

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

305 002

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

G01N 19/04 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

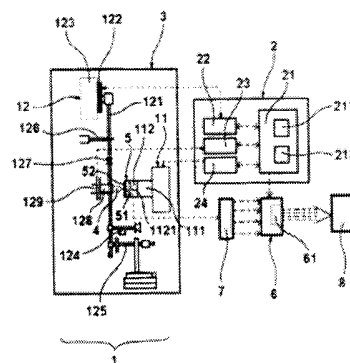
(21) Číslo přihlášky: **2013-1057**
(22) Přihlášeno: **20.12.2013**
(40) Zveřejněno: **18.03.2015**
(Věstník č. 11/2015)
(47) Uděleno: **04.02.2015**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **18.03.2015**
(Věstník č. 11/2015)

(56) Relevantní dokumenty:
Aplikace analýzy akustické emise při scratch testu, 3.12.2012; JMO, 7-8/2005; Surface and Coatings Technology 91, (1997); XP005258699; Surface and Coatings Technology 116-119, (1999); XP028609784.
US 2002/0104371 A; US 4 856 326 A; GB 2475683 A.

(73) Majitel patentu:
Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i., Praha 8 - Libeň, CZ

(72) Původce:
Ing. Petr Boháč, CSc., Praha 4, CZ
Mgr. Jan Tomáščík, Olomouc, CZ
Ing. Karel Cvrk, Praha 4, CZ
Ing. Václav Koula, CSc., Praha 4, CZ
Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D., Bělkovice - Lašťany, CZ
RNDr. Lubomír Jastrabík, CSc., Praha 3, CZ
prof. RNDr. Miroslav Hrabovský, DrSc., Olomouc, CZ

(74) Zástupce:
Ing. Petr Soukup, Vídeňská 8, 772 00 Olomouc



(54) Název vynálezu:
Způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise

(57) Anotace:
Způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise vrypové zkoušky při kontinuálním monitorování a záznamu zátěžné síly a polohy nanoindentoru (4) vzhledem k testované vrstvě (52) zkušebního tělesa (5) a snímání akustické emise nanoindentačního procesu, jehož podstata spočívá v tom, že v řízeném průběhu nanoindentace se současně sledují jednak údaje z prováděné vrypové zkoušky zahrnující závislosti hloubky vrypu na velikosti zátěžové síly působící na nanoindentor (4) po celé délce vrypové zkoušky a jednak se detekuje akustická emise probíhajícího procesu, přičemž se získané údaje průběžně transformují do grafických ztvárnění vzájemně nezávislých datových souborů, které se následně společně s mikrosnímky rýhy vrypu zkompletují vzhledem k okamžiku zahájení vrypové zkoušky, načež se vyhodnocením grafů stanoví kritická mez soudržnosti L_{CA} mezi substrátem (51) a povrchovou vrstvou (52) zkušebního tělesa (5).

CZ 305002 B6

Způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise

Oblast techniky

5

Vynález spadá do oblasti zkoumání fyzikálně-technických vlastností pevných materiálů v systému substrát–tenká vrstva použitím mechanického namáhání vrypovou zkouškou (scratch testem) a akustické odezvy na toto namáhání, jejímž vyhodnocením s využitím rychlého velkokapacitního záznamu akustické emise generované při poškozování vrstvy diamantovým hrotem při této zkoušce lze stanovit adhezí vlastnosti tohoto systému v definovaném prostředí.

10

Dosavadní stav techniky

15

Používáním tenkých vrstev o tloušťce v řádu desítek nm až jednotek μm je snaha vylepšit nebo pozměnit zejména povrchové vlastnosti substrátů, tj. materiálů polotovarů používaných pro výrobu součástek různých strojů, přístrojů nebo agregátů anebo finálních produktů. Substrátem jsou např. kovy polovodiče, sklo, minerály a organické materiály; vrstvy jsou např. kovové, magnetické, dielektrické, transparentní optické (filtry, zrcadla), pasivační, kluzné, protektivní, organické, lékařské apod. a používají se např. na elektronické a optické součástky, v tribologických aplikacích (součástky s vysokou únosností a ořezuvzdorností, dobrými kluznými vlastnostmi), jako dekorativní vrstvy na bižuterii, v lékařství jako antibakteriální a antivirové vrstvy v nemocnicích, apod. V závislosti na způsobu depozice je systém substrát–tenká vrstva v určitém rozsahu provozních podmínek v metastabilním stavu, protože depozicí se iniciuje koexistence materiálů různých fyzikálních vlastností. Mírou této koexistence a základní podmínkou aplikovatelnosti daného systému substrát–tenká vrstva je adheze, tj. soudržnost vrstvy a substrátu.

