



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI  
Fakulta mechatroniky, informatiky  
a mezioborových studií



# Vliv doby aplikace monovrstvy z vícevrstvé TiN / CrN struktury na mechanické a tribologické vlastnosti povlaku

## Bakalářská práce

*Studijní program:*

B3942 Nanotechnologie

*Studijní obor:*

Nanomateriály

*Autor práce:*

**Michal Palič**

*Vedoucí práce:*

Ing. Totka Bakalova, Ph.D.

Katedra materiálu

*Konzultanti práce:*

Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.

Katedra materiálu

Ing. Lukáš Voleský, Ph.D.

Katedra materiálu



# The effect of the monolayer application time of the multilayer TiN/CrN structure on the mechanical and tribological properties of the coating

## Bachelor thesis

*Study programme:* B3942 – Nanotechnology  
*Study branch:* 3942R002 – Nanomaterials

*Author:* **Michal Palič**  
*Supervisor:* Ing. Totka Bakalová, Ph.D.



## Zadání bakalářské práce

# Vliv doby aplikace monovrstvy z vícevrstvé TiN / CrN struktury na mechanické a tribologické vlastnosti povlaku

*Jméno a příjmení:* **Michal Palič**  
*Osobní číslo:* M17000218  
*Studijní program:* B3942 Nanotechnologie  
*Studijní obor:* Nanomateriály  
*Zadávací katedra:* Katedra materiálu  
*Akademický rok:* 2019/2020

### Zásady pro vypracování:

1. Vypracování odborné rešerše na téma: využití tenkých vrstev a oblasti jejich aplikace; charakterizace nanopovrchů (smáčivost, drsnost, tvrdost, adheze); další možnosti tvorby vrstev pro využití v různých oblastech aplikací.
2. Návrh uspořádání laboratorního experimentu (volba vhodných metod hodnocení vlastností tenkých vrstev, výběr vhodných metodik měření a hodnocení).
3. Provedení experimentu, hodnocení fyzikálně-chemických a tribologických parametrů (hodnocení povrchu materiálu pomocí AFM, SEM a konfokálního mikroskopu).
4. Posouzení vhodnosti vrstev v závislosti na užitných vlastnostech, hodnocení změn povrchové struktury (kluzné vlastnosti, opotřebení materiálu apod.)
5. Zhodnocení dosažených výsledků a zpracování závěrů.

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

30-50  
tištěná/elektronická  
Čeština



#### **Seznam odborné literatury:**

- [1] SEDLÁČEK, V. *Povrchy a povlaky kovů* (1992) 1. vyd. Praha: České vysoké učení technické.  
[2] DAĐOUREK, K. *Vybrané technologie povrchových úprav* (2007) Vyd. 1 Liberec: Technická univerzita v Liberci, p. 117, ISBN 978-80-7372-168-8.  
[3] KRAUS, V. *Povrchy a jejich úpravy* (2000) Západočeská univerzita, Fakulta strojní, Plzeň, p. 216, ISBN 80-7082-668-1.  
[4] BAKALOVA, T., aj., Tribological Properties of TiN/AlTiN and AlTiN/TiN nanomultilayer coatings (2016) *Manufacturing technology*, 12 (6), pp. 1234 – 1240, ISSN 1213-2489.  
[5] BAKALOVA, T., PETKOV, N., CHOLAKOVA, T., BAHCHEDZHIEV, H., KAVAN, F., Mechanical Properties of Titanium-Aluminium base nanomultilayer coatings (2016) *Manufacturing Technology*, 16 (4), pp. 657 – 662, ISSN 1213-2489.

*Vedoucí práce:* Ing. Totka Bakalova, Ph.D.  
Katedra materiálů

*Konzultanti práce:* Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.  
Katedra materiálů  
Ing. Lukáš Voleský, Ph.D.  
Katedra materiálů

*Datum zadání práce:* 26. listopadu 2019  
*Předpokládaný termín odevzdání:* 18. května 2020

prof. Ing. Zdeněk Plíva, Ph.D.  
děkan

L.S.

prof. Ing. Petr Louda, CSc.  
vedoucí katedry

V Liberci dne 26. listopadu 2019



## Prohlášení

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

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

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

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

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

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

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

25. května 2020

Michal Palič

## Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat všem, kteří mi pomohli s mojí bakalářskou prací. Nejvíce děkuji svojí vedoucí bakalářské práce paní Ing. Totce Bakalové, Ph. D. za její odborné vedení a trpělivost. Dále bych chtěl poděkovat svojí rodině za podporu a lidem mně blízkým.

## **Abstrakt**

Cílem této bakalářské práce je poskytnout teoretický úvod do problematiky vytváření tenkých vrstev a také hodnocení jejich užitných vlastností. Cílem práce je změřit čtyři druhy tenkých vrstev vytvořené metodou katodového oblouku s různou dobou depozice monovrstev z vícevrstvých TiN/CrN povlaků. Deponovaný materiál monovrstvy (TiN a CrN) byl střídavě nanášen na povrchu vzorků (doba nanášení 10, 15, 20 a 30 vteřin) do vzniku požadované multivrstvy. V experimentální části byly připravené vzorky podrobeny testování za účelem zjištění jejich vlastností.

## **Klíčová slova**

TiN/CrN povlaky, Arc-PVD (depozice katodovým obloukem), mechanické vlastnosti, tribologie

## **Abstract**

The goal of this bachelor thesis is to provide theoretical introduction to the methods of creating thin coatings. This thesis also discusses methods of evaluation of thin films and its properties. There were four samples available, which were created by Cathodic Arc Deposition method. TiN and CrN were periodically deposited on the substrate, which resulted in creation of multiplayer. Experimental part was focused on measurement of its properties.

## **Keyworld**

TiN/CrN coating, Cathodic arc deposition, mechanical properties, tribology

## Obsah

1 Úvod .....	10
2 Teoretická část .....	11
2.1 Mechanické a fyzikálně-chemické vlastnosti povrchů .....	11
2.1.1 Mechanické vlastnosti.....	11
2.1.2 Chemické vlastnosti .....	12
2.1.3 Fyzikální vlastnosti .....	12
2.2 Charakteristika tenkých povlaků .....	13
2.2.1 Základní informace o tenkých povlacích .....	13
2.2.2 Oblasti použití tenkých povlaků .....	14
2.3 Technologie nanášení tenkých povlaků .....	15
2.3.1 Metody fyzikální depozice (PVD) .....	15
2.3.2 Depozice katodovým obloukem Arc-PVD (Cathodic Arc Deposition) .....	19
2.3.3 Metody CVD .....	21
2.4 Tribologie .....	22
2.4.1 Tření .....	22
2.4.2 Opotřebení .....	24
2.5 Hodnocení vlastností tenkých vrstev .....	26
2.5.1 Měření tloušťky .....	26
2.5.2 Měření adheze vrstvy .....	26
2.5.3 Měření tvrdosti .....	28
2.5.4 Drsnost povrchu .....	31
2.5.6 Hodnocení tribologických vlastností .....	32
3 Experimentální část .....	34
3.1 Substrát .....	34
3.2 Před depoziční příprava .....	34
3.3 Depozice vrstev .....	34
3.4 Kalotest .....	35
3.5 Vyhodnocení adheze .....	37
3.6 Vyhodnocení nanotvrdosti .....	38
3.7 Hodnocení drsnosti .....	39
3.7.1 Profilometr .....	39
3.7.2 Konfokální mikroskopie.....	40
3.8 Tribologie a opotřebení povrchu .....	41



4 Diskuze dosažených výsledků a závěr .....	44
4.1 Vyhodnocení tloušťky .....	44
4.2 Vyhodnocení tvrdosti .....	44
4.3 Hodnocení adheze.....	45
4.4 Vyhodnocení drsnosti .....	46
4.5 Tribologické vlastnosti .....	47
4.5.1 Koeficient tření.....	47
4.5.2 Opotřebení tenkých vrstev.....	47
4.5.3 Opotřebení kuličky .....	48
5. Závěr.....	49
Seznam obrázků .....	50
Seznam literatury.....	51

## 1 Úvod

Tato bakalářská práce je zaměřena na hodnocení vlivu doby aplikace monovrstvy z vícevrstvé TiN / CrN struktury na mechanické a tribologické vlastnosti povlaku. Ze začátku by bylo vhodné vysvětlit důvod povlakování materiálů.

Nanášení různých vrstev na základní materiál je již dlouho používaná praxe. Důvody pro povlakování jsou různorodé od dekorativních účelů až po ochranné vrstvy. Běžným příkladem je ochrana oceli pomocí zinku procesem galvanizace, kde vrstva zinku zabraňuje korozi ocele. Dalším příkladem může být lakování dřeva, kde lak vytvoří tenkou bariéru, která chrání dřevo před okolními vlivy a tím je dosažena delší životnost.

Vhodným povlakováním základního materiálu dokážeme ovlivnit jeho vlastnosti. Vhodnou kombinací substrátu a nanesených vrstev lze připravit takové nástroje, které jsou více spolehlivé a mají delší životnost. Základní myšlenka je nanést prvky, u kterých známe jejich vlastnosti a snažíme se z nich vytvořit tenkou vrstvu. Hledané vlastnosti jsou například tvrdost, otěruvzdornost, dobré třecí vlastnosti aj..

Všechny zmíněné vlastnosti jsou ovlivněny tloušťkou vrstvy. S tloušťkou vrstvy se mění její vlastnosti. Jestliže se tloušťka materiálu sníží natolik, že poměr povrchu k objemu značně vzroste začínají mít podstatný vliv na vlastnosti této vrstvy povrchové stavy, které se diametrálně odlišují od vnitřních stavů. Vlastnosti tenké vrstvy se mohou tedy výrazně lišit od vlastností téže látky v objemovém stavu.

V této bakalářské práci předkládám výsledky různých užitných vlastnosti sledovaných tenkých vrstev TiN/CrN. Dále jejich oblastmi využití. V následující kapitole budou uvedeny možnosti vytváření tenkých vrstev. Část bakalářské práce je zaměřena na tribologii, vědní obor zabývající se třením a opotřebením materiálů. Poslední teoretická část je věnována měřicím metodám.

## 2 Teoretická část

### 2.1 Mechanické a fyzikálně-chemické vlastnosti povrchů

Pro správné využití tenkých vrstev je nutné znát jejich vlastnosti. Vlastnosti jednotlivých systémů substrát a tenká vrstva jsou založeny na faktu, že známe přesné složení jednotlivých vrstev v systému. Tento předpoklad je nutný, protože každá strukturní změna může výrazně ovlivnit vlastnosti povrchu.

Užité vlastnosti tenkých vrstev lze posuzovat z mnoha hledisek, nejčastěji na vlastnosti mechanické, fyzikální a chemické. Dále je nutné zmínit, že každá tenká vrstva slouží k jinému účelu a z tohoto důvodu mohou být jisté vlastnosti upozaděny, protože není očekáváno, že budou v praxi důležité.

#### 2.1.1 Mechanické vlastnosti

##### **Adheze**

Adheze lze považovat za nejdůležitější vlastnost pro tenké vrstvy. Adhezi lze chápat jako schopnost dvou materiálů přilnout k sobě. Pro kvalitní spojení dvou materiálů je nutné vytvořit dostatek vazebných sil. Adheze je také ovlivněna nevazebnými silami jako například Van der Waalsovy síly. Vznik vazebných sil je negativně ovlivněn různými nečistotami na povrchu, nejčastěji se jedná o mastnotu nebo prach. Dalším faktorem ovlivňující velikost adheze je použitá depoziční metoda především kinetická energie dopadajících částic. [1], [2]

##### **Tvrдость**

Tvrдость lze charakterizovat jako schopnost materiálu odolávat vůči proniknutí cizího tělesa. Vnikající těleso je odborně nazýváno indentor. Každý indentor je specifický svým tvarem a otiskem, který v povrchu zanechává. Podle použitého indentoru označujeme tvrдость podle Vickerse, Knoop, Rockwella, Berkoviche, Brinnela. [1], [2]

##### **Drsnost**

Drsnost označuje různé nerovnosti povrchu, které vznikají při tvorbě povlaků. Je ovlivněna použitými technologiemi a podmínkami během výroby. Drsnost lze posuzovat z mnoha parametrů. Měřené parametry se liší podle toho, zda je měřen profil (R parametry) nebo plocha (S parametry). Některé parametry jsou uvedené v tabulce č. 1. [3]

Zkratka	Význam
Sa	Průměrná aritmetická hodnota měřené plochy, udává hodnotu drsnosti
Sz	Součet nejvyššího výstupku a největší prohlubně
Sp	Maximální výška výstupku
Sq	Průměrná kvadratická hodnota měřené plochy

Tabulka 1 Význam zkratk výškových parametrů

### 2.1.2 Chemické vlastnosti

#### **Odolnost proti korozi**

Vlivem účinků různých kapalných nebo plyných látek může dojít k porušení nebo úplnému rozpadu povrchu. U kovů je tento proces nazýván koroze. Odolnost vůči korozi nezávisí pouze na druhu materiálu, ale také na okolních podmínkách jako je teplota nebo koncentrace korozního činidla. Laboratorní měření odolnosti proti korozi bývá nejčastěji prováděno vystavení daného materiálu různým chemickým látkám po určitou dobu. Velikost koroze se obvykle udává úbytkem hmotnosti v gramech na 1 cm<sup>2</sup> plochy za určitý čas. [4]

#### **Žárovzdornost**

Žárovzdornost vyjadřuje schopnost materiálu odolávat vysokým teplotám. Působením vysokých teplot na neochráněný povrch dojde k jeho degradaci. Z tohoto důvodu je většina nástrojů, které jsou určeny k práci ve vysokých teplotách pokryty žárovzdorným materiálem. [4]

### 2.1.3 Fyzikální vlastnosti

#### **Tepelná vodivost**

Tepelná vodivost je množství tepla, které při ustáleném stavu projde za jednotku času mezi dvěma protilehlými stěnami krychle o délce hrany 1 m, je-li rozdíl teplot mezi těmito stěnami 1 K. Nejlepší tepelnou vodivost vykazují čisté kovy jako je stříbro. [4]

#### **Elektrická vodivost**

Elektrická vodivost udává, jak dobře dokáže materiál vést elektrický proud. Podle vodivosti dělíme materiály na elektrické vodiče, izolanty a polovodiče. [4]

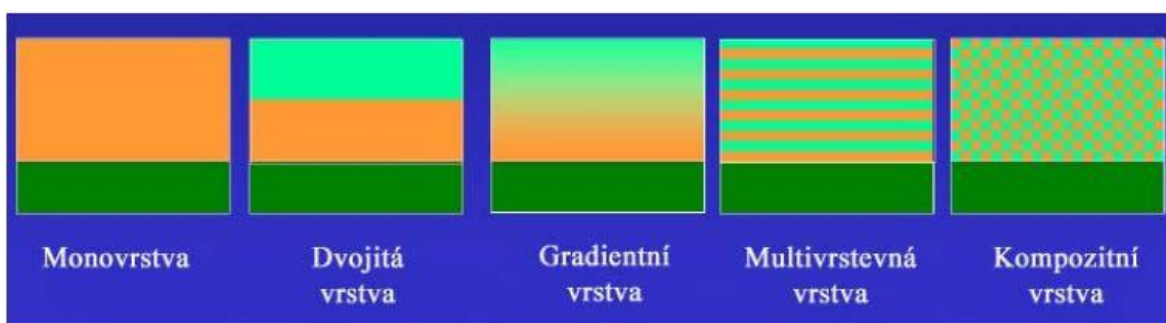
## 2.2 Charakteristika tenkých povlaků

### 2.2.1 Základní informace o tenkých povlacích

Tenká vrstva je označení pro materiál o tloušťce několik nanometrů až jednotky mikrometru. Tenké vrstvy neexistují samostatně, vždy jsou nanесeny na základním materiálu nazývaný substrát. Takto tenká vrstva dokáže významně ovlivnit vlastnosti základního materiálu. V dnešní době může být substrátem téměř každý materiál, za předpokladu, že vydrží proces depozice (povlakovací teploty).

