

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program:

B2301 Strojní inženýrství

Studijní obor:

Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Porovnání vybraných tenkovrstvých systémů s nitridovými vrstvami a duplexními vrstvami

Autor:

**Jan Černý**

Vedoucí práce:

**RNDr. Ivo Štěpánek**

Akademický rok 2015/2016

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jan ČERNÝ**  
Osobní číslo: **S15B0005P**  
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**  
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**  
Název tématu: **Porovnání vybraných tenkovrstvých systémů s nitridovými vrstvami a duplexními vrstvami**  
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

### Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Základní metody vytváření povrchových úprav
2. Modifikace povrchových a podpovrchových vrstev
3. Základní metody hodnocení systémů tenká vrstva - substrát
4. Hodnocení vlastností a chování vybraných systémů tenká vrstva - substrát
5. Hodnocení vlastností a chování vybraných duplexních tenkovrstvých systémů
6. Diskuse výsledků
7. Závěr

Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**

Rozsah kvalifikační práce: **50-60 stran**

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

Seznam odborné literatury:

- **Štěpánek, I.; Bláhová, O.; Kolega, M.: Tenké vrstvy - vytváření, vlastnosti. Skripta ZČU v Plzni, 1994**
- **Rointan F. B. et al.: Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings - Science, Technology and Applications. Noyes Publications, 1994**
- **Odborné články v oblasti hodnocení vlastností a chování povrchů materiálových systémů**

Vedoucí bakalářské práce:

**RNDr. Ivo Štěpánek**

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce:

**Ing. Jiří Němec**

Pilsen Tools, s. r. o.

Datum zadání bakalářské práce: **21. září 2015**

Termín odevzdání bakalářské práce: **20. května 2016**



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.  
děkan



Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž  
vedoucí katedry

V Plzni dne 21. září 2015

## Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne: .....

.....  
podpis autora



# ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

|                      |  |                     |                                 |
|----------------------|--|---------------------|---------------------------------|
| <b>AUTOR</b>         | <b>Příjmení</b><br>Černý   | <b>Jméno</b><br>Jan |                                 |
| <b>STUDIJNÍ OBOR</b> | „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“                                    |                     |                                 |
| <b>VEDOUCÍ PRÁCE</b> | <b>Příjmení (včetně titulů)</b><br>RNDr. Štěpánek                                      | <b>Jméno</b><br>Ivo |                                 |
| <b>PRACOVIŠTĚ</b>    | ZČU - FST - KMM  |                     |                                 |
| <b>DRUH PRÁCE</b>    | <b>DIPLOMOVÁ</b>   | <b>BAKALÁŘSKÁ</b>   | <b>Nehodící se<br/>škrtněte</b> |
| <b>NÁZEV PRÁCE</b>   | Porovnání vybraných tenkovrstvých systémů s nitridovými vrstvami a duplexními vrstvami |                     |                                 |

|                |         |                |     |                    |      |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|
| <b>FAKULTA</b> | strojní | <b>KATEDRA</b> | KMM | <b>ROK ODEVZD.</b> | 2016 |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|

## POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

|               |    |                     |    |                      |  |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|--|
| <b>CELKEM</b> | 82 | <b>TEXTOVÁ ČÁST</b> | 82 | <b>GRAFICKÁ ČÁST</b> |  |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|--|

|   |   |
|---|---|
| <p><b>STRUČNÝ POPIS<br/>(MAX 10 ŘÁDEK)</b></p> <p><b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL<br/>POZNATKY A PŘÍNOSY</b></p>           | <p>Cílem práce je studium a porovnání vybraných povrchových úprav na vybraných substrátech. Výsledek povrchové úpravy je dán na základě výsledků z analytických metod, a proto je cílem práce vyhodnocení vlastností a chování systémů tenká vrstva – substrát. Cílem analytických metod je vyhodnocení adhezivně kohezivního chování systémů tenká vrstva – substrát vrypovou a statickou indentací indentory různých geometrií, tvrdostních charakteristik, změn v elastické a plastické deformaci.</p> |
| <p><b>KLÍČOVÁ SLOVA</b></p> <p><b>ZPRAVIDLA<br/>JEDNOSLOVNÉ POJMY,<br/>KTERÉ VYSTIHUJÍ<br/>PODSTATU PRÁCE</b></p> | <p>Depozice tenkých vrstev, vrypová zkouška, statická vnikací zkouška, nanoindentace, adhezivně kohezivní chování, CAPD</p>   |

## SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

|                          |   |                 |                                   |
|--------------------------|---|-----------------|-----------------------------------|
| <b>AUTHOR</b>            | Surname<br>Černý  | Name<br>Jan     |                                   |
| <b>FIELD OF STUDY</b>    | „Department of Material Science and Technology“                                 |                 |                                   |
| <b>SUPERVISOR</b>        | Surname (Inclusive of Degrees)<br>RNDr. Štěpánek                                | Name<br>Ivo     |                                   |
| <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> | Comparison of selected thin-layer systems with nitride layers and duplex layers |                 |                                   |

|                |                        |                   |     |                     |      |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|
| <b>FACULTY</b> | Mechanical Engineering | <b>DEPARTMENT</b> | KMM | <b>SUBMITTED IN</b> | 2016 |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|

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

|                |    |                  |    |                       |  |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|--|
| <b>TOTALLY</b> | 82 | <b>TEXT PART</b> | 82 | <b>GRAPHICAL PART</b> |  |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|--|

|   |  |
|---|--|
| <b>BRIEF DESCRIPTION<br/>TOPIC, GOAL, RESULTS<br/>AND CONTRIBUTIONS</b> | The goal of this work is to study and compare selected surface finishes on selected substrates. The results of this surface treatment is given on the base of results from analytic methods, therefore the second goal is the evaluation of the properties and behaviour of the selected system's thin film – substrate. The goal of the analytic methods is to evaluate the adhesive cohesive behaviour of system's thin film – substrate by scratch and static indentation along with using indentors of different geometry, hardness characteristic, the change of the elastic and plastic deformation and the thickness of thin films. |
| <b>KEY WORDS</b>  | Deposition of thin films, nanoindentation, adhesive cohesive behaviour, scratch test, static indentation indentation test, CAPD  |

## **Poděkování**

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu této bakalářské práce panu RNDr. Ivu Štěpánkovi za jeho odborné vedení, za pomoc a rady a za veškerý čas a trpělivost, které pomohli k vytvoření této práce. Dále bych chtěl poděkovat rodině a přítelkyni za neustálou podporu.

## Osnova

|  |           |
|--|-----------|
| Úvod do řešené problematiky.....   | 4         |
| <b>1. Základní metody vytváření povrchových úprav .....</b>                              | <b>5</b>  |
| 1.1 Rozdělení depozice tenkých vrstev .....  | 6         |
| 1.2 CVD (Chemical Vapour Deposition) - chemický proces depozice.....                     | 7         |
| 1.3 PECVD (Plasma Enhanced CVD) - CVD za použití plasmatu.....                           | 8         |
| 1.4 PVD (Physical Vapour Deposition) - fyzikální proces depozice .....                   | 9         |
| 1.4.1 Vytváření vrstev PVD odpařováním.....  | 10        |
| 1.4.2 Vytváření vrstev PVD odprašováním .....  | 13        |
| <b>2. Modifikace povrchových a podpovrchových vrstev .....</b>                           | <b>15</b> |
| 2.1 Chemicko – tepelné zpracování.....   | 15        |
| 2.1.1 Cementace.....   | 16        |
| 2.1.2 Nitridace.....   | 17        |
| 2.1.3 Nitrocementace .....   | 17        |
| 2.1.4 Karbonitridace.....  | 18        |
| 2.2 Duplexní vrstvy .....  | 18        |
| 2.3 Nitridové vrstvy.....  | 18        |
| <b>3. Základní metody hodnocení systémů tenká vrstva – substrát.....</b>                 | <b>19</b> |
| 3.1 Mikrotvrdost .....   | 19        |
| 3.2 Tloušťka vrstvy.....   | 21        |
| 3.2.1 Kalotest .....   | 21        |
| 3.2.2 Měření příčného metalografického výbrusu .....                                     | 22        |
| 3.2.3 Rentgenová fluorescence .....  | 22        |
| 3.3 Adheze .....   | 23        |
| 3.3.1 Vrypová zkouška – Scratch test .....   | 23        |
| 3.3.2 Vnikací zkouška.....   | 25        |
| <b>4. Hodnocení vlastností a chování vybraných systémů tenká vrstva – substrát .....</b> | <b>27</b> |
| 4.1 Úvod do experimentální části .....   | 27        |
| 4.1.1 Použité substráty .....  | 28        |
| 4.1.2 Použité tenké vrstvy .....   | 29        |

|           |  |           |
|-----------|--|-----------|
| 4.1.3     | Proces depozice.....   | 30        |
| 4.1.4     | Měřicí přístroje.....  | 31        |
| 4.2       | Nanotvrdost (mikrotvrdost) .....   | 34        |
| 4.2.1     | Naměřené hodnoty .....   | 35        |
| 4.3       | Vrypová indentace (vrypová zkouška) .....  | 40        |
| 4.3.1     | Naměřené hodnoty .....   | 41        |
| 4.3.2     | Hodnocení vrypů.....   | 44        |
| 4.3.3     | Hodnocení vtisků .....   | 47        |
| <b>5.</b> | <b>Hodnocení vlastností a chování vybraných duplexních tenkovrstvých systémů .....</b> | <b>49</b> |
| 5.1       | Nanotvrdost (mikrotvrdost) .....   | 49        |
| 5.2       | Vrypová indentace (vrypová zkouška) .....  | 56        |
| 5.3       | Hodnocení vrypů .....  | 61        |
| 5.4       | Hodnocení vtisků.....  | 68        |
| <b>6.</b> | <b>Diskuze výsledků.....</b>   | <b>71</b> |
| <b>7.</b> | <b>Závěr .....</b>   | <b>73</b> |
|           | <b>Seznam použité literatury.....</b>  | <b>74</b> |

## Použité zkratky a jednotky

### Zkratky

Rtg. – rentgenové  
Obr. – obrázek  
Tab. – tabulka  
Max. – maximální, maximálně  
Pozn. – poznámka

### Jednotky

° - stupeň  
°C – stupeň Celsia  
nm – nanometr  
μm – mikrometr  
mm – milimetr  
cm – centimetr  
ns - nanosekunda  
s – sekunda  
min – minuta  
J – joule  
W – watt  
N – newton  
kN - kilonewotn  
g – gram  
kg – kilogram  
kV – kilovolt  
Å – ångström  
A – ampér  
Pa – pascal  
MPa - megapascal

## Úvod do řešení problematiky

Cílem této práce je studium a porovnání různých druhů povrchových úprav. Výsledek povrchových úprav je dán až na základě výsledků z analytických metod. V tomto případě se jedná o porovnání tenkovrstvých systému. V teorii se tedy budeme zabývat informacemi ohledně tenkých vrstev. Jde hlavně o to, si říci co to jsou tenké vrstvy, jak se rozdělují, jak se vyrábí atd. V experimentu se budeme zabývat i duplexními vrstvami, takže se dále musíme seznámit s chemicko – tepelným zpracováním kovů, které je nezbytné pro přípravu duplexní vrstvy. Dále se musíme seznámit s hodnocením povrchových vlastností systému tenká vrstva-substrát pomocí analýz. Bude se jednat hlavně o mikrotvrdość, nanotvrdość, analýza tloušťky vrstvy, adhezivně kohezivní vlastnosti, elasticko plastické chování systému atd. Povrchové úpravy materiálu mají velký význam pro tvorbu nových materiálů a technologií.

### Tenká vrstva

Tenkou vrstvou neboli filmem rozumíme povrchovou úpravu materiálu, která má výrazně odlišné vlastnosti než objemový materiál. Vrstva má tloušťku od několika desítek *nm* až po několik *μm*. Depozice tenkých vrstev se provádí na již hotovém a tepelně upraveném substrátu (základní materiál). Tím vznikne systém tenká vrstva – substrát, který má vliv na fyzikální i chemické vlastnosti. Vliv na vlastnosti má také samotná technologie přípravy tenké vrstvy, tedy způsob nanesení vrstvy na materiál, která probíhá za určitých termodynamicky nerovnovážných podmínek. Tenké vrstvy spadají do povrchového inženýrství, což je odvětví, které zahrnuje veškeré úpravy povrchu od běžného natírání, broušení atd. až po nejdrobnější zásahy do atomové struktury povrchu. V současnosti umíme vytvořit i tenkou vrstvu o tloušťce jednoho atomu neboli jednoho angströmu *Å*. [2,4]

Tenké vrstvy se začali poprvé objevovat v 50. letech minulého století v mikroelektronice. Díky nim bylo možno zmenšit elektrické součástky, jako jsou tranzistory, diody a rezistory na miniaturní velikost. Díky tomu dnes máme mobilní telefony, počítače, monitory a vlastně veškerou moderní elektroniku. Další velmi důležitou doménou tenkých vrstev je optika. V optickém průmyslu je využíváme k výrobě antireflexních vrstev, interferenčních filtrů a speciálních zrcadel pro laserová zařízení. Tenké vrstvy se hojně objevují také ve strojírenském průmyslu. Jejich vlastnosti zvětšují až několikanásobně životnost řezných nástrojů (vrtáky, VBD, frézy). Dále mají vliv na redukci tření, korozní odolnost, slouží také jako difúzní a tepelná bariéra. Další využití tenkých vrstev můžeme najít v energetice, lékařství, letectví a dekorační technice. [1,4]

## 1. Základní metody vytváření povrchových úprav

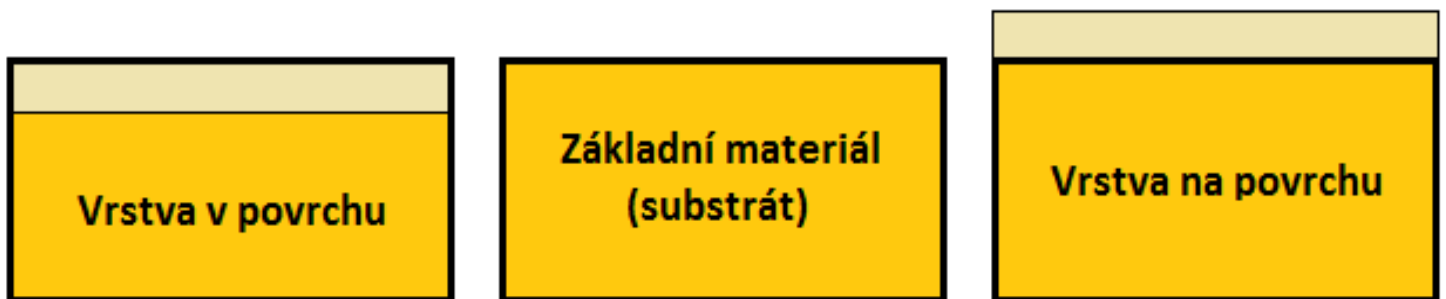
Vrstvy se rozdělují do dvou základních směrů, viz *Obr. 1.* [2]

### 1. Vrstvy v povrchu

Dochází zde k sycení povrchu uhlíkem (cementace) nebo dusíkem (nitridace). Existují i další metody jako je nitrocementace, karbonitridace, aluminování, chromování atd. Patří sem i metoda zvaná implantace, při které se pomocí kinetické energie implantují do povrchu urychlené ionty.

### 2. Vrstvy na povrchu

Zde dochází k nanesení vrstvy na substrát. To vede ke změně rozměrů součásti a ke zcela jiným vlastnostem na povrchu. Zde rozlišujeme mezi tenkou a tlustou vrstvou.



*Obr. 1 – Porovnání mezi vrstvou v povrchu a vrstvou na povrchu*

#### a) Tlustá vrstva

Vznikne nanesením malého množství materiálu na substrát. Vlastnosti vrstvy jsou stejné jako v objemové podobě. Existují tyto metody vytvoření vrstvy: [2]

- nástřík – je proces, při kterém je nanášený materiál ve formě prášku přiváděn do zařízení, kde je nataven a tryskou urychlen směrem k povlakované části
- navařování – nanášení nového materiálu (návaru) na základní materiál, používá se nejčastěji prášek v nataveném stavu, používá se stejná technologie jako při svařování (plamen, elektrický oblouk...)
- galvanické pokovení – je proces, kdy se ionty kovu v roztoku pohybují v elektrickém poli tak aby vytvářeli povlak na elektrodě, používá se stejnosměrný proud
- smalt – nanesení keramické hmoty na substrát a následné vypálení



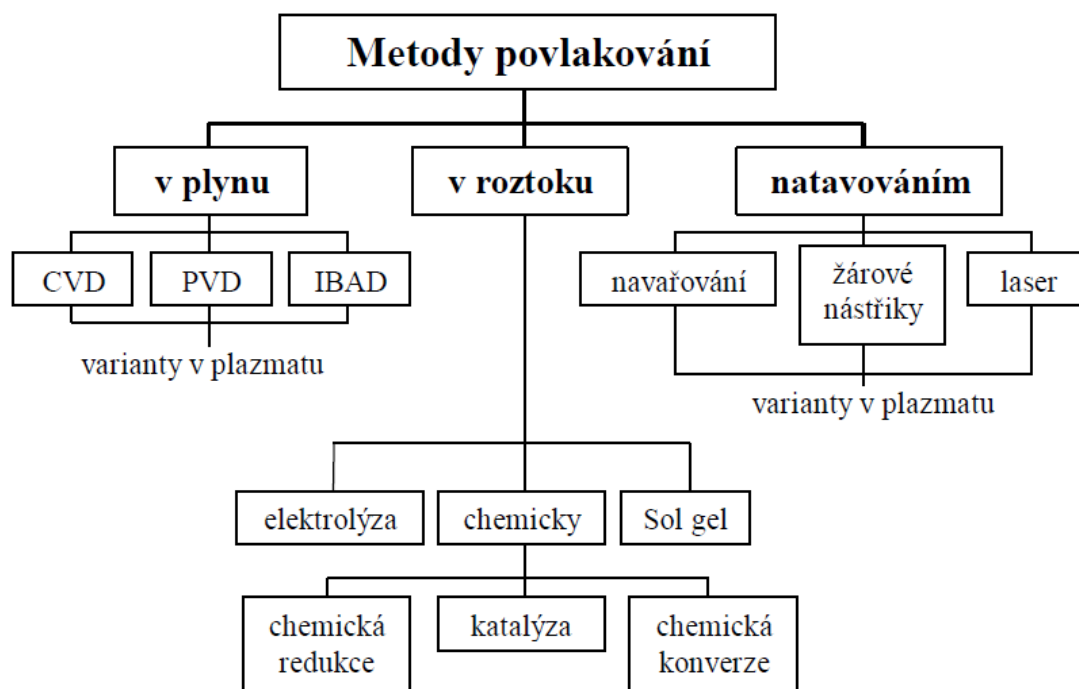
b) Tenká vrstva

Materiál v objemové podobě má zcela jiné vlastnosti než vrstva na povrchu. Podle sledovaných vlastností se tenké vrstvy dále rozlišují podle tloušťky vrstvy: [2]

- mechanické vlastnosti 1 – 25  $\mu m$
- optické vlastnosti 100 nm
- elektrické vlastnosti 10 – 100 nm
- ovlivnění výstupní práce 1 – 10 Å

### 1.1 Rozdělení depozice tenkých vrstev

- procesy založené na reakci v pevné fázi (touto metodou vznikají pouze tlusté vrstvy, proto nejsou zahrnuty níže v tabulce přehledu metod povlakování)
- žárové procesy
- procesy založené na reakci v roztocích
- procesy založené na reakci v plynné fázi [6]



Obr. 2 – Rozdělení metod depozice tenkých vrstev [6]

Dále se budeme zabývat pouze procesy založených na reakci v plynné fázi, které se přímo týkají tématu bakalářské práce.

Procesy založené na reakci v plynné fázi jsou moderní a celkem složité postupy depozice. Všechny metody vyžadují vysoké vakuum a velký přísun tepelné nebo kinetické energie.

K dosažení vakua používáme různé druhy vývěv. Nejčastěji to jsou rotační vývěvy, které se používají jako první stupeň a používají se k předčerpání pracovního prostoru (dosahovaný tlak:  $10^{-1} Pa$ ), dále se používají difúzní vývěvy, které využívají vysokorychlostní proud par k nasměrování molekul odčerpávaného plynu k odtahu (dosahovaný tlak:  $10^{-5} Pa$ ). Dále existují kryovývěvy (dosahovaný tlak:  $10^{-5} Pa$ ) a ionizační vývěvy (dosahovaný tlak:  $10^{-5} Pa$ ). [7]

Nejběžnějšími metodami založených na reakci v plynné fázi jsou:

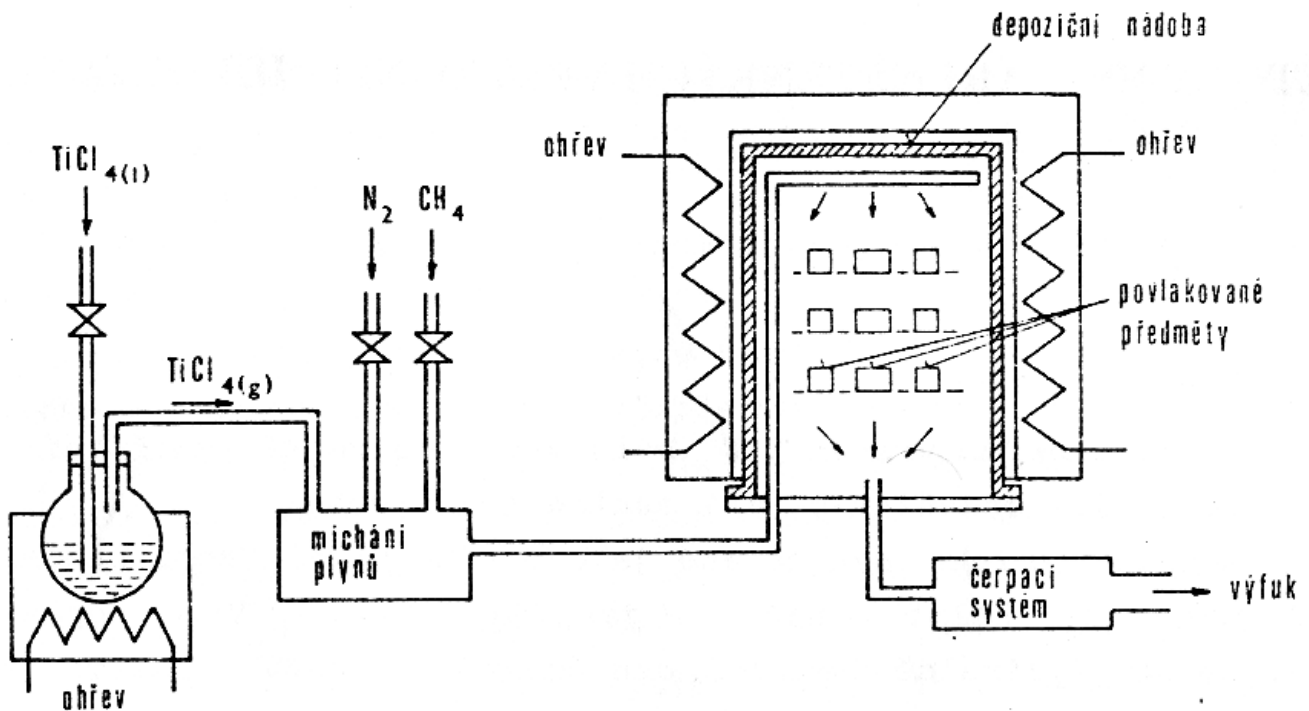
- CVD (Chemical Vapour Deposition)
- PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition)
- PVD (Physical Vapour Deposition)

Pod metodu PVD můžeme zařadit ještě podskupinu – depozice tenkých vrstev za pomoci iontového svazku, neboli IBAD (Ion Beam Assisted Deposition). [1]

## 1.2 CVD (Chemical Vapour Deposition) - chemický proces depozice

Metoda CVD spočívá ve vytvoření vrstvy na povrchu substrátu pomocí chemické syntézy z plynné fáze. Proces probíhá za velmi vysoké teploty (až  $1000\text{ }^{\circ}C$ ), která je nezbytná k rozkladu reagujících sloučenin. To ovšem znamená, že tato metoda není vhodná k použití u rychlořezných ocelí kvůli možné degradaci substrátu. Dalším problémem u této metody je velká energetická náročnost, dlouhý pracovní cyklus, který může trvat až 10 hodin a dále ekologické problémy (práce s chloridy, boridy atd.). Mezi výhody tohoto procesu patří vysoká odolnost vůči opotřebení a schopnost deponovat i špatně přístupná místa (dutiny, drážky). Výběr deponovaných materiálů je omezen rozsahem prvků majících sloučeniny v plynném skupenství. Nejčastěji se deponují tyto materiály: křemík, molybden, tantal, titan, nikl a wolfram. Pomocí metody CVD lze vyrobit i diamantový povlak. Proces CVD je vhodný pro velkosériovou výrobu.

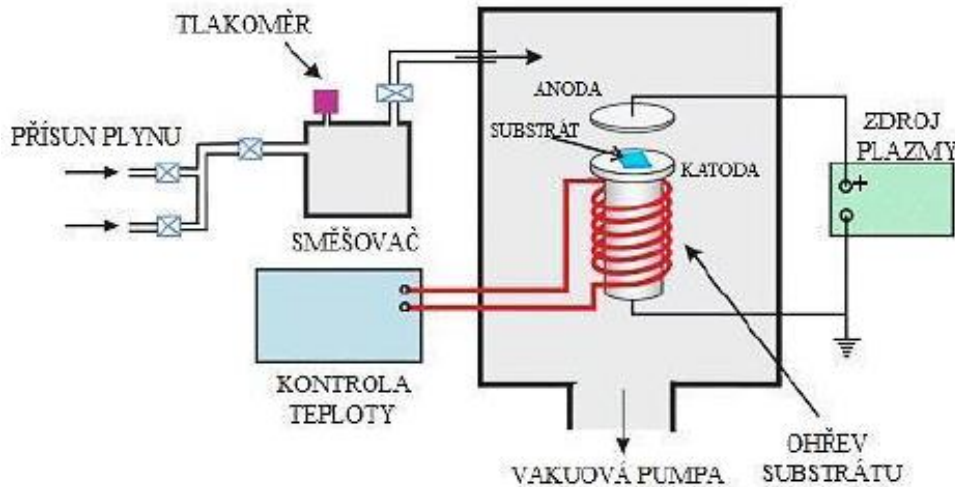
Na *Obr. 2* je znázorněno depoziční zařízení. Skládá se ze šesti hlavních částí: Generátor plynné fáze, čerpací systém, regulační systém, systém míchání plynů, depoziční nádoba, obvod ohřevu. [7]



Obr. 3 – Schéma depozičního zařízení na CVD vrstvy [1]

### 1.3 PECVD (Plasma Enhanced CVD) - CVD za použití plasmatu

Tato metoda spočívá na principu plazmochemické reakce. Ta vzniká při dodání množství energie nízkotlakým výbojem (plazmatem). Dochází ke srážkám elektronů s vysokou energií s těžkými molekulami plynu a následné produkci vysoce reaktivních částic. Plynná fáze je nejčastěji složena ze směsi dvou plynů. Při reakci dochází ke štěpení molekul plynu v plazmatu, proto proces probíhá za nižších teplot, a následně dochází k tvorbě vrstvy na substrátu. Potřebné plazma lze budít buď pomocí stejnosměrného, vysokofrekvenčního nebo mikrovlnného elektrického pole. Díky nižší teplotě je možno použít tuto metodu na teplotně citlivých substrátech, které by jinak mohly degradovat působením vyšší teploty. Předností této metody je potlačení pnutí. Nevýhodou této metody je desorpce reakčních zplodin a časová náročnost jednoho pracovního cyklu. Pracovní tlak se pohybuje mezi 10 až 100 Pa. Hlavní výhodou je, že dochází k chemickým reakcím při teplotách 300 – 700 °C. To je méně než u běžné CVD metody. Tato metoda byla vyvinuta již v 60. letech 20. století pro polovodičový průmysl. Depoziční zařízení je znázorněno na Obr. 4. [5,7]



Obr. 4 - Schéma depozičního zařízení na PECVD vrstvy [7]

## 1.4 PVD (Physical Vapour Deposition) - fyzikální proces depozice

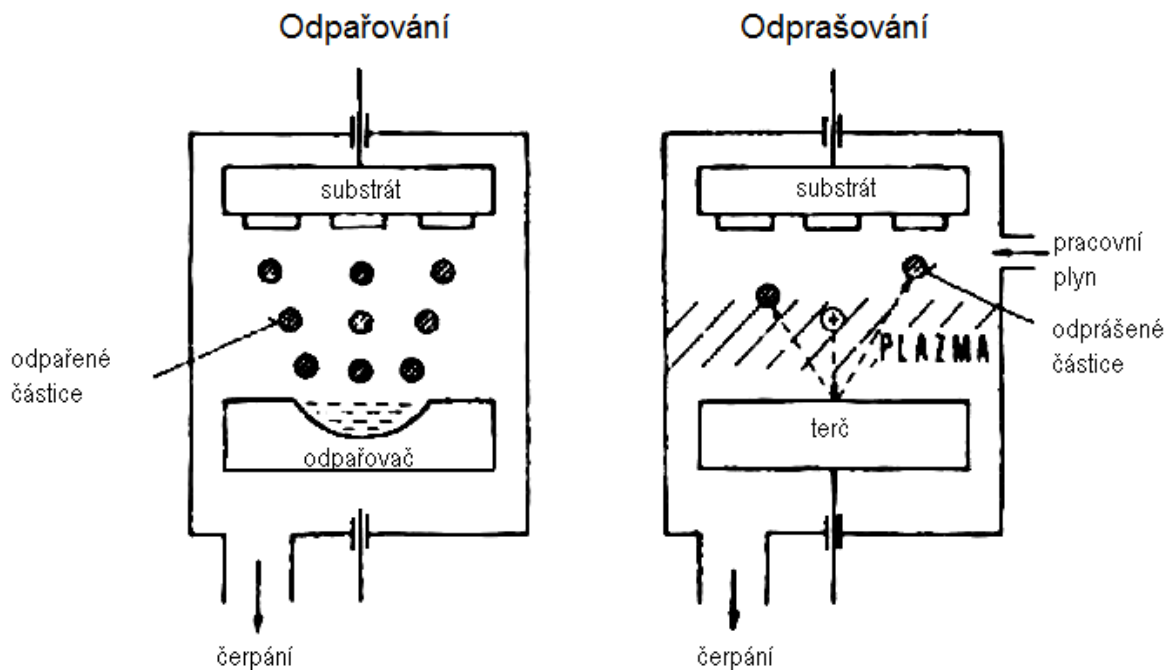
PVD spočívá v získávání atomů daného materiálu na tvorbu vrstvy pomocí fyzikálních metod. Atomy materiálu k depozici získáme z pevné katody (pevného terče). Podle způsobu získávání atomů kovu dělíme metodu na dvě základní skupiny - odpařování a odprašování. Proces probíhá za nižší teploty (150 - 500 °C) a nižšího tlaku (vakuum). Proces je velmi ekologicky šetrný, protože se při něm nepoužívá nebezpečný materiál a nevznikají žádné toxické látky. Technologie vrstvy PVD mohou být použity na nástroje z rychlořezné oceli, součástky z hliníkových slitin a plastů. Vrstvy PVD jsou velmi odolné, mají nízký koeficient tření, snadno lze kombinovat velké množství vrstev a dají se vytvořit velmi přesné tloušťky vrstvy. Proces depozice lze rozdělit do tří kroků:

