

# Mechanické vlastnosti vrstev, měření a hodnocení

# Typicky měřené vlastnosti

- Tvrdost
- Frikce a otěru odolnost, adheze
- Atd.

# Tvrдость

- **Tvrдость je nejčastěji definována jako mechanická vlastnost vyjadřující odpor materiálu proti vnikání geometricky definovaného vnikacího tělesa (indentoru) při dané teplotě.**
- **Definice není použitelná, je příliš obecná.**

# Parametry

- Všeobecně ji tedy můžeme vyjádřit jako funkci:
- **H...** tvrdost (z anglického slova *hardness* = tvrdost)
- **e...** elastické vlastnosti zkoušeného materiálu (modul pružnosti **E** atd.)
- **P...** plastické vlastnosti zkoušeného materiálu
- **F...** velikost síly působící na vnikací těleso
- **T...** tvar, rozměry a tvrdost vnikacího tělesa
- **t...** tření mezi vnikacím tělesem a zkušebním vzorkem
- **v...** rychlost pohybu vnikacího tělesa.

# Parametry





- Hodnoty  $e$  a  $P$  představují odolnost zkoušeného materiálu proti vnikání cizího tělesa do jeho povrchu; tato odolnost je dána různými činiteli, z nichž nejdůležitější jsou:
- stavba materiálu definovaná druhem atomové vazby, typem krystalové mřížky a množstvím mřížkových poruch (vakancí, intersticií, dislokací, vrstevných poruch),
- mikrostruktura materiálu daná zejména velikostí zrna, stupněm morfologické nerovnoměrnosti (heterogenity), množstvím a tvarem příměsí ve struktuře,
- vnitřní napětí v materiálu vyvolané tvářením, nerovnoměrným ochlazováním, fázovými přeměnami a pod.,
- teplota, jež výrazně ovlivňuje elastické, plastické a pevnostní charakteristiky materiálu, a tím i naměřené hodnoty jeho tvrdosti.

# Tvrдость - klasicky

Tvrдость je vektorová fyzikální vlastnost, která je definovaná jako odpor proti vnikání cizího tělesa, který vynakládá látka. Závislá je na struktuře krystalů, přesněji řečeno na pevnosti vazeb mezi částicemi v látce. Platí pro ni několik základních obecných podmínek (ne vždy platí, zejména ne v nano)

- tvrдость roste s klesající vzdáleností jednotlivých iontů ve struktuře.
- roste s větší pravidelností krystalové mřížky
- roste s mocenstvím iontů respektive s násobností vazby
- roste s podílem iontové vazby ve smíšených vazbách
- krystalové agregáty (drúzy) jsou obvykle měkčí než samostatný krystal

# Mohsova stupnice tvrdosti

Tvrđost ▲	Minerál ◆	Chemický vzorec ◆	Absolutní tvrdost ◆	Obrázek ◆
1	Mastek	$\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	1	
2	Sůl kamenná nebo Sádovec	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	3	
3	Kalcit - Vápenec	$\text{CaCO}_3$	9	
4	Fluorit (kazivec)	$\text{CaF}_2$	21	
5	Apatit	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}^-, \text{Cl}^-, \text{F}^-)$	48	

# Mohsova stupnice tvrdosti

6	Ortoklas (živec)	$\text{KAlSi}_3\text{O}_8$	72	
7	Křemen	$\text{SiO}_2$	100	
8	Topaz	$\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{F}^-, \text{OH}^-)_2$	200	
9	Korund	$\text{Al}_2\text{O}_3$	400	
10	Diamant	C	1600	



# Měření tvrdosti

- Zkoušky tvrdosti rozdělujeme na:
  - **statické** (tvrdost podle Brinella, Knoop, Rockwella, Vickerse)
  - **dynamické** (Poldi kladívko, Baumanovo kladívko, Shoreho skleroskop, duroskop)
- Další dělení:
  - zkoušky vrypové (Martens),
  - vnikací (Brinell, Knoop, Rockwell, Vickers),
  - odrazové (Shore)

# Měření tvrdosti

Tab. 1.2 Zkoušky tvrdosti [4]

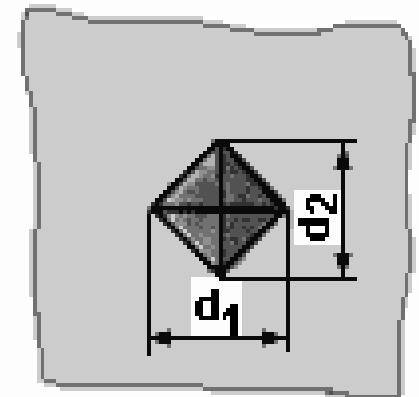
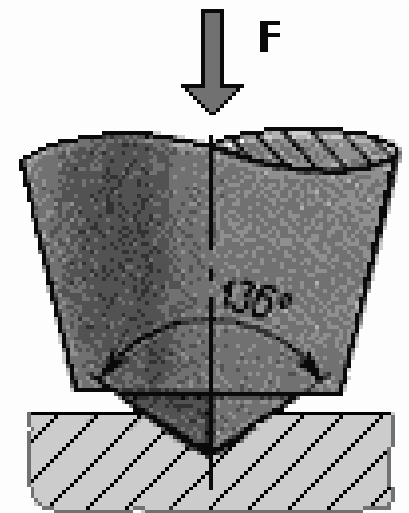
zkoušky makrotvrdosti	statické	vrypové	metoda Martens
		vnikací	metoda Brinell
			metoda Vickers
			metoda Rockwell
	dynamické	plastické nárazové	metoda volným pádem
			metoda stlačenou pružinou
			porovnávací metoda
		elastické odrazové	metoda volným pádem (Shorova)
metoda kyvadlová (duroskop)			
zkoušky mikrotvrdosti	statické	vnikací	metoda Vickers
			metoda Knoop
zkoušky nanotvrdosti	statické	vnikací	metoda Berkovich

# Princip vnikacích zkoušek

- **Tvrdot podle Vickerse** (ČSN 42 0374) - do materiálu se vtlačuje pod zatížením silou  $F$  (působí kolmo na povrch vzorku) diamantový pravidelný čtyřboký jehlan o daném vrcholovém úhlu  $136^\circ$  o mezi protilehlými stěnami po danou dobu.
- Následně se změří střední délka u obou úhlopříček vtisku. Zkušební zatěžující síla bývá od 10 do 1000 N. Doba zatížení se volí od 10 do 180 s. Použité zatížení píšeme do označení.
- Pro běžně zkušební zatížení 300 N a dobu od 10 do 15 s se používá označení HV.

# Tvrdoost podle Vickerse

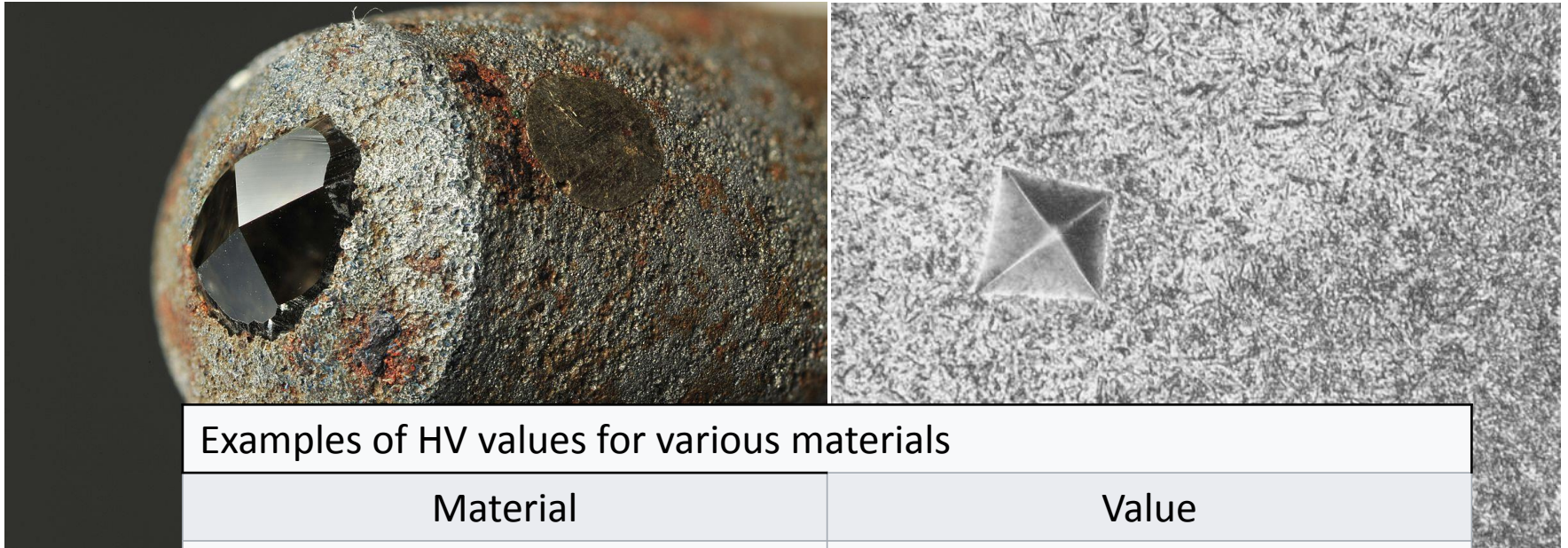
- Robert L. Smith a George E. Sandlar z Vickers Ltd jako alternativu k Brinell měření (kulička)
- Tvrdoost podle Vickerse se vyjadřuje bezrozměrně. Tvrdoost podle Vickerse je určena poměrem vtlačovací síly  $F$  a povrchu vtisku.
- **$HV = 0,189 \cdot (F / d^2)$**
- $F$  - síla vtlačování
- $d$  - úhlopříčka vtisku.



# Tvrdość podle Vickerse

- Píšeme jako **xxxHVyy**, tj. **440HV30**, nebo **xxxHVyy/zz** v případě že doba zátěže nění z intervalu 10 až 15 s., tj. **440HV30/20**
- **To je pak:**
  - 440 je tvrdość
  - HV označení metody
  - 30 je použitá zátěž v kp (kilopond)  $1 \text{ kp} = 9.807 \text{ N}$
  - 20 je doba zátěže v s

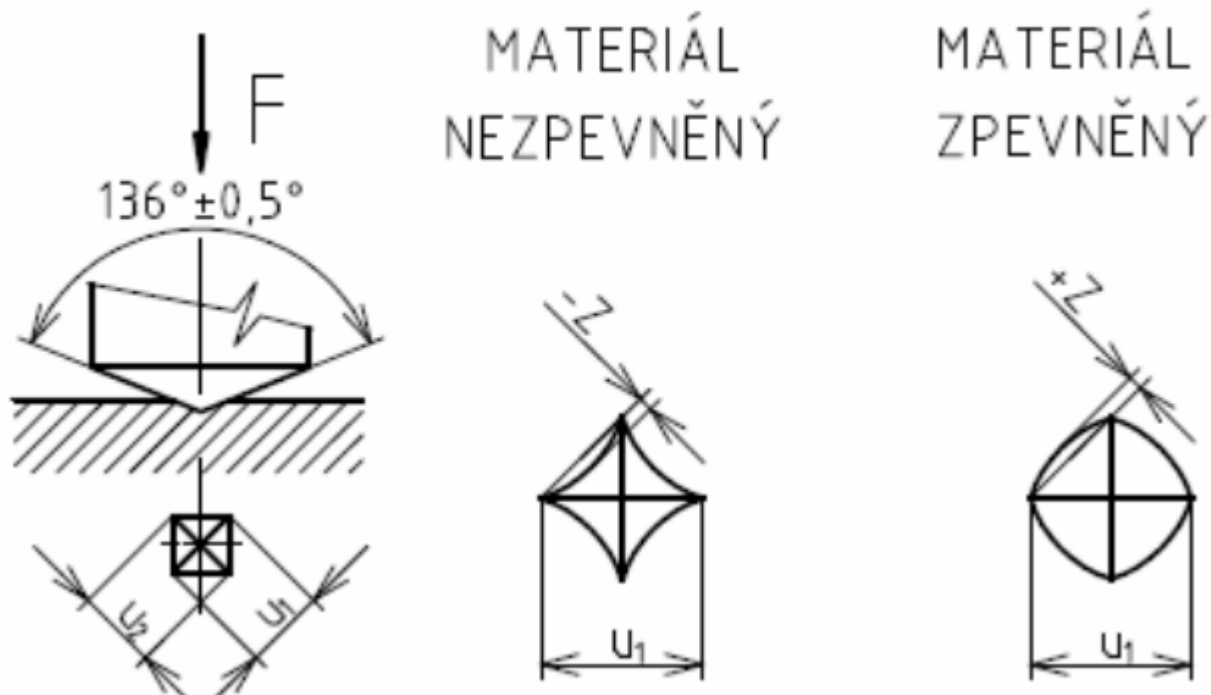
# Tvrđost podle Vickerse



Examples of HV values for various materials

Material	Value
316L stainless steel	140HV30
347L <a href="#">stainless steel</a>	180HV30
<a href="#">Carbon steel</a>	55–120HV5
<a href="#">Iron</a>	30–80HV5
<a href="#">Martensite</a>	1000HV
<a href="#">Diamond</a>	10000HV

# Materiálové problémy



Hodnota tvrdosti podle Vickerse se určí ze vztahu [4]:

$$HV = \frac{0,1891 \cdot F}{u^2} \quad (2.5)$$

Nebo se určí z tabulek podle velikosti úhlopříčky  $u$ . Pokud je vtisk zdeformován užije se vztah, který zahrnuje velikost deformace  $Z$  [4]:

$$HV = \frac{0,189 \cdot F}{(u \pm Z \cdot \sqrt{2})^2} \quad (2.6)$$

# Vliv opakovaného měření





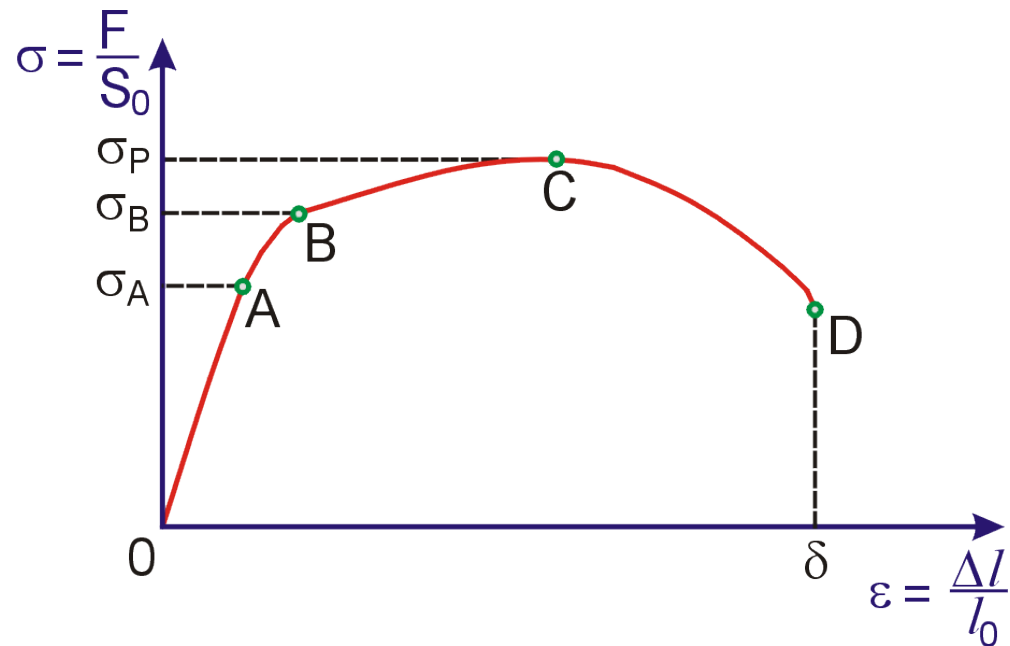
# Ostatní vnikací

- Brinell - vtlačujeme kuličku (nejstarší metoda)
- Berkovich – trojboký jehlan (přesnější výroba než Vickers) s vrcholovým úhlem  $142.3^\circ$  stejná poměr plocha/hloubka, tj. měřená tvrdost rovnou ve VK

# Analýza

- Měříme otisk po provedení testu
- Tedy měříme jen vzniklou plastickou deformaci, napětí nad  $\sigma_B$  !!!