Jednotlivá tenká vrstva může být pouze z jednoho prvku, nebo častěji ze sloučeniny různých prvků. Nejčastějšími prvky ve vrstvách jsou kovy (titan, chrom, hliník, tantal) a polokovy (křemík) ve formě oxidů, nitridů a karbidů. Mimo vlastních materiálových vlastností použitých prvků či sloučenin jsou vlastnosti tenkých vrstev z velké části ovlivněny použitou metodou depozice a samotnou tloušťkou tenké vrstvy. [5]

### Druhy povlaků



Obrázek 1 Druhy povlaků [5]

Tenké povlaky lze zjednodušeně rozdělit do několika druhů, jak lze vidět na obrázku 1.

#### Monovrstva

Monovrstva je nejzákladnější druh povlaku. Na substrát je deponována pouze jedna vrstva o definované tloušťce.

#### Dvojitá vrstva

Dvojitá vrstva je složena ze dvou různých vrstev na sobě. Jsou hledány optimální kombinace dvou materiálů pro dosažení nejlepších vlastností.

#### Multivrstva

Multivrstva se skládá z mnoha velmi tenkých monovrstev. Tloušťka jednotlivých monovrstev se pohybuje v řádech několika nm. Při tvoření multivrstvy je nutné vybrat materiály s vysokou přilnavostí. Obvykle jsou kombinovány materiály, které se svými vlastnostmi doplňují. Časté kombinace materiálů jsou CrN, TiN, TiAlN. [6]

## Gradientní vrstva

Gradientní vrstvy, jsou takové vrstvy, u kterých je jeden parametr spojitě proměnný. Gradientní vrstvy umožňují zkoumat vliv jednoho parametru na celý vzorek, ostatní vlastnosti jsou shodné. Příkladem může být postupná změna depoziční rychlosti. [6], [7]

## Kompozitní vrstva

Kompozitní vrstva je složena z dvou a více složek. Podmínka je vzájemná nerozpustnost obou složek. Jedna ze složek musí být krystalická s velikostí krystalů několika nm. Příkladem kompozitní vrstvy je amorfni matrice  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , do které se usazují malé krystalky  $\text{TiAlN}$ . [6]

### 2.2.2 Oblasti použití tenkých povlaků

Uplatnění tenkých vrstev je v dnešní době rozmanité. Již se nehledají aplikační možnosti pro vrstvy, které se deponují, ale naopak na základě požadavku praxe je snaha vytvářet nové typy vrstev.

## Řezné nástroje

V současnosti jsou tenké vrstvy často používány na nástroje, u kterých je očekáváno velké namáhání jako různé obráběcí nástroje, vrtáky nebo systémy bez možnosti mazání. Pro tyto účely jsou nejčastěji používány nitridové vrstvy, které obecně vykazují vysokou tvrdostí a otěruvzdorností.[5]

## Vrstva TiN

Předností vrstvy TiN je její vysoká tvrdost a otěruvzdornost. Z tohoto důvodu je vhodná pro velmi namáhané nástroje jako např. hroty vrtáků. Dalším možným použitím této vrstvy je k dekorativním účelům z důvodu zlatu podobné barvy (obr 2). TiN je pro lidské tělo netoxický a může být použit pro medicínské aplikace. [8], [10]

## Vrstva CrN

Mechanické vlastnosti CrN jsou podobné TiN. Odolnost proti korozi a tepelná odolnost je u CrN oproti TiN vyšší, ale tvrdost je o trochu nižší. Vrstvy CrN jsou typické nízkým vnitřním napětím. Pro lidské tělo je netoxický a může být použit pro medicínské aplikace. Barvou je podobný stříbru (obr 3). Podobně jako TiN je CrN používán pro velmi namáhané nástroje. [9],[11]





Obrázek 2 Šrouby s povlakem TiN (vlevo) [10]



Obrázek 3 Vrták s povlakem CrN [11]

## Optika

V optice se můžeme setkat se dvěma základními použitími tenkých vrstev, vrstvy antireflexní a vrstvy s vysokou propustností světla. Antireflexní vrstvy jsou dlouhou dobu používány na čočkách. Vrstvy s vysokou propustností světla jsou nutné pro dalekohledy

### 2.3 Technologie nanášení tenkých povlaků

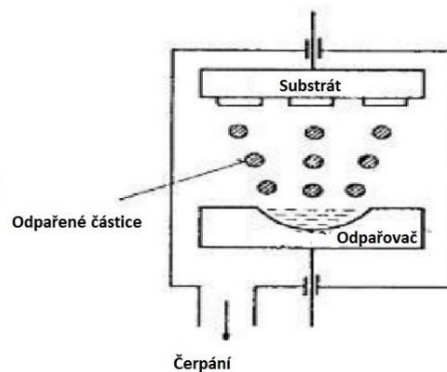
Existuje mnoho postupů, jak vytvořit tenkou vrstvu. Nejobecnějším rozdělením je do dvou typů – metody fyzikální a metody chemické.

#### 2.3.1 Metody fyzikální depozice (PVD)

Metody PVD (Physical Vapor Deposition) využívají k vytvoření tenkých vrstev fyzikální principy. Proces lze rozdělit do tří kroků. Prvním krokem je vytvoření páry z pevného materiálu, který chceme deponovat. Toho lze docílit za vysoké teploty a velmi nízkých tlaků. Druhý krok je transport částic na substrát. Posledním krokem je kondenzace par na substrátu za vzniku tenké vrstvy. Mezi základní metody patří napařování a napařování. [12]

## Napařování

Základem napařování je postupné odpařování materiálů za velmi nízkého tlaku. Nízký tlak je nutný z důvodu vysoké teploty používaných materiálů při atmosférickém tlaku. Nízký tlak také zvětšuje střední volnou dráhu. Další z důvodů pro nízký tlak je téměř absence částic vzduchu, které by mohly narážet do částic napařované látky. To by mělo za následek nerovnoměrnou tloušťku tenké vrstvy. Schéma napařování je zobrazeno na obrázku 4.



Obrázek 4 Schéma napařování [12]

### Průběh depozice

Celý proces se odehrává v uzavřené komoře, kde je postupně snižován tlak. Cílová hodnota je mezi  $10^{-4}$  až  $10^{-6}$  Pa. Cílové hodnoty vakua nelze dosáhnout okamžitě. V prvním kroku je komora tzv. předčerpána. Předčerpáním se lze dostat na hodnoty desítky Pa. Cílová hodnota vakua je poté dosažena mnohem výkonnější vývěvou. Po ukončení procesu snižování tlaku se celkový tlak v komoře ustálí.

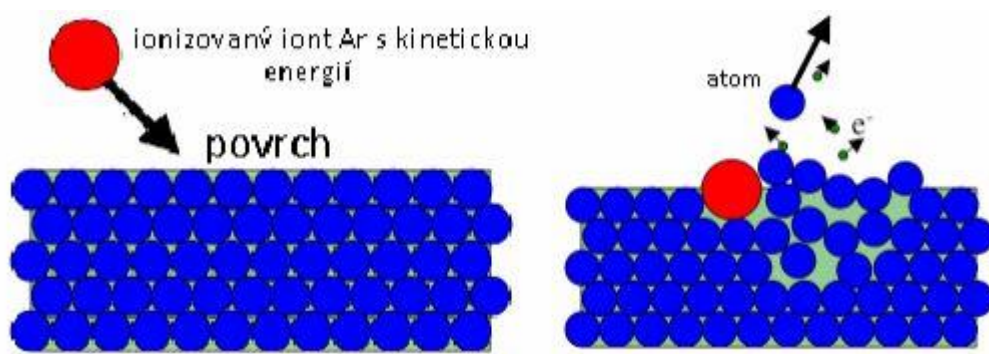
Deponovaný materiál je umístěn do žáruvzdorného materiálu, obvykle tvaru lodičky, která je umístěna do výparníku. Lodiček může být ve výparníku více v případě vytváření multivrstvy. Deponovaný materiál by měl být homogenní. V případě nehomogenního materiálu by došlo k nežádoucímu nerovnoměrnému odpařování. Deponovaný materiál je potřeba zahřát na teplotu varu. Zahřívání je obvykle prováděno odporovým ohřevem. Existují další způsoby ohřevu, například elektronovým paprskem nebo laserem. Odpařené částice materiálu se pohybují směrem k substrátu, kde kondenzují z důvodu nižší teploty substrátu. [12]

Tloušťku vrstvy určuje maska a křemíkový senzor. Křemíkový senzor měří míru odpařování. V momentě, kdy je dosažena požadovaná míra odpařování je maska přesunuta a částice materiálu mohou dopadat na substrát.

Metodu napařování lze upravit tak, že do vakuové komory je vpuštěno malé množství specifického plynu. Tato metoda se jmenuje reaktivní napařování. Specifický plyn může být dusík, kyslík. Tímto nám vznikají oxidy a nitridy prvků. Problémem této metody je že, specifický plyn zvyšuje tlak v komoře. V případě nedostatku specifického plynu nestihnou všechny částice deponovaného materiálu zreagovat s plynem a vzniklá vrstva je nižší kvality. [13]

### Naprašování

Proces naprašování je založen na principu rozprašování terče pomocí iontů inertního plynu a následné kondenzace rozprašeného materiálu na substrátu. Ionty inertního plynu, nejčastěji argonu vznikají v silném elektrickém poli a získávají vysokou kinetickou energii. Takto urychlené částice dopadají na terč deponovaného materiálu, kde odpráší atomy terče, které poté kondenzují na substrátu. Dopad argonového iontu je zobrazen na obrázku 5. Existuje několik základních metod naprašování. Nejsnadnější metoda je naprašování doutnavým výbojem rovinné diody. Účinnější metodou je magnetronové naprašování. Pro případ deponování nevodivých materiálů se používá metoda radiofrekvenčního naprašování.[6]



Obrázek 5 Schéma naprašování [6]

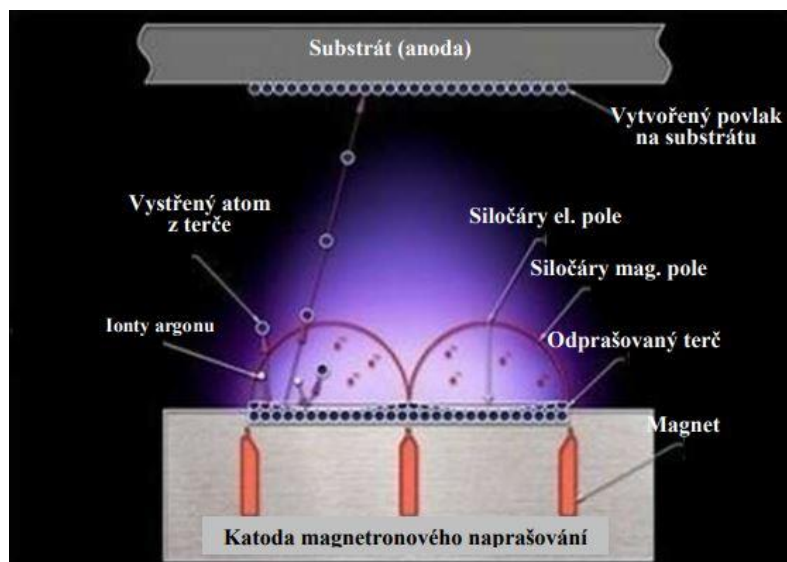
## **Naprašování doutnavým výbojem rovinné diody**

Jedná se o nejzákladnější metodu naprašování. Systém se skládá z terče (katoda) a substrátu (anoda). Vzdálenost mezi elektrodami se pohybuje mezi 50 až 100 nm. Celý proces depozice se provádí v uzavřené komoře, do které je vpuštěno malé množství pracovního plynu, nejčastěji argonu. Tlak v komoře bývá v rozmezí několika Pa. Kladné ionty pracovního plynu narážejí do terče, ze kterého vyrážejí atomy. Vyražené převážně neutrální atomy poté kondenzují na substrátu, kde vytvářejí tenký povlak. V průmyslu se tato metoda nepoužívá z důvodu pomalé depozice. [14]

## **Magnetronové naprašování**

Magnetronové napařování probíhá ve vakuové komoře. Terč je opět katoda a substrát anoda. Do komory je vpuštěn pracovní plyn, nejčastěji se jedná o argon. Ten je poté ionizován. Vznikne plazma, ve kterém se pohybuje kladně nabitý iont argonu a volný elektron. Kladné ionty argonu se vlivem elektrického pole pohybují ke katodě, kde vyrazí atomy terče. Volné elektrony jsou vázány v magnetickém poli poblíž terče. Magnetické pole je vytvářeno novou součástí tzn. magnetronem. Elektrony se v magnetickém poli pohybují po siločarách. Při tomto pohybu narážejí do dalších neutrálních atomů argonu. Tyto srážky zvyšují stupeň ionizace a vznikají další kladné ionty pracovního plynu, které se poté podílejí na procesu naprašování. Průběh magnetronového naprašování je zobrazen na obrázku 6.

