Stáž v Platit a.s.

Tomáš Rada

28. června 2022

V červenci roku 2021 jsem se zúčastnil stáže ve firmě Platit a.s. v Šumperku. Přibližně po dobu jednoho měsíce jsem měl možnost seznámit se s náplní práce ve vývojovém oddělení firmy zabývající se průmyslovým povlakováním a vývojem aparatur k jejich depozici. Průběh stáže lze rozdělit tematicky do tří okruhů, které se lišily náplní práce a které zároveň kopírují hlavní zájmy vývojového oddělení firmy. Jsou jimi práce v mechanické dílně, obsluha laboratoře a hlavně příprava a průběh depozičních procesů.

1 Mechanická dílna

Firma zabývající se průmyslovým povlakováním využívá řadu sofistikovaných zařízení jejichž údržba vyžaduje úsilí zkušeného zručného pracovníka. Obzvláště ve vývojovém oddělení, kde jsou pracovní postupy poněkud odlišné od těch, se kterými se lze setkat ve výrobní sekci firmy, je nutno se vypořádat s mnoha technickými úskalími a prokázat efektivitu při hledání příčin závad v případě, že se technické zařízení nechová podle předpokladů. Krom těchto náhlých a nestandardních úkonů je práce technického pracovníka ve firmě zaměřena na údržbu povlakovacích zařízení, konstrukční inovace aparatur a repasi katod využívaných při depozičních procesech.

Jedním z úkonů údržby povlakovacích zařízení je čištění vakuové komory. Na povrch komory je deponováno velké množství materiálu. Když toto množství překročí určitou mez, může se vrstva odloupnout a její fragment pak vytvoří vodivé spojení katody se stěnou komory, což vyústí ve zkrat a přerušení procesu depozice. Materiál uložený na stěnách komory je možné odstranit ručně ocelovým kartáčem a následným vysáním vysavačem. Pokud je napovlakovaná část komory vyjmutelná (například krycí části katod tzv. shuttery), lze ji očistit pískováním. K tomuto účelu ve firmě slouží ruční pískovací zařízení Procarosa PROFI350.

Standardním činností před spuštěním procesu je výměna katody. Ve firmě Platit jsou používány zejména válcové katody o přibližné délce $\sim 1 \,\mathrm{m}$, které můžeme vidět na obrázku 1 na levé straně. Katody slouží v PVD proce-



Obrázek 1

sech jako zdroj materiálu pro růst vrstvy na substrátu. Mezi části z nichž se sestává můžeme řadit například tzv. striker sloužící k zapálení obloukového výboje na povrchu katody, dále pak ústrojí starající se o rotaci katody a magnety vytvářející magnetické pole v okolí katody. Toto vše za přístupu vody do určitých částí katody z důvodu jejího chlazení v průběhu procesu. Poměrně hmotná katoda je standardně vyjmuta z aparatury pomocí vysokozdvižného vozíku s háčkem, kterým je katoda vytažena nad komoru.

Důvodem k vyjmutí katody z aparatury může být její servis, která může spočívat například ve výměně zdrojového materiálu na katodě (vnější část katody), údržbě magnetického ústrojí katody nebo revizi a rekonstrukci těsnění chladicího systému katody.

2 Laboratoř

Depoziční procesy ve firmě produkují mnoho vzorků, které musí vykazovat požadovanou kvalitu v určitých vlastnostech. Tyto vlastnosti a charakteristiky jsou zkoumány pomocí několika měřicích přístrojů v laboratoři firmy. Kromě rutinního testování vzorků, jež mají být odeslány zákazníkovi, jsou prováděna hlavně na vzorcích vývojového oddělení pokročilejší měření. Běžně používanými jsou hlavně tři typy vzorků:

kolečka z rychlořezné oceli HSS (dále kolečko)

- trojúhelníky z tvrdokovu (dále trojúhelník)
- molybdenový pásek (dále pásek).

Tyto vzorky jsou nakládány na karusel, který je vidět na obrázku 1 v pravé části. Karusel rotuje uvnitř komory v průběhu depozice. Vzorky v karuselu mohou rotovat až třemi druhy rotace, čímž můžeme vylepšit rovnoměrnost tloušťky povlaku a zvýšit kapacitu zařízení pro různé typy nástrojů. Prvním z důležitých údajů, který potřebuje výzkumník znát, je tloušťka deponované vrstvy. Tu lze s určitými zkušenostmi odhadnout i před depozicí. Nicméně nejjistějším postupem je dokončení testovací depozice, která nám díky vzorku poskytne údaj o depoziční rychlosti procesu. Ta může záviset na nastavených parametrech napětí, magnetického pole, tlaku nebo na opotřebení katody. Tloušťka povlaku je určována z tzv. kaloty, což je kulová úseč vytvořená do vzorku (nejčastěji trojúhelníku) rotující koulí, na jejíž povrch je nanesena diamantová pasta. Na optickém mikroskopu můžeme poté pozorovat v ideálním případě dvě kružnice, které ohraničují povrch povlaku a povrch substrátu, na níž byl povlak deponován. Pomocí rozměrů těchto kružnic a poloměru koule, která kalotu vytvořila, lze tloušťku vrstvy vypočítat. Alternativním způsobem určení tloušťky je využití rastrovacího elektronového mikroskopu k vyobrazení lomu vrstvy.

