

Západočeská univerzita v Plzni
Fakulta aplikovaných věd
Katedra fyziky



Depozice (Ti, Al, V) N vrstev a měření jejich
koeficientu tření a mechanických vlastností

Bakalářská práce

Vedoucí práce:

Prof. Ing. Jindřich Musil, DrSc.

Školitel:

Ing. Jan Procházka

Autor:

Markéta Pokorná

Plzeň 2014

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta aplikovaných věd
Akademický rok: 2013/2014

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Markéta POKORNÁ**
Osobní číslo: **A12B0696P**
Studijní program: **B3918 Aplikované vědy a informatika**
Studijní obor: **Aplikovaná a inženýrská fyzika**
Název tématu: **Depozice (Ti,Al,V)N vrstev a měření jejich koeficientu tření a mechanických vlastností**
Zadávající katedra: **Katedra fyziky**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Prostudovat současný stav problematiky magnetronového naprašování nitridových vrstev materiálů, vyšetřování jejich mechanických a tribologických vlastností.
2. Seznámit se s procesem reaktivního magnetronového naprašování a metodami charakterizace tenkých vrstev.
3. Samostatně připravit dvě (Ti,Al,V)N vrstvy pomocí reaktivního magnetronového naprašování, proměřit mechanické vlastnosti a korelovat je s naměřenou strukturou a koeficienty tření a otěru.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy: **30-50 stran**

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

Dle pokynů vedoucího bakalářské práce.

Vedoucí bakalářské práce:

Prof. Ing. Jindřich Musil, DrSc.

Katedra fyziky

Konzultant bakalářské práce:

Ing. Jan Procházka

Katedra fyziky

Datum zadání bakalářské práce:

1. května 2013

Termín odevzdání bakalářské práce:

31. května 2014



Doc. Ing. František Vávra, CSc.
děkan



Prof. RNDr. Jaroslav Vlček, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. května 2013

Předkládám k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, kterou jsem zpracovala na Fakultě aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni.

Dále prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně, pod vedením prof. Ing. Jindřicha Musila, DrSc. a odborným dohledem Ing. Jana Procházky a s využitím odborné literatury, jejíž seznam je součástí předkládané práce.

Při této příležitosti bych chtěla poděkovat vedoucímu diplomové práce prof. Jindřichu Musilovi, DrSc, Ing. Zbyňku Soukupovi Ph.D. za tribologické testy, Ing. Radomíru Čerstvému za RTG analýzy a zejména Ing. Janu Procházce za cenné připomínky a rady, které mi v průběhu vypracování práce poskytl. V neposlední řadě bych chtěla také poděkovat své rodině a svému příteli Milošovi, kteří mě podporovali po celou dobu studia.

V Plzni dne 30. 5. 2014

.....

Abstrakt

V rámci této práce byly vytvořeny Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N vrstvy, které byly připraveny pomocí magnetronové depozice. Byly zkoumány jejich strukturní, mechanické a tribologické vlastnosti.

Bylo zjištěno, že nitridová vrstva má lepší mechanické i tribologické vlastnosti. U vrstvy (Ti,Al,V)N bylo dosaženo hodnoty tvrdosti $H = 31 \pm 2$ GPa, efektivního Youngova modulu $E^* = 284 \pm 27$ GPa, poměru $\frac{H}{E^*} = 0,10 \pm 0,02$, elastické vratnosti $W_e = 76 \pm 7$ %, koeficientu tření $\mu = 0,800 \pm 0,003$ a koeficientu otěru $k = (11,6 \pm 0,5) \cdot 10^{-6} \frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}}$. Naopak u vrstvy Ti,Al,V byly naměřeny hodnoty $H = 9,4 \pm 0,8$ GPa, $E^* = 148 \pm 8$ GPa, $\frac{H}{E^*} = 0,06 \pm 0,07$, $W_e = 42 \pm 4$ %. Tribologické parametry nebylo možné určit, neboť došlo ihned k otěru až na substrát.

Klíčová slova: magnetronové naprašování, (Ti,Al,V), (Ti,Al,V)N, tribologie

Abstract

This paper reports on DC magnetron sputtered Ti,Al,V and (Ti,Al,V)N coatings, their structural, mechanical and tribological properties.

It was found that nitride coating shows enhanced mechanical and tribological properties. It was found that (Ti,Al,V)N coating exhibits hardness $H = 31 \pm 2$ GPa, effective Young's modulus $E^* = 284 \pm 27$ GPa, ratio $\frac{H}{E^*} = 0,10 \pm 0,02$, elastic recovery $W_e = 76 \pm 7$ %, the coefficient of friction $\mu = 0.800 \pm 0.003$ and wear coefficient $k = (11.6 \pm 0,5) \cdot 10^{-6} \frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}}$. On the contrary, Ti,Al,V coating exhibits $H = 9,4 \pm 0,8$ GPa, $E^* = 148 \pm 8$ GPa, $\frac{H}{E^*} = 0,06 \pm 0,07$, $W_e = 42 \pm 4$ %. It was not possible to determine tribological parameters because the coating was worn to the substrate immediately after the test had begun.

Keywords: magnetron sputtering, (Ti,Al,V), (Ti,Al,V)N, tribology

Obsah

1	Úvod.....	9
2	Přehled problematiky.....	10
2.1	Reaktivní magnetronové naprašování.....	10
2.2	Titan.....	11
2.2.1	Slitiny titanu.....	11
2.2.2	TiAlIV.....	12
2.2.3	TiAlIVN.....	13
2.3	Tribologie.....	13
2.3.1	Tření.....	14
2.3.2	Otěr.....	16
2.3.3	Tření a otěr povlaků.....	17
2.4	Metody analýzy.....	18
2.4.1	Drsnost.....	18
2.4.2	Vnitřní pnutí.....	20
2.4.3	Tvrдость.....	21
	Zkouška tvrdosti podle Brinella (HB).....	21
	Zkouška tvrdosti podle Vickerse (HV).....	21
	Zkouška tvrdosti podle Rockwella (HR).....	21
2.4.4	Youngův modul.....	23
2.4.5	Efektivní Youngův modul E^*	24
2.4.6	Mechanické vlastnosti vrstev.....	24
	Mikrotvrдость.....	24
3	Cíle.....	25
4	Metody zpracování.....	26
4.1	Depoziční systém.....	26
4.2	Použité analýzy a přístroje.....	28
4.2.1	Stanovení tloušťky vrstev, drsnosti a pnutí.....	28
4.2.2	Měření mechanických vlastností.....	28
4.2.3	Určení fázového složení.....	28
5	Výsledky a diskuze.....	30
5.1	Depoziční parametry.....	30

5.2	Výsledky.....	30
5.2.1	Struktura.....	30
5.2.2	Mechanické vlastnosti.....	32
5.2.3	Tribologické vlastnosti	35
6	Závěr	36
	Použitá literatura	38

1 Úvod

Říká se, že člověk je tvor od přírody líný a právě jeho lenost ho vede k vymýšlení a vytváření nových věcí. Nejprve to byly vynálezy usnadňující přežití (oštěp, mlýnský kámen) a následně lidé vymýšleli věci k zlepšení a zpestření kvality jejich života. S postupem času se lidská práce začala nahrazovat prací strojů a vznikala potřeba tyto stroje optimalizovat. Velký důraz je kladen na efektivitu a životnost strojů a nástrojů. Začala se tedy rozvíjet odvětví zabývající se opotřebením strojů a optimalizací jejich pracovního procesu s co nejmenšími náklady.

Aby nedocházelo k přílišnému opotřebení nástrojů, například vrtáků a fréz, byly a jsou k výrobě voleny tvrdé materiály. V dnešní době nechceme pouze, aby materiály měly jednu požadovanou vlastnost, ale rovnou hned několik. Ke splnění těchto požadavků se používají kompozitní materiály nebo materiály s nanesenými vrstvami. Tyto vrstvy mohou mít široké spektrum vlastností. Existují vrstvy, které mají vysokou tvrdost, dále optické vrstvy, které se využívají k antireflexnímu pokrytí čoček, nebo kovové vrstvy tvořící kontakty na polovodičích. Vlastnosti vrstev závisí na mnoha parametrech, například na volbě substrátu, depoziční rychlosti či způsobu naprašování.

2 Přehled problematiky

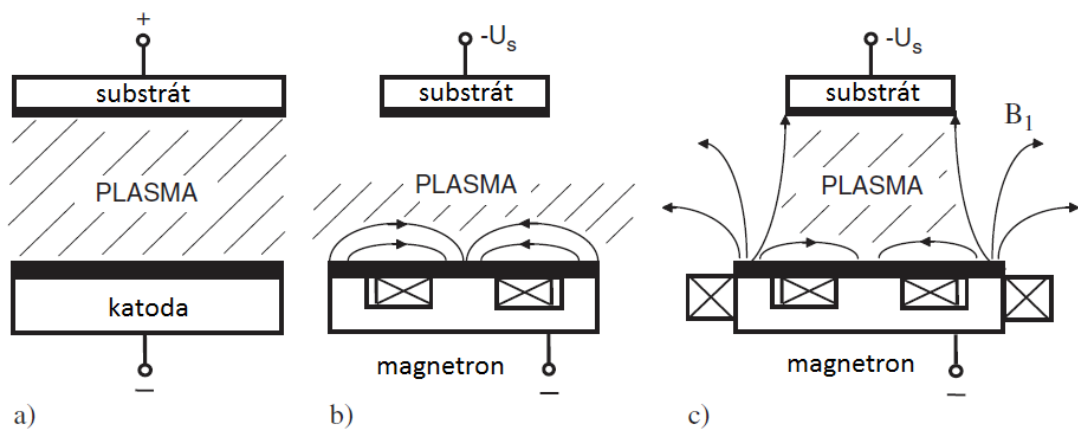
2.1 Reaktivní magnetronové naprašování

Naprašování patří mezi metody PVD (physical vapor deposition – fyzikální depozice z plynné fáze), které jsou běžně využívány v technické praxi. Při PVD depozici je využíváno fyzikálních principů jako je odpařování nebo odprašování a na substrátu ulpívají atomy či molekuly a dochází tak k růstu vrstvy. Snahou naprašování je vytvoření vrstev s předepsanými a funkčními vlastnostmi, jako je například odolnost vůči vysokým teplotám či tření.

