

Metodika hodnocení opotřebení povlaků

Bc. Petr Mutafov

Vedoucí práce: Ing. Tomáš Polcar, Ph.D.

Abstrakt

Tento příspěvek se věnuje porovnáním kontaktního a bezkontaktního způsobu měření, které byly vybrány pro vyhodnocení míry opotřebení povlaku Ti-C:H. Tribologická stopa na povlaku byla pro oba způsoby měření vytvořena tribologickým testem pin-on-disc.

V úvodu je popsán depoziční proces, kterým byly vzorky Ti-C:H připraveny. V první části experimentu je pozornost věnována porovnání měření na dotykovém a optickém profiloměru. Cílem hlavní části experimentu bylo stanovení vlivu upevnění vzorku v držáku na rozptyl naměřených hodnot při metodě pin-on-disc. V závěru příspěvku jsou shrnuty dosažené výsledky a je navržena nejvhodnější metodika hodnocení opotřebení povlaků.

Klíčová slova

Magnetonové naprašování, opotřebení Ti-C:H povlaků, pin-on-disc, kontaktní a optický profiloměr, metodika hodnocení opotřebení

1. Úvod

Uhlíkové povlaky připravené depozičním procesem PECVD mají široké uplatnění v inženýrských aplikacích pro své výborné mechanické a tribologické vlastnosti. Struktury a-C:H obvykle obsahují metastabilní formu amorfního uhlíku s podílem vazeb sp^2 a sp^3 závislejícím na depozičních podmínkách. V některých případech lze dosáhnout vysokou tvrdost, výbornou odolnost proti opotřebení, chemickou inertnost a zvláště vysokou úroveň biokompatibility. Tyto povlaky mají nízký součinitel tření vůči běžně používaným materiálům, jako jsou ocel nebo titanové slitiny, čehož se využívá pro biomedicínské aplikace [1].

Pro vyhodnocení opotřebení povlaků se používá jako jedna z mnoha zkoušek metoda pin-on-disk. Princip zkoušky spočívá ve vtlačování kuličky, která má obvykle vyšší tvrdost než zkoumaný vzorek, do zkoumaného vzorku předepsaným zatížením. Kulička v kontaktu se vzorkem vytváří na velmi malé stykové ploše značnou sílu. Ta má spolu s rotací vzorku za následek vytvoření tribologické stopy, tvorbu třecí mezivrstvy a v některých případech i odtrhávání povlaku od substrátu. Otěrové mechanismy, zmíněné výše, nemusejí vždy probíhat současně, jelikož jsou závislé na složení povlaku a podmínkách tribologického testu.

2. Depoziční proces

Povlaky Ti-C:H byly připraveny metodou PECVD s využitím reaktivního plynu C_2H_2 . Ti byl naprašován z titanového terče za přítomnosti Ar v depoziční komoře. Různé složení vzorků (Tabulka 1.) bylo vybráno s ohledem na možný vznik křehkých fází, které by mohly

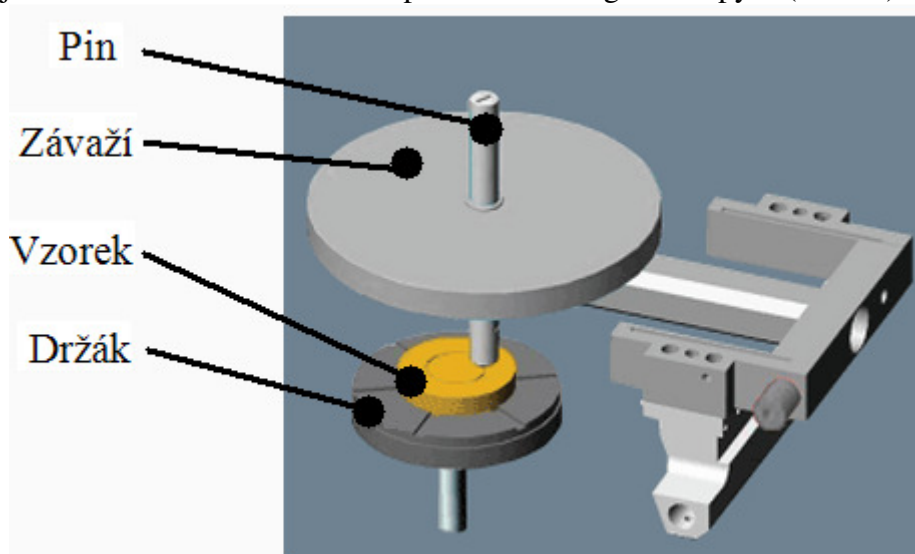
mít za následek zhoršené či dokonce nevhodné tribologické vlastnosti. Povlak byl nanesen na substrát, kterým byla rychlořezná ocel 1.2379 (19 573 dle ČSN) tloušťky 4mm, který byla leštěna na $R_a < 60\text{nm}$. Tloušťka povlaku se pohybovala v rozmezí 2,5 až 3,5 μm .

