se jedná o povrchy transparentní nebo povrchy s velice nízkou drsností.

2.1.4 Dotykový drsnoměr

Drsnost charakterizuje jakost povrchu, tedy velikost nerovností měřených jako úchylky skutečného profilu od vztažné čáry. K tomuto měření byl použit dotykový drsnoměr Mitutoyo SJ-201 s vyměnitelným diamantovým hrotem. Před samotným měřením byl zkalibrován na etalonu s $R_a = 0,3 \mu\text{m}$ a $R_z = 1,1 \mu\text{m}$. Na každém ze vzorků bylo provedeno 8 měření, které byly následně průměrovány. Metoda je podobně jako AFM náchylná na otřesy a další vnější vlivy kontradikující s principem měření.

2.1.5 Mercedes Test

Adheze tenké vrstvy je jednou z nejdůležitějších fyzikálních vlastností v systému vrstva-substrát. Zároveň je také jednou z nejsložitější stanovitelných, protože neexistuje metoda, která by měřila pouze adhezi, proto je většina testů pouze porovnávacích. Vždy jsou v tomto procesu zahrnuty další vlastnosti (koheze), a to nejen vrstvy samotné, ale i substrátu. Adheze (soudržnost) je stav, kdy dva povrchy drží společně díky vazebným silám působícím na jejich rozhraní. Na rozhraní vrstva-substrát se mohou vyskytovat vazby chemické, které jsou způsobeny například vzájemným sdílením elektronů nebo vazby elektrostatické či mechanické. Také zde může působit Van der Waalsova síla, způsobená polarizací atomů. Koheze (soudržnost) je vlastnost doprovázející adhezi, je však přítomná pouze ve vrstvě nebo mezi nimi, nikoliv na rozhraní se substrátem. Na adhezi má radikální vliv jak čistota povrchu v počátku nukleace vrstvy, tak čistota a homogenita samotné vrstvy nebo pnutí vzniklá ve vrstvě během depozice.

Mercedes test patří do skupiny indentačních zkoušek, které jsou součástí mechanických metod k určování adheze. Metoda je velice jednoduchá a podobná zkoušce tvrdosti. Probíhá na přístroji firmy Meopta, který je vidět na obrázku 2.7. Pnutí na rozhraní systému vrstva-substrát je způsobeno statickým vtlačováním diamantového Rockwell indentoru ve tvaru kužele s vrcholovým úhlem 120° . Měření probíhá ve čtyřech krocích. Prvním je přiblížení indentoru na kontakt se vzorkem (předtížení). Následuje zatížení silou odpovídající hmotnosti 150 kg a odtížení vzorku. Posledním krokem je oddálení indentoru a vyjmutí vzorku. Na každém vzorku byly provedeny tři indentace a vyhodnocování probíhalo na optickém mikroskopu Carl Zeiss Axio Scope A1.



Obrázek 2.7: Fotografie zařízení pro Mercedes test.

2.1.6 Calotest

Jedná se o rychlou a jednoduchou metodu měření tloušťky vrstev. Princip spočívá ve vybroušení kulového vrchlíku do vzorku až na substrát. K vybroušení se používá ocelová kulička o průměru 34,8 mm. Principiálně jde o manuální mechanický proces, při kterém je nutná průběžná optická kontrola kaloty. Kalota je termín označující vybrušovaný kulový vrchlík. Ke kontrole se většinou používá zlatnické kukátko, jelikož pouhým okem stav kaloty nezjistíme.

Brusná kulička se otáčí na povrchu vzorku upnutém v přístroji rychlostí 800 *ot./min* a její působení je zmírněno mazacím médiem. Většinou se používá diamantová pasta, ale pro vybrušování kalot do DLC vrstev se s úspěchem používá obyčejná voda. Měření bylo provedeno na přístroji Calotest CT50, který si firma Platit a.s. vyvinula dle svých potřeb (viz. obrázek 2.8).



Obrázek 2.8: Fotografie přístroje Calotest CT50.

2.1.7 Ramanova spektroskopie

Ramanova spektroskopie je metodou vibrační molekulové spektroskopie a funguje na principu neelastického rozptylu světla, ať už z viditelného nebo UV spektra. Jedná se o nedestruktivní metodu schopnou identifikovat složení látek a rozpoznat jejich struktury na základě vazeb mezi jednotlivými atomy. Zkoumané látky mohou mít pevné, kapalné i plynné skupenství.

Rayleighův rozptyl je fenomén, který není pro vyhodnocování Ramanova spektra směrodatný. Jedná se totiž o pružný rozptyl dopadajícího světla na povrch vzorku. Ramanovo spektrum je složeno ze dvou fenoménů. Prvním je Stokesův rozptyl a druhým je Anti-Stokesův rozptyl. Oba tyto rozptyly jsou způsobeny neelastickými srážkami dopadajícího světla s atomy nebo molekulami povrchu. Pokud atom na povrchu absorbuje foton s určitou energií, dosáhne tak tzv. virtuálního stavu a pokud se následně vyzáří foton s energií nižší, jedná se o Stokesův rozptyl. Pokud by však atom ve virtuálním stavu vyzářil foton o vyšší energii, než byl původním foton se kterým reagoval, jednalo by se o Anti-Stokesův rozptyl. Ten je však ze statistického hlediska méně pravděpodobný [33, 34].

Ramanovo spektrum obsahuje hodnotné informace o vazbách mezi atomy uhlíku v DLC vrstvách. Hlavním cílem této metody je zjistit zastoupení sp^2 a sp^3 vazeb v deponované vrstvě vzorků. Tato informace nám nastíní, jak se DLC vrstva ve skutečnosti podobá diamantu. Měření probíhalo na přístroji Horiba LabRam HR Evolution s nádstavbou světelného mikroskopu Olympus BX41. Pro měření byly použity dva lasery. Jeden ze spektra viditelného světla o vlnové délce 532 nm a druhý z UV spektra o vlnové délce 325 nm . Kalibrace byla provedena na vzorku z křemíku, o kterém víme, že má přesně definované Ramanovo spektrum. To v tomto případě znamená jeden přesně definovaný peak na vlnočtu 520 cm^{-1} , zatímco Rayleighův rozptyl má vlnočtu 0 cm^{-1} . Při použití laseru z viditelného spektra byl čas měření vždy 120 s a měření bylo provedeno třikrát pro získání více dat a vyhlazení křivek Ramanova spektra. Laserem z UV spektra bylo měřeno třikrát po 100 s .

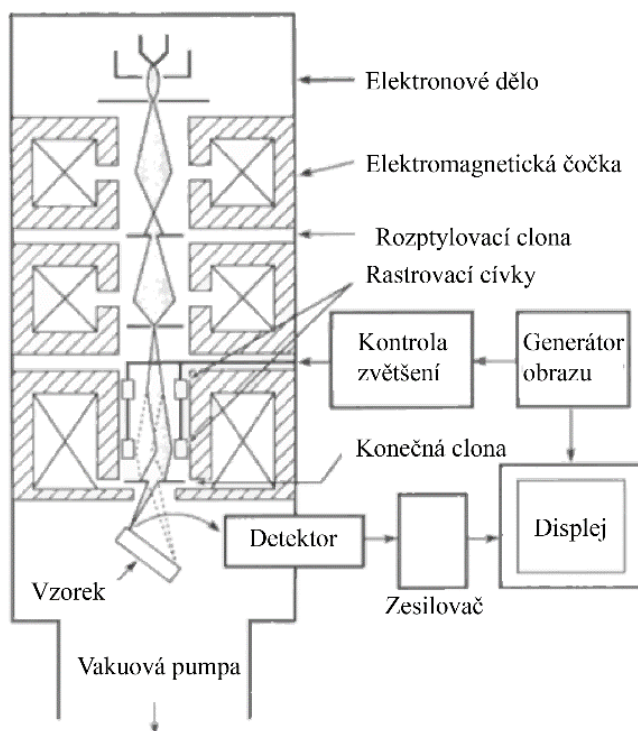
Podíl sp^2 a sp^3 vazeb na povrchu vrstvy je vyhodnocován ze získaných Ramanových spekter. Spektrum získané rozptylem viditelného světla obsahuje tzv. D a G peak, pro které je charakteristická hodnota vlnočtu kolem 1360 a 1560 cm^{-1} . Oba jsou způsobeny přítomností sp^2 vazeb. G peak je způsoben natahováním vazeb všech párů atomů uhlíku spojených v prstencích nebo řetězcích. Za přítomnost D peaku jsou zodpovědné tzv. dýchací módy atomů v prstencích vázaných sp^2 vazbami. Spektrum získané rozptylem UV záření je obohaceno o peak T ležící v oblasti kolem 1060 cm^{-1} . Ten je způsoben vibracemi sp^3 vazeb mezi atomy uhlíku [34, 35].

2.1.8 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Principem této metody je interakce fokusovaného elektronového paprsku se vzorkem. Proces probíhá ve vakuu a jeho výsledkem je produkce signálu, který nese informace například o chemickém složení nebo topografii povrchu. Nejužitečnějším nosičem signálu jsou sekundární elektrony (SE), díky kterým mohou být získány fotografie s relativně vysokým rozlišením. A zpětně odražené elektrony (BSE), které nesou informace zejména o prvkovém složení a topografii povrchu. Další informace nesou také Augerovy elektrony, charakteristická rentgenová záření a fotony s různými energiemi. Tyto informace mohou být zachycovány a zpracovávány pomocí dalších vestavěných detektorů v elektronovém mikroskopu.

Zdrojem elektronového paprsku je elektronové dělo, které generuje paprsek o průměru, jenž by nám zaručoval velice malé rozlišení obrazu. Paprsek proto prochází několika elektromagnetickými čočkami, jejichž úkolem je zredukovat jeho průměr, který bude při dopadu na vzorek menší než 10 nm . Schéma SEM je zobrazeno na obrázku 2.9. Energie elektronů je ovlivňována urychlovacím napětím a pohybuje se většinou v rozmezí $1 - 40\text{ keV}$. Elektrony interagují s povrchem a oblastí pod povrchem do hloubky přibližně $1\text{ }\mu\text{m}$. Právě tyto interakce generují potřebný signál k tvorbě snímků a získání informací o vzorku. Zisk kvalitního a ostrého snímku je podmíněn ziskem

dostatečného množství signálu z každého skenovaného bodu na vzorku. Toho je docíleno pohybem elektronového paprsku po vzoru nebo pohybem samotného vzorku [36].