Naprašování je proces, při kterém dochází k rozprašování materiálu terče vlivem ostřeování povrchu ionty. Rozprašené částice se usazují na substrátu a vzniká tak požadovaná vrstva [1].

Při magnetronovém naprašování je v oblasti terče vytvořeno magnetické pole pomocí magnetů nebo cívek. Vlivem Lorenzovy síly se ohýbá a prodlužuje dráha všech pohybujících se elektricky nabitých částic. Elektrony se pohybují po šroubovici se vzrůstající výškou závitu. Ionty mají mnohonásobně větší hmotnost a magnetické pole jejich dráhu jen lehce zakřiví. Vzrůstá tak pravděpodobnost ionizačních srážek a lze tak výboj udržet i při nízkých tlacích. Magnetrony můžeme rozdělit na:

- 1) vyvážený magnetron (CM – Convectonal Magnetron),
- 2) nevyvážený magnetron (UM – Unbalanced Magnetron) [1].

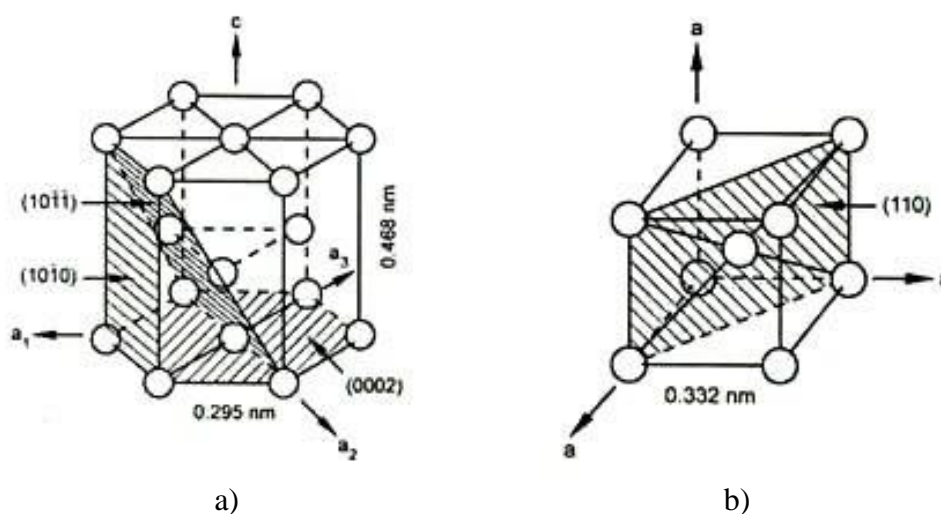


Obr. 1 Znárodnění a) diodového uspořádání b) naprašovacího systému s vyváženým magnetronem c) naprašovacího systému s nevyváženým magnetronem [1].

Reaktivní magnetronové naprašování spočívá v přivedení reaktivního plynu (např. kyslíku, dusíku) do vakuové komory. Sloučeniny vzniklé z rozprašovaného terče a reaktivního plynu vytváří na povrchu substrátu příslušné vrstvy (oxidy, nitridy, atd.). Hlavní výhodou při použití reaktivního magnetronového naprašování je možnost vytvářet vrstvy s různou stechiometrií použitím jednoho terče regulováním parciálního tlaku reaktivního plynu.

2.2 Titan

Titan je šedý až stříbřitě bílý kov a řadí se mezi lehké kovy. Na rozdíl od jiných lehkých kovů má však vysokou teplotu tání (1665 °C). Nízkoteplotní modifikace krystalizuje v šesterečné těsně uspořádané soustavě. Při teplotě 882 °C dochází k překrystalizaci na krychlovou prostorově středěnou mřížku. Tyto modifikace jsou znázorněny na obr. 2. Titan má výborné mechanické vlastnosti. Je to kov s vysokou korozní odolností, pevností blížíící se pevnosti oceli [2].



Obr. 2 Základní modifikace a mřížkové parametry a) hexagonální fáze α – titanu b) krychlové fáze β – titanu.

2.2.1 Slitiny titanu

Titan tvoří slitiny s mnoha prvky. Přidáním dalších prvků k titanu se můžou zlepšit jeho mechanické vlastnosti. Slitiny titanu rozdělujeme podle působení na teplotu transformace a fázové podmínky:

Slitiny α

Slitiny typu α se vyskytují v šesterečné těsně uspořádané soustavě a vytváří se především s uhlíkem, kyslíkem, dusíkem a hliníkem. Slitiny titanu s hliníkem se vyznačují výbornými mechanickými vlastnostmi, jsou dobře svařitelné a nejsou choulostivé na tepelné zpracování. Slitiny typu α patří mezi nejvýznamnější, ale jejich počet je omezený [3].

Slitiny β

Je velmi obtížné zajistit, aby při normální teplotě ve struktuře slitiny byla jen čistá fáze β . Je potřeba, aby teplota fázové přeměny $\alpha \rightarrow \beta$ byla snížena, nebo aby průběh transformace byl podstatně zpomalen. Toho lze dosáhnout velkým obsahem přídavných prvků jako je např. hliník, chrom a molybden, nebo vhodnou kombinací prvků. Slitiny β se vyskytují v krychlové prostorově centrované soustavě a vyznačují se dobrou tvařitelností a vysokou pevností do teplot 500 °C. Nevýhodou je jejich velká citlivost na nečistoty [3].

Slitiny $\alpha + \beta$

U titanových slitin vzniká dvoufázová struktura velmi snadno. Vzájemný poměr α a β je dán charakterem rovnovážného diagramu, obsahem legujících prvků a podmínkami zpracování. Mezi prvky s neomezenou rozpustností ve fázi β a malou rozpustností ve fázi α řadíme molybden, niob, tantal a vanad. Ostatní β – stabilizující prvky mají omezenou rozpustnost ve fázi α i β . Podle stabilizace fáze β se prvky rozdělují na slabě (velký obsah hliníku) nebo silně β – stabilizované (neobsahující hliník). Velký obsah fáze β způsobí chrom, železo a mangan. Mezi α – stabilizátory se řadí uhlík, kyslík a dusík a mají nepříznivý vliv na strukturu slitin, ale i na mechanické vlastnosti a zpracování [3].

2.2.2 TiAlV

Slitiny TiAlV se řadí do skupiny $\alpha + \beta$. Tato slitina má dobré tahové vlastnosti při pokojové teplotě a dobrou odolnost proti únavě a šíření trhlin. Stejně jako většina titanových slitin má vynikající odolnost proti korozi.

Slitina TiAlV je pravděpodobně nejvíce využívaná slitina, která byla původně vyvinuta pro letecký průmysl. Nyní se však využívá pro výrobu lopatek parních turbín, pružin, částí motorů a mnoha dalších. Své uplatnění také nachází díky vynikající biokompatibilitě a dobré únavové pevnosti jako materiál vhodný pro implantáty, například k nahrazení kyčelního nebo kolenního kloubu. [4].

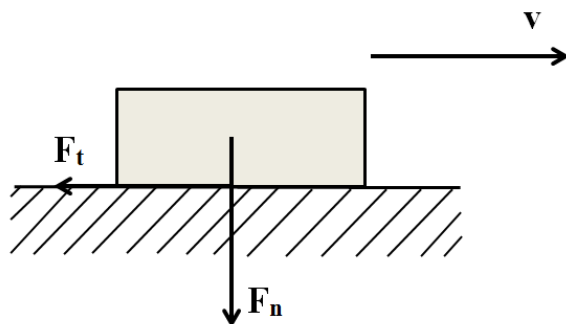
2.2.3 TiAlVN

TiAlN vrstvy jsou hodně používány také v průmyslových aplikacích, zejména v oblasti obrábění, kde slouží jako ochranné vrstvy obráběcích nástrojů. Důvodem je nejen jejich vysoká tvrdost a pružnost, ale i vysoká odolnost proti oxidaci, což umožňuje, aby tyto vrstvy byly použity i při vyšších teplotách. V závislosti na depozičních parametrech je koeficient tření v rozmezí 0,7 až 1 a je tedy nutné používat v aplikacích maziva. Další zlepšení vlastností je možné přidáním vanadu [5].

Povlaky z TiAlVN mají velmi dobré mechanické a tribologické vlastnosti při pokojové teplotě, jako je vysoká tvrdost a nízký koeficient opotřebení. Vytvoří-li se na vrstvě oxid vanadu, bude mít tato vrstva samomazací vlastnosti. Mechanické a tribologické vlastnosti TiAlVN povlaků závisí také na průtoku dusíku a teplotě komory. Povlaky s jinou rychlostí průtoku plynu mají různou tvrdost a odolnost proti opotřebení [5].

2.3 Tribologie

Tribologie je vědní obor zabývající se popisem dějů při pohybu povrchů ve vzájemném kontaktu (valivé ložisko – hřídel, pneumatika – asfalt, kloub – pouzdro). Mezi tribologické vlastnosti patří koeficient tření a koeficient otěru.



Obr. 3 Síly působící při tření dvou těles.

2.3.1 Tření

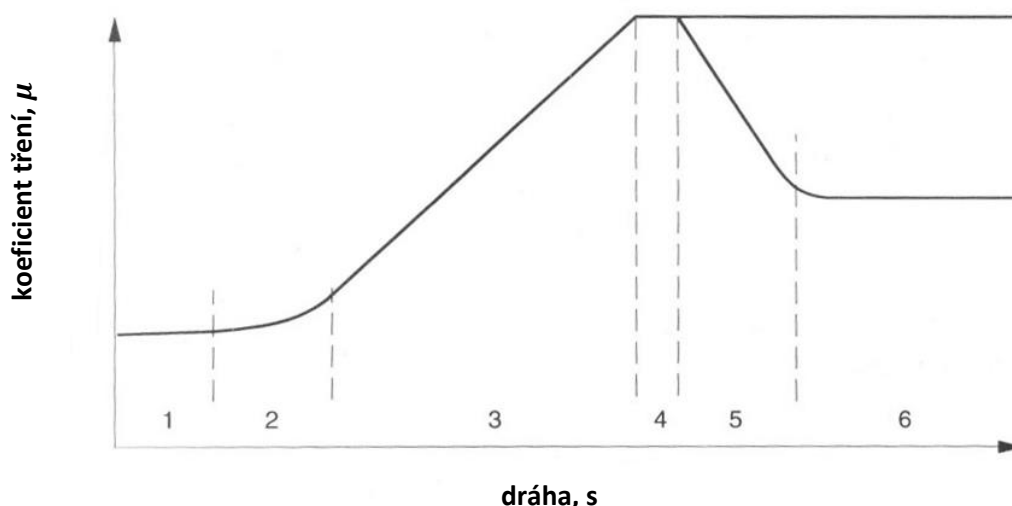
Tření je proces, kdy jsou dvě tělesa k sobě přitlačována silou N a proti jejich vzájemnému pohybu v tečné rovině působí třecí síla F_t , jak je znázorněno na obr. 3. Příklady koeficientu tření jsou uvedeny v tab. 1.

