

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Povrchová úprava zkušebních těles pro únavové zkoušky

Autor: **Jakub Vlasák**

Vedoucí práce: **RNDr. Ivo ŠTĚPÁNEK**

Akademický rok 2014/2015

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE
(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jakub VLASÁK**
Osobní číslo: **S12B0271P**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Povrchová úprava zkušebních těles pro únavové zkoušky**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování:

1. Metody deposice tenkých vrstev
2. Metody hodnocení základních vlastností systémů tenká vrstva-substrát
3. Možnosti hodnocení komplexních vlastností a chování systémů tenká vrstva-substrát
4. Výběr zkušebních těles pro únavu a jejich povrchová úprava
5. Hodnocení vlastností a chování povrchů zkušebních těles bez vrstvy a s tenkou vrstvou
6. Diskuse výsledků
7. Závěr

Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**

Rozsah pracovní zprávy: **30-40 stran**

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

- Štěpánek, I., Bláhová, O., Kolega, M.: Tenké vrstvy - vytváření, vlastnosti. Skripta ZČU Plzeň 1994
- Rointan F. Bunshah et al.: Handbook of Deposition Technologies For Films and Coatings - Science, Technology and Applications. Noyes Publications, 1994
- Odborné články v oblasti vytváření tenkých vrstev a hodnocení vlastností a chování tenkých vrstev

Vedoucí bakalářské práce:

RNDr. Ivo Štěpánek

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce:

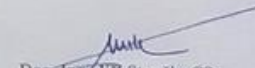
Doc. Ing. Petr Hora, CSc.

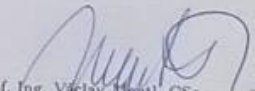
Ústav termomechaniky, v.v.i.

Datum zadání bakalářské práce: **22. září 2014**

Termín odevzdání bakalářské práce: **26. června 2015**




Doc. Ing. Jiří Staněk, CSc.
děkan


Prof. Ing. Václav Mentl, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 22. září 2014

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Vlasák	Jméno Jakub	
STUDIJNÍ OBOR	„Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Štěpánek, RNDr.	Jméno Ivo	
PRACOVISTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Povrchová úprava zkušebních těles pro únavové zkoušky		

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2015
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	101	TEXTOVÁ ČÁST	101	GRAFICKÁ ČÁST	
STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)	. Cílem práce je studium a optimalizace povrchových úprav materiálu používaných při únavových zkouškách a finálních únavových tyčích. Výsledek povrchové úpravy je dán na základě výsledků z analytických metod, a proto je cílem práce vyhodnocení vlastností a chování vybraných systémů tenká vrstva – substrát. Cílem analytických metod je vyhodnocení adhezivně kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát vrypovou a statickou indentací indentory různých geometrií, tvrdostních charakteristik, změn v elastické a plastické deformaci a tloušťky tenkých vrstev.				
ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL, POZNATKY A PŘÍNOSY					
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Depozice tenkých vrstev, nanoindentace, adhezivně kohezivní chování, vrypová zkouška, statická vnikací zkouška, rtg fluorescenční analýza				

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Vlasák	Name Jakub		
FIELD OF STUDY	„Department of Material Science and Technology“			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Štěpánek, RNDr.	Name Ivo		
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Surface treatment of samples for fatigue tests			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2015
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 a eq. A4)

TOTALLY	101	TEXT PART	101	GRAPHICAL PART	
BRIEF DESCRIPTION	<p>The goal of this thesis is study and optimization of surface treatment of material used for fatigue tests and finally fatigue samples. The results of surface treatment is given on the base of results from analytic methods therefore the second goal is evaluation of properties and behaviour of selected systems thin film – substrate. The goal of analytic methods is evaluation of adhesive cohesive behaviour of systems thin film – substrate by scratch and static indentation with using indentors of different geometry, hardness characteristic, changing of elastic and plastic deformation and thickness of thin films.</p>				
TOPIC, GOAL, RESULT AND CONTRIBUTIONS					
KEY WORDS	<p>Deposition of thin films, CAPD, nanoindentation, adhesive cohesive behaviour, scratch test, static indentation test, X-ray fluorescent analysis</p>				

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu této bakalářské práce panu RNDr. Ivu Štěpánkovi především za odborné vedení, za pomoc a rady, dále za veškerý čas a trpělivost, které pomohli k vyřešení zadaného problému. Následně rodičům za podporu a Michaele Peteřikové za korekci textu.

Osnova

Úvod.....	4
1 Metody depozice tenkých vrstev	5
1.1 Rozdělení depozice tenkých vrstev	5
1.2 Procesy založené na reakcích v plynné fázi	6
1.2.1 Chemická depozice vrstev CVD metoda	7
1.2.2 Fyzikální metody depozice PVD	8
1.2.3 Fyzikálně chemické metody PACVD	15
1.2.4 Metoda IBAD	15
2 Metody hodnocení základních vlastností systémů tenká vrstva-substrát	16
2.1 Adheze	16
2.1.1 Hodnocení adheze	16
2.1.2 Další možnosti zkoušení adheze	24
2.2 Mikrotvrdost	25
2.2.1 Úvod.....	25
2.2.2 Vliv velikosti vtisku při měření mikrotvrdosti	26
2.3 Tloušťka vrstvy.....	27
3 Hodnocení komplexních vlastností a chování systémů tenká vrstva-substrát.....	29
3.1 Komplexní vlastnosti	29
3.1.1 Kalotest	29
3.1.2 Vnikací zkouška.....	29
4 Výběr zkušebních těles pro únavu a jejich povrchová úprava..	30
4.1 Konstrukční ocel 11 523	30
4.2 Postup při přípravě vzorků	30
4.3 Depoziční proces	31
5 Hodnocení vlastností a chování povrchů zkušebních těles bez vrstvy a s vrstvou	34
5.1 Mikrotvrdost (nanotvrdost).....	34

5.2	Tloušťka.....	45
5.3	Vrypová zkouška	49
5.3.1	Vytvoření vrypů a vtisků	50
5.4	Hodnocení vrypů	55
5.5	Hodnocení vtisků.....	70
6	Diskuze výsledků.....	89
7	Závěr	94
	Seznam použité literatury	96
	Seznam obrázků.....	97
	Seznam tabulek	101

Použité zkratky a jednotky

Zkratky

Rtg. – rentgenové

Obr. – obrázek

Tab. – tabulka

Max. – maximální, maximálně

Jednotky

° - stupeň

°C – stupeň Celsia

nm – nanometr

µm – mikrometr

mm – milimetr

s – sekunda

min - minuta

N – newton

mN – milinewton

kN - kilonewotn

g – gram

kg - kilogram

keV – kiloelektronvolt

kV - kilovolt

Å – ångström

A - ampér

Pa - pascal

Úvod

Povrchové úpravy materiálu mají velký význam pro tvorbu nových materiálů a technologií. Důvodem proč se provádí povrchová úprava materiálu, je zlepšení povrchových vrstev systému tenká vrstva-substrát, protože jak je známo např. únavové porušení vzniká převážně od povrchu. Technologií povrchové úpravy dochází jednak k vytvoření povrchové vrstvy, která může bránit rozvoji porušení na povrchu – vzniku povrchové trhliny, a jednak může dojít k ovlivnění povrchových vrstev substrátu v určitých fázích deposičního procesu např. během iontového čištění před samotnou deposicí a nebo i následně vytvořenou mezivrstvou. Vzhledem k tomu, že materiály používané u únavových zkoušek mají výrazně jiné vlastnosti než např. materiály používané pro výrobu nástrojů to je, že mají nižší tvrdost apod., je nutné optimalizovat depoziční podmínky pro vytváření vrstev na tyto druhy materiálu.

Cílem této práce je studium a optimalizace povrchových úprav materiálu používaných při únavových zkouškách a finálních vzorků únavových tyčích. Výsledek povrchové úpravy je dán až na základě výsledků z analytických metod, proto budou prováděna hodnocení vybraných vlastností systému tenká vrstva-substrát. Nejdříve budou prováděny na jednoduchých vzorcích vzhledem k požadavku analytických metod na velikost vzorku, následně budou tyto metody optimalizovány pro využití hodnocení povrchových úprav přímo na únavových tyčích, zejména se bude jednat o vlastnosti jako je tloušťka vrstvy, adhezivně-kohezivní vlastnosti, tvrdostní charakteristiky, zpevnění povrchových vrstev materiálů a elasticko-plastické chování systému tenká vrstva-substrát.

Pro hodnocení tvrdostních charakteristik a změn v poměru elastické a plastické deformace případně porušení v průběhu indentace bude využito nanoindentoru Shimadzu DUH 202, který umožňuje řadu modů měření a tím nabízí komplexnější informace. Pro hodnocení adhezivně kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát bude využito jak modu statické indentace tak modu vrypové indentace přístroje scratch tester CSEM REVETEST, který též umožňuje celou řadu možností hodnocení odolnosti systémů tenká vrstva – substrát s využitím i různých geometrií indentačních těles. Pro vyhodnocení tloušťky tenkých vrstev bude využito rtg fluorescenční analýzy okalibrované na měření tloušťky těchto typů tenkých vrstev. Tenké vrstvy pochází z deposičního zařízení pracujícím na principu nízkonapěťového reaktivního odpařování ve vakuu. Pro deposici tenkých vrstev a některé analýzy bylo využito přístrojového parku pracoviště Laboratoře diagnostiky materiálu Ústavu termomechaniky AV ČR.

1 Metody depozice tenkých vrstev

Vytváření vrstev se rozděluje do dvou směrů:

1. V povrchu, kdy dochází k (modifikaci) sycení povrchu pomocí např. nitridace, cementace nebo pomocí urychlených iontů, které se pomocí kinetické energie implantují do povrchu materiálu tzv. implantace.
2. Na povrchu, kdy dochází k nanesení množství materiálu na substrát a ke změně rozměrových vlastností. V tomto směru rozlišujeme tzv. tlustou a tenkou vrstvu.

Pojmem tlustá vrstva rozumíme nanesení malého množství materiálu na substrát, kdy vlastnosti vrstvy jsou stejné jako v objemové podobě. Metody vzniku vrstev jsou: [8]

- navařování – práškový materiál přivedený na substrát v natavené podobě pomocí plamene, elektrod nebo obloukového výboje
- nástřik - práškový materiál přivedený tryskou v natavené podobě pomocí plamene nebo obloukového výboje
- smalt – nanesení keramické hmoty na substrát a následné vypálení
- galvanické pokovování – pomocí elektrolýzy

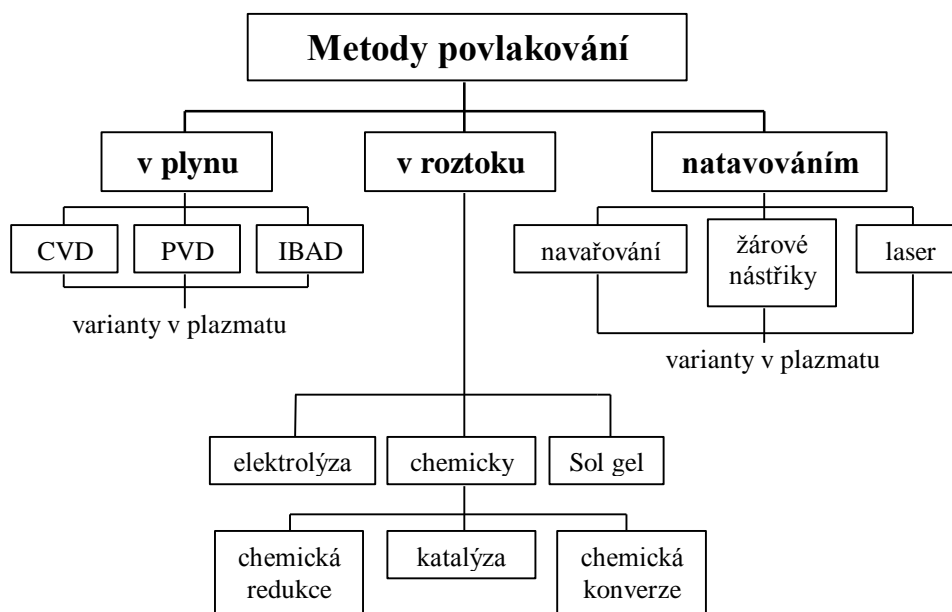
Pojmem tenká vrstva rozumíme vrstvu tloušťky, kdy má jiné vlastnosti než materiál v objemové podobě. Podle sledovaných vlastností se liší pojem tenká vrstva, kdy se liší tloušťka vrstvy [8]:

- mechanické 1-25 μ m,
- optické 100 nm,
- elektrické 10 – 100 nm,
- ovlivnění výstupní práce 1 - 10 Å.

1.1 Rozdělení depozice tenkých vrstev

Metody vytváření tenkých vrstev se dělí do čtyř základních skupin:

- procesy založené na reakcích v plynné fázi
 - procesy založené na reakcích v roztocích
 - žárové procesy
 - procesy založené na reakcích v pevné fázi
1. Procesy založené na reakcích v pevné fázi vznikají tlusté vrstvy, proto již nebudou dále zmiňovány. Rozdělení zbývajících a nejčastěji zastoupených metod je znázorněno na *Obr. 1*. [1]



Obr. 1 – Základní rozdělení metod depozice tenkých vrstev [1]

2. Procesy založené na reakci v roztocích se rozdělují na Sol-gel procesy, elektrochemické a chemické procesy. Chemické procesy depozice lze dále rozdělit na procesy chemické, katalytické a chemickou konverzi.
3. Žárové procesy nebo též vytváření povrchových vrstev natavováním lze rozdělit na vytváření tenké vrstvy laserovým paprskem, vytváření tlustých vrstev žárovými nástřiky a tlustých vrstev navařováním. Tyto procesy je možné modifikovat kombinacemi s plazmatem.
4. Procesy založené na povlakování v plynu se dělí na chemické metody, fyzikální metody a metody za asistence iontových svazků. Rozdíl mezi fyzikálními a chemickými metodami spočívá v tom, že u chemických metod vznikají tenké vrstvy rozkladem plynů napouštěných do reaktoru, naproti tomu u fyzikálních metod vznikají vrstvy z odprášených nebo odpařených částic z pevných terčů. Metody z plynné fáze prošly modifikací, kdy došlo ke kombinaci s plazmatem. Metody s plazmatem jsou, proto často řazeny do samostatné skupiny fyzikálně-chemických metod. Mimo plazmatu mohou být fyzikálně-chemické metody založeny na stimulování reakčních procesů elektronovým svazkem nebo laserem. [4]

1.2 Procesy založené na reakcích v plynné fázi

Tvorba tenkých vrstev je založena na interakci chemicky aktivních částic se substrátem, které vznikly při interakci s plazmatem. Substrát je v přímém kontaktu s plazmatem nebo je mimo oblast plazmatu, tento typ nazýváme rozpadajícím se plazmatem.

Vytváření tenkých vrstev za pomoci plazmatu je rychle rozvíjející se technologií, kdy je během fyzikálně-chemické reakce vytvořena tenká vrstva na povrchu substrátu ze sloučenin

vzniklých v objemu plazmatu tzv. homogenní reakce nebo mezi plazmatem a povrchem substrátu tzv. heterogenní reakce.

Metod deposice tenkých vrstev existuje velké množství. Deposice se dělí na dva popř. na tři základní typy:

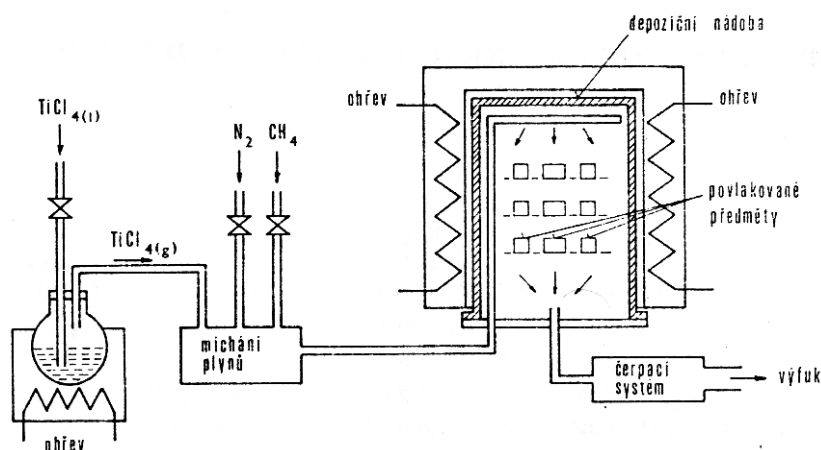
- Chemické procesy deposice CVD (Chemical Vapour Deposition)
- Fyzikální procesy deposice PVD (Physical Vapour Deposition)
- Fyzikálně-chemické procesy deposice PECVD (Plasma Enhanced CVD)

Jako podskupina ke skupině b) může být zařazen proces IBAD (Ion Beam Assisted Deposition), tedy deposice vrstev za pomoci iontového svazku [2]

1.2.1 Chemická deposice vrstev CVD metoda

Základem metody je vytvoření vrstvy na povrchu substrátu chemickou syntézou z plynné fáze. Proces probíhá za zvýšené teploty. Vysoká teplota je důležitá k rozkladu reagujících sloučenin. Teplota může dosahovat teplot až 1000 °C. Při dosažení takto vysoké teploty může dojít k degradaci substrátu, čímž je tato metoda omezena použitím u rychlořezné oceli nebo u duralových strojních součástí, kdy teplota se může pohybovat v rozsahu cca 200 až 500 °C. Vysoká teplota není jediným problémem. Další jako např. vysoká energetická náročnost (dosažení vysoké teploty), dlouhý pracovní cyklus (cca 8 - 10 hodin) a ekologické problémy (práce s chloridy, boridy atd., které je potřeba ekologicky zlikvidovat) jsou hlavními důvody, které vedou k využívání PVD a PCVD metod. [5]

Princip metody je znázorněn na *Obr. 2*. Skládá se ze šesti základních částí: generátor plynné fáze, systém míchání plynů, depoziční nádoby, obvodu ohřevu, čerpacího systému a systému regulace.

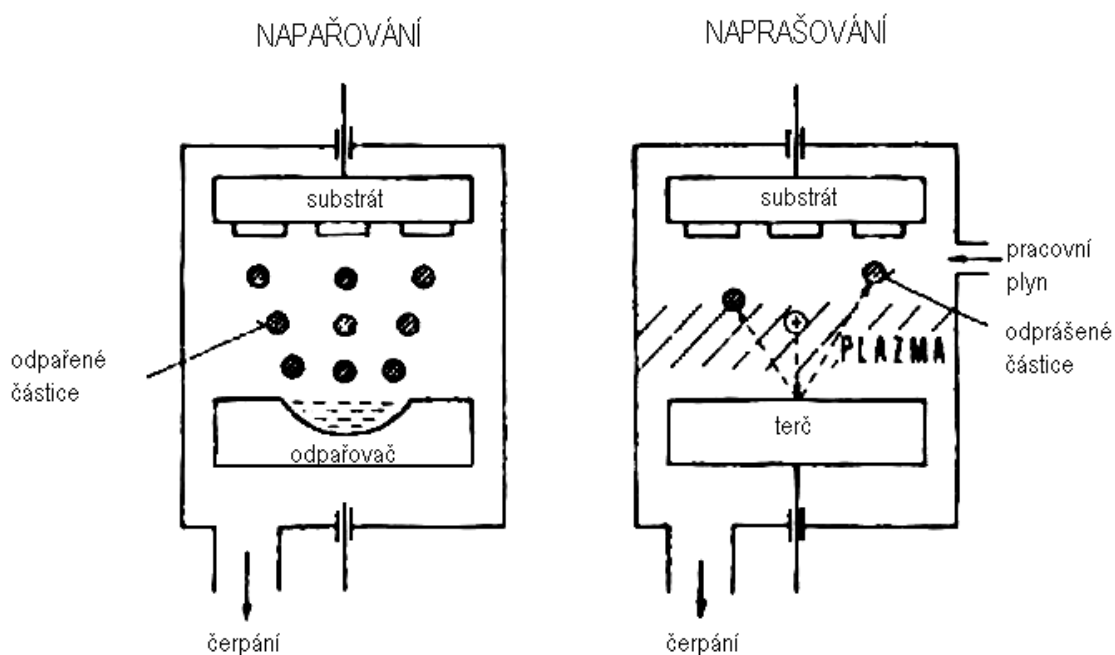


Obr. 2 - Schéma zařízení deposice CVD [2]

1.2.2 Fyzikální metody depozice PVD

Základem metody je získávání atomů použitého materiálu na tvorbu vrstvy (z pevných katod) fyzikálními metodami. Proces je prováděn za nízkých teplot a sníženého tlaku. Díky tomu je možno použít tuto metodu místo CVD při povlakování rychlořezných ocelí, hliníkových slitin, umělých hmot atd. Podle způsobu získávání atomů kovu metodu dělíme na dvě základní skupiny viz *Obr. 3*.

- odpařování
- odprašování



Obr. 3 - Principy depozice metodou PVD [2]

1.2.2.1 Vytváření vrstev odpařováním

Depozice odpařováním je založena na principu vypařování materiálu (terče, katody) tepelnou energií s kondenzací par tohoto materiálu na substrátu. K vypařování dochází na jakékoliv teploty a tlaku, přičemž rychlost vypařování silně roste s rostoucí teplotou a se snižujícím se tlakem. Nízký tlak zajistíme použitím vakuového reaktoru. Velikost teploty je ovlivněna způsobem ohřevu, kterých je několik: [2]

- induktivní ohřev pomocí vířivých proudů,
- elektronový svazek,
- elektrický oblouk – iontový bombard,
- laserové záření.

Nejběžnější způsob ohřevu je Joulovým teplem nebo induktivním ohřevem. Modernějšími způsoby jsou elektronový svazek, elektrický oblouk a laserové záření. [2]

Obloukové odpařování

Odpařování kovů pomocí elektrického oblouku se rozděluje na dva základní způsoby:

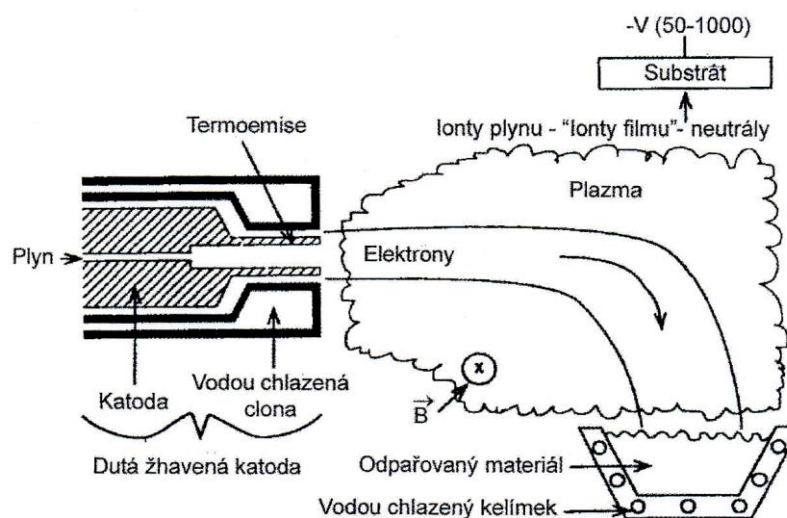
- odpařování katody,
- odpařování anody.

Obloukový výboje je nejrozšířenější využívaný výboj. Oblouk je druh výboje vznikající při průchodu dostatečně velkého proudu mezi elektrodami. Dosažením proudu většího než cca 1 – 10 A vzniká samostatný výboj. [2]

Oblouk může vzniknout ve velkém rozmezí tlaků a proudů. Oblouk je charakterizován:

- nízkým napětím výboje blízkým hodnotě ionizačního potenciálu plynu nebo kovu,
- vysokými proudovými hustotami na povrchu katody,
- vysokou koncentrací částic v katodové oblasti.

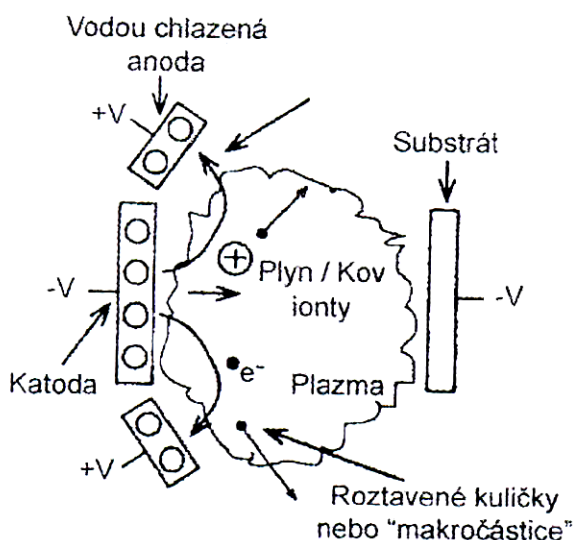
Odpařování anody je vlastně ohřev elektrony. Pracuje se s plazmovou katodou a nízkým napětím. Je-li materiál odpařován z roztaveného povrchu anody do výboje, hovoříme o anodovém obloukovém výboji. Dále se může nazývat rozloženým obloukem, protože proudová hustota na anodě je nižší než v katodové skvrně (10 A/cm^2 oproti $10^4 - 10^6 \text{ A/cm}^2$). Mezi hlavní výhodu anodových oblouků se řadí fakt, že nedochází k tvorbě roztavených kuliček neboli makročásteček. Mezi nevýhody se řadí obtížnost použití anodového oblouku (*Obr. 4*) pro depozici slitinových a vícetřížkových směsných materiálů, protože na roztavené anodě dochází k preferenčnímu odpařování jednotlivých složek slitinové elektrody. Elektrony vznikají termoemisí z povrchu žhavené nebo studené katody nebo z obloukové katody. V případě anodového oblouku dochází k nižší ionizaci odpařeného materiálu než v případě katodového oblouku. [7]



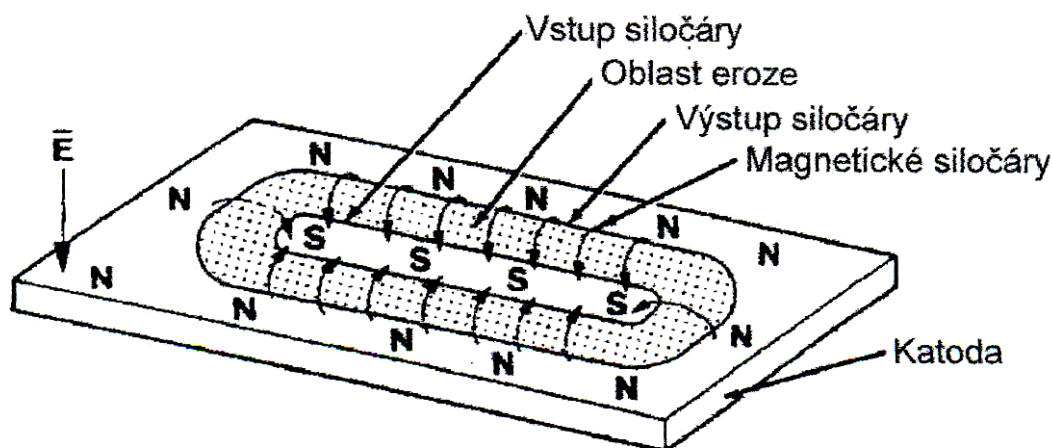
Obr. 4 - Anodová oblouková depozice [7]

Dojde-li k odpařování v první řadě z povrchu pomocí obloukové eroze, nazývá se systém kontinuální katodový obloukový výboj. Katoda může být buď roztavená, nebo pevná. Pevná katoda musí být chlazená - tzv. studená katody. Vzniku stabilního oblouku se dosáhne, pokud skrze něj prochází minimální proud. Minimální obloukové proudy kolísají od cca 40 – 100 A, což je pro materiály s nižším bodem tání jako je měď a pro titan a další těžkovitelné materiály, jako je např. wolfram, se obloukové proudy pohybují v rozmezí 100 – 200 A. Případ vypařování katody může probíhat v katodových skvrnách (výboj s tzv. studenou katodou) nebo z ohřáté katody (tzv. *D oblouk*). Katodovou skvrnu vytváří velmi hustý elektronový proud dopadající na pevnou obloukovou katodu. Studeno-katodový zdroj je nejčastějším katodovým zdrojem pro obloukovou depozici. [7]

Velmi efektivním způsobem odpařování materiálu je ze studené katody, kdy dochází k „mikroodpařování“ v katodových skvrnách, které se rychle pohybují po povrchu chlazené katody. Rozměr katodové skvrny se zpravidla pohybuje mezi 10 – 100 μm a rychlost mezi 10 – 100 m/s. V katodových skvrnách dochází k emisi elektronů a dále k vyprašování katody ve formě atomů, iontů a makročásteček. Pokud se katodové skvrny náhodně pohybují po povrchu elektrody (*Obr. 5*), nazývá se tento jev náhodným obloukovým výbojem. Jestliže je oblouk omezený a pohybuje se po konkrétní cestě, jedná se o řízený obloukový výboj. Existuje mnoho různých typů řízených obloukových výbojů využívajícího magnetického pole k řízení oblouku. Magnetické pole má obvykle obloukovitý tvar (*Obr. 5*). Magnetické pole se vytvoří pomocí elektromagnetů nebo permanentních magnetů. [2,7]



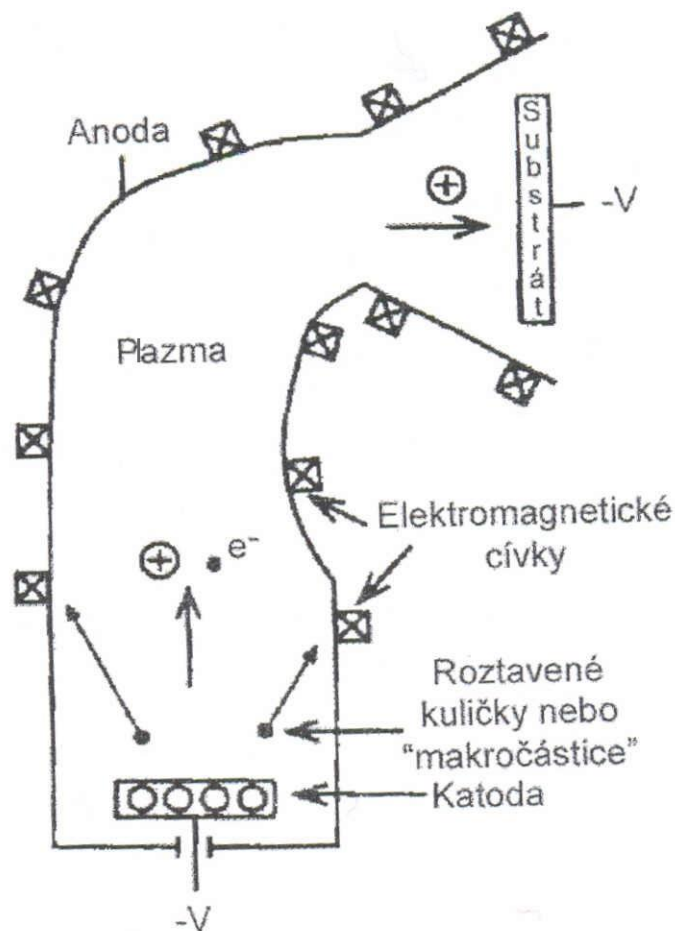
Obr. 5 - Náhodný katodový obloukový výboj [7]



Obr. 6 - Řízený katodový obloukový výboj [7]

Hlavními problémy katodové obloukové metody je stabilizace a pohyb oblouku na pevném povrchu a tvorba roztavených mikrometricky velkých kuliček („makročástic“) materiálu, které se uvolňují z pevného povrchu. Pokud je katoda roztavená, tak se makročástice nevytvorí.

Makročástice jsou tvořeny ablací roztavených nebo pevných částic prostřednictvím tepelného rázu a hydrodynamických účinků v roztavené skvrně na pevném povrchu. Jejich počet a velikost závisí na bodu tání pevné obloukové katody, na tlaku par materiálu katody a na pohybu oblouku. Materiál s nízkým bodem tání a při pomalém pohybu oblouku tvoří velké makročástice dokonce i několik desítek μm v průměru. V případě materiálu s vysokým bodem tání a rychlém pohybu oblouku se vytvářejí malé (menší než $1 \mu\text{m}$) makročástice. Kuličky mohou být odfiltrovány z oblouku různými metodami např. „plazmovodem“. V plazmovodu je plazma magnetickým polem vychylováno od záměrné osy katodového obloukového zdroje, makročástice jsou na deponovány na stěny a na substrát se dostanou pouze nabitě ionty vytvářející film. Při použití plazmovodu se depoziční rychlost obvykle o polovinu sníží. [2]



Obr. 7 - „Filtrované obloukové“ zdroje využívající plazmovodu [7]

U materiálu, který má nižší bod tání vzniká větší počet a velikost kuliček. Vznik je dále ovlivněn silným katodovým proudem a vysokou teplotou katody. Množství makročásteček, které dopadne na substrát je omezen snížením proudu oblouku, vzrůstem vzdálenosti zdroj – substrát, rostoucím tlakem plynu a použitím magnetického pole ke zvýšení hustoty plazmatu. [2]

Odpařování elektronovým svazkem

Odpařováním katody elektronovým svazkem dochází k ohřevu materiálu urychlených elektronů s výkonovou hustotou řádu 10^8 W/cm^2 . Odpařovaná katoda je umístěna v chlazeném nebo nechlazeném kelímku. Napětí, kterým se urychlují elektrony může být přiloženo: [2,4]

- na vypařovaný materiál (work accelerated)
- na samostatné elektrodě (self accelerated)

Elektronové svazky se rozdělují podle energie dopadajících elektronů: [2]

- vysokoenergetické – typické urychlovací napětí 10 kV, proud maximálně 10 A
- nízkoenergetické – typické urychlovací napětí 50 V, proud 100 A až 1000 A

Ke vzniku stabilního elektronového svazku je nezbytný zdroj elektronů, který pracuje různými způsoby emise elektronů: [2]

- termoemisní katoda (maximální proud I_m je několik A)
 - s přímým žhavením
 - s nepřímým žhavením
- plazmová katoda
 - se studenou katodou ($I_m \sim 10$ A)
 - se žhavenou katodou ($I_m \sim 100$ A)
 - s dutou katodou ($I_m \sim 1000$ A)

Elektrostatické a magnetické systémy udržují a fokusují svazek elektronů. Při odpařování elektronovým svazkem vznikají dva základní problémy. Prvním problémem je kontaminace žhavené termoemisní katody odpařovaným materiálem. Druhým problémem je rozptyl elektronů svazku na odpařovaných částicích. Proto je v systémech s termoemisní katodou v prostoru katody nízký tlak a katoda je odcloněna od přímého dopadu vypařených částic. Toho lze dosáhnout: [2, 7]

- konstrukcí s diferenciálním samostatným čerpáním s urychlováním, fokusací případně i možností vychylování svazku
- umístěním katody pro úroveň kelímku s vypařovaným materiálem, přičemž elektronový svazek prochází přepážkou s malou aperturou na níž je vytvořen potřebný tlakový spád. Elektromagnetickými nebo elektrostatickými systémy se otáčí svazkem

Použitím velkoplošných zdrojů k rozmítání elektronového svazku po povrchu se dosáhne snížení rozptylu elektronového svazku.

