



Vliv přidání Cr do tříkomponentního povlaku AlTiN na užité vlastnosti a porovnání s vícevrstevným povlakem CrN/AlTiN

Bakalářská práce

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Strojní inženýrství

Autor práce: David Hain
Vedoucí práce: Ing. Totka Bakalova, Ph.D.
Katedra materiálu

Konzultanti práce: Ing. Anna Kavánová
Katedra materiálu
Ing. Lukáš Voleský, Ph.D.
Katedra materiálu





Influence of Cr addition to the three-component AlTiN coating on utility properties and comparison with CrN/AlTiN multilayer coating

Bachelors thesis

Study programme:	B2301 Mechanical engineering
Study subject:	Mechanical engineering
Author:	David Hain
Supervisor:	Ing. Totka Bakalova, Ph.D. Katedra materiálu
Consultant:	Ing. Anna Kavánová Katedra materiálu Ing. Lukáš Voleský, Ph.D. Katedra materiálu



Zadání bakalářské práce

Vliv přidání Cr do tříkomponentního povlaku AlTiN na užité vlastnosti a porovnání s vícevrstevným povlakem CrN/AlTiN

Jméno a příjmení: **David Hain**
Osobní číslo: **S16000059**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Strojní inženýrství**
Zadávací katedra: **Katedra materiálů**
Akademický rok: **2019/2020**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování odborné rešerše na téma: využití a aplikace tenkých vrstev nanosených metodou Arc-PVD pro průmyslové aplikace; charakterizace povrchů (smáčivost, drsnost, nanotvrdość, adheze); další možnosti tvorby vrstev pro využití v průmyslových aplikacích.
2. Návrh uspořádání laboratorního experimentu (volba vhodných metod hodnocení vlastností tenkých vrstev, výběr vhodných metodik měření a hodnocení, volba vhodných tenkých vrstev).
3. Provedení experimentu, hodnocení mechanických a tribologických parametrů (hodnocení povrchu materiálu pomocí AFM, SEM a konfokálního mikroskopu).
4. Posouzení vhodnosti vrstev pro tribologické aplikace, hodnocení změn povrchové struktury (opotrebení materiálu apod.)
5. Zhodnocení dosažených výsledků a zpracování závěrů.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy:
Forma zpracování práce:
Jazyk práce:

dle potřeby
25 – 40 stran
tištěná/elektronická
Čeština



Seznam odborné literatury:

- [1] SEDLÁČEK, Vladimír. *Povrchy a povlaky kovů*. 1. vyd. Praha: České vysoké učení technické, 1992.
- [2] DAĐOUREK, Karel. *Vybrané technologie povrchových úprav*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2007, 117 s. ISBN 978-80-7372-168-8.
- [3] KRAUS, Václav. *Povrchy a jejich úpravy*, Západočeská univerzita, Fakulta strojní, Plzeň, 2000, 216 s., ISBN 80-7082-668-1.
- [4] LEDRAPPIER, F.; HOUZE, L.; HEAU, C.; GERSTENBERGER, J. Tenké povlaky pro snížení ztrát třením: *Tribologie povlaků typu DLC*, Metal 2008, Hradec nad Moravicí.
- [5] PETKOV, N., T. BAKALOVA, T. CHOLAKOVA, H. BAHCHEDZHIEV, P. LOUDA, P. RYŠÁNEK, M. KORMUNDA, P. ČAPKOVÁ, P. KEJZLAR, Study of surface morphology, structure, mechanical and tribological properties of an AlSiN coating obtained by the Cathodic Arc Deposition method, *Superlattices and Microstructures*, 109 (2017) p. 402-413.
- [6] PETKOV, N., E. KASHKAROV, A. OBROSOV, T. BAKALOVA et al., Influence of Bias Voltage and CH₄/N₂ Gas Ratio on the Structure and Mechanical Properties of TiCN Coatings Deposited by Cathodic Arc Deposition Method, *Journal of materials engineering and performance*, Vol. 28, Issue: 1, p. 343-354.

Vedoucí práce:

Ing. Totka Bakalova, Ph.D.
Katedra materiálu

Konzultanti práce:

Ing. Anna Kavánová
Katedra materiálu
Ing. Lukáš Voleský, Ph.D.
Katedra materiálu

Datum zadání práce:

1. listopadu 2019

Předpokládaný termín odevzdání:

30. května 2021


prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan




prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 1. listopadu 2019

Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má bakalářská práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

8. ledna 2021

David Hain

Poděkování

V první řadě bych rád poděkoval Ing. Totce Bakalové Ph.D. za vedení, pomoc, radu a trpělivost při tvorbě této práce. Dále bych také chtěl poděkovat pracovníkům katedry materiálů za pomoc s provedením a vyhodnocením experimentů. Bez Vaší pomoci by se tato práce neobešla. Děkuji.

Anotace

Tato práce se zabývá popisem a zkoumáním vlastností systémů substrát tenká vrstva. Teoretická část práce obsahuje stručný přehled problematikou tvorby tenkých vrstev a metodikou měření jejich mechanických a chemických vlastností. Experimentální část, se zabývá zkoumáním konkrétních keramických povlaků (Al,Ti)N, (Ti,Al)N, (Cr,Al,Ti)N a (Cr)N/(Al,Ti)N deponovaných metodou Arc-PVD na substráty z rychlořezné oceli ČSN 19 830. Výstupem hodnocení povlaků je charakterizace: drsnosti, tvrdosti, adheze k základnímu materiálu, tribologických vlastností a opotřebení jednotlivých povlaků.

Klíčová slova

Tenká vrstva, Arc-PVD, substrát, drsnost, tvrdost, adheze, tribologické vlastnosti, opotřebení

Annotation

This work deals with the description and investigation of the properties of thin film substrate systems. The theoretical part of the work contains a brief overview of the issue of creating thin films and the methodology of measuring their mechanical and chemical properties. The experimental part deals with the investigation of ceramic coatings (Al,Ti)N, (Ti,Al)N, (Cr,Al,Ti)N and (Cr)N/(Al,Ti)N deposited by Arc-PVD on substrates from high-speed steel ČSN 19 830. The output of the measurements is a statement of: roughness, hardness, adhesion to the base material, tribological properties and wear of individual coatings.

Key words

Thin layer, Arc-PVD, substrate, roughness, hardness, adhesion, tribological properties, wear

Obsah

1. Úvod	11
2. Charakteristika tenkých vrstev	12
2. 1. Rozdělení tenkých vrstev	12
2. 1. 1. Homogenní – heterogenní	12
2. 1. 2. Jednovrstvé – vícevrstvé	12
2. 2. Podle účelu použití	13
2. 3. Vybrané druhy tenkých vrstev	13
2. 3. 1. Nitrid titanu	13
2. 3. 2. Nitrid zirkonu	13
2. 3. 3. Karbid wolframu	14
2. 3. 4. Nitrid titanu a hliníku	14
3. Předdepoziční procesy	15
3. 1. Metody čištění povrchu substrátu	15
3. 1. 1. Mechanické čištění	15
3. 1. 2. Chemické čištění	16
3. 1. 3. Iontové čištění	16
3. 1. 4. Stripping	16
4. Metody přípravy tenkých vrstev	17
4. 1. Chemická depozice z par – CVD	17
4. 1. 1. Varianty metody CVD	18
4. 1. 1. 1. Teplem aktivované CVD (TA CVD)	18
4. 1. 1. 2. Plazmou vylepšené CVD (PE CVD)	18
4. 1. 1. 3. Foto stimulované CVD (PS CVD)	19
4. 2. Fyzikální depozice z par – PVD	19
4. 2. 1. Napařování (Thermal/vacuum evaporation)	20
4. 2. 1. 1. Katodické odpařování (Arc-PVD)	21
4. 2. 1. 2. Odpařování svazkem elektronů (EB PVD)	22
4. 2. 1. 3. Levitační odpařování (ELM PVD)	23
4. 2. 2. Naprašování (Sputtering)	23
4. 2. 3. Iontové plátování (Ion Plating)	24
5. Metodiky hodnocení užitečných vlastností povrchu	25
5. 1. Měření nanotvrdosti	25
5. 1. 1. Vickersova zkouška	25
5. 1. 2. Knoopova zkouška	26
5. 1. 3. Berkovichova zkouška	26
5. 2. Měření adheze	27
5. 2. 1. Vrypová zkouška (scratch test)	27
5. 3. Měření drsnosti povrchu	28
5. 3. 1. Výškové parametry	28
5. 3. 2. Konfokální mikroskop	30
5. 3. 3. Skenovací Elektronový mikroskop – SEM	31
5. 3. 3. 1. Spektroskopie	31

5. 3. 4. Mikroskop atomárních sil (AFM).....	32
5. 4. Tribologické vlastnosti	33
5. 4. 1. Metoda Ball-on-Disc (Pin-on-Disc).....	33
5. 5. Měření tloušťky povlaků	35
5. 5. 1. Metoda Kalotest	35
6. Experimentální část.....	36
6. 1. Popis přípravy substrátů a tenkých vrstev	36
6. 2. Hodnocení drsnost povrchu tenkých vrstev.....	37
6. 3. Hodnocení drsnosti povrchu pomocí AFM	39
6. 4. Hodnocení chemického složení tenkých vrstev.....	40
6. 5. Měření tloušťky tenkých vrstev	41
6. 6. Hodnocení nanotvrdosti tenkých vrstev	42
6. 7. Hodnocení tribologických vlastností vrstev	43
6. 7. 1. Hodnocení velikosti opotřebení	44
6. 8. Hodnocení adheze tenkých vrstev	45
7. Diskuze	46
7. 1. Porovnání drsnosti tenkých vrstev.....	46
7. 1. 1. Porovnání měření drsnosti konfokálního a AFM mikroskopu	49
7. 2. Porovnání nanotvrdosti tenkých vrstev	50
7. 2. 1. Porovnání hodnot s měřením ostatních výzkumníků.....	50
7. 3. Porovnání tribologických vlastností tenkých vrstev.....	51
7. 3. 1. Porovnání třecích koeficientů tenkých vrstev	51
7. 3. 2. Porovnání koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků.....	54
7. 3. 3. Opotřebení třecí dvojice.....	55
7. 4. Porovnání adheze tenkých vrstev	59
8. Závěr	61
Zdroje	63
Seznam obrázků	65
Seznam Grafů	66
Seznam Tabulek	66
Přílohy	67

Seznam Zkratek

Tab. 1 – seznam zkratek

Zkratka	Originál	Překlad
AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i>	Mikroskop atomárních sil
AP CVD	<i>Atmosferic preassure CVD</i>	CVD za atmosférického tlaku
BSE	<i>Back scatered electrons</i>	Zpětně odražené elektrony
CVD	<i>Chemical vapour deposition</i>	Chemická depozice z par
EDS	<i>Energy-dispersive X-ray Spectroscopy</i>	Energetická disperzivní spektroskopie
HSS	<i>High speed steel</i>	Rychlořezná ocel
HV CVD	<i>High vakuum CVD</i>	CVD za vysokého vakua
LP CVD	<i>Low preassure CVD</i>	Nízkotlaké CVD
PE CVD	<i>Plasma enhanced CVD</i>	Plazmou vylepšené CVD
PS CVD	<i>Photo stimulated CVD</i>	Foto stimulované CVD
PVD	<i>Physical vapour deposition</i>	Fyzikální depozice z par
SE	<i>Secondary electrons</i>	Sekundární elektrony
SEM	<i>Scaning elektorn microscopy</i>	Skenovací elektronová mikroskopie
TA CVD	<i>Termaly activated CVD</i>	Teplem aktivované CVD
WDS	<i>Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy</i>	Vlnově disperzní spektroskopie

1. Úvod

Kvalita povrchu spolu s mechanickými, chemickými a fyzikálními vlastnostmi jsou faktory, které určují užité vlastnosti materiálu. Úkolem konstruktérů je zvolit kombinaci materiálu a povrchové úpravy tak aby byla zajištěna správná funkce a životnost navrhovaných součástí. S vývojem nových technologií však vzrůstají provozní nároky, kterým běžně využívané materiály nemusejí vyhovět. V takových případech je možné opatřit povrch součástí povlakem tvořeným tenkou vrstvou.

Při tloušťce pohybující se v řádu jednotek mikrometrů je název tenkých vrstev více než doslovný. Takto mikroskopická tloušťka dodává vrstvám vlastnosti, které jsou nedosažitelné materiály v masivní formě. Povrchy opatřené tenkými vrstvami pak mohou vykazovat přímé zlepšení základních vlastností v porovnání s nepovlakovaným materiálem. Aplikace vrstev rovněž umožňuje nabít vlastností, které základní materiál postrádá jako např. chemickou odolnost nebo elektrickou nevodivost. Vhodnou kombinací základního materiálu a vrstvy po případě vrstev vznikají systémy, které jsou schopny vyhovět různým aplikacím.

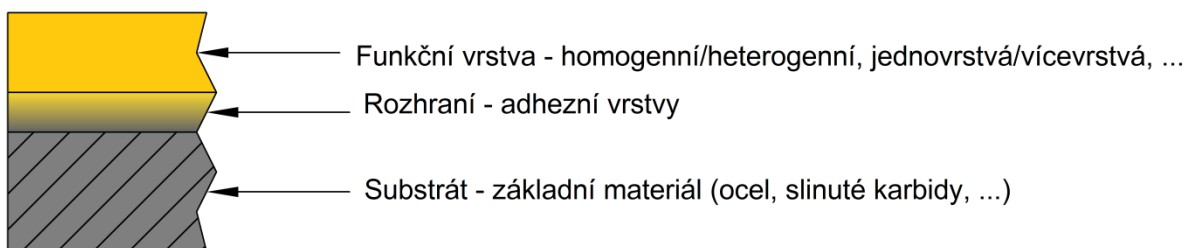
Díky těmto vlastnostem našly tenké vrstvy uplatnění v různých odvětvích: obrábění, tváření, elektrotechniky, optiky, medicíny a dalších. Jako konkrétní případy využití lze uvést povlaky pro zvýšení životnosti, ořezuvzdornosti nebo snížení třecích vlastností řezných a tvářecích nástrojů, nevodivé povlaky pro ochranu součástí vystavených extrémnímu žáru, nebo chemicky netečné povlaky pro ochranu endoprotéz.

Tato práce je zaměřena na keramické vrstvy, nanoseny vakuovou metodou Arc-PVD, určené k třískovému obrábění. První část práce je věnována přehledu tenkých vrstev. Teorie tenkých vrstev je nesmírně rozsáhlý obor, proto se jedná pouze o stručný popis: procesů předcházejících vytvoření vrstev, základních metod tvorby vrstev a metod hodnocení jejich vlastností. Druhá část práce se věnuje hodnocení vlastností připravených vzorků tenkých vrstev. Každý vzorek je podroben sérii měření pro získání informací o drsnosti, chemickém složení, tvrdosti, třecích vlastností a velikosti opotřebení.

Cílem práce je seznámit se s obecnou problematikou tenkých vrstev a provést měření a porovnání vlastností vrstev s přidáním chromem (Cr,Al,Ti)N a (Cr)N/(Al,Ti)N s vrstvami (Al,Ti)N, (Ti,Al)N.

2. Charakteristika tenkých vrstev

Pojmem tenká vrstva se označuje souvislý povlak o tloušťce pohybující se v rozmezí od stovek nanometrů po jednotky mikrometrů (cca 5 μm), který je nanesen na povrchu základního materiálu neboli substrátu (Obr. 1). Díky své tloušťce mají tenké vrstvy mechanické, fyzikální a chemické vlastnosti odlišné v porovnání se stejným materiálem v masivní formě. Tyto vlastnosti mohou být: zvýšená tvrdost, zvýšená odolnost proti otěru, nižší koeficient tření, specifická úprava elektrické vodivosti a další. Materiál substrátu také ovlivňuje konečné vlastnosti vytvořené vrstvy, hovoříme tedy o systémech substrát tenká vrstva. [1]



Obr. 1 – Systém substrát tenká vrstva [8] (upraveno)

2. 1. Rozdělení tenkých vrstev

Rozdělení tenkých vrstev je provedeno do skupin, které charakterizují základní vlastnosti vrstev, jako jsou homogenita, počet jednotlivých povlaků tvořících vrstvu nebo slouží pro vymezení oblasti použití dané vrstvy.

2. 1. 1. Homogenní – heterogenní

Rozdělení vrstev podle charakteru jejich jednolitosti [1]

- Homogenní – vrstva tvořená látkou jednoho typu s minimální proměnlivostí,
- Heterogenní – vrstva tvořená dvěma či více látkami různého složení i vlastností.
Pokud se složení mění spojitě nazývá se taková vrstva gradientní.

2. 1. 2. Jednovrstvé – vícevrstvé

Rozdělení podle počtu vrstev tvořících výslednou tenkou vrstvu. [1]

- Jednovrstvé – tenká vrstva je tvořena pouze jedinou funkční vrstvou
- Vícevrstvé (multivrstvy) - tenká vrstva je tvořena dvěma nebo více funkčními vrstvami, které mohou být vytvořeny pomocí jedné metody nebo kombinací různých metod a materiálů.

2. 2. Podle účelu použití

- Vrstvy s vysokou korozní odolností
- vrstvy s vysokou odolností proti opotřebení
- vrstvy s vysokou odrazivostí nebo pohltivostí světla
- vrstvy s definovanými elektrickými vlastnostmi
- vrstvy s definovanými magnetickými vlastnostmi [1]

2. 3. Vybrané druhy tenkých vrstev

Stručný přehled průmyslově používaných materiálů pro výrobu tenkých vrstev.

2. 3. 1. Nitrid titanu

Tab. 2 – Základní vlastnosti (Ti)N

Základní vlastnosti materiálu	
Označení	(Ti)N
Mikrotvrdost	~2300 HV
Součinitel tření s ocelí	0,6
Max. pracovní teplota	500°C
Barva	zlatá



Obr. 2 – Nástroje (Ti)N (<https://ruko.de/en>)

(Ti)N (Obr. 2) je nejběžněji používaný materiál pro tvorbu tenkých vrstev. Povlaky se pro své mechanické vlastnosti nejčastěji používají jako ochrana řezných nástrojů pro obrábění železných materiálů. [2, 3]

2. 3. 2. Nitrid zirkonu

Tab. 3 – Základní vlastnosti (Zr)N

Základní vlastnosti materiálu	
Značka	(Zr)N
Mikrotvrdost	~2800 HV
Součinitel tření s ocelí	0,5
Max. pracovní teplota	600°C
Barva	Stříbro zlatá



Obr. 3 – Nástroje (Zr)N (<https://norgau.com/en/>)

Povlaky (Zr)N (Obr. 3) se využívají jako ochrana nástrojů pro obrábění hliníku a jiných neželezných kovů, kde díky nízkému koeficientu tření a chemické stálosti napomáhají předcházet studenému navařování obráběného materiálu na břit nástroje. Další běžné použití povlaků je v oblasti lisování a hlubokého tažení jako ochrana forem. Materiál je dále biokompatibilní což umožňuje medicínské použití jako povlak endoprotéz. [2, 3]

2. 3. 3. Karbid wolframu

Tab. 4 – Základní vlastnosti WC/C

Základní vlastnosti materiálu	
Označení	WC/C
Mikrotvrдость	~1000 – 2200 HV
Součinitel tření s ocelí	0,2 – 0,25
Max. pracovní teplota	400°C
Barva	Tmavě šedá



Obr. 4 – Nástroje (Al,Ti)N+(WC/C)
(<https://www.msdirect.com/>)

Tyto povlaky (Obr. 4) se vyznačují velmi nízkým koeficientem tření. Díky tomu mají hlavní uplatnění jako ochrana: pojezdů, povrchů lisovacích a vstřikovacích forem a obecně součástí, na kterých dochází k vzájemnému otěru. Povlaky se dále využívají v kombinaci s jinými materiály, jako ochrana řezných nástrojů, kde nízký koeficient tření snižuje potřebné množství procesních kapalin nebo přímo umožňuje obrábět nasucho. [2, 3]

2. 3. 4. Nitrid titanu a hliníku

Tab. 5 – Základní vlastnosti (Ti,Al)N

Základní vlastnosti materiálu	
Označení	(Ti,Al)N
Mikrotvrдость	~3300 HV
Součinitel tření s ocelí	0,7
Max. pracovní teplota	900°C
Barva	fialová



Obr. 5 – Nástroje (Ti,Al)N (<https://ruko.de/en>)

Oblast použití povlaků (Ti,Al)N (Obr. 5) je stejná jako pro (Ti)N tj. obrábění železných materiálů. Vyšší tvrdost v porovnání s (Ti)N umožňuje obrábění i tvrzených materiálů (54 HRC). Díky chemické stabilitě odolávají povlaky relativně vysokým provozním teplotám což umožňuje snížení množství potřebné procesní kapaliny a dosažení vyšších řezných rychlostí. [3]

3. Předdepoziční procesy

Povrch každého substrátu je pokryt nečistotami, popřípadě nedokonalostmi, které se na něm vytvořily obráběním, manipulací nebo samovolně ve formě oxidů. Takové znečištění je třeba z povrchu odstranit tak aby byla zajištěna dobrá adheze deponovaného povlaku. Metody použité pro takovou očistu se souhrnně označují jako předdepoziční procesy a podle charakteru jejich provedení je možné je rozdělit na:

- Mechanické – odstranění povrchových defektů a otřepů broušením
- Chemické – odstranění mastnoty, prachu, oxidace a zbytků abraziv chemickou lázní
- Iontové (fyzikální) – bombard povrchu nabitými částicemi (ionty) plynu které, při dopadu odrážejí „odprašují“ zbytky nečistot

Pokud již byl povrch substrátu opatřen tenkou vrstvou, která je nyní opotřebovaná, je možné ji odstranit a substrát recyklovat. Metoda odstranění opotřebované vrstvy se nazývá Stripping a jedná se o rozleptání povlaku chemickou nebo elektrochemickou lázní. Po odstranění povlaku podstoupí substrát prve zmíněný postup předdepoziční přípravy. [4]

3. 1. Metody čištění povrchu substrátu

Podle způsobu, jakým je dosažena očista, a finální úprava povrchu substrátu před depozicí jsou metody rozděleny do několika skupin. Volba metody nebo kombinace metod záleží na charakteru úprav, které musí substrát podstoupit.

3. 1. 1. Mechanické čištění

Při výrobě obráběcích nástrojů, zejména těch ze slinutých karbidů, se na jejich řezných hranách tvoří různé defekty a otřepy, ty je třeba před depozicí z nástrojů odstranit tak aby nedocházelo k odštipování a vůbec předčasnému poškození tenké vrstvy. Hrany nástrojů se proto upravují:

- omíláním gumovými peletami s abrazivní pastou,
- otryskáváním abrazivním médiem pomocí proudu tlakového vzduchu,
- kartáčováním kovovými nebo polymerními kartáči s naneseným abrazivem.

Využitím těchto metod dochází k odstranění otřepu, a k „otupení“ řezných hran za účelem vytvoření ideálního povrchu pro depozici. [4]

3. 1. 2. Chemické čištění

Jedná se o proces, při kterém, jsou substráty ponořeny v chemické lázni za účelem odstranění povrchových nečistot, jako jsou např. mastnota, prach, zbytky brusiv z předchozích procesů. Jako rozpouštědla se používají alkoholy, mastné kyseliny nebo aromatické uhlovodíky. Jejich výběr závisí na charakteru znečištění a chemické odolnosti substrátu. Pro zvýšení intenzity a efektivnosti procesu se používají ultrazvukové čističky. Aby bylo dosaženo adekvátní čistoty povrchu, je možné použít sérii lázní různých rozpouštědel. Po dokončení chemické očisty je třeba substráty opláchnout a osušit. [4]

3. 1. 3. Iontové čištění

Principem této metody je přivedení záporného předpětí na substrát uvnitř vakuové komory a zahájení bombardu jeho povrchu kladně nabitými ionty plynu. Plyn se přivádí do vakuové komory, kde k jeho ionizaci dochází kontaktem s nízkoteplotní plazmou, která se generuje uvnitř komory. Nabité atomy plynu jsou směřovány k povrchu substrátu a při dopadu odrážejí „odprašují“ zbylé nečistoty.

