

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

DESIGN, VÝROBA A CHARAKTERIZACE ADHEZNÍ VRSTVY PRO DEPOZICI TA-C POVLAKU METODOU MAGNETRONOVÉHO NAPRAŠOVÁNÍ

DESIGN, PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF THE ADHESIVE LAYER FOR THE DEPOSITION OF
TA-C COATING BY THE MAGNETRON SPUTTERING METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Kateřina Drásalová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Lenka Klakurková, Ph.D.

BRNO 2023

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Studentka:	Bc. Kateřina Drásalová
Studijní program:	Materiálové inženýrství
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	Ing. Lenka Klakurková, Ph.D.
Akademický rok:	2022/23

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

Design, výroba a charakterizace adhezní vrstvy pro depozici ta–C povlaku metodou magnetronového naprašování

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

DLC (diamond like carbon) povlaky mají pro své mechanické, optické a tribologické vlastnosti velmi širokou škálu využití v průmyslové praxi. Diplomová práce bude zaměřena na výrobu bezvodíkové formy DLC povlaku, označovaného jako ta–C (tetrahedral amorphous carbon), který je charakteristický vysokým podílem sp³ hybridizovaného uhlíku.

Tento typ povlaku se v současné době v průmyslovém měřítku připravuje zejména s využitím technologií nízkotlakého laserem zapalovaného pulzního oblouku (laser–triggered, pulsed low–voltage vacuum–arc discharge), případně technologií filtrovaného oblouku pro aplikace, kdy je požadována extrémně nízká drsnost povrchu.

DLC povlaky vyrobené s využitím konvenční technologie DCMS (direct current magnetron sputtering) nedosahují dostatečně velkého podílu sp³ hybridizovaného uhlíku v povlaku. Z tohoto důvodu má povlak vyrobený touto technologií jen velmi omezené využití. Díky využití unikátní technologie vysokovýkonového magnetronového naprašování s centrální rotační katodou, je však možné nanášet hladké povlaky ta–C s dostatečně vysokým podílem sp³ hybridizovaného uhlíku (50 %), který je schopen splnit vysoké nároky průmyslové praxe.

Problematickým úskalím výroby DLC povlaků špičkových parametrů je však jejich adheze k podkladovému substrátu.

DP práce bude fokusována na vývoj a výrobu adhezní vrstvy mezi součástí (podkladovým substrátem) a ta–C povlakem. Pozornost bude rovněž věnována i charakterizaci celého systému, tj. podkladový substrát / adhezní vrstva / ta–C povlak, jak z hlediska materiálového inženýrství, tak i z pohledu potřeb průmyslové praxe. Bude zkoumána nejen přilnavost ta–C vrstvy k substrátu způsobená různými adhezními vrstvami, ale i potenciální vliv různých adhezních vrstev na materiálové vlastnosti ta–C povlaku.

Cíle diplomové práce:

DP bude zaměřena na návrh procesních parametrů pro výrobu vhodné adhezní vrstvy pro ta-C povlak s využitím technologie vysokovýkonového magnetronového naprašování s centrální rotační katodou.

Cílem práce bude detailní charakterizace vlivu přilnavosti ta-C vrstvy k substrátu pro různé adhezní vrstvy a vliv různých adhezních vrstev na materiálové vlastnosti ta-C povlaku.

Experimentální výroba adhezní vrstvy bude probíhat na zkušebních vzorcích i na reálných nástrojích (vrták, fréza).

Seznam doporučené literatury:

[1] GRILL, Alfred. Diamond-like carbon: state of the art. *Diamond and Related Materials*. 1999, 8(2-5), 428-434. ISSN 09259635. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(98\)00262-3](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(98)00262-3)

[2] H.-J. Scheibe, D. Drescher, B. Schultrich, M. Falz, G. Leonhardt, R. Wilberg, The laser-arc: a new industrial technology for effective deposition of hard amorphous carbon films, *Surface and Coatings Technology*, 85 (3), 1996, Pages 209-214. ISSN 0257-8972. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(95\)02648-7](https://doi.org/10.1016/0257-8972(95)02648-7)

[3] R.L. Boxman, V. Zhitomirsky, B. Alterkop, E. Gidalevich, I. Beilis, M. Keidar, S. Goldsmith, Recent progress in filtered vacuum arc deposition, *Surface and Coatings Technology*, vol. 86–87, Part 1, 1996, Pages 243-253. ISSN 0257-8972. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(96\)03023-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(96)03023-X)

[4] ROHDE, S. L. Sputter Deposition, *ASM Handbook*, Vol. 05. Surface Engineering, ASM International, 1994.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2022/23

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Diplomová práce je zaměřena na zlepšení adhezních parametrů povlaku DLC (diamond-like carbon), konkrétně jeho nehydrogenované formy ta-C (tetra amorphous carbon), připravovaného metodou magnetronového naprašování s centrální rotační katodou (Magnetron sputtering with a central rotating cathode). Možným řešením je vytvoření chromové adhezní vrstvy mezi tímto povlakem a samotným substrátem. Účinky adhezní vrstvy na povlak lze ovlivňovat změnou nastavení procesních parametrů, jako je například teplota, napětí nebo délka depozice. Cílem experimentu bylo nalézt optimální nastavení procesních parametrů pro výrobu takové adhezní vrstvy, která zvýší přilnavost povlaku ta-C, aniž by došlo ke zhoršení jeho vlastností. Výsledné vlastnosti deponovaného povlaku byly analyzovány použitím kalotestu pro stanovení tloušťky povlaku, Rockwellova testu a rastrovací elektronové mikroskopie (SEM) pro posouzení adhezních a kohezních parametrů, instrumentované vnikací zkoušky pro stanovení tvrdosti a metody bent-strip pro výpočet vnitřního napětí. Vyhodnocením připravených vzorků byly v závislosti na výsledných užitečných vlastnostech povlaku stanoveny nejlepší parametry depozice.

Klíčová slova

Adhezní vrstva, DLC, ta-C, magnetronové naprašování, procesní parametry, přilnavost

Abstract

The topic of this thesis is improving the adhesion parameters of the DLC (diamond-like carbon) coating, specifically for its non-hydrogenated form ta-C (tetra amorphous carbon), for the deposition of ta-C coating by the magnetron sputtering with a central rotating cathode method. A possible solution is the creation of a chrome adhesive layer between this coating and the substrate. Effects of the adhesive layer on the coating are controlled by change settings of a process parameters as temperature, voltage, or time of deposition. The aim of the experiment was the production of such an adhesive layer that will increase the adhesion of the ta-C coating without worsening its other properties. The resulting properties of the deposited coating were analysed using a calotest for thickness measuring, Rockwell test and scanning electron microscopy (SEM) to assess adhesion and cohesion parameters, instrumented penetration tests to determine hardness and bent-strip method to calculate internal stress. By evaluating the prepared samples, depending on the resulting useful properties of the coating, the best deposition parameters were determined.

Key words

Adhesive layer, DLC, ta-C, magnetron sputtering, process parameters, adhesion

Bibliografická citace

DRÁSALOVÁ, Kateřina. Design, výroba a charakterizace adhezní vrstvy pro depozici ta-C povlaku metodou magnetronového naprašování [online]. Brno, 2023 [cit. 2023-05-23]. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/148218>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Lenka Klakurková.

Čestné prohlášení

Tímto prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma “Design, výroba a charakterizace adhezní vrstvy pro depozici ta-C povlaku metodou magnetronového naprašování” vypracovala samostatně pod vedením vedoucí diplomové práce, vedoucího experimentu a na základě odborné literatury a zdrojů uvedených v seznamu použité literatury.

V Brně dne 23.05.2021

Podpis:

Kateřina Drásalová

Poděkování

Tímto bych ráda poděkovala vedoucí mé diplomové práce paní Ing. Lence Klakurkové, Ph.D. za trpělivost a cenné připomínky a rady při vypracování této závěrečné práce, vedoucímu experimentu panu Mgr. Mojmíru Jílkovi za odborné vedení, ochotu a možnost provést experimentální část této práce ve společnosti SHM, s.r.o. a v neposlední řadě paní Mgr. Taťáně Kašparové za pomoc s korekcí textu.

Obsah

Úvod	11
1 Povlakovací metoda PVD	12
1.1 Princip depozice.....	12
2 Povlaky DLC.....	13
2.1 Dehydrogenovaná a hydrogenovaná forma	14
3 Depozice DLC povlaků.....	15
3.1 Princip naprašování.....	15
3.2 Magnetronové naprašování.....	16
3.2.1 Konfigurace magnetronu	17
4 Vlastnosti a aplikace DLC povlaků.....	18
5 Metody zvýšení přilnavosti povlaku	19
5.1 Příprava substrátu	19
5.2 Dopování.....	20
5.3 Adhezní vrstvy	20
6 Experiment	21
6.1 Návrh experimentu	21
6.2 Experimentální materiál.....	22
6.3 Experimentální technologie	23
6.4 Analýza povlaku	24
6.4.1 Stanovení adhezních a kohezních parametrů.....	24
6.4.2 Pozorování přilnavosti a kvality depozice.....	25
6.4.3 Měření vnitřního napětí	25
6.4.4 Měření plastické tvrdosti	26
6.4.5 Měření tloušťky	27
6.5 Nastavení procesů	28
6.5.1 Parametry výchozího procesu.....	29
7 Výsledky	30
7.1 Vliv velikosti napětí při depozici adhezní vrstvy	30
7.2 Vliv délky hoření do štítu	33
7.3 Vliv délky adhezního kroku.....	36
7.4 Vliv teploty při depozici	38
8 Závěr	41
Literatura	42

Seznam symbolů a zkratk	48
Seznam obrázků.....	49
Seznam tabulek.....	50

Úvod

Povrchové úpravy jsou jednou z nejvíce používaných metod pro zlepšení užitných vlastností různých součástí a nástrojů. Již v průběhu minulého století se povlaky staly nedílnou součástí každodenního života a jejich aplikace se rozšířily do mnoha oblastí. Vývoj nástrojů a technik pro nanášení tenkých povlaků sahá až do 50. let 19. století a probíhal po celé 20. století. [1]

Mezi nejrozšířenější techniky pro nanášení tenkých povlaků patří i fyzikální depozice z plynné fáze (PVD). V posledních desetiletích prošla mnoha variantami a vylepšeními, majícími za cíl nejen urychlit proces depozice, ale i splnit čím dál náročnější požadavky na zlepšení tribologického chování, optických vlastností, odolnosti proti opotřebením nebo vylepšení vzhledu povlakovaných výrobků. [2]

Jednou z variant PVD je depozice pomocí magnetronového naprašování. Tato technologie se v posledních desetiletích rychle rozvíjela, zejména kvůli rostoucí poptávce po vysoce funkčních a silnějších povlacích, které jinými technikami PVD nebylo možné vyrobit. V důsledku toho má nyní magnetronové naprašování významný dopad v oblastech použití, včetně tvrdých povlaků odolných proti opotřebením, povlaků s nízkým třením, povlaků odolných proti korozi, dekorativních povlaků a povlaků se specifickými optickými nebo elektrickými vlastnostmi. [3]

Diamantové uhlíkové povlaky (DLC) jsou jednou z možných povrchových úprav připravovaných převážně magnetronovým naprašováním. V závislosti na jejich formě (a-C, ta-C, a-C:H a ta-C:H) vynikají svými výbornými fyzikálními (optické, elektrické), chemickými (biokompatibilita), mechanickými (tvrdost, modul pružnosti) a tribologickými vlastnostmi. Nejvyšší tvrdost poskytují tetraedricky vázané bezvodíkové povlaky (ta-C), zatímco v některých aplikacích jsou užitečnější měkčí povlaky a-C. [4]

Využití DLC povlaku však značně omezuje jeho slabá adheze k substrátu. Působení vysokého vnitřního tlakového napětí v povlaku vzniká v důsledku fyzikálního nebo tepelného nesouladu mezi povlakem a substrátem a způsobuje jeho delaminaci. Kromě jiného může být toto napětí sníženo depozicí adhezivní vrstvy mezi povlakem a substrátem. [5], [6]

1 Povlakovací metoda PVD

PVD (Physical Vapour Deposition) neboli fyzikální depozice z plynné fáze zahrnuje řadu technik umožňujících výrobu tenkých vrstev a povlaků, jako je například napařování, naprašování, nanášení laserovou ablací nebo pomocí vakuového oblouku. [7]

Proces PVD se od jiných metod povlakování odlišuje tím, že zdrojový materiál není v plynné fázi, ale v pevném nebo kapalném stavu. Depozice povlaků probíhá za sníženého tlaku (0,1–1,0 Pa) ve vakuových komorách a při povlakovací teplotě pohybující se v rozmezí 150–500 °C. Díky nízké teplotě depozice nedochází k tepelnému ovlivnění substrátu a následně změně jeho mechanických vlastností. PVD povlaky tak mohou být aplikovány na různé materiály, včetně kovů, plastů nebo textilií [8]. Další výhodou je tloušťka povlaků, která se pohybuje v desetinách mikrometrů, což minimalizuje změny rozměrů povlakovaných součástí a umožňuje povlakování i ostrých hran, jako jsou například ostří nástrojů s poloměrem zaoblení menším než 20 mikrometrů. [7], [9]

1.1 Princip depozice

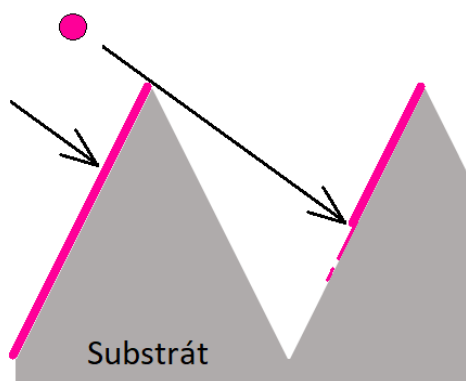
Celý proces výroby povrchových vrstev a povlaků pomocí procesu PVD lze rozdělit do tří následujících kroků:

- **Tvorba plynné fáze:** Principem je převedení zdrojového materiálu (targetu) do plynné fáze pouze v důsledku fyzikálních procesů. Vzniku jednotlivých atomů nebo malých shluků atomů lze docílit zvýšením teploty na teplotu varu nanášeného materiálu (termodynamický proces), kterého se využívá v případě napařování a ablace nebo odprašování (proces naprašování), kdy dochází k tzv. bombardování povrchu deponovaného materiálu energetickými částicemi (elektrony, atomy, ionty, molekulami nebo fotony) vznikajícími v důsledku energetických kolizí v blízkosti povrchu targetu. Srovnání těchto dvou způsobů tvorby plynné fáze je uvedeno v Tab. 1. [7], [10]

Tab. 1: Porovnání PVD metod napařování a naprašování, převzato a upraveno z [11]

	Napařování	Naprašování
Rychlost povlakování	Tisíce atomových vrstev za sekundu	Jedna atomová vrstva za sekundu
Přilnavost k substrátu	Často špatná	Vynikající
Čistota povlaku	Dobrá	Možnost začlenění nečistot
Povrch povlaku	Obtížné kontrolovat	Ovlivněním tlaku a teploty substrátu
Kontrola složení povlaku	Malá nebo žádná	Možnost přísné kontroly
Zahřívání substrátu	Velmi malé	Při magnetronovém může být velké
Zahřívání targetu	Velké	Malé
Volba materiálu terče	Omezená	Téměř neomezená
Změny targetů	Snadné	Nákladné
Stínový efekt	Velký	Malý
Cena	Nízké náklady	Nákladnější