Je-li potřeba, předchází vytváření kaloty měření drsnosti povrchu vzorku na zařízení AFM (atomic force microscopy, mikroskopie atomárních sil). Měření spočívá v pohybu tenkého hrotu na tzv. cantileveru v blízkém okolí povrchu vzorku ($\sim 2 \text{ nm}$). Podle zvoleného módu měření může hrot skenovat povrch v kontaktním módu, semi-kontaktním módu nebo nekontaktním módu. V kontaktním módu je hrot ovlivněn silnou repulzivní silou. Na cantilever poté svítí laserový paprsek, z jehož odrazu od cantileveru a detekce jeho signálu lze určit vertikální polohu hrotu. Takto je stanoven topografický profil. V semi-kontaktním módu, nebo též tapping módu, je nastavena konstantní frekvence oscilace cantileveru při kontaktu s povrchem. Amplituda jeho kmitů je ovlivněna morfologií povrchu. Systém má zájem na konstantní amplitudě oscilací. Změna amplitudy je systémem zaznamenána a vzdálenost cantileveru je upravena tak, aby se amplituda oscilací vrátila do nastavené hodnoty. Při nekontaktním módu osciluje ve větší vzdálenosti nad povrchem vzorku. Rezonantní frekvence cantileveru, která je nastavena, je narušena přitažlivými van der Waalsovými silami. Mapováním vzorku současně se změnou frekvence v závislosti na poloze nad ním jsme schopni získat topografický obraz povrchu.

Kolečka z rychlořezné oceli jsou využívána pro Rockwellův test tvrdosti. Při něm je provedena indentace hrotu do vzorku přesně stanoveným zatížením. Optickým mikroskopem lze v místech těchto vpichů zkoumat adhezní a kohezní integritu vrstvy. Jedním z nejdůležitějších parametrů vrstvy je její tvrdost. Ta je měřena na hraně trojúhelníku, kterému na jedné z jeho stran krouživým pohybem v diamantové pastě odstraníme svrchní stranu povlaku. Odkrytá objemová část vrstvy je poté podrobena měření nanoindentace hrotu na zařízení typu Fischerscope. Tento typ analýzy se nazývá dynamická mechanická analýza (DMA). Ze zátěžové křivky v grafu hloubky indentace a použité okamžité zatěžovací síly hrotu lze získat mimo jiné informaci o mikrotvrdosti a Youngově modulu pružnosti.

Trojúhelníky jsou též vkládány do rastrovacího elektronového mikroskopu se zařízením EDX. V tomto zařízení můžeme detailně zkoumat vzorek na povrchu nebo v lomu. Z jeho snímků získáme informace o topografii i vnitřní struktuře vrstvy. Pomocí EDX, což je metoda využívající interakci rentgenového záření se vzorkem, můžeme získat složení vzorku. Díky tomuto měření můžeme kalibrovat proces za účelem dosažení požadované stechiometrie povlaku.

Další dodatečnou informaci o povlaku získáváme z ohybu molyb
denového pásku. Ten se ohýbá vlivem vnitřního pnutí vrstvy, které je možné kvantifikovat pokročilou analýzou konfokálním mikroskopem Alicona s možností 3D analýzy. Výsledné pnutí vrstvy na povrchu $\sigma_{\rm surface}$ l
ze pak získat ze Stoneyho rovnice

$$\sigma_{\rm surface} = \frac{E(\mu)t^2}{6R},$$

kde E je Youngův modul pružnosti, který je v tomto případě funkcí Poissonova čísla μ , t je tloušťka vrstvy a R je poloměr křivosti.

3 Depozice

Po dobu stáže jsem se pod vedením Mojmíra Jílka, vedoucího vývojového oddělení firmy Platit, seznámil teoreticky i prakticky s používanými depozičními metodami. Všechny experimenty byly prováděny na aparatuře se dvěma dveřními katodami. Hlavní depoziční metodou bylo obloukové napařování. Ovládání aparatury probíhalo pomocí dotykové obrazovky s firemním softwarem, k němuž se dalo připojit i vzdáleně. Software umožňoval jak ruční řízení, tak i automatický provoz po spuštění receptu procesu. Podporoval také možnost exportu naměřených dat z průběhu procesu.