- převedení materiálu do plynné fáze
- transport par ze zdroje k substrátu
- vytváření vrstvy na povrchu substrátu

Metodu PVD můžeme rozdělit podle způsobu získávání atomů na dvě základní skupiny:

- odpařování – založeno na vypařování materiálu tepelnou energií s kondenzací par tohoto materiálu na substrát
- odprašování – založeno na rozprašování terče dopadem urychlených částic (obvykle iontů) a kondenzací částic na substrát

Další samostatnou skupinou PVD se ještě uvádí metoda iontového plátování (Ion Plating). Zde je významný vliv dopadu iontu urychlených přiloženým záporným napětím na substrát při procesu růstu vrstvy. Metodu lze využít při odpařování i u odprašování. [2,5]



Obr. 5 – Principy metod PVD - odpařování a odprašování [1]

#### 1.4.1 Vytváření vrstev PVD odpařováním

Je to nejstarší metoda přípravy tenkých vrstev. Při klasickém odpařování, se nanášený materiál (většinou terč nebo katoda) uvede do plynného stavu ve vakuu dodáním tepelné energie. Terč je vždy umístěn přímo pod substrátem. Přímocharým pohybem se molekuly plynu dostanou na povrch substrátu, kde kondenzují, čímž vytvoří tenkou vrstvu. K vypařování molekul dochází za jakékoliv teploty a tlaku, přičemž rychlost odpařování se stoupající teplotou a snižujícím se tlakem prudce roste. Velikost teploty závisí na způsobu ohřevu. Aby nevznikla nehomogenita vrstvy (různá tloušťka vrstvy), koná substrát translační a rotační pohyb nad terčem (katodou). Nejčastěji používané metody PVD odpařování jsou: [1]

- induktivní ohřev pomocí vířivých proudů (nejběžnější a nejpoužívanější metoda)
- elektronový svazek
- elektrický oblouk
- laserové záření
- jouleův ohřev průchodem proudu (stejnoseměrného nebo střídavého)

## **Induktivní ohřev pomocí vířivých proudů**

Je to konvenční metoda, která využívá k přeměně nanášeného materiálu do plynného stavu odporový nebo indukční ohřev. Terč, který se je umístěn pod substrátem, se zahřívá a uvolňuje molekuly plynu, které mají přímočarý pohyb. Ty pak kondenzují na substrátu a vytvářejí tak tenkou vrstvu. Zde však dochází k stínovému efektu, čili nerovnoměrnému rozložení tloušťky vrstvy, což je pro nás nežádoucí jev. Nejtlustší vrstva vznikne hned pod terčem a její tloušťka bude postupně klesat s rostoucí vzdáleností od středu terče. Na některých špatně přístupných místech se vrstva nevytvoří vůbec. Tento jev však lze eliminovat použitím pracovního (inertního) plynu, např. Argonem. To má za následek srážky molekul odpařeného plynu s plynem pracovním. To znamená, že molekuly nebudou konat přímočarý pohyb, ale pohyb křivočarý, díky kterému rovnoměrně dopadnou po celé ploše substrátu. [1]

## **Elektronový svazek (EBPVD – elektron beam PVD)**

Je zde použito urychlených elektronů k zahřívání nanášeného materiálu. Terč je zapojen jako anoda a k ohřevu a odpaření dochází v důsledku bombardování povrchu materiálu svazkem elektronů. Vypařovaný materiál je přitom uložen v chlazeném nebo nechlazeném kelímku. Odpařené atomy poté zkondenzují na povrchu substrátu a vytvoří tenkou vrstvu. Elektronové svazky se rozdělují podle energie dopadajících elektronů:

- vysokoenergetické – napětí do 10 kV, proud maximálně 10 A
- nízkoenergetické – napětí do 50 V, proud od 100 A do 1000 A

Použitím velkoplošných zdrojů k rozemítání elektronového svazku po povrchu se dosáhne snížení rozptylu elektronového svazku. [1]

## **Elektrický oblouk**

K vypařování kovů lze využít elektrický oblouk a to dvěma základními způsoby:

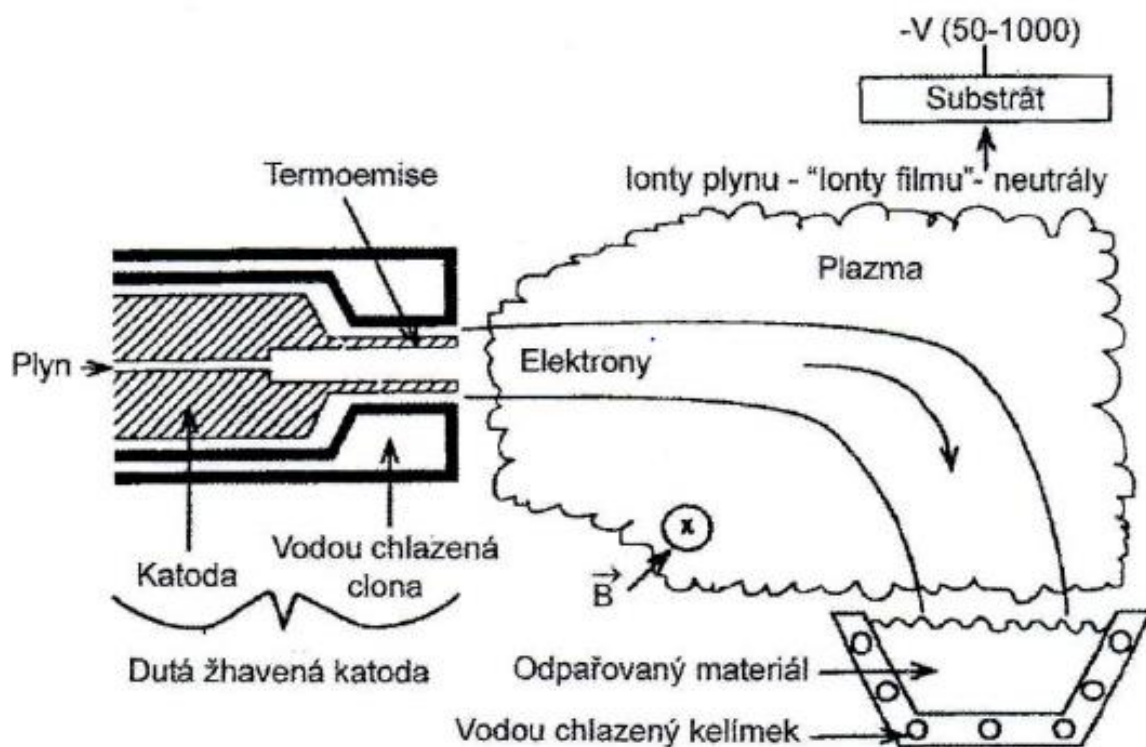
- vypařování anody
- vypařování katody

Obloukový výboj je nejrozšířenější a nejpoužívanější výboj. Oblouk je druh výboje vznikající při průchodu dostatečně velkého proudu mezi dvěma elektrodami. Dosáhne-li proud hodnot větších než 1 – 10 A vzniká samostatný výboj. Oblouk může vzniknout ve velkém rozmezí tlaků a proudů.

Oblouk je charakterizován:

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

Odpařování anody je vlastně ohřev elektrony. Pracuje se s plazmovou katodou a nízkým napětím. Je-li materiál odpařován z roztaveného povrchu anody do výboje, hovoříme o anodovém obloukovém výboji. Dále se může nazývat rozloženým obloukem, protože proudová hustota na anodě je nižší než v katodové skvrně ( $10 \text{ A/cm}^2$  oproti  $10^4 - 10^6 \text{ A/cm}^2$ ). Výhoda anodových oblouků je, že nedochází k tvorbě roztavených kuliček nebo mikročástic. Elektrony vznikají termoemisí z povrchu žhavené nebo studené katody nebo z obloukové katody. V případě anodového oblouku dochází k nižší ionizaci odpařeného materiálu než v případě katodového oblouku. [1]



Obr. 6 – Schéma anodo obloukové PVD depozice

## **Laserové záření (PLD – pulsed laser deposition)**

Na terč nanášeného materiálu dopadají sfokusované laserové svazky. Ty jsou buď v kontinuálním, nebo impulsním režimu. Dochází k absorpci energie laserového paprsku. Ten předává energii atomům na povrchu. Atomy tak získávají dostatečné množství energie pro přeměnu do plynného nebo plazmatického stavu. Hustota energie je  $1 - 10 \text{ J/cm}^2$  a je dodána během krátkého pulsu s typickou délkou  $10 \text{ ns}$ . Odpařené atomy poté zkondenzují na povrchu substrátu a vytvoří tenkou vrstvu. Významnou předností impulsního laserového odpařování je přesné zachování složení terče ve vrstvě a relativně vysoká depoziční rychlost dosahující  $0,1 - 1 \text{ nm/puls}$ . [7]

### **1.4.2 Vytváření vrstev PVD odprašováním**

Při odprašování se nanášený materiál (terč nebo katoda) uvede do plynného stavu pomocí dopadajícím iontům. Tyto ionty jsou urychlené a mají velkou kinetickou energii díky, které dojde k oddělení částic od katody. Vrstva se na substrátu vytvoří díky kondenzaci částic. Proces může probíhat i za přítomnosti plazmatu nebo mikrovlnného záření. Pokud proces probíhá v prostředí inertního plynu, pak vzniklé vrstvy mají stejné složení jako použitá katoda. V druhém případě, kdy proces probíhá v prostředí směsi inertního a reaktivního plynu, je vzniklá vrstva tvořena chemickými sloučeninami s reaktivním plynem. Metody odprašování mají proti metodám odpařování (kromě elektrického oblouku) spoustu významných výhod. Jsou to především tyto: [1]

- lze použít materiály s vysokou teplotou tání, k nanášení vrstvy totiž není třeba dosahovat vysokých teplot nanášeného materiálu
- dochází k přesnému přenesení složení slitinové terče na substrát
- na větších plochách zůstává zachována homogenita vrstvy
- mikrostrukturu vrstvy lze řídit nejen teplotou substrátu, ale i vhodným výběrem tlaku pracovního plynu

Nejčastěji se u odprašování používají tyto metody:

- diodové odprašování
- magnetronové odprašování



### **Diodové odprašování**

Jedná se o odprašování pomocí doutnavého výboje. Terč je tvořen katodou a substrát anodou diodového systému. Prostor mezi terčem a substrátem vyplňuje plazma. V takovémto uspořádání je substrát i vytvářená vrstva vystavena přímému bombardu sekundárních elektronů. K buzení plasmy je použito stejnosměrné napětí. Napětí se běžně pohybuje mezi 1 – 5 kV. To odpovídá výkonovému zatížení terče (katody) od 3 do 10 W/cm<sup>2</sup>. Teplota substrátu se během depozice pohybuje mezi 300 – 500 °C, záleží na tlaku pracovního plynu, rychlosti depozice a chlazení substrátu. Výhodou je malé pnutí vytvořené vrstvy. Nevýhodou této metody je malá rychlost depozice v porovnání s metodami odpařování. [1]

### **Magnetronové odprašování**

Magnetron je druh speciální elektronky schopné generovat mikrovlnné záření, které je velmi výkonné a účinné. Tato metoda využívá doutnavého výboje plazmatu k odprašování pevného terče. Terč je zapojený jako katoda, na kterou je připojeno žhavicí napětí o jednotkách voltů a na anodu magnetronu je připojeno napětí o tisících voltů. Katoda začne emitovat elektrony, které anoda začne přitahovat. Dráha elektronů je však ovlivňována magnetickým polem tak, že jejich pohyb je kruhový. Tento pohyb elektronů začne indukovat vysokofrekvenční kmity v rezonančních komorách. Kmity jsou pak odváděny vlnovodem. Tím se zvětšuje počet srážek s pracovním plynem. Vzniká tak husté plazma, které je zdrojem většího množství bombardujících iontů. To vede k velmi koncentrovanému odprašování. Touto metodou lze vytvořit homogenní vrstvu i na rozsáhlých plochách substrátu. [7]

## 2. Modifikace povrchových a podpovrchových vrstev

### 2.1 Chemicko – tepelné zpracování

Účelem chemicko – tepelného zpracování je vznik povrchové vrstvy, jejíž složení se liší od základního materiálu (jádra), který zůstává beze změny. Změny složení povrchu se dosahuje difúzním sycením povrchové vrstvy příslušnými prvky z určitého prostředí. Prostor může být ve skupenství tuhém, kapalném, plynném (nejčastější způsob) nebo plasmatickém. Při dostatečně vysoké teplotě ve styku s povrchem oceli uvolňují tato prostředí rozkladem molekul sloučenin (disociace) příslušný prvek v atomárním stavu. Ten pak vstupuje do povrchu oceli (adsorpce) a pohybuje se mřížkou železa (difúze). Vznik povrchové vrstvy a její jakost (složení, tloušťka, struktura) je tedy výsledkem dílčích procesů (disociace, adsorpce, difúze), které jsou ovlivněny působením vnějších podmínek (teplota a povaha prostředí) a strukturou i složením zpracovaného materiálu. Požadovaných vlastností se dosahuje dvojím způsobem: [3]

- přímo, to znamená obohacením povrchové vrstvy příslušným prvkem za vysokých teplot a následným pomalým ochlazením
- nepřímo, to je následným tepelným zpracováním, většinou se jedná o kalení a popouštění při nízkých teplotách

Cílem chemicko – tepelného zpracování je tedy zvýšení tvrdosti a odolnosti povrchu proti opotřebení při současném zachování houževnatého jádra součásti. Dále se dá také dosáhnout odolnosti proti opalu a proti korozi.

Hlavní způsoby chemicko – tepelného zpracování se rozdělují podle prvku, který se použije k sycení povrchu. Jsou to:

- cementace – povrch se sytí uhlíkem
- citridace – povrch se sytí dusíkem
- nitrocementace a karbonitridace – současné sycení povrchu uhlíkem i dusíkem

Dále existuje sulfonitridování a sulfonizování (vznik sulfidů), které má velmi dobré třecí vlastnosti a odolnost proti zadírání. Hodně časté je také chromování povrchu, které je odolné proti opotřebení, korozi a žáruvzdornosti.

### 2.1.1 Cementace

Při cementování dochází k sycení povrchu součásti uhlíkem. Provádí se u nízkouhlíkových ocelí (cca do 0,3 % C). Požadavkem je vysoká tvrdost povrchové vrstvy při současném zachování houževnatého jádra. Povrchová vrstva se nejprve obohatí uhlíkem na eutektoidní, případně nadeutektoidní koncentraci (správně nauhličená vrstva by měla obsahovat 0,85 % C). Poté následuje tepelné zpracování. Provádí se kalení a popouštění při nízkých teplotách. Hloubka cementované vrstvy je nejčastěji okolo 1 mm. Části povrchu, které mají zůstat po cementování měkké a dobře obrobitelné, se chrání proti nauhličení nanášením různých past nebo nátěrů.

Vlastní cementace probíhá za teplot existence stabilního austenitu (od 727 °C) v němž je uhlík dobře rozpustný (až 2,11 % C). Rozlišujeme 3 typy cementace, podle toho v jakém prostředí probíhá nauhličování povrchu součásti:

- v prášku
- v kapalně lázni
- v plynném prostředí
- v plasmatu

#### Cementace v prášku

Je nejstarším způsobem nauhličování, který se v současné době již skoro nepoužívá. Prášek je z dřevěného uhlí nebo aktivního uhlí a  $\text{BaCO}_3$ . Proces je zdoluhavý, neekonomický a navíc s nejistým výsledkem, kvůli rozdílnému složení prášku. Vyskytují se různě hluboké vrstvy a navíc i měkká místa.

#### Cementace v kapalně lázni

Používají se lázně roztavených chloridových solí s přísadou kyanidů. Rychlost nauhličování je vysoká a rovnoměrná.

#### Cementace v plynném prostředí

Je moderní a velmi technologický výhodný a produktivní způsob cementace. Používá se převážně tato směs plynů – CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O. Výhodou je možnost regulace složení cementační atmosféry i její aktivity a tím i průběh nauhličování povrchu součásti. Rychlost nauhličování je poměrně vysoká. [3]

### 2.1.2 Nitridace

Při nitridování dochází k syčení povrchu součásti dusíkem. Vznikají tak tvrdé nitridy (tvrdost dosahuje až 1200 *HV*) a to bez nutnosti dalšího kalení. Nitridace zvýší odolnost proti opotřebení, mez únavy i korozní odolnost. Nitridování spočívá v tom, že aktivní dusík, který se získává z plynného čpavku, je adsorbován povrchem oceli a postupně difunduje směrem k jádru součásti. Proces nitridace je značně pomalý (až 10 hodin) oproti cementování, protože probíhá za poměrně nízkých teplot (500-550 °C). Proces je možné zvýšením teploty urychlit, ale za cenu poklesu tvrdosti a zvýšení nežádoucí křehkosti. Pro efektivní zvýšení tvrdosti a meze únavy musí mít povrchová vrstva tloušťku alespoň 0,2 - 0,3 *mm* a její vytvoření si vyžaduje několik desítek hodin. Pokud chceme pouze zvýšit odolnost proti korozi, stáčí vrstva o tloušťce 0,04 – 0,06 *mm*, kterou vytvoříme za teplot 600 – 700 °C po dobu 30 – 60 minut.

Nitridace je velmi časově a ekonomicky náročný proces, který však přináší dobré výsledky. Povrchy mají vysokou tvrdost, která je odolná i za teplot okolo 600 °C. Dále má povrch velmi dobrou rozměrovou stálost (neprovádí se kalení). Jádro součásti má optimální vlastnosti, které jsme získali zušlechtním před samotným nitridováním. Po nitridaci se následuje jen konečné broušení povrchu na konečný rozměr. Nitridaci rozdělujeme podle typu prostředí na: [3]

- nitridace v plynném prostředí
- nitridace v kapalném prostředí
- iontová nitridace

#### Iontová nitridace

Tento postup je moderní a progresivní. Dusík se zde nachází ve formě plasmu. Součásti se vloží do vakuové komory, musí být přítom elektricky izolovány od stěn. Na součásti se připojí záporný pól (katoda) a na uzemněnou stěnu komory se připojí kladný pól (anoda). Do komory se vpustí malé množství dusíku. Připojením k vysokému elektrickému napětí proběhne ionizace dusíku a současně se ohřívá povrch součásti na dostatečně vysokou teplotu. Pomocí vloženého elektrického pole se anionty dusíku pohybují k součástkám. Protože anionty mají velkou kinetickou energii, pronikají hluboko do povrchu součásti. Tímto postupem tak lze získat za poměrně krátkou dobu dostatečně silnou nitridovou vrstvu. [10]

### 2.1.3 Nitrocementace

Základem je současné syčení povrchu uhlíkem i dusíkem, přičemž převládající vliv na vlastnosti oceli má uhlík. Teploty se zde pohybují v okolí křivky A<sub>3</sub> (820 – 840 °C). Plynná směs (atmosféra) je složená z uhlovodíků a čpavku. Hloubka vrstvy dosahuje 0,3 – 0,4 *mm*. Po nasycení povrchu, které trvá 1 až 2 hodiny, se musí součást zakalit a popustit. Struktura je zde tvořena uhlíko-dusíkovým martenzitem, zbytkovým austenitem a karbonitridy. Tvrdost vrstvy dosahuje 700 – 800 *HV* a je ve srovnání s cementovanou vrstvou poněkud nižší. Doba syčení povrchu je však podstatně kratší, díky tomu že dusík zrychluje difúzi uhlíku. Vzhledem

k vyššímu obsahu uhlíku v oceli je pevnost jádra vyšší a stačí proto menší hloubka nitrocementované vrstvy. Nitrocementace může také probíhat v kapalném prostředí (solné lázně s přísadou kyanidů). To má za následek rychlejší nasycení povrchu (cca 0,2 mm za 1 hodinu). Tento postup se také někdy označuje jako kyanování. [3]

#### 2.1.4 Karbonitridace

Stejně jako v případě nitrocementace, je zde základem současné sycení povrchu uhlíkem i dusíkem, přičemž zde má převládající vliv na vlastnosti oceli dusík. Teploty se pohybují pod teplotou A1 (600 – 630 °C). Atmosféra je směs čpavku s přísadou uhlovodíků. Po nasycení povrchu, které trvá až 4 hodiny se součást stejně jako v případě nitridace nemusí dále tepelně zpracovávat (kalení a popouštění). Souvislá vrstva, která vznikne, má tloušťku cca 0,05 mm a tvrdost okolo 1000 HV. Tyto vrstvy jsou odolné proti zadírání a opotřebení. Karbonitridace může také probíhat v kapalném prostředí (solné lázně s kyanidy). [3]

### 2.2 Duplexní vrstvy

Někdy se označují jako vrstvy hybridní. Tyto vrstvy jsou charakteristické tím, že spojují dvě technologie úpravy povrchu. Nejprve se upraví povrch substrátu pomocí chemicko-tepelného zpracování (cementování, nitridování). Poté následuje nejčastěji PVD povlakování. Takto vzniklý duplexní povlak má mechanické vlastnosti a životnost lepší než u samotného nitridování nebo samotné PVD depozice. Oba procesy mají probíhat ve stejném zařízení (není to však pravidlem). Důsledkem nitridace je zvýšení tvrdosti a zlepšení adheze na povrchu substrátu. To má za následek omezení plastické deformace (porušení celistvosti povlaku). Duplexní vrstvy se používají na obráběcí nástroje a také na formy při lisování a také na odlévání. [8]

### 2.3 Nitridové vrstvy

Jsou to vrstvy, které se skládají z dusíku a minimálně jednoho dalšího prvku. Nejznámější a nejpoužívanější tenkou vrstvou ve strojařině je TiN (nitrid titanu). Tato vrstva má vysokou tvrdost, která se pohybuje v rozmezí  $2300 \pm 200$  HV a má zlatou barvu. Pro svoji tvrdost se používá pro povlakování obráběcích nástrojů, díky čemuž několikanásobně zvyšuje jejich životnost a zlepšuje řezné podmínky. Nitrid titanu je biokompatibilní materiál a proto je vhodný k použití v lékařském průmyslu na povlakování kloubních náhrad. Díky svojí zlaté barvě se používá k dekorativním účelům. Dalšími hojně používanými nitridovými vrstvami jsou: TiAlN, CrN, TiCN atd. [9]

### 3. Základní metody hodnocení systémů tenká vrstva – substrát

#### 3.1 Mikrotvrдость

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

Měření mikrotvrđosti je jednoduchá a rozšířená metoda, kterou se zjišťují elastické a plastické vlastnosti látek v lokálních objemech. Naměřené hodnoty však ovlivňuje mnoho činitelů: [1]

- dynamika procesu tvorby vtisku
- tvar a materiálové vlastnosti indentoru
- doba působení indentoru
- vnitřní vibrace přístroje, vnější vibrace
- lidský faktor při vytváření a měření vtisku

Tyto jevy mají nezanedbatelný vliv v oblasti nízkých hodnot zatěžovací síly a jsou označovány termínem *vliv velikosti vtisku* (indentation size effect) neboli ISE.

Pro povlakované materiály (systém vrstva – substrát) je měření mikrotvrđosti základní zkouškou pro hodnocení mechanických vlastností nanesených vrstev.

Mikrotvrđost je definovaná jako podíl působícího zatížení  $L$  [g] na diamantový hrot neboli indentor, a velikosti plochy vytvořeného vtisku  $A$  [ $\mu\text{m}^2$ ]:

$$H = \frac{L}{A}$$

Při vnikání pravidelným čtyřbokým jehlanem s vrcholovým úhlem mezi protilehlými stěnami  $\alpha$  je plocha vtisku ze střední velikostí úhlopříčky  $d$  [ $\mu\text{m}^2$ ]:

$$A = \frac{d^2}{2\cos\beta} \quad \text{kde } \beta = 90^\circ - \alpha/2$$

U nejčastěji používaného Vickersova jehlanu s vrcholovým úhlem mezi protilehlými stěnami  $\alpha=136^\circ$  platí:

$$HV = \frac{2 \cos 22^\circ L}{d^2}$$

takže po vyčíslení dostaneme: 
$$HV = \frac{1854,4 L}{d^2}$$

Podle geometrie Vickersova jehlanu vyplyne vztah mezi hloubkou vtisku hrotu do materiálu  $h$  a střední velikostí úhlopříčky vtisku  $d$  [ $\mu\text{m}$ ]:

$$h \doteq \frac{d}{7}$$

U velmi tenkých vrstev se k měření používá Knoopova indentoru, který má tvar jehlanu s kosočtverečnou základnou. Díky tomu proniká do menších hloubek ( $h \approx d/30$ ), a snižuje míru ovlivnění hodnoty mikrotvrlosti vlastnostmi substrátu. Úhlopříčky vtisku jsou různě dlouhé ( $d_1 \doteq 7d_2$ ). Pro výpočet mikrotvrlosti dle Knoopu se používá delší z úhlopříček, platí tedy:

$$HK = \frac{14228,8 L}{(d_1)^2}$$

Dříve zmíněný termín ISE nám vyjadřuje závislost naměřených hodnot mikrotvrlosti na velikosti úhlopříček vtisku  $d$  [ $\mu\text{m}$ ] a zatížení  $L$ :

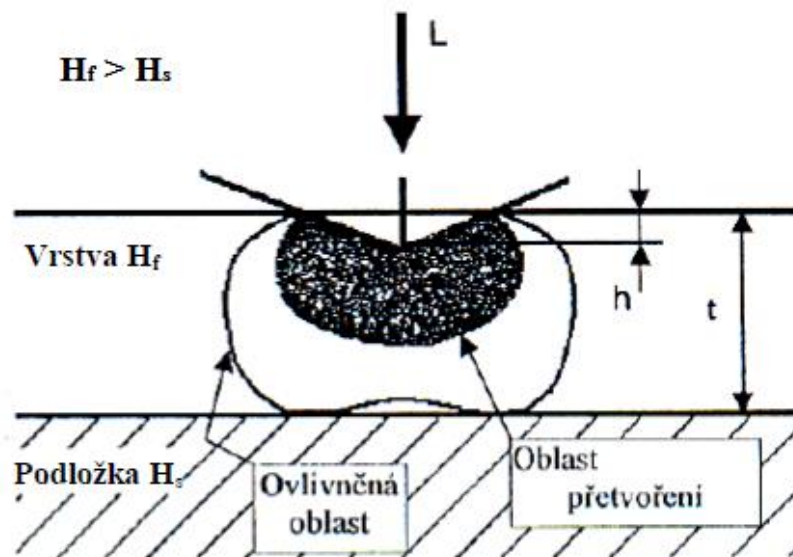
$$H(d) = \frac{L}{(d)^2}$$

pro Vickersův jehlan platí:  $HV(d) = \frac{2 \cos 22^\circ L}{(d)^2}$

kde  $d$  [ $\mu\text{m}$ ] odpovídá velikosti střední úhlopříčky vtisku v případě, že hodnoty mikrotvrlosti závisí na ISE.

Hodnoty mikrotvrlosti jsou ovlivňovány *vlivem velikosti vtisku (ISE)*, a to hlavně v případě, kdy dochází k malému zatěžování a malé velikosti vtisků např. pokud se jedná o velmi tvrdé materiály. Bylo zjištěno, že závislost naměřených hodnot mikrotvrlosti na zatížení souvisí hlavně s typem přístroje. Jedná se o rozdíl mezi skutečnou a nominální silou, která je zapříčiněna superpozicí dynamických účinků indentační soustavy a její reakcí na vnitřní vibrace přístroje a vnější vibrace prostředí. Závislost se mění kvalitativně nebo kvantitativně s časem. Tyto relativně slabé účinky se projevují jen při malých zátěžných silách. Z těchto důvodů je proto nutné stanovit pro danou soustavu (přístroj – vzorek) *zátěžovou charakteristiku soustavy*, tj. průběh závislosti mikrotvrlosti na působícím zatížení  $L$  [g], případně na velikosti úhlopříčky  $d$  [ $\mu\text{m}$ ] či na hloubce průniku indentoru  $h$  [ $\mu\text{m}$ ].

Dále mají velký vliv na hodnotu mikrotvrlosti velikost a geometrie vtisku ovlivněné oblasti materiálu (plastická zóna a pole elastického napětí) pod indentorem Obr. 8. Při zatěžování indentoru se do oblasti měření přivádí energie, která se při zanedbání tření a teplotních změn spotřebuje na elastické a plastické přetvoření v oblasti blízko k indentoru. Dosáhne-li napěťové pole rozhraní s prostředím jiných vlastností např. heterogenity, sousední vtisk, okraj vzorku atd., dochází k rozdělení v napjatosti, což má v konečném důsledku vliv na hodnotu mikrotvrlosti.



Obr. 7 – Oblasti vznikající pod vlivem indentoru [1]

Dalším způsobem měření nanotvrdosti je použití nanoindentoru. To je přístroj, který umožňuje měřit nanotvrdost při velmi nízkých hodnotách zatížení ( $\sim 10$  g). Z tohoto důvodu je hloubka proniknutí velmi malá a naměřené hodnoty mikrotvrdosti nemusí být ovlivněny substrátem. Přístroj provádí přesné měření hloubky proniknutí hrotu v průběhu jeho zatěžování a odlehčování. Z těchto hodnot lze vypočítat nejen hodnotu mikrotvrdosti, ale i podíl elastické a plastické deformace. Hodnoty jsou vynášeny do grafů závislosti hloubky proniknutí hrotu na velikosti zatížení a závislosti mikrotvrdosti na zatížení. [1]

### 3.2 Tloušťka vrstvy

Tloušťka vrstvy má nezanedbatelný vliv na vlastnosti systému tenká vrstva – substrát. Tloušťku tenké vrstvy lze měřit několika metodami: [1]

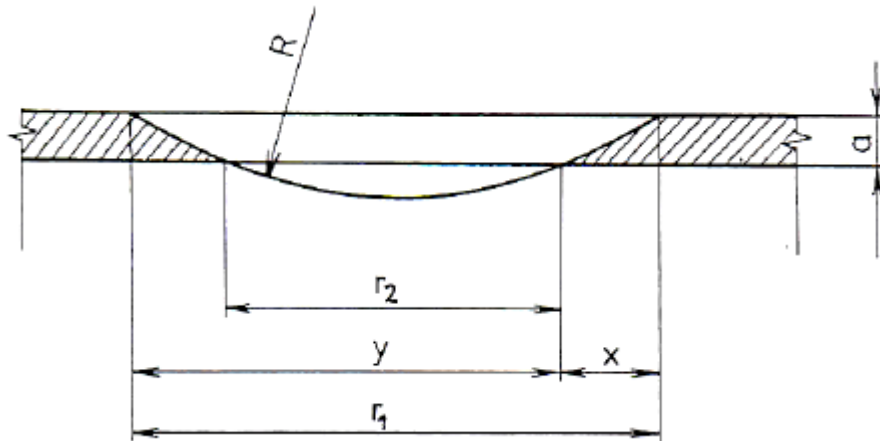
- kalotest
- měření příčného metalografického výbrusu
- rentgenová fluorescence
- profilometr

#### 3.2.1 Kalotest

Tato metoda zjišťování tloušťky vrstvy je založena na vybroušení kulového vrchlíku do vrstvy pomocí abraze. Tím vznikne v průmětu tenké vrstvy mezikruží, ze kterého jsme schopni vypočítat tloušťku vrstvy. K vybroušení se nejčastěji používá ocelová kulička



s průměrem 25 mm, která je potřena diamantovou brusnou pastou. Výhodou této metody je její rychlost a jednoduchost, proto je to častý způsob zjišťování tloušťky vrstvy.