20

25

Laboratorní metodou pro výzkum adheze je vrypová zkouška (scratch test). Tato metoda, která je předmětem několika norem, spočívá v pohybu diamantového hrotu ve směru rovnoběžném s povrchem vrstvy a jeho současném normálovém zatěžování plynule se zvyšující silou, přičemž hrot proniká do povrchu vrstvy. V okolí hrotu (indentoru) se tak generuje pnutí, které způsobuje plastickou deformaci, případně křehký lom ve vrstvě v okolí pohybujícího se hrotu, za nímž se tímto na povrchu vrstvy vytváří rýha, tedy vryp. Reálné poškození vzorku je kombinací tvárného a křehkého mechanismu poškození podle aktuálních mechanických vlastností vrstvy, rozhraní se substrátem i samotného substrátu. Adhezí porušení vzniká při odtržení vrstvy od substrátu iniciovaném na rozhraní vrstva–substrát, a to na rozdíl od kohezivního porušení, které je způsobeno ztrátou soudržnosti uvnitř vrstvy. Kritická hodnota zátěžné normálové síly, při níž dojde k takovému poškození soudržnosti systému substrát–tenká vrstva, se nazývá kritické zatížení L_{CA} a je používána jako míra adheze dané vrstvy. Zkušební zařízení pro provádění vrypové zkoušky jsou popsána například ve spisech US 2006/150710 A1, JP 4–331354A a GB 2 475 683 A. Metody pro vyhodnocení vrypové zkoušky jsou uvedeny například ve spisech WO 96/10 737, US 2003/0183021 A1 a US 2009/0145208 A1.

30

35

40

Problematice pozorování různých systémů substrát–tenká vrstva, faktorům ovlivňujícím poškození vrstvy a modelování různých typů poškození je rovněž věnována řada publikací, například: Rickerby D. S., Surf. Coat. Technol., 36 (1988) 541; Thouless M. D., Thin soid films, 181 (1989) 397; Bull S. J., Surf. Coat. Technol., 50 (1991) 25; Bull S. J., Tribol. Int. 7 (1987) 491; Xie Y., Hawthorne H. M., Surf. Coat. Technol. 155 (2002) 121; Jacobs R., Menerve J., Dyson G., et al., Surf. Coat. Technol., 174–175 (2003) 1008; Zhang S., Sun D., Fu Y., Du H., Surf. Coat. Technol., 198 (2005) 74; Bull S. J., Berasetegui E. G., Tribol. Int., 39 (2006) 99; Crombez R., McMinis J., Veerasamy V. S., Shen W., Tribol. Int., 44 (2011) 55; Topič M., Favaro G., Bucher R., Surf. Coat. Technol., 205 (2011) 4784.

45

50

Nejjednodušší vyhodnocení kvality vrstev a povlaků vychází z mikroskopického pozorování morfologie rýhy. Při použití hrotu s poloměrem zaoblení řádu stovek μm až mm a maximální

55

zatěžovací síle až kN postačuje vhodná reflexní mikroskopie a několikasetnásobné zvětšení. Kritická zatížení jsou poté určována podle několika kritérií, například při analýze světelným mikroskopem jsou určena místa, kde vznikla jednak první porušení vrstvy ve formě šikmých trhlinek nebo paralelních či příčných obloukových trhlin nebo dokonce odštípávání vrstvy, jednak porušení vrstvy pronikající do hloubky nebo mimo rýhu vrypu a jednak adhezivní porušení vrstvy většího rozsahu projevující se odhalením substrátu. Nejsou-li poškození vrstvy velká, je přesné stanovení okamžiku porušení adheze z morfologie rýhy značně ovlivněno lidským faktorem a ke studiu rýhy pak je nutné používat velkých zvětšení, nejlépe snímků SEM (Scanning Electron Microscope). Velmi obtížné je též toto stanovení pro transparentní vrstvy na transparentním substrátu a při nedostatečném kontrastu.

Další vyhodnocovací metodou je měření třecí síly, případně DSI (Depth Sensing Indentation) technika, které simultánně k průběhu scratch testu zaznamenávají skokovou změnu koeficientu tření, respektive skokovou změnu hloubky penetrace hrotu, a které jsou prezentované například v Micro Materials Nano Test User Manual (2003). I tyto metody vak mohou selhat např. pro materiály, v nichž vlivem vysokého tlaku dochází k fázovým transformacím.

