



SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
MATERIÁLOVOTECHNOLOGICKÁ FAKULTA SO SÍDLOM V TRNAVE

Ing. Peter Drobný

Autoreferát dizertačnej práce

**Štúdium materiálových vlastností a adhézie povlakov pomocou
akustickej emisie**

na získanie akademického titulu doktor (philosophiae doctor, PhD.)

v doktorandskom študijnom programe: Progresívne materiály a materiálový design

v študijnom odbore: Strojárstvo

Forma štúdia: externá prezenčná

Miesto a dátum: Trnava, dňa 30.9.2021



Dizertačná práca bola vypracovaná na Ústave materiálov Materiálovotechnologickej fakulty so sídlom v Trnave Slovenskej technickej univerzity v Bratislave.

Predkladateľ: Ing. Peter Drobný
Ústav materiálov
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave, Slovenská
technická univerzita v Bratislave
Jána Bottu 2781/25
917 24 Trnava

Školiteľ: prof. Ing. Ľubomír Čaplovič, PhD.
Ústav materiálov
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave Slovenská
technická univerzita v Bratislave
Jána Bottu 2781/25
917 24 Trnava

Oponenti:
.....
.....

.....
.....
.....

Autoreferát bol rozoslaný:

Obhajoba dizertačnej práce sa bude konať dňa **o****h.**
na

prof. Ing. Miloš Čambál CSc.
dekan fakulty

OBSAH

ÚVOD.....	4
1. CIEĽ DIZERTAČNEJ PRÁCE.....	5
1.1. Hlavné ciele dizertačnej práce.....	5
2. METÓDA AKUSTICKEJ EMISIE A NÁVRH EXPERIMENTÁLNYCH POSTUPOV.....	6
2.1. Akustická emisia.....	6
2.1.1. Charakteristika akustickej emisie.....	7
2.1.2. Popis AE.....	7
2.1.3. Popis signálu AE.....	8
2.1.4. Techniky analýzy akustických signálov.....	8
2.2. Použité experimentálne postupy.....	10
2.2.1. Rockwell-C test (Mercedes test).....	10
2.2.2. Nanoindentačný test.....	10
2.2.3. Analýza vzoriek prostredníctvom rastrovacej elektrónovej mikroskopie	11
2.2.4. Frekvenčná analýza akustického signálu	11
2.3. Použité experimentálne vyhodnocovacie zariadenia	11
2.3.1. Nanoindentačné zariadenie	11
2.3.2. Zariadenie na diagnostiku signálov akustickej odozvy počas indentačnej skúšky	11
2.3.3. Opis meracej aparatury na meranie akustickej odozvy počas statickej indentačnej skúšky	12
3. ZHODNOTENIE DOSIAHNUTÝCH VÝSLEDKOV EXPERIMENTÁLNYCH MERANÍ. 13	
3.1. Overenie detegovateľnosti signálov AE počas indentačnej skúšky ...	13
3.2. Analýza vzniku trhliny v povlaku pomocou AE.....	14
3.3. Diagnostika vzniku trhlín a odlupovania povlaku pomocou AE.....	14
3.4. Diagnostika vzniku kruhových trhlín povlaku v mieste indentácie.....	18
3.5. Analýza adhézivno-kohézivného správania tvrdých povlakov počas indentačnej skúšky.....	19
3.5.1. Nanoindentácia.....	20
3.5.2. Makroindentácia a meranie akustickej emisie	23
ZÁVER.....	26
ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV	28

ÚVOD

V súčasnosti existuje veľké množstvo technológií, ktorými je možné meniť mechanické vlastnosti technologických celkov vhodnou úpravou ich povrchu. Jednou z najrozšírenejších technológií je úprava povrchu nanosením tenkej tvrdej vrstvy, ktorá má hrúbku len niekoľko nm , alebo μm , na základný materiál modernými metódami depozície chemicky CVD (Chemical Vapour Deposition), alebo fyzikálne PVD (Physical Vapour Deposition).

Použitie tvrdých povlakov v priemysle má stúpajúcu tendenciu, pretože okrem vysokej tvrdosti majú tieto povlaky cielene upravované technologické vlastnosti vhodnými fyzikálnymi postupmi ich nanášania. Z tohto dôvodu našli veľmi široké uplatnenie napr. pri obrábaní, kde je očakávaná vysoká miera funkčnosti aj pri vysokých zaťaženiach. Kvalita povrchu obrábacích nástrojov je obvyčajne najdôležitejší činiteľ, ktorý ovplyvňuje ich trvácnosť vo výrobnom procese. Keďže v priemyselných odvetviach je potrebné neustále zvyšovať efektívnosť výroby, čo je možné dosiahnuť len zvyšovaním životnosti, tak prirodzene aj na vlastnosti obrábacích nástrojov sú kladené stále vyššie nároky. Preto je kvalitný povrch obrábacích nástrojov jedným z najdôležitejších inžinierskych faktorov, ktoré podliehajú veľmi intenzívnemu výskumu. Ako základné pravidlo pri výbere oteruvzdorných nástrojových materiálov platí, že čím je materiál tvrdší, tým je menej tvárny a naopak. Stále vyššie nároky na zlepšovanie tribologických vlastností nástrojov sa preto dajú dosiahnuť modifikáciou povrchovej vrstvy nástrojov a tak zachovať pomerne dobrú odolnosť proti plastickej deformácii a znížiť oter povrchu nanosením tvrdých povlakov, ktoré zvyšujú oteruvzdornosť rezných materiálov. Pri vysokom zaťažení sa však môžeme stretnúť aj pri tvrdých povlakoch so stratou adhézie, čo môže viesť k poškodeniu systému povlak-substrát.

Aby sme mohli účinne reagovať na takéto poškodenia, je potrebné objasňovať mechanizmy straty adhézie a pokúsiť sa nájsť vhodné diagnostické metódy, ktorými je možné odhaliť, resp. dostatočne včas spozorovať a kvantifikovať rozsah poškodenia bez potreby ďalšej zdĺhavej analýzy. V tomto prípade vychádzame z predpokladu, že deformácia systému povlak-substrát a následné poškodenie povlaku sa akusticky prejavuje a tento akustický signál je merateľný systémom akustickej emisie.

Povlaky, označujeme ako tvrdé, pretože majú vysokú mechanickú tvrdosť, veľmi dobrú odolnosť proti opotrebeniu a podávajú dostatočný výkon v danom prostredí [1]. Podľa tvrdosti delíme materiály povlakov na [2]:

- tvrdé ($H < 40 \text{ GPa}$),
- supertvrde ($40 \text{ GPa} < H < 80 \text{ GPa}$),
- ultratvrde ($H > 80 \text{ GPa}$).

V minulosti bola tvrdosť materiálu považovaná za hlavnú materiálovú vlastnosť, ktorá ovplyvňuje oteruvzdornosť materiálu a veľkosť maximálneho elastického napätia potrebného ku vzniku porušenia. Vhodnejším parametrom, ktorý poskytuje lepšiu informáciu o odolnosti proti oteru a celkových tribologických vlastnostiach materiálu povlaku, je pomer tvrdosti a modulu pružnosti H/E [3]. Tento pomer má základ v rámci elasto-plastického prístupu, kde je možné kontaktnú medzu klzu materiálu vyjadriť proporcionálne pomerom (H^3/E^2). Ďalším dôležitým parametrom, ktorým je možné definovať odolnosť povlakov proti oteru je lomová húževnatosť povlaku, ktorá definuje odpor materiálu proti vzniku a šíreniu trhlín.

Aby bolo možné charakterizovať mechanické vlastnosti tvrdých povlakov, ktorých rozmery sú na nano úrovni, je potrebné tieto vlastnosti merať použitím špeciálnych meracích zariadení a použitím špeciálnych postupov. Keďže tvrdé povlaky

dosahujú hrúbku len niekoľko desiatok nm , resp. niekoľko μm , je použitie konvenčných testovacích zariadení veľmi problematické. Z toho dôvodu testovacie zariadenia na určovanie mechanických vlastností vzoriek, ktorých rozmer v niektorom smere dosahuje veľmi malé rozmery, museli byť adekvátne prispôbené na meranie veľmi malých veličín aj za pomoci výpočtovej techniky. Pomocou týchto zariadení je potom možné charakterizovať vlastnosti tvrdých povlakov, ako sú modul pružnosti E , medza klzu R_e , pomerné predĺženie ε , exponent spevnenia n , tvrdosť H . Na určenie adhézie, alebo priľnavosti povlaku k substrátu a z toho ďalej lomovej pevnosti, alebo húževnatosti R , sa však stále používajú klasické indentačné metódy. Stupeň porušenia povlaku sa vyhodnocuje subjektívne vizuálnou metódou. Pri vzniku a šírení trhlín, ktorých vznik predchádza strate adhézie povlaku, ako aj pri strate adhézie, sa do telesa vzorky uvoľňuje určité množstvo energie. Táto energia sa potom šíri vo forme elastických vĺn a takéto vlnenie je možné zachytiť pomocou špeciálneho zariadenia na meranie akustickej emisie. V tejto práci sa preto pokúsime navrhnúť špeciálne meracie zariadenie na indentáciu tvrdých povlakov, ktoré umožní zároveň merať emisiu akustických signálov a namerané údaje použiť na vyhodnotenie a charakterizáciu vzniku a šírenia trhlín v povlaku počas indentácie, ako aj na stanovenie stupňa adhézie povlaku k substrátu.

1. CIEĽ DIZERTAČNEJ PRÁCE

Už z názvu predkladanej dizertačnej práce vyplýva, že je zameraná na štúdium materiálových vlastností tvrdých povlakov použitím moderných metód, ktoré doteraz neboli na hodnotenie povlakov použité, resp. ak boli použité tak len ako podružné metódy a ich výsledky neboli dôsledne skúmané a porovnávané s už existujúcimi a všeobecne uznávanými metódami hodnotenia vlastností tvrdých povlakov.

V tejto práci sú hodnotené vlastnosti rôznych supertvrdých povlakov, ktoré boli nanášané na substráty technikou PVD, oblúkovým naparovaním metódou LARC® (Lateral Rotating Cathodes). V súčasnosti sú tvrdé povlaky využívané pre ich vysokú tvrdosť a veľmi dobré tribologické vlastnosti a to najmä vysokou oteruvzdornosťou pri vysokých zaťaženiach. Medzi najžiadanejšie vlastnosti tvrdých povlakov patrí vysoká tvrdosť, pevnosť, termálna stabilita, odolnosť voči oxidácii, vysoká odolnosť voči opotrebeniu a v neposlednom rade aj nízky koeficient trenia hlavne pri aplikácii na rezné nástroje atď. Z tohto pohľadu je samozrejmé, že všetky tieto vyššie uvedené vlastnosti závisia od chemického zloženia tvrdého povlaku, jeho štruktúry, tvrdosti, ale v neposlednom rade aj od vlastností substrátu, na ktorý sú nanášané a vzájomnej adhézie systému povlak-substrát. Ak sa zameriame na hodnotenie kvality adhézie tvrdého povlaku k substrátu, tak zisťujeme, že väčšina hodnotiacich metód je zameraná na určenie miery straty adhézie vplyvom mechanického namáhania len pomocou subjektívneho vizuálneho pozorovania a následného určovania stupňa straty adhézie.

Cieľom tejto dizertačnej práce je navrhnúť nový spôsob, resp. metódu hodnotenia straty adhézie tvrdých povlakov a porovnať tieto výsledky s tradičnými používanými metódami hodnotenia vlastností tvrdých povlakov. Na tento cieľ boli použité ako experimentálne vzorky tvrdé nanokompozitné TMN (transition metal nitrides) povlaky nanesené na vzorkách z rýchlereznej ocele, resp. na spekanom karbide, pričom bol zisťovaný aj vplyv substrátu na celkovú adhéziu systému povlak-substrát.

1.1. Hlavné ciele dizertačnej práce

- Navrhnúť experimentálne zariadenie na meranie akustickej emisie počas indentačnej skúšky,

- pomocou experimentálneho zariadenia vykonať indentáciu viacerých rôznych typov tvrdých povlakov, alebo povlakov s rôznymi parametrami depozície,
- kvantifikovať stupeň straty adhézie tvrdého povlaku pomocou nameraných signálov akustickej emisie počas indentačnej skúšky,
- porovnať výsledky straty adhézie nameraných pomocou signálov akustickej emisie s vizuálnym vyhodnotením indentácie pomocou normy VDI 3198,
- vykonať nanoindentačné merania na získanie materiálových vlastností. Zadefinovať tvrdosť a modul pružnosti pomocou nanoindentácie povlaku. Výsledky meraní na nano úrovni porovnať s výsledkami nameranými pomocou experimentálneho zariadenia. Vykonať koreláciu týchto dvoch indentačných metód,
- vykonať analýzu nameraných údajov akustickej emisie z indentačného merania a porovnať s výsledkami nameraných mechanických vlastností pomocou nanoindentácie,
- potvrdiť možnosť diagnostikovania pomocou nameraných parametrov akustickej emisie vznik a šírenie trhlín v povlaku, ako aj stratu adhézie systému povlak-substrát.

