

# Jak nám pomáhají tenké vrstvy

M. Fiala\*, M. Výhonský\*\*, L. Záruba\*\*\*

\*Gymnázium Botičská Praha 2; mikis@lit.cz

\*\*Gymnázium Zlín-Lesní čtvrť; vyhonsky.matyas@seznam.cz

\*\*\*GYOA Pelhřimov; zarubalukas1@seznam.cz

## Abstrakt:

V rámci miniprojektu jsme se zabývali charakterizací tenkých vrstev, které slouží ke zlepšení mechanických vlastností. Zjistili jsme, že tloušťka tenkých vrstev se pohybuje v jednotkách  $\mu\text{m}$ . Dále jsme změřili, že mají výrazně vyšší tvrdost než substrát, což potvrzuje jejich využitelnost v praxi.

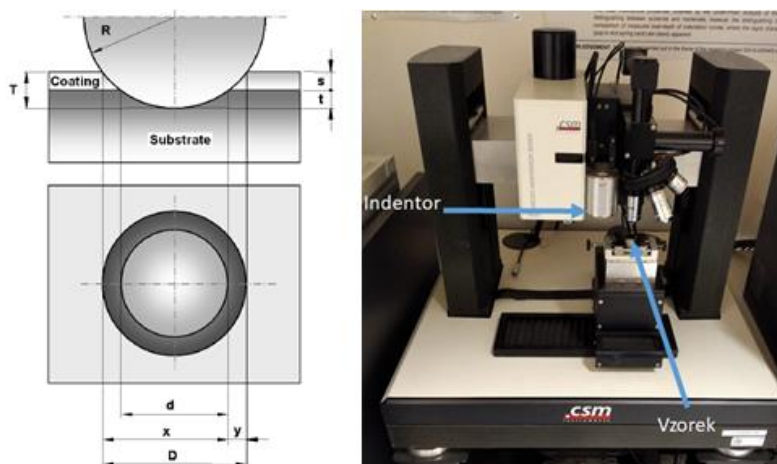
## 1 Úvod

Tenké vrstvy se těší vzrůstající popularitě v různých odvětvích průmyslu od optiky, přes medicínu, po strojírenství [1]. Aplikací tenké vrstvy můžeme využít její výhodné vlastnosti (např. velká tvrdost, odolnost proti vnějším vlivům) a díky přítomnosti substrátu potlačit vlastnosti negativní, jako například křehkost. Po aplikaci tenkých vrstev dochází k prodloužení životnosti součástky a klesají náklady na výrobu v porovnání s vyroběním celé součástky z materiálu tenké vrstvy.

V práci jsme zkoumali tvrdost a Youngův modul laboratorně připravených vzorků s multivrstvou z titanu a titan nitridu Ti/TiN, chromu a chrom nitridu Cr/CrN a samotný ocelový substrát bez aplikované tenké vrstvy. Tloušťka byla navíc zkoumána u průmyslově nanesené vrstvy TiN na bitu a měděné vrstvy na oceli.

## 2 Charakterizace tenké vrstvy

Pro změření tloušťky tenkých vrstev u čtyř vzorků byla použita metoda Calotest [2], která spočívá ve vybroušení kulového vrchlíku do povrchové vrstvy ocelovou kuličkou při přidání brusné suspenze. Podle rozměrů prstenců při pohledu ze směru kolmého na povrch vzorku lze následně určit tloušťku vrstvy na základě rovnice  $s = \frac{x \cdot y}{2R}$ . Význam proměnných je znázorněn na obrázku 1.



Obrázek 1: Geometrické schéma metody Calotest [1] (vlevo), nanoindentor pro určení mechanických vlastností (vpravo).

Tři vzorky byly zkoumány metodou nanoindentace [3], která se používá pro zjišťování tvrdosti a Youngova modulu materiálu. Spočívá ve vtláčování diamantového Berkovichova hrotu (trojboký jehlan) do materiálu. Na základě záznamu hloubky a síly lze určit tvrdost materiálu  $H_{IT}$  podle rovnice

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)}, \quad (1)$$

kde  $F_{max}$  je maximální aplikovaná síla,  $A_p$  promítnutá plocha vtisku a  $h_c$  značí kontaktní hloubku.

