

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

**BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY** 

# FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

# ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

INSTITUTE OF MANUFACTURING TECHNOLOGY

# POVLAKOVÁNÍ NÁSTROJŮ PVD TECHNOLOGIÍ HIPIMS

COATING OF TOOLS BY THE PVD HIPIMS TECHNOLOGY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Tereza Havlíková

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

prof. Ing. Miroslav Píška, CSc.

BRNO 2022



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav strojírenské technologie
Studentka:	Tereza Havlíková
Studijní program:	Strojírenství
Studijní obor:	Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce:	prof. Ing. Miroslav Píška, CSc.
Akademický rok:	2021/22

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

#### Povlakování nástrojů PVD technologií HiPIMS

#### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Analýza moderních metod PVD povlakování. Popis technologie a výhod HiPIMS technologie. Návrh experimentálních zkoušek, jejich realizace a vyhodnocení.

#### Cíle bakalářské práce:

Analýza moderních metod PVD povlakování technologických nástrojů. Popis technologie a výhod HiPIMS technologie. Návrh experimentálních zkoušek pro tvářecí nástroje jejich realizace a vyhodnocení. Doporučení pro praxi.

#### Seznam doporučené literatury:

HOVSEPIAN, P. EH., EHIASARIAN, A. P. PETROV. I. Structure evolution and properties of TiAICN/VCN coatings deposited by reactive HIPIMS. Surface & Coatings Technology 257 (2014), pp. 38–47.

GRECZYNSKI, G. J., L. JENSEN, J. BOLZ, S. KÖLKER, W. SCHIFFERS, CH. LEMMER, O. GREENE, J. E. HULTMAN, L. A review of metal-ion-flux-controlled growth of metastable TiAIN by HIPIMS/DCMS co-sputtering. Surface & Coatings Technology 257 (2014), pp. 15–25.

BOBZIN, K., BAGCIVAN, N., IMMICH, P. BOLZ, S., CREMER, R., LEYENDECKER, T. Mechanical properties and oxidation behaviour of (AI,Cr)N and (AI,Cr,Si)N coatings for cutting tools deposited by HPPMS. Thin Solid Films 517 (2008), pp. 1251–1256.

PERNE, J. Plastic flow behavior of (Cr, Al)N hard coatings in dependence of strainrate and nanostructure. Thin Solid Films 556 (2014), pp. 390–394.

BOUZAKIS, K.-D., MAKRIMALLAKIS, S., KATIRTZOGLOU, G., SKORDARIS, G., GERARDIS, S., BOUZAKIS, E., LEYENDECKER, T., BOLZ, S., KOELKER, W. Mechanical properties and oxidation behaviour of (AI,Cr)N and (AI,Cr,Si)N coatings for cutting tools deposited by HPPMS. Thin Solid Films 517 (2008), pp. 1251–1256.

CAI, F. et al. Reduced delamination and improved cutting performance of TiAlSiN multilayer coated cutter by tailoring the adhesion layers and intermediate layers, Wear, (2022), Volumes 488–489, 204135, pp. 1-13.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

Ing. Jan Zouhar, Ph.D. ředitel ústavu doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D. děkan fakulty

#### ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se věnuje studiu PVD metod povlakování nástrojů se zaměřením na technologii HiPIMS (*High Power Impulse Magnetron Sputtering*). V rámci rešerše jsou nejprve představeny PVD metody povlakování, následně jsou popsány základní fyzikální procesy a charakteristiky magnetronového naprašování a nakonec je analyzována moderní povlakovací technologie HiPIMS. Cílem experimentální části této práce je ověřit vhodnost (Al,Ti)N povlaku naneseného pomocí technologie HiPIMS na průvlak pro tažení drátu za studena. V rámci zkoušek jsou vyhodnoceny a porovnány výsledky povlakovaného a nepovlakovaného nástroje, se zaměřením na opotřebení nástroje, dále pak výslednou kvalitu a tepelné ovlivnění taženého drátu.

#### Klíčová slova

HiPIMS, povlakování, PVD, naprašování, průvlak

#### ABSTRACT

This bachelor's thesis is aimed on the study of PVD coatings of tools with a focus on HiPIMS (*High Power Impulse Magnetron Sputtering*) technology. As part of the research, the PVD coating methods are presented, then the basic physical processes and characteristics of magnetron sputtering are described and finally the HiPIMS technology is analysed. The aim of the experimental part of this study is to evaluate (Al,Ti)N coating deposited by HiPIMS technology on a wire drawing die. For coated and uncoated die, the wear of the die, surface quality and thermal impact on the wire are observed and compared.

#### **Key words**

HiPIMS, coating, PVD, sputtering, drawing die

# **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

HAVLÍKOVÁ, Tereza. Povlakování nástrojů PVD technologií HiPIMS [online]. Brno, 2022 [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/140118. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Miroslav Píška.

# PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma Povlakování nástrojů PVD technologií HiPIMS vypracovala samostatně s využitím uvedené literatury a podkladů, na základě konzultací a pod vedením vedoucího práce.

místo, datum

Tereza Havlíková

# PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto prof. Ing. Miroslavu Píškovi, CSc. za cenné připomínky a rady, které mi poskytl při vypracování bakalářské práce. Dále bych chtěla poděkovat panu Lubomíru Zimovi a společnosti CemeCon s.r.o., Ivančice za uvedení do problematiky povlakování a poskytnutí vzorků.

# OBSAH

Ú٧	/OD			10
1	TEO	RETIC	CKÁ ČÁST	11
	1.1	Metoc	ly PVD	12
		1.1.1	Napařování	12
		1.1.2	Naprašování	13
		1.1.3	Porovnání PVD metod	15
	1.2	Magn	etronové naprašování	16
		1.2.1	Doutnavý výboj	16
		1.2.2	Role magnetronu v naprašování	17
		1.2.3	Konfigurace magnetronu a magnetického pole	18
		1.2.4	Příprava substrátu	19
		1.2.5	Upínání nástrojů	20
		1.2.6	Růst tenké vrstvy	21
		1.2.7	Struktura PVD povlaků	22
		1.2.8	Materiály povlaků	24
		1.2.9	Rozprašovací výtěžek	25
		1.2.10	) Reaktivní naprašování	26
		1.2.11	Vznik elektrických oblouků na katodě	26
		1.2.12	2 Napájení katody	27
	1.3	HiPIN	⁄IS	28
		1.3.1	Zdroj napájení	29
		1.3.2	Parametry depozice	29
		1.3.3	HiPIMS plazma	30
		1.3.4	Délka pulzu	31
		1.3.5	Úhel naklonění substrátu	31
		1.3.6	Zředění pracovního plynu	32
		1.3.7	Aplikace záporného napětí na substrát	33
		1.3.8	Bipolární HiPIMS	33
		1.3.9	Hybridní HiPIMS/DCMS	34
		1.3.10	) Reaktivní HiPIMS	34
		1.3.11	l Depozice na substráty s komplexní geometrií	34
		1.3.12	2 Řízení struktury vrstvy	35
		1.3.13	3 Mikrostruktura povlaku	35
		1.3.14	Adheze povlaku	37
		1.3.15	5 Depozice DLC (Diamond Like Carbon) povlaků	37
2	EXF	PERIM	ENTÁLNÍ ČÁST	38
_	2.1	Cíl zk	coušek	38
	2.2	Návrł	1 experimentálních zkoušek	. 38
		2.2.1	Testovaný nástroj	. 38
		2.2.2	Tažení drátu	.42
3	VYI	HODN	OCENÍ VÝSLEDKŮ	.44
	3.1	Opotì	ebení nástroje	.44

	3.1.1 Povlakovaný nástroj	. 44
	3.1.2 Nástroj bez povlaku	. 46
3.2	Povrch taženého drátu	. 48
3.3	Teplota drátu za průvlakem	. 55
ZÁVĚI	R	. 57
SEZNA	AM POUŽITÝCH ZDROJŮ	. 58
SEZNA	AM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	. 64

# ÚVOD

Globalizace a stále rostoucí požadavky trhu mají za následek skutečnost, že je kladen velký důraz na každý detail, který zajišťuje konkurenceschopnost průmyslové výroby. Se správně zvoleným nástrojem a optimalizovanou technologií zpracování se zvyšuje produktivita a snižují celkové náklady. Povlaky několikanásobně prodlužují životnost nástroje, a tak se staly nedílnou součástí efektivní výroby. Od počátečních jednovrstvých povlaků TiC, TiN či Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> proběhl rozsáhlý vývoj, a to jednak v oblasti chemického složení a struktury povlaků, ale i samotné depoziční technologie.

Kromě zajištění základních vlastností, jako je ochrana proti opotřebení či prodloužení životnosti nástroje, čelí moderní povlakování mnoha výzvám. S vysokorychlostním obráběním rostou pracovní teploty a na povlaky jsou kladeny stále větší požadavky z hlediska teplotní odolnosti a stability. Dalším aspektem je obrábění lehkých a těžkoobrobitelných slitin, které je bez vhodně zvoleného povlaku nástroje prakticky nemožné. V neposlední řadě se pak jedná i o ekologickou stránku výroby, jejímž cílem je redukovat použití procesních kapalin, a tak jsou na povlaky kladeny vysoké požadavky z hlediska odolnosti za zvýšených teplot a lubrikačních účinků. V důsledku jsou v dnešní době vyhledávány především tvrdé povlaky o vysoké hustotě s dobrou adhezí, které si udržují své pevnostní charakteristiky i za vysokých teplot.

Takových povlaků se dosahuje především pomocí IPVD metod, které díky ionty asistované depozici přináší lepší kontrolu nad růstem povlaku a variabilitu co se vlastností povlaku týče. Mezi tyto metody se řadí také HiPIMS neboli vysokovýkonné pulzní magnetronové naprašování, které kombinuje atraktivní vlastnosti CVD a PVD povlakování a v mnoha aplikacích dosahuje bezkonkurenčních výsledků. V porovnání s povlaky nanesenými klasickým magnetronovým naprašováním se HiPIMS povlaky vyznačují zvýšenou tvrdostí, hustotou a vynikající adhezí. Další výhodou je možnost povlakování otvorů a nástrojů s komplexní geometrií, a tak je použití této technologie vhodné i pro aplikace, kde jiné PVD metody nelze využít z důvodu stínového efektu či nedostatečné energie rozprášených atomů.

Této problematice se věnuje i tato práce, jejímž cílem je analyzovat moderní metodu povlakování nástrojů HiPIMS a ověřit její praktické využití na průvlaku pro tažení drátu za studena.

# 1 TEORETICKÁ ČÁST

Metody povlakování se dělí dle způsobu, jakým je dosažena plynná fáze, ze které tenká vrstva vzniká. Rozlišují se dvě hlavní kategorie [1]:

- Chemická depozice z plynné fáze (CVD)
- Fyzikální depozice z plynné fáze (PVD)

#### Metoda CVD

Počátky aplikace povlaků CVD (z angl. Chemical Vapour Deposition) se datují do 50. let 20. století, kdy byl nanesen první povlak TiC. Pro komerční účely jako povlak vyměnitelných břitových destiček byl představen až v roce 1969 firmou Sandvik Coromant. [2]

Vznik povlaku metodou CVD je založen na chemických reakcích prvků v blízkosti substrátu, na který je třeba ochrannou vrstvu nechat nanést. Reaktanty jsou do komory přivedeny v plynném skupenství a potřebná energie pro aktivaci difuze mezi atomy je dodávána z vysoké teploty až 1500 °C. Produkt reakce se ukládá v podobě tenké vrstvy na povrchu rozehřátého substrátu, kde jeho teplota a také míra přesycení páry ovlivňují rychlost růstu vrstvy. Právě vysoká pracovní teplota patří mezi hlavní nedostatky této technologie, hrozí tak tepelné ovlivnění substrátu či výskyt nežádoucího zbytkového tahového napětí v povlaku. Pro některé aplikace lze využít například metod PCVD (Plasma CVD), nebo MTCVD (Middle Temperature CVD), jejichž pracovní teploty jsou nižší díky odlišnému způsobu aktivace chemického procesu. [1]

CVD povlaky mají obecně vysokou hustotu, odolnost proti oxidaci a dobrou přilnavost k substrátu. Dále se vyznačují homogenitou i na nástrojích s komplexní geometrií a možností depozice vrstev o větší tloušť ce. [1]

#### Metoda PVD

PVD metoda (z angl. Physical Vapour Deposition) byla na trh uvedena později, a to v 80. letech 20. století, v podobě jednovrstvého TiN povlaku naneseného technologií iontové implantace. [2]

Metoda PVD spočívá v uvolňování atomů požadovaného materiálu ze zdroje (terče) do atmosféry v komoře a jejich následnou depozici na substrát. Uvolněné částice se usazují přímo na povrchu substrátu, nebo mohou reagovat s plyny obsaženými v komoře za účelem vytvoření sloučeniny a až poté se usadit v podobě tenké vrstvy. V takovém případě se pak jedná o metody "reaktivní". [3] Proces probíhá ve vysokém vakuu (okolo 0,1–1,0 Pa) za nižších pracovních teplot (do 500 °C), a tak umožňuje i povlakování rychlořezných ocelí, které by za vyšších teplot ztratily svou tvrdost. PVD metoda byla prvotně vyvinuta právě pro povlakování ocelí. [1]

Mezi hlavní výhody se řadí nízká energetická náročnost, možnost povlakování ostrých hran, limitace tepelného ovlivnění nástroje či možnost kontrolovaného procesu depozice [1].

PVD metody se dále dělí dle mechanismu, jakým jsou jednotlivé atomy z terče uvolňovány, viz schéma na obr. 1.

CVD a PVD metody mohou být kombinovány dohromady např. v podobě depozice mezivrstev. CVD metoda se občas využívá před samotnou PVD depozicí povlaku z důvodu zvýšení odolnosti substrátu, snížení součinitele tření a zlepšení teplotní odolnosti povlaku. [4]



Obr. 1 Rozdělení PVD metod [3]

## 1.1 Metody PVD

#### 1.1.1 Napařování

Při procesu napařování jsou atomy z terče uvolňovány tepelným efektem, a to z pevného nebo kapalného stavu. Napařování probíhá za sníženého tlaku 10<sup>-3</sup> až 10<sup>-8</sup> Pa, aby bylo dosaženo dlouhé střední volné dráhy mezi kolizemi atomů a rovnoměrného nanesení vrstvy. Jelikož se teplota sublimace snižuje s tlakem, odpaření látek probíhá za nižších teplot, než je tomu za atmosférického tlaku. Dle způsobu ohřevu se poté rozlišují jednotlivé technologie – napařování odporem, elektronovým svazkem, obloukem, laserem nebo indukcí. Na způsobu ohřevu poté závisí i volba zdrojového materiálu, jelikož ne všechny kombinace jsou kvůli nežádoucím reakcím možné. [3]

#### • Odporové napařování

Jedná se o nejběžnější metodu pro odpařování materiálu za teploty do 1500 °C. K ohřevu materiálu dochází díky průchodu elektrického proudu zdrojem, který představují vyhřívané kovové dráty, kelímky, koše, lodičky či folie. Většinou jsou vyráběny z kovů s vysokým bodem tavení (wolfram, molybden, tantal), aby se zabránilo nechtěné kontaminaci povlaku. Pro nižší teploty ohřevu kolem 1000 °C se používají i platina, železo či nikl. [5] Schéma zařízení je na obr. 2a.