1.2.2.2 Vytváření vrstev odprašování

Odprašování je založeno na odprašování materiálu katody (terče), který je uvolňován dopadajícími ionty s vysokou energií případně i za přítomnosti plazmatu a vrstva se vytváří kondenzací částic katody na substrátu. Rozdíl od předchozí metody je v předání kinetické energie. Pokud proces probíhá v prostředí inertního plynu, pak vzniklé vrstvy mají stejné složení jako použitá katoda. V druhém případě, kdy proces probíhá v prostředí směsi inertního a reaktivního plynu, je vzniklá vrstva tvořena chemickými sloučeninami s reaktivním plynem. Výhodou této metody oproti klasickému odpařování je deponování těžkovitelných materiálů. [2]

Tab. 1: Přehled typických metod vytváření tenkých vrstev s využitím plazmatu za sníženého tlaku. [2]

<u>Technologie tvorby vrstvy</u>	<u>Pracovní tlak plynu [Pa]</u>
Odpařování v přítomnosti plazmatu	
Aktivované reaktivní odpařování (ARE)	$10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$
Zesílené aktivované reaktivní odpařování (Enhanced ARE)	$10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$
Nízkotlaká plazmatická depozice vrstev (LPPD)	$10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$
Odpařování pomocí nízkonapětového obloukového výboje	0.1 - 10
Odprašování z pevných terčů (katod) v přítomnosti plazmatu	
Diodové a triodové odprašování	1 - 10
Magnetronové (reaktivní) odprašování	$10^{-2} - 10$
Odprašování nekompensovaným magnetronem	$10^{-2} - 10$
Iontové plátování (IP)	
Reaktivní iontové plátování (RIP)	
Nástřík vrstev v plazmatu za sníženého tlaku (VPS)	$< 10^{-5}$
Plazmochemická depozice vrstev	
Plazma generované	10 - 100
Mikrovlnně generované plazma	$10^{-3} - 100$
Dohasínající a rozpadající se plazma	10 - 100
Plazmatická (iontová) nitridace	10 - 100
Plazmatická oxidace (anodizace)	$10^{-2} - 10$

1.2.3 Fyzikálně chemické metody PACVD

Tato metoda je založena na principu plazmochemické reakce, která vzniká při dodání množství energie nízkotlakým výbojem (plazmatem) v plynné fázi, která je nejčastěji složena ze směsi dvou plynů.

Při reakci dochází ke štěpení molekul plynu v plazmatu, proto proces probíhá za nižších teplot, a následně dochází k tvorbě vrstvy na substrátu. Díky nižší teplotě je možno použít tuto metodu na více druhů materiálů, které by mohly degradovat působením vyšší teploty. Předností této metody je potlačení prnutí. Nevýhodou této metody je desorpce reakčních zplodin a časová náročnost jednoho pracovního cyklu. Pracovní tlak se pohybuje mezi 10 až 100 Pa. [2]

1.2.4 Metoda IBAD

Metoda IBAD je založena na iontovém bombardu substrátu urychlenými částicemi deponovaného materiálu. Depozice vrstev s asistencí iontových svazků umožňují nezávislou kontrolu vybraných depozičních parametrů, zejména parametrů iontů bombardujících substrát. Pro vytváření vrstev jsou využívány zejména dvě konfigurace iontových zdrojů. [8]

1. V systému se dvěma iontovými svazky se jeden zdroj inertní nebo reaktivní iontový svazek používá k odprašování terče, současně druhý iontový zdroj umožňuje bombardování vytvářené tenké vrstvy.
2. Iontový zdroj je použit ve spojení s odpařovacím zdrojem. Tento proces je nazván depozice s asistencí iontů (IAD), který zahrnuje výhodu vysoké depoziční rychlosti a iontového bombardu (čištění povrchu substrátu).

2 Metody hodnocení základních vlastností systémů tenká vrstva-substrát

2.1 Adheze

Adheze jinak řečeno přilnavost souvisí s typem a velikostí vazebních sil mezi vrstvou a substrátem. To je výrazně ovlivňováno nejen velikostí kinetické energie atomů a iontů dopadajících na povrch substrátu při depozici, ale také dalšími depozičními parametry. Typy vazeb: [2]

- chemická,
- Van der Waalsova,
- elektrostatická,
- mechanická.

Před samotnou depozicí vrstev je velice důležitá příprava substrátu a čištění jeho povrchu, protože vlastnosti tenké vrstvy jsou ovlivněny i nepatrnými nečistotami a stavem povrchu před deposicí. Z tohoto důvodu je nutné připravit dokonale čistý povrch. Čistota povrchu substrátu má značný vliv na vznikající vazby, a tedy i na adhezi deponované vrstvy. [2]

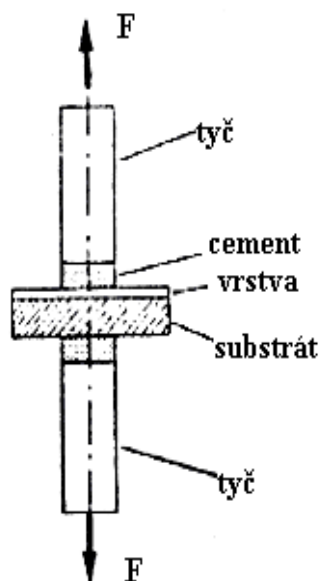
2.1.1 Hodnocení adheze

2.1.1.1 Odtrhávací zkouška

Patří mezi tahové a smykové zkoušky. Tato metoda nemůže být použita na měření tvrdých otěruvzdorných vrstev, protože pro narušení pevnosti rozhraní mezi vrstvou a substrátem je potřeba vyvodit vyšší pnutí než lze touto metodou vyvinout.

Odtrhávací zkouška (*Obr. 8*) je nejjednodušší mechanická zkouška pro zjišťování přilnavosti. Určuje se při ní tahová síla nezbytná k odtržení vrstvy od základního materiálu. Při měření je třeba přilepit k vrstvě tyč (pomocí různých cementů nebo epoxidových lepidel), aby následně bylo možné po upnutí do zkušebního zařízení odtrhávat tenkou vrstvou od substrátu a určit sílu potřebnou k odtržení vrstvy od substrátu. Pevností lepidla nebo cementů jsou dány možnosti využití této metody. Pevnost spoje mezi tyčí a vrstvou musí být větší než pevnost spoje mezi vrstvou a substrátem. Výsledky jsou silně ovlivněny směrem působení síly. Malou odchylkou od kolmého směru k rovině povrchu vrstvy dojde ke změně způsobu tahového namáhání a tím i ke změně měřené hodnoty pevnosti spojení.

Sílu nutnou pro odtržení vrstvy lze měřit při namáhání smykovém nebo ohybovém. Minimální deformace substrátu považujeme za výhodu, neboť je zde větší plocha lomu, tím menší koncentrace napětí. Podmínky se blíží běžné zkoušce pevnosti ve stříhu. [2]

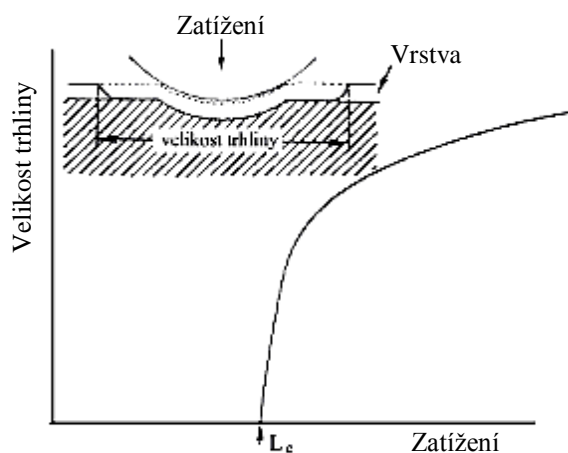


Obr. 8 Schéma principu odtrhávací zkoušky

2.1.1.2 Vnikací zkouška

Tato metoda se používá pro kontrolu spojení tenká vrstva-substrát. Vychází se z vyvolání napětí potřebného pro překonání vazeb mezi vrstvou a substrátem. Měření probíhá tak, že se staticky vtlačuje indentor (Obr. 9).

Diamantový hrot vnikající do povrchu materiálu při určité síle iniciuje vznik trhlin na rozhraní vrstva-substrát, které se šíří k povrchu. Jedním z měřítek adheze je odolnost rozhraní vrstvy a substrátu proti vzniku a šíření trhlin podél rozhraní. Adhezi posuzujeme porovnáním délek vytvořených trhlin v závislosti na působícím normálovém zatížení. Určíme kritické zatížení P_c , při kterém vznikají trhliny. Zatížení se postupně zvyšuje od malých hodnot, jejichž působením se žádné trhliny nevytvoří, dokud nedosáhnou kritické hodnoty P_c , kdy vznikají první trhliny. [2]



Obr. 9 Schématické znázornění vnikací zkoušky adheze [2]

Zkoušku lze provést např. při zatížení, např. 150 kg. U každého vtisku se pozoruje velikost vzniklých trhlin. Pro měření adheze vnikací zkouškou se zavádí tzv. adhezní číslo HF, které charakterizuje stupeň popraskání vrstvy.

Měřítkem adheze je odpor proti šíření vzniklých trhlin, ta se určuje pomocí lomové mechaniky. Pokud vznikají trhliny při tak nízkém zatížení, že vtiskem ovlivněná oblast nedosáhne rozhraní, lze pomocí empirických vztahů určit lomovou houževnatost samotné vrstvy. V případech vzniku trhlin při vyšších zatíženích na rozhraní tenká vrstva – substrát, se určuje lomová houževnatost rozhraní, která charakterizuje adhezi systému. Tato hodnota je funkcí modulu pružnosti a Poissonovy konstanty materiálu vrstvy a nezávisí na tvrdosti substrátu. [2]

Veličinu W , charakterizující lomovou houževnatost rozhraní lze stanovit jako poměr zatížení (L) a součet délek trhlin vzniklých v rozích Vickersova vtisku (11).

$$W = \frac{L}{l} \quad (1)$$

Lomovou houževnatost rozhraní K_{IC} lze určit pomocí vztahů, které vyjadřují závislost délky trhlin na velikosti zatížení a vlastnostech zkoušeného materiálu. Ve vztazích jsou použité numerické konstanty, které je potřeba zjistit kalibračním měřením.

Měření je možné provádět při jednom vybraném zatížení. U měřených vzorků se pak porovnává délka vzniklých trhlin a charakter porušení. Zavádí se adhezní číslo HF, které charakterizuje stupeň popraskání a odloupení vrstvy (*Obr. 10*) následovně:[6]

HF = 1 dobrá adheze (malé množství trhlin)

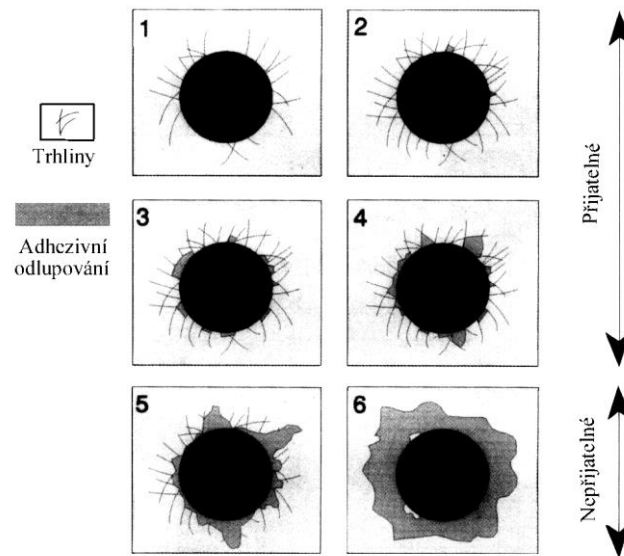
HF = 2 vyhovující adheze (malá odloupení mezi trhlami)

HF = 3 nevhovující adheze (odloupení přes více než 2 trhliny)

HF = 4 nevhovující adheze (odloupení okolo okraje vtisku)

HF = 5 nevhovující adheze (odloupení i ve větší vzdálenosti od okraje vtisku)

HF = 6 nevhovující adheze (kompletní odloupení okolo vtisku)



Obr. 10 - Znárodnění charakteristických porušení při vnikací zkoušce při vybraném zatížení [6]

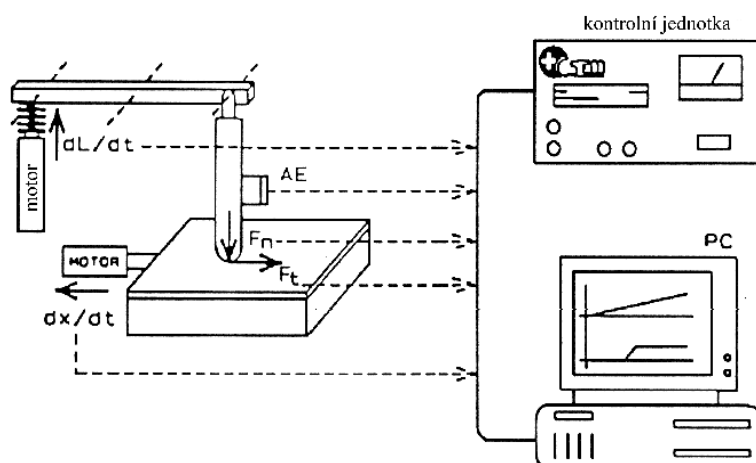
Výhodou metody je, že ji lze uplatnit nejen na zkušebních vzorcích, ale i na reálných tělesech složitější geometrie. Další významnou předností je jednoduchost.

2.1.1.3 Vrypová zkouška – scratch test

Princip této metody spočívá v generaci pnutí na rozhraní substrát - vrstva deformováním povrchu pohybem zatíženého hrotu (indentoru) rovnoběžně s rozhraním (Obr. 11). Vryp se ve vrstvě vytváří tak, že se zatížení indentoru postupně zvyšuje tj. s proměnnou normálovou silou rostoucí konstantní rychlostí, až je dosaženo hodnoty, kdy deformace vyvolá pnutí kritické hodnoty způsobující odtržení vrstvy. Hodnota, při níž dojde k poškození vrstvy, se označuje jako kritické zatížení L_c a je mírou adheze dané vrstvy k substrátu. [2]

V průběhu zkoušky se vzorek pohybuje zvolenou konstantní rychlostí horizontálně. Současně hrot vniká do povrchu vzorku s proměnnou normálovou silou rostoucí konstantní rychlostí. Pro měření tvrdých materiálů se používá diamantový indentor ve tvaru kužele dle Rockwella s poloměrem zaoblení špičky 0.2 mm. Průběh zkoušky se provádí za standartních podmínek: [2]

- Rychlost posuvu vzorku 10 mm/min
- Rychlost zvyšování síly 100 N/min



Obr. 11-Schematické znázornění vrypové zkoušky: F_n - normálová síla, F_t - tangenciální síla působící ve směru pohybu indentoru, AE - signál akustické emise, dx/dt - rychlost posuvu stolku [6]

Během zkoušky se zaznamenává průběh normálové F_n a tangenciální F_t síly působící na hrot, případně hodnoty frikčního koeficientu v závislosti na normálové síle (poměru hodnoty tangenciální a normálové síly, což je součinitel tření $\mu = F_n / F_t$) a signál akustické emise v závislosti na působící normálové síle, který vzniká při porušování povrchových vrstev zkoušeného vzorku. Podle zaznamenaných změn závislostí se určuje kritické zatížení L_c , kdy dochází k adheznímu porušení vrstvy.

Piezelektrickými snímači se zachycuje signál akustické emise. Zaznamenává se uvolněná energie při odtržení vrstvy pocházející z napětí mezi vrstvou a substrátem vzniklým při vrypové indentaci. Rozborem průběhu zkoušky lze získat informace o nejen o adhezi – odlupování vrstvy, kohezi – vnitřní soudržnosti, zpevnění povrchu tenkou vrstvou, tvorbě mikrotrhlin atd.

Vyhodnocované výsledky kritického zatížení L_c jsou ovlivňovány vnější a vnitřními faktory. [2]

Vnější faktory:

- rychlost posuvu vzorku,
- rychlost zatěžování,
- poloměr zaoblení hrotu,
- opotřebení hrotu,
- faktory přístroje,
- vliv prostředí.

Vnitřní faktory:

- vlastnosti substrátu (tvrdost, modul pružnosti, součinitel teplotní roztažnosti),
- vlastnosti povrchu substrátu,
- vlastnosti vrstvy (tloušťka, tvrdost, modul pružnosti, součinitel teplotní roztažnosti, mikrostruktura, vnitřní pnutí),
- koeficient tření a třecí síla mezi hrotem a vrstvou.

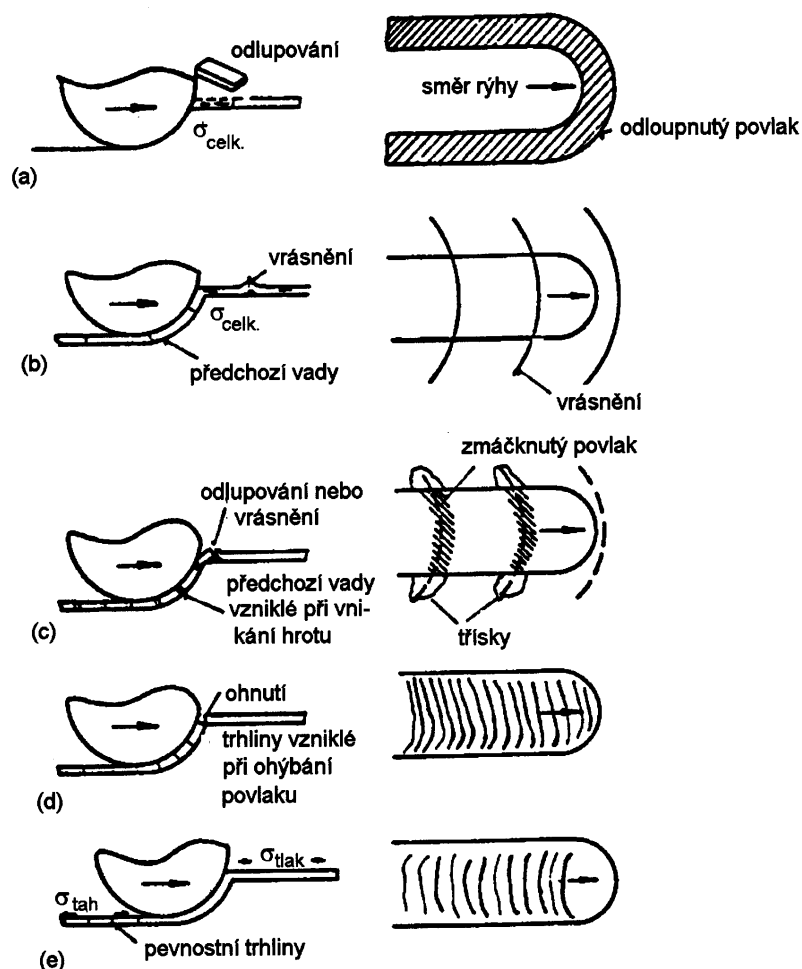
Kritické zatížení L_c obvykle vzrůstá:

- s rostoucí tvrdostí vrstvy,
- s rostoucí tvrdostí substrátu a poklesem jeho modulu pružnosti E_s ,
- s poklesem koeficientu tření,
- s růstem vnitřního pnutí ve vrstvě,
- se snižováním drsnosti substrátu (hodnota R_a by neměla překročit hodnotu 0.25 μm ,
- s růstem tloušťky vrstvy (neplatí obecně – závislost L_c na tloušťce není lineární a mění se také s tvrdostí substrátu.

Vzniklé porušení se posuzuje světelným mikroskopem. Pomocí měřítka se určí vzdálenost prvního odloupení vrstvy od počátku vrypu. Podle rychlosti zatěžování a rychlosti posuvu se určuje velikost zatížení hrotu L_c v tomto místě.

Vyhodnocením signálu akustické emise a frikčního koeficientu v závislosti na hodnotě působící normálové síly, se získá kritická zátěžná síla. Působením této síly vzniká poškození vrstvy. Kritické síly $L_{c,ae}$ a $L_{c,f}$ přísluší hodnotám, při kterých na závislostech nastává náhlá změna hodnot (značné zvýšení).

Rozborem mechanismů, které se podílejí na procesu porušování se získají další informace o elasticko-plastických vlastnostech vrstev. U vrypové zkoušky se rozlišuje adhezivní a kohezivní porušení. Adhezivní porušení nastane při odloupení vrstvy iniciovaném na rozhraní vrstva-substrát, avšak kohezivní porušení je způsobeno ztrátou soudržnosti uvnitř vrstvy, kdy nedojde k odhalení substrátu. [2]

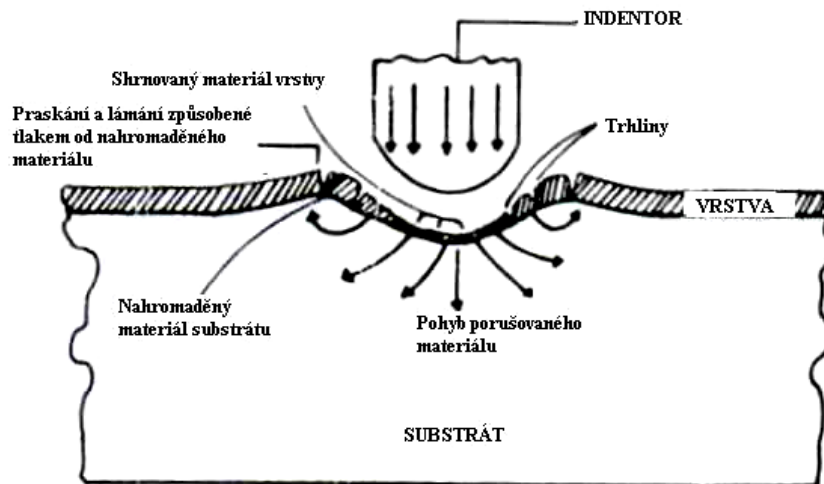


Obr. 12 - Schématické znázornění mechanismů porušování vrstev při vrypové zkoušce; a) odlupování vrstvy, b) vrásnění vrstvy, c) odlupování vrstvy na okraji vrypu, d) trhliny vzniklé při ohýbání vrstvy, e) trhliny vzniklé tahovým pnutím ve vrstvě po přejezdu hrotu [9]

Postup procesu porušování lze rozdělit do 4 etap (Obr. 12):

1. Plastická deformace
2. Vznik rovnoběžných nebo příčných trhlin uvnitř vrypu nebo mimo něj
3. Odstranění části vrstvy ve formě třísek
4. Odlupování vrstvy křehkým lomem

První dvě etapy probíhají při zatíženích menších než je zatížení kritické. [10]

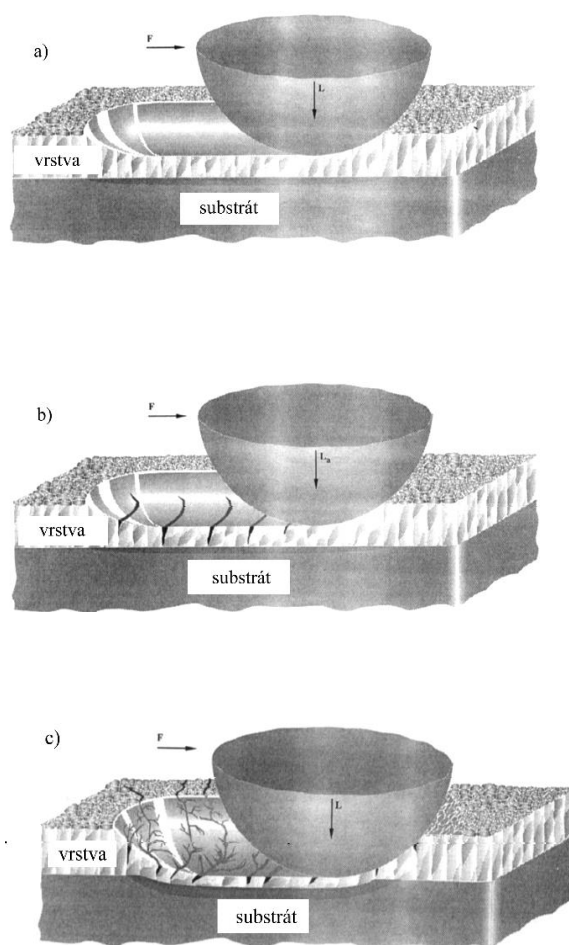


Obr. 13 - Schéma rozhraní vrstva - substrát v příčném řezu, shrnující hlavní významné rysy porušování na relativně měkkých substrátech při vrypové zkoušce [2]

Řádkovacím elektronovým mikroskopem (SEM) lze podrobněji zhodnotit vzniklé porušení. Odraženými elektrony vzniká kontrastnější zobrazení substrátu (oproti běžně používaných sekundárních elektronů) v místech s odtrženou vrstvou. Přínosem je také doplnění zobrazení morfologie vrypu mapou rozložení prvků na povrchu měřené pomocí EDX analýzy, což umožňuje přesnější určení místa prvního odhalení substrátu pro určení hodnoty L_c .

Hlavním problémem vrypové zkoušky je nalezení vztahu mezi naměřeným kritickým zatížením a skutečnou hodnotou adheze, tj. energií nutnou k vytvoření trhliny na rozhraní vrstva-substrát. Z tohoto důvodu nelze kvantitativně srovnávat velikosti adheze pro vrstvy různého složení, které mají různou tloušťku a jsou nadeponované na jiných substrátech.

Porušení vrstev se rozlišují podle křehkého nebo houževnatého porušení. Křehká porušení se vyznačují větším rozsahem, větší plochou odloupenutí a menším počtem trhlín než houževnatá porušení. U těchto porušení je charakteristický vznik velkého odloupenutí vrstvy, odloupenutí vrstvy před indentorem, za indentorem, nebo tahových trhlín. U houževnatých porušení je charakteristické porušení odlupováním, vyboulením vrstvy nebo se vyskytují souměrné trhlíny. [2]



Obr. 14 - Schematické znázornění mechanismů porušení vrstev dle Attara. a) mírná plastická deformace, b) obvyklé porušení iniciované na povrchu, jde o elasticko-plastické zotavení substrátu, které zapříčiní vznik trhlin, c) praskání zapříčiněné vyšším zatěžováním. L - normálové zatížení, F – horizontální zatížení, L_a a L_c jsou zatížení, při kterých se objeví první trhlinky [11].

V současnosti se scratch test jeví jako jediná vhodná praktická metoda ke studiu adheze tvrdých tribologických povlaků. Ukazuje se ale, že s výjimkou několika málo případů můžeme touto metodou získat pouze tzv. porovnávací informace o adhezi na rozhraní vrstva – substrát.

2.1.2 Další možnosti zkoušení adheze

Mezi jiné metody zkoušky adheze patří např. využití elektromagnetických sil pro odtržení vrstvy; tato metoda může být jen v případě, že substrát je diamagnetický. Další způsoby jsou založené na vyvolávání napětí pro odtržení vrstvy pomocí odstředivých sil nebo ultrazvuku. Jejich výhodou je sice přesné měření sil. Nevýhodou je nutnost přípravy speciálních vzorků. Metodou použití ultrazvuku lze určit i místa s horší či špatnou adhezí na průmyslových součástech s vrstvou, např. ponoření do ultrazvukových čističek s možností použití akustického mikroskopu k optickému porovnání míst s různou adhezí.

U křehkých vrstev je pro odtržení nutné dosáhnout mechanického napětí. Výhodou je nedestruktivní způsob zkoušení adheze, avšak výsledky jsou jen kvantitativní. Jakost spojení se posuzuje ze zpracovaného záznamu šíření signálu ve vrstvě. [2]

2.2 Mikrotvrдость

2.2.1 Úvod

Měřením mikrotvrđosti se zjišťuje odpor materiálu proti lokální plastické deformaci, která vzniká pod vnikacím tělesem (indentorem) při jeho zatížení. Zařzení pro měření mikrotvrđosti se nazývají mikrotvrđoměry s různým rozsahem zatížení, které jsou spojeny s mikroskopy pro určení velikosti vtisku.

Měření mikrotvrđosti je jednoduchá a rozšířená metoda, kterou se zjišťují elastické a plastické vlastnosti látek v lokálních objemech. Naměřené hodnoty ovlivňuje mnoho činitelů např. tvar a vlastnosti materiálu indentoru, dynamika procesu tvorby vtisku a doba působení indentoru, vnitřní vibrace přístroje, vnější vibrace, lidský faktor při vytváření a měřený vtisk atd.,

Mikrotvrđost je definovaná jako podíl působícího zatížení L g na diamantový hrot neboli indenter, a velikosti plochy vytvořeného vtisku A μm^2 : [2]

$$H = \frac{L}{A} \quad (2)$$

Při vnikání pravidelným čtyřbokým jehlanem s vrcholovým úhlem mezi protilehlými stěnami α je plocha vtisku ze střední velikostí úhlopříčky d :

$$A = \frac{d^2}{2\cos\beta}, \quad (3)$$

Kde $\beta = 90^\circ - \alpha/2$.

V případě nejčastěji používaného Vickersova jehlanu s vrcholovým úhlem $\alpha=136^\circ$ platí:

$$HV = \frac{2 \cdot \cos 22^\circ \cdot L}{d^2} \quad (4)$$

Vyčíslením se dosáhne:

$$HV = \frac{1854,4 \cdot L}{d^2} \quad (5)$$

Podle geometrie Vickersova jehlanu vyplyne vztah mezi hloubkou vtisku hrotu do materiálu h a střední velikostí úhlopříčky vtisku d :

$$h \doteq \frac{d}{7} \quad (6)$$

Pro měření tenkých vrstev se používá Knoopova indentoru, jež má tvar jehlanu s kosočtverečnou základnou. Tím proniká do menších hloubek ($h \approx d_1/30$), a tím snižuje míru ovlivnění hodnoty mikrotvrđosti vlastnostmi substrátu. Úhlopříčky vtisku jsou různě dlouhé ($d_1 \doteq 7d_2$). Pro výpočet mikrotvrđosti dle Knoopova se používá delší z úhlopříček, platí tedy: [2]

$$HK = \frac{14228.8 \cdot L}{(d_1)^2} \quad (7)$$

2.2.2 Vliv velikosti vtisku při měření mikrotvrlosti

Mikrotvrlost sama o sobě dává informace o plastických vlastnostech v lokálních objemech, avšak nemá fyzikální význam. Mikrotvrlost je ovlivněna velkou řadou faktorů, jako třeba:

- Tvar a materiálové vlastnosti indentoru
- Dynamika procesu tvorby vtisku
- Doba působení indentoru
- Vnitřní vibrace přístroje
- Vnější vibrace
- Lidský faktor při tvoření a měření vtisků

Tento jev je označován termínem *vliv velikosti vtisku* (indentation size effect: ISE , který vyjadřuje závislost naměřených hodnot mikrotvrlosti na velikosti úhlopříčky vtisku $d[\mu\text{m}]$ a zatížení L g:

$$H(d) = \frac{L}{A(d)} \quad , \quad (8)$$

kdežto pro Vickersův jehlan platí:

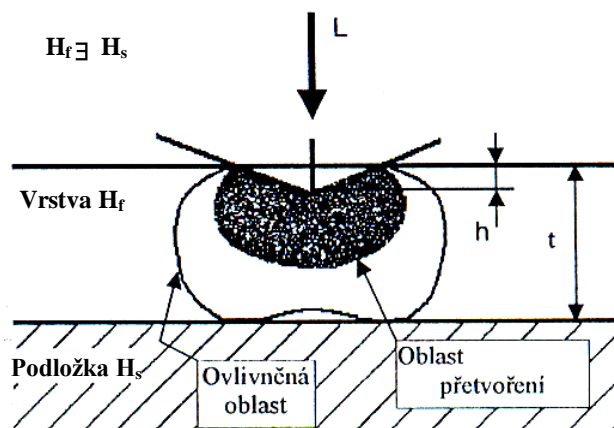
$$HV(d) = \frac{2 \cdot \cos 22^\circ \cdot L}{(d)^2} \quad , \quad (9)$$

kde d' μm odpovídá velikosti střední úhlopříčky vtisku v případě, že hodnoty mikrotvrlosti závisí na ISE.

Hodnoty mikrotvrlosti jsou ovlivňovány *vlivem velikosti vtisku* (ISE) obzvláště v případě, dochází-li k nízkému zatěžování a malé velikosti vtisků např. pro velmi tvrdé materiály. Bylo zjištěno, že závislost naměřených hodnot mikrotvrlosti na zatížení souvisí hlavně s typem přístroje a to tak, že existuje rozdíl mezi skutečnou a nominální silou. Ten je zapříčiněn superpozicí dynamických účinků indentační soustavy a její reakcí na vnitřní vibrace přístroje a vnější vibrace prostředí. Závislost se mění kvantitativně nebo kvalitativně s časem. Tyto relativně slabé účinky se projevují jen při malých zátěžných silách. Z těchto důvodů je nutné stanovit pro danou soustavu přístroj – vzorek *zátěžovou charakteristiku soustavy*, tj. průběh závislosti mikrotvrlosti na působícím zatížení L g, případně na velikosti úhlopříčky d μm či na hloubce průniku indentoru h μm . [2]

Pro hodnoty mikrotvrlosti jsou dále důležité vlivy velikosti a geometrie vtisků ovlivněné oblasti materiálu (tj. plastické zóny a pole elastického napětí) pod indentorem (*Obr. 15*). Při zatěžování indentoru se do oblasti měření přivádí energie, která se při zanedbání tření a teplotních změn spotřebuje na elastické a plastické přetvoření v oblasti blízko k indentoru. Dosáhne-li napěťové pole rozhraní s prostředím jiných vlastností např. heterogenity, sousední

vtisk, okraj vzorku atd., dochází k rozdělení v napjatosti, což má v konečném důsledku vliv na hodnotu mikrotvrdosti. [2]

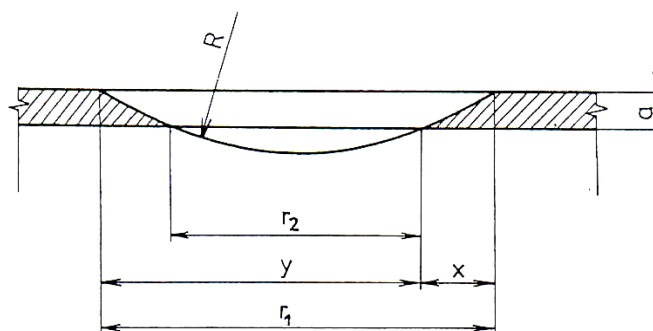


Obr. 15 - Oblasti vznikající pod indentorem [2]

2.3 Tloušťka vrstvy

Tloušťku tenké vrstvy je možno změřit několika metodami. Jednou z nich je zjišťování tloušťky pomocí měřicího mikroskopu na příčném metalografickém výbrusu, který je veden kolmo k povrchu vrstvy. Touto metodou je možné sledovat drsnost povrchu, kvalitu spojení vrstvy se substrátem, mikrostrukturu celého systému a v případě vícevrstevých povlaků stanovit tloušťku jednotlivých vrstev. Hlavními nevýhodami této metody jsou pracnost přípravy a časová náročnost. [2]

Druhá metoda zjišťování tloušťky vrstvy je tzv. *kalotest* (Obr. 16), který je založen na vybroušení kulového vrchlíku (abrazi) do vrstvy, který se na průřezu jeví jako mezikružší. K vybroušení se obvykle používá kulička s průměrem 25 mm, jež je potřena diamantovou brusnou pastou. Výhodou této metody je rychlost a jednoduchost.