V závislosti na kinetické energii dopadajících atomů a tvrdosti substrátu, může při čištění docházet k odstraňování samotných atomů tvořících substrát. V takovém případě může dojít ke změně chemického složení materiálu. Změna složení může vést ke ztrátě žádoucích vlastností povrchu a k předčasnému selhání depozitované vrstvy. Po dokončení iontového čištění následuje bezprostřední depozice povlaku. [4, 5]

3. 1. 4. Stripping

Stripping je proces, který se používá pro odstranění již existující a opotřebované tenké vrstvy. Odstranění povlaku může probíhat chemicky nebo elektrochemicky. Při chemickém odstranění se nástroj ponoří do lázně tvořené rozpouštědlem, které rozleptá tenkou vrstvu s co možná nejmenším ovlivněním substrátu. Elektrochemická cesta využívá metody anodického rozpouštění, kdy je nástroj zapojen jako anoda a spolu s katodou je ponořen do elektrolytu na bázi hydroxidů. Po přivedení elektrického proudu se začne povlak nástroje rozpouštět, dokud nedojde k jeho úplnému odstranění. Délku rozpouštění je možné určit pomocí Faradayova zákona pro elektrolýzu.

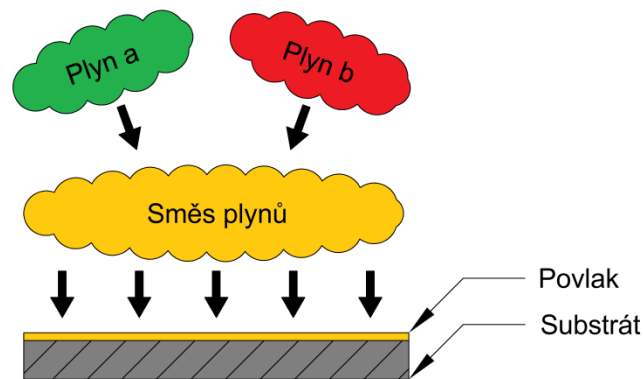
Odpovlakování nástrojů z rychlořezných ocelí je technologicky dobře zvládnutý proces. Naproti tomu je odstraňování povlaků ze slinutých karbidů složitější proces. Důvodem je riziko napadání kobaltových vazeb použitými rozpouštědly. [4, 6]

4. Metody přípravy tenkých vrstev

Pro přípravu tenkých vrstev se používají dvě základní metody – CVD a PVD. Metody jsou charakteristické depozičním mechanismem a umožňují vytvářet povlaky vhodné pro různé aplikace. Volba metody závisí na použitém substrátu a požadovaných vlastnostech.

4. 1. Chemická depozece z par – CVD

Chemická depozece z par je jednou ze základních metod přípravy tenkých vrstev. Principem metody (Obr. 6) je vylučování povlaku chemickou reakcí z plynných prekurzorů poblíž povrchu substrátu. K iniciování chemické reakce se využívá termální energie, světelného záření nebo nízkoteplotní plazmy. [7]



Obr. 6 – Princip CVD [8] (upraveno)

CVD typicky probíhá za vysokých teplot ($950\div 1050^{\circ}\text{C}$), ty umožňují vytvářet povlaky s dobrou adhezí a odolností proti otěru, zároveň však omezují množství povlakovatelných materiálů z důvodu tepelné degradace. Další nevýhodou vysokých depozičních teplot je vznik vnitřního pnutí z důvodu rozdílných teplot roztažnosti materiálu vrstvy a substrátu.

Podle způsobu provedení je možné CVD rozdělit na několik variant, princip depozece zůstává však pro všechny stejný. Reaktanty jsou přivedeny do reakční komory dopravním systémem, současně dochází k ohřevu substrátů uvnitř komory a iniciaci reakce. V průběhu depozece je část reaktantů z komory odčerpávána tak aby byl zajištěn jejich rovnoměrný proud. Odčerpané plyny je posléze třeba ekologicky odbourat. [7, 8, 9]

▪ Shrnutí:

- | | |
|---|--------------------------------------|
| + rovnoměrné pokrytí i spojitých ploch | - relativně vysoké depoziční teploty |
| + vysoká adheze mezi vrstvou a substrátem | - vznik vnitřního pnutí v povlaku |
| + kvalitní povrch vytvořeného povlaku | - produkce toxických zplodin |

4. 1. 1. Varianty metody CVD

Dělení metody CVD podle způsobu, jakým mechanismem dochází k aktivaci chemické reakce ve směsi plynů a zahájení depozice povlaku na povrchu substrátu.

4. 1. 1. 1. Teplem aktivované CVD (TA CVD)

Konvenční metoda CVD, využívá termální energie k iniciaci chemické reakce plynných prekurzorů. Jako tepelný zdroj se využívá radiofrekvenční, infračervené nebo odporové zahřívání substrátu.

TA CVD může probíhat za různých hodnot tlaku:

- Atmosférický tlak: cca 101 000 Pa (AP CVD)
- Nízký tlak: 10 - 1 330 Pa (LP CVD)
- Vysoké vakuum: < 0,1 Pa (HV CVD)

AP CVD je technicky jednodušší proces který nevyžaduje použití vakua. Při povlakování za atmosférického tlaku je však nezbytné použití nosného plynu pro zajištění rovnoměrného proudění a při chemické reakci mohou vznikat nežádoucí sloučeniny, které znehodnocují výsledný povlak. Použitím nízkotlakých procesů LP CVD a HV CVD se tyto nedostatky odbourávají za cenu vyšší technické náročnosti. [7, 9]

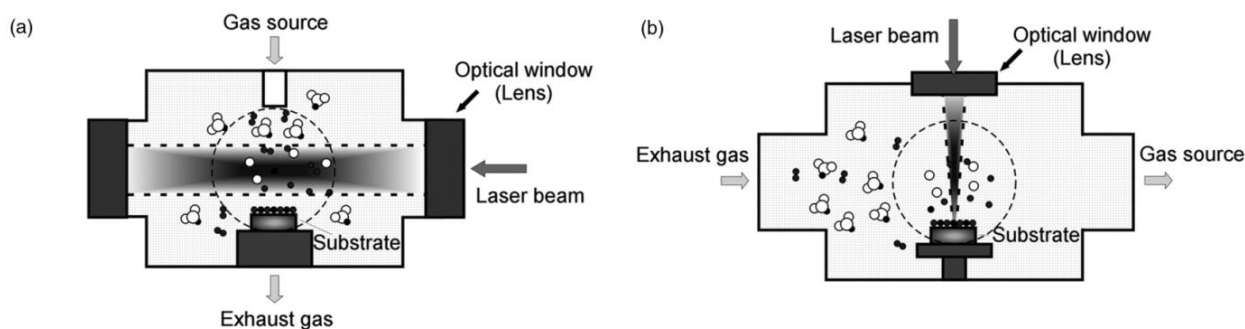
4. 1. 1. 2. Plazmou vylepšené CVD (PE CVD)

Metoda byla vyvinuta s cílem snížení požadovaných teplot pro iniciaci chemické reakce depozice tenkých vrstev. Pro snížení teploty využívá metoda nízkoteplotní plazmy, která se generuje uvnitř reakční komory, při kontaktu plazmy s plynnými reaktanty dochází k jejich rozkladu a ionizaci. Díky této „aktivaci“ reakčních plynů dochází k zahájení depozice povlaku za nižší teploty v porovnání s konvenčními metodami CVD (480÷600 °C). Tato metoda vyžaduje použití vakua. [7, 9]

4. 1. 1. 3. Foto stimulované CVD (PS CVD)

Tato metoda využívá světelného záření pro iniciaci chemické reakce. Jako zdroj záření může sloužit: oblouková lampa nebo různé druhy laserů. Podle průběhu reakce lze metodu dělit na:

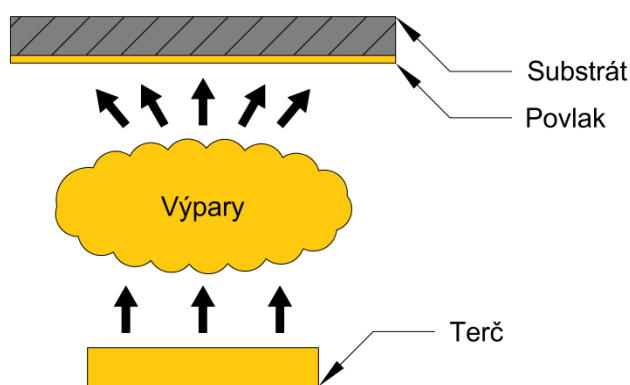
- **Fotochemická** (Obr. 7 a): Působením světelného záření dochází k rozkladu reakčních plynů a depozice povlaku probíhá bez ohřevu substrátu. [7, 9]
- **Fototermální** (Obr. 7 b): světelný zdroj zahřívá pouze vymezenou oblast substrátu. Tím pomáhá předcházet tepelnému poškození zbytku materiálu a umožňuje povlakovat přesně vymezenou plochu (tištěné spoje, nanostruktury). [7, 9]



Obr. 7 – Foto stimulované CVD a) Fotochemická b) Fototermální [7] (upraveno)

4. 2. Fyzikální depozice z par – PVD

Fyzikální depozice z par je další metodou běžně využívanou pro vytváření tenkých vrstev. Principem metody (Obr. 8) je vytváření povlaku z plynných výpar pevného nebo kapalného materiálu, využitím fyzikálních procesů napařování nebo naprašování.



Obr. 8 – Princip PVD [8] (upraveno)

Výpary se generují uvnitř vakuové komory a jsou tvořeny uvolněnými částicemi materiálu, který se nazývá terč (target). Jako terč může být použit takřka jakýkoliv materiál. Složení terče může být identické s vytvářeným povlakem nebo částečné kdy povlak vzniká kombinací ze dvou a více terčů nebo chemickou reakcí s přiváděným reakčním plynem (např. N_2).

Protože se výpary šíří z jednoho místa vzniká nerovnoměrná depozice a pro vytvoření rovnoměrného povlaku je nutné substráty otáčet.

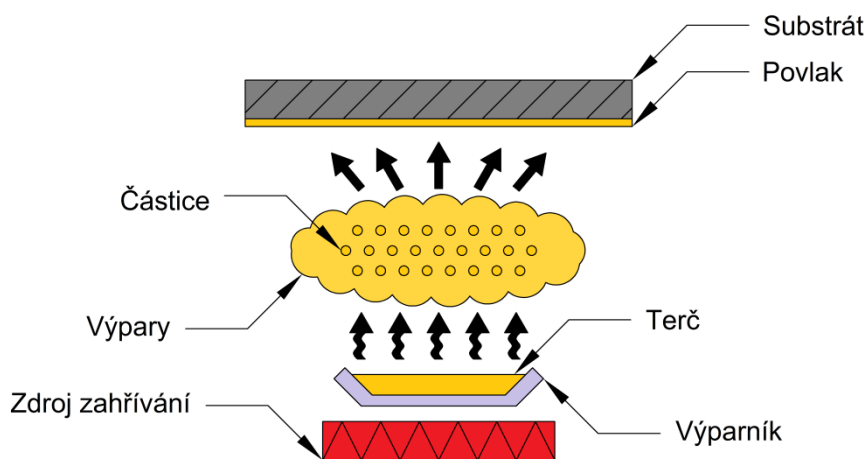
PVD typicky probíhá za relativně nízkých teplot v porovnání s CVD ($150\div 500\text{ }^{\circ}\text{C}$). Tyto teploty umožňují vytvářet povlaky s nízkým vnitřním pnutím i na tepelně citlivých materiálech. Nevýhodou jsou typicky nižší hodnoty adheze depozitovaných povlaků v porovnání s CVD. [8, 10, 11]

▪ **Shrnutí:**

- | | |
|--|----------------------------------|
| + relativně nízké depoziční teploty | - nižší hodnota adheze než CVD |
| + omezení vzniku vnitřního pnutí povlaku | - nerovnoměrné pokrytí substrátu |
| + ekologicky čistý proces | - nutnost použití vakua |
| + nižší energetická náročnost než CVD | |

4. 2. 1. Napařování (Thermal/vacuum evaporation)

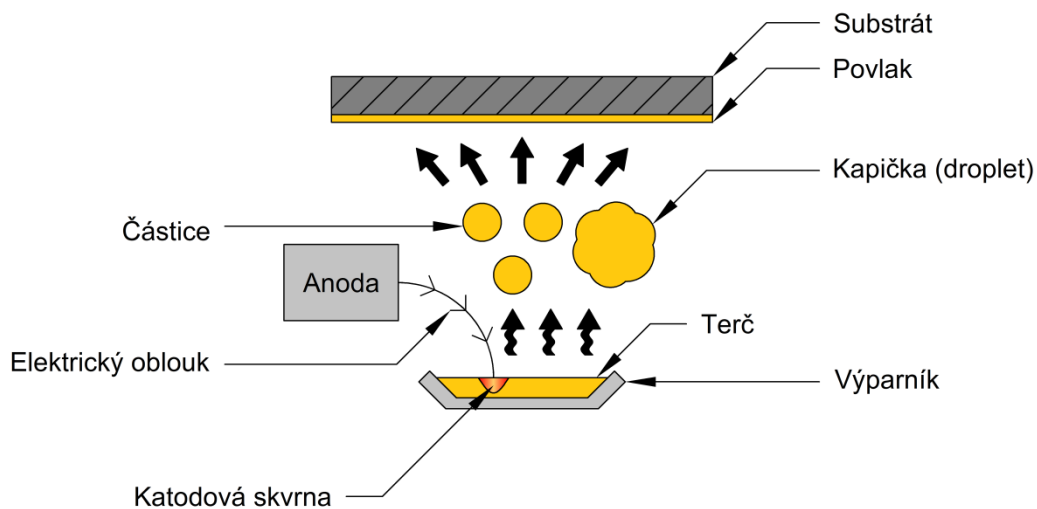
Při napařování (Obr. 9) jsou výpary získávány zahříváním kapalného nebo pevného terče, umístěného ve výparníku, až na teplotu odpařování, vzniklé výpary jsou pak nesený k povrchu substrátu, kde kondenzují a vytvářejí tak povlak. Jako zdroj tepla se využívá odporového ohřevu, proudu elektronů, pulsního laseru, elektrického oblouku nebo vysokofrekvenční indukce. Napařování typický probíhá za vysokého vakua ($0,0013\text{--}1,3\times 10^{-9}\text{ Pa}$). [10, 11]



Obr. 9 – Princip napařování [10] (upraveno)

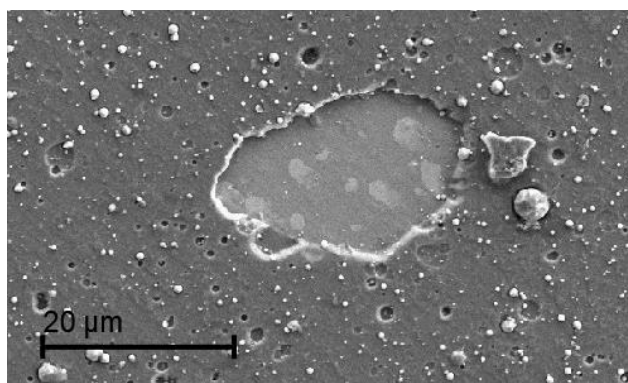
4. 2. 1. 1. Katodické odpařování (Arc-PVD)

Metoda Arc-PVD (Obr. 10) využívá elektrického oblouku pro odpařování materiálu terče a generaci výpar, které kondenzují na povrchu substrátu a tvoří tak povlak.



Obr. 10 – Schéma katodového napařování [14] (upraveno)

Přivedením vysokého proudu a nízkého napětí je mezi anodou a terčem, který je zapojen jako katoda, zažehnut elektrický oblouk. Oblouk dopadá na povrch terče a v místě dopadu vzniká katodová skvrna, která je zdrojem výpar. Katodová skvrna má rozlohu několika čtverečních mikrometrů a v průběhu odpařování se chaoticky pohybuje po povrchu terče. Odpařováním z katodové skvrny vznikají kromě výpar i kapičky (droplets). Kapičky jsou makročástice (1–10 μm), které se usazují na povrchu substrátu a zvyšují drsnost vznikajícího povlaku. Odtržení kapiček např. při obrábění může způsobit poškození vrstvy (Obr. 11) a snižovat tak její životnost. [10, 11]



Obr. 11 – Odtržení vrstvy (Cr,Al,Ti)N a úplné odhalení substrátu

Pro předcházení vzniku a usazování kapiček na povrchu povlaku bylo vyvinuto několik metod, tyto metody jsou:

- Řízení pohybu katodové skvrny – *steered arc*

Poloha katodové skvrny na povrchu terče je řízena elektromagneticky. Řízením se zkracuje doba, po kterou skvrna setrvává na jednom místě tím se předchází přehřívání terče a omezuje se vznik kapiček. [10]

- Filtrováním kapiček – *filtered arc*

Filtrování výpar použitím elektromagnetu ve tvaru zahnuté spirály, který umožňuje odklonit dráhu ionizovaných částic tak aby dopadaly na povrch substrátu, zatímco kapičky jsou neovlivněny a proletují mimo substrát. [12]

- Rovnoměrně distribuovaný oblouk – *distributed arc*

Zahřátím terče nad kritickou teplotu (cca 1200 °C) dopadá elektrický oblouk rovnoměrně na povrch celého terče. Při odpařování takto stabilizovaným obloukem nedochází ke vzniku kapiček. [14]

Aplikací těchto metod pro omezení nebo zamezení vzniku kapiček vznikají kvalitní povlaky, které mají díky vysokému stupni ionizace odpařených částic (>50 %) dobrou adhezi k povrchu substrátu. [12]

4. 2. 1. 2. Odpařování svazkem elektronů (EB PVD)

Metoda využívá svazku elektronů k odpařování materiálu terče. Elektrony emitované wolframovou katodou jsou urychlovány vysokým napětím (5–10 kV) a pomocí soustavy permanentních a elektromagnetů jsou fokusovány do úzkého paprsku dopadajícího na povrch terče. Při dopadu se kinetická energie elektronů mění na termální a materiál terče se taví a odpařuje. Aby nedocházelo k chemické reakci mezi materiálem terče, a výparníku je výparník chlazen vodou. Vzniklé výpary kondenzují na povrchu substrátu a tvoří tak povlak.

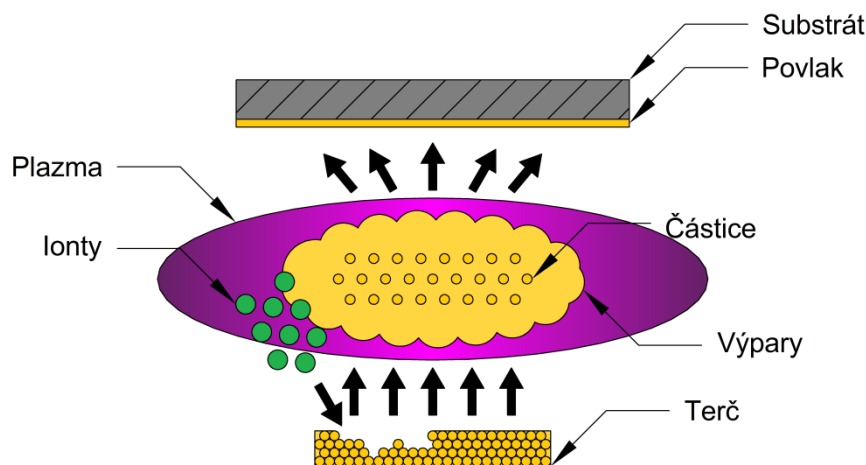
EB PVD umožňuje odpařovat elektricky nevodivé materiály, toho se využívá například pro tvorbu tepelně nevodivých bariér. [8, 10]

4. 2. 1. 3. Levitační odpařování (ELM PVD)

Proces využívá jevu elektromagnetické levitace pro bezkontaktní odpařování materiálu terče. Terč je tvořen malým množstvím látky (1–100 mg) a je umístěn do homogenního magnetického pole, které je generováno vodou chlazenými cívkami. Při levitaci dochází k indukčnímu ohřevu až na teplotu odpařování. Vzniklé výpary pak kondenzují na povrchu substrátu a tvoří povlak. Výhodou tohoto procesu je odpařování bez znečištění cizími materiály. Nevýhodou je možnost použití pouze materiálů s dostatečnou elektrickou vodivostí. [15]

4. 2. 2. Naprašování (Sputtering)

Při naprašování (Obr. 12) je terč bombardován ionty ušlechtilého plynu, ionizovaného pomocí nízkoteplotní plazmy. Ionty při dopadu odrážejí „odprašují“ částice z povrchu terče a tvoří tak výpary, které se usazují na povrchu substrátu a vytvářejí tak povlak.



Obr. 12 – Princip odprašování [8] (upraveno)

Terč je zapojen jako katoda, na kterou je přivedeno vysoké napětí. V kombinaci s nízkým tlakem (cca 10 Pa) tak mezi terčem a substrátem vzniká nízkoteplotní plazma (doutnavý výboj). Atomy ušlechtilého plynu, nejčastěji argonu (Ar), se po přivedení do reakční komory při kontaktu s plazmou ionizují (Ar^+) a jsou urychleny proti záporně nabitému povrchu terče. Energie dopadu způsobuje odražení „odprašení“ atomů nebo molekul z povrchu terče. Odprašené částice pak tvoří výpary, které jsou nesený k povrchu substrátu, kde se usazují a vytvářejí tak povlak. [10, 11,]

4. 2. 3. Iontové plátování (Ion Plating)

Metoda využívá jeden z výše zmíněných principů generování výpar (svazek elektronů, odporový ohřev, odprášení...), které se usazují na povrchu substrátu a vytvářejí povlak stejně jakou u zmíněných metod. Rozdílem je to, že v průběhu depozice je povrch substrátu nepřetržitě nebo periodicky bombardován ionty ušlechtilého plynu. Bombardem dochází k částečnému odprášení vznikajícího povlaku, tím dochází k odstranění volných částic a současně se zvyšuje hustota vznikajícího povlaku. [10, 11]

5. Metodiky hodnocení užitečných vlastností povrchu

Soubor metod, které slouží k měření hodnot charakteristických vlastností tenkých vrstev. Výčet těchto hodnot pak udává jakost zkoumané vrstvy, možnosti a limity jejího uplatnění.

5. 1. Měření nanotvrdosti

Tvrdost tenkých vrstev se vzhledem k jejich tloušťce měří a vyjadřuje pomocí nanotvrdosti. V principu se jedná o stejnou metodu vnikání indentoru do měřeného povrchu jako u zkoušek objemového materiálu. Rozdílná je velikost zatěžující síly, která se pohybuje v řádu milinewtonů (mN). Při takovém zatížení vzniká vpich o hloubce pohybující se v řádu desetin mikrometrů. Takto mikroskopický vpich nepronikne skrz tloušťku měřeného povlaku a umožňuje tak měření jeho tvrdosti bez zkreslení výsledných hodnot od substrátu.

Velikost vytvořeného vpichu neumožňuje jeho optické přeměření jako u běžného postupu. Tvrdost povlaku je určena závislostí velikosti zatěžující síly na hloubce vpichu, která se zaznamenává v průběhu celého testu.