- Tomu bude odpovídat poměrně velká potřebná síla a poměrně hluboký vtisk
- Není to problém pro TV?



# Rozdělení

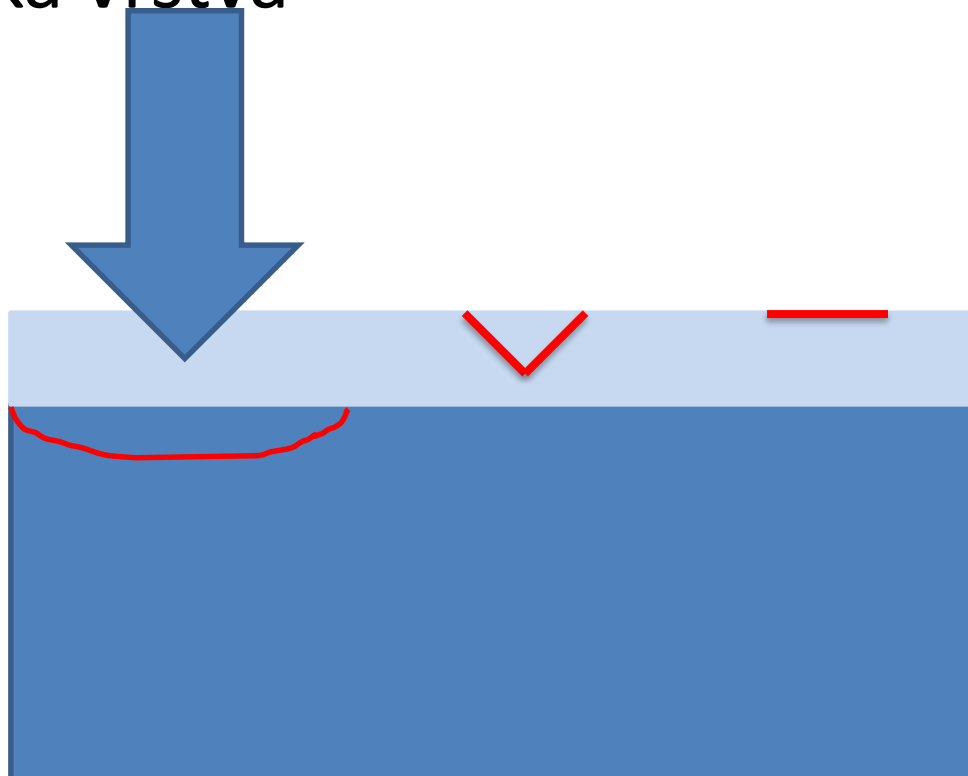
oblast zkušebního zatížení [N]	symbol tvrdosti	ISO 6507 – 1
$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Zkouška tvrdosti dle Vickerse
$1,961 \leq F < 49,03$	HV 0,2 až < HV 5	Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení
$0,09807 \leq F < 1,961$	HV 0,01 až < HV 0,2	Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse

Podle Vickerse se i mikrotvrdost vyhodnocuje z úhlopříček vtisku !

Někdy se zavádí ještě pojem nanotvrdost, viz tabulka v úvodu, což je někdy zaměňováno za mikrotvrdost – vždy si ověřte metodiku měření

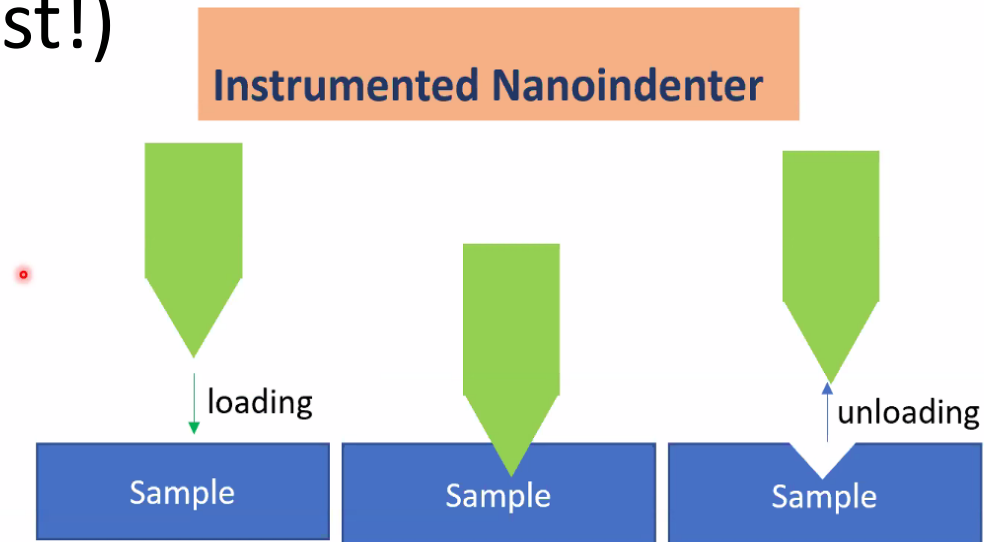
# Měření TV – varianty

- Tvrdá vrstva na měkké podložce
- Měkká vrstva na tvrdé podložce (plastická)
- Elastická vrstva



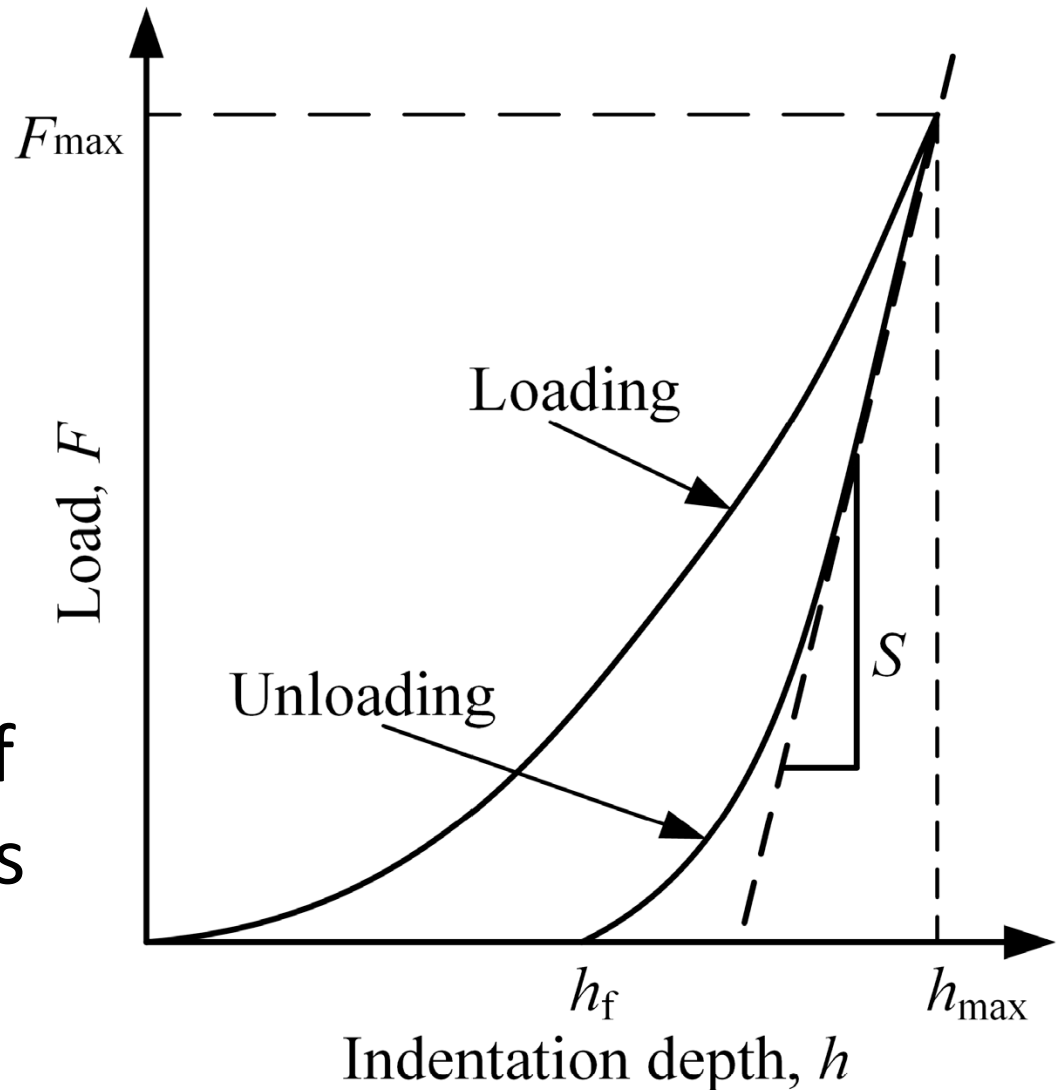
# Jak měřit vrstvy?

- Jak měřit bez plastické deformace?
- Jak měřit bez vlivu substrátu?
- Pravidlo hloubka vtisku max 10% tloušťky
- Mikrotvrdost (někdy nanotvrdost) = vnik cca jednoty nm (! Přesnost!)



# Měření mikrotvrdosti

- Load – unload
- The slope  $S$  at the maximum load data point is used to calculate the elastic modulus!
- Hertzian theory of contact mechanics



# Mikrotvrдость

- Jedna z možností Oliver–Pharr metoda
- $H = F_{\max} / A_p$ 
  - $F_{\max}$  je max síla
  - $A_p$  je projektovaná plocha vtisku (tj. vypočtená z hloubky vtisku)

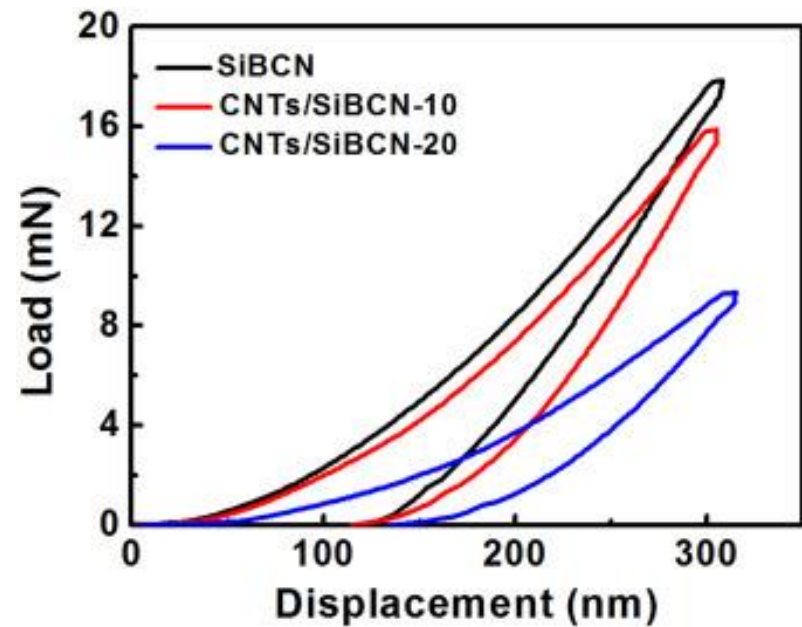
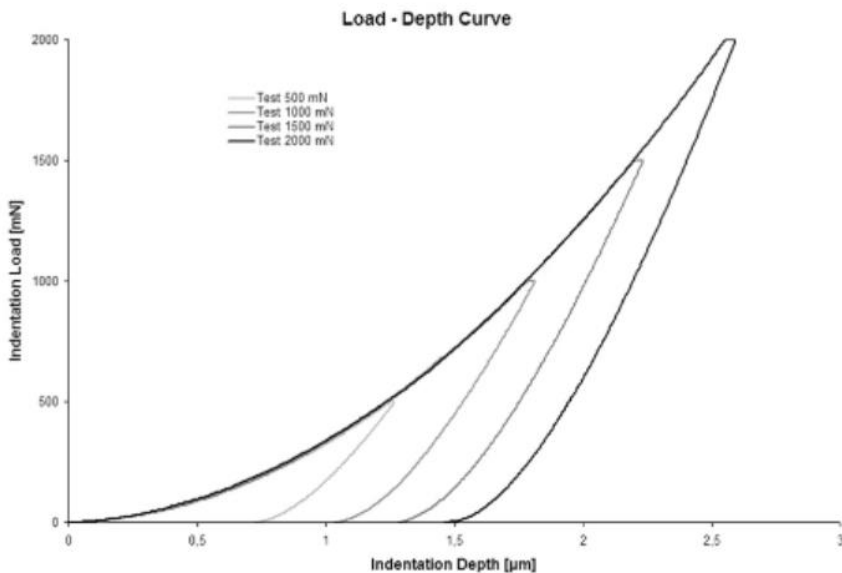
# Yongův modul

- Redukovaný Yongův modul  $E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_p}}$
- where  $A_p$  is the projected area of contact and  $S$  is the slope of the unload at the maximum displacement point ( $h_{\max}$ ).
- The reduced modulus  $E_r$  is a combination of the sample material and indenter elastic deformations.



