

## HODNOCENÍ VLASTNOSTÍ SYSTÉMU TENKÁ VRSTVA-SUBSTRÁT EVALUATION OF PROPERTIES OF THIN FILM-SUBSTRATE SYSTEMS

**Doc.Dr.Ing.Antonín Kříž**

Katedra materiálů a strojírenské metalurgie, Fakulta strojní, ZČU, Univerzitní 22, Plzeň,  
306 14, ČR, 377 638 329, [kriz@kmm.zcu.cz](mailto:kriz@kmm.zcu.cz)

### ANNOTATION

Today, deposition of films is seen by some tool manufacturers as the least important aspect from the time point of view. Its importance is therefore often ignored. On the other hand, academics frequently examine various deposition parameters and properties of thin films without correlating them with their practical consequences. The purpose of this article is to provide comprehensive descriptions of laboratory testing methods available at the author's laboratory and link them to findings from industrial application. Based on the newly designed testing method, which covers a wider context of results of individual laboratory tests, this paper describes a method for prediction of properties of cutting tools in particular machining processes.

Klíčová slova: tenká vrstva, analýzy, vlastnosti

### 1. ÚVOD

S ohledem na široké uplatnění tenkých vrstev na řezných nástrojích mají doposud zkoušky trvanlivosti nezastupitelné místo v oblasti jejich hodnocení. Nevýhodou těchto technologických experimentů je vysoká časová a finanční náročnost. Proto se hledají možnosti, jak nahradit tyto technologické zkoušky jednoduššími a rychlejšími laboratorními testy. Jak vyplývá z obr. 1, je třeba najít u provedených laboratorních testů procesy, které mají rozhodující vliv při obrábění na mechanismus opotřebení a hodnoty řezivosti nástroje.

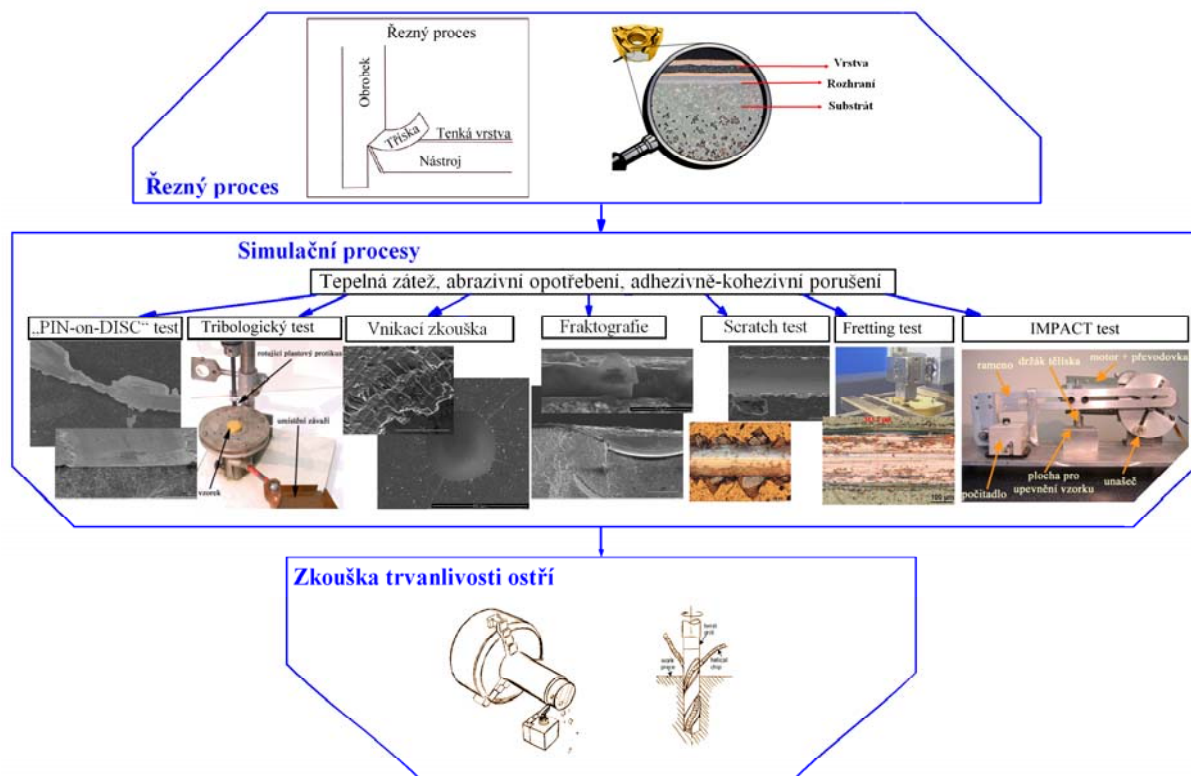
Tyto procesy je třeba nejen definovat, ale také vědět jakou měrou se mohou v konkrétní aplikaci projevit. Z tohoto důvodu je nutné věnovat těmto laboratorním analýzám dostatečnou pozornost a hledat vzájemnou korelaci mezi dosaženými hodnotami a výslednými užitečnými vlastnostmi. Pro laboratorní zjištění základních mechanických vlastností systému tenká vrstva-substrát slouží měření mikrotvrdosti a metody hodnotící adhezně-kohezní chování systému. V posledních letech se rovněž věnuje velká pozornost celé řadě kontaktních zkoušek, které pro jejich realizaci nepotřebují ani speciální nákladné přístrojové vybavení. Mnohdy vystačí důvtip a konstruktérské schopnosti, které dovolí zkonstruovat přístroj poskytující dostatečné informace o důležitých vlastnostech tenká vrstva-substrát. V příspěvku budou uvedeny ty kontaktní analýzy, které se (z běžně prováděných laboratorních testů) nejvíce přibližují praxi, neboť komplexně zahrnují širokou škálu vlastností daného systému. Z tohoto důvodu je v současné době na mnoha předních světových pracovištích těmto analýzám věnována velká pozornost se snahou zdokonalit metodiku, které by dovolily již zmíněnou korelaci mezi laboratorně získanými vlastnostmi a praktickými možnostmi.