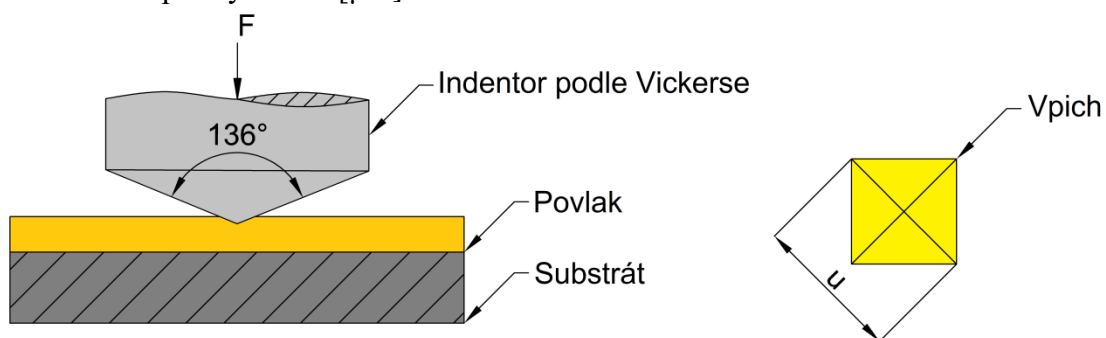
Z důvodu běžně vysoké tvrdosti tenkých vrstev jsou indenty vyrobeny z diamantu tak aby dokázaly proniknout povlakem. Indenty mají tvar jehlanů a podle jejich geometrie se metody měření rozdělují na Vickersovu, Knoopovu a Berkovichovu. [16]

5. 1. 1. Vickersova zkouška

Indentorem je čtyřboký jehlan (Obr. 13) s vrcholovým úhlem stěn 136° . Úhel je volen pro minimalizování vlivu tření na výsledek zkoušky. Tvrdost je určena pomocí matematického vztahu (1) do kterého, se dosazuje velikost zatěžující síly a délka úhlopříčky vtisku vytvořeného indentorem. [17]

$$H_V = 0,189 \cdot \frac{F}{u^2} \quad (1)$$

F – zatěžující síla [N]
u – délka úhlopříčky vtisku [μm]



Obr. 13 – Schéma zkoušky podle Vickerse [17] (upraveno)

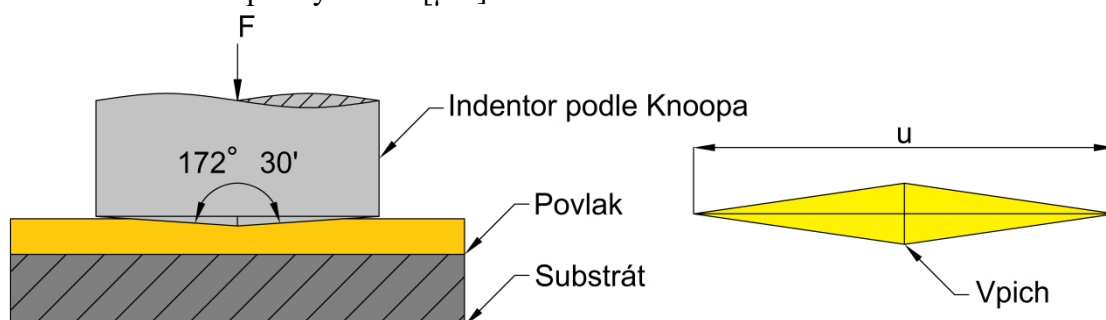
5. 1. 2. Knoopova zkouška

Indentor má rovněž tvar čtyřbokého jehlanu (Obr. 14), ale jeho podstavu tvoří protáhlý kosočtverec s poměrem úhlopříček cca 1:7. Výhodou tvaru indentoru jsou zanedbatelné velikosti deformací materiálu pod dlouhou úhlopříčkou v porovnání s deformacemi u krátké, to zvyšuje přesnost měření. Tvrdost je určena pomocí matematického vztahu (2), do kterého se dosazuje přítláčná síla a délka delší úhlopříčky vtisku vytvořeného indentorem. [17]

$$H_K = 1,451 \cdot \frac{F}{u^2} \quad (2)$$

F ... zatěžující síla [N]

u ... délka delší úhlopříčky vtisku [μm]



Obr. 14 – Schéma zkoušky podle Knoopa [17] (upraveno)

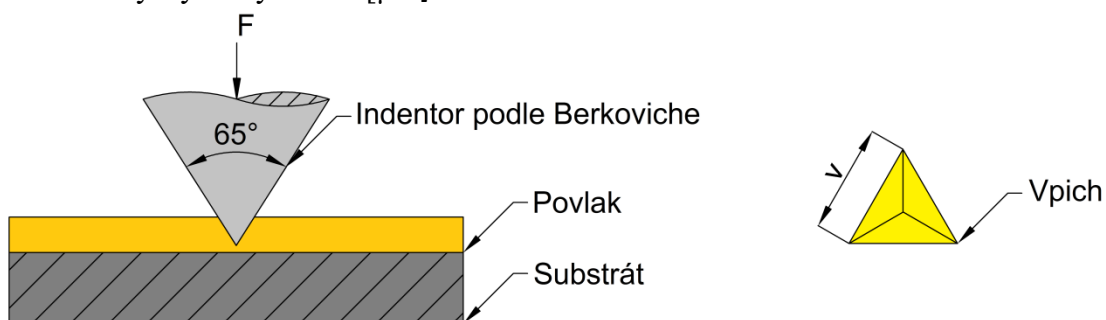
5. 1. 3. Berkovichova zkouška

Modifikace metody podle Vickerse. Indentorem je trojboký jehlan (Obr. 15) s vrcholovým úhlem 65° . Výhoda trojbokého jehlanu je dána protnutím všech tří hran v jednom bodě což zvyšuje přesnost měření. Pro měření tvrdosti se používá velikost přítláčné síly a délka výšky stěny vtisku vytvořeného indentorem. [17]

$$H_B = 0,189 \cdot \frac{F}{v^2} \quad (3)$$

F ... zatěžující síla [N]

v ... délka výšky stěny vtisku [μm]



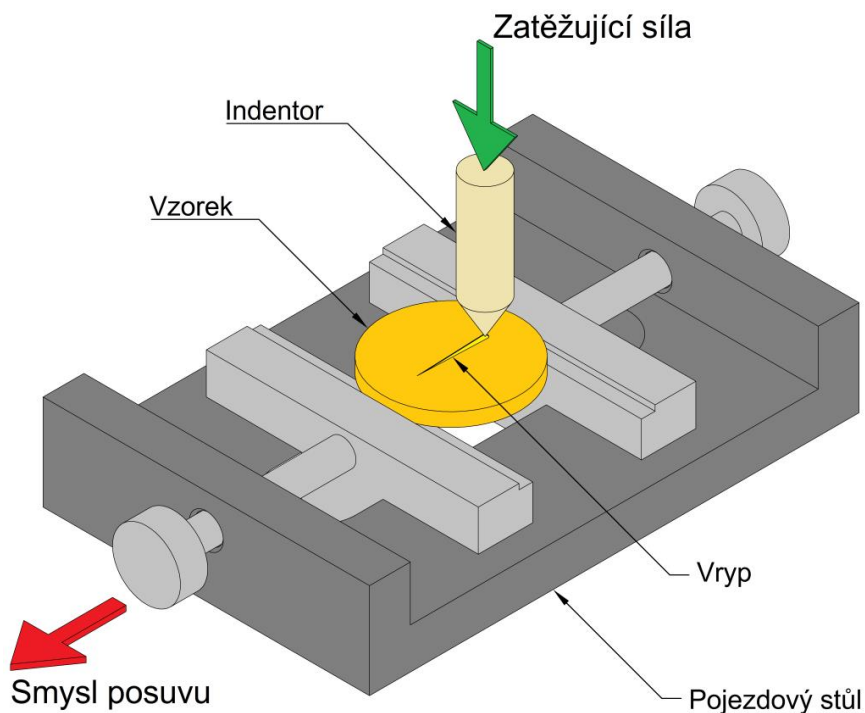
Obr. 15 – Schéma zkoušky podle Berkoviche [17] (upraveno)

5. 2. Měření adheze

Adheze vyjadřuje sílu, jakou jsou k sobě přilnuty materiál vrstvy a substrátu. Adheze je ovlivněna povrchovou úpravou substrátu, depoziční metodou a chemickým složením materiálů. Velikost adheze má přímý vliv na schopnost vrstvy odolávat poškození, a tak na životnost povlakované součásti.

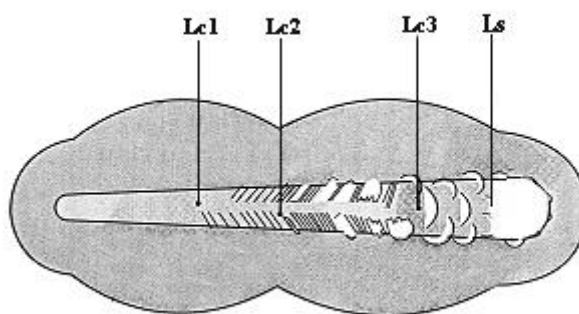
5. 2. 1. Vrypová zkouška (scratch test)

Vrypová zkouška je nejrozšířenější metodou měření adheze systému vrstva substrát. Jedná se o destruktivní metodu, která sestává ze stacionárního indentoru ve tvaru Rockwellova kuželu, který je přiložen proti povrchu testovaného vzorku (Obr. 16). Testovaný vzorek je uložen na pojezdovém stole, který se pohybuje rovnoměrnou rychlostí a unáší testovaný vzorek pod indentorem. Při pohybu je zatížení pinu stacionární nebo se plynule zvyšuje na přednastavenou hodnotu. Pohybem se na povrchu vzorku se vytváří vryp (scratch).



Obr. 16 – Schéma vrypové zkoušky [8] (upraveno)

Vyhodnocení testu se provádí zkoumáním vrypu pomocí optického mikroskopu, který bývá součástí měřicího přístroje. Při pohledu na průběh vrypu je možné identifikovat několik oblastí, které slouží jako ukazatele adheze (Obr. 17). Pro správné provedení vrypu by drsnost povrchu neměla překročit hodnotu $R_a 0,25 \mu\text{m}$ [18]



Obr. 17 – Oblasti kritického zatížení [19]

- **Lc1** – První porušení vrstvy, objevují se trhliny.
- **Lc2** – Zvyšující se rozsah trhlín.
- **Lc3** – První odtržení vrstvy od substrátu (50 % materiálu vrstvy odstraněno).
- **Ls** – Úplné odstranění vrstvy z povrchu vrypu. [19]

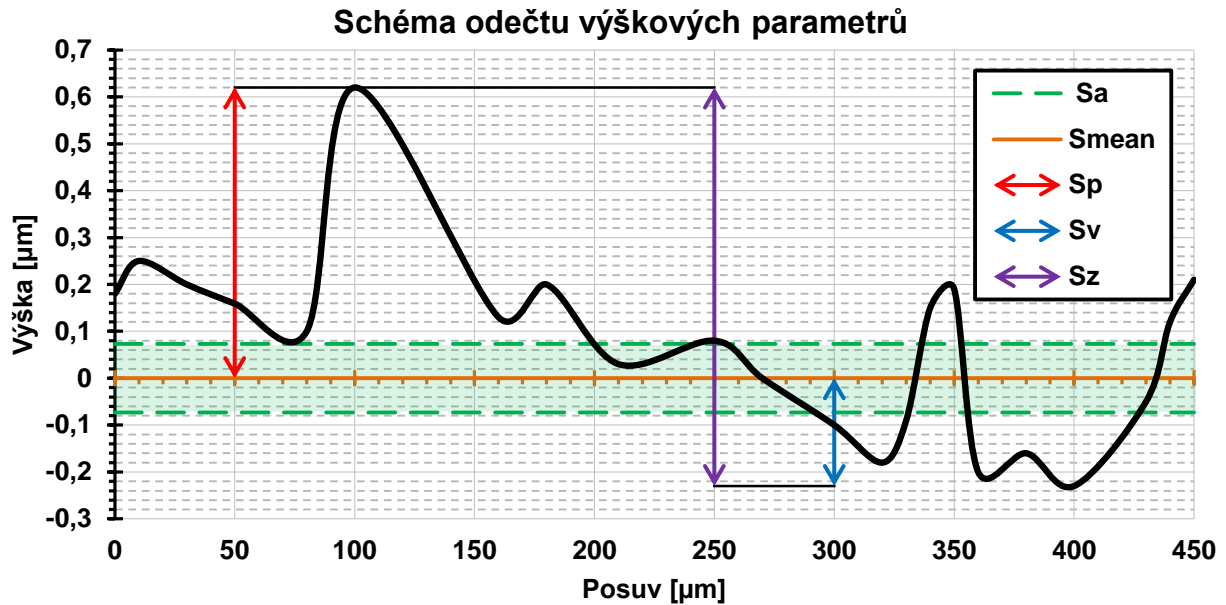
5. 3. Měření drsnosti povrchu

Drsnost vyjadřuje souhrn nerovností na povrchu materiálu, které vznikly procesy přípravy vrstvy. Obecně platí, že „hladší“ povrchy povlaků mají nižší koeficient tření a tím vyšší odolnost proti opotřebení. Další parametry ovlivněné drsností povrchu jsou: odrazivost, elektrická vodivost, chemická odolnost, smáčivost a další.

Drsnost povrchu je vyjádřena pomocí souboru výškových parametrů. Tyto Parametry se získávají: kontaktním měřením, optickou mikroskopií nebo elektronovou mikroskopií. Sledování a hodnocení těchto parametrů slouží pro zvyšování kvality a efektivnosti součástí a nástrojů. [20]

5. 3. 1. Výškové parametry

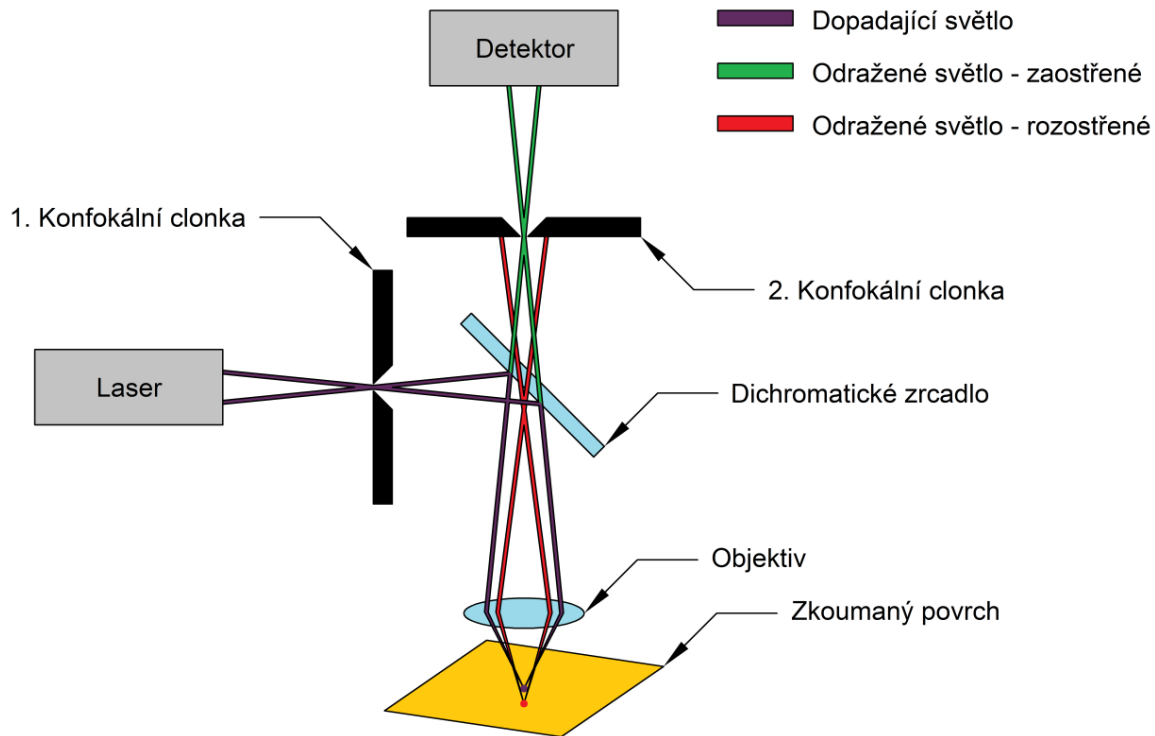
Norma ISO 25178-2:2012 definuje výškové parametry plochy (Graf. 1), které slouží ke kvantifikování kvality povrchu. [21]



- **Sa** (Průměrná aritmetická výška plochy) [μm]
- Hodnota aritmetického průměru hodnot výšek vrcholů a hloubek den dané plochy.
- **Sp** (Maximální výška vrcholu plochy) [μm]
- Největší výška vrcholu dané plochy měřená od vztažné roviny.
- **Sv** (Maximální hloubka dna plochy) [μm]
- Největší hloubka dna dané plochy měřené od vztažné roviny.
- **Sz** (Maximální výška plochy) [μm]
- Součet hodnot maximální výšky vrcholu a maximální hloubky dna plochy.
- **Sq** (průměrná kvadratická výška plochy) [μm]
- střední kvadratická hodnota výšek vrcholů a hloubek den dané plochy
- **Smean** (vztažná rovina) [μm]
- výška roviny ke které jsou vztaženy ostatní výškové parametry dané plochy.
- **Ssk** (šikmost plochy) [-]
- **Sku** (špičatost plochy) [-]

5. 3. 2. Konfokální mikroskop

Konfokální mikroskop slouží k bezkontaktnímu vyhodnocení výškových parametrů plochy. Mikroskop využívá laserového paprsku (Obr. 18) k ozáření povrchu vzorku.



Obr. 18 – Popis principu konfokálního mikroskopu [23] (upraveno)

Paprsek prochází první konfokální clonkou, ta paprsek zaostřuje a propouští na diachronické zrcadlo, které umožňuje odraz nebo průchod světelného záření určitých vlnových délek. Dopadající světlo se od zrcadla odráží, prochází skrz objektiv a ozařuje zkoumaný povrch. Část dopadajícího světla se odráží a prochází zpět skrz objektiv a dopadá na zrcadlo. Odrazem se změnila jeho vlnová délka a odražené světlo prochází skrz zrcadlo. Po průchodu je rozostřené záření odfiltrováno druhou clonkou a zbylé světlo prochází do detektoru. Počítačový software pak vykresluje obraz povrchu. [22, 23]

5. 3. 3. Skenovací Elektronový mikroskop – SEM

Elektronový mikroskop využívá namísto světelného záření svazku elektronů pro analýzu textury a chemického složení povrchu. Objektiv mikroskopu postupně vychyluje svazek elektronů a skenuje tak povrch jako sérii bodových měření.

Měření probíhá v ochranné atmosféře vakua. Elektrony jsou emitovány elektronovým dělem a pomocí elektromagnetů jsou fokusovány proti zkoumanému povrchu. Při dopadu elektronů na zkoumaný povrch vznikají elektronové emise. Monitorováním těchto emisí se získávají informace o struktuře a složení v daném bodě měření. Skenováním zkoumané plochy bod po bodu vytváří přístroj obraz zkoumané plochy.

Elektronové emise:

- Zpětně odražené elektrony – BSE
 - elektrony odražené od povrchu vzorku
 - detekce slouží zejména k určení krystalografie a chemického složení povrchu
- Sekundární elektrony – SE
 - elektrony vyražené ze zkoumaného povrchu
 - detekcí se určuje topografie povrchu

Výhodou elektronových mikroskopů je vyšší rozlišovací schopnost v porovnání s optickými mikroskopy, která umožňuje pozorování až nanočástic (atomů). Nevýhodou je možnost pozorování pouze elektricky vodivých materiálů. [24, 25]

5. 3. 3. 1. Spektroskopie

Dopadem elektronů na zkoumaný povrch se část jejich kinetické energie přeměňuje na rentgenové záření. Spektrometr, který je součástí mikroskopu, umožňuje záření měřit a vyhodnotit tak chemické složení povrchu. [24, 25]

Metody provedení spektroskopie:

- Energetická disperzivní spektroskopie – EDS
 - spektroskop analyzuje celé spektrum záření
 - kratší čas měření za cenu snížené přesnosti [26]

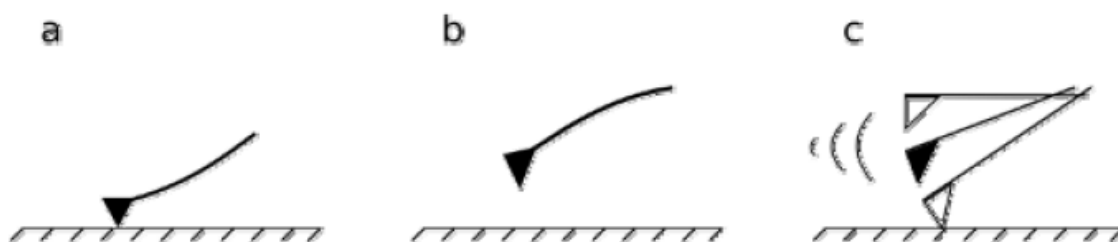
- Vlnově disperzní spektroskopie – WDS
 - spektroskop vyhodnocuje záření prvek po prvku
 - přesnější měření za cenu vysoké časové náročnosti [26]

5. 3. 4. Mikroskop atomárních sil (AFM)

Mikroskop atomárních sil je zařízení, které umožňuje vytvářet trojrozměrný obraz textury zkoumaného povrchu s rozlišením které umožňuje zobrazení nanočástic (atomů).

Měření textury probíhá pomocí mikroskopického hrotu, který je připevněn k flexibilnímu nosníku (cantilever). Pomocí nosníku přístroj táhne hrot poblíž nebo přímo po zkoumaném povrchu. Při tažení dochází k vychylování polohy hrotu a tím k ohýbání nosníku působením vazebných (mezi atomárních) sil. Hodnocení morfologie povrchu probíhá odrazem laserového paprsku dopadajícího na nosník. Ohybem nosníku dochází ke změnám odrazu laserového paprsku, změny polohy odraženého paprsku jsou detekovány fotodiodou a jejich vyhodnocením vzniká trojrozměrný obraz zkoumané plochy. Podle režimu snímání plochy se AFM dělí na: [27]

- kontaktní – hrot je tažen přímo po zkoumaném povrchu. K ohybu nosníku dochází odpuzivými silami (Obr. 19 a),
- nekontaktní – hrot je tažen nad zkoumaným povrchem. K ohybu nosníku dochází přitažlivými silami (Obr. 19 b),
- poklepový – kombinace kontaktního a nekontaktního režimu. Hrot při tažení kmitá a poklepává na zkoumaném povrchu (Obr. 19 c). [27]



Obr. 19 – Režimy snímání AFM: a) kontaktní, b) nekontaktní, c) poklepový [27] (upraveno)

5. 4. Tribologické vlastnosti

Při vzájemném pohybu dvou součástí dochází ke vzniku tření a odběru materiálu z kontaktních ploch opotřebením. To se projevuje zvýšenou spotřebou energie potřebné pro pohyb a zkracováním životnosti. Věda zabývající se popisem a minimalizací těchto efektů se nazývá tribologie.

Tření je jedním ze základních tribologických parametrů. Vyjadřuje odpor tělesa proti pohybu. Velikost třecí síly se určí pomocí třecího součinitele a přítláčné síly. Smysl jejího působení je vždy proti smyslu pohybu tělesa. Tření způsobuje zahřívání těles, ztráty energie a dále má vliv na rychlost opotřebením. Minimalizace tření se provádí volbou vhodného materiálu, povrchové úpravy nebo maziva.

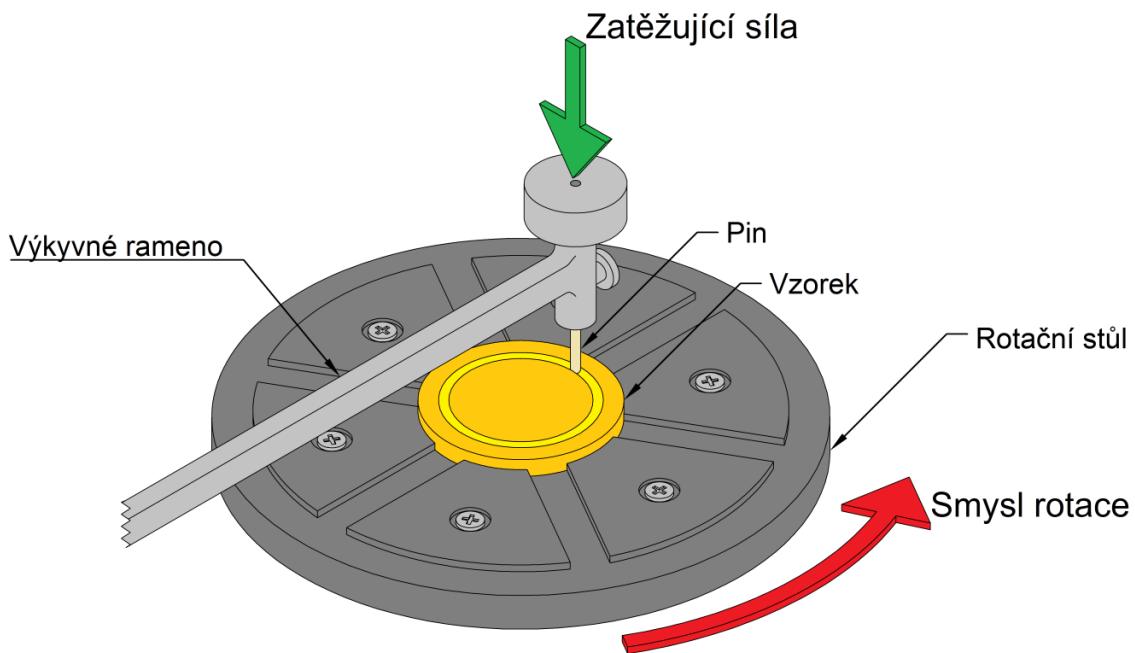
Opotřebením se projevuje úbytkem materiálu ze stykových ploch obou těles a vede ke změně nebo úplnému zamezení jejich funkce. Podle mechanismu se opotřebením dělí na [28]:

- Adhezní – dochází k přenosu materiálu mezi tělesy. Při pohybu se pak část přeneseného materiálu uvolňuje a vytváří tak abrazivní částice.
- Abrazivní – při pohybu dochází k oddělování částic z povrchu těles. Oddělené částice pak působí jako abrazivní médium.
- Erozivní – opotřebením povrchu proudem částic, které jsou nesené proudem kapaliny nebo tlakového plynu.