Obrázek 2.9: Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. Převzato a upraveno z [36].

Fotografie byly vyhotoveny rastrovacím elektronovým mikroskopem Tescan Lyra3 na metalografických výbrusech, které byly připraveny klasickými metalografickými metodami. K jejich přípravě byly použity přístroje a příslušenství od firmy Struers. K řezání vzorků Secotom-50 s diamantovým kotoučem, chlazeným vodou s příměsí antikoročního média a k broušení a leštění přístroj Tegramin-30. Poté byla na snímcích měřena tloušťka vrstev, a to pomocí obrazové analýzy a software Olympus Stream Motion. Výslednou tloušťku vrstvy jsme získali průměrováním měření z pěti snímků každého vzorku. Na každém snímku bylo pro vyšší přesnost provedeno 100 měření.

2.1.9 Nanotvrdost

Tvrdost materiálu je vlastnost, která se dá charakterizovat jako odpor vůči vnikání cizího tělesa do jeho povrchu. Nanotvrdost se od klasické tvrdosti (dle Vickerse či Rockwella) liší metodou vyhodnocení, zátěžnou silou a často také použitým indentorem. V našem případě byl použit diamantový Berkovich indentor ve tvaru třístranné pyramidy. Zatížení se pohybovalo v řádech desetin až jednotek mN , což přibližně odpovídalo zatížení $0,1 - 1 g$.

Důležitým faktorem při měření nanotvrdosti vrstev je hloubka indentace. Ta by pro redukci vlivu substrátu na výsledek měření neměla přesahovat hloubku 10 % tloušťky vrstvy [37]. Vliv substrátu na modul pružnosti však bude přítomný, i pokud hloubka indentace bude nižší [38]. Statická metoda, která byla použita při měření je založena na postupném zatěžování, konstantním maximálním zatížením a následným postupným odlehčováním. Ze závislosti hloubky průniku a velikosti zatížení je možné vytvořit indentační křivku, ze které je možné určit tvrdost (plastickou složku) a Youngův modul pružnosti (elastickou složku). Určování hodnot tvrdosti a elasticity se provádí podle metody navržené Oliverem a Pharrrem. Ta se v podstatě snaží pro získání přesné hodnoty tvrdosti vykompenzovat vliv elastické deformace, která po oddálení indentoru působí v místě vpichu [39].

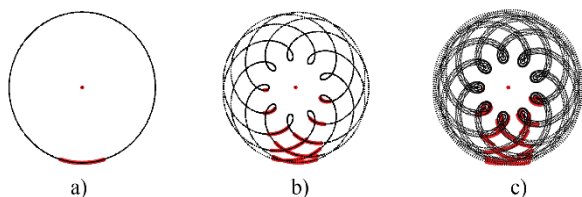
Nanoindentace byla provedena na přístroji CSM Instruments Nanoindentation NHT². Maximální hloubka indentace byla vzhledem ke změřeným tloušťkám vrstev nastavena na hodnotu 100 nm. Rychlost zatěžování a odtěžování byla 6 mN/min s konstantním maximálním zatížením po dobu 10 s. Maximální zatěžovací síla nepřekročila hodnotu 9 mN.

3 VÝSLEDKY A DISKUZE

Tato kapitola je věnována výsledkům jednotlivých experimentů, měření a diskuzi o tom, jak mezi sebou souvisí. Také je zde diskutován hlavní cíl bakalářské práce, kterým je identifikace vlivu změny držáků na vlastnosti deponovaných vrstev.

Vzorky pro účely této bakalářské práce byly vyrobeny ze dvou druhů materiálů. Prvním materiálem je rychlořezná ocel (19830). Tyto vzorky mají tvar kolečka, budou dále označovány písmenem C a byl na nich proveden Mercedes test a Calotest. Druhým materiálem je slinutý karbid wolframu s příměsí kobaltu jako pojiva (tvrdokov). Vzorky mají trojúhelníkový tvar a budou označovány písmenem A. Byl na nich proveden Calotest, měření drsnosti dotykovým drsnoměrem, mikroskopie atomárních sil a konfokální mikroskopie. Byly také podrobeny snímkování v SEM a měření nanotvrlosti. Pro porovnání byly všechny vzorky připraveny ve dvou procesech. V prvním byl přítomen starý držák substrátu s větším odvodem tepla a tento proces bude dále označován číslem 34. Ve druhém byl použit držák nový a proces bude označován číslem 38. Roli v porovnání efektivity nového a starého držáku mají pouze vzorky, kterými byly držáky při povlakovacích procesech osazeny. Jelikož pouze tyto vzorky byly ovlivněny záměnou držáků a jsou charakteristické pohybem při třech rotacích.

Rotace vzorku je při depozici povlaku důležitým faktorem, viz. obrázek 3.1. Jednonásobná, dvojnásobná nebo trojnásobná rotace má radikální dopad na rovnoměrnost a rychlost nanášení vrstvy při depozici. Při dvojnásobné rotaci je rychlost růstu tloušťky vrstvy přibližně $1 \mu\text{m}/\text{h}$, zatímco při rotaci trojnásobné je tato rychlost nižší [40]. Tepelné jímky (viz. obrázek 3.2) a vzorky na nich upevněné mají dvojnásobnou rotaci. Ta je způsobena otáčením karuselu se souběžným otáčením tepelné jímky. Držáky substrátu (viz. obrázek 2.3) jsou však charakteristické rotací trojnásobnou. Otáčejí se jako tepelné jímky, ale díky převodům a ozubeným kolům uvnitř držáku získávají třetí rotaci. Vzorky povlakované při dvou rotacích budou popisovány jako 2A nebo 2C. Analogicky budou popisovány vzorky povlakované při třech rotacích, tzn. 3A nebo 3C



Obrázek 3.1: Schémata pohybu bodu při různých rotacích. V červeně označené oblasti dochází k povlakování.

- a) 1 rotace
- b) 2 rotace
- c) 3 rotace

Převzato z [40].



Obrázek 3.2: Fotografie tepelné jímky

3.1 Drsnost povrchu vrstev

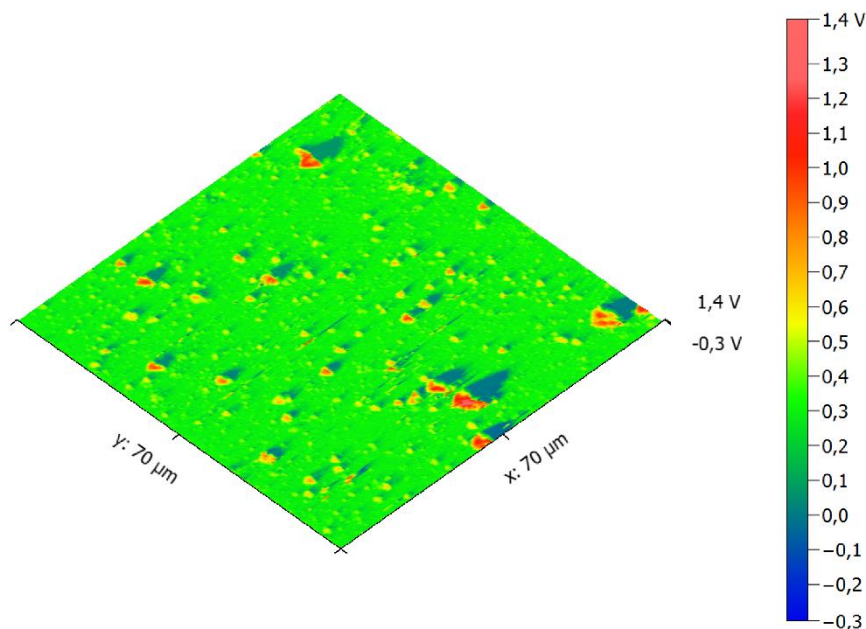
Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil nám poskytla informace o topografii povrchu vzorků. Měření byla provedena pouze na dvou vzorcích z tvrdokovu, jak ukazuje tabulka 3.1. Výhodou byla možnost přesného měření plošné drsnosti povrchu, které nebylo možné provést dotykovým drsnoměrem.

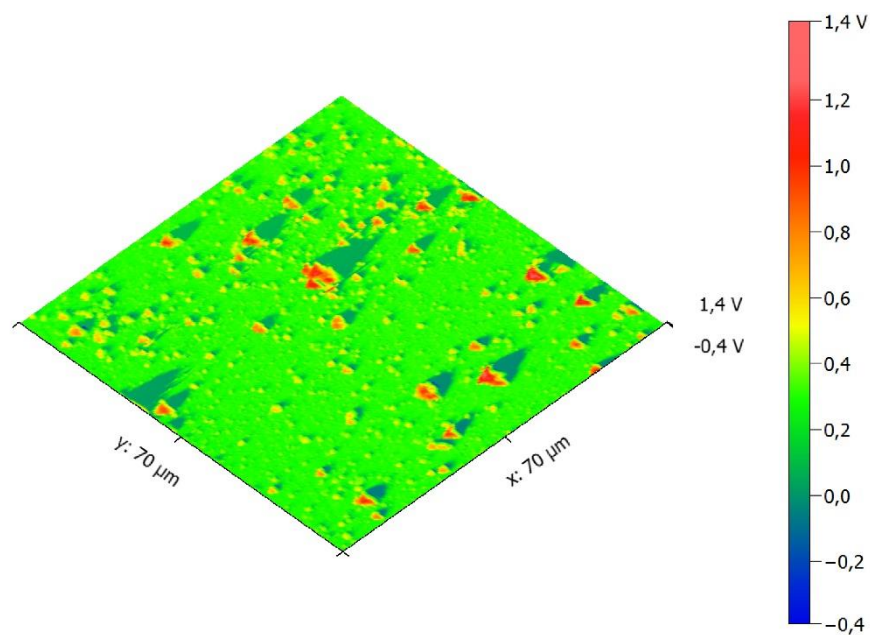
Tabulka 3.1: Hodnoty drsnosti naměřené pomocí mikroskopie atomárních sil.

VZOREK	ATOMIC FORCE MICROSCOPY			
	Ra [nm]	Rz [nm]	Sa [nm]	Sq [nm]
34 – 3A	53	360	60,44	111,41
38 – 3A	56	440	66,52	119,84

Na obrázcích 3.3 a 3.4 jsou vidět snímky povrchu získané při měření a následně konvertované do pseudobarev. Hodnoty drsností uvedené v tabulce jsou průměrované z pěti měření na různých plochách vzorků.