2. METÓDA AKUSTICKEJ EMISIE A NÁVRH EXPERIMENTÁLNYCH POSTUPOV.

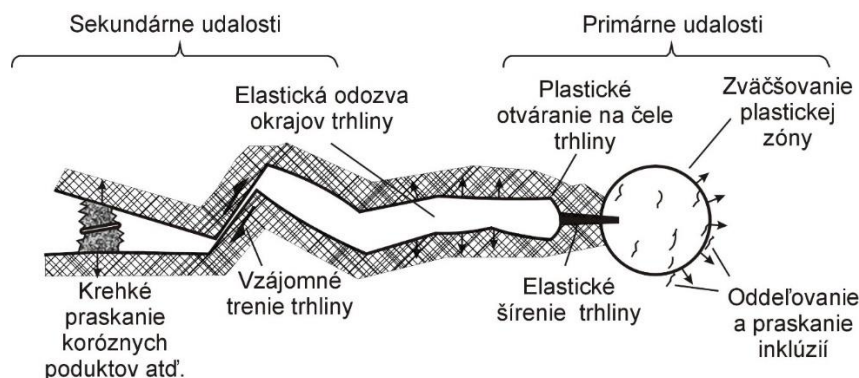
Mechanické vlastnosti tvrdých povlakov závisia od vlastností vrstiev, od vlastností substrátu a od pevnosti ich spojenia (adhézie). Adhézia (priľnavosť) vrstvy k substrátu je jedným z najdôležitejších parametrov rozhodujúcich o kvalite pripravených vrstiev. Znalosť spôsobu porušovania systému povlak-substrát je potrebná pre hodnotenie mechanických vlastností daného systému. Preto je treba hodnotiť ich vlastnosti komplexne. Existuje veľa metód určovania mechanických vlastností tenkých povlakov, pričom meracia metóda závisí od potreby merania konkrétnej mechanickej veličiny. Medzi najviac používané metódy určovania mechanických vlastností patria rôzne indentačné testy, ktoré sú prispôbené meraniu veľmi malých objemov, resp. tenkých vrstiev. Medzi základné mechanické vlastnosti, ktoré popisujú systém tenká vrstva-substrát, patrí mikrotvrdosť (nanotvrdosť) a sledovanie adhézivno-kohézivného správania.

Priľnavosť tenkej vrstvy sa najčastejšie analyzuje pomocou indentačných metód. Adhézivno-kohézivné správanie systému sa teda hodnotí vnikacou skúškou. Vniknutie indentora do materiálu iniciuje vznik defektov a trhlín, ktoré sa po ukončení skúšky vizuálne hodnotia. Na kvantitatívne vyhodnotenie priľnavosti tenkej vrstvy sa používa stupnica, čo znamená, že vyhodnotenie kvality spojenia je do značnej miery subjektívne ovplyvnené hodnotiteľom, ktorý vykonáva vyhodnotenie testu. Keďže indentácia je metóda testovania, pri ktorej dochádza k deformácii skúmaného materiálu, tak pri tejto deformácii dochádza k vzniku a šíreniu trhlín a vád v materiáloch, ktoré pri svojom vzniku a šírení uvoľňujú do materiálu energiu, ktorá sa môže prejavovať šírením elastických vĺn v materiáli. Tieto elastické vlny sa šíria materiálom a je ich možné detegovať ako akustické signály. Preto bola v tejto práci navrhnutá nová doplnková metóda charakterizácie adhézivno-kohézivného správania tenkých vrstiev pomocou indentačnej skúšky, ktorá bola rozšírená o meranie akustickej emisie.

2.1. Akustická emisia

Ak sa materiál, z ktorého je vyrobená súčiastka, deformuje následkom vonkajšieho zaťaženia, tak sa touto deformáciou uvoľňujú a znižujú lokálne napätia. To znamená, že ak dôjde k vzniku udalosti, ktorá je zdrojom akustickej emisie, elastická

energia, ktorá bola uschovaná v štruktúre v podobe napätového poľa sa náhle uvoľní a následkom toho sa hodnota napätia v tomto mieste zmenší. Táto energia, ktorá sa uvoľní do materiálu sa spotrebuje na vytvorenie nových deformácií, ktoré zahrejú materiál a produkujú akustickú emisiu. Čiže zdrojom energie akustickej emisie je vlastne energia uložená v elastickom napätovom poli, ktoré vzniklo zaťažovaním danej štruktúry. Akustická emisia teda vzniká v zdroji ako krátky pulz elastickej a kinetickej energie, ktorý sa pohybuje materiálom ako elastická vlna. Táto vlna je len veľmi krátky pulz, ktorého energia prechádza cez všetky frekvencie, od najnižšej až po hornú merateľnú hranicu okolo 4000 kHz. Použitím kontaktných senzorov je možné zaznamenávať túto emisiu v hornom merateľnom pásme od 100 kHz až do 1000 kHz. Takisto je možné zaznamenávať aj niektorú nízko frekvenčnú emisiu, ak je dostatočne silná. Toto potvrdzuje, že energia akustickej emisie sa šíri cez široké frekvenčné spektrum [4].



Obr. č. 1 Zdroje AE pri vzniku a raste trhliny [5].

2.1.1. Charakteristika akustickej emisie

Za zakladateľa akustickej emisie je považovaný J. Kaiser, ktorý vo svojej doktorskej dizertačnej práci v roku 1950 nasledoval Czochranského práce. Z jeho práce vyplývajú dve základné tvrdenia:

1. Akustickú emisiu je možné pozorovať vo všetkých pevných materiáloch, špeciálne v kovových a keramických materiáloch po mechanickom, chemickom, tepelnom, elektromagnetickom a ostatnom namáhaní.
2. Aby vznikla emisia akustických vln v materiáli je potrebné, aby bol materiál viac namáhaný ako v predošlom stave - tento jav sa volá *Kaiserov efekt* a vyplýva z neho, že na AE sa podieľajú len aktívne vnútorné mechanizmy v látkach [6].

Od roku 1961 začala byť AE aplikovaná v širšej miere hlavne vo vesmírnom a zbrojnom priemysle. Používanie AE sa rýchle rozšírilo zvlášť s rozvojom jadrovej energetiky po celom svete. Pomocou AE boli kontrolované raketové motory a časti kozmických vesmírnych satelitov, časti lietadiel a kontrolovali sa niektoré časti jadrových zariadení.

2.1.2. Popis AE

Akustická emisia (AE) je fyzikálny jav, pri ktorom v určitých lokalitách materiálu dochádza v dôsledku dynamických procesov, vyvolaných vonkajšími alebo vnútornými silami k uvoľňovaniu časti materiálom nahromadenej elastickej energie. Akustická emisia je úspešne využívaná v širokom rozsahu monitorovaní nedeštruktívnymi testovacími (NDT) metódami. Analýza AE je totiž užitočná metóda na vyšetřovanie lokálnych defektov v materiáloch a následných procesov ich šírenia. Pomocou AE je

teda možné v materiáloch sledovať len aktívne defekty a zmeny štruktúr, čo má svoje výhody aj nevýhody. Jednou z najväčších prínosov AE oproti ostatným NDT metódam je totiž možnosť sledovania poškodzovania a zmeny materiállovej štruktúry počas zaťažovania (mechanického, tepelného, atď.) bez porušenia tvaru a štruktúry materiálu.

Jednorazový dynamický proces, v dôsledku ktorého sa rýchle uvoľní určité množstvo energie sa nazýva emisná udalosť. Lokálny proces, ktorý emisnú udalosť produkuje sa nazýva emisný zdroj. Elektrický signál na výstupe zo snímača sa nazýva emisný signál [7].

2.1.3. Popis signálu AE

Tvar výsledného signálu zaznamenaného pomocou zariadenia na meranie AE sa líši od tvaru prvého signálu uvoľneného zo zdroja, pretože je ovplyvňovaný reťazcom zúčastnených komponentov, ktorými tento akustický signál prechádza a každý z týchto komponentov ho výrazne ovplyvňuje. Výsledný signál AE je zložený z nasledovných štyroch častí, ktorými prechádza od svojho počiatku [4]:

- zdroj,
- šírenie štruktúrou materiálu,
- senzor,
- zosilňovač/filter.

2.1.4. Techniky analýzy akustických signálov.

Vyhodnocovanie signálov akustickej emisie je možné vykonávať dvomi prístupmi [7]:

- analýzou signálu AE, označovanú tiež ako kvantitatívnu analýzu,
- analýzou parametrov AE, označovaná ako klasická resp. konvenčná.

Obidva tieto prístupy sa úspešne používajú pri analýze akustických signálov v rôznych oblastiach.

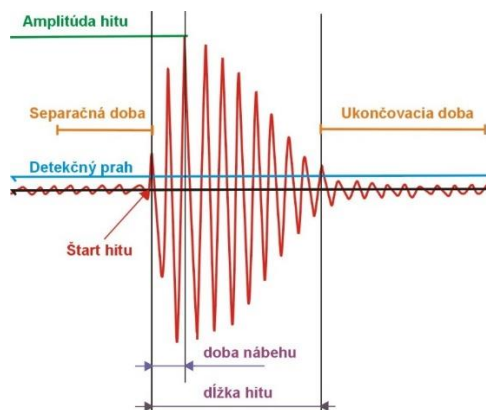
2.1.4.1. Analýza signálu AE

Pri tomto prístupe je signál akustickej emisie zaznamenaný v podobe vlnenia. Pre túto techniku sú zvýšené nároky na kvalitu snímača a následne na spracovanie nameraných dát. Táto metóda sa takisto označuje ako analýza založená na tvare zaznamenaného vlnenia. Táto technika má výhodu v tom, že umožňuje veľmi účinne potlačiť šum zaznamenávaného signálu, pričom je signál zaznamenávaný vo forme vlnenia aj na neskoršiu analýzu [8]. Tvar zaznamenaného vlnenia je ovplyvňovaný geometriou a povahou prostredia, v ktorom sa šíri, ale aj tak môže stále poskytovať informácie o povahe emisného zdroja.

2.1.4.2. Parametrická analýza signálu AE

Pri prístupe založenom na parametrickej analýze nameraných dát sa niektoré parametre signálu AE zaznamenávajú na posúdenie akustickej udalosti. Pri tomto prístupe je potrebné ukladať menej meraných dát a následne je možné zabezpečiť aj rýchlejšie zaznamenávanie týchto údajov. Medzi hlavné výhody tejto techniky teda patrí to, že dokáže zaznamenávať a ukladať údaje oveľa vyššou rýchlosťou.

Podľa ISO 12716 [9] sú parametre signálu AE, ktoré používané na analýzu definované nasledovne:



Obr. č. 2 Základné charakteristiky hitu [10].

Detekčný prah je prahová hodnota minimálnej amplitúdy signálu akustickej emisie. Je to zároveň aj minimálna hodnota amplitúdy signálu AE, ktorý bude zaznamenaný vyhodnocovacím softvérom. Táto hodnota môže byť nastavená v závislosti od požiadaviek vyhodnocovania testu. Hodnota je udávaná v jednotkách dB. Táto premenná je pri vyhodnocovaní veľmi dôležitá, pretože pomocou minimálnej zaznamenávanej hodnoty je možné odseparovať šum pozadia, ale zároveň nastaviť prah dostatočne citlivo, aby bolo možné zachytiť udalosti, ktoré majú súvislosť so vznikom a šírením väd v materiáloch.

Hit je základný parameter pomocou ktorého sa vyhodnocujú signály akustickej emisie. Je to detektor hitov AE. Po úprave signálu zosilnením a filtrovaním je signál vyhodnocovaný zariadením. V systéme je zabudovaný komparátor, ktorý porovnáva hodnoty amplitúdy meraného signálu s hodnotou nastaveného prahu. V prípade, že hodnota amplitúdy napätia prekročí prah, tak komparátor vygeneruje digitálny pulz. Prvý pulz vygenerovaný komparátorom je zaznamenaný ako štart „hitu“. Základné parametre hitov je vidieť na obr. č. 2. Najdôležitejšie parametre, ktoré charakterizujú zaznamenaný hit sú amplitúda a doba trvania. Vzhľadom k tomu, že pri deformácii materiálu sú zdrojmi signálov rôzne fyzikálne udalosti, pri ktorých dochádza k uvoľneniu energie do materiálu, tak je ťažké nastaviť detektor hitov tak, aby sme mohli rozlíšiť úroveň sily signálov AE. Z toho dôvodu je potrebné nastaviť viacero detektorov s rôznymi úrovňami prahov pre detekciu hitov. Každý detektor je teda možné nastaviť rôzne a potom vyhodnocovať nezávisle každý detektor zvlášť.

Amplitúda signálu AE znázorňuje veľkosť hodnoty nameraného napätia na piezoelektrickom snímači. Je to základná veličina pri meraní AE, pretože aby bol signál zaznamenaný, tak amplitúda musí prekročiť nastavenú úroveň prahu [10].

Doba trvania hitu je časový interval od prvého prekročenia prahu až po posledné prekročenie prahu. Tento parameter je udávaný v jednotkách mikrosekundy (μs). Doba trvania signálu AE závisí od amplitúdy signálu a od úrovne filtrovania šumového pozadia.

Doba nábehu, ako je zobrazené na obr. č. 2, je časový interval medzi časom, pri ktorom signál AE prekročil detekčný prah a časom kedy signál dosiahol maximálnu amplitúdu. Tento parameter je udávaný v jednotkách mikrosekundy (μs). Tento parameter môže byť použitý na klasifikáciu materiálovej vady.

Energia signálu AE, alebo aj sila signálu je parameter, ktorý sa používa na vyhodnocovanie veľkosti poškodenia alebo rozrušenia materiálu. Energia signálu AE (energia udalosti) je relatívna energia a je to vlastne integrál výsledného signálu napätia

počas trvania signálu AE. Obyčajne vyhodnocovacie zariadenie počíta elektrickú energiu generovanú napäťovou vlnou nasledovne:

$$E = \frac{1}{R} \int_{t_s}^{t_e} U^2(t) dt \quad (1)$$

- kde R je elektrický odpor meracieho zariadenia, U je merané napätie a t je čas.

2.2. Použité experimentálne postupy

V tejto práci je použitá nová metóda na hodnotenie a charakterizáciu vlastností tvrdých povlakov a to pomocou akustickej emisie. Doteraz bola táto metóda celkom úspešne využívaná pri charakterizácii mechanických vlastností povlakov vnikacou metódou „Scratch test“. V našom prípade sa však pokúsime využiť namerané údaje akustickej emisie, ktorá bola zachytená počas vnikacej skúšky „Mercedes test“. Pokúsime sa vykonať analýzu nameraných údajov zaznamenaných samotným indentačným zariadením, potom tieto údaje porovnať s údajmi nameranými systémom akustickej emisie. Keďže vnikacia skúška „Mercedes test“ je vizuálna skúška, tak podrobne zdokumentujeme miesto vpichu vizuálnou analýzou pomocou rastrovacej elektrónovej mikroskopie. Naším cieľom je pokúsiť sa kvantifikovať adhézivno-kohézivne vlastnosti systému povlak-substrát. Pokúsime sa pomocou akustickej emisie odhadnúť veľkosť kritickej sily, pri ktorej dochádza ku vzniku prasklín povlaku a potom odhadnúť veľkosť sily, pri ktorej nastane odlupovanie povlaku od substrátu, čiže kritickú hodnotu príľnavosti. Z hodnoty kritickej sily sa pokúsime následne určiť lomovú húževnatosť povlaku.