Obr. 16 - Způsob měření tloušťky povlaku metodou kalotest [12]

Výpočet tloušťky:

$$a = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2} \quad (11)$$

$$a = \frac{xy}{2R} \quad (12)$$

Další metoda je založena na principu rentgenové fluorescence. Touto metodou zjišťujeme standardně chemické složení, ale lze tuto metodu použít též pro hodnocení tloušťky vrstev na základě změny rtg fluorescenčních spekter vzhledem k tomu, že rtg paprsek proniká do určité hloubky pod povrch a charakteristické rtg fluorescenční záření nese v sobě informaci jak o složení tenké vrstvy tak substrátu pod touto tenkou vrstvou. Výhodou této metody je dobrá operativnost a fakt, že se nejedná o zkoušku destruktivní, kdežto předchozí zmíněné ano. Tato metoda umožňuje na základě provedených kalibrací na etalonech definovaných tloušťek a objemových vzorkách materiálu vrstvy a substrátu následně vyhodnocovat přímo tloušťky tenkých vrstev, a to až do tloušťky několika desítek mikrometrů. [2]

3 Hodnocení komplexních vlastností a chování systémů tenká vrstva-substrát

3.1 Komplexní vlastnosti

Komplexní vlastnosti se sledují v případě tloušťky, tvrdosti, přilnavosti, chemického a strukturního složení.

- Tloušťka – kalotest
- Tvrdost – vnikací zkouška

3.1.1 Kalotest

Kromě zjišťování tloušťky vrstvy se může využívat metoda kalotest na zjištění abrazivní odolnosti, koheze, adheze a opotřebení povrchových vrstev a na zjištění rozvrstvení tenkovrstvého systému. Metodou kalotest se pomocí otáčení kuličky namazanou diamantovou pastou (případně pastu z jiných abrazivních materiálů např. šamot) postupně odebírá materiál povrchových vrstev systému a vytváří se kulový vrchlík, který vzniká díky abrazivnímu opotřebení povrchu. Při sledování postupného odebírání materiálu při vytváření kulového vrchlíku lze sledovat abrazivní odolnost povrchových vrstev.

Změnou podmínek jako je velikost kuličky, otáčky, tloušťka vrstvy, houževnatost vrstvy, zrnitost brusiva a materiál vrstvy se mění doba vytvoření daného kulového vrchlíku. Abrazivním namáháním se sleduje množství odbroušeného materiálu. Dále se hodnotí soudržnost uvnitř vrstvy tzv. koheze nebo přilnavost vrstvy na rozhraní tzv. adheze, kde se hledají podmínky, kdy dojde k odtržení vrstvy. Přilnavost je možno určit mezi jednotlivými vrstvami v rámci vytvořené vrstvy. [8]

3.1.2 Vnikací zkouška

V rámci komplexního hodnocení vlastností a chování tenkých vrstev u vnikací zkoušky se sleduje odolnost proti vnikání indentoru a porušování v průběhu vnikání indentoru do povrchových vrstev a to jak v případě statické vnikací zkoušky s různou velikostí maximální normálové síly od mN přes N až po kN tak v případě vrypové indentace, kdy hrot vniká do povrchu materiálu přes tenkou vrstvu, dále přes rozhraní tenká vrstva – substrát až do podpovrchových vrstev substrátu a přináší informace o vlastnostech v povrchových vrstvách, v blízkosti rozhraní tak v podpovrchových vrstvách substrátu. Rozlišuje se namáhání tahové, tlakové a třecí. Vnikáním hrotu se pnutím působí na materiál, dokud nepřekročí kritickou sílu potřebnou k odtržení vrstvy nebo potřebnou k narušení vnitřní soudržnosti vrstvy nebo substrátu. Dojde-li k odtržení uvnitř vrstvy nebo substrátu, hodnotí se koheze. Pokud dojde k odtržení na rozhraní vrstvy a substrátu či dvou vrstev, hodnotí se adheze. Vnikáním hrotu do materiálu se dále hodnotí zpevnění povrchu materiálu tenkou vrstvou nebo zpevnění materiálu indentací. Použitím rozdílných indentorů co do materiálových a geometrických charakteristik (kulička, pravidelný čtyřboký jehlan, třiboký jehlan, kužel, Knoopův indentor, indentory diamantové nebo z tvrdokovu) vznikají rozdílné způsoby namáhání a porušení povrchových vrstev materiálů. Ostrým hrotem se vnáší větší pnutí např. použití hrotu Vickers je pro určení iniciace a šíření trhlin při zjišťování lomové houževnatosti povrchových vrstev. [8]

4 Výběr zkušebních těles pro únavu a jejich povrchová úprava

4.1 Konstrukční ocel 11 523

Jedná se o nelegovanou jakostní konstrukční ocel 11 523.1 (žíhaná po tváření)

Tab. 2 - porovnání se zahraničním ekvivalentem [15]

ČR	W. – Nr.	ISO	EURO	USA	BS	JIS
11 523	1.0570	Fe510	Fe510	Gr. 15180	50/35HR	SKD6
ČSN 411523		ISO 630- 80	EN 10025- 90			

Tab. 3 - chemické složení oceli 11 523.1 [15]

Jakost	C	Si	Mn	P	S	N
11 523	Max. 0,2	0,55	1,6	0,04	0,04	0,009

Tab. 4 - mechanické vlastnosti oceli 11 523.1 [15]

Mez pevnosti Rm [MPa]	450 - 630
Mez kluzu ReH [MPa]	275

4.2 Postup při přípravě vzorků

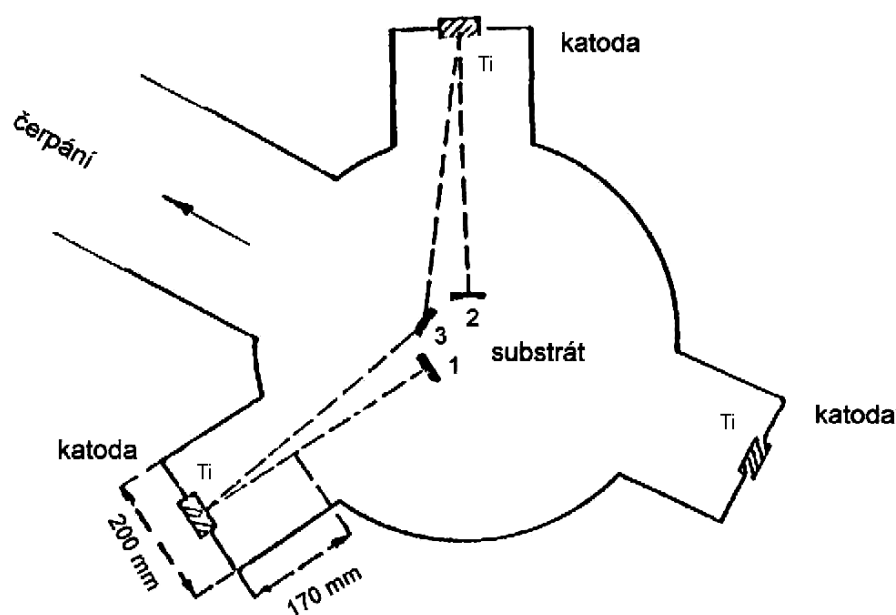
- **broušení** – probíhalo na magnetickém brusném kotouči se zrnitostí 220 až do roviny povrchu vzorku. Jako smáčedlo se použila voda, přítlačná síla byla 20N a otáčky 150ot/min. [8]
- **jemné broušení** – se provádělo na magnetickém brusném kotouči za pomoci DP suspenze s velikostí zrna 3 μ m. Smáčedlo bylo použito modré, jež je na bázi alkoholu s vysokým chladicím účinkem a s malým mazacím účinkem. Přítlačná síla činila 15N, otáčky 150ot/min a doba operace 4min. [8]
- **leštění** – spočívalo ve dvou krocích. Při prvním bylo použito leštící plátno MD Dur a DP suspenze s velikostí zrna 6 μ m a při druhém MD Dac a DP suspenze s velikostí zrna 3 μ m. V obou krocích bylo použito stejné smáčedlo při otáčkách 150ot/min a přítlačné síle 15N. Rozdílem byla doba trvání jednotlivých kroků, kdy první krok trval 4 min a druhý 5min. [8]

4.3 Depoziční proces

Depoziční zařízení NNO 150, ve kterém je celý depoziční proces prováděn, pracuje na principu nízkonapěťového reaktivního obloukového odpařování ve vakuu na tzv. CAPD metoda (Cathodic Arc Plasma Deposition). Ta je charakterizována vysokou ionizací částic z katody, vícenásobnou ionizací emitovaných iontů a jejich vysokou kinetickou energií, což přináší určité výhody pro zkvalitnění tenkých vrstev a řízení depozičního procesu jako jsou: [8,14]

- vysoká adheze
- vysoká hustota iontů
- vysoká depoziční rychlost s tenkou vrstvou výborné homogenity
- vysoká kvalita tenkých vrstev při širokém rozsahu parametrů depozice
- nízká teplota substrátu v průběhu procesu

Toto zařízení umožňuje depozici tenkých vrstev, a to i na reálných součástech. Jeden z limitů je dán rozměry vakuové komory (*Obr. 17*) průměr komory 600mm, výška 400mm. Deponované součásti se umísťují na substrátový stolek s možností jednoduché rotace a planetové rotace, kde rotace je umožněna planetovým mechanismem. Dalším limitem je hmotnost součásti, která může být maximálně 100kg. Pro zvýšení homogenity výboje a tím i homogenity vrstvy lze deponovat až ze tří zdrojů (katod), které jsou rozloženy po obvodu komory po 120°, případně další katody umístěné ve stropě depoziční komory. Při použití jednoho zdroje je katoda umístěna buď v horní části komory nebo po obvodě komory. [8,13,14]



Obr. 17 - Schéma vakuové komory a polohy vzorků při depozičním procesu [2]

Pro naše účely, tedy deposici tenkých vrstev **TiN**, byl v obvodu komory umístěn jeden odpařovač (katoda) z čistého **Ti** a vzorky byly uloženy na substrátovém stolku, jež se nacházel ve stacionární poloze. Celý proces se prováděl v reaktivní atmosféře čistého dusíku a po jeho ukončení, dříve než bylo možno komoru zavzdušnit a vzorky vyjmout, bylo nutné nechat je zchladnout ve vakuovém prostředí komory. Vrstvy **TiN** jsou vytvářeny pomocí optimalizace podmínek depozičního procesu. Tím získáme několik vzorků pro hodnocení a měření. Podmínky deposice jsou uvedeny v tabulce, přičemž p_{N_2} označuje parciální tlak dusíku, U_s resp. T_s předpětí resp. teplotu substrátu a t_d čas deposice (Tab. 5): [5,14]

Tab. 5 - Parametry depozičního procesu

Systém tenká vrstva substrát	p_{N_2} [Pa]	U_s [V]	T_s [°C]
Vrstva2	0,5	200	450
Vrstva4	0,5	250	400
Vrstva5	0,5	200	350
Vrstva6	0,5	250	450
Tyčka	0,5	250	450

p_{N_2} – parciální tlak dusíku

U_s – předpětí na substrátu

T_s – teplota substrátu

t_d – čas deposice

Před každým depozičním procesem byly vzorky očištěny od anorganických a organických nečistot v ultrazvukových čističkách. Po vložení do vakuové komory a jejím odčerpání na mezní tlak, následoval iontový bombard pro dočištění povrchu od nečistot, které nebylo možno odstranit chemickým čištěním. Iontový bombard byl též využit pro ohřev na předdefinovanou depoziční teplotu a na tvorbu mezivrstvy před samotnou depozicí. V případě TiN tenkých vrstev byl realizován iontový bombard Ti ionty. Depozice byla prováděna při různých depozičních parametrech pro získání rozdílných vlastností vrstev a pro zjištění optimálních parametrů pro následnou depozici na vzorky určené pro únavové zkoušky. Tím jsme získali pět vzorků s odlišnými vlastnostmi systémů tenká vrstva-substrát. [8,14]

Tab. 6 - Parametry iontového bombardu

Proces	U_S [V]	T_S [°C]	t_b [min]
Iontový bombard	- 1200	450	5

U_S – předpětí na substrátu

T_S – teplota substrátu

t_b – čas iontového bombardu

5 Hodnocení vlastností a chování povrchů zkušebních těles bez vrstvy a s vrstvou

5.1 Mikrotvrдость (nanotvrдость)

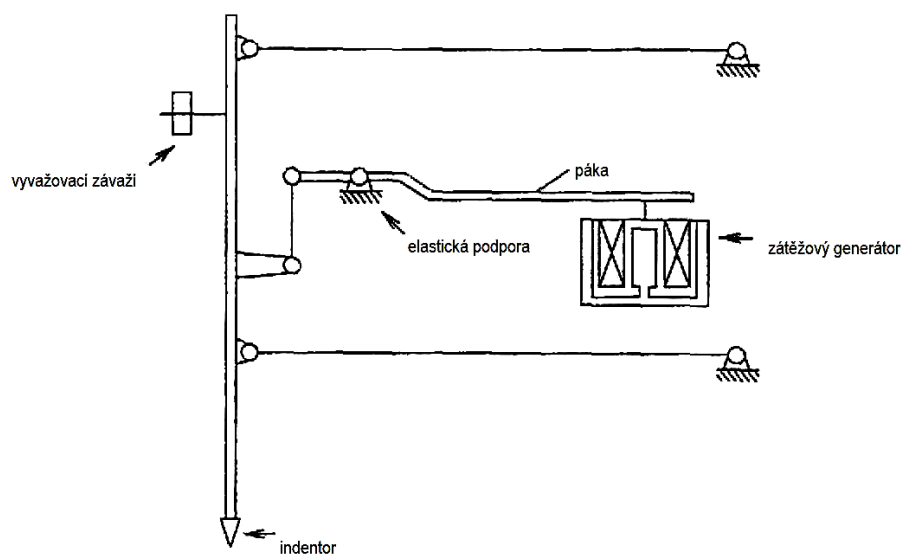
V případě tenkých vrstev se spíše přechází k hodnocení nanotvrđosti, neboť velikost zatížení indentoru požadovaná pro toto hodnocení musí být velmi malá, protože tloušťka vrstvy je v rozmezí 10 nm, 100 nm až několika μm a mohlo by dojít k ovlivnění výsledků měření vlastnostmi samotného substrátu. Čitelnost velikosti vtisků je pak velmi nepřesná. [2]

Nanotvrđost byla hodnocena na přístroji nanoindentor Shimadzu DUH 202, který umožňuje měření pomocí tzv. indentačních nebo přesněji nanoindentačních křivek. Indentační křivka je závislost hloubky proniknutí indentoru na velikosti působící normálové síly. Tato závislost je zaznamenávána v modu 2 v celém průběhu při zatěžování, v časové prodlevě při maximálním zatížení a při odlehčování. [2,8]

Nanoindentor *Shimadzu DUH – 202* je složen ze tří hlavních částí. Měřicí jednotka, řídicí jednotka a počítač. Přístroj je dále vybaven mikroskopem se dvěma objektivy (zvětšení $20\times$ a $100\times$) sloužícím k přesnému určení místa vtisku. Rovněž umožňuje provádět optická měření délek úhlopříček vtisků a výpočet hodnoty klasické mikrotvrđosti. Zatížení, které je možné nanoindentorem dosáhnout, se pohybuje v rozmezí od 0,01g do 200g s přesností 0,001g. Dalším atributem tohoto přístroje je schopnost měřit okamžitou hloubku průniku indentoru, a to v rozsahu od $0\mu\text{m}$ do cca $25\mu\text{m}$ s přesností $0,001\mu\text{m}$. [2,8]

Měření probíhalo na vzorcích s tenkými vrstvami a substrátu (vzorek bez vrstvy) při různém maximálním zatížení pro zachycení vlastností tenkých vrstev 5g, abychom vyloučili vliv substrátu, pro zachycení vlastností v blízkosti rozhraní 25 g a pro zachycení celkových vlastností systému vrstva – substrát 200 g. Měření byla provedena za stejných podmínek a to modem 2 při maximálním zatížení 5g, 25 g a 200 g. [2,5].

Na *Obr. 18*, je vidět schéma popisující zatěžovací systém nanoindentoru. Skládá se ze zátěžového generátoru, páky, elastické podpory, vyvažovacího závaží a indentoru. Generátor sestává z permanentního magnetu uloženého v cívce. Při zatěžování se využívá principu elektromagnetismu, což umožňuje již zmiňovaná malá zatížení. Prochází-li elektrický proud cívkou, vytváří se elektromagnetická síla, jež je přenášena přes páku a podporu na indentor. Funkce elastické podpory spočívá v zajištění vertikálního směru zatěžování.[2]

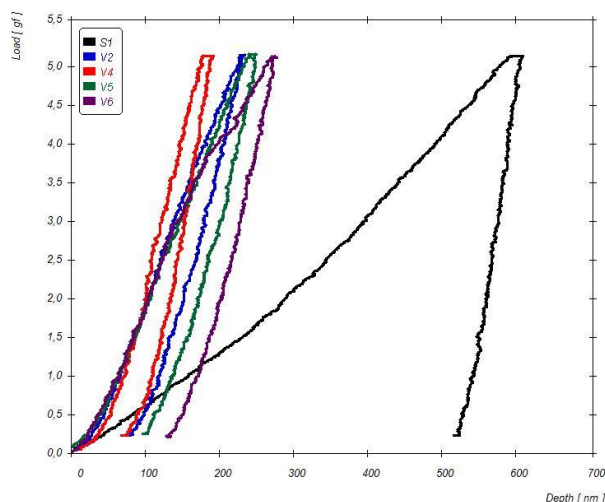


Obr. 18 - Zatěžovací systém nanoindentoru [2]

Kvůli přesnému měření hloubky vniknutí indentoru je nutné detekovat referenční bod, tzv. bod dotykový, k němuž se všechny naměřené hodnoty vztahují. Pro nalezení tohoto bodu se rovněž využívá zátěžový generátor. Jestliže proud vstupující do cívky je nepřetržitě zvyšován, indentor klesá konstantní rychlostí. Po dosažení povrchu prudce vzroste odpor vůči deformaci, a tím klesne rychlost sestupu indentoru. K tomuto bodu změny (*dotkový*) jsou přiřazeny hodnoty zatížení a hloubky a jsou nadále brány jako referenční. Následuje zatěžování stálou rychlostí, než je dosaženo určité maximální hodnoty L_{\max} g, jež jsme zadali. Dále pak nastává časová prodleva při maximálním zatížení a proces odlehčování. [2,8]

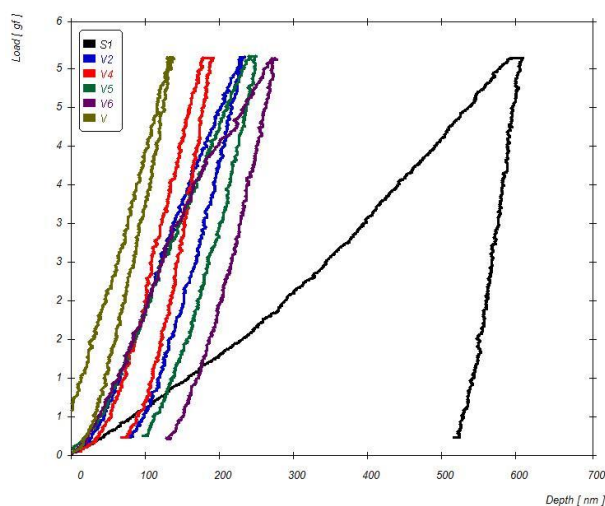
Při testování byla provedena měření na nanoindentoru všech výše uvedených vzorků a to jak vzorků plochých tak po úpravě a optimalizaci uchycení přímo i složitějšího tvaru únavových tyčí. Měření byla prováděna třemi rozdílnými maximálními zatíženími a to 200 g, 25 g a 5 g. Tyto hodnoty byly zvoleny pro měření vlastností celého systému tenká vrstva – substrát při největším zatížení. Při menším zatížení se sleduje vliv povrchové vrstvy na celkové vlastnosti a při nejmenším zatížení se sledují zejména vlastnosti tenké vrstvy bez výraznějšího vlivu základního materiálu.

Pro měření byly zvoleny dva mody. Prvním módem byl zvolen mod 2, který umožňuje měření indentační křivky v celém průběhu zatěžování a to v průběhu zatěžování, v průběhu časové prodlevy při maximálním zatížení a v průběhu odlehčování do počáteční minimální hodnoty. Další použitým módem byl mod 7, který provádí měření indentační křivky, tedy záznamu závislosti velikost zatížení a hloubky proniknutí indentoru do materiálu, kdy se ovšem provádí zatěžování v cyklické podobě. Postupně se v několika cyklech stále zvyšuje velikost konečné normálové síly až do dosažení maximální hodnoty vždy s postupným odlehčením na před nastavenou hodnotu minimální normálové síly. Zde byly použity dvě hodnoty maximálního normálového zatížení, a to 200 g a 25 g opět z důvodu sledování vlastností a chování celého systému tenká vrstva – základní materiál a zejména přínosu tenké vrstvy při menším normálovém zatížení. [2,8]



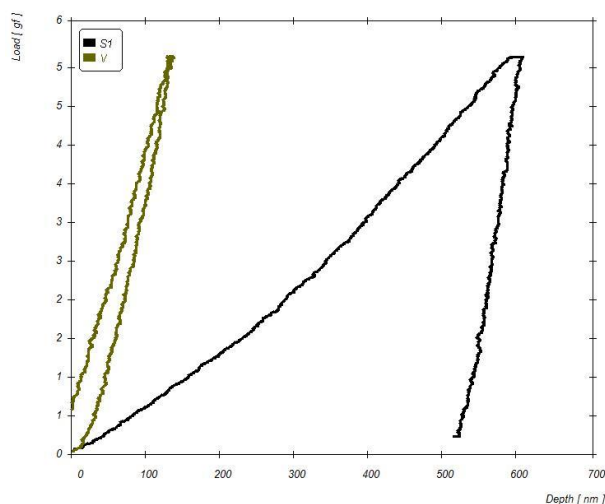
Obr. 19 – Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorcích 1,2,3,4 a 6

Z výsledků (Obr. 19) je patrné, že vzorky se liší. Za prvé je patrné, že je výrazně vyšší tvrdost povrchové vrstvy proti základnímu materiálu a tedy dochází ke zpevnění povrchových vrstev, což je i cílem této povrchové vrstvy. Jednotlivé vzorky s tenkou vrstvou jsou též odlišné v naměřené tvrdosti i v poměru elastické a plastické deformace. Vzorek samotného substrátu má největší plastickou deformaci.



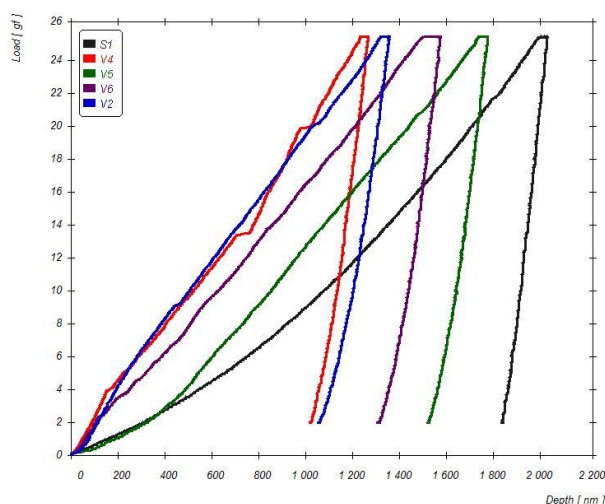
Obr. 20 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorcích 1,2,3,4,5 a 6

V tomto grafu (Obr. 20) je přidána indentační křivka naměřená přímo na únavové tyči s tenkou vrstvou. Je patrné, že vrstva na únavové tyči dosahuje nejvyšší tvrdosti, což je dáno z předchozí optimalizace na základě předchozích výsledků.



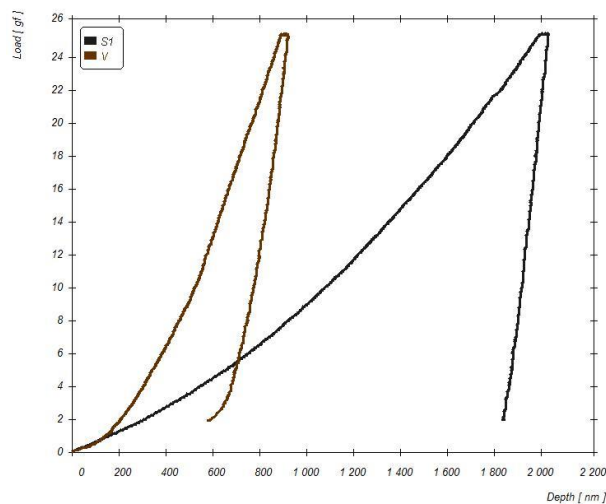
Obr. 21 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorkách 5 a 6

V tomto grafu (Obr. 21) jsou zobrazeny jen indentační křivky pro porovnání naměřené přímo na reálných únavových tyčích určených pro následné zkoušky únavy. Je zřejmé, že došlo ke zvýšení povrchové tvrdosti připravenou tenkou vrstvou.



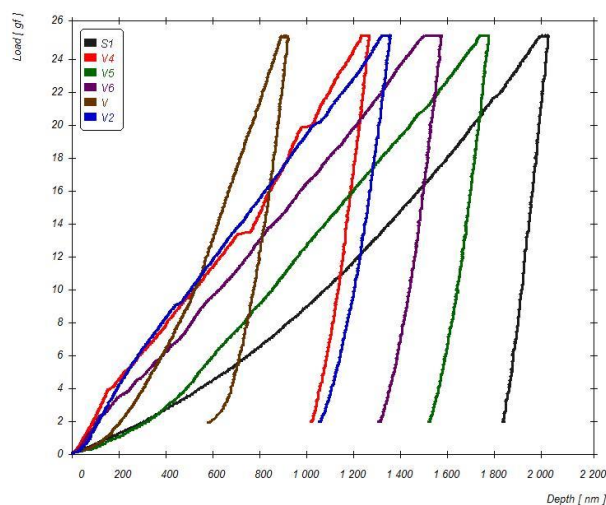
Obr. 22 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 6

Z výsledků měření při maximálním normálovém zatížení 25 g (Obr. 22) je patrné, že tvrdost je sice nižší, rozdíly v tvrdosti mezi základním materiálem jsou nižší, ale přesto lze usuzovat na to, že povrch systému tenká vrstva – základní materiál je zpevněný a vrstva svou tvrdostí dokáže bránit pronikání indentoru do větší hloubky. Je patrný malý rozdíl v poměru elastické a plastické deformace mezi vzorky s tenkou vrstvou a vzorkem bez tenké vrstvy. Výsledky ukazují také na rozdílné zpevnění povrchových vrstev na různých vzorcích vzhledem k rozdílným vlastnostem tenkých vrstev vytvořených rozdílnými deponičními parametry.



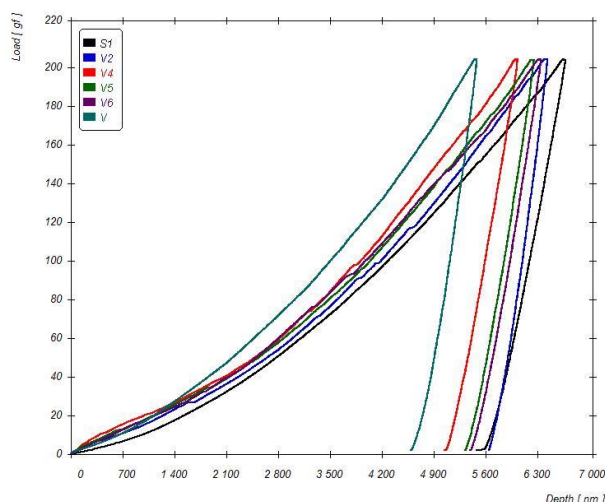
Obr. 23 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorcích 5 a 6

Na základě porovnání indentačních křivek na únavových tyčích s tenkou vrstvou a bez tenké vrstvy (Obr. 23) lze říci, i při této maximální normálové síle, že tenká vrstva výrazně zpevňuje povrch a brání pronikání indentoru do větší hloubky. Mění se výrazně podíl elastické a plastické deformace.



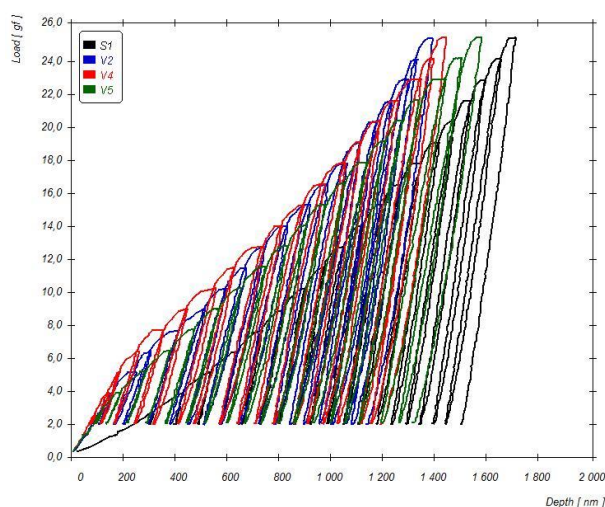
Obr. 24 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorcích 1,2,3,4,5 a 6

Z celkového porovnání všech vzorků (Obr. 23) lze říci, že nejmenší zpevnění i z měření při maximální normálové síle 25 g, plyne nejvyšší zpevnění na systému tenká vrstva – únavová tyč a nejmenší zpevnění na substrátu bez tenké vrstvy.



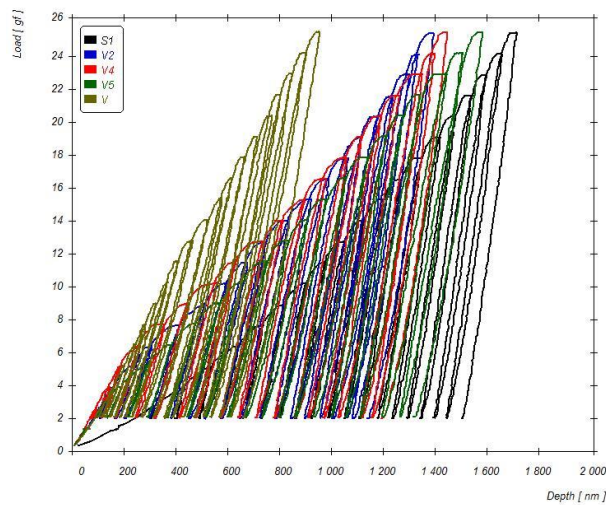
Obr. 25 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřené na vzorcích 1,2,3,4,5 a 6

Z indentačních křivek s největším normálovým zatížením (Obr. 25), a to 200 g, se ukazuje, že i při takto velkém zatížení má stále vliv povrchová úprava a zabraňuje většímu pronikání indentoru do vzorku. Opět je patrná nejmenší tvrdost na substrátu a největší tvrdost na systému tenká vrstva – únavová tyč, ač rozdíly se zmenšují.



Obr. 26 - Cyklické indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorcích 1,2,3 a 6

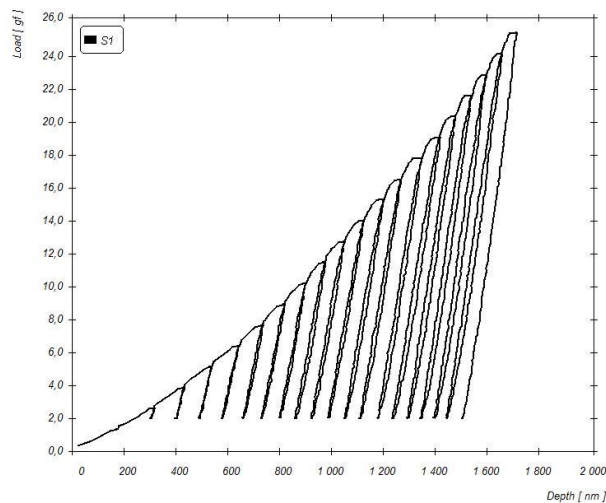
Cyklické indentační křivky (Obr. 26) přinášejí komplexnější pohled na změny ve vlastnostech a chování povrchů materiálů a povrchu systémů tenká vrstva – základní materiál. Z jejich průběhu lze upozornit např. na změny do hloubky materiálůvých systémů a na změny v povrchových vrstvách v průběhu zatěžovacích indentačních cyklů. Z výsledků naměřených indentačních cyklických křivek je patrný opět přínos povrchové vrstvy. Je patrné zpevnění v povrchových vrstvách a celkové zvýšení povrchové tvrdosti. Na základním materiálu jsou zjevné pozvolné změny do hloubky. U systémů s tenkými vrstvami je patrné, že na povrchu je větší zpevnění a do hloubky začíná nárůst pronikání indentoru vlivem výraznějšího podílu vlastností základního materiálu. Přesto je patrný výrazný přínos povrchové tenké vrstvy.



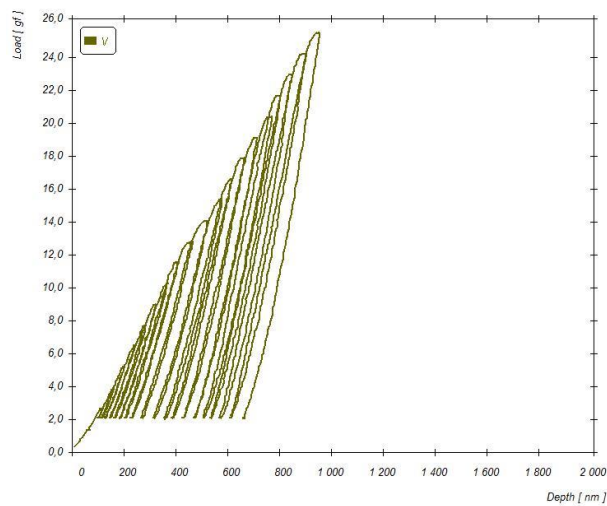
Obr. 27 - Cyklické indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g měřené na vzorkách 1,2,3,5 a 6

Opět nejvyšší přínos tenké vrstvy na zpevnění povrchových vrstev systému tenká vrstva – substrát je v případě vzorku únavové tyče (Obr. 27). Je zde patrný nejmenší vliv vlastností základního materiálu na výsledky měření při tomto maximálním normálovém zatížení.