#### • Napařování elektronovým svazkem

Jedná se o nejběžnější metodu pro odpařování žáruvzdorných materiálů nad teploty 1500 °C. Odporově zahřívané wolframové vlákno emituje elektrony, které jsou ohýbány magnetickým polem tak, aby dopadaly na odpařovaný materiál, viz obr. 2b. Díky dopadu elektronů s vysokou pohybovou energií dochází k ohřátí a odpaření materiálu. Na rozdíl od odporového napařování dochází pouze k lokálnímu zahřátí v místě dopadu elektronů, a tak nedochází k tavení nosiče materiálu k povlakování, které může zavinit kontaminaci povlaku (např. u odpařování titanu z nosiče MgO hrozí kontaminace povlaku hořčíkem nebo kyslíkem, protože titan redukuje MgO). [6]



Obr. 2 Schéma napařování a) odporem, b) elektronovým svazkem [6]

#### • Obloukové napařování

Tato metoda využívá katodické obloukové systémy – pulzní nebo kontinuální. Dochází k odpařování materiálu z terče pomocí pohybující se katodové skvrny. Ta způsobuje bodové hoření katody a uvolňování materiálu. Tímto způsobem lze odpařovat pouze elektricky vodivé materiály. Hlavní nevýhodou je pak uvolňování mikročástic z katody, které se usazují v podobě malých kuliček na substrátu, zhoršují kvalitu povrchu a snižují životnost nástroje. [1] Mohou být odstraněny např. použitím filtru umístěného mezi katodou a substrátem, nebo zvýšením tlaku v komoře. Tato řešení však snižují depoziční rychlost povlakování a nemusí být ekonomicky výhodná. [7]

#### 1.1.2 Naprašování

Naprašování je metoda, u které je materiál do plynné fáze odprašován z terče. K uvolnění atomů z terče dochází v důsledku jeho bombardování kladnými ionty pracovního plynu v komoře, nejčastěji se jedná o krypton nebo argon. Tyto ionty jsou elektrickým polem urychlovány směrem k záporně nabitému terči, který tvoří katodu systému, a při dopadu dochází k uvolnění jejich pohybové energie. V závislosti na množství energie, úhlu dopadu a vazebné energii prvků může dojít k následujícím fenoménům [8], viz obr. 3:

- 1) Přenos náboje a odraz zneutralizovaného atomu,
- 2) Začlenění iontu do krystalické mřížky terče,
- 3) Vyražení atomu terče,
- 4) Vyražení sekundárního elektronu, který poté zajišťuje udržení plazmy v komoře.

Katoda má v systému zásadní roli, zajišťuje dvě základní funkce. Jedná se o zdroj materiálu povlaku, ale také o zdroj sekundárních elektronů, které udržují výboj v komoře. [8]



Obr. 3 Důsledek dopadu iontu na terč: 1) odraz zneutralizovaného atomu, 2) začlenění iontu do mřížky terče, 3) vyražení atomu z terče, 4) vyražení sekundárního elektronu [8]

#### • Naprašování doutnavým výbojem rovinné diody

Jedná se o nejjednodušší techniku naprašování. Na katodu je přiveden vysoký záporný potenciál, řádově tisíce voltů, a tlak v komoře je snížen na jednotky pascalů. Záporně nabitá katoda (terč) a anoda (substrát) systému jsou umístěny naproti sobě v krátké vzdálenosti 5–10 cm, a díky napětí mezi nimi vzniká doutnavý výboj. Hlavní výhodou naprašování rovinnou diodou je jednoduchost konstrukce, odkud ale vyplývají určité nedostatky – nižší depoziční rychlost, nízká míra ionizace plazmy či relativně malé povlakované plochy. [3; 9] Schéma zařízení je na obr. 4.



Obr. 4 Schéma zařízení pro naprašování rovinnou diodou [3]

#### • Magnetronové naprašování

Schéma magnetronového naprašování je na obr. 5. Zásadním rozdílem je integrace magnetického pole do procesu. Magnetické pole prodlužuje čas výskytu elektronů v blízkosti terče, zvyšuje míru ionizace a hustotu plazmy, a tím i rychlost depozice. [10] Metoda magnetronového naprašování je dále analyzována v kapitole 1.2 této práce.



Obr. 5 Schéma magnetronového naprašována [11]

#### • Radiofrekvenční naprašování

Radiofrekvenční naprašování umožňuje povlakování z nevodivých terčů, které je u ostatních metod komplikované z důvodu usazování kladných iontů na povrchu terče v podobě bariéry, která odpuzuje ionty pracovního plynu. V radiofrekvenčním naprašování se místo stejnosměrného napětí využívá napětí střídavé o rádiových frekvencích. Náboj nahromaděný na terči během jedné periody je díky změně polarity zneutralizován. [5]

#### 1.1.3 Porovnání PVD metod

Hlavní rozdíly mezi napařováním a naprašováním shrnuje tabulka 1. Z rozdílných podmínek depozice pak plynou i charakteristické rysy dosaženého povlaku.

Napařování se vyznačuje vysokou rychlostí depozice. Probíhá ve vysokém vakuu, kde díky nižšímu tlaku nehrozí znečištění povlaku. Deponované částice mají však nižší energii, a tak je výsledná mikrostruktura tvořena většími zrny a tyto povlaky mají obecně horší přilnavost, než je tomu u naprašování. Další limitací napařování je uvolňování mikrokapiček z katody a jejich přenos do povlaku, což má za následek vznik pórů. Tím dochází k větší koncentraci míst náchylných k mechanickému poškození a zdrsnění povrchu nástroje. [3; 4]

Naprašování se vyznačuje povlaky s vyšší hustotou a jemnějším zrnem v mikrostruktuře. Používá pro aplikace, kde homogenita, přilnavost a drsnost povrchu mají zásadní roli, nevýhodou je však časová náročnost a vyšší náklady. Otázka optimalizace rychlosti depozice u naprašování má zásadní význam, může být řízena mimo jiné pomocí tlaku nebo výkonu přivedeného na terč. [3; 4]

Charakteristika	Napařování	Naprašování
Mechanismus tvorby materiálu povlaku	Tepelná energie	Přenos pohybové energie
Rychlost povlakování [Å.min <sup>-1</sup> ]	Vysoká, až 750 000	Nízká, výjimkou jsou povlaky z čistých kovů a dual magnetron (Cu 10 000)
Rovnoměrnost pokrytí	Špatná v přímočarém směru (ne při rozptylu plynu)	Dobrá, s nerovnoměrným rozložením tloušťky
Deponované částice	Atom	ny a ionty
Energie deponovaných částic [eV]	Nízká, 0,1–0,5	Vysoká, 1–100
Bombardování substrátu nebo povlaku Narušování povrchu rostoucího	Běžně ne	Ano
Čistota povlaku	Dobrá	Možnost začlenění nečistot do povlaku
Nanášení kovů Nanášení kovových slitin Nanášení těžkotavitelných sloučenin		Ano
Ohřev substrátu	Ano, běžně	Zpravidla ne
Ohřev zdrojového materiálu	Ano, velký	Malý
Přilnavost	Často špatná	Vynikající

Tab. 1 Porovnání charakteristik napařování a naprašování [1]

## 1.2 Magnetronové naprašování

Pro magnetronové naprašování se nejčastěji užívá planární magnetron kruhového nebo obdélníkového tvaru, spojený s terčem a představující katodu systému. Je složený ze silných permanentních magnetů nebo elektromagnetů. Jeden pól magnetu je umístěn v hlavní ose terče, pól opačný je tvořen magnety po obvodu terče. Aby byla zajištěna elektrická izolace vůči komoře, je mezi magnetron a stěny komory umístěn teflon. [12] Pro zamezení přehřívání je katoda připevněna k měděnému bloku s vodním chladícím systémem [10].

Magnetron zajišťuje vyšší míru ionizace rozprášeného materiálu, a tak lze udržet výboj i při nižším tlaku 0,2–4 Pa a napětí na katodě okolo 300–700 V (místo –2 až –3 kV). Výsledná hustota výbojového proudu se pohybuje v rozmezí 4–60 mA.cm<sup>-2</sup>, měrný výkon v desítkách W.cm<sup>-2</sup>. Střední volná dráha rozprášených atomů závisí na pracovním tlaku, 10–15 cm pro operování za nízkého tlaku, zatímco pro vyšší hodnotu tlaku může být kratší než 1 cm. Magnetické pole v okolí terče je o intenzitě 20–50 mT. Ionizace naprašovaných částic je běžně 3 % a méně, z čehož plyne nízké zahřívání substrátu. [10]

#### 1.2.1 Doutnavý výboj

Doutnavý výboj je zapálen za sníženého tlaku (0,5–300 Pa), pokud napětí mezi katodou a anodou překročí hodnotu zápalného napětí  $U_z$ , jež je funkcí tlaku, vzdálenosti a materiálu elektrod. Jedná se o napětí, při kterém elektrony získávají dostatečnou kinetickou energii pro ionizaci neutrálních atomů pracovního plynu. Volné elektrony se pohybují mezi elektrodami a naráží do částic pracovního plynu, čímž se spouští tzv. elektronová lavina, která postupně

ionizuje okolní plyn a vzniká plazma. Pokud je aplikované napětí dostatečně velké, dochází k naprašování terče v důsledku bombardování urychlených iontů pracovního plynu, které při dopadu na terč vyráží nejen jeho atomy, ale i sekundární elektrony, které zajišťují udržení výboje. [13]

#### 1.2.2 Role magnetronu v naprašování

Magnetické pole v okolí terče je kolmé na pole elektrické a společně zachytávají sekundární elektrony vyražené z terče. Jejich pohyb je usměrňován díky působení Lorentzovy síly, definované vztahem:

$$\vec{F} = q.\left(\vec{v} \times \vec{B}\right) \tag{1}$$

kde:  $\vec{F}$  - Lorentzova síla [N],

q - náboj částice [J],

 $\vec{v}$  - vektor rychlosti částice [m.s<sup>-1</sup>],

 $\vec{B}$  - vektor magnetické indukce [T].

Tato síla zakřivuje pohyb elektronů ve směru tzv.  $E \times B$  driftu. Jedná se o pohyb elektronů po spirále nad deponovaným materiálem. Pohybem podél magnetických indukčních čar, znázorněných na obr. 6, je dosaženo prodloužení dráhy elektronů a zvýšení pravděpodobnosti srážek s atomy pracovního plynu, z čehož plyne i vyšší ionizace plazmy. [14] Proces může probíhat za nižšího tlaku, čímž se zvyšuje střední volná dráha rozprášených částic, tím i hustota výsledného povlaku a rychlost depozice až na 10 µm.h<sup>-1</sup> [8].



Obr. 6 Znázornění elektromagnetického pole kolem magnetronu [15]

Na trajektorii kladně nabitých iontů pracovního plynu má Lorentzova síla zanedbatelný vliv z důvodu mnohonásobně větší hmotnosti částic, a tak se energie naprašujících částic jejím působením nemění. [8]

Jedním z problémů užití planárního magnetronu je neuniformní eroze terče, čímž se snižuje jeho životnost. Důvodem je nerovnoměrná hustota plazmy s maximálními hodnotami v místě magnetických indukčních čar rovnoběžných s povrchem terče, kde se nachází i hlavní oblast naprašování. Důsledkem je vytvoření charakteristické prohlubně v terči zvané *racetrack*. [10] U obdélníkových terčů pak dochází i k tzv. *cross-corner* efektu. Tento jev se vyznačuje významnějším odprašováním terče v jeho rozích v porovnání s podélným směrem (až 1,5krát) v důsledku hustšího magnetického pole, které lze vidět na obr. 6. [16]

#### 1.2.3 Konfigurace magnetronu a magnetického pole

S konfigurací magnetronu se mění směr pohybu nabitých částic v komoře. Lze tak ovlivnit množství dopadajících iontů na povrch substrátu, a s tím i vlastnosti povlaku.

Magnetron se primárně vyskytuje ve třech konfiguracích [3; 8]:

• Vyvážený magnetron (obr. 7a)

Jedná se o konfiguraci, ve které jsou všechny magnety stejně silné. Výsledkem je magnetické pole uzavřené kolem terče. Pokud je substrát umístěn v okolí plazmy, výsledná mikrostruktura bude ovlivněna bombardováním iontů. V případě, že substrát není v dosahu plazmy, tok iontů na substrát se bude pohybovat v hodnotách menších než 1 mA.cm<sup>-2</sup> a nebude mít vliv na výsledné vlastnosti povlaku.

• Nevyvážený magnetron – typ 1 (obr. 7b)

V této konfiguraci je centrální magnet silnější než magnety po okraji terče. Hustota plazmy a intenzita magnetické indukce v blízkém okolí terče klesá. Tok iontů je v tomto případě ještě slabší než v případě vyváženého magnetronu, a tak se běžně tato konfigurace nevyužívá.

#### • Nevyvážený magnetron – typ 2 (obr. 7c)

Pokud jsou obvodové magnety silnější než magnet centrální, magnetické indukční čáry nezůstávají uzavřeny kolem terče, ale vedou směrem k substrátu. Ionizace plynu tak může probíhat blíže k substrátu a dochází k asistované depozici povlaku pomocí bombardování substrátu ionty.