Tabulka 1. - Tabulka udávající podíl Ti a C podle průtoku acetyleny do komory [1]

Průtok C_2H_2 [sccm]	Obsah [at%]		Označení vzorku
	Ti	C	
15	71	29	H251
20	57	43	H252
25	50	50	H253
30	45	55	H254
34	38	62	H255
40	33	67	H256
45	19	81	H257
52	12	88	H258
60	9	91	H259

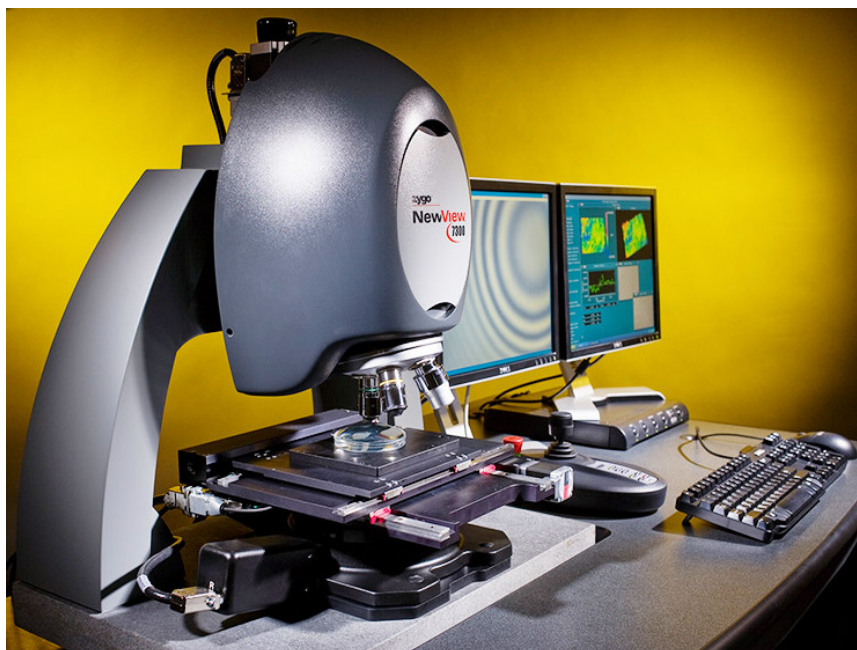
3. Metoda pin-on-disk

Při této zkoušce dochází ke statickému vtlačování tělíska- pinu do zkoušeného vzorku, který vykonává rotační pohyb po dráze o určitém poloměru v předem stanoveném čase. Tělísko, které je uloženo v hlavici tribometru, je zatíženo předepsanou silou v rozsahu 1 až 10 N a je vzdáleno od středu vzorku o poloměr tribologické stopy R (Obr. 1.).



Obr. 1. Metoda pin-on-disk

Tento příspěvek se zaměřuje na to, jaký má vliv upevnění vzorku v držáku na průběh tribologické stopy. Tribologická stopa byla analyzována dvěma principiálně odlišnými metodami. V prvním případě byly vzorky měřeny pomocí dotykového profiloměru, ve druhém pomocí optického profiloměru viz Obr. 2.