Ultrasonické metody jsou aplikovány zejména v defektoskopii a nedestruktivní diagnostice materiálů. Založeny jsou na aktivním generování akustických signálů a zkoumá se vliv různých defektů a poškození na šíření těchto signálů v materiálu. Vrypová zkouška je destruktivní zkouška povrchu a celého průřezu vrstvy, při níž vznikají působením zatíženého pohybujícího se hrotu velké neelastické deformace ve formě křehkých trhlinek nebo tvárných plastických deformací či vrásnění. Část uvolněné elastické energie se při tom mění v akustickou energii, což se projeví okamžitým skokovým vzrůstem (píkem) signálu akustické emise. Ze znalosti rychlosti zatěžování a rychlosti posuvu vzorku a záznamu signálu akustické emise lze určit velikost kritického zatížení (velikost normálového zatížení indentoru silou F_n), při němž vzniká nevratné poškození materiálu, tedy trhlina. Určitý charakter akustické emise lze přiřadit danému modelovému typu poškození vrstvy. Ve spise WO 96/10 737 A1 je popsáno vyšetření napětového a deformačního pole Ramanovou spektroskopií v deformační rýze vrypové zkoušky, kdy ze záznamů normálové a třecí síly je skokové změně třecí síly přisouzeno porušení koheze nebo adheze vrstvy k povrchu substrátu. Velikost normálové síly odpovídající této skokové změně je kritické zatížení, při němž dochází k uvedenému porušení. Současně se sleduje též akustická emise, kdy porušení koheze nebo adheze je detekováno též skokovou změnou v její intenzitě. Nevýhodou tohoto řešení je skutečnost, že akustická emise je pouze monitorována, a není tudíž možné vyloučit parazitní signály z okolí. V prezentovaném přístroji je monitorování akustické emise pouze podpůrnou metodou hlavní vyhodnocovací metody, tedy záznamu vývoje, resp. skokové změny třecí síly. Po skončení experimentu není možné bez použití dalších vyhodnocovacích metod v tomto spise zmíněných jednoznačně přiřadit skokové změny akustické emise okamžiku porušení adheze.

Jsou známy i další způsoby sledování akustických spekter při provádění vrypové zkoušky. Jako v uvedeném případě WO 96/10 737 A1 je sledování pouhých akustických spekter nedostačující a je nutné tato spektra zaznamenat, zpracovat a vyhodnotit. Například v publikacích: von Stebut J., Lapostolle F., Bucsa M., Vallen H., Surf. Coat. Technol., 116–119 (1999) 160.; Piotrkowski R., Gallego A., Castro E., et al., NDT&E Int., 38 (2005) 260., jsou prezentovány postupy, kdy rychlou Fourierovou transformací jsou spektra redukována transformována a nastavením vhodných mezí pro amplitudu signálu je stanoven okamžik kritické meze zatížení. Akustická emise vrypové zkoušky je typicky nestacionární proces charakteristický koexistencí krátkodobých a dlouhodobých deformačních jevů. Vhodnější je proto vlnová transformace, jak je uvedeno v publikacích: Galego A., Gil J. F., Vico J. M., et al., Scripta Mater., 52 (2005) 1069; Galego A., Gil. J. F., Castro E., Piotrkowski R., Surf. Coat. Technol., 201 (2007) 4743. Při vyhodnocení prostřednictvím vlnové transformace se využívají grafy akustické energie a kumulativní akustické energie v závislosti na relativní pozici indentoru v délce rýhy v %. Jednotlivé akustické emisní události jsou pak mnohem zřetelnější, přehlednější a vhodnější k interpretaci. Vznik trhlinky je zaznamenán jako vysoký pík v grafu akustické energie, jemuž přísluší v grafu kumulativní energie skoková změna. Alternativní možností vyhodnocení je izolace jednotlivých emisních událostí, resp.

„hitů“, tj. akustických emisních událostí, jejichž amplituda překračuje jednu nebo více předem stanovených úrovní, jak je například popsáno v publikaci: Charvát V., Konstrukce přípravku pro ověřování snímačů akustické emise, Diplom. práce, FSI VUT Brno (2011). Přiřazením časové osy akustického signálu k časové ose testu, tedy k přesné poloze hrotu v longitudinálním směru, lze každému hitu přiřadit polohu indentoru a tudíž velikost normálového zatížení hrotu F_n , při němž vznikají nevratná poškození vzorku. Kritickým bodem této metody je přesné přiřazení počátků obou časových os, tj. počátku vrypové zkoušky a počátku snímání akustické emise.