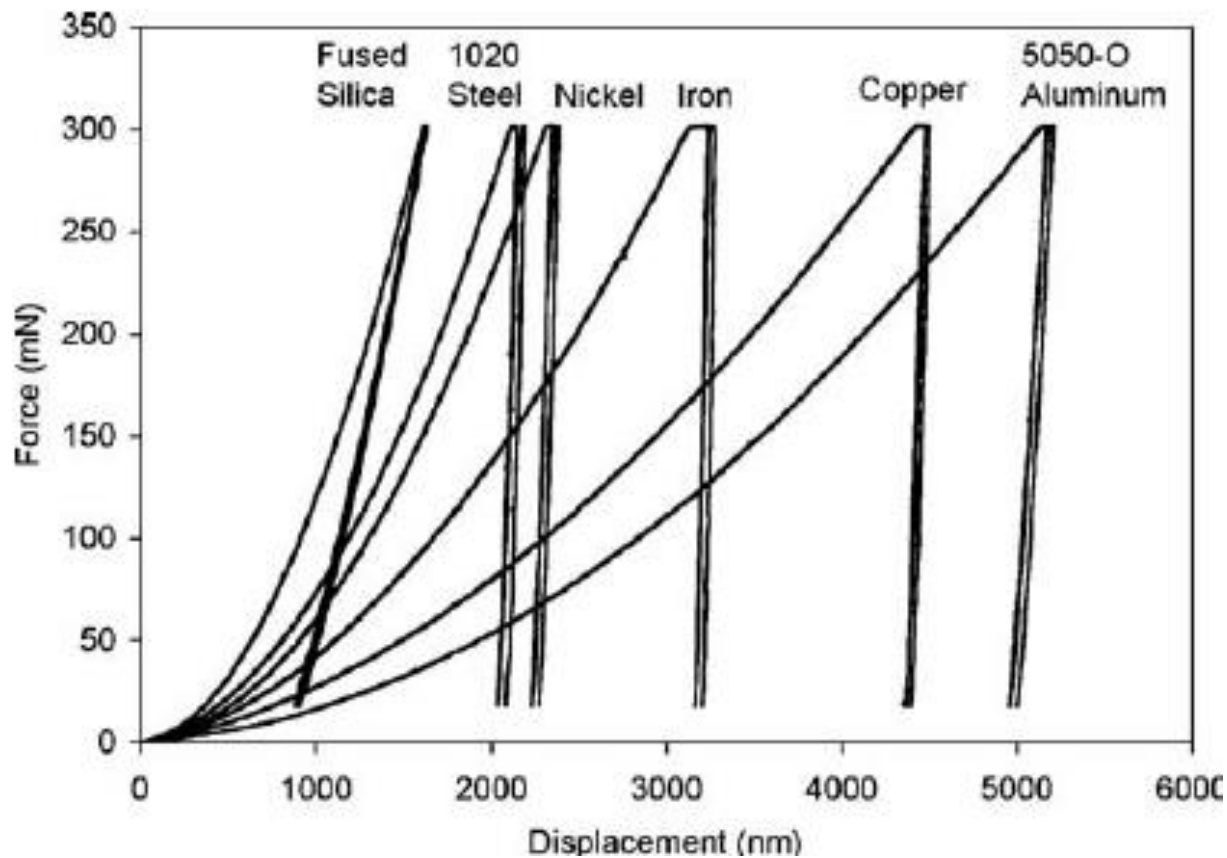
# Měření mikrotvrdosti

- Load – unload



# Měření tvrdosti – bulk pro srovnání

- Výrazná plastická deformace, hluboké vtisky



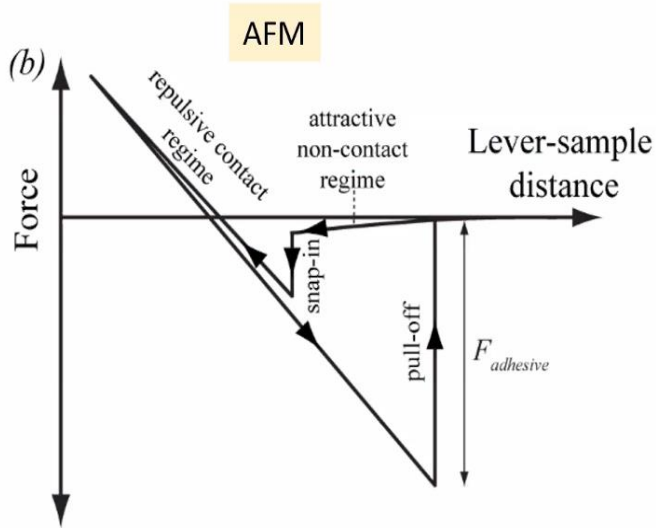
# Mikrotvrdost typické hodnoty

Material	Microhardness (GPa)	Classification
c-BN	50–70	Superhard
CN	50–60	Superhard
nc-TiCN/SiCN	30–60	Hard–Superhard
nc-TiN/SiN	30–50	Hard–Superhard
TiN	20–30	Hard
SiCN	25–35	Hard
SiC	20–30	Hard
SiN	20	Soft–Hard
SiON	10–20	Soft
TiO <sub>2</sub>	About 10	Soft
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	About 10	Soft
Nb <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	About 10	Soft
SiO <sub>2</sub>	About 10	Soft

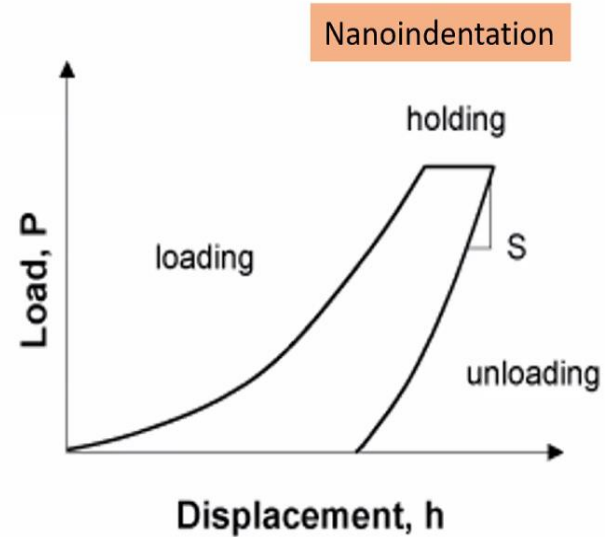
# Mikrotvrdost

- Ve skutečnosti je problematika mnohem složitější a stejně tak existují speciální postupy měření (zvyšování zatěžující síly) k omezení vedlejších vlivů
- Přístroje je třeba také kalibrovat tak, aby se omezil vliv nepřesnosti tvaru indentoru atd.

# Měření tvrdosti pomocí AFM



Cantilever deflection is convoluted into measurement

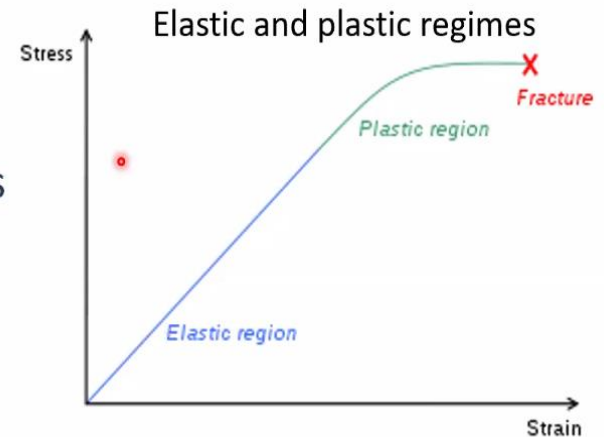


Straight up/down motion of the transducer enables a more straightforward measurement of displacement

# Nanoindetor nebo AFM

*What properties do you want to measure?*

- AFM measures elastic properties
  - Recoverable/nonpermanent/reversible deformation
  - **Modulus**
- Nanoindentation measures elastic *and* plastic properties
  - Plastic properties: Permanent deformation
  - Some Plastic Properties:
    - Yielding (onset of plastic deformation)
    - Ductility (plastic deformation at a fracture)
    - Toughness – ability to absorb energy and plastic deform before fracturing
    - **Hardness** – resistance to localized plastic deformation (e.g. dent or scratch)
- Both measure viscoelastic properties
  - Storage modulus  $E'$
  - Loss modulus  $E''$
  - Loss tangent  $E''/E'$



# Nanoindetor nebo AFM

*What kind of sample are you measuring?*

- Generally, AFM is better for softer samples
  - Polymers (1GPa or lower)
  - Biological materials
  - Hydrogels
  - Sticky materials
  - Limited by the cantilever spring constant
- Nanoindentation excels for stiffer materials
  - Ceramics
  - Metals
  - Stiff polymers
  - Semiconductors
- These guidelines derive from the force used by each technique
  - AFM: picoNewton to nanoNewton
  - Nanoindenter: microNewton to milliNewton

material	tensile modulus (G Pa)	elongation at break
hydrogel	$\sim 5 \cdot 10^{-6}$	
nitrile rubber	<0.01	500%
HDPE	1	500%
PP	1.14-1.55	100%
PS	2.28-3.28	7%
Al	69	9%
Cu	110	45%
Steel	207	10%

# Nanoindetor nebo AFM

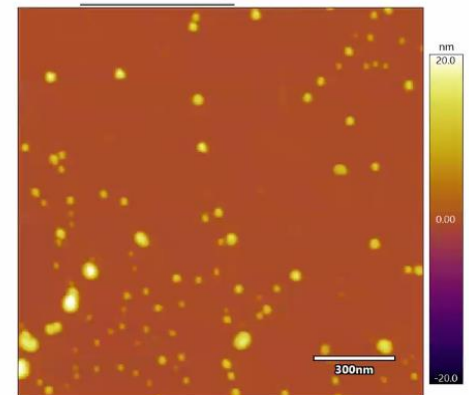
*What resolution do you require?*

- Lateral resolution
  - Nanoindenter diamond tip: >100nm resolution
  - AFM tip: 10nm resolution
- Z resolution
  - Nanoindenter: a few nm is the lower limit
  - AFM: can indent less than a nm
  - Thin films
    - Additional constraint of 10% rule
- Think in terms of volume!
  - AFM can probe  $10^{-21}$  Liters
  - Nanoindenters  $10^{-15}$  Liters
- These resolution guidelines again are governed by the forces used by each technique
  - AFM: picoNewton to nanoNewton
  - Nanoindenter: microNewton to milliNewton
- Often high resolution measurements are coupled with the requirement to image to find the feature or area of interest



AFM TIP  
Nanoindenter

Anton-Paar





# SCRATCH TEST

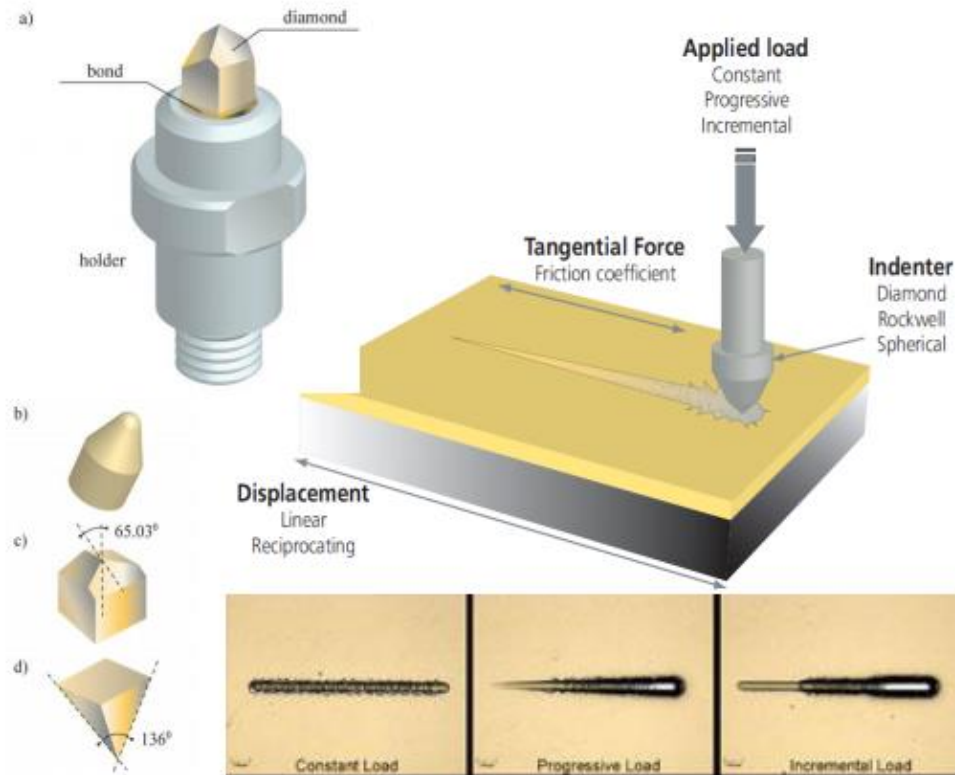


Fig. 1 Scratch test [3] [4]

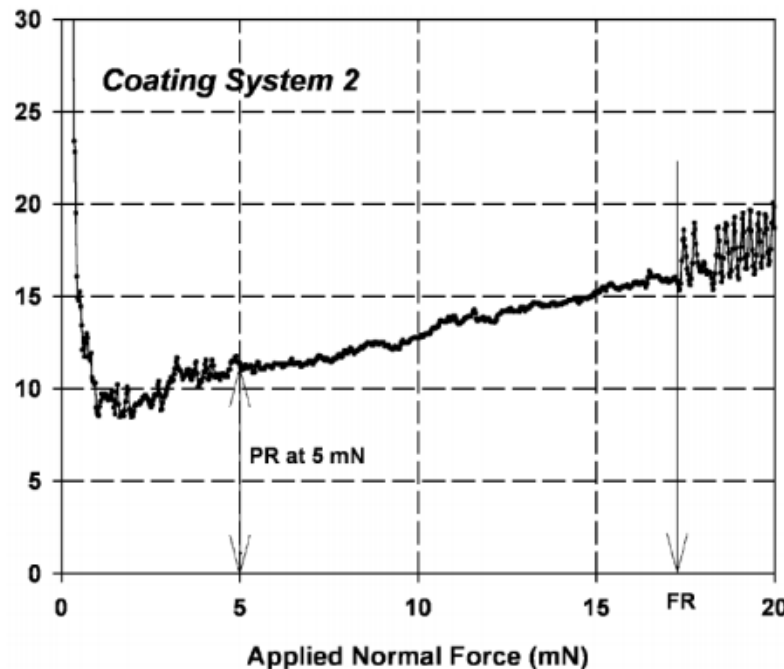
# Přístroje od nano po makro aplikace

Scale	Nano	Micro	Macro
Normal Force Range	10 $\mu$ N to 1 N	30 mN to 30 N	0.5 to 200 N
Load Resolution	0.15 $\mu$ N	0.3 mN	3 mN
Maximum Friction Force	1 N	30 N	200 N
Friction Resolution	0.3 mN	0.3 mN	3 mN
Maximum Scratch Length	120 mm	120 mm	70 mm
Scratch Speed	0.4 to 600 mm/min	0.4 to 600 mm/min	0.4 to 600 mm/min
Maximum Depth	2 mm	1 mm	1 mm
Depth Resolution	0.6 nm	0.3 nm	1.5 nm
XY Stage	120 x 20 mm 245 x 120 mm (OPX )	120 x 20 mm 245 x 120 mm (OPX)	70 mm x 20 mm
XY Resolution	0.25 $\mu$ m 0.1 $\mu$ m (optional)	0.25 $\mu$ m 0.1 $\mu$ m (optional)	0.25 $\mu$ m 0.1 $\mu$ m (optional)
Video Microscope Magnification	200x, 800x, 4000x	200x, 800x	200x, 800x
Video Microscope Camera	Color 768 x 582, high resolution	Color 768 x 582, high resolution	Color 768 x 582, high resolution