Keďže použité analytické metódy sa líšia v závislosti od vykonávaného experimentu, tak v nasledovnej časti sú zhrnuté jednotlivé použité metódy spoločne aj so stručným popisom.

2.2.1. Rockwell-C test (Mercedes test)

Použitá statická vnikacia skúška, alebo inak nazývaná ako Mercedes test, je indentačnou metódou, pri ktorej sa vtláčaním indentora, v našom prípade diamantového kužeľa s vrcholovým uhlom 120° , do povrchu povlaku s narastajúcou silou zisťujú základné adhézivno-kohézivné vlastnosti systému povlak-substrát. Meranie AE počas statickej indentačnej skúšky

2.2.2. Nanoindentačný test

Nanoindentačné testy sú vykonávané za účelom získania základných mechanických vlastností tvrdých povlakov ako je tvrdosť H a modul pružnosti E .

Nanoindentačná metóda CSM (Continuous Stiffness Measurement) umožňuje kontinuálne meranie tuhosti S testovaného materiálu už počas zaťažovania a nie ako pri klasickej nanoindentačnej metóde, len z počiatočného bodu odľahčenia.

Tvrdosť H a modul pružnosti E boli počítané použitím metódy, ktorú zdefinoval Oliver a Pharr [13]. Pri tejto metóde sa používa na výpočet materiálových vlastností plocha Berkovičovho indentora, a kontaktná plocha indentácie. Okrem základných materiálových parametrov boli takisto počítané aj doplnkové mechanické vlastnosti overovanej vzorky, ktoré definujú celkovú odolnosť voči opotrebeniu tenkého povlaku:

- modul pružnosti E a tvrdosť H . Stredné hodnoty E a H , ktoré boli získané indentáciou do hĺbky medzi 100 až 200 nm, z dôvodu členitosti povrchu vzorky.
- Index plasticity H/E a odolnosť voči plastickej deformácii H^3/E^2 .

2.2.3. Analýza vzoriek prostredníctvom rastrovacej elektrónovej mikroskopie

Táto monitorovacia metóda bola použitá na zisťovanie morfológie povrchu a mikroštruktúry tvrdých povlakov a na pozorovanie miesta odtlačku po indentácii. Touto metódou sme pozorovali defekty v materiáli, ktoré vznikli pôsobením indentora a tieto defekty boli vizuálne vyhodnocované, pričom sa určoval stupeň poškodenia tvrdého povlaku. Tieto výsledky boli ďalej porovnávané s výsledkami nameraných údajov akustickej emisie.

2.2.4. Frekvenčná analýza akustického signálu

Na analýzu vzniku materiálových vád a posúdenie rozsahu vzniknutého poškodenia materiálu bola použitá frekvenčná analýza signálov akustickej emisie. Pre jednoduchosť vizualizácie bola spektrálna analýza ďalej spracovaná pomocou tzv. Welchovej metódy a výsledkom je potom výkonové spektrum, ktoré je možné dobre vizualizovať ako funkciu času a frekvencie. Takto získaný graf je potom možné vizuálne analyzovať a hľadať spojitosť so vznikom a šírením vád v materiáloch.

2.3. Použité experimentálne vyhodnocovacie zariadenia

2.3.1. Nanoindentačné zariadenie

Nanoindentačné testy boli vykonávané pomocou experimentálneho indentačného zariadenia Agilent G200.



Obr. č. 3 Nanoindentačné zariadenie Agilent G200.

Toto zariadenie na indentáciu používa indenter XP head – Berkovičovho typu. Maximálna hĺbka indentácie je 2 μm . Meranie bolo vykonané na povrchu meranej vzorky, pričom bola použitá špeciálna indentačná metóda CSM (Continuous Stiffness Measurement) pri izbovej teplote. Pri indentácii je každá vzorka meraná viackrát a jednotlivé vpichy sa vykonávajú v mriežke po 6 vpichov vedľa seba. Jednotlivé vpichy sú od seba vzdialené 50 μm .

2.3.2. Zariadenie na diagnostiku signálov akustickej odozvy počas indentačnej skúšky

Na meranie akustickej emisie vzoriek s tvrdým povlakom sme navrhli špeciálne zariadenie na vykonávanie statickej indentačnej skúšky a súčasné meranie signálov akustickej emisie. Mikromechanické zariadenie, ktorým sa uskutočňuje meranie

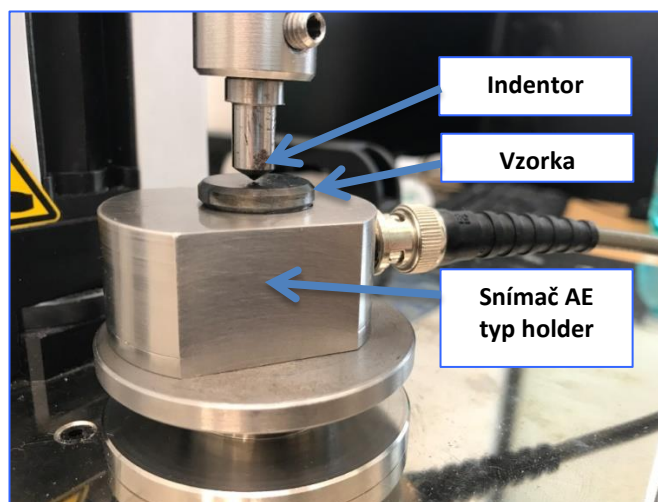
akustických vln uvoľnených pri indentačnej skúške na zvolených materiáloch laboratórnym spôsobom pozostáva z nasledovných meracích zariadení:

- zariadenia na testovanie materiálov UMZ 3K,
- systému na meranie akustickej emisie DAKEL ZEDO.

2.3.3. Opis meracej aparatury na meranie akustickej odozvy počas statickej indentačnej skúšky

Vlastnosti spoločného meracieho zariadenia:

- obe meracie zariadenia komunikujú cez sériovú linku,
- pohyb indentora je kontrolovaný softvérom zariadenia UMZ-3K,
- pridaná nová špeciálna funkcia umožnila vykonávať viacfázové merania,
- viacúrovňové zaťažovanie počas jedného meracieho cyklu,
- rôzne dĺžky výdrže na jednotlivých úrovniach zaťažovacej sily,
- merané veličiny sú exportované cez sériovú linku do meracieho softvéru DAEMON,
- UMZ-3K exportuje spúšťač signál na spustenie automatického záznamu parametrov,
- automatický štart ukladania signálov AE,
- vyhodnotenie nameraných údajov a ich grafické znázornenie.

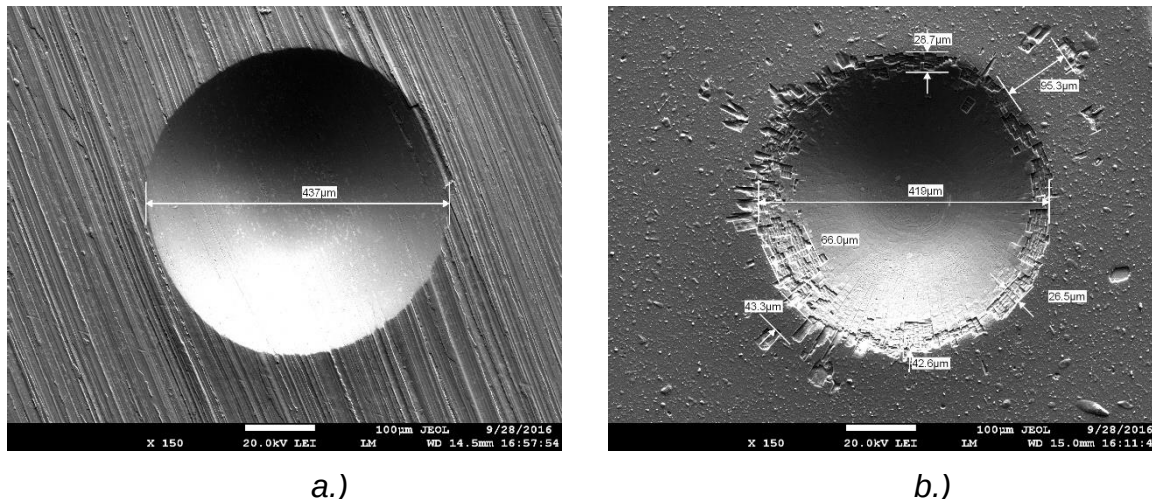


Obr. č. 4 Vzorka počas indentačnej skúšky.

3. ZHODNOTENIE DOSIAHNUTÝCH VÝSLEDKOV EXPERIMENTÁLNYCH MERANÍ.

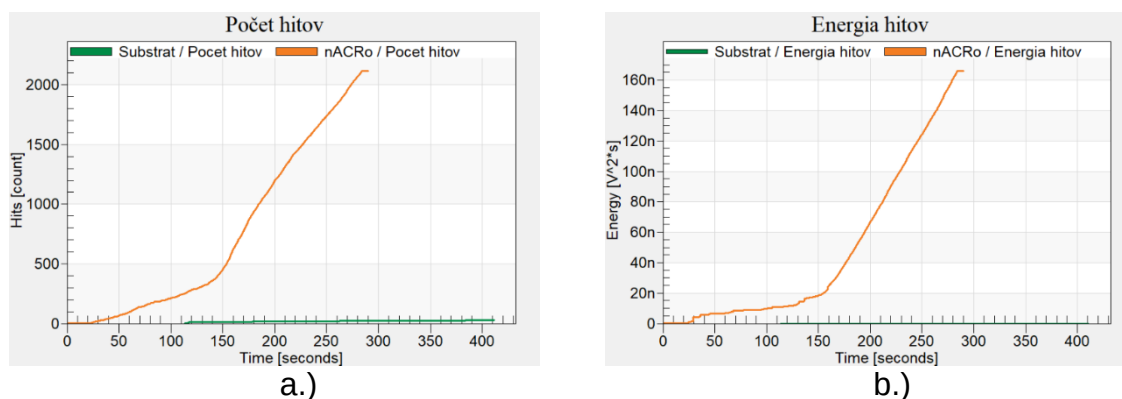
3.1. Overenie detegovateľnosti signálov AE počas indentačnej skúšky

Na obr. č. 5 sú viditeľné odtlačky po indentačnej skúške skenované pomocou REM.



Obr. č. 5 Odtlačok po indentačnej skúške: a.) substrát bez povlaku, b.) povlak nACRo®
I=160 A

Na vzorke s povlakom je možné sledovať trhliny po indentácii, ako aj odlúpnuté plochy povlaku, najmä po obvodu odtlačku. Takisto je vidieť radiálne trhliny, ktoré zasahujú mimo odtlačku až do vzdialenosti 100 μm od okraja vytvoreného indentorom.



Obr. č. 6 Porovnanie priebehov signálov AE: a.) Počet hitov b.) Energia hitov

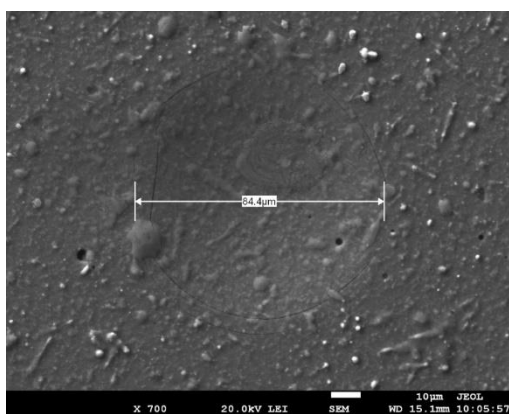
Na obr. č. 6 je možné porovnať jednotlivé záznamy namerané špeciálnym zariadením na vzorke bez povlaku a s povlakom nACRo® pri maximálnom zaťažení 1500 N. Vizuálne je možné vidieť rozdiel v počte nameraných hitov AE. Systém akustickej emisie zaznamenal okolo 2100 hitov akustickej emisie počas indentácie vzorky s tvrdým povlakom nACRo®. Počet hitov zachytených pri indentácii vzorky bez tvrdého povlaku dosiahol počet okolo 30 hitov. Na obr. č. 6 b.) je takisto z priložených priebehov zachytenej energie akustických signálov zjavné, že v prípade indentácie vzorky s povlakom sa do materiálu vplyvom vzniku a šírenia trhlín, ako aj vplyvom odlupovania vrstvy uvoľnilo rádovo viac energie ako pri indentácii len samotného substrátu. Hodnota zachytenej energie hitov vzorky bez tvrdého povlaku má takú nízku

hodnotu, že na priloženom grafe pri zvolenom rozsahu grafická krivka splýva s x-ovou osou.

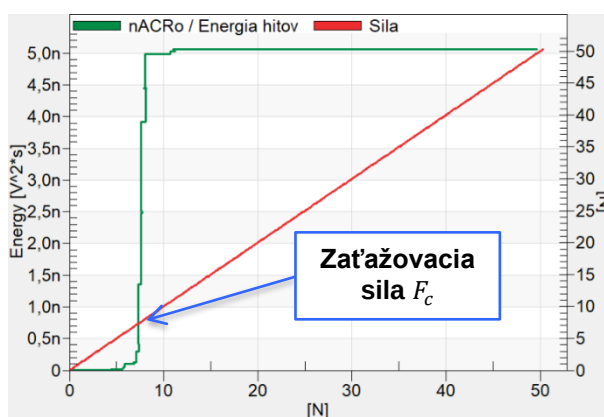
Týmto jednoduchým experimentom sme dokázali, že systémom akustickej emisie je možné zachytiť deformačný vplyv indentácie počas indentačnej skúšky a pri správnom nastavení špeciálneho zariadenia je možné tieto výsledky použiť na kvantifikáciu rozsahu poškodenia systému povlak-substrát.