- **Přenos:** Emitované částice jsou urychlovány záporným napětím a difundují evakuovanou komorou od targetu k povlakovanému substrátu. V případě výroby vrstvy nebo povlaku pomocí reakční atmosféry reagují atomy nanášeného materiálu s reakčním plynem (dusík, kyslík, methan) [10].
- **Kondenzace:** Při kontaktu částic s pevným povrchem dochází v důsledku rozdílné teploty k jejich kondenzaci a vytvoření filmu. V důsledku přímého pohybu atomů od targetu k substrátu dochází k tzv. stínovému efektu (Obr. 1), který způsobuje vznik nedokonalé vrstvy filmu na plochách, které neleží ve směru pohybu vypařených částic. Pro rovnoměrné nanesení povlaku na celý povrch, jsou povlakované nástroje umístěny na držáky s dvojosou nebo trojosou rotací (Obr. 2). [9]



Obr. 1: Schéma stínového efektu



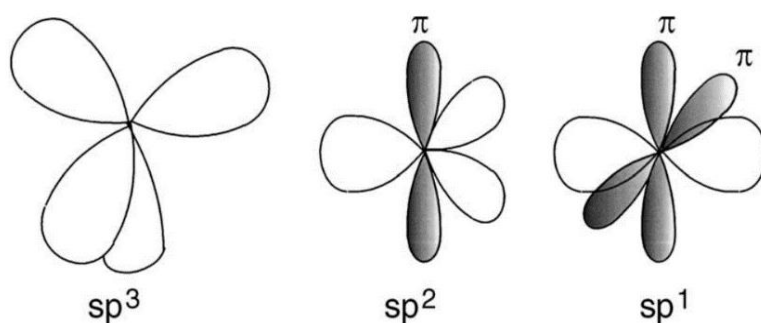
Obr. 2: Rotační držáky pro uchycení povlakovaných nástrojů

2 Povlaky DLC

DLC (Diamond-like Carbon) povlaky zahrnují široké spektrum uhlíkových povlaků, které vlastnostmi připomínají přírodní diamant. Jedná se o metastabilní formu amorfního uhlíku, ve které jsou atomy uhlíku uspořádány převážně v hybridizacích sp^2 (trigonální vazba) a sp^3 (tetraedrická vazba). V závislosti na poměru těchto dvou typů vazeb se odvíjejí konkrétní vlastnosti DLC povlaků, a tedy i jejich aplikace. [12], [13]

Uhlík je čtyřvazný prvek, který je schopný se vázat do různých krystalových struktur. To je dáno možností atomů uhlíku existovat ve třech různých hybridizacích – sp^3 , sp^2 a sp^1 . Jednotlivé hybridizace se od sebe liší množstvím vytvořených σ nebo π vazeb. V závislosti na jejich poměru dochází k charakteristickému prostorovému uspořádání valenčních elektronů jednotlivých atomů, jak je zobrazeno na Obr. 3. Hybridizace sp^3 odpovídá konfiguraci diamantu, kde jsou čtyři valenční elektrony atomu orientovány do tvaru tetraedru a k sousedním atomům se vážou pouze vazbami σ . Pro grafit je naopak typická hybridizace sp^2 , kde tvoří σ vazby pouze tři ze čtyř valenčních elektronů. Tyto tři vazby jsou trigonálně uspořádány do roviny. Kolmo k této rovině leží

v orbitalu **p** čtvrtý elektron, který je se sousedním atomem vázán vazbou π . V konfiguraci sp^1 jsou vazbou σ vázány pouze dva elektrony. [13], [14]



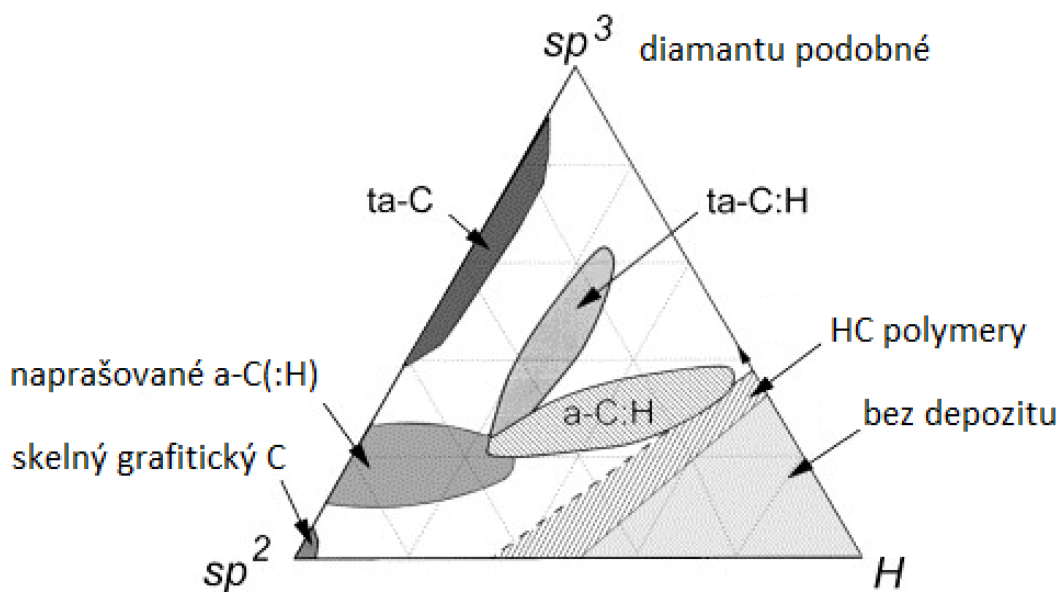
Obr. 3: Prostorové uspořádání hybridizace sp^3 , sp^2 a sp^1 [13]

2.1 Dehydrogenovaná a hydrogenovaná forma

V závislosti na podílu vazeb sp^3 a sp^2 a obsahu vodíkových atomů vázaných ve struktuře povlaku, lze rozlišit několik forem: [13], [15]

a-C	dehydrogenovaná forma amorfního uhlíku
ta-C	dehydrogenovaná tetraedrická forma amorfního uhlíku
a-C:H	hydrogenovaná forma amorfního uhlíku
ta-C:H	hydrogenovaná tetraedrická forma amorfního uhlíku

Na Obr. 4 jsou tyto formy znázorněny v ternárním fázovém diagramu v závislosti na množství sp^3 a sp^2 uhlíkových vazeb a obsahu vodíku.



Obr. 4: Ternární fázový diagram vazeb v amorfních C:H povlacích [13]

Termínem „DLC“ jsou obecně označovány povlaky z hydrogenované formy amorfního uhlíku, které obsahují až 50 at.% vodíku. Dehydrogenovaná forma ta-C (tetra amorphous carbon) obsahuje méně než 1 at.% atomů vodíku. Tyto dvě formy se navíc liší i podílem vazeb sp³. Povlaky DLC obvykle neobsahují více než 60 % těchto vazeb, zatímco povlaky ta-C jich mohou obsahovat více než 85 %. V Tab. 2 jsou srovnány struktury a podíly vazeb přírodního diamantu, grafitu, povlaku DLC a povlaku ta-C. [12], [13]

Tab. 2: Porovnání struktury povlaků DLC a ta-C s diamantem a grafitem

	Diamant	Grafit	DLC	ta-C
Krystalová struktura	kubická	hexagonální	amorfní	amorfní
Podíl sp³ [%]	100	0	10–60	50–90
Podíl H [at.%]	0	0	10–50	<1

3 Depozice DLC povlaků

PVD proces je nejčastěji využívanou metodou depozice DLC povlaků [13]. Používání pevných uhlíkových prekurzorů vede ke tvorbě bezvodíkových forem těchto filmů, přičemž poměr vazeb sp² k sp³ se řídí konkrétním typem procesu. Například běžné naprašování vytváří filmy s dominancí sp² vazeb, zatímco v povlacích deponovaných pomocí magnetronového naprašování převládá vazba sp³ [12].

Metoda naprašování je preferována pro průmyslové aplikace, především kvůli její všestrannosti. Primární výhodou je možnost využití širokého množství materiálů a nanášení povlaků i z těžkotavitelných materiálů [9], [11]. Dále je možné řídit podmínky depozice výkonem plazmy a tlakem plynu nezávisle na geometrii nebo stavu substrátu [13] a díky nízké teplotě depozice lze potahovat i substráty citlivé na teplo [11].

Naopak nevýhodou této metody je nízká rychlost nanášení, kontaminace terče reaktivními látkami a malá výtěžnost targetu. Pro zlepšení procesu lze využít dalších zařízení a technologií, jako je například právě magnetické pole. [13]

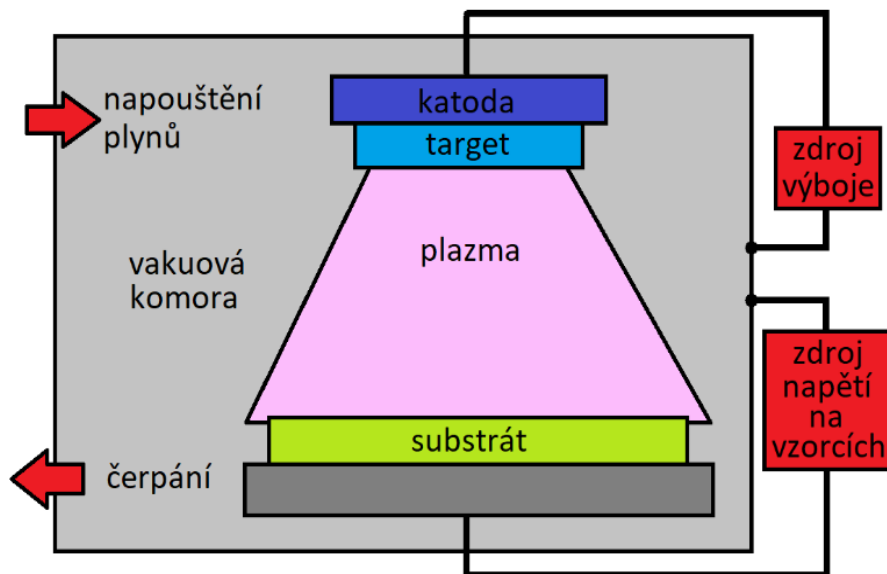
3.1 Princip naprašování

Naprašování probíhá za vysoce sníženého tlaku (< 0,7 Pa) ve vakuové komoře. K vakuové komoře je připojen rotační držák pro uchycení povlakovaných součástí (substrátů) a společně plní funkci anody. Dalšími součástmi naprašovacího zařízení je jedna nebo více katod, které jsou vyrobené z deponovaných materiálů, čerpací systém a odprašovací nebo reakční plyn (argon, dusík). [9]

Při dostatečně vysokém napětí přivedeném na katodu vzniká mezi elektrodami doutnavý výboj. Pro průtok elektrického proudu plynným médiem a vznik plazmy musí být atomy a molekuly plynu ionizovány. V prostoru před katodou, v oblasti katodové záře, je výbojem udržována argonová plazma. Kladné ionty plazmatu jsou elektrickým polem urychlovány k targetu, kde při dopadu na jeho pevný povrch způsobují v důsledku přenosu pohybové energie emisi (odprašení) sekundárních elektronů, jednotlivých atomů

nebo molekul deponovaného materiálu [9]. Počet odprášených atomů závisí na energii, úhlu dopadu a hmotnosti urychlených částic a typu odprašovaného materiálu. [11], [16]

Uspořádání zařízení při naprašování je znázorněno na Obr. 5. Target je zapojen jako katoda, kde plní funkci zdroje deponovaného materiálu a zároveň slouží jako zdroj sekundárních elektronů pro udržení doutnavého výboje. Materiál je po odprášení transportován ve formě jednotlivých atomů nízkotlakým plynným prostředím směrem k substrátu, kde na jeho povrchu v důsledku rozdílných teplot kondenzuje a vytváří tenký film.



Obr. 5: Schéma uspořádání zařízení při depozici naprašováním

3.2 Magnetronové naprašování

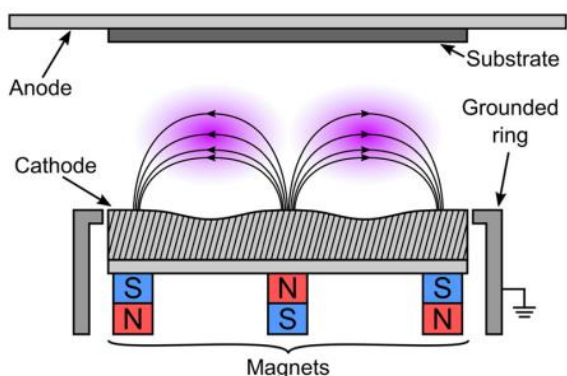
Vzhledem k relativně nízké rychlosti nanášení a malé výtěžnosti targetu se pro depozici DLC povlaků častěji využívá magnetronového naprašování [13]. Tato metoda byla vyvinuta v 60. a 70. letech 20. století a od běžného naprašování se liší pouze přidáním silných magnetů přímo za katodový terč [11].

Zlepšení depozice bylo dosaženo aplikací statického magnetického pole [17], díky kterému jsou elektrony zachycovány v oblasti katodového terče v tzv. elektronové pasti. Zde rotují kolem magnetických siločar, účastní se více srážek s molekulami pracovního plynu a tím zvyšují ionizaci. Zatímco elektrony jsou na magnetické pole značně citlivé, trajektorie iontů příliš ovlivněna není. To ve svém důsledku zefektivňuje a urychluje celý proces depozice. [18]

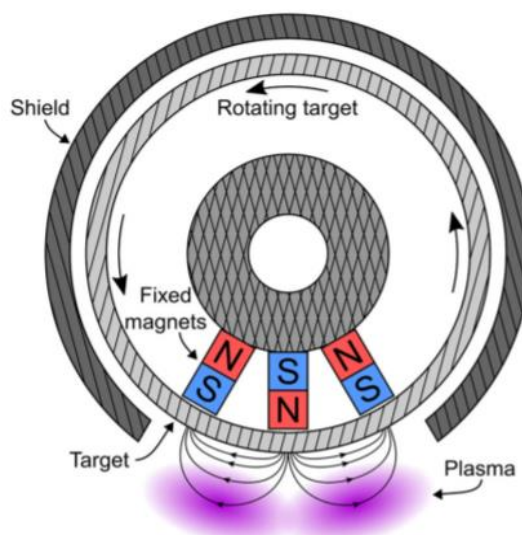
3.2.1 Konfigurace magnetronu

Díky různým konfiguracím může být technika magnetronového naprašování aplikována na širokou škálu materiálů, které mohou být nanášeny na řadu substrátů v různých formách a tvarech. [18]

Schéma uspořádání planární konfigurace magnetronového naprašování je znázorněno na Obr. 6. Za katodovým terčem kruhového nebo obdélníkového tvaru se nachází sestava magnetů, která je tvořena vnitřním a vnějším prstencovým magnetem opačné polarity. Společně vytváří magnetické pole ve tvaru oblouku, ve kterém jsou ionizující elektrony a ionizovaný plyn uzavřeny. Plazma je lokalizována do tvaru torusu, tedy v místech, kde je magnetické pole rovnoběžné s povrchem katody. V této oblasti je hustota ionizačního proudu nejvyšší a dochází zde k maximálnímu odprašování materiálu. To vede ke vzniku erozní drážky v bombardovaném povrchu, která určuje životnost a efektivitu využití tergetu. [18], [19]



Obr. 6: Schéma planární konfigurace magnetronu
(Anode – anoda, Cathode – katoda, Substrate – substrát,
Grounded ring – uzemnění, Magnets – magnety) [11]



Obr. 7: Schéma otočného válcového magnetronu
(Target – terč, Fixed magnets – nepohyblivé
magnety, Rotating target – směr rotace terče,
Plasma – plazma, Shield – krycí štít) [11]

Pro zmírnění problému nízkého využití katodového terče byla navržena konfigurace otočného válcového magnetronu s axiálním magnetickým polem [20]. Jak je vidět na Obr. 7, sestava magnetů je instalována stacionárně uvnitř katodového terče ve tvaru válce, který se během procesu naprašování otáčí. Povrch katody je postupně vystavován ionizační oblasti a rovnoměrně eroduje kolem celých 360°. Tato konfigurace podstatně zvyšuje životnost tergetu a umožňuje jeho 90% využití. [18], [20]

4 Vlastnosti a aplikace DLC povlaků

DLC povlaky jsou dobře známé řadou vynikajících vlastností a v technické praxi se těší vysokému zájmu. Tyto vlastnosti se v závislosti na jeho formě výrazně liší, a proto nacházejí uplatnění v široké škále aplikací. Vlastnosti DLC povlaků jsou také ovlivněny způsobem depozice a substrátem, na který je povlak nanášen. Obecně však lze říci, že DLC povlaky jsou využívány především pro svou vysokou tvrdost, nízký koeficient tření, vysokou odolnost proti opotřebení, chemickou inertnost, biokompatibilitu a velmi dobré izolační vlastnosti. [21], [22]

Obsah vodíku ve struktuře povlaku jeho vlastnosti významně ovlivňuje. Například tvrdost se může pohybovat v rozmezí od přibližně 80 GPa (blízko tvrdosti samotného diamantu) až po méně než 10 GPa [13]. Koeficient tření je u povlaku s vysokým obsahem vodíku velmi nízký ($\mu = 0,003$), zatímco u povlaků téměř bez vodíku je tomu naopak ($\mu = 0,65$) [23]. Porovnání dalších vlastností v závislosti na formě DLC povlaku je uvedeno v Tab. 3.