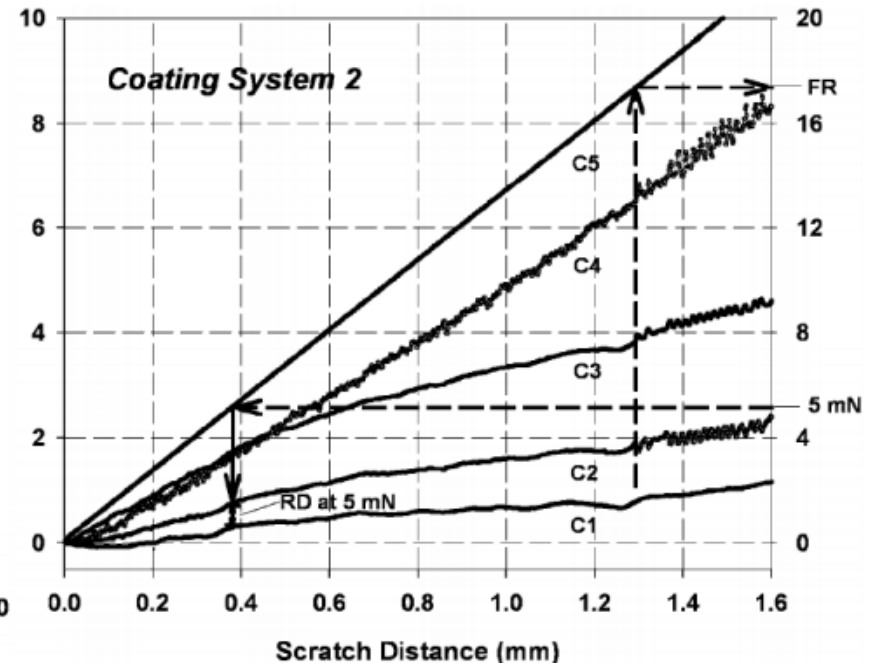
(OPX) - Open Platform [3]

# Základní veličiny

Plot of the applied normal force



Typical scratch test plot



Typical data from a nanoscratch experiment:

- C1—Vertical displacement of the indenter during the pre-scan
- C2—Vertical displacement during post-scan
- C3—Vertical displacement during scratch
- C4—Tangential force
- C5—Applied normal force (1)

# Základní veličiny

- PD [mm] – penetration depth is calculated from the prescan values C1 and displacement from the scratch test C3,  $PD = C3 - C1$
- RD [mm] – residual depth (permanent plastic deformation) is calculated from the values of prescan C1 and values of postscan C2,  $RD = C2 - C1$
- ER [mm] – elastic recovery defines the value elastic deformation that occurs after the scratch test,  $ER = C3 - C2$
- Cf [-] – friction coefficient is calculated as a ratio of the tangential and normal force,  $Cf = C4/C5$
- PR [mN/mm] – plastic resistance is calculated from the particular normal force that should be taken from the lower part of the graph which is relatively stable,  $PR = FN/RD$
- FR [mN] – fracture resistance can be determined as the value of normal force when the first fracture occurs. This event is followed with wild fluctuation in both force and penetration. Often also detected by acoustic emission.

# Měřitelné veličiny pro Sretch test

- Adheze – realizuje se pomocí rovnoměrně se zvyšující normálové zatěžující síly, v okamžiku porušení vrstvy je zatížení právě Kritickou silou
- Otěr – konstantní síla a měří se počet cyklů nutných pro porušení vrstvy
- Vrypová tvrdost HS – pro určení tvrdosti – opět konstantní působící síla, použije se ostrý diamantový hrot a  $HS = (k \times FN) / W^2$ , kde k je konstanta podle tvaru a materiálu hrotu (Berkovich diamant  $k=2.31$ ), FN je normálová zátěžná síla a W je šířka vrypu (měřeno poté AFM).

# Příklad měření

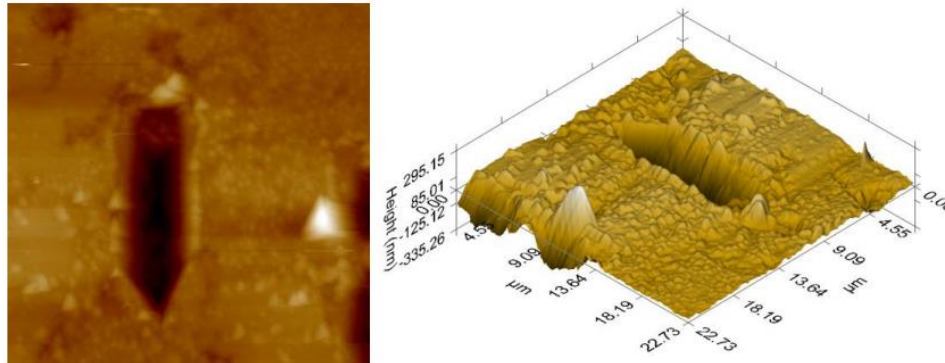


Fig. 14 Scratch – AFM

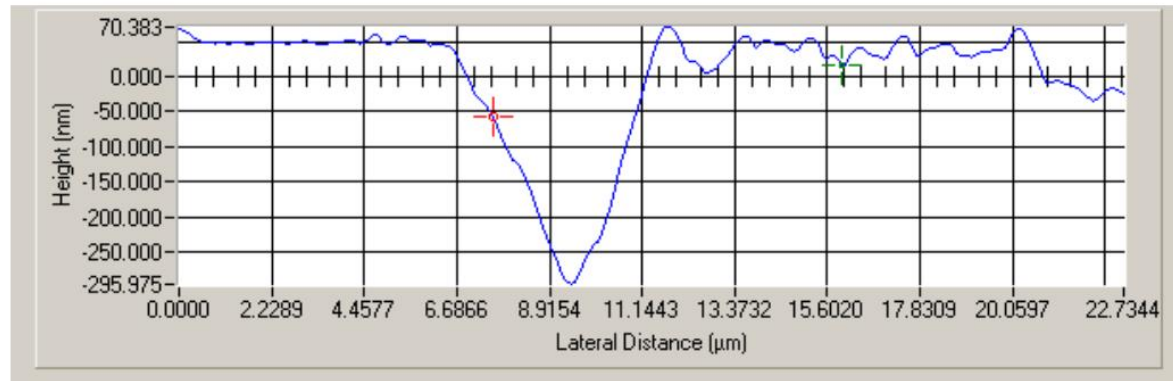


Fig. 15 Measured width of the scratch

# Druhy poškození vrstev

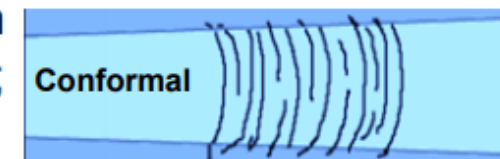
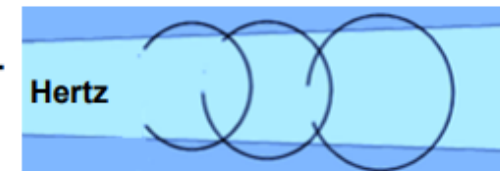
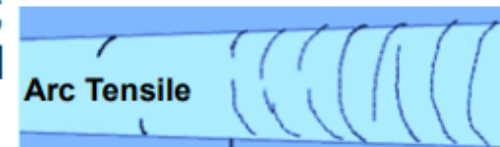
- At sufficient stress, cracks initiate preferentially at defect sites in the coating and/or coating-substrate interface. Propagation of such cracks lead to coating failure.
- **Cohesive Failure**: occurs by tensile stress behind the stylus (Through-Thickness Cracking)
- **Adhesive Failure**: Due to compressive stress, the coating separates from the substrate either by cracking and lifting (Buckling) or by full separation (Spallation; Chipping).
- Practical scratch adhesion value of coating is defined as the **lowest critical load at which a coating fails**. It is an important parameter related to coating-substrate adhesion that could be used for comparative evaluation of coatings

# Druhy poškození

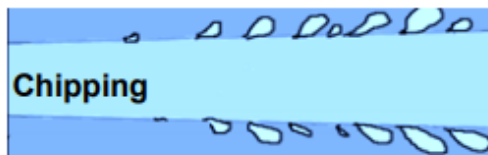
## Through Thickness Cracking

- *Brittle Tensile Cracking*: Nested micro-cracks; open to the direction of scratch; straight and semi-circular; formed behind the stylus.
- *Hertz Cracking*: Series of nested micro-cracks within the scratch groove
- *Conformal Cracking*: micro-cracks form while coating try to conform to the groove; open away from the direction of scratch.

Scratch Direction →



Scratch Direction →



## Chipping

Rounded regions of coating removal extending laterally from the edges of the scratch groove



# Druhy poškození

## Spallation

- *Buckling* : coating buckles ahead of the stylus tip; irregularly wide arc-shaped patches missing; opening away from scratch direction.
- *Wedging* : Caused by a delaminated region wedging ahead to separate the coating; regularly spaced annular-circular that extends beyond the edge of the groove.
- *Recovery*: regions of detached coating along one or both sides of the groove; produced by elastic recovery behind the stylus and plastic deformation in the substrate.
- *Gross Spallation* : Large detached regions; common in coating with low adhesion strength.

Scratch Direction →



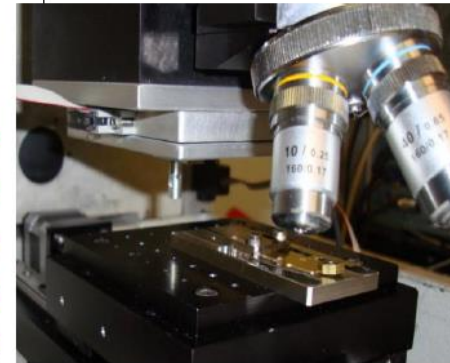
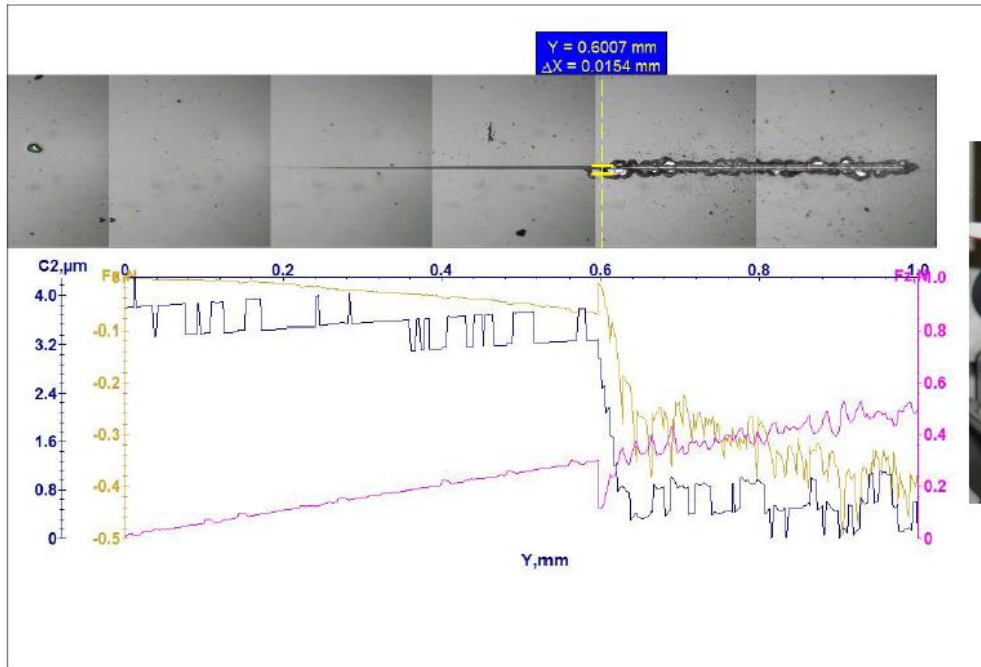
# Druhy poškození - typické

Coating Hardness - Substrate Hardness	Nízka SH	Vysoká SH
Nízka CH	Plastická deformace vrstvy i substrátu, vzniká tahové napětí, které způsobí selhání vrstvy způsobem buckling	Plastická deformace a konformní praskání povlaku, následované spallací a selháním praskání povlaku jako praskliny substrátu.
Vysoká CH	Tahové a hertzovské trhliny v povlaku postupují ke štěpení povlaku při deformaci substrátu (chipping and spallation)	Vznik tahových trhlin a štípaním povlaku (chipping and spallation)

# Modely pro popis chování

- **Benjamin and Weaver**
- **Ollivier and Matthews**
- **Laugier**
- **Burnett and Rickerby**
- **Bull**
  
- The existing models invariably use assumptions and simplifications to deal with the inherent complexity of any scratching process, which involves large number of variables.

# 3.5 $\mu\text{m}$ DLC na oceli - lineární



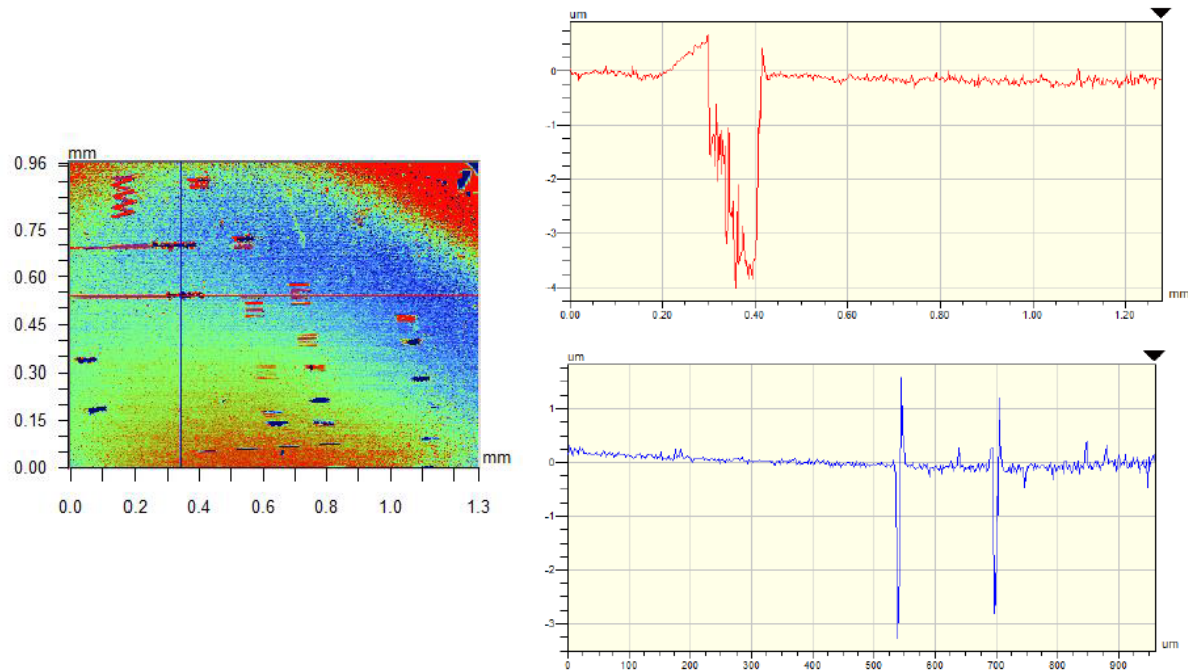
**Specimen:** 3.5- $\mu\text{m}$  thick DLC coating on steel substrate.