3.2. Analýza vzniku trhliny v povlaku pomocou AE

Na obr. č. 7 b.) je grafický priebeh zaznamenananej energie hitov akustických signálov versus zaťažovacia sila počas indentácie experimentálnej vzorky. Z tohto priebehu je prehľadne viditeľná veľkosť sily, pri ktorej došlo k zaznamenananiu zvýšenej energie akustického hitu. Táto akustická udalosť bola spôsobená uvoľnením energie zo zdroja, ktorý je v tomto prípade vznik a šírenie kruhovej trhliny v okolí indenterom ovplyvnenej oblasti odtlačku.



a)



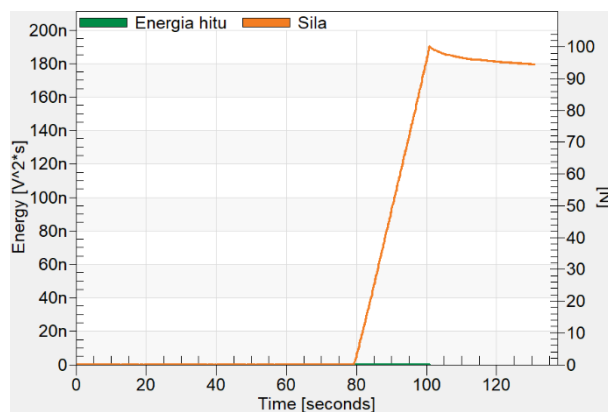
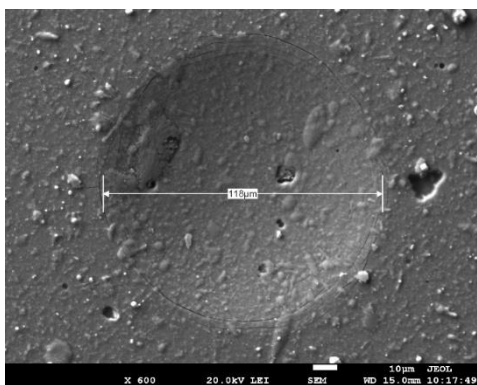
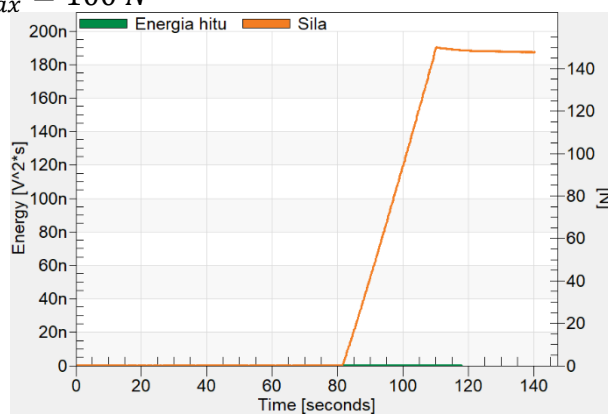
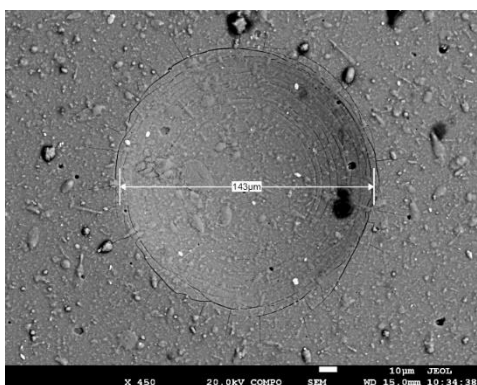
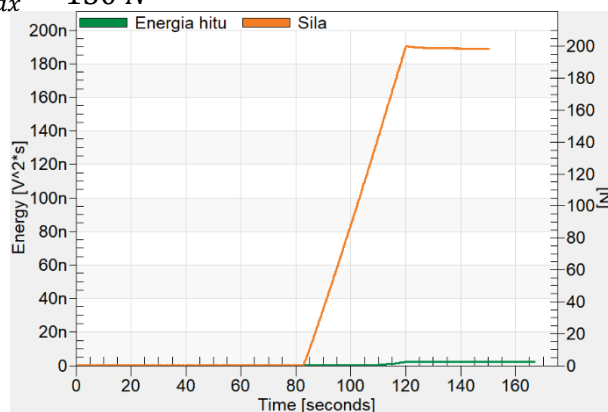
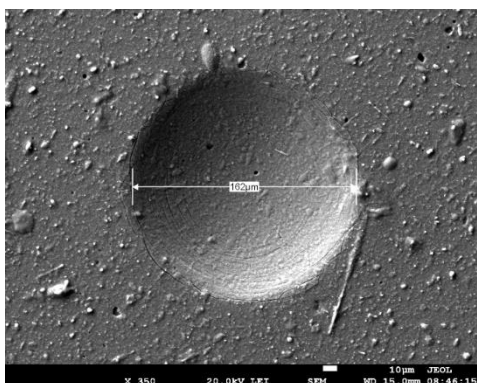
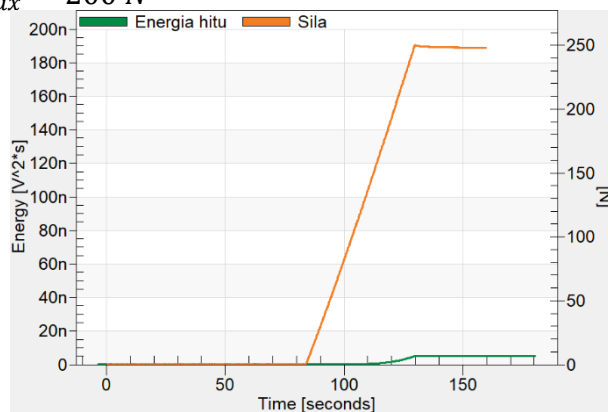
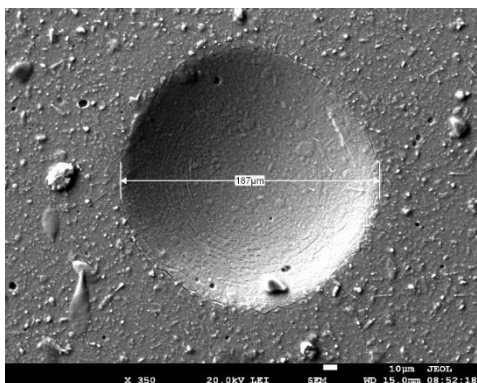
b)

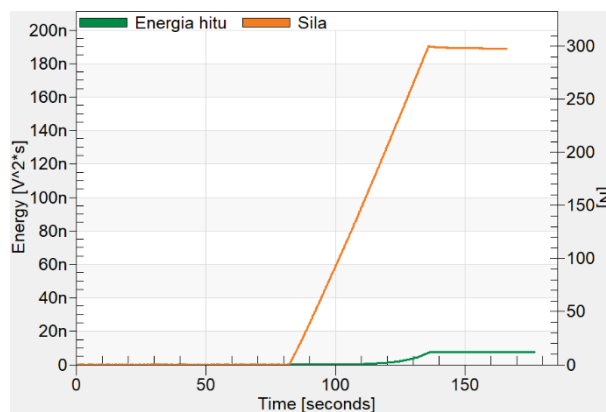
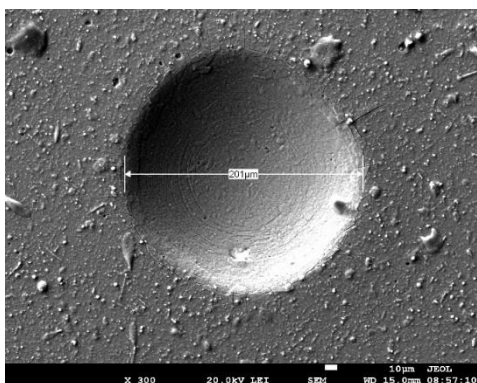
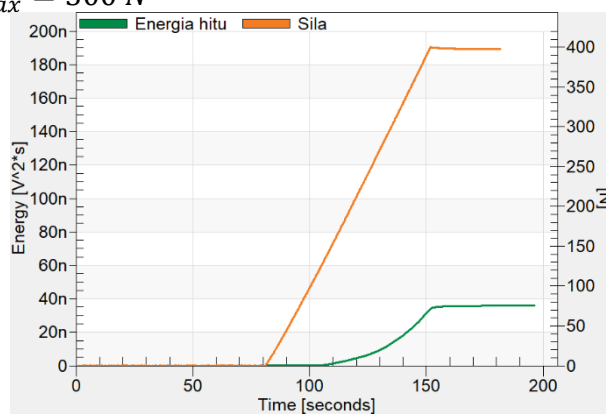
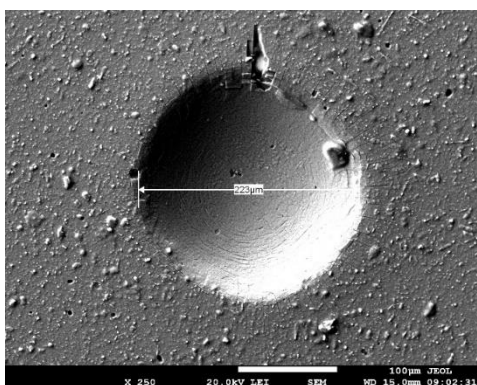
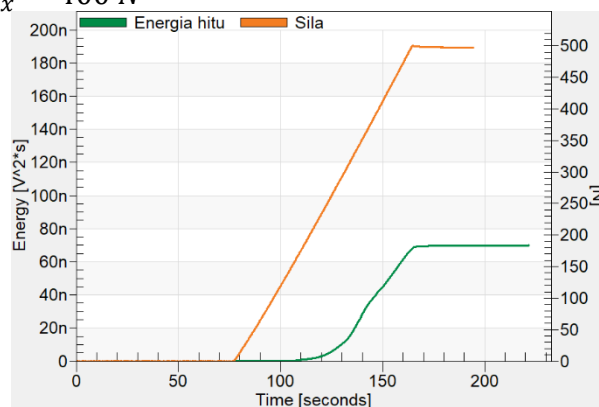
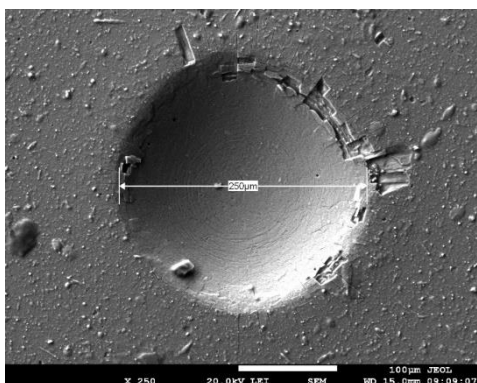
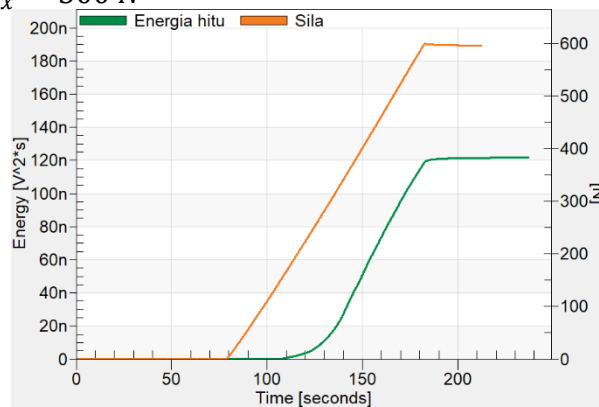
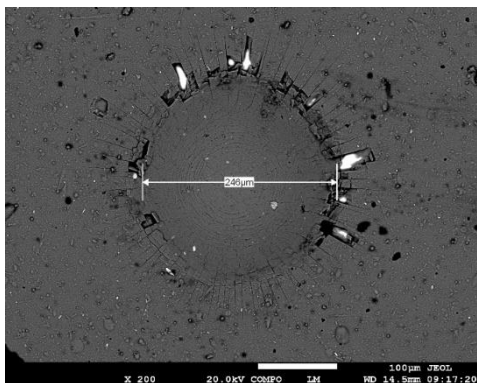
Obr. č. 7 Výsledky indentácie vzorky s povlakom nACRo I=160A so zaťažujúcou silou 50N: a.)sken miesta vpichu, b.) energia signálu AE vs. zaťažovacia sila