Měření Tribologických parametrů se provádí pomocí tribometrů a nejrozšířenější měřicí metoda se nazývá Pin/Ball-on-Disc. [28]

5. 4. 1. Metoda Ball-on-Disc (Pin-on-Disc)

Metoda využívá staticky uloženého tělesa ve tvaru kolíku (pinu) nebo kuličky (ball) přitlačeného výkyvným ramenem přístroje přednastavenou silou k testovanému povrchu (Obr. 20).



Obr. 20 – Schéma zkoušky Pin-on-Disk [30] (upraveno)

Vzorek uchycený na rotačním stole měřicího přístroje se otáčí zvolenými otáčkami, dokud nevykoná daný počet cyklů. Při otáčení vytváří těleso na povrchu vzorku rýhu a zároveň přístroj zaznamenává hodnotu koeficientu tření v závislosti na čase/počtu cyklů.

Po ukončení testu se optickým mikroskopem vyhodnotí vzniklá rýha na povrchu vzorku a vybroušená ploška na tělisku. Vyhodnocením se získá koeficient opotřebení vzorku a tělesa. [29]

Výsledné hodnoty koeficientů tření a opotřebení závisí na řadě faktorů: [30]

- velikost přitlačné síly,
- rozměry kontaktní plochy tělesa pin/ball,
- rychlost rotace vzorku,
- počet cyklů,
- teplota v ploše kontaktu,
- přítomnost maziva,
- drsnost povrchu vzorku,
- vlhkost vzduchu,
- teplota vzduchu.

Tyto faktory je v průběhu testu třeba monitorovat tak aby byla možná reprodukovatelnost výsledků. [30]

5. 5. Měření tloušťky povlaků

Tloušťka povlaku a její rovnoměrnost ovlivňují mechanické vlastnosti, jako jsou tvrdost a adheze. Vlastnosti, které mají vliv na správnou funkci a životnost povlaku. Optické vlastnosti povlaku jako propustnost nebo odrazivost jsou rovněž ovlivněny jeho tloušťkou.

5. 5. 1. Metoda Kalotest

Jedná se o destruktivní metodu určování tloušťky povlaku (Obr. 21) proměřením kulového výbrusu tzv. kaloty. Výbrus se provádí pomocí brusné koule vyrobené z oceli nebo slinitých karbidů. Koule je potřena brusnou pastou a vložena do mechanismu přístroje tak že spočívá na povrchu testovaného vzorku a zároveň na unašeči. Po spuštění přístroje se začne unašeč otáčet a tím i brusná koule, při otáčení se koule otírá o povrch testovaného vzorku a vybrušuje tak kalotu. Pro správné vybrušení kaloty by drsnost povrchu neměla překročit hodnotu $R_a 0,4 \mu\text{m}$.

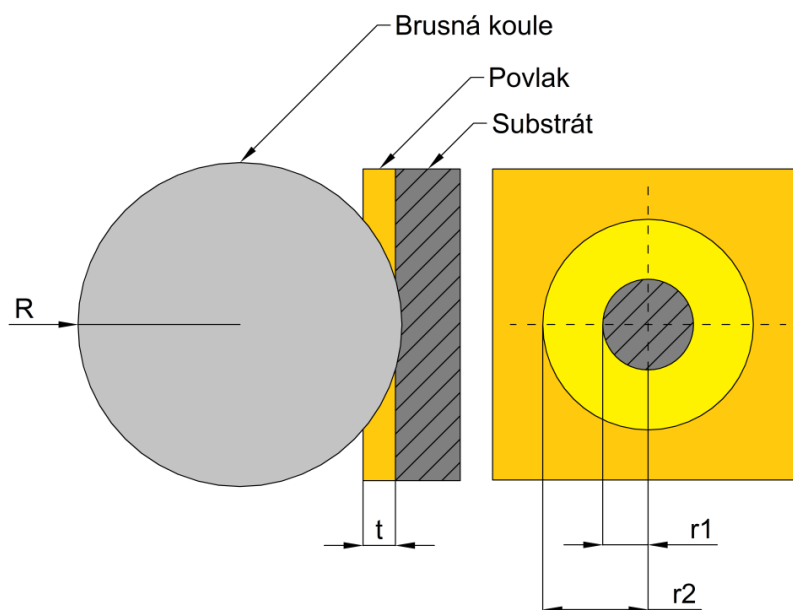
Kalota se pod mikroskopem jeví jako mezikruží, jejichž počet závisí na počtu povlaků tvořících vrstvu. Proměřením poloměrů jednotlivých kružnic a dosazením do rovnice (4) pak lze vypočítat tloušťku jednotlivých povlaků. [31]

$$t = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2} \quad (4)$$

R ... poloměr brousící kuličky [mm]

r_1 ... vnitřní poloměr mezikruží výbrusu [μm]

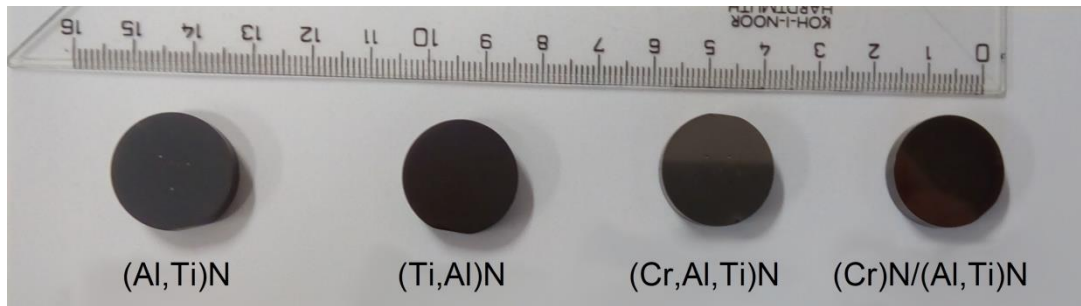
r_2 ... vnější poloměr mezikruží výbrusu [μm]



Obr. 21 – Schéma zkoušky Kalotest [8] (upraveno)

6. Experimentální část

V rámci experimentální části byly připraveny čtyři vzorky tenkých vrstev: (Ti,Al)N, (Al,Ti)N, (Cr,Al,Ti)N a multivrstva (Cr)N/(Al,Ti)N (Obr. 22) Vzorky byly podrobeny sérii destruktivních i nedestruktivních testů mechanických a chemických vlastností. Vrstvy (Ti,Al)N, (Al,Ti)N slouží jako etalon pro porovnání vlastností vrstvy (Cr,Al,Ti)N a multivrstvy (Cr)N/(Al,Ti)N.



Obr. 22 – Vzorky tenkých vrstev

6. 1. Popis přípravy substrátů a tenkých vrstev

Leštěné disky (\varnothing 20 mm \times 5 mm tloušťka) vyrobené z nástrojové oceli ČSN 19 830 s drsností povrchu Ra 0,01 μ m a zušlechtnuté na tvrdost 64–65 HRC byly použity jako materiál substrátu. Jedná se o rychlořeznou Mo-W ocel s vysokou odolností a chemickým složením [wt %]: C–0,90; Mn–0,31; Si–0,34; P–0,026; S–0,0005; Cr–4,43; Mo–4,78; W–5,93; V–1,79; Co – 0,65.

Nanesení vrstev předcházelo několik předdepozičních kroků pro zlepšení adheze:

- (1) substráty byly očištěny ultrasonickou lázní v alkalickém roztoku po dobu 5 minut a poté byly očištěny de-ionizovanou vodou a usušeny vařícím etanolem a horkým vzduchem;
- (2) okamžitě po očištění byly substráty vloženy do vakuové komory a byly připevněny na držáky substrátů;
- (3) substráty byly bombardovány Cr-iony pro odstranění všech zbytků znečištění povrchu a přirozené vrstvy oxidu při předpětí 1000 V a tlaku Ar 0,2 Pa. Pro zesílení adheze mezi každým povlakem a ocelí, byla nanášena mezivrstva Cr a gradientní vrstva CrN, s tloušťkou přibližně 100 nm.

Použité parametry depozičního procesu tenkých vrstev:

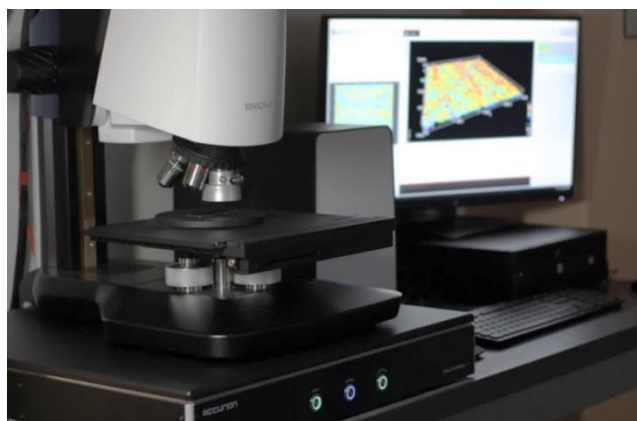
(Al,Ti)N a (Ti,Al): obloukový výboj z AlTi katody o velikosti 70 A, čas depozice 60 minut, při tlaku Ar ve vakuové komoře o velikosti 0,02 Pa, a předpětí o velikosti 85 V;

(Cr,Al,Ti)N: obloukový výboj Cr katody o velikosti 60 A; obloukový výboj AlTi katody o velikosti 60 A; při tlaku N₂ ve vakuové komoře o velikosti 0,3 Pa; při negativním předpětí o velikosti 70 V; substrát byl připevněn a držák se dvěma osami rotace.

(Cr)N/(Al,Ti)N mulity-vrstvý povlak: obloukový výboj Cr katody o velikosti 60 A; obloukový výboj AlTi o velikosti 60 A; čas depozice 30 minut; při tlaku N₂ ve vakuové komoře o velikosti 0,3 Pa; při negativním předpětí o velikosti 75 V; rychlostí rotace vzorku 6 rpm.

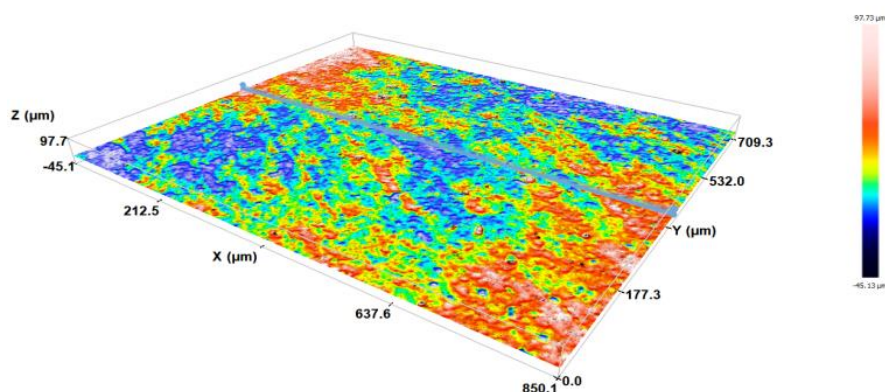
6. 2. Hodnocení drsnost povrchu tenkých vrstev

Bezkontaktní měření výškových parametrů plochy bylo provedeno pomocí konfokálního mikroskopu. Pro měření byl použit přístroj SENSOFAR S neox (Obr. 23) a povrch vzorků byl snímán objektivem EPI 20x v35.



Obr. 23 – Konfokální mikroskop SENSOFAR S neox

Měření parametrů předcházelo očištění povrchů vzorků etylalkoholem (96 %) po kterém bylo pro každý vzorek provedeno pět měření na náhodných místech jejich povrchu (Obr. 24). Vyhodnocení výsledků měření bylo provedeno pomocí přidruženého PC softwaru.



Obr. 24 – Znáznornění textury povrchu (Cr,Al,Ti)N

Naměřené výškové parametry povrchu zkoumaných tenkých vrstev jsou popsány v následujících tabulkách 6 až 9. Na každém povrchu bylo provedeno 5 měření a následně vypočtena průměrná hodnota a směrodatná odchylka výškových parametrů.

Tab. 6 – Výškové parametry povrchu (Al,Ti)N

Výškové parametry povrchu (Al,Ti)N							
Číslo měření	Sa [μm]	Sku [-]	Sp [μm]	Sq [μm]	Ssk [-]	Sv [μm]	Sz [μm]
1.	0,062	0,004	0,337	0,080	0,3	0,229	0,566
2.	0,062	0,003	0,263	0,077	0,3	0,200	0,463
3.	0,063	0,004	0,287	0,081	0,5	0,212	0,499
4.	0,061	0,004	0,376	0,078	0,5	0,203	0,578
5.	0,066	0,003	0,299	0,084	0,3	0,213	0,512
Průměr	0,063	0,004	0,312	0,080	0,4	0,211	0,524
<i>Smodch</i>	<i>0,002</i>	<i>0,001</i>	<i>0,040</i>	<i>0,003</i>	<i>0,1</i>	<i>0,010</i>	<i>0,043</i>

Tab. 7– Výškové parametry povrchu (Ti,Al)N

Výškové parametry povrchu (Ti,Al)N							
Číslo měření	Sa [μm]	Sku [-]	Sp [μm]	Sq [μm]	Ssk [-]	Sv [μm]	Sz [μm]
1.	0,074	0,012	0,780	0,105	1,9	0,254	1,034
2.	0,075	0,036	1,297	0,131	4,4	0,272	1,570
3.	0,079	0,034	1,316	0,134	4,3	0,249	1,565
4.	0,071	0,018	0,921	0,104	2,6	0,231	1,153
5.	0,069	0,006	0,561	0,092	0,9	0,319	0,880
Průměr	0,074	0,021	0,975	0,113	2,8	0,265	1,240
<i>Smodch</i>	<i>0,003</i>	<i>0,012</i>	<i>0,294</i>	<i>0,016</i>	<i>1,4</i>	<i>0,030</i>	<i>0,281</i>

Tab. 8 – Výškové parametry povrchu (Cr,Al,Ti)N

Výškové parametry povrchu (Cr,Al,Ti)N							
Číslo měření	Sa [μm]	Sku [-]	Sp [μm]	Sq [μm]	Ssk [-]	Sv [μm]	Sz [μm]
1.	0,055	0,004	0,252	0,070	0,6	0,173	0,424
2.	0,062	0,003	0,250	0,077	0,3	0,194	0,444
3.	0,058	0,003	0,241	0,073	0,5	0,170	0,411
4.	0,056	0,003	0,220	0,070	0,3	0,182	0,401
5.	0,060	0,003	0,217	0,078	0,4	0,246	0,463
Průměr	0,058	0,003	0,236	0,074	0,4	0,193	0,429
<i>Smodch</i>	<i>0,003</i>	<i>0,001</i>	<i>0,015</i>	<i>0,003</i>	<i>0,1</i>	<i>0,028</i>	<i>0,022</i>

Tab. 9 – Výškové parametry textury (Cr)N/(Al,Ti)N

Výškové parametry povrchu (Cr)N/(Al,Ti)N							
Číslo měření	Sa [μm]	Sku [-]	Sp [μm]	Sq [μm]	Ssk [-]	Sv [μm]	Sz [μm]
1.	0,056	0,003	0,247	0,071	0,6	0,156	0,403
2.	0,058	0,003	0,244	0,075	0,2	0,200	0,444
3.	0,062	0,003	0,242	0,079	0,1	0,217	0,459
4.	0,066	0,003	0,270	0,085	0,0	0,236	0,505
5.	0,056	0,003	0,239	0,071	0,4	0,177	0,416
Průměr	0,060	0,003	0,248	0,076	0,3	0,197	0,445
<i>Smodch</i>	<i>0,004</i>	<i>0</i>	<i>0,011</i>	<i>0,005</i>	<i>0,2</i>	<i>0,028</i>	<i>0,036</i>

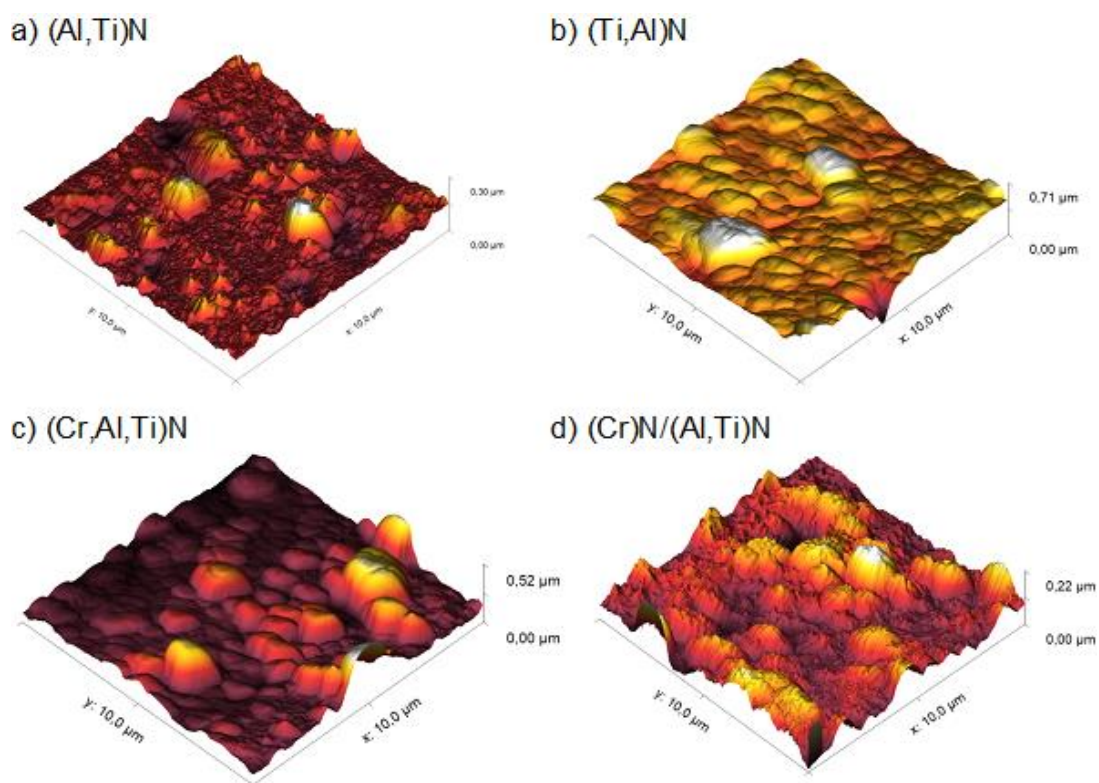
6. 3. Hodnocení drsnosti povrchu pomocí AFM

Kontaktní měření výškových parametrů bylo provedeno pomocí mikroskopu atomárních sil (kapitola 5.2.6.). Pro měření byl použit přístroj JPK Nanowizard 3. Naměřená data se zpracovává v softwaru Gwyddion 2.40, kde je vytvořen 3D model morfologie povrchu (Obr. 25) a následně vyhodnocena drsnost povrchu.

Test proběhl v kontaktním režimu na ploše o rozměrech 10×10 μm a pro každý vzorek bylo provedeno jedno měření. Naměřené hodnoty výškových parametrů AFM jsou uvedeny v tabulce 10.

Tab. 10 – Výškové parametry AFM

Výškové parametry povrchu AFM							
Vrstvy	Sa [μm]	Sku [-]	Sp [μm]	Sq [μm]	Ssk [-]	Sv [μm]	Sz [μm]
(Al,Ti)N	0,021	0,005	0,182	0,031	1,0	0,122	0,304
(Ti,Al)N	0,048	0,003	0,255	0,066	0,7	0,457	0,712
(Cr, Al,Ti)N	0,057	0,003	0,380	0,079	1,8	0,140	0,520
(Cr)N/(Al,Ti)N	0,028	0,012	0,131	0,034	0,6	0,089	0,220

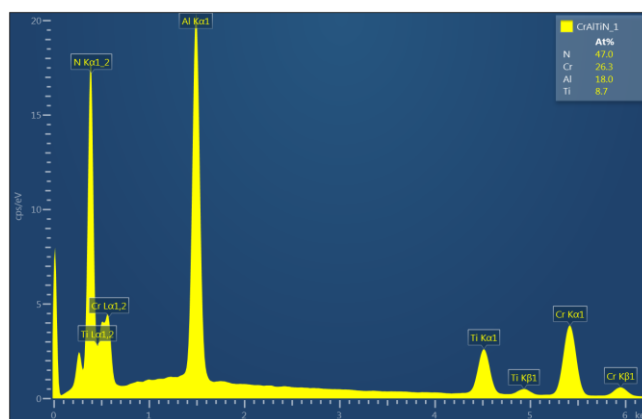


Obr. 25 – 3D obrazy povrchu: a) (Al,Ti)N, b) (Ti,Al)N, c) (Cr,Al,Ti)N, d) (Cr)N/(Al,Ti)N

Z důvodu malého počtu měření slouží hodnoty AFM spíše pro 3D vizualizaci povrchu vzorků a také pro porovnání s hodnotami získanými měřením konfokálním mikroskopem.

6. 4. Hodnocení chemického složení tenkých vrstev

Hodnocení chemického složení tenkých vrstev bylo provedeno pomocí SEM mikroskopu metodou EDS (kapitola 5. 3. 3. 1.). Měření bylo provedeno pomocí přístroje SEM Zeiss Ultra Plus 2. Pro každý vzorek byla provedena dvě měření.



Obr. 26 – Graf spektrografie vrstvy (Cr,Al,Ti)N

Naměřené hodnoty složení vrstev jsou uvedeny v tabulkách 11 a 12:

Tab. 11 – Chemické složení tenkých vrstev 1. měření

Atomární poměr – at [%]				
Vrstvy	Al	Cr	N	Ti
(Al,Ti)N	34,90	-	48,25	16,85
(Ti,Al)N	36,32	-	46,90	16,77
(Cr, Al,Ti)N	17,96	26,31	47,02	8,71
(Cr)N/(Al,Ti)N	18,54	26,05	45,94	9,48

Tab. 12 – Chemické složení tenkých vrstev 2. měření

Atomární poměr – at [%]				
Vrstvy	Al	Cr	N	Ti
(Al,Ti)N	34,65	-	48,32	17,03
(Ti,Al)N	30,29	-	38,56	14,04
(Cr, Al,Ti)N	18,06	26,24	46,97	8,73
(Cr)N/(Al,Ti)N	18,55	25,65	46,20	9,60

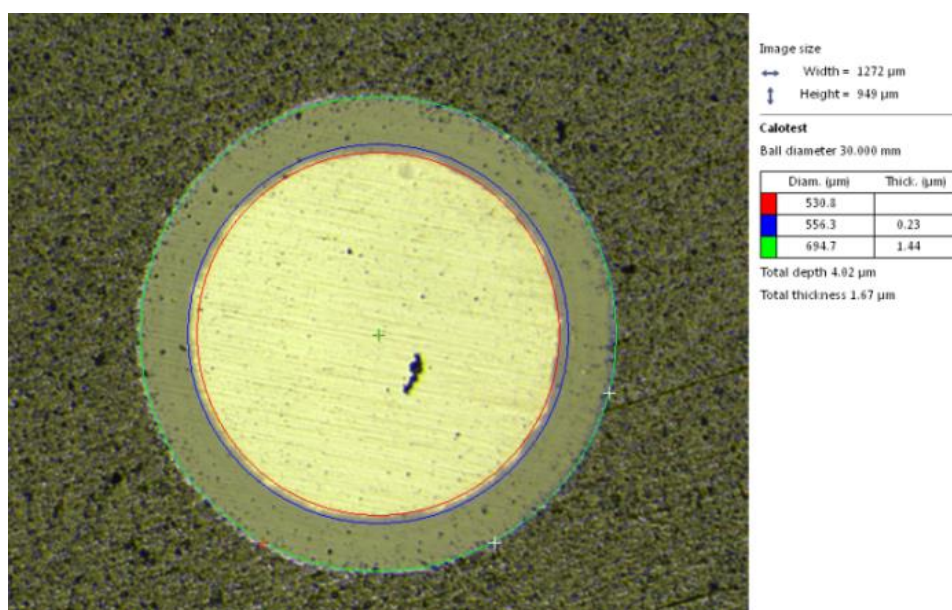
* Na povrchu vrstvy (Ti,Al)N bylo navíc zaregistrováno určité množství kyslíku a uhlíku (4,6% O; 5,7% C) což může být způsobeno organickým znečištěním povrchu.