Třecí sílu můžeme zapsat jako:

$$F_t = \mu \cdot N,$$

kde μ je koeficient tření a N normálová složka působících sil.

Tření prochází šesti různými fázemi, viz obr. 4.



Obr. 4 Šest fází třecího mechanismu [6].

V první fázi je výsledná třecí síla výsledkem najíždění na povrch s nerovnostmi. Je zde znečištěný povrch, přilnavost nehraje významnou roli, deformace probíhá a má vliv na statický koeficient tření. Povrch je snadno obroušován. Ve druhé fázi, v důsledku zvýšení přilnavosti, jsou již odstraněny nečistoty a dojde k pomalému zvýšení koeficientu tření. Ve třetí fázi se koeficient tření zvyšuje kvůli rychlému nárůstu částic zachycených mezi kluzné plochy. Deformace nerovností pokračuje a nadále se zvyšuje přilnavost. Ve čtvrté fázi počet opotřebovaných částic zůstává konstantní, protože počet zachycených částic vstupujících je stejný jako počet částic opouštějících stykovou plochu. Třou-li se dva stejné materiály, nebo nedojde-li k obroušení nerovností tvrdšího tělesa, fáze 4 představuje ustálený stav tření a další fáze již nenastanou. V páté fázi jsou nerovnosti postupně odstraněny a vytvoří se zrcadlově hladký povrch. Pokles třecí síly je způsoben tím, že se

částice nemohou tak snadno uchytit na hladkém povrchu. V šesté fázi se koeficient tření ustálí na konkrétní hodnotě [6].

Tření je komplexní proces a závisí na:

- vnějších podmínkách (teplota, zatížení, prostředí (přítomnost maziva, vlhkost, nečistoty), vzájemná rychlost),
- vlastnostech povrchu (tvrdost, chemické složení, drsnost).

Tab. 1 Příklady koeficientu tření [7].

třecí proces	koeficient tření μ
ocel – ocel (bez maziva)	0,78
ocel – ocel (s mazivem)	0,05 ÷ 0,11
ocel – mosaz (bez maziva)	0,35
ocel – mosaz (s mazivem)	0,19
pryž – asfalt (suchý)	0,5 ÷ 0,8
pryž – asfalt (mokrý)	0,25 ÷ 0,75

Koeficient tření dělíme na:

- statický – F je síla potřebná k uvedení tělesa do pohybu,
- dynamický – F je síla potřebná k udržení vzájemného rovnoměrného přímého pohybu,

nebo podle příčiny tření:

- deformační (μ_d) – deformace nerovností povrchu,
- adhezní (μ_a) – při přítomnosti maziva nedochází k brzdění povrchů, deformaci výčnělků a vazbám mezi povrchy,
- rycí (μ_p) – opotřebení materiálu do hloubky.

Celkový koeficient tření je pak dán jejich součtem:

$$\mu = \mu_d + \mu_a + \mu_p.$$

2.3.2 Otěr

Otěr je definován jako odstranění materiálu z povrchu pevných látek při pohybu jednoho povrchu po druhém. Tření a otěr je výsledkem stejného tribologického procesu, který probíhá mezi dvěma pohybujícími se povrchy. Je běžné, že nízkému tření odpovídá nízký otěr a vysokým třením vysoký otěr, ale nemusí tomu tak být vždy. Mechanismus otěru dělíme na adhezivní, abrazivní a únavový. Tyto mechanismy běžně probíhají současně [6].

Adhezivní otěr

Adhezivní otěr vzniká při pohybu dvou nerovných povrchů. Na nerovnostech jednoho materiálu může přilnout část druhého materiálu a dojde k přerušování vazeb v jednom z materiálů.

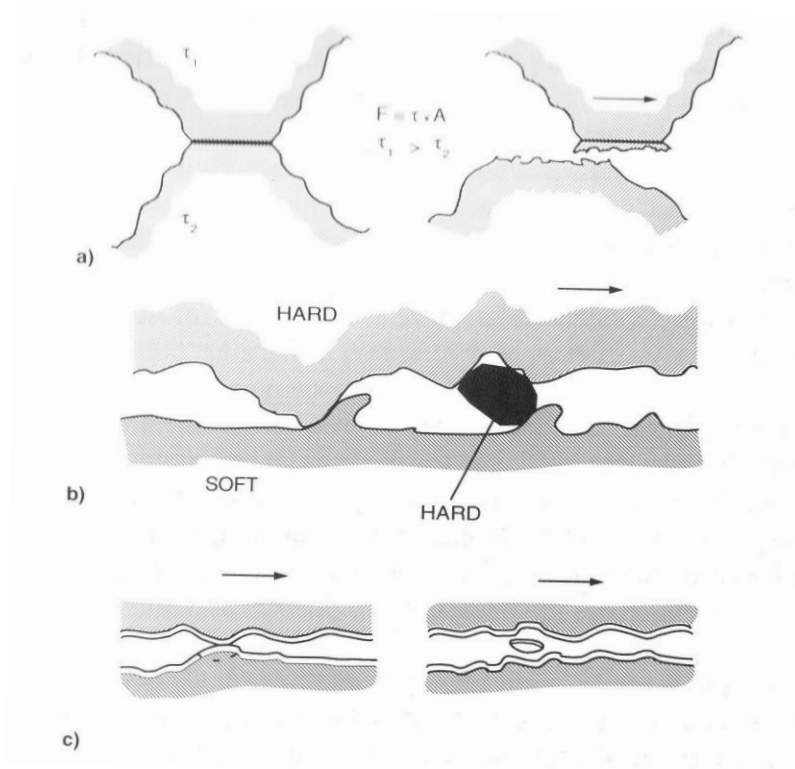
Abrazivní otěr

Abrazivní otěr nastává, pokud je jeden z povrchů podstatně tvrdší a drsnější než jiný nebo pokud se mezi povrchy dostane tvrdá částice. Tvrdší částice, popř. nerovnosti se zatlačí do měkčího povrchu, což způsobí plastický tok měkčího materiálu kolem tvrdšího.

Únavový otěr

Únavový otěr je podmíněn opakujícím se kontaktním napětím. Při únavovém otěru se pod povrchem tvoří mikrotrhliny rovnoběžné s povrchem. Ty se mohou časem vlivem napětí spojit a dojde ke vzniku rozsáhlejší oblasti poškození [6].

Všechny mechanismy opotřebení jsou znázorněny na obr. 5.



Obr. 5 Základní mechanismy otěru: a) adhezivní b) abrazivní c) únavový [6].

Výpočet koeficientu otěru:

$$K = \frac{V}{w \cdot s},$$

kde K – koeficient otěru,

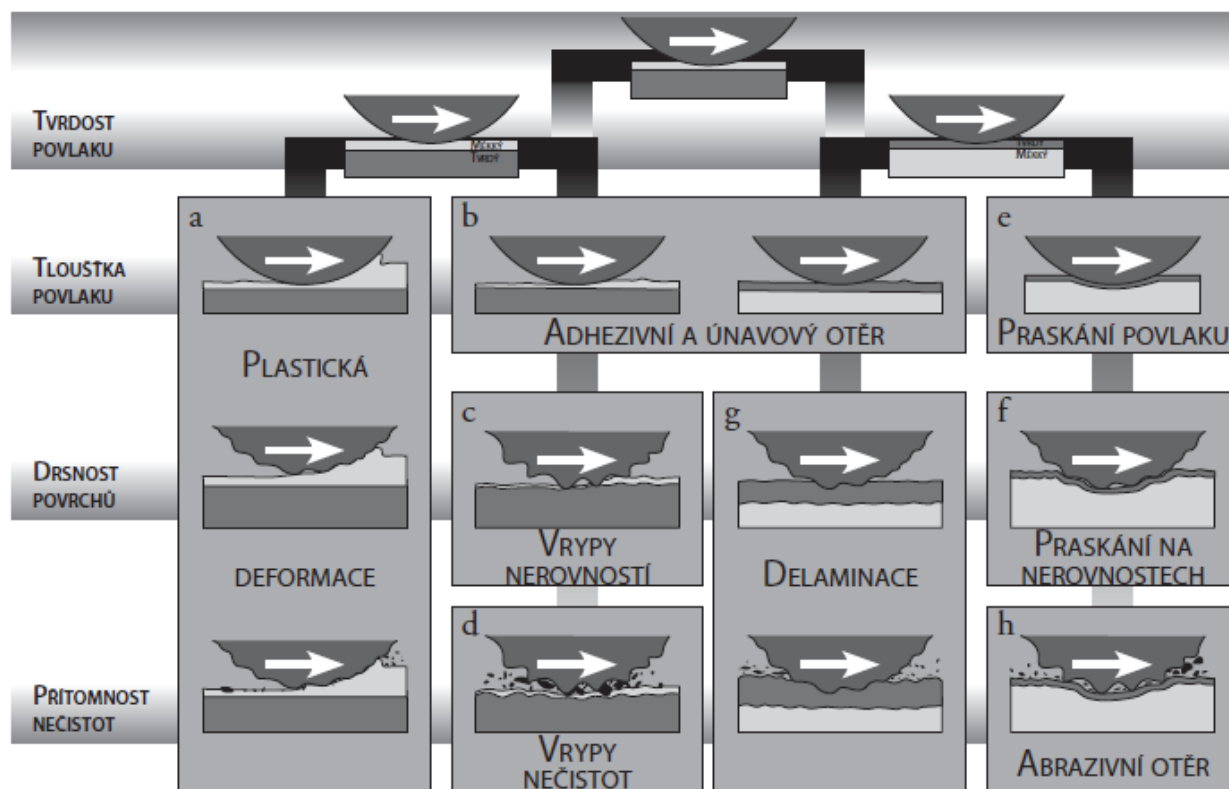
V – objem materiálu odstraněný procesem otěru,

w – zátěž (normálová síla),

s – dráha vzájemného pohybu.