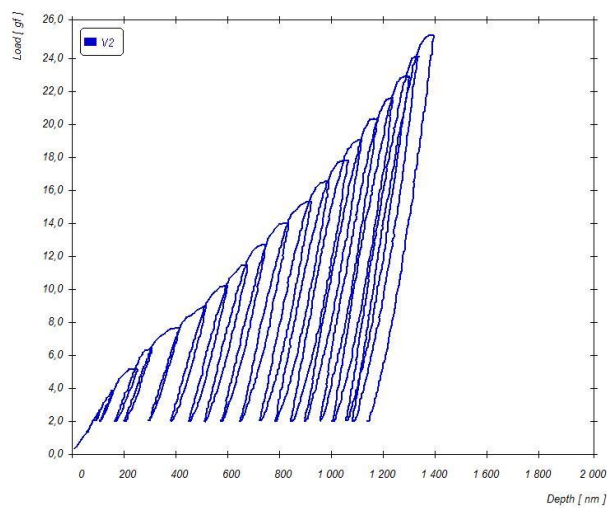
Níže jsou vyobrazeny cyklické indentační křivky jednotlivě pro lepší přehlednost a pro lepší hodnocení změn mezi jednotlivými vzorky.



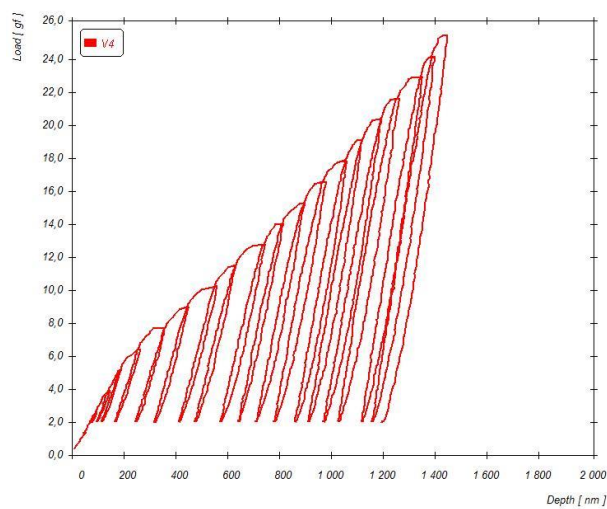
Obr. 28 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 6



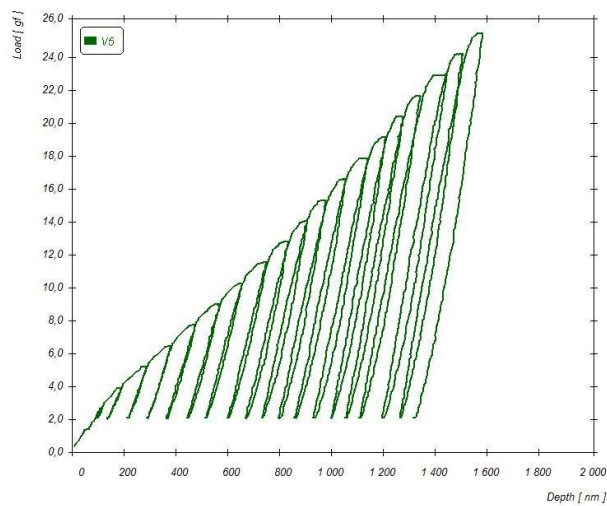
Obr. 29 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 5



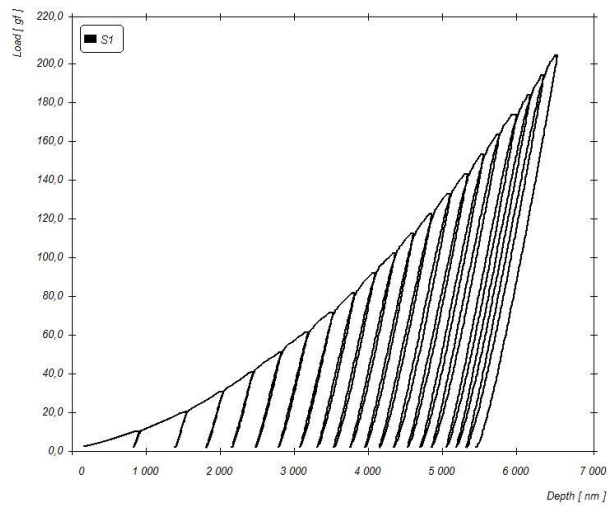
Obr. 30 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 1



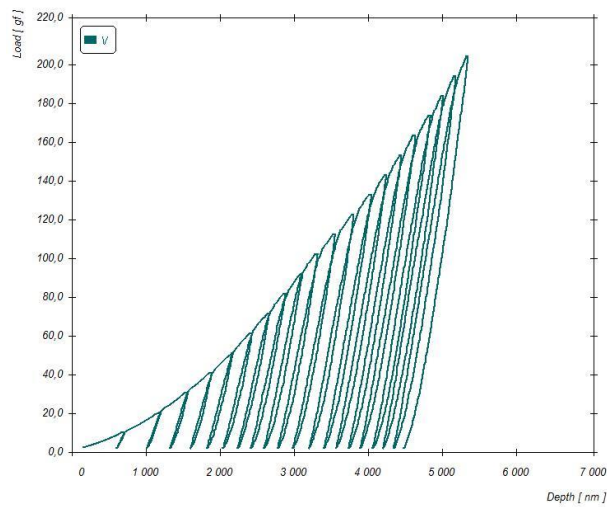
Obr. 31 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 2



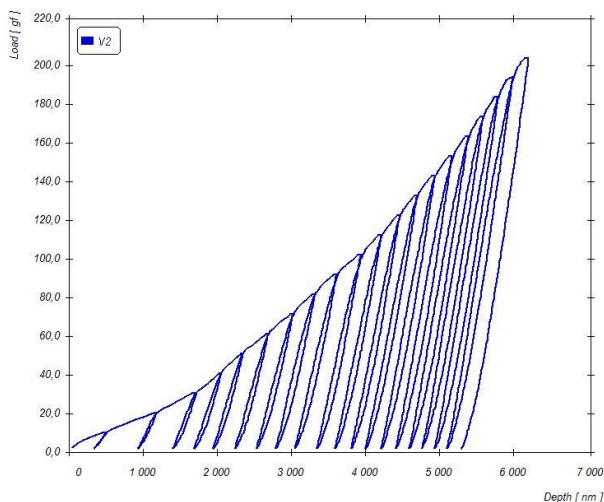
Obr. 32 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 3



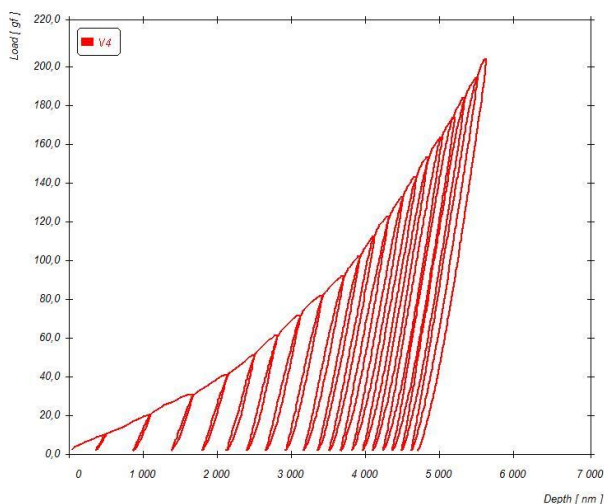
Obr. 33 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 4



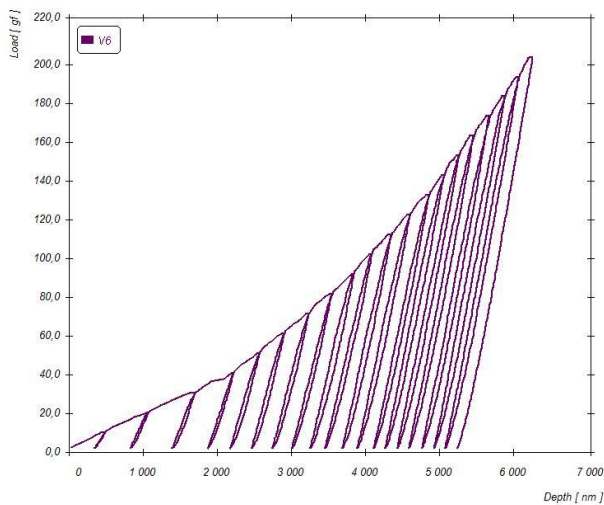
Obr. 34 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 5



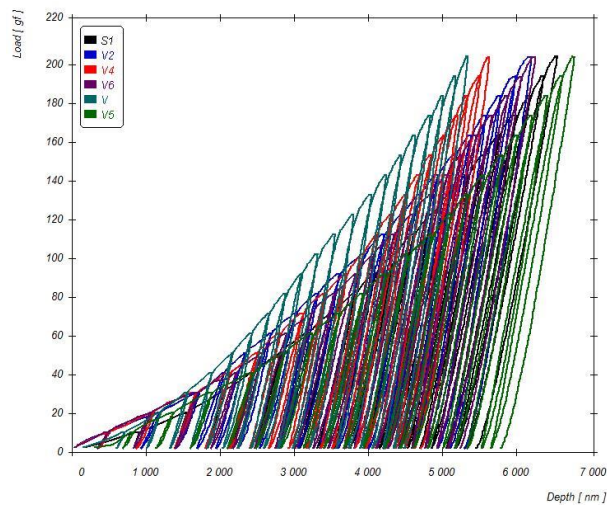
Obr. 35 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 1



Obr. 36 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 2



Obr. 37 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 3



Obr. 38 - Cyklické indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4,5 a 6

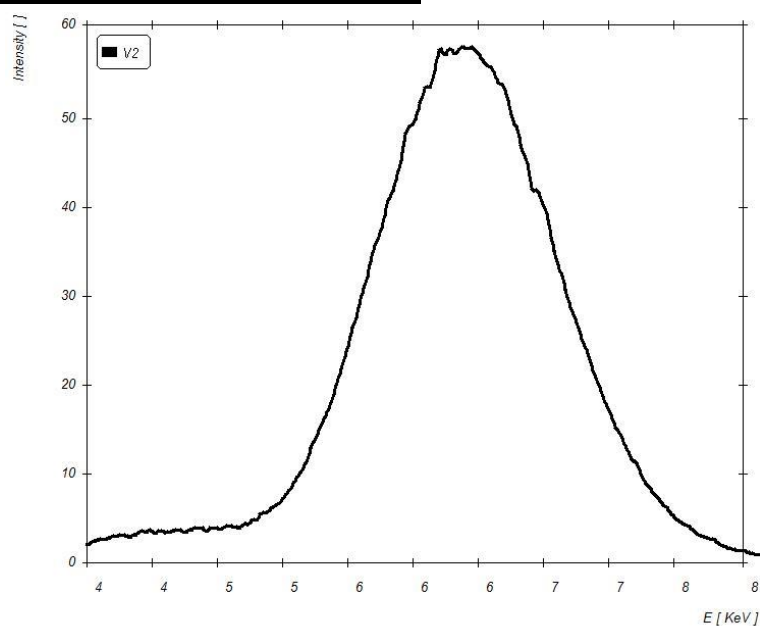
Ze souhrnu cyklických indentačních křivek (Obr. 38) lze též usuzovat na rozdíly v jednotlivých systémech tenká vrstva – základní materiál a na zvýšení povrchové tvrdosti ve všech případech a tudíž odolnosti proti vnikání indentoru.

5.2 Tloušťka

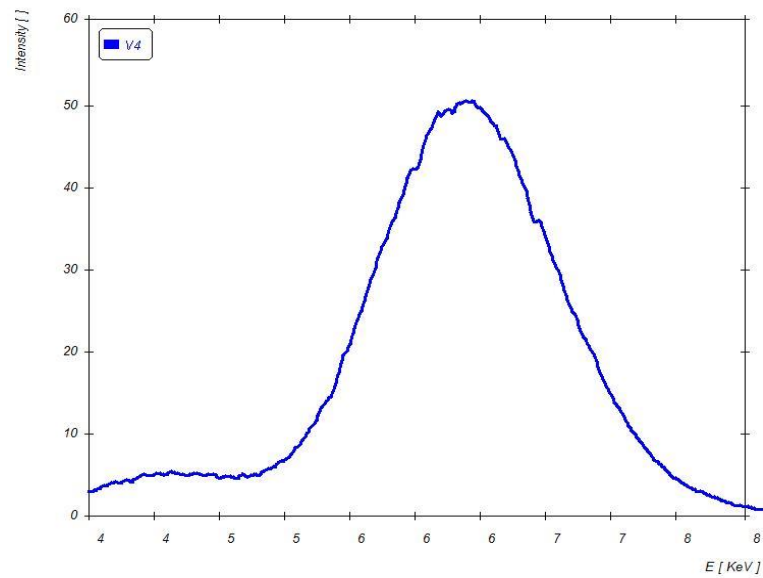
Tloušťka byla měřena dvěma způsoby:

1. za pomoci rentgenové fluorescence. Princip této metody je založen na rtg paprscích, jež obsahují elektromagnetické vlny s vysokou energií fotonů. Energie vzniká bombardováním terče elektrony v rtg trubici, jež je napájena napětím o velikosti 50 kV a jeho funkcí je urychlovat elektrony od katody k anodě, materiálu terče. Fotony vznikající v rtg trubici nazýváme vlastní rtg záření. To pak přes kolimátor, jehož účelem je zužovat paprsek a tím umožnit přístroji měřit tloušťky a chemické složení v definovaných oblastech materiálu, dopadá na vzorek. Rentgeno fluorescenční záření vzniká, když foton vlastního rtg záření posune elektron v atomu vzorku. Elektron, který opustí atom, vytvoří díru v energetické hladině a ta je zaplněna elektronem z hladiny vyšší. Přbytek energie se uvolní v podobě fotonu a je nazýván rentgeno fluorescenčním zářením. Každý atom produkuje toto záření, jež je příznačné pro energie dané hladinami v atomu. [2]

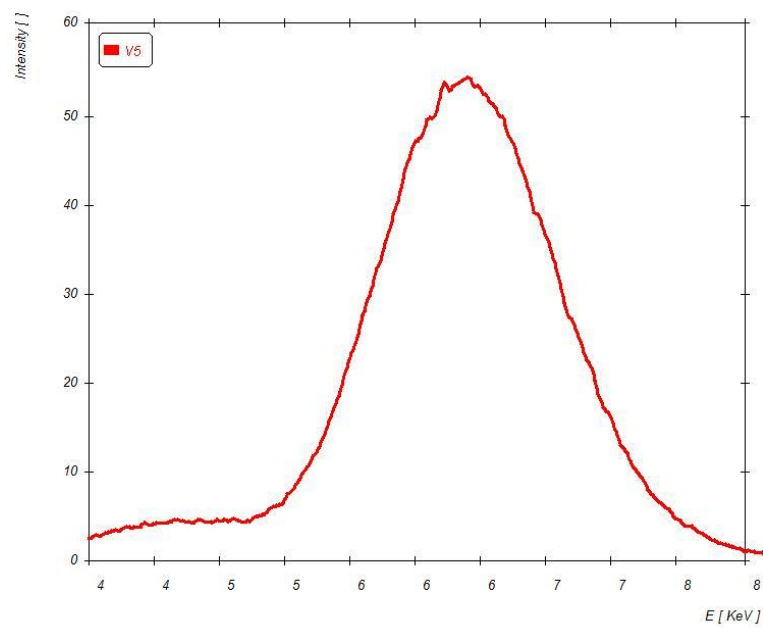
Měření pomocí rtg fluorescenční analýzy:



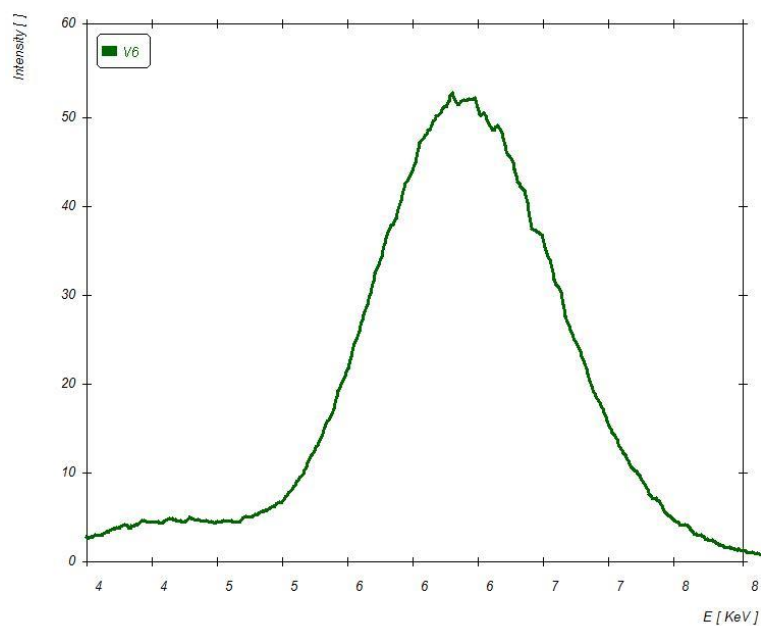
Obr. 39 – Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 1 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



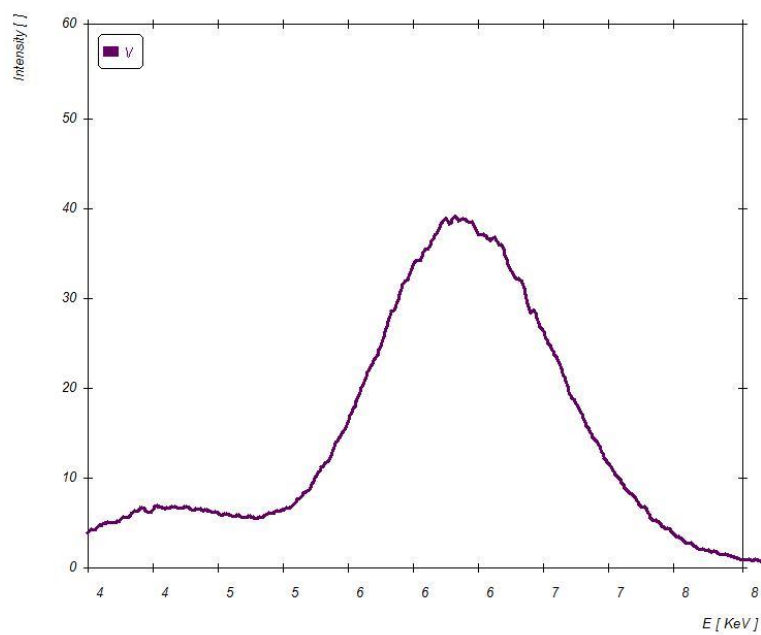
Obr. 40 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 2 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



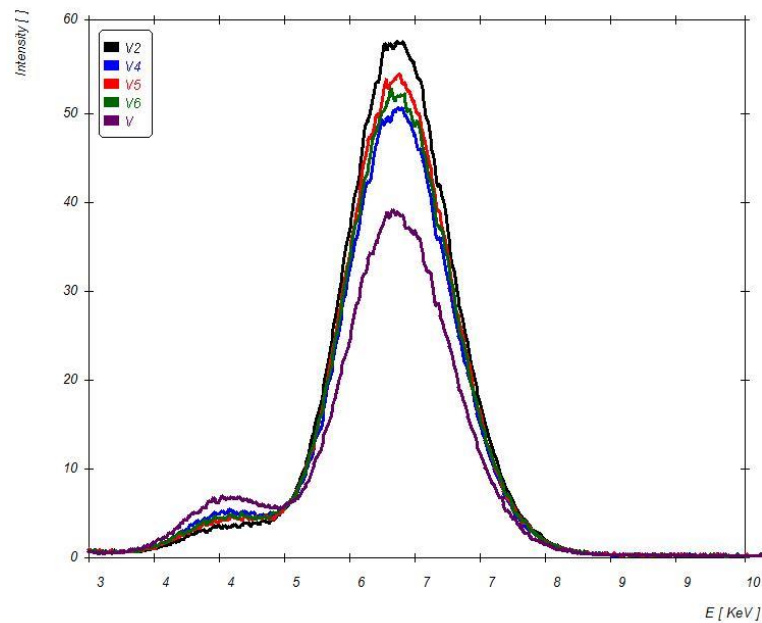
Obr. 41 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 3 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



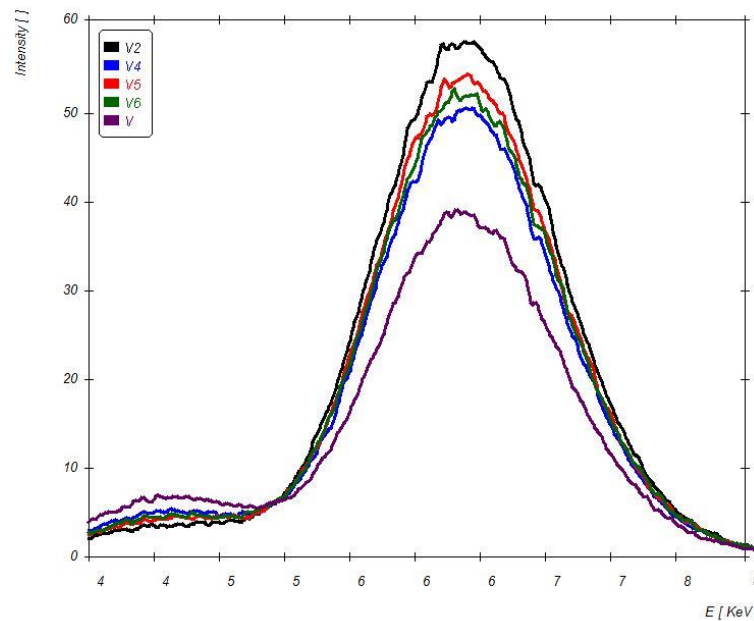
Obr. 42 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 4 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



Obr. 43 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



Obr. 44 - Rentgeno fluorescenční spektra naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy



Obr. 45 - Rentgeno fluorescenční spektra naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy při větším zvětšení pro lepší čitelnost rozdílů mezi jednotlivými vzorky

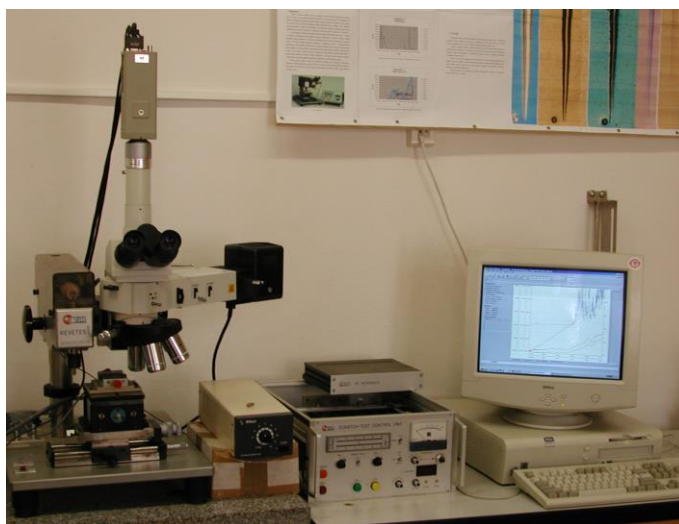
Z naměřených rentgeno fluorescenčních spekter na jednotlivých vzorcích jsou patrné změny, které jsou dány rozdílnou tloušťkou tenkých vrstev. Největší tloušťku má tenká vrstva na únavové tyči.

2. za pomoci kalotestu. Princip této metody byl popsán v kapitole teoretické části. Použita byla kulička o průměru 25 mm. Mikroskopickým rozbořem vzniklé kaloty bylo možno rozlišit vrstvu od substrátu. S pomocí programu Kalotest v prostředí softwaru Image byly stanoveny potřebné rozměry pro výpočet tloušťky posuzované vrstvy, která z nich byla následně tímto programem spočítána. Hodnoty naměřených tloušťek jsou uvedeny v tabulce. [2]

5.3 Vrypová zkouška

Zkouška adhezivně-kohezivního chování byla provedena na scratch testeru CSEM REVETEST (Obr. 46), který umožňuje:

- hodnocení adheze tenkých vrstev klasickým hodnocením kritické normálové síly z obrazových informací, signálů akustické emise a koeficientu tření.
- hodnocení adhezivně-kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát, hodnocením průběhu normálové a tečné síly, signálu akustické emise a koeficientu tření v průběhu celé vrypové zkoušky při proměnné normálové síle,
- dokumentování morfologie vrypů s pomocí světelným mikroskopem NIKON Optiphot 100S s polarizovaným světlem a Nomarského diferenciálním kontrastem s maximálním zvětšením až 1000x,
- hodnocení opotřebení systémů tenká vrstva – substrát pomocí proměnné normálové síly cyklickými přejezdy diamantovým hrotem po povrchu s postupným mapováním obrázků vytvořených vrypů získaných ze světelného mikroskopu,
- přiblížení praktickým podmínkám provádět experimenty opotřebení s indentory různé geometrie (Rockwell, Vickers). [2]



Obr. 46 - Scratch tester CSEM REVETEST

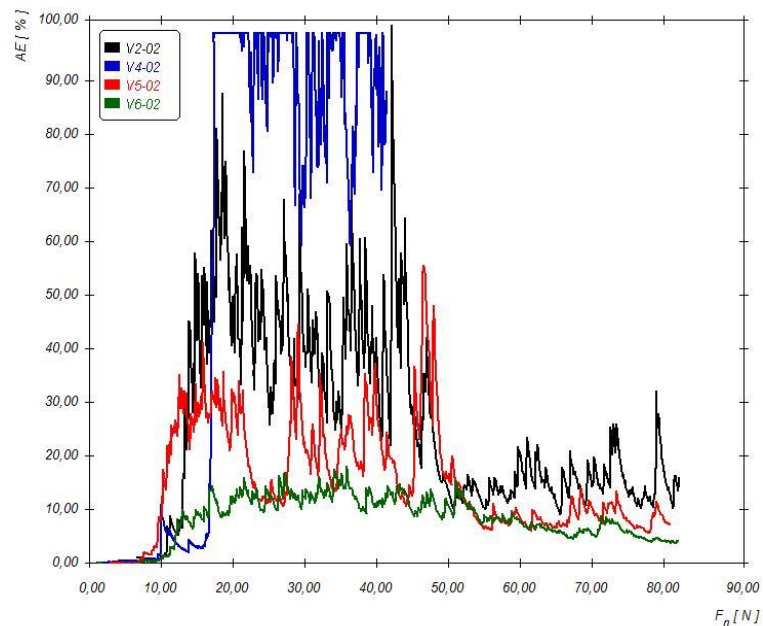
Vrypová zkouška pomocí scratch testeru je významná pro hodnocení adhezivně-kohezivního chování systému tenká vrstva – substrát. Pro vlastní hodnocení vrypu ze scratch testeru je důležitý nejen průběh vrypové zkoušky, ale i samotný vytvořený vryp. Zatím co z průběhu vrypové zkoušky získáme informace o normálové síle, tečné síle, koeficientu tření

a akustické emise, z vytvořeného vrypu dostaneme informace o četnosti, místě a velikosti porušení, šířce vrypu atd.

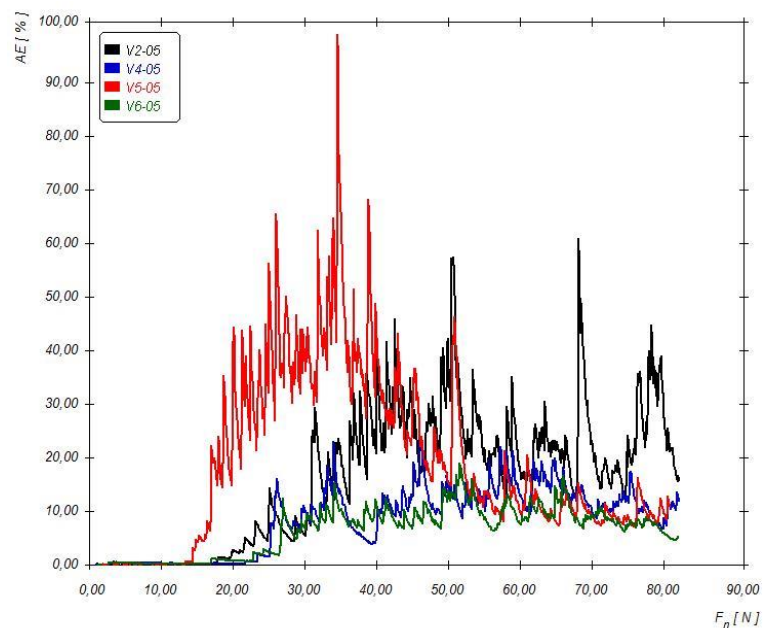
5.3.1 Vytvoření vrypů a vtisků

Prvním krokem bylo provedení samotné vrypové zkoušky. Při vrypové zkoušce se vzorek upevní na posuvný stolek, který pojíždí pod diamantovým hrotem (Rockwelova typu tedy diamantový kužel) konstantní rychlostí 10 mm/min, který je upnut v držáku spolu se snímačem akustické emise. Při testu byly použity tři různé poloměry zakřivení špičky indentoru (0,2;0,5;0,8 μm) tím se dosáhlo různého druhu zatěžování z pohledu deformace a tření. Síla působící na diamantový hrot postupně narůstá konstantní rychlostí 100 N/min od minimální síly až k maximální přednastavené hodnotě. Při vytváření vrypu se zobrazuje okamžitá hodnota normálové a tečné síly, snímá se signál akustické emise od držáku diamantového hrotu a zaznamenává se hodnota koeficientu tření.

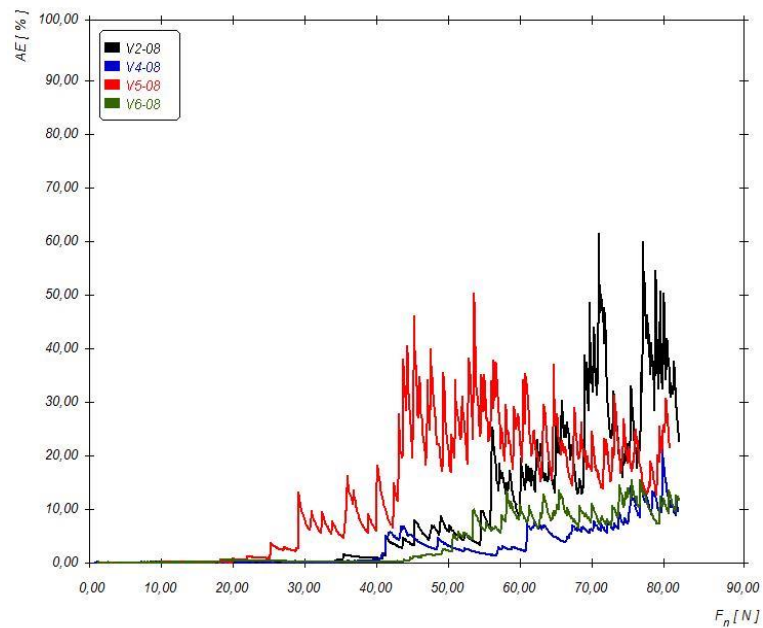
Na všech systémech tenká vrstva – substrát byl proveden vryp diamantovým hrotem při proměnné síle hodnoty od 0 N do 80 N a s konstantní rychlostí nárůstu její hodnoty. V průběhu vrypové zkoušky byl současně pořizován záznam signálu akustické. Vrypy byly vytvořeny na vzorcích s vrstvou i bez vrstvy.