Složení vrstev (Al,Ti)N a (Ti,Al)N bylo navrženo tak aby vykazovali rozdílný obsah hliníku a titanu. Vyšší obsah hliníku pro vrstvu (Al,Ti)N a vyšší obsah titanu pro (Ti,Al)N. Při pohledu na výsledky měření se však složení vrstev jeví jako téměř identické.

6. 5. Měření tloušťky tenkých vrstev

Pro stanovení tloušťky povlaků byla použita destruktivní metoda kalotest (kapitola 5. 5. 1.). Pro vybroušení kaloty byla použita ocelová koule o průměru 30 mm potřená diamantovou pastou o průměrné velikosti zrna 15 μm . Délka broušení se pohybovala v řádu desítek sekund (cca 45 s) v závislosti na tvrdosti a tloušťky povlaku. Pro každý vzorek byly vytvořeny tři kaloty na různých místech povrchu.

Výsledné tloušťky byly vyhodnoceny pomocí optického mikroskopu a přidruženého PC softwaru (Obr. 27).



Obr. 27 – Kalota na povrchu vrstvy (Cr,Al,Ti)N

Naměřené hodnoty tloušťky povlaků zkoumaných tenkých vrstev jsou popsány v tabulce 13. Z naměřených hodnot byla následně vypočtena průměrná hodnota a směrodatná odchylka.

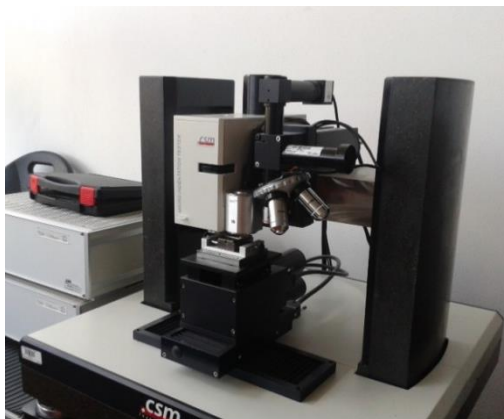
Tab. 13 – Tloušťka zkoumaných vrstev

Tloušťka povlaků [μm]				
Číslo měření	(Al,Ti)N	(Ti,Al)N	(Cr,Al,Ti)N	(Cr)N/(Al,Ti)N
1.	1,29	1,07	1,67	1,18
2.	1,29	1,10	1,68	1,14
3.	1,27	1,11	1,65	1,16
Průměr	1,28	1,09	1,67	1,16
<i>Smodch</i>	<i>0,01</i>	<i>0,02</i>	<i>0,01</i>	<i>0,02</i>

U většiny sledovaných tenkých vrstev byla naměřená tloušťka přibližně 1 μm , výjimkou je vrstva (Cr,Al,Ti)N, která měla tloušťku 1,67 μm . Z naměřených hodnot vychází vrstva (Cr,Al,Ti)N jako nejtlustší. Nejtenčí je vrstva (Ti,Al)N při tloušťce 1,09 μm .

6. 6. Hodnocení nanotvrlosti tenkých vrstev

Pro stanovení nanotvrlosti byl použit mikro/nanotvrdoměr CSM (Obr. 28). Pro měření byl použit diamantový indentor typu Bierkovich B-L25.



Obr. 28 – Mikro/nanotvrdoměr CSM

Přiblížení indentoru pobíhalo ze vzdálenosti 3 μm rychlostí 2 $\mu\text{m/s}$ a rychlost vnikání byla 1 $\mu\text{m/s}$. Maximální hloubka vpichu byla nastavena na 10 % (0,15 μm) tloušťky zkoumaných povlaků tak aby nedocházelo ke zkreslení výsledků substrátem. Po dosažení maximální hloubky následovala pauza o délce 10 s. Odlehčení proběhlo za stejných parametrů jako zatížení.

Takovým způsobem bylo provedeno alespoň 25 vpichů (Obr. 42 až Obr. 45) na povrchu každého vzorků. Pro určení tvrdosti bylo vybráno deset hodnot z hlavní oblasti průběhu vnikání a odlehčování každého vzorků

Naměřené hodnoty nanotvrlosti tenkých vrstev jsou popsány v tabulce 14:

Tab. 14 – Nanotvrlost povlaků vzorků

Nanotvrlost povlaků [HV]				
Číslo měření	(Al,Ti)N	(Ti,Al)N	(Cr,Al,Ti)N	(Cr)N/(Al,Ti)N
1.	1854,6	1826,6	2551,0	2581,8
2.	1843,3	1716,9	2327,2	2418,8
3.	2065,0	1708,4	2300,4	2358,2
4.	1959,9	1804,2	2917,3	2371,2
5.	1897,7	1742,7	2540,3	2179,7
6.	2022,2	1786,9	2928,4	2168,3
7.	1878,0	1718,5	2232,7	2390,4
8.	1924,0	1736,3	2606,2	2428,5
9.	1927,0	1659,3	2858,1	2463,0
10.	2043,7	1665,4	2857,2	2309,4
Průměr	1941,5	1736,5	2611,9	2366,9
<i>Smodch</i>	75,0	52,7	254,0	118,5

Naměřené hodnoty nanotvrdosti všech testovaných vzorků vykazují více jak dvojnásobnou tvrdost v porovnání s tvrdostí substrátu (896 HV). Nejvyšší hodnota tvrdosti (2612 HV) byla naměřena pro vrstvu (Cr,Al,Ti)N.

6. 7. Hodnocení tribologických vlastností vrstev

Hodnocení tribologických vlastností tenkých vrstev bylo provedeno metodou Ball-on-Disc (kapitola 5. 4. 1.) pomocí Tribometru pro suché i kapalně prostředí (Obr. 29).



Obr. 29 – Tribometr pro suché i kapalně prostředí

Test všech vzorků byl proveden nasucho bez použití lubrikantu. Jako protitěleso byla použita keramická kulička z materiálu Al_2O_3 o průměru 6 mm. Přítlačná síla byla nastavena na 10 N v průběhu celého testu a celková ujetá dráha byla nastavena na 100 m (Tabulka 15).

Tab. 15 – Parametry průběhu tribometrického testu

Parametry Průběhu testu	
Protitěleso	Kulička – Al_2O_3
Zatížení	10 N
Průměr kuličky	6 mm
Rychlost otáčení	60 rpm
Ujetá dráha	100 m
Teplota vzduchu	22,7 °C
Vlhkost vzduchu	38 ± 2 %

Naměřené průměrné hodnoty třecích koeficientů zkoumaných tenkých vrstev jsou popsány v tabulce 16.

Tab. 16 – Průměrné hodnoty třecích koeficientů

Průměrné hodnoty třecích koeficientů		
Vrstvy	Koeficient tření [-]	Smodch
(Al,Ti)N	0,557	0,109
(Ti,Al)N	0,521	0,048
(Cr,Al,Ti)N	0,612	0,093
(Cr)N/(Al,Ti)N	0,587	0,089

6. 7. 1. Hodnocení velikosti opotřebení

Po skončení tribologického testu bylo vyhodnoceno opotřebení povlaků a protitěles konfokálním mikroskopem SENSOFAR S neox. Předmětem měření byly vzniklé rýhy na povrchu vzorků a kulové vrchlíky vybroušené na površích třecích kuliček.

Naměřené hodnoty šířky a hloubky stop opotřebení tenkých vrstev jsou popsány v tabulkách 17 a 18. Objem opotřebení použitých protitěles je popsán v tabulce 19.

Tab. 17 – Šířka stopy opotřebení

Šířka opotřebení [μm]				
Číslo měření	(Al,Ti)N	(Ti,Al)N	(Cr,Al,Ti)N	(Cr)N/(Al,Ti)N
1.	263,2	456,4	236,4	208,4
2.	260,2	458,7	254,3	209,9
3.	271,3	453,3	244,1	181,3
4.	279,3	457,1	222,3	190,9
Průměr	268,5	456,4	239,3	197,6
<i>Smodch</i>	7,4	2,0	11,7	12,0

Tab. 18 – Hloubka stopy opotřebení

Hloubka opotřebení [μm]				
Číslo měření	(Al,Ti)N	(Ti,Al)N	(Cr,Al,Ti)N	(Cr)N/(Al,Ti)N
1.	0,736	1,702	-	-
2.	0,707	1,454	-	-
3.	0,481	1,865	-	-
4.	0,679	2,019	-	-
Průměr	0,651	1,760	-	-
<i>Smodch</i>	0,100	0,209	-	-

Tab. 19 – Objem opotřebení protitěles

Opotřebení protitěles [mm^3]	
(Al,Ti)N	$0,074 \times 10^{-3}$
(Ti,Al)N	$0,528 \times 10^{-3}$
(Cr,Al,Ti)N	$0,072 \times 10^{-3}$
(Cr)N/(Al,Ti)N	$0,106 \times 10^{-3}$

Nejvyšší míra opotřebení vrstvy a protitělesa byla zaznamenána pro vrstvu (Ti,Al)N. U vrstev s přidaným chromem nebylo zaznamenáno hloubkové opotřebení povrchu.

6. 8. Hodnocení adheze tenkých vrstev

Pro hodnocení adheze systémů substrát tenká vrstva byla použita destruktivní metoda scratch test (kapitola 5. 2. 1.). Pro měření kritických zatížení byl použit CETR UMI Multi-Specimen Test Systém – scratch tester.

Před testem byl povrch každého vzorku očištěn ethylalkoholem (96 %) a po upevnění na pojezdový stůl přístroje došlo k automatickému dotyku s indentorem. Přítlačná síla se v průběhu vrypu měnila lineárně od počáteční hodnoty 2 N do přednastavené hodnoty 100 N. Délka každého vrypu trvala 80 s a na povrchu každého vzorku byly vytvořeny tři vrypy.

Vyhodnocení výsledků testu bylo provedeno pomocí softwaru Bruker Data Viewer. Sledovány byly hodnoty kritických zatížení Lc1 a Lc3.

Naměřené hodnoty kritických zatížení jsou popsány v tabulce 20.

Tab. 20 – Adheze povlaků

Číslo měření	Kritické zatížení [N]							
	(Al,Ti)N		(Ti,Al)N		(Cr,Al,Ti)N		(Cr)N/(Al,Ti)N	
	Lc1	Lc3	Lc1	Lc3	Lc1	Lc3	Lc1	Lc3
1.	25,2	60,2	17,7	36,3	25,7	62,5	24,3	61,1
2.	27,8	66,9	5,7	42,4	26,8	61,7	23,1	56,8
3.	19,6	65,6	9,7	40,9	24,1	62,4	26,5	61,9
Průměr	24,2	64,3	11,0	39,9	25,5	62,2	24,7	59,9
<i>Smodch</i>	3,4	2,9	5,0	2,6	1,1	0,4	1,4	2,2

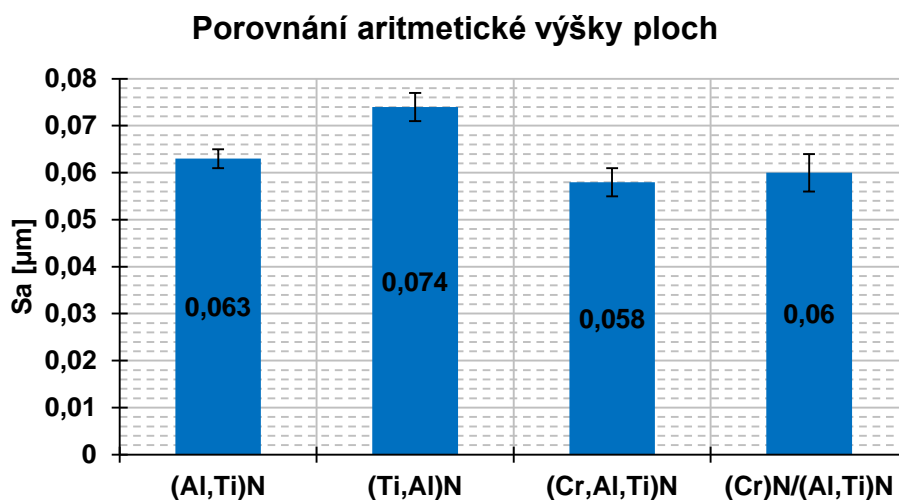
Hodnoty kritických zatížení Lc1 a Lc3 vrstev (Al,Ti)N, (Cr,Al,Ti)N a (Cr)N/(Al,Ti)N jsou si navzájem podobné a pohybují se přibližně v rozmezí pro Lc1 od 24 N do 25,5 N a pro Lc3 od 59,9 N do 64,3 N. V porovnání s nimi jsou naměřené hodnoty vrstvy (Ti,Al)N více jak o polovinu nižší při Lc1 = 11 N a Lc3 = 39,9 N. Drastické snížení adheze může souviset s tloušťkou vrstvy nebo s kvalitou povrchu substrátu nebo vrstvy.

7. Diskuze

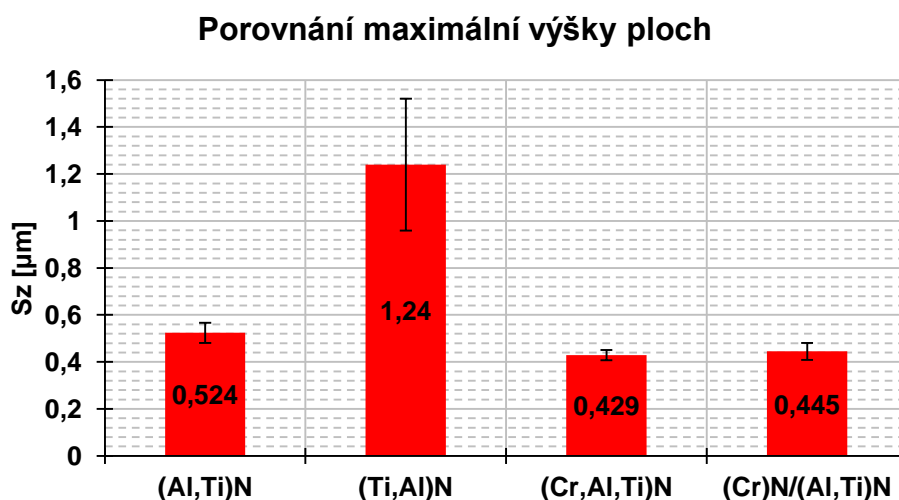
V rámci diskuze bylo provedeno porovnání naměřených výsledků drsnosti, nanotvrdosti, tribologických vlastností a adheze tenkých vrstev.

7. 1. Porovnání drsnosti tenkých vrstev

Jako hlavní kvalitativní parametry plošné drsnosti povrchu jsem zvolil střední aritmetickou výšku Sa (Graf. 2) a maximální výšku ploch Sz (Graf. 3). Kde parametr Sa určuje střední hodnotu drsnosti plochy a parametr Sz poukazuje na velikost pórů a kapiček povrchu. Hodnoty aritmetické výšky a maximální výšky jsou při Sa = 0,074 μm a Sz = 1,24 μm nejvyšší pro vrstvu (Ti,Al)N při porovnání s hodnotami zbylých vrstev, které se pohybují v přibližně stejných hodnotách v rozmezí pro Sa od 0,058 μm do 0,063 μm a pro Sz od 0,429 μm do 0,524 μm .

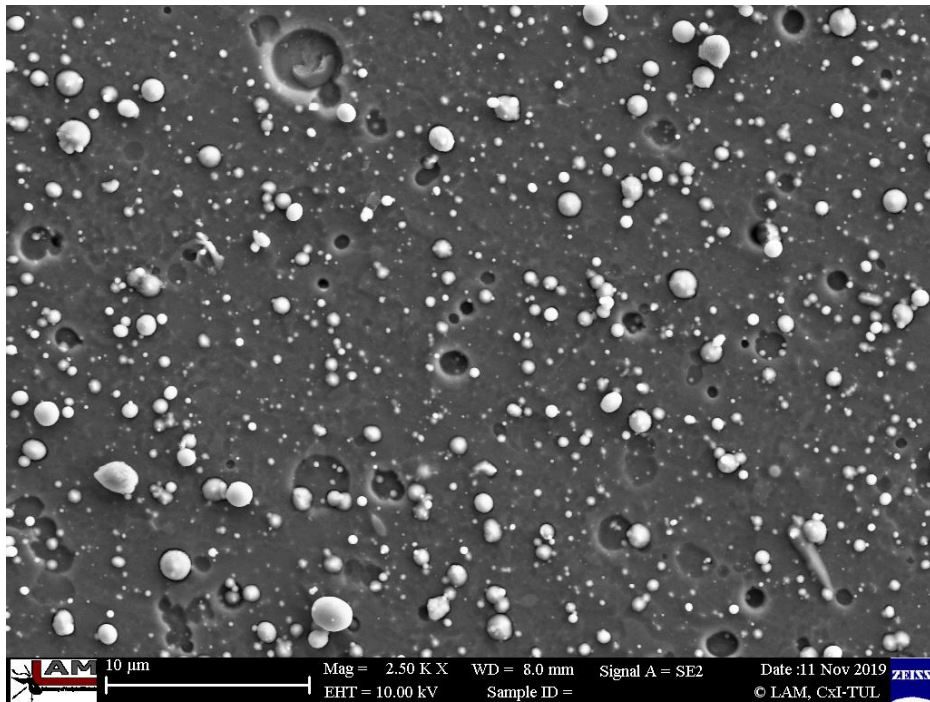


Graf 2 – Porovnání průměrných aritmetických výšek ploch

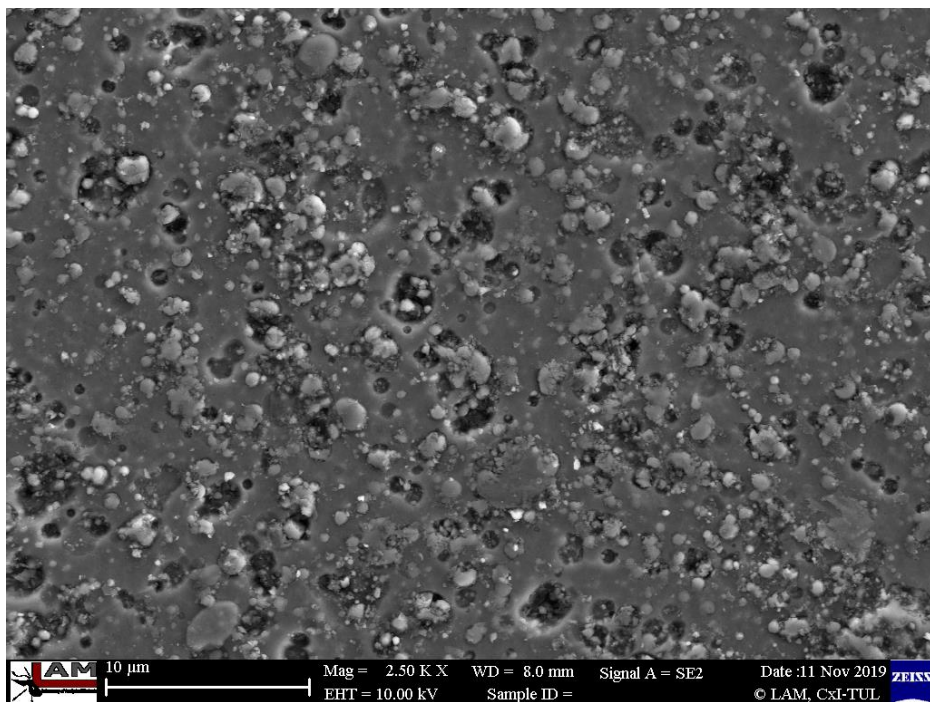


Graf 3 – Porovnání maximálních výšek ploch

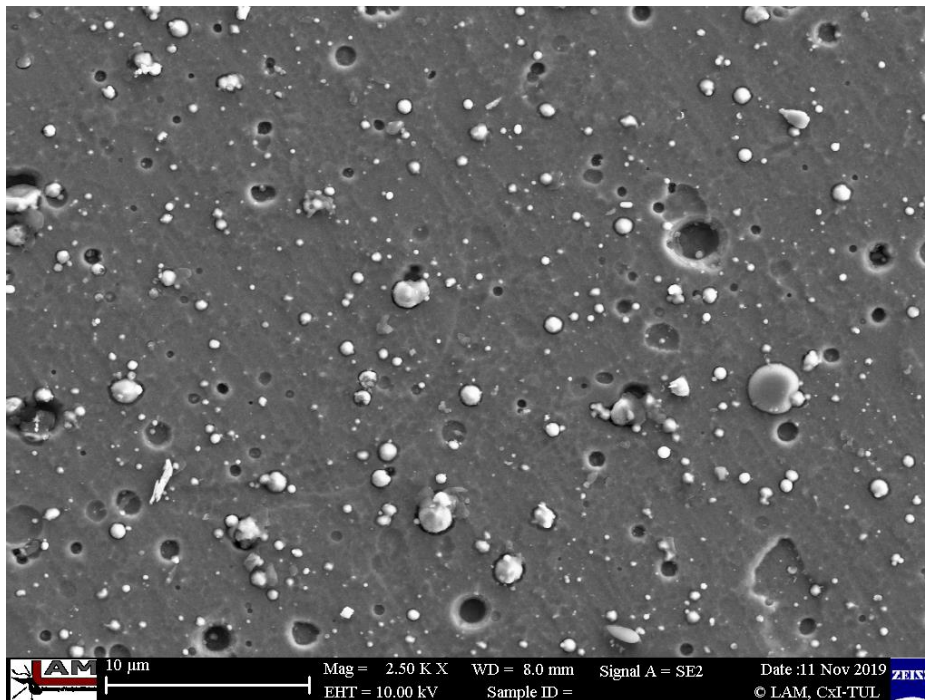
Použitá metoda depozice (kapitola 4. 2. 1. 1.) je zatížena nežádoucím efektem tvorby kapiček (droplets) a pórů na vznikajícím povrchu, jejichž koncentrace negativně ovlivňuje výslednou drsnost povrchu. Tyto defekty můžeme pozorovat na snímcích pořízených SEM mikroskopem (Obr. 30 až Obr. 33). Nejvyšší koncentraci defektů vykazuje vrstva (Ti,Al)N (Obr. 31) nejnižší pak vrstvy (Cr,Al,Ti)N (Obr. 32) a (Cr)N/(Al,Ti)N (Obr. 33). Přidáním chromu se tedy snížila drsnost povrchů tenkých vrstev.