Obrázek 3.3: Topografický snímek povrchu vzorku 34 – 3A.



Obrázek 3.4: Topografický snímek povrchu vzorku 38 – 3A.

Dotykový drsnoměr

Měření drsnosti dotykovým drsnoměrem byla provedena na všech čtyřech vzorcích z tvrdokovu. Výsledky měření jsou uvedeny v tabulce 3.2. Měření nebylo prováděno na vzorcích z rychlořezné oceli z důvodu možného zkreslení výsledků. Jejich povrch totiž nebyl tak kvalitně připravený (leštění), jak tomu bylo u vzorků z tvrdokovu. Deponované vrstvy měly tloušťku přibližně $1\ \mu\text{m}$, což by při vyšší drsnosti substrátu a této metodě měření způsobilo značnou směrodatnou odchylku.

Tabulka 3.2: Hodnoty drsnosti naměřené dotykovým drsnoměrem.

VZOREK	DOTYKOVÝ DRSNOMĚR	
	Ra [nm]	Rz [nm]
34 – 2A	80	890
34 – 3A	70	700
38 – 2A	90	980
38 – 3A	90	930

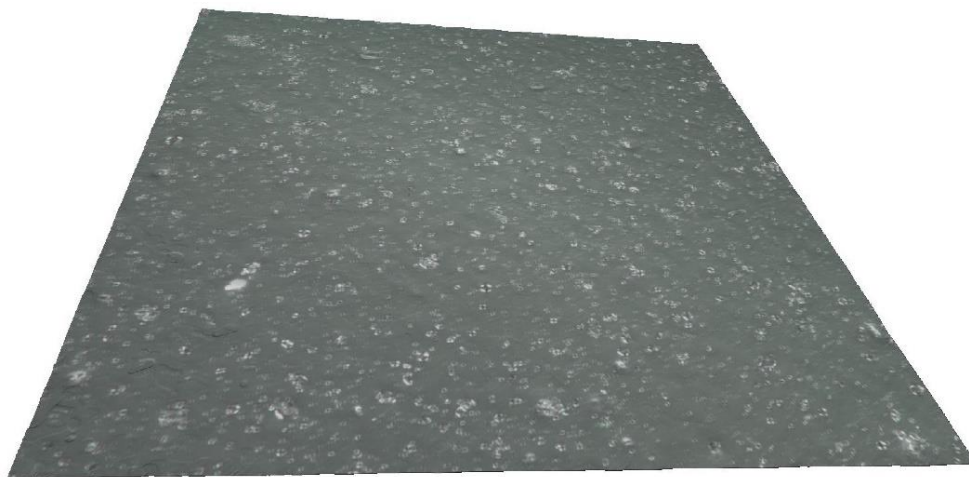
Konfokální mikroskopie

Konfokálním mikroskopem firmy Alicona byly pořízeny snímky povrchu dvou vzorků. Stejně jako u AFM se jednalo o vzorky z tvrdokovu povlakované ve starém a následně novém držáku při třech rotacích. Software následně ze snímků 3.5 a 3.6 a nastavené trajektorie dopočítal výslednou lineární a plošnou drsnost. Reliéf povrchu je však lépe pozorovatelný na snímcích 3.7 a 3.8, které byly konvertovány do pseudobarev reprezentujících výšku daného bodu povrchu. Výsledky měření jsou uvedeny tabulce 3.3.

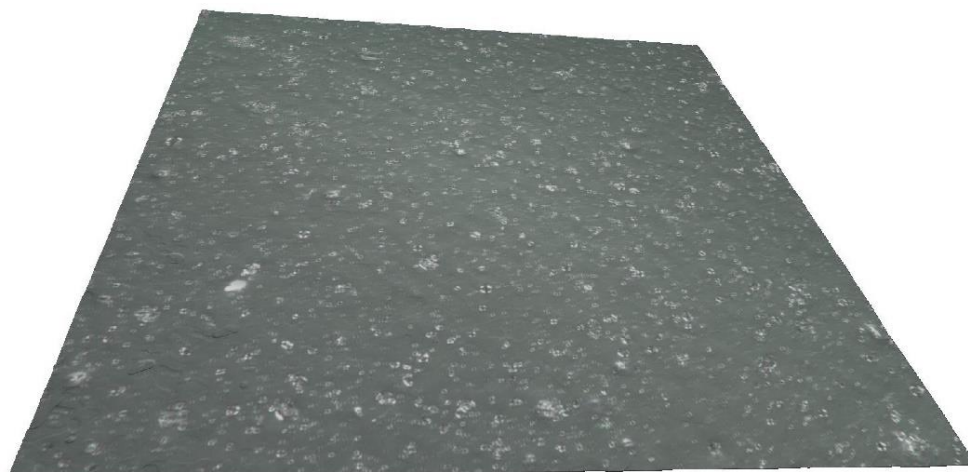
Tabulka 3.3: Hodnoty drsnosti naměřené konfokální mikroskopií.

VZOREK	ALICONA			
	Ra [nm]	Rz [nm]	Sa [nm]	Sq [nm]
34 – 3A	36	323	31,49	41,31
38 – 3A	37	286	34,18	43,42

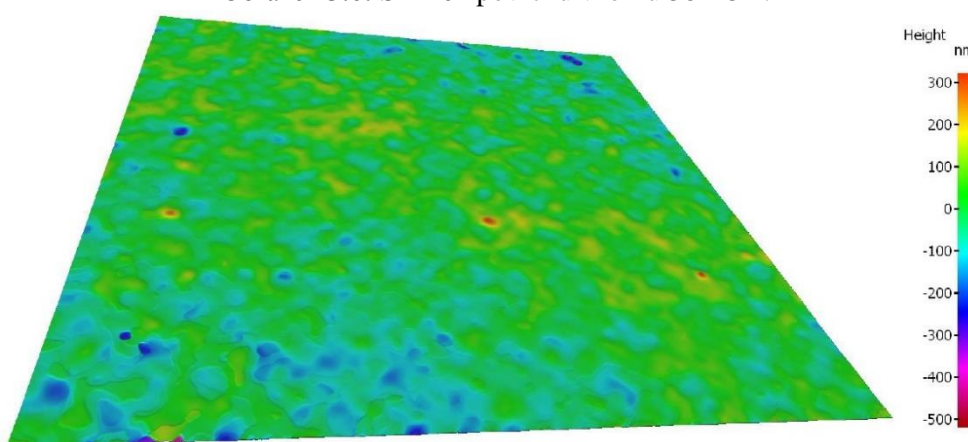
Přístroj Alicona InfiniteFocus byl schopen detekovat každý bod povrchu, pro které byly následně nalezeny jejich obrazy s nejvyšší ostroší. Z těchto bodů byly složeny 2D snímky, ze kterých byl pomocí softwaru vygenerován 3D snímek povrchu. Tato metoda měření má však i několik nevýhod. Vzhledem k tomu, že se jedná o bezdotykový optický konfokální mikroskop, bylo značným problémem skenování transparentních povrchů nebo povrchů s velice nízkou drsností ($Ra < 10 \text{ nm}$, $Sa < 15 \text{ nm}$) [41].



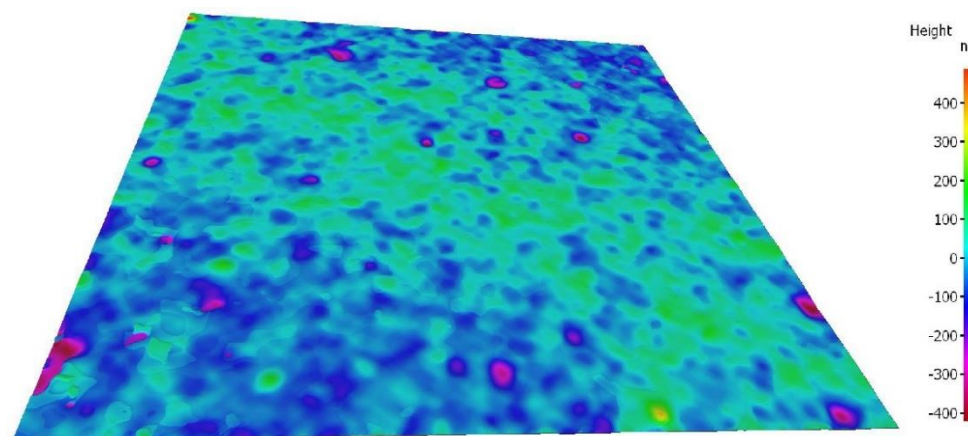
Obrázek 3.5: Snímek povrchu vzorku 34 – 3A.



Obrázek 3.6: Snímek povrchu vzorku 38 – 3A.



Obrázek 3.7: Snímek povrchu vzorku 34 – 3A v pseudobarvách.



Obrázek 3.8: Snímek povrchu vzorku 38 – 3A v pseudobarvách.

Diskuze výsledků měření drsnosti

Hlavní výhodou metody AFM byla možnost měření plošné drsnosti. Díky ní byly získány poměrně přesné výsledky, které nelze získat dotykovým drsnoměrem. Jedinou nevýhodou této metody byla poměrně malá oblast měření, ze které byla data získána. Kompensací však byla možnost provedení několika měření různých ploch pro získání přesnějších výsledných hodnot. Z hlediska plošné drsnosti bylo AFM nejspolehlivější z použitých metod, jelikož Alicona selhává v přesném měření drsnosti povrchů, které jsou transparentní nebo velice hladké [41, 42]. DLC vrstvy deponované pro účely této práce transparentní jsou, ale za velice hladké (Ra menší než 10 nm) se považovat nedají. Bylo by však možné jejich povrch modifikovat tryskáním nebo například pískováním a hodnota Ra by na tuto úroveň poklesla.

Z hlediska lineární drsnosti bylo nejspolehlivější použitou metodou měření dotykovým drsnoměrem. Přesnost měření ve srovnání s AFM byla vyšší a způsobilo ji měření na mnohonásobně delší trajektorii. Alicona i při měření lineární drsnosti zaostávala v důsledku transparentnosti povrchu. Z toho plyne, že Alicona InfiniteFocus není adekvátní přístroj pro měření drsnosti DLC vrstev.