Je rovněž známo zařízení na hodnocení odolnosti vrstev a povlaků pomocí analýzy akustické emise vrypové zkoušky dle spisu CZ 24 491 U1, obsahující nanoindentační jednotku, která je spojena s řídicí jednotkou a je vybavena hrotovým indentorem, k němuž kolmo je na držáku umístěno zkušební těleso sestávající ze substrátu a deponované vrstvy. V oblasti uložení zkušebního tělesa je umístěn senzor akustické emise, který je opatřený piezoelektrickým krystalem a je propojený s analyzátozem vybaveným analogově–digitálním převodníkem pro kontinuální vzorkování snímané akustické emise. Převodník je propojen s řídicí jednotkou pro spouštění a vypínání vrypové zkoušky a synchronní spouštění a vypínání záznamu akustické emise digitalizované v analyzátoru a s velkokapacitní paměťovou jednotkou pro záznam digitalizované akustické emise současně se záznamem průběhu normálové zátěžné síly F_n příslušné vrypové zkoušky. Konfigurace tohoto zařízení však umožňuje pouze indikaci první trhlinky na počátku vrypového testu, ale neumožňuje stanovení kritické meze adhezního porušení L_{CA} , tj. překonání adhezních sil držících při sobě substrát a vrstvu, které se projevuje v podstatě až na konci testu.

Cílem předkládaného vynálezu je představit takovou konfiguraci experimentu, která při provádění vrypové zkoušky umožňuje prostřednictvím synchronizovaného záznamu zatěžování vzorku a akustické emise stanovení kritické meze adhezního porušení L_{CA} s dostatečnou citlivostí a přesností. Kvantifikace kritické meze adhezního porušení L_{CA} vrypové zkoušky pak vychází ze záznamu a dodatečného vyhodnocení akustické emise, přičemž záznam akustické emise lze mnohokrát za použití různých kritérií opakovaně analyzovat. Potvrzení jednoznačného přiřazení píku ke kritické mezi je dokumentováno mikroskopickým snímkem.

Podstata vynálezu

Stanoveného cíle je dosaženo vynálezem, kterým je způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise vrypové zkoušky při kontinuálním monitorování a záznamu zátěžné síly a polohy nanoindentoru vzhledem k testované vrstvě zkušebního tělesa a snímání akustické emise nanoindentačního procesu, jehož podstata spočívá v tom, že v řízeném průběhu nanoindentace se současně sledují jednak údaje z prováděné vrypové zkoušky zahrnující závislosti hloubky vrypu na velikosti zátěžové síly působící na nanoindentor po celé délce vrypové zkoušky a jednak se detekuje akustická emise probíhajícího procesu, přičemž se získané údaje průběžně transformují do grafických ztvárnění vzájemně nezávislých datových souborů, které se následně společně s mikrosnímky rýhy vrypu zkompletují vzhledem k okamžiku zahájení vrypové zkoušky, načež se vyhodnocením grafů stanoví kritická mez soudržnosti L_{CA} mezi substrátem a povrchovou vrstvou zkušebního tělesa.

Novým vynálezem se dosahuje oproti stávajícímu stavu techniky vyššího účinku v tom, že akustická emise je okamžitou současnou reakcí namáhaného materiálu na překročení určité meze jeho odolnosti na rozdíl od jiných užívaných laboratorních metod, kdy mezi okamžikem porušení adheze a skokovou odezvou měřené veličiny, např. hloubky penetrace při použití metody DSI, nebo zvýšení koeficientu tření po odloupení vrstvy, uběhne obtížně stanovitelná délka časové prodlevy, během které se při vrypové zkoušce nadále zvyšuje normálová síla F_n . V předkládaném případě se jedná o kritické mezní zatížení systému vrstva–substrát označené jako L_{CA} , kdy je porušena adheze vrstvy k substrátu. Odolnost proti takovému poškození, resp. kvalita adheze vrstvy k substrátu, se tím dá kvantifikovat pro různé systémy vrstva–substrát s implikací čím větší L_{CA} , tím lepší adheze. Protože akustická emise je okamžitou odezvou materiálu, není mezi porušením

adheze a měřenou veličinou časová prodleva a stanovení kritické meze L_{CA} je přesnější. Tím, že je umožněn záznam akustické emise s dostatečnou citlivostí, přesností a celistvostí a současně je provedena synchronizace zatěžování vzorku a snímání akustické emise, a to s přesným přiřazením počátku časové osy záznamu polohy zatíženého hrotu v průběhu jeho dráhy k počátku časové osy záznamu akustické emise, je možné, případně s pomocí mikroskopického hodnocení, eliminovat „falešné píky“ v záznamu akustické emise, a to už zcela mimo dobu a místo provedeního experimentu.