**Tool:** Diamond stylus 12.5- $\mu\text{m}$  tip radius

**Scratch Parameters:** Linear; 1 mm at 0.02 mm/s; Load 20 to 500 mN;

Coating failed at 298 mN

# 3.5 $\mu\text{m}$ DLC na oceli - profil



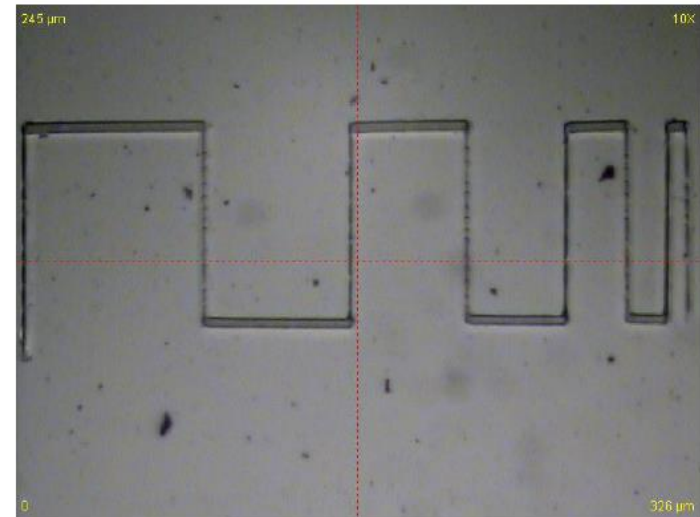
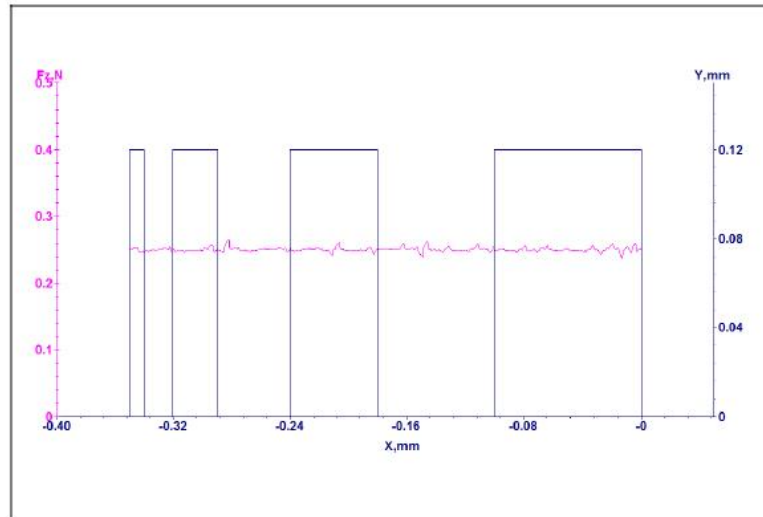
**Specimen:** 3.5- $\mu\text{m}$  thick DLC coating on steel substrate.

**Tool:** Diamond stylus 12.5- $\mu\text{m}$  tip radius

**Scratch Parameters:** Linear; 1 mm at 0.02 mm/s; Load 20 to 500 mN;

Coating failed at 298 mN

# X-Y vzor měření



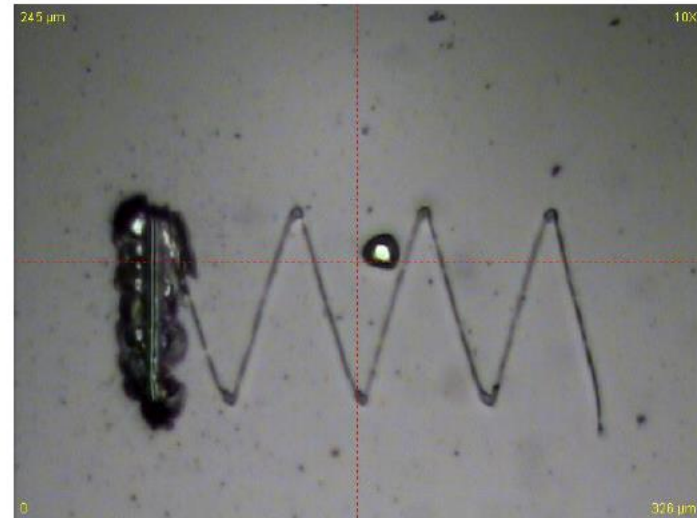
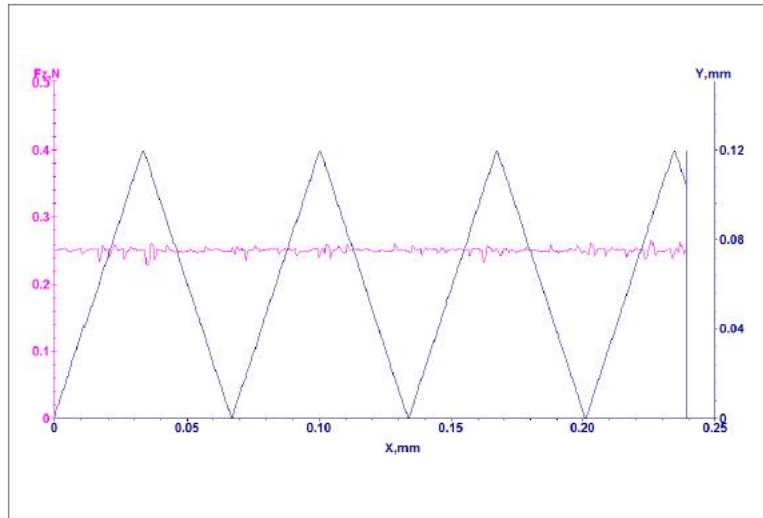
**Specimen:** 3.5- $\mu\text{m}$  thick DLC coating on steel substrate.

**Tool:** Diamond stylus 12.5- $\mu\text{m}$  tip radius

**Scratch Parameters:** X-Y; 120- $\mu\text{m}$  long; spacing 100, 80, 60, 50, 40, 30, 20, 10  $\mu\text{m}$ ; at 0.01 mm/s; Load 250 mN

Coating did not Fail

# Jiný vzor



**Specimen:** 3.5- $\mu\text{m}$  thick DLC coating on steel substrate.

**Tool:** Diamond stylus 12.5- $\mu\text{m}$  tip radius

**Scratch Parameters:** Angular; X = 48  $\mu\text{m}$  at 2  $\mu\text{m/s}$ ; Y = 120  $\mu\text{m}$  at 10  $\mu\text{m/s}$ ; Load 250 mN;

Last cycle was not moved and the coating failed.

# Normy

- ASTM Standard G171 (03) – Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus.
- ASTM Standard C1624 (05) –Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch testing



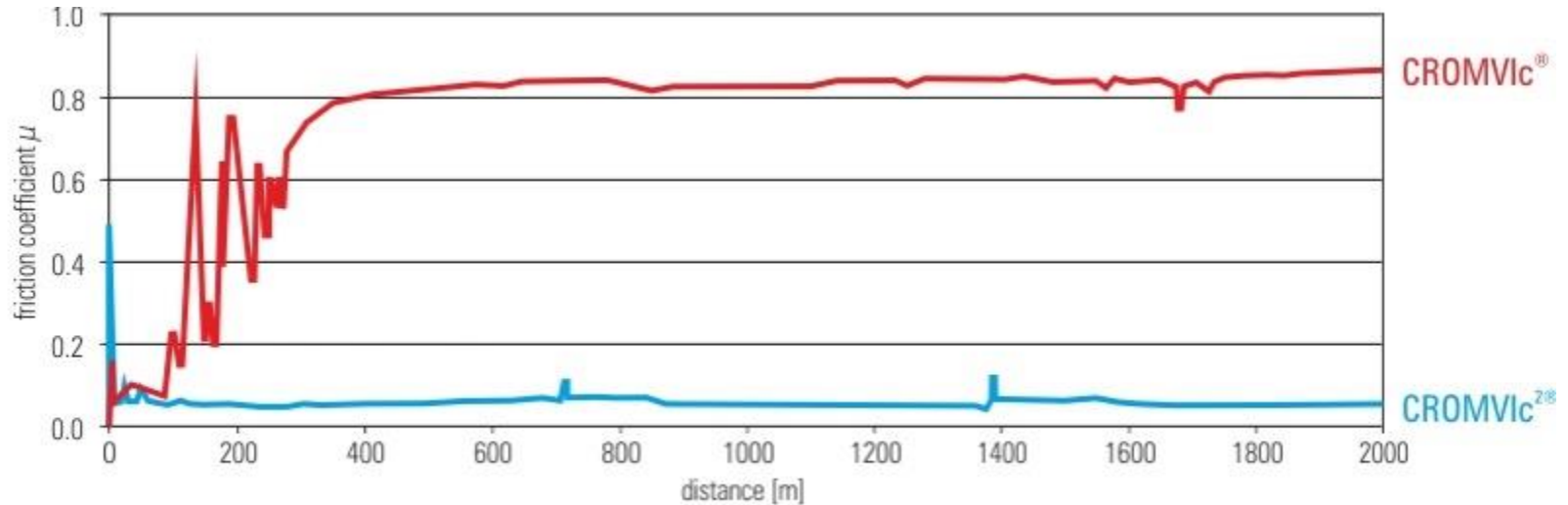
# Tribologické vlastnosti tenkých vrstev

- Zařízení pro provádění testů se nazývá tribometr a je konstruováno tak, aby prostor, kde dochází k měření, nebyl ovlivněn podmínkami okolního prostředí. K tomu slouží ochranný kryt, uvnitř kterého se sleduje teplota a vlhkost vzduchu.
- Oproti scratch testu obvykle zkušebním tělesem po vzorku přejíždíme opakovaně.

# Pin on disk

- Princip měření metody „Pin-on-Disk“ spočívá ve vtlačování pevně uchyceného zkušebního tělíška (pinu) ve tvaru kuličky nebo hrotu z libovolného materiálu předem definovanou silou do zkušebního vzorku, který se otáčí danou rychlostí. Toto probíhá na stanoveném poloměru.
- Přímým výstupem měření je průběh koeficientu tření v závislosti na počtu otáček.
- Dalšími hodnotami, které se při zjišťování tribologického chování tenkých vrstev sledují,
- jsou:
  - charakter opotřebení „PIN“ tělíška – adhezivní nebo abrazivní,
  - velikost opotřebení „PIN“ tělíška,
  - charakter a velikost vytvořené tribologické stopy na vzorku – výpočet množství odstraněného materiálu

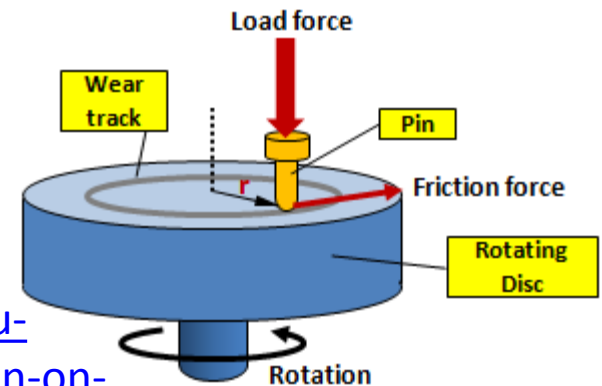
# Pin on disk



Test with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ball: r=6 mm - Load=10.00 [N] - Lin. speed=20.00 [cm/s] - Acquisition rate : 2.0 [Hz] - T=25.00 [°C] - Rel. humidity=5.00 [%]

<https://www.platit.com/en/applications/79-measurement-coefficient-friction-pin-disc-wear-test-cromvic2>

<https://www.quora.com/How-do-you-calculate-the-relative-velocity-of-a-Pin-on-Disk-Tribometer>



# Lineární tribometr

- Také můžeme hrotem (diamantový) posouvat lineárně s rostoucím zatížením a zkoumat tak chování vrstvy
- Často se měří i akustická emise pro určení zátěže nutné pro odtržení vrstvy od podkladu
- Přístroj někdy může být stejný (podobný) jako pro scotch test

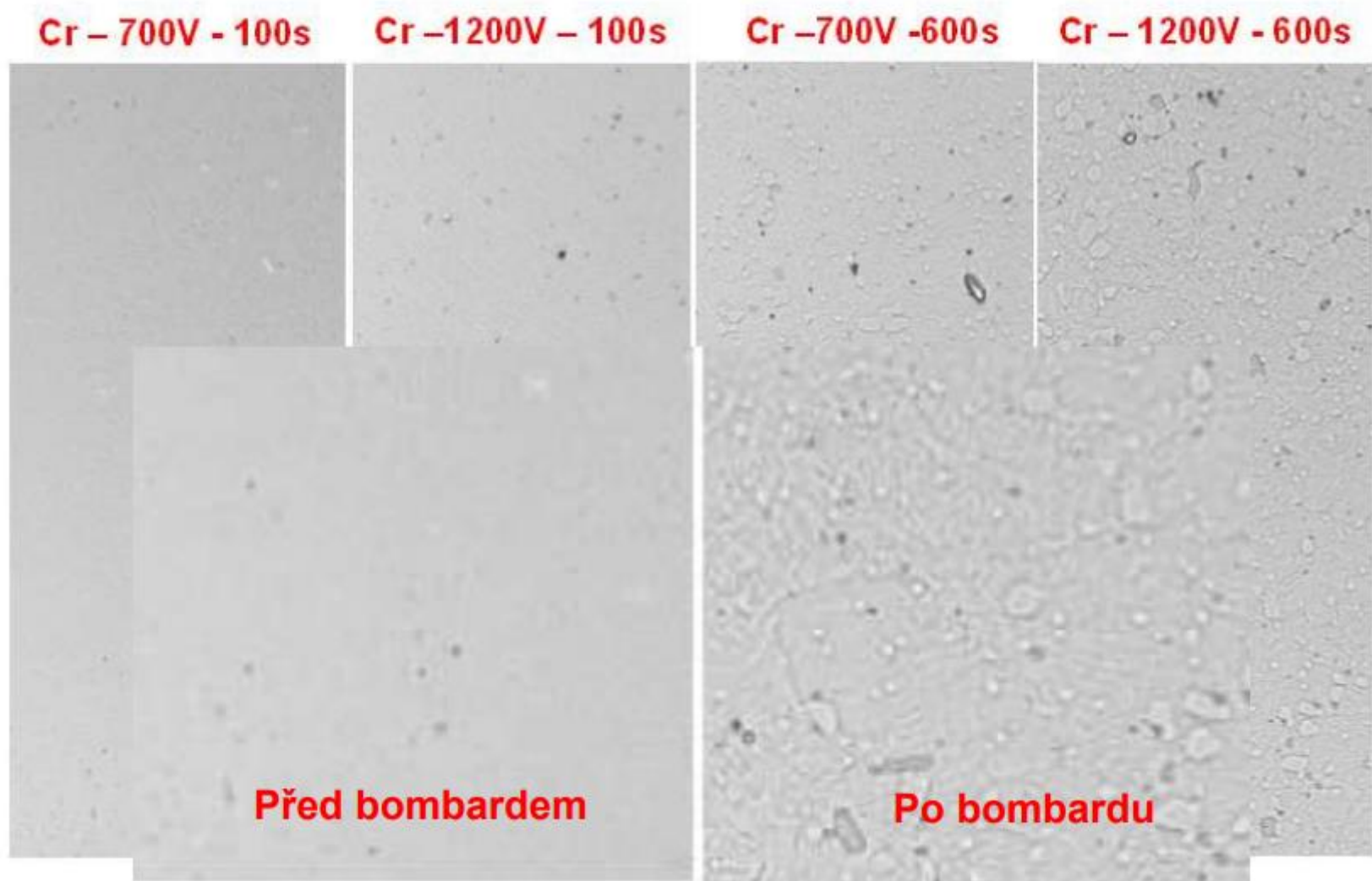
# Příklad HSS ocel

- IONTOVÉ ČIŠTĚNÍ = IONTOVÝ BOMBARD  
Probíhá přímo v depoziční komoře 2 fáze
  - čištění doutnavým výbojem – zdrojem iontů je ionizovaný plyn v komoře – Ar, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>
  - čištění nízkonapěťovým el. obloukem – zdrojem iontů je “katodová skvrna”Ionty jsou urychlovány záporným předpětím na substrát