Do komory lze také zavést specifický plyn, jako v případě napařování. Tato metoda se jmenuje reaktivní magnetronové naprašování. Vpuštěním specifického plynu (kyslík, dusík) lze vytvářet povlaky jako TiN, CrN. [6]



Obrázek 6 Schéma magnetronového naprašování [6]

## Radiofrekvenční naprašování

Tato metoda je používána pro terče z nevodivého materiálu. Během klasického naprašování by na se na nevodivém materiálu kumuloval náboj, který by zamezoval rozprašování. Pro vytvoření plazmy je používán vysokofrekvenční signál. Frekvence se pohybuje okolo 0,5 až 30 MHz, nejčastěji 13,56 MHz. Nevodivá elektroda se střídavě nabíjí a vybíjí podle změny polarity. Během jedné půlperrody je terč odprašován a ve druhé je terč neutralizován. [6]

### 2.3.2 Depozice katodovým obloukem Arc-PVD (Cathodic Arc Deposition)

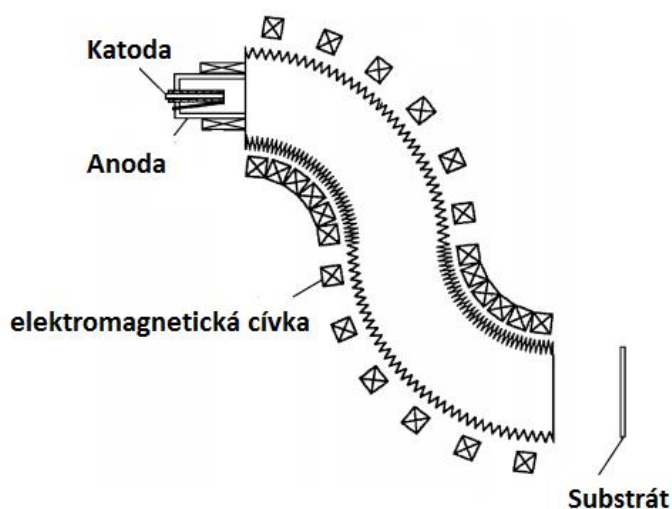
Metoda depozice katodovým obloukem je založena na plazmovém oblouku o nízkém napětí a vysokém proudu mezi dvěma elektrodami ve vakuu, který vytváří hustou a vysoce ionizovanou plazmu. Vzniklé částice jsou poté usměrněny magnetickým polem směrem substrátu, kde vytvoří tenkou vrstvu.

Katodový oblouk vzniká mezi anodou (vakuová komora) a katodou (terč). Vzniklý katodový oblouk hoří na katodě pouze bodově. Tímto bodovým hořením vznikají na katodě katodové skvrny. Z důvodu soustředění téměř celého proudu výboje dosahuje teplota na místě skvrny velmi vysokých hodnot. Pohyb skvrny po terči je chaotický a tím je terč nerovnoměrně opotřebován.

Během depozice katodovým obloukem vznikají také makročástice. Jejich velikost může být menší než mikrometr až do několika mikrometrů. Usazování makročástic na

vzniklém povrchu má negativní vliv na jeho vlastnosti. Mohou způsobit pórovitost povrchu, zhoršení adhezi a drsnost povrchu.

Makročástice lze odstranit zavedením magnetických filtrů. Filtr funguje tak, že nabité částice odkloní směrem k terči, zatímco makročástice, které se pohybují přímočaře nemohou filtrem projít. Použití filtru výrazně zpomaluje dobu depozice a dochází k ztrátám deponovaných iontů. Z tohoto důvodu je používána pouze ve specifických případech. V praxi se využívají filtry tvaru esovité zatačky nebo pravotočivé zatačky. Jak je ukázáno na obrázku 7.



Obrázek 7 Filtr tvaru S [15]

Jako u většiny metod PVD lze do komory vpustit malé množství specifického plynu jako kyslík pro vznik oxidů nebo dusíku pro vznik nitridů. Tímto způsobem mohou vznikat vrstvy jako CrN, TiN, AlN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>. Lze také vytvořit komplexnější vrstvy jako TiCrN, TiAlN použitím katody ze slitiny nebo použitím dvou a více katod.

Vzniklé tenké vrstvy mají lepší adhezní vlastnosti než vrstvy vytvořené jinou metodou. Metoda dovoluje vytvořit velmi tenké povlaky v řádech  $\mu\text{m}$ .

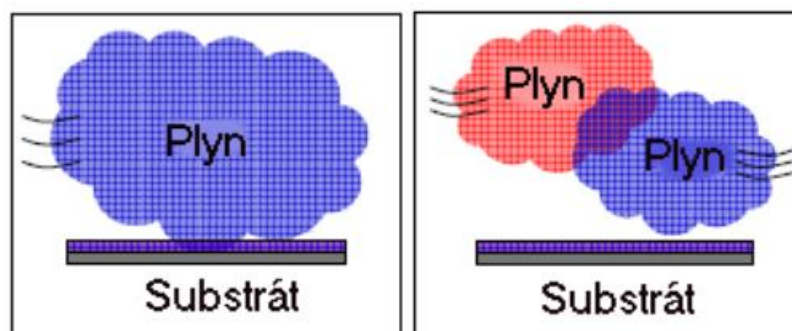
Výhodou této metody je možnost deponovat téměř všechny vodivé materiály. To lze ovšem považovat za nevýhodu, protože touto metodou nelze vytvořit vrstvy z nevodivých materiálů. [15], [16]



### 2.3.3 Metody CVD

Metody CVD (Chemical Vapor Deposition) využívají k tvorbě tenkých vrstev velmi reaktivní látky v plynném skupenství. Tyto plyny, obecně nazývány prekurzory spolu reagují nebo se rozpadají za vzniku tenké vrstvy. Metody CVD obvykle vyžadují vysokou teplotu, ta se může pohybovat kolem 1000 °C. Obecný průběh depozice lze rozdělit do několika kroků. První krok je transport prekurzorů na substrát. V tomto kroku jsou reakce mezi prekurzory nežádoucí. V druhém kroku prekurzory reagují se substrátem za vzniku tenké vrstvy. V posledním kroku jsou vedlejší produkty reakce odstraněny z reakční komory. Schéma CVD je zobrazeno na obrázku 8.

Nevýhody metod CVD je hlavně jejich vysoká energetická náročnost na ohřev a udržení teploty během depozice. Čas depozice se pohybuje okolo 6–10 hodinami. Další omezení je ve výběru substrátu z důvodu vysokých teplot. Takto vysoké teploty mohou degradovat substrát. Další problém je v použití ekologicky nebezpečných látek. [6], [12]



Obrázek 8 Schéma CVD [12]

### PECVD (Plasma Enhanced CVD)

Tato metoda je založená na obecné metodě CVD s rozdílem použití plazmatu během depozice. Využití plazmatu způsobuje ionizaci plynných složek v depoziční komoře. V takto vzniklém prostředí probíhají chemické reakce za nižších teplot. Nižší použitá teplota umožňuje použití substrátů a prekurzorů, které by jinak degradovali během klasické CVD metody. Plazma je generováno radiofrekvenčním signálem o frekvenci v rozsahu 0,5–50 MHz [6]

## **Epitaxe atomových vrstev (ALCVD – Atomic Layer CVD)**

Metoda ALCVD umožňuje precizní kontrolu nad tloušťkou jednotlivých monovrstev. Tato metoda je založena na sekvenčních reakcích jednotlivých prekurzorů. Základní princip je, že se jeden prekurzor adsorbuje na povrch. Poté je vpuštěn druhý prekurzor, který s prvním zreaguje za vzniku tenké vrstvy. Tento postup je periodicky opakován až do vzniku tenké vrstvy s přesně definovanou tloušťkou. Hlavní nevýhoda této metody je pomalý růst vrstvy. [17]

### 2.4 Tribologie

Tribologie je vědecký obor zabývající se třením, opotřebením a mazáním vzájemně se pohybujících povrchů. Tento vzájemný pohyb může být kluzný, valivý, nárazový nebo kmitavý. Během vzájemného pohybu dochází ke strukturním změnám obou povrchů, které jsou poté vyhodnoceny.

Tribologické procesy probíhají v tribologické soustavě. Ta je tvořena minimálně dvěma tělesy, která jsou navzájem v kontaktu. Mezi tělesy se mohou vyskytovat různé mezilátky (olej, voda, nečistoty). Dále do soustavy patří okolní prostředí (teplota, vlhkost). Tribologické soustavy lze rozdělit do dvou kategorií podle oblasti uplatnění na přirozené a umělé soustavy.

Pro některé technické funkce je tření jev užitečný. Příkladem může být brždění tedy kontakt vozovky a pneumatiky. V opačném případě, kdy tření je jevem nežádoucím, dochází ke snižování účinnosti technického zařízení například pohyb ozubených kol nebo třecí dvojice válec a píst.

Podle jedné z definic je tření odpor proti relativnímu pohybu vznikající mezi dvěma k sobě přitlačovanými tělesy v oblasti dotyku jejich povrchů v tangenciálním směru. Třecí síla vždy působí ve směru opačném oproti zamýšlenému pohybu tělesa. Tato definice je platná pro tření vnější nikoliv pro vnitřní. [18]

#### 2.4.1 Tření

Tření lze charakterizovat z více kritérií. První kritérium je podle místa vzniku na tření vnější, které vzniká na rozhraní dvou třecích ploch a tření vnitřní, které vzniká uvnitř tělesa mezi vrstvami materiálu a je typické pro proudění v kapalinách.[18]

### **2.4.1.1 Podle skupenství třecích ploch.**

#### **Tření pevných materiálů**

Tření pevných ploch je způsobeno interakcí povrchů při mechanickém působení. Tření pevných materiálů závisí na drsnosti materiálu a adhezí mezi mikronerovnostmi povrchu.

#### **Tření v kapalinách**

Tření v kapalinách je charakterizované fyzikální veličinou viskozita. Třecí vrstvy mají vlastnosti kapalin.

#### **Tření v plynech**

Tření v plynech je podobné tření v kapalinách s rozdílem, že třecí vrstva má vlastnosti plynu.

### **2.4.1.2 Podle přítomnosti mazací látky**

Tření podle mazací látky posuzujeme podle tloušťky mazací vrstvy. Grafické znázornění je zobrazeno na obrázku 9.

#### **Suché tření**

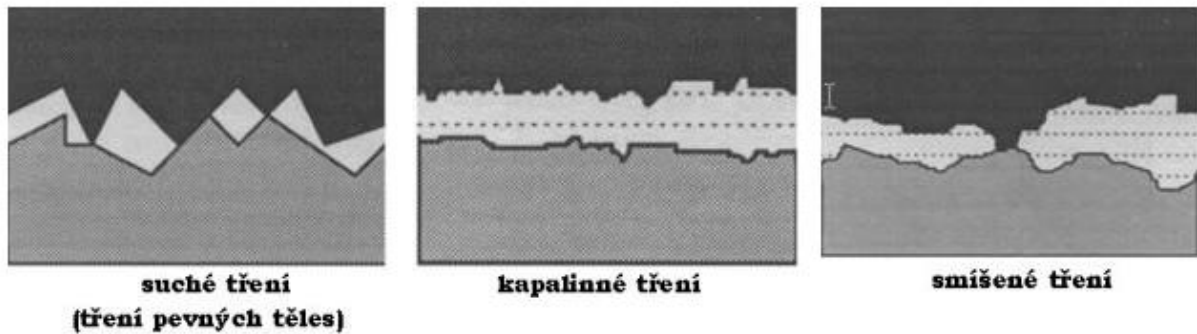
V případě suchého tření jsou plochy materiálu bez mazání. Během pohybu ploch dochází k zahřívání a největšímu opotřebení kluzných ploch. Může dojít k zadření třecích ploch.

#### **Kapalinové tření**

Kapalinové tření nebo také mokré tření je charakteristické oddělením kluzných ploch dostatečně tlustou vrstvou maziva. Kluzné plochy nejsou téměř opotřebovány a dochází k minimálnímu zahřívání a snížení ztráty energii.

## Polosuché tření

Polosuché neboli mezní tření je takové tření, kdy dojde k takovému ztenčení mazací vrstvy, že začíná docházet k vzájemnému styku povrchů nerovností třecích ploch.



Obrázek 9 Tření podle přítomnosti maziva [18]

### 2.4.1.3 Podle pohybu

#### Tření smykové

Smykové tření vzniká při kontaktu dvou vzájemně se pohybujících ploch. Z experimentu bylo zjištěno, že smykové tření je závislé na rychlosti. Z pohledu rychlosti mohou nastat dva případy, těleso je v klidu (statické tření) a těleso je v pohybu (tření dynamické). Podle tohoto rozdělení jsou tření vyhodnocena podle příslušných koeficientů tření na koeficient statický a dynamický, což jsou bezrozměrné fyzikální veličiny. Pro uvedení tělesa z klidové pozice je nutné překonat tření statické, které bývá větší než tření dynamické. Koeficient tření není vlastnost jednotlivého materiálu, ale dvojici materiálů. Dále je nutné zmínit, že velikost koeficientu je ovlivněna okolními podmínkami jako vlhkost vzduchu, drsnost povrchu, přítomnost nečistot aj.. [18]

#### Valivé tření

Valivé tření vzniká při rotačním a zároveň posuvným pohybem tělesa o kruhovém průřezu po podložce. Příčina valivého tření je v mikroskopických prokluzech ve směru nebo proti směru odvalování. Třecí síla je výrazně menší než u tření smykového, udává se přibližně 1/10 až 1/20 hodnoty. [18]

### 2.4.2 Opotřebení

Jako opotřebení označujeme úbytek materiálu z třecí plochy vlivem vzájemného pohybu. Opotřebení se projevuje uvolňováním částic z povrchu materiálu. Toto uvolňování

částic způsobuje změny vlastností opotřebované plochy. Grafické znázornění opotřebení je zobrazeno na obrázku 10.