Tab. 3: Porovnání vlastností DLC povlaku v závislosti na jeho formě, převzato a upraveno z [24]

Forma povlaku	ta-C	ta-C:H	a-C	a-C:H
Podíl vazeb sp ³ [%]	50–90	50–90	10–50	10–50
Množství H [at.%]	< 5	5–50	< 5	5–50
Hustota [g/cm ³]	2,6–3,5	2,0–2,6	1,4–1,7	1,4–2,0
Youngův modul [GPa]	200–900	120–300	100–400	100–220
Barva (při tloušťce 0,5 μm)	transparentní	hnědá	černá	světle hnědá
Šířka zakázaného pásu [eV]	0,2–1,7	1,0–2,5	1,0–1,7	0,5–2,0

DLC povlaky vykazují vysokou odolnost proti otěru a velmi dobré tribologické vlastnosti díky procesu grafitizace. Pokud je povlak lokálně zahřát nad teplotu přibližně 600 °C, např. v důsledku vysokého tření, dojde k tvorbě vazeb sp² a následné transformaci diamantu podobné struktury na grafitickou. Nízká pevnost grafitických rovin následně umožňuje uvolňování částic grafitu, díky čemuž se povlak stává samomazným a může být využíván jako tuhé mazivo. [12], [25]

Jak už bylo řečeno, DLC povlaky mají široké spektrum využití i v různých průmyslových odvětvích. Vzhledem k jejich tvrdosti a odolnosti jsou ideální povrchovou úpravou předmětů, které jsou vystaveny vysokému opotřebení (např. automobilový průmysl a řezné nástroje). V elektronice se používají pro výrobu pevných disků, integrovaných obvodů nebo mikrosenzorů [24], a díky nízkým výrobním nákladům jsou dokonce aplikovány na čepele jednorázových žilettek [12]. Dále slouží k ochraně povrchů před poškrábáním a korozi, čehož se využívá nejen v oblasti energetiky, kosmické techniky [26] nebo optických aplikacích [24], ale také pro dekorativní účely.

Díky své vysoké biokompatibilitě a chemické inertnosti nachází DLC povlaky značné uplatnění také v lékařství. Využívají se pro povlakování chirurgických nástrojů, ke zvýšení odolnosti proti opotřebení mechanických částí umělých kloubů nebo zvýšení korozivzdornosti ortodontických oblouků. Dále se jeví jako slibné pro aplikace, při kterých dochází ke styku s krví a očekává se, že bude mít i dobré buněčné odezvy. [27], [28], [29]

5 Metody zvýšení přilnavosti povlaku

Kromě funkčních vlastností ovlivňuje výkon povlaků také jeho přilnavost k substrátu. Adheze mezi pevnými látkami vzniká v důsledku atomových sil působících přes rozhraní. Tyto síly mohou být pouze povrchové v tom smyslu, že působí pouze mezi atomy v povrchové vrstvě. U všech pevných látek však dochází i k adhezi v důsledku působení Van der Waalsových interakcí mezi atomy v podpovrchových vrstvách [30]. Obecně jsou rozlišovány tři základní mechanismy adheze: mechanické spojování, fyzikální vazba a chemická vazba [31]. V závislosti na povaze rozhraní a způsobu depozice je vždy jeden z mechanismů dominantní. [32]

Kvalita přilnavosti je ovlivněna řadou parametrů, zejména pak působením tlakového napětí uvnitř povlaku [33]. Nízké vnitřní napětí je jedním z primárních faktorů pro dosažení dobré adheze a je rozhodující pro snížení tendence k delaminaci povlaku. Jeho velikost se může pohybovat v rozmezí 1–10 GPa. S rostoucí tloušťkou povlaku se vnitřní napětí povlaku zvyšuje, avšak u příliš tenkých povlaků dochází k ovlivnění jeho vlastností povahou substrátu, což se může projevit např. zhoršením tribologických vlastností. [34]

5.1 Příprava substrátu

Na velikost vnitřního napětí mohou mít krom jiného vliv i vlastnosti a stav povrchu substrátu. [34], [35]

Odlišnosti ve vlastnostech povlaku a povlakovaného substrátu způsobují nárůst vnitřního napětí, což má za následek zhoršení celkové přilnavosti povlaku. Například vliv rozdílného koeficientu tepelné roztažnosti je patrný v případě, že se aplikační teplota liší od teploty depozice. Dalšími zdroji napětí mohou být rozdílné tvrdosti a moduly pružnosti nebo odlišná krystalová struktura. Ta ovlivňuje atomární interakce mezi povlakem a materiálem substrátu, zejména během první fáze nukleace, kdy částice povlaku kondenzují na jeho povrchu. Účinek tohoto zdroje obecně s rostoucí tloušťkou povlaku klesá. [33], [35]

Adheze povlaku je ovlivněna také drsností a čistotou povrchu substrátu. Obecně lze říci, že čím nižší je drsnost ošetřovaného povrchu, tím lepší je přilnavost povlaku. Povrchy však mohou být různým způsobem kontaminovány, např. během manipulace, skladování nebo zpracování [36]. Nečistoty na rozhraní pak brání vzájemnému přiblížení obou povrchů, což vede k prodloužení a zeslabení vazeb a k následnému snížení adhezivní energie [37].

Je zřejmé, že čistota povrchu má významný vliv na přilnavost nanášeného povlaku, a je tedy vhodné povlakovaný povrch nejprve dostatečně očistit. Jednou z nejúčinnějších metod v procesu PVD se jeví čištění odprašováním, při kterém dochází k odstranění kontaminované vrstvy pomocí bombardování povrchu substrátu ionty. Takto lze spolu se správným chemickým čištěním před samotnou depozicí dosáhnout dalšího zlepšení adheze. Během čištění odprašováním však může dojít i k dalším, ne zcela výhodným procesům, jako je např. nadměrné odstranění materiálu, redepozice, rekontaminace nebo krystalografické poškození. [32]

5.2 Dopování

Začlenění příměsí do DLC filmů vede k modifikaci jeho vlastností. Řízením obsahu a distribuce příměsí lze připravit povlak s vlastnostmi přizpůsobenými pro specifické aplikace. Různé prvky použité jako „dopanty“ mají na vlastnosti povlaku různé účinky. Například N, F, O nebo Si jsou využívány ke změně povrchové energie povlaku, což se může projevit vyšší houževnatostí povlaku. Zvýšení biokompatibility má za následek přidání Ti, Ca, Si nebo Al a ke snížení vnitřního napětí se osvědčilo dopování povlaku kovovými prvky. [38], [39]

Přidání kovů do uhlíkové struktury povlaku vede ke snížení vnitřního napětí, čímž se do značné míry zvyšuje adhezní pevnost povlaku a snižuje riziko předčasného selhání. Začleněním atomů kovů, které tvoří karbidy (např. Ti, W, Cr a Zr) lze kromě adheze povlaku zvýšit i tvrdost [39]. Legování přechodnými prvky (např. Ti, Cr nebo Al) má za následek zvýšení mechanické pevnosti povlaků [35] a přidáním ušlechtilých kovů jako je Ag a Cu lze docílit tvorby měkkých a tažných fází schopných navíc zlepšit houževnatost povlaku [40]. Kromě toho by tyto měkké kovy mohly působit jako pevná maziva a dále snižovat koeficient tření [41]. Začlenění kovu by však nemělo přesáhnout 30–40 at.%, neboť vyšší koncentrace způsobují nepřiměřený nárůst tvrdých karbidových a kovových fází, což způsobuje zvýšení abrazivního opotřebení a koeficientu tření [38].

5.3 Adhezní vrstvy

V mnoha případech byla adheze DLC povlaků zvýšena nanesením adhezní vrstvy mezi povlak a substrát [38]. Tato vrstva by měla zmenšovat rozdíly mezi vlastnostmi substrátu a povlaku a tím snižovat vnitřní napětí. Výběr vhodné adhezní vrstvy závisí především na materiálu substrátu, typu povlaku, způsobu depozice a požadovaných výsledných vlastnostech. Mezi nejčastěji používané materiály patří například chrom [21], [38], titan [42], nikl [43], wolfram [44], zirkonium [45] nebo křemík [46].

Adhezní vrstvy mohou být aplikovány jako jednovrstvé [47], multivrstvé [43], [48] nebo gradientní [35]. Multivrstvé adhezní vrstvy se skládají z několika vrstev. Ty mohou být tvořené z různých materiálů a umožňují tak kombinovat jejich vlastnosti a složení. Oproti tomu vlastnosti gradientní vrstvy se mění postupně v průběhu její tloušťky, což umožňuje pozvolnou změnu vlastností od substrátu k povlaku. Všechny tři typy adhezních vrstev do jisté míry odstraňují rozdíl mezi vlastnostmi substrátu a povlaku a tím přispívají ke zvýšení přilnavosti povlaku.

6 Experiment

6.1 Návrh experimentu

Cílem experimentu bylo nalézt optimální nastavení procesních parametrů pro výrobu gradientní chromové adhezní vrstvy a povlaku ta-C s cílem zajistit vyšší přilnavost povlaku k substrátu. Podmínkou bylo zachování nebo případně zvýšení kvality jeho dalších vlastností (především tvrdosti).

Celkem bylo spuštěno deset procesů a analyzováno deset sad vzorků. Parametry následujícího procesu byly vždy upraveny s přihlédnutím k výsledkům všech předchozích depozic.

Optimalizované parametry procesu byly následující:

- napětí při depozici adhezní vrstvy,
- délka čistícího kroku katod,
- délka adhezního kroku (tloušťka adhezní vrstvy),
- teplota.

Velikost napětí při depozici neboli napětí přivedeného na vzorky (záporné) ovlivňuje rychlost dopadu částic na substrát.

Čistící krok umožňuje očistit povrch katody od nečistot vzniklých během předchozích procesů. To by mělo zajistit deponování pouze požadovaného materiálu již od začátku procesu, zároveň ale může čistící krok vést k depozici nežádoucích zbytků materiálu z katody na vzorky.

Délka adhezního kroku představuje čas, po který dochází ke gradientnímu přechodu z vrstvy chromu na povlak ta-C. Může tak dojít k ovlivnění tloušťky adhezní vrstvy a tím pádem i celkové tloušťky povlaku. Krom toho se předpokládá i vliv na adhezní chování povlaku.

Teplota při depozici jak adhezní vrstvy, tak i samotného povlaku má vliv na tvorbu sp³ vazeb a měla by tedy ovlivňovat výslednou tvrdost povlaku, resp. fyzikální vlastnosti adhezní vrstvy.

6.2 Experimentální materiál

Pro navržený experiment bylo použito pět typů nástrojů nebo vzorků (Obr. 8):

- vrták z rychlořezné oceli (HSS) o průměru 8 mm a délce 116 mm,
- řzná destička SDMT 12 z tvrdokovu (HM) o straně 12,7 mm, průměru otvoru 4,4 mm a výšce 5 mm,
- vzorek z HM o straně 19 mm a výšce 5 mm,
- vzorek z HSS o průměru 20 mm a výšce 5 mm,
- molybdenový pásek o tloušťce 0,1 mm, šířce 4 mm a délce 40 mm.



Obr. 8: Použité nástroje a vzorky – Vrták z HSS, řzná destička z HM, vzorek z HM (trojúhelník), vzorek z HSS (kolečko), molybdenový pásek

Vrták a destička sloužily pro odhalení nedokonale deponovaného povlaku a k posouzení adheze a koheze na břitě a těle nástroje pomocí SEM. Vzorek z tvrdokovu byl užíván pro měření tloušťky a plastické tvrdosti povlaku a na vzorku z rychlořezné oceli bylo prováděno měření adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu. Molybdenový pásek pak sloužil pro výpočet vnitřního napětí povlaku z jeho průhybu, který byl měřen na přístroji Alicona.

6.3 Experimentální technologie

Experiment byl proveden na zařízení Pi306 firmy Platit a.s. Jedná se o povlakovací jednotku, která vychází z konstrukce zařízení Pi411 PLUS (Obr. 9).



