

Úloha č. 5

Základní parametry tenkých vrstev

Úkoly:

- 1) Stanovte tloušťku vrstvy pomocí kalotestu.
- 2) Odhadněte vrypovým testem kritickou sílu L_C jako parametr adheze vrstvy.

Zařízení a pomůcky

Kalotest CSM Instruments

Vrypový test

Metalografický mikroskop Neophot 30

Digitální fotoaparát Nikon Coolpix 5000

Počítač s TV kartou

Metodika měření

- 1) Měření tloušťky povlaku pomocí zařízení CSM Calotest (schéma na obr.1) je zkouškou destruktivní. Základním principem této metody je výbrus povlaku a části substrátu pomocí ocelové koule o známém průměru ($10\div 40\text{mm}$). Vzhledem k tvrdosti měřených materiálů (povlak i substrát) je nutné k vlastnímu výbrusu použít suspenzi s diamantovým práškem (velikost zrn $0,3\div 0,5\mu\text{m}$), rotující kulička vybrousí do povrchu kulový vrchlík. Na metalografickém mikroskopu Neophot 30 lze pak sledovat okraje jednotlivých rozhraní jako soustředné kružnice. Z naměřených veličin d , D (průměry soustředných kružnic) a R (poloměr použité koule) se tloušťka povlaku s vypočte podle vztahu

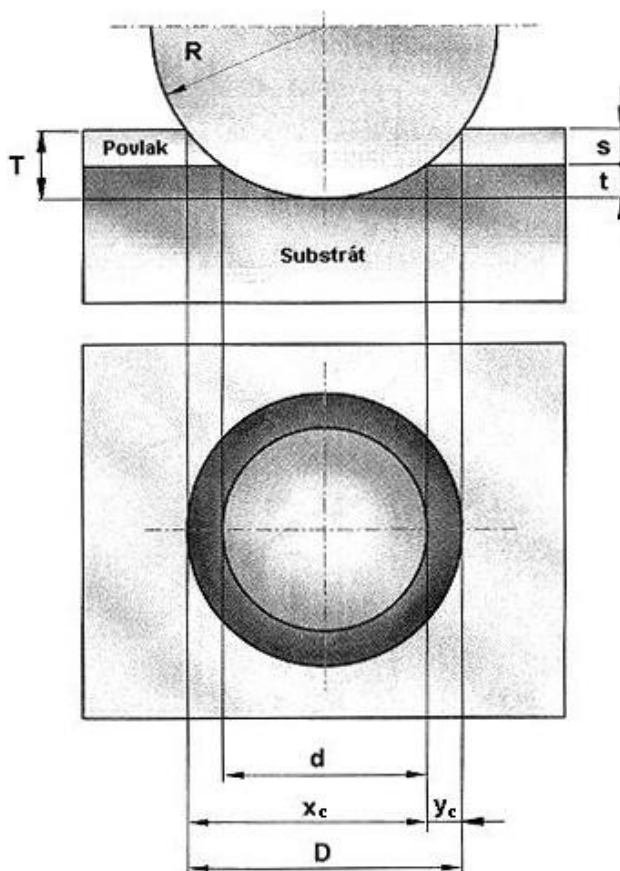
$$s = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

K výpočtu je možné použít také přibližný vztah

$$s_a = \frac{x_c \cdot y_c}{2R},$$

kde x_c , y_c jsou rozměry výbrusu podle. Chyba výpočtu podle přibližného vztahu je do 0,5%.

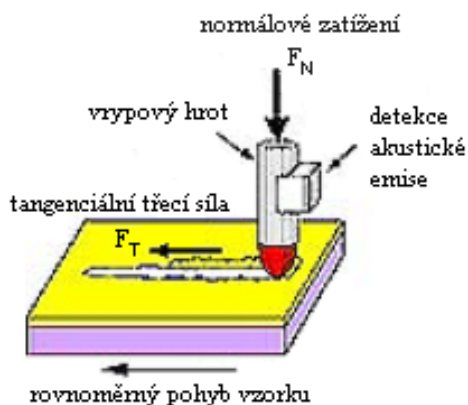
Metodu měření tloušťky povlaku pomocí výbrusu na kalotestu lze s úspěchem také užít k proměřování multivrstev, příliš se však nehodí pro vrstvy s nízkou adhezí k substrátu. Výbrus má pak nečisté okraje rozhraní a nelze tedy s potřebnou přesností proměřit vlastní rozměry výbrusu (d , D). Pro takové povlaky je vhodnější proměřovat jejich tloušťku metodou stíněné depozice, kdy část vzorku je při



Obr. 1 Princip vyhodnocení kalotestu

depozici zakryta. Pomocí optické, případně interferenční mikroskopie lze pak stanovit vzdálenost rovin povrchu substrátu a povrchu povlaku a tedy přímou metodou určit tloušťku povlaku.