2.3.3 Tření a otěr povlaků

V současné době jsou samotné materiály nahrazovány materiály s nanesenými vrstvami. Jako základ pro nanesenou vrstvu tak mohou být použity méně kvalitní materiály a dochází tak ke snížení nákladů na výrobu. Je tedy potřeba zabývat se právě tribologickými vlastnostmi těchto vrstev. Mechanismy tření a otěru jsou znázorněny na obr. 6.



Obr. 6 Mechanismy tření a otěru tribologických povlaků [6].

Vrstvy můžeme rozdělit do dvou hlavních skupin, na skupinu tvořící materiály s nižší tvrdostí, než jakou má základní materiál, a druhou skupinu obsahující materiály s vyšší tvrdostí, než jakou má základní materiál.

U první skupiny materiálů dochází ke snížení koeficientu tření vytvořením hladkého povrchu jak na základním materiálu, tak na povrchu smýkaného tělesa.

Materiály v druhé skupině, s tvrdostí vyšší než jakou má základní materiál, ochraňují základní materiál před brázděním. Dochází tak ke snížení koeficientu otěru daného materiálu.

2.4 Metody analýzy

2.4.1 Drsnost

Drsnost je definována jako souhrn nerovností povrchu, které vznikají při výrobě nebo jejím vlivem. K měření drsnosti se využívá optických metod měření drsnosti povrchu, kontaktních profilometrů a různých pevných i přenosných drsnoměrů.

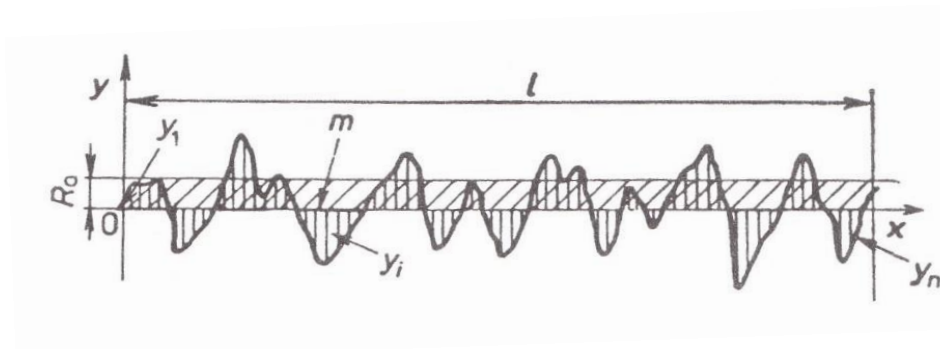
Způsoby hodnocení

R_a – Střední aritmetická úchylka profilu

R_a je střední hodnota vzdálenosti bodu zjišťovaného povrchu ($y(x)$) od střední čáry v délce měřeného úseku, viz obr. 7. Hodnotu R_a zjistíme ze vzorce:

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x) dx| \cong \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y(x_i)|,$$

kde x je úsečka profilu odečítaná na střední čáře m , $y(x)$ je odchylka profilu (povrchu) od střední čáry m , $y(x_i)$ je i -tá odchylka profilu od střední čáry ($i = 1, 2, \dots, n$), l je základní délka, n je počet bodů profilu na základní délce. [8]



Obr. 7 Geometrický význam hodnoty R_a [8].

R_q – Průměrná kvadratická úchylka profilu

$$R_q = \left[\int_{-\infty}^{\infty} (y - m)^2 f(y) dy \right]^{1/2},$$

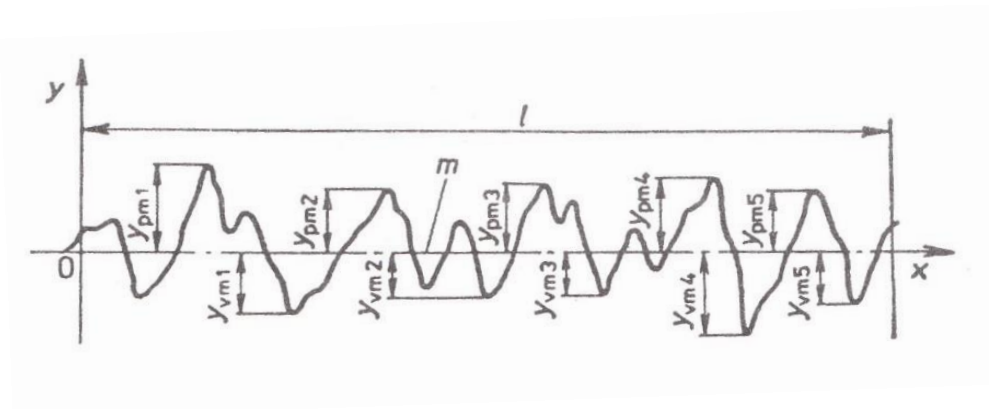
kde $f(y)$ je hustota pravděpodobnosti odchylky profilu y od jeho střední čáry m [9].

R_z – Výška nerovností

Hodnotu R_z určíme jako střední vzdálenost mezi pěti nejvyššími výstupy profily a pěti nejnižšími body profilu, viz obr. 8.

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 |y_{pmi}| + \sum_{i=1}^5 |y_{vmi}|}{5},$$

kde y_{pmi} je výška i -tého nejvyššího výstupku profilu a y_{vmi} je hloubka i -té nejhlubší prohlubně profilu [8].



Obr. 8 Vyjádření hodnoty R_z [8].

2.4.2 Vnitřní pnutí

Pnutí můžeme charakterizovat jako stav napjatosti materiálu vyvolaný od vnějších a vnitřních sil, které zde působí. Vnitřní pnutí uvažujeme jako napjatost materiálu při nulovém zatížení vnějšími silami. Vnitřní pnutí vzniká v povrchových a podpovrchových vrstvách při tepelných úpravách, obrábění a dalších metodách úprav materiálů. Vnitřní pnutí vzniká také v celém objemu součásti např. vlivem chladnutí odlitku nebo vlivem odpružení při tváření. Například při kalení a cementování vzniká v povrchových oblastech tlakové napětí přecházející skokově v napětí tahová. Toto pnutí taktéž vzniká při depozici tenkých vrstev, kde ovlivňuje především kvalitu nanesených vrstev a jejich vlastnosti. Při velkém vnitřním pnutí může docházet k deformacím, trhlinám či prasklinám, které mohou vést až ke zničení součásti nebo výraznému snížení její životnosti. Pro zjištění vnitřního

pnutí se používají metody přímého a nepřímého zjištění, mezi které patří optické, magnetické, ultrazvukové a mechanické metody nebo metody difrakce.

2.4.3 Tvrdost

Tvrdost patří mezi mechanické vlastnosti a je definována jako odpor materiálu proti vnikání cizích těles do povrchu součásti. Tvrdost materiálu je ovlivněna mnoha parametry, např. teplotou, elastickými vlastnostmi materiálu, tvarem a rozměrem. Měření tvrdosti se provádí indentačními (vnikacími), vrypovými a odrazovými metodami. Mezi nejběžněji používané indentační zkoušky tvrdosti patří metody podle Brinella, Vickerse a Rockwella.

Zkouška tvrdosti podle Brinella (HB)

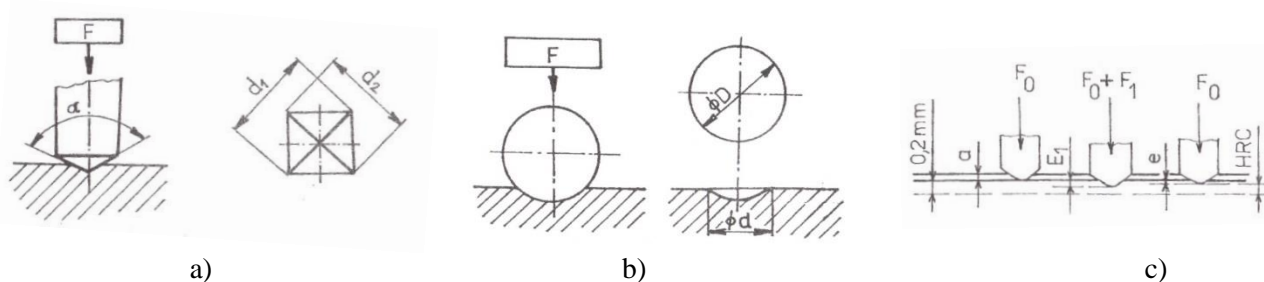
Při této metodě je ocelová kalená kulička o průměru D vtlačována do zkušební tělesa působením síly F , směřující kolmo k měřenému povrchu po stanovenou dobu. Po odlehčení se změří průměr vtisku. Princip měření je na obr. 9a.

Zkouška tvrdosti podle Vickerse (HV)

Tato zkouška je založena na stejném principu jako metoda Brinellova. Místo kuličky je však použit diamantový pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem mezi protilehlými stěnami jehlanu 136° . Hodnotu tvrdosti získáme tak, že změříme úhlopříčky d_1 a d_2 , viz obr. 4. Princip této metody je zobrazen na obr. 9b.

Zkouška tvrdosti podle Rockwella (HR)

Zkouška spočívá ve vtlačování diamantového kuželu nebo ocelové kuličky. Nejprve je zkušební těleso zatíženo předběžným zatížením F_0 a poté je zatíženo přídavným zatížením F_1 . Při této metodě se měří trvalá hloubka vtisku. Zkouška se rozděluje podle tvaru použitého indentoru na HRA (diamantový kužel), HRB (ocelová kulička) a HRC (diamantový kužel). Princip metody je zobrazen na obr. 9c.