10 Objasnění výkresů

Konkrétní příklad provedení vynálezu je schematicky znázorněn na připojených výkresech, kde obr. 1 je blokové schéma zařízení pro hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise a

15 obr. 2 je modelový příklad využití akustické emise pro kvantifikaci výsledku vrypové zkoušky tenké vrstvy, kde

obr. 2a) je graf DSI se záznamem vrypové zkoušky,

obr. 2b) je znázornění spouštěcího signálu pro start analyzátoru,

20 obr. 2c) je průběh akustické emise vrypové zkoušky graficky ztvárněný z digitálního záznamu pořízeného při zesílení 20 dB,

obr. 2d) je mikrosnímek rýhy vrypu s vyznačením kritické meze L_{CA} porušení adheze.

25 Výkres, který znázorňuje schematickou konstrukci zařízení týkající vynálezu, a následně popsany příklad jeho konkrétního provedení a způsobu hodnocení v žádném případě neomezuji rozsah ochrany uvedený v definici, ale jen objasňují podstatu vynálezu.

Příklady uskutečnění vynálezu

30 Zařízení k provádění způsobu podle vynálezu obsahuje nanoindentační jednotku 1, která je uložena v izolované skříni 3, v níž je udržováno definované zkušební prostředí, zejména stabilní teplota a vlhkost vzduchu, a která je spojena s programovatelnou řídicí jednotkou 2.

35 Nanoindentační jednotka 1 sestává z pasivního dílu 11 a protilehlého aktivního dílu 12. Aktivní díl 12 je tvořen vertikálně situovanou kyvnou tyčí 121, která je svým horním koncem uchycena v cívce 122 kluzně uložené v permanentním magnetu 123. Za účelem zajištění stabilní vertikální polohy kyvné tyče 121 je u jejího spodního konce umístěno balanční závaží 124 a kapacitní tlumič 125 chvění. V horní části je kyvná tyč 121 vedena přes omezovač 126 pohybu a je vybavena kloubem 127, realizovaným ve formě dvou zkřížených pružin, který transformuje bez tření elektromagnetickou sílu z cívky 122 v horizontální normálovou sílu F_n působící na nanoindentor 4.
40 Ve střední části kyvné tyče 121 je upevněna upínka 128, která je opatřena kapacitním snímačem 129, realizovaným ve formě deskového kondenzátoru s vertikálně situovanými deskami, a ve které je vyjímatelně uchycen nanoindentor 4 tak, že jeho hrot je situován v horizontální rovině. Protilehle nanoindentoru 4 je ve skříni 3 ustaven pasivní díl 11 nanoindentační jednotky 1, který
45 je tvořen držákem 111, na němž je pomocí přípravku 112 vybaveného snímačem 1121 akustické emise uchyceno zkušební těleso 5 tvořené substrátem 51 a na něm nanosenou testovanou vrstvou 52.

50 Řídicí jednotka 2 sestává z centrálního procesorového bloku 21, realizovaného například řídicím počítačem vybaveným monitorem 211 a tiskárnou 212, a na něj napojených výkonného bloku 22, zpětnovazebního bloku 23 a translačního bloku 24. Výkonný blok 22 je dále propojen s cívkou 122, zpětnovazební blok 23 s kapacitním snímačem 129 aktivního dílu 12 nanoindentační jednotky 1 a translační blok 24 s pasivním dílem 11 nanoindentační jednotky 1. Procesorový blok 21 je

dále propojen s analyzátozem 6 vybaveným A/D převodníkem 61, který je jednak přes dělič 7 elektrického signálu propojen se snímačem 1121 akustické emise pasivního dílu 11 nanoindentační jednotky 1 a jednak s paměťovou jednotkou 8, například počítačem, notebookem nebo jiným velkokapacitním paměťovým zařízením obsahujícím pevný přenosný disk.

