

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B 2301 Strojní inženýrství  
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Vliv vybraných faktorů na adhezní vlastnosti systému  
tenká vrstva - substrát

Autor: **Michal KAREŠ**

Vedoucí projektu: **doc. Dr. Ing. Antonín KŘÍŽ**

Akademický rok 2014/2015

## **Prohlášení o autorství**

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

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

V Plzni dne: .....

.....  
podpis autora

## ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ (BAKALÁŘSKÉ) PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Kareš	<b>Jméno</b> Michal		
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	„Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“			
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> doc. Dr. Ing. Kříž	<b>Jméno</b> Antonín		
<b>PRACOVNÍŠTĚ</b>	ZČU - FST - KMM			
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	<b>Nehodící se škrtněte</b>	
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Vliv vybraných faktorů na adhezní vlastnosti systému tenká vrstva-substrát			

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2015
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	62	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	60	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	2
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b> <b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b>	Bakalářská práce si klade za úkol definování pojmů adheze a koheze, popis systému tenká vrstva-substrát a zaměří se převážně na adhezivně-kohezivní vlastnosti, které na rozhraní tohoto systému působí. V experimentální části budou podrobeny vzorky řadě testů a na jejich základě se určí z vybraných systémů nejvhodnější kombinace tloušťky tenké vrstvy a tvrdosti substrátu.
<b>KLÍČOVÁ SLOVA</b> <b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b>	Tenká vrstva, substrát, adheze, koheze, depozice tenkých vrstev, PVD, CVD, zkoušky tenkých vrstev, Scratch test, Mercedes test, Kalotest, TiN, mikroskopie

## SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

<b>AUTHOR</b>	<b>Surname</b> Kareš	<b>Name</b> Michal	
<b>FIELD OF STUDY</b>	“Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
<b>SUPERVISOR</b>	<b>Surname (Inclusive of Degrees)</b> doc. Dr. Ing. Kříž	<b>Name</b> Antonín	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	<b>Delete when not applicable</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	The impact of selected factors on the adhesion properties of thin film - substrate		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN</b>	2015
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	62	<b>TEXT PART</b>	60	<b>GRAPHICAL PART</b>	2
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION</b> <b>TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	The bachelor thesis aims to define the terms of adhesion and cohesion, a description of the thin film-substrate system and it focuses mainly on adhesive-cohesive properties that operates on interface of this system. In experimental part there will be series of tests taken on the samples and on the basis of selected systems the best combination of thin film thickness and hardness of the substrate will be determined.
<b>KEY WORDS</b>	Thin film, substrate, adhesion, cohesion, depozition of thin films, PVD, CVD, thin film testing, scratch test, Mercedes test, Kalotest, TiN, microscopy

## PODĚKOVÁNÍ

*Zde bych rád poděkoval vedoucímu této práce, doc. Dr. Ing. Antonínu Křížovi, za námět práce, věnovaný čas a trpělivé vedení. Mé díky patří také Ing. Vojtěchu Průchovi, za veškerý věnovaný čas, přínosnou konzultaci a pomoc, bez které by tato práce nemohla vzniknout. A v neposlední řadě bych rád poděkoval i své rodině za podporu a všem dalším, kteří mi pomohli s vypracováním práce.*

## Obsah

1	Úvod.....	5
2	Popis systému tenká vrstva-substrát.....	6
2.1	Tenká vrstva .....	6
2.2	Adheze a koheze.....	8
3	Předdepoziční přípravy .....	9
3.1	Čištění substrátu .....	9
3.1.1	Čištění ultrazvukem.....	10
3.1.2	Chemické čištění .....	10
3.1.3	Iontový bombard .....	10
3.1.4	Úprava řezných hran nástroje.....	12
3.1.5	Stripping .....	13
4	Metody depozic tenkých vrstev.....	13
4.1	Fyzikální metody depozice vrstev PVD .....	14
4.2	Chemické metody depozice vrstev CVD.....	16
4.3	Modifikované metody depozic [5, 9, 18, 22] .....	17
5	Způsoby měření adheze.....	18
5.1	Indentační zkouška – „Mercedes test“ .....	18
5.2	Vrypová zkouška – Scratch test.....	19
5.2.1	Faktory ovlivňující hodnotu kritického zatížení .....	21
5.2.2	Druhy porušení .....	22
5.3	Impact test.....	23
5.4	Metoda PIN-on-DISC.....	24
6	Závěr.....	25
7	Experimentální část .....	27
7.1	Experimentální materiál .....	28
7.1.1	Substrát ocel EN C45 (ekvivalent oceli ČSN 12 050) .....	28
7.1.2	Ocel EN HS6-5-2 (ekvivalent ČSN 19 830) .....	30
7.1.3	Slinutý karbid K20 .....	33
7.2	Vrstva TiN .....	34
7.3	Depozice vrstvy TiN.....	35
7.4	Kontrolní měření po depozici .....	36
7.4.1	Kalotest.....	36
7.4.2	Měření tvrdosti .....	39
8	Vyhodnocení zkoušky „Mercedes test“ .....	40
8.1	Substrát ocel EN C45+QT .....	40

8.2	Substrát ocel EN HS6-5-2+QT .....	42
8.3	Substrát EN HS6-5-2+A .....	43
8.4	Substrát slinutý karbid K20 .....	45
8.5	Diskuse výsledků zkoušky „Mercedes test“ .....	46
9	Vyhodnocení zkoušky Scratch test .....	49
9.1	Substrát EN C45+QT .....	50
9.2	Substrát EN HS6-5-2+QT .....	53
9.3	Substrát EN HS6-5-2+A .....	55
9.4	Substrát slinutý karbid K20 .....	59
9.5	Diskuze výsledků zkoušky Scratch test .....	61
10	Závěr.....	63
11	Použitá literatura .....	65

## Přehled použitých zkratk a symbolů

- a – tloušťka tenké vrstvy při kalotestu [ $\mu\text{m}$ ]  
ASTM – Americká asociace pro testování a materiály (American Society for Testing and Materials)  
CACD - Metoda CVD s lavinovým plasmatickým výbojem pro vytváření tenkých vrstev  
COF – Koeficient tření (Coefficient of friction)  
CVD - chemické metody vytváření tenkých vrstev (angl.. Chemical Vapour Deposition)  
DLC – Diamond like Carbon (uhlík jako diamant)  
EDAX - Energiově disperzní elektronová mikroanalýza (Energy – Dispersive Analysis of X-rays)  
 $F_n$  – Normálová síla [N]  
 $F_t$  – Třecí síla [N]  
HFCVD - Metoda CVD se žhavicím vláknem pro vytváření tenkých vrstev  
HRC – Tvrdost dle Rockwella  
HSS – rychlořezná ocel (High speed steel)  
HV – Tvrdost dle Vickerse  
IBICVD - Depozice indukovaná bombardem pro vytváření tenkých vrstev  
 $L_C$  – Kritické zatížení při zkoušce Scratch test [N]  
LCVD - Laserem indukovaná CVD metoda vytváření tenkých vrstev  
LPCVD - Nízkotlaká CVD metoda pro vytváření tenkých vrstev  
MTCVD - Middletemperature CVD metoda vytváření tenkých vrstev  
PACVD – Plasmaticky aktivovaná CVD metoda vytváření tenkých vrstev  
PVD – fyzikální metody vytváření tenkých vrstev (angl.. Physical Vapour Deposition)  
R, r – Vnější a vnitřní poloměr kaloty [ $\mu\text{m}$ ]  
Ra – Střední aritmetická úchylka drsnosti povrchu [ $\mu\text{m}$ ]  
SEM – Řádkovací elektronová mikroskopie (Scanning electron microscopy)  
SK – Slinutý karbid  
TiC – Karbid titanu  
TiN – Nitrid titanu  
WC – Karbid wolframu  
 $\alpha$  – Koeficient délkové roztažnosti [ $\text{K}^{-1}$ ]



# I. TEORETICKÁ ČÁST

# 1 Úvod

Za posledních několik desítek let prodělaly tenké vrstvy významný pokrok a jejich přínos průmyslu je v dnešní době již nepostradatelný. Na počátku vývoje se tenké vrstvy vytvářely na podkladech z běžných slinutých karbidů metodou CVD jako jedno či vícevrstvé povlaky. Nejvíce využívané vrstvy byly na bázi TiN a TiC později následovány  $Al_2O_3$  v polovině 70. let, avšak v současné době se v nejrůznějších modifikacích vyskytují na dvě stovky takovýchto systémů, každý se svými specifickými vlastnostmi.

Tyto systémy nacházejí praktické využití nejen ve strojírenství a průmyslu, ale i mnoha dalších oblastech jako je například energetika, design, medicína, optika, letecký, chemický, textilní průmysl a další. Při takto širokém využití jsou na tenké vrstvy kladeny stále větší nároky, a proto dnes plní i více funkcí najednou. Tyto funkce zahrnují např. dekorativní účely, tepelné bariéry, biokompatibilitu a další.

Takto rapidní vývoj s sebou přináší i mnohá úskalí, jelikož se s očekáváním stále lepších vlastností tenkých vrstev zvyšují i nároky na jejich výzkum, testování, výrobu, hledání nových systémů a mnohé další. Nemalé nároky jsou kladeny také na základní materiál, neboť stav jeho povrchu silně ovlivňuje samotný proces depozice a chování celého systému v provozních podmínkách. Má-li tento systém splňovat všechny požadované parametry, musí mít obě jeho součásti specifické podmínky. Jedním z nejjednodušších způsobů posouzení schopností tenkých vrstev je prostřednictvím adhezních sil. Nehledě na účel aplikace tenké vrstvy, adheze je jednou z jejich nejdůležitějších vlastností a dnes existuje přes 250 způsobů, jak lze tyto síly určit [1]. Dobrá adheze vrstvy k povrchu závisí na několika faktorech včetně, typu chemické vazby, modulu pružnosti, smykovém napětí, tloušťce vrstvy, její čistotě a lomové houževnatosti [2].

Společnost ASTM (The American Society for Testing and Materials), která se mimo jiné zabývá rozvojem mezinárodních norem, definuje adhezi jako stav, kdy jsou dva povrchy drženy společně vazebnými silami, které působí na rozhraní těchto povrchů [3]. Účelem posuzovacích metod pro stanovení adheze vrstev je právě tyto síly porušit vyvoláním definovaného napětí na rozhraní a stanovení hodnoty, při níž dojde k narušení či odloupení části vrstvy od substrátu.

Cílem této Bakalářské práce je teoreticky pojednat o tenkých vrstvách a substrátech využívaných v minulosti až do současných moderních systémů. Jaké procesy se využívají před depozicí tenkých vrstev a pro jejich samotnou depozici. V experimentální části této práce bude úkolem se zaměřit na adhezivně-kohezivní chování těchto systémů a experimentálně určit z vybraných systémů nejvhodnější kombinaci tloušťky tenké vrstvy a tvrdosti substrátu. Vzorky budou podrobeny řadě testů, kdy na základě jejich výsledků v dílčích experimentech budou hodnoceny dle jasných kritérií. Na základě hodnocení vzejde vrstva s nejlepšími výsledky.

## 2 Popis systému tenká vrstva-substrát

### 2.1 Tenká vrstva

V roce 1950 použil německý podnik Metallgesellschaft AG tuto metodu pro vytvoření otěruvzdorných povlaků na oceli. Výzkum byl úspěšný a již v roce 1952 vedl k první sérii patentovaných aplikací v dané oblasti, patent povlakování slinutých karbidů vrstvou TiC byl jmenovanou firmou přihlášen v roce 1959. Povlakování se tak stalo velmi významnou metodou zlepšení vlastností zejména u vyměnitelných břitových destiček pro řezné nástroje [4].

Depozice tenkých otěruvzdorných vrstev se začala průmyslově aplikovat na konci šedesátých let 20. století. V té době byly opatřeny první břitové destičky ze slinutého karbidu poměrně silnou vrstvou TiC, která byla vytvořena depoziční metodou CVD. V 70. letech při rozšíření aplikace nástrojů z rychlořezných ocelí byl tlak ze strany uživatelů na vývoj depozičních technologií, které by umožňovaly vytváření tenkých otěruvzdorných vrstev pod popouštěcí teplotou zvolených substrátů, tj. pod 560°C (rychlořezné oceli). Tuto podmínku splňovala depozice založená na fyzikálním principu tzv. PVD, jejíž pracovní teplota se pohybuje v rozmezí 150 – 500 °C. Oproti CVD metodě, kde vlastní depozice probíhá až při teplotách 950 – 1050 °C se jedná o značnou výhodu. Tyto technologie se dále vyvíjely a v současné době dosahují stejného postavení na trhu jako starší CVD technologie [5].

Původně postačovalo několik typů povlaků jako konkurence jiným nástrojovým materiálům, v současnosti je z hlediska uspokojování rostoucích požadavků každoročně vyvíjeno a zdokonalováno mnoho nových druhů tenkých vrstev pro různé řezné aplikace. Jednotlivé materiály se navzájem liší druhem povlaku, kombinací vrstev, tloušťkou povlaku, metodou povlakování, substrátem, atd. Pro konkrétní aplikaci řezného nástroje s povlakovanou břitovou destičkou (obráběný materiál, řezné podmínky) je velmi důležitá správná kombinace všech uvedených faktorů, protože zejména na této skutečnosti závisí efektivnost jeho užití [4].

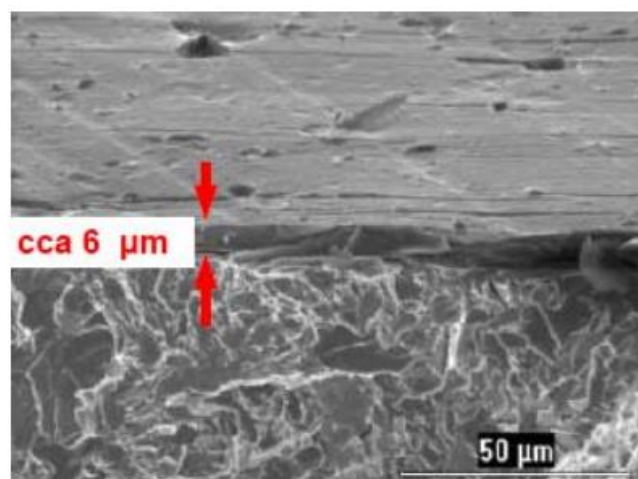
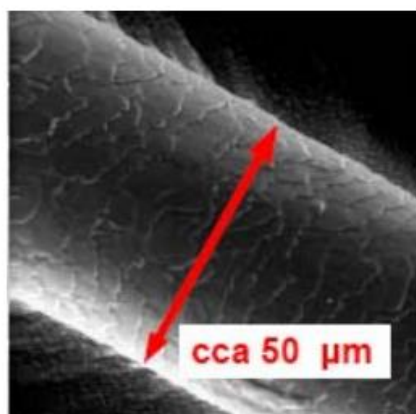
Důležité mezníky ve vývoji tvrdých povlaků jsou shrnuty v tabulce č. 2.1, která dokumentuje zcela zřejmé úsilí snížit teplotu tvorby tvrdých povlaků a zlepšit jejich vlastnosti, zejména zvýšit tvrdost a odolnost proti oxidaci. Odolnost proti oxidaci by měla být zvýšena až na hodnotu přibližně 1000°C, s ohledem na teploty ohřevu řezného nástroje při obrábění vysokými řeznými rychlostmi [4].

Podle tvrdosti jsou vrstvy obvykle děleny do dvou skupin: tvrdé vrstvy s tvrdostí <40 GPa a supertvrdé vrstvy s tvrdostí >40 GPa. Ve srovnání s velkým počtem tvrdých vrstev lze do skupiny supertvrдых vrstev zahrnout pouze několik materiálů - kubický nitrid boru, DLC (Diamond Like Carbon - „uhlík jako diamant“, uhlík podobný diamantu, diamantový uhlík, uhlík s vlastnostmi diamantu – amorfni uhlík, který nevykazuje signál rentgenové difrakce, který by bylo možné připsat diamantu, ale má fyzikální vlastnosti jako diamant), amorfni nitrid uhlíku (a - CN<sub>x</sub>) a polykrystalický diamant. Do této skupiny patří i nanokompozitní vrstvy typu TiAlSiN popř. další, kde je po hranicích zrn Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> [4].

Povlak	Materiál	Tvrdość [GPa]	Charakteristika
Jednovrstvý	TiN, TiC, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21, 28, 21	CVD při teplotě 1000°C na substrátech SK
	TiN, TiC	21, 28	PVD při teplotě ≤550°C na ocelových substrátech
Multivrstvý	TiC/TiB <sub>2</sub>		Kolem 10 <sup>3</sup> mezifázových hranic TiC/TiB <sub>2</sub>
Jednovrstvý	c-BN	50	Chemická rozpustnost boru v železe
	diamant	90	Vysoká chemická aktivita k železu
	TiAlN	65	Odolnost proti oxidaci až do 800°C
	DLC	65	Amorfni fáze
	CN <sub>x</sub>	50÷60	Substochiometrická struktura (x=0,20÷0,35)
Supermřížkový	TiN/VN, TiN/NbN, atd.	~50	Supermřížková perioda 5÷10 nm
Jednovrstvý	Nc-MN/α-nitrid		~32
	Nc-MN/M	Nanokompozit, odolnost proti oxidaci až do 950°C	
	Ti <sub>0,4</sub> Al <sub>0,6</sub> N		

Tabulka 2.1 Důležité stupně ve vývoji tvrdých povlaků [4]

Deponované tenké vrstvy je třeba chápat jako systém, neboť vrstva pro svoji tloušťku dosahuje společně se substrátem specifických vlastností a chování. Samotné tenké vrstvy mají na rozdíl od objemových materiálů rozdílné vlastnosti a to nejen z důvodů svoji tloušťky, ale i následkem depozičních procesů, které lze označit jako nerovnovážné a iniciující vznik metastabilních fází. V současné době je snaha vytvářet přesně definované složení tenkých vrstev za účelem zajištění požadovaných vlastností. Vývoj tenkých vrstev tak dosáhl nového stadia. Již se nehledají aplikační možnosti pro vrstvy, které se deponují, ale naopak na základě požadavku praxe je snaha vytvářet nové typy vrstev [5].



Obr. 2.1 Srovnání tlouštěk lidského vlasu a tenké vrstvy [6]

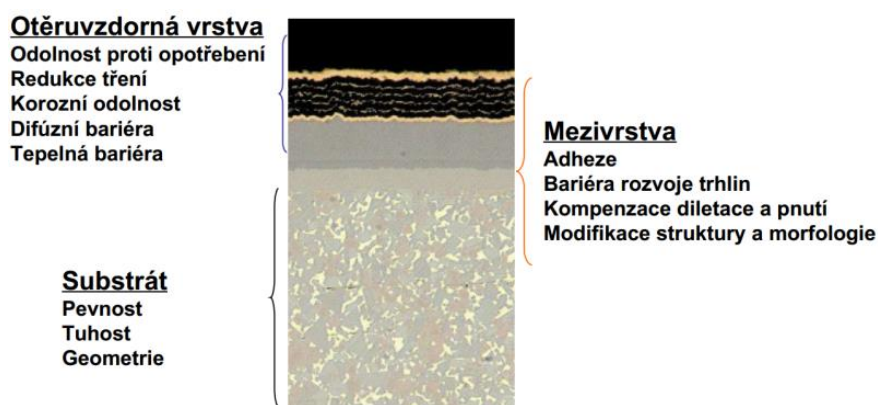
## 2.2 Adheze a koheze

- Kohezivní síly jsou mezimolekulární síly, které způsobují, že molekuly zůstanou spojeny a nedojde k jejich oddělení. Tyto přitažlivé síly působí mezi molekulami jedné látky.
- Adhezivní síly jsou přitažlivé síly mezi molekulami dvou či více rozdílných látek. Vznikají v jejich kontaktu a pomocí chemických nebo fyzických vazeb je drží pohromadě [3].

Adheze a koheze patří k základním vlastnostem tenkých vrstev. Adheze určuje kvalitativní vlastnosti systémů tenká vrstva-substrát. K dosažení kvalitního spojení je třeba zaměřit pozornost zejména na vytvoření vazebních sil daného charakteru a velikosti mezi vrstvou a substrátem. Velikosti sil jsou ovlivňovány hodnotou kinetické energie dopadajících atomů a iontů na povrch, změnou depozičních parametrů a strukturními vlastnostmi substrátu. Přílnavost tenké vrstvy může také záležet na metalografické přípravě povrchu před samotnou depozicí, způsobem čištění a mnoha dalších faktorech ovlivňujících přílnavost. Je však nutné brát v potaz, že se zvyšujícími se požadavky na kvalitu povrchu se zvyšují také náklady (jak finanční tak časové) spojené s leštěním, popř. dalšími přípravami. Proto je nutné zvolit správný poměr mezi kvalitou povrchu a požadovanou adhezí, která může být i na hrubším povrchu substrátu dostačující pro většinu aplikací v průmyslu [6, 7].

Adheze tenkých vrstev závisí na vazbě vrstvy k substrátu (chemická, Van der Waalsova, elektrostatická a mechanická), na rozvoji smykových napětí na rozhraní vrstva-substrát a na mikrostruktuře vrstvy.

Smyková napětí vznikají už při depozici na rozhraní tenká vrstva-substrát z důvodu rozdílných tepelných roztažností, modulů roztažnosti a také ze zbytkových pnutí, které vznikly ve vrstvě během jejího vytváření. Pokud tato napětí dosáhnou kritické hodnoty, dojde k adhezivnímu porušení tenké vrstvy a jejímu odtržení od substrátu. Pokud jsou vazby mezi vrstvou a substrátem natolik pevné, že k jejich porušení přesto nedojde, poruší se samotná tenká vrstva nebo substrát. Tento defekt je označován jako kohezivní porušení [8].



Obr. 2.2 Systém tenká vrstva-substrát [9]

Míra adheze je ovlivňována několika způsoby [10]:

- Hodnotou kinetické energie dopadajících atomů a iontů na povrch
- Změnou depozičních parametrů
- Strukturními vlastnostmi substrátu
- Stavem a čistotou povrchu v okamžiku počátku tvorby vrstvy

Rozlišují se dva typy adheze, základní a praktická (skutečná). Základní adheze je vztažena k energii potřebné pro porušení meziatomových vazeb, které drží dva materiály dohromady, zatímco praktická adheze určuje sílu nebo práci potřebnou k odtrhnutí vrstvy od substrátu bez ohledu na místo poruchy. Praktická adheze může být popsána jako funkce, která zahrnuje základní adhezi spojenou s nějakým dalším jevem probíhajícím během zkoušky jako je např. plastická deformace vrstvy či substrátu, geometrie vzorku, vnitřní napětí a další [11].

Vztah mezi experimentálně naměřenou praktickou adhezí (EA) a základní adhezí (BA) je popsán rovnicí [8]:

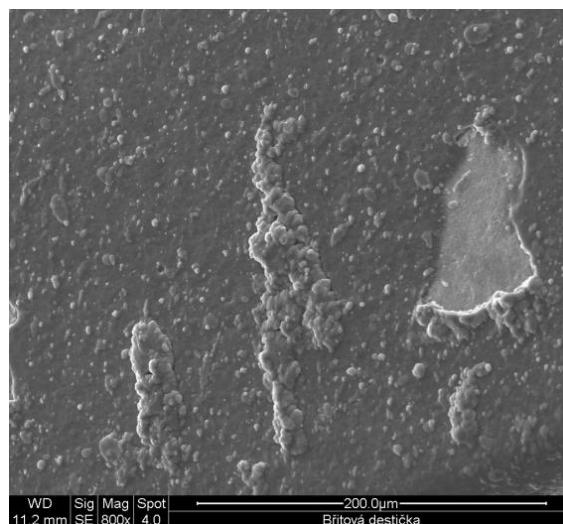
$$EA = f(BA, \text{další faktory})$$

Ze vztahu plyne, že reálná adheze bude vždy menší než základní adheze.

### 3 Předdepoziční přípravy

Všechny procesy, které jakkoliv ovlivňují čistotu, morfologii a chemické složení povrchu substrátu se nazývají předdepoziční přípravy. Tyto přípravy velmi výrazně ovlivňují adhezivní vlastnosti tenké vrstvy k substrátu. Tato ovlivnění mohou mít jak pozitivní tak, negativní charakter. Pokud je povrch substrátu nedostatečně očištěný, dojde v oblasti rozhraní ke značnému snížení adheze. Pokud bude adheze nízká, pak dochází k rozrušení vrstvy a následnému odlupování jejích částí [8]. Naopak pozitivním ovlivněním se rozumí optimální očištění povrchu, modifikace za účelem dosažení optimální adheze v systému tenká vrstva-substrát [12].

Ty podle druhu substrátu zahrnují činnosti jako je úprava řezných hran nástroje, chemické a iontové čištění substrátu. Všechny tyto procesy mají nezanedbatelný vliv na adhezi.



Obr. 3.1 Zhoršená adheze vrstvy následkem nedokonalého očištění povrchu [5]

#### 3.1 Čištění substrátu

Před samotnou depozicí tenké vrstvy je nutné očistit povrch substrátu tak, aby se odstranily veškeré organické i anorganické nečistoty jako třeba prachové, chemické i materiálové nečistoty či zbytky ropných produktů (oleje, petroleje aj.).

### 3.1.1 Čištění ultrazvukem

Při použití ultrazvuku se v ultrazvukové čističce transformuje vysokofrekvenční kmitání v rozsahu 20-70kHz na akusticko mechanické kmity. Tyto kmity prochází čistícím roztokem (voda a vodní roztoky) k materiálu, kde dochází k přeměně ultrazvukové energie na tepelnou. Ultrazvuk vykonává kmitání ozářeného média, které i při relativně malé amplitudě 0,005 - 0,1mm dosahuje velké rychlosti, především však velkého zrychlení. Sekundární účinky kmitání se projevují jako kavitace, vznik tepla, akustické proudění, únava a deformace materiálu, redukce tření, radiační tlaky apod. Vlivem změny teplot mezi čistěným předmětem a nečistotou dochází v místě jejich styku k částečnému oddělení, a tak se dostává čistící medium mezi styková místa čistěného předmětu a nečistoty. Vlivem podtlaku na místech s uvolněnou soudržností kapalinových molekul dochází k porušení celistvosti kapaliny, následkem toho je, že vznikají v čistícím mediu bubliny [13].

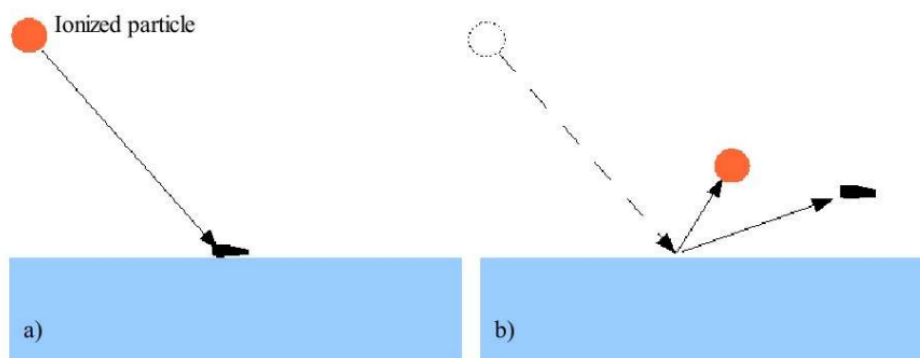
Výhodou této technologie je čištění na špatně dostupných místech tvarově složitých či malých předmětů, odstranění namáhavé práce, krátká doba čištění a relativně levné ultrazvukové čističky.

### 3.1.2 Chemické čištění

Účelem chemického čištění je zbavit substrát veškerých hrubých organických či anorganických nečistot tj. mastnoty, prachu, brusiva a jiných pevných částic ulpělých na povrchu. Substrát se ponoří do kapaliny kde se působením ultrazvuku a čistící kapaliny zbavuje nečistot. Jako čistící kapaliny se používají různé alifatické uhlovodíky (alkoholy na ropné bázi a mastné kyseliny) a aromatické uhlovodíky (toluol, benzol, xylol aj.) [14]. Tyto látky jsou vysoce hořlavé a životu nebezpečné, proto se s nimi musí pracovat s vysokou opatrností. Po čištění následuje oplach destilovanou vodou a vysušení. V dnešní době se již uplatňují vakuové sušičky.