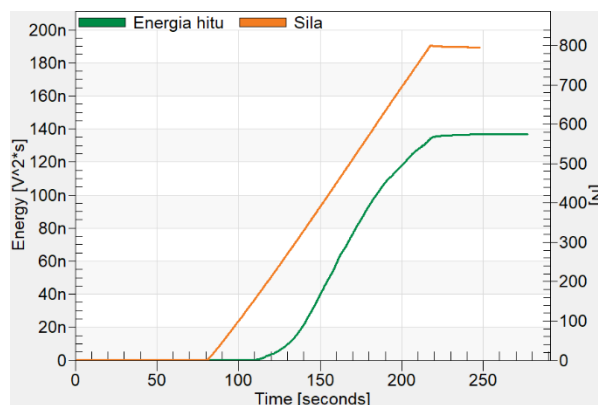
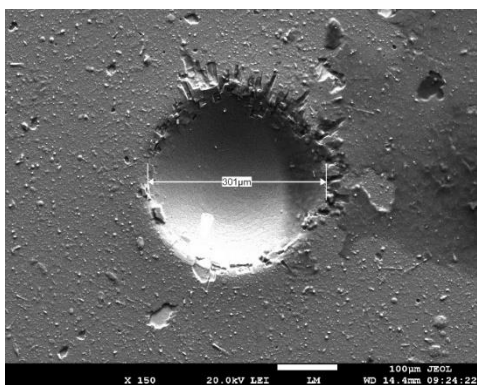
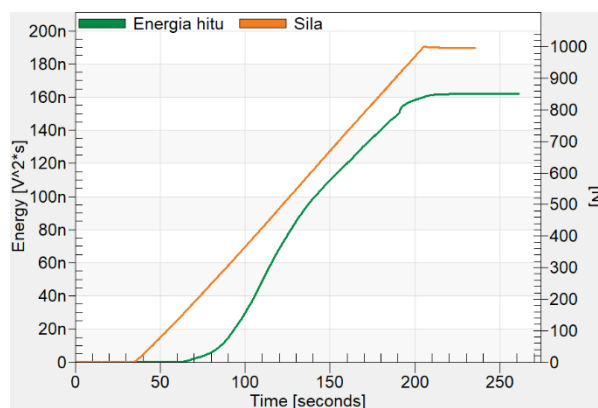
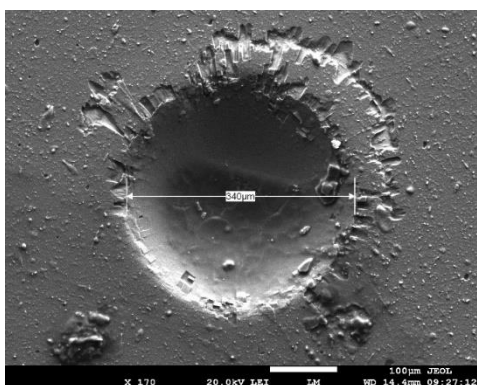
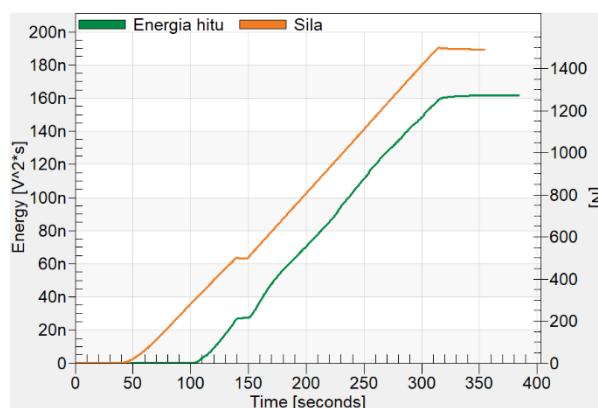
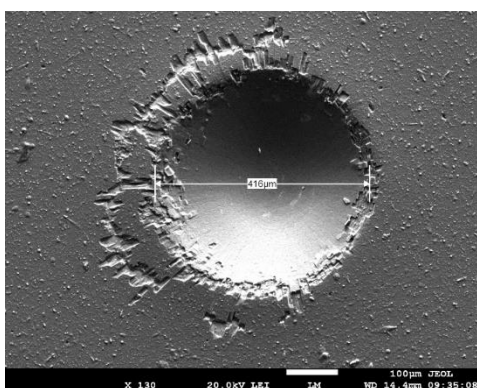
Ak si dosadíme do vzťahu pre výpočet polomeru plastickej zóny $c = \sqrt{\frac{3F_c}{2\pi R_e}}$ hodnotu zaťažujúcej sily $F_c = 7 \text{ N}$ a medza klzu R_e v tlaku použitej nástrojovej ocele je približne 3000 MPa zistíme, že priemer plastickej ovplyvnenej oblasti bol pri tejto sile okolo 70 μm . Hodnota zachytenej energie signálu AE však prudko rástla, až po dosiahnutie indentačnej sily okolo 9 N. Predpokladáme teda, že sa systémom akustickej emisie podarilo zachytiť vznik kruhovej trhliny, ktorá je vidieť na obr. č. 7 a.). Môžeme teda skonštatovať, že akustickou emisiou sme boli schopní detegovať vznik prstencovej trhliny, ktorá vznikne vplyvom zaťaženia v tvrdom povlaku. Vzorka, ktorá bola zaťažovaná silou 50 N, ako je vidieť na obr. č. 7 b.) má viditeľnú trhlínu po obvodu odtlačku. Avšak zaťaženie ešte neprekročilo kritickú hodnotu tak, aby vplyvom deformácie a raste plastickej zóny došlo k odlupovaniu povlaku.

3.3. Diagnostika vzniku trhlín a odlupovania povlaku pomocou AE

Na obr. č. 8 je možné vidieť miesto vpichu pri rôznych zaťažovacích silách, zachytené pomocou elektrónového mikroskopu. Vedľa obrázku miesta vpichu je výstup zo špeciálneho zariadenia, vždy pre danú veľkosť zaťažovacej sily. Zo špeciálneho zariadenia je ako výstup zobrazovaná energia signálu hitu v grafickej forme pre prahovú úroveň hitov0.

a) $F_{max} = 100 \text{ N}$ b) $F_{max} = 150 \text{ N}$ c) $F_{max} = 200 \text{ N}$ d) $F_{max} = 250 \text{ N}$

e) $F_{max} = 300 \text{ N}$ f) $F_{max} = 400 \text{ N}$ g) $F_{max} = 500 \text{ N}$ h) $F_{max} = 600 \text{ N}$

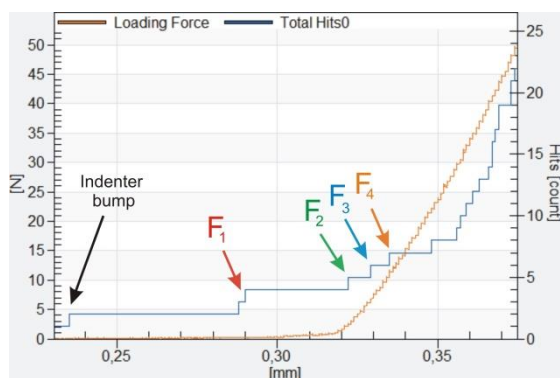
i) $F_{max} = 800 \text{ N}$ j) $F_{max} = 1000 \text{ N}$ k) $F_{max} = 1500 \text{ N}$ Obr. č. 8 Sken miesta vpichu a zaznamenané parametre: sila F , energia hitu 0 .

Experiment začína s počiatočnou indentačnou silou 100 N. Pri tomto zaťažení je vidieť na obrázku z elektrónového mikroskopu, že v povlaku sa vytvorili prstencové trhliny. Energia uvoľnená pri vzniku prstencovej trhliny je relatívne malá v porovnaní s energiou uvoľnenou pri odlupovaní povlaku a preto energia signálov AE zachytených počas testu pri zachovaní daného rozsahu zobrazenia v podstate na grafe nie je viditeľná. Pri zaťažujúcej sile 150 N sú na fotke miesta vpichu viditeľné viaceré prstencové trhliny, ale po okrajoch odtlačku už sú viditeľné aj radiálne trhliny, ktoré vznikajú vplyvom plastickej deformácie substrátu. Veľkosť energie zachytených signálov je však ešte stále nízka. Pri zaťažujúcej sile 200 N, 250 N a 300 N postupne v povlaku vzniká väčšie množstvo trhlín, čo sa prejavuje aj na veľkosti energie zachytených signálov. Z grafického priebehu parametra „energia hitov“ je vidieť so zväčšujúcou zaťažujúcou silou aj postupné zvyšovanie energie signálu a z toho je možné predpokladať, že v povlaku začína dochádzať k významnejšiemu rozvoju

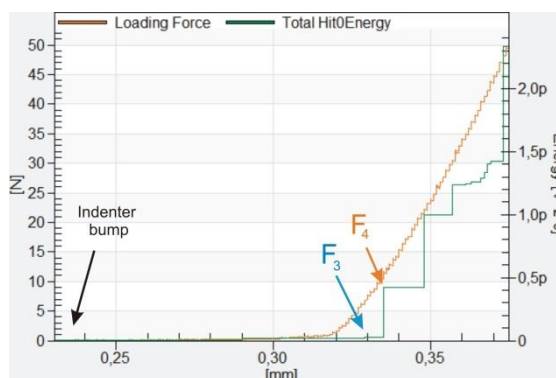
a šíreniu trhlín a tým aj k postupnej strate adhézie po obvode odtlačku, kde sa nachádzajú najviac exponované miesta s najvyšším deformačným napätím. Pri hodnote zaťažujúcej sily 400 N v hornej časti odtlačku je vidieť plôšku s oddeleným povlakom od substrátu. V týchto miestach lokálne napätie prekročilo kritickú hodnotu adhézie systému povlak-substrát. Z priebehov nameraných parametrov je vidieť zrejmy nárast hodnôt energie. Energia signálov, prekročila hodnotu $30 \text{ nV}^2\text{s}$, čiže energia uvoľnená do materiálu vplyvom odlúpnutia povlaku od substrátu je rádovo vyššia ako energie signálov nameraných počas tvorby a šírenia len samotných trhlín. S postupným zvyšovaním zaťažujúcej sily stúpa aj plocha, kde povlak stratil kompletne adhéziu vplyvom vysokého lokálneho napätia spôsobeného deformáciou. Na priložených grafických priebehoch je vidieť značné stúpanie energie signálov hitov so zvyšujúcou záťažovou silou a povrchu odlúpnutej plochy.

3.4. Diagnostika vzniku kruhových trhlín povlaku v mieste indentácie

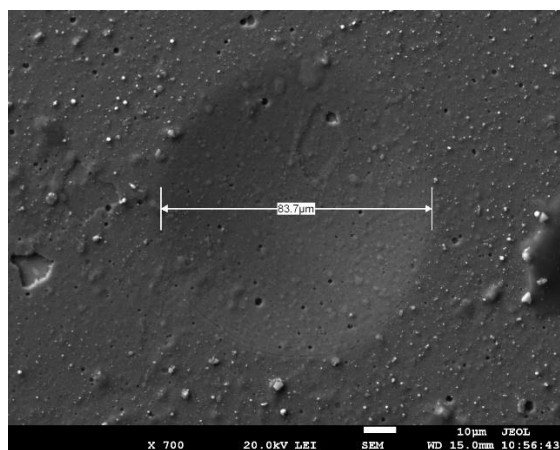
Týmto experimentom sme sa pokúsili identifikovať kritickú zaťažovaciu silu pomocou merania a vyhodnotenia akustických signálov meraných počas indentácie. Ako hodnotiace kritériá boli zvolené parametre akustického signálu a to počet hitov a energia hitu. Tieto dva parametre by mali postačovať na identifikáciu všetkých akustických udalostí v materiáli počas indentácie.



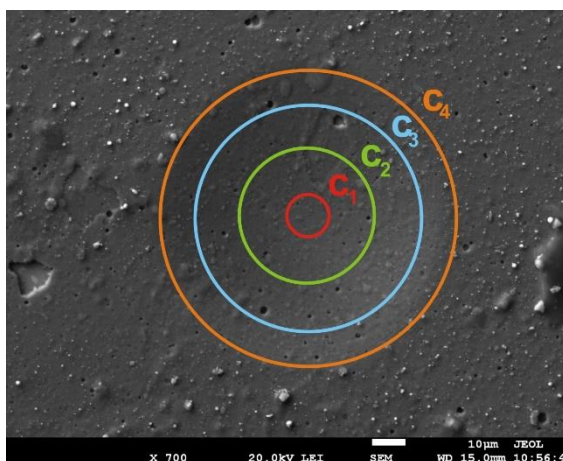
a)



b)



c)



d)

Obr. č. 9 Mercedes test pri $F_{max} = 50 \text{ N}$ na vzorke nACRo[®] deponovanej pri BIASE 85V: a.) počet hitov – zväčšený náhľad, b.) priebeh parametra „Energia hitov“, c.) sken miesta vpichu pomocou REM, d.) vizualizácia priemeru plastickej deformovanej zóny substrátu.

Ako je vidieť na obr. č. 9 a.) z priblíženého grafického priebehu zaznamenaných hitov, tak hneď po náraze indentora na povrch meranej vzorky sme zachytili prvý hit. Ďalšie dva zaznamenané hity nasledujú po posune indentora o $5,5 \mu\text{m}$ od nárazu na povrch vzorky. Táto sila je označená na obr. č. 9 a.) ako F_1 a jej hodnota bola $0,5 \text{ N}$. Ďalšia séria hitov, ako je vidieť z priebehu záznamu, nasledovala po posuve indentora o ďalších $3,5$ až $4,5 \mu\text{m}$. Zaťažovacie sily, pri ktorých došlo k registrácii hitov sú na obrázku označené ako F_2 , F_3 , F_4 a postupne nadobúdali hodnoty $F_2 = 2,5 \text{ N}$, $F_3 = 7 \text{ N}$ a $F_4 = 12 \text{ N}$. Z priebehu počtu hitov ale nie sme schopní určiť, pri ktorej sile došlo k iniciácii trhliny a preto je potrebné pri vyhodnocovaní používať ďalší parameter akustickej emisie a to „Energia hitu“. Práve tento parameter predstavuje ekvivalent disipovanej energie do materiálu v prípade vzniku a šírenia materiálových väd. Tento parameter nadobúda tým vyššie hodnoty, čím viac energie bolo uvoľnenej pri iniciácii materiálovej vady.

Z uvedeného bolo možné určiť, že prvé dva hity pri zaťažovacej sile označenej na obr. č. 9 a.) a b.) ako F_1 a F_2 mali len veľmi nízku intenzitu a teda do materiálu bolo disipované málo elastickej energie. Takže predpokladáme, že tieto prvé zaznamenané hity nie sú sprievodným javom pri iniciácii trhlín. Z priebehu parametra „energia hitov“ však je možné vidieť, že k viditeľnému nárastu uvoľnenej energie došlo pri zaťažovacej sile označenej ako F_4 a preto predpokladáme, že práve pri tejto zaťažovacej sile $F_4 = 12 \text{ N}$ došlo k iniciácii trhliny v tvrdom povlaku vplyvom plastickej ovplyvnenej zóny v substráte.

Tabuľka 1 Vypočítaná hodnota priemeru plastickej zóny v závislosti od kritickej sily F_C

Sila [N]	Hodnota kritickej sily [N]	Medza klzu zákl. materiálu R_e [MPa]	Polomer plastickej zóny [μm]
F_1	0.5	3000	8,9
F_2	2.5	3000	19,9
F_3	7.0	3000	33,4
F_4	12	3000	43,7

Hodnoty vypočítaných polomerov plastickej zóny základného materiálu v dôsledku indentácie uvádza tabuľka 1. Zo zaťažovacej krivky a príslušných zaznamenaných akustických udalostí je možné potom vizualizovať pravdepodobné plastickej ovplyvnené zóny, pri ktorých ako predpokladáme došlo ku vzniku kruhových trhlín v oblasti okraju odtlačku po indentore. Takáto vizualizácia je znázornená na obr. č. 9 d.). Správnosť detekcie trhliny môžeme potvrdiť porovnaním skenu miesta vpichu pomocou REM na obr. č. 9 c.), kde je vidieť trhliny po obvode odtlačku po indentore s priemerom $84 \mu\text{m}$.