Naměřené průběhy závislosti akustické emise na působící normálové síle:

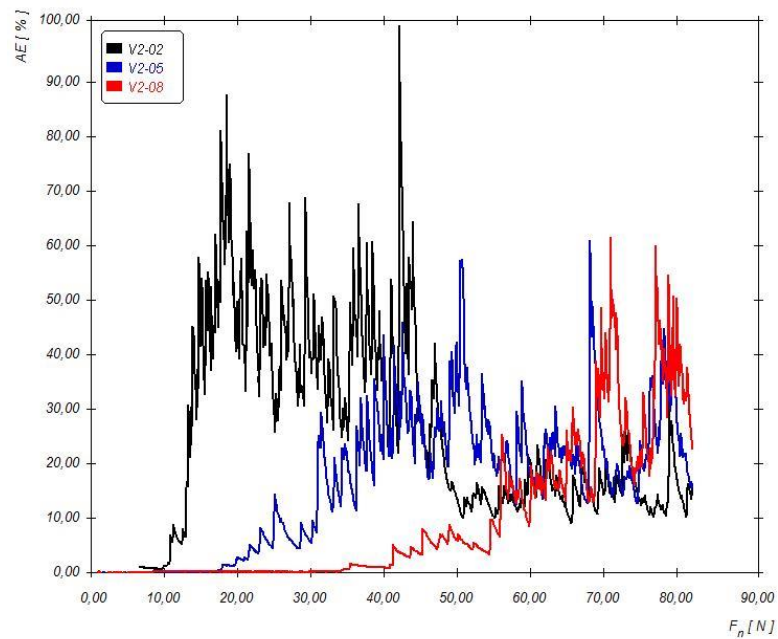
Obr. 47 – Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.2 mm



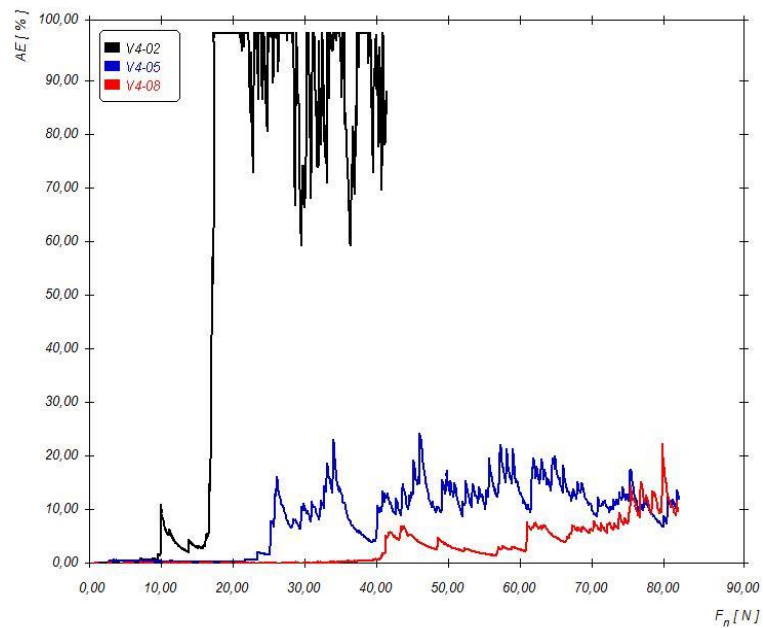
Obr. 48 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.5 mm



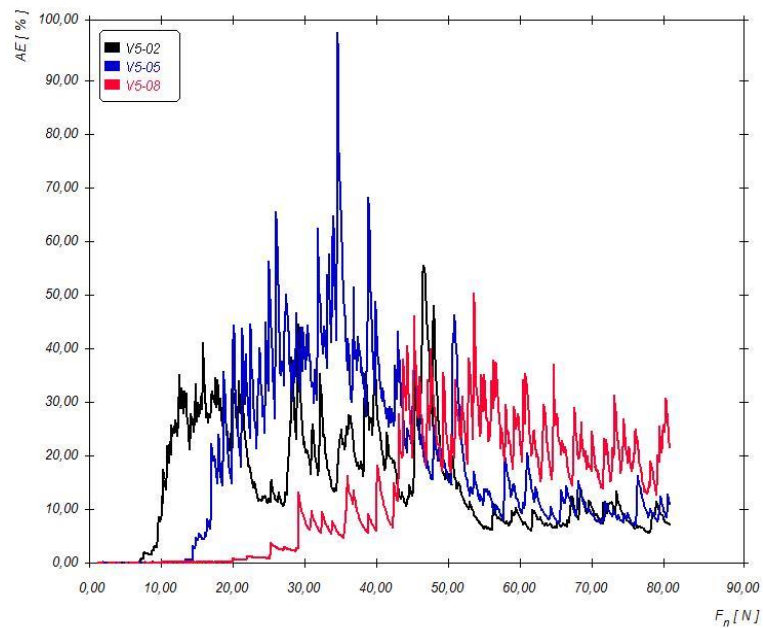
Obr. 49 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.8 mm



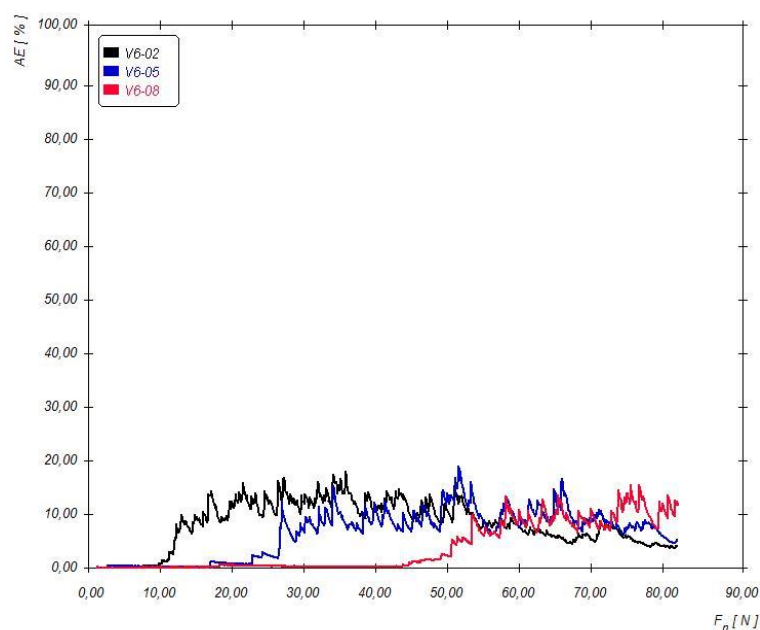
Obr. 50 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 1 při měření indenty různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm



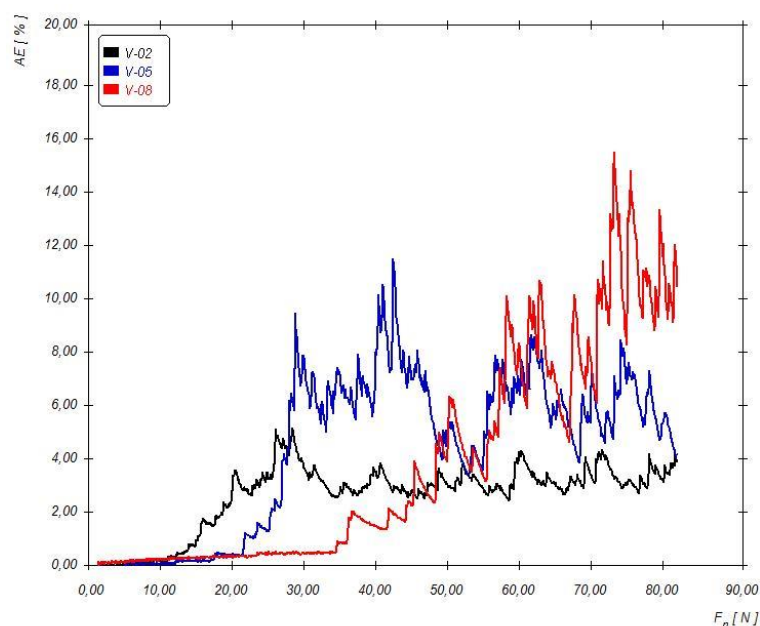
Obr. 51 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 2 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm



Obr. 52 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 3 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm



Obr. 53 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 4 při měření indenty různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm



Obr. 54 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku únavové tyče při měření indenty 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm

Na základě průběhu signálu akustické emise (Obr. 49) lze poukázat na změny porušování jednotlivých systémů tenká vrstva – základní materiál. Jsou zjevné výrazné změny, což ukazuje na vliv depozičních parametrů a tloušťky tenkých vrstev na celkové vlastnosti a chování. Je vidět, že při změně geometrie indenty dochází k rozdílnému způsobu namáhání a rozdílnému způsobu opotřebení povrchu. V případě menšího poloměru zakřivení je v povrchu vyvoláno větší pnutí vnikáním indenty do větší hloubky a je vyvolána výraznější plastická deformace. V případě indenty s větším poloměrem zakřivení

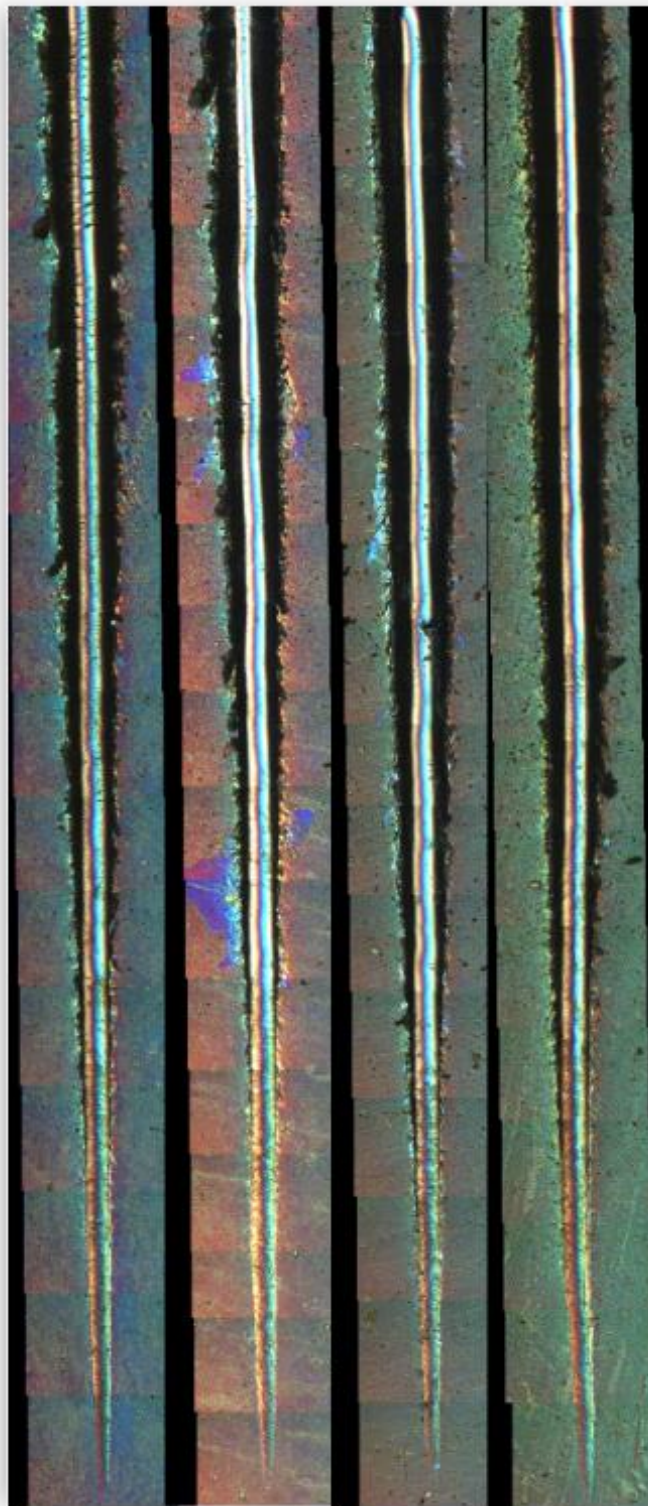
je patrné, že více dochází k opotřebení tření a jsou lépe patrné rozdíly v případě podobných systémů s menší odolností. Lépe se zvýrazní rozdíly mezi jednotlivými systémy.

5.4 Hodnocení vrypů

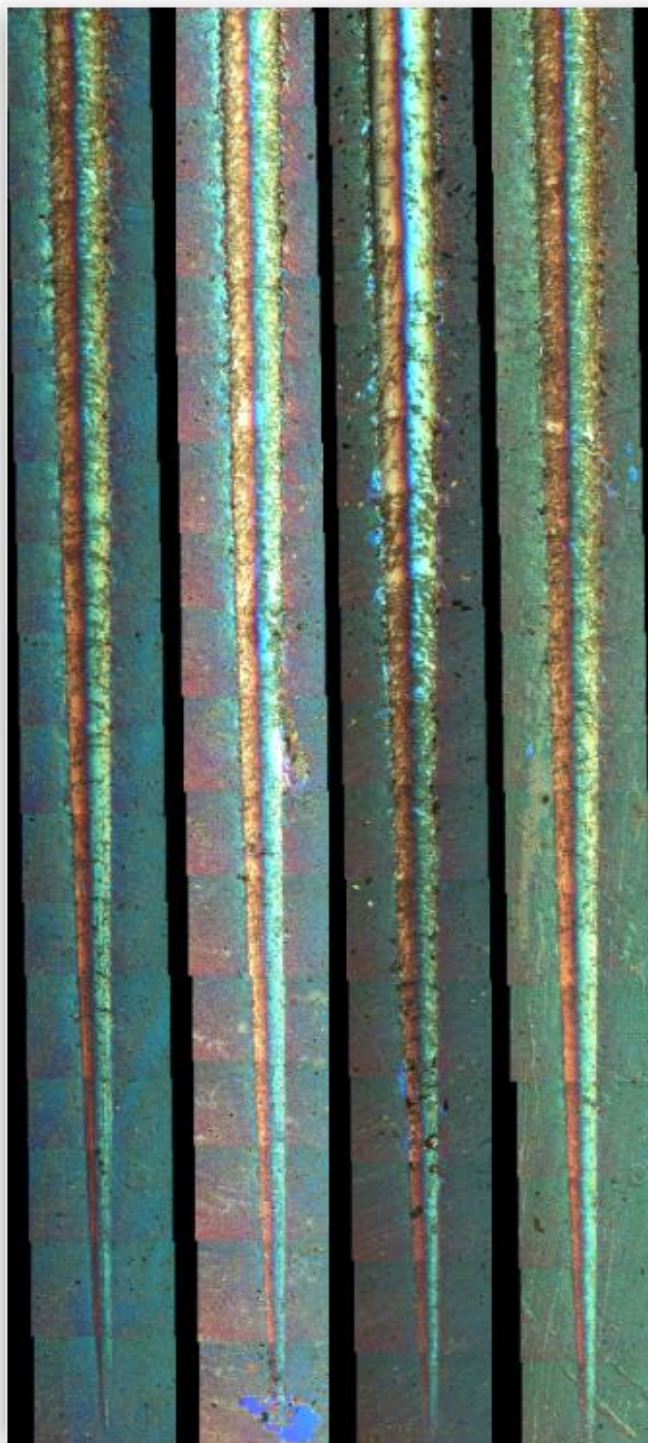
Pro souhrnné hodnocení vytvořených vrypů je velice důležité hodnocení morfologie vrypu v korelaci se záznamy akustické emise a koeficientu tření. Souhrnné hodnocení obrazových dat umožňuje materiálografický mikroskop Nikon Eclipse L150. K tomuto světelnému mikroskopu je zapojen systém obrazové analýzy. Zvolené uspořádání umožňuje digitalizovat obrazové informace do počítače přes kameru Sony DXC – 151 AP RGB a frame grabber kartu Matrix Vision Pcimage – SRGB. Další součástí celého systému je software, který tvoří program Image Pro-Plus a program vytvořený pro snímání obrazových informací do počítače, s jehož pomocí byly jednotlivé za sebou jdoucí obrázky vrypu snímány do počítače a přes program Glue v prostředí softwaru Matlab pospojovány v ucelený obraz morfologie vrypu. Vrypy byly zdokumentovány světelným mikroskopem s pomocí tmavého pole a světlého pole se zvýrazněním porušení pomocí Nomarského DIC při zvětšení 200x.

Vrypy vytvořené na vzorcích bez vrstvy srovnáváme se vzorky, které prošly depozičním zařízením, kde došlo ke vzniku systému tenká vrstva substrát. Stejným způsobem srovnáme také vytvořené vtisky. Na každém vytvořeném vrypu a vtisku byly vybrány významné adhezivně-kohezivní poruchy. Detaily jednotlivých poruch byly mikroskopickými metodami pomocí polarizace a Nomarského diferenciálního kontrastu morfologicky zvýrazněny a vyfotografovány při zvětšení 100x a 200x. Jednotlivé zdokumentované detaily byly dále zpracovány pomocí programu IpDeluxe a Image Pro-Plus.

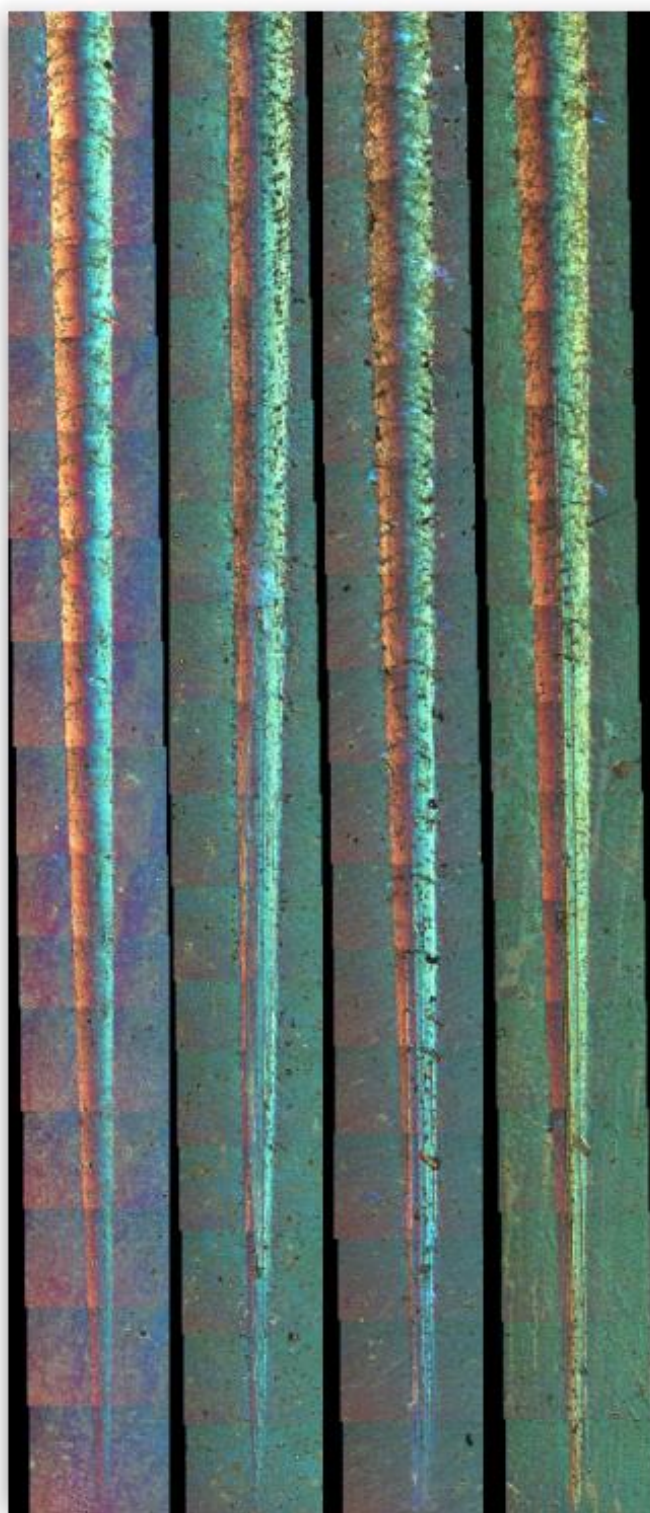
Po provedení vrypové indentace byla morfologie porušení dokumentována přes materiálografický mikroskop, kameru napojenou k mikroskopu se signálem vedeným přes frame grabberovou kartu přes systém obrazové analýzy do počítače. V počítači byly následně jednotlivé snímky morfologie vrypu softwarově pospojovány v ucelený obraz pro lepší hodnocení vzniku a vývoje porušení a porovnání porušení na jednotlivých vzorcích mezi sebou a změny porušení s využitím různých indenterů na jednom vzorku též. Níže jsou vyobrazeny soulepy morfologií porušení uvnitř a v okolí vrypů.



Obr. 55 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1,2,3 a 4

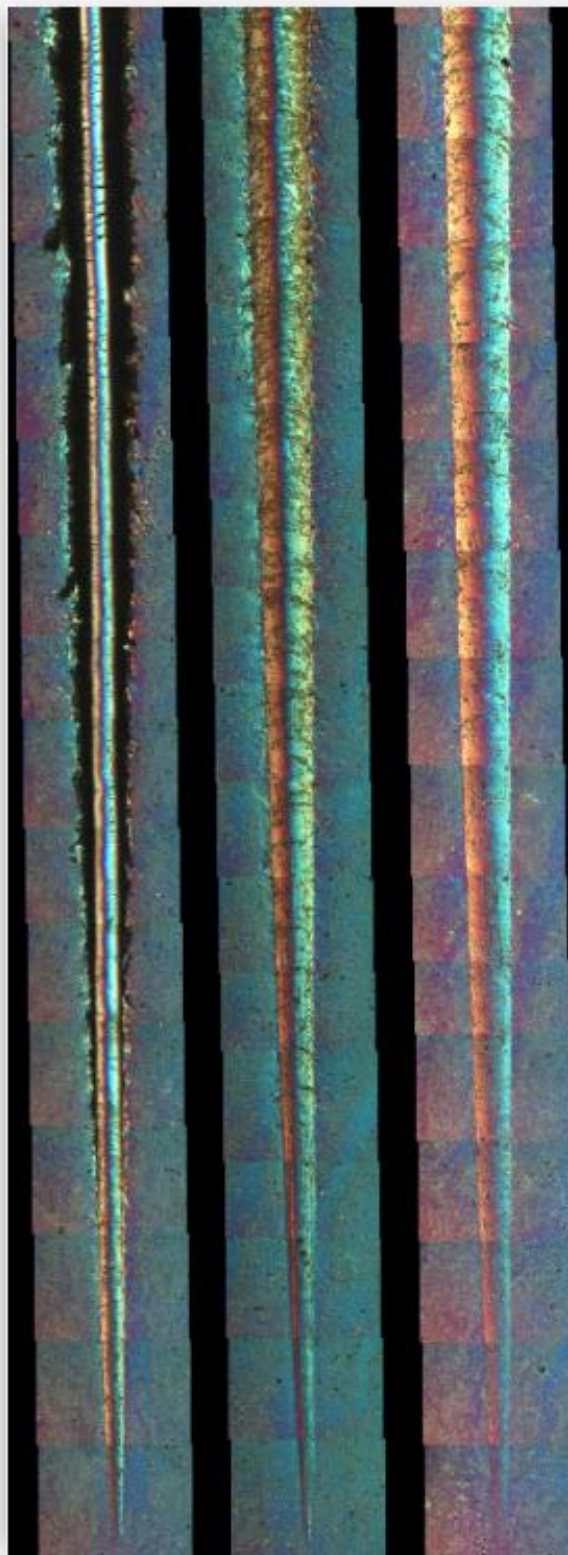


Obr. 56 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1,2,3, a 4

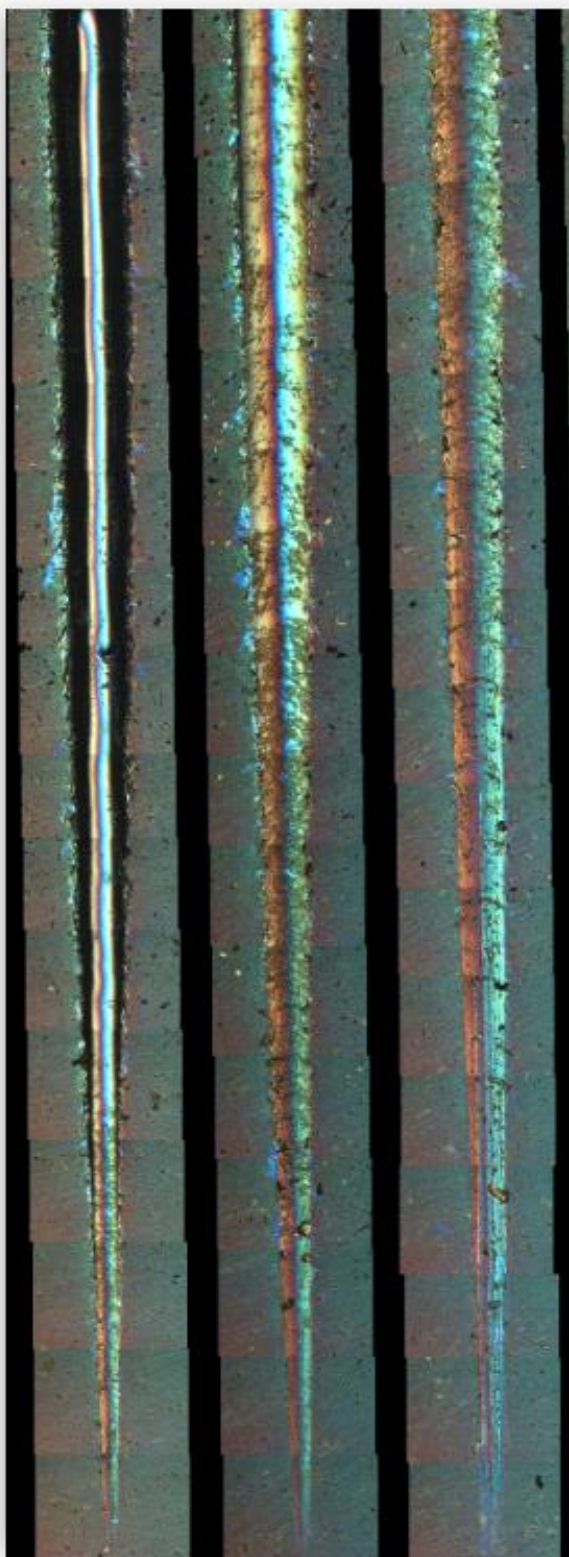


Obr. 57 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1,2,3, a 4

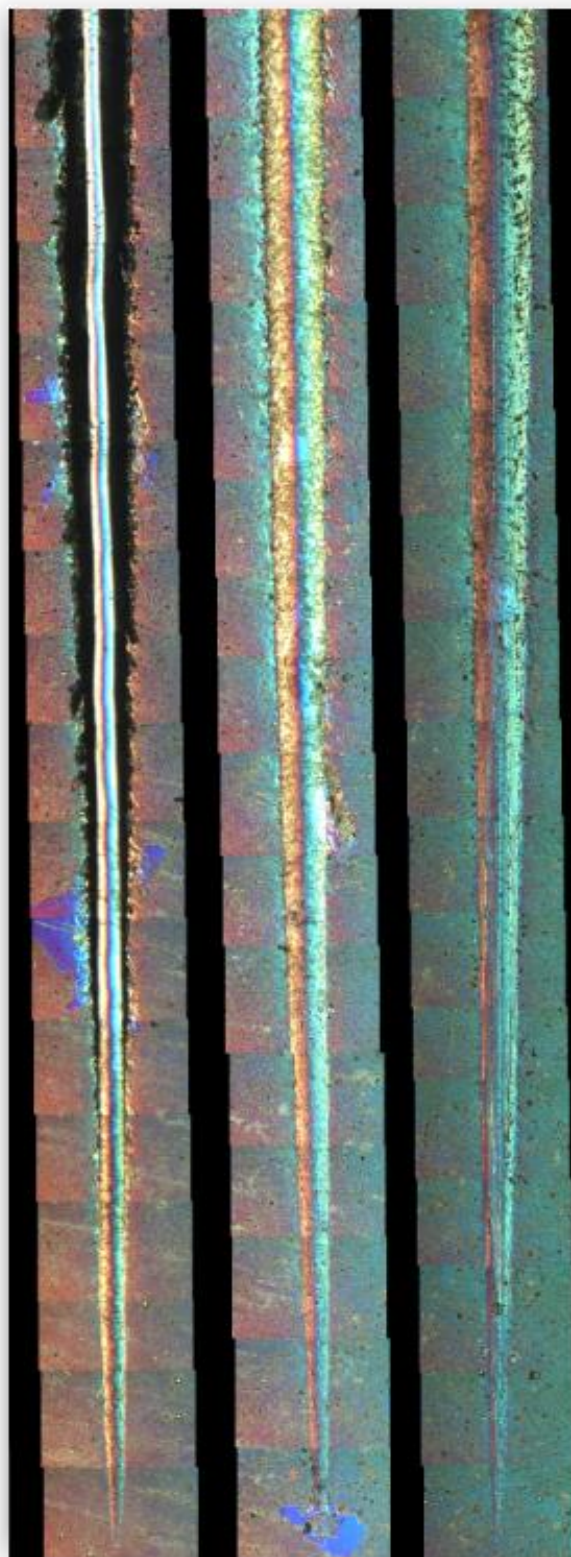
Na základě výše uvedených výsledků *Obr. 55*, *Obr. 56* a *Obr. 57* lze provést porovnání v rozdílech porušování povrchů systémů tenká vrstva – základní materiál připravených nastavením různých technologických parametrů při deposičním procesu. Z celkového průběhu vzniku a vývoje porušení budou diskutovány rozdíly mezi jednotlivými systémy, a to jak z pohledu odolnosti vůči třecímu namáhání, což je lépe patrné při použití indentorů s větším poloměrem zakřivení špičky indentoru. Z tohoto důvodu byly též použity, případně jsou lépe pozorovatelné rozdíly v odolnosti při vrypové indentaci mezi vzorky, které se chovají podobně a je potřeba zvýraznit rozdíly pro úvahy při další optimalizaci vytvářených systémů tenká vrstva – substrát. Indentor s menším poloměrem zakřivení vyvolává v povrchových vrstvách výraznější deformační namáhání a vnáší do povrchu větší pnutí, které následně způsobí adhezivní nebo kohezivní porušení.



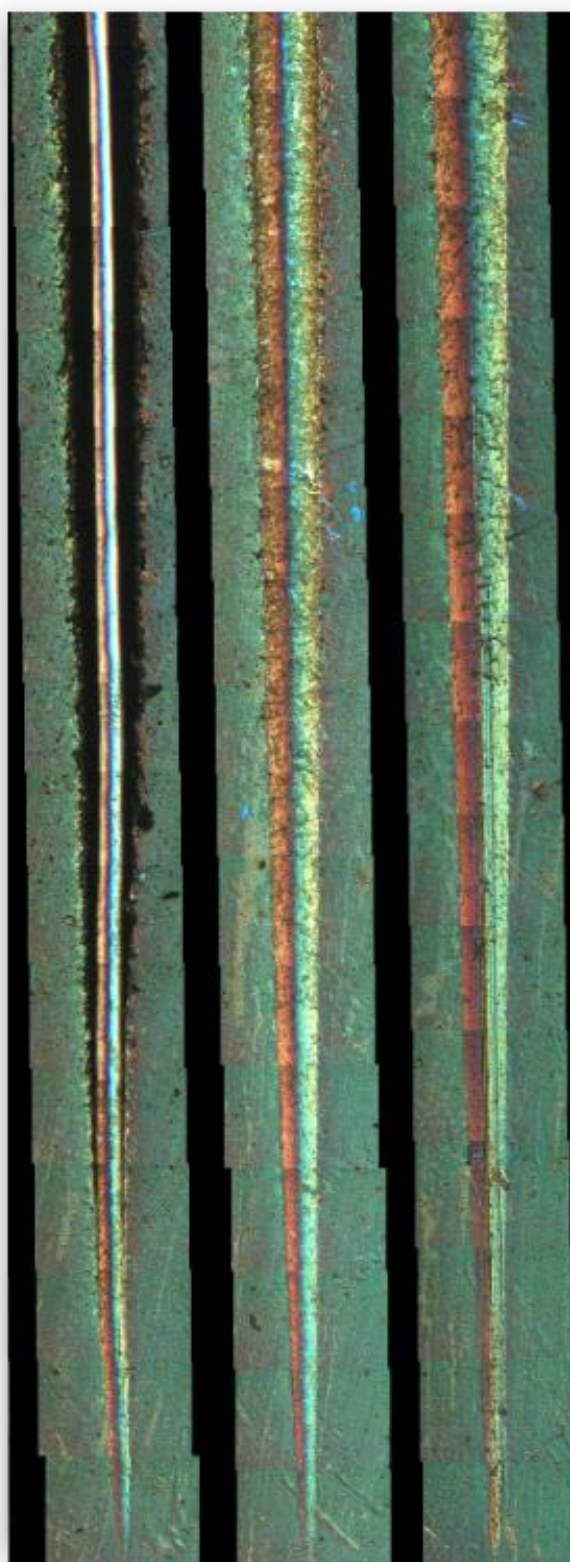
Obr. 58 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 1



Obr. 59 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 2



Obr. 60 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 3



Obr. 61 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 4

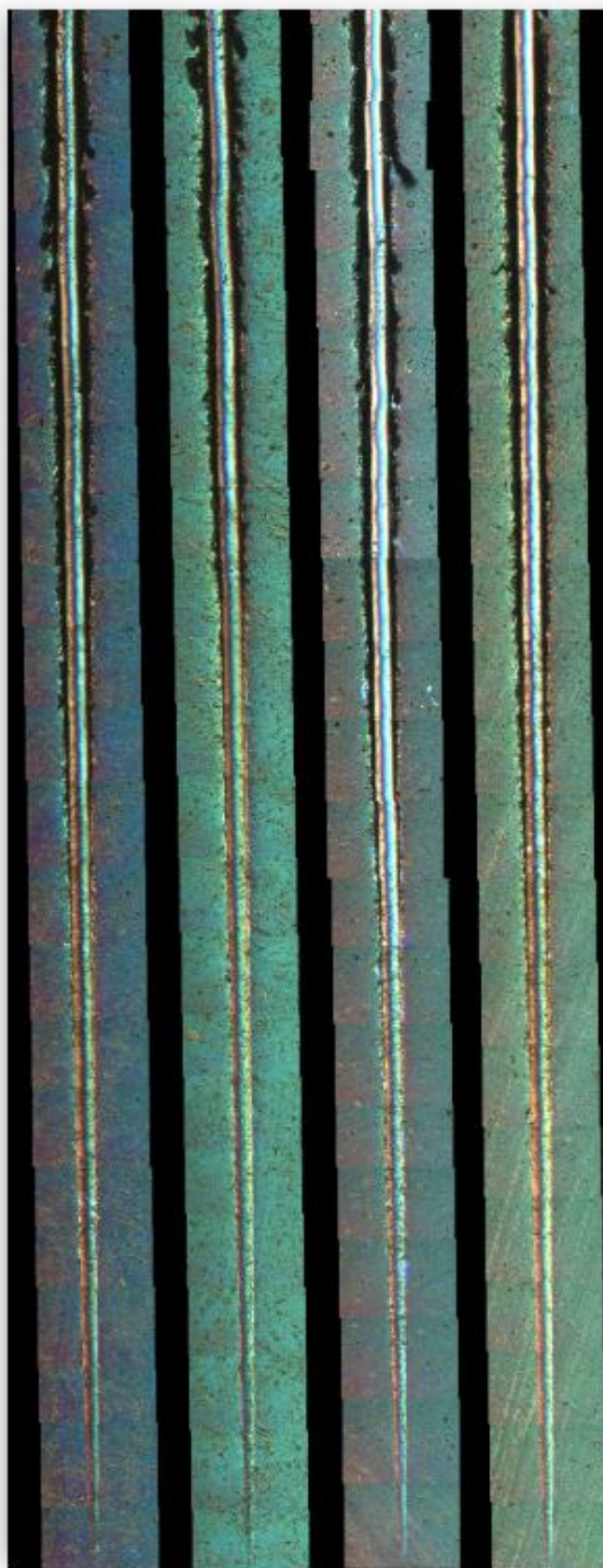
Z měření různými indentory z pohledu geometrie je patrné, jak se postupně mění způsob namáhání povrchových vrstev. Můžeme nejdříve lépe usuzovat na odolnost proti

vnesené deformaci a vlivem deformace substrátu následné praskání tenké vrstvy a při změně geometrie je více patrné porušování na dně vrypu způsobené více třecím namáháním.

Porovnání jednotlivých systémů bude provedeno až po komplexním zhodnocení a porovnání veškerých naměřených výsledků.

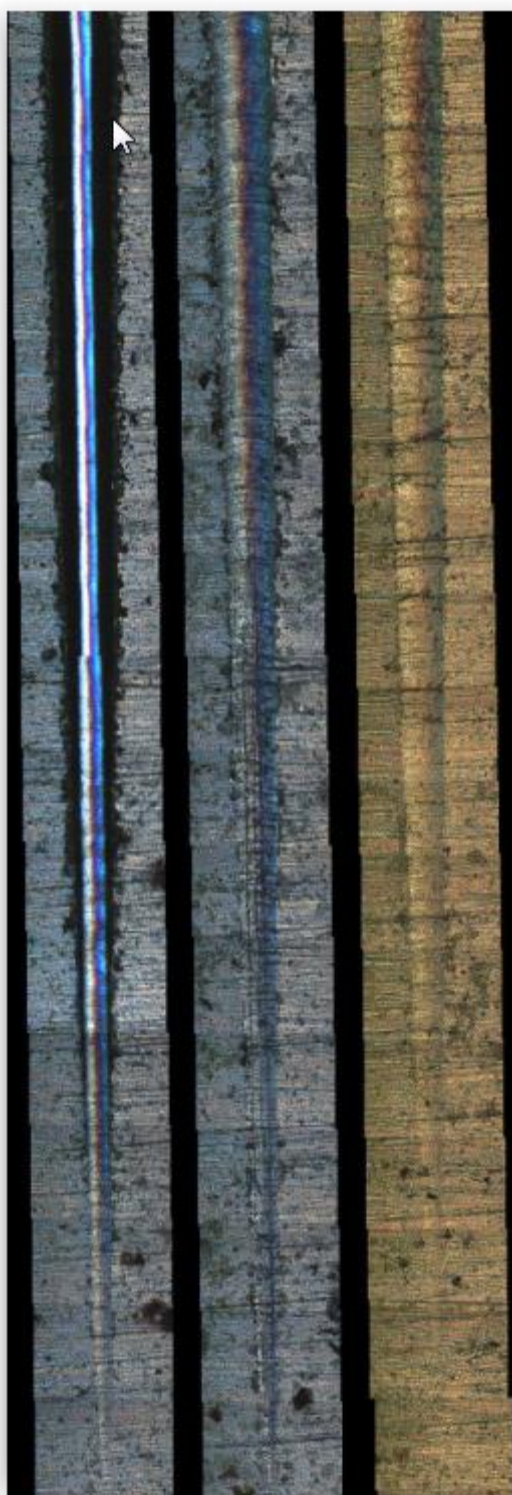
Pro zpřesnění měření se použili jiné parametry. Zvýšila se rychlost posuvu na 20mm/min a snížilo se působení síly od 0 N do 40 N. Tím se dosáhlo rozložení působení síly po větší ploše a zpřesnění výsledků adhezivně-kohezních vlastností *Obr. 62*.