### **Abrazivní opotřebení**

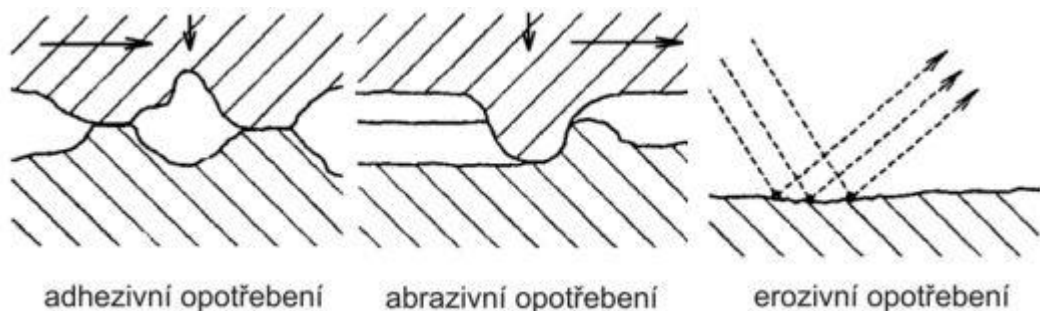
Abrazivním opotřebením je myšleno oddělování částic z funkčního povrchu vlivem tvrdých částic nebo působením druhého tvrdého povrchu. Způsobené opotřebení závisí na tvrdosti obou materiálů. Dále závisí na velikosti a tvaru abrazivních částic. Abrazivní opotřebení tvoří přibližně polovinu případů opotřebení. Pro abrazivní opotřebení je typické vznik rýh, škrábanců. [18], [19]

### **Adhezivní opotřebení**

Adhezivní opotřebení vzniká při kontaktu mezi plochami, přesněji kontaktů nerovností obou povrchů. Při vzájemném dotyku nerovností dochází k plastickým a elastickým deformacím a vzniku mikro spojů. Vznik mikro spojů je častější pro materiály s podobným složením. Mikro spoje se pohybem porušují. Okolí mikro spoje je vlivem plastické deformace zpevněné, a tak dochází často k porušování vazeb v podpovrchových vrstvách, které způsobí uvolňování a vytrhávání částic měkčího materiálu. Dochází k přenosu z jednoho materiálu na materiál druhý. Mikro spoje mohou způsobit částečné zadření a v krajním případě svaření dílů za studena. [18], [19], [20]

### **Erozní opotřebení**

Erozní opotřebení vzniká působením pevnými částčkami, které jsou unášeny proudem kapaliny nebo plynu. Poškození vzniká nárazem unášené částice na funkční povrch. Míra poškození je ovlivněna tvarem částice, úhlem dopadu, počtem částic a rychlostí dopadající částice. [18],[18],



Obrázek 10 Druhy opotřebení [18]

## Kavitační opotřebení

Proces kavitačního opotřebení souvisí s kavitací, což je vznikání dutin v kapalině při lokálním poklesu tlaku, které v oblasti zvýšeného tlaku implodují. Imploze kavitační dutiny je provázena rázovou vlnou, která má destruktivní účinek na okolní materiál v podobě vytrhávání částic z povrchu. Imploze a účinek tlakové vlny je vidět na obrázku 11. [18], [19], [21]



Obrázek 11 Průběh kavitačního opotřebení [21]

## 2.5 Hodnocení vlastností tenkých vrstev

### 2.5.1 Měření tloušťky

Změřit tloušťku tenké vrstvy lze metodou kalotest. Jedná se o destruktivní metodu měření tloušťky povrchu. Tato metoda je založena na tom, že se do povrchu vzorku vybrousí kulový vrchlík, který se poté jeví na průmětu jako mezikruží. K výbrusu je nejčastěji používána ocelová kulička o známém průměru. Pro snadnější výbrus je kulička ještě potřena diamantovou brusnou pastou. Kulička se probrousí až na substrát. Vzniklá mezikruží jsou poté zkoumána pod mikroskopem. Ze znalosti poloměrů jednotlivých mezikruží lze spočítat tloušťku vrstvy.

### 2.5.2 Měření adheze vrstvy

Adheze vrstvy k substrátu lze považovat za nejdůležitější parametr pro tenké vrstvy. Velikost adheze ovlivňuje množství vazebných sil mezi vrstvou a substrátem. Množství vazebných sil ovlivňuje především čistota substrátu. Mezi hlavní zdroje nečistot na substrátu patří mastnota a prach. Adheze je také ovlivněna použitou depoziční metodou. V případě, že je adheze substrátu a tenké vrstvy nedostatečná může dojít k částečnému nebo úplnému odlepení tenké vrstvy.

## Scratch test

Metoda scratch test neboli vrypová zkouška slouží k měření adheze tenké vrstvy na substrát. Metoda je založena na vniku Rockwellova hrotu o poloměru 20-200  $\mu\text{m}$  do povrchu vzorku, který se rovnoměrně přímočaře pohybuje. Také se využívá varianty



pohybujícího se hrotu a stacionárního vzorku. Na Rockwellův hrot působí kolmá síla v rozmezí 2–100 N. Metoda je nastavena tak, že se působící síla postupně zvyšuje až do maximální nastavené hodnoty. Současným pohybem vzorku a zatěžující síly vznikne na povrchu vzorku vrypová stopa, schéma na obrázku 12. V momentě, kdy působící síla dosáhne na jistou mez, dojde k porušení vrstvy a k jejímu odlupování. Tyto meze se označují jako kritické zatížení  $L_c$  (Load critical). Hodnota  $L_c$  pro danou tenkou vrstvu pak odpovídá její skutečné adhezi k substrátu. Určuje se několik  $L_c$  hodnot, jejich vysvětlení je v tabulce 2.

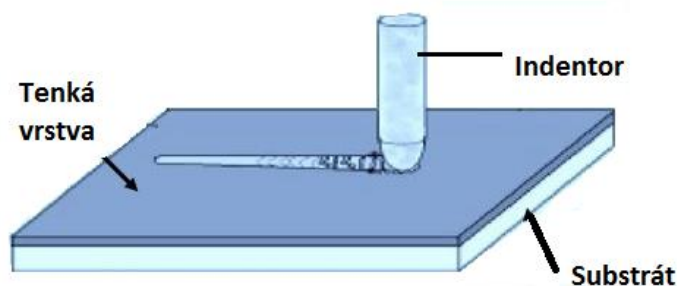
$L_{c1}$	Začáteční poškození vrstvy
$L_{c2}$	Vrstva je velmi poškozená, místy chybí (cca 50 na 50 % vrstva - substrát)
$L_{c3}$	Okamžik, kdy vrstva úplně chybí

Tabulka 2  $L_c$  hodnoty

Během měření lze také detekovat akustickou emisi za předpokladu, že je měřicí sada vybavena daným detektorem. Akustická emise je fyzikální jev, v němž pozorujeme akustické signály vysílané mechanicky namáhaným tělesem. Čím více je vrstva poškozována vlivem zatěžující síly, tím větší je velikost akustické emise.

Další možnou fyzikální veličinu, kterou během měření můžeme získat, opět za předpokladu, že je měřicí zařízení vybaveno daným detektorem, je koeficient smykového tření. Zde se jedná o dynamický koeficient smykového tření.

Vzniklý vryp je poté zkoumán pod optickým mikroskopem. Jsou hledány takové oblasti, kde došlo k porušení vrstvy. Ze znalosti koeficientu tření a akustické emise jsou poté vyhodnoceny hodnoty  $L_c$ . [22]



Obrázek 12 Schéma Scratch testu [22]

### 2.5.3 Měření tvrdosti

Tvrdot materiálu je jeden ze základních parametrů pro popis mechanických vlastností tenkých vrstev. Měřením tvrdosti lze získat informace o plastickém a elastickém chování látky v zasaženém objemu. Tvrdot materiálu se zkoumá indentorem. Indentor je zkušební těleso, které do materiálu kolmo vniká konstantní silou do určité hloubky. Tento proces se nazývá indentace. Indentory se rozlišují podle geometrického tvaru hrotu. Metody měření tvrdosti lze rozdělit podle síly, kterou indentor působí na povrch a hloubky indentace na mikrotvrdost a nanotvrdost. Síly používané u mikrotvrdosti se pohybují pod hodnotou 2 N a hloubkou indentace větší než 200 nm. Pro nanotvrdost se obvykle používají síly menší než 1 N a měření do hloubky menší než 200 nm. Při měření nanotvrdosti je nutné dbát na použitou sílu, kterou indentor působí. Může nastat situace, kdy indentor pronikne skrz nanosenou vrstvu až do substrátu. Substrát bývá obvykle z jiného materiálu než nanosená vrstva a tím má i jinou hodnotu tvrdosti. To by způsobilo zkreslenou hodnotu měření. Z tohoto důvodu je první vpich kalibrační a podle zjištěné tloušťky je nastavena hloubka indentace, obvykle do deseti procent (10 %) tloušťky vrstvy.[23]

Každý vpich je řízen počítačem, který po dobu testu zaznamenává hloubku indentoru a jeho zatížení a odlehčení. Z nasbíraných dat je vytvořen graf závislosti hloubky, do které indentor pronikl a zatěžovací síly. Graf obsahuje dvě význačné křivky. První křivka zatížení a druhá křivka uvolnění. Z naměřených dat lze vypočítat hodnotu tvrdosti a také Youngův modul pružnosti. Obrázek 13 popisuje indentační křivku. [1], [2]

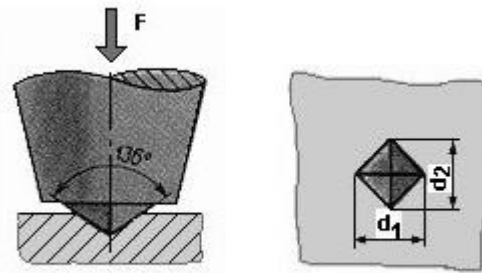


Obrázek 13 Indentační křivka [2]

## Typy indentorů

### Vickersův indentor

Vickersův indentor je pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem stěn  $136^\circ$ . Po zatížení Vickersovým indentorem vznikají v povrchu pravidelné čtyřhranné otisky. Takto vzniklý otisk je snadno měřitelný. Z důvodu omezení deformací indentoru, bývá indentor vyroben z diamantu. Tvar indentoru a otisk do povrchu je zobrazen na obrázku 14.[23], [24], [25]



Obrázek 14 Vickersův indentor [24]

Vztah pro Vickersovu tvrdost je:

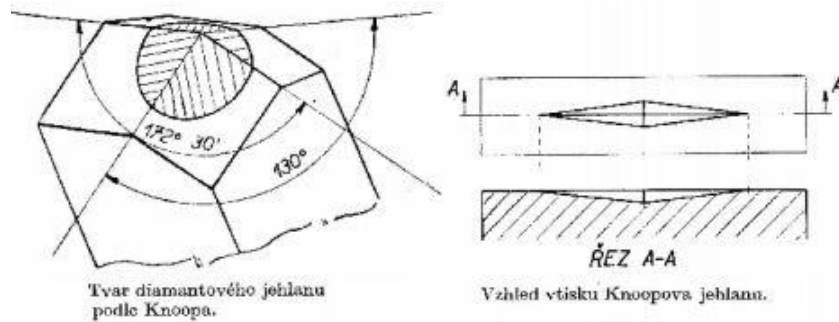
$$HV = \frac{0,1891 \cdot F_{max}}{d^2}$$

Kde  $F$  je síla v Newtonech a  $d$  je průměrná vzdálenost otisku úhlopříček v milimetrech.[23]

### Knoopův indentor

Knoopův indentor vychází z Vickersova indentoru. Je opět vyroben z diamantu, ale odlišuje se tvarem indentoru. Pro Knoopův indentor je typická velmi protáhlá kosočtverečná podstava. Vzniklý otisk je tvaru protáhlého kosočtverce s poměrem úhlopříček 1:7. Tvar indentoru a otisk do povrchu je zobrazen na obrázku 15.

Pro Knoopovu metodu jsou typické menší zatěžovací síly. Tato metoda se používá pro více indentací blízko u sebe nebo na krajích vzorku. Materiály, na které se tato metoda aplikuje bývají křehké jako například sklo a keramika. Dále je vhodná pro tenké vrstvy z důvodu malé hloubky otisku. [25]



Obrázek 15 Knoopův indentor [26]

Vztah pro Knoopovu tvrdost

$$HK = 1,451 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Kde F je síla v Newtonech a d je délka delší úhlopříčky v milimetrech.[23]

### Berkovichův indentor

Indentor je tvaru nepravidelného třístěnného jehlanu. Mezi výškou a bočními stěnami je úhel  $\alpha = 65,27^\circ$ . Indentor je opět vyrobený z diamantu. Berkovichův indentor se zavedl, protože byl snazší na výrobu než indentor Vickersův. Důvodem je geometrická podmínka sbíhavosti stěn.[23]

Výpočet Berkovichovy tvrdosti

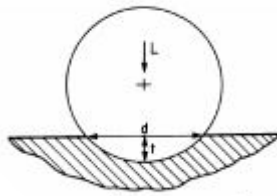
$$HCH = 1570 \cdot \frac{F}{l^2}$$

Kde F je zatěžovací síla v N

l je výška vytvořeného trojúhelníku do vzorku v mm.[23]

### Brinellův indentor

Brinellův indentor je kuličku z kalené ocele nebo karbidu wolframu o známém průměru (obrázek 16). Nejčastější průměr kuličky bývá 2,5-10 mm. Brinellův indentor se aplikuje především na hrubé materiály. Výsledek je vyhodnocen pomocí speciálního Brinellova mikroskopu. Přesnost výsledku je ovlivněna především změřením průměru vtisku, který může být nezřetelný a nesymetrický.[23]



Obrázek 16 Brinellův indentor [25]

Výpočet Brinellovy tvrdosti se udává jako poměr zatěžovací síly k ploše indentace.

$$BHN = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Kde  $F$  je zatěžovací síla v N,

$D$  je průměr indentoru v mm,

$d$  je průměr vtisku v mm [23].