Obr. 7 Znázornění magnetického pole v konfiguraci: a) vyvážený magnetron, b) nevyvážený magnetron typu 1, c) nevyvážený magnetron typu 2 [8]

Lepší kontrolu depozice umožňují magnetrony, jejichž stupeň vyvážení lze v průběhu procesu regulovat a lze tak přizpůsobit podmínky pro ideální růst vrstvy. Silný tok iontů na substrát v počáteční fázi povlakování zlepšuje adhezi, avšak v pokročilém stádiu může generovat vysoká zbytková napětí a defekty povlaku. Variabilní vyvážení představuje benefit také při depozici multivrstvých či gradientních povlaků, jelikož lze přizpůsobit depoziční podmínky pro každou z komponent. [17]

I přes výhody, které nevyvážený magnetron poskytuje, je velmi obtížné dosáhnout uniformně naneseného povlaku za použití jediného zdroje. Hustotu plazmy v oblasti substrátu lze zvýšit integrací dalších magnetronů (v praxi maximálně 6), umístěných v konfiguraci *close-field*. Jedná se o případ, kdy jsou magnetrony umístěny kolem substrátu takovým způsobem, že je polarita sousedních magnetronů vždy obrácená, viz obr. 8. Poměr vysokoenergetických iontů mezi dopadajícími atomy je 2–3krát větší, než je tomu u samotného nevyváženého magnetronu. Další výhodou většího množství magnetronů je možnost depozice povlaků s různorodým složením, jako například (CrZr)N, TiZr(N), MoS<sub>2</sub> nebo DLC, jelikož každý terč může mít jiné chemické složení. [18]

Duální magnetron přináší také řešení pro mizení anody během reaktivního procesu. Jedná se o jev, kdy je anoda pokrývána nevodivým materiálem, a tak její elektrický potenciál klesá a hrozí nestabilita výboje. Při naprašování duálním magnetronem je ve stejný moment na magnetrony přivedeno napětí o opačné polaritě, která se mění s frekvencí několika desítek kHz. Jeden magnetron tak představuje katodu a druhý anodu. Při každé změně fáze cyklu dochází k odprášení izolující vrstvy, která se vytvořila na anodě během předešlé fáze. [12]



Obr. 8 Schéma nevyváženého duálního magnetronu v konfiguraci close-field [18]

#### 1.2.4 Příprava substrátu

Příprava substrátu je jedna z důležitých fází deponování, která může výrazně ovlivnit výslednou kvalitu povlaku a životnost nástroje [19]:

#### • Externí přípravy

Před samotným povlakováním je nutné zaručit čistotu povrchu odstraněním nečistot či případných zbytků předchozího povlaku pomocí externích příprav.

**Stripping** – v případě opakovaného povlakování je nutné odstranit původní vrstvu povlaku chemicky nebo elektrochemicky.

Abrazivní úprava ostří a povrchu – nástroj se musí zbavit otřepů a ostrých hran, které by se po nanesení povlaku staly koncentrátory napětí a kolébkou defektů. Působením abrazivních mikročástic dochází ke zjemnění povrchu, zaoblení hran na úrovni

mikrogeometrie a odstranění nečistot. Existují různé metody úpravy, např. pískování, omílání či kartáčování.

Čištění pomocí rozpouštědel – dle typu nečistot se používají rozpouštědla polárního (roztoky voda-alkohol pro odstranění solí) či nepolárního původu (CFC nebo roztoky na bázi ropných derivátů pro odmaštění).

**Mokré čištění** – probíhá v mycí lince, kde je nástroj čištěn roztoky na alkalické bázi a oplachován demineralizovanou vodou s pasivátory pro zamezení koroze. Po umytí probíhá vakuové sušení a vyhřátí, aby nedošlo k zanechání stop po kapalinách na nástroji.

#### • Etching (iontové čištění ve vakuové komoře)

Další z fází je tzv. in situ čištění, které probíhá přímo v depoziční komoře před samotným povlakováním a používá se především pro odstranění rekontaminace. Ta vzniká při kontaktu substrátu s atmosférou a mohla by mít nežádoucí vliv na adhezi povlaku.

Etching spočívá v odprášení povrchové vrstvy substrátu. V prvotní fázi je na substrát přivedeno záporné napětí, z kterého plyne ionizace pracovního plynu a následné vyrážení nečistot z povrchu bombardujícími ionty. Ve druhé fázi následuje vypuštění pracovního plynu a dočištění pomocí iontů generovaných nízkonapěťovým obloukem na katodě. Na substrátu dochází ke zdrsnění povrchu na atomární úrovni, což společně s odstraněním nečistot přispívá k lepší adhezi povlaku.

#### 1.2.5 Upínání nástrojů

Pro upínání nástrojů existuje více řešení v závislosti na jejich tvaru a velikosti, nejčastěji užívané jsou tzv. karusely. Jedná se o kovovou konstrukci válcovitého tvaru, vertikálně umístěnou či zavěšenou ve vakuové komoře. Aby byl povlak rovnoměrně nanesen, je třeba nástroj umístit kolmo na dopadající tok atomů a rovnoměrně a pomalu s ním rotovat. Rotace probíhá nejčastěji ve třech osách a je zajištěna planetovým převodem, jako je znázorněno na obr. 9. Nástroje jsou upnuty v držácích na jednotlivých satelitech na otáčející se základní desce, navíc k tomu každý z nich rotuje i kolem své vlastní osy rovnoměrnou rychlostí. Mezi nástroji a držákem musí být zajištěn vodivý kontakt, aby bylo možné aplikovat na substrát napětí. Kapacita povlakovacího zařízení a ekonomičnost procesu se zvyšuje s počtem povlakovaných nástrojů, který stoupá s počtem držáků či průměrem základní desky a satelitů. Změnou parametrů rotace lze změnit mikrostrukturu povlaku, ta se mění s frekvencemi jednotlivých rotací a jejich poměrem, výchozí pozicí držáku nebo orientací substrátu. [14; 20]



Obr. 9 Schématické znázornění držáku s planetovým převodem – rotace nástroje kolem tří os [20]

#### 1.2.6 Růst tenké vrstvy

Proces depozice tenké vrstvy se skládá ze tří hlavních fází:

- vznik plynné fáze z požadovaných prvků,
- přesun materiálu od zdroje k substrátu (pasivní či aktivní okolí),
- růst tenké vrstvy na substrátu.

U PVD povlakování lze tyto tři fáze řídit nezávisle na sobě, a tak se naskýtá větší flexibilita v řízení vlastností povlaku a rychlosti depozice. U CVD probíhají všechny fáze zároveň, a tak se proces hůře kontroluje. [3]

Růst tenké vrstvy je termodynamicky nerovnovážný kinetický proces, ke kterému je nutný dostatek aktivační energie. Tok částic *r* dopadající na povrch je dán vztahem [3]:

$$r = \frac{p}{\sqrt{2\pi M k T_z}} \tag{2}$$

kde: r - tok částic dopadající na povrch [cm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>],

- *p* tlak nasycených par [Pa],
- *M* molekulární hmotnost částic [mol],

k - Boltzmannova konstanta [J.K<sup>-1</sup>],

 $T_z$  - teplota zdroje [K].

Po dopadu částic na povrch substrátu dochází ke kondenzaci. Po kondenzaci dochází buď ke zpětnému odpaření částice do atmosféry, nebo k adsorpci atomu za účelem snížení energie systému. Difuzním procesem jsou částice usazovány na hraně, případně defektu, krystalické mřížky, nebo může dojít ke spojení více atomů a vytvoření stabilního zárodku. Přichycováním dalších atomů k zárodku vznikají ostrůvky, které se postupně rozrůstají.

Pro proces difuze je definován difuzní koeficient D [3]:

$$D = D_0 e^{\sqrt{\frac{-E_m}{kT_s}}}$$
(3)  
kde:  $D_0$  - prefaktor difuze [cm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>],  
 $E_m$  - energie nutná k překročení migrační bariéry [J],  
 $T_s$  - teplota substrátu [K]  
 $k$  - Boltzmannova konstanta [J.K<sup>-1</sup>],

Závislostí mezi tokem dopadajících částic r a difuzním koeficientem D je definována střední volná dráha atomů l dle vztahu [3]:

$$l \approx \left(\frac{D}{r}\right)^{\frac{1}{6}} \tag{4}$$

Pokud je střední vzdálenost mezi ostrůvky blízká střední volné dráze difundujících atomů *l*, nedochází k další nukleaci. Celý proces probíhá, dokud se jednotlivé ostrůvky nesetkají a není celý povrch substrátu pokryt tenkým filmem. Po okrajích jednotlivých ostrůvků vznikají hranice zrn. [21; 22]

Proces růstu může probíhat v třech různých módech [23]:

• Volmer-Weber (VW) (obr. 10a)

Interakce mezi sousedními atomy tenké vrstvy je silnější než k atomům substrátu, a tak dochází k tvorbě 3D ostrůvků dříve, než dochází k pokrytí povrchu celistvou vrstvou.

• Frank-van der Merwe (FM) (obr. 10b)

Jedná se o opačný princip než u VW, atomy tenké vrstvy jsou kompatibilní se substrátem a preferují se přichytávat přímo k povrchu. Další vrstva začíná růst až po ucelení vrstvy předchozí.

• Stransky-Krastanov (SK) (obr. 10c)

Kombinace FM a VW módu. Nejprve dochází k vytvoření několika ucelených vrstev, a až na nich začínají růst 3D krystaly.



Obr. 10 Módy růstu tenké vrstvy: a) Volmer-Weber, b) Frank-van der Merwe, c) Stransky-Krastanov [21]

#### 1.2.7 Struktura PVD povlaků

Vývoj povlakování nástrojů vedl od depozice monovrstev přes vícevrstvé povlaky až po tzv. povlaky 4. generace. Ty nesou vynikající vlastnosti vyplývající z kombinace rozlišných materiálů a upravené mikrostruktury, kterou lze vidět na obr. 11. Správnou kombinací materiálu a mikrostruktury lze dosáhnout vlastností, kterým mohou monovrstvy jen těžko konkurovat. Dalším plusem vícesložkových povlaků oproti monovrstvám je princip zpomalení šíření trhliny, ta je zastavena na rozhraní mezi jednotlivými vrstvami. [1]

Hlavní typy povlaků dle struktury jsou [24]:

#### • Multivrstvý povlak

O multivrstvý povlak se jedná, pokud je složený z jednotlivých vrstev a mezivrstev (běžně 10 a více) o tloušťce okolo 10 nm. Přítomnost mezivrstev má za následek markantní nárůst tvrdosti, pevnosti a zlepšenou adhezi. Výhodou multivrstvých povlaků je variabilita a možnost přizpůsobit vlastnosti povlaku na míru požadované aplikaci, a to správnou kombinací jednotlivých vrstev.

#### • Nanovrstvý povlak

Zmenšením tloušťky vrstev se dosáhne tzv. nanovrstvého povlaku, který přináší atraktivní vlastnosti. Díky zmenšení vrstev dochází ke zjemnění zrna v mikrostruktuře, s čímž souvisí lepší pevnostní charakteristiky. Například kombinací CrN/AlN v nanovrstvách bylo dosaženo zvýšení Youngova modulu až na 450 GPa [25].

#### • Gradientní povlak

Složení těchto povlaků se mění plynule od substrátu k povrchu povlaku. Obecně se tyto povlaky vyznačují dobrou adhezí k substrátu a velmi tvrdým odolným povrchem.

#### • Nanokompozitní povlak

Tyto povlaky tvoří dvě nebo více vzájemně nerozpustných složek, z nichž alespoň jedna má krystalickou strukturu. Významný nárůst tvrdosti povlaku vykazují nanokrystaly o velikosti 3–10 nm ukotveny v amorfní fázi. V optimálním poměru jednotlivých složek lze díky nanokompozitní mikrostruktuře obdržet supertvdé povlaky z materiálů, které samostatně dosahují mnohem nižší tvrdosti. Nanokompozitní povlaky se často tvoří přidáním Si do struktury (např. TiAlSiN nebo CrAlSiN) [26].



Obr. 11 Struktura PVD povlaků [27]

#### 1.2.8 Materiály povlaků

Co se výběru materiálů týče, magnetronové naprašování není v tomto směru prakticky limitováno. V dnešní době lze nanášet povlaky rozličného složení a vlastností. Mezi nejrozšířenější kombinace pak patří následující:

• TiN

Jedná se o nejstarší komerčně používaný PVD povlak zlaté barvy o mikrotvrdosti 20–25 GPa. Je to univerzální, ekonomicky výhodný povlak s dobrou adhezí a elasticitou. Díky své kombinaci vlastností je stále hojně využívaný, a to také z důvodu konzervativnosti trhu. [28]

• TiAlN a CrAlN systémy

Přidáním Al do základního TiN, resp. CrN, povlaku se dosahuje větší tvrdosti a teplotní stability za vyšších pracovních teplot díky spinodálnímu rozpadu Al, jehož vliv na tvrdost demonstruje graf na obr. 12. [29] Vlastnosti povlaku se mění s poměrem Al ku Ti, resp. Cr, kde povlaky s větším obsahem Al vykazují zvýšenou tvrdost. Povlaky s Al mají nižší koeficient tření díky tvorbě lubrikační vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na povrchu. [24]

Povlaky na bázi TiAlN jsou na trhu rozšířené a postupně nahrazují konvenční TiN, jsou používané především pro vysokoteplotní aplikace. CrAlN povlaky nachází své uplatnění např. pro aplikace se střední řeznou rychlostí, kde je požadovaná vysoká houževnatost a teplotní stabilita. [30]

Vlastnosti povlaku mohou být dále vylepšeny přidáním prvků jako Cr, Si, Y, B nebo V. Například dodatečným přidáním Si je dosaženo nanokompozitní struktury, ve které jsou krystaly zanořeny v amorfním fázi Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Povlaky tak dosahují ještě leších výsledků, co se teplotní stability a tvrdosti týče. [26]



Obr. 12 Tvrdost povlaku TiN a TiAlN v závislosti na teplotě žíhání – zvýšená tvrdost TiAlN díky spinodálnímu rozpadu za zvýšených teplot [29]

• **TiB**<sub>2</sub>

Tento povlak má velmi nízkou afinitu k neželezným materiálům, především hliníku, a tak při jejich obrábění efektivně zamezuje vzniku nárůstků na čele nástroje. [31]

• DLC

DLC vrstvy mají extrémně vysokou tvrdost, nízký třecí koeficient a jsou chemicky inertní. Používají se pro obrábění neželezných materiálů, jako jsou hliníkové a křemíkové slitiny, grafit nebo kompozity. Využití DLC vrstev je limitováno špatnou adhezí, nízkou odolností proti oxidaci a špatnou teplotní stabilitou, a tak se do povlaku běžně přidávají další prvky dle požadovaných vlastností, např. Si nebo Cr. [24]

• c-BN

Jedná se povlak, jehož tvrdost je srovnatelná s diamantovým, ale nereaguje s ocelovými materiály, lze ho tak využít i pro obrábění železných materiálů. Problémem je jeho adheze, a tak se používá v kombinaci s jinými sloučeninami, jako TiAlN nebo TiN. Kubický nitrid boru má velký potenciál, ale implementace tohoto povlaku na průmyslové úrovní představuje výzvu a je dodnes objektem mnoha studií. [24]

#### 1.2.9 Rozprašovací výtěžek

Počet vyražených atomů z terče je popsán rozprašovacím výtěžkem *Y*, který je definován dle vztahu [32]:

$$Y = \frac{počet atomů vyražených z terče}{počet atomů dopadajících na terč}$$
(5)