Obr. 8 – způsob zjišťování tloušťky vrstvy metodou kalotest [6]

Vzorec pro výpočet tloušťky:  $a = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2}$  nebo  $a = \frac{xy}{2R}$

### 3.2.2 Měření příčného metalografického výbrusu

K této metodě zjišťování tloušťky vrstvy je potřeba měřicí mikroskop a připravený příčný metalografický výbrus, který je veden kolmo k povrchu vrstvy. Touto metodou je možné sledovat drsnost povrchu, kvalitu spojení vrstvy se substrátem, mikrostrukturu celého systému a v případě vícevrstvých povlaků stanovit tloušťku jednotlivých vrstev. Nevýhodou u této metody je ovšem velká pracnost a časová náročnost. [1]

### 3.2.3 Rentgenová fluorescence

Touto metodou se standardně zjišťuje chemické složení, ale lze ji též použít ke zjišťování tloušťky vrstvy. Principem je změna rtg fluorescenčních spekter. Rtg paprsek proniká do určité hloubky pod povrch a charakteristické rtg fluorescenční záření v sobě nese informaci o složení tenké vrstvy a také o substrátu pod touto tenkou vrstvou. Výhodou této metody je fakt, že se jedná o zkoušku nedestruktivní a také její dobrá operativnost. Na základě provedených kalibrací na etalonech definovaných tloušťek a objemových vzorkách materiálu vrstvy a substrátu, lze následně vyhodnocovat přímo tloušťky tenkých vrstev a to až do několika desítek  $\mu\text{m}$ . [1]

### 3.3 Adheze

Adheze neboli přilnavost souvisí s typem a velikostí vazebních sil mezi vrstvou a substrátem. To je výrazně ovlivňováno nejen velikostí kinetické energie atomů a iontů dopadajících na povrch substrátu při depozici, ale také dalšími depozičními parametry. Typy vazeb: [1]

- elektrostatická
- chemická
- mechanická
- Van der Waalsova

Velká pozornost se musí věnovat přípravě substrátu před depozicí, protože tenké vrstvy při depozici kopírují povrch a nepravidelnosti substrátu. Je proto nutné připravit dokonale hladké (leštěné) povrchy, které se musí očistit mechanicky (úprava řezných hran), chemicky (odstranění makroskopických nečistot) a ve výboji iontovým bombardem (odstranění slabě vázaných atomů a molekul nečistot adsorbovaných na povrchu).

Vliv na adhezi, má také velikost smykových napětí na rozhraní tenká vrstva – substrát. Příčinou vzniku těchto napětí jsou rozdílné moduly pružnosti a rozdílné koeficienty teplotní roztažnosti substrátu a vrstvy a také vnitřní pnutí vznikající ve vrstvě během jejího vytváření. Pokud smyková napětí dosáhnou kritické hodnoty, dojde na rozhraní vrstvy k porušení adheze. Dále má velký vliv na adhezi mikrostruktura, která rozhoduje o výsledných fyzikálních vlastnostech vytvářených vrstev. Hlavně jde o výskyt mezikrystalových pórů, dutin a jiných defektů v oblasti rozhraní, které výrazně snižují adhezi vrstvy k substrátu. [1]

Hodnocení adheze se zjišťuje třemi základními zkouškami:

- vrypová zkouška – Scratch test
- vnikací zkouška
- odtrhovací zkouška

#### 3.3.1 Vrypová zkouška – Scratch test

Principem této metody je generace pnutí na rozhraní tenká vrstva – substrát. Toho dosáhneme deformací povrchu pohybem zatíženého hrotu (indentoru) rovnoběžně s rozhraním. Zatížení hrotu se postupně zvětšuje a tím se ve vrstvě vytváří vryp. Když se dosáhne hodnoty, při které deformace vyvolá kritické pnutí, dojde k odtržení vrstvy. Hodnota, při níž dojde k poškození vrstvy, se označuje jako kritické zatížení  $L_c$  a je mírou adheze dané vrstvy k substrátu.

Vzorek se v průběhu zkoušky pohybuje horizontálně konstantní rychlostí a současně hrot vniká do povrchu tenké vrstvy. U tvrdých materiálů se pro měření používá diamantový

indentor ve tvaru kužele dle Rockwella s poloměrem zaoblení špičky 0.2 mm. Průběh zkoušky se obvykle provádí za standardních podmínek: což je rychlost posuvu vzorku 10 mm/min a rychlost zvyšování síly 100 N/min. Přístroj v průběhu zkoušky zaznamenává normálovou sílu  $F_n$  a tangenciální sílu  $F_t$ , které působí na hrot. Dále zaznamenává hodnoty frikčního koeficientu v závislosti na normálové síle, což je součinitel tření ( $\mu = F_n / F_t$ ) a také lze zaznamenat signál akustické emise, který vzniká při porušení zkoušeného materiálu. Podle zaznamenaných změn závislostí se určuje kritické zatížení  $L_c$ , kdy dochází k adheznímu porušení tenké vrstvy.

Signál akustické emise se zachycuje piezoelektrickými snímači a zaznamenává energii uvolněnou při odtržení vrstvy, která pochází z napětí mezi vrstvou a substrátem. Rozborem průběhu zkoušky lze získat informace o adhezi (odtržení vrstvy), kohezi (vnitřní soudržnosti), tvorbě mikrotrhlin a podílu plastické deformace.

Vyhodnocené výsledky kritického zatížení  $L_c$  jsou ovlivňovány vnějšími a vnitřními faktory:

Vnější faktory:

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

Vnitřní faktory:

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

Kritické zatížení  $L_c$  většinou vzrůstá:

- s rostoucí tvrdostí vrstvy
- s rostoucí tvrdostí substrátu a poklesem jeho modulu pružnosti  $E_s$
- s poklesem koeficientu tření
- s růstem vnitřního napětí ve vrstvě
- se snižováním drsnosti substrátu (hodnota  $R_a$  by neměla překročit hodnotu 0,25  $\mu m$ )
- s růstem tloušťky vrstvy (neplatí však obecně – závislost  $L_c$  na tloušťce není lineární a mění se také s tvrdostí substrátu)

Mikroskopem, který je spojen s přístrojem se posuzuje vzniklé poškození. Pomocí měřítka se určí vzdálenost prvního odloupenutí vrstvy od počátku vrypu. Ze znalosti rychlosti zatěžování a rychlosti posuvu vzorku lze pak určit velikost zatížení hrotu  $L_c$  v tomto místě. Kritickou zátěžnou sílu lze získat vyhodnocením signálu akustické emise a frikčního

koeficientu a to v závislosti na hodnotě působící normálové síly. Při působení této síly vzniká poškození vrstvy. Dalším rozбором mechanismů, které se podílejí na porušení vrstvy, se dají získat informace o elasticko – plastických vlastnostech vrstvy. Jedná se o to, zda je porušení vrstvy adhezivní nebo kohezivní: [1]

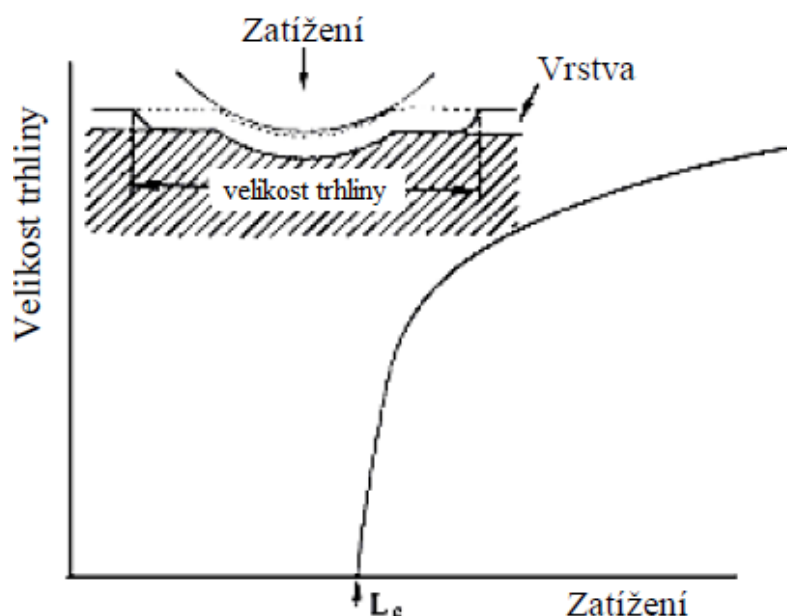
- adheze – porušení nastane na rozhraní substrát – vrstva (substrát je vidět)
- koheze – porušení nastane ztrátou soudržnosti uvnitř vrstvy (substrát není vidět)

### 3.3.2 Vnikací zkouška

Jedná se o nejběžnější zkoušku pro kontrolu spojení tenká vrstva – substrát. Vychází se z napětí potřebného k překonání vazby mezi vrstvou a substrátem. Měření se provádí buď statickým vtlačováním indentoru (jako u měření tvrdosti) nebo podélným vrypem.

Při statické zkoušce se používá diamantový hrot vnikající do povrchu. Tím vznikají trhlinky na rozhraní substrát – vrstva. Tyto trhlinky se šíří k povrchu součásti. Měřitkem adheze je odolnost systému proti šíření trhlin podél rozhraní. Porovnáním délek vytvořených trhlin v závislosti na působícím normálovém zatížení posuzujeme adhezi systému. Podrobným měřením při různých hodnotách zatížení lze určit kritické zatížení  $P_c$ , při kterém vznikají trhliny. Měření začíná na malých hodnotách, při kterých se žádné trhliny neobjeví. Postupně se zatížení zvyšuje, dokud se nedosáhne kritické hodnoty  $P_c$ , kdy vznikají první trhliny. Pro měření adheze vnikací zkouškou se zavádí tzv. adhezivní číslo HF, které charakterizuje stupeň popraskání vrstvy.

Výhodou této metody je, že ji lze uplatnit nejen na zkušebních vzorcích, ale i na reálných tělesech složitější geometrie. Významnou předností je také její jednoduchost. [1]



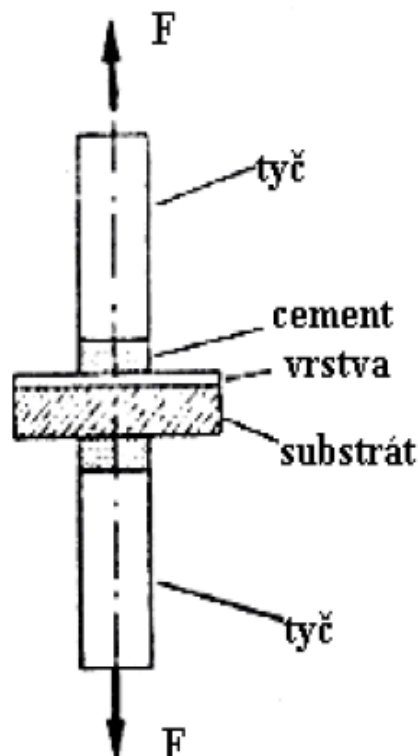
Obr. 9 – Schématické znázornění vnikací zkoušky adheze [1]

### 3.3.3 Odtrhávací zkouška

Mezi klasické metody měření adheze patří tahové a smykové zkoušky používající speciálních lepidel, lepicích pásků atd. Tyto metody však nelze použít pro tvrdé a ořevzdorné vrstvy, protože pro narušení pevnosti rozhraní mezi vrstvou a substrátem je nutné vyvodit vyšší pnutí, než lze touto metodou vyvinout.

Odtrhávací zkouška je nejjednodušší mechanická zkouška pro zjišťování přilnavosti, při které se určuje tahová síla nezbytná k odtržení vrstvy od základního materiálu. Nejdříve je potřeba přilepit k vrstvě tyč pomocí různých cementů a epoxidových lepidel. Následně se upne do zkušebního zařízení, které začne odtrhávat tenkou vrstvu od substrátu a určí sílu potřebnou k odtržení vrstvy od substrátu. Možnosti této metody jsou dány pevností lepidel a cementů. Pevnost spoje mezi tyčí a vrstvou musí být větší než pevnost spoje mezi vrstvou a substrátem. Na výsledky má velký vliv směr působení síly. I nepatrná odchylka od kolmého směru k rovině povrchu vrstvy způsobí změnu tahového namáhání a tím dojde ke zkreslení výsledků měření.

Sílu nutnou pro odtržení vrstvy lze měřit při smykovém nebo ohybovém namáhání. Minimální deformace substrátu považujeme za výhodu, neboť je zde větší plocha lomu a tím menší koncentrace napětí. Podmínky se tak blíží běžné zkoušce pevnosti ve stříhu. [1]



Obr. 10 – Schéma principu odtrhávací zkoušky [1]

## 4. Hodnocení vlastností a chování vybraných systémů tenká vrstva – substrát

### 4.1 Úvod do experimentální části

Hlavním smyslem experimentu je porovnání povrchových vlastností na šesti různých vzorcích. Použijeme dva základní substráty (výchozí materiály). První substrát je speciální nástrojová ocel 19 901.4. Druhý substrát je nízkolegovaná konstrukční ocel 15 340.4. Na každém substrátu jsou tedy tři povrchové úpravy. Substráty se nejprve vhodně povrchově připraví, to znamená, že se mechanicky a chemicky očistí. Hodnotí se vzorky s těmito povrchovými úpravami:

Substrát 19 901.4

- substrát s tenkou vrstvou nitridu chromu (CrN)
- substrát s duplexní vrstvou (iontová nitridace povrchu substrátu + tenká vrstva CrN)
- substrát s tenkou vrstvou TiCN

Substrát 15 340.4

- substrát s tenkou vrstvou nitridu chromu (CrN)
- substrát s duplexní vrstvou (iontová nitridace povrchu substrátu + tenká vrstva CrN)
- substrát s tenkou vrstvou TiCN

U všech vzorků se sledují a hodnotí jejich povrchové vlastnosti pomocí analýz. Použijeme následující typy zařízení:

- nanoindentace na zařízení *Shimadzu DUH 202* – analýza nanotvrdosti a analýza elasticko plastického chování
- scratch test na zařízení *CSEM REVETEST* – analýza adhezivně kohezivního chování

Tenké vrstvy na všech vzorcích byly vytvořeny metodou CAPD (nízkonapěťové reaktivní obloukové odpařování ve vakuu). Při analýze vzorků bylo využíváno přístrojového parku pracoviště Laboratoře diagnostiky materiálu Ústavu termomechaniky AV ČR.

#### 4.1.1 Použité substráty

##### Nízkolegovaná konstrukční ocel 15 340

Tato ocel se používá na součásti namáhané za tepla (tj. je žárovečná a má vysokou mez tečení). Ocel je dobře tvárná za tepla a je dobře obrobitelná. Je vhodná pro nitridování. Používá se pro nitridované součásti strojů, u nichž se vyžaduje vysoká povrchová tvrdost. [11,13]

| Chemické složení oceli 15 340 dle tabulek |       |     |       |
|---|-------|-----|-------|
| C   | Cr    | Al  | Mo    |
| Max 0,4 %                                 | 1,4 % | 1 % | 0,2 % |

Tab. 1 – chemické složení oceli 15 340

| Vybrané mechanické vlastnosti oceli 15 340 dle tabulek |            |
|--|------------|
| Mez pevnosti Rm [MPa]                                  | 981 - 1128 |
| Mez kluzu Re min. [MPa]                                | 785        |
| Tvrdość HB   | 231 - 345  |

Tab. 2 – vybrané mechanické vlastnosti oceli 15 340

##### Speciální nástrojová ocel 19 901

Tato ocel je určena pro lití, proto má hrubší strukturu. Má vysokou pevnost při vyšších teplotách. Ocel je odolná proti únavě, má vysokou houževnatost a je vhodná pro vytvrzování. Používá se k výrobě větších součástí. [11,13]

| Chemické složení oceli 19 901 dle tabulek |       |        |       |        |        |
|---|-------|--------|-------|--------|--------|
| C   | Mo    | Ni     | Co    | Ti     | Al     |
| Max 0,03 %                                | 5,3 % | 18,5 % | 9,0 % | 0,60 % | 0,10 % |

Tab. 3 – chemické složení oceli 19 901

| Vybrané mechanické vlastnosti oceli 19 901 dle tabulek |             |
|--|-------------|
| Mez pevnosti Rm [MPa]; nevytvrzená ocel                | 980 - 1130  |
| Mez pevnosti Rm [MPa]; vytvrzená ocel                  | 1860 - 2260 |
| Tvrdość HRC  | 55          |

Tab. 4 – vybrané mechanické vlastnosti oceli 19 901

#### 4.1.2 Použité tenké vrstvy

##### Vrstva TiCN

Neboli karbonitrid titanu je vrstva, která má modro – šedou barvu. Její výhodou je, že při současné vysoké tvrdosti není příliš křehká. To má velké výhody při přerušovaném řezu a proto se používá k povlakování obráběcích nástrojů (vrtáky, frézky, závitníky, VBD...). Dále se používá při tvářecích operacích (tažení, stříhání, ohýbání...). Lze obrábět i tvářet středně i vysoce legované materiály. Mezi charakteristické vlastnosti TiCN vrstvy patří: [12]

- vysoká tvrdost a přilnavost
- dobrá odolnost proti opotřebení
- dobrá houževnatost
- nízký koeficient tření vůči oceli
- vysoká tepelná vodivost

| Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy TiCN dle tabulek |               |
|---|---------------|
| Tvrdost   | 3500 ± 500 HV |
| Max. teplota použití                                  | 400 °C        |
| Součinitel tření proti oceli                          | 0,2           |
| Tloušťka vrstvy                                       | 1 – 4 μm      |
| Barva vrstvy  | modro – šedá  |

Tab. 5 – Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy TiCN

##### Vrstva CrN

Neboli nitrid chromu je vrstva, která má stříbrno – šedou barvu. Výhodou této vrstvy je vysoká tvrdost, vysoká odolnost vůči otěru a odolnost vůči oxidaci. Používá se k povlakování nástrojů a přípravků u tváření (tažení, lisování, stříhání...). A dále se používá k ochraně před korozi a opotřebením u nástrojů a přípravku u strojů na vstřikování plastů. Mezi charakteristické vlastnosti CrN vrstvy patří: [12]

- vysoká tvrdost a přilnavost
- velmi dobrá chemická odolnost
- nízký koeficient tření vůči oceli
- vysoká tepelná odolnost nízké namáhání tahem

| Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy CrN dle tabulek |                 |
|--|-----------------|
| Tvrdost  | 2.000 ± 200 HV  |
| Max. teplota použití                                 | 600 °C          |
| Součinitel tření proti oceli                         | 0,3 – 0,4       |
| Tloušťka vrstvy                                      | 2 – 6 μm        |
| Barva vrstvy   | stříbrno – šedá |

Tab. 6 – Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy CrN



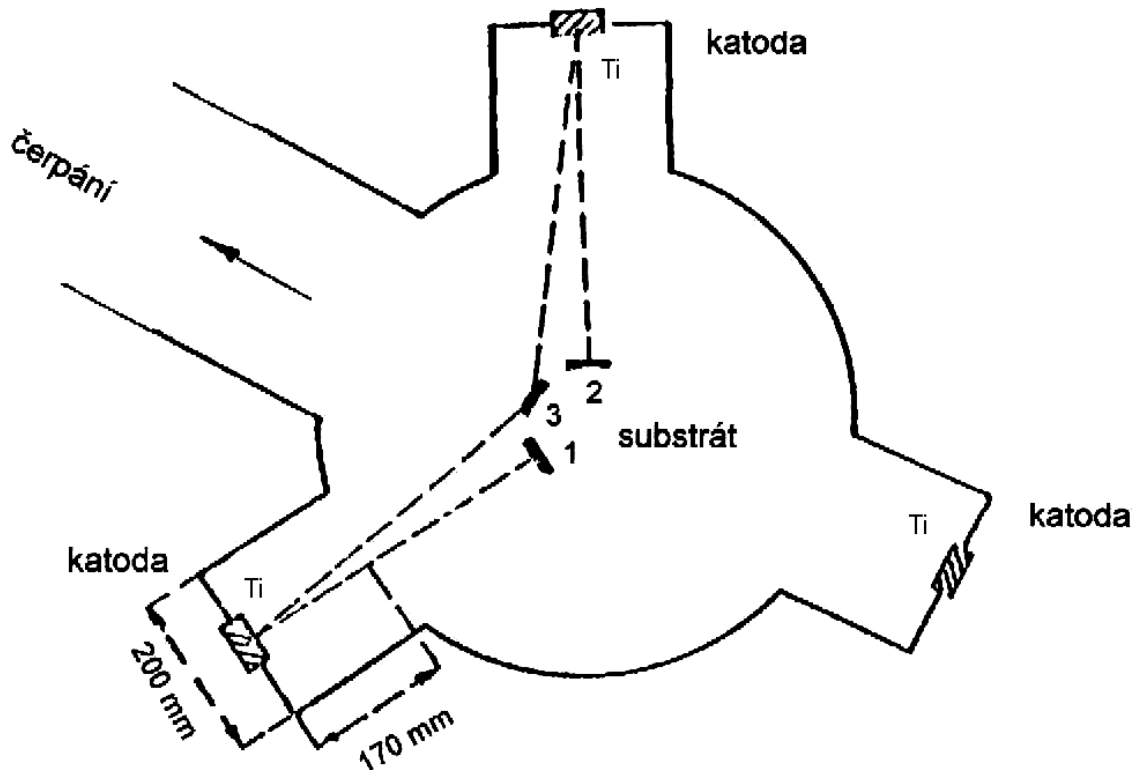
### 4.1.3 Proces depozice

Při přípravě vzorků se použilo depozičního zařízení NNO 150. Toto zařízení pracuje na principu nízkonapěťového reaktivního obloukového odpařování ve vakuu (metoda CAPD – Cathodic Arc Plasma Deposition). Spadá tedy pod fyzikální metodu PVD - odpařování.

CAPD je charakterizováno vysokou ionizací částic z katody, vícenásobnou ionizací emitovaných iontů a jejich vysokou kinetickou energií. To má za následek určité výhody pro zkvalitnění tenkých vrstev a řízení depozičního procesu. Především sem patří:

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

Zařízení NNO 150 umožňuje depozici tenkých vrstev i na hodně tvarově složitých součástech. Je však limitováno rozměry válcové vakuové komory ( $\varnothing = 600 \text{ mm}$ ,  $h = 400 \text{ mm}$ ) a maximální hmotnosti součásti (*max. 100 kg*). Deponované součásti se položí na stůl doprostřed komory. Stůl se pohybuje jednoduchou rotací a zároveň planetovou rotací. Kvůli zvýšení homogenity výboje a tím i zvýšení homogenity tenké vrstvy se používají až tři katody. Ty jsou rozloženy po obvodu komory po  $120^\circ$ , viz *Obr. 11*. [1,2]



Obr. 11 – Schéma vakuové komory CAPD

#### 4.1.4 Měřicí přístroje

##### Scratch test CSEM REVETEST

Tímto přístrojem zjistíme adhezivně – kohezivní chování systému tenká vrstva – substrát, hodnocení normálové a tečné síly, signál akustické emise a koeficient tření. Přístrojem se dají vytvářet a hodnotit vrypové zkoušky nebo statické vnikací zkoušky. Přístroj CSEM REVETEST je zobrazen na *Obr. 12.* a skládá z těchto hlavních částí: [2]

- indentorová hlava (měřicí jednotka) se senzorem akustické emise
- řídicí jednotka
- posuvný stolek
- světelný mikroskop NIKON Optiphot 100S s Nomarského kontrastem, polarizovaným světlem a s maximálním zvětšením až 1000x
- kamera SONY DXC – 151 AP RGB
- počítač

##### Vrypová zkouška

Principem vrypové zkoušky je generace pnutí na rozhraní tenká vrstva – substrát. Toho dosáhneme deformací povrchu pohybem zatíženého diamantového hrotu (indentoru) rovnoběžně s rozhraním. Vzorek se tedy upevní na posuvný stolek a pohybuje se pod hrotem. Zatížení hrotu se postupně zvětšuje od 0 do 80 N a tím se ve vrstvě vytváří vryp. Když se dosáhne hodnoty, při které deformace vyvolá kritické pnutí, dojde k odtržení vrstvy.

Průběh zkoušky se provádí za standardních podmínek: což je rychlost posuvu vzorku 10 mm/min a rychlost zvyšování síly 100 N/min. Přístroj v průběhu zkoušky zaznamenává normálovou sílu  $F_n$  a tangenciální sílu  $F_t$ , které působí na hrot. Dále zaznamenává hodnoty frikčního koeficientu v závislosti na normálové síle, což je součinitel tření ( $\mu = F_n / F_t$ ) a také zaznamenává signál akustické emise, který vzniká při porušení zkoušeného materiálu.

Při zkoušce jsme použili diamantový indentor ve tvaru kužele dle Rockwella s poloměrem zaoblení špičky 0.2 mm a 0,5 mm.

##### Statická vnikací zkouška

Jedná se o nejběžnější zkoušku pro kontrolu spojení systému tenká vrstva – substrát. Při statické zkoušce se používá diamantový hrot vnikající do povrchu. Tím vznikají trhlinky na rozhraní tenká vrstva – substrát. Tyto trhliny se šíří k povrchu součásti. Měřítkem adheze je odolnost systému proti šíření trhlín podél rozhraní.

Vytváření vtisků je tedy podobné jako vytváření vrypů s tím rozdílem, že se vzorek neposouvá. Při měření se použili dva diamantové indentory Rockwell, které mají tvar kužele s vrcholovým úhlem 120°, s poloměrem zaoblení špičky 0,2 mm a 0,5 mm. Každým indentorem se vytvořilo celkem sedm vtisků na každém vzorku s normálovou zátěžnou silou 20 N, 40 N, 60 N, 80 N, 100 N, 150 N a 200 N. [2]

## Nanoindentor Shimadzu DUH 202

Při hodnocení tvrdosti tenkých vrstev se používá nanotvrdomost místo mikrotvrdomosti, z důvodu ovlivnění výsledku měření vlastnostmi samotného substrátu.

Přístrojem Shimadzu lze měřit nanotvrdomost u tenkých vrstev pomocí nanoindentačních křivek. Indentační křivka je závislost působící velikosti normálové síly na hloubce proniknutí indentoru do vrstvy. Tato závislost je zaznamenávána v celém průběhu zatěžování (tzn. při zatěžování, při časové prodlevě při maximálním zatížení, při odlehčování). Pomocí těchto křivek zjišťujeme elasticko – plastické vlastnosti materiálu. Nanoindentor Shimadzu DUH 202 je zobrazen na *Obr. 13* a skládá z těchto hlavních částí: [2]

- měřicí a řídicí jednotka
- počítač
- mikroskop se dvěma objektivy se zvětšením 20x a 100x

Přístrojem je možné dosáhnout zatížení v rozmezí od 0,01g do 200g s přesností 0,001g. Další výhodou přístroje je možnost měřit okamžitou hloubku průniku indentoru v rozsahu od 0  $\mu\text{m}$  do 25  $\mu\text{m}$  s přesností 0,001  $\mu\text{m}$ . Nanoindentor pracuje v několika módech. Pro naše potřeby jsme používali módy 2 a 7.

### Mód 2

V tomto módu se měří indentační křivka v celém průběhu jejího zatěžování. Nejprve se hrot dotkne vzorku a začne ho zatěžovat až do maximálního zatížení. Následuje desetivteřinová časová prodleva a poté se hrot začne odlehčovat až do minimální hodnoty.

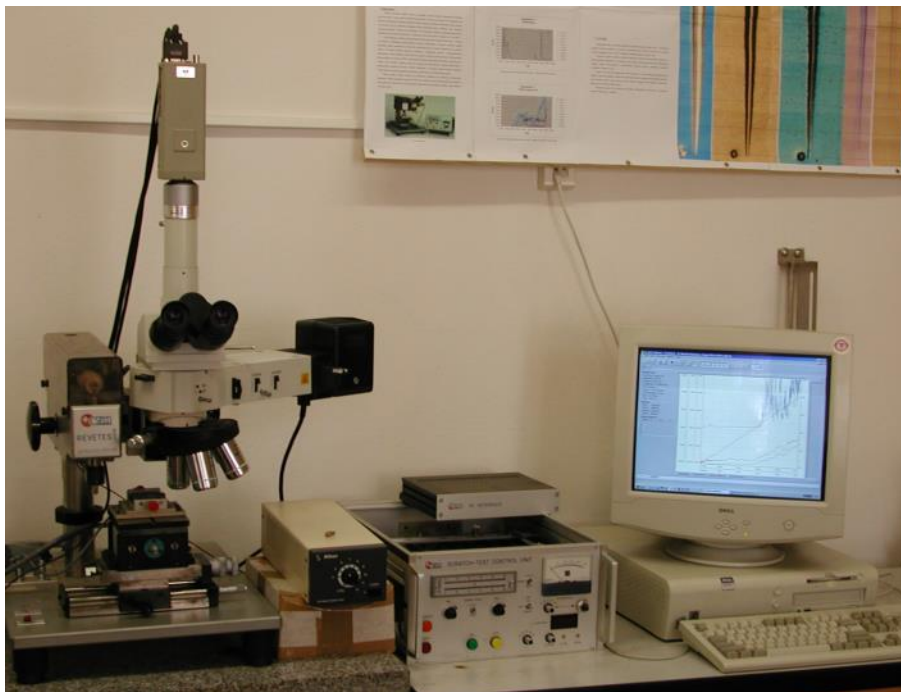
### Mód 7

V tomto módu se také měří indentační křivka podobně jako v módě 2, ovšem v cyklické podobě s postupným zvyšováním konečné normálové síly až do dosažení maximální hodnoty zatížení.

| Počet měření při konkrétním zatížení v konkrétním módu |       |       |
|--|-------|-------|
| Zatížení   | Mód 2 | Mód 7 |
| 5 g  | 10 x  | 0 x   |
| 25 g   | 10 x  | 1 x   |
| 200 g  | 5 x   | 1 x   |

Tab. 7 – Počet měření na nanoindentoru v jednotlivých módech

Pozn.: z důvodu omezení rozsahu bakalářské práce, bude vždy od každého zatížení v módu 2 uveden jen jeden graf. V diskuzi výsledků pak budou zahrnuta všechna měření.



