



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# POKROČILÉ ABRAZIVZDORNÉ POVLAKY PRO VAKUOVÉ SYSTÉMY

ADVANCED ABRASION RESISTANT COATINGS FOR VACUUM SYSTEMS

**DISERTAČNÍ PRÁCE**  
DOCTORAL THESIS

**AUTOR PRÁCE**  
AUTHOR

Ing. EDUARD HÉGR

**VEDOUCÍ PRÁCE**  
SUPERVISOR

prof. Ing. JIŘÍ ŠVEJCAR, CSc.

BRNO 2021

## **ABSTRAKT**

Práce je zaměřena na výzkum pokročilých povrchových úprav, které mají přímý vliv na zvyšování užitečných vlastností vakuových systémů (např. snížení opotřebení jednotlivých součástí vývěvy, netečnost povrchu vůči agresivním plynům/molekulám), ale také mohou sekundárně ovlivnit i jiné významné vlastnosti vývěvy (např. snížení teploty vývěvy). Studované vrstvy/povlaky jsou rozděleny do tří oblastí (i) tvrdá anodická vrstva, (ii) tvrdá anodická vrstva s PTFE povlakem a (iii) DLC povlak. Výchozím materiálem (substrátem) je slitina na bázi hliníku, která se pro tento účel využívá. V rámci předložené práce byl prokázán vliv na zvýšení materiálově-fyzikálních vlastností jako např. zvýšení tvrdosti a otěruvzdornosti povrchu po aplikaci anodické vrstvy s PTFE povlakem. Teoretická část popisuje základní principy přípravy abrazivzdorných vrstev/povlaků a zároveň seznamuje s fyzikou vakua a základními principy se získáváním vakua, které podávají ucelený obraz o významnosti věnování se pokročilým povlakům. Experimentální část je rozdělena na zhodnocení mikrostruktury materiálu vzorků a druhá část je zaměřena na experimenty potřebné k získání/proměření potřebných vlastností, které mohou být dále využity pro predikci poškození vrstev/povlaků.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Pokročilé abrazivzdorné povlaky, anodická vrstva s PTFE, vakuum, tvrdost, součinitel opotřebení.

## **ABSTRACT**

The thesis is focused on research of advanced surface resistant coatings which have a direct effect on increasing of functional properties of vacuum systems (eg reducing wear of individual pump components, surface inertia to aggressive gases/molecules). But they can also secondarily affect other important pump properties (eg reducing pump temperature). The studied layers/coatings are divided into three areas (i) hard anodic layer, (ii) hard anodic layer with PTFE coating and (iii) DLC coating. The initial material (substrate) is an aluminum-based alloy, which was used for this purpose. In presented thesis, the influence on increase of material and physical properties was demonstrated, such as the increase of hardness and abrasion resistance of the surface after the application of the anodic layer with PTFE coating. The theoretical part of thesis describes the basic principles of preparation of abrasion-resistant layers/coatings and also introduces the vacuum physics. It shows the basic principles of obtaining vacuum, which give a comprehensive picture of the importance of working with advanced coatings. The experimental part is divided into the evaluation of the microstructure of the sample material and the second part is focused on the experiments needed to obtain/measure the required properties, which can be further used to predict damage of the layers/coatings.

## **KEY WORDS**

Advanced abrasion resistant coatings, anodic layer with PTFE, vacuum, hardness, wear coefficient.

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

HÉGR, E. Pokročilé abrazivzdorné povlaky pro vakuové systémy. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2021. 91 s. Vedoucí disertační práce prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.

### **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem disertační práci na téma Pokročilé abrazivzdorné povlaky pro vakuové systémy vypracoval samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Disertační práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího práce a děkana FSI VUT v Brně.

Datum:

.....

Eduard Hégr

## PODĚKOVÁNÍ

Rád bych na tomto místě velmi poděkoval svému školiteli prof. Ing. Jiřímu Švejcarovi, CSc., a taktéž svému školiteli specialistovi doc. Ing. Ladislavovi Čelkovi, Ph.D., bez nichž by tato práce nevznikla. Především bych jim chtěl poděkovat za to, že tu byli kdykoli jsem potřeboval, dále za jejich cenné rady a zejména za velkou trpělivost.

Dále bych rád poděkoval zaměstnancům ÚMVI FSI VUT, CEITEC VUT a UO v Brně za jejich vstřícný přístup a pomoc při řešení experimentální části disertační práce. Jmenovitě bych chtěl poděkovat Ing. Lence Klakurkové, Ph.D., Ing. Martinu Julišovi, Ph.D. a Ing. Pavlu Gejdošovi, Ph.D. za jejich velkou podporu.

Ten největší dík patří mé rodině, manželce a mým rodičům, kteří mě podporovali a byli mou největší oporou za všech situací po celou dobu nejen během doby vysokoškolského studia.

# OBSAH

OBSAH.....	6
1 ÚVOD.....	1
2 LITERÁRNÍ STUDIE ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY.....	3
2.1 Vakuové systémy/vývěvy.....	3
2.1.1 Získávání vakua.....	3
2.2 Vývěvy.....	4
2.2.1 Vývěvy, rozdělení vývěv.....	4
2.2.2 Přehled oblasti použití vývěv.....	5
2.2.3 Základní princip vývěvy určené pro výzkum.....	6
2.2.4 Základní požadavky kladené na vakuový systém/vývěvu.....	7
2.3 Slitiny hliníku a možnosti jejich povrchových úprav.....	9
2.3.1 Hliník a jeho slitiny.....	9
2.3.1.1 Čistý hliník.....	9
2.3.2 Slitiny hliníku.....	10
2.3.2.1 Základní rozdělení slitin hliníku.....	10
2.3.2.2 Označování hliníku a jeho slitin.....	11
2.3.2.3 Hlavní legující prvky a přísady slitin hliníku.....	11
2.3.2.4 Slévárenské slitiny hliníku.....	12
2.3.2.5 Tvářené slitiny hliníku.....	13
2.4 Předúprava povrchu a základní rozdělení povlaků.....	15
2.5 Anorganické povlaky.....	15
2.5.1 Anodická oxidace.....	15
2.5.1.1 Vlastnosti vrstvy.....	16
2.5.1.2 Základní princip procesu.....	17
2.5.1.3 Fyzikální teorie tvorby anodizované vrstvy.....	18
2.5.1.4 Technologie anodické oxidace hliníkových slitin.....	19
2.5.2 DLC.....	23
2.5.2.1 Princip vytváření povlaku.....	24
2.5.2.2 Technologie.....	25
2.5.2.2.1 Iontové čištění.....	25
2.5.2.2.2 Fyzikální depozice (PVD).....	26
2.5.2.2.3 Chemická depozice (CVD).....	26
2.6 Organické povlaky.....	27
2.6.1 Teflon® (PTFE).....	27
2.6.1.1 Princip vytváření povlaku.....	28
2.6.1.2 Technologie.....	28

2.6.1.2.1	Iniciace radikálové polymerizace .....	29
3	CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE .....	30
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST DISERTAČNÍ PRÁCE .....	30
4.1	Experimentální materiál .....	30
4.1.1	Výchozí materiál (substrát) a metody přípravy vzorků .....	30
4.1.2	Výchozí materiál s anodizovanou vrstvou.....	32
4.1.3	Výchozí materiál s DLC povlakem .....	34
4.1.4	Výchozí materiál s anodizovanou vrstvou a PTFE .....	35
4.2	Metody testování, analýzy.....	36
4.3	Vzorky z dílce s anodizovanou vrstvou .....	37
4.3.1	Příprava metalografických vzorků z dílců a systém vyhodnocování .....	37
4.3.2	Analýza mikrostruktury .....	39
4.3.3	Analýza chemického složení částic .....	41
4.3.4	Analýza tloušťky vrstvy .....	41
4.3.5	Analýza povrchu vrstvy .....	42
4.3.6	Měření drsnosti .....	43
4.3.7	Měření tvrdosti .....	44
4.3.8	Dílčí závěry.....	44
4.4	Experimentální vzorky – příprava metalografických preparátů.....	45
4.5	Experimentální vzorky s anodizovanou vrstvou a anodizovanou vrstvou s PTFE ..	46
4.5.1	Analýza mikrostruktury .....	46
4.5.2	Analýza chemického složení částic .....	49
4.5.3.	Analýza tloušťky vrstvy a povlaku.....	49
4.5.4	Analýza povrchu vrstvy .....	49
4.5.5	Měření drsnosti .....	50
4.5.6	Měření tvrdosti .....	51
4.5.7	Dílčí závěry.....	52
4.6	Experimentální vzorky s DLC povlakem.....	52
4.6.1	Analýza mikrostruktury .....	52
4.6.2	Analýza chemického složení částic .....	53
4.6.3	Analýza tloušťky povlaku.....	55
4.6.4.	Analýza povrchu povlaku.....	55
4.6.5	Měření drsnosti .....	56
4.6.6	Měření tvrdosti .....	56
4.6.7	Dílčí závěry.....	57
4.7	Vrypový test (SCRATCH TEST) .....	58
4.7.1	Dílčí závěry.....	61



4.8	Tribologické chování vrstev a povlaků .....	61
4.8.1	„Ball-on-Disc / Ball-on-Flat“ test.....	62
4.8.2	Výsledky testu metody „Ball-on-Disc / Ball-on-Flat“.....	63
4.8.3	Dílčí závěry.....	66
4.9	Numerický model poškozování vrstev a povlaků a ekonomická rozvaha .....	67
4.9.1	Dílčí závěry.....	75
5	ZÁVĚR.....	76
6	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....	78
7	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK.....	90
8	SEZNAM AKTIVIT AUTORA .....	91
8.1	Seznam publikací.....	91
8.2	Projekty.....	91

# 1 ÚVOD

V posledních letech zažívá vakuum obrovský „BOOM“ a je všude kolem nás, aniž bychom si to uvědomovali. Denně je využíváno ve strojírenství, v automobilovém průmyslu (např. k uchopování skel), snižování energetických požadavků a zvyšování kvality materiálů (hutní průmysl), v technologiích výroby elektrotechnických součástek (elektrotechnický průmysl, mikroprocesory,...), při analýzách či bádání nad strukturami materiálů (vědecké odvětví) a dokonce i při pití ranního šálku kávy (potravinářský průmysl), kdy je pomletá káva vakuově balena, aby si déle uchovala svou vůni a chuť, či příprava instantní kávy tzv. vymrazováním. Taktéž i člověk sám o sobě vytváří vakuum (dýcháním), aniž si to uvědomuje. Toto je jen nepatrný výčet použití vakua, ale dostatečný na uvědomění si, že vakuum je opravdu všude kolem nás. Vakuum lze rozdělit na umělé (člověkem vytvořené) a přirozené (vesmír, lidské dýchání).

Co je vlastně vakuum? Vakuum pochází z latinského slova *vacuus*, nebo-li prázdný. V teoretické fyzice je definované vakuum jako stav systému s nejnižší možnou energií. Ideálním případem vakua je stav, kdy se v daném prostoru nevyskytuje žádná částice. Jedná se o část prostoru, který neobsahuje hmotu, ale maximálně může obsahovat elektrické a magnetické pole [1,2].

V praxi se používá dvou typů definice:

1. Dle německé normy DIN 28400, která vakuum charakterizuje takto: „Vakuum je stav plynu, který má menší hustotu než atmosféra na zemském povrchu“.
2. Podobnou, nikoli však stejnou definici použila americká vakuová společnost v roce 1958. Vakuum je stav plynu, jehož tlak je nižší než tlak atmosférický ( $1,01325 \cdot 10^5 \text{ Pa} = 760 \text{ Torr}$ ). Tato definice je nejhojněji používána ve světě vakuové techniky, neboť umožňuje podrobněji rozdělit vakuum.

Díky výše zmíněné definici lze rozdělit vakuum na:

1. Nízké vakuum (angl. Low Vacuum):  $10^5 \text{ Pa} - 3,3 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ ,
2. střední vakuum (angl. Medium Vacuum):  $3,3 \cdot 10^3 \text{ Pa} - 10^{-1} \text{ Pa}$ ,
3. vysoké vakuum (angl. High Vacuum):  $10^{-1} \text{ Pa} - 10^{-7} \text{ Pa}$ ,
4. ultra vysoké vakuum (angl. Ultra High Vacuum):  $10^{-7} \text{ Pa} - 10^{-10} \text{ Pa}$ ,
5. extrémní vakuum (Extreme High Vacuum):  $< 10^{-10} \text{ Pa}$ .

Kde má kořeny vakuová fyzika? Podíváme-li se do historie, tak první zmínky můžeme nalézt již v 17. století za dob Newtona, Galileiho a dalších. V tomto období se Galilei zabýval problémem, proč vodní pumpy nezvednou vodu do výšky větší než deset metrů? Co se nachází v prostoru přetržení vodního sloupce? V této době si lidé mysleli, že vakuum nelze vytvořit, že prázdnota neexistuje.

Roku 1643, Galileův žák, Torriceli provedl pokus se rtuť. V uzavřené trubici vytvořil sloupec rtuť o výšce 76 cm, nad ním vzniklo vakuum. Vznik vakua Torriceli správně popsal v souvislosti s tlakem atmosféry. Prázdný prostor byl vytvořen a tím tak položeny základy fyziky vakua. Po Torricelim je pojmenována jedna z nejpoužívanějších jednotek tlaku – 1Torr = 1 mm sloupce rtuť. Během několika dalších let byly sestrojeny slavné Magneburské polokoule, které byly čerpány vývěvou s dřevěným pístem sestrojenou Otto von Guerickem. Tyto pokusy vyvrátily Aristotelovo tvrzení, že příroda nesnáší prázdnotu, které bylo dogmatem. Ačkoliv možnost existence vakua (prázdného prostoru) byla zdánlivě mnohokrát vyvrácena v různých filosofických traktátech.

Pokusy provedené na polokoulích, Guerickem, otevřely vědcům oči a ti posléze zavrhlí Aristotelovy představy o prostoru a zaměřili se na antické atomistické koncepce, ve kterých byla prázdnota přímo vyžadována pro pohyb atomů.

Osobnosti jako Hooke, Boyle, Papin sestrojili před koncem 17. století několik dalších vývěv, které dosahovaly tlaků v řádu jednotek kPa. Největším technickým problémem bylo těsnění. Tvorba vakua nebyla předmětem jejich bádání, ale potřebovali ho pro svou práci. Vakuum s tlakem v řádu jednotek kPa bylo postačující dlouhých 200 let. Geissler v 19. století zkonstruoval vývěvu, která využívala rtuť jako píst a to při pokusech průchodu elektrického proudu ve zředěných plynech. Touto konstrukcí odstranil problém s těsněním. Dalším zdokonalováním konstrukcí bylo dosažení tlaku v řádu desetin Pa (Töpler, Sprengel).

V 18. století dal teoretické základy vakuové fyziky (tak jak je nyní známe), Bernoulli, svou rozpravou o kinetické energii molekul. Tato teorie z počátku nebyla uznávána, neboť se přiklánělo k fluidové teorii tepla. Až v 19. století podal Joule potřebný důkaz o pravdivosti Bernoulliho teorie pokusem o ekvivalenci tepla a práce. Dosažení nižšího tlaku přinesl jeden do té doby „opomíjený“ problém. Měření nízkého tlaku. V roce 1874 zkonstruoval McLeod kompresní manometr, který se dodnes používá ke kalibraci jiných manometrů. Přelom ve vakuové technologii způsobil vynález žárovky roku 1879 fyzikem Edisonem. Žárovka se stala prvním sériově vyráběným produktem, který využíval vakuum. Od této doby se stalo získávání vakua technickým a průmyslovým oborem.

Ve druhé polovině 19. stol. dochází k dalšímu rozvoji kinetické teorie plynů a na konci tohoto století přichází další řada objevů úzce spjatých s vakuem – objev RTG, elektronů, elektronky, diody. Dalším neméně významným činem bylo experimentální prokázání pravdivosti kinetické teorie plynů. Ihned na počátku 20. stol. nastal průlom v možnostech dosažení nízkých tlaků. Objev molekulární vývěvy (1912), difúzní vývěvy (1913) a kryosorpční vývěvy (1904) umožnil rychlé čerpání větších objemů a dosažení nižšího tlaku. Vznikají a vyvíjejí se taktéž nepřímé metody měření tlaků.

Mezi válkami rozvoj průmyslu dává prostor výrobě vakuových zařízení, také rozvoj jaderné fyziky (urychlovače) podporuje vakuové technologie. Ve druhé polovině 20. století bylo dosaženo tlaku  $10^{-6}$  Pa, což bylo umožněno zdokonalením difúzní vývěvy a objevem frakční vývěvy. Teoretické znalosti také nezaostávaly. Langmuir se věnoval studiu povrchových procesů látek ve vakuu. Dále se zdokonalovala technologie pomocí užití nových materiálů (wolfram, molybden, tantal).

S koncem druhé světové války přichází mnoho dalších objevů, v 50. letech se spojují jednotlivá odvětví zabývající se problémy vakua a vzniká nový fyzikální obor – vakuová fyzika, která se zabývá studiem objemových a povrchových procesů, které způsobují změnu počtu částic v prostoru s vakuem. V současné době se stala vakuová technika nedílnou součástí špičkového výzkumu a mnohých odvětví průmyslu.

Současné výrobní společnosti, využívající ke své práci vakuum či aplikují vakuové systémy (vývěvy) jako součást svých přístrojů (např. v hmotnostních spektrometrech) a přicházejí postupně s požadavky na netečnost materiálu vůči agresivním plynům/molekulám, na snižování energetické spotřeby, teploty, vibrací, zvyšování životnosti, čerpacích rychlostí atd. u jimi využívaných vývěv. Tato práce se zaměřuje na některé z těchto požadavků (resp. přání zákazníků), obzvláště pak na zvyšování životnosti.

## 2 LITERÁRNÍ STUDIE ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

### 2.1 Vakuové systémy/vývěvy

Tato kapitola je zaměřena na uvedení do problematiky vakuových systémů, porozumění základních principů získávání vakua. V neposlední řadě kapitola seznamuje s vývěvou, zejména jejími částmi. Díky tomuto porozumění nejen z konstrukčního hlediska, ale i uvědomění si veškerých souvislostí, které jsou s vývěvou spojeny. Tzn. v jakém prostředí bude pracovat, jaké typy plynů bude čerpat, až po další funkční požadavky/podmínky (od interních až po požadavky ze strany trhu). Díky tomuto porozumění se naskytl vědeckotechnický přístup z hlediska materiálových věd a souvisejících/navazujících vědních oborů.

#### 2.1.1 Získávání vakua

Prostředkem získávání vakua (tj. nižšího tlaku) je vývěva. Jedná se o stroj, který usměrňuje tok plynu jedním směrem. Tuto vývěvu můžeme považovat za otvor o ploše  $S$  do prostoru s nižším tlakem. Připojíme-li libovolný systém s tlakem  $p_1$  k jinému libovolnému systému s tlakem  $p_2$ , začnou otvorem mezi oběma systémy proudit molekuly ( $N_1$  a  $N_2$ ) oběma směry. Počet molekul vytékajících ze systému do vývěvy je dán rozdílem:

$$N_1 - N_2 = S(p_1 - p_2) \sqrt{\frac{N_A}{2\pi kMT}}. \quad [3]$$

kde je  $S$ ...plocha [ $\text{m}^2$ ],

$N_A$ ...Avogadrova konstanta [ $\text{mol}^{-1}$ ],

$k$ ... Boltzmanova konstanta [ $\text{J.K}^{-1}$ ],

$M$ ... molární hmotnost plynu [ $\text{kg.mol}^{-1}$ ],

$R$ ... univernální plynová konstanta [ $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ ],

$T$ ...teplota [ $\text{K}$ ].

Druhou a neméně významnou charakteristikou vývěvy je její čerpací rychlost  $S_p$  [ $\text{ls}^{-1}$ ].

$$S_p = 3,64S(p_1 - p_2) \sqrt{\frac{T}{M}}. \quad [3]$$

Čerpací rychlost je funkcí tlaku v systému (tzv. čerpací charakteristika) a  $p_2$  je tzv. mezní, tedy nejnižší možný tlak, kterého je vývěva schopna dosáhnout.

Stav systému je popsán stavovou rovnicí, která je vztahem mezi teplotou  $T$ , tlakem  $p$ , objemem  $V$  a látkovým množstvím  $n$ . Obecně platné termodynamické principy můžeme zapsat v diferenciálním tvaru:

$$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_{V,n} > 0, \quad \left(\frac{\partial p}{\partial V}\right)_{T,n} \leq 0, \quad \left(\frac{\partial p}{\partial n}\right)_{T,p} \geq 0. \quad [3]$$

Výše zmíněné rovnice nám ukazují, že tlak systému může být snížen jedním nebo kombinací několika z následujících postupů:

1. Snížením teploty systému při konstantním objemu systému a konstantním látkovém množství v něm.
2. Zvýšením objemu systému při konstantní teplotě a konstantním počtu molů.
3. Snížením látkového množství v systému za konstantní teploty a objemu.

Zároveň tyto postupy můžeme použít nejen ke snížení tlaku (získání vakua), ale naopak i ke zvýšení tlaku v systému.

## 2.2 Vývěvy

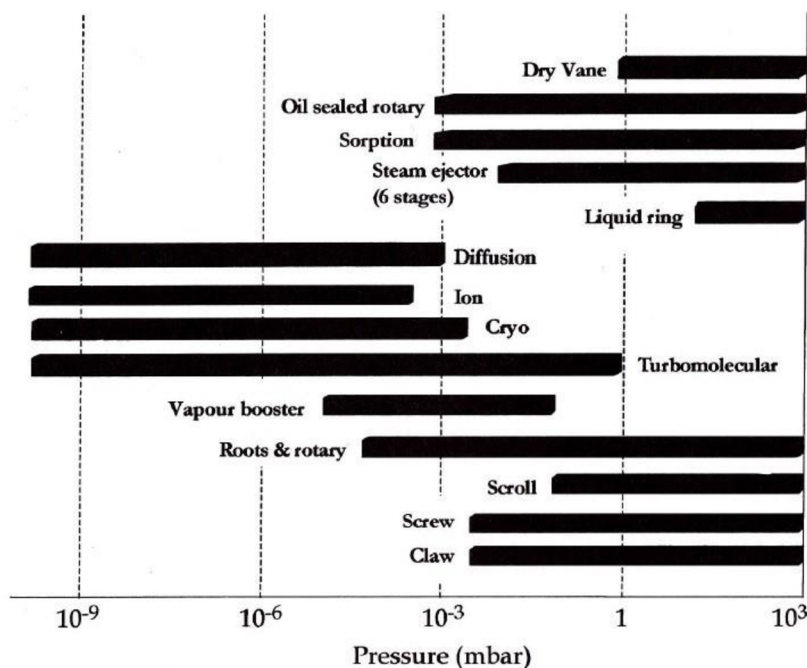
### 2.2.1 Vývěvy, rozdělení vývěv

Vývěvy mohou být rozlišeny dle způsobu, jakým dosahují vakua (snížení tlaku). Jedná se o vývěvy transportní a adsorpční. Toto základní rozdělení již vypovídá samo o sobě o způsobu práce vývěv, jakým jsou schopny dosáhnout vakua. Transportní vývěvy odčerpávají z evakuovaného prostoru molekuly plynu, které procházejí vývěvou, zatímco vývěvy adsorpční tyto molekuly zachycují uvnitř vývěvy. Další nedílnou součástí jejich funkce je to, že vývěvy transportní dokáží pracovat kontinuálně, kdežto adsorpční mohou pracovat pouze v cyklech. Transportní vývěvy dále dělíme na mechanické a hybnostní. Mechanické vývěvy dosahují snižování tlaku cyklickou změnou objemu ve vývěvě. Hybnostní vývěvy předávají molekulám čerpaného plynu rychlostní impuls ve směru čerpání plynu. Přehled typů vývěv ukazuje tabulka níže. Neobsahuje všechny typy vývěv, které se v současnosti vyrábí, ale slouží alespoň jako základní přehled.

Vývěvy / Vacuum pumps	Transportní / Gas transfer pump	Mechanické / Positive displacement pump	Pístové / Reciprocating pump	Membránová (Diaphragm pump),...	
			Rotační / Rotary displacement pump	Olejem těsněné / Oil sealed	Rotační olejová (Rotary oil sealed pump).
				Suché / Dry	Rootsova (Roots pump), Spirálová (Scroll pump),...
	Hybnostní / Kinetic pump	Vodní (Liquid ring pump), Difuzní (Diffusion pump), Molekulární / Turbomolekulární (Molecular / Turbomolecular pump), Iontová (Ion pump),...			
	Adsorpční / Entrapment pump	Kryokondenzační (Condensation freezing pump), Kryosorpční (Cryopump),...			

Tabulka 1: Rozdělení vývěv [4].

Doplňujícím rozdělením k výše uvedené tabulce (mechanického principu) je užití vývěv dle rozsahu tlaku, ve kterém jsou schopny pracovat (resp. jejich mezního tlaku, kterého mohou dosáhnout).



Obrázek 1: Rozdělení vývěv dle rozsahu tlaků [4].

Vysvětlivky:

*Pressure* – tlak. Vývěva: *Claw* – drápková, *Screw* – šroubová, *Scroll* – spirálová, *Roots & rotary* – Rootsova a rotační, *Vapour booster* – velká difuzní, *Turbomolecular* – turbomolekulární, *Cryo* – kryosorpční, *Ion* – iontová, *Diffusion* – difuzní, *Liquid ring* – vodní, *Steam ejector* – pární (malá difuzní), *Sorption* – sorpční, *Oil sealed rotary* – rotační, olejem těsněná, *Dry Vane* – suchá lopatková (rotační).

### 2.2.2 Přehled oblasti použití vývěv

Využití vývěv může být shrnuto do dvou hlavních kategorií (průmyslová, vědecká), které budou podrobněji rozděleny dle požadované úrovně vakua.

#### a) Průmyslové využití:

##### 1. Hrubé vakuum (blízké atmosférickému tlaku až k 1 mbar):

- Mechanická manipulace, vakuové balení a tvarování, odplyňování, odplyňování olejů, filtrace, impregnace elektrických součástek, výroba polovodičových součástek.

##### 2. Střední až vysoké vakuum (kolem $10^{-4}$ mbar):

- Vymrazování, metalurgické procesy (tavení, odlévání, pájení, sintrování,...), chemické procesy (vakuová destilace, vymrazování), výroba polovodičových součástek.

##### 2. Vysoké vakuum (kolem $10^{-6}$ mbar):

- Kryogenní a elektrická izolace, žárovky, CRT televize, rentgenové zářivky, dekorativní, optické a elektrické pokovování, hmotnostní spektrometry.

#### a) Vědecké využití:

##### 1. Vysoké vakuum (kolem $10^{-6}$ mbar):

- Elektronové mikroskopy, analytické hmotnostní spektrometry, urychlovače částic, vesmírné simulátory.

## 2. Ultra vysoké vakuum (kolem $10^{-9}$ mbar):

- Jaderné experimenty, FEM a FIM mikroskopy, skladovací prstence pro urychlovače částic, analýza povrchů, specializované vesmírné experimenty.

### 2.2.3 Základní princip vývěvy určené pro výzkum

Jelikož hmotnostní spektrometry využívají především spirálových suchých vývěv (důvody využití jsou uvedeny v textu níže), bylo rozhodnuto, provést výzkum na tomto typu vývěvy.

#### Spirálová vývěva

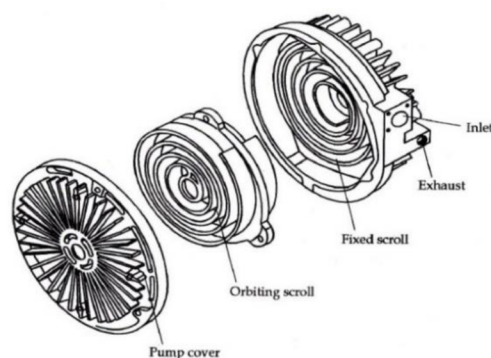
Princip spirálové vývěvy byl popsán již v roce 1905 Francouzem Leonem Creuxem, ale nikdy nebyla spuštěna sériová výroba, neboť technologie té doby neumožňovala efektivně vyrábět takto složitý tvar (viz obrázky níže). A to i přes fakt, že principiálně je vývěva velmi jednoduchá (mechanismus je složen ze dvou protikusů - statoru a rotoru). Dle tvaru mechanismu se taktéž někdy přezdívá jako „šneková“ vývěva, neboť připomíná šnečí ulitu. Sériová výroba této vývěvy začala až v 70. letech, kdy se výrazně zvýšila výroba kompresorů na hélium a ledniček, a zejména technologie obrábění umožnila vyrábět v požadované přesnosti (v desítkách mikronů). Masové rozšíření přesného obrábění taktéž snížilo finanční náročnost výroby.

Tento typ vývěvy skrývá v sobě řadu výhod, díky kterým je velmi žádaná. Výčet bude psán od nejvýznamnějších až po „méně“ významné. Jedná se o suchou vývěvu, což přináší největší benefit pro vědecké aplikace či průmysl, kde je požadována vysoká čistota v čerpaném prostoru (resp. prostor nesmí být kontaminován olejovými částicemi). Těsní na základě malých vůlí mezi žebry (ve vertikální poloze) – za chodu je vůle kolem 25 mikronů. V horizontální poloze těsnění zprostředkovává tzv. „TIP SEAL“ (těsnění), obrázek 2. Čerpací rychlost vývěvy se pohybuje v rozmezí (5 – 50) m<sup>3</sup>/h, dosažené vakuum je kolem  $10^{-3}$  mbar, stlačování plynu probíhá kontinuálně (tj. ne v cyklech/fázích jako u olejových vývěv) a v neposlední řadě jsou to malé rozměry.

Obrázek 3 znázorňuje mechanismus a tvar ústrojí. Jedná se o zdvojený mechanismus (o stejných parametrech) tzn., že vývěva obsahuje dva pracovní prostory pro zvýšení (zdvojnásobení) rychlosti čerpání. V současné době se již tento typ nepoužívá (prodrazuje výrobu a je extrémně citlivý na technologii výroby a rozměry). Obrázek 4 zobrazuje, jak může vypadat konstrukce uplatněná v reálné praxi.



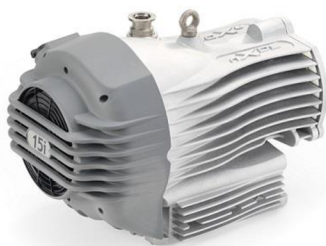
Obrázek 2: TIP SEAL.



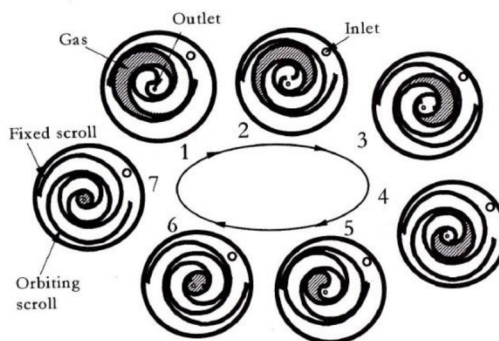
Obrázek 3: Schéma ústrojí [4].

Vysvětlivky:

*Pump cover* – kryt vývěvy, *orbiting scroll* – rotující spirála/rotor, *fixed scroll* – pevná spirála/stator, *exhaust* – výfuk, *inlet* – vstup.



Obrázek 4: Komerční vzhled vývěvy.



Obrázek 5: Princip funkce vývěvy [4].

Vysvětlivky:

*Gas* – plyn, *outlet* – odvod, *inlet* – vstup, *orbiting scroll* – rotující spirála/rotor, *fixed scroll* – pevná spirála/stator.

Obrázek 5 detailně popisuje princip funkce vývěvy. Plyn je nasán (krok 1) a postupuje (resp. je kontinuálně stlačován) z vnější strany vývěvy až do jejího středu (kroky 2 - 6). V kroku 7 je plyn stlačen na tlak vyšší než atmosférický a je vypuštěn do atmosféry.

#### 2.2.4 Základní požadavky kladené na vakuový systém/vývěvu

Jelikož značná část trhu je zaměřena na vývoj a výrobu hmotnostních spektrometrů, je třeba, aby vývěva splňovala specifická kritéria:

1. Požadavky na vývěvu spojené s procesem a funkčností spektrometru:
  - a. Musí se jednat o suchou vývěvu. Nejvhodnější typ - spirálová vývěva.
    - i. Dlouhodobě je tento typ zákazníky vyhledáván.
  - b. Vývěva bude pracovat pouze v určitém (velmi úzkém rozmezí tlaku), ale kontinuálně.
    - i. Zákazník dodal pracovní režim (cyklus) vývěvy.
  - c. Minimální vibrace vývěvy, aby byla minimalizována nutnost dodatečného odstínění vývěvy vůči zařízení – vývěva je umístěna uvnitř přístroje.
2. Vývěva (technické požadavky):
  - a. Zvýšení servisního intervalu vývěvy (nejlépe na dvojnásobek).
  - b. Stejná čerpací rychlost, případně lepší (tzn. 35m<sup>3</sup>/hod či vyšší).
  - c. Vývěva musí být inertní vůči agresivním plynům/molekulám.
  - d. Udržení kompaktních rozměrů.

Na základě zákaznických požadavků, interní analýzy současného stavu vývoje spirálových vývěv a požadavku/omezení na ponechání typu konstrukce a všeobecně co nejmenších zásahů do vývěvy, byla sestavena základní rozhodovací tabulka (tabulka 2), ze které vyplývá, které směry vývoje připadají v úvahu, a které je třeba podrobit detailní analýze.



Díly	Rotor a stator (spirála)	Povlaky	Anorganické	Anodizovaná vrstva
				DLC
			Anodizovaná vrstva + DLC	
			Anodizovaná vrstva + Teflon®	
		Organické	Teflon®	
	Materiál (hliníková slitina)	Současný		
Nový				
	Těsnění (TIP SEAL)	FTL AVALON 57 Moldflon		
Konstrukce	MPP Změna konstrukce či tvaru rotoru/statoru (nelze aplikovat).			
Jiné	Kombinace výše zmíněných.			

Tabulka 2: Rozhodovací tabulka.

Vysvětlivky:

*DLC*: Diamond like Carbon.

*Teflon®*: Obchodní značka pro PTFE.

*FTL*: Společnost vyrábějící současné těsnění pro standardní vývěvy (spirálové), termoplast s nízkým podílem teflonu.

*AVALON 57*: Termoplast s vyšším podílem teflonu.

*Moldflon*: Nový typ termoplastu s unikátními fyz.-mechanickými vlastnostmi a nejvyšším možným podílem teflonu.

*MPP*: Multi-pitch points – software pro výpočet počtu a místa uchycení těsnění.

V tabulce je zahrnuta i konstrukce, ale pouze změna umístění a počet uchycení těsnění, které bylo povoleno, aby bylo docíleno rovnoměrného opotřebení těsnění a přítlačná síla působila taktéž rovnoměrně po celém těsnění (tj. nedocházelo k netěsnostem systému).

Dále bylo upuštěno od změny samotného materiálu, neboť by byly nároky na délku testování enormně zvýšeny (v řádů měsíců až roků), což bylo nepřijatelné a zároveň finančně náročné, neboť by se musely dotčené produktové řady, technologie revalidovat.

V době konečného testování vývěv nebyly dodány výrobcem Moldflonu testovací vzorky, kvůli čemuž bylo testování této varianty pozastaveno a upuštěno od ní.

Zaměření se na povrchové úpravy bylo jediným východiskem, které vzešlo z požadavku zákazníka a cíle firmy (z hlediska technického, technologického, časového a zejména finančního).

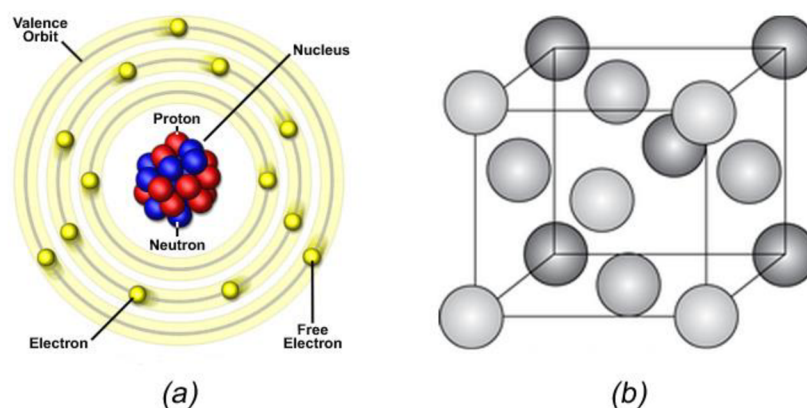
## 2.3 Slitiny hliníku a možnosti jejich povrchových úprav

Slitiny na bázi hliníku jsou klíčovým materiálem pro výrobu spirálových vývěv. Je to dáno nejen historickým vývojem, jakož i know-how společnosti, ale i fakty, kdy pro tento typ materiálu a vývěv jsou určeny separátní výrobní budovy, speciální výrobní, skladovací technologie až po v neposlední řadě samotné vlastnosti materiálu a jeho příznivá cena.