Vedle mechanických vlastností je další důležitou charakteristikou ovlivňující vlastnosti systému tenká vrstva-substrát hloubkový koncentrační průběh jednotlivých prvků. Znalost této hloubkové závislosti napomáhá pochopit a určit nejen děje (např. difúze), které probíhají během depozice ve vznikající vrstvě, ale odhalují také děje vznikající na rozhraní substrát-vrstva.

Stále se ještě hlavní pozornost odborníků zabývajících se testováním tenkých vrstev orientuje do analýz za normálních teplot. Přičemž nástroje, na které jsou vrstvy aplikovány se během procesu užívání ohřívají na vysokou teplotu. Tato teplota iniciuje celou řadu procesů,

kteřé nemusí být pokaždě pouze degradačního charakteru. Nicméně není těmto dějům prozatím odbornou veřejností věnována patřičná pozornost. Ačkoliv substrát (podkladový materiál) nemusí podléhat žádným teplotním vlivům, přesto je prokazatelné, že tenká vrstva vytvořena nerovnovážnými procesy prodělavá vážné změny. Tyto změny je zapotřebí sledovat a popsat jejich vliv na užité konečné vlastnosti celého nástroje. Z tohoto důvodu je v příspěvku uvedeno i sledování teplotních změn a tepelných vlastností.

Uvedené analýzy vlastností nejsou uvedeny dle důležitosti a věrohodnosti výsledků. Jejich pořadí zachycuje běžný postup při testování jak nových tenkých vrstev, tak i analýz kontrolující běžnou produkci.

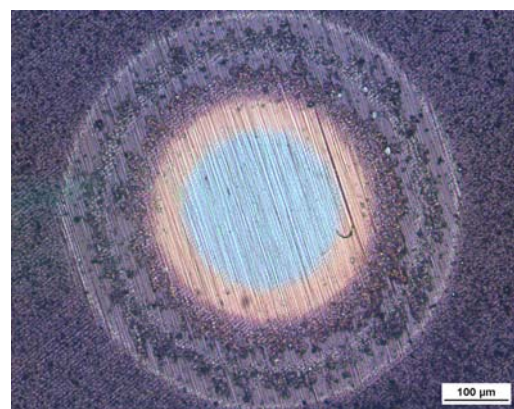


Obr.1 - Spojitost mezi laboratorními analýzami a technologickou zkouškou trvanlivosti ostří při obráběcím procesu.

## 2. LABORATORNÍ ANALÝZY

### 2.1. Měření tloušťky tenkých vrstev

Z pohledu dnešních složitých analýz a přístrojového vybavení by se mohlo zdát, že měření tloušťky metodou kalotest je již dávno překonáno. Jestliže by byla cílem pouze samotná hodnota, pak by tomu tak bylo. Vytvořená kalota však poskytuje velmi cenné informace nejen o tloušťce vrstvy, ale také o její skladbě a adhezi. Jak dokumentuje obr.2 je snížená adheze velmi dobře rozpoznatelná a lze i na základě těchto snímků přisoudit adhezivně-kohezivní vlastnosti, aniž by



Obr. 2 - Kalota vrstvy TiAlSiN dokumentující horší adhezivně-kohezivní vlastnosti

bylo nutné realizovat další analýzy. Na uvedeném snímku je zachycena experimentální vrstva  $\text{TiAlSiN}$ , u níž byla následným měřením adhezivně-kohezivního chování potvrzena nižší adheze. Kritická síla  $\text{Lc3}$  zjištěná metodou scratch test byla  $49 \pm 3\text{N}$ .

Vytvořených vrchlíků kaloty lze využít i při stanovení mikrotvrlosti a dalších elasticko-plastických charakteristik vyplývajících z nanoindentačního měření (kap. 2.2.). Mnohdy stav povrchu z hlediska jeho drsnosti a topografie nedovoluje využít možnosti nanoindentačního měření při velmi malých zatíženích. Tento eliminační faktor redukuje vyleštěná oblast kaloty, kde se měření provádí.