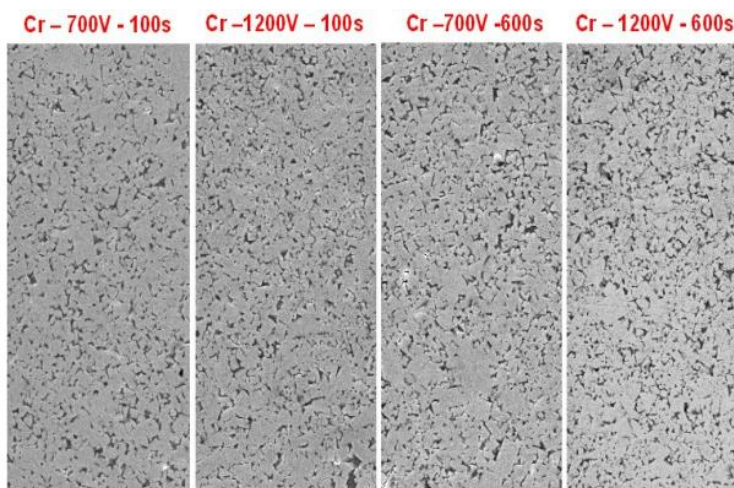
### 3.1.3 Iontový bombard

Tento proces se s výhodou provádí již v depoziční komoře, kde se následně provádí depozice vrstvy. Princip fungování je takový, že kladně nabitě ionty odpařené katody kovu, popř. i napuštěného a ionizovaného plynu (např. Ar nebo H<sub>2</sub>), dopadají na povrch substrátu, kde jsou zakotveny atomy nečistot. Dopad energetických částic o dostatečné hmotnosti způsobí předání jejich hybnosti atomům vzorku a následným vyrazení těchto atomů nebo molekul z povrchu. Za předpokladu, že je svazek bombardujících částic dobře definován z hlediska energie a intenzity, lze proces použít ke kontrolované erozi povrchu, např. vrstvy po vrstvě. Energie dopadajících iontů je dána záporným předpětím vyvolaným na substrát (tzv. BIAS), tlaku, plynu v komoře, ionizovaným prostředím a úhlem dopadu. V další fázi se pokračuje vypuštěním komory a přepnutím zdroje elektrického oblouku na nižší napětí. Na katodě se vytvoří katodová skvrna, která je pak zdrojem iontů, jež jsou opět záporným předpětím urychlovány na substrát, čímž se povrch dočistí. Záporné předpětí má výrazný vliv na stav čistoty substrátu a tedy radikální dopad na míru adheze, jež s kvalitou povrchu rychle stoupá [9, 14, 15].



Obr. 3.2 Schéma principu iontového bombardu

Vlivem dopadu iontových částic dochází také k zahřívání substrátu na depoziční teplotu. Tento jev je žádaný, neboť se takto šetří časové i ekonomické náklady na depozici. Pokud je ovšem tento ohřev nedostatečný, zazařuje se jako další proces ještě dodatečný ohřev na depoziční teplotu nebo se provádí iontové čištění po delší dobu. Avšak s narůstající dobou se také zintenzivňuje očištění substrátu a zvyšuje se stupeň odprášení povrchu. Tím jsou postiženy především fáze s menší kohezní pevností a nižší tvrdostí. Na obrázku 3.3 jsou vedle sebe seřazeny snímky povrchu substrátu z rychlořezné oceli ČSN 19830 pořízené světelným mikroskopem při pětisetnásobném zvětšení po vystavení povrchu různým parametrům iontového čištění (předpětí a doba čištění) [14]. Jak je patrné z obrázku, tvrdé karbidy jasně vystupují z okolní matrice, která je již částečně oprášená. Proto je nutné věnovat správné volbě parametrů iontového čištění zvýšenou pozornost.



Obr. 3.3 Stav povrchu substrátu z oceli ČSN 19830 po různých parametrech iontového čištění [14]

Iontový bombard hraje také důležitou roli při zvyšování adheze a to prostřednictvím [9]:

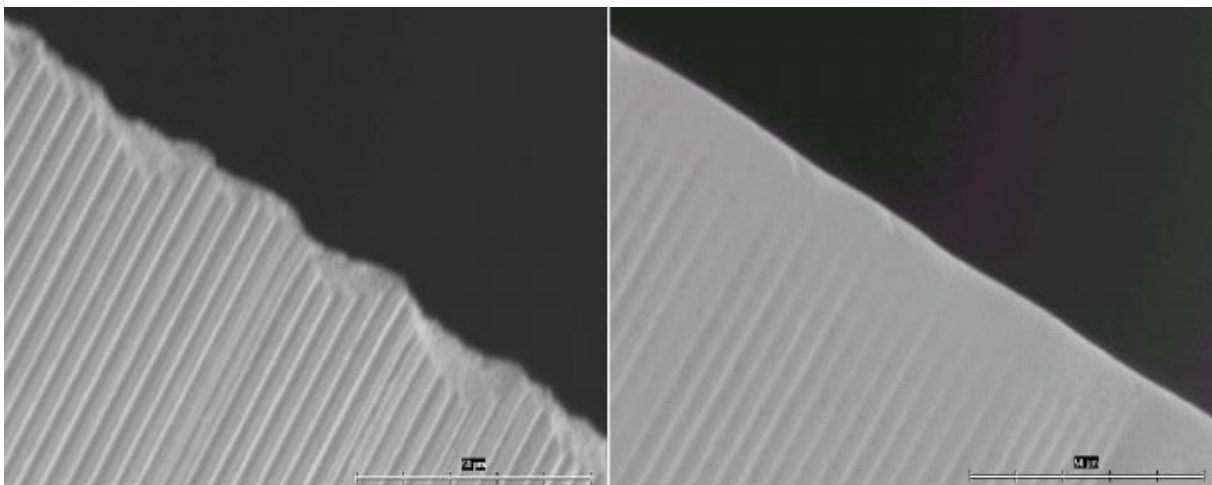
- Odstranění vrstvy nečistot
- Změny chemického složení povrchu
- Vytvořením nukleačních míst
- Zvýšením pohyblivosti absorbovaných atomů
- Zvýšením tepelné energie v povrchové oblasti – podpoření chemických reakcí a difuze



- Změny povrchové topografie

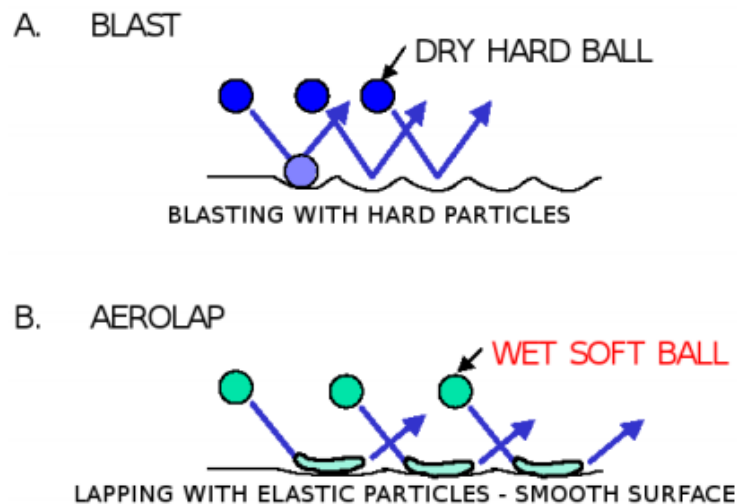
### 3.1.4 Úprava řezných hran nástroje

Jako materiály pro povlakované řezné nástroje se dnes majoritně používají rychlořezné oceli a slinuté karbidy. Zvláště u slinutých karbidů je třeba přípravě nástroje na depozici věnovat zvýšenou pozornost z důvodu vysoké křehkosti materiálu a náchylnosti ostrých hran k odštípnutí [14]. Ostří u nových a renovovaných nástrojů je po broušení nehomogenní a plné defektů. Tyto chyby jsou iniciátory možných porušení tenkých vrstev a mohou vést ke snížení užitných vlastností nástroje. Také velmi ostrá řezná hrana není zpravidla výhodná, neboť při prvním kontaktu nástroje s obráběným materiálem dochází k „zajíždění nástroje“, což vede k samovolnému odstranění ostré hrany a vzniku přirozeného zaoblení na ostří nástroje. Hrany nástrojů je proto vhodné po nabroušení speciálně omílat, kartáčovat, honovat, otryskávat aj.



Obr. 3.4 Porovnání řezné hrany nástroje před a po opracování [6]

Jak je patrné z obrázku 3.4, při těchto způsobech povrchové úpravy dochází ke změnám mikrogeometrie nástroje a to max. v řádech mikrometrů (obvykle cca do 10 $\mu$ m) a může být dosaženo zvýšení životnosti nástroje až 200% oproti nástroji s neupravenou řeznou hranou [14, 16]. Pro technologii otryskávání se využívá celá řada prášků s rozdílnými abrazivními médii na bázi přírodních oxidů, kovových abraziv (např. broků), syntetických abraziv (např. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a SiC) a diamantových prášků [6]. Tyto prášky se unášejí proudem vzduchu proti nástroji rychlostí okolo 700 km.h<sup>-1</sup> a jejich dopadem dochází k abrazivnímu opotřebení materiálu. Speciální technologií pro úpravu hran je technologie zvaná Aero lap, kde se jako médium používá elastických částic s pojivem, které jsou tryskány stlačeným vzduchem o tlaku 0,5 MPa. Tyto částice jsou vrhány na povrch nástroje pod úhlem 30 – 60°. Díky dopadovému úhlu a pružné povaze částic nedochází při dopadu k odražení, ale náraz je utlumen a částice po povrchu sklouzávají (Obr. 3.5) [12].



Obr. 3.5 Rozdíl mezi úpravou proudem tvrdých a měkkých částic

Jako další technologie pro úpravu řezných hran nástrojů se používá kartáčování, kde se hrana obrušuje ocelovým, popř. polymerním kartáčem s impregnovaným abrazivem nebo pomocí gumových disků nebo jiných elementů za přítomnosti abrazivního média či vápencové kaše.

### 3.1.5 Stripping

Pod pojmem stripping se rozumí odstranění staré vrstvy z již použitého materiálu, jeho úprava a nanesení vrstvy nové. Stripping probíhá ve třech krocích. Nejprve se provede odstranění původní vrstvy, jejíž technologie se liší podle materiálu substrátu. Odpovlakování rychlořezných ocelí se nejčastěji provádí anodickým rozpouštěním. Nástroj zde tvoří anodu, která je rozpouštěna v elektrolytu na bázi hydroxidů. Rozpouštění tenké vrstvy obvykle proběhne v řádech několika minut v závislosti na její tloušťce. U slinutých karbidů technologie odpovlakování představuje oproti HSS určitý technologický problém, jež představuje nebezpečí napadání kobaltového pojiva rozpouštědly používanými pro stripping. Jako rozpouštědla se zde používají roztoky na bázi hydroxidů a peroxidu vodíku [12].

Dalším krokem je zde přebroušení materiálu. Tento krok je zařazen z důvodu, že všechna dosud běžně užívaná rozpouštědla vrstev intenzivně napadají také substrát. Jelikož stripping a přebrousování obvykle není prováděno jedním výrobcem, narůstá zde finanční a časová náročnost při posílání nástrojů mezi depoziční firmou a výrobcem nástrojů [12].

Posledním krokem při strippingu je již samotná depozice nové vrstvy. Těmito metodami se bude zabývat následující kapitola.

## 4 Metody depozic tenkých vrstev

Existují dvě základní metody depozic tenkých vrstev, a to chemická metoda (CVD – Chemical Vapour Deposition) a fyzikální metoda (PVD – Physical Vapour Deposition). Dále se používá rozličných derivátů těchto metod, kdy se různými úpravami technologie depozice dosahuje jak vyšší efektivity, tak i kvality tenkých vrstev. Neméně důležité je také zachování

původních vlastností substrátu, který při vysokých teplotách u chemického nanášení může měnit své vlastnosti.

Za hlavní rozdíl mezi PVD a CVD technologií je brán způsob přenosu materiálu tvořícího tenkou vrstvu na nástroj, tj. z pevného terče u fyzikální metody anebo z plynu či plazmatu u chemické metody.

Depozice vrstev se provádí jako finální operace na hotovém tepelně zpracovaném substrátu. Má-li systém tenká vrstva-substrát vykazovat dobré adhezivně-kohezivní vlastnosti musí daný povrch před depozicí splňovat následující předdepoziční podmínky [5, 9]:

- Kovově čistý povrch nástroje (doporučuje se nástroj brousit i na nefunkčních plochách)
- Řezné břity nesmí být přehřáté nesprávným broušením
- Nástroj nesmí mít povrch opatřen jiným povlakem, např. galvanickým zpracováním
- Nástroje musí být nové (s minimální skladovací dobou)
- Při „strippingu“ původních vrstev je u slinutých karbidů nebezpečí změny povrchové koncentrace kobaltu
- Řezné břity by neměly mít otřepy, je nutné mírně změnit i geometrii
- Při „přepovlakování“ je nutné počítat se zvýšeným rizikem oslabení adhezního spojení

#### 4.1 Fyzikální metody depozice vrstev PVD

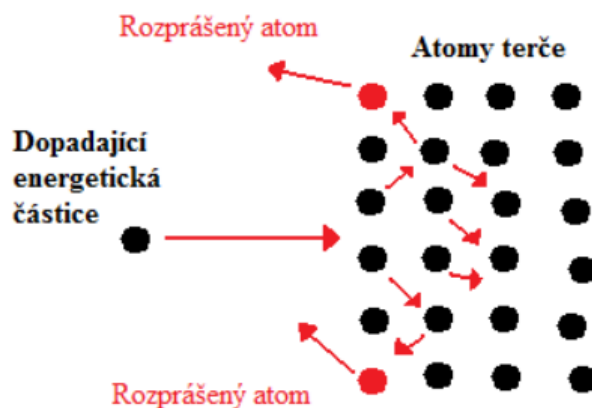
Technologie PVD je souhrn procesů nanášení tenkých vrstev o tloušťce od několika nanometrů k několika mikrometrům. Touto metodou mohou být deponovány nejen rychlořezné oceli a slinuté karbidy, ale také celá řada dalších materiálů jako plasty, slitiny hliníku a další. Protože tyto metody nepotřebují vysokou teplotu (150 °C – 500 °C), lze je použít i na materiály substrátu s nízkou tolerancí vůči teplotnímu zatížení. Další výhodou je schopnost povlakování ostrých hran s poloměrem zaoblení menším než 20μm a díky relativně snadnému korigování procesu, lze vytvářet velká řada vrstev s různými vlastnostmi o různých tloušťkách. Celý proces je rozdělen do třech na sebe navazujících kroků [17]:

- Vypaření materiálu z pevného terče za pomoci vysoké teploty nebo plynné plasmy
- Transport par ve vakuu nebo podtlaku k substrátu
- Kondenzace par na substrátu a vytvoření tenké vrstvy

Všechny PVD metody jsou založeny na těchto třech krocích a liší se pouze v metodách získání atomů kovu z terče. Jako dvě základní technologie uvažujeme reaktivní napařování a reaktivní napařování [17].

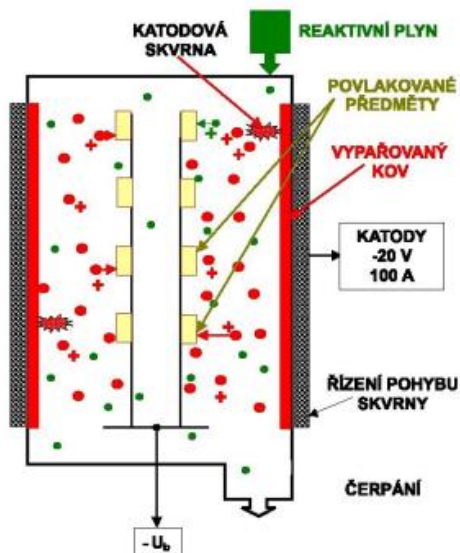
Reaktivní napařování je založeno na principu odpařování materiálu ve vakuu a na kondenzaci jeho par na substrátu. Pro odpařování kovů se používá elektronový svazek, obloukový výboj nebo laser [9]. Pro odpařování kovů jako Al, Cu, Ag se používá ohřevu průchodem elektrického proudu wolframovým drátem nebo molybdenovou lodičkou. Limitující je v tomto případě teplota tavení wolframu či molybdenu a jejich rozpustnost v napařovaných kovech [18].

Napařování je proces, při kterém se rozprašuje (kovový) terč energetickými ionty a kondenzací částic odprášeného materiálu na substrátu. Ionty pracovního plynu (obvykle argonu) jsou urychleny elektrickým polem a tím získají kinetickou energii potřebnou k vyrazení částic terče. Poté dochází ke kolizní kaskádě mezi atomy v terči (celou situaci popisuje obrázek 4.1). Podíl mezi počtem dopadajících částic na terč a rozprášených částic z terče se označuje jako tzv. výtěžnost rozprašování. Velký vliv na výtěžnost rozprašování má úhel dopadu, kde maximální výtěžnost nastává při úhlu  $45^\circ$ , protože zasažený objem je blíže povrchu a může se snadněji rozpráshit než pro nižší úhly, kdy je zasažená oblast položena hlouběji v terči. Pro vyšší úhly roste pravděpodobnost, že se částice pouze odrazí a nedojde ke kolizní kaskádě. Díky vyšší energii mohou vyražené částice tvořit homogennější vrstvy s lepší adhezí než je tomu při napařování [18, 19].

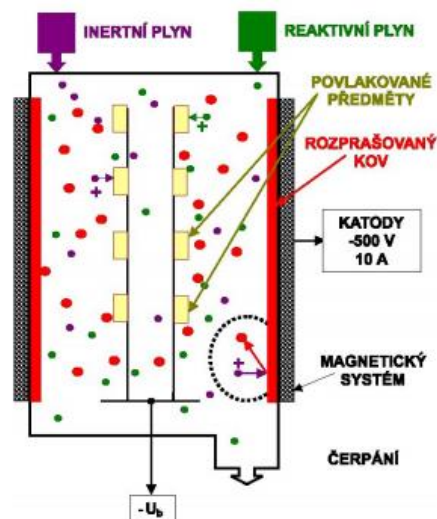


Obr. 4.1 Schéma kolizní kaskády [19]

Vzhledem k extrémně nízké depoziční rychlosti při diodovém uspořádání se během posledních desetiletí dostává do popředí zájmu technologie magnetronového rozprašování. Tato technologie je založena na rozprašování pevného terče ionty pracovního plynu. Plazma je díky silnému magnetickému drženo pod povrchem terče, tudíž není v kontaktu se substrátem a nedochází k jeho ohřevu (teplota substrátu se pohybuje v rozmezí  $40 - 50^\circ\text{C}$ ) [9]. Záporně nabitě částice jsou v kruzích unášeny magnetem, čímž se prodlouží jejich dráha, zvýší se pravděpodobnost srážek s atomy argonu a vznikne hustší plazma. Magnetronové rozprašování umožňuje vytváření nových materiálů se specifickými vlastnostmi ze široké skupiny komponent a slitin jako jsou oxidy, nitridy, karbidy, fluoridy a arsenidy [20].



Obr. 4.2 Princip napařování [21]



Obr. 4.3 Princip napařování [21]

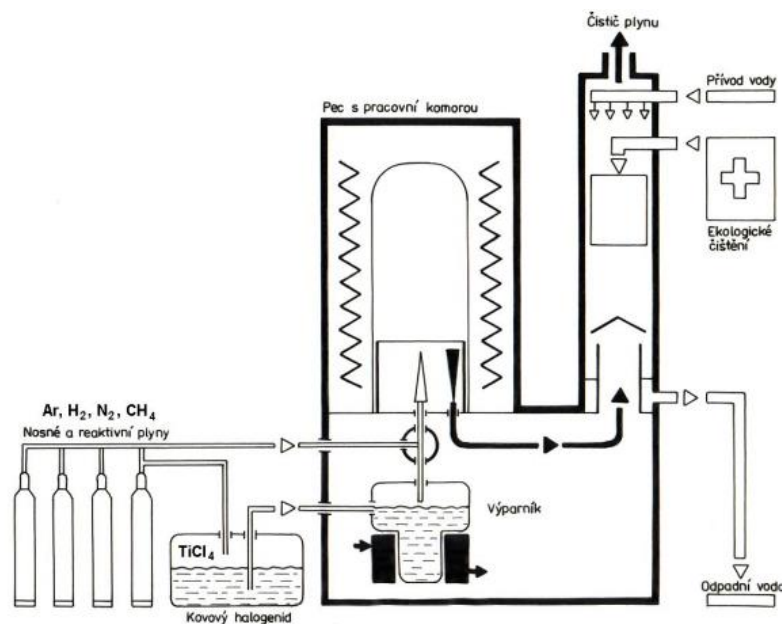
K nevýhodám PVD metod patří relativně složitý vakuový systém, kdy je nutné udržet tlak pod 1Pa. Dále se musí pohybovat deponovaným předmětem. Pokud by tak nebylo učiněno, povlak by nebyl rovnoměrně rozložen po celé ploše objektu. Dále zde dochází k tzv. stínovému efektu, který u dané metody způsobuje, že na plochách, které neleží ve směru pohybu odpařovaných částic, se vytváří nedokonalá vrstva povlaku, případně se žádná vrstva netvoří. K dalším nevýhodám patří tenčí vrstva povlaku a menší možnost výběru typu povlaku [21].

## 4.2 Chemické metody depozice vrstev CVD

Touto technologií lze připravit velice čisté vrstvy kovů, polovodičů a různých chemických sloučenin s výbornou adhezí k substrátu. Oproti PVD metodám tyto vrstvy dosahují větší tloušťky (10-13  $\mu\text{m}$ ) a dají se jimi povlakovat i složitější tvary (dokonce i nepřístupné dutiny a drážky, kam se plyn dostane díky vysokému pracovnímu tlaku 1 – 100 kPa). Za použití této technologie vznikají vrstvy s vysokou hustotou, homogenitou a teplotní stabilitou povrchu.

Jedná se o chemický proces, ve kterém mezi sebou, v bezprostřední blízkosti předehřátého substrátu, reagují sloučeniny plynů nanášených vrstev při vysokých teplotách až 950  $^{\circ}\text{C}$  – 1050  $^{\circ}\text{C}$ . Produkty těchto reakcí poté kondenzují na povrchu povlakovaného materiálu a vytváří zde požadovanou vrstvu. Podmínkou pro požadovanou reakci (vytvoření vrstvy na povrchu) je, aby byl v plynech obsažen také nekovový reaktivní plyn (např.  $\text{N}_2$ ,  $\text{NH}_4$ ,  $\text{CH}_4$ ) [9, 21].

Mezi nedostatky CVD technologií patří vysoká energetická náročnost pro ohřev a udržení teploty po dobu depozice, která se pohybuje mezi 8-10 hodinami. Další nevýhodou je vysoká pracovní teplota a tím i ovlivnění podkladového materiálu (např. u nástrojů z rychlořezné oceli nelze tuto metodu použít právě v důsledku tepelné degradace materiálu) a zanesení zbytkových pnutí do materiálu. Touto technologií také nelze dělat některé tenké vrstvy (např.  $\text{TiAlN}$ ) a v důsledku vyšší tloušťky vrstvy dochází k zaoblení hran řezných nástrojů. V neposlední řadě zde vystupuje problém týkající se využívání ekologicky problematických toxických chloridů kovů [6, 9, 21].



Obr. 4.4 Princip zařízení pro povlakování metodou CVD [21]

### 4.3 Modifikované metody depozic [5, 9, 18, 22]

#### Plasmaticky aktivovaná CVD metoda (označována jako PCVD, PACVD, PECVD)

Tato metoda odstraňuje jeden z největších nedostatků původní CVD metody, a to vysokou teplotu depozice. Při této metodě se pracovní teplota pohybuje mezi 480 °C a 600 °C, přičemž se její princip, tj. vytváření povlaku z plynné fáze, nemění. Energie plynné atmosféry je zvýšena její ionizací a aktivací v plazmatickém výboji. Plazmatu lze s výhodou využít i při předdepozičním čištění, kdy se bezprostředně poté nanáší povlak. Tím je zvýšena adheze tenké vrstvy k substrátu.

#### Middletemperature CVD metoda (MTCVD)

Další z metod, při kterých je snaha snížit vysoké pracovní teploty CVD deponování. Tzv. MTCVD metoda (středně-teplotní CVD) pracuje při teplotách 700 – 850 °C, díky čemuž nedochází k mechanické degradaci základního materiálu. Na rozdíl od klasické CVD metody kde se jako pracovní plyn používán metan ( $\text{CH}_4$ ) a čistý dusík, je zde jako vstupní sloučenina acetonitril ( $\text{CH}_3\text{CN}$ ), nebo též vysoce toxický a hořlavý metylkyanid. U obou metod se titan získává z chloridu titaničitého ( $\text{TiCl}_4$ ). Výhodou je zde až třikrát rychlejší růst vrstvy.

#### Metoda CVD se žhavicím vláknem (HFCVD – Hot Filament CVD)

Jedná se o jednu z nejpoužívanějších metod pro nanášení diamantových vrstev. Princip spočívá v ohřevu pracovního plynu ( $\text{H}_2$  a  $\text{CH}_4$ ) za tlaku 2 – 20 kPa žhavicím drátkem o průměru 100 – 300  $\mu\text{m}$  vyrobeným z wolframu nebo tantalu ohřátým na teplotu 2400 °C umístěným asi 80 mm od substrátu. Výhodou je urychlení depozice povlaku oproti klasické CVD metodě.

**Laserem indukovaná CVD metoda (LCVD – Laser Inducted CVD)**

**Metoda CVD s lavinovým plasmatickým výbojem (CACD – Cascade Arc Plazma-assisted CVD)**

**Depozice indukovaná bombardem (IBICVD)**

**Nízkotlaká CVD metoda (LPCVD – Low Pressure CVD)**

## 5 Způsoby měření adheze

Moderní metody nanášení tenkých vrstev dnes již nabízí možnost upravovat depoziční podmínky tak, aby bylo dosaženo specifických vlastností, zvýšení kvality a spolehlivosti těchto vrstev. Avšak jedním velice důležitým a výrobcí často opomíjeným faktorem, který podstatně ovlivňuje parametry celého systému, je zajištění dobré adheze mezi vrstvou a substrátem. Z tohoto důvodu byla vyvinuta celá řada testů, které mají za úkol vyhodnotit kvalitu spojení mezi tenkou vrstvou a substrátem [23]. Tyto testy jsou povětšinou založeny na vyhodnocování procesů, které způsobí odtržení vrstvy od substrátu, tedy porušení vazeb na rozhraní tenká vrstva-substrát. Nicméně vztahy mezi hodnotami naměřenými adhezními zkouškami nejsou směrodatné, neboť rozptýl získaných hodnot bývá obvykle značný. Dle literatury [11] se techniky měření adheze potýkají alespoň s jednou z těchto nevýhod:

- Nemožnost kvantitativně charakterizovat pevnost spojení,
- nemožnost reprodukce výsledků,
- provedení zkoušky v suchém prostředí,
- možnost překonání adheze z důsledku vnitřních a skrytých vad.

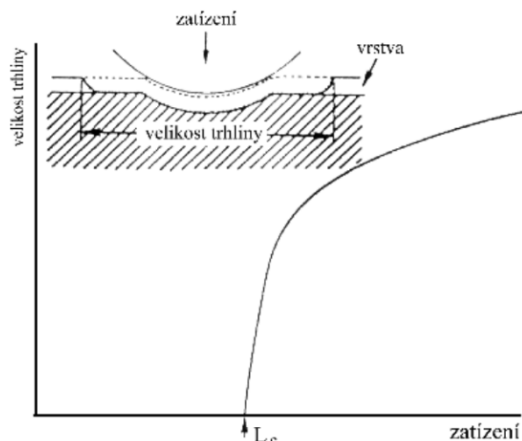
Metody měření adheze mohou být rozděleny do dvou hlavních skupin: destruktivní a nedestruktivní. Převážná většina testů spadá mezi destruktivní zkoušky, kde se vyvine určená síla na pozorovaný vzorek a následně se vyhodnocuje vzniklé porušení. Tyto zkoušky se dělí na dvě hlavní skupiny: zkoušky zabývající se relativně pružnými vrstvami a zkoušky používané pro tvrdé, křehké vrstvy [24]. Nedestruktivní metody zkoušení jsou typicky založeny na vyslaném pulzu energie skrz nebo do zkoušeného materiálu a následném vyhodnocení odražených či přijatých dat.

### 5.1 Indentační zkouška – „Mercedes test“

Indentační (vnikací) zkoušky jsou velmi rozšířené metody ke zjišťování kvality spojení mezi tenkou vrstvou a substrátem. Jedná se o jednoduché a rychlé metody vycházející ze zjištění napětí potřebného pro překonání vazeb mezi tenkou vrstvou a substrátem. Tato napětí jsou způsobena statickým vlačováním indentoru (obdobné jako při měření tvrdosti). Napětí vyvolá na rozhraní tenká vrstva-substrát vznik trhlinek, které se šíří k povrchu [8].



Pomocí těchto metod lze sledovat jednak rozměry a charakter vzniklých trhlin a dále zjišťovat v závislosti na zatížení  $L$  rozvoj trhlin. Sledování rozvoje trhlin je založeno na určení kritického zatížení  $L_c$ , při kterém dojde k výraznějšímu rozvoji trhlin podél rozhraní a na měření jejich velikostí. Porovnáním rozměru a charakteru trhlin v závislosti na zatížení lze pomocí empirických vztahů zjistit lomovou houževnatost rozhraní (v případě zatížení kdy dojde k průniku ovlivněné oblasti až na rozhraní) i samotné vrstvy, jestliže ovlivněná oblast nedosáhne rozhraní vrstva- substrát [5].



Obr 5.1 Schématické znázornění indentační zkoušky [8]

Při sledování rozměrů trhlin, vyvolaných na rozhraní působením indentoru, je měřítkem adheze vrstvy k substrátu odpor proti šíření trhlin. Určujícím kritériem je zde přiřazení vtisků do jednotlivých kategorií. Každá z těchto kategorií je označena adhezním číslem charakterizujícím stupeň popraskání či odloupení vrstvy (Obr. 5.2).