Pro zpřesnění měření v případě použití indentoru 0.2 mm se použila jiná rychlost pohybu stolku se vzorkem pod indentorem, což pomohlo k roztažení rozložení nárůstu normálové síly přes větší délku vrypu a lze lépe hodnotit zejména počátky vzniku porušení.

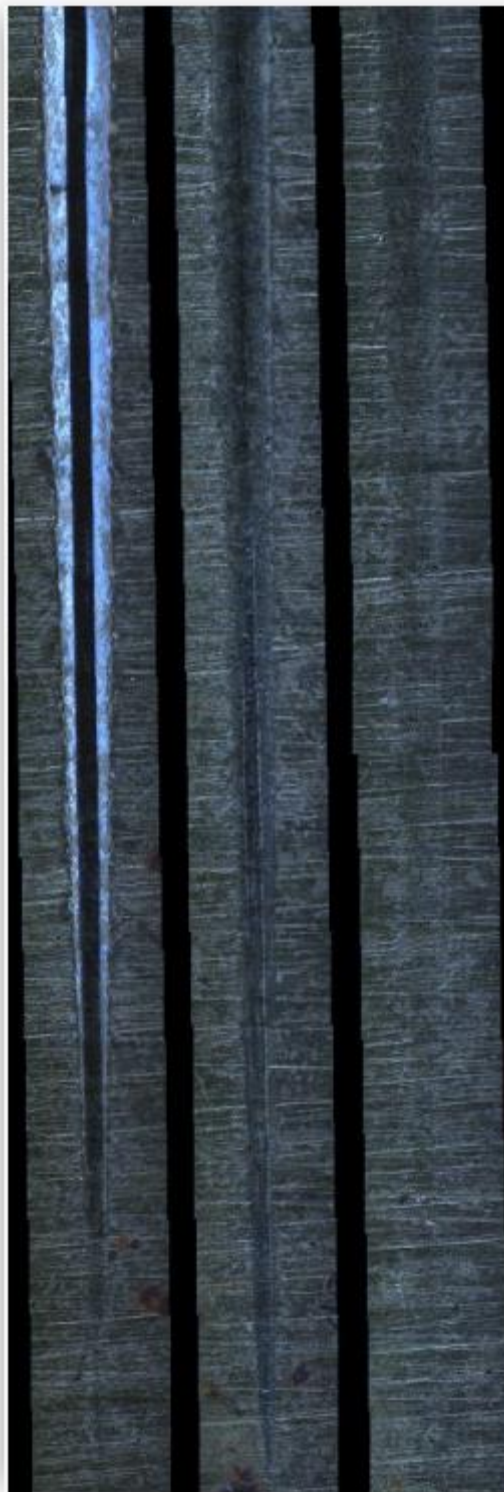


Obr. 62 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorkách 1,2,3, 4 s maximální normálovou silou 40N a vyšší rychlostí posuvu vzorku pod indentorem a to 20mm/min

Dále byla provedena vrypová indentace na vzorku únavové tyče s tenkou vrstvou za stejných podmínek jako na výše uvedených vzorkách. Byla zdokumentována morfologie porušení uvnitř i v okolí vrypu a to jak ve světlém poli tak ve tmavém poli (*Obr. 63* a *Obr. 64*). Též byl proveden záznam závislosti akustické emise na působící normálové síle (*Obr. 65*). Z výsledků je patrna vyšší odolnost systému tenká vrstva - substrát na únavové tyči než na výše uvedených plochých vzorkách.



Obr. 63 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku únavové tyče

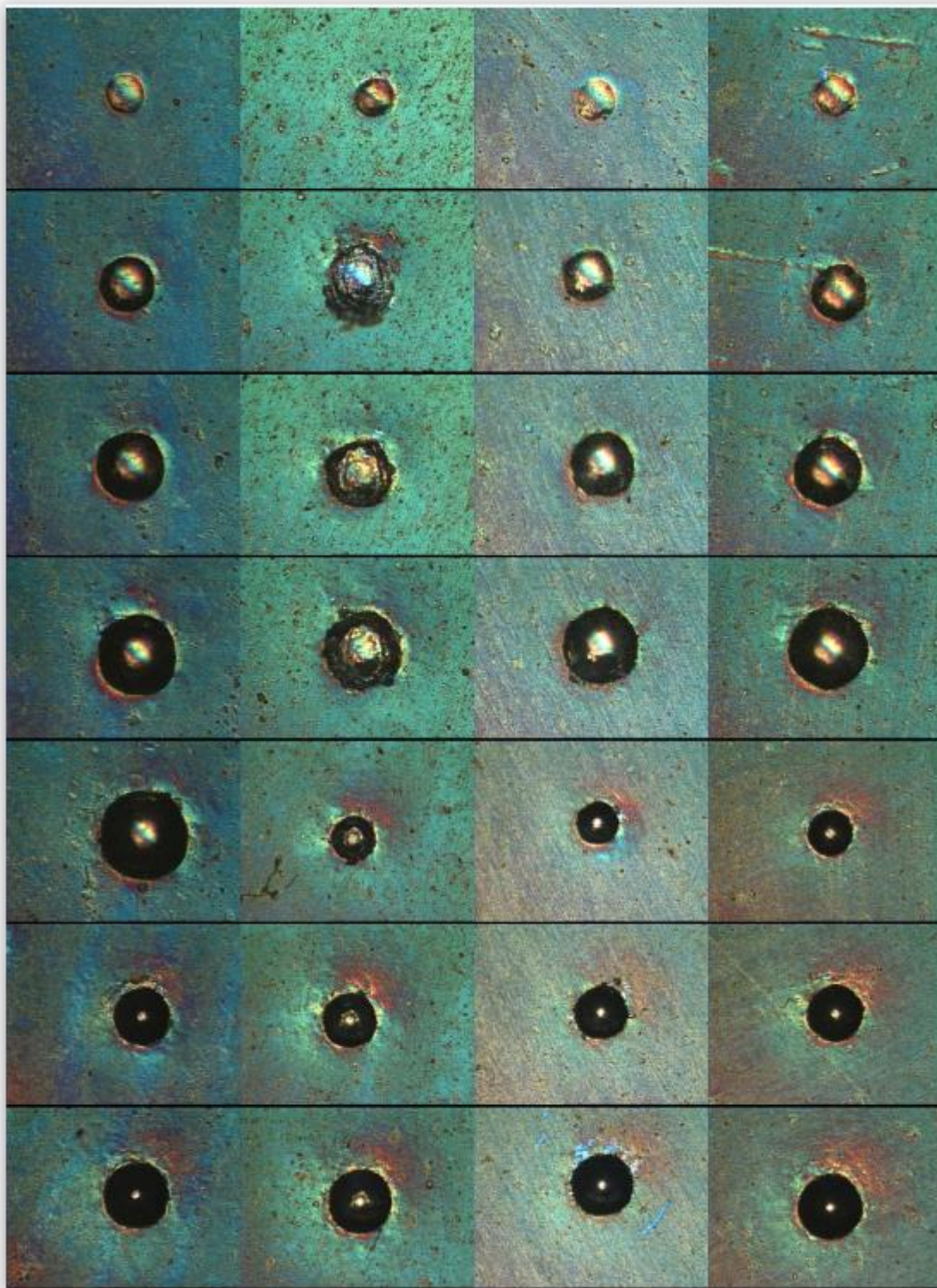


Obr. 64 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku únavové tyče – tmavé pole

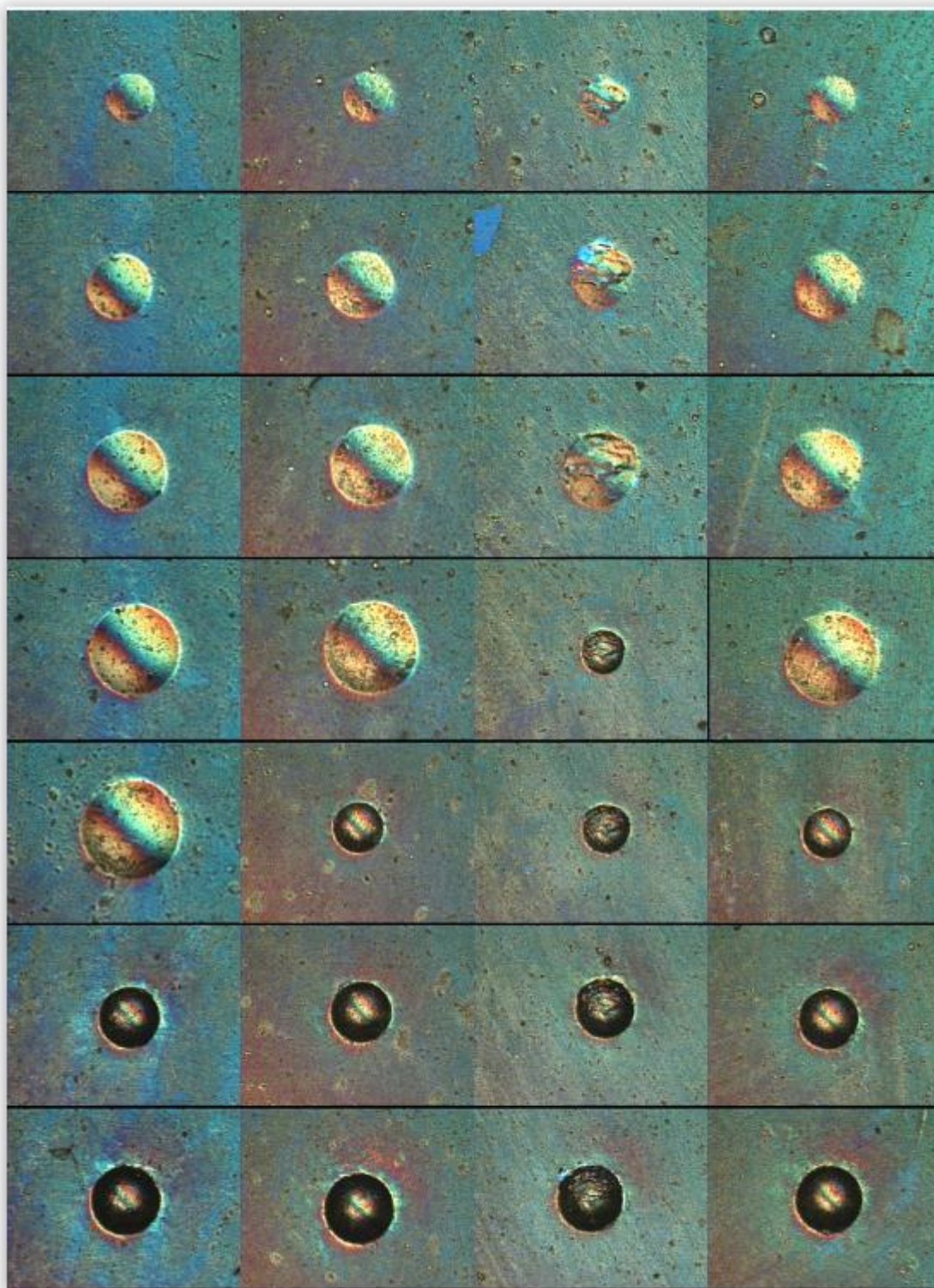
Dalším krokem testování bylo vytvoření vtisků v systému tenká vrstva-substrát. Vytváření vtisků je podobné jako u vrypů s tím rozdílem, že rychlost posuvu je nulová.

Na každém vzorku se vytvořilo celkem 7 vtisků pomocí tří diamantových hrotů typu Rockwell, které mají tvar kužele s vrcholovým úhlem 120° a různými poloměry zaoblení špičky (0.2;0.5;0.8). Dále byl použit jeden diamantový hrot typu Vickers, který má tvar pravidelného leštěného čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° s normálovou zátěžnou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N. Tím jsme měnili míru vneseného napětí do povrchu. Vtisky jsme vytvořili na vzorcích bez vrstvy a poté na vzorcích s vrstvou.

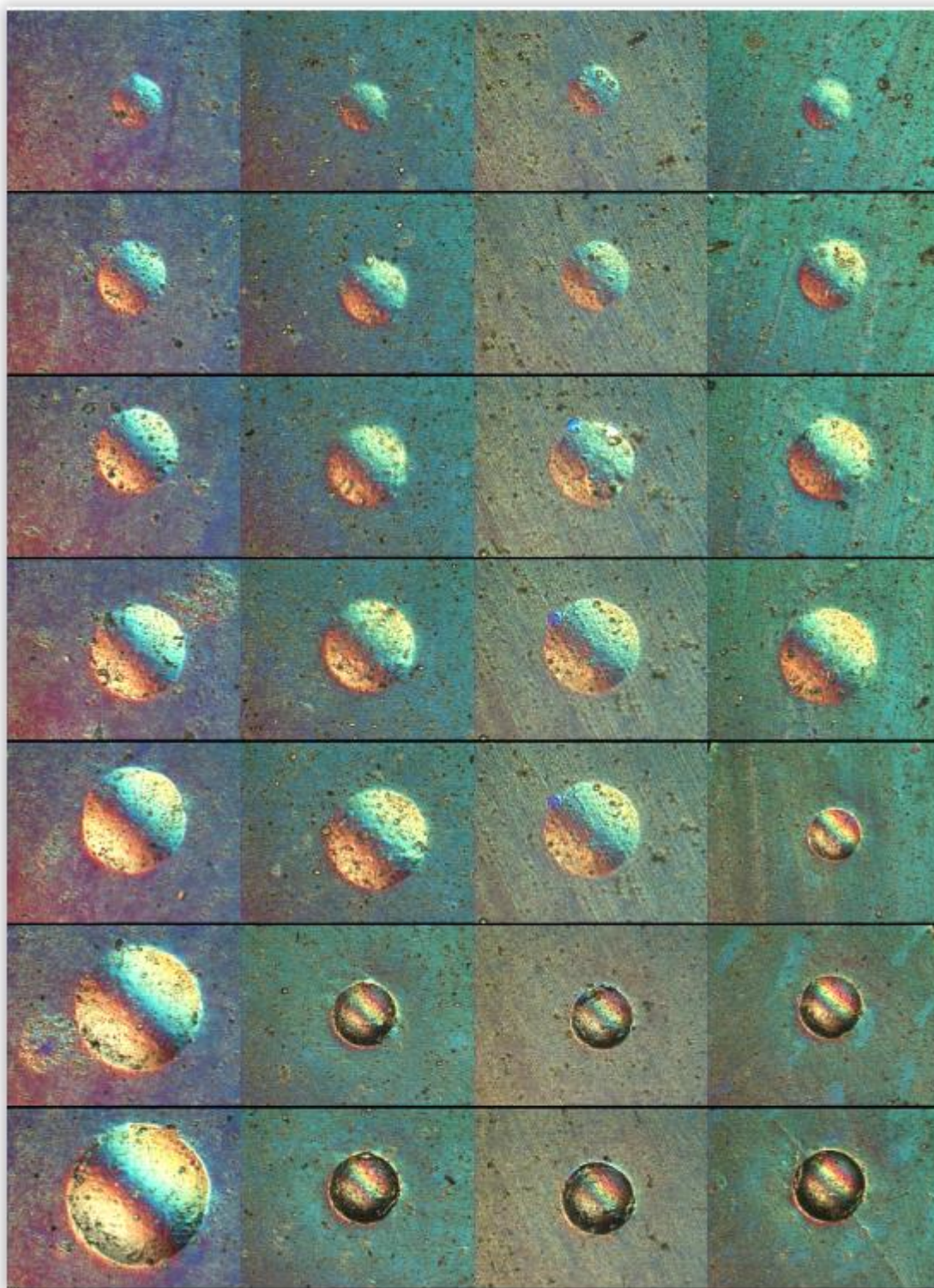
5.5 Hodnocení vtisků



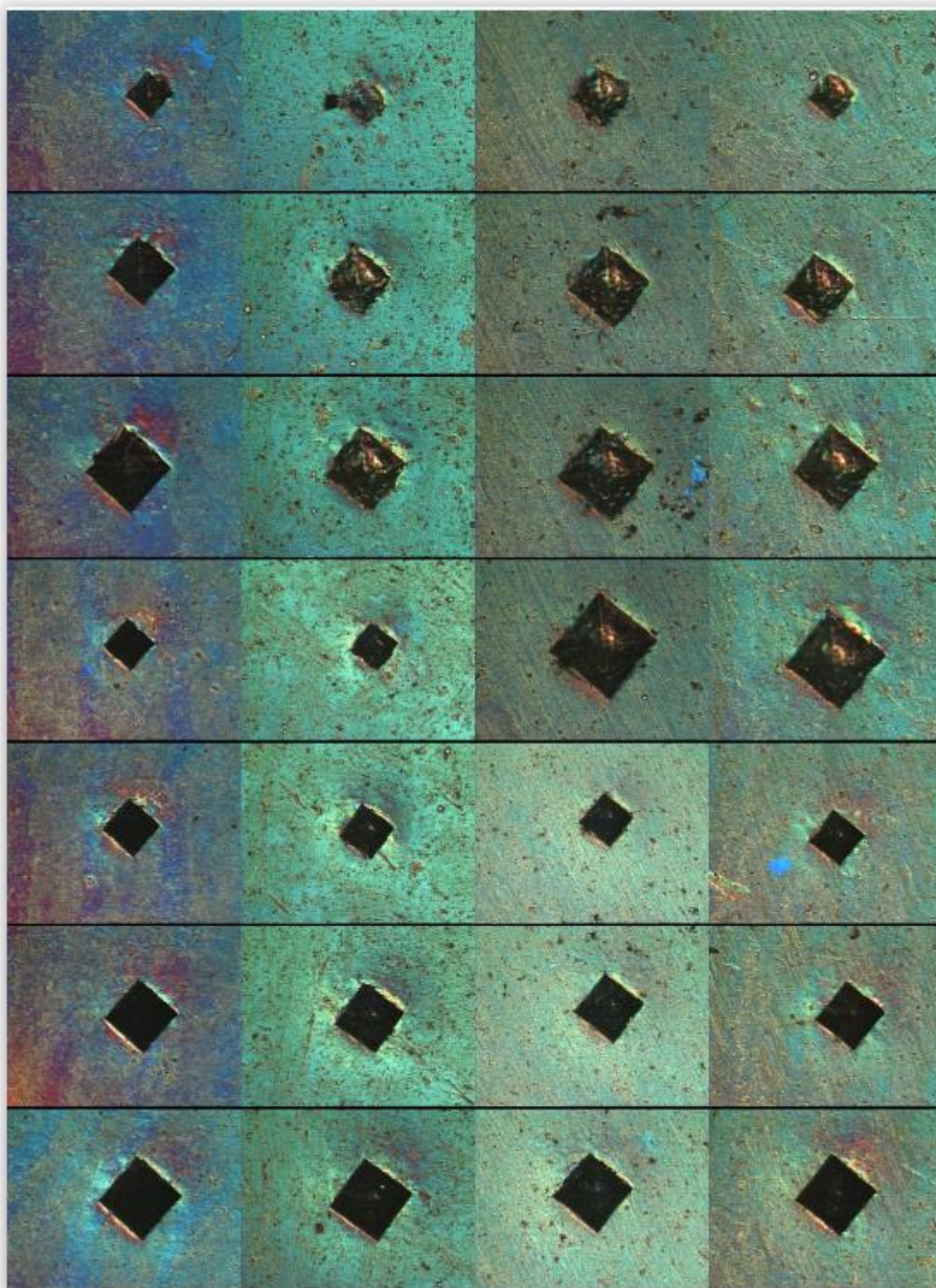
Obr. 65 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



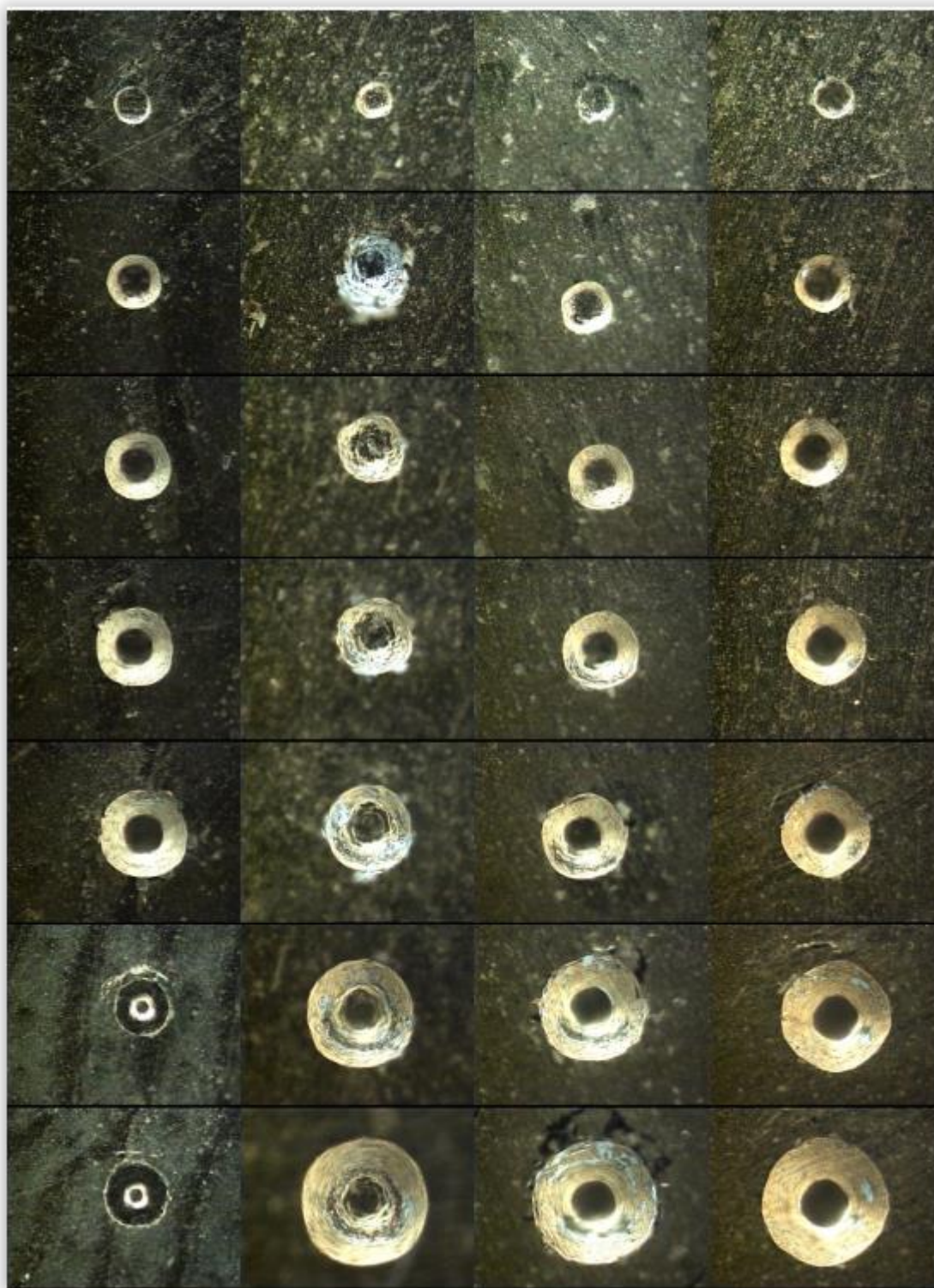
Obr. 66 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



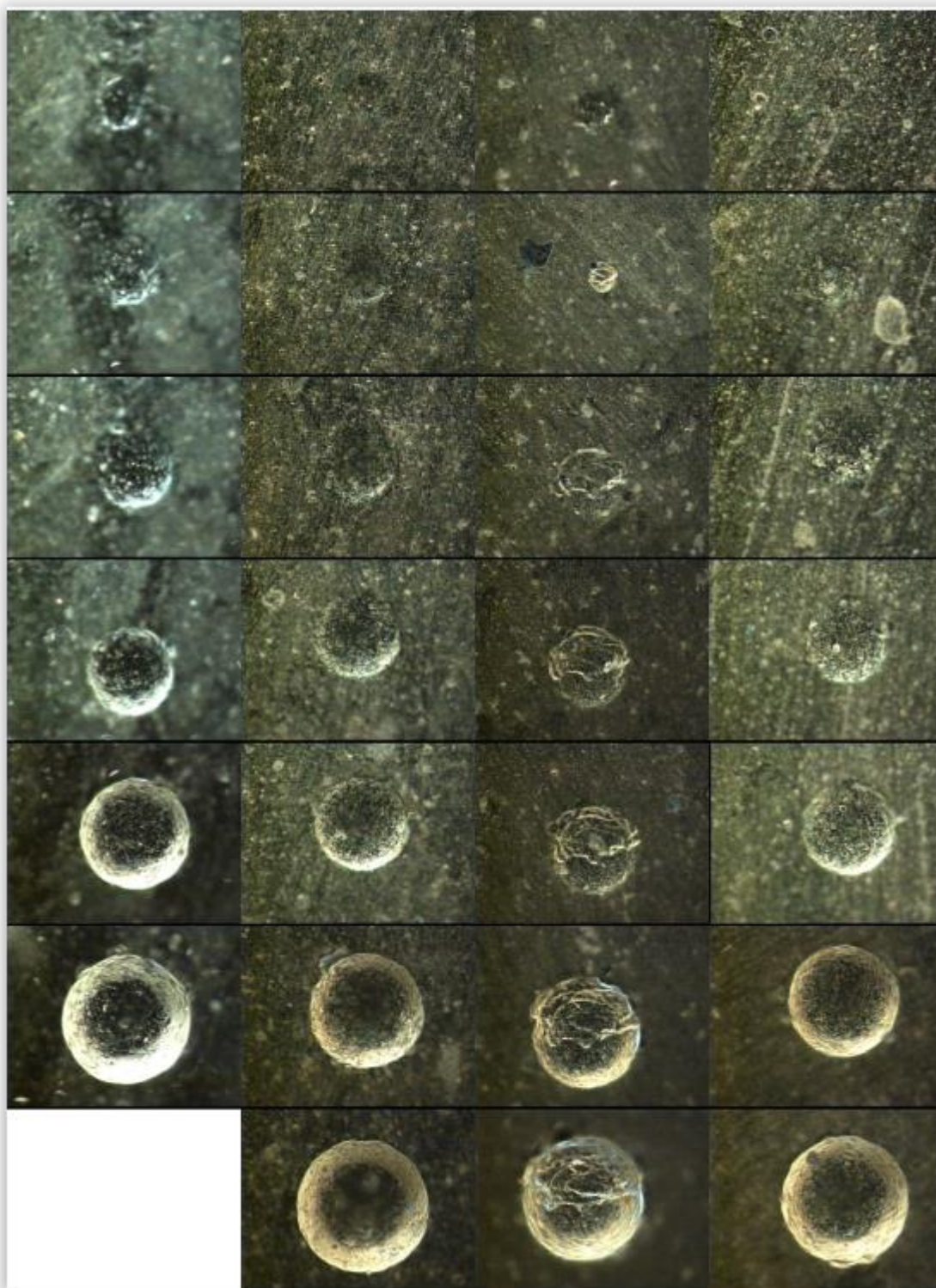
Obr. 67 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



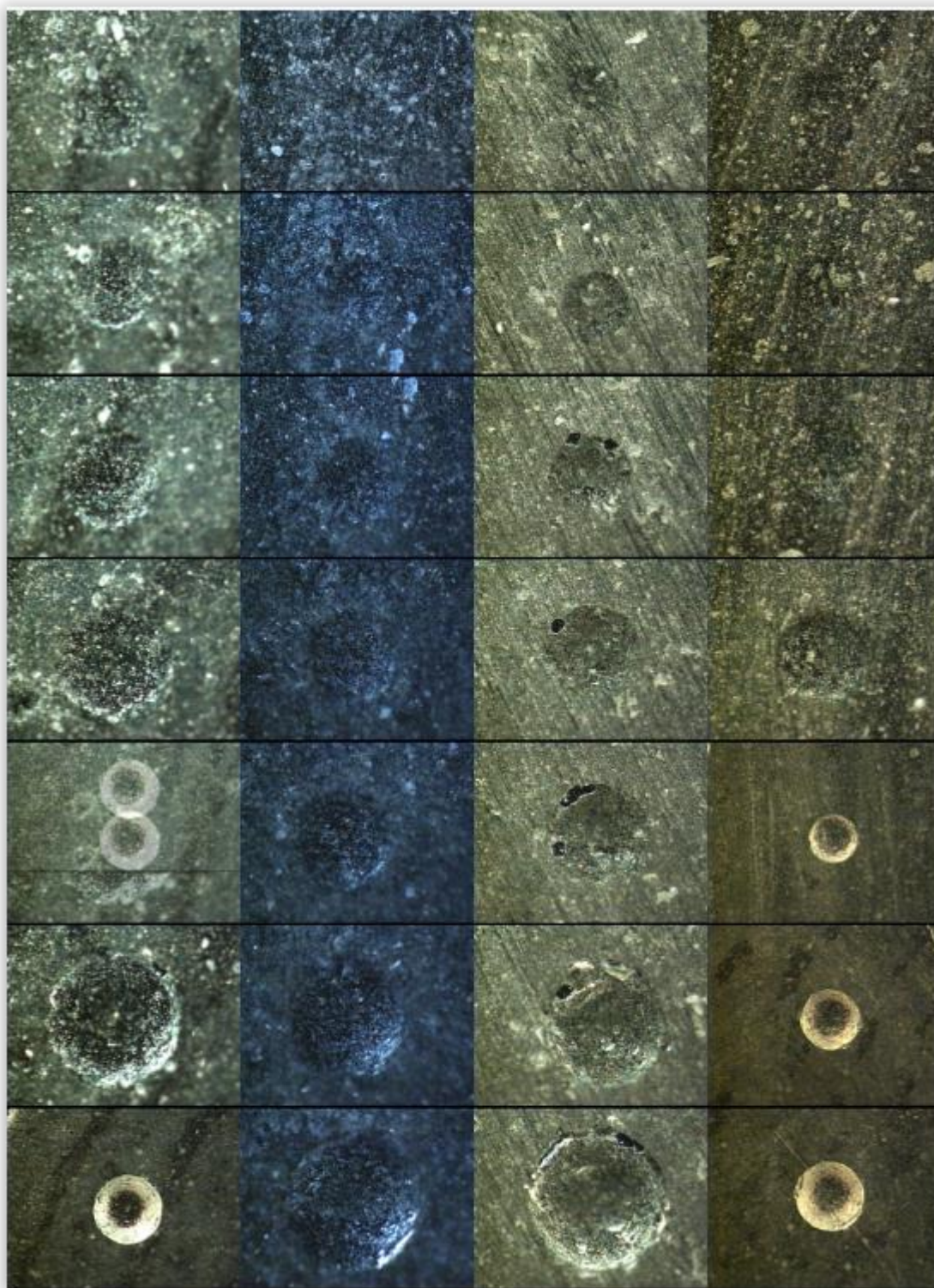
Obr. 68 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Vickers na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



Obr. 69 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.



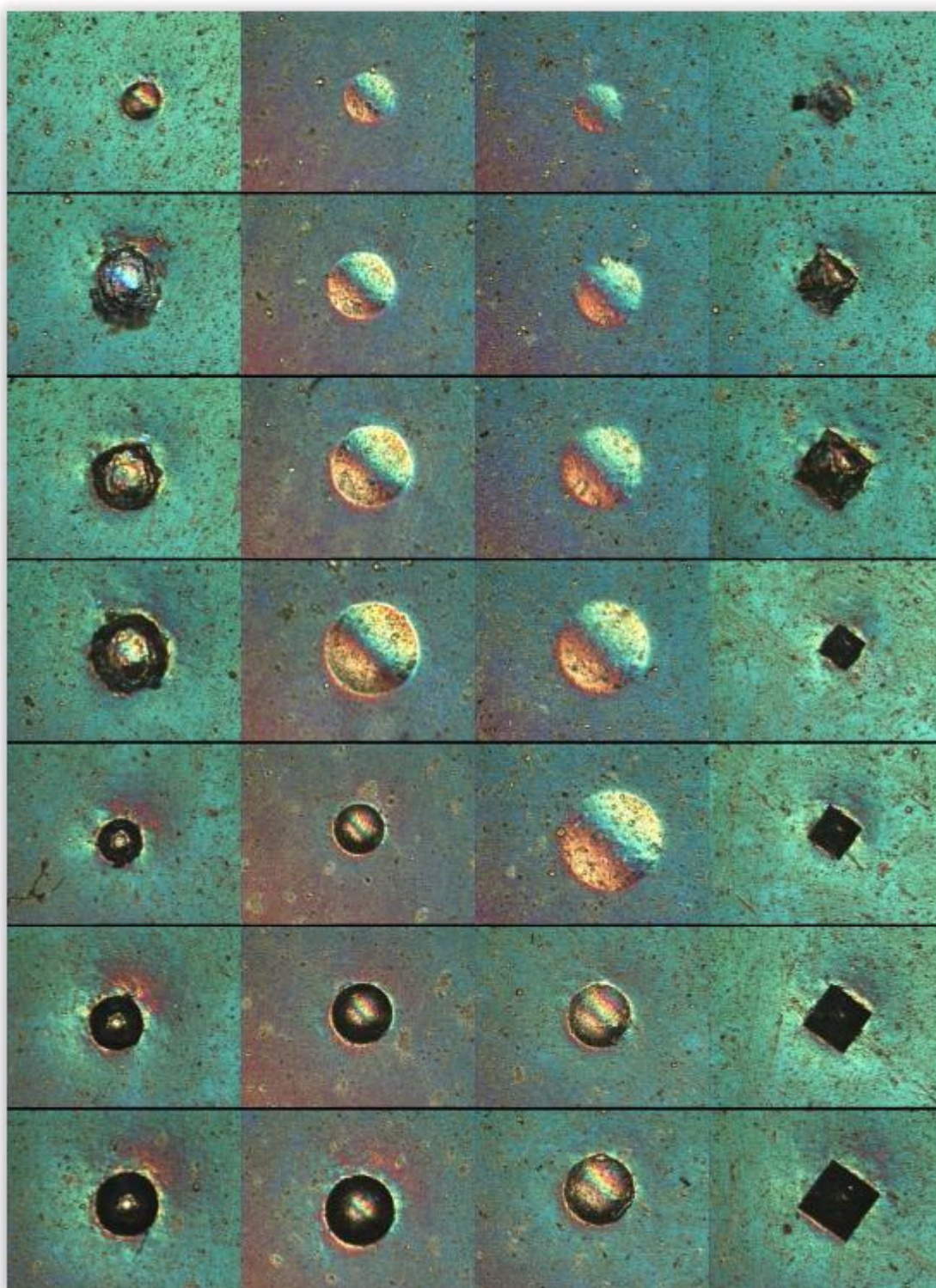
Obr. 70 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.