## 2.2 Stanovení mikrotvrlosti

Mikrotvrlost je stále charakteristika systému tenká vrstva-substrát, které je věnována vysoká pozornost. To vedlo také k rozvoji přesných přístrojů - nanoindentorů, které „instrumentovaně“ zaznamenávají hloubku průniku v závislosti na síle přivedené na indentor. Záznam je jak ze zatěžovací, tak i odlehčovací křivky. Z těchto křivek lze vedle celé řady dalších hodnot charakterizující mikrotvrlost zjistit také energii plastické a elastické deformace. Měření mikrotvrlosti je rychlá operace, která lze značně zautomatizovat. Její nevýhodou je vysoká pořizovací cena přístroje a rovněž to, že interpretace výsledků není tak jednoduchá, jak by se dalo usuzovat. Ještě před několika lety se přední výrobci tenkých vrstev předháněli v dosažení co největší mikrotvrlosti. Chybně se domnívali, že tato vlastnost zajistí vyšší ořezuvzdornost a tím i trvanlivost břitu. Dosahované hodnoty mikrotvrlosti (instrumentovaná tvrdost) HIT se pohybovaly nad 40GPa. Časem se ukázalo, že je třeba věnovat také pozornost jiným vlastnostem, jako je například dobrá adheze a tepelná odolnost. Při porovnávání tvrdosti je třeba sledovat nejen jaký indentor byl použit, ale rovněž jaké bylo jeho zatížení a v jakých zatěžovacích módech bylo měření realizováno. Nejčastěji se používá Vickersův indentor a zatížení je s ohledem na tloušťku vrstvy (řádově mikrometry) pouze několik desítek mN. Při takto malém zatížení se v přesnosti měření projeví celá řada faktorů. Mezi nejčastěji opomíjené patří drsnost povrchu. Na jedné straně by zkušební etalony měly mít stejný stav podkladového materiálu, jako má daný nástroj, ale to pak vylučuje dosažení požadované přesnosti u citlivých analýz. Nejen drsnost povrchu, ale i další vlastnosti charakterizující povrch, které jsou zahrnuty v pojmu „integrita povrchu“ jsou pro konečné vlastnosti systému důležité (povrchová napětí, defekty, strukturní změny ...), proto je doporučení, aby laboratorní vzorky prodělaly shodnou přípravu, jako nástroje (broušení, čištění a předdepoziční procesy). Aby se eliminoval vliv drsnosti na rozptyl dosažených hodnot, proto je mikrotvrlost měřena v mělké kalotě, která je zhotovena na povrchu vrstvy rotací kuličky za přítomnosti brusné pasty.

V praxi se prokázalo, že důležitější hodnotou než je mikrotvrlost jsou již zmíněné elasticko-plastické charakteristiky popisující chování systému blížíci se k praktickému chování. Např. při výběru tenké vrstvy pro nástroje, které jsou díky vysokým rychlostem a malé tuhosti obrobku (plast) zatěžovány vibracemi se kladl vysoký požadavek na schopnost elastické deformace zajišťující eliminaci chvění. Následné praktické testy jednoznačně prokázaly správnost této volby, neboť systémy s vysokou mikrotvrdotí nedosahovaly takové trvanlivosti, jako nástroje s měkčí, avšak rázy tlumící vrstvou.

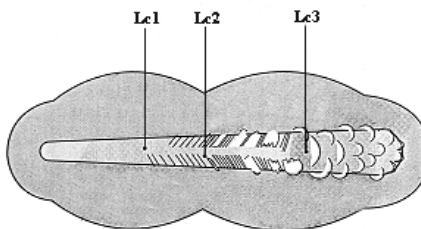
## 2.3 Adhezivně-kohezivní vlastnosti systému tenká vrstva-substrát

Tyto vlastnosti jsou velmi často laboratorně posuzovány dvěma způsoby. Starší i rozšířenější metodou je vrypová zkouška – „Scratch test“. Tato metoda vyžaduje speciální přístroj „scratch tester“. Další možností je zjistit adhezivně-kohezivní vlastnosti z iniciace trhlin vyvolaných vtiskem Rockwellova indentoru.

„Scratch test“ (vrypová zkouška) našla své uplatnění jako efektivní metoda kvalitativní kontroly v průmyslových i vědeckých oblastech. Původně byla vrypová zkouška „Scratch

test“využívána jako prostředek ke zjišťování tvrdosti na principu Mohsovy stupnice tvrdosti minerálů.

Principem metody je plynulé zatěžování indentoru, který se pohybuje rovnoběžně s rozhraním vrstva – substrát. Indentor je zatěžován konstantní nebo plynule se zvyšující silou, proniká do povrchu vzorku a vytváří tak vryp. Tím se na rozhraní vrstva - substrát generuje pnutí, které při dosažení kritické hodnoty způsobí odtržení vrstvy od substrátu. Zatížení v místě, kde dojde k prvnímu porušení vrstvy (trhlina) – je označeno  $L_{C1}$ , porušení vrstvy většího rozsahu - označeno  $L_{C2}$ , první adhezivní porušení vrstvy většího rozsahu (první odhalení substrátu) - označeno  $L_{C3}$ , totální odhalení substrátu označeno  $L_s$ .



Obr.3 - Porušení asociované silou: (a)  $L_{C1}$  (b)  $L_{C2}$  (c)  $L_{C3}$ .

Vedle síly iniciující poškození lze zjišťovat i koeficient tření, který poskytuje informace o frikčních vlastnostech povrchu. Získané koeficienty tření nelze bez patričné korekce srovnávat s koeficientem tření vyplývající z tribologické analýzy „PIN-on-DISC“.

U této vrypové zkoušky se velmi často zanedbává stav povrchu. Jak dokumentuje tab.1, při metalograficky vyleštěném povrchu je hodnota kritické síly  $L_s$  nižší než u vzorků, které měly povrch beze změny popř. jej měly v předdepozicičním procesu upraven. Jak již bylo uvedeno, většinou je snaha deponovat etalonové vzorky ve vyleštěném stavu. To pak vede ke zkreslení výsledků. Na druhou stranu právě u scratch testu je třeba zajistit, aby drsnost povrchu byla menší jak  $Ra=0,2$ . Toto omezení vede k tomu, že u běžně broušených povrchů, které korespondují se stavem nástrojů, nelze tuto metodu s dostatečnou přesností použít.