Obr. 5.2 Hodnocení porušení okolí vtisku vytvořeného Rockwellovým indentorem při zatížení 1 500 N [5]

## 5.2 Vrypová zkouška – Scratch test

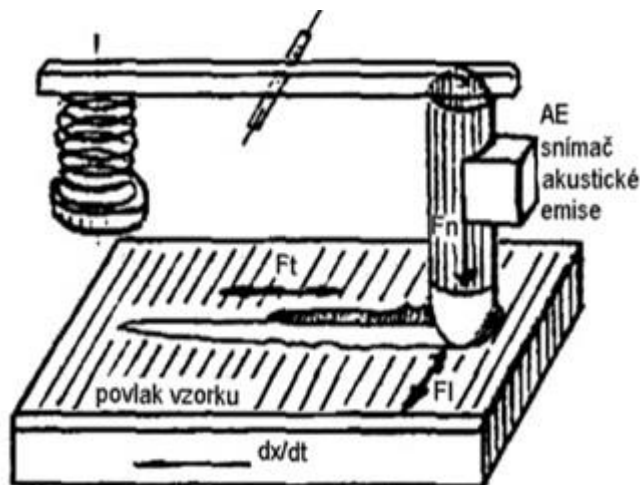
Vrypová zkouška je jednou ze základních a nejrozšířenějších zkoušek, která dovoluje nedestruktivní metodou a s velkou citlivostí určit adhezivně-kohezivní chování systému tenká vrstva - substrát. Je zajímavá především z hlediska její jednoduchosti, efektivnosti a rychlosti [9]. Touto metodou lze měřit široké spektrum tenkých vrstev, jako jsou tvrdé keramické vrstvy, karbidy, nitridy, oxidy, diamantové, diamond-like-carbon vrstvy a další deponované fyzickou i chemickou metodou. Avšak vrstvy musí splňovat některé parametry, neboť by bylo



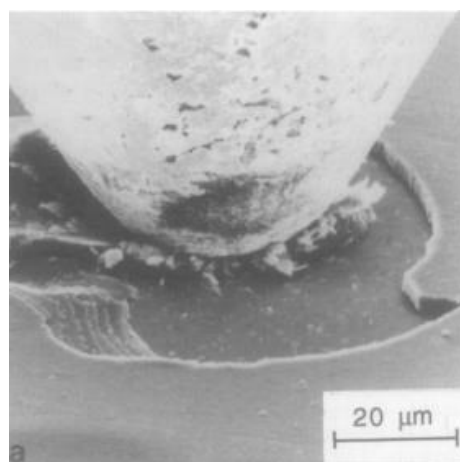
zapotřebí užití jiných parametrů testu (jiný indentor, rychlost zatěžování, normálová síla) pro dosažení reprodukovatelnosti získaných výsledků. Zkoušku je tedy možné použít pouze na vrstvy s tvrdostí  $HV = 5$  GPa nebo vyšší s tloušťkou vrstvy od 0,1 do 30  $\mu\text{m}$  na kovových nebo keramických substrátech. Nicméně spolehlivé a reprodukovatelné výsledky závisí na mnoha faktorech, které celý proces mohou značně ovlivnit [25].

Tato metoda neměří základní sílu adheze mezi vrstvou a substrátem. Místo toho udává kvantitativní míru skutečné (praktické) adheze (viz kap. 2.2) a odolnosti proti poškození u systémů tenká vrstva-substrát jako funkci působící normálové síly [25].

Testovací zařízení sestává z diamantového indentoru, který je zatížen normálovou, konstantní nebo plynule se zvyšující silou (v rozmezí od 0 do 200 N), proti vzorku, horizontálně se pohybujícímu konstantní rychlostí a snímačem signálů akustické energie (akcelerometru, který snímá mechanické vibrace) připevněným na držáku indentoru, díky kterému lze detekovat vznik a rozvoj podpovrchových trhlin. Indentor, zatížen normálovou silou  $F_n$  (Obr. 5.3), postupně pronikne do povrchu vzorku, kde následně vytvoří ve vrstvě vryp. Po dosažení kritického zatížení  $L_c$  dojde k odtržení tenké vrstvy od substrátu a odhalení základního materiálu. Toto poškození je následně bráno jako míra adheze dané vrstvy k substrátu. Toto místo může být určováno buď z morfologického porušení za pomoci optického či elektronového řádkovacího mikroskopu anebo ze sledování průběhu signálu akustické emise a záznamu průběhu signálu koeficientu tření, neboť bylo prokázáno, že adhezivní porušení je přímo spojeno s náhlým zvýšením třecí síly a akustické emise. Určení tohoto místa je ovšem velice sporné a subjektivní. Třecí síla  $F_t$  působící v tečném směru může být snímána, pokud je měření prováděno na speciálním stolku, který umožňuje záznam těchto informací a následně výpočet koeficientu tření [9, 26, 27].



Obr. 5.3 Schématické znázornění vrypové zkoušky [9]



Obr. 5.4 Primární poškození způsobené odlupováním tenké vrstvy [26]

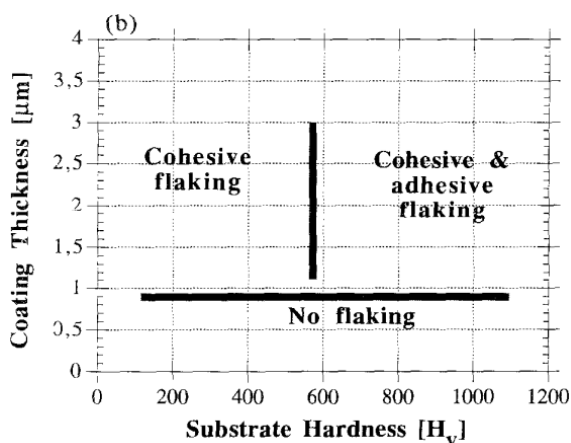
Mechanismy spojené s největším poškozením vrstvy se nazývají primární. Jsou zodpovědné především za příčné odlupování vrstvy před špičkou indentoru (Obr. 5.4), které je zaviněno výhradně v důsledku adhezivního selhání. Běžnější jsou tzv. sekundární mechanismy porušení vrstvy, které vznikají v důsledku jak adhezivního, tak i kohezivního porušení [26].

### 5.2.1 Faktory ovlivňující hodnotu kritického zatížení

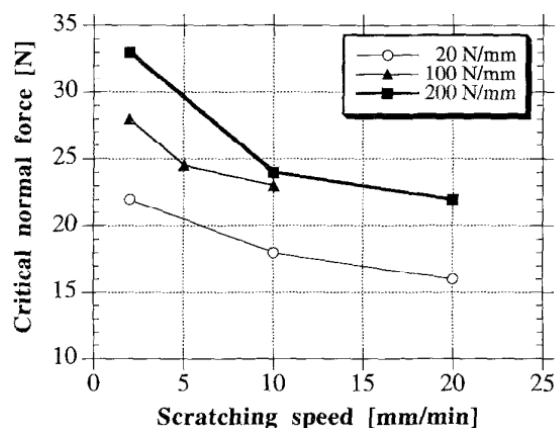
Bez ohledu na definici kritické síly  $L_c$  se ukázalo, že naměřené hodnoty silně závisí jak na parametrech testu, tak na vlastnostech testovaného materiálu.

Jedním z nejvíce ovlivňujících faktorů je tloušťka vrstvy, její tvrdost, stav povrchu a tvrdost základního materiálu (Obr. 5.5). V případě malé tloušťky nanesené vrstvy a nízké tvrdosti základního materiálu většinou kritické zatížení klesá. Naopak s růstem tloušťky vrstvy a její tvrdosti, snížením drsnosti substrátu (hodnota  $R_a$  by neměla překročit hodnotu  $0,25 \mu\text{m}$  [9]) a se stoupající tvrdostí základního materiálu dochází k navýšení kritické hodnoty zatížení. Dále jsou systémy, mající substrát o vyšší tvrdosti mnohem náchylnější k adhezivnímu porušení vrstvy, tj. odlupování [26].

Dalším faktorem, který ovlivňuje hodnotu kritického zatížení je závislost rychlosti zatěžování na čase ( $dL/dt$ ) a rychlost posuvu vzorku ( $dx/dt$ ). Tyto dva parametry spolu souvisí za předpokladu, že kritická normálová síla je nezávislá jak na rychlosti zatěžování, tak na rychlosti posuvu, pokud je poměr  $dL/dx$  zachován konstantní. Pokud by byla konstantní pouze zatěžovací síla,  $L_c$  bude stoupat se zvyšující se rychlostí vrypu. Pokud bude rychlost vrypu zachována konstantní,  $L_c$  bude stoupat spolu s rychlostí zatěžování (Obr 5.6). Při provádění vrypové zkoušky se doporučuje zachovat poměr  $dL/dx$  roven  $10 \text{ N/mm}$  [26].

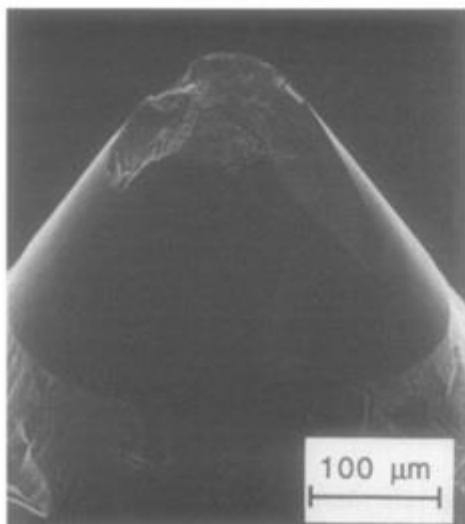


Obr. 5.5 Závislost vlivu tloušťky vrstvy a tvrdosti substrátu na typu poruchy vrstvy [26]

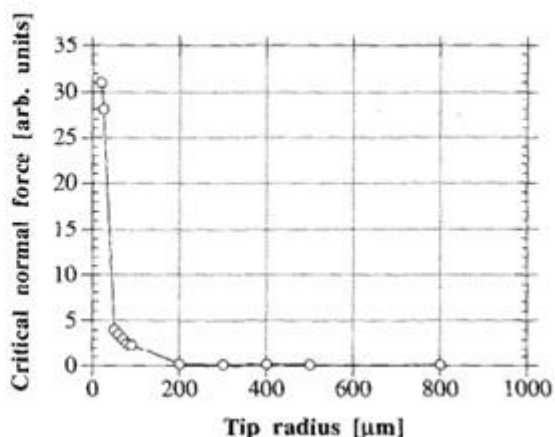


Obr. 5.6 Vliv zatěžovací rychlosti na kritické normálové síle [26]

Indentor by měl být ve tvaru kužele o vrcholovém úhlu  $120^\circ$  a s poloměrem špičky  $200 \mu\text{m}$ , což odpovídá geometrii Rockwellova kuželu pro měření tvrdosti. Také zde hraje svou roli opotřebení špičky indentoru, která by měla být kontrolována v pravidelných intervalech, protože špička indentoru se postupně poškozuje (Obr. 5.7) či se mění její poloměr a tím i kritická normálová síla (Obr. 5.8), což by mohlo vést k zavádějícímu výsledku testu [26]. Vzorky vhodné pro provedení testu mohou být jak ploché, tak i válcové. Ty však musí být řádně zajištěny a zarovnaný tak, aby byla dráha vrypu rovnoběžná s osou válce [25].

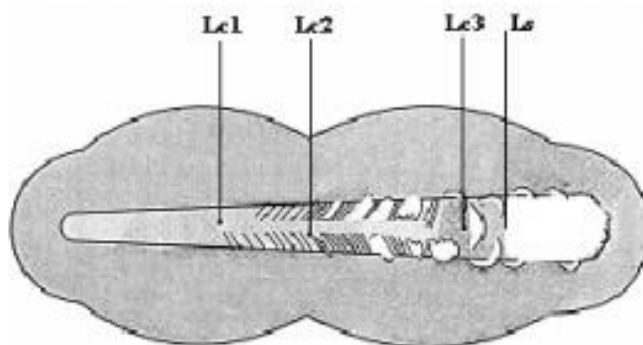


Obr. 5.7 Kritické poškození hrotu  
diamantového indentoru [26]



Obr. 5.8 Závislost poloměru špičky  
indentoru na kritické normálové síle [26]

Ze znalosti rychlosti zatěžování a rychlosti posuvu vzorku a závislosti hodnot signálu akustické emise na velikosti normálového zatížení indentoru  $F_n$  je určena velikost kritického zatížení těchto typů porušení. Zatížení v místě, kde došlo k prvnímu porušení vrstvy (trhlina) je označeno jako  $L_{C1}$ , k dalšímu porušení vrstvy o větším rozsahu dochází v místě označeném  $L_{C2}$ . Místo prvního adhezivního porušení vrstvy a tedy i k odhalení substrátu je označeno jako  $L_{C3}$  a místo totální odhalení substrátu označeno jako  $L_s$  [8]. Místa těchto porušení jsou zobrazena na Obr. 5.9. Lokalitu prvního odkrytí základního materiálu lze nejlépe odhalit pomocí metody EDAX, která je používána v elektronovém řádkovacím mikroskopu pro analýzu chemických prvků v materiálu.



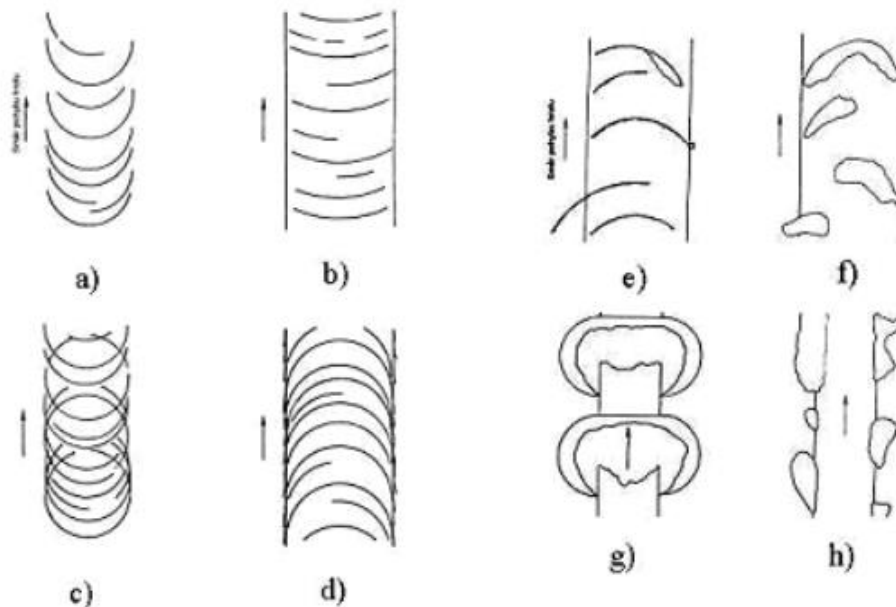
Obr. 5.9 Místa porušení  $L_{c1}$ ,  $L_{c2}$ ,  $L_{c3}$  a  $L_s$  [8]

## 5.2.2 Druhy porušení

Jak již bylo zmíněno, adhezivně-kohezivní chování systémů tenká vrstva-substrát výrazně ovlivňuje několik faktorů. Mezi ty nejzásadnější patří tvrdost substrátu a jeho deformační chování. Je-li substrát nedostatečně tvrdý, podléhá snadno deformaci. Této deformaci se musí přizpůsobit i tenká vrstva a v důsledku toho dochází k odlupování vrstvy

a jejímu zvrásnění. Naopak, pokud je vrstva velmi měkká v porovnání se substrátem, dojde v rámci vrstvy k plastické deformaci, jejímu odloupení a odhalení substrátu. Systémy, mající tvrdší substrát, obecně nepodléhají tak snadno deformaci, naopak způsobují odlupování vrstvy.

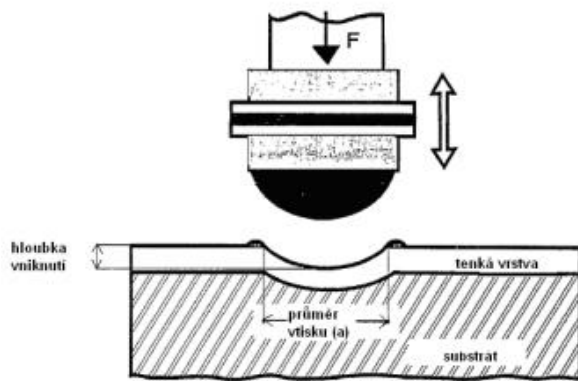
Jednotlivá porušení mohou být rozdělena podle mnoha hledisek jako je např. velikost zatížení, tloušťka vrstvy, zbytková napětí ve vrstvě, tvar hrotu indentoru, parametrech zkoušky atd. Na obrázku 5.10 jsou zachyceny možné druhy porušení tenkých vrstev při vrypové zkoušce, které vznikají právě v důsledku různých vlastností materiálů a silových působení [8].



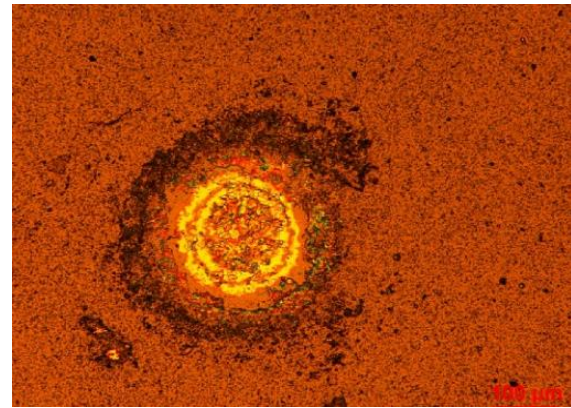
*Obr. 5.10 Druhy porušení při vrypové zkoušce. Praskliny jdoucí přes celou tloušťku vrstvy: a) křehké napěťové trhliny, b) tvárné napěťové trhliny, c) Hertzovy praskliny, d) běžné praskliny, e) vrásnění, f) odlupování vrásněním, g) klínové odlupování, h) odlupování zotavením plastické deformace [5]*

### 5.3 Impact test

Při zkouškách adhezivně-kohezivního chování systému tenká vrstva-substrát založených na principu scratch testu, tribologických zkouškách a jiných podobně založených experimentech nemusí být zajištěna dostatečná simulace reálných podmínek. Při skutečném zatížení je materiál vystaven působení únavového a erozivního opotřebení [28]. Účelem impact testu je simulovat reálné situace, které vznikají během životnosti materiálu a z těch poté vyvodit odezvu materiálu na dynamické zatížení vyvolané periodickými rázy indentoru. Tento typ testu je velice důležitý zejména z hlediska určení životnosti povlakovaných řezných nástrojů, neboť lze relativně přesně simulovat rázy vznikající v povrchu nástroje, které vznikají v důsledku přerušovaného řezu a vibrací vznikajících při obrábění.



Obr. 5.11 Schéma zkoušky impact test [28]



Obr. 5.12 Impactový kráter u TiAlN multivrstvy po 25 000 úderech při zatížení 30 N [28]

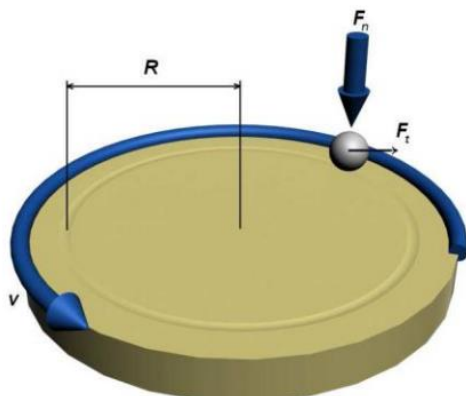
Jako indentor se při testu používá kulička z karbidu wolframu o průměru 4-6 mm, která je přitahována elektromagnetickou cívkou a následně vracena do původní polohy pomocí pružiny. Při nízkofrekvenčním impact testu se frekvence rázů pohybuje okolo 0,8 Hz, zatímco při vysokofrekvenčním buzení může být frekvence úderů až 50 Hz. Úhel dopadu indentoru lze měnit v závislosti na způsobu testování. Sklon úhlu, který svírá směr dopadající kuličky a vzorek umožňuje vyvodit jak normálové, tak i tečné síly, což pomáhá přesněji simulovat reálné zatížení řezného nástroje. Stejně tak lze měnit i výška dopadu a hmotnost závaží, na kterých je závislá rázová energie indentoru [28].

Při vyhodnocení zkoušky se zkoumá velikost defektů v oblasti impactového kráteru pod optickým či elektronovým mikroskopem a záznam z měřiče akustické emise, který slouží ke sledování rozvoje podpovrchových trhlin.

#### 5.4 Metoda PIN-on-DISC

Tato metoda, také nazývána jako metoda Ball-on-DISC, spočívá ve vtláčování stacionárně uloženého tělíska (pinu) v podobě kuličky nebo hrotu do rotujícího vzorku s předem definovaným zatížením (1 – 10 N) a danými otáčkami vzorku (10 – 500 ot/min). Rameno, na němž je uchyceno zkušební tělíska musí mít definovaný poloměr, a to dostatečně velký, aby hodnoty opotřebení nebyly ovlivněny teplem, které se nestačí uvolnit do okolí [8].

Zařízení, na němž se test provádí, se nazývá tribometr. Ten je zkonstruován tak, aby zkouška nemohla být ovlivněna podmínkami okolního prostředí. Proto je pod ochranným krytem sledována jak teplota, tak i vlhkost vzduchu, které by mohly negativně ovlivnit výsledky testu [8].



Jako výsledek testu se bere průběh koeficientu tření, zaznamenaný během testu měřením odchylky ramene. Jako další hodnotu, kterou je možné při testu sledovat, je míra opotřebení zkušební tělíska a charakter a velikost stopy vytvořené tělískem na vzorku [8].

Obr. 5.13 Schéma metody PIN-on-DISC [18]

## 6 Závěr

Systémy tenká vrstva-substrát prodělaly za dobu své existence značný pokrok ve všech směrech svého působení. Jejich jedinečné vlastnosti jim umožnily uplatnit se v široké řadě průmyslových odvětví. Avšak i přes značné úspěchy, nebyly dosud uspokojivě popsány všechny procesy, které na rozhraní probíhají. Reprodukovatelnost a kvantifikace těchto procesů je stále značně složitá a závisí na mnoha faktorech, které zatím nebyly úplně odstraněny. Proti tomu jdou moderní diagnostické metody, které se snaží zlepšit vlastní procesy depozice, náročné sledování vlastností vrstev a odstranění rušivých elementů.

V následující části práce bude provedena série testů, které budou mít za úkol ověřit a vyhodnotit nevhodnější kombinaci tloušťky tenké vrstvy TiN a tvrdosti substrátu pro adhezivně-kohezivní vlastnosti na jejich rozhraní. Výsledky testů budou mezi sebou porovnávány pomocí bodovacích kritérií, které nakonec určí, která kombinace dosáhla nejlepších výsledků.

## **II. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST**

## 7 Experimentální část

V této části bakalářské práce jsou experimentálně vyhodnoceny adhezivně-kohezivní vlastnosti na rozhraní tenká vrstva-substrát. Tyto experimenty mají za úkol posoudit, jaký vliv má tloušťka vrstvy a tvrdost substrátu na tyto vlastnosti. V závěru experimentu jsou laboratorní výsledky porovnány za použití bodového hodnocení a následně je vybrána nejvhodnější kombinace tloušťky tenké vrstvy a tvrdosti substrátu.

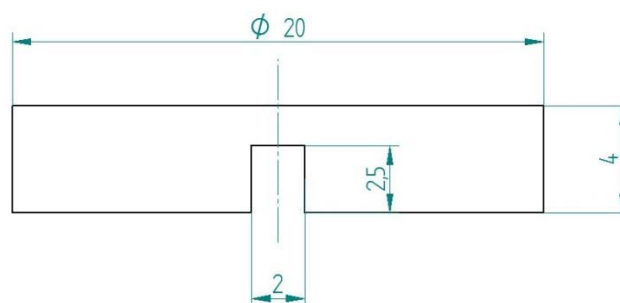
Pro tento experimentální program byly vybrány metody, které se pro hodnocení tenkých vrstev běžně používají v praxi. Pro hodnocení tloušťky tenké vrstvy byla zvolena zkouška kalotest a pro vyhodnocení adhezivně-kohezivních vlastností byl zvolen „Mercedes test“, který se pro svou rychlost běžně v praxi používá. Další základní metodou pro hodnocení těchto vlastností je scratch test.

Z důvodu širokého zastoupení v průmyslu a častému použití v kombinaci s deponovanou tenkou vrstvou byly pro experiment vybrány následující materiály:

1. EN C45 (ekvivalent ČSN 12 050)
2. EN HS6-5-2 (ekvivalent ČSN 19 830)
3. SK K20

Celkem bylo z těchto materiálů vyrobeno 24 plaketek, kde na každý typ materiálu jich připadlo šest. Těchto šest plaketek bylo dále rozděleno do dvojic a na každou z těchto dvojic byla nanášena vrstva TiN o různých tloušťkách 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$ . Dále pak vždy na jedné plaketce z těchto dvojic byla obrobena drážka, která poslouží jako iniciátor lomu. To umožní snadnější přelomení plaketky z důvodu určení tloušťky tenké vrstvy na elektronovém mikroskopu. Výjimku tvoří plaketky ze slinutého karbidu, které již byly zakoupeny ve finální podobě, a to jak s drážkou, tak i bez ní.

Experimentální materiály byly nařezány pomocí kotoučové pily na tyče o délce 50 mm a průměru 25 mm. Tyto tyče byly následně tepelně zpracovány, aby bylo dosaženo rozdílných tvrdostí. Substrát z materiálu EN C45 byl zušlechtěn, dále byla jedna část vzorků ze substrátu EN HS6-5-2 zušlechtěna na tvrdost 64 HRC, další část plaketek z tohoto materiálu byla žíhána na měkko. O tepelném zpracování jednotlivých materiálů podrobněji pojednává následující kapitola. Dále byly polotovary obrobeny na soustruhu, kde byl jejich průměr osoustružen na konečných 20 mm a zároveň se tím odstranila oxidická vrstva z povrchu. Poté byly z tyčí nařezány plaketky a obrobeny drážky dle rozměrů zobrazených na obrázku 7.1.



Obr 7.1 Schéma plaketky s drážkou

Nařezané plaketky z materiálu EN C45+QT a HS6-5-2+A byly následně broušeny pomocí brusných papírů, jejichž drsnost byla s každým dalším krokem zmenšena. Po broušení byly plaketky leštěny za použití diamantové suspenze o velikosti brusiva 3  $\mu\text{m}$  a nakonec



1  $\mu\text{m}$ . Plaketky z materiálu EN HS6-5-2+QT a slinutého karbidu K20 byly z důvodu vysoké tvrdosti pouze leštěny, a to pomocí suspenze s postupně se zmenšujícími brusnými diamantovými částicemi o velikostech 9, 6, 3 a 1  $\mu\text{m}$ .

Pro ověření tepelného zpracování byl proveden metalografický rozbor a měření tvrdosti. Metalografický rozbor byl prováděn v laboratořích na katedře Materiálů a strojírenské metalurgie (KMM) fakulty strojní ZČU v Plzni. Ve všech případech bylo pro vyvolání struktury použito leptadlo Nital 3% (3 ml kyseliny dusičné v 97 ml etanolu). Depozice tenké vrstvy proběhla ve firmě Liss a.s. sídlící v Rožnově pod Radhoštěm.

## 7.1 Experimentální materiál

### 7.1.1 Substrát ocel EN C45 (ekvivalent oceli ČSN 12 050)

Jedná se o konstrukční uhlíkovou ocel s mezí pevnosti  $R_m = 640 - 780 \text{ MPa}$ , jež je vhodná k zušlechťování a povrchovému kalení. Tento typ oceli byl vybrán, protože má velmi široké zastoupení v průmyslové výrobě díky univerzálním mechanickým vlastnostem a nízké ceně. Ocel v uklidněném stavu je vhodná pro výrobu hřídelů, ozubená kola, šneky a věnce, písty, čepy, šrouby a mnoho dalších aplikací v průmyslu. Obecné chemické složení udává tabulka č. 7.1.