### 2.3.1 Hliník a jeho slitiny

#### 2.3.1.1 Čistý hliník

Hliník je chemický prvek z třetí grupy periodické soustavy prvků. Jeho atomové číslo je 13, elektronová struktura [Ne] 3s<sup>2</sup> 3p<sup>1</sup>, viz obrázek 6 a [5], a relativní atomovou hmotnost 26,9815 či 26,98974 stanovenou metodami izotopové hmotnostní spektrometrie <sup>12</sup>C a <sup>16</sup>O. Je to izomorfní kov stříbřitě-bílé barvy, v přírodní formě krystalizující v krystalové mřížce kubické plošně středěné, viz obrázek 6 b [6]. Ačkoli lze u hliníku uměle syntetizovat izotopy Al<sup>23-29</sup>, v přírodní formě nemá izotop žádný [7].



Obrázek 6: Hliník (a) struktura atomu, (b) krystalová mřížka.

Vysvětlivky:

*Valence orbit* – valenční orbit, *Nucleus* – jádro, *Proton* – proton, *Neutron* – neutron, *Free electron* – volný elektron, *Electron* – elektron.

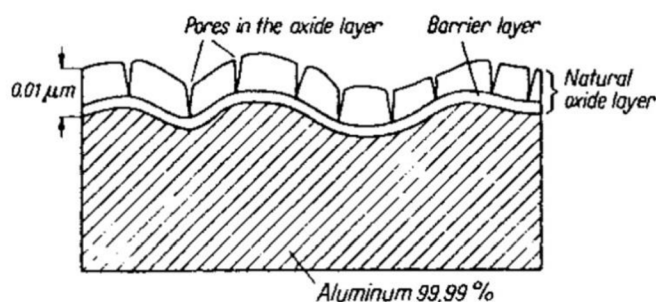
V závislosti na množství nečistot lze primární hliník rozdělit do několika základních skupin, viz. tabulka 3. Surový hliník připravený Hall-Heroultovou metodou dosahuje čistoty až 99,5 hm.% Al. Pro zvláštní účely je dále možné hliník rafinovat elektrolyticky nebo chemicky až na čistotu 99,999 hm.% Al. Pro elektrolytickou rafinaci se jako elektrolyt používá tavenina chloridu barnatého a fluoridu hlinitého. Jako prekurzor se využívá slitina hliníku s mědí o nepatrně vyšší hustotě. Rafinovaný hliník pak plave na povrchu elektrolytu. Pro chemickou rafinaci se při teplotě 1200 °C na roztavený surový hliník působí parami chloridu hlinitého za vzniku chloridu hlinného AlCl. Vznikající subchlorid se po ochlazení na teplotu 800 °C rozkládá zpět na chlorid hlinitý a taveninu vysoce čistého hliníku.

Al [hm.%]:	Třída čistoty:
99,5000 – 99,7900	komerční čistota
99,8000 – 99,9490	vysoká čistota
99,9500 – 99,9959	extra vysoká čistota
99,9960 – 99,9990	extrémně vysoká čistota
> 99,9990	ultra vysoká čistota

Tabulka 3: Třídy čistoty čistého hliníku.

Hliník o komerční čistotě nachází uplatnění zejména jako materiál pro výrobu elektrických vodičů, součástí elektrických instalací, ocelových plechů s vysokou odolností vůči korozi v chemickém, potravinářském průmyslu, apod. Hliník o čistotě vyšší než 99,85 hm.% Al je pak pro svou nízkou pevnost nevhodný pro konstrukční prvky přenášející napětí [8, 9].

Teplota tavení a sublimace hliníku je 660,37 a 2480 °C. Specifická měrná hmotnost 2,698 gcm<sup>-3</sup>, tvoří cca jednu třetinu měrné hmotnosti oceli. Pevnost a Youngův modul pružnosti hliníku je nízká, houževnatost naopak velmi vysoká. Je velmi dobře tvaritelný za tepla i za studena. V důsledku vysoké houževnatosti, má však špatnou obrobitelnost. Odolnost hliníku proti atmosférické korozi a v prostředí slabších kyselin či mořské vody je velmi dobrá. Tato bývá na povrchu hliníku zajištěna tvorbou velmi tenké pasivační vrstvy oxidu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, viz obrázek 7. Neodolává však dostatečně hydroxidům či kyselinám halogenových prvků [7].



Obrázek 7: Přirozená pasivační vrstva oxidu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na hliníku extra vysoké čistoty.

Vysvětlivky:

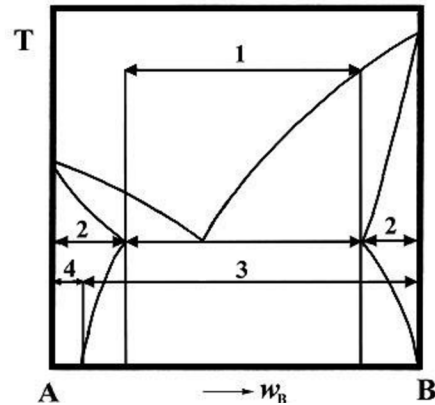
*Pores in the oxide layer* – póry ve vrstvě oxidu, *Barrier layer* – bariérová vrstva, *Natural oxide layer* – přirozená vrstva oxidu, *Aluminum* – hliník.

## 2.3.2 Slitiny hliníku

Z historického pohledu jsou slitiny hliníku v technické konstrukční praxi relativně mladým materiálem. První slitina využitá ve strojírenství byla vyvinuta až v roce 1906. V současnosti je ve světových normách evidováno již více než 120 hliníkových slitin. Díky přísadám nebo legujícím prvkům v kombinaci s vhodným tepelným zpracováním slévarenských či tvářených slitin hliníku je umožněn mnohonásobný nárůst pevnosti (na úkor poklesu houževnatosti), zabíhavosti či obrobitelnosti, odolnosti vůči korozi, aj. vlastností až tak, že jsou tyto schopny se v konstrukčních aplikacích vyrovnat i některým nízkouhlíkovým ocelím [10].

### 2.3.2.1 Základní rozdělení slitin hliníku

Podle technologie a/nebo tepelného zpracování lze slitiny hliníku rozdělit do několika základních skupin, viz obrázek 8: (1) slitiny slévarenské, (2) slitiny určené pro tváření, (3) slitiny precipitačně vytvrditelné a (4) slitiny precipitačně nevytvrditelné [11].



Obrázek 8: Základní rozdělení slitin hliníku v binárním rovnovážném diagramu.

Vysvětlivky:

1 – Slévárenské slitiny, 2 – tvářené slitiny, 3 – precipitačně vytvrditelné slitiny, 4 – precipitačně nevytvrditelné slitiny.

$T$  – teplota,  $A$  – hliník,  $B$  – přísada nebo legující prvek,  $w_B$  – množství konstituentu B v hm. %.

### 2.3.2.2 Označování hliníku a jeho slitin

Označování hliníku a slitin hliníku se řídí Českými technickými normami. V současnosti je platné označení podle norem ČSN EN i ČSN. V technické praxi má přednost označení podle ČSN EN. Toto označení se skládá z předpony EN následované mezerou, písmene A určující hliník, písmene C nebo W určující slévárenské nebo tvářené výrobky, spojovací čárky a pětimístných nebo čtyřmístných číslic udávající informaci o chemickém složení. První číslice pak udává hlavní legující prvek, viz tabulka 4 [12]. Podrobněji jsou pak jednotlivé slitiny charakterizovány v příslušných normách [13, 14].

Slévárenské slitiny EN AC-XXXXX	Tvářené slitiny EN AW-XXXX	Slitina Al a hlavní legující prvek
10000	1000	Al minimálně 99,0 hm.% a více
20000	2000	slitiny AlCu
30000	3000	slitiny AlMn
40000	4000	slitiny AlSi
50000	5000	slitiny AlMg
60000	6000	slitiny AlMgSi
70000	7000	slitiny AlZn
80000	8000	slitiny Al s různými prvky

Tabulka 4: Označení hliníku a jeho slitin dle ČSN EN.

### 2.3.2.3 Hlavní legující prvky a přísady slitin hliníku

Pro základní rozdělení, popis vlivu a množství hlavních legujících prvků nebo přísad, lze využít číselnou posloupnost uvedenou výše v kapitole 2.3.2.2 Označování hliníku a jeho slitin [7, 15, 16]:

1. *Měď* – zvyšuje pevnost a tvrdost, zhoršuje tvárnost a snižuje odolnost proti korozi. Využívá se do koncentrace 12 hm.% Cu.
2. *Mangan* – zvyšuje pevnost, tvárnost, houževnatost i korozní odolnost. Vyskytuje se do koncentrace cca 1 hm. % Mn.

3. *Křemík* – zvyšuje pevnost a odolnost proti korozi. Běžně se vyskytuje o koncentracích do 25 hm.% Si ve slitinách slévárenských a naopak pouze do 1 hm.% Si ve slitinách určených pro tváření.
4. *Hořčík* – zvyšuje pevnost, odolnost proti korozi a umožňuje vytvrditelnost hliníkových slitin. Využívá se do koncentrace až 11 hm.% Mg.
5. *Zinek* – zvyšuje pevnost, na úkor snížení korozní odolnosti. Vyskytuje se v množství 6-8 hm.% Zn.

Dalšími různými nejvyužívanějšími přísadovými prvky jsou například:

6. *Lithium* – zvyšuje pevnost, odolnost proti únavě a umožňuje vytvrditelnost hliníkových slitin. Využívá se do koncentrace 5 hm.% Li.
7. *Nikl* – zvyšuje pevnost, houževnatost a korozivzdornost. S přísadou do 2 hm.% Ni je využíván i jako legura u slitin hliníku pracujících za zvýšených teplot.
8. *Železo* – zvyšuje pevnost, zlepšuje slévatelnost, snižuje tvárnost a korozivzdornost. U většiny hliníkových slitin působí nepříznivě na jejich výsledné vlastnosti. Běžně se vyskytuje se o koncentraci 0,5-1,5 hm.% Fe.
9. Pouze v malém množství se využívají také přísady: *Titanu, chromu, případně vanadu, aj.*

#### 2.3.2.4 Slévárenské slitiny hliníku

Volba chemického složení slévárenských slitin hliníku vychází zejména z požadavku konstruktérů na jejich užitné či specifické vlastnosti, slévárenské vlastnosti, možnosti tepelného zpracování a v neposlední řadě také ekonomickými faktory. Slévárenské vlastnosti úzce souvisí se šířkou intervalu tuhnutí (vzdálenost mezi křivkami liquidu a solidu) dané slitiny, viskozitou a povrchovým napětím taveniny. Nejlepší slévárenské vlastnosti mají slitiny s úzkým intervalem tuhnutí, tzn. slitiny s chemickým složením v blízkosti eutektického bodu, který se v závislosti na obsahu legujících prvků pohybuje v intervalu 8-15 hm.%. Naopak slitiny se širokým intervalem tuhnutí mají velmi špatné slévárenské vlastnosti. Tyto slitiny se vyznačují velmi špatnou zabíhavostí a sklonem ke vzniku nežádoucích rozptýlených staženin, ředin a mikropórů [7].

V současnosti lze slévárenské slitiny hliníku rozdělit do šesti základních skupin [12]:

1. *Slitiny Al – Cu*: Obsah Cu je obvykle v rozmezí 4-5 hm.%. Tepelným zpracováním lze zvýšit jejich pevnostní vlastnosti vůči litému stavu. Vyrábějí se také s obsahem 9-11 hm.%. Tyto slitiny se vyznačují dobrými pevnostními vlastnostmi za zvýšených teplot a dobrou otěruvzdorností. Nevýhodou těchto slitin je však horší slévatelnost a nízká korozní odolnost. Představitelé v českých normách jsou například slitiny: AlCu<sub>4</sub>MgTi, AlCu<sub>4</sub>Ni<sub>2</sub>Mg<sub>2</sub>, aj.
2. *Slitiny Al – Cu – Si*: Přídavkem Si do Al – Cu slitin dochází k podstatnému zlepšení slévárenských vlastností. U těchto slitin se v převaze nachází buď Cu nebo Si. Slitiny s obsahem Cu nad 3 hm.% s přísadou Mg jsou tepelně zpracovatelné. Slitiny s vysokým obsahem Si nad 10 % jsou využívány v aplikacích, kde je požadován zejména nízký koeficient tepelné roztažnosti. U slitin s obsahem Si nad 22 % dochází také k významnému nárůstu otěruvzdornosti. Typickými představiteli jsou například slitiny: AlSi<sub>8</sub>Cu<sub>2</sub>Mn, AlSi<sub>6</sub>Cu<sub>4</sub>, AlSi<sub>20</sub>Cu<sub>2</sub>NiMgMn, aj.
3. *Slitiny Al – Si*: Splňují požadavek na dobrou slévatelnost a odolnost vůči korozi. Obsah Si se u těchto slitin pohybuje v intervalu 5-13 hm.%. Podle obsahu křemíku je lze rozdělit na slitiny podeutektické (< 12 hm.% Si), eutektické (~ 12 hm.% Si) a nadeutektické (> 12 hm.% Si). Bez přísad Mg nebo Cu je rovněž možné provádět jejich tepelné zpracování. Typickým představitelem je například slitina: AlSi<sub>12</sub>Mn.

4. *Slitiny Al – Mg*: Vynikají velmi dobrou odolností vůči korozi především v prostředí mořské vody. Nejlepší korozivzdornost pak vykazují slitiny o velmi vysoké čistotě vstupních surovin. Jsou svařitelné s velmi dobrou obrobiteľností. Nevýhodou je špatná slévateľnost a náchylnost hořčiku k oxidaci při tavení. Představiteli této skupiny slitin jsou například:  $AlMg_5Si_1Mn$ ,  $AlMg_{10}SiCa$ , aj.
5. *Slitiny Al – Zn – Mg*: Tyto slitiny mají velmi příznivé pevnostní vlastnosti již v litém stavu a dobře odolávají atmosférické korozi. U jejich tepelného zpracování není nutné nadkritické ochlazování z kalící teploty a maximálních hodnot pevnosti lze dosáhnout již po 20 až 30 dnech přirozeného stárnutí. Vyznačují se však špatnou slévateľností a náchylností k tvorbě trhlin za tepla. Jejich zástupcem je například slitina:  $AlZn_5Mg$ .
6. *Slitiny Al – Sn*: Jedná se o slitiny o obsahu Sn cca 6 hm.% s malým množstvím přísad Cu a Ni. Tyto přísady jsou přidávány za účelem zvýšení pevnosti. Ze slévářenského hlediska je však hlavním problémem velký interval krystalizace a s tím spojená segregace Sn. Typickým představitelem této skupiny je pak slitina  $AlSn_6Cu_1Ni_1$ .

### 2.3.2.5 Tvářené slitiny hliníku

Požadavky na hliníkové slitiny pro tváření jsou závislé na konkrétním požadavku konstruktérů a vlastní aplikaci budoucího výrobku. Nejčastěji se u tvářených slitin hliníku hodnotí fyzikální, chemické a mechanické vlastnosti, ale také i vlastnosti technologické. Pro jejich zpevnění se nejčastěji využívá samotné technologie tváření nebo kombinace tváření a tepelného zpracování (precipitačního vytvrzování). Slitiny určené ke tváření jsou z pohledu obsahu přísad nebo legujících prvků voleny tak, aby při krystalizaci vznikala pouze tuhá roztok (Al). Koncentrace jednotlivých konstituentů je nízká a obvykle nepřesahuje 5-7 hm.%. Součet všech přísad nebo legujících prvků však není zpravidla vyšší než 10 hm.% [17, 18]. Tepelným zpracováním (vytvrzováním) se pak dosahuje podstatného zvýšení meze pevnosti  $R_m$ , meze kluzu  $R_{p0,2}$  a tvrdosti, na úkor nezanedbatelného snížení tažnosti  $A_5$ . Samotný proces vytvrzování obvykle sestává ze tří posloupných etap:

1. Rozpouštěcího žihání,
2. nadkritického ochlazení,
3. přirozeného či umělého stárnutí [19, 20].

Slitiny hliníku určené pro tváření tak mohou být dále rozděleny na podskupiny tvořené slitinami precipitačně nevytvrditelnými a precipitačně vytvrditelnými, viz oblasti 4 a 3 na obrázku 8. U precipitačně nevytvrditelných slitin hliníku není možné dosáhnout zvýšení pevnosti cestou precipitačního zpevnění, tj. vytvrzování. Zpevnění se tak dosahuje pouze za pomoci technologie tváření za studena či za tepla, kdy dochází k deformaci krystalové mřížky a jednotlivých zrn ve směru působící síly. Vzniká tak značné množství poruch a napětí v krystalové mřížce, což způsobuje obtížný pohyb dislokací, produkující výsledné zpevnění slitiny. U precipitačně vytvrditelných slitin je vytvrditelnost podmíněna přítomností Mg nebo Cu. Základní podmínkou je však, že tyto slitiny mají v závislosti na teplotě změnu rozpustnosti přísady nebo legujícího prvku v tuhém stavu, u které je možné po rozpouštěcím žihání slitinu ochladit nadkritickou rychlostí tak, aby byl umožněn vznik nerovnovážného tuhého roztoku a mohl nastat proces přirozeného nebo umělého stárnutí.

Tvářené slitiny hliníku je dále možné rozdělit podle obsahu hlavních přísad nebo legujících prvků do následujících skupin [12, 7]:

1. *Slitiny obsahující minimálně 99,0 hm.% Al*: Jedná se o čistý hliník, který je využíván pro specifické aplikace. Hlavní požadavky jsou především kladeny na jeho fyzikální vlastnosti, tj. elektrickou, tepelnou vodivost nebo vysokou korozivzdornost. Tento je pak využíván zejména v elektrotechnickém a chemickém průmyslu, energetice, architektuře nebo obalové technice.
2. *Slitiny Al – Cu*: Slitina obsahuje měď jako hlavní přísadu o obsahu ~ 4 hm.% a sekundární doprovodné prvky Mg, Mn a/nebo Ni. Základní slitiny v této skupině jsou AlCu<sub>4</sub>Mg – Dural a AlCu<sub>4</sub>Mg<sub>1</sub> – Superdural. Obě jsou tepelně zpracovatelné, a po vytvrzení dosahují své maximální pevnosti. Zásadním způsobem však dochází po vytvrzení k poklesu korozní odolnosti a nárůstu náchylnosti k mezikrytalovému praskání. V této skupině slitin lze rovněž nalézt komplexní slitiny na bázi AlCuNiMgFe (< 2 hm.% Ni, < 1,8 hm.% Mg, < 1,5 hm.% Fe) nebo Si a Ti. Tyto slitiny se pak přednostně využívají na součásti trvale pracující za zvýšených teplot.
3. *Slitiny Al – Mn*: Jsou slitiny nevytvrditelné, velmi dobře tvárné za tepla i za studena, svařitelné a s velmi dobrou korozní odolností. Už při obsahu 1,5 hm.% Mn dochází k efektivnímu zvýšení pevnosti o cca 20% oproti čistému Al. Aplikace této skupiny slitin lze nalézt především ve výměnících tepla nebo architektuře.
4. *Slitiny Al – Si*: Tyto slitiny, s obsahem Si do 12 hm.%, obvykle nejsou tepelně zpracovatelné. Jejich typickou aplikací jsou například svařecí dráty.
5. *Slitiny Al – Mg*: Hořčík umožňuje substituční zpevnění tuhého roztoku (Al) daleko efektivněji než Mn. Tyto slitiny se nevytvrzují z důvodu podstatného snížení tažnosti při pouze minimálním zvýšení pevnosti. Požadované pevnosti se obvykle dosahuje tvářením za studena. Slitiny s obsahem do 5 hm.% Mg pak vynikají výbornou odolností proti korozi, především v prostředí mořské vody, a nacházejí uplatnění v potravinářském průmyslu, lodní dopravě, architektuře i kryogenních aplikacích.
6. *Slitiny Al – Mg – Si*: Jsou slitiny vytvrditelné, charakteristické svou nižší pevností, vyšší korozní odolností a dobrou houževnatostí. Výslednou pevnost ovlivňuje množství intermetalické fáze Mg<sub>2</sub>Si, díky které jsou tyto slitiny tepelně zpracovatelné. Koncentrace hlavních přísad Mg a Si se pohybují do 1 hm.%. V těchto slitinách jsou přípustné i další přísady na bázi Cu a Mn. Typické využití nachází tyto slitiny v oblasti chemicky odolných a středně mechanicky namáhaných konstrukcích v potravinářském nebo dopravním průmyslu.
7. *Slitiny Al – Zn*: Hlavní legující prvek Zn se vyžívá v množství od 1 do 8 hm.%. Spolu s přítomností Mg dosahují po tepelném zpracování tyto slitiny nejvyšších pevností ( $R_m \sim 600$  MPa) ze všech hliníkových slitin. Jako další přísady se obvykle využívá Cu, Cr a Ti. Při maximální pevnosti však mají velmi nízkou korozní odolnost se sklonem k mezikrytalovému praskání. Tuto odolnost lze zvýšit přestárnutím, ale opět za cenu mírného poklesu výsledné požadované pevnosti. Hlavní využití nachází tyto slitiny ve vysoce namáhaných součástech zejména v leteckém a automobilovém průmyslu.

## 2.4 Předúprava povrchu a základní rozdělení povlaků

Nedílnou součástí povrchové úpravy je samotná předpříprava (úprava) povrchu dílce, což významně zvyšuje přilnavost konečných povlaků. Úprava povrchu se provádí dvěma způsoby. Buď je povrch opracován mechanicky, či se používá chemická úprava. V řadě případů se tyto dva způsoby kombinují. Např. nejprve se mechanicky opracují (broušením, leštěním, ...), a poté se chemicky očistí (odmaštění, moření, chemické leštění, ...).

Povlaky rozdělujeme do tří skupin, dle toho, na jaké bázi jsou založeny:

1. Anorganické,
2. organické,
3. kovové.

## 2.5 Anorganické povlaky

Tyto typy povlaků chrání základní povrch bariérovým způsobem, případně změnou korozní odolnosti. Vazby a vlastnosti povlaků anorganických povlaků se odvíjí od způsobu jejich vytváření.

Pro povrchovou úpravu hliníkových slitin (v průmyslových podmínkách) lze v současnosti použít pouze dvě metody. Jedná se o anodickou oxidaci hliníku a DLC povlakování.

### 2.5.1 Anodická oxidace

Anodická oxidace je detailně popsána (princip, technologie a další) v literatuře [12], která je často nazývána českým průmyslovým odvětvím jako „Bible anodizování“.

Anodickou oxidací je míněn proces povrchové úpravy hliníku a jeho slitin, která využívá přirozenou náchylnost materiálu k oxidaci. Hliník, je-li přímo vystaven vzduchu, je vysoce reaktivní. Během reakce (interakce) s kyslíkem dochází na povrchu hliníku k růstu pasivační vrstvy oxidu hlinitého ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Vzniklá vrstva je v celém objemu konsistentní a její tloušťka je zhruba 15 nm. Tato vrstva se před samotným procesem řízené oxidace musí odstranit. Původně odstraněná vrstva je nahrazena novou (kvalitnější a silnější), která může dosahovat tloušťky 150  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Za zvýšenou korozivzdorností, ořezivzdorností, případně barevným provedení stojí vytvořená oxidická vrstva. Anodizace se dělí na přírodní (též nazývanou jako dekorativní, barevnou apod.) a tvrdou (viz níže). Přírodní si klade za cíl vizuální zkvalitnění povrchu (barevnou modifikaci) a tvrdá anodizace zkvalitňuje funkční vlastnosti povrchu (zvýšení tvrdosti, odolnosti vůči agresivním prvkům, ...). Příkladem, že mohou být částečně zlepšeny výsledné parametry oxidické vrstvy (např. tvrdší a méně porézní) i u přírodního eloxu (TYP II viz níže), je využití doplňující kyseliny šťavelové (metoda GSX viz tabulka 5).

V praxi se ovšem používá pouze několik ověřených variant. Navíc může být anodizace rozdělena dle užívaných metod:

1. TYP I – metoda na bázi kys. chromové („přírodní elox“).
2. TYP II – metoda na bázi kys. sírové („přírodní elox“).
3. TYP III – metoda tvrdé anodické oxidace („tvrdý elox“).



Postup	Tloušťky vrstvy v $\mu\text{m}$	Barva oxidické vrstvy	Oblasti použití
Standardní postup GS+GSX	5-10	bezbarvá	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek
Standardní postup GS+GSX - organicky barveno	5-10	barevná	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek, bytová architektura
Standardní postup GS+GSX - elektrolyticky barveno v elektrolytu cínu (dvojstupňová metoda)	5-10	světle bronzová až černá	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek, bytová architektura
Standardní postup + zvláštní stupeň, např. Spektro-Color-metoda elektrolyticky barveno v elektrolytu cínu (dvojstupňový postup)	5-10	světle bronzová až černá + zelené, modré, šedivé, žluté a červené odstíny	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek, bytová architektura
Tvrdá anodizace	25-200	bezbarvá až šedá	strojírenství, automobilový a letecký průmysl
Pásová anodizace	0.2-25	bezbarvá	bytová architektura, elektroprůmysl

Tabulka 5: Metody anodické oxidace [12].

Vysvětlivky:

GS – standardní metoda využívající stejnosměrný proud a kys. sírovou.

GSX – standardní metoda využívající stejnosměrný proud a kys. šťavelovou.

I přes skutečnost, že anodická oxidace je velmi dobře známá a poměrně „stará“, tak je průmyslem (resp. samotným průmyslem) vyvíjen tlak na vývoj a používání nových lázní, sloužící k zefektivnění celé technologie. Příkladem mohou být chemikálie používané v odmašťovacích lázních (např. Rogal 10) nebo chemikálie používané v anodizačních lázních (např. Alfinox 510).

V podrobném zkoumání bude zacíleno na TYP III (tedy tvrdou anodizaci), využívající technologii GS, neboť se jedná o nejrozšířenější metodu používanou v praxi.

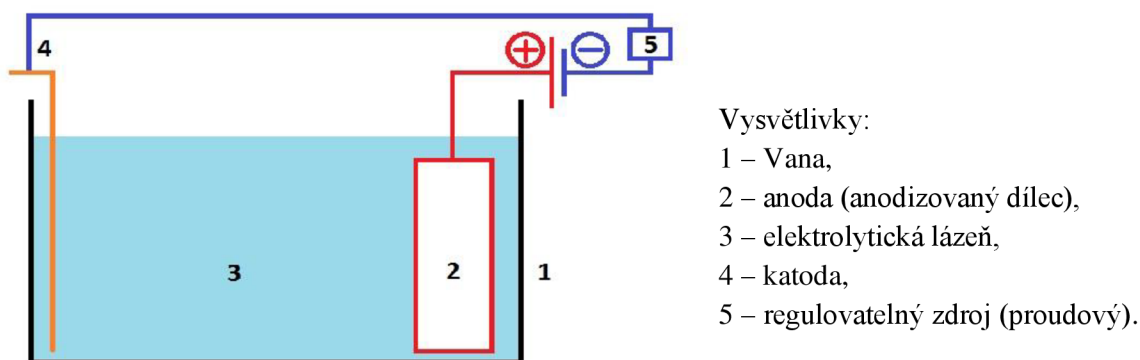
### 2.5.1.1 Vlastnosti vrstvy

Jak již bylo výše uvedeno, tvrdá anodizace je v průmyslovém odvětví nejrozšířenějším typem anodizace. Tato vrstva významně zvyšuje fyzikálně-mechanické vlastnosti původního materiálu. Metoda využívá oproti jiným typům anodizace velmi nízkou teplotu lázně (až  $-26^{\circ}\text{C}$ ). Dále tato metoda využívá kyselinu sírovou o koncentraci (10 – 25) hm. % s dodatečnými přísadami či bez nich, a zejména stejnosměrný proud (kvůli menší energetické náročnosti). Díky této metodě taktéž vzniká méně porézní vrstva o tloušťce (20 - 150)  $\mu\text{m}$  vysoké tvrdosti (350 - 400) HV, někdy i vyšší (500 - 800) HV [9,10]. Nedílnou součástí procesu tvrdé anodizace je vznik vyšší povrchové drsnosti, což je všeobecně v technické praxi nežádoucí. Tímto aspektem je kladen vysoký požadavek na samotnou předúpravu anodizovaného povrchu. Tzn. je třeba povrch upravit do co nejhladší podoby. Drsnost se zvyšuje u tvářených hliníkových slitin zhruba o (0,25 - 0,5)  $\mu\text{m}$  a u slévarenských hliníkových slitin zhruba o (1,25 - 2,5)  $\mu\text{m}$ . Pokud je třeba dosáhnout velmi nízké povrchové drsnosti, tak se zařazuje po anodizování ještě další operace, tzv. honování (leštění). Další kladnou vlastností této vrstvy je dobrá elektrická izolace či inertní chování vůči agresivním chemickým prvkům. Pro tento proces nejsou vhodné některé typy hliníkových materiálů. Jedná se o hliníkové slitiny s obsahem  $\text{Cu} \geq 3$  hm.% a  $\text{Si} \geq 7,5$  hm.% [21].

U hliníkových slitin dochází s růstem anodizované vrstvy k poklesu pevnosti v tahu. Porozita tvrdého anodizování je v porovnání s dekorativní mnohonásobně nižší (o 13%). Z tohoto úkazu taktéž vyplývá, že u tvrdé anodizované vrstvy dochází k zachování nebo mírnému nárůstu meze únavy materiálu dílce (součásti). Následným utěsněním (pokud je vyžadováno) v dichromanu draselném či vroucí deionizované vodě dochází k poklesu porozity, ale taktéž k poklesu tvrdosti a zejména ke snížení odolnosti proti opotřebení cyklicky namáhaných dílců. U tvrdé oxidické vrstvy se většinou v závěru technologie neprovádí utěsňování, již z výše uváděných důvodů, neboť se snižuje tvrdost a částečně i izolační vlastnosti. Pokud je opravdu nutné provést z jakéhokoli důvodu utěsnění, tak je doporučováno použít impregnaci silikonovými či suchými mazadly [22]. Tvrdá oxidická vrstva není barvena barevnými pigmenty. Anodizovaná vrstva nabývá různých barev odstínů šedi až po černou, v závislosti na tloušťce povlaku během procesu oxidace a taktéž i vlivem chemického složení základního materiálu. Ke zlepšení tribologických vlastností se přidávají do anodické oxidované vrstvy částice PTFE aj., protože po tvrdé anodické oxidaci vzniká tvrdá, ale křehká vrstva, na poměrně měkkém substrátu. Je-li vyvíjeno velké zatížení na vrstvu, může dojít k situaci, kdy základní materiál nevydrží toto zatížení a plasticky se zdeformuje. Tímto dochází ke vzniku nežádoucích trhlin [23, 24], případně i drolení vrstvy. Tento jev (drolení vrstvy) bývá nazýván jako efekt vaječné skořápky [25].

### 2.5.1.2 Základní princip procesu

Procesem anodické/elektrolytické oxidace hliníku je nazýván děj, kdy je anodizovaný dílec ponořen do elektrolytu (požadovaného složení) a zapojen jako anoda (kladná elektroda) do obvodu se zdrojem stejnosměrného nebo střídavého proudu. Uzavřený okruh tvoří katoda, která je vyrobena buď z hliníku, titanu, platiny, korozivzdorné oceli nebo olovo. Poměr ploch katody a anody bývá nejčastěji volen v poměru 1:1,5 - 1:1,2 [12]. Průchod elektrického proudu lázní způsobuje rozpouštění hliníku na anodě a současně nárůst hydroxidových iontů  $\text{OH}^-$  v lázni. Chemická reakce mezi ionty  $\text{Al}^{3+}$  a  $\text{OH}^-$  [26] způsobuje tvorbu hydroxidu hlinitého  $\text{Al}(\text{OH})_3$  na povrchu anodizovaného dílce, který je nerozpustný. Rostoucí vrstva hydroxidu hlinitého postupně zamezuje průchodu elektrického proudu. Následně rostoucí elektrický odpor zapříčiňuje značný ohřev anodizovaného hliníku a jeho slitin. Tímto je vrstva dehydratována a měněna na oxid hlinitý [12].



Obrázek 9: Schéma principu anodické oxidace.

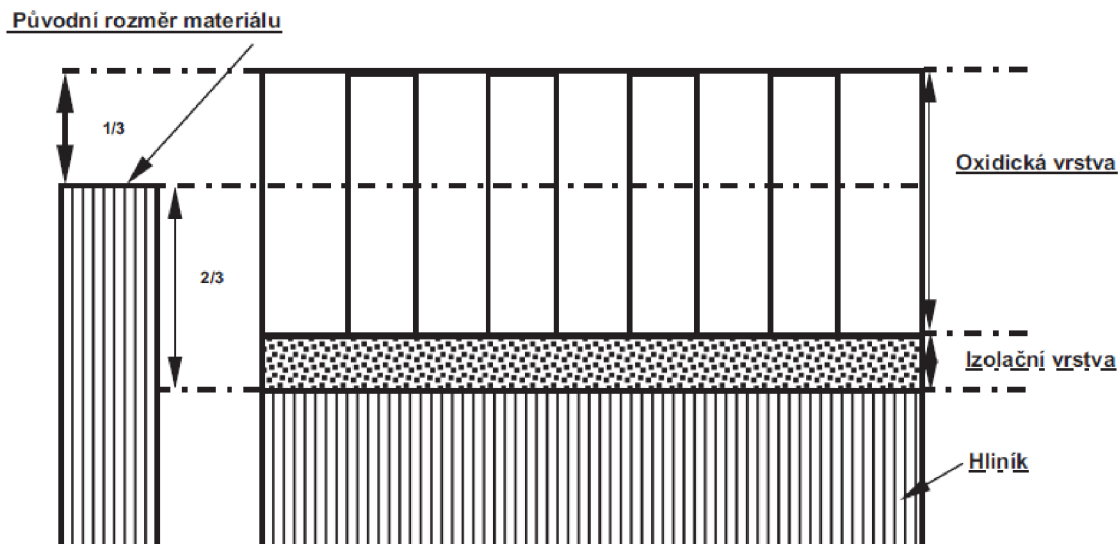
Výsledkem procesu anodizování je vrstva oxidu hlinitého  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , která je buď amorfní, nebo v podobě  $\gamma$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Faktory ovlivňující konečné vlastnosti a kvalitu vrstvy, jsou:

1. Všeobecné:
  - a. Základní materiál a jeho kvalita (čistota).
2. Technologie:
  - a. Proudová hustota.
  - b. Elektrické napětí.
  - c. Teplota lázně (příp. homogenita chlazení).
  - d. Doba anodické oxidace.
  - e. Míchání lázně a způsob zavěšení dílce.

Nejčastějším způsobem dosažení vhodných parametrů vrstvy (zejména tloušťky) je řízení růstu vrstvy v proudovém režimu. To ovšem nese s sebou nutnost znát celkovou anodizovanou plochu. Pokud tuto plochu nejsme schopni určit, tak můžeme využít napětového režimu řízení růstu vrstvy. Tento režim v sobě skrývá největší úskalí a to, že požadovaná tloušťka vrstvy nemusí být dosažena. Teplota lázně se může pohybovat v rozmezí (-26 až 25)°C, ovšem nezahrnuje to TYP I. Ve většině případů je teplota regulovaná v celém objemu lázně v rozmezí  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Proudová hustota se při procesu anodizace pro TYP II a TYP III obvykle pohybuje mezi (1,2 až 8) A.dm<sup>-2</sup>. Napětí se pohybuje mezi (14 až 120) V, to ovšem závisí na typu anodizovaného materiálu, předpokládané výsledné tloušťce a použitém elektrolytu. Při anodizačním cyklu není průběh napětí konstantní, a proto je nutné ho zvyšovat. V počáteční fázi je růst napětí vysoký, ale postupně dochází ke zpomalování, které je závislé na tloušťce vrstvy a době oxidace. Lázeň je v důsledku procházejícího proudu ohřívána, a proto je jí třeba celou dobu anodizace promíchávat a chladit. Promíchávání je realizováno stlačeným vzduchem, který je filtrován, aby vzduch obsahoval co nejmenší počet nečistot. Někdy se taktéž můžeme setkat s mechanickým promícháváním lázně (pomocí míchadel). Míchání je důležité kvůli tomu, aby nedocházelo k lokálnímu přehřátí lázně v blízkosti anodizovaného dílce a taktéž kvůli tomu, abychom potlačili tvorbu a usazování plynových bublin na povrchu anodizovaného dílce. Tyto bubliny by mohly bránit či zpomalovat tvorbu oxidické vrstvy.