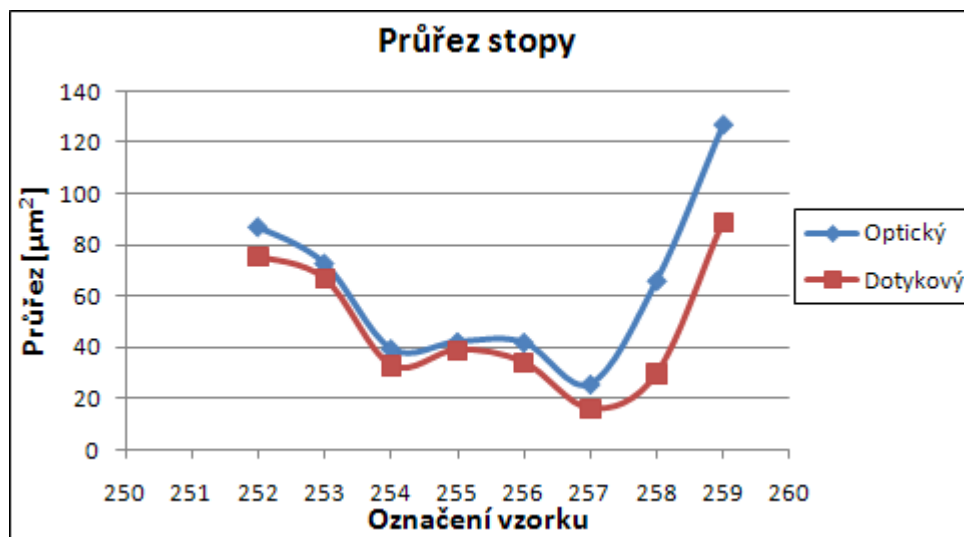
Obr. 2. Optický profiloměr Zygo NewView 7000

4. Porovnání kontaktního a bezkontaktního měření stopy

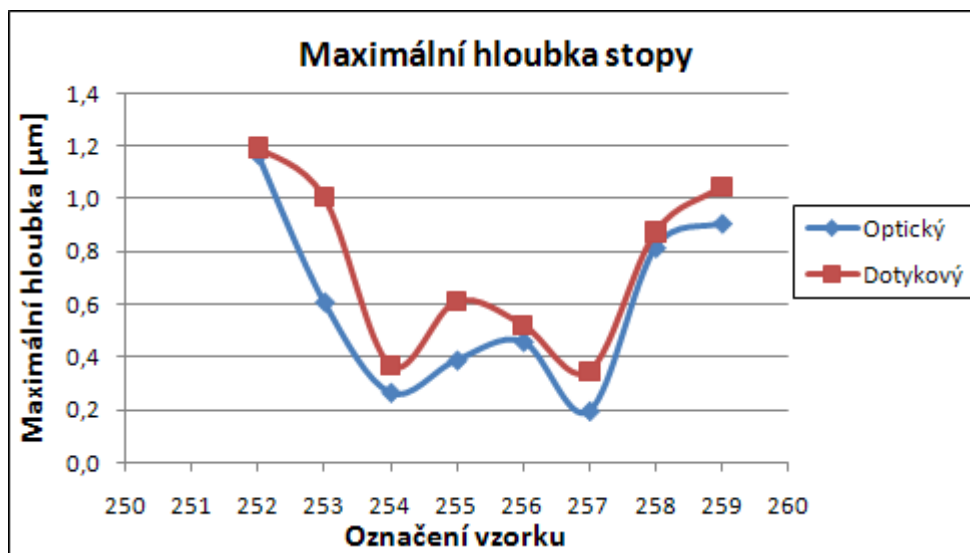
Při experimentálním vyhodnocení míry opotřebení povlaku byl používán dotykový profiloměr. Je to instrumentální přístroj, který ve svém principu kopíruje zkoumaný povrch, což nese své výhody a nevýhody. Zakoupením nového optického profiloměru se tak naskytla příležitost porovnat obě tyto měření.