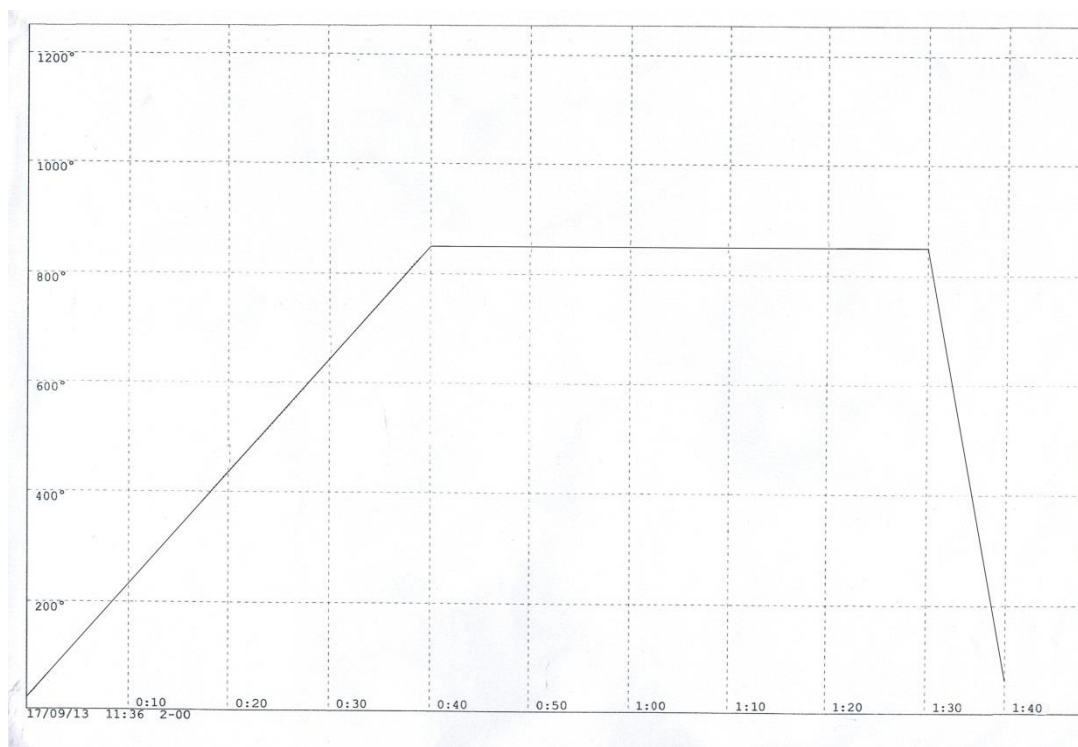
C [%]	Mn [%]	Si [%]	Cr [%]	Mo [%]	Ni <sub>max</sub> [%]	P <sub>max</sub> [%]	S <sub>max</sub> [%]
0,42-0,50	0,50-0,80	Max 0,40	Max 0,40	Max 0,10	0,40	0,045	0,045

Tabulka 7.1 Chemické složení oceli EN C45 [29]

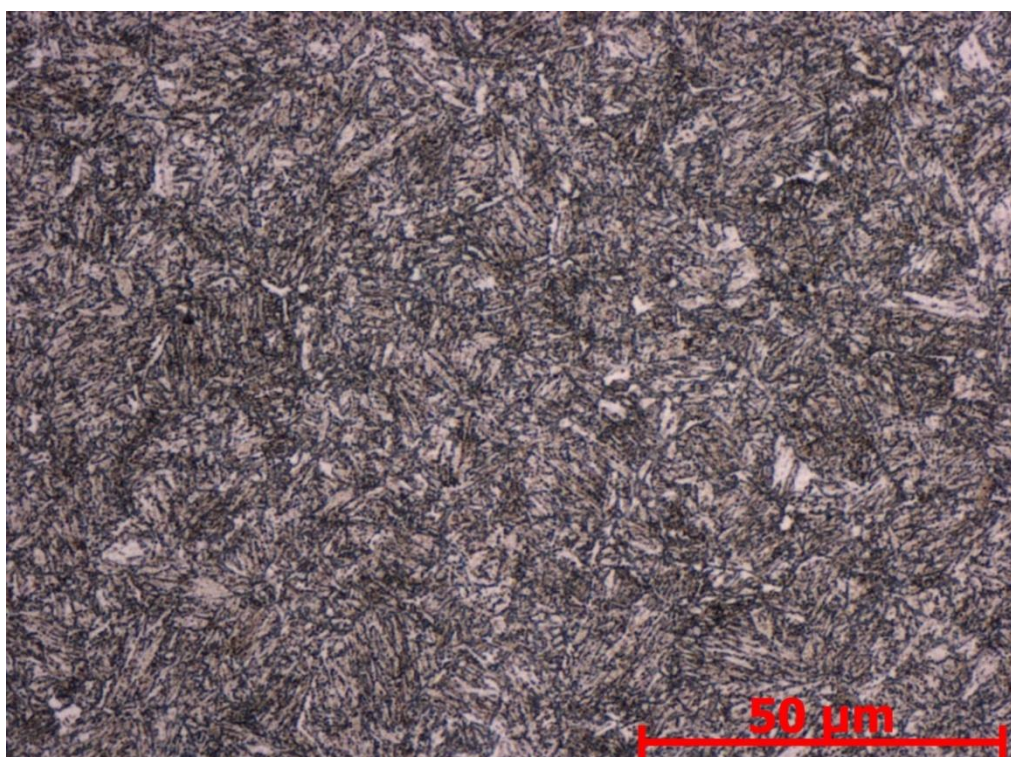
### Použití tepelné zpracování

Experimentální vzorky byly zušlechtěny. Záznam průběhu tepelného zpracování zachycuje obrázek č. 7.2. Ocel byla ohřáta a po dosažení kalící teploty 850 °C následovala 50 min prodleva. Teplota musela být udržována v rozsahu doporučených mezí, a to od 820 °C do 860 °C, tak aby došlo k překrystalizaci, ale zároveň nadměrně nezhrublo zrno. Z této teploty byl poté materiál zakalen ochlazením do vody, čímž se potlačil vznik feritu a perlitu a zachovaný nestabilní austenit při teplotách pod 500 °C se přeměnil na martenzit [31]. Ten je znám nejen pro svou vysokou tvrdost, ale i vysokou křehkost a špatné mechanické vlastnosti. Charakteristickým rysem martenzitické struktury jsou jehlice, které směřují od hranic zrn do jejich středu. Tyto jehlice rostou až do doby, kdy už není v zrně prostor. To způsobuje v materiálu značné vnitřní pnutí, které je nutné odstranit, a proto se po kalení běžně řadí technologie zvaná popouštění. Ocel byla ohřáta na teplotu pod A1, při které se martenzit částečně rozpadá a tím se uvolňuje napětí, které dříve způsoboval. Při popouštění do teploty 180 °C dochází uvnitř jehlic martenzitu k vyloučení (precipitaci) uhlíku v podobě přechodných fází (karbidů). Toto stadium se vyznačuje jen mírným poklesem tvrdosti, ale výrazným poklesem křehkosti. Při dalším ohřevu dochází k úplnému rozpadu martenzitu na ferit a cementit ve velmi jemné formě. Při teplotách vyšších než 400 °C postupně mizí jehlicovitý charakter struktury. Výsledkem je jemná struktura s kuličkovým cementitem v základní feritické hmotě, která je nazývána sorbit. Testovaný vzorek byl popuštěn při

teplotě 550 °C po dobu tří hodin. Správnost tepelného zpracování byla potvrzena metalografickým rozbořem, kdy byla pozorována sorbitická struktura (Obr. 7.3).



Obr. 7.2 Schéma průběhu tepelného zpracování oceli EN C45



Obr. 7.3 Sorbitická struktura oceli EN C45+QT

Protože by z důvodu nízké tvrdosti materiálu měření dle Rockwella vykazovalo nesprávné výsledky, byla na takto tepelně zpracovaných vzorcích provedena nejdříve zkouška tvrdosti

dle Vickerse. V tabulce 7.2 jsou uvedeny naměřené hodnoty, které dosahovaly průměrné hodnoty tvrdosti HV30 = 256±14, byla naměřená hodnota následně převedena do Rockwellovy stupnice, kde odpovídá hodnotě 23±2 HRC.

Vtisk č.	u1 [μm]	u2 [μm]	Ø [μm]	HV 30
1.	469	468	469	255
2.	475	474	475	245
3.	476	470	473	250
4.	481	484	483	240
5.	436	442	439	290
<b>HV 30</b>				<b>256±14</b>

Tabulka 7.2 Naměřené hodnoty při zkoušce tvrdosti dle Vickerse na oceli EN C45+QT

### 7.1.2 Ocel EN HS6-5-2 (ekvivalent ČSN 19 830)

Jedná se o výkonnou rychlořeznou ocel se zvýšenou houževnatostí, vhodnou k výrobě nástrojů vyžadujících obzvláště dobrou houževnatost, např. výkonné frézy, vrtáky, pily, obrázcí nože apod. Tato ocel vykazuje snadnější obrobiteľnosť při broušení a oproti jiným rychlořezným, ocelím je náchylnější na oduhlíčení. Tento materiál byl vybrán, protože se jedná o typ oceli vhodný k povlakování tenkou vrstvou a má velmi široké zastoupení v průmyslu [29].

C [%]	Mn [%]	Si [%]	Cr [%]	W [%]	Mo [%]	V [%]	P <sub>max</sub> [%]	S <sub>max</sub> [%]
0,8-0,9	0,45	0,45	3,80-4,60	5,50-7,00	4,50-5,50	1,50-2,20	0,035	0,035

Tabulka 7.3 Chemické složení oceli EN HS6-5-2 [30]

V tabulce 7.3 lze vyčíst, že jednou z hlavních přísadových složek oceli je wolfram, a to v obsahu od 5,5 do 7 %. Tento prvek vytváří ve struktuře oceli spolu s uhlíkem velice tvrdý, otěruvzdorný karbid wolframu (WC), který přispívá ke zvýšení mechanických vlastností oceli.

#### Použití tepelné zpracování

Tepelné zpracování rychlořezných ocelí má své specifické znaky, které je nutno brát v úvahu. Jsou to např. vysoké kalící teploty, prodlevy při ohřevu či citlivost na přehřátí. Pro účely bakalářské práce byly zvoleny dva typy tepelného zpracování tak, aby bylo dosaženo rozdílné tvrdosti, a to zušlechťování a žíhání na měkko.

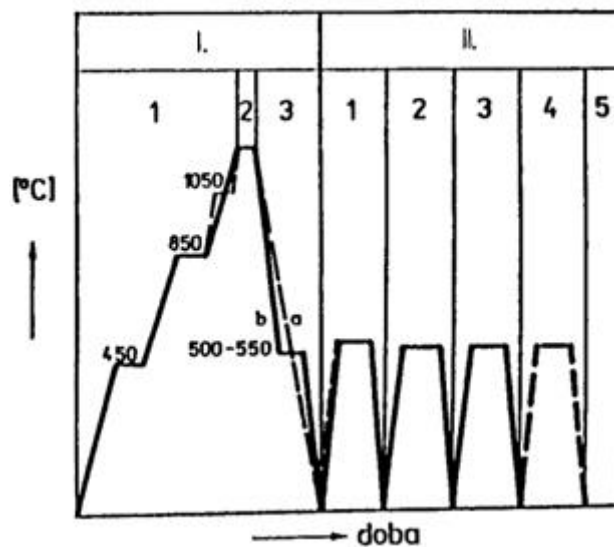
##### 1) Zušlechťování

Proces zušlechťování pro HSS je obecně znázorněn na obrázku č. 7.4. Zušlechťování probíhalo postupným ohřevem na kalící teplotu, která se u rychlořezných ocelí pohybuje mezi teplotami 1220 – 1250 °C. Ohřev musel probíhat postupně a rovnoměrně, protože rychlořezné oceli se vyznačují horší tepelnou vodivostí, a jsou citlivé na prudký ohřev. Několikastupňový ohřev také zaručil vyrovnávání rozdílů teplot mezi povrchem a jádrem, v jejichž důsledku by

docházelo ke vzniku tvarových deformací a trhlin. Díky vysoké teplotě se docílilo rozpuštění některých, vysoce stabilních karbidů, které se v rychlořezných ocelích vyskytují. Poté následovala prodleva na kalící teplotě po dobu 80 – 150 s. Prodleva musela být co nejkratší, aby nedošlo k růstu austenitického zrna, což by vedlo ke snížení mechanických vlastností základní struktury. Po prodlevě byla ocel ochlazována nadkritickou rychlostí v solné lázni o teplotě 500 – 550 °C a následným dochlazením na vzduchu [35].

Po kalení následovalo popouštění, které bylo provedeno celkem 3x. Při popouštění byla ocel ohřáta na teplotu 550 – 570 °C, přičemž tato teplota byla vždy snížena o 10 °C oproti té předchozí. Poté následovala prodleva na této teplotě po dobu jedné hodiny a ochlazení na teplotu okolí. Při popouštění dochází k precipitaci uhlíku uvnitř jehlic martenzitu v podobě přechodných fází (karbidů). To vede k mírnému poklesu tvrdosti, avšak ke značnému snížení křehkosti [31, 37].

Tímto tepelným zpracováním by měla být dosažena jemná sorbitická struktura, jež je znázorněna na obrázku č. 7.5. Obrázek je převzatý z [37], neboť již nebyl dostatek materiálu pro řádné metalografické pozorování.



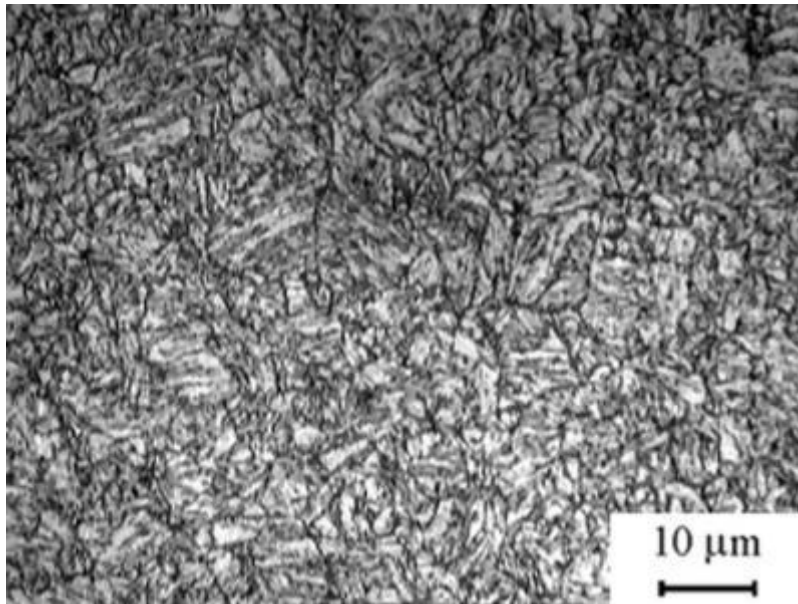
Obr. 7.4 Obecný záznam tepelného zpracování rychlořezných ocelí

Na nenadeponované zadní straně plaketek byl dále proveden test tvrdosti dle Rockwella. Naměřené hodnoty udává tabulka č. 7.4.

Vtisk č	HRC
1.	64
2.	65
3.	65
<b>HRC</b>	<b>64,7 ±0,4</b>

Tabulka 7.4 Naměřené hodnoty tvrdosti dle Rockwella na zušlechtěné oceli EN HS6-5-2

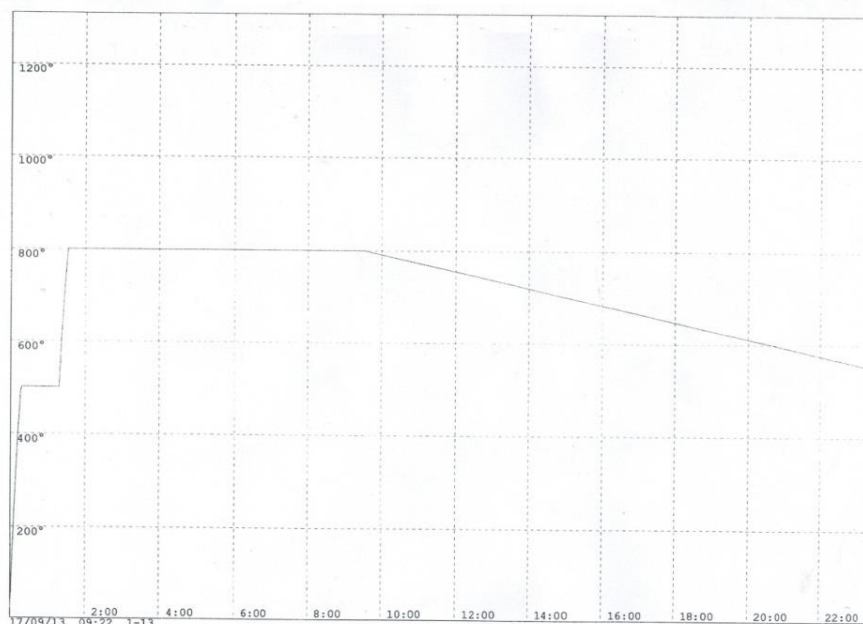




Obr. 7.5 Dokonale popuštěná sorbitická struktura [37]

## 2) Žihání na měkko

Jedná se o žihání bez rekrytalizace s cílem převedení lamelárního perlitu na perlit globulární. U oceli tak dojde ke snížení tvrdosti,lepší se její obrobiteľnosť a dosáhne se větší homogenity struktury. Žihání probíhalo ohřevem na teplotu 800 °C a prodlevou na této teplotě po dobu osmi hodin. Poté byl vzorek pomalu ochlazován v peci po dobu 12 hodin, kdy byla teplota snížena na 550 °C. Poté následovalo dochlazení na vzduchu. Záznam průběhu žihání je zachycen na obrázku 7.6. Na obrázku 7.7 je zachycena vzniklá jemnozrná struktura globulárního perlitu, jež je důkazem správného provedení tepelného zpracování.



Obr. 7.6 Záznam průběhu tepelného zpracování oceli EN HS6-5-2 při žihání na měkko



Obr. 7.7 Struktura globulárního perlitu oceli EN HS6-5-2+A

Protože je ocel relativně měkká, byl na vzorcích proveden test tvrdosti dle Vickerse. Výsledky testu jsou uvedeny v tabulce 7.5. Naměřená tvrdost byla následně převedena do Rockwellovy stupnice. Výsledná hodnota HV30 = 226±3 tedy odpovídá hodnotě 18±1 HRC.

vtisk č	u1 [μm]	u2 [μm]	Ø [μm]	HV 30
1.	495	493	494	230
2.	494	496	495	225
3.	489	493	491	230
4.	499	501	500	220
5.	494	495	495	225
HV 30				226±3

Tabulka 7.5 Naměřené hodnoty při zkoušce tvrdosti dle Vickerse na žíhané oceli EN HS6-5-2

### 7.1.3 Slinutý karbid K20

Slinuté karbidy (SK) jsou velmi oblíbené již od svého objevení v počátcích 20. let minulého století. Nejčastěji se skládají z karbidu wolframu (WC) a pojidla, popřípadě dalších prvků, které propůjčují slinutým karbidům charakteristické vlastnosti. Jako pojidlo se běžně vyskytuje kobalt (Co), který je spolu s karbidy wolframu drcen, lisován a následně spékán do již hotových výrobků.

Tento materiál byl vybrán z důvodu jeho širokého zastoupení v průmyslu, kde nachází uplatnění především ve formě vyměnitelných břitových destiček obráběcích nástrojů. Také se velmi často vyskytuje právě v kombinaci s deponovanou vrstvou TiN. Zkoušený vzorek je vyrobený ze slinutého karbidu s označením K20, jež je značení, které rozděluje slinuté

karbidy dle normy ISO 513 do skupin podle jejich užití. Dalšími skupinami nepovlakovaných SK jsou skupina P a M. Skupina K je určena pro obrábění materiálů, které vytvářejí krátkou, drobnou třísku, tedy zejména šedé litiny (do tvrdosti 220 HB) a nekovové materiály. Tuto podmínku udává fakt, že tento typ SK ztrácí své mechanické vlastnosti s rostoucí teplotou rychleji než ostatní typy SK. Dále je vhodný pro obrábění korozivzdorných a žáruvzdorných ocelí, lze jím obrábět nerovné a nečisté povrchy a snese i přerušovaný řez [32]. Další dělení udává číslice v názvu SK. Vyšší číslo udává vyšší obsah pojícího kovu, vyšší houževnatost a pevnost v ohybu a nižší tvrdost a oteruvzdornost. Dále také vymezuje oblast jeho aplikací pro nižší řezné a vyšší posuvové rychlosti [4].

WC [%]	Co [%]	Ostatní [%]
92-95	5-8	Ti, Ta (Nb) 0-3

Tabulka 7.6 Chemické složení slinutého karbidu K20 [33]

Na zakoupených plaketkách ze slinutého karbidu byla provedeno měření tvrdosti dle Rockwella a naměřené hodnoty udává tabulka č. 7.7.

Vtisk č	HRC
1.	80
2.	82
3.	81
<b>HRC</b>	<b>81,0 ±0,7</b>

Tabulka 7.7 Naměřené hodnoty tvrdosti dle Rockwella na slinutém karbidu K20

## 7.2 Vrstva TiN

Vrstva TiN, neboli nitrid titanu, je tenká vrstva II. generace, která je díky svým vlastnostem jedna z nejpoužívanějších tenkých vrstev. Jedná se o základní, jednoduchý typ tenké vrstvy a zároveň jde o nejdéle používanou vrstvu v průmyslových aplikacích, a to především díky svým vyváženým vlastnostem, které ji dělají stále velmi oblíbenou. To dokazuje její široké zastoupení i v moderním průmyslu, především tedy jako ochranný povlak řezných nástrojů, kde jejich deponováním vrstvou TiN dochází k prodloužení životnosti až trojnásobně. Doporučeným základním materiálem pro povlakování vrstvou TiN je nejčastěji rychlořezná ocel (HSS) a pro řezné nástroje s touto vrstvou jsou předepsány převážně nízké řezné rychlosti a jsou vhodné především k obrábění ocelí s nižší pevností. Maximální pracovní teplota povlaku se pohybuje kolem 600 °C. Charakteristická zlatá barva dává vrstvě také výhodu pro použití při dekorativních aplikacích deponování nebo jako indikátor opotřebení [18].

Kombinace vysoké tvrdosti, abrazivní odolnosti, nízké ceny a nízké reaktivity s kovovými materiály dělá z této vrstvy ideální povlak pro použití téměř ve všech aplikacích. Povlak je vhodný pro třískové obrábění, nástroje pro vstřikování plastů, písty vstřikovacích čerpadel vznětových motorů ad. Vysoká chemická stabilita umožňuje také využití povlaků v potravinářském, lékařském a chemickém průmyslu [18, 33]. Depozicí této vrstvy se zabývá řada specializovaných firem. Vlastnosti povlaků vybraných evropských firem, zabývajících se povlakováním, jsou uvedeny v tabulce č. 7.8.



Firma	LISS a.s.	Oerlikonbalzers	Ionbond
Mikrotvrdość [GPa]	24	23	28
Tloušťka [ $\mu\text{m}$ ]	1-7	0,5-4	2-4
Koeficient tření (s ocelí)	0,55	0,4	0,5
Max. provozní teplota [ $^{\circ}\text{C}$ ]	600	600	450-550

Tabulka 7.8 Porovnání vlastností povlaků vrstvy TiN od vybraných evropských výrobců zabývajících se povlakováním

### 7.3 Depozice vrstvy TiN

Depozice tenké vrstvy je konečná fáze dlouhých a náročných příprav každé z plaketek. Aby byla depozice co nejúčinnější, nedocházelo k odtrhávání vrstvy od substrátu a byly zachovány všechny předepsané mechanické vlastnosti, musely vzorky projít několika kroky předdepozičních příprav. Předdepoziční procesy byly vykonány přímo v prostorách podniku, a to nejen z důvodu možné degradace jakosti povrchu při převozu, ale i proto, že některé operace probíhají přímo v depozičním zařízení.

Nejdříve byly plaketky odmaštěny v silně zásaditém roztoku z alkalických kovů o teplotě 40 – 50  $^{\circ}\text{C}$  po dobu asi 40 minut. Následovalo čištění demi vodou (demineralizovaná voda) a sušení v sušičce. Po celou dobu bylo se vzorky manipulováno ve speciálních rukavicích, aby se zabránilo jakékoliv kontaminaci povrchu vzorku. Poté byly plaketky umístěny do karuselu deponovacího zařízení (Obr. 7.8).



Obr. 7.8 Karusel pro umístění držáků



Obr. 7.9 Depoziční zařízení PL1000



Depozice probíhala uvnitř stroje vyvinutého švýcarskou firmou Platin AG s označením PL1000 (Obr. 7.9), který pomocí metody katodového obloukového napařování umožňuje vytvářet několik typů tenkých vrstev. Kromě vrstvy TiN lze napařovat i vrstvy TiAlN, TiCN-MP, TiCN, TiAlCN, GRADIC, CrN, CrTiN, Ti<sub>2</sub>N, ZrN a další. Dále dovoluje depozici monovrstev, vícevrstevných systémů i nanovrstev.

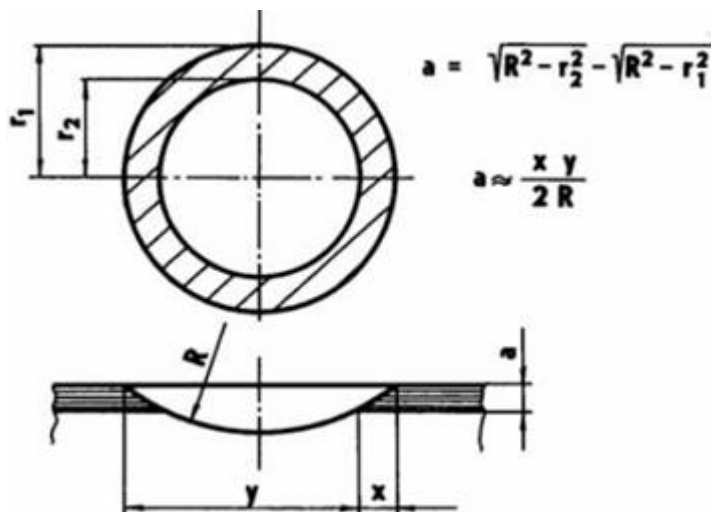
Karusel s deponovanými vzorky se umístí do komory stroje. Z ekonomických i časových důvodů byly plaketky s rozdílnou tloušťkou vrstvy v karuselu různě rozmístěny ve speciálních držácích, aby mohla depozice probíhat na všech plaketkách zároveň. Po uzavření karuselu byla depoziční komora napuštěna dusíkem (N<sub>2</sub>), čímž se vyčistila a zároveň proběhl předehřev komory na 80 °C. Po vyčištění byl dusík opět odsán a následovalo vakuování komory na tlak přibližně 10<sup>-5</sup> – 10<sup>-6</sup> Pa a následně další 30 minutový ohřev na teplotu přibližně 400 - 415 °C. V dalším kroku se do komory vpustí argon a zapálí se elektrický oblouk, jež umožní vznik plazmy v komoře. Urychlené ionty plazmy po několik minut dopadají na povrch targetů i deponovaných materiálů, které takto vyčistí od zbývajících atomů nečistot. To má za následek snížení nečistot (O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O atd.) ve vytvářené vrstvě [34]. Tento proces, nazývaný iontový bombard je blíže popsán v kapitole 4. Poté je z komory vypuštěn argon, který je nyní nahrazen dusíkem. Čtyři titanové terče jsou následně rozprašovány do okolí pomocí iontů dusíku, s kterým poté v okolním prostředí probíhá reakce, při níž vzniká nitrid titanu (TiN). Na karusel je přivedeno záporné napětí, které tyto vzniklé částice přitahuje a vytváří tím na plaketkách souvislou vrstvu TiN. Nárůst tenké vrstvy je při této operaci přibližně 2,5 μm za 6 hod. Po depozici se nechají plaketky uvnitř zařízení dokud jejich teplota nedosahuje cca 170 °C, poté se vyndají ze stroje, nechají dochládit na vzduchu a pokračují na kontrolu nadeponované vrstvy.

## 7.4 Kontrolní měření po depozici

Po depozici tenké vrstvy byla provedena zkouška tloušťky tenké vrstvy pomocí testu nazývaného kalotest. Dále byla také provedena zkouška tvrdosti dle Rockwella, jež vznikla jako vedlejší produkt „Mercedes testu“, který je uveden v následující kapitole.

### 7.4.1 Kalotest

Princip kalotestu (Obr. 7.10) spočívá ve vytvoření tzv. kaloty, která se vybrousí do povrchu vzorku pomocí kuličky a diamantové pasty. Kalota se jeví, jako mezikružší, ze kterého se dá dle vzorce vypočítat tloušťka posuzované vrstvy.



Obr. 7.10 Schéma a princip výpočtu pro zkoušku kalotest

Měření probíhalo ve Švýcarské firmě W.Blösch AG a bylo provedeno za pomoci přístroje KaloMAX (Obr. 7.11). Zkouška probíhala za těchto parametrů:

- Otáčky 400 min<sup>-1</sup>
- Doba trvání 30 s (50 s pro materiál HS6-5-2+QT s 4 μm vrstvou)
- Průměr kuličky 20 mm



Obr. 7.11 Zařízení pro měření tloušťky tenké vrstvy metodou kalotest značky KaloMAX

Za použití mikroskopu AxioCam MRc 5 bylo provedeno proměření kaloty. Ze získaných rozměrů bylo možné dle vzorce pro výpočet tloušťky vrstvy uvedeného na obrázku 7.10 vypočítat tloušťku posuzované vrstvy. Výsledné hodnoty udává tabulka č 7.9.

