

Jak nám pomáhají tenké vrstvy?

F. Kratochvíl*, O. Ferra**

*Střední průmyslová škola a Vyšší odborná škola Brno, Sokolská, příspěvková organizace, Sokolská 1, 602 00 Brno

**Gymnázium Karla Čapka Dobříš, Školní 1530, 263 80 Dobříš

*filipkratochvil3@gmail.com, **ondra.ferra@gmail.com

Abstrakt:

V tomto miniprojektu jsme se zabývali určováním vlastností tenkých vrstev, které se využívají ke zlepšení vlastností běžných materiálů. Byly určeny tloušťky vrstev (Ti, Cr a jejich nitridy), jejich tvrdost a Youngův modul byly porovnány s vlastnostmi oceli a polymeru ABS. K měření byly použity metody Calotest a nanoindentace.

1 Úvod

Tenké vrstvy nás obklopují na každém kroku. Jejich použitím se výrazně zlepšují užité vlastnosti běžných materiálů. Mohou měnit mechanické, tepelné a další fyzikální vlastnosti. Používají se například pro zvýšení otěruvzdornosti a tvrdosti, korozní ochraně, jako tepelné bariéry, vodivostní vrstvy v moderní elektronice či vrstvy zlepšující optické vlastnosti [1].

Dnes existuje mnoho metod používaných k charakterizaci tenkých vrstev. V tomto projektu byly použity metody Calotest k určení tloušťky vrstev a metoda instrumentované indentace (nanoindentace) k určení tvrdosti a Youngova modulu.

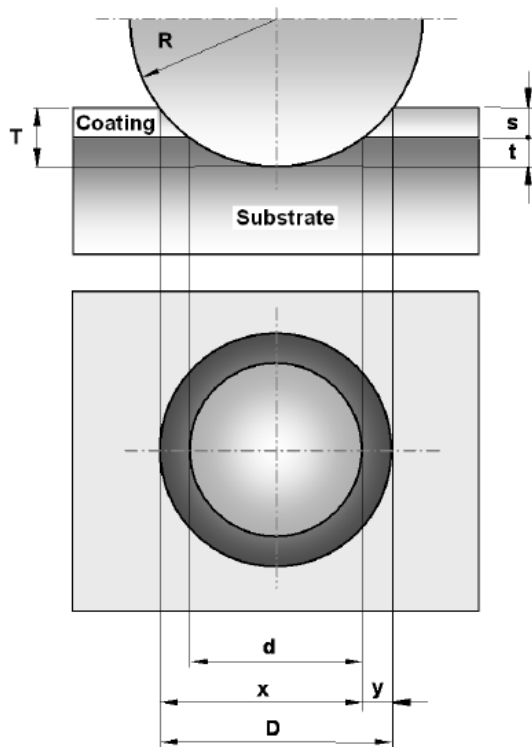
2 Experimentální postup

Byly charakterizovány multivrstvy Ti/TiN, Cr/CrN a vrstva TiN vytvořené metodou PVD a galvanicky nanosená měď. Všechny vrstvy byly nanoseny na ocelový substrát. U měděné vrstvy byla měřena pouze tloušťka, u multivrstev kromě tloušťky i tvrdost a Youngův modul. Výsledky mechanických veličin byly porovnány s vlastnostmi korozivzdorné oceli A304L a polymeru ABS, který se používá jako filament pro 3D tisk.

Metoda Calotest spočívá ve vybroušení dutiny ve tvaru kulového vrchlíku v povrchu materiálu. Vybroušení pobíhá pomocí rotace ocelové kuličky na povrchu zkoumaného materiálu. Kulička se potírá abrazivem (diamantová pasta v glycerinu), které pomáhá zvýšit otěr a urychlit tak zkoušku. Z geometrie problému se určí tloušťka vrstvy s pomocí vztahu (viz obr. 1)

$$s = \frac{xy}{2R}$$

Tato metoda je relativně rychlá a jednoduchá na provedení. Jedná se o seminedestrktivní metodu, která se běžně používá v průmyslové praxi.