Z grafu na obr. 13 vyplývá hned několik faktorů, které mají vliv na výtěžek Y. Ten se mění jednak s materiálem terče, dále pak roste s energií dopadajících atomů a mění se také s úhlem dopadu iontů na terč. Nejvyšší výtěžek je pozorován pro úhel dopadu mezi  $60^{\circ}$  až  $80^{\circ}$ . [32]



Obr. 13 Výtěžek Y(úhel  $\theta$ )/Y(0°) v závislosti na úhlu dopadu  $\theta$  pro terče z Au, Ni, Mo a Ni [32]

#### 1.2.10 Reaktivní naprašování

Při reaktivním naprašování je do vakuové komory přidán reaktivní plyn, nejčastěji kyslík, dusík nebo acetylén, za účelem tvorby a depozice požadovaných sloučenin na substrát. Reaktivní proces naprašování se vyznačuje hysterezním průběhem při změně depozičních parametrů, např. snižování a zvyšování parciálního tlaku reaktivního plynu (obr. 14a) a erozi terče (obr. 14b) v závislosti na průtoku reaktivního plynu. Eroze terče přímo úměrně souvisí s depoziční rychlostí. [33; 34] Hystereze se objevuje v důsledku soupeření dvou protichůdných procesů, a to pokrývání a odprašování povrchu terče. [10]

Nejprve se při dodávání reaktivního plynu do komory depoziční rychlost mění jen nepatrně, jelikož se jedná o tzv. kovový mód a většina částic se usazuje na substrátu či stěnách komory. V Bodě B však dochází k prudkému nárustu parciálního tlaku, resp. poklesu depoziční rychlosti z důvodu saturace terče, který je v průběhu také pokrýván sloučeninami rozprášeného materiálu a reaktivního plynu. Ve většině případů je výtěžek sloučenin nižší než u čistého materiálu terče, a tak se snižuje počet vyražených částic. Tím skokově klesá i depoziční rychlost, a naopak parciální tlak pracovního plynu v komoře stoupá. Jakmile je povrch terče kompletně pokryt vrstvou sloučeniny, hovoří se o tzv. otravě terče (bod C). Při dalším zvyšování průtoku se vyskytuje lineární chování, nazvané jako sloučeninový mód. Při zpětném snižování průtoku reaktivního plynu lze pozorovat lineární klesání parciálního tlaku až do bodu D, kde je poměr odprašovaných částic roven počtu částic dopadajících na terč. V tento moment začíná docházet k čištění terče v podobě odprašování usazené vrstvy, čímž klesá parciální tlak a znovu se navyšuje depoziční rychlost. [33; 34]

Přechodová oblast mezi kovovým a sloučeninovým režimem (B-C) umožňuje depozici stechiometrických vrstev, která je případně dosažena i za použití kontrolního systému. Limitace hystereze je možná např. úpravou tlaku pracovního plynu, změnou geometrie terče nebo zvýšením rychlosti čerpání. [33; 34]



Obr. 14 Hysterezní závislost a) parciálního tlaku pracovního plynu, b) OES výšky peaku odprašovaných částic (představující erozi terče), na průtoku reaktivního plynu při DCMS [34]

#### 1.2.11 Vznik elektrických oblouků na katodě

Oblouky představují u naprašování nežádoucí jev poškozující terč i rostoucí povlak. Jedná se o elektrické výboje charakterizované kolektivním emisním procesem elektronů na horkých katodových skvrnách. Vznikají především u reaktivního procesu v momentě, kdy je proražena dielektrická vrstva vytvořená na terči. Pravděpodobnost jejich výskytu se zvyšuje s vysokým proudem na katodě. Pokud se objeví oblouk, proud skokově vzroste a napětí na katodě rychle klesá. Lokálně se zvyšuje teplota a dochází k odpaření terče a vzniku nežádoucích mikrokapiček. Hrozí tak jejich integrace do rostoucí vrstvy a kvůli lokálnímu natavení se také snižuje životnost terče. Moderní zařízení jsou vybavena detektorem, který při zaznamenání oblouku pozastaví proces napájení, dokud nedojde ke zhašení oblouku. [35]

#### 1.2.12 Napájení katody

Elektrické napájení katody ovlivňuje vlastnosti povlaku, jako je chemické složení, drsnost povrchu, hustota či adheze povlaku. Katoda může být napájena více způsoby, viz. obr. 15, dle kterých rozdělujeme magnetronové naprašování do tří hlavních kategorií [36]:

- **DCMS** (Direct Current Magnetron Sputtering stejnosměrné magnetronové naprašování),
- **PDCMS** (Pulsed Direct Current Magnetron Sputtering pulzní stejnosměrné magnetronové naprašování),
- **HiPIMS** (High Power Impulse Magnetron Sputtering vysokovýkonné pulzní magnetronové naprašování).



Obr. 15 Módy napájení katody: a) DCMS, b) PDCMS, c) HiPIMS [36]

#### **1.3 HiPIMS**

Magnetronové naprašování je jednou z nejrozšířenějších depozičních technik, a tak podléhá neustálému vývoji, který má za cíl především zvýšit ionizaci rozprášených atomů, limitovat otravu terče během reaktivního procesu, zvýšit depoziční rychlost, minimalizovat výskyt elektrických oblouků a snížit provozní náklady. [10] U konvenčního naprašování je stupeň ionizace rozprášeného materiálu v plazmě menší než 1 %, z čehož vyplývá slabší tok vysokoenergetických iontů na substrát. Ionty asistovaná depozice může probíhat i díky bombardování substrátu ionty pracovního plynu. U těch však hrozí jejich nechtěné začlenění do matrice, vznik defektů mřížky a koncentrace vysokých zbytkových tlakových napětí, z čehož plyne slabá přilnavost povlaku k substrátu. Větší ionizace rozprášeného materiálu lze dosáhnout aplikací zvýšeného výkonu na terč, což ale vede k disipaci energie a nadměrnému zahřívání terče. [36]

Tento problém překonala technologie HiPIMS, u které spočívá změna oproti konvenčnímu magnetronovému naprašování v napájení katody systému. Na terč jsou přiváděny krátké vysokovýkonné impulzy typicky o délce 50–500 μs se střídou pod 10 % (čas pulzu ku času celého cyklu), díky čemuž nedochází k nadměrnému přehřátí systému. [36] Střední výkon na terči je zachován, výsledkem je však zvýšení maximálního výkonu na terči až na 10 kW.cm<sup>-2</sup> a dosažení hustoty plazmy v řádech až 10<sup>19</sup> m<sup>-3</sup> [37], z čehož plyne vysoký stupeň ionizace rozprášeného materiálu až 30–90 % (v závislosti na ionizačním potenciálu materiálu) [38].

HiPIMS se řadí mezi IPVD metody. Výhodou vyššího počtu ionizovaných částic terče je bombardování substrátu energetickými ionty, čímž dochází k dodání energie do rostoucí vrstvy. Lokálně se nahřívá substrát a zvyšuje se tak mobilita a reaktivita již absorbovaných atomů. Prvním přínosem je zajištění čistoty substrátu před povlakováním, druhým pak efektivní modifikace mikrostruktury vrstvy. Díky tomu umožňuje HiPIMS technologie depozici hustých povlaků s hladkým povrchem a vynikající adhezí k substrátu. Dalším plusem přítomnosti vysokoenergetických částic je možnost povlakování nástrojů s komplexní geometrií, což klasické magnetronové naprašování neumožňuje a rozšiřuje se tak okruh aplikace PVD povlakování. [36; 39]

HiPIMS povlaky představují kombinaci vyhledávaných vlastností běžně užívaného CVD a PVD obloukového napařování, jak ukazuje tabulka 2. Tato technologie tak umožňuje depozici povlaků s atraktivní kombinací vlastností. [40] Správným nastavením parametrů depozice vzhledem k aplikaci lze dosahovat markantně vyšší životnosti nástroje, např. pro obrábění těžkoobrobitelné slitiny Inconel 718 byl pozorován nárust životnosti o 60 % oproti povlaku naneseným obloukovým napařováním. [41]

**PVD Obloukové CVD PVD HiPIMS** napařování Povrch Mikrokapičky Hladký Drsný 500 °C 1000 °C 500 °C Teplota povlakování Maximální tloušťka 4 µm 10-15 µm 12 µm povlaku Nízké tlakové (při Zbytkové napětí v řízení selektivním Vysoké tlakové Tahové povlaku předpětí substrátu) Poměr Vysoká Nízká Velmi vysoká tvrdost/pevnost Velká (materiál Flexibilita procesu Malá Malá povlaku i substrátu) Povlakování mikro Ne Ne Ano nástrojů

Tab. 2 Porovnání vlastností povlaků dosaženého pomocí obloukového napařování, CVD a HiPIMS technologií firmy CemeCon s.r.o. [40]

#### 1.3.1 Zdroj napájení

Pro HiPIMS technologii je nutná pouze změna napájení, rozložení naprašovacího zařízení zůstává stejné. Základní schématické znázornění zdroje je na obr. 16. Generátor stejnosměrného napětí zajišťuje přes tyristorový spínač nabití pulzní jednotky, která je založena na LC obvodu (jednom či více). Nabitý kondenzátor se po sepnutí spínače vybíjí přes induktor, výstupní napětí tak skokově vzroste do podoby ostrého peaku, pak postupně klesá až na hodnotu závislou na impedanci zdroje. Kapacita kondezátoru se typicky pohybuje v rozmezí 1–50  $\mu$ F, indukčnost induktoru pak v hodnotách 20–50  $\mu$ H. Tvar pulzu závisí nejen na zdroji napájení, ale i na konfiguraci magnetronu, materiálu terče, typu a tlaku pracovního plynu. [42]

Pro pulzy o kratší frekvenci může být problematické udržet výboj a nízkohustotní plazmu a zároveň zabránit vzniku oblouků. Z tohoto důvodu lze zapojit do obvodu zdroj preionizace, který vytváří sekundární plazmu pro udržení dostatečného počtu nosiče nábojů mezi vysokovýkonnými pulzy. [8]



Obr. 16 Základní schéma HiPIMS zdroje napájení [42]

#### **1.3.2** Parametry depozice

Hlavní rozdíl oproti DCMS je v přivádění výkonu na terč, z čehož plynou i rozdílné vlastnosti plazmy a pohybu částic v komoře. Důležité parametry procesu shrnuje tabulka 3. Charakteristiky plazmy byly získány z oblasti husté plazmy několik centimetrů nad terčem v oblasti nejvyšší ionizace.

Střední měrný výkon	1–10 W.cm <sup>-2</sup>
Maximální měrný výkon	$10^{-3}$ W.cm <sup>-2</sup>
Maximální hustota proudu	1–10 A.cm <sup>-2</sup>
Napětí	500–1000 V
Frekvence pulzu	10–10 <sup>3</sup> Hz
Délka pulzu	10–500 μs
Střída	< 10 %
Tlak pracovního plynu	0,1–1 Pa
Síla magnetického pole	0,01–0,1 T
Hustota plazmy	$10^{18} - 10^{19} \text{ m}^{-3}$
Teplota elektronů	1–5 eV
Teplota kovových iontů	20 eV
Debyeova stínicí délka	$10^{-6} - 10^{-5}$ m
Gyroradius elektronů	$10^{-4} - 10^{-3}$ m
Gyroradius iontů	$10^{-1}$ m
Střední volná dráha	$10^{-2}$ m

Tab. 3 Charakteristické parametry HiPIMS [43]

#### 1.3.3 HiPIMS plazma

HiPIMS plazma je proměnná v čase a prostoru. Prvním důvodem je nerovnoměrnost hustoty plazmy. Nejhustší plazma se vytváří nad tzv. *racetrackem* (část terče, kde dochází k největší míře eroze). Dalším důvodem je shlukování plazmy do pohybujících se ionizačních center, tzv. *spoků*, které se pohybují rychlostí několik km.s<sup>-1</sup> po nebo proti směru E×B driftu. Rychlost, směr, tvar a počet spoků závisí na podmínkách depozice. [44] Během pulzního cyklu se elektronová hustota šíří směrem od terče jako akustická vlna o rychlosti, která závisí na tlaku v komoře. Na obr. 17. lze pozorovat vývoj elektronové hustoty v různých časových okamžicích od aplikace pulzu při tlaku v komoře 2,7 Pa. [45]



Obr. 17 Prostorové zobrazení elektronové hustoty a) 40 µs, b) 160 µs, c) 280 µs, 640 µs od aplikace pulzu [45]

#### 1.3.4 Délka pulzu

Hlavní limitací HiPIMS je především rychlost depozice, která se u této technologie pohybuje v rozmezí 30–80 % hodnoty dosažené s DCMS, v závislosti na materiálu terče [46]. U pulzního napájení závisí rychlost depozice na délce pulzu zejména kvůli dvěma fenoménům, a to samonaprašování a vodivosti plazmy.

O samonaprašování se jedná, když jsou vyražené kovové ionty zachyceny a urychleny elektromagnetickým polem zpět směrem k terči díky zápornému napětí na katodě. Při delším pulzu dochází k větší míře ionizace kovových atomů a zvýšení jejich koncentrace v blízkosti terče, a tak místo naprašování ionty inertního plynu dochází k samonaprašování terče. Počet kovových atomů dopadajících na substrát se tím snižuje a rychlost depozice klesá. [47]

Pro správný přesun kovových iontů od terče směrem k substrátu musí být jejich prostorový náboj vykompenzován dostatkem elektronů, aby byla zachována celková neutralita plazmy. Při aplikaci kratších pulzů se zvyšuje frekvence přísun nabitých částic do prostoru mezi terčem a substrátem, což vede k vyšší hustotě nabitých částic a výhodnějšímu prostředí pro přesun iontů povlakovacího materiálu. [48]

Konstantinidis et al. ve své práci potvrdili, že rychlost depozice lze zvýšit aplikováním kratších pulzů. Jako je graficky zachyceno na obr. 18, při tlaku 2 mTorr a středním výkonu 300 W bylo při zkrácení délky pulzu z 20 µs na 5 µs dosaženo zvýšení rychlosti depozice z 20 % na 70 % hodnoty dosažené DC naprašováním za stejných podmínek. [48]



Obr. 18 Depoziční rychlost v závislosti na středním výkonu na terči pro a) DMCS a HiPIMS o délce pulzu b) 5 µs, c) 10 µs, d) 20 µs [48]

#### 1.3.5 Úhel naklonění substrátu

U konvenčního naprašování nezáleží z důvodu nízké ionizace depoziční rychlost na úhlu naklonění substrátu. U HiPIMS má však úhel naklonění plochy k povlakování vliv na depoziční rychlost.