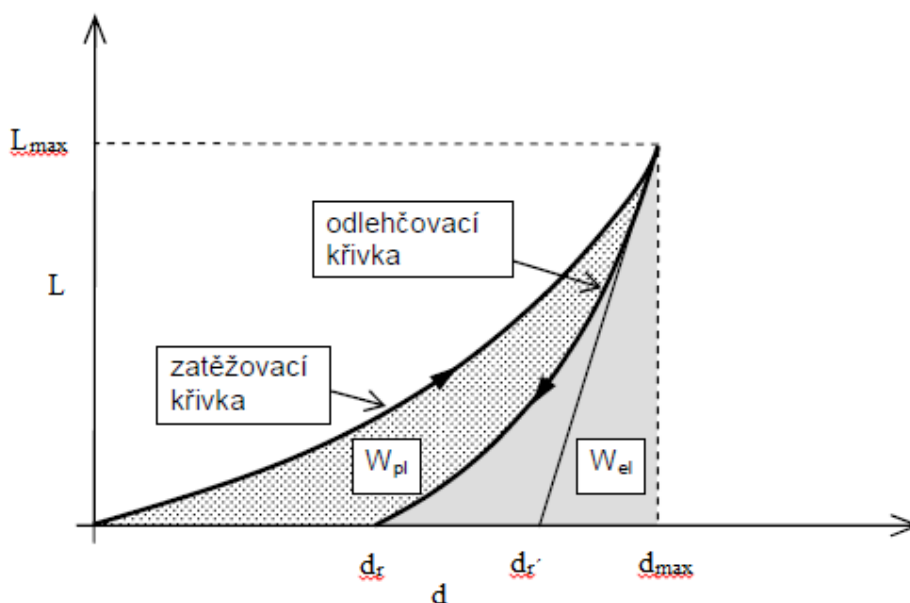


Obr. 9 Princip zkoušky tvrdosti podle a) Brinella, b) Vickerse, c) Rockwella [10].

Mezi výsledky jednotlivých zkoušek existují převodní tabulky na porovnání výsledků. Všechny tyto metody řadíme mezi zkoušky vnikací, kdy vnikací těleso je vtlačováno do zkušebního tělesa přesně definovanou silou, která se plynule zvětšuje. Vnikací těleso musí být co nejtvrdší, aby během zkoušky nedocházelo k jeho deformaci. Po skončení zkoušky je vtisk měřen mikroskopem a z hloubky (Rockwell) a tvaru (Brinell, Vickers) vtisku se určí tvrdost zkoušeného tělesa [10].

K hodnocení tvrdosti materiálu slouží indentační zkoušky. Během nich se pomocí tvrdoměrů zaznamenává závislost zatížení indentoru a hloubky proniknutí indentoru během indentace. Z indentační křivky, viz obr. 10, která je výsledkem měření, lze následně získat množství parametrů pro hodnocení elasticko-plastických a lomových vlastností v malých objemech materiálu [11]. Jedná se například o stanovení indentační tvrdosti H a dalších mechanických vlastností tenkých vrstev, jakými jsou např. efektivní Youngův modul E , elastická vratnost a odolnost proti plastické deformaci. Indentační křivka se skládá ze zatěžovací křivky, která vzniká při postupném zvyšování zatížení indentoru, a poté z odlehčovací křivky, která odpovídá fázi, kdy je zatížení indentoru zmenšováno.

Celková plocha pod zatěžovací křivkou znázorňuje práci vykonanou během zatěžování. Plocha pod odlehčovací křivkou, označená W_{el} , je úměrná elastické práci a popisuje schopnost materiálu vrátit se po odlehčení do svého původního tvaru. Plocha mezi zatěžovací a odlehčovací křivkou, označená W_{pl} , odpovídá plastické práci.



Obr. 10 Indentační křivka jako závislost zatížení na hloubce vniku [12].

Při postupném vnikání indentoru do materiálu jsou ovlivňovány průběhy indentačních křivek, na které má vliv povrch materiálu a jeho přívrchová oblast. Dojde-li ke zvýšení normálového zatížení, průběh indentační křivky ovlivní další hlubší vrstvy. Při malém zatížení se projeví pouze nanesená vrstva. Při použití vyššího zatížení se v průběhu indentační křivky projeví také vlastnosti základního materiálu. [13]

2.4.4 Youngův modul

Dalším důležitým parametrem materiálů je Youngův modul pružnosti. Jedná se o materiálovou konstantu, která vypovídá o deformaci a pnutí v materiálu. Youngův modul se liší pro různé materiály a je závislý na teplotě. Youngův modul se vyskytuje v Hookeově zákoně, kde říká, že k vyvolání téže deformace je zapotřebí větší síly, než v případě materiálu s nižší hodnotou Youngova modulu.

Hookeův zákon:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon,$$

σ – napětí,

E – Youngův modul pružnosti v tahu,

ε – relativní prodloužení.

2.4.5 Efektivní Youngův modul E^*

Popisuje elastické chování materiálu a je možné ho stanovit na základě naměřených hodnot a parametrů charakterizujících použitý indentor.

$$E^* = \frac{1}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i}},$$

pro výraz E_r platí

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}},$$

ν_i – Poissonova konstanta indentoru,

E_r – redukovaný modul indentačního kontaktu,

E_i – modul indentoru,

C – odpovídá derivaci $\frac{dh}{dF}$ na odlehčovací křivce v bodě maximálního zatížení,

A_p – plocha vytvořená vtiskem indentoru do materiálu.

Modifikovaný Youngův modul můžeme také vyjádřit prostřednictvím Youngova modulu:

$$E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$$

2.4.6 Mechanické vlastnosti vrstev

Mikrotvrdość

Mikrotvrdość je měření tvrdosti při nízkých zatíženích řádově mN. Při měření vrstev je nutné dodržet podmínku na hloubku vtisku z důvodu vyloučení vlivu substrátu. Ta nesmí být větší než 10 % tloušťky vrstvy.

Při měření mechanických vlastností vrstev musí být dostatečně velký vtisk, aby došlo k potlačení vlivu drsnosti a povrchové kombinace (povrchová oxidace) a zároveň musí být dostatečně malý, aby nedocházelo k ovlivnění substrátem.

Mikrotvrdość umožňuje měřit tvrdosti jednotlivých zrn materiálu nebo jednotlivých fází materiálu.

3 Cíle

Cíle bakalářské práce:

- 1) prostudovat současný stav problematiky magnetronového naprašování nitridových vrstev materiálů, vyšetření jejich mechanických a tribologických vlastností,
- 2) seznámit se s procesem reaktivního magnetronového naprašování a metodami charakterizace tenkých vrstev,
- 3) samostatně připravit dvě (Ti,Al,V)N vrstvy pomocí reaktivního magnetronového naprašování, proměřit mechanické vlastnosti a korelovat je s naměřenou strukturou a koeficienty tření a otěru.

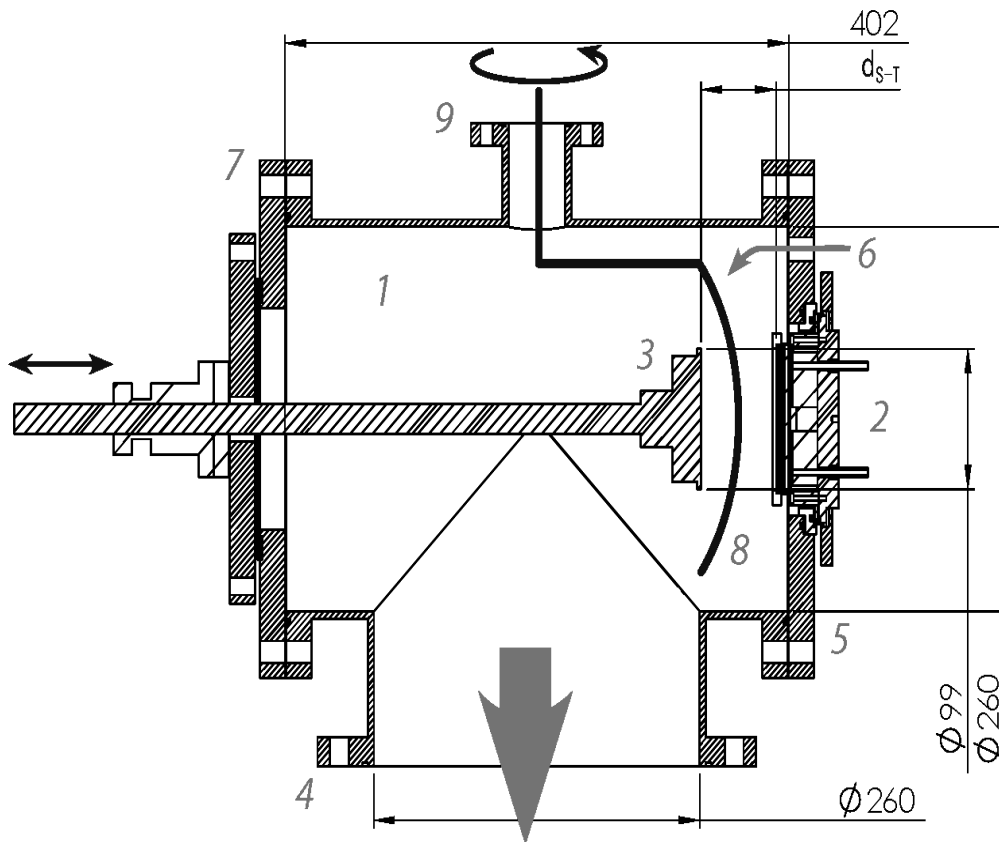
4 Metody zpracování

4.1 Depoziční systém

Zkoumané vzorky byly deponovány depozičním systémem, viz obr. 11, který tvoří ocelová vakuová komora s jedním magnetronem. Komora je od čerpacího systému oddělena deskovým ventilem. Magnetron s terčem, který byl pro obě nanášené vrstvy stejný, viz obr. 12, je pevně připojen k přírubě a je od ní elektricky izolován. Vzdálenost substrátu od terče lze volit. Součástí komory je otočná clonka, díky které lze regulovat aktivní dobu depozice a čistit terč od adsorbované vrstvy nečistot.