*Obr. 12 – Scratch test CSEM REVETEST*



*Obr. 13 – Nanoindentor Shimadzu DUH 202*

## 4.2 Nanotvrdost (mikrotvrdost)

Z důvodu mále tloušťky vrstev, která se pohybuje od několika desítek *nm* a až po několik  $\mu\text{m}$  se používá nanotvrdost místo mikrotvrdosti, protože by mohlo dojít k ovlivnění výsledků měření vlastnostmi samotného substrátu. To by způsobilo velmi nepřesné měření.

K hodnocení nanotvrdosti použijeme přístroj Shimadzu DUH 202, který zaznamenává nanoindentační křivky. Z těch pak lze po přepočítání sklonu křivky a maximální hloubky průniku indentoru vyčíst konkrétní hodnoty nanotvrdosti. [2]

Značení vzorků:

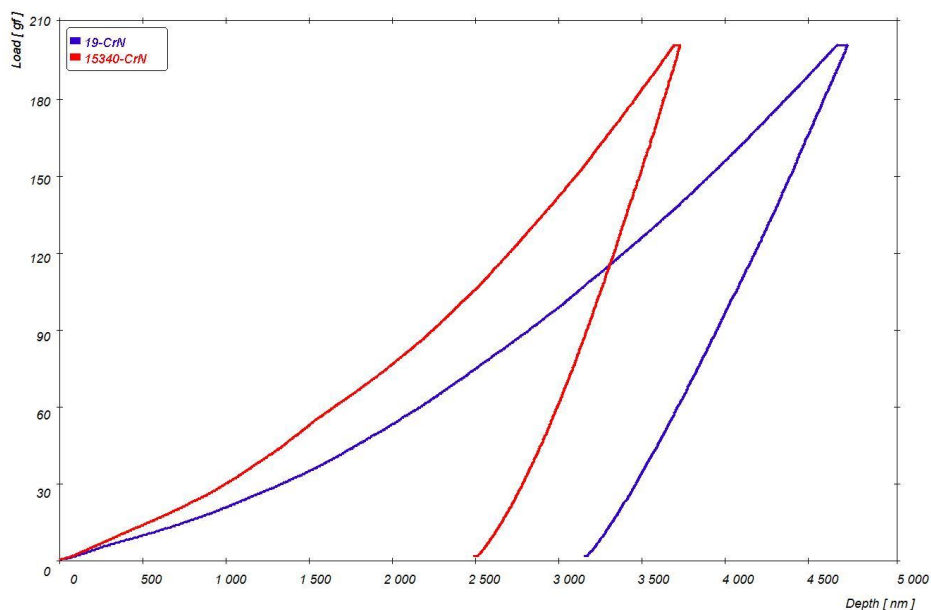
- CRD – rychlořezná ocel 19 901.4 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN)
- CRC – rychlořezná ocel 19 901.4 s tenkou vrstvou CrN
- CRT – rychlořezná ocel 19 901.4 s tenkou vrstvou TiCN
- CPD – konstrukční ocel 15 340.4 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN)
- CPC – konstrukční ocel 15 340.4 s tenkou vrstvou CrN
- CPT – konstrukční ocel 15 340.4 s tenkou vrstvou TiCN

Vzorky budeme měřit v módu 2 (klasické zatěžování), a poté v módu 7 (cyklické zatěžování). Při zatížení 200 g se sleduje vliv tenké vrstvy na celkové vlastnosti systému tenká vrstva – substrát. Při zatížení 25 g se sledují vlastnosti na rozhraní tenké vrstvy a substrátu. Při nejmenším zatížení 5 g se sledují vlastnosti jednotlivých zrn bez výraznějšího vlivu substrátu. Každá hodnota zatížení (200 g, 25 g, 5 g) má jinou rychlost zatěžování.



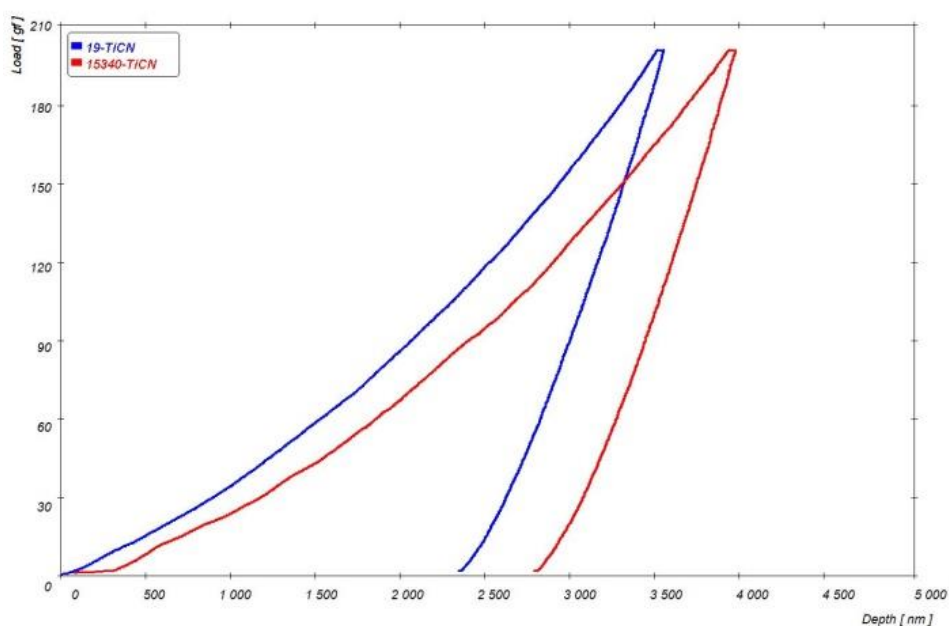
Obr. 14 – přehled vzorků

#### 4.2.1 Naměřené hodnoty



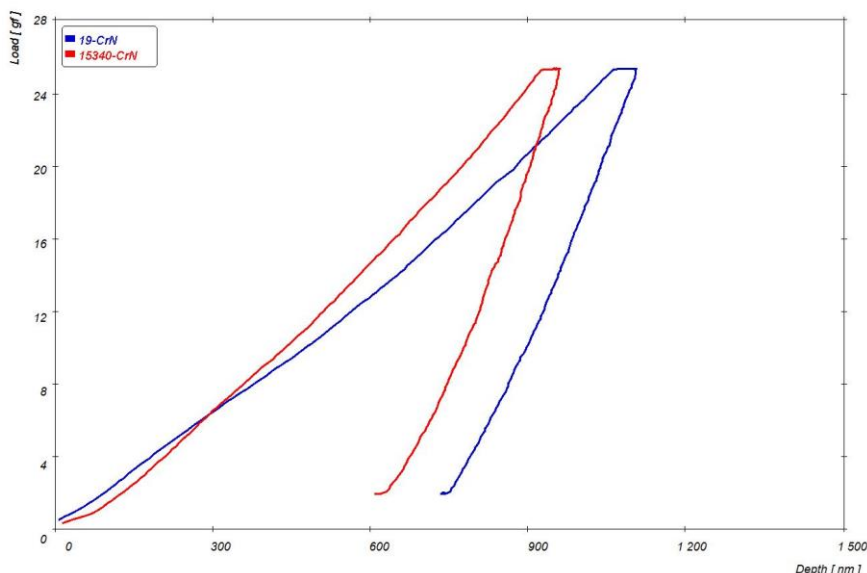
Obr. 15 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRC a CPC

Z výsledků na Obr. 15 je patrné, že se vzorky při zatížení 200 g liší. Je vidět, že substrát má vliv na výslednou hloubku proniknutí hrotu do vrstvy a na sklon indentační křivky. U vzorku z rychlořezné oceli dochází k většímu zpevnění materiálu (větší sklon indentační křivky) a dosažená hloubka vtisku je menší v porovnání se vzorkem z ocele třídy patnáct. Můžeme tedy říci, že vzorek z rychlořezné oceli dosahuje větší tvrdosti než vzorek z ocele třídy patnáct při použití stejné tenké vrstvy CrN. Dále můžeme říci, že poměr mezi elastickou a plastickou deformací se také značně liší. Vzorek z ocele třídy patnáct má větší podíl plastické deformace než vzorek z rychlořezné oceli.



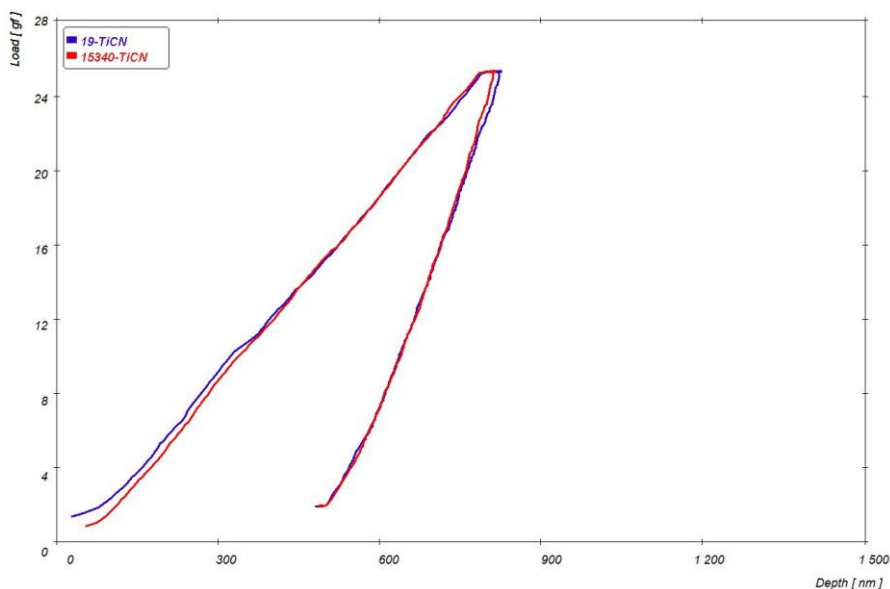
Obr. 16 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRT a CPT

Z výsledků na Obr. 16 je opět patrné, že se vzorky při zatížení 200 g liší. Je vidět, že vzorek z rychlořezné oceli dosahuje vyšší tvrdosti než vzorek z ocele třídy patnáct při použití stejné tenké vrstvy TiCN. Vzorek z ocele třídy patnáct dosáhl většího podílu plastické deformace než vzorek z rychlořezné oceli.



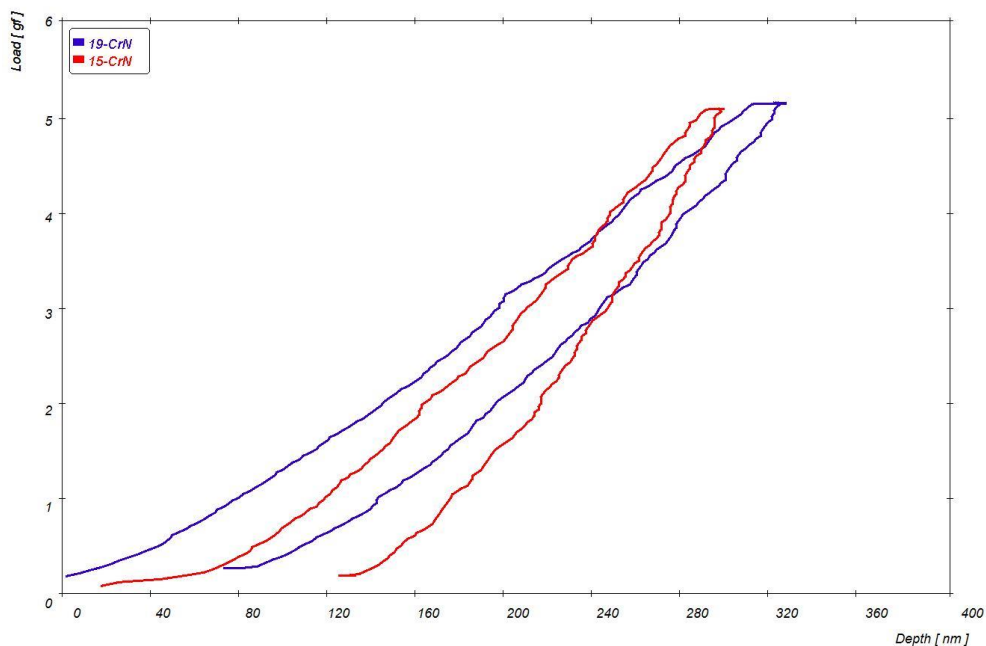
Obr. 17 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRC a CPC

Z výsledků na Obr. 17 vidíme, že průběh křivek při zatížení 25 g je jiný než při zatížení 200 g. Substrát z oceli třídy patnáct dosáhl většího zpevnění a tvrdosti než vzorek z rychlořezné oceli při použití stejné tenké vrstvy CrN. Zároveň má vzorek z rychlořezné oceli větší podíl plastické deformace.



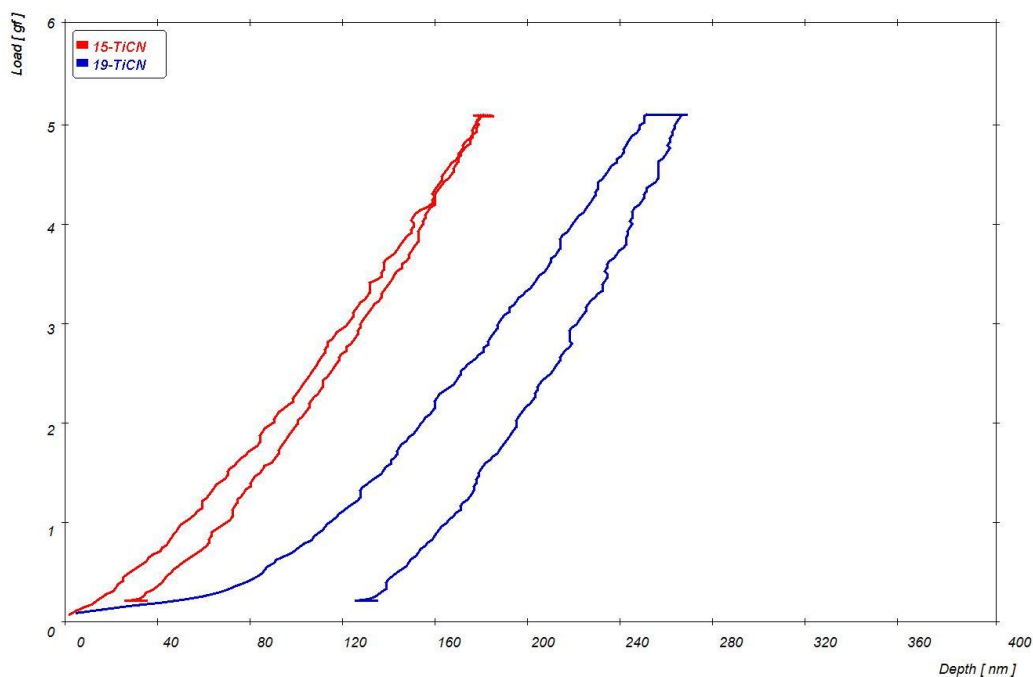
Obr. 18 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRT a CPT

Z výsledků na Obr. 18 vidíme, že průběhy obou indentačních křivek jsou hodně podobné. Dosažené hloubky vtisků jsou téměř identické a proto i výsledná tvrdost je téměř stejná. Podíl plastické a elastické deformace je také hodně podobný.



Obr. 19 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRC a CPC

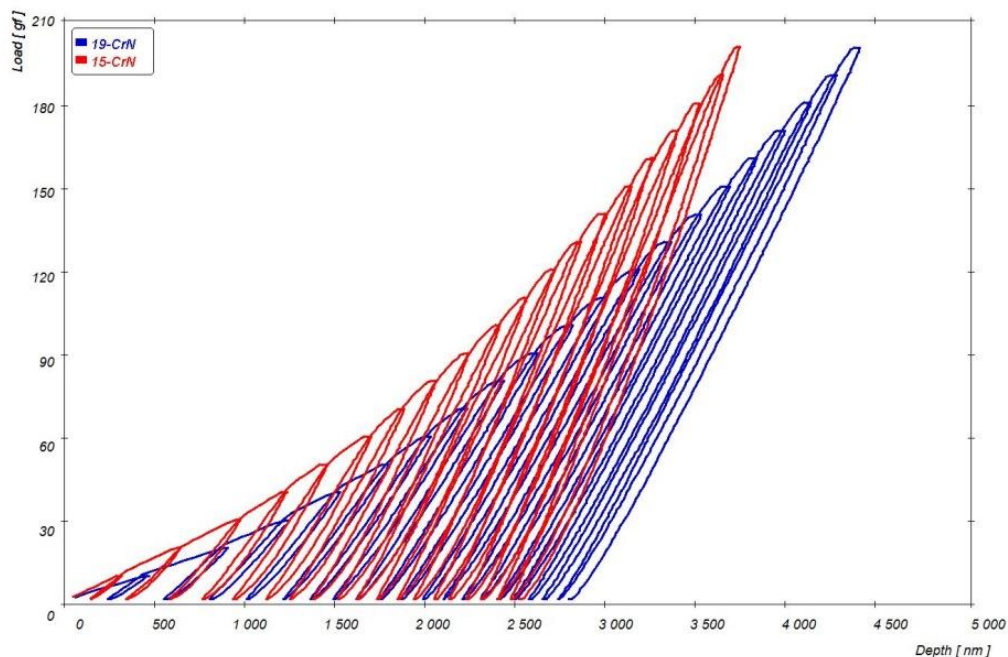
Z výsledků na Obr. 19 vidíme, že substrát z ocele třídy patnáct dosáhl většího zpevnění a větší tvrdosti než vzorek z rychlořezné oceli. Podíl plastické deformace je větší u vzorku z rychlořezné oceli. Kvůli malému zatížení a vnějším vlivům (nerovnosti, hranice zrn atd.) jsou průběhy křivek „kotrbaté“.



Obr. 20 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRT a CPT

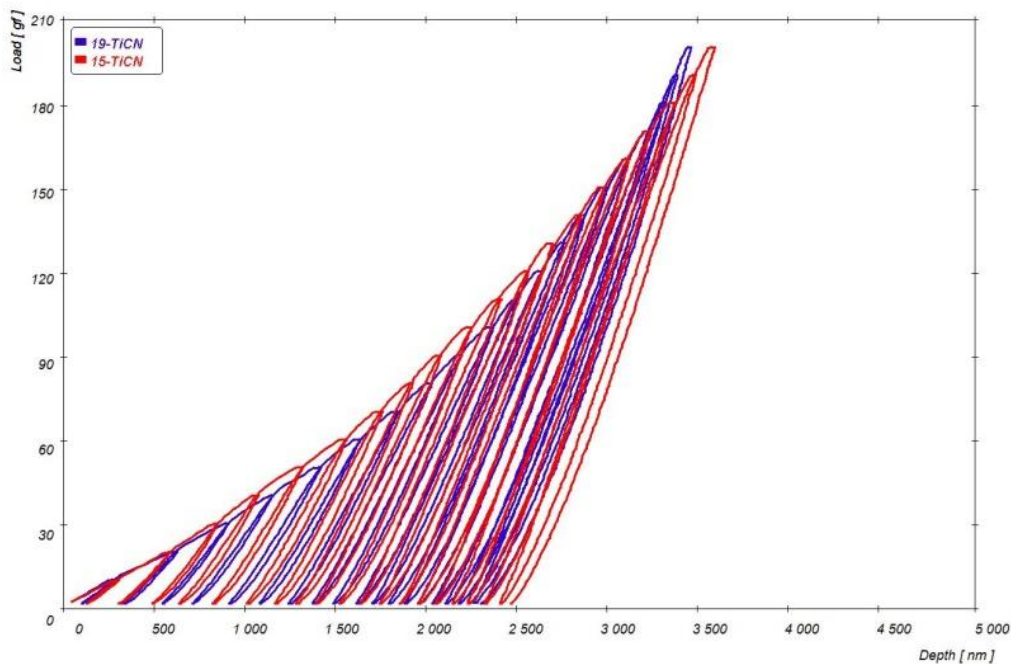
Z výsledků na Obr. 20 vidíme hodně rozdílné průběhy indentačních křivek. Vzorek z ocele třídy patnáct dosáhl výrazně vyššího zpevnění a tvrdosti, než vzorek z rychlořezné oceli. Zároveň má vzorek z rychlořezné oceli výraznější podíl plastické deformace.





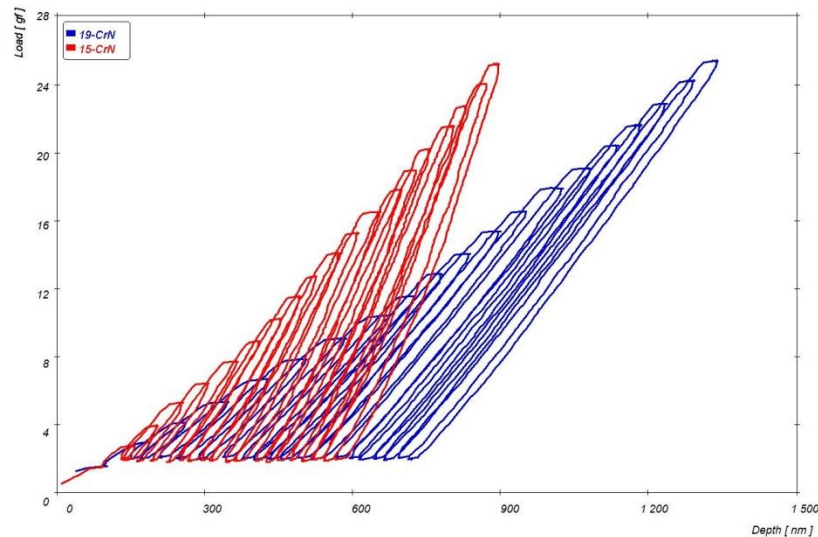
Obr. 21 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRC a CPC

Na Obr. 21 jsou výsledky průběhu cyklického zatěžování (mód 7). Cyklické indentační křivky přinášejí komplexnější pohled na změny ve vlastnostech a chování povrchu systémů tenká vrstva – substrát. Na obou vzorcích je vidět zpevnění povrchových vrstev. U vzorku z ocele třídy patnáct je vidět větší zpevnění a tím pádem je i celková tvrdost větší než u vzorku z rychlořezné oceli při použití stejné tenké vrstvy CrN. Z výsledku měření je také patrné, že vzorek z rychlořezné oceli má větší podíl plastické deformace.



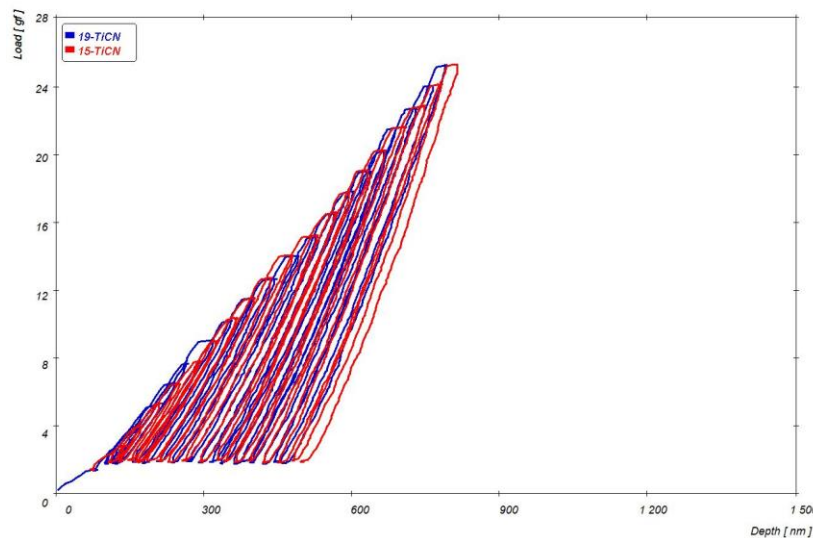
Obr. 22 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRT a CPT

Z výsledků na Obr. 22 je vidět, že průběhy obou cyklických indentačních křivek jsou velmi podobné. Došlo k přibližně stejnému zpevnění a tím pádem i podobné tvrdosti u obou vzorků. Zároveň je podíl plastické a elastické deformace velmi podobný.



Obr. 23 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRC a CPC

Na Obr. 23 vidíme hodně rozdílné průběhy indentačních křivek. U vzorku z oceli třídy patnáct došlo k výrazně vyššímu zpevnění než v případě vzorku z rychlořezné oceli. Zároveň má vzorek z rychlořezné oceli výrazně vyšší podíl plastické deformace.



Obr. 24 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRT a CPT

Z výsledků na Obr. 24 je vidět, že průběhy obou cyklických indentačních křivek jsou velmi podobné. Došlo k přibližně stejnému zpevnění a tím pádem i podobné tvrdosti u obou vzorků. Zároveň je podíl plastické a elastické deformace velmi podobný.

### 4.3 Vrypová indentace (vrypová zkouška)

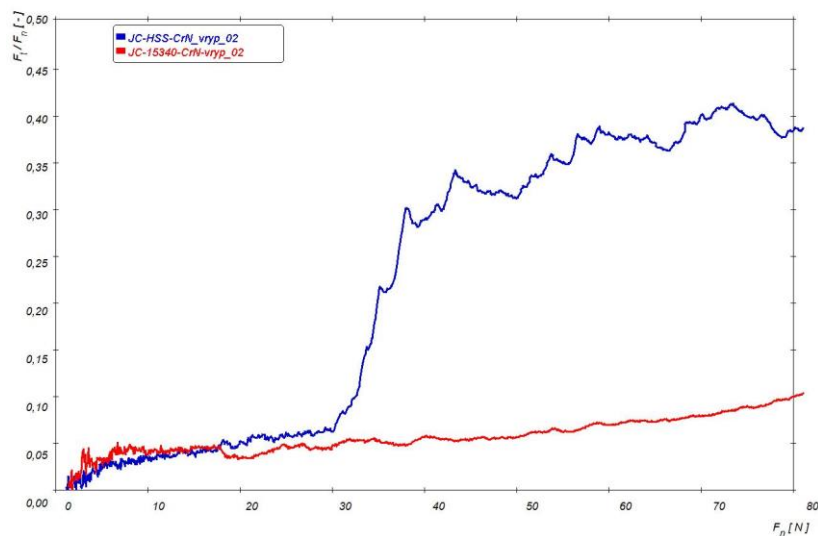
K hodnocení vrypové indentace použijeme přístroj Scratch Test CSEM REVETEST. Tímto přístrojem zjistíme adhezivně – kohezivní chování systému tenká vrstva – substrát, hodnocení normálové a tečné síly, signál akustické emise a koeficient tření.

Pro hodnocení vrypu je důležitý nejen samotný průběh vrypové zkoušky ale i samotný vryp. Z průběhu vrypové zkoušky získáme informace o tečné a normálové síle, akustické emisi a koeficientu tření. Z morfologie vrypu dostaneme informace o četnosti, velikosti a místě porušení. Také zjistíme šířku vrypu. [2]

Značení vzorků:

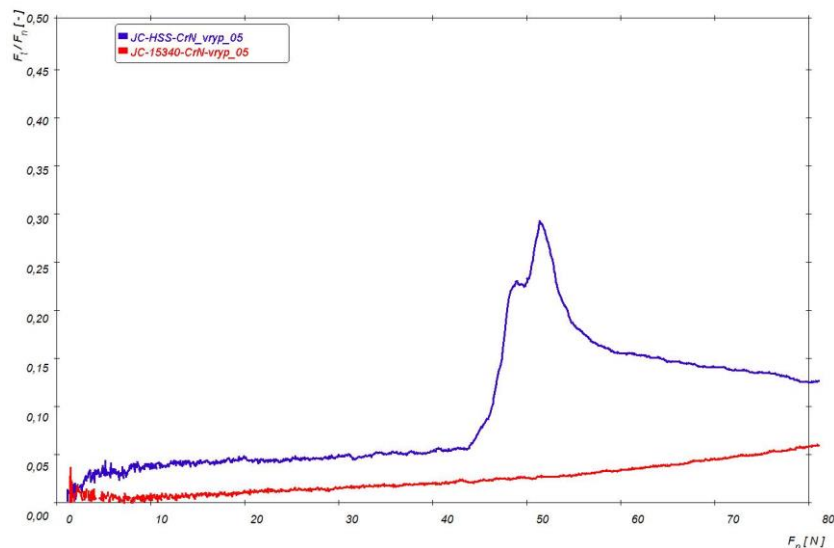
- JC-HSS-CrN-vryp-02 – rychlořezná ocel 19 901 s tenkou vrstvou CrN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-HSS-CrN-vryp-05 – rychlořezná ocel 19 901 s tenkou vrstvou CrN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm
- JC-HSS-duplex-vryp-02 – rychlořezná ocel 19 901 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN), vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-HSS-duplex-vryp-05 – rychlořezná ocel 19 901 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN), vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm
- JC-HSS-TiCN-vryp-02 – rychlořezná ocel 19 901 s tenkou vrstvou TiCN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-HSS-TiCN-vryp-05 – rychlořezná ocel 19 901 s tenkou vrstvou TiCN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm
- JC-15340-CrN-vryp-02 – konstrukční ocel 15 340 s tenkou vrstvou CrN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-15340-CrN-vryp-05 – konstrukční ocel 15 340s tenkou vrstvou CrN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm
- JC-15340-duplex-vryp-02 – konstrukční ocel 15 340 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN), vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-15340-duplex-vryp-05 – konstrukční ocel 15 340 s duplexní vrstvou (nitridace + tenká vrstva CrN), vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm
- JC-15340-TiCN-vryp-02 – konstrukční ocel 15 340 s tenkou vrstvou TiCN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,2 mm
- JC-15340-TiCN-vryp-05 – konstrukční ocel 15 340 s tenkou vrstvou TiCN, vryp vytvořen Rockwellovým indentorem o poloměru 0,5 mm

### 4.3.1 Naměřené hodnoty



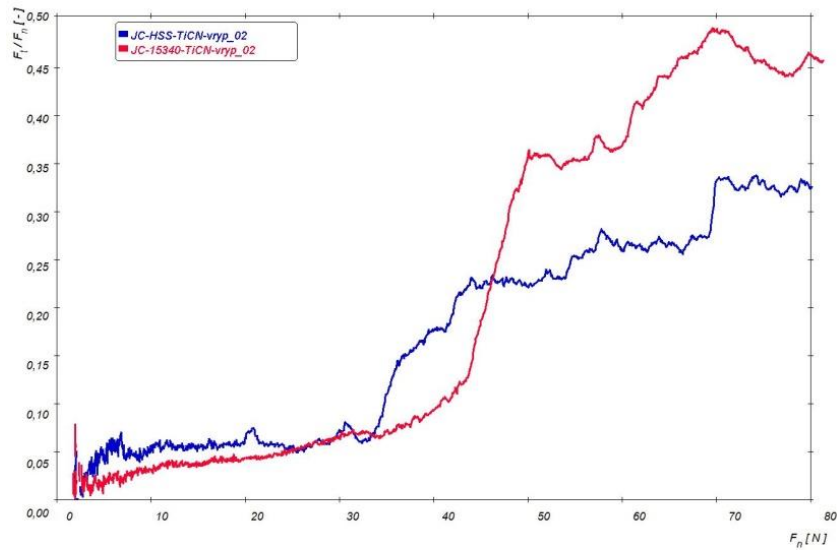
Obr. 25 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-02 a JC-15340-CrN-vryp-02

Z výsledků na Obr. 25 je patrné, že vrypky vzniklé hrotem o poloměru zakřivení 0,2 mm jsou rozdílné. Koeficient tření je vyšší u vzorku z rychlořezné oceli. To je způsobeno tím, že rychlořezná ocel je tvrdší a klade hrotu větší odpor při vytváření vrypu. Obecně můžeme říci, že koeficient tření je vyšší, když použijeme menší hrot. Menší hrot se dostane do větší hloubky a vyvolá větší pnutí a větší plastickou deformaci, proto mají vrypky vzniklé menším hrotem větší součinitel tření.