Platit a.s. udává ve svém katalogu přibližnou hodnotu $Ra = 20\text{ nm}$ [43]. Rozdíl s výsledky našeho měření spočívá ve vlivu způsobeném podmínkami procesu, zejména čištěním. Na obrázcích 3.3 a 3.4 jsou na povrchu vidět makročástice a artefakty (nečistoty), které hodnotu lineární a plošné drsnosti zvyšují. Omezit množství makročástic a artefaktů by bylo možné například důkladnějším odplyněním komory nebo změnou podmínek povlakovacího procesu, což by následně mohlo mít negativní vliv na další vlastnosti jako například podíl sp^3 vazeb.

Hodnoty drsností získané těmito třemi různými metodami naznačují, že změna držáků nemá na tuto charakteristiku významný vliv. Je však patrné, že dochází k mírnému zvýšení drsnosti, ale hodnota tohoto nárůstu drsnosti je akceptovatelná.

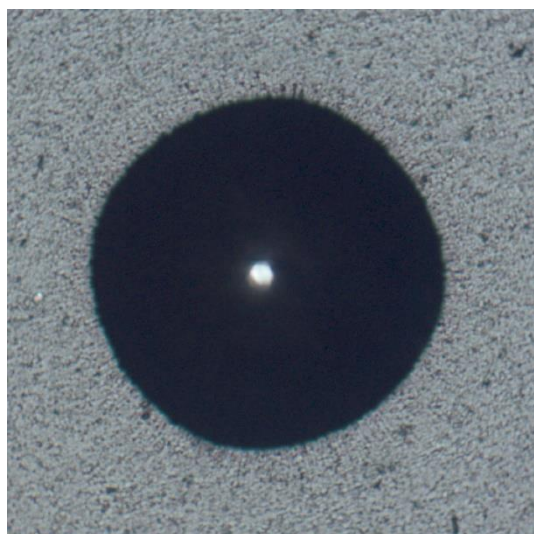
3.2 Adheze vrstev

Mercedes Test

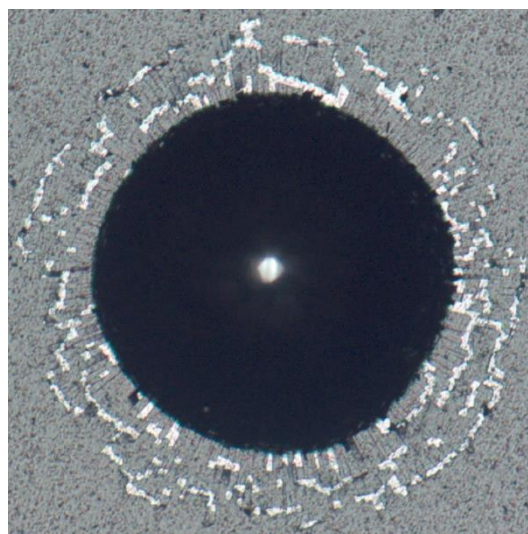
Hodnocení adheze vrstev bylo provedeno na čtyřech vzorcích z rychlořezné oceli. Způsob hodnocení byl subjektivní, jelikož se vtisky způsobené Rockwellovým indentorem sledovaly pod optickým mikroskopem a následně porovnávaly s etalony. Spolu s adhezí bylo možné pozorovat a hodnotit i kohezi vrstev. Obrázky 3.9 až 3.11 jsou snímky indentací vybraných vzorků a tabulka 3.4 reprezentuje vyhodnocení adheze a koheze.

Tabulka 3.4: Hodnocení adheze a koheze metodou Mercedes Test.

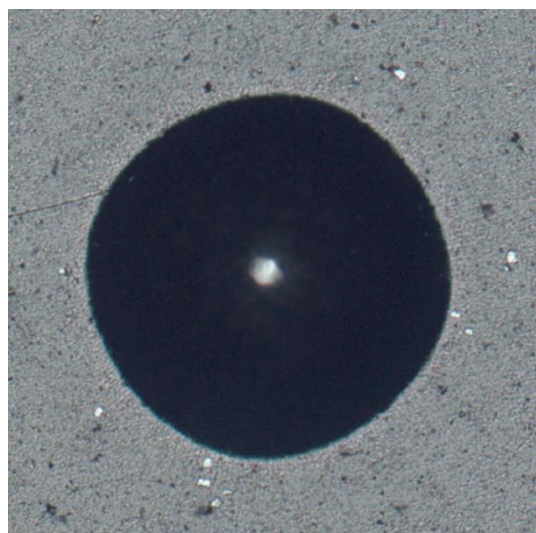
VZOREK	MERCEDES TEST
34 – 2C	A_0/K_1
34 – 3C	A_5/K_1
38 – 2C	A_1/K_0
38 – 3C	A_4/K_1



Obrázek 3.9: Snímek indentace na vzorku 34 – 2C.



Obrázek 3.11: Snímek indentace na vzorku 34 – 3C.



Obrázek 3.10: Snímek indentace na vzorku 38 – 2C.

Diskuze výsledků adheze vrstev

Na obrázku 3.9 je možné pozorovat mírné porušení koheze DLC vrstvy hodnocené stupněm K_1 . Je patrná na rozhraní vtisku a povrchu vrstvy. Jeví se jako paprsky na okraji vtisku.

Na obrázku 3.11 je naopak vidět nízká adheze mezi DLC vrstvou a substrátem. Ta je způsobena nedostatečnou přítomností adhezivní Cr mezivrstvy, a tudíž špatným navázáním DLC vrstvy na substrát. Při třech rotacích a poměrně krátkém kroku depozice chromu (10 minut) nemusí na celém povrchu substrátu vzniknout rovnoměrná a dostatečně silná vrstva, což způsobuje právě sníženou adhezi mezi DLC vrstvou a substrátem [44]. Při dvou rotacích k tomuto jevu nedochází, což potvrzují hodnoty v tabulce 3.4. Do budoucna by mělo smysl vyzkoušet optimalizovat krok depozice a prodloužit depoziční čas chromu. Znamenalo by to však zvýšení produkce tepla v komoře, zvýšení teploty substrátu, a to by mohlo mít opět za následek snížení podílu sp^3 vazeb v DLC vrstvě.

Vliv na tvorbu Cr vrstvy má také čistota substrátu a čistota samotné komory. Čistota může mít vliv i na snížení koheze ve vrstvě samotné. Nízká koheze vrstvy je vidět na obrázku 3.13, a to v okolí dvou posledních Newtonových kroužků. Čistota v komoře při procesech může být zhoršena tvorbou mikrooblouků v blízkosti stěn komory. Ty jsou způsobeny lokálním přebytkem elektrického náboje a mohou ze stěn odnímat nečistoty, které následně ulpívají na substrátu [5].

Z výsledků je patrné, že bez ohledu na použitý držák, adheze na rozhraní vrstva-substrát klesá, pouze však když porovnáme vzorky povlakované při dvou a třech rotacích. Porovnání vzorků na pozici se třemi rotacemi naznačuje, že změna držáku nemá téměř žádný vliv. To znamená, že nový držák je z hlediska adheze a koheze DLC vrstev použitelný.

3.3 Tloušťka vrstev

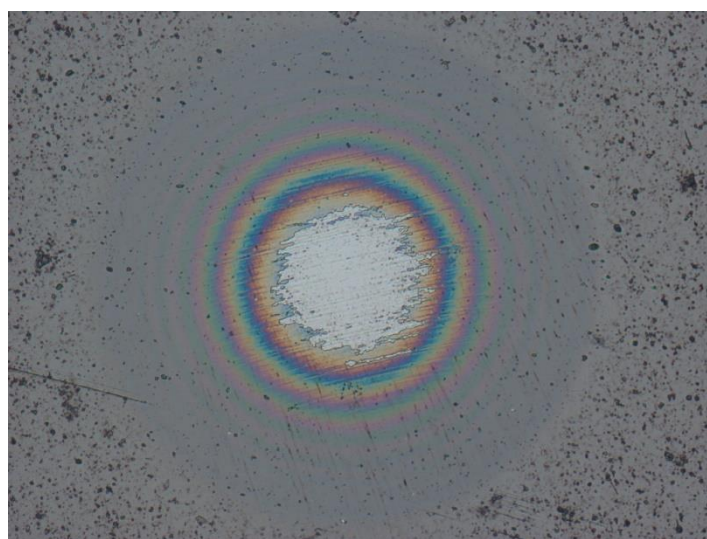
Calotest

Měření tloušťky vrstvy bylo provedeno na všech vzorcích z rychlořezné oceli a tvrdokovu. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.5. Na všech obrázcích kalot jsou vidět tzv. Newtonovy kroužky. Tento fenomén je způsobený interferencí světla viditelného spektra se stejnou vlnovou délkou a amplitudou. Dají se také považovat za důkaz toho, že DLC vrstvy jsou transparentní.

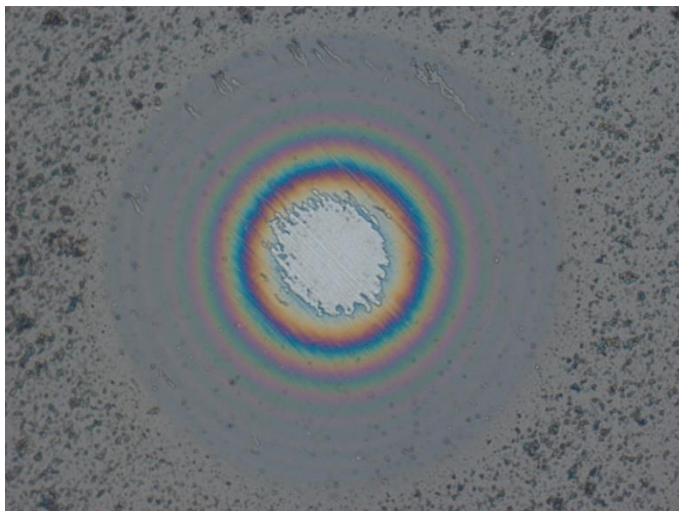
Tabulka 3.5: Hodnoty tloušťky vrstvy měřené metodou Calotest.