Obr. 1: Princip metody Calotest [2].

Instrumentovaná indentace je založena na vtlačování diamantového hrotu (Berkovičův trojboký jehlan) do zkoumaného materiálu (za přesně daných parametrů). Maximální síla vtisku indentoru byla volena tak, aby výsledná hloubka vtisku nepřesáhla 1/10 tloušťky vrstvy a výsledky tak nebyly ovlivněny vlastnostmi substrátu. Ze záznamu síla – hloubka vtisku je následně vyhodnocena tvrdost materiálu a jeho Youngův modul [3]. Tvrdost H [MPa] je definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa. Jedná se o podíl maximální síly F_m a plochy vtisku, promítnuté do roviny původního povrchu A_p :

$$H = \frac{F_m}{A_p}.$$

Youngův modul E [GPa] popisuje vztah mezi deformací a napětím materiálu v oblasti platnosti Hookova zákona. Ze záznamu síla – hloubka vtisku se vypočítá redukovaný Youngův modul E_r pomocí vztahu

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

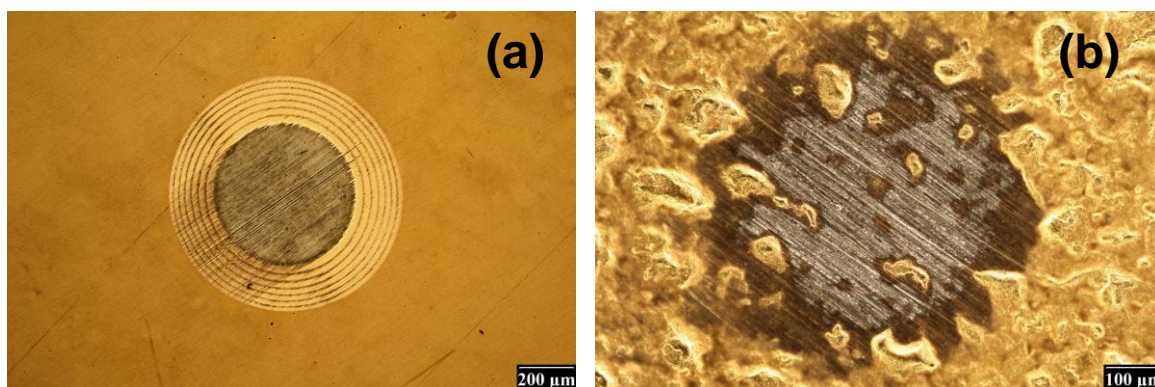
který popisuje elastické vlastnosti jak studovaného vzorku, tak použitého indentoru. V předchozí rovnici S vyjadřuje směrnici odtěžující části křivky síla – hloubka vtisku, β je parametr o hodnotě 1,034 a h_c je kontaktní hloubka vtisku. Z redukovaného Youngova modulu se vypočítá Youngův modul vzorku podle vztahu

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

kde E_i a ν_i je Youngův modul a Poissonovo číslo indentoru a E_s a ν_s Youngův modul a Poissonovo číslo vzorku.

3 Výsledky a diskuze

Příklady vybroušených dutin pro měření tloušťek vrstev jsou na obrázku 2. Naměřené tloušťky vrstev jsou shrnuty v tabulce 1. Celkové tloušťky vrstev se pohybovaly mezi 2,7 μm a 6 μm . U multivrstvy Ti/TiN byly určeny i tloušťky jednotlivých vrstev, které nabývaly hodnoty 0,18 μm pro Ti a 0,48 μm pro TiN. Určení nejtenčích vrstev bylo na hraně rozlišitelnosti této metody. U posledního vzorku TiN, který byl vyroben průmyslově, a proto byl poměrně nehomogenní, byly pozorovány značné výkyvy v tloušťce vrstvy vedoucí k vysokému rozptylu dat.



Obr. 2: Výsledky Calotestu: (a)Ti/TiN, (b)TiN.