Vzorek	Kritické zatížení $L_c$ [N]			
	$L_{c1}$ [N]	$L_{c2}$ [N]	$L_{c3}$ [N]	$L_s$ [N]
Povrch substrátu beze změny TiAlSiN	$17 \pm 0$	$46 \pm 12$	$66 \pm 6$	$72 \pm 4$
Povrch omlet s následující depozicí TiAlSiN	$15 \pm 4$	$32 \pm 9$	$69 \pm 5$	$71 \pm 4$
Povrch otryskán s následující depozicí TiAlSiN	$31 \pm 14$	$45 \pm 9$	$69 \pm 2$	$72 \pm 1$
Povrch metalograficky leštěn s následující depozicí - TiAlSiN	$16 \pm 5$	$39 \pm 10$	$58 \pm 1$	$62 \pm 1$

Tab. 1 – Hodnoty jednotlivých sil způsobující definované poškození vrstvy v souvislosti s povrchovou úpravou substrátu před depozicí.

Předností vnikací metody je rychlost provedení spolu s minimálními nároky na měřicí zařízení a možnost sledování chování systému přímo na zkoumaných řezných nástrojích nebo vzorcích s různou tvarovou plochou bez jinak nutné destrukce nástroje. Vyhodnocení je však méně přesné oproti metodě sledování rozvoje trhlin v závislosti na zatížení, kdy se získají přesné hodnoty síly a odpovídající velikosti trhlin. Stav povrchu, drsnost, neovlivňuje

v takové míře výsledky měření jako v případě vrypové zkoušky, která kvůli co nejmenšímu ovlivnění výsledků vyžaduje povrch s nízkou hodnotou drsnosti.

Při sledování rozměru trhlin a rozsahu poškození udává měřítko adheze odpor proti šíření těchto trhlin. Vyhodnocení vtisků se provádí přiřazením vtisků do jednotlivých kategorií (tříd) s adhezním číslem HF[1; 2], které charakterizuje stupeň popraskání či odloupení vrstvy. Tato hodnotící tabulka byla autorem navržena v uvedené podobě, neboť hodnocení dle původní klasifikační stupnice nebylo svojí přesností vyhovující. V současné době našla tato nová klasifikace široké uplatnění nejen v České republice, ale i u zahraničních firem.

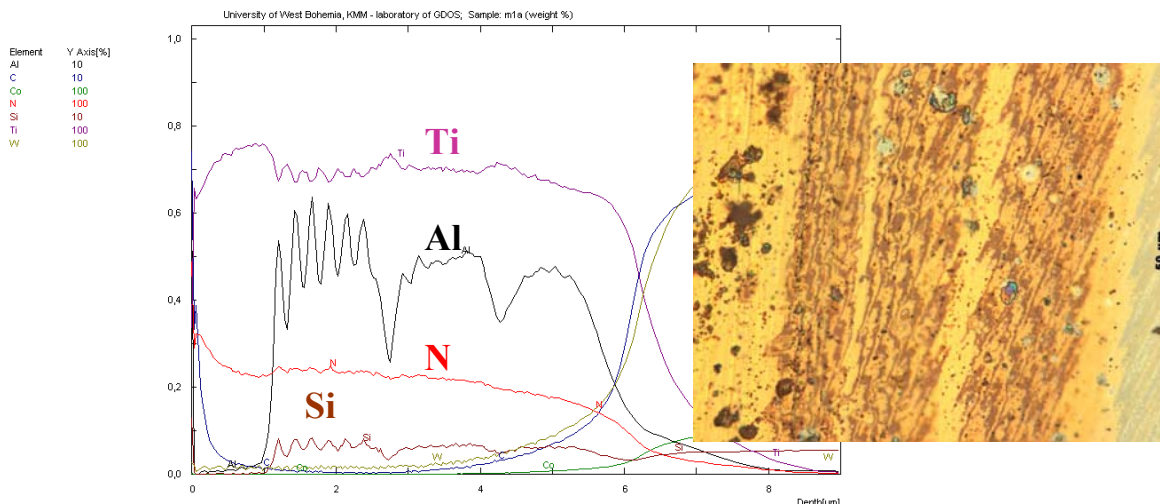
Další možností, jak zjistit pevnost spojení tenké vrstvy a podkladového materiálu, je provedení vtisků na příčných výbrusech. Vtisky se provádí se vtisky Vickersovo indentorem do rozhraní tenká vrstva-substrát a zjišťuje se, jak se vrstva chová popř. jaká je potřebná síla na odtržení. Výhodou této metody je, že může postihnout pevnost vazeb mezi jednotlivými strukturními fázemi substrátu a tenkou vrstvou. Nevýhodou je její pracnost a také možnost vnesení napětí do oblasti rozhraní při přípravě metalografického výbrusu.

Ačkoliv výrobci tenkých vrstev považují vrypovou zkouškou scratch testu zjištěnou hranici kritického zatížení 50N za zásadní, nelze toto stanovisko univerzálně doporučit, neboť záleží rovněž na charakteru poškození, na dalších vlastnostech tenké vrstvy a rovněž také na aplikacích. U vnikacích zkoušek nebyly stanoveny žádné hranice, dle kterých by byla vrstva považována za jednoznačně vyhovující.