5

Vlastní činnost nanoindentačního zařízení spočívá v tom, že před spuštěním nanoindentace se pasivní díl 11 s upevněným zkušebním tělesem 5 nastaví v rovině kolmé k nanoindentoru 4 tak, aby se hrot nanoindentoru 4 dotýkal povrchu zkušební vrstvy 52. V této poloze se pasivní díl 11 zafixuje. Při vlastní nanoindentaci nanoindentor 4 vniká do testované vrstvy 52 zkušebního tělesa 5 vlivem zvyšující se síly vyvíjené zvyšujícím se proudem v cívice 122. Průběh nanoindentace je řízen centrálním procesorovým blokem 21, přičemž zvyšování proudu v cívice 122 je podle programu z procesorového bloku 21 realizováno výkonným blokem 22. Ve zpětnovazebním bloku 23 se pak v průběhu nanoindentace elektrický signál transformuje z kapacitního snímače 129 na hloubku penetrace. V procesorovém bloku 21 se z hodnot velikosti proudu z výkonného bloku 22 stanovuje okamžitá velikost normálové síly na nanoindentor 4 a společně s hloubkou penetrace ze zpětnovazebního bloku 23 se vykresluje na monitoru, případně na tiskárně procesorového bloku 21 do grafu DSI, znázorněném na obr. 2a). Současně s výše uvedenými činnostmi je odezva testovaného materiálu ve formě kmitů s frekvencí v akustické oblasti generovaných v průběhu nanoindentace transformována snímačem 1121 akustické emise pasivního dílu 11 na elektrický signál, který je v děliči 7 rozdělen na dva a více, s výhodou čtyři, paralelní signály, které jsou v analyzátozem 6 nezávisle na sobě zesíleny v rozsahu 0 až 80 dB a A/D převodníkem 61 v digitalizovaném tvaru kontinuálně přenášeny do paměťové jednotky 8, a to ve formě vzájemně nezávislých datových souborů. Tyto soubory se pak zpracovávají v paměťové jednotce 8 podle vhodného software až po ukončení vrypové zkoušky nezávisle na době a místě jejího provedení. Jedna z možností vizualizace akustické emise je graf uvedený na obr. 2c). Vrypová zkouška je modifikací výše popsané nanoindentace, kdy současně s počátkem nanoindentace se do rovnoměrného pohybu řízeného translačním blokem 24 v rovině kolmé k nanoindentoru 4 uvede pasivní díl 11. Synchronizace počátku zkoušky s počátkem záznamu akustické emise je zajištěna napěťovým signálem +5V vyslaným procesorovým blokem 21 do analyzátozem 6, jak je patrné z obr. 2b). Po skončení zkoušky je možné na povrchu testované vrstvy 52 pozorovat, snímkovat a hodnotit vryp pomocí optické nebo SEM mikroskopie, což je dokazováno na obr. 2d) snímkem z konfokálního mikroskopu. Počátek odloupení vrstvy 52 označený L_{CA} , tj. okamžik porušení její adheze k substrátu 51, souhlasí s první velkou akustickou událostí (píkem) na obr. 2c).

Konkrétní příklad využití akustické emise ke kvantifikaci adheze je znázorněn na obr. 2, kde jsou veškeré získané údaje z prováděné vrypové zkoušky vyrovnány na stejný začátek 0 zkoušky. Jako obr. 2a) je znázorněn graf DSI z procesorového bloku 21 se záznamem vrypové zkoušky, pod grafem DSI je jako obr. 2b) znázorněn spouštěcí signál +5V pro start analyzátozem 6 pro digitální záznam akustické emise se zesílením 20dB, jejíž průběh je ve formě grafu zpracovaného pomocí software znázorněn na obr. 2c). Mikrosnímek rýhy vrypu, na němž je vyznačena kritická mez L_{CA} porušení adheze je zařazen jako obr. 2d). Z vyhodnocení obr. 2 plyne, že první velký pík v tomto záznamu nastal ve 36 s (~36000 ms) od začátku vrypové zkoušky, což přesně odpovídá kritické mezi L_{CA} na snímku z konfokálního mikroskopu dokumentujícím porušení adheze vrstvy k substrátu a hodnotě L_{CA} ~228 mN odečtené z grafu DSI. Skoková změna v penetrační křivce grafu DSI nastává přibližně o 1000 ms později, což odpovídá hodnotě L_{CA} ~ 236 mN. Tento rozdíl je způsoben určitou dobou mezi prasknutím v mezivrstvě systému vrstva–substrát, tedy porušením adheze, a poklesem hrotu nanoindentoru 4 do prohlubně po odloupení vrstvy.

Akustická událost generovaná tímto prasknutím žádnou prodlevu nemá, protože je okamžitým doprovodným jevem vzniku trhlinky. To je výhodou a zároveň kvantitativním zpřesněním vyhodnocování adheze pomocí akustické emise. Podobnou prodlevu má zjišťování L_{CA} pomocí skokové změny v hodnotě třecí síly působící na nanoindentor, protože změna je zaznamenána až na poškozeném povrchu po odloupení funkční vrstvy. Navíc u některých vrstev vzniká v průběhu testu stick–slip, tj. zaboření a následné poskočení hrotu nanoindentoru, což způsobuje velký „šum“ v zaznamenávaném grafu třecí síly anebo hloubky penetrace u DSI metody. Vyhod-

55

nocením akustické emise se tento jev dá eliminovat, protože uvolněná energie při porušení adheze je mnohem větší než při stick-slip nebo vzniku mikrotrhlinek v průběhu zkoušky.