### 2.5.1.3 Fyzikální teorie tvorby anodizované vrstvy

V průběhu elektrochemického procesu vzniká oxidická vrstva. Tato vrstva, vytvořená na základním materiálu, je složena ze dvou vrstev. V prvních okamžicích (sekundách) anodizace se vytváří prakticky bezporovitá vrstva, dielektricky izolační vrstva, tzv. mezní vrstva. Schéma vrstev je znázorněno na obrázku 10. Celková tloušťka mezní vrstvy je cca 2% celkové tloušťky vzniklé vrstvy oxidu, která je pevně spojena se základním materiálem. Čirá, jemně porézní krycí vrstva navazuje přímo na vrstvu mezní. K tvorbě krycí vrstvy dochází na rozhraní elektrolytu a mezní vrstvy během procesu zpětného rozpouštění mezní vrstvy v elektrolytu. Mezní vrstva [29, 30] je zpětně obnovována během přeměny hliníku na oxid a to stejnou rychlostí, s jakou z ní byla vytvářena krycí vrstva. Schematicky lze porézní vrstvu popsat jako pole natěsno uspořádaných hexagonálních buněk oxidu hlinitého, které obsahují v každém středu buňky jeden pór. Orientace buněk je kolmo k povrchu základního materiálu (jsou rovnoběžné se siločarami procházejícího proudu). Velikost buněk se odvíjí od typu použitého elektrolytu a velikosti napětí [12]. V případě, že porozita v krycí vrstvě je větší, pak tato skutečnost má za následek snížení korozní odolnosti, tvrdosti a ořezuvzdornosti vrstvy. Výhodou velké porozity je fakt, že vybarvování oxidické vrstvy je relativně snadné. Chemické složení základního materiálu, jeho předúprava [31] a podmínky anodické oxidace určují její růst. Vlastnost této oxidické vrstvy je, že s rostoucí tloušťkou vrstvy se stává dielektrickou. Toto vede k situaci, kdy při dosažení určité tloušťky (elektrický odpor vrstvy roste) dochází k zastavení jejího růstu [28].

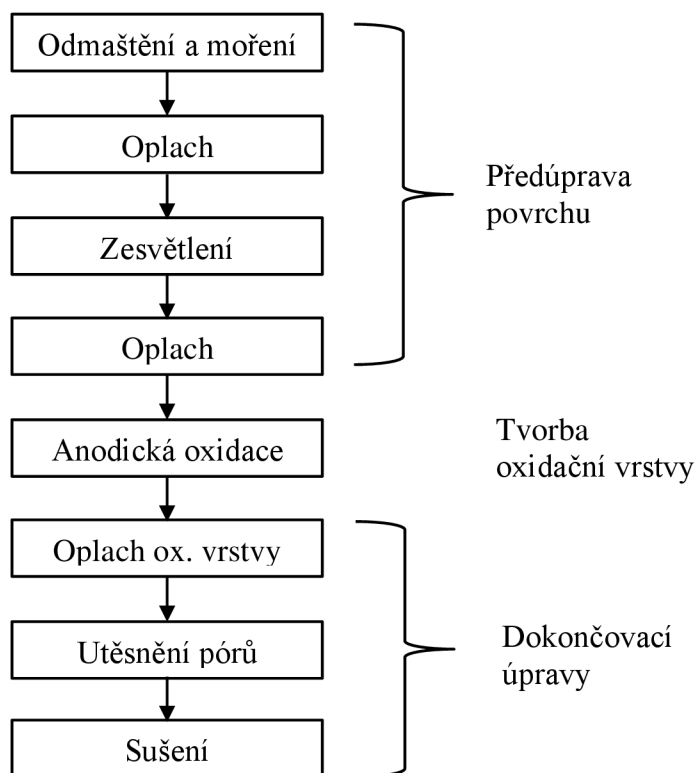


Obrázek 10: Schéma vrstev a jejich růst [12].

#### 2.5.1.4 Technologie anodické oxidace hliníkových slitin

Anodická oxidace probíhá v několika, na sebe navazujících technologických krocích [32] (viz obrázek 11). Veškerý systém přípravy, označování apod. různých druhů příprav povrchu hliníku popisuje norma ČSN EN ISO 7599 (Anodická oxidace hliníku a jeho slitin - Všeobecné specifikace pro anodické oxidové povlaky na hliníku) [27].

Níže bude popsáno základní vysvětlení jednotlivých technologických kroků pro tvrdou anodizaci (TYP III).



Obrázek 11: „Flowchart“ (postup) procesu.

Jednotlivé technologické kroky:

1. Odmaštění:

- Odmašťování způsobuje odstranění všech nečistot, zachycených na povrchu materiálu (tuky, prach, otřepy po obrábění,...). Proces odmašťování neovlivňuje chemické složení nebo strukturu materiálu. Důvodem k odmaštění je uvolnění nečistot z povrchu do odmašťovacího roztoku, aby zpětně tyto typy nečistot nemohly opětovně ulpívat na již odmaštěném povrchu [9, 33].
  - i. Samotné odmaštění může být rozděleno:
    1. Podle typu odmašťovacího procesu a použitých prostředků:
      - a. Odmašťování v organických rozpouštědlech.
      - b. Odmašťování ve vodných alkalických roztocích.
      - c. Odmašťování emulzní.
    2. Podle technologického způsobu provedení:
      - a. Odmašťování ponorem.
      - b. Odmašťování postřikem.
      - c. Odmašťování elektrolytické.
      - d. Odmašťování ultrazvukem.

2. Moření:

- Jedná se o chemický proces, během něhož dochází k odstranění přírodní oxidické vrstvy (tenké) nebo korozních produktů na povrchu hliníku a jeho slitin pomocí kyselin a hydroxidů. Tento proces odstraňuje původní lité a válcované struktury. Během procesu dochází nejen k rozpouštění nečistot, ale také k rozpouštění samotného kovu. Toto způsobuje nežádoucí vnikání vodíku a rozpouštěných solí do povrchu dílce [33].
- Po samotném procesu moření je velmi důležitý mezioplach, který má za následek odstranění zbytků mořicí lázně z povrchu dílce, aby nedocházelo v pokračování moření a zejména nedocházelo ke kontaminaci další lázně.
- Proces moření probíhá v jednotkách sekund až minut. Doba se odvíjí od chemického složení základního materiálu, složitosti tvaru dílce, typu a koncentraci mořicího prostředku, pracovní teplotě apod. [33]. Slitiny hliníku a samotný hliník je možno mořit v kyselých lázních (zředěná kyselina sírová, fosforečná chlorovodíková atd.) či v alkalických lázních (10-15 hm.% hydroxid sodný) po dobu několika sekund za vyšší teploty [33].

3. Zesvětlení (dezoxidace):

- Nerozpustí-li se během moření všechny typy nečistot (např. povlak fosfátu), různých legujících prvků v lázni (např. Cu, Ni, Mn, Mg či Si), dojde při moření ke vzniku tmavé stíratelné vrstvy na povrchu dílce. Tato vrstva musí být před samotnou anodickou oxidací zcela odstraněna. V minulosti byla hojně využívána kyselina dusičná ( $\text{HNO}_3$ ), ale kvůli ekologickému aspektu se nyní používají bezdusičnané lázně. Současná praxe využívá anodické lázně s příměsí hliníku a speciálních aditiv [28].

#### 4. Oplach:

- Průtočný oplach se vkládá mezi většinu elektrochemických operací, nejlépe vícestupňový v demineralizované vodě, které by jinak mohly ucpávat póry na povrchu dílce.
- Oplach je používán z důvodu odstranění nežádoucích zbytků lázní po předešlém technologickém kroku, které by mohly znečistit lázeň následujícího technologického kroku, případně ovlivnit tvorbu vytvářené anodické vrstvy a její vlastnosti.
- Po samotném procesu anodizace je doporučováno použití prodlouženého či vícestupňového oplachu, aby došlo k úplnému odstranění využívaného roztoku kyseliny (při anodizaci) z pórů [28].

#### 5. Anodická oxidace:

- Při procesu anodické oxidace, která je taktéž označována jako eloxace, je uměle vytvářena oxidická vrstva. Samotný proces může být rozlišen dle použitého typu elektrického zdroje, teploty lázně, použitého elektrolytu či proudové hustoty. Kombinacemi výše uvedených parametrů může být získána vrstva oxidu s různými mechanicko-fyzikálními vlastnostmi [9, 34, 35].

##### i. Elektrický zdroj:

1. Dle použitého typu elektrického proudu je anodizace dělena na anodizaci stejnosměrným („G“), střídavým („W“) a pulsním proudem. V praxi je nejvíce využíván stejnosměrný proud. Díky stejnosměrnému proudu vzniká silná, relativně tvrdá oxidická vrstva. Tato vrstva je v případě potřeby anodické oxidace typu II snadno vybarvována [12]. Při použití střídavého proudu dochází k tvorbě méně kvalitní tenké vrstvy oxidu (v porovnání se stejnosměrným proudem). Vrstva je ovšem relativně houževnatá a v důsledku cyklického namáhání (vlivem změny polarity proudu) není tak náchylná k praskání. Hojně je využívána ve šperkařství [12]. Pulsní proud je využíván v nanotechnologiích při tvorbě nanoporézních struktur.

##### ii. Elektrolyt:

1. Hojně používanou lázní je 10-27 hm.% roztok kys. sírové  $H_2SO_4$  (označení „S“), pak 3-10 hm.% kys. chromové  $H_2CrO_4$  a další [9, 10]. Použije-li se roztok o menší koncentraci, dojde ke vzniku tvrdších oxidických vrstev. To ovšem znamená nutnost vyššího příkonu elektrického proudu a chlazení lázně.

##### iii. Teplota elektrolytické lázně a proudová hustota:

1. Dle proudové hustoty rozlišujeme tři základní druhy anodické oxidace:

##### a. Typ I:

- i. Vyšší pracovní teplota ( $40^\circ C$ ), proudová hustota ( $0,3-1$ )  $A.dm^{-2}$ .

b. Typ II:

- i. Teplota v rozsahu  $(15-25)^{\circ}\text{C}$ , proudová hustota  $(1,2-2,5) \text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ .
- ii. Tato vrstva se používá pouze pro dekorativní účely.

c. Typ III:

- i. Teplota v rozsahu  $(-26-15)^{\circ}\text{C}$ , vyšší proudová hustota  $(2,5-8) \text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ .
- ii. Vzniká tzv. tvrdá anodická vrstva, která má velmi dobré mechanické vlastnosti a lze ji využít jako funkční povrch.

iv. Pracovní parametry:

1. Anodizovaná součást je zapojena jako anoda. Katodou bývá většinou využíván hliník, olovo, titan nebo korozivzdorná ocel. Plocha katody by měla být v poměru 1:1,5-1:1,2. Lázeň s kyselinou sírovou by měla mít  $\text{pH} < 4$  [2].

6. Barvení:

- U dekorativní anodické oxidace může být využito možnosti barvení vytvořené oxidické vrstvy. Barevný vzhled získává oxidická vrstva během vlastního procesu anodizace (tzv. integrální barvení) nebo během dokončovacích procesů. Toto barvivo je usazováno v pórech oxidické vrstvy díky adsorpčnímu či elektrolytickému barvení (případně jejich kombinací). Poté je barvivo následně v procesu utěsnění uzavřeno. Kontrola  $\text{pH}$  barvicí lázně a její teploty je nezbytná během samotného procesu barvení. Obecně platí, že hodnota  $\text{pH}$  by měla být v rozmezí 4-6 [2].

7. Utěsnění:

- Jedná se o závěrečnou technologickou operaci. Utěsnění uzavírá otevřené póry ve vrstvě a tím vede k dosažení požadované korozní a mechanické odolnosti. Barevné vrstvy jsou díky tomu chráněny před vymýváním barviva a dochází ke zlepšení její odolnosti k degradaci světlem. Jsou rozeznávány čtyři metody utěšňování oxidické vrstvy [2, 36]:

i. Utěsnění v horké deionizované vodě (tzv. Sealing za horka) viz obrázek 12.

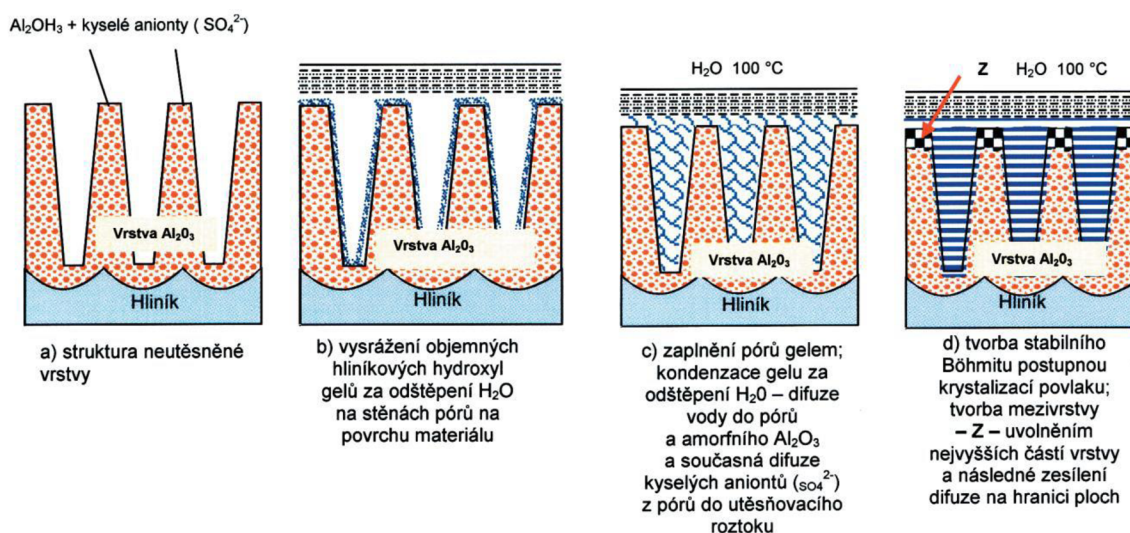
1. Teplota:  $\geq 97^{\circ}\text{C}$ .
2. Doba expozice: 3 min/mm.
3.  $\text{pH}$ : 5,6-6.

ii. Utěsnění v roztocích kovových solí (tzv. Sealing za horka s roztoky kovových solí):

1. Teplota:  $\geq 97^{\circ}\text{C}$ .
2. Doba expozice: 3 min/mm.
3.  $\text{pH}$ : 5,6-6.

iii. Utěsnění za nízkých teplot (tzv. Sealing za nízkých teplot):

1. Teplota: (82-88)°C.
  2. Doba expozice: 3 min/mm.
  3. pH: 5,6-6.
- iv. Utěsnění za studena (tzv. Sealing za studena):
1. Teplota: (28-32)°C.
  2. Doba expozice: (0,8-1,2) min/mm.
  3. pH: 5,5-6,5.
- Utěsnění lze tedy provádět výše zmíněnými metodami.
    - i. Při utěšňování za tepla je porézní anodizovaná vrstva oxidu uzavřena hydratací oxidu hlinitého a mění se na böhmit.
    - ii. Při utěšňování za studena nedochází k hydrataci anodizované vrstvy (na rozdíl od utěšňování za tepla), ale dochází k vyplnění porézní vrstvy solemi Ni, Al aj. Na straně jedné utěsnění za studena snižuje energetickou náročnost procesu utěšňování, ale na straně druhé zvyšuje nároky na chemikálie a nutnost odstraňování Ni z odpadních vod [37].



Obrázek 12: Schéma utěsnění v horké vodě při 97°C - podle W. Hübnera [2].

## 2.5.2 DLC

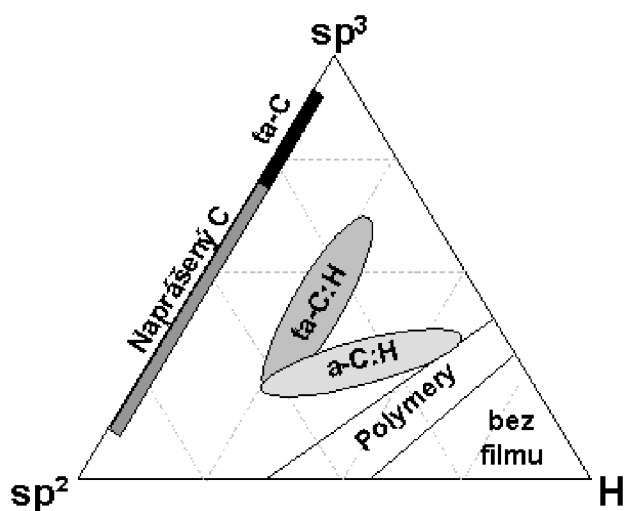
Označení DLC (z anglické zkratky „diamantu podobné vrstvy“) se v současné době používá pro pojmenování metastabilního stavu amorfního uhlíku obsahujícího významný podíl sp<sup>3</sup> vazeb. Tyto vrstvy obvykle vykazují velice zajímavé mechanické vlastnosti, jako velkou tvrdost, chemickou netečnost, průsvitnost a výborné tribologické vlastnosti. Proto nacházejí široké uplatnění v průmyslu jako ochranné povlaky, v automobilovém průmyslu, medicíně (povlaky na kloubní náhrady) i v mikroelektronice.

DLC povlaky se vyznačují vysokou tvrdostí (přes 70 GPa), vykazují chemickou inertnost a zejména mají velmi dobré tribologické vlastnosti (nízký součinitel tření). Tyto fyzikální vlastnosti jsou hojně využívány v oblasti úspory energií, taktéž v aplikacích, kde je potřeba co



nejnižšího opotřebení. Existuje velké množství DLC povlaků, které se hodí pro různé typy aplikací a zejména jsou určeny taktéž způsobem (technologii) přípravy.

DLC povlaky jsou ze všeobecného hlediska tenké vrstvy tvořené amorfni strukturou, jejíž největší část se skládá z grafitického uhlíku, diamantového uhlíku a z vodíku v různých poměrech, v závislosti na daném procesu. Obrázek 13 znázorňuje ternární fázový diagram vrstev DLC. Nižší uvedený diagram je často používán pro znázornění širokého spektra složení DLC vrstev [38]. V neposlední řadě znázorňuje hlavní skupiny DLC povlaků, které by se mohly vyskytovat, v závislosti na rozdělení dle obsahu vodíku a podle vazeb uhlíkových atomů. Bod  $sp^2$  odpovídá grafitovému typu vazby a bod  $sp^3$  odpovídá diamantovému typu vazby. Zjednodušeně může být řečeno, že tenká amorfni uhlíková vrstva je tvořena nanokompozitem grafitu, diamantu a uhlovodíkových polymerů. Nastavením odlišných parametrů (různých poměrů) může být dosaženo různorodých mechanických a chemických vlastností. Změnou poměrů jednotlivých složek zároveň ovlivňujeme dosažené hodnoty Youngova modulu, tvrdosti, životnosti [39], lomové houževnatosti, součinitele tření (resp. různé tribologické vlastnosti [40 – 55]), chemické inertnosti atd. DLC vrstvy/povlaky jsou získávány různými technologiemi (procesy) [56, 57]. Způsob užití technologie ovlivňuje konečné vlastnosti povlaků.



Obrázek 13: Ternární fázový diagram povlaků DLC [58].

### 2.5.2.1 Princip vytváření povlaku

Technologie/proces (depozice) přípravy těchto DLC vrstev se dělí na dvě základní části [59]:

1. Chemickou depozici (CVD – Chemical Vapour Deposition [59, 60]):
  - Proces depozice využívá směs chemicky reaktivních plynů (např.  $CH_4$ ,  $C_2H_2$ , apod.) zahřátou na vysokou teplotu ( $900 - 1100$ ) $^{\circ}C$ . Reakční složky jsou přiváděny v plynné fázi a vrstva vzniká na povrchu substrátu heterogenní reakcí.
2. Fyzikální depozici (PVD – Physical Vapour Deposition) [59]:
  - Proces je založen na fyzikálních principech odpaření nebo odprášení materiálů obsažených ve vrstvě (např. Ti, Al, Si, atd.) a jejich následné nanesení na dílec (např. nástroj pro frézku).

Hlavní rozdíl mezi těmito dvěma technologiemi je ve způsobu přípravy vrstvy. Tzn. z pevného terče u PVD metod a z plynu u CVD. Technologie zvaná jako plazmaticky aktivovaná CVD metoda (označená jako PCVD nebo PACVD – Plasma Assisted CVD či PECVD – Plasma Enhanced CVD) přinesla zásadní kvalitativní změnu v přípravě vytváření

tenkých otěruvzdorných vrstev. Tato metoda se liší od klasické CVD nízkými pracovními teplotami (běžně 600°C, dokonce se v dnešní době můžeme setkat i s teplotami kolem 450°C a nižšími [61, 62]), přičemž se nemění princip přípravy.

Do hlavní skupiny patří (viz obrázek 13):

1. Hydrogenové povlaky DLC (a-C:H) [58, 59]:
  - Získávají se použitím nosiče C a H, jako je metan či acetylen a jejich rozkladem v plazmě.
2. Bezvodíkové povlaky DLC (ta-C a a-C) [58, 59]:
  - Získávají se použitím grafitového targetu pro laserové rozrušení nebo obloukové napařování.

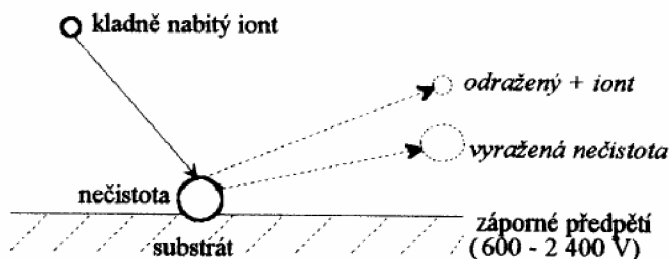
### 2.5.2.2 Technologie

PVD povlaky mohou být použity na vytvoření tenkých vrstev nejen u nástrojů z rychlořezné oceli, hliníku či hliníkových slitin či plastů, ale dokonce i na velmi tenkých fóliích (několik mikrometrů tlusté) z polypropylenu apod. [63, 64].

Před samotným procesem depozice je třeba, aby dílec, nástroj apod. byl předpřipravený (tzn. očištěný – zbavený veškerých nečistot). Čištění je většinou prováděno pomocí iontového čištění.

#### 2.5.2.2.1 Iontové čištění

Iontové čištění, může být taktéž nazýváno jako iontový bombard či iontový etching, zaujímá důležitou roli v předpřípravě povrchu pro samotnou depozici. Čištění je založeno na principu viz obrázek 14.



Obrázek 14: Schéma principu iontového čištění [65].

Kladně nabité ionty odpařené katody kovu (příp. i procesního plynu), dopadají na povrch substrátu. Na tomto povrchu jsou zakotveny nečistoty, které mají vysokou povrchovou energii. Kladně nabité ionty předají (o vysoké kin. energii cca 10 eV) svoji energii nečistotě a tím dojde k vyražení těchto nečistot z povrchu materiálu. Energie dopadajících iontů je určena záporným předpětím přivedeného na substrát, tlaku plynu v komoře, typem (hmotností) ionizovaných částic a jejich proudovou hustotou včetně úhlu dopadu. Kladné ionty a jejich dopad na povrch substrátu má rovněž za následek ohřev materiálu. Spolu s odporovým ohřevem na stěnách představují hlavní způsob dosažení depoziční teploty. Teplota bývá měřena termočlánkem, který je kalibrován na reálnou teplotu povrchu substrátu.

„Iontový etching“ (iontové leptání) hraje významnou roli při zvyšování adheze [64].

#### 2.5.2.2.2 Fyzikální depozice (PVD)

Fyzikální depozice je založena na vypařování materiálu (vytvářejícího vrstvu) ve vakuu nebo rozprašování ve výboji udržovaném za nízkých tlaků. Proces depozice může být rozdělen do třech kroků [66]:

1. Převedení materiálu do plynné fáze.
2. Transport par ze zdroje k substrátu.
3. Vytváření vrstvy na povrchu substrátu.

Nejpoužívanější fyzikální metody jsou:

1. Reaktivní iontové plátování.
2. Reaktivní napařování.
3. Reaktivní napařování.

Jednou z variant, pomocí kterých se připravují kluzné vrstvy, je reaktivní napařování (viz bod výše). V tomto případě proud vypařeného kovu prochází skrze plyn přivedený do systému, reaguje s ním a tím vytváří na substrátu depozit chemické sloučeniny. Během technologie napařování je v aktivované reaktivní zóně přímo mezi zdrojem par kovu a substrátem udržován doutnavý výboj. Dochází k ionizaci jak par kovů, tak i reaktivních plynů ( $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CH_4$ ,  $C_2H_2$ , atd.). Díky tomu se zvyšuje jejich reaktivita na povrchu rostoucí vrstvy a sekundárně je podporována tvorba stechiometrické sloučeniny [66].

#### 2.5.2.2.3 Chemická depozice (CVD)

V důsledku chemických procesů je na povrchu substrátu vytvářena tenká vrstva. Tyto chemické procesy probíhají v plazmatu přímo v místě rozhraní mezi plazmatem a povrchem substrátu. V plynné formě (fázi) jsou přiváděny reakční složky a za vysokých teplot se rozkládají. Tímto vzniká na povrchu substrátu vrstva, která je řízena heterogenní reakcí [67].

Touto CVD technologií je možné připravovat různé vrstvy kovů, polovodičů či jiných chemických sloučenin buď v krystalickém, nebo amorfním stavu. Výsledkem této technologie jsou velmi čisté vrstvy, které mají požadované vlastnosti. Samotnou stechiometrii je rovněž možné řídit ve velkém rozmezí. Dalším neméně významným faktorem této technologie, jsou nízké náklady na zařízení a řízení procesu. Tento faktor má přímou spojitost s rozšířením procesu ve středních i velkovýrobních podnicích a zároveň její slučitelnost s ostatními výrobními postupy.

Vlivem snadného rozšíření CVD technologie bylo dosaženo mnoha návrhů a konstrukcí procesů a systémů, založených na této technologii. Ty můžeme rozdělit dle různých hledisek na [59]:

1. Atmosférické a nízkotlaké.
2. Nízkoteplotní a vysokoteplotní.
3. Otevřené či uzavřené.
4. S horkou nebo chladnou stěnou.

Dvě nejdůležitější proměnné, ovlivňující růstovou morfologii jsou [68]:

1. Přesycení plynu.
  - Ovlivňuje nukleační rychlost.
2. Teplota substrátu:

- Ovlivňuje rychlost růstu filmu.

Tato metoda má jedno velké omezení. Jedná se o vysokou depoziční teplotu (cca 1000°C). V mnoha případech (např. u nástrojů z rychlořezné oceli) nelze tuto technologii použít. Důvodem je, že depoziční teplota musí být nižší, aby bylo předejito tepelné degradaci základního materiálu [63]. Dalšími nedílnými nevýhodami jsou ovlivnění podkladového materiálu (snížení ohybové pevnosti), znemožnění deponování ostré hrany a tahová zbytková pnutí ve vrstvě.

PECVD metoda je založena na zvýšení energie plynné atmosféry v komoře pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Tímto způsobem chemicky aktivované plazma umožňuje snížit teplotu potřebnou pro vznik vrstvy na povrchu substrátu. Plazma může být vytvořeno za pomoci vnějšího elektrického zdroje (nízkofrekvenční střídavé napětí, vysokofrekvenční střídavé napětí, stejnosměrné napětí, pulsní stejnosměrné napětí) nebo reaktivním plynem (např. CH<sub>4</sub>).

## 2.6 Organické povlaky

### 2.6.1 Teflon® (PTFE)

Teflon® neboli PTFE (celým názvem polytetrafluorethylen) se řadí mezi tzv. termoplasty kategorie I (polyolefiny a fluoroplasty). Tyto termoplasty jsou podskupinou patřící v chemickém světě do polymerů.

Polymer je látka tvořená makromolekulami, ve kterých se opakují atomy nebo skupiny atomů (tzv. konstituční jednotky) navzájem spojených v tak velkém počtu, že existuje řada vlastností, které se znatelně nezmění přidáním nebo odstraněním jedné nebo několika konstitučních jednotek [69].

Polymery mohou být rozděleny na základě jejich mechanických vlastností do dvou skupin:

1. Plasty.
2. Elastomery.

Plasty jsou za normální teploty tvrdé materiály, které je možné za zvýšených teplot převést do plastického stavu, díky kterému je možné definovat jejich tvar. Mají-li plasty lineární nebo větvenou strukturu, lze je do plastického stavu (taveniny) převádět opakovaně. Díky tomuto jevu je nazýváme termoplasty. Sesíťované plasty jsou nazývány reaktoplasty. Reaktoplasty ovšem není možné na rozdíl od termoplastů převést do taveniny, a proto konečný tvar výrobku musí být dán před proběhnutím polymerační reakce [69].

Elastomery jsou elastické polymery, které je možno bez porušení velmi deformovat. Po uvolnění síly, která tuto deformaci způsobila, se elastomer vrací do původního tvaru. Ve srovnání s plasty mají řádově nižší hodnoty modulu pružnosti. Mezi nejvýznamnější elastomery patří kaučuky, které jsou tvořeny lineárními makromolekulami. Obvykle jsou procesem tzv. vulkanizace převáděny v sesíťovaný materiál – gumu (pryž) [70].

Základní skupiny vyráběných termoplastů dle monomerů [70]:

1. Polyalkeny (polyolefiny), zejm. polyethylen (PE) a polypropylen (PP).
2. Vinylové polymery:
3. Vznik polymerací monomerů struktury CH<sub>2</sub>=CHX, např. PS (X=fenyl) a styrenové plasty, PVC (X=Cl), PMMA (X= -CO-OMe) a polyakryláty.

4. Termoplasty vznikají stupňovitými polymeracemi (polyestery, polyamidy, polyurethany).
5. Fluoroplasty – zejména PTFE (Teflon<sup>®</sup>).

V této práci je brán v potaz pouze PTFE, neboť ostatní termoplasty jsou v námi daných aplikacích bez užitku. Jednoznačným přínosem PTFE jsou jeho hydrofóbní vlastnosti [71 – 73] a výborné tribologické vlastnosti [74 – 78]. Ve spojení s dostupností technologie a příznivou cenou je PTFE velmi slibným povlakem, obzvláště ve spojení s anodizovanou vrstvou [79 – 84], neboť ta mu dodává potřebnou tvrdost.

### 2.6.1.1 Princip vytváření povlaku

Nejvýznamnější fluoropolymer/fluoroplast je PTFE viz obrázek 15, který je vyráběn radikálovou polymerací tetrafluoroethylenu [70]. Polymerace je vysoce exotermní, a proto je ji nutné vždy provádět v emulzi či suspenzi.



Obrázek 15: 3D znázornění PTFE [85].

PTFE je vysoce chemicky odolný, má nízký koeficient tření (0,12 [86]) a vysokou teplotu tání 340°C. Při této teplotě se rychle rozkládá a z hlediska technologie to znamená jisté komplikace. Tzn., je nutné ho sintrovat (spékat) za zvýšeného tlaku. Zpracování se usnadňuje výrobou kopolymerů s jinými monomery, které vede k polymerům s nižší teplotou tání. Tím pádem je možné tyto polymery zpracovávat běžnými technologiemi (např. radikálová polymerace). PTFE se využívá pro výrobu nepřilnavých povrchů, chemicky odolných součástek, na výrobu ložisek, maziv a izolace. Kopolymerací tetrafluorethylenu s alkeny či částečně fluorovanými alkeny se také vyrábí fluorované elastomery s velmi vysokou chemickou odolností a odolností ke stárnutí [69, 70].

### 2.6.1.2 Technologie

Při polymeraci dochází ke spojování molekul obsahujících alespoň jednu dvojnou nebo trojnou vazbu. V průběhu reakce nedochází ke vzniku dalších látek. Pokud reagují stejné monomery, vzniká homopolymer. Pro polymeraci je charakteristické, že od počátku reakce se v reakční směsi vyskytují jak monomerní, tak i polymerní látky vzniklé reakcí. Aby mohla samotná reakce proběhnout, tak jsou zapotřebí látky zvané iniciátory [70].

Podle typu iniciátoru se reakce rozděluje na:

1. Radikálové (homolýza).
2. Iontové (heterolýza).

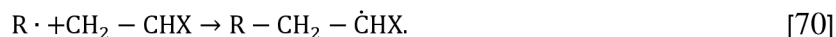
Průběh polyreakcí má čtyři fáze:

1. Iniaci.
2. Propagaci.
3. Přenosné reakce.
4. Terminaci (tzn. zakončení řetězce).

Radikálová polymerizace je nejvyžívanějším způsobem (průmyslovým) syntézy technicky důležitých polymerů. Mezi tyto polymery patří polyethylen, poly(vinylchlorid), polystyren, fluoropolymery a další.

### 2.6.1.2.1 Iniciační radikálové polymerizace

Aktivními (růstovými) centry radikálové polymerizace jsou volné radikály. Tzn. sloučeniny s nepárovým elektronem. Většinou jsou elektricky neutrální (nemají el. náboj). Aktivní centrum polymerizace vzniká reakcí primárního volného radikálu s molekulou monomeru [70]:

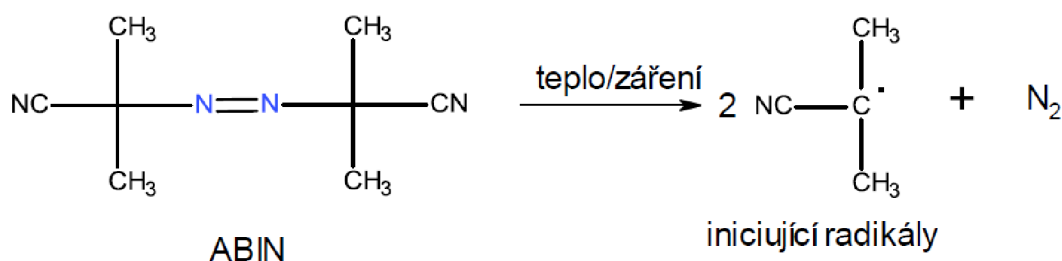


Ne každý typ primárního volného radikálu je vhodný pro iniciaci polymerizace. Vysoce reaktivní, rezonančně nestabilizované radikály, jejichž doba existence (tzv. střední doba života) je jen zlomkem vteřiny, reagují nejen s dvojnou vazbou monomeru, ale i vyvolávají řadu dalších vedlejších reakcí. Poté polymerizace buď neprobíhá či vznikají produkty s nízkým polymerizačním stupněm. Vysoce stabilizované, málo reaktivní radikály s monomerem nereagují. K reakci potřebují tzv. inhibitory (iniciátory, jak bylo zmíněno výše). Jedná se o další radikály, které reagují s jinými radikály, a tím pádem může docházet k polymerizaci. Za normálních podmínek je střední doba života radikálu v řádu desetin až jednotek sekund [70].

Primární volné radikály mohou vznikat různými způsoby. Pro iniciaci radikálové polymerizace se využívá:

1. Termické štěpení kovalentních vazeb ve vhodných sloučeninách – iniciátorech.
2. Fotolytický rozklad kovalentních vazeb ve vhodných sloučeninách.
3. Oxidačně-redukční reakce, při nichž vznikají volné radikály.
4. Štěpení kovalentních vazeb ve vhodných sloučeninách účinkem záření s vysokou energií.
5. Elektrochemická iniciace.

Příklad radikálové reakce (součást termického štěpení) viz obrázek 16.



Obrázek 16: Radikálová reakce [70]. Reakce: ABIN: Azo-Bis-Isobutyronitril a jeho rozklad na 2 radikály (iniciátory) vlivem UV záření.