Obr. 9: Powlakovací jednotka Pi411 PLUS firmy Platit a.s. [49]

Základní konfigurací této jednotky jsou tři rotující obloukové katody instalované uvnitř dveří komory (LARC). Ty mohou být doplněny buď centrální obloukovou katodou nebo centrální magnetronovou katodou. Dveřní a centrální katody lze použít samostatně nebo kombinovaně. Zařízení tak umožňuje i současné nanášení povlaků pomocí obloukové a magnetronové technologie (hybridní technologie LACS®). [49], [50]

Uvnitř vakuové komory zařízení je umístěn stojan s držáky pro povlakované nástroje. Ten zajišťuje dvouosou nebo trojosou rotaci vzorků a tím rovnoměrné nanášení povlaku na celý povrch nástrojů. [49], [50]

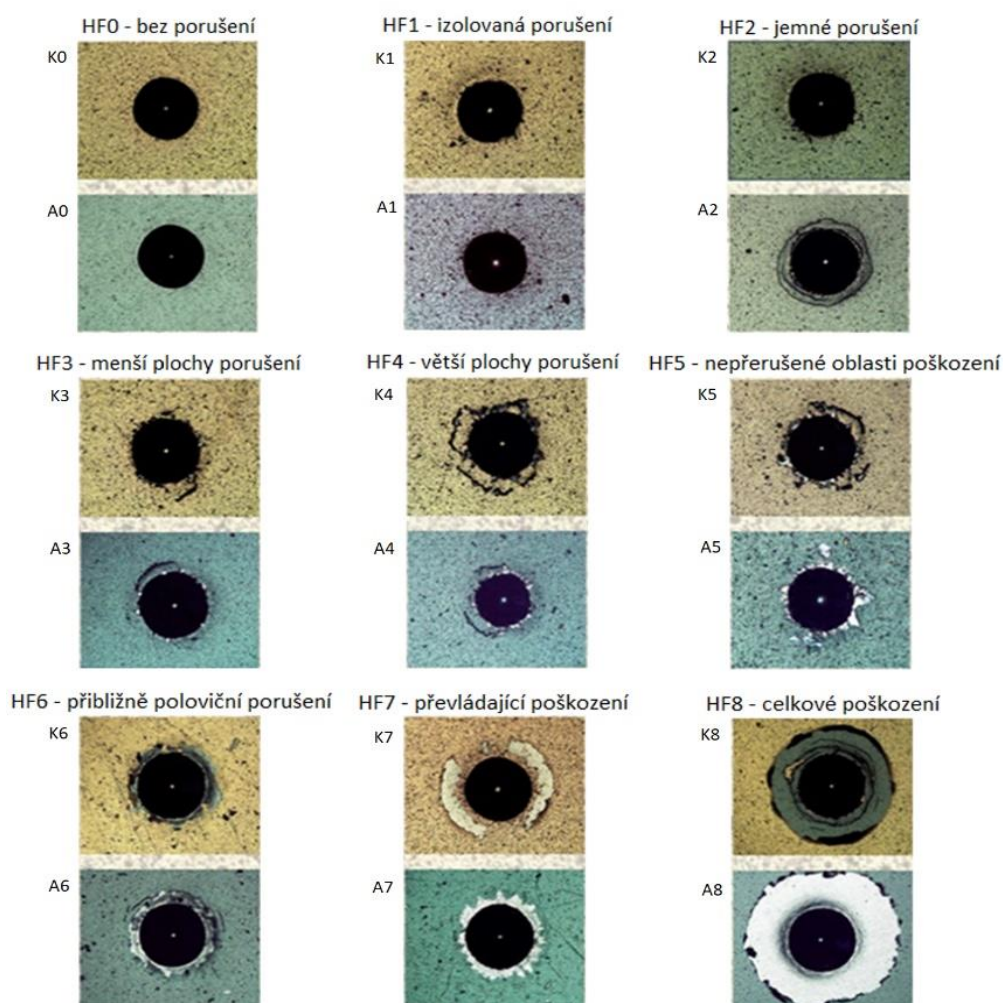
6.4 Analýza povlaku

6.4.1 Stanovení adhezních a kohezních parametrů

Deimler-Benz test pro určení adhezních a kohezních parametrů povlaku byl proveden na Rockwellově tvrdoměru RADOM PW 106. Provedení tohoto testu je možné pouze u vzorků splňujících požadavek minimální tvrdosti 54 HRC, maximální tloušťky povlaku 5 μm a celkové tloušťky vzorku alespoň desetkrát větší, než je hloubka vtisku. [51]

Indentor je celkem třikrát vtlačen do povrchu vzorku z rychlořezné oceli v souladu se stupnicí HRC. V okolí indentace je substrát plasticky deformován, a může tak docházet ke vzniku adhezního a kohezního porušení. To se projevuje popraskáním povlaku, nebo dokonce jeho delaminací. [51]

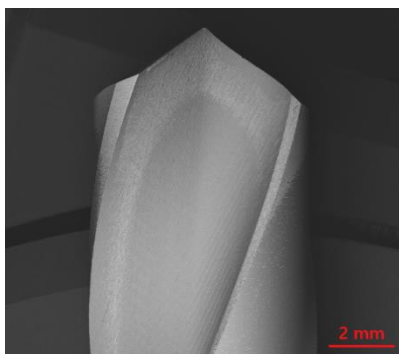
Pomocí světelného mikroskopu byla indentace s největším poškozením porovnána s obrazovou tabulkou, která byla oproti předpisu VDI 3198 pro účely firmy rozšířena (Obr. 10) [52]. Podle míry poškození byla vzorku přiřazena hodnota HF0 – HF8, určující stupeň adhezního a kohezního selhání. Díky tomu bylo možné z tohoto hlediska mezi sebou jednotlivé povlaky následně porovnat.



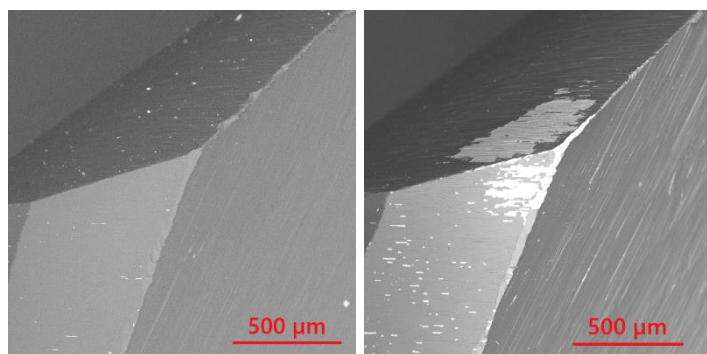
Obr. 10: Klasifikační tabulka firmy SHM pro zkoušku adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu [52]

6.4.2 Pozorování přilnavosti a kvality depozice

Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) byla kontrolována kvalita depozice povlaku na těle a břitech povlakovaných nástrojů. Pozorování probíhalo v režimech SE a BSE, při zvětšeních 20x, 100x, 300x a 1000x. Již při nejmenším zvětšení bylo možné určit, zda byl povlak nanesen rovnoměrně na celý povrch nástroje (Obr. 11). Při větších zvětšeních byla pozorována kvalita povlakovaných břitů a případné adhezní loupání povlaku v důsledku vysokého vnitřního napětí. Na Obr. 12 je dokumentován vrták s kvalitně deponovaným povlakem a povlakem vykazujícím adhezní loupání.



Obr. 11: Nerovnoměrně nanesený povlak na těle vrtáku



Obr. 12: Porovnání povlaku vykazujícího adhezní loupání (vlevo) a kvalitně deponovaného povlaku (vpravo) na břitu vrtáku

6.4.3 Měření vnitřního napětí

Vnitřní napětí povlaku bylo měřeno pomocí molybdenového pásku. Ten byl při depozici uchycen za jeden konec tak, aby byla napovlakována pouze jedna jeho strana (Obr. 13) a v důsledku vnitřního napětí v povlaku mohlo dojít k jeho prohnutí. Toto napětí může být buď záporné pod tlakovými silami (jako v tomto případě) nebo kladné pod tahovými silami (Obr.14) [53].



Obr. 14: Uchycení molybdenového pásku při depozici povlaku



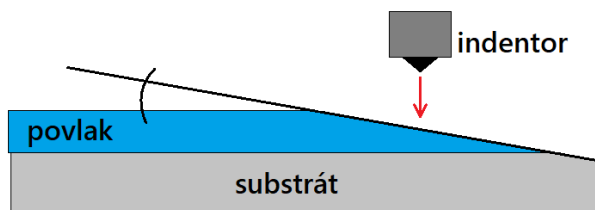
Obr. 13: Prohnutí molybdenového pásku při působení kladného a záporného vnitřního napětí

Průhyb molybdenového pásku byl poté naskenován pomocí zařízení Alicona Infinite Focus a konkrétní hodnota vnitřního napětí byla vypočítána pomocí softwaru v závislosti na určeném průhybu pásku a tloušťce povlaku.

Tato metoda měření je pouze orientační, avšak pro testování kvalitativních parametrů ve firemních podmínkách slouží jako velmi účinná komparační metoda pro ověření kvality povlaků.

6.4.4 Měření plastické tvrdosti

Instrumentovaná vnikací zkouška byla provedena pomocí nanotvrdoměru FISCHERSCOPE HM2000. Vzorky z tvrdokovu byly před měřením zbroušeny pod úhlem (Obr. 15) a následně očištěny v ultrazvukové lázni.

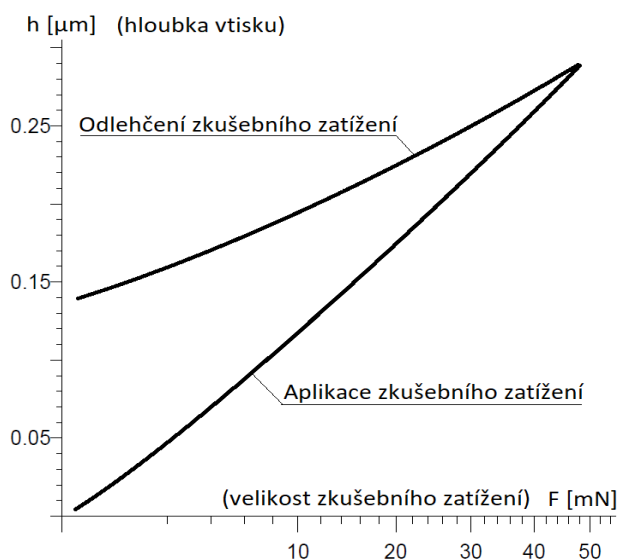


Obr. 15: Příprava vzorku pro měření plastické tvrdosti

Tato metoda měření umožňuje brát v úvahu i vliv elastické deformace [54] a díky průběžnému záznamu zkušebního zatížení a hloubky vtisku (Obr. 16) lze stanovit kromě tvrdosti i další vlastnosti materiálu jako je např. Youngův modul, elastickoplastická tvrdost (tvrdost podle Martense) [55] nebo odpor materiálu proti plastické deformaci, tzv. plastickou tvrdost HU_{pl} , kterou lze vypočítat pomocí vzorce: [54]

$$HU_{pl} = \frac{L_{max}}{A_t} \quad (1)$$

kde A_t je plocha indentace vytvořená pouze plastickou deformací při maximálním zkušebním zatížení L_{max} .



Obr. 16: Závislost hloubky vtisku na velikosti zkušebního zatížení – převzato a upraveno z [54]

Vyhodnocení vtisků s ohledem na zatížení a posun indentoru se řídí normou ČSN EN ISO 14577. Konkrétně kovové a nekovové povlaky pak specifikuje norma ČSN EN ISO 14577-4. [55], [56]

6.4.5 Měření tloušťky

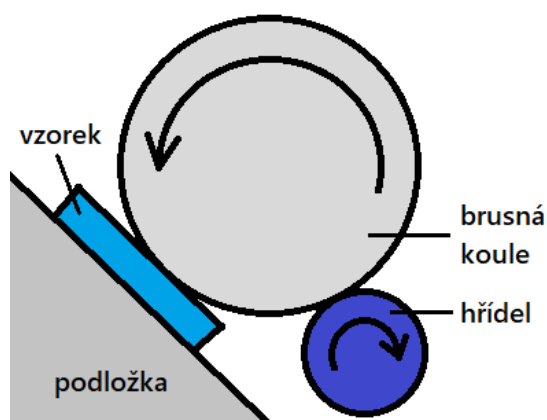
Měření tloušťky povlaku pomocí kalotestu bylo uskutečněno na Calotesteru CT50. Ocelová koule o průměru 25 mm potřená diamantovou pastou rotuje díky hřídeli připojené k motoru (Obr. 17) a otáčí se proti ploše zkoušeného vzorku. Tím vzniká kráter ve tvaru kulového vrchlíku, tzv. kalota. Po zbrúšení povlaku až na substrát je pomocí světelného mikroskopu změřen vnitřní a vnější průměr kaloty (Obr. 18). V souladu s normou ČSN EN ISO 26 423 je následně vypočítána tloušťka povlaku pomocí vzorce: [57]

$$h = \frac{D^2 - d^2}{8r} \quad (2)$$

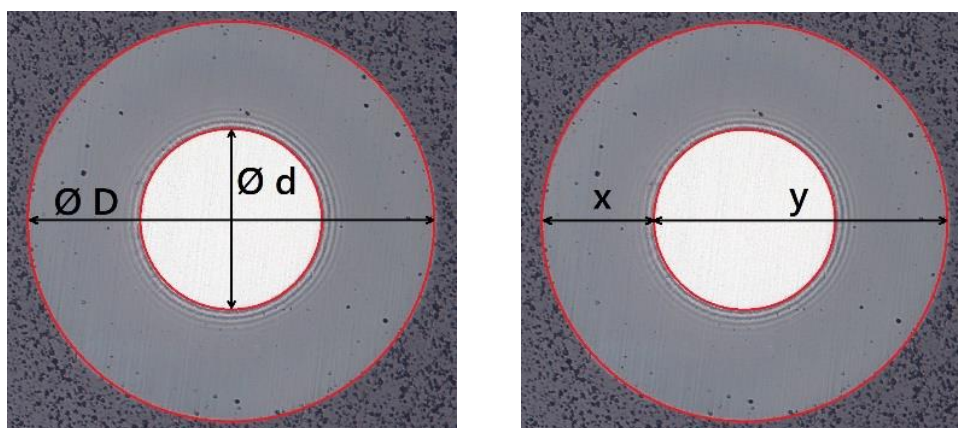
kde D ... vnější průměr kaloty
d ... vnitřní průměr kaloty
r ... poloměr brusné koule

nebo pomocí substituce $D = x + y$ a $d = y - x$:

$$h = \frac{x \cdot y}{2r} \quad (3)$$



Obr. 17: Schéma zařízení – kalotest



Obr. 18: Vyznačení parametrů pro výpočet tloušťky povlaku

6.5 Nastavení procesů

Proces přípravy povlaku byl složen z následujících kroků:

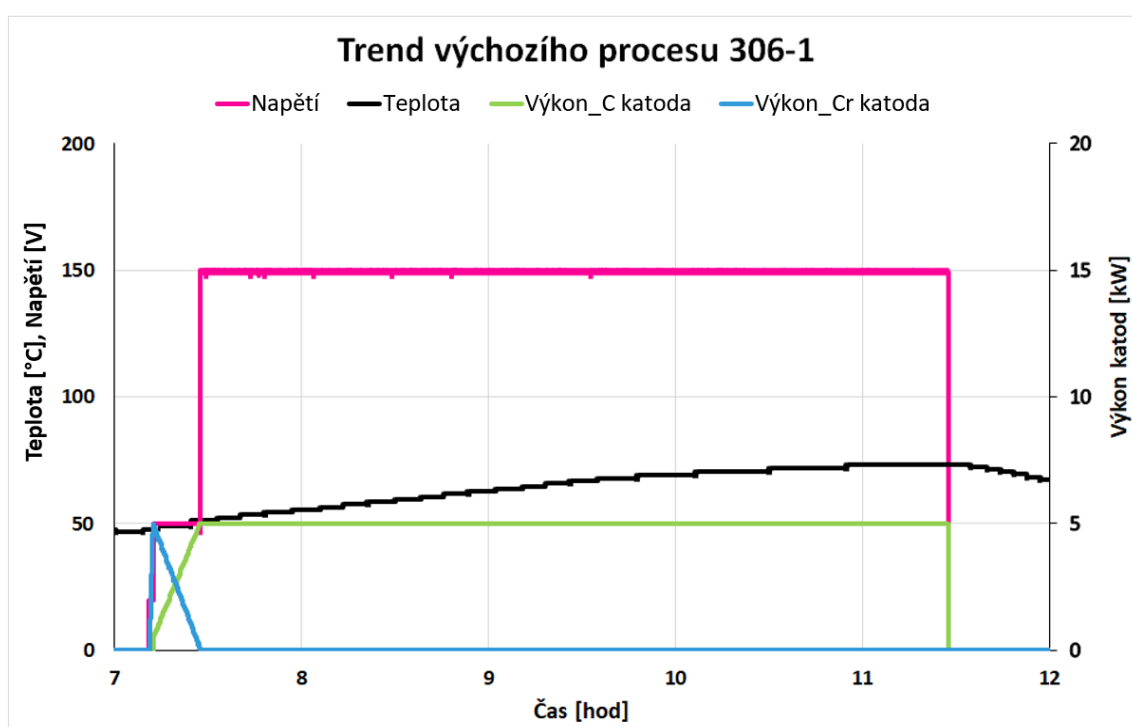
- vyčerpání komory a předehřev – zvýšení teploty na přibližně 300 °C a snížení tlaku v komoře, což umožňuje snazší vyčerpání zbylých plynů a odstranění nečistot,
- chlazení I – snížení teploty na požadovanou hodnotu pro nadcházející krok,
- čištění pomocí LGD – doutnavý výboj podpořený obloukovým výbojem,
- chlazení II – ochlazení komory na hodnotu teploty depozice,
- depozice adhezni vrstvy – výkon chromové katody je plynule snižován z jeho maximální hodnoty na minimální, zatímco výkon uhlíkové katody je plynule zvyšován z jeho minimální hodnoty na maximální. Dochází tak k magnetronovému naprašování chromové vrstvy a následnému gradientnímu přechodu na povlak ta-C, přičemž se vzdáleností od substrátu obsah chromu konstantně klesá,
- depozice povlaku – magnetronové naprašování pouze z uhlíkové katody,
- chlazení III – snížení teploty na hodnotu umožňující otevření komory a vyložení vzorků,
- zavzdušnění komory.