U měření tribologické stopy dotykovým profiloměrem lze za největší nevýhody považovat kvalitu naměřených dat odvíjejících se od topografie povrchu, závislost měření na geometrii hrotu a v neposlední řadě časovou náročnost. Oproti tomu optický profiloměr poskytuje významně vyšší úroveň rozlišení, kvalitnější data neovlivněná geometrií hrotu a doba měření v řádu sekund. Navzdory těmto výhodám vyžaduje tento způsob jak dovednosti, tak znalosti týkající se optiky. V nezanedbatelném množství případů jsou totiž data získaná bezkontaktním měřením spojena s určitými nedokonalostmi optiky jako například tvorba špičatých výstupků (tzv. spikes) vyčnívajících z povrchu vzorku a nespojitost naměřeného profilu, která je daná omezením optických paprsků zaznamenat pouze omezené úhly, které svírá stěna díry s rovným povrchem.

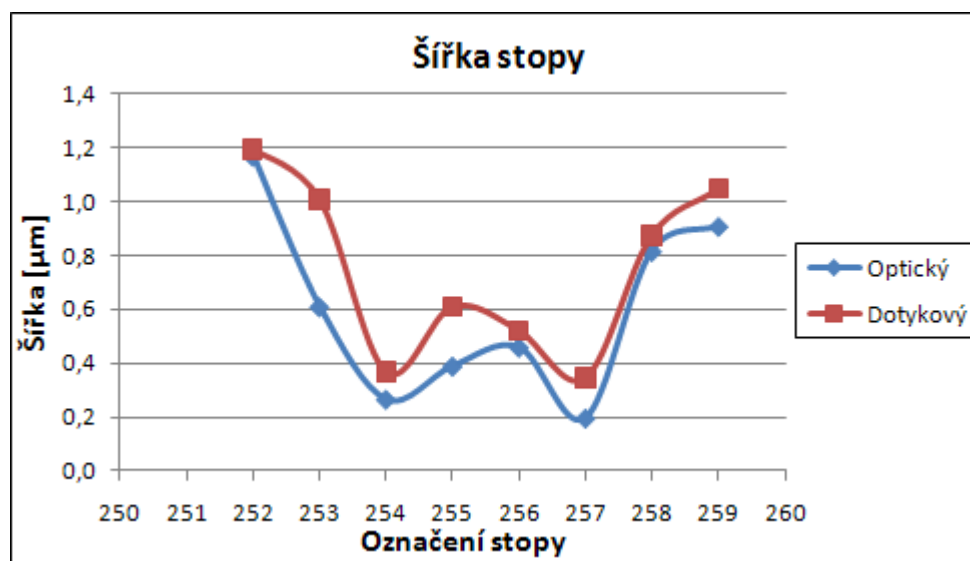
Na obrázcích Obr. 3., Obr. 4. a Obr. 5. jsou znázorněny rozdíly mezi měřeními na dotykovém a optickém profiloměru. Záměrně byl z těchto grafických porovnání vyřazen vzorek s označením H251, protože byl značně poškozen při tribologickém testu a jeho přítomnost v tomto grafu znemožňoval porovnání obou způsobů měření. Vyšší hodnoty získané optickým měřením jsou na Obr. 1. dány tím, že dotykový profiloměr v důsledku geometrie hrotu nedokáže detekovat některá místa na vzorku viz výše zmíněné nevýhody. V dalších dvou obrázcích (Obr. 4. a Obr. 5.) jsou si křivky opět vzájemně posunuty, ale v těchto případech jsou vyšší hodnoty získané kontaktním měřením dány nemožností pozorovat stopu ve větším měřítku díky čemuž by bylo možné předcházet měření ploch, které již nepatří tribologické stopě. Těmito místy jsou především okraje stopy. V těchto místech je velmi často nashromážděn materiál, který byl v průběhu zkoušky odtržen z vnitřku stopy nebo materiál vzniklý oxidací povrchu.



Obr. 3. Měření průřezu tribologické stopy oběma způsoby



Obr. 4. Měření hloubky tribologické stopy oběma způsoby



Obr. 5. Měření šířky stopy oběma způsoby

Byla stanovena metodika na optickém profiloměru, která má za cíl, jak co nejpřesněji vyhodnotit opotřebení povlaků a minimalizovat chyby měření, které jsou nejčastěji způsobené topografií povrchu vzorků a dalšími vlivy, které byly uvedeny výše. Tato metodika stanovuje provést minimálně 4 místa měření po 90° na každé tribologické stopě. Dále je potřeba v každém ze 4 míst provést alespoň 3 měření hlavních parametrů (průřez, maximální hloubka a šířka) které se zprůměrují. Tím lze dosáhnout uspokojivé kvality naměřených dat.