Z toho je patrné, že využití akustické emise jednoznačně zpřesňuje kvantitativní výsledky vrypových zkoušek adheze. Proto standardní metodě mikroskopického pozorování vrypu po skončení zkoušky je jednak objektivnější, neboť vylučuje lidský faktor v podobě kvality oka případně ostrosti snímku při vyhodnocení zkoušky, jednak umožňuje hodnotit i vrypové zkoušky transparentních vrstev, kde mikroskopické vyhodnocování selhává.

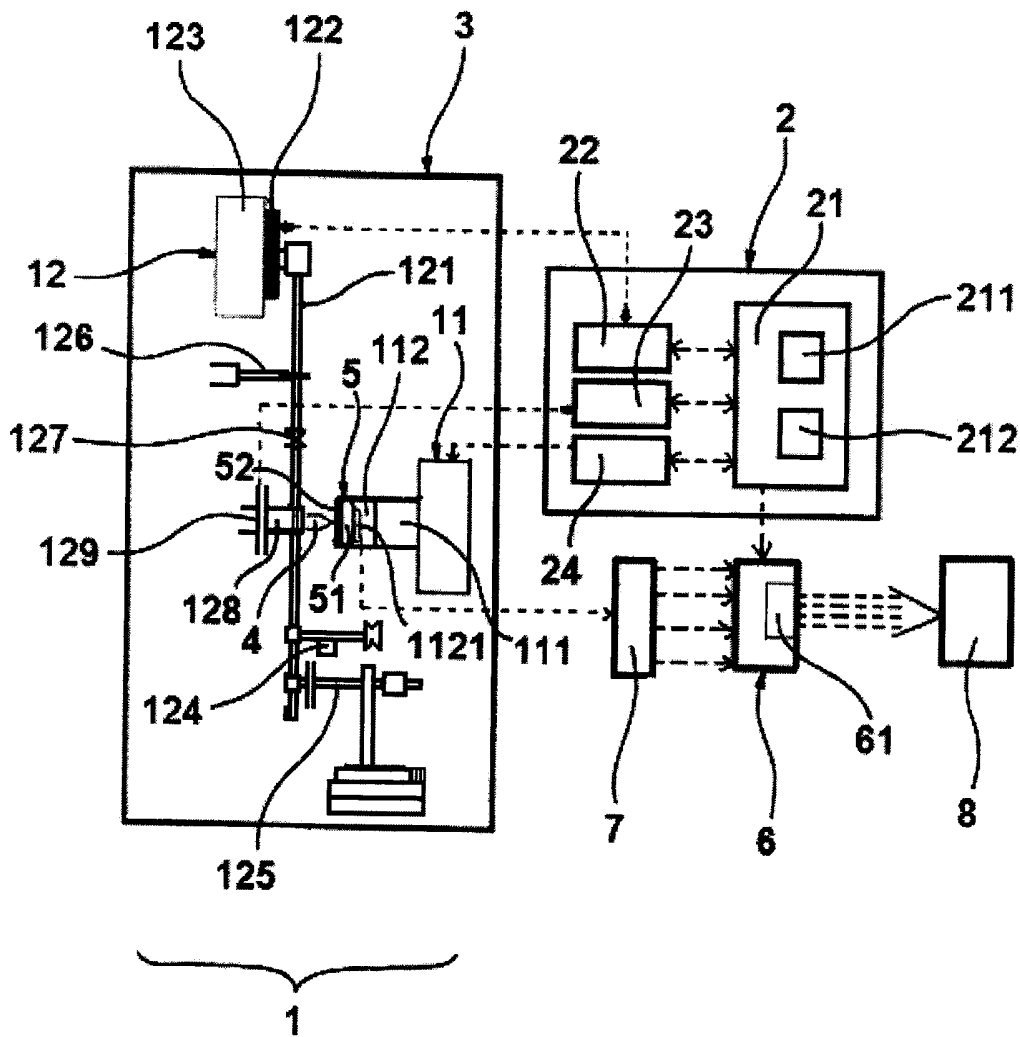
Průmyslová využitelnost

Způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise podle vynálezu je využitelné pro zkušebnictví různých průmyslových oborů, kde je nutné přesné kvantitativní hodnocení adheze povrchových vrstev materiálů pomocí kritické meze L_{CA} . Ve strojírenství, např. v automobilovém průmyslu, se jedná o nosné vrstvy DLC, případně vrstvy na bázi karbidů nebo nitridů kovů s dobrými kluznými a ořezuvzdornými vlastnostmi, odolné dynamickému zatížení v provozu. V elektrotechnice a elektronice jsou to protektivní a pasivační mechanicky namáhané vrstvy, např. z SiO_2 . V optickém průmyslu jsou funkčními vrstvami na bázi např. oxidů pokrývány optické prvky reflexními nebo antireflexními vrstvami, které zejména v armádní optice musejí být ořezuvzdorné. Ve většině případů se jedná o průhledné systémy vrstva-substrát. Předložený způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise je perspektivní pro zvýšení kvality povlakovaných optických a tribologických prvků.