6.5.1 Parametry výchozího procesu

Jako výchozí nastavení parametrů procesu výroby ta-C povlaku byly použity parametry pro stávající průmyslovou výrobu povlaku. Tento proces byl označen jako proces číslo 306-1. Jeho parametry byly následující:

- Napětí při depozici adhezní vrstvy 50 V,
- teplota při depozici adhezní vrstvy 50 °C,
- délka adhezního kroku 15 min.

Na Obr. 19 je zobrazena časová závislost části parametrů výchozího procesu (napětí, teplota a výkony katod) v průběhu depozice adhezní vrstvy (do času 7,5 hod), depozice povlaku (čas 7,5 – 11,5 hod) a části kroku chlazení III.



Obr. 19: Časová závislost části parametrů výchozího procesu – depozice adhezní vrstvy (do 7,5 hod), depozice povlaku (7,5 – 11,5 hod), chlazení III

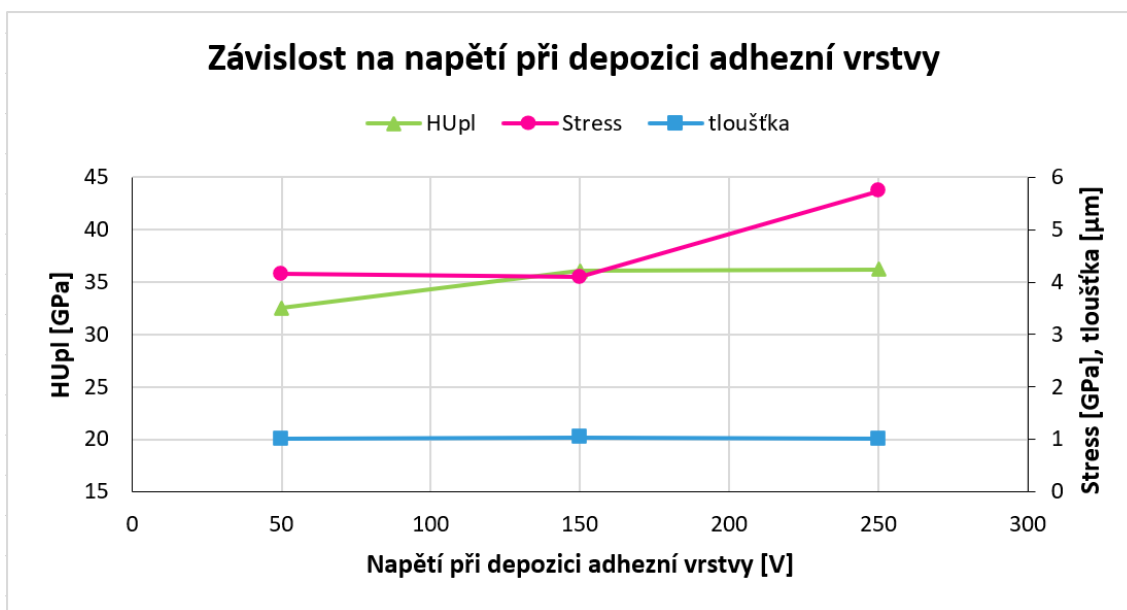
Takto vyrobený povlak vykazoval nedostatečnou přilnavost k substrátu, která se projevovala kohezním porušením povlaku při zatížení nástroje a loupáním povlaku v místech, kde došlo k plastické deformaci substrátu.

7 Výsledky

7.1 Vliv velikosti napětí při depozici adhezní vrstvy

Prvním předpokladem pro zvýšení adhezních parametrů povlaku bylo zvýšení napětí přivedeného na vzorky při depozici adhezní vrstvy, což by mělo vést k naprašování atomů větší rychlostí a tím ke kvalitnějšímu uložení deponovaných kovů na substrát.

Ze závislosti znázorněné na Obr. 20 je patrné, že zvýšení tohoto napětí při depozici adhezní vrstvy mělo vliv na zvýšení tvrdosti (HU_{pl}) a vnitřního napětí povlaku. Přesné hodnoty jednotlivých měření jsou sumarizovány v Tab. 4.



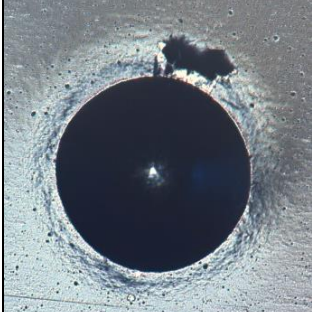
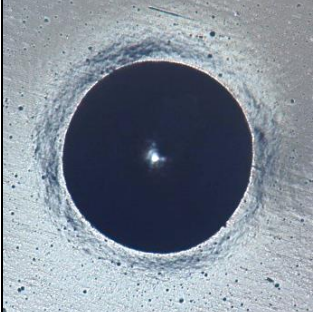

Obr. 20: Graf závislosti vlastností povlaku na napětí při depozici adhezní vrstvy

Tab. 4: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na napětí při depozici adhezní vrstvy

Číslo procesu	Napětí při depozici adhezní vrstvy [V]	HU_{pl} [GPa]	Vnitřní napětí [GPa]	Tloušťka [μm]
306-1	50	32,5	4,15	1,004
306-2	150	36,0	4,09	1,031
306-3	250	36,2	5,74	1,003

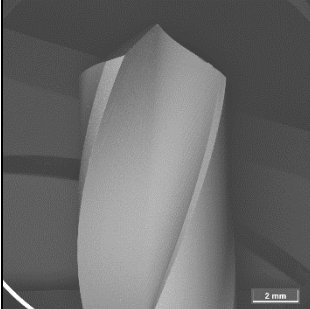
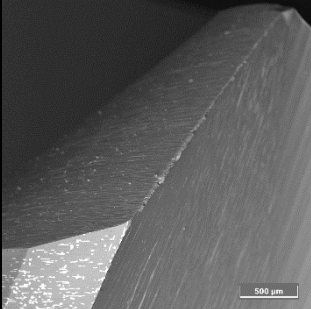
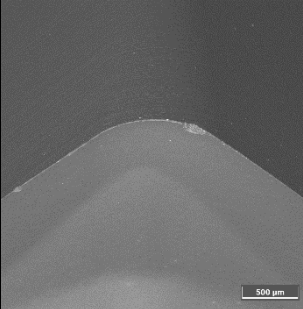
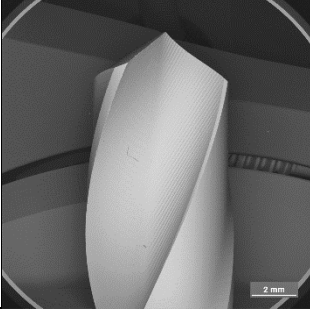
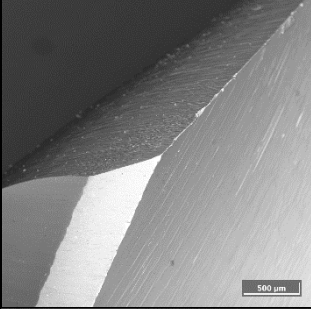
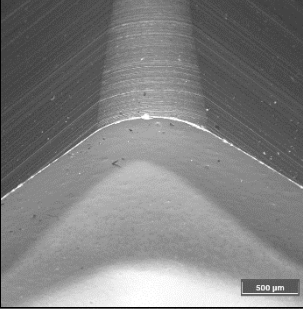
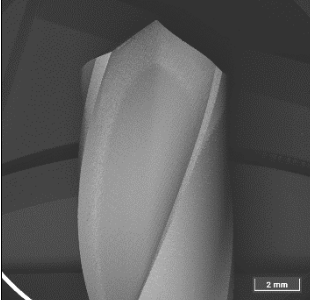
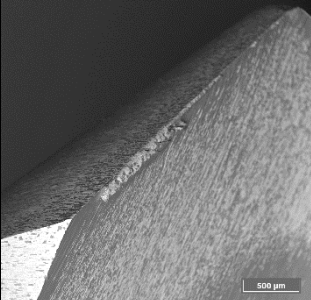
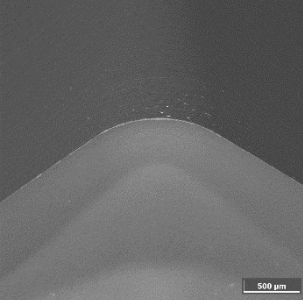
Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu (Tab. 5) pak naznačují, že by tento předpoklad zvýšení adheze mohl být pravdivý, protože u povlaků nanesených při 150 a 250 V nedošlo adheznímu porušení.

Tab. 5: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na napětí při depozici adhezní vrstvy

Číslo procesu	306-1	306-2	306-3
Napětí [V]	50	150	250
Adhezní a kohezní poškození			

Při pozorování napovlakovaných nástrojů pomocí SEM (Tab. 6) však bylo pozorováno, že u povlaku, jehož adhezní vrstva byla deponovaná při napětí 250 V došlo k výraznému adheznímu loupání na těle vrtáku, což bylo pravděpodobně způsobeno vysokým vnitřním napětím. Naopak povlak, kdy depozice adhezní vrstvy proběhla při napětí přivedeném na vzorky zvýšeném pouze na hodnotu 150 V, adhezní loupání na těle vrtáku nevykazoval.

Tab. 6: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na napětí při depozici adhezni vrstvy

Číslo procesu		Vrták – šroubovice	Vrták – břit	Řezná destička
Napětí [V]				
306-1	50			
306-2	150			
306-3	250			

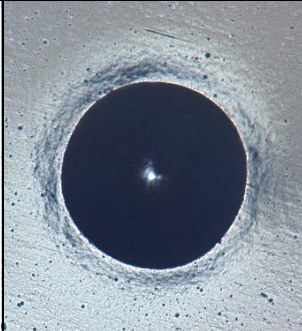
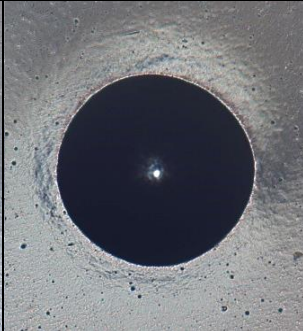
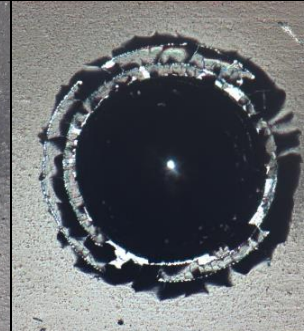
Nastavení dalších procesů tedy bude vycházet z receptu pro povlak 306-2, kdy depozice adhezni vrstvy probíhá při napětí 150 V.

7.2 Vliv délky hoření do štítu

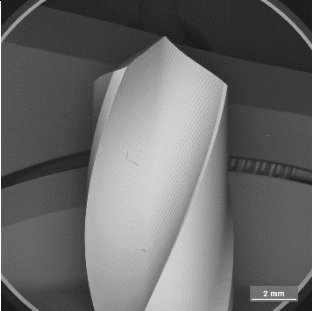
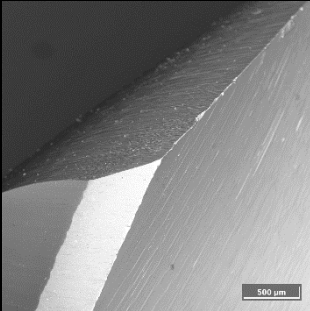
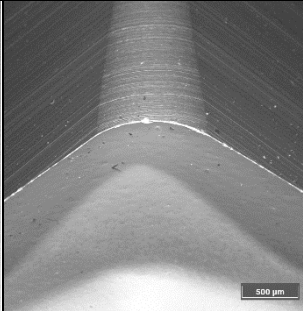
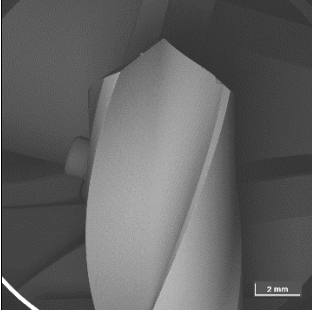
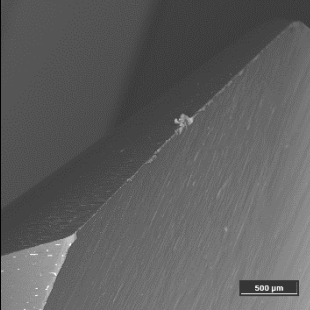
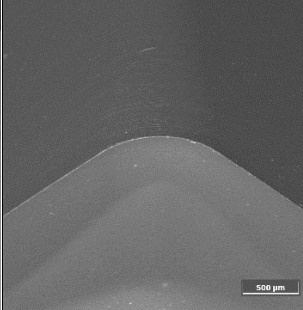
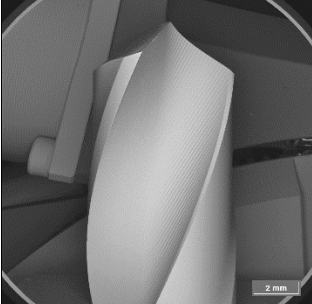
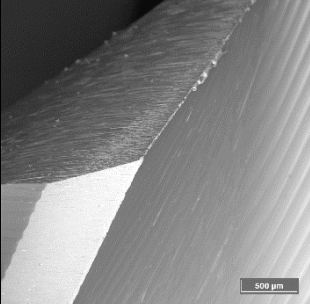
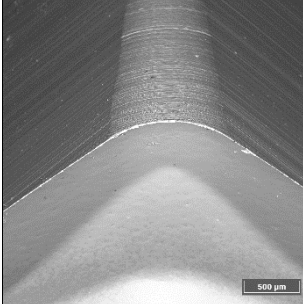
Předpoklad, že by nedostatečné adhezní parametry povlaku mohly způsobovat nečistoty na povrchu katod vzniklé při předchozích procesech, byl vyvrácen zařazením čistícího kroku hned po ohřevu komory na 300 °C. V tomto kroku jsou katody zastíněny štítem tak, aby při jejich odprašování nedocházelo k depozici materiálu na vzorky, ale pouze na štít (hoření do štítu). Po odstranění horní kontaminované vrstvy materiálu jsou katody opět odstíněny a následuje další krok procesu.

Následkem hoření do štítu po dobu jedné hodiny bylo výrazné zhoršení adheze a koheze měřené pomocí Deimler-Benz testu (Tab. 7) a o něco méně závažné zhoršení adheze pozorované pomocí SEM (Tab. 8).

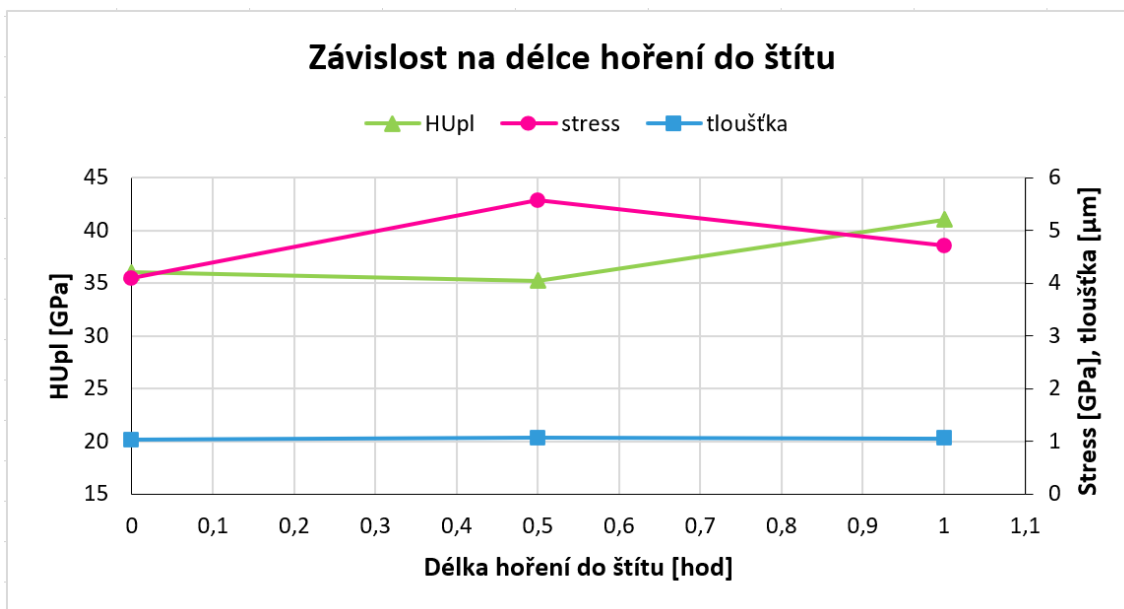
Tab. 7: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na délce hoření do štítu

Číslo procesu	306-2	306-5	306-4
Délka hoření do štítu [hod]	0	0,5	1
Adhezní a kohezní poškození			

Tab. 8: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na délce hoření do štítu

Číslo procesu		Vrták – šroubovice	Vrták – břit	Řezná destička
Délka hoření do štítu [hod]				
306-2	0			
306-5	0,5			
306-4	1			

Tento krok však měl příznivý vliv na tvrdost povlaku, a proto byl spuštěn další proces s délkou hoření do štítu sníženou na polovinu původní hodnoty. V porovnání s výchozím povlakem pak tento vykazoval mírné zlepšení adhezních vlastností a pokles tvrdosti (Obr. 21). Došlo také k výraznému zvýšení vnitřního napětí i ve srovnání s povlakem s hodinovým hořením do štítu, což by mohlo znamenat ovlivnění jiných neanalyzovaných vlastností.



Obr. 21: Graf závislosti vlastností povlaku na délce hoření do štítu

Po zvážení všech výsledků analýzy těchto dvou povlaků (Tab. 9) bylo rozhodnuto pokračovat v depozici dalších povlaků bez čištění katod hořením do štítu.

Tab. 9: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na délce hoření do štítu


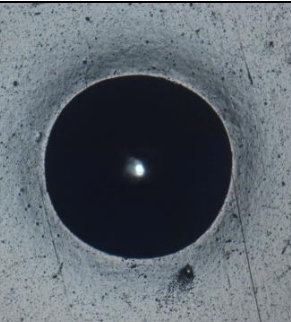
Číslo procesu	Délka hoření do štítu [hod]	HU _{pl} [GPa]	Vnitřní napětí [GPa]	Tloušťka [μm]
306-2	0	36,0	4,09	1,031
306-5	0,5	35,2	5,57	1,061
306-4	1	41,0	4,71	1,055

7.3 Vliv délky adhezního kroku

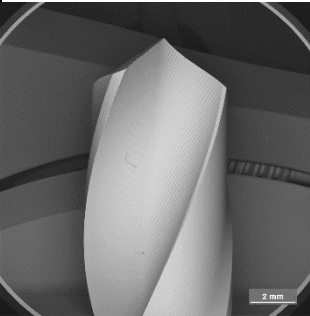
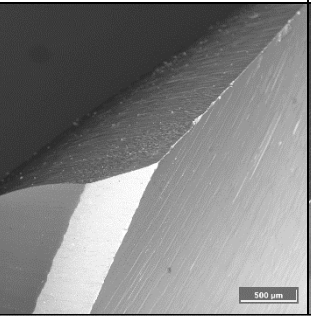
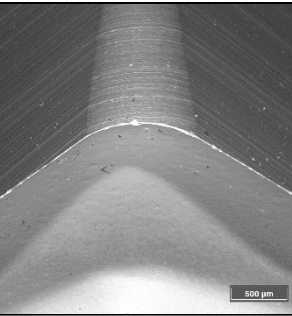
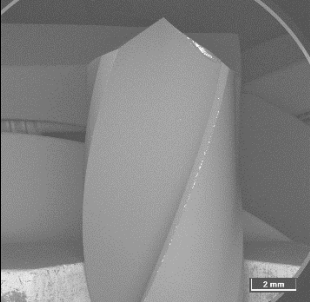
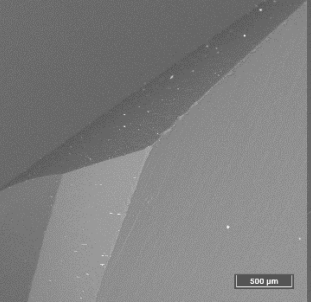
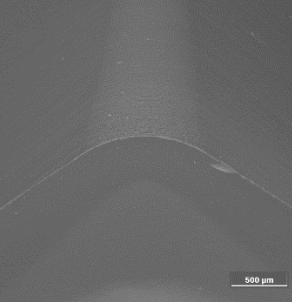
Další změnou nastavení procesu bylo prodloužení depozičního času adhezní vrstvy s cílem nanesení silnější vrstvy, která by zajistila plynulejší přechod fyzikálních vlastností od substrátu k povlaku. V důsledku toho bylo očekáváno snížení vnitřního napětí a následné zlepšení přilnavosti povlaku.

Z výsledku Deimler-Benz testu (Tab. 10) je patrné mírné zlepšení adhezních i kohezních parametrů a na fotografiích pořízených pomocí SEM (Tab. 11) lze toto zlepšení pozorovat především na břitech povlakovaných nástrojů.

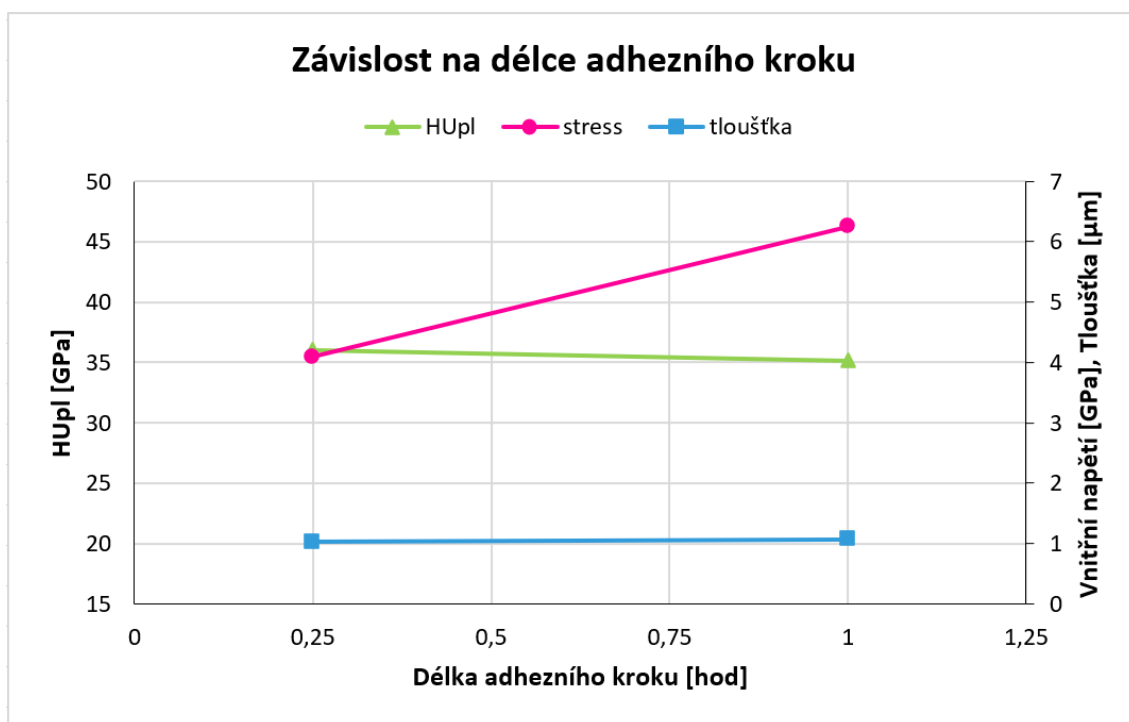
Tab. 10: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na délce adhezního kroku

Číslo procesu	306-2	306-6
Délka adhezního kroku [hod]	0,25	1
Adhezní a kohezní poškození		

Tab. 11: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na délce adhezního kroku

Číslo procesu		Vrták – šroubovice	Vrták – břit	Řezná destička
Délka adhezního kroku [hod]				
306-2	0,25			
306-6	1			

Oproti předpokladu však nedošlo ke snížení vnitřního napětí, ale naopak k jeho výraznému nárůstu (Obr. 22).



Obr. 22: Graf závislosti vlastností povlaku na délce adhezního kroku

Naměřené hodnoty tloušťky povlaku uvedených v Tab. 12 ukazují, že nedošlo k jejímu zvýšení a předpoklad lineární závislosti tloušťky adhezni vrstvy na době její depozice tedy nebyl potvrzen.

Tab. 12: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na délce adhezního kroku

Číslo procesu	Délka adhezního kroku [hod]	HU _{pl} [GPa]	Vnitřní napětí [GPa]	Tloušťka [μm]
306-2	0,25	36,0	4,09	1,031
306-6	1	35,2	6,25	1,074

Tyto skutečnosti společně s mírným poklesem tvrdosti povlaku vedly k rozhodnutí pokračovat v experimentu s předchozím nastavením procesu, tedy s adhezním krokem o délce 15 minut.

7.4 Vliv teploty při depozici

Posledním pokusem o zvýšení přilnavosti povlaku ta-C byla změna počáteční teploty depozice adhezni vrstvy a povlaku. Zvýšení teploty na 130 °C však zapříčinilo výrazné snížení tvrdosti, což bylo nežádoucí, a proto byly další povlaky deponovány při teplotách 90, 70 a 40 °C.

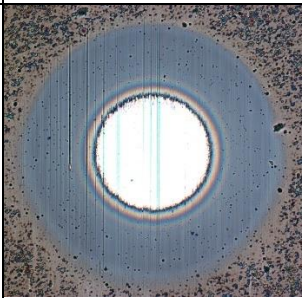
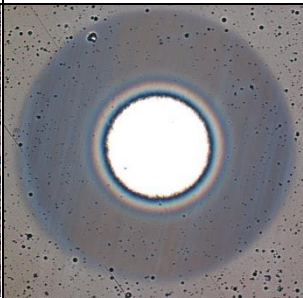
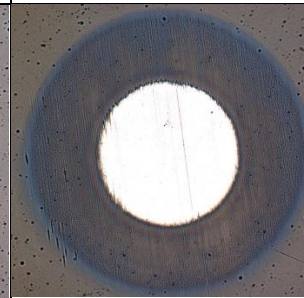
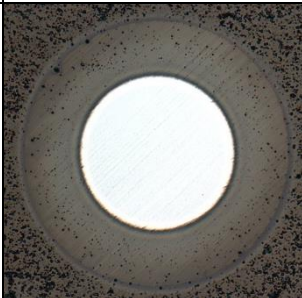
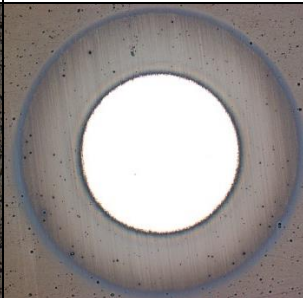
Konkrétní hodnoty výsledků analýz jednotlivých procesů jsou porovnány v Tab. 13.

Tab. 13: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na teplotě při depozici

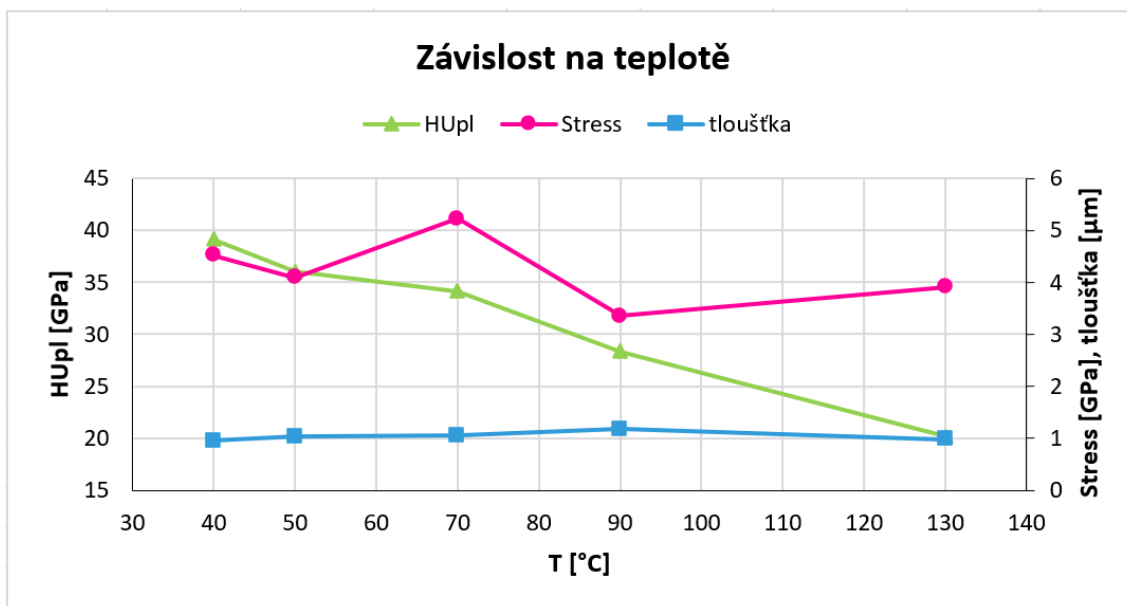
Číslo procesu	Teplota [°C]	HU _{pl} [GPa]	Vnitřní napětí [GPa]	Tloušťka [μm]
306-10	40	39,1	4,52	0,955
306-2	50	36,0	4,09	1,031
306-9	70	34,2	5,22	1,058
306-8	90	28,3	3,35	1,175
306-7	130	20,2	3,91	0,980

Na kalotách v Tab. 14 pořízených při měření tloušťky povlaku lze pozorovat různé úrovně interference světla. Ta je způsobena přítomností kubické fáze, která odpovídá vyššímu podílu sp³ vazeb v povlaku. S vyšším podílem vazeb sp³ roste i tvrdost povlaku, jak bylo popsáno v kapitole 2.1. Je zřejmé, že s vyšší teplotou depozice povlaky schopnost propouštět světlo ztrácí, podíl sp³ vazeb klesá, a proto se snižuje i hodnota tvrdosti povlaku.

Tab. 14: Pozorování úrovně interference světla na kalotách

Číslo procesu	306-10	306-2	306-9
Teplota [°C]	40	50	70
Tepelné ovlivnění			
Číslo procesu	306-8	306-7	
Teplota [°C]	90	130	
Tepelné ovlivnění			

Z grafu na Obr. 23 lze pozorovat téměř lineární závislost tvrdosti povlaku na teplotě při povlakování. Závislost vnitřního napětí povlaku na teplotě nebyla prokázána.



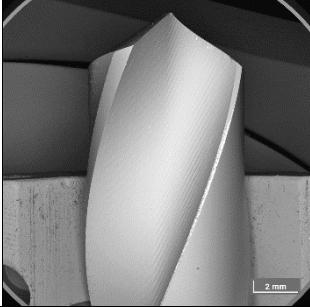
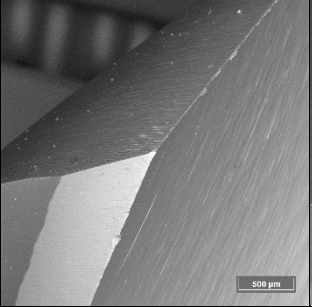
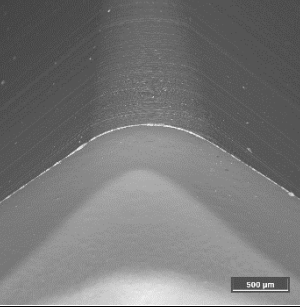
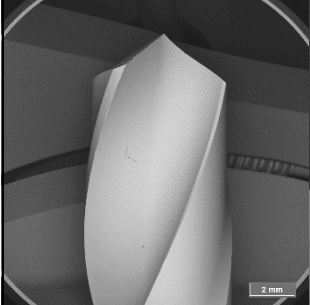
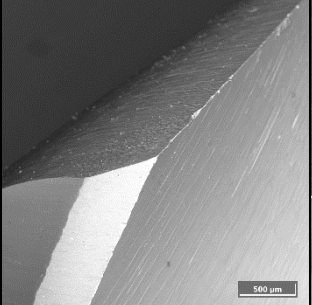
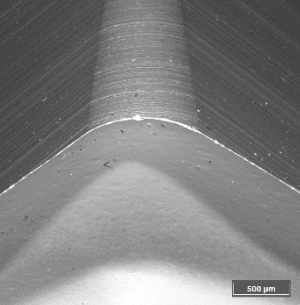
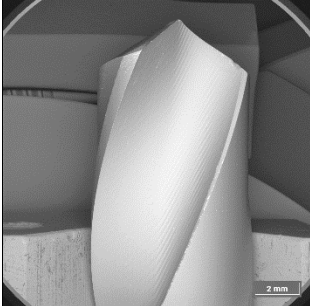
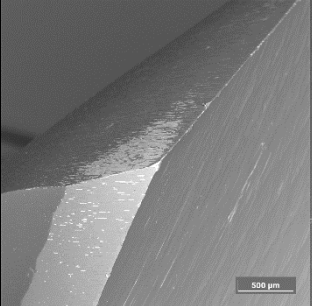
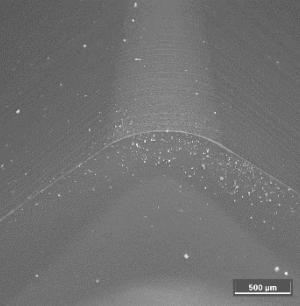
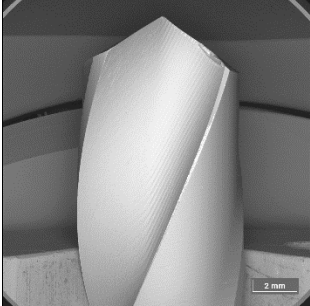
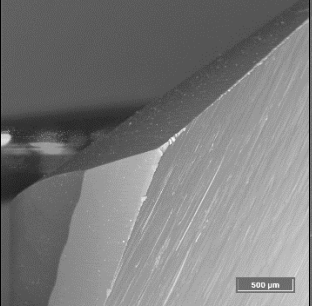
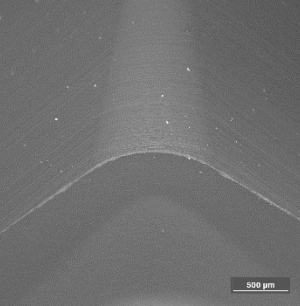
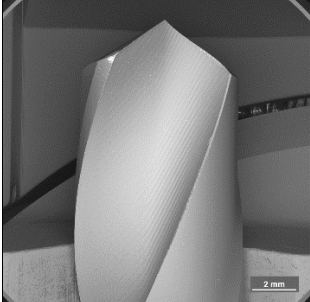
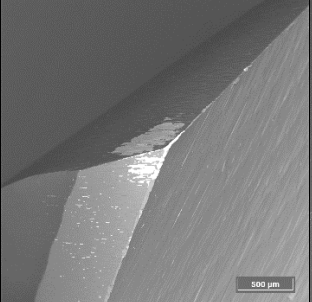
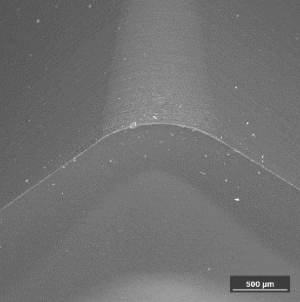
Obr. 23: Graf závislosti vlastností povlaku na teplotě při depozici

U povlaku deponovaném při 40 °C došlo ke značnému zvýšení jeho tvrdosti. Zlepšení jeho adhezních a kohezních parametrů nebylo prokázáno, a to jak pomocí Deimler-Benz testu (Tab. 15) tak ani pozorováním povlaku pomocí SEM (Tab. 16). Nedošlo však ani k jejich zhoršení, a proto nebyl tento způsob depozice zamítnut.

Tab. 15: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na teplotě při depozici

Číslo procesu	306-10	306-2	306-9
Teplota [°C]	40	50	70
Adhezní a kohezní poškození			
Číslo procesu	306-8	306-7	
Teplota [°C]	90	130	
Adhezní a kohezní poškození			

Tab. 16: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na teplotě při depozici

Číslo procesu		Vrták – šroubovice	Vrták – břit	Řezná destička
Teplota [°C]				
306-10	40			
306-2	50			
306-9	70			
306-8	90			
306-7	130			

8 Závěr

Výchozí povlak (proces číslo 306-1) byl vyroben při napětí při depozici adhezni vrstvy 50 V, teplotě při depozici 50 °C a délce adhezniho kroku nastavené na 15 min. Tento povlak vykazoval nedostatečnou adhezi k substrátu, a proto bylo provedeno několik experimentálních depozic s cílem zvýšit přilnavost povlaku změnou nastavení parametrů výrobního procesu.

První změnou v nastavení výchozího procesu bylo zvýšení napětí při depozici z 50 V na 150 V a 250 V. Důsledkem toho bylo dosažení lepších výsledků v hodnocení adheze a koheze měřené pomocí Deimler-Benz testu. Při pozorování povlaku pomocí SEM však bylo zjištěno, že přílišné zvýšení napětí způsobuje adhezni loupání na těle i břitech nástrojů. Další depozice proto byly prováděny při zvýšeném napětí pouze na 150 V.

Zařazení čistícího kroku, kdy byly depozicí do štítu z povrchu katod odstraňovány nečistoty ulpělé v průběhu předchozích procesů, nepřineslo očekávané výsledky. Čištění po dobu jedné hodiny mělo za následek zvýšení tvrdosti povlaku, avšak krom toho také výrazné zhoršení adheze i koheze, což mohlo být způsobeno nedostatečným krytím vzorků štítem, a tedy depozicí nečistot přímo na vzorky. Zkrácení délky tohoto kroku na poloviční dobu (30 min) už zlepšení adheze způsobilo, ale došlo i k poklesu tvrdosti, a proto bylo rozhodnuto pokračovat v depozici povlaku bez tohoto kroku.

Prodloužením depozičního času adhezni vrstvy došlo k mírnému zlepšení adhezni i kohezni parametrů a k výraznému nárůstu vnitřního napětí, který je ale nežádoucí. Předpoklad lineární závislosti tloušťky adhezni vrstvy na době její depozice nebyl prokázán. Společně s nepatrným poklesem tvrdosti vedly tyto skutečnosti k rozhodnutí pokračovat v experimentu s předchozím nastavením procesu, tedy s adhezni krokem o délce 15 minut.

Poslední změnou parametrů bylo zvýšení a následně i snížení počáteční teploty depozice adhezni vrstvy a povlaku na 130, 90, 70 a 40 °C. Na kalotách byla pozorována změna stupně interference světla, způsobená různým podílem sp^3 vazeb v povlaku. Zvyšování teploty mělo za následek snižování tohoto podílu, a tím i pokles tvrdosti. Naopak zvýšení tvrdosti bylo prokázáno u povlaku deponovaném při 40 °C.

Nejlepších výsledků adheze bylo dosaženo u povlaku deponovaném při napětí 150 V, teplotě při depozici 50 °C a délce adhezniho kroku 1 hod. Tento povlak při pozorování pomocí SEM nevykazoval žádné adhezni loupání a jevil se jako rovnoměrně nanesený s dobrou přilnavostí i na břitech nástrojů. Nejvyšší tvrdost byla naměřena u povlaku deponovaném při totožném napětí, teplotě 40 °C a délce adhezniho kroku 15 min, kdy bylo dosaženo zvýšení tvrdosti z předchozích 36,1 GPa na 39,1 GPa.

Kombinací nastavení těchto dvou procesů, tedy depozicí při 40 °C a s délkou adhezniho kroku nastavenou na více než 15 min, by mohlo být dosaženo zlepšení adhezni parametrů povlaku i zvýšení jeho tvrdosti.

Literatura

- [1] ROSSNAGEL, S. M. Thin film deposition with physical vapor deposition and related technologies. *Journal of Vacuum Science & Technology A* [online]. 2003, **21**(5), 74-87 [cit. 2023-05-02]. ISSN 0734-2101. Dostupné z: doi:10.1116/1.1600450
- [2] BAPTISTA, A., F. SILVA, J. PORTEIRO, J. MÍGUEZ, G. PINTO a L. FERNANDES. On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications. *Procedia Manufacturing* [online]. 2018, **17**, 746-757 [cit. 2023-05-02]. ISSN 23519789. Dostupné z: doi:10.1016/j.promfg.2018.10.125
- [3] KELLY, P. a R. ARNELL. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum* [online]. 2000, **56**(3), 159-172 [cit. 2023-05-02]. ISSN 0042207X. Dostupné z: doi:10.1016/S0042-207X(99)00189-X
- [4] VETTER, J. 60 years of DLC coatings: Historical highlights and technical review of cathodic arc processes to synthesize various DLC types, and their evolution for industrial applications. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, **257**, 213-240 [cit. 2023-05-02]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2014.08.017
- [5] QIANG, L., B. ZHANG, Y. ZHOU a J. ZHANG. Improving the internal stress and wear resistance of DLC film by low content Ti doping. *Solid State Sciences* [online]. 2013, **20**, 17-22 [cit. 2023-05-02]. ISSN 12932558. Dostupné z: doi:10.1016/j.solidstatesciences.2013.03.003
- [6] CAPOTE, G., G. MASTRAPA a V. TRAVA-AIROLDI. Influence of acetylene precursor diluted with argon on the microstructure and the mechanical and tribological properties of a-C:H films deposited via the modified pulsed-DC PECVD method. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2015, **284**, 145-152 [cit. 2023-05-02]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2015.08.065
- [7] ROSSNAGEL, S. M. Thin film deposition with physical vapor deposition and related technologies. *Journal of Vacuum Science & Technology A* [online]. 2003, **21**(5), 74-87 [cit. 2023-03-29]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1116/1.1600450>
- [8] HASSAN, Mohammad M. Antimicrobial Coatings for Textiles. In: TIWARI, Atul. *Handbook of Antimicrobial Coatings*. Elsevier, 2018, s. 321-355. ISBN 978-0-12-811982-2.
- [9] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje* [online]. Brno, 2006 [cit. 2023-03-29]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/studijni-opory/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf. Vysoké učení technické v Brně.

- [10] MORENT, R. a N. DE GEYTER, ed. 1 - Improved textile functionality through surface modifications. In: PAN, N. a G. SUN. *Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health*. Woodhead Publishing, 2011, s. 3-26. ISBN 9781845697235.
- [11] GUDMUNDSSON, J.T. a D. LUNDIN. Introduction to magnetron sputtering. *High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications* [online]. Elsevier, 2020, 1-48 [cit. 2023-04-21]. ISBN 9780128124543. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-812454-3.00006-1
- [12] GRILL, A. Diamond-like carbon: state of the art. *Diamond and Related Materials* [online]. 1999, **8**(2-5), 428-434 [cit. 2023-03-29]. ISSN 0925-9635. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(98\)00262-3](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(98)00262-3)
- [13] ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering: R: Reports* [online]. 2002, **37**(4-6), 129-281 [cit. 2023-03-29]. ISSN 1879-212X. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00005-0](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00005-0)
- [14] ROBERTSON, J. Amorphous carbon. *Advances in Physics* [online]. 1986, **35**(4), 317-374 [cit. 2023-03-29]. Dostupné z: <http://dx.doi.org/10.1080/00018738600101911>
- [15] JACOB, W. a W. MÖLLER. On the structure of thin hydrocarbon films. *Applied Physics Letters* [online]. 1993, **63**(13), 1771-1773 [cit. 2023-04-28]. ISSN 0003-6951. Dostupné z: doi:10.1063/1.110683
- [16] SWANN, S. Magnetron sputtering. *Physics in Technology* [online]. 1988, **19**(2), 67-75 [cit. 2023-04-04]. ISSN 0305-4624. Dostupné z: doi:10.1088/0305-4624/19/2/304
- [17] PENNING, F. M. *Coating by cathode disintergration*. 2146025. Uděleno 7.1.1939.
- [18] GUDMUNDSSON, J. T. Physics and technology of magnetron sputtering discharges. *Plasma Sources Science and Technology* [online]. 2020, **29**(11) [cit. 2023-04-21]. ISSN 0963-0252. Dostupné z: doi:10.1088/1361-6595/abb7bd
- [19] WAITS, Robert K. Planar magnetron sputtering. *Journal of Vacuum Science and Technology* [online]. 1978, **15**(2), 179-187 [cit. 2023-04-28]. ISSN 0022-5355. Dostupné z: doi:10.1116/1.569451
- [20] WRIGHT, M. a T. BEARDOW. Design advances and applications of the rotatable cylindrical magnetron. *Journal of Vacuum Science & Technology A* [online]. 1986, **4**(3), 388–392 [cit. 2023-04-21]. Dostupné z: doi:10.1116/1.573888
- [21] FIASCHI, G., A. ROTA, A. BALLESTRAZZI, D. MARCHETTO, E. VEZZALINI a S. VALERI. A Chemical, Mechanical, and Tribological Analysis of DLC Coatings Deposited by Magnetron Sputtering. *Lubricants* [online]. 2019, **7**(4) [cit. 2023-04-29]. ISSN 2075-4442. Dostupné z: doi:10.3390/lubricants7040038

- [22] SAVVIDES, N. Optical constants and associated functions of metastable diamondlike amorphous carbon films in the energy range 0.5–7.3 eV. *Journal of Applied Physics* [online]. 1986, **59**(12), 4133-4145 [cit. 2023-04-29]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.336672
- [23] ERDEMIR, A. The role of hydrogen in tribological properties of diamond-like carbon films. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2001, **146-147**, 292-297 [cit. 2023-04-29]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(01)01417-7
- [24] OHTAKE, N., M. HIRATSUKA, K. KANDA et al. Properties and Classification of Diamond-Like Carbon Films. *Materials* [online]. 2021, **14**(2) [cit. 2023-04-28]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma14020315
- [25] LIU, Y. a E. MELETIS. Evidence of graphitization of diamond-like carbon films during sliding wear. *Journal of Materials Science* [online]. 1997, **32**(13), 3491-3495 [cit. 2023-04-29]. ISSN 00222461. Dostupné z: doi:10.1023/A:1018641304944
- [26] VANHULSEL, A., F. VELASCO, R. JACOBS et al. DLC solid lubricant coatings on ball bearings for space applications. *Tribology International* [online]. 2007, **40**(7), 1186-1194 [cit. 2023-04-29]. ISSN 0301679X. Dostupné z: doi:10.1016/j.triboint.2006.12.005
- [27] OHGOE, Y., K. HIRAKURI, H. SAITOH et al. Classification of DLC films in terms of biological response. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2012, **207**, 350-354 [cit. 2023-04-29]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2012.07.018
- [28] LACKNER, J. a W. WALDHAUSER. Diamond and Diamond-like Carbon Coated Surfaces as Biomaterials. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* [online]. 2010, **155**(11), 528-533 [cit. 2023-04-29]. ISSN 0005-8912. Dostupné z: doi:10.1007/s00501-010-0613-4
- [29] LAPPALAINEN, R., H. HEINONEN, A. ANTTILA a S. SANTAVIRTA. Some relevant issues related to the use of amorphous diamond coatings for medical applications. *Diamond and Related Materials* [online]. 1998, **7**(2-5), 482-485 [cit. 2023-04-30]. ISSN 09259635. Dostupné z: doi:10.1016/S0925-9635(98)80003-4
- [30] TALBOT, D., ed. 10. Interaction between Surfaces: Adhesion and Friction. In: BLAKELY, J. *Surface Physics of Materials* [online]. 2. New York: Academic Press, 1975, s. 476-532 [cit. 2023-04-30]. ISBN 0-12-103802-5. Dostupné z: https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=TKzTiWVSWZkC&oi=fnd&pg=PA475&dq=D.+Tabor,+Surface+Physics+of+Materials,+Vol.+II,+Academic+Press,+1975,+509&ots=vcNdD-Gcah&sig=H7ANRCW_C88lhvKpcetLgrwiwbg&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false

- [31] WEISS, H. Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment. *Surface and Coatings Technology* [online]. 1995, **71**(2), 201-207 [cit. 2023-04-30]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/0257-8972(94)01022-B
- [32] KOSKI, K., J. HÖLSÄ, J. ERNOULT a A. ROUZAUD. The connection between sputter cleaning and adhesion of thin solid films. *Surface and Coatings Technology* [online]. 1996, **80**(1-2), 195-199 [cit. 2023-04-30]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/0257-8972(95)02710-6
- [33] ROTH, T., K. KLOOS a E. BROSZEIT. Structure, internal stresses, adhesion and wear resistance of sputtered alumina coatings. *Thin Solid Films* [online]. 1987, **153**(1-3), 123-133 [cit. 2023-04-30]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/0040-6090(87)90176-3
- [34] SHEEJA, D., B. TAY, K. LEONG a C. LEE. Effect of film thickness on the stress and adhesion of diamond-like carbon coatings. *Diamond and Related Materials* [online]. 2002, **11**(9), 1643-1647 [cit. 2023-04-30]. ISSN 09259635. Dostupné z: doi:10.1016/S0925-9635(02)00109-7
- [35] RAJAK, D., A. KUMAR, A. BEHERA a P. MENEZES. Diamond-Like Carbon (DLC) Coatings: Classification, Properties, and Applications. *Applied Sciences* [online]. 2021, **11**(10) [cit. 2023-05-01]. ISSN 2076-3417. Dostupné z: doi:10.3390/app11104445
- [36] MATTOX, D. M. Substrate preparation for thin film deposition—a survey. *Thin Solid Films* [online]. 1985, **124**(1), 3-10 [cit. 2023-05-01]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/0040-6090(85)90021-5
- [37] HONG, T., J. SMITH a D. SROLOVITZ. Impurity effects on adhesion. *Physical Review Letters* [online]. 1993, **70**(5), 615-618 [cit. 2023-05-01]. ISSN 0031-9007. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRevLett.70.615
- [38] PATNAIK, L., S. MAITY a S. KUMAR. Comprehensive structural, nanomechanical and tribological evaluation of silver doped DLC thin film coating with chromium interlayer (Ag-DLC/Cr) for biomedical application. *Ceramics International* [online]. 2020, **46**(14), 22805-22818 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02728842. Dostupné z: doi:10.1016/j.ceramint.2020.06.048
- [39] SÁNCHEZ-LÓPEZ, J. a A. FERNÁNDEZ. Doping and Alloying Effects on DLC Coatings. *Tribology of Diamond-Like Carbon Films* [online]. 2008, 311-338 [cit. 2023-05-01]. ISBN 978-0-387-30264-5. Dostupné z: doi:10.1007/978-0-387-49891-1_12
- [40] YU, X., Ch. WANG a Z. PENG. Improving Ag-DLC Film Adherence on High-Speed Steel by Varying Ag Contents in A Mid-Frequency Dual-Magnetron Sputtering. *Key Engineering Materials* [online]. 2010, **434-435**, 462-465 [cit. 2023-05-01]. ISSN 1662-9795. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.434-435.462

- [41] MANNINEN, N., F. RIBEIRO, A. ESCUDEIRO, T. POLCAR, S. CARVALHO a A. CAVALEIRO. Influence of Ag content on mechanical and tribological behavior of DLC coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2013, **232**, 440-446 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2013.05.048
- [42] TAUBE, K., M. GRISCHKE a K. BEWILOGUA. Improvement of carbon-based coatings for use in the cold forming of non-ferrous metals. *Surface and Coatings Technology* [online]. 1994, **68-69**, 662-668 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/0257-8972(94)90234-8
- [43] SHAHSAVARI, F., M. EHTESHAMZADEH, M. AMIN a A. BARLOW. A comparative study of surface morphology, mechanical and tribological properties of DLC films deposited on Cr and Ni nanolayers. *Ceramics International* [online]. 2020, **46**(4), 5077-5085 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02728842. Dostupné z: doi:10.1016/j.ceramint.2019.10.251
- [44] LEE, K-R., K. YONG EUN, I. KIM a J. KIM. Design of W buffer layer for adhesion improvement of DLC films on tool steels. *Thin Solid Films* [online]. 2000, **377-378**, 261-268 [cit. 2023-05-01]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/S0040-6090(00)01429-2
- [45] CHOUDHURY, D., J. LACKNER, R. FLEMING, J. GOSS, J. CHEN a M. ZOU. Diamond-like carbon coatings with zirconium-containing interlayers for orthopedic implants. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* [online]. 2017, **68**, 51-61 [cit. 2023-05-01]. ISSN 17516161. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmbbm.2017.01.023
- [46] MICHLER, T., M. GRISCHKE, K. BEWILOGUA a A. HIEKE. Continuously deposited duplex coatings consisting of plasma nitriding and a-C:H:Si deposition. *Surface and Coatings Technology* [online]. 1999, **111**(1), 41-45 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(98)00701-4
- [47] GAYATHRI, S., N. KUMAR, R. KRISHNAN, T. RAVINDRAN, S. DASH, A. TYAGI a M. SRIDHARAN. Influence of Cr content on the micro-structural and tribological properties of PLD grown nanocomposite DLC-Cr thin films. *Materials Chemistry and Physics* [online]. 2015, **167**, 194-200 [cit. 2023-05-02]. ISSN 02540584. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchemphys.2015.10.031
- [48] RINCÓN, C., G. ZAMBRANO, A. CARVAJAL, P. PRIETO, H. GALINDO, E. MARTÍNEZ, A. LOUSA a J. ESTEVE. Tungsten carbide/diamond-like carbon multilayer coatings on steel for tribological applications. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2001, **148**(2-3), 277-283 [cit. 2023-05-02]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(01)01360-3
- [49] Pi411. In: *PLATIT* [online]. [cit. 2023-04-14]. Dostupné z: <https://www.platit.com/en/products/coating-units/pvd-standard-coating-units/2-pi411/>

- [50] Pi411: Ultra Flexible Unit. In: *PLATIT* [online]. [cit. 2023-04-14]. Dostupné z: https://www.platit.com/media/filer/2022/fact_sheet_pi411_en_Org44rx_compressed.pdf
- [51] VIDAKIS, N., A. ANTONIADIS a N. BILALIS. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2003, **143-144**, 481-485 [cit. 2023-03-29]. ISSN 0924-0136. Dostupné z: doi:10.1016/S0924-0136(03)00300-5
- [52] *Firemní specifikace pro hodnocení kvality povlaků, sestavená na základě Verein Deutscher Ingenieure Normen. VDI 3198*, VDI-Verlag. Dusseldorf, 1991. SHM, s.r.o. Šumperk.
- [53] MÉZIN, A. Coating internal stress measurement through the curvature method: A geometry-based criterion delimiting the relevance of Stoney's formula. *Surface and Coatings Technology* [online]. Elsevier, 2006, **200**(18-19), 5259-5267 [cit. 2023-05-16]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2005.06.018
- [54] VAŠINA, P., P. SOUČEK, T. SCHMIDTOVÁ et al. Depth profile analyses of nc-TiC/a-C:H coating prepared by balanced magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2011, **205**, 53-56 [cit. 2023-04-13]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2011.02.038
- [55] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci metrologii a státní zkušebnictví, 2016.
- [56] ČSN EN ISO 14577-4. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 4: Zkušební metoda pro kovové a nekovové povlaky*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2017.
- [57] ČSN EN ISO 26423. *Jemná keramika (speciální keramika, speciální technická keramika): Stanovení tloušťky povlaku kráterovou brousící metodou*. 2016.

Seznam symbolů a zkratek

a-C	Amorphous Carbon – dehydrogenovaná forma amorfního uhlíku
a-C:H	Amorphous Hydrogenated Carbon – hydrogenovaná forma amorfního uhlíku
BSE	BackScattered Electrons – zpětně odražené elektrony
DLC	Diamond-Like Carbon – uhlík podobný diamantu
HM	Hard Metal – tvrdokov
HSS	High-Speed Steel – rychlořezná ocel
LGD	Larc Glow Discharge – doutnavý výboj podpořený obloukovým výbojem
PVD	Physical Vapour Deposition – fyzikální depozice z plynné fáze
SE	Secondary Electrons – sekundární elektrony
SEM	Scanning Electron Microscopy – rastrovací elektronový mikroskop
ta-C	Tetra-Amorphous Carbon – dehydrogenovaná tetraedrická forma amorfního uhlíku
ta-C:H	Tetra-Amorphous Hydrogenated Carbon – hydrogenovaná tetraedrická forma amorfního uhlíku
A_t	plocha indentace
D	vnější průměr kaloty
d	vnitřní průměr kaloty
h	tloušťka povlaku
HU_{pl}	plastická tvrdost
L_{max}	maximální zkušební zatížení
r	poloměr brusné koule
S_a	střední aritmetická odchylka
x, y	parametry pro výpočet tloušťky
μ	koeficient tření
π vazba.....	pí vazba (kovalentní vazba, při níž se dva laloky jednoho atomového orbitalu překryjí se dvěma laloky orbitalu jiného atomu a spojnice středů jader vázaných atomů neprochází těmito překryvy)
σ vazba.....	sigma vazba (kovalentní chemická vazba, která vzniká při maximálním překryvu atomových orbitalů na spojnici středů jader vázaných atomů)

Seznam obrázků

Obr. 1: Schéma stínového efektu.....	13
Obr. 2: Rotační držáky pro uchycení povlakovaných nástrojů	13
Obr. 3: Prostorové uspořádání hybridizace sp ³ , sp ² a sp ¹ [13]	14
Obr. 4: Ternární fázový diagram vazeb v amorfních C:H povlacích [13]	14
Obr. 5: Schéma uspořádání zařízení při depozici naprašováním.....	16
Obr. 6: Schéma planární konfigurace magnetronu (Anode – anoda, Cathode – katoda, Substrate – substrát, Grounded ring – uzemnění, Magnets – magnety) [11]	17
Obr. 7: Schéma otočného válcového magnetronu (Target – terč, Fixed magnets – nepohyblivé magnety, Rotating target – směr rotace terče, Plasma – plazma, Shield – krycí štít) [11].....	17
Obr. 8: Použité nástroje a vzorky – Vrták z HSS, řezná destička z HM, vzorek z HM (trojúhelník), vzorek z HSS (kolečko), molybdenový pásek	22
Obr. 9: Povlakovací jednotka Pi411 PLUS firmy Platit a.s. [49].....	23
Obr. 10: Klasifikační tabulka firmy SHM pro zkoušku adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu [52]	24
Obr. 11: Nerovnoměrně nanesený povlak na těle vrtáku	25
Obr. 12: Porovnání povlaku vykazujícího adhezní loupání (vlevo) a kvalitně deponovaného povlaku (vpravo) na břitu vrtáku.....	25
Obr. 13: Uchycení molybdenového pásku při depozici povlaku	25
Obr. 14: Prohnutí molybdenového pásku při působení kladného a záporného vnitřního napětí.....	25
Obr. 15: Příprava vzorku pro měření plastické tvrdosti	26
Obr. 16: Závislost hloubky vtisku na velikosti zkušebního zatížení – převzato a upraveno z [54]	26
Obr. 17: Schéma zařízení – kalotest	27
Obr. 18: Vyznačení parametrů pro výpočet tloušťky povlaku	27
Obr. 19: Časová závislost části parametrů výchozího procesu – depozice adhezní vrstvy (do 7,5 hod), depozice povlaku (7,5 – 11,5 hod), chlazení III	29
Obr. 20: Graf závislosti vlastností povlaku na napětí při depozici adhezní vrstvy	30
Obr. 21: Graf závislosti vlastností povlaku na délce hoření do štítu.....	35
Obr. 22: Graf závislosti vlastností povlaku na délce adhezního kroku	37
Obr. 23: Graf závislosti vlastností povlaku na teplotě při depozici.....	39

Seznam tabulek

Tab. 1: Porovnání PVD metod napařování a naprašování, převzato a upraveno z [11].	12
Tab. 2: Porovnání struktury povlaků DLC a ta-C s diamantem a grafitem.....	15
Tab. 3: Porovnání vlastností DLC povlaku v závislosti na jeho formě, převzato a upraveno z [24]	18
Tab. 4: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na napětí při depozici adhezní vrstvy	30
Tab. 5: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na napětí při depozici adhezní vrstvy	31
Tab. 6: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na napětí při depozici adhezní vrstvy.....	32
Tab. 7: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na délce hoření do štítu.....	33
Tab. 8: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na délce hoření do štítu	34
Tab. 9: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na délce hoření do štítu	35
Tab. 10: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na délce adhezního kroku	36
Tab. 11: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na délce adhezního kroku.....	36
Tab. 12: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na délce adhezního kroku....	37
Tab. 13: Srovnání výsledků analýzy povlaků v závislosti na teplotě při depozici.....	38
Tab. 14: Pozorování úrovně interference světla na kalotách.....	38
Tab. 15: Výsledky analýzy adheze a koheze získané pomocí Deimler-Benz testu v závislosti na teplotě při depozici	39
Tab. 16: Adheze povlaku pozorovaná pomocí SEM v závislosti na teplotě při depozici.....	40