Materiál	Tloušťka vrstvy [μm]	Tloušťka tenké vrstvy [μm] při kalotě č.			∅	±
		I.	II.	III.		
EN C 45+QT	1	1,51	1,54	1,41	<b>1,49</b>	<b>0,06</b>
	2	2,73	2,33	2,48	<b>2,51</b>	<b>0,16</b>
	4	5,63	5,51	5,37	<b>5,50</b>	<b>0,11</b>
EN HS6-5-2+QT	1	1,29	1,9	1,7	<b>1,63</b>	<b>0,25</b>
	2	2,59	2,15	2,57	<b>2,44</b>	<b>0,20</b>
	4	4,71	4,91	4,58	<b>4,73</b>	<b>0,14</b>
EN HS6-5-2+A	1	1,57	1,41	1,36	<b>1,45</b>	<b>0,09</b>
	2	2,44	1,91	1,56	<b>1,97</b>	<b>0,36</b>
	4	3,95	4,8	6,4	<b>5,05</b>	<b>1,02</b>
(SK) K20	1	1,15	1,15	1,13	<b>1,14</b>	<b>0,01</b>
	2	2,76	2,39	2,96	<b>2,70</b>	<b>0,24</b>
	4	3,79	6,24	5,84	<b>5,29</b>	<b>1,07</b>

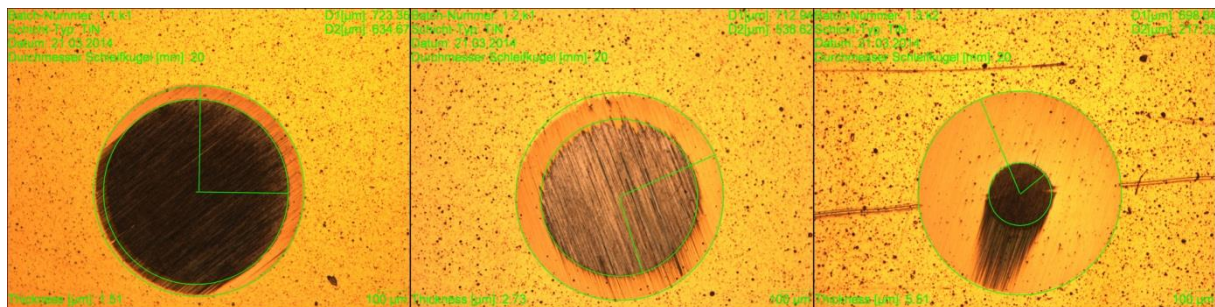
Tabulka 7.11 Naměřené hodnoty tloušťky vrstvy při zkoušce kalotest

Z tabulky 7.11 vyplývá, že ve většině případů byla zaznamenána větší tloušťka tenké vrstvy, než jaká byla požadována. Menší odchylky byly pozorovány u slabších vrstev o tloušťkách 1 a 2 μm, kde je rozdíl řádově v desetinách μm. U vrstev, jež by měly mít

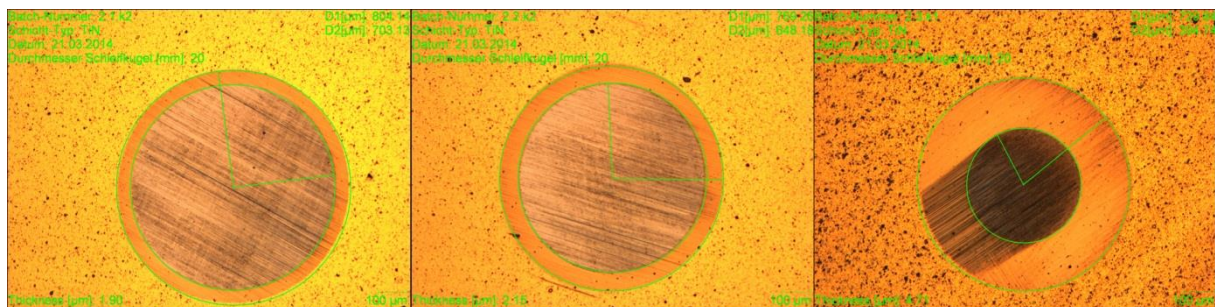
tloušťku 4  $\mu\text{m}$ , byl již pozorován znatelně větší rozdíl. Vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  deponovaná na substrátu EN HS6-5-2+QT, byla shledána jako vyhovující, ovšem u ostatních substrátů při téže tloušťce již dochází ke znatelným rozdílům, přesahujícím i více než 1  $\mu\text{m}$ .

Dále lze pozorovat značný rozptyl hodnot u substrátů EN HS6-5-2+A a K20 při tloušťkách vrstvy 4  $\mu\text{m}$ . Z tohoto zjištění lze usoudit, že vrstva není nadeponována rovnoměrně. Tento jev je zřejmě způsoben různým natočením držáků v karuselu deponovacího zařízení.

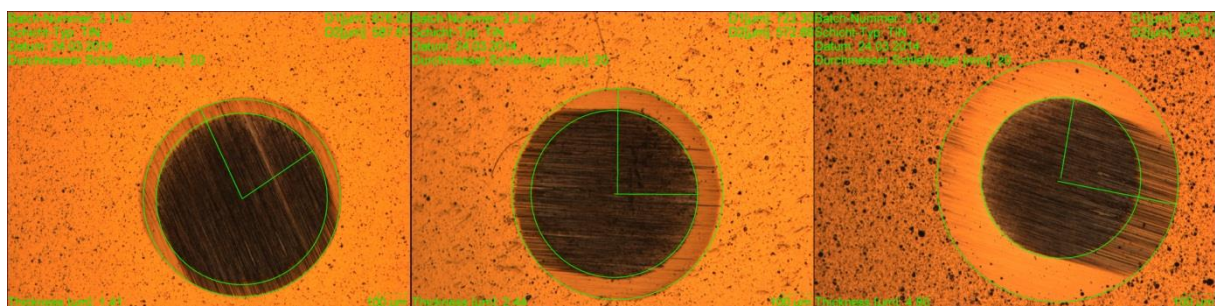
Vyvstává otázka, zda tato zjištění budou mít vliv na adhezivně kohezivní vlastnosti tenké vrstvy. Další otázkou zůstává, zda lze brát kalotest jako určující zkouškou pro tloušťku tenké vrstvy, neboť se jedná pouze o orientační zkoušku. Vytvořené kaloty jsou zobrazeny na obrázcích č. 7.12 – 7.15.



*Obr. 7.12 Kaloty na substrátu EN C45+QT s nadeponovanou tenkou vrstvou o tloušťkách 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$*

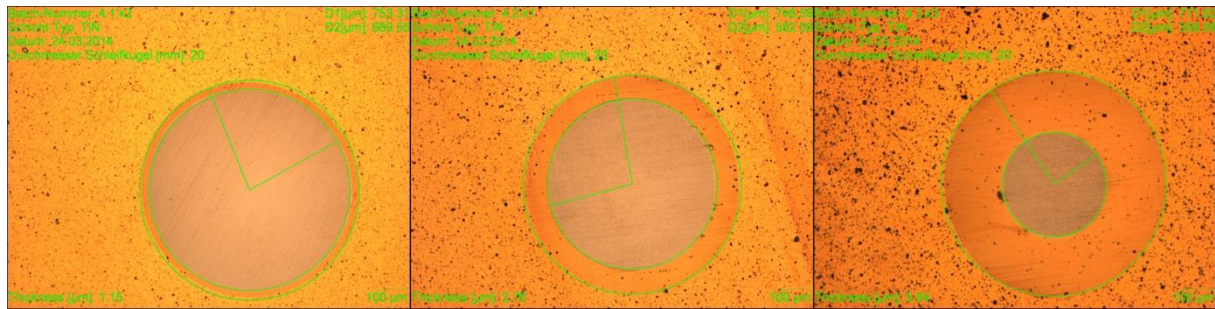


*Obr. 7.13 Kaloty na substrátu EN HS6-5-2+QT s nadeponovanou tenkou vrstvou o tloušťkách 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$*



*Obr. 7.14 Kaloty na substrátu EN HS6-5-2+A s nadeponovanou tenkou vrstvou o tloušťkách 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$*





Obr. 7.15 Kaloty na substrátu K20 s nadeponovanou tenkou vrstvou o tloušťkách 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$

#### 7.4.2 Měření tvrdosti

Při zkoušce „Mercedes test“ byly zaznamenány hodnoty HRC, které posloužily jako ukazatel, zda nedošlo při depozičních teplotách k popuštění. To by vedlo k degradaci tvrdosti použitých substrátů, především tedy substrátu EN HS6-5-2+QT, kde bylo největší riziko snížení hodnoty HRC. Naměřené tvrdosti jsou souhrnně uvedeny v tabulce 7.10.

Materiál	Tloušťka vrstvy	Tvrdost HRC				
	TiN [ $\mu\text{m}$ ]	Vtisk I.	Vtisk II.	Vtisk III.	$\phi$	HRC
EN C45+QT	1	32	23	29	28,0	<b>24,4 <math>\pm</math> 3,7</b>
	2	19	19	19	19,0	
	4	24	28	27	26,3	
EN HS6-5-2+QT	1	69	69	66	68,0	<b>67,1 <math>\pm</math> 1,4</b>
	2	69	66	70	68,3	
	4	64	66	65	65,0	
EN HS6-5-2+A	1	15	15	14	14,7	<b>17,1 <math>\pm</math> 1,7</b>
	2	17	20	22	19,7	
	4	15	16	20	17,0	
(SK) K20	1	80	80	100	86,7	<b>84,4 <math>\pm</math> 1,5</b>
	2	85	80	83	82,7	
	4	80	85	87	84,0	

Tabulka 7.10 Naměřené hodnoty tvrdosti dle Rockwella na experimentálních materiálech s nadeponovanou vrstvou

Při zkoušce dle Rockwella je nutné brát v úvahu, že se měření doporučuje pro tvrdosti v rozmezí od 20 do 70 HRC [40]. V předešlé kapitole byly z tohoto důvodu hodnoty tvrdosti nejprve měřeny dle Vickerse, jenž je pro měkčí materiály vhodnější a poté převedeny do Rockwellovy stupnice. Ovšem z tabulky 7.10, lze i přes tento fakt pozorovat, že hodnoty tvrdosti jsou téměř shodné jako při měření bez nadeponované tenké vrstvy. U některých substrátů došlo i k mírnému zvýšení tvrdosti, což lze připsat k deponované vrstvě.

## 8 Vyhodnocení zkoušky „Mercedes test“

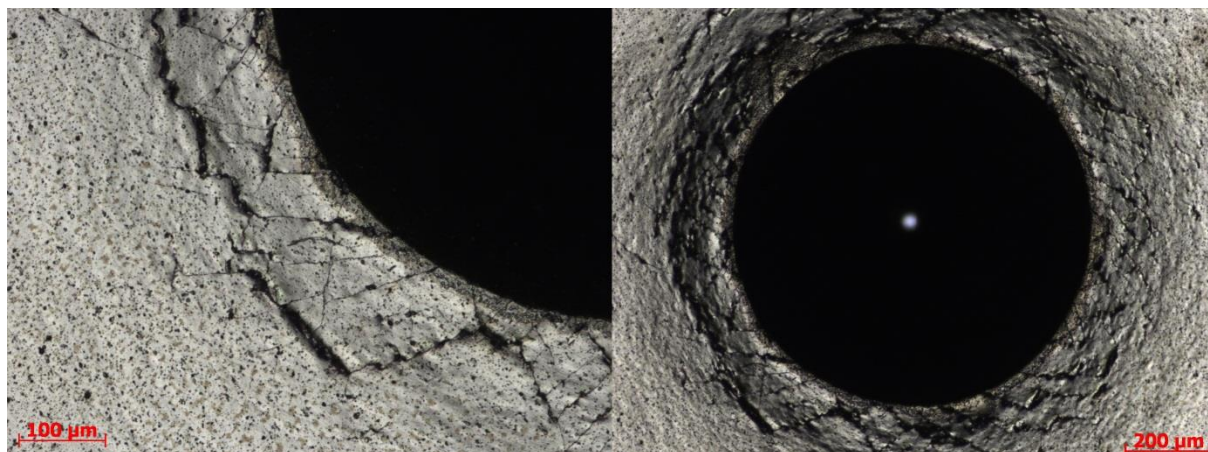
Na všech sledovaných vzorcích byly provedeny tři vtisky pomocí Rockwellova indentoru při zatížení 1500 N. Vyhodnocení vtisků bylo provedeno na metalografickém mikroskopu Zeiss observer.Z1m. Porušení vrstvy v okolí každého vtisku bylo zaznamenáno za pomoci dodávaného programu k mikroskopu a ke každému vtisku bylo dle tabulky znázorňující kategorie poškození vrstvy (Obr 5.2; kapitola 5.1 – teoretická část) přiřazeno adhezní a kohezní číslo, které charakterizuje stupeň popraskání či odloupení vrstvy.

### 8.1 Substrát ocel EN C45+QT

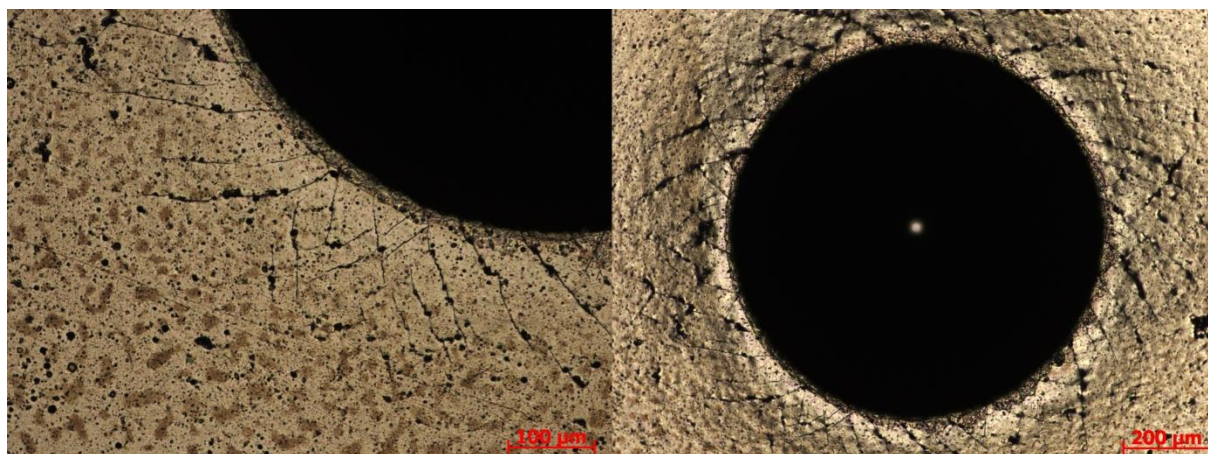
Na snímcích č. 8.1 – 8.3 jsou zachyceny vtisky do zkoušených vzorků. Jak z obrázků vyplývá, ocel EN C45+QT vykazuje veskrze dobré adhezivní vlastnosti při všech tloušťkách tenké vrstvy. Na vzorku s tloušťkou vrstvy 2  $\mu\text{m}$  došlo k velmi malému adhezivnímu poškození oproti vzorkům s tloušťkami 1 a 4  $\mu\text{m}$ , kde nebyly pozorovány žádné nebo velmi malé stopy adhezivní poruchy. Znatelně horší byly ovšem výsledky kohezivního chování tenké vrstvy. Deponovaná vrstva o tloušťce 1  $\mu\text{m}$  byla silně kohezně porušena v celém okolí vtisku. Jako nejlepší z testu vyšla vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$ , která byla ohodnocena kohezním číslem K3. Toto hodnocení je stále ještě na hranici použitelnosti v praxi. V porovnání s ostatními zkoušenými vzorky vykazuje tato kombinace tenké vrstvy a substrátu nejhorší výsledky. Je to zřejmě způsobenou velmi vysokou adhezí vrstvy k substrátu (všechny koeficienty hodnocení adheze jsou velmi dobré) spojenou s jeho nízkou pevností. Jakmile indentor vnikal relativně hluboko do základního materiálu, vytvářel v tenké vrstvě a v okolí vtisku silné pnutí vyvolané adhezivními silami, které jsou v tomto případě vyšší než síly kohezní a tím došlo k porušení vnitřních vazeb tenké vrstvy a jejímu popraskání. Celkové vyhodnocení zkoušky tohoto materiálu je uvedeno v tabulce 8.1.

Tloušťka vrstvy [ $\mu\text{m}$ ]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
1	A2	K5
2	A1	K4
4	A2	K3

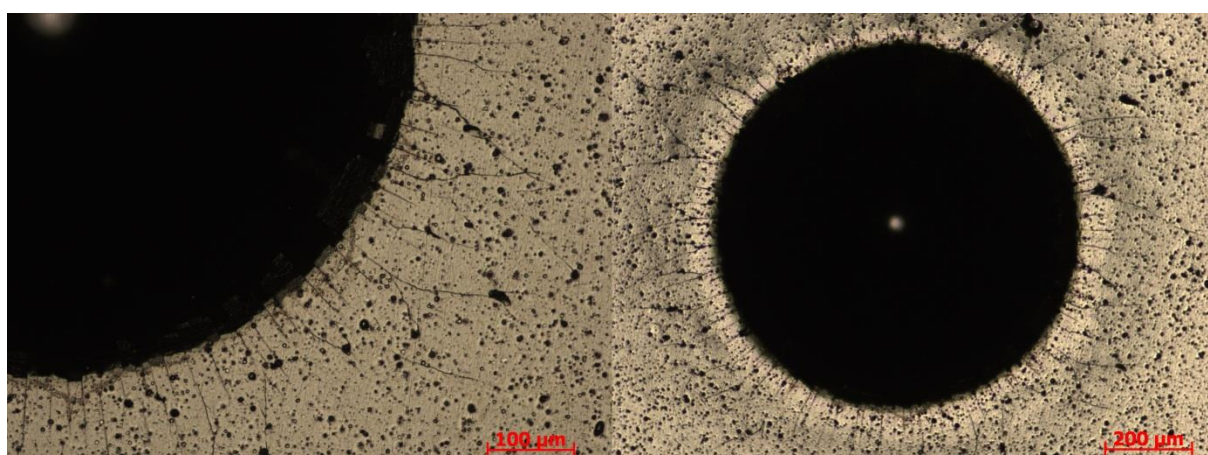
Tabulka 8.1 Adhezivně-kohezivní hodnocení oceli EN C45+QT při zkoušce „Mercedes test“



*Obr. 8.1 Silné kohezivní porušení 1 μm tlusté vrstvy TiN deponované na zušlechtěné oceli EN C45 s klasifikačním stupněm A2/K5*



*Obr. 8.2 Vtisk na vzorku ze zušlechtěné oceli EN C45 (2 μm) s klasifikačním stupněm A1/K4*

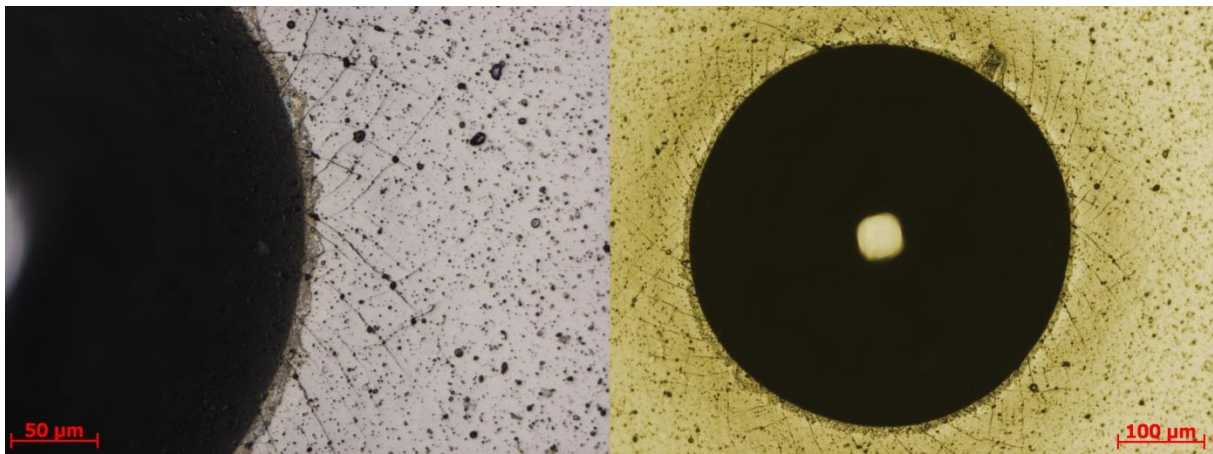


*Obr. 8.3 Vtisk na vzorku ze zušlechtěné oceli EN C45 (4 μm) s klasifikačním stupněm A2/K3*

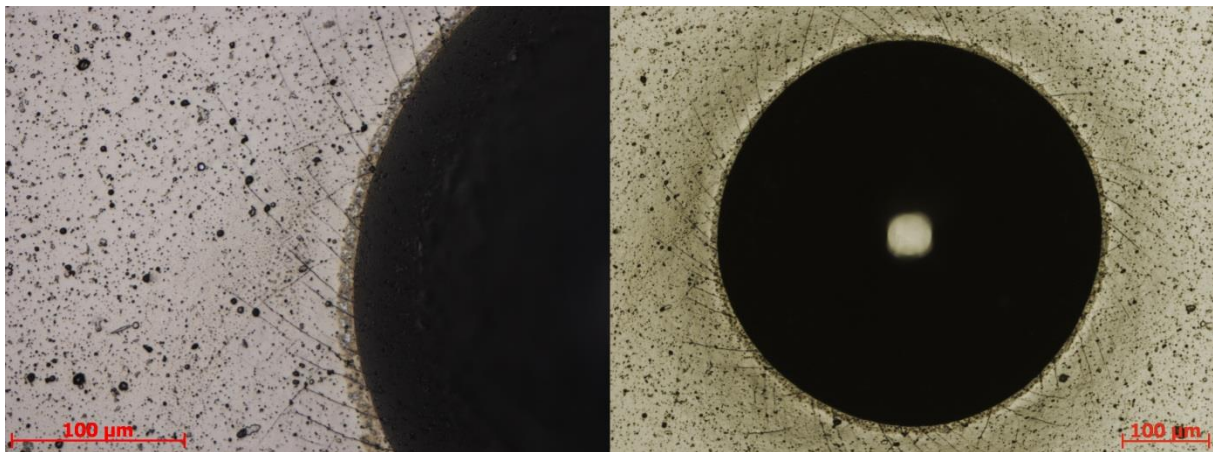


## 8.2 Substrát ocel EN HS6-5-2+QT

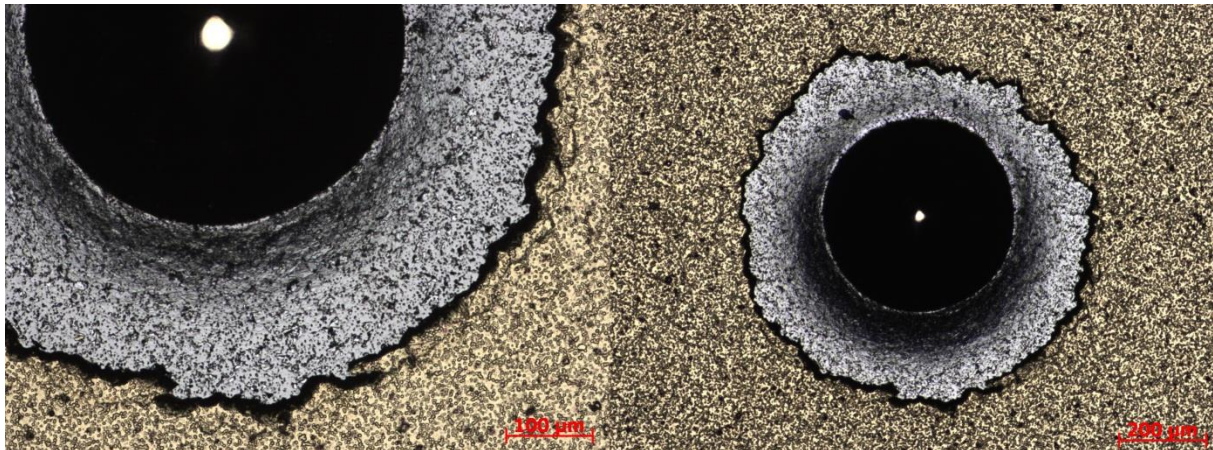
Obrázky č. 8.4 – 8.6 zachycují porušení tenké vrstvy v okolí vtisku na materiálu EN HS6-5-2, který byl zušlechtěn na tvrdost 64 HRC. Vzorek s nanesenou vrstvou o tloušťce 1  $\mu\text{m}$  vykazuje adhezi o hodnocení A1, tedy nebylo pozorováno žádné odtržení vrstvy. Z tabulky 8.2 vyplývá, že plaketka s nanesenou 2  $\mu\text{m}$  silnou vrstvou patří s hodnocením A2/K2 mezi nejlepší z testovaných vzorků a vykazuje dobrý poměr kombinace tloušťky tenké vrstvy a tvrdosti substrátu. Poslední vzorek z tohoto materiálu se ukázal jako defektní a nanosená vrstva se z okolí vtisku silně porušila, jak je znázorněno na obrázku č. 8.6. Rozsáhlé adhezivní poškození mohla způsobit nedokonalá příprava povrchu plaketky před depozicí, či byl chybný samotný proces depozice. Z tohoto důvodu byl vzorek ohodnocen stupněm A6/K6.



Obr. 8.4 Vtisk na vzorku z oceli EN HS6-5-2+QT (1  $\mu\text{m}$ ) s klasifikačním stupněm A1/K3



Obr. 8.5 Vtisk na vzorku z oceli EN HS6-5-2+QT (2  $\mu\text{m}$ ) s klasifikačním stupněm A2/K2



Obr. 8.6 Rozsáhlé adhezivní porušení tenké vrstvy o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  na vzorku ze zušlechtěné oceli EN HS6-5-2 s klasifikačním stupněm A6/K6

Tloušťka vrstvy [ $\mu\text{m}$ ]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
1	A1	K3
2	A2	K2
4	A6	K6

Tabulka 8.2 Adhezivně-kohezivní hodnocení oceli EN HS6-5-2+QT při zkoušce „Mercedes test“

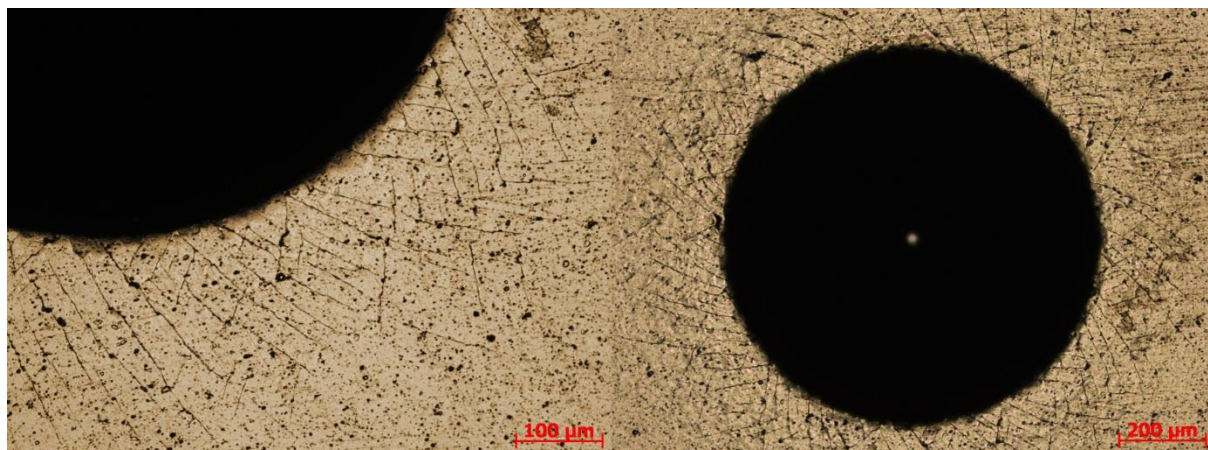
### 8.3 Substrát EN HS6-5-2+A

Vzorek o kombinaci tenké vrstvy TiN o tloušťce 1, 2 i 4  $\mu\text{m}$  a substrátu z na měkko žíhané oceli EN HS6-5-2 vykazuje ve všech případech hodnocení převážně kohezivní charakter trhlin. Na obrázcích č. 8.7 až 8.9 lze pozorovat kohezivní poruchy, které jsou způsobeny nepřizpůsobivostí tenké vrstvy deformacím substrátu. Tenká vrstva tak může reagovat pouze vytvořením nového povrchu, tedy prasklinami směřujícími od vtisku indentoru. V případě 2  $\mu\text{m}$  tenké vrstvy mají kohezivní poruchy za následek rozvoj adhezivních odštěpů na jejím povrchu. Tento jev je zachycen na obrázku č. 8.8. Hodnocení adhezivně-kohezivních vlastností udává tabulka 8.3.