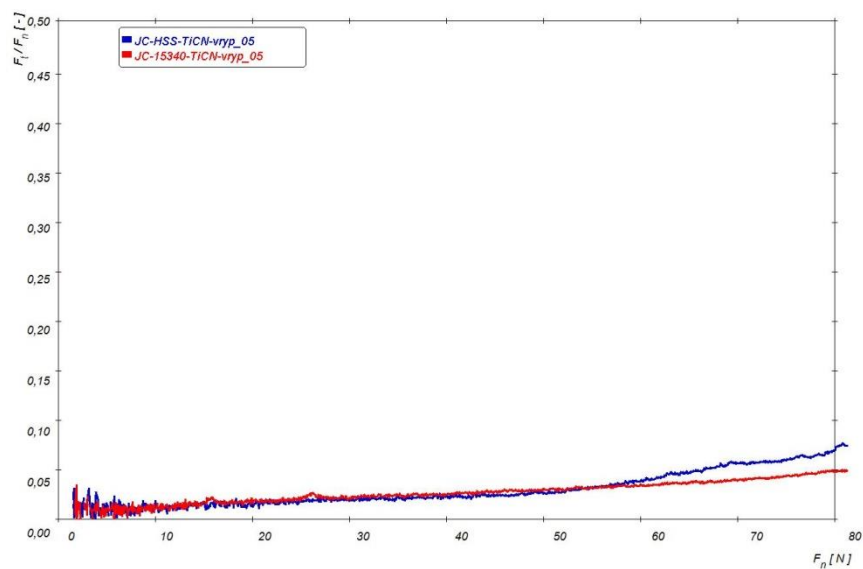


Obr. 26 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-05 a JC-15340-CrN-vryp-05

Z výsledků na Obr. 26 je vidět, že se při vytváření vrypu na vzorku z rychlořezné oceli nahromadil materiál, který způsobil prudký nárůst koeficientu tření a vytvořil v grafu „zub“. Když se materiál odtrhl tak koeficient tření zase poklesl.

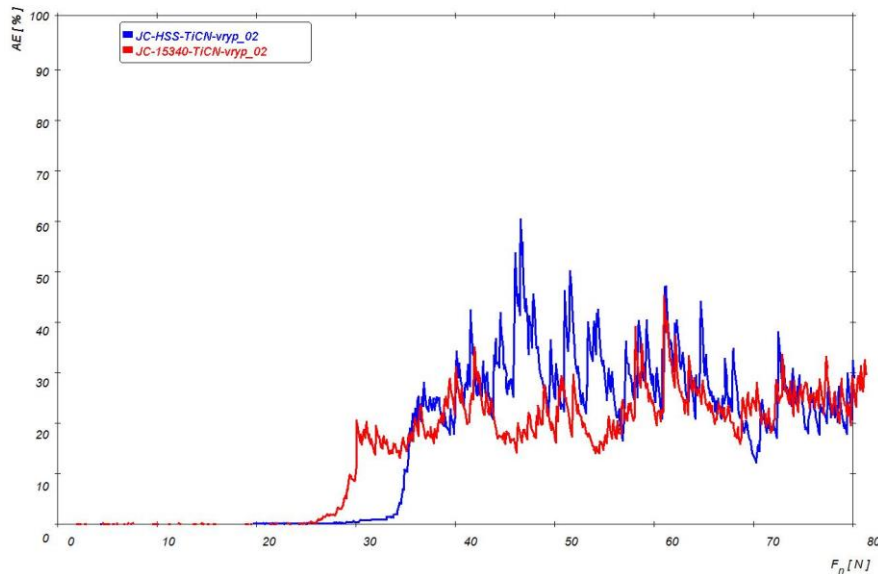


Obr. 27 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-TiCN-vryp-02 a JC-15340-TiCN-vryp-02



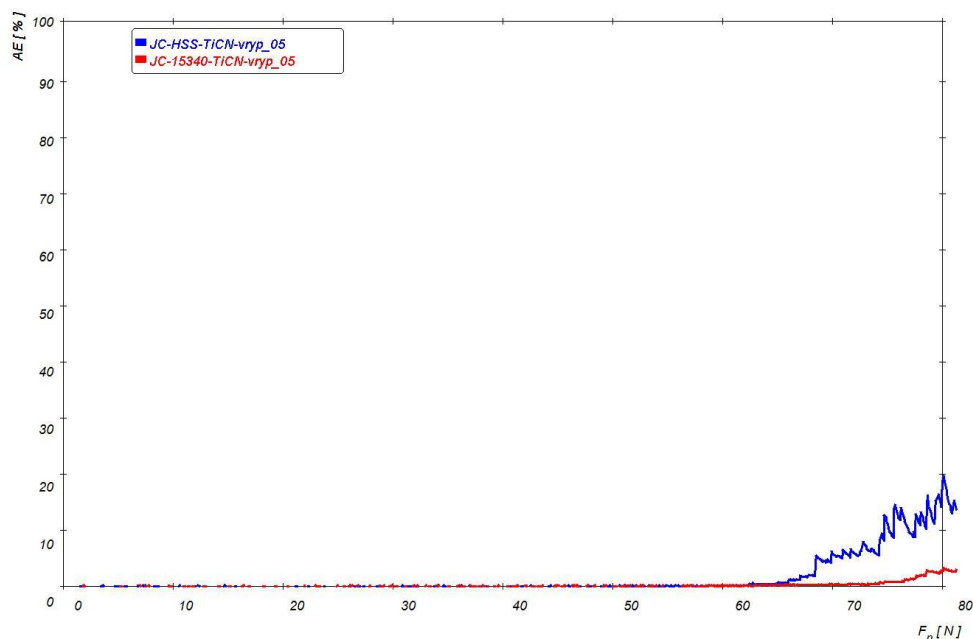
Obr. 28 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-TiCN-vryp-05 a JC-15340-TiCN-vryp-05

Při porovnání výsledků z Obr. 27 a Obr. 28 je opět vidět, že v případě použití menšího hrotu dojde k výraznému nárůstu koeficientu tření. V porovnání všech čtyř grafů můžeme také prohlásit, že tenké vrstvy CrN je houževnatější než tenké vrstvy TiCN.



Obr. 29 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02

Z výsledků na Obr. 29 je patrné, že průběh zvukové emise je u obou vzorků podobný. Z grafu můžeme vidět, kdy se odtrhla část vrstvy od substrátu. To je způsobeno prudkým nárůstem akustické emise a následným prudkým poklesem („špičky“).



Obr. 30 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05

Z výsledků na Obr. 30 vidíme, že akustická emise je zanedbatelně malá ve srovnání s Obr. 29. U vzorku rychlořezné oceli dojde k nárůstu akustické emise až ke konci vrypu, kdy je hrot nejhloběji. Obecně můžeme říci, že akustická emise je vyšší, když použijeme menší hrot. Menší hrot se dostane do větší hloubky a vyvolá větší pnutí a větší plastickou deformaci, proto mají vrypy vzniklé menším hrotem větší akustickou emisi.

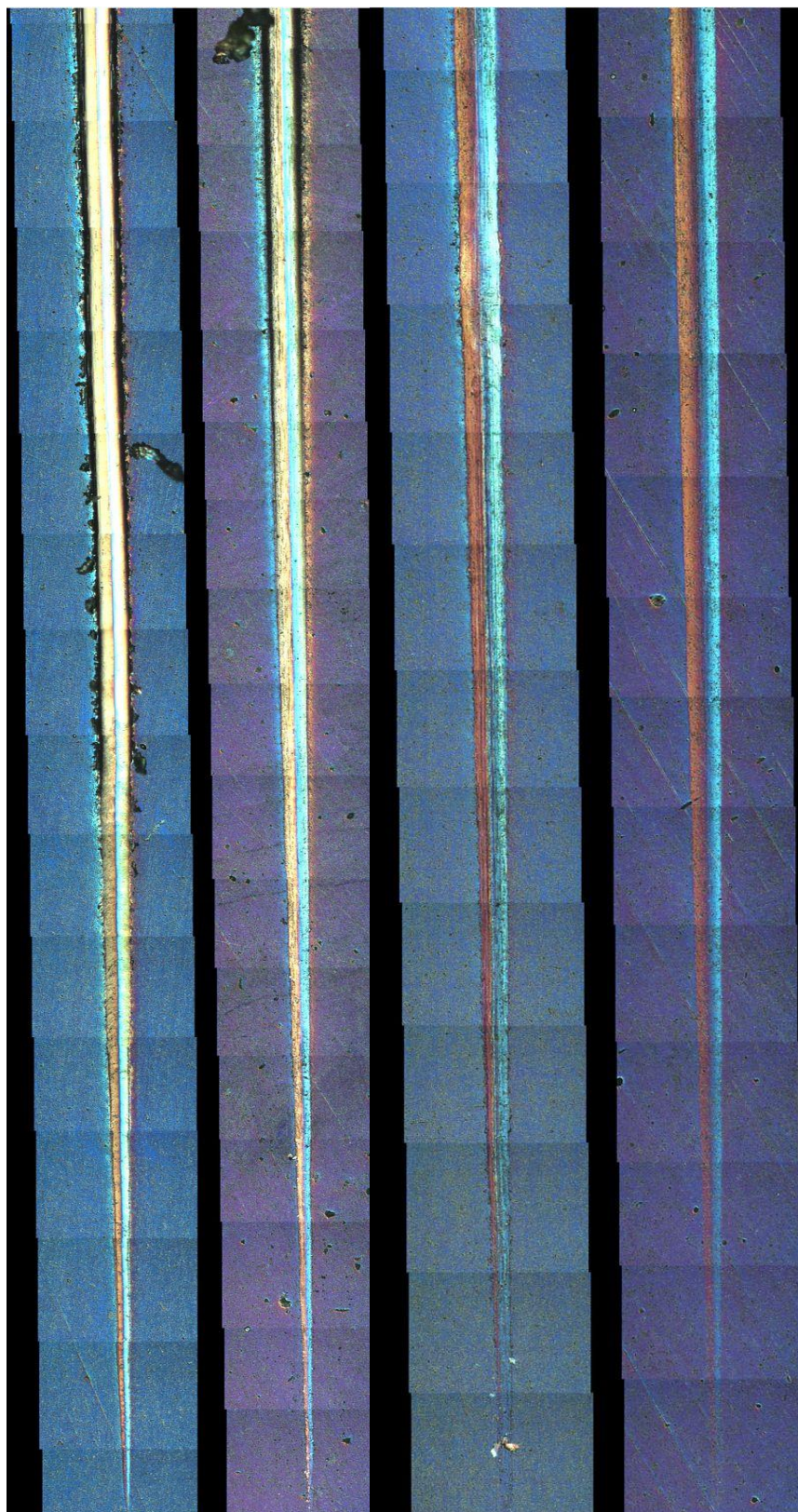
#### 4.3.2 Hodnocení vrypů

Pro celkové hodnocení vrypů je potřeba souběžné hodnocení morfologie vrypu (četnost a velikost porušení, šířka vrypu atd.) a záznam součinitele tření a akustické emise.

Pomocí světelného mikroskopu NIKON Optiphot 100S a digitální kamery SONY DCX – 151 AP RGB jsme mohli digitalizovat obrazové informace do počítače. Vytvořila se série fotografií (zvětšení 200x), kterou jsme v programu Matlab slepili dohromady v ucelený obraz. Tím nám vznikla morfologie vrypu. Vrypy byly zdokumentovány pomocí světlého i tmavého pole.

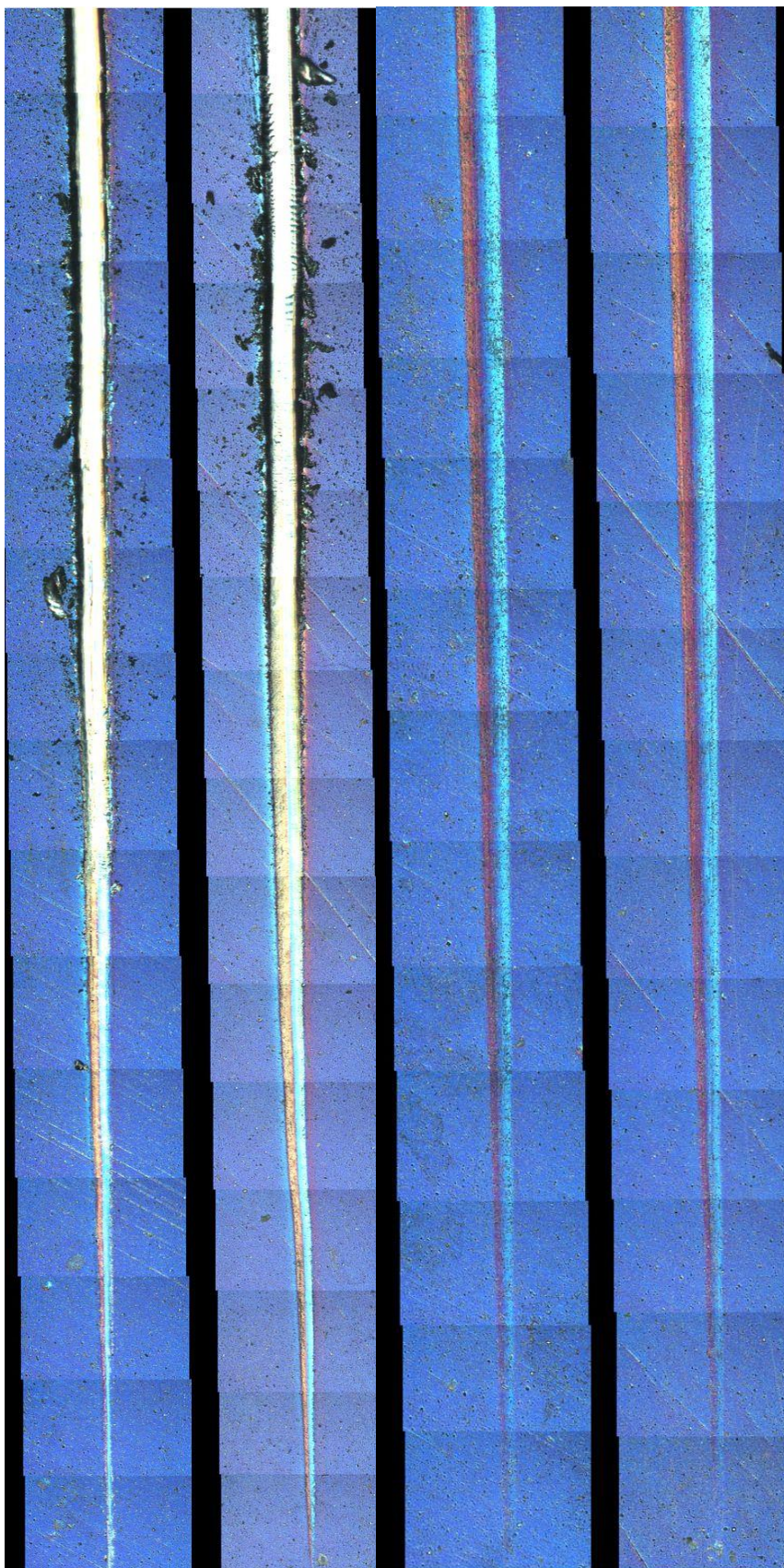
Na vzorcích kde jsme vytvořili vrypy a statické vtisky hledáme výrazné adhezivně – kohezivní poruchy. Detaily poruch byly morfologicky zvýrazněny pomocí mikroskopických metod. Používali jsme hlavně Nomarského diferenciální kontrast a polarizaci. [2]





Obr. 31 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s tenkou vrstvou CrN, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02, JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-02

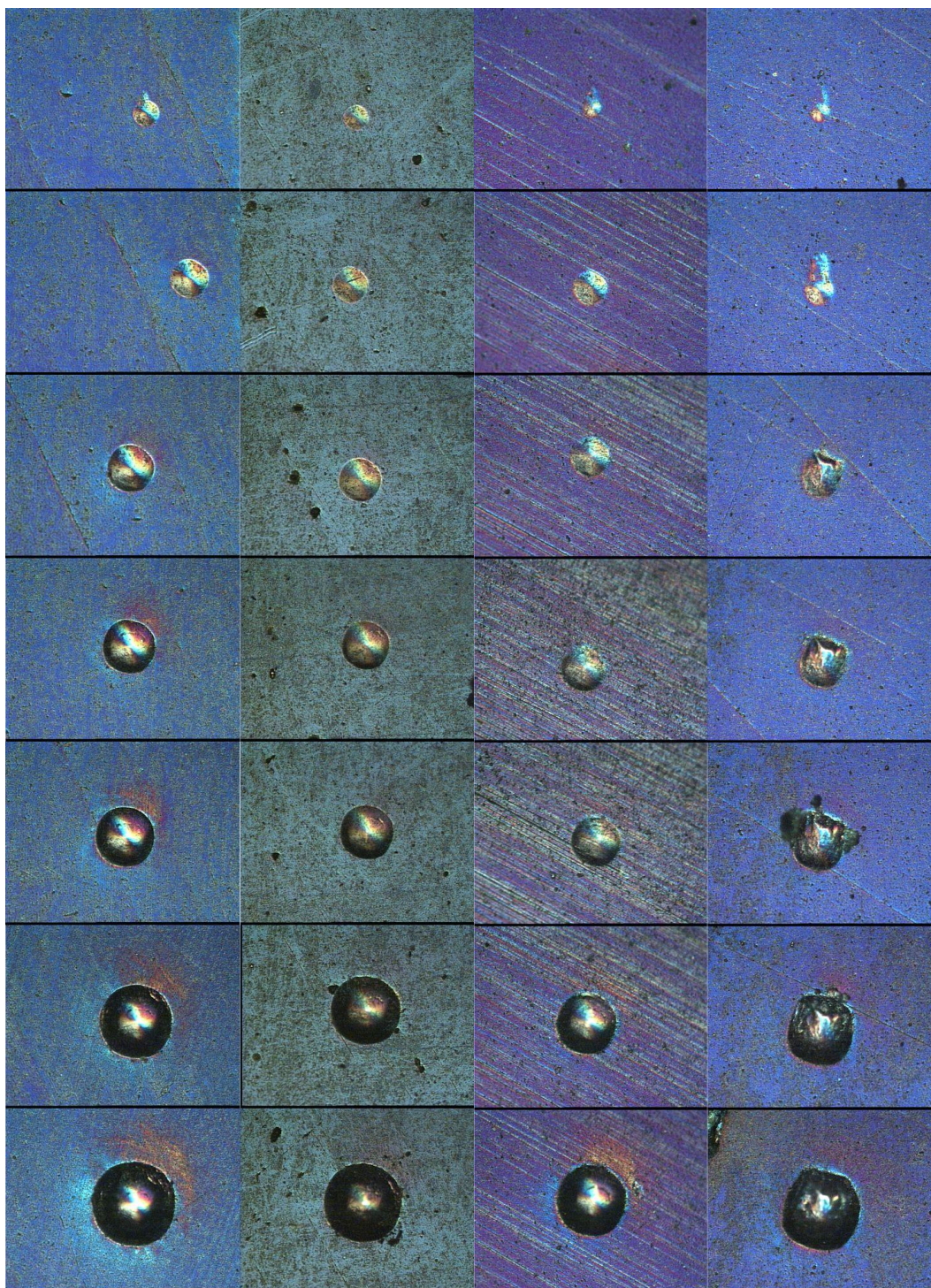




Obr. 32 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s tenkou vrstvou TiCN, zleva: JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05



### 4.3.3 Hodnocení vtisků



Obr. 33 – porovnání morfologie vtisků na vzorcích s tenkou vrstvou TiCN a CrN, zleva: JC-HSS-CrN-vtisk-02, JC-15340-CrN-vtisk-02, JC-HSS-TiCN-vtisk-02, JC-15340-TiCN-vtisk-02

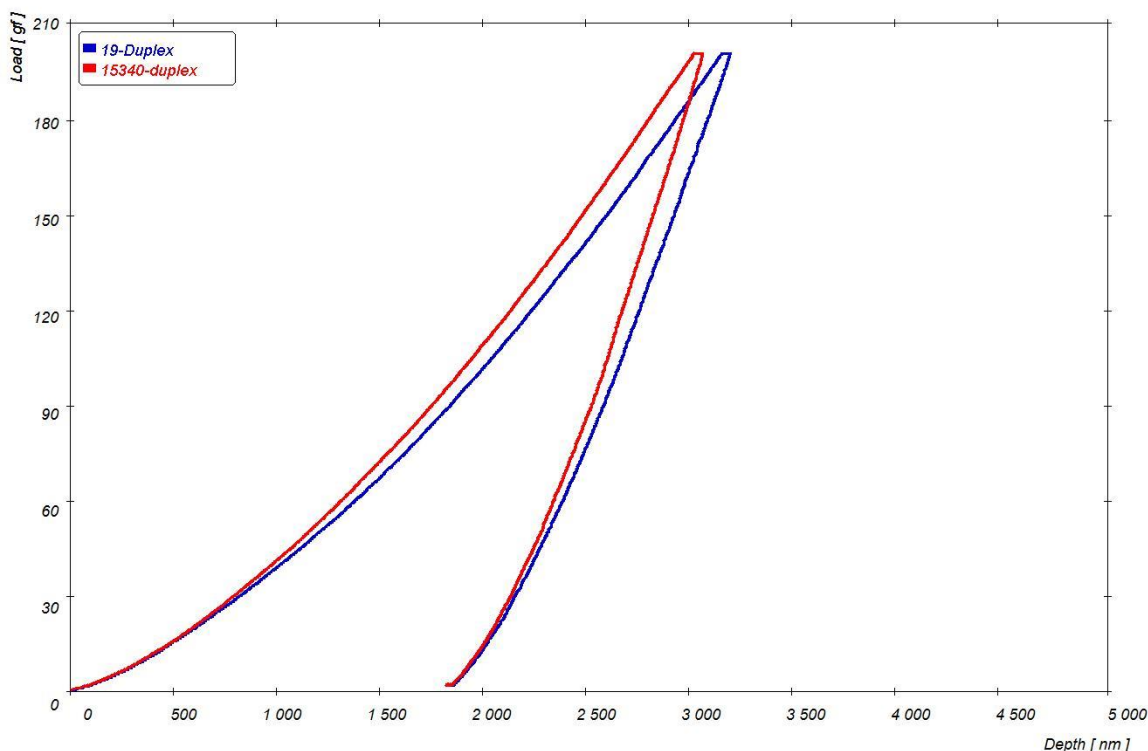
Na *Obr. 33* je porovnání morfologie vtisků provedených indentorem 0.2 mm. Je zde patrná velká deformace, která působí vysoké pnutí v povrchových vrstvách a následkem toho dochází k praskání povrchové vrstvy. S rostoucí normálovou silou je patrný nárůst deformace a tím roste praskání na okraji vtisku. Porušení v okolí vtisku je rozdílné pro jednotlivé vzorky v podobném trendu, jako bylo pozorováno u morfologie vrypů.

## 5. Hodnocení vlastností a chování vybraných duplexních tenkovrstvých systémů

V následující kapitole se budeme zabývat hodnocením duplexních tenkovrstvých systémů. Jak již bylo výše zmíněno, duplexní vrstva je charakteristická tím, že spojuje dvě technologie úpravy povrchu. Substrát nejprve projde chemicko-tepelným zpracováním (cementace, nitridace). Poté následuje povlakování tenkou vrstvou.

Měření a hodnocení duplexních vrstev bude probíhat na stejných měřicích přístrojích a za stejných podmínek jako hodnocení tenkých vrstev. Značení vzorků bude stejné jako v minulé kapitole. Abychom dostali lepší představu o vlastnostech duplexních vrstev, budeme je v následující kapitole srovnávat s již naměřenými hodnotami tenkých vrstev z předchozí kapitoli.

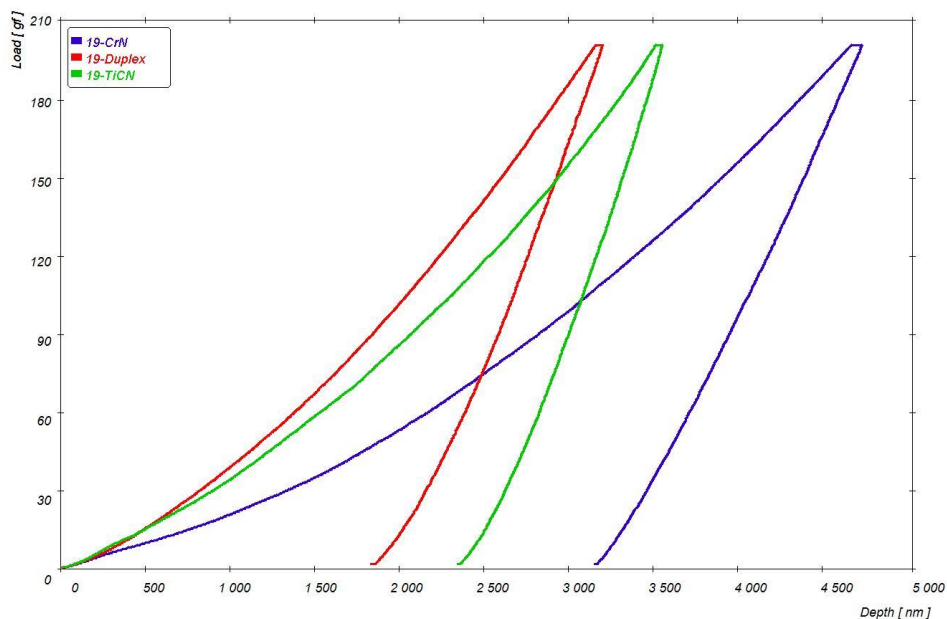
### 5.1 Nanotvrdost (mikrotvrdost)



Obr. 34 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD a CPD

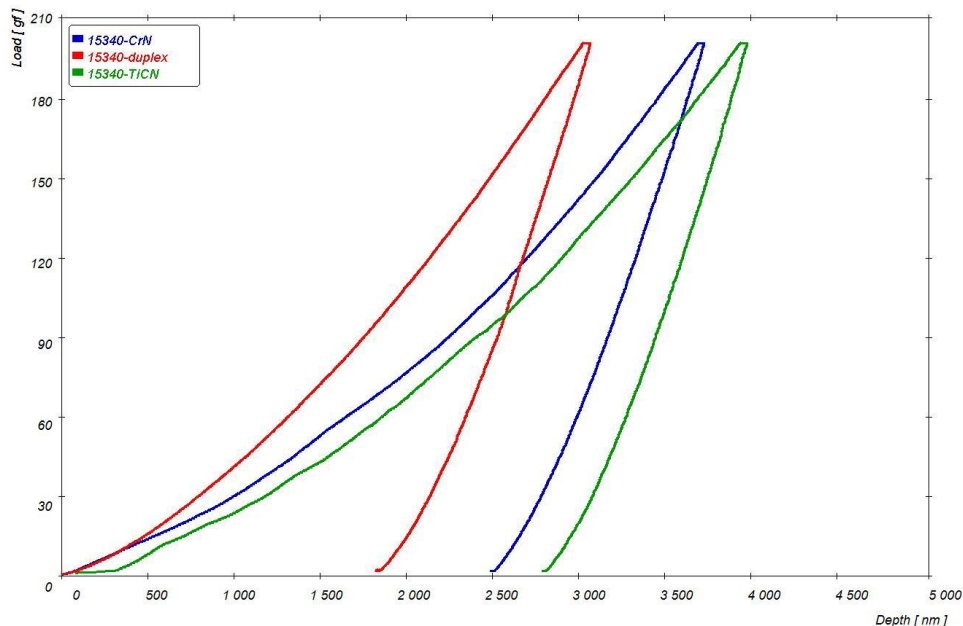
Na Obr. 34 porovnáváme duplexní vrstvu na dvou různých substrátech. Z grafu vidíme, že průběhy obou křivek jsou podobné, ale vyššího zpevnění a tedy vyšší tvrdosti dosáhl substrát z ocele třídy patnáct.





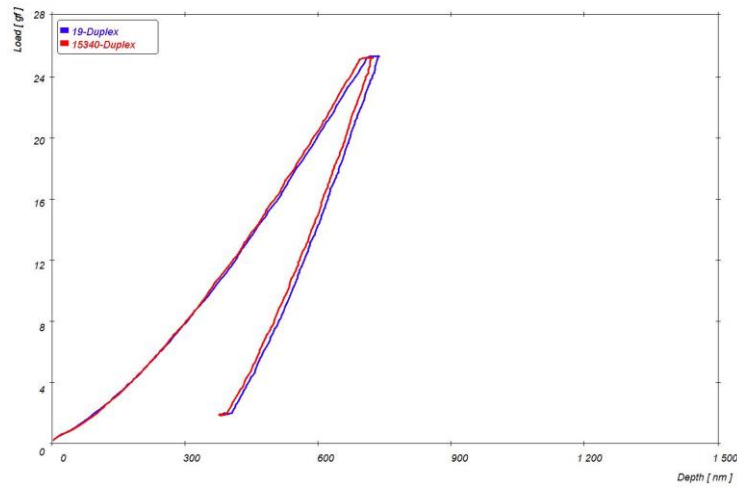
Obr. 35 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD, CRT, CRC

Na Obr. 35 máme vzorky z rychlořezné oceli se třemi různými povrchovými úpravami. Z grafu je dobře vidět, že duplexní vrstva dosáhla největšího zpevnění a tudíž největší tvrdosti. Vrstva CrN, která je nejhouževnatější, naopak dosáhla nejmenšího zpevnění a nejmenší tvrdosti a zároveň má největší podíl plastické deformace.