## 2.4 Optická emisní spektroskopie GD-OES

Princip metody měření byl již popsán v mnoha publikacích. V tomto příspěvku bude pozornost věnována pouze omezením, která jsou aktuální při analýzách systému tenká vrstva-substrát.

Při aplikaci metody GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) lze využít postupného odprašování vzorku, čímž je možné sledovat závislost koncentrace prvků na analyzované hloubce. Výsledkem měření je koncentrační profil v závislosti na hloubce odprašení. Přesnost této analýzy je závislá na správné kalibraci odprašování materiálu. Přesné stanovení odprašené hloubky je dáno dobou odprašování. Proto je třeba provádět kalibraci přístroje na standardech blížící se svým složením k předpokládanému obsahu prvků vzorku. Rychlost odprašování je vedle chemického složení vzorku ovlivněna také jeho povrchovým stavem (drsností, pnutí, heterogenitou) a orientací jednotlivých zrn polykrystalického materiálu[3]. Při analýze tenkých vrstev se ve výsledku koncentračních křivek může negativně projevit vliv kráterového jevu. V blízkosti stěny Grimmovy lampy je následkem nehomogenního doutnavého elektrického výboje nerovnoměrné odprašení. S dobou tj. hloubkou odprašení se tato heterogenita ještě zvětšuje. V okamžiku, kdy se část kráteru dostane do oblasti, která má větší odprašovací rychlost dojde k dalšímu výraznému prohloubení a zvětší se rozdíl mezi hloubkou ve středu a na okrajích kráteru. Negativní účinek kráterového jevu je ještě zesílen redepozicí odprašeného materiálu v oblasti kráteru. Na obr.4 je zachycen hloubkový koncentrační profil. Z dokumentace kaloty vyplývá, že skladba vrstvy se periodicky opakuje, přesto právě díky uváděnému kráterovému jevu popř. i zmíněné redepozici není tato skladba v určité hloubce správně zachycena. Tento jev má pak za následek i to, že hloubkovými koncentračními křivkami dokumentované rozhraní mezi vrstvou a substrátem nedosahuje ostrého přechodu ani v okamžiku, kdy tomu tak je skutečně. Na druhou stranu pouze ve velmi ojedinělých případech způsobí kráterový jev takové nepřesnosti, že by např. nebyla rozpoznatelná mezivrstva, která se deponuje mezi substrát a vrstvou za účelem zlepšení adhezivních vlastností.



Obr.4 - Vliv kráterového jevu na průběh hloubkových koncentračních křivek analýzy GD-OES u multivrstevného systému s vrstvou TiAlSiN.

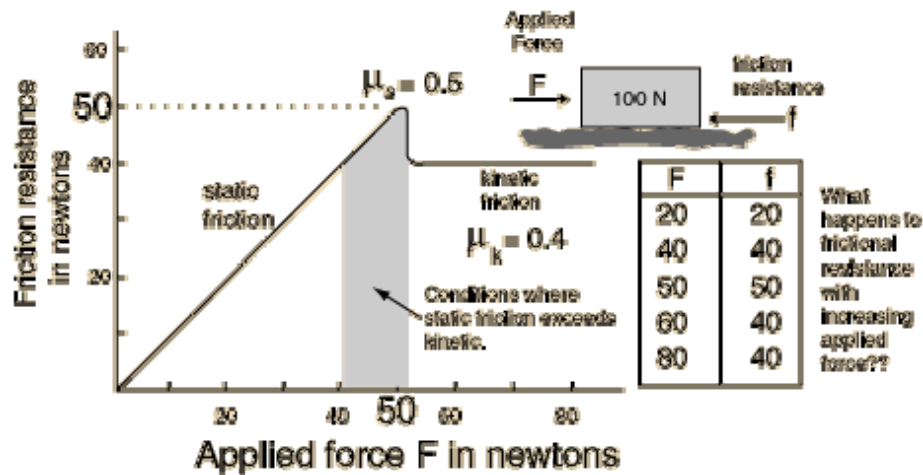
## 2.5 Tribologické zkoušky

Tribologické zkoušky se zaměřují především na určení součinitele tření a jeho změny v průběhu zkoušky pro kombinaci dvou materiálů, hodnoceného substrátu a tělíška specifických vlastností a rozměrů („PIN“ tělíško), a použitého prostředí. Kromě součinitele tření lze při tribologickém hodnocení získat informace o adhezivně-kohezivním chování sledovaného systému a to i za podmínek vysoké teploty, simulující podmínky řezného procesu.

Při analýze „PIN on DISC“ je na povrch vzorku ve tvaru disku přiloženo „PIN“ tělíško ve formě válečku nebo nerotující kuličky. V určité zvolené vzdálenosti od středu vzorku je „PIN“ zatížen předem definovanou silou. Disk se začne otáčet zvolenými otáčkami a vykoná předem stanovený počet kol (cyklů). „PIN“ tělíško vytvoří na povrchu vzorku tribologickou kontaktní dráhu (stopu), jež je analyzována (tvar, hloubka, okolí apod.). Výsledky testu, rozsahu opotřebení jsou závislé především na těchto parametrech: zatěžující síla; počet cyklů; relativní rychlost; pohybu mezi kuličkou a vzorkem; teplota povrchu vzorku; stav a kvalita povrchu vzorku; mechanické a fyzikální vlastnosti materiálu vzorku i kuličky. Pro správné porovnání jednotlivých vrstev, jednotlivých výstupů a porozumění iniciovaným procesům v odpovídajících souvislostech (koeficient tření, poškození tribologické stopy a dalších doprovodných procesů – chvění, akustický signál ...) je nutné uvádět všechny příslušné parametry testu. Bohužel i tento požadavek je často opomíjen nejen výrobcí tenkých vrstev, kteří v katalogích uvádí max. materiál „PIN“ tělíška, často je však opomíjen i vědeckými odborníky, kteří se podílí na vývoji a testování nových vrstev.