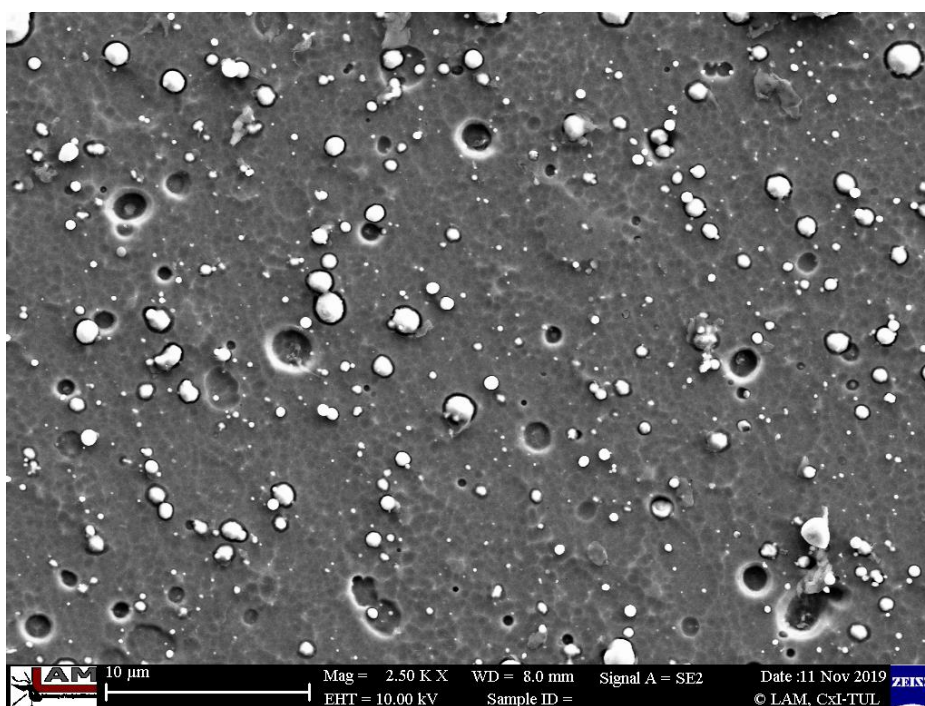
Obr. 30 – SEM snímek povrchu (Al,Ti)N



Obr. 31 – SEM snímek povrchu (Ti,Al)N



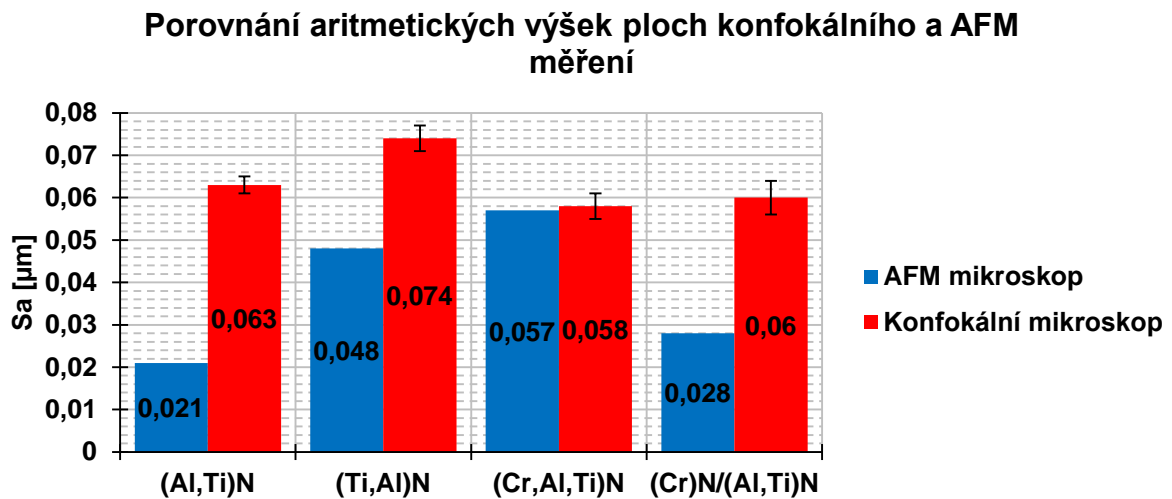
Obr. 32 – SEM snímek povrchu (Cr,Al,Ti)N



Obr. 33 – SEM snímek povrchu (Cr)N/(Al,Ti)N

7. 1. 1. Porovnání měření drsnosti konfokálního a AFM mikroskopu

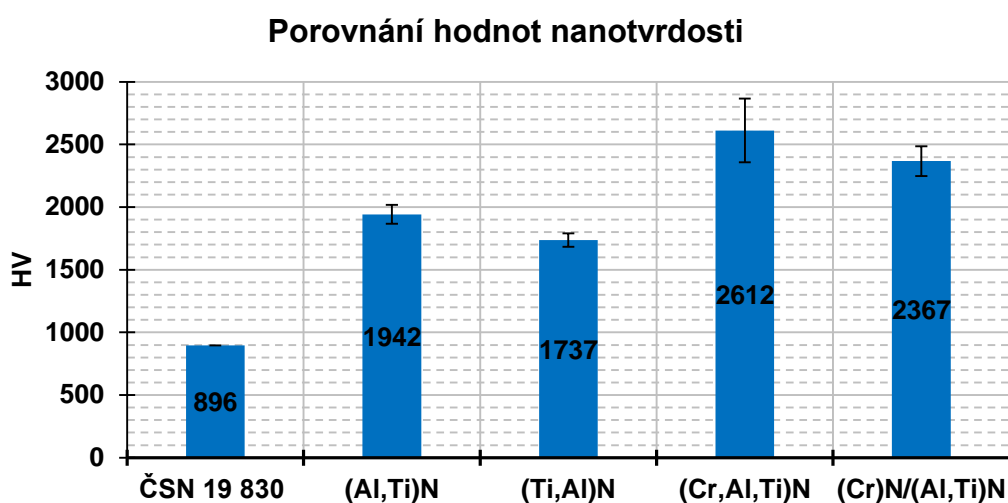
Hodnoty aritmetických výšek ploch tenkých vrstev naměřených AFM mikroskopem jsem porovnal s hodnotami získanými konfokálním mikroskopem (Graf 4). Až na výjimku u vrstvy CrAlTiN se hodnoty značně rozcházejí. Nesoulad je zřejmě způsoben nedostatečným rozsahem měření AFM mikroskopem, které vedlo ke zkreslení výsledků. Výsledky měření AFM mikroskopem nebudou dále v práci uvažovány.



Graf 4 – Porovnání aritmetických výšek ploch konfokálního a AFM měření

7. 2. Porovnání nanotvrdosti tenkých vrstev

Tvrdość substrátu ČSN 19 830 byla měřena mikrotvrdoměrem o hodnotě 896 HV. Při porovnání s tvrdostí substrátu vykazuje každá ze zkoumaných vrstev více jak dvojnásobnou tvrdost (Graf 5). Nejvyšší hodnota tvrdosti byla naměřena pro vrstvu (Cr,Al,Ti)N, která je téměř trojnásobná při porovnání s tvrdostí substrátu. Mírně nižší hodnotu tvrdosti vykazuje vrstva (Cr)N/(Al,Ti)N. Vrstvy (Al,Ti)N a (Ti,Al)N mají při porovnání s chromovými vrstvami tvrdost až o polovinu nižší. Přidáním chromu se tedy zvýšila tvrdost tenkých vrstev.



Graf 5 – Porovnání hodnot tvrdosti substrátu a tenkých vrstev

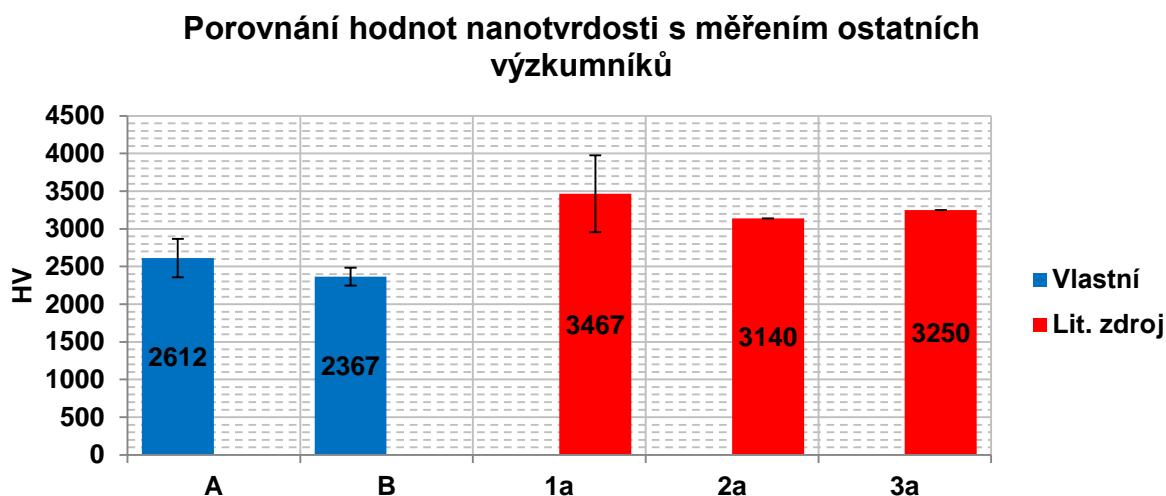
7. 2. 1. Porovnání hodnot s měřením ostatních výzkumníků

Výsledky vlastního měření jsem porovnal s výsledky výzkumníků (Tab. 21), kteří se zabývali měřením nanotvrdosti tenkých vrstev podobného složení. Pozoroval jsem trend vyšší tvrdosti vrstev na bázi (Al,Ti)N, samotné přidání chromu tedy neznamená zvýšení tvrdosti, ale závisí na: chemickém složení, mechanických vlastností, parametrech depozice a vlastním provedením měření nanotvrdosti.

Tab. 21 – Hodnoty nanotvrdosti naměřené ostatními výzkumníky

Hodnoty tvrdosti						
Vrstvy	HV	Smodch	Tloušťka [μm]	RPM	Substrát	Zdroj
(Cr,Al,Ti)N – A	2612	254	1,67	-	ČSN 19 830	-
(Cr)N/(Al,Ti)N – B	2367	119	1,16	6	ČSN 19 830	-
(Al ₂₆ Ti ₂₆)N ₄₈ – 1a	3467	510	1,5	-	ČSN 17 240	[32]
(Al _{31,80} Ti ₁₇)N _{51,20} – 2a	3140	-	1,3	-	WC-CO	[33]
(Ti _{27,05} Al _{21,34})N _{51,61} – 3a	3250	-	1,2	-	WC-CO	[33]

Pro lepší znázornění rozdílů naměřených hodnot byly hodnoty zapracovány do grafu 6.



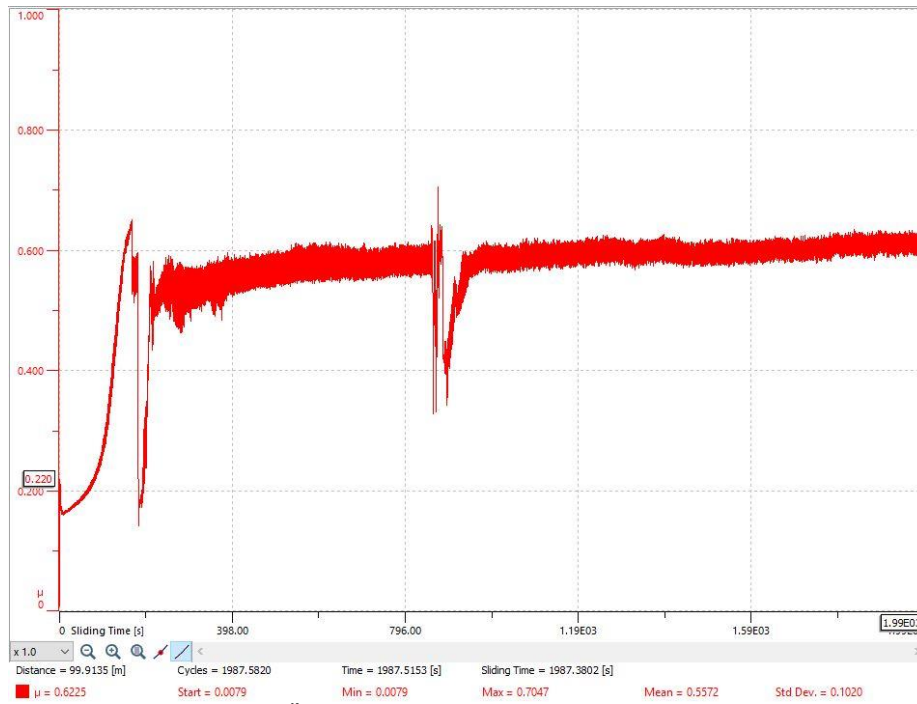
Graf 6 – Porovnání hodnot nanotvrdosti s měřením ostatních výzkumníků

7. 3. Porovnání tribologických vlastností tenkých vrstev

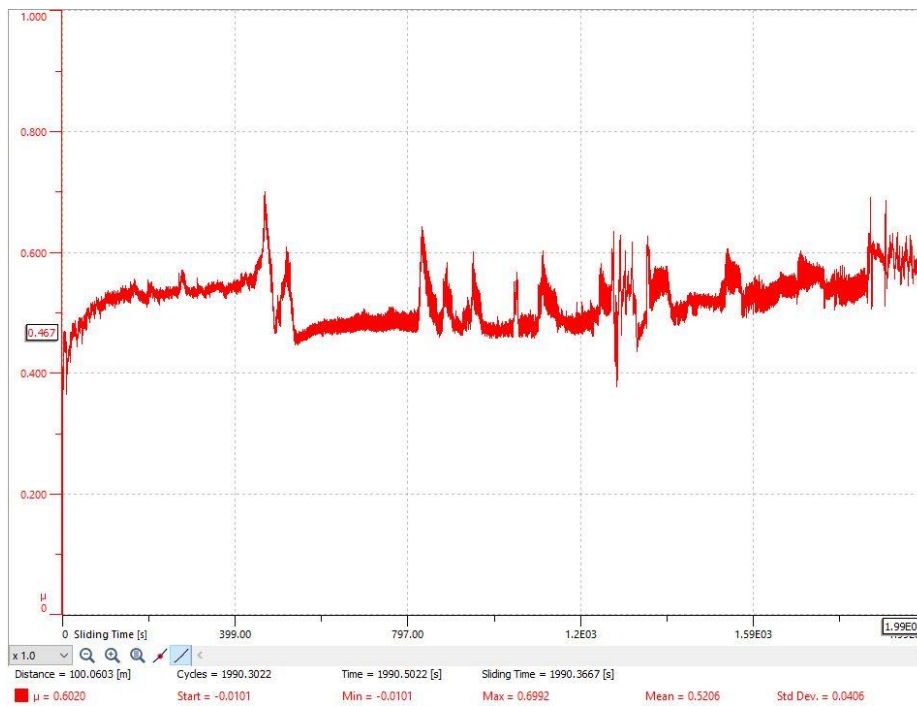
Porovnání hodnot a průběhu třecích koeficientů tenkých vrstev a velikosti opotřebení povrchu vzorků a protitěles.

7. 3. 1. Porovnání třecích koeficientů tenkých vrstev

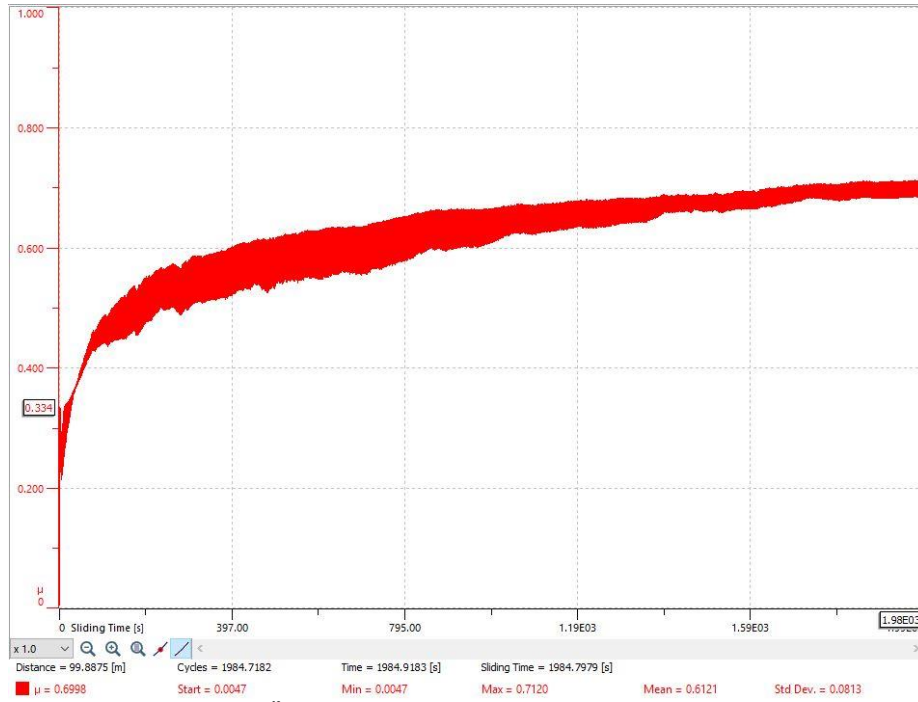
Průměrné hodnoty třecích koeficientů se pohybují v rozmezí od 0,5 do 0,6, nižší hodnoty pro vrstvy bez chromu a vyšší pro vrstvy s přidaným chromem. Při pohledu na časový průběh třecích koeficientů (Obr. 34 až Obr. 37) pozorujeme pozvolný nárůst křivek v průběhu testu s prudkým skokem na počátku z počátečních hodnot, které se pohybují v rozmezí od 0,2 do 0,4. U vrstvy (Al,Ti)N (Obr. 34) a mnohem výrazněji u vrstvy (Ti,Al)N (Obr. 35) vidíme rozkmitané hodnoty, které ukazují na poškození vrstvy v průběhu testu. Vrstvy s přidaným chromem (Cr,Al,Ti)N (Obr. 36) a (Cr)N/(Al,Ti)N (Obr. 37) mají relativně hladký průběh křivek, přidáním chromu tedy došlo k zlepšení odolnosti proti otěru.



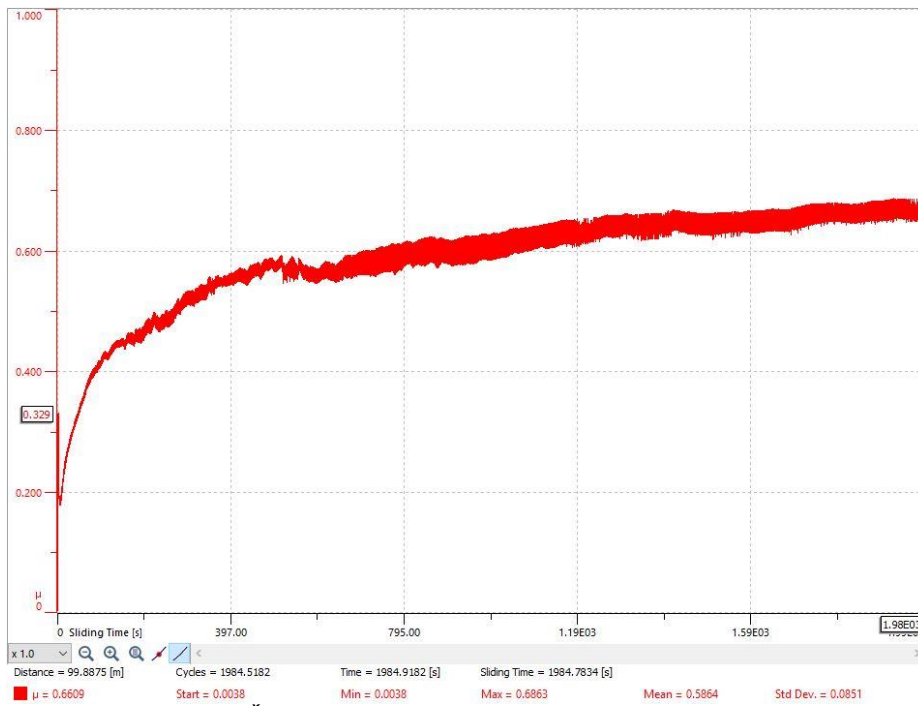
Obr. 34 – Časový průběh koeficientu tření (A_I, T_i)N



Obr. 35 – Časový průběh koeficientu tření (T_i, A_I)N

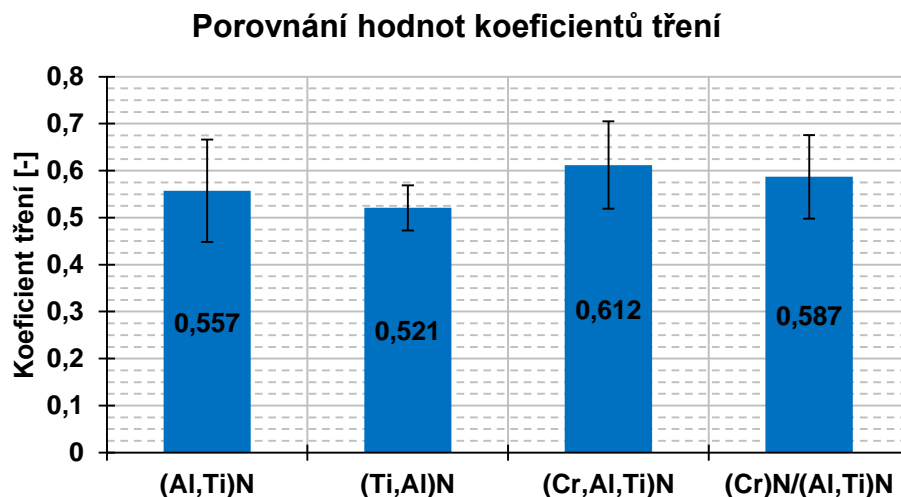


Obr. 36 – Časový průběh koeficientu tření (Cr,Al,Ti)N



Obr. 37 – Časový průběh koeficientu tření (Cr)N/(Al, Ti)N

Graf 7 znázorňuje porovnání průměrných hodnot koeficientů tření u zkoumaných tenkých vrstev a příslušné směrodatné odchylky. Přidáním chromu (Cr) se zvýšila hodnota třecích koeficientů.



Graf 7 – Porovnání hodnot průměrných koeficientů tření

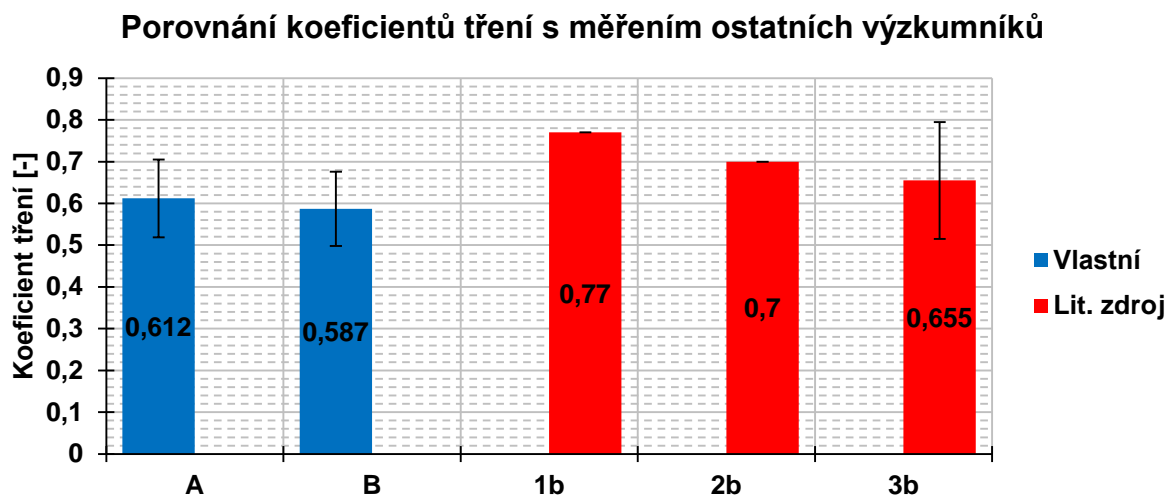
7. 3. 2. Porovnání koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků

Výsledky vlastního měření třecích koeficientů vrstvy jsem porovnal s několika výsledky měření třecích koeficientů tenkých vrstev ostatních výzkumníků. Při srovnání výsledků je patrné, že hodnota koeficientu tření závisí nejen na drsnosti povrchu ale i na samotném složení vrstvy.