Výzkumná část mé stáže byla zaměřena na studium vlivu iontového toku na vrstvy TiAlN. Depozice probíhala ze dvou katod s hliníkovým, resp. titanovým terčem. Byly uskutečněny dvě série depozic při odlišném magnetickém poli (9,1 a 20,0 mT) u povrchu titanového terče. Katodová skvrna se při vyšším magnetickém poli pohybuje rychleji, ohřívá tedy povrch katody méně a odpar atomů je pomalejší. Zároveň je při vyšším magnetickém poli vyšší stupeň ionizace pracovního plynu. Myšlenkou za testovanými depozicemi byla snaha o dosažení co nejvyššího obsahu hliníku ve vrstvě při kubické fázi TiAlN. Při vysokém obsahu hliníku se ve vrstvě TiAlN začíná objevovat nezanedbatelný poměr hexagonální krystalografické fáze, která se vyznačuje zhoršenými mechanickými vlastnostmi, a sice plastickou tvrdostí $HU_{\rm pl}$ a Youngovým modulem pružnosti E. Zároveň je ale vrstva s vysokým obsahem hliníku chemicky odolnější proti oxidaci. Hypotézou, kterou měly tyto testy potvrdit či vyvrátit, byl vliv nastavení magnetického pole, a tedy iontového toku, na zlom v obsahu hliníku, při kterém dochází ke změně krystalografické fáze. Ta se projeví právě na mechanických vlastnostech vrstvy. Záměrem bylo též deponovat vrstvy při stejném vnitřním pnutí σ , které má na přechod krystalografických fází také vliv.

V grafu na obrázku 2 můžeme vidět závislost plastické tvrdosti a Youngova modulu pružnosti v závislosti na obsahu hliníku ve vrstvě pro magnetické pole 9,1 mT. Body vyobrazené v grafu měly hodnotu vnitřního pnutí v intervalu 1,5 – 2,7 GPa. Procentuální složení vrstvy bylo získáno pomocí energiově disperzní spektrometrie (EDX z angl. Energy-dispersive Xray spectroscopy). Závislost ukazuje zejména pro modul pružnosti pokles pro vyšší hodnoty obsahu hliníku. Můžeme si všimnout, že zlom nastává přibližně při hodnotě ~ 58% obsahu hliníku.

V grafu na obrázku 3 je zobrazena závislost plastické tvrdosti na obsahu hliníku pro vyšší magnetické pole (20,0 mT) při dvou různých předpětích na vzorky. Naměřené body měly vnitřní pnutí v rozmezí 1,5-2,5 GPa. Graf na obrázku 4 s Youngovým modulem pružnosti již ukazuje jasný zlom pro 51,2% Al.

Při analýze naměřených dat pro obě série depozic jsme se orientovali na Youngův modul pružnosti, který vykazoval stabilnější průběh. V datech plastické tvrdosti nebyly patrné příliš velké trendy. Závěrem můžeme tedy říci, že vyšší magnetické pole na katodě posouvá hranici přechodu krystalografických fází k nižšímu obsahu hliníku ve vrstvě. To by mohlo být způsobeno rozrušováním kubických vazeb TiAlN ionty pracovního plynu. Atomy adsorbované na povrch vzorku se zřejmě po takové interakci iontů plynu a vzorku přeuspořádají spíše do hexagonální krystalové mřížky než do kubické. Naše tvrzení však není příliš dobře podpořeno experimentálními daty z důvodu malého množství dat. Snaha o fixaci vnitřního pnutí vrstvy eliminovala mnoho získaných vzorků z validní analýzy. Nepřesnost v určování složení vrstev mohla naše závěry též znehodnotit.



Obrázek 2: Závislost plastické tvrdosti a Youngova modulu pružnosti na obsahu hliníku ve vrstvě pro magnetické pole $9.1\,{\rm mT}$



Obrázek 3: Závislost plastické tvrdosti na obsahu hliníku ve vrstvě při dvou různých předpětích na substrátu pro magnetické pole $20,0\,{\rm mT}$



Obrázek 4: Závislost Youngova modulu pružnosti na obsahu hliníku ve vrstvě při dvou různých předpětích na substrátu pro magnetické pole 20,0 mT

Pro rigorózní analýzu by bylo dobré změřit některé ze vzorků rengtenovou difrakcí (XRD), která by o krystalografickém uspořádání vrstev napověděla více než odhad pomocí mechanických vlastností. Práce na projektu pokračuje v současné chvíli depozicí AlCrN ze slitinové katody, která je složena ze 70% z hliníku a ze 30% z chromu. Díky takové depozici můžeme sledovat přímý vliv magnetického pole na mechanické vlastnosti při zafixované stechiometrii pohybující se v blízkosti zkoumané hranice přechodu krystalografických fází.