Tribologická analýza poskytuje rovněž cenné poznatky o chování kontaktní dvojice v souvislosti s drsností a stavem povrchu, ale také lze zachytit vliv pohybu na iniciované děje. Tyto poznatky vyplývají ze stanovení tzv. statického koeficientu tření. Tento koeficient tření je definován jako síla vzdorující pohybu až k jistému maximu, kdy je překonána a začne pohyb (obr. 5).

Kinetický koeficient tření je definován jako odpor materiálu, který se projeví, když jsou kontaktní plochy v pohybu. Obvykle je tato síla nižší než statická třecí síla a je nezávislá na rychlosti.



Obr. 5 - Rozdíl mezi statickým a dynamickým koeficientem tření

Velmi důležitým parametrem tribologických experimentů je chvění během testu. Vyhodnocení je prováděno pomocí směrodatné odchylky od průměrné hodnoty koeficientu tření. Tyto charakteristiky nebývají běžně zahrnuty, neboť postihnout jejich vliv v reálném procesu je velmi obtížný. Tyto poznatky byly v minulosti s výhodou využity při hodnocení tenkých vrstev aplikovaných na nástrojích pro obrábění plastů. Následnými technologickými testy bylo potvrzeno jejich opodstatnění. Pro analýzy hodnotící vrstvy (systémy) vhodné pro nástroje obrábějící plasty byla s výhodou využita následující speciální tribologická analýza.

Pro stanovení specifických kontaktních vlastností bylo využito speciálně zkonstruované zařízení, které poskytuje pouze vybrané informace o chování daného systému. Tuto speciální zkoušku lze označit jako „tribologickou zkoušku za rotace“. Tato zkouška byla realizována pro zjištění vlivu skleněných vláken nacházejících se v obráběném polypropylenu na charakter opotřebení. Podstatou této zkoušky bylo vtlačování rotujícího polypropylenového tělíska do zkoumaného vzorku, u kterého se po určitém čase sledoval stav povrchu.

## 2.6 Fretting test

Principem metody je „proklešťování“ vrstvy kuličkou nebo hrotem pohybujícími se nízkofrekvenčními kmity. Opotřebení frettingem je jev povrchového porušení, který může nastat u většiny průmyslových aplikací, kde je kontakt ovlivněn mechanickými vibracemi (kmitáním). Tento druh porušení může často vést ke kritickému porušení součásti. Přímým výstupem měření je průběh koeficientu tření (tzv. fretting koeficientu) v závislosti na počtu cyklů.

Fretting je dynamický proces únavového opotřebení povrchu. Reciproční třecí zatížení způsobuje povrchová pnutí, která mohou vést k tvorbě trhlin a únavě frettingem. Opotřebení frettingem se projeví, když trhliny na povrchu resultují ve fragmenty opotřebení (tzv. wear debris). Uvolněné produkty opotřebení zůstávají po určitou dobu v kontaktu a zásadně tím ovlivňují kontaktní podmínky[3].

Obvykle je při kontaktním namáhání povrchu (např. oceli) zapotřebí nejprve odtrhnout oxidické povrchové filmy, které jsou vystaveny chemickým reakcím. Často zároveň dochází ke zvýšení teploty, která chemické reakce urychluje [3]. Hlavní roli v degradaci povrchu hraje smykové napětí. Vzhledem k tomu, že tenké vrstvy mají tloušťku jen několik mikrometrů, je pevnost na rozhraní tenká vrstva-substrát (adheze) při namáhání frettingem velmi důležitá.

Vedle koeficientu tření je vyhodnocována frettingová stopa a vytvořené defekty. Z charakteru a velikosti vzniklých defektů lze získat další důležité poznatky o adhezivních vlastnostech systému. Při porovnávání těchto defektů s poškozeními iniciovanými při scratch testu je zapotřebí zohlednit rozdílnosti obou metod. Toto zohlednění je zapotřebí uplatnit i při porovnávání koeficientu tření z tribologické analýzy a fretting testu.

## 2.7 Impact test

Impact test umožňuje testovat vybrané vrstvy a povlaky na únavovou pevnost, zatímco např. zkoušky založené na scratch testu (postupném vnikání hrotu do povlaku při zvětšujícím se zatížení) mohou být nedostatečné pro simulaci podmínek, kdy je povrch materiálu vystaven zároveň únavovému a erozivnímu opotřebením. Impact test věrněji napodobuje reálné situace během životnosti vrstvy (např. rázové účinky mezi deponovaným obráběcím nástrojem a obrobkem v důsledku chvění). Navíc, tam kde je obtížné docílit scratch testem porušení vrstvy, lze Impact testem tuto vrstvu snadno porušit a tím ve vrstvě vyvolat krajní podmínky, které mohou v některých reálných situacích nastat.