Při depozici (Cr,Al,Si)N bylo pozorováno, že na straně nástroje souběžné s terčem rostl povlak rychlostí 1,8  $\mu$ m.h<sup>-1</sup>, kdežto na straně kolmé na terč se hodnota snížila na 1,71  $\mu$ m.h<sup>-1</sup>, jak lze pozorovat na obr 19. [26]

Dalším příkladem je výzkum Alami et al. pro depozici Ta na Si substrát (U<sub>terč</sub> –1000 V, U<sub>substrát</sub> –10 V), kdy klesla depoziční rychlost z 12 nm.min<sup>-1</sup> (úhel 0°) na 42 % původní hodnoty při naklonění substrátu o 45° a na 19 % při úplném odvrácení substrátu (180°). [49]



Obr. 19 SEM snímky (Cr<sub>0.5</sub>Al<sub>0.45</sub>Si<sub>0.05</sub>)N naneseného pomocí HiPIMS na čelo a hřbet nástroje [26]

#### 1.3.6 Zředění pracovního plynu

Během přesunu kovových atomů k substrátu dochází ke srážkám s neutrálními atomy plynu obsaženého v komoře. Srážkami dochází k zahřívání plynu a jeho následné expanzi, což vede ke snížení hustoty. Ztráta pracovního plynu vede ke snížení depoziční rychlosti a pozitivních účinků ionizované PVD depozice. [43]

Aby bylo možné udržet dostatečný výbojový proud, je nutný proces samonaprašování a recyklace pracovního plynu, jak je znázorněno na digramu na obr. 20. Po vyražení atomu z terče je zneutralizovaný atom pracovního plynu opět ionizován a urychlen ve směru terče. Analogicky ionty vyražené z terče mohou být urychleny nazpět a podílet se na erozi terče. Díky tomuto fenoménu jsou kovy s vysokým rozprašovacím výtěžkem (např. Cu) schopny udržet výboj v komoře i bez přítomnosti pracovního plynu. [44]



Obr. 20 Schéma recyklace pracovního plynu a samonaprašování [44]

#### 1.3.7 Aplikace záporného napětí na substrát

U konvenčního naprašování lze přivést negativní napětí na substrát, což urychluje ionty v pohybu směrem k substrátu. Dopadající částice tak získávají vyšší energii a mohou ovlivňovat strukturu vrstvy. Při špatně zvoleném napětí ale může tento proces vést ke tvorbě velkého zbytkového tlakového napětí a k distorzi krystalové mřížky bombardujícími atomy, což může vést k odlupování filmu. [39]

Pro HiPIMS se situace komplikuje, jelikož se složení plazmy mění v průběhu každého pulzu. Vzhledem k tomu je nutné přizpůsobit tvar a intenzitu přivedeného napětí na substrát podle toho, zda je pro aplikaci výhodné nechat urychlit ionty pracovního plynu nebo rozprášeného terče. [39] Greczynski et al. zkoumali pro depozici Ti<sub>0.39</sub>Al<sub>0.61</sub>N přivedení napětí –60 V na substrát a) nepřetržitě, b) synchronizovaně s HiPIMS pulzem, c) synchronizovaně s výskytem plazmy bohaté na kovové ionty. Byla dokázána změna mechanických vlastností ve všech případech s nejlepšími výsledky pro třetí případ. [50]

#### 1.3.8 Bipolární HiPIMS

Další možností, jak řídit energii iontů bombardujících substrát, je přivedení kladného překmitu napětí na katodu (v řádu až stovek voltů) mezi jednotlivými pulzy. V tomto případě se jedná o bipolární HiPIMS. Představuje výhodu především tam, kde je povlakování s předpětím substrátu neefektivní, tedy u nevodivých materiálů (na terči či substrátu). [51]

V první řadě se během obrácení polarity zvyšuje potenciál plazmy a narůstá energie iontů v komoře. Po krátkou dobu se tak mění i tok nabitých částic na substrát a oproti klasickému HiPIMS lze dosáhnout povlaku s ještě vyšší tvrdostí a hustotou, jak vyplývá z obr. 21. [52] V druhé řadě dochází k neutralizaci kladného náboje vytvořeného na terči při reaktivním procesu a zamezuje se tak vzniku mikrooblouků [51].

Parametry depozice se mění s materiálem povlaku i substrátu. Pro depozici Cu povlaku na Si substrát bylo dosaženo zvýšení depoziční rychlosti oproti depozici bez kladného překmitu [53], pro povlaky TiN se naopak depoziční rychlost snížila [52]. Bipolární proces je dalším důkazem variability HiPIMS povlakování.



Obr. 21 Změna a) tvrdosti a b) hustoty povlaku TiN v závislosti na kladném napětí přivedeném na terč během HiPIMS depozice [52]

#### 1.3.9 Hybridní HiPIMS/DCMS

Během hybridního procesu je jeden terč ovládán v HiPIMS módu, kdežto druhý je napájen stejnosměrným proudem jako u DCMS. V závislosti na tom, ke kterému zdroji je jaký terč připojen, lze kontrolovat množství a typ kovových iontů, které budou bombardovat substrát a modifikovat růst vrstvy. Například pro depozici Ti<sub>0.45</sub>Al<sub>0.55</sub>N lze v konfiguraci Al-HiPIMS/Ti-DCMS dosáhnout tvrdosti až 30 GPa se zbytkovým napětím blížícím se nule, kdežto v konfiguraci Ti-HiPIMS/Al-DCMS byla naměřena nižší tvrdost, a to 19 GPa a zbytková napětí o hodnotě –3,5 GPa. Vysvětlením je přítomnost iontů Ti<sup>2+</sup>, které nesou dvakrát tolik energie a způsobují nepřetržitou nukleaci v rostoucí vrstvě. Ve struktuře povlaku tak vznikají i sekundární precipitáty se strukturou wurtzitu se špatnými mechanickými vlastnostmi. Hybridní naprašování ukazuje další flexibilitu procesu, je však zapotřebí správně nastavit parametry depozice. V prvním případě je výsledkem povlak s vlastnostmi těžko dosažitelnými jinými PVD metodami. [50]

#### 1.3.10 Reaktivní HiPIMS

Při DCMS může reaktivní proces působit problémy z důvodu nestabilního hysterezního přechodu (viz kapitola 1.2.10). Chování při reaktivním HiPIMS bylo zkoumáno více skupinami, a ačkoliv důvod zatím nebyl jasně objasněn, bylo dokázáno, že jsou negativní jevy touto technologií alespoň částečně potlačeny.

Pro depozici Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a CeO<sub>2</sub> HiPIMS technologií bylo pozorováno, že přechod mezi kovovým a sloučeninovým módem byl hladší a nestabilita se neprojevila. Eliminace hystereze umožnila růst stechiometrické vrstvy za vyšší depoziční rychlosti. Důvodem se jeví být limitovaná oxidace terče během off-timu, vyšší míra eroze terče či fenomén zředění pracovního plynu. [54] Čapek et al. tvrdí, že nejdůležitějším důvodem pro limitaci hystereze je pokrývání otráveného terče navracejícími se kovovými ionty, což vede ke snížení otravy terče a nižší reakční rychlosti. Výsledkem je rozšíření oblasti a větší stabilita mezi kritickými body. [55]

I u HiPIMS však může být hystereze pozorována, a to především pokud je rychlost průtoku reaktivního plynu změněna moc rychle, což podporuje nestabilní chování. [56]

#### 1.3.11 Depozice na substráty s komplexní geometrií

Požadavek homogenních vrstev na nástroje s komplexní geometrií je stěžejní pro mnoho moderních aplikací, jako například povlakování tvářecích nástrojů pro lopatky turbín nebo metalizace součástí pro optická a polovodičová zařízení. HiPIMS také usnadňuje depozici otvorů a děr. U běžného DCMS povlakování je tok dopadajících atomů anizotropní, atomy dopadají na substrát pod ostrým úhlem, což často vede k porozitě a depozici nehomogenních vrstev ve směru toku. [57]

Na obr. 22 lze pozorovat rozdíl ve struktuře mezi vrstvami Ta nanesenými na Si substrát s předpětím –50 V HiPIMS a DCMS metodou. Na snímku DCMS vrstvy pozorujeme porozitu, drsný povrch (RMS 45,3 nm) a nakloněnou sloupcovitou strukturu, zatímco u povlaku deponovaného HiPIMS se jedná o vysokohustotní vrstvu s orientací zrn kolmo na substrát a hladkým povrchem (RMS 3,1 nm) [58]



Obr. 22 Snímky vrstvy Ta nanesené na otvor a) HiPIMS, b) DCMS technologií [58]

#### 1.3.12 Řízení struktury vrstvy

Při naprašování často dochází k nevyváženému růstu vrstvy, z čehož vyplývá horší řízení konfigurace atomů a finálních vlastností. Bylo dokázáno, že strukturu lze kontrolovat pomocí energetických iontů, které bombardují substrát a aktivují mřížkovou difuzi, a tak jsou schopny změnit konfiguraci a chemické složení vrstvy jednosložkových i kompozičně komplexnějších povlaků. [43]

Například pro depozici Ta filmu lze ovládat krystalovou strukturu, Ta se běžně vyskytuje ve dvou konfiguracích, a to BCC  $\alpha$  nebo metastabilní tetragonální  $\beta$ , která je křehčí. Při růstu tenké vrstvy závisí na původu a stavu substrátu, zda se zformuje  $\alpha$  nebo  $\beta$  fáze. Přítomnost těžších iontů Ta<sup>+</sup> mezi dopadajícími ionty má za výsledek efektivnější přenos hybnosti do rostoucí vrstvy, a tak lze dosáhnout BCC struktury i za pokojové teploty na předem nepřipraveném Si substrátu, s různým úhlem jeho naklonění i na substrátu otočeném směrem od terče, což bez předchozí přípravy substrátu či vyššího záporného předpětí není jinak možné. [43; 49]

Podobně je tak i pro depozici  $TiO_2$  filmu reaktivním HiPIMS. Běžným naprašováním za pokojových teplot roste na substrátu amorfní fáze, kdežto za použití pulzního naprašování s předpětím substrátu lze dosáhnout krystalové struktury (především rutilu, za zvýšení maximálního výkonu na terči či snížení tlaku i anatasu). [43; 59]

#### 1.3.13 Mikrostruktura povlaku

Jak již bylo řečeno v úvodu této kapitoly, pomocí HiPIMS lze dosáhnout hustých povlaků s hladkým povrchem a vynikající adhezí k substrátu.

Sarakinos et al. zkoumali rozdíl mezi DCMS a HiPIMS deponováním CrN za proměnného maximálního proudu přivedeného na terč při zachování středního proudu. Snímky na obr. 23 ukazují rozdíl v morfologii filmu naneseného a) DCMS a HiPIMS při proudu na terči b) 44 A, c) 74 A, d) 180 A. Při užití HiPIMS lze pozorovat vymizení pórovitosti sloupcovité struktury a zvýšení její hustoty, při navyšování proudu na terči pak postupnou přeměnu ze sloupcovité struktury na nanokrystalickou. [60]



Obr. 23 Průřezy CrN filmu naneseného a) DCMS, HiPIMS s proudem na terči b) 44 A, c) 74 A, d) 180 A [60]

Obr. 24 zobrazuje řez Ti povlakem deponovaným za použití stejných pracovních podmínek stejnosměrným a pulzním napájením. Pomocí HiPIMS je dosahováno filmu s hustou strukturou a hladkým povrchem, zatímco u DCMS se vyskytuje sloupcovitá mikrostruktura a drsnější povrch. Obecně při užití pulzního napájení dochází k nárustu hustoty filmu o 5-15 % s výjimkou Cu a Zr filmu, kde hustota zůstává srovnatelná [46]



Obr. 24 Řez Ti tenkou vrstvou nanesenou a) DCMS, b) HiPIMS [46]

V důsledku změny mikrostruktury mají HiPIMS povlaky vynikající odolnost proti opotřebení, která se odvíjí od tvrdosti a Youngova modulu materiálu. Čím větší je poměr tvrdosti vůči Youngovu modulu (H/E), tím odolnější je povlak proti opotřebení. Souček et al. ve svém výzkumu konstatovali pro depozici nc-TiC/a-C:H zvýšení poměru H/E o 40 % při užití HiPIMS oproti DCMS. [61]

#### 1.3.14 Adheze povlaku

Lepší adheze povlaku k substrátu lze obecně dosáhnout čištěním substrátu pomocí iontů (etching) nebo depozicí přechodové mezivrstvy. Vysokoenergetické ionty vyrážejí nečistoty z povrchu a zaručují optimální povrch pro nukleaci adhezní vrstvy. [62]

Ehiasarian et al. zkoumali depozici CrN/NbN filmu technologií HiPIMS na rychlořeznou ocel s CrN mezivrstvou o tloušť ce 0,3  $\mu$ m, čištěnou pomocí iontů Nb<sup>+</sup>, s napětím na substrátu 1000 V. Při následném scratch testu byla změřena kritická síla 70 N, zatímco pro povlak s mezivrstvou nanesenou obloukovým napařováním bylo naměřeno 51 N a pro čištění pomocí iontů Ar<sup>+</sup> pouze 25 N. Hodnoty naměřené pro HiPIMS jsou srovnatelné s čištěním pomocí Ar<sup>+</sup> za užití extérního zdroje ionizace, objevuje se tak možný alternativní proces. [62]

Adhezi lze zlepšit depozicí mezivrstvy, důležitý je však správný výběr její tloušťky v závislosti na drsnosti deponovaného povrchu. Čím drsnější povrch, tím tlustší mezivrstva je požadovaná pro optimální výsledky. [63]

#### 1.3.15 Depozice DLC (Diamond Like Carbon) povlaků

Hlavní limitací depozice DLC povlaků konvenčním obloukovým napařováním je vysoké vnitřní tlakové napětí, které limituje adhezi k substrátu a tloušťku vrstvy. Pro ta-C (tetrahedral amorphous carbon) povlak o tloušťce 20–100 nm se vnitřní napětí pohybuje v hodnotách až okolo 10 GPa. [64]

Použití technologie HiPIMS a neonu jako pracovního plynu přineslo zlepšení strukturních i mechanických vlastností povlaku v důsledku zvýšené ionizace atomů uhlíku. Při depozici DLC na rychlořeznou ocel s Cr+CrN mezivrstvou bylo dosaženo hladkého povlaku s hustotou 2,65 g.cm<sup>-3</sup>, tvrdostí 23 GPa (hodnoty srovnatelné s depozicí napařováním), došlo však k žádoucímu poklesu vnitřního napětí na 2,5 GPa. [65]

# 2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

## 2.1 Cíl zkoušek

Hlavním cílem zkoušek bylo ověřit kvalitu a funkčnost povlaku HiPIMS pro tvářecí nástroj. V experimentální části je analyzován průvlak pro tažení drátu za studena s povlakem na bázi AlTiN a průvlak bez povlaku. Zkoušky byly provedeny v rozsahu životnosti obou nástrojů.