VZOREK	CALOTEST
	Tloušťka vrstvy [μm]
34 – 2C	0,94
34 – 3C	0,73 (utržená)
34 – 2A	0,90
34 – 3A	0,78
38 – 2C	0,92
38 – 3C	0,47 (utržená)
38 – 2A	0,90
38 – 3A	0,83

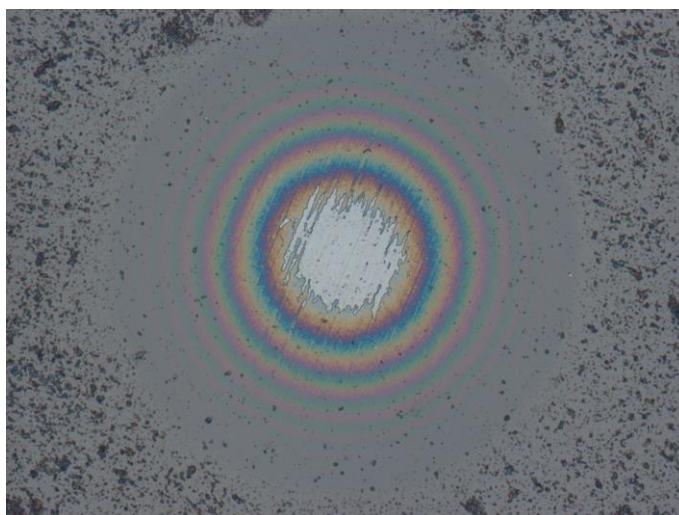
Reprezentativní snímky vybroušených kalot jsou na obrázcích 3.12 až 3.15.



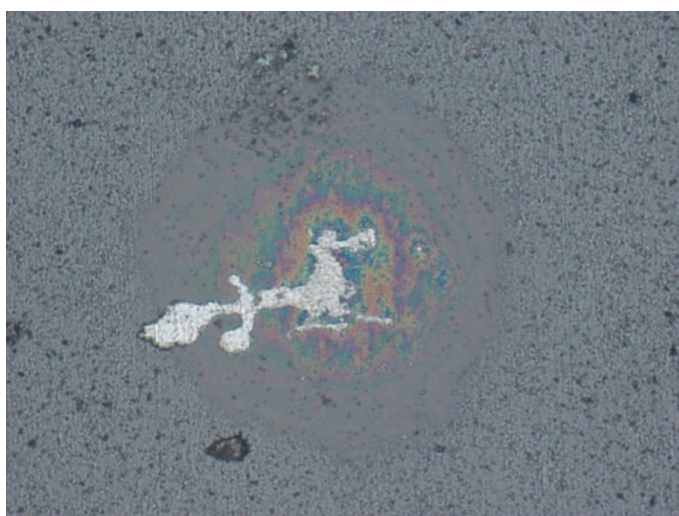
Obrázek 3.12: Snímek kaloty na vzorku 34 – 3A.



Obrázek 3.13: Snímek kaloty na vzorku 38 – 3A.



Obrázek 3.14: Snímek kaloty na vzorku 38 – 2A.



Obrázek 3.15: Snímek utržené kaloty na vzorku 38 – 3C.

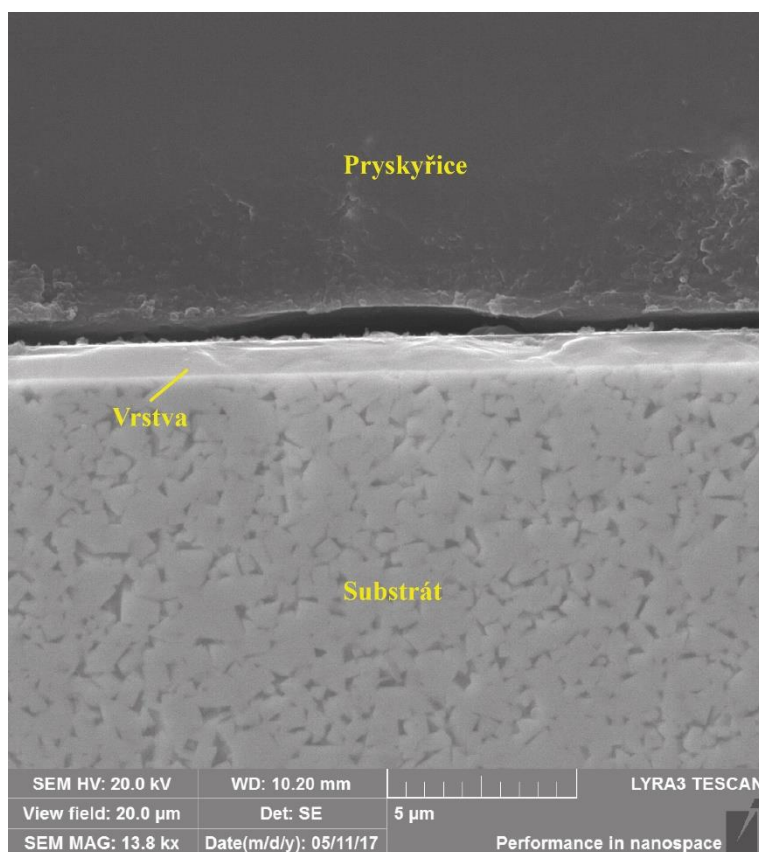
Rastrovací elektronová mikroskopie a obrazová analýza

Měření tloušťky pomocí obrazové analýzy bylo realizováno na všech čtyřech vzorcích z tvrdokovu. Výsledky měření jsou v tabulce 3.6.

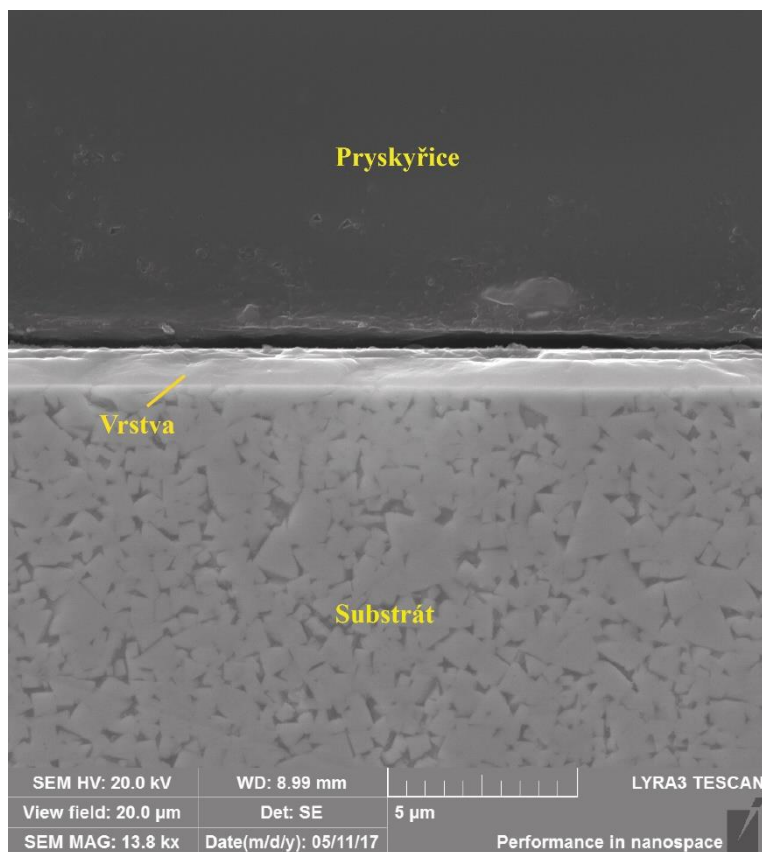
Tabulka 3.6: Hodnoty tloušťky vrstev naměřené obrazovou analýzou.

VZOREK	OBRAZOVÁ ANALÝZA
	Tloušťka vrstvy [μm]
34 – 2A	1,05
34 – 3A	0,91
38 – 2A	1,02
38 – 3A	0,94

Reprezentativní snímky vzorků povlakovaných při třech rotacích jsou na obrázcích 3.16 a 3.17.



Obrázek 3.16: Snímek vrstvy vzorku 34 – 3A.



Obrázek 3.17: Snímek vrstvy vzorku 38 – 3A.

Diskuze výsledků měření tloušťky vrstev

DLC vrstvy jsou tvrdé a zároveň křehké. Jejich křehkost a poměrně nízkou adhezi je možné pozorovat na obrázku 3.15. Jedná se o utrženou kalotu v průběhu jejího vybrušování. Křehkost v kombinaci s nízkou adhezí způsobila, že i po snížení otáček při vybrušování nelze kalota zcela zhotovit. To následně zkresluje, ztěžuje nebo dokonce znemožňuje výpočet tloušťky takové vrstvy. Vzorky z rychlořezné oceli označované písmenem C nemají předem připravený (vyleštěný) povrch, tak jako vzorky z tvrdokovu a navíc se u nich nedostatek chromu v adhezivní vrstvě projevuje ještě více než u vzorků z tvrdokovu. To má za následek nižší adhezi, a proto mají kaloty v průběhu jejich vybrušování tendenci se odtrhávat.

Při plném obsazení vakuové komory substráty dosahuje rozdíl tlouštěk povlakovaného substrátu při dvou a třech rotacích až 20 %. Při našich procesech však komora obsahovala pouze několik vzorků, což tento rozdíl snižuje. Pořád ale platí, že tloušťka vrstev substrátu povlakovaného při třech rotacích je menší než na substrátu na pozici se dvěma rotacemi.

Calotest je jedním z nejdůležitějších testů, nese totiž informace nejen o tloušťce vrstev, ale také nekvantifikované informace o adhezi a kohezi vrstvy. Informace o adhezi

je schopný podat vybroušený kulový vrchlík do substrátu. Pokud jsou jeho hranice ostré a nenarušené, jedná se o vrstvu s velmi dobrou adhezí. Na obrázcích 3.12 až 3.14 jsou vidět kaloty, které nemají hranice kulového vrchlíku tak ostré, pořád zde ale DLC vrstvy disponují dostatečnou adhezí.

Měření tloušťky touto metodou je velice rychlé, umožňuje získat informace nejen o tloušťce DLC vrstvy, ale bohužel není zcela přesné. Je to způsobeno zejména subjektivitou člověka, který ji za pomoci softwaru měří a stanovuje velikost kružnice vnitřní a vnější. Ve vnitřní kružnici by měl být vidět jen substrát a ve vnější pak celá kalota. Přesnější metodou je v tomto případě měření pomocí obrazové analýzy na snímcích z rastrovacího elektronového mikroskopu. Čas přípravy vzorků pro SEM je však mnohonásobně delší a samotná příprava vzorků náročnější.