5. Experimentální část

K vyhodnocení závislosti upevnění vzorku bylo použito 9 vzorků, kde na každém byly vytvořeny 4 tribologické stopy. Jelikož každá stopa byla měřena 12x, tak celkový počet měření všech vzorků byl 432, což dává dostatečně veliké množství reprezentativních dat pro určení závislostí a stanovení metodiky hodnocení.

Pro určení závislosti mezi upevněním v držáku a naměřenými daty bylo potřeba pro vyhodnocení zvolit postup, který nebude závislý na poloze, jak byl vzorek do optického profiloměru ustaven. Dále bylo nutné vyhodnocovat poměry získaných dat tzv. kritéria, aby bylo možné porovnávat vysoké hodnoty s nízkými. Jako nejvhodnější bylo vybráno kritérium udávající závislost mezi rozsahem naměřených hodnot vztaženým na součet hodnot viz rovnice (1). Stejným způsobem mohlo být použito kritérium mezi směrodatnou odchylkou a průměrnou hodnotou a mnohé další. Ať bylo použito jakéhokoliv kritéria, tak se výsledky od sebe vzájemně nijak výrazně nelišily.

$$k = \frac{x_i - x_j}{\Sigma x_{ij}} \quad (1)$$

Pro vyhodnocení Tabulky 2. bylo zvoleno následující hodnoty kritéria: průřez $k = 0,10$, maximální hloubka $k = 0,10$, šířka $k = 0,07$. Z tabulky je zřejmé, že téměř 70% všech naměřených dat bylo pod hodnotou stanoveného kritéria, a proto lze uvést, že také 70% měření nebylo ovlivněno chybou způsobenou upevněním vzorku v držáku. Zbylá procenta představují měření, kde došlo k natočení vzorku v držáku a tudíž k následnému ovlivnění hodnot. Této chybě se lze vyvarovat zodpovědnějším upnutím do držáku, avšak rozptýl naměřených hodnot není způsoben pouze touto chybou ale též odtrháváním a následným ulpíváním třecí mezivrstvy v rámci celé tribologické stopy. Jak již bylo uvedeno výše, třecí mezivrstva je závislá na materiálu povlaku a proto nelze než doporučit pro tyto případy provést více měření než obvykle, aby se zamezilo vzniku této chyby měření.