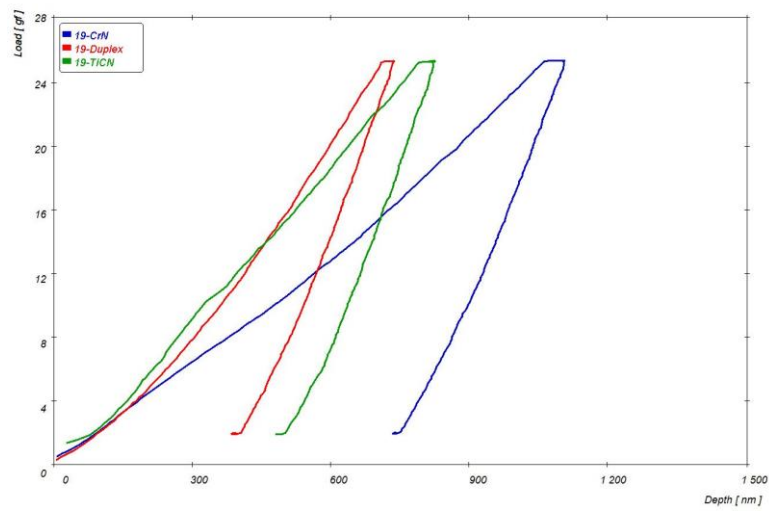


Obr. 36 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CPD, CPT, CPC

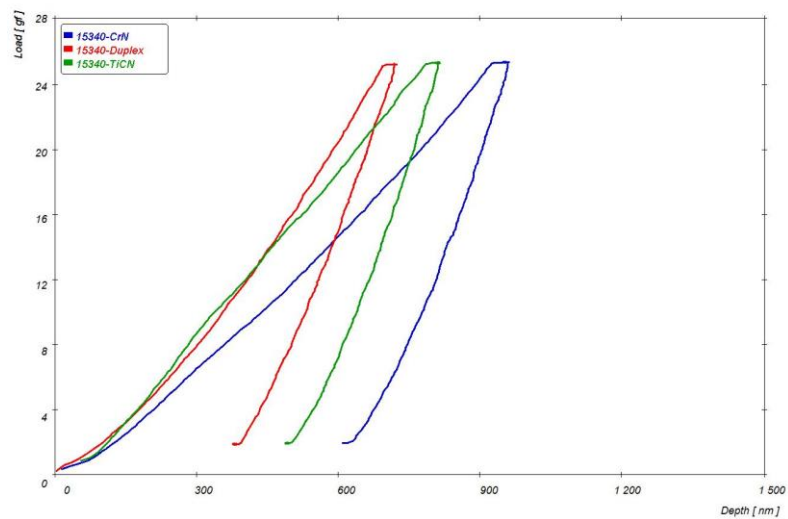
Na Obr. 36 vidíme vzorky z oceli třídy patnáct s těmi samými povrchovými úpravami. Opět vidíme, že duplexní vrstva dosáhla největšího zpevnění a tím i největší tvrdosti. V tomto případě nejmenšího zpevnění a tím i nejmenší tvrdosti dosáhla tenká vrstva TiCN, která má zároveň největší podíl plastické deformace.



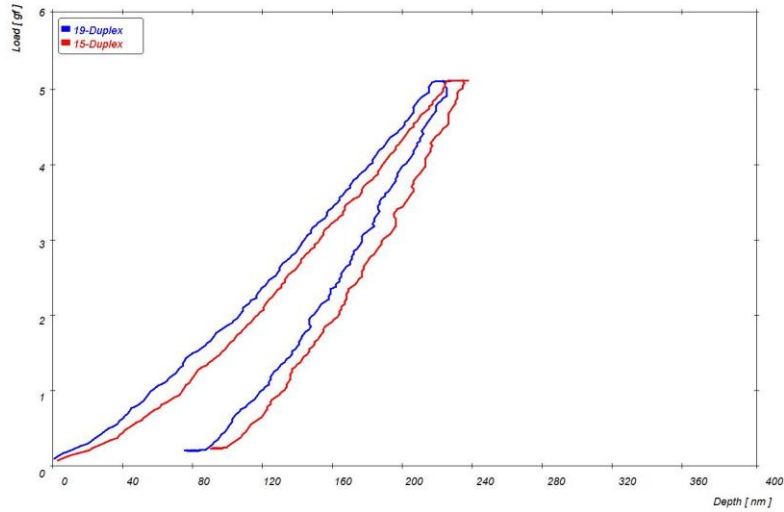
Obr. 37 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CPD



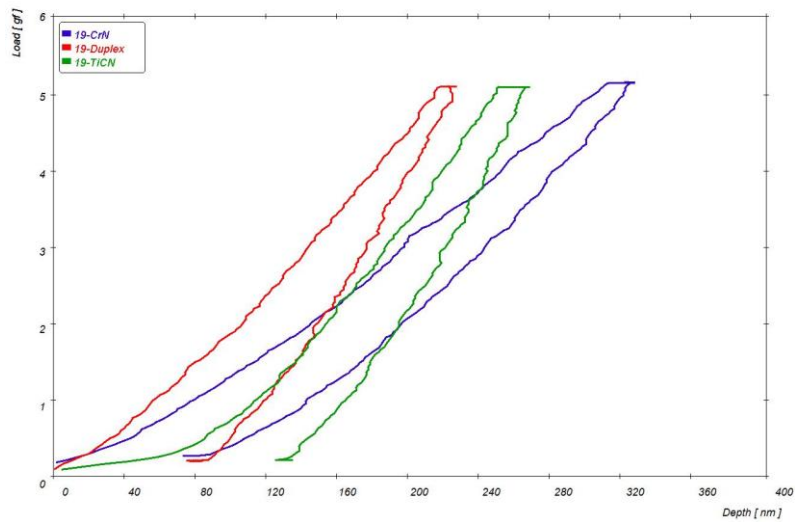
Obr. 38 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CRT, CRC



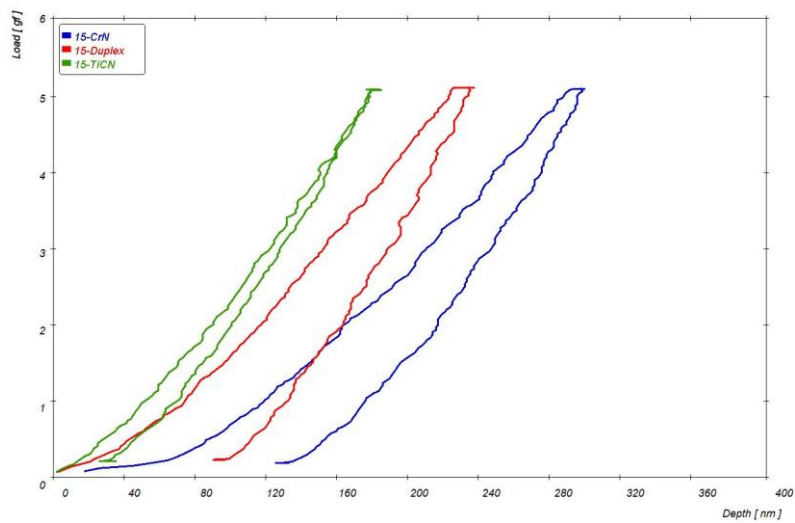
Obr. 39 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CPD, CPT, CPC



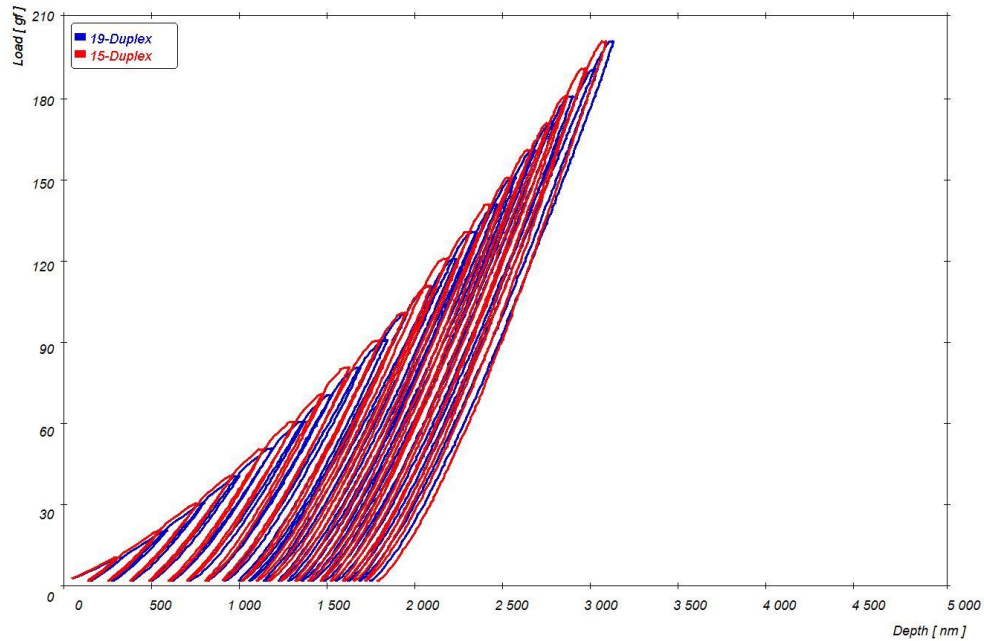
Obr. 40 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRD, CPD



Obr. 41 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRD, CRT, CRC

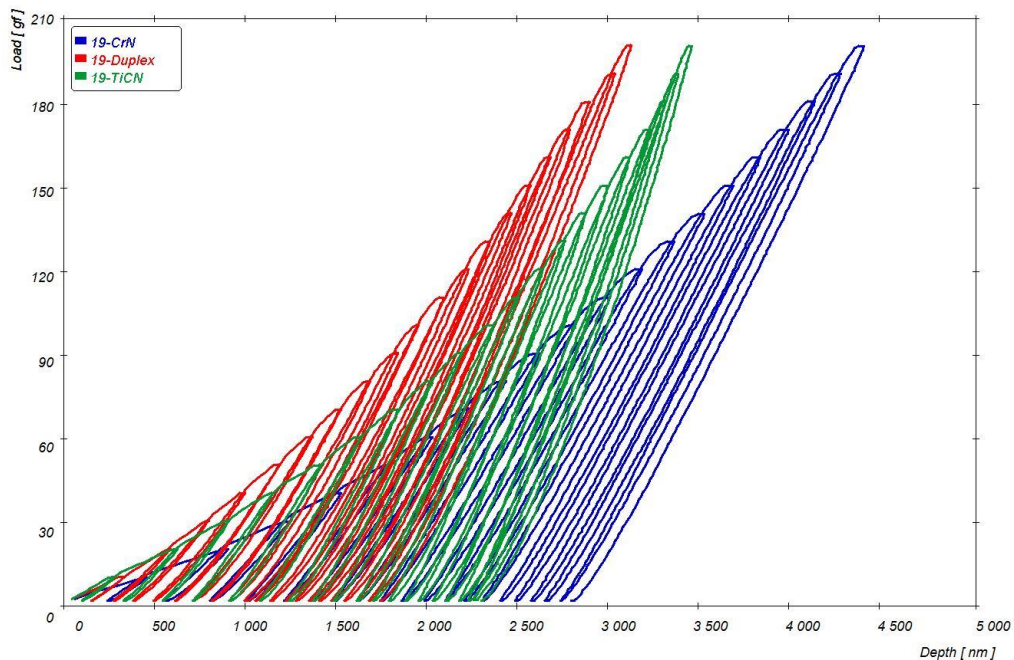


Obr. 42 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CPD, CPT, CPC



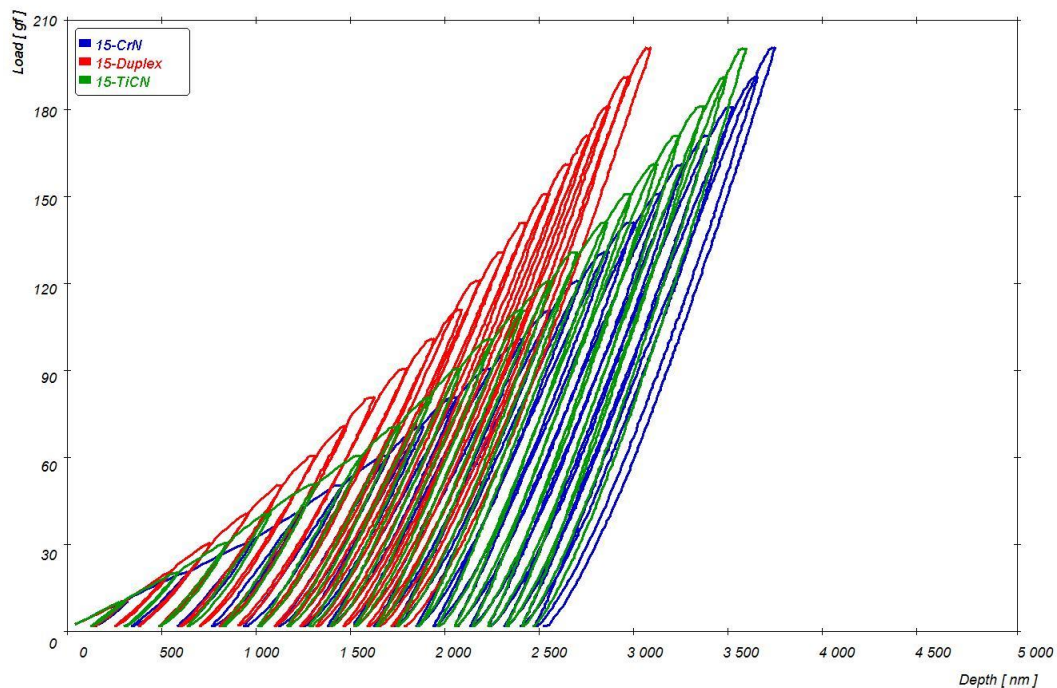
Obr. 43 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD a CPD

Na Obr. 43 vidíme porovnání cyklického zatížení na dvou různých substrátech s duplexní vrstvou. Průběh obou křivek je téměř totožný, tedy zpevnění, výsledná tvrdost i podíl elastické a plastické deformace jsou skoro stejné.

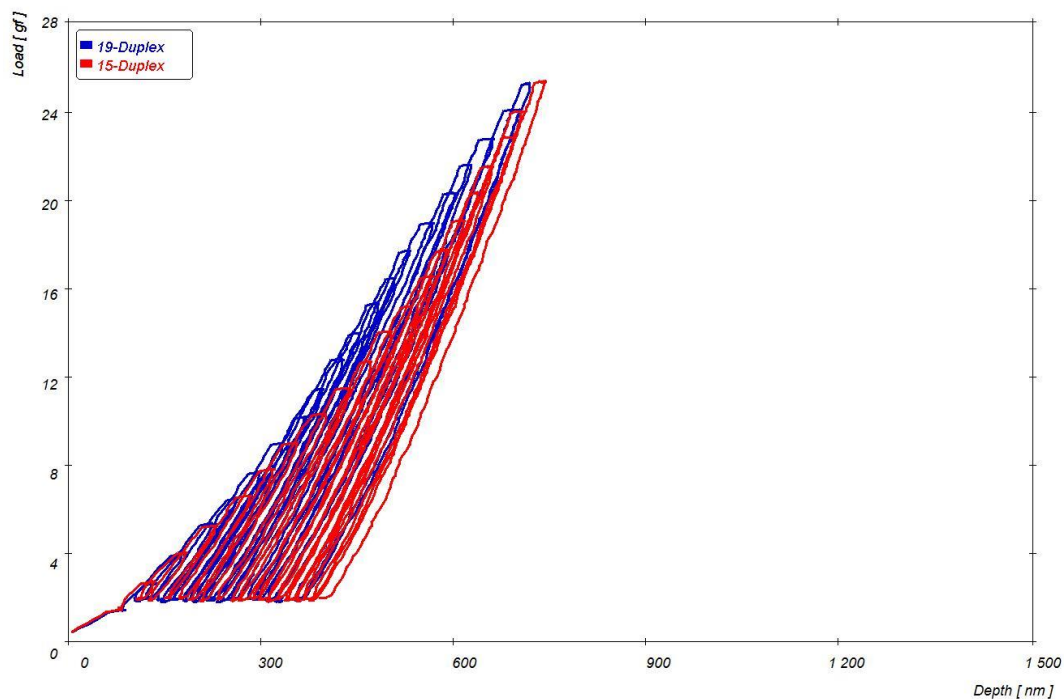


Obr. 44 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD, CRT a CRC

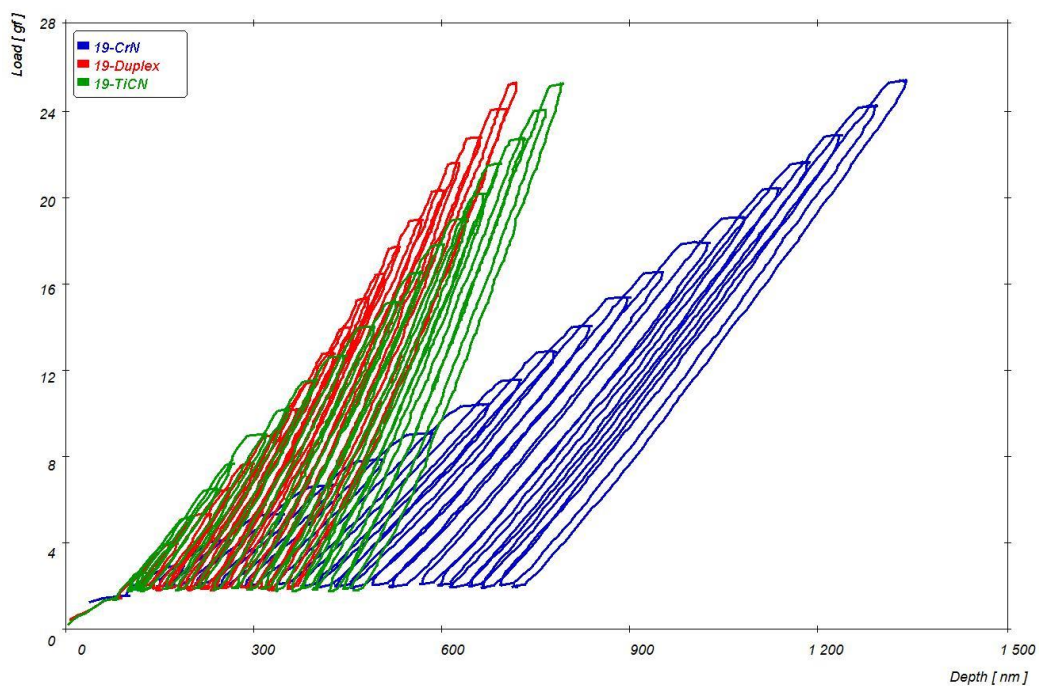




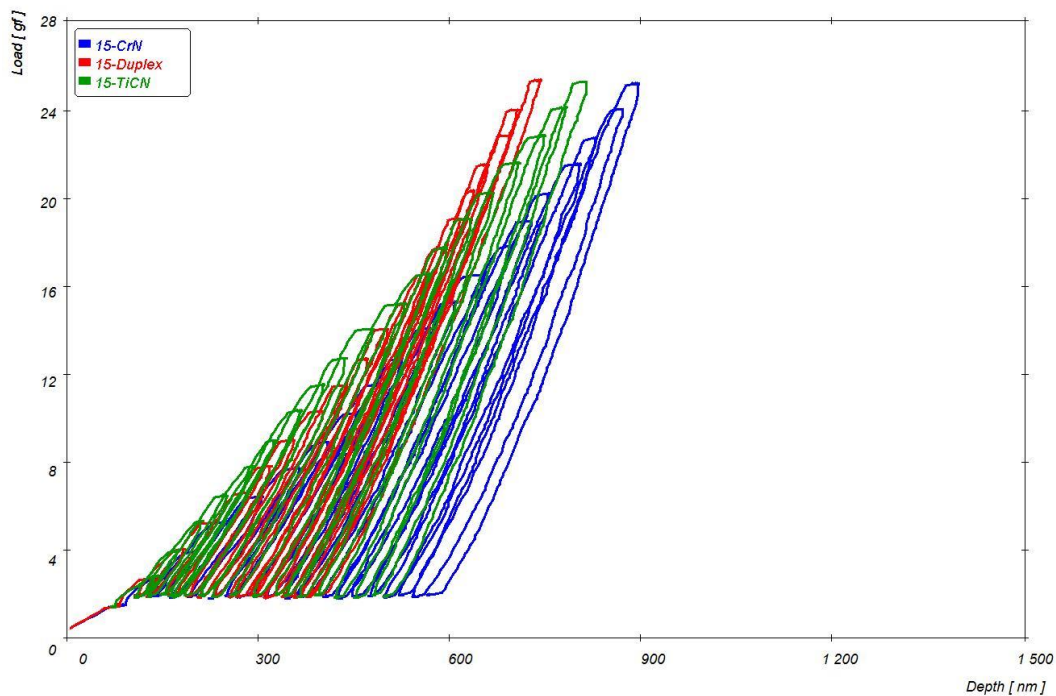
Obr. 45 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CPD, CPT a CPC



Obr. 46 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD a CPD

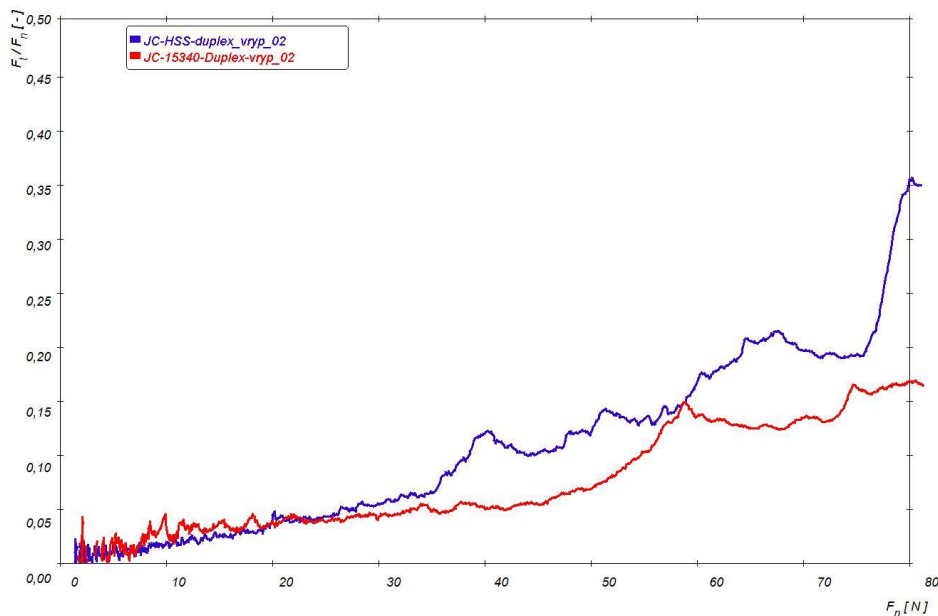


Obr. 47 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CRT a CRC

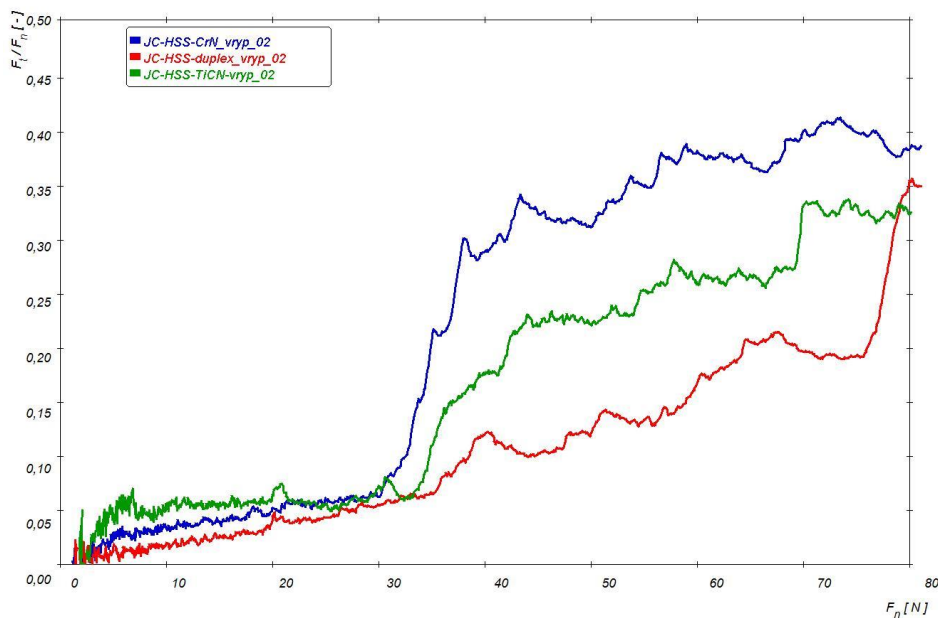


Obr. 48 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CPD, CPT a CPC

## 5.2 Vrypová indentace (vrypová zkouška)

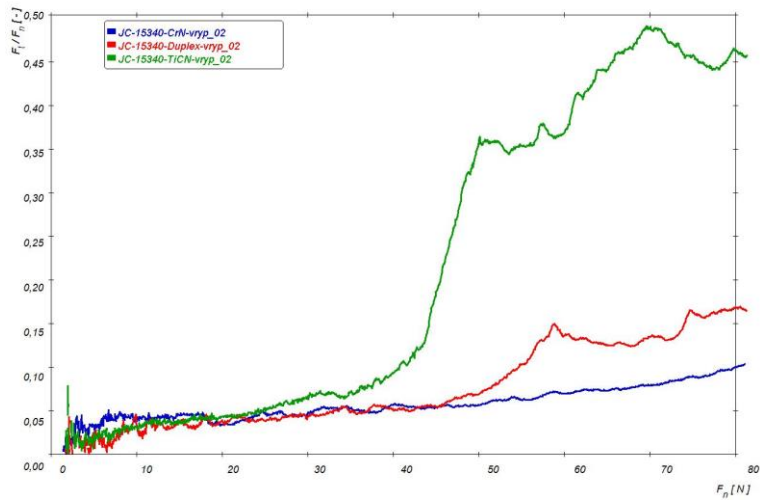


Obr. 49 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-02 a JC-15340-duplex-vryp-02

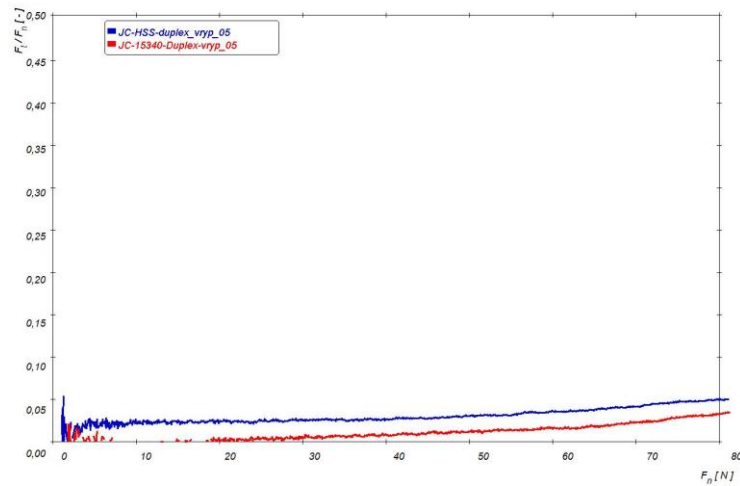


Obr. 50 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02 a JC-HSS-duplex-vryp-02

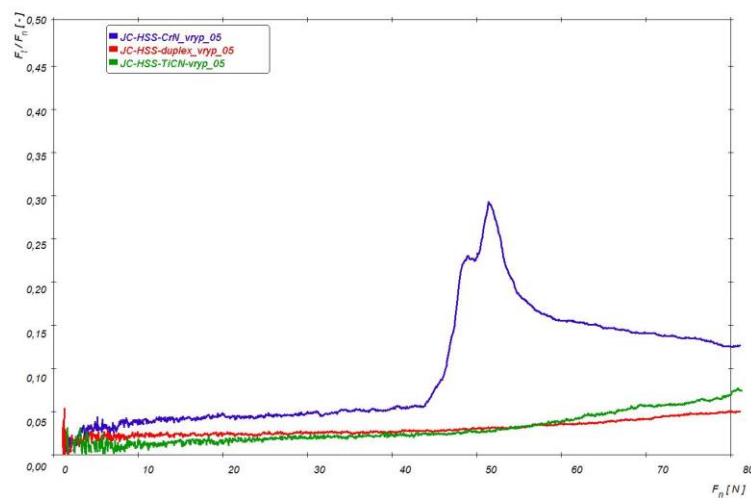
Na Obr. 50 je vidět, že největší koeficient tření má tenká vrstva CrN, která je nejhouževnatější. Naopak duplexní vrstva má koeficient tření nejmenší.