Toto měření nám dalo informace o tom, že použitý proces je způsobilý a schopný podávat reprodukovatelné výsledky. Byla potvrzena očekávaná tloušťka vrstvy kolem $1 \mu\text{m}$ [43].

3.4 Podíl diamantu podobných vazeb

Ramanova spektroskopie

Měření podílu sp^3 vazeb v povrchové vrstvě všech čtyř vzorků z tvrdokovu byla provedena ve spolupráci s Masarykovou univerzitou v Brně. Cílem bylo zjistit procentuální podíl sp^3 vazeb v povrchové vrstvě vzorků, který má vliv na výslednou tvrdost, chemickou a elektrochemickou inertnost a šířku zakázaného pásu [45]. Výsledky měření jsou shrnuty v tabulce 3.7.

Tabulka 3.7: Hodnoty měření podílu diamantu podobných vazeb.

VZOREK	RAMANOVA SPEKTORSKOPIE
Podíl sp^3 vazeb [%]	
34 – 2A	54
34 – 3A	48
38 – 2A	61
38 – 3A	51

Vyhodnocení podílu sp^3 vazeb v povrchové vrstvě vzorku bylo provedeno podle závislosti zobrazené v grafu na obrázku 3.18. Model této závislosti vznikl empiricky, a to měřením skutečného podílu sp^3 vazeb metodami EELS a NMR [12, 35]. Model popisuje amorfizaci grafitu jako třífázový proces. V první fázi se monokrystalický grafit mění na nanokrystalický. Ten se v druhé fázi mění na amorfní uhlík (a-C), který ve třetí fázi přechází na tetraedrický amorfní uhlík (ta-C, nejvíce % sp^3).

Z poměru hodnot intenzit D a G peaků lze konstatovat, že všechny vzorky leží ve třetí fázi závislosti v grafu na obrázku 3.18. Pozice G peaku nám následně odhalila procentuální zastoupení sp^3 vazeb.

Příklad vyhodnocení vzorku 38 – 3A:

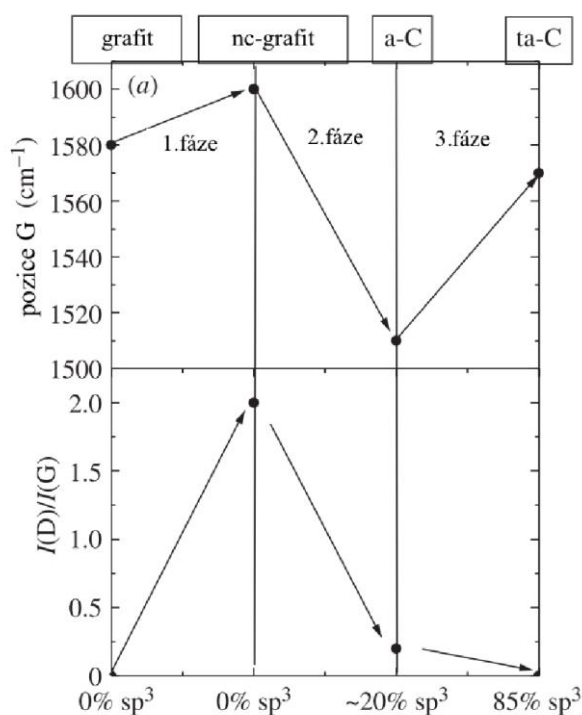
Intenzita G peaku $I(G) = 4317 [-]$

Intenzita D peaku $I(D) = 653 [-]$

Poměr intenzit $\frac{I(D)}{I(G)} = 0,151$

Pozice G peaku $1600,9 \text{ cm}^{-1}$

Z pozice G peaku bylo určeno, že povrchová vrstva vzorku obsahuje 51 % sp^3 vazeb.



Obrázek 3.18: Závislost polohy G peaku a závislost poměrů intenzit G a D peaku pro vyhodnocení podílu sp^3 vazeb. Převzato a upraveno z [14, 35].

Diskuze výsledků měření podílu sp^3 vazeb

Ramanova spektroskopie byla nejdůležitější experimentální metodou celé této práce. Poskytla nám informace o podílu sp^3 vazeb, což je charakteristika, která má největší váhu v posuzování vlivu záměny držáků. Podíl sp^3 vazeb má totiž vliv na poměrně velké množství vlastností, které byly uvedeny výše. Změna držáků měla mít za následek snížení odvodu tepla ze substrátu a tím zvýšení jeho teploty. Pokud by zvýšení teploty bylo příliš velké, nedocházelo by k tvorbě sp^3 vazeb, ale ke grafitizaci a tvorbě nežádoucích sp^2 vazeb.

Porovnání vzorku 34 – 3A a 38 – 3A však ukazuje, že ke grafitizaci nedochází a bude tedy možné používat nové držáky ve větším množství pro zvýšení efektivity a výnosnosti procesu, a to bez výraznější degradace vlastností DLC vrstev.

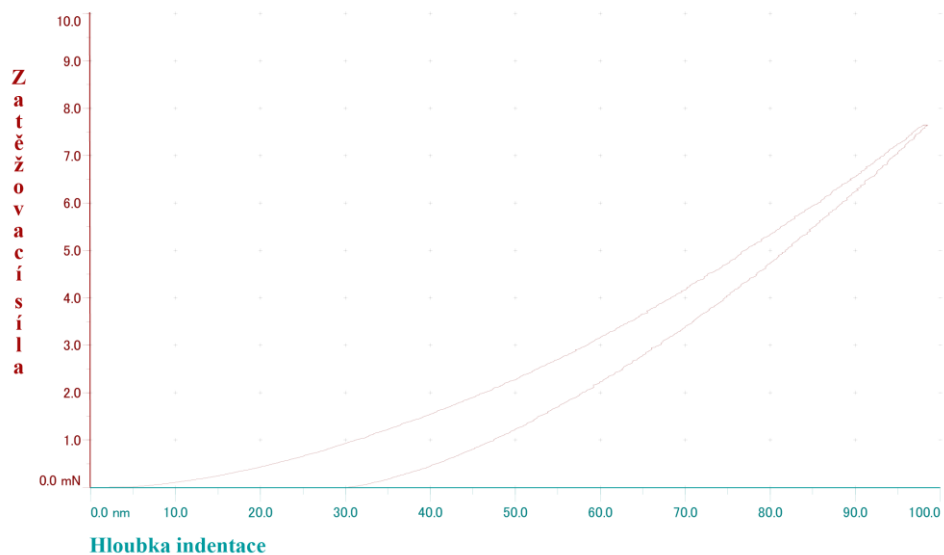
3.5 Nanotvrdost

Měření nanotvrdosti bylo provedeno na dvou vzorcích z tvrdokovu, které byly povlakovány při třech rotacích. Na každém vzorku byly provedeny dvě indentace. Výsledky reprezentuje tabulka 3.8. Cílem bylo zjistit, zda změna držáků bude mít vliv na tvrdost deponovaných vrstev.

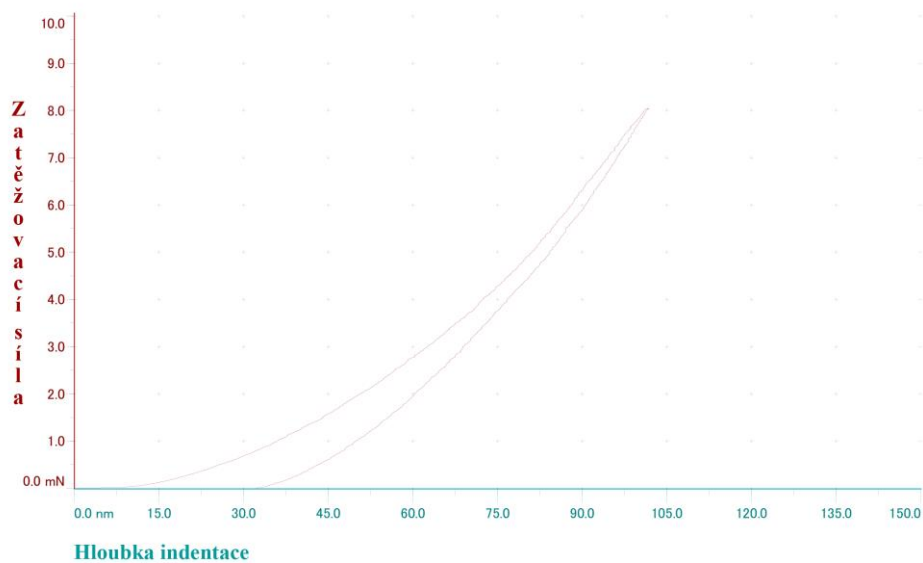
Tabulka 3.8: Hodnoty měření nanotvrdosti vrstev.

VZOREK	NANOTVRDOST		YOUNGŮV MODUL PRUŽNOSTI	
	Měření číslo 1 [GPa]	Měření číslo 2 [GPa]	Měření číslo 1 [GPa]	Měření číslo 2 [GPa]
34 – 3A	46,7	49,7	500	506
38 – 3A	49,1	44,1	584	570

Na obrázcích 3.19 a 3.20 jsou reprezentativní nanoindentační křivky zatěžování a odtěžování. Hodnota Youngova modulu pružnosti byla získána pomocí softwaru, které ji vypočetl z křivky odtěžování v každém z grafů.



Obrázek 3.19: Graf závislosti zatěžovací síly na hloubce indentace vzorku 34 – 3A. Tato závislost byla získána při druhém měření.



Obrázek 3.20: Graf závislosti zatěžovací síly na hloubce indentace vzorku 38 – 3A. Tato závislost byla získána při druhém měření.

Shrnutí výsledků měření nanotvrdosti

Výsledky nanotvrdosti korespondují s výsledky Ramanovy spektroskopie a odpovídají hodnotám, které firma Platit uvádí. Hodnota tvrdosti by se měla pohybovat kolem 50 *GPa* [43]. Tato skutečnost se potvrdila pro vzorky připravené v obou držácích. Měření nanotvrdosti je pro účely této práce spíše orientační, proto byly provedeny pouze dvě indentace a výsledky nebyly statisticky upřesňovány.