### Rockwellův indentor

Rockwellův indentor má tvar kužele s vrcholovým úhlem  $120^\circ$  a zaobleným poloměrem 0,2 mm. Tvrdost při měření pomocí Rockwellova indentoru je vyhodnocena z hloubky vytvořeného vtisku. Nejdříve je použito malé předběžné zatížení. Předběžné zatížení slouží k odstranění vlivu povrchu na měření. Poté je aplikováno zkušební zatížení. Ze vzniklého rozdílu hloubek vtisků je následně spočítána tvrdost materiálu.[27]

#### 2.5.4 Drsnost povrchu

Drsnost povrchu je nerovnost povrchu, která vzniká při výrobě/tvorbě povrchu. Je ovlivněna použitými technologiemi a podmínkami během výroby.

### Konfokální mikroskop

Konfokální mikroskop je druh optického mikroskopu. Pozorovaný vzorek je osvětlován laserovým paprskem, který je fokusován na clonku. Vzorek je skenován bod po bodu, tak, že je zdroj světla statický a vzorek je v pohybu nebo je vzorek statický a zdroj světla v pohybu. Z několika měření je poté složen výsledný obraz.

Úzký svazek laseru směřuje skrz první konfokální clonku na dichromatické zrcadlo, které zaostří na vybraný bod vzorku. Tímto je vzorek v ohniskové rovině. Odražené světlo prochází opět objektivem, dichroickým zrcadlem, bariérovým filtrem, druhou konfokální clonkou, a nakonec dopadá před fotonásobič. Druhá clonka slouží k filtraci odražených

paprsků pocházejících z oblasti mimo ohniskové roviny. Obraz celé zaostřené roviny je získán rastrováním bod po bodu. Pokud je postupně nasnímáno dostatečné množství rovin, je možné pomocí počítače složit 3D model. [28], [29]

### **Dotykový profilometr DektakXT™**

Princip měření spočívá ve zkoumání povrchu pomocí hrotu, který je vyroben z velmi tvrdého materiálu. Na konci hrotu je umístěna diamantová kulička o definovaném poloměru (při měření byl použit hrot s poloměrem špičky 2,5 μm). Zaznamenává se vertikální výchylka hrotu v závislosti na jeho horizontální pohyb po povrchu. Rozlišovací schopnost je závislá na průměru kuličky na konci jehly. Tímto měřením lze vyhodnotit výškové parametry drsnosti povrchu (dle ISO 25178) a vytvořit např. 3D mapu sledovaných povrchu.

Dotykový profilometr je vhodný nejen pro měření tvrdých materiálů, ale i pro měkké materiály, které by hrot mohl deformovat, proto lze před měřením nastavit vhodné zatížení hrotu. [29]

#### 2.5.6 Hodnocení tribologických vlastností

Tribologie je vědní obor zabývající se chování předmětů, které jsou v dotyku při vzájemném pohybu. Tribologické testy jsou zaměřeny převážně na zjišťování koeficientu tření a opotřebení zkoumaných materiálů. Tyto vlastnosti jsou vždy ovlivněny zkoumaným materiálem a okolních podmínek během testování.

Měření tribologických vlastností se využívají měřicí přístroje zvané tribometry. Základní měření pro získání koeficientu tření a následné opotřebení zkoumaného materiálu je metoda "PIN-on-DISC".

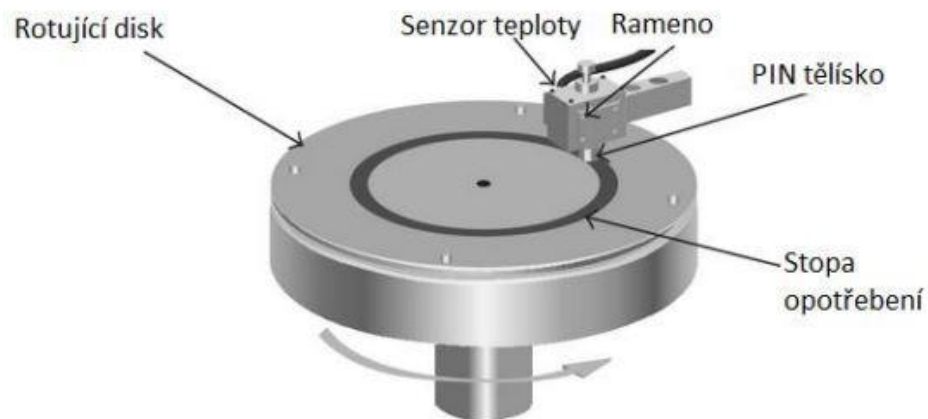
### **Metoda PIN-on-DISC nebo BALL-on-DISC**

Základní princip této metody je vtlačování pevně ukotveného zkušební tělesa nazývaného PIN. Toto zkušební tělísko může být tvaru kuličky nebo hrotu. Na tělísku působí zatěžovací síla. Takto zatížené tělísko je vtlačováno do zkoumaného povrchu vzorku nazývaný DISC, který se otáčí danou rychlostí. Vzájemným působení PIN na DISC vzniká na zkoumaném vzorku tribologická stopa. Schéma metody je zobrazeno na obrázku 17.



Výsledkem měření je koeficient tření v závislosti na počtu cyklů. Dále je sledováno opotřebení PINu. Vzniklou stopu je možné měřit pod optickým mikroskopem a poté dopočítat míru opotřebení.

Výsledky měření jsou ovlivněny okolními podmínkami. Z tohoto důvodu jsou podmínky testování nastaveny tak, aby odpovídaly nejblíže podmínkám reálným, především vlhkost, teplota a přítomnost mazací látky. Také je nutné zvolit dostatečně velký poloměr měření, aby se vzniklé teplo při kontaktu PINu s DISCem stihlo uvolnit do okolí a dále neovlivnilo měření. [31]



Obrázek 17 Metoda PIN-on-DISC [31]

## 3 Experimentální část

### 3.1 Substrát

Tenké vrstvy byly deponovány na substrát z rychlořezné oceli, které je podle normy ČSN přiřazeno číslo 19830, s povrchovou drsností Ra 0.01 $\mu$ m a tvrdostí 64 – 65 HRC. Jedná se o ocel s vysokou houževnatostí a vysokou pevností při vyšších teplotách s chemickým složením [Hm %]: C – 0.90; Mn – 0.31; Si – 0.34; P – 0.026; S – 0.0005; Cr – 4.43; Mo – 4.78; W – 5.93; V – 1.79; Co – 0.65 [32],[33],[34]. Používá se pro vysokovýkonné nástroje jako vrtáky, frézy a mnoho dalších nástrojů. [35]

### 3.2 Před depoziční příprava

Před samotnou depozicí byly vzorky o tvaru válce s průměrem 20 mm a výškou 5 mm podrobeny několika procesům, aby byla zlepšena adheze vrstvy. Nejprve byly vzorky ponořeny do zásaditého roztoku v ultrazvukové čističce po dobu 5 minut. Poté byly vzorky opláchnuty demineralizovanou vodou a usušeny vroucím ethanolem a horkým vzduchem. Okamžitě po chemickém čištění byly vzorky umístěny do vakuové komory do držáku. V komoře byly vzorky očištěny kladnými ionty Cr, aby byly odstraněny kontaminace substrátu. Během tohoto čištění byla také odstraněna vrstva oxidů. Iontové čištění probíhalo za tlaku 0,2 Pa za přítomnosti argonu a s nastaveným napětím - 1000 V.

Pro zlepšení adheze mezi substrátem a tenkou vrstvou byla vytvořena mezivrstva mezi Cr a CrN o tloušťce 100 nm. [32],[33]

### 3.3 Depozice vrstev

Multivrstvy CrN/TiN byly vytvořeny Arc-PVD metodou katodovým obloukem. Samotná depozice proběhla v Centrální laboratoři aplikované fyziky na Bulharské akademii věd v Plovdivu. Ve vakuové komoře se nacházely dvě katody (terče) z čistého titanu a chromu. Substrát se nacházel uprostřed komory. Pro vznik nitridové vrstvy bylo do komory vpuštěno malé množství dusíku. Každý vzorek měl jinou dobu depozice pro nanesení monovrstvy (Tabulka 3). Podle doby depozice jsou vzorky pojmenovány na Nanomultilayer (NML) 10 (na obrázku 18), NML 15, NML 20 a NML 30.

Druh povlaku	Rychlost otáčení karuselu [rpm]	Počet monovrstev	Tloušťka jednotlivých monovrstev [nm]
<i>NML 10</i>	6	<i>360 monovrstev</i>	6,3
<i>NML 15</i>	4	<i>240 monovrstev</i>	8,8
<i>NML 20</i>	3	<i>180 monovrstev</i>	12,9
<i>NML 30</i>	2	<i>120 monovrstev</i>	17,3

Tabulka 3 Specifické parametry pro každá NML



Obrázek 18 NML 10

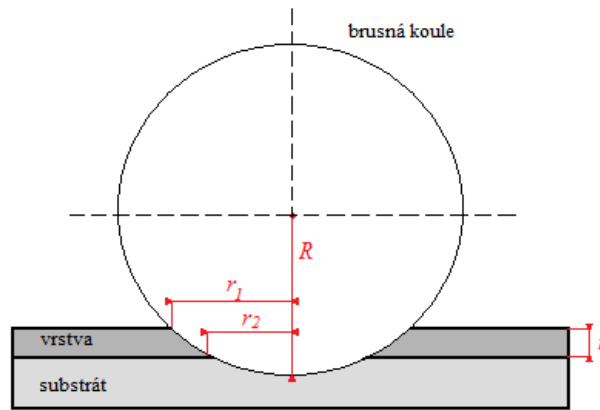
### 3.4 Kalotest

Každý vzorek byl podroben Kalotestu za použití ocelové kuličky o průměru 30 mm a diamantové pasty s 0,1 um monokrystalickými diamantovými zrny. Celkem byla na každém vzorku provedena 3 měření, ze kterých byla určena průměrná hodnota tloušťky povlaku. Před měřením bylo pod optickým mikroskopem nalezeno vhodné místo pro provedení testu. Vybrané místo by nemělo být u kraje vzorku.

Hodnoty byly měřeny pomocí optického mikroskopu a vyhodnoceny softwarem. Prvním krokem bylo najít střed mezikruží. Dalším krokem bylo v softwaru ohraničit jednotlivá mezikruží. Po definování všech nalezených mezikruží software vypočítal celkovou tloušťku povlaku podle vzorce. [36]

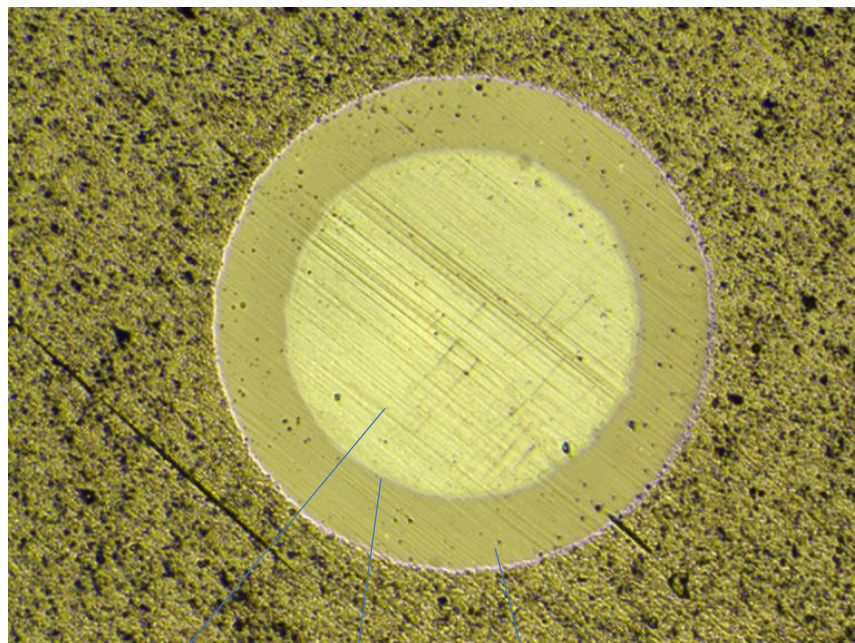
$$t = \sqrt{R^2 - r_2^2} - \sqrt{R^2 - r_1^2}$$

Poloměry  $r_1$  a  $r_2$  jsou odečteny z profilu Kalotestu (obrázek 19). Poloměr  $R$  náleží brusné kuličce. [36]



Obrázek 19 Schéma kalotestu [36]

Celková tloušťka povlaku se skládala z velmi tenké mezivrstvy mezi substrátem a tenkou vrstvou. Tloušťka této mezivrstvy se pohybovala okolo 0,1 až 0,2  $\mu\text{m}$ . Na obrázku 20 je zobrazen výbrus kulového vrchlíku do zkoumaného povrchu.



Obrázek 20 Kalotest provedený na vzorku NML 15

substrát

mezivrstva

tenká vrstva

Výsledky Kalotestu jsou shrnuty v tabulce číslo 4. Chyba měření byla vypočítána pomocí směrodatné odchylky.