### 3 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

Globálním cílem disertační práce je výzkum pokročilých povrchových úprav, které mají přímý vliv na zvyšování užitečných vlastností vakuových systémů (např. snížení opotřebení jednotlivých součástí vývěvy, netečnost povrchu vůči agresivním plynům/molekulám), ale taktéž mohou sekundárně ovlivnit i jiné významné vlastnosti vývěvy (např. snížení teploty vývěvy). Tyto pokročilé povrchové úpravy budou aplikovány na substrát (základní materiál) ze slitiny hliníku, z něhož jsou tyto typy vývěv vyráběny.

Výchozím materiálem k realizaci experimentů, bude použita slitina na bázi hliníku (EN AW-6082), která se pro tento typ vývěv výhradně používá. V rámci řešení disertační práce budou studovány vrstvy a povlaky po tvrdé anodizaci, teflonování a povlaky na bázi DLC. Tyto vrstvy a povlaky budou připravovány jak na speciálních vzorcích (určených pro tribologické testy), tak i reálných dílcích. Výzkum pokročilých povrchových úprav bude zaměřen na:

- Navrhnutí optimálního řešení pro zvýšení užitečných vlastností vývěv a v případě podstatného zvýšení tyto výsledky využít v reálných aplikacích.
- Zohlednění požadavků a trendů průmyslové oblasti.
- Zohlednění ekonomicky přijatelných materiálů či povrchových úprav.
- Tribologické chování vrstev či povlaků za rozdílných podmínek zatěžování.
- Hodnocení mikrostruktury a poškození povlaků s využitím topografických a metalografických analýz.
- Numerický model poškozování vrstev či povlaků.
- Vyhodnocení rozdílných vrstev či povlaků.

### 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST DISERTAČNÍ PRÁCE

Experimentální část disertační práce byla realizována na Fakultě strojního inženýrství na Ústavu materiálových věd a inženýrství, dále na Středoevropském technologickém institutu Vysokého učení technického v Brně, konkrétně s Výzkumnou skupinou pokročilé povlaky a ve spolupráci s Fakultou vojenských technologií na Univerzitě obrany v Brně.

Tato část práce je rozdělena a řazena do logických celků tak, jak byly testy plánovány a prováděny.

#### 4.1 Experimentální materiál

##### 4.1.1 Výchozí materiál (substrát) a metody přípravy vzorků

Výchozí materiál použitý na výrobu vzorků, pro základní materiálovou analýzu (vzorky o průměru 20 mm, viz obrázek 17) a vzorky určené pro tribologické experimenty (vzorky o průměru 50 mm, viz obrázek 18), je hliníková slitina EN AW 6082 T6.

Materiál byl nakoupen u společnosti ALMS<sup>®</sup> [87], v podobě tyčovin o délce 1 m a rozměrech (20 a 50) mm a standardní jakosti dle výše zmíněné EN normy (odpovídající ČSN normě 42 4400 [87]). Tyto vzorky byly následně nařezány na rozbrušovací stroji STRUERS Secotom-50 na výše zmíněné průměry a tloušťku 5 mm.

Následně byly vzorky zbrúšeny pomocí stroje Tegramin 30 firmy STRUERS konvenčními technikami na drsnost  $R_a$  200 nm a v případě tribologických vzorků byly vyvrtány díry  $1 \times \varnothing 6$  mm (uprostřed) a  $2 \times \varnothing 3$  mm (symetricky 5 mm od středu a zároveň umístěném na ose středu) – z důvodu uchycení na tribologické přístroje (viz text níže).



Obrázek 17: Vzorek pro základní materiálovou analýzu.



Obrázek 18: Vzorek pro tribologické experimenty.

## Obecné informace

Slitina EN AW-6082 T6 (chem. složení AlMgSi1) je precipitačně tvrditelná slitina, která je často využívána v produktech, u kterých je důležitá kombinace pevnosti, hmotnosti a zejména odolnosti proti korozi. Ve většině případů je materiál dodáván ve vytvrzeném stavu, což znamená, že materiál je výrobcem zpracován rozpouštěcím žíháním, kalen a tepelně vytvrzen („zcela zušlechtěn“). Ve stavu vytvrzení za tepla vykazuje tato slitina 0,2% mez kluzu, která v pořadí velikosti leží na úrovni S235 [88]. Pevnost v kombinaci s nízkou specifickou hmotností, dobrými antikorozními vlastnostmi a taktěž nízkou cenou jsou vlastnosti dobře využitelné ve strojírenství, zaměřující se na produkty založených na hliníkových slitinách.

## Chemické složení

Označení:	Chemické složení [hm. %]:													
	Al		Si		Fe	Cu	Mn		Mg		Cr	Zn	Ti	Ostatní
	Min.	Max.	Min.	Max.	Max.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Max.	Max.	Max.	Max.
EN AW-6082	95,2	98,3	0,7	1,3	0,5	0,1	0,4	1	0,6	1,2	0,25	0,2	0,1	0,15

Tabulka 6: Chemické složení EN AW-6082 [88].

## Tepelné zpracování

Jak již bylo uvedeno výše, slitina je dodávána ve stavu vytvrzeném za tepla a není třeba další tepelné úpravy. Níže je uvedena standardní tepelná úprava T6 [87]:

- Žíhání naměkko: teplota (380 až 420)°C, chladicí rychlost do 250°C je 30°/hod.
- Precipitační vytvrzení: rozpouštěcí žíhání (525 až 540)°C, následované kalením ve vzduchu (tenké části) nebo ve vodě (silné části).
- Vytvrzení: (155 až 190)°C, doba tvrzení při teplotě 175°C činí asi 8 hodin.



Kalení může vést k deformaci („tahu“) dílce. Jelikož má materiál po rozpouštěcím žháním dobré tvarovací schopnosti, které jsou srovnatelné se stavem žháním naměkko, je v podstatě možné u dílců, které budou velkou měrou tvarovány, vycházet ze stavu po zpracování rozpouštěcím žháním. V tomto případě je nutné počítat s faktem, že slitina EN AW-6082 T6 ze stavu zpracování rozpouštěcím žháním ztvrdne již při pokojové teplotě. Tím se výrazně sníží tvárnost. Snížení teploty (uložení materiálu zpracovaného rozpouštěcím žháním v mrazících boxech) tvrdnutí zpomaluje [88]. V našem případě je nutné brát zejména v úvahu rychlost obrábění, neboť ta by mohla mít negativní vliv na lokální tepelné ovlivňování výchozího materiálu, v návaznosti na následující technologické kroky – povrchové úpravy.

### Mechanické vlastnosti

Označení	Tepelná vodivost <sup>1</sup> :	Koeficient lineární roztažnosti:	Spec. hmotnost:	Modul pružnosti v tahu:	Vhodnost pro anod. oxidaci (tvrdý):	Obrobitelnost <sup>2</sup> :	Odolnost proti korozi:	Tvrdost, HBW 2,5/62,5:
	$\left[ \frac{W}{cm \cdot K} \right]$	$\left[ \frac{m}{m \cdot K} \times 10^{-6} \right]$	$\left[ \frac{kg}{dm^3} \right]$	$\left[ \frac{kN}{mm^2} \right]$	-	-	-	-
EN AW-6082	1,85	23,4	2,7	70	A	C/D	A	90

Tabulka 7: Mechanické vlastnosti EN AW-6082 [89, 90].

Vysvětlivky a poznámky:

- 1...Hodnoty pro tepelnou vodivost mohou být ovlivněny stavem tvrdosti. Jsou uvedeny údaje v měkkém stavu.
- 2...Obrobitelnost je ve velké míře ovlivněna tvrdostí slitiny. Obrobitelnost vzrůstá úměrně s tvrdostí materiálu.  
A = velmi dobrá, B = dobrá, C = průměrná, D = špatná, E = velmi špatná.

#### 4.1.2 Výchozí materiál s anodizovanou vrstvou

Pro přípravu experimentálních vzorků bylo využito standardních technologií uvedených v předchozí podkapitole. Pro přípravu vrstev a povlaků byly použité standardní průmyslové technologie zaměřující se na procesy anodické oxidace (zejména na tzv. tvrdý elox), anodické oxidace s následným nanášením PTFE povlaku a DLC povlakování. Důvodem volby tzv. tvrdého eloxu jsou výrazně vyšší funkční vlastnosti (především vyšší tvrdost vrstvy) než u přírodního eloxu. Využitím standardních technologií přípravy anodizované vrstvy byla zajištěna vysoká reprodukovatelnost a opakovatelnost výsledků, eliminujících vliv technologických (procesních a strojních) chyb, a zejména zohledňující požadavky na nízké náklady, které by nebylo možné dodržet v případě, že by bylo vyvinuto zcela nové chemické složení lázni a nebylo by možné dodržet všechny klíčové technologické postupy (předúprava povrchu, tvorba oxidické vrstvy, dokončovací úpravy). Pokud by došlo ke změně chemického složení lázni, bylo by taktéž potřebné revalidovat ostatní parametry mající vliv na kvalitu vrstvy (proudová hustota během anodické oxidace, způsob promíchávání lázně atd.). Všechny tyto postupy, rámcové složení lázni, použité technologie atd. jsou popsány v normách (viz tabulky níže) a odborné literatuře [90 – 101].

Tloušťka anodizované vrstvy je  $(30 \pm 5) \mu\text{m}$ . Maximální tloušťka nebyla náhodně zvolena, ale je výsledkem rozměrových a funkčních požadavků na daný dílec.

Níže je uvedena tabulka se základními funkčními parametry vrstvy:

<b>Popis:</b>	<b>Tvrký elox:</b>
Tloušťka vrstvy	20 – 80 $\mu\text{m}$
Barva:	Dle typu slitiny (tmavošedá, bronzová, hnědá, zelená). Případně je možné zvolit černou barvu.
Tvrlost:	370 – 600 HV
Koeficient tření:	0,4 – 0,6
Normy používané pro anodickou oxidaci:	ISO 7599, DIN 17611, STN EN 2284, MIL-A-8625, DEF STAN 09-25

Tabulka 8: Mechanické vlastnosti tvrdého eloxu [102, 103].



Obrázek 19: Vzorek s anodizovanou vrstvou pro materiálovou analýzu.



Obrázek 20: Vzorek s anodizovanou vrstvou pro tribologické experimenty.

Vzorky s tvrdou anodizovanou vrstvou nesly označení „A-1“ až „A-20“, které byly anodizovány v rámci jedné dávky, aby byl minimalizován (resp. eliminován) možný výskyt chyb při anodizování v rámci vícero různých dávek (např. eliminace různého stupně nasycení lázně určené k anodizování, různé hustoty elektrického proudu vlivem jiné pozice umístění vzorku a další).

### 4.1.3 Výchozí materiál s DLC povlakem

Příprava DLC povlaku probíhala pomocí technologie PVD a výsledný povlak spadá do skupiny a-C:H, tzn. hydrogenových povlaků. Použité povlakovací zařízení bylo typu Hauzer Fx 850 a výsledný povlak DLC COMP [104].

Povlak	Mikrotvrdost HV 0,025	Tloušťka (μm)	Koeficient tření	Povlakovací teplota (°C)	Pracovní teplota (°C)	Barva	Typ
BASICCOMP	2500	1 - 6	0,4	300 - 600	600	zlatá	TiN
STANDARDCOMP	3000	1 - 4	0,4	do 600	600	bronzová	TiCN
ALUCOMP	2500 - 3500	1 - 6	0,4	do 600	900	fialová	AlTiN
SPEEDCOMP	2500 - 3500	1 - 8	0,4	do 600	800	fialová	TiAlN
PRESSCOMP	1500 - 2500	1 - 10	0,4	350 - 450	700	stříbrošedá	CrN
MULTICOMP	2500 - 3500	2 - 6	0,4	do 600	800	zlatá	TiN/TiAlN
DLC COMP	2000 - 4000	1 - 3	0,05 - 0,15	180 - 300	350	černá	a-C:H

Tabulka 9: Mechanické vlastnosti DLC COMP povlaku [105].

Tloušťka anodizované vrstvy ( $30 \pm 2$ ) μm. Tloušťka DLC COMP povlaku  $1^3$  μm. Celková tloušťka  $31^3_{-2}$  μm. Minimální tloušťka povlaku musí být 1 μm, aby byla zachována funkčnost [106] a životnost povlaku.



Obrázek 21: Vzorek s DLC COMP povlakem pro materiálovou analýzu.



Obrázek 22: Vzorek s DLC COMP povlakem pro tribologické experimenty.

Vzorky s DLC povlakem nesly označení „C-1“ až „C-20“, které byly povlakovány v rámci jedné dávky, aby byl minimalizován (resp. eliminován) možný výskyt chyb při DLC povlakování v rámci vícero různých dávek (např. eliminace různé pozice umístění vzorků, různé teploty během DLC povlakování a další).

#### 4.1.4 Výchozí materiál s anodizovanou vrstvou a PTFE

Způsob přípravy vzorků s anodizovanou vrstvou a PTFE povlakem probíhal obdobně jako při přípravě pouze anodizované vrstvy. Významný rozdíl při přípravě těchto vzorků spočíval v tom, že neproběhlo utěšňování porů pomocí deionizované vody (za horka), nýbrž byly vzorky v co nejkratším čase (zohledňující pouze manipulaci vzorků) přeneseny do technologické části, kde probíhá tvorba PTFE povlaku. Tímto způsobem byla zaručena nejvyšší adheze PTFE povlaku k anodizované vrstvě. Jiný způsob tvorby PTFE povlaku na anodizovanou vrstvu snižuje samotnou adhezi a tím negativně ovlivňuje výsledné parametry a zejména samotnou životnost celé kompozitní struktury [106].

Tloušťka anodizované vrstvy  $30_{-2}$   $\mu\text{m}$ , tloušťka PTFE povlaku  $3^2$   $\mu\text{m}$ . Celková tloušťka je  $(33 \pm 2)$   $\mu\text{m}$ . Minimální tloušťka PTFE, která musí být splněna (3  $\mu\text{m}$ ), vychází ze zachování funkčních životnostních požadavků kladených na tento typ povlaku.

Níže je uvedena tabulka se základními funkčními parametry vrstvy:

Popis:	Tvrký elox:	PTFE (penetrovaný):
Tloušťka vrstvy	20 – 80 $\mu\text{m}$	3 – 5 $\mu\text{m}$
Barva:	Dle typu slitiny (tmavošedá, bronzová, hnědá, zelená). Případně je možné zvolit černou barvu.	Dle typu slitiny.
Tvrđost:	370 – 600 HV	50 – 65 HB
Koeficient tření:	0,4 – 0,6	0,05 – 0,1
Normy používané pro anodickou oxidaci:	ISO 7599, DIN 17611, STN EN 2284, MIL-A-8625, DEF STAN 09-25	Mil-A-63576A (AR) Type I, SAE AMS2482 Type 1

Tabulka 10: Mechanické vlastnosti tvrdého eloxu [106, 107].



Obrázek 23: Vzorek s anodizovanou vrstvou a PTFE povlakem pro materiálovou analýzu.



Obrázek 24: Vzorek s anodizovanou vrstvou a PTFE povlakem pro tribologické experimenty.

Vzorky s tvrdou anodizovanou vrstvou nesly označení „B-1“ až „B-20“, které byly anodizovány a teflonovány v rámci jedné dávky, aby byl minimalizován (resp. eliminován)

možný výskyt chyb při anodizování a telefonování v rámci vícero různých dávek (např. eliminace různého stupně nasycení lázně určené k anodizování, různé hustoty elektrického proudu vlivem jiné pozice umístění vzorku a další).

## **4.2 Metody testování, analýzy**

Tato kapitola se věnuje popisu metod příprav vzorků k testování, analýze a uvádí, jaké typy přístrojů byly využity, aby byla zaručena vysoká míra reprodukovatelnosti.

### ***Příprava metalografických vzorků***

Dělení vzorků bylo provedeno pomocí přesného metalografického dělicího zařízení STRUERS Secotom 50, MSX-250 firmy LECO a Discotom-2 firmy STRUERS.

Rozřezání dílců určených k analýze bylo provedeno pomocí dělicího zařízení MSX-250 firmy LECO.

Metalografické výbrusy byly připraveny s využitím zařízení pro přípravu metalografických preparátů Tegramin 30 konvenčními technikami – broušením za mokra a leštěním diamantovými suspenzemi firmy STRUERS. Konečné mechanicko-chemické doleštění bylo provedeno pomocí suspenze OP-Chem firmy STRUERS a očištěny v ultrazvukové myčce Lavamin od firmy STRUERS.

### ***Analýza chemického složení***

Měření chemického složení bylo provedeno na optickém emisním CCS spektrometru s vysokým rozlišením – Q4 TASMAN.

Lokální bodová (plošná) chemická mikroanalýza byla provedena pomocí energiově disperzního analyzátoru EDAX, který je příslušenstvím rastrovacího elektronového mikroskopu Philips XL30.

### ***Světelná mikroskopie (LM)***

Pozorování a dokumentace dílců a vzorků byla prováděna na 3D opto-digitálních mikroskopech s vysokým rozlišením OLYMPUS DSX510, DSX110 a DSX100 a taktéž na metalografickém světelném mikroskopu OLYMPUS GX71. Obrazová analýza byla prováděna pomocí softwaru ImageJ, tloušťky vrstev byly měřeny pomocí softwaru Stream.

### ***Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)***

Tloušťky vrstev a hodnocení materiálu byly pozorovány a snímkovány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) společnosti PHILIPS XL 30, TESCAN LYRA3 XMH a Vega TS5135.

## ***Měření drsnosti***

K měření drsnosti byl využit plně automatický konfokální laserový mikroskop firmy Olympus LEXT OLS4100.

## ***Měření tvrdosti***

K měření mikrotvrdosti byl využit plně automatický tvrdoměr s rozšířeným polem firmy STRUERS Duramin-100 AC3 a tvrdoměr LM 247 AT LECO.

Pro měření nanotvrdosti byl použit nanotvrdoměr Hysitron TI 950 od firmy Bruker, k měření a vyhodnocení výsledků byl použit TriboScan dodáván firmou Bruker.

## ***Měření tribologických vlastností***

K měření tribologických vlastností (koeficient tření, „scratch test – vrypový test, ball on disc – test opotřebení) byl použit univerzální tribometr firmy BRUKER UMT-3.

## **4.3 Vzorky z dílce s anodizovanou vrstvou**

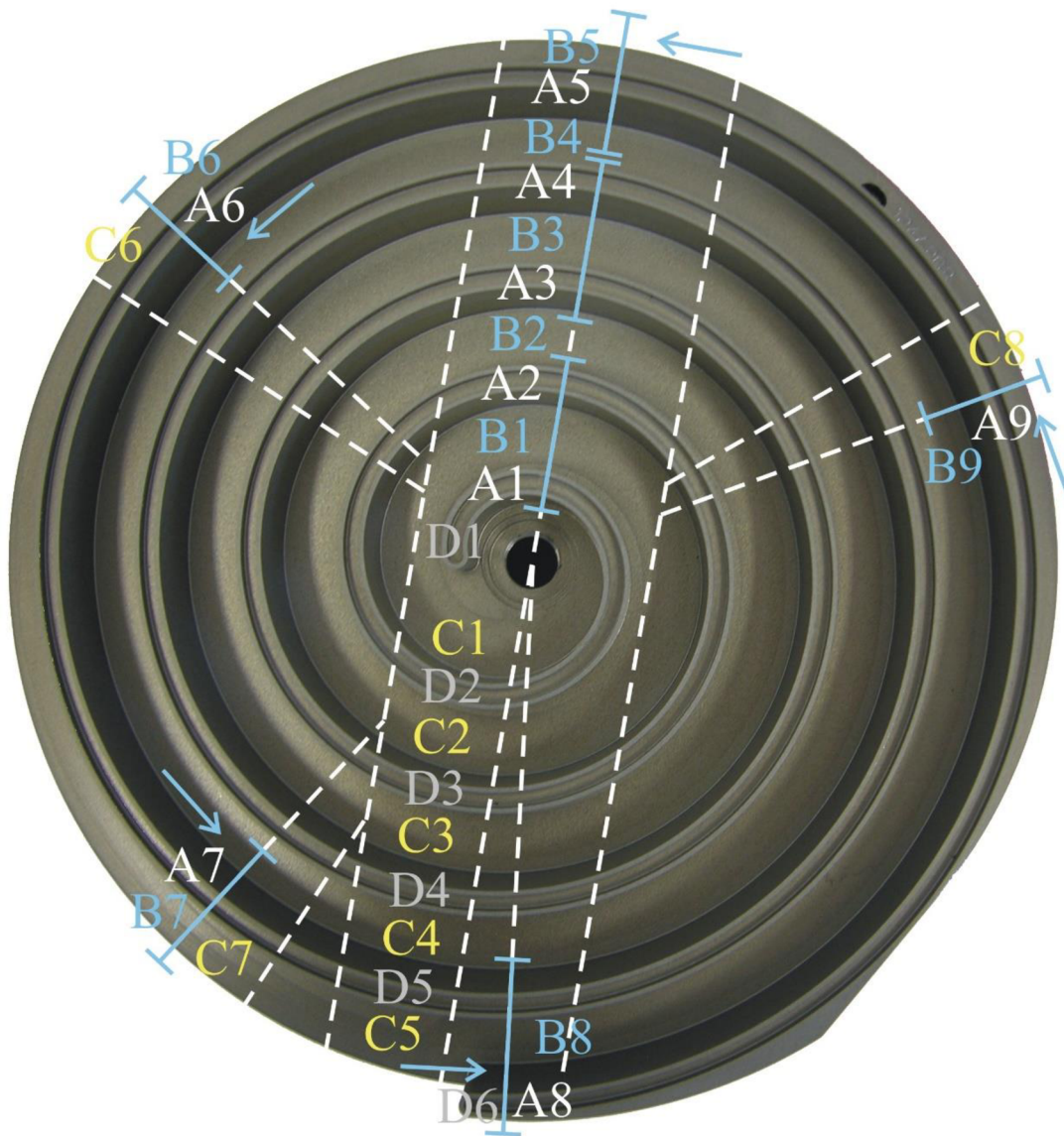
### **4.3.1 Příprava metalografických vzorků z dílců a systém vyhodnocování**

1. Pro hodnocení dílců byly ze shodných míst připraveny při intenzivním chlazení pomocí dělicího zařízení MSX-250 firmy LECO čtyři skupiny vzorků, viz obr. 25. V příčných řezech byla připravena skupina A z oblastí žeber a skupina B z oblastí báze, na kterých byla hodnocena zejména mikrostruktura, typ poškození a tloušťka anodizovaných vrstev povlaku. Ke studii povrchu anodizovaných vrstev, pak byly využity vzorky připravené z oblastí báze skupina C a z oblastí žeber skupina D.

2. V případě vzorků ze skupiny A a B v příčných řezech byly připraveny metalografické výbrusy stejným způsobem jako u experimentálních vzorků. Takto připravené vzorky byly v oblasti báze (skupina B) pozorovány pomocí metalografického mikroskopu OLYMPUS GX-71 při malém použitém zvětšení 10x a dokumentovány digitální kamerou DP 11 (celkové zvětšení snímků při dokumentaci bylo 100x). V oblasti báze (skupina B) a žeber (skupina A) u dílců byla rovněž pozorována mikrostruktura vrstev v příčných řezech pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu PHILIPS XL-30. Záznam snímků byl proveden v zobrazovacím režimu zpětně odražených elektronů – BSE. Analýzy chemického složení byly provedeny pomocí energiově disperzního analyzátoru EDAX. Posléze byla na pořízených snímcích metodou obrazové analýzy (software NIS Elements A.R. 2.4 od firmy NOKIA LABORATORY IMAGING) stanovena tloušťka vrstev v jednotlivých oblastech.

Pro vyhodnocení povrchu vrstev dílců byly dělením při intenzivním chlazení připraveny skupiny vzorků C a D. Jejich povrch po dělení nebyl dále upravován. Mikrostruktura povrchu vrstvy byla hodnocena pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Záznam snímků z povrchu vrstvy byl proveden v zobrazovacím režimu sekundárních elektronů – SE. Povrchová drsnost vrstvy v oblastech báze i žeber byla hodnocena pomocí optického profilometru Contour GT-K1 od firmy VEECO. Vysokou přesnost měření bylo možné zaručit využitím antivibračního stolku TS-140 od firmy TABLE STABLE. Pro vyhodnocení provedených měření byl použit software Vision64. Povrchová tvrdost vrstev podle Vickerse HV 0,05 (zatížení 0,050 kg / 10 s) byla měřena na automatickém mikrotvrdoměru LM 247AT firmy LECO a vyhodnocena

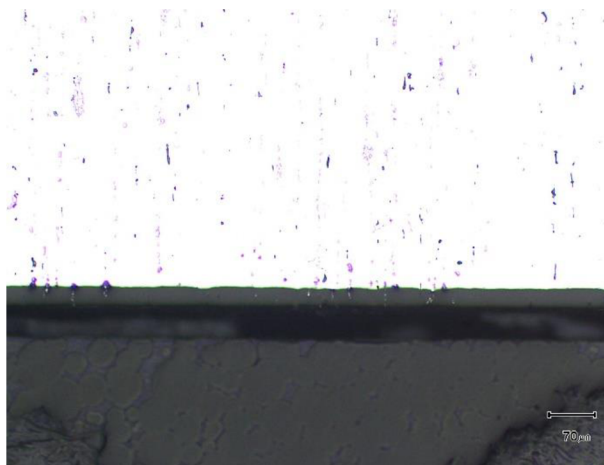
s využitím software pro automatické měření AMH 2000 v oblasti báze (skupina C) a to tak, aby bylo vždy možné z provedených měření vyloučit vliv tvrdosti základního materiálu dílce.



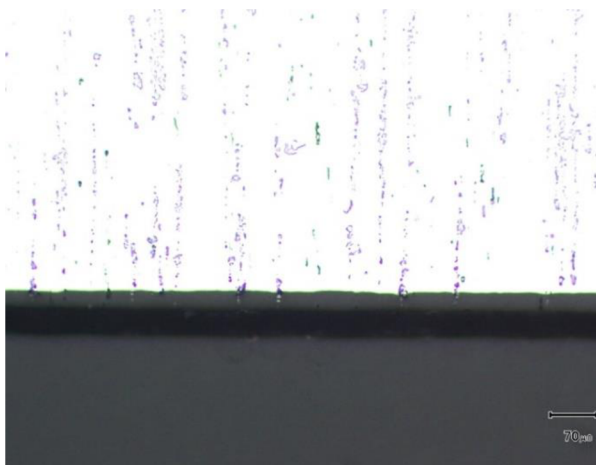
Obrázek 25: Schéma dělení dílce s anodizovanou vrstvou.

### 4.3.2 Analýza mikrostruktury

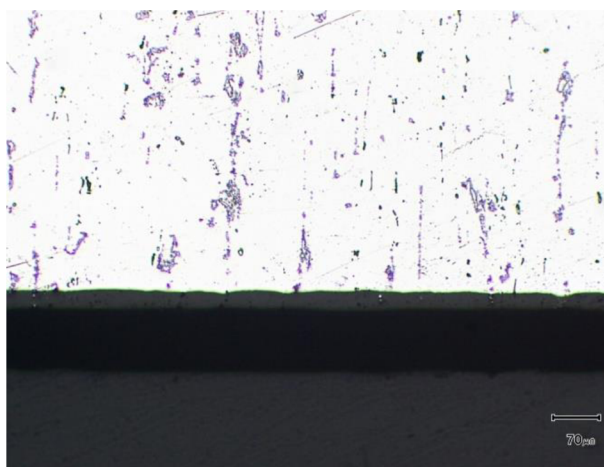
Snímky struktury materiálu dílce a anodizované vrstvy pořízené světelným mikroskopem s cílem posoudit souvislosti a rovnoměrnosti připravené vrstvy jsou viditelné na příčných řezech níže (obrázky 26, 27).



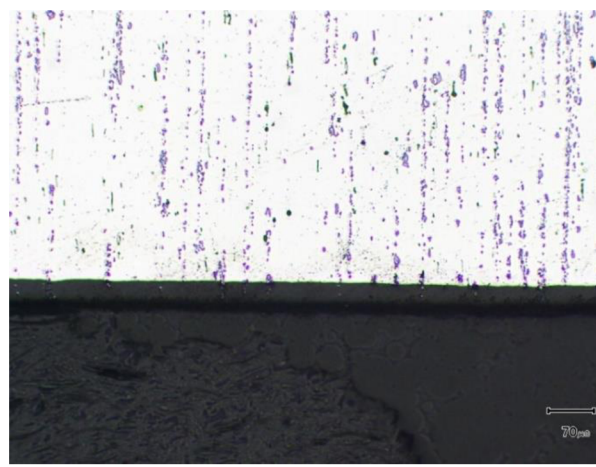
Obrázek 26: Příčný řez v oblasti B5



Obrázek 27: Příčný řez v oblasti B6.



Obrázek 28: A1-2a - příčný řez v oblasti B2



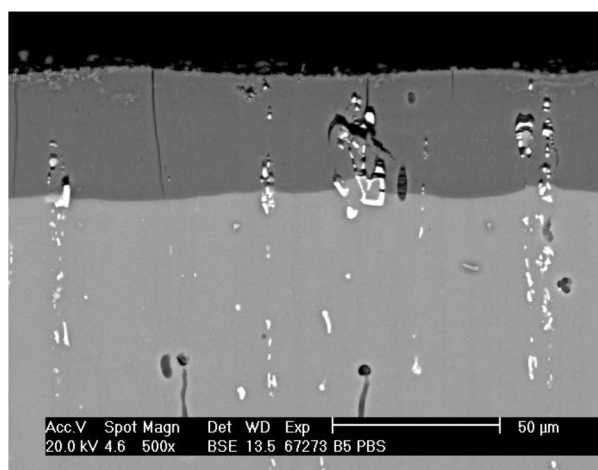
Obrázek 29: A1-9a - příčný řez v oblasti B9.

Ve struktuře slitiny je patrný výskyt značného množství částic. Tyto částice jsou vyloučeny v řádcích ve směru kolmém k připravené anodizované vrstvě. V souladu s literaturou a kinetickou teorií růstu tloušťky těchto vrstev v době její přípravy by mělo platit, že původní povrch dílce leží přibližně v polovině tloušťky anodizované vrstvy. Navzdory tomuto předpokladu lze konstatovat, že původní povrch dílce před anodizováním nelze jednoznačně stanovit, protože téměř ve všech pozorovaných případech byl zaznamenán výskyt nečistot pocházejících ze substrátu v celé tloušťce anodizované vrstvy. U dílce bylo rovněž při užitém zvětšení možné v anodizované vrstvě pozorovat určité množství otevřených i uzavřených porozit (obrázek 28 a 29), která nebyla uzavřena v průběhu utěšňovacího procesu. Anodizovaná vrstva

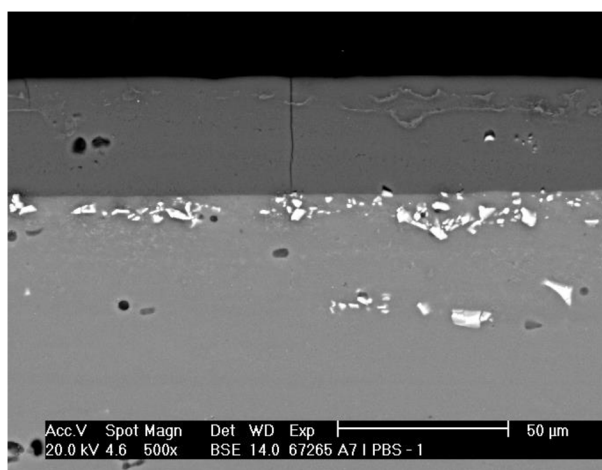


připravená na dílci je ve všech pozorovaných místech souvislá, tj. bez jakéhokoli přerušení vrstvy nespojitostmi.

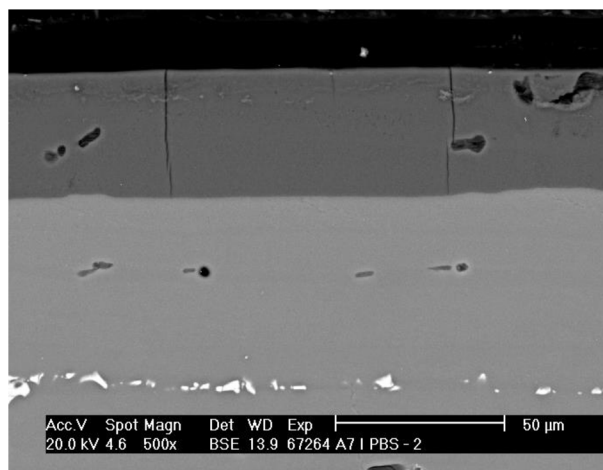
Pro podrobnější přehled o mikrostruktuře vrstvy, její vnitřní stavbě a pro stanovení její tloušťky byla anodizovaná vrstva pozorována rovněž užitím rastrovacího elektronového mikroskopu. V oblasti báze byly snímky anodizované vrstvy pořízeny vždy ze středové části dvou přiléhajících žebër. Naopak v případě žebër byla anodizovaná vrstva pozorována na třech místech: cca 5 mm od spodní hrany báze, v jejich středu a cca 5 mm od horní hrany žebra. Příklad mikrostruktury pořízené z místa B5 (oblast báze), lze pozorovat na obr. 30. Dále pak příklady mikrostruktury z místa A5 (oblast žebra), přiléhajícího k bázi B5 jsou uvedeny na obr. 31 - 33.



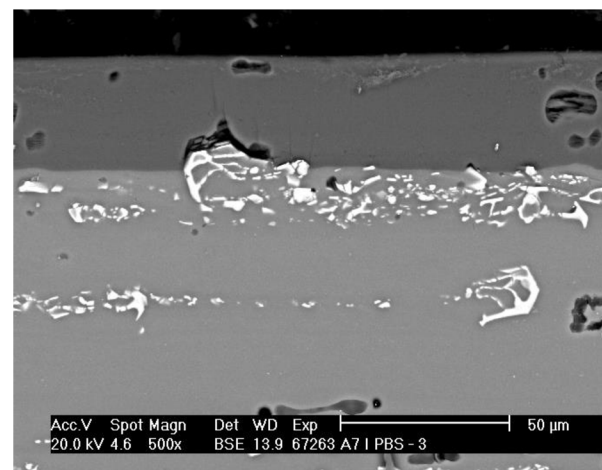
Obrázek 30: Příčný řez v oblasti B5



Obrázek 31: Příčný řez vnitřní plocha žebra.



Obrázek 32: Příčný řez střed žebra



Obrázek 33: Příčný řez vnitřní dolní hrana žebra.

Podrobnější studium mikrostruktury prokazuje u anodizované vrstvy vady:

- Neuzavřená nanoporozita po utěšňování vyskytující se v míře obvyklé zejména u povrchu anodizované vrstvy,
- uzavřená mikroporozita vrstvy daná původní porozitou substrátu,
- mikroporozita vznikající na rozhraní částic v důsledku růstu tloušťky vrstvy.

- Mikrotrhliny jak v oblasti báze, tak i žeber vedoucích od povrchu přes celou tloušťku vrstvy až do základního materiálu dílce.

### 4.3.3 Analýza chemického složení částic

Dílec pro přípravu anodizované vrstvy byl vyroben z tvářené hliníkové slitiny. Chemická analýza byla provedena pomocí energiově disperzního spektrometru EDAX. Výsledky analýzy základního materiálu a doplňkového měření vrstvy jsou uvedeny v tabulkách (12,13)

Místo:	Mg	Al	Si	Mo	Mn	Fe
Zákl. materiál	0,6	64,0	8,9	0,0	11,3	15,2
Anod. vrstva	0,0	62,3	9,7	1,7	11,0	15,3

Tabulka 11: Analýza chemického složení částic [hm. %].

Prvek:	Měření číslo:		
	1	2	3
O	50,1	50,7	50,5
Al	43,1	42,7	42,7
Si	0,4	0,4	0,5
S	6,4	6,2	6,3

Tabulka 12: Analýza chemického složení vrstvy z oblasti B1 [hm. %].

Z analýz chemického složení je zřejmé, že základní materiál dílce i anodizovaná vrstva obsahují totožné částice intermetalik na bázi Mn, Fe a Si, které bývají v případě hliníkových slitin označovány jako částice  $\beta$ -fáze. U těchto částic nebyla z přípravy vrstvy, tj. vlastní anodizace a následného utěšňování, zjištěna interakce s kyslíkem. V průběhu tvorby tedy nedochází k jejich oxidaci. Pro stanovení chemického složení vrstev byla analýza provedena z několika náhodně vybraných míst neobsahujících částice  $\beta$ -fáze.