Tloušťka a struktura povlaku byla zkoumaná pomocí kalotestu a analýzy SEM. Prvním dílčím cílem bylo zhodnotit opotřebovaní nástrojů po tváření pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Dalším dílčím cílem bylo vyhodnotit povrch vzorků taženého drátu pomocí bezdotykové měřící metody. Posledním dílčím cílem bylo zhodnocení tepelného ovlivnění drátu po průchodu průvlakem.

## 2.2 Návrh experimentálních zkoušek

#### 2.2.1 Testovaný nástroj

Testovaným nástrojem je průvlak pro tažení drátu za studena (obr. 25), vyrobený ze slinutého karbidu wolframu. Funkční tvar dutiny o drsnosti povrchu Ra = 0,05  $\mu$ m se skládá ze tří kuželových ploch o různých vrcholových úhlech a z válcové (kalibrační) části. Rozměry nástroje jsou zobrazeny na obr. 26.





Obr. 25 Průvlak

Obr. 26 Rozměry průvlaku

Na jeden z nástrojů byl nanesen povlak FerroCon® technologií HiPIMS firmy CemeCon s.r.o., Ivančice. Jedná se o povlak antracitové barvy na bázi AlTiN, s mikrotvrdostí 3 800 HV0,05 a pracovní teplotou do 1 100 °C [66].

Nástroj byl povlakován v zařízení CC800® HIPIMS. Před depozicí byl nástroj opískován a očištění Dočištění povrchu pro zajištění adheze bylo dosaženo díky iontovému čištění ve vakuové komoře. Jako pracovní plyn byla použita směs argonu a kryptonu s převahou argonu. Pro depozici byly použity celkem 4 terče s daným poměrem Al/Ti, pro vytvoření požadovaného složení byl do komory přiveden reaktivní N<sub>2</sub>. Během povlakování byl průměrný výkon na katodách 12 kW. Celkový proces povlakování trval 5 hodin a 10 minut.

Chemické složení nástroje i povlaku bylo ověřeno pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM).

Všechny SEM snímky v experimentální části byly pořízeny rastrovacím elektronovým mikroskopem MIRA3 firmy TESCAN (obr. 27). Na pořízených snímcích je vždy vlevo zobrazení v módu sekundárních elektronů (SE), vpravo v módu odražených elektronů (BSE).

Pro případnou neutralizaci náboje a zajištění vodivosti povrchu byly před mikroskopovým snímáním nástroje pokoveny v naprašovačce Quorum Q150R ES Plus pomocí terče z Au a Pd, viz obr. 28.



Obr. 27 Rastrovací elektronový mikroskop MIRA3 firmy TESCAN [69]



Obr. 28 Pokovení nástroje v naprašovačce

(6)

Tloušťka povlaku byla zjištěna pomocí kalotestu. Výbrus byl zhotoven na čelní straně nástroje brusnou kuličkou (R = 12,325 mm) za potírání diamantovou abrazivní pastou (zrna 5 µm). Stopa ve vrstvě byla analyzována pomocí SEM snímku – viz obr. 29.

Dosazením do vztahu (6) [67] byla zjištěna tloušťka vrstvy  $t = 4,5 \mu m$ .

$$t = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2}$$

kde: R - poloměr kuličky [µm],

 $r_1$  - vnitřní poloměr mezikruží [µm],

 $r_2$  - vnější poloměr mezikruží [µm].



Obr. 29 Výbrus kaloty na čelní straně nástroje (SEM)

Na rozhraní (obr. 30) mezi povlakem a povrchem nástroje bez povlaku bylo dále analýzou EDS ověřeno chemické složení povlaku i nástroje (obr. 31). Jak bylo předpokládáno, v povlaku je obsažen Al, Ti a N, s převahujícím podílem Al. Struktura povlaku jednovrstvá. Jádro nástroje je tvořeno W, C, a Co, jedná se tedy o slinutý karbid wolframu skupiny K.



Obr. 31 Rozhraní mezi povlakem (vlevo) a povrchem nástroje bez povlaku (vpravo) (SEM)



Obr. 30 EDS analýza rozhraní mezi povlakem (vlevo) a povrchem nástroje (vpravo)



Obr. 32 Detail povrchu nástroje bez povlaku (WC + Co) (SEM)



Obr. 33 Detail povlaku (AlTi)N (SEM)



Obr. 34 EDS analýza povrchu nástroje bez povlaku (WC + Co)

#### 2.2.2 Tažení drátu

Tažení drátu probíhalo na tažném stroji (obr. 35) dle schématu na obr. 36 (bez využití broušení). Tažení bylo jednoprůchodové, s rychlostí tažení 0,8 m.s<sup>-1</sup>, za použití mýdlového prášku Traxit pro snížení tření mezi drátem a průvlakem.



Obr. 35 Drát procházející zásobníkem s práškem a průvlakem



Obr. 36 Schéma stroje pro tažení drátu

Tvářeným polotovarem byl válcovaný drát o průměru  $14 \pm 0.4$  mm, vyrobený z pružinové oceli 54SiCr6, jejíž chemické složení je uvedené v tab. 4. Cílem bylo zredukovat průměr drátu na 12,1 mm s požadovanou drsností povrchu Ra = 1,6 µm. Chemické složení drátu bylo ověřeno EDS analýzou, viz obr. 37.

Fe	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Cu + 10Sn
95,6 – 97,3	0,51 – 0,59	1,2 – 1,6	0,5 - 0,8	max 0,025	max 0,025	0,5 - 0,8	< 0,6



Obr. 37 EDS analýza povrchu taženého drátu (54SiCr6) se zbytky maziva

# **3 VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ**

### 3.1 Opotřebení nástroje

Zkoušky byly provedeny v rozsahu životnosti každého z nástrojů – byly zastaveny v momentě, kdy došlo ke zhoršení kvality povrchu taženého drátu. Pro povlakovaný průvlak se jednalo o 6 cívek, nepovlakovaným nástrojem byly taženy celkem 3 cívky, každá se pohybovala v rozmezí 2700–2800 kg.

Zhodnocení opotřebení nástroje pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu značně zkomplikovala geometrie a rozměry nástroje. Nebylo možné pořídit snímky z dutiny nástroje a provést EDS analýzu ve všech místech, kde bylo zamýšleno, jelikož nebylo možné dosáhnout dostatečného přiblížení bez poškození aparatury. Podařilo se však zachytit hlavní rysy opotřebení nástrojů.

#### 3.1.1 Povlakovaný nástroj

Snímky na obr. 38a–d zachycují opotřebení nástroje v místě tvářecího kužele, kde lze očekávat vysoká smyková napětí a styčný tlak. Místy je možné pozorovat vymizení ochranného povlaku. Na obr. 38d lze vidět kráter a úbytek materiálu nástroje, což je typickým poškozením u průvlaků. Defekty povrchu a odlupování povlaku jsou markantní ve směru tažení. Směrem hlouběji do dutiny průvlaku v kalibrační části je povrch výrazně opotřeben v důsledku otěru a abraze, dochází k vymizení povlaku v rozsáhlejším měřítku (obr. 39).





Obr. 38 Opotřebení tvářecího kužele průvlaku se zvětšením a) 15x, b) 100x, c) 350x, d) 2 000x (SEM)



Obr. 39 Opotřebení kalibrační části průvlaku se zvětšením a) 55x, b) 200x (SEM)

#### 3.1.2 Nástroj bez povlaku

Na obr. 40 je zobrazen hlavní pohled do funkční části nástroje. Na vstupním kuželu se nacházejí drobné oděrky (obr. 41). Na obr. 42 lze pozorovat výrazné otěrové poškození kalibrační části nástroje ve směru tažení. Na tvářecím kuželu bylo zjištěno adhezní přilnutí vrstvy jiného původu, s největší pravděpodobností se jedná o oxidy (obr. 43–45), kvůli geometrii nástroje ale nebylo možné provést potvrzující EDS analýzu.



Obr. 40 Pohled shora do průvlaku (SEM)



Obr. 41 Detail otěru na vstupním kuželu průvlaku (SEM)



Obr. 42 Detail otěru na kalibračním válci průvlaku (SEM)



Obr. 43 Adhezně přilnutá vrstva na tvářecím kuželu (SEM)



Obr. 44 Detail slinutého karbidu (SEM)



Obr. 45 Detail adhezně přilnuté vrstvy (SEM)

Nanesením povlaku byla životnost nástroje dvakrát zvýšena – zkoušky byly zastaveny v momentě, kdy bylo pozorováno zhoršení kvality taženého drátu. Pro povlakovaný nástroj se jednalo o 6 cívek, pro nepovlakovaný o 3 cívky.

U povlakovaného nástroje lze pozorovat značné opotřebení a odstranění povlaku. Jedná se především o odlupování povlaku na hraně se změnou geometrie, a tak se možným vysvětlením jeví nevhodný poměr vrcholových úhlů vstupního a tvářecího kužele, případně nevhodně zvolený materiál povlaku pro danou aplikaci. Z porovnání obou nástrojů je patrné, že povlak zabraňuje adheznímu přilnutí nežádoucích vrstev, které můžou změnit geometrii nástroje a zhoršit kvalitu povrchu.

#### 3.2 Povrch taženého drátu

Povlakovaným nástrojem bylo za sebou taženo celkem 6 cívek. Vzorek drátu byl vždy odebrán ze začátku a konce cívky. Vzorky jsou v práci označovány číslem cívky a písmenem Z (začátek), nebo K (konec). Nepovlakovaným nástrojem byly taženy 3 cívky o stejné hmotnosti. Pro referenční hodnotu byl odebrán vzorek drátu ze začátku první cívky (označení 1N). Všechny odebrané vzorky jsou na obr. 46.Na obr. 47–49 jsou snímky povrchu drátu taženého nepovlakovaným nástrojem, odebraného z obou konců první cívky. Na povrchu lze pozorovat nečistoty, z EDS analýzy (obr. 37) vyplývá, že se jedná o zbytky maziva.



Obr. 46 Vzorky drátu odebrané po tažení



Obr. 47 Detail povrchu vzorku 1Z se zvětšením a) 100x, b) 500x (SEM)

#### ÚST FSI VUT V BRNĚ



Obr. 48 Detail povrchu vzorku 1K se zvětšením a) 100x, b) 500x (SEM)



Obr. 49 Detail povrchu vzorku 1N se zvětšením a) 100x, b) 500x (SEM)

Pro vyhodnocení povrchu byl použit optický měřící přístroj Alicona InfiniteFocus G5 viz obr. 50. Pro sledování změny v průběhu životnosti nástroje byl změřen povrch u drátu z 1., 3. a 6. cívky, vždy pro vzorek odebraný ze začátku i konce cívky. Profilové parametry byly poté vyhodnoceny v softwaru IF-MeasureSuite. Pro názornost změn povrchu byly do práce uvedeny hlavně výstupy pro vzorky první a poslední cívky.

Povrch byl nasnímán objektivem se zvětšením 10x, s mezní vlnovou délkou Lc 250 µm, poté byl v softwaru proložen válcem (obr. 51). Topografie povrchu byla vyhodnocována v příčném směru z podstaty tváření materiálu, jelikož se předpokládá, že v podélném směru se trend nemění a rozdíly jsou zanedbatelné.



Obr. 50 Snímání vzorků pomocí přístroje Alicona InfiniteFocus G5





Height

Obr. 51 Topografie povrchu vzorku 1K



b)



Obr. 52 Vyhodnocení profilu povrchu vzorku a) 1Z, b) 6Z (po odstranění vlnitosti)

Pro každý vzorek byl vygenerován histogram pořadnic z(x), který by v ideálním stavu měl vykazovat normální rozdělení (obr. 53). Dále byla vygenerována i Abbott-Firestonova křivka a její důležité parametry (obr. 54).



Obr. 53 Histogram pořadnic z(x) pro vzorek a) 1Z, b) 6Z



Obr. 54 Abbott-Firestonova křivka pro vzorek a) 1Z, b) 6Z

Vzorek	Ν	1Z	3Z	6Z	1K	3K	6K
Výškové parametry (průměrné hodnoty pořadnic)							
Ra [µm]	0,890	0,933	0,935	1,220	0,767	0,867	0,927
Rq [µm]	1,092	1,161	1,140	1,505	0,891	1,061	1,208
Rsk	0,080	-0,144	0,030	-0,191	0,212	0,800	-0,952
Rku	2,547	2,601	2,523	2,471	2,144	2,753	4,535
	Výšk	ové paran	netry (výst	upky a pr	ohlubně)		
Rt [µm]	5,287	5,600	5,637	6,514	4,177	4,813	6,912
Rz [µm]	4,184	4,307	4,296	5,322	3,439	3,630	4,278
Rmax [µm]	4,823	5,120	5,624	6,351	4,079	4,261	6,912
Rp [µm]	2,513	2,326	2,825	2,955	2,033	3,085	2,547
Rv [µm]	2,774	3,275	2,811	3,559	2,144	1,727	4,365
Rc [µm]	3,459	3,414	3,218	4,045	2,542	2,584	3,220
	Parame	try vztahuj	jící se ke k	třivce nosi	ného podíl	u	
Rk [µm]	2,482	2,497	2,826	4,012	1,668	2,959	2,002
Rpk [µm]	0,742	0,453	0,764	0,595	0,457	1,190	0,783
Rvk [µm]	1,319	1,775	1,325	1,805	1,241	0,256	2,480
Rmr1 [µm]	9,280	9,020	5,970	4,630	8,470	7,980	7,500
Rmr2 [µm]	83,287	82,860	86,030	87,570	74,020	92,430	80,540
z (x) [µm]	0,313	0,324	0,306	0,170	0,475	0,138	0,424

Hlavní profilové parametry naměřených vzorků byly shrnuty do tabulky 5.

Pro sledování chování povlaku na průvlaku byl jako hlavní ukazatel použit parametr Ra, který se běžně používá pro porovnání více ploch vyrobených stejnou technologií. Ra je spolehlivým ukazatelem, pokud je hodnota šikmosti Rsk <  $\pm 2 \mu m$ , což všechny vzorky splňují.

Na obr 55. je grafické znázornění vývoje parametru Ra pro vzorky odebrané ze začátku i konce cívky. Do grafu byla pro srovnání vynesena i hodnota pro nepovlakovaný nástroj. Vývoj parametru Ra v průběhu tažení je pozvolný, nevykazuje nestabilní chování. Hodnota drsnosti se postupně zvětšuje, což se dá připisovat vlivu opotřebení nástroje.

Z grafického znázornění Rz (obr. 56) lze vidět, že součet nejvyššího vrcholu a největší prohlubně má v průběhu tažení také rostoucí tendenci.