Vzorek	Tloušťka [ $\mu\text{m}$ ]
NML 10	$2,37 \pm 0,02$
NML 15	$2,15 \pm 0,02$
NML 20	$2,36 \pm 0,04$
NML 30	$2,13 \pm 0,04$

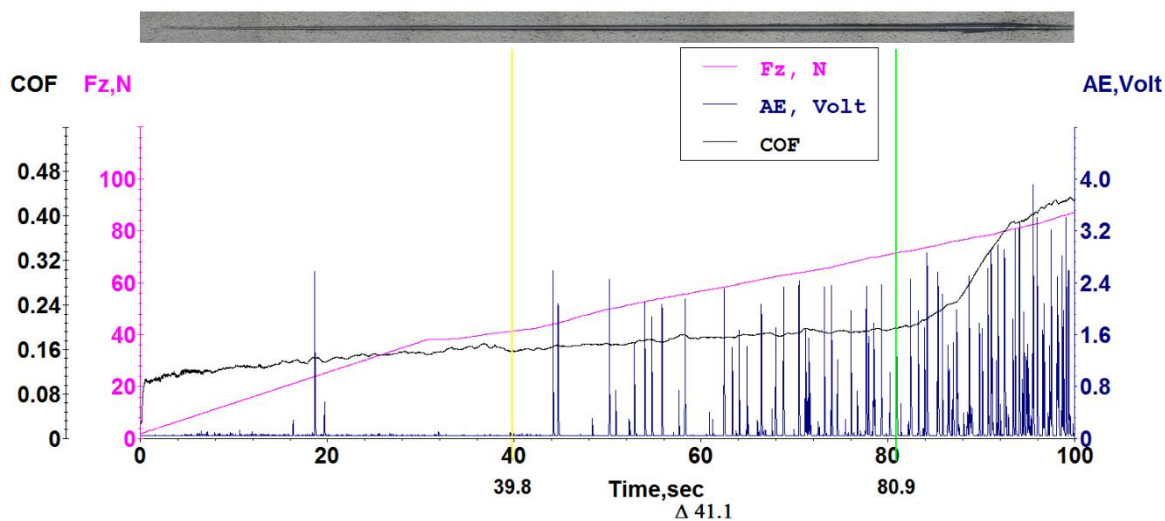
Tabulka 4 Výsledky Kalotestu (průměrná hodnota tloušťky vrstvy a směrodatná odchylka)

### 3.5 Vyhodnocení adheze

Adheze tenké vrstvy na substrát byla měřena metodou Scratch test. Cílem testu je najít takové kritické zatížení hrotu, aby došlo k částečnému nebo úplnému odtržení povlaku od substrátu.

Vnikající indentor byl Rockwellova typu s poloměrem zaokrouhlení  $200 \mu\text{m}$  vyrobený z diamantu. Nastavené zatížení indentoru bylo v rozsahu 2–100 N. Celkem byla provedena 3 měření na každém povrchu vzorku.

Po dosažení cílového zatížení byl vzniklý vryp vyhodnocen pod optickým mikroskopem. Byla hledána taková místa poškození, která odpovídají kritickým hodnotám  $L_c$ . Použitý scratch tester byl vybaven také detektorem akustické emise a možností měřit koeficient tření. Počítač zaznamenával hodnoty zatížení, koeficientu tření a akustické emise v reálném čase do grafu. Z těchto hodnot a optického pozorování pod mikroskopem byly určeny hodnoty  $L_{c1}$  a  $L_{c3}$ . Z měření byl vygenerován graf (obrázek 21) obsahující všechny sledované veličiny.



Obrázek 21 Scratch test provedený na vzorku NML 20

Výsledky scratch testu jsou shrnuty v tabulce číslo 5. Chyba měření byla vypočítána pomocí směrodatné odchylky.

Vzorek	Lc <sub>1</sub> [N]	Lc <sub>3</sub> [N]
NML10	35,7 ± 0,7	66,2 ± 2,6
NML15	59,4 ± 1,7	72,7 ± 3,2
NML 20	43,1 ± 1,3	69,3 ± 2,5
NML 30	46,6 ± 0,6	71,9 ± 4,8

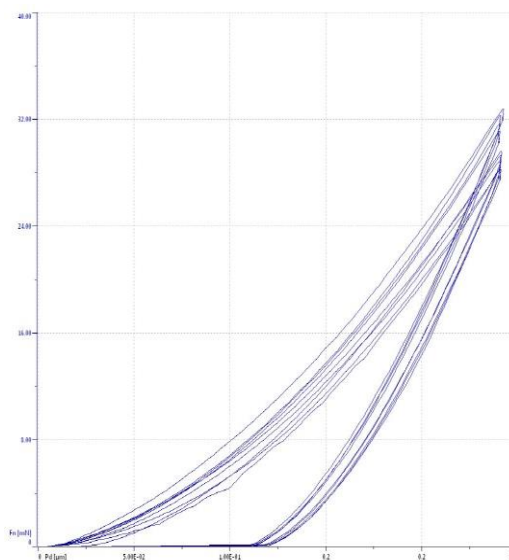
Tabulka 5 Výsledky scratch testu

### 3.6 Vyhodnocení nanotvrdosti

Měření nanotvrdosti proběhlo na nanotvrdoměru od firmy CSM. Jako indentor byl použit indentor typu Berkoviche vyrobený z diamantu. Z naměřených hodnot tloušťky tenkých vrstev byla nastavena hloubka indentace, která by měla odpovídat přibližně 10 % z tloušťky vrstvy.

Celkem bylo provedeno pro každý vzorek 15 měření. Z každého vpichu software vytvořil zátěžovou křivku a vypočítal Vickersovu tvrdost. Ze zátěžové křivky byl dále

vyhodnocen modul pružnosti. Během kontroly vzniklých zátěžových křivek bylo zjištěno, že některé vpichy nebyly úspěšně provedeny a byly z měření odstraněny. Použité indentační křivky jsou zobrazeny na obrázku 22.



Obrázek 22 Indentační křivka NML 20

Výsledky měření jsou shrnuty v tabulce číslo 6. Chyba měření byla vypočítána programem nanotvrdoměru.

Vzorek	Nanotvrdost [Vickers]	Youngův modul [GPa]
NML 10	$2415 \pm 196$	$355 \pm 31$
NML 15	$2650 \pm 118$	$376 \pm 16$
NML 20	$2258 \pm 178$	$334 \pm 16$
NML 30	$2394 \pm 82$	$350 \pm 10$

Tabulka 6 Výsledky nanotvrdosti a Youngova modulu

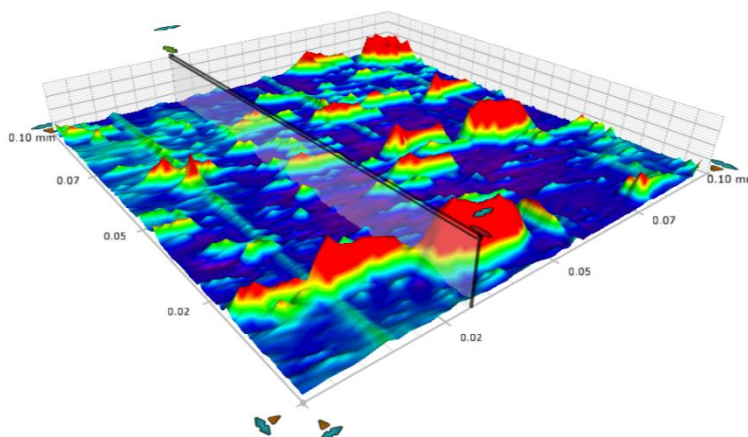
### 3.7 Hodnocení drsnosti

#### 3.7.1 Profilometr

Měření drsnosti vzorku proběhlo za použití hrotového profilometru DektakXT™. Vlastnosti profilu jsou získány z vertikálních výchylek hrotu v závislosti na horizontálním posunu.



Každý vzorek byl měřen na ploše  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ . Poloměr kuličky na konci hrotu byl  $2,5 \mu\text{m}$ . Z naměřených výchylek hrotu byla softwarově zpracována 3D mapa povrchu a zjištěny výškové parametry drsnosti povrchu. Na obrázku 23 je zobrazena 3D mapa povrchu vzorku NML 10.



Obrázek 23 Profil NML 10

Změřené výškové parametry jsou shrnuty v tabulce číslo 7.

Vzorek	Sa [ $\mu\text{m}$ ]	Sz [ $\mu\text{m}$ ]	Sp [ $\mu\text{m}$ ]	Sq
NML 10	0,166	2,43	2,20	0,262
NML 15	0,291	3,027	2,48	0,458
NML 20	0,180	2,39	2,02	0,289
NML 30	0,140	2,45	2,16	0,249

Tabulka 7 Naměřené hodnoty z profilometru

### 3.7.2 Konfokální mikroskopie

Měření probíhalo na konfokálním mikroskopu SENSOFAR S Neox (dle ISO 25178). Byla měřena plošná drsnost povrchu Sa, maximální výška výstupku Sp. Pro každý vzorek byla provedena čtyři měření na různých místech. Velikost zkoumané oblasti byla  $1700.16 \times 1418.64 \mu\text{m}^2$ . Byla vybrána taková místa na povrchu, která nebyla poškozená (škrábance).

Výsledky konfokální mikroskopie jsou shrnuty v tabulce číslo 8. Chyba měření byla vypočítána pomocí směrodatné odchylky.

Vzorek	Sa [ $\mu\text{m}$ ]	Sz [ $\mu\text{m}$ ]	Sp [ $\mu\text{m}$ ]	Sq
NML 10	0,232 $\pm$ 0,005	1,589 $\pm$ 0,056	0,849 $\pm$ 0,055	0,296
NML 15	0,226 $\pm$ 0,010	1,596 $\pm$ 0,091	0,873 $\pm$ 0,062	0,289
NML 20	0,226 $\pm$ 0,017	1,566 $\pm$ 0,091	0,866 $\pm$ 0,073	0,272
NML 30	0,228 $\pm$ 0,011	1,583 $\pm$ 0,068	0,887 $\pm$ 0,050	0,290

Tabulka 8 Výsledky měření drsnosti povrchu konfokální mikroskopii

### 3.8 Tribologie a opotřebení povrchu

Tribologické měření proběhlo na tribometru pro suché i kapalně prostředí (Anton Paar, Czech Republic). K změřením vlastností tenkého povlaku byl zvolen režim “Ball-on-Disc” (ASTM G99-95 [37]). Pro účely měření byla použita kulička z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o poloměru 6 mm, na kterou působila zatěžovací síla 10 N při pokojové teplotě a vlhkosti  $26 \pm 2$  %. Disc se otáčel s rychlostí 60 otáček za minutu. Celková dráha měření byla 150 m. Cílem měření bylo určit změnu koeficientu tření a opotřebení tenké CrN/TiN multivrstvy s kuličkou z  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Tvrdost kuličky s hustotou  $3,860 \text{ g/cm}^3$  je méně než 1500 (HV10).

#### Koeficient tření

V tabulce číslo 9 jsou shrnuty hodnoty koeficientu tření mezi jednotlivými vzorky a kuličkou ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

NML CrN/TiN	NML 10	NML 15	NML 20	NML30
$\text{Al}_2\text{O}_3$ ball	0.435 $\pm$ 0.026	0.363 $\pm$ 0.021	0.498 $\pm$ 0.036	0.458 $\pm$ 0.018

Tabulka 9 Naměřené koeficienty tření mezi vzorkem a protikusem

#### Opotřebení třecí dvojice

Opotřebení třecí dvojice bylo hodnoceno podle normy EN 1071-13:2010 [38]. Tribologické měření zanechalo na povrchu vzorku kruhové stopy. Vzniklá stopa byla poté pozorována pod konfokálním mikroskopem SENSOFAR S Neox (dle ISO 25178), kde na čtyřech místech s intervalem  $90^\circ$  byl měřen průřez a profil.

Míra opotřebení kuličky je vypočítána podle rovnice, výsledky jsou vypsány v tabulce číslo 12.

$$V_{ball} = \frac{\pi A^3 B}{32D}$$

$V_{ball}$  je objem opotřebovaného materiálu z kuličky v  $\text{mm}^3$ . A vyjadřuje nejmenší průměr na stopě [mm]. B je průměr ve směru kolmém na nejmenší průměr [mm]. D je průměr použité kuličky [mm].

Naměřené hodnoty šířky tribologické stopy s intervalem  $90^\circ$  jsou uvedeny v tabulce 10. Chyba měření byla vypočítána pomocí směrodatné odchylky.

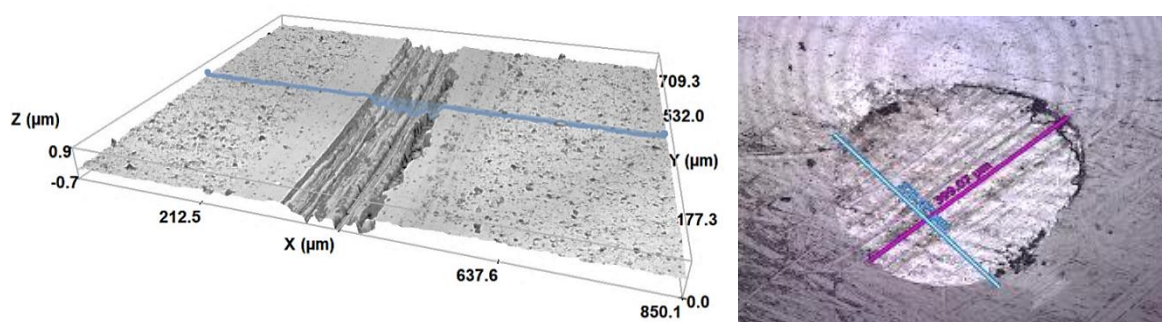
Šířka profilu [ $\mu\text{m}$ ]	<i>NML 10</i>	<i>NML 15</i>	<i>NML 20</i>	<i>NML 30</i>
měření na $0^\circ$	201,5	279,5	301,6	334,0
měření na $90^\circ$	208,4	299,5	303,6	332,6
měření na $180^\circ$	319,5	308,4	296,7	318,8
měření na $270^\circ$	335,4	291,9	300,2	317,4
průměr	266,2	294,8	300,5	325,7
chyba měření	61,6	10,6	2,5	7,6

Tabulka 10 Naměřené šířky profilu

Naměřené hloubky tribologické stopy s intervalem  $90^\circ$  jsou uvedeny v tabulce 11

hloubka profilu [ $\mu\text{m}$ ]	<i>NML 10</i>	<i>NML 15</i>	<i>NML 20</i>	<i>NML 30</i>
měření na $0^\circ$	0,074	0,143	0,110	1,295
měření na $90^\circ$	0,190	0,131	0,110	1,091
měření na $180^\circ$	0,149	0,162	0,146	1,272
měření na $270^\circ$	0,132	0,107	0,118	1,345
průměr	0,136	0,136	0,121	1,251
chyba měření	0,042	0,020	0,015	0,096

Tabulka 11 Naměřené hloubky profilu



Obrázek 24 Opotřebení vzorku NML 10 (vlevo) a protikusu (vpravo)

Na obrázku 24 je vidět tribologická stopa na vzorku NML 10 (vlevo) a opotřebení použité kuličky (vpravo).

