

# Co vydrží tenké vrstvy?

J. Hořínková<sup>1</sup>, V. Kotyza<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Mendelovo gymnázium Opava, Julie.Horinkova@seznam.cz

<sup>2</sup> Gymnázium dr. A. Hrdličky, vaclavkotyza@icloud.com

O. Garant, školitel; Ing. Jaroslav Čech, Ph.D.

Červen 2024

## Abstrakt:

Příspěvek se zabývá zkoumáním vlastností tenkých vrstev. Analýzy byly zaměřeny na měření jejich tloušťky, tvrdosti a redukovaného Youngova modulu. Byly použity metody calotest a nanoindentace. Výsledkem práce je srovnání vlastností tenkých vrstev a substrátu a zdůvodnění oprávněnosti jejich použití v praxi.

## 1 Úvod

S tenkými vrstvami se setkáváme každý den. Najdeme je například na čočkách v brýlích, na displejích, na brusných nožích či v náhradních kloubech. Jejich hlavním úkolem je výrazně zlepšit vlastnosti materiálu, na který jsou nanášeny. Používají se například ke zlepšení odolnosti, snížení tření a k úspoře materiálu. Jejich tloušťka není přesně stanovena, pohybuje se od několika desítek nanometrů po desítky mikrometrů.

Cílem této práce je určit tloušťku a mechanické vlastnosti (tvrdost, Youngův redukovaný modul) připravených tenkých vrstev a porovnat je s vlastnostmi substrátu.

## 2 Materiály a metody

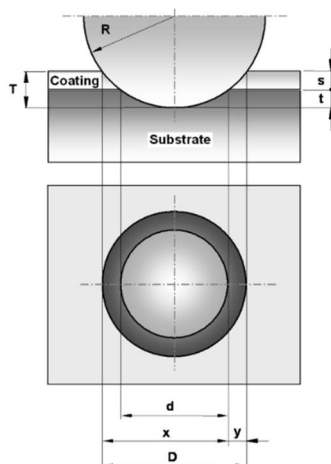
### *Materiál*

Určovali jsme tloušťku tří vrstev nanesených na ocelový substrát – galvanicky nanesená vrstva Cu, vrstva TiN a multivrstva TiNTi připravené metodou PVD (physical vapour deposition). Mechanické vlastnosti jsme měřili u multivrstvy TiNTi, multivrstvy CrNCr a na ocelovém substrátu bez vrstvy. Pro měření tloušťky vrstev jsme použili metodu calotest a pro změření mechanických vlastností metodu instrumentované nanoindentace.

### *Calotest*

Metodou calotest můžeme zjistit tloušťku vrstvy. Za použití rotující ocelové kuličky se vybrousí do vrstvy i substrátu calota (kulový vrchlík), která se následně změří pomocí mikroskopu. Z geometrie kontaktu rovinného povrchu vzorku a kuličky vyplývá vzorec pro výpočet tloušťky vrstvy  $s$ , do kterého dosadíme hodnoty  $x$ ,  $y$  a poloměr kuličky  $R$  (viz obr. 1) [1]:

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



Obrázek 1: Schéma metody calotestu (převzato z [1])

### Nanoindentace

Analýza vrstev pomocí nanoindentace se používá pro zjištění mechanických vlastností materiálů, nejčastěji tvrdosti a Youngova modulu. Princip je založen na vtlačování diamantového hrotu přesné geometrie do měřeného vzorku. Z naměřených dat síla-hloubka vtisku (obr. 5) se určí tvrdost  $H$  a redukovaný Youngův modul  $E_r$  (zahrnující vlastnosti měřeného vzorku i použitého diamantového hrotu) podle následujících vztahů (viz [2]):

$$H = \frac{F_{max}}{A}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}}$$

kde  $F_{max}$  je maximální síla,  $A$  je promítnutá kontaktní plocha,  $S$  je kontaktní tuhost a  $\beta$  je korekční parametr zahrnující tvar hrotu.

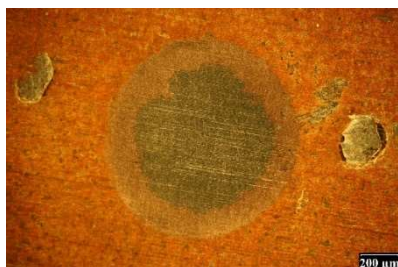
Nejdříve je nutné vzorek vložit do nanoindentoru (NHT, Anton Paar), dále je třeba nastavit parametry indentace a spustit měření. V našem případě byla zvolena maximální síla 30 mN, zatěžování probíhalo v cyklu: 30 s zatížení, 10 s výdrž na maximální hodnotě síly, 30 s odciążení. Byl použit diamantový hrot ve tvaru trojbokého jehlanu (tzv. Berkovichův hrot). Na každém vzorku proběhlo 6 měření, která byla statisticky zpracována.

## 3 Výsledky a diskuze

Změřili jsme tloušťky vrstev Cu, TiN, multivrstvy TiNTi a její nejspodnější vrstvu (obr. 2-4). Výsledky jsou shrnuty v tabulce 1. Tloušťka studovaných vrstev se příliš nelišila a pohybovala se kolem 4  $\mu\text{m}$ . Vrstva TiN (obr. 3) na šroubovacím bitu byla nanесena na drsnější substrát a připravená průmyslovou metodou, což vedlo k vyšším odchylkám měření.