Důležité je však zmínit, že hodnoty nejen tvrdosti, ale i všech výše uvedených vlastností silně závisí na depozičních podmínkách a druhu depoziční techniky. V případě tvrdosti se výsledky různých prací mohou lišit řádově o desítky *GPa*. Jako například práce Písaříka, který s růstem podílu sp^3 získával DLC vrstvy nanosené pomocí pulzní laserové depozice s tvrdostí 0,8 – 30 *GPa* [46]. Více podobná této, je práce Tea et.al., kteří pomocí filtrovaného katodového oblouku deponovali vrstvy s tvrdostí až 52 *GPa* s redukováným Youngovým modulem pružnosti až 340 *GPa* [47]. Pro práci Meuniera a spol. byly deponovány pomocí stejné metody (FCVA) vrstvy o tloušťce 0,8 μm . Jejich tvrdost byla v rozmezí 27 – 45 *GPa* a Youngův modul pružnosti se pohyboval v rozmezí 230 – 296 *GPa*. Rozdíl ve vrstvách spočíval v použití různého předpětí substrátu [48]. Obě tyto práce prezentovaly DLC vrstvy s velice nízkou drsností, které bylo dosaženo použitím zahnutých filtrů.

4 ZÁVĚR

Cílem této práce bylo posoudit vliv použití držáků substrátu s menší tepelnou kapacitou na užité vlastnosti DLC vrstev, deponovaných PVD metodou filtrovaného katodového oblouku (FCVA).

Teoretická část byla zaměřena na charakterizaci tenkých vrstev, osvětlení principů katodového oblouku, jeho historický vývoj a popis některých fenoménů s ním spojených. Dále v teoretické části byly rozebírány DLC vrstvy, a to jak z hlediska historického, tak z hlediska vnitřního uspořádání. Další podkapitolou byly základní materiály pro řezné nástroje, na které se pro zvýšení jejich životnosti deponují zejména funkční povlaky.

Experimentální část pojednávala o přístrojích, které byly pro účely této práce použity. Obsahovala také principy, díky nimž tyto přístroje fungují a také stručné popisy samotných měření. Dále byl popsán proces depozice a jeho podmínky.

Většina experimentů, stejně jako samotná depozice povlaků, probíhala ve spolupráci s firmou Platit a.s. Pro účely této práce bylo ve dvou procesech připraveno celkem osm vzorků, které byly následně různými metodami analyzovány.

Nejvyšší výpovědní hodnotu pro posouzení vlivu změny držáků měla Ramanova spektroskopie. Podíl sp^3 vazeb je totiž jednou z nejdůležitějších charakteristik DLC vrstev a má zásadní vliv například na tvrdost, modul pružnosti či chemickou inertnost.

Z výsledků měření drsnosti povrchu, adheze, tloušťky vrstev, podílu sp^3 vazeb a tvrdosti vyplývá, že nový držák s menší tepelnou kapacitou je způsobilý pro další provoz a produkci DLC vrstev 3. generace. Drobné zvýšení drsnosti vrstev je možné redukovat změnou nastavení depozičního procesu nebo například důkladnějším čištěním komory.

5 BIBLIOGRAFIE

- [1] MATTOX, Donald. *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2010, xlvi, 746 s. : il., čb. fot. ISBN 9780815520375.
- [2] PVD (Physical Vapor Deposition). *ECLAT Coating* [online]. b.r. [cit. 2017-05-11]. Dostupné z: www.eclatcoating.com/learn/pvdcoating.php
- [3] HOLUBÁŘ, P., M. JÍLEK a M. RŮŽIČKA. Moderní PVD povlaky pro řezné aplikace a tváření. *Průmyslové Spektrum* [online]. b.r. [cit. 2017-04-26]. Dostupné z: www.mmspektrum.com
- [4] JÜTTNER, B. Cathode spots of electric arcs. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2001, **34**(17), 103. ISSN 00223727. Dostupné také z: <http://stacks.iop.org/0022-3727/34/i=17/a=202>
- [5] ANDERS, André. *Cathodic arcs: From fractal spots to energetic condensation*. 1. New York: Springer, 2008. ISBN 978-0-387-79107-4.
- [6] ANDERS, André. *Film Deposition by Energetic Condensation*. New York, NY: Springer New York, 2008, s. 1-45. DOI: 10.1007/978-0-387-79108-1_8. ISBN 9780387791081. Dostupné také z: http://dx.doi.org/10.1007/978-0-387-79108-1_8
- [7] JAKUBECZYOVA, D, P HVIZDOS a M SELECKA. Characterization of thin PVD coatings deposited on PM high speed steel. *Powder Metallurgy Progress*. Institute of Materials Research SAS, 2010, **10**(3), 146-156. ISSN 13358987.
- [8] ANDERS, S., A. ANDERS, M.R. DICKINSON, R.A. MACGILL a I.G. BROWN. S-shaped magnetic macroparticle filter for cathodic arc deposition. *IEEE Transactions on Plasma Science*. IEEE, 1997, **25**(4), 670-674. ISSN 00933813.
- [9] LUNEV, V.M., V.G. PADALKA a V.M. KHOROSHIKH. Plasma properties of metal vacuum arc II. *Sov. Phys. Tech. Phys.* 1977, (22), 858-861.
- [10] PLYUTTO, A.A., V.N. RYZHKOV a A.T. KAPIN. High speed plasma streams in vacuum arcs. *Sov. Phys.* 1965, (20), 329-338.
- [11] ANDERS, A. A Brief Modern History of Cathodic Arc Coating. *50 Years of Vacuum Coating Technology and the Growth of the Society of Vacuum Coaters*. Berkeley, 2007, , 46-53.

- [12] ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2002, **37**(4-6), 129-281. DOI: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0. ISSN 0927796x. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927796X02000050>
- [13] SILVA, S. *Properties of amorphous carbon*. 1. vyd. London: INSPEC, 2003, 367 s. ISBN 0852969619.
- [14] KROKER, M. *Vývoj průmyslové technologie přípravy diamantu podobných vrstev*. Brno, 2016. Bakalářská práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, Ústav fyzikální elektroniky. Vedoucí práce Doc. Mgr. Petr Vašina, Ph.D.
- [15] Unfiltered and filtered cathodic arc deposition. ANDERS, André. *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*,. 3rd Ed. 2009, s. 466-531. ISBN 978-0-8155-2031-3.
- [16] AISENBERG, S. a R. CHABOT. Ion-beam deposition of thin films of diamondlike carbon. *Journal of applied physics*. AIP, 1971, **42**(7), 2953-2958. ISSN 00218979.
- [17] KING, F. Datapoint thin film media. *IEEE Transactions on Magnetics*. IEEE, 1981, **17**(4), 1376-1379. ISSN 00189464.
- [18] MORIGUCHI, H., H. OHARA a M. TSUJIOKA. History and Application of Diamond-Like Carbon Manufacturing Processes. *Sei Tech Rev*. 2016, **82**, 52-58.
- [19] EERDEN, M., G.J. FRANSEN a P. EVERS. Trends in PVD Coating Technologies and Their Markets. *SVC Bulletin* [online]. 2016, , 42-46 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: http://www.svc.org/DigitalLibrary/documents/2016_Spring_ME.pdf
- [20] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM Publishing, 2008. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [21] Polykrystalický diamant. *Sandvik Coromant* [online]. b.r. [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/cutting_tool_materials/polycrystalline_diamond
- [22] Polykrystalický kubický nitrid bóru. *Sandvik Coromant* [online]. b.r. [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/cutting_tool_materials/polycrystalline_cubic_boron_nitride
- [23] BRYCHTA, Josef. *Technologie II*. 1. vyd. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2007-2008. ISBN 978-80-248-1641-8.

- [24] Řezná keramika. *Sandvik Coromant* [online]. b.r. [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/cutting_tool_materials/ceramics
- [25] Cermet. *Sandvik Coromant* [online]. b.r. [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/cutting_tool_materials/cermet
- [26] Povlakované slinuté karbidy. *Sandvik Coromant* [online]. b.r. [cit. 2017-04-30]. Dostupné z: www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/cutting_tool_materials/coated_cemented_carbide
- [27] High speed steels. *Böhler Uddeholm* [online]. b.r. [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: www.buau.com.au/high-speed-steel.php
- [28] Marwin G. *SHM* [online]. b.r. [cit. 2017-04-30]. Dostupné z: www.shm-cz.cz/pvd-povlaky-a-sluzby/pvd-povlaky/marwin-g/
- [29] π 211. *Platit* [online]. b.r. [cit. 2017-05-12]. Dostupné z: www.platit.com/coating-equipment/p211
- [30] Nanosurf NaniteAFM. *Nanosurf* [online]. b.r. [cit. 2017-04-26]. Dostupné z: <https://www.nanosurf.com/en/products/naniteafm-afm-for-large-samples>
- [31] InfiniteFocus. *Alicona* [online]. b.r. [cit. 2017-05-15]. Dostupné z: www.alicon.com/products/infinitefocus
- [32] YE, R., X. JIANG, L. BLUNT, C. CUI a Q. YU. The application of 3D-motif analysis to characterize diamond grinding wheel topography. *Measurement* [online]. Elsevier Ltd, 2016, **77**, 73-79 [cit. 2017-04-27]. DOI: 10.1016/j.measurement.2015.09.005. ISSN 02632241. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263224115004698>
- [33] RUDOLF, M. *Depozice a analýza tenkých vrstev DLC* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2009 [cit. 2017-04-27]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/2229>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Tomáš Šíkola.
- [34] FERRARI, A. a J. ROBERTSON. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Physical Review B*. American Physical Society, 2000, **61**(20), 14095-14107. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.61.14095>

- [35] FERRARI, AC a J ROBERTSON. Resonant Raman spectroscopy of disordered, amorphous, and diamondlike carbon. *Physical Review B*. APS, 2001, **64**(7), 075414.
- [36] GOLDSTEIN, J., D.E. NEWBURY, P. ECHLIN, D.C. JOY, A.D. ROMIG JR, C.E. LYMAN, C. FIORI a E. LIFSHIN. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists, and geologists: a text for biologists, materials scientists, and geologists*. Springer Science & Business Media, 2012. ISBN 1461304911.
- [37] HAGAROVÁ, M. Experimental methods of assessment of PVD coatings properties. *Journal of Metals, Materials and Minerals*. 2017, **17**(2). ISSN 08576149.
- [38] CHUNG, J.W., C.S. LEE, D.H. KO, J.H. HAN, K.Y. EUN a K.R. LEE. Biaxial elastic modulus of very thin diamond-like carbon (DLC) films. *Diamond and Related Materials*. 2001, **10**(11), 2069-2074. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(01\)00481-2](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(01)00481-2). ISSN 09259635. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925963501004812>
- [39] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, **7**(06), 1564-1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564. ISSN 0884-2914. Dostupné také z: http://www.journals.cambridge.org/abstract_S0884291400017039
- [40] KLUSOŇ, J. a M. JÍLEK. PLATIT A.S. *DLC3: ta-C Coatings Prepared by Filtered Cathodic Arc*. 2016.
- [41] Alicona G5 focus variation measuring instrument. *University of Nottingham* [online]. b.r. [cit. 2017-05-22]. Dostupné z: www.nottingham.ac.uk/research/groups/advanced-manufacturing-technology-research-group/research-teams/manufacturing-metrology-team/instrumentdetail/aliconag5.aspx
- [42] KAPŁONEK, W., K. NADOLNY a G.M. KRÓLCZYK. The Use of Focus-Variation Microscopy for the Assessment of Active Surfaces of a New Generation of Coated Abrasive Tools. *Measurement Science Review*. 2016, **16**(2), 42-53. ISSN 13358871.
- [43] *Platit AG Compendium 2016* [online]. 57th ed. 2016 [cit. 2017-05-24].