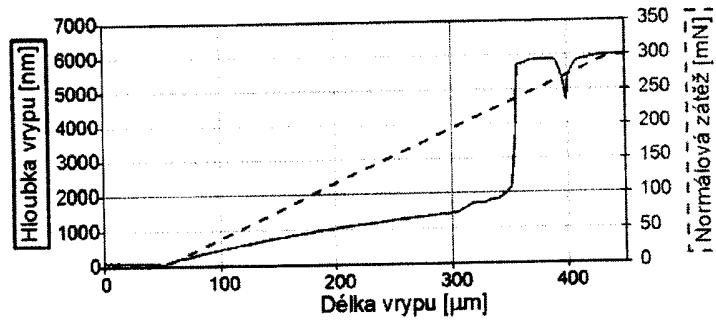
PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob hodnocení adheze funkční vrstvy k substrátu s využitím akustické emise vrypové zkoušky při kontinuálním monitorování a záznamu zátěžné síly a polohy nanoindentoru (4) vzhledem k testované vrstvě (52) zkušebního tělesa (5) a snímání akustické emise nanoindentačního procesu, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že v řízeném průběhu nanoindentace se současně sledují jednak údaje z prováděné vrypové zkoušky zahrnující závislosti hloubky vrypu na velikosti zátěžové síly působící na nanoindentor (4) po celé délce vrypové zkoušky a jednak se detekuje akustická emise probíhajícího procesu, přičemž se získané údaje průběžně transformují do grafických ztvárnění vzájemně nezávislých datových souborů, které se následně společně s mikrosnímky rýhy vrypu zkompletují vzhledem k okamžiku zahájení vrypové zkoušky, načež se vyhodnocením grafů stanoví kritická mez soudržnosti L_{CA} mezi substrátem (51) a povrchovou vrstvou (52) zkušebního tělesa (5).

2 výkresy



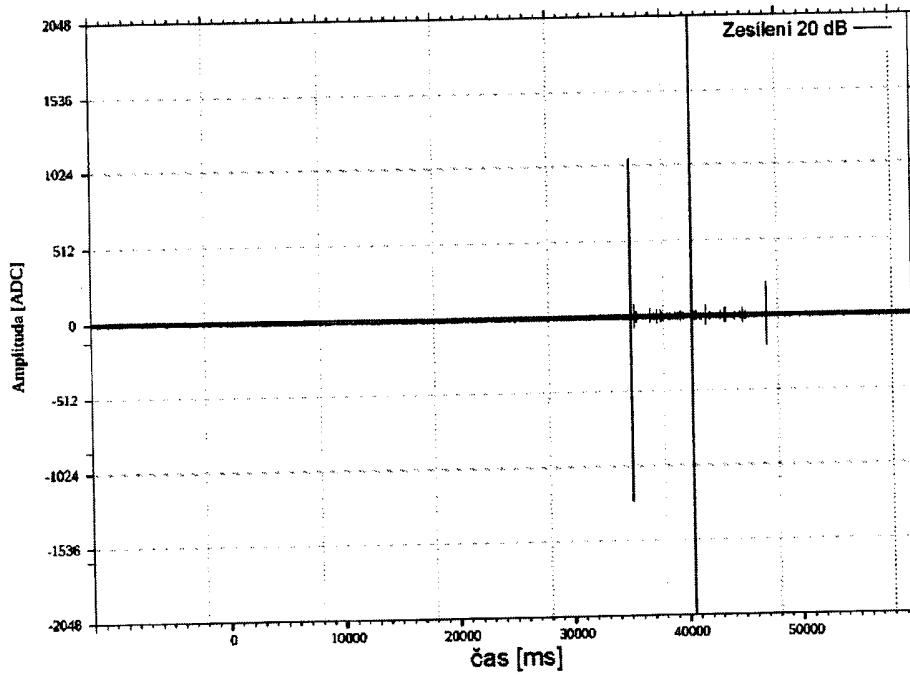
OBR. 1



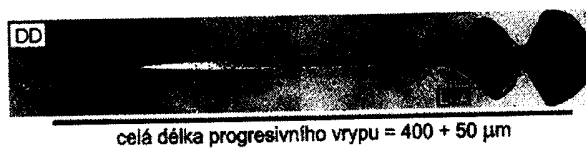
2a)



2b)



2c)



2d)

OBR. 2

Konec dokumentu