Z chemické analýzy základního materiálu taktéž vyplývá, že se nejedná o tvářenou hliníkovou slitinu dle normy EN AW-6082 (slitina AlMgSi), spadající do řady 6000. Otázkou zůstává, jak mohlo k této záměně materiálu dojít? Předpokládá se, že došlo k záměně materiálu u dodavatele, nicméně experimentální část práce nebyla ovlivněna.

### 4.3.4 Analýza tloušťky vrstvy

Tloušťka vrstvy u dílce byla stanovena pomocí obrazové analýzy. Na každém z pořízených snímků bylo po ručním naprahování obrazu (vyznačení vrstvy), automaticky provedeno měření tloušťky a statistické zpracování naměřených dat z 356 měřených míst. Takto bylo pro analýzu vrstvy zpracováno 63 míst (9 míst z oblasti báze a 54 míst z oblastí žeber k této

bázi přilehlých i odlehlých) na jednom kusu dílce. Statistické vyhodnocení jednotlivých částí komponent označené jako: (1) skupina A – přilehlá strana žebra vzhledem k bázi, (2) skupina A – odlehlá strana žebra vzhledem k bázi, (3) skupina B – báze a (C) průměrné hodnoty tloušťky vrstvy na dílci jako celku jsou uvedeny v tabulce 13.

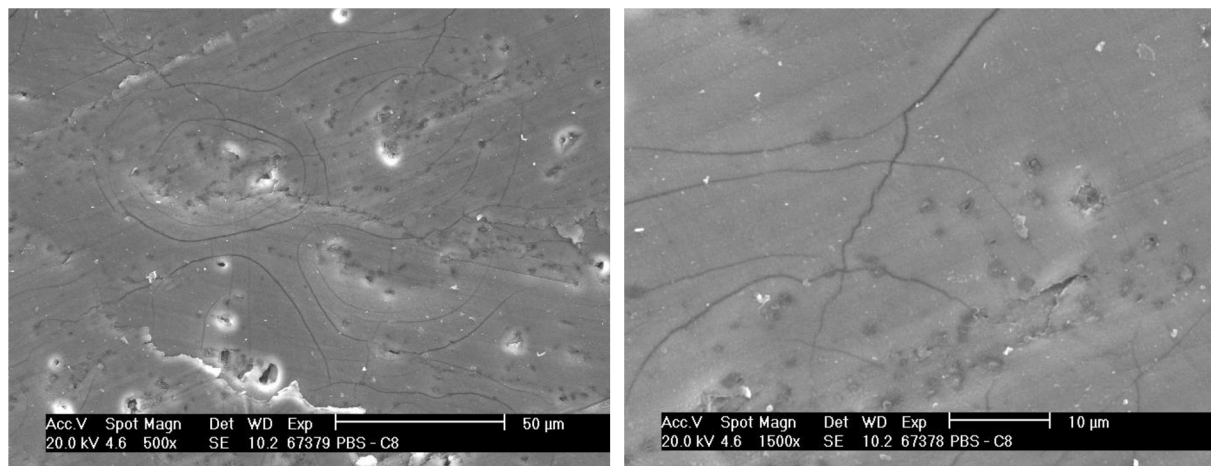
	Naměřené hodnoty v místech:				
	1	2	3	C	St. odchylka
Průměrná tloušťka	30,2	29,9	31,0	30,4	±0,6
Minimální tloušťka	26,3	25,7	27,2	26,4	±0,8
Maximální tloušťka	32,3	32,4	33,3	32,6	±0,6

Tabulka 13: Tloušťky eloxačních vrstev [ $\mu\text{m}$ ].

Z výsledné tloušťky vrstvy je zřejmé, že plně splňuje požadavky výkresové dokumentace.

#### 4.3.5 Analýza povrchu vrstvy

Povrch vrstev skupiny C (báze) byl dokumentován pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Vybrané snímky charakterizující povrch pozorovaných vrstev jsou na obr. 34.



Obrázek 34: Povrch vrstev v oblasti báze C8

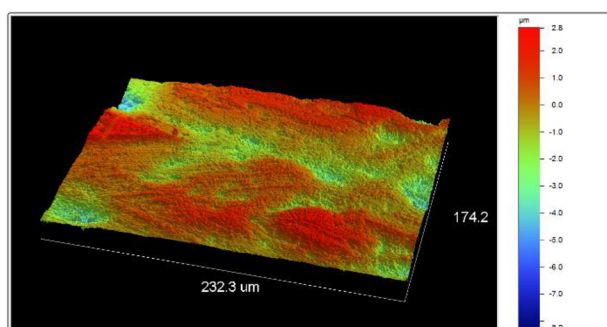
Povrch anodizované vrstvy dílce obsahuje tyto nerovnosti:

- nerovnosti plošné, ovlivněné obráběním povrchu dílce před tvorbou anodizované vrstvy, (tj. pokud vrstva roste nad povrch původního základního materiálu dílce, pak kopíruje nerovnoměrnosti takto obrobeného povrchu)
- nerovnosti důlkové, způsobené vydrolováním či odprýskáním částic  $\beta$ -fáze z povrchu vrstvy. Ty se na povrchu vrstvy projevují otevřenou porozitou. Na povrchu anodizované vrstvy nelze přehlédnout výskyt značného množství trhlin, které prostupují celou tloušťkou vrstvy až do základního materiálu dílce. Tyto trhliny bylo také možné pozorovat na snímcích mikrostruktury z rastrovacího elektronového mikroskopu v příčných řezech. Bez

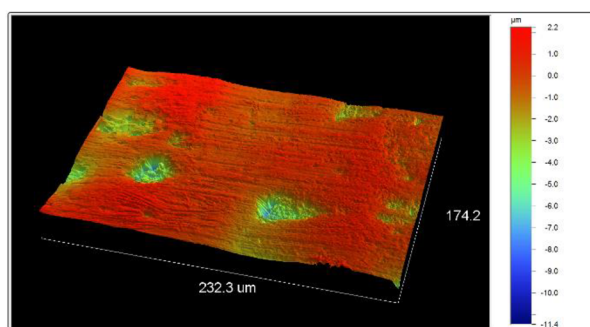
podrobnějších informací o technologii procesu přípravy vrstvy však nelze relevantně posoudit příčinu jejich vzniku.

### 4.3.6 Měření drsnosti

Drsnost povrchu byla stanovována pomocí optického profilometru. Pro zajištění vysoké přesnosti měření byl tento přístroj umístěn na aktivním antivibračním stole. Níže je uvedeno pouze několik příkladů měření a tabulka níže obsahuje pouze jednu, ale klíčovou hodnotu  $R_a$ . Parametry, které byly spolu s  $R_a$  měřeny jsou:  $R_{ku}$ ,  $R_p$ ,  $R_q$ ,  $R_{sk}$ ,  $R_t$ ,  $R_v$ . Profilové křivky byly měřeny z oblastí báze (skupina C) i žeber (skupina D). Na obr. 35 a 36 jsou pak uvedeny příklady výsledné 3D rekonstrukce měřených povrchů z místa C8 (báze). Srovnání drsnosti povrchu ze stanoveného parametru  $R_a$  bylo provedeno jednak z oblastí báze C (1, 3, 5, 6, 7 a 9), jednak z částí žeber a to na jejich plochách přilehlých k bázi D (2I, 4I a 6I) i odlehlých D (2O, 4O a 6O) - viz tab. 14.



Obr. 35: 3D rekonstrukce v oblasti báze C8



Obr. 36: 3D rekonstrukce vnější plochy žebra D2

Naměřené hodnoty:			
Oblast báze			Oblast žeber
C1	804,65	D2O	780,79
C3	1510,19	D2I	367,64
C5	673,16	D4O	1121,79
C6	789,16	D4I	816,92
C7	807,91	D6O <sub>bot</sub>	873,28
C9	871,62	D6O <sub>top</sub>	863,51
		D6I	899,60

Tabulka 14: Drsnost povrchu anodizované vrstvy  $R_a$  [nm].

Jak bylo diskutováno výše, drsnost povrchu anodizované vrstvy je výrazně závislá na kvalitě obrobení povrchu dílce před anodizováním. Dále má na drsnost povrchu anodizované vrstvy velmi významný vliv otevřená porozita z míst po vydrolených či odloupených částicích  $\beta$ -fáze. Střední hodnota drsnosti povrchu  $R_a$  se v těchto místech pohybuje v intervalu od 673 – 1510 nm.

### 4.3.7 Měření tvrdosti

Tvrdot anodizované vrstvy HV 0,05 podle Vickerse byla měřena na povrchu v pěti nahodile zvolených místech vzorků báze – skupiny C (1, 3, 5, 6, 7 a 9) s cílem zajistit objektivnost vlivu podpovrchových defektů mikrostruktury na tvrdost vrstvy. Použité zatížení 0,05 kg / 10 s bylo voleno s ohledem k vyloučení možnosti ovlivnění měřených hodnot tvrdostí substrátu.

Naměřené hodnoty tvrdosti po anodizování by se měly pohybovat v rozmezí 370 – 600 HV. U vzorků C1, C3 a C9 bylo možné pozorovat zborcení vtisku (což je stav charakteristický pro měkké a/nebo houževnaté materiály), zatímco u vzorků C5, C6 a C7 vyběhají z nezborceného vtisku mikrotrhliny (které jsou charakteristické pro velmi tvrdé a/nebo křehké materiály).

Měřicí body:	C1	C3	C5	C6	C7	C9
Naměřené hodnoty:	411	396	495	533	561	436

Tabulka 15: Tvrdot povrchu anodizované vrstvy [HV 0,05].

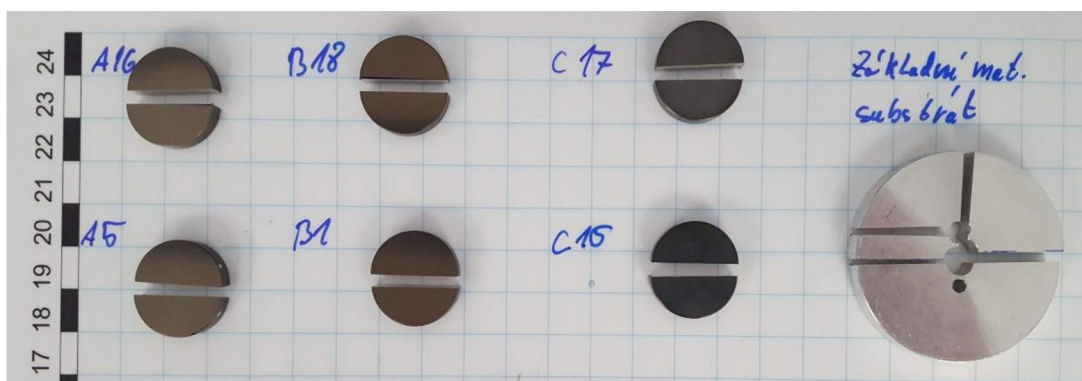
### 4.3.8 Dílčí závěry

- Na dílci je relativně rovnoměrná a souvislá anodizovaná vrstva.
- Vrstva je vysoce rovnoměrná v předepsaném intervalu ( $30 \pm 5$ )  $\mu\text{m}$  na všech 63 měřených místech.
- Částice  $\beta$ -fáze na bázi Mn, Fe a Si jsou přítomny v anodizované vrstvě. Ty jsou vyloučeny v řádcích kolmých na vrstvu v oblasti báze a rovnoběžných s vrstvou v oblasti žeber.
- V blízkém okolí částic  $\beta$ -fáze dochází v důsledku růstu vrstvy ke vzniku mikrotrhlin. Další mikrotrhliny vznikají v důsledku porozity přítomné v substrátu před anodizováním.
- U dílce byl také pozorován výskyt pórů, jejichž velikost se pohybuje v jednotkách mikrometrů, a to v množství obvyklém pro tuto technologii přípravy, včetně procesu utěšňování.
- Povrch anodizované vrstvy kopíruje původní povrch dílce po obrábění.
- Drsnost povrchu vrstvy je zásadně ovlivněna:
  - Obráběním základního materiálu dílce před tvorbou anodizované vrstvy a otevřenou porozitou, ovlivněnou zejména množstvím vydrolených či odloupených částic  $\beta$ -fáze z povrchu anodizované vrstvy.
- V závislosti na otevřené porozitě povrchu anodizované vrstvy se střední hodnota drsnosti povrchu  $R_a$  pohybovala od 0,4 - 1,5  $\mu\text{m}$ .
- Na povrchu vrstvy lze pozorovat značné množství trhlin. Jejich možný vznik však nelze podrobněji hodnotit bez detailnějších informací o výrobcem použité technologii a i přípravě obrobku.
- Jisté nesrovnalosti v oblasti technologického procesu přípravy vrstvy prokazuje i tvrdost povrchu anodizované vrstvy. Neboť je poměrně velký rozptyl tvrdosti na jednom dílci.

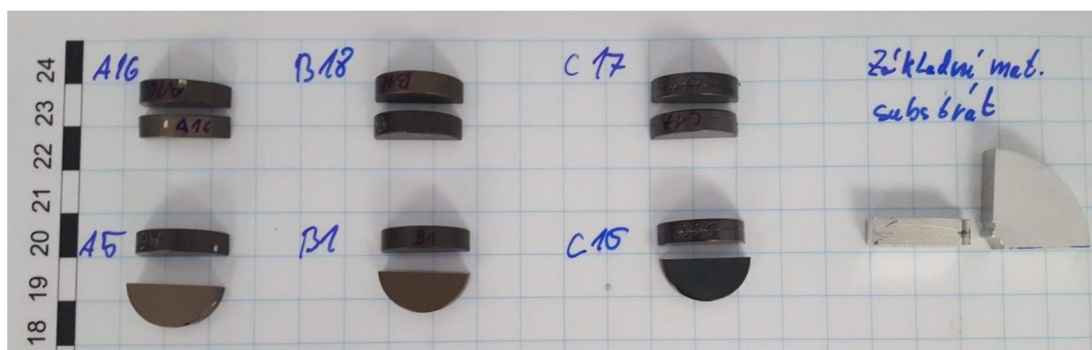
- Nesrovnalost je v použitém materiálu pro výrobu dílce, který neodpovídá normě kladené na dílec EN AW-6082. Nejspíše došlo k záměně materiálu ze strany výrobce.

#### 4.4 Experimentální vzorky – příprava metalografických preparátů

Metalografické experimentální vzorky byly rozřezány na polovinu (obrázek 37, 38) za podmínek (i) rychlost posuvu  $0,1 \text{ ms}^{-1}$ , (ii) 3000 otáček/min, (iii) použitý kotouč 10S15. Poté broušeny pomocí brusných papírů o velikosti zrn (80, 120, 240, 400, 600, 1000 a 2000) značeny dle norem FEPA. Leštěny pomocí diamantových suspenzí o velikosti zrn (1 a  $0,7 \mu\text{m}$ ), poté ultrazvukově očištěny a zality do dvousložkové epoxy pryskyřice (obrázek 39).



Obrázek 37: Pohled shora na rozřezané vzorky.



Obrázek 38: Pohled z profilu na rozřezané vzorky.



Obrázek 39: Vzorky zalité v pryskyřici.

## 4.5 Experimentální vzorky s anodizovanou vrstvou a anodizovanou vrstvou s PTFE

### 4.5.1 Analýza mikrostruktury

Jelikož jsou oba experimentální vzorky (s anodizovanou vrstvou a anodizovanou vrstvou s PTFE) téměř totožné (resp. technologie přípravy je téměř totožná), pojednává tato podkapitola o obou typech vzorků zároveň. Jediný rozdíl je, že u vzorku s PTFE je při procesu utěšňování použito PTFE. Tento krok byl prováděn pomocí penetrace PTFE disperzí (na separátním pracovišti). V textu níže je zmiňován zejména vzorek s anodizovanou vrstvou, ale stejné nálezy platí i pro vzorek s anodizovanou vrstvou a PTFE povlakem.

Snímky struktury materiálu experimentálního vzorku anodizované vrstvy, pořízené světelným mikroskopem s cílem posoudit souvislosti a rovnoměrnosti připravené vrstvy, jsou viditelné na příčných řezech níže. Analýza byla provedena na několika náhodně zvolených místech (viz obrázky 40 až 43).



Obrázek 40: Příčný řez vzorku – místo 1  
(anodizovaná vrstva).



Obrázek 41: Příčný řez vzorku – místo 2  
(anodizovaná vrstva s PTFE).



Obrázek 42: Příčný řez vzorku - místo 3  
(anodizovaná vrstva).



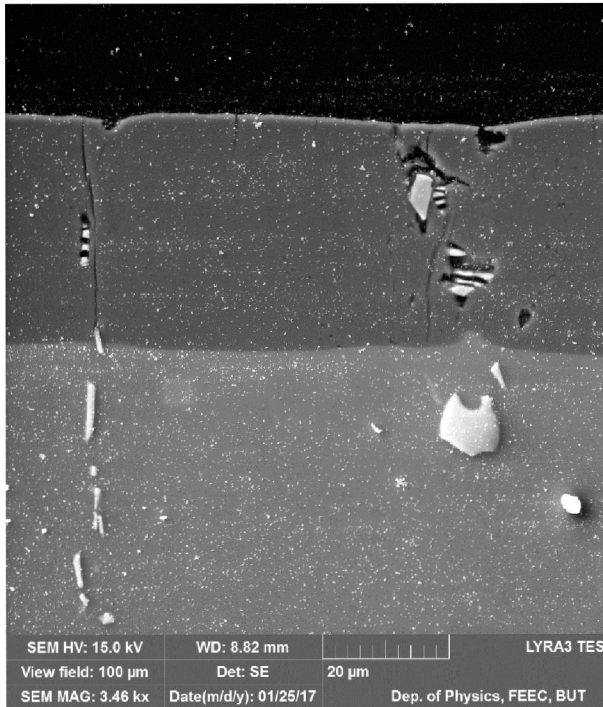
Obrázek 43: Příčný řez vzorku - místo 4  
(anodizovaná vrstva s PTFE).

Ve struktuře slitiny je patrný výskyt značného množství částic (jak bylo pozorováno již u dílce). Tyto částice jsou vyloučeny v řádcích ve směru kolmém k připravené anodizované vrstvě. Jak tomu bylo u dílce, tak i u experimentálního vzorku nelze jednoznačně určit původní povrch vzorku před anodizováním. Téměř ve všech pozorovaných případech byl zaznamenán výskyt nečistot pocházejících ze substrátu v celé tloušťce anodizované vrstvy. U vzorku bylo rovněž při užitém zvětšení možné v anodizované vrstvě pozorovat určité množství otevřené i uzavřené porozity (obrázek 44), která nebyla uzavřena v průběhu utěšňovacího procesu.

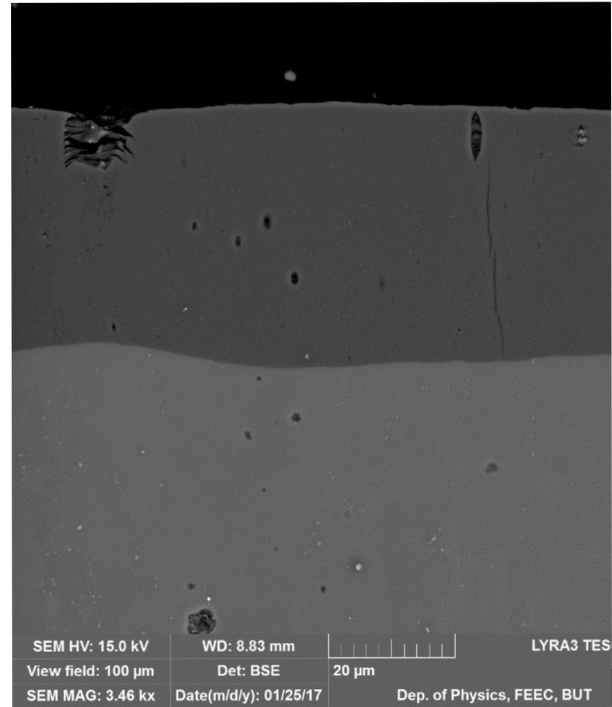


Anodizovaná vrstva připravená na vzorku je ve všech pozorovaných místech souvislá, tj. bez jakéhokoli přerušení vrstvy nespojitostmi.

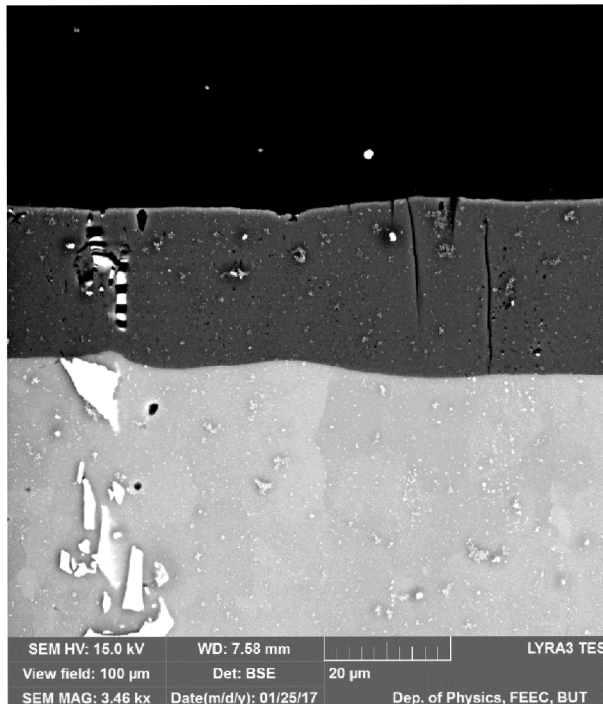
Pro podrobnější přehled o mikrostruktuře vrstvy, její vnitřní stavbě a pro stanovení její tloušťky, byla anodizovaná vrstva pozorována rovněž užitím rastrovacího elektronového mikroskopu.



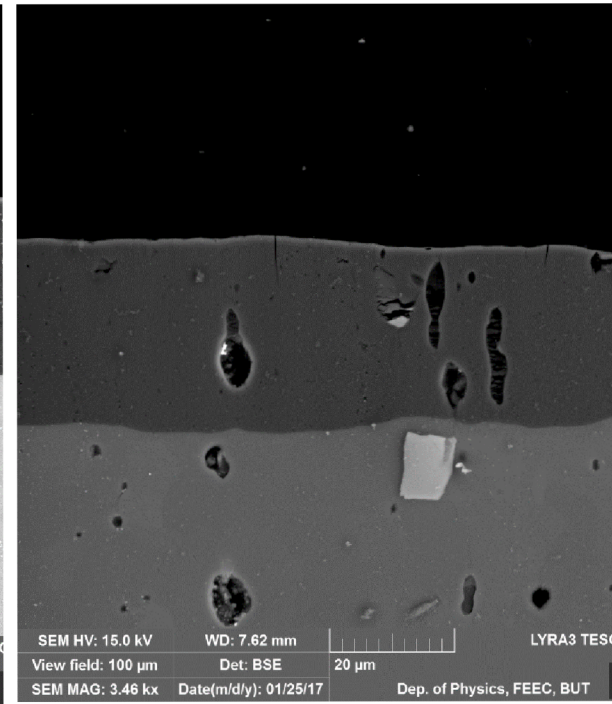
Obrázek 44: Příčný řez vzorku (anodizovaná vrstva).



Obrázek 45: Příčný řez vzorku (anodizovaná vrstva)



Obrázek 46: Příčný řez vzorku (anodizovaná vrstva s PTFE).



Obrázek 47: Příčný řez vzorku (anodizovaná vrstva s PTFE).

Podrobnější studium mikrostruktury prokazuje u anodizované vrstvy vady (obdobně jako u dílce):

- Neuzavřená nanoporozita po utěšňování vyskytující se v míře obvyklé zejména u povrchu anodizované vrstvy,
- uzavřená mikroporozita vrstvy daná původní porozitou substrátu a
- mikroporozita vznikající na rozhraní částic v důsledku růstu tloušťky vrstvy.
- Jak mikrotrhliny vedoucí přes celou tloušťku vrstvy až do substrátu, tak i mikrotrhliny vedoucí ze substrátu do vrstvy a taktéž mikrotrhliny začínající na povrchu vrstvy vedoucí do části vrstvy.

#### 4.5.2 Analýza chemického složení částic

Místo:	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Další
Substrát	96,8	1,22	0,33	0,06	0,6	0,73	0,01	0,11	0,05	0,06

Tabulka 16: Analýza chemického složení částic [hm. %].

Z analýz chemického složení je zřejmé, že základní materiál dílce i anodizovaná vrstva obsahují totožné částice intermetalik na bázi Mn, Fe a Si, které bývají v případě hliníkových slitin označovány jako částice  $\beta$ -fáze. U těchto částic nebyla z přípravy vrstvy, tj. vlastní anodizace a následného utěšňování, zjištěna interakce s kyslíkem. V průběhu tvorby tedy nedochází k jejich oxidaci. Pro stanovení chemického složení vrstev byla analýza provedena z několika náhodně vybraných míst neobsahujících částice  $\beta$ -fáze.

Analýza taktéž potvrdila, že se jedná o požadovaný základní materiál (EN AW - 6082).

#### 4.5.3 Analýza tloušťky vrstvy a povlaku

K analýze tloušťky vrstvy a povlaku byl použit 3D opto-digitální mikroskop s vysokým rozlišením a nanotvrdoměr Hysitron TI 950 od firmy Bruker. Tloušťky byly vyhodnoceny softwarem Stream a TriboScan.

Vzorek:	Prům. tloušťka:	St. odchylka
A (anodizovaná vrstva)	37,9	$\pm 1,1$
B (anodizovaná vrstva + PTFE)	29,7	$\pm 0,9$

Tabulka 17: Průměrná tloušťka [ $\mu\text{m}$ ].

Z výsledného měření vyplývá, že vzorek A je mimo definované toleranční pásmo a vzorek B spadá do tolerančního pásma. Tloušťka PTFE povlaku se pohybuje okolo 1  $\mu\text{m}$ .

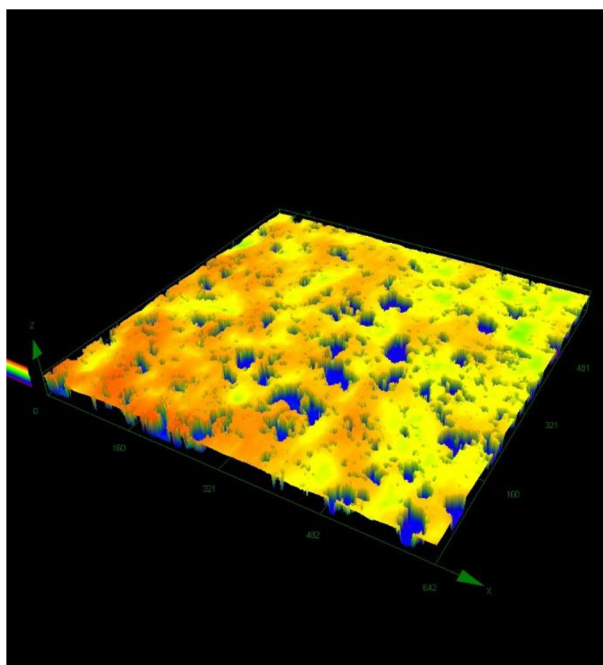
#### 4.5.4 Analýza povrchu vrstvy

Povrch vzorku byl pozorován na konfokálním laserovém mikroskopu. Výsledky jsou obdobné jako při zkoumání vzorků z dílce. Tudíž povrch obsahuje následující nerovnosti:

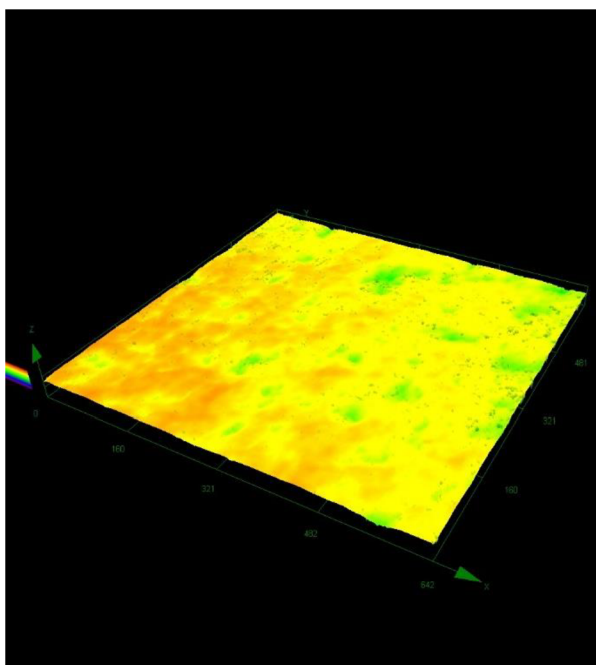
- Nerovnosti plošné, ovlivněné obráběním povrchu vzorku před tvorbou anodizované vrstvy, (tj. pokud vrstva roste nad povrch původního základního materiálu vzorku, pak kopíruje nerovnoměrnosti takto obrobeného povrchu) a
- nerovnosti důlkové, způsobené vydrolováním či odprýskáním částic  $\beta$ -fáze z povrchu vrstvy. Ty se na povrchu vrstvy projevují otevřenou porozitou. Na povrchu anodizované vrstvy nelze přehlédnout výskyt množství trhlin, které prostupují celou tloušťkou vrstvy až do základního materiálu dílce. Tyto trhliny bylo také možné pozorovat na snímcích mikrostruktury z rastrovacího elektronového mikroskopu v příčných řezech.

#### 4.5.5 Měření drsnosti

Drsnost byla stanovena za pomoci konfokálního laserového mikroskopu ze tří nahodile vybraných bodů.



Obrázek 48: Povrch anodizované vrstvy v měřicím bodě 1.



Obrázek 49: Povrch anodizované vrstvy s PTFE v měřicím bodě 1.

Vzorek:	Průměrná hodnota drsnosti:	St. odchylka
A (anodizovaná vrstva)	1150,7	±128,5
B (anodizovaná vrstva + PTFE)	1159,0	±72,8
Substrát	208,7	±18,6

Tabulka 18: Drsnost Ra [nm].

Jak bylo diskutováno u vzorků z dílce, drsnost povrchu anodizované vrstvy je výrazně závislá na kvalitě obrobení povrchu vzorku před anodizováním. Dále má na drsnost povrchu anodizované vrstvy velmi významný vliv otevřená porozita z míst po vydrolených či odloupených částicích  $\beta$ -fáze. Průměrná hodnota drsnosti povrchu anodizované vrstvy Ra je 1150,7 nm a povrchu s anodizovanou vrstvou + PTFE je Ra 1159,0 nm a u substrátu je rovná hodnotě 208,7 nm.

#### 4.5.6 Měření tvrdosti

Při měření tvrdosti (resp. mikrotvrdosti) se postupovalo obdobně jako při měření dílce. Tzn. tvrdost anodizované vrstvy HV 0,05 podle Vickerse byla měřena na povrchu v pěti nahodile zvolených místech vzorků s cílem zajistit objektivnost vlivu podpovrchových defektů mikrostruktury na tvrdost vrstvy. Použité zatížení 0,05 kg / 10 s bylo voleno s ohledem k vyloučení možnosti ovlivnění měřených hodnot tvrdostí substrátu.

Jako doplňkové měření k mikrotvrdosti bylo zvoleno měření nanotvrdosti. Důvod tohoto typu měření bude vysvětlen později. Nanotvrdost byla měřena dle postupu uvedeném v článku [110] a oproti měření dle Vickerse se liší pouze v užitém indentoru (zkušebním tělese). Zkouška dle Vickerse využívá diamantový čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136°. Nanotvrdost se měří pomocí nanoindentoru, který má pyramidální tvar ("Berkowich"). Aby bylo možné porovnat naměřené hodnoty mikro a nanotvrdosti, bylo nezbytné využít přepočít uvedený níže:

$$H[MPa] = 10.58 HV \left[ \frac{kgf}{mm^2} \right], \quad [111]$$

kde

H... je nanotvrdost,

HV... je tvrdost dle Vickerse.

Vzorek:	Průměrná hodnota tvrdosti [HV0,05] (naměřená):	St. odchylka [HV0,05]:	Průměrná hodnota tvrdosti [HV] (vypočítaná):	St. odchylka [HV]:
A (anodizovaná vrstva)	457,1	±0,1	510,1	±11,3
B (anodizovaná vrstva + PTFE)	528,6	±16,52	531,2	±72,86
Substrát	90,8	±2,7	142,1	±6,1

Tabulka 19: Tvrdost povrchu.

Vzorek:	Průměrná hodnota nanotvrdosti [GPa] (naměřená):	St. odchylka [GPa]:	Průměrná hodnota tvrdosti [HV] (vypočítaná):	St. odchylka [HV]:
A (anodizovaná vrstva)	5,40	±0,12	510,1	±11,3
B (anodizovaná vrstva + PTFE)	5,43	±0,48	531,2	±72,86
Substrát	1,5	±0,06	142,1	±6,1

Tabulka 20: Nanotvrdost povrchu.

## 4.5.7 Dílčí závěry

- Na vzorcích je relativně souvislá anodizovaná vrstva.
- PTFE povlak není rozeznatelný, ovšem je přítomný a jeho tloušťka je výrazně menší než požadovaných 5  $\mu\text{m}$ .
  - Důvodů nerozpoznatelnosti a nedostatečné tloušťky povlaku může být několikero, ale bez podrobnější znalosti použité technologie dodavatele nelze korektně určit.
- PTFE povlak zvyšuje tvrdost povrchu, což je v souladu s dostupnou technickou dokumentací [112].
- Vrstva u vzorku A je vysoce rovnoměrná, mimo předepsaný interval ( $30 \pm 5$ )  $\mu\text{m}$ .
- Vrstva s PTFE u vzorku B je rovnoměrná uvnitř předepsaného intervalu ( $30 \pm 5$ )  $\mu\text{m}$ .
- Částice  $\beta$ -fáze na bázi Mn, Fe a Si jsou přítomny v anodizované vrstvě. Ty jsou vyloučeny v řádcích kolmých na vrstvu.
- V blízkém okolí částic  $\beta$ -fáze dochází v důsledku růstu vrstvy ke vzniku mikrotrhlin. Další mikrotrhliny vznikají v důsledku porozity přítomné v substrátu před anodizováním.
- U vzorků A i B byl také pozorován výskyt pórů, jejichž velikost se pohybuje v jednotkách mikrometrů, a to v množství obvyklém pro tuto technologii přípravy, včetně procesu utěšňování, u vzorku B při procesu teflonování.
- Povrch vrstev, povlaku kopíruje původní povrch vzorků po obrábění.
- Drsnost povrchu vrstev a povlaku je zásadně ovlivněna:
  - Obráběním základního materiálu dílce před tvorbou anodizované vrstvy a otevřenou porozitou, ovlivněnou zejména množstvím vydrolených či odloupených částic  $\beta$ -fáze z povrchu anodizované vrstvy.
- Na povrchu vrstev a povlaku lze pozorovat množství trhlin. Jejich možný vznik však nelze podrobněji hodnotit bez detailnějších informací o výrobcem použité technologii a i přípravě obrobku.

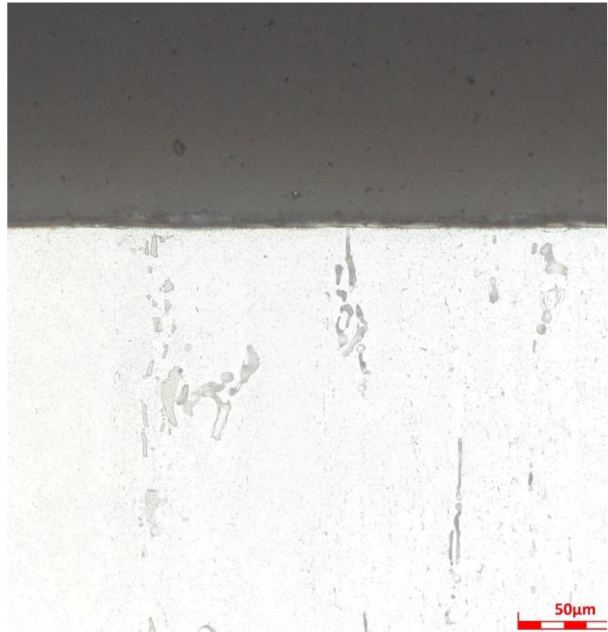
## 4.6 Experimentální vzorky s DLC povlakem

### 4.6.1 Analýza mikrostruktury

Snímky struktury materiálu experimentálního vzorku a DLC povlaku, pořízené světelným mikroskopem s cílem posoudit souvislosti a rovnoměrnosti připravené vrstvy, jsou viditelné na příčných řezech níže. Analýza byla provedena na několika náhodně zvolených místech (viz obrázky 50, 51).