Princip Impact testu spočívá v tom, že na povrch materiálu dopadá s pravidelnou frekvencí a pod určitým zatížením tělísko. Podle požadavků testu je toto tělísko vyrobeno z různých materiálů jako např. z  $Al_2O_3$ , WC, oceli ČSN 14 109 apod. Frekvence dopadů se pohybuje v rozmezí 0 až 50 Hz a síla zátěže od 0 do 1500 N (tyto parametry se mohou měnit v závislosti na použitém zařízení).

Poškození vzorku je hodnoceno optickým, elektronovým anebo konfokálním mikroskopem. Je výhodné, jestliže je přístroj doplněn o možnost očištění povrchu stlačeným vzduchem, neboť tím se docílí toho, že porušené a odstraněné zbytky povrchu nezůstávají v místě nárazu a tím nezkreslují výsledky měření.

Pro účely kontaktního namáhání již byly na pracovišti KMM zkonstruovány dva přístroje. Na základě realizovaných provedených testů byla vytvořena spolehlivá metodika umožňující hodnocení nejen vzorků s povrchovou tenkou vrstvou, ale i se silnějšími povlaky popř. jinou povrchovou úpravou (např. povrchové kalení, nitridování), ale rovněž zjišťovat celou řadu vlastností u tzv. objemových materiálů.

## 2.8. Analýzy zachycující tepelné vlastnosti tenkých vrstev

Jak bylo uvedeno v úvodu, je zapotřebí věnovat pozornost vlastnostem tenkých vrstev nejen při normální teplotě, ale s ohledem na aplikace v procesu obrábění je nutné sledovat také změny iniciované při vyšších teplotách. Uživatelé tenkých vrstev se mnohdy domnívají, že zvýšená teplota může vést pouze k degradaci užitných vlastností. Z podstaty technologie vytváření tenkých vrstev by se tento degradující účinek mohl očekávat. Vyšší teplota zapříčiní snížení vnitřního napětí a tím snížení tvrdosti, nebo poškození popř. alespoň oslabení hranic krystalitů následkem vzniku oxidických filmů vedoucích ke zkřehnutí systému, nebo difúzními procesy mezi podkladovým materiálem a vrstvou, nebo následkem neustálých dilatací obou odlišných materiálů (tenká vrstva-substrát) a vzniku mikrotrhlin. Toto jsou pouze vybrané, nejčastěji zmiňované degradační procesy. Na druhou stranu nemusí vyšší teplota vést k jednoznačnému zhoršení užitných vlastností. Jak bylo vlastními experimenty zjištěno, vyšší teploty (400°C) mohou na povrchu vrstvy iniciovat vznik oxidických filmů, které mají podstatně nižší koeficient tření, jsou tvrdší, nebo také vytváří účinnou tepelnou bariéru. Difúzní procesy rovněž mohou za určitých podmínek zvýšit adhezi vrstev, nebo snížením napětí ve vrstvách opět dojde ke zlepšení adhezivně-kohezivních vlastností.

Vlastnosti tenkých vrstev za vyšších teplot lze sledovat dle přístrojového vybavení dvěma způsoby. Vzorek lze definovaně zahřát a po vychladnutí sledovat změnu vlastností, které mohou být popsány již výše uvedenými analýzami. Další možností, která vyžaduje speciální přístrojové vybavení, je měřit vlastnosti při konkrétní teplotě. Tím se získají



poznatky o aktuální změně, která se při poklesu teploty nemusí projevit. Při volbě teploty testu je nutné vědět, jaké teploty předpokládanou operaci doprovází. Vedle teploty je třeba vědět i o způsobu přenosu tepla a jeho vzniku. Je nutné mít definované zdroje tepla a teplotní toky, které se uplatňují v průběhu procesu. Při obrábění je to teplo, které je nejvíce iniciováno vzájemným kontaktem mezi obrobeným povrchem, třískou a nástrojem. Této problematice je věnován samostatný příspěvek[4]. Další možností napomáhající zvýšit povědomí o chování a vlastnostech tenkých vrstev při vyšších teplotách je zjištění fyzikálních a chemických vlastností, které mají vliv na iniciované procesy. Na prvním místě je to tepelná vodivost dále pak tepelná kapacita a difuzivita v závislosti na teplotě. Měření těchto veličin i konkrétní příklady jsou uvedeny rovněž v tomto sborníku[5; 6].

### 3. STAV POVRCHU

Při hodnocení vlastností systému tenká vrstva substrát lze, v případě řezných nástrojů, opomenout optické vlastnosti. Tyto vlastnosti mají především marketingový charakter a někdy nastane situace, kdy je tento faktor bohužel rozhodující. Z pohledu aplikace na řezné nástroje je potřeba věnovat pozornost stavu povrchu z hlediska drsnosti, ale také množství různých defektů v oblasti břítu. Přítomnost defektů je způsobena většinou technologickou přípravou povrchu, která se samotnou depozicí přímo nesouvisí, nicméně může velmi ovlivňovat výsledné vlastnosti. Mezi nejčastější defekty patří jednak povrchové a podpovrchové trhlinky, zabroušené nečistoty, otřepy, vypadlé strukturní elementy, ale také tepelně poškozený povrch. V současné době se již této oblasti začíná věnovat patřičná pozornost a to především díky technologiím upravujícím mikrogeometrii nástroje. Přesto jsou ještě oblasti, které zůstávají bez povšimnutí např. vnesené napětí do materiálu následkem broušení. Další neméně důležitou oblastí je drsnost povrchu. Opět je dnes již v povědomí, že vedle klasické hodnoty  $R_a$  (střední aritmetická úchylna profilu) jsou důležité i další charakteristiky popisující stav povrchu. Jednak to jsou veličiny drsnosti  $R_z$ ,  $R_m$ , nosná Abbottova křivka profilu, ale také topografie povrchu. Jestliže se tyto charakteristiky spolu s těmi, které jsou uvedeny v předchozí části této kapitoly, zahrnou pod jeden pojem a připojí se ještě další chemicko-fyzikální vlastnosti, lze použít nový technický termín „integrita povrchu“. V zahraničí je již tento termín vymezen normou. V ČR je průkopníkem toho označení prof. B. Bumbálek.