Pokud je šikmost Rsk kladná, v profilu převahují vysoké úzké vrcholy, pokud záporná, převahují prohlubně. U vzorků odebraných z konce cívky lze pozorovat větší výkyvy, jako je znázorněno v grafu na obr. 57b.

Hodnota šikmosti Rku je větší jak 3 pouze u vzorku 6K (obr. 58b), lze usuzovat, že se v profilu vzorku vyskytuje hodně vrcholů a prohlubní.

#### ÚST FSI VUT V BRNĚ



Obr. 55 Grafické znázornění vývoje Ra v průběhu zkoušky pro všechny měřené vzorky



Obr. 56 Grafické znázornění vývoje Rz pro vzorky a) ze začátku cívky, b) z konce cívky



Obr. 57 Grafické znázornění vývoje Rsk pro vzorky a) ze začátku cívky, b) z konce cívky



Obr. 58 Grafické znázornění vývoje Rku pro vzorky a) ze začátku cívky, b) z konce cívky

Vyhodnocení proběhlo na malém počtu vzorků, a tak ze statistického hlediska nelze s jistotou konstatovat vliv povlaku na kvalitu povrchu. Měření slouží pouze k ověření trendu vývoje v průběhu životnosti a posouzení, zda nedošlo k významné degradaci kvality tažení. Ze sledovaných parametrů lze usoudit, že kvalita povrchu drátů se vyvíjela předpokládaným způsobem. Průměrná aritmetická úchylka i extrémy v profilu se postupně zvětšovaly, což lze připisovat opotřebení nástroje.

# 3.3 Teplota drátu za průvlakem

Posledním sledovaným jevem bylo zahřívání mezi drátem a nástrojem. Během tažení byla pro první tři cívky měřena teplota drátu za průvlakem. Teplota byla zaznamenána vždy na začátku a konci cívky, na dvou za sebou jdoucích úsecích. Naměřené teploty a jejich aritmetický průměr jsou zaznamenány v tab. 6.

	Průvlak bo	ez povlaku	Průvlak s povlakem		
Cívka	Teplota, začátek cívky [°C]	Teplota, konec cívky [°C]	Teplota, začátek cívky [°C]	Teplota, konec cívky [°C]	
1	88	95	98	96	
1	93	96	100	101	
2	88	89	99	99	
2	91	95	102	101	
2	89	90	99	99	
5	93	95	103	101	
Aritmetický průměr	90,3	93,3	100,2	99,5	
Směrodatná odchylka	2,1	2,7	1,8	1,8	

Tab. 6 Teplota drátu za průvlakem

Z naměřených dat lze vidět, že se drát zahříval více při tažení povlakovaným průvlakem. Povlak (Al,Ti)N má nízkou tepelnou vodivost, chrání nástroj před vnikem tepla a tepelným ovlivněním. Lze tak předpokládat, že teplo vzniklé plastickou deformací a třením mezi drátem a nástrojem se šíří do protahovaného drátu ve větší míře, než je tomu u nástroje nepovlakovaného. Tažení není finální operací, dráty jsou v další fázi výroby zušlechťovány. Větší míra zahřívání drátu pro povlakovaný nástroj tak není kritická z hlediska ztráty pevnostních charakteristik.

U povlakovaného nástroje není rozdíl v teplotě drátu na začátku cívky a na jejím konci. To neplatí pro tažení nástrojem bez povlaku, kde se teplota taženého drátu zvyšuje s pracovním časem. Z toho lze usuzovat, že teplo není z místa tváření průběžně odváděno v optimální míře, nástroj se tedy více zahřívá, což může mít negativní dopad na jeho vlastnosti (např. snížení tvrdosti a kratší životnost). Pro potvrzení hypotézy by však bylo třeba znát teplotu nástroje při tváření, případně vyhodnotit vliv tepelného ovlivnění.

# ZÁVĚR

Cílem této práce bylo charakterizovat moderní metody PVD povlakování se zaměřením na technologii HiPIMS. Byly popsány hlavní aspekty depozice a typické vlastnosti povlaků nanesených touto metodou. V experimentální části byla testována vhodnost (Al,Ti)N povlaku naneseného technologií HiPIMS na průvlak ze slinutého karbidu.

V teoretické části práce byly uvedeny hlavní specifikace a výhody vysokovýkonných pulzů u magnetronového naprašování. Vysoký podíl ionizovaných částic při depozici má nepopiratelný vliv na zlepšení vlastností povlaku, a to především z hlediska adheze, tvrdosti a hustoty povlaku. Další výhodou této technologie je omezení stínového efektu a možnost řízené depozice, díky které lze povlak přizpůsobit požadované aplikaci.

V experimentální části bylo využito potenciálu HiPIMS pro napovlakování otvoru, což je běžnými PVD metodami jen těžko dosažitelné. Výsledky provedených zkoušek potvrzují přidanou hodnotu povlaku na nástroji, u povlakovaného průvlaku bylo dosaženo dvojnásobné životnosti (zvýšení počtu cívek taženého drátu z 3 na 6). Dalším pozitivním aspektem povlaku byla ochrana funkční části průvlaku proti adhezi nežádoucích vrstev, které mohou zhoršovat kvalitu tvářeného povrchu. Co se týče povrchu taženého drátu, nebylo pozorováno nestabilní chování. Požadovaná drsnost Ra 1,6 µm byla u všech měřených vzorků dodržena. Trend Ra byl v průběhu zkoušek rostoucí s rozpětím Ra 0,93–1,22 µm pro vzorky drátu ze začátku cívky, resp. Ra 0,77–0,93 µm pro vzorky odebrané z konce cívky. Měření bylo provedeno na malém počtu vzorků, a tak ze statistického hlediska nelze vyvodit spolehlivý závěr vlivu povlaku na kvalitu taženého drátu. Posledním sledovaným parametrem byla teplota drátu za průvlakem, která byla ve všech případech vyšší pro povlakovaný nástroj. Po tažení jsou dráty dále zušlechtěny, a tak případný vliv vyšší teploty na mechanické vlastnosti drátu není kritický. Lze však předpokládat významnější teplotní ovlivnění nástroje bez povlaku, které může vést ke snížení jeho životnosti.

Z bibliografické rešerše a praktické části lze potvrdit potenciál technologie HiPIMS v oblasti povlakování. Správným nastavením parametrů depozice lze dosáhnout povlaků s vynikajícími vlastnostmi odpovídajícími požadavkům dané aplikace. Z důvodu mnoha proměnných faktorů depozice se může jevit integrace HiPIMS do výroby komplikovaná. Je tedy důležité pokračovat ve vývoji a výzkumu pro správné zmapování této technologie, která může přinést řešení pro mnohé výzvy současné průmyslové výroby.

# SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] *Materiály pro řezné nástroje* [online]. Praha: MM Publishing, 2008 [cit. 2021-11-03]. ISBN 8025422502.
- [2] Trendy v povlakování slinutých karbidů. *MM Průmyslové spektrum* [online]. 2001, (78)
   [cit. 2022-01-28]. ISSN 1212-2572. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-povlakovani-slinutych-karbidu
- [3] BUNSHAH, R.F. *Handbook of Hard coatings* [online]. William Andrew Publishing/Noyes, 2001 [cit. 2022-01-19]. ISBN 978-0-8155-1753-5. Dostupné z: https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpHHC00009/handbook-hard-coatings/handbookhard-coatings
- [4] BAPTISTA, Andresa, Francisco SILVA, Jacobo PORTEIRO, José MÍGUEZ a Gustavo PINTO. Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands. *Coatings* [online]. 2018, 8(11) [cit. 2022-02-22]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings8110402
- [5] MATTOX, D. M. *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2010. ISBN 978-0-81-552037-5.
- [6] GRIESSER, Hans J. *Thin Film Coatings for Biomaterials and Biomedical Applications* [online]. Cambridge: Elsevier, 2016 [cit. 2022-02-04]. ISBN 978-1-78242-476-5. Dostupné z: https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpTFCBBA07/thin-film-coatingsbiomaterials/thin-film-coatings-biomaterials
- [7] HARRIS, S.G., E.D. DOYLE, Y.-C. WONG, P.R. MUNROE, J.M. CAIRNEY a J.M. LONG. Reducing the macroparticle content of cathodic arc evaporated TiN coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2004, **183**(2-3), 283-294 [cit. 2022-02-06]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2003.08.086
- [8] BILLARD, Alain a Frédéric PERRY. Pulvérisation cathodique magnétron. *Traitements des métaux* [online]. 2005 [cit. 2021-11-05]. Dostupné z: doi:10.51257/a-v1-m1654
- [9] Naprašování tenkých vrstev. *ELEKTRO* [online]. 2003, (07) [cit. 2022-02-15]. ISSN 1210-0889. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441
- [10] GUDMUNDSSON, J T. Physics and technology of magnetron sputtering discharges. *Plasma Sources Science and Technology* [online]. 2020, **29**(11) [cit. 2022-04-28]. ISSN 0963-0252. Dostupné z: doi:10.1088/1361-6595/abb7bd
- [11] Technology: A brief explanation of how magnetron sputtering works. In: *Farotex* [online]. London: Farotex LPP, 2022 [cit. 2022-05-16]. Dostupné z: https://farotex.com/technology.html
- [12] ANDERS, André. Tutorial: Reactive high power impulse magnetron sputtering (R-HiPIMS). *Journal of Applied Physics* [online]. 2017, **121**(17) [cit. 2022-03-01]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.4978350
- [13] GUDMUNDSSON, Jon a Ante HECIMOVIC. Foundations of DC plasma sources. *Plasma Sources Science and Technology* [online]. 2017, 26(12) [cit. 2022-05-04]. ISSN 1361-6595. Dostupné z: doi:10.1088/1361-6595/aa940d
- [14] MANASTERSKI, Christian a Henri DUBOIS. *La pulvérisation cathodique industrielle*.
   1. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2005. ISBN 2-88074-624-8.

- [15] ROTH, J. R. Industrial Plasma Engineering: Volume 2: Applications to Nonthermal Plasma Processing [online]. 1st Edition. Baton Rouge: Taylor & Francis Group, 2001 [cit. 2022-03-01]. ISBN 9780429144110. Dostupné z: https://doiorg.ezproxy.lib.vutbr.cz/10.1201/9781420034127
- [16] FAN, Qi, Li ZHOU a J GRACIO. A cross-corner effect in a rectangular sputtering magnetron. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. 2003, **36**(3), 244-251 [cit. 2022-03-01]. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/36/3/305
- [17] *Circular VTech* [online]. Liverpool: Gencoa Ltd., 2022 [cit. 2022-03-07]. Dostupné z: https://www.gencoa.com/circular-vtech
- [18] KELLY, P.J a R.D ARNELL. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum* [online]. 2000, 56(3), 159-172 [cit. 2022-03-03]. ISSN 0042207X. Dostupné z: doi:10.1016/S0042-207X(99)00189-X
- [19] NĚNIČKA, Jakub. Odstraňování původních povlaků řezných nástrojů před novým povlakováním [online]. 2007 [cit. 2022-03-22]. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Anton Humár, CSc.
- [20] ROTHER, B, G EBERSBACH a H.M GABRIEL. Substrate-rotation systems and productivity of industrial PVD processes. *Surface and Coatings Technology* [online].
   1999, **116-119**, 694-698 [cit. 2022-02-27]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(99)00120-6
- [21] LÜTH, Hans. Surfaces and interfaces of solid materials. 3. Berlin: Springer, 1995. ISBN 3-540-58576-1.
- [22] SINGULANI, Anderson Pires. Advanced Methods for Mechanical Analysis and Simulation of Through Silicon Vias [online]. Wien, 2014 [cit. 2022-01-30]. Dostupné z: https://www.iue.tuwien.ac.at/phd/singulani/dissse20.html. Disertační práce. Technischen Universität Wien.
- [23] ZANGWILL, Andrew. *Physics at surfaces*. Cambridge: Cambridge University Press, 1988. ISBN 0-521-34752-1.
- [24] INSPEKTOR, Aharon a Paul SALVADOR. Architecture of PVD coatings for metalcutting applications: A review. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, 257, 138-153 [cit. 2022-04-23]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2014.08.068
- [25] PERNE, Jan. Plastic flow behavior of (Cr, Al)N hard coatings in dependence of strain rate and nanostructure. *Thin Solid Films* [online]. 2014, **556**, 390-394 [cit. 2022-04-25]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2014.01.069
- [26] BOBZIN, K., N. BAGCIVAN, P. IMMICH, S. BOLZ, R. CREMER a T. LEYENDECKER. Mechanical properties and oxidation behaviour of (Al,Cr)N and (Al,Cr,Si)N coatings for cutting tools deposited by HPPMS. *Thin Solid Films* [online]. 2008, **517**(3), 1251-1256 [cit. 2022-04-17]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2008.06.050
- [27] BOBZIN, Kirsten. High-performance coatings for cutting tools. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology [online]. 2017, 18, 1-9 [cit. 2022-04-23]. ISSN 17555817. Dostupné z: doi:10.1016/j.cirpj.2016.11.004
- [28] Současnost a trendy povlakování technologií PVD. MM Průmyslové spektrum [online]. 2003, (4) [cit. 2022-04-23]. ISSN 1212-2572. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologiipvd
- [29] MAYRHOFER, Paul, Anders HÖRLING, Lennart KARLSSON, Jacob SJÖLÉN, Tommy LARSSON, Christian MITTERER a Lars HULTMAN. Self-organized

nanostructures in the Ti–Al–N system. *Applied Physics Letters* [online]. 2003, **83**(10), 2049-2051 [cit. 2022-04-23]. ISSN 0003-6951. Dostupné z: doi:10.1063/1.1608464