Tabulka 2. – Naměřené hodnoty a porovnání s kritériem k

	Poloměr R	Průřez			Maximální hloubka			Šířka		
		Průměr	$(X_i - X_j)/\Sigma_{ij}$	Porovnání	Průměr	$(X_i - X_j)/\Sigma_{ij}$	Porovnání	Průměr	$(X_i - X_j)/\Sigma_{ij}$	Porovnání
	Kritérium k	0,10			0,10			0,07		
H251	2,7	1468	0,03	S	4,02	0,03	S	734	0,00	S
	4,1	2266	0,04	S	8,62	0,02	S	456	0,01	S
	5,5	1960	0,05	S	4,18	0,05	S	733	0,01	S
	6,9	1739	0,07	S	7,25	0,04	S	926	0,01	S
H252	2,7	126	0,09	S	1,11	0,05	S	320	0,03	S
	4,1	68	0,03	S	1,16	0,08	S	156	0,03	S
	5,5	122	0,10	S	1,54	0,20	1	287	0,03	S
	6,9	32	0,35	0	0,86	0,39	1	160	0,17	1
H253	2,7	96	0,08	S	0,40	0,04	S	219	0,04	S
	4,1	30	0,04	S	0,41	0,02	S	129	0,01	S
	5,5	105	0,03	S	0,80	0,06	S	279	0,06	S
	6,9	60	0,11	1	0,83	0,17	1	181	0,21	1
H254	2,7	63	0,08	S	0,25	0,18	0	227	0,07	S
	4,1	33	0,09	S	0,45	0,12	1	149	0,07	S
	5,5	62	0,07	S	0,37	0,08	S	281	0,06	S
	6,9	0	-	S	0,00	-	S	0	-	S
H255	2,7	43	0,16	1	0,26	0,15	0	176	0,07	S
	4,1	55	0,02	S	0,64	0,14	1	129	0,01	S
	5,5	51	0,03	S	0,36	0,08	S	269	0,04	S
	6,9	20	0,18	1	0,30	0,21	1	282	0,04	S
H256	2,7	35	0,20	1	0,51	0,1	S	106	0,17	0
	4,1	41	0,02	S	0,57	0,05	S	126	0,04	S
	5,5	55	0,10	S	0,32	0,13	1	255	0,04	S
	6,9	37	0,09	S	0,44	0,22	1	172	0,06	S
H257	2,7	25	0,40	1	0,12	0,10	S	103	0,02	S
	4,1	45	0,13	1	0,35	0,06	S	155	0,06	S
	5,5	14	0,14	S	0,15	0,08	S	170	0,09	1
	6,9	19	0,08	S	0,17	0,03	S	174	0,02	S
H258	2,7	215	0,38	1	2,86	0,02	S	155	0,22	1
	4,1	15	0,09	S	0,13	0,14	0	92	0,02	S
	5,5	19	0,13	1	0,14	0,05	S	155	0,06	S
	6,9	15	0,07	S	0,13	0,08	S	151	0,08	1
H259	2,7	448	0,12	1	3,08	0,01	S	212	0,05	S
	4,1	18	0,24	1	0,27	0,04	S	44	0,04	S
	5,5	23	0,10	S	0,14	0,05	S	106	0,08	1
	6,9	18	0,14	1	0,14	0,06	S	121	0,06	S

	S	0	1	S	0	1	S	0	1
Počet [-]	24	1	11	25	3	8	29	1	6
Zastoupení [%]	67	3	30	70	8	22	81	3	16
Suma [%]	100			100			100		

Vysvětlivky: S = všechny čtyři hodnoty v místě měření podobné, 0 = obě maximální hodnoty naproti sobě, 1 = obě maximální hodnoty vedle sebe

6. Závěr

Při porovnání obou způsobů měření tribologické stopy bylo zjištěno, že použití dotykového profiloměru se projeví navýšením (měření hloubky a šířky stopy) resp. snížením (měření průřezu stopy) hodnot oproti měření s optickým profiloměrem. Dále bylo experimentálně prokázáno, že upnutí vzorku v držáku nemá zásadní vliv na naměřené hodnoty. I přes nedokonalé upnutí vzorku však tento nedostatek lze eliminovat pečlivě provedeným vyhodnocením.

Bylo provedeno stanovení metodiky vyhodnocení tribologické stopy na optickém profiloměru. Byl navržen nejnížší nutný počet měření na jedné stopě, který má zajistit dosažení správných naměřených hodnot.

Seznam symbolů

Ti	titan	
C	uhlík	
H	vodík	
Ar	argon	
PECVD	Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition	
C ₂ H ₂	acetylen	
Ra	střední aritmetická odchylka profilu	[μm]
Sccm	Standard Cubic Centimeters per Minute	
R	poloměr tribologické stopy	[mm]
k	kritérium, poměrné číslo	[-]
x _i	maximální naměřené hodnota na i-té stopě	[μm]
x _j	minimální naměřená hodnota na j-té stopě	[μm]
Σx _{ij}	součet hodnot odpovídající místu měření i,j	[μm]

Seznam použité literatury

- [1] Vítů, T.; Polcar, T.; Cvrček, L.; Novák, R.; Macák, J.; Vyskočil, J.; Cavaleiro, A.: Structure and tribology of biocompatible Ti-C:H coatings, Surface & Coatings Technology, 202, 2008, 5790-5793, ISSN 0257-8972
- [2] Robertson, J.: Diamond like amorphous carbon, Reports: A Review Journal, 37, 2002, 129-281
- [3] Dohnal, G.: Základy teorie pravděpodobnosti, 110, 2002