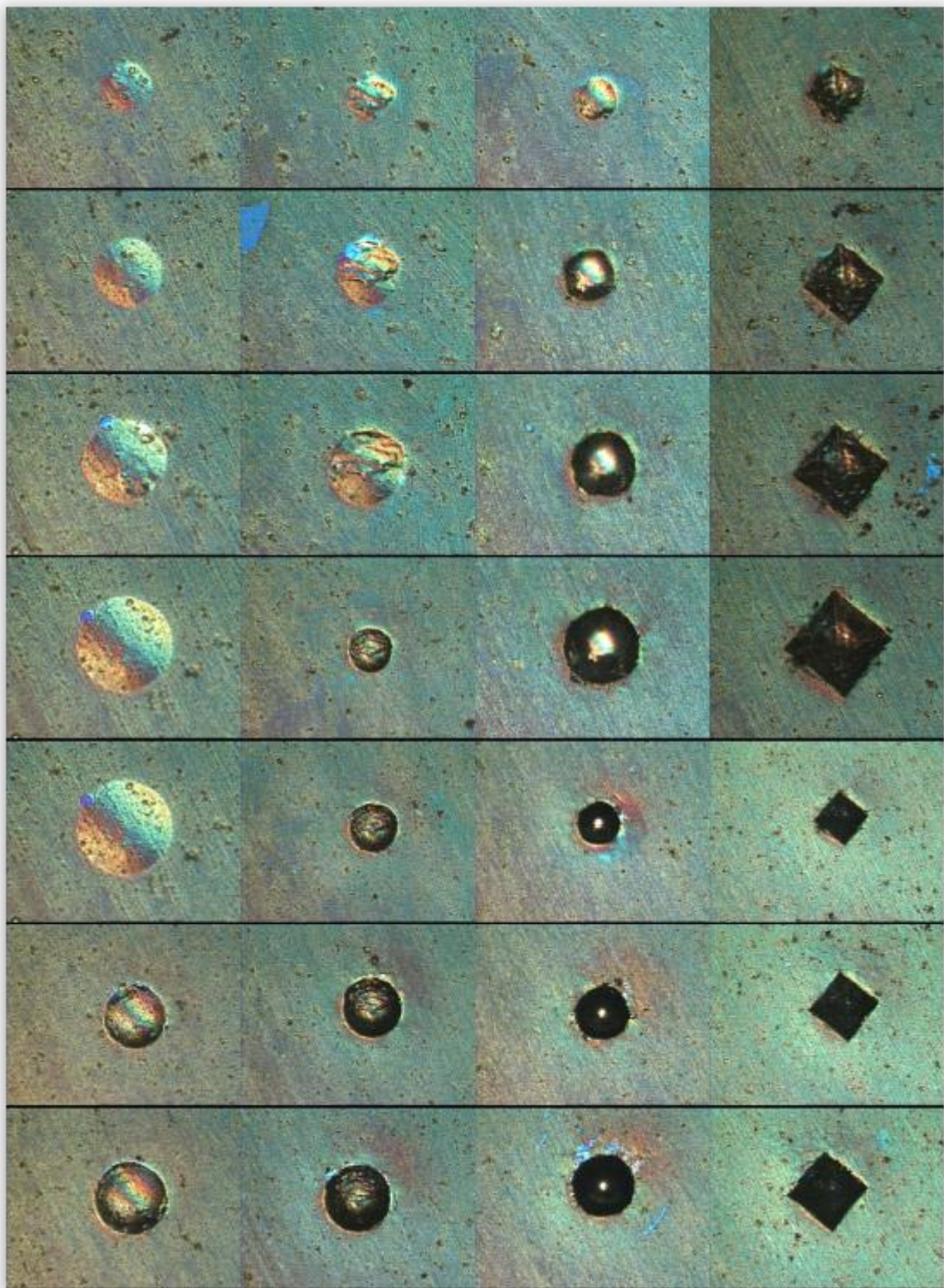
Obr. 71 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.



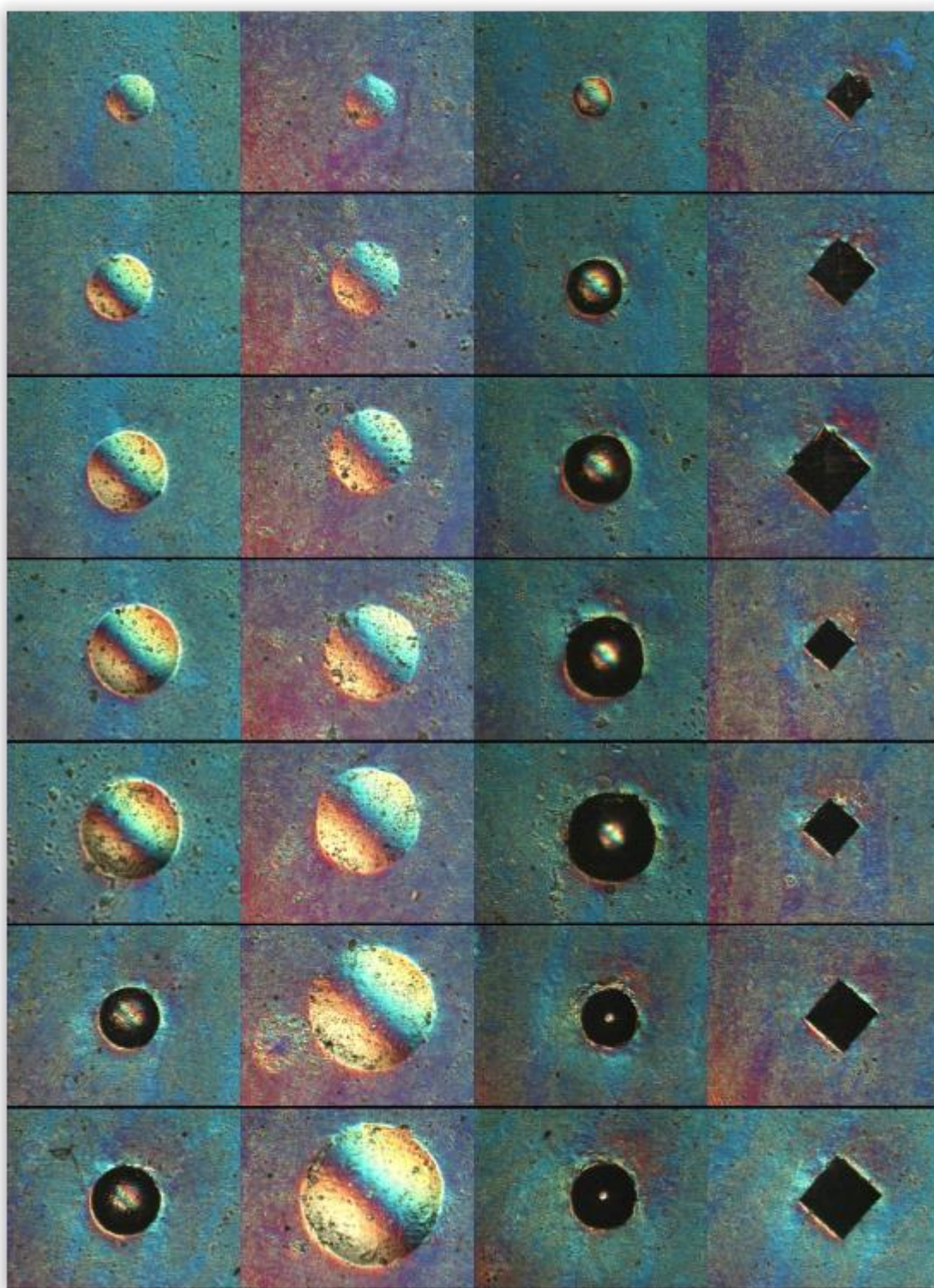
Obr. 72 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Vickers na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.



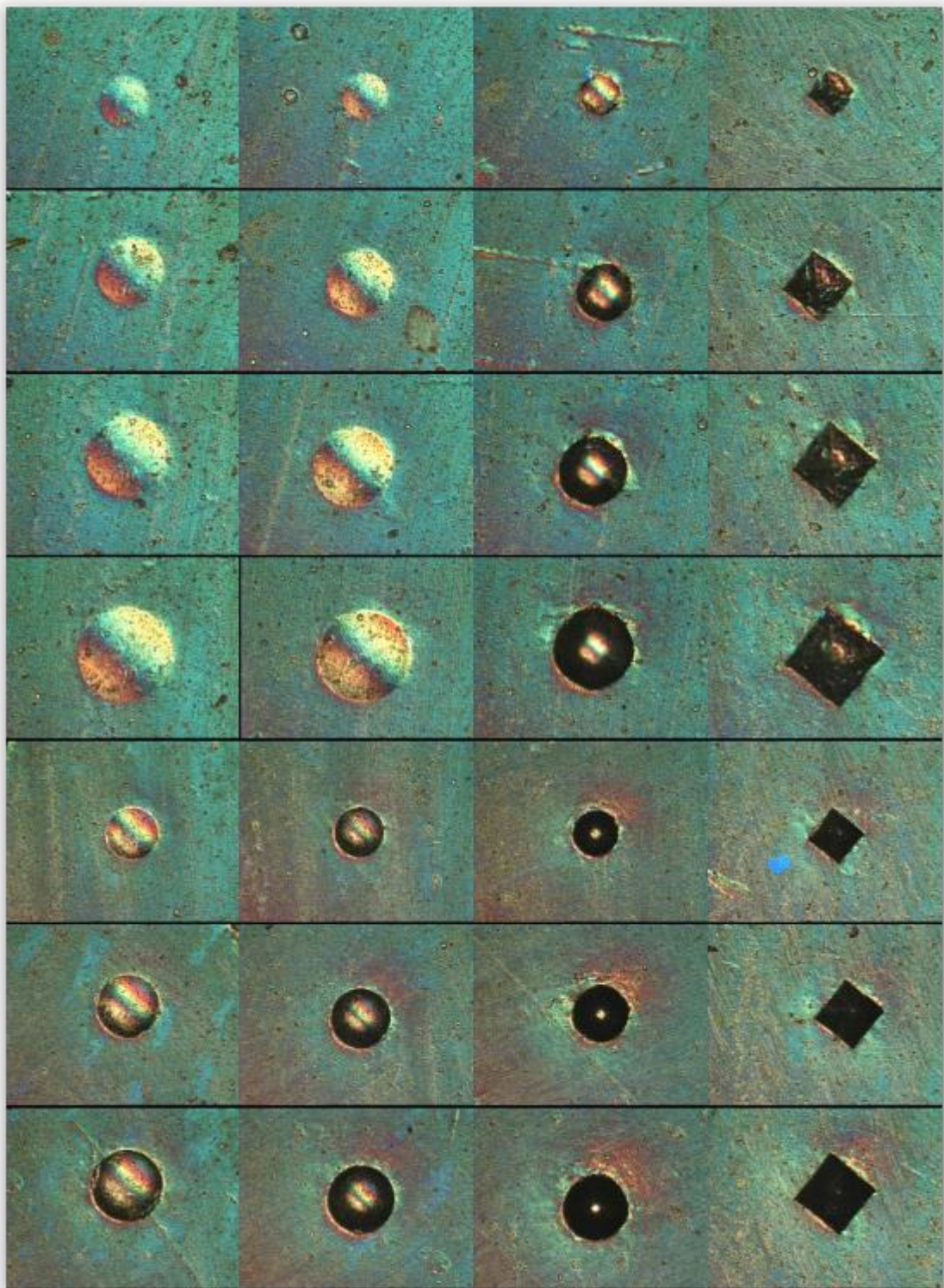
Obr. 73 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku 1 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



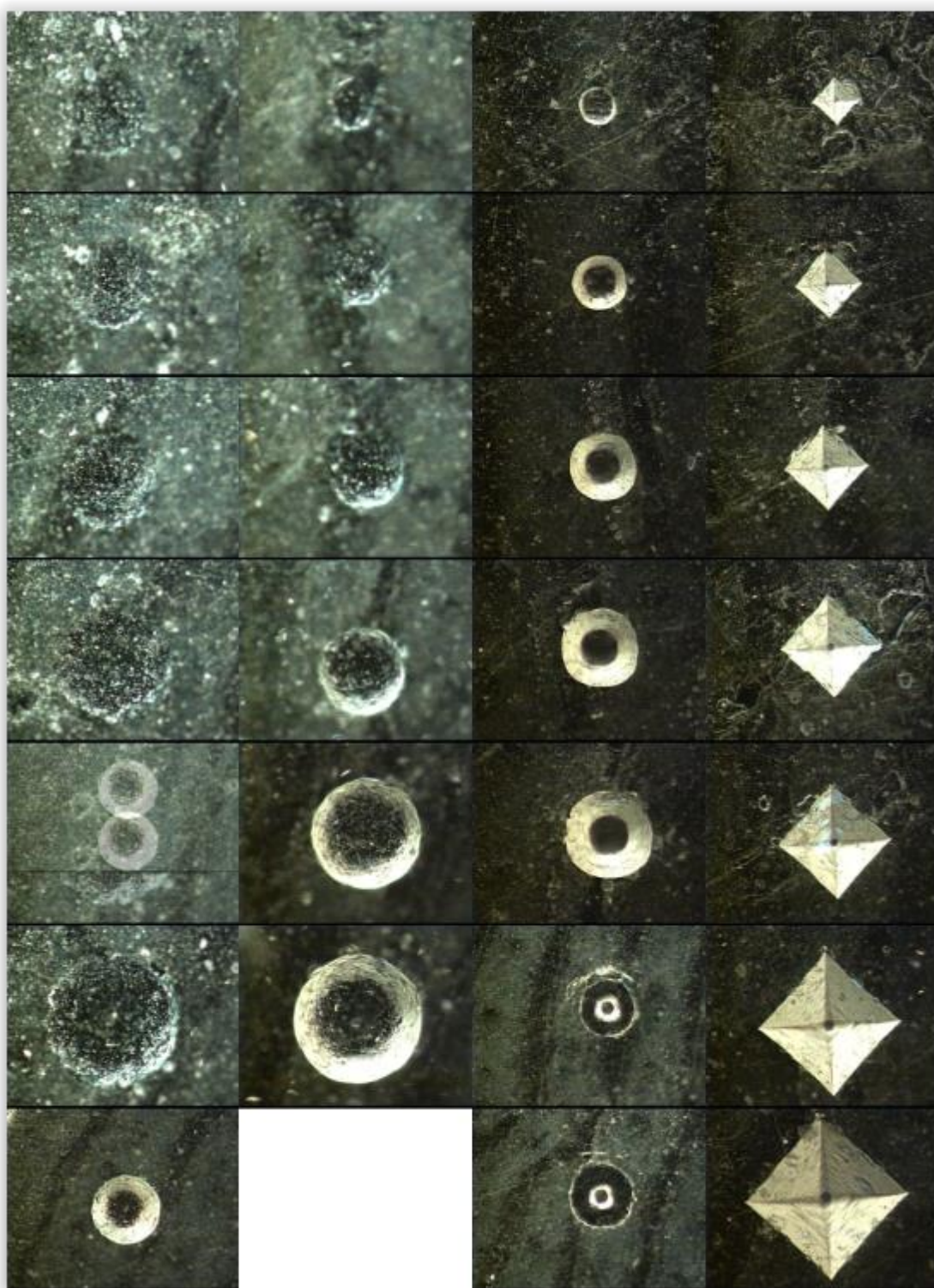
Obr. 74 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 2 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.



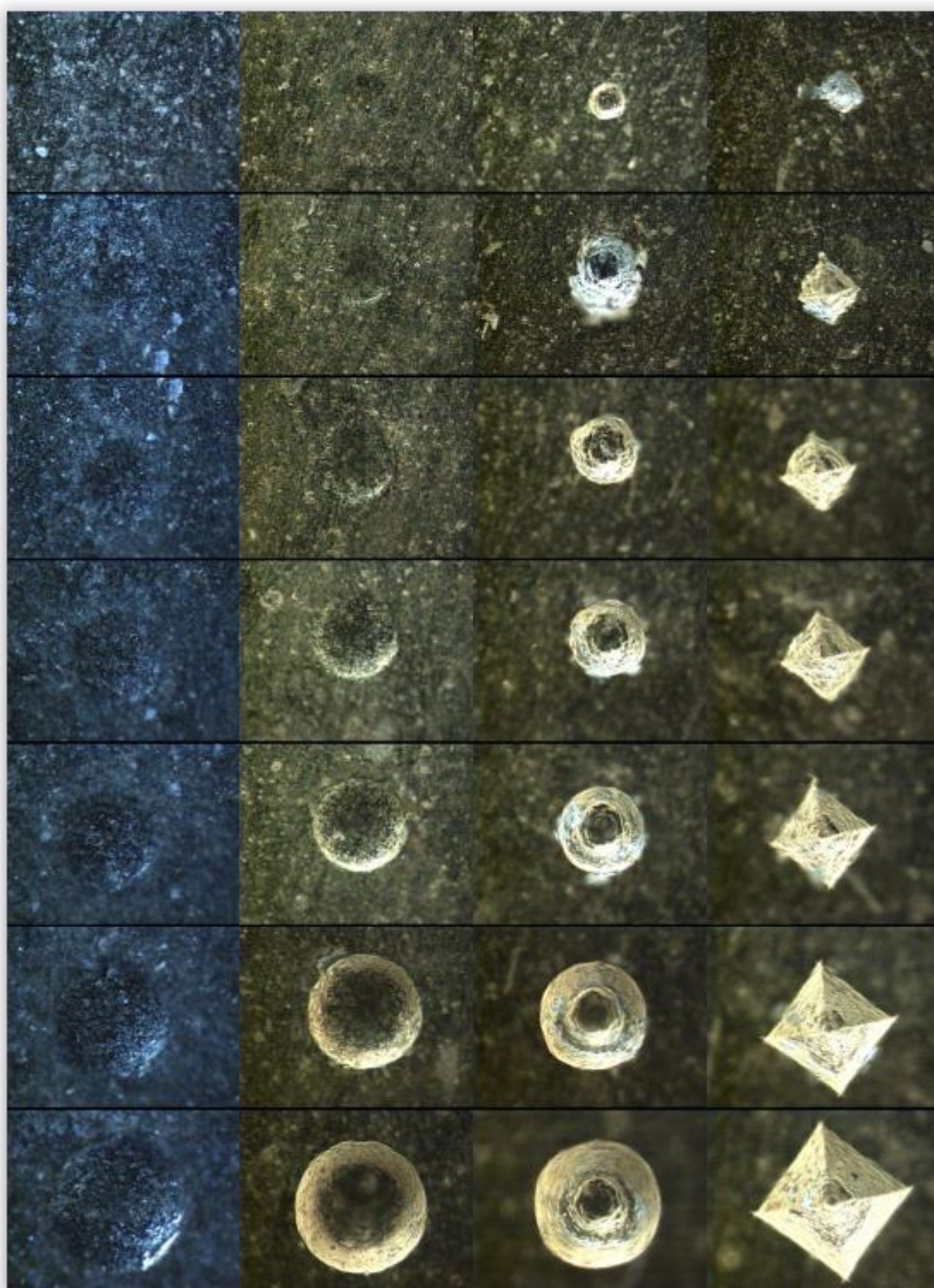
Obr. 75 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 3 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N



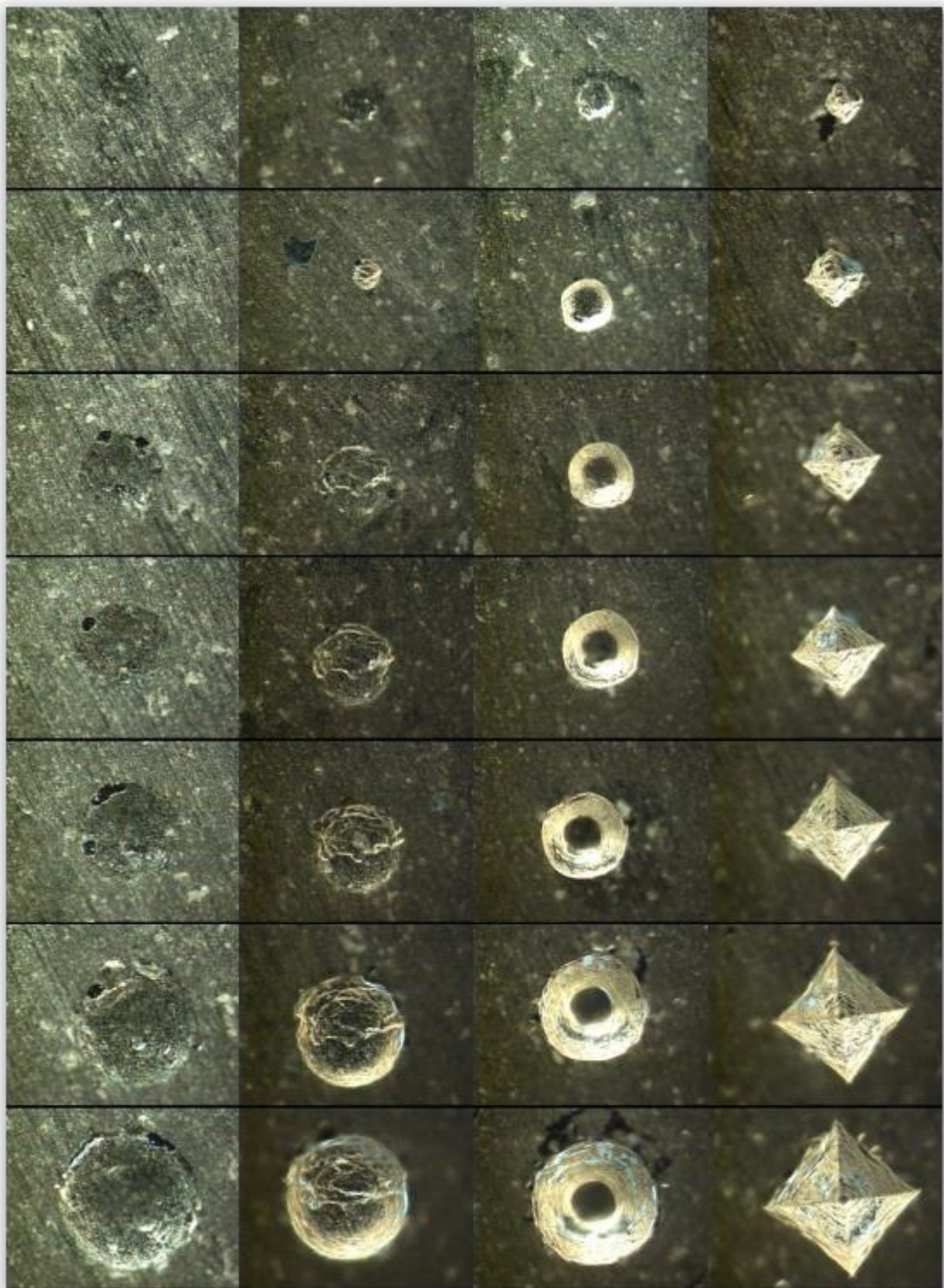
Obr. 76 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N



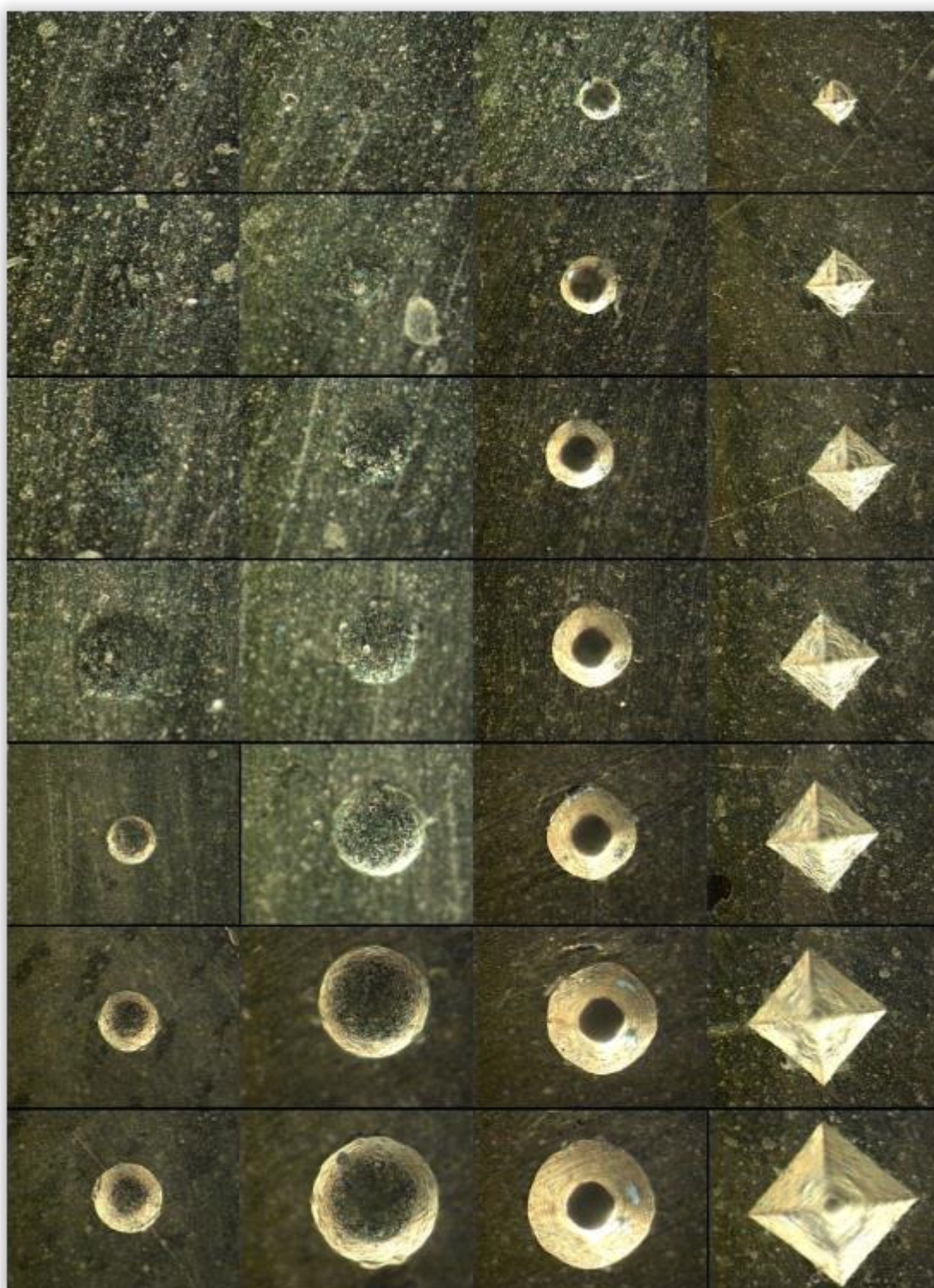
Obr. 77 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 1 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole



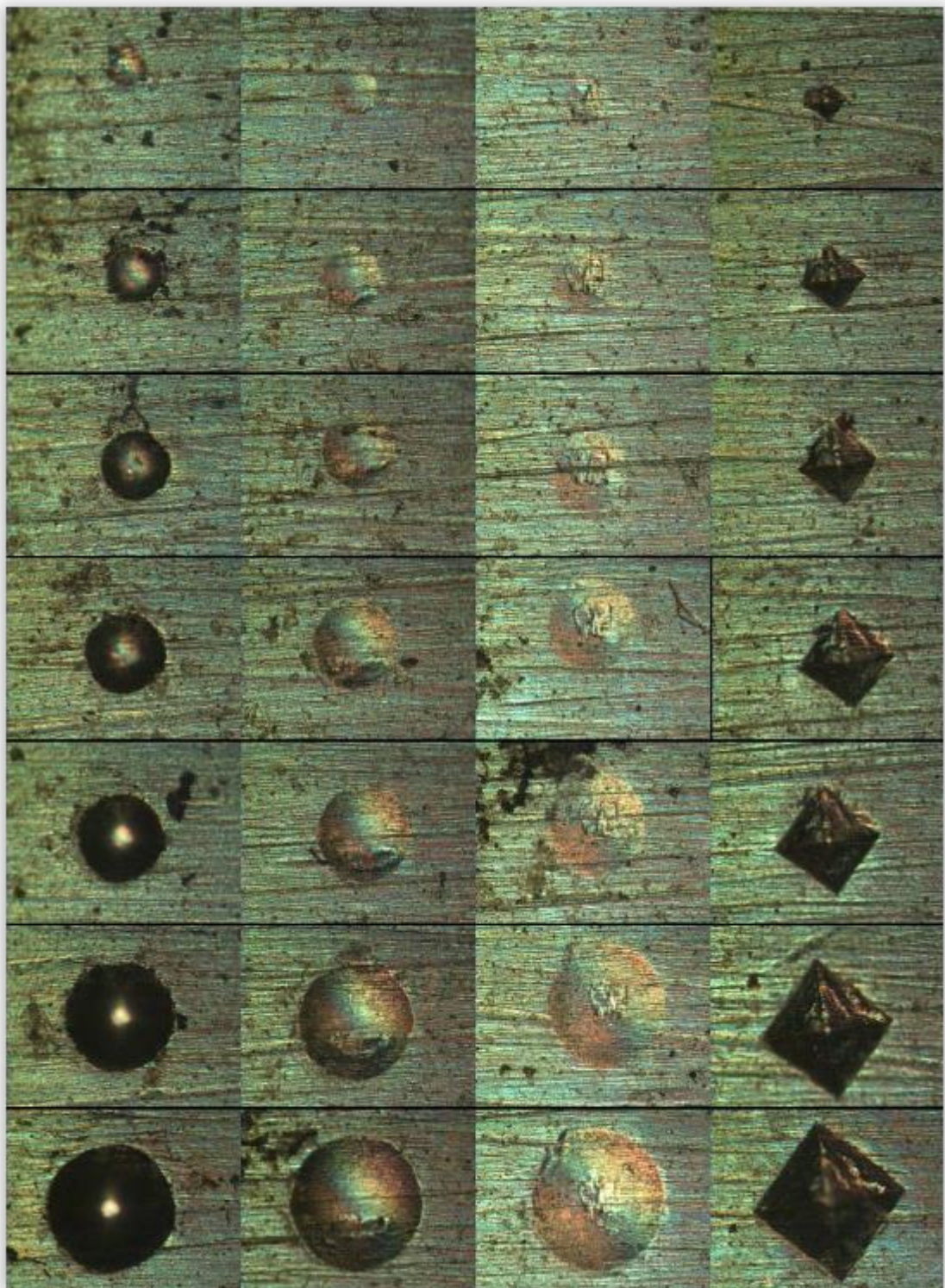
Obr. 78 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 2 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole



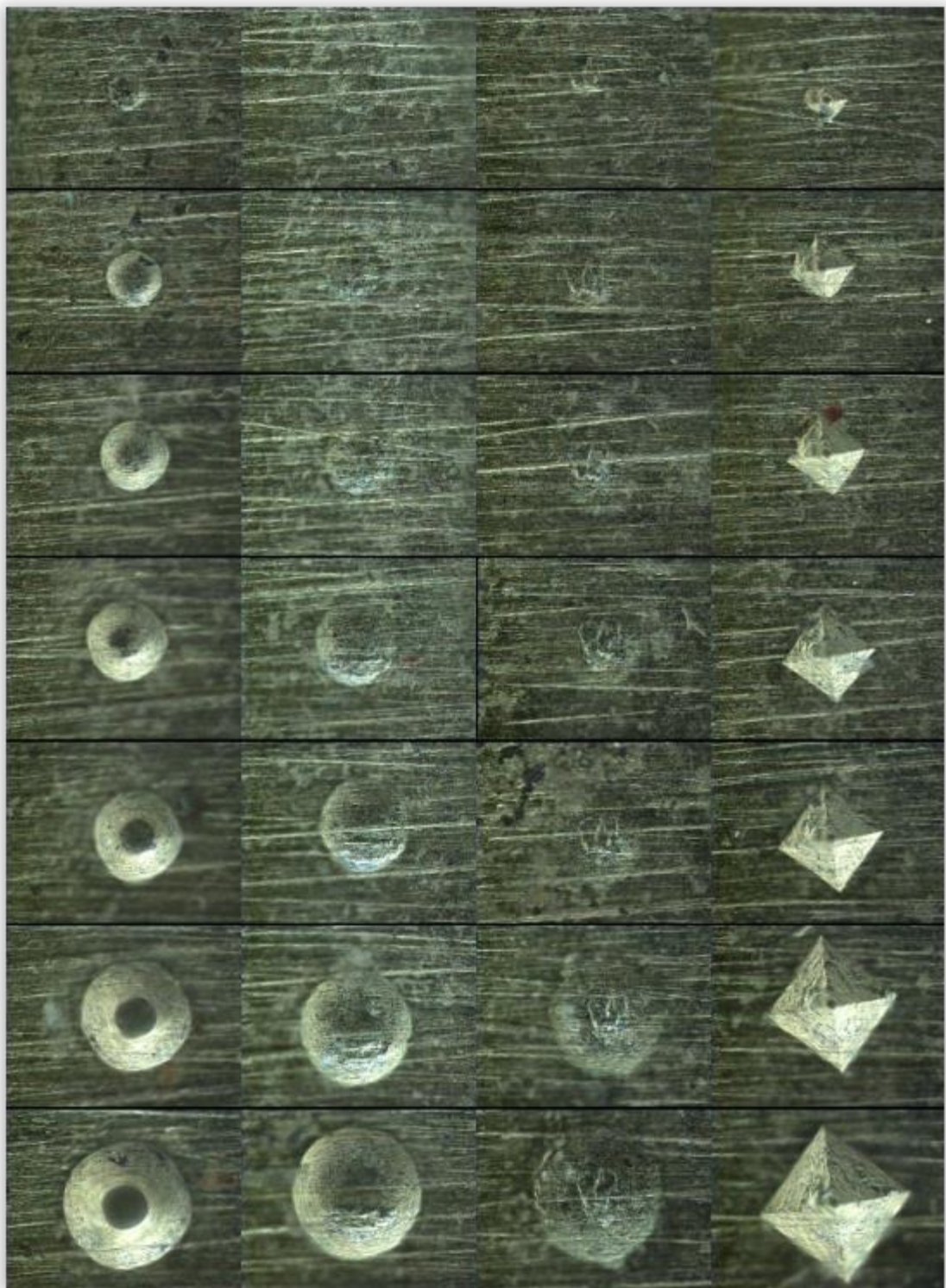
Obr. 79 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 3 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole



Obrázek 80 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole



Obr. 81 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku tyč (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N



Obr. 82 – Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku tyč (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole

Z morfologie vtisků provedených indentorem 0.2 mm je patrna velká deformace, která působí vysoké pnutí v povrchových vrstvách a následkem toho dochází k praskání povrchové vrstvy. S rostoucí normálovou silou je patrný nárůst deformace a tím roste praskání na okraji vtisku. Porušení v okolí vtisku je rozdílné pro jednotlivé vzorky v podobném trendu jako bylo pozorováno u morfologie vrypů. Je patrné výrazné porušování zejména na vzorku 1. Nejméně dochází k růstu porušení na vzorku 2. Vzhledem k velké deformaci vtiskem indentorem 0.2 mm (*Obr. 65*) bylo provedeno zjemnění indentační zkoušky zvětšením poloměru zakřivení indentoru na 0.5 mm (*Obr. 66*). Deformace na všech vzorkách se výrazně zmenšila a je patrna vyšší odolnost proti této indentaci na všech vzorkách. Výraznější porušení se projevuje až v blízkosti větších normálových zatížení. Výraznější porušení je opět patrné na vzorku 1 a větší odolnost proti vnikání tohoto indentoru vykazuje vzorek 2, kde tenká vrstva brání výraznější deformaci a vnesené pnutí nezpůsobí praskání tenké vrstvy na okraji vtisku. V případě použití indentoru 0.8 mm (*Obr. 67*) je opět patrné další zjemnění indentační zkoušky. Nedochází k výraznějšímu porušení na okraji vtisků u žádného z měřených vzorků. Můžeme pozorovat drobné rozdíly ve velikostech vtisků, což ukazuje na rozdílné zpevnění povrchu jednotlivých systémů tenká vrstva – substrát. Poslední použitý indenter byl Vickersova typu (*Obr. 68*), který vzhledem ke své geometrii vyvolává jiný způsob namáhání povrchových vrstev. Všechny systémy jsou odolné proti iniciaci trhliny, neboť nejsou patrné známky trhlin od úhlopříček vtisku. Dochází opět k rozdílnému porušování na okraji vtisku a různé expanzi porušení s rostoucí normálovou silou. Největší zpevnění povrchových vrstev je patrné na vzorku 2. Vtisk je v tomto případě nejvíce pravidelný a praskání na okraji vtisku je nejmenší. Nejvýraznější porušení vzniká na vzorku 1. Porušení uvnitř vtisku je lépe patrné na obrázcích z tmavého pole a na vzorku 3 jsou zde i lépe patrná porušení na okraji vtisku. Pozorování v tmavém poli bylo použito jako doplňující a zpřesňující v některých případech čitelnost velikosti porušení uvnitř i na okraji vtisku. Rozdílný způsob namáhání různými indentory po stránce geometrické a tím i rozdíly v porušení jsou patrné z obrázků soulepů vtisků provedených rozdílnými indentory při různém zatížení na daném vzorku. Indenter 0.2 mm vyvolá větší deformaci a tudíž dává lepší možnosti pro zachycení porušení u více odolných systémů tenká vrstva – substrát. Indentory 0.5 mm a 0.8 mm umožňují zjemnění indentace a je možné lépe pozorovat porušení uvnitř vtisku. Indenter Vickers způsobuje opět větší deformaci, případně může vyvolat iniciaci trhlin od úhlopříček vtisku. Indenter 0.2 mm a Vickers ukazují lépe vznik a vývoj porušení s rostoucí normálovou silou na vzorku 1. Na vzorku 2 je patrna poměrně vysoká odolnost při použití všech indentorů i všech normálových zatížení. U vzorků 3 a 4 je možné lépe pozorovat rozdíly v porušení při použití indentorů 0.2 mm a Vickers. Drobné rozdíly jsou patrné i z měření indentorem 0.5 mm.

6 Diskuze výsledků

Na základě výsledků měření plochých vzorků vytvořených při různých deposičních podmínkách byla provedena deposice tenké vrstvy optimálními podmínkami na vzorek pro zkoušky únavy, který je tvarově složitější jak pro deposiční proces tak pro analytické metody.

Nejdříve byla provedena měření na plochých vzorkách vybroušených a vyleštěných, na kterých byla připravena tenká vrstva vybranými deposičními parametry (*Tab. 5*). Nejdříve byla provedena hodnocení pomocí nanoindentace s použitím modu 2 a modu 7 s velikostí maximálního normálového zatížení 5 g (jen pro mod 2), 25 g a 200 g. Z výsledků jsou patrné rozdíly v tvrdosti tenkých vrstev a rozdíly ve zpevnění povrchových vrstev celého systému. Rozdíly mezi vzorky jsou patrné při všech vybraných hodnotách normálového zatížení a při měření oběma mody. Z výsledků měření při zatížení 5 g je patrna největší tvrdost na vzorku 4. Je patrné výrazné zvětšení tvrdosti proti základnímu materiálu u všech vzorků (*Obr. 19*). Došlo i ke změně v podílu elastické a plastické deformace. Substrát má výraznější plastickou deformaci než tenké vrstvy. Nejnížší plastickou deformaci vykazuje vzorek 4. Z měření při vyšší normálové síle a to 25 g je i přes narůstající vliv vlastností substrátu na výsledky měření patrné, že nejvyšší tvrdost vykazuje opět vzorek 4 spolu se vzorkem 2. Nejnížší tvrdost je patrná na vzorku 5. Opět je patrná větší tvrdost na všech vzorkách než na samotném substrátu (*Obr. 22*). I při použití nejvyššího normálového zatížení je patrný přínos tenkých vrstev, neboť i zde vychází tvrdost systémů s tenkými vrstvami vyšší než v případě substrátu bez tenké vrstvy. Nejvyšší tvrdost ukazuje opět vzorek 4 (*Obr. 25*). Následně byla provedena měření i na vzorku únavové tyče s tenkou vrstvou. Z výsledků měření při všech normálových zatíženích je patrné, že na vzorku únavové tyče má systém tenké vrstvy – substrát nejvyšší tvrdost tedy i samotná tenká vrstva (*Obr. 23, Obr. 254, Obr. 25*). Tenká vrstva výrazně zvyšuje povrchovou tvrdost únavové tyče a zpevňuje její povrch (*Obr. 21 a Obr. 23*).

Další měření provedená cyklickým modem 7 na nanoindentoru ukazují podobné výsledky jako v případě měření jednoduchým modem 2. Při měření s maximálním normálovým zatížením 25 g ukazuje nejmenší tvrdost základní materiál a pronikání indentoru do největší hloubky. Největší zpevnění povrchových vrstev ukazují vzorky 2 a 4 (*Obr. 26*). Po přidání do porovnání vzorku únavové tyče je patrné vyšší zpevnění povrchových vrstev právě na tomto vzorku. Ze zhuštění indentační křivky je patrné, že vzorek únavové tyče má největší odolnost proti pronikání indentoru (*Obr. 27 – Obr. 32*). Výrazný přínos ve zpevnění povrchových vrstev materiálu deposicí tenké vrstvy ukazuje i měření s maximálním normálovým zatížením 200 g (*Obr. 33 – Obr. 37*). Opět zde vychází největší zpevnění na plochých vzorkách na vzorku 4 a ještě výraznější zpevnění na vzorku únavové tyče (*Obr. 38*).

Z nanoindentačních měření lze souhrnně říci, že nejvyšší zpevnění povrchových vrstev přináší tenká vrstva na únavové tyči. Zde byla naměřena nejvyšší tvrdost tenké vrstvy i tvrdost celého systému s tenkou vrstvou při maximálním normálovém zatížení 200 g v jednoduchém i cyklickém modu. Tenká vrstva má větší podíl elastické deformace než samotný základní materiál.

Měření pomocí rtg fluorescenční analýzy byla využita pro hodnocení tloušťky tenkých vrstev na základě analýzy naměřených rtg fluorescenčních spekter. Ve spektrech byly zaznamenány spektrální čáry Fe ze základního materiálu a Ti z tenké vrstvy (*Obr. 39 – Obr. 43*). Na základě změn intenzity těchto spektrálních čar byly vyhodnoceny tloušťky tenkých vrstev. Největší tloušťka tenké vrstvy byla naměřena na plochem vzorku 4 (*Obr. 45*). Ještě větší tloušťka byla naměřena na vzorku únavové tyče (*Obr. 44*).

Pro hodnocení adhezivně kohezivních vlastností byla použita jednak vrypová indentace a jednak statická indentace. Vrypová indentace byla provedena při použití různých indenterů co do geometrie pro získání různého způsobu namáhání povrchových vrstev. Při vrypové indentaci byl jednak snímán signál akustické emise v závislosti na normálové síle a jednak byla dokumentována morfologie porušení v okolí a uvnitř vrypů. Z výsledků naměřených průběhů akustické emise s indentorem 0.2 mm (*Obr. 47*) je patrné, že nejméně se projevila akustická emise na vzorku 6, ač prvotní nárůst je při nižší normálové síle než na vzorku 2. Na základě prvního nárůstu akustické emise je nejmenší odolnost na vzorku 5 a nejvyšší na vzorku 4. velikost signálu akustické emise ukazuje na větší křehkost na vzorku 4, což je v souladu s nejvyšší tvrdostí tohoto vzorku. Z průběhu akustické emise při použití indenteru 0.5 mm (*Obr. 48*) je patrný nejvýraznější projev akustické emise na vzorku 5 a menší projev je patrný na vzorkách 4 a 6. Z průběhu akustické emise při použití indenteru 0.8 mm (*Obr. 49*) vyplývá podobný výsledek jako při použití indenteru 0.5 mm. Celkově ze všech měření se dá usuzovat, že vyšší odolnost vykazuje vzorek 4 a nejnižší odolnost vzorek 5. Z výsledků na *Obr. 50 až Obr. 53* je patrné, že s použitím indenteru s větším poloměrem zakřivení klesá porušení povrchových vrstev a s rostoucím poloměrem zakřivení lze lépe rozlišovat drobné rozdíly mezi vzorky.

Z morfologie porušení uvnitř a v okolí provedených vrypů s různými indenty co do geometrie je patrné, že největší porušení vzniká při použití indenteru 0.2 mm vzhledem k tomu, že tento indenter vyvolává nejvyšší deformaci a proniká do největší hloubky a vyvolaná plastická deformace v substrátu působí největší pnutí v povrchových vrstvách. To má dopad i na vyhodnocení výsledků. Je patrné, že rozeznat rozdíly v porušení jednotlivých systémů s použitím tohoto indenteru je problematické. Je možné jen zhruba uvažovat, že nejvyšší odolnost vykazuje vzorek 2. Ostatní vzorky vykazují podobné chování (*Obr. 55*). Při použití indenteru 0.5 mm jsou již rozdíly lépe patrné. Nejvyšší odolnost vykazuje vzorek 2, následuje vzorek 4. Největší porušení ukazuje vzorek 3. S rostoucí normálovou silou ukazuje největší expanzi porušení vzorek 3 (*Obr. 56*). Při použití indenteru 0.8 mm je patrné, že nejdříve vzniká porušení na vzorku 3 a nejpozději na vzorku 2 a 1 (*Obr. 57*). Na *Obr. 58 až Obr. 61* je patrné z porovnání vrypů na jednotlivých vzorkách, že při použití různých indenterů z pohledu geometrie dochází k výrazným změnám v porušení a ke změnám v čitelnosti vzniku a vývoje porušení s rostoucí normálovou silou. U indenteru 0.2 mm je velice obtížná čitelnost porušení uvnitř vrypu. Při použití indenterů 0.5 mm a 0.8 mm lze lépe charakterizovat vznikající porušení. Výhodnost použití indenterů 0.5 mm a 0.8 mm v tomto případě je dáno zejména vzhledem k malé tvrdosti základního materiálu. Z morfologie porušení lze říci, že největší odolnost vykazuje vzorek 2, o něco nižší odolnost vykazuje vzorek 1 a 4 a nejnižší odolnost vykazuje vzorek 3. V případě použití indenteru 0.2 mm byla provedena dodatečně měření se změnou podmínek vrypové indentace a to rychlosti pohybu

vzorku pod indentorem a maximální normálové síly. Tím se podařilo rozložit normálovou sílu přes větší délku a následně je možné též lépe rozlišovat rozdíly mezi vzorky. Opět vychází nejvyšší odolnost na vzorku 2 (*Obr. 62*). Čitelnost rozdílů je přesto lepší při použití indentorů 0.5 mm a 0.8 mm.

Následně byla provedena vrypová indentace na vzorku únavové tyče s tenkou vrstvou. Opět byly provedeny vrypy za stejných podmínek jako v případě plochých vzorků a využitím opět třech rozdílných indentorů co do geometrie. Z morfologie porušení jsou opět patrné rozdílné způsoby namáhání jednotlivými indentory a tím rozdíly ve vytvořeném porušení (*Obr. 63* a *Obr. 64*). Přestože na tomto vzorku je vyšší drsnost a tím narušuje možnosti hodnocení vrypovou zkouškou, lze na základě porušení uvnitř a v okolí vytvořených vrypů usuzovat, že systém tenké vrstvy – substrát vytvořený na únavové tyči má vyšší odolnost než systémy vytvořené na plochých vzorcích. Podobný výsledek ukazují i průběhy závislosti akustické emise na velikosti normálové síly, což ukazuje na to, že se podařilo optimalizovat deposiční parametry a dosáhlo se lepšího výsledku v odolnosti povrchových vrstev.

Poslední provedená měření byla realizována statickou indentací s použitím opět různých indentorů co do geometrie a to s poloměrem zakřivení 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a dále navíc Vickersův indentor pro vyvolání jiného způsobu namáhání a pro případné zachycení rozdílné křehkosti jednotlivých systémů. Byly použity normálové síly 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N. Z výsledků morfologie porušení v okolí a uvnitř vtisků vytvořených indentorem 0.2 mm je patrné, že nejvyšší odolnost opět vykazuje vzorek 2 (*Obr. 65*). V tomto případě se ukazuje největší porušení na vzorcích 1 a 3. Při použití indentoru 0.5 mm vzniká výrazně menší porušení v okolí vtisků (*Obr. 66*). Na vzorku 3 se ovšem ukazuje porušení uvnitř vtisku. Což jej řadí na místo s nejmenší odolností. Nejvyšší odolnost v tomto případě ukazuje vzorek 6 a následují vzorky 1 a 2. Dalším zjemněním indentační zkoušky použitím indentoru 0.8 mm se v tomto případě zmenšily rozdíly v porušení jednotlivých systémů. Stále je patrné drobné porušení uvnitř vtisku na vzorku 3 (*Obr. 67*). Z rozdílů velikosti vtisků lze též usuzovat na změny ve zpevnění povrchu tenkou vrstvou. Nejmenší velikost vtisku je patrná na vzorku 2. Poslední statická indentace byla provedena indentorem Vickersova typu (*Obr. 68*). Z výsledků je patrné opět nejmenší porušení na vzorku 2. Výraznější porušení je zachyceno na vzorcích 1 a 4. Vzorek 3 vykazuje nízkou odolnost výrazně větší velikosti vtisku, což ukazuje na snadnější pronikání indentoru do hloubky materiálového systému.

Na *Obr. 73* až *Obr. 76* je možné sledovat změnu způsobu namáhání různými indentory na jednotlivých vzorcích. Je patrný pokles porušení při změně indentoru a je patrné, že vzorky 1, 2 a 4 vykazují jen malé porušení při použití indentorů 0.5 mm a 0.8 mm, kdežto vzorek 3 vykazuje porušení při použití všech druhů indentorů. Z výsledků měření Vickersovým indentorem lze říci, že na žádném systému s tenkou vrstvou s neprojevil vznik křehkých trhlin od úhlopříček vtisku, což ukazuje na vyšší houževnatost povrchových vrstev.

Statická indentace s různými indentory byla realizována též na vzorku únavové tyče s tenkou vrstvou. Na základě morfologie porušení v okolí a uvnitř vtisků lze říci, že tento vzorek má nejvyšší odolnost proti statické indentaci s použitím všech typů indentorů.

S rostoucí normálovou silou je patrný zejména nárůst velikosti vtisku. Porušení je jen drobného charakteru na okraji vtisku v případě indentoru Vickerse a indentoru 0.2 mm (*Obr. 81 a Obr. 82*).

Cílem práce bylo optimalizovat deposiční podmínky pro povrchovou úpravu vzorku určeného pro únavové zkoušky, což bylo realizováno na materiálu ČSN 411523, který se na pracovišti CDM ÚT AV ČR pro tyto zkoušky používá. V navazující práci budou realizovány porovnávací zkoušky únavy na vzorkách bez vrstvy a právě s touto optimalizovanou tenkou vrstvou. Systémy tenká vrstva – substrát byly následně postoupeny viz výše na hodnocení zkouškami nanoindentace, vrypové indentace a rtg fluorescenční analýzy. Komplexní hodnocení výsledků z jednotlivých metod hodnocení dávají možnost porovnání rozdílů ve vlastnostech a chování mezi jednotlivými vytvořenými systémy, z čehož vyplývá, že optimální vlastnosti a chování má vzorek 2, na základě kterého byla připravena deposice tenké vrstvy na únavové tyče. Po zhodnocení vlastností a chování systému tenká vrstva – únavová tyč lze říci, že vlastnosti a chování tohoto systému vykazují lepší výsledky než na plochých vzorkách.

Z výsledků rtg fluorescenční analýzy byly následně vyčísleny po kalibraci tloušťky jednotlivých vrstev viz *Tab. 7*, kde optimální vzorek je V4 s tloušťkou 1.77 μm a únavová tyč s vrstvou V s tloušťkou 2.94 μm . Kromě komplexního porovnání rozdílů ve vlastnostech z nanoindentace byly vyhodnoceny tvrdosti jednotlivých vrstev a systémů vrstva – substrát, které jsou uvedeny v *Tab. 8 – 10* a to při maximálním zatížení 200 g, 25 g a 5 g. Nejvyšší tvrdost vychází na vzorku únavové tyče a z plochých vzorků na vzorku V4. Z výsledků morfologie porušení vrypovým testem a z výsledků průběhů signálu akustické emise lze sledovat rozdíly ve vlastnostech a chování jednotlivých systémů tenká vrstva – základní materiál v celém průběhu vrypové zkoušky od nejmenší normálové síly až po její maximální hodnotu. Z těchto výsledků je patrné, že největší odolnost vykazuje vzorek V4 a další nárůst odolnosti je pozorován na vzorku únavové tyče. Výsledky určení kritických sil adheze z vrypové zkoušky ze závislosti akustické emise na působící normálové síle ukazuje *Tab. 11*.

Tab. 7 – Tloušťka vrstev jednotlivých vzorků

	Tloušťka μm
V2	1,09
V4	1,77
V5	1,44
V6	1,58
V	2,94

Tab. 8 – Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 200g

	DHV 200g
S	170
V2	190
V4	210
V5	200
V6	190
V	250

Tab. 9 - Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 25g

	DHV 25g
S	240
V2	530
V4	610
V5	310
V6	390
V	1140

Tab. 10 - Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 5g

	DHV 5g
S	520
V2	2500
V4	2700
V5	2300
V6	2100
V	2900

Tab. 11 – Hodnoty kritických sil vyhodnocené z akustické emise na jednotlivých vzorkách

hrot	0,2 mm	0,5 mm	0,8 mm
V2	11	20	40
V4	10	25	40
V5	9,5	16,5	28
V6	11	26	50

7 Závěr

V rámci bakalářské práce byla studována povrchová úprava zkušebních těles pro únavové zkoušky. Cíle práce byla optimalizace deposičních parametrů na materiál používaný pro únavové zkoušky. Experimenty probíhaly nejdříve na plochých vzorkách pro jednodušší deposici a optimálních pro analytické metody. Následně po úpravách uchycení jak pro deposiční proces tak pro samotné analytické metody byly realizovány experimenty přímo na povrchově upravené únavové tyči, kde byla nanášena tenká vrstva na základě zkoušených parametrů na plochých vzorkách.

Byla provedena hodnocení nanoindentační metodou na přístroji Shimadzu DUH 202 za použití dvou rozdílných modů měření a to jednoduchého modu 2 zaznamenávajícího indentační křivky závislosti zatížení a hloubka proniknutí indentoru v celém průběhu zatěžování, v časové prodlevě při maximální zatížení a v celém průběhu odlehčování a cyklického modu zaznamenávajícího indentační křivky závislosti zatížení a hloubka proniknutí indentoru v průběhu postupného zatěžování s následným odlehčením na přednastavenou hodnotu minimálního zatížení s postupným růstem zatížení až k maximální přednastavené hodnotě. Mod 2 byl použit s maximálním zatížením 5 g, 25 g a 200 g a mod 7 s maximálním zatížením 25 g a 200 g. Z výsledků je patrné, že největší tvrdost a zpevnění povrchových vrstev celého systému tenká vrstva – substrát má vzorek únavové tyče a následně plochý vzorek V4 a současně je zde nejmenší podíl plastické deformace. Podobně je tomu s odolností proti pronikání indentoru při cyklickém vnikání indentoru při modu 7.

Byla provedena hodnocení rtg fluorescenční analýzou, která je primárně určena na hodnocení chemického složení, ale zde byla využita pro hodnocení tloušťky vrstev. Z rtg fluorescenčních spekter je patrna přítomnost spektrálních čar zejména Fe ze substrátu a Ti z tenké vrstvy. Na základě rozdílů v intenzitě spektrálních čar po kalibraci byla vyhodnocena tloušťka jednotlivých tenkých vrstev. Největší tloušťku vykazuje vrstva na vzorku únavové tyče a následně na vzorku V4.

Adhezivně kohezivní chování systémů tenká vrstva – substrát bylo hodnoceno jednak na základě vrypové zkoušky a jednak na základě statické vnikací zkoušky v obou případech na přístroji scratch testeru CSEM REVETEST. Vzhledem k nízké tvrdosti substrátu bylo přistoupeno k hodnocení s využitím různých indentorů co do geometrie umožňující různé způsoby namáhání povrchových vrstev sledovaných systémů tenká vrstva – substrát. Výsledky z vrypové indentační zkoušky byly hodnoceny jednak na základě studia morfologie porušení s využitím materiálografického mikroskopu a jednak na základě studia průběhů závislosti akustické emise na působící normálové síle. Výsledky statické indentace byly vyhodnocovány na základě studia morfologie porušení v okolí a uvnitř vytvořených vtisků. Z výsledků měření adhezivně kohezivního chování jednotlivých systémů tenká vrstva – substrát lze říci, že nejvyšší odolnost vykazuje tenkovrstvý systém na vzorku únavové tyče a následně na vzorku plochém V4.

Na základě výsledků hodnocení vlastností a chování jednotlivých systémů tenká vrstva – substrát lze říci, že výrazný vliv na vlastnosti a chování systémů tenká vrstva – substrát mají krom jiných parametry deposice záporné předpětí na substrátu během deposice a teplota substrátu. Čím větší je předpětí na substrátu, tak dochází ke zlepšení adhezivně kohezivních vlastností. Teplota substrátu musí být v určitém rozsahu. Vzorky únavových tyčí s připravenou tenkou vrstvou budou v navazujících experimentech podrobeny únavových zkouškách pro sledování vlivu povrchových vrstev na únavové vlastnosti materiálů.

Seznam použité literatury

- [1] HOLMBERG, K.; MATTHEWS A.: *Coatings tribology – Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Elsevier Science, Amsterdam, 1994
- [2] ŠTĚPÁNEK, I.; BLÁHOVÁ, O.; KOLEGA, M.: *Tenké vrstvy – vytváření, vlastnosti*. ZČU, Plzeň, 1994.
- [3] ČERSTVÝ, J.: *Technologie nanášení povlaků a modifikace povlaků*. Plzeň, 1995
- [4] ROINTAN F. BUNSHAH ET AL.: *Handbook of Deposition Technologies For Films and Coatings – Science, Technology and Applications*. Noyes Publications, 1994.
- [5] MUSIL, J.; VYSKOČIL, J.: *Tenké vrstvy nitridu titanu*. Academia Praha, 1989.
- [6] KAVINOVÁ M.: *Hodnocení vrypů v tenkých vrstvách ze scratch testeru pomocí světelné mikroskopie a hodnocení v příčném výbrusu*. Plzeň, 2004. Diplomová práce. ZČU Plzeň, Fakulta strojí, Katedra materiálů a strojírenské metalurgie.
- [7] MATTOX, D. M.: *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing – Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control*. Society of Vacuum Coaters, Albuquerque, 1998.
- [8] ŠTĚPÁNEK, I.: ústní informace
- [9] BURNETT, P. J.; RICKERBY, D. S.: *The relationship between hardness and scratch adhesion*. *Thin Solid Films*, 1987.
- [10] SEDLÁČEK, V.: *Povrchy a povlaky kovů*. ČVUT Praha, 1992.
- [11] ATTAR, F. M.: *Adhesion and Hardness Evaluation of Metallic Coatings on Steel*, 1995
- [12] SEDLÁČEK, V.: *Povrchy a povlaky kovů*. ČVUT Praha, 1992.
- [13] ŠTĚPÁNEK, I.: *Method for complex evaluation of properties and behaviour systems of thin film – substrate*. (Sborník mezinárodní konference Matrib 2000), Vela Luka, 2000.
- [14] ŠTĚPÁNEK, I. aj.: *Řízené deposice směsných a sendvičových tenkých vrstev pomocí reaktivního obloukového odpařování ve vakuu*. (Závěrečná zpráva o řešení grantu č. 106/96/0127), Plzeň, 1999.
- [15] *11 523.1 nelegovaná konstrukční ocel* [online]. LENTUS spol. s.r.o., 2007 [14.2.2015]. Dostupné z: <http://www.lentus-ocel.cz/tridy-oceli/115231-nelegovana-konstrukcni-ocel.htm>

Seznam obrázků

<i>Obr. 1 – Základní rozdělení metod depozice tenkých vrstev [1]</i>	6
<i>Obr. 2 - Schéma zařízení depozice CVD [2]</i>	7
<i>Obr. 3 - Principy depozice metodou PVD [2]</i>	8
<i>Obr. 4 - Anodová oblouková depozice [7]</i>	9
<i>Obr. 5 - Náhodný katodový obloukový výboj [7]</i>	10
<i>Obr. 6 - Řízený katodový obloukový výboj [7]</i>	11
<i>Obr. 7 - „Filtrované obloukové“ zdroje využívající plazmovodu [7]</i>	12
<i>Obr. 8 Schéma principu odtrhávací zkoušky</i>	17
<i>Obr. 9 Schématické znázornění vnikací zkoušky adheze [2]</i>	17
<i>Obr. 10 - Znázornění charakteristických porušení při vnikací zkoušce při vybraném zatížení [6]</i>	19
<i>Obr. 11-Schématické znázornění vrypové zkoušky: F_n - normálová síla, F_t - tangenciální síla působící ve směru pohybu indentoru, AE - signál akustické emise, dx / dt - rychlost posuvu stolku [6]</i>	20
<i>Obr. 12 - Schématické znázornění mechanismů porušování vrstev při vrypové zkoušce; a) odlupování vrstvy, b) vrásnění vrstvy, c) odlupování vrstvy na okraji vrypu, d) trhliny vzniklé při ohýbání vrstvy, e) trhliny vzniklé tahovým pnutím ve vrstvě po přejezdu hrotu [9]</i>	22
<i>Obr. 13 - Schéma rozhraní vrstva - substrát v příčném řezu, shrnující hlavní významné rysy porušování na relativně měkkých substrátech při vrypové zkoušce [2]</i>	23
<i>Obr. 14 - Schematické znázornění mechanismů porušení vrstev dle Attara. a) mírná plastická deformace, b) obvyklé porušení iniciované na povrchu, jde o elasticko-plastické zotavení substrátu, které zapříčiní vznik trhlín, c) praskání zapříčiněné vyšším zatěžováním. L - normálové zatížení, F – horizontální zatížení, L_a a L_c jsou zatížení, při kterých se objeví první trhlinky [11]</i>	24
<i>Obr. 15 - Oblasti vznikající pod indentorem [2]</i>	27
<i>Obr. 16 - Způsob měření tloušťky povlaku metodou kalotest [12]</i>	27
<i>Obr. 17 - Schéma vakuové komory a polohy vzorků při depozičním procesu [2]</i>	32
<i>Obr. 18 - Zatěžovací systém nanoindentoru [2]</i>	35
<i>Obr. 19 – Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 6</i>	36
<i>Obr. 20 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4,5 a 6</i>	36

<i>Obr. 21 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 5 g naměřené na vzorkách 5 a 6</i>	37
<i>Obr. 22 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 6</i>	37
<i>Obr. 23 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorkách 5 a 6</i>	38
<i>Obr. 24 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4,5 a 6</i>	38
<i>Obr. 25 - Indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4,5 a 6</i>	39
<i>Obr. 26 - Cyklické indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřené na vzorkách 1,2,3 a 6</i>	39
<i>Obr. 27 - Cyklické indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 25 g měřené na vzorkách 1,2,3,5 a 6</i>	40
<i>Obr. 28 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 6</i>	40
<i>Obr. 29 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 5</i>	41
<i>Obr. 30 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 1</i>	41
<i>Obr. 31 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 2</i>	41
<i>Obr. 32 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 25 g naměřená na vzorku 3</i>	42
<i>Obr. 33 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 4</i>	42
<i>Obr. 34 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 5</i>	42
<i>Obr. 35 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 1</i>	43
<i>Obr. 36 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 2</i>	43
<i>Obr. 37 - Cyklická indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřená na vzorku 3</i>	43
<i>Obr. 38 - Cyklické indentační křivka s maximálním normálovým zatížením 200 g naměřené na vzorkách 1,2,3,4,5 a 6</i>	44
<i>Obr. 39 – Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 1 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy</i>	45
<i>Obr. 40 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 2 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy</i>	46

<i>Obr. 41 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 3 – výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy.....</i>	<i>46</i>
<i>Obr. 42 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 4 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy.....</i>	<i>47</i>
<i>Obr. 43 - Rentgeno fluorescenční spektrum naměřené na vzorku 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy.....</i>	<i>47</i>
<i>Obr. 44 - Rentgeno fluorescenční spektra naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy</i>	<i>48</i>
<i>Obr. 45 - Rentgeno fluorescenční spektra naměřené na vzorkách 1,2,3,4 a 5 - výřez v oblasti energií spektrálních čar základního materiálu a tenké vrstvy při větším zvětšení pro lepší čitelnost rozdílů mezi jednotlivými vzorky</i>	<i>48</i>
<i>Obr. 46 - Scratch tester CSEM REVETEST</i>	<i>49</i>
<i>Obr. 47 – Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.2 mm</i>	<i>51</i>
<i>Obr. 48 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.5 mm</i>	<i>51</i>
<i>Obr. 49 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorkách 1, 2, 3 a 4 při měření indentorem s poloměrem zakřivení špičky 0.8 mm</i>	<i>52</i>
<i>Obr. 50 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 1 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm</i>	<i>52</i>
<i>Obr. 51 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 2 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm</i>	<i>53</i>
<i>Obr. 52 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 3 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm</i>	<i>53</i>
<i>Obr. 53 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku 4 při měření indentory různými s poloměry zakřivení špičky a to 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm</i>	<i>54</i>
<i>Obr. 54 - Souhrn průběhů signálů akustické emise v závislosti na normálové síle na vzorku únavové tyče při měření indentory 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm.....</i>	<i>54</i>
<i>Obr. 55 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1,2,3 a 4</i>	<i>56</i>
<i>Obr. 56 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1,2,3, a 4</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 57 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1,2,3, a 4</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 58 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 1</i>	<i>60</i>
<i>Obr. 59 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 2</i>	<i>61</i>
<i>Obr. 60 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 3</i>	<i>62</i>

<i>Obr. 61 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorku 4</i>	63
<i>Obr. 62 – Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na vzorkách 1,2,3, 4 s maximální normálovou silou 40N a vyšší rychlostí posuvu vzorku pod indentorem a to 20mm/min.....</i>	65
<i>Obr. 63 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na substrátu.....</i>	67
<i>Obr. 64 - Morfologie vrypů vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm a 0.8 mm na substrátu.....</i>	68
<i>Obr. 65 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	70
<i>Obr. 66 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	71
<i>Obr. 67 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	72
<i>Obr. 68 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Vickers na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	73
<i>Obr. 69 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.....</i>	74
<i>Obr. 70 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.5 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.....</i>	75
<i>Obr. 71 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.....</i>	76
<i>Obr. 72 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Vickers na vzorkách 1, 2, 3, a 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – dokumentováno ve tmavém poli.....</i>	77
<i>Obr. 73 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku 1 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	78
<i>Obr. 74 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 2 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	79
<i>Obr. 75 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 3 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	80

<i>Obr. 76 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	<i>81</i>
<i>Obr. 77 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 1 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole</i>	<i>82</i>
<i>Obr. 78 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 2 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole</i>	<i>83</i>
<i>Obr. 79 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 3 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole</i>	<i>84</i>
<i>Obrázek 80 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.8 mm, 0.5 mm, 0.2 mm a indentorem Vickers na vzorku 4 (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole</i>	<i>85</i>
<i>Obr. 81 - Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku tyč (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N.....</i>	<i>86</i>
<i>Obr. 82 – Morfologie vtisků vytvořených indentorem Rockwell 0.2 mm, 0.5 mm, 0.8 mm a indentorem Vickers na vzorku tyč (sloupce) s postupně rostoucí normálovou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N – tmavé pole</i>	<i>87</i>

Seznam tabulek

<i>Tab. 1: Přehled typických metod vytváření tenkých vrstev s využitím plazmatu za sníženého tlaku. [2].....</i>	<i>14</i>
<i>Tab. 2 - porovnání se zahraničním ekvivalentem [15].....</i>	<i>30</i>
<i>Tab. 3 - chemické složení oceli 11 523.1 [15]</i>	<i>30</i>
<i>Tab. 4 - mechanické vlastnosti oceli 11 523.1 [15]</i>	<i>30</i>
<i>Tab. 5 - Parametry depozičního procesu</i>	<i>32</i>
<i>Tab. 6 - Parametry iontového bombardu</i>	<i>33</i>
<i>Tab. 7 – Tloušťka vrstev jednotlivých vzorků</i>	<i>92</i>
<i>Tab. 8 – Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 200g.....</i>	<i>92</i>
<i>Tab. 9 - Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 25g</i>	<i>93</i>
<i>Tab. 10 - Tvrdost vrstev jednotlivých vzorků vyhodnocená z maximálního zatížení 5g</i>	<i>93</i>
<i>Tab. 11 – Hodnoty kritických sil vyhodnocené z akustické emise na jednotlivých vzorcích. 93</i>	