3.5. Analýza adhézivno-kohézivného správania tvrdých povlakov počas indentačnej skúšky

V tomto experimente boli vyšetrované mechanické vlastnosti a adhézivno-kohézivné správanie vybraných vzoriek s tvrdými povlakmi nACRo[®] deponovaným pri rôznych podmienkach na substrát z rýchloreznej ocele (STN19 852, HS6-5-2-5) a vzoriek s povlakmi nACo[®] deponovanými na spekanom karbide a rýchloreznej oceli a povlaku TiXCo[®] deponovanom na rýchloreznej oceli. Boli vykonané viaceré experimenty, pričom boli použité dve základné indentačné metódy a to nanoindentácia a makroindentácia. Povrch vzoriek bol tvorený rôznymi povlakmi formovanými pri rôznych podmienkach depozície, resp. na rôzne substráty, čo malo za následok rôzne výsledné mechanické vlastnosti testovaných vzoriek. Tvrdosť H a modul pružnosti E

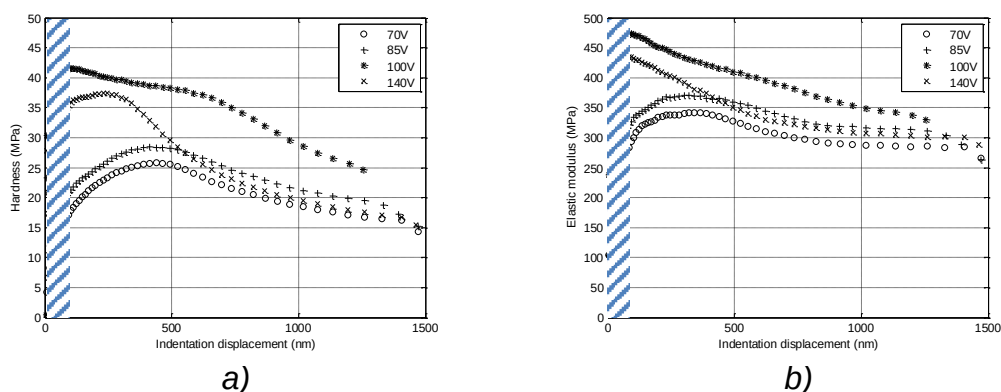
boli experimentálne zisťované pomocou nanoindentácie. Počas makroindentácie bola zaznamenávaná akustická emisia a vyhodnocovacie parametre akustickej emisie boli použité na hodnotenie adhézivno-kohezívnych vlastností systému povlak-substrát.

3.5.1. Nanoindentácia

Podľa výsledkov nameraných parametrov nanoindentácie pre jednotlivé sady vzoriek sme zistili nasledovné:

Vzorky s tvrdými povlakmi nACRo® deponovanými na HSS pri rozdielnych BIASoch.

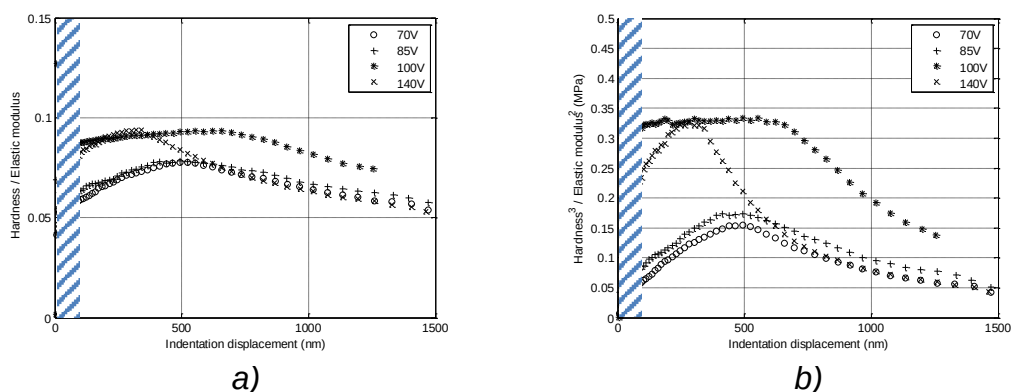
Tvrdosť H a modul pružnosti E



Obr. č. 10 Povlak nACRo® deponovaný pri rôznych BIASoch na substrát z rýchloreznej ocele: a.) tvrdosť H , b.) modul pružnosti E .

Na obr. č. 10 a.) je už viditeľný priebeh tvrdosti H , jednotlivých skúmaných povlakov deponovaných pri rôznych BIASoch. Prvá časť krivky do hĺbky indentácie 100 nm je pre použitie irelevantná z dôvodu povrchových vplyvov, ako napr. drsnosť povrchu a iné, ktoré môžu nesprávne ovplyvniť výsledky merania. Z priebehu tvrdostí jednotlivých povlakov je vidieť, že hodnota tvrdosti so stúpajúcou hĺbkou indentácie klesá, čo môže byť spôsobené vplyvom substrátu. Ako povlak s najvyššou tvrdosťou teda môžeme označiť povlak nACRo® deponovaný pri 100 V. Ďalej nasleduje povlak deponovaný pri 140 V ale jeho tvrdosť so stúpajúcou hĺbkou indentácie padá až na hodnoty zostávajúcich dvoch substrátov deponovaných pri 85 V a 70 V. Veľmi podobný priebeh ako predchádzajúca veličina má aj hodnota modulu pružnosti E , ktorú je vidieť na obr. č. 10 b.).

- Hodnota tvrdosti H a modulu pružnosti E klesala u všetkých vzoriek s narastajúcou hĺbkou indentácie,
- najvyššiu tvrdosť a modul pružnosti spomedzi všetkých meraných vzoriek mal povlak nACRo® deponovaný pri 100 V počas celej doby indentácie,
- povlak nACRo® deponovaný pri BIASe 140 V mal najvyšší pokles hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti s narastajúcou hĺbkou indentácie,
- pri malej hĺbke indentácie majú vyššiu tvrdosť a vyšší modul pružnosti povlaky nACRo® s BIASom 100 V a 140 V
- pri väčšej hĺbke má najvyššiu tvrdosť a modul pružnosti povlak nACRo® s BIASom 100 V a zvyšné tri vzorky dosahovali podobné hodnoty tvrdosti.

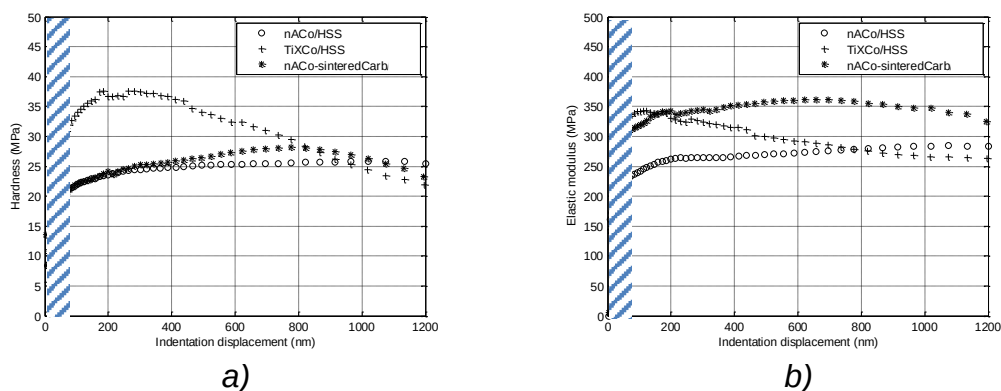
Index plasticity H/E a Deformačný odpor H^3/E^2 .

Obr. č. 11 Priebehy parametrov vzorky s povlakom nACRo® a.) Indexu plasticity H/E b.) deformačného odporu H^3/E^2

- Pri menšej indentačnej hĺbke dosahovala úroveň indexu plasticity ako aj deformačného odporu približne rovnakú hodnotu pri povlakoch deponovaných pri BIAS 100 V a 140 V,
- pri zvyšovaní indentačnej hĺbky *index plasticity* a takisto aj *deformačný odpor* povlaku s BIASom 100 V klesol na hodnoty ostatných dvoch povlakov nACRo® deponovaných pri BIASe 85 V a 70 V.

Nakoniec z oboch vypočítaných indexov opotrebenia / plasticity, ktorých priebeh je možné pozorovať na obr. č. 11 a.) a obr. č. 11 b.) môžeme predpokladať, že pri deformácii pri nízkych hĺbkach je tento pomer: 100 V = 140 V > 70 V = 85 V. Podobne pre väčšie hĺbky sú výsledky opotrebenia mierne odlišné a pomer je: 100 V > 140 V = 70 V = 85 V.

Vzorky s tvrdým povlakom nACo® a TiXCo® deponovanými na rôznych substrátoch

Tvrdosť H a modul pružnosti E 

Obr. č. 12 Priebeh parametrov meraných vzoriek nACo®-HSS, nACo®-SK, TiXCo®-HSS®: a.) tvrdosti H , b.) modulu pružnosti E .

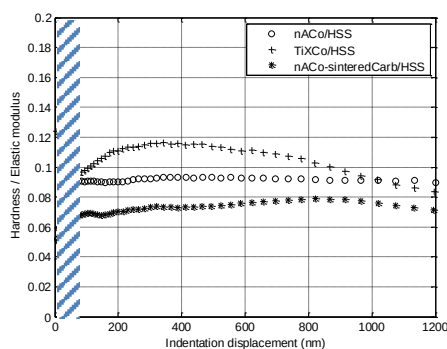
Na obr. č. 12 a.) je viditeľný priebeh tvrdosti H , jednotlivých skúmaných povlakov. Z priebehu je vidieť, že pri nižších hodnotách indentačnej hĺbky je tvrdosť povlaku TiXCo® výrazne vyššia, čo sa však s narastajúcou hĺbkou mení a tvrdosť povlaku TiXCo® zostupuje až na hodnoty povlaku nACo®.

Hodnota modulu pružnosti E dosahovala vyššie hodnoty v prípade povlaku nACo® deponovanom na spekanom karbide. Modul pružnosti povlaku TiXCo® pri nižšej indentačnej hĺbke dosiahol hodnotu porovnateľnú s povlakom nACo® na spekanom karbide, ale táto hodnota s pribúdajúcou hĺbkou klesala až na hodnoty modulu pružnosti povlaku nACo® deponovanom na rýchloreznej oceli vid' obr. č. 12 b.).

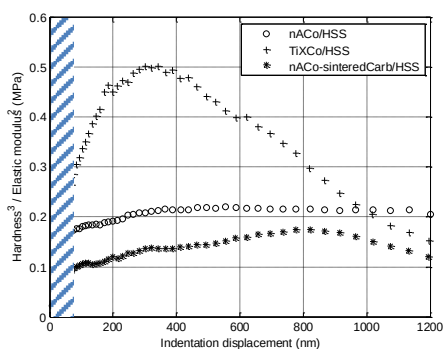
Z druhej sady vzoriek pozostávajúcej z dvoch substrátov nACo® a TiXCo® deponovanými na rozdielnych substrátoch sa nanoindentačným meraním zistilo že:

- povlak TiXCo® deponovaný na rýchloreznej oceli má pri malej hĺbke indentácie najvyššiu tvrdosť, ktorá sa však s pribúdajúcou hĺbkou indentácie znižuje až na úroveň tvrdosti ostatných dvoch meraných substrátov. Pribeh modulu pružnosti E je podobný priebehu tvrdosti čiže s pribúdajúcou hĺbkou indentácie klesá.
- Povlaky nACo deponované na oboch substrátoch majú pri malých hĺbkach substrátu rovnakú tvrdosť, ktorá sa s pribúdajúcou hĺbkou mierne zvyšuje. Hodnota tvrdosti povlaku deponovaného na spekanom karbide dosahuje mierne vyššie hodnoty s pribúdajúcou hĺbkou indentácie. Opačná situácia v porovnaní s tvrdosťou nastala pri module pružnosti, pričom povlak nACo® deponovaný na spekanom karbide dosahuje vyššie hodnoty v celom priereze.
- Všetky zmeny tvrdosti povlakov s pribúdajúcou hĺbkou indentácie sú pravdepodobne ovplyvňované substrátom na ktorom sú deponované.

Index plasticity H/E a Deformačný odpor H^3/E^2



a)



b)

Obr. č. 13 Priebeh parametrov meraných vzoriek nACo®-HSS, nACo®-SK, TiXCo®-HSS®: a.) index plasticity H/E , b.) priebeh deformačného odporu H^3/E^2 .

Z oboch vypočítaných indexov opotrebenia / plasticity, ktorých priebeh je možné pozorovať na obr. č. 13 a.) a obr. č. 13 b.) môžeme predpokladať, že pri deformácii pri nízkych hĺbkach sa ako najodolnejší povlak ukazuje povlak TiXCo® deponovaný na rýchloreznej oceli, pričom povlaky nACo® sú menej odolné voči deformácii a opotrebeniu. Situácia sa však s pribúdajúcou hĺbkou indentácie mení a pri väčšej hĺbke sa parametre všetkých meraných povlakov vyrovnávajú a dosahujú približne rovnaké hodnoty.

- Index plasticity ako aj deformačný odpor povlaku TiXCo® deponovanom na rýchloreznej oceli dosiahol pri menšej indentačnej hĺbke najvyššiu hodnotu zo

všetkých povlakov tejto sady vzoriek, pričom hodnota oboch týchto parametrov klesala s pribúdajúcou hĺbkou indentácie až na hodnoty ostatných vzoriek.