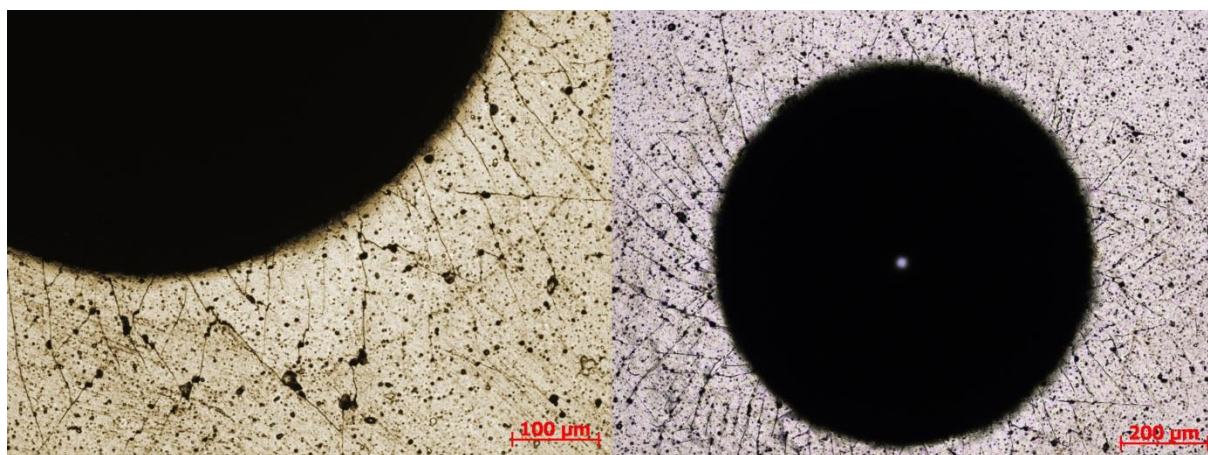
Tloušťka vrstvy [ $\mu\text{m}$ ]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
1	A1	K4
2	A2	K4
4	A1	K4

Tabulka 8.3 Adhezivně-kohezivní hodnocení oceli EN HS6-5-2+A při zkoušce „Mercedes test“

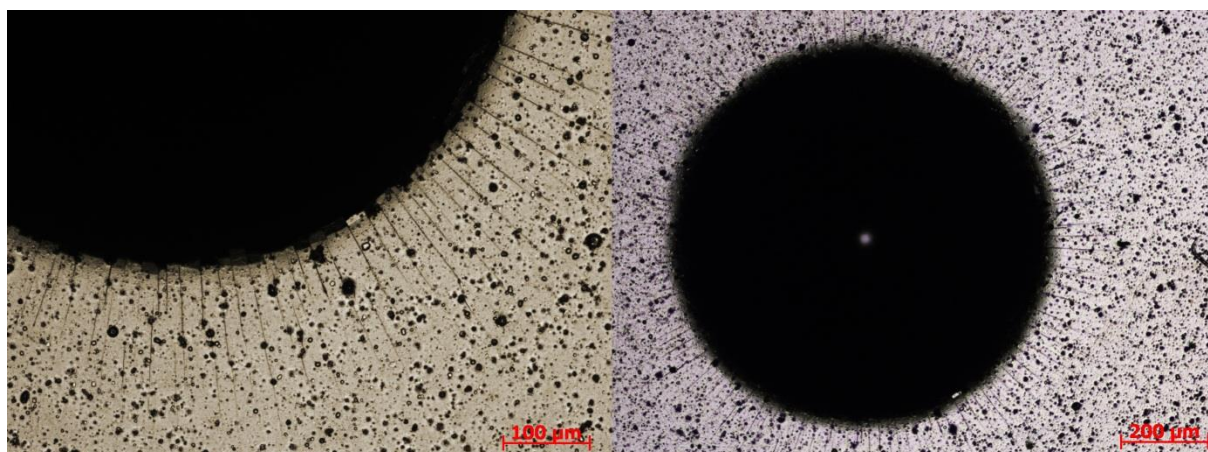




*Obr. 8.7 Kohezní porušení vrstvy TiN o tloušťce 1  $\mu\text{m}$  na substrátu z oceli EN HS6-5-2+A s hodnocením A1/K4*



*Obr. 8.8 Kohezní porušení vrstvy TiN o tloušťce 2  $\mu\text{m}$  na substrátu z oceli EN HS6-5-2+A s hodnocením A2/K4*

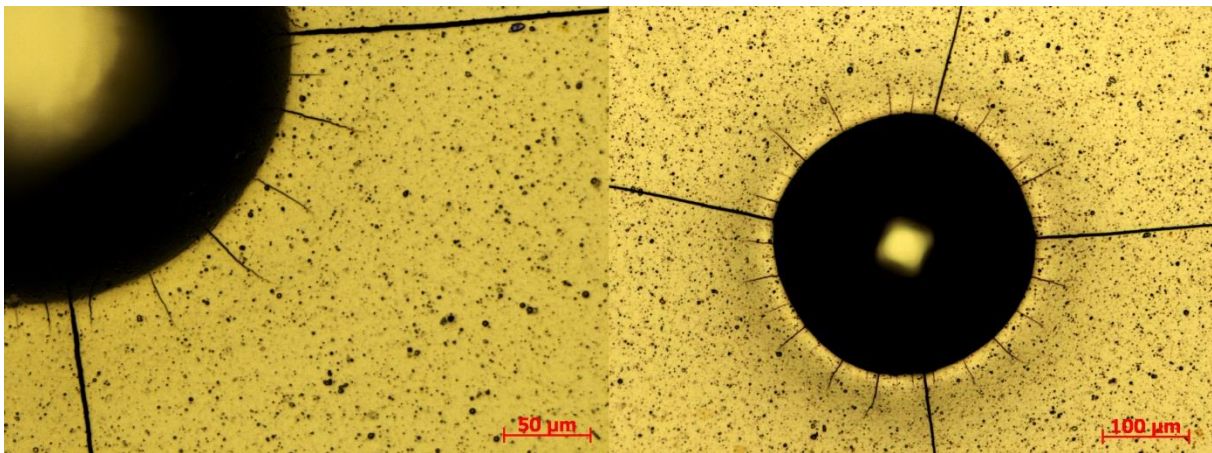


*Obr. 8.9 Kohezní porušení vrstvy TiN o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  na substrátu z oceli EN HS6-5-2+A s hodnocením A1/K4*

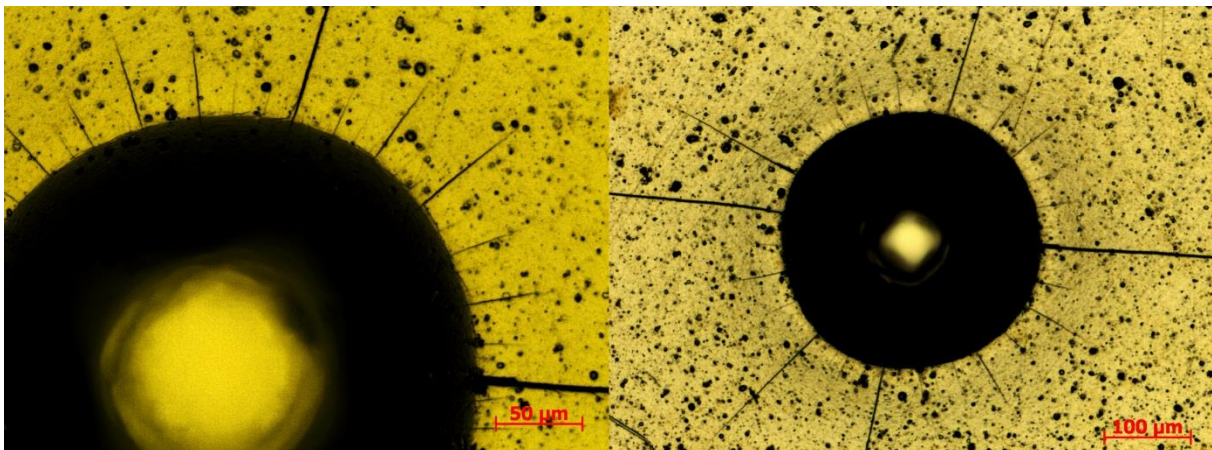


## 8.4 Substrát slinutý karbid K20

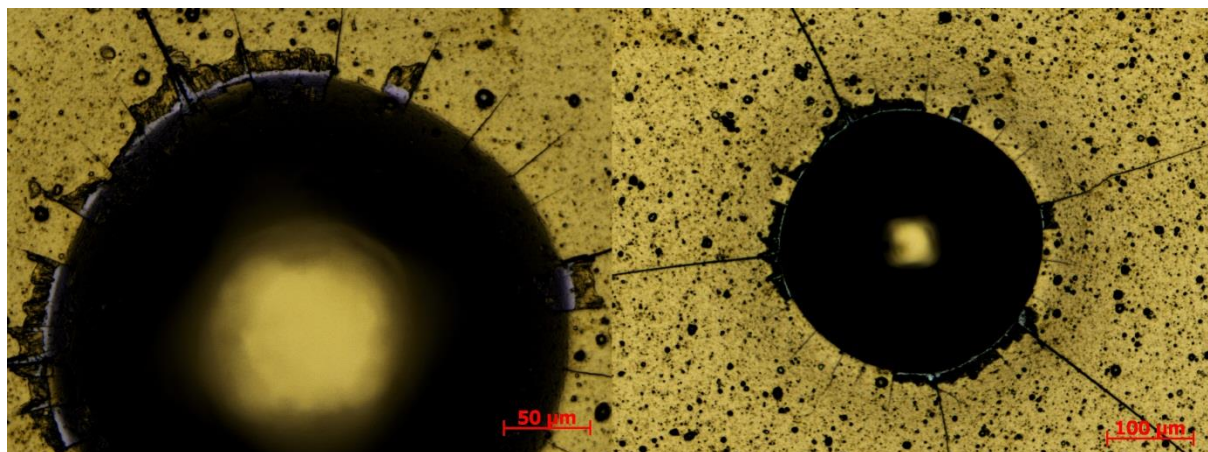
Obrázky č. 8.10 – 8.12 zachycují okolí vtisku na plaketkách ze slinutého karbidu K20. Z těchto obrázků lze pozorovat, že SK vykazuje velmi pevné spojení s tenkou vrstvou, protože všechny vzorky vykazují veskrze dobré výsledky ohledně adhezivních vlastností. Ovšem neschopností plastické deformace slinutého karbidu a vrstvy TiN, bylo vyvoláno vtiskem hrotu indentoru ve vrstvě silné tlakové napětí, které má za následek dlouhé praskliny jdoucí i několik milimetrů od místa iniciace. Vznik takovýchto kohezních porušení bez téměř žádného adhezivního poškození lze vysvětlit silnými vazbami na rozhraní tenké vrstvy a substrátu. Stejně, plošně středěné krystalové mřížky tenké vrstvy a sekundárních karbidů wolframu mají za následek vznik semikoherentního rozhraní (částečné propojení rovin mřížek krystalů), které způsobuje vznik pevného spojení vrstvy se substrátem [9]. Tabulka č. 8.4 shrnuje adhezivně – kohezivní hodnocení naměřené pro tento substrát.



*Obr. 8.10 Praskliny v tenké vrstvě TiN o tloušťce 1 μm na substrátu K20 s hodnocením A1/K3*



*Obr. 8.11 Porušení tenké vrstvy TiN o tloušťce 2 μm na substrátu K20 s hodnocením A2/K3*



Obr. 8.12 Porušení tenké vrstvy TiN o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  na substrátu K20 s hodnocením A2/K3

Tloušťka vrstvy [ $\mu\text{m}$ ]	Adhezní číslo	Kohezní číslo
1	A1	K3
2	A2	K3
4	A2	K3

Tabulka 8.4 Adhezivně-kohezivní hodnocení SK K20 při zkoušce mercedes test

## 8.5 Diskuse výsledků zkoušky „Mercedes test“

Při vniknutí Rockwellova indentoru do povrchu systému tenká vrstva substrát je hodnocení adhezivně-kohezivního chování do jisté míry nepřesné. V testech jako je tento je určujícím faktorem správné odhadnutí koeficientu adhezního a kohezivního čísla, jež je v mnoha případech poměrně složité odvodit z tabulky znázorňující kategorie poškození vrstvy.

Za pomoci obrazového výstupu z mikroskopu je sice možné velice dobře a detailně zkoumat míru poškození, ale přiřazení kvantifikovatelného výstupu je věc čistě subjektivní a záleží především na zkušenostech laboranta. Avšak velkou výhodou tohoto testu je právě rychlost získání výsledků, kde je na první pohled jasné, zda je vrstva vyhovující, či nikoliv. Číselné hodnocení také může být zkresleno, protože se neuvažuje mechanismus vzniku trhlin, proto mohlo být v určitých případech přiřazeno vyšší kohezivní, či naopak adhezivní číslo, než je tomu doopravdy, neboť rozsáhlé kohezivní poruchy mohly předcházet adhezivnímu odštěpování vrstvy, či naopak adhezivní porucha v okolí vtisku mohla vytvořit iniciaci vzniku kohezivních trhlin. Shrnuté údaje o hodnocení adhezivně-kohezivních vlastností experimentálních vzorků jsou uvedeny v tabulce 8.5.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu\text{m}$ ]	Hodnocení adheze	hodnocení koheze
EN C45+T	1	A2	K5
	2	A1	K4
	4	A2	K3
EN HS6-5-2+QT	1	A1	K3
	2	A2	K2
	4	A6	K6
EN HS6-5-2+A	1	A1	K4
	2	A2	K4
	4	A1	K4
(SK) K20	1	A1	K3
	2	A2	K3
	4	A2	K3

Tabulka 8.5 Vyhodnocení adhezivně-kohezivních vlastností testovaných vzorků

Pro vhodnou kvantifikaci výsledků testů a možnosti vyvození nejvhodnější kombinace tvrdosti substrátu a tloušťky tenké vrstvy, bude na základě získaných hodnot vytvořen bodovací systém. Pokud např. materiál EN C45+QT získal pro tloušťku vrstvy 1  $\mu\text{m}$  hodnocení A2/K5, bude bodové hodnocení 5/2. Pro materiál K20 při hodnocení na 1  $\mu\text{m}$  vrstvě A1/K3 bude hodnocení 6/4. Body budou průběžně sčítány a kombinace materiálu a tloušťky tenké vrstvy s nejvyšším počtem bodů bude vyhodnocena jako nejvhodnější a naopak kombinace s nejnižším počtem bodů jako nejhorší. Zbytek bodového hodnocení je uveden v tabulce č. 8.6.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu\text{m}$ ]	Bodové hodnocení adheze	Bodové hodnocení koheze	$\Sigma$
EN C45+QT	1	5	2	7
	2	6	3	9
	4	5	4	9
EN HS6-5-2+QT	1	6	4	10
	2	5	5	10
	4	1	1	2
EN HS6-5-2+A	1	6	3	9
	2	5	3	8
	4	6	3	9
(SK) K20	1	6	4	10
	2	5	4	9
	4	5	4	9

Tabulka 8.6 Bodové vyhodnocení adhezivně-kohezivních vlastností při „Mercedes testu“

Z tabulky 8.6 vyplývá, že nejlepších adhezních popř. kohezivních hodnot koeficientů dosahují kombinace vrstvy TiN a velmi tvrdého substrátu. Srovnatelně tvrdé materiály jako je zušlechťená rychlořezná ocel a slinutý karbid dosahují velmi podobných výsledků jak

v adhezivních, tak i kohezivních porušení vrstvy. Oproti tomu relativně měkké materiály vykazují značný rozdíl mezi hodnocením adhezivních a kohezivních vlastností. Koeficienty adheze jsou veskrze na dobré úrovni a pohybují se v hodnotách A1 nebo A2, což je podobný výsledek jako u tvrdých materiálů. Ovšem kohezivní popraskání vrstvy je ve většině případů mnohem horší. Špatné výsledky jsou dány vysokým modulem pružnosti, který se pohybuje pro TiN vrstvu v rozmezí 300 – 450 GPa [36]. Tenká vrstva proto nedokáže kopírovat tvar základního materiálu ustupujícího Rockwellovu indentoru a tak vzhledem k silnějším adhezivním silám dochází k popraskání vrstvy.

## 9 Vyhodnocení zkoušky Scratch test

Vrypová zkouška je jednou ze základních a nejrozšířenějších zkoušek, která dovoluje s velkou citlivostí určit adhezivně-kohezivní chování systému tenká vrstva - substrát. Tento experiment slouží k přiblížení reálných podmínek, jak se vrstva chová při kontaktu s obráběným materiálem.

Diamantovým indentorem, byly v povrchu vzorků vytvořeny tři vrypy. Indentor byl při posuvu zatěžován konstantně se zvyšující silou. V určitém místě vrypu, bylo dosaženo kritického napětí, v jehož důsledku došlo k odtržení vrstvy a odhalení základního materiálu. Hodnota zatížení, při němž došlo k odtržení vrstvy se, nazývá kritické zatížení  $L_S$  a je udávána jako míra adheze vrstvy k substrátu. Ovšem s ohledem k faktu, že k poruchám vrstvy dochází téměř po celé délce vrypu, je nutné zavést podrobnější metodu vyhodnocování poruch. Zvyšující se zatížení má za následek poškození, které má zpočátku charakter trhlin a hodnota zatížení je zde nazývána jako  $L_{C1}$ . Zatížení při širším rozsahu poškození je udáváno jako  $L_{C2}$  a při prvním odhalení substrátu jako  $L_{C3}$ . Bližší postup pro vyhodnocování kritických zatížení je popsán v kapitole 5.2.1.

Hodnota kritického zatížení  $L_S$  byla povětšinou uvažována v místě, kde došlo ke skokové změně v průběhu koeficientu tření (COF), jež je na obrázcích označeno svislou čarou. Tato hodnota byla stanovena pro tři vrypy u každé tloušťky tenké vrstvy a výsledky měření byly zapsány do tabulky. Ovšem v některých případech bylo obtížné správně určit skutečné místo odhalení substrátu i s pomocí přiloženého grafu s COF. Proto byl brán zřetel spíše na posouzení pozorovatele a přesné hodnoty zatížení poté byly odvozeny dle přiložené časové osy, neboť rychlost zatěžování je závislá na čase. Stejný postup byl aplikován také na určení hodnot ostatních zatížení  $L_C$ .

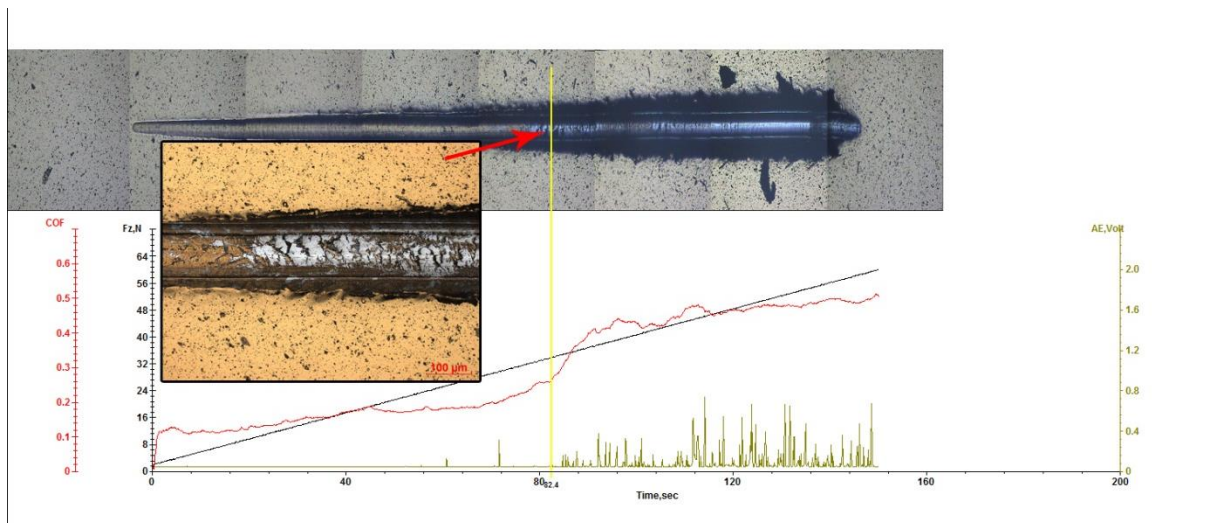
Do přiloženého grafu byl také vykreslen záznam signálu akustické emise, jež umožnil zaznamenat vznik a rozvoj podpovrchových trhlin. Ovšem záznam akustické emise nebyl vždy shodný s místem porušení vrstvy, neboť je značně ovlivněn rušivými elementy, jako je např. drsnost povrchu či množství makročástic [5]. Proto nebyl brán jako určující faktor vyhodnocení místa kritického porušení.

Zkouška byla provedena na katedře materiálů Technické univerzity v Liberci. Parametry zkoušky se lišily podle zkoušeného substrátu. Pro měkký substrát byla zvolena síla od 2 do 80, resp. 120 N. Pro materiál s vyšší hodnotou tvrdosti byla nastavena zatěžovací síla o hodnotě od 2 do 160, resp. 200 N. Doba trvání jednoho vrypu byla zvolena jednotně pro všechny vzorky na 150 s. Rychlost posuvu stolku byla jednotně pro všechny vzorky 0,033 mm/s a délka vrypu 5 mm. Naměřené hodnoty zatěžovací síly, COF a akustické emise byly zaznamenány do jednoho grafu, z něhož se následně určilo místo odhalení substrátu. Optické vyhodnocení porušení tenké vrstvy bylo následně provedeno na mikroskopu Zeiss observer.Z1m.

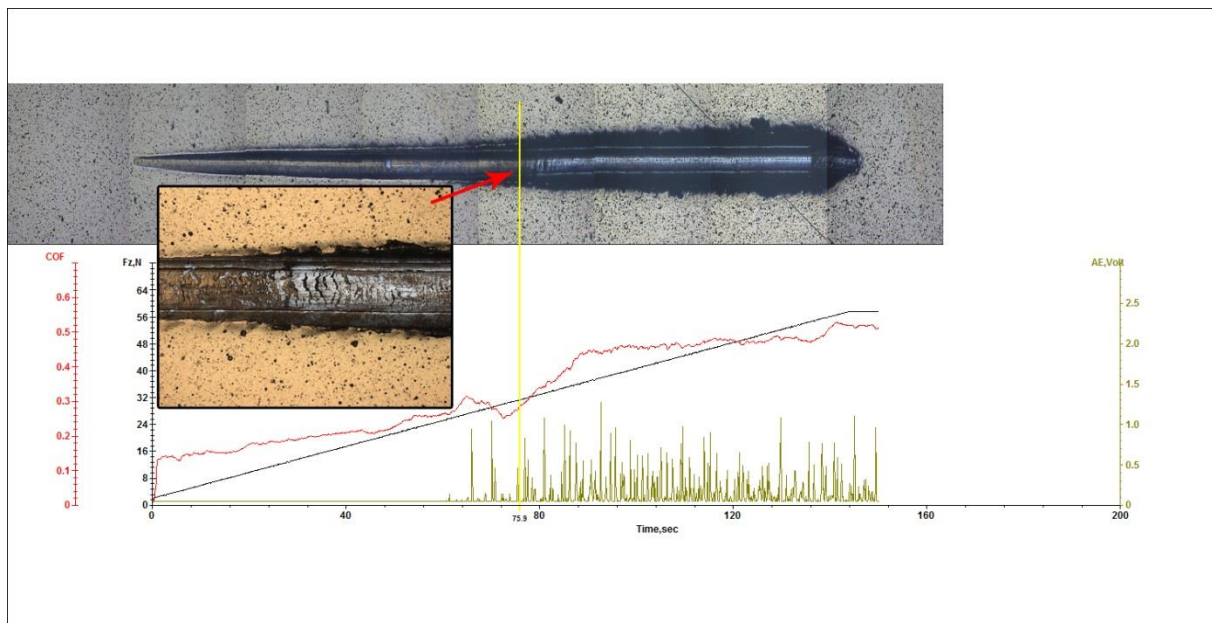


## 9.1 Substrát EN C45+QT

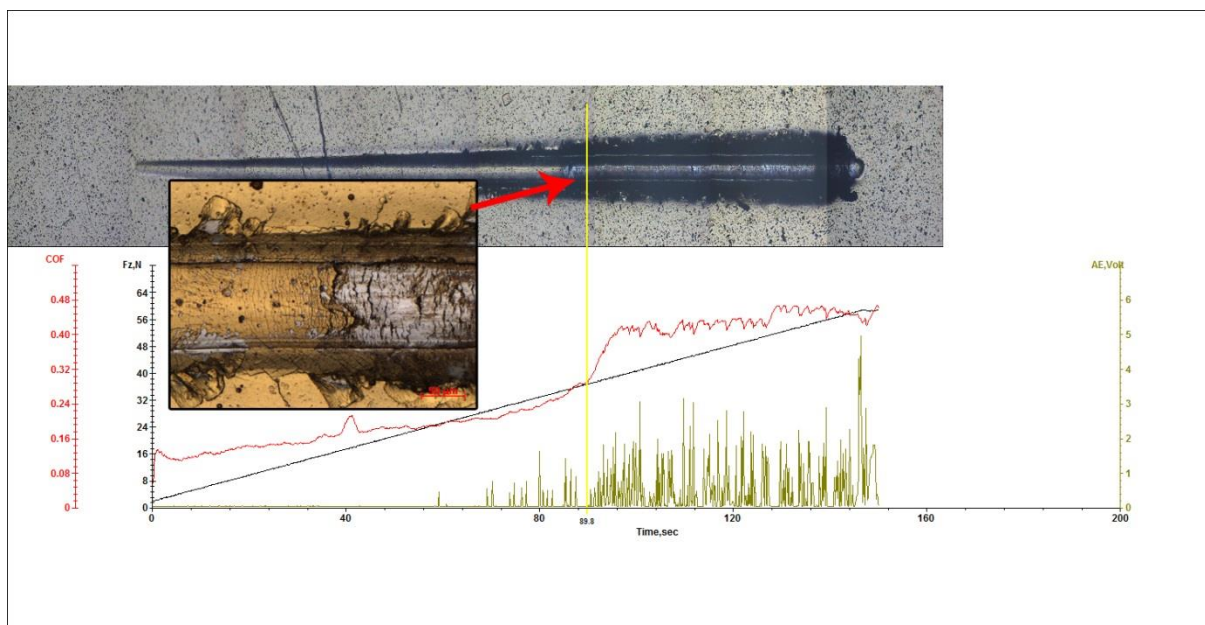
- Zatěžovací síla 2 – 60 N



Obr. 9.1 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_Z$  – materiál EN C45+QT, vrstva o tloušťce 1 µm



Obr. 9.2 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_Z$  – materiál EN C45+QT, vrstva o tloušťce 2 µm



Obr. 9.3 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – materiál EN C45+QT, vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$

Na obrázcích 9.1 – 9.3 jsou zachyceny vrypy po Scratch testu s příloženými grafy. Výsledky měření byly zapsány do tabulky č. 9.1. Z této tabulky plyne, že na hodnotu kritického zatížení má tloušťka tenké vrstvy minimální vliv a hodnoty  $L_S$  jsou téměř shodné. Přesto lze pozorovat mírné navýšení hodnoty  $L_S$  při větší tloušťce 4  $\mu\text{m}$ . Větší tloušťka tenké vrstvy v kombinaci s měkkým substrátem zřejmě dokáže lépe odolávat vnějšímu zatížení. Záznam akustické emise se shodoval s nárůstem koeficientu tření, tedy k podpovrchovému poškození docházelo již od místa prvního adhezivního porušení vrstvy. Zatížení v tomto místě je nazýváno jako  $L_{C3}$ .

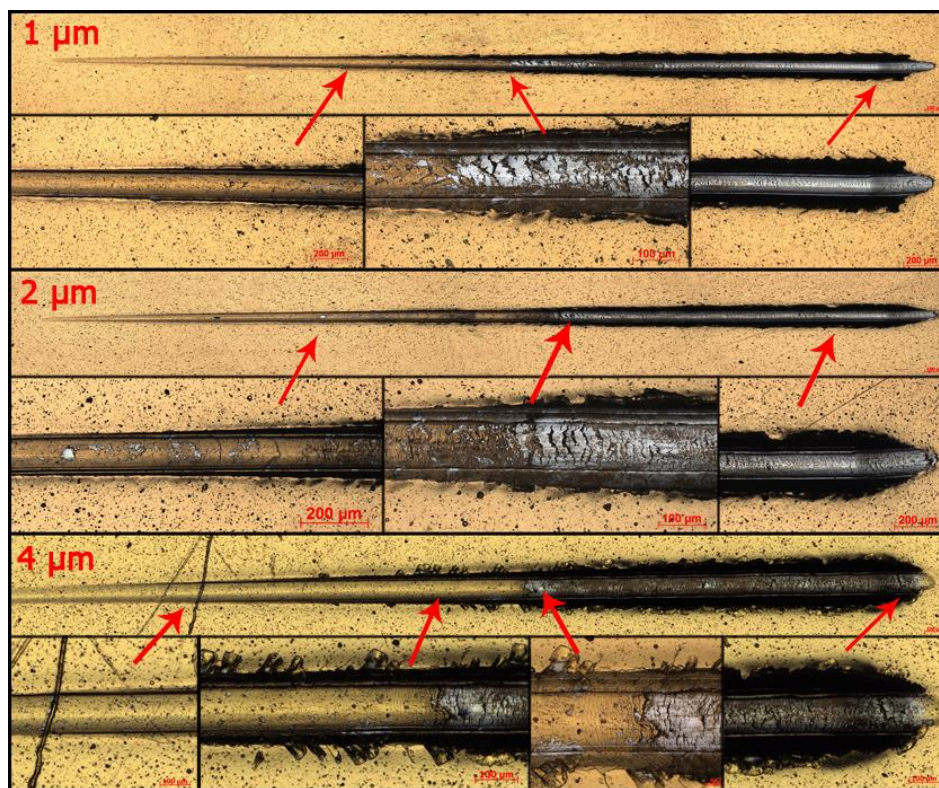
Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu$ ]	Vryp č.	Kritické zatížení [N]				
			$L_{C1}$	$L_{C2}$	$L_{C3}$	$L_S$	
EN C45+QT	1	1	14	21	31	32	
		2	6	19	29	33	
		3	10	20	30	32	
						<b>Ls:</b>	<b>32,3±0,4</b>
	2	1	10	XX	21	32	
		2	19	20	21	32	
		3	8	19	20	26	
						<b>Ls:</b>	<b>30,0±2,7</b>
	4	1	10	23	32	35	
		2	4	26	34	45	
		3	4	21	27	42	
						<b>Ls:</b>	<b>40,7±3,8</b>

Tabulka 9.1 Vyhodnocení kritického zatížení při zkoušce Scratch test na substrátu EN C45+QT



Na obrázku 9.4 je zachyceno poškození vrstev v průběhu vrypu. Jak je z obrázku patrné, vrstvy o tloušťce 1 a 2  $\mu\text{m}$  vykazují podobný charakter porušení, kdy nejprve dochází ke zvrásnění vrstvy, jež vyvolávají tlaková pnutí, která jsou vytvářena před pohybujícím se indentorem. Praskliny se s přibývajícím zatížením začnou překrývat a dochází k tzv. vylamování vrstvy vrásněním [8].