Tab. 22 – Porovnání průměrných koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků

Porovnání koeficientů tření						
Vrstvy	Sa [μm]	Smoch	Ra [μm]	Substrát	RPM	Zdroj
(Cr,Al,Ti)N – A	0,058	0,003	-	ČSN 19 830	-	-
(Cr)N/(Al,Ti)N – B	0,060	0,004	-	ČSN 19 830	6	-
(Al ₁₇ Ti _{31,80})N _{51,20} – 1b	-	-	0,225	WC-CO	-	[33]
(Ti _{27,05} Al _{21,34})N _{51,61} – 2b	-	-	0,245	WC-CO	-	[33]
(Cr _{40,53} Al _{6,87} Ti _{6,07})N _{46,53} – 3b	0,030	0,001	-	ČSN 19 830	-	[34]
Vrstvy	CoF [-]	Smoch	Protitěleso			
(Cr,Al,Ti)N – A	0,612	0,093	Al ₂ O ₃ – 6mm			
(Cr)N/(Al,Ti)N – B	0,587	0,089	Al ₂ O ₃ – 6mm			
(Al ₁₇ Ti _{31,80})N _{51,20} – 1b	0,770	-	SiC – 9,525mm			
(Ti _{27,05} Al _{21,34})N _{51,61} – 2b	0,700	-	SiC – 9,525mm			
(Cr _{40,53} Al _{6,87} Ti _{6,07})N _{46,53} – 3b	0,655	0,140	WC-CO – 5mm			

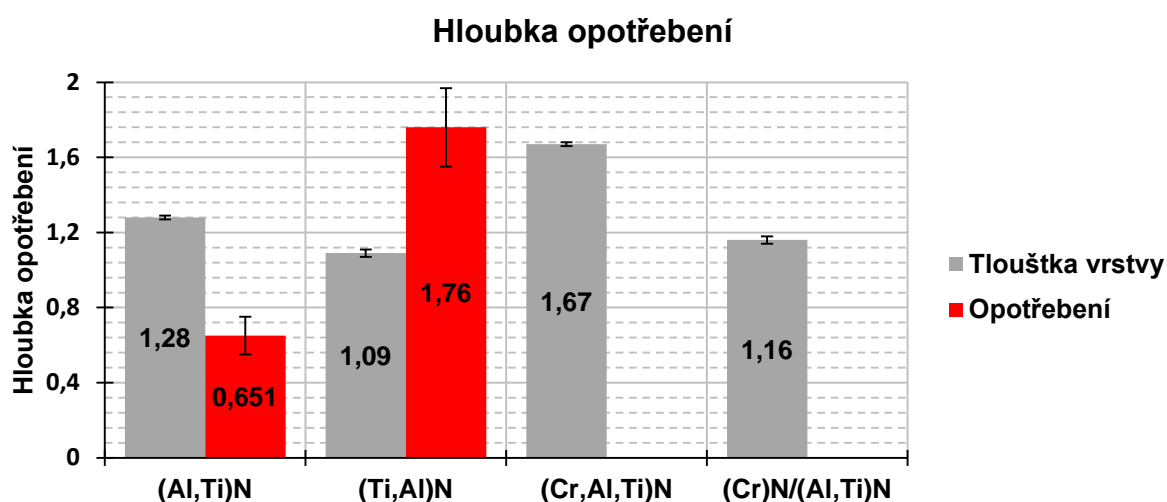
Graf 8 znázorňuje porovnání průměrných hodnot koeficientů tření u zkoumaných tenkých vrstev s výsledky dalších výzkumníků.



Graf 8 – Porovnání průměrných koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků

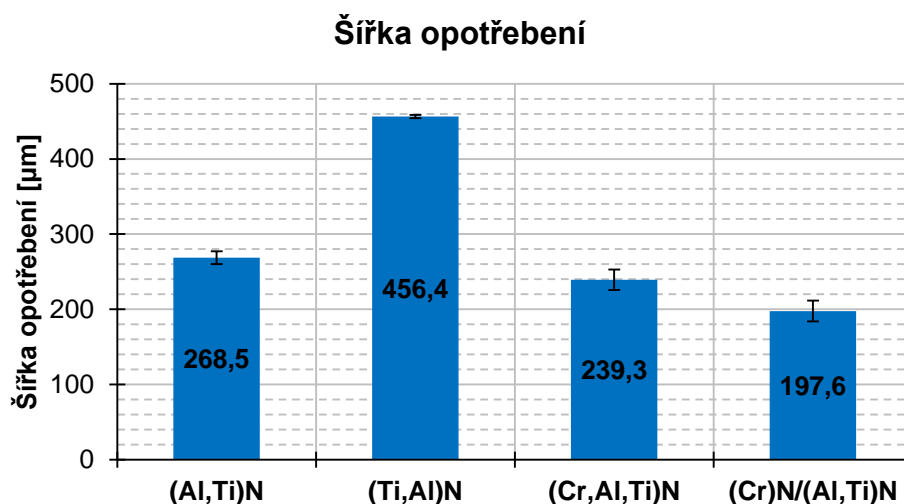
7. 3. 3. Opotřebení třecí dvojice

Při hodnocení velikosti opotřebení povrchů tenkých vrstev (Graf. 9) bylo prokázáno úplné zničení vrstvy (Ti,Al)N, u které hloubka opotřebení přesáhla její tloušťku. Opotřebení vrstvy (Al,Ti)N přesáhlo polovinu její tloušťky při délce ojeté dráhy 100 m. Vrstvy s přidaným chromem (Cr,Al,Ti)N a (Cr)N/(Al,Ti)N neprokázaly známky hloubkového opotřebení mimo odstranění kapiček (droplets) z kontaktní plochy, což svědčí o tom, že po přidání chromu (Cr) jsou vrstvy výrazně odolnější proti vnějšímu namáhání otěrem.



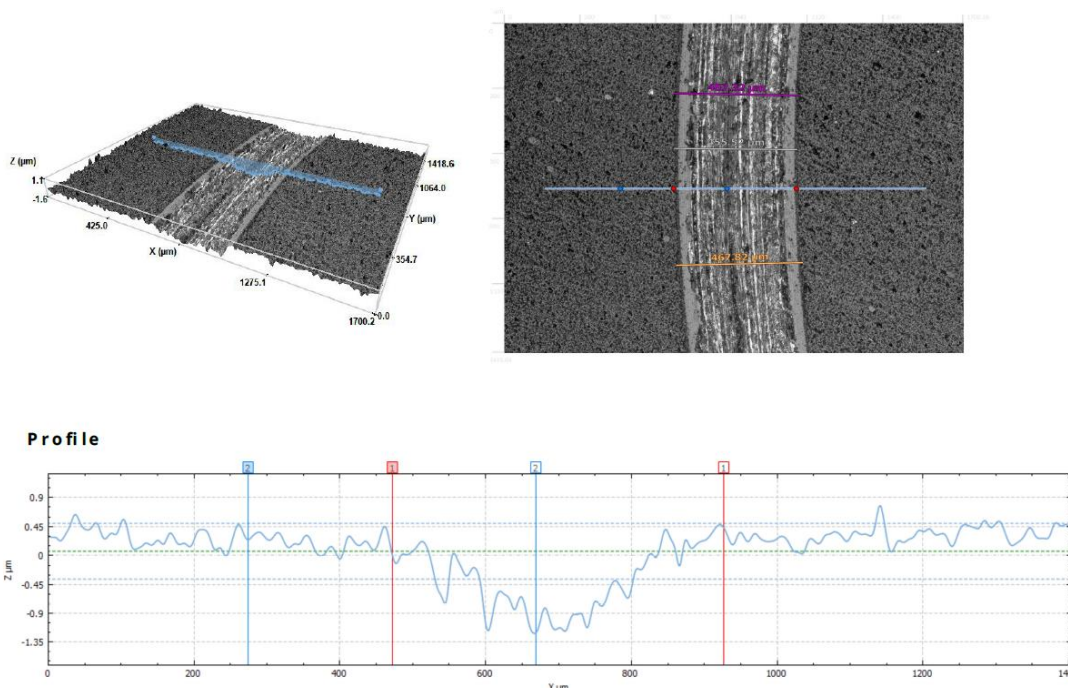
Graf 9 – Porovnání hloubky opotřebení

Stopa opotřebení je nejširší pro vrstvu (Ti,Al)N (Graf 10) to je dáno kombinací zvětšující se kontaktní plochy třecí kuličky a rostoucí hloubkou opotřebení vrstvy. To samé v menším měřítku platí i pro vrstvu (Al,Ti)N. U vrstev s přidaným chromem (Cr) došlo, v místě kontaktu kuličky s povrchem, k odstranění kapiček a jiných povrchových nedokonalostí, tím vznikla tzv. „vyleštěná“ stopa.

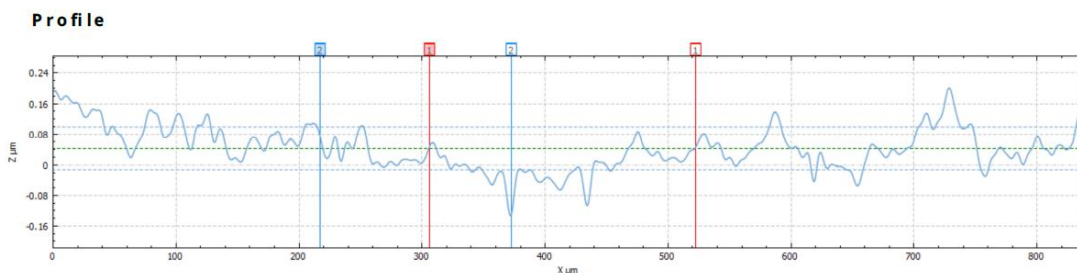
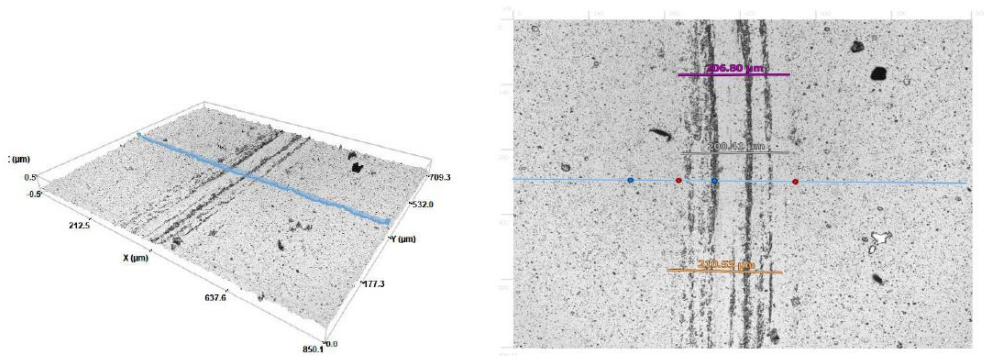


Graf 10 – Porovnání šířky opotřebení

Měření šířky a hloubky stopy opotřebení tribometrem bylo provedeno na třech místech povrchu stop. Obrázky 38 a 39 znázorňují rozdíl hodnot opotřebení vrstev (Ti,Al)N a (Cr)N/(Al,Ti)N.



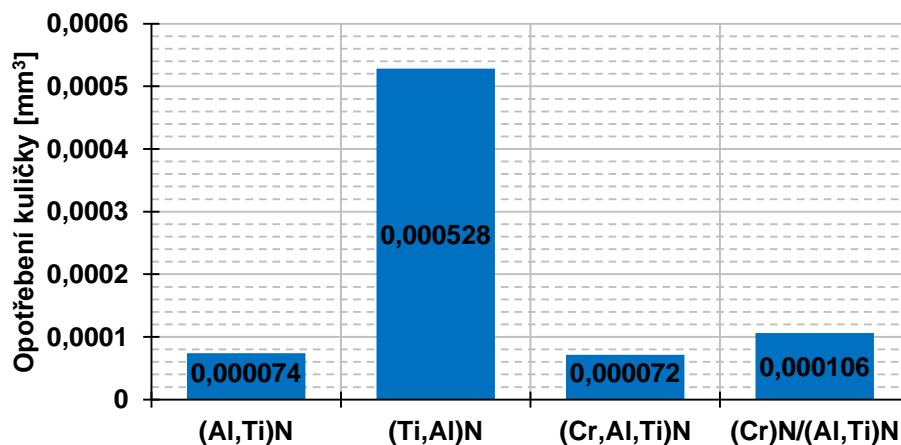
Obr. 38 – Opotřebení tenké vrstvy (Ti,Al)N



Obr. 39 – Opatření tenké vrstvy (Cr)N/(Al, Ti)N

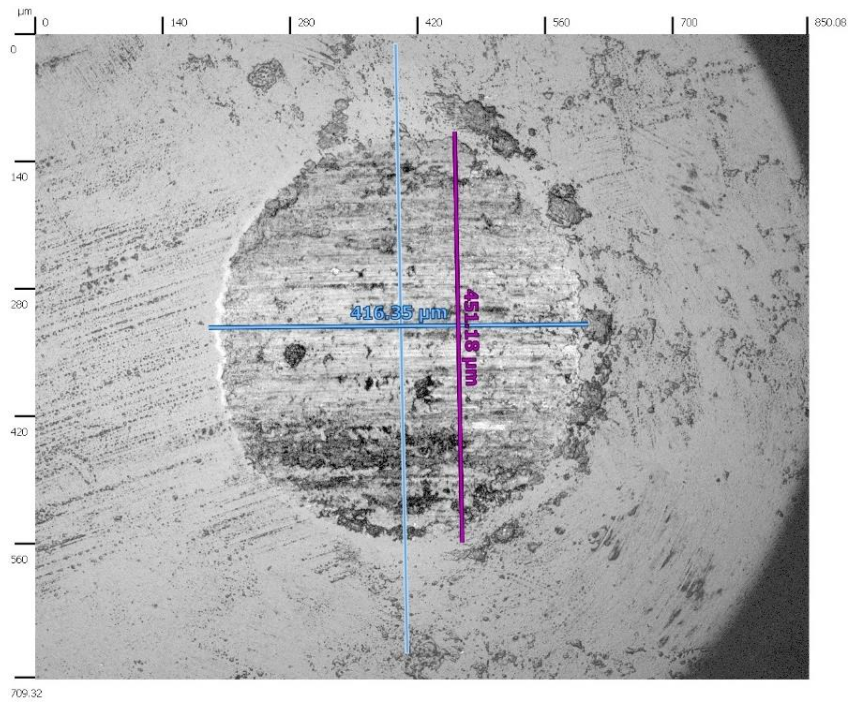
Hodnocení opotřebení protitěles prokázalo nejvyšší úbytek materiálu kuličky při kontaktu s vrstvou (Ti,Al)N (Graf 11). K výraznějšímu opotřebení pravděpodobně došlo tím, že kulička ke konci experimentu, byla v kontaktu s ocelovým substrátem, což vedlo k většímu poškození ve srovnání s ostatními protikusy. Opatření ostatních tělísek se zdá být způsobeno pouze nevyhnutelným úbytkem materiálu při vzájemném kontaktu dvou těles.

Opotřebení kuličky

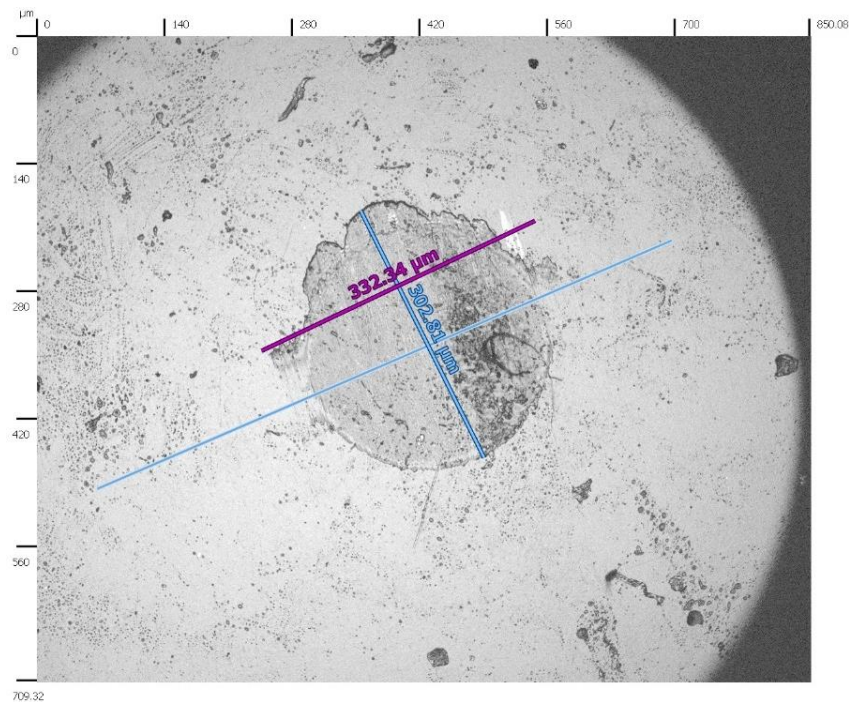


Graf 11 – Porovnání objemů opotřebení protitěles

Pro měření úbytku materiálu z povrchu protitěles byly pozorovány průměry vytvořených vrchlíků (Obr. 40, Obr. 41) pomocí kterých byl proveden výpočet objemu odebraného materiálu.



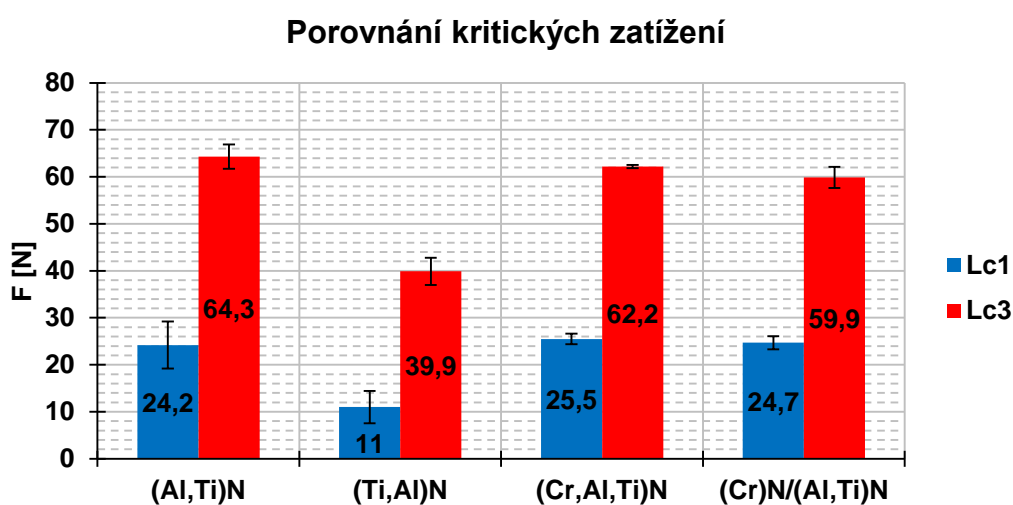
Obr. 40 – Opotřebení kuličky vůči tenké vrstvě (Ti,Al)N



Obr. 41 – Opotřebení kuličky vůči tenké vrstvě (Cr)N/(Al, Ti)N

7. 4. Porovnání adheze tenkých vrstev

Jako ukazatele hodnot adheze jsem sledoval hodnoty kritických zatížení Lc1 a Lc3 (Graf 12). Velikost zatížení Lc1 má z technologického hlediska větší význam, protože přímo udává maximální podmínky použití povlakovaných nástrojů, jako minimální hodnota průmyslového použití se udává 25 N. Nejvyšší hodnota zatížení Lc1 byla naměřena pro vrstvu (Cr,Al,Ti)N o velikosti 25,5 N. O trochu nižší hodnoty byly naměřeny pro vrstvy (Al,Ti)N a (Cr)N/(Al,Ti)N. Výrazně nižší hodnota, více jak o polovinu, byla naměřena pro vrstvu (Ti,Al)N. Takto nízká hodnota adheze může být způsobena nevhodně zvolenými parametry depozičního procesu.



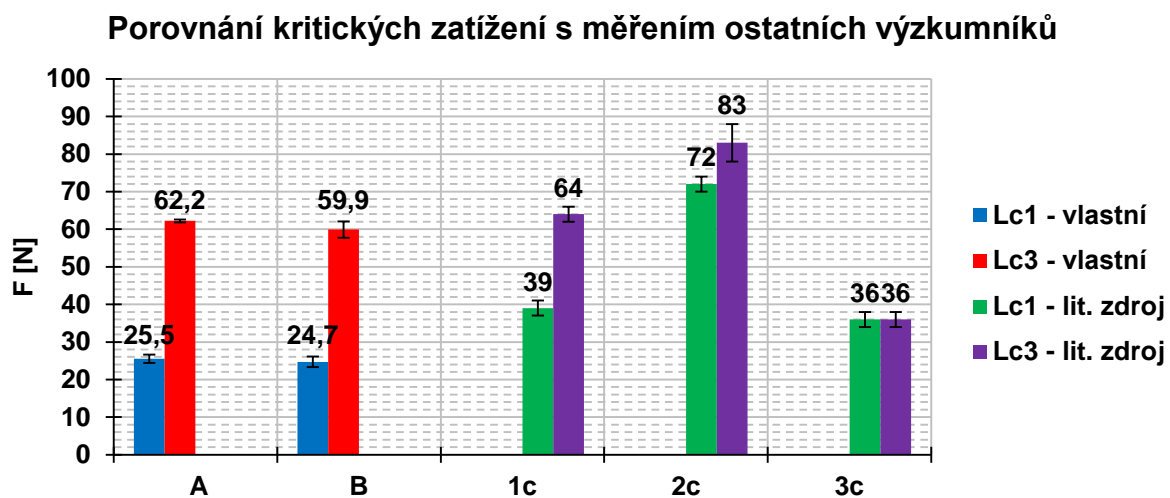
Graf 12 – Porovnání hodnot kritických zatížení Lc1 a Lc3

Výsledky vlastního měření adheze jsem porovnal s hodnotami měření výzkumníků, kteří se zabývali měřením adheze tenkých vrstev (Tab. 23). Z výsledků je patrný vliv materiálové vlastnosti substrátu na hodnoty adheze.

Tab. 23 – Porovnání kritických zatížení naměřených ostatními výzkumníky

Hodnoty kritických zatížení						
Vrstvy	Sa [μm]	smodch	Tloušťka [μm]	smodch	substrát	zdroj
(Cr,Al,Ti)N – A	0,058	0,003	1,67	0,01	ČSN 19 830	-
(Cr)N/(Al,Ti)N – B	0,060	0,004	1,16	0,02	ČSN 19 830	-
(Ti,Al)N – 1c	-	-	5	-	HSS	[35]
(Ti,Al)N – 2c	-	-	5	-	SK	[35]
(Ti,Al)N – 3c	-	-	5	-	PCBN	[35]
Vrstvy	Lc1 [N]		Smodch	Lc3 [N]		Smodch
(Cr,Al,Ti)N – A	25,5		1,10	62,2		0,40
(Cr)N/(Al,Ti)N – B	24,7		1,40	59,9		2,20
(Ti,Al)N – 1c	39		2	64		2
(Ti,Al)N – 2c	72		2	83		5
(Ti,Al)N – 3c	36		2	36		2

Pro lepší přehlednost byly hodnoty z tabulky 23 zpracovány do grafu 13.



Graf 13 – Porovnání kritických zatížení s měřením ostatních výzkumníků

8. Závěr

Předkládaná bakalářská práce splňuje zásady pro vypracování: odborné rešerše na téma využití a aplikace tenkých vrstev Arc-PVD, návrhu a provedení experimentu měření vlastností vzorků tenkých vrstev a vyhodnocení a porovnání dosažených výsledků.

Teoretickou část práce jsem vypracoval se zaměřením na obecný úvod do problematiky tvorby a hodnocení tenkých vrstev. Připravená rešerše nabízí základní přehled o: terminologii, vlastnostech, typech a oblastech použití tenkých vrstev, předdepozičních procesech úpravy povrchu substrátu, základních metodách výroby tenkých vrstev (CVD a PVD) jakož to mechanismu vzniku, parametrech a vybraných postupech depozice vrstev a nejpoužívanějších metodách hodnocení vlastností tenkých vrstev.

Experimentální část popisuje zvolené metodiky měření vlastností keramických vrstev (Al,Ti)N, (Ti,Al)N, (Cr,Al,Ti)N a multivrstvy (Cr,)N/(Al,Ti)N. Experiment sestává z metod měřících: drsnost, chemické složení, tloušťku, tvrdost, tribologické vlastnosti a adhezi vrstev s cílem jejich vzájemného porovnání a vyhodnocení vlivu přidání chromu (Cr) na mechanické vlastnosti tenkých vrstev.

Z naměřených hodnot jsem pro vrstvy s přidaným chromem pozoroval:

- snížení plošné drsnosti a omezení výskytu kapiček a pórů na povrchu vrstev,
- téměř trojnásobné zvýšení tvrdosti při porovnání s tvrdostí substrátu a až 50 % nárůst při porovnání s nechromovými vrstvami,
- výrazné zvýšení odolnosti proti otěru o porovnání s nechromovými vrstvami (nebylo pozorováno opotřebení tenkých vrstev s Cr),
- Hodnoty adheze tenkých vrstev splňují průmyslové požadavky s výjimkou vrstvy (Ti,Al)N, která byla vytvořena za použití nevhodných depozičních parametrů.

Trend zlepšení mechanických vlastností jako je odolnost proti otěru a adheze jsou vlastnosti, které mají pozitivní vliv na zvyšování životnosti nástrojů pro obrábění a přidání chromu do vrstev na bázi (Al,Ti)N se jeví jako jeden ze způsobů jejich zlepšování.