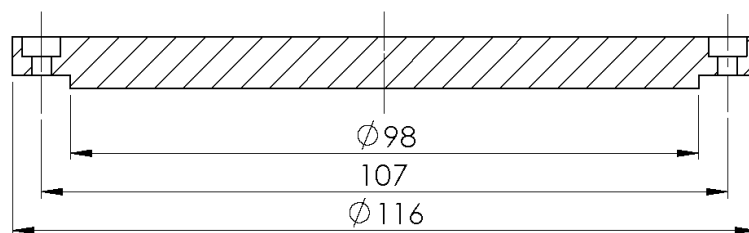
Vzduch z komory je nejprve odčerpáván rotační vývěvou Edwards. Po dosažení tlaku řádově 20 Pa je vzduch v komoře odčerpáván difúzní vývěvou na tlak $2 \cdot 10^{-3}$ Pa. Tlak v komoře je měřen Piraniho měrkou, triodou a kapacitronem.

Regulace toku plynů je řízena pomocí průtokoměrů MKS readout a MKS controller. Při přípravě TiAlV vrstvy byl průtok argonu regulován zpětnou vazbou, která podle hodnot na výstupu kapacitronu reguluje průtok zvoleného plynu na vstupu. Při přípravě nitridové vrstvy byl průtok argonu nastaven na pevnou hodnotu a průtok dusíku byl řízen zpětnou vazbou.



Obr. 11 Schéma depoziční komory.

- 1 – ocelová válcová komora
- 2 – magnetron
- 3 – držák substrátu
- 4 – připojení k čerpacímu systému
- 5 – příruba pro magnetron s terčem
- 6 – přívody pracovních plynů
- 7 – příruba pro odporově vyhřívaný držák substrátu
- 8 – posuvná clonka
- 9 – příruba pro připojení měrek měřící tlak v komoře



Obr. 12 Rozměry použitého terče.

4.2 Použité analýzy a přístroje

4.2.1 Stanovení tloušťky vrstev, drsnosti a pnutí

Pro stanovení tloušťky, drsnosti a pnutí ve vrstvách byl použit profilometr Dektak 8. Při měření se po povrchu vzorku pomalu posouvá diamantový hrot, který je mírně přitlačován k povrchu vzorku a zaznamenává tak změny výškové polohy. Tyto údaje jsou pak dále počítačově zpracovávány.

4.2.2 Měření mechanických vlastností

Měření mechanických vlastností je jedna ze základních metod analýzy vrstev. Mezi základní mechanické vlastnosti patří tvrdost, efektivní Youngův modul a elastická vratnost. Pro měření těchto vlastností byl použit Fischerscope H100. Tento přístroj využívá Vickersovu metodu (viz kapitola 2.4.3). Bylo použito zatížení od 0,5 do 30 mN.

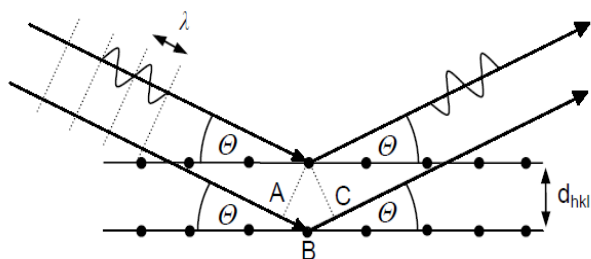
4.2.3 Určení fázového složení

Ke stanovení fázového složení byla použita rentgenová difrakční analýza, jejímž výsledkem je difrakční záznam, ze kterého se stanoví poloha, výška, šířka a intenzita difrakčních linií. Na základě difrakčního záznamu, který je specifický pro každou fázi, určíme, jaké fáze se ve vzorku nacházejí.

Rentgenová difrakční analýza využívá pravidelné rozložení atomů v krystalu. Dopadne-li rentgenové záření na krystal, dojde k rozkmitání elektronů jednotlivých atomů. Tyto elektrony následně vyzařují elektromagnetické záření o stejné frekvenci jako dopadající záření. Směr je dán strukturou krystalu a vlnovou délkou rentgenového záření λ . Tento princip je znázorněn na obr. 13. Difrakce je vyjádřena pomocí Braggovy rovnice.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta,$$

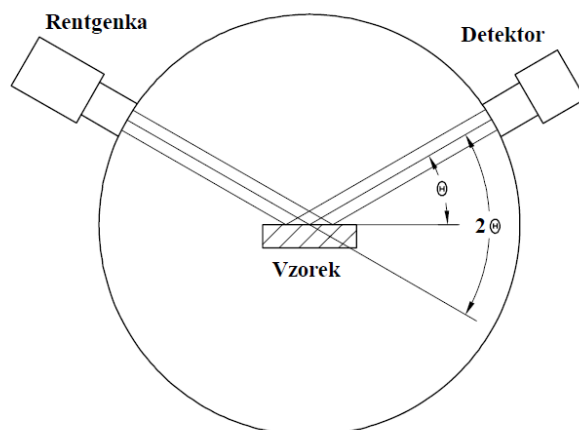
kde λ je vlnová délka dopadajícího záření, n je řád difrakce, d_{hkl} je mezivrstevná vzdálenost, θ je úhel mezi dopadajícím zářením a vzorkem.



Obr. 13 Reflexe rentgenového záření.

K určení fázového složení vrstev byl použit XRD difraktometr PANalytical X'pert PRO v Bragg – Brentanovu uspořádání s měděnou rentgenkou, viz obr. 14. Vzorek je upevněn na držáku a pohybuje se úhlovou rychlostí ω a pohyblivý detektor, pohybující se dvojnásobnou rychlostí, snímá intenzitu rozptýleného záření.

Vzorky byly ozařovány zářením o vlnové délce $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 0,15418 \text{ nm}$.



Obr. 14 Schéma Bragg-Brentanova uspořádání.

5 Výsledky a diskuze

5.1 Depoziční parametry

Vrstvy Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N zkoumané v této práci byly vytvořeny na experimentálním zařízení popsaném v kapitole 4.1. Při přípravě vrstvy byl použit stejný terč tvořený z materiálu VT6: slitina Ti,Al,V (90 hm. % Ti, 6 hm. % Al, 4 hm. % V), který je zobrazen na obr. 12. Parametry depozice jsou uvedeny v tab. 2.

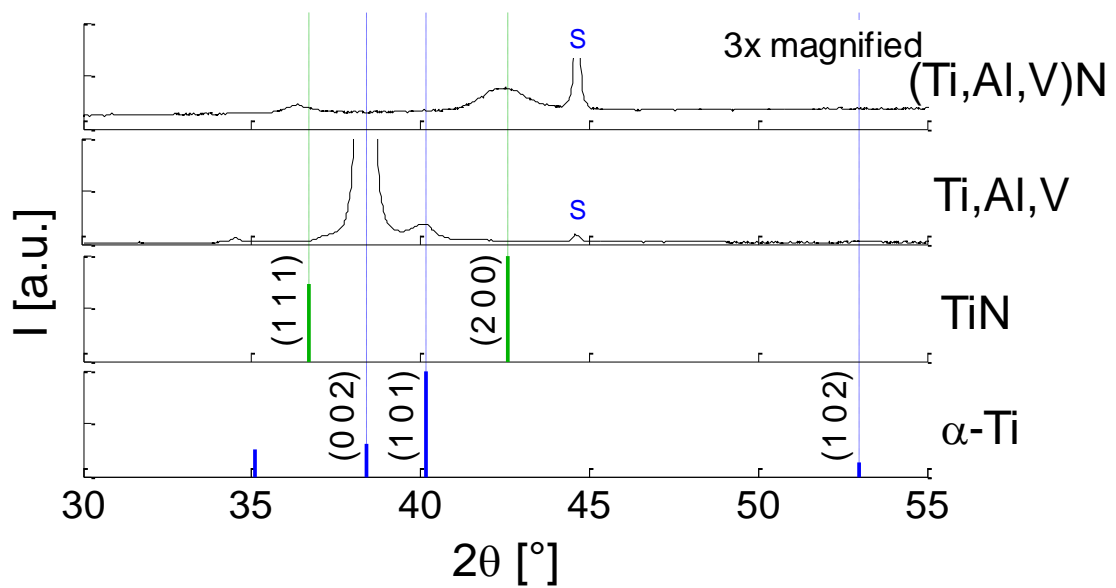
Tab. 2 Depoziční parametry.

vrstva	Ti,Al,V	(Ti,Al,V)N
p_{N_2} [Pa]	–	1
p_T [Pa]	2	2
T_s [°C]	300	300
t_D [min]	20	90

5.2 Výsledky

5.2.1 Struktura

Ke stanovení struktury Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N vrstev byla použita rentgenová difrakce. Z difrakčních spekter, viz obr. 15, je zřejmé, že nejvýraznější vrchol (pík) pro vrstvu Ti,Al,V se nachází na pozici $2\theta \approx 38,4^\circ$. Tomuto úhlu odpovídá reflexe od roviny (002) $\alpha - Ti$. Pro vrstvu (Ti,Al,V)N se jedná o úhel $2\theta \approx 42,6^\circ$, který odpovídá rovině (200) fáze TiN. Tento vrchol je výrazně menší než vrchol od roviny (002) vrstvy Ti,Al,V, což je způsobeno menší velikostí zrn vrstvy (Ti,Al,V)N, která způsobuje vyšší tvrdost vrstvy. Ta však byla u této vrstvy předpokládána.



Obr. 15 Difraktogramy zkoumaných vrstev.

Dále byla zkoumána tloušťka vrstvy h , drsnost R_a a vnitřní pnutí σ . Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tab. 3. Z tabulky vidíme, že vrstvy vzniklé na ocelových substrátech jsou silnější, což je způsobeno větší tloušťkou ocelového substrátu. Jeho povrch se tak nachází blíže magnetronu, než je tomu v případě křemíkového substrátu. Vrstvy nanesené na křemíkových substrátech mají menší drsnost ve srovnání s odpovídající vrstvou na ocelovém substrátu, jelikož hodnoty drsnosti závisí na drsnosti použitého substrátu.

Tab. 3 Naměřené hodnoty vlastností zkoumaných vrstev.