Redukovaný Youngův modul  $E_r$  (zahrnující elastické vlastnosti zkoumaného materiálu i materiálu hrotu) lze vypočítat z rovnice

$$E_r = \frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \beta \cdot \sqrt{A_p(h_c)}}, \quad (2)$$

kde  $S$  je kontaktní tuhost a  $\beta$  je korekční faktor na tvar hrotu ( $\beta = 1,034$ ). Youngův modul tenké vrstvy  $E_s$  lze z rovnice (2) získat úpravou následující rovnice

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (3)$$

kde je  $E_i$  je Youngův modul diamantového hrotu,  $\nu_s$  je Poissonovo číslo vzorku a  $\nu_i$  je Poissonovo číslo hrotu.

### 3 Výsledky a diskuse

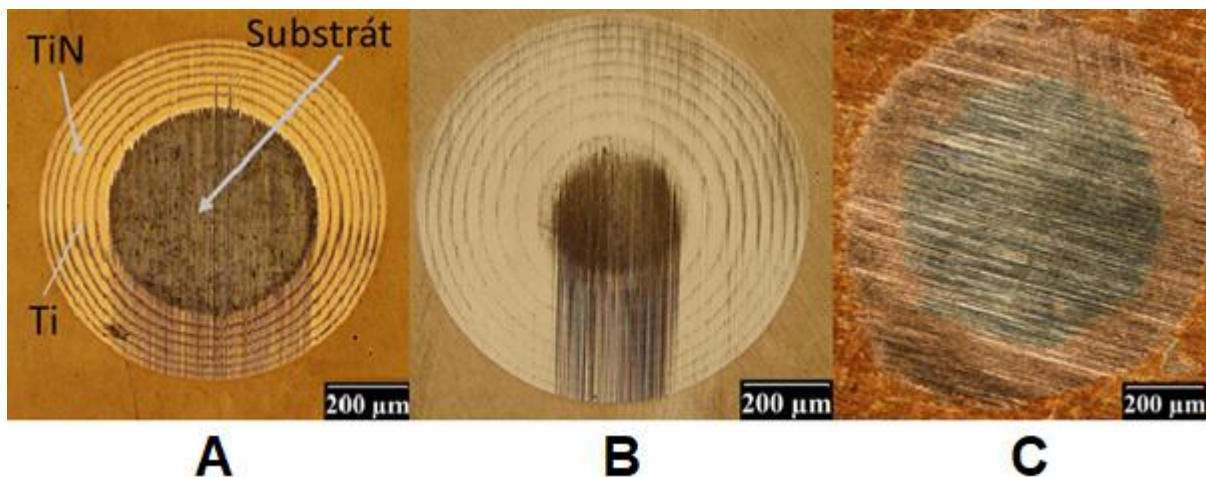
Měřeními byly zjištěny tloušťky jednotlivých tenkých vrstev, které se pohybují v rozmezí 3-7  $\mu\text{m}$  (tabulka 1). Pro vzorek multivrstvy Cr/CrN byly navíc zjišťovány také tloušťky jednotlivých vrstev CrN. Bylo zjištěno, že tloušťka jednotlivých CrN složek je podobná a pohybuje se okolo 0,75  $\mu\text{m}$  (tabulka 2). Při měření vrstvy na bitu byla zjištěna nerovnoměrnost pokrytí vrstvy, o čemž svědčí vysoká hodnota rozptylu. Jak je z pozorovaných výsledků patrné (obr. 2), laboratorně připravené vzorky jsou výrazně homogennější (tloušťka vrstev je rovnoměrná). Oproti tomu průmyslově vyráběné tenké vrstvy se vyznačují výraznější nerovnoměrností a na jejich povrchu se vyskytují ostrůvky (obr. 3). To se při měření projevuje větší odchylkou.

Tabulka 1: Tloušťka měřených vrstev.

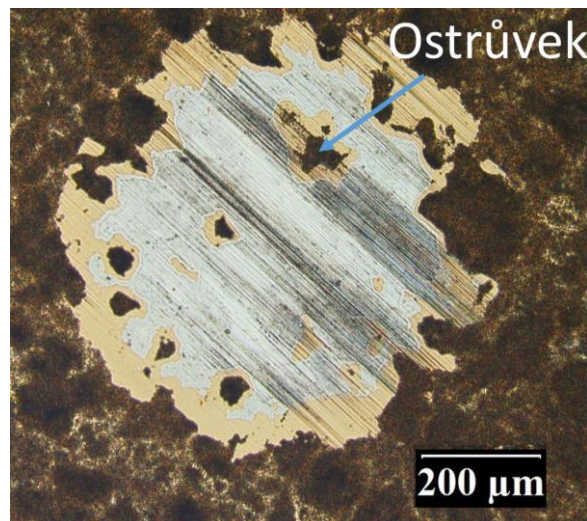
	Cu	Ti/TiN	Cr/CrN	TiN (bit)
s [μm]	4.05 ± 0.37	3.95 ± 0.13	6.25 ± 0.15	3.08 ± 1.15