- [44] CHEN, C. a F.C.N. HONG. Interfacial studies for improving the adhesion of diamond-like carbon films on steel. *Applied Surface Science*. 2005, **243**(1–4), 296-303. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.09.085>. ISSN 01694332. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016943320401431X>
- [45] SOSNOVÁ, M. Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování. *Plzeň: Západočeská univerzita*. 2006.
- [46] PÍSAŘÍK, P. *Dopace diamantu podobného uhlíku pro použití v medicíně*. Kladno, 2016. Disertace. Vedoucí práce Prof. Ing. Miroslav Jelínek, DrSc.
- [47] TEO, E.H.T., D.H.C. CHUA a B.K. TAY. Mechanical properties of alternating high-low sp³ content thick non-hydrogenated diamond-like amorphous carbon films. *Diamond and Related Materials* [online]. 2007, **16**(10), 1882-1886 [cit. 2017-05-26]. DOI: 10.1016/j.diamond.2007.08.035. ISSN 09259635. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925963507003676>
- [48] MEUNIER, C., P. ALERS, L. MAROT, J. STAUFFER, N. RANDALL a S. MIKHAILOV. Friction properties of ta-C and a-C: H coatings under high vacuum. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2005, **200**(5-6), 1976-1981 [cit. 2017-05-25]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.013. ISSN 02578972. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897205008200>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

<i>Symbol/Zkratka</i>	<i>Jednotka</i>	<i>Popis</i>
<i>AFM</i>	[–]	Mikroskopie atomárních sil
<i>ASTM</i>	[–]	Americká společnost pro zkoušení a materiály, norma
<i>BSE</i>	[–]	Zpětně odražené elektrony
<i>CerMet</i>	[–]	Slinutý materiál z keramiky a kovu
<i>ČSN</i>	[–]	Česká státní norma
<i>DLC</i>	[–]	Diamantu podobný uhlík
<i>EELS</i>	[–]	Metoda elektronové spektroskopie (Electron energy loss spectroscopy)
<i>FCVA</i>	[–]	V této práci používaná depoziční technika (Filtered Cathodic Vacuum Arc)
<i>HRC</i>	[HRC]	Tvrдость dle Rockwella
<i>HV</i>	[GPa, HV]	Tvrдость dle Vickerse
<i>IBAD</i>	[–]	Depozice za asistence iontového paprsku
<i>KNB</i>	[–]	Kubický nitrid boru
<i>LARC</i>	[–]	Boční rotační katody
<i>NMR</i>	[–]	Spektroskopie nukleární magnetické rezonance
<i>PVD</i>	[–]	Fyzikální depozice par
<i>Ra</i>	[nm]	Střední aritmetická úchylka drsnosti, lineární drsnost
<i>Rz</i>	[nm]	Střední vzdálenost mezi pěti nejvyššími a pěti nejnižšími body profilu
<i>Sa</i>	[nm]	Aritmetický průměr výšek povrchu
<i>SEM</i>	[–]	Skenovací elektronová mikroskopie
<i>SK</i>	[–]	Slinutý karbid
<i>Sq</i>	[nm]	Střední kvadratická výška povrchu

<i>SVC</i>	[–]	Society of Vacuum Coaters, americká společnost zabývající se povlakováním
<i>UV</i>	[nm]	Ultra fialové spektrum

SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK

Seznam obrázků

- Obrázek 1.1: Přehled metod PVD procesů. a) vakuové napařování, b) napařování v prostředí plazmatu, c) magnetronové napařování v prostředí plazmatu, d) napařování ve vakuu v kombinaci s iontovým dělem, e) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s napařováním, f) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s napařováním, g) iontové plátování v plazmatu v kombinaci s obloukovým napařováním, h) vakuové napařování v kombinaci s iontovým dělem (IBAD). Převzato a upraveno z [1, 2]. . 10
- Obrázek 1.2: Fotografie grafitové katody instalované ve dveřích povlakovací komory. 13
- Obrázek 1.3: Schéma konfigurace S-filtru. Převzato a upraveno z [8]. 15
- Obrázek 1.4: Důsledek působení mikrooblouku na tepelné jímce (světlé mapy na tepelné jímce). 15
- Obrázek 1.5: Hybridizované orbitály valenčních elektronů pro konfigurace sp₁, sp₂ a sp₃. Převzato z [12]. 18
- Obrázek 1.6: Ternární fázový diagram vazeb DLC vrstev. Převzato a upraveno z [12, 14]. 19
- Obrázek 1.7: Břítová destička s diamantovým osazením. Převzato z [21]. 21
- Obrázek 1.8: Břítové destičky osazené KNB. Převzato z [22]. 22
- Obrázek 1.9: Destičky z řezné keramiky. Převzato z [24]. 23
- Obrázek 1.10: Příklady břítových destiček z cermetu. Převzato z [25]. 23
- Obrázek 1.11: Různé tvary břítových destiček ze slinutého karbidu. Převzato z [26]. .. 24
- Obrázek 1.12: HSS s povlakem MARWIN G (gradientní AlTiN) od firmy SHM. Převzato z [28]. 25
- Obrázek 2.1: Povlakovací jednotka Platit π 211. Převzato z [29]. 26
- Obrázek 2.2: Fotografie filtru makročastic ve dveřích povlakovací komory. 26
- Obrázek 2.3: Fotografie porovnávaných držáků. Vlevo je původní s vyšším objemem a tepelnou kapacitou. Vpravo je nový s nižší tepelnou kapacitou. Oba jsou vyrobeny ze stejného materiálu. 27

Obrázek 2.4: Fotografie přístroje NanoSurf NaniteAFM s nádstavbou IsoStage Controller.	28
Obrázek 2.5: Detail přístroje NanoSurf NaniteAFM.	28
Obrázek 2.6: Přístroj Alicona InfiniteFocus. Převzato z [31].	29
Obrázek 2.7: Fotografie zařízení pro Mercedes test.	30
Obrázek 2.8: Fotografie přístroje Calotest CT50.	31
Obrázek 2.9: Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. Převzato a upraveno z [36].	33
Obrázek 3.1: Schémata pohybu bodu při různých rotacích. V červeně označené oblasti dochází k povlakování. a) 1 rotace b) 2 rotace c) 3 rotace Převzato z [40].	35
Obrázek 3.2: Fotografie tepelné jímky.....	35
Obrázek 3.3: Topografický snímek povrchu vzorku 34 – 3A.....	36
Obrázek 3.4: Topografický snímek povrchu vzorku 38 – 3A.....	37
Obrázek 3.5: Snímek povrchu vzorku 34 – 3A.....	38
Obrázek 3.6: Snímek povrchu vzorku 38 – 3A.....	39
Obrázek 3.7: Snímek povrchu vzorku 34 – 3A v pseudobarvách.....	39
Obrázek 3.8: Snímek povrchu vzorku 38 – 3A v pseudobarvách.....	39
Obrázek 3.9: Snímek indentace na vzorku 34 – 2C.....	41
Obrázek 3.10: Snímek indentace na vzorku 38 – 2C.....	41
Obrázek 3.11: Snímek indentace na vzorku 34 – 3C.....	41
Obrázek 3.12: Snímek kaloty na vzorku 34 – 3A.....	43
Obrázek 3.13: Snímek kaloty na vzorku 38 – 3A.....	44
Obrázek 3.14: Snímek kaloty na vzorku 38 – 2A.....	44
Obrázek 3.15: Snímek utržené kaloty na vzorku 38 – 3C.....	44
Obrázek 3.16: Snímek vrstvy vzorku 34 – 3A.....	45
Obrázek 3.17: Snímek vrstvy vzorku 38 – 3A.....	46
Obrázek 3.18: Závislost polohy G peaku a závislost poměrů intenzit G a D peaku pro vyhodnocení podílu sp ³ vazeb. Převzato a upraveno z [14, 35].	48
Obrázek 3.19: Graf závislosti zatěžovací síly na hloubce indentace vzorku 34 – 3A. Tato závislost byla získána při druhém měření.	50

Obrázek 3.20: Graf závislosti zatěžovací síly na hloubce indentace vzorku 38 – 3A. Tato závislost byla získána při druhém měření. 50

Seznam tabulek

Tabulka 1.1: Základní parametry alotropií uhlíku a DLC vrstev. Převzato a upraveno z [12].	18
Tabulka 3.1: Hodnoty drsnosti naměřené pomocí mikroskopie atomárních sil.	36
Tabulka 3.2: Hodnoty drsnosti naměřené dotykovým drsnoměrem.	37
Tabulka 3.3: Hodnoty drsnosti naměřené konfokální mikroskopií.	38
Tabulka 3.4: Hodnocení adheze a koheze metodou Mercedes Test.	41
Tabulka 3.5: Hodnoty tloušťky vrstvy měřené metodou Calotest.	43
Tabulka 3.6: Hodnoty tloušťky vrstev naměřené obrazovou analýzou.	45
Tabulka 3.7: Hodnoty měření podílu diamantu podobných vazeb.	47
Tabulka 3.8: Hodnoty měření nanotvrdosti vrstev.	49