# Čištění - vliv

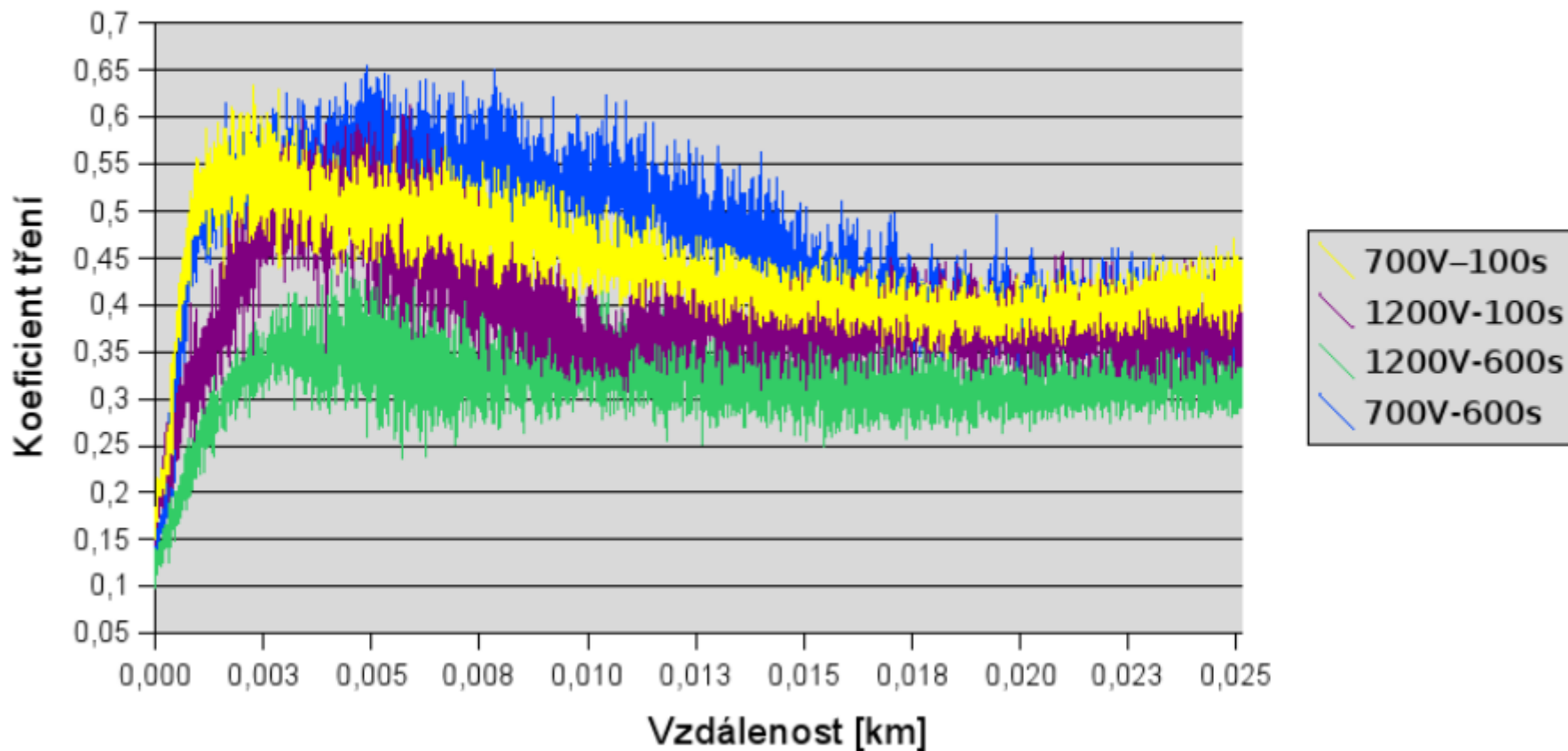
- plynné prvky – Ar, H<sub>2</sub> – pro první fázi čištění, zvýšení obsahu H<sub>2</sub> podle dosavadních poznatků přispívá ke snížení obsahu oxidických nečistot
- pevné prvky – Ti, Cr – pro druhou fázi - čím vyšší je teplota tavení tohoto prvku, tím nižší je výskyt makročásteček ulpělých na povrchu po iontovém čištění

## Různé parametry = různé ovlivnění povrchu



# Vliv bombardu na substrát - SK

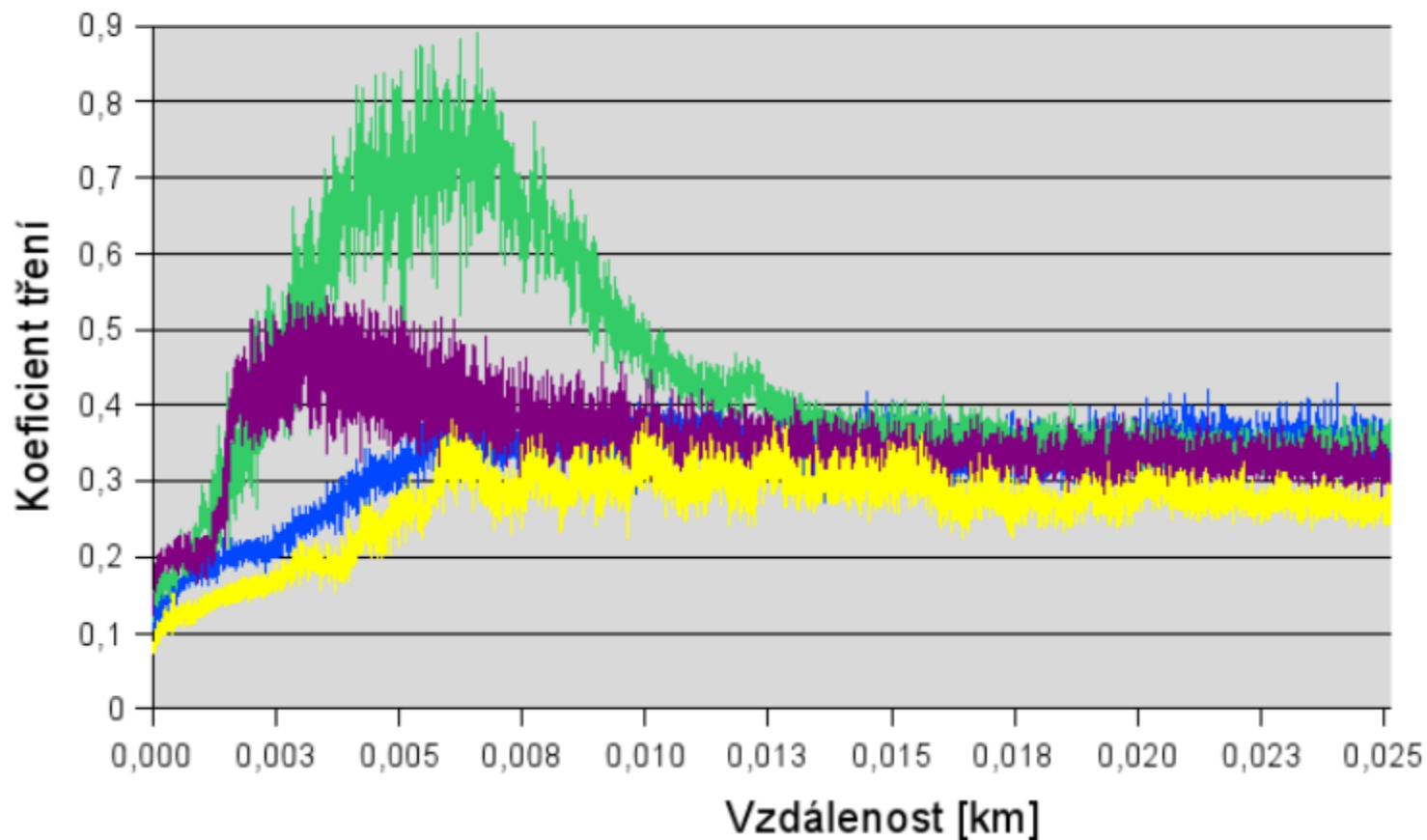
Cr etching SK





# Vliv bombardu na substrát - SK

Ti etching SK

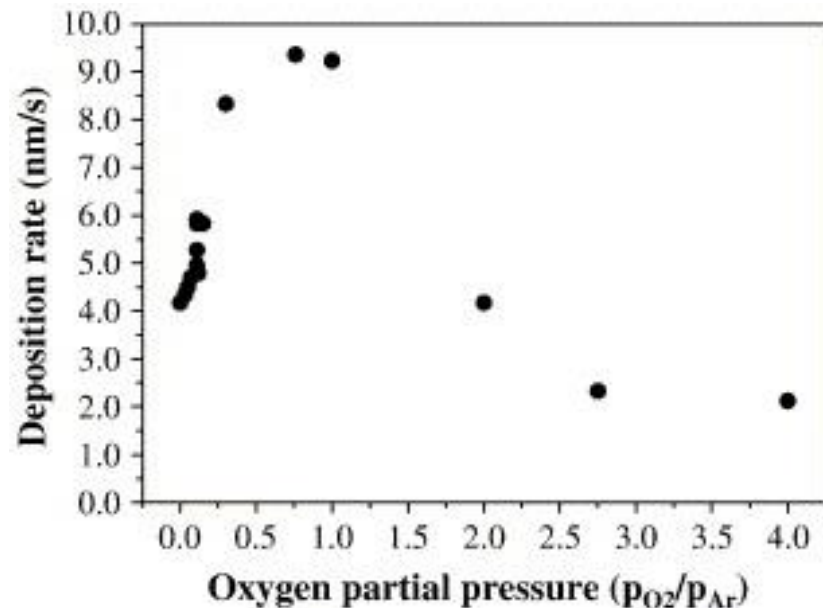
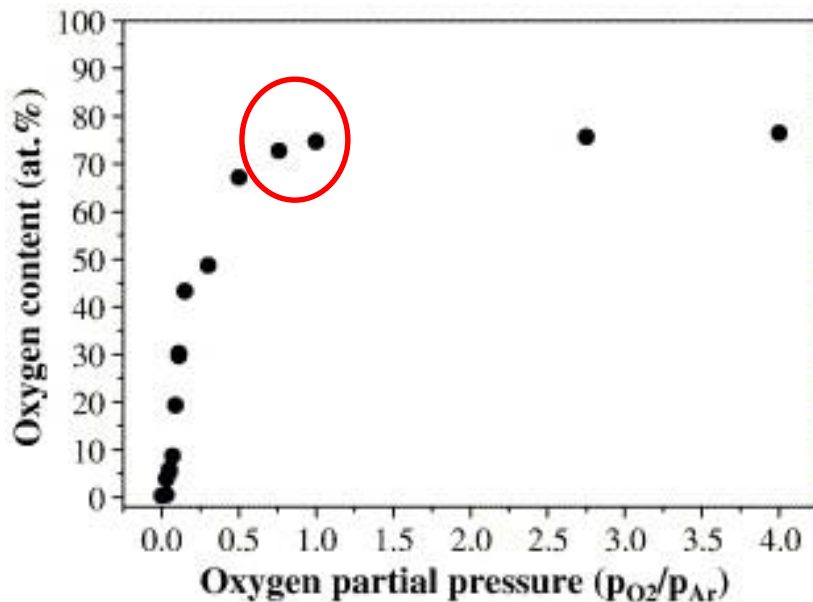