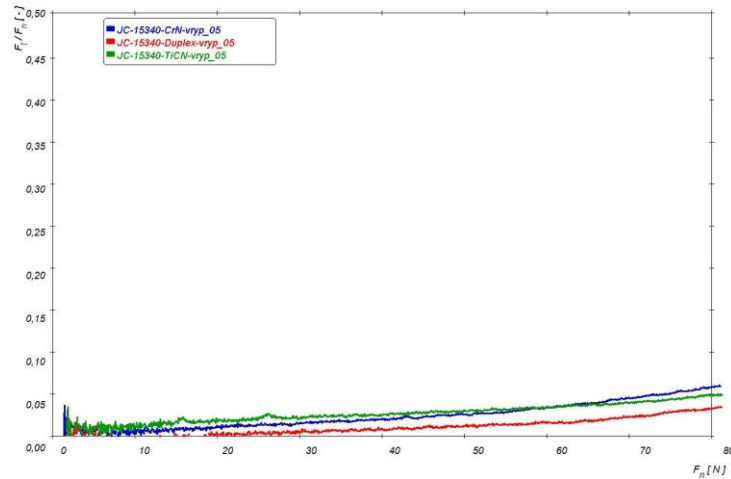
Obr. 51 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02 a JC-15340-duplex-vryp-02



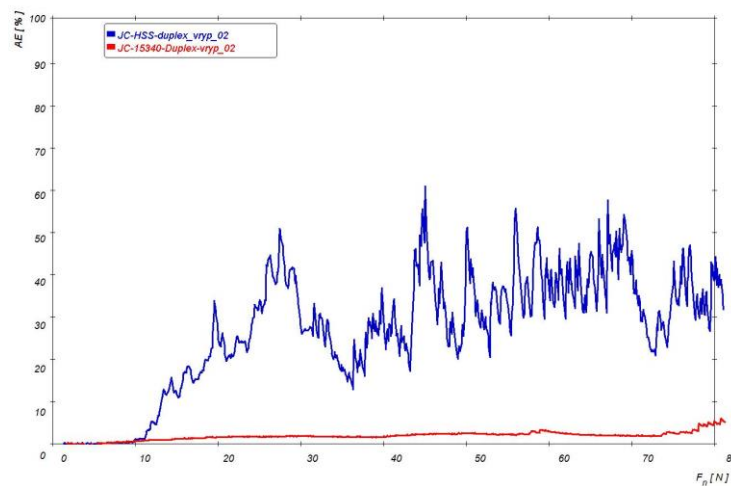
Obr. 52 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-05 a JC-15340-duplex-vryp-05



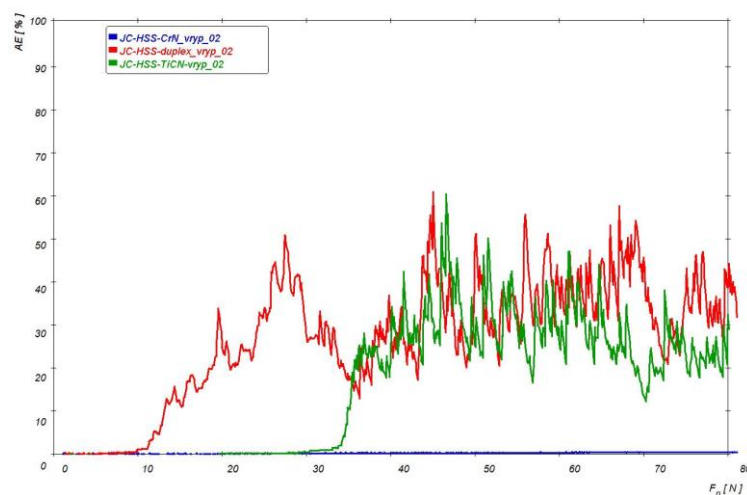
Obr. 53 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05 a JC-HSS-duplex-vryp-05



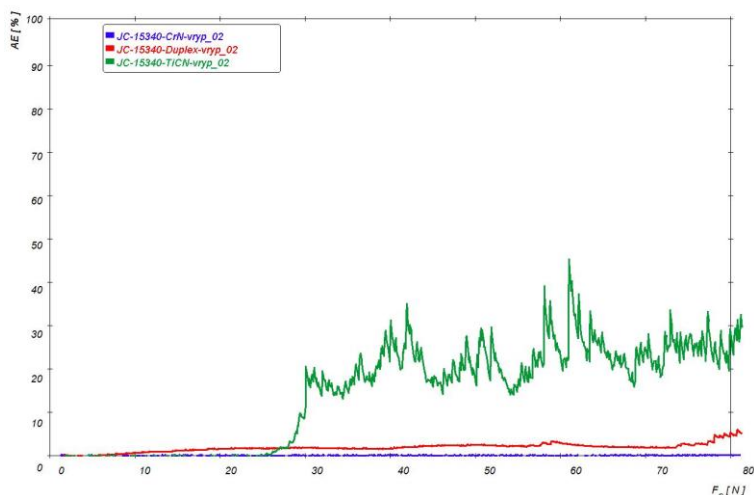
Obr. 54 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05 a JC-15340-duplex-vryp-05



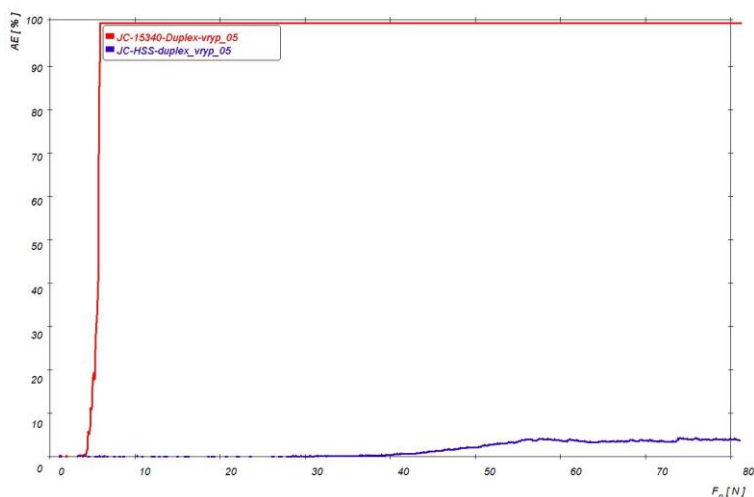
Obr. 55 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02



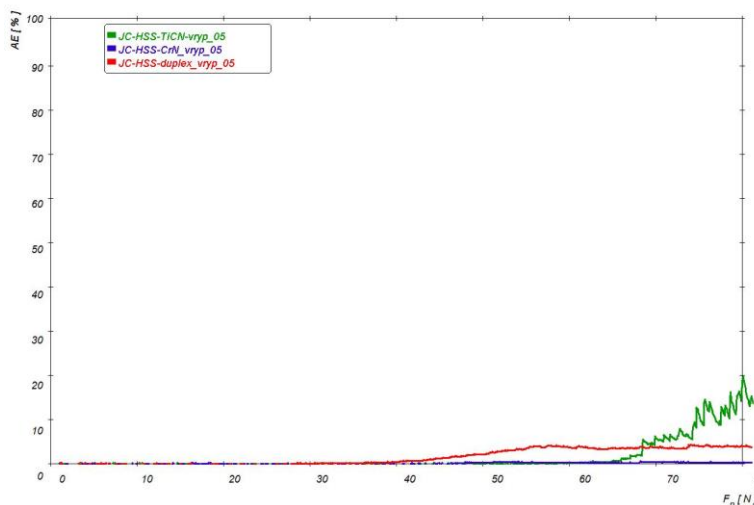
Obr. 56 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-HSS-CrN-vryp-02 a JC-HSS-TiCN-vryp-02



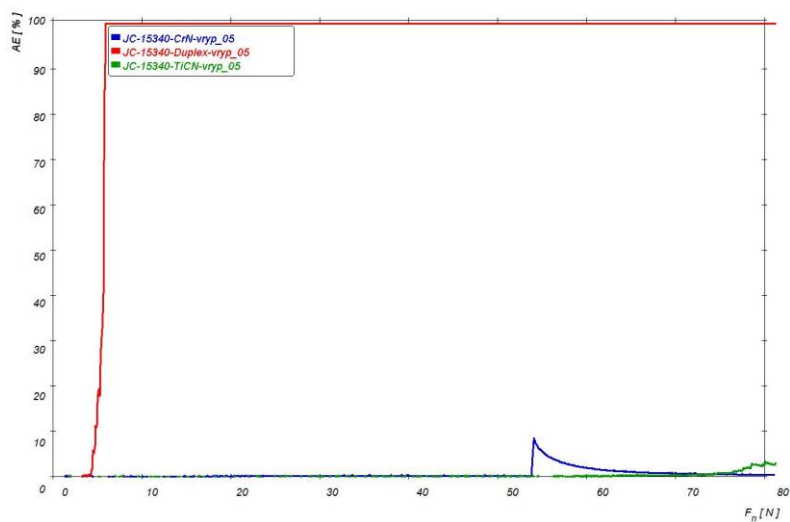
Obr. 57 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02 a JC-15340-TiCN-vryp-02



Obr. 58 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05



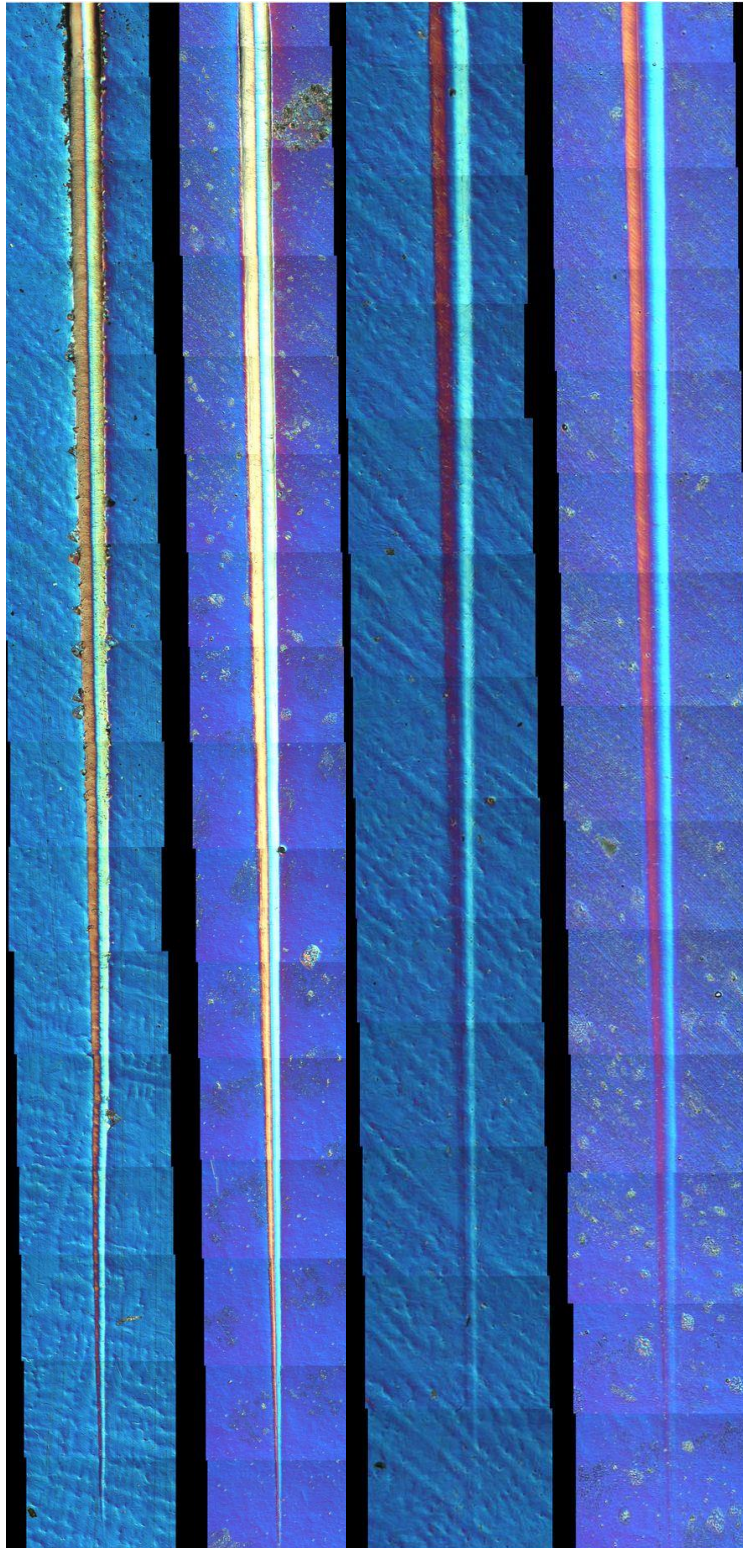
Obr. 59 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-HSS-CrN-vryp-05 a JC-HSS-TiCN-vryp-05



Obr. 60 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-05 a JC-15340-TiCN-vryp-05

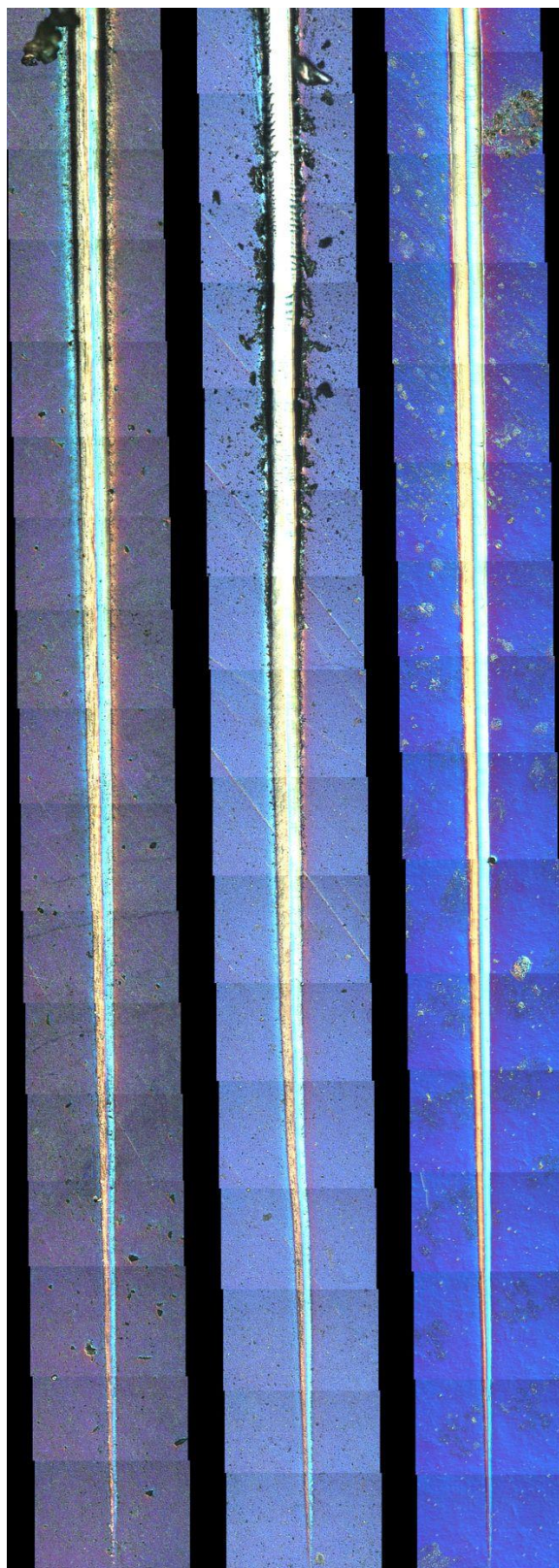


### 5.3 Hodnocení vrypů

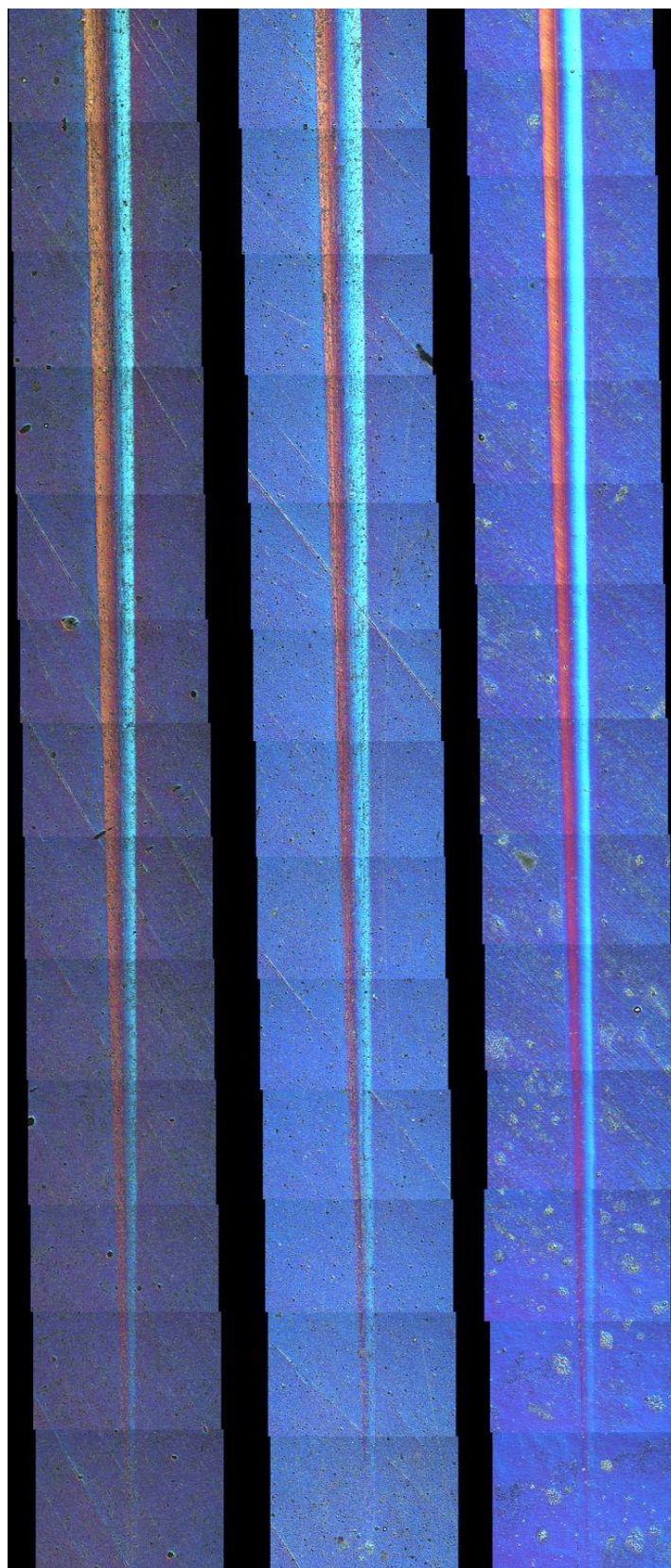


Obr. 61 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s duplexní vrstvou, zleva: JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05



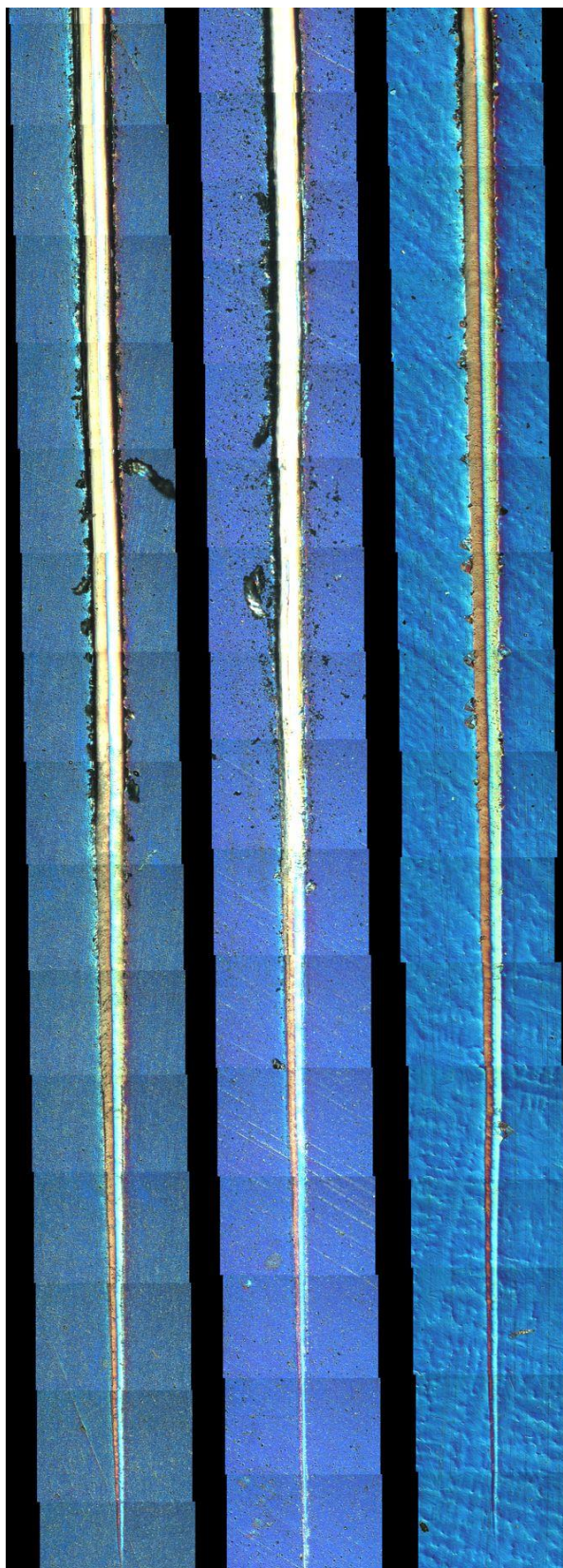


Obr. 62 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 15340, zleva: JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02

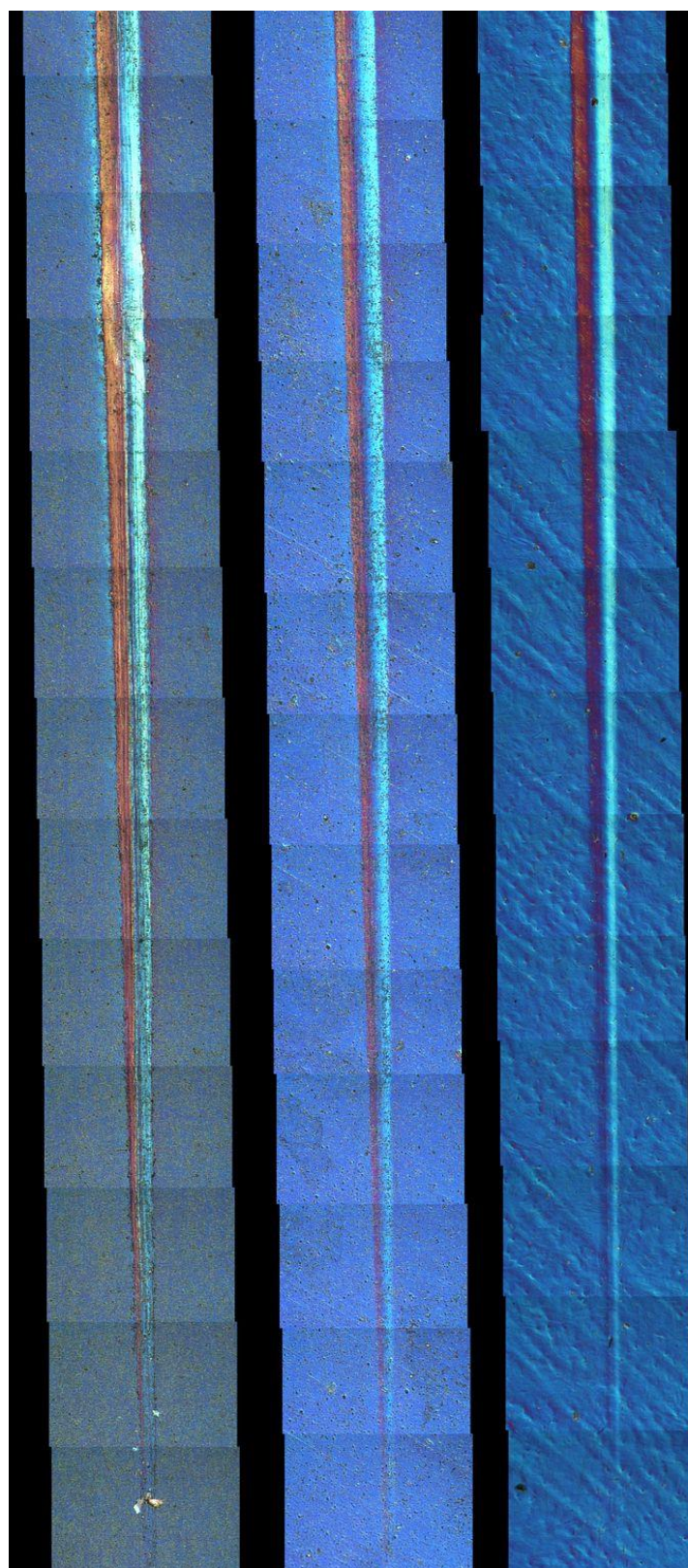


Obr. 63 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 15340, zleva: JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05



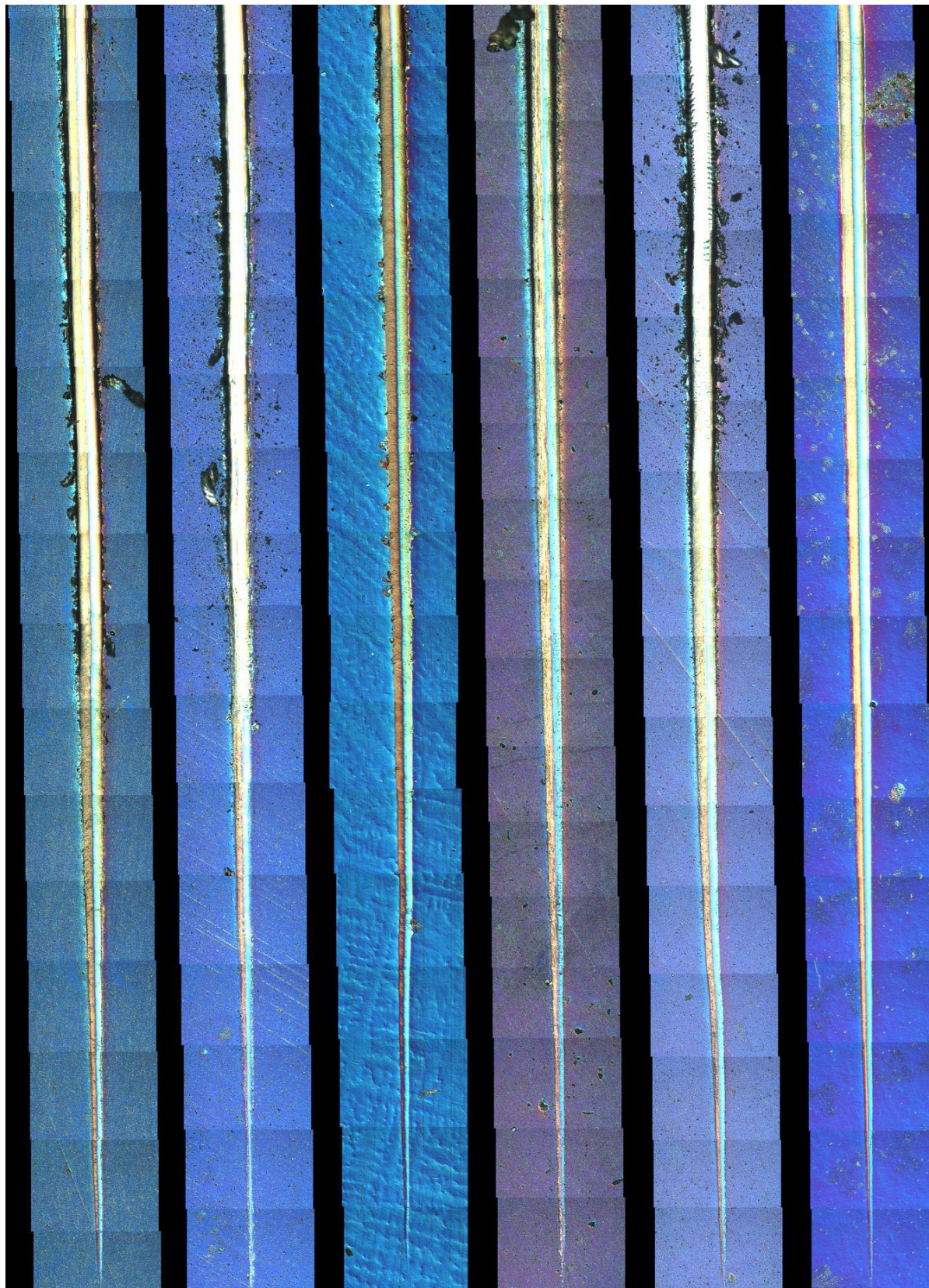


Obr. 64 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02



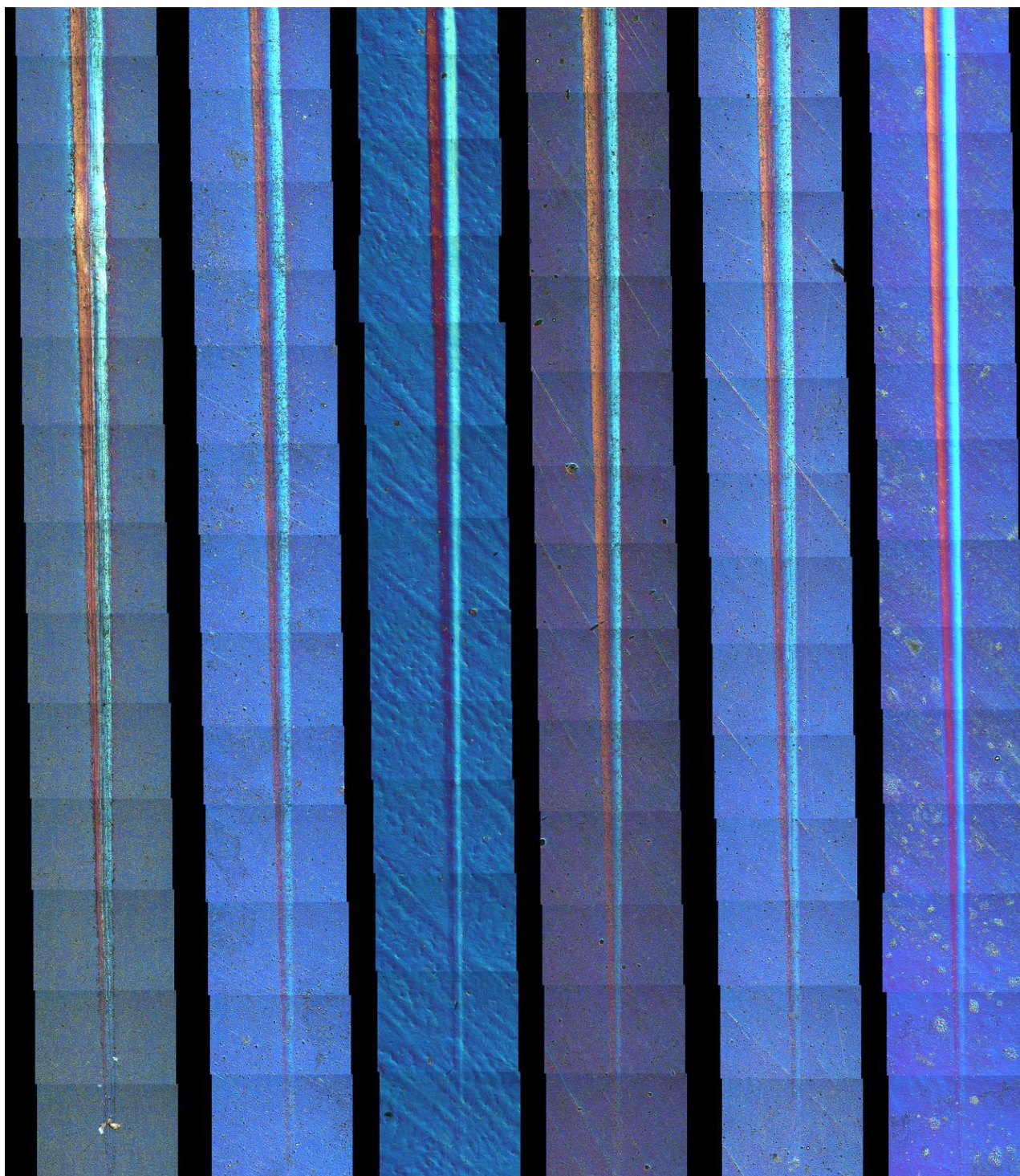
Obr. 65 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05





*Obr. 66 – porovnání morfologie vrypů na všech vzorkách, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02*

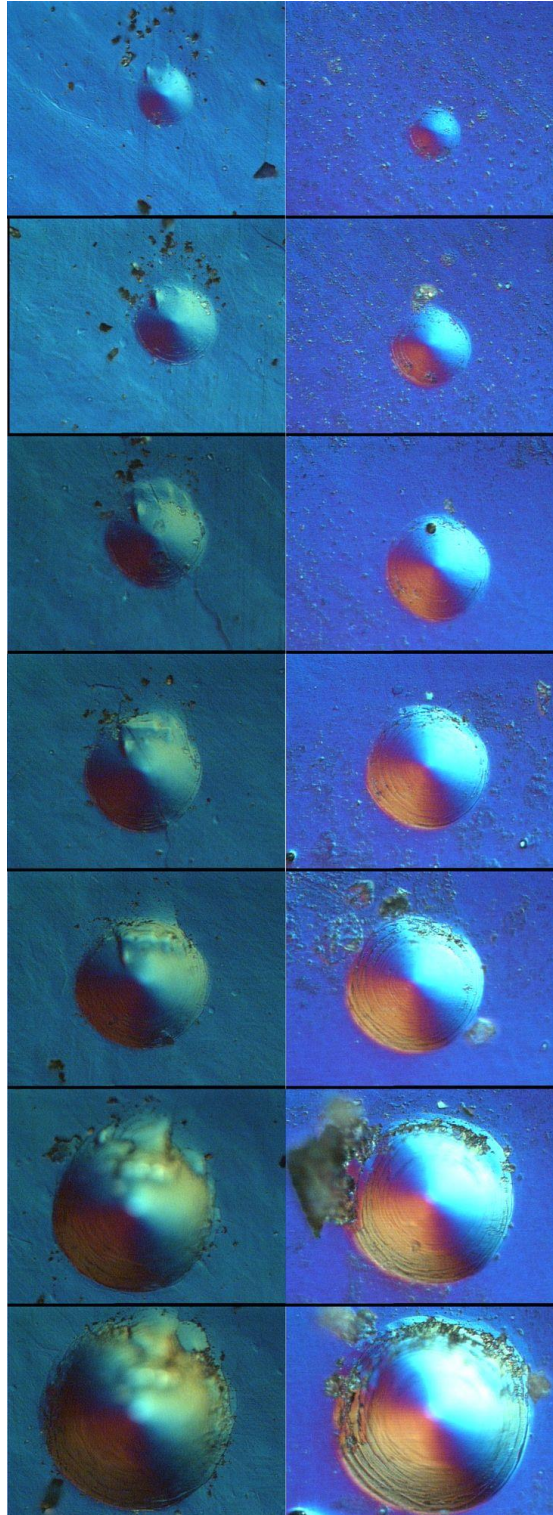




*Obr. 67 – porovnání morfologie vrypů na všech vzorkách, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05*