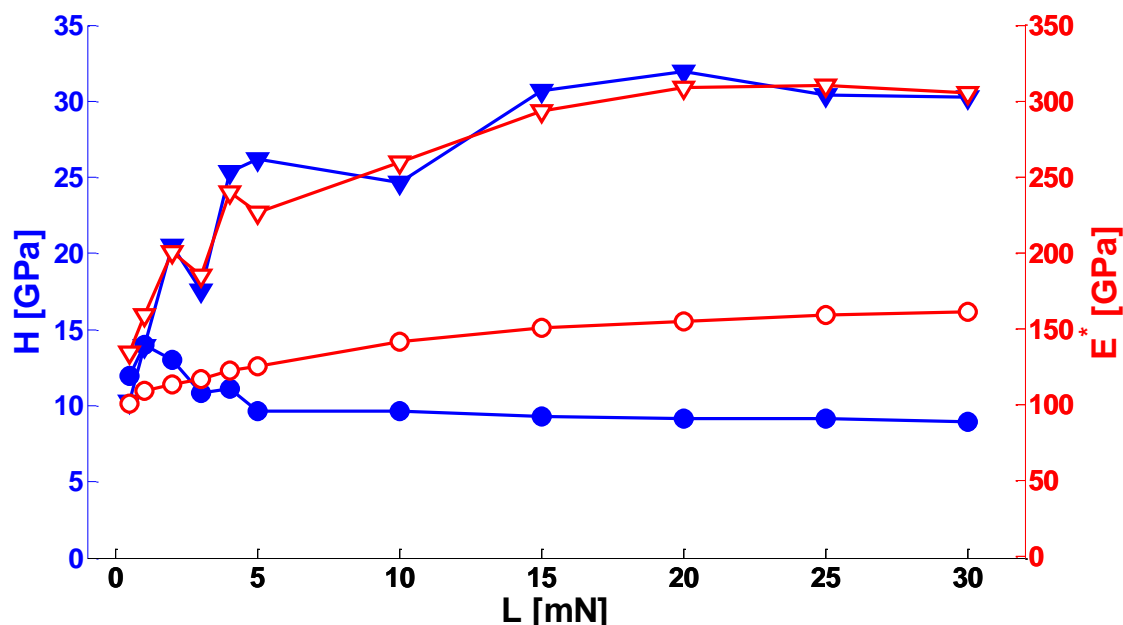
	TiAlV (ocelový substrát)	(TiAlV)N (ocelový substrát)	TiAlV (křemíkový substrát)	(TiAlV)N (křemíkový substrát)
h [nm]	3210 ± 50	4080 ± 40	2100 ± 30	2970 ± 30
R_a [nm]	30 ± 13	80 ± 20	28 ± 7	34 ± 7
σ [GPa]	–	–	$-1,70 \pm 0,011$	$-1,34 \pm 0,09$

5.2.2 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti byly zkoumány na přístroji popsaném v kapitole 4.2.2. Za správné hodnoty mechanických vlastností se považují ty hodnoty, které nezávisí na velikosti zatížení L . V tab. 4 jsou uvedeny výsledky měření mechanických vrstev Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N.

Tab. 4 Mechanické vlastnosti Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N vrstev měřené při vybraných hodnotách zatížení indentoru L .

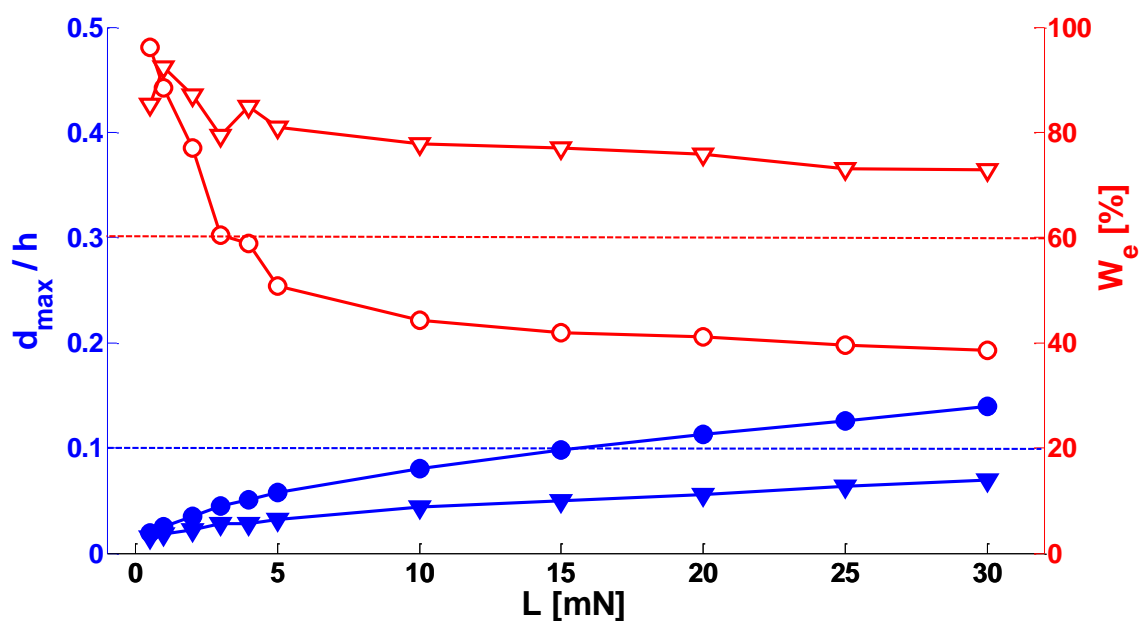
L [mN]	vrstva	H [GPa]	E^* [GPa]	$\frac{H}{E^*}$ [-]	W_e [%]	d_{\max} [nm]	$\frac{d_{\max}}{h}$ [-]
0,5	Ti,Al,V	$11,9 \pm 1,5$	100 ± 20	$0,12 \pm 0,03$	96 ± 11	$6,1 \pm 2$	$0,019 \pm 0,006$
	(Ti,Al,V)N	10 ± 2	130 ± 60	$0,08 \pm 0,04$	85 ± 15	60 ± 3	$0,0149 \pm 0,0008$
1	Ti,Al,V	$14,0 \pm 1,4$	109 ± 10	$0,13 \pm 0,02$	89 ± 8	81 ± 4	$0,0253 \pm 0,0013$
	(Ti,Al,V)N	13 ± 2	160 ± 30	$0,09 \pm 0,02$	92 ± 7	72 ± 4	$0,0179 \pm 0,0010$
5	Ti,Al,V	$9,6 \pm 0,3$	125 ± 5	$0,077 \pm 0,004$	50 ± 2	185 ± 2	$0,0576 \pm 0,0011$
	(Ti,Al,V)N	26 ± 2	230 ± 12	$0,116 \pm 0,011$	81 ± 4	$129,2 \pm 1,4$	$0,0317 \pm 0,0005$
10	Ti,Al,V	$9,6 \pm 0,4$	141 ± 4	$0,068 \pm 0,003$	$44,2 \pm 0,8$	258 ± 4	$0,0802 \pm 0,0018$
	(Ti,Al,V)N	24 ± 2	260 ± 12	$0,095 \pm 0,009$	78 ± 6	179 ± 4	$0,0438 \pm 0,0011$
20	Ti,Al,V	$9,2 \pm 0,2$	154 ± 3	$0,059 \pm 0,002$	$41,0 \pm 1,1$	363 ± 4	$0,113 \pm 0,002$
	(Ti,Al,V)N	32 ± 3	310 ± 20	$0,104 \pm 0,012$	76 ± 2	229 ± 6	$0,0562 \pm 0,0016$



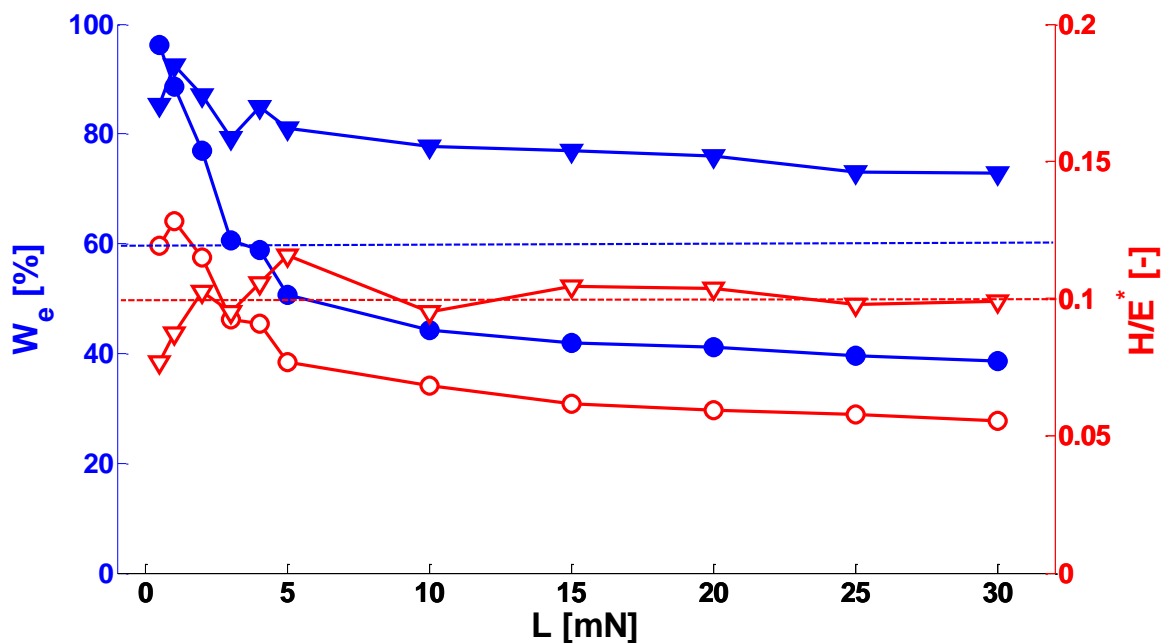
Obr. 16 Tvrđost H (plné symboly) a efektivní Youngův modul E^* (prázdné symboly) vrstev Ti,Al,V (kolečka) a (Ti,Al,V)N (trojúhelníčky) v závislosti na zatížení indentoru L .