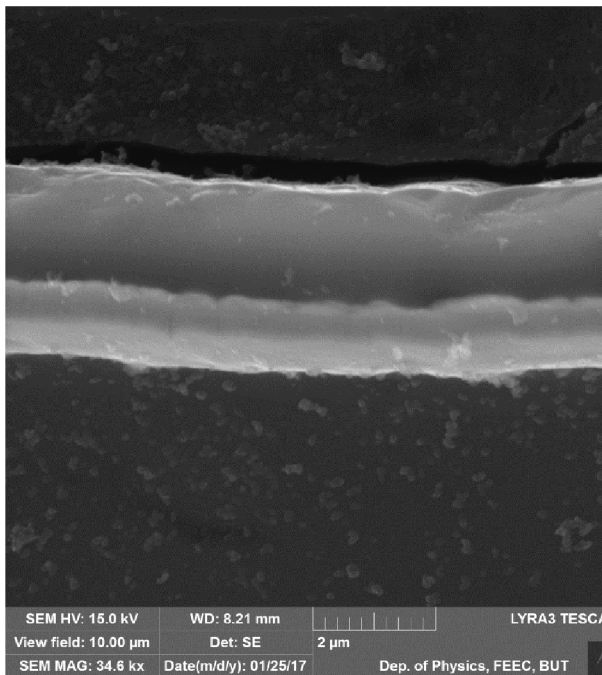


Obrázek 50: Příčný řez DLC povlaku – měř. bod 1

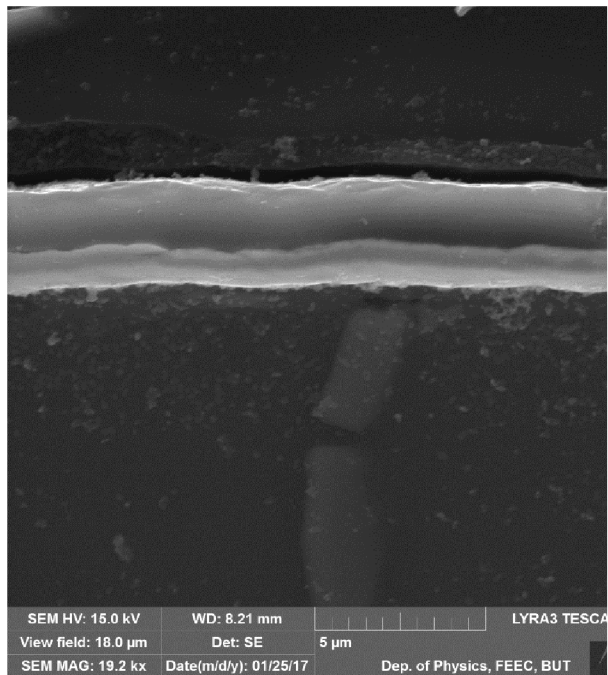


Obrázek 51: Příčný řez DLC povlaku – měř. bod 2

Ve struktuře slitiny je patrný výskyt značného množství částic. Tyto částice jsou vyloučeny v řádcích ve směru kolmém k připravenému DLC povlaku. Jedná se o stejné nálezy v substrátu, jako u již výše analyzovaných vzorků.



Obrázek 52: Příčný řez DLC povlaku – měř. bod 1

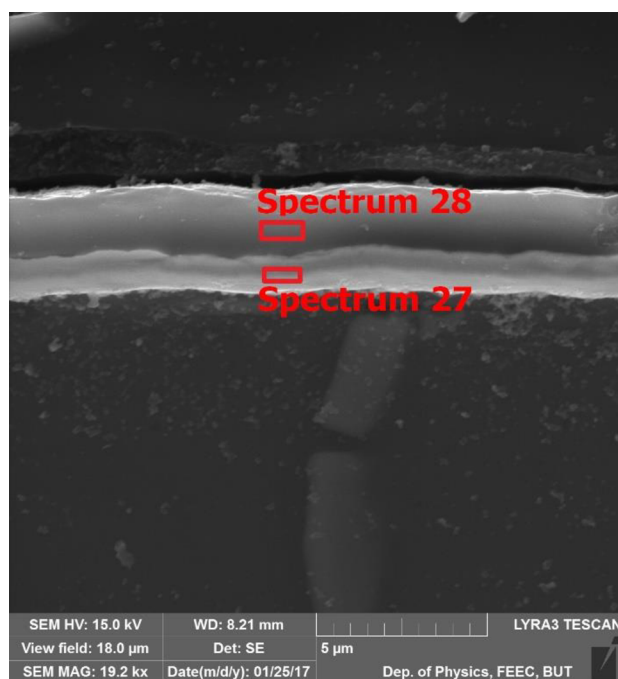


Obrázek 53: Příčný řez DLC povlaku – měř. bod 2

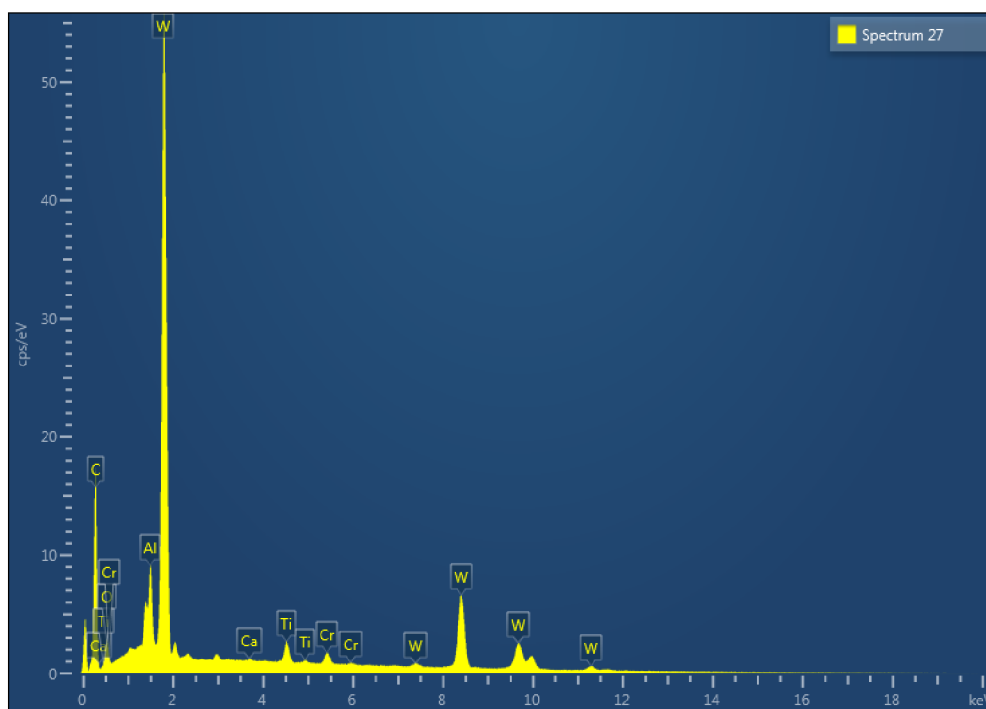
Podrobnější analýza u DLC povlaku prokázala výskyt malého množství mikrotrhlin v povlaku.

#### 4.6.2 Analýza chemického složení částic

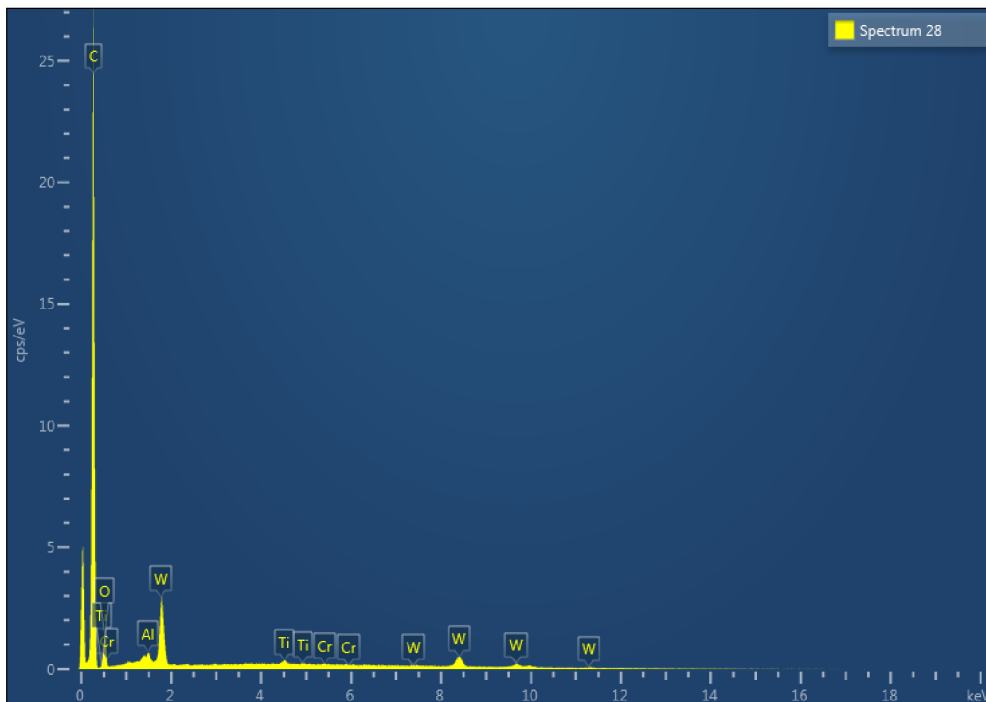
Chemická analýza byla provedena ve dvou místech, jak je znázorněno na obrázku 54.



Obrázek 54: Místa analýzy.



Obrázek 55: Graf – Spectrum 27.



Obrázek 56: Graf – Spectrum 28.

Dle výše uvedených grafů chem. složení, odpovídá struktura DLC povlaku uvedenému schématu: (i) substrát, (ii) vrstva Cr, (iii) vrstva W, (iv) DLC.

### 4.6.3 Analýza tloušťky povlaku

Tloušťka povlaku byla měřena pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu.

Vzorek:	Prům. tloušťka:	St. odchylka
C (DLC povlak)	1,5	±0,4

Tabulka 21: Průměrná tloušťka [ $\mu\text{m}$ ].

Z výsledného měření vyplývá, že definované toleranční rozmezí lze bezproblémově dodržet. Musí být ovšem bráno v potaz, že v případě výroby dílce musí být adekvátně zvýšen konečný rozměr dílce tak, aby splňoval výsledné rozměry po aplikaci povlaku.

### 4.6.4. Analýza povrchu povlaku

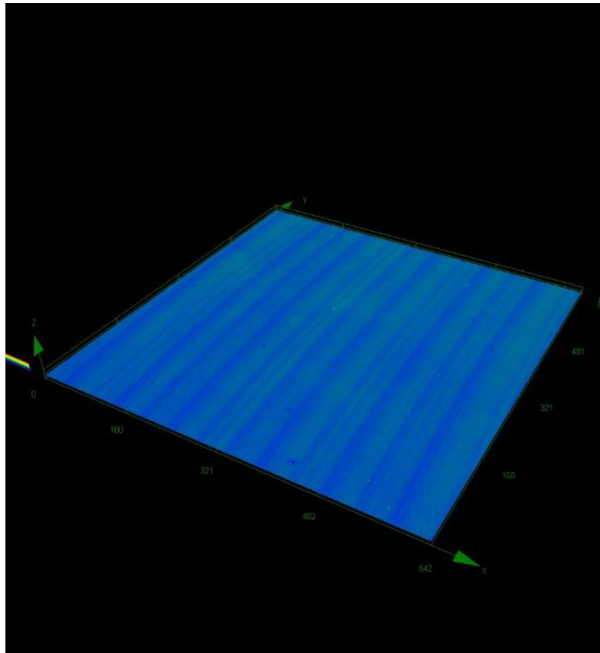
Povrch vzorku byl pozorován na konfokálním laserovém mikroskopu a rastrovacím elektronovém mikroskopu. Výsledky jsou obdobné jako při zkoumání vzorků z dílce. Tudiž povrch obsahuje následující nerovnosti:

- Nerovnosti plošné, ovlivněné obráběním povrchu vzorku před tvorbou povlaku.
- Nerovnosti důlkové, způsobené vydrolováním či odprýskáním částic  $\beta$ -fáze z povrchu. Ty se na povrchu povlaku projevují otevřenou porozitou.

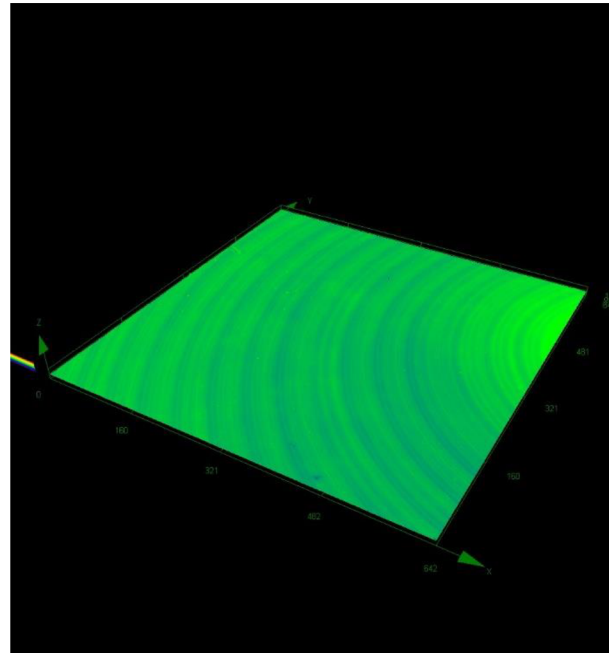


#### 4.6.5 Měření drsnosti

Drsnost byla stanovena za pomoci konfokálního laserového mikroskopu na třech nahodile vybraných bodech.



Obrázek 57: Povrch DLC povlaku v měřicím bodě 1.



Obrázek 58: Povrch DLC povlaku v měřicím bodě 1.

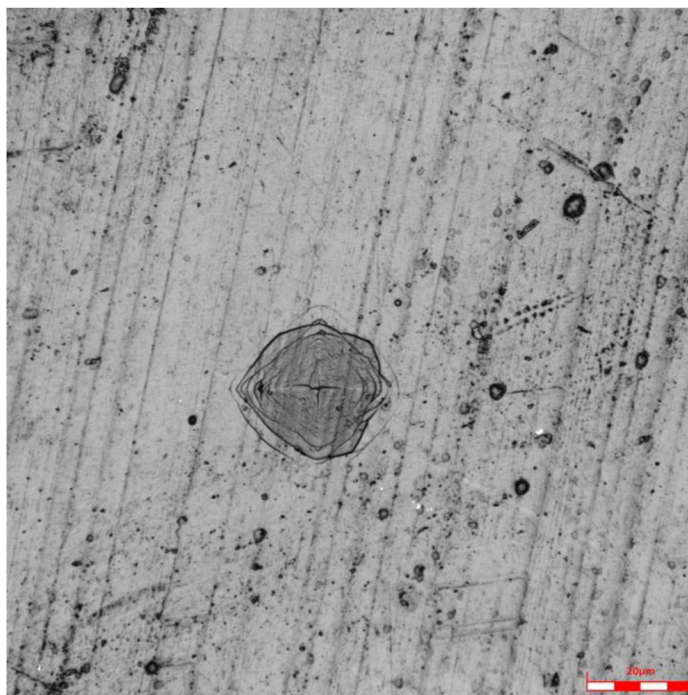
Vzorek:	Průměrná hodnota drsnosti:	St. odchylka
C (DLC povlak)	138,3	±9,6
Substrát	208,7	±18,6

Tabulka 22: Drsnost Ra [nm].

Po aplikování povlaku dochází ke zlepšení drsnosti. Je to z důvodu užití technologie povlakování (PVD technologie). Nejprve se čistí povrch materiálu za účelem zvýšení adheze povlaku. Poté se postupně nanášejí jednotlivé vrstvy, které zaplňují nerovnosti, a tím dochází ke sjednocování / vyhlazování povrchu (ovšem jen do určité míry).

#### 4.6.6 Měření tvrdosti

Při měření tvrdosti (resp. mikrotvrdosti), v první iteraci, se postupovalo obdobně jako při měření anodizované vrstvy. Tzn. tvrdost HV 0,05 podle Vickerse byla měřena na povrchu v pěti nahodile zvolených místech vzorků s cílem zajistit objektivnost vlivu podpovrchových defektů mikrostruktury na tvrdost vrstvy. Použité zatížení 0,05 kg / 10 s bylo voleno s ohledem k vyloučení možnosti ovlivnění měřených hodnot tvrdostí substrátu. Jelikož pokaždé došlo k prolomení povlaku (obrázek 59), bylo přistoupeno v rámci druhé iterace k měření nanotvrdosti.



Obrázek 59: Ukázka prolomení povlaku.

<b>Vzorek:</b>	Průměrná hodnota nanotvrdosti tvrdosti [GPa] (naměřená):	St. odchylka [GPa]:	Průměrná hodnota tvrdosti [HV] (vypočítaná):	St. odchylka [HV]:
C (DLC povlak)	28,9	±6,21	2735,0	±587,2
Substrát	1,5	±0,1	142,1	±6,1

Tabulka 23: Tvrdost povrchu.

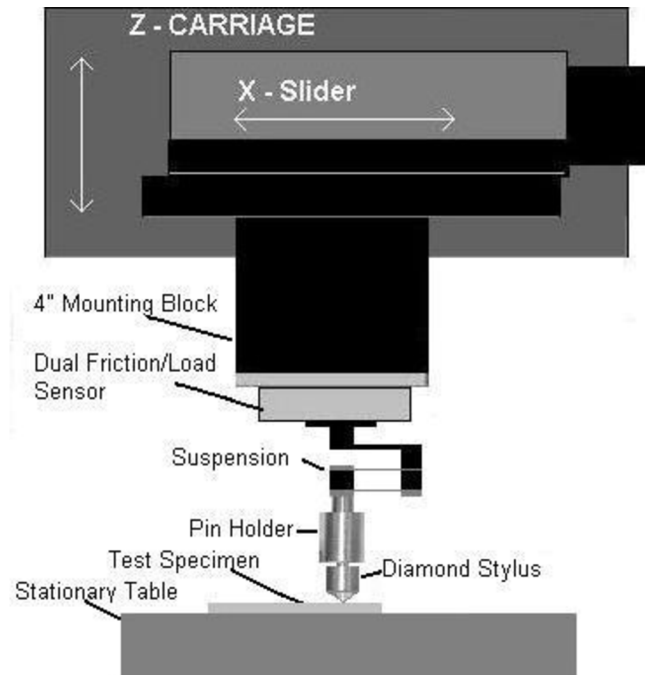
#### 4.6.7 Dílčí závěry

- Na vzorcích je relativně souvislý DLC povlak.
- Tvrdost povrchu je díky DLC povlaku mnohonásobně zvýšena.
  - Nelze měřit za využití přístrojů pro měření mikrotvrdosti, neboť substrát nemá dostatečnou pevnost a tím pádem docházelo k prolomení povlaku.
- Povlak je vysoce rovnoměrný, splňující rozměrové limity.
- Povrch povlaku kopíruje původní povrch vzorků.
- Drsnost povrchu povlaku je zásadně ovlivněna:
  - Obráběním základního materiálu dílce před tvorbou DLC povlaku a
  - použitou technologií tvorby povlaku. Principy PVD technologie zlepšují drsnost (tzn. snižují drsnost), neboť v první části procesu dochází k předpřípravě povrchu (čištění) a následně dochází ke zcelování povrchu a vyrovnání nerovností. Toto platí pouze v omezené míře.
- Uvnitř povlaku byly pozorovány mikrotrhliny, které nelze adekvátně kvalitativně určit, neboť by bylo třeba podrobněji znát použitou technologii výrobce.

## 4.7 Vrypový test (SCRATCH TEST)

Vrypový test je jedna ze základních metod k měření adheze a otěruvzdornosti vrstvy či povlaku k substrátu. Přístroj umí využívat dva módy měření. V prvním módu je zatížení v závislosti na čase lineárně proměnné a ve druhém je konstantní. Vrypovým testem budeme provádět měření tzv. rezistence pevného povrchu vůči penetraci pohybujícího se indentoru daného průměru hrotu určitou konstantní silou (tzn. využíváme druhého módu).

Schéma testovacího zařízení je uvedeno na obrázku 60.



Obrázek 60: Schéma vrypového zařízení dle normy ASTM G171-03 Scratch-hardness.

Stupeň tvrdosti vrypovým testem se vypočítá dle vztahu:

$$HSp = \frac{8F_z}{\pi w^2}, \quad [111]$$

kde

$F_z$ ...normálová síla [N],

$w$ ...šířka stopy [ $\mu\text{m}$ ].

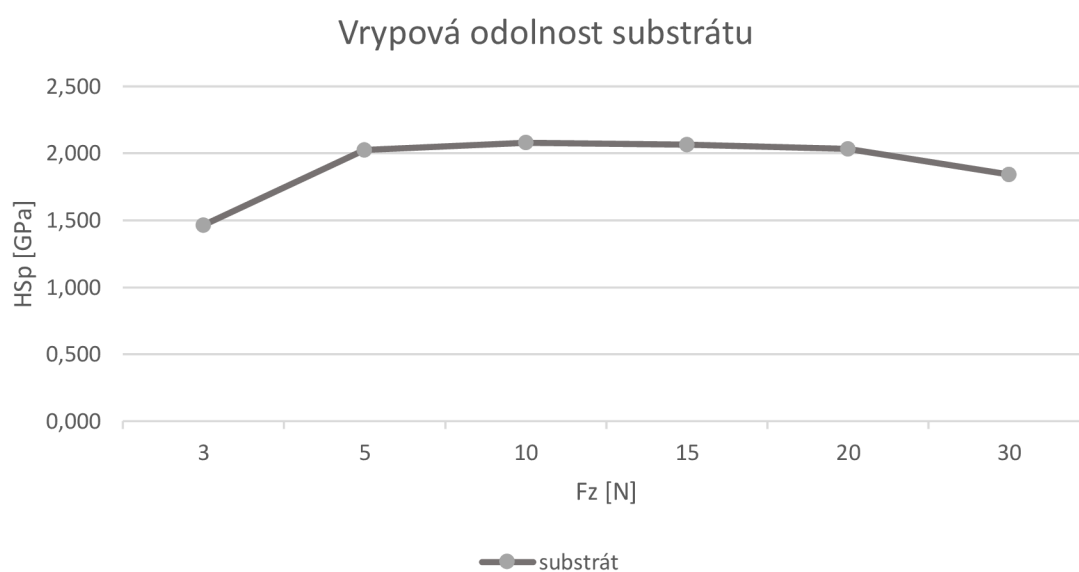
Testy byly prováděny za následujících podmínek: délka vrypu 10 mm, rychlost posuvu 1 mm/s, konstantní normálové síly. Měření šířky vrypu bylo prováděno ve třech místech (2 mm, 5 mm, 8 mm). Analýza vrypů byla prováděna na přístroji Talysurf CLI 1000 a parametry měřeny pomocí softwaru TalyMap 5.1. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce níže.

Vzorek	Substrát		A18 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )		B12 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +PTFE)		C18 (DLC)	
	∅ w [μm]:	HSp [GPa]:	∅ w [μm]:	HSp [GPa]:	∅ w [μm]:	HSp [GPa]:	∅ w [μm]:	HSp [GPa]:
1	-	-	-	-	-	-	60,3	0,700
3	72,2	1,464	-	-	-	-	98,0	0,795
5	79,3	2,025	128,0	0,773	89,0	1,620	126,0	0,802
7	-	-	-	-	-	-	152,0	0,722
10	110,7	2,079	122,0	1,711	119,0	1,798	233,7	0,466
15	136,0	2,065	141,0	1,921	172,3	1,286	297,0	0,433
20	158,3	2,032	192,7	1,372	193,0	1,367	431,3	0,274
30	203,7	1,842	259,7	1,133	261,0	1,121	455,3	0,368
50	-	-	361,0	0,977	377,0	0,896	-	-
70	-	-	436,7	0,935	417,3	1,023	-	-

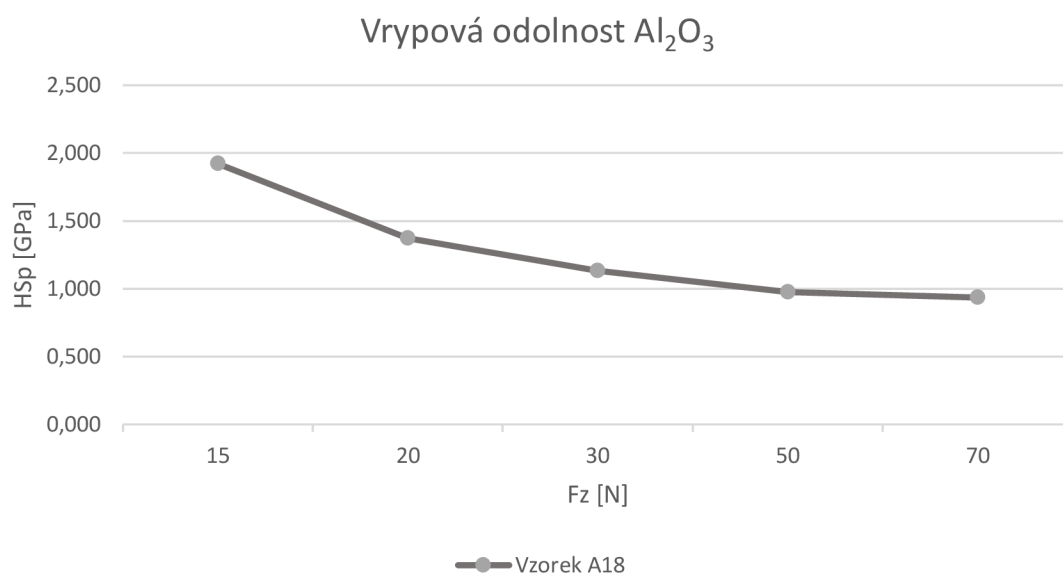
Tabulka 24: Výsledky vrypové zkoušky.

Vysvětlivky:

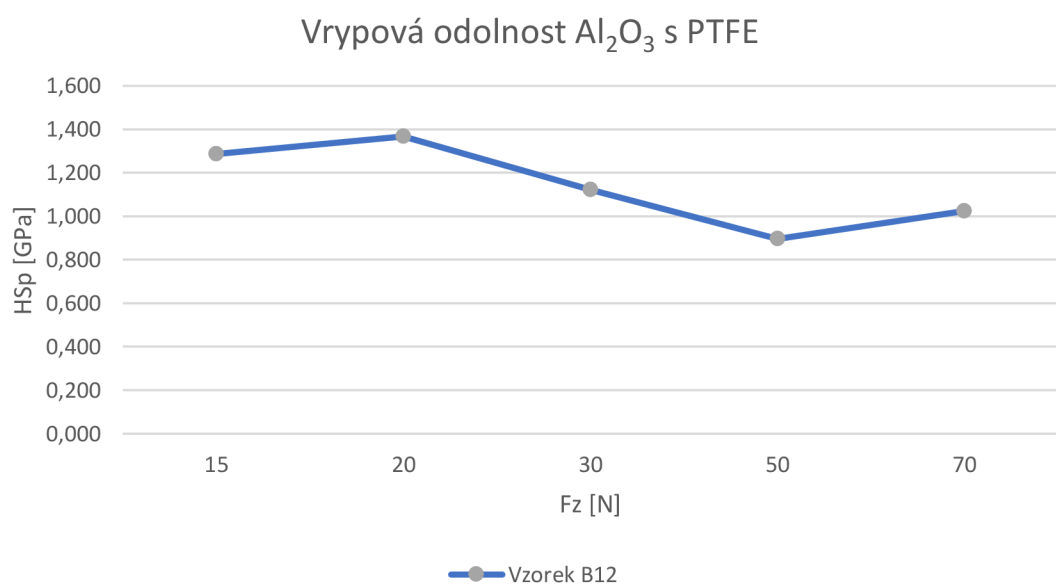
Žlutě označené hodnoty mají pouze informativní povahu, neboť vrypy nebylo možné odlišit od topografie povrchu.



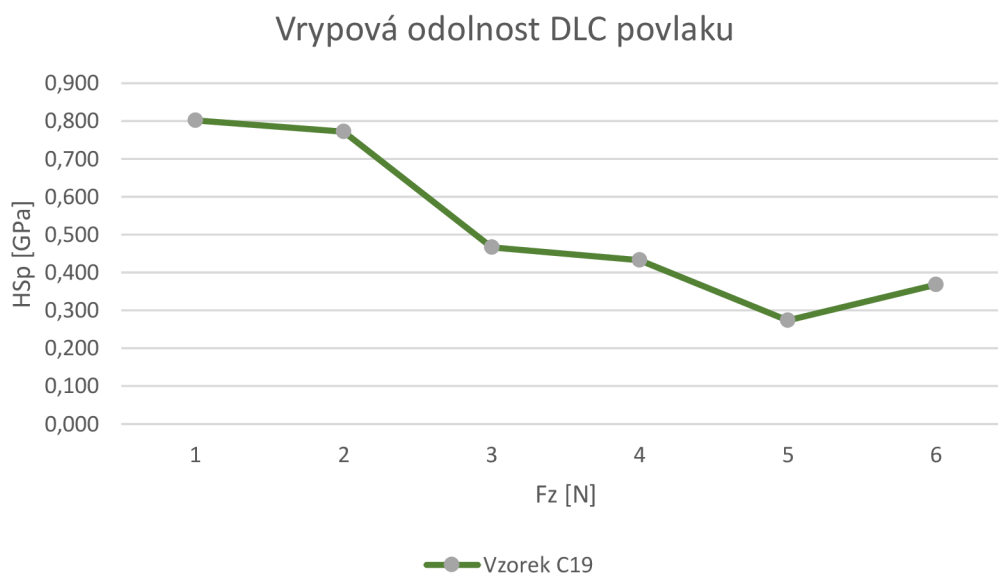
Graf 1: Vrypová odolnost substrátu.



Graf 2: Vrypová odolnost anodizované vrstvy.



Graf 3: Vrypová odolnost anodizované vrstvy a PTFE.



Graf 4: Vrypová odolnost DLC povlaku.

#### 4.7.1 Dílčí závěry

- Žlutě označená měření (uvedená v tabulce) nebylo vhodné použít, neboť nebylo možné vrypy jasně a zřetelně rozeznat od topografie povrchu.
- Nejnižší vrypovou odolnost má vzorek C (DLC povlak). Jeho hodnoty HSp se pohybují dle aplikovaného zatížení v rozmezí (0,274 – 0,802) GPa. Toto by mohlo být způsobeno základním materiálem, který je měkký a při zatížení není dostatečnou oporou povlaku, na který je vyvíjena externí síla. V korespondenci s tímto tvrzením je i vlastnost DLC povlaku, který je tvrdý (naměřeno 2 735 HV), ale zároveň křehký.
- Vzorek B (anodizovaná vrstva s PTFE) vykazuje nižší vrypovou odolnost oproti vzorku A. Dle volně dostupné dokumentace (technické listy) by však měl tento povlak částečně zvyšovat tvrdost a tím i vrypovou odolnost. Důvodem proč tomu tak není, může být fakt, že i pouhá tloušťka povlaku 1  $\mu\text{m}$  snižuje sílu potřebnou k proniknutí indentoru skrze povlak až na samotný substrát.

#### 4.8 Tribologické chování vrstev a povlaků

Tribologie je vědním oborem, který se zabývá chováním dvou těles, které jsou ve vzájemném kontaktu. Tato interakce těles zapříčiňuje malé či velké opotřebení povrchu daných těles a úbytku jejich materiálu. K měření různých parametrů jako koeficient tření, třecí síla, vliv maziva a jiných, se používá přístroj nazývaný tribometr. Sledovaný tribologický model je složen ze dvou třecích ploch, případně látky, které se mezi nimi nachází, a blízkého okolí. Třecí síla vzniká díky difúzi částic mezi jednotlivými materiály, a také vlivem abraze nerovností na povrchu těles. V našem případě se bude jednat o „suché“ testování (suché tření), neboť nebudeme využívat žádného média (látky) jako maziva. K důkladnému pochopení nejen této oblasti bylo prostudováno mnoho článků a odborné literatury. [115 -127]

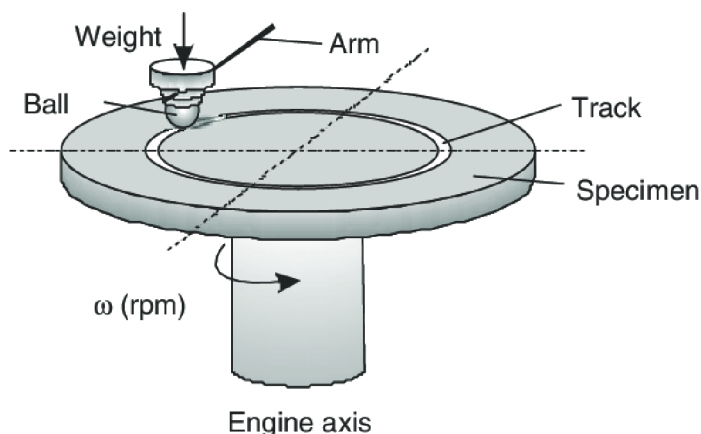
#### 4.8.1 „Ball-on-Disc / Ball-on-Flat“ test

Testování je prováděno na tribometru dle norem [113, 114], který simuluje proces tření a následné opotřebení testovaných povrchů. Díky této metodě lze určit vliv sledovaných parametrů na funkčnost analyzovaných povrchů. Mezi sledované parametry může patřit např. zatížení, doba experimentu, rychlost otáčení a jiné. Princip metody je znázorněn na obrázku 61 níže. Jedná se o časem ohraničený test a v určeném poloměru desky dojde k přitlačení pevně uchycené kuličky (protitěleso / indentor) na povrch pohybujícího disku ze zkoumaného materiálu (substrát, vrstva, povlak apod.). Existují dva způsoby testování vzorku. Prvním způsobem je lineární pohyb zkoumaného vzorku. Jedná se o tzv. reciproční test. Druhým způsobem je rotační pohyb. Rotační pohyb se většinou využívá u dílců, které vůči sobě vykonávají rotační pohyb.

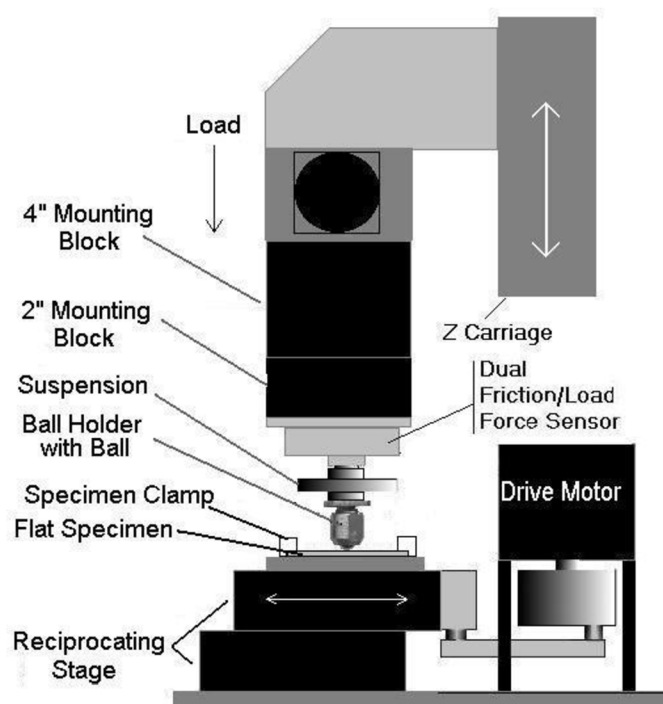
Kulička (indentor) je umístěna v ocelovém držáku uchyceném na rameni zařízení. Dle potřeby je zajištěno různé zatížení kuličky. Vzorek je upevněn pomocí svěračů.

Typ opotřebení je závislý na druhu testovaného povrchu (substrát, vrstva, povlak) a zároveň i na zvoleném materiálu kuličky. V případě, že kulička je měkčí, dochází převážně k obroušování kuličky a naopak. Pakliže mají oba materiály podobné parametry, dochází k opotřebení u obou materiálů.