# Příklad studie

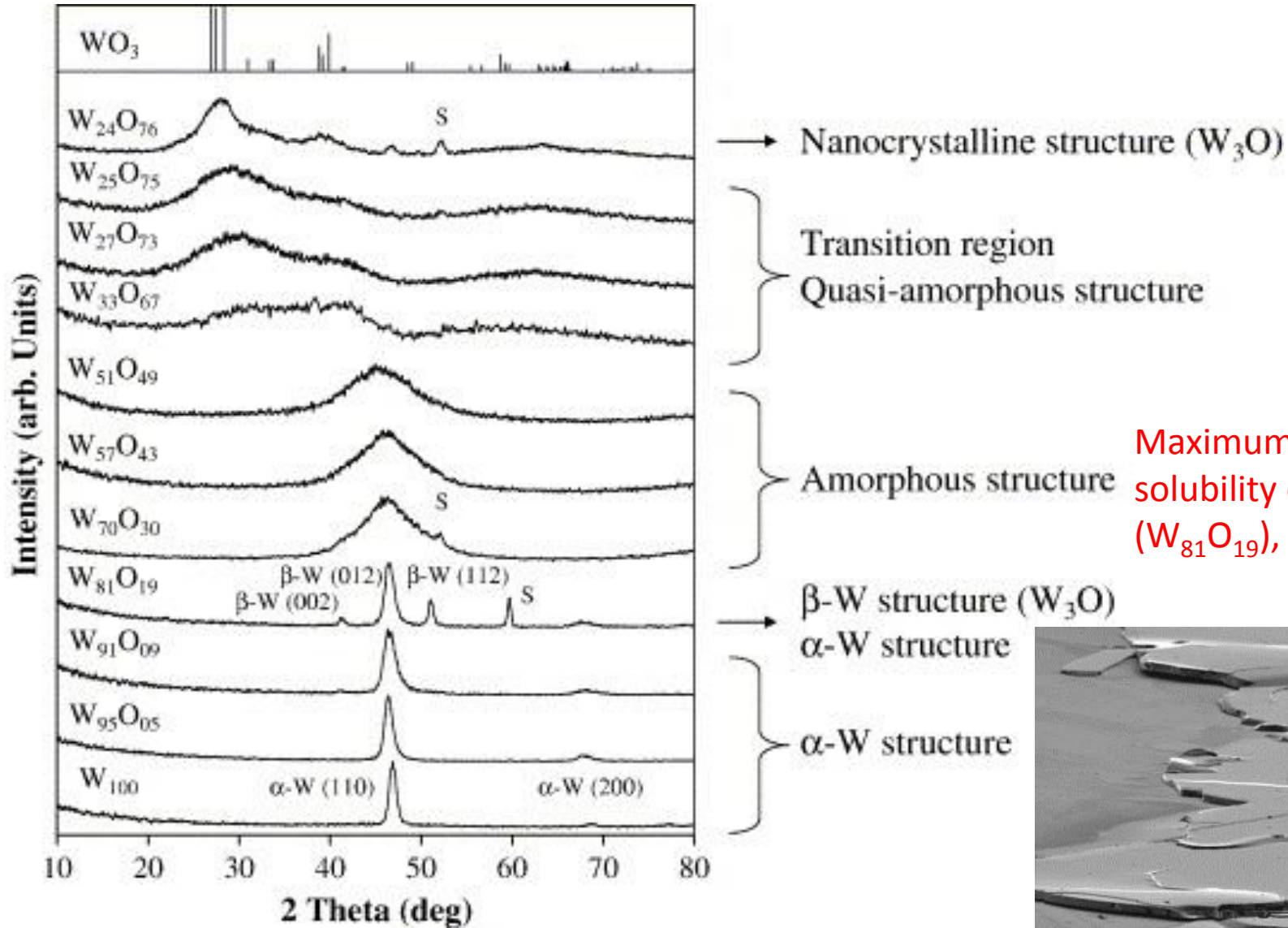
- Tungsten oxide coatings
- N.M.G. Parreira, N.J.M. Carvalho, A. Cavaleiro
- *ICEMS – Grupo de Materiais e Engenharia de Superfícies, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra –Po´lo II, 3030-201 Coimbra, Portugal*
- doi:10.1016/j.tsf.2005.12.299

# Metoda a depoziční podmínky

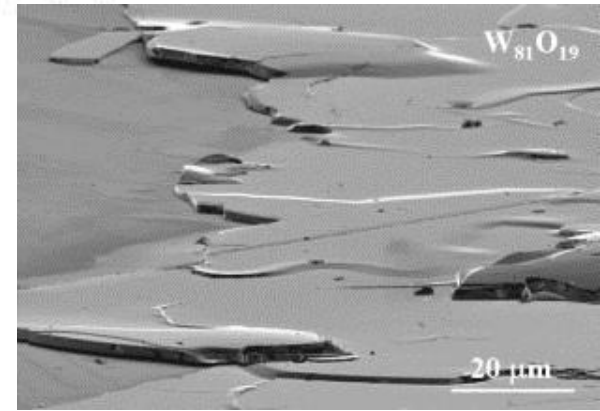
- Tungsten oxide coatings were deposited without substrate bias by DC reactive magnetron sputtering of a tungsten target using oxygen as reactive gas.



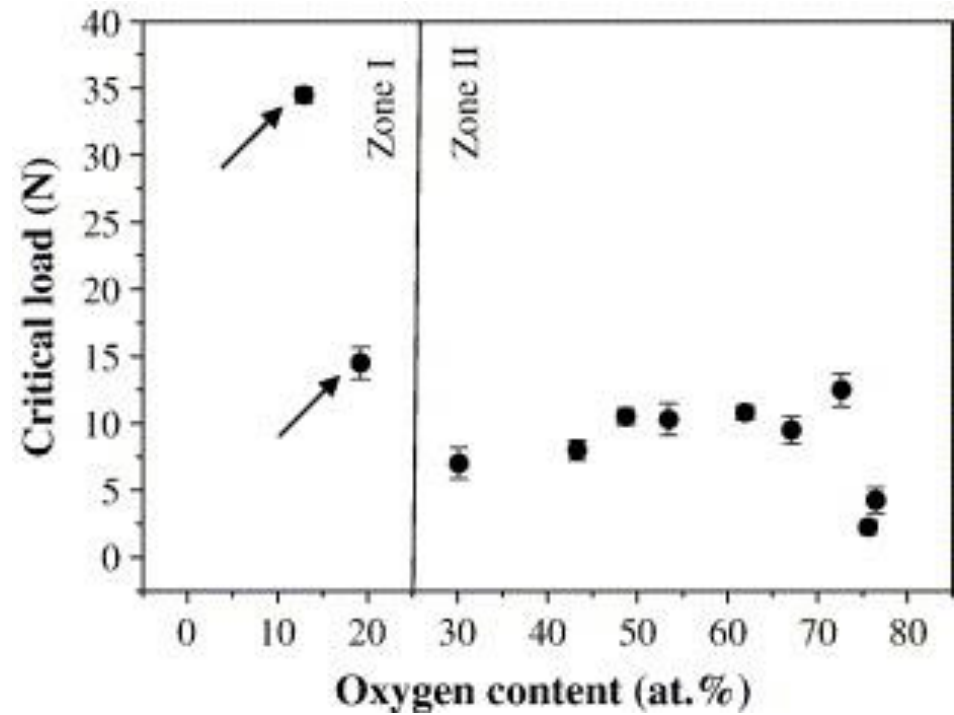
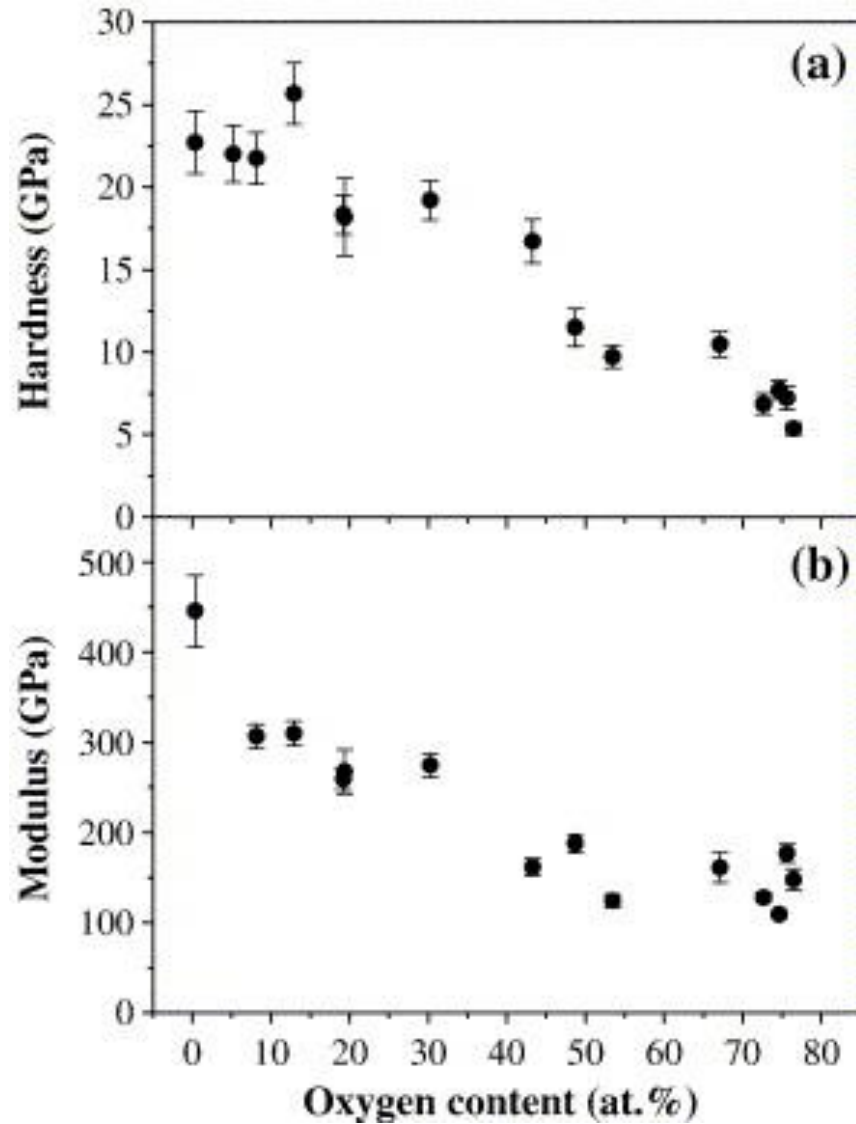
# Vlastnosti



Maximum metastable solubility of O in W ( $W_{81}O_{19}$ ),



# Mechanické vlastnosti



# Studie ochranné DLC na plotny pevných disků z roku 1995

- hydrogenated-carbon films prepared by sputter deposition in a H<sub>2</sub>/Ar gas mixture (hydrogen contents of 20, 34, and 40 at. %) and a pure
- carbon film prepared by cathodic-arc plasma techniques.
  
- The mechanical properties were measured using nanoindentation and nanoscratching techniques.

# Měření – vliv hloubky vtisku

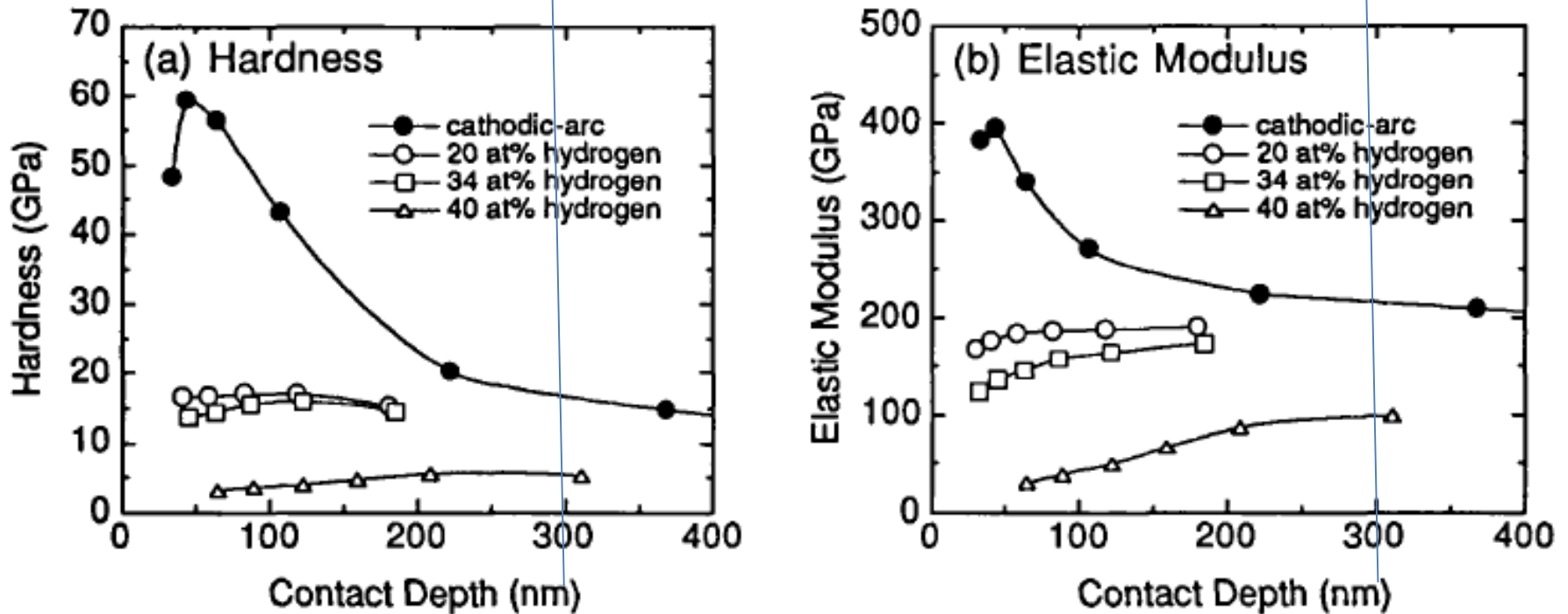


Figure 1. Nanoindentation measurements of (a) hardness and (b) elastic modulus.

- 300 nm films on Si wafer
- Cathodic arc up to 85% sp<sup>3</sup> (EELS)
- 40 % H looks like polymer

# Požadavky na TV

- V tomto bodě vyvstává otázka, jaká je optimální tvrdost a elastický modul pro ochrannou krycí vrstvu v aplikacích s pevným diskem.
- I když se obecně tvrdí, že je důležitá vysoká tvrdost, role, kterou modul hraje, není tak jasná. Jako první krok k zodpovězení této otázky je užitečné začít tím, že se předpokládá, že krycí vrstva musí být během kontaktních událostí **vysoce odolné vůči plastické deformaci.**



# Požadavky na TV

- In this regard, an analysis by Johnson which estimates the load,  $P_y$ , needed to initiate plastic deformation when a rigid sphere of radius,  $r$ , is pressed into contact with an elastic/plastic halfspace, is useful [1].
- Using Tabor's observation that the hardness of a material can be estimated as 3 times its yield strength [2], Johnson's analysis yields:

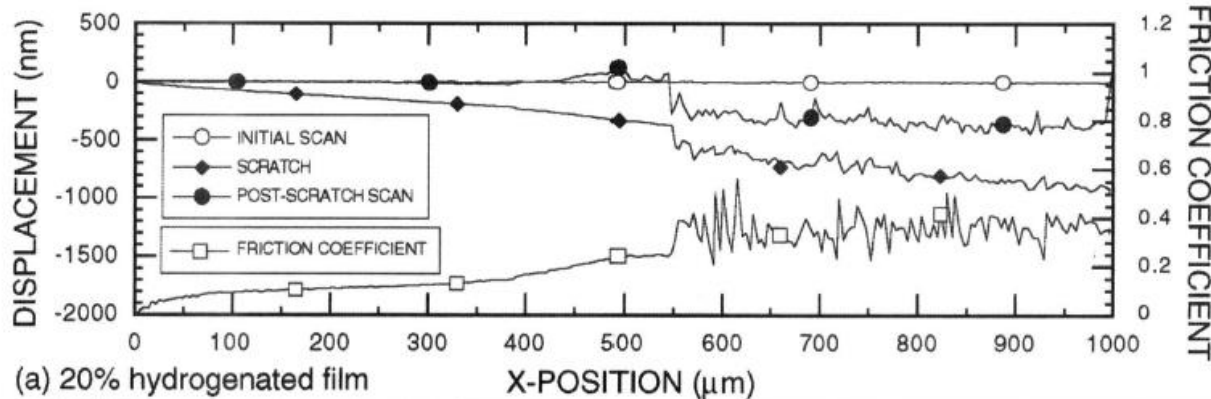
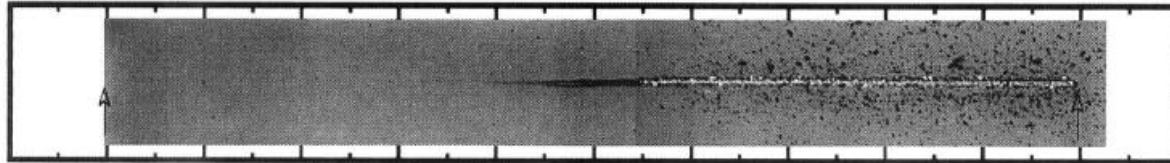
$$P_y = 0.78 r^2 \frac{H^3}{E^2}$$