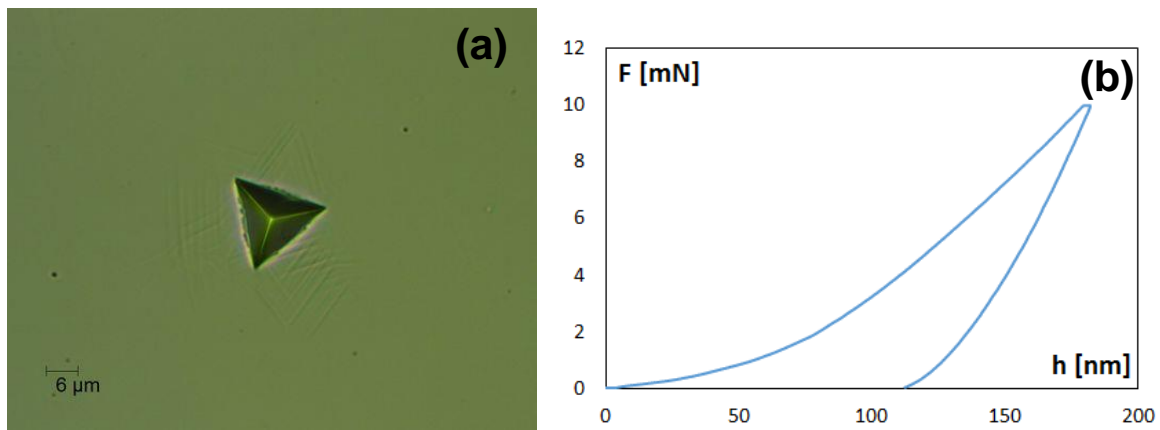
Naměřené hodnoty tvrdosti a Youngova modulu jsou shrnuty v tabulce 2 a ukázka výsledného vtisku a křivky síla – hloubka vtisku na obrázku 3. Tvrdost i Youngův modul multivrstev jsou vzájemně srovnatelné, v porovnání s ocelovým vzorkem jsou výrazně vyšší (tvrdost až šestinásobně). Zjištěné hodnoty tvrdosti a Youngova modulu polymeru ABS jsou řádově nižší než u ostatních vzorků. Jedná se o očekávaný výsledek. Klíčovou vlastností těchto materiálů nebývá tvrdost, ale například nízká hmotnost a snadné zpracování.

Tabulka 1: Tloušťky vrstev.

	Cu-ocel	Ti/TiN-ocel			Cr/CrN-ocel	TiN-ocel
		celkem	Ti	TiN		
s [μm]	4,56 \pm 0,42	3,81 \pm 0,09	0,18 \pm 0,03	0,48 \pm 0,03	6,09 \pm 0,04	2,76 \pm 1,16

Tabulka 2: Tvrdost H a Youngův modul E_s zkoumaných vzorků.

	Ti/TiN	Cr/CrN	ocel A304L	ABS
H [Mpa]	17546 \pm 2349	16721 \pm 1738	2809 \pm 123	177 \pm 21
E_s [GPa]	291 \pm 31	284 \pm 23	213 \pm 11	3,7 \pm 0,2



Obr. 3: (a) Vtisk v oceli A304L, (b) křivka síla – hloubka vtisku změřená na vrstvě Cr/CrN.

4 Shrnutí

V rámci miniprojektu byly charakterizovány tenké vrstvy a porovnány s běžnými materiály. Byla určena tloušťka vrstev, tvrdost a Youngův modul studovaných materiálů. Bylo ověřeno, že použité metody jsou vhodné k popisu vlastností těchto materiálů.

Poděkování

Chtěli bychom poděkovat FJFI ČVUT v Praze, organizátorům týdne vědy, jmenovitě Ing. Vojtěchu Svobodovi, CSc., a našemu supervizorovi Ing. Jaroslavu Čechovi.

Reference

- [1] http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf [online 21.6.2016]
- [2] *Calotest user manual*. CSM Instruments. 2011. 21p.
- [3] OLIVER, W.C. – PHARR, G.M.: *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. Journal of Materials Research 7, 1992, pp. 1564-1583.