Z obr. 16 je patrné, že hodnoty tvrdosti H i efektivního Youngova modulu E^* jsou pro vrstvu (Ti,Al,V)N vyšší než pro vrstvu Ti,Al,V. Tyto výsledky nejsou překvapivé, jelikož nitridové vrstvy vykazují vyšší tvrdost, viz kapitola 2.2.3. Hodnoty efektivního Youngova modulu E^* rostou se zvyšujícím se zatížením. Dále vidíme, že tvrdost vrstvy Ti,Al,V je přibližně konstantní v rozmezí zatížení 5 – 30 mN s hodnotou kolem 10 GPa.

Na obr. 17 jsou vyneseny závislosti poměru $\frac{d_{\max}}{h}$ a elastické vratnosti W_e na velikosti zatížení L . Poměr $\frac{d_{\max}}{h}$ pro vrstvu (Ti,Al,V)N je menší než 0,1, což je způsobeno vyšší tvrdostí vrstvy, a proto indentor nepronikne do takové hloubky, jako tomu bylo u vrstvy Ti,Al,V, kde hodnota přesáhla hodnotu 0,1.



Obr. 17 Poměr $\frac{d_{\max}}{h}$ (plné symboly) a elastické vratnosti W_e (prázdné symboly) vrstev Ti,Al,V (kolečka) a (Ti,Al,V)N (trojúhelníčky) v závislosti na zatížení indentoru L .



Obr. 18 Elastická vratnost W_e (plné symboly) a poměr $\frac{H}{E^*}$ (prázdné symboly) vrstev Ti,Al,V (kolečka) a (Ti,Al,V)N (trojúhelníčky) v závislosti na zatížení indentoru L .

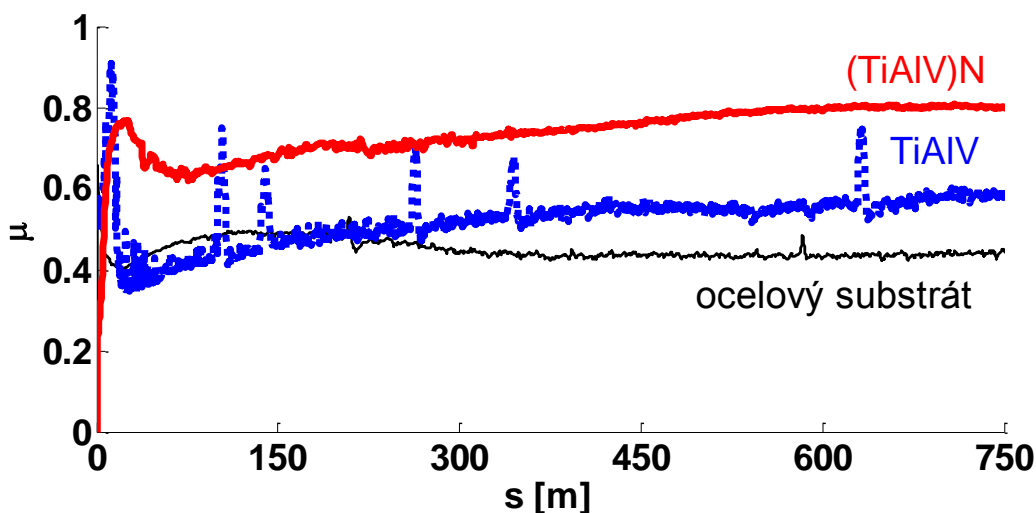
Z obr. 18 vidíme, že pro vrstvu Ti,Al,V byly hodnoty poměru $\frac{H}{E^*}$ menší než 0,1, což souvisí s její nízkou elastickou vratností. Pro vrstvu (Ti,Al,V)N je poměr $\frac{H}{E^*}$ v blízkosti 0,1.

5.2.3 Tribologické vlastnosti

Tribologické vlastnosti vrstev Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N byly měřeny použitím WC kuličky zatěžované silou $L = 2 \text{ N}$. Kulička se pohybovala po celkové tribologické dráze $s = 1000 \text{ m}$ rychlostí $v = 5 \frac{\text{cm}}{\text{s}}$. Naměřené koeficienty jsou uvedeny v tab. 5. U vrstvy Ti,Al,V došlo k otěru až na substrát a nečistoty, které vznikly rozemletím vrstvy, zvýšily koeficient tření. Závislost koeficientu tření μ na délce tribologické dráhy s je znázorněna na obr. 19.

Tab. 5 Tribologické vlastnosti.

	μ	$k \left[\cdot 10^{-6} \frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}} \right]$
Ti,Al,V	—	—
(Ti,Al,V)N	$0,800 \pm 0,003$	$11,6 \pm 0,5$



Obr. 19 Hodnoty koeficientu tření μ vrstev Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N v závislosti na dráze s , pro porovnání je zanesen i průběh koeficientu tření ocelového substrátu.

6 Závěr

Prvním cílem bakalářské práce bylo prostudování současného stavu problematiky magnetronového naprašování nitridových vrstev materiálů, vyšetření jejich mechanických a tribologických vlastností. Tento cíl je zpracován v kapitolách 2 a 5. Dalším bodem této práce bylo seznámení se s procesem reaktivního magnetronového naprašování a příslušnými analýzami vrstev. Hlavní část této práce se zabývá rozdílem mechanických a tribologických vlastností kovových a nitridových vrstev připravených pomocí reaktivního magnetronového naprašování.

V rámci bakalářské práce se zkoumaly vrstvy Ti,Al,V a (Ti,Al,V)N na ocelových a křemíkových substrátech. Vrstva na ocelových substrátech měla tloušťku pro Ti,Al,V $h = 3210 \pm 50$ nm a pro (Ti,Al,V)N $h = 4080 \pm 40$ nm. Vrstvy vzniklé na křemíkových substrátech byly slabší, konkrétně pro Ti,Al,V $h = 2100 \pm 30$ nm a (Ti,Al,V)N $h = 2970 \pm 30$ nm.

Drsnosti pro Ti,Al,V na ocelovém substrátu $R_a = 30 \pm 13$ nm a na křemíkovém substrátu $R_a = 28 \pm 7$ nm jsou srovnatelné. U vrstvy (Ti,Al,V)N se drsnosti liší: pro ocelový substrát $R_a = 80 \pm 20$ nm a pro křemíkový substrát $R_a = 34 \pm 7$ nm.

Z výsledků analýzy fázového složení vidíme, že u vrstvy Ti,Al,V je zastoupení α -Ti v rovinách (0 0 2), (1 0 1) a (1 0 2). U vrstvy (Ti,Al,V)N jsou roviny od TiN (1 1 1) a (2 0 0).

Z výsledků měření při zatížení indentoru $L = 0,5 \div 30$ mN je patrné, že při příliš nízkých zatíženích nemůžeme považovat výsledky za věrohodné, protože jsou zkresleny drsností povrchu, nečistotami či nepřesným tvarem indentoru. Pro vrstvy s vyšší tvrdostí, jako jsou např. (Ti,Al,V)N vrstvy, je nutné použít zatížení vyšší. Při vysokých hodnotách zatížení indentoru pronikne indentor do blízkosti rozhraní substrát – vrstva a dojde tak k ovlivnění výsledku vlastnostmi substrátu. Z tohoto důvodu je nutné zaručit, že poměr $\frac{d_{max}}{h}$ bude menší než 0,1. V případě diskutovaných vrstev lze považovat za věrohodná měření při zatíženích $5 \div 25$ mN pro vrstvu Ti,Al,V a od 15 mN pro vrstvu (Ti,Al,V)N.

U vrstvy (Ti,Al,V)N byl naměřen koeficient tření $\mu = 0,800 \pm 0,003$ a koeficient otěru $k = (11,6 \pm 0,5) \cdot 10^{-6} \frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}}$. U vrstvy Ti,Al,V došlo k otěru až na substrát a nebylo tak možné určit koeficienty tření a otěru.

Použitá literatura

- [1] J. Musil, J. Vlček, P. Baroch, *Magnetron Discharges for Thin Films Plasma Processing*, kapitola v knize: *Material Surface Processing by Directed Energy Techniques*, Y. Pauleau, European Materials Research Society Series, 2006.
- [2] J. Skálová, J. Koucký, V. Motyčka, *Nauka o materiálech*, 3. vyd., Plzeň, ZČU, 2008, 175 – 176.
- [3] V. Sedláček, *Titan a jeho slitiny*, Praha, 1963, 44 – 53.
- [4] Key to Metals AG, dostupné z URL: <<http://www.keytometals.com/Article86.htm>> [cit. 2014-4-5].
- [5] W. Tillmann, S. Momeni, F. Hoffmann, *A study of mechanical and tribological properties of self-lubricating TiAlVN coatings at elevated temperatures*, 2013.
- [6] K. Holmberg, A. Matthews, *Coating Tribology*, 1994.
- [7] J. Kratina, *Součinitel tření*, dostupné z URL: <<http://e-konstrukter.cz/prakticka-informace/soucinitel-treni>> [cit. 2014-3-5].
- [8] J. Fiala, I. Kraus, *Povrchy a rozhraní*, 1. vyd., Praha, ČVUT, 2009, 174-177.
- [9] M. Jaroš, *Reaktivní magnetronové naprašování vrstev CrCuO*: bakalářská práce, Plzeň, ZČU, Fakulta aplikovaných věd, 2012.
- [10] J. Skálová, R. Kovařík, V. Benedikt, *Základní zkoušky kovových materiálů*, 4. vyd., Plzeň, ZČU, 2005 .
- [11] O. Bláhová, J. Skálová, Š. Houdková, *Zkoumání materiálů nanoindentační metodou*, Brno 2002, 90 – 107.
- [12] J. Blažek, *Reaktivní magnetronová depozice Al₂O₃ vrstev a určení jejich vlastností*: diplomová práce, Plzeň, ZČU, Fakulta aplikovaných věd, 2009.
- [13] M. Tengler, I. Štěpánek, D. Netušilová, *Studium změn mechanických vlastností polymerních materiálů po teplotním stárnutí s hloubkovou rozlišitelností pomocí nanoindentačních zkoušek*, Hradec nad Moravicí, 2006.