# Parameter $H^3/E^2$

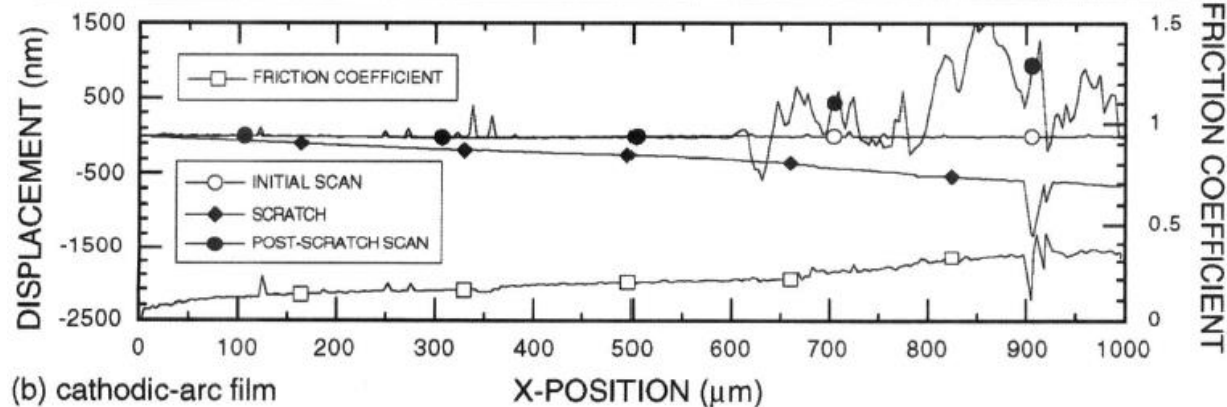
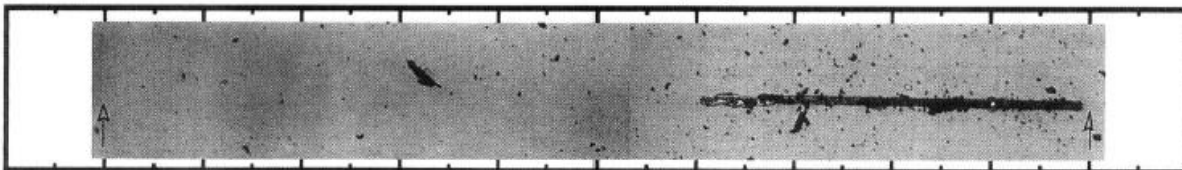
- This equation shows that the contact loads needed to induce plasticity are higher in materials with larger values of  $H^3/E^2$ , i.e., the likelihood of plastic deformation is reduced in materials with high hardness and low modulus, with  $H^3/E^2$  being the controlling material parameter.

Film Type	Hydrogen content (at %)	Thickness (nm)	Hardness (GPa)	Elastic Modulus (GPa)	$\frac{H^3}{E^2}$ (GPa)	Critical Load (mN)	Friction Coefficient
sputtered	20	300	17	175	0.16	39	0.15
sputtered	34	300	14	135	0.15	42	0.09
sputtered	40	300	3.3	31	0.04	17	0.06
cathodic-arc	0	320	>59	>395	~1.3	61	0.20

# Frikce a adheze



(a) 20% hydrogenated film



(b) cathodic-arc film

- Složitější postup měření v tomto případě
- Předsklen pro kontrolu povrchu
- Viz tabulka

# Si–B–C–N Coatings Produced by Ion Sputtering of SiBC Target

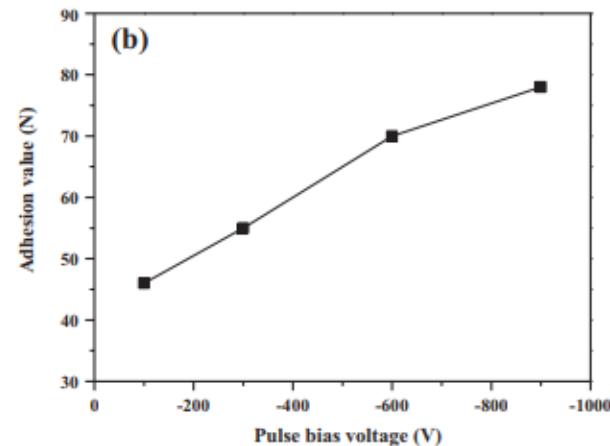
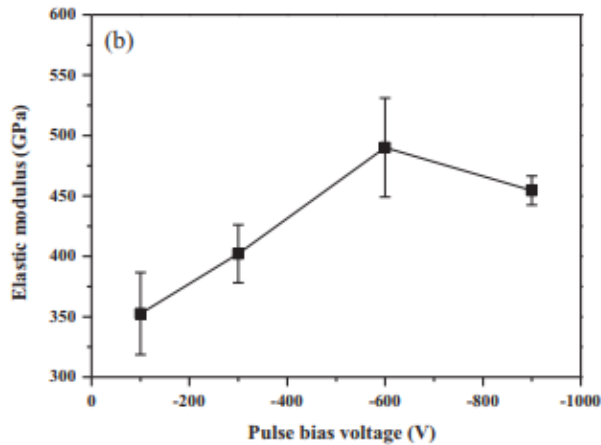
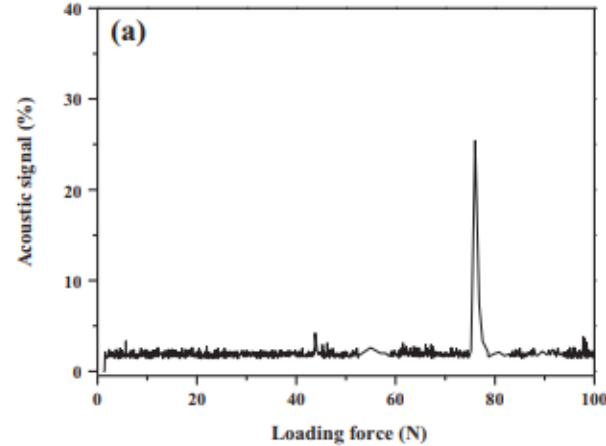
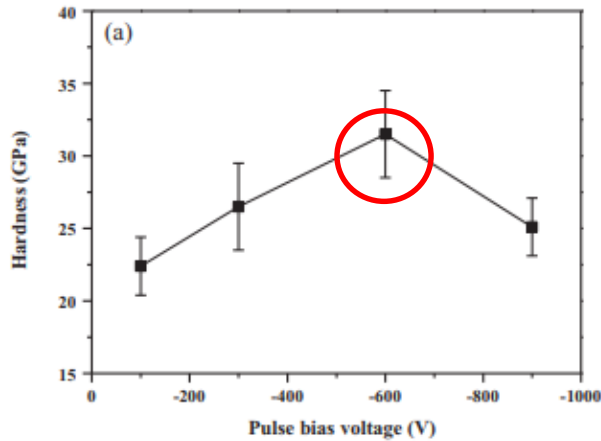
874

KIRYUKHANTSEV-KORNEEV et al.

**Table 1.** Composition and mechanical properties of coatings

Coating no.	$P_{N_2}, \%$	Coating composition, at %				Mechanical Properties				
		Si	B	C	N	$H$ , GPa	$E$ , GPa	$W$ , %	$H/E$	$H^3/E^2$ , GPa
1	0	18	13	58	11	19	165	63	0.115	0.248
2	15	28	11	42	19	23	201	64	0.114	0.301
3	100	37	8	27	28	26	221	65	0.118	0.364

# Ti-Cu-N nanocomposite films

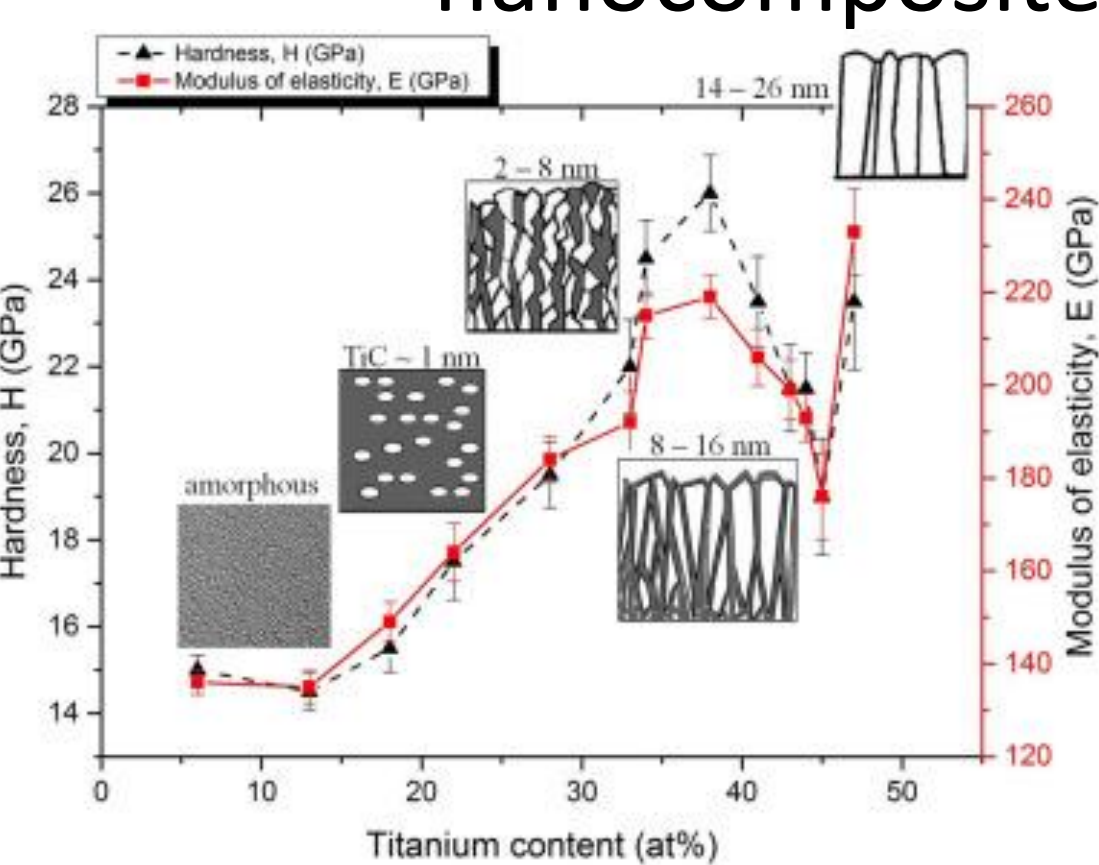


**Table 1**

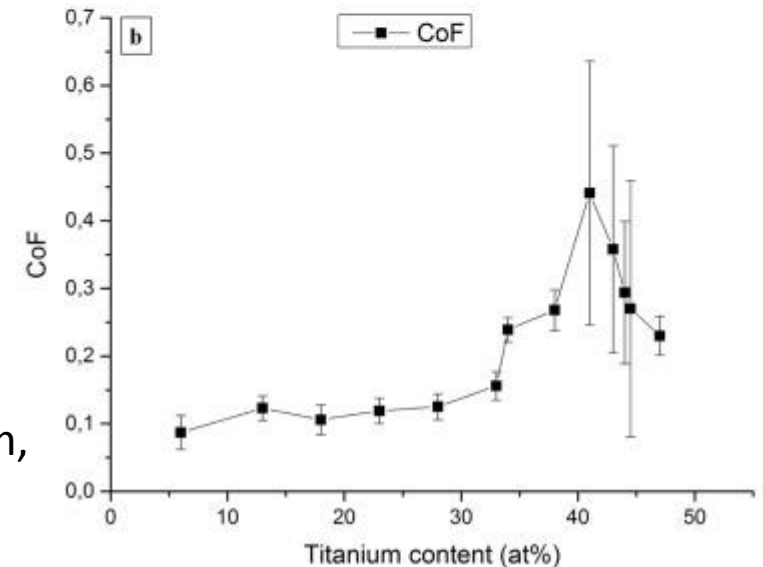
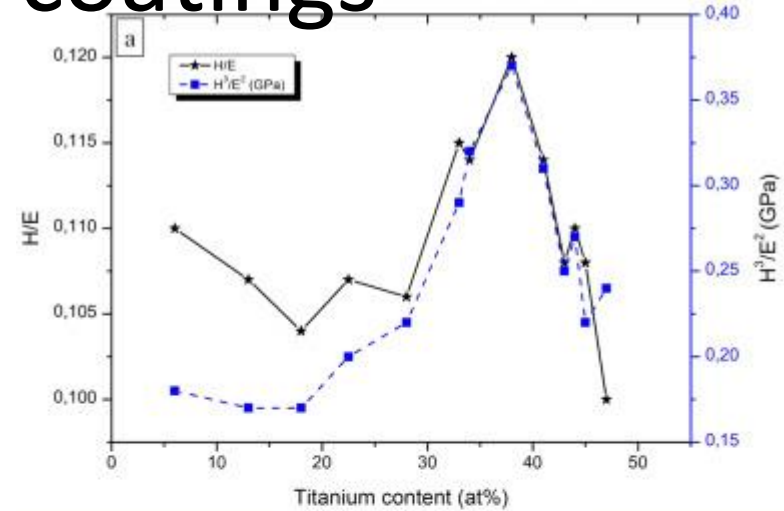
Hardness,  $H^3/E^2$  ratio and plastic deformation resistance values for the Ti-Cu-N nanocomposite films.

Ratio	$U_p = -100$ V	$U_p = -300$ V	$U_p = -600$ V	$U_p = -900$ V
Cu content (at.%)	3.21	2.5	1.75	4.5
$H$ (GPa)	22.4	26.5	31.5	25.1
$H^3/E^2$ (GPa)	0.090	0.115	0.130	0.077

# Ceramic TiC/a:C protective nanocomposite coatings



**CoF values** of the TiC/a:C thin films with different content of Ti against  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ball (5 mm, 2 N, 3000 cycle) in ambient air.



# Závěr

- Problematika měření mechanických vlastností TV je velice komplexní
- Není stále plně dořešena – není univerzální teorie