V tabulce 12 je vypsán objem [ $\text{mm}^3$ ] opotřebené kuličky z jednotlivých měření.

vzorek	NML 10	NML 15	NML 20	NML 30
opotřebení kuličky [ $\text{mm}^3$ ]	0,000234	0,000173	0,000189	0,002109

Tabulka 12 Opotřebení kuličky z jednotlivých měření

## 4 Diskuze dosažených výsledků a závěr

Pro jednotlivé vrstvy byly naměřeny hodnoty tloušťky, tvrdosti, drsnosti ( $S_a$ ), adheze ( $Lc_1$  a  $Lc_3$ ), koeficientu tření mezi vzorkem a kuličkou z  $Al_2O_3$  a opotřebení kuličky. Tyto hodnoty jsou shrnuty v následující tabulce číslo 13.

Vzorek	Tloušťka [ $\mu m$ ]	Nano tvrdost [HV]	Modul pružnosti [GPa]	$Lc_1$ [N]	$Lc_3$ [N]	$S_a$ konf [nm]	$S_a$ prof [nm]	Koeficient tření	Opotřebení [ $mm^3$ ]
NML 10	2,37	2415	355	35,7	66,2	0,232	0,166	0,435	0,000234
NML 15	2,15	2650	376	59,4	72,7	0,226	0,291	0,363	0,000173
NML 20	2,36	2258	334	43,1	69,3	0,226	0,18	0,498	0,000189
NML 30	2,13	2394	350	46,6	71,9	0,228	0,14	0,458	0,002109

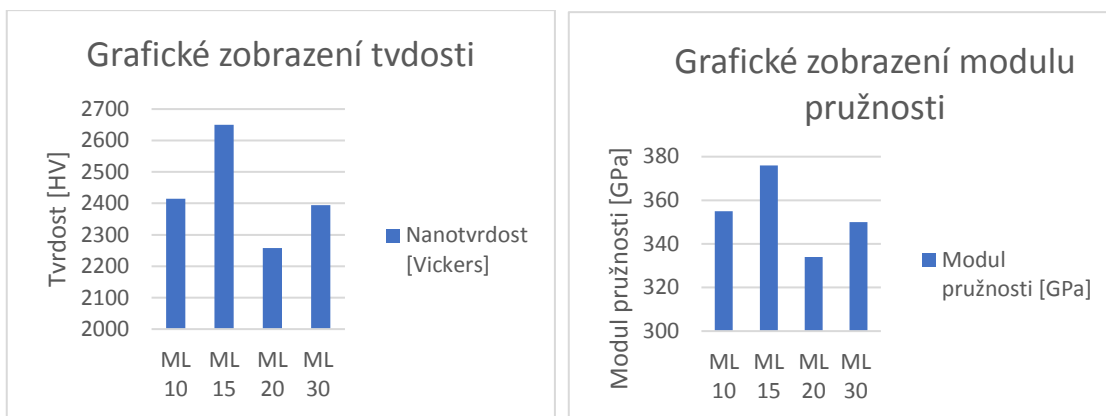
Tabulka 13 Shrnutí naměřených hodnot

### 4.1 Vyhodnocení tloušťky

Největší tloušťka byla dosažena na vzorcích NML 10 a NML 20. Nejmenší tloušťka byla dosažena na vzorcích NML 30. Naměřené hodnoty tloušťky ukazují, že doba depozice monovrstev z vícevrstevných TiN/CrN povlaků nemá vliv na tloušťku vrstvy. Jedním z možných vysvětlení je depozice makročásteček na vznikající multivrstvu. Jiné vysvětlení je v použité metodě hodnocení tloušťky, přesněji subjektivitou měřitele, který při práci se softwarem určuje střed mezikruží a poloměry vnějších a vnitřních kružnic.

### 4.2 Vyhodnocení tvrdosti

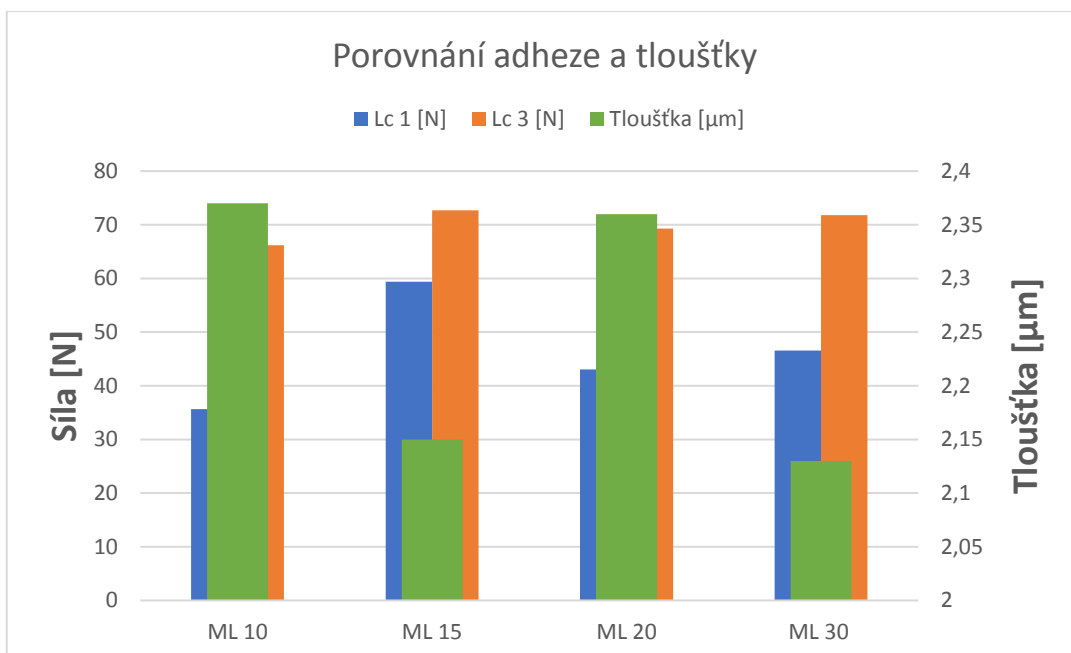
Největší hodnota tvrdosti Youngova modulu pružnosti byla dosažena na vzorku NML 15 s tvrdostí 2650 HV a modulem pružnosti 376 GPa. Nejmenší hodnota tvrdosti byla dosažena na vzorku NML 20 s tvrdostí 2258 HV a modulem pružnosti 334 GPa. Pro porovnání použitý substrát má tvrdost 64–65 HRC (přibližně 860 HV). Došlo tedy k výraznému zlepšení tvrdosti. Tvrdost a modul pružnosti jsou zobrazeny na obrázku 25.



Obrázek 25 Zobrazení tvrdosti (vlevo) a modulu pružnosti (vpravo)

#### 4.3 Hodnocení adheze

Nejvyšší hodnotu adheze měl vzorek ML 15. Nejnižší hodnota byla naměřena na vzorku ML 30. Minimální hodnota adheze pro průmyslové použití je 25 N pro kritickou hodnotu  $Lc_1$ . Tuto podmínku splnily všechny vzorky, kde nejmenší změřená hodnota  $Lc_1$  byla 35,65 N. Nejvyšší hodnota  $Lc_1$  byla naměřena na vzorku ML 15. Hodnota  $Lc_3$  byla pro všechny čtyři vzorky podobná okolo 70 N. Důvodem vysoké adheze vzorků byla zvolená metoda deposice a před depoziční čištění. Adheze byla také zvýšena vytvořením tenké mezivrstvy mezi substrátem a tenkou vrstvou.



Obrázek 26 Porovnání adheze a tloušťky

Z obrázku 26 je patrné, že tenčí vzorky dosáhly lepší hodnoty adheze než vzorky s větší tloušťkou. Z pohledu tloušťky na velikost adheze vyšel vzorek NML 15 nejlépe s nejmenší tloušťkou a největší hodnotou adheze ( $Lc_1$  a  $Lc_3$ ).

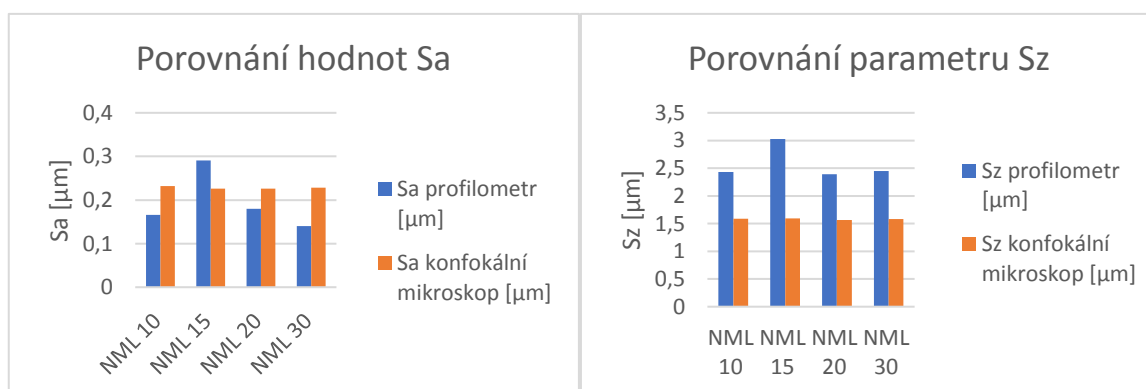
#### 4.4 Vyhodnocení drsnosti

Drsnost byla měřena dvěma způsoby, konfokální mikroskopií a dotykovou profilometrií. Obě metody potvrdily, že povlakování ocele s původní povrchovou drsností  $Ra\ 0,01\ \mu\text{m}$  zvýšilo její drsnost. Na obrázku 27 jsou porovnány parametry  $Sa$  a  $Sz$ .

Měřené parametry  $Sa$  a  $Sz$  pomocí konfokálního mikroskopu ukázalo, že drsnost povrchu u zkoumaných vzorků se příliš neliší. Naměřená drsnost povrchu byla pro všechny vzorky v rozsahu  $0,226 - 0,232\ \mu\text{m}$ . Parametr  $Sz$  se pohyboval v rozsahu  $1,566 - 1,596\ \mu\text{m}$ . Rozdíly mezi hodnotami jsou nepatrné a vzorky jsou z pohledu  $Sa$  a  $Sz$  téměř identické.

Parametry  $Sa$  a  $Sz$  byly také měřeny kontaktním profilometrem. Naměřené parametry  $Sa$  a  $Sz$  se mnohem více liší než z měření konfokální mikroskopií. Nejmenší drsnost měl vzorek NML 30 s plošnou drsností  $0,14\ \mu\text{m}$  a největší vzorek NML 15 s plošnou drsností  $0,291\ \mu\text{m}$ . Nejnižší hodnota parametru  $Sz$  byla naměřena na vzorku NML 20 s hodnotou  $2,39\ \mu\text{m}$ . Největší hodnota  $Sz$  byla naměřena na vzorku NML 15 s hodnotou  $3,027\ \mu\text{m}$ .

Rozdíly v naměřených hodnotách jsou způsobeny v použité metodě a rozlišovací schopnosti použitých měřicích přístrojů. Konfokální mikroskop měří pomocí laserového paprsku, který dokáže detekovat nejmenší výstupek nebo prohlubeň. V případě dotykového profilometru je rozlišovací schopnost limitována geometrií hrotu ( $r = 2,5\ \mu\text{m}$ ).



Obrázek 27 Porovnání  $Sa$  a  $Sz$



## 4.5 Tribologické vlastnosti

Naměřené hodnoty z tribologické měření jsou shrnuty v tabulce 14.

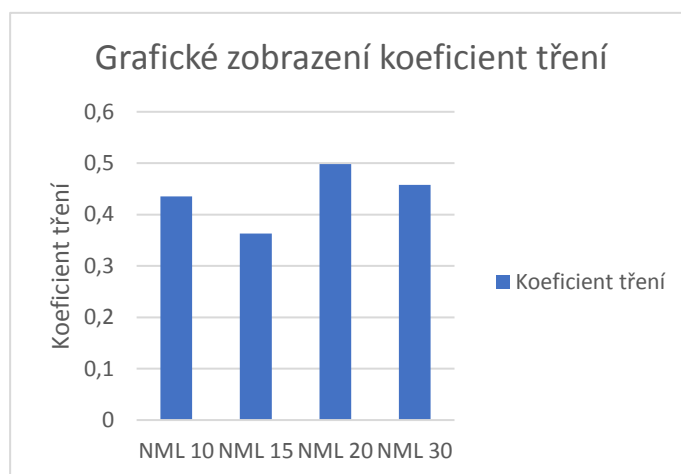
Vzorek	Koeficient tření	Opotřebenění [mm <sup>3</sup> ]	Šířka profilu [μm]	hloubka profilu[μm]
NML 10	0,435	0,000234	266,2	0,136
NML 15	0,363	0,000173	294,8	0,136
NML 20	0,498	0,000189	300,5	0,121
NML 30	0,458	0,002109	325,7	0,251

Tabulka 14 Shrnutí tribologických hodnot

### 4.5.1 Koeficient tření

Koeficient tření mezi multivrstvou TiN/CrN a kuličkou z Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> byl pro tři vzorky NML 10, 20 a 30 téměř stejný s nejnižší hodnotou 0,435 pro vzorek NML 10 a nejvyšší hodnotou 0,498 pro vzorek NML 20. Vzorek NML 15 se od ostatních lišil s koeficientem tření 0,363.

Koeficient tření je zobrazen na obrázku 28.