Díky vzájemnému působení substrátu a indentoru, dochází k usazování odprášeného či jinak odtrženého materiálu z vrstvy na kuličku či naopak. Tímto dochází ke změně třecích vlastností materiálů, což odpovídá reálnému provozu dílců. Dojde-li v rámci opotřebení ke vzniku hluboké rýhy v nanesené vrstvě či ztratí-li indentor svůj původní tvar, tak dochází ke změně z původního bodového kontaktu na plošný kontakt, což je nechtěná situace. Dojde-li k takové situaci vzniká tzv. Hertzův tlak (kontakt kuličky s rovným povrchem). Je to tlak, který vzniká v místech kontaktu dvou těles s definovaným zakřivením povrchu, mezi kterými dochází k vzájemnému silovému působení. U metody „Ball-on-Disc“ se jedná o zakřivení nekonečně velké (u testovaného vzorku) a zakřivení kuličky se odvíjí od jejího poloměru.



Obrázek 61: Schéma Ball-on-Disc metody.



Obrázek 62: Schéma celého systému za využití recipročního stolku.

Pro výpočet součinitele opotřebení byl použit vztah:

$$K = \frac{\sum_1^n A_{pn}}{n} \frac{1}{F_N \omega t'} \quad [128]$$

kde:  $K$ ...součinitel opotřebení [ $\text{mm}^{-3}\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$ ],  
 $A_{pn}$ ...obsah stopy [ $\text{mm}^2$ ],  
 $F_N$ ...normálová síla [N],  
 $t$ ...délka trvání testu [min].

#### 4.8.2 Výsledky testu metody „Ball-on-Disc / Ball-on-Flat“

Experiment proběhl na tribometru BRUKER UMT-3. Za níže definovaných podmínek:

- Indentor (ve tvaru kuličky) o průměru 6,3 mm z kalené oceli 100Cr6 a tvrdosti 62 HRC.
- Metoda lineárního pohybu.
- Teplota indentoru byla 21°C.
- Test byl proveden za sucha (suché tření).
- Zatížení  $F_N$  (1, 3, 5, 7, 10, 15, 20, 30, 50, 70) N.
- Frekvence = 5 Hz, délka testu  $t = 1$  min.

V tabulce 25 níže jsou naměřené hodnoty součinitele opotřebení a zároveň v tabulce 26 jsou naměřené součinitelé tření pro jednotlivé vzorky. Grafické vyjádření je využito k nalezení spojnice trendů, které budou sloužit jako základ pro numerický model.

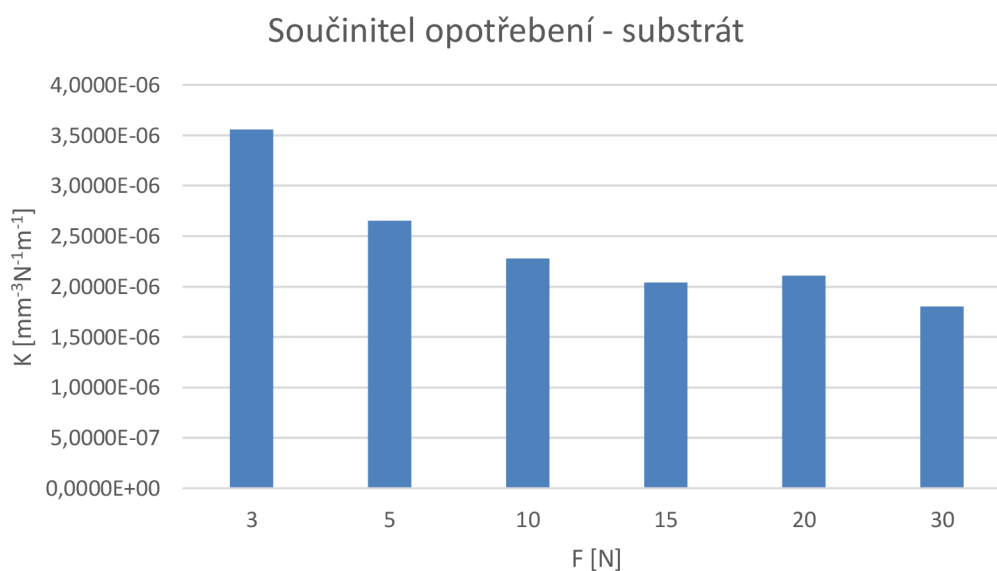


Vzorek	Substrát	Vzorek A18	Vzorek B12	Vzorek C18
Fz [N]	K [mm <sup>-3</sup> N <sup>-1</sup> m <sup>-1</sup> ]			
0,5	-	-	-	9,0922E-05
1	-	5,5244E-07	-	2,4205E-05
1,5	-	-	-	3,7957E-05
3	3,5587E-06	2,8530E-07	-	1,3303E-05
5	2,6512E-06	1,1799E-07	9,8888E-08	1,7162E-05
7	-	-	-	1,0870E-05
10	2,2805E-06	9,9631E-08	1,4059E-07	8,1867E-06
15	2,0426E-06	4,4893E-08	3,1312E-08	1,1297E-05
20	2,1102E-06	5,1283E-08	4,7676E-08	-
30	1,8022E-06	2,5936E-08	2,9013E-08	-
50	-	3,4943E-08	4,0666E-08	-
70	-	4,3270E-08	5,8938E-08	-

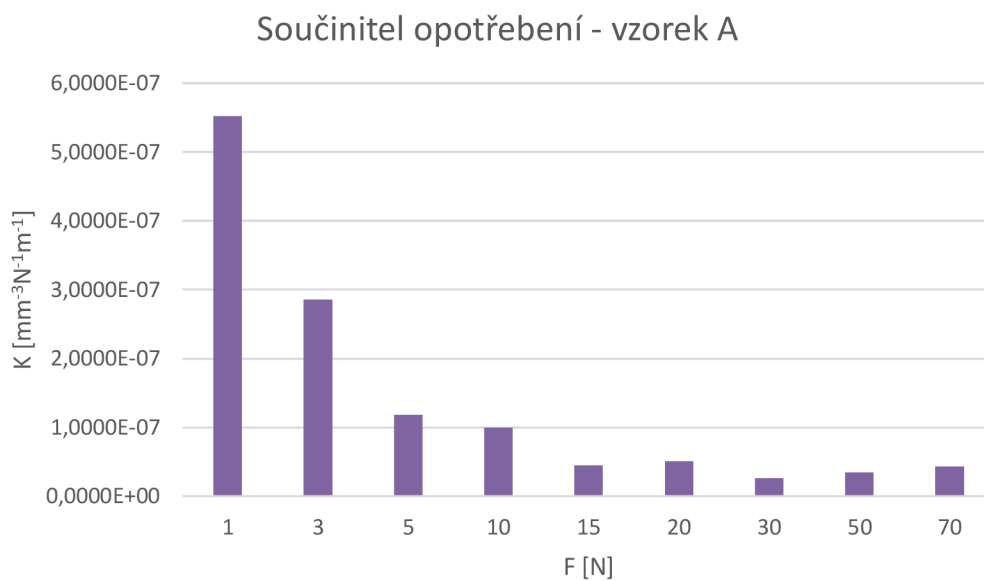
Tabulka 25: Součinitel opotřebení.

Substrát		Vzorek A18		Vzorek B12		Vzorek C18	
μ	St. odchylka:	μ	St. odchylka:	μ	St. odchylka:	μ	St. odchylka:
0,16	±0,07	0,148	±0,063	0,155	±0,067	0,14	±0,068

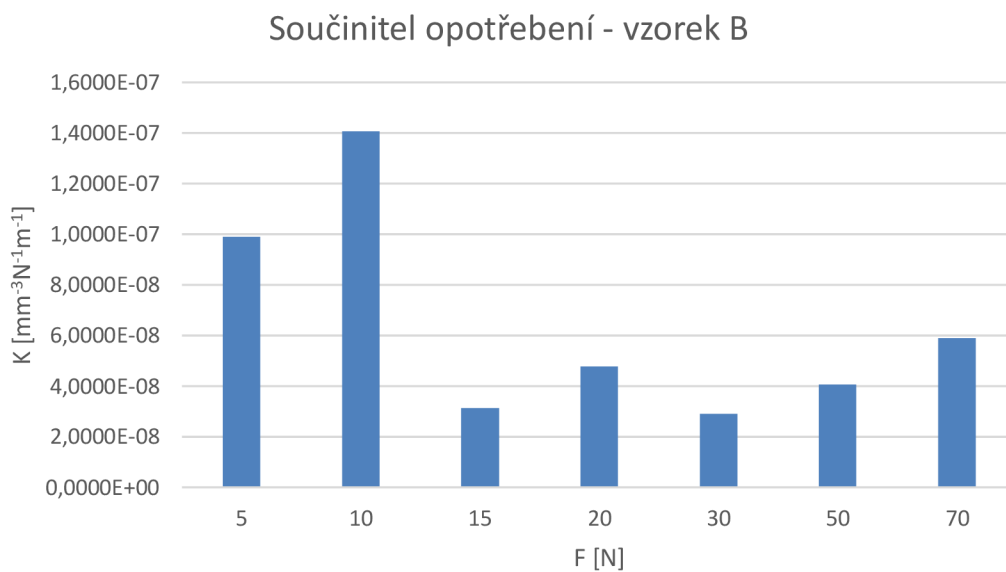
Tabulka 26: Součinitel tření μ [-].



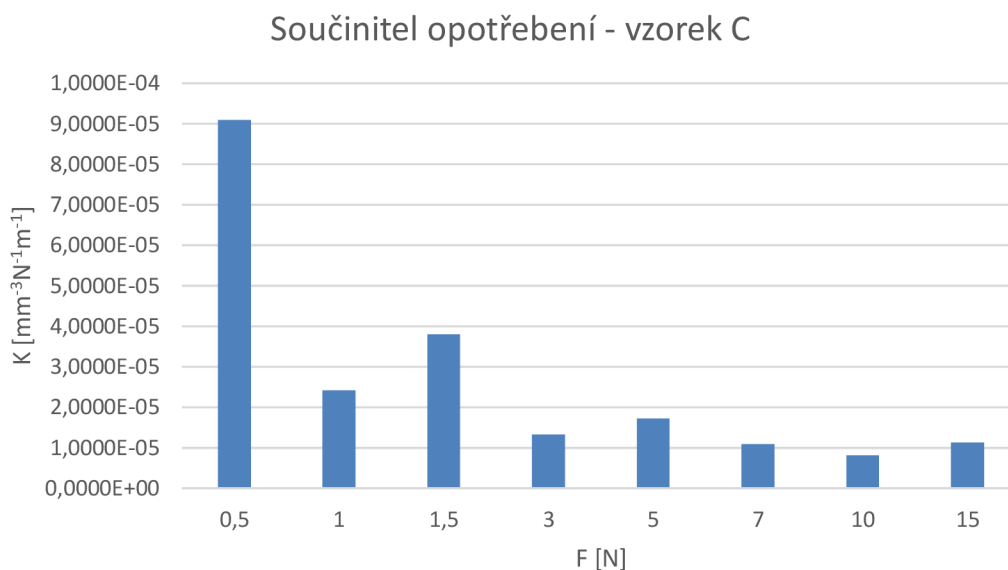
Graf 5: Součinitel opotřebení substrátu.



Graf 6: Součinitel opotřebení anodizované vrstvy.



Graf 7: Součinitel opotřebení anodizované vrstvy + PTFE.



Graf 8: Součinitel opotřebení DLC povlaku.

### 4.8.3 Dílčí závěry

Součinitel tření samotného substrátu odpovídá hodnotám tohoto materiálu. Naměřené hodnoty DLC povlaku jsou na horní hranici výrobcem deklarovaných hodnot. Zanedbatelný rozdíl ve velikosti součinitele mezi vzorky A (anodizovaná vrstva) a B (anodizovaná vrstva + PTFE) je s nejvyšší pravděpodobností způsoben nedostatečnou tloušťkou PTFE (pohybuje se kolem 1  $\mu\text{m}$ ). Dle informací ze strany výrobců a jejich dlouhodobého know-how je potřeba dodržet alespoň minimální tloušťku povlaku PTFE 3  $\mu\text{m}$  (ze strany výrobců). Tato tloušťka zaručuje deklarované funkční vlastnosti povlaku. Bylo by též potřebné analyzovat detailně důvody nedodržení tloušťky povlaku PTFE, který byl stanoven na 5  $\mu\text{m}$ , z důvodu zajištění dlouhodobého udržení funkčnosti a udržení si požadovaných vlastností. Sekundární podporu z hlediska bezpečnosti zajišťuje anodizovaná vrstva, která má stále dostatečnou tloušťku a neohrožuje životnost a funkčnost samotné vývěvy. Vystává zde i možnost v případě dalšího pokračujícího testování zvýšit tloušťku PTFE povlaku na 10  $\mu\text{m}$  a anodizovanou vrstvu nastavit na 25  $\mu\text{m}$ . Toto nastavení má ovšem negativní dopad na zvýšenou přesnost tvorby vrstev a povlaků a tím pádem i zvýšené finanční nároky. Důvodem je hodnota anodizované vrstvy, která je na svém minimu a nesmí být podkročena.

Naměřené hodnoty u vzorků ze základního materiálu a vzorků s anodizovanou vrstvou:

- Mají předpokládaný průběh. S vyšším zatížením roste i míra opotřebení.
- Obdobný průběh, až na některé body měření, má i DLC povlak.

Vzorek B (anodizovaná vrstva s PTFE povlakem) a jeho součinitel opotřebení má nepravidelný průběh z hlediska různých aplikovaných sil. Toto chování je nejspíše způsobeno nedostatečnou tloušťkou povlaku. I přes tento fakt má vzorek B lepší součinitel opotřebení, což naznačuje částečné zvýšení funkčních vlastností byť jen přítomností PTFE povlaku o tloušťce 1  $\mu\text{m}$ .

## 4.9 Numerický model poškozování vrstev a povlaků a ekonomická rozvaha

### *Numerický model poškozování*

Na základě naměřených dat byl vytvořen numerický model poškozování. V rámci analýzy, vyhodnocení, návrhu vhodných přístupů a jejich aplikace do numerického modelu byla provedena řada dílčích kroků, které lze souhrnně sepsat do počátečních a okrajových podmínek, které jednotlivé modely charakterizují:

- Využití matematického aparátu statistického zpracování dat, pravděpodobnostní a regresní analýzy [129-132].
- Pro definované typy veličin (součinitel tření, vrypová odolnost, součinitel opotřebení) byly sestaveny separátní modely poškozování povrchu (tzn. lze predikovat průběh a výsledné hodnoty veličin).
- U některých modelů pro sledování průběhů poškození jsou použity dva typy výpočtů, které vycházejí z typu hledané veličiny. Tzn. hledáme-li vrypovou odolnost ze zadané síly, tak tento způsob výpočtu je charakterizován polynomičnou rovnicí  $x$ -tého řádu. Hledáme-li ovšem sílu, kde výchozí veličinou je potřebná vrypová tvrdost, tak použitá matematická rovnice může být jiného řádu či zcela jiného typu. Důvodem k tomuto přístupu byla snaha minimalizovat až eliminovat možnost šíření chyb (ať již chyby náhodné či systematické).
- Počáteční a okrajové podmínky pro součinitele tření:
  - Substrát:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: Neaplikováno.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Spojnice bodů (naměřených veličin) charakterizuje logaritmická funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 18\%$ .
  - Anodizovaná vrstva:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $(37,9 \pm 1,1) \mu\text{m}$ .
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Spojnice bodů (naměřených veličin) charakterizuje logaritmická funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 2\%$ .
  - Anodizovaná vrstva + PTFE:

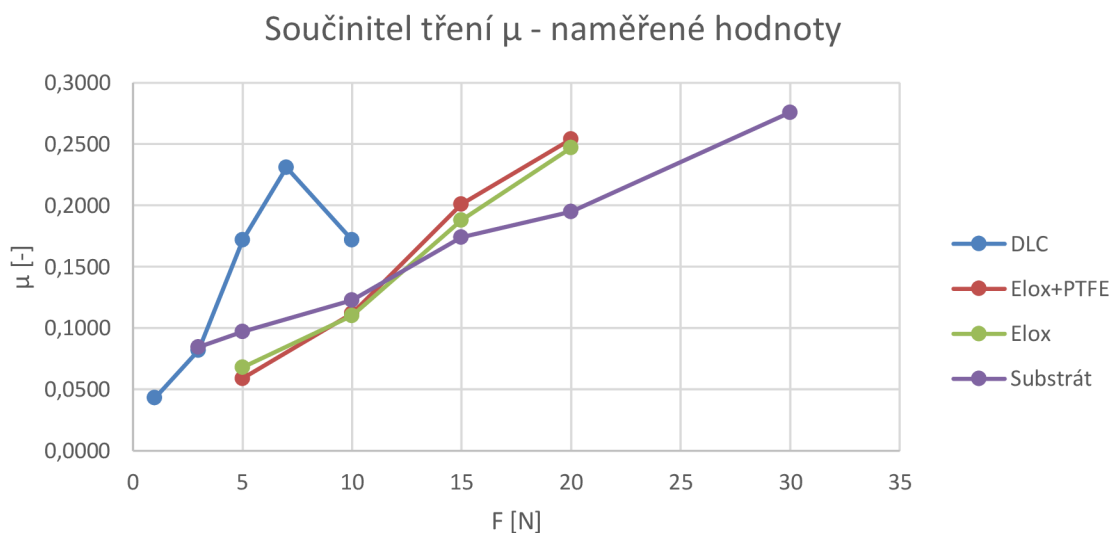
- Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = (28,7 ± 0,9) μm a PTFE = 1 μm.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Spojnice bodů (naměřených veličin) charakterizuje logaritmická funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je ±2%.
  - DLC povlak:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: (1,5 ± 0,4) μm.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Spojnice bodů (naměřených veličin) charakterizuje logaritmická funkce.
  - Průměrná odchylka výpočtu je ±3%.
- Počáteční a okrajové podmínky pro vrypovou odolnost:
  - Substrát:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: Neaplikováno.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Spojnice bodů (naměřených veličin) charakterizuje exponenciální funkce.
    - Průměrná odchylka výpočtu je ±2%.
  - Anodizovaná vrstva:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: (37,9 ± 1,1) μm.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:

- Pro výpočet vrypové odolnosti ze zadané síly byl použit polynom 3. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
  - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 4\%$ .
- Pro výpočet požadované síly pro konkrétní vrypovou hodnotu byl použit polynom 3. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
  - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 5\%$ .
- Anodizovaná vrstva s PTFE:
  - Fyzikální parametry:
    - Teplota:  $21^{\circ}\text{C}$ .
    - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $\text{Al}_2\text{O}_3 = (28,7 \pm 0,9) \mu\text{m}$  a PTFE =  $1 \mu\text{m}$ .
    - Základní materiál: EN AW-6082.
  - Matematické parametry:
    - Pro výpočet vrypové odolnosti ze zadané síly byl použit polynom 3. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
      - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 4,5\%$ .
    - Pro výpočet požadované síly pro konkrétní vrypovou hodnotu byl použit polynom 4. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
    - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 16,6\%$ .
- DLC povlak:
  - Fyzikální parametry:
    - Teplota:  $21^{\circ}\text{C}$ .
    - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $(1,5 \pm 0,4) \mu\text{m}$ .
    - Základní materiál: EN AW-6082.
  - Matematické parametry:
    - Pro výpočet vrypové odolnosti ze zadané síly byl použit polynom 3. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
      - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 7,5\%$ .
    - Pro výpočet požadované síly pro konkrétní vrypovou hodnotu byl použit polynom 4. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
    - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 4,5\%$ .

- Počáteční a okrajové podmínky pro součinitel opotřebení:
  - Substrát:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku: Neaplikováno.
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Pro výpočet součinitele opotřebení ze zadané síly byla použita exponenciální funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 1\%$ .
  - Anodizovaná vrstva:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $(37,9 \pm 1,1) \mu\text{m}$ .
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Pro výpočet součinitele opotřebení ze zadané síly byla použita exponenciální funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 8,1\%$ .
  - Anodizovaná vrstva s PTFE:
    - Fyzikální parametry:
      - Teplota: 21°C.
      - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $\text{Al}_2\text{O}_3 = (28,7 \pm 0,9) \mu\text{m}$  a PTFE = 1  $\mu\text{m}$ .
      - Základní materiál: EN AW-6082.
    - Matematické parametry:
      - Pro výpočet součinitele opotřebení ze zadané síly byla použita exponenciální funkce.
        - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 5,2\%$ .
      - Pro výpočet požadované síly pro konkrétní vrypovou hodnotu byl použit polynom 4. řádu, s intervalem spolehlivosti 95%.
      - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 16,6\%$ .

- DLC povlak:
  - Fyzikální parametry:
    - Teplota: 21°C.
    - Tloušťka vrstvy/povlaku:  $(1,5 \pm 0,4) \mu\text{m}$ .
    - Základní materiál: EN AW-6082.
  - Matematické parametry:
    - Pro výpočet součinitele opotřebení ze zadané síly byla použita exponenciální funkce
      - Průměrná odchylka výpočtu je  $\pm 10,5\%$ .

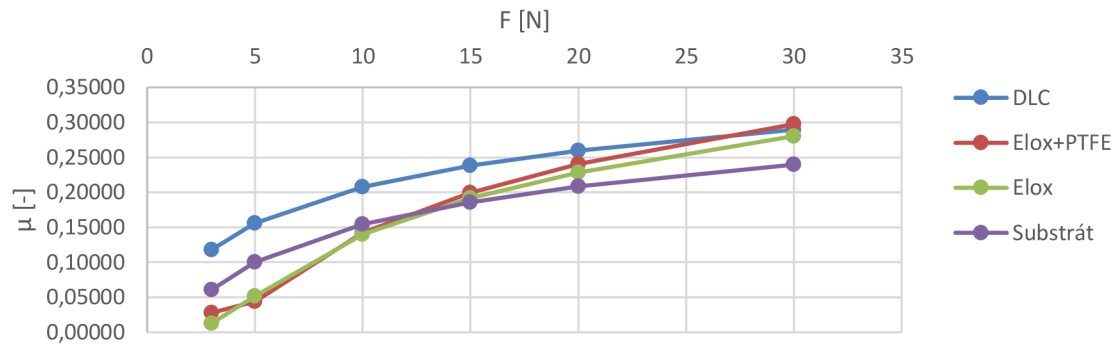
Grafy níže uvádějí srovnání naměřených a vypočtených sledovaných veličin. Z grafů je patrné, že je pomocí matematických metod dosaženo vysoké míry přesnosti modelů



Graf 9: Součinitel tření (naměřené hodnoty).

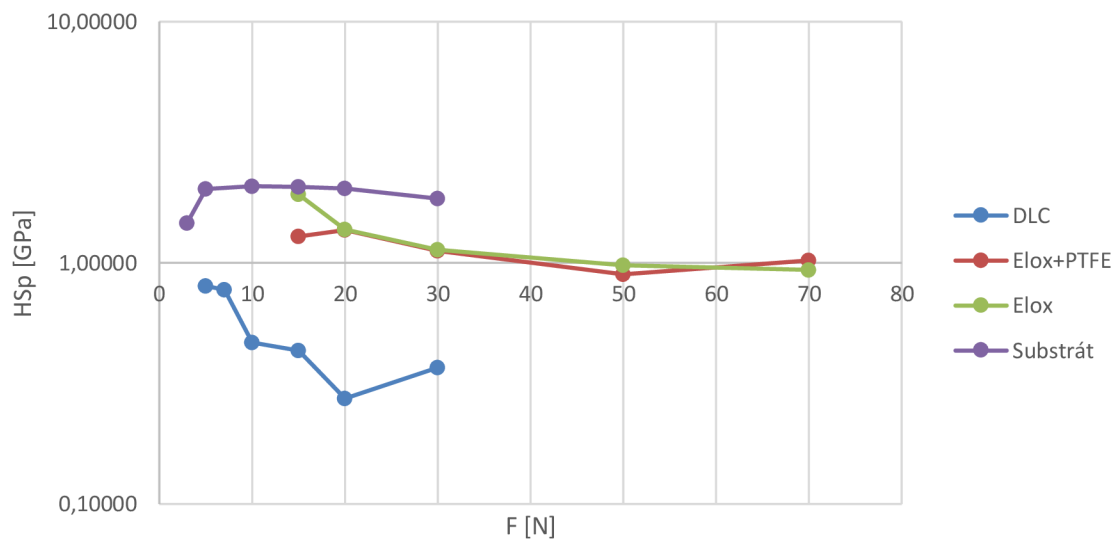


### Součinitel tření $\mu$ - numerický model



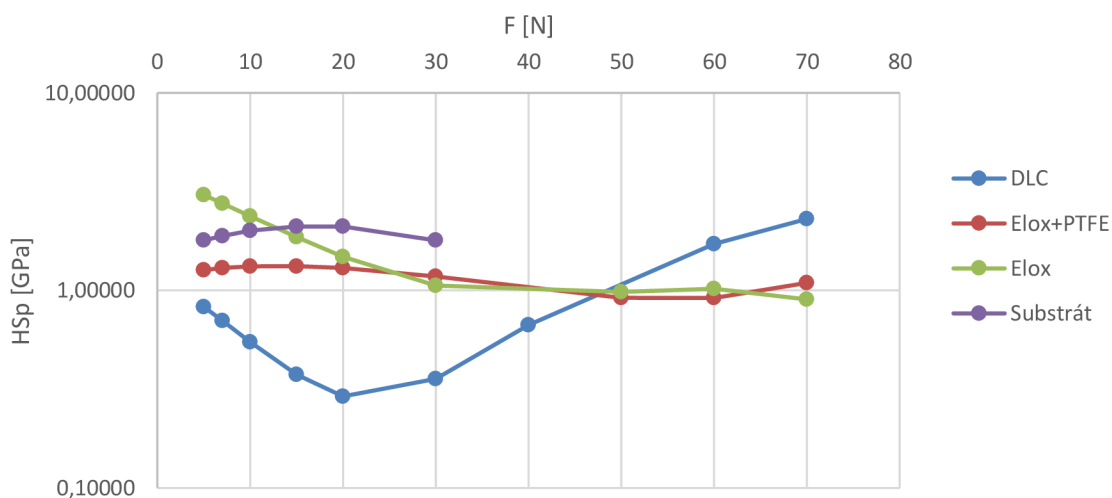
Graf 10: Součinitel tření (vypočtený).

### Vrypová odolnost HSp - naměřené hodnoty (logaritmické měřítko)



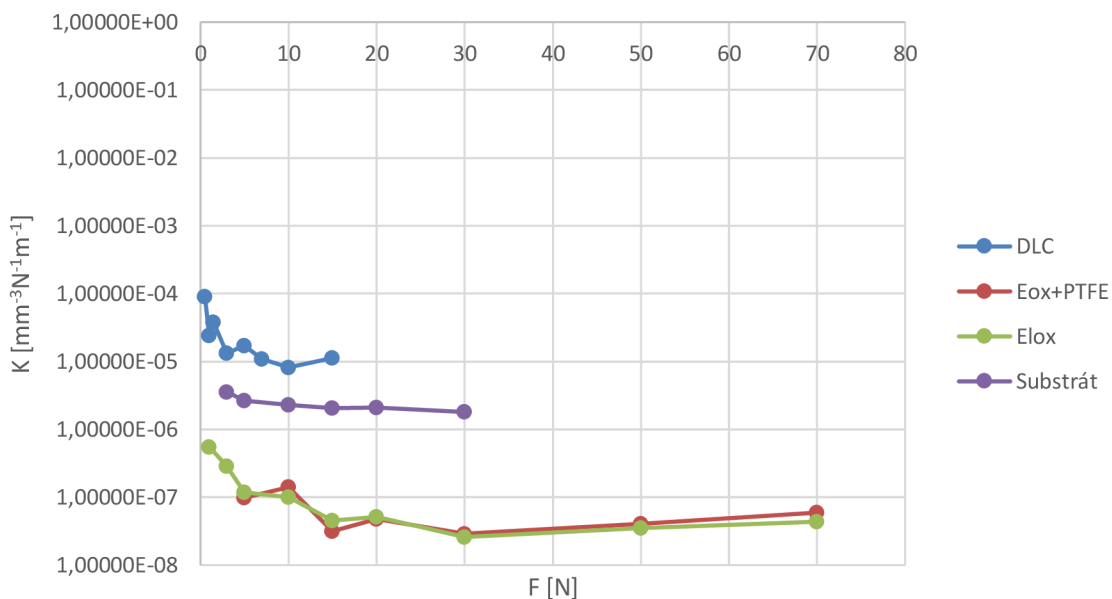
Graf 11: Vrypová odolnost (naměřená, vynesena v log. měřítku pro větší přehlednost).

### Vrypová odolnost HSp - numerický model (logaritmické měřítko)



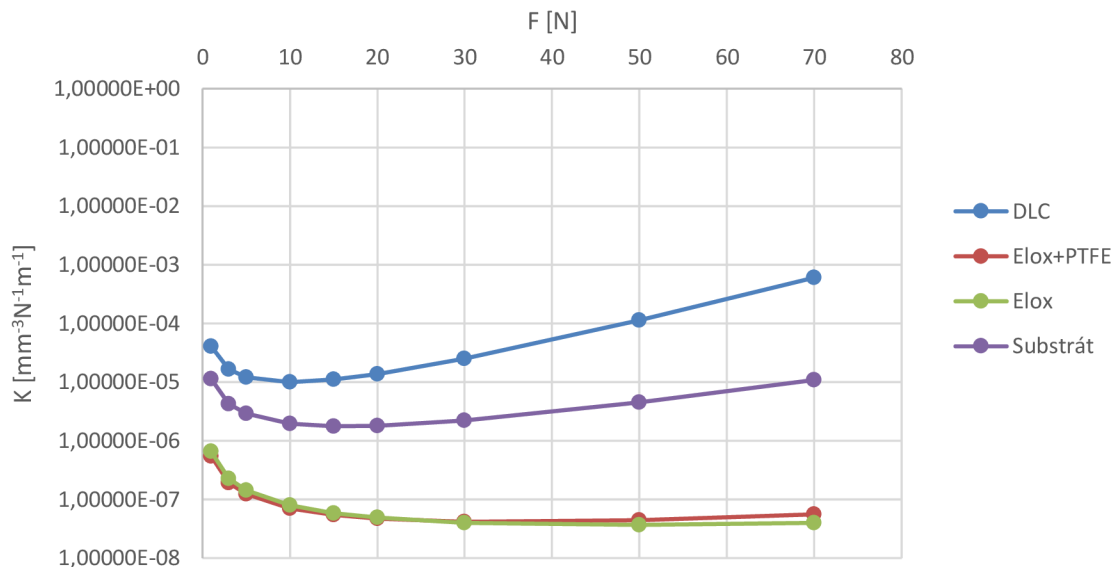
Graf 12: Vrypová odolnost (vypočtená, vynesena v log. měřítku pro větší přehlednost).

### Součinitel opotřebení K - naměřené hodnoty (logaritmické měřítko)



Graf 13: Součinitel opotřebení (naměřená, vynesena v log. měřítku pro větší přehlednost).

### Součinitel opotřebení K - numerický model (logaritmické měřítko)



Graf 14: Vrypová odolnost (vypočtená, vynesena v log. měřítku pro větší přehlednost).

### ***Ekonomická a celková rozvaha***

Jedním z klíčových parametrů pro volbu povrchové úpravy je cena. Rozvaha se opírá o historická data, průzkum současného trhu a splnění slibu o nesdělování cen. Níže je uvedena zevrubná metodika nacenění.

Počáteční podmínky pro nacenění:

- Typ materiálu, na kterém bude prováděna povrchová úprava.
  - Materiál: EN AW-6082 (slitina na bázi hliníku)
- Rozměry, obsah a tvarová členitost dílce:
  - Tyto parametry mají zásadní vliv na výslednou cenu povrchové úpravy, neboť dle rozměrů a členitosti povrchu musí být užitá technologie přizpůsobena.

Z obdržených dat je sestaven žebříček od nejlevnější až po nejdražší povrchovou úpravu:

1. Tvrdá anodická vrstva:
  - Cena se pohybuje v řádů desítek korun až několika jednotek stokorun.
2. Tvrdá anodická vrstva s PTFE:
  - Cena je v rozmezí 1,2 - 1,5 násobku ceny za tvrdou anodizaci.

### 3. DLC povlak:

- Cena povlaku se pohybuje od 6,5 až do 20,6 násobku ceny za tvrdou anodizaci.

	Základní požadavky:	Váha / Významnost:	Úroveň požadavků:				
			Substrát	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +PTFE	DLC	
Materiálová oblast:	Mikrotrhliny - minimum.	10	10	7	8	9	
	Porozita - minimum	10	10	7	9	10	
	Neřízená oxidace - minimum.	10	1	10	10	10	
	Souvislost vrstvy/povlaku	10	1	9	10	10	
	Rovnoměrnost vrstvy/povlaku	10	1	9	9	10	
	Korozivzdornost	10	4	10	10	10	
	Chem. netečnost:	10	1	10	10	10	
	Součinitel tření:	10	7	9	9	10	
	Topografie: Drsnost:	7	1	8	8	10	
	Tvrdość/nanotvrdość:	9	1	8	9	10	
	Tloušťka vrstvy/povlaku:	10	1	1	5	9	
	Mezihodnocení:			37,6	84,8	93,7	104
	Tribologie:	Scratch test (vrypová odolnosť):	8	10	8	9	3
Součinitel opotřebení:		10	4	8	9	3	
Mezihodnocení:			12	16	16,2	5,7	
Ekonomické hledisko:		10	10	10	8	1	
Mezihodnocení:			10	10	8	1	
<b>Celkové hodnocení:</b>			<b>59,6</b>	<b>111</b>	<b>117,9</b>	<b>110,7</b>	

Tabulka 27: Celková rozvaha (zhodnocení).

Vysvětlivky:

Váha/Významnost: číslo 1...minimální významnost,  
číslo 10...maximální významnost.

Úroveň požadavků: číslo 1...minimální úroveň či nesplňuje,  
číslo 10...maximální úroveň či splňuje

#### 4.9.1 Dílčí závěry

Numerický model potvrzuje korektnost naměřených dat a zároveň umožňuje predikci poškozování různých povrchů. Dále má přínos v reálných aplikacích na urychlení vývojové části z pohledu konstruktérských a materiálových, neboť popisuje základní chování materiálu a povlaků za definovaných podmínek.

Dalším směrem k rozšíření modelu a jeho použitelnosti by mohlo být:

- Příprava vzorků s různou tloušťkou vrstev/povlaků.
- Testování za různých teplot.

Tyto směry by mohly sloužit k rozšíření komplexnosti modelu, který by umožňoval v daných limitech simulovat kompletní chování povlaků.

Model byl vytvořen v prostředí MS Excel z důvodu minimalizace požadavků na různá softwarová vybavení a je součástí digitální přílohy této disertační práce.

## 5 ZÁVĚR

V rámci disertační práce byly připraveny tři typy povrchových úprav, u kterých byl predikován pozitivní dopad na primární funkční vlastnosti vakuových systémů, jakož jsou snížení opotřebenosti dílců, zlepšení sacích vlastností, ale taktéž přispět ke zlepšení sekundárních vlastností (hlučnost, provozní teplota).

Tyto povlaky byly vybrány zcela záměrně podle předem nastavených počátečních podmínek (požadavky společnosti, obchodní trh, funkční a ekonomické požadavky).

Jelikož nebylo možné realizovat materiálovou změnu základního materiálu (z důvodu požadavku společnosti), tak všechny zkoumané vzorky obsahují stejné typy částic  $\beta$ -fáze (intermetalik) na bázi Mn, Fe, Si. Tyto částice během přípravy vrstvy nevykazovaly oxidaci.

Výsledky zkoumání v materiálové oblasti (mikrostruktura, topografie, tloušťka, tvrdost a drsnost povrchu) určily pořadí následovně:

1. DLC povlak.
2. Anodická vrstva s PTFE.
3. Anodická vrstva.

Z hlediska tribologického zkoumání (součinitel tření, opotřebenění a vrypové odolnosti) určily pořadí následovně:

1. Anodická vrstva s PTFE.
2. Anodická vrstva.
3. DLC povlak.

Dle ekonomické rozvahy vychází pořadí následovně:

1. Anodická vrstva.
2. Anodická vrstva s PTFE.
3. DLC povlak.

Výsledné pořadí dle zvolených parametrů bylo určeno následovně:

1. Anodická vrstva s PTFE.
2. Anodická vrstva.
3. DLC povlak.

Numerický model lze využít s jistými počátečními omezeními/podmínkami, jak bylo uvedeno v dřívější kapitole, ale i přes tato omezení může být cenným nástrojem pro získání rychlého přehledu o chování povlaků v této práci zkoumaných.