- 2) Nejpoužívanější metodou testování adheze povlaků v tribologii je vrypový test (scratch-test). Pomocí měřicího diamantového hrotu (kuželový 120° s vrcholovým poloměrem cca $20\div 200\mu\text{m}$) zatíženého silou F_N a rovnoměrného přímočarého pohybu vzorku (viz obr. 2) je

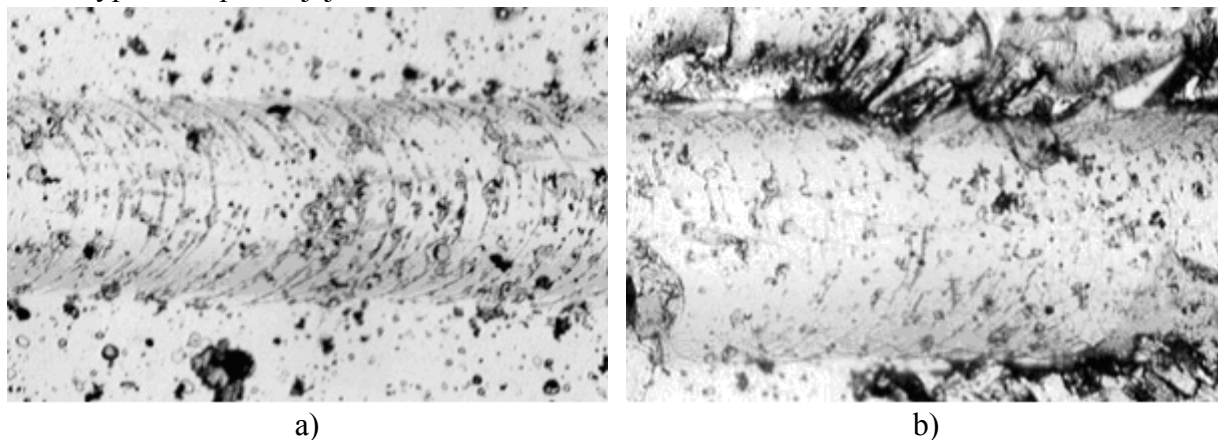


Obr. 2 Princip vrypového testu

v povlaku vytvářena vrypová stopa. Vzroste-li zatížení na určitou mez, dochází k porušení vrstvy povlaku a k jeho odlupování od substrátu. Nejmenší zatížení, při kterém k tomuto jevu dojde, se nazývá *kritické zatížení* L_C . Hodnota kritického zatížení pro daný povlak je pak mírou jeho adheze k substrátu.

Moderní přístroje (scratch-testery) jsou vybaveny počítačovým řízením, normálová síla F_N je vyvozována pomocí elektromagnetu, je tedy možné proměřovat vrstvu s proměnným zatížením. Doplnkem vrypového testu je sledování akustické emise procesu, která je pro porušení povlaku charakteristická. Výstupními charakteristikami bývají pak závislost měřeného koeficientu tření μ

(resp. tangenciální třecí síly F_T) a veličiny akustické emise (nejčastěji frekvence f_{ak} {Hz}, případně akustický tlak p_{ak} {Pa}) na normálovém zatížení F_N . Druhým stupněm studia vrypového testu je analýza stopy mikroskopem. Mírou adheze povlaku je jeho soudržnost ve vrypové stopě a v jejím těsném okolí v závislosti na zatížení.



Obr. 3 Ukázka projevu adheze povlaku TiN při vrypovém testu pro zatížení $L < L_C$ (a) a $L > L_C$ (b)

Postup měření

- 1) Měřený vzorek upevněte do čelistí zařízení a na hřídelku pohonu a povrch povlaku přiložte kouli o vhodném poloměru. Brusnou emulzi řádně protřepejte a shora kápněte na testovací kouli přiměřené množství. Na ovládacím panelu přístroje nastavte rychlost otáčení na ot./min., dobu broušení zvolte cca 20s a spusťte měření. Po dokončení výbrusu zkontrolujte správnost jeho provedení, vrstva by měla být z větší části probroušena. V případě potřeby výbrus opakujte pro delší čas. Na metalografickém mikroskopu zaostřete na výbrus, poznamenejte si celkové zvětšení mikroskopu, výbrus vyfotografujte a při stejném zvětšení vyfotografujte ještě napařené měřítko. Vyhodnocení výbrusu proveďte pomocí grafického softwaru.

- 2) Laboratoř Skupiny pokročilých materiálů je vybavena jednoduchým manuálním scratch-testerem vlastní konstrukce, který umožňuje rychlé nenáročné kvalitativní testování povlaků. Normálová síla F_N je vyvozována pomocí závaží ($1 \div 150N$, k dispozici jsou závaží o $5N$ a $10N$). Upevněte testovaný vzorek do čelistí zařízení, přiložte k povlaku hrot a zatěžte jej silou $10N$ (modré závaží). Pomocí příčného posuvu stolku vytvořte v povlaku krátký vryp. Postupně přidávejte zatížení po $5N$ až do $80N$, pro každé zatížení vytvořte vryp. Vytvořené vrypové stopy analyzujte pomocí mikroskopu Neophot 30 a odhadněte kritickou hodnotu zatížení L_C .