Drsnost povrchu lze zjistit kontaktní metodou – dotykový profiloměr, nebo bezkontaktní metodou. Princip dotykového profiloměru je obecně znám. Pro bezkontaktní měření lze na pracovišti autora s výhodou využít LEXT – konfokální laserový rastrovací měřicí mikroskop. Pro plné využití tohoto přístroje bylo zapotřebí vytvořit metodiku měření, která umožnila dosažení relevantních výsledků drsnosti. Základ této metodiky byl již vytvořen, proto lze v běžných drsnostech  $R_a$  0,1-0,4 provádět přesná měření. Při vyšších hodnotách drsnosti se projevují problémy s filtrací reliéfu povrchu a vlivu jednotlivých výškových stupňů. Většinou jsou získané hodnoty větší, než odpovídá skutečnosti. Výhodou konfokálního mikroskopu Olympus LEXT OLS3000 je také záznam povrchu ve 3D zobrazení, ale také velmi přesné měření výškových stupňů. Tento přístroj lze proto využít nejen pro záznam profilu, ale také pro vyhodnocení defektů iniciovaných na povrchu při výše uvedených laboratorních analýzách. Další možností dokumentace stavu povrchu, iniciovaných defektů, je řádkovací elektronový mikroskop. Jestliže je vybaven energiově nebo vlnově dispersním mikroanalyzátozem, lze realizovat i kvantitativní a kvalitativní koncentrační analýzu prvků.

Ve výčtu možností analýz a dokumentace povrchu a jejich charakteristických znaků by se mohlo pokračovat. Cílem bylo přiblížit nejen možnosti pracoviště, ale také poukázat na

některé spojitosti. Tyté je zapotřebí vzít v úvahu nejen při volbě použitých analýz, ale především při vyhodnocování získaných dat a vytváření ucelených poznatků.

#### 4. ZÁVĚR

Tenkové vrstvy jsou velmi specifické nejen technologií svého vzniku, rozměrem, ale také vlastnostmi. Jestliže se tyto vlastnosti mají správně popsat a dát do vzájemných souvislostí, je zapotřebí znát faktory, které mohou získaná data ovlivnit, ale také váhu jejich přínosu k celkovému poznatku. Dobrým příkladem je již zmíněná mikrotvrdost. Dříve se této veličině přiřazoval velký význam, přestože nebylo úplně zřejmé, jak konkrétně ovlivňuje výsledné vlastnosti, které jsou v procesu obrábění z hlediska zvýšení trvanlivosti ostří rozhodující. Následná měření prokázala, že vedle hodnoty mikrotvrdosti jsou důležitá i další tímto měřením získaná data (elasticko-plastické charakteristiky). Zároveň se využily další analýzy, které komplexně zahrnují nejen mikrotvrdost, ale i další vlastnosti. Do těchto metod patří např. tribologické analýzy.

Možnosti analýz nejsou v žádném případě vyčerpány, jednak se současné neustále zlepšují, vznikají nové se zlepšujícím se přístrojovým vybavením, ale vznikají také speciální analýzy postihující pouze konkrétní aplikace. Možných analýz, které popisují užité vlastnosti tenkých vrstev např. v procesu obrábění je celá řada. V praxi je třeba zvolit pouze vybrané analýzy, které umožní rychle a přesně získat data, na základě nichž budou zachyceny nejen nevhodné vrstvy, ale budou případně odkryty další možnosti jejich využití.

**Tento příspěvek vznikl na základě spolupráce s firmami deponující v České republice tenké vrstvy a na základě spolupráce s firmou Hofmeister s.r.o., a řešením projektu FI-IM4/226.**

#### POUŽITÁ LITERATURA

- [1] KRÍŽ, A.: Komplexní vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami nitridů kovů. Habilitační práce. ZČU Plzeň, 2004.
- [2] KRÍŽ, A.: Vlastnosti řezných nástrojů s tenkými vrstvami TiN, ZrN. Disertační práce, ZČU Plzeň, 1998.
- [3] KANALOŠ, M.: Tribologické vlastnosti kluzných vrstev na bázi uhlíku. Diplomová práce. ZČU Plzeň 2008.
- [4] BENEŠ P., KRÍŽ A., MARTAN J.: Vliv tepelných vlastností tenkých vrstev na třískové obrábění tvrdých těžkoobrobitelných ocelí. Vrstvy a Povlaky 2008. Rožnov pod Radhoštěm, 2008.
- [5] HONNER, M., TESAŘ J.: Termovizní měření v technologiích vytváření povlaků a tenkých vrstev. Vrstvy a Povlaky 2008. Rožnov pod Radhoštěm, 2008.
- [6] MARTAN J.: Měření tepelných vlastností tenkých vrstev pomocí pulzní fototepelné radiometrie. Povlaky 2008. Rožnov pod Radhoštěm, 2008.