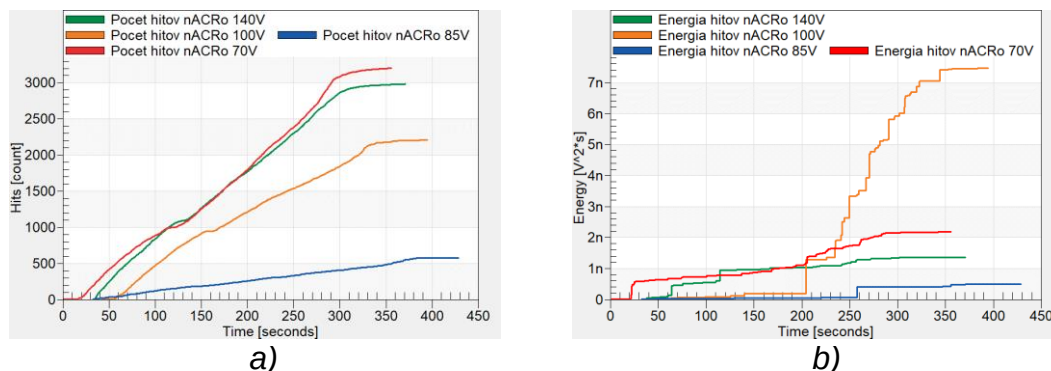
- Povlaky nACo[®] vykazujú aj pri týchto indentačných parametroch rozdielne úrovne, ktoré sa menia len minimálne so stúpajúcou hĺbkou indentácie. Počas celej doby indentácie dosahoval povlak nACo[®] deponovaný na rýchloreznej oceli vyššie hodnoty oboch parametrov indexu plasticity a deformačného odporu.

Medzi povlakmi nACo[®], ktoré sú deponované na rôznych substrátoch boli namerané rozdielne hodnoty *tvrdosti* a *modulu pružnosti*, čo ovplyvnilo aj parametre *index plasticity* ako aj *deformačný odpor* povlaku. Keďže povlak nACo[®] deponovaný na spekanom karbide mal vyššie namerané hodnoty modulu pružnosti to spôsobilo, že v jeho prípade boli dosiahnuté najnižšie hodnoty parametrov *indexu plasticity* ako aj *deformačného odporu*.

3.5.2. Makroindentácia a meranie akustickej emisie

Podľa výsledkov nameraných parametrov akustickej emisie počas indentačného testu pre jednotlivé sady vzoriek sme zistili nasledovné:

Vzorky s tvrdými povlakmi nACRo[®] deponovanými na HSS pri rozdielnych BIASoch.

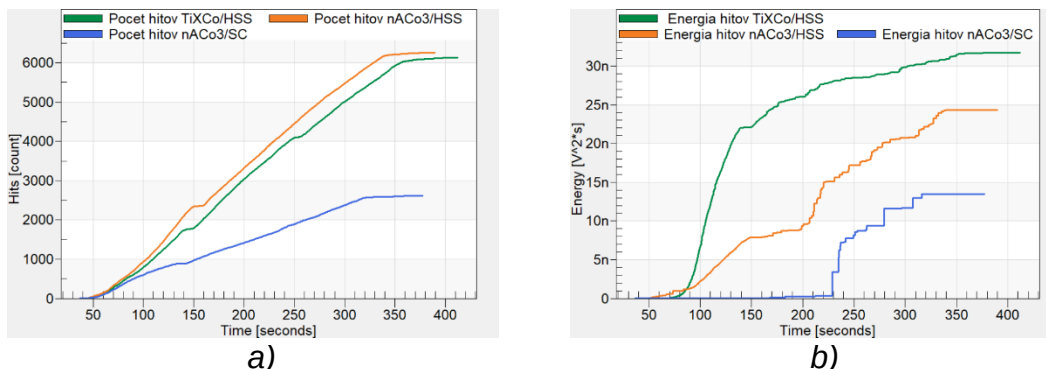


Obr. č. 14 Priebeh parametrov AE meraných vzoriek nACRo[®]-HSS pri rôznych BIASoch: a.) celkový počet hitov, b.) celková energia hitov.

Z výsledkov zaznamenaných akustických signálov počas makroindentácie s maximálnou zaťažovacou silou 1500 N boli zistené nasledovné závery, ktoré boli potvrdené vizuálne pomocou REM:

- pri vysokom zaťažení povlaku je najmenej náchylný na počet vzniknutých trhlín povlak nACRo[®] s BIASom 85 V,
- povlak nACRo[®] s BIASom 100 V je mierne náchylnejší na vznik trhlín,
- najnáchylnejšie na praskanie sú povlaky s BIASom 70 V a 140 V,
- na odlupovanie tenkej tvrdej vrstvy je najnáchylnejší povlak nACRo[®] s BIASom 100 V,
- najmenej náchylný je povlak nACRo[®] s BIASom 85V,
- povlaky nACRo[®] s BIASom 70V a 140V sú mierne náchylnejšie na odlupovanie vrstvy, ale dosiahli veľmi dobrú úroveň odolnosti voči strate adhézie.

Vzorky s tvrdým povlakom nACo® a TiXCo® deponovanými na rôznych substrátoch.



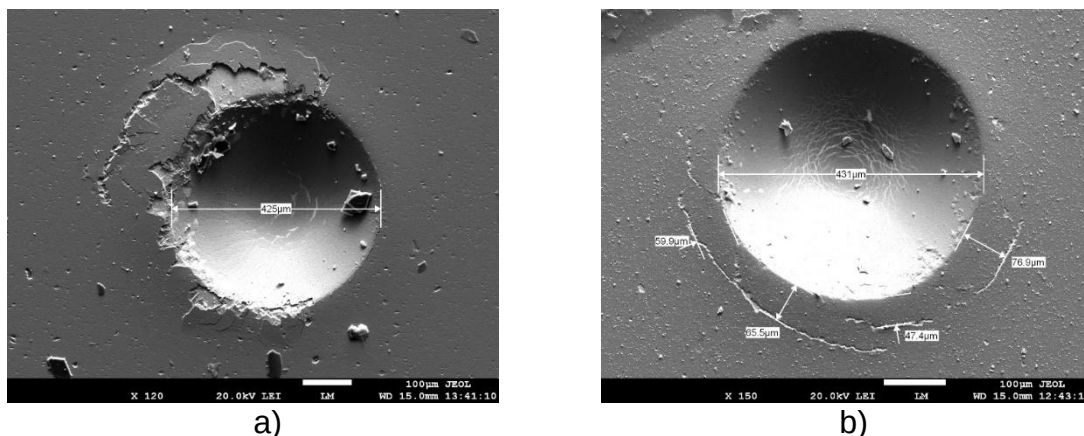
Obr. č. 15 Pribeh parametrov AE meraných vzoriek TiXCo®/HSS, nACo®/HSS, nACo®/SK: a.) celkový počet hitov, b.) celková energia hitov.

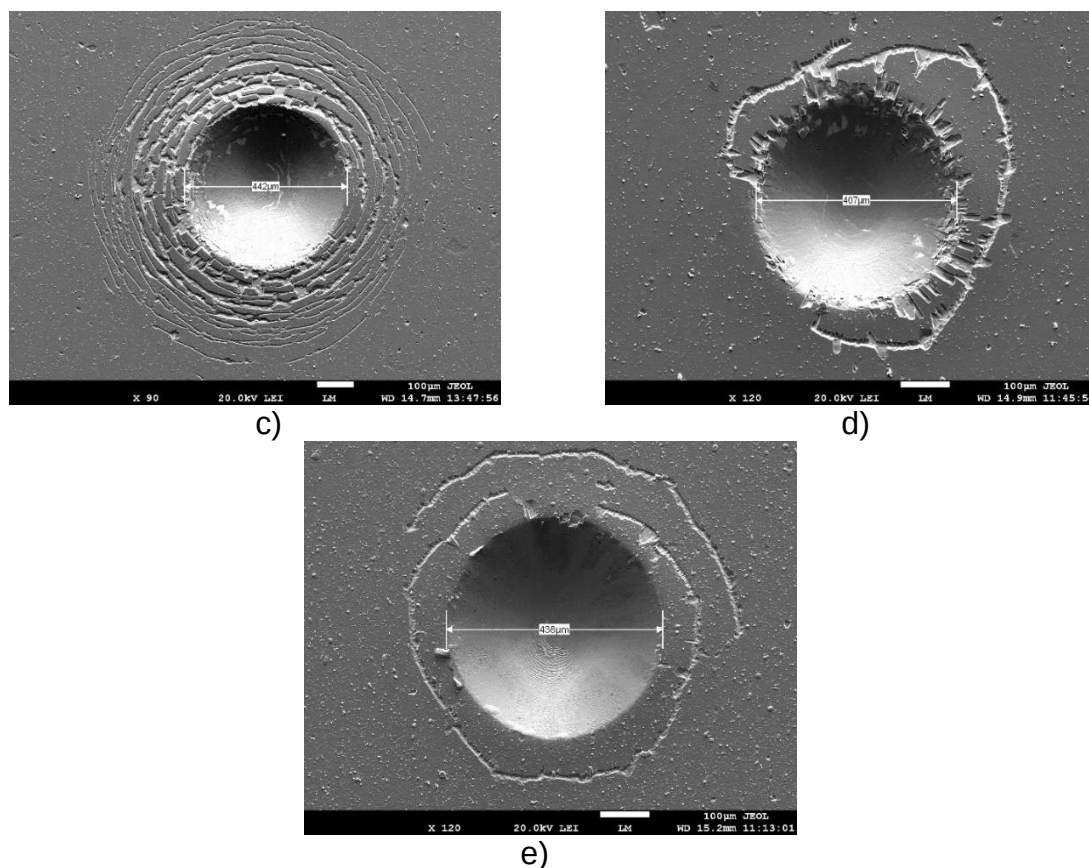
Z výsledkov zaznamenaných akustických signálov počas makroindentácie s maximálnou zaťažovacou silou 1500 N boli zistené nasledovné závery, ktoré boli potvrdené vizuálne pomocou REM:

- z priebehov parametrov počet hitov zaznamenaných pri vysokom zaťažení je zrejmé, že najnáchylnejšie na vznik trhlín a následné praskanie povlaku sú obidva povlaky deponované na rýchloreznej oceli a to TiXCo® a nACo®,
- najmenej náchylný na praskanie z tejto meranej sady vzoriek je povlak nACo® deponovaný na spekanom karbide,
- pomocou parametra energia hitov bolo možné určiť, že najnáchylnejší na stratu adhézie povlaku ako aj odlupovaniu pri vysokých zaťaženiach je povlak TiXCo® deponovaný na rýchloreznej oceli po tom o niečo menej náchylný je povlak nACo® na rýchloreznej oceli a najmenej náchylný je povlak nACo® deponovaný na spekanom karbide.

3.5.2.1. *Analýza miesta vpichu pomocou elektrónovej rastrovacej mikroskopie*

Miesta vpichu všetkých skúmaných vzoriek boli po indentácii skenované rastrovacím elektrónovým mikroskopom. Skeny boli potom analyzované vizuálne na prítomnosť trhlín v oblasti odtlačku, ako aj existenciu delaminovaných oblastí v okolí odtlačku, kde mohlo dôjsť ku strate adhézie tvrdého povlaku. Takisto bol opticky zmeraný priemer kruhového odtlačku, ktorý vznikol po indentácii vid' obr. č. 16.





Obr. č. 16 Detail miesta indentácie vzoriek: a.) nACRo®/HSS BIAS 70V, b.) nACRo®/HSS BIAS 85V, c.) nACRo®/HSS BIAS 100V, d.) nACRo®/HSS BIAS 140V, e.) TiXCo®/HSS, f.) nACo®/HSS, g.) nACo®/SK.

Číselné vyjadrenie adhézie a teda miery praskania a odlupovania vrstiev pri zaťažení je na základe stupnice podľa normy VDI3198 [14]. Vyhovujúcu kvalitu podľa tejto tejto normy majú len vrstvy ohodnotené nanajvyš číslom 2. Kvantitatívne vyhodnotenie príľnavosti hodnotených tenkých tvrdých vrstiev sa nachádza v nasledujúcej tabuľke:

Tabuľka 2 Adhézia systému tenká vrstva substrát

Označenie vzorky	Tvrdosť H [GPa]	Adhézia
nACRo® Platit BIAS 70 V	19.0 ± 1.3	HF2
nACRo® Platit BIAS 85 V	21.2 ± 1.6	HF1
nACRo® Platit BIAS 100 V	41.3 ± 3.5	HF5
nACRo® Platit BIAS 140 V	33.8 ± 1.6	HF1
nACo® na HSS	24.7 ± 1.1	HF3
TiXCo® na HSS	38.6 ± 1.3	HF4
nACo® na SK	25.4 ± 1.54	HF2

Podľa výsledkov vizuálnej analýzy ako indikuje tabuľka 2, tak nevyhovujúcu adhéziu majú tri vzorky a všetky ostatné hodnotené vrstvy mali vyhovujúcu adhéziu. Nevyhovujúcu adhéziu vrstvy podľa normy VDI3198 mala vzorka s tvrdým povlakom nACRo® deponovaná pri BIASe 100 V a z druhej sady vzoriek to boli obidva povlaky nACo® aj TiXCo® deponované na rýchloreznej oceli, pretože sme po indentácii zaznamenali odlúpnutie povlaku aj vo väčšej vzdialenosti od okrajov odtlačku. V hodnotení kvality adhézie povlakov dopadli najhoršie povlaky nACRo® deponovaný pri BIASe 100V a povlak TiXCo®, ktoré mali pri indentácii namerané vyššie hodnoty

indentačnej tvrdosti. Výsledky vizuálnej kontroly a hodnotenia všetkých povlakov pomocou normy VDI3198 korešpondujú s výsledkami nameranými pomocou systému akustickej emisie.

ZÁVER

Mnohé materiálové vlastnosti tenkých tvrdých povlakov je možné experimentálne merať rôznymi indentačnými metódami. V tejto práci je podrobne popísaný postup kvantifikácie základných materiálových vlastností tvrdých povlakov na základe indentačnej skúšky. Cieľom tejto práce bolo meranie a vyhodnocovanie adhézivno-kohézivných vlastností systému povlak-substrát pomocou analýzy akustických emisných udalostí spojených s indentáciou diamantového kužela (modifikovaná metóda HRC) do tvrdých povlakov nanesených na substráty z rýchloreznej ocele a spekaného karbidu.