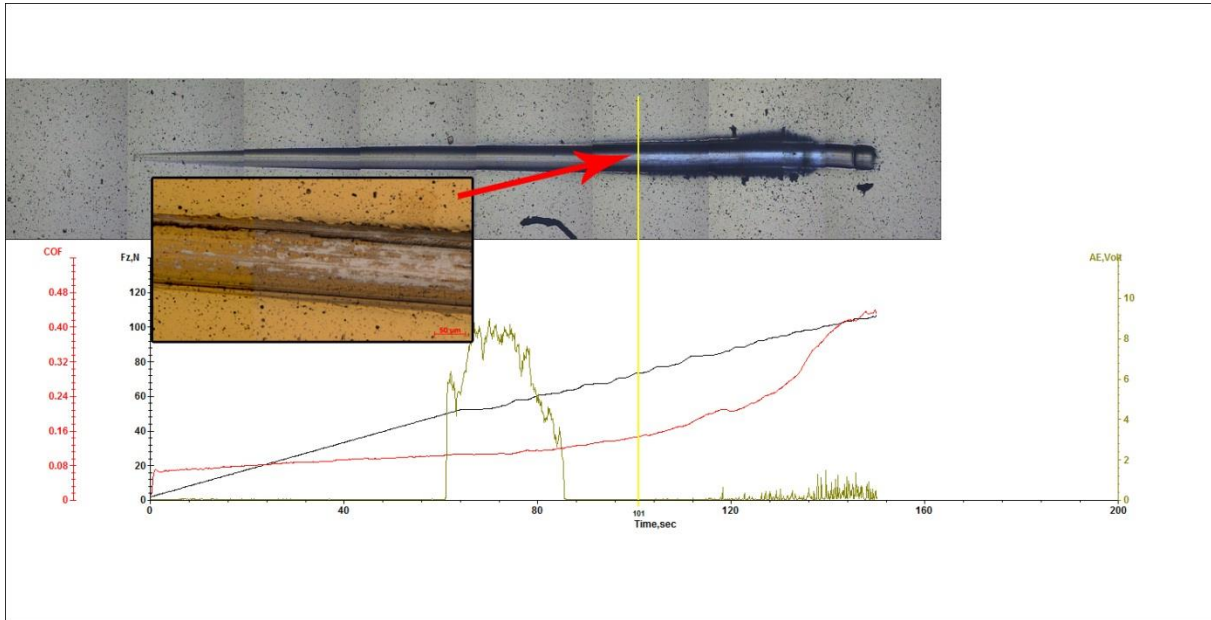
Na vzorku s nadeponovanou tenkou vrstvou o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  nejprve docházelo k odlupování vrstvy po hranici vrypu. Tento typ porušení je asociován s elastickým zotavením, které se vyskytuje za hrotem. Po přejezdu hrotu je vrstva odlehčena a v systému tenká vrstva - substrát nastane relaxace elastické deformace. Nicméně, vzhledem k plastické deformaci v substrátu, která vede k tvorbě vrypu, není možná úplná relaxace elastické energie v substrátu, a proto v substrátu nadále přetrvává zbytkové pnutí [8]. Ovšem k úplnému odhalení substrátu nastává při zatížení mezi 30 a 40 N, kdy dochází k odštípnutí vrstvy a dále již jen k vylamování vrstvy v okolí vrypu.



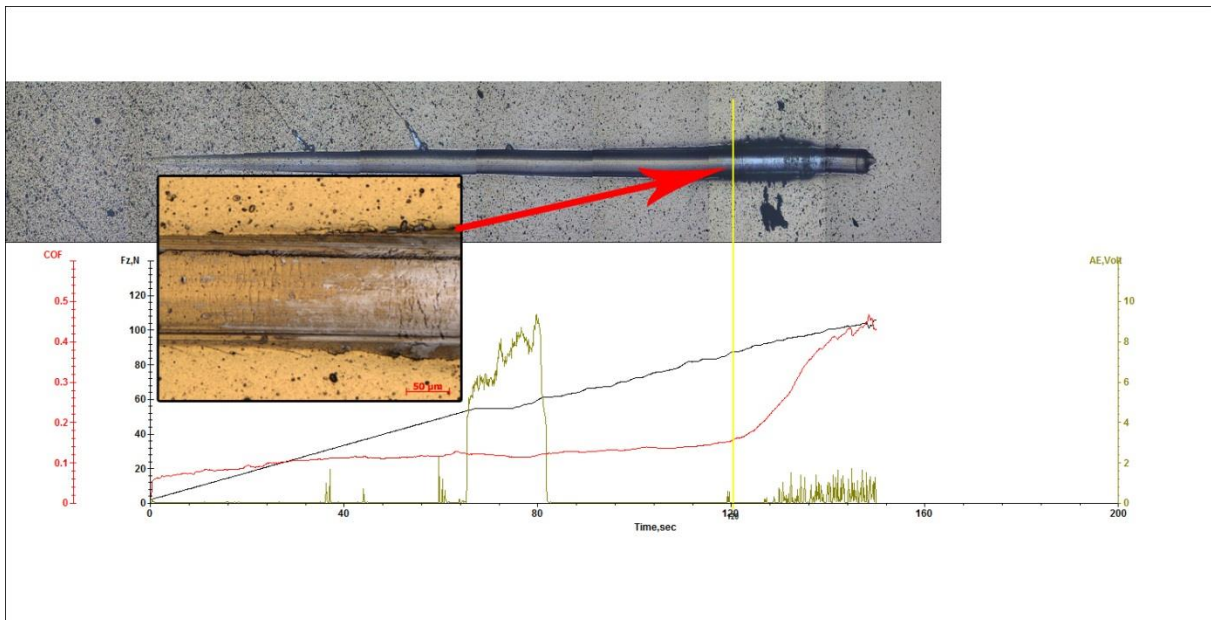
Obr. 9.4 Proces poškození vrstev při průběhu zkoušky Scratch test na materiálu EN C45+QT při tloušťkách tenkých vrstev 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$

## 9.2 Substrát EN HS6-5-2+QT

- Zatěžovací síla 2 – 120 N

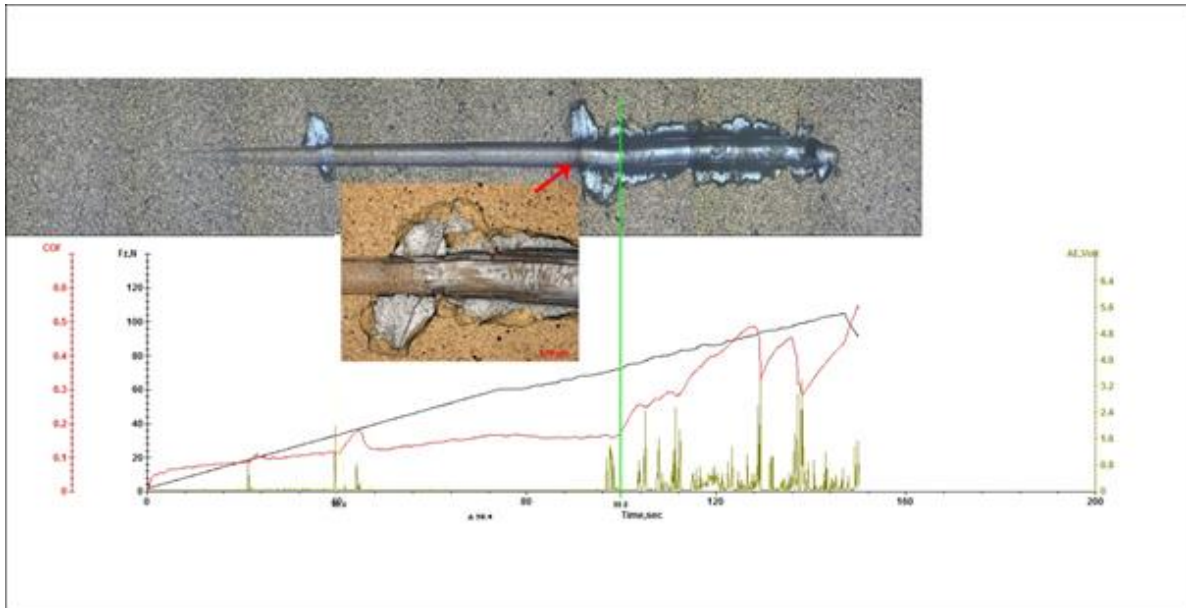


Obr. 9.5 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – materiál EN HS6-5-2+QT, vrstva o tloušťce 1  $\mu\text{m}$



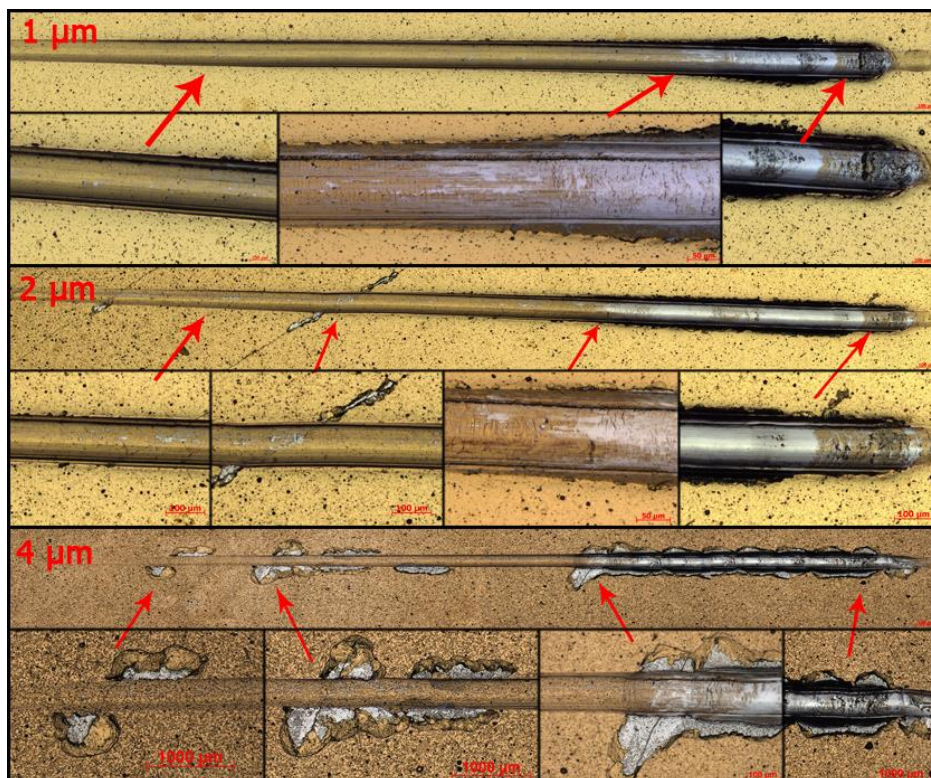
Obr. 9.6 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – materiál EN HS6-5-2+QT, vrstva o tloušťce 2  $\mu\text{m}$





Obr. 9.7 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – materiál EN HS6-5-2+QT, vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$

Jak plyne z obrázků 9.5 – 9.7, substrát o vyšší tvrdosti dosahuje i více jak dvojnásobné hodnoty kritického zatížení oproti substrátu EN C45+QT. Tyto naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce č. 9.2. Vrstvy o tloušťkách 1 a 2  $\mu\text{m}$  vykazují shodný průběh porušení po vrypu, podobný jako u substrátu EN C45+QT, ovšem základní materiál mnohem lépe odolal indentoru a nevykazuje takový rozsah zvrásnění.



Obr. 9.8 Proces poškození vrstev při průběhu zkoušky Scratch test na materiálu HS6-5-2+QT při tloušťkách tenkých vrstev 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$

Z obrázku 9.8 je patrné, že k porušení vrstvy docházelo již v počátku vrypu, jak ukázal signál akustické emise. Substrát s nanesenou 4  $\mu\text{m}$  silnou vrstvou se ukázal jako defektní již v „Mercedes testu“, kde docházelo k rozsáhlému adhezivnímu poškození. Tento jev se zopakoval i při zkoušce Scratch test. Dále je z obrázku patrné, že docházelo k silnému vylamování tenké vrstvy v téměř celé délce vrypu.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu$ ]	Vryp č.	Kritické zatížení [N]				
			L <sub>C1</sub>	L <sub>C2</sub>	L <sub>C3</sub>	L <sub>s</sub>	
EN HS6-5-2+QT	1	1	17	37	75	82	
		2	16	66	83	87	
		3	XX	54	73	90	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>86,3±2,9</b>
	2	1	18	64	71	73	
		2	XX	65	78	85	
		3	XX	55	84	88	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>82,0±6,0</b>
	4	1	XX	XX	27	69	
		2	XX	XX	37	64	
		3	XX	XX	20	67	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>66,7±1,8</b>

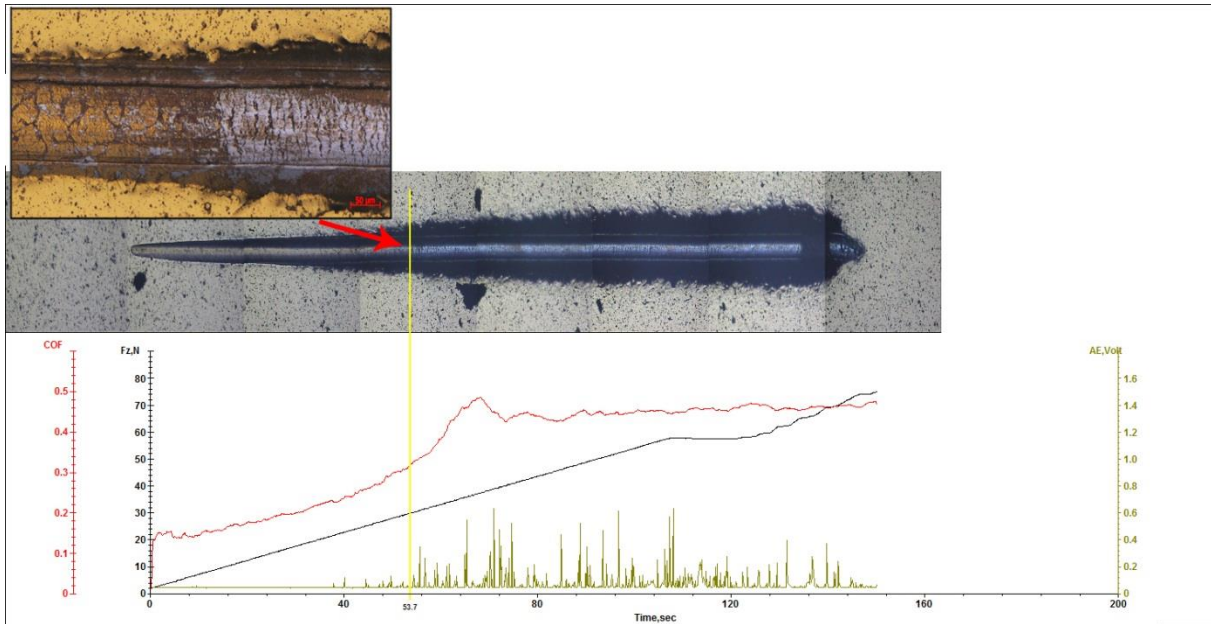
Tabulka 9.2 Vyhodnocení kritického zatížení při zkoušce Scratch test na substrátu EN HS6-5-2+QT

### 9.3 Substrát EN HS6-5-2+A

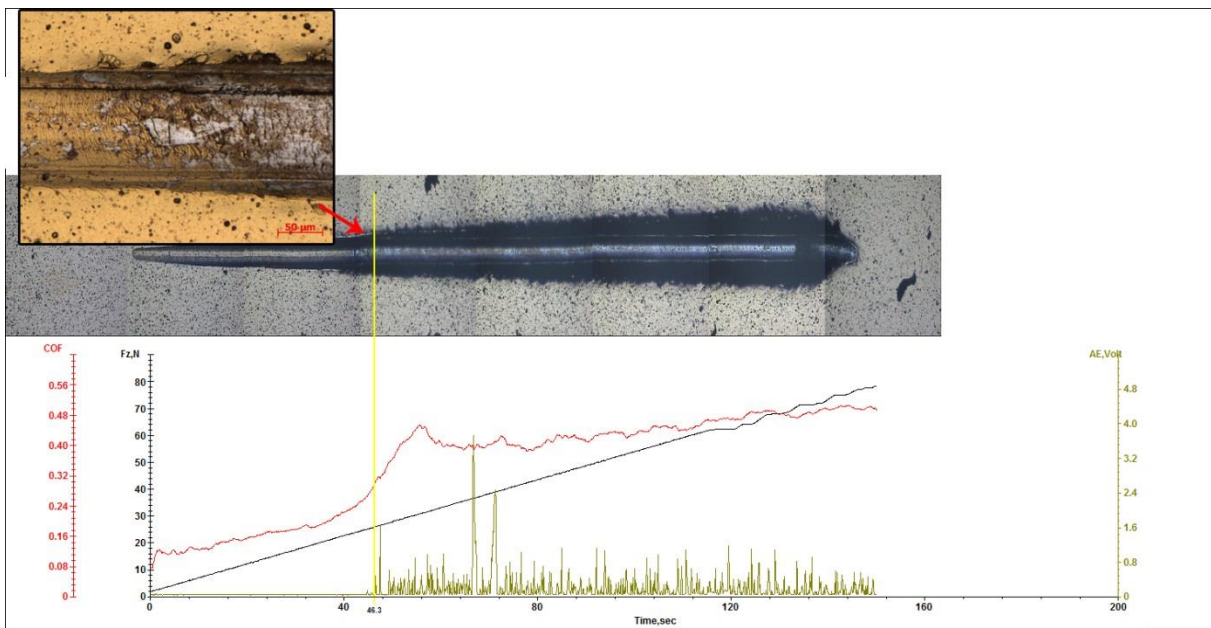
- Zátěžovací síla 2 – 80 N

Na obrázcích 9.9 – 9.11 je záznam zkoušky na materiálu EN HS6-5-2, který byl žíhán na měkko. Z obrázků je patrný podobný průběh vrypu na všech tloušťkách vrstvy. Ke koheznímu porušení tenké vrstvy docházelo téměř od počátku vrypu. Jak je zobrazeno v tabulce č. 9.3, toto porušení vznikalo již při velmi malých hodnotách normálového zatížení indentoru. Tento jev je způsoben v důsledku chování substrátu, kdy se pod zátěží substrát začne deformovat, ale křehká tvrdá vrstva se nedokáže této deformaci přizpůsobit a dochází ke vzniku prasklin. Zatížení v tomto místě je nazýváno jako L<sub>C1</sub>.

Průběh signálu akustické emise začal vykazovat změny, a to již při malých hodnotách normálových sil. To by odpovídalo praskání povrchové vrstvy podkladového materiálu v důsledku nízké odolnosti proti deformaci [38]. Tento jev byl pozorován také u podobně tvrdého substrátu EN C45+QT.

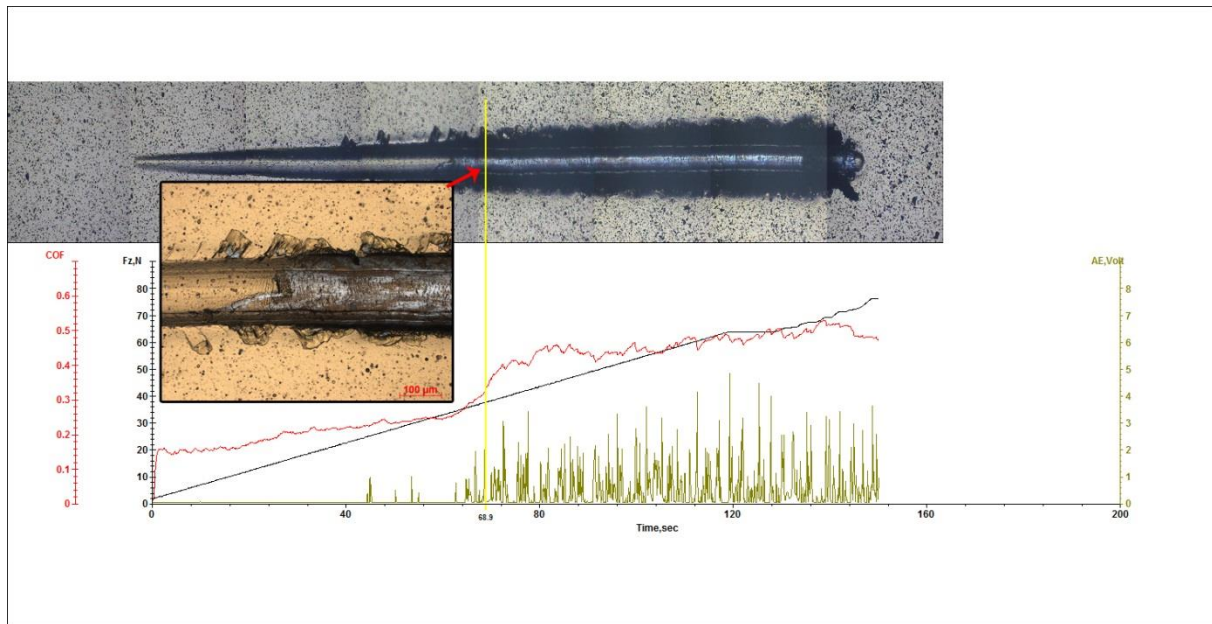


Obr. 9.9 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_Z$  – materiál EN HS6-5-2+A, vrstva o tloušťce  $1 \mu\text{m}$



Obr. 9.10 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_Z$  – materiál EN HS6-5-2+A, vrstva o tloušťce  $2 \mu\text{m}$

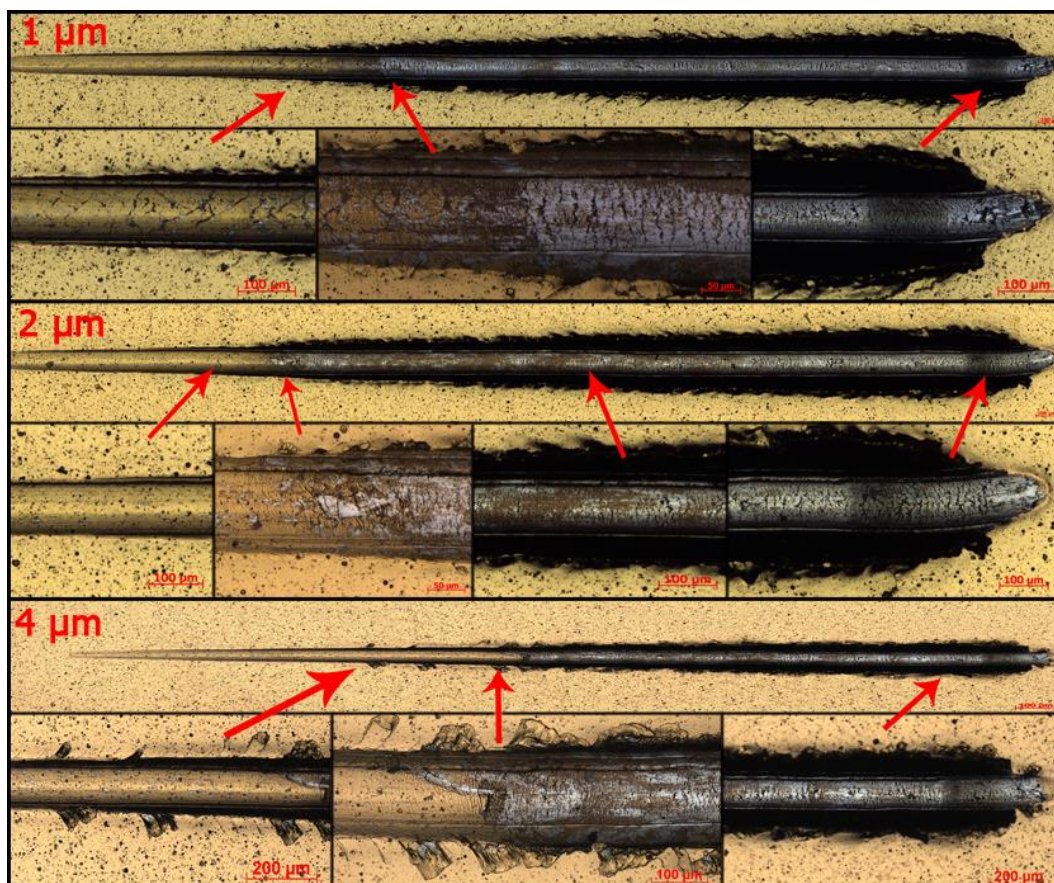




Obr. 9.11 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – materiál EN HS6-5-2+A, vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$

Vzorek o kombinaci tenké vrstvy o tloušťce 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$  a substrátu z na měkko žíhané oceli EN HS6-5-2 vykazoval ve všech případech hodnocení silné kohezivní poruchy v okolí vrypu. Jak se zatěžovací síla zvyšovala, indentor pronikal hlouběji do měkkého základního materiálu a stahoval s sebou tenkou vrstvu. Průběh je zachycen na obrázku č. 9.12. U tenké vrstvy o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  byly ještě před dosažením kritické hodnoty  $L_S$  pozorovány odštěpy tenké vrstvy v okolí vrypu, doprovázené kohezivními prasklinami. Odštěpy byly zřejmě způsobeny zvrásněním povrchu, jež vzniká v oblastech s vysokým tahovým napětím.

Plasticky nahromaděný materiál před indentorem vyvolal pnutí a v důsledku značně odlišného modulu pružnosti substrátu a tenké vrstvy docházelo i ke kohezivnímu poškození vrstvy. Dochází též ke kohezivnímu porušení samotného základního materiálu na dně vrypu. Výsledky měření kritického napětí jsou uvedeny v tabulce č. 9.3. Z tabulky lze vyvodit, že nejlépe z testu vychází vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$ , ovšem s relativně velkým rozptylem hodnot. Nižší hodnoty u prvních dvou vrypů mohly být způsobeny lokálním zeslabením tenké vrstvy, zvýšenou drsností povrchu či přítomností makročásteček.



Obr. 9.12 Proces poškození vrstev při průběhu zkoušky Scratch test na materiálu HS6-5-2+A při tloušťkách tenkých vrstev 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu$ ]	Vryp č.	Kritické zatížení [N]				
			L <sub>c1</sub>	L <sub>c2</sub>	L <sub>c3</sub>	L <sub>s</sub>	
EN HS6-5-2+A	1	1	12	22	24	30	
		2	12	15	23	26	
		3	11	19	26	27	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>27,7±1,6</b>
	2	1	18	XX	24	26	
		2	8	XX	25	31	
		3	6	21	25	27	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>28,0±2,0</b>
	4	1	5	28	XX	59	
		2	7	22	33	35	
		3	4	17	33	36	
						<b>L<sub>s</sub>:</b>	<b>43,3±10,4</b>

Tabulka 9.3 Vyhodnocení kritického zatížení při zkoušce Scratch test na substrátu EN HS6-5-2+A

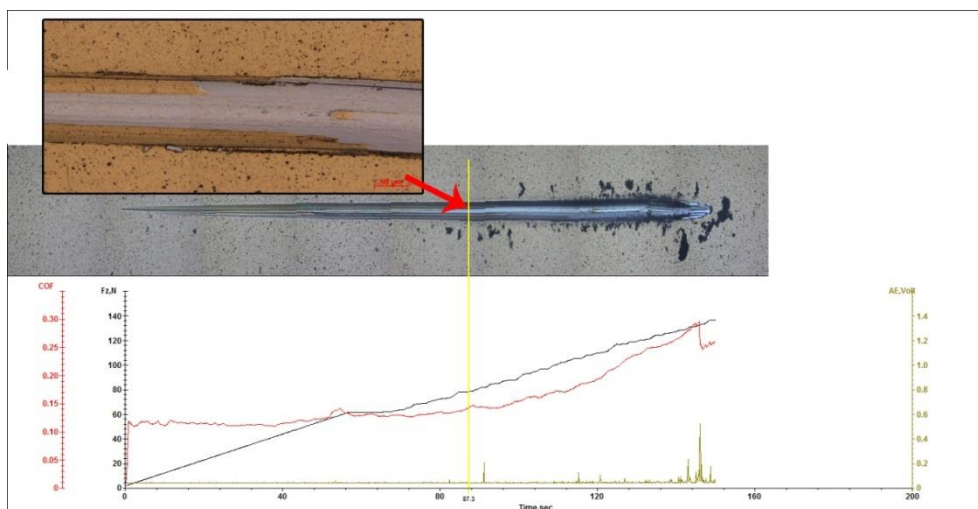


## 9.4 Substrát slinutý karbid K20

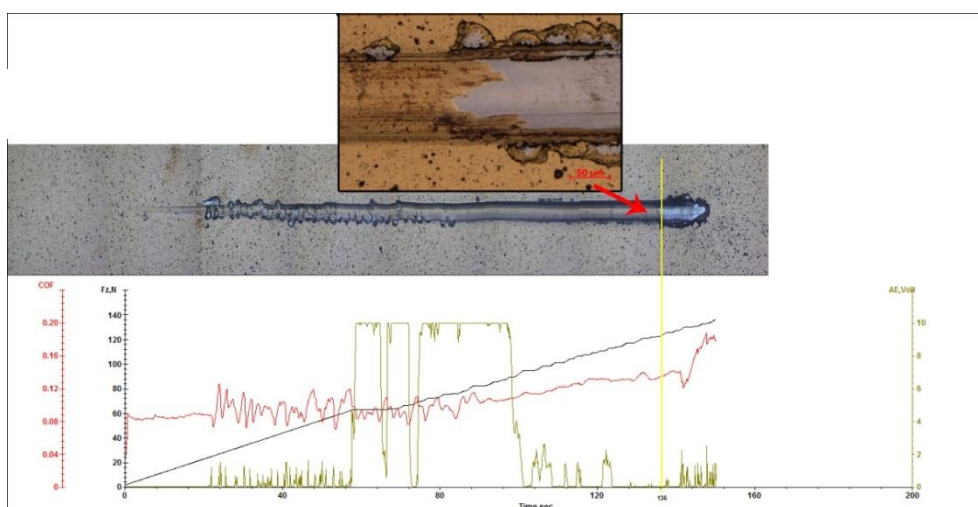
- Zatěžovací síla 2 – 160 N (pro 4  $\mu\text{m}$  vrstvu 2 - 200 N)

Obrázky 9.13 – 9.15 dokumentují průběh porušení tenké vrstvy na substrátu K20. Tento materiál je velice tvrdý a již v „Mercedes testu“ byly potvrzeny velice dobré adhezivně – kohezivní vlastnosti. Na základě těchto předpokladů, lze očekávat, že tomu bude podobné i při Scratch testu.