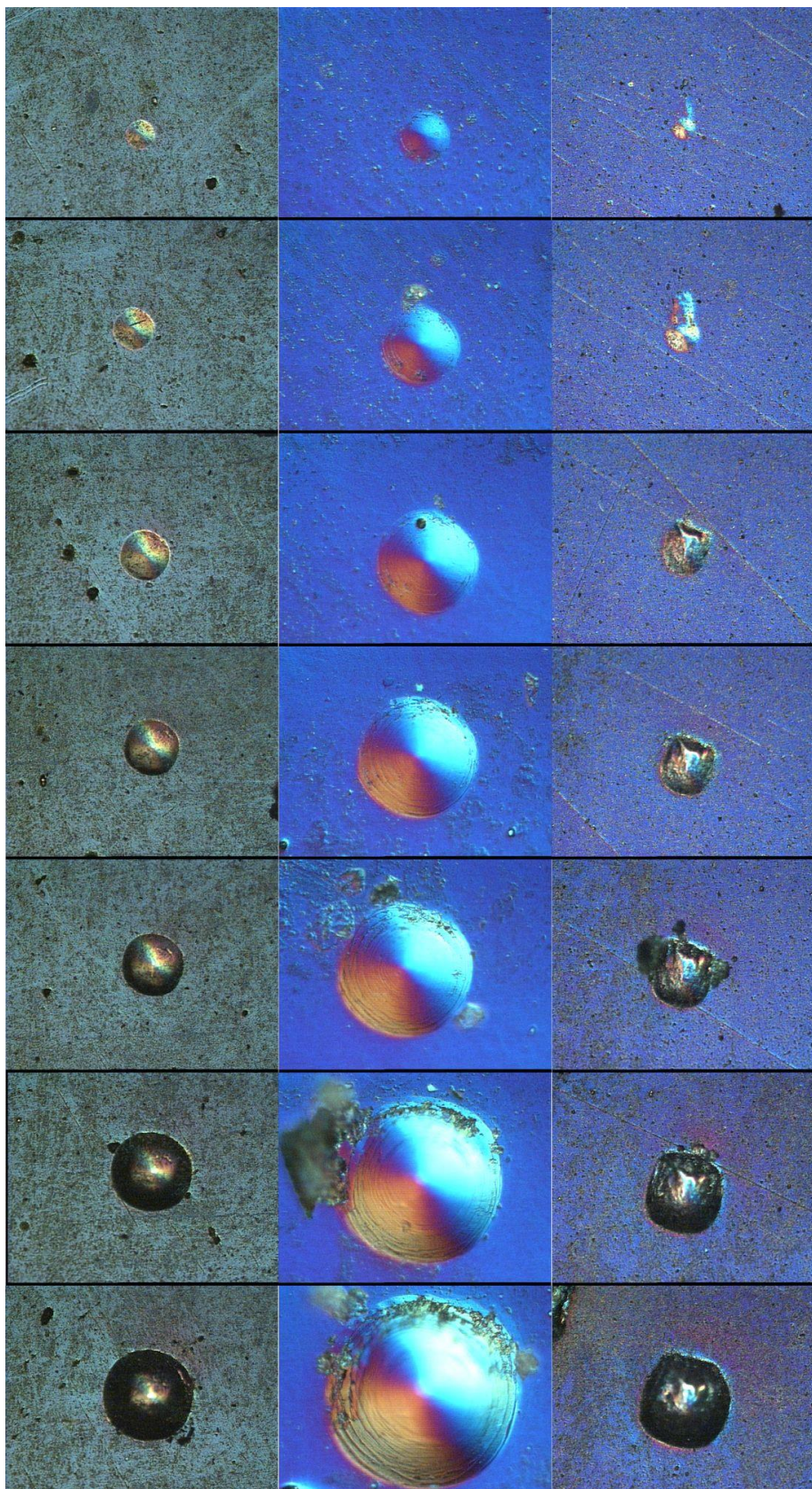


## 5.4 Hodnocení vtisků



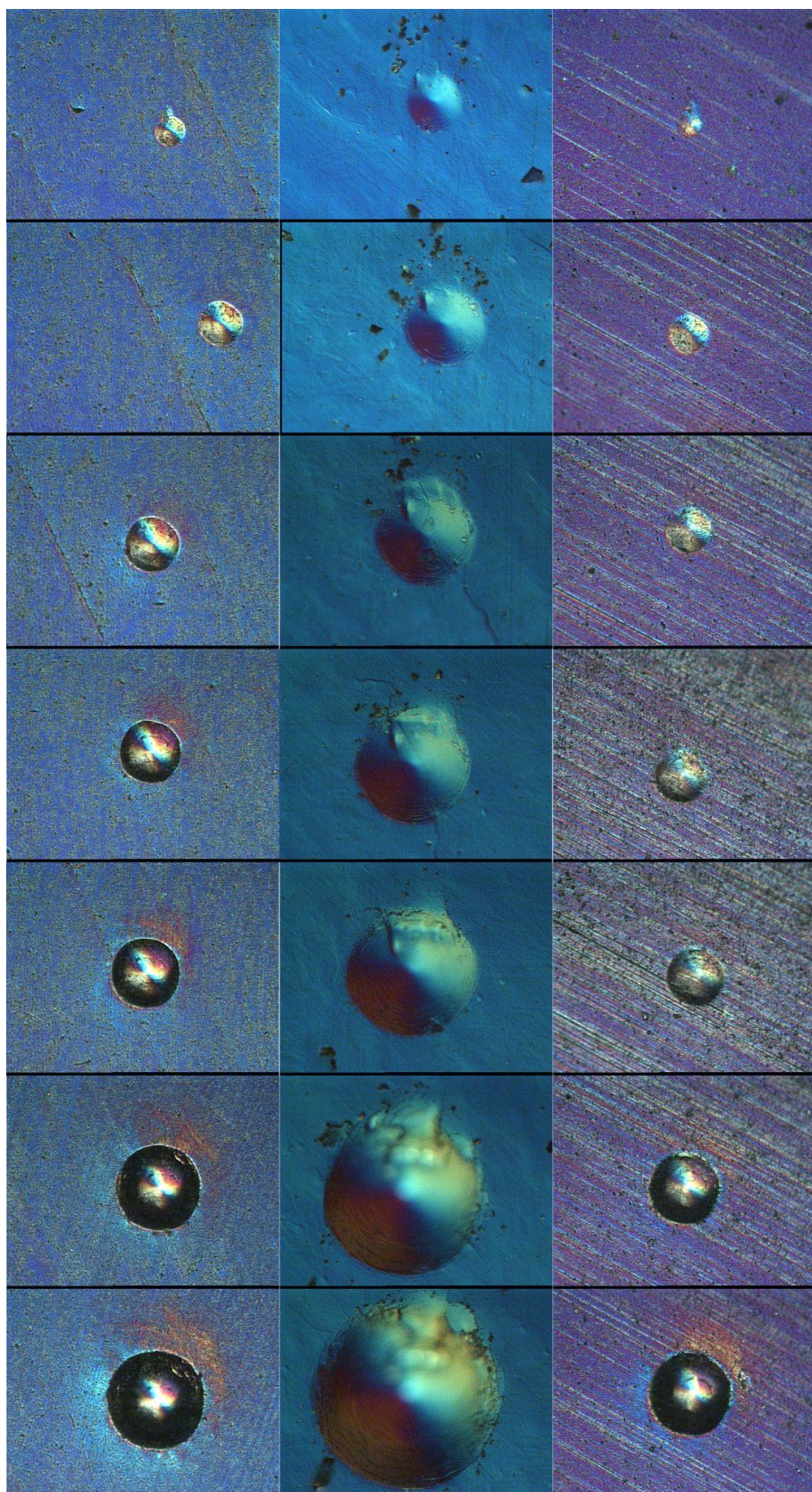
Obr. 68 – porovnání morfologie vtisků na vzorcích s duplexní vrstvou, zleva: JC-HSS-duplex-vtisk-02, JC-15340-duplex-vtisk-02





Obr. 69 – porovnání morfologie vtisků na substrátech 15340, zleva: JC-15340-CrN-vtisk-02, JC-15340-duplex-vtisk-02, JC-15340-TiCN-vtisk-02





Obr. 70 – porovnání morfologie vtisků na substrátech 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vtisk-02, JC-HSS-duplex-vtisk-02, JC-HSS-TiCN-vtisk-02

## 6. Diskuze výsledků

Nejprve jsme prováděli měření na nanoindentoru Shimadzu DUH 202, kde jsme zjišťovali hodnoty nanotvrdosti a elasticko plastické chování systému tenká vrstva – substrát. Používali jsme dva módy měření. Mód 2 (klasické ztěžování) a mód 7 (cyklické zatěžování). Při cyklickém zatěžování docházelo k postupnému zpevňování materiálu. To mělo za následek, že jsme naměřili vyšší tvrdost než při klasickém zatěžování stejnou silou.

V módu 2 jsme zatěžovali všechny vzorky silou 5 g, 25 g a 200 g. Z výsledků je patrné, že máme rozdíly v tvrdosti tenkých vrstev a také rozdíly ve zpevnění povrchových vrstev celého systému. Při normálovém zatížení 5 g dosáhl největší tvrdosti vzorek z ocele třídy patnáct s tenkou vrstvou karbonitridu titátu (*Obr. 42*). Tento vzorek měl zároveň nejmenší podíl plastické deformace. Druhou nejvyšší tvrdost jsme naměřili u vzorku z rychlořezné oceli s duplexní vrstvou (*Obr. 41*). Nejnížší tvrdost jsme naměřili u vzorku z rychlořezné oceli s tenkou vrstvou nitridu chromu (*Obr. 41*). Tato vrstva je houževnatější než ostatní a proto jsme skoro vždy u ní naměřili nejnížší hodnoty tvrdosti a zároveň nejvyšší podíl plastické deformace. Při zatěžování vzorků normálovou silou 25 g jsme zjistili, že v tomto případě největší tvrdosti dosahuje vzorek z ocele třídy patnáct s duplexní vrstvou (*Obr. 39*). Druhou největší tvrdost jsme naměřili na vzorku z rychlořezné oceli také s duplexní vrstvou (*Obr. 38*). Oba vzorky měli nejmenší podíly plastické deformace. Nejnížší tvrdost jsme opět naměřili na vzorku rychlořezné oceli s tenkou vrstvou nitridu chromu (*Obr. 38*). Při zatěžování vzorků normálovou silou 200 g jsme nejvyšší hodnoty tvrdosti naměřili opět u vzorku z ocele třídy patnáct s duplexní vrstvou (*Obr. 36*), který měl zároveň nejmenší podíl plastické deformace. Druhou nejvyšší naměřenou hodnotu měl vzorek z rychlořezné oceli opět s duplexní vrstvou (*Obr. 35*). Nejnížší tvrdosti a zároveň největšího podílu plastické deformace měl vzorek z rychlořezné oceli s tenkou vrstvou nitridu chromu (*Obr. 35*). Na základě výsledků měření v módu 2 můžeme prohlásit, že duplexní vrstva dosahuje skoro vždy nejvyšší povrchové tvrdosti a zároveň nejmenšího podílu plastické deformace. Naopak nejmenší tvrdosti pravidelně dosahovali vzorky s tenkou vrstvou nitridu chromu. Jak již bylo řečeno výše, je to kvůli vyšší houževnatosti. Nakonec můžeme prohlásit, že lepší volbou pro povrchovou úpravu se jeví substrát z ocele třídy patnáct. Rychlořezná ocel 19 901 se používá k odlévání, je proto možné, že vzorky neměli ideální lící strukturu a tudíž měli horší mechanické vlastnosti. Proto paradoxně vzorky z rychlořezné oceli dosahovali stejných nebo horších výsledků než „obyčejnější“ ocel třídy patnáct.

Při měření v módu 7 jsme zatěžovali všechny vzorky pouze silou 200 g a 25 g. Výsledky jsou velmi podobné jako v případě zatěžování módem 2. Při zatěžování silou 25 g dosáhl nejvyšší tvrdosti vzorek z rychlořezné oceli s duplexní vrstvou (*Obr. 46*) z grafu je patrné postupné zpevňování povrchu. Velmi vysoké tvrdosti dosáhl také vzorek z oceli třídy patnáct opět s duplexní vrstvou (*Obr. 47*). Oba vzorky měli nejmenší podíl plastické deformace. Výrazně nejnížší tvrdosti dosáhl vzorek z rychlořezné oceli s tenkou vrstvou nitridu chromu (*Obr. 46*), který měl zároveň největší podíl plastické deformace. Při zatěžování vzorků normálovou silou 200 g jsme zjistili, že vzorky s duplexní vrstvou mají téměř identický průběh zatěžování a výslednou tvrdost (*Obr. 43*). Naopak výrazně nejnížší tvrdost jsme

naměřili na vzorku z rychlořezné oceli s tenkou vrstvou nitridu chromu, kde bylo zpevňování povrchu nejmenší, ale podíl plastické deformace byl opět nejvyšší. Můžeme tedy prohlásit, že stejně jako v případě zatěžování módem 2 nejvyšší tvrdost mají duplexní vrstvy na obou substrátech a zároveň nejnižší tvrdost dosahovali tenké vrstvy nitridu chromu na substrátu z rychlořezné oceli. Opět tedy můžeme pozorovat, že ocel 19 901 má horší mechanické vlastnosti než by měla mít.

Po nanoindentaci následovalo vytváření vrypů a statických vtisků pomocí scratch testu CSEM REVETEST. Zjišťovali jsme adhezivně kohezivní vlastnosti. Při vytváření vrypů jsme používali dva Rockwelovi indenty pro získání různého druhu namáhání. Jeden se zaoblením špičky 0,2 mm a druhý se zaoblením špičky 0,5 mm. Při vytváření vrypů jsme měřili záznam akustické emise a koeficientu tření.

Při prozkoumání všech záznamu akustické emise můžeme prohlásit, že při použití menšího hrotu je akustická emise řádově vyšší. Je to tím, že menší hrot pronikne do větší hloubky, kde způsobí velké pnutí materiálu a vrstva se postupně odtrhává od substrátu, což právě způsobuje velkou akustickou emisi. Když mezi sebou porovnáme jednotlivé povrchové úpravy, tak vidíme, že nejmenší emisi vydávají tenké vrstvy nitridu chromu (*Obr. 56*). To je způsobeno houževnatostí této vrstvy. Z *Obr. 56* je též vidět, že při použití rychlořezného substrátu je zvuková emise u duplexní vrstvy a tenké vrstvy karbonitridu titanu téměř stejná. Při použití substrátu z ocele třídy patnáct je nejvyšší akustická emise u vzorku s tenkou vrstvou karbonitridu titanu (*Obr. 57*). Při použití většího hrotu jsme naměřili největší akustickou emisi u vzorku z ocele třídy patnáct s duplexní vrstvou. Nejmenší signál jsme opět naměřili u nejhouževnatější vrstvy nitridu chromu (*Obr. 57*). Při porovnání vzorků z rychlořezné oceli vidíme, že nejvyšší signál má vzorek s tenkou vrstvou karbonitridu titanu. Obecně můžeme říci, že čím tvrdší a křehčí povrch máme, tím je signál akustické emise větší.

Když mezi sebou porovnáme všechny záznamy koeficientu tření, tak na první pohled je vidět, že ve všech případech mají vzorky s duplexní vrstvou nejmenší koeficient tření. To je způsobeno tím, že duplexní vrstva je tvrdší a křehčí než ostatní dvě povrchové úpravy. To způsobuje, že se materiál nehromadí před hrotem, ale postupně praská a odtrhává se od substrátu. Naproti tomu vzorky s tenkou vrstvou nitridu chromu mají koeficient tření nejvyšší. Dobře je to vidět na *Obr. 50*, kde je porovnání vzorků z rychlořezné oceli. Je to způsobeno větší houževnatostí této vrstvy. To má za následek nahromadění materiálu před hrotem. To nám způsobuje nárůst koeficientu tření. Stejně jako v případě akustické emise i zde můžeme říci, že čím menší hrot použijeme, tím větší hodnoty naměříme (*Obr. 51 a Obr. 54*).

Při zkoumání morfologie vrypů je na první pohled vidět, že menší hrot vyvolává v povrchových vrstvách výraznější deformační namáhání a vnáší do povrchu větší pnutí, které následně způsobí adhezivní nebo kohezivní porušení. Když navíc porovnáme vrypy se záznamy akustické emise tak zjistíme souvislost s odtržením části vrstvy, kterou provází výrazný nárůst akustické emise. Při zkoumání *Obr. 66* vidíme, že největší deformace dosáhli vzorky s tenkou vrstvou karbonitridu titanu.

## 7. Závěr

V rámci bakalářské práce jsme prováděli měření a porovnání povrchových vlastností na dvou substrátech a třech povrchových úpravách. Cílem práce bylo porovnat naměřené výsledky a vyhodnotit je. Prvním použitým substrátem byla ocel třídy patnáct, druhým substrátem byla nástrojová ocel. První povrchovou úpravou byla tenká vrstva nitridu chromu, druhou úpravou byla tenká vrstva karbonitridu titanu a třetí povrchovou úpravou byla duplexní vrstva vytvořená kombinací iontové nitridace a tenké vrstvy nitridu chromu. Všechny vrstvy byly vytvořeny pomocí metody CAPD (nízkonapěťové reaktivní obloukové odpařování ve vakuu). Samotné měření probíhalo v Ústavu termomechaniky AV ČR.

Nejprve bylo provedeno hodnocení nanoindentační metodou na přístroji Shimadzu DUH 202. Používali jsme dva rozdílné módy. V módu 2 se měří indentační křivka v celém průběhu jejího zatěžování. Nejprve se hrot dotkne vzorku a začne ho zatěžovat až do maximálního zatížení. Následuje desetivteřinová časová prodleva a poté se hrot začne odlehčovat až do minimální hodnoty. V módu 7 se také měří indentační křivka podobně jako v módě 2, ovšem v cyklické podobě s postupným zvyšováním konečné normálové síly až do dosažení maximální hodnoty zatížení. Mód 2 byl použit s maximálním normálovým zatížením 5 g, 25 g a 200 g a mód 7 s maximálním zatížením 25 g a 200 g. Z naměřených výsledků je patrné, že největší tvrdost a zpevnění povrchových vrstev celého systému tenká vrstva – substrát má vzorek z ocele třídy patnáct s duplexní vrstvou, který má zároveň nejmenší podíl plastické deformace.

Poté jsme zjišťovali adhezivně kohezivní chování systémů tenká vrstva – substrát. Hodnocení probíhalo na základě vrypové zkoušky a na základě statické vnikací zkoušky. V obou případech se použil přístroj scratch tester CSEM REVETEST. Použili jsme dva druhy indentoru pro získání různého druhu namáhání. Výsledky z vrypové indentační zkoušky byly hodnoceny jednak na základě studia morfologie porušení s využitím materiálografického mikroskopu a jednak na základě studia průběhů závislosti akustické emise na působící normálové síle. Výsledky statické indentace byly vyhodnocovány na základě studia morfologie porušení v okolí a uvnitř vytvořených vtisků.



## Seznam použité literatury

- [1] ŠTĚPÁNEK, I.; BLÁHOVÁ, O.; KOLEGA, M.: *Tenké vrstvy – vytváření, vlastnosti*. ZČU, Plzeň, 1994.
- [2] ŠTĚPÁNEK, I.; ústní *informace*
- [3] SKÁLOVÁ, J.; KOUTSKÝ, J.; MOTYČKA, V.: *Nauka o materiálech*. ZČU, Plzeň, 2010
- [4] *Tenké vrstvy*. [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [5] ROINTAN F. BUNSHAH ET AL.: *Handbook of Deposition Technologies For Films and Coatings – Science, Technology and Applications*. Noyes Publications, 1994.
- [6] HOLMBERG, K.; MATTHEWS A.: *Coatings tribology – Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Elsevier Science, Amsterdam, 1994
- [7] EKRT, O.: *Technologie a vlastnosti tenkých vrstev, tenkovrstvé senzory*. [http://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/05\\_TechnologieCVD\\_+PVD\\_PECVD\\_MOVPE\\_MBE.pdf](http://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/05_TechnologieCVD_+PVD_PECVD_MOVPE_MBE.pdf)
- [8] RUND, M.: *PVD Povlaky pro nástrojové oceli*. <http://stc.fs.cvut.cz/pdf12/2564.pdf>
- [9] *TiN – Nitrid titanu*. <http://www.bohler-uddeholm.cz/media/TiN.pdf>
- [10] [http://www.sci.muni.cz/chemsekce/c8870/pdf/Uloha6\\_Chemtepzprac.pdf](http://www.sci.muni.cz/chemsekce/c8870/pdf/Uloha6_Chemtepzprac.pdf)
- [11] *Rozdělení a značení ocelí*. [http://www.ateam.zcu.cz/znaceni\\_oceli.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/znaceni_oceli.pdf)
- [12] *Tenké vrstvy*. <http://www.bohler-uddeholm.cz>
- [13] BÖHLER W720. <http://www.poltech.cz/Vlastnosti-oceli-10-19>

## Seznam obrázků

|   |    |
|---|----|
| <i>Obr. 1 – Porovnání mezi vrstvou v povrchu a vrstvou na povrchu</i> .....   | 5  |
| <i>Obr. 2 – Rozdělení metod depozice tenkých vrstev</i> .....   | 6  |
| <i>Obr. 3 – Schéma depozičního zařízení na CVD vrstvy</i> .....   | 8  |
| <i>Obr. 4 – Schéma depozičního zařízení na PECVD vrstvy</i> .....   | 9  |
| <i>Obr. 5 – Principy metod PVD - odpařování a odprašování</i> .....   | 10 |
| <i>Obr. 6 – Schéma anodo obloukové PVD depozice</i> .....   | 12 |
| <i>Obr. 7 – Oblasti vznikající pod vlivem indentoru</i> .....   | 21 |
| <i>Obr. 8 – způsob zjišťování tloušťky vrstvy metodou kalotest</i> .....  | 22 |
| <i>Obr. 9 – Schématické znázornění vnikací zkoušky adheze</i> .....   | 25 |
| <i>Obr. 10 – Schéma principu odtrhávací zkoušky</i> .....   | 26 |
| <i>Obr. 11 – Schéma vakuové komory CAPD</i> .....   | 30 |
| <i>Obr. 12 – Scratch test CSEM REVETEST</i> .....   | 33 |
| <i>Obr. 13 – Nanoindentor Shimadzu DUH 202</i> .....  | 33 |
| <i>Obr. 14 – přehled vzorků</i> .....   | 34 |
| <i>Obr. 15 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRC a CPC</i> .....   | 35 |
| <i>Obr. 16 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRT a CPT</i> .....   | 35 |
| <i>Obr. 17 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRC a CPC</i> .....  | 36 |
| <i>Obr. 18 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRT a CPT</i> .....  | 36 |
| <i>Obr. 19 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRC a CPC</i> .....   | 37 |
| <i>Obr. 20 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRT a CPT</i> .....   | 20 |
| <i>Obr. 21 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRC a CPC</i> .....  | 38 |
| <i>Obr. 22 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRT a CPT</i> .....  | 38 |
| <i>Obr. 23 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRC a CPC</i> .....   | 39 |
| <i>Obr. 24 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRT a CPT</i> .....   | 39 |
| <i>Obr. 25 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-02 a JC-15340-CrN-vryp-02</i> .....                                  | 41 |
| <i>Obr. 26 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-05 a JC-15340-CrN-vryp-05</i> .....                                  | 41 |
| <i>Obr. 27 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-TiCN-vryp-02 a JC-15340-TiCN-vryp-02</i> .....                                | 42 |
| <i>Obr. 28 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-TiCN-vryp-05 a JC-15340-TiCN-vryp-05</i> .....                                | 42 |
| <i>Obr. 29 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02</i> .....                                   | 43 |
| <i>Obr. 30 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05</i> .....                                   | 43 |
| <i>Obr. 31 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s tenkou vrstvou CrN, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02, JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-02</i> ..... | 45 |

|  |           |
|--|-----------|
| <i>Obr. 32 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s tenkou vrstvou TiCN, zleva: JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05.....</i>          | <i>46</i> |
| <i>Obr. 33 – porovnání morfologie vtisků na vzorcích s tenkou vrstvou TiCN a CrN, zleva: JC-HSS-CrN-vtisk-02, JC-15340-CrN-vtisk-02, JC-HSS-TiCN-vtisk-02, JC-15340-TiCN-vtisk-02.....</i> | <i>47</i> |
| <i>Obr. 34 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD a CPD....</i>  | <i>49</i> |
| <i>Obr. 35 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD, CRT, CRC.....</i>   | <i>50</i> |
| <i>Obr. 36 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CPD, CPT, CPC.....</i>   | <i>50</i> |
| <i>Obr. 37 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CPD.....</i>   | <i>51</i> |
| <i>Obr. 38 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CRT, CRC.....</i>  | <i>51</i> |
| <i>Obr. 39 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CPD, CPT, CPC.....</i>  | <i>51</i> |
| <i>Obr. 40 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRD, CPD.....</i>  | <i>52</i> |
| <i>Obr. 41 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CRD, CRT, CRC.....</i>   | <i>52</i> |
| <i>Obr. 42 – Porovnání indentačních křivek s normálovým zatížením 5 g na vzorcích CPD, CPT, CPC.....</i>   | <i>52</i> |
| <i>Obr. 43 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD a CPD.....</i>  | <i>53</i> |
| <i>Obr. 44 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CRD, CRT a CRC.....</i>   | <i>53</i> |
| <i>Obr. 45 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 200 g na vzorcích CPD, CPT a CPC.....</i>   | <i>54</i> |
| <i>Obr. 46 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD a CPD.....</i>   | <i>54</i> |
| <i>Obr. 47 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CRD, CRT a CRC.....</i>  | <i>55</i> |
| <i>Obr. 48 – Porovnání cyklických indentačních křivek s normálovým zatížením 25 g na vzorcích CPD, CPT a CPC.....</i>  | <i>55</i> |
| <i>Obr. 49 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-02 a JC-15340-duplex-vryp-02.....</i>  | <i>56</i> |
| <i>Obr. 50 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02 a JC-HSS-duplex-vryp-02.....</i>                          | <i>56</i> |
| <i>Obr. 51 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02 a JC-15340-duplex-vryp-02.....</i>                    | <i>57</i> |
| <i>Obr. 52 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-05 a JC-15340-duplex-vryp-05.....</i>  | <i>57</i> |
| <i>Obr. 53 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05 a JC-HSS-duplex-vryp-05.....</i>                          | <i>57</i> |
| <i>Obr. 54 – porovnání záznamů koeficientu tření v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05 a JC-15340-duplex-vryp-05.....</i>                    | <i>58</i> |
| <i>Obr. 55 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků</i>   |           |



|  |    |
|--|----|
| <i>JC-15340-duplex-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02</i> .....  | 58 |
| <i>Obr. 56 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-HSS-CrN-vryp-02 a JC-HSS-TiCN-vryp-02</i> .....   | 58 |
| <i>Obr. 57 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02 a JC-15340-TiCN-vryp-02</i> .....   | 59 |
| <i>Obr. 58 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05</i> .....  | 59 |
| <i>Obr. 59 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-HSS-CrN-vryp-05 a JC-HSS-TiCN-vryp-05</i> .....   | 59 |
| <i>Obr. 60 – porovnání záznamů akustické emise v závislosti na normálové síle u vzorků JC-15340-duplex-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-05 a JC-15340-TiCN-vryp-05</i> .....   | 60 |
| <i>Obr. 61 – porovnání morfologie vrypů na vzorcích s duplexní vrstvou, zleva: JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05</i> .....                          | 61 |
| <i>Obr. 62 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 15340, zleva: JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02</i> .....  | 62 |
| <i>Obr. 63 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 15340, zleva: JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05</i> .....  | 63 |
| <i>Obr. 64 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02</i> .....  | 64 |
| <i>Obr. 65 – porovnání morfologie vrypů na substrátu 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05</i> .....  | 65 |
| <i>Obr. 66 – porovnání morfologie vrypů na všech vzorcích, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-02, JC-HSS-TiCN-vryp-02, JC-HSS-duplex-vryp-02, JC-15340-CrN-vryp-02, JC-15340-TiCN-vryp-02, JC-15340-duplex-vryp-02</i> ..... | 66 |
| <i>Obr. 67 – porovnání morfologie vrypů na všech vzorcích, zleva: JC-HSS-CrN-vryp-05, JC-HSS-TiCN-vryp-05, JC-HSS-duplex-vryp-05, JC-15340-CrN-vryp-05, JC-15340-TiCN-vryp-05, JC-15340-duplex-vryp-05</i> ..... | 67 |
| <i>Obr. 68 – porovnání morfologie vtisků na vzorcích s duplexní vrstvou, zleva: JC-HSS-duplex-vtisk-02, JC-15340-duplex-vtisk-02</i> .....   | 68 |
| <i>Obr. 69 – porovnání morfologie vtisků na substrátech 15340, zleva: JC-15340-CrN-vtisk-02, JC-15340-duplex-vtisk-02, JC-15340-TiCN-vtisk-02</i> .....  | 69 |
| <i>Obr. 70 – porovnání morfologie vtisků na substrátech 19901, zleva: JC-HSS-CrN-vtisk-02, JC-HSS-duplex-vtisk-02, JC-HSS-TiCN-vtisk-02</i> .....  | 70 |

## Seznam tabulek

|   |    |
|---|----|
| <i>Tab. 1 – chemické složení oceli 15 340</i> .....                       | 28 |
| <i>Tab. 2 – vybrané mechanické vlastnosti oceli 15 340</i> .....          | 28 |
| <i>Tab. 3 – chemické složení oceli 19 901</i> .....                       | 28 |
| <i>Tab. 4 – vybrané mechanické vlastnosti oceli 19 901</i> .....          | 28 |
| <i>Tab. 5 – Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy TiCN</i> .....           | 29 |
| <i>Tab. 6 – Vybrané mechanické vlastnosti vrstvy CrN</i> .....            | 29 |
| <i>Tab. 7 – Počet měření na nanoindentoru v jednotlivých módech</i> ..... | 32 |