U anodické vrstvy s PTFE byly odhaleny mikrotrhliny, které mohou souviset s technologií přípravy vrstvy. Tyto trhliny mohou vést postupem času k šíření trhlin napříč vrstvou až do substrátu a následně zapříčinit odlupování vrstvy a povlaku. Tloušťka PTFE povlaku nedosáhla potřebných hodnot, které mohou souviset s technologií teflonování, ale navzdory tomuto stavu další zkoumání poukázalo na vysokou míru vhodnosti této technologie.

Technologie anodizování, teflonování a i DLC jsou velmi známé napříč různými průmyslovými i vědními obory. A přestože tu jsou s námi mnoho let, stále je zde mnoho podnětů k bádání. Příkladem může být rozšíření numerického modelu o chování povrchových úprav při různých tloušťkách, teplotách a dalších parametrech, které dále umožní posunout stav poznání o materiálových vlastnostech a chování nejen povlaků, ale zároveň prohloubit poznání o sériových technologiích a procesech. Ty pak bude možné dále optimalizovat.

## 6 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MECHLOVÁ, E. a KOŠTÁL, K. *Výkladový slovník fyziky pro základní vysokoškolský kurz*. Praha: Prometheus, 1999. ISBN 80-7196-151-5.
- [2] *Zpravodaj ČVS 18(1)*. str. 2-3, 2010, MK ČR E 11156.
- [3] ERBEN M. *Vakuová technika*, 2008, MŠMT ČR FRVŠ/2098/2008/F1a.
- [4] HARRIS, N. S. *Modern vacuum practice*. 3rd ed. (1st revision). Great Britain: Nigel S. Harris, 2007. ISBN 0-9551501-1-6.
- [5] Vega, [cit. 2020-12-12]. Dostupné z: [http://vega.fjfi.cvut.cz/docs/sfbe/rtg\\_difrakce/2.html](http://vega.fjfi.cvut.cz/docs/sfbe/rtg_difrakce/2.html).
- [6] UNIVERSITY OF CAMBRIDGE. *Teaching & Learning Packages – Electromigration* [cit. 2021-12-12]. Dostupné z: <http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/index.php>.
- [7] TOTTEN, G.E., MACKENZIE, D.S., *Handbook of Aluminium – Vol. 1*, Marcel Dekker, 2001. 1296 p. ISBN 0-8247-0494-0.
- [8] DORAZIL, E. *Nauka o materiálu – II. část*. SNTL, 1973. 266 p. ISBN 411-33322.
- [9] PTÁČEK, L., et al. *Nauka o materiálu II*. CERM, 2002. 392 p. ISBN 80-7204-248-3.
- [10] POLMEAR, I. *Light Alloys – From Traditional Alloys to Nanocrystals*. Elsevier, 2006. 421 p. ISBN 0-7506-6371-5.
- [11] VŠCHT. Laboratorní práce „Tepelné zpracování hliníkových slitin“ [cit. 2020-12-12]. Dostupné z: <http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Tepeln%C3%A9%20zpracov%C3%A1n%C3%AD%20hlin%C3%ADkov%C3%BDch%20slitin.pdf?redirected>.
- [12] MICHNA, Š. *Encyklopedie hliníku*. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005. ISBN 80-89041-88-4.
- [13] ČSN EN 1706 (421433). *Hliník a slitiny hliníku – Odlitky – Chemické složení a mechanické vlastnosti*. Ostrava: SAGIT, 2010.
- [14] ČSN EN 573-3 (421401). *Hliník a slitiny hliníku – Chemické složení a druhy tvářených výrobků – Část 3: Chemické složení a druhy výrobků*. Ostrava: SAGIT, 2009.
- [15] KAUFMAN, J.G., ROOY, E.L. *Aluminium Alloy Castings – Properties, Processes, and Applications*. ASM International, 2004. 340 p. ISBN 0-87170-803-5.

- [16] SJÖLANDER, E., SEIFEDDINE, S. The Heat Treatment of Al-Si-Cu-Mg Casting Alloys. *Journal of Materials Processing Technology*. 2010, Vol. 210, p. 1249-1959.
- [17] LI, G.F., ZHANG, X.M., LI, P.H., YOU, J.H. Effects of Retrogression Heating Rate on Microstructures and Mechanical Properties of Aluminium Alloy 7050. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010, Vol. 20, p. 935-941.
- [18] STRNADEL, B. *Nauka o materiálu – Konstrukční materiály a jejich degradační procesy*. Ediční středisko VŠB, 1993. 180 p. ISBN 80-7078-207-2.
- [19] CALLISTER, W.D. *Materials Science and Engineering – An Introduction*. John Wiley & Sons, 2007. 885 p. ISBN 978-0-471-73696-7.
- [20] KAUFMAN, J.G. *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*. ASM International, 2000. 258 p. ISBN 0-87170-689-X.
- [21] KREIBICH, V. a OSTRÁ, V. Chyby při eloxování hliníku a jeho slitin. *Povrcháři*. 2009, č. 3, s. 3-5. ISSN 1802-9833.
- [22] DONG, H., ed. *Surface Engineering of Light Alloys: Aluminium, Magnesium and Titanium Alloys*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2010. ISBN 978-1-84569-537-8.
- [23] RIDDAR, F. a KASSMAN RUDOLPHI, Å. Comparison of friction performance of four anodised aluminium surfaces for use in a clutch actuator. *Wear*. 2014, **319**(1-2), 227-233. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2014.08.005. ISSN 00431648.
- [24] RAJASEKARAN, B., GANESH SUNDARA RAMAN, S., RAMA KRISHNA, L., JOSHI, S.V. a SUNDARARAJAN, G. Influence of microarc oxidation and hard anodizing on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of Al-Mg-Si alloy. *Surface and Coatings Technology*. 2008, **202**(8), 1462-1469. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2007.06.058. ISSN 0257-8972.
- [25] ALUNET. [online]. [cit. 2021-08-28]. Dostupné z: <http://www.alunet.cz/anodicka-oxidace>
- [26] EFTEKHARI, Ali, ed. *Nanostructured Materials in Electrochemistry*. Chichester: Weinheim: Wiley-VCH, 2008. ISBN 978-3-527-31876-6.
- [27] ČSN EN ISO 7599. Anodická oxidace hliníku a jeho slitin - Všeobecné specifikace pro anodické oxidové povlaky na hliníku. Praha: Český normalizační institut, 2011.



- [28] ŠULC, F. Vady a jejich příčiny při barvení eloxovaných povrchů [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012 [cit. 2021-10-28]. 74 s. Dostupné z: [http://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=53621](http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=53621)
- [29] DONATUS, U., THOMPSON G.E., ELABAR, D., HASHIMOTO, T. a MORSCH, S.. Features in aluminium alloy grains and their effects on anodizing and corrosion. *Surface and Coatings Technology*. 2015, **277**, 91-98. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.07.034. ISSN 0257-8972.
- [30] WANG, S., PENG, H., SHAO, Z., ZHAO, Q a DU, N. Sealing of anodized aluminum with phytic acid solution. *Surface and Coatings Technology*. 2016, **286**, 155-164. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.12.024. ISSN 0257-8972.
- [31] WIELAGE, B., NICKEL, D., ALISCH, G., PODLESÁK, H. a LAMPKE, Th. Effects of pre-treatment on the growth rate and morphology of hard anodic films on aluminium (EN AW-6082). *Surface and Coatings Technology*. 2007, **202**(3), 569-576. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2007.06.052. ISSN 0257-8972.
- [32] GRUBBS, Ch.A. Anodizing of aluminum. *Metal Finishing*. 2007, **105**(10), 397-412. Dostupné z: DOI: 10.1016/S0026-0576(07)80359-X. ISSN 0026-0576.
- [33] KRAUS, V. Povrchy a jejich úpravy. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2000, 216 s. ISBN 80-708-2668-1.
- [34] FRATILA-APACHITEI, L.E., TERRY, H., SKELDON, P., THOMPSON, G.E., DUSZCZYK, J. a KATGERMAN, L. Influence of substrate microstructure on the growth of anodic oxide layers. *Electrochimica Acta*. 2004, **49**(7), 1127-1140. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.electacta.2003.10.024. ISSN 0013-4686.
- [35] WEI, X.W. a CHEN, Ch.Y. Influence of oxidation heat on hard anodic film of aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2012, **22**(11), 2707-2712. Dostupné z: DOI: 10.1016/S1003-6326(11)61521-5. ISSN 1003-6326.
- [36] MOHEDANO, M., MATYKINA, E., ARRABAL, R., MINGO, B. a PARDO, A. PEO of pre-anodized Al-Si alloys: Corrosion properties and influence of sealings. *Applied Surface Science*. 2015, **346**, 57-67. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.03.206. ISSN 0169-4332.
- [37] HUŠEK, M. Tvařitelnost tenkých ocelových plechů s povrchovou úpravou eloxovaného hliníku: Formability of thin steel sheets coated with anodized aluminium. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 139 s.

- [38] ROBERTSON, J. *Advances in Physics* , roč. 1986, č. 35(4), s. 317.
- [39] PAGNOUX, G., FOUVRY, S., PEIGNEY, M., DELATTRE, B. a MERMAZ-ROLLET, G. Influence of scratches on the wear behavior of DLC coatings. *Wear.* 2015, **330-331**, 380-389. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2014.12.010. ISSN 0043-1648.
- [40] OKUBO, H., TSUBOI, R. a SASAKI, S. Frictional properties of DLC films in low-pressure hydrogen conditions. *Wear.* 2015, **340-341**, 2-8. DOI: 10.1016/j.wear.2015.03.018. ISSN 0043-1648.
- [41] POLAKI, S.R., KUMAR, N., GANESAN, K., MADAPU, K., BAHUGUNA, A., KAMRUDDIN, M., DASH, S. a TYAGI, A.K.. Tribological behavior of hydrogenated DLC film: Chemical and physical transformations at nano-scale. *Wear.* 2015, **338-339**, 105-113. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2015.05.013. ISSN 0043-1648.
- [42] QIANG, L., GAO, K., ZHANG, L., WANG, J., ZHANG, B. a ZHANG, J. Further improving the mechanical and tribological properties of low content Ti-doped DLC film by W incorporating. *Applied Surface Science.* 2015, **353**, 522-529. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.06.040. ISSN 0169-4332.
- [43] VOEVODIN, A.A., MURATORE, C. a AOUADI, S.M. Hard coatings with high temperature adaptive lubrication and contact thermal management: review. *Surface and Coatings Technology.* 2014, **257**, 247-265. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.04.046. ISSN 0257-8972.
- [44] ERDEMIR, A., ERYILMAZ, O.L. a KIM, S.H.. Effect of tribochemistry on lubricity of DLC films in hydrogen. *Surface and Coatings Technology.* 2014, **257**, 241-246. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.08.002. ISSN 0257-8972.
- [45] AKAIKE, S., KOBAYASHI, D., AONO, Y., HIRATSUKA, M., HIRATA, A., HAYAKAWA, T. a NAKAMURA, Y. Relationship between static friction and surface wettability of orthodontic brackets coated with diamond-like carbon (DLC), fluorine- or silicone-doped DLC coatings. *Diamond and Related Materials.* 2016, **61**, 109-114. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.diamond.2015.11.016. ISSN 0925-9635.
- [46] YI, J.W., KIM, J.K., MOON, M.W., LEE, K.R. a KIM, S.S. Tribological Performance of Alternating-Layered Si-DLC/DLC Films Under Humid Conditions. *Tribology Letters.* 2009, **34**(3), 223-228. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-009-9427-5. ISSN 1023-8883.
- [47] WANG, L., WAN, S., WANG, S.C., WOOD, R.J.K. a XUE, Q.J. Gradient DLC-Based Nanocomposite Coatings as a Solution to Improve Tribological Performance of Aluminum Alloy. *Tribology Letters.* 2010, **38**(2), 155-160. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-010-9585-5. ISSN 1023-8883.

- [48] DING, Q., WANG, L., WANG, Y., WANG, S.C., HU, L. a XUE, Q. Improved Tribological Behavior of DLC Films Under Water Lubrication by Surface Texturing. *Tribology Letters*. 2011, **41**(2), 439-449. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-010-9730-1. ISSN 1023-8883.
- [49] VENGDUSAMY, B., GREEN, J.H., LAMB, G.D. a SPIKES, H.A. Durability of ZDDP Tribofilms Formed in DLC/DLC Contacts. *Tribology Letters*. 2013, **51**(3), 469-478. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-013-0185-z. ISSN 1023-8883.
- [50] VENGDUSAMY, B., GRAFL, A. a PREINFALK, K. Influence of Silicon on the Wear Properties of Amorphous Carbon Under Dry and Lubricated Conditions. *Tribology Letters*. 2014, **53**(3), 569-583. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-014-0295-2. ISSN 1023-8883.
- [51] YAMAMOTO, S., EGASHIRA, M., KONDOH, K. a MASUDA, Ch. Evaluation of the Wear Energy Consumption of Nitrogenated Diamond-Like Carbon Against Alumina. *Tribology Letters*. 2014, **55**(2), 279-288. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-014-0357-5. ISSN 1023-8883.
- [52] ZAHID, R., MASJUKI, H.H., VARMAN, M., MUFTI, R.A., KALAM, A. a GULZAR, M. Effect of Lubricant Formulations on the Tribological Performance of Self-Mated Doped DLC Contacts: a review. *Tribology Letters*. 2015, **58**(2). Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-015-0506-5. ISSN 1023-8883.
- [53] OBLAK, E. a KALIN, M. Relationship Between the Nanoscale Topographical and Mechanical Properties of Tribochemical Films on DLC Coatings and Their Macroscopic Friction Behavior. *Tribology Letters*. 2015, **59**(3). Dostupné z: DOI: 10.1007/s11249-015-0575-5. ISSN 1023-8883.
- [54] DEMAS, N.G., LORENZO-MARTIN, C., AJAYI, O.O., ERCK, R.A. a SHAREEF, I. Measurement of Thin-film Coating Hardness in the Presence of Contamination and Roughness: Implications for Tribology. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016, **47**(4), 1629-1640. Dostupné z: DOI: 10.1007/s11661-016-3342-9. ISSN 1073-5623.
- [55] ALAZIZI, A., BARTHEL, A.J., SURDYKA, N.D., LUO, J. a KIM, S.H. Vapors in the ambient - A complication in tribological studies or an engineering solution of tribological problems? *Friction*. 2015, **3**(2), 85-114. DOI: 10.1007/s40544-015-0083-5. ISSN 2223-7690.
- [56] BEWILOGUA, K. a HOFMANN, D. History of diamond-like carbon films — From first experiments to worldwide applications. *Surface and Coatings Technology*. 2014, **242**, 214-225. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.01.031. ISSN 0257-8972.
- [57] VETTER, J. 60years of DLC coatings: Historical highlights and technical review of cathodic arc processes to synthesize various DLC types, and their evolution for industrial applications. *Surface and Coatings Technology*. 2014, **257**, 213-240. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.08.017. ISSN 0257-

8972.

- [58] LEDRAPPIER, F., HOUZE, L., HEAU, C. a GERSTENBERGER, J. Tenké povlaky pro snížení ztrát třením: tribologie. Ostrava: Tanger, 2008. ISBN 978-80-254-1987-8.
- [59] SOSNOVÁ, M., Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování, 2006, FRVŠ 1230/2006.
- [60] BOGDANOWICZ, R., ŚMIETANA, M., GNYBA, M., GOŁUNSKI, Ł., RYL, J. a GARDAS, M. Optical and structural properties of polycrystalline CVD diamond films grown on fused silica optical fibres pre-treated by high-power sonication seeding. *Applied Physics A*. 2014, **116**(4), 1927-1937. Dostupné z: DOI: 10.1007/s00339-014-8355-x. ISSN 0947-8396.
- [61] VUHZ – Povlakovací centrum [cit. 2021-10-28]. Dostupné z: <https://www.vuhz.cz/images/povlaky/pdf/prospekt-povlakovna-brozura.pdf>
- [62] FARALDI, F., ANGELINI, E., CASCHERA, D., MEZZI, A., RICCUCCI, C. a CARO, T. Diamond-like carbon coatings for the protection of metallic artefacts: effect on the aesthetic appearance. *Applied Physics A*. 2014, **114**(3), 663-671. Dostupné z: DOI: 10.1007/s00339-013-8171-8. ISSN 0947-8396.
- [63] MUSIL, J. a VYSKOČIL, J. *Tenké vrstvy nitridu titanu*. 1. vyd. Praha: Academia, 1989. Studie ČSAV. ISBN 80-200-0183-2.
- [64] KŘÍŽ, A. *Vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami TiN, ZrN*. 1998. Disertační práce. ZČU Plzeň.
- [65] PODANÝ, P., KŘÍŽ, A., SOSNOVÁ, M.; ZETEK, M., RESOVÁ, P.: Vliv parametrů předdepozičního procesu na vlastnosti systémů s progresivními nanokrystalickými tenkými vrstvami. *Vrstvy a povlaky 2005*. Demänovská dolina, Slovensko. ISBN 80-969310-1-6
- [66] RINGELHÁN, K. a KŘÍŽ, A. *Zlepšení trvanlivosti ostří řezných nástrojů progresivními tenkými vrstvami*. Výzkumný záměr MSM 2321 00006. ZČU Plzeň, 2002.
- [67] GRILL, A.: Plasma-deposited diamondlike carbon and related materials. *Journal IBM Journal of Research and Development*. 1999, Volume 43, Issue 1-2, 147-161. Dostupné z: DOI: 10.1147/rd.431.0147, ISSN 0018-8646.
- [68] KŘÍŽ, A. *Komplexní vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami nitridů kovů: [habilitační práce]*. 2004.
- [69] MERNA, J.: *Polymery – úvod*, [cit. 2021-10-29]. Dostupné z: <http://merna.eu/wp-content/uploads/2017/03/Polymery-uvod.pdf>

- [70] PROKOPOVÁ, I. *Makromolekulární chemie*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2007. ISBN 978-80-7080-662-3.
- [71] CELIA, E., DARMANIN, T., TAFFIN DE GIVENCHY, E., AMIGONI, S. a GUITTARD, F. Recent advances in designing superhydrophobic surfaces. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2013, **402**, 1-18. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.jcis.2013.03.041. ISSN 0021-9797.
- [72] MENINI, R., GHALMI, Z. a FARZANEH, M. Highly resistant icephobic coatings on aluminum alloys. *Cold Regions Science and Technology*. 2011, **65**(1), 65-69. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.coldregions.2010.03.004. ISSN 0165-232x.
- [73] MENINI, R. a FARZANEH, M. Elaboration of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/PTFE icephobic coatings for protecting aluminum surfaces. *Surface and Coatings Technology*. 2009, **203**(14), 1941-1946. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2009.01.030. ISSN 0257-8972.
- [74] YAMANE, M., STOLARSKI, T.A. a TOBE, S. Influence of counter material on friction and wear performance of PTFE–metal binary coatings. *Tribology International*. 2008, **41**(4), 269-281. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.triboint.2007.07.008. ISSN 0301-679x.
- [75] WANG, H., ZHAO, J., ZHU, Y., MENG, Y. a ZHU, Y. The fabrication, nano/micro-structure, heat- and wear-resistance of the superhydrophobic PPS/PTFE composite coatings. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2013, **402**, 253-258. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.jcis.2012.11.011. ISSN 00219797.
- [76] JONES, S, STOLARSKI, T.A. a TOBE, S. Sliding performance of binary metal–PTFE coatings. *Wear*. 2004, **257**(5-6), 539-554. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2004.02.004. ISSN 00431648.
- [77] YUAN, X.D. a YANG, X.J. A study on friction and wear properties of PTFE coatings under vacuum conditions. *Wear*. 2010, **269**(3-4), 291-297. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2010.04.014. ISSN 0043-1648.
- [78] YEO, S.M. a POLYCARPOU, A.A. Tribological performance of PTFE- and PEEK-based coatings under oil-less compressor conditions. *Wear*. 2012, **296**(1-2), 638-647. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2012.07.024. ISSN 0043-1648.
- [79] CHEN, S., KANG, Ch., WANG, J., LIU, Ch. a SUN, K. Synthesis of anodizing composite films containing superfine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and PTFE particles on Al alloys. *Applied Surface Science*. 2010, **256**(22), 6518-6525. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.04.040. ISSN 0169-4332.
- [80] ESCOBAR, J., ARURAUULT, L. a TURQ, V. Improvement of the tribological behavior of PTFE-anodic film composites prepared on 1050 aluminum substrate. *Applied Surface Science*. 2012, **258**(20), 8199-8208. Dostupné z:

DOI: 10.1016/j.apsusc.2012.05.022. ISSN 01694332.

- [81] WANG, H. a WANG, H. Fabrication of self-lubricating coating on aluminum and its frictional behaviour. *Applied Surface Science*. 2007, **253**(9), 4386-4389. DOI: 10.1016/j.apsusc.2006.09.058. ISSN 0169-4332.
- [82] ZHANG, W., ZHANG, Z., LE, Y., LI, L. a OU, B. Fabrication of surface self-lubricating composites of aluminum alloy. *Applied Surface Science*. 2008, **255**(5), 2671-2674. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2008.07.209. ISSN 0169-4332.
- [83] ZHANG, D., DONG, G., CHEN, Y. a ZENG, Q. Electrophoretic deposition of PTFE particles on porous anodic aluminum oxide film and its tribological properties. *Applied Surface Science*. 2014, **290**, 466-474. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.11.114. ISSN 0169-4332.
- [84] WANG, Z., WU, L., QI, Y., CAI, W. a JIANG, Z. Self-lubricating Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/PTFE composite coating formation on surface of aluminium alloy. *Surface and Coatings Technology*. 2010, **204**(20), 3315-3318. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.03.049. ISSN 0257-8972.
- [85] HANeoL. [cit. 2021-09-14]. Dostupné z: <http://www.pfatube.co.kr/tech1.html>
- [86] PLAS-TECH Coatings – Teflon Properties. [cit. 2021-7-24]. Dostupné z: <https://plastechcoatings.com/chemours-teflon/teflon-typical-properties/>
- [87] ALMS. [online]. [cit. 2020-10-05]. Dostupné z: <http://www.alms-brno.cz/produkty/1-hlinik/>
- [88] ALUNET. [online]. [cit. 2020-10-14]. Dostupné z: <http://www.alunet.cz/ENAW-6082>
- [89] ALUMECO. [online]. [cit. 2020-10-14]. Dostupné z: <https://alumeco.cz/aluminium/profilu/kruhove-trubky/en-aw-6082/18810/p/582/18810>
- [90] STROJMETAL. [online]. [cit. 2020-10-14]. Dostupné z: <https://www.strojmetal.cz/tabulka-slitin>
- [90] GOUEFFON, Y., ARURAUULT, L., MABRU, C., TONON, C. a GUIGUE, P. Black anodic coatings for space applications: Study of the process parameters, characteristics and mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009, vol. 209, issue 11.
- [91] NOVÁK, P. Koroze kovů: Elektrochemická koroze kovů [online]. Učební text. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Fakulta chemické technologie [cit. 2020-08-01]. Dostupné z: <https://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Koroze%20kov%C5%AF.pdf?redirected>.

- [92] GHALI, E. Corrosion resistance of aluminum and magnesium alloys: understanding, performance, and testing. Hoboken: Wiley, 2010, xxi, 719 s. Series in corrosion (Wiley). ISBN 978-0-471-71576-4.
- [93] SANTO, L. a DAVIM, J. Surface engineering techniques and applications: research advancements. IGI Global, 2014, s. 83-85. ISBN 978-1-466-65218-7.
- [94] MIL-A-8625F. MILITARY SPECIFICATION: Anodic coatings for aluminium and aluminium alloys. 1993. [online]. [cit. 2021-07-20]. Dostupné z: <https://fdocuments.in/document/mil-a-8625-f.html>.
- [95] ROGER, L. *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. Elsevier Science & Technology, 2010. ISBN 978-1-84569-654-2.
- [96] JUHL, A.D. Overview of anodizing in the aerospace industry. *Metal Finishing*. 2010, vol. 108, issue 2, s. 20-21.
- [97] DAVIS, J. R. *Aluminum And Aluminum Alloys (Asm Specialty Handbook)*. New illustrated edition. Materials Park, Ohio, U.s.a: Asm Intl, 1993. ISBN 0-87170-496-X.
- [98] OSTRÁ, V. a HOLEČEK, P. Vliv materiálu a teploty eloxování na tvrdost oxidické vrstvy Al slitin. *Povrcháři* [online]. 2010, č. ř, s. 3-6 [cit. 2021-01-15]. ISSN 1802-33. Dostupné z: [http://www.povrchari.cz/kestazeni/201009\\_povrchari.pdf](http://www.povrchari.cz/kestazeni/201009_povrchari.pdf).
- [99] PROBERT, R.H. *Aluminum how to: The Chromatizing, Anodizing, Hard Coating Handbook*. Tailored Text, 2005, 138 s.
- [100] FORN, A., PICAS, J.A., BAILE, M.T., MARTIN, E., GARCÍA, V.G. a KATGERMAN, L. Microstructure and tribological properties of anodic oxide layer formed on Al–Si alloy produced by semisolid processing. *Surface and Coatings Technology*. 2007, vol. 202, 4-7, s. 1139-1143.
- [101] GROOVER, M.P. *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems*. 4th ed. Hoboken, NJ: J. Wiley, c2011, xii, 1012 p. ISBN 978-047-0467-008.
- [102] EUROPUR. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z: <https://www.europur.sk/eloxovanie-hlinika/tvrdy-elox>.
- [103] EUROPUR. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z: <https://www.europur.sk/eloxovanie-hlinika/prirodny-elox>.
- [104] VUHZ. [online]. [cit. 2021-10-29]. Dostupné z: <https://vuhz.cz/images/povlaky/pdf/prospekt-povlakovna-brozura.pdf>

- [105] VUHZ. [online]. [cit. 2021-10-29]. Dostupné z:  
<https://vuhz.cz/povlaky-pvd-pacvd-a-cvd/druhy-povlaku>
- [106] SUI, X., LIU, J., ZHANG, S., YANG, J. a HAO, J. Microstructure, mechanical and tribological characterization of CrN/DLC/Cr-DLC multilayer coating with improved adhesive wear resistance. *Applied Surface Science* [online]. 2018, **439**, 24-32 [cit. 2021-12-15]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.12.266
- [107] MENINI, R. a FARZANEH, M. Elaboration of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/PTFE icephobic coatings for protecting aluminum surfaces. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2009, **203**(14), 1941-1946 [cit. 2021-12-15]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.surfcoat.2009.01.030
- [108] EUROPUR. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z:  
<https://www.europur.sk/eloxovanie-hlinika/tvrdy-elox>.
- [109] EUROPUR. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z:  
<https://www.europur.sk/eloxovanie-hlinika/prirodny-elox>.
- [110] OLIVER, W.C., PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research* 7, 1564–1583 (1992). Dostupné z: DOI: 10.1557/JMR.1992.1564
- [111] EBATCO. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z:  
<https://www.ebatco.com/resources/support-videos/>
- [112] TEFLON PTFE – Coating information. [online]. [cit. 2021-08-19]. Dostupné z:  
[http://www.rjchase.com/ptfe\\_handbook.pdf](http://www.rjchase.com/ptfe_handbook.pdf)
- [113] ASTM D6425-99 Ball-on-Disc,
- [114] ASTM G1333-95 Ball-on-Flat.
- [115] SOLIS, J, ZHAO, H, WANG, C. et al. (3 more authors) Tribological performance of an H-DLC coating prepared by PECVD. *Applied Surface Science*, 383. pp. 222-232 (2016). ISSN 0169-4332. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2016.04.184
- [116] CHRISTOFIDES, C, MCHUGH, P.E., FORN, A. a PICAS, A.J. Wear of a thin surface coating: modelling and experimental investigations. *Computational Materials Science* [online]. 2002, **25**(1-2), 61-72 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0927-0256. Dostupné z: DOI:10.1016/S0927-0256(02)00250-1
- [117] BAI, M., YANG, L., LI, J., LUO, L., SUN, S. a INKSON, B. Mechanical and tribological properties of Si and W doped diamond like carbon (DLC) under dry reciprocating sliding conditions. *Wear* [online]. 2021, **484-485** [cit. 2021-12-05]. ISSN 0043-1648. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.wear.2021.204046



- [118] CANTIZANO, A., CARNICERO, A. a ZAVARISE, G. Numerical simulation of wear-mechanism maps. *Computational Materials Science* [online]. 2002, **25**(1-2), 54-60 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0927-0256. Dostupné z: DOI: 10.1016/S0927-0256(02)00249-5
- [119] PATNAIK, L., MAITY, R. S. a KUMAR, S. Comprehensive structural, nanomechanical and tribological evaluation of silver doped DLC thin film coating with chromium interlayer (Ag-DLC/Cr) for biomedical application. *Ceramics International* [online]. 2020, **46**(14), 22805-22818 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0272-8842. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.06.048
- [120] MALLESWARARAO, K.N.D. a KUMAR, I.N.N. Investigation of tribological behaviour of DLC coating on hyper-eutectic Al-Si alloys, a review. *Materials Today: Proceedings* [online]. 2019, **18**, 2581-2589 [cit. 2021-12-05]. ISSN 2214-7853. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.matpr.2019.07.116
- [121] LAN, H., KATO, T. a LIU, C. Molecular dynamics simulations of atomic-scale tribology between amorphous DLC and Si-DLC films. *Tribology International* [online]. 2011, **44**(11), 1329-1332 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0301-679X. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.triboint.2010.10.006
- [122] ESCOBAR, J., RURAULT, L. a TURQ, V. Improvement of the tribological behavior of PTFE-anodic film composites prepared on 1050 aluminum substrate. *Applied Surface Science* [online]. 2012, **258**(20), 8199-8208 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2012.05.022
- [123] CHEN, S., KANG, Ch., WANG, J., LIU, Ch. a SUN, K. Synthesis of anodizing composite films containing superfine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and PTFE particles on Al alloys. *Applied Surface Science* [online]. 2010, **256**(22), 6518-6525 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.04.040
- [124] KUHN, A. PTFE coating vs. impregnation. *Metal Finishing* [online]. 2005, **103**(10), 35-38 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0026-0576. Dostupné z: DOI: 10.1016/S0026-0576(05)80754-8
- [125] YU, Y., CHEN, L., WENG, D., WANG, J., CHEN, Ch. a MAHMOOD, A. A promising self-assembly PTFE coating for effective large-scale deicing. *Progress in Organic Coatings* [online]. 2020, **147** [cit. 2021-12-05]. ISSN 0300-9440. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.porgcoat.2020.105732
- [126] WANG, H. a WANG, H. Fabrication of self-lubricating coating on aluminum and its frictional behaviour. *Applied Surface Science* [online]. 2007, **253**(9), 4386-4389 [cit. 2021-12-05]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.apsusc.2006.09.058
- [127] JACKSON, M. a MORRELL, J. Tribology in manufacturing. *Tribology for Engineers* [online]. Elsevier, 2011, 2011, s. 161-241 [cit. 2021-12-05]. ISBN 978-08-570-9114-7. Dostupné z: DOI: 10.1533/9780857091444.161
- [128] ASTM G 171 - 03 Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus1

- [129] SHIJUN, D., WEIPING, J. a ZHIJUAN, S. Linear-regression models and algorithms based on the Total-Least-Squares principle. *Geodesy and Geodynamics* [online]. 2012, **3**(2), 42-46 [cit. 2021-12-05]. ISSN 1674-9847. Dostupné z: DOI: 10.3724/SP.J.1246.2012.00042
- [130] KUBÁČEK, L. a TESAŘÍKOVÁ, E. *Weakly nonlinear regression models*. Olomouc: Palacký University, 2008. ISBN 978-80-244-2204-6.
- [131] BOTEK, M. a ADAMEC, L. *Sbírka příkladů z inženýrské ekonomiky a managementu*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2004. ISBN 80-7080-544-7.
- [132] HENDL, J. *Přehled statistických metod: analýza a metaanalýza dat*. Páté, rozšířené vydání. Praha: Portál, 2015. ISBN 978-80-262-0981-2.

## 7 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

Zkratka:	Anglicky:	Česky:
DLC	Diamond Like Carbon	uhlík s vlastnostmi diamantu
PTFE	PolyTetraFluoroEthylene	PolyTetraFluorEthylen
MPP	Multi-Pitch Points	Mnohonásobné vyvýšené body
CVD	Chemical Vapour Deposition	chemická depozice
PVD	Physical Vapour Deposition	fyzikální depozice
PCVD	Plasma-activated Chemical Vapour Deposition	plazmaticky aktivovaná chemická depozice
PACVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition	Plazmaticky asistovaná chemická depozice
PECVD	Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition	Plazmaticky zvýšená chemická depozice
PVC	PolyVinyl Chloride	PolyVinylChlorid
PMMA	PolyMethylMethAcrylate	PolyMethylMethAkrylát
ABIN	AzoBis IsobutyroNitrile	Azo-Bis-IsobutyroNitril

## 8 SEZNAM AKTIVIT AUTORA

### 8.1 Seznam publikací

Publikace jsou řazeny chronologicky (od nejstarších po nejnovější):

- KLAČURKOVÁ, L.; HÉGR, E.; ČELKO, L.; PODRÁBSKÝ, T.; JULIŠ, M.; REMEŠOVÁ, M.; ŠVEJCAR, J. *Comparative Analysis of Hard Anodized Layers on Aluminium Alloy*. Abstract Booklet, 15th International Symposium on Metallography, METALLOGRAPHY 013. 1. Košice, Slovakia: Department of Materials Science, Faculty of Metallurgy, Technical University of Košice, 2013. s. 156-156. ISBN: 978-80-553-1412-9.
- KLAČURKOVÁ, L.; HÉGR, E.; ČELKO, L.; PODRÁBSKÝ, T.; JULIŠ, M.; REMEŠOVÁ, M.; ŠVEJCAR, J. *Comparative Analysis of Hard Anodized Layer on Aluminium Alloy*. *Materials Science Forum*, 2014, roč. 2014, č. 782, s. 615-618. ISSN: 0255-5476.
- KLAČURKOVÁ, L.; JULIŠ, M.; ČELKO, L.; HORYNOVÁ, M.; HÉGR, E.; ŠVEJCAR, J. *Analysis of surface defects of aluminium components with hard anodized layers*. *ENGINEERING FAILURE ANALYSIS*, 2015, roč. 56, č. 1, s. 300-306. ISSN: 1350-6307.
- JULIŠ, M.; KLAČURKOVÁ, L.; GEJDOŠ, P.; HORYNOVÁ, M.; HÉGR, E.; SYTAŘ, P. *Methods and techniques of samples preparation for assessment of layers after chemical and heat treatment*. In *Conference on Chemical Heat Treatment of Metal Surfaces*. Čerčany, Czech Republic: Asociace pro tepelné zpracování kovů ECOSOND s. r. o., 2015. p. 96-101. ISBN: 978-80-904462-8-1.
- GEJDOŠ, P.; KLAČURKOVÁ, L.; JULIŠ, M.; HORYNOVÁ, M.; REMEŠOVÁ, M.; HÉGR, E. *Analysis of Surface Layer Defects on Carburezed Steel Component after Alkaline Blackening*. In *Metallography XVI. Materials Science Forum*. Switzerland: Trans Tech Publications Ltd., 2017. s. 274-277. ISBN: 978-3-0357-1018-2. ISSN: 0255-5476.
- GEJDOŠ, P.; KLAČURKOVÁ, L.; JULIŠ, M.; HORYNOVÁ, M.; REMEŠOVÁ, M.; HÉGR, E. *Analysis of Surface Layer Defects on Carburezed Steel Component after Alkaline Blackening*. In *Metallography XVI. Materials Science Forum*. Switzerland: Trans Tech Publications Ltd., 2017, pp. 274-277. ISSN: 0255-5476.
- HÉGR, E.; STUDENY, Z.; NGUYEN, H.Ch.; PROCHAZKA, J.; ADAM, J. *Evaluation of DLC coating parts of weapons and military equipment*. *29th International Conference on Metallurgy and Materials*. Brno, Czech Republic, 2020. p.632-641. ISBN: 978-80-87294-97-0.

### 8.2 Projekty

Interní projekt (ve firmě EDWARDS, s.r.o.): Zvýšení životnosti suché spirálové vývěvy.