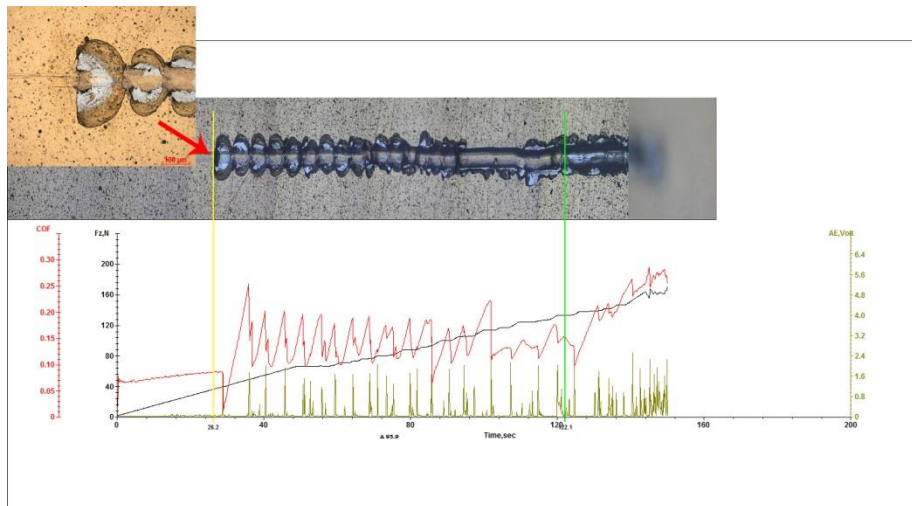
Tenká vrstva o tloušťce 1  $\mu\text{m}$  začala vykazovat porušení téměř ihned po zatížení. Dále již následovalo pouze strhnutí vrstvy indentorem, následované při vyšších zatíženích odštěpy vrstvy po hranici vrypu. Vrstva o tloušťce 2  $\mu\text{m}$  se ukázala jako nejvíce vyhovující. Ačkoliv již od minimálního zatížení docházelo k odlupování vrstvy, v důsledku zotavení plastické deformace byla hodnota kritického zatížení odečtena na hodnotě 121 N. Ovšem, během středních hodnot zatížení docházelo, dle akustického signálu, k silným podpovrchovým prasklinám, jež byly způsobeny vysokou křehkostí základního materiálu. Jako nevyhovující se ukázala větší tloušťka tenké vrstvy.



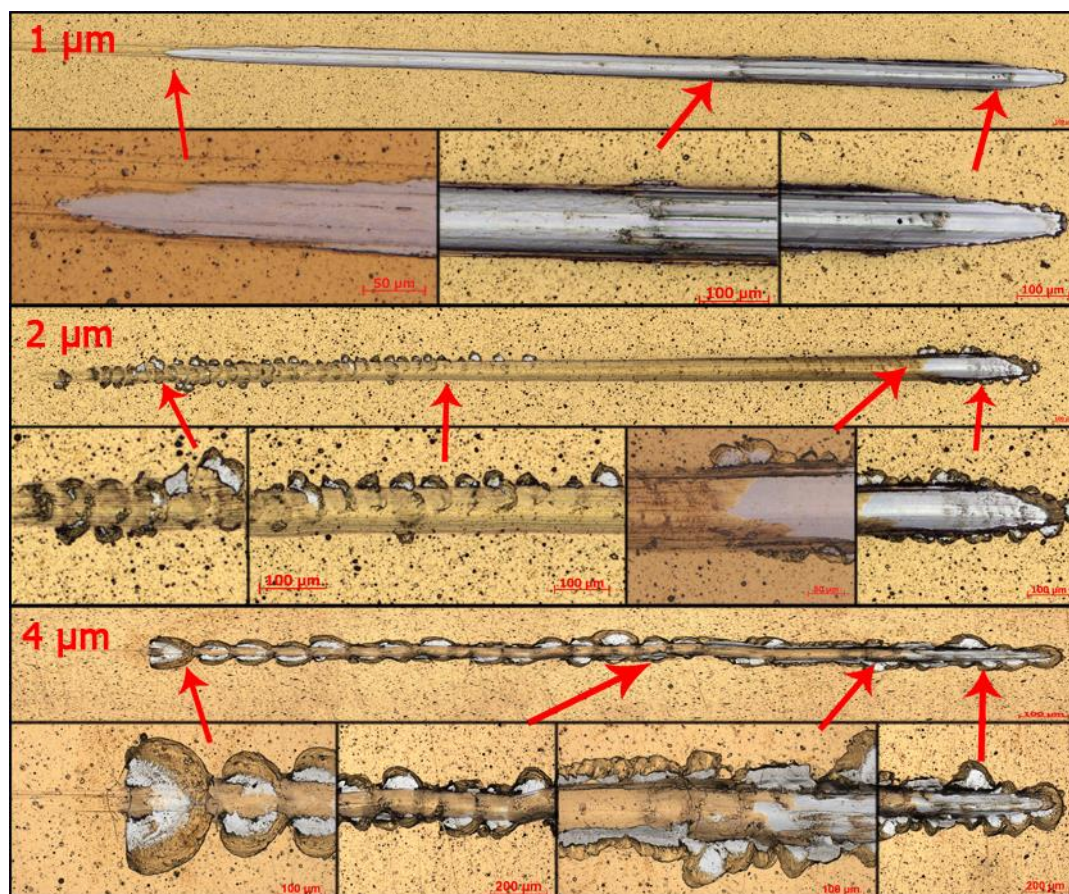
Obr. 9.13 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – vrstva 1  $\mu\text{m}$



Obr. 9.14 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – vrstva 2  $\mu\text{m}$



Obr. 9.15 Průběh akustické emise, koeficientu tření a zatěžovací síly  $F_z$  – vrstva 4  $\mu\text{m}$



Obr. 9.16 Proces poškození vrstev při průběhu zkoušky Scratch test na materiálu K20 při tloušťkách tenkých vrstev 1, 2 a 4  $\mu\text{m}$

Jak je patrné z obrázku č. 9.16, téměř bezprostředně po zatížení dochází k adhezivnímu porušení vrstvy. Tento typ poruchy se nazývá klínové odlupování. To se projevuje při dosažení kritické tloušťky vrstvy, kdy se vrstva stává příliš tuhou, aby mohlo docházet k vrásnění, a sníží se napětí před indentorem. Vrstva je porušena, z důvodu minimalizace elastické energie uložené rozsáhlými tlakovými napětími před indentorem, a to vede k tvorbě

polokruhových trhlin, které se šíří směrem ven z osy stopy [8]. Tento typ poruchy se vyskytuje podél celé délky vrypu a tím i značně ovlivňuje dráhu indentoru.

V tabulce č. 9.4 jsou uvedeny naměřené hodnoty kritického zatížení  $L_S$ . Vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  byla shledána jako příliš silná v kombinaci s takto tvrdým substrátem. Snadné vylamování vrstvy bylo příčinou rychlého odhalení základního materiálu a proto je hodnota  $L_S$  velmi nízká. Dále stojí za povšimnutí absence hodnot u zatížení  $L_{C1}$  a  $L_{C2}$ . Tyto hodnoty nebylo možné určit ani u jednoho z testovaných vzorků, neboť zde nebyly pozorovány žádné praskliny na počátku vrypů.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu$ ]	Vryp č.	Kritické zatížení [N]				
			$L_{C1}$	$L_{C2}$	$L_{C3}$	$L_S$	
(SK) K20	1	1	XX	XX	52	85	
		2	XX	XX	35	38	
		3	XX	XX	53	58	
						<b>Ls:</b>	<b>60,3±16,4</b>
	2	1	XX	XX	33	123	
		2	XX	XX	23	121	
		3	XX	XX	28	122	
						<b>Ls:</b>	<b>122,0±0,7</b>
	4	1	XX	XX	36	133	
		2	XX	XX	35	152	
		3	XX	XX	35	92	
						<b>Ls:</b>	<b>125,7±22,4</b>

Tabulka 9.4 Vyhodnocení kritického zatížení při zkoušce Scratch test na substrátu K20

## 9.5 Diskuze výsledků zkoušky Scratch test

Na základě výsledků získaných při měření lze říci, že vrypová zkouška je ovlivněna celou řadou faktorů. Kritické zatížení  $L_S$  ovlivňuje jak tloušťka vrstvy, tak i tvrdost substrátu. Dále, pro měření adhezivně – kohezivních vlastností na rozhraní tenká vrstva - substrát, je třeba brát v úvahu, jak volbu rozsahu normálových sil, tak i přístup k výsledkům. Je nutno přihlížet na porušení systému jako na celek, kdy je třeba rozlišit, zda k poruše dochází jen v povrchové vrstvě nebo zda je vrstva odtržena od základního materiálu. Ovšem oproti předchozí zkoušce „Mercedes test“, udává tato metoda možnost sledování rozvoje trhlin v závislosti na zatížení. Vyhodnocení je však pracnější a je zapotřebí speciální měřicí zařízení s příslušnými doplňky, jako je např. snímač akustického signálu.

V tabulce 9.5 jsou souhrnně uvedeny naměřené hodnoty kritického zatížení pro všechny použité substráty s příloženým bodovým hodnocením. Počet přiřazených bodů byl stanoven z průměrné hodnoty kritických zatížení ze tří vrypů a po zaokrouhlení na nejbližší celé číslo byla hodnota podělena deseti.

Z tabulky lze vyvodit, že pro tvrdé materiály je vhodnější volbou spíše tenčí vrstva. Jak v případě materiálu EN HS6-5-2+QT, tak i pro slinutý karbid lze říci, že nejlepších výsledků



dosáhla kombinace s tenkou vrstvou o tloušťce 2  $\mu\text{m}$ . Vrstva s tloušťkou 1  $\mu\text{m}$  se ukázala jako vhodná pouze pro rychlořeznou ocel, jež je v porovnání se slinutým karbidem měkčí a dovoluje tak vrstvě do určité míry pružit a tím odolat napětí před indentorem. Vrstva o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  se ukázala jako příliš tuhá a docházelo k rozsáhlému odlupování na okrajích stopy. Ačkoliv z hlediska bodového hodnocení u vzorku K20 vychází tato vrstva jako vítězná, neboť se uvažuje pouze hodnota zatížení při totálním odhalení substrátu, jež byla v tomto případě velmi vysoká, nelze ji doporučit jako vhodnou variantu v kombinaci s tvrdým substrátem vzhledem k zmíněnému poškození vrstvy v okolí vrypu.

Opačný případ nastává u substrátů s nízkou tvrdostí. Zde se ukázalo, že tenčí vrstva dosahuje spíše horších výsledků. U vrstev silných 1 a 2  $\mu\text{m}$  probíhalo poškození téměř shodně u obou základních materiálů. Nejdříve docházelo k zvrásnění šířící se v tenké vrstvě, poté k postupnému odhalení základního materiálu, jež byl následně silně kohezně porušen pronikajícím indentorem. U vrstvy o tloušťce 4  $\mu\text{m}$  byl průběh zkoušky opět podobný pro oba materiály. Zpočátku vrypu byla vrstva vtačována do základního materiálu a díky větší tloušťce dokázala odolat postupujícímu indentoru, aniž by došlo k poruše souvislosti. S přibývajícím zatížením vstupoval indentor do základního materiálu a jakmile byl dostatečně hluboko, došlo k překročení meze pružnosti tenké vrstvy a jejímu přelomení po okraji stopy, jež bylo doprovázeno kohezivními prasklinami jdoucími od osy vrypu. Tyto poruchy dále vedly k naprostému odloupení vrstvy na dně vrypu. Dále již docházelo pouze ke kohezivnímu porušení samotného základního materiálu.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [ $\mu\text{m}$ ]	Kritické zatížení Lc [N]					Bodové hodnocení
		Vryp I	Vryp II	Vryp III	$\emptyset$	$\pm$	
EN C45 + QT	1	32	33	32	32,3	0,4	3,2
	2	32	32	26	30,0	2,7	3,0
	4	35	45	42	40,7	3,8	4,1
EN HS6-5-2+QT	<b>1</b>	<b>82</b>	<b>87</b>	<b>90</b>	86,3	2,9	<b>8,6</b>
	<b>2</b>	<b>73</b>	<b>85</b>	<b>88</b>	82,0	6,0	<b>8,2</b>
	4	69	64	67	66,7	1,8	6,7
EN HS6-5-2+A	1	30	26	27	27,7	1,6	2,8
	2	26	31	27	28,0	2,0	2,8
	4	59	35	36	43,3	10,4	4,3
(SK) K20	1	85	38	58	60,3	16,4	6,0
	<b>2</b>	<b>123</b>	<b>121</b>	<b>122</b>	122,0	0,7	<b>12,2</b>
	4	133	152	92	125,7	22,4	12,6

Tabulka 9.5 Souhrnné vyhodnocení kritického zatížení při zkoušce Scratch test s uvedeným bodovým hodnocením

## 10 Závěr

V teoretické části této Bakalářské práce byl stručně popsán systém tenká vrstva-substrát a byl definován pojem adheze a koheze. Další část byla zaměřena především na vliv předdepozičních procesů a samotné depozice na adhezivně-kohezivní vlastnosti na rozhraní tenká vrstva substrát. Byly popsány nejrozšířenější předdepoziční a depoziční procesy a z široké nabídky tenkých vrstev byla vybrána a popsána vrstva TiN, která poté byla použita pro experimentální hodnocení adhezivně-kohezivních vlastností.

Úkolem experimentální části bylo určit, jaký vliv má tloušťka tenké vrstvy a tvrdost substrátu na adhezivně-kohezivní vlastnosti na jejich rozhraní. Pro experiment byly vybrány tři substráty: uhlíková ocel EN C45, která byla zušlechtěna, poté rychlořezná ocel EN HS6-5-2, která byla pro účely Bakalářské práce tepelně zpracována tak, aby bylo dosaženo rozdílné tvrdosti, a to zušlechtováním a žiháním na měkko. Jako poslední základní materiál byl zvolen slinutý karbid K20.

Jako experiment pro ověření tloušťky tenké vrstvy byl zvolen kalotest. Pro zkoušky adhezivně kohezivních vlastností byly vybrány dvě metody, které se v praxi často běžně používají, tedy „Mercedes test“, Scratch test. Během experimentů byly výsledky každé zkoušky zaznamenány ve formě bodového hodnocení, které mělo za úkol stanovit nejvhodnější kombinaci tloušťky tenké vrstvy a tvrdosti substrátu. Tyto hodnoty jsou uvedeny v tabulce č. 11.1, kde je uveden i bodový součet.

Materiál	Tloušťka vrstvy TiN [μm]	„Mercedes test“	Scratch test	Σ
EN C45+QT	1	7	3,2	10,2
	2	9	3,0	12
	4	9	4,1	13,1
EN HS6-5-2+QT	1	10	8,6	18,6
	2	10	8,2	18,2
	4	2	6,7	8,7
EN HS6-5-2+A	1	9	2,8	11,8
	2	8	2,8	10,8
	4	9	4,3	13,3
(SK) K20	1	10	6,0	16
	2	9	12,2	21,2
	4	9	12,6	21,6

Tabulka 11.1 Souhrnné bodové hodnocení z provedených experimentů

Jak vyplývá z tabulky 11.1, všeobecně lze konstatovat, že v kombinaci s měkkým substrátem (v tabulce zvýrazněné tmavším polem), vykazuje lepší adhezivně-kohezivní výsledky větší tloušťka tenké vrstvy. Kompenzuje se tím nedostatečná tvrdost základního materiálu a systém dokáže lépe odolávat vnějšímu zatížení. Opačný případ nastává při použití tvrdého základního materiálu a tenké vrstvy o větší tloušťce. Systémy o této kombinaci vykazují značné adhezivní defekty v okolí porušení vrstvy. Hlavní vliv má v tomto případě zřejmě samotná depozice tenké vrstvy, převážně tedy teplota depozice a koeficient délkové roztažnosti  $\alpha$ . Vzhledem k rozdílu koeficientu délkové roztažnosti pro substrát K20 ( $\alpha = 4,3$  \*

$10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [39]) a tenkou vrstvou TiN ( $\alpha = 9,3 * 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [39]), lze konstatovat, že s rostoucí tloušťkou vrstvy, se také zvyšuje tahové pnutí v nadeponované vrstvě, které má za následek adhezivní porušení vrstvy v oblasti rozhraní. V případě substrátu EN HS6-5-2+QT, s koeficientem délkové roztažnosti  $\alpha = 11 * 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [40], již tento vliv nemá takovou váhu. Zde se ovšem projevila vada depozice, která měla za následek rozsáhlé adhezivní poruchy v okolí porušení vrstvy. Ty se nejvíce projevily kolem vtisku při „Mercedes testu“.

Jak je uvedeno v kapitole 7.4 (str. 35), byla pomocí kalotestu změřena skutečná tloušťka tenkých vrstev, která ne vždy odpovídala tloušťce požadované. Byla také pozorována značně nerovnoměrná tloušťka povlaku na plakette. Tento fakt mohl být příčinou některých adhezivních porušení, či vysokých rozptýlů hodnot při některých z testů, neboť, jak bylo řečeno v předchozím odstavci, s narůstající tloušťkou vrstvy, se do rozhraní také vnáší větší tahová pnutí.

Z tabulky 11.1 také plyne, že nejvyššího hodnocení dosáhla kombinace slinutého karbidu K20 a tloušťky tenké vrstvy  $4 \mu\text{m}$ . Ovšem vzhledem k rozsáhlému poškození v okolí vrypu při zkoušce Scratch test, rozsáhlým prasklinám a vyššímu adhezivnímu poškození u zkoušky Mercedest test a v kalotestu zjištěné, velmi rozdílné tloušťce vrstvy oproti předepsané hodnotě, by proto tato kombinace měla být brána s rezervou a bodovému hodnocení by v tomto případě měla být přisuzována spíše menší váha.

Díky tomu se jeví kombinace substrátu K20 s tloušťkou vrstvy  $2 \mu\text{m}$  a substrátu EN HS6-5-2+QT se stejnou tloušťkou vrstvy, jako nejvhodnější kompromis, pro dosažení nejlepších adhezivně-kohezivních vlastností. Jedná se o velmi tvrdé substráty, které se v kombinaci s tenkou vrstvou TiN, v praxi velmi často vyskytují, a to nejčastěji ve formě řezných nástrojů. Ovšem dle [5], z výsledků analýz a experimentů vyplývá, že chování systémů tenká vrstva-substrát v praktických podmínkách mnohdy neodpovídá předpokladům vyplývajícím z laboratorních měření. Proto nelze ani toto tvrzení brát jako rozhodující parametr k výběru právě této kombinace tloušťky vrstvy a substrátu, ale nahlížet k výsledkům s odstupem a značným citem.

## 11 Použitá literatura

- [1] TOQUE, J.A. *Adhesion failure behavior of sputtered calcium phosphate thin film coatings evaluated using microscratch testing* [online]. 2010 [cit. 2013-11-26]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616110000044> Str. 324-325
- [2] J. E. E. Baglin, "Thin Film Adhesion: New Possibilities for Interface Engineering", *Materials Science and Engineering*, B1, 1 (1988).
- [3] PULKER, H. *Coatings on Glass*. 2nd rev.Ed. Amsterdam: Elsevier, 1999, 548 s. ISBN 04-445-0103-7. p. 49
- [4] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje* [online]. Studijní opory. VUT – FSI v Brně, ÚST, Odbor technologie obrábění, 2006 [cit. 2013-10-30]. Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat\\_pro\\_rez\\_nastroje/materialy\\_pro\\_rezne\\_nastroje\\_v2.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf) Str. 62 - 65
- [5] KŘÍŽ, A.: *Komplexní vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami nitridů kovů*. Habilitační práce. ZČU Plzeň. 2005. Str. 6, 30
- [6] KŘÍŽ A., *Materiály pro přednášky z předmětu Strojírenské materiály (KMM/SMA)*, Plzeň, 2011
- [7] SLADKÁ, Jana. *Optimalizace indentačních měření pro hodnocení povrchových vrstev polymerních materiálů ovlivněných tepelným zatížením*. Plzeň, 2012. Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce RNDr. Ivo Štěpánek.
- [8] SOSNOVÁ, M. *Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování*. Plzeň, 2006. ZČU v Plzni. Vedoucí práce Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž.
- [9] KŘÍŽ, A. *Vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami TiN, ZrN*. Plzeň, 1998. Disertační práce. ZČU v Plzni.
- [10] KŘÍŽ, A. *Hodnocení vlastností tenkých vrstev nitridu kovu* [online]. ZČU v Plzni [cit. 2013-10-31]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI\\_VLASTNOSTI\\_TENKYCH\\_VRSTEV\\_%20NITRIDU\\_KOVU.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI_VLASTNOSTI_TENKYCH_VRSTEV_%20NITRIDU_KOVU.pdf)
- [11] TROCONIS, Rincon a G.S. FRANKEL. *Effect of Roughness and Surface Topography on Adhesion of PVB to AA2024-T3 using the Blister Test*. Columbus, 2013. The Ohio State University.
- [12] PODANÝ, Pavel. *Studium vlivu předdepozičních procesů na vlastnosti progresivních tenkých vrstev*. Plzeň, 2007. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/FRVS\\_zprava\\_dalsi\\_studium\\_podany.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/FRVS_zprava_dalsi_studium_podany.pdf). Skripta. ZČU v Plzni.
- [13] HRON, Loeš. Čištění ultrazvukem. *HW.cz | Vše o elektronice a programování* [online]. 2000 [cit. 2013-11-06]. Dostupné z: <http://www.hw.cz/teorie-a-praxe/dokumentace/cisten-ultrazvukem.htm>
- [14] PODANÝ, Pavel a Antonín KŘÍŽ. *Předdepoziční procesy při výrobě tenkých vrstev* [online]. Hradec nad Moravicí, 2006 [cit. 2013-10-31]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/podany\\_metal06.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/podany_metal06.pdf). ZČU v Plzni.
- [15] MATOLÍN, Vladimír. *Metody přípravy povrchů pro fyzikální elektroniku*. Praha, 2002. Dostupné z: [http://physics.mff.cuni.cz/to.en/kfpp/skripta/evf075/priprava\\_p4.doc](http://physics.mff.cuni.cz/to.en/kfpp/skripta/evf075/priprava_p4.doc). Skripta. MFF UK v Praze.
- [16] Úprava mikrogeometrie ostří. *CemeCon s.r.o.* [online]. [cit. 2013-10-31]. Dostupné z: <http://www.cemecon.cz/technologie/uprava-mikrogeometrie-ostri.aspx>



- [17] Physical Vapor Deposition (PVD). *Sigma-Aldrich* [online]. [cit. 2013-11-14]. Dostupné z: <http://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=108832720>
- [18] ŽELEZNÝ, Jakub. *Progresivní tenké vrstvy v aplikaci na řezné nástroje*. Plzeň, 2013. Diplomová práce. ZČU v Plzni. Vedoucí práce Doc.Dr.Ing. A. Kříž.
- [19] ZÁBRANSKÝ, Lukáš. *Mechanické vlastnosti tenkých vrstev připravených metodou reaktivního magnetronového naprašování*. Brno, 2010. Bakalářská práce. MASARYKOVA UNIVERZITA Přírodovědecká fakulta. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková Ph.D.
- [20] KORMUNDA, Martin. *Reaktivní naprašování – principy* [online]. Ústí nad Labem, 2008 [cit. 2013-11-14]. Dostupné z: <http://phymatsci.webs.com/Prednasky/Kormunda%20-%20Reaktivni%20naprasovani.pdf>. Univerzita J.E. Purkyně,
- [21] Humár, A. *Technologie I. – 2. část* [online]. Studijní opory pro magisterskou formu studia. VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2003. Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/TI\\_TO-1cast.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/TI_TO-1cast.pdf)
- [22] *Surface treatment – Diamond deposition HFCVD* [online]. [cit. 2013-11-26]. Dostupné z: <http://www.bronkhorst.com/files/applications/a010hhfcd.pdf>
- [23] Rickerby D.S.: A review of the methods for the measurement of coating – substrate adhesion. *Surface and coatings technology*, 1988.
- [24] LACOMBE, Robert. *Adhesion measurement methods: theory and practice*. BocaRaton: CRC/Taylor, 2006, 439 s. ISBN 08-247-5361-5.
- [25] ASTM C1624 - 05(2010). *Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing*. West Conshohocken, PA, 2010. Dostupné z: <http://www.astm.org/Standards/C1624.htm>
- [26] NLEDENGVIŠT, Per a Sture HOGMARK. *Experiences from scratch testing of tribological PVD coatings* [online]. Uppsala, 1997 [cit. 2013-11-28]. Uppsala University. Uppsala University. Str. 507-513
- [27] JIŘÍK, Petr, Ivo ŠTĚPÁNEK a Martin HRDÝ. *Korelace změn signálu akustické emise a změn porušování při vrypové zkoušce na systémech s tenkými vrstvami* [online]. Plzeň, 2003 [cit. 2013-11-28]. ZČU v Plzni.
- [28] KŘÍŽ, Antonín, Petr BENEŠ a Jiří ŠIMEČEK. *Impact test of surface* [online]. Plzeň [cit. 2014-02-25]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/download/Interantikor\\_Kriz.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/download/Interantikor_Kriz.pdf). ZČU v Plzni.
- [29] KONSTRUKČNÍ OCEL ČSN 12 050. [online]. JKZ Bučovice a. s. [cit. 2014-03-03]. Dostupné z: <http://www.jkz.cz/node/219>
- [30] Nástrojová ocel 1.3343. In: Bučovice Dostupné z: <http://www.jkz.cz/printpdf/produkty/nastrojova-ocel-13343>
- [31] DRIML, Bohuslav. *Kalení a popouštění*. Brno.
- [32] TUMLIKOVO: TECHNOLOGIE STROJNÍHO OBRÁBĚNÍ KOVŮ. *Oblasti použití slinutých karbidů* [online]. 2010 [cit. 2014-03-10]. Dostupné z: <http://www.tumlikovo.cz/rubriky/materialy/nastrojovomaterialy/slinate-karbidy/>
- [33] LONGHAI SPECIAL STEEL. *Characteristics for grade K20* [online]. 2011 [cit. 2014-03-10]. Dostupné z: <http://www.steel-grades.com/Steel-grades/Tool-steel-Hard-alloy/k20.html>

- [34] YE, M.Y, O MATSUDA, N OHNO, M TAKAGI, Y UESUGI a S TAKAMURA. *Deposition of thin films with strongly ionized plasma in high duty AC tokamak discharge*. Japan. Dostupné z: [http://epsppd.epfl.ch/Praha/web/98icpp\\_w/K028PR.PDF](http://epsppd.epfl.ch/Praha/web/98icpp_w/K028PR.PDF). Department of Energy Engineering and Science, Nagoya University.
- [35] MARTINEC, Lukáš. *Tepelné zpracování rychlořezných ocelí*. Plzeň, 2010. Bakalářská práce. ZČU v Plzni. Vedoucí práce Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž.
- [36] ISSELE, Helene, David MERCIER, Guillaume PARRY, Lionel VIGNOUD a Christian OLAGNON. *Determination of the Young's Modulus of a TiN Thin Film by Nanoindentation: Analytical Models and FEM Simulation*. Japan, 2012. Dostupné z: [https://www.istage.ist.go.jp/article/ejssnt/10/0/10\\_624/pdf](https://www.istage.ist.go.jp/article/ejssnt/10/0/10_624/pdf)
- [37] CHOTĚBORSKÝ, Rostislav a HRABĚ. Změna mechanických vlastností při popouštění. 2006. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/zmena-mechanickych-vlastnosti-pri-popousteni.html>
- [38] MACHÁČKOVÁ, Kateřina a Ivo ŠTĚPÁNEK. *Detailní studium specifických porušení systémů tenká vrstva - substrát při vrypové indentaci*. Hradec nad Moravicí, 2008. ZČU v Plzni.
- [39] KŘÍŽ, Antonín. *Mechanické vlastnosti systému tenká vrstva-substrát s rozdílnou tloušťkou TiN*. ZČU – NTC, 2001. ZČU v Plzni.
- [40] CVERNA, Fran. *ASM ready reference*. Materials Park, Ohio: ASM International, c2002, vi, 560 p. Materials data series. ISBN 08-717-0768-3.

## **III. PŘÍLOHOVÁ ČÁST**



*Obr. 1 Plaketky po zkoušce „Mercedes test“*



*Obr. 2 Mikroskop Zeiss observer.Z1m na katedře Materiálů a strojírenské metalurgie (KMM) fakulty strojní ZČU v Plzni*





*Obr. 3 Tribometr CSM Instruments v Polském institutu*



*Obr. 4 Stereoskopická lupa SteREO Discovery.V12 od výrobce Zeiss*