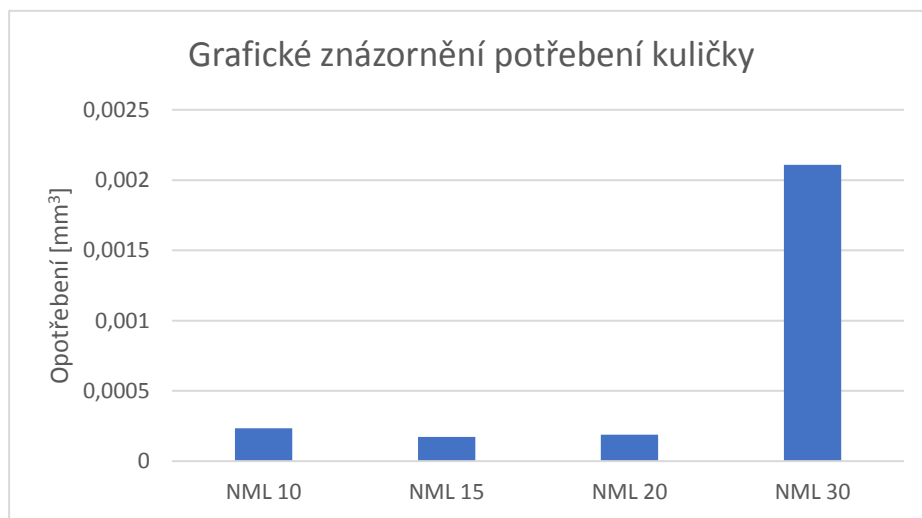
Obrázek 28 Zobrazení koeficientu tření

### 4.5.2 Opotřebenění tenkých vrstev

Opotřebenění každého vzorku bylo měřeno konfokální mikroskopií. Největší šířka profilu byla změřena na vzorku NML 30 s hodnotou 325,7 μm a hloubkou 1,251 μm. Nejmenší šířka byla naměřena na vzorku NML 10 s hodnotou 266,7 μm a hloubkou 0,136 μm.

#### 4.5.3 Opotřebení kuličky

Během tribologického testu došlo k opotřebení kuličky z  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . K nejmenší opotřebení došlo při kontaktu s vzorkem NML 15 ( $0,000173 \text{ mm}^3$ ) a NML 20 ( $0,000189 \text{ mm}^3$ ). Opotřebení kuličky při kontaktu s vrstvou NML 30 velmi liší. Je pravděpodobné, že měření bylo ovlivněno tvrdými částicemi, které se dostaly mezi kuličku a povrch vzorku během tribologického testu. Na obrázku 29 je zobrazeno opotřebení kuličky.



Obrázek 29 Zobrazení opotřebení kuličky

## 5. Závěr

Tato bakalářská práce se zabývá tenkými vrstvami z pohledu jejich užitečných vlastností. Cílem práce bylo změřeni čtyř vzorků s různou dobou depozice monovrstev z vícevrstevných TiN/CrN povlaků a určit jejich mechanické a tribologické vlastnosti.

V teoretické části jsem se seznámil s vlastnostmi povrchů a jejich depozicí. Dále jsem se seznámil s tribologií, přesněji s druhy tření a opotřebením. V poslední kapitole teoretické části jsem se seznámil s několika měřicími přístroji.

V experimentální části byly čtyři vzorky podrobeny několika testům, aby byly zjištěny jejich vlastnosti. Testy byly zaměřeny na hodnocení tloušťky vrstvy, adheze, tvrdosti, drsnosti a tribologické chování.

Měření tloušťky ukázalo, že nejtenčí vzorek byl NML 15. Nejlepší adheze dosáhl vzorek NML 15, který byl téměř nejtenčí. Depozice CrN a TiN zvýšila tvrdost povrchu z přibližně 840 HV na minimálně 2258 HV v případě NML 20. Největší hodnota tvrdosti byla dosažena na vzorku NML 15 s hodnotou 2650 HV. Depozice vrstvy zvýšila drsnost povrchu.

Z tribologického měření metodou Ball-on-Disc byl zjištěn koeficient tření mezi povrchem CrN/TiN a kuličkou  $Al_2O_3$ . Nejmenší koeficient byl naměřen na vzorku NML 15. Dále se určilo opotřebením kuličky při kontaktu se vzorkem. Pro vzorky NML 10, 15 a 20 bylo opotřebením kuličky podobné. K největšímu opotřebením došlo při kontaktu kuličky a vzorku NML 30, to je možné vysvětlit přítomností částic, které ovlivnily měření.

## Seznam obrázků

Obrázek 1 Druhy povlaků [5] .....	13
Obrázek 2 Šrouby s povlakem TiN (vlevo) [10]    Obrázek 3 Vrták s povlakem CrN [11] .....	15
Obrázek 4 Schéma napařování [12] .....	16
Obrázek 5 Schéma napařování [6] .....	17
Obrázek 6 Schéma magnetronového napařování [6] .....	19
Obrázek 7 Filtr tvaru S [15] .....	20
Obrázek 8 Schéma CVD [12] .....	21
Obrázek 9 Tření podle přítomnosti maziva [18] .....	24
Obrázek 10 Druhy opotřebení [18] .....	25
Obrázek 11 Průběh kavitace opotřebení [21] .....	26
Obrázek 12 Schéma Scratch testu [22] .....	27
Obrázek 13 Indentační křivka [2] .....	28
Obrázek 14 Vickersův indentor [24] .....	29
Obrázek 15 Knoopův indentor [26] .....	30
Obrázek 16 Brinellův indentor [25] .....	31
Obrázek 17 Metoda PIN-on-DISC [31] .....	33
Obrázek 18 NML 10 .....	35
Obrázek 19 Schéma kalotestu [36] .....	36
Obrázek 20 Kalotest provedený na vzorku NML 15 .....	36
Obrázek 21 Scratch test provedený na vzorku NML 20 .....	38
Obrázek 22 Indentační křivka NML 20 .....	39
Obrázek 23 Profil NML 10 .....	40
Obrázek 24 Opotřebení vzorku NML 10 (vlevo) a protikusu (vpravo) .....	43
Obrázek 25 Zobrazení tvrdosti (vlevo) a modulu pružnosti (vpravo) .....	45
Obrázek 26 Porovnání adheze a tloušťky .....	45
Obrázek 27 Porovnání Sa a Sz .....	46
Obrázek 28 Zobrazení koeficientu tření .....	47
Obrázek 29 Zobrazení opotřebení kuličky .....	48

## Seznam literatury

- [1] KŘÍŽ, Antonín. MECHANICKÉ VLASTNOSTI SYSTÉMU TENKÁ VRSTVA-SUBSTRÁT S ROZDÍLNOU TLOUŠŤKOU TiN. *Metal*. 2001, 8. Dostupné z: [http://metal2014.tanger.cz/files/proceedings/metal\\_01/papers/83.pdf](http://metal2014.tanger.cz/files/proceedings/metal_01/papers/83.pdf)
- [2] KŘÍŽ, Antonín. *Hodnocení vlastností tenkých vrstev nitridu kovu* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: [https://www.opi.zcu.cz/HODNOCENI\\_VLASTNOSTi\\_TENKYCH\\_VRSTEV\\_%20NITRIDU\\_KOVU.pdf](https://www.opi.zcu.cz/HODNOCENI_VLASTNOSTi_TENKYCH_VRSTEV_%20NITRIDU_KOVU.pdf)
- [3] NOVÁK, Jiří. *Funkční plochy a struktura povrchu*. Brno, 2008. 84 s. Bakalářská práce. Vedoucí práce doc. Ing. Jan Brendejš, CSc. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=5120](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=5120)
- [4] Ing. Bohuslav Driml. [Online] Katedra fyzikální chemie. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: [http://chemikalie.upol.cz/skripta/mvm/zkousky\\_mat.pdf](http://chemikalie.upol.cz/skripta/mvm/zkousky_mat.pdf)
- [5] BENEŠ, Petr. *TEPLOTNÍ DEGRADACE TENKÝCH OTĚRUVZDORNÝCH PVD VRSTEV* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <https://www.opi.zcu.cz/download/rigo-benes.pdf>
- [6] TUNA, Jaroslav. *METODY POVLAKOVÁNÍ ŘEZNÝCH NÁSTROJŮ* [online]. Brno, 2012, 97 s. [cit. 2020-05-13]. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. ANTON HUMÁR, CSc. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=52628](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=52628)
- [7] LIBENSKÁ, Hana. *Depozice ultratenkých vrstev na polymerní substráty* [online]. Praha, 2007 [cit. 2020-05-14]. Bakalářská práce. Univerzita Karlova, matematicko-fyzikální fakulta, katedra makromolekulární fyziky. Vedoucí práce Mgr. Jan Hanuš Ph.D. Dostupné z: <https://is.cuni.cz/webapps/zzp/detail/182385/>
- [8] BryCoat Titanium Nitride (TiN) Coatings. *BryCoat* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <https://www.brycoat.com/surface-engineering/brycoat-pvd-coating-solutions/brycoat-titanium-nitride-tin-coatings/>
- [9] Chromium Nitride (CrN) PVD Coating. *BryCoat* [online]. [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <https://www.brycoat.com/surface-engineering/brycoat-pvd-coating-solutions/chromium-nitride-crn-pvd-coating/>
- [10] ROSS, Lisa K. Development and Application of the Titanium Plating Technology. *Coating-club* [online]. 2018 [cit. 2020-05-14]. Dostupné z: <http://www.coating-club.com/development-and-application-of-the-titanium-plating-technology/>
- [11] CrN (Chromium Nitride). *Surftech* [online]. [cit. 2020-05-14]. Dostupné z: <http://www.surftech.com.au/coating-types/crn/>



[https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Advanced-Scratch-Testing-for-Evaluation-of-Coatings-Slides.pdf](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Advanced-Scratch-Testing-for-Evaluation-of-Coatings-Slides.pdf)

[23] DUŠEK, Jiří. *Tvrdość, mikroťvrdość, nanotťvrdość – řistě kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno, 2008 [cit. 2020-05-20]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/th/tjgzq/phd\\_thesis\\_dusek.pdf](https://is.muni.cz/th/tjgzq/phd_thesis_dusek.pdf). Disertační práce. MASARYKOVA UNIVERZITA V BRNĚ Přírodovědecká fakulta. Vedoucí práce Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc.

[24] Zkouška tvrdosti dle Vickerse. *Converter* [online]. [cit. 2020-05-13]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdość-vickers.htm>

[25] YOVANOVICH, Michael. *Micro and Macro Hardness Measurements, Correlations, and Contact Models* [online]. Waterloo, Ontario, Canada, 2006 [cit. 2020-05-13]. Dostupné z: [http://www.mhtl.uwaterloo.ca/pdf\\_papers/mhtl06-2.pdf](http://www.mhtl.uwaterloo.ca/pdf_papers/mhtl06-2.pdf)

[26] ATEAM, materiálový výzkum. [online]. 2005 [cit. 2016-04-21]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrdości.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrdości.pdf)

[27] *Zkouška tvrdosti dle Rockwella* [online]. [cit. 2020-05-20]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdość-rockwell.htm>

[28] SEDLÁŘOVÁ, M. PRINCIPY KONFOKÁLNÍ MIKROSKOPIE [online]. 2010 [cit. 2020-05-14]. Dostupné z: <http://www.botanika.upol.cz/atlasy/confmicro/principles.php>

[29] JANDOVÁ, Daniela. Mikroskopie a jednoduchá databáze textilních vláken [online]. Liberec, 2009 [cit. 2020-05-14]. Diplomová práce. TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI FAKULTA TEXTILNÍ. Dostupné z: [https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/3960/mgr\\_15445.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/3960/mgr_15445.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

[30] HALUZÍKOVÁ, Barbora. Měření a analýza topografie povrchů plastových produktů ve vztahu k technologii výroby [online]. Ostrava, 2010 [cit. 2020-05-15]. Diplomová práce. VŠB – Technická univerzita Ostrava Fakulta strojní Katedra obrábění a montáže. Vedoucí práce Doc. Ing. Jan Valíček, Ph.D. Dostupné z: [https://dspace.vsb.cz/bitstream/handle/10084/81232/HAL222\\_FS\\_N2301\\_2303T002\\_2010.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://dspace.vsb.cz/bitstream/handle/10084/81232/HAL222_FS_N2301_2303T002_2010.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

[31] RENDL, Mikoláš. Tribologie pro letecké aplikace [online]. 2019 [cit. 2020-05-14]. Diplomová práce. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE Fakulta strojní Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Ing. Petr Drašnar, Ph.D. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/84726/F2-DP-2019-Rendl-Mikolas-DP.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>

[32] N. Petkov, T. Bakalova, H. Bahchedzhiev, P. Kejzlar, P. Louda, Influence of Coating Deposition Parameters on the Mechanical and Tribological Properties of TiCN Coatings, *Journal of Nano Research*, Vol. 49, pp. 98-107 (2017).

[33] N. Petkov, T. Bakalova, T. Cholakova, H. Bahchedzhiev, P. Louda, P. Rysanek, M. Kormunda, P. Capkova, P. Kejzlar, Study of surface morphology, structure, mechanical and tribological properties of an AlSiN coating obtained by the cathodic arc deposition method, *Superlattices and Microstructures*, Vol. 109, pp. 402 - 413 (2017)

[34] T. Bakalova, N. Petkov, Hr. Bahchedzhiev, P. Kejzlar, P. Zdobinská, "Tribological Properties of TiN/AlTiN and AlTiN/TiN nanomultilayer coatings", *Manufacturing Technology*, Vol. 16, No. 6, pp. 1234 – 1240 (2016)

[35] 19830. Toolsteel [online]. [cit. 2020-05-14]. Dostupné z: <http://toolsteel.cz/1-3343-19830-hs6-5-2c-s6-5-2-m2-max-special-mo-5/>

[36] ZÁBRANSKÝ, Lukáš. MECHANICKÉ VLASTNOSTI TENKÝCH VRSTEV PŘIPRAVENÝCH METODOU REAKTIVNÍHO MAGNETRONOVÉHO *NAPRAŠOVÁNÍ* [online]. Brno, 2010 [cit. 2020-05-15]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/th/h05bi/bakalarska\\_prace.pdf](https://is.muni.cz/th/h05bi/bakalarska_prace.pdf). Bakalářská práce. MASARYKOVA UNIVERZITA Přírodovědecká fakulta. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková Ph.D

[37] ASTM G99-95, 2000. Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. ASTM International, 6 pages

[38] EN 1071-13:2010, 2010. Advanced Technical Ceramics. Methods of Test for Ceramic Coatings. Determination of Wear Rate by the Pin-on-Disk Method