Tabulka 1: Tloušťky studovaných vrstev

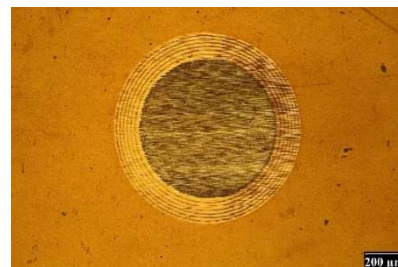
Vrstva	Tloušťka vrstvy ( $\mu\text{m}$ )
Cu	$4,0 \pm 0,4$
TiN	$4,2 \pm 1,0$
Multivrstva TiNTi	$4,1 \pm 0,2$
Nejspodnější vrstva TiNTi	$0,6 \pm 0,1$



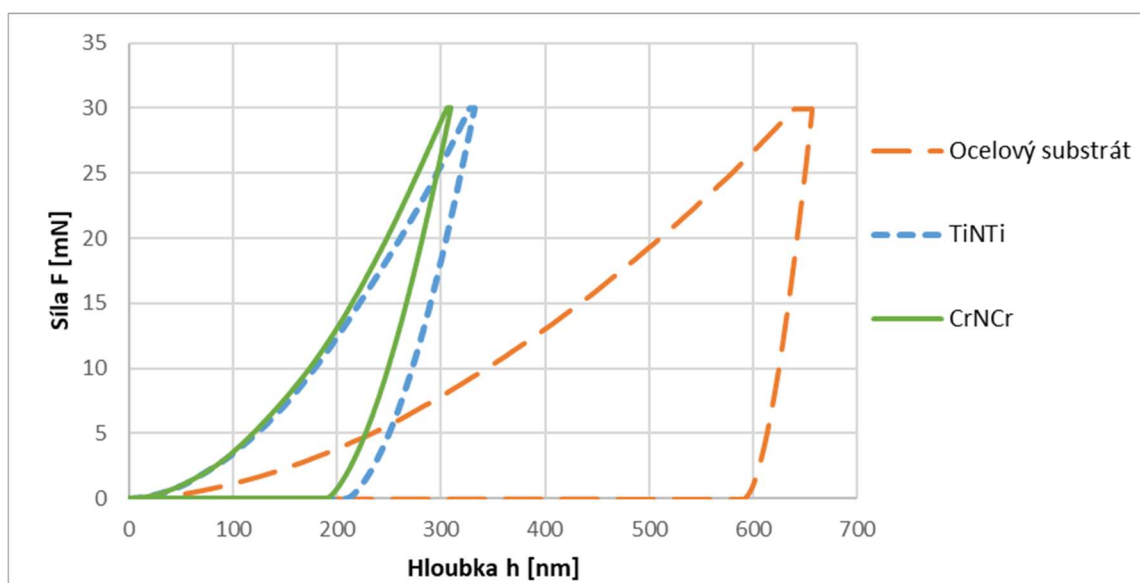
Obrázek 2: Vrstva Cu



Obrázek 3: Vrstva TiN



Obrázek 4: Multivrstva TiNTi



Obrázek 5: Nanoindentační křivky síla-hloubka vtisku

Nanoindentační křivky síla-hloubka vtisku jsou na obrázku č. 5. Určené hodnoty tvrdosti a redukovaného Youngova modulu jsou v tabulce č. 2.

Naměřené výsledky ukázaly, že největší tvrdost má multivrstva CrNCr, následovaná TiNTi, která má mírně horší vlastnosti. Ukázalo se, že samotný ocelový substrát, bez jakéhokoli povlaku je přibližně pětikrát méně tvrdý než vzorky s nanosenou tenkou vrstvou. Výsledky měření redukovaného Youngova modulu ukázaly, že nejnižší hodnotu má substrát (odpovídá obvyklým hodnotám typickým pro ocel). Vzorky TiNTi a CrNCr mají hodnoty vyšší, a to přibližně o pětinu až čtvrtinu.

Tabulka 2: Určené hodnoty tvrdosti a redukovaného Youngova modulu

	TiNTi	CrNCr	Ocelový substrát
H [MPa]	15021,6 ± 1754,3	17912,4 ± 2065,3	3184,1 ± 103,9
E <sub>r</sub> [GPa]	237,4 ± 16,9	259,5 ± 18,4	200,6 ± 10,9

## 4 Shrnutí

Měřené vrstvy měly přibližnou tloušťku 4  $\mu\text{m}$ , přičemž jsme pozorovali značnou drsnost u vzorku vytvořeného průmyslovou výrobou. Naměřené hodnoty odpovídají tenkým vrstvám běžně využívaným v praxi.

Pomocí indentace bylo určeno, že nanosené vrstvy TiNTi a CrNCr zvýšily tvrdost substrátu pětinasobně. Také pomohly vylepšit hodnotu Youngova modulu přibližně o čtvrtinu až pětinu. Potvrdila se tak důležitost daných vrstev při využívání v běžném životě.

## Poděkování

Děkujeme našemu garantovi panu Jaroslavu Čechovi za odbornou pomoc a vedení projektu. Dále děkujeme organizátorům a Vojtěchu Svobodovi za umožnění TV@J, kde jsme se mohli seznámit s tímto projektem.

## Reference

- [1] Calotest User Manual, CSM Instruments, v. R0.0.5a, červen 2011, 21 s.
- [2] OLIVER, W.C. a PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, roč. 7, č. 6, s. 1564-1583. ISSN 0884-2914. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>. [cit. 2024-06-17].