- [30] KALSS, W., A. REITER, V. DERFLINGER, C. GEY a J.L. ENDRINO. Modern coatings in high performance cutting applications. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2006, 24(5), 399-404 [cit. 2022-04-23]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2005.11.005
- [31] Trendy v PVD a CVD povlakování [online]. MM Průmyslové spektrum, 2014, [cit. 2022-04-27]. ISSN 1212-2572. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-pvd-a-cvd-povlakovani
- [32] WASA, Kiyotaka. *Thin film materials technology: sputtering of compound materials* [online]. Norwich: Andrew, 2004 [cit. 2022-04-16]. ISBN 08-155-1483-2.
- [33] STRIJCKMANS, K., R. SCHELFHOUT a D. DEPLA. Tutorial: Hysteresis during the reactive magnetron sputtering process. *Journal of Applied Physics* [online]. 2018, 124(24) [cit. 2022-03-10]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.5042084
- [34] BERG, S. a T. NYBERG. Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes. *Thin Solid Films* [online]. 2005, 476(2), 215-230 [cit. 2022-03-10]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2004.10.051
- [35] ANDERS, André. Physics of arcing, and implications to sputter deposition. *Thin Solid Films* [online]. 2006, **502**(1-2), 22-28 [cit. 2022-04-24]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2005.07.228
- [36] MICHIELS, Matthieu, Stephanos KONSTANTINIDIS a Rony SNYDERS. La pulvérisation cathodique magnétron en régime d'impulsions de haute puissance (HiPIMS). *Traitements des métaux* [online]. 2013 [cit. 2022-02-26]. Dostupné z: doi:10.51257/a-v1-in207
- [37] ANDERS, André, Joakim ANDERSSON a Arutiun EHIASARIAN. High power impulse magnetron sputtering: Current-voltage-time characteristics indicate the onset of sustained self-sputtering. *Journal of Applied Physics* [online]. 2007, **102**(11) [cit. 2022-03-08]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.2817812
- [38] BOHLMARK, Johan, Jones ALAMI, Chris CHRISTOU, Arutiun EHIASARIAN a Ulf HELMERSSON. *Ionization of sputtered metals in high power pulsed magnetron sputtering* [online]. 2005, 23(1), 18-22 [cit. 2022-03-08]. ISSN 0734-2101. Dostupné z: doi:10.1116/1.1818135
- [39] ANDERS, André. A review comparing cathodic arcs and high power impulse magnetron sputtering (HiPIMS). *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, 257, 308-325 [cit. 2022-04-17]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2014.08.043
- [40] *HiPIMS: The Future of PVD Coating Technology* [online]. Cáchy: CemeCon [cit. 2022-04-17]. Dostupné z: https://hipims.cemecon.de/en/
- [41] REOLON, Luca, Myriam AGUIRRE, Kenji YAMAMOTO, Qinfu ZHAO, Igor ZHITOMIRSKY, German FOX-RABINOVICH a Stephen VELDHUIS. A Comprehensive Study of Al0.6Ti0.4N Coatings Deposited by Cathodic Arc and HiPIMS PVD Methods in Relation to Their Cutting Performance during the Machining of an Inconel 718 Alloy. *Coatings* [online]. 2021, **11**(6) [cit. 2022-04-25]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings11060723
- [42] HELMERSSON, Ulf, Martina LATTEMANN, Johan BOHLMARK, Arutiun EHIASARIAN a Jon GUDMUNDSSON. Ionized physical vapor deposition (IPVD): A review of technology and applications. *Thin Solid Films* [online]. 2006, **513**(1-2), 1-24 [cit. 2022-05-15]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2006.03.033

- [43] LUNDIN, Daniel a Kostas SARAKINOS. An introduction to thin film processing using high-power impulse magnetron sputtering. *Journal of Materials Research* [online]. 2012, 27(5), 780-792 [cit. 2022-03-09]. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2012.8
- [44] FEKETE, Matej. Space and time resolved study of reactive HIPIMS process [online]. Brno, 2020 [cit. 2022-04-24]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/wu2x7/. Disertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [45] GUDMUNDSSON, J., N. BRENNING, D. LUNDIN a U. HELMERSSON. *High power impulse magnetron sputtering discharge* [online]. 2012, **30**(3) [cit. 2022-05-17]. ISSN 0734-2101. Dostupné z: doi:10.1116/1.3691832
- [46] SAMUELSSON, Mattias, Daniel LUNDIN, Jens JENSEN, Michael RAADU, Jon GUDMUNDSSON a Ulf HELMERSSON. On the film density using high power impulse magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2010, 205(2), 591-596 [cit. 2022-03-08]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2010.07.041
- [47] CHRISTIE, D. J. Target material pathways model for high power pulsed magnetron sputtering [online]. 2005, 23(2), 330-335 [cit. 2022-03-08]. ISSN 0734-2101. Dostupné z: doi:10.1116/1.1865133
- [48] KONSTANTINIDIS, S., J. DAUCHOT, M. GANCIU, A. RICARD a M. HECQ. Influence of pulse duration on the plasma characteristics in high-power pulsed magnetron discharges. *Journal of Applied Physics* [online]. 2006, 99(1) [cit. 2022-03-08]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.2159555
- [49] ALAMI, J., P. EKLUND, J.M. ANDERSSON, M. LATTEMANN, E. WALLIN, J. BOHLMARK, P. PERSSON a U. HELMERSSON. Phase tailoring of Ta thin films by highly ionized pulsed magnetron sputtering. *Thin Solid Films* [online]. 2007, 515(7-8), 3434-3438 [cit. 2022-03-15]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2006.10.013
- [50] GRECZYNSKI, G., J. LU, J. JENSEN et al. A review of metal-ion-flux-controlled growth of metastable TiAlN by HIPIMS/DCMS co-sputtering. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, 257, 15-25 [cit. 2022-04-17]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2014.01.055
- [51] TIRON, V., E.-L. URSU, D. CRISTEA, D. MUNTEANU, G. BULAI, A. CEBAN a I.-L. VELICU. Overcoming the insulating materials limitation in HiPIMS: Ion-assisted deposition of DLC coatings using bipolar HiPIMS. *Applied Surface Science* [online]. 2019, **494**, 871-879 [cit. 2022-04-18]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2019.07.239
- [52] VILOAN, Rommel, Jiabin GU, Robert BOYD, Julien KERAUDY, Liuhe LI a Ulf HELMERSSON. Bipolar high power impulse magnetron sputtering for energetic ion bombardment during TiN thin film growth without the use of a substrate bias. *Thin Solid Films* [online]. 2019, **688** [cit. 2022-04-17]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2019.05.069
- [53] WU, Baohua, Ian HAEHNLEIN, Ivan SHCHELKANOV et al. Cu films prepared by bipolar pulsed high power impulse magnetron sputtering. *Vacuum* [online]. 2018, **150**, 216-221 [cit. 2022-04-17]. ISSN 0042207X. Dostupné z: doi:10.1016/j.vacuum.2018.01.011
- [54] AIEMPANAKIT, Montri, Tomáš KUBART, Petter LARSSON, Kostas SARAKINOS, Jens JENSEN a Ulf HELMERSSON. Hysteresis and process stability in reactive high power impulse magnetron sputtering of metal oxides. *Thin Solid Films* [online]. 2011,

**519**(22), 7779-7784 [cit. 2022-03-10]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2011.06.021

- [55] ČAPEK, Jiří a Stanislav KADLEC. Return of target material ions leads to a reduced hysteresis in reactive high power impulse magnetron sputtering: Experiment. *Journal of Applied Physics* [online]. 2017, **121**(17) [cit. 2022-03-10]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.4977816
- [56] KUBART, T., O. KAPPERTZ, T. NYBERG a S. BERG. Dynamic behaviour of the reactive sputtering process. *Thin Solid Films* [online]. 2006, **515**(2), 421-424 [cit. 2022-03-10]. ISSN 00406090. Dostupné z: doi:10.1016/j.tsf.2005.12.250
- [57] SIEMROTH, P a T SCHÜLKE. Copper metallization in microelectronics using filtered vacuum arc deposition — principles and technological development. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2000, **133-134**, 106-113 [cit. 2022-03-12]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(00)00883-5
- [58] ALAMI, J., P. PERSSON, D. MUSIC, J. GUDMUNDSSON, J. BOHLMARK a U. HELMERSSON. Ion-assisted physical vapor deposition for enhanced film properties on nonflat surfaces [online]. 2005, 23(2), 278-280 [cit. 2022-03-12]. ISSN 0734-2101. Dostupné z: doi:10.1116/1.1861049
- [59] ALAMI, J, K SARAKINOS, F USLU, C KLEVER, J. DUKWEN a M WUTTIG. On the phase formation of titanium oxide films grown by reactive high power pulsed magnetron sputtering. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. 2009, **42**(11) [cit. 2022-03-15]. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/42/11/115204
- [60] ALAMI, J, K SARAKINOS, F USLU a M WUTTIG. On the relationship between the peak target current and the morphology of chromium nitride thin films deposited by reactive high power pulsed magnetron sputtering. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. 2009, **42**(1) [cit. 2022-03-15]. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/42/1/015304
- [61] SOUČEK, Pavel, Josef DANIEL, Jaroslav HNILICA, Katarína BERNÁTOVÁ, Lukáš ZÁBRANSKÝ, Vilma BURŠÍKOVÁ, Monika STUPAVSKÁ a Petr VAŠINA. Superhard nanocomposite nc-TiC/a-C: H coatings. Surface and Coatings Technology [online]. 2017, 311, 257-267 [cit. 2022-04-18]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.01.021
- [62] EHIASARIAN, A., J. WEN a I. PETROV. Interface microstructure engineering by high power impulse magnetron sputtering for the enhancement of adhesion. *Journal of Applied Physics* [online]. 2007, **101**(5) [cit. 2022-03-15]. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.2697052
- [63] BOUZAKIS, K.-D., S. MAKRIMALLAKIS, G. KATIRTZOGLOU et al. Adaption of graded Cr/CrN-interlayer thickness to cemented carbide substrates' roughness for improving the adhesion of HPPMS PVD films and the cutting performance. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2010, 205(5), 1564-1570 [cit. 2022-04-23]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2010.09.010
- [64] CHHOWALLA, M. Thick, well-adhered, highly stressed tetrahedral amorphous carbon. *Diamond and Related Materials* [online]. 2001, 10(3-7), 1011-1016 [cit. 2022-03-07]. ISSN 09259635. Dostupné z: doi:10.1016/S0925-9635(00)00530-6
- [65] AIJAZ, Asim, Fabio FERREIRA, Joao OLIVEIRA a Tomas KUBART. Mechanical Properties of Hydrogen Free Diamond-Like Carbon Thin Films Deposited by High Power Impulse Magnetron Sputtering with Ne. *Coatings* [online]. 2018, 8(11) [cit. 2022-03-07]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings8110385

- [66] FerroCon (HiPIMS). In: CemeCon: The Tool Coating [online]. Ivančice: CemeCon, 2022 [cit. 2022-04-18]. Dostupné z: https://www.cemecon.cz/povlakovani-ferroconhipims
- [67] ZÁBRANSKÝ, Lukáš. Mechanické vlastnosti tenkých vrstev připravených metodou reaktivního magnetronového naprašování [online]. Brno, 2010 [cit. 2022-04-21]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/h05bi/bakalarska\_prace.pdf. Bakalářská práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [68] 54SiCr6. In: SteelNumber [online]. Kharkov: European Steel and Alloy Grades / Numbers Searchable Database, 2022 [cit. 2022-04-21]. Dostupné z: http://www.steelnumber.com/en/steel\_composition\_eu.php?name\_id=424
- [69] TESCAN MIRA3 FEG-SEM. In: University of Cambridge [online]. Cambridge: University of Cambridge, 2022 [cit. 2022-04-24]. Dostupné z: https://www.ch.cam.ac.uk/analytical/electron-microscopy/tescan-mira3-feg-sem

# SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

# Symboly

Označení	Legenda	Jednotka
В	Magnetická indukce	[T]
$C_s$	Kapacita	[F]
D	Difuzní koeficient	$[cm^2.s^{-1}]$
$D_0$	Prefaktor difuze	$[cm^2.s^{-1}]$
E	Youngův modul	[GPa]
$E_m$	Energie nutná k překročení migrační bariéry	[J]
F	Lorentzova síla	[N]
Н	Tvrdost	[GPa]
I <sub>DC</sub>	Elektrický proud (stějnosměrný)	[A]
Istřední	Střední hodnota elektrického proudu	[A]
L	Indukčnost	[H]
Lc	Mezní vlnová déllka	[µm]
Μ	Molekulární hmotnost částic	[mol]
Ν	Severní magnetický pól	[-]
Pstřední	Středná hodnota výkonu	[W]
R	Poloměr brusné kuličky	[µm]
Ra	Průměrná aritmetická úchylka profilu drsnosti	[µm]
Rc	průměrná výška profilu drsnosti	[um]
Rk	výška jádra profilu drsnosti	[um]
Rku	špičatost profilu drsnosti	[-]
Rmax	maximální vzdáleností okraje řezu od středu centrálního vrcholu	[um]
Rmr	vzájemný materiálový poměr profilu drsnosti	[%]
RMS	Střední kvadratická hodnota drsnosti	[nm]
Rp	největší výška výstupku profilu drsnosti	[um]
Rpk	redukovaná výška výstupků	[um]
Ra	průměrná kvadratická úchvlka profilu drsnosti	[um]
Rsk	šikmost profilu drsnosti	[-]
Rt	celková výška profilu drsnosti	[um]
Rv	neivětší hloubka prohlubně profilu drsnosti	[um]
Rvk	redukovaná hloubka prohlubní	[um]
Rz	neivětší výška profilu drsnosti	[um]
S	Jižní magnetický pól	[-]
Ts	Teplota substrátu	[K]
$T_z$	Teplota zdroje	[] [K]
Usubstrát	Napětí na substrátu	[] [V]
UDC	Napětí (steinosměrné)	
Unřekmit	Napětí kladného překmitu	[V]
Ustřední	Střední hodnota napětí	[V]
Uz	Zápalné napětí	[V]
Y	Rozprašovací výtěžek	[-]
k	Boltzmannova konstanta	[J.K <sup>-1</sup> ]
1	Střední volná dráha atomů	[cm]
D	Tlak nasycených par	[Pa]
r Q	náboi	[J]
r r	tok částic dopadajících na terč	$[cm^2.s^{-1}]$
- <b>r</b> 1	Vnitřní poloměr mezikruží	[um]
$\mathbf{r}_2$	Vnější poloměr mezikruží	[µm]
-		

t	Čas	[s]
t	Tloušťka povlaku	[µm]
ν	rychlost	[m.s <sup>-1</sup> ]
z (x)	Výšková souřadnice v závislosti na poloze x	[µm]
θ	Úhel dopadu iontu na terč	[°]

## Zkratky

Označení	Legenda
BCC	Body Centered Cubic
BSE	Backscattered Electrons
CBN	Cubic Boron Nitride
CFC	Chlorofluorocarbon
CVD	Chemical Vapour Deposition
DC	Direct Current
DCMS	Direct Current Magnetron Sputtering
DLC	Diamond Like Carbon
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
FM	Frand-van de Merwe
HiPIMS	High Power Impulse Magnetron Sputtering
HV	Tvrdost dle Vickerse
IPVD	Ionized Physical Vapour Deposition
MTCVD	Middle Temperature Chemical Vapour Deposition
OES	Optical Emission Spectroscopy
PCVD	Plasma Chemical Vapour Deposition
PDCMS	Pulsed Direct Current Magnetron Sputtering
PVD	Physical Vapour Deposition
RF	Radio Frequency
SE	Secondary Electrons
SEM	Scanning Electron Microscopy
SK	Stransky-Krastanov
VW	Volmer-Weber