Tabulka 2: Porovnání tloušťky vybraných vrstev CrN ze vzorku Cr/CrN.

vrstvy CrN	1. vnější	2. vnější	3. vnější	7. vnější	průměr
tloušťka [μm]	0.76 ± 0.12	0.78 ± 0.04	0.75 ± 0.06	0.71 ± 0.01	0.75 ± 0.06



Obrázek 2: Porovnání calotestů: (A) Ti (tmavá) /TiN (světlá), (B) Cr/CrN, (C) Cu.

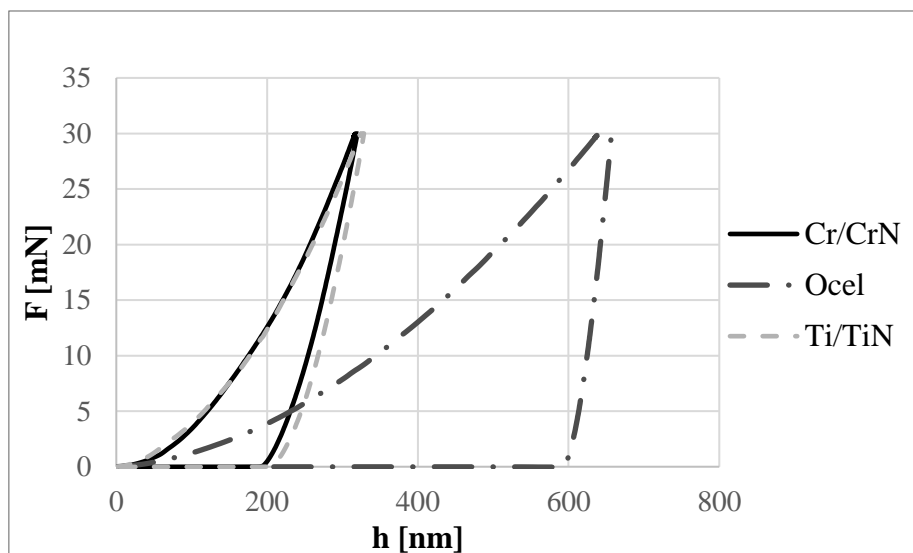


Obrázek 3: Povrch bitu po calotestu. Je patrná nerovnoměrnost nanášené tenké vrstvy.

Na základě měření křivek síla-hloubka (obr. 4) bylo pozorováno, že největší tvrdost vykazovala vrstva Cr/CrN, nižší pak Ti/TiN. Substrát samotný má tvrdost poměrně nízkou, viz tabulka 3, která poskytuje celkový přehled naměřených hodnot tvrdosti i Youngova modulu. Zjištěná hodnota Youngova modulu pro ocel odpovídá typickým hodnotám, přičemž multivrstvy ve srovnání s ocelí dosahují hodnoty vyšší.

Tabulka 3: Zjištěné hodnoty tvrdosti a Youngova modulu.

	Ti/TiN	Cr/CrN	ocel
$H_{IT}$ [MPa]	15599 ± 1925	17478 ± 1886	3131 ± 98
$E_s$ [GPa]	272 ± 22	259 ± 17	219 ± 7



Obrázek 4: Porovnání indentačních křivek síla-hloubka.

## 4 Závěr

V rámci práce jsme charakterizovali několik tenkých vrstev a substrát. Změřili jsme tloušťku, která se pohybuje v jednotkách  $\mu\text{m}$ , a tvrdost tenkých vrstev, která byla výrazně (5x - 6x) vyšší, než tvrdost substrátu, podobně jsme pozorovali i větší hodnoty Youngova modulu.

## Poděkování

Na tomto místě bychom chtěli poděkovat Ing. Jaroslavu Čechovi Ph. D. za vedení miniprojektu, cenné rady a celkové osvětlení problematiky tenkých vrstev.

## Reference

- [1] *Tenké vrstvy* [online]. [cit. 2022-06-21]. Dostupné z: [https://www.opi.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [2] Calotest User manual, CSM Instruments, 21 s., 2011.
- [3] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. *Nanoindentation*. 3rd ed. New York: Springer, 301 s., 2011, ISBN 978-1-4419-9871-2.