Na meranie a zisťovanie materiálových vlastností tvrdých povlakov a adhézie povlakov k povrchu substrátu pomocou akustickej emisie bolo vyvinuté špeciálne experimentálne zariadenie. Toto zariadenie pozostávalo z upraveného zariadenia na testovanie materiálov UMZ 3K (Micro-Epsilon), ktoré zabezpečovalo pôsobenie záťažovej sily a posuvu indentora počas statickej indentačnej skúšky a zariadenia na meranie akustickej emisie DAKEL ZEDO (Dakel). Obe zariadenia boli vzájomne prepojené sériovou linkou, čo umožnilo automatický zber dát z oboch zariadení. Výhodou tohto usporiadania je, že celý priebeh experimentu vrátane zberu a ukladania dát prebieha úplne automaticky na jednom riadiacom počítači. Priebeh všetkých parametrov experimentu je možné vidieť online a teda je možné už počas indentačného testu predbežne vyhodnocovať priebeh AE a tým aj charakter povlaku.

Experimentálnym zariadením boli vykonané indentačné merania viacerých typov tvrdých povlakov. Pri experimentoch pomocou špeciálneho meracieho zariadenia sa vychádzalo z podmienok klasickej indentačnej skúšky vyvinutej Zväzom nemeckých inžinierov (Daimler-Benz test) doplnenej o online registrácie AE. Na základe vyhodnotenia výsledkov nameraných týmito zariadením je možné konštatovať, že systém po dôslednej kalibrácii je vhodný na zisťovanie adhézie tvrdého povlaku k povrchu substrátu, ako aj na detekciu základných materiálových veličín, pri ktorých dochádza k strate adhézie.

V kapitole 3 sú zhodnotené výsledky súboru experimentov, kde sme zisťovali vhodnosť použitia experimentálneho zariadenia na kvantifikáciu adhézie tvrdých povlakov pomocou zaznamenaných signálov akustickej emisie. Postupne boli vykonané experimenty najskôr na dokázanie dostatočnej citlivosti zariadenia na detekciu vzniku trhlín pri indentácii a potom na kvantifikáciu straty adhézie pomocou systému na meranie akustickej emisie. Výsledky meraní sme porovnali vizuálne pomocou rastrovacej elektrónovej mikroskopie v mieste indentácie a vyhodnotili podľa normy VDI 3198.

Výsledky meraní zaznamenané pomocou experimentálneho zariadenia boli ďalej porovnané s nameranými a vypočítanými veličinami materiálových vlastností tvrdých povlakov z nanoindentačnej metódy. Tieto výsledky jednotlivých meraní pomocou dvoch rôznych vyhodnocovacích metód navzájom korelovali, pričom môžeme deklarovať vhodnosť akustickej emisie na zisťovanie vzniku a šírenie trhlín ako aj stratu adhézie počas indentácie tvrdých povlakov. Konštatujeme, že zariadenie môže byť použité na detegovanie vzniku a rozvoja trhlín pri indentácii v rôznych materiáloch, nie len v systéme povlak-substrát.

Výsledky tejto práce by mali ďalej poslúžiť ako metodický základ k meraniu akustickej emisie pri indentačných testoch. Laboratórne skúšky by mali poslúžiť k lepšiemu poznaniu procesov pri indentácii, pričom cieľom výskumu, ktorým by sa táto problematika mala ozrejmiť je nájsť vhodnú teoretickú základňu pre tento fenomén a dostatočne objasniť procesy vzniku akustických signálov pri indentácii materiálov. K tomuto cieľu by mala poslúžiť aj podrobná štúdia emisných signálov metódou spektrálnej analýzy.

Namerané a vyhodnotené výsledky monitorovania akustickej emisie sú vhodným podkladom pre monitorovanie a diagnostiku priebehu indentačného procesu. Pri indentácii totiž existuje viacero emisných zdrojov, ktoré budú zaručene dostatočne silné, aby ich zachytila meracia aparatura. Počas indentácie však nastáva iný prípad, kedy je aktívnych viacero akustických zdrojov, pričom veľmi dôležité bude tieto signály od seba oddeliť a priradiť k správne mu zdroju tak, aby signály mali správnu výpovednú hodnotu. Práve k takémuto rozpoznaní jednotlivých signálov napomáha aj štúdia akustického správania sa materiálov pri indentačných skúškach.

Z výsledkov dizertačnej práce vyplýva, že pomocou systému na meranie akustickej emisie počas makroidentácie je možné vyhodnocovať:

- vznik a rozvoj trhlín a materiálových väd v povlakoch pri nízkych zaťažovacích silách,
- praskanie tvrdých povlakov pri vysokých zaťaženiach,
- odlupovanie a delamináciu tvrdých povlakov,
- kritickú zaťažovaciu silu, pri ktorej dôjde k vzniku trhliny,
- stanoviť zaťaženie, kedy začne dochádzať k odlupovaniu tvrdého povlaku.

Tým sa splnil pôvodný cieľ tejto práce a to nájsť efektívnejší spôsob a vhodnejšiu metódu hodnotenia celkových adhézných a tribologických vlastností tvrdých povlakov deponovaných na tvrdých substrátoch. Jednou z najväčších výhod použitia tejto pokročilej metódy charakterizácie tvrdých povlakov, je rýchla a presná detekcia praskania a odlupovania tvrdých povlakov. Takisto je možné pomocou tejto metódy presne určovať veľkosť zaťažovacej sily, pri ktorej dochádza ku vzniku trhlín, resp. odlupovaniu povlaku.

ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV

- [1] Lockwood D.J.: Nanostructured Coatings, Nanostructure science and technology, ISBN-10: 0-387-25642-3, Springer Science+Business Media, LLC, 2006
- [2] Musil J., "Hard and superhard nanocomposite coatings," Surf. Coat. Technol., vol. 125, no. 1, pp. 322–330, 2000.
- [3] Musil J., Novák P., Cerstvy R., Soukup Z., J. Vac. Sci. Technol. A 28 (2010) 244.
- [4] Hellier J. CH.: Acoustic Emission Testing, Handbook of Nondestructive Evaluation, The McGraw-Hill Companies, Inc., 2001, ISBN 0-07-028121-1.
- [5] Scruby, C. B. Instrument Science and Technology. An Introduction to Acoustic Emission. Journal of Physics E, Scientific Instruments, 1987, pp. 8. 20: 946-953.
- [6] Tensi H.M., The kaiser-effect and its scientific background, Metallurgie und Metallkunde, Technische Universität München, Munich, Germany 2004
- [7] Zkoušení materiálů a výrobků metodou akustické emise – Názvosloví, Smernica celoštátneho defektoskopického strediska, 1987.
- [8] Huang, M., et al., Using acoustic emission in fatigue and fracture materials research. JOM, 1998. 50(11): p. 1-14.
- [9] ISO 12716:2001(E). © ISO 2001. INTERNATIONAL. STANDARD. ISO. 12716. First edition. 2001-06-15. Non-destructive testing — Acoustic.
- [10] Grosse, C., OHTSU M., Acoustic Emission Testing: Basics for Research - Applications in Civil Engineering. 2008, Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
- [11] Md Nor, N., et al., Relationship between acoustic emission signal strength and damage evaluation of reinforced concrete structure: Case studies. 2011
- [12] Manuál k systému na meranie akustickej emisie DAKEL XEDO, fy. DAKEL, Praha 1998
- [13] Pharr G.M. And Oliver W.C.,: Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation, 1992.
- [14] Verein Deutscher Ingenieure Normen, VDI 3198, VDI-Verlag, Dusseldorf, 1991.

SÚHRN

Drobny, Peter: *Štúdium materiálových vlastností a adhézie povlakov pomocou akustickej emisie.* [Dizertačná práca] - Slovenská technická univerzita v Bratislave. Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave; Ústav materiálov – Školiteľ: prof. Ing. Ľubomír Čaplovič, PhD. – Trnava: MTF STU, 2020, počet s. 31.

Kľúčové slová: tvrdé nanokompozitné povlaky, PVD, LARC®, depozičné parametre, mechanické vlastnosti povlakov, adhézia, indentácia, akustická emisia.

Predkladaná práca sa zaoberá hodnotením materiálových vlastností a adhézie tenkých oteruvzdorných povlakov pomocou akustickej emisie.

Stále vyššie nároky na zlepšovanie tribologických vlastností obrábacích nástrojov sa dajú dosiahnuť modifikáciou povrchovej vrstvy nástrojov a tak zachovať ich pomerne dobrú odolnosť proti plastickej deformácii a znížiť oter povrchu deponovaním tvrdých povlakov, ktoré zvyšujú oteruvzdornosť rezných materiálov. Pri vysokom zaťažení sa však môžeme stretnúť aj pri tvrdých povlakoch so stratou adhézie, čo môže viesť k poškodeniu systému povlak-substrát.

Aby sme mohli účinne reagovať na takéto poškodenia je potrebné postupne objasňovať mechanizmy takejto straty a pokúsiť sa nájsť vhodné diagnostické metódy, ktorými je možné odhaliť resp. dostatočne skoro spozorovať a kvantifikovať rozsah poškodenia bez potreby ďalšej zdĺhavej analýzy. V tomto prípade vychádzame z predpokladu, že deformácia systému povlak-substrát a následné poškodenie povlaku sa akusticky prejavuje a tento akustický signál je merateľný systémom akustickej emisie.

Rešeršná časť obsahuje prehľad vzniku tvrdých povlakov a ich rastu, ktoré majú vplyv na výsledné vlastnosti tenkých vrstiev. Na túto kapitolu nadväzuje prehľad indentačných metód hodnotenia vlastností tenkých oteruvzdorných vrstiev ako je nanoindentácia resp. Mercedes test.

Cieľom práce bolo zostavenie špeciálneho vyhodnocovacieho zariadenia na meranie akustickej emisie počas indentačných testov. Skúmané tvrdé povlaky boli týmto zariadením testované a boli vyhodnocované ich mechanické a adhézivno-kohézivné vlastnosti pomocou vyhodnotenia nameraných signálov akustickej emisie.

ABSTRACT

Drobný, Peter: Study of material properties and adhesion of coatings using acoustic emission [PhD thesis] - Slovak University of Technology in Bratislava. Faculty of Materials Science and Technology in Trnava; Institute of Materials Science – Thesis supervisor: prof. Ing. Ľubomír Čaplovič, PhD. – Trnava: MTF STU, počet s. 31.

Key words: hard nanocomposite coatings, PVD, LARC®, deposition parameters, coatings mechanical properties, adhesion, indentation, acoustic emission.

Dissertation thessis deals with evaluation of material properties and adhesion of hard coatings using acoustic emission.

Higher requirements on cutting tools wear properties could be reached by appropriate surface modification with hard coatings which keep very good plastic deformation resistance and enhance wear resistance of the surface. Hard coatings could lost adhesion by very high loading and this could lead to coating-substrate system damage. In order to be able react effectively on such damage it's necessary to clarify the mechanisms of such loss and try to find suitable diagnostic methods by which it is possible to detect or observe and quantify the extent of the damage. without the need for further analysis. In this case, we assume that the deformation of the coating-substrate system and the subsequent damage of the coating is acoustically manifested and this acoustic signal is measurable by the acoustic emission system.

The research part contains an overview of the formation of hard coatings and their growth, which affect the resulting properties of thin layers. This chapter is followed by an overview of indentation methods for evaluating the properties of coatings such as nanoindentation or. Mercedes test.

The aim of the work was to develop a special device for measuring acoustic emission during indentation tests. The investigated hard coatings were tested with this device and their mechanical and adhesive-cohesive properties were evaluated from acoustic emission signals analysis.

PUBLIKAČNÁ ČINNOSŤ AUTORA

Drobny, P. -- Mercier, D -- Koula, V. -- Škrobáková, S. I. -- Čaplovič, Ľ. -- Sahul, M. Evaluation of Adhesion Properties of Hard Coatings by Means of Indentation and Acoustic Emission. In Coatings 2021, 11, 919, <https://doi.org/10.3390/coatings11080919>

DROBNÝ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. -- SAHUL, M. -- BABINCOVÁ, P. -- KOULA, V. Acoustic emission analysis of hard coatings cracking during indentation test. In BEHÚLOVÁ, M. -- KOŽÍŠEK, Z. -- POTÚČEK, Z. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020, s. 1--7.

DROBNÝ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. -- SAHUL, M. -- BABINCOVÁ, P. -- KOULA, V. Acoustic emission analysis of hard coatings cracking during indentation test. In Development of Materials Science in Research and Education (DMS - RE 2019). CSACG, 2019 Bratislava: 2019, s. 21. ISBN 978-80-8208-019-6.

SAHUL, M. -- HARŠÁNI, M. -- BABINCOVÁ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. -- SAHUL, M. -- DROBNÝ, P. Deposition and characterization of Ti-Al-C-N coatings. In BEHÚLOVÁ, M. -- KOŽÍŠEK, Z. -- POTÚČEK, Z. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020, s. 1--9.

SAHUL, M. -- HARŠÁNI, M. -- BABINCOVÁ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. -- SAHUL, M. -- DROBNÝ, P. Deposition and characterization of Ti-Al-C-N coatings. In Development of Materials Science in Research and Education (DMS - RE 2019). CSACG, 2019 Bratislava: 2019, s. 44. ISBN 978-80-8208-019-6.

BABINCOVÁ, P. -- SAHUL, M. -- DROBNÝ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. Morphological changes of the PVD coatings after isothermal annealing. In BEHÚLOVÁ, M. -- KOŽÍŠEK, Z. -- POTÚČEK, Z. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020, s. 1--15.

BABINCOVÁ, P. -- SAHUL, M. -- DROBNÝ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. Morphological changes of the PVD coatings after isothermal annealing. In Development of Materials Science in Research and Education (DMS - RE 2019). CSACG, 2019 Bratislava: 2019, s. 13. ISBN 978-80-8208-019-6.

DROBNÝ, P. -- ČAPLOVIČ, Ľ. -- KOULA, V. Zariadenie na diagnostiku signálov akustickej emisie počas mikroindentačnej skúšky. In Vrstvy a povlaky 2017. Trenčianska Teplá: M-PRESS, 2017, ISBN 978-80-972133-2-9.