Dalším směrem pro rozšíření práce by mohla být změna parametrů testu, provedení depozice vrstev na jiný materiál substrátu, např.: slinuté karbidy pro lepší význam v praxi anebo změna depozičních parametrů.

Vypracovaná bakalářská práce nabízí řadu výsledků, které mohou posloužit jako reference pro další práci výzkumníků zabývajících se tématem tenkých vrstev, povlakování a hodnocení mechanických vlastností nově vytvořeného povrchu.

Zdroje

- [1] SEDLÁČEK, Vladimír. *Povrchy a povlaky kovů*. Ediční středisko ČVUT, Praha, 1992. ISBN 80-01-00799-5.
- [2] PCT COATING SOLUTIONS. *Precision cutting tools* [online]. 2018 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: http://www.pct-imc.com/Technical/PVD_Coating
- [3] Pvd coating. *Eifeler* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: https://www.eifeler-austria.com/en/pvd_coating/
- [4] PODANÝ, Pavel a Antonín KRÍŽ. *PŘEDDEPOZIČNÍ PROCESY PŘI VÝROBĚ TENKÝCH VRSTEV* [online]. Plzeň, 2006, , 1-7 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/podany_metal06.pdf
- [5] KRÍŽ, Antonín. *VLIV IONTOVÉHO BOMBARDU NA VLASTNOSTI SYSTÉMŮ VYTVÁŘENÝCH PVD TECHNOLOGIÍ* [online]. Plzeň, 2003, , 1-9 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: http://metal2014.tanger.cz/files/proceedings/metal_03/papers/22.pdf
- [6] NĚNIČKA, JAKUB. *ODSTRAŇOVÁNÍ PŮVODNÍCH POVLAKŮ ŘEZNÝCH NÁSTROJŮ PŘED NOVÝM POVLAKOVÁNÍM*. Brno, 2008. Diplomová práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ. Vedoucí práce Do c. Ing. ANTON HUMÁR.
- [7] CHOY, K.L. Chemical vapour deposition of coatings. *Progress in Materials Science Volume 48*. 2003, (2), 57-170. Dostupné z: doi:10.1016/S0079-6425(01)00009-3
- [8] Tenké vrstvy. In: *Ateam* [online]. [cit. 2020-11-20]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf
- [9] GOTO, Takashi a Hirokazu KATSUI. Chemical Vapor Deposition. *Handbook of Solid State Chemistry*. Japan, 2017, , 399-428. Dostupné z: doi:10.1002/9783527691036.hssevol2025
- [10] REICHEL, K. a X. JIANG. The preparation of thin films by physical vapour deposition methods. *Thin Solid Films*. 1990, **1**(191), 91-126. Dostupné z: doi:10.1016/0040-6090(90)90277-K
- [11] ABEGUNDE, Olayinka Oluwatosin, Esther Titilayo AKINLABI, Oluseyi Philip OLADIJO, Stephen AKINLABI a Albert Uchenna UDE. Overview of thin film deposition techniques. *AIMS Materials Science*. 2019, **2**(6), 174-199. Dostupné z: doi:10.3934/matricsci.2019.2.174
- [13] Physical Vapor Deposition (PVD). In: *PLASMA ELECTRONIC* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://www.plasma-electronics.com/physical-vapor-deposition.html#>
- [12] Helmersson, U., Lattemann, M., Böhlmark, J., Ehiasarian, A. P., Gudmundsson, J. T., (2006), Ionized physical vapor deposition (IPVD): A review of technology and applications, *Thin Solid Films*, 513(1-2), 1-24. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2006.03.033>
- [14] GOROKHOVSKY, Vladimir, Vladimir P. POLISTCHOOK, Ivan M. YARTSEV a Joseph W. GLASER. Distributed Arc sources. *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology*. 1996, , 423-444. Dostupné z: doi:10.1016/B978-081551375-9.50015-1
- [15] BAPTISTE, Laurent, Nitte Van LANDSCHOOT, Gerard GLEIJM, Jan Schade van WESTRUM HAN, Han VELTHUIS a Tae-Yeob KIM. Electromagnetic levitation: A new technology for high rate physical vapour deposition of coatings onto metallic strip. *Surface and Coatings Technology*. 2007, (202), 1189-1193. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2007.05.075
- [16] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů. In: *Fme.vutbr.cz* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/hmsm/index.htm>
- [17] Zkoušky tvrdosti. In: *Opi.zcu.cz* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf

- [18] Metody měření a hodnocení adhezivně kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát: Scratch test (vrypová zkouška). In: *Opi.zcu.cz* [online]. 2005 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://www.opi.zcu.cz/adheze.html>
- [19] SOSNOVÁ, Martina a Antonín KŘÍŽ. Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování. In: *Opi.zcu.cz* [online]. 2006 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/FRVS_zprava_dalsi_studium_sosnova.pdf
- [20] KAVÁNOVÁ, Anna. *HODNOCENÍ UŽITNÝCH VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEV A JEJICH APLIKACE V PRŮMYSLU*. Liberec, 2019. Diplomová práce. Technická Univerzita v Liberci. Vedoucí práce Ing. Totka Bakalova, Ph. D.
- [21] Výškové parametry textury povrchu. In: *Mmspektrum.com* [online]. 2014 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/vyskove-parametry-textury-povrchu.html>
- [22] PRINCIPY KONFOKÁLNÍ MIKROSKOPIE. In: *Botanika.upol.cz* [online]. 2010 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <http://www.botanika.upol.cz/atlas/confmicro/principles.php>
- [23] PLÁŠEK, Jaromír. Konfokální mikroskop. In: *Vesmir.cz* [online]. 1995 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://vesmir.cz/cz/casopis/archiv-casopisu/1995/cislo-9/konfokalni-mikroskop.html>
- [24] Analýza vrstev pomocí elektronové spektroskopie a podobných metod. In: *Monoceros.physics.muni.cz* [online]. 2010 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: http://monoceros.physics.muni.cz/~dorian/Soucek_Elektronova_mikroskopie.pdf
- [25] LIGAS, Aleš. *STUDIUM KOVOVÝCH MATERIÁLŮ POMOCÍ NÍZKONAPĚŤOVÉ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE*. 2012. Bakalářská práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ. Vedoucí práce Ing. Mgr. Šárka Mikmeková.
- [26] Energiově disperzní spektrometrie (EDS). In: *Matca.cz* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://matca.cz/technologie/analyticke-metody/eds/>
- [27] KUSÁK, Ivo. AFM mikroskop. In: *Fyzika.fce.vutbr.cz* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: http://fyzika.fce.vutbr.cz/file/kusak/AFM_mikroskopie.pdf
- [28] RENDL, Mikoláš. *Tribologie pro letecké aplikace*. Praha, 2019. Diplomová práce. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE. Vedoucí práce Ing. Petr Drašnar, Ph.D.
- [29] HÁJEK, Jiří a Antonín KŘÍŽ. TRIBOLOGICKÁ ANALÝZA „PIN-on-DISC“. In: *Metal2014.tanger.cz* [online]. Plzeň, 2005 [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: http://metal2014.tanger.cz/files/proceedings/metal_05/papers/70.pdf
- [30] BAKALOVA, Totka. Tribologie a tribologické vlastnosti - prezentace. Liberec, 2020.
- [31] Kalotest: Charakteristika činnosti. In: *Opi.zcu.cz* [online]. [cit. 2021-01-07]. Dostupné z: <https://www.opi.zcu.cz/kalotest.html>
- [32] ADESINA, Akeem Yusuf, Zuhair GASEM a Abdul Samad MOHAMMED. Comparative Investigation and Characterization of the Scratch and Wear Resistance Behavior of TiN, CrN, AlTiN and AlCrN Cathodic Arc PVD Coatings. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2019. Dostupné z: doi:10.1007/s13369-019-04038-8
- [33] AIHUA, Liu, Deng JIANXIN, Cui HAIBING, Chen YANGYANG a Zhao JUN. Friction and wear properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. China, 2012, (31), 82-88. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2011.09.010
- [34] LI, Xiaoying, Hanshan DONG a Wenwen WU. Microstructural characterisation of carbon doped CrAlTiN nanoscale multilayer coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2011, , 3251-3259. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2010.11.046
- [35] SVEEN, S., J.M. ANDERSSON, R. M'SAOUBI a M. OLSSON. Scratch adhesion characteristics of PVD TiAlN deposited on high speed steel, cemented carbide and PCBN substrates. *Wear*. 2013, , 133-141. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2013.08.025

Seznam obrázků

Obr. 1 – Systém substrát tenká vrstva [8] (upraveno).....	12
Obr. 2 – Nástroje (Ti)N (https://ruko.de/en).....	13
Obr. 3 – Nástroje (Zr)N (https://norgau.com/en/)	13
Obr. 4 – Nástroje (Al,Ti)N+(WC/C) (https://www.msdirect.com/)	14
Obr. 5 – Nástroje (Ti,Al)N (https://ruko.de/en).....	14
Obr. 6 – Princip CVD [8] (upraveno)	17
Obr. 7 – Foto stimulované CVD a) Fotochemické b) Fototermální [7] (upraveno).....	19
Obr. 8 – Princip PVD [8] (upraveno).....	19
Obr. 9 – Princip napařování [10] (upraveno).....	20
Obr. 10 – Schéma katodového napařování [14] (upraveno).....	21
Obr. 11 – Odtržení vrstvy (Cr,Al,Ti)N a úplné odhalení substrátu.....	21
Obr. 12 – Princip odprašování [8] (upraveno)	23
Obr. 13 – Schéma zkoušky podle Vickerse [17] (upraveno)	25
Obr. 14 – Schéma zkoušky podle Knoopu [17] (upraveno)	26
Obr. 15 – Schéma zkoušky podle Berkoviche [17] (upraveno).....	26
Obr. 16 – Schéma vrypové zkoušky [8] (upraveno)	27
Obr. 17 – Oblasti kritického zatížení [19]	28
Obr. 18 – Popis principu konfokálního mikroskopu [23] (upraveno)	30
Obr. 19 – Režimy snímání AFM: a) kontaktní, b) nekontaktní, c) poklepový [27] (upraveno)	32
Obr. 20 – Schéma zkoušky Pin-on-Disk [30] (upraveno)	34
Obr. 21 – Schéma zkoušky Kalotest [8] (upraveno).....	35
Obr. 22 – Vzorky tenkých vrstev	36
Obr. 23 – Konfokální mikroskop SENSOFAR S neox.....	37
Obr. 24 – Znárodnění textury povrchu (Cr,Al,Ti)N	37
Obr. 25 – 3D obrazy povrchu: a) (Al,Ti)N, b) (Ti,Al)N, c) (Cr,Al,Ti)N, d) (Cr)N/(Al,Ti)N.....	39
Obr. 26 – Graf spektrografie vrstvy (Cr,Al,Ti)N	40
Obr. 27 – Kalota na povrchu vrstvy (Cr,Al,Ti)N	41
Obr. 28 – Mikro/nanotvrdměr CSM	42
Obr. 29 – Tribometr pro suché i kapalném prostředí	43
Obr. 30 – SEM snímek povrchu (Al,Ti)N	47
Obr. 31 – SEM snímek povrchu (Ti,Al)N	47
Obr. 32 – SEM snímek povrchu (Cr,Al,Ti)N	48
Obr. 33 – SEM snímek povrchu (Cr)N/(Al,Ti)N	48
Obr. 34 – Časový průběh koeficientu tření (Al,Ti)N	52
Obr. 35 – Časový průběh koeficientu tření (Ti,Al)N	52
Obr. 36 – Časový průběh koeficientu tření (Cr,Al,Ti)N.....	53
Obr. 37 – Časový průběh koeficientu tření (Cr)N/(Al,Ti)N.....	53
Obr. 38 – Opotřebenění tenké vrstvy (Ti,Al)N	56
Obr. 39 – Opotřebenění tenké vrstvy (Cr)N/(Al,Ti)N	57
Obr. 40 – Opotřebenění kuličky vůči tenké vrstvě (Ti,Al)N	58
Obr. 41 – Opotřebenění kuličky vůči tenké vrstvě (Cr)N/(Al,Ti)N.....	58
Obr. 42 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Al,Ti)N.....	67
Obr. 43 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Ti,Al)N.....	67
Obr. 44 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Cr,Al,Ti)N.....	68
Obr. 45 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Cr)N/(Al,Ti)N.....	68

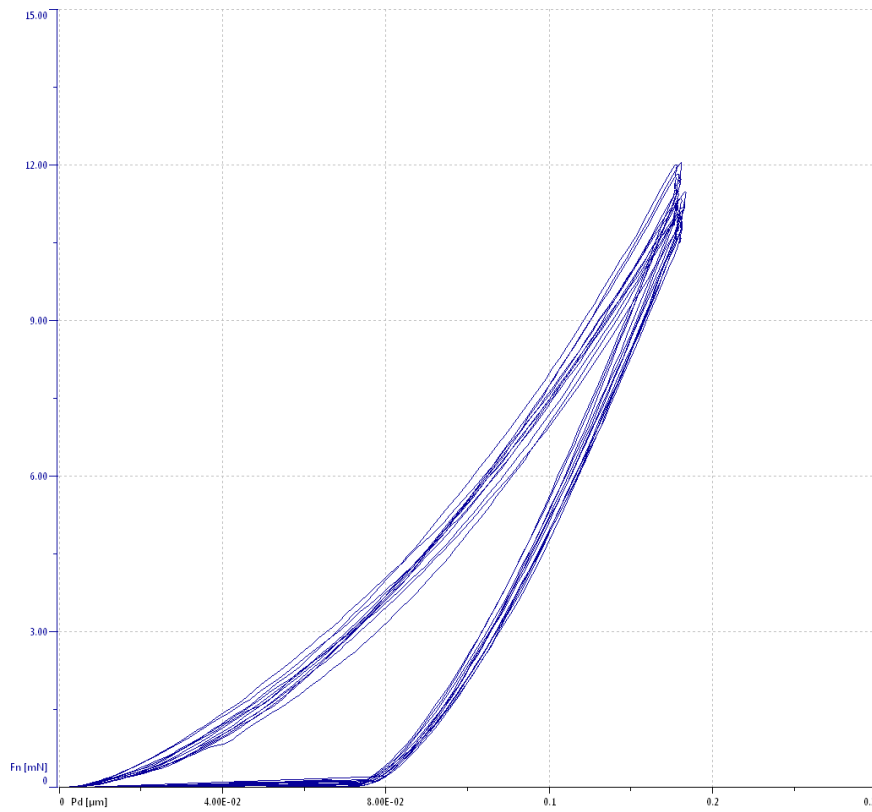
Seznam Grafů

Graf 1 - Schéma odečtu výškových parametrů	29
Graf 2 – Porovnání průměrných aritmetických výšek ploch	46
Graf 3 – Porovnání maximálních výšek ploch	46
Graf 4 – Porovnání aritmetických výšek ploch konfokálního a AFM měření.....	49
Graf 5 – Porovnání hodnot tvrdosti substrátu a tenkých vrstev	50
Graf 6 – Porovnání hodnot naotvrdlosti ostatních výzkumníků.....	51
Graf 7 – Porovnání hodnot průměrných koeficientů tření	54
Graf 8 – Porovnání průměrných koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků.....	55
Graf 9 – Porovnání hloubky opotřebení	55
Graf 10 – Porovnání šířky opotřebení	56
Graf 11 – Porovnání objemů opotřebení protitěles	57
Graf 12 – Porovnání hodnot kritických zatížení Lc1 a Lc3.....	59
Graf 13 – Porovnání kritických zatížení naměřených ostatními výzkumníky	60

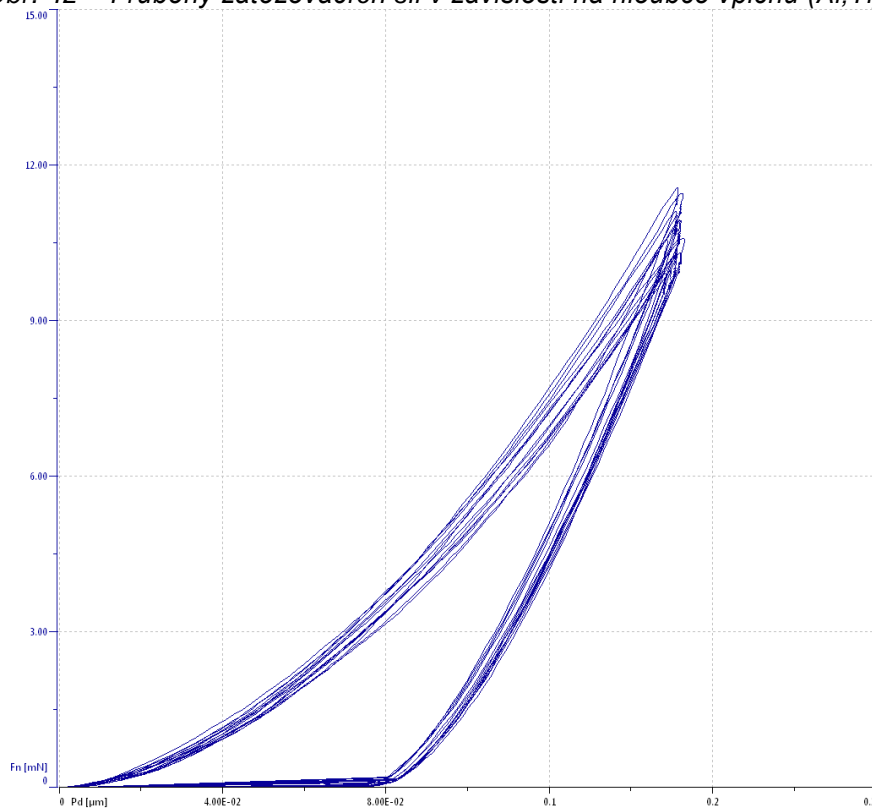
Seznam Tabulek

Tab. 1 – seznam zkratk	10
Tab. 2 – Základní vlastnosti (Ti)N	13
Tab. 3 – Základní vlastnosti (Zr)N	13
Tab. 4 – Základní vlastnosti WC/C	14
Tab. 5 – Základní vlastnosti (Ti,Al)N	14
Tab. 6 – Výškové parametry povrchu (Al,Ti)N	38
Tab. 7– Výškové parametry povrchu (Ti,Al)N	38
Tab. 8 – Výškové parametry povrchu (Cr,Al,Ti)N	38
Tab. 9 – Výškové parametry textury (Cr)N/(Al,Ti)N	38
Tab. 10 – Výškové parametry AFM	39
Tab. 11 – Chemické složení tenkých vrstev 1. měření	40
Tab. 12 – Chemické složení tenkých vrstev 2. měření	40
Tab. 13 – Tloušťka zkoumaných vrstev	41
Tab. 14 – Nanotvrdost povlaků vzorků	42
Tab. 15 – Parametry průběhu tribometrického testu	43
Tab. 16 – Průměrné hodnoty třecích koeficientů	43
Tab. 17 – Šířka stopy opotřebení	44
Tab. 18 – Hloubka stopy opotřebení	44
Tab. 19 – Objem opotřebení protitěles	44
Tab. 20 – Adheze povlaků	45
Tab. 21 – Hodnoty nanotvrdosti naměřené ostatními výzkumníky	50
Tab. 22 – Porovnání průměrných koeficientů tření s měřením ostatních výzkumníků	54
Tab. 23 – Porovnání kritických zatížení naměřených ostatními výzkumníky	59

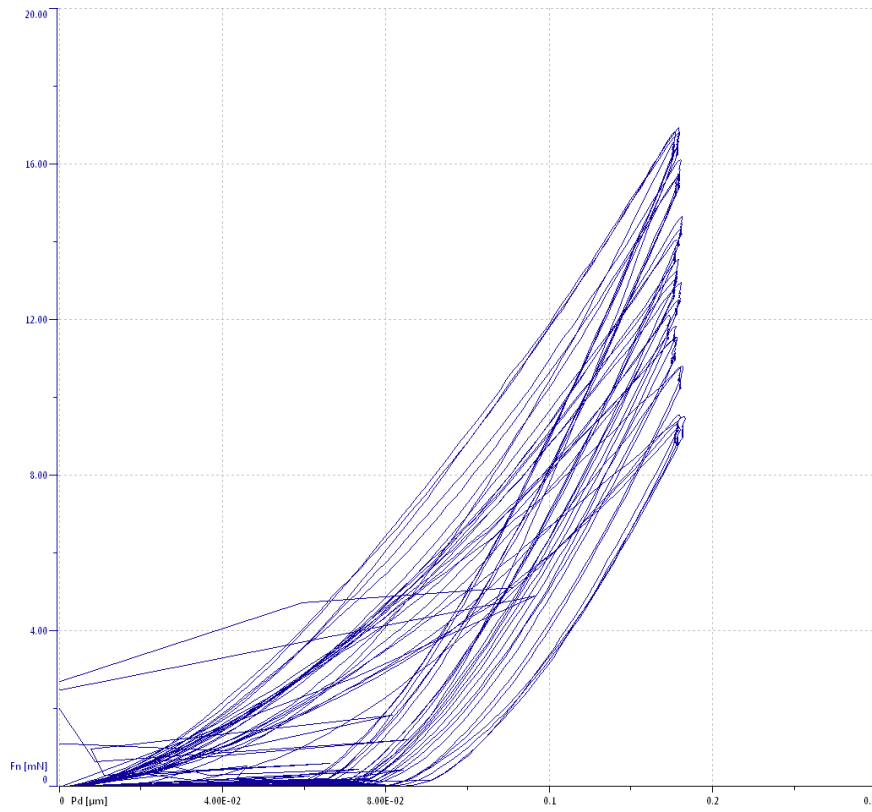
Přílohy



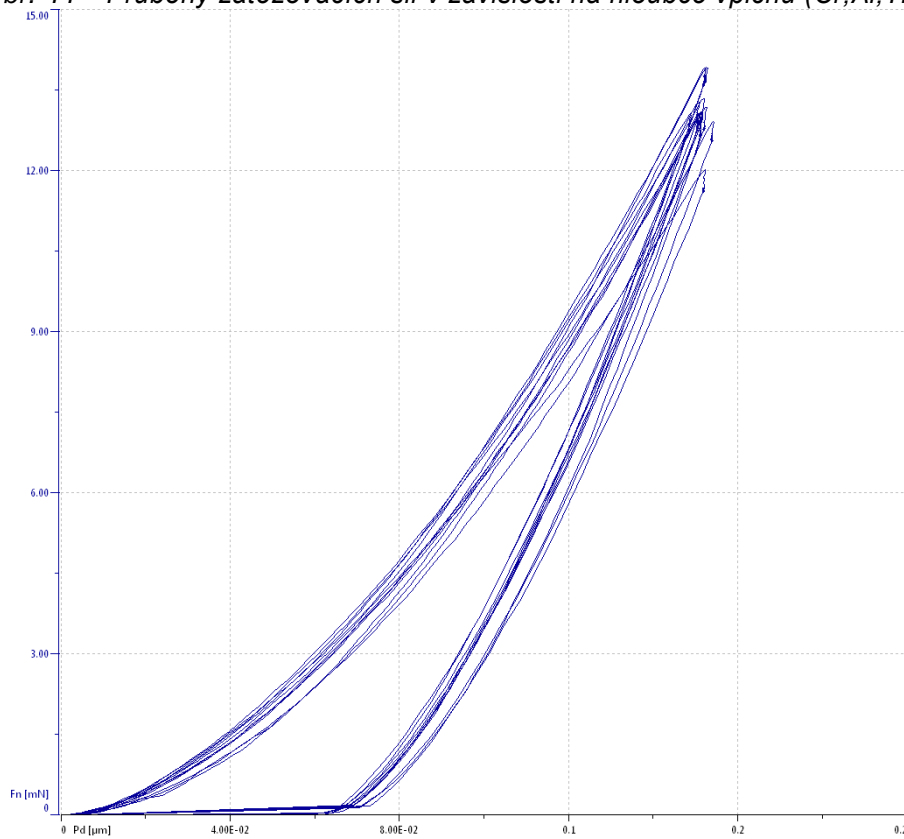
Obr. 42 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Al, Ti)N



Obr. 43 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu (Ti, Al)N



Obr. 44 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu $(\text{Cr,Al,Ti})\text{N}$



Obr. 45 – Průběhy zatěžovacích sil v závislosti na hloubce vpichu $(\text{Cr})\text{N}/(